

プラスチック材料の引張試験における不確かさの評価

株式会社 DJK 千葉テクニカルセンター 材料試験部

物性試験グループリーダー 阿 部 正 行

1 はじめに

プラスチック材料は石油化学工業からの副産物として軽量で安価である事やその機能性から、自動車部品や家電、建築、医療、航空宇宙材料など数多の分野で使用されており、これらプラスチック原料ロットの品質管理、研究開発基礎データ、CAE 構造解析、耐久性評価など様々な目的で引張試験が行なわれる。近年では海外からの輸入原料品の信頼性評価や ISO/IEC 17025 試験所認定における精度管理上の要求がある。

当記事は国立研究開発法人産業技術総合研究所 計測標準総合センターが運営する不確かさクラブに、2010 年に組織された不確かさ事例研究会（第 2 次）の成果として 2013 年 2 月に発表したものから抜粋し加筆したものであり、不確かさの評価にあたっては、通常のモデル式を用いたボトムアップ法と、トップダウン法の分散分析の手法を併用している。

2 不確かさ評価の対象とする測定

測定対象量は、プラスチック材料引張試験の内、引張応力（降伏・破壊）、引張弾性率、破壊ひずみ、破壊時呼びひずみである。当記事では紙面の都合で引張応力（降伏・破壊）についてのみ解説する。

引張応力は以下の計算により求める。

引張応力 (MPa) :

測定荷重 (N) / 試験片の初めの断面積 (mm²)

※ 1 N/mm² = 1 MPa

引用試験規格（プラスチック 引張特性の求め方）を以下に示す。

JIS K 7161-1 (ISO 527-1) 第 1 部：通則

JIS K 7161-2 (ISO 527-2) 第 2 部：型成形、押出成形及び注型プラスチックの試験条件

試験の概要を以下に示す。

- 1) 試験方法は上記規格に従う。
- 2) 試験材料はポリカーボネート樹脂、試験片は自社で射出成形により作製した 1A 形とする。
- 3) 試験機は、万能材料試験機にロードセルと引張試験用つかみ具（クサビ形チャック）を装着する。
- 4) 試験片をつかみ具にセットした後、伸び計を試験片に取り付ける。
- 5) 力計は、ロードセルによる荷重検出、長さ計は、伸び計によるひずみ検出とする。
- 6) 試験機とロードセルと伸び計、寸法測定用マイクロメータは管理された単一の機器を使用する。
- 7) 繰返し数は $n=5$ とし、有効数字 3 桁まで計算し、相加平均する。

3 測定モデル式

引張応力には、降伏応力と破壊応力がある。降伏点と破壊点の説明として、引張試験チャートの例を図 3

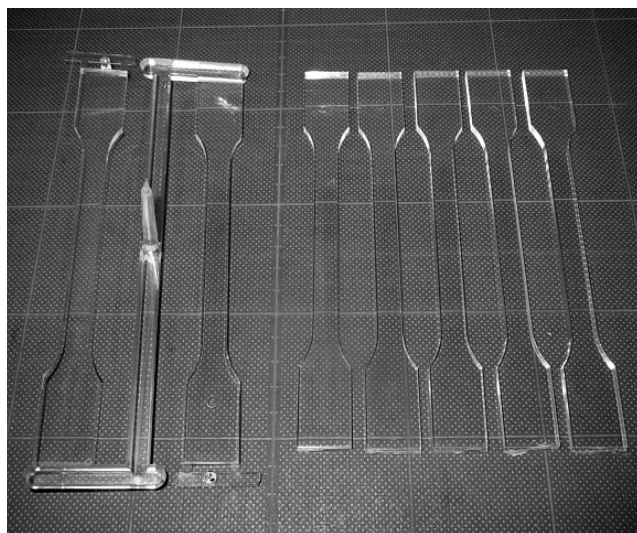


図 1：引張試験片 JIS K 7161-2 1A 形

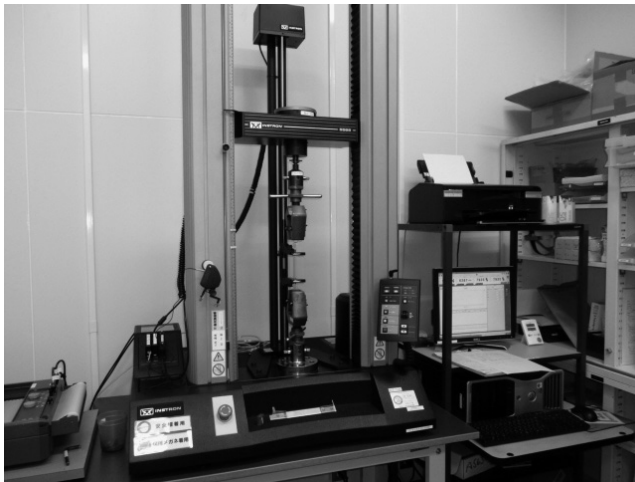


図2：恒温恒湿室内の卓上万能材料試験機

に示す。どちらも応力の算出式は同じであり、式1で表される。

$$F = \frac{P}{D} \quad (\text{式1})$$

F ：引張応力 (MPa) ※ $1 \text{ N/mm}^2 = 1 \text{ MPa}$

P ：測定荷重 (N) ※ 降伏時及び破壊時

D ：試験片の初めの断面積 (mm^2)
※ 厚さ (mm) × 幅 (mm)

4 不確かさ要因

本引張試験における不確かさの要因を図4に示す。

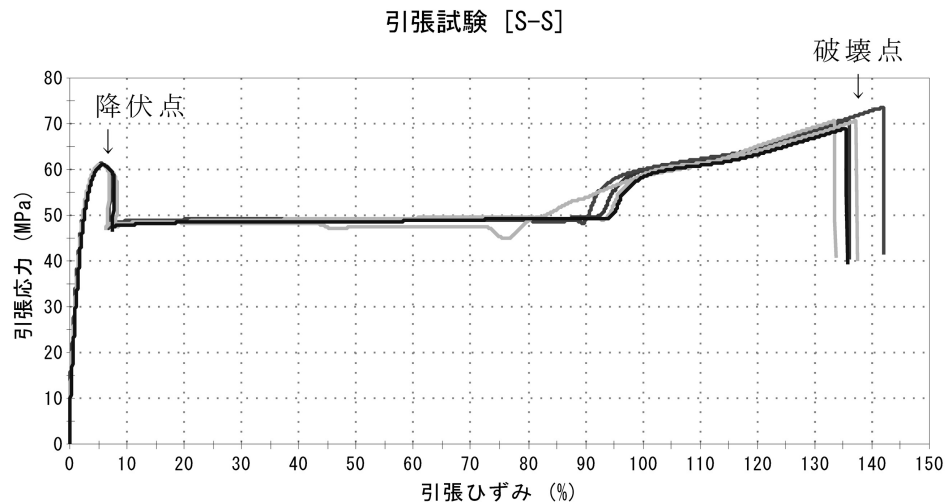


図3：ポリカーボネートの引張応力-ひずみ曲線

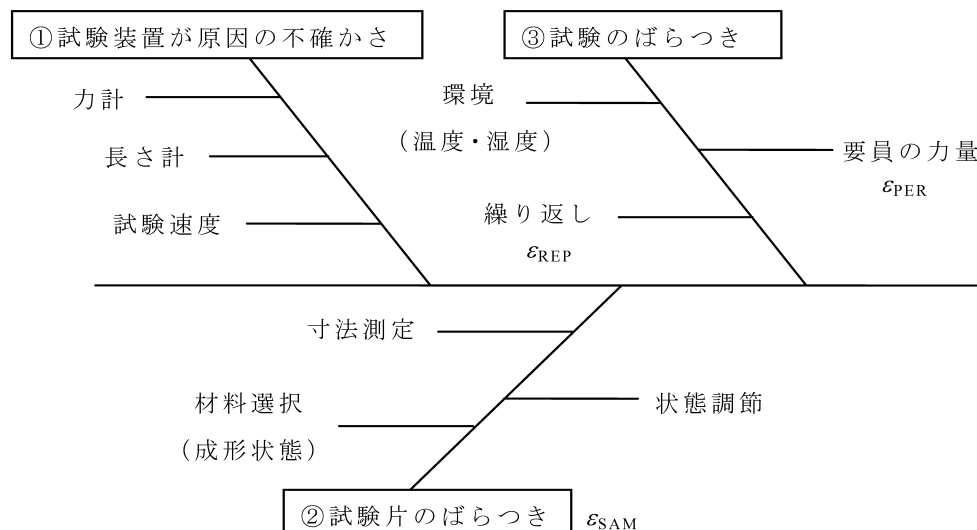


図4：引張試験の特性要因図(フィッシュボーン)

① 試験装置が原因の不確かさ

力計(ロードセル)：使用するロードセルの測定荷重における校正の不確かさが相当する。

長さ計(伸び計)：今回は応力のみにつき加味しない。

試験速度：測定結果に影響しないと考えて不確かさ要因から除外する。

② 試験片のばらつき

材料選択：特定1ロットの材料ポリカーボネート射出成形片を使用、成形状態(成形時ばらつき)による不確かさが該当する。

状態調節：恒温恒湿室内で48時間以上行なう事から不確かさ要因への影響が少ないとして無視する。

寸法測定：試験片の初めの断面積(厚さと幅)測定が該当する。マイクロメータで0.01mm迄計測する。

③ 試験のばらつき

環境：管理されたJIS 1級の恒温恒湿室内で試験を行なう事から、測定結果には影響しないと考えて要因から除外する。

人(要員の力量)：社内技術トレーニング時のデータを用いて評価する。複数人が繰り返し測定を行なった結果に一元配置の分散分析を適用すると、人によるばらつきと(試験片のばらつき+繰り返しのばらつき)とを分離することが出来る。

繰り返し：破壊試験であるため、同一サンプルを繰り返し測定する事は不可である。この要因のばらつきは、社内技術トレーニング時のデータを用いて評価した時、他要因のばらつきと合成した形で推定される。

5 不確かさの算出式

測定誤差を含めた引張応力のモデル式は以下の様になる。

$$F = \frac{P}{D} + \varepsilon_{\text{SAM}} + \varepsilon_{\text{PER}} + \varepsilon_{\text{REP}} \quad (\text{式2})$$

F ：引張応力(MPa) ※1N/mm²=1MPa

P ：測定荷重(N) ※降伏時及び破壊時

D ：試験片の初めの断面積(mm²)
※厚さ(mm)×幅(mm)

ε_{SAM} ：試験片による偏差(MPa)

ε_{PER} ：人による偏差(MPa)

ε_{REP} ：測定の繰り返しによる偏差(MPa)

ここで、測定の繰り返しによる偏差を別出しにしているのは、 P 、 D の測定の繰り返しを個別に評価すると、 P 、 D 間の相関を考慮する必要があるが、引張応力測定全体の繰り返しと考えると、相関を考慮する必要がないからである。

式2のモデル式に不確かさの伝播則を適用すると、それぞれの二乗和から

$$u_c^2(F) = \left(\frac{\partial F}{\partial P}\right)^2 u^2(P) + \left(\frac{\partial F}{\partial D}\right)^2 u^2(D) + u^2(\varepsilon_{\text{SAM}}) + u^2(\varepsilon_{\text{PER}}) + u^2(\varepsilon_{\text{REP}}) \quad (\text{式3})$$

となり、これを式1の応力の算出式に当てはめて P 、 D についてそれぞれ偏微分すると、

$$u_c^2(F) = \left(\frac{1}{D}\right)^2 u^2(P) + \left(-\frac{P}{D^2}\right)^2 u^2(D) + u^2(\varepsilon_{\text{SAM}}) + u^2(\varepsilon_{\text{PER}}) + u^2(\varepsilon_{\text{REP}}) \quad (\text{式4})$$

$u_c(F)$ ：引張応力測定の合成標準不確かさ(MPa)

$u(P)$ ：荷重測定の標準不確かさ(N)

$u(D)$ ：試験片の初めの断面積測定の標準不確かさ(mm²)

$u(\varepsilon_{\text{SAM}})$ ：試験片による標準不確かさ(MPa)

$u(\varepsilon_{\text{PER}})$ ：人による標準不確かさ(MPa)

$u(\varepsilon_{\text{REP}})$ ：測定の繰り返しによる標準不確かさ(MPa)

となり、 $u(P)$ 、 $u(D)$ に掛かる感度係数がそれぞれ求められる。

$$\text{感度係数} : \frac{1}{D}, -\frac{P}{D^2}$$

6 不確かさの算出方法

6.1 引張降伏応力

6.1.1 荷重測定の標準不確かさ

降伏荷重測定の標準不確かさ $u(P_Y)$ ：は、繰り返しの不確かさを別に評価することから、ロードセルの校正の不確かさのみが相当する。荷重測定の内、校正証明書の拡張不確かさ(相対拡張不確かさ U 、包含係数 $k=2$)は以下の通り。

ロードセル (MAX 10kN)：0.11%

測定荷重付近における校正証明書の相対拡張不確かさが0.11%なので、0.0011N/Nとして包含係数2で割ると以下の相対標準不確かさとなる。

$$\frac{u(P_Y)}{P_Y} = \frac{0.0011}{2} = 0.00055 \text{ (N/N)} \quad (\text{式 5})$$

6.1.2 試験片の初めの断面積測定標準不確かさ： $u(D)$

厚さと幅は、0.001 mm のマイクロメータを用いて 0.01 mm 迄測定するので、0.005 mm の読み取りを境に寸法測定値が変わるとすれば、読取値 ± 0.005 mm の分解能に等しい。分解能以下での寸法測定確率分布は矩形分布（一様分布）に従うとして、分布の半幅を 0.005 mm とする矩形分布を仮定して不確かさを評価すると、

$$u(t) = \frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.002887$$

$$u(b) = \frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.002887 \quad (\text{式 6})$$

$u(t)$ ：厚さ測定の標準不確かさ (mm)

$u(b)$ ：幅測定の標準不確かさ (mm)

ここで、同じマイクロメータを用いて厚さ及び幅を測定しているので、それぞれの測定は独立ではなく相関を持っているとして不確かさを計算する必要がある。相関係数を 1 として計算すると、厚さ (t) と幅 (b) として次式で表される。

$$D = tb \quad (\text{式 7})$$

$$u^2(D) = \left(\frac{\partial D}{\partial t}\right)^2 u^2(t) + \left(\frac{\partial D}{\partial b}\right)^2 u^2(b) + 2 \left(\frac{\partial D}{\partial t}\right) \left(\frac{\partial D}{\partial b}\right) u(t) u(b)$$

$$= \{bu(t) + tu(b)\}^2 \quad (\text{式 8})$$

$$u(D) = bu(t) + tu(b)$$

$$u(t) = u(b) = 0.002887 \quad \text{より}$$

$$u(D) = (b + t) u(t) = (4 + 10) \times 0.002887$$

$$= 0.04042 \text{ (mm}^2\text{)} \quad (\text{式 9})$$

これは、実際の標準的な試験片断面積 $4 \times 10 = 40 \text{ mm}^2$ と比較して約 1/1000 の値である。

6.1.3 分散分析によって評価する標準不確かさ

$u(\varepsilon_{\text{SAM}})$ ：試験片による標準不確かさ (MPa)

$u(\varepsilon_{\text{PER}})$ ：人による標準不確かさ (MPa)

$u(\varepsilon_{\text{REP}})$ ：測定の繰り返しによる標準不確かさ (MPa)

上記 3 つの要因は社内技術トレーニング時のデータ

を用いて評価する。この試験は破壊試験である為、同一サンプルを繰り返し測定する事は不可である。複数人が繰り返し測定を行なった結果に一元配置の分散分析を適用すると、人によるばらつきと（試験片によるばらつき + 繰り返しのばらつき）とを分離することが出来る。降伏応力の社内技術トレーニング時（9 名）の結果を次の表に示す。

表 6.1.1：社内技術トレーニング結果 (降伏応力)

人	降伏応力 (MPa)				
A	61.23	61.20	61.37	61.16	61.20
B	61.61	61.53	61.42	61.47	61.44
C	61.48	61.43	61.53	61.55	61.50
D	61.24	61.28	61.42	61.36	61.24
E	61.30	61.08	61.15	61.18	60.97
F	61.29	61.38	61.39	61.35	61.30
G	61.70	61.48	61.62	61.48	61.50
H	61.26	61.27	61.02	61.16	61.29
I	60.91	60.95	60.79	60.70	60.83

この結果に分散分析 (AIST-ANOVA 使用) を適用した結果を以下に示す。

表 6.1.2：分散分析表 (降伏応力)

要 因	S 二乗和	f 自由度	V 分散	$E(V)$ 分散の期待値
人	1.99976	8	0.249971	$\sigma_e^2 + 5\sigma_p^2$
繰り返し + 試験片	0.281200	36	0.00781111	σ_e^2
合 計	2.28096	44	—	—

表 6.1.3：各標準偏差の推定値 (降伏応力)

人要因標準偏差推定値	MPa	0.22007
(繰り返し + 試験片) 標準偏差推定値	MPa	0.08838

人要因標準偏差推定値と（繰り返し + 試験片）要因の標準偏差推定値は以下の様に計算される。

$$u(\varepsilon_{\text{PER}}) = \sqrt{\frac{0.249971 - 0.00781111}{5}} = 0.2201 \quad (\text{式 10})$$

$$u(\varepsilon_{\text{etc}}) = \sqrt{0.00781111} = 0.08838 \quad (\text{式 11})$$

通常、測定は1名で各5回の繰り返しの平均値を報告値とするので、

$$u(\varepsilon_{\text{PER}}) = 0.2201 \tag{式12}$$

$$u(\varepsilon_{\text{etc}}) = \frac{0.08838}{\sqrt{5}} = 0.03952 \tag{式13}$$

となる。 $u(\varepsilon_{\text{etc}})$ は繰り返しによる不確かさ $u(\varepsilon_{\text{REP}})$ と試験片による不確かさ $u(\varepsilon_{\text{SAM}})$ が合成されたものである。

6.2 引張破壊応力

6.2.1 荷重測定標準不確かさ、試験片の初めの断面面積測定標準不確かさ

これは、6.1.1、6.1.2で解説したものと同様であるので、式5、式9より、

$$\frac{u(P_B)}{P_B} = \frac{0.0011}{2} = 0.00055 \text{ (N/N)} \tag{式14}$$

$$\begin{aligned} u(D) &= (b+t)u(t) = (4+10) \times 0.002887 \\ &= 0.04042 \text{ (mm}^2\text{)} \end{aligned} \tag{式15}$$

6.2.2 分散分析によって評価する標準不確かさ

- $u(\varepsilon_{\text{SAM}})$ ：試験片による標準不確かさ (MPa)
 - $u(\varepsilon_{\text{PER}})$ ：人による標準不確かさ (MPa)
 - $u(\varepsilon_{\text{REP}})$ ：測定の繰り返しによる標準不確かさ (MPa)
- 社内技術トレーニング（9名）の破壊応力の測定結果を以下に示す。

表6.2.1：社内技術トレーニング結果(破壊応力)

人	破壊応力 (MPa)				
A	75.27	75.64	69.36	72.69	70.96
B	75.12	80.73	80.72	76.34	79.05
C	76.51	72.28	71.50	76.20	74.13
D	75.81	74.72	74.46	69.79	70.61
E	70.68	73.62	70.71	70.64	69.05
F	81.85	77.72	73.23	75.36	75.15
G	69.63	72.62	76.48	71.17	76.93
H	72.17	69.36	73.12	73.98	76.88
I	74.91	70.18	70.77	70.88	70.65

この結果に分散分析（AIST-ANOVA 使用）を適用した結果を以下に示す。

表6.2.2：分散分析表(破壊応力)

要因	S 二乗和	f 自由度	V 分散	$E(V)$ 分散の期待値
人	225.873	8	28.2341	$\sigma_e^2 + 5\sigma_p^2$
繰り返し + 試験片	246.311	36	6.84198	σ_e^2
合計	472.184	44	—	—

表6.2.3：各標準偏差の推定値(破壊応力)

人要因標準偏差推定値	MPa	2.06843
(繰り返し + 試験片) 標準偏差推定値	MPa	2.61572

人要因標準偏差推定値と（繰り返し + 試験片）標準偏差推定値は以下の様に計算される。

$$u(\varepsilon_{\text{PER}}) = \sqrt{\frac{28.2341 - 6.84198}{5}} = 2.0684 \tag{式16}$$

$$u(\varepsilon_{\text{etc}}) = \sqrt{6.84198} = 2.6157 \tag{式17}$$

通常、測定は1名で各5回の繰り返しの平均値を報告値とするので、

$$u(\varepsilon_{\text{PER}}) = 2.0684 \tag{式18}$$

$$u(\varepsilon_{\text{etc}}) = \frac{2.6157}{\sqrt{5}} = 1.1698 \tag{式19}$$

$u(\varepsilon_{\text{etc}})$ は繰り返しによる不確かさ $u(\varepsilon_{\text{REP}})$ と試験片による不確かさ $u(\varepsilon_{\text{SAM}})$ が合成されたものである。

7 合成標準不確かさ、拡張不確かさ、測定結果の算出とバジェットシート

7.1 測定データとバジェットシート及び不確かさ結果
表7.1に測定データとして、社内技術トレーニング時（9名）の付与値を示す。

表7.1：測定データ

記号	名称	値	単位
D	試験片断面積	40.1600	mm ²
F_Y	引張降伏応力	61.2891	MPa
F_B	引張破壊応力	73.7696	MPa
P_Y	降伏荷重	2461.37	N
P_B	破壊荷重	2962.59	N

表7.2～表7.3に各バジェットシートと不確かさ結果を示す。

表7.2：引張降伏応力測定のパジェットシート

記 号	要 因	標準不確かさ	単 位	感度係数	単 位	標準不確かさ (MPa)
$u(\epsilon_{\text{PER}})$	人による標準不確かさ	0.2201	MPa	1	—	0.2201
$u(\epsilon_{\text{SAM}})$	試験片による標準不確かさ	0.03952	MPa	1	—	0.03952
$u(\epsilon_{\text{REP}})$	測定の繰り返しによる標準不確かさ					
$u(P_Y)/P_Y$	ロードセル校正証明書の相対標準不確かさ	0.00055	N/N	61.2891	N/mm ²	0.03371
$u(D)$	試験片の初めの断面積測定の標準不確かさ	0.04042	mm ²	1.5261	N/mm ⁴	0.06169
$u_c(F_Y)$	降伏応力測定の合成標準不確かさ	0.2344	MPa	$F_Y = 61.3 \text{ MPa} \pm 0.5 \text{ MPa}$		
$U(F_Y)$	降伏応力測定の拡張不確かさ ($k = 2$)	0.4688	MPa			

表7.3：引張破壊応力測定のパジェットシート

記 号	要 因	標準不確かさ	単 位	感度係数	単 位	標準不確かさ (MPa)
$u(\epsilon_{\text{PER}})$	人による標準不確かさ	2.0684	MPa	1	—	2.0684
$u(\epsilon_{\text{SAM}})$	試験片による標準不確かさ	1.1698	MPa	1	—	1.1698
$u(\epsilon_{\text{REP}})$	測定の繰り返しによる標準不確かさ					
$u(P_B)/P_B$	ロードセル校正証明書の相対標準不確かさ	0.00055	N/N	73.7696	N/mm ²	0.04057
$u(D)$	試験片の初めの断面積測定の標準不確かさ	0.04042	mm ²	1.8369	N/mm ⁴	0.07425
$u_c(F_B)$	破壊応力測定の合成標準不確かさ	2.3778	MPa	$F_B = 73.8 \text{ MPa} \pm 4.8 \text{ MPa}$		
$U(F_B)$	降伏応力測定の拡張不確かさ ($k = 2$)	4.7556	MPa			

8 考 察

本事例では、プラスチック材料のひとつとしてポリカーボネート樹脂成形品について引張試験の不確かさを評価したが、プラスチック材料毎に不確かさ評価は行なう必要がある。ポリカーボネート樹脂は、技能試験や試験所間比較の標準試験片にも使用されていることから、これを用いて不確かさを求める事により、試験所の技量を確認する上では有用である。

不確かさ評価結果の再現性を確認する為、実施時期が6ヶ月違うデータ（8名）について、同じく分散分析を用いて不確かさの算出を行なった所、ほぼ同等の不確かさ結果となった。右表に参考データを示す。

表8.1：不確かさ算出結果の再現性の例(参考データ)

測定項目	今 回	他 時 期
引張降伏応力 F_Y	61.3 MPa $\pm$ 0.47 MPa	60.9 MPa $\pm$ 0.25 MPa
引張破壊応力 F_B	73.8 MPa $\pm$ 4.8 MPa	73.8 MPa $\pm$ 3.7 MPa

これは、プラスチック材料引張試験の様に、ばらつきが大きい試験結果についても、トップダウン法の分散分析による不確かさ評価方法が妥当である裏付けとして捉える事が出来ると思われる。

参考文献

- 1) 国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター 不確かさ Web 内公開資料
<https://unit.aist.go.jp/mcml/rg-mi/uncertainty/uncertainty.html>