原 著 論 文

ジルコニアに対するセルフアドヒーシブレジンセメントの剪断接着強さ

岡本 和彦, 飯塚 知明, 猪野 照夫, 岩瀬 直樹, 佐藤 雅介, 藤澤 政紀

The Shearing Bond Strength of Self-Adhesive Resin Cement to Dental Zirconia

Kazuhiko Okamoto, DDS, PhD, Tomoaki Iizuka, DDS, Teruo Ino, DDS, PhD, Naoki Iwase, DDS, PhD, Masayuki Sato, DDS and Masanori Fujisawa, DDS, PhD

抄 録

目的：部分安定型ジルコニア（以下ジルコニアと略す）に対して，4種類のセルフアドヒーシブレジンセメントの剪断接着強さについて評価した。

方法：本研究には，以下のセルフアドヒーシブレジンセメント，G-Luting, Clearfil SA luting, Rely X Unicem, Smartcemを用いた。被験試料には，ジルコニアを調製し，常温重合レジン内へ包埋後，被着面研磨に耐水研磨紙 #600 を使用した。接着体には，ステンレスロッドを用い，被験試料数は，各セルフアドヒーシブレジンセメントについて 14 個製作し，水中浸漬後ならびにサーマルサイクル試験後の剪断接着強さならびに破壊様相を評価した。

結果：セルフアドヒーシブレジンセメントのジルコニアに対する剪断接着強さは，水中浸漬後で 7.5 ～ 66.1 MPa，サーマルサイクル試験後では，0.8 ～ 71.0 MPa を示した。リン酸エステル系モノマー含有のセルフアドヒーシブレジンセメントでは，カルボン酸系モノマー含有と比較して，剪断接着強さが高かった。破壊様相では，全被験試料でステンレスロッド界面での破壊は生じておらず，ジルコニア表面とセメントとの界面破壊，あるいは，セメント内部での混合破壊であった。

結論：ジルコニアに対して，リン酸エステル系モノマーを含有するセルフアドヒーシブレジンセメントは，剪断接着強さのうち加速劣化の影響を比較的受けにくいことが示唆された。

和文キーワード

セルフアドヒーシブレジンセメント，部分安定化ジルコニア，リン酸エステル系モノマー

I. 緒 言

審美性を考慮した歯冠補綴装置の製作にあたり，従来より機械的特性に優れるメタルボンドクラウンが応用されてきた。しかしながら，長期使用による経過観察から金属色による光の不透過性や歯科金属アレルギーに対する問題点などが指摘されるようになってきた。これらの解決手段として，メタルフリーとなる口腔内環境を実現するため，歯冠補綴装置に応用される材料としてオールセラミックシステムが注目されるようになった。さらに歯科用 CAD/CAM の進歩により，アルミナ，ジルコニ

アが普及し，従来のシリカを主体としたオールセラミックの脆弱性が改良されるようになった。なかでも，部分安定型ジルコニアは，生体親和性¹⁾や審美性²⁾，そして，機械的特性に優れている³⁾ことから，歯冠補綴装置への応用頻度も高くなってきている⁴⁾。

一方，審美的要求の高い補綴装置の装着にあたり，支台歯フィニッシュラインを歯肉縁下に設定することが多いため，呼吸や歯肉溝滲出液などに影響を受けることなく，支台歯が乾燥状態下において合着操作を完了することは難しい。したがって，長期間にわたり合着用セメントの機械的特性を維持し，良好な術後経過を獲得するためには，合着操作において煩雑な処理が少なく，短時間

明海大学歯学部機能保存回復学講座歯科補綴学分野

Division of Fixed Prosthodontics, Department of Restorative & Biomaterials Sciences, Meikai University School of Dentistry

受付：2010 年 3 月 25 日／受理：2010 年 8 月 30 日

Received on March 25, 2010/Accepted on August 30, 2010

に完了することが必要である。昨今、臨床応用されているセルフアドヒーシブレジンセメントは、従来の接着性レジンセメントに比較して口腔内環境の影響を受けにくく⁵⁾、操作方法が簡便⁶⁾であるが、接着力に関しては、同一接着環境下において接着性レジンセメントに応用されているマルチステップタイプに比較して、歯質や歯冠補綴材料に対して低いことが報告されている⁷⁾。特に、歯冠補綴装置に部分安定型ジルコニアを応用した場合には、従来型のシリカ含有セラミック材料と接着法が異なり、シリカが含有されていないためシランカップリング処理のような単独表面処理法は無効とされ⁸⁾、接着性モノマー含有の接着性レジンセメントの使用⁷⁻¹⁵⁾、あるいは、部分安定型ジルコニアの被着表面に対してシリカ処理などの表面処理^{10-13, 16-23)}を補綴装置内面に対して併用することが接着耐久性を向上させるうえで有効であると報告されている。

しかしながら、セルフアドヒーシブレジンセメントと部分安定型ジルコニアとの接着に関しては、ジルコニア被着面に対する表面処理法の違いと接着強さに関する報告が多くみられるが、ジルコニア被着面を未処理状態下における水中浸漬ならびにサーマルサイクル試験を行いセルフアドヒーシブレジンセメントの接着強さに関して検討を行ったものは比較的少ない^{12-15, 23)}。

そこで、本研究では、4種類のセルフアドヒーシブレジンセメントと部分安定型ジルコニアとの接着強さおよび接着耐久性について評価することを目的として、水中浸漬後およびサーマルサイクル試験後の剪断接着強さの測定、ならびに破壊様相を観察した。

II. 研究方法

本研究では、以下の4種セルフアドヒーシブレジンセメントをメーカー指示の方法・条件にて使用した。その主成分を表1に示す。

- ① G-Luting : GL
(GC, Tokyo, Japan)
- ② Clearfil SA luting : SA
(KURARAY MEDICAL INC, Tokyo, Japan)
- ③ Rely X Unicem : RU
(3M ESPE, Minnesota, USA)
- ④ Smartcem : SM
(DENTSPLY SANKIN, Tokyo, Japan)

被着試料として、部分安定化ジルコニア (Aadva Zirconia, GC, Tokyo, Japan. 以後、ジルコニア) を 16.0 mm × 13.0 mm × 3.0 mm に調製し、常温重合レジン (UNIFAST II, GC, Tokyo, Japan) 内

へ包埋した。ジルコニア材料の被着面に対して、耐水研磨紙 # 600 を用いて最終研磨を行い、テフロンフィルムを設置することにより規格化した被着面 (直径 3.0 mm, 厚さ 100 μ m) を設定した。接着体としては、ステンレスロッド (直径 10.0 mm) を用い、被着面に対して耐水研磨紙 # 600 にて研磨、サンドブラスト処理 (噴射距離 5 mm, 噴射圧力 0.4 MPa, 処理時間 1 秒) を行った後、超音波にて洗浄した。ジルコニアとステンレスロッドとの接着には、4種類のセルフアドヒーシブレジンセメントをメーカー指示に従って練和後、被着試料面上のテフロンフィルム接着規制部に対してセメント泥を塗布、同上部よりステンレスロッドを手圧にて圧接し、ただちに余剰セメントを除去後、セメント硬化まで保持することによって被験試料を製作した。

被験試料数は、各セルフアドヒーシブレジンセメントについて 14 個製作し、セメント硬化後、37°C 蒸留水中に 23 時間保存の水中浸漬群 ($n = 7$)、さらにサーマルサイクル試験として 5°C および 55°C 各 30 秒間交互に 5000 回浸漬を行うサーマルサイクル群 ($n = 7$) を設定した。

剪断接着強さの測定は、各被験試料を水中浸漬後ならびにサーマルサイクル試験後に専用治具内へ固定し、オートグラフ (AG-IS, 島津製作所, Kyoto, Japan) を用いてクロスヘッドスピード 1.0 mm/s の条件下で行った (図 1)。なお、結果は、剪断接着強さについて各セルフアドヒーシブレジンセメントならびにサーマルサイクル試験の有無について二元配置分散分析を用いて解析 ($p < 0.05$) し、その後、Scheffé's F test による多重比較検定を用いて統計処理 ($p < 0.05$) を行った。これらの統計処理には、統計解析ソフト (SPSS Statistics 17.0, SPSS Japan Inc, Tokyo, Japan) を使用した。また、接着面の破壊様相についての観察は、剪断接着強さの測定後にデジタルマイクロスコープ (VHX-100F, KEYENCE, Osaka, Japan) を用いて行い、界面破壊および混合破壊の 2 種類に分類した。

III. 結 果

水中浸漬群とサーマルサイクル群におけるジルコニアに対する各セルフアドヒーシブレジンセメントの剪断接着強さを図 2 に示す。水中浸漬群において、剪断接着強さは、7.5 ~ 66.1 MPa を示し、GL において最も高く、GL と SM 間で有意差がみられた ($p < 0.05$) もの、他のセメント間においては有意差が認められなかった。これに対してサーマルサイクル群において、剪断接着強さは、0.8 ~ 71.0 MPa を示し、GL において最も高く、

表 1 Self-adhesive resin cements used in this study
実験に使用したセルフアドヒーズプレジンセメント

Product (Shade) / Lot No. / Manufacturer	Main composition	Code
G-Luting (Translucent) / 0810301 (A paste) 0811050 (B paste) / GC	Fluoro-alumino-silicate glass, Silicon dioxide, Dimethacrylate resin, Phosphoric acid ester monomer	GL
Clearfil SA luting (Universal) / 00064A / Kuraray Medical	Bis-GMA, TEGDMA, MDP, barium glass, glass, silica, sodium fluoride	SA
RelyX Unicem (Translucent) / 335523 / 3M-ESPE	dimethacrylate, acetate, methacrylated phosphoric ester, glass powder, silica, calcium hydroxide	RU
Smartcem (Natural) / 446-043 / DENTSPLY SANKIN	methacrylic acid 2-hydroxyethyl, HEMA, Trimellitic acid, 4-MET, PENTA, PEM-F, BDMA, sulfinate	SM

図 1 Schematic drawing of experimentation for the shear bond strength
剪断接着試験の概略図

図 2 Mean shear bond strength and standard deviation of means of self-adhesive resin cements
セルフアドヒーズプレジンセメントの剪断接着強さ

表 2 Results of 2-way analysis of variance
二元配置分散分析の結果

Source of variation	df	Sum of squares	Mean square	F-value	P value
Thermocycled condition (A)	1	812.833	812.833	2.890	0.096
Cement type (B)	3	31593.570	10531.190	37.442	<0.001
A*B	3	1734.420	578.140	2.055	0.119
Error	48	13500.822	281.267		
Total	56	106907.090			

GL と SA, RU, SM 間において有意差が認められた ($p < 0.05$). サーマルサイクル群における剪断接着強さは、水中浸漬群に比較して GL で増加傾向を示したのに対して、SA, RU と SM においては減少する傾向がみられた。また、表 2 に示すようにセルフアドヒーズブレジンセメントの種類、サーマルサイクル試験の有無において、それぞれ有意差が認められた ($p < 0.05$)。

剪断接着試験後における被着界面での破壊様相の観察では、ステンレスロッド界面において、いずれの被験試料にも破壊が生じておらず、ジルコニア表面と合着用セメントにおける界面破壊、あるいは、合着用セメント内における混合破壊が認められた。また、水中浸漬群において、SA, RU, SM では、セメント界面での接着破壊が多く、さらにサーマルサイクル群において、SA, RU および SM では、すべて界面破壊が観察された。これに対して、GL では、混合破壊が多くみられ、水中浸漬群とサーマルサイクル群において、混合破壊の割合がいずれも 57% であった (図 3)。

IV. 考 察

間接法によって製作された歯冠補綴装置は、合着材を介在することによって支台歯へ装着されるが、口腔内は多湿環境下であるため、装着時における合着用セメントの機械的性質や取り扱い方法を考慮しながら選択、装着することが重要である。特に審美性を重視した歯冠補綴装置においては、支台歯フィニッシュラインの設定位置を歯肉縁下とすることが多く、乾燥状態の確保に対して、さらなる配慮が必要となるため、歯冠補綴装置の合着にあたっては、取り扱い方法が簡便であり、装着環境下の影響を受けることによっても機械的性質変化の少ない合着材を選択することが望ましいと思われる。セルフアドヒーズブレジンセメントは、歯冠補綴装置の装着にあたり、従来の接着性レジンセメントと比較して、操作性が簡便である⁶⁾ため、術者の熟練度による影響を受けにくい⁵⁾ことが報告されている。

一方、合着用セメントの機械的性質のうち、被着体に対する接着強さに関しては、表面処理状態、合着材の種類、そして、保存状態に影響を受けることが報告されている¹²⁾。なかでも、従来から長期間水中保存とサーマルサイクル試験は、臨床的に関連性のある実験とされており⁷⁾、また、長期間水中保存は、接着性レジンセメントの化学的耐久性を把握する手段として有効である¹³⁾。さらに、乾燥条件下における試験に比較して、水中保存やサーマルサイクル試験を条件設定として加えた場合は、接着強さに有意な低下が認められる²²⁾ことから、口腔内の多湿環境下における合着用セメントの機械的性質について把握するには、水中保存やサーマルサイクル試験を条件設定として用いて評価することが妥当と考えられた。そこで本実験では、セルフアドヒーズブレジンセメントにおける剪断接着強さの測定にあたり、臨床的パラメーターとして、水中浸漬およびサーマルサイクル試験による加速劣化試験を負荷することにより、審美補綴修復に用いられるオールセラミッククラウン修復材料のうち、ジルコニアに対するセルフアドヒーズブレジンセメントの剪断接着強さの検討を行った。

ジルコニア被着面に対する接着性モノマーを用いた表面処理ならびに接着性モノマー含有のセルフアドヒーズブレジンセメントでは、金属酸化物であるジルコニアに対して接着性が向上し^{7, 12-15, 19)}、さらに被着表面に対する表面処理を行うことなく接着力を向上する¹²⁻¹⁵⁾ことが報告されている。本実験結果では、水中浸漬後における剪断接着強さが GL, SA, そして、RU 間において有意差はみられなかったのに対して、GL と SM 間で有意差が認められた。これは、GL, SA, そして、RU に含有している接着性モノマーが疎水性のリン酸エステル系モノマーであるのに対して SM では、親水性のカルボン酸系モノマーを含有していることから、これら接着性モノマーの特性に起因したものと考えられる。Oyagüe ら¹³⁾は、ジルコニア被着面に対するセルフアドヒーズブレジンセメントの水中浸漬 24 時間後における引張り接着強さについての実験を行い、ジルコニア被

図3 Mean percentage of areas assigned to the failure mode at the shear bond test

剪断接着試験における破断様式の割合

着面に対して表面処理を行わなくとも接着強さの向上にMDPが有効であり、これは、疎水性特性により加水分解を生じにくくすることに起因していると報告している。また、カルボン酸系接着性モノマーを含有したセルフアドヒーズブレジンセメントでは、ジルコニアの表面処理を行わない場合において、リン酸エステル系モノマーに比較して接着強さが低い¹³⁾ことも報告しており、これらのことから本実験では、セルフアドヒーズブレジンセメントに含有している接着性モノマーの違いが水中浸漬群の剪断接着強さに影響しているものと思われる。

サーマルサイクル群における剪断接着強さでは、GLが最も高く、水中浸漬後と比較して剪断接着強さがわずかに向上した。リン酸エステル系モノマー含有の接着性ブレジンセメントならびにセルフアドヒーズブレジンセメントの剪断接着強さは、水中浸漬後と比較してサーマルサイクル試験後において向上する^{7, 17)}ことが報告されており、GLにおいても同様な結果が認められた。セルフアドヒーズブレジンセメントがジルコニアの剪断接着強さに及ぼす要因としては、合着用セメント硬化体の強度、接着性モノマー量および機能性モノマーの構造が考えられ、なかでも、接着性モノマー含有量の増加は、接着性を向上させる一方で、セメント硬化体の機械的性質低下を招くため、相対的に剪断接着強さの向上に反映されないと考えられる。また、アドヒーズセメント成分中のメタクリレート基は、水中浸漬中、あるいはサーマルサイクル試験負荷によって、残留重合、重合促進を生じることが報告されている²⁴⁾。これらのことから、接

着性モノマー量の配合率、セメント硬化体の機械的強度、そして、残留重合および重合促進、これらの因子が作用した結果、サーマルサイクル群のGLにおいて剪断接着強さがわずかに向上したものと推察できる。

水中浸漬後における破壊様相は、GL以外で界面破壊の割合が混合破壊に比較して多くみられた。さらに、サーマルサイクル群においては、GLで界面破壊と混合破壊の割合が同一であったものの、他のセルフアドヒーズブレジンセメントでは、すべて界面破壊であった。Oyagüeら¹⁴⁾は、リン酸エステル系モノマーを含有したRUを用いて、ジルコニア被着面に対して表面処理を行うことなしに水中浸漬24時間後と6ヵ月後の破壊様相について観察したところ、時間経過に伴って混合破壊が少なくなるのに対して、界面破壊が多く認められたと報告している。また、Pharkら²³⁾は、ブレジンセメントを用いてジルコニア被着面に対して表面処理をせずに水中保存90日、さらにサーマルサイクル試験20000回負荷後の破壊様相を観察し、被験試料10個中9個に接着不良が観察されたことを報告している。水中浸漬ならびに加速劣化試験は、ジルコニアに対するブレジンセメントの接着強さを低下させる^{12, 17, 21, 23)}。一方で、Ozcanら¹⁶⁾は、接着性ブレジンセメントを用いてジルコニア被着面に対する剪断接着強さに関してサーマルサイクル試験6000回負荷後の破壊様相の観察において長期予後推察することが難しいことを報告している。

今回設定した水中浸漬時間ならびにサーマルサイクル試験5000回浸漬負荷において、GLでは、混合破壊の

割合が同一となったことから、他のセルフアドヒーズブレジンセメントに比較して機械的性質が優れていると考えられる。しかしながら、水中浸漬時間の延長やサーマルサイクル試験の負荷回数増加による、さらなる加速劣化試験を行い検討する必要があると思われる。

V. 結 論

ジルコニア系セラミックス材料に対する4種類のセルフアドヒーズブレジンセメントの接着強さおよび接着耐久性について検討するため、水中浸漬23時間後ならびにサーマルサイクル試験5000回浸漬後における剪断接着強さならびに破壊様相について評価を行った。その結果、部分安定型ジルコニアに対してリン酸エステル系モノマーを含有するセルフアドヒーズブレジンセメントでは、剪断接着強さにおいて加速劣化による影響を比較的受けにくいことが示唆された。

文 献

- 1) Yamashita D, Machigashira M, Miyamoto M, Takeuchi H, Noguchi K, Izumi Y et al. Effect of surface roughness on initial responses of osteoblast-like cells on two types of zirconia. *Dent Mater J* 2009; 28: 461-470.
- 2) Schmitter M, Mussotter K, Rammelsberg P, Stoiber T, Ohlmann B, Gabbert O. Clinical performance of extended zirconia frameworks for fixed dental prostheses: two-year results. *J Oral Rehabil* 2009; 36: 610-615.
- 3) Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. Fatigue of zirconia under cyclic loading in water and its implications for the design of dental bridges. *Dent Mater* 2007; 23: 106-114.
- 4) Sadan A, Blatz MB, Lang B. Clinical considerations for densely sintered alumina and zirconia restorations: Part 1. *Int J Periodontics Restorative Dent* 2005; 25: 213-219.
- 5) Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent* 2008; 10: 251-258.
- 6) Han L, Okamoto A, Fukushima M, Okiji T. Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements. *Dent Mater J* 2007; 26: 906-914.
- 7) Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2006; 22: 195-200.
- 8) Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006; 77: 28-33.
- 9) Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006; 95: 430-436.
- 10) Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater* 2007; 23: 45-50.
- 11) Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J* 2006; 25: 669-674.
- 12) Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int* 2007; 38: 745-753.
- 13) Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater* 2009; 25: 172-179.
- 14) Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater* 2009; 25: 392-399.
- 15) Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Investig* 2010; 14: 187-192.
- 16) Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003; 19: 725-731.
- 17) Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent* 2004; 91: 356-362.
- 18) Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent* 2004; 92: 265-273.
- 19) Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent* 2005; 30: 382-388.

- 20) Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont* 2005; 18: 60-65.
- 21) Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater* 2006; 22: 283-290.
- 22) Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Leite FP, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. *Int J Prosthodont* 2007; 20: 70-72.
- 23) Phark JH, Duarte S Jr, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent* 2009; 101: 29-38.
- 24) Pace LL, Hummel SK, Marker VA, Bolouri A. Comparison of the flexural strength of five adhesive resin cements. *J Prosthodont* 2007; 16: 18-24.

著者連絡先：岡本 和彦

〒 350-0283 埼玉県坂戸市けやき台 1-1

TEL: 049-285-5511

FAX: 049-287-6657

E-mail: okamoto@dent.meikai.ac.jp

The Shearing Bond Strength of Self-Adhesive Resin Cement to Dental Zirconia

Kazuhiko Okamoto, DDS, PhD, Tomoaki Iizuka, DDS, Teruo Ino, DDS, PhD, Naoki Iwase, DDS, PhD,
Masayuki Sato, DDS and Masanori Fujisawa, DDS, PhD

Division of Fixed Prosthodontics, Department of Restorative & Biomaterials Sciences, Meikai University School of Dentistry

Ann Jpn Prosthodont Soc 3 : 32-39, 2011

ABSTRACT

Purpose: To evaluate the shear bond strength and bonding durability of different self-adhesive resin cements to dental zirconia.

Method: The following self-adhesive resin cements were used in this study: G-luting, SA luting, RelyX Unicem and Smartcem. The specimens of zirconia were embedded into acrylic resin. Each specimen was then cemented in bonding area that was regulated with plastic tape (3.0 mm in diameter) using self-adhesive resin cement (self-curing mode) with a stainless steel rod (10 mm in diameter), after it was prepared using wet 600-grits silicone carbide paper. Each self-adhesive resin cement was prepared for each of the 14 specimens. Prior to performing the shear bond strength test, all bonded specimens (n = 14) were stored at 37°C -100 % relative humidity for 1 hour and stored in 37°C distilled water for 23 hours. Half the specimens (n = 7) were repeatedly thermal cycled for 5000 cycles between 5°C and 55°C. The shear bond strength of self-adhesive resin cement to zirconia was measured in a universal testing machine.

Results: The mean shear bond strength of the self-adhesive resin cements to zirconia varied from 7.5 to 66.1 MPa after storage in 37°C distilled water for 23 hours, and from 0.8 to 71.0 MPa after repeated thermal cycling. The shear bond strengths of the self-adhesive resin cements containing phosphoric acid ester monomer were slightly higher than for those containing carboxyl acid monomer. Observation of fracture mode determined that fractures did not occur at the interface with the stainless steel rods. All fractures occurred either at the interface between the zirconia surface and the cement (adhesive mode) or within the cement (cohesive mode).

Conclusion: Self-adhesive resin cements containing adhesive monomers such as phosphoric acid ester monomer showed slightly less accelerative degradation than other cements when bonded to dental zirconia.

Key words

self-adhesive resin cement, partially stabilized zirconia, phosphoric acid ester monomer