

[文章编号] 1000-1182(2009)05-0473-06

·基础研究·

# 牙科着色氧化钇稳定四方多晶氧化锆陶瓷的结构与性能

伊元夫<sup>1</sup> 王晨<sup>2</sup> 温宁<sup>3</sup> 林勇钊<sup>2</sup> 田杰谟<sup>2</sup>

(1.武警总医院 口腔科, 北京 100039;

2.清华大学 新型陶瓷与精细工艺国家重点实验室, 北京 100084; 3.解放军总医院 口腔科, 北京 100853)

**[摘要]** 目的 添加不同着色剂组合, 配制着色的牙科氧化钇稳定四方多晶氧化锆(3Y-TZP)陶瓷, 分析着色后材料的显微和晶相结构, 并测定其理化、机械及抗低温时效性能。方法 将TZ-3Y-S粉体与一定组分的着色剂球磨混合后, 在200 MPa压力下等静压成型, 先于1 050 °C预烧结2 h, 然后在1 500 °C终烧结2 h, 烧制5种具有一定颜色的氧化锆材料, 测量烧结体的密度、收缩率、热膨胀系数、维氏硬度、三点弯曲强度、断裂韧性和化学稳定性; 通过扫描电镜和X线衍射观察着色后材料的显微和晶相结构, 并测试着色对材料抗低温时效性能的影响。结果 着色后3Y-TZP陶瓷烧结密度在99.7%以上, 烧结收缩率约20%, 热膨胀系数为 $11 \times 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ ; 晶粒大小均匀, 主要断裂方式为穿晶断裂, 主晶相为四方相氧化锆( $t\text{-ZrO}_2$ ); 在弱酸性条件下具有较好的化学稳定性; 5组着色氧化锆陶瓷的三点弯曲强度较未着色组略有降低, 但均在900 MPa以上, 断裂韧性略有提高, 经低温时效处理后四方相到单斜相( $m\text{-ZrO}_2$ )的相变量约40%, 但弯曲强度没有降低。结论 3Y-TZP陶瓷经过着色后, 具有优良的理化和机械性能, 能够满足牙科临床应用的要求。

**[关键词]** 牙科陶瓷; 颜色; 机械性能

**[中图分类号]** R 783.1 **[文献标志码]** A **[doi]** 10.3969/j.issn.1000-1182.2009.05.002

**Structure and properties of colored dental tetragonal zirconia stabilized by yttrium ceramics** *YI Yuan-fu<sup>1</sup>, WANG Chen<sup>2</sup>, WEN Ning<sup>3</sup>, LIN Yong-zhao<sup>2</sup>, TIAN Jie-mo<sup>2</sup>. (1. Dept. of Stomatology, The General Hospital of Chinese People's Armed Police Forces, Beijing 100039, China; 2. State Key Laboratory of New Ceramics and Fine Processing, Tsinghua University, Beijing 100084, China; 3. Dept. of Stomatology, The General Hospital of Chinese PLA, Beijing 100853, China)*

**[Abstract]** **Objective** To investigate the structure, mechanical and low temperature aging properties of colored dental zirconia ceramics. **Methods** 5 graded colored dental zirconia ceramics were made by adding colorants and their combinations into a 3Y-TZP (tetragonal zirconia stabilized by 3mol% yttrium) powder, the green body were compacted at 200 MPa, pre-sinter at 1 050 °C and maintained for 2 h, then densely sintered at 1 500 °C for 2 h. Specimens were cut from each of the 5 graded colored blocks. Physical, mechanical properties as well as chemical stability were tested, microstructure were observed, crystalline phase were identified by X-ray diffraction (XRD), aging properties were assessed by measurement of the relative content of monoclinic phase and bending strength testing. **Results** The overall density of colored zirconia ceramics was over 99.7%, linear shrinkage was about 20%, while thermal expansion coefficient was about  $11 \times 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ , the crystalline phase was tetragonal, bending strength was over 900 MPa which was slightly lowered than that of the uncolored zirconia, fracture toughness was slightly higher. Good chemical stability in acetic acid was observed. After aging treatment, tetragonal-to-monoclinic phase transformation was detected up to 40%, while bending strength was not significantly degraded. **Conclusion** The results showed that colored 3Y-TZP ceramics presented good mechanical properties even after aging treatments, and was suitable for dental clinical use.

**[Key words]** dental ceramics; color; mechanical properties

[收稿日期] 2008-11-27; [修回日期] 2009-02-27

[基金项目] 国家自然科学基金资助项目(30700961)

[作者简介] 伊元夫(1973—), 男, 辽宁人, 副主任医师, 博士

[通讯作者] 伊元夫, Tel: 010-88276696

氧化钇稳定四方多晶氧化锆( $\text{Y}_2\text{O}_3$  stabilized tetragonal zirconia polycrystals, Y-TZP)陶瓷材料具有优异的机械性能、生物安全性、一定的半透明性

和低热传导率，因而成为理想的口腔后牙区修复材料。目前商品化医用级的Y-TZP陶瓷粉体多呈白色，制作的基底冠明度较高，为了遮色而增加饰面瓷厚度的方法并不可取，对白色氧化锆进行着色是目前临床应用的趋势。临床上主要采用染色液浸泡和粉体混合本体着色2种方法，所用着色剂通常是稀土氧化物和过渡金属氧化物<sup>[1-2]</sup>。研究<sup>[1-2]</sup>表明，添加单一氧化物进行着色不能完全满足牙科修复的颜色要求，有的氧化物还对材料的力学性能产生负面影响。经过前期的研究<sup>[3]</sup>，本课题组筛选了着色效果好且对材料的力学性能影响较小的氧化铁、三氧化二铋和氧化铈，添加到3Y-TZP陶瓷粉体中，配制出具有5种颜色的系列牙科着色氧化锆陶瓷，本研究拟对其理化、机械性能和抗时效性能进行测试。

## 1 材料和方法

### 1.1 材料

TZ-3Y-S粉体(Tosoh公司, 日本), 氧化铁、氧化铋、氧化铈(北京化学试剂公司)均为分析纯, 其中氧化铁质量分数为0.03%~0.2%, 氧化铋质量分数为0~0.15%, 氧化铈质量分数为0~1%, 硅钼棒电炉(上海康太高温元件电炉厂)。

### 1.2 着色氧化锆的制备

将TZ-3Y-S粉体分别与5种不同比例的着色剂配方混合, 每球磨罐合计100 g, 与无水乙醇按1:1比例混合球磨24 h, 球磨后烘干, 过50目筛, 将此粉体在模具中抽真空后, 在200 MPa压力下等静压成型, 放入电炉中在1 050 °C预烧结2 h, 致密烧结为1 500 °C烧结2 h, 共烧制5种具有一定颜色的氧化锆材料, 颜色系列命名为 ~ 。

### 1.3 着色氧化锆的物理及力学性能测试

1.3.1 密度、收缩率及热膨胀系数的测量 采用Achimedes方法测量样品的致密烧结后密度, 并计算线性收缩率。采用DIL 402 PC型热膨胀仪(Netsch公司, 德国)测试样品在室温到600 °C的热膨胀系数。

1.3.2 显微硬度的测试 用HV-1000型显微硬度计测量样品的维氏硬度, 载荷50 N, 加载时间15 s。

1.3.3 三点弯曲强度的测试 根据ISO6872牙科陶瓷标准, 从终烧体上切取长方形陶瓷块, 加工成25 mm×4 mm×1.2 mm的试条, 5个颜色组每组10个试样, 研磨抛光。在Zwick Z005材料试验机上测试(Zwick Gmbh公司, 德国)。试样跨距15 mm, 加载速率0.5 mm·min<sup>-1</sup>, 每种试样数10个, 三点弯曲强度采用公式进行计算,  $\sigma = \frac{3PL}{2bh^2}$ , 其中:  $\sigma$ 为三点弯曲强度(MPa);  $P$ 为断裂载荷(N);  $L$ 为跨距(mm);  $b$ 为

试样宽度(mm);  $h$ 为试样高度(mm)。

1.3.4 断裂韧性的测试 用HV-50维氏硬度计压痕法测试。测试载荷200 N, 持续时间15 s, 每个样品测试5点, 取平均值。用公式计算断裂韧性 $K_{IC}$ ,  $K_{IC} = 0.016 \times (\frac{E}{H_v})^{1/2} \times (\frac{P}{C^{3/2}})$ , 其中 $K_{IC}$ 为断裂韧性(MPa·m<sup>1/2</sup>);  $E$ 为弹性模量(GPa), 取值210 GPa;  $H_v$ 为维氏硬度(GPa);  $P$ 为加载负荷(N);  $C$ 为从压痕中心测量的裂纹扩展长度( $\mu$ m)。

1.3.5 化学稳定性 根据牙科陶瓷材料的国际标准ISO6872, 试样规格为16 mm×1.6 mm, 测量试样的质量 $W_0$ , 放入4%乙酸溶液中浸泡16 h, 然后取出试样, 清洗烘干, 称量试样的质量 $W_1$ 。用失重 $C$ 来衡量材料的化学稳定性,  $C$ 的计算公式为 $C = \frac{W_0 - W_1}{S}$ ,  $S$ 是试样的表面积。 $C$ 越小, 表示材料在弱酸性条件下的化学稳定性越好。

1.3.6 显微结构和晶相分析 材料断口形貌观察采用JSM-6301F场发射枪扫描电镜(Jeol公司, 日本), 试样表面喷金处理。相分析采用X射线衍射仪(X-ray diffractometer, XRD), 用铜靶 $K\alpha$ 线, 广角连续扫描,  $2\theta$ 从20°到80°, 步长0.02°, 4°·min<sup>-1</sup>。

1.3.7 时效性能 加工样品色号为 ~ 及未着色的三点弯曲样品(每组10根), 放入高压蒸汽消毒炉中, 时效条件是134 °C, 0.2 MPa压力, 维持时间分别为5 h。高温高压消毒炉运行50 min为一个循环。每一个循环中, 炉内温度在134 °C的保持时间为10 min, 运行6个循环即可保证样品在134 °C条件下存放了1 h, 至5 h共需做30个循环。测试时效前后材料表面 $m$ 相相变量和三点弯曲强度的变化。单斜相的相对含量用公式4计算,  $V_m = \frac{I_{h(110)} + I_{h(11\bar{1})}}{I_{h(110)} + I_{h(110)} + I_{h(11\bar{1})}}$ , 式中 $V_m$

为试样中单斜相的体积百分数,  $I_{h(110)}$ 、 $I_{h(11\bar{1})}$ 、 $I_{h(111)}$ 分别为单斜相(111)、(11 $\bar{1}$ )面以及四方相(111)面的衍射强度。

1.3.8 统计学分析 用Origin 7.0软件(Origin Lab公司, 美国)对所获数据作图形处理, 氧化锆时效前、后的力学性能作单因素方差分析及Tukey检验, 检验水平 $\alpha=0.05$ 。

## 2 结果

### 2.1 密度和烧结收缩率及热膨胀系数

实验测试 ~ 系列着色3Y-TZP陶瓷的密度、烧结收缩率和热膨胀系数见表1, 图1给出了 ~ 系列着色3Y-TZP陶瓷的热膨胀曲线。从结果可见 ~ 陶瓷均致密烧结, 随着着色剂含量增大, 烧结收缩率下降, 但总体在20%左右。从室温到580 °C

这一温度范围内,着色3Y-TZP陶瓷基本属于线性膨胀,着色3Y-TZP陶瓷热膨胀系数约为 $11 \times 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ 。

表1 着色3Y-TZP陶瓷的密度和烧结收缩率及热膨胀系数

Tab 1 The density, linear shrinkage and thermal expansion coefficients of the colored 3Y-TZP ceramics

配方标号	相对密度/%	烧结收缩率/%	热膨胀系数 $_{20-300^\circ\text{C}}/10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$
I	99.8	20.5	11.04
II	99.7	20.1	11.02
III	99.7	20.0	11.16
IV	99.7	19.5	11.05
V	99.8	19.2	10.95

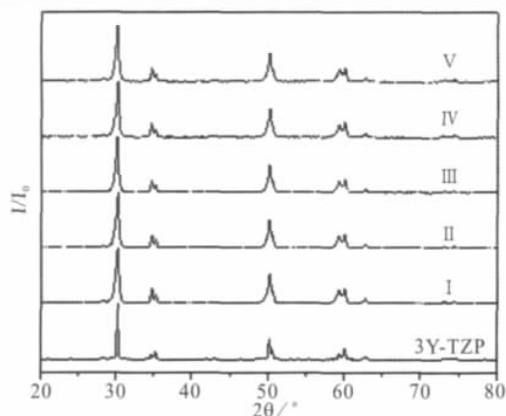


图1 I~V系列着色3Y-TZP陶瓷烧结体的XRD图谱

Fig 1 The XRD pattern of the 5 colored 3Y-TZP ceramics

## 2.2 机械性能

着色氧化锆I~V的机械性能测试结果见表2。三点弯曲强度统计结果 $F$ 值为6.312 4,  $P$ 值为0.000 0,表明着色氧化锆I~V的三点弯曲强度差异有统计学意义。

表2 着色3Y-TZP陶瓷的力学性能

Tab 2 The mechanical properties of colored dental 3Y-TZP ceramics

着色3Y-TZP 标号	维氏硬度 /GPa	三点弯曲强度 /MPa	断裂韧性 /MPa·m <sup>1/2</sup>
I	12.52±0.09	1 136±177	5.47±0.04
II	12.58±0.10	1 111±198	5.48±0.17
III	12.49±0.14	910±149	5.51±0.17
IV	12.35±0.07	965±136	5.61±0.33
V	12.52±0.14	919±153	5.41±0.01
3Y-TZP(未着色)	12.42±0.15	1 300±169	4.97±0.48

## 2.3 着色3Y-TZP陶瓷的化学稳定性

参照ISO6872的测试方法测定了着色氧化锆的化学稳定性,这5种着色氧化锆的失重 $C$ 为20~30  $\mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$ ,ISO6872规定底层瓷材料的失重 $C$ 不得超过2 000  $\mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$ ,可见,着色氧化锆I~V在弱酸

性条件下具有较好的化学稳定性。

## 2.4 着色3Y-TZP陶瓷的结构与晶相分析

图1为系列着色3Y-TZP陶瓷样品的XRD测试结果,图中以未添加着色剂的3Y-TZP陶瓷样品作对照。各衍射谱线的主要衍射峰位置与四方相 $\text{ZrO}_2$ 的标准衍射峰相吻合,可见主晶相为四方相氧化锆;各谱线均没有氧化物着色剂的衍射峰。用扫描电镜对I~V系列着色3Y-TZP陶瓷的微观形貌进行观察,结果照片为图2~6。从图2~6中可以看出,5种着色3Y-TZP陶瓷烧结致密,晶粒大小均匀,为0.5~0.7  $\mu\text{m}$ 。材料的断裂方式为穿晶断裂和沿晶断裂。

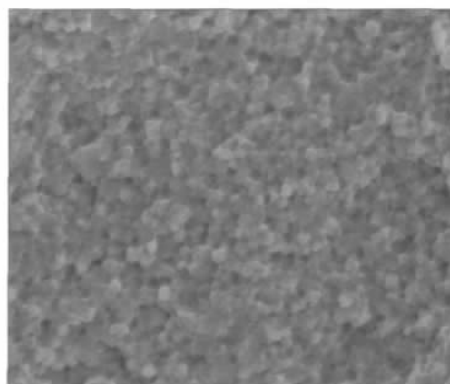


图2 着色3Y-TZP陶瓷I断面照片 SEM ×5 000

Fig 2 The fractured surface image of color No. I ceramic SEM ×5 000

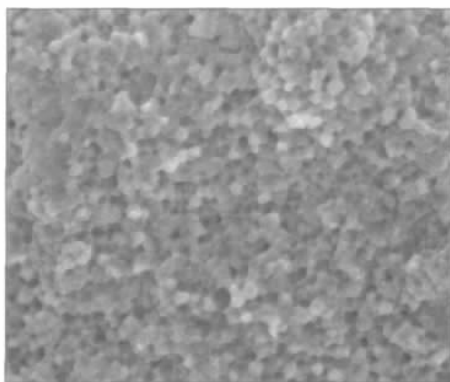


图3 着色3Y-TZP陶瓷II断面照片 SEM ×5 000

Fig 3 The fractured surface image of color No. II ceramic SEM ×5 000

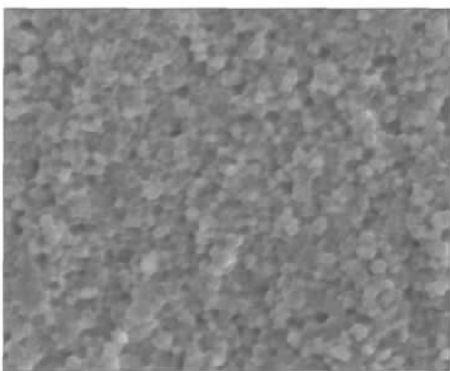


图4 着色3Y-TZP陶瓷III断面照片 SEM ×5 000

Fig 4 The fractured surface image of color No. III ceramic SEM ×5 000

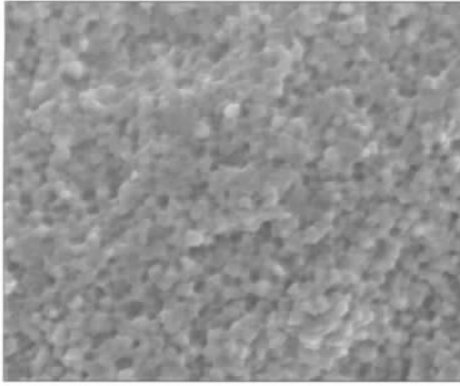


图 5 着色3Y-TZP陶瓷IV断面照片 SEM ×5 000  
Fig 5 The fractured surface image of color No. IV ceramic SEM ×5 000

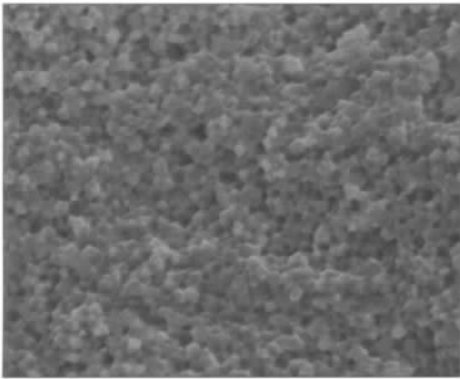


图 6 着色3Y-TZP陶瓷V断面照片 SEM ×5 000  
Fig 6 The fractured surface image of color No. V ceramic SEM ×5 000

着色剂添加量最大的V样品的能谱分析结果如图7, 各元素的含量见表3, 表中的C元素可能是做电镜样品过程中带进去的污染物, Hf是氧化锆伴生元素, 结果显示没有检测到着色剂元素。

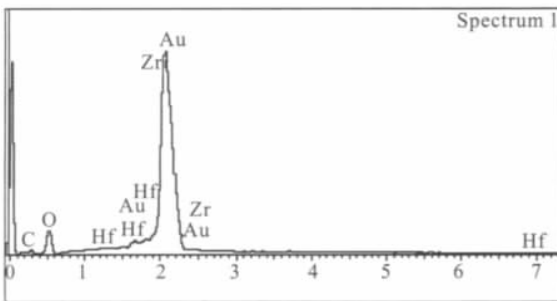


图 7 着色3Y-TZP陶瓷V样品能谱分析  
Fig 7 The energy dispersive analysis system of X-ray analysis of color No. V ceramic

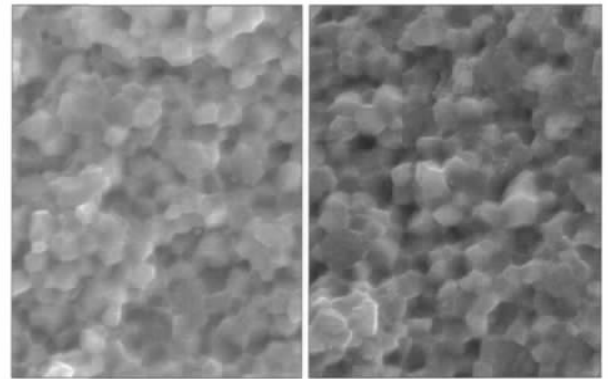
### 2.5 低温时效性能 (low-temperature degradation, LTD)

图8和图9为时效前后2种着色3Y-TZP陶瓷烧结体断口的扫描电镜照片。可见时效前后的着色3Y-TZP陶瓷晶粒生长较为均匀, 晶粒大小主要为0.5~0.7 μm, 结构致密无气孔, 断裂则表现为沿晶和穿

晶混合型断裂方式。对时效前后的样品作X射线衍射分析, 结果如图10; 时效前、后三点弯曲强度及相变量如表4所示, 2种样品时效后的相变量都接近40%, 时效前后2组t检验结果为: 着色3Y-TZP No. I P值为0.053 74, 着色3Y-TZP No. V P值为0.091 43, 未着色3Y-TZP的P值为0.030 02。

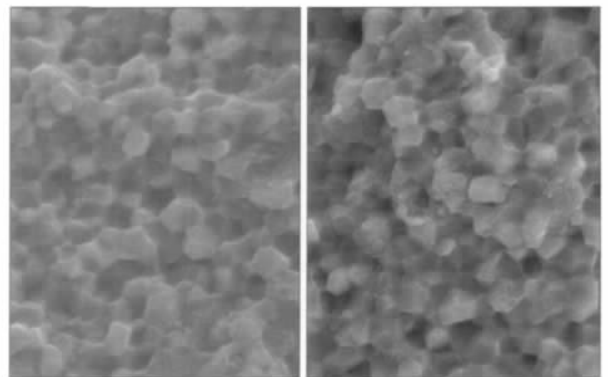
表 3 V样品能谱分析中各元素的含量  
Tab 3 The elements content of No. V ceramic analyzed from energy dispersive analysis system of X-ray

元素	质量百分比/%	原子百分比/%
C	4.11	17.14
O	14.10	44.13
Zr	60.68	33.32
Hf	1.57	0.44
Au	19.54	4.97
合计	100.00	100.00



左: 时效前; 右: 时效后。  
图 8 时效前后着色3Y-TZP陶瓷 I 烧结体断口的照片 SEM ×10 000

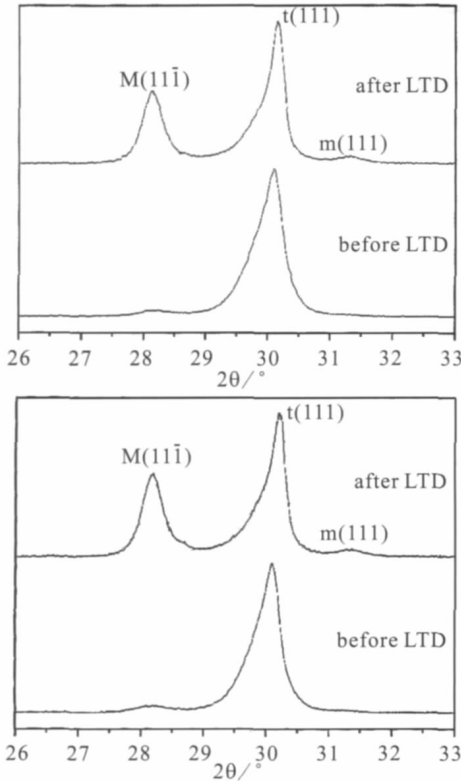
Fig 8 Images of the fracture surface of color No. I ceramic before and after aging SEM ×10 000



左: 时效前; 右: 时效后。  
图 9 时效前后着色3Y-TZP陶瓷 V 烧结体断口的照片 SEM ×10 000

Fig 9 Images of the fracture surface of color No. V ceramic before and after aging SEM ×10 000





上: 着色3Y-TZP陶瓷 I; 下: 着色3Y-TZP陶瓷 V。

图 10 低温时效样品XRD图谱

Fig 10 The XRD patterns of color No. I and color No. V ceramics before and after aging

表 4 时效前、后三点弯曲强度及相变量的比较

Tab 4 The bending strength and relative content of monoclinic phase of color No. I and color No. V ceramics before and after aging

样品	时效前		时效后	
	三点弯曲强度/MPa	m相体积百分数/%	三点弯曲强度/MPa	m相体积百分数/%
着色3Y-TZP	1 136±177	7.24	1 185±189	38.08
着色3Y-TZP	919±153	7.83	1 027±103	40.86
未着色3Y-TZP	1 300±169	2.71	1 158±111	37.61

### 3 讨论

在牙科修复中,除了要考虑材料的力学性能外,还需重视材料的色泽和美观的要求。白色的氧化锆陶瓷基底不利于后期制作的颜色匹配,而如果氧化锆本身颜色被调整到拟修复牙齿的明度和饱和度,牙齿配色将会变得简单易行。本课题组基于临床应用考虑,以VITA-3D-Master比色板为参考,通过筛选氧化物着色剂,尝试配制了5种具有不同明度和饱和度的本体着色氧化锆陶瓷,其颜色均一,光学效果良好,较浸泡着色的方法受操作影响小<sup>[3]</sup>。另一方面,添加的氧化物可能会对氧化锆材料本身

的理化和机械性能产生影响,添加过程还打破了原粉体的造粒,且易混入杂质,对材料性能产生负面影响。本研究通过对系列着色氧化锆陶瓷性能进行测试,分析其临床应用的可行性。

从烧结结果可知, ~ 陶瓷均达到致密烧结。烧结收缩率随着着色剂含量的增大略有下降,但总体在20%左右。烧结收缩率是牙科CAD/CAM加工的重要参数,20%的收缩率与市售的可切削氧化锆陶瓷产品相当。热膨胀系数是选择饰面瓷种类的重要数据,影响到二者的界面匹配性, ~ 陶瓷热膨胀系数约为 $11 \times 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ 。从Vita VM9的操作手册可知,此类饰面瓷的热膨胀系数 $\alpha_{(25-500^\circ\text{C})}$ 为 $(8.8 \sim 9.2) \times 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ ,底层瓷的热膨胀系数比饰面瓷略大。可见着色氧化锆和Vita VM9饰面瓷膨胀系数基本匹配,但界面结合情况还有待进一步的研究证明。

与未着色氧化锆比较,着色氧化锆 ~ 的维氏硬度没有明显变化,断裂韧性略有提高,这可能与所添加的氧化物产生的影响有关。Lee等<sup>[4]</sup>观察到添加氧化铁到t-ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>中可使其断裂韧性提高,并分析与提高氧化铁含量后有利于材料的应力诱导相变有关。从三点弯曲强度的结果来看,着色后的材料的强度较未着色的强度降低幅度较大,但各组的测试值都在900 MPa以上。由于健康年轻人的后牙区最大咬合力接近700 N甚至更高<sup>[5-6]</sup>,应用于磨牙和前磨牙的牙科陶瓷材料抗弯强度超过800 MPa比较理想,因此着色氧化锆 ~ 的强度值对牙科临床应用是可以接受的。

着色后材料的主晶相为四方相,在2θ角为34.8°和59.6°处的衍射峰均较未着色3Y-TZP陶瓷相对应衍射峰要高,表明着色3Y-TZP陶瓷的(002)和(013)晶面出现择优取向,各谱线均没有氧化物着色剂的衍射峰,提示晶格结构可能发生改变。最近Shah等<sup>[7]</sup>观察到浸泡着色(氧化铈、氧化铋)氧化锆的晶格参数略微增大,而本研究采用粉体着色方式,结合扫描电镜观察和能谱分析亦未发现着色剂元素,着色剂对材料晶格结构的影响还有待进一步研究。

稳定的四方相氧化锆在低温下自然发生向单斜相的相变,尤其是在有水和潮湿的环境中,这一现象被称为低温时效效应,因相变颗粒体积膨胀能够在材料表面产生微裂纹,对材料强度有不利影响。目前,考察时效的方式主要有在生理盐水中或林格液中浸泡、200~300 °C有(或无)水蒸气中保温、高温高压消毒炉中存放等。Chevalier等<sup>[8-9]</sup>发现,在人体内植入4.5年失败的氧化锆关节头表面的m相含量,与同一材料在高温高压消毒炉中134 °C存放1 h左右的接近(20%左右),提出体外加速时效实验可以用

于评估在体内氧化锆的时效行为。Papanagioutou 等<sup>[10]</sup>对牙科 Vita YZ 氧化锆材料的时效研究表明,在沸水中保存 7 d 和在 250 °C 潮湿空气中保存 7 d 均导致了大量的 t→m 相变,但是其抗弯强度仍保持在 907 MPa 和 851.5 MPa,与对照组(烧结后状态)827.9 MPa 没有明显的下降。Ardlin<sup>[11]</sup>也观察到时效(4%醋酸,80 °C,168 h)后材料的强度没有明显衰减。本实验选取了配方和 以及未着色的 3Y-TZP 陶瓷样品在高温高压消毒炉中 134 °C 存放 5 h,结果表明着色的 3Y-TZP 陶瓷和 经过时效处理后的相变量已经很大,而强度却没有明显降低,所以即使在时效后材料的强度仍然能够满足牙科临床的需要,但长期临床应用还有待观察。

[参考文献]

[1] 黄慧,张富强,孙静,等.三种稀土氧化物着色剂对氧化钇稳定的四方多晶氧化锆陶瓷性能的影响[J].中华口腔医学杂志,2006,41(6):327-330.  
HUANG Hui, ZHANG Fu-qiang, SUN Jing, et al. Effect of three kinds of rare earth oxides on chromaticity and mechanical properties of zirconia ceramic[J]. Chin J Stomatol, 2006, 41(6):327-330.

[2] 王德平,黄文海.着色剂 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>对 ZrO<sub>2</sub>陶瓷性能的影响[J].建筑材料学报,1999,2(4):329-333.  
WANG De-ping, HUANG Wen-hai. Effect of colouring agent Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition on properties of zirconia ceramics[J]. J Building Mater, 1999, 2(4):329-333.

[3] 伊元夫,王晨,田杰谟,等.牙科着色氧化钇稳定四方多晶氧化锆陶瓷的制备及颜色性能[J].华西口腔医学杂志,2008,26(5):

556-559.

YI Yuan-fu, WANG Chen, TIAN Jie-mo, et al. Preparation and chromaticity properties of colored dental 3Y-TZP ceramics[J]. West China J Stomatol, 2008, 26(5):556-559.

[4] Lee DY, Kim DJ, Song YS. Chromaticity, hydrothermal stability, and mechanical properties of t-ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites doped with yttrium, niobium, and ferric oxides[J]. Materials Science Engineering A, 2000, 289(1/2):1-7.

[5] Ferrario VF, Sforza C, Zanotti G, et al. Maximal bite forces in healthy young adults are predicted by surface electromyography[J]. J Dent, 2004, 32(6):451-457.

[6] Okiyama S, Ikebe K, Nokubi T. Association between masticatory performance and maximal occlusal force in young men[J]. J Oral Rehabil, 2003, 30(3):278-282.

[7] Shah K, Holloway JA, Denry IL. Effect of coloring with various metal oxides on the microstructure, color, and flexural strength of 3Y-TZP[J]. J Biomed Mater Res B Appl Biomater, 2008, 87B(2):329-337.

[8] Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial[J]. Biomaterials, 2006, 27(4):535-543.

[9] Chevalier J, Cales B, Drouin JM. Low temperature aging of Y-TZP ceramics[J]. J Am Ceram Soc, 1999, 82(8):2150-2154.

[10] Papanagioutou HP, Morgano SM, Giordano RA, et al. *In vitro* evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics[J]. J Prosthet Dent, 2006, 96(3):154-164.

[11] Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: Chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure[J]. Dent Mater, 2002, 18(8):590-595.

(本文编辑 汤亚玲)

(上接第 472 页)

[31] Smith AJ, Lesot H. Induction and regulation of crown dentinogenesis: Embryonic events as a template for dental tissue repair[J]. Crit Rev Oral Biol Med, 2001, 12(5):425-437.

[32] Smith AJ. Vitality of the dentin-pulp complex in health and disease: Growth factors as key mediators[J]. J Dent Educ, 2003, 67(6):678-689.

[33] Kiyozumi D, Osada A, Sugimoto N, et al. Identification of a novel cell-adhesive protein spatiotemporally expressed in the basement membrane of mouse developing hair follicle[J]. Exp Cell Res, 2005, 306(1):9-23.

[34] Tsukada H, Ishikawa H, Nakamura S, et al. Developmental changes of the vasculature in the periodontal ligament of rat molars: A scanning electron microscopic study of microcorrosion casts[J]. J Periodontal Res, 2000, 35(4):201-207.

[35] Lumsden AG. Spatial organization of the epithelium and the role of neural crest cells in the initiation of the mammalian tooth germ[J]. Development, 1988, 103 Suppl:155-169.

[36] MacKenzie A, Ferguson MW, Sharpe PT. Expression patterns of the homeobox gene, Hox-8, in the mouse embryo suggest a role in specifying tooth initiation and shape[J]. Development, 1992,

115(2):403-420.

[37] Vainio S, Karavanova I, Jowett A, et al. Identification of BMP-4 as a signal mediating secondary induction between epithelial and mesenchymal tissues during early tooth development[J]. Cell, 1993, 75(1):45-58.

[38] Thesleff I, Vaahtokari A, Partanen AM. Regulation of organogenesis. Common molecular mechanisms regulating the development of teeth and other organs[J]. Int J Dev Biol, 1995, 39(1):35-50.

[39] Kaneko H, Hashimoto S, Enokiya Y, et al. Cell proliferation and death of Hertwig's epithelial root sheath in the rat[J]. Cell Tissue Res, 1999, 298(1):95-103.

[40] Lambrechts I, Creemers J, Van Steenberghe D. Periodontal neural endings intimately relate to epithelial rests of Malassez in humans. A light and electron microscope study[J]. J Anat, 1993, 182(Pt 2):153-162.

[41] Wu J, Jin F, Tang L, et al. Dentin non-collagenous proteins (dNCPs) can stimulate dental follicle cells to differentiate into cementoblast lineages[J]. Biol Cell, 2008, 100(5):291-302.

(本文编辑 王晴)