

原 著

新しい接着耐久性の評価法としての  
Flattened diametral bond 試験法に関する3次元有限要素解析

大元 秀一<sup>1)</sup> 若松 宣一<sup>2)</sup> 玉置 幸道<sup>1)</sup>

Three-dimensional finite elements analysis on the flattened diametral bond test as new attempt for bonding evaluation.

OMOTO SHUICHI<sup>1)</sup>, WAKAMATSU NOBUKAZU<sup>2)</sup> and TAMAKI YUKIMICHI<sup>1)</sup>

歯科材料の進歩に伴い高強度なセラミックスによるメタルフリー修復が試みられているが、フレームのセラミックスと前装陶材の接着強度が問題視されている。本研究では脆性材料の引張強さを求めるダイアメトラル試験法の試験片形状をコントロールした Flattened diametral bond (FDB) 試験法を接着評価の題材とし、有限要素法により解析した。

ジルコニアと歯科用陶材の接合の接着耐久性をダイアメトラル圧縮試験法で評価するため、3種類の解析モデルを設計した。解析モデル1では直径10mmのジルコニア円柱の上下を平坦にしたFDB試験用の試験片を準備し、長さの影響を調べた。次にジルコニア/陶材の半円状接合試験片をシミュレートし、均等に10 $\mu$ mの変位を与えた場合(解析モデル2)と均等に55Nを負荷した場合(解析モデル3)を想定した。各々のジルコニア/陶材の界面での剥離に影響するせん断方向への応力分布について検討を行った。

解析モデル1からは試験片長さの影響が明らかにされ、長さ1mmでは応力分布が一様であった。したがって、解析モデル2, 3では1mmでシミュレーションを行った。

解析モデル2で上方の平坦な部位から変位(ひずみ)を与えたところ、変位量が一定の場合には材質の物性による掛かる負荷の想定値が変わるため、次に解析モデル3として上端からの均等な応力値を付加する想定で有限要素解析を行った。その結果、3-D有限要素解析はジルコニア/陶材の接合界面に対して垂直方向に均一な引張応力が生じることを示した。

以上のことから上下面を平坦に加工して行うFDB試験法は材料間の接合界面に均一な引張方向への応力を発生させることが可能と考えられ、異種材料の接合界面を評価する上で臨的に有効な手法ではないかと考えられた。

キーワード：Flattened diametral bond 試験、接着耐久性、3次元有限要素解析、ジルコニア

*With an advance of dental materials and devices, toughened ceramics has been applied to metal-free restoration; however, there is a problem that the adhesion to veneering materials on ceramic frame may be insufficient. The aim of this study was to evaluate the usefulness of Flattened Diametral Bond (FDB) test for bonding durability between both ceramics by using a finite element analysis.*

*Three kinds of analyzing Models were designed to simulate the bond strength of the dental porcelain for zirconia. Model 1 with a single cylinder zirconia was for the effect of specimen length. The circular specimen consisting of a semicircle-bonded porcelain/zirconia was simulated on the monitor. For specimens tested, the displacement of 10  $\mu$ m was deformed in Model 2, and they were loaded by 55 N in Model 3. Stress distribution at a veneer/frame interface when simulating shear-bonding test was investigated.*

脚注：本論文の要旨は、第141回朝日大学大学院歯学研究科発表会(平成25年3月21日開催)において発表した。

<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>朝日大学歯学部 数学

〒501-0296 瑞穂市穂積1851

<sup>1)</sup>Department of Dental Materials Science, Division of Oral Functional

Science and Rehabilitation

<sup>2)</sup>Mathematics

Asahi University School of Dentistry

Hozumi 1851, Mizuho, Gifu 501-0926, Japan

(平成26年7月29日受理)

*Specimen length affected stress distribution and 1 mm length was acceptable for uniform shear-stress. Based on this result, specimen size for following experiments was set at 1 mm length. Since the fixed displacement to specimens in Model 2 was difficult to load equally because of different elastic modulus, the equivalent stress was also performed in Model 3. The 3-D finite element analysis proved that vertically uniform tensile stress against the veneer/frame interface was generated at bonded surface in both Models. These simulations showed a possibility that FDB test may estimate the theoretical bonding strength from maximum stress on conventional diametral compressive test.*

*Judging from these results, FDB test with the stable specimens by forming flatly above and below surfaces seemed to be an effective approach to evaluate shear-bonding strength between different materials.*

Key words: Flattened diametral bond test, bonding durability, 3-D finite element analysis, zirconia

## 緒 言

近年修復物に対する審美性の要望の高まりや、CAD/CAM システムのような加工技術の革新により、高強度セラミックスを応用したオールセラミック修復物の臨床応用が盛んに行われるようになってきた<sup>1)</sup>。高強度セラミックスの中でもジルコニアはその曲げ強さや破壊靱性が大きく<sup>2,3)</sup>、ジルコニアコアと前装用陶材の組み合わせは単冠からロングスパンの固定性部分床義歯まで幅広い応用が検討されている<sup>4-7)</sup>。しかし、ジルコニアコアが強靱であるにもかかわらず、固定性部分床義歯の3年間の臨床観察において、前装用陶材の剥離や破壊が13%発生し、5年間の観察では15.2%にまで増加することが報告されている<sup>8,9)</sup>。

オールセラミック修復物の長期的な力学的安定性を確立するためには、前装用陶材の高靱化に加えて、ジルコニアコアと陶材との接着強さおよびその耐久性の向上が不可欠である。これまでの接着システムの耐久性の評価においては、マイクロテンサイル接着試験<sup>10)</sup>、せん断接着試験<sup>11)</sup>、マイクロシェア接着試験<sup>12)</sup>、そして種々の曲げ試験<sup>13-16)</sup>から接着強さを測定し、破断面観察から破壊モードと破壊の起点の特定が行われてきた。さらに、水中浸漬試験、サーマルサイクリング試験、咬合力を想定した繰り返し荷重負荷試験が組み合わされて、接着耐久性の評価が試みられてきた<sup>17-23)</sup>。

たとえば歯質/コンポジットレジン接着システムについては、De Munck ら<sup>17,18)</sup>は cylindrical hourglass 形状のマイクロテンサイル接着試験体を作製し、回転曲げ疲労試験から接着耐久性を評価している。また、Frankenberger ら<sup>19)</sup>は chewing simulator を用いてサーマルサイクリング試験と繰り返し荷重を同時に負荷し、マイクロテンサイル接着強さの低下から接着耐久性の評価を試みている。しかしマイクロテンサイル接着試験体では、Sano ら<sup>24)</sup>が提案した Stick-shaped

試験体や種々の Hourglass-shaped 試験体<sup>25-27)</sup>においても接着界面の端に応力が集中し、接着層中の応力分布は一律ではない。接着界面端における応力集中や加工損傷の問題は、マイクロテンサイル接着試験だけでなく、せん断接着試験、マイクロシェア接着試験、曲げ試験などの試験法を用いても解消できない。

我々が評価すべき接着耐久性とは、接着界面層に垂直に一律な引張応力が繰り返し作用した時、接着界面層固有の欠陥を起点として疲労破壊を起こし、その時の引張応力の大きさと繰り返し数との関係を明らかにすることである。さらに疲労破壊のプロセス、すなわち引張応力が繰り返し作用した場合、接着界面層のどの欠陥から亀裂が発生し、その亀裂がどのような経路を進展して安定成長し、そして安定成長した亀裂がどのような条件で不安定破壊を起こすかを明らかにすることである。そのためには、以下の条件を満たす接着耐久性を適切に評価できる新しい試験法の確立が望まれる。

- (1) 応力が集中する接着界面端を破壊の起点としない。
- (2) 接着界面層の広い領域において、界面に垂直に一律な引張応力が発生する。
- (3) 試験体加工時に発生した欠陥を破壊の起点としない。
- (4) 人工唾液のような水溶液中での疲労試験が容易である。
- (5) 顕微鏡下で亀裂の発生や進展を直接観察できる。

本研究ではこれらの条件を満たす可能性のある試験法として Flattened diametral bond (以下、FDB) 試験法<sup>28)</sup>を提案し、この試験法の接着耐久性の評価における有用性について3次元有限要素解析から検討した。

## 材料および方法

3次元有限要素法を用いた応力解析において、本研

表1 ジルコニアと陶材のヤング率とポアソン比

解析用材料	ヤング率(GPa)	ポアソン比
ジルコニア	210	0.3
アルミナ	70	0.3

究ではイットリア安定化型ジルコニア (Y-TZP) と陶材を接合した円板試験体を考えた。表1にジルコニアおよび陶材のヤング率とポアソン比を示す。有限要素法応力解析の文献値<sup>3,11,29-31)</sup>を参考にして、ジルコニアと陶材のヤング率は各々210GPaと70GPaとし、ポアソン比はともに0.3とした。さらに、荷重点直下の微小破壊の防止、円板試験体の自立性、そして接合界面と荷重軸を一致させるために、接合界面に垂直にその円周部分を一部平坦化したFDB試験<sup>28)</sup>を解析の対象とした。図1に本モデルでのFDB試験体の作製手順を示す。ジルコニア・陶材積層板からコアドリルを用いて円柱を切り出し、接合界面に垂直に円周の一部を切断する。円周の一部を平坦化する条件は、円板内部の応力分布<sup>32-34)</sup>と試験体の自立性を考慮して、平坦部分の内角を20°とした。そして、円柱から長さLの

円板を切り出し、種々のFDB試験体を想定した。

図2にFDB試験法を模式的に示す。この試験法では、試験体は自立可能であり、その平坦部に圧縮荷重を負荷するだけで、接合界面と荷重軸の軸合わせが可能になる。接着耐久性の評価は圧縮荷重を繰り返し負荷するだけで可能であり、試験体の厚みによっては特殊なジグも不要となるかもしれない。まず、FDB試験体の適切な長さLを決定するために、解析モデル1を用いて試験体中の応力分布を求めた。

図3に解析モデル1を模式的に示す。このモデルでは、両端を平坦化させた直径10mmのジルコニア製 Flattened diametral compression 試験体(以下、FDC)の平坦部の上面に一定圧力(31.6MPa)を負荷し、下面は3軸方向の変位と回転を拘束した。そして、円板の長さを1mm、4mm、20mmと変化させて、円板の長さが応力分布に与える影響を調べた。なお31.6MPaの圧力は、長さ1mmの場合に平坦部の全ての要素節点に1Nの荷重を負荷した場合の圧力に相当する。長さを変化させた場合でも、平坦部に作用する圧力が一定となるように荷重を変化させた。

図4に要素分割モデルを示す。応力解析には3次元有限要素法解析プログラム(COSMOS/M, Ver. 1.7 A, 横河技術情報, 船橋)を用い、六面体8節点ソリッド要素を用いて試験体を5,360から9,504要素に分割し

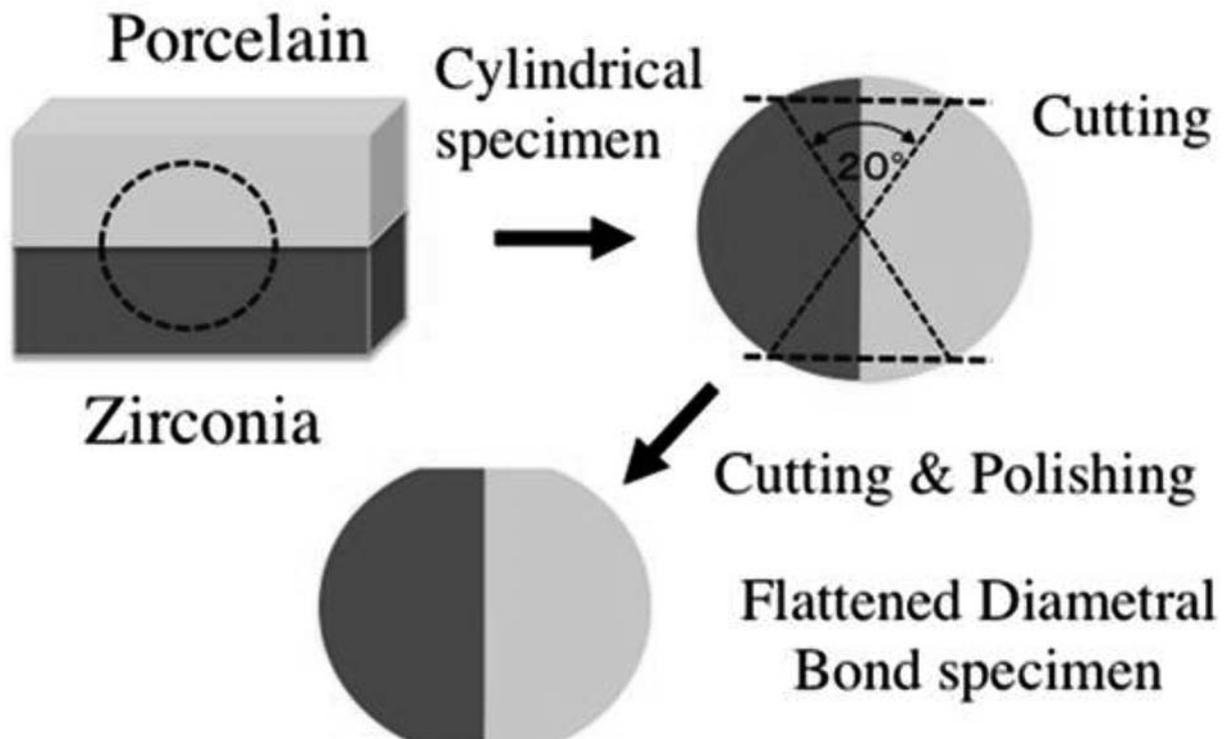


図1 FDB試験体の作製法

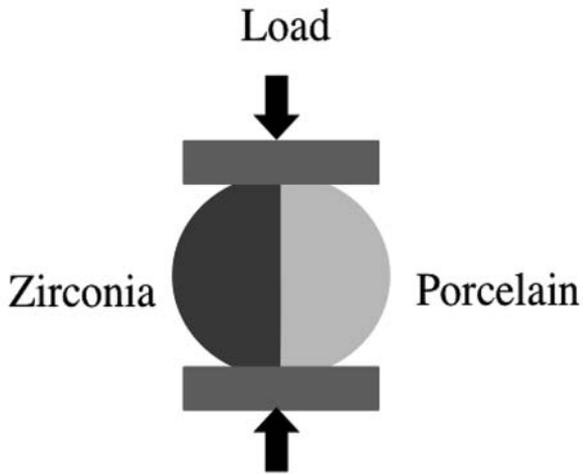


図2 FDB試験の模式図

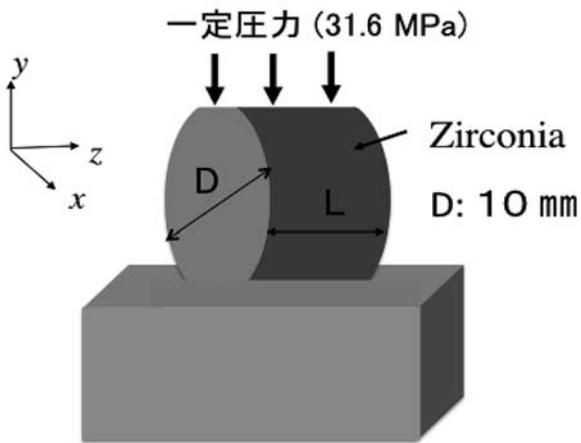


図3 解析モデル1：ジルコニア製FDC試験体の応力解析

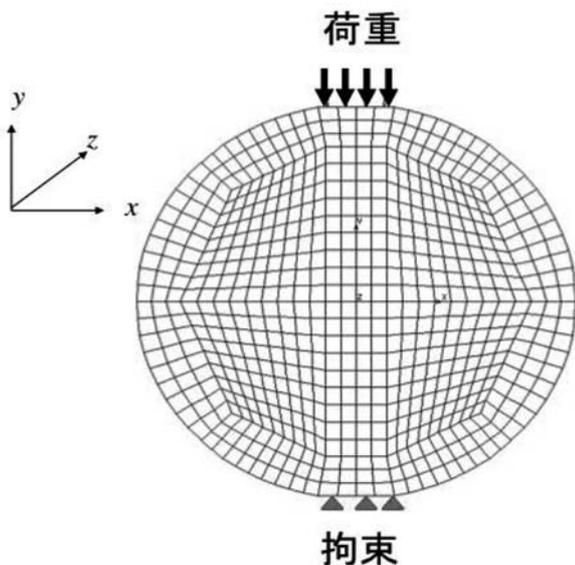


図4 解析モデル1：要素分割モデル

た。

次に解析モデル2として、ジルコニアと陶材を接合したFDB試験体（直径10mm、長さ1mm）の応力解析を行った。図5に解析モデルを模式的に示す。解析モデル2においては、円板平坦部に一定変位（ $10\mu\text{m}$ ）を負荷し、試験体の応力分布を計算した。このモデルは、試験体を金属板に挟んで荷重を負荷するFDB試験を想定している。負荷する一定変位は、平坦部の各節点に対して接合界面に平行（Y軸方向）な方向に $10\mu\text{m}$ の変位条件を設定し、各節点の3軸方向の回転は拘束した。分割要素には解析モデル1と同様に六面体8節点ソリッド要素（5,360要素）を用いた。図6に要素分割モデルを示す。

最後に解析モデル3として、ジルコニア・陶材接合FDB試験体の平坦部に55Nの一定荷重（55節点の各々に1Nの集中荷重）を負荷した場合の応力分布を解析した。このモデルは、円板中心部においてジルコニア・

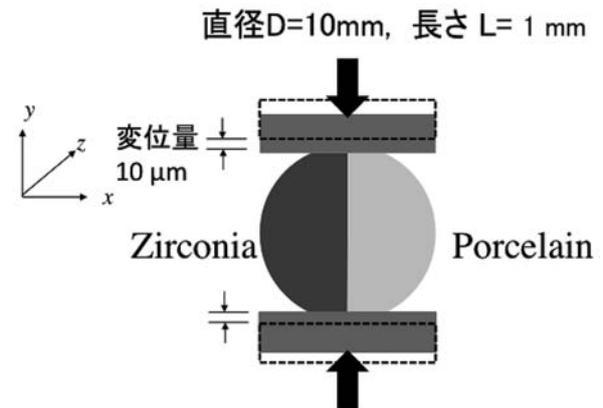


図5 解析モデル2：一定変位を負荷した場合

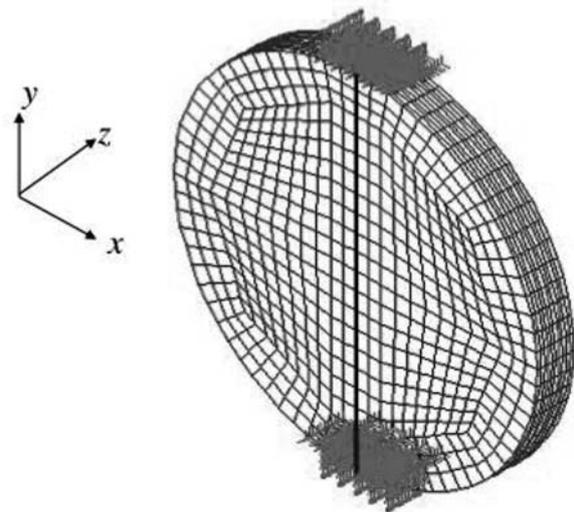


図6 解析モデル2：要素分割モデル

陶材接合界面に垂直に発生する最大引張応力と、ダイアメトラル引張強さ<sup>2)</sup>を比較し、ダイアメトラル接着強さとして具現化が可能であるかを検討した。分割要素には解析モデル2と同様に六面体8節点ソリッド要素(5,360要素)を用い、分割要素モデルも解析モデル2と同様である。

## 結 果

図7 (A) (B) (C) に解析モデル1の応力解析の結果を示す。ジルコニア製FDC試験体の長さを1 mm, 4 mm, 20mmと変化させた場合の、X-Y平面上における、荷重軸に垂直(X軸方向)方向の応力分布である。長さ1 mmでは円板中心部にはほぼ一様な引張応力が発生し、応力分布は上下対称である。そして、最大引張応力が発生する部位は円板中心部と一致する。一方、試験体の長さが4 mmと20mmでは、最大引張応力が発生する部位が中心部から円板平坦部に向かって上方へ移動し、応力分布が上下非対称になることが分かった。FDB試験においては、円板中心部の接合界面に最大引張応力が発生し、しかもその分布が接合界面の広い領域で一様であることが求められる。

そこで、解析モデル2および解析モデル3においては、直径10mm、長さ1 mmのFDB試験体を解析の対象とした。

図8に解析モデル2、すなわちジルコニアと陶材を接合したFDB試験体のX-Y平面上における、接合界面に垂直(X軸方向)方向の応力分布を示す。解析モデル2は円板平坦部の上下面に10  $\mu$ mの一定変位を負荷した場合である。応力解析の結果、ヤング率の異なる材料を接合しているために、応力分布は接合界面に関して非対称であるが、円板中心部の接合界面の広い領域に、接合界面に垂直に引張応力が発生していることが分かる。そして引張応力の最大値(79MPa)は円板中心部のジルコニア側で発生していた。また、接合界面の端(点Aと点B)、円板平坦部およびその直下の領域には大きな圧縮応力(最大圧縮応力: -564 MPa)が発生していた。また図9を見ると、円板平坦部直下の圧縮応力の領域の下部から円周に向かって左右に広がる、引張応力の領域が確認される。しかし、この領域の引張応力の大きさは接合界面と比較して小さく、この領域の、特に陶材側から、破壊が起こる危険性は低いと考えられる。

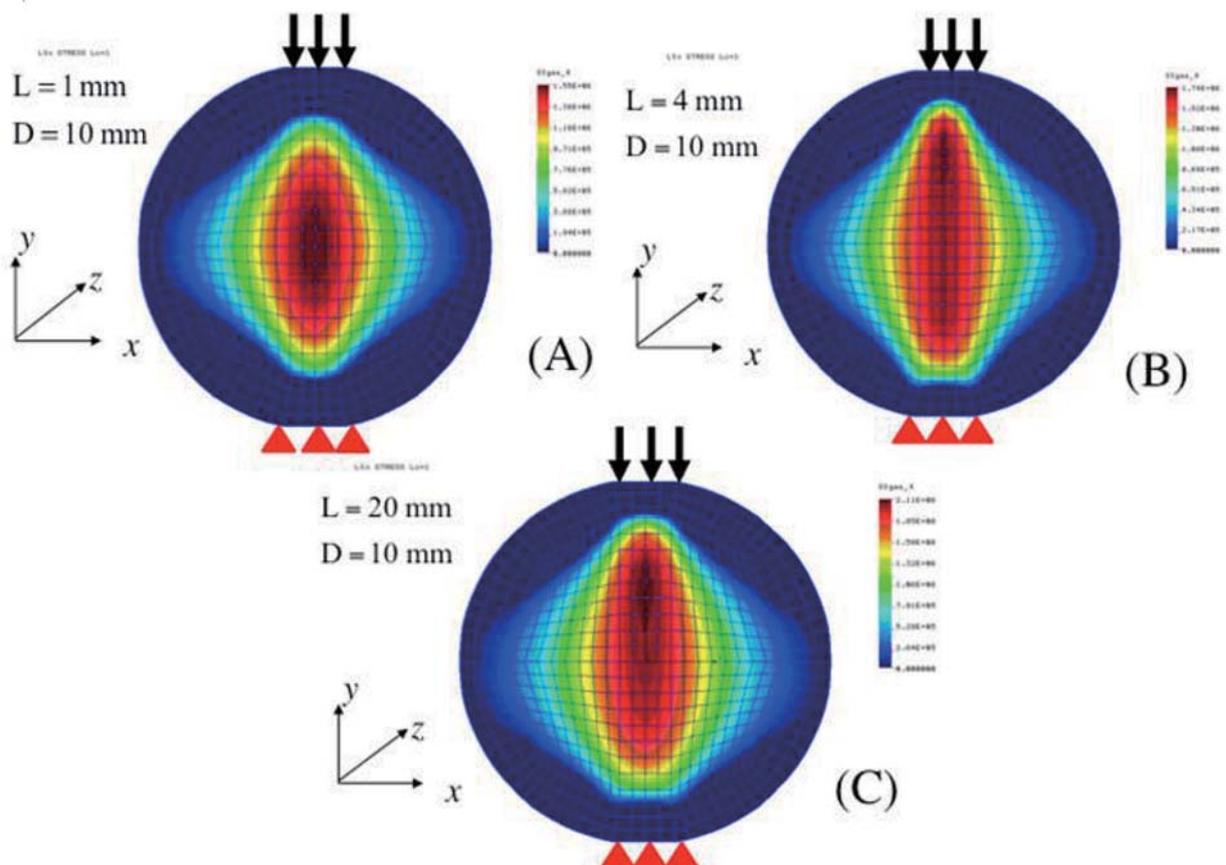


図7 ジルコニア製FDC試験体のX-Y平面上の応力分布(長さ1 mm: A, 4mm: B, 20mm: C)

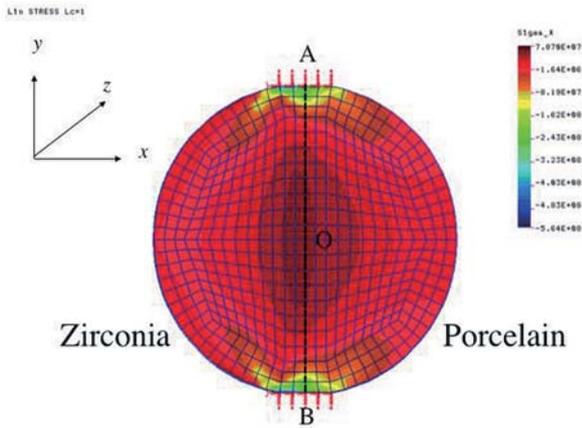


図8 解析モデル2：一定変位を負荷した場合のX-Y平面上の、接合界面に垂直な応力の分布

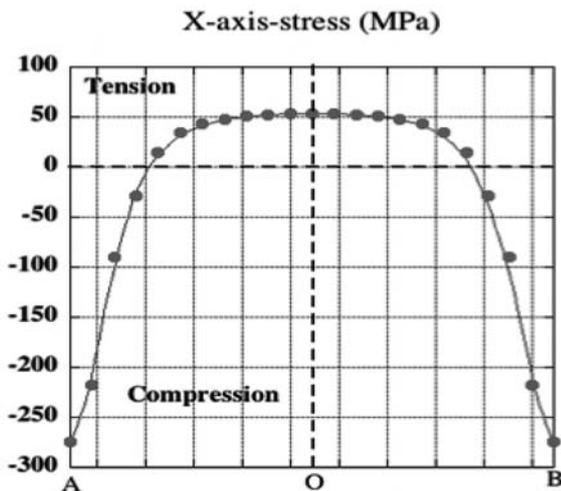


図9 解析モデル2：一定変位を負荷した場合の接合界面に沿ったX軸方向の応力の変化

図9に、接合界面A-Bに沿った、X軸方向の応力の変化を示す。接合界面の円板中心部の広い領域で、ほぼ様な引張応力（およそ50MPa）が発生し、応力は円板平坦部に向かって急速に圧縮に転じているのが分かる。

図10に円板断面（Y-Z平面）における、X軸方向の応力分布を示す。また図11には、円板断面中心（Z軸方向）に沿った、X軸方向の応力の変化を示した。接合界面に垂直な（X軸方向）応力は、引張応力の領域では、円板内部と比較して円板表面でわずかに大きな値を示したが、円板内部はほぼ様な応力分布であった。また、円板平坦部直下の圧縮応力の領域においても、円板内部がほぼ様な応力分布であることが分かる。

図12にX-Y平面における、接合界面（A-B）に平行（Y軸方向）な応力の分布を示す。図中の破線（A-B）

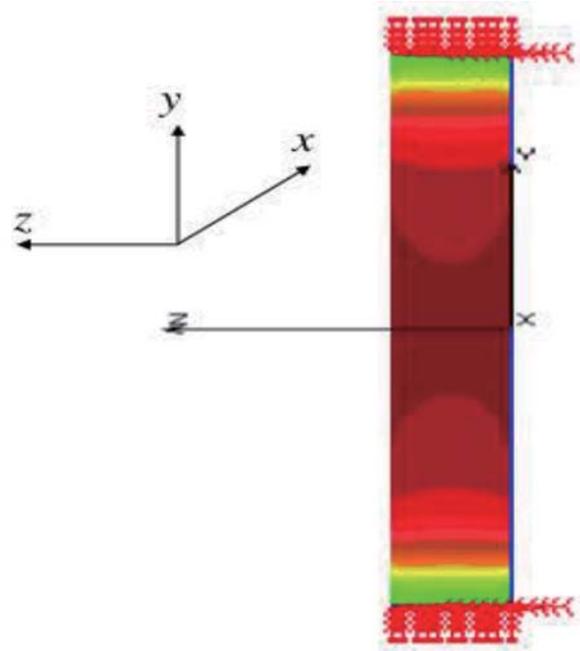


図10 解析モデル2：円板断面における接合界面に垂直な応力分布

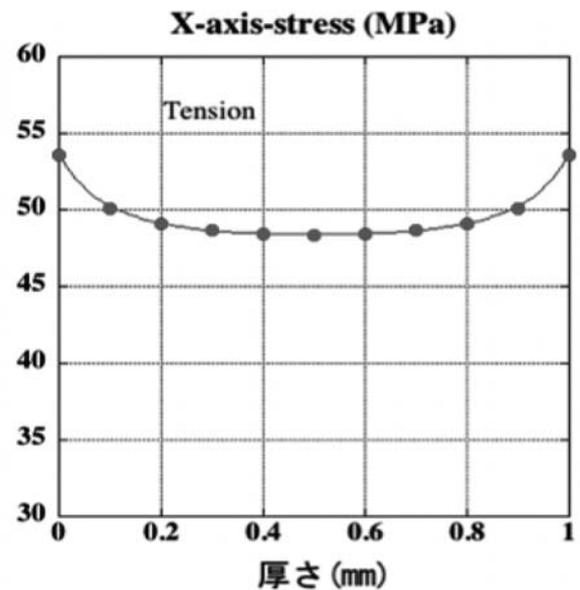


図11 解析モデル2：円板断面中心における接合界面に垂直な応力の変化

は接合界面である。接合界面からジルコニア側に大きな圧縮応力が発生している。これはジルコニアのヤング率（210GPa）が陶材（70GPa）と比べて大きいために、荷重の大部分をジルコニア側が負担しているためである。また円板の円周部分、特にジルコニア側に、最大39.7MPaの引張応力が発生している。しかし、ジルコニアの大きな曲げ強さ<sup>3)</sup>（700MPa以上）を考

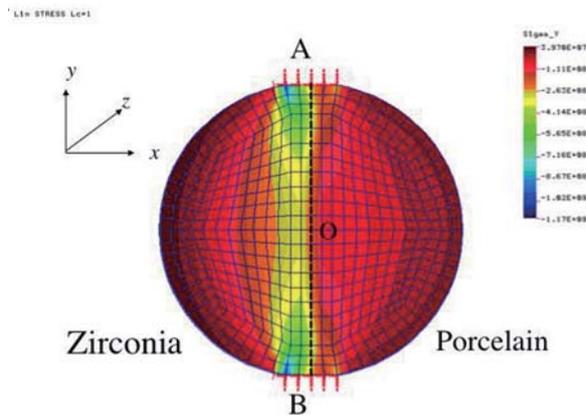


図12 解析モデル 2 : X-Y 平面上での、接合界面に平行な応力の分布

慮すれば、円周部分から破壊が起こる可能性は低いと考えられる。また陶材側円周部にも、ジルコニア側よりも小さな値ではあるが、引張応力が発生している。この陶材側円周部に発生する引張応力は、接合界面中心部に作用する引張応力（およそ50MPa）よりもかなり小さい値であり、通常は破壊の起点となり得ない。しかし FDB 試験体では、円板の外周面と平坦部が研削加工されるため、加工損傷に起因する破壊が陶材側円周部から起こる可能性は十分考慮しておくべきである。

図13に、接合界面（A-B）に沿った、接合界面に平行（Y 軸方向）な応力の変化を示す。接合界面の全ての領域で、Y 軸方向の応力は圧縮である。また、図には示さなかったが、X-Y 平面における Z 軸方向の応

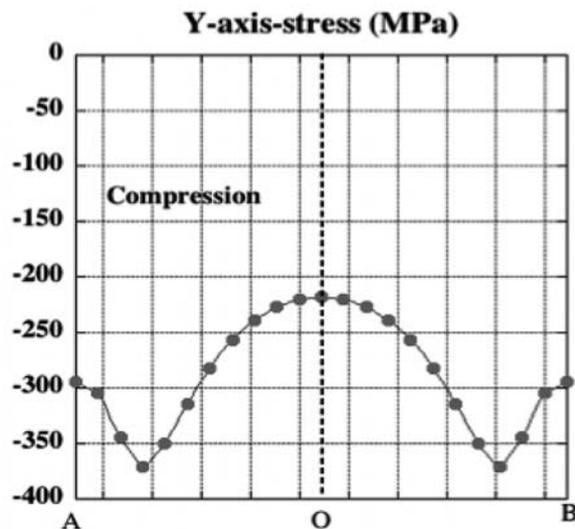


図13 解析モデル 2 : 接合界面（A-B）に沿った、接合界面に平行な応力の変化

力は無視し得る程小さいことも分かった。すなわち、解析モデル 2 においては、FDB 試験体の X-Y 平面上での接合界面の応力状態は平面応力状態である。

図14に X-Y 平面上のせん断応力の分布を示す。赤の矢印で示したように、円板平坦部の隣接部、特にジルコニア側に大きなせん断応力（最大せん断応力：249 MPa）が発生している。しかし、接合界面の大部分の領域でせん断応力の大きさは非常に小さく、このことは接合界面では X 軸方向、Y 軸方向、Z 軸方向が主応力の方向であることを示している。

図15に解析モデル 3、すなわちジルコニアと陶材を接合した FDB 試験体の上下の平坦部に一定荷重（55 N）を負荷した場合の、X-Y 平面における接合界面に垂直（X 軸方向）な応力分布を示す。解析モデル 2 と同様に、円板中心部の接合界面の広い領域に引張応力が発生している。また荷重を負荷した試験体平坦部直下には圧縮応力の領域が存在し、その左側、すなわちジルコニア側の円周部近傍において、このモデルの最大引張応力（6.3MPa）が発生していた。この最大引張応力の部位を赤の矢印で示す。

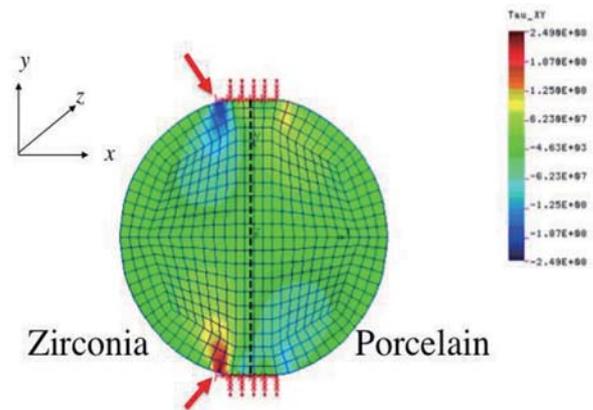


図14 解析モデル 2 : X-Y 平面上でのせん断応力の分布

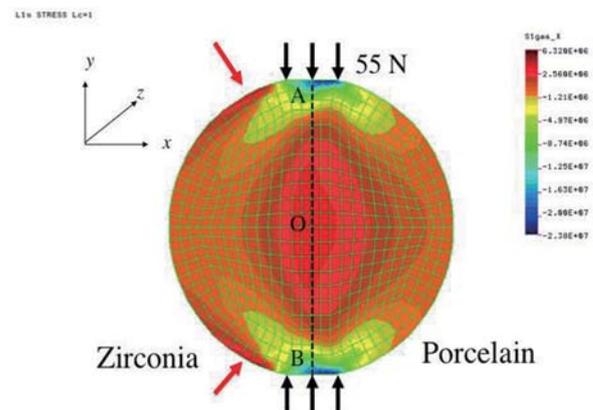


図15 解析モデル 3 : 一定荷重を負荷した場合、X-Y 平面上での接合界面に垂直な応力分布

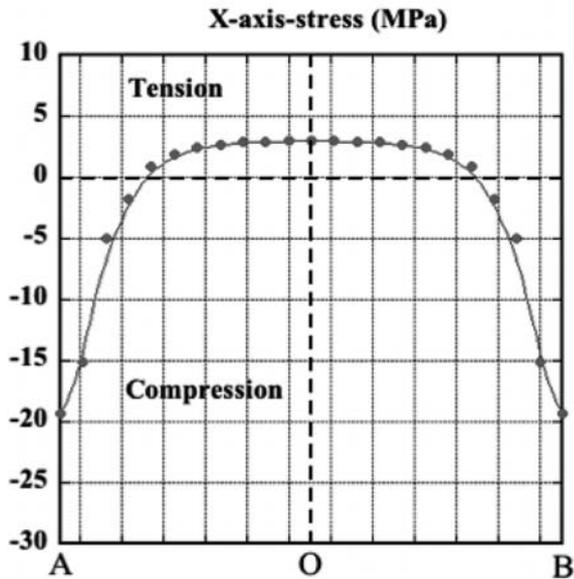


図16 解析モデル3：接合界面（A-B）に沿った，接合界面に垂直な応力の変化

また図16に接合界面（A-B）に沿った，接合界面に垂直（X軸方向）な応力の変化を示す。図から明らかなように，試験体中心部の接合界面の広い領域ではほぼ一様な引張応力（およそ3MPa）が発生している。ジルコニア側外周部に発生する引張応力が接合界面の2倍以上の値を示しているが，これもジルコニアの大きな曲げ強さ<sup>3)</sup>を考慮すれば，破壊は接合界面から優先的に開始すると考えられる。

図17にはX-Y平面上における，接合界面に平行（Y軸方向）な応力の分布を示す。解析モデル2と同様に，試験体平坦部直下と接合界面からジルコニア側に大きな圧縮応力が発生している。またジルコニア側の円周部の広い領域に引張応力が発生しているが，その値は非常に小さい値である。図18に接合界面（A-B）に沿った，接合界面に平行（Y軸方向）な応力の変化を示す。Y軸方向の応力は接合界面の全ての領域で圧縮であり，その値は中心部から平坦部に向かって増加していた。なお解析モデル3においても，図には示さなかったが，X-Y平面上において，Z軸方向の応力はほぼ無視し得るほど小さい値であり，平面応力状態が成り立つことが分かった。

図19には，X-Y平面上におけるせん断応力の分布を示す。試験体平坦部の直下を除いて，接合界面の大部分の領域では，せん断応力の大きさはほぼ無視し得るほど小さく，解析モデル3においても，接合界面近傍ではX軸方向，Y軸方向，Z軸方向が主応力の方向である。また，試験体平坦部直下の左右にせん断応力の大きな領域が存在した。特に赤の矢印で示すよう

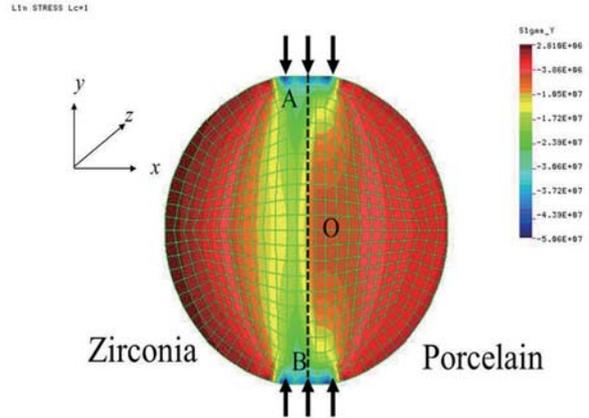


図17 解析モデル3：X-Y平面上での，接合界面に平行な応力の分布

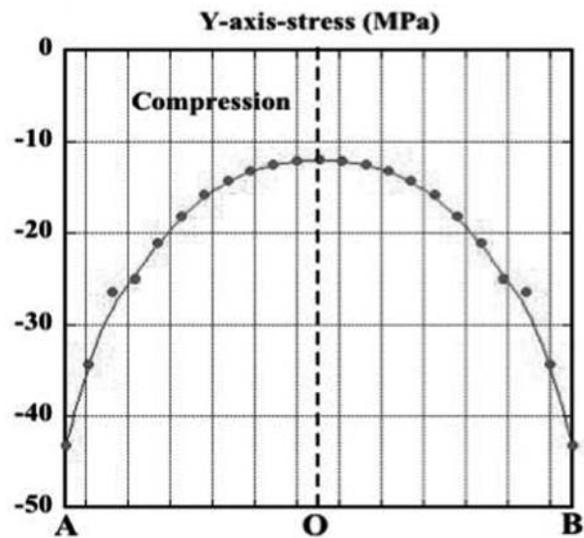


図18 解析モデル3：接合界面（A-B）に沿った，接合界面に平行な応力の変化

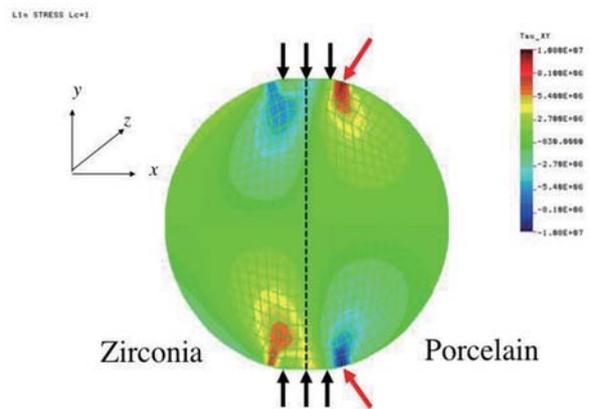


図19 解析モデル3：X-Y平面上でのせん断応力の分布

に，陶材側で最大せん断応力（10.8MPa）が発生していた。

FDB試験体の平坦部に一定荷重を負荷した解析モ

## 考 察

デル3は、FDBを定式化することが目的であった。ダイアメトラル圧縮試験において、集中荷重を負荷した場合、荷重軸に垂直に発生する最大引張応力は(1)式<sup>35,36)</sup>で与えられる。

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi DL} \quad (1)$$

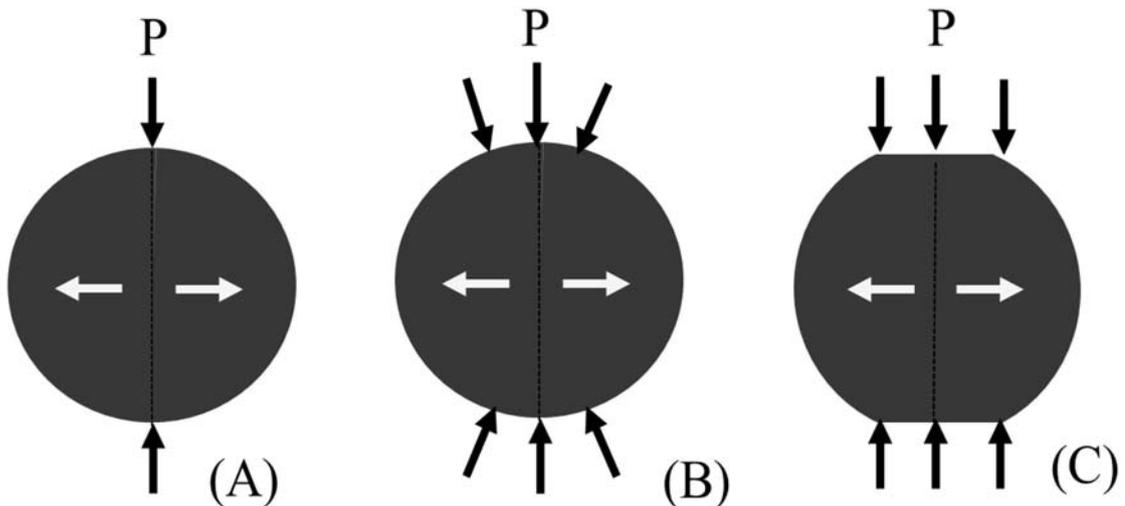
ここで、 $\sigma_t$ はダイアメトラル引張強さ、 $P$ は負荷した荷重、 $D$ は円板の直径、 $L$ は円板の長さである。一方、FDB強さは、(1)式に補正係数 $\eta$ を乗じて(2)式で与えられると仮定した。

$$\sigma_b = \eta \frac{2P}{\pi DL} \quad (2)$$

ここで、 $\sigma_b$ はダイアメトラル接着強さであり、補正係数 $\eta$ は、接合される二つの材料のヤング率( $E_1, E_2$ )、ポアソン比( $\nu_1, \nu_2$ )、円板の直径( $D$ )、円板の長さ( $L$ )、そして平坦部の内角( $2\alpha$ )の関数として $\eta = f(E_1, E_2, \nu_1, \nu_2, D, L, \alpha)$ で表わされる。応力解析の結果から、接合界面に垂直に作用する最大引張応力と(1)式から計算されるダイアメトラル引張強さを比較したところ、本研究の条件では $\eta = 0.81$ が得られた。この補正係数は解析モデル3に対してのみ成立する値であり、接合する材料の組み合わせや寸法が変われば、有限要素法を用いて応力分布を計算する必要がある。

3次元有限要素法を用いた応力解析において、本研究ではジルコニアと陶材を接合した円板試験体を想定し、さらにこの円板試験体を荷重軸に垂直となるように円周部を一部平坦化にシミュレートしたFDB試験体を解析の対象とした。図20にダイアメトラル圧縮試験の変遷を模式的に示す。ダイアメトラル圧縮試験はブラジル<sup>37)</sup>と日本<sup>38)</sup>ではほぼ同時にコンクリートのような脆性材料の引張強さを求めるために用いられた方法であり、Brazilian disk試験とも呼ばれる。

図20(A)に示すように、円板試験体の直径方向に集中荷重を負荷すると、荷重点付近には圧縮応力が、円板の中心部では荷重方向に垂直な引張応力が発生する<sup>39,40)</sup>。しかしダイアメトラル圧縮試験において、円周の一点に集中荷重を負荷することは現実には不可能であり、実際には有限の長さの円周に分布荷重が負荷されている。そこで図20(B)に示すように、円周の一部に求心的な分布荷重が作用した場合を考え、その弾性解をHondros<sup>36)</sup>が報告している。また、円板状試験体を用いたダイアメトラル圧縮試験では、圧縮荷重の負荷点直下の領域に大きな圧縮応力が発生し、その結果、まず荷重点近傍で微小破壊が起こるため、円板内部の応力状態がHondros解と異なる可能性が高い



Diametral compression test  
under point load  
( Carniero and Barcekk: 1953, Akazawa:1953 )

Diametral compression test  
under distributed load  
( Hondros:1959 )

Flattened diametral  
compression test  
( 尾田と山崎:1978 )

図20 ダイアメトラル圧縮試験の変遷

とも言われている<sup>29)</sup>。この荷重点直下の微小破壊の防止を目的として、図20 (C) に示すような、荷重軸に垂直に円周部分を一部平坦化した FDC 試験を尾田と山崎<sup>28)</sup>が提案した。

FDC 試験体の応力分布については正確な弾性解は得られていないが、有限要素法あるいは境界要素法を用いて、円板から切り取る平坦部の長さ $d$ と直径 $D$ の比が応力分布に与える影響が検討され、Hondros 解と比較されている<sup>28, 29, 33, 34)</sup>。その結果、尾田と山崎<sup>28)</sup>は平坦部の長さ $d$ と直径 $D$ の比、 $d/D$ を変化させて応力解析を行い、荷重点直下の微小破壊を防止するには $d/D = 0.2$ が適切であると述べている。本研究で選択した直径 $10\text{mm}$ の条件であてはめると、平坦部の長さが $2\text{mm}$ 、その内角は $23^\circ$ と計算される。また Fahad<sup>33)</sup>は、平坦部分の内角が $23^\circ$ までの範囲では、円板試験体の応力分布は十分な精度(誤差が $4\%$ 以内)で Hondros 解と一致すると報告し、Wang<sup>34)</sup>は平坦部の内角が $20^\circ$ の場合、荷重軸に沿った応力が Hondros 解と一致することを報告している。そこで本研究では、円板試験体の円周の一部を平坦化する条件として、試験体の自立性も考慮して、平坦部分の内角を $20^\circ$ と設定した。なお、接着強さの測定にダイアメトラル圧縮試験を用いたのは本研究が初めてではない。Huang<sup>ら</sup><sup>41, 42)</sup>は、ガラスファイバー製あるいはステンレス鋼製ポスト、象牙質そしてコンポジットレジンが同心円状に配置された円板試験体を作製し、ダイアメトラル圧縮試験からポストと象牙質との接着強さを評価している。有限要素法応力解析の結果に加え、破壊のプロセスの可視化など、彼らの研究は独創的ではあるが、根管内の接着界面を同心円と見立てた試験法には一般性がなく、種々の接着・接合界面の評価にこの試験法を用いるのは難しいと思われる。

図21に、FDB 試験体の上下の平坦部に一定変位あるいは一定荷重を負荷した場合の応力解析の結果のまとめを模式的に示す。まず図8から図14までに示した解析モデル2の応力解析の結果をまとめると、その平坦部の内角が $20^\circ$ である FDB 試験体の上下の平坦部に一定の変位を負荷した場合、ジルコニア・陶材接合界面の円板中心部の広い領域では、界面に垂直(X軸方向)にほぼ様な引張応力が発生し、界面に平行(Y軸方向)な方向には圧縮応力が作用する2軸引張-圧縮応力状態(平面応力状態)である。またX-Y平面におけるせん断応力も、平坦部に隣接するジルコニア側を除いて、無視し得る程小さい値であった。一方、荷重が負荷される平坦部直下の領域は、X軸方向、Y軸方向、そしてZ軸方向の応力がいずれも圧縮となる3軸圧縮応力状態であり、接合端からの破壊の危険

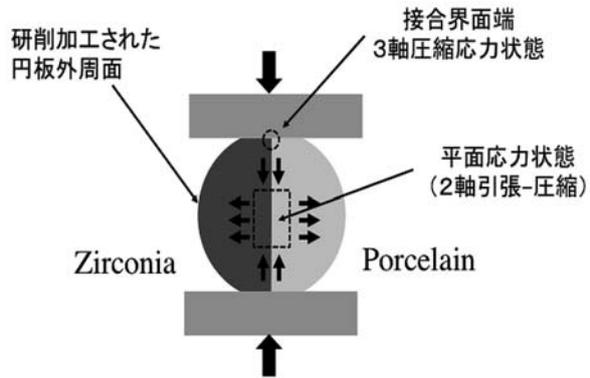


図21 FDB 試験体の応力解析のまとめ

性が非常に小さいことが分かる。これまで接着強さを求めるために用いられてきた接着試験法では、接着界面端における応力集中部からの破壊が問題となるが、本研究で提案した FDB 試験では、接着・接合端からの破壊を阻止することが期待される。ただし、接合界面に平行な Y 軸方向の応力において、平坦部直下の圧縮応力の領域の隣接部から円周部分に向かって広がる引張応力の領域が存在した。しかし、ジルコニア側円周部に発生する引張応力は、接合界面中心部の引張応力と比較してその値はおよそ $80\%$ と小さく、ジルコニアの大きな曲げ強さ<sup>3)</sup>を考慮すれば、ジルコニア側円周部から破壊する可能性は小さいものと考えられる。一方、陶材側円周部に発生する引張応力は、ジルコニア側と比べてもさらに小さい値であり、通常この部分から破壊が進行することはあり得ない。ただし、円板外周面は研削加工されるため、陶材側円周部の加工損傷を起点とする可能性も考慮しておく必要がある。

次に図15から図19までの解析モデル3の結果をまとめると、FDB 試験体中の応力状態は基本的には解析モデル2と同様であった。すなわち、円板中心部の接合界面の広い領域では、界面に垂直にほぼ様な引張応力が、界面に平行に圧縮応力が作用する2軸引張-圧縮応力状態であり、接合界面から優先的に破壊が起こり得ると考えられた。また接合界面の端は3軸圧縮応力であり、他の接着試験法では応力集中により界面端から破壊が進行する可能性が高いのに対して、FDB 試験体では接合界面端からの破壊の可能性は非常に低いと考えられた。一定荷重を負荷した場合に、ジルコニア側の円周外周面に接合界面の2倍以上の引張応力が発生することが分かった。しかし、ジルコニアの大きな曲げ強さ<sup>3)</sup>を考慮すれば、研削加工による損傷を起点として外周面から破壊するよりも、接合界面の欠陥から破壊が進行する可能性が非常に高いと思われる。

る。また、円板平坦部直下の3軸圧縮応力の領域の両側から円周部に至る領域に引張応力とせん断応力が発生していた。特に図19に示した、一定荷重を負荷した場合の陶材側のせん断応力は破壊の起点となり得るかもしれない。ただし、一定変位を負荷した解析モデル2の場合では、陶材側に発生したせん断応力の大きさは非常に小さい値である。実際のFDB試験は、解析モデル2に近いと考えられるため、陶材側のせん断応力による破壊の可能性は小さいのではないかと考えている。

FDB試験では、ジルコニア・陶材接合界面の円板中心部は図21に示すように、2軸引張—圧縮応力状態であり、接合界面の破壊に及ぼす圧縮応力の影響が危惧される。多軸応力状態下でのセラミックスの破壊については若松ら<sup>43)</sup>がFDC試験体を用いて2軸引張—圧縮応力状態下でのアパタイトセラミックス中の疲労亀裂の進展挙動を観察している。その結果、亀裂と荷重軸との成す角度が $0^\circ$ 、すなわち亀裂の方向が荷重軸に対して平行な場合では亀裂の成長に圧縮荷重は影響を与えないこと、そして亀裂の方向と荷重軸が成す角度が $15^\circ$ や $30^\circ$ の場合、亀裂面に作用するせん断応力が亀裂の進展に無視できない影響をもつことを示している。

FDB試験において、接合界面の欠陥から亀裂が発生し、その亀裂が接合界面に沿って成長する場合には界面に作用する圧縮応力の寄与は無視できる。一方、接合界面に対して大きく傾いた亀裂が発生し、その亀裂が陶材側に大きく傾斜して成長する場合には圧縮応力の効果を補正する必要があるかもしれない。

FDB試験は平坦部に圧縮荷重を負荷することにより、接合界面に垂直に引張応力が負荷される。円周の一部を平坦化したFDB試験体を用いる第1の利点は、試験体へ負荷する荷重が単純な圧縮荷重であり、万能試験機に圧縮ジグを設置するだけで特殊なジグ等を必要としない点である。第2の利点は試験体自身に自立性があり、圧縮荷重と接合界面の平行性を容易に達成できることである。そのため、図22に示すように万能試験機に水槽の設置による水溶液中での接着耐久性の評価や、レーザー顕微鏡や原子間力顕微鏡のステージ上に設置した小型圧縮ジグを用いた負荷による疲労亀裂の発生部位および亀裂の伸展挙動を直接観察することなども可能になると考えられる。

そして第3の利点は、平坦部に繰り返し圧縮荷重を負荷すると、接合界面に繰り返し引張応力が自動的に負荷できることである。これまでの接着耐久性の評価においては、接着・接合界面に種々の繰り返し応力や荷重が負荷されてきた。接合界面に繰り返し圧縮応

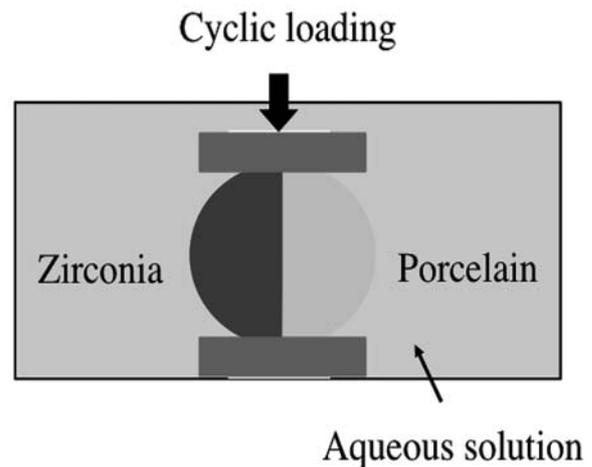


図22 水溶液中での接着耐久性試験

力<sup>19,20,44)</sup>を負荷するもの、あるいは回転曲げ試験により引張—圧縮変動応力<sup>17,18)</sup>を負荷するもの、繰り返し引張応力<sup>45)</sup>、繰り返し曲げモーメント<sup>13,16)</sup>、そして繰り返しせん断荷重<sup>14,46)</sup>を負荷するものなどがある。しかし、咬合力が作用する修復物中の接着・接合界面の応力状態は複雑<sup>47)</sup>であり、どのような応力が界面の破壊を支配しているかは不明である。したがって緒言においても述べたが、界面に垂直に繰り返し引張応力を負荷することが、最も適切な接着耐久性の評価法の条件だと考える。特に引張応力が破壊を支配する脆性材料で接着・接合界面が構成されている場合、界面層の固有な欠陥の大きさ、位置、分布を適切に評価するために必要不可欠である。

本研究では、有限要素法応力解析の対象として、ジルコニア・陶材接合界面を選択した。ジルコニアコアと前装用陶材から構成される修復物は支台歯に主にレジメンセメントで接着されるが、ジルコニアコアとレジメンセメントとの接着性が不十分である。その理由はシリカを含むセラミックスのようにフッ化水素酸によるエッチングやシランカップリング処理による接着性の向上が期待できないからである<sup>48)</sup>。そこでジルコニア表面の種々の表面処理法、たとえば新しいプライマーの開発<sup>49)</sup>やアルミナ粒子などを用いたトライボケミカル処理<sup>50)</sup>と呼ばれる表面処理法が検討されている。しかし、現在のところ、コンセンサスが得られるような表面処理法は開発されていない。本研究で提案したFDB試験を用いれば、図23に示すように、2枚のジルコニアを接着したレジメンセメント層に垂直に引張応力を負荷することも可能と思われ、適切なジルコニア表面処理法の探求をより迅速にそしてより適切に評価できると考えられた。

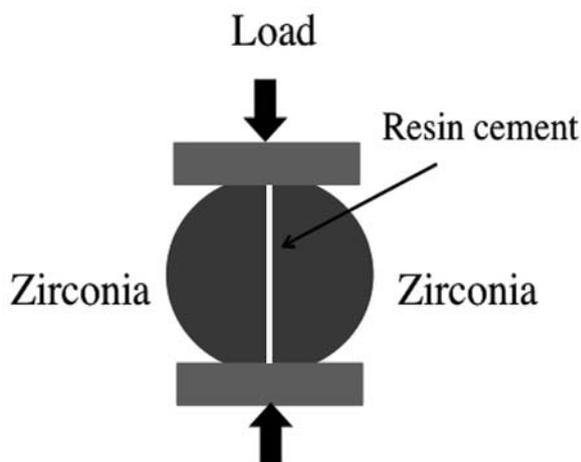


図23 ジルコニア・レジンセメント界面の接着耐久性の評価

## 結 論

3次元有限要素法を用いた応力解析の結果、本研究で提案したFDB試験法は、ジルコニアと陶材を接合した円板試験体の接合界面と平行に荷重あるいは変位を負荷することで、円板中心部では接合界面に垂直に引張応力が作用し、界面に固有な欠陥から破壊を起こすことが想定され、界面の真の強さを評価するのに適した試験法であり、また接合界面の破壊様相を直接観察できれば、そのメカニズムの解明にも有用ではないかと考えられた。さらに、FDB試験法では円板試験体は円周部が一部平坦化されているために条件によっては自立可能なケースもあり、溶液中での疲労試験などの様々なバリエーションでの臨床をシミュレートした試験が行える可能性が示唆された。

## 文 献

- 1) Della Bona A and Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* 2008; 139 (Suppl. ): 8 S-13S.
- 2) Kelly JR and Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater.* 2008; 24: 289-298.
- 3) 伴 清治. オールセラミックレストレーションを実現するためのジルコニアの材料特性. *歯科学報.* 2007; 107: 670-684.
- 4) Denry I and Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008; 24: 299-307.
- 5) Beier US, Kapferer I and Dumfahrt H. Clinical long-term evaluation and failure characteristics of 1,335 all-ceramic restorations. *Int J Prosthodont.* 2012; 25: 70-78.

- 6) Anusavice KJ. Standardizing failure, success, and survival decisions in clinical studies of ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses. *Dent Mater.* 2012; 28: 102-111.
- 7) Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S and Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res.* 2013; 57: 236-261.
- 8) Sailer I, Fehér A, Filser F, Lüthy H, Gauckler LJ, Scherer P and Franz Hämmerle CH. Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow-up. *Quintessence Int.* 2006; 37: 685-693.
- 9) Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H and Franz Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007; 20: 383-388.
- 10) Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA and Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhesive Dent.* 1999; 1: 299-309.
- 11) Erefej N, Rodrigues FP, Silikas N and Watts DC. Experimental and FE shear-bonding strength at core/veneer interfaces in bilayered ceramics. *Dent Mater.* 2011; 27: 590-597.
- 12) Placido E, Meira JB, Lima RG, Muench A, de Souza RM and Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater.* 2007; 23: 1086-1092.
- 13) Staninec M, Nguyen H, Kim P, Marshall GW, Ritchie RO and Marshall SJ. Four-point bending evaluation of dentin-composite interfaces with various stresses. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2008; 13: E81-E84.
- 14) Li J, Li H, Yun X and Fok AS. A comparison of bond strengths measured using cantilever bending and micro-tensile methods. *Dent Mater.* 2011; 27: 1246-1251.
- 15) Tada K, Sato T and Yoshinari M. Influence of surface treatment on bond strength of veneering ceramics fused to zirconia. *Dent Mater J.* 2012; 31: 287-296.
- 16) Mutluy MM, Yahyazadehfar M, Ryou H, Majd H, Do D and Arola D. Fatigue of the resin-dentin interface: A new approach for evaluating the durability of dentin bonds. *Dent Mater.* 2013; 29: 437-449.
- 17) De Munck J, Braem M, Wevers M, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, Lambrechts P and Van Meerbeek B. Microrotary fatigue of tooth-biomaterial interfaces. *Biomaterials.* 2005; 26: 1145-1153.
- 18) De Munck J, Van Landuyt KL, Coutinho E, Poitevin A, Peumans M, Lambrechts P, Braem M and Van Meerbeek B. Fatigue resistance of dentin/composite interfaces with an additional intermediate elastic layer. *Eur J Oral Sci.* 2005; 113: 77-82.
- 19) Frankenberger R, Pashley DH, Reich SM, Lohbauer U,

- Petschelt A and Tay FR. Characterization of resin-dentine interfaces by compressive cyclic loading. *Biomaterials*. 2005; 26: 2043-2052.
- 20) Soeno K, Suzuki S, Taira Y, Sawase T and Atsuta M. Influence of mechanical properties of two resin cements on durability of bond strength to dentin after cyclic loading. *Dent Mater J*. 2005; 24: 351-355.
  - 21) Oyafuso DK, Ozcan M, Bottino MA and Itinchoe MK. Influence of thermal and mechanical cycling on the flexural strength of ceramics with titanium or gold alloy frameworks. *Dent Mater*. 2008; 24: 351-356.
  - 22) Lin J, Shinya A, Gomi H, Matinlinna JP and Shinya A. In vitro evaluation of the bonding durability of self-adhesive resin cement to titanium using highly accelerated life test. *Dent Mater J*. 2011; 30: 837-844.
  - 23) Guarda GB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhorette MA and Correr-Sobrinho L. Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent*. 2013; 38: 208-217.
  - 24) Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R and Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength- evaluation of a microtensile bond test. *Dent Mater*. 1994; 10: 236-240.
  - 25) Betamar N, Cardew G and Van Noort R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. *J Adhes Dent*. 2007; 9: 159-168.
  - 26) Betamar N, Cardew G and Van Noort R. The effect of variations in hourglass specimen design on microtensile bond strength to dentin. *J Adhes Dent*. 2007; 9: 427-436.
  - 27) Ghassemieh E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dent Mater*. 2008; 24: 536-547.
  - 28) 尾田十八, 山崎光悦. ぜい性材料の新圧裂試験法について. 日本機械学会論文集. 1978; 44: 478-488.
  - 29) 佐藤嘉晃. 圧裂試験における破壊開始位置と破壊荷重についてのGriffith理論による検討. 材料. 1987; 36: 1219-1224.
  - 30) De Jager N, de Kler M and van der Zel JM. The influence of different core material on the FEA-determined stress distribution in dental crowns. *Dent Mater*. 2006; 22: 234-242.
  - 31) Sorrentino R, Aversa R, Ferro V, Auriemma T, Zarone F, Ferrari M and Apicella A. Three-dimensional finite element analysis of strain and stress distributions in endodontically treated maxillary central incisors restored with different post, core and crown materials. *Dent Mater*. 2007; 23: 983-993.
  - 32) Dejak B, Młotkowski A and Langot C. Three-dimensional finite element analysis of molars with thin-walled prosthetic crowns made of various materials. *Dent Mater*. 2012; 28: 433-441.
  - 33) Fahad MK. Stresses and failure in the diametral compression test. *J Mater Sci*. 1996; 31: 3723-3729.
  - 34) Wang QZ and Xing L. Determination of fracture toughness KIC by using the flattened Brazilian disk specimen for rocks. *Engineering Fracture Mechanics*. 1999; 64: 193-201.
  - 35) Andreev GE. A review of the Brazilian test for rock tensile strength determination. Part I: calculation formula. *Min Sci Tech*. 1991; 13: 445-456.
  - 36) Hondros G. The evaluation of Poisson's ratio and the modulus of materials of a low tensile resistance by the Brazilian (indirect tensile) test with particular reference to concrete. *Aus J Appl Sci*. 1959; 10: 243-268.
  - 37) Carniero FLLB and Barcellos A. Concrete tensile strength, in Union of Testing and Research Laboratories for materials and structures, Paris, No16, 1953.
  - 38) Akazawa T. Tension test method for concrete, in International Association of Testing and Research Laboratories for materials and structures, Paris, No 16, 1953.
  - 39) Timoshenko SP and Goodier JN. Theory of Elasticity, 3<sup>rd</sup> ed, New York: McGraw-Hill; 1970: 122-127.
  - 40) Rudnick A, Hunter AR and Holden FC. An analysis of the diametral-compression test. *Mater Res Stand*. 1963; 3: 283-289.
  - 41) Huang SH, Lin LS, Rudney J, Jones R, Aparicio C, Lin CP and Fok A. A novel dentin bond strength measurement technique using a composite disk in diametral compression. *Acta Biomater*. 2012; 8: 1597-1602.
  - 42) Huang SH, Lin LS, Fok AS and Lin CP. Diametral compression test with composite disk for dentin bond strength measurement-finite element analysis. *Dent Mater*. 2012; 28: 1098-1104.
  - 43) 若松宣一, 大元秀一, 土井 豊. 二軸応力状態下でのアパタイトセラミックスの疲労亀裂の進展挙動. 朝日大学一般教育紀要. 2012; 38: 49-61.
  - 44) Yamazaki PC, Bedran-Russo AK and Pereira PN. The effect of load cycling on nanoleakage of deproteinized resin/dentin interfaces as a function of time. *Dent Mater*. 2008; 24: 867-873.
  - 45) Belli R, Baratieri LN, Braem M, Petschelt A and Lohbauer U. Tensile and bending fatigue of the adhesive interface to dentin. *Dent Mater*. 2010; 26: 1157-1165.
  - 46) Erickson RL, Barkmeier WW and Kimmes NS. Fatigue of enamel bonds with self-etch adhesives. *Dent Mater*. 2009; 25: 716-720.
  - 47) Zhang Y, Sailer I and Lawn BR. Fatigue of dental ce-

- ramics. *J Dent.* 2013; 41: 1135–1147.
- 48) Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC and Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent.* 2006; 95: 430–436.
- 49) Magne P, Paranhos MPG and Burnett LH Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater.* 2010; 26: 345–352.
- 50) Casucci A, Monticelli F, Goracci C, Mazzitelli C, Cantoro A, Papacchini F and Ferrari M. Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic-resin cement microtensile bond strength. *Dent Mater.* 2011; 27: 1024–1030.
-