

## ハイドロキシアパタイト焼結体の37℃蒸留水中での 疲労パラメータと下限界応力拡大係数

若松 宣一<sup>1,2</sup> ・ 土井 豊<sup>2</sup>

朝日大学・歯学部・数学<sup>1</sup>

朝日大学・歯学部・口腔機能修復学講座・歯科理工学分野<sup>2</sup>

### **Stress Corrosion Susceptibility Coefficient and Lower Threshold Stress Intensity Factor of Sintered Hydroxyapatite Ceramics in 37°C Distilled Water**

Nobukazu WAKAMATSU<sup>1,2</sup> and Yutaka DOI<sup>2</sup>

*Mathematics, Asahi University School of Dentistry<sup>1</sup>*

*Department of Dental Materials Science, Division of Oral Functional Science and  
Rehabilitation, Asahi University School of Dentistry<sup>2</sup>*

#### 要旨

37℃蒸留水中でのハイドロキシアパタイト (Hydroxyapatite: HAP) 焼結体の疲労パラメータと下限界応力拡大係数を Post-Indentation 法を用いて測定した。緻密な HAP 焼結体表面にビッカース圧子を圧入し、圧痕端から発生する Median / Radial crack の Subcritical crack growth (SCG) 挙動を測定した。その結果、37℃蒸留水中での HAP 焼結体の疲労パラメータは、わずかに圧子圧入荷重依存性を示すものの、12.5~19.0の範囲であり、動疲労試験から求められた疲労パラメータと良い一致を示した。また、測定した SCG 挙動からき裂先端の応力拡大係数  $K_I$  とき裂の成長速度  $V$  の関係を求めた。その結果、相対応力拡大係数で  $0.25K_{IC}$  から  $0.3K_{IC}$  の範囲に37℃蒸留水中での HAP 焼結体の下限界応力拡大係数  $K_{Ith}$  が存在した。

### Abstract

Stress corrosion susceptibility coefficient (fatigue parameter) and lower threshold stress intensity factor of sintered hydroxyapatite (HAP) ceramics in 37°C distilled water were measured by Post-indentation method. A Vickers indenter was loaded in dense HAP ceramics surface, and subcritical crack growth (SCG) behavior of Median/Radial cracks developed from the impression was measured. The fatigue parameter of the sintered HAP ceramics in 37°C distilled water ranged from 12.5 to 19.0, and showed a good agreement with those measured by dynamic fatigue tests, though the fatigue parameter slightly showed a dependency of indentation loads. The relation between the stress intensity factor and the crack growth rate of the Median/Radial cracks was evaluated from the measured SCG behavior. As a results, it was found that the lower threshold stress intensity factor,  $K_{Ith}$ , of the sintered HAP ceramics in 37°C distilled water existed within the range from  $0.25K_{IC}$  to  $0.3K_{IC}$ .

### 緒言

ハイドロキシアパタイト (Hydroxyapatite; HAP) 焼結体は、生体内や口腔内のような水が豊富に存在する環境下では、破壊応力以下の低い応力レベルでき裂がゆっくりと成長する、いわゆる Subcritical Crack Growth (SCG) と呼ばれる現象を起こし、やがて疲労破壊を起こすことが知られている<sup>1-7)</sup>。そして疲労破壊の原因となる SCG の挙動は、破壊力学から疲労パラメータと呼ばれる材料と環境で決まる定数で特性づけることができる<sup>8-9)</sup>。

これまで種々のセラミックスと環境の組合せについて、疲労パラメータが Double Torsion 法<sup>3,6,10-12)</sup>、Double Cantilever Beam 法<sup>13)</sup>、そして Compact Tension 法<sup>7)</sup>のような破壊力学的手法から直接求められるか、あるいは一定荷重下での疲労寿命分布 (静疲労試験)<sup>14-15)</sup> や曲げ強さの応力速度依存性 (動疲労試験)<sup>1,2,5,16-19)</sup> から間接的に評価されてきた。しかし破壊力学的手法では長さが数 mm 程度のマクロクラックをその測定対象としているのに対して、セラミックスの疲労破壊は長さが数十から数百  $\mu\text{m}$  程度のマイクロクラックから生じるため、両者から求めた疲労パラメータは異なる可能性があると考えられている。たとえば、上野ら<sup>20)</sup>は、ピッカース圧子を用いて常圧焼結窒化ケイ素セラミックス表面に導入したマイクロクラックと Compact Tension 試験片を用いたマクロクラックのき裂の成長速度を比較し、き裂先端の応力拡大係数が同じ条件でも、マクロクラックの成長速度がマイクロクラックよりも大きいことを報告している。そしてマクロクラックとマイクロクラックの SCG 挙動の違いは、上昇型 R 曲

線挙動<sup>21)</sup>のようなき裂とセラミックスの微構造との相互作用に起因すると考えられている。従って、材料が機能する環境中での疲労パラメータを測定し、それを基礎にしてある環境下で特定の荷重条件下にある材料の寿命を予測するためには、疲労破壊の起点となるき裂と同じスケールのき裂の成長挙動を測定する必要があると考えられる。一方、材料の曲げ強さや静疲労寿命から間接的に疲労パラメータを求める方法ではマイクロクラックの成長挙動を測定することが<sup>6)</sup>できる。しかし、これらの方法を用いて疲労パラメータの測定精度を向上させるためには多くの試料を破壊する必要がある、環境や材料を変えてき裂の成長挙動を系統的に測定するには膨大な時間が必要である。

近年、Marshall と Lawn<sup>22)</sup>そして Lawn<sup>23)</sup>の先駆的な研究に基づいて、ビッカース圧子を試料表面に圧入したとき、圧痕から発生するマイクロクラックの長さから材料の破壊靱性が評価できる Indentation Fracture 法<sup>24)</sup>が盛んに行われるようになってきた。圧痕から成長したマイクロクラックは、圧痕周囲に残留する引張応力によってその環境に依存してさらに成長する。Gupta と Jubb<sup>25)</sup>は破壊力学を用いてこのゆっくりとしたき裂の成長挙動から疲労パラメータを推定する方法、いわゆる Post-Indentation 法を確立した。また同様の方法を用いて宮田ら<sup>26)</sup>は PbO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系分相ガラスの SCG 挙動を測定している。さらに、武田ら<sup>27)</sup>は、この方法を用いてソーダ石灰ガラスの SCG に与える溶液 pH の影響を調べ、界面化学的な考察を行っている。マイクロクラックの SCG 挙動を測定する Post-Indentation 法は非常に小さな試料でも測定可能であり、種々の条件で試作した材料の疲労パラメータを系統的に評価するには最適な方法であると考えられる。

そこで本研究では、Post-Indentation 法を用いて37°C蒸留水中での HAP 焼結体の SCG 挙動を測定し、Gupta と Jubb<sup>25)</sup>の解析法を用いて疲労パラメータの推定を試みた。さらに得られた37°C蒸留水中での HAP 焼結体の SCG 挙動から、それ以下では疲労破壊が起らない応力拡大係数の限界値である下限応力拡大係数<sup>28)</sup>の推定も併せて試みた。

## 理論

残留応力が存在しないセラミックス表面にビッカース圧子を圧入した時、圧痕から発生する Median / Radial crack の長さを  $C$  とすれば、き裂先端の応力拡大係数  $K_I$  は次式で与えられる<sup>29)</sup>。

$$K_I = \frac{\chi_R}{C^{3/2}} P \quad (1)$$

ここで、 $\chi_R = \frac{1}{k} \pi^{1.5} \tan \varphi$  であり、 $k$  は自由表面の存在や接触摩擦、塑性変形、その他の影響

や試験条件を考慮するために導入した補正係数,  $\varphi$  は圧子の半頂角 (ピッカース圧子では,  $\varphi = 74^\circ$ ),  $P$  は圧子圧入荷重である。また Median / Radial crack がポップインした瞬間のき裂長さを  $C_0$  とすれば, 臨界応力拡大係数 (破壊靱性)  $K_{IC}$  は次式で与えられる。

$$K_{IC} = \frac{\chi_R}{C_0^{3/2}} P \quad (2)$$

一方破壊力学から, き裂の成長速度  $V$  とき裂先端の応力拡大係数  $K_I$  の間には次式が成立する<sup>30)</sup>。

$$V = \frac{dC}{dt} = V_0 \left( \frac{K_I}{K_{IC}} \right)^n \quad (3)$$

ここで  $n$  が材料と環境で決まる疲労パラメータである。そして  $n$  の値が小さいほどその環境中でのき裂の成長速度は速くなり, 疲労寿命は短くなる。

(1), (2), (3)式から, 時間  $t = 0$  における Median / Radial crack の初期長さ  $C_0$  と時間  $t = t$  でのき裂長さ  $C$  の比率は次式で与えられる<sup>25)</sup>。

$$\frac{C_0}{C} = \left\{ 1 + (3n+2) \cdot \frac{V_0 t}{2C_0} \right\}^{\frac{2}{(3n+2)}} \quad (4)$$

ここで, もし  $\frac{V_0 t}{C_0} \gg 1$  が成立する場合, 通常のセラミックスではこの仮定は十分な精度で成り立つが, (4)式は次式のように近似できる。

$$\frac{C_0}{C} \cong \left\{ (3n+2) \cdot \frac{V_0 t}{2C_0} \right\}^{\frac{2}{(3n+2)}} \quad (5)$$

そこで(5)式の両辺の対数をとれば, (6)式が得られる。

$$\ln C = \left[ \frac{2}{3n+2} \right] \ln t + I \quad (6)$$

ここで,  $I$  は次式で与えられる。

$$I = \left[ \frac{2n}{3n+2} \right] \ln P + \left[ \frac{2n}{3n+2} \right] \ln \left\{ \frac{(3n+2)V_0 \chi_R}{2K_{IC}} \right\} \quad (7)$$

(6)式より, 時間の関数として Median / Radial crack の長さを測定し, それらを両対数プロットすると, 得られた回帰直線の勾配は  $\left[ \frac{2n}{3n+2} \right]$  で与えられることが分かる。また, (7)式か

ら、回帰直線の切片 I の圧子圧入荷重依存性を求めれば、同様に疲労パラメータを求めることができる。

## 材料と方法

HAP 粉末は、0.5M 水酸化カルシウム懸濁液 4 l に 0.3M リン酸水溶液 4 l を滴下し、100℃ で 2 週間反応させて合成した<sup>31)</sup>。合成した HAP 粉末は、3 l の蒸留水で三回洗浄し、濾過、乾燥 (80℃, 24時間) 後アルミナ乳鉢中で 200メッシュ (74μm) 全通まで粉碎した。この HAP 粉末をアルミナ坩堝中にて 800℃ で 3 時間仮焼して出発物質とした。HAP 粉末を 18×20mm のステンレス製金型に充填し、予備成形 (25MPa) 後 CIP (Cold Isostatic Pressing) 処理 (400 MPa, 10min) して圧粉体を得た。この圧粉体を電気炉で空気中にて 1200℃, 1 時間焼成して緻密な焼結体を作製した。得られた焼結体のアルキメデス法 (蒸留水) を用いて求めた嵩密度は 3.13g/cm<sup>3</sup> であり、その相対密度は 99.2% であった。焼結体から 15×6×3 mm の角柱試料を低速ダイヤモンドカッターを用いて切り出し、その一面を耐水研磨紙 (#1500まで)、ラッピングフィルム (0.3μm) で研磨し、さらに 0.1μm ダイヤモンドスラリーを用いてバフ研磨して鏡面に仕上げた。さらに、焼結体を 900℃ で 30 分間加熱して残留応力の除去を行った。

Gupta と Jubb<sup>25)</sup> は、圧痕から発生するき裂が Median / Radial crack であると仮定して解析を行った。そこで、SCG 挙動の測定に用いるき裂が Median / Radial crack であることを確認するために、圧子圧入荷重を変えて試料表面にビッカース圧子を圧入し、圧痕から発生するき裂長さと圧子圧入荷重の関係を調べた。この時、発生したき裂の長さは荷重除荷後 5 分での値を求め、測定は空気中で微小硬度計に付属したデジタルカーソル (最小目盛り 0.1μm) を用いて行った。

次に 37℃ 蒸留水中での HAP 焼結体の SCG の挙動を測定した。測定においては、荷重除荷後 5 分で、まずき裂長さを空気中で測定し、その後蒸留水中に所定の時間試料を浸漬してから濾紙で試料表面の水分を取り除き、き裂長さを蒸留水中への浸漬時間の関数として測定した。最後に圧子圧入荷重を変えて測定した蒸留水中での SCG の挙動から、Gupta と Jubb の解析法<sup>25)</sup> を用いて HAP 焼結体の 37℃ 蒸留水中での疲労パラメータの推定を試みた。なお以上の実験に際して、室温と湿度の範囲は各々 14.0~24.5℃, 33.0~53.5% であった。

## 結果と考察

図 1 にビッカース圧子を試料表面に圧入した時に、圧痕周囲に発生する主要なき裂を模式的に示す。新原<sup>32)</sup> は、試料表面付近には少なくとも 8 種類以上のき裂が発生すると報告している

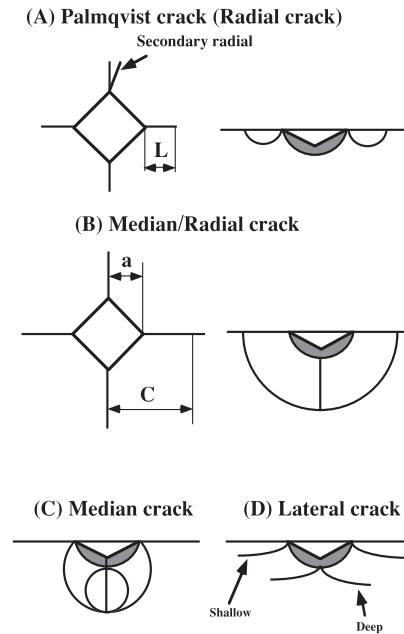


Fig.1 Schematic of the idealized crack morphologies observed at Vickers indentation.

が、研究の対象になっているのは図1に示した4種類のき裂である。まず、圧子圧入荷重の小さい領域では、図1(A)に示したPalmqvist crackが発生する。このき裂の場合、圧子圧入荷重  $P$  とき裂長さ  $L$  の間には比例関係が成立する<sup>32)</sup>。さらに圧子圧入荷重を増加させると、図1(B)に示したMedian/Radial crackが発生する。このき裂は、図1(A)に示したPalmqvist crackが試料下方へ成長したものか、あるいは図1(C)に示したMedian crackが試料表面まで成長したかは不明であるため、Median/Radial crackと呼ばれている。この半円状き裂は破壊力学において最も多くの研究の対象となっており、GuptaとJubbの解析でもこのき裂の成長を対象としている。このき裂の場合、圧子圧入荷重  $P$  とき裂長さ  $C$  の $3/2$ 乗の間に比例関係が成立する<sup>32)</sup>。さらに圧子圧入荷重を増大させると、図1(D)に示したLateral crackが発生する。Lateral crackの中でも試料表面近傍において表面とほぼ平行に発生するShallow Lateral crackは、圧痕やそこから成長するき裂を破壊してしまうため、SCG挙動の測定においてはこのき裂が発生しない荷重範囲を選択する必要がある。

表1に荷重除荷後5分におけるき裂長さ ( $L$  および  $C$ ) と圧痕の対角線長さの $1/2$ に相当する  $a$  の測定結果を示す。圧子圧入荷重2.94Nそして4.90Nでは20個のき裂の平均値を、それ以外の荷重については10個のき裂の平均値を示している。まず各データの標準偏差をみると、 $a$  の標準偏差に比べてき裂長さのそれらがほぼ一桁大きい値を示していることが分かる。き裂長

Table 1 Dependence of crack length on indentation load. The crack length was measured in air at room temperature at 5 min after the indentation load removed. The value indicated in parentheses is standard deviation.

P(N)	C(μ m)	L(μ m)	a(μ m)	C/a
0.49	15.4(1.4)	8.8(1.6)	6.7(0.3)	2.3
0.98	24.2(2.3)	15.0(2.4)	9.2(0.1)	2.6
1.96	39.3(3.3)	26.3(3.4)	13.0(0.4)	3.0
2.94	54.9(5.0)	39.2(4.7)	15.7(0.5)	3.5
4.90	78.3(4.8)	58.0(4.7)	20.3(0.8)	3.9
9.80	126.5(7.9)	98.1(8.2)	29.0(0.6)	4.4

さの測定値が大きくなばらつきを示す原因の1つには、測定したき裂が長さ数μmから数十μmのミクロクラックであり、焼結体の平均粒径（およそ1μm）に近いことが挙げられる。それは近年き裂の成長挙動や破壊靱性とセラミックスの微構造との関係が盛んに研究され、破壊靱性のき裂長さ依存性、いわゆる上昇型R-曲線挙動<sup>21,33)</sup>が報告されているからである。破壊靱性が局所的な微構造の影響を受けて変化するのであれば、圧痕から発生するミクロクラックの長さが微構造の変化を反映して変動することは十分考えられる。また表の最後に、き裂長さCとaとの比率(C/a)も併せて示した。それはC/aが2.5より小さい場合には、Palmqvist crackが支配的であると報告されているからである<sup>31)</sup>。この基準に従えば、本実験では0.98N以上の

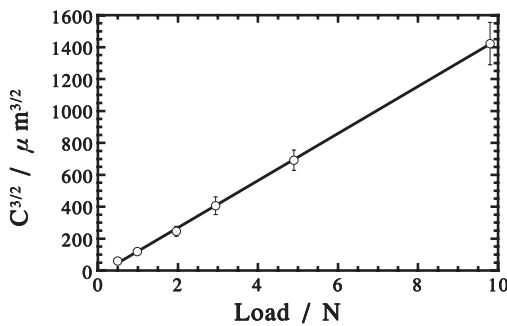


Fig.2 Relationship between  $C^{3/2}$  and indentation load. A solid line represents a least square fit.

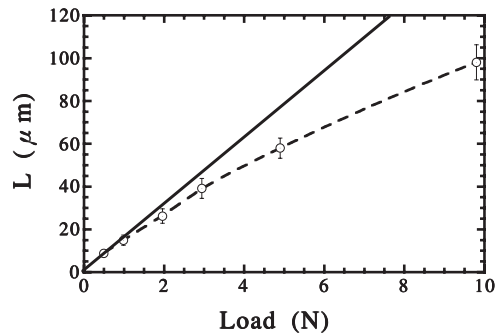


Fig.3 Relationship between crack length,  $L$ , and indentation load.

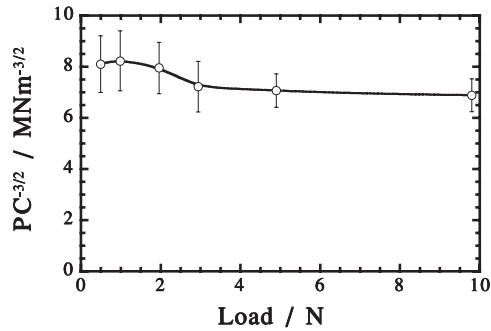


Fig.4 The ratio of  $P/C^{3/2}$  as a function of indentation load.

圧子圧入荷重で Median / Radial crack が支配的であると考えられる。

図2と図3に表1のデータを用いてき裂長さとき裂長さとの関係をプロットした。図2は圧子圧入荷重  $P$  とき裂長さ  $C$  の $3/2$ 乗をプロットした結果である。このプロットをみると、本実験で用いた荷重範囲全体で比例関係が成立していることが分かる。一方、図3に示した圧子圧入荷重  $P$  とき裂長さ  $L$  との関係からは、荷重1.96N以上で比例関係から外れてくる。図2と図3のプロットからは、Palmqvist crack と Median / Radial crack の境界が明確ではないため、図4に圧子圧入荷重に対して  $PC^{-3/2}$  をプロットした。その結果、 $PC^{-3/2}$  の値は圧子圧入荷重が2.94N以上でほぼ一定の値を示すことが分かった。以上の結果より、本実験では圧子圧入荷重が2.94N以上で Median / Radial crack が支配的であると考えて、SCG挙動の測定もこの範囲の荷重について行った。

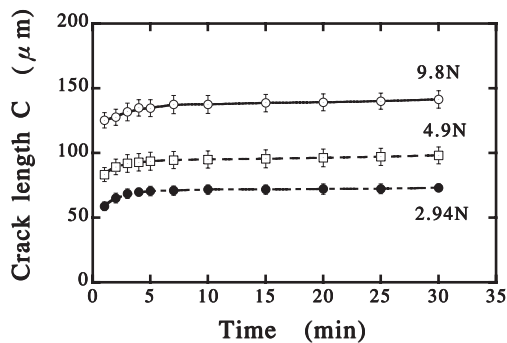


Fig.5 Subcritical crack growth behavior of sintered HAP ceramics in 37°C distilled water.



図5に圧子圧入荷重2.94N, 4.90Nそして9.80Nでピッカース圧子を圧入した場合に発生したき裂の37℃蒸留水中でのSCG挙動を示す。横軸の時間は37℃蒸留水中に浸漬された時間であり、各プロットとも10個のき裂長さの平均値を示している。いずれの荷重条件においても、最初の10分間にき裂の成長の大部分が起こり、浸漬30分後ではき裂の成長はほぼ平衡に達しているように思われた。き裂の成長に伴ってその成長速度が鈍化していくことは、き裂を成長させる駆動力である残留応力が圧痕から離れるにつれて急速に低下し、き裂先端の応力拡大係数が低下するためである<sup>29)</sup>。なお空気中で圧子を試料表面に圧入してき裂をポップインさせた後蒸留水中に浸漬したその瞬間にき裂が急激に成長しているように思われた。これはき裂の成長を連続して記録していたわけではないので、明確に論じることはできないが、もしそうであるならば、たとえば室温と蒸留水中の温度差や環境の急激な変化がその原因であるかもしれない。本実験では圧子の圧入を空気中で行ったが、今後は圧子圧入も蒸留水中で行い、しかもき裂の成長を連続的に測定できる方法を検討する必要があるかもしれない。また、圧子圧入荷重が2.94Nから増加するにつれて、Lateral crackの出現する確率が高くなり、特に9.80Nの圧子圧入荷重では、蒸留水中に浸漬した後にShallow Lateral crackがかなりの確率で発生して圧痕を破壊する場合も観察された。もちろんこの場合にはき裂長さの測定は非常に困難であり、また測定が可能であったとしてもデータから除外した。

図5に示したSCG挙動に対してGuptaとJubbの解析を適用して疲労パラメータを求めるために、(6)式に基づいてき裂長さCと浸漬時間tを両対数プロットした。その結果を図6に示す。各圧子圧入荷重について、(6)式から予測されるようにき裂長さCと浸漬時間tの両対数プロットにおいて直線関係が得られ、最小二乗法を用いて計算した各直線の勾配から疲労パラメータは、2.94Nの場合には $n = 12.5$ 、4.90Nの場合には $n = 16.5$ 、そして9.80Nの場合では

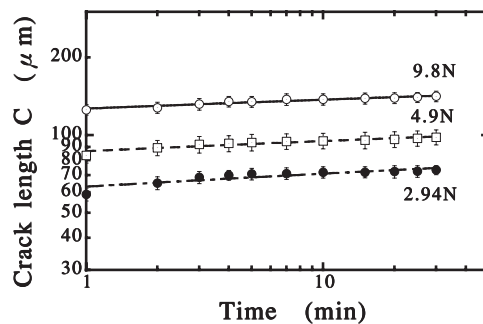


Fig.6 Plots of  $\ln C$  vs  $\ln t$  calculated from the SCG data. Solid lines represent the least square fit.

$n = 19.0$ が得られた。

破壊力学的手法を用いて測定された HAP 焼結体の疲労パラメータに関しては、Nonami と Wakai<sup>3)</sup>は Double Torsion 法を用いて HIP 処理と常圧焼結した 2 種類の緻密な HAP 焼結体の 38℃蒸留水中での疲労パラメータを測定し、応力拡大係数 ( $K_I$ ) - き裂成長速度 ( $V$ ) 曲線の領域 I に関して各々  $n = 41$ と  $n = 45$ を報告している。また Benaqqa ら<sup>5)</sup>は 1200℃で常圧焼結した HAP 焼結体の水中での疲労パラメータを Double Torsion 法を用いて測定し、同様に領域 I に関して  $n = 60$ を報告している。一般にき裂先端の応力拡大係数  $K_I$  とき裂の成長速度  $V$  の関係を表わす  $K_I$ - $V$  曲線は、三つの領域 (領域 I, II, III) から構成されるが、領域 I が疲労破壊の過程の大部分を占めると考えられている。そのため、曲げ強さから間接的に疲労パラメータを評価する動疲労試験や本研究で用いた Post-Indentation 法では、 $K_I$ - $V$  曲線の領域 I のみが疲労破壊を支配すると仮定して解析が行われている。

一方動疲労試験から間接的に求めた疲労パラメータについては、これまで De With ら<sup>1)</sup>と若松ら<sup>2)</sup>が 37℃蒸留水での HAP 焼結体の疲労パラメータを各々  $n = 12$ と  $n = 19.0$ と報告している。さらに Raynaud ら<sup>4)</sup>は相対密度 98% の HAP 焼結体のリングル液中での疲労パラメータを動疲労試験から測定し、 $n = 10$ を報告している。本研究で Post-Indentation 法を用いて測定した HAP 焼結体の疲労パラメータは 12.5 から 19.0 の範囲であり、これまで動疲労試験から間接的に測定された値とほぼ一致した結果が得られた。

破壊力学的手法を用いて得られた疲労パラメータが動疲労試験や Post-Indentation 法から求めた値と比較して非常に大きな値であること理由は 2 つ考えられる。1 つは破壊力学的手法では長さが数 mm 程度のマクロクラックの SCG 挙動を測定していること。次に、き裂先端の応力拡大係数とき裂の成長速度の関係は先に述べたように領域 I から領域 III までの三つの領域に分けることができるが、間接的に求める方法では三つの領域の疲労パラメータが平均化され

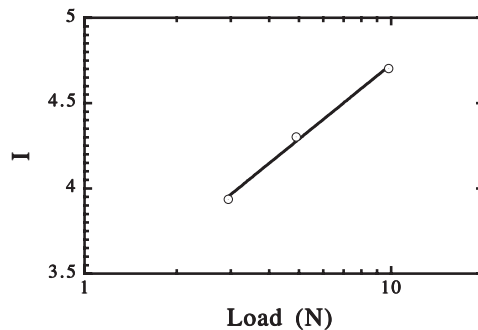


Fig.7 Plot of I vs ln P.

ていると考えられるからである。マクロクラックとミクロクラックの SCG 挙動の違いを除けば、破壊力学的手法では  $K_I$ - $V$  曲線の各領域の疲労パラメータが得られ、疲労破壊の機構の解明にはこれらのデータは有用であろう。しかし、動疲労試験から得られる疲労パラメータのように、疲労破壊の全ての過程を 1 つの疲労パラメータで表わす方法は、寿命予測の理論的解析の容易さゆえに材料の寿命を予測するためには有用であると思われる。

また、(7)式に基づいて、 $I$  の圧子圧入荷重依存性からも疲労パラメータが推定できる。その結果を図 7 に示す。このプロットにおいても(7)式から予測されるように直線関係が得られ、Gupta と Jubb の解析が HAP 焼結体に適用できることが証明された。そしてこの直線の勾配から疲労パラメータは  $n = 12.7$  と計算され、(6)式を用いて推定した疲労パラメータと良い一致を示した。

以上をまとめると、本実験で疲労パラメータの推定に用いた Post-Indentation 法は、従来用いられてきた動疲労試験と同様にマイクロクラックの成長挙動が測定可能であり、しかも小さな試料でかつ一つの試料から多数のき裂の成長挙動の測定が可能である。ただし、圧子を導入する環境とき裂を成長させる環境が異なる場合には、環境の急激な変化からき裂が急激に成長したり、Lateral crack が発生して圧痕を破壊する場合もある。

最後に、(1)式で示したように、圧痕から発生した Median / Radial crack がその環境に依存して SCG を起こして成長する時、き裂先端の応力拡大係数  $K_I$  は補正係数  $\chi_r$  と圧子圧入荷重  $P$  そしてき裂長さ  $C$  の関数として与えられる。き裂長さ  $C$  は時間の関数として測定されているため、き裂長さの時間微分はき裂の成長速度  $V$  を与える。従って、き裂先端の応力拡大係数  $K_I$  がき裂の成長速度  $V$  の関数として表わすことができれば、この関数からも疲労パラメータや、SCG が起こる下限界の応力拡大係数  $K_{Ith}$  を求めることが可能である。そこで以下に示すように  $K_I$  と  $V$  の関係を求めた。

き裂の成長速度  $V$  は、次式で与えられるため、

$$V = \frac{dC}{dt} = AK_I^n \quad (8)$$

(1)式と(8)式から、き裂の成長速度は次式で表わせる。

$$V = \frac{A}{k^n} \left[ \frac{P \cdot \pi^{1.5} \cdot \tan \varphi}{C^{1.5}} \right]^n = \frac{A}{k^n} (kK_I)^n \quad (9)$$

両辺の対数を取れば

$$\ln V = \ln \left[ \frac{A}{k^n} \right] + n \cdot \ln(kK_I) \quad (10)$$

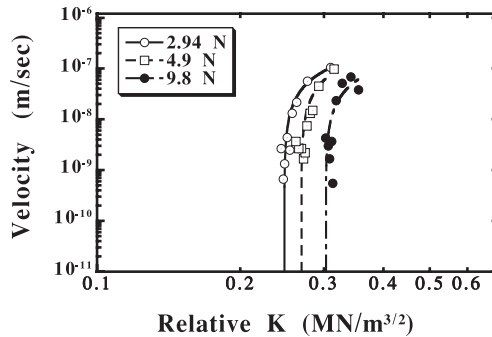


Fig.8 Crack velocity as a function of relative stress intensity factor.

ただし、 $kK_I = P \cdot \pi^{1.5} \cdot \tan\phi / C^{1.5}$ である。き裂成長速度  $V$  と  $kK_I$  の両対数プロットを図8に示す。このプロットを見ると、押し込み荷重依存性が見られるものの、相対応力拡大係数が  $0.25K_{IC}$  から  $0.3K_{IC}$  の範囲にき裂がSCGを起こす最小の応力拡大係数  $K_{th}$  が存在することが分かる。Post-Indentation法を用いて測定したSCG挙動データからSCGの下限を示す  $K_{th}$  が得られたことは非常に重要である。なぜなら、この  $K_{th}$  以下の応力拡大係数ではHAP焼結体は疲労破壊を起こさないため、材料の力学的安全性が完全に保証されるからである。

### 結論

本研究では37℃蒸留水中でのHAP焼結体の疲労パラメータをPost-Indentation法を用いて測定した。その結果、得られた疲労パラメータに圧子圧入荷重依存性が認められるものの、動疲労試験から求めた疲労パラメータに近い値 ( $n = 12.5 \sim 19.0$ ) が得られた。このPost-Indentation法は、破壊の起点となるマイクロクラックと同じスケールのき裂のSCG挙動の測定が可能であり、また小さな試料で数多くのき裂を導入できるため、骨や歯牙だけでなく歯科材料のような比較的寸法の小さな材料の疲労破壊を系統的に調べるには最適な方法であると思われる。さらに異方性を示す材料や物性が材料中で変化する場合においても、微小領域のSCG挙動が測定できるために有効な方法である。さらに、Post-Indentation法から求めたSCG挙動から、応力拡大係数の下限値、 $K_{th}$  の測定が可能であることが分かった。この  $K_{th}$  以下の応力拡大係数では、HAP焼結体は37℃蒸留水中で疲労破壊を起こさないが、その値は相対応力拡大係数  $0.25K_{IC}$  から  $0.3K_{IC}$  の範囲にあった。

## 参考文献

- 1) De With G., Van Dijk H.J.A., Hattu N. and Prijs K., *J Mater Sci*, **16**, 1592(1981)
- 2) 若松宣一, 後藤隆泰, 足立正徳 他, 歯科材料・器械, **9**, 178(1990)
- 3) Nonami T. and Wakai F., *J Ceram Soc Jap*, **103**, 648(1995)
- 4) Morgan E.F., Yetkinler D.N., Constantz B.R. and Dauskardt R.H., *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, **8**, 559(1997)
- 5) Raynaud S., Champion E., Bernache-Assolant D. and Tetard D., *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, **9**, 221(1998)
- 6) Benaqqa C., Chevalier J., Saadaoui M. and Fantozzi G., *Biomaterials*, **26**, 6106(2005)
- 7) 久森紀之, 高野 豊, 高井健一, 材料, **54**, 748(2005)
- 8) Wiederhorn S.M., *J. Am. Ceram. Soc.*, **50**, 407(1967)
- 9) Evans A.G., *Int. J. Fract.*, **10**, 251(1974)
- 10) Evans A.G., *J. Mater. Sci.*, **7**, 1137(1972)
- 11) Williams D.P. and Evans A.G., *J. Test. Evaluation*, **1**, 264(1973)
- 12) Matsui M., Soma T. and Oda I., "Fracture Mechanics of Ceramics Vol.4" Plenum Press, p.711(1978)
- 13) 山出善章, 川口喜昭, 武田展雄, 岸 輝雄, 日本セラミックス協会学術論文誌, **99**, 467(1991)
- 14) Fett T. and Munz D., *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**, C-213(1985)
- 15) Fett T. and Munz D., "Fracture Mechanics of Ceramics, Vol.9", Plenum Press, p.219(1992)
- 16) Hirao K. and Tomozawa M., *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 377(1987)
- 17) Teixeira E.C., Piascik J.R., Stoner B.R. and Thompson J.Y., *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, **18**, 1219(2007)
- 18) Pinto M. M., Cesar P. F., Rosa V. and Yoshimura H. N., *Dent. Mater.*, **24**, 814(2008)
- 19) Rosa V., Yoshimura H. N., Pinto M. M., Fredericci C. and Cesar P. F., *Dent. Mater.*, **25**, 736(2009)
- 20) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 材料, **41**, 253(1992)
- 21) Braun L.M., Bennison S.J. and Lawn B. R., *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**, 3049(1992)
- 22) Marshall D.B. and Lawn B.R., *J. Mater. Sci.*, **14**, 2001(1979)
- 23) Lawn B.R., "Fracture Mechanics of Ceramics, Vol.5", Plenum Press, p.1(1983)
- 24) Maehara S., Fujishima A., Hotta Y. and Miyazaki T., *Dent. Mater. J.*, **24**, 328(2005)
- 25) Gupta P.K. and Jubb N.J., *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**, C-112(1981)

- 26) Miyata N., Takeda S. and Jinno H., *J. Non-Cryst. Solids*, **95&96**, 1047(1987)
- 27) 武田真一, 中田慎二, 田里伊佐雄, 日本セラミックス協会学術論文誌, **97**, 911(1989)
- 28) Yoshimura H.N., Cesar P.F., Soki F.N. and Gonzaga C.C., *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, **19**, 1945(2008)
- 29) Smith S.M. and Scattergood R.O., *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**, 305(1992)
- 30) Fett T. and Munz D. "Fracture Mechanics of Ceramics, Vol.9", Plenum Press, p.219(1992)
- 31) Takagi H. and Aoki H., "Mechanical Properties of Biomaterials", John Wiley & Sons, p.477(1980)
- 32) 新原皓一, セラミックス, **20**, 12(1980)
- 33) 鈴木賢治, 田中啓介, 坂井田喜久, 山岸裕之, 材料, **44**, 1133(1995)
- 34) JIS R1607-1990, "セラミックス", 日本規格協会, p.283(1991)