昭和電工東長原工場におけるタンタル製錬

Processing of Tantalum Metal at Higashi Nagahara Plant

小 松 昭 利*

Akitoshi KOMATSU

小 山 恵 二**

Keiji KOYAMA

内 藤 博 夫***

Hiroo NAITO

1. 緒 言

当工場は福島県のほぼ中央部に位置し、その開設は明治43年と非常に古い。

当工場の主力製品は塩素酸ソーダ、塩素酸カリ、タンタル、電解鉄、金属ナトリウムで約300名の従業員が働いている。タンタルは昭和39年に中央研究所よりパイロットプラントの形で移設され、以来3年の間に月産1.0t以上、国内における最大のメーカーに成長した。タンタルは規模は小さいが、内容は複雑である。それは製品の用途が耐熱、耐食材向と電子工業向に分かれており、とくに電子工業向は焼結型電解コンデンサ用、粉末として使用されるため、より微視的な管理、調整が要求されるためである。

製造工程の概略を第1図に示し、次章にて各工程につき詳述する。

2. 製 造 法

2.1 原料処理工程

タンタル鉱石（タングライト、マイクロライト）、スク

ラップまたは還元工程よりの回収品などを出発原料として還元工程の原料である K_2TaF_7 ないし Ta_2O_5 を製造する工程である。

鉱石処理はHF疎解-MIBK溶媒抽出（脈動抽出塔方式）を採用しており、抽出塔を2基備え、その能力は、 K_2TaF_7 として最大1,000kg/月である。工程図を第2図に示す。

2.2 電解還元工程

当初は冶金用粉末の製造を目的としていたが昭和36年より焼結型電解コンデンサ用粉末の製造もその目的に加え、電解条件の改良、および粉砕法の検討により38年に一応技術的確立をみた。

当社の電解条件は K_2TaF_7 を支持塩として Ta_2O_5 を原料とし陽極に黒鉛ルツボを使用して、電解電圧7~10V、電解温度800~900℃を採用し、生産能力は300kg/月である。電解法の欠陥である低原単位は付着塩の粉砕回収等により改善された。また品質的には粉砕と洗浄の組合せにより、電解品としては最高の純度（とくにC≤50ppm）を実現した。

コンデンサ用粉末としては、ナトリウム還元粉のよう

第1図 タンタル製造工程概略図

第2図 原料処理工程

第3図 電解還元工程

第4図 金属ナトリウム還元工程

* 昭和電工株式会社東長原工場製造課長

** 昭和電工株式会社東長原工場

*** 昭和電工株式会社本社肥料薬品管理部

写真1 脱ガス炉

写真2 タンタルアノード焼結炉

に超高容量級までは無理であるが、粉碎法を検討することにより中容量級から低容量級まで、とくに耐圧性の高い分野において電解粉の特徴が発揮された。本工程の工程図を第3図に挙げる。

2.3 金属ナトリウムによる K_2TaF_7 還元工程

当工場は金属ナトリウムの製造も行なっているので活性の高い金属ナトリウムを還元剤とする本製造方法の立地条件としては非常に恵まれている。原料とする金属ナトリウムは通常の市販品をさらに精製したもので、C, N, O 含有量が非常に少なくなっている。本工程の工程図を第4図に示す。

焼結型コンデンサ用タンタル粉末はその粉末特性および焼結特性が製品グレードごとに一定の範囲に管理されていることが必要である。

本工程において、粉末の諸特性を決定的に支配するのは還元反応である。すなわち還元温度および反応速度が生成粉末物性を決定する最も大きな因子である。当社はこれらの還元条件を厳密にコントロールすることにより、目標グレードの粉末物性を有する粉末を任意に製造する技術を確認した。なお後段の粉末調整操作において還元反応の多少のバラツキを充分吸収しているので製品におけるバラツキは小さい。

そのほか本工程、とくに洗浄工程においてタンタルのロスをできるだけ下げることにより歩留98%を達成している。本工程の製造能力は1,000kg/月である。

2.4 脱ガス工程

洗浄工程を経た粉末は当然 H_2 ガスを多量に吸蔵している所以その脱ガス、精製を行なう工程である。炉は真空内熱型で脱ガス効率を上げるため棚段式を採用しており、脱ガス条件は圧力 5×10^{-6} mmHg 以下、加熱温度 max $1,800^\circ\text{C}$ で、現在3基を備え処理能力はmax 50kg/Batch である。ガス放出時の大量の H_2 ガスを短時間に排気するために、メカニカルブースタを装備している。なお本工程の H_2 ガス放出は700~900°Cで完了するが、単なるガス放出のみでなく、粉末の焼結特性を改善する

ための処理を含んでいるので加熱温度、時間の管理は重要である。

2.5 粉末調整工程

電解コンデンサの比静電容量は誘電体の表面積（この場合はタンタル焼結体の全有効表面積）に比例する。したがって比静電容量の安定した粉末にするためには粉末の比表面積を一定に調整するのみでなく、粒形、粒度分布および純度など焼結特性に影響する諸因子をすべて管理しなければならない。この点において一般の粉末冶金用原料粉末よりさらに微視的な調整が要求される。

2.6 検査工程

タンタル粉末の検査は一般の粉末と同様に不純物含有量、粒度、粒度分布、比表面積（平均粒径）、かさ密度などを測定するが、コンデンサ用粉末の場合は上記の他に電気特性検査が必要である。これはその粉末をある焼結条件で焼結体とした場合にいかなる品質のコンデンサになるかを知るための測定検査であつて、その工程図を第5図に挙げる。

通常の定常出荷に際しては1次測定値を用いるが、最近の高品位コンデンサ製造用原料粉末に対してはコンデンサ製品まで仕上げて、その特性をチェックしなければならない。しかしこの製品化工程はコンデンサメーカー

第5図

タンタル電解コン
デンサ製造工程

それぞれに各社独自の方法があり、共通の評価基準として確立したものはまだ決まっていない。

今後粉末メーカー、ユーザー間の協力により解決しなければならない問題である。

3. 製品内容

当社のタンタル粉末は焼結型電解コンデンサ用と冶金用とに大別でき、コンデンサ用は11品種、冶金用として2品種を開発した。

当社のコンデンサ用粉末の特徴は、1) Solid Capacitor にしたとき耐電圧が高い。2) 静電容量が広い範囲で指定することができ、かつ製品ロット間のバラツキはCV値で±3%以内である。3) 流動および成型特性を改良しており、小型、大型サイズのペレットが安定して製造できる。また冶金用粉末はO, N, Cなどの不純物が少なく、金属不純物はきわめて微量で、造塊後のインゴットの品質が Capacitor 用線、箔、板に好適である。

第1表に当社タンタル粉末のグレードおよび品質規格を示す。

4. 結 言

当工場は位置的には不便な山の中のひなびた地方工場ではあるが、他の製品がt単位で論じられるところをkg単位ですむタンタルの場合には不便さはあまり問題にならない。むしろ歴史的な地方工場が時代の花形の電子工業の発展の一翼を担っているという自負と誇りをもつて

第1表 S. D. K. タンタルメタルパウダー

1. コンデンサ用粉末

グレード	CV ($\mu\text{F}\cdot\text{V/g}$)	L. C. ($\mu\text{A/g}$)	Loss (tan δ)	S. V. (V)
DCSL	1,800 $\pm$ 100	<3.0 (270V化成)	<0.10	> 300
DCL	1,500 $\pm$ 100	1.0	0.10	280
DCSM	2,400 $\pm$ 100	3.5 (270V化成)	0.13	300
DCM-I	2,400 $\pm$ 100	1.0	0.10	280
DCM-II	2,700 $\pm$ 100	1.0	0.12	280
DCM-III	3,000 $\pm$ 100	1.0	0.13	280
DCH-I	2,500 $\pm$ 100	1.3	0.10	250
DCH-II	2,900 $\pm$ 100	1.3	0.10	250
DCH-III	3,100 $\pm$ 100	1.3	0.13	250
DCUH-I	>3,600	1.5	0.15	200
DCUH-II	>5,000	3.0	0.10	180

2. 冶金用粉末

グレード	かさ密度 (g/cm^3)	粒 度 分 布			
		+60 μ	-60 $\sim$ 170	-170 $\sim$ 325	-325
DMA	2.5 $\sim$ 4.5	< 0.1	45 $\sim$ 55	30 $\sim$ 45	<15
DMB	2.0 $\sim$ 4.0	-	-	10 $\sim$ 20	<90

個々の作業員が日夜研さんしている。

さらに当工場の場合、金属ナトリウムの生産も行なっているので前述のように、その品質および回収を含めた原単位の点で非常に優位にある。

今後は、これらの利点を生かし品質的にさらに向上を行なうとともにその統一規格化についても業界の協力を得て進めて行きたい。

最後に公害対策は発生ガスの回収、清浄装置、排液沈殿戸過槽の設置などタンタルの回収設備と相まって万全を期している。

信越化学磯部工場におけるタンタル製錬

Processing of Tantalum Metal at Shin-Etsu Chemical Co.

正 会 員 平 石 隆 一*

Ryūichi HIRAISHI

1. 結 言

わが国におけるタンタル工業は海外諸国のそれに比べ企業化の時期は遅く、昭和33～34年にかけ、鉍工業技術試験の補助金の交付を受けた各社が、研究開発に乗り出したのが始まりである。信越化学におけるタンタル製錬は昭和34年2月、東京中央研究所での基礎研究着手に端を発し、35年2月に群馬県安中市の磯部工場内に鉍石からメタルまでの一貫した中間プラントを建設し小規模ながら生産を開始した。当初の製造方法は(鉍石)→アルカリ融解→回分抽出→(フルオライド)→熔融塩電解→(メタル)工程による製造方式を採用したが、その後

生産性、Ta 歩留り、純度とくに電子材料用としてのコンデンサ用メタル粉末の諸特性等に問題があることが分り、昭和36年頃から併行して検討を進めてきた(鉍石)→酸疎解→連続抽出→(フルオライド)→ナトリウム還元→(メタル)工程によるメタル製造技術開発の確立によつて、昭和38年6月に本格的プラントによる一貫生産体制に移行した。この間収率の向上、品質の改善、生産性の向上によるコスト低減など幾多の改良改善策がなされ、生産能力も今日ではタンタルフルオライド2.0t/月、タンタルオキシライド0.5t/月、メタル0.7t/月に達し品質面でも飛躍的な進歩をみるにいたつた。しかしながら、後述のようにわが国のタンタル工業は予想に反し需要の伸び悩みと鉍石事情の悪化などから各社ともに経済

* 信越化学工業株式会社磯部工場金属課(現 武生工場勤務)