

网络出版时间:2025-11-28 10:26:57 网络出版地址:https://link.cnki.net/urlid/34.1065.R.20260129.0857.019

# 制备增强抗冲击性能的仿生口腔陶瓷牙冠材料及其体外生物相容性研究

曾庆胜<sup>1</sup>, 邹多宏<sup>1,2</sup>

(<sup>1</sup>安徽医科大学口腔医学院,安徽医科大学附属口腔医院,安徽省口腔疾病重点实验室,合肥 230032;<sup>2</sup>上海交通大学口腔医学院,上海交通大学医学院附属第九人民医院口腔外科,上海市口腔医学重点实验室,上海 200001)

**摘要** 目的 通过制备仿生纳米复合材料,表征其仿生结构、测试其准静态力学性能、动态力学性能及生物相容性,探索其作为口腔牙冠仿生复合材料的可能性。方法 使用扫描电镜与金相显微镜观察氧化铝微片和高岭土颗粒的微观形貌。将氧化铝微片与高岭土颗粒混合形成陶瓷浆料,再通过蒸发自组装技术形成复合薄膜;由无压烧结技术、有机物聚合处理后制备成多层复合陶瓷材料,用扫描电镜观察烧结前后及有机物灌注后的微观结构。用热重分析复合膜的有机物含量。利用X射线衍射分析烧结前后的晶相改变。通过力学试验机测试不同组别(层数依次为:50、16、8、4、2、1层)的压缩、抗弯强度。通过落球、落锤试验测试不同组别的能量耗散性能。通过CCK-8、活死细胞染色及细胞黏附实验探究复合材料的生物相容性。结果 陶瓷框架(CF)内部形成珍珠层结构,多层复合材料截面层次清晰。随着层次增多,有机物含量也提高。烧结后晶相发生改变,内部晶体结合。随着层数增加,其压缩和抗弯强度小幅下降,但是能量耗散性能大幅提高,落球试验和落锤试验结果最佳,分别能达到80.64%及11.65 kJ/m<sup>2</sup>。空白组和材料组之间的CCK-8及活死细胞染色结果均无明显差异;细胞能较好地黏附在复合材料上。结论 多层复合陶瓷材料兼具良好的准静态力学性能,卓越的动态力学性能和良好的生物相容性,有望成为口腔新型牙冠复合材料。

**关键词** 砖—泥结构;层叠结构;能量耗散;抗冲击;仿生牙冠材料

**中图分类号** R 783.1

**文献标志码** A **文章编号** 1000-1492(2026)02-0355-07

doi:10.19405/j.cnki.issn1000-1492.2026.02.023

伴随着医工交叉学科的蓬勃兴起,有关制造仿生牙冠材料的研究吸引了越来越多学者的目光<sup>[1-2]</sup>。目前,临床应用的陶瓷牙冠修复材料缺少牙釉质的层次结构<sup>[3]</sup>,与天然牙齿不匹配,因而导致修复失败<sup>[4]</sup>。因此,如何通过设计来提高牙冠陶瓷材料的抗冲击性能,解决陶瓷高强度与高韧性之间的矛盾成为目前研究者关注的重要问题<sup>[5-6]</sup>。生物结构材料能够巧妙地将多种相互排斥的力学性能整合在一起,比如珍珠层、墨鱼骨及河豚刺等<sup>[7-8]</sup>。其中,珍珠层作为一种天然材料,主要源自贝壳物种,其特性在于一旦开始断裂,就会发生灾难性的破坏<sup>[9]</sup>。这种微观结构促使断裂过程中的裂纹发生

偏转和能量耗散,并致使宏观断裂特性远远优于其成分的性质<sup>[10-11]</sup>。

因此,该研究通过自上而下的组装方法<sup>[7]</sup>构建多级结构设计的复合陶瓷,并研究其体外生物相容性。有望给口腔新型牙冠复合材料的研究提供一定理论依据。

## 1 材料与方法

**1.1 合成材料** 氧化铝微片(德国 Merck 生物公司);高岭土(江西建宏陶瓷陶艺材料批发有限公司);甲基丙烯酸甲酯、2,2-偶氮二异丁腈(上海阿拉丁生化科技股份有限公司);细菌纤维素分散液(桂林奇宏科技有限公司)。

**1.2 主要试剂与仪器**  $\alpha$ -改良的 Eagle 最低必需培养基、胰酶消化液、青-链霉素溶液、活死细胞染色试剂盒(货号:C2767-500ml、C0203-100ml、C0222、C2015S,上海碧云天生物技术有限公司);胎牛血清(美国 Gibco 公司,货号:A5256701);CCK-8 试剂(日本 DOJINDO 化学研究所,货号:CK04);98%浓

2025-10-24 接收

基金项目:国家自然科学基金项目(编号:32171347);国家重点研发计划项目(编号:2024YFC2418600);上海市卫生健康委员会卫生健康学科带头人培养计划项目(编号:2022XD038)

作者简介:曾庆胜,男,硕士研究生;

邹多宏,男,教授,研究员,博士生导师,通信作者,E-mail:zdhyy@ahmu.edu.cn

硫酸(货号:7664-93-9)、30%过氧化氢溶液(货号:7722-84-1)、硅烷化偶联剂 KH-570(货号:2530-85-0)、乙醇溶液(货号:64-17-5)、叔丁醇(货号:75-65-0)(中国国药化学集团有限公司);电子天平(德国赛多利斯公司,型号:HZK-FA210S);二氧化碳孵育箱(美国 Thermo Fisher Scientific 公司,型号:FORMA3111);酶标仪(瑞士 Tecan 公司,型号:Infinit 200Pro M nona);扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)(合肥国仪量子技术股份有限公司,型号:SEM3200);荧光显微镜(德国 Leica 公司,型号:DM600B);X 射线衍射仪(荷兰飞利浦公司,型号:X'Pert Pro Super X 射线衍射仪);金相显微镜(安徽越视揭秘仪器有限公司,型号:YM710 TR);热重分析仪(德国 Netsch 公司,型号:STA449F3);万能试验机(浙江戴纳自动化技术有限公司,型号:DANA-10KN)。

### 1.3 实验方法

**1.3.1 珍珠层状复合膜制备** 称取 1 g 高岭土加入 200 mL 去离子水中,搅拌均匀。随后将样品置入球磨机中,以 250 r/min 的转速球磨 10 h。此时,再向其中添加 9 g 氧化铝微片,继续球磨 2 h。球磨结束后,把浆料倒入烧杯中,加入 87.5 mL 细菌纤维素(bacterial cellulose, BC)生物分散剂,于机械搅拌台上以 350 r/min 的转速搅拌 6 h。将搅拌均匀的浆料注入 10 cm × 10 cm × 2 cm 的培养皿中,每个培养皿中加入 60 g 浆料,将培养皿放置在 40 °C 加热台上蒸发自组装 48 h。待膜烘干后揭下,裁切成 4.5 cm × 4.5 cm 大小的薄膜,其厚度约为 100 μm,备用。

**1.3.2 氧化铝陶瓷框架制备** 将上述氧化铝薄膜分别以 1、3、6、12、24、50 张的方式进行堆叠,各组内确保厚度统一,分批次置入粉末压片机中,加压 2 h(常温,60 MPa)。完成操作后取出,放进箱式炉中,以 10 °C/min 的速率升温至 1 600 °C,保持 180 min。烧制结束后,1、3、6、12、24、50 张的厚度对应分别约为 60、180、360、720、1 440、3 000 μm,备用。

**1.3.3 多层复合材料制备** 将烧制完成的 1、3、6、12、24、50 张的氧化铝陶瓷框架分别以 50L、16L、8L、4L、2L、1L 堆叠,保证总厚度控制在 3 mm。将陶瓷框架(ceramic framework, CF)进行硅烷化处理,首先配置食人鱼溶液(浓硫酸体积:过氧化氢溶液体积 = 1:1),将 CF 放置其中,真空灌注 30 min,浸泡 12 h 后取出;使用

去离子水反复清洗 CF 至 pH 为中性;配置 KH-570 乙醇溶液(硅烷化偶联剂 KH-570 体积:乙醇溶液体积 = 1:10),将 pH 中性的 CF 放置其中,真空灌注 30 min,浸泡 12 h 后烘干。配置聚甲基丙烯酸甲酯(polymethyl methacrylate, PMMA)溶液 20 mL,甲基丙烯酸甲酯(methyl methacrylate, MMA):2,2-偶氮二异丁腈(2,2'-Azobis, AIBN)质量比 1:0.005,将已经硅烷化偶联后的 CF 置于配好的溶液中,真空环境下灌注 30 min,随后将 CF 和 PMMA 溶液转移至圆形培养皿中(直径 5 cm),封口膜严密包裹,放置于 40 °C 加热板上,持续 4 d 完全固化后,使用金刚石线切割机取出。随后对每个 CF-PMMA 进行打磨抛光和超声冲洗、烘干,形成 40 mm × 40 mm × 3 mm 的多层复合材料。

**1.3.4 材料表征** 显微镜(microscope, OM)图像使用 YM710TR 金相显微镜的暗场模式获得。SEM 图像使用 Guoyi Quantum SEM 3200 钨灯丝扫描电子显微镜以 7 kV 的加速度获得。

热重分析(thermal gravimetric analyzer, TGA)数据使用 STA449F3 热重分析仪在 30 ~ 800 °C 的温度及 10 °C/min 及 20 mL/min 的流速下获得。在 TGA 的测试数据下计算 PMMA 质量占比,使用以下公式:

$$\text{PMMA 的质量比} = 100\% - m$$

其中,  $m$  是 PMMA 浸润 CF 在 800 °C 下燃烧后的质量占比。

X 射线衍射(X-ray diffraction, XRD)分析数据使用飞利浦 X'Pert Pro Super X 射线衍射仪获得。

在电子天平上称重,计算不同材料的密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),使用以下公式:

$$\rho = \frac{m_3 \rho_{\text{水}}}{m_1 - m_2}$$

其中,  $m_1$  是充分吸水后样品在空气中的质量,  $m_2$  是样品充分吸水后在水中的质量,  $m_3$  是样品充分干燥后在空气中的质量,  $\rho_{\text{水}}$  代表实验中使用的蒸馏水密度为 1  $\text{g}/\text{cm}^3$ 。

**1.3.5 力学测试** 压缩试验数据的获得使用万能试验机,将样品切割成边长均为 3 mm 的正方体,力加载方向为垂直于片层堆叠方向,其中样品 50L 测试分为垂直向与平行向(垂直于片层堆叠方向定义为 50L1,平行于片层堆叠方向定义为 50L2),加载速度为 1 mm/min。

抗弯试验数据的获得使用万能试验机,将样品切割成长 20 mm、宽 2 mm、厚 3 mm 的长方体,测试

跨距为 12 mm,力加载方向为垂直于片层堆叠方向,加载速度为 0.1 mm/min。

落球试验中,将样品切割成长 20 mm、宽 20 mm、厚 3 mm 的长方体,使用 2.1 g 钢球从距离样品 50 cm 处位置释放,使用摄像机记录样品回弹高度,通过回弹高度计算能量耗散率(%),使用以下公式:

$$\text{能量耗散率} = \frac{h_0 - h_1}{h_0} \times 100\%$$

其中, $h_0$ 是钢球释放高度, $h_1$ 是钢球第 1 次与样品接触后的回弹高度。

落锤试验中,将样品切割成长 20 mm、宽 20 mm、厚 3 mm 的长方体,用 370 g、直径 20 mm 的半圆形锤头落锤对样品表面垂直释放,检查样品表面有无碎裂,若完好则以 5 mm 为梯度逐渐提升高度,反复此流程直至样品碎裂,记录高度,通过高度计算击碎峰值能量,使用以下公式:

$$\text{击碎峰值能量} = \frac{mgh}{LD}$$

其中, $m$ 是落锤质量, $g$ 为 9.8 m/s<sup>2</sup>, $h$ 是击碎样品时落锤重心的高度, $L$ 是样品的长度, $D$ 是样品的厚度。

**1.3.6 细胞生物相容性实验** 按照国际标准组织(ISO/EN10993-12)规定提取 CF-PMMA 的浸提液,将高温高压消毒后的 CF-PMMA 样品浸泡于含 10% 胎牛血清和 1% 青-链霉素溶液的  $\alpha$ -MEM 培养基内 24 h,样品与培养基的比例为 1 g/10 mL。在 96 孔板内接种细胞,每组每个时间点 5 个复孔,每孔接种  $2.5 \times 10^3$  个 MC3T3-E1 细胞。接种 24 h 后更换培养基,对照组使用普通培养基培养,实验组使用对应的浸提液培养,此后每 3 d 换液 1 次。在 1、4、7 d 时分别弃去培养基, PBS 清洗 2 次,每孔加入 CCK-8 溶液(CCK-8: $\alpha$ -EME = 1:9)100  $\mu$ L,37  $^{\circ}$ C 孵育 2 h 后使用酶标仪读取每孔在 450 nm 处的吸光度值。

将复合材料制备成 6 mm 的圆形样品,消毒后放入 96 孔板中,5 个复孔,每孔接种  $1 \times 10^4$  个 MC3T3-E1 细胞。接种 24 h 后弃去孔内培养基,使用 PBS 缓冲液清洗 3 次,之后加入 4% 多聚甲醛溶液固定样品,固定 30 min 后弃去孔内液体,再次使用 PBS 缓冲液清洗 3 次,然后依次使用 50%、60%、70%、80%、90%、95%、100% 的乙醇溶液分别浸泡固定好的样品 10 min;接着使用叔丁醇浸洗样品 3 次,最后将叔丁醇弃去。将样品放入 -80  $^{\circ}$ C 冰箱过夜后再使用真空冷冻干燥机内进行冷冻干燥。完成后使用 SEM 进行观察。

按照国际标准组织(ISO/EN10993-12)规定提取 CF-PMMA 浸提液,将高温高压消毒后的 CF-PMMA 样品浸泡于含 10% 胎牛血清和 1% 青-链霉素溶液的  $\alpha$ -MEM 培养基内 24 h,样品与培养基的比例为 1 g/10 mL。在 6 孔板内放置直径 24 mm 爬片后接种细胞,每组每个时间点(1、4、7 d) 2 个复孔,每孔接种  $1 \times 10^5$  个 MC3T3-E1 细胞。接种 24 h 后更换培养基,对照组使用普通培养基培养,各组样品材料使用对应的浸提液培养,此后每 3 d 换液 1 次。在 1、4、7 d 时分别弃去培养基, PBS 清洗 2 次。按照活死细胞染色试剂盒使用说明进行染色操作:6 孔板每孔加入 1 mL 检测工作液[Calcein AM(1 000  $\times$ ):PI(1 000  $\times$ ):检测缓冲液 = 1:1:1  $\times 10^{-3}$ ],37  $^{\circ}$ C 避光孵育 30 min 后,弃去检测工作液, PBS 清洗 3 次,使用荧光显微镜进行观察。

**1.4 统计学处理** 本实验采用 GraphPad Prism 10.0 进行分析,所有数据资料采用均数  $\bar{x} \pm s$  标准差的形式表示。两组之间的数据比较采用  $t$  检验,多组数据之间的比较采用单因素方差分析,使用 Tukey HSD 法进行事后两两比较, $P < 0.05$  为差异有统计学意义。

## 2 结果

### 2.1 材料表征

**2.1.1 原材料** SEM 图像(图 1A)和 OM(图 1C)都显示出数十微米的氧化铝微片的形态,其与天然贝壳中的方解石类似<sup>[12]</sup>,SEM 图像(图 1B)和 OM(图 1D)显示出高岭土颗粒类似无规则小块。表明这两者相结合可以成功制备出多孔陶瓷基体。

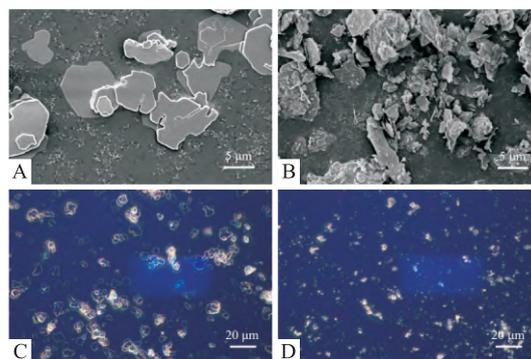


图 1 扫描电镜及金相显微镜下氧化铝微片与高岭土颗粒的微观表征

Fig. 1 Microscopic characterization of kaolin particles and alumina microplatelets under scanning electron microscopy and metallographic microscope

A: Alumina microplatelets  $\times 3000$ ; B: Kaolin particles  $\times 3000$ ; C: Alumina microplatelets  $\times 20$ ; D: Kaolin particles  $\times 20$ .

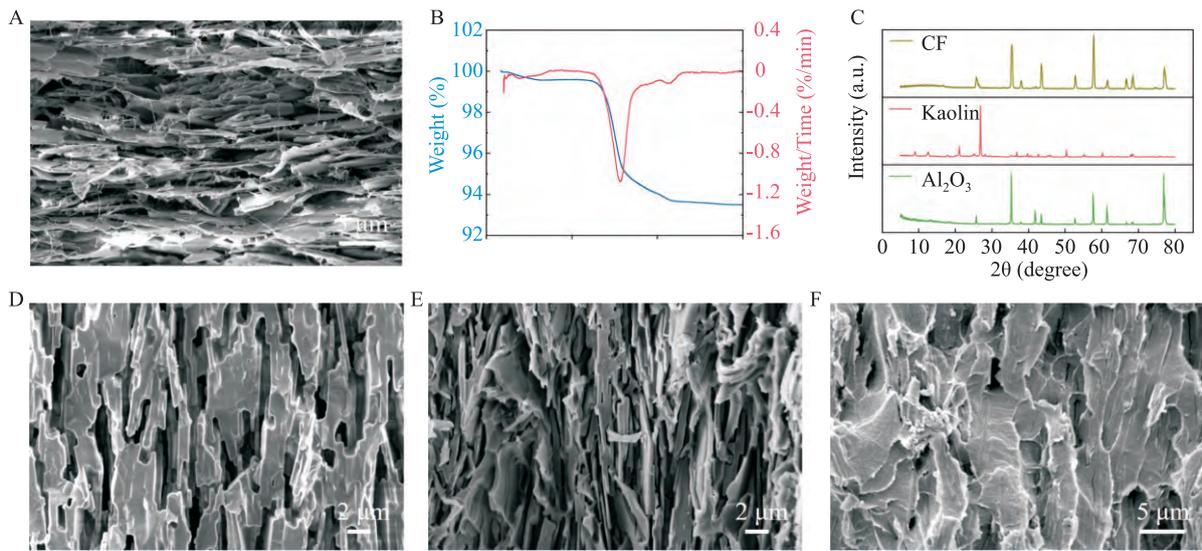


图2 扫描电镜下复合膜及陶瓷框架的微观表征

Fig. 2 Microscopic characterization of composite film and ceramic frame under scanning electron microscopy

A: Cross-section of composite film ×3 000; B: TGA of composite film; C: XRD of alumina microplatelets, kaolin particles and CF; D: Cross-section of CF ×4 000; E: Cross-section of CF-PMMA (Un-Silanization coupling) ×4 000; F: Cross-section of CF-PMMA (Silanization coupling) ×3 000.

**2.1.2 复合膜与陶瓷框架表征** 两者混合成浆料后,经过自蒸发组装形成复合膜,SEM 图像显示复合膜截面内的氧化铝微片被细菌纤维素的纳米纤维包绕形成层层堆叠状(图 2A),通过 TGA 数据结果(图 2B),计算出有机物含量约为 7%。在进行无压烧结后,SEM 图像显示内部的氧化铝微片与高岭土颗粒烧结形成多孔陶瓷框架(图 2D)。通过 XRD 测试结果可以看出,氧化铝微片和高岭土颗粒烧结后有效结合(图 2C)。在未硅烷化偶联处理过后直接灌注 PMMA,有机相与陶瓷相结合并不紧密(图 2E);通过硅烷化偶联处理后再进行 PMMA 灌注,SEM 图像表明有机相与陶瓷相连接紧密(图 2F)。

**2.1.3 材料基本特性** 随着层次增加,通过 TGA 测试结果可计算所灌注的 PMMA 质量占比(图 3A),随着层数增加,有机物占比逐渐提高( $F_{趋势} = 79.09, P < 0.001$ ),因此计算出不同层次数量的复合材料密度亦各不相同(图 3B)。

**2.2 力学性能** 通过对复合材料进行准静态和动态力学测试,证实本研究中的多层结构的作用。基于压缩测试数据,灌注 PMMA 后的复合材料(1L),其压缩强度相对于陶瓷框架(CF)提高了 2.28 倍;随着层次数量的增加,压缩强度未出现显著下降,仍维持在 180 MPa 以上;对 50L1 与 50L2 的压缩强度进行了对比(垂直于片层堆叠方向定义为 50L1,平行于片层堆叠方向定义为 50L2),由于 50L1 的片层方向与力加载方向一致,故而相对于 50L2,其压

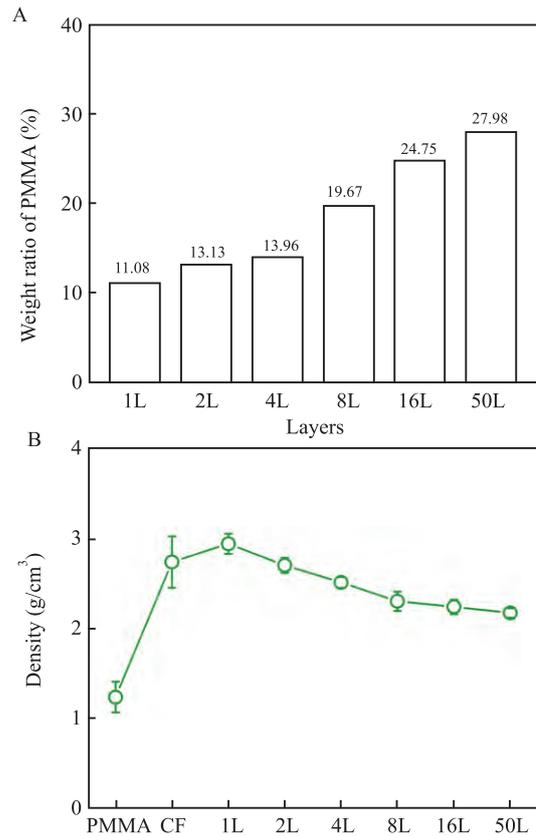


图3 多层复合陶瓷材料的基本特性表征

Fig. 3 Basic characterization of multilayer composite ceramic material

A: Weight ratio of PMMA with different layer numbers; B: density of composite material with different layer numbers.

缩强度有所降低(图 4A)。在弯曲试验中,灌注 PMMA 后的复合材料(1L),其弯曲强度相对于陶瓷

框架(CF)提高了1.74倍(图4B)。这些测试结果都符合多层结构设计所应有的准静态力学表现。动态测试中,落球回弹试验表明,灌注PMMA后的复合材料(1L)的能量耗散率高于纯PMMA,且与CF相当(图4C)。这一结果表明,纳米级的砖-泥结构在吸收冲击能量方面是有效的。CF较高的能量耗散率可能是由于其内部多孔微观结构的损伤所致。此外,随着层次的增加,能量耗散性能也逐渐提高。所得到的50L复合材料能量吸收率达到了80.64%。落锤冲击试验所得到的结果与落球试验结果相似(图4D),与CF相比,灌注PMMA后的复合材料需要更多的能量来击碎,50L的复合材料峰值能量达到约11.65 kJ/m<sup>2</sup>。这一结果直接证明了脆性-延展性层状材料在抗冲击性能方面的有效性。

**2.3 多层复合材料生物相容性实验** 通过MC3T3-E1细胞的CCK-8结果显示(图5A),使用CF-PMMA浸提液培养1、4、7 d后,同一测定时间的空白组、材料组之间的吸光度值无明显差异( $P > 0.05$ );将MC3T3-E1细胞接种在复合材料表面上1 d后,用4%多聚甲醛溶液固定样品,在扫描电镜下能明显观察到细胞可以较好地黏附在材料表面

(图5B);活死细胞染色实验结果显示(图5C),空白组、材料组上活死细胞比例无明显差异,证实本研究制备的多层复合材料具备良好生物相容性。

### 3 讨论

口腔临床牙冠修复陶瓷材料在使用期间,易因脆性过大这一问题而出现瓷崩裂的情况,而使用金属材料制成的牙冠在美观度方面存在不足<sup>[13]</sup>。氧化铝微片是一种性能卓越的功能陶瓷原料,具备出色的生物相容性与力学性能,并且其结构特征和天然贝壳中的片层具有极高的相似性<sup>[12]</sup>。基于此,研究者们认为可通过氧化铝微片来制备仿珍珠层陶瓷复合材料。

本实验通过氧化铝微片与高岭土颗粒相混合形成陶瓷浆料,然后借助蒸发自组装技术构建复合薄膜,并通过系统的表征展示了复合薄膜内部微片层叠形貌,证实制备的复合薄膜有着与天然贝壳相似的几何特征;在此基础上,经由无压烧结技术,使高岭土颗粒熔融连接氧化铝微片,形成多孔陶瓷框架;再经有机物聚合处理,得到多层复合陶瓷材料。本研究成功构建的多层复合陶瓷材料的微观结构

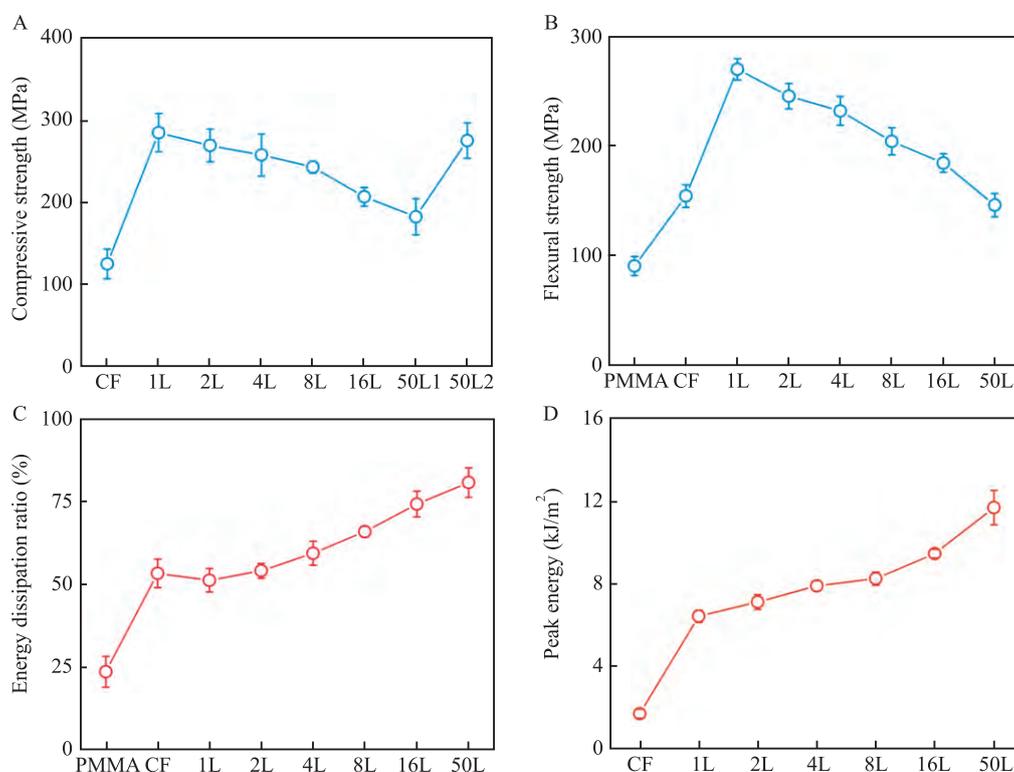


图4 多层复合陶瓷材料的准静态与动态力学性能

Fig. 4 Quasi-static mechanical properties and dynamic mechanical properties of multilayer composite ceramic material

A: Compressive strength of composite material with different layer numbers; B: Flexural strength of composite material with different layer numbers; C: Energy dissipation ratio of composite material with different layer numbers; D: Peak energy of composite material with different layer numbers.

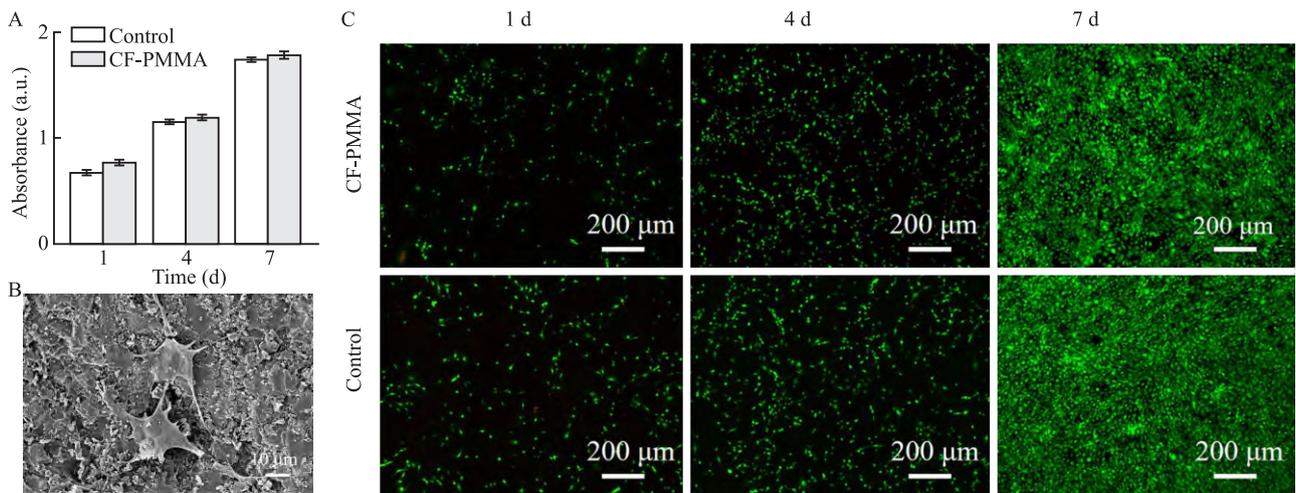


图5 多层复合陶瓷材料的生物相容性

Fig. 5 Biocompatibility of multilayer composite ceramic material

A: Results of CCK-8 assay; B: SEM image of the injected cells adhered to the surface of the composite material after 1 day  $\times 1\ 000$ ; C: Results of Live/Dead Staining 1, 4, 7 days after cell inoculation  $\times 50$ .

类似珍珠层以提供内在增韧机制,宏观多层结构则提供外在增韧机制,于不同尺度上融合了内外增韧机制。在实验研究中,首先对制备的多级结构复合陶瓷材料的形貌进行了全方位表征,证实了多级结构的成功构建;紧接着对不同组别复合陶瓷材料的力学性能进行测定,分析了有机物灌注效果以及多级结构设计的有效性。在准静态力学测试中,随着层数增多,压缩测试结果表现出下降趋势,但仍保持有一定的强度,并且逐渐表现出非破坏性的崩解;弯曲测试结果表现出与压缩测试相同的结果趋势。在动态抗冲击性能测试中,本课题研究的复合陶瓷动态抗冲击性能表现得到了明显增强,具体表现为落球试验和落锤试验结果最佳分别达到了80.64%及11.65 kJ/m<sup>2</sup>。此外,体外细胞实验<sup>[14]</sup>结果显示,多层复合陶瓷材料具备良好的生物相容性,这为后续开发临床应用复合陶瓷材料提供了一定的理论基础。

#### 参考文献

- [1] Song H, Liu Z, Zou Z. Biomimetic construction of the enamel-like hierarchical structure[J]. *Chem Res Chin Univ*, 2023, 39(1): 61-71. doi: 10.1007/s40242-023-2336-6.
- [2] Yu H P, Zhu Y J, Lu B Q. Dental enamel-mimetic large-sized multi-scale ordered architecture built by a well controlled bottom-up strategy [J]. *Chem Eng J*, 2019, 360: 1633-45. doi: 10.1016/j.cej.2018.11.025.
- [3] Zhao H, Liu S, Lu J, et al. Natural tooth enamel and its analogs [J]. *Cell Rep Phys Sci*, 2022, 3(7): 100945. doi: 10.1016/j.xcrp.2022.100945.
- [4] Wong H M, Zhang Y Y, Li Q L. An enamel-inspired bioactive material with multiscale structure and antibacterial adhesion property[J]. *Bioact Mater*, 2021, 7: 491-503. doi: 10.1016/j.bioactmat.2021.05.035.
- [5] Shen X, Zhang L, Ren Z, et al. Improvement of mechanical properties of bio-inspired layered Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/BN ceramics [J]. *Ceram Int*, 2024, 50(11): 18220-6. doi: 10.1016/j.ceramint.2024.02.306.
- [6] Ritchie R O. The conflicts between strength and toughness [J]. *Nat Mater*, 2011, 10(11): 817-22. doi: 10.1038/nmat3115.
- [7] Zhang Z B, Gao H L, Wen S M, et al. Scalable manufacturing of mechanical robust bioinspired ceramic-resin composites with locally tunable heterogeneous structures [J]. *Adv Mater*, 2023, 35(14): e2209510. doi: 10.1002/adma.202209510.
- [8] 陈建奇. 仿贝壳结构氧化铝陶瓷复合材料的制备与性能研究 [D]. 济南: 山东大学, 2023. doi: 10.27272/d.cnki.gshdu.2023.000894.
- [8] Chen J Q. Preparation and properties of nacre-like structural Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic composites [D]. Jinan: Shandong University, 2023. doi: 10.27272/d.cnki.gshdu.2023.000894.
- [9] Woigk W, Poloni E, Grossman M, et al. Nacre-like composites with superior specific damping performance [J]. *Proc Natl Acad Sci USA*, 2022, 119(31): e2118868119. doi: 10.1073/pnas.2118868119.
- [10] Pan X F, Wu B, Gao H L, et al. Double-layer nacre-inspired polyimide-Mica nanocomposite films with excellent mechanical stability for LEO environmental conditions [J]. *Adv Mater*, 2022, 34(2): e2105299. doi: 10.1002/adma.202105299.
- [11] Barthelat F. Designing nacre-like materials for simultaneous stiffness, strength and toughness: optimum materials, composition, microstructure and size [J]. *J Mech Phys Solids*, 2014, 73: 22-37. doi: 10.1016/j.jmps.2014.08.008.
- [12] Wang W, Sun G, Chen Y, et al. Preparation and mechanical properties of boron nitride nanosheets/alumina composites [J]. *Ceram Int*, 2018, 44(17): 21993-7. doi: 10.1016/j.ceramint.2018.08.314.

- [13] Iftikhar S, Jahanzeb N, Saleem M, et al. The trends of dental biomaterials research and future directions: a mapping review [J]. *Saudi Dent J*, 2021, 33 (5) : 229-38. doi: 10.1016/j.sdentj.2021.01.002.
- [14] 赵正宜, 肖剑虹, 刘重远, 等. 聚乙烯醇-细菌纤维素复合可吸收生物屏障膜的制备及理化性能研究[J]. *安徽医科大学学报*, 2022, 57(10) : 1513-7. doi: 10.19405/j.cnki.issn1000-1492.2022.10.001.
- [14] Zhao Z Y, Xiao J H, Liu C Y, et al. Preparation and characterization of poly (vinyl alcohol)/bacterial cellulose guided bone regeneration composite film [J]. *Acta Univ Med Anhui*, 2022, 57 (10) : 1513-7. doi: 10.19405/j.cnki.issn1000-1492.2022.10.001.

## Preparation of bio-inspired dental crown materials with enhanced impact resistance and its *in vitro* biocompatibility research

Zeng Qingsheng<sup>1</sup>, Zou Duohong<sup>1,2</sup>

(<sup>1</sup> College & Hospital of Stomatology, Anhui Medical University, The Affiliated Stomatological Hospital of Anhui Medical University, Key Lab of Oral Diseases Research of Anhui Province, Hefei 230032; <sup>2</sup> Stomatological College of Shanghai Jiao Tong University, Department of Oral Surgery of Shanghai Jiao Tong University Affiliated Shanghai Ninth People's Hospital, Shanghai Key Laboratory of Stomatology, Shanghai 200001)

**Abstract Objective** To prepare biomimetic nanocomposites, characterize their biomimetic structures, test their quasi-static mechanical properties, dynamic mechanical properties and biocompatibility, and to explore the possibility of them as biomimetic composite materials for oral crowns. **Methods** The microstructure of alumina microplatelets and kaolin particles was observed using scanning electron microscopy (SEM) and metallographic microscopy. Alumina microplatelets were mixed with kaolin particles to form a ceramic slurry, which was then used to prepare a composite film *via* evaporation-induced self-assembly. The multilayer composite ceramic material was produced through pressureless sintering followed by organic polymer treatment. The microstructures before and after sintering, as well as after polymer infiltration, were observed using SEM. The organic content of the composite film was analyzed by thermogravimetric analysis. Phase composition changes before and after sintering were examined using X-ray diffraction. The compressive and flexural strengths of different groups with varying numbers of layers (specifically 50, 16, 8, 4, 2, and 1 layers) were tested using a universal mechanical testing machine. The energy dissipation performance of the different groups was evaluated through drop ball and drop hammer tests. The biocompatibility of the composite material was investigated using the CCK-8, live/dead cell staining, and cell adhesion experiments. **Results** The ceramic framework (CF) exhibited a nacre-like structure internally, with clearly defined layered interfaces in the cross-section of the multilayer composite. The organic content increased proportionally with the number of layers. After sintering, the crystal phase underwent transformation, and internal crystal bonding occurred. As the number of layers increased, the compressive and flexural strengths showed a modest decline, while the energy dissipation performance improved significantly. The optimal results from the drop ball test and drop hammer test reached 80.64% and 11.65 kJ/m<sup>2</sup>, respectively. No significant differences were observed in CCK-8 assays and live/dead cell staining between the blank control group and the material group. Cells adhered favorably to the composite material. **Conclusion** Multilayer composite ceramic materials exhibit excellent quasi-static mechanical properties, remarkable dynamic mechanical performance, and superior biological compatibility. It is verified that the hierarchically designed, nacre-like composite successfully fabricated in this work is anticipated to become a novel type of composite dental crown material for oral applications.

**Key words** brick-mortar structure; laminated structure; energy dissipation; impact resistance; bio-inspired dental crown materials

**Fund programs** National Natural Science Foundation of China (No. 32171347); National Key Research and Development Program of China (No. 2024YFC2418600); Health Discipline Leader Cultivation Program of Shanghai Municipal Health Commission (No. 2022XD038)

**Corresponding author** Zou Duohong, E-mail: zdhy@ahmu.edu.cn