

(214) ゾーン溶解による高純度鉄の作製とその電気抵抗比ならびに熱起電力測定

早稲田大学 大学院 O吉田千里 鷲崎秀昭
理工学部 工博 草川隆次

1. 実験目的:

鉄鋼材料の研究にあたって多くの純鉄が用いられているが、その種類によっては性質が異なるといわれている。これは微量元素の影響と考えられるので各種の雰囲気によるゾーン精製を行い高純度鉄を作製し、その純度判定として電気抵抗比と熱起電力を測定しそれらを比較検討することを目的とする。

2. 実験方法:

再電解鉄を大気溶解し、溶鉄の表面に酸素を吹付けそれを鋳造、切削して8mm^φにしたものを素材とした。ゾーン精製装置は縦型内熱式で、15kw、4Mcの高周波誘導加熱である。雰囲気は湿水素、乾水素、真空とし、精製条件は精製速度、回転数、湿水素水蒸気分圧を変化させた。精製試料は不純物組成分析、電気抵抗比測定($R_{RT}/\rho_{4.2^\circ K}$)、熱起電力測定(水銀の凝固点、水の沸点、ナフタリンの沸点と0℃との起電力)を行った。

次にPuron純鉄、Johnson Matthey 純鉄、鉄鋼協会配布試料を用いて、湿水素中での精製と素材表面にCaF₂を塗付しての精製を行った。この場合、電気抵抗比は液体ヘリウム中での測定の際、消磁後縦磁場(800Oe)をかけて測定電流方向にスピンをそろえて抵抗値を求めた。

3 実験結果と考察: 実験結果を表1に示す。

(i) 再電解鉄を素材とした場合は、精製速度、回転数、水蒸気分圧による純度依存性が認められた。また精製試料の先端部、中央部、末端部の純度はゾーン効果があったことを示している。熱起電力は、精製速度を変化させた時、電気抵抗比と熱起電力が比例関係にあった。一方分光分析の結果、Co, Ni, Cuが検出され、これらは湿水素雰囲気でのゾーン精製では除去できない元素であることがわかった。

(ii) Johnson Matthey純鉄、Puron純鉄等の純度の高い試料を素材とした時は、ゾーン効果が認められず、特に先端部の純度が低かった。表面にCaF₂を塗付した時は実験操作上精製速度を速くしなくてはならなかったが比較的純度は上っていた。

(iii) 縦磁場をかけた時の $R_{RT}/\rho_{4.2^\circ K}$ は約100から最高値446になった。

(iv) 鉄鋼協会試料(958と960)は未脱酸試料の方が高純度になった。酸化精錬の効果であろう。

(v) 熱起電力は高純度になるに従って大きな値となった。起電力は両端の温度差のみに依存し、磁場の影響等を受けにくいと考えられるので純度判定の簡便な一手段となる。

表1. 各種純鉄の電気抵抗比と熱起電力測定値

試料	精製条件	熱起電力 mV			電気抵抗比 $R_{RT}/\rho_{4.2^\circ K}$		
		S	M	L	S	M	L
Puron 純鉄	0.1mm ^φ 湿水素乾燥各2回	1.9905	1.9912	1.9907	200	366	285
	1.0mm ^φ CaF ₂ 湿乾水素各1回	1.9875	1.9884	1.9869	213	241	135
Johnson Matthey	0.1mm ^φ 湿水素乾燥各2回	1.9911	1.9903	1.9939	307	396	446
	0.45mm ^φ 湿水素乾燥各3回	1.9898	1.9908	1.9911	315	279	325
	素材		1.9790			219	
協会試料 958	0.45mm ^φ 湿水素乾燥各2回	1.9864	1.9892	1.9876	209	239	197
	0.45mm ^φ 湿水素乾燥各2回	1.9770	1.9793	1.9763	99	145	79
協会試料 960	1.0mm ^φ CaF ₂ 湿乾水素各1回	1.9822	1.9859	1.9824	150	193	192
	素材					106	

注. 熱起電力の値は水の沸点100℃と0℃との起電力で対白金線である。
S, M, Lは試料の先端, 中央, 末端部を示す。