

Ni—Zn フェライトの製造条件探求に対する 実験計画法の利用

奥村 士郎 加藤 佳志* 草場 郁郎

The Application of an Experimental Design for the Analysis of Ni-Zn Ferrite Production Conditions

Shiro Okumura, Keishi Kato and Ikuro Kusaba

Ferrite has been utilized for various ways as magnetic materials. However, it is also characterized in its specific resistance range broader than almost of the metallic substance (10^2-10^9 ohms cm). Its broad resistance range seems to be an advantageous property for it to be used as resistor. The present investigation was designed to examine the relationships between the production conditions of Ferrite and the specific resistance values of the products. The contributions of the various factors involved in the process of Ferrite production were assessed factorially on their influences on specific resistance value. The resistance value proved to be dependent on combination ratio of Ferrite materials as well as on pressure at the time of moulding. A regression equation was specified in terms of these two variables ($y = -0.012 x_A^2 + 0.1529 x_A - 1.1477 x_C + 3.016$, $x_A = 63.2$ $x_C = 0.5$). By the use of the equation a maximum value was estimated and the validity of the estimation was assessed in the following experimentation. The estimated resistance value emerged to be nearly equal to the obtained value, and the purpose of the present investigation was satisfied.

1. 緒 言

従来フェライトはその性質上、磁性材料として幅広く用いられている。しかし、フェライトは磁性材料としてだけでなく、その固有抵抗値が金属に比べ非常に広範囲 ($10^2 \sim 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$) な変化特性を持っているため、本研究ではこの特徴に着目しフェライトを抵抗体として取扱い、固有抵抗値と製造条件の関係を明らかにすることを目的としている。そのため、特性値には固有抵抗値を取り、これに最も関係の深いと思われる成分、その他製造工程における諸要因を取りあげ、実験計画法にもとづき実験を行ない要因解析を行なった。

2. 実験目的

フェライトの製造には色々な方法で行なわれているが本実験では次の2つの点に留意して行なった。

2.1 因子として、原料配合比、焼成温度、プレス圧力等のうち、どの因子が固有抵抗値のパラツキに最も影響しているかを明確にする。

2.2 従来最も影響があると考えられている原料配合比に関してはできるだけ多水準にとりその効果の傾向を推定し、指定条件における再現性を検討する。

3. フェライト製造法の概要

本研究は複合フェライトのうち、Ni—Zn フェライトを乾式法にて製造して行なった。すなわち、原料 (Ni_2O , Zn_2O , Fe_2O_3) を混合粉砕し、加圧成型したのち、高温にて加熱し固体反応を起させることによって得られるものである。表1は本実験におけるフェライトの製造工程の概略を示す。

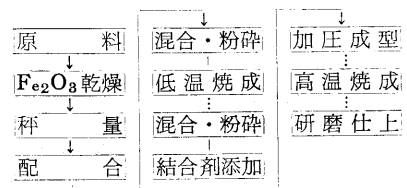


表1 製造工程表

* 現在、日本IBM株式会社勤務

3.1 原料

原料としては酸化鉄（弁柄），酸化ニッケル，酸化亜鉛の三種類（工業試薬品）を使用した。また，酸化鉄は紙袋詰されていて湿気を含んでいるものと思われるので秤量の正確を期するために秤量前に乾燥器にて 120°C で 2 時間乾燥した。

3.2 秤量・配合

配合比は因子と水準の設定において，モル比で 8 水準にとった。すなわち，それぞれの分子量を N_i, ZnO, Fe_2O_3 ，モル・比を a, b, c としたときそれぞれの重量比率を X, Y, Z とすれば

$$\left. \begin{aligned} X &= \frac{a \cdot N_iO}{a \cdot N_iO + b \cdot ZnO + c \cdot Fe_2O_3} \\ Y &= \frac{b \cdot ZnO}{a \cdot N_iO + b \cdot ZnO + c \cdot Fe_2O_3} \\ Z &= \frac{c \cdot Fe_2O_3}{a \cdot N_iO + b \cdot ZnO + c \cdot Fe_2O_3} \end{aligned} \right\} \dots\dots(1)$$

実際には各配合比に付いて試料を 150gr ずつ配合している。本実験では原料配合水準を 8 水準にとり，それぞれの配合比および重量は表 2 に示す通りである。

水準	N_iO	(a)	ZnO (b)	Fe_2O_3 (c)
1	7.81	(10)	8.51 (10)	133.68 (80)
2	8.25	(10)	18.00 (20)	123.75 (70)
3	8.77	(10)	28.67 (30)	112.56 (60)
4	9.35	(10)	40.75 (40)	99.99 (50)
5	10.00	(10)	54.46 (50)	85.53 (40)
6	10.75	(10)	70.28 (60)	68.97 (30)
7	11.62	(10)	88.63 (70)	49.75 (20)
8	12.65	(10)	110.26 (80)	24.09 (10)

(単位：gr, カッコ内はモル比)

表 2 水準に対する配合比重量とモル比

3.3 混合・粉碎（ボールミル）

この工程は，ボールミルにて原料をできるだけ均一に混合，粉碎し，微粒子にする目的で，原料配合の後と低温焼成（仮焼）の後で 6 時間ずつ行なう。

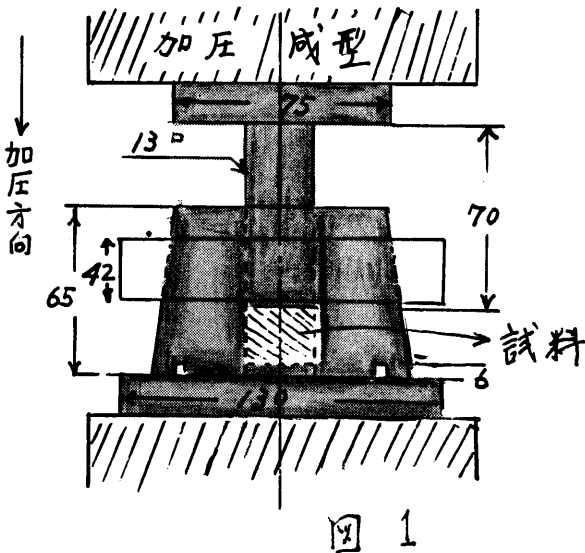
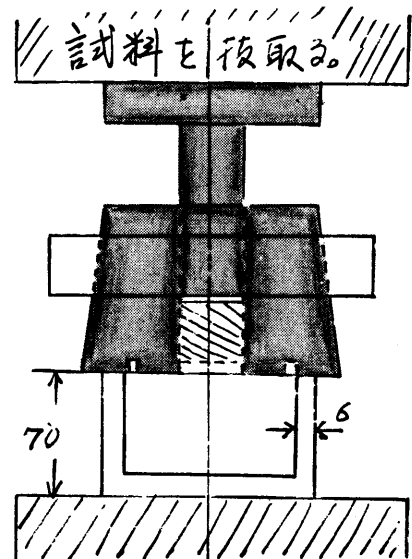


図 1



単位：mm

3.4 低温焼成（仮焼）

仮焼は原料を配合し，混合・粉碎した後，粉末の反応を促進し，取扱いを容易にするために行なわれるもので本実験では 800°C で 2 時間行なった。

3.5 加圧成型

仮焼後混合粉碎を終えた試料を 50 メッシュに整粒し，

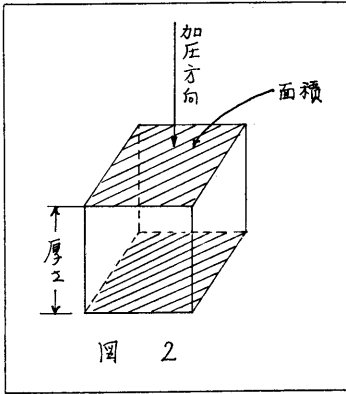
次に成型を容易にするため結合剤〔Sodium Carboxymethyl Cellulose (CMC)〕を試料 100gr，に対し 8 cc の割合で添加し図 1 に示すような金型にて，面積 13.00mm × 13.00mm，厚さ 12.00mm になるように加圧成型する。プレス圧によって密度が変化し，抵抗値への影響が予測されるので単位面積当たり，0.5ton/cm と 1.5ton/cm の 2 水準について行なった。

3.6 高温焼成

焼成炉には低温、高温のいずれの場合にもマッフル型電気炉を使用し、大気中にて焼成温度1,300℃で2時間と1,400℃で2時間（いずれも焼成2時間後炉冷）の2水準について行なった。

3.7 電極部の加工

高温焼成された試料の表面は酸化され、また凹凸があるのでこの表面（加圧方向の上下部分）を研磨し、すみやかに水銀ペイント（Conductive Silver Coating Material）を表面に塗り電極部とする。図2はその試料の一例である。



4. 固有抵抗の測定方法

試料の周囲温度を一定に保ち、最小限の電流を流して測定する必要がある。この2点を考慮して図3に示すような回路を用いて測定を行なった。（周囲温度20℃一定）

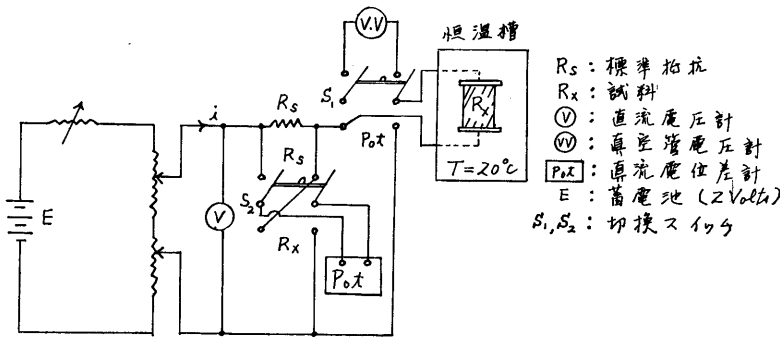


図3 測定回路

図3より R_s , R_x に流れる電流を i とし、 R_s , R_x に加わる電圧を V_s , V_x とすれば、

$$V_s = iR_s, \quad V_x = iR_x \quad \therefore \frac{iR_s}{V_s} = \frac{iR_x}{V_x}$$

したがって、 $R_x = \frac{V_x}{V_s} \cdot R_s$(2)

によって R_x が求められる。

5. 因子と水準

A：原料配合比

フェライト製造において原料配合比が非常に大きな影響を及ぼすものと考えられている。本研究においてはこれを特に知り度い因子の一つとして実験計画を行ない、 L_{16} の直交配列表にて8水準としてわりつけた。

配合比は NiO (10モル%) を一定にし、 ZnO , Fe_2O_3 を表3に示すようにそれぞれ10モル%の間隔にて変化させた。

表3 原料配合比 (単位：モル比)

水準	NiO	ZnO	Fe_2O_3
A ₁	10	10	80
A ₂	10	20	70
A ₃	10	30	60
A ₄	10	40	50
A ₅	10	50	40
A ₆	10	60	30
A ₇	10	70	20
A ₈	10	80	10

B：焼成温度

高温焼成により、 NiO , ZnO , Fe_2O_3 のそれぞれの金属酸化物が固体反応を起し、特性値に影響を及ぼすと思われる。高温焼成温度は表4に示すような2水準で行なった。

表4 焼成温度

水準	高温焼成温度	焼成時間
B ₁	1300℃	2時間
B ₂	1400℃	〃

表5 プレス加圧

水準	加圧
C ₁	0.5ton/cm ²
C ₂	1.5 〃

C：プレス加圧

プレス加圧によって密度が変化するため特性値に影響を化ぼすと思われるのでプレス加圧には表5のような2水準を選んで行なった。

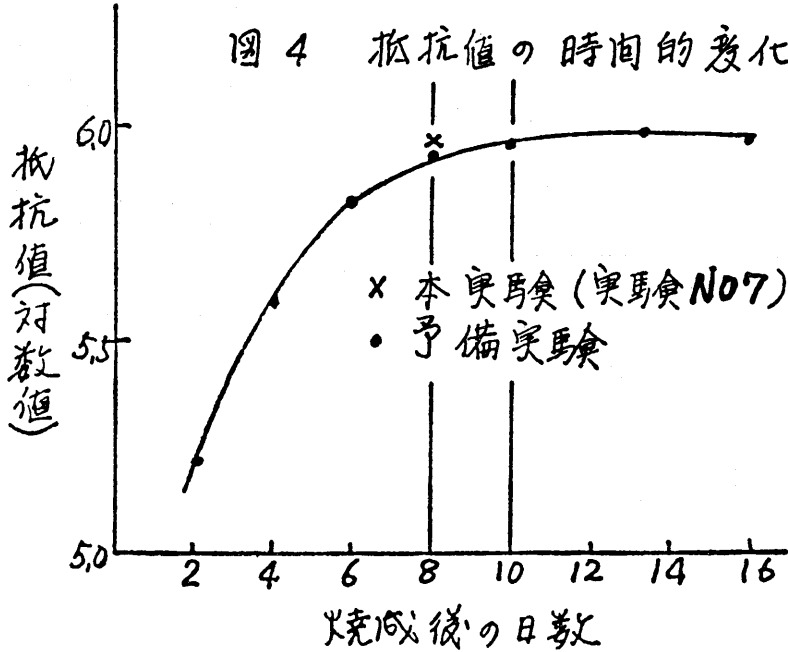
D：測定日

フェライトは、抵抗値に経時変化があると思われる

ため、予備実験にて抵抗値と時間的変化の関係を調べて見た結果、図4のようになり、8日目以後は殆んどその変化がない。そこで測定日を高温焼成8日目（第1日目）と10日目（第2日目）との2日間に分けて行ない環境条件について検討を行なった。

表6 日間（測定）

水準	測定日
D ₁	第1日目
D ₂	第2日目



E：ブロック因子

他の因子の精度を上げる意味でブロック因子を考慮に入れた。これは実験全体について行なうべきであるが、因子の数も多く作業上実際には困難である。したがって、因子の中でも特に有意差があると思われるプレス加工は作業的にも比較的容易であるため、このプレス工程をブロック因子に選り前半と後半との2水準について行なった。

表7 ブロック因子

水準	プレス工程
E ₁	前半
E ₂	後半

表8 L₁₆(8×2⁴)わりつけ表

因子 列 実験 No.	A	B	C	D	E
	1~7	8	9	11	13
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	2	1	1	1	2
4	2	2	2	2	1
5	3	1	1	2	1
6	3	2	2	1	2
7	4	1	1	2	2
8	4	2	2	1	1
9	5	1	2	2	2
10	5	2	1	1	1
11	6	1	2	2	1
12	6	2	1	1	2
13	7	1	2	1	2
14	7	2	1	2	1
15	8	1	2	1	1
16	8	2	1	2	2

6. わりつけ⁷⁾

原料配合比 A₁, A₂, A₃, A₄, A₅, A₆, A₇, A₈.

焼成温度 B₁, B₂.

プレス圧力 C₁, C₂.

日間 D₁, D₂.

ブロック因子 E₁, E₂.

以上各々の因子を表8のようにわりつけた。

7. 固有抵抗値に関するデータ解析

test piece として5個ずつ作り，計80個のデータを得た。

表8にしたがい実験を行ない，各々の水準については

表9 試料の実測抵抗値

繰返し 実験No.	1	2	3	4	5
1	12.975	13.686	12.587	13.255	10.063
2	6.386	7.494	4.443	5.952	7.797
3	51.902	51.355	81.348	19.363	10.316
4	1.720	1.798	2.928	2.140	1.716
5	484.26	362.79	355.69	467.06	366.36
6	1.363	2.29	1.961	1.451	2.179
7	600.9	1200.0	634.7	889.0	70.40
8	43.879	60.933	29.768	60.610	42.357
9	3.6	6.5	2.0	5.9	6.4
10	1000.0	1000.0	500.0	1000.0	1000.0
11	4.3	3.0	3.6	3.1	2.9
12	24.3	35.0	27.0	25.0	33.0
13	1.5	2.0	2.5	2.1	2.8
14	4.1	3.2	1.6	1.7	2.3
15	0.325	0.635	0.372	0.640	0.457
16	1.3	1.4	2.0	1.6	1.3

単位：(No 1～8) KΩ. (実験No 9～16) MΩ

表9のデータは試料の大きさについては補正されていないため，これを(3)式にて補正すると表10が求まる。

$$\text{補正係数} = \frac{\text{面積}}{\text{厚さ}} \dots \dots \dots (3)$$

表10 試料の大きさおよび補正係数

実験No.	厚さ	面積	補正係数
1	1.083	(1.110) ²	1.138
2	1.065	(1.123) ²	1.184
3	1.108	(1.110) ²	1.112
4	1.110	(1.115) ²	1.120
5	1.169	(1.119) ²	1.123
6	1.108	(1.096) ²	1.130
7	1.114	(1.119) ²	1.164
8	1.127	(1.146) ²	1.111

9	1.127	(1.139) ²	1.067
10	1.103	(1.105) ²	1.107
11	1.038	(1.096) ²	1.157
12	1.080	(1.105) ²	1.131
13	1.036	(1.102) ²	1.172
14	1.034	(1.110) ²	1.192
15	1.055	(1.112) ²	1.172
16	1.062	(1.115) ²	1.171

したがって，固有抵抗値=実測抵抗値×補正係数
 $\dots \dots \dots (4)$

となり，(4)式より表9のデータを変換して表11を作る。

表11 固 有 抵 抗 値

実験No. \ 繰返し	1	2	3	4	5
1	14.766	15.58	14.32	15.08	12.10
2	7.560	8.87	5.261	7.407	9.23
3	57.72	34.87	90.46	21.53	11.47
4	1.927	2.014	3.28	2.397	1.92
5	543.8	407.4	394.4	524.5	366.4
6	1.4	2.588	2.266	1.640	2.46
7	699.7	1396.8	738.8	1034.8	819.5
8	48.75	67.70	33.07	67.34	47.06
9	3.84	6.936	2.134	6.295	6.829
10	1107.0	1107.0	553.5	1105.0	1107.0
11	4.975	3.471	4.165	3.587	3.355
12	27.14	39.58	30.54	28.28	37.32
13	1.758	2.344	2.930	2.461	3.282
14	4.887	3.814	1.907	2.026	2.742
15	0.381	0.7442	0.4368	0.7507	0.5364
16	1.522	1.639	2.342	1.874	1.522

7.1 範囲（データのバラツキ）に関する解析

表11のデータを対数変換して範囲（ R ）を求めると表12のようになる。

表 12

実験No. \ 繰返し	1	2	3	4	5	R
1	4.17	4.19	4.16	4.18	4.08	0.11
2	3.88	3.95	3.72	3.87	3.97	0.25
3	4.76	4.54	4.96	4.33	4.06	0.90
4	3.28	3.30	3.52	3.38	3.28	0.24
5	5.73	5.61	5.60	5.72	5.56	0.17
6	3.19	3.41	3.35	3.21	3.39	0.22
7	5.84	6.14	5.87	6.01	5.91	0.30
8	4.69	4.83	4.52	4.83	4.61	0.31
9	6.58	6.81	6.33	6.80	6.83	0.51
10	9.04	9.04	8.74	9.04	9.04	0.30
11	6.70	6.54	6.62	6.55	6.53	0.17
12	7.43	7.60	7.48	7.45	7.57	0.17
13	6.25	6.37	6.47	6.39	6.52	0.27
14	6.69	6.58	6.28	6.31	6.44	0.41

15	5.58	5.87	5.64	5.88	6.73	0.30
16	6.18	6.21	6.37	6.27	6.18	0.19
計						4.82

表16より $\bar{R} = \frac{4.82}{16} = 0.301$

$$D_4\bar{R} = 2.12 \times 0.301 = 0.6381$$

ただし, $n=5$ のとき, $D_4=2.12$

$$n=7, d_2=2.33$$

また, 表17より, $\sqrt{V_e} = \sqrt{0.3617} = 0.6014$

以上の計算より, R については $D_4\bar{R}$ より大きなものは実験 No. 3 の $R=0.9$ だけであるので群内変動はほぼ等分数とみなすことができる。また, 群内変動 \bar{R}/d_2 と工程変動 $\sqrt{V_e}$ と比べてみると, 群内変動は工程変動の $\frac{1}{4}$ 程度であるので本実験は妥当性あるものと見てよい。

7.2 分散分析および直交分解

表11の繰返し5個の試料の平均値をとり数値変換を行なう。

$$y = \log_{10} \bar{x}$$

$$Y = (y - 6) \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

表13 数 値 変 換

実験 No.	平均値 \bar{x}	y	Y
1	14.37	4.15	-185
2	7.613	3.88	-212
3	43.21	4.68	-137
4	2.308	3.36	-264
5	448.3	5.65	-35
6	2.089	3.32	-268
7	937.7	5.97	-3
8	52.78	4.72	-128
9	5.207	6.71	71
10	996.3	8.99	299
11	3.911	6.59	59
12	32.57	7.85	185
13	2.555	6.40	40
14	3.075	6.48	48
15	0.569	5.75	-25
16	1.780	6.25	25

(5)式より表13を作り, Y の値を用いて分散分析を行ない, 表14の分散分析表が得られた。

表14 分散分析表

要 因	S	ϕ	V	F_0
原料配合比A	300.561	7	42.937	6.97*
焼成温度B	5.410	1	5.410	
プレス圧力C	52.556	1	52.556	8.51*
日 間D	452	1	452	
ブ ロ ッ クE	233	1	233	
誤 差e	24.704	4	6.175	
計	379.047	15		

有意でない要因, B, D, Eを誤差項にプールすると, 表15の分散分析表となる。

表15 誤差項をプールした分散分析表

要 因	S	ϕ	V	F_0
原料配合比A	300.561	7	42.937	11.592**
プレス圧力C	52.556	1	52.556	14.188**
誤 差e	25.930	7	3.704	
計	379.047	15		

注 *印 5%有意

**印 1%有意

結 果

- 1) 原料配合比は高度に有意となった。
- 2) この水準においては焼成温度の影響は殆んど見られない。
- 3) プレス圧力は高度に有意である。
- 4) 日間, およびブロック因子は有意でない。

次に要因効果が95%における信頼限界を求めると図5のようになり, 圧力別の配合の効果を示すと図6のようになる。

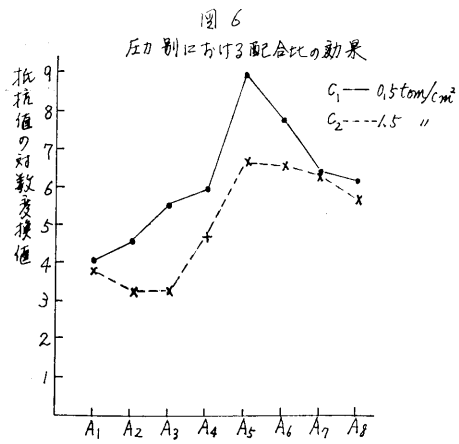
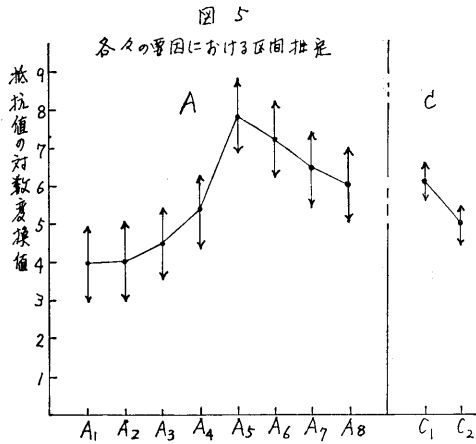


表16 直 交 表

	C ₁	C ₂	計 (A)	一 次		二 次	
				W ₁	W ₁ A	W ₂	W ₂ A
A ₁	4.0825	3.8815	7.964	-7	-55.748	7	55.748
A ₂	4.6356	3.3632	7.9988	-5	-39.994	1	7.9988
A ₃	5.6516	3.32	8.9716	-3	-26.9148	-3	-26.9148
A ₄	5.9721	4.7225	10.6946	-1	-10.6946	-5	-53.4730
A ₅	8.9984	6.77116	15.710	1	15.71	-5	-77.550
A ₆	7.8578	6.5923	14.4501	3	43.3503	-3	-43.3503
A ₇	6.4879	6.4074	12.8953	5	64.476	1	12.8963
A ₈	6.2504	5.7558	12.0062	7	84.043	7	84.0434
計 (C)	49.9363	40.7543	90.6906		74.228		-40.6026
一 次	W ₁	-1	1				
	W ₁ C	-49.9363	40.7543	-9.18			

次に図5（効果のグラフ）および表16よりAについて3次の項まで直交分解を行ない⁸⁾、この分散分析の結果、原料配合比Aおよびプレス圧力Cが高度に有意になったため、x_A、x_Cの2変数による回帰式の推定を行なう。

そこで、直交分解を行ない、S_{A1}、S_{Aq}、およびS_{Ar}を求める。なお、S_{A1}、S_{Aq}、およびS_{Ar}は要因Aの1次、2次および3次の効果の平方和を表わす。

$$\left. \begin{aligned}
 S_{A1} &= \frac{\{\sum W_1 A\}^2}{(\lambda^2 S)_r \cdot b} = \frac{(74.228)^2}{168 \times 2} = 16.39 \\
 S_{Aq} &= \frac{\{\sum W_2 A\}^2}{(\lambda^2 S)_q \cdot b} = \frac{(-40.60)^2}{168 \times 2} = 4.90 \\
 S_{Ar} &= S_A - S_{A1} - S_{Aq} \\
 &= 25.930 - 16.39 - 4.90 = 4.64
 \end{aligned} \right\} (6)$$

表17 分散分析表

要 因	S	φ	V	F ₀	
A	A _r	163.900	1	16.3900	44.24**
	A _q	4.9000	1	4.9000	13.22**
	A _r	4.6400	5	9280	
	e	2.5930	7	3704	
計	28.5230	14			

直交分解の結果、Aについては2次まで有意になったので、2項まで推定を行なう。

また、Cについては2水準なので1項まで推定を行なう。

7.3 回帰係数の推定

$$\left. \begin{aligned} b_{A1} &= \frac{\sum W_1 A}{(\lambda_1 S_1) C \cdot h_a} = \frac{74.2288}{84 \times 2 \times 10} = 0.04418 \\ b_{A2} &= \frac{\sum W_2 A}{(\lambda_2 S_2) C \cdot h_{a2}} = \frac{-40.6026}{168 \times 2 \times 10^2} \\ &= -0.001208 \\ b_{C1} &= \frac{\sum W_2 C}{(\lambda_1 S_1) a \cdot h_c} = \frac{-9.182}{1 \times 8 \times 1} = -1.14775 \\ b_0 &= \frac{T}{a \times c} = \frac{90.690}{8 \times 6} = 5.66816 \end{aligned} \right\} (7)$$

ただし c : C の水準
 h_a : A の水準間隔 (Z_n について)
 a : A の水準
 h_c : c の水準間隔

7.4 回転式

$$y = b_0 + b_{A1}(x_A - \bar{x}_A) + b_{A2} \left\{ (x_A - \bar{x}_A)^2 - \frac{a^2 - 1}{12} h_a^2 \right\} + b_{C1}(x_C - \bar{x}_C) \dots\dots\dots(8)$$

ただし, $b_0 = 5.66816$, $b_{A1} = 0.04418$, $b_{A2} = -0.001208$,
 $b_{C1} = -1.14775$, $a = 8$, $h_a = 10$, $\bar{x}_A = 45$, $\bar{x}_C = 1$,
したがって,

$$y = -0.0012x_A^2 + 0.1529x_A - 1.1477x_C + 3.0158 \dots\dots\dots(9)$$

7.5 推定値の分散

$$V_{(y)} = \frac{V_e}{ac} + V\{b_{A1}\}(x_A - \bar{x}_A)^2 + V\{b_{A2}\} \left\{ (x_A - \bar{x}_A)^2 - \frac{a^2 - 1}{12} h_a^2 \right\}^2 + V\{b_{C1}\}(x_C - \bar{x}_C)^2 \dots\dots\dots(10)$$

$$\left. \begin{aligned} V\{b_{A1}\} &= \frac{V_e}{S_1 C h_a^2} = \frac{V_e}{42 \times 2 \times 10^2} = \frac{V_e}{8400} \\ V\{b_{A2}\} &= \frac{V_e}{S_2 C h_a^2} = \frac{V_e}{168 \times 2 \times 10^2} = \frac{V_e}{33600} \\ V\{b_{C1}\} &= \frac{V_e}{S_1 a h_c^2} = \frac{V_e}{\frac{1}{2} \times 8 \times 1^2} = \frac{V_e}{4} \end{aligned} \right\} (11)$$

表17より, $V_e = 0.3704$, にて(10), (11)式より,

$$\begin{aligned} V_{(y)} &= \frac{V_e}{16} + \frac{V_e}{8400} (x_A - 45)^2 + \frac{V_e}{33600} \{ (x_A - \bar{x}_A)^2 - 525 \}^2 + \frac{V_e}{4} (x_C - 1)^2 \\ &= 0.3704 \left[\frac{1}{16} + \frac{1}{8400} (x_A - 45)^2 + \frac{1}{33600} \{ (x_A - 45)^2 - 525 \}^2 + \frac{1}{4} (x_C - 1)^2 \right] \dots\dots\dots(12) \end{aligned}$$

によって求められ, 信頼限界は,

$$y \pm t(\phi_e \cdot \alpha) \sqrt{V_{(y)}} \dots\dots\dots(13)$$

ただし, $t(\phi_e \cdot \alpha)$ は誤差項の自由度 ϕ_e のときの信頼度 $\alpha = 95\%$ の t 分布表による値にて計算される。

8. 確認実験

推定した回帰式から固有抵抗が最大となる配合比を求めて, その条件において試料を作って固有抵抗を測定し, 確認実験を行なった。図6の要因効果のグラフにおいてプレス圧力が低いほど大きな値を示している。

そこで, $x_C = 0.5$ とすると, 回帰式 $y = -0.0012x_A^2 + 0.1529x_A - 1.1477 \times 0.5 + 3.016$ となる。 y の最大値は $dy/dx_A = 0$, とおいて, これを解けば $x_A = 63.2$ となる。これより, $y = 7.72$ となり, その条件における N_iO , ZnO , Fe_2O_3 の配合比および重量は次の通りである。

表 18

N_iO	ZnO	Fe_2O_3
7.06 (10)	45.25 (63)	47.62 (26)

ただし, 試料全体を 100gr とした。カッコ内は配合比, モル%, このときの温度は $1300^\circ C$, プレス圧は 0.5 ton/cm^2 でさきに述べたと同様にして試料を5個作った。実験の結果は表19に示すとおりである。

表 19

個数	厚さ	面積	補正係数	測定値	固有抵抗
1	1.025	$(1.085)^2$	1.149	48MΩ	55.15MΩ
2	1.045	〃	1.127	40 〃	45.08
3	〃	〃	〃	32 〃	36.06
4	1.003	〃	1.148	30 〃	34.44
5	1.060	〃	1.110	45 〃	49.95

試料5個における 平均値 = 44.137MΩ

対数変換値 = 7.644

また ZnO の配合比 63.2% における固有抵抗の回帰式からの推定値は, (12)式に $x_A = 63.2$, $x_C = 0.5$, を代入し $V_{(y)}$ を求めると, $V_{(y)} = 0.316$ となり, $\sqrt{V_{(y)}} = \sqrt{0.316} = 0.56$ となる。 $\phi_e = 7$, $\alpha = 0.05$, $t(\phi_e \cdot \alpha) = 2.36$ 95%信頼限界は(13)式より

$$\begin{aligned} y \pm t(\phi_e \cdot \alpha) \sqrt{V_{(y)}} &= 7.723 \pm 2.36 \times 0.56 \\ &= 7.723 \pm 1.321 \end{aligned}$$

すなわち, 9.044, 6.402 である。

そこで, 確認実験によって得られた固有抵抗値は 7.644 であり, 回帰式より推定した計算値は, 7.723 でほぼ近い値を示している。

したがって, この値においては回帰式

$$y = -0.012x_A^2 + 0.1529x_A - 1.147x_C + 3.015$$

はかなり信頼性のあるものと思われる。 N_i-Zn フェライトの固有抵抗値はかなり再現性のあるものと考えられる。

9. 結果および結言

原料配合比Aは高度に有意となり、図5の原料配合比Aの効果のグラフから明らかのように固有抵抗値は配合比に対し曲線的変化を示している。ZnOの配合比が50～60モル% (Fe₂O₃の配合比が40～30モル%)のとき、すなわち、ZnOとFe₂O₃の配合比が同じ程度のときに固有抵抗は大きな値を示し、その差が大きくなる程その値は小さな値を示す。

焼成温度Bの影響は現われなかった。それは1300°C、1400°Cの高温において100°Cの温度差では結果に反映しなかったことと思われる。

プレスCの効果のグラフより、圧力と固有抵抗値は逆比例の関係にある。すなわち、圧力が低い程固有抵抗値は大きく、高い程小さな値を示している。

測定に関して、日間Dという因子を取り上げて環境条件による変動を検討したが有意にならなかった。したがって温度、湿度などの制御がほぼ十分であったと思われる。

他の因子の精度を上げる意味でブロック因子を取り上げてみたが、有意にならなかった。

次に回帰式の推定は原料配合比Aとプレス圧力Cが高度に有意となり、他の因子は有意にならなかったため、 x_A 、 x_C の2変数で推定を行なった。直交分解の結果、2次の項まで有意になったので、2次まで推定を行なった。

その結果

$$y = -0.012x_A^2 + 0.1529x_A - 1.1477x_C + 3.016$$

という式を得た。そこで、固有抵抗値の最大値を推定し、確認実験を行なった。その結果、実験値7.64、計算値7.723と、比較的近い値が得られた。しかし、最大値として考えた場合、図5のグラフを一眺して明らかのようにA₅においては7.723より大きい8.9という値が存在しかなりの差がある。したがって、2次式までの推定では推定の精度が不十分だと考えられる。しかしながら、高次の推定を行なってどれ程の成果が得られるかは疑問である。むしろこの段階では2次までの情報に止めておいてAとCの2元配置法にて水準の間隔を小さくとして、再実験を行ってから高次の推定を行なった方が得策であると考えられる。

10. 実験計画法について

従来の実験のやり方においては、A、B、C、D……の要因がある場合、Aについて情報を得ようとするときには、A以外の要因をすべて同一条件にしてAだけを変化させて比較するのが普通であった。ところがこのような実験方法には次の2つの欠点がある。

第1には、環境条件を特殊な値に固定して行なわれるから得られた結果はそのような一定環境条件の下でならば成立するが、他の環境では成立しない場合がある。つまり、客観性、再現性の保証がない。

第2には、環境条件を固定するのは一般的に経済的でなく、また、あらゆる要因を固定することは不可能に近い。上述の例でA以外の種々の要因を固定してもそれらの要因以外に、気づかなかった因子が変化しているかも知れない。つまり、あらゆる条件を一定にしたことについてなら保証がない。

現実において、環境の変化は時間的にも空間的にも存在し、一般に許容しなければならぬ。したがって未知の原因や測定誤差なども含めての環境条件の変化については、むしろそれをありのままの状態において実験を行なった方がよい。

実験計画法では以上の問題点を解決するために確率的な考え方をとり入れた。これによって実験結果に影響を与える制御できない種々の環境条件の効果や、判断を誤らせるような未知の原因による効果を客観的に評価することが可能になった。

また他の因子の条件が変わってもその効果が変らないような再現性の高い要因を重点的に見出すために、多くの因子を同時に実験する方法として直交表が利用される。

文 献

- 1), 5) 七条祐三, 佐藤斉: フェライト (日刊工業) (1956)
- 2), 6) 川上正光, 飯田修一, 徳江哲夫: フェライトとその応用 (電波技術社)
- 3) 明石雅夫: 粉体および粉末冶金 8(1961)101
- 4) 牧野昇: 新しい磁性材料とその応用 (金属材料)
- 7), 8) 田口玄一: 実験計画法 (丸善)