[DOI]10.12016/j.issn.2096-1456.202660065

·基础研究·

晶粒尺寸和染色时间对氧化锆颜色参数的影响

林芝[1,2]，　江磊[1]，　郑嘉[1]，　郑智烽[1]，　于皓[1]
1.福建医科大学口腔医学院，福建医科大学附属口腔医院修复科，福建省口腔疾病研究重点实验室，福建 福州（350002）；　2.福州市第二总医院妇幼保健院，福建 福州（350007）

【摘要】 **目的**　探讨晶粒尺寸和浸泡染色时间对氧化锆染色渗透深度和颜色参数的影响，并结合材料孔隙特征分析其染色规律，为临床针对不同微观结构氧化锆制定个性化的浸泡染色流程提供实验依据。**方法**　采用计算机辅助设计/计算机辅助制造技术制作3种不同晶粒尺寸氧化锆预烧结体试件135个，分为3组：S1、S2、S3，每组45个。随机选取各组试件6个，其中3个氧化锆预烧结试件经过10 mL A2染色液60 s浸泡染色，干燥并烧结，另外3个不做处理。SEM下观察试件外表面及粘接面的微观形貌及使用Image J软件计数测量晶粒尺寸大小。各组随机选取3个试件，通过压汞法分析预烧结体孔隙率及孔径分布。各组剩余试件底面（10 mm×10 mm）作为染色面，浸入10 mL的A2染色液中，按照6个时间梯度（10、20、30、60、90、120 s）进行染色处理，染色后，一半试件垂直于染色面剖开并终烧结，测量染色渗透深度；另一半试件直接终烧结，使用比色仪测量染色面颜色参数（L^*、a^*、b^*），计算与标准A2色块的色差（ΔE_{00}）。**结果**　3组试件的平均晶粒尺寸（G）分别为：G_{S1}=（221.64±62.16）nm、G_{S2}=（197.80±46.72）nm、G_{S3}=（150.21±42.11）nm；平均孔隙率（P）分别为：P_{S1} = 37.82%、P_{S2} = 46.02%、P_{S3} = 47.36%。晶粒尺寸与染色时间对氧化锆染色效果的影响具有统计学意义（P <0.001），且存在交互作用（P <0.001）。染色渗透深度随着染色时间延长及晶粒尺寸减小而增加（P <0.001）。所有终烧结试件与标准A2色块相比均产生可感知色差（ΔE_{00}>0.8）。其中，S1组染色20 s、S2组染色60 s，S3组染色10 s，烧结后试件色差均小于颜色变化可接受阈值（ΔE_{00}<1.8）；其余染色时间所得色差均超过临床可接受阈值（ΔE_{00}>1.8）。**结论**　不同晶粒尺寸氧化锆预烧结体的孔隙率存在差异，孔隙率越高，染色渗透越深。不同晶粒尺寸的氧化锆材料达到标准A2色的染色时间不同。临床应用中应根据不同晶粒尺寸氧化锆的晶粒尺寸与孔隙特征，优化其浸泡染色方案，以避免染色时间不当导致的颜色偏差。

【关键词】 氧化锆；　浸泡染色；　晶粒尺寸；　浸泡时间；　孔隙率；　压汞法；　渗透深度；　色差
【中图分类号】 R78　【文献标志码】 A　【文章编号】 2096-1456（2026）08-0771-09
【引用著录格式】 林芝，江磊，郑嘉，等. 晶粒尺寸和染色时间对氧化锆颜色参数的影响[J]. 口腔疾病防治，2026, 34(8): 771-779. doi:10.12016/j.issn.2096-1456.202660065.

微信公众号

Effect of grain size and staining time on the color parameters of zirconia

LIN Zhi[1,2], JIANG Lei[1], ZHENG Jia[1], ZHENG Zhifeng[1], YU Hao[1].　1. School of Stomatology, Department of Prosthodontics, Hospital of Stomatology, Fujian Medical University, Fujian Key Laboratory of Oral Diseases, Fuzhou 350002, China;　2. Fuzhou Second General Hospital Maternal and Child Health Hospital, Fuzhou 350007, China
Corresponding author: YU Hao, Email: haoyu-cn@hotmail.com

【Abstract】 **Objective**　To investigate the effects of grain size and immersion dyeing time on the dye penetration depth and color parameters of zirconia, and analyze the dyeing behavior in relation to the material's pore characteristics to provide experimental evidence for developing personalized immersion staining protocols for clinical applications targeting zirconia with different microstructures. **Methods**　A total of 135 pre-sintered zirconia specimens with three different grain sizes were fabricated using computer aided design/manufacturing technology and divided into three

【收稿日期】2026-02-10；　【修回日期】2026-05-06
【基金项目】福建省卫生健康科技计划项目（2024GGA075）
【作者简介】林芝，主治医师，硕士研究生，Email：53187190@qq.com
【通信作者】于皓，主任医师，博士，Email：haoyu-cn@hotmail.com

groups (S1, S2, S3; n = 45). Randomly select 6 specimens from each group, among which 3 zirconia pre sintered specimens are soaked in 10 mL A2 staining solution for 60 s, dried and sintered, and the other 3 are not treated. Observe the microstructure of the outer surface and bonding surface of the specimen under SEM, and use Image J software to count and measure the grain size. From each group, three randomly selected specimens were subjected to mercury intrusion porosimetry to analyze porosity and pore size distribution. For the remaining specimens, the bottom surface (10 × 10 mm) was designated as the staining surface and immersed in 10 mL of A2 staining liquid. The remaining specimens were stained at six time gradients (10, 20, 30, 60, 90, 120 s). After staining, half of the specimens were sectioned perpendicular to the stained surface and fully sintered to measure the staining penetration depth. The other half were directly fully sintered. A spectrophotometer was used to measure the color parameters (L*, a*, b*) of the stained surface, and the color difference (ΔE_{00}) relative to a standard A2 shade tab was calculated. **Results** The average grain sizes (G) for the three groups were G_{S1} = (221.64±62.16) nm, G_{S2} = (197.80±46.72) nm, and G_{S3} = (150.21±42.11) nm; the average porosities (P) were P_{S1} = 37.82%, P_{S2} = 46.02%, and P_{S3} = 47.36%. Both grain size and staining time significantly affected the staining outcome of zirconia (P < 0.001), with a significant interaction effect (P < 0.001). Staining penetration depth increased with prolonged staining time and decreased grain size (P < 0.001). All fully sintered specimens exhibited a perceptible color difference (ΔE_{00} > 0.8) compared with the standard A2 shade tab (VITA, USA). Specifically, specimens from group S1 stained for 20 s, group S2 stained for 60 s, and group S3 stained for 10 s exhibited color differences below the clinically acceptable threshold (ΔE_{00} < 1.8), meeting clinical thickness requirements. Specimens stained for other time intervals exceeded the clinically acceptable color difference threshold (ΔE_{00} > 1.8). **Conclusion** The porosity of pre-sintered zirconia with different grain sizes varied. Higher porosity correlated with deeper staining penetration. The staining time required to achieve the standard A2 shade differed among zirconia materials with different grain sizes. In clinical applications, the immersion dyeing protocol for zirconia should be optimized based on the grain size and pore characteristics of zirconia with different grain sizes, so as to avoid color deviations caused by improper dyeing time.

【Key words】 zirconia; immersion staining; grain size; immersion time; porosity; mercury intrusion porosimetry; penetration depth; color difference

J Prev Treat Stomatol Dis, 2026, 34(8): 771-779.

氧化锆(ZrO_2)修复体因其优异的机械性能、良好的生物相容性被广泛地应用于口腔修复领域[1]。然而,未经染色的氧化锆材料为白色,因此必须通过有效的染色技术处理,才能呈现出天然牙的色泽,以匹配患者的基本颜色需求[2]。目前,氧化锆的染色机制主要是在预烧结阶段或后处理阶段引入含金属离子(如Fe^{3+}、Er^{3+}、Ce^{4+}等)的染色成分,随后在氧化锆高温烧结过程中将金属离子固溶于氧化锆晶格从而形成呈现各种不同色相的氧化锆修复体[3]。目前制作氧化锆修复体时常用的染色技术有预染色、浸泡染色、上釉染色3种方法:预染色法是将含有染色成分的金属氧化物直接添加在ZrO_2粉体中,再经过高温烧结后使氧化锆材料接近天然牙颜色;浸泡染色是将氧化锆预烧结体浸入特定染色液中,干燥进行终烧结;上釉染色则是在终烧结后的氧化锆表面涂布染色剂,经二次烧结实现颜色微调[4-6]。浸泡染色法操作简便,对设备要求低,广泛应用于牙科技工室及椅旁诊疗场景[7]。然而,该方法仍存在主观性强,结果受技师操作熟练度影响大等缺点[8]。临床实践中,即使采用相同色号染色液,不同品牌的氧化锆材料也常呈现颜色差异。虽可通过外染色进行二次修正,但额外烧结过程会增加颜色控制的不可预测性[9]。

研究表明,氧化锆材料的微观结构被认为是影响物理和光学性能的最重要因素之一[10]。Sen等[11]的研究对不同半透明度氧化锆的微观结构与光学性能进行了系统表征,发现晶粒尺寸、相组成及氧化钇含量是影响光在材料内部传播与散射的关键因素。这些微观结构特征同样影响染色剂的渗透路径与固着行为。研究表明,随着浸泡时间延长,其色彩的明度降低,彩度会增加[12];然而也有研究认为氧化锆浸泡染色时间对氧化锆所呈现的颜色影响并不显著[13]。既往关于氧化锆浸泡染色的研究多关注单一变量或表观现象,较少结合预烧结体的微观孔隙特征深入探讨染色液的渗透过程。随着椅旁快速修复技术的发展,不同微观

结构的氧化锆对染色时间的敏感性差异逐渐显现。本研究通过研究不同浸泡染色时间对不同晶粒尺寸氧化锆染色液渗透深度及颜色参数的影响，旨在结合材料的孔隙率和晶粒特征，探讨其对染色效果的具体影响，以期为临床针对不同微观结构氧化锆制定个性化的浸泡染色流程提供实验依据。

1　材料和方法

1.1　材料与仪器

5 mol% 氧化钇稳定的四方相氧化锆（5 mol% yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystal，5Y-TZP）氧化锆预烧结盘S1（03T，中新棠国业，中国）；3 mol% 氧化钇稳定的四方相氧化锆（3 mol% yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystal，3Y-TZP）氧化锆预烧结盘S2（SST，中新棠国业，中国）；3Y-TZP 氧化锆预烧结盘S3（ST，中新棠国业，中国）；氧化锆用A2色染色液（中新棠国业，中国）；无色指甲油（义乌美黛，中国）；比色仪（VITA easyshade，美国）；标准灰背景色卡（11-4001TPG，潘通，美国）；STL设计软件（SolidWorks，美国）；计算机辅助设计/计算机辅助制造（computer aided design/computer aided manufacturing，CAD/CAM）牙科切削机（Organical Desktop 8，R+K，德国）；慢速切割机（Isomet，Buehler，美国）；真空烧结炉（Programat P300，Ivoclar Vivadent AG，列支敦士登）；压汞仪（PoreMaster 60，Anton Paar，奥地利）；A2色比色板（VITA classic，美国）；超高分辨率场发射电子显微镜（Verios G4，EDAX Inc，美国）。

1.2　试件分组与方法

本实验通过控制预烧结体中Y_2O_3的含量和二步法低温终烧结方法控制氧化锆烧结过程中晶粒的长大程度，制作5Y-TZP（S1组）和3Y-TZP（S2组、S3组）试件[14-15]。应用CAD/CAM技术制作规格为10 mm×10 mm×4 mm的S1、S2、S3氧化锆预烧结试件，共135个，每组45个。

1.2.1　扫描电子显微镜分析试件表面形貌及尺寸　随机选取各组试件6个，其中3个氧化锆预烧结试件经过60 s的浸泡染色，干燥并烧结，另外3个不做处理。将试件经离子溅射仪镀金后，在加速电压5 kV、50 000倍数的扫描电子显微镜（scanning electron microscope，SEM）下观察试件外表面及粘接面的微观形貌。通过Image J软件计数测量每组3张电子显微镜图上的晶粒尺寸大小，每组试件至少测量500个晶粒，取算数平均值，为各组试件平均晶粒尺寸（G）[16]。

1.2.2　压汞法分析试件孔隙率　从各组中随机选取3个试件，经干燥、称重与体积测量后，在汞表面张力为0.48 N/m、接触角为130°的条件下，通过全自动压汞仪进行孔隙分析。通过逐步提高压力将汞液压入干燥试件的孔隙中，基于汞对固体表面的非浸润特性，利用外压克服不同孔径对应的毛细管阻力，获得汞体积随压力变化的曲线，分析得到孔径分布情况及总孔隙率（P）[17]。

1.2.3　分析晶粒尺寸和染色时间对氧化锆颜色参数的影响　各组随机选取36个试件，以10 mm×10 mm底面为染色面，其余5面均匀涂覆两层指甲油进行表面封闭[18]，自然晾干。晾干后分别进行6个时间梯度（10、20、30、60、90、120 s）的浸泡染色（表1）。将试件10 mm×10 mm染色面朝上，浸泡入10 mL的对应A2染色液中，染色液没过试件表面，按照各实验组时间进行浸泡染色，随后取出，吸干表面多余染色液，自然晾干10 min，随后放入干燥箱120 ℃烘干20 min。各组随机法抽取一半试件通过慢速切割仪垂直于染色面切开试件，用毛刷和气枪清洁试件表面粉末，然后进行终烧结；另外一半试件直接进行终烧结。

1.2.3.1　渗透深度的测量　将各组染色试件的剖面朝上放置在黑色背景板上以千分尺为标尺，通过俯拍支架固定单反相机，镜头垂直距试件30 cm，快门：S=1/20 s，光圈：F=2.8，ISO：800，拍摄试件，图片进行标准化处理随后导入Image J软件，染色后试件的剖面所呈现出的是不规则的曲线，随机选取3个测试点，取3个点的平均值并记录渗透深度（D）[19]。

1.2.3.2　L^*、a^*、b^*、ΔE_{00}值的测量和计算　将烧结后的试件使用乙醇清洁表面，晾干后使用比色仪对试件进行测量，每次测量前均严格按照说明书校准比色仪。测量时，将试件置放在灰色背景板中央区域，确保比色仪检测探头垂直于试件表面中心点并完全接触，每个试件重复检测3次，获得比色板A2色及S1、S2、S3各组试件的L^*、a^*、b^*值并记录平均值[20]。所有测量均由同一名检测员在恒定光照下进行，每测量9次后对仪器进行校准，以减少外界因素对检测结果的干扰。

根据CIEDE2000标准，使用以下公式计算各组氧化锆试件与VITA classic比色板A2色色差即ΔE_{00}值，计算公式如下[21]：

表1　不同晶粒尺寸氧化锆的成分、烧结程序及分组

Table 1　Composition, sintering protocol, and grouping of zirconia with different grain sizes

Group	Composition (%)	Sintering program	Immersion duration time/s	Sub group
S1	ZrO_2+ Y_2O_3: >94 (Y_2O_3=8.1);	Maximum temperature: 1 385 ℃	10	S1-10
(5Y-TZP)	HfO_2<5; Fe_2O_3<0.05; Na_2O<0.1; Al_2O_3<0.5	Holding time: 2 h	20	S1-20
			30	S1-30
			60	S1-60
			90	S1-90
			120	S1-120
S2	ZrO_2+ Y_2O_3>94 (Y_2O_3=6.9);	Maximum temperature: 1 507 ℃	10	S2-10
(3Y-TZP)	HfO_2<5; Fe_2O_3<0.05; Na_2O<0.1; Al_2O_3<0.5	Holding time: 2 h	20	S2-20
			30	S2-30
			60	S2-60
			90	S2-90
			120	S2-120
S3	ZrO_2+ Y_2O_3: >94 (Y_2O_3: 4.5~6.0);	Maximum temperature: 1 507 ℃	10	S3-10
(3Y-TZP)	HfO_2<5; Fe_2O_3<0.05; Na_2O<0.1; Al_2O_3<0.5	Holding time: 2 h	20	S3-20
			30	S3-30
			60	S3-60
			90	S3-90
			120	S3-120

The zirconia composition and sintering program are provided by the manufacturer

$$\Delta E_{00}=\sqrt{\left(\frac{\Delta L'}{K_L S_L}\right)^2+\left(\frac{\Delta C'}{K_C S_C}\right)^2+\left(\frac{\Delta H'}{K_H S_H}\right)^2+R_T\left(\frac{\Delta C'}{K_C S_C}\right)\left(\frac{\Delta H'}{K_H S_H}\right)}$$

其中ΔL′、ΔC′和ΔH′分别表示不同组别试件间的明度差、彩度差和色相差。CIEDE2000参数因子kL、kC和kH设置为1。

1.3　统计学分析

将数据导入SPSS 25.0系统中进行分析，采用Shapiro-Wilk检验和Levene检验进行正态性检验和方差齐性检验，根据检验结果对各组试件的渗透深度、Lab值及色差数据进行双因素方差分析及事后多重检验，检验水准α=0.05。

2　结　果

2.1　氧化锆试件SEM形貌分析

通过SEM可以观察到S1、S2、S3组预烧结体试件表面晶粒之间存在明显孔隙，经过浸泡染色的终烧结试件表面晶粒膨胀均达到高度致密化，表面孔隙基本闭合，形貌趋于光滑、均一。见图1。

2.2　氧化锆试件孔隙分析

通过MIP分析，累计汞侵入体积即总孔容，S1组为0.11 mL/g、S2组为0.15 mL/g、S3组为0.155 mL/g。氧化锆预烧结体的晶粒尺寸及MIP测得孔隙率，孔隙率测定结果为S1<S2<S3，见表2。不同晶粒尺寸预烧结体对孔隙率存在显著影响（F=9.59，P=0.017），两者呈负相关关系（r=-0.760）。

2.3　氧化锆试件的渗透深度

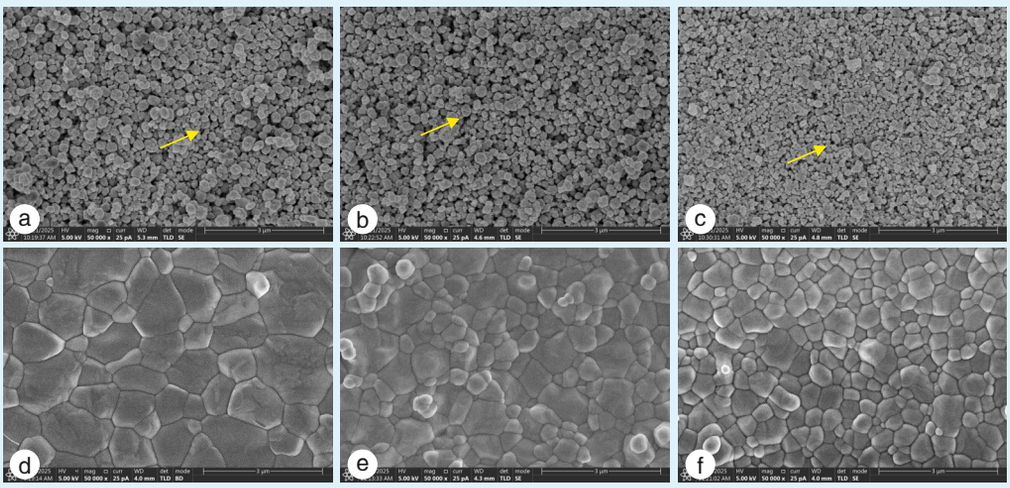
通过测量不同晶粒尺寸大小的氧化锆试件经过10、20、30、60、90、120 s的浸泡染色后染色剂的渗透深度，数据如表3所示，不同晶粒尺寸（F=412.94，P<0.001）和浸泡时间（F=1 177.5，P<0.001）对渗透深度存在显著影响，并且晶粒尺寸和浸泡染色试件之间存在显著的交互作用（F=19.23，P<0.001）。

2.4　氧化锆试件L^*、a^*、b^*值比较

不同晶粒尺寸大小的氧化锆试件经过不同时长的浸泡染色后各组氧化锆试件表面颜色变化见图2，数据如表3所示。不同晶粒尺寸对L^*（F=9 944.06，P<0.001）、a^*（F=8 554.22，P<0.001）、b^*（F=15 755.48，P<0.001）存在显著影响；浸泡时间对L^*（F=7 200.43，P<0.001）、a^*（F=1 393.01，P<0.001）、b^*（F=4 297.92，P<0.001）参数存在显著影响；不同晶粒尺寸和浸泡染色时间对L^*（F=59.37，P<0.001）、a^*（F=169.71，P<0.001）、b^*（F=18.80，P<0.001）等参数还存在显著的交互作用。

2.5　各组试件ΔE_{00}色差分析

比色仪测量标准A2瓷块（VITA，美国）颜色参数为L*=79.5，a*=0.47，b*=18，将各组试件测量的颜色参数结果与对照组进行色差分析，各组色差



a-c: surface morphologies of zirconia pre-sintered bodies in groups S1, S2, and S3; a: group S1: dense surface with sparse pores; b: group S2: increased number of pores with a network-like distribution; c: group S3: fine grains with abundant and interconnected nanopore networks; yellow arrow: pores on the surface of the pre-sintered body; d-f: surface morphologies of final sintered zirconia bodies after immersion staining for 60 s in groups S1, S2 and S3. The surfaces of the final sintered bodies in all three groups exhibited a dense structure with pores substantially closed

Figure 1　Scanning electron microscopy observations of surface morphology of zirconia pre-sintered bodies and final sintered bodies with different grain sizes (×50 000)

图1　不同晶粒尺寸氧化锆预烧结体及终烧结体表面形貌扫描电子显微镜观察(×50 000)

表2　各组氧化锆试件平均晶粒尺寸及孔隙率

Table 2　Average grain size and porosity of zirconia specimens in each group　n=3, $\bar{x}\pm s$

Group	Pre-sintered body grain size/nm	Post-sintered grain size/nm	MIP porosity (%)
S1	221.64±62.16	1 188.91±488.12	37.82
S2	197.80±46.72	793.16±237.54	46.02
S3	150.21±42.11	581.22±139.64	47.36

Data are expressed as means. Intergroup comparisons were analyzed by one-way ANOVA, and correlations were assessed by Pearson's correlation coefficient

结果如表3所示，不同晶粒尺寸(F=2 352.06，P<0.001)和浸泡时间(F=2 358.67，P<0.001)均对色差(ΔE_{00})存在影响，并且晶粒尺寸和浸泡染色试件之间存在显著的交互作用(F=1 971.38，P<0.001)。

3　讨　论

氧化锆浸泡染色的本质上是染色液中的金属离子向材料内部的渗透扩散、吸附，并最终通过高温烧结固溶的过程，该过程受材料微观结构和染色时间共同调控[22]。本研究聚焦于晶粒尺寸和染色时间对染色效果的影响，从不同晶粒尺寸氧化锆的表面形貌、孔隙率及不同浸泡染色时间后的L^*、a^*、b^*值、色差(ΔE_{00})、染色渗透深度，揭示浸泡染色对氧化锆作用机制。本项研究结果显示，晶粒尺寸和浸泡染色时间对最终的渗透深度及染色效果有显著影响，并且二者存在显著交互作用。这一结果表明，氧化锆的微观结构特征直接决定了染色液的渗透速率和最终呈色。

本研究结果表明，随着氧化锆预烧结体晶粒尺寸的减小，其孔隙率反相应增大。SEM观察，氧化锆预烧结体的表面存在孔隙，测量所得的预烧结体平均晶粒尺寸为S1>S2>S3，MIP孔隙率测定结果S1<S2<S3，在相同浸泡染色时间染色液渗透的深度S1<S2<S3。这一结果表明随着晶粒尺寸的减小及浸泡染色时间的延长，染色液的渗透深度也随之加深。其中，S1组的氧化锆预烧结体孔隙率低，压汞曲线显示滞后环面积大、汞截留率高表明其孔隙结构复杂，存在连通性不佳的孔隙网络，这可能限制了染色液的初期渗透。相反，S3组氧化锆预烧结体，具有很高的总孔容，其孔隙几乎全部为6~50 nm的介孔。压汞曲线滞后环面积较小且闭合点压力较低，表明孔隙形状规整、连通性佳，这可能为染色液提供了更多渗透通道，染色液可以更快速、更深地渗入S3组氧化锆材料内部。Huang等[23]研究结果证实了这一推测，他们的研究表明较小的晶粒尺寸通常与较高的孔隙率相关。压汞法的总孔容数值越高，代表材料越“疏松多孔”，能装载的液体、气体或活性物质就越多[24]。在加压(侵入)和减压(挤出)过程中，其压力—体积曲线通常不会重合，形成一个滞后环，面积越大，通常表明孔隙结构越复杂，孔隙连通性越差[25]。有研究发现通过改变Y-TZP的成分来改变

表3　各组氧化锆试件经不同染色时间后的染色渗透深度、Lab值、ΔE_{00}

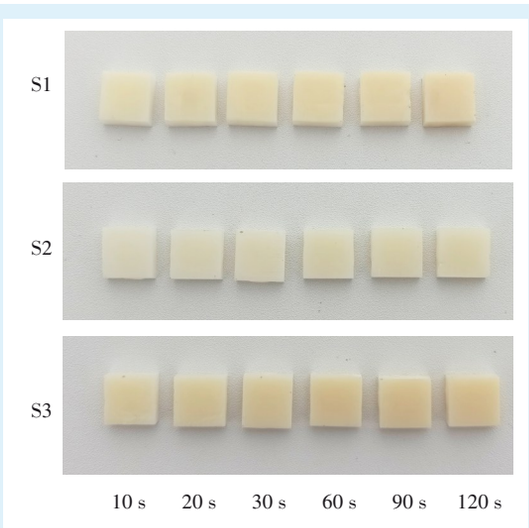
Table 3　Staining penetration depth, Lab values, and ΔE_{00} of zicronia specimens in each group after different staining durations $\bar{x}\pm s$

Group	Immersion duration /s					
	10	20	30	60	90	120
Penetration depth / mm						
S1	0.85±0.03^{Bf}	1.14±0.05^{Be}	1.55±0.07^{Bd}	1.88±0.11^{Bc}	2.17±0.07^{Cb}	2.5±0.03^{Ba}
S2	0.86±0.08^{Bf}	1.23±0.12^{Be}	1.58±0.04^{Bd}	1.92±0.04^{Bc}	2.74±0.05^{Bb}	3.18±0.05^{Aa}
S3	1.36±0.08^{Af}	1.73±0.06^{Ae}	2.10±0.08^{Ad}	2.46±0.03^{Ac}	2.95±0.02^{Ab}	3.15±0.05^{Aa}
L*						
S1	83.13±0.15^{Aa}	81.40±0.10^{Ab}	80.20±0.10^{Ac}	78.93±0.15^{Ad}	77.23±0.06^{Ae}	76.37±0.06^{Af}
S2	81.27±0.12^{Ba}	80.23±0.06^{Bb}	79.03±0.06^{Bc}	77.87±0.06^{Bd}	76.70±0.10^{Be}	75.13±0.06^{Bf}
S3	79.10±0.10^{Ca}	77.80±0.10^{Cb}	76.07±0.06^{Cc}	74.97±0.06^{Cd}	73.30±0.10^{Ce}	71.07±0.06^{Cf}
a*						
S1	0.57±0.06^{Af}	1.47±0.06^{Ae}	2.30±0.10^{Ad}	3.00±0.10^{Ac}	3.53±0.06^{Ab}	4.23±0.06^{Aa}
S2	−0.70±0.00^{Cf}	−0.53±0.06^{Ce}	−0.33±0.06^{Cd}	−0.10±0.10^{Cc}	0.17±0.06^{Cb}	0.40±0.10^{Ca}
S3	−0.43±0.06^{Bf}	−0.20±0.00^{Be}	0.10±0.00^{Bd}	0.67±0.06^{Bc}	0.93±0.06^{Bb}	1.27±0.06^{Ba}
b*						
S1	14.40±0.36^{Bf}	17.90±0.20^{Be}	18.70±0.17^{Bd}	20.90±0.26^{Bc}	22.77±0.12^{Bb}	23.70±0.10^{Ba}
S2	10.13±0.06^{Cf}	12.47±0.06^{Ce}	14.77±0.15^{Cd}	16.27±0.06^{Cc}	17.87±0.06^{Cb}	18.70±0.17^{Ca}
S3	19.63±0.06^{Af}	21.23±0.06^{Ae}	23.23±0.15^{Ad}	25.07±0.15^{Ac}	27.33±0.06^{Ab}	28.17±0.15^{Aa}
ΔE_{00}						
S1	3.25±0.08^{Bc}	1.75±0.03^{Cf}	2.15±0.10^{Be}	3.08±0.11^{Bd}	4.21±0.07^{Bb}	5.13±0.05^{Ba}
S2	5.20±0.02^{Aa}	3.55±0.07^{Ab}	2.12±0.08^{Bd}	1.65±0.07^{Ce}	2.01±0.08^{Cd}	3.14±0.05^{Cc}
S3	1.38±0.04^{Cf}	2.22±0.04^{Be}	3.67±0.08^{Ad}	4.83±0.07^{Ac}	6.43±0.04^{Ab}	7.93±0.07^{Aa}

N = 3, each specimen is tested three times repeatedly. Intergroup and intragroup comparisons were performed using Two-way ANOVA, followed by post-hoc pairwise comparisons using the least significant difference (LSD) method under the condition of homogeneity of variances. Different uppercase letters in each column indicate statistically significant differences, and different lowercase letters in each row indicate statistically significant differences. L* represents brightness, and 0-100 represents the brightness and darkness of colors; a* and b* represent hue and saturation, determining the hue of an object. +a* represents red, -a* represents green; +b* represents yellow, and - b * represents blue; Using color difference (ΔE_{00}) to analyze color differences, the clinically perceptible color difference threshold is ΔE_{00}<0.8, and the acceptable color difference threshold is ΔE_{00}<1.8

氧化锆的孔隙率和微观结构，从而影响晶粒尺寸、相分布和光传输，来改善颜色和半透明度[26-27]。因此，对于不同晶粒尺寸的氧化锆材料，要让染色液渗透修复体龈面全层，其最小的染色时间为10 s，同时提示对于某些厚度大于1 mm的修复体，应该增加染色浸泡时间，否则在临床调改的过程中，出现修复体颜色的改变。

关于不同晶粒尺寸的氧化锆材料染色时间和最终颜色呈现之间的关系，本研究检测了三种晶粒尺寸的氧化锆材料在不同染色时间后的L^*、a^*、b^*值及其A2标准色的色差(ΔE_{00})。研究发现各组氧化锆试件的最终颜色中：L^*值=71～83，a^*值=-0.7~4.2，b^*值=10.1~28.1，对比学者们研究出的天然牙L^*值=70.22±0.68，a^*值=3.33±0.41，b^*值=15.11±0.76[28]，可以发现浸泡染色可以让氧化锆材料接近天然牙的色彩空间范围，但是存在色差。其中，晶粒尺寸最大的S1组在所有时间点均表现出最高的L^*值（明度最高）；晶粒尺寸最小的S3组则获得最高的b^*值（色调偏黄）；晶粒尺寸居中的S2组a^*值始终最小（色调偏绿）。本研究推测，上述颜色差异可能与不同微观结构对染色液中金属离子的选择性吸附及扩散速率不同有关。晶粒尺寸较小的S3组具有更大的比表面积，为染色液中的金属离子提供了更多的吸附位点，导致其在短时间内即可达到较高的b值。而晶粒较大的S1组由于孔隙连通性较差，离子渗透和吸附相对受限，因此表现出较高的明度（L^*值）。研究表明，氧化锆染色液常包括稀土元素[29]，这些稀土元素会改变氧化锆的颜色，如铬浓度越高材料会呈现更明显的红色调，钼渗透会产生黄色色泽，镍和钼渗透会提高L^*值、b^*值并产生显著色差[30-31]。研究发现，金属阳离子着色的发色离子是第4周期过渡性元素和稀土元素离子，它们最外层的s层和次外层的d层，甚至从最外层向内第3层f层上均未充满电子，这些未



Zirconia specimens with three distinct grain sizes (S1, S2, S3) were subjected to staining immersion for durations of 10, 20, 30, 60, 90, and 120 s, respectively, followed by sintering. The resulting surface color changes were subsequently evaluated. As the immersion time increased, the staining depth and color saturation gradually increased across all experimental groups

Figure 2　Surface color changes of sintered zirconia bodies with different grain sizes

图2　不同晶粒尺寸氧化锆烧结体表面颜色变化

成对电子不稳定，易在各层的次亚层轨道间发生跃迁，电子受到可见光光能的激发，从基态激发至激发态，因此只要基态和激发态之间的能量差处于可见光范围，相应波长的单色光即被吸收而发色[32]。本研究观察到晶粒尺寸增大伴随L^*值上升，这与Gali等[33]通过研究氧化锆经材料通过氧化铈染色液浸泡染色后的结果一致。因此，针对不同晶粒尺寸的氧化锆材料，需结合具体染色时间，才能有效调控修复体的明度与色调。

国际照明委员会（International Commission on Illumination，CIE）提出两种评估颜色差异不同的公式CIE1976（ΔE_{ab}）和CIE2000（ΔE_{00}），其中ΔE_{ab}基于CIELAB色彩空间计算，但对人眼感知的小到中等色差不敏感，ΔE_{00}公式相较于ΔE_{ab}更符合人类视觉感知，能更好地校正Lab空间中的不均匀性[33-34]。因此，本研究采用ΔE_{00}值来评价各组染色后试件与标准A2色试件间的色差。根据现有文献，临床可感知色差阈值为ΔE_{00}<0.8，可接受的色差阈值为ΔE_{00}<1.8[35-36]。本研究结果显示，各组色差均超过了可感知色差阈值，达到可接受色差阈值的时间各不相同：S1组为20 s（ΔE_{00}=1.75±0.03），S2组为60 s（ΔE_{00}=1.65±0.07），S3组为10 s（ΔE_{00}=1.38±0.04）。超过该时间后，各组色差均随染色时间延长而增大，出现过染色现象。本研究推测氧化锆的孔隙结构差异影响染色液的渗透速率与金属离子的吸附饱和进程，从而决定了各组达到最佳染色状态的时间点：S1组因孔隙有限而快速饱和，S3组因渗透过快而表层优先饱和，S2组则因孔径集中且规整实现了相对充分均匀的渗透。对于晶粒细小、孔隙连通性好的新型氧化锆，其染色液渗透极为迅速，极短时间（10 s）即可达到所需色度，若按传统经验延长浸泡时间则极易导致过染色；而对于部分孔隙连通性较差的氧化锆，则需要相应的染色时间匹配以保证效果。

Abel等[37]研究发现，随着晶粒尺寸的减小，氧化锆的比表面积增大提供了更多吸附位点，这与本研究中的S3组吸附更快的结果相符。研究发现，浸泡时间是色彩学特征的主要影响因素，随着浸泡染色时间增加，染色剂渗透深度增大，表面明度降低，彩度增加，但浸泡染色不会改变白色氧化锆陶瓷烧结后晶相结构和组成元素峰值[38-39]。也有其他研究也报道了类似规律，使用不同染色液浸泡染色均有其获得最低ΔE_{00}值的最佳时间[40-41]。本研究结果表明，在使用相同成分、相同染色液的情况下，不同晶粒尺寸的氧化锆均无法达到不可感知色差（ΔE_{00}<0.8），但可通过匹配材料晶粒尺寸与染色时间，使其色差控制在临床可接受范围，如S1组最佳浸泡时间为20 s，S2组最佳浸泡时间为60 s，S3组最佳浸泡时间为10 s。在临床操作中，应依据其晶粒尺寸及孔隙特征个性化调整染色时间，以优化染色效率并保证颜色结果的可控性。

然而，本研究虽然探讨了不同晶粒尺寸及染色时间对氧化锆浸泡染色的影响，但仅使用了一种染色液，对于不同浓度金属离子组成的染色液对不同晶粒尺寸氧化锆材料染色效果的影响，还需在后续研究中进一步探讨。

在本研究的限定范围内，通过研究3种不同晶粒尺寸的氧化锆预烧结体在不同浸泡染色时间下的染色渗透深度、L^*、a^*、b^*值、与目标色的色差，可以得出以下结论：氧化锆预烧结体的孔隙率随晶粒尺寸减小而增大，染色渗透深度随孔隙率升高而增加；晶粒尺寸和染色时间均能显著影响颜色参数，且终烧结后试件颜色与目标色均存在可感知的色差。针对不同晶粒尺寸的氧化锆预烧结体（221.64、197.80、150.21 nm），分别存在对应的最佳染色时间（20、60、10 s），该时间与其孔隙结构密切相关。临床应用中需根据材料自身的微观孔隙特

征调整染色时长。

【Author contributions】 Lin Z designed the study, performed the experiments, and analyzed the data. Jiang L revised the article. Zheng J participated in experiment implementation and data collection. Zheng ZF performed the specimen fabrication and sintering. Yu H designed the study and reviewed the article. All authors read and approved the final manuscript for submission.

【Ethics statement】 This study does not involve any experiments on cells, animals, human or human derived samples, we did not seek Ethics Committee approval.

【Funding】 This study was supported by the grants from Fujian Provincial Health Science and Technology Plan (No. 2024GGA075). The funder had no role in the study design, data collection and analysis, decision to publish, or preparation of the manuscript.

【Competing interests】 All authors have completed the ICMJE uniform disclosure form at www.icmje.org/disclosure-of-interest/ and declare: support from Fujian Provincial Health Science and Technology Plan (No. 2024GGA075); no financial relationships with any organisation that might have an interest in the submitted work; no other relationships or activities that could appear to have influenced the submitted work.

【Data availability statement】 The original contributions presented in this study are included in the article. Further inquiries can be directed to the corresponding author upon reasonable request.

【Generative AI statement】 The authors declared that generative AI was not used in the creation of this manuscript.

参考文献

[1] Bapat RA, Yang HJ, Chaubal TV, et al. Review on synthesis, properties and multifarious therapeutic applications of nanostructured zirconia in dentistry[J]. RSC Adv, 2022, 12(20): 12773-12793. doi: 10.1039/d2ra00006g.

[2] Gali S, Patel Z, Akanksha YN, et al. Effect of coloring pigments on the properties of dental zirconia: a systematic review and meta-analysis[J]. J Esthet Restor Dent, 2025, 37(6): 1419-1442. doi: 10.1111/jerd.13441.

[3] Al-Haj Husain N, Özcan M, Dydyk N, et al. Conventional, speed sintering and high-speed sintering of zirconia: a systematic review of the current status of applications in dentistry with a focus on precision, mechanical and optical parameters[J]. J Clin Med, 2022, 11(16): 4892. doi: 10.3390/jcm11164892.

[4] 冯靓婧, 于皓, 程辉. 不同染色方法对氧化锆陶瓷性能的影响[J]. 口腔疾病防治, 2018, 26(5): 334-337. doi: 10.12016/j.issn.2096-1456.2018.05.011.
Feng JJ, Yu H, Cheng H. Effects of coloring methods on the properties of dental zirconia[J]. J Prev Treat Stomatol Dis, 2018, 26(5): 334-337. doi: 10.12016/j.issn.2096-1456.2018.05.011.

[5] Lin SC, Lin WC, Lin YL, et al. In vitro evaluation of the shading effect of various zirconia surface stains on porcelain crowns[J]. Coatings, 2022, 12(6): 734. doi: 10.3390/coatings12060734.

[6] Čokić SM, Li M, Huang S, et al. Coloring multilayer zirconia may affect its optical and mechanical properties[J]. J Dent Res, 2024, 103(11): 1091-1099. doi: 10.1177/00220345241271211.

[7] Donmez MB, Olcay EO, Demirel M. Influence of coloring liquid immersion on flexural strength, vickers hardness, and color of zirconia[J]. J Prosthet Dent, 2021, 126(4): 589. e1-589. e6. doi: 10.1016/j.prosdent.2020.11.020.

[8] 王淑玮, 李燕, 杨瑛. 2种染色方法对高透氧化锆陶瓷半透明性的影响[J]. 南昌大学学报(医学版), 2022, 62(1): 69-72. doi: 10.13764/j.cnki.ncdm.2022.01.014.
Wang SW, Li Y, Yang Y. Influences of two dyeing methods on translucency of high permeability zirconia ceramics[J]. J Nanchang Univ Med Sci, 2022, 62(1): 69-72. doi: 10.13764/j.cnki.ncdm.2022.01.014.

[9] Jiang L, Xu MQ, Lu XL, et al. Effect of multiple firings on the color and translucency of monolithic zirconia[J]. Front Mater, 2023, 10: 1110688. doi: 10.3389/fmats.2023.1110688.

[10] Bocam K, Anunmana C, Eiampongpaiboon T. Grain size, crystalline phase and fracture toughness of the monolithic zirconia[J]. J Adv Prosthodont, 2022, 14(5): 285-293. doi: 10.4047/jap.2022.14.5.285.

[11] Sen N, Isler S. Microstructural, physical, and optical characterization of high-translucency zirconia ceramics[J]. J Prosthet Dent, 2020, 123(5): 761-768. doi: 10.1016/j.prosdent.2019.05.004.

[12] 刘小丽, 廖岚. 试件厚度及染色时间对Upcera-ST白色二氧化锆陶瓷烧结后表面色彩学特征的影响[J]. 实用临床医学, 2019, 20(4): 74-77. doi: 10.13764/j.cnki.lcsy.2019.04.023.
Liu XL, Liao L. Effect of specimen thickness and dyeing time on surface color characteristics of sintered upcera-ST white zirconia ceramics[J]. Pract Clin Med, 2019, 20(4): 74-77. doi: 10.13764/j.cnki.lcsy.2019.04.023.

[13] Kaplan M, Park J, Young Kim S, et al. Production and properties of tooth-colored yttria stabilized zirconia ceramics for dental applications[J]. Ceram Int, 2018, 44(2): 2413-2418. doi: 10.1016/j.ceramint.2017.10.211.

[14] Kazi GAS, Billah A, Takahashi A, et al. Impact of high-temperature sintering on SiO_2 - LiO_2 - Al_2O_3 - K_2O - P_2O_5 glass ceramics with ZrO_2 and Y_2O_3 additives[J]. J Am Ceram Soc, 2025, 108(3): e20244. doi: 10.1111/jace.20244.

[15] Vult von Steyern P, Bruzell E, Vos L, et al. Sintering temperature accuracy and its effect on translucent yttria-stabilized zirconia: flexural strength, crystal structure, tetragonality and light transmission[J]. Dent Mater, 2022, 38(7): 1099-1107. doi: 10.1016/j.dental.2022.04.023.

[16] Mernache F, Sehisseh A, Amrane A, et al. Grain size measurement using a semi-automatic calculation tool[J]. CMMS, 2023, 23(1): 27-34. doi: 10.7494/cmms.2023.1.0803.

[17] Shakir RA, Géber R, Mezher MT, et al. Effect of alumina proportion on the microstructure and technical and mechanical characteristics of zirconia-based porous ceramics[J]. J Compos Sci, 2024, 8(12): 517. doi: 10.3390/jcs8120517.

[18] 周建营, 邓久鹏, 李金源, 等. 肩台不同抛光方法对计算机辅助设计与辅助制作氧化锆全冠边缘密合性的影响[J]. 中华口腔医学杂志, 2016, 51(5): 292-295. doi: 10.3760/cma.j.issn.1002-0098.2016.05.008.

Zhou JY, Deng JP, Li JY, et al. The influence of the different polishing methods on the marginal sealing property of the computer aided design and computer aided manufacture zirconium dioxide full crown[J]. Chin J Stomatol, 2016, 51(5): 292-295. doi: 10.3760/cma.j.issn.1002-0098.2016.05.008.

[19] He J, Chen L, Tian J, et al. Effect of NaOCl or EDTA pretreatments on the shear bond strength of the resin-infiltrated white spot lesions to the resin composite: an *in vitro* study[J]. BMC Oral Health, 2025, 25(1): 1494. doi: 10.1186/s12903-025-06900-8.

[20] Liu YC, Lin TH, Lin YY, et al. Optical properties evaluation of rapid sintered translucent zirconia with two dental colorimeters[J]. J Dent Sci, 2022, 17(1): 155-161. doi: 10.1016/j.jds.2021.05.014.

[21] Engler MLPD, Kauling AEC, Silva J, et al. Influence of sintering temperature and aging on the color and translucency of zirconia[J]. J Prosthet Dent, 2025, 133(3): 888.e1-888.e9. doi: 10.1016/j.prosdent.2024.12.022.

[22] Sugiki T, Suzuki S, Seto M, et al. Effect of metal elements in coloring liquids used in the infiltration method on the physical properties of zirconia[J]. Dent Mater, 2024, 40(12): 2114-2121. doi: 10.1016/j.dental.2024.10.001.

[23] Huang Y, Li X, Chen H, et al. Effect the sintering temperature on the microstructure and flexural strength of ZrO_2 ceramics produced by nanoparticle jetting[J]. Materials, 2025, 18(11): 2605. doi: 10.3390/ma18112605.

[24] Zhang Y, Wu K, Yang Z, et al. A reappraisal of the ink-bottle effect and pore structure of cementitious materials using intrusion-extrusion cyclic mercury porosimetry[J]. Cem Concr Res, 2022, 161: 106942. doi: 10.1016/j.cemconres.2022.106942.

[25] Rigby S, Fletcher R. Interfacing mercury porosimetry with nitrogen sorption[J]. Part & Part Syst Charact, 2004, 21(2): 138-148. doi: 10.1002/ppsc.200400925.

[26] Binici Aygün E, Kaynak Öztürk E, Tülü AB, et al. Factors affecting the color change of monolithic zirconia ceramics: a narrative review[J]. J Funct Biomater, 2025, 16(2): 58. doi: 10.3390/jfb16020058.

[27] Suzuki M, Sugiki T, Güth JF, et al. Effect of metal elements in infiltration color liquids on the color tone, transmittance, reflectance, and surface characteristics of single-composition zirconia [J]. Dent Mater, 2026, 42(4): 661-669. doi: 10.1016/j.dental.2025.12.007.

[28] Hiyat Moazam RMZ, Ab-Ghani Z, Ahmad WMAW, et al. Modeling the relationship between tooth color and skin color in equations to predict tooth color[J]. Cureus, 2022, 14(e): e26466. doi: 10.7759/cureus.26466.

[29] Jing Q, Bao JX, Mao SF, et al. The effect of Pr–Er colorant on the chroma of dental zirconia ceramics[J]. J Electron Mater, 2020, 49 (1): 780-786. doi: 10.1007/s11664-019-07678-6.

[30] Kaya G, Kok M, Gunhan B, et al. Production and characterization of coloring liquids for dental zirconia frameworks[J]. Int J Adv Res, 2020, 8(6): 63-74. doi: 10.21474/ijar01/11067.

[31] Oh GJ, Lee K, Lee DJ, et al. Effect of metal chloride solutions on coloration and biaxial flexural strength of yttria-stabilized zirconia [J]. Met Mater Int, 2012, 18(5): 805-812. doi: 10.1007/s12540-012-5009-4.

[32] 张丹, 朱庆山. 玻璃渗透氧化铝全瓷牙科修复材料的颜色性能[J]. 过程工程学报, 2009, 9(2): 393-397. doi: 10.3321/j.issn:1009-606X.2009.02.033.
Zhang D, Zhu QS. Color properties of glass-infiltrated alumina all-ceramic dental composite[J]. Chin J Process Eng, 2009, 9(2): 393-397. doi: 10.3321/j.issn: 1009-606X.2009.02.033.

[33] Gali S, Arjun A, Gururaja S. Impact of ceria-yttria pigmentation on the mechanical performance and esthetics of zirconia dental restorations[J]. Dent Mater, 2026, 42(1): 145-156. doi: 10.1016/j.dental.2025.09.014.

[34] Al-khazraji K, Sleibi A. Analysis of colour differences obtained by acceptability and perceptibility threshold (visual method): -review [J]. Mustansiria Dent J, 2023, 19(2): 280-289. doi: 10.32828/mdj.v19i2.900.

[35] Tejada-Casado M, Pérez MM, Della Bona A, et al. Chroma-dependence of CIEDE2000 acceptability thresholds for dentistry [J]. J Esthet Restor Dent, 2024, 36(3): 469-476. doi: 10.1111/jerd.13153.

[36] Hein S, Westland S. Illuminant metamerism between natural teeth and zirconia restorations evaluated with a chromatic adaptation transform[J]. J Prosthet Dent, 2024, 132(5): 1020-1027. doi: 10.1016/j.prosdent.2023.07.035.

[37] Abel KL, Weber S, Poppitz D, et al. Thermally stable mesoporous tetragonal zirconia through surfactant-controlled synthesis and Si-stabilization[J]. RSC Adv, 2022, 12(26): 16875-16885. doi: 10.1039/d2ra01459a.

[38] Tabatabaian F. Color aspect of monolithic zirconia restorations: a review of the literature[J]. J Prosthodont, 2019, 28(3): 276-287. doi: 10.1111/jopr.12906.

[39] İnal CB, Bankoğlu Güngör M, Karakoca Nemli S. Effects of coloring liquid dipping time and surface finishing procedures on the optical properties of monolithic zirconia[J]. Niger J Clin Pract, 2024, 27(4): 496-503. doi: 10.4103/njcp.njcp_794_23.

[40] Chen Z, Zhang M, Zhang R, et al. Effect of the coloring liquid shade and dipping time on the color, transparency, and flexural strength of monolithic zirconia[J]. J Prosthet Dent, 2024, 132(1): 229.e1-229.e8. doi: 10.1016/j.prosdent.2024.03.035.

[41] Yılmaz Savaş T, Akın C. Effects of sintering protocol and dipping time on the optical properties of monolithic zirconia[J]. J Prosthet Dent, 2022, 127(5): 801. e1-801. e8. doi: 10.1016/j.prosdent.2021.12.004.

（编辑　周春华）

Open Access
This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License.
Copyright © 2026 by Editorial Department of Journal of Prevention and Treatment for Stomatological Diseases

官网