

Fig. 1 Approaching electrode apparatus

Table 1 The condition of electrostatic sensitivity test of Zr-S

C	202 pF
R	0 Ω
Gap length between electrodes	5/100 mm
Energy	1.58 μjoule

電極装置で、上部電極はスチールレコード針、下部電極はステンレス円柱の頂面から構成されている。

3.2 試料

ジルコニウム (Zr) は Cerac 社製で、粒子径 2 ~ 5 ミクロンのものを用いた。ジルコニウムは普段水中で保存されているので、使用時には、試験全体に必要な量を真空ポンプで排気しているデシケータ中で 2 時間乾燥し、さらに乾燥空気を注入したデシケータで 4 日間乾燥して試験に用いた。本報告では、期間は不明であるが乾燥後長期間経たもの (以下、Zr-L と呼ぶ) と、本実験に比較的近い時間に乾燥したもの (以下、Zr-S と呼ぶ) を用いた。

3.3 試験手順

試験機の下部電極の頂面のほぼ中心に少量の試料を小山状に盛り、上部電極の針が試料の山に埋もれるような状態で電極間に放電火花を発生させ、火花への暴露試験を行なった。試料が「不発火」で続けて試験を行なう場合には、上部電極針が先の試験と異なった部位に埋もれるように僅かに試料の位置を動かして、続けてつぎの試験を行なった。このような実施手順によりつぎの実験を行なった。

3.3.1 発火に要する放電火花への暴露回数 の測定

予備試験から、Zr-S の母発火率が 0.3 程度となる試験条件として Table 1 に示す試験条件を選定した。この条件下で、試料ごとに発火するまで放電火花への暴露を繰り返して、発火するまでの暴露回数を測定した。なお、この試験を 50 個の試料について行った。

3.3.2 「実際的な手順」の試験

「不発火」の試料の取り替えの必要がないとしても、試験実施においては種々の理由でやむをえず試料を取り替えざるを得ない場合がある。そこで、原則的に「不発火」試料は取り替えないが、つぎのような場合には試料を取り替える「実際的な手順」により試験を実施した。

- (1) 電極針の交換のときには試料を取り替える。(電極針の交換は火花発生が 10 回ごとに行なった。)
- (2) 約 4 回の放電火花の暴露でも「不発火」のとき試料の取り替えを行なう。

静電気感度試験条件は、過去の試験結果から、発火

タから求めた発火率を「(1)式による発火率」と呼ぶ。同様に、「不発火」となった試料を取り替えずにつぎの発火試験に用いる場合は、「(2)式を用いた試験」、「(2)式による発火率」と呼ぶ。

試料の母発火率 P が放電火花への暴露回数に影響されず一定であるとするとき、発火するまでに要する暴露回数 r の分布は幾何分布に従う。そして、確率関数 $f(r)$ は (3) 式、期待値 $E(r)$ は (4) 式で表される¹⁾。

$$f(r) = (1-P)^{r-1}P \quad (3)$$

$$E(r) = \frac{1}{P} \quad (4)$$

したがって、発火に要する放電火花への暴露回数 r の分布と (3) 式の確率関数との比較により、試料の母発火率 P が放電火花への暴露回数に影響されず一定であるか否かを判定することができる。

なお、母発火率は、(4) 式より得られる (5) 式中の $E(r)$ に複数個の試料のそれぞれについて得られる r の平均値を用いて (6) 式により推定することができる。

$$P = \frac{1}{E(r)} \quad (5)$$

$$\hat{P} = \frac{1}{(\sum r_i)/n} \quad (6)$$

3. 実験

3.1 静電気感度試験機

用いた静電気感度試験機を Fig. 1 に示す。パネをクランクによって、上部可動電極を上下移動させる接近

Table 2 The condition of electrostatic sensitivity test of Zr-L

C	202 pF
R	0 Ω
Gap length between electorodes	5/100 mm
Energy	1.58 μjoule

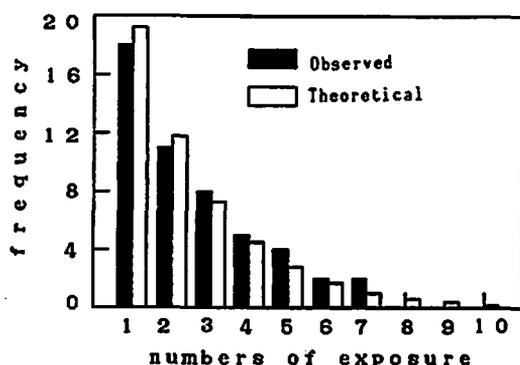


Fig. 2 The distribution of exposure numbers required for igniting Zr-S

率が0.5程度となる条件をZr-Lに対して選んだ。Table 2に試験条件を示す。この条件下でZr-Lについて280回の試験を行なった。

4. 実験結果および考察

4.1 発火に要する放電火花への暴露回数rの分布

Zr-Sに対して、3.3.1で述べた手順によって得た発火に要する放電火花への暴露回数rの分布をFig. 2に示す。r=1のとき最大の度数を示し、rが大きくなるにつれて単調に度数が減少している。rの平均値は2.6回であり、最大値は7回であった。(5)式により、母発火率を推定すると $\hat{p}=0.385$ となる。この値と(3)

式を用いて、母発火率が放電火花への暴露回数によって変化しない場合のそれぞれのrに対する期待度数 x_r が(7)式で求められる。期待度数をFig. 2中に示す。

$$x_r = (\text{総試料数}) \times f(r) = 50 \times (1 - 0.385)^{r-1} \times 0.385 \quad (7)$$

観測されたrの分布は、母発火率が放電火花への暴露回数に依存せず一定として求めたrの理論分布とよく一致していることがわかる。Table 3に示す階級により、母発火率が一定と仮定した場合の理論分布に対する χ^2 適合度検定を行った²⁾。その結果、 $\chi^2_0 = 1.07 < \chi^2(5, 0.25) = 6.63$ となり、有意水準25%でさえ有意差が認められず、観測されたrの分布が理論分布と一致しているといえる。すなわち母発火率は放電火花への暴露回数に依存せず一定であると考えて良い。したがって、発火しなかった試料をそのまま用いて発火試験を続け、「(2)式による発火率」を求めても、「(1)式による発火率」と同様の結果が得られると考えられる。

4.2 「実際的な手順」により得られた試験結果の検討

実際の試験手順においては、電極針の交換、試料の飛散等によって不発火試料の交換を行なわざるをえない場合が生じる。そのため、発火するまで試料を放電火花に暴露することが常に可能であるとは限らない。ある試料は発火するまで放電火花に暴露されるが、ある試料は不発火のまま新しい試料に交換されてしまうという状況下で「発火」「不発火」のデータ列が求められる。このような場合、つぎに「発火」が得られるまでの試験回数を発火に要する放電火花への暴露回数rとして取り扱うことはできない。しかし、得られたデータ列中の「発火」および「不発火」の現れ方が、それ以前の試験における「発火」「不発火」の現れ方に無関係であること、すなわち、そのデータ列にベルスイ試行が成り立っていることが検証されれば、データ

Table 3 The frequency at class of exposure numbers required for igniting Zr

class	frequency	expected frequency
1	18	19.2
2	11	11.8
3	8	7.3
4	5	4.5
5	4	2.8
6	2	1.7
≥7	2	2.7

$$\chi^2_0 = 1.07 < \chi^2(5, 0.25) = 6.63$$

Table 4 The number of data series where the last result is ignition or non-ignition

× presents non-ignition
○ presents ignition

(a) data series that consists of two data

previous result	the result following		○ ratio
	×	○	
×	42	30	0.417
○	38	30	0.441

$$\chi^2_0 = 0.086 < \chi^2(1, 0.25) = 1.323$$

(b) data series that consists of three data

previous result	the result following		○ ratio
	×	○	
××	16	14	0.467
×○	13	7	0.350
○×	11	15	0.577
○○	6	11	0.647

$$\chi^2_0 = 4.01 < \chi^2(3, 0.25) = 4.11$$

(C) data series that consists of four data

previous result	the result following		○ ratio
	×	○	
×××	7	5	0.417
××○	4	2	0.333
×○×	6	3	0.333
×○○	2	3	0.600
○××	5	7	0.583
○×○	3	9	0.750
○○×	6	1	0.143
○○○	5	2	0.286

$$\chi^2_0 = 9.95 < \chi^2(7, 0.10) = 12.02$$

タ列に共通の母発火率を仮定することができる。すなわち、一連の試験過程で母発火率が変動しないとして「(2)式による発火率」を求めても良い。そこで、本節では、3.3.2「実際的な手順」の試験で得られた「発火」「不発火」のデータ列にベルヌイ試行が成り立っているか否かを検討する。

3.3.2「実際的な手順」の試験で得られた「発火」「不発火」のデータの列を試験実施の順に n 個で区切った。このようにして得られた長さ n のデータ列から、

$n-1$ 個の「発火」、 「不発火」の種々の組合せパターンに対して n 個目の試験結果として現われる「発火」および「不発火」の数を求めた。Zr-Lの試験において $n=2$, $n=3$, $n=4$ としたときのそれぞれの結果を Table 4に示す。

「不発火」または「発火」に続く「発火」の出現率はそれぞれ0.417, 0.441でありほぼ等しい($n=2$ の場合)。したがって、「発火」の出現率と直前の試験結果の間に関連は認められない。

長さ2の「発火」「不発火」の種々の組み合わせパターンに続く「発火」の出現率は0.350から0.647の間でばらついている($n=3$ の場合)。 $n=2$ としたときにくらべ「発火」の出現率のばらつきが大きい。また、長さ3の「発火」「不発火」の種々の組み合わせパターンに続く「発火」の出現率は、0.143から0.750の間でばらついている($n=4$ の場合)。 $n=3$ としたときにくらべ、「発火」の出現率のばらつきはさらに大きい。

$n=3$ および4としたときの「発火」の出現率のばらつきが大きいことは、「発火」の出現率が事前の試験結果のパターンによって左右されていることを疑わせる。そこで、 $n=2, 3, 4$ のそれぞれの表に対して、つぎの帰無仮説によって χ^2 検定を行なった。

H_0 : 事前の $n-1$ 個の「発火」「不発火」の列パターンと n 個目の「発火」「不発火」の現われ方とは独立である。

$n=2$ のとき $\chi_0^2=0.086 < \chi^2(1, 0.25)=1.323$, $n=3$ のとき $\chi_0^2=4.01 < \chi^2(3, 0.25)=4.11$ となり、いずれの場合も有意水準25%で有意差は認められない。 $n=4$ のときには、 $\chi_0^2=9.95 > \chi^2(7, 0.25)=9.04$ となり、有意水準25%で有意差が認められるが、有意水準10%では $\chi_0^2=9.95 < \chi^2(7, 0.10)=12.02$ であり、有意とはならない。

以上の検定結果より、 n 個目の「発火」「不発火」の現われ方と、事前の $n-1$ 個の「発火」「不発火」の組合せパターンとの間に関連が認められないと判断できる。したがって、「実際的な手順」で試験を行なって得られた「発火」「不発火」のデータ列にはベルヌイ試行がほぼ成り立っており、(2)式によって発火率を求めても良いといえる。

4.3 「実際的な手順」で試験を行なった場合の「(2)式による発火率」

2.3.2「実際的な手順」の試験で得られた「発火」または「不発火」のデータ列を試験実施の順に10個で区切り、 $n=10$ として「(2)式による発火率」を求め、これらの発火率のばらつきに特別なクセのないことを確認する。

Zr-Lについて得られた「(2)式による発火率」の分布をFig.3に示す。発火率は0.4のとき最大の度数を示し、0.1から0.8の間でばらついており、突出した出現頻度の発火率の値は見あたらない。発火率の平均値は0.457である。この値を母発火率として2項分布に基づいて各発火率に対する期待度数を求めて、Fig.3中に示す。観測された度数と期待度数は各発火率について良い一致を示している。

時系列な変動の側面から検討する。発火率 p の逆正弦変換値 $\sin^{-1}\sqrt{p}$ を時系列にプロットして、Fig.4

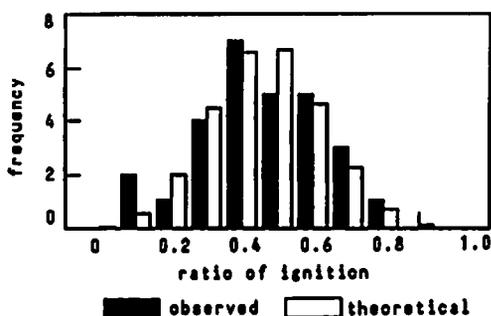


Fig. 3 The distribution of ratio by eqn. (2)

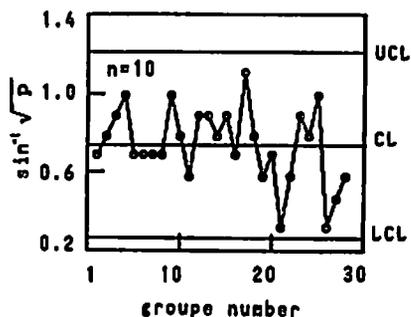


Fig. 4 The control chart of ignition ratio, p by eqn. (2)

に示す。 p が2項分布 $B(P, n)$ に従うならば、 $\sin^{-1}\sqrt{p}$ の分布は $N(\sin^{-1}(\sqrt{p}), 1/4n)$ の正規分布で近似できることが知られている²⁾。そこで、3シグマ法の管理図²⁾に基づいて、 $\sin^{-1}\sqrt{p}$ の平均値 $\pm 3 \times \sqrt{1/(4 \times 10)}$ に対応した水平線を上部管理限界UCL、下部管理限界LCLとしてFig.4中に示し、「(2)式による発火率」の管理図とした。実験番号21番以降で少しばらつきが大きくなっているものの、管理限界線を超える点もなく、全体的な点の動きに特別なクセは認められない。

以上のように、Zr-Lに対する「実際的な手順」の試験で得たデータ列から求められる「(2)式による発火率」は2項分布との適合性も良く、時系列の変動についても特別なクセのないことが確認できた。

5. おわりに

静電気感度試験の作業性を向上させるために、「不発火」となった試料をそのままつぎの試験に用いて良いか否かの検討をZrについて行なった。その結果、つぎのことが判明した。

- ① Zrの発火に要する放電火花への暴露回数 r の分布は幾何分布となり、母発火率は放電火花への暴露回数によって変化しない。
- ② 「実際的な手順」の試験から得られたデータ列にはベルヌイ試行が成り立っている。

- ③ ①②より、Zrの静電気発火試験において、(2)式により発火率を求めても良い。
- ④ Zrに対する「実際的な手順」の試験結果から求めた「(2)式による発火率」を2項分布との比較および管理図により検討したところ、特に異常な値は見あたらなかった。
- 以上のことから、Zrの静電気感度試験において、

「(2)式による発火率」を求めて「(1)式による発火率」と同様に解析しても良く、不発火試料は交換を省略して連続使用が可能であると結論づけることができる。

文 献

- 1) 広津千尋, 「離散データ解析」, 教育出版(1982)
- 2) 安藤貞一, 松村嘉高, 二見良二, 「技術者のための統計的品質管理入門」, 共立出版(1983)

Statistical Property of Ignition Ratio in Electrostatic Sensitivity Test of Zirconium

Shozo TAKEYAMA*, Toshiyuki NAGAISHI**, Eishi KURODA***

Ordinary in sensitivity tests, the estimation of the probability of the chemicals being ignited requires experimental procedure with replacements of a sample not ignited by a new sample. However, this procedure has caused a lower efficiency in the tests. If the probability of chemicals being ignited doesn't change through a series of exposures to spark caused by electric discharge, the estimation of the probability does not require a replacement of the sample not ignited by a new one.

This paper shows experimentally that the probability of Zirconium being ignited can be regarded as constant through a series of exposures to spark, and that the ignition ratio observed through this procedure is distributed according to a similar manner as ratio observed through the procedure with replacement by new samples. Accordingly, it becomes possible to simplify the procedure of the electrostatic sensitivity test and therefore to make the operational efficiency improved.

(*Faculty of Commerce, Okayama Shoka University

2-10-1 Tsushimakyomachi, Okayama 700, Okayama

**Faculty of Engineering, Kyushu Sangyo University

2-3-1 Matsukadai, Higashi-ku, Fukuoka 813, Fukuoka

***Nipponkoki Ltd.

Nisigou-mura, Nisisirakawa-gun 961, Fukushima)