The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	コンポジットレジンの疲労亀裂進展に関する基礎的研究
Author(s)	竹重, 文雄
Citation	大阪大学, 1994, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3075155
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

The University of Osaka

【 4 】

氏　　名	竹　重　文　雄（たけ しげ ふみ お）
博士の専攻分野の名称	博　士（歯　学）
学位記番号	第　11039　号
学位授与年月日	平成 6 年 1 月 20 日
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 2 項該当
学位論文名	**コンポジットレジンの疲労亀裂進展に関する基礎的研究**
論文審査委員	（主査） 教 授　土谷　裕彦 （副査） 教 授　高橋　純造　講 師　山賀　保　講 師　中村　隆志

論文内容の要旨

【研究目的】

コンポジットレジンの摩耗，体部破折，辺縁破折の原因のひとつに口腔内での咀嚼による疲労があるが，繰り返し荷重下の疲労には微小な欠陥からの亀裂の進展が大きく関与していると考えられ，その解析には破壊力学的手法が有用である。疲労亀裂進展に対する抵抗値を評価する破壊力学のパラメータのひとつが疲労亀裂進展速度であり，繰り返し荷重 1 サイクルで疲労亀裂が進む距離 da/dN で表される。疲労亀裂進展速度 da/dN は荷重繰り返しの間の応力拡大係数 K の変動幅ΔK の関数で与えられ，da/dN とΔK の関係は疲労亀裂進展特性（da/dN-ΔK 線図）と呼ばれる。複合材料であるコンポジットレジンの疲労亀裂の進展にはフィラー，マトリックス，及び両者の界面が複雑に影響しあっていると考えられるものの，脆性の高いコンポジットレジンでは疲労亀裂を進展させることが困難であるため，その詳細は明らかにされていない。そこで本研究ではコンポジットレジンに疲労亀裂を進展させることを試み，疲労亀裂進展特性を調べることによりコンポジットレジンの疲労亀裂進展の特徴について検討した。さらに水中保管での劣化，加熱処理の効果の持続性と疲労強度への影響を，疲労亀裂進展特性の変化などから調べ，コンポジットレジンの高靱化（疲労亀裂に対する進展抵抗を増すこと）について検討を加えた。

【研究方法】

実験には Clearfil Photo Posterior（Kuraray）（以下 CPP），Clearfil CR Inlay（Kuraray）（以下 CRI），Photo・Clearfil Bright（Kuraray）（以下 BRT）の 3 種の市販光重合型コンポジットレジンとフィラーを含まない光重合型実験レジン（Bis-GMA : TEGDMA = 3 : 1）（以下 unfilled resin），CPP からフィラーを除いたレジン（以下 CPP（−）），CRI からフィラーを除いたレジン（以下 CRI（−））を使用した。

実験 1．コンポジットレジンの疲労亀裂進展試験

CPP, BRT, unfilled resin に繰り返し荷重（応力比0.2，10Hz の正弦波）を与え，疲労亀裂を進展させることにより下限界応力拡大係数幅ΔK_{th}（欠陥から亀裂進展が開始するΔK の下限界値），疲労亀裂進展特性（da/dN-ΔK 線図）を求めた。試験片は ASTM 規格 E 647-91で推奨されている標準コンパクト試験片で幅28mm，厚さ 4 mmのもの

を用いた。疲労亀裂進展の後，急速破断させ疲労亀裂進展部と急速破壊部の破断面のSEM観察をおこなった。

実験2．水中保管による曲げ強さと疲労亀裂進展特性の変化

CPPとCPP（－）の37℃水中3ヵ月保管による曲げ強さと疲労亀裂進展特性の変化を調べ，疲労亀裂進展部と急速破壊部の破断面のSEM観察をおこなった。曲げ強さは30×5×2.5㎜の試料を支点間距離20㎜，クロスヘッドスピード0.5㎜/minの3点曲げ試験をおこなって求めた。

実験3．コンポジットレジンの加熱処理の効果と疲労亀裂進展への影響

1）CRIを15分間所定の温度で加熱し，加熱温度が曲げ強さ，曲げ弾性率，K_{IC}に与える影響を調べた。K_{IC}はASTM規格E 399-90の片側切欠き入り3点曲げ試験片を用いる方法に準拠して求めた。

2）CRIの100℃15分加熱群と非加熱群の曲げ強さ，曲げ弾性率，K_{IC}の水中保管による変化を調べた。

3）CRIの100℃15分加熱群と非加熱群の重合率，硬さの水中保管による変化を調べた。重合率はFTIRを用い吸光度スペクトルを測定し，残存二重結合量の変化から求めた。また硬さは微小硬度計でヌープ硬さを測定した。

4）加熱処理による亀裂進展特性の変化をCRI，CRI（－）について100℃15分加熱群と非加熱群で調べた。

【研究結果および考察】

実験1：コンポジットレジンの疲労亀裂進展には繰り返し依存性があり（繰り返し荷重によって疲労亀裂が進展し，その変動幅が進展速度を左右する），安定亀裂進展するΔKの範囲が非常に狭く，亀裂進展の下限界値である下限界応力拡大係数幅ΔK_{th}が存在した。ΔK_{th}はCPPで0.82MPa・$m^{1/2}$，BRTで0.43MPa・$m^{1/2}$，unfilled resinで0.21MPa・$m^{1/2}$であり，レジンによって大きく異なるが，da/dN-ΔK線図の傾きmの各レジン間での差は顕著ではなく，疲労亀裂の進展抵抗はおもにΔK_{th}の値に左右された。コンポジットレジンの疲労亀裂の進展はおもに無機フィラーとマトリックスレジンの界面でおこり，crack deflection，crack bridgingなどの高靱化の機構がフィラーによってもたらされていることが示唆された。

実験2：CPP，CPP（－）ともに3ヵ月の水中保管で曲げ強さに変化がないものの，亀裂の進展抵抗が減少した。これはマトリックスレジンが劣化し，亀裂の進展経路がフィラー・マトリックス界面からマトリックスレジンに一部変化したことにより，フィラーによる高靱化の機構が十分に働かなくなったことがその理由として考えられた。水中保管後の，曲げ強さの低下にむすびつかないコンポジットレジンの劣化を知ることができたことから，疲労亀裂進展試験がコンポジットレジンの劣化を早期に判定できる有用な方法であることが示唆された。

実験3：コンポジットレジンの加熱処理は曲げ強さ，曲げ弾性率，K_{IC}，重合率，硬さなどを上昇させた。しかしながら，加熱処理で一旦上昇した物性も，重合率と硬さをのぞいて，水中保管後は加熱処理しないものと差がなくなった。フィラーぬきのレジンでは加熱によって疲労亀裂の進展抵抗が増すものの，コンポジットレジンでは加熱による変化はなく，コンポジットレジンの高靱化の機構に加熱処理は影響を与えないことが示された。

【結　論】

コンポジットレジンは疲労亀裂が無機フィラーとマトリックスレジンの界面にそって進展する。水による劣化によって亀裂の進展経路がフィラー・マトリックス界面からマトリックスレジンに一部変化し，疲労亀裂の進展抵抗が減少する。コンポジットレジンの高靱化には，水による劣化後も亀裂の進展が界面にそって進むような材料設計，例えばマトリックスレジンの耐水性の向上さらにマトリックスレジンの強度にあわせた結合力を界面に付与することなどが重要であることが示唆された。また，コンポジットレジンの高靱化に加熱処理は影響を与えないことが示された。本研究で用いた疲労亀裂進展試験は，コンポジットレジンの劣化および強化の評価に有用な方法であり，コンポジットレジンの高靱化をはかるうえで必須の実験方法であることが示唆された。

論文審査の結果の要旨

本研究は，脆性が高く疲労亀裂進展が困難といわれるコンポジットレジンに疲労亀裂進展試験をおこない，コンポ

ジットレジンの疲労亀裂進展の特徴を調べるとともに，水中保管と加熱処理の疲労強度への影響を疲労亀裂進展特性の変化を調べることによって検討したものである。

その結果，コンポジットレジンは疲労亀裂が無機フィラーとマトリックスレジンの界面にそって進展し，水による劣化によって亀裂の進展経路がフィラー・マトリックス界面からマトリックスレジンに一部変化し，疲労亀裂の進展抵抗が減少することを明らかにした。一方，コンポジットレジンの高靱化には，水による劣化後も亀裂の進展が界面にそって進むような材料設計，例えばマトリックスレジンの耐水性の向上さらにマトリックスレジンの強度にあわせた結合力を界面に付与することなどの重要性を指摘している。また，コンポジットレジンの高靱化に加熱処理は影響を与えないことを示した。さらに，本研究で用いた疲労亀裂進展試験は，コンポジットレジンの劣化及び強化の評価に有用な方法であり，コンポジットレジンの高靱化をはかるうえで必須の実験方法であることを示唆している。

以上のように，本論文は従来明らかでなかったコンポジットレジンの疲労亀裂進展の特徴，水による劣化や加熱処理の疲労亀裂進展に与える影響について新たな知見を提示しており，今後コンポジットレジンの高靱化をはかるうえで重要な示唆を与えるものであり，価値ある業績である。よって本研究は博士（歯学）の学位授与に十分値するものと認める。