

## 電機製品に用いられるエポキシ樹脂の疲労強度に関する破壊力学的研究

大本, 洋平

<https://doi.org/10.15017/1500722>

---

出版情報：九州大学, 2014, 博士（工学）, 課程博士  
バージョン：  
権利関係：全文ファイル公表済

電機製品に用いられるエポキシ樹脂の  
疲労強度に関する破壊力学的研究

平成 27 年 1 月

大本 洋平

# 目 次

第1章 序 論 .....	4
1.1 本研究の背景 .....	4
1.2 本論文の目的 .....	7
1.3 本論文の構成 .....	8
1.4 参考文献 .....	9
第1章の図表 .....	11
第2章 熱疲労き裂伝ば特性の線形破壊力学的評価 .....	14
2.1 緒言 .....	14
2.2 試験方法 .....	16
2.2.1 供試材 .....	16
2.2.2 試験片および試験方法 .....	16
2.2.2.1 一定温度下の疲労き裂伝ば試験 .....	16
2.2.2.2 繰返し熱応力下の疲労き裂伝ば試験 .....	16
2.3 供試エポキシ樹脂の粘弾性特性 .....	18
2.3.1 線形粘弾性特性の同定 .....	18
2.3.2 FEMによる線形粘弾性解析の精度検証 .....	19
2.3.2.1 FEM解析モデルおよび条件 .....	19
2.3.2.2 熱応力の実測および検証結果 .....	20
2.4 粘弾性を考慮した応力拡大係数のFEM解析 .....	21
2.4.1 FEM解析モデルおよび条件 .....	21
2.4.2 応力拡大係数算出結果 .....	21
2.5 熱疲労における疲労き裂伝ば特性評価法に関する考察 .....	22
2.5.1 ひずみ拡大係数 $K/E$ の物理的意味 .....	22
2.5.2 一定温度下のき裂伝ば特性 .....	23
2.5.3 繰返し熱応力下のき裂伝ば特性 .....	26
2.6 結言 .....	29
2.7 参考文献 .....	30

第2章の図表 .....	32
<b>第3章 微小欠陥を起点とする疲労き裂の伝ば挙動.....</b>	<b>60</b>
3.1 緒言 .....	60
3.2 試験方法 .....	62
3.2.1 供試材 .....	62
3.2.2 試験片および試験方法 .....	62
3.3 結果および考察 .....	63
3.3.1 S-N 曲線.....	63
3.3.2 き裂伝ば特性 .....	63
3.4 考察 .....	65
3.5 結言 .....	67
3.6 参考文献 .....	69
第3章の図表 .....	71
<b>第4章 総括 .....</b>	<b>87</b>
<b>謝辞 .....</b>	<b>89</b>



# 第1章 序論

## 1.1 本研究の背景

半導体パッケージやパワーモジュール、サーボモータなどを代表とする電機製品においては、電氣的絶縁および内部部品の機械的保護を目的としてエポキシ樹脂を用いた樹脂モールド構造が広く採用されている（図 1.1）。これらの構造では、製品の起動・停止などに伴う温度変化に対してモールド樹脂と内部構造物との線膨張係数の不一致により熱応力が繰返し作用するため、モールド樹脂およびその接合界面に対する強度設計が要求される。これらモールド樹脂構造に対する強度設計技術の高度化は、次の 2 つの側面において工学的に大きなニーズがある。

- ① モータや受配電機器といった大型の製品、あるいは信頼性要求の厳しい車載部品など、温度サイクル試験に長時間を要する製品の試作評価回数を減らし、開発コストを削減する。
- ② 主に小型化・高集積化の進む半導体製品など、動作環境の過酷化に伴い設計要件が厳しくなっている製品の開発効率化に貢献する。

②についてパワーモジュール開発の例を挙げると、製品の小型化および電流密度の向上に伴って設計上保証すべき動作最高温度はここ 10 年ほどで 125°C から 175°C へと大きく上昇しており [1]、熱応力は室温からの温度幅に比例すると考えれば約 1.5 倍の応力に対して強度設計をする必要が生じていると言える。合理的で効率のよい強度予測・設計手法が望まれているのが現状である。

樹脂モールド製品における強度検討部位について説明する。絶縁用の樹脂部材など密着度の低い部材が内包する形で樹脂モールドされる製品においては、あらかじめはく離を内在することとなるため、強度検討すべき部位としてはモ

ールド樹脂自身のき裂先端からの疲労破壊が対象となる。例として、リニアモータの断面写真を図 1.2 に示す。モールド樹脂中の絶縁フィルムの周囲がはく離していることから、この部位は大きなモールド樹脂のき裂形状を呈している。そのため、絶縁フィルム（すなわちき裂）先端からのモールド樹脂破壊を生じた例である。その他、電機メーカーを中心に盛んに行われてきた半導体パッケージの例では、リードフレームとモールド樹脂との接合界面はく離に起因して、リードフレームはく離端部からの樹脂パッケージクラックに対する検討が行われてきた[2-4]。

一方、電機製品においては電気絶縁の面ではく離が許容されない構造も存在する。このように明確なき裂、はく離を伴わない構造においてもモールド樹脂の強度検討が重要となるケースは多数ある。図 1.3 に、パワー半導体パッケージで発生したエポキシ樹脂クラックの例を示す。温度サイクル環境下で、エポキシ樹脂と半導体チップとの線膨張係数差によって半導体チップ周りのエポキシ樹脂に高応力が繰返し作用した結果、疲労き裂が発生した例である。

以上に示した事例から、電機製品において主要な強度検討部位としては (1) モールド樹脂の長いき裂先端、および (2) き裂の無い部位における樹脂自身、の両者であり、これらの部位における熱疲労破壊に対して、強度予測・設計手法を構築していく必要がある。

本論文では、前述の部位における熱疲労を対象として強度予測・設計手法を構築していく上で次の 2 点に着目した。1 点目は、強度の温度依存性の取扱いである。エポキシ樹脂のような高分子材料の強度は一般に強い温度依存性を示す。それと同時に、内包される部品に比べて線膨張係数の大きいモールド樹脂を用いて高温で注型すると、モールド樹脂に生じる熱応力は高温で低応力、低温で高応力となる。したがって温度サイクル下のモールド樹脂は、高温側で低応力かつ低強度、低温側で高応力かつ高強度のいわゆる逆位相型の熱疲労負荷となる。従来、鉄鋼材の高温強度の問題として取り扱われてはいるものの[5, 6]、高

温低サイクル疲労特性をベースとした累積損傷則に基づく全寿命評価手法[7, 8]であるなど、高分子材への適用が保証される有効なものとは言えない。さらには、高分子材の疲労き裂伝ばにおける問題に関して扱った研究は見当たらないことから、逆位相型の疲労き裂伝ば特性について明らかにする必要がある。

2点目はフィラーの影響である。通例、エポキシ樹脂は内包する部品との線膨張係数差の低減を主目的として、セラミック粒子などをフィラーとして混在させて使用する。疲労き裂の発生、伝ばを考えたときに、フィラーはエポキシ樹脂母材中のき裂伝ばを妨げることが想定され、金属材の転位の運動に対する析出強化に類似した材料強化機構として作用するとの期待がある。その一方で、フィラーは応力集中部であることを考慮すると、疲労におけるき裂発生源となり材料の疲労強度を低下させる作用を有する懸念がある。本論文ではその全容を明らかにするには至らないが、その前段階としてクラックスタータとなる効果を想定し、フィラーと同等寸法の微小欠陥をFIB (Focused Ion Beam) を利用して導入し[9-12]、試験片からの疲労き裂発生、伝ば挙動について調査を行った。

## 1.2 本論文の目的

本論文では、電機製品に用いられるフィラー充填エポキシ樹脂を対象として熱疲労き裂伝ば特性の推定法の提案、および疲労限度の存在に関する基礎的な検討、の両者について述べる。

前者については、強度の温度依存性が顕著な高分子材料で課題となる逆位相型の熱疲労問題に対して、長いき裂材の疲労き裂伝ば挙動を対象に、強度の温度依存性を一価的に評価可能なパラメータを用いることで精度よく予測する手法を提案する。

後者については疲労特性の基礎的検討の位置づけとして、エポキシ樹脂が内包するフィラーがクラックスタータとなる効果を想定して微小欠陥からの疲労き裂発生、停留の存在について実験的に確認する。停留き裂を伴う疲労限度の存在は、強度設計者にとって効率的かつ合理的な疲労設計を可能にする効果が期待される。

### 1.3 本論文の構成

本論文の構成は次の通りである。

第 1 章では、本研究の背景および目的を述べる。

第 2 章では、長いき裂を持つエポキシ樹脂を対象として、逆位相型の熱疲労に対して疲労強度の温度依存性を考慮した疲労き裂伝ぱ特性の推定手法を提案する。種々の温度下における伝ぱ特性を基に温度依存性の考慮手法を提案し、実際に熱疲労き裂伝ぱ試験を行って妥当性を検証する。またその際、高温下での応力緩和挙動について線形粘弾性モデルを適用して、作用負荷把握の高精度化を図った内容についても示す。

第 3 章では、微小欠陥を起点とするエポキシ樹脂の疲労き裂伝ぱ挙動について実験、観察を行った結果を示す。エポキシ樹脂に含まれるフィラーからの破壊を想定して FIB により微小欠陥を導入した疲労試験片を用い、微小欠陥を起点とした場合の疲労き裂の停留の存在を実験的に確認する。

第 4 章は本論文の総括であり、各章で得られた結論を要約して述べる。

#### 1.4 参考文献

- [1] Yutani, N., Watanabe, H., Development of SiC Power Devices –Present Status, MITSUBISHI ELECTRIC ADVANCE, Vol. 143 (2013), pp. 2-4.
- [2] Kitano, M., Kawai, S., Nishimura, A. and Nishi, K., A Study of Package Cracking during the Reflow Soldering Process, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 55, No. 510 (1989), pp. 356-363.
- [3] Saitoh, T., Numerical and Experimental Analysis of Resin Cracking in LSI Packages under Temperature Cyclic Loading, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 63, No. 608 (1997), pp. 821-829.
- [4] Arase, I., Ueno, Y., Ikeda, T., Miyazaki, N., Nagatake, M., Ito N. and Sato, M., Strength Evaluation of Plastic Packages during Solder Reflow Process, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 65, No. 636 (1999), pp. 1656-1663.
- [5] Taira, S., *Thermal stress and Thermal Fatigue*, NIKKAN KOUGYOU SHINBUN (1974).
- [6] The Society of Material Science, Japan ed., *Fatigue Design Handbook* (in Japanese), (1995), Yokendo Ltd..
- [7] Taira, S., Koterazawa R., and Ohnami, M., Relation between Thermal Fatigue and Cyclic Strain Fatigue at Elevated Temperature, *Journal of the Japan Society for Testing Materials*, Vol. 9, No. 85 (1960), pp.636-641.
- [8] Taira, S., Fujino, M., and Haji, T., Effects of Mean Temperature and Temperature Range on Thermal Fatigue Strength of a Low Carbon Steel, *Journal of the Society of Material Science, Japan*, Vol. 22, No. 234 (1973), pp. 235-241.
- [9] W. Schaeff, M. Marx, *Acta Mater.* 60 (2012) 2425.
- [10] M. Marx, W. Schaeff, H. Vehoff, *Procedia Engineering* 2 (2010) 163.
- [11] A. King, W. Ludwig, M. Herbig, J. –Y. Buffiere, A. A. Khan, N. Stevens, T. J.

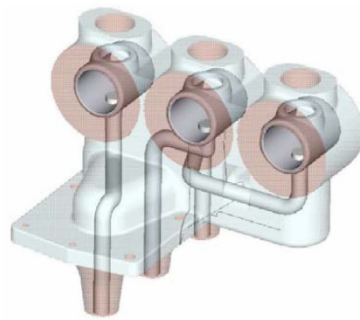
Marrow, *Acta Mater.* 59 (2011) 6761.

[12] C. J. Szczepanski, S. K. Jha, J. M. Larsen, J. W. Jones, *Metall. And Mater. Trans. A* (2012).

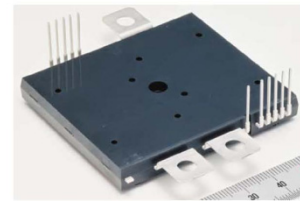
第 1 章の図表



(Servo motor)



(Gas insulated switchgear)



(Power module)

Fig. 1.1 Electromechanical products with resin molding structure.



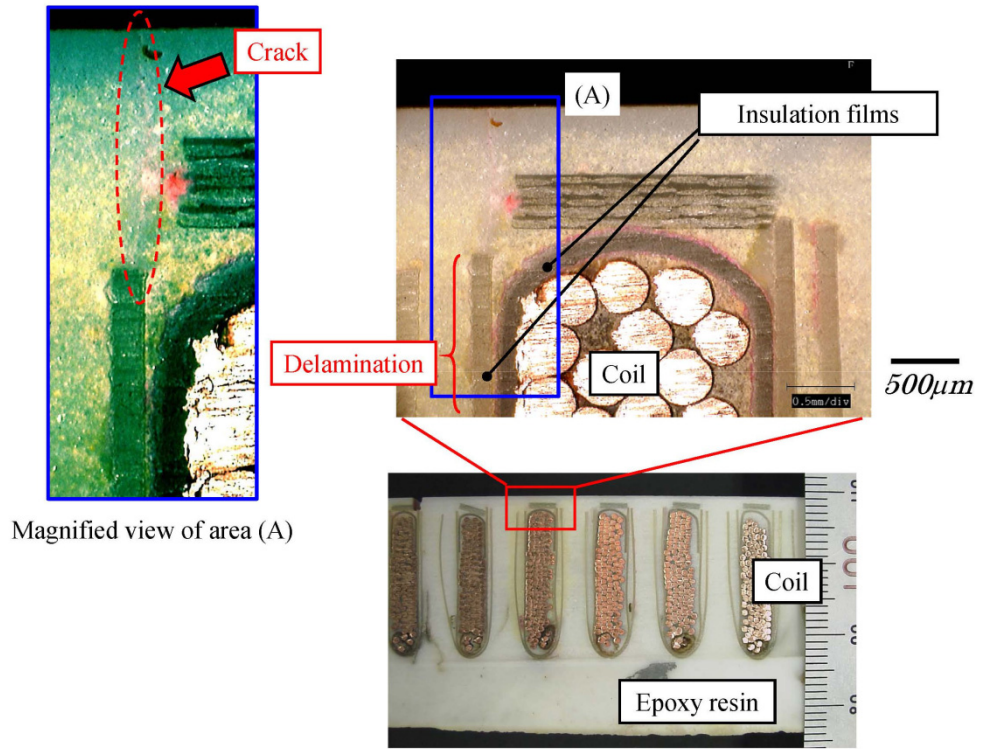


Fig. 1.2 Cross-sectional view of linear servo motor.

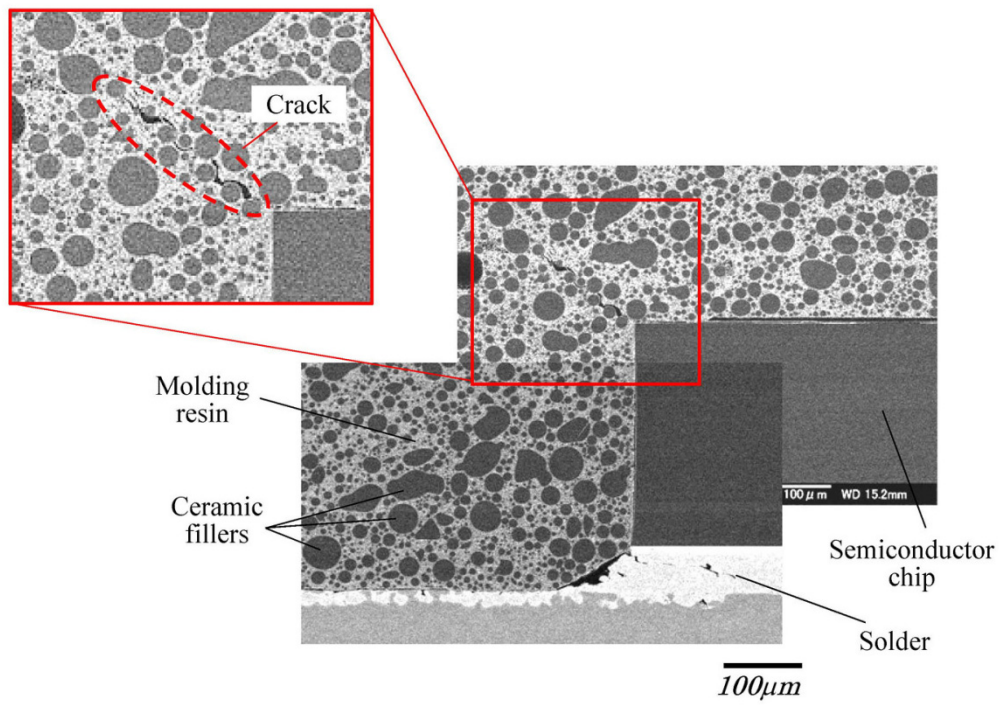


Fig. 1.3 A thermal fatigue crack of epoxy molding resin found in a semiconductor package after thermal cycles.

## 第 2 章 熱疲労き裂伝ぱ特性の線形破壊力学的評価

### 2.1 緒 言

半導体パッケージやパワーモジュール、サーボモータなどの電機製品においては、電氣的絶縁および内部部品の機械的保護を目的としてエポキシ樹脂を用いた樹脂モールド構造が広く採用されている。これらの構造では、製品の起動、停止に伴う温度変化に対してモールド樹脂と内部構造物との線膨張係数の不一致により熱応力が繰返し作用するため、モールド樹脂の疲労強度設計が要求される。多くの場合、モールドされる内部構造物に対してエポキシ樹脂の線膨張係数が大きく、かつエポキシ樹脂の疲労強度は強い温度依存性を示すことから、温度変動下においてエポキシ樹脂の発生応力および強度に着目すると高温側で低応力かつ低強度、低温側で高応力かつ高強度のいわゆる逆位相型の熱疲労負荷となる[1]。温度サイクルに対する信頼性設計に際して高温側の低い強度に対して低温側の最大応力で強度設計を行うと、強度の温度依存性が顕著な樹脂材料の場合には過度に安全側の設計となる可能性があることから、破壊に寄与する温度域の明確化が必要である。

本章では、第 1 章で示したエポキシ樹脂中の長いき裂先端からの疲労破壊を対象として、逆位相型の熱疲労に対するき裂伝ぱ特性の推定手法について提案する。エポキシ樹脂の熱疲労き裂伝ぱ特性評価手法に関する既存の研究としては、半導体パッケージを供試体とした評価例[2]、あるいは 2 重円筒型の試験片を用いた例[3]等、温度サイクル下の熱疲労き裂伝ぱ特性を一定温度下の伝ぱ特性を用いて評価した例が散見されるが、評価温度の妥当性について触れられた研究は見られない。また文献[2]にも見られるようにエポキシ樹脂はき裂の伝ぱ抵抗が小さく、わずかな作用負荷の増加に対して伝ぱ速度は大きく加速する。それ故、定量的な議論のためには作用する熱応力を精度よく把握する必要があると考えられるが、先に挙げた先行する研究事例においては高温下でのエポキ

シ樹脂の応力緩和に対する考慮が無く，強度評価に際し作用負荷の把握が十分定量的であるとは言い難い．

このような背景から，本研究ではエポキシ樹脂を対象として疲労き裂伝ぱ特性に及ぼす温度の影響について着目し，逆位相型の熱疲労き裂伝ぱ特性に対する評価手法を検討する．その際，高温下での応力緩和挙動について粘弾性モデルを適用し，作用負荷把握の高精度化を図った内容についても合わせて述べる．

## 2.2 試験方法

### 2.2.1 供試材

供試材として注型絶縁用のシリカ充填エポキシ樹脂を使用した。本材料は、ビスフェノール系エポキシ主剤および酸無水物系の硬化剤からなる樹脂成分に対して、熔融シリカフィラー（球状，破碎混合）が充てん率約 78wt%で充てんされており，ガラス転移温度  $T_g$  は  $110^{\circ}\text{C}$ である。図 2.1 に示す引張試験片を用いて，0，23，50， $80^{\circ}\text{C}$ における応力-ひずみ特性を取得した結果を図 2.2 に示す。また図 2.3 には 0.2%耐力  $\sigma_{0.2}$  および貯蔵弾性率  $E'$  の温度依存性を示す。貯蔵弾性率は動的粘弾性試験（3 点曲げ，試験角速度  $\omega = 10\text{rad/sec.}$ ）により取得した。

### 2.2.2 試験片および試験方法

#### 2.2.2.1 一定温度下の疲労き裂伝ば試験

一定温度下において機械荷重負荷による疲労き裂伝ば試験を実施した。後述する熱疲労き裂伝ば試験と区別するため，以下では機械疲労試験と称す。試験片は図 2.4 に示すシェブロンノッチ付き CT 試験片を，板状に注型した素材から機械加工により作成し，室温で疲労予き裂を導入後に試験に供した。

試験は電気油圧サーボ式疲労試験機（EHF-LB2kN-10L，島津製作所）を用い，負荷波形は正弦波，荷重範囲一定となるよう荷重制御により実施した。また温度調節のため試験は恒温槽内で行い，試験片側面に貼付したクラックゲージ（KV-5C，共和電業）によりき裂長さをモニタした。

疲労き裂伝ば速度に影響を及ぼす要因として，温度，負荷周波数および応力比について検討した。温度の影響を確認するため  $T_g$  以下の 0，23， $80^{\circ}\text{C}$  の場合について試験を行った。その際，負荷周波数は 1Hz，応力比は  $R=0.1$  に固定した。負荷周波数の影響については， $23^{\circ}\text{C}$  環境下，応力比  $R=0.1$  の条件で 1Hz および  $5 \times 10^{-4}\text{Hz}$  の 2 条件について試験を実施した。この  $5 \times 10^{-4}\text{Hz}$  の条件は，次節に示

す熱疲労試験における負荷周波数にほぼ等しい。応力比の影響については、 $R=0.1$ ,  $0.2$  および  $0.5$  の場合について、 $23^{\circ}\text{C}$ 、周波数  $1\text{Hz}$  の条件下で試験を実施した。試験結果は、ASTM E647[4]に記載の標準式を用いて応力拡大係数  $K$  で整理した。なおいずれの試験条件においても小規模降伏条件を満たしていることを確認している。

#### 2.2.2.2 繰返し熱応力下の疲労き裂伝ば試験

温度サイクル負荷による熱疲労き裂伝ば試験を実施した。以下ではこれを熱疲労試験と称する。使用した試験片の形状を図 2.5(a)に示す。試験片は、インバー製の金属リングの外周にエポキシ樹脂を配した二重円筒型の構造を注型にて作成し、硬化後にダイヤモンドカッターで半径方向のスリット加工を施し疲労き裂の起点とした。スリット幅は約  $0.7\text{mm}$  である。この試験片の写真を図 2.6 に示す。負荷温度範囲は  $80^{\circ}\text{C}\sim 0^{\circ}\text{C}$  とし、気相式の温度サイクル試験器により図 2.7 に示すように 1 周期を約 35 分で実施した。き裂長さの測定は、数十サイクルごとに試験を中断し顕微鏡観察により行い、試験片の両面について測定して平均値を求めた。

## 2.3 供試エポキシ樹脂の粘弾性特性

### 2.3.1 線形粘弾性特性の同定

熱疲労試験における作用負荷を把握するに当たって、本研究では FEM 解析を用いた。その際、供試材としたエポキシは  $T_g$  が  $110^\circ\text{C}$  と温度サイクル試験時の最高温度に近いことから、本論文では、高温下におけるエポキシ樹脂の応力緩和を考慮するため線形粘弾性モデルを適用した。

線形粘弾性モデルの各パラメータは、時間-温度換算則の成立を前提とすれば[5]、負荷周波数を数水準変えて動的粘弾性特性を取得した後にマスターカーブを形成するようシフトファクタを最適化することで定めることができる[6-9]。本研究では、藤川ら[8]の方法を用いて負荷周波数 3 水準(角速度 1, 10, 100[rad/s])の動的粘弾性データを基にマスターカーブを作成した。図 2.8 には動的粘弾性試験結果を、図 2.9 には、推定したマスターカーブを角速度 $\omega$ に対して表示した結果およびそのときのシフトファクタのフィッティング結果を示す。今回、時間-温度換算則におけるシフトファクタ  $a_T = t'/t$  ( $t$ : 温度  $T$  (K)において観測した時間,  $t'$ : 基準温度  $T_0$  (K)の状態に換算した時間) は、アレニウス型の関数で 2 直線近似とした。フィッティングの結果得られたシフトファクタの値を式(2.1)に示す。

$$\left. \begin{aligned} \log(\alpha) &= C \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \\ C &= \begin{cases} 1.093 \times 10^4 & (T < T_0) \\ 2.867 \times 10^4 & (T > T_0) \end{cases} \\ & \text{(基準温度 } T_0 = 364.6 \text{ (K))} \end{aligned} \right\} \quad (2.1)$$

$$E_r(t) = E_e + \sum_{i=1}^N E_i \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right) \quad (2.2)$$

線形粘弾性体に刻々と変化するひずみが作用する場合、ある時刻における応力は、重ね合わせの原理により、それ以前に受けたひずみ増分に緩和弾性率を乗じた値の履歴積分として算出できる[5]。FEM を用いて熱応力解析を行う際にはこの形で粘弾性特性を記述することが有効である[10]。今回の熱応力のようなひずみと温度とが同時に変化する系に対しては、緩和弾性率も温度に依存することから、時間-温度換算則により各時刻の温度を基準温度に換算したときの時間（疑似時間）を用いて緩和弾性率を算出することとなる。図 2.11 に、今回使用した供試材の基準温度  $T_0$  (K)における緩和弾性率  $E_r(t)$ 、すなわちマスターカーブを示す。本特性は、式(2.2)に示すプロニー級数として近似した結果であり[7, 8]、このとき  $E_e$  は時刻  $t$  が無限大の場合に対応する弾性係数、 $E_i$ 、 $\tau_i$  は  $N$  次元並列 Maxwell モデルにおける弾性係数および緩和時間である。今回は  $N=61$  とした。また近似の結果得られたプロニー級数の各パラメータを表 2.1 に示す。この近似結果を、角速度 $\omega$ に対して表示し図 2.10 中に作成したマスターカーブと比較した。今回のプロニー級数近似がよく一致していることが確認できた。

## 2.3.2 FEM による線形粘弾性解析の精度検証

### 2.3.2.1 FEM 解析モデルおよび条件

FEM 解析を行う際に設定した時間刻みは、1 ステップあたり 5sec.以下、温度 0.8K 以下となるよう設定した。この値は、別途この 1/100~5 倍の刻み幅の範囲で同様の計算を実施し、値に差が無いことを確認した上で採用した。FEM 解析に用いた材料定数として、エポキシ樹脂については上述の粘弾性特性と共に TMA により測定した熱膨張特性を用いた。これを図 2.12 に示す。60°C以下および 100°C以上の温度域では線膨張係数はほぼ一定であり、それぞれ $\alpha=16.4$ 、 $61.0(\times 10^{-6}/K)$ である。60< $T(^{\circ}C)$ <100 の範囲では測定した熱膨張特性より 10°C刻みの平均線膨張係数を求め、計算に用いた。ポアソン比 $\nu=0.3$ である。またインバーについては、弾性率  $E=137GPa$ 、線膨張係数 $\alpha=1.2(\times 10^{-6}/K)$ 、ポアソン比 $\nu=0.27$



とした。解析に用いた材料定数を表 2.2 および 2.3 にまとめて示した。試験片内部は一様温度として、注型温度である 120°C を応力フリー温度とし、室温までの徐冷過程 (1.5K/min.) を温度条件として与えて熱応力解析を行った。

### 2.3.2.2 熱応力の実測および検証結果

FEM 解析の精度検証のため、別途樹脂モールドした試験片に発生する熱応力を評価対象として、実測値および FEM 解析値の比較を行った。使用した試験片は図 2.5(b) に示す二重円筒型試験片であり、スリット加工を施さない点を除き、前述の熱疲労試験片と同様の構成である。試験片の金属リングをロードセルとして用いるため金属リングの内周面に予めひずみゲージを周方向に貼付して (図 2.13)、樹脂注型、硬化から室温まで冷却する過程で発生するひずみをモニタした。実測および粘弾性 FEM 解析の比較結果を示す図 2.14 より、20°C まで冷却時に作用する熱応力は誤差およそ 10% の範囲で推定可能であることが確認された。

## 2.4 粘弾性を考慮した応力拡大係数の FEM 解析

### 2.4.1 解析モデルおよび条件

図 2.5(a)に示す熱疲労試験片を対象としてき裂先端に作用する応力拡大係数を FEM 解析により求めた。解析に当たっては前節と同様の材料定数を適用し、図 2.15 に示す 2 次元 1/4 対称モデルを用いて平面応力条件として実施した。また試験片内部は一様温度として、注型温度である 120°C を応力フリー温度とし、室温までの徐冷過程に続き図 2.7 に示す温度サイクル試験時の温度履歴の実測値を温度条件として与えて熱応力解析を行った。

### 2.4.2 応力拡大係数算出結果

応力拡大係数は、き裂前方の応力分布を用いて応力外挿法により算出した。このとき粘弾性体の場合応力-ひずみ関係が非線形であることから、破壊力学パラメータについてもき裂先端近傍の応力分布を規定するパラメータとひずみ、変位分布を規定するパラメータとは物理的意味が異なることに注意を要する。後者は粘弾性体の静的破壊条件の指標として検討された例も見られるが[11], (1)本研究では疲労破壊を対象としていること, (2)本論文で示した粘弾性特性は 1000 $\mu$ 以下の低いひずみ領域において測定しており、図 2.2 に示す応力-ひずみ線図からも材料の破壊挙動を反映したものでは無いと考えられること, (3)したがって、き裂先端の損傷の指標を粘弾性ひずみではなく応力として捉えることが妥当と考えたこと、以上の理由から、応力分布を規定する応力拡大係数を以降の検討に用いることとした。

図 2.16 に応力外挿結果の一例を、図 2.17 に温度と応力拡大係数の関係の一例を示す。図 2.17 中に示すように、応力拡大係数  $K$  の値は 0°C のときに最大、80°C のときに最小となる。

## 2.5 熱疲労における疲労き裂伝ば特性評価法に関する考察

### 2.5.1 ひずみ拡大係数 $K/E$ の物理的意味

2.5 節では応力拡大係数範囲を弾性率で除したひずみ拡大係数範囲 $\Delta K/E$ を導入して疲労き裂伝ば特性の評価を行う。最初に、疲労き裂伝ばの駆動力について述べる。金属材のいわゆる塑性疲労の場合にはき裂先端のすべりが主な破壊機構であることから、1サイクル当たりの変形量であるき裂伝ば速度はき裂先端周りの繰返し変形量と対応づけられると考えられる。実験事実として、有効応力拡大係数 $\Delta K_{eff}$ を用いてき裂閉口の影響を除いて整理すると、同一材料間においては応力比の影響を受けず一意的に整理できることはよく知られた事象である[12]。応力比、言い換えると最大応力の大小に依存せず有効応力拡大係数範囲のみが疲労き裂伝ば速度の大小を決定するパラメータとなっていることは、応力ではなく繰返し変形量が疲労き裂伝ばの駆動力の指標となり得ることを示している。

続いて、応力拡大係数  $K$  は図 2.18(a)に模式的に示すようにき裂先端周りの応力分布の強さを意味するパラメータであるから、これを弾性率  $E$  で除算した値  $K/E$  は、き裂先端周りのひずみ分布の強さの指標であると解釈できる(図 2.18(b))。このひずみ分布は、先に述べたき裂先端周りの変形量を規定する。したがって、ひずみ拡大係数  $K/E$  の物理的意味はき裂先端周りの変形量の指標であり、疲労き裂伝ばが繰返し変形量支配であることと合わせて、疲労き裂伝ばの駆動力の指標となることが期待できる。

一方き裂先端の変形に注目すると、実際にはき裂先端の高応力場において塑性域が存在する。この模式図を図 2.19 に示す。金属疲労の場合にはすべりが主な破壊機構であることを考えると、本質的にはこの塑性域の寸法の大小が、同様にき裂伝ばの駆動力の指標の一つになり得ると考えられる。例えば、モード I 変形に対する平面ひずみ下での塑性域寸法は次式で与えられる[14]。

$$\omega = \frac{1}{2\sqrt{2}\pi} \left( \frac{K}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2.3)$$

$K$  : 応力拡大係数,  $\sigma_y$  : 降伏応力

例として, 23°Cにおいて  $\Delta K = 1.65 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , 応力比  $R=0.1$  のときのとき (伝ば速度 :  $da/dN = 3 \times 10^{-6} \text{ (m/cyc.)}$  程度に相当) の塑性域寸法を試算してみると,  $\omega = 84 \text{ (}\mu\text{m)}$  である. なお  $\sigma_y$  の値として厳密には繰返し降伏応力が望ましいが, 今回は便宜上図 2.2 に示すモノトニックな引張試験の結果から得られた 0.2%耐力を用いて算出した.

この寸法がき裂長さに比べて十分小さく, 小規模降伏条件を満たしていればこの塑性域寸法と応力拡大係数  $K$  とは 1 対 1 の対応があることから, き裂先端の塑性域を直接考慮せずとも, その周囲の応力場を規定する応力拡大係数を弾性解析的に求めることで破壊の指標として採用できる[14]. 2.2 節で既に述べた通り, 今回行った一定温度下の疲労き裂伝ば試験はいずれも小規模降伏条件を満たしていることを確認済みである.

### 2.5.2 一定温度下のき裂伝ば特性

図 2.20 に機械疲労試験により得られた疲労き裂伝ば速度を示す. このとき試験温度 80°C, 応力比  $R=0.1$  の条件下でき裂閉口挙動が確認されたため, 本条件の結果を含む図 2.20(a)については有効応力拡大係数範囲  $\Delta K_{eff}$  により整理した結果を示す. き裂閉口の測定には背面ゲージ法を用い, き裂閉口の影響度合いを示す  $\Delta K_{eff} / \Delta K$  の値は  $\Delta K_{eff} / \Delta K = 0.89$  であった. 実施したその他の試験条件についてはき裂閉口挙動は確認されなかった. 図 2.2 に示した応力-ひずみ線図から考

えると、ぜい性的な 0°C および 23°C ではき裂閉口が無くこれに比して延性の高い 80°C の場合についてき裂閉口が見られたことから、塑性誘起き裂閉口が生じていると推察した。

図 2.20(a), (b) に示すように、供試エポキシ樹脂の疲労き裂伝ぱ特性は温度および応力比に強く依存することが分かる。一方、図 2.20(c) に示すように室温環境下では負荷周波数依存性は見られないことから、本研究で実施した熱疲労試験における低温域でのき裂伝ぱ特性は、機械疲労試験による特性と同等であると考えられる。また応力比依存性が強い点については、金属材との破壊機構の違いに起因することが予想される。高分子の場合には分子鎖を切断するためには繰返しひずみだけでなく最大応力も重要であると予想されるが、現時点で高分子のミクロな疲労メカニズムは明らかでない。本議論においては、同一の応力比において熱疲労と機械疲労との比較を行うこととした。

熱疲労強度特性の検討に先立ち、き裂伝ぱ特性に及ぼす温度の影響の把握を目的として一定温度下でのき裂伝ぱ特性における温度依存性の評価法を検討する。本論文では、金属材の疲労き裂伝ぱ特性評価にならい応力拡大係数範囲を弾性率で除したひずみ拡大係数範囲  $\Delta K/E$  による整理[13]、および CTOD (Crack Tip Opening Displacement, き裂開口変位) 範囲  $\Delta\phi$  による温度変化中の弾性率および強度の変化を考慮した整理、の 2 ケースについて検討する。その際に用いる弾性率  $E$  は、弾性応力に寄与する瞬間弾性率として図 2.3 に示す貯蔵弾性率  $E'$  (試験角速度  $\omega = 10\text{rad/sec.}$ ) の各温度における値とした。CTOD は次の式(2.4)を用いて算出した[14]。

$$\phi = \frac{K_{eff}^2}{E \cdot \sigma_{0.2}} \quad (2.4)$$

2.5.1 節を踏まえると、CTOD はまさにき裂先端の変形量であるので、疲労き裂伝ぱの駆動力の指標として有効であることが期待される。加えて弾性率およ

び降伏応力を用いて表示できることから、温度の影響を明示的に記述できる。エポキシ樹脂についても同パラメータでの整理を試み、支配因子について考察する。図 2.21 に、機械疲労試験によって得られた結果を $\Delta K_{eff}/E$  および $\Delta\phi$ によって整理した結果を示す。 $\Delta K_{eff}/E$ での整理結果はすべての温度についてよく一致し、当パラメータで統一的に評価できることが分かる。一方 CTOD 範囲 $\Delta\phi$ による整理では 23°C および 0°C の結果はほぼ一致するものの、80°C については図中の右方に大きく外れる結果となった。この結果から、今回用いたエポキシ樹脂の疲労き裂伝ば特性は、種々の金属材の疲労き裂伝ば特性と同様に弾性率に強く依存し、今回評価を行った  $T_g$  以下の温度領域では異なる温度に対しても有効ひずみ拡大係数 $\Delta K_{eff}/E$ で評価できることが分かった。

2.5.1 節で述べたように、一般的な金属材の疲労の場合、 $K/E$  の値は小規模降伏条件下においてき裂先端周りのひずみ場を規定するパラメータとなることから、き裂伝ばの本質的な駆動力である塑性変形量の指標となり得ると解釈することができる。一方、本研究で対象としたエポキシ樹脂をはじめとする高分子材においては、破壊機構として金属材のようなすべり、塑性変形は生じない。しかしながらポリスチレンを対象とした Skibo, Hertzberg らの研究によると、き裂先端に発生するクレーズ領域[15]の寸法は Dugdale モデルによってよく説明でき、繰返し負荷に伴いき裂先端の鈍化～再鋭化を繰返すプロセスを経る、という金属材との類似性が報告されている[16]。こうした事例に基づくと、破壊機構そのものは金属材との違いがある場合にも、き裂先端の塑性域あるいはそれに相当する損傷領域（上の例で言えばクレーズ領域）の大小が疲労き裂伝ばの指標になることが予想される。さらにはその損傷機構が繰返し変形に依存するものであれば、ひずみ拡大係数  $K/E$  を指標とすることが可能であるように思われる。

その一方で、変形機構およびき裂発生機構が異なる他材料場合には、同一の塑性域寸法であっても伝ば速度までは同一になることは保証されない。今回はエポキシ同一材の温度依存性についてのみ議論をしたが、他のエポキシあるい

はエポキシ以外の樹脂を含めた種々の材料間についての本手法の適用については注意を要する。

図 2.21(b)に示す CTOD 範囲による整理の場合に 80°Cの結果が図中の右方に外れる理由について考察する。  $\Delta K_{eff}/E$ ,  $\Delta\phi$  両パラメータの差は  $\sigma_{0.2}$  の有無であるので、  $\sigma_{0.2}$  の意味に着目すると、金属材の場合と異なりエポキシ樹脂の、特に高温の場合には粘性変形を含めた非線形変形の開始応力と捉えることができる。考えやすい例として、0.2%耐力まで応力を負荷した後に、荷重を反転、除荷した場合の残留ひずみについて図 2.22 に模式図を示す。弾塑性体である金属の場合には、残留ひずみ全てが永久ひずみであり、0.2%耐力は塑性変形の開始点の指標となる。一方エポキシのような高分子材料は、除荷中から除荷後にかけて弾性回復を生じるため、正味の永久変形は、図中に破線で示した弾性除荷曲線の交点から求まる値（ここでは 0.2%）よりも小さくなる。粘弾性的な変形はそのエネルギーの多くを内部摩擦で消費し破壊への寄与は少ない。初期の変形が粘性変形が主であれば、本図の要領で 0.2%耐力を決定する方法は変形を過剰に見積もることになり、永久変形開始の指標としての 0.2%耐力を過小に見積もっている懸念があると言える。したがって図 2.21(b)の結果は、80°Cの場合において  $\sigma_{0.2}$  の値を過小に与えたことから右方に外れたものと推察された。

### 2.5.3 繰返し熱応力下のき裂伝ば特性

温度サイクル負荷により、機械加工により設けたスリット先端からの疲労き裂発生、伝ばが観察された。図 2.23 に熱疲労き裂の様相を示す。また図 2.24 に温度サイクル数とスリット先端からの熱疲労き裂長さとの関係を示す。スリット先端の応力集中により熱疲労き裂は試験初期の時点で発生しており、本試験片の構成においてはき裂伝ば寿命が支配的であることを確認した。

2.5.2 節では、評価パラメータとして有効ひずみ拡大係数範囲  $\Delta K_{eff}/E$  を用いる

ことで、一定温度下であれば異なる温度に対してもき裂伝ば特性を一価的に評価可能であることを示した。このことを弾性率  $E$  が変化する熱疲労の場合に拡張する。すなわち温度  $T$  における応力拡大係数、弾性率をそれぞれ  $K(T)$ 、 $E(T)$  とすると、ひずみ拡大係数範囲  $\Delta[K(T)/E(T)]$  が、温度の影響を含んだ疲労き裂伝ば特性の支配パラメータである。これは、温度サイクル中に作用する弾性ひずみ範囲に相当する。熱応力を受ける構造物の疲労き裂伝ば速度を予測する手順としては、FEM 解析などで  $\Delta[K(T)/E(T)]$  を求めると共に、一定温度下のき裂伝ば速度を求めた上で  $\Delta K/E$  で表示し、比較する。長い試験時間を要する温度サイクル試験を要すること無く事前予測を可能とすることが期待される。

本試験の場合の  $K(T)/E(T)$  の値の一例を図 2.17 に示す。 $K(T)/E(T)$  の値は降温に伴い単調に増加し最低温度である  $0^{\circ}\text{C}$  において最大を示した。ここでは  $0^{\circ}\text{C}$ （一定温度）における機械疲労試験結果と比較し、上記仮説の妥当性を検証する。なお図 2.20(a) に示したように比較に当たってはき裂閉口を考慮した有効ひずみ拡大係数  $\Delta(K_{\text{eff}}/E)$  を用いることが望ましいが、本研究では熱疲労におけるき裂閉口の実験確認が困難であった。そのため、ここでは  $\Delta(K/E)$  により比較、検討を行う。

比較に当たり、負荷周波数および応力比の影響については次のように考えた。熱疲労試験では負荷周波数が約  $5 \times 10^4 \text{Hz}$  と小さいが、機械疲労試験結果について示した 2.5.2 節で述べた通り低温域では負荷周波数依存性は無いものと考え、機械疲労試験結果については負荷周波数 1Hz のときの値を用いた。一方、応力比については大きく影響することから、熱疲労試験における  $0^{\circ}\text{C}$  および  $80^{\circ}\text{C}$  の  $K/E$  の比と同等の応力比  $R=0.2$  により取得した結果を比較に用いた。

図 2.25 に、熱疲労試験および  $0^{\circ}\text{C}$  における機械疲労試験により得られた疲労き裂伝ば特性を示す。機械疲労試験に比べ、熱疲労試験によって得られたデータは、一定温度下の特性と比較して図中の右方にやや外れ、測定した範囲では、同一のき裂伝ば速度を与える  $\Delta(K/E)$  の値で比較すると機械疲労に比べ熱疲労の特性が約 30~40% 大きな値となった。この差は図 2.14 に示した熱応力の推定誤



差を上回る値である。

両者の差異の理由として、熱疲労の場合に作用負荷である $\Delta(K/E)$ の値を過大に見積もっている可能性があるため以下に考察する。一つにはき裂閉口の影響が考えられる。低温のぜい性的な領域で実施した機械疲労ではき裂閉口挙動がほぼ見られなかったのに対し、熱疲労では延性的な高温過程を経ることからき裂閉口を生じている可能性がある。ただし、機械疲労の場合に応力比  $R=0.1$  の条件下で $\Delta K_{eff} / \Delta K=0.89$ であったことから、比較を行った  $R=0.2$  の場合には影響は小さいものと考えられる。

その他の要因としては、高温域でのクリープひずみの影響が挙げられる。き裂周り的高応力場でクリープひずみを生じた場合、き裂周りの応力（ここでは弾性率で除した弾性ひずみ成分として捉えている）は減少することが予想される。この様子を図 2.26 に模式的に示す。2.5.2 節では試験周波数が 1Hz と速いことから影響は小さかったが、温度サイクル中の低周波数の場合に顕在化したものと推定される。クリープひずみ量は負荷周波数、応力に依存することを考慮すると、機械疲労に対し負荷周波数が低い熱疲労において低速度側の値であること、および図 2.25 において高 $\Delta(K/E)$ 側で機械疲労と熱疲労との差が拡大していることも、この考えを定性的には裏付けるものと考えられる。またこのことは、強度設計に際し低温側、一定温度下の疲労き裂伝ば特性を用いることは安全側の評価を与える結果であると言える。

## 2.6 結言

エポキシ樹脂を対象として疲労き裂伝ぱ特性に及ぼす温度の影響について着目し、逆位相型の熱疲労き裂伝ぱ特性に対する評価手法を検討した。その際、粘弾性モデルを適用して高温域におけるエポキシ樹脂の応力緩和挙動を考慮し、熱応力把握の高精度化を図った。得られた結論を以下に示す。

(1) 温度依存性の強いエポキシ樹脂の疲労き裂伝ぱ特性は、有効応力拡大係数範囲を弾性率  $E$  で除した有効ひずみ拡大係数範囲  $\Delta K_{eff}/E$  を強度パラメータとすることでガラス転移温度  $T_g$  以下の種々の温度について一価的に評価可能であることを示した。

(2) 上記(1)を逆位相型の熱疲労の場合に拡張して、温度サイクル中のひずみ拡大係数範囲  $\Delta(K/E)$  をパラメータとして熱疲労におけるき裂伝ぱ特性を予測する手法を提案した。2重円筒型熱疲労試験片を用いたき裂伝ぱ試験を行い一定温度下の機械疲労特性と比較した結果、同一のき裂伝ぱ速度を与える  $\Delta(K/E)$  の値で比較するとその差は約 30~40%であり、機械疲労に比べ熱疲労の場合が大きな値となった。この理由について、主に高温域でのクリープによるき裂先端の応力緩和の影響を考慮していないことによる  $\Delta(K/E)$  の値の過大な見積もりであることが推察された。

## 2.7 参考文献

- [1] Taira, S., *Thermal stress and Thermal Fatigue*, Nikkan Kougyou Shinbun (1974).
- [2] Nishimura, A., Tatemichi, A., Miura, H. and Sakamoto, T., Life Estimation for IC Plastic Packages Under Temperature Cycling Based on Fracture Mechanics, *IEEE Transactions of Components, Hybrids, and Manufacturing Technology*, Vol. CHMT-12, No. 4 (1987), pp. 637-642.
- [3] Tang, T., Hui, C. Y., Retsos, H. G. and Kramer E. J., Characterization of a fracture specimen for crack growth in epoxy due to thermal fatigue, *Engineering Fracture Mechanics*, No. 72 (2005), pp. 791-805.
- [4] ASTM E647, Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates.
- [5] Christensen, R. M., *Theory of viscoelasticity (translated version)*, Yushodo (2000).
- [6] Nielsen, L. E., *Mechanical Properties of Polymers and Composites (translated version)*, Kagaku Dojin (1976).
- [7] Fujikawa, M., Mikami, T., Takashi, M., Mihara, Y. and Kobayashi, T., A Practical Technique for Approximation of Characteristics Function of Viscoelastic Material, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 72, No.723 (2006), pp. 1703-1710.
- [8] Fujikawa, M., Mikami, T., Kobayashi, T. and Takashi, M., Automatic Drawing Technique of Master Curve for Dynamic Viscoelastic Measurement Tester, *Journal of the Japanese Society for Experimental Mechanics*, Vol. 7, No. 4 (2007), pp. 387-392.
- [9] Takashi, M., Kunio, T., Characterization of a Viscoelastic Material, *Material System*, Vol. 6 (1987), pp. 21-48.
- [10] ANSYS, Inc. Theory Reference, *Release 10.0 Documentation for ANSYS*, (2006), Chapter 4.8, ANSYS, Inc..
- [11] Kishimoto, K., Aoki, S., Izumihara, Y., Shimizu, N. and Sakata, M., On Fracture Condition of Polymer, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 49, No. 439 (1983), pp. 347-354.
- [12] Jono, M., Song, J., Mikami, S. and Ohgaki, M., Fatigue Crack Growth and Crack Closure Behavior of Structural Materials, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 33, No. 367 (1984), pp. 468-474.
- [13] The Society of Material Science, Japan ed., *Fatigue Design Handbook* (in Japanese), (1995), pp. 162-165, Yokendo Ltd..

- [14] Okamura, H., *Introduction of Linear Fracture Mechanics* (in Japanese), (1976), Baifukan Ltd..
- [15] Suresh, S. (Kishimoto, K. ed.), *Fatigue of Materials (translated version)*, (2005), pp. 193-196, Baifukan Ltd..
- [16] Skibo, M.D., Hertzberg, R.W., and Manson, J.A., Fatigue Fracture Processes in Polystyrene, *Journal of Materials Science*, Vol. 11, No. 3 (1976), pp. 479-490.

第 2 章の図表

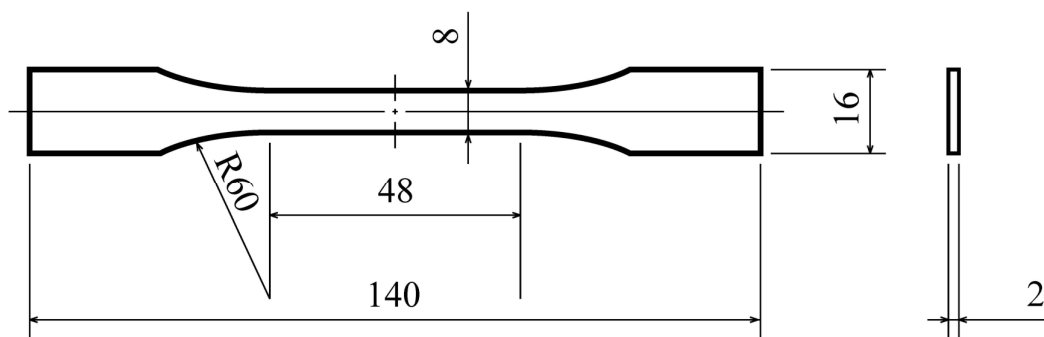


Fig. 2.1 Specimen of tensile test.

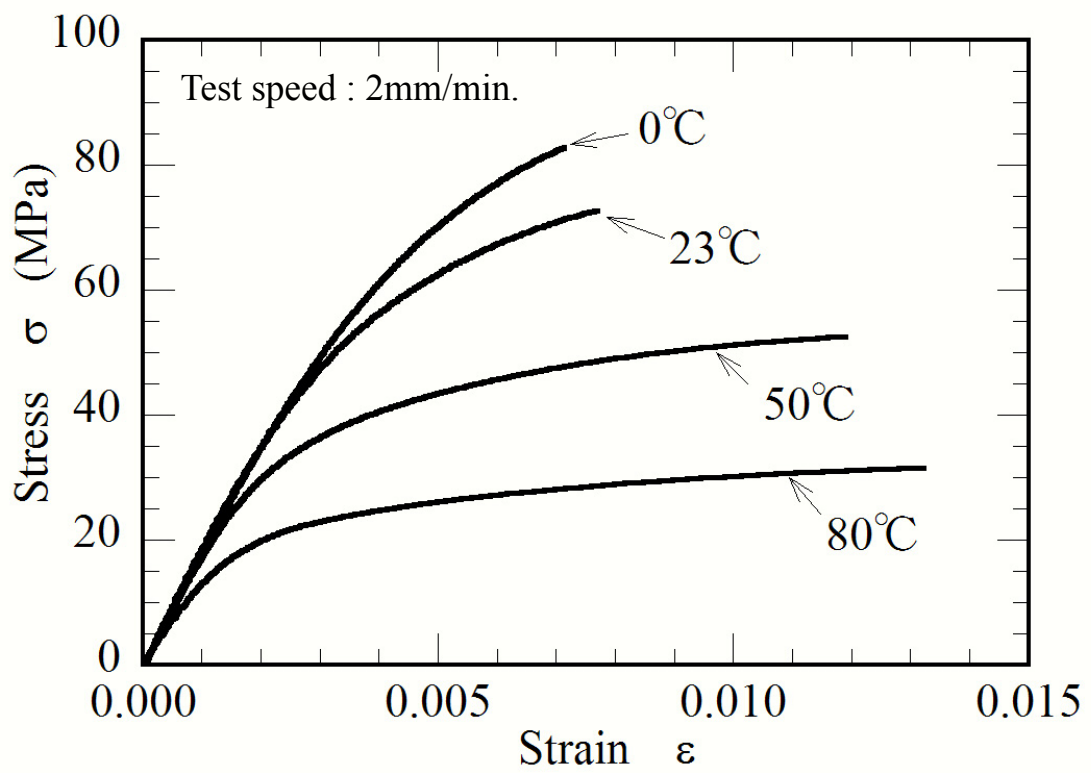


Fig. 2.2 Stress - strain curves.

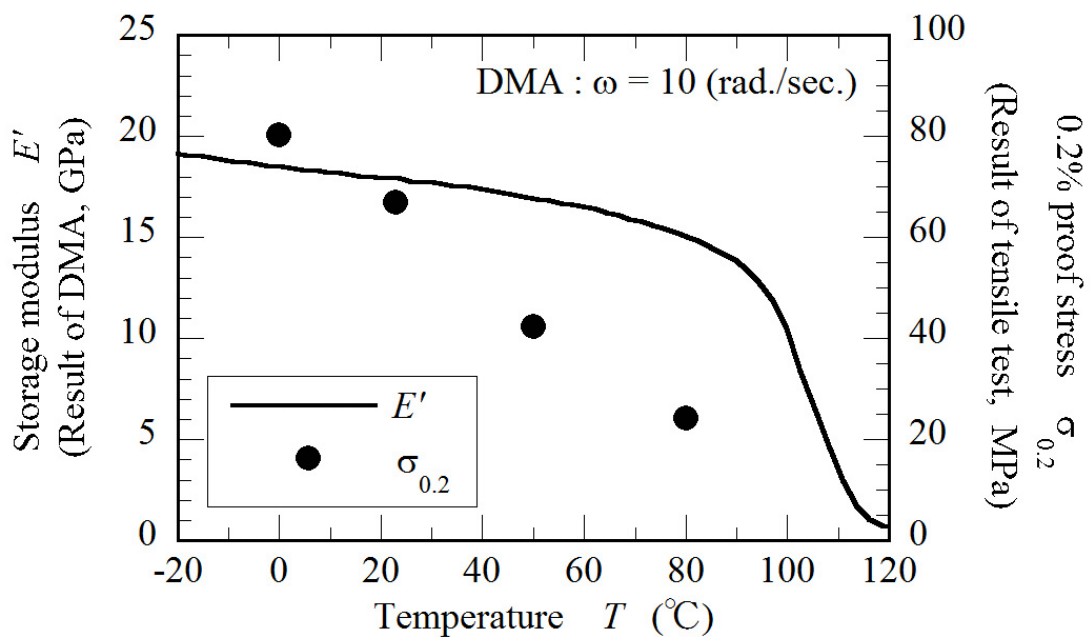


Fig. 2.3  $E'$  and 0.2% proof stress.

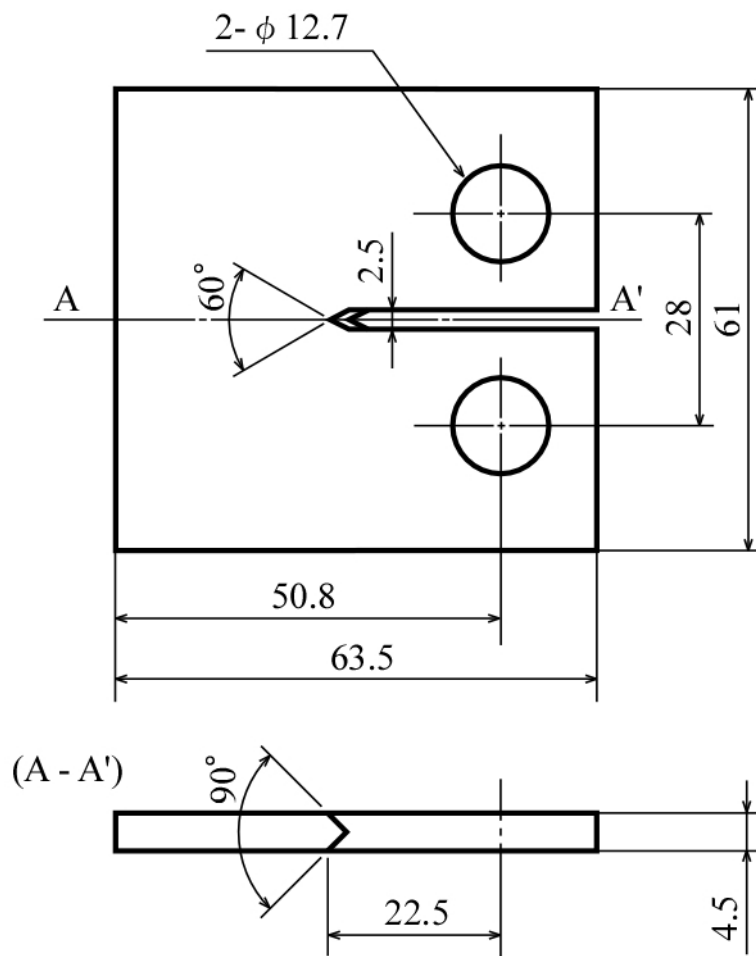


Fig. 2.4 CT specimen in mechanical fatigue test.



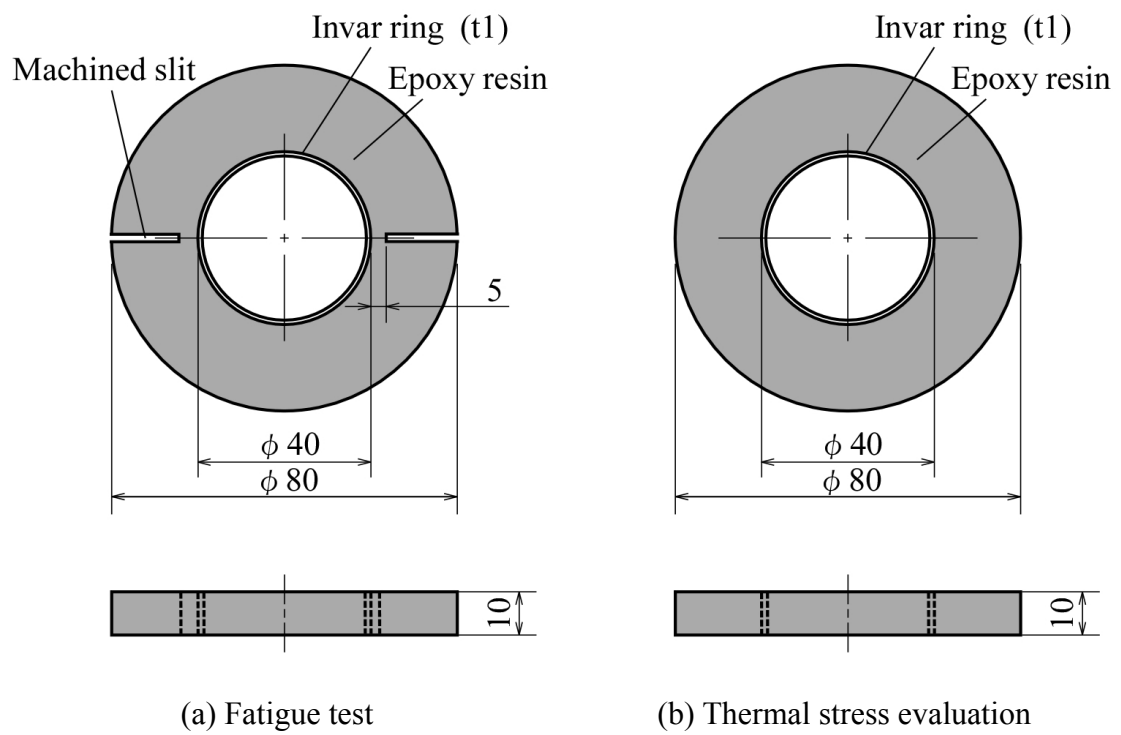


Fig. 2.5 Specimen of thermal test.

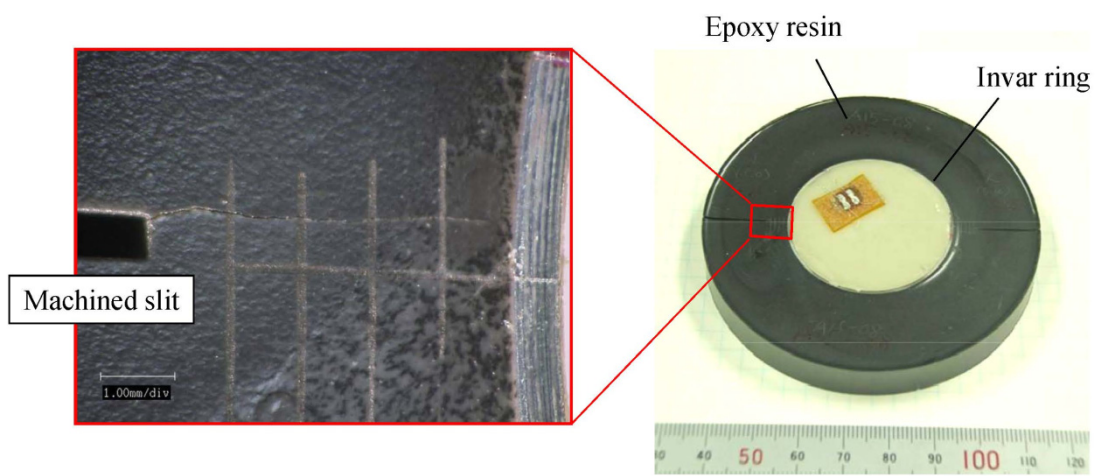


Fig. 2.6 Photograph of thermal fatigue test specimen.

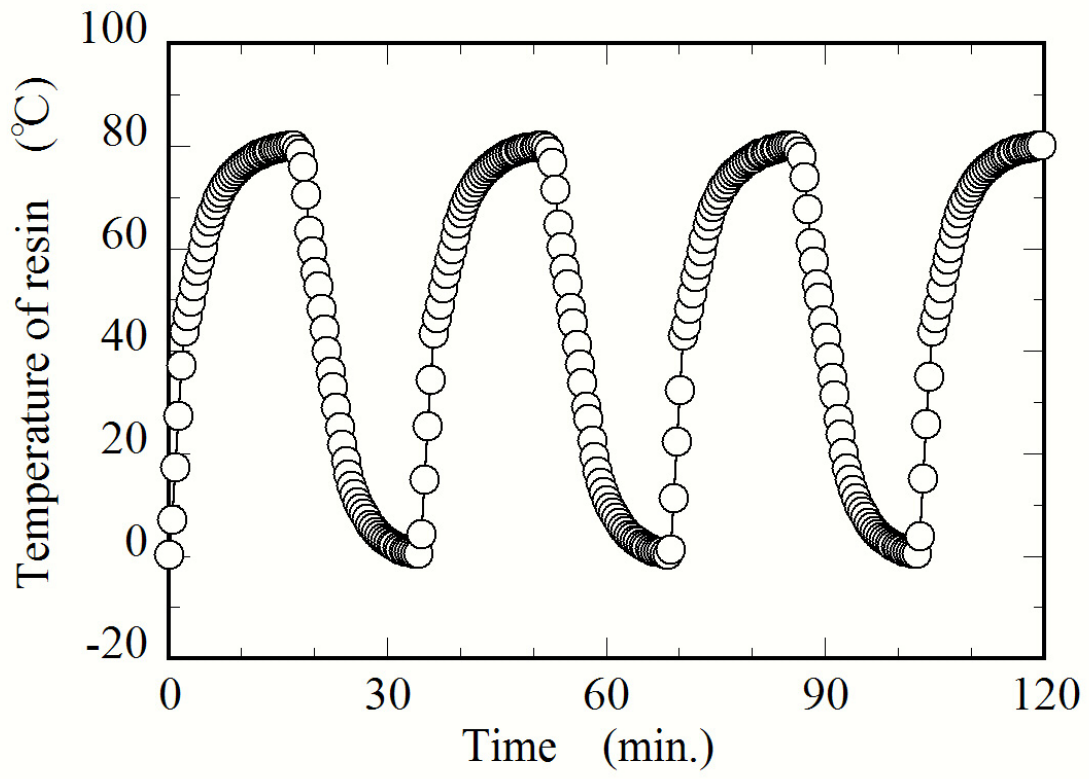


Fig. 2.7 Temperature history of thermal fatigue test.

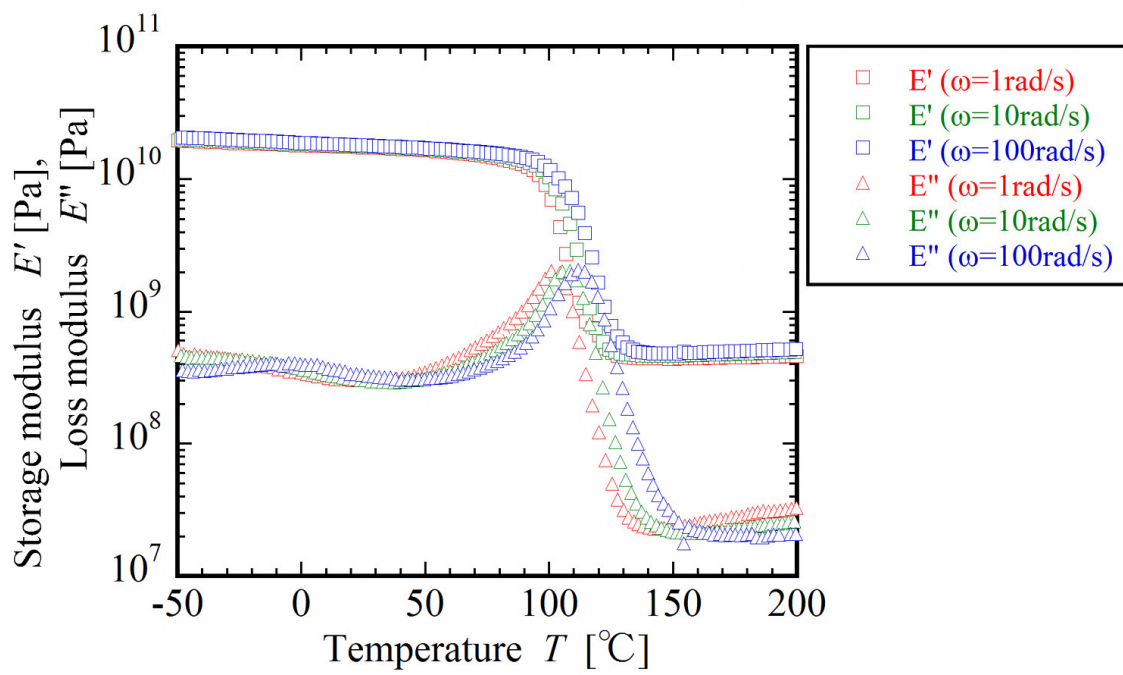
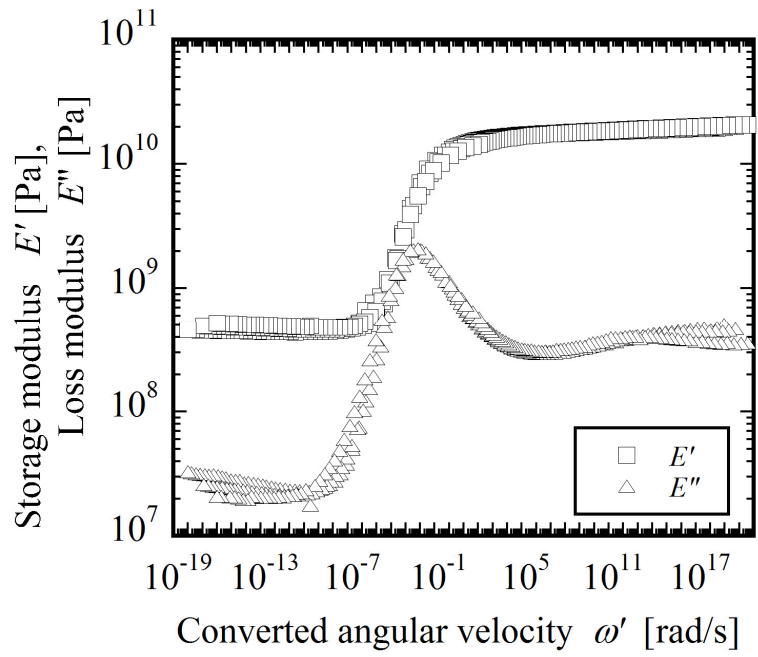
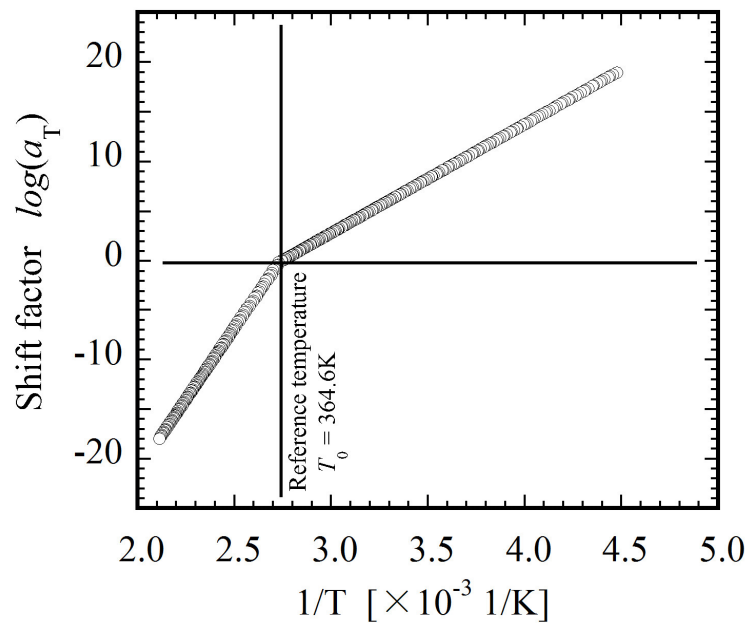


Fig. 2.8 Experimental result of DMA test.



(a) Storage / loss modulus



(b) Shift factors (arrhenius type)

Fig. 2.9 Estimated master curves.

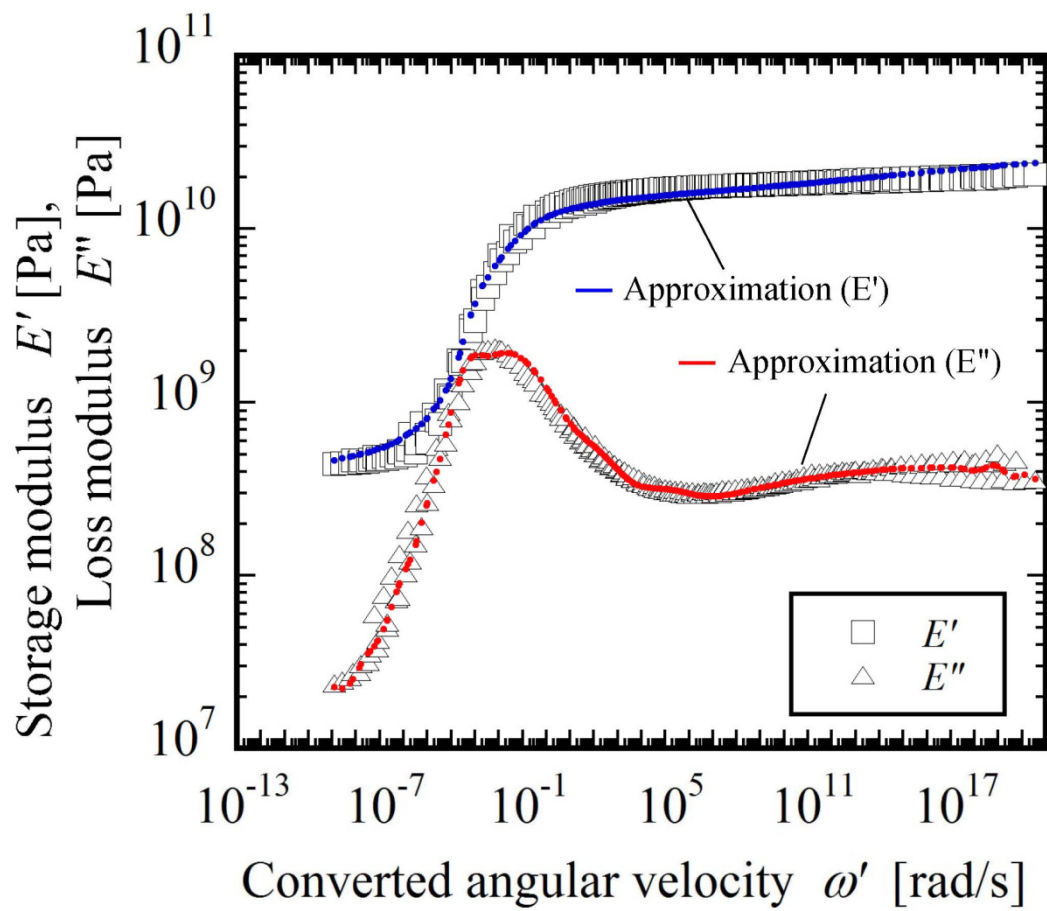


Fig. 2.10 Results of prony series approximation.

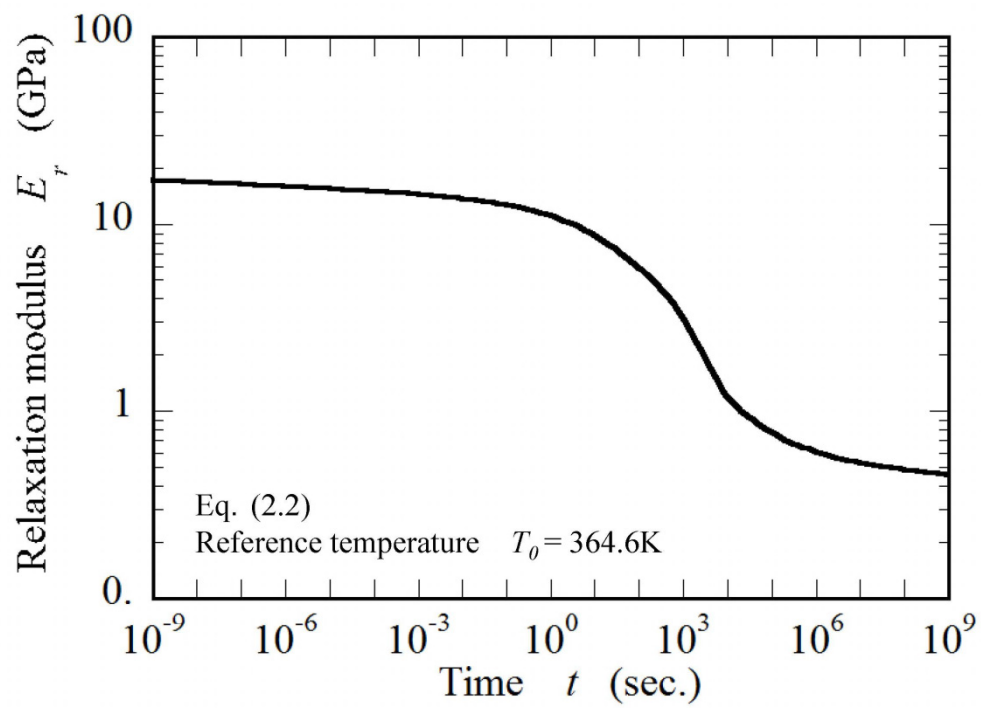


Fig. 2.11 Master curve of relaxation modulus.

Table 2.1 Apploximated coefficients of prony series.

$i$	$E_i$ [Pa]	$\tau_i$ [sec]
1	5.94E+08	1.00E-21
2	7.38E+07	3.16E-21
3	4.38E+08	1.00E-20
4	1.05E+08	3.16E-20
5	4.48E+08	1.00E-19
6	2.85E+08	3.16E-19
7	2.76E+08	1.00E-18
8	3.13E+08	3.16E-18
9	3.16E+08	1.00E-17
10	3.09E+08	3.16E-17
11	3.07E+08	1.00E-16
12	3.09E+08	3.16E-16
13	3.08E+08	1.00E-15
14	3.06E+08	3.16E-15
15	3.03E+08	1.00E-14
16	2.91E+08	3.16E-14
17	2.88E+08	1.00E-13
18	2.88E+08	3.16E-13
19	2.80E+08	1.00E-12
20	2.73E+08	3.16E-12
21	2.66E+08	1.00E-11
22	2.59E+08	3.16E-11
23	2.54E+08	1.00E-10
24	2.42E+08	3.16E-10
25	2.37E+08	1.00E-09
26	2.29E+08	3.16E-09
27	2.18E+08	1.00E-08
28	2.12E+08	3.16E-08
29	2.06E+08	1.00E-07
30	2.08E+08	3.16E-07
31	2.17E+08	1.00E-06
32	2.30E+08	3.16E-06
33	2.37E+08	1.00E-05
34	2.34E+08	3.16E-05
35	2.29E+08	1.00E-04
36	2.36E+08	3.16E-04
37	2.83E+08	1.00E-03
38	3.61E+08	3.16E-03
39	4.17E+08	1.00E-02
40	4.38E+08	3.16E-02
41	5.04E+08	1.00E-01
42	6.41E+08	3.16E-01
43	8.68E+08	1.00E+00
44	1.13E+09	3.16E+00
45	1.38E+09	1.00E+01
46	1.55E+09	3.16E+01
47	1.49E+09	1.00E+02
48	1.13E+09	3.16E+02
49	1.75E+09	1.00E+03
50	1.51E+09	3.16E+03
51	2.88E+08	1.00E+04
52	1.97E+08	3.16E+04
53	1.85E+08	1.00E+05
54	2.87E+07	3.16E+05
55	9.86E+07	1.00E+06
56	3.03E+07	3.16E+06
57	2.00E+07	1.00E+07
58	3.16E+07	3.16E+07
59	1.73E+07	1.00E+08
60	6.07E+06	3.16E+08
61	3.43E+07	1.00E+09
$E_e$	4.45E+08	-



Table 2.2 Mechanical properties of epoxy resin.

Visco-elastic properties	Eq. (1), (2)
CTE	Fig. 2.12
Poisson ratio	$\nu = 0.3$

Table 2.3 Mechanical properties of invar.

$E$ [GPa]	$\nu$	$\alpha [\times 10^{-6}/\text{K}]$	$\sigma_{0.2}$ [MPa]	$\sigma_B$ [MPa]	$\psi$ [%]
137	0.27	1.2	282	450	75

$E$  : Young's modulus,  
 $\sigma_{0.2}$  : 0.2% proof stress,

$\nu$  : Poisson ratio,  
 $\sigma_B$  : Tensile strength,

$\alpha$  : Coefficient of thermal expansion,  
 $\psi$  : Reduction of area

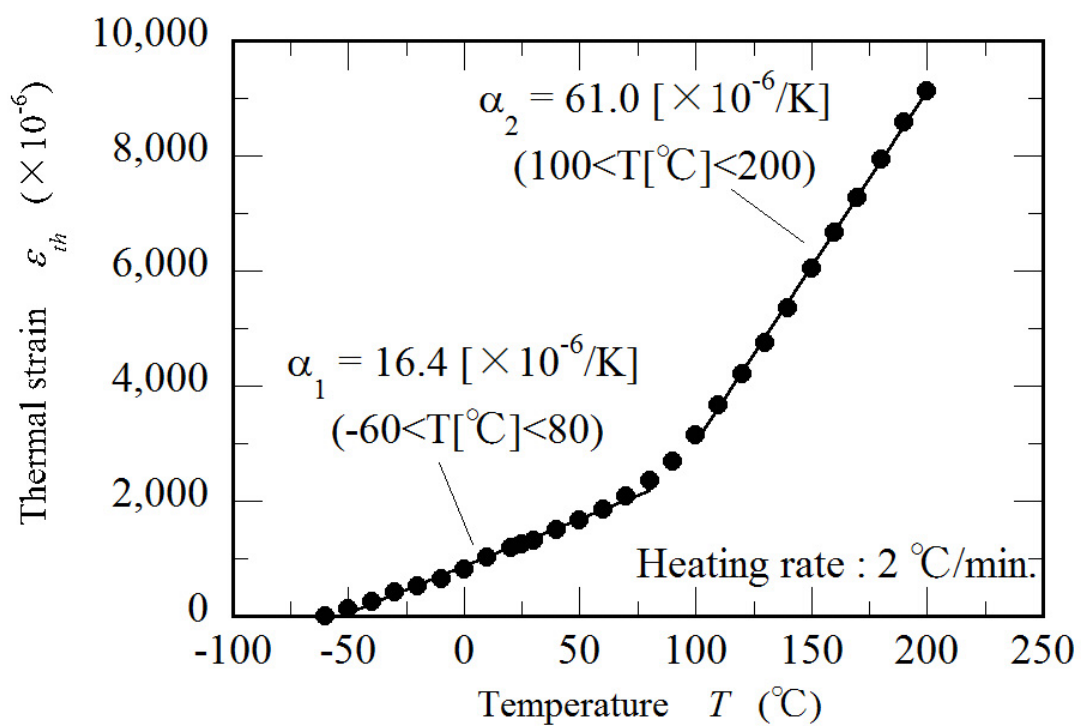
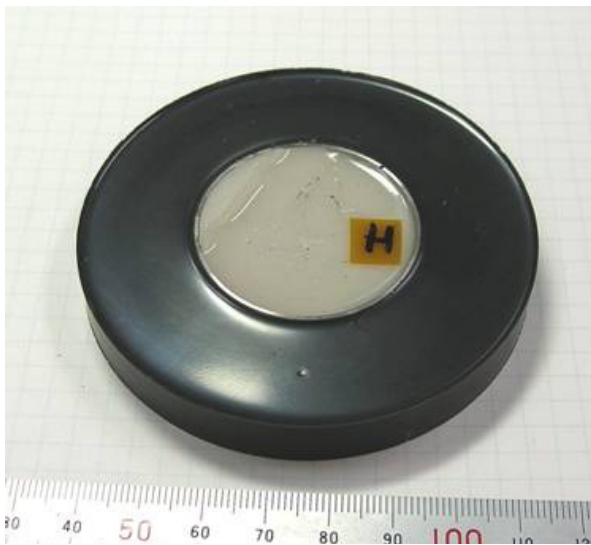
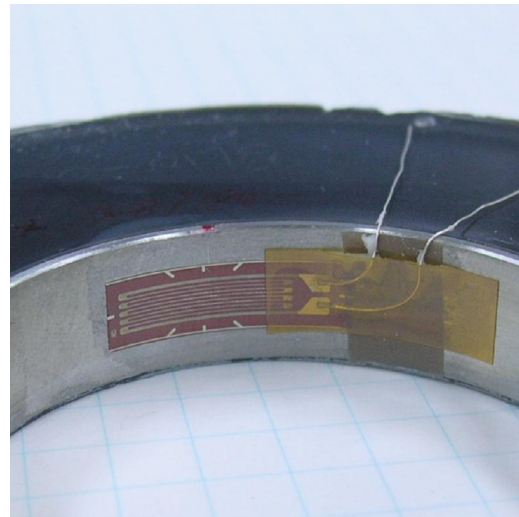


Fig. 2.12 Thermal expansion property of epoxy resin.



(a) Overview



(b) Strain gage attached onto inner side of invar ring

Fig. 2.13 Photographs of specimen for thermal strain evaluation.

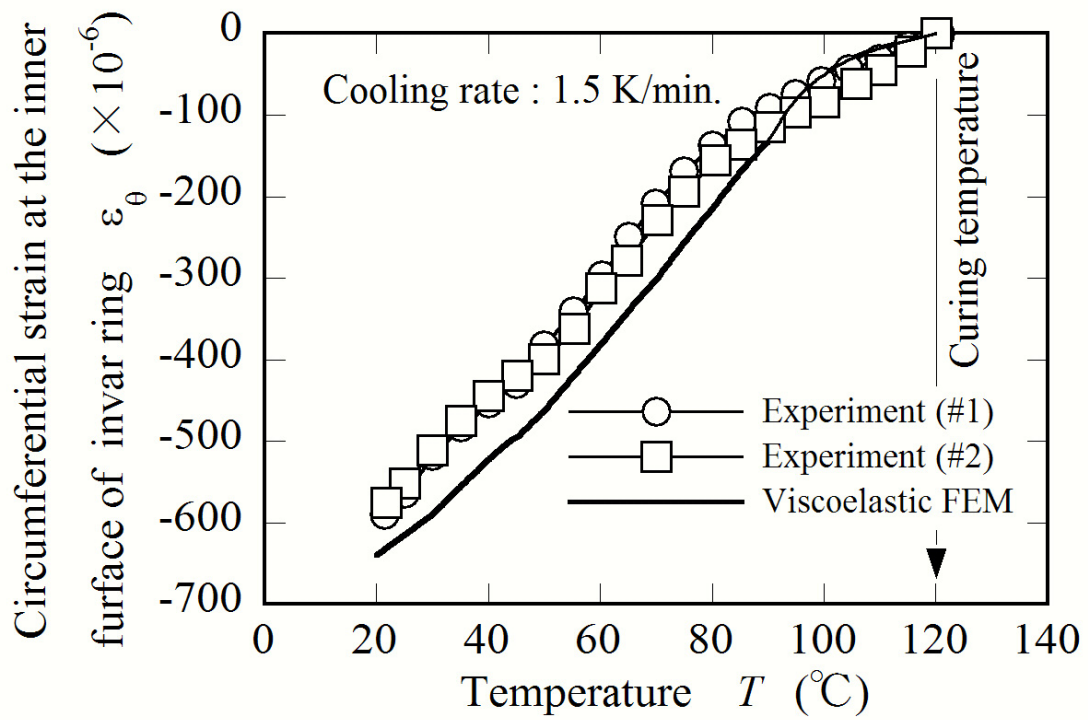


Fig. 2.14 Comparison of experimental and numerical results of thermal strain evaluation.

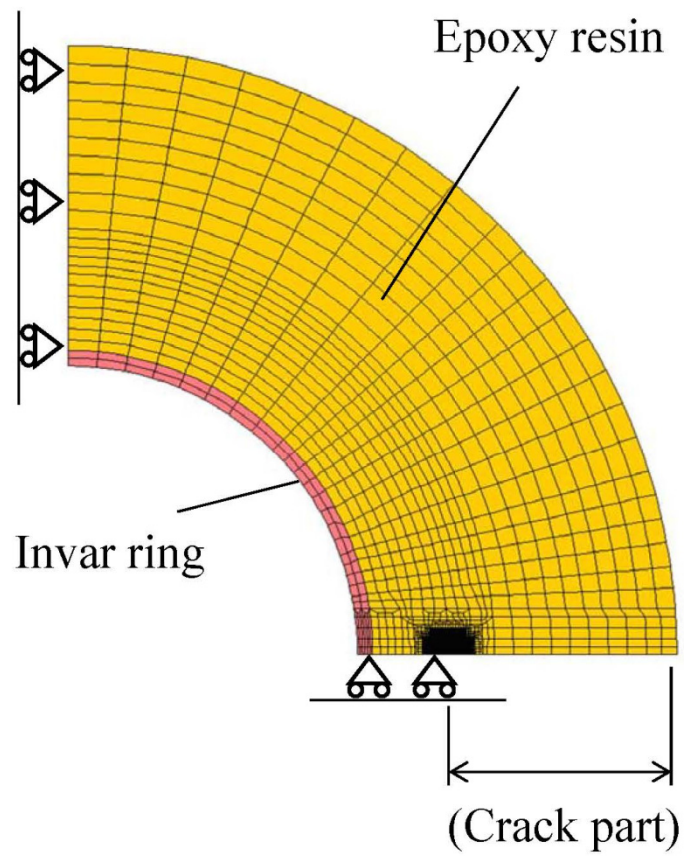


Fig. 2.15 FE model of thermal fatigue test specimen ( $a = 15\text{mm}$ ).

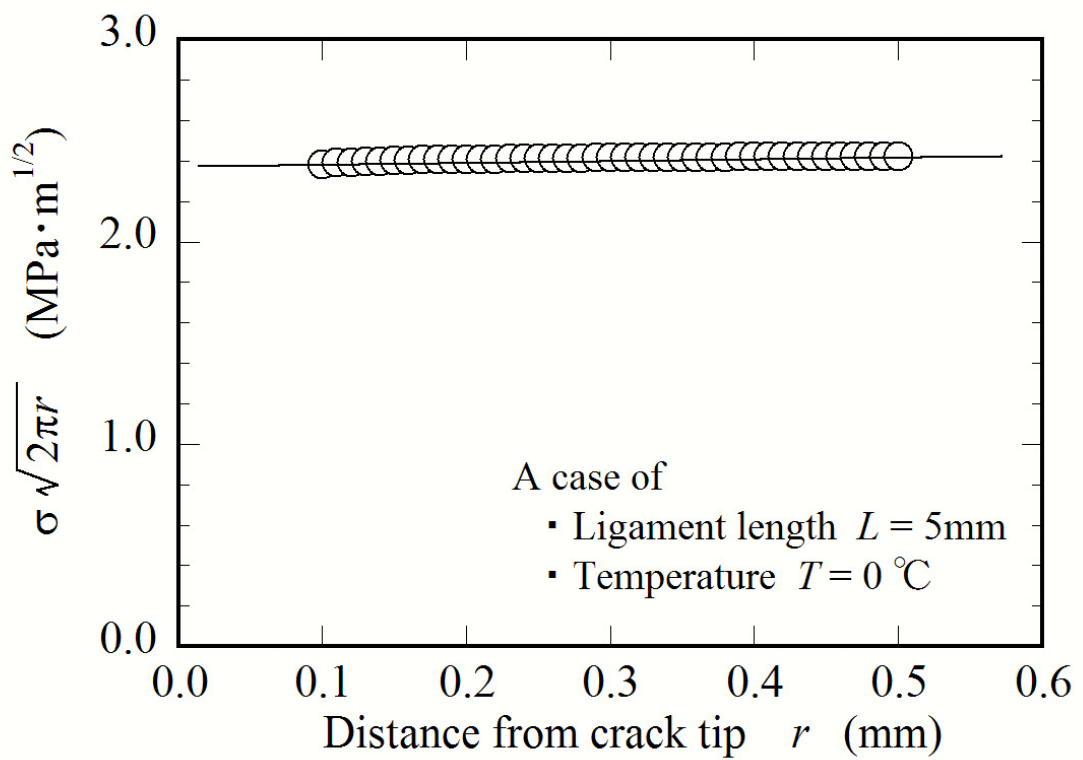
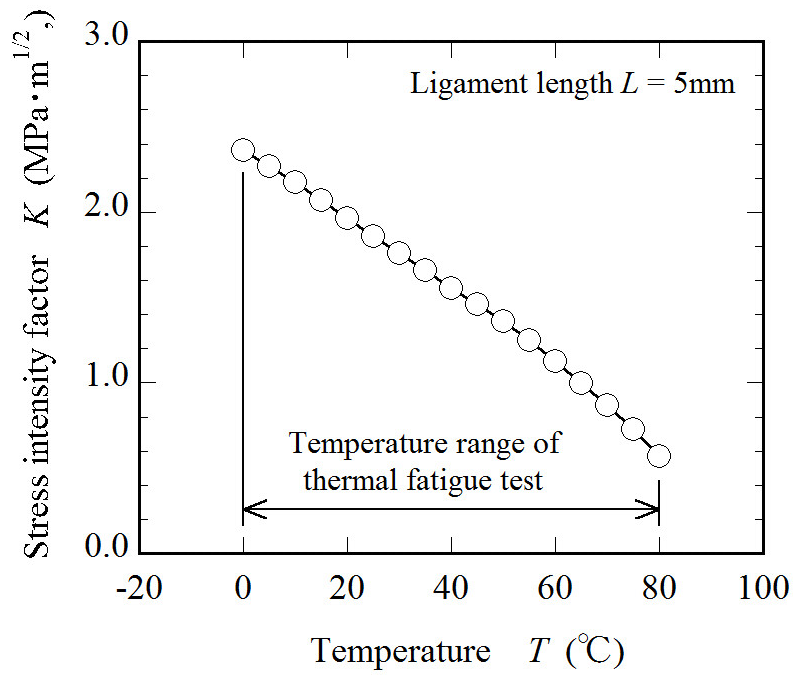
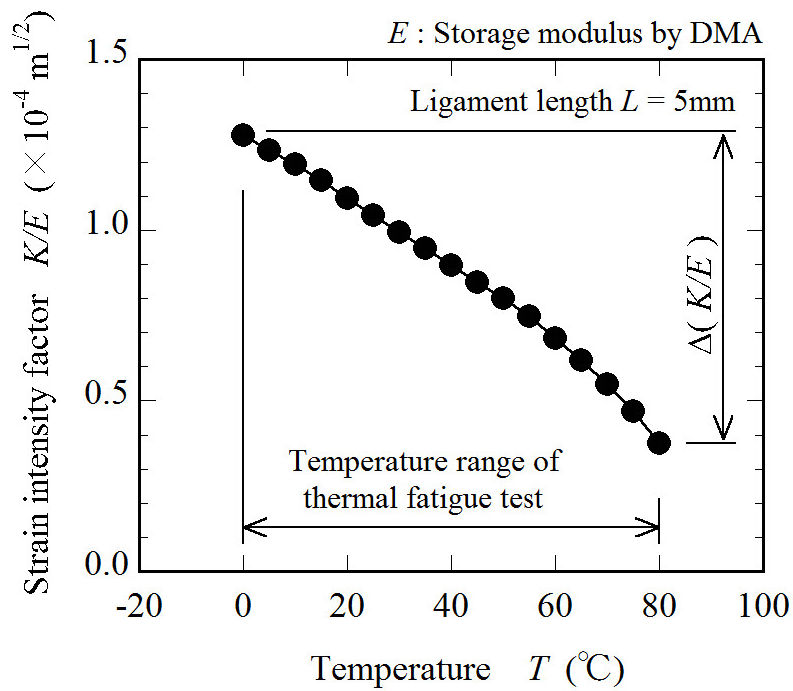


Fig. 2.16 An example of SIF determination by stress extrapolation method.

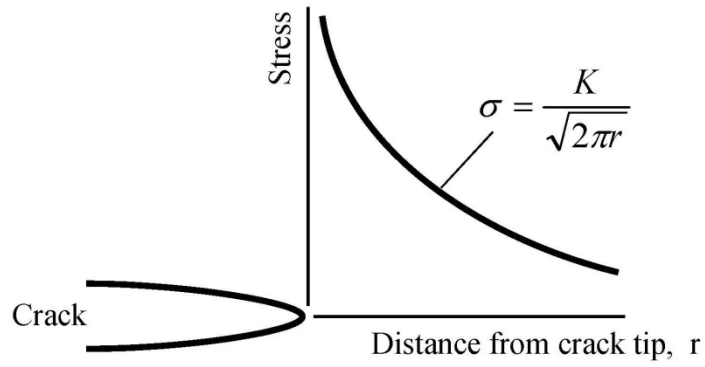


(a) Stress intensity factor,  $K$

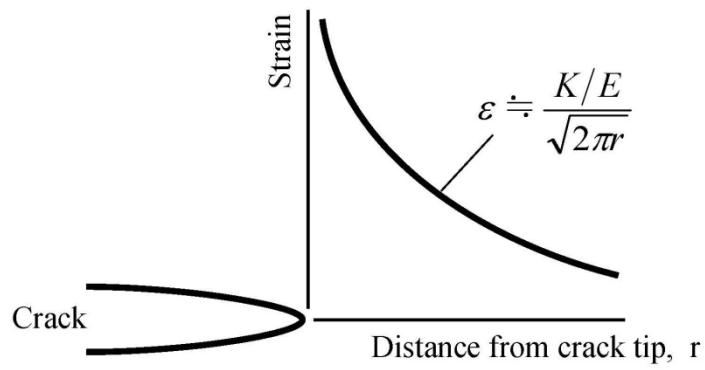


(b) Strain intensity factor,  $K/E$

Fig. 2.17 Estimation of  $K$  and  $K/E$  during thermal fatigue test by FEM.



(a) Stress distribution



(b) Strain distribution

Fig. 2.18 Relation between the stress/strain distribution and SIF in the vicinity of a crack tip.



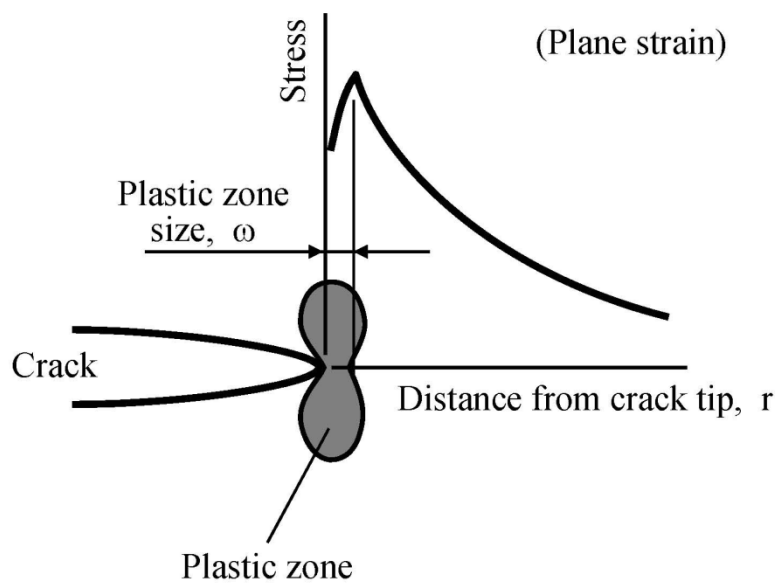
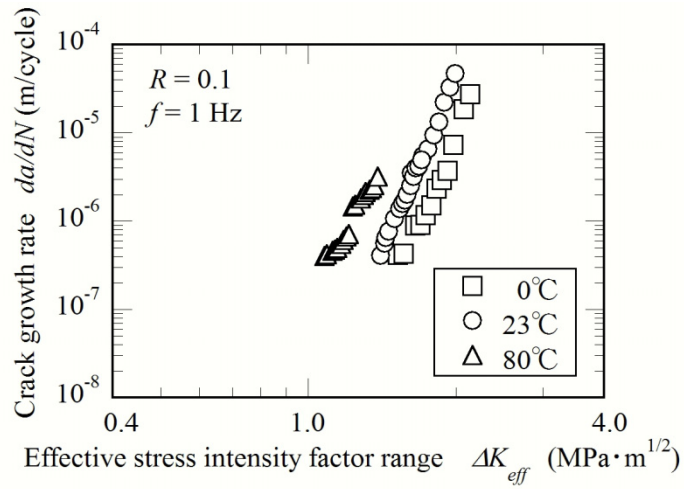
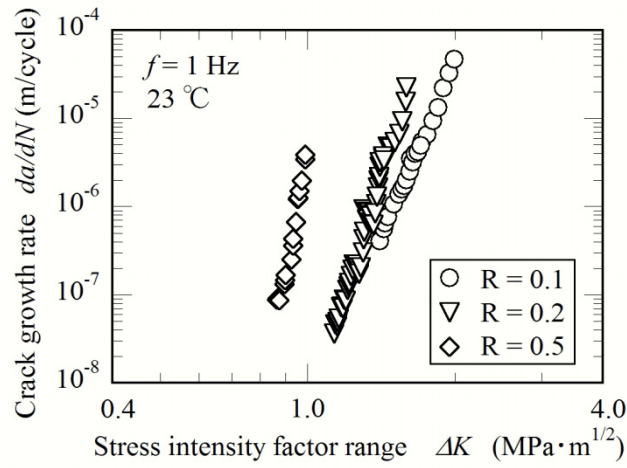


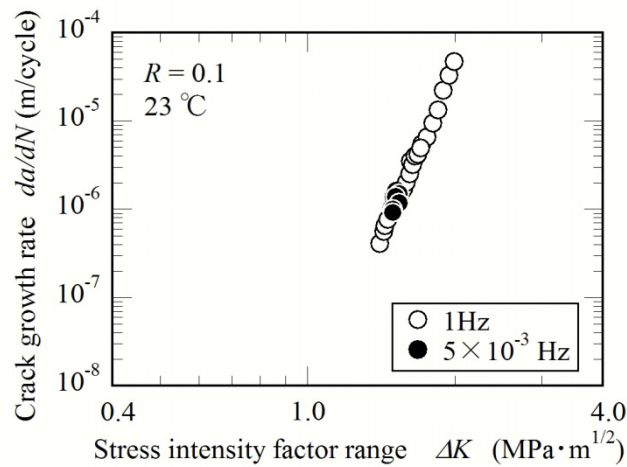
Fig. 2.19 Schematic illustration of plastic zone in the vicinity of a crack tip.



(a) Effect of temperature

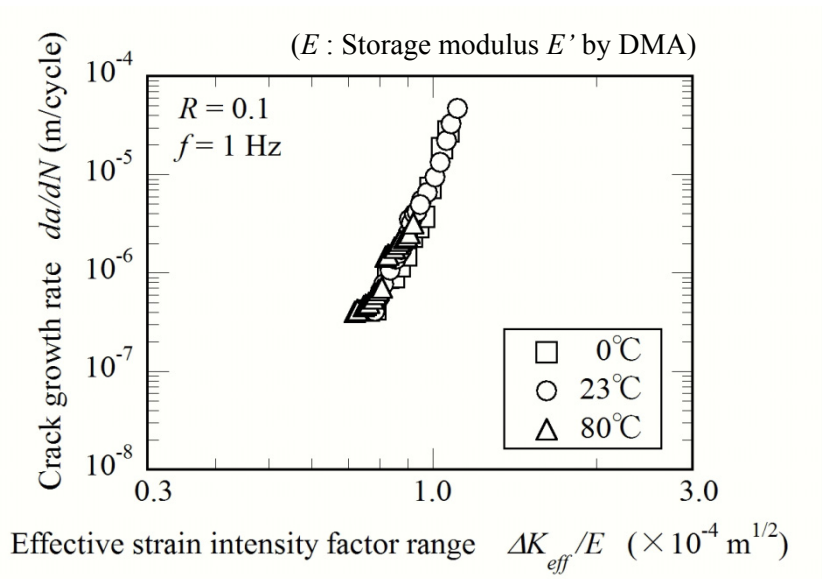


(b) Effect of stress ratio

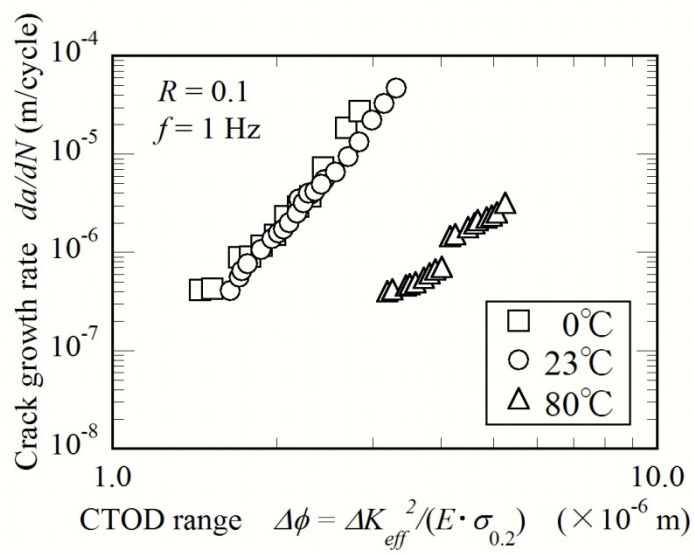


(c) Effect of loading frequency

Fig. 2.20 Fatigue crack growth rate under constant temperature by mechanical fatigue test.



(a) Function of  $\Delta K_{eff}/E$



(b) Function of CTOD range  $\Delta\phi$

Fig. 2.21 Fatigue crack growth rate as function of  $\Delta K_{eff}/E$  and  $\Delta(\text{CTOD})$

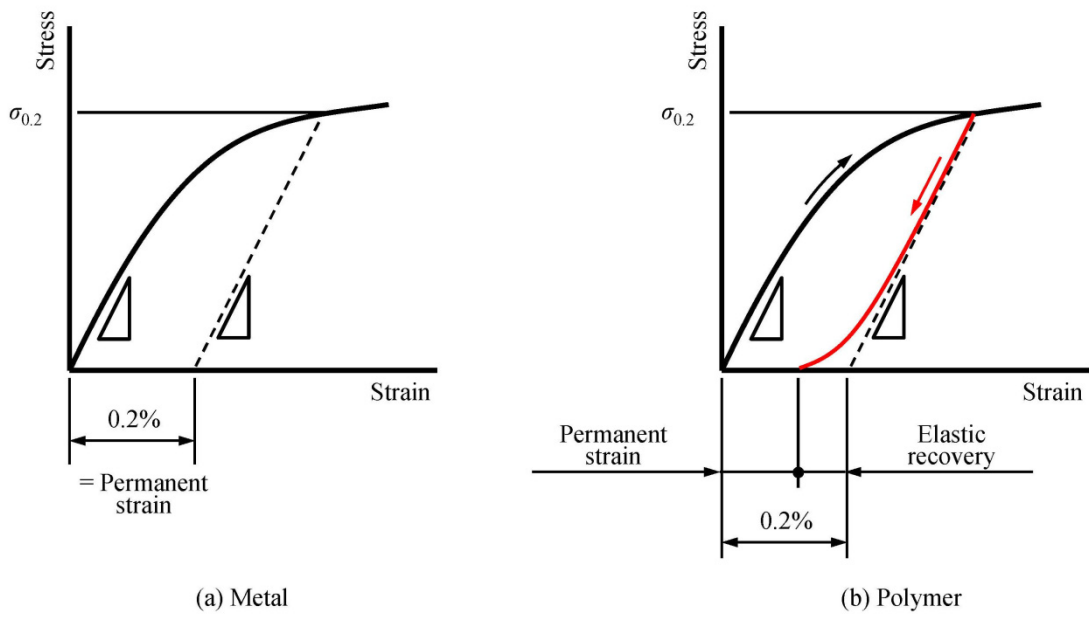


Fig. 2.22 Schematic illustrations of S-S curves of metal and polymer.

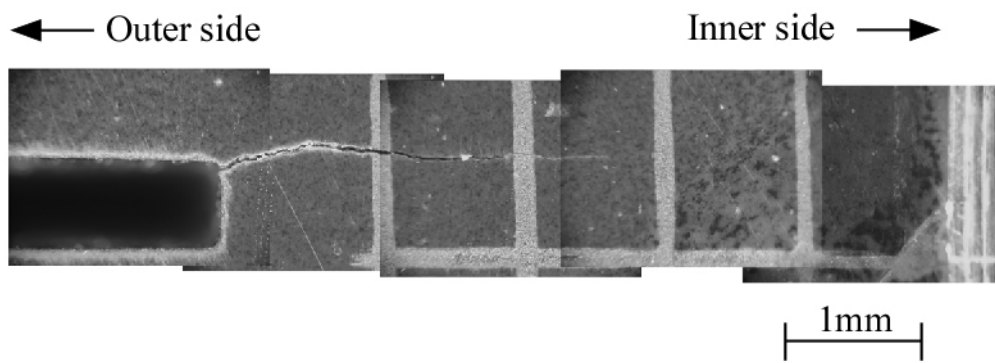


Fig. 2.23 Observed fatigue crack after thermal cycle test.

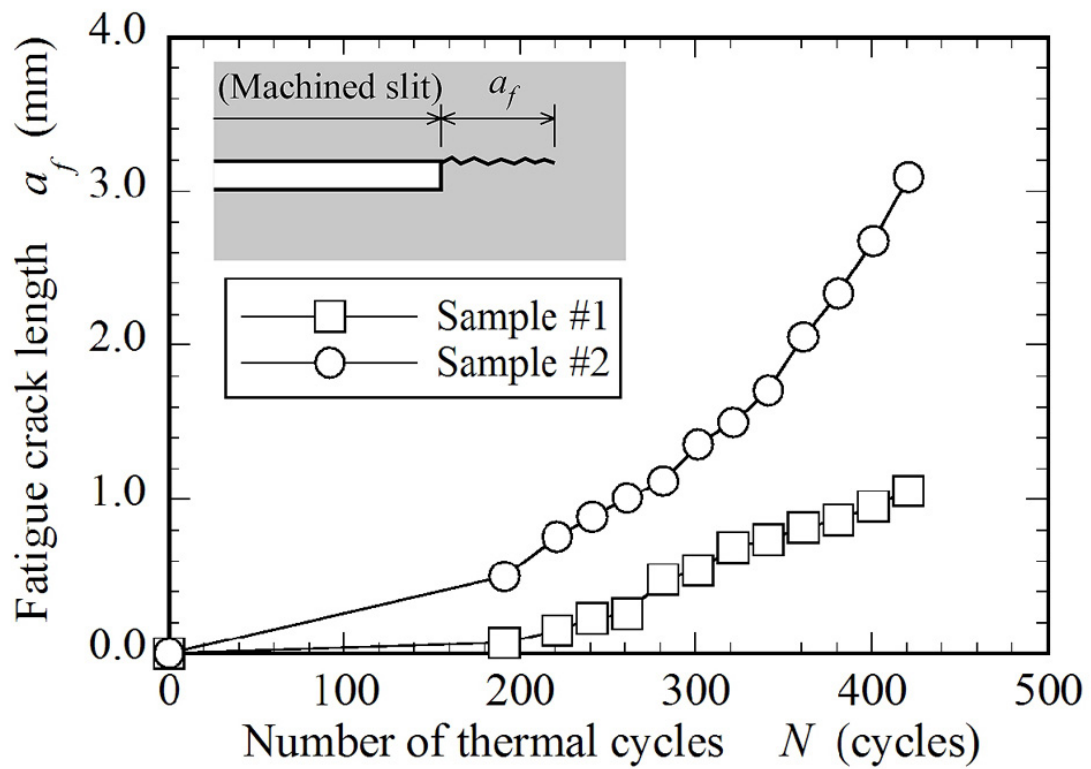


Fig. 2.24 Measured fatigue crack length during thermal cycle test.

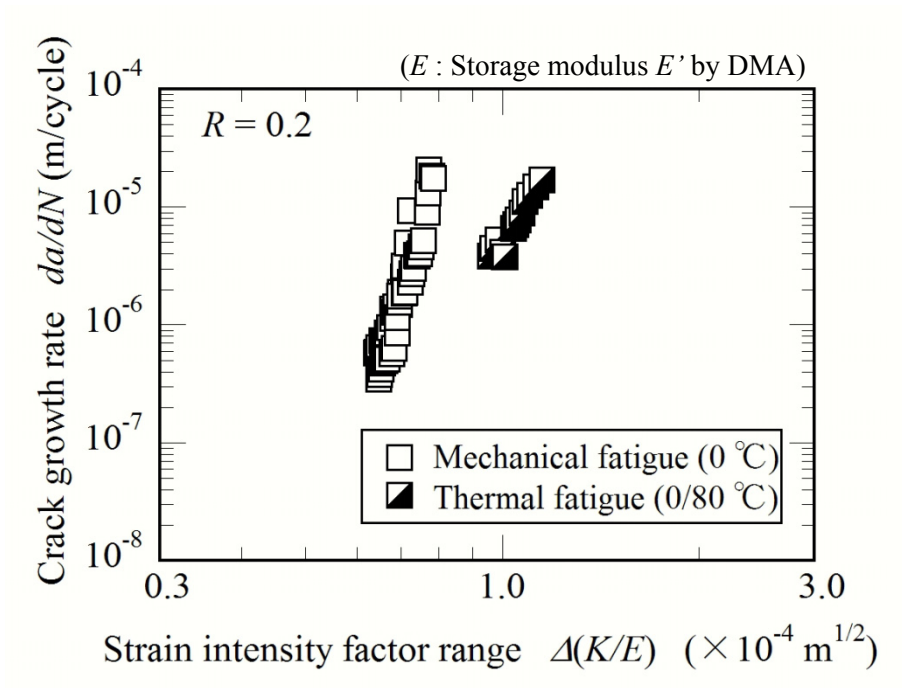


Fig. 2.25 Comparison of mechanical and thermal fatigue crack growth rate.

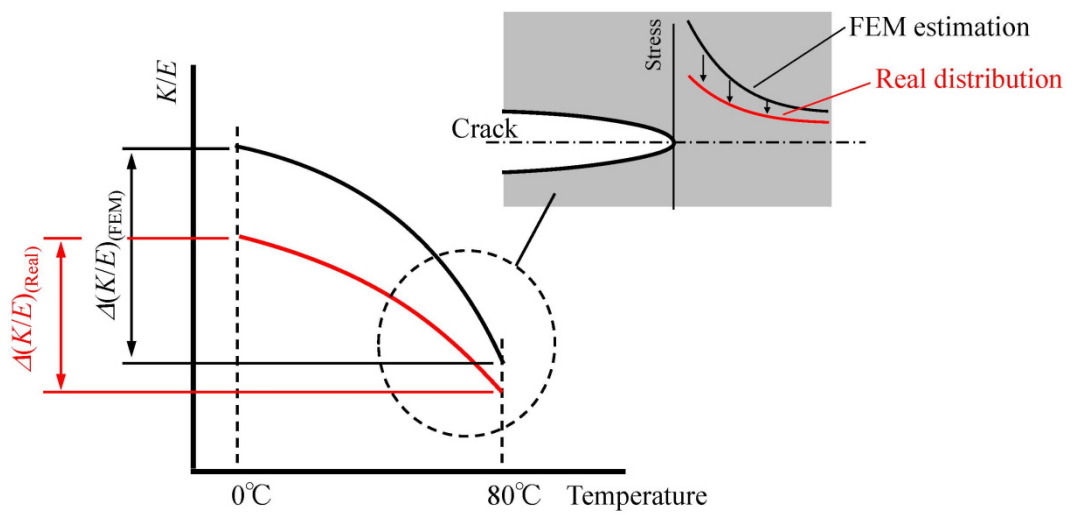


Fig. 2.26 Schematic illustration of stress relaxation during thermal cycles.



## 第3章 微小欠陥を起点とする疲労き裂の伝ば挙動

### 3.1 緒言

通例、エポキシ樹脂は内包する部品との線膨張係数差の低減を主目的としてシリカ、アルミナ等のセラミック粒子などをフィラーとして混在させて使用する。第1章で示したパワー半導体パッケージの例を図3.1に再掲する。図から分かるようにそのフィラー径は高々100 $\mu\text{m}$ 前後であり、形状は球状、破砕など目的に応じて様々である。疲労き裂の発生、伝ばを考えたときに、フィラーはエポキシ樹脂母材中のき裂伝ばを妨げることが想定され、金属材の転位の運動に対する析出強化に類似した材料強化機構として作用するとの期待がある。その一方で、フィラーは応力集中部であることを考慮すると、疲労におけるき裂発生源となり材料の疲労強度を低下させる作用を有する懸念がある。図3.2に正負両方の効果をまとめて表した模式図を示す。特に、繰返し熱応力によってフィラーとエポキシ母材との間にはく離を生じると、エポキシ母材への疲労き裂発生の起点となることが懸念される。強度的観点を材料設計へ反映するためには、両効果についての正しい理解が重要である。

本章では、フィラーがクラックスタータとなる効果を想定し、フィラーと同等寸法の微小欠陥からの疲労き裂発生、伝ば挙動について調査を行う。特に微小な欠陥を有する材料に関する疲労限度については、金属材の場合には欠陥からの疲労き裂の発生および停留によって支配されていることが分かっている[1]。一方高分子材については、破壊力学を適用した研究例[2, 3]はあるものの、疲労限度特性に関する研究、あるいは停留き裂に関して扱った研究は見られない。この理由としては、金属材の疲労のように疲労き裂の発生と伝ばとの間に明確な現象の違いが認めにくく、き裂発生に注目した研究が少ないこと、また金属材と比べればぜい性的であるため、再現性良くき裂発生過程を試験、観察することが難しいこと、等が考えられる。一方で疲労限度が存在するとなれば、強

度設計者の立場からは多大な労力を費やす S-N 曲線を求めた上での有限寿命設計から解放されるため工学的に重要である。本研究では、こうした観点から、停留き裂を伴う疲労限度の存在について調査を行った。

本研究ではフィラーによる応力集中部を模擬して人工的に導入した微小欠陥を有するエポキシ樹脂を対象として、その疲労限度特性、微小欠陥から発生する疲労き裂の伝ば挙動およびき裂停留の有無について調査を行う。微小欠陥の導入に当たっては、高分子材は金属材と異なり伝ば抵抗に比べて相対的に発生抵抗が大きい特徴を考慮する必要がある。すなわち、導入する欠陥の形状に依存して疲労き裂を発生させ得る最小の応力レベルが大きく異なることが予想されるため、き裂発生後の伝ば挙動は欠陥形状に依存する。本研究では、本質的なき裂の挙動を観察することを目的に発生抵抗の小さい欠陥形状を得るため、FIB (Focused Ion Beam) を利用して鋭い人工欠陥を導入する手法[4]を採用した。本手法は、種々の形状の微小な欠陥を人工的に導入できるため、高分子材のような比較的応力集中に敏感で、かつ、き裂発生抵抗の大きい材料を対象として微小欠陥からのき裂発生、伝ばの観察を行うに当たっては有効なツールであると言える。

## 3.2 試験方法

### 3.2.1 供試材

材料はビスフェノール A 型エポキシ(主材：CY230，硬化剤：HY951，ナガセケムテックス)を用いた。当材料はセラミック粒子のようなフィラーを含まないニートレジンである。試験片の作成フローを図 3.3 に示す。素材は、真空脱泡後に直径 12mm，長さ 85mm の丸棒状に室温下で注型した。その後 100°C×3hr の加熱および炉中で 24hr の徐冷を行うアフターキュアを施した。機械加工，バフ研磨および後述する FIB 加工により試験片形状に加工した後，加工によって導入される残留応力を除去するため 65°C で 12 時間の保持後に徐冷を行った。この熱処理温度は，TMA により求めた  $T_g$  (ガラス転移温度) とした[5]。

図 3.4 に TMA の測定結果を，図 3.5 に機械的特性を求めるために実施した板状硬化物の 3 点曲げ試験の結果を示す。また，Table 3.1 に機械的性質を示す。

### 3.2.2 試験片および試験方法

疲労試験に用いた試験片の形状を図 3.6 に示す。試験部は機械加工により図の形状に加工し，バフ研磨による鏡面仕上げを施した後，FIB(Focused Ion Beam)を利用して図 3.7 に示す長さ 100 $\mu\text{m}$ ，深さ 30 $\mu\text{m}$  の人工的な微小切欠きを負荷方向と直交する方向に導入した[4]。試験は，小野式回転曲げ疲労試験機を用いて周波数 1800rpm，室温大気中で行なった。試験中に適宜装置を停止し，レプリカ法によりき裂長さを測定した。

なお樹脂の疲労試験においては，繰返しひずみによる試験片自身の発熱，昇温に注意が必要である[6]。今回の試験においては，試験片にサーモラベルを貼付して昇温が無いことを確認した。

### 3.3 結果および考察

#### 3.3.1 S-N 曲線

図 3.8 に疲労試験の結果を示す。破断した 2 水準の応力振幅 $\sigma_a = 40, 20\text{MPa}$ の結果についてはいずれも FIB ノッチを起点とした破壊であった。 $\sigma_a = 40\text{MPa}$ の試験片の試験後の破面を図 3.9 に示す。FIB ノッチを中心として半円状の平坦な破面とその外周にリバーパターン状の様相を呈しており、これらはそれぞれ FIB ノッチ端部を起点とした疲労き裂の発生、伝ばおよびその後の不安定破壊とに対応するものと推定される。

$\sigma_a = 15\text{MPa}$ の試験片については $4.2 \times 10^7$ 回においても破断せず、試験を打ち切った。S-N 線図上では応力振幅が約 $15\text{MPa}$ のところで折れ曲がり点があるように見えることから、疲労限度を有する可能性が示唆された。

#### 3.3.2 き裂伝ば特性

図 3.10 および 3.11 に、応力振幅 $\sigma_a = 20\text{MPa}$  および $15\text{MPa}$ のときのき裂の発生および伝ばの様子を示す。写真は、レプリカ法により得られた試験片表面の光学観察結果である。き裂は FIB ノッチ端部より負荷方向と直交するモード I 型の方向に発生、伝ばした。図 3.12 には、応力振幅 $\sigma_a = 20\text{MPa}$  および $15\text{MPa}$ のときのき裂伝ば曲線を示す。先に示したき裂の観察写真(図 3.10, 3.11) および当図より、応力振幅 $\sigma_a = 20\text{MPa}$  および $15\text{MPa}$ のいずれの場合にも最初に観察した時点で FIB ノッチからのき裂発生が観察されたことから、き裂発生は早期に生じていることが分かった。最終的に破断した応力振幅 $\sigma_a = 20\text{MPa}$ の場合、その後負荷サイクルの増加に伴ってき裂は加速しながら伝ばし、止まることなく破断に至った。このときの寿命は、き裂伝ばプロセスが寿命の大半を占めることが分かる。一方応力振幅 $\sigma_a = 15\text{MPa}$ の場合には、き裂は発生後緩やかに伝ばするもののその速度は遅く、 $4.2 \times 10^7$ 回を経ても破断しなかった。

き裂の伝ば特性の定量化のため、試験片表面のき裂長さ  $2a$  とそのときの応力拡大係数  $\Delta K$  との関係を推定する。クラックスタータである FIB ノッチに比べ疲労き裂の寸法が大きくなれば、ノッチ形状の影響は小さくなりき裂前縁に作用する応力拡大係数  $\Delta K$  の値は半楕円き裂でモデル化できる[7]。しかしながら図 3.9 に示す破面を観察した結果、文献[7]のような半楕円き裂とはやや異なるき裂形状を呈していることが分かった。これは、FIB ノッチの深さ方向の形状が図 3.7 に示したような「くさび状」であることに起因して、試験片表面・ノッチ端部よりもノッチ底から先に疲労き裂が発生、成長し、その後続いて試験片表面・ノッチ端部からも発生、成長したことが理由であると推定した。

本研究ではレプリカ法で計測できる表面き裂をモニタしていることから、試験片表面におけるき裂前縁の応力拡大係数で整理することが妥当である。そのため今回は、破面中の同心楕円状の縞状模様が各時点におけるき裂前縁に対応するものとして、それらを数カ所読み取った後に FEM 解析によって試験片表面の応力拡大係数を算出し、試験結果の整理に用いた。図 3.13 に読み取った破面中の縞状模様の例を、図 3.14 に FEM 解析モデルをそれぞれ示す。応力拡大係数は、き裂前縁の応力分布を用いて応力外挿法により求めた。この結果を図 3.15 に示す。参考として、半楕円き裂を想定して文献[7]から求めた場合についても同図に合わせて示した。なおこの縞状模様は、複数のき裂面が合流したときに生じるき裂面の微小な凹凸が見えているものである。

図 3.16 に、き裂伝ば速度と応力拡大係数範囲  $\Delta K$  との関係を示す。き裂の成長に伴い伝ば速度が加速する応力振幅  $\sigma_a = 20\text{MPa}$  の結果と異なり、応力振幅  $\sigma_a = 15\text{MPa}$  のときの伝ば挙動はき裂伝ば速度が減速する傾向を示した。  $10^7$  回を超えてもき裂はわずかに伝ばしているようであるが、その伝ば速度が十分小さいこと、および伝ば速度が漸減していることから、工学上は疲労限度があると見なせて、疲労限度の値はき裂停留によって決定づけられていることが実験的に確認された。

### 3.4 考 察

応力振幅 $\sigma_a = 15\text{MPa}$ のときの結果より、エポキシ樹脂においても鉄鋼材の疲労に類似の、疲労き裂発生後にき裂の伝ぱが停止するき裂停留を生じることが実験的に確認された。以下に金属材料との比較を通じてき裂が減速するメカニズムについて考察する。第2章でも触れたように、樹脂材料においては金属材料におけるすべりのような破壊機構を持たないものの、き裂先端に生じる分子鎖の配向、クレーズの生成といった永久変形によって繰返し負荷に伴いき裂先端の鈍化～再鋭化を繰返して疲労き裂が伝ぱする金属材料に類似のプロセスを経ることが報告されている[8]。このことから、樹脂材料においても塑性誘起き裂閉口による有効応力拡大係数範囲 $\Delta K_{\text{eff}}$ の減少が主要なき裂の減速機構であると類推される。なおそれ以外の要因については、粗さ誘起き裂閉口については、疲労き裂面内に種々のすべり方向を持ち凹凸の多い金属多結晶体に比べて、今回用いたフィラーを含まない樹脂材料の場合にはき裂面は均質的である。図3.9に示す破面様相においてもき裂伝ぱ部はミラー状の平坦な様相を呈しており、粗さ誘起き裂閉口の影響は少ないことが推定される。また酸化物誘起き裂閉口については、エポキシにおける酸化は、酸化生成物を伴わずいわゆる熱劣化として自身の分子鎖の切断に作用することから体積変化への寄与は少なく、むしろ延性を失う側、すなわち加速する側の効果として作用することが予想される。

また金属材料においてはき裂が発生後安定的に停留するためには加工硬化およびひずみ時効のようなき裂先端における材料の強化機構が必要とされているが[9, 10]、本研究で対象としたエポキシ樹脂においてはこの作用に相当する機構について明確化できていない。この点については今後の課題である。

エポキシ樹脂が疲労限度を有すること、かつ疲労限度がき裂停留によって決まっていることの意義について、電機製品におけるエポキシ樹脂の強度設計の観点から触れる。疲労限度の存在は、設計者の効率改善に寄与すると考えられ

る。従来の有限寿命設計から疲労限度設計すなわち強度下限値設計へと変更することで、多数の試験片を用いた疲労試験による S-N 曲線を求めることが不要となる。

疲労限度がき裂停留により特徴づけられていることの工学設計上の意義は、多様な形状や構造上のばらつきを考慮する必要が減ることにある。図 3.1 に示したように、電機製品に使用される多くのエポキシ樹脂は、セラミック粒子などのフィラーを内包して使用され、また応力集中源となる電子部材をモールドする構造部材であり、従って熱応力や外力により発生する微小な応力集中部を多く有する複合構造体であると言える。樹脂に内包されるフィラーや電子部材は形状ばらつきを持つことから、疲労限度が疲労き裂発生限界によって決定される場合には、構造体としての疲労限度はこれら形状ばらつきに依存して変動する。これに対して、本研究で対象としたようなき裂が発生した後に停留することで疲労限度が定まる系においては、形状ばらつきによって疲労き裂の発生寿命はばらつくものの、疲労限度はばらつきが無くなる、すなわち内在物の形状ばらつきに起因した強度ばらつきを考慮する必要が無くなる。そのため電機製品で多く用いられるフィラー充てんエポキシ樹脂の疲労に対して合理的な強度設計が可能となることが期待できる。

### 3.5 結 言

FIB 加工によって設けた微小切欠きを有するエポキシ樹脂試験片を用いて、疲労限度の有無および疲労き裂停留現象の有無を調べることを目的に疲労試験を実施した。得られた結論を以下に示す。

- (1) 微小切欠きを有するエポキシ樹脂の疲労試験の結果、S-N 線図上では  $10^7$  回を超えて折れ曲がり点を示した。
- (2) 疲労き裂は、切欠き部を起点として負荷方向と直交するモード I の方向に発生、伝ばした。伝ば部に対応する破面は平坦な様相を示した。
- (3) そのときの疲労き裂は切欠き部より早期に発生した後、負荷の繰返しに伴って伝ば速度は漸減した。その速度は  $10^{-6}$   $\mu\text{m}/\text{cyc}$ .以下と十分遅いことから、工学上はき裂停留による疲労限度と見なせることを確認した。すなわち、エポキシ樹脂においても鉄鋼材と同様の疲労き裂停留による疲労限の存在を実験的に明らかにした。



今後なすべきと思われる研究指針について以下に述べる。

(1) 高分子材においても，き裂の停留が塑性誘起き裂閉口に起因することを検証する。

(1-1) き裂先端の永久変形を分子鎖の配向，延伸と捉え，停留き裂先端のTEM観察あるいはラマン分光法などによりその存在を明示する。

(1-2) 除荷弾性コンプライアンス法[11]あるいは直接測定[12]などによりき裂開口点を実測確認する。

(2) き裂を停留させるメカニズムに対する検討を行う。

金属材のすべりとは異なる変形，破壊機構であることを踏まえ，繰返しひずみを受ける過程での変形特性およびクラックの前身であるクレーズの発生条件について明らかにし，き裂先端の力学状態の詳細観察を通じてき裂開閉口への寄与についての仮説立案および検証を行う。

(3) 工学的側面として，疲労き裂発生限界および伝ば限界を明確化する。

内在するフィラーの寸法と比較しながら，疲労き裂が発生しても停留する限界寸法をそのメカニズムと結びつけて明確化し，疲労限度設計の適用範囲を示す。

### 3.6 参考文献

- [1] Murakami Y., *Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions* (2002) Elsevier.
- [2] Nishimura A., Tatemichi A., Miura H. and Sakamoto T., Life Estimation for IC Plastic Packages under Temperature Cycling Based on Fracture Mechanics, *IEEE Transactions of Components, Hybrids, and Manufacturing Technology*, Vol. CHMT-12, No. 4 (1987), pp. 637-642.
- [3] Tang T., Hui C. Y., Retsos H. G. and Kramer E. J., Characterization of a Fracture Specimen for Crack Growth in Epoxy due to Thermal Fatigue, *Engineering Fracture Mechanics*, No. 72 (2005), pp. 791-805.
- [4] Sakamoto J., et al. Method for Assessing Applicability of an Artificial Flaw as a Small Initial Crack for Fatigue Limit Evaluation and Its Application to a Drill Hole and an FIB Processed Sharp Notch in Annealed 0.45% Carbon Steel., *JOURNAL OF TESTING AND EVALUATION* 41.2 (2013): pp. 194-199.
- [5] Tao, G., Xia, Z., An Experimental Study of Uniaxial Fatigue Behavior of an Epoxy Resin by a New Noncontact Real-Time Strain Measurement and Control System, *Polymer Engineering and Science*, Vol. 47 (2007), pp. 780-788.
- [6] Osswald T. A. and Menges H. G. L., *Material Science of Polymers for Engineers (japanese ed.)*, SIGMA publishing, (1997), pp.347-356.
- [7] Murakami Y., et al. STRESS INTENSITY FACTORS HANDBOOK Vol.2, Pergamon Press (1987), pp.659-665.
- [8] Skibo, M.D., Hertzberg, R.W., and Manson, J.A., Fatigue Fracture Processes in Polystyrene, *Journal of Materials Science*, Vol. 11, No. 3 (1976), pp. 479-490.
- [9] Yakushiji, T., Kage, M. and Nisitani, H., Effect on Strain Ageing on the Non-propagation of Fatigue Crack of Low-Carbon Steel, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 62, No. 593 (1996), pp. 82-88.

- [10] Shikama, T., Yoshihara, S., Aiura, T., Lee, D. S. and Noguchi, H., Initiation and Propagation Behavior of Fatigue Cracks in 5056 Aluminum Alloy Studied by Rotation-Bending Tests with Smooth Specimen, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 76, No. 767 (2010), pp. 928-937.
- [11] Nisitani, H., Chen, D. -H., A Consideration on the Unloading Elastic Compliance Method, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 51, No. 465 (1984), pp. 1436-1441.
- [12] Nisitani, H., Takao, K., Successive Observations of Crack Closure Behavior at the tip of Fatigue Crack, *Journal of the Society of Material Science, Japan*, Vol. 23, No. 244 (1974), pp. 69-74.

第 3 章の図表

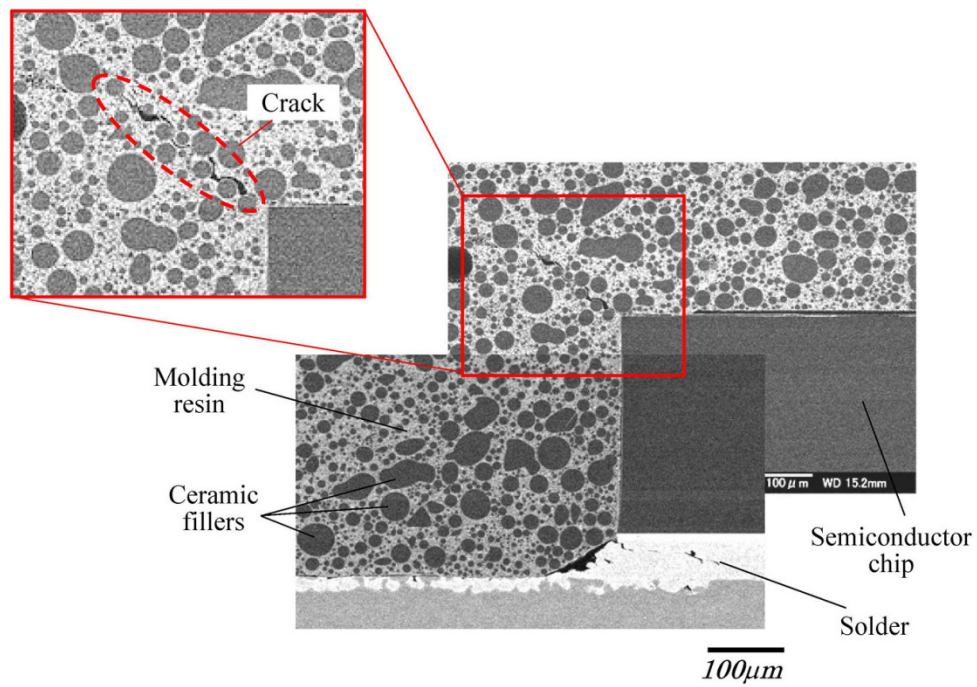


Fig. 3.1 A thermal fatigue crack of epoxy molding resin found in a semiconductor package after thermal cycles.

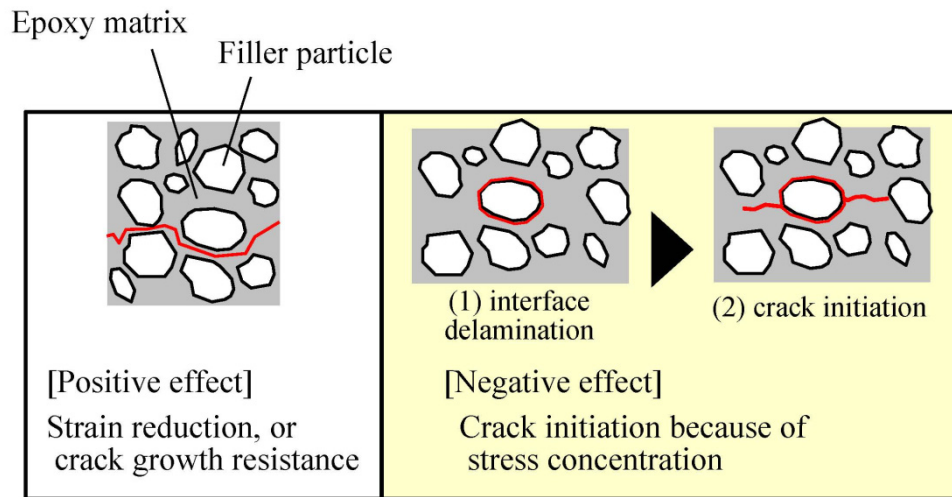


Fig. 3.2 Positive/Negative effects of filler particles in epoxy resin matrix.

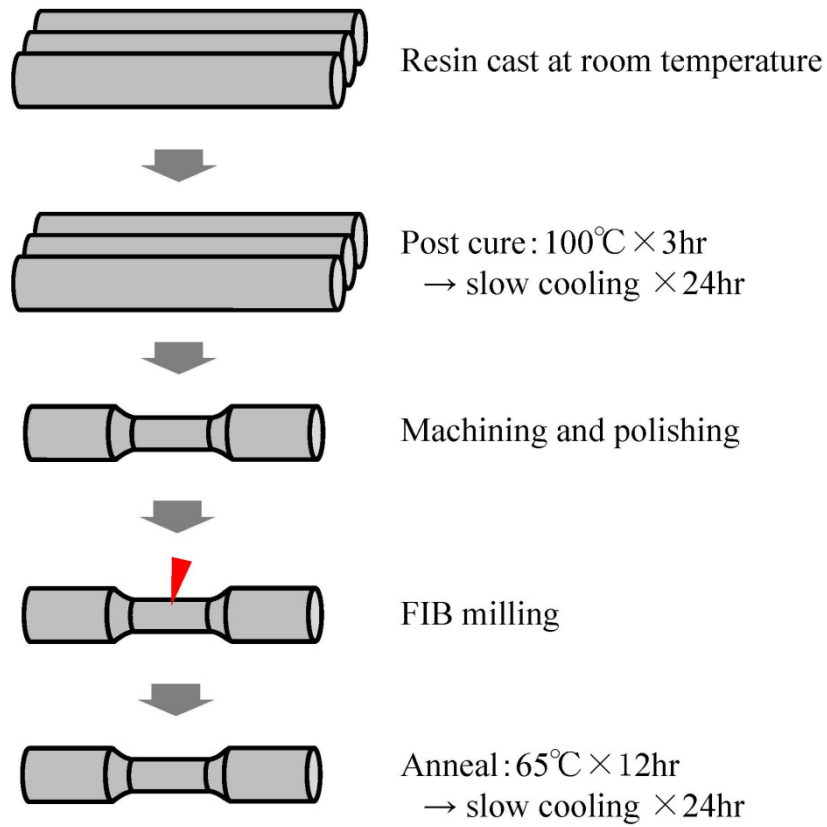


Fig. 3.3 Fabrication flow of fatigue test specimen.

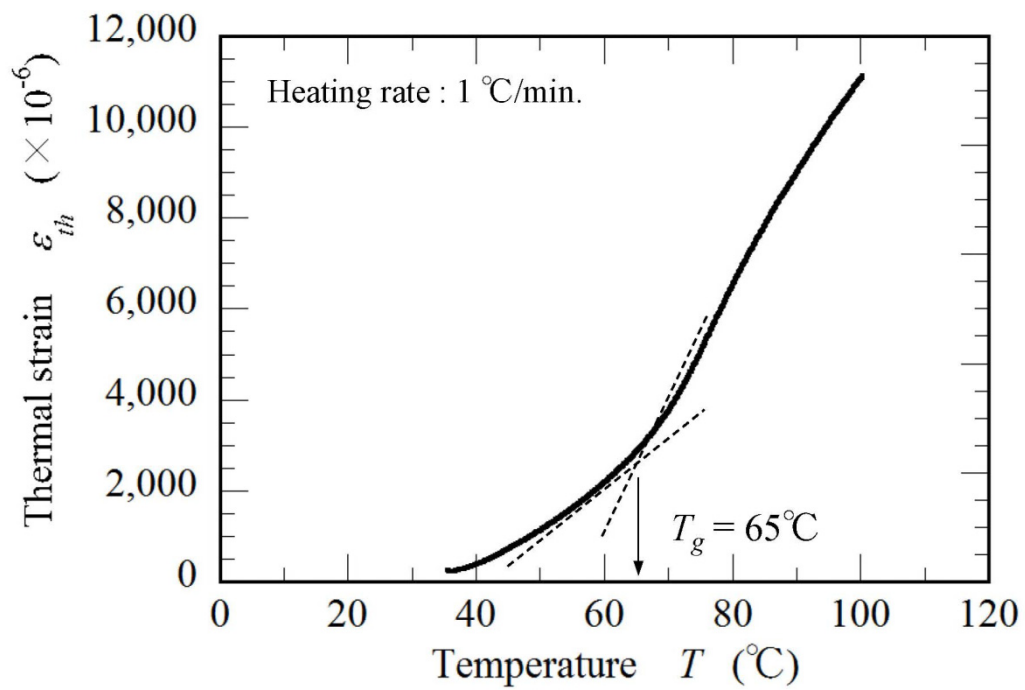


Fig. 3.4 Result of TMA measurement.

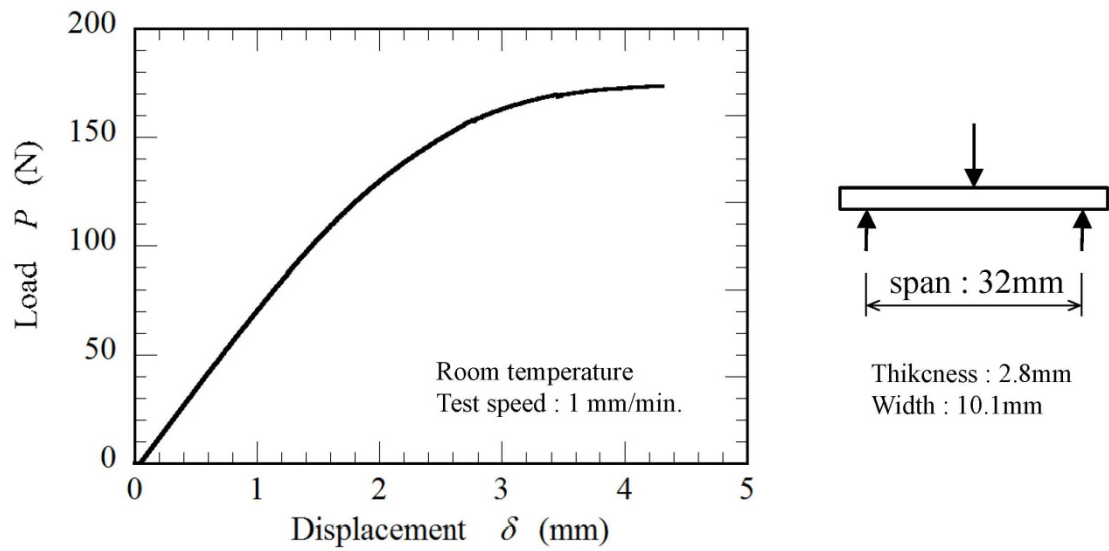


Fig. 3.5 Load - Displacement curve of 3-point bending test.

Table 3.1 Mechanical properties of epoxy resin.

$E$ [GPa]	$\sigma_b$ [MPa]	$T_g$ [°C]
2.58	104	65

$E$  : Young's modulus,  
 $T_g$  : Glass transition temperature

$\sigma_b$  : Bending strength,



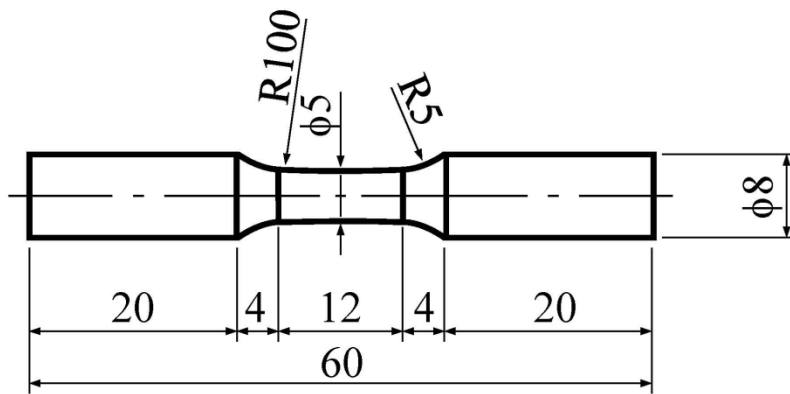
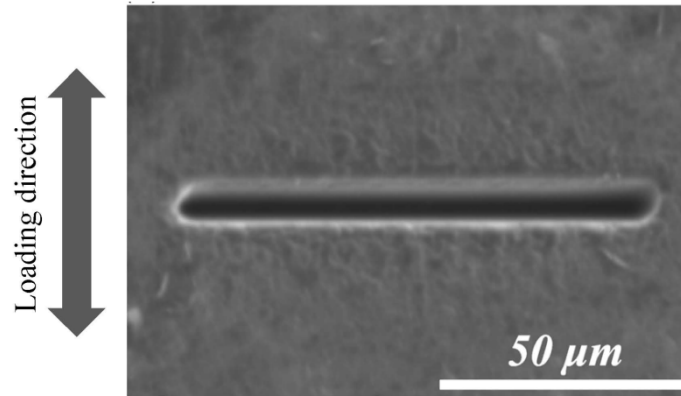
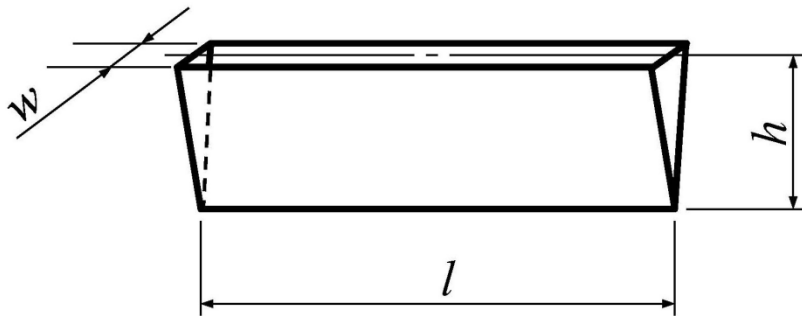


Fig. 3.6 Shape and dimension of specimen.



(a) SEM micrograph



$$l : h : w = 100 : 30 : 10$$

[unit :  $\mu\text{m}$ ]

(b) Schematic illustration

Fig. 3.7 Shape of initial notch fabricated by FIB.

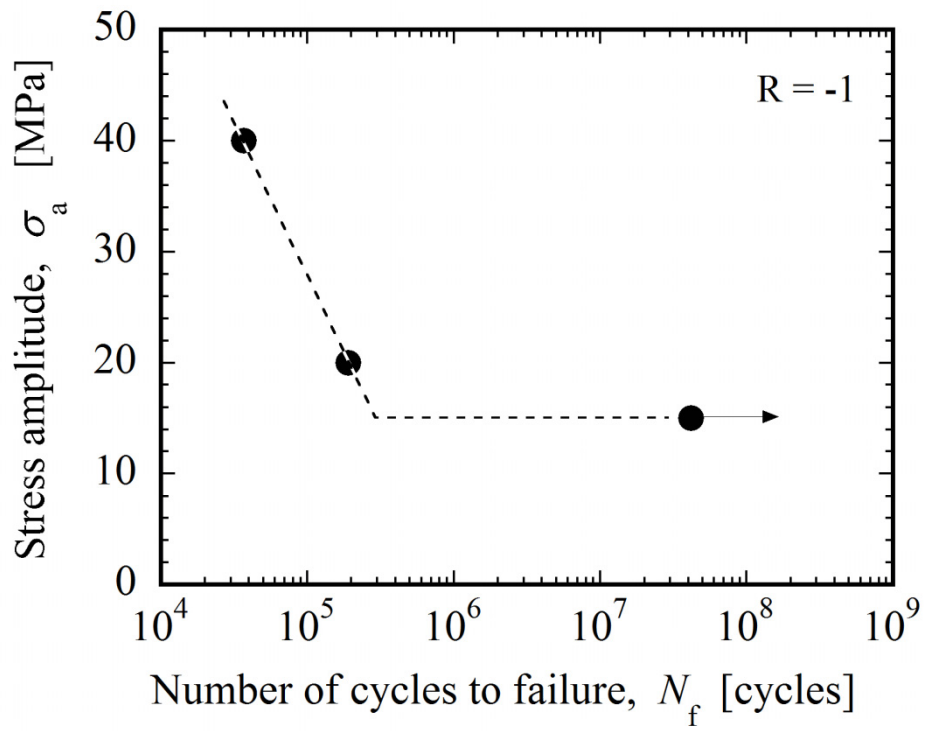


Fig. 3.8 S-N curve of the epoxy resin.

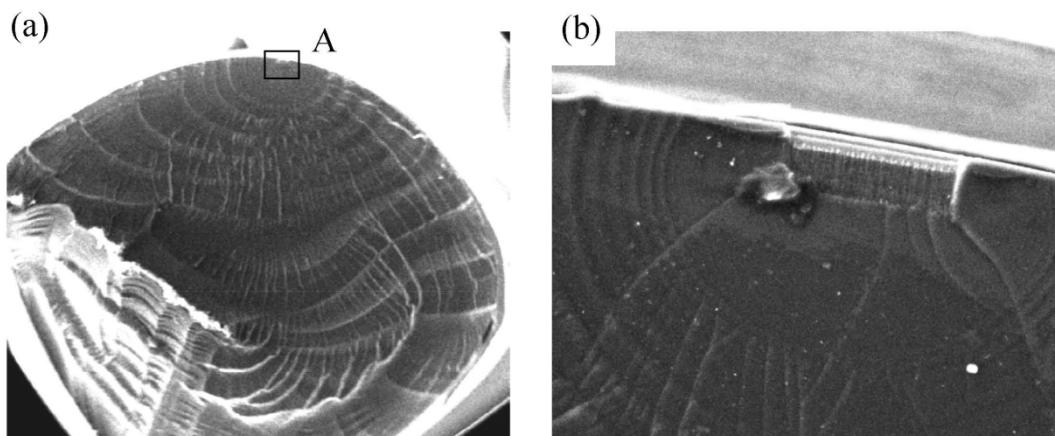


Fig. 3.9 SEM micrographs of the fracture surface ( $\sigma_a = 40$  MPa,  $N_f = 3.7 \times 10^4$ ),  
(a) Macro image, (b) Magnified view of area A shown in (a).

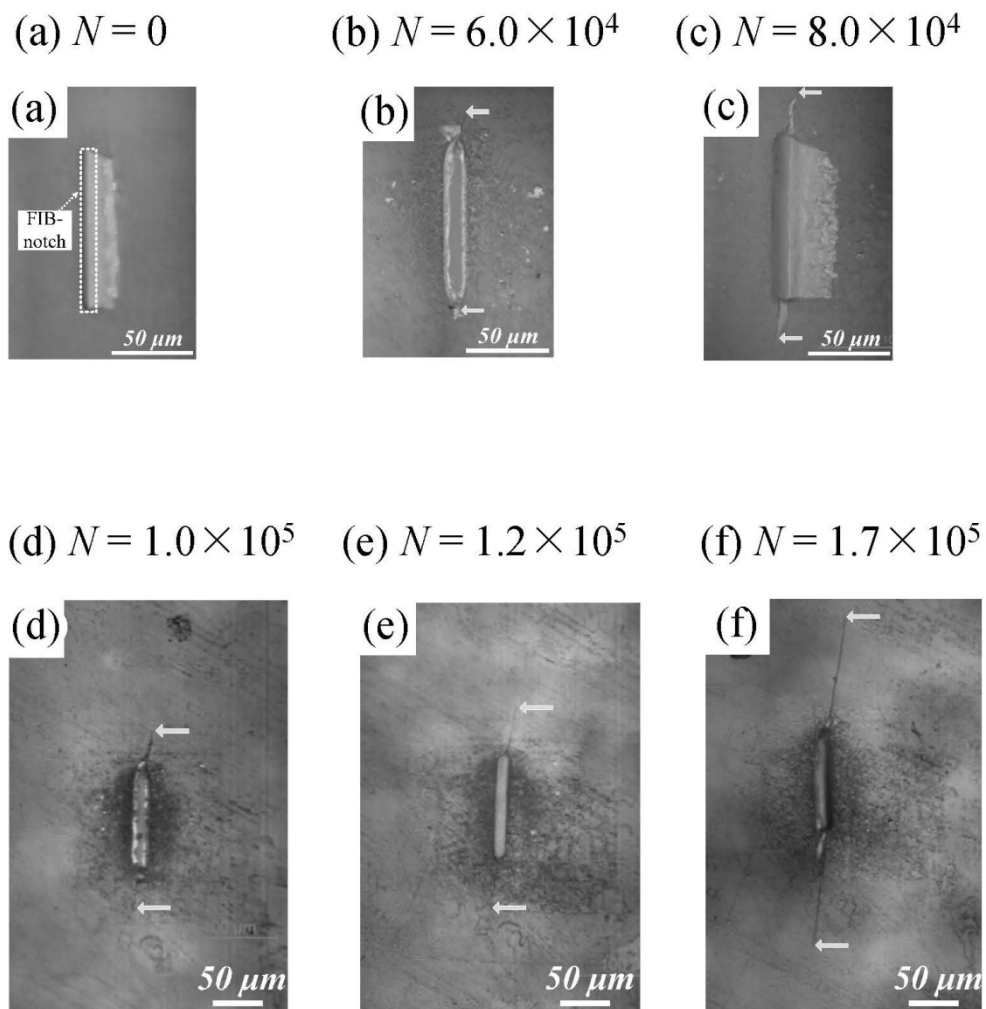


Fig. 3.10 Optical micrographs of the fatigue cracks (Stress amplitude  $\sigma_a = 20\text{MPa}$ , the scale of photographs (a), (b), (c) is different from that of (d), (e), (f))

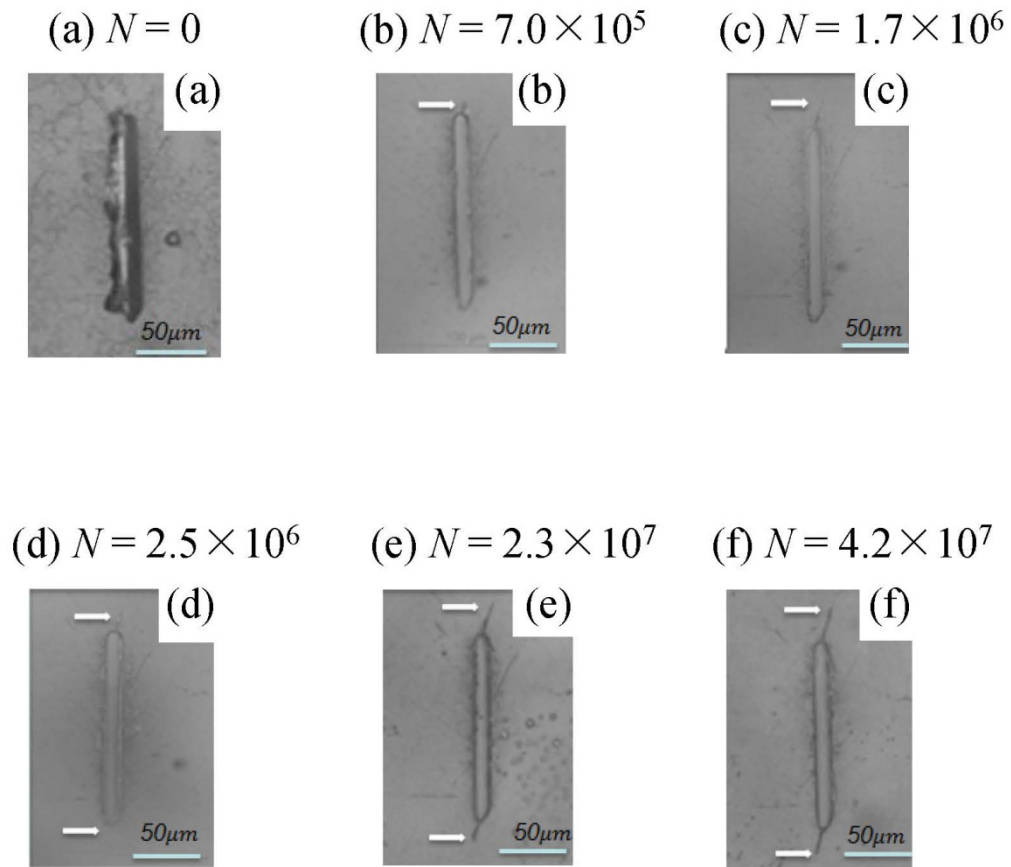


Fig. 3.11 Optical micrographs of the fatigue cracks (Stress amplitude  $\sigma_a = 15\text{MPa}$ )

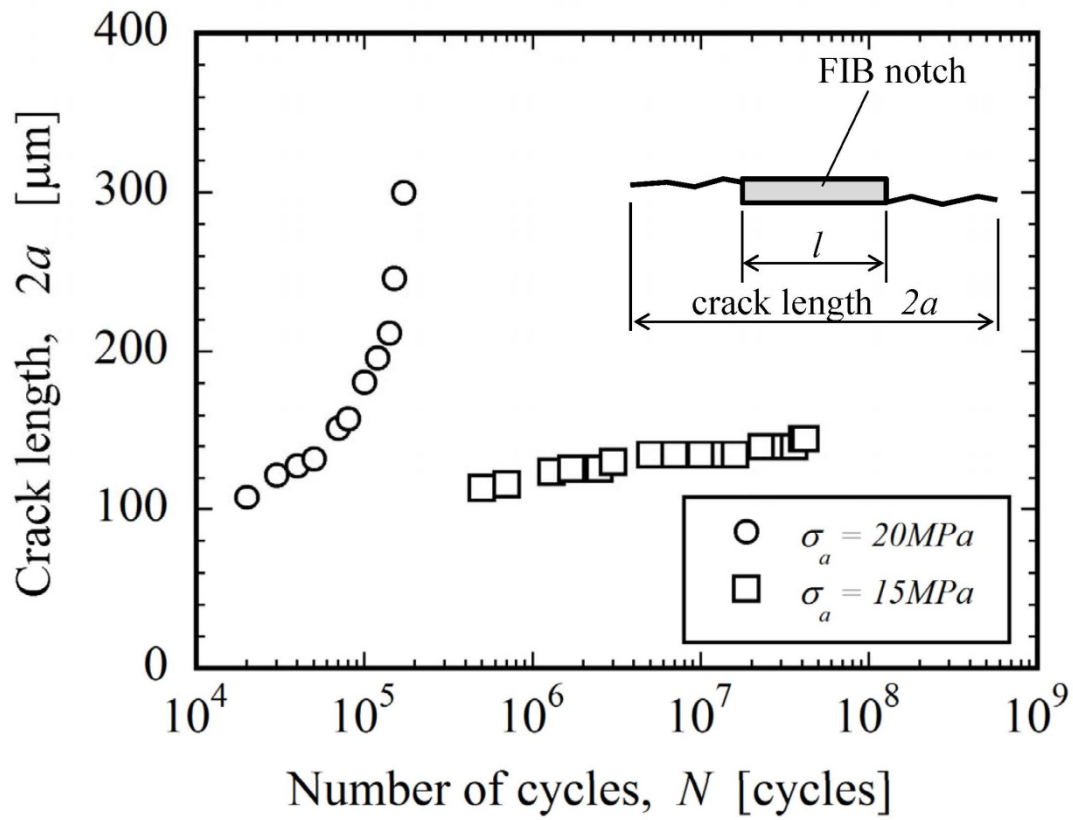


Fig. 3.12 Fatigue crack growth curves.

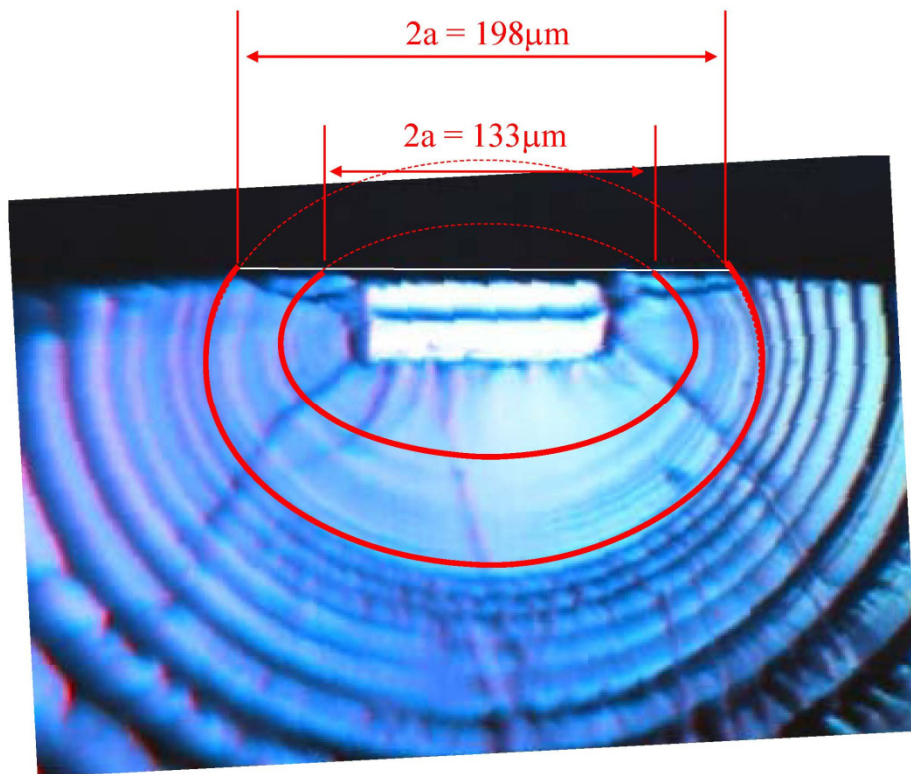
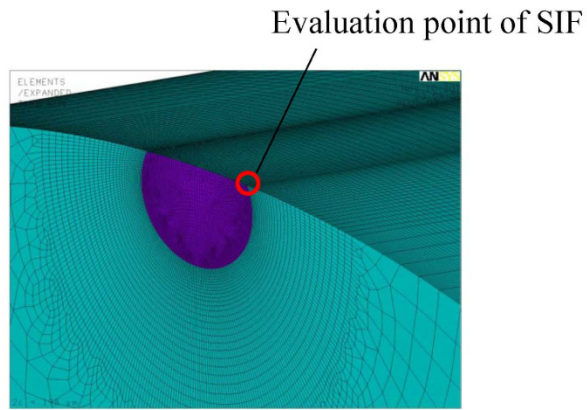
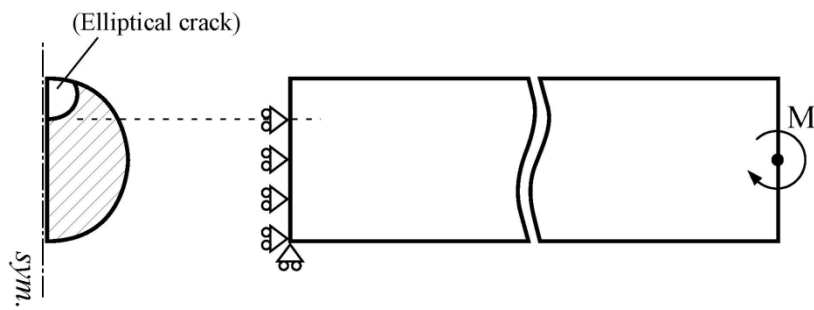


Fig. 3.13 Estimation of crack front shape from the fracture surface.





(a) FE model



(b) Schematic illustration

Fig. 3.14 FE model for calculating SIF near the FIB notch root.

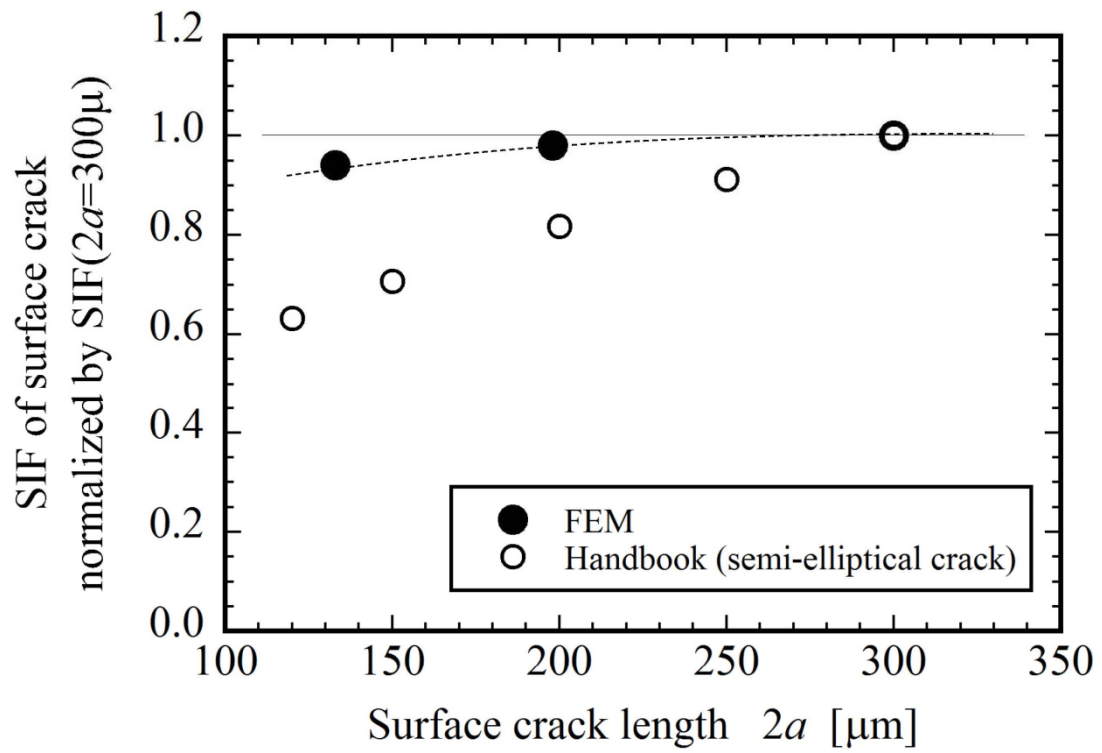


Fig. 3.15 Relation between surface crack length vs SIF.

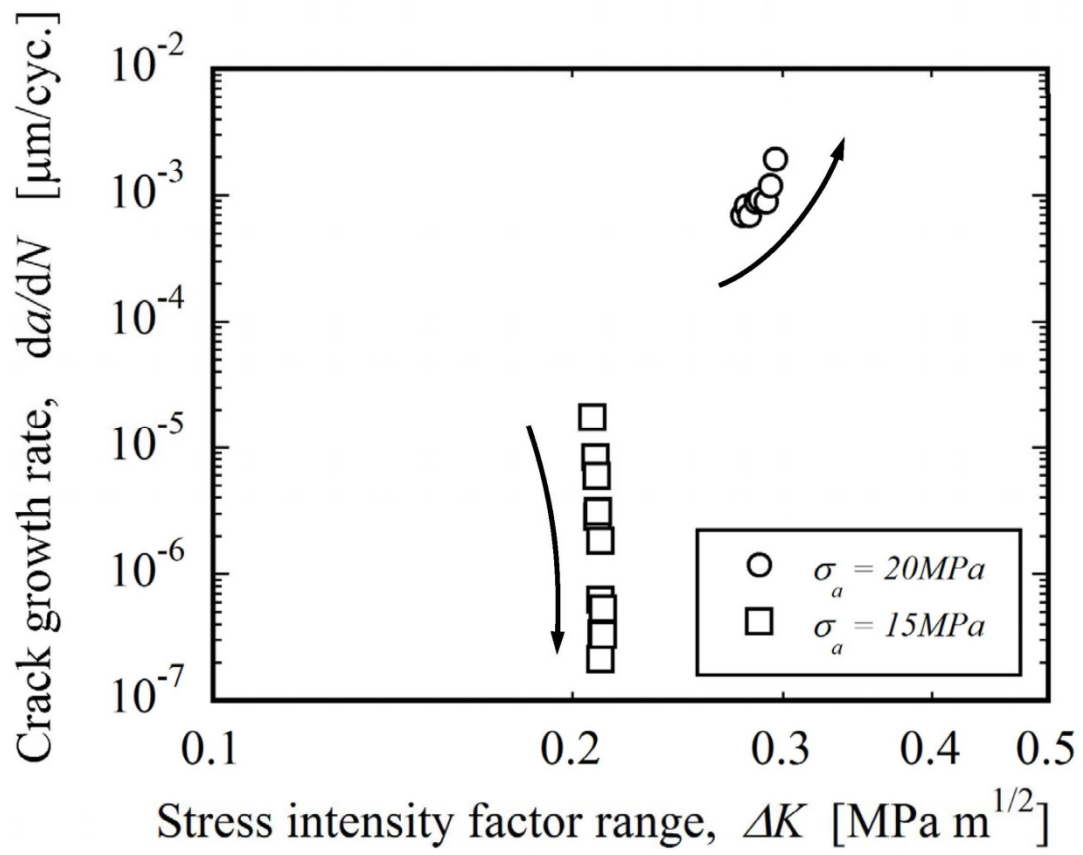


Fig. 3.16 Fatigue crack growth rate curve.

## 第4章 総括

電機製品に用いられるフィラー充填エポキシ樹脂は、内包する部材との線膨張係数のミスマッチに起因してその動作中に繰返し熱応力を受けることから、熱疲労に対する合理的で効率のよい強度予測・設計手法の確立が望まれている。本研究では、強度設計手法の確立に有効である熱疲労き裂伝ば特性の推定法の提案、および疲労限度の存在に関する基礎的な検討、の両者について述べた。前者については、強度の温度依存性が顕著な高分子材料で課題となる逆位相型の熱疲労問題に対して、長いき裂材の疲労き裂伝ば挙動を対象に、強度の温度依存性を一面的に評価可能なパラメータを用いることで精度よく予測する手法を提案した。後者については疲労特性の基礎的検討の位置づけとして、エポキシ樹脂が内包するフィラーがクラックスタータとなる効果を想定して微小欠陥からの疲労き裂発生、停留の存在について実験的に確認した。以下に本研究で得られた結論を要約する。

- (1) 温度依存性の強いエポキシ樹脂の疲労き裂伝ば特性は、有効応力拡大係数範囲を弾性率  $E$  で除した有効ひずみ拡大係数範囲  $\Delta K_{\text{eff}}/E$  を強度パラメータとすることでガラス転移温度  $T_g$  以下の種々の温度について一面的に評価可能であることを示した。(第2章)
- (2) 上記(1)を逆位相型の熱疲労の場合に拡張して、温度サイクル中のひずみ拡大係数範囲  $\Delta(K/E)$  をパラメータとして熱疲労におけるき裂伝ば特性を評価する手法を提案した。2重円筒型熱疲労試験片を用いた熱疲労き裂伝ば試験を実際に行い、エポキシ樹脂の応力緩和挙動を考慮して熱応力把握の高精度化を図った上で一定温度下の機械疲労特性と比較した結果、機械疲労試験結果からの推定は安全側の評価を与えることが分かった。(第2章)

- (3) 微小切欠きを有するエポキシ樹脂の疲労試験の結果、S-N 線図上では  $10^7$  回を超えて折れ曲がり点を示した。そのときの疲労き裂は切欠き部より早期に発生した後、負荷の繰返しに伴って伝ば速度は漸減し、工学上はき裂停留による疲労限度と見なせることを確認し、エポキシ樹脂においても鉄鋼材と同様の疲労き裂停留による疲労限の存在を実験的に明らかにした。
- (第 3 章)

## 謝 辞

本研究は、九州大学大学院工学研究院 野口博司 教授のご指導を賜って成し得たものであります。長年にわたり御指導，御鞭撻を賜りました野口博司 教授に心より感謝申し上げます。

本論文を完成するに当たり有益な御指導と御鞭撻を賜りました，九州大学工学研究院 津崎兼彰 教授，ならびに九州大学工学研究院 戸田裕之 教授に深謝申し上げます。

本研究を遂行するに当たり，貴重な御指導と御支援を賜りました九州大学大学院工学研究院 濱田 繁 准教授に深く感謝申し上げます。

また，実験および有益な議論の面で多大なご協力をいただきました九州大学大学院工学研究院 付 依然氏，金 鍾天氏に心より御礼申し上げます。お二人のお力添え無くしては，本論文の完成はありませんでした。

本研究を遂行する機会をくださり，長きにわたりご支援いただきました元上司である三菱電機株式会社 電力システム製作所 主管技師長 谷 周一 博士，人材開発センター 機械教室長 佐藤 満 博士に深く感謝申し上げます。また同時に様々なご支援をいただいた先端技術総合研究所 機械基盤技術部，ならびに同部 構造強度信頼性グループの皆様には感謝いたします。

本研究の動機であり有益な知見を頂戴しました 三菱電機株式会社 名古屋製作所，および パワーデバイス製作所のご関係の皆様には厚く御礼申し上げます。

試料の試作においてご協力いただきました菱電化成株式会社の皆様，三菱電機株式会社 生産技術センター 製造支援部の皆様には感謝申し上げます。

最後になりますが，研究活動を支えてくれた妻・恵と娘・愛に心より感謝します。

2015年1月 大本 洋平