

川崎製鉄技報
KAWASAKI STEEL GIHO
Vol.1 (1969) No.2

浮遊帯域精製装置の試作について

On Making the Floating Zone Melter for Iron Bar

大倉 博(Hiroshi Okura)

要旨：

鉄試料（5～25mm ϕ × 500mm）の精製に使用するこの装置は、内熱式浮遊帯域精製炉および出力 25kW、周波数 200kc の高周波発振器より構成されている。加熱コイル（3～4 ターン）の下に robber plate をとりつけて溶融帯の垂れ落ちを防ぎ、大きな径（10～25mm ϕ ）の試料でも使用できるようにした。そのほか自動制御装置をくみこみ均一な形状の精製と操作者の負担の軽減をはかった。

Synopsis：

The apparatus to be used for refining the iron bar of 5-25mm diameter and 500mm length consists of the zone melter containing working coil in its chamber and radio-frequency generator having a 25kW power and a 200kc frequency. As working coil (3-4 turns) has robber plate in order to prevent dripping of the molten zone, even the larger bar (10-25mm ϕ) can be used. The apparatus is automatically controlled, so as to maintain a stabilized condition of the molten zone and to reduce work load of operators.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

浮遊帯域精製装置の試作について

On Making the Floating Zone Melter for Iron Bar

大 倉 博*

Hiroshi Okura

Synopsis:

The apparatus to be used for refining the iron bar of 5-25mm diameter and 500mm length, consists of the zone melter containing working coil in its chamber and radio-frequency generator having a 25 kW power and a 200 kc frequency.

As working coil (3-4 turns) has robber plate in order to prevent dripping of the molten zone, even the larger bar (10-25mm ϕ) can be used.

The apparatus is automatically controlled, so as to maintain a stabilized condition of the molten zone and to reduce work load of operators.

1. 緒 言

できるだけ純度の高い鉄をつくり、その諸性質を明らかにすることは、鉄鋼の基礎研究としてきわめて重要な問題であるが、高純度鉄はなかなか得がたいのでその精製法についても数多くの研究がなされている。純鉄についても始めの頃は耐火物ボートを用いた横型の帯精製が行なわれていたが、耐火物からの汚染がさけられないという問題があった。その後 Keck が半導体用 Si の精製を目的とした浮遊帯域精製法 (Floating zone melting method) を考案して以来、純鉄の精製にもこの方法が広く使用されるようになった。

浮遊帯精製法とは、棒状試料を鉛直にささえ、耐火物容器を用いないで帯熔融を行なって精製する方法である。

当社計量器工場では技術研究所からの要請にもとづいて、鉄試料(外径5~25mm, 最大長さ500mmの丸棒)の精製を目的とする内熱式浮遊帯域精製装置の試作を行なった。試作に際して特に留意した点は、試料の外径が大きくなる(10mm ϕ 以上)につれて熔融帯の幅が広がり、熔融帯を表面張力のみでさえることが困難となるため、加熱コイル (working coil) 以外に levitation coil あるいは robber plate を設けて熔融帯がたれ落ちることがないようにし、大径 (最大25mm ϕ) の試料でも安定して使用できるようにしたこと、および安定な精製が可能なように自動制御装置をくみ入れたことである。

この試作装置は現在技術研究所で使用されており、ほぼ満足すべき結果が得られており、当社計量器工場の新製品として製作販売中であるのでここにその概要を紹介する。

* 計量器工場開発設計室掛長

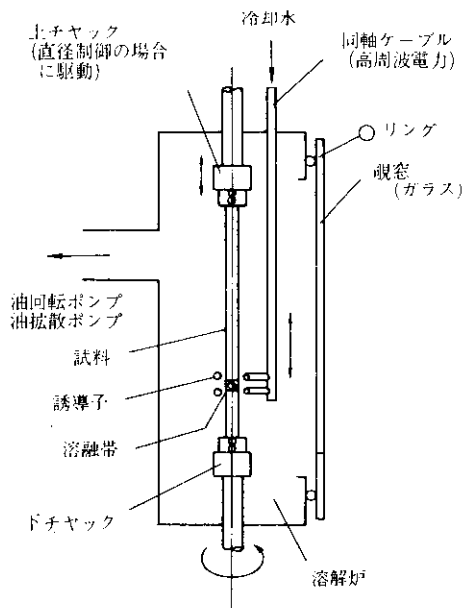


図1 構造の概略

2. 装置の概要

本装置は浮遊帯域精製炉，高周波発振器および操作盤より構成され，付属装置として純水素精製装置，温水循環装置，水素湿化装置などがある。

図1は浮遊帯域精製炉の構造の概略を示したものである。

本装置は内熱式であって，図1に示すように，試料および試料溶解用の誘導子（加熱コイルおよび robber plate）が炉中にある。なお外熱式とは，試料を石英ガラス管に入れて誘導子をその外側に配置して試料と誘導子とが同一雰囲気にならないものをいう。

外熱式の場合には溶解炉は小さくなるが，誘導子と熔融帯との距離が大きくなるため，必然的に熔融帯の幅が広くなり，大きな外径の試料の精製ができない。特に鉄試料のように密度が大きく，熔融帯の表面張力が小さいものでは外熱式の浮遊帯域精製装置での精製は困難である。

装置全体，浮遊帯域精製炉，高周波発振器および操作盤の外観は写真1，2，3および4に示すごとくである。

表1，2に浮遊帯域精製炉および高周波発振器



写真1 装置全体の外観

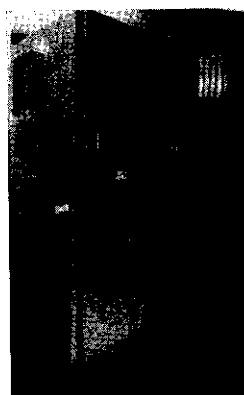


写真2 精製炉外観

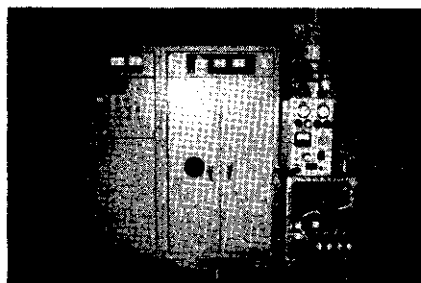


写真3 高周波発振器の外観

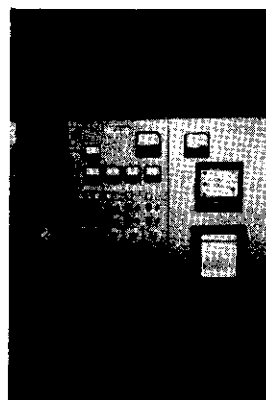


写真4 操作盤の外観

表1 浮遊帯域精製炉（操作盤）のおもな仕様

方式	内熱式
試料の外形	(5~25mm ϕ) $\times$ 500mm
試料の材質	再電解鉄, 電解鉄, ビューロン
精製雰囲気	真空, 水素ガス
真空到達圧力	5 $\times$ 10 ⁻⁶ mmHg
操作圧力	5 $\times$ 10 ⁻⁵ mmHg
上チャック移動距離	400mm
下チャック移動速度	150mm/min, 0.3~3mm/min
誘導子移動距離	400mm
誘導子移動速度	0.5~10mm/min, 0.05~0.5mm/min
下チャック回転速度	0~10rpm, 10~100rpm
真空槽	250(幅) $\times$ 280(奥行) $\times$ 730(高さ)mm
油拡散ポンプ容量	900 ℓ /sec
油回転ポンプ容量	300 ℓ /min
真空計	連成形, ビラニゲージ, 電離真空計
所要電力	3相, 220V, 5kVA
所要冷却水量	5 ℓ /min
外形寸法 炉体	1100(幅) $\times$ 1000(奥行) $\times$ 2200(高さ)mm
操作盤	600(幅) $\times$ 500(奥行) $\times$ 1500(高さ)mm

表2 高周波発振器のおもな仕様

発振方式	自励発振陽極同調型
高周波出力	25kW
周波数	200kc
定電圧装置	電源電圧の変動 $\pm$ 10%に対して発振管の陽極電圧変動 $\pm$ 0.5%以下
所要電力	3相 220V 40kVA
所要冷却水量	35 ℓ /min
所要冷却水圧力	2kg/cm ²
外形寸法	1700(幅) $\times$ 1400(奥行) $\times$ 1800(高さ)mm

のおもな仕様を示す。

3. 浮遊帯域精製炉

図1に示すように炉体の扉部には内部を観察するための視窓が取り付けられている。

炉体の中には上チャック, 下チャック, 誘導子があり, 炉体外部の駆動機構により上チャックを上下方向に駆動し, 下チャックは正方向あるいは逆方向に回転させ, 誘導子は同軸ケーブルに接続させて, 同軸ケーブルを上下に駆動させる。

下チャックを回転させるのは溶融帯を安定させること, 固相-液相の境界面を水平にして境界面近傍の不純物の濃度を均一にするなどの理由による。

これらの駆動機構の運転, 停止, 上下方向の選択, 回転方向の選択, 駆動速度の設定などは操作盤で行なう。

精製雰囲気は真空中, 乾水素ガス, 湿水素ガス気流中などがあるが通常は水素ガス気流中で行なわれる。

精製を行なうにはまず丸棒試料を2分し, それぞれ上チャック, 下チャックに装着し, 両端面の間隔が0.5mmになるように設定し, 所定の雰囲気に調整する。次に誘導子をこの部分において, 高周波発振器の電源を入れ, 誘導子に高周波電流を流して, 試料の一部分を誘導加熱する。さらに高周波発振器の出力を漸増的に上げて行き, この部分に溶融帯をつくる。

溶融帯は溶融帯の内圧と平衡した表面張力および加熱コイルの下にとりつけた levitation coil より溶融帯に作用する電磁的な持ち上げの力のみによりささえられる。

溶融帯が形成されると下チャックを40~70rpm程度に回転させながら誘導子を上方に1mm/min程度の速度で引き上げていく。また溶融帯は誘導子の移動につれて移動していくように高周波電力を調整しておく。

一般に物質に含まれる不純物の溶解度は固相にある場合と液相にある場合とで異なり, 固相中の不純物の溶解度と液相中にある不純物の溶解度との比を偏析係数というが, 通常液相における溶解度の方が大きいのでこの比は1より小さい。

高周波加熱により, 鉄試料に溶融帯をつくりこれを移動させていくと, 溶融帯の下部より凝固してくるが, 偏析係数が1より小さい場合には, 溶融帯の移動とともに溶融帯中の不純物濃度が上がっていき, 新たに凝固した部分の不純物は少なくなり試料が精製されることになる。

水素ガス雰囲気中で精製を行なうのは, 鉄試料に含まれるO, C, Sなどを還元, 酸化作用(湿化水素の場合)により除去するためである。

Cが多くなると火花が出やすく溶融帯の安定がそこなわれるので, 試料としてはCの量を減少させた真空溶解鉄(再電解鉄), ビューロンなどを対象とする。

たかだか3~4ターンでありインダクタンスは非常に小さく、フィーダー線、同軸ケーブル、誘導子を含めたインピーダンスも小さいので、高周波発振器の出力インピーダンスと整合できない。もし、この電流変成器をなくして高周波発振器に結合すると高周波電力は負荷側にほとんど伝達されない。

試料を誘導加熱するためには誘導子のアンペーターンを大きくすることが必要である。また、熔融帯の幅をできるだけ狭くするために、誘導子のコイル間隔を狭くしなければならないが、このような誘導子の両端に高電圧を印加すると、コイル間にコロナ放電が発生する。したがって、誘導子の両端にかけられる電圧はたかだか数100Vである。一方、高周波発振器のタンク回路に発生する高周波電圧は1~10kVに達する。

以上の理由から高周波発振器と誘導子（負荷）側との間には高電圧-小電流を低電圧-大電流に変換する電流変成器が必要となる。つまり、電流変成器は発振回路の出力から負荷側をみたインピーダンスを高く、誘導子側から発振器側をみたインピーダンスを低くして前記の条件に合わせるためのもので、この操作をインピーダンス整合と呼んでいる。

電流変成器は1次巻線側が20T、2次巻線側が1Tの空心のトランスである。空心トランスは鉄心入りトランスにくらべて変換効率が悪く、効率を上げるためには1次巻線と2次巻線とを接近させればよいが、1次巻線の両端には高電圧がかかっているため接近のさせ方には限度がある。実際には1次巻線と2次巻線との間に絶縁用のマイカを数枚重ねて入れ、両巻線の間隔を5mm程度まで接近させた。

4.3 誘導子

誘導子は試料を溶解して、しかも安定な熔融帯ができるものでなければならない。

Heywang³⁾の研究によれば、熔融帯の内圧と平衡する表面張力によりささえられる熔融帯の幅は、試料の外径が小さい場合には外径に比例して広くなり、外径が大きくなるにしたがい一定値に近づく。Fe試料の場合、この一定値はほぼ3mm程度であるから、5mmφ以上の試料を浮遊帯

域精製する場合には、何らかの力を発生させて熔融帯をささえないと表面張力だけでは安定な平衡を保つことができない。この力を発生させるのが誘導子の加熱用コイルの下に取付けた robber plate である。

試料の溶解だけを目的とする誘導子を作るとは比較的容易であるが、robber plate を設けて、電磁力による熔融帯の持ち上げの力（levitation 効果）を発生させて安定な熔融帯を作るとは容易ではない。

robber plate は水冷管付の円環状のもので、これを誘導子の加熱コイルのアース側と電氣的に同電位になるように取付ける。すなわち、robber plate には加熱コイルのように高周波発振器から直接の電流は流れない。ただし、加熱コイルに流れる1次電流により試料は溶解されるが、robber plate には誘導電流である2次電流が流れる。この2次電流は熔融帯に対して levitation 効果をもたらすと同時に、1次電流により誘起された試料内の誘導電流を打消す方向であるため加熱コイルによる加熱効果を減殺する。

すなわち robber plate による levitation 効果を強くしすぎると試料は赤熱程度にとどまり、溶解しなくなるおそれがある。

4.4 自動制御装置

熔融帯は厳しい安定条件のもとに平衡が保たれているので、電源電圧の変動、発振回路の自己加熱による電気素子の定数の変化などによって、誘導子に流れる高周波電流が変化すれば熔融帯の安定がそこなわれる。

本装置にはこれらの外乱に対して、図2に示すような陽極電圧制御系と高周波電流制御系の自動制御装置が組込まれており、均一な形状の精製と操作者の負担の軽減を目的としている。

陽極電圧制御系は高周波発振器内で発振回路の発振管に印加される陽極電圧を一定にしようとする制御系である。たとえば、陽極電圧は操作盤にある陽極電圧設定器で6kVに設定してあれば、電源電圧がたとえ±10%変動しても6kV±0.5%以下に抑えられる。いま、電源電圧が少し上昇したとすると、陽極電圧は一瞬上昇するが、ただし

に検出されて定電圧と比較され、その差はP I調節部（比例動作+積分動作：調節部）への入力となり、調節部はサイラトロンの通気角を小さくして、陽極電圧が一定となるように制御する。

高周波電流制御系は操作者が安定な溶融帯を手動で作れば以後この状態を記憶し、持続しようとする制御系である。

溶融帯の溶けぐあい、たとえば溶けすぎとか、粘すぎなどは操作者は目で見えて判断できるが、これを物理量で表わして安定な溶融帯であるかどうかの検出を行なうのはむずかしい。溶融帯の温度、発振周波数の変化、高周波電圧、高周波電流、陽極電圧などが溶融帯の状態と相関の強い物理量として考えられるが、この装置で高周波電流を指標として用いたのは、検出装置が簡単なうえ溶融帯の状態と強い相関関係が認められたからである。

陽極電圧制御系は高周波発振器の内部で陽極電圧を検出して制御しているので、高周波発振器外部のフィーダー線、電流変成器、同軸ケーブル、誘導子など電流変成器の2次側閉回路に流れる高周波電流が回路の自己加熱などにより変化すれば、陽極電圧制御系だけで安定な溶融帯を十分に制御することはできない。

高周波電流制御はこれらの変化を同軸ケーブルの一部分にとりつけたサーチコイルにより検出して制御するのを目的とするもので、この制御系には電子管式P I調節計を用いて抵抗値変化を出力として陽極電圧を制御している。

5. 本装置の操業について

写真5は5, 10, 15, 20mmφの真空溶解鉄（再電解鉄）試料を乾水素雰囲気中で1回パスしたあとの試料形状を示したものである。

精製試料の形状は溶融状態を安定に保つために滑らかであることが必要であるが、通常N回パスを行なった試料をさらに1回パスした場合後者の形状の方が前者より凹凸が多く、試料の形状は悪くなることの方が多い。

表3は真空溶解鉄試料を水素雰囲気中で精製したあと分析した結果の1例である。

Fe 試料の精製に当っては最初の溶融帯の形成

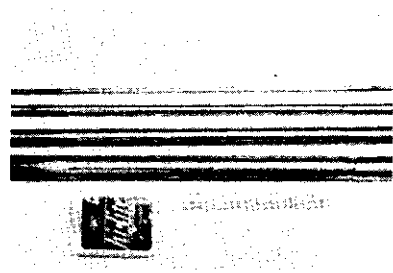


写真5 1パス後の試料の形状

が大切である。高周波発振器の陽極電圧の設定が適当で安定な溶融帯が形成されると以後はスムーズに精製できる。もし、高周波電力が不足気味であれば溶融帯の湯面は流動性を欠き粘着性を帯びて来て遂には固まって来る。また、高周波電力が過剰気味であれば、溶融帯の湯面は流動性に富み溶融帯の幅が次第に大きくなり、下方にふくらんで来る。この状態が続くとついには平衡がくずれ垂れ落ちるようになり、精製作業の継続はほぼ不可能となる。垂れ落ちなくても相当のふくらみを生じた場合、ふくらみのすぐ上の部分がくびれてくる。この時これ以上ふくらまないように高周波電力を減少させると、そのくびれた部分に高周波電力が乗らないので溶融し難くなるから高周波電力を増加させると、くびれた部分の上の部分がふ

表3 精製後の試料分析結果の1例

成分	素材	精製後	備考
C	20	10	素材：真空溶解鉄(再電解鉄) 5mmφ×350mm
Si	10	≤ 7	
Mn	20	2	パス回数：2パス(乾水素) +2パス(湿水素 D. P. 20°C)
P	2	1	
S	20	2	
Cu	10	4	誘導子上昇速度：1mm/min
Ni	3	3	
Cr	7	2	分析方法：C, N, O は化学分析
Co	30	25	
V	0.2	0.2	その他は Mass spectro 分析による
Ti	2	0.65	
Zn	20	2	単位：ppm(wt)
As	1.5	4	
Sn	4.5	1.5	
Sb	0.25	0.065	
N	56	≤ 4	
O	307	8	

くらんでくる。いったんこの状態が生じるとなかなかもとの状態にもどらないので溶融帯にふくみを認めてから高周波電力を減少させるのでは遅い。

この状態はむだな時間を含む制御系のハンチング現象と類似している。

本装置には4・4で述べたような自動制御装置があり、操作者が最初に安定な溶融帯を形成すれば、この状態を保持するように制御している。

上チャック、下チャックは水冷されているのでこの近くで溶融帯を作る場合には、溶融帯の熱が伝導により吸収されて、試料の中央部で溶融帯を作った場合よりも高周波電力が若干余分に必要となる。したがって精製開始から終了までの1パスの間に一定の設定値で制御を行うことは無理で、通常は1パスの間に2～3回調節計の設定値を変更する。

誘導子の上昇速度は1 mm/min 程度であるから、たとえば、試料の精製距離を300mm とすると、1パスが5時間程度かかることになる。この

間に、1時間に1回程度の監視で精製が行なえるから、操作者への負担を軽減することができる。

なお、溶融帯の形状修正は高周波発振器の出力調整のほかに、上チャックが上下に駆動できる機構となっているので、この動作により行なうことが多い。たとえば、溶融帯の外径が試料の外径よりふくらんで来ると上チャックを上へ動かして修正する。

そのほか、たとえばCが0.06%程度の試料を真空中で精製する場合、Cが高いために火花がでやすく溶融帯の安定がそこなわれ操作しにくかったが、これを水素ガス中で行なうと冷却効果と水素の還元作用により火花がとばず、溶融帯は安定し精製しやすくなった。

終りに本装置の製作調整にあたって終始ご協力いただいた技術研究所物理研究室の方々に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) 吉村順一：高周波加熱用電子管発振装置の設計と調整，(1967)，12，〔誠文堂新光社〕
- 2) 中村仁：高周波加熱，(1964)，5，〔厚生閣〕
- 3) W. G. Fann : Zone melting, 2nd edition, 108
- 4) B. F. Oliver : Trans. Met. Soc. AIME, 227 (1963), 960