技術報告

黒鉛ヒーターの高温電気抵抗

岡田雅樹

(平成4年10月20日受理)

Electric resistance of graphite heater at high temperatures.

Masaki Okada

TOYO TANSO CO., LTD

2181-2, Nakahime, Ohnohara-cho, Mitoyo-gun,
Kagawa-ken 769-16, Japan

Electric resistance of heaters made of isotropic graphite, IG-11, was measured in the temperature range from room temperature to 3000°C in argon atmosphere. Four heaters with different sizes were set in four furnaces, being installed with different capacities of electric sources 1900A×10.5V, 2700A×20V and 3500A×24V. The increase of resistance with temperature rise from about 1000°C to 3000°C was observed for the heaters whose applied voltage was 10V, whereas remarkable decrease of resistance above 2500°C appeared for two other heaters applied 12V. It was found that the temperature dependence of electric resistance of graphite heater is influenced by not only graphite material and gas atmosphere but also the matching between heater size and capacity of power source.

KEYWORDS: Electric resistivity, Isotropic graphite, Temperature dependence

1. 緒 言

黒鉛材料は、3000°C以上の耐熱性を持ち、輻射率が高く、また機械加工性に優れ、大型材料の製造が可能であり、しかも比較的に安価であることから、高温(1300°C以上)炉のヒーター、サセプターおよび炉内構造物として使用されている。

黒鉛材料の電気抵抗率は温度の関数であるため、工業炉のヒーターとして使用する場合その温度依存性を知ることが、炉の電源を設計する上で極めて重要である。高温での黒鉛ヒーターの抵抗値の適切な評価を誤ると、用意した電源の電圧および電流の制限値から黒鉛ヒーターに電力を十分入力できないことになり、所望温度が得ら

れないことが起こりうる。例えば、高温における黒鉛ヒーターの抵抗値が評価値より高い場合、①式から明らかのように初期電圧より高い電圧を掛けなければならない。

$$W = V_e \times I_e \times \cos\phi \quad \dots \quad ①$$

ここで、Wは電力、 V_e は実効電圧、 I_e は実効電流および $\cos\phi$ は力率(ここでは1とする)である。その電圧が電源電圧の容量値(最大値)を超える場合は、必要な電流を流すことができず、投入電力が不足して所望の温度が得られないことになる。また、逆にヒーターの抵抗値が評価値より低い場合、低い電圧で大きな電流が流れる。したがって、電源の電流の容量値を与える電圧が相対的に低くなり、投入電力が不足して、これまた所望の温度が得られないことになる。

コークスをベースとした人造黒鉛材料の電気抵抗率は、

東洋炭素(株) : 〒769-16 香川県三豊郡大野原町中姫
2181-2

温度の上昇とともに一度低下した(500℃付近)後、単調に増加すると考えられてきた¹⁾⁵⁾。しかし、足立ら⁶⁾は高純度化した等方性・高密度黒鉛IG-11の抵抗率をアルゴン雰囲気中で測定した場合、900K(627℃)から2300K(2027℃)までの温度域では増加し、2400K(2127℃)以上では低下すること、さらに昇・降温のくり返しによって2400K(2127℃)以上での減少量が少なくなることを報告した。また、この減少は窒素ガス雰囲気中では起こらないことも報告している。これに対して、松崎ら⁷⁾は窒素ガス雰囲気中でも2200℃以上の高温域で抵抗率の減少が

認められると報告した。逆に、佐藤ら⁸⁾は、10種の黒鉛材料について2400℃までの抵抗率測定を行い、高温で減少する傾向が認められなかったと報告している。

そこで、本報告では等方性・高密度黒鉛IG-11を用いて大きさの異なるヒーターを製作し、電源容量の異なる4式の3000℃まで昇温可能な炉に設置して、それらの電気抵抗値を温度の関数として測定することにより電源容量を考慮した黒鉛ヒーターの電気抵抗の温度依存性を論じることとした。

2. 実 験

等方性・高密度黒鉛IG-11ブロックよりFig.1に示すような寸法の異なる4種の円筒状ヒーターを切り出した。No.1とNo.2のヒーターの2つの端子間に直流電流を流して電圧降下法により求めた各エレメントの抵抗値はいずれもほぼ2mΩであった。200V、3相の商業電源から電流調整器、変圧器および銅電極を経て、黒鉛ヒーターに電力を投入できるようになっている。アルゴンガス雰囲気(微小な正圧)中で $0.2 \sim 0.3 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$ の昇温速度で炉を昇温しながら、ヒーターの温度の関数として変圧器の二次側の電圧、電流を測定した。測温は、低温では熱電対を、高温ではパイロメーターを用いて行った。電源ならびに炉の構成を模式的にFig.2に示した。なお、ヒーターは断熱材で囲まれており、水冷銅電極との接続は断熱材の外側でなされている。また、ヒーターNo.1用に使用した変圧器の電源容量は1900A、10.5VでありNo.2およびNo.3用はそれぞれ2700A、20Vであり、No.4用はそれぞれ3500A、24Vであった。

二次側の電圧計の読み値を電流計の読み値と $\sqrt{3}$ との積で除した値をヒーターの「抵抗値」とした。

No.1とNo.2のヒーターを使った炉では室温における

	L(mm)	OD(mm)	ID(mm)	W(mm)
No.1	430	200	150	20
No.2	730	440	400	10
No.3	670	320	290	10
No.4	730	380	350	10

Fig.1 Test specimens made of the graphite block IG-11.

Fig.2 Schematics of the furnace for electric resistance measurement.

Fig.3 Values applied voltage(a), electric current(b) and electric resistance(c) plotted as function of temperature and measured for the graphite heater No.1(see Fig.1) using the furnace with the capacity of the power source of 1900A×10.5V. Three cycles of the measurements were carried out only during heating up.

この「抵抗値」がほぼヒーター単体の抵抗 $2\text{m}\Omega$ に一致した。それゆえ、二次側の電圧、電流値から計算した「抵抗値」に対して、銅電極および銅線の影響は無視し得ると考えられた。

3. 結果と考察

黒鉛ヒーター No.1 および No.2 についての測定結果を、ヒーターの温度に対して抵抗値、印加電圧および一相に流れる電流をプロットすることによってそれぞれ Fig.3 および Fig.4 に示した。

ヒーター No.1 では3回の昇降温を繰り返した場合の昇温中の測定値を Fig.3 に示した。各相ともほぼ同じ電圧、電流値を示した(Fig.4参照)のでFig.3では一相の測定結果のみ示した。ヒーター No.2 では一回の昇温試験を行って、端子TとSおよびTとR間で測定した電圧値を、また端子RおよびSで測定した電流値をそれぞれ区別して温度に対してプロットした [Fig.4(a)および(b)]。さらに抵抗値については端子Tに対する他の2端子RおよびSの間で測定した結果をプロットした [Fig.4(c)]。ヒーター No.1 においては、抵抗値は温度の上昇とともに一度低下した後単調に増加している。そして 2400°C 以上となっても抵抗値は上昇した。この抵抗値の温度依存性は繰り返しの測定でほぼ同一線上に載り、良い再現性を示した。足立ら⁶⁾の指摘した繰り返しによる抵抗値変化は認められなかった。これに対して、ヒーター No.2 では 2200°C 以上で抵抗値は下がり始め、 2500°C 以上では急激な減少を示した。なお 2000°C 付近の電流・電圧値の乱れは昇温速度を変えたために温度制御がスムーズに進行しなかったためである。 2000°C 以下と以上では電圧と電流の関係が変化しており、 2000°C 以上では電圧の上昇により大きい率で電流が増大し抵抗値の降下が観測された。各端子の間の電圧、各端子の電流は全く一致している。抵抗値も一致しており、 2200°C 以上でいずれの端子間の抵抗値も減少していることがわかる。本実験の結果は、全く同一材質の黒鉛材料を用いながら、その抵抗の温度依存性が大きく異なることを示している。そして足立ら⁶⁾の結果と合わせてみると、黒鉛材料の高温抵抗率は、(1) 雰囲気ガス(アルゴン、窒素)、(2) 脱ガス状態(繰り返し測定)に加えて(3) 測定体の形状、炉の構造および(4) 電源の容量などの因子を考えるべきであろう。

ヒーター No.2 で観測された電圧・電流の関係の変化、すなわち抵抗値の温度依存性の変化が高温で回路の短絡が生じたためと考えられた。そこで No.2 と同様に 2200°C 以上で抵抗値の減少が認められた No.3 のヒーターにつけたスリットの幅(Fig.1中のW)を 10mm から 50mm にと大きくしたが、やはり 2200°C 以上で抵抗値の減少が認められた。かえって減少開始温度が低くなった。

足立ら⁶⁾は高純度処理した黒鉛材料 IG-110 を試験片として使っている。IG-110 は高純度処理していない IG-11 に比べ、 H_2 、 CO 、 H_2O 、 CO_2 、炭化水素等の吸着ガスが少

Fig.4 Values applied voltage(a), electric current(b) and electric resistance(c) plotted as function of temperature and measured for the graphite heater No.2(see Fig.2) using the furnace with the capacity of the power source of 2700A×20V. The values measured for the two different pairs of heater terminals(S-T and T-R, see Fig.2) were plotted.

なく⁹⁾, しかも足立ら⁶⁾が用いた試験片は小さく, 測定のため昇温による脱ガスが効果的に生じていることが考え

られる。本実験のヒーターNo.1は高純度処理をしていないIG-11を用い, 試験片としたヒーターの体積も大きいことから昇降温を繰り返しても必ずしも脱ガスができていないことが考えられる。そのため, 足立らの結果では繰り返しの抵抗率の変化が観測され, 本実験ではされなかったと考えられる。

ヒーター No.1 とヒーター No.2 に印加された電圧値 [Fig.3(a)および4(a)] を比較してみるとヒーターNo.2では抵抗値が減少しはじめる2200°Cで電圧が11Vを超えているのに対してNo.1では10V以下である。減圧下でアルゴンガス雰囲気中では放電を起こしやすいことが知られている。そこで, 印加電圧が高いとみかけ上抵抗値が下がるようにも考えられる。しかし, No.4のヒーターでは24V, 3500Aの容量の電源を使った場合, 18.0V, 3000Aを掛けて炉を3000°Cに昇温した時, ヒーター抵抗値は温度とともに単調に増加した。したがって, 単に印加電圧が高いと高温で抵抗値が下がるわけでもない。ヒーター形状, 炉の構造, 電源とのマッチングがヒーターの抵抗値に影響すると考えるのが妥当であろう。

謝 辞

本原稿を書くあたり多くのご助言を賜りました北海道大学工学部稲垣道夫教授に御礼申し上げます。

文 献

- 1) 石川敏功, 長沖 通, 新・炭素工業 (1980), P41, 近代編集社。
- 2) A. I. Lutcov, V. I. Volga and B. K. Dymov, *Carbon* **8** (1970) 753-760.
- 3) S. G. Bapat and H. Nickel, *Carbon* **11** (1973) 323-327.
- 4) S. G. Bapat, *Carbon* **11** (1973) 511-514.
- 5) 水島三知, 炭素 **1959** [No.7] 2-5.
- 6) 足立正和, 塩山 洋, 成澤雅紀, 池田 茂, 辰巳国昭, 相馬 勲, 磯崎秀夫, 江川和則, 久徳博文, 田邦村武司, 炭素 **1991** [No.146] 33-36.
- 7) 松崎弘和, 玉田興史, 日本学術振興会 第117委員会資料 117-216-B-1 (1991).
- 8) 佐藤千之助, 佐々木哲也, 車田 亮, 川又清広, 柴野正順, 日本学術振興会 第117委員会資料 117-218-B-4 (1992).
- 9) 岡田雅樹, 福田 伸, 山科俊郎, 炭素 **1992** [No.153] 176-183.