

原 著

二ケイ酸リチウムガラスセラミックスの表面処理が接着強さに与える影響

羽 田 詩 子 藤 原 周

Effect of Different Lithium Disilicate Based Ceramics Surface Treatments  
on Composite Resin Cement Bond Strength

HATA UTAKO, FUJIWARA SHUU

二ケイ酸リチウムセラミックス (IPS Empress2) とレジンセメントとの接着を行うためのセラミックス表面処理条件について、SEM による表面性状の観察と、接着から 6 か月および 4 年経過した試料のマイクロテンサイル接着試験により評価した。

IPS Empress2 からブロック試料 (8mm×8mm×11mm) を作製し、耐水研磨紙まで研磨後に各種条件 (①未処理, ② 5 %HF 塗布 20 秒後, 30 秒間洗浄, ③②終了後, 10 分間超音波洗浄, ④③終了後トライインペースト塗布後, 30 秒間洗浄, ⑤ 37%リン酸塗布 30 秒後, 30 秒間洗浄, 10 分間超音波洗浄, ⑥コジェットサンド (30μm 粒子) 噴射) を施した。

2つの試料を接着性レジンセメントで接着後、棒状試料を作製した。クロスヘッドスピード 1mm/min で引張り、破断時の最大荷重から接着強さを求めた。

接着強さの平均と標準偏差について、6 か月後の値はそれぞれ①測定不可能, ② 25.1±15.2MPa, ③ 39.8±11.7MPa, ④ 21.3±11.7MPa, ⑤ 24.3±7.4MPa, ⑥ 20.9±6.4MPa だった。また 4 年後の値はそれぞれ①測定不可能, ② 25.1±9.4MPa, ③ 46.3±17.1MPa, ④ 24.9±7.2MPa, ⑤ 35.0±10.3MPa, ⑥ 22.8±12.7MPa となった。Group ③は他の条件と比べて有意に高い値を示した ( $p<0.05$ )。6 か月後と 4 年後の結果に群間で有意差はなかった。

フッ化水素酸処理とシランカップリング処理は、セラミック表面に適切に行うことによりレジンセメントとの接着性を向上させ、長期的にも安定した接着力が期待できることが示唆された。

キーワード：二ケイ酸リチウムセラミックス, 酸処理, マイクロテンサイル接着試験

*The surface treatment conditions for bonding lithium disilicate ceramics (IPS Empress 2) to resin cement were evaluated by observing the surface texture by SEM and microtensile bond strength tests of specimens 6 months and 4 years after bonding.*

*Block specimens were prepared (8 mm×8 mm×11 mm) from IPS Empress 2 (lithium disilicate based ceramics).*

*The blocks were randomly assigned to one of the following surface conditioning methods: ① ceramic specimens surface were finished flat on a grinder polisher with silicon carbide paper. ②① after etched with 5% hydrofluoric acid for 20 seconds and rinsed 30 seconds, ③② after cleaned ultrasonic wave 10 minutes, ④③ after treated 5 try-in pastes, rinsed 30 seconds and cleaned ultrasonic wave 10 minutes, ⑤① after etched with 37% phosphate acid 30 seconds, rinsed 30 seconds and cleaned ultrasonic wave 10 minutes, ⑥ ① after blasted with 30 micron aluminum oxide particles modified by silica (cojet, 3M ESPE).*

*Two specimens were fabricated by bonding with an adhesive cement.*

*The obtained specimens were producing sticks, which were loaded to failure under tension in testing machine at crossheads speed of 1mm/min.*

*This study evaluated the effect of acid treatment on the bonding of an adhesive cement to glass ceramics. The means and standard deviations of bond strength (MPa $\pm$ S.D.) per group were as follows: 6 months ① It is not possible to measure it. ② 25.1 $\pm$ 15.2MPa, ③ 39.8 $\pm$ 11.7MPa, ④ 21.3 $\pm$ 11.7MPa, ⑤ 24.3 $\pm$ 7.4MPa, ⑥ 20.9 $\pm$ 6.4MPa. 4 years ① It is not possible to measure it. ② 25.1 $\pm$ 9.4MPa, ③ 46.3 $\pm$ 17.1MPa, ④ 24.9 $\pm$ 7.2MPa, ⑤ 35.0 $\pm$ 10.3MPa, ⑥ 22.8 $\pm$ 12.7MPa.*

*Group ③ showed significantly higher mean bond values after all five aging conditions ( $p<0.05$ ). There is no significant difference between 6 months and 4 years.*

*Within the limitations of this study, ceramic surface treatment with hydrofluoric acid and a silane coupling agent has a positive influence on the cementation with resin adhesion.*

Key words : lithium disilicate ceramics, acid-etching, microensile bond strength test

## 緒 言

セラミック材料および接着材料の改良により、セラミックレストレーションの強度に対する信頼性が向上し、臨床においてオールセラミックレストレーションの普及も高まってきた<sup>1-3)</sup>。

セラミックレストレーションに使用されるセラミック材料は、ガラス系とも呼ばれるシリカベースセラミックス（長石、リューサイト、二ケイ酸リチウム）と酸化セラミックス（ジルコニア、アルミナ）に分類され、それぞれの状況に応じて種類が選択される。セラミック修復物と歯質がレジンセメントと一体化することが、長期的予後を確実にすると考えられている<sup>4,5)</sup>。

シリカベースセラミックスの接着においては、内面処理にはシラン処理が有効であり、その前段階としてフッ化水素酸によるエッチング処理あるいはサンドブラスト処理が微細凹凸を付与するうえで有効であるといわれている<sup>4, 6-14)</sup>。

しかしながら、フッ化水素酸は腐食性の高い物質であり、皮膚から血液や骨に吸収されたり、心停止などを引き起こす可能性がある劇薬であるため、使用には十分な注意が必要である<sup>11)</sup>。特に、日本においてはフッ化水素酸の危険性から、代替えとしてリン酸が利用されることがあるが<sup>11)</sup>、リン酸では十分な機械的保持が期待できない。

著者らは今回までに、セラミックスとレジンセメントとの確実な接着を行うためのセラミックス表面処理条件について、走査電子顕微鏡（SEM）による表面性状を観察し、比較してきた<sup>15)</sup>。その結果、フッ化水素酸を使用することにより深部に入り込む凹凸や気孔ができること、リン酸処理では微細凹凸はできないこと、酸処理後およびトライペースト使用後の超音波洗浄の必要性などを明らかにした。

二ケイ酸リチウムセラミックスの臨床報告から、大白歯クラウンの3年間の臨床評価は成功率97%<sup>16)</sup>、一

般歯科医師が装着した平均25か月の成功率は93.9%であった<sup>17)</sup>。失敗の原因は、接着によるものも含まれていると考える。そこで、3年では問題がほとんどないと考え、それより長期の4年後を研究対象とした。

また、接着直後<sup>10)</sup>や、接着後サーマルサイクル後<sup>11-14)</sup>に接着試験を行っているものがほとんどであり、試料を37℃で長期保存して試験を行っている報告はほとんどない。

そこで今回は、今までに行ったSEM観察<sup>15)</sup>からの知見をふまえ、接着より6か月および4年間、37℃温水中で保管した試料のマイクロテンサイル接着試験<sup>11, 18-21)</sup>を行うことにより、長期的な評価を行った。

## 材料および方法

実験に使用した材料を表1に示す。

### 1. 試料の作製

ガラスセラミック試料として、二ケイ酸リチウム結晶ガラスを60%含有しているIPS Empress2 (IVOCLAR VIVADENT, Liechtenstein)を使用した。パラフィンワックスで作製した8mm $\times$ 8mm $\times$ 11mmのワックスパターンをスプルーイング後Empress専用リン酸塩系埋没材で埋没し、ロストワックス後、インゴットを加圧成形炉EP500 (IVOCLAR VIVADENT)にて920℃で圧入したのち炉内で室温まで徐冷した。埋没材除去後スプルー線を切断し、ブロック試料を作製した。

被着面を#1200SiC、#2400SiC、#4000SiCの順に耐水研磨紙で注水研磨後、蒸留水とアセトン中で各々10分間超音波洗浄した。

### 2. 酸処理

酸処理剤には、IPS Empress2 System (IVOCLAR VIVADENT)のIPS Ceramic Etching Gel（フッ化水素酸5%）を使用し、コントロールとして37%リン

表 1 実験に用いた材料

材料	製造元	組成
IPS Empress 2	IVOCLAR VIVADENT	Lithium disilicate glass
Ceramic Etching Gel	IVOCLAR VIVADENT	5%hydrofluoric acid
Total Etch	IVOCLAR VIVADENT	37%Phosphoric acid
Monobond-S	IVOCLAR VIVADENT	3-methacryloxypropyl-trimethoxysilane Water/Ethanol solution containing acetic acid set to PH4
Heliobond	IVOCLAR VIVADENT	Bis-GMA Triethylene glycol dimethacrylate
Cojet Sand	3M ESPE	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 3 $\mu$ m SiO <sub>x</sub> particles
Variolink II Try-in Paste	IVOCLAR VIVADENT	Glycerin gel
Variolink II	IVOCLAR VIVADENT	Bis-GMA Urethane dimethacrylate Triethylene glycol dimethacrylate Barium glass filler, silanated Ytterbium trifluoride

酸である Total etch (IVOCLAR VIVADENT) を使用した.

### 3. シリカコーティング

酸化アルミニウムと酸化ケイ素を成分とする 30 $\mu$ m の粒子であるコジェットサンド (3M ESPE, Saint Paul) を使用した.

### 4. 試適用ペースト

セラミックレステーション試適用時に使用するカラーセメントの試適用ペーストとして, IPS Empress System (IVOCLAR VIVADENT) の接着性レジンセメント Valiorink II の Try-in Paste (IVOCLAR VIVADENT) を使用した.

### 5. 接着性レジンセメント

接着性レジンセメントには, IPS Empress System (IVOCLAR VIVADENT) の接着性レジンセメント Valiorink II を使用した.

### 6. 接着前の条件

IPS Empress2 の試料を # 4000SiC 耐水研磨紙まで研磨後に以下に示す各種条件を施した.

条件①: 未処理 (Non と示す)

条件②: 5%フッ化水素酸 (IPS Ceramic Etching Gel;

IVOCLAR VIVADENT) 塗布 20 秒後 (HF と示す), 流水下で 30 秒間洗浄 (HF+Rinse と示す)

条件③: ②終了後, 蒸留水中で 10 分間超音波洗浄 (HF+Rinse+Clean と示す)

条件④: ③終了後トライインペースト塗布後, アルコールガーゼで拭き取り, その後流水下で 30 秒間洗浄 (Paste+Rinse と示す)

条件⑤: 37%リン酸 (Total etch; IVOCLAR VIVADENT) 塗布 30 秒後, 流水下で 30 秒間洗浄, 蒸留水中で 10 分間超音波洗浄 (Phosphoric+Rinse+Clean と示す)

条件⑥: コジェットサンド (30 $\mu$ m 粒子) をマイクロエッチャー II (モリムラ, 東京), マイクロエッチ・ブロー (モリムラ) を使用し, 試料から 5mm 離して 15 秒間噴射した (Silica と示す) (図 1).

### 7. 試料の接着

ブロック試料を圧入方向に平行な面 (8mm×11mm の面) を被着面として, 各処理を施し, 2 個の試料を接着した.

試料の接着には接着性レジンセメント (Valiorink II) を使用した. シラン処理には Monobond-S (IVOCLAR VIVADENT) を用い, 塗布 60 秒後 1kW ドライヤーの温風で 15 秒間乾燥した. ボンディング材には Heliobond (IVOCLAR VIVADENT) を用い, レジンセメントはペーストとキャタリストを等量練和し, 被着

面に塗布後、0.2MPaの圧力に相当する1.8kgの荷重を負荷し、余剰のセメントを除去した後、光重合器 Blue Shot LED Curing Light、波長域 440～490nm、ノーマルモード 650 m W/cm<sup>2</sup>（松風、京都）を使用し、4方向から各 10 秒間光照射、さらに各面について 40 秒間光照射した（図 2、3）。

#### 8. マイクロテンスイル接着試験

接着した試料は MINI INCUBATOR IC-150MA（アズワン、大阪）を 37℃ に設定した蒸留水中に保存し、3 週間ごとに蒸留水を交換した。5 か月間保存後、マイクロテンスイル接着試験試料製作のために、接着面積が 1mm×1mm の棒状試料を低速ダイヤモンド切断機（MPC-200；ムサシノ電子、東京）を用いて製作した（図

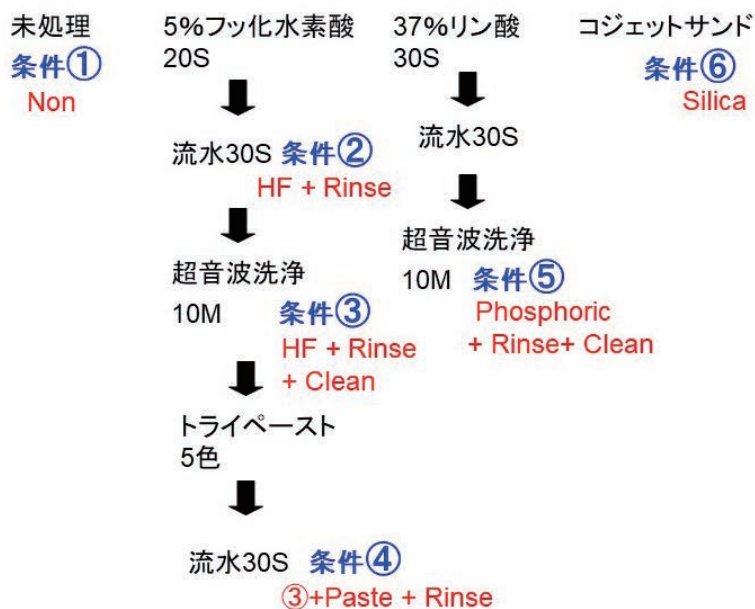


図1 接着前のセラミック表面処理条件

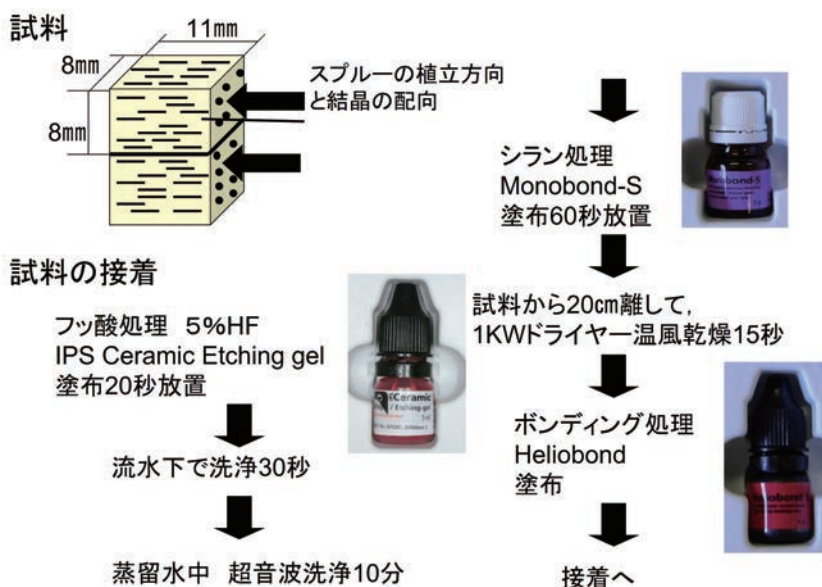


図2 セラミック試料の接着の準備



4). 切断した試料を MINI INCUBATOR IC-150MA (アズワン) を 37℃ に設定した蒸留水中で保存し、接着時から 6 か月および 4 年保存した試料に対し試験を行った。

試料は、ステンレス製ホルダーにアクリル接着材で固定し、万能試験機 (EZ-Graph : 島津製作所, 京都) を用いて、クロスヘッドスピード 1mm/min で引張り、

破断時の最大荷重から接着強さを求めた (図 5)。6 か月後の試料数は、条件① 10, 条件② 8, 条件③ 15, 条件④ 9, 条件⑤ 8, 条件⑥ 7, 4 年後の試料数は条件① 10, 条件② 10, 条件③ 10, 条件④ 10, 条件⑤ 10, 条件⑥ 10 とした。

分散分析後、Fisher の多重比較検定 (危険率 5%) を行い、接着強さを評価した。

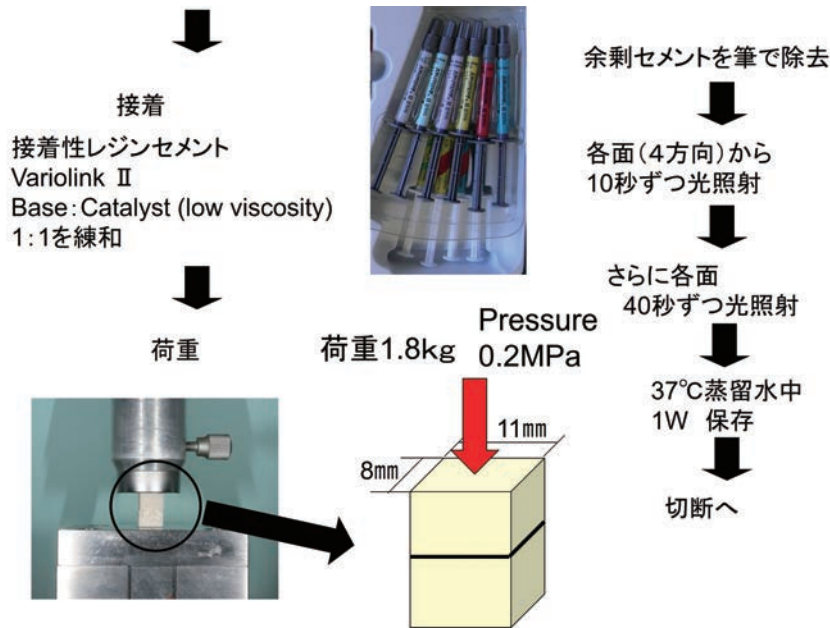


図3 セラミック試料の接着

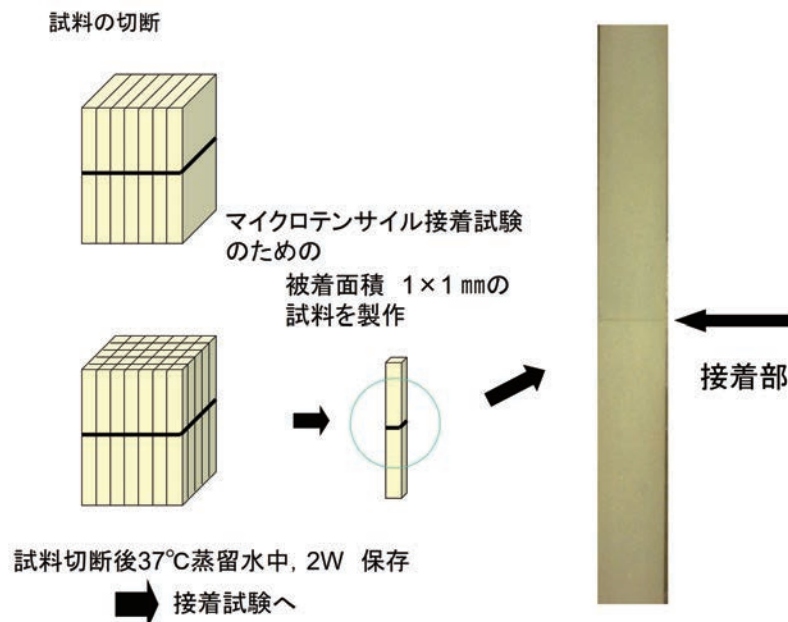


図4 セラミック試料の切断

## 結 果

被着面に①～⑥の条件処理後、接着した試料の6か月経過後および4年経過後に、マイクロテンサイル接着試験を行った結果を図に示す（図6）。

接着より6か月経過したマイクロテンサイル接着試験の結果（それぞれの条件における接着強さの平均値）

は、条件①試験不可能（切断中に接着部分から破損）、条件②  $25.1 \pm 15.2\text{MPa}$ 、条件③  $39.8 \pm 11.7\text{MPa}$ 、条件④  $21.3 \pm 11.7\text{MPa}$ 、条件⑤  $24.3 \pm 7.4\text{MPa}$ 、条件⑥  $20.9 \pm 6.4\text{MPa}$  の値を示した。

分散分析後、Fisher の多重比較検定を行った結果、条件③は、他の5条件に対して有意に接着強さは高かった（ $P < 0.05$ ）。条件②、条件④、条件⑤、条件⑥

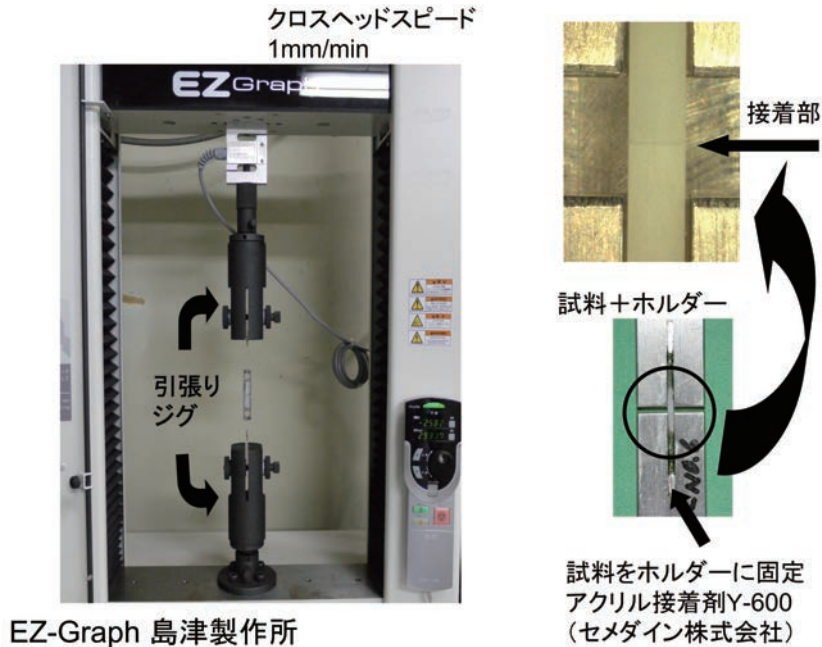


図5 マイクロテンサイル接着試験

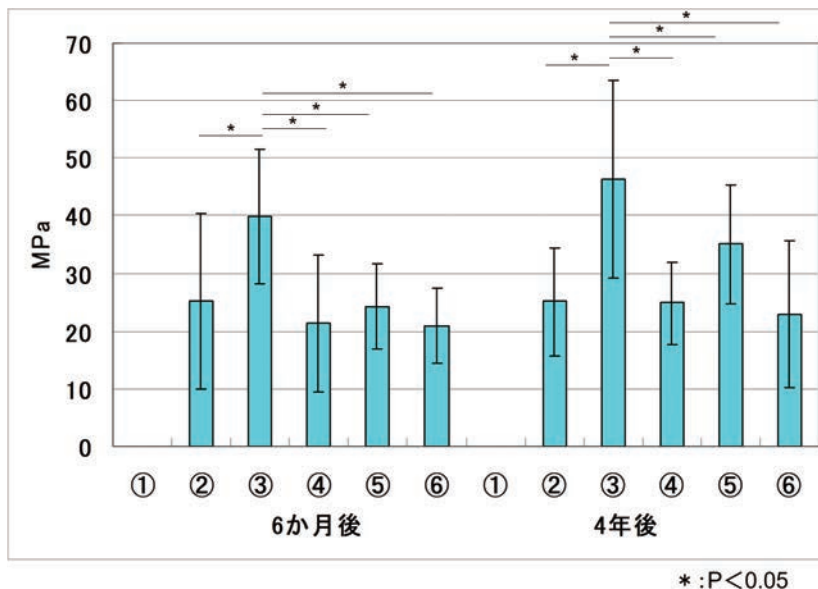


図6 マイクロテンサイル接着試験結果

間に有意な差は認められなかった。

4年経過後の接着強さは、条件①試験不可能（切断中に接着部分から破損）、条件②  $25.1 \pm 9.4 \text{ MPa}$ 、条件③  $46.3 \pm 17.1 \text{ MPa}$ 、条件④  $24.9 \pm 7.2 \text{ MPa}$ 、条件⑤  $35.0 \pm 10.3 \text{ MPa}$ 、条件⑥  $22.8 \pm 12.7 \text{ MPa}$  の値を示した。

分散分析後、Fisher の多重比較検定を行った結果、条件③は、他の5条件に対して有意に接着強さは大きかった ( $P < 0.05$ )。

各条件間で、6か月経過時と4年経過時の結果の間に有意差は認められなかった。

## 考 察

シリカベースセラミックスとレジンセメントの両者を接着させるためにはシラン処理が不可欠であり、その前処置として酸処理が有効である<sup>9-15, 18-21)</sup>。シランカップリング剤のOR（アルコシル基）が加水分解されてSiOH（シラノール基）を生成し、これがセラミックスのシリカ、アルミナなどと吸着し、Si-O-Si（シロキサン結合）が形成されることにより接着が強固となる<sup>4)</sup>。

IPS Empress2 に対して行う酸処理は、メーカー指示で、5%フッ化水素酸であるIPS Ceramic Etching Gelであり、その酸処理時間は20秒である。今までに著者らは、この条件がIPS Empress2のレジンセメントとの被着面に最も有効であると想定し、SEM観察から様々な条件を評価してきた。5%HF 20秒後、

30秒間水洗、超音波洗浄10分間を行ったものは、他の全ての条件と比較し有位に接着強さは向上した。SEM観察より、酸処理を行う前（図7）と比較し、5%HF 20秒を行った面はガラスマトリックスの一部がエッチングされ、二ケイ酸リチウム結晶が明確に識別でき、マトリックス中あるいは結晶間に微細な気孔が多数観察された（図8）。これらの微細な気孔と、結晶間を接合しているガラスマトリックスが残存していることが、高い接着強さをもたらししていると推察された。

接着試験の結果およびSEM観察<sup>15)</sup>から、酸処理を行うとガラスマトリックス中に微細な反応析出物が表面や深部に入り込むが、これらは流水のみでは除去できず、超音波洗浄により除去する必要があると考えられる。このことは、超音波洗浄は酸の除去ばかりではなく、表面に沈着した無機質の除去にも有効であり、沈着物が残ると接着に影響を与える可能性があるというCanay<sup>22)</sup>の報告、フッ化水素酸処理後水洗のみではカリウムやカルシウムを主とした析出物が生成され、それが接着阻害因子となるという今井<sup>23)</sup>の報告と一致し、超音波洗浄はエッチング処理後に不可欠であると考える。

トライインペースト使用后、水洗のみで超音波洗浄を行わなかったものについては、SEM像<sup>15)</sup>にみられるようにペーストの残留物が表面を覆い、さらに深部に入り込んでいるが、このことが接着を阻害している

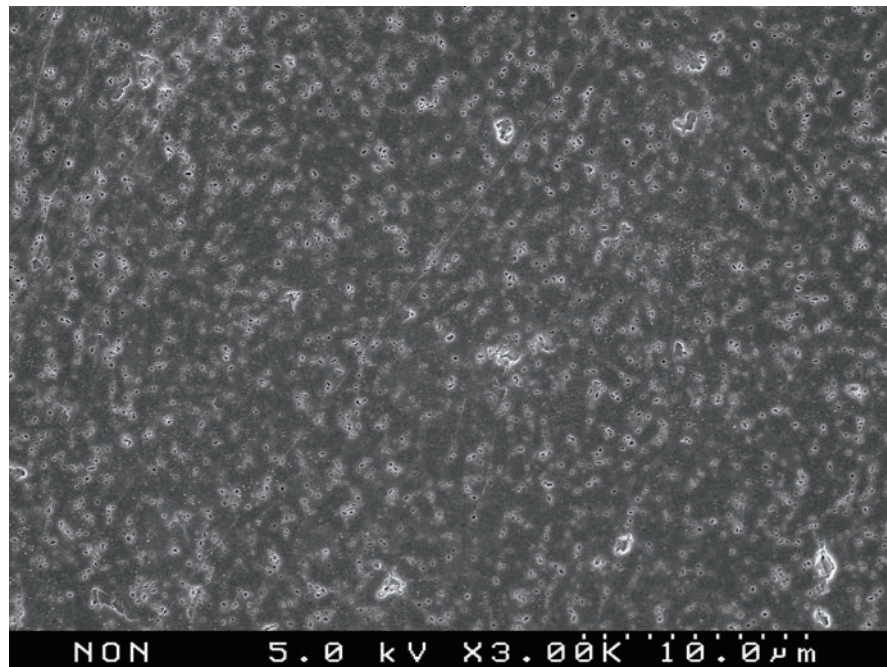


図7 酸処理前のセラミック試料：条件①



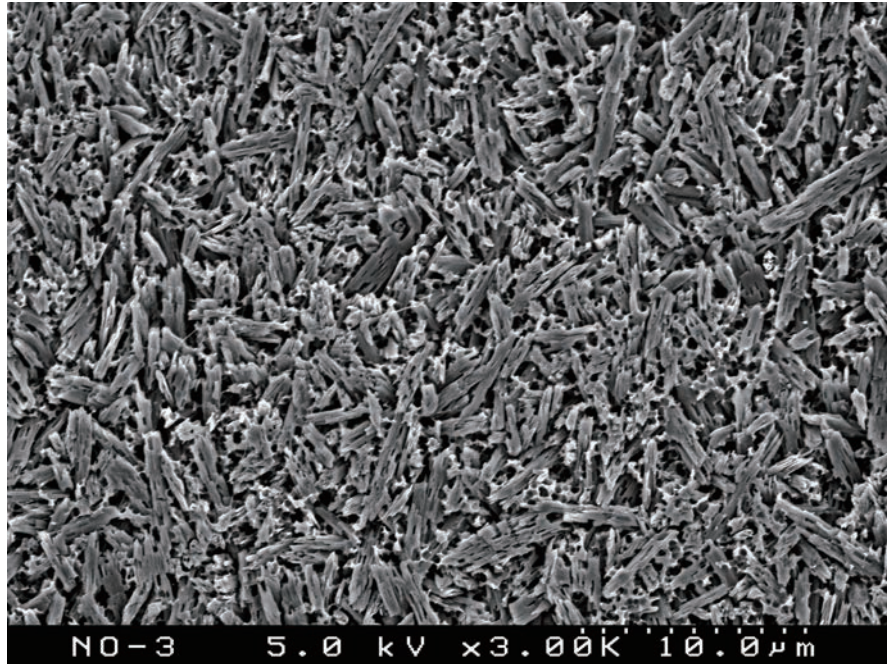


図8 酸処理後適切な洗浄を施したセラミック試料：条件③

原因と考えられる。

フッ化水素酸塗布後あるいは、トライインペースト使用後に洗浄のみで超音波洗浄を行わなかった試料の破断面 SEM 観察から、 $\times 70$  の倍率で認められる気泡が混在していた。これは、さまざまな残留物がセラミック表面に残存することにより、レジンセメントとの間に気泡を巻き込んだものと推察され、この気泡もレジンセメントの破壊に影響していると考えられる。

37%リン酸を使用した試料は、5%フッ化水素酸を使用したものと比較して有意に接着強さが低下した。これは SEM 観察<sup>15)</sup> から処理面の表面はスムーズで、フッ化水素酸処理で認められるような深部に入り込む凹凸や気孔は認められなかった。このことから、微細凹凸の接着に対する有効性が示された。

Salivio ら<sup>24)</sup> は、IPS Empress2 を試料とし、レジンセメントとの接着試験を行っている。セラミックのシラン処理前の表面処理として、フッ化水素酸処理を施した試料は、サンドブラスト処理 ( $50\mu\text{m}$  および  $100\mu\text{m}$  の酸化アルミナ粒子) を施した試料と比べて 24 時間後、1 年後ともに有意に接着強さが向上したと報告している。そして、24 時間後よりも 1 年後には全ての条件において接着強さは低下したという結果であった。この報告は、ガラスセラミックスには、フッ化水素酸が有効であるが長期的には不安が残るというものである。しかし、著者らは今回の結果より 4 年ではあるが、長期的にも有意な差がないことを示した。

二ケイ酸リチウムセラミックス大臼歯クラウンの 3 年間の臨床評価に関する文献<sup>16)</sup> から、装着した 30 個のクラウン中 29 個 (97%) は、3 年間問題なかったが、1 つのクラウンには 18 か月後に亀裂線が認められ、24 か月後には亀裂は見られるもののエクスプローラーでの引っ掛かりはなかったが 36 か月で亀裂線が視覚的に明らかとなったという報告がある。また、一般歯科医師が装着した 64 人 82 個の二ケイ酸リチウムセラミックスクラウンの 15～57 か月 (平均 25 か月) の成功率は 93.9%、失敗の 3 つは破壊、2 つは亀裂、5 つは色の不満であった<sup>17)</sup>。失敗の原因は、接着によるものも含まれていると考える。そこで、3 年では問題がほとんどないと考え、今回はそれより長期の 4 年後を研究時期とした。

二ケイ酸リチウム結晶ガラスを 60% 含有する IPS Empress2 に対する酸処理が IPS Ceramic Etching Gel (5% HF) 20 秒であるのに対し、リユース結晶をガラスマトリックス中に析出させた構造をもつ IPS Empress および IPS Empress Esthetic の酸処理時間は、IPS Ceramic Etching Gel 60 秒である。このように材質により最適な酸処理時間は異なる。そのため術者は使用するセラミックスそれぞれの材質、酸処理時間を含めた性質および使用するレジンセメントの性質を熟知しておく必要がある。

酸処理のほかに、セラミックの接着性向上を目的とした表面処理法として、シリカコーティング法<sup>12-14, 25-27)</sup>



がある。その中でもコジェットは、ロカテックのようにアルミナ粒による前処置を行わず、コジェットサンドのみを噴射する1ステップでシリカコーティングができるシステムである。フッ化水素酸によるエッチング効果が期待できず、接着システムの導入が困難である酸化アルミニウム・酸化ジルコニウムに使用することにより接着効果が期待できると考える。

今回、フッ化水素酸よりも有意に接着力は低下した。これは、コジェットサンドを噴射するにあたり、試料に対して直角にあてないと効果が得られない<sup>26)</sup>などの報告もあることから、適切な角度、時間などの検討が必要であると考えられる。

また、2015年に、フッ化水素酸に代わる材料としてセルフエッチングガラスセラミックプライマー(Monobond Etch & Prime; IVOCAR VIVADENT)が発売された。これは、安全にワンステップでエッチング、クリーニング、シラン処理を行うことができ、「フッ化水素酸+シラン処理」を施したものと同等の接着性が得られるという報告がある<sup>11, 28)</sup>。安全性を考慮すると注目すべきプライマーであり、今後の検討課題であると考えられる。

## 結 論

IPS Empress2 コア材とレジンセメントとの接着について被着面の酸処理条件をマイクロテンサイル接着試験から6か月後および4年後について評価した結果、以下の結論を得た。

1. フッ化水素酸処理とシラン処理は、セラミック表面に適切に行うことによりレジンセメントとの接着強さを向上させ、長期的接着耐久性が期待できる。
2. フッ化水素酸塗布およびトライインペースト使用後の、被着面表面や深部に入り込んだ微細な反応析出物や残留物の除去には、超音波洗浄が有効である。
3. リン酸処理では接着強さの向上は期待できない。

## 文 献

- 1) 山崎長郎. 審美修復治療の方法および材料: エステティッククラシフィケーションズ 複雑な審美修復治療のマネージメント. 1版. 東京. クインテッセンス出版; 2009: 53-80.
- 2) Magne P and Knezevic A. Simulated fatigue resistance of composite resin versus porcelain CAD/CAM overlay restorations on endodontically treated molars. *Quintessence Int.* 2009; 40: 125-133.
- 3) 羽田詩子. 長期経過を実現する オールセラミックレ

- ストレーション 第5章 CAD/CAM ジルコニアの臨床応用. 1版. 東京. 医歯薬出版; 2016: 140-145.
- 4) 丸山剛郎, 中村隆志, 日野年澄. ポーセレンラミネートベニアの臨床応用. 東京. クインテッセンス出版; 1991: 19-21.
- 5) 奈良陽一郎, 越田清祐, 河本芽, 鴫田智重. エビデンスに基づく“良質なメタルフリー CAD/CAM 修復”の臨床的留意点. *日歯保存誌*. 2021; 64: 256-264.
- 6) 松村英雄. セラミックス接着の科学. 補綴誌, 2002; 46: 151-164.
- 7) Magne P and Belser U. 山崎長郎監修. ボンディット ポーセレン レストレーションズ—バイオメテック・アプローチ—. 1版. 東京. クインテッセンス出版; 2002: 342-347.
- 8) Ruttermann S, Fries L, Raab WH and Janda R. The effect of different bonding techniques on ceramic / resin shear bond strength. *J Adhes Dent.* 2008; 10: 197-203.
- 9) Lawson NC, Jurado CA, Huang CT, Morris GP, Burgess JO, Liu PR. Kinderknecht KE, Lin CP and Givan DA. Effect of surface treatment and cement on fracture load of traditional zirconia [3Y], translucent zirconia [5Y], and lithium disilicate crowns. *J Prosthodont.* 2019; 28: 659-665.
- 10) Kim YR, Kim JH, Son SA and Park JK. Effect of Silane-Containing Universal Adhesives on the Bonding Strength of Lithium Disilicate. *Materials*. 2021, 14 (14), 3976; <https://doi.org/10.3390/ma14143976>. 1-11.
- 11) Ueda N, Takagaki T, Nikaido T, Takahashi R, Ikeda M and Tagami J. The effect of different ceramic surface treatments on the repair bond strength of resin composite to lithium disilicate ceramic. *Dent Mater J.* 2021; 40: 1073-1079.
- 12) Ozcan M and Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003; 19: 725-731.
- 13) Pelógia F, Valandro LF, Brigagão V, Neisser MP and Bottino MA. Resin microtensile bond strength to feldspathic ceramic: hydrofluoric acid etching vs. tribochemical silica coating. *Int J Prosthodont.* 2007; 20: 532-534.
- 14) Sato K, Fujishima A, Hotta Y and Miyazaki T. Enhancement of the bonding durability of resin-based cement to lithium disilicate glass ceramics using surface modification methods. *Showa Univ J Med Sci.* 2015; 27: 223-234.
- 15) 羽田詩子, 貞光謙一郎. ガラスセラミックコア材の酸処理条件の比較. *歯科審美*; 2008; 20: 105-112.
- 16) Etman MK and Woolford MJ. Three-year clinical evaluation of two ceramic crown systems: a preliminary study. *J Prosthet Dent.* 2010; 103: 80-90.

- 17) Mansour YF, Al-Omiri MK, Khader YS and Al-Wahadni A. Clinical performance of IPS-Empress 2 ceramic crowns inserted by general dental practitioners. *J Contemp Dent Pract.* 2008; 9: 9-16.
- 18) 日本接着歯学会編 接着試験法. Minimal Intervention を求めて. 東京. 医歯薬出版; 2002 : 184-189.
- 19) Della BA, Anusavice KJ and Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-press ceramics, *J Adhes Dent.* 2002; 2: 305-313.
- 20) Panah FG, Rezai SM and Ahmadian L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composit resin to IPS Empress 2. *J Prosthodont.* 2008; 17: 409-414.
- 21) Spohr AM, Sobrinho LC and Consani S. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont.* 2003; 16: 277-282.
- 22) Canay S, Hersek N and Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil.* 2001; 28: 95-101.
- 23) 今井誠. 歯科用ポーセレンと接着性レジンにおける被着面処理に関する研究. 歯科器材. 1990 ; 9 : 301-313.
- 24) Salvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Consani S, Sinhoreti MA, DeGoes MD and Knowlesles J. Effect of water storage and surface treatments on the tensile bond strength of IPS Empress 2 ceramic. *J Prosthodont.* 2007; 16: 192-199.
- 25) 井野智, 渡邊智良, 濱野奈穂. 簡易型シリカコーティング法の可能性. 補綴臨床. 2006 ; 39 : 577-583.
- 26) Amaral R, Ozcan M and Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater J.* 2006; 22: 283-290.
- 27) 月星光博. 金属とレジンの新しい接着強化システム『コジェット』の臨床応用. The Quintessence. 2007 ; 26 : 161-166.
- 28) 高垣智弘. もう迷わない! 修復物, 補綴装置の「装着」徹底解説. The Quintessence. 2017 ; 36 : 50-73.
-