三菱金属新潟工場のタングステン及びモリブデン製錬

堀口米次郎*・安田享一**・遠藤芳英**

原田長男**・安藤正久**

Metallurgy of Tungsten and Molybdenum at Mitsubishi Niigata Plant

Yonejiro HORIGUCHI and fore others

Our Mitsubishi Metal Mining Company presently manufactures various powder metallurgical products; for example, Wolframite filament, Molybdenum wire and cemented tungsten carbide alloy called "Tridia". Wolframite metal, raw materials used for these products are refined from wolframite ore at our Niigata Work.

We report the history and methods of Wolframite and Molybdenum extraction in the last decade.

Quantity of production and purity of these metals have extremely increased recently. Studies on the relations between powder sizes reduced with hydrogen gas in various temperatures and sizes of tungsten-ammonium para-salt have been made.

Furthermore, we have also studied on the property of wolframite metal reduced from wolframite-para-salt of various crystal forms as per operational data.

1. 緒 言

三菱金属鉱業株式会社新潟工場は昭和18年8月設立されたが、建設半ばで終戦となり、戦後戦争中の事業を生かし各種の粉末冶金製品の総合工場として、かつ一貫作業工場として操業今日に至っている。

1) タングステン並びにモリブデン製錬に関しては荒川鉱業会社高取鉱山より産出する重石鉱を製錬しタングステン金属を製造し、これをさらに進めて超硬合金及びタングステン線を製出し、2) モリブデン鉱石を製錬してモリブデン金属を製造し、これよりモリブデン線を製出している。すなわち下図の通りである。

鉱石→中間粉末製品(パラ塩)→金属粉末→焼結体→製品
製錬工程 粉末冶金法工程

各種製錬工程、粉末冶金法工程を経て製品を作っている訳である。したがって鉱山に随伴して営まれる、いわゆる製錬部門とは多少その規模、様式、内容等は異なるものがある。

粉末冶金工業としての原料である金属粉末の具備すべき条件として、1) 化学的純度が極度に高い事、特にある特有の元素に対してはその微量をも避ける事。2) 物理的性質がそれぞれの目的に応じた性能を有する事、例えば粉末の粒度分布が適当であること、形状が適当でありかつ流動性、圧縮性等が良好なる事、その他である。

これ等の 1), 2) 条件を同時に具備すべき金属粉末を生産すると言う事である。

当新潟工場は一般的条件として鉱石、原料、資材の運搬上の問題、労働力、工場用水、電力、燃料、鉱害の問題等に対しては有利な立地条件にある。すなわち国鉄引込線があり、労働源も優秀な気質を持つ新潟県人であり、すぐそばに豊富な信濃川の水力を有し、電力も県外に供給する状況であり、特に燃料源としての天然ガスの利用をなし得られる事は極めて大きな利点である。鉱区(採掘権) 30,000 坪を有し、豊富な天然ガス(約 8,500 cal/m³) を埋蔵しており、現在 600m 層に 1 本、130~200m 層に 2 本、計 3 本をさく井して 260m³/hr のガスを採取し、製錬作業はもちろん暖房にも全面的に活用しており、照明、モーター以外はほとんど電気を使用していない現状で、原価に及ぼす影響は極めて大きい。

2. 沿革

(発生事情より現在までの概況)

戦争中に引続き終戦後タングステン線製造のため、重石鉱からタングステン金属の製錬を小規模ながら開始した。これは当社大井工場にて生野鉱山よりの沈澱 CaWO₄ を原料として操業していたタングステン製錬の経験が非常に参考となつた。

第 1 期 (昭和20年10月~昭和23年12月)

タングステン、モリブデン線の試作実験を行うための

* 三菱金属鉱業株式会社加工部長

** 三菱金属鉱業株式会社新潟工場

装入してその W 含有量を分析し濃苛性ソーダで高温高温抽出を行っている。なお抽出残渣は5回程度温水にて攪拌洗滌して抽出歩留を上げるようにしている。

カルシウム塩反応：——抽出液に塩化カルシウム溶液を添加し CaWO_4 の沈澱を得る。

塩酸分解：——塩酸分解釜は温水ジャケット付にして約 80°C 加熱して分解反応を促進させている。従来より磁製釜を使用しているが亀裂事故をよく起し、また一操作毎に釜を冷却させるための時間的損失があるので材質を種々検討したが結局不純物の混入を避けるためにも磁製のものを使用中である。反応温度、塩酸の濃度等に不手際を生ずるとタングステン酸水和物はコロイダル状になり、その後の処理が困難になるので、この際塩酸に少量の HNO_3 を加える。

タングステン酸洗滌：——洗滌水は洗滌中のコロイダル化を防止するため、酸性温水を使用し、また純度を高めるため、純水を使用している。また洗滌能率をよくするための特殊の攪拌装置を付けている。

アンモニア溶解：——この際生ずる溶液中のコロイダル状の $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 、 SiO_2 等の不純物を除去するための沈静時間の保持並びにその液の濾過方法を適切に行い、純度の向上を計っている。

蒸発析出：——上記パラタングステン酸アンモンの精製溶液の結晶析出させる条件、すなわち溶液の濃度、蒸発温度、攪拌方法、母液の補給方法、母液の保持時間、冷却操作、結晶の採取条件、母液の残量等に対する条件を一定に保つ事により製品の純度維持、結晶体の粒度調整を行っている。

メタル還元：——管状式連続抵抗加熱還元炉を用いて穿岩用チップ、切削用チップ、電球フィラメント用、真空管用等それぞれの用途に応じて特有の還元条件でメタルを作っている。

4. 発展の経緯

4.1 量的の問題

註 生産量推移は昭和24年上期を100とする。

第2図 タングステンパラ塩生産量推移並びに作業能率

註 生産量推移は昭和24年上期を100とする。

第3図 金属タングステン生産量推移並びに作業能率

生産量の推移は第2図、第3図参照。試験期より漸次増産態勢に移行するにあつての設備上の拡充、改善、機械化せる主なるものは次の通りである。

(1) 天然ガスの利用 工場敷地内の鉍区にガス井戸を掘り、これの利用によるコストの低下を計るとともに渇水期の電力不足による操業の支障を極力少なくするため、熱源として電力をほとんどガスに切替えた。

(2) 増産に伴う副資材原料たる薬品輸送の合理化並びに設備改善

a) 20 t 塩酸タンク、硝酸及び塩酸のヘッドタンク、アンモニア水、塩化カルシウム溶液等の圧縮空気による輸送。

b) 上記薬品の貯槽並びに配管系統の整備及び計量槽の設置による薬品節減。

(3) 設備材質の改善 耐酸蝕並びに純度向上を期する一助として逐次重点的に貯液槽、濾過槽、パイプ等を合成樹脂に切替えた。またパラ塩乾燥皿を金属製から磁製に切替えた。

(4) パラ塩蒸発装置の改善 鉍山用チップ並びに切削工具用チップ等用途に応じ原料パラ塩の性質を変更する必要がある、したがってその蒸発装置もおのおの区別し各一定の条件で例えば一定の濃度の一定量を一定の温度にて蒸発析出せしめる方法を取った。

4.2 質的問題

(1) 製品純度の向上 結晶工程における精製方法の改善により SiO_2 及び Fe の微量存在をも許さない様

第4図 Wパラ塩純度表

にした。

(2) イオン交換樹脂による純水装置を全面的に洗滌及び溶解工程に利用純度の向上を計った。As, P等の微量の不純物の存在もW線に対し非常に影響を与え、線の加工性を悪くする事は周知の通りである。パフ塩純度表は第4図のようである。

(3) 成品品位の安定化

a) 28年度初期より品質管理手法をとり、化学純度並びに粒度分布のデーターシートを作り工程のチェックを行つた。

b) 蒸発工程の管理を徹底化することにより製品粒度均一性を保持した。さらに製品に対するパフツキの巾をより少なくするため lot mixing を行つた。

(4) 蒸発条件の検討改善 蒸発条件(蒸発温度、加熱方法、その他)による粒度分布に対する影響を検討し、所要粒度のものを作る様にする。例えば攪拌蒸発結晶法、冷却結晶法、低温蒸発結晶法等による製品区分を行う。

(5) W線用メタルに対しては初めはWパラ塩を水素還元により低級酸化物とし、これにドーブ剤と称する例えば KCl, SiO₂, Al₂O₃ 等を添加して線用Wメタルを製造していたが、純度及び線の性質に特に影響するドーブ剤について種々検討した。その後水素還元の際の諸条件につき検討を加え、天然ガスを利用するガス加熱還元炉を昭和26年に新設し、改めて根本的な検討を重ね、昭和29年に至つてさらに新しい製造方式の確立を見るに至つた。改良の主要点は次のようである。

a) メタル粉末の粒度分布

b) メタル粉末に添加するドーブ剤の純度組成

線メーカー各社とも上記各項については公表されないが、粒度分布を規定値に収める要素は酸化物の種類、水素還元における還元炉の温度分布、最高温度、時間、水素の流量、管状炉に入る酸化物粉末のひろがり等である。

(6) 超硬用メタルに対してはパラW酸アンモンを原料とし、2段、或いは3段 H₂ 還元法に拠つた。

a) その間原料パラW酸アンモンとWメタルの粒度等との関連を研究し、その還元条件等が明らかにされWの粒度分布並びに品位等が向上した。例えば原料タングステン酸アンモンとW粒度の関係については次のようであった。

超硬質合金の主原料である金属タングステン粉末はパラタングステン酸アンモン[5(NH₄)₂O₉・12WO₃・5H₂O]を浄化した水素気流中で還元することによつて製造している。この場合に問題になるものは化学的純度及び物理的性質特に粒度及びその分布状態である。化学的純度は例えば炭化タン(WC)の配合に、粒子サイズは最終の合

金の性質に影響する。これらに及ぼす因子としては、一般には「還元温度」、「原料の性質」、「水素流速」、「水素蒸気圧」、その他還元炉の操作状態などが挙げられる。したがつてこれらの因子を如何に制御して所望のタングステン粉末を得るかが重要な問題である。次にこの中還元温度、原料を要因として三元配置法にしたがつてある特性値について実験した。

F₁ F₂ A工程還元温度
S₁ S₂ B工程還元温度
M₁ M₂ 原料ロット

として水素流速、炉体等を一定としてある特性値について測定した。

	F ₁		F ₂	
	S ₁	S ₂	S ₁	S ₂
M ₁	2.9 2.9	2.5 2.7	2.7 2.7	3.7 3.5
M ₂	1.2 1.1	1.7 1.7	2.4 2.5	1.6 1.7
M ₃	2.1 2.1	3.4 3.4	2.4 2.6	3.5 3.6

分散分布表に纏めると次のようになる。

主 効		自 由 度	不偏分散	F 比	有 意 差
Ss	1.171	1	1.171	9.55	**
SM	7.386	2	3.693	30.23	**
SF	1.084	1	1.084	8.70	*
SS×M	1.686	2	0.843	7.50	*
SM×F	0.143	2	0.072	0.59	
SF×S	0.033	1	0.017	0.01	
SE	1.712	14	0.122		
St		23			

これをなお確認するために実験を再度行い別の特性値について行なつた。

	F ₁		F ₂	
	S ₁	S ₂	S ₁	S ₂
M ₁	4.60	4.23	4.44	4.11
M ₂	5.27	4.76	5.00	4.65
M ₃	3.60	3.44	3.52	3.50

分散分布表に纏めると

主 効		自 由 度	不偏分散	F 比	有 意 差
Ss	0.252	1	0.252	12.6	**
SM	3.992	2	1.996	99.8	**
SF	0.039	1	0.039	20	*
SS×M	0.063	2	0.032	16	
SM×F	0.016	2	0.008	4	
SS×F	0.008	1	0.008	4	
SS×F×M	0.004	2	0.002		

以上のように実験としては同様な結果を得た。このように金属タングステンの還元の際に、影響を及ぼす因子として一般的には前述の通りであるが、この場合は特に操業現場としてはA工程の還元温度よりB工程の還元温度の方が粉末の特性にはより影響を与えているようであり粉末の特性の制御に関してはB工程をよく管理することによつて所望のものが得られる。

b) 次に製造条件並びに性質の違った2種のパラタングステン酸アンモンを還元条件を一定として還元した場合Wの性質は

i)	パラ塩	WO ₃	SiO ₂	FeO	CaO	MgO
化学分析	A	89.55	0.002	0.001	0.001	0.001
	B	89.27	0.002	0.001	0.001	0.001

ii)	パラ塩	NH ₄	5 (NH ₄) ₂ O	H ₂ O(5H ₂ O)
A	B	5.78%	8.34%	2.83%
		5.76%	8.32%	2.84%

iii) 粒子の大きさ 光学顕微鏡の検鏡結果はA, Bともにほぼ同様な粒度分布及び粒度を有し大きさの比較は出来ない。ただし見掛け比重は A 2.4g/cc, B 2.6g/ccであつた。

このような2種のパラタングステン酸アンモンを次の還元条件で還元した。

一次還元, 温度 570°C×1.5hr 水素 15l/min

二次還元, 還元温度, 時間 880°C×15hr 水素 30l/min
還元された2種類のWの見掛け比重, 収縮率 (W粉末を 5 t/cm² で圧縮し 1,300°C×1hr で水素中で焼結した) O₂ %, 平均粒度(光電比色計), 顕微鏡, 電子顕微鏡等について測定し比較した。

パラ塩の見掛け比重 g/cc	W の 測 定 値			
	見掛け比重	O ₂ %	収 縮 率 (%)	平均粒度 (μ)
A	2.4	3.0	14	6
B	2.6	3.5	9	15

W粉末を Cu-Wetting 法によりみたWの粒子は写真1の顕微鏡写真に示す。

さらに電子顕微鏡写真は写真2の様である。

以上のようにパラタングステン酸アンモンを還元してWを製造するときにパラタングステン酸アンモンの相違によつて同一条件で製造されるWの性質は著しく異なることが解る。したがつて原料のパラツキについては原料製造工程に対してさらに改善を加え, かつ原料のある特性値について十分管理する必要が認められた。

写真1 赤血塩アルカリ液腐蝕 (×1080)

A, W ×10,000

B, W ×10,000

写真2.

c) タングステン線並びに超硬合金原料のWパラ塩は板状パラ塩並びに針状パラ塩が考えられる。おのおの別個に板状パラ塩を同一条件で水素還元してW粉末とした場合粒子の大きさに如何なる差異があるか 研究検討した。

i) 顕微鏡による還元過程の外形観察では板状結晶の方が自然分裂する傾向がある。

ii) ローダップ篩分機の震動並びに衝撃による W₄O₁₁, WO₂, W の各還元段階における崩壊性の比較では W₄O₁₁ では明らかに板状結晶の方が崩壊し易く, この差は WO₂, W 迄現われ総合的に板状パラ塩より還元したW粉末の方が崩壊し易い様である。

iii) 弱い衝撃によると針状結晶の方がW粉末は崩壊し難く相当数が原形を止めている様である。

の如き観察を得た。近時さらに還元作業の均斉化を企図して作業方式の改善を行い一方最終製品との関連の追及も進んで品質標準も確立し, ごく安定した生産状態を続けている。

註 縦軸は実際値でなく単に比較値である。

第5図 製錬実収向上図表 (Wパラ塩)

4.3 操業上の問題

(1) 不良原料(不良焼結チップ, 不良W線屑)繰返原料等の再生利用による歩留向上をなした。

(2) ボールミル粉碎時間と抽出率との関係並びにこれに伴う NaOH の使用節減すなわち粉碎時間を適正に行う事により抽出率を向上させ NaOH の使用節減を計った。かくのように free アルカリの量を減少せしむる事により, 次の工程における CaCl_2 の使用量の節減を計り得られた。

(3) イオン交換樹脂の寿命の延長を計る。イオン交換樹脂の寿命は 3,000 サイクルと言われているが, これは原水から来る浮遊物, 鉄粉等が多いと相当短くなるので原水に対する除濁装置を設ける事により一層寿命を延ばし得た。

(4) 生成物の洗滌能率の向上をなした事 CaWO_4 , H_2WO_4 等反応生成物はその反応の際の溶液の濃度, 温度, 操作により粒度の粗いもの, 細かいものが生じ, 洗滌に難易が生ずるのでこの点を実験データにより改善し粗粒度のものを作り, その後の操作を容易ならしめた。

第6図

製錬使用
薬品類原
単位推移

(Wパラ塩
t に対し)

第7図

各種の
原単位推移

(Wパラ塩
t に対し)

第8図

水素の
原単位推移

(Wメタル
t に対し)

(5) 各工程における仕掛品の適正配置 工程の多い作業にあつては各工程における作業量並びに作業速度より正確なる工程管理図を作成し, 工程と工程との継ぎをスムーズにする。適正な能力を持った設備を置くと同時に調整用の仕掛品並びに装置内残量を計算し常にその適正基準の仕掛品を維持する事により, 作業能率化を計りまた最も能率的な人員配置も得られる事となる訳である。

4.4 原価低減上の問題

(1) 作業能率 第2図, 第3図の通り。

(2) 原単位 第6図, 第7図, 第8図の通り。

製品の1kg当りの使用薬品量並びに補助原料である天然ガス, 用水, 電力の使用量等の変化を記載したものである。なお毎期の平均月当り生産量にて実績使用量を除いたものであるから各工程における仕掛品の変動, 作業量の多少, 生産方式の改廃, 鉱石品位の変化等のため見掛上の原単位を表わしているものであるが, 作業上の変遷傾向が掴めるものと思われる。

5. 今後の問題

昨年当社はドイツ Peutehe Edel Stahl Werke 社の超硬合金 Titanit の製造技術を導入し今後ますます超硬合金の技術的発展に努力しているがこれによると原料の成分, 規格等が極めて厳密である。これに対応して現在諸種の製錬技術設備の再整備, 検定設備, 機器の輸入, 新設等を行いつつある。

モリブデン製錬の部

6. 現在の作業方法

Mo 線を製作する事となり, この原料としては当社山佐鉱山(島根県)の輝水鉛鉱を使って中間製品として, Mo パフ塩を製錬している。その製錬方法の概要は次のようである。

焙焼:——輝水鉛鉱を乾燥粉碎して外熱式アランダム管の中で焙焼する。温度は 600℃ 程度である。低いと

Mo 鉱石成分

試料	Mo	Fe	SiO ₂	Cu	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	S
輝水鉛鉱	45.56 30.32	1.96 10.20	13.26 21.36	0.06 0.50	0.37	0.28	0.46	32.78
試料	Mo	Fe	SiO ₂	Cu	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	S
MoO ₃	63.55 53.41	1.003 4.12	2.190 8.92	0.117 0.39	0.190 0.225	0.037 0.149	0.162 0.162	0.109 1.808

充分にSがとばない。また時間がかかる。温度が高いと焼結され或いは昇華して欠減となる。なお空気(酸素)の供給を適当に行う事が特に大切で, このためには時々原料を攪拌する事, また空気の流速を早くすると原料粉末の欠減を起す事ともなる。この焙焼操作の不出来は直ちに次の工程の抽出率に影響を与えるものである。現在山佐鉱山の休止並びに焙焼費の非効率コスト高のために焙焼工程を不必要とする原料すなわち MoO₃に切り換えている。ただし抽出残渣に対する再処理並びに繰返し原料に対する再処理の場合には焙焼を行う。

抽出:——MoO₃を液安より作った安水に溶解する。この場合 MoO₃は充分粉碎されたものを使用し, また初めの間だけ反応促進のため抽出釜の外部から加熱してやる。この抽出液を濾過して次の工程に送る。

酸沈:——抽出液中には銅, その他の不純物を溶解しているから硝酸を滴下させてモリブデン酸の白色沈澱を作りデカンテーションして銅粉を除去す。この場合上記抽出液と硝酸との反応させる操作が非常に微妙であり生成モリブデン酸がコロイダル状になったり, 或いは沈澱洗滌され易い粗いものが出来たりするものである。すなわち抽出液の濃度, 硝酸の濃度, 温度並びに硝酸の添加する速度, 攪拌方法等により左右されるものである。

洗滌:——生成モリブデン酸は数回洗滌して精製モリブデン酸を作り再びアンモニア水に溶かして精製パラモリブデン酸アンモン溶液を作る。なおモリブデン酸沈澱を完全にするために少量の硝酸アンモンを入れた洗滌水を使用する。

蒸発析出:——再溶解した溶液には鉄, その他が残るからこれを除くために加熱酸化して沈澱を作り濾過して然る後, 蒸発析出を行うのである。もちろん不純物の濃縮混入を避けるため母液を適量残して結晶採取を打切る。

乾燥・フルイ分:——この結晶を乾燥, フルイ分後 lot mixing して成品の均一性を保っている。

炉熱:——還元工程に対する事前操作であつて Mo パフ塩をルツボ中で空気を断つて天然ガスで灼熱すると Mo O₂を主体とした種々の酸化度を有する Mo 酸化物が得られる。これが次の水素還元において適切な粒度を持った Mo メタルを作る事に好都合な条件となるのである。

第9図 モリブデン

註 生産量推移は昭和24年上期を100とす。

第10図 モリブデンパラ塩の生産量と作業能率
(Mo パラ塩)

還元：—2'φ×4mのガス加熱炉2炉を使用して行っていたが、最近単炉方式に切替えた。

7. 発展の経緯

7.1 量的の問題

生産量の推移は第10図参照，なお増産に伴う設備の改善，拡充を行った主なものは次の通り。

- (1) MoS_2 焙焼炉の改良 単炉方式を連続押込方式に切り換え，焙焼能率が3倍になった。なお均一なる焼鉱が得られる様になった。
- (2) 焼鉱の粉碎設備の取付 抽出歩留を向上させるため焼鉱を粉碎することにより歩留が著しく向上した。
- (3) 天然ガスの利用 抽出加熱装置並びに蒸発装置を従来の電気から天然ガスに切替えた。
- (4) 蒸発装置の能率化 従来の磁製釜を金属製に切換え蒸発速度を早める事になった。
- (5) 設備容量の増大化による能率向上並びに品質安定 従来パラ塩 20kg 単位を 50kg 単位に切替える事にした。
- (6) 設備材質の合成樹脂の切り換え。

7.2 質的の問題

(1) 純度の向上

- i) イオン交換樹脂による純水装置の利用
- ii) 酸沈工程における Cu 粉の除去の徹底化
- iii) 原料である MoS_2 を高品位の MoO_3 に切り換え歩留の向上並びに純度の向上を計った。

第11図
各種原単位推移
(Mo パラ塩に對し)

第12図
各種原単位推移
(Mo パラ塩に對し)

- iv) 蒸発工程における第一鉄塩の除去方法の改良，Mo パラ塩の純度表は下表のようである。

7.3 操業上の問題

Mo パラ塩 純度表

	22年		23年		24年		25年		26年		27年		28年		29年		30年		31年	
	上	下	上	下	上	下	上	下	上	下	上	下	上	下	上	下	上	下	上	下
Mo	56.77	56.89	57.00	57.08	56.79	56.86	57.21	57.61	56.20	57.32	56.91	57.28	57.42	57.55	57.68	57.52	57.43	57.74	57.77	
SiO ₂	0.005	0.004	0.004	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.002	0.0035	0.0032	0.0023	0.002	0.001	
Fe ₂ O ₃	0.003	0.003	0.002	0.003	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	
CuO	0.004	0.004	0.004	0.002	0.0023	0.002	0.0025	0.0025	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.003	0.003	0.0031	0.002	tr	
CaO	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001	0.001	
MgO	0.004	0.005	0.005	0.004	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	

(1) Mo 線屑，繰返原料（抽出残渣等）の再生利用による歩留向上。なお現在試作中の昇華法によつて得た MoO_3 よりの Mo パフ塩の製造或いは直接 Mo メタルへの還元等による不純物，Cu の完全除去並びにコストの引下げに今後の期待をかけている。

(2) 還元炉の改造 ほとんど W 線用メタルと同様の方法で水素還元によりメタルを製造した。Mo 酸化物をメタルに還元する温度は W が約 800°C であるに対し，Mo は 900°C であるため W の様にステンレスパイプを還元炉管として使用出来ずアランダム管に Mo 線を巻き炉温を約 $1,000^\circ\text{C}$ として連続還元した。この場合も適当な粒度分布と純度を確保するために努力したが昭和27年，従来の水素還元法によつて，中間酸化物を製造することをやめて天然ガスを利用して Mo パフ塩をルツボに入れ空気を断つて加熱（ 700°C 位）し， MoO_2 を主成分とする酸化物を作りこれをアランダム管につめ，さらに水

素炉に収め昇温還元後冷却して取り出すいわゆる単炉法に切り換えてメタル粉末を作る新しい方式を確立した。これによつて従来の歩留は飛躍的に向上し，各ロットとも全部線用として処理するまでになった。

7.4 原価低減上の問題

(1) 作業能率 第10図の通り。

(2) 原単位 第11図，第12図の通り。

8. 今後の問題

昭和29年末真空管用として高品位の Mo 線の需要があり上記の各工程に再検討を加えつつ今日に至っている。なお現在試験中の昇華法によつて得た MoO_3 から Mo メタルを作る方式及び特に有害な酸素を除去するため，脱酸剤としてカーボン，メタリック Al 等を加えながら，真空またはアルゴン中で電弧熔解製造を行う方法などを研究中である。

Kett 赤外線含水率計

本装置は天秤上の試料を赤外線ランプで照射し，適温で迅速な加熱効果によつて短時間に完全乾燥試料となし，その時の減少重量を直ちに水分百分率で秤量指示するものである。

写真の F-2 型は1回に多量の試料（100～200g）を測定し得る点，および頑丈で操作が簡易なため，誰にでも使える点で，鉱業方面の現場向きな水分計として適当な性格を具えているものと思う。

試料皿寸法 直径 170mm×深さ 15mm

測定水分範囲 0～100%全域

測定所要時間 10～20分
精 度 0.2%
赤外線ランプ 185W×3個
電 源 交流100V
寸法，重量 40×45×20cm8kg
構造：上皿天秤を反射板付のケースに納め，重錘皿を大きく定め，試料皿上方に3個の赤外線ランプを吊つて熱源としている。乾燥の終了は，天秤の傾斜運動が止まることによつて平衡指針が静止するから，容易に観察することが出来る。その時，内部の天秤に取付けてあるライダーを外部のツマミで操作（摺動）して天秤を平衡させると，ライダーに付加し

てある指針がスケール板上で水分を指示する。スケールはフル20%であるがスケールオーバー毎に重錘を減ずることによつて，100%まで同様に測定することが出来る。

性能

(1) 加熱乾燥の可能な物質なら何でも測定出来る。

(2) 加熱温度はランプの昇降によつて自在に変える。最高温度は 200°C 以上であるから，熱に強い物質の場合には，温度を上げて測定時間を短縮することが出来る。

(3) 天秤室ケースは，その上面に空間を隔てて反射板を設けたことによつて，完全に加熱から遮断されている。したがって連続使用によつて天秤の指度変化は全くない。

(4) 水分指示は軽いライダーの摺動で行うから，指度拡大率が大きい。

(5) 測定は天秤の水平衡点で行われるから，傾斜位置で測る方法のような摩擦誤差がない。

特長

(1) 適温で完全乾燥を行つた結果の重量変化を直ちにそのまま表示するから，水分測定の標準法，すなわち恒温乾燥器と化学天秤による測定法の結果と良く一致する。

(2) 操作が簡単で，作動が確実であるから，誤差要素が少なく，故障も起きない。

(4) 付属の重錘を用いて，指示の精度を簡単に点検することが出来るので，使用上何等の不安がない。

（三和電気科学研究所提供）