

原 著 論 文

## 硬質レジンを用いた3種破壊靱性試験法の比較

秋池 成律   能勢 大尚   廣田 吉明   多和田泰之   小松 繁樹\*

### Comparison of Three Testing Methods of Fracture Toughness Using Indirect Composite

Akiike Shigenori, Nose Hirohisa, Hirota Yoshiaki, Tawada Yasuyuki and Komatsu Shigeki\*

#### 抄 録

目的：Single-edge notched beam fracture toughness test (SENB) と Indentation fracture toughness test (IF) および Notchless triangular prism fracture toughness test (NTP) の靱性評価と試験法間の関係について検討した。

方法：セラマージュとエステニア C&B の2種類の硬質レジンを用いた。各々の硬質レジンを重ね合条件を変えることにより4種の異なった実験的被験試料を作製した。重ね合条件は、光重合だけと光重合の後に加熱重合するものである。実験的被験試料の破壊靱性値 ( $K_{Ic}$ ) を3試験法により測定した。靱性評価は分散分析と Tukey の多重比較で行なった。試験法間の関係は、単回帰分析により検討した。

結果：荷重-変位曲線と SEM による破断面観察により平面ひずみ線形破壊現象が示された。3試験法による  $K_{Ic}$  には、有意差が認められた ( $p<0.01$ )。SENB は被験試料を有意に4種に、IF は2種に、NTP は3種に分類した。SENB と NTP の破壊靱性評価は同様の傾向を示した。SENB と NTP 間に、 $K_{Ic}(NTP)=0.82 \times K_{Ic}(SENB) + 1.05$  の単回帰式が有意 ( $R^2=99.7\%$ ) に適合した。IF との相関性は認められなかった。

結論：硬質レジンでは、組成と重ね合条件の違いにより異なる破壊靱性を示す。靱性評価は、破壊靱性試験法により違いがある。SENB と NTP には、高い相関性が認められる。

#### 和文キーワード

破壊靱性試験, 破壊靱性値,  $K_{Ic}$ , 硬質レジン, 相関性

## I. 緒 言

日本工業標準調査会 (JIS), 日本機械学会 (JSME), American Society for Testing and Material (ASTM), International Organization for Standardization (ISO) は、材料力学的特性を測定するための試験を標準化し

ている。しかし試験法と被験材料の組み合わせによって違いが生ずる。破壊靱性では、試験法の違いにより破壊靱性値 (以下  $K_{Ic}$ ) に違いが生じていることから、試験法と被験材料の適合性が影響しているものと考えられる。したがって、材料特性により材料を選択するときは、試験法の特性や被験材料との適応性および試験法間の関係を理解することが重要である<sup>1)</sup>。

日本歯科大学新潟歯学部歯科補綴学第2講座

\* 関越支部 (佐渡総合病院歯科)

Department of Crown and Bridge, School of Life Dentistry at Niigata, The Nippon Dental University

\* Kan-etsu branch (SADO general hospital)

受付: 2007年4月25日 / 受理: 2007年10月5日

Received on April 25, 2007 / Accepted on October 5, 2007

本論文の目的は、脆性な歯科材料の靱性評価に用いられている標準的破壊靱性試験法<sup>2)</sup>である Single-edge notched beam fracture toughness test (以下 SENB) と Indentation fracture toughness test (以下 IF) および脆性材料への適応性が高いとして新しく提案された Notchless triangular prism fracture toughness test<sup>3)</sup> (以下 NTP) の靱性評価と試験法間について、4 種の硬質レジン製被験試料の  $K_{Ic}$  を測定し比較することによってこれらを明らかにすることである。

## II. 研究方法

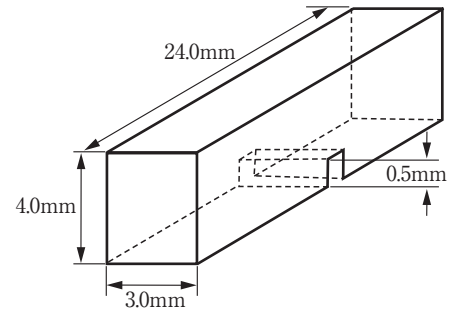
### 1. 破壊靱性試験法

SENB と IF は JIS R 1607<sup>2)</sup> に、NTP は Ruse ら<sup>3)</sup> と与那覇ら<sup>4)</sup> の報告に準じた。

SENB は、最大荷重 5 kN のロードセルを装着した万能試験機 (AG-I, 島津製作所) に 3 点曲げ試験支持具とひずみゲージを取り付け、クロスヘッドスピード 0.5 mm/min で行った。被験試料形状は、片側切欠き入り四角柱で、支点間距離、荷重点位置および支点直径の条件は JIS R 1607 の試験片 I とした (図 1)。最大破壊荷重 (以下  $P_{max}$ ) と応力-ひずみ曲線は、解析用ソフト (トラペジウム, 島津製作所) により記録した。モード I 型線形破壊の確認は、応力-ひずみ曲線の直線性と破断面の電子顕微鏡像 (以下フラクトグラム) で判定した。予き裂長さ (以下  $a$ ) は、フラクトグラム上で測定した。SENB による  $K_{Ic}$  (以下  $K_{IcS}$ ) の算出は、JIS R 1607 の計算式より算出した (図 1)。

IF は、ビッカース硬度計 (AVK-A, 明石製作所) を用いて、荷重 1 kgf, 負荷時間 15 sec の条件で行った。被験試料形状は、ビッカース針に対して垂直な平面をもつ直径 10 mm 厚さ 5 mm の円柱とした。IF による  $K_{Ic}$  (以下  $K_{IcI}$ ) は、新原の式<sup>5)</sup> とした (図 2)。代入するビッカース硬さ (以下  $H$ )、ビッカース圧痕の長さ (以下  $2a$ ) と亀裂長さ (以下  $2c$ ) は、3ヶ所の平均値とした。 $2a$  と  $2c$  は、フラクトグラム上で計測した。複数の亀裂が発生している場合の  $2c$  は、圧痕の頂点から発生した最長値を用いた。

NTP は、最大荷重 5 kN のロードセルを装着した万能試験機 (AG-I, 島津製作所) に試験治具を取り付け、クロスヘッドスピード 0.5 mm/min で行い、



$$K_{Ic} = \left[ \frac{PS}{BW^{\frac{3}{2}}} \right] \left\{ \frac{3}{2} \left( \frac{a}{W} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot Y \left( \frac{a}{W} \right) \right\}$$

$$\text{As specimen I : } \frac{S}{W} = 4.0, \quad 0 \leq \frac{a}{W} \leq 1,$$

$$Y \left( \frac{a}{W} \right) = \frac{\left[ 1.99 - \frac{a}{W} \left( 1 - \frac{a}{W} \right) \left\{ 2.15 - 3.93 \frac{a}{W} + 2.7 \left( \frac{a}{W} \right)^2 \right\} \right]}{\left( 1 + 2 \frac{a}{W} \right) \left( 1 - \frac{a}{W} \right)^{\frac{3}{2}}}$$

$P$  : load at fracture (N)

$S$  : span, distance between the supports (m)

$B$  : thickness of specimen (m)

$W$  : width of the specimen (m)

$a$  : crack length (m)

$K_{Ic}$  : fracture toughness value ( $\text{Pa} \cdot \text{m}^{1/2}$ )

図 1 SENB specimen design and  $K_{Ic}$  calculation formula  
SENB の被験試料寸法と  $K_{Ic}$  算出式

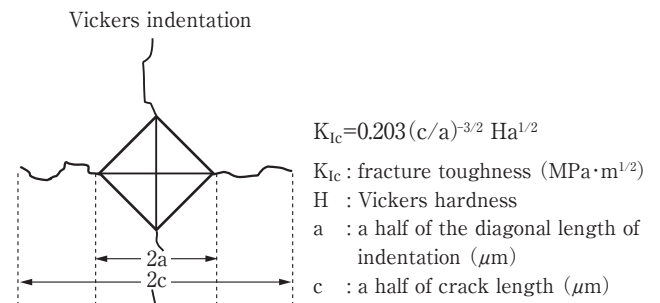


図 2 IF specimen design and  $K_{Ic}$  calculation formula by Niihara<sup>5)</sup>  
新原による IF の被験試料寸法と  $K_{Ic}$  算出式

$P_{max}$  と荷重-変位曲線を解析用ソフト (トラペジウム, 島津製作所) により測定した。モード I 型線形破壊の確認は、荷重-変位曲線の直線性とフラクトグラムにより判定した。NTP による  $K_{Ic}$  (以下  $K_{IcN}$ ) は、Ruse ら<sup>3)</sup> の公式から算出した (図 3)。

### 2. 被験試料

被験材料とした硬質レジン、セラマージュ歯冠用

コンポジットレジン ボディー (Lot 03041, 松風, 以下 C) とエステニア C&B エナメル (Lot 00208, クラレメディカル, 以下 E) の2種類を用いた。被験試料は、それぞれの硬質レジンを光重合と光重合後に加熱重合を加える2条件により作製した。これにより、組成と重合条件の違いによる4種の靱性の被験試料とした。Cによる被験試料は、1回積層時の予備光重合を10 secとして3回積層した後、200 secの最終光重合を行なった条件 (以下 CO) と光重合後にさらに110℃, 15 minの加熱重合を加えた条件 (以下 CH) の2種である。

Eによる被験試料は、1回の積層時の予備光重合を10 secとして3回積層した後、300 secの光重合を行った条件 (以下 EO) と光重合後にさらに110℃, 15 minの加熱重合を加えた条件 (以下 EH) の2種である。

光重合器はα LIGHT II N (モリタ) を、加熱重合器はKL-310 (クラレメディカル) を用いた。

被験試料の形態付与は、テフロン製の型枠を用いた。SENBとNTPの被験試料寸法は、表面をシリコンカーバイドペーパー#600で研磨し、調整した。IFの被験試料は、試験面を0.3 μmのダイヤモンドパウダーにより鏡面研磨した。すべての被験試料は、37℃水中に1日保管した。

### 3. 因子と水準

破壊靱性試験法でSENB, IF, NTPの3条件、被験試料でCO, CH, EO, EHの4条件の組み合わせ12条件とした。測定は、各条件で繰り返し6回行った (n=6)。

### 4. 統計解析

#### 1) 破壊靱性試験法と被験試料の影響

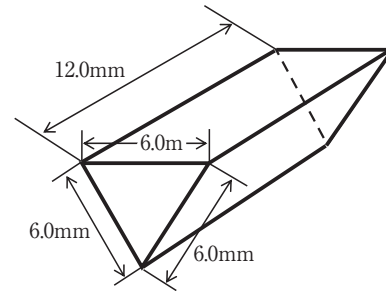
誤差分散の等質性をLeveneの検定 ( $\alpha=0.05$ ) で確認したのち、二元配置分散分析 ( $\alpha=0.05$ ) とTukeyの検定 ( $\alpha=0.05$ ) により検討した。

#### 2) 破壊靱性試験法の靱性評価

各試験法で被験試料4条件について一元配置分散分析 ( $\alpha=0.05$ ) とTukeyの検定 ( $\alpha=0.05$ ) により検討した。

#### 3) 破壊靱性試験法の関係

各試験法で測定した被験試料4条件の $K_{Ic}$ の平均値



$$K_{Ic} = \frac{P_{max}}{DW^{1/2}} \gamma_{min}$$

$K_{Ic}$  : fracture toughness ( $MPa \cdot m^{1/2}$ )

$P_{max}$  : maximum load (N)

$D$  : specimen diameter (12mm)

$W$  : specimen length (10.5mm)

$\gamma_{min}$  : the dimensionless stress intensity factor coefficient minimum (28)

図3 NTP specimen design and  $K_{Ic}$  calculation formula  
NTPの被験試料寸法と $K_{Ic}$ 算出式

を代表値として試験法間のペアをつくり単回帰分析により検討した。

## III. 結 果

### 1. 破断面観察

#### 1) SENBとNTPの破断面

荷重-変位曲線の直線性を示したSENBとNTPの破断面 (図4~11) は、被験試料形態の違いはあるが破断面の全体像は共通していた。フラクトグラムは、亀裂進行直後の短い距離に細かい破断の連続によるリバーパターンが観察され、その後は、平坦で無構造な断面が連続する像であった。この特徴的フラクトグラムをモードI型線形破壊による安定破壊と不安定破壊のフラクトグラムと判断した。

#### 2) ビッカース圧痕と亀裂の観察

2aは明瞭に観察できたが、ビッカース圧痕から進展する2cの亀裂先端の正確な判断は困難であった (図12~15)。

### 2. 破壊靱性試験法と被験試料の影響

Leveneの検定の結果、等分散性を確認した ( $p<0.05$ )。二元配置分散分析の結果、試験法と被験試料に有意差 ( $p<0.01$ ) を認めた。またTukeyの検定より、すべての破壊靱性試験法間で有意差 ( $p<0.01$ ) を認めた。被験材料間では、COとEO間以外で有意差 ( $p<0.01$ )



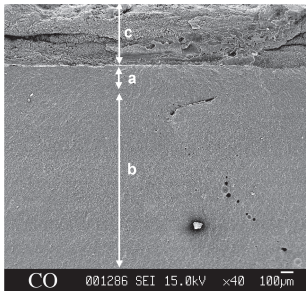


図 4 Scanning electron fractograph (×40) of CO by SENB  
SENB による CO の電子顕微鏡破断面像 (×40)

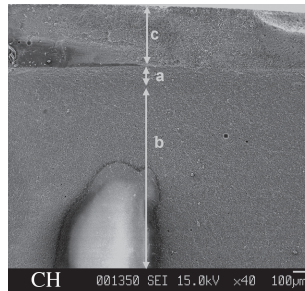


図 5 Scanning electron fractograph (×40) of CH by SENB  
SENB による CH の電子顕微鏡破断面像 (×40)

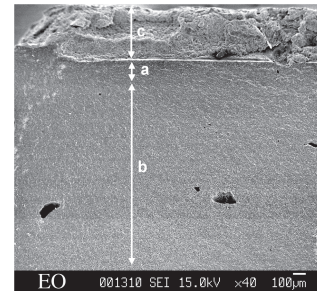


図 6 Scanning electron fractograph (×40) of EO by SENB  
SENB による EO の電子顕微鏡破断面像 (×40)

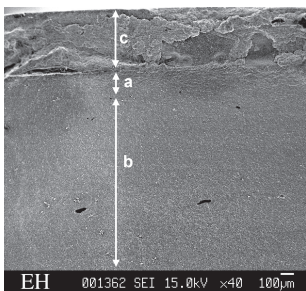


図 7 Scanning electron fractograph (×40) of EH by SENB  
SENB による EH の電子顕微鏡破断面像 (×40)

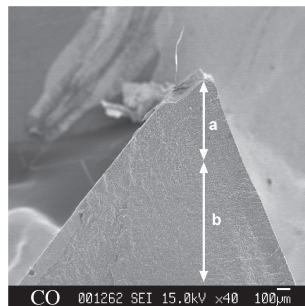


図 8 Scanning electron fractograph (×40) of CO by NTP  
NTP による CO の電子顕微鏡破断面像 (×40)

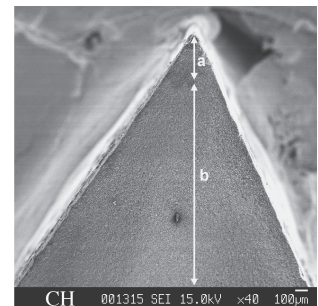


図 9 Scanning electron fractograph (×40) of CH by NTP  
NTP による CH の電子顕微鏡破断面像 (×40)

図 4～11 a : Stable fracture area, b : Unstable fracture area, c : notch  
a : 安定破壊層, b : 不安定破壊層, c : 切欠き

を認めた。しかし、SENB と NTP に対して IF で CH, CO, EO の逆転を示しているように試験法と被験試料に交互作用効果も高度な有意 ( $p < 0.01$ ) を認めた (図 16)。

### 3. 破壊靱性試験法の靱性評価

$K_{IC}S$  は、すべての被験試料間で高度に有意差 ( $p < 0.01$ ) を認めた (図 17)。 $K_{IC}I$  は、CH と CO, EH と EO 間以外で有意差 ( $p < 0.01$ ) を認めた (図 18)。 $K_{IC}N$  は、CH と CO 間以外で有意差 ( $p < 0.01$ ) を認めた (図 19)。

### 4. 破壊靱性試験法の関係

試験法の靱性評価の結果から有意な相関性 ( $R^2 = 0.997$ ) を認めた SENB と NTP について単回帰分析 ( $\alpha = 0.05$ ) を行った結果、 $K_{IC}N = 0.82 \times K_{IC}S + 1.05$  に示

す単回帰式が有意 ( $p = 0.01$ ) に適合することを認めた (図 20)。また、IF と SENB ( $R^2 = 0.013$ ) および IF と NTP ( $R^2 = 0.015$ ) との相関性は認められなかった。

## IV. 考 察

### 1. 研究意義

補綴装置は、構造と材料特性を配慮して設計する。特に、材料特性は強さについて多面的に評価されることが多い。近年では、これまでの圧縮強さ、引張強さ、曲げ強さに加えて  $K_{IC}$  による靱性評価が用いられるようになってきた。これは、多くの歯科材料が小規模降伏範囲内で線形ひずみ破壊を起こす強さであること、無機質フィラーや有機質フィラーの高い含有率による脆性の高い新素材が多くなってきたこと、JIS, ASTM, JSME の試験法を歯科材料に応用した靱性評



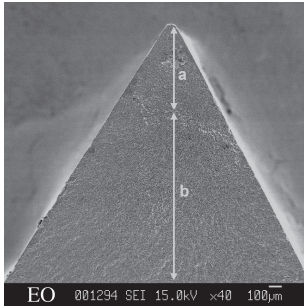


図 10 Scanning electron fractograph (×40) of EO by NTP  
NTP による EO の電子顕微鏡破断面像 (×40)

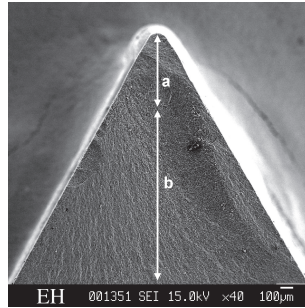


図 11 Scanning electron fractograph (×40) of EH by NTP  
NTP による EH の電子顕微鏡破断面像 (×40)

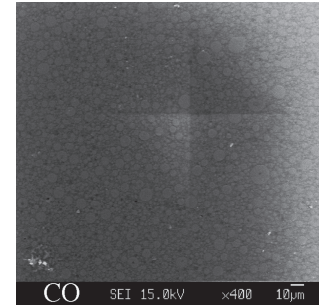


図 12 Scanning electron fractograph (×400) of CO by IF  
IF による CO の電子顕微鏡破断面像 (×400)

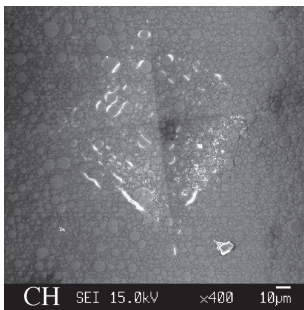


図 13 Scanning electron fractograph (×400) of CH by IF  
IF による CH の電子顕微鏡破断面像 (×400)

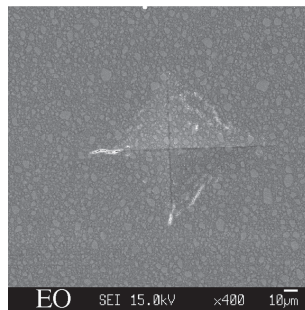


図 14 Scanning electron fractograph (×400) of EO by IF  
IF による EO の電子顕微鏡破断面像 (×400)

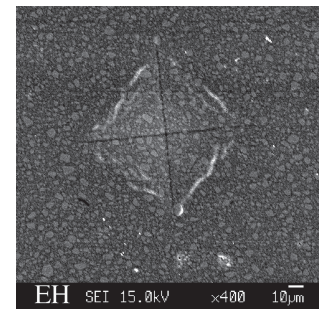


図 15 Scanning electron fractograph (×400) of EH by IF  
IF による EH の電子顕微鏡破断面像 (×400)

価の有用性が、実験的に証明されてきていること<sup>6,7)</sup>、さらには歯科材料に適した試験法<sup>3,8~11)</sup>も提唱されてきていることが背景にある。しかし破壊応力モード、被験試料の規格<sup>12)</sup>、 $K_{Ic}$ の算出式および算出式に代入する定数の違いによる $K_{Ic}$ のバラツキ<sup>13)</sup>を指摘する報告もあり、まだ試験法と被験材料との適合性<sup>14)</sup>や試験法間の関係を明確にする必要がある<sup>15)</sup>。

試験法を比較し、靱性評価の有用性を実験的に証明している同様の論文がいくつか報告されている。Fischer ら<sup>16)</sup>は、SENB と IF を比較した。そして IF の簡易性を強調する一方で未知試料への限界を述べた。Scherrer ら<sup>17)</sup>は、SENB と IF とさらに Indentation fracture strength test を比較した。そして同様に IF の簡易性を強調する一方でデータのバラツキが評価において問題となることから応用の限界を述べた。Fujishima ら<sup>18)</sup>は、SENB、Compact tension fracture toughness test (以下 CT)、Chevron notch short rod fracture toughness test (以下 CNS)、Dou-

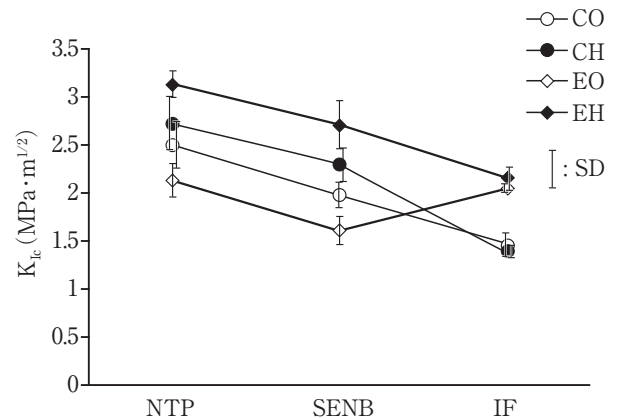


図 16 Interrelationship between testing methods and experimental specimens  
試験法と被験試料との交互作用

ble torsion fracture toughness test (以下 DT) を比較した。そして CT, DT は操作が困難であり, CNS は容易であること, DT は精度の高い評価法であること, CNS は他試験法と比較して高値を示す特徴があることを述べた。

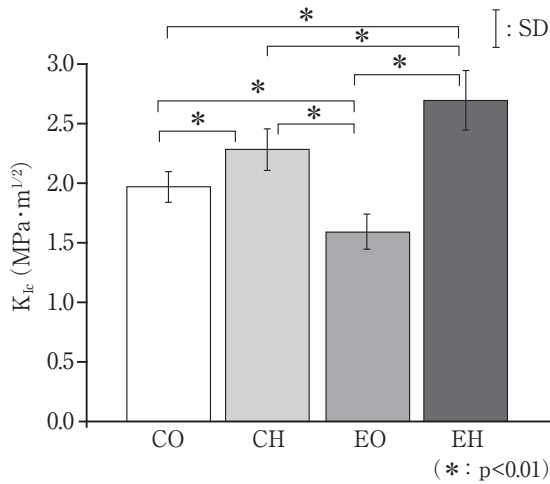


図 17 K<sub>Ic</sub> measured by SENB  
SENB により測定した K<sub>Ic</sub>

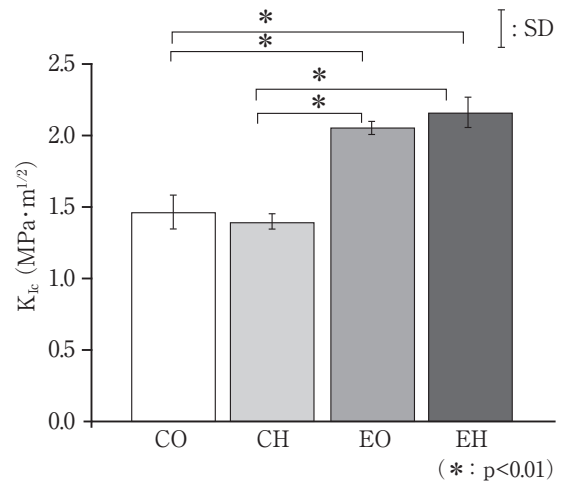


図 18 K<sub>Ic</sub> measured by IF  
IF により測定した K<sub>Ic</sub>

これらの論文は、被験試料作製、測定条件設定、試験法の物理的・経済的規模を考慮したうえで、SENBを歯科材料への応用性が高い試験法と位置づけて他法の応用性を評価しているものである。本論文は同様の手法をとることで、SENBよりむしろ、CNSの改良法である新しいNTPの応用性を実証すること、簡易性が評価されているがその応用性についてまだ不明な点のあるIFを再度確認すること、およびそれら試験法間の関係を明確にすることができたと考える。

## 2. 被験試料の靱性

破壊靱性試験の応用性を評価する実験では、目的により被験試料の設定が重要となる<sup>19,20)</sup>。本論文は、SENBを標準としてIFとNTPの靱性評価を実証すること、および試験法間の関係を明確にすることを目的としている。そこで被験試料の選択では、K<sub>Ic</sub>がほぼ既知であること<sup>4,12)</sup>、被験試料作製の条件設定により一定範囲内で靱性が変わること、フラクトグラムによるモードI型破壊の確認が可能であること<sup>21~23)</sup>、被験試料作製が容易であることを考慮してEとCを選択した。

報告されているメーカー指定重合条件における2つの硬質レジンのK<sub>Ic</sub>は、SENBで測定されているものでCとEともに1.70から2.40 MPa·m<sup>1/2</sup>の範囲である。本論文においては、COとEHがメーカー指定重合条件にあたり、その値は、近似している。

試験法と被験試料の二元配置分散分析が、試験法間

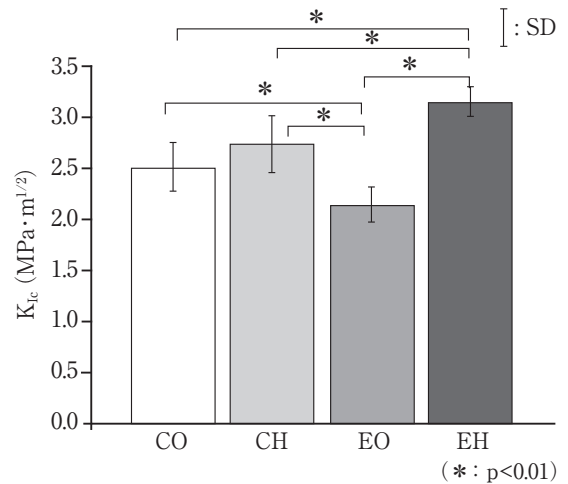


図 19 K<sub>Ic</sub> measured by NTP  
NTP により測定した K<sub>Ic</sub>

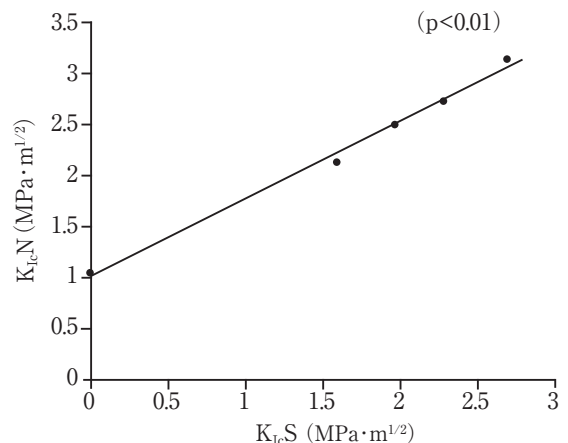


図 20 Simple linear regression analysis of SENB and NTP  
SENB と NTP の単回帰分析

と被験試料間に高度に有意差を示していることは、SENBでは $1.60\sim 2.70\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 、NTPでは $2.13\sim 3.13\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 、IFでは $1.39\sim 2.15\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ の狭い範囲でも検出力の高い靱性評価が可能であることを示唆している。また同時に、同系統のマトリックスレジンで同等量のフィラー含有率<sup>24, 25)</sup>の硬質レジンにおいてもフィラー形態の違い（不定形と球状）<sup>13, 25, 26)</sup>と重合条件の違い（光重合と加熱重合）により異なる靱性を示すことを示す<sup>21, 23, 27, 28)</sup>ものであり、先人らのレジンへの靱性への影響因子についての論文と一致していることが確認された。

しかし、高度に有意な交互作用効果は、被験試料が4種の異なる靱性であることについて疑問を残すが、交互作用効果のグラフ（図16）からIFの靱性評価が影響していることが明らかであり、またSENBにおいて、すべての被験試料間で高度な有意差（ $p<0.01$ ）を認めていることを併せて考えると、本論文は4種の異なる靱性をもつ被験試料による靱性評価が検討できているといつてよいであろう。

硬質レジンへの靱性は経時的に変化するとされるので、被験試料は、靱性が安定する $37^{\circ}\text{C}$ 水中で1日保管した<sup>29, 30)</sup>。

### 3. モードI型線形破壊

試験法は、モードI型線形比例破壊における $K_{Ic}$ を算出するものである<sup>19)</sup>。

そこでSENBとNTPでは、応力-ひずみ曲線あるいは荷重-変位曲線において線形比例を確認し、次にフラクトグラムにおいてモードI型線形比例破壊の特徴となる安定破壊層と不安定破壊層を確認した。

硬質レジンへの安定破壊層は、マトリックスレジン内の細かい亀裂がフィラーを回避して進行することによりリバーパターンをつくり、その中にフィラーが突出しているのが特徴である。また不安定破壊層では、亀裂がフィラー内部にも進行することにより平坦な破壊面を示すことが特徴である<sup>21, 24, 31, 32)</sup>。

図4～11に示すSENBとNTPのフラクトグラムにおいてこれらの特徴が観察されている。

IFでは、材料の種類、表面性状、圧子の荷重と保持時間によって亀裂の発生状況が変化する<sup>33)</sup>ことから、亀裂部の断面像からパルムクビストクラック、メジアンクラック、ラテラルクラックを観察することが

推奨されている<sup>34～36)</sup>。しかしこの観察は、非常に困難である。そこで本論文では、数多く提唱されているIFの中より補正係数を用いない簡易式から算出する新原法<sup>5)</sup>を選択した。この試験法では、 $c/a$ が2.5以内にある場合は、ほとんどの材料でパルムクビストクラックが支配的でありメジアンクラックと等しいとしている<sup>20)</sup>。本試験では、 $c/a$ は平均2.14（範囲は2.06～2.33）であることから適性と考えた。

### 4. SENBの靱性評価

SENBは、三点曲げ破壊靱性試験法である。被験試料の寸法あるいは亀裂開始部にモードI型応力を集中させるための切欠き付与の有無の違いはあるが、三点曲げ破壊靱性試験法は、他の標準規格においても推奨されている。しかし、 $K_{Ic}$ の算出には、図1に示すように $P_{max}$ の他に $a$ を測定しなければならない。このため材料によっては $a$ の測定精度が靱性評価に影響することが考えられる。JIS R 1607では、フラクトグラムかあるいはビデオカメラによる測定を推奨している。本論文では、フラクトグラムにより測定した。その結果、CO、CH、EO、EHでそれぞれ $0.6\pm 0.05$ 、 $0.6\pm 0.03$ 、 $0.6\pm 0.10$ 、 $0.6\pm 0.03\text{ mm}$ で被験試料の違いによる変動が小さいことからこの影響は少ないと考える。この状態において、 $K_{Ic}$ は $EO(1.60\pm 0.14\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2})<CO(1.97\pm 0.13\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2})<CH(2.29\pm 0.17\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2})<EH(2.70\pm 0.25\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2})$ と高度な有意差を認めた。これは、組成と重合条件の違いによる微妙な靱性変化をとらえているものであり、先人らの報告<sup>16～18)</sup>と同様にSENBは、 $a$ の影響が低い条件下においては、靱性評価の高い試験法であると考えた。

### 5. IFの靱性評価

亀裂の認識と測定が困難であること、算出式は、理論式とはいいいくなく実験式に近いこと、またその算出式が多様であることなどから、靱性評価の標準化を問題視<sup>35, 36)</sup>する一方で、本法は微小試料ですみ、簡便性があることから、被験試料との適応によっては有効な評価法であるとして強く支持する報告もなされている<sup>5, 20, 34)</sup>。

本論文では、 $c/a$ が平均2.14であることから、補正係数を用いない簡易式である新原法による靱性評価を検討した。その結果、 $K_{Ic}$ は $CO(1.45\pm 0.12\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2})$ 、 $CH(1.36\pm 0.06\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2})$ 、 $EO(2.05\pm 0.04$



MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>) と EH(2.15 $\pm$ 0.11 MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>) で、組成の違う C と E の条件間で有意差 ( $p<0.01$ ) を認めた。これは球状と不定形のフィラー形態の違いによる亀裂伸展の違いが、亀裂の認識と測定の影響よりも大きく影響したもの考える。Scherrer<sup>17)</sup> や Wagner ら<sup>7)</sup> は、セラミックとガラスを用いた試験で IF の  $K_{Ic}$  のバラツキから評価における被験素材との適合を問題視してきているが、硬質レジンのような複合材料においては、組成による亀裂の認識と測定が困難な場合は、より一層、靱性評価に問題があると考えられる。

## 6. NTP の靱性評価

CNS は SENB より多少高い  $K_{Ic}$  が算出されるが、共に靱性評価の高い試験法である<sup>18, 37, 38)</sup>。しかし、被験試料に Chevron notch を付与する操作の影響がある。

NTP<sup>3)</sup> は標準試験法ではないが、CNS を基本とした被験試料作製条件を確保した<sup>4, 12)</sup> 改良法であり、脆性材料の靱性評価への応用性が高い。

本実験においても硬質レジンによる NTP の被験試料作製は、SENB に比較して容易であった。

$K_{Ic}$  は、EO(2.13 $\pm$ 0.17 MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>)<CO(2.49 $\pm$ 0.23 MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>)<CH(2.72 $\pm$ 0.27 MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>)<EH(3.13 $\pm$ 0.14 MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>) と SENB より高値であるが、靱性評価は同様の傾向を示した。

しかし CH と CO 間の有意差を認めないことは、SENB に比較すると靱性評価の検出力は低いかもしれない。

## 7. 試験間の関係

歯科材料を用いて複数の破壊靱性試験法を評価している論文はある<sup>16~18)</sup>。しかし、試験法間の関係を報告するものは、金井ら<sup>1)</sup> の歯科用セメントを用いた SENB と NTP の関係についての論文が新しいものである。 $K_{Ic}$  の測定において材料に適合した試験法が選択されていたとしても、試験法により  $K_{Ic}$  の違いが生じるのであれば、評価時に試験法間の関係を考慮することが重要と考える。

SENB と NTP の関係は、各被験試料の  $K_{Ic}$  の平均値を代表値としたペアデーターにより、単回帰分析で検討した。実験の性質上、同一試料からのペアデーターを得ることができないが、今回の統計処理は妥当なものとする。単回帰分析の結果は、 $K_{Ic}N=0.82\times K_{Ic}S+$

1.05 で高度に有意な関係を示している。これは、金井らの 6 種歯科用セメントによる関係  $K_{Ic}N=1.23 K_{Ic}S-0.07$  と同様に、多少 NTP が高値を示す傾向が認められた。

## V. 結 論

歯科で一般的に応用される破壊靱性試験法 SENB と IF および CNS を改良した新しい NTP の 3 種試験法の靱性評価と試験法間の関係を明らかにするため、組成の違う硬質レジンで重合条件を変えて 4 種の実験的被験試料を作製し、その  $K_{Ic}$  を測定し比較した。その結果以下の結論を得た。

1. 硬質レジンでは、組成と重合条件の違いにより異なる破壊靱性を示した。
2. 4 種の実験的被験試料について、破壊靱性試験 3 法による靱性値に違いがあるばかりでなく、その大小関係にも違いがあった。
3. SENB と NTP 間には高い相関 ( $R^2=0.997$ ) を認め、その回帰式は、 $K_{Ic}N=0.82\times K_{Ic}S+1.05$  であった。
4. IF と SENB および NTP との相関性は認められず、硬質レジンの破壊靱性試験法としては SENB および NTP の方が適性であることが示唆された。

## 謝 辞

稿を終えるにあたり、ご懇篤なるご教示、ご校閲を賜った本学名誉教授畑 好昭先生、歯科理工学講座小倉英夫教授、先端研究センター宮川行男教授ならびにご協力頂いた歯科理工学講座の各位に心から感謝いたします。

## 文 献

- 1) 金井史子, 小松繁樹, 畑 好昭. 歯科用合着用セメントを用いた異なった破壊靱性試験法の関係. 歯材器 26: 247-255, 2007.
- 2) 日本工業標準調査会. ファインセラミックスの破壊じん(靱)性試験方法: JIS-R-1607. 東京: 日本規格協会, 1995.
- 3) Ruse ND, Troczynski T, MacEntee MI et al. Novel fracture toughness test using a notchless triangular prism (NTP) specimen. J Biomed Mater Res 31: 457-463, 1996.
- 4) 与那覇朝路, 小松繁樹, 畑 好昭. 破壊靱性試験 NTP 法

- における測定用金型および実験条件の評価. 歯材器 20 : 270-277, 2001.
- 5) 新原皓一. セラミックスの微小圧子圧入破壊. セラミックス 20 : 12-18, 1985.
- 6) Denry IL, Rosenstiel SF. Flexural strength and fracture toughness of Dicor glass-ceramic after embedment modification. J Dent Res 72 : 572-576, 1993.
- 7) Wagner WC, Chu TM. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. J Prosthet Dent 76 : 140-144, 1996.
- 8) Goldman M. Fracture properties of composite and glass ionomer dental restorative materials. J Biomed Mater Res 19 : 771-783, 1985.
- 9) Bapna MS, Mueller HJ. Fracture toughness, diametrical strength, and fractography of amalgam and of amalgam to amalgam bonds. Dent Mater 9 : 51-56, 1993.
- 10) Iwamoto N, Ruse ND. Fracture toughness of human dentin. J Biomed Mater Res 66 : 507-512, 2003.
- 11) Mitsuhashi A, Hanaoka K, Teranaka T. Fracture toughness of resin-modified glass ionomer restorative materials : effect of powder/liquid ratio and powder particle size reduction on fracture toughness. Dent Mater 19 : 747-757, 2003.
- 12) 高村 幸, 秋池成律, 小松繁樹ほか. Notchless Triangular Prism 法破壊靱性試験におけるプリズム長の影響. 補綴誌 49 : 253-262, 2005.
- 13) 久保田顕正. 白歯用コンポジットレジンの破壊挙動. 日歯保存誌 29 : 610-623, 1986.
- 14) 近藤清一郎, 大川昭治, 塙隆夫ほか. 充填用セメントの破壊靱性. 歯材器 10 : 665-670, 1991.
- 15) Bubsey RT, Munz D, Pierce WS et al. Compliance calibration of short rod chevron-notch specimen for fracture toughness testing of brittle materials. Int J Fract 18 : 125-133, 1982.
- 16) Fischer H, Marx R. Fracture toughness of dental ceramics : comparison of bending and indentation method. Dent Mater 18 : 12-19, 2002.
- 17) Scherrer SS, Denry IL, Wiskott HWA. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. Dent Mater 14 : 246-255, 1998.
- 18) Fujishima A, Ferracane JL. Comparison of four modes of fracture toughness testing for dental composites. Dent Mater 12 : 38-43, 1996.
- 19) 矢川元基. 破壊力学 3-263, 東京 : 培風館, 1988.
- 20) 上田 肇, 新谷明喜, 遠山佳之ほか. インデンテーション法による市販陶材の破壊靱性. 歯学 78 : 487-504, 1990.
- 21) Stafford GD, Huggett R, Causton BE. Fracture toughness of denture base acrylics. J Biomed Mater Res 14 : 359-371, 1980.
- 22) Mueller HJ. Fracture toughness and fractography of dental cements : lining, build-up, and filling materials. Scanning Microsc 4 : 297-307, 1990.
- 23) 熊田勝一. コンポジットレジンのフィラー充填率が破壊靱性に及ぼす影響. 日歯保誌 35 : 410-421, 1992.
- 24) Roberts JC, Powers JM, Craig RG. Fracture toughness of composite and unfilled restorative resins. J Dent Res 56 : 748-753, 1977.
- 25) Ferracane JL, Antonio RC, Matsumoto H. Variables Affecting the Fracture Toughness of Dental Composites. J Dent Res 66 : 1140-1145, 1987.
- 26) 藤島昭宏, 池田訓子, 宮崎 隆ほか. フィラータイプによるコンポジットレジンの分類と機械的性質. 昭歯誌 19 : 16-24, 1999.
- 27) 藤島昭宏, 宮崎 隆, 青山真理子ほか. コンポジットレジンインレーの破壊靱性について. 歯材器 10 : 137-145, 1991.
- 28) Eldiwany M, Powers JM, George LA. Mechanical properties of direct and post-cured composites. Am J Dent 6 : 222-224, 1993.
- 29) Loyd CH, Adamson M. The development of fracture toughness and fracture strength in posterior restorative materials. Dent Mater 3 : 225-231, 1987.
- 30) 原島 厚, 中 貴弘, 本多宗暁ほか. 熱水浸漬による支台築造用コンポジットレジンの物性変化. 歯材器 23 : 211-219, 2004.
- 31) 松本 仁. コンポジットレジンの破壊靱性について. 歯材器 7 : 756-768, 1988.
- 32) 藤島昭宏, 宮崎 隆, 青山真理子ほか. 白歯修復用材料としてのコンポジットレジンの破壊靱性と破壊挙動. 日歯保誌 34 : 45-53, 1991.
- 33) 岡田智雄, 新谷明喜, 横塚繁雄. インデンテーション法による破壊靱性値に及ぼす圧子圧入荷重および荷重保持時間の影響. 歯学 78 : 460-486, 1990.
- 34) 田中紘一. 圧痕のまわりの弾塑性応力場と破壊靱性値. 日本金属学会誌 48 : 1157-1162, 1984.
- 35) 安田栄一. 力学的特性評価の難しさ. セラミックス 20 : 40-47, 1985.
- 36) 宮田 昇. セラミックスの破壊力学特性評価概説. セラミックス 20 : 3-11, 1985.
- 37) Munz D, Bubsey RT, Shannon JJJr. Fracture toughness determination of  $Al_2O_3$  using four-point-bend specimens with straight-though and chevron notches. Journal of American Ceramic Society 63 : 300-305, 1980.
- 38) 後藤隆泰, 足立正徳, 若松宣一. シェブロンノッチを導入した金属焼付用陶材の破壊靱性の評価. 歯材器 15 : 169-175, 1996.

著者連絡先 : 多和田泰之

〒 951-8580 新潟市中央区浜浦町 1-8

TEL : 025-267-1500

FAX : 025-231-0231

E-mail : tawada@ngt.ndu.ac.jp

## Comparison of Three Testing Methods of Fracture Toughness Using Indirect Composite

Akiike Shigenori, Nose Hirohisa, Hirota Yoshiaki, Tawada Yasuyuki and Komatsu Shigeki\*

Department of Crown and Bridge, School of Life Dentistry at Niigata, The Nippon Dental University

\*Kan-etsu branch (SADO general hospital)

J Jpn Prosthodont Soc 52 : 49-58, 2008

### ABSTRACT

**Purpose** : The aim of this study was to determine the adaptability of fracture toughness evaluation and the relationship between three testing methods: single-edge notched beam fracture toughness test (SENB), indentation fracture toughness test (IF), and notchless triangular prism fracture toughness test (NTP).

**Methods** : Two types of indirect composite, Ceramarge and Estenia C&B, were used. Four types of experimental specimens were prepared under two curing conditions for each composite resin. One curing condition was only light curing and the other was heat curing after light curing. The fracture toughness value ( $K_{Ic}$ ) of the experimental specimens was measured by each of the three fracture toughness tests.  $K_{Ic}$  of each test was compared by ANOVA and Tukey's multiple comparison test for the adaptability of fracture toughness evaluation. Then the correlation of two tests was evaluated by a simple linear regression analysis.

**Results** : Evaluation of the load-strain curve (or load-deflection curve) and fracture surface observation of SEM suggested the plane strain fracture phenomenon.  $K_{Ic}$  values obtained by the three testing methods were significantly different ( $p < 0.01$ ). SENB could separate significantly these experimental specimens into four groups. IF could separate them into two groups. NTP could separate them into three groups. The fracture toughness evaluation of NTP was almost the same as that of SENB. The relationship between SENB and NTP showed a significant correlation ( $R^2 = 99.7\%$ ) and its equation was  $NTP(K_{Ic}) = 0.82 SENB(K_{Ic}) + 1.05$ . IF did not show a significant correlation.

**Conclusion** : These indirect composites tested exhibited different fracture toughnesses. This difference occurred due to the contents and curing conditions. The adaptability of fracture toughness evaluation showed different values depending on the testing method. The relationship of SENB and NTP showed a significant correlation.

### Key words

fracture toughness test, fracture toughness value,  $K_{Ic}$ , indirect composite, correlation