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)

単位での生産活動に苦慮している実状で、国際競争企業性という見地から今後一段と自主的合理化対策と誠実な品質改善、さらには地道な需要開拓を図ることが発展への道と考える次第である。

当社で現在行なっている製造工程を示せば
第1,2図のとおりである。

3.1 タンタル鉱石

物の大部分は弗化物、硫酸塩の形でスラリー化した残渣として沈降し、フィルタープレスによつて分離する。

Ta、Nb の抽出精製 当社独自の設計によるミキサセトラタイプの連続抽出器により極めて精度よく Ta、Nb の分離精製を行なっている。原理は Ta、Nb 含有溶液と有機溶媒のメチルイソブチルケトンとを向流接触させ、有機相に Ta 分、水溶液相に Nb 分を分離、さらに純度向上を期すためストリップも行なっている。技術的に問題となる点は Ta の純度と収率が相反関係にあることから当初苦労もあつたが段効率等を入念に検討した結果現在ではトラブルもなく期待成績で標準化がなされている。

品出 Ta 精製有機相から Ta 分を完全にストリップした酸溶液について、アンモニアによる完全中和で水酸化タンタルまた、弗化カリの添加によつてタンタルフルオライドの結晶を生成するが、現在は回分操作で行なっている。結晶の汜過は前者はライタープレス、後者は遠心分離機が望ましくフルオライドはさらに再結晶を行なっている。

一方、ニオブ成分は用途に応じオキサイド、フルオライド、あるいは Fe-Nb 原料として製品化を行なっている。

鉍石粉碎と疎解 鉍石をトロンメル方式のボールミルにより-325meshに微粉砕しF系ライニングの反応槽で $\text{HF-H}_2\text{SO}_4\text{-HCl-HNO}_3$ 系の強酸で分解する。操業は回分式で行なっており Ta, Nb は H_2MF_6 で溶解し夾雑

第2図 メタル製造系統図

一方、ニオブ成分は用途に応じオキシサイド、フルオライド、あるいは Fe-Nb 原料として製品化を行なっている。

ナトリウム還元 当社のナトリウム還元は立型還元炉を使用し、あらかじめ加熱してあるタンタルフルオライドにナトリウム蒸気を接触させる方法を採用している。生成金属の粒度・粒形・粒径等の粉末特性は用途によって重要な役割をはたすので、反応条件（温度・時間・濃度）は自動制御によってコントロールをしている。

メタルの粉碎 原則として上記還元工程で粒度コントロールを行なうので粉碎の必要性は少ない。通常ボールミル、スタンプミルを使用し粒形の単調な微粉を得るが不純物の混入と歩留り面に留意して行なっている。

機械・化学処理 耐電圧、高信頼度が要求されるコンデンサ用のタンタルメタルは高真空下における熱処理と、酸を主体とする薬品による処理を行ない、微少の

不純物を揮発せしめ、同時に結晶粒の再結晶化を促し、粒子表面の清浄化を図る。

検査 構造材料用メタルは比較的粗いメタルから作っており酸素、炭素の少ないものが望まれる。

当社は加工性すなわち硬度、リダクション特性で定評がある。一方コンデンサ用メタルは粒度分布、見掛比重、純度といった一般特性のほかに、流水性、成型性焼結化成特性等、コンデンサ用材料として、実用面での規格を保証し、さらにテクニカルサービスとして固体コンデンサの試作によって製品の評価も行なっている。

製品半製品の分析値（第2表参照）

4. 結 言

タンタル国産技術も品質的には国際水準に比較し充分太刀打ちできるものになったが、これを企業としてみた場合には幾多の困難をひかえている。これは国内需要が予測に反し伸びていないこと、原料鉱石の価格、供給が非常に不安定なことであるが、これらの点に関してはここ1,2年電子工業、化学産業等の発展に伴い需要量も急速な伸びに転じつつあるし、また、原料転換などの処理技術の開発など抜本的な対策を講じつつあるので今後に期待するところは少なくない。

第 2 表

	Nb	Fe	Si	Ni(Al)	Mn(Ti)	C	O	H	N
K ₂ TaF ₇	0.003>	0.003>	0.003>	-	-	-	-	-	-
Ta ₂ O ₅ *	0.01>	0.003>	0.003>	0.003>	0.003>	-	-	-	-
M・Ta**	0.001	0.003	0.003	0.003>	0.001>	0.003	0.04	0.007	0.002
C・Ta***	0.001	0.002	0.003	0.003>	0.001>	0.005	0.10	0.003	0.002

* すべて酸化物の形での値

** 加工用メタル

*** コンデンサ用メタル