

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5099399号
(P5099399)

(45) 発行日 平成24年12月19日(2012.12.19)

(24) 登録日 平成24年10月5日(2012.10.5)

(51) Int.Cl.	F 1
C 2 2 B 9/04 (2006.01)	C 2 2 B 9/04
C 2 2 B 9/10 (2006.01)	C 2 2 B 9/10 1 0 2
C 2 2 B 21/06 (2006.01)	C 2 2 B 21/06
C 2 2 B 26/22 (2006.01)	C 2 2 B 26/22
B 2 2 D 2/00 (2006.01)	B 2 2 D 2/00

請求項の数 3 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2005-321013 (P2005-321013)	(73) 特許権者	505374783
(22) 出願日	平成17年11月4日(2005.11.4)		独立行政法人日本原子力研究開発機構
(65) 公開番号	特開2007-126720 (P2007-126720A)		茨城県那珂郡東海村村松4番地49
(43) 公開日	平成19年5月24日(2007.5.24)	(73) 特許権者	591058792
審査請求日	平成20年6月13日(2008.6.13)		日本金属化学株式会社
			東京都練馬区旭町3-12-19
		(74) 代理人	100088683
			弁理士 中村 誠
		(74) 代理人	100108855
			弁理士 蔵田 昌俊
		(74) 代理人	100075672
			弁理士 峰 隆司
		(74) 代理人	100109830
			弁理士 福原 淑弘

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 溶湯精錬装置及び溶湯精錬方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

溶融状態のアルミニウム合金やマグネシウム合金を精錬する溶湯精錬装置において、
溶融金属を収容する精錬装置と、
前記精錬装置を2つの部屋に仕切るとともに、上部に前記2つの部屋同士を連通させる
貫通孔が設けられた仕切りと、
前記精錬装置に接続され、前記2つの部屋のうち一方の部屋内を減圧する真空ポンプと

、
前記溶融金属中に不活性ガスを導入して溶融金属を攪拌するガス導入回転装置と、
前記溶融金属の表面に浮上する介在物を目視するための窓とを具備することを特徴とする
溶湯精錬装置。

10

【請求項2】

前記溶融金属の表面に浮上する介在物を計測するCCDカメラを更に有することを特徴
とする請求項1記載の溶湯精錬装置。

【請求項3】

前記真空ポンプは、蒸発材料の噴流によって吸気口側から排気口側へと気体を強制的に
移動させる蒸気噴射ポンプであることを特徴とする請求項1記載の溶湯精錬装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

20

この発明は、溶融状態のアルミニウム合金やマグネシウム合金を精錬する溶湯精錬装置及び溶湯精錬方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、アルミニウム合金、マグネシウム合金は化学的に活性な金属であるため、容易に空気成分と反応し、例えば Al_2O_3 、 MgO 、 Al_2MgO_4 等の酸化物を生成しやすい。また、溶湯表面から空気成分(H_2 、 O_2 、 N_2 等)が混入し溶湯の清浄度を劣化させている。ところで、これらの酸化物や介在物、空気成分が多量に溶湯に混入すると、製品の加工面にあらわれて外観不良となるばかりではなく、欠陥の結合により製品の亀裂、破壊等が生じ、重要保安部品等に使用された場合に重大な事故につながる可能性がある。

10

【0003】

従来、介在物や酸化物を観察するための技術としては、Kモールド法(特許文献1)と呼ばれる技術が知られている。この技術は、板状のアルミサンプルを作成して破断面を肉眼、光学顕微鏡で観察することを特徴とする。また、別な技術として、P O D O F A(特許文献2)と呼ばれる技術が知られている。この技術は、一定な気孔を有するフィルターにアルミ溶湯を加圧通過させ、フィルター上に残量した介在物、酸化物を測定する方法であり、フィルター上のアルミ成分は固化後に垂直方向に切断して断面を研磨し、研磨後、光学顕微鏡等で観察して介在物、酸化物をカウントすることを特徴とする。

【0004】

しかしながら、Kモールド法の場合、及びP O D O F Aの場合ともに、1)測定に時間が多くかかり実作業で即効性のある対策をすることが難しい、2)粒状に存在する酸化物は剥離してしまうと痕跡の判断が難しい、という問題があった。特にKモールド法の場合、酸化物はアルミと同色のため発見がしにくいという問題があった。

20

【0005】

また、上述した介在物や酸化物は製品不良の要因となっているので、アルミ缶、アルミ箔、サッシ等を製造しているメーカーにとってはこの対策が迫られている。このようなことから、従来、脱ガス処理とフィルターで介在物や酸化物を処理する方式が採用されているが、3ミクロン程度の異物が溶湯に混入するという問題があった。

【特許文献1】実公昭52-17449号公報

【特許文献2】特開2005-3510号公報

30

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

この発明は、こうした事情を考慮してなされたもので、溶融金属を収納する真空精錬装置内を1気圧以下に保持し、真空精錬装置内で溶融金属中の介在物を浮上させる構成にすることにより、従来と比べ溶湯中の3ミクロン以上の介在物や酸化物を著しく少なくし、製品不良の少ない溶湯精錬装置を提供することを目的とする。

【0007】

この発明は、こうした事情を考慮してなされたもので、真空精錬装置内を1気圧以下に保持するとともに、真空精錬装置に供給される溶融金属または真空精錬装置に収納された溶融金属に、脱ガス処理と、フラックス処理及び/又は不活性ガス処理を施すことにより、真空精錬装置内を1気圧以下に保持して溶融金属の介在物を浮遊させ、従来と比べ溶湯中の3ミクロン以上の介在物や酸化物を著しく少なくし、製品不良の少ない溶湯精錬方法を提供することを目的とする。

40

【課題を解決するための手段】

【0008】

この発明は、溶融金属(溶湯)に含有する介在物、酸化物等のドロスが空気成分を巻き込む、又は付着して存在していることに着目し、1気圧下に溶融金属を保持することで、空気成分の膨張により溶湯表面に浮上する原理を利用し、これにより真空精錬装置の底部側に介在物や酸化物の少ない溶湯を集め、これを収集することを特徴とする。なお、浮上

50

した介在物、酸化物は、溶湯の付着力が働く為、溶湯表面にとどまる。このため、介在物や酸化物が少量の場合は目視で数量と種類を判定することができるが、多量の場合はC C Dカメラ等の撮影手段を用いて定量的に測定することが望ましい。

【0009】

この発明に係る溶湯精錬装置は、溶融状態のアルミニウム合金やマグネシウム合金を精錬する溶湯精錬装置において、溶融金属を収容する精錬装置と、前記精錬装置を2つの部屋に仕切るとともに、上部に前記2つの部屋同士を連通させる貫通孔が設けられた仕切りと、前記精錬装置に接続され、前記2つの部屋のうち一方の部屋内を減圧する真空ポンプと、前記溶融金属中に不活性ガスを導入して溶融金属を攪拌するガス導入回転装置と、前記溶融金属の表面に浮上する介在物を目視するための窓とを具備することを特徴とする。

10

【発明の効果】

【0011】

この発明によれば、従来と比べ溶湯中の3ミクロン以上の介在物や酸化物を著しく少なくし、製品不良を少なくできる。また、真空精錬装置に収納された溶融金属の表面に浮上する介在物、酸化物の数や種類を計測する測定手段を備えることにより、溶湯表面に浮上した介在物や酸化物の数量及び種類を簡単に且つ確実に把握することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下、本発明について更に詳しく説明する。

図1は、本発明に係る溶湯精錬装置の一例を示す。図中の符番1は真空精錬装置を示し、この真空精錬装置1には溶解炉3が接続され、この溶解炉3から溶融金属4が矢印Aに示すように供給される。真空精錬装置1は仕切り5により2部屋2a, 2bに区分けされ、一方の部屋2aにはArガス等の不活性ガスを溶融金属4中に導入するとともに、溶融金属4を攪拌するガス導入回転装置6が配置されている。このガス導入回転装置6には、矢印Bのように回転する回転部材6aを有し、この回転により溶融金属4の脱ガス処理が行われる。前記ガス導入回転装置6は中心軸に沿って図示しないガス導入孔が形成され、上部より導入された不活性ガスが下部先端から溶融金属4中に導入されるようになっている。また、部屋2aには、配管7を介して図示しない蒸気噴射ポンプ（真空ポンプ）に接続されている。前記蒸気噴射ポンプは、蒸発材料として鉛を用いている。同ポンプは、鉛を材料とする蒸気が持っている熱エネルギーを運動エネルギーに変えて噴流を発生させ、この噴流によって吸気口側から排気口側へと気体を強制的に移動させる機能を有する。更に、部屋2aには、真空計8、シーケンサー9を介してタッチパネル10が接続されている。

20

30

【0013】

前記仕切り5には、溶融金属4が真空精錬装置1に送られている時に、部屋2a, 2b同士を連通させる貫通孔11が設けられている。他方の部屋2bの上方に位置する真空精錬装置1は開口され、この開口部に透明な材料からなる窓12が形成されている。この窓12の真上には、溶融金属4の表面状態を観察するためのリング型照明付き拡大鏡（2～4倍）13が配置されている。前記真空精錬装置1の部屋2bの底部側には、取鍋14を介して図示しないフィルター又は鑄造機に接続されている。真空精錬装置1内は蒸気噴射ポンプにより1気圧以下に保持される。

40

【0014】

こうした溶湯精錬装置において、溶解炉3では溶融金属にフラックス処理が施される。また、真空精錬装置1内は蒸気噴射ポンプにより1気圧以下に保持される。更に、溶融金属4は真空精錬装置1の一方の部屋2aでガス導入回転装置6により攪拌されて溶融金属4に脱ガス処理が施されるとともに、同装置6の下部先端より不活性ガスが導入される、これにより、介在物や酸化物のうち3ミクロン以上のものが上部に浮上し、3ミクロン未満の介在物や酸化物が底部側に残存して、溶融金属の精錬が行なわれる。部屋2bでは、部屋2aから移動した介在物や酸化物のうち3ミクロン以上の介在物や酸化物が上部側に移動するので、これを前記拡大鏡13により観察する。そして、部屋2bの底部側より精

50

鍊された溶融金属 4 が排湯通路 1 4 より矢印 C のようにフィルター又は鑄造機に供給される。

【0015】

図 2 は、本発明に係る溶湯精鍊装置の他の例を示し、CCDカメラを用いて介在物や酸化物の数又は種類を計測する例を示す。図 1 と同部材は同符番を付して説明を省略する。

図中の符番 1 5 は真空精鍊装置 1 の真上に配置されたLED照明部を示し、このLED照明部 1 5 上に例えば CCDカメラを備えたカメラ部 1 6 が配置されている。このカメラ部 1 6 には照明コントローラ 1 7 が電氣的に接続され、照明コントローラ 1 7 はシーケンサー 9 に接続されている。

【0016】

前記真空精鍊装置 1 の出口付近の排湯通路 1 4 には、上下動可能な第 1 の安全弁 2 5 が設けられている。この第 1 の安全弁 2 5 は、真空精鍊装置 1 において高真空で精鍊する場合に大気の侵入を防ぐ機能を有している。前記排湯通路 1 4 には、途中に第 2 の安全弁 2 6 を介して取鍋 2 7 が接続されている。ここで、取鍋 2 7 には一定量の溶融金属 4 が収容され、一定量になった時に手元炉へフォークリフトで移動して配湯するようになっている。前記第 2 の安全弁 2 6 は、フォークリフトで溶融金属 4 を配送中に取鍋 2 7 を真空保持する機能を有している。取鍋 2 7 の上部には、開閉弁 2 8 を介装した通路 2 9 を介して図示しないポンプが接続されている。なお、取鍋 2 7 を減圧した後は、真空精鍊装置 1 からの溶融金属 4 が取鍋 2 7 に収容される。

【0017】

図 2 の溶湯精鍊装置を用いて介在物や酸化物の数や種類を計測する場合は、例えば次のような手順で行う。

1) まず、LED照明部 1 5 より赤色光をドロスに直接照射する。ここで、赤色光の照射度は照明コントローラ 1 7 により調節する。

2) 次に、ドロスの表面を CCDカメラ内の電荷素子に撮像する。

【0018】

3) 得られた画像信号は、シーケンサー 9 を介してタッチパネル 1 0 に送信される。シーケンサー 9 では、得られた画像に対してカラー濃淡処理及び 2 値化処理が施される。

前記カラー濃淡処理は、画像における各部分の色調を、例えば、白 = 0 ~ 黒 = 255 (8 ビット) の濃度値で白黒の濃淡化する処理である。前記 2 値化処理は、画像各部の輝度を、予め記憶部 (図示せず) から引き出した輝度のしきい値と比較して、高輝度グループと低輝度グループとに区別する。

【0019】

4) 次いで、前記画像において前記輝度のしきい値よりも輝度が高い部分を、非金属介在物と判定し、係る部分の画素数を測定する。

5) 更に、係る画像部分の測定された画素数が、予め測定対象であるドロスにおいて非金属介在物である場合に必要最小限の画素数 (所定の画素数) よりも小さい場合は、画像の当該部分を非金属介在物として認識しないように訂正される。

このようにして、介在物等の数を計測する。また、タッチパネルに表示された介在物等の画像によりその種類を計測する。

【0020】

本発明において、大気圧 (前者) 及び真空雰囲気 (後者) での酸化物、介在物の状態は、夫々図 3、図 4 に示すようになっている。前者の場合、酸化皮膜 (酸化物) 2 1、介在物 2 2 は図 3 に示すように溶融金属 4 中に溶融した状態にある。なお、図 3 中の符番 2 3 はガス気泡を示す。後者の場合、酸化物 2 1、介在物 2 2 は、図 4 に示すように付着したガス気泡 2 3 が減圧されて体積膨張する為膨張が生じ、溶融金属 4 の表面に浮遊した状態にある。なお、図 4 中の符番 2 4 は微細な気泡を、符番 2 5 はこれらの微細な気泡が複数集まって膨張した大きな気泡を、符番 2 6 は大きな気泡が溶融金属 4 の表面で破裂した状態を示す。酸化皮膜 2 1 は、ガス気泡 2 3 の膨張により浮力を持ち、上昇することになる。

10

20

30

40

50

【0021】

本発明において、酸化物とは、溶湯中又は溶湯表面に浮いた金属酸化物、具体的にはアルミニウムやマグネシウムが空気成分と反応して形成される、例えば Al_2O_3 （暗灰色、黒色黄褐色）、 MgO （黒色、赤緑味を帯びることあり）、 Al_2MgO_4 （透明、茶灰色、濃褐灰色）、 $Al-Si-O$ （青灰色、透明）の酸化物を意味し、介在物とは熔融金属に含有する介在物を意味する。これらの形態は、例えばフィルム状、粒状、厚膜フィルム状の形状をしている。

【0022】

以下、具体的な実施例について説明する。

（実施例1）

この実施例1は、図1の溶湯精錬装置を用い、なおかつ目視により介在物や酸化物を観察する例である。即ち、JISアルミニウム合金AC4CH（Si：6.5～7.5%、Mg：0.25～0.45%、Fe<0.20%、Ti<0.20%、残部：アルミニウム他混入成分）の熔融した試料を溶解炉3から真空精錬装置1に送るとともに、該真空精錬装置1内を40Paに保持した。また、溶解炉3ではフラックス処理を、ガス導入回転装置6では脱ガス処理を、更に真空精錬装置1では熔融金属4にアルゴンガスを送って不活性ガス処理を行った。これらの処理により、真空精錬装置1の一方の部屋2aでは、粒径の大きい（特に3ミクロン以上の）介在物や酸化物は熔融金属4の表面側に浮上し、小さい介在物や酸化物は底側に残る。また、部屋2aと隣り合う部屋2bとは仕切り5に形成した貫通孔11を介して連通しているので、部屋2bも部屋2aと同じ真空状態にある。従って、部屋2bにおいても、粒径の大きい介在物や酸化物等の異物は熔融金属の表面側に浮上し、小さい介在物や酸化物等の異物は底側に残る。即ち、部屋2bの底部側に位置する熔融金属4には粒径の小さい介在物や酸化物の異物しか残存していないので、排湯通路14より精錬された熔融金属4を取り出すことができる。

【0023】

実施例1によれば、次の効果を有する。

1) 真空精錬装置1内を40Paに保持するとともに、熔融金属に対して脱ガス処理とフラックス処理と不活性ガス処理を行うことにより、粒径3ミクロン以上の大きい介在物や酸化物等の異物を浮上させることができる。従って、粒径の小さい介在物や酸化物等の異物を含んだ熔融金属4を排湯通路14より取り出すことができるので、熔融金属4の精錬を確実にこなうことができる。

【0024】

2) 真空精錬装置1内を40Paで保持することにより、熔融金属4の温度の低下を防止することができる。また、大気圧中での処理より作業時間を短縮することができる。更に、従来と比べ、大気中にエネルギーを放熱することなく、エネルギーをセーブできるため、溶解炉あるいは予熱装置に使用していた光熱費を大幅に減少できる。

【0025】

3) 部屋2bの熔融金属4の表面に白色酸化被膜（ Al_2O_3 ）と黒色介在物（アルミ粒子をMgOまたは Al_2O_3 が覆ったもの）が浮上分離するので、目視で白色酸化被膜5ヶと黒色介在物4ヶを確認することができた。なお、実施例1では、リング型照明がついた2～4倍拡大鏡13を用いたので、白色酸化被膜や黒色介在物の数及び種類の観察が容易であった。

【0026】

（実施例2）

JISダイカスト用アルミニウム合金ADC12（Cu：1.5～3.5%、Si：9.6～12.0%、Mg<0.3%、Zn<1.0%、Fe、1.3%、残部：アルミニウム他混入成分）の切粉溶湯を、実施例1と同様な処理を施した。しかし、粒径の大きい介在物、酸化物の浮上分離はできたが、表面に浮上する介在物、酸化物を目視で判定すると、100ヶ以上になり測定が困難であった。

【0027】

そこで、図2の測定装置を用いて、減圧度を4000Pa程度に弱くして測定時間を圧力到達から数十秒程度とした。さらに、アルミ表面からの乱反射を防止するためにケースで覆い照明（発光ダイオード）などをあて10万画素のCCDカメラで観察したところ、 $0.5 \sim 1 \text{ mm}^2$ が14ヶ、 1 mm^2 以上の浮上物画20ヶ観察できた。

【0028】

実施例2によれば、実施例1と同様に、熔融金属4の精錬を確実にこなうとともに、作業時の短縮、光熱費の大幅な減少を実現できる。また、多数の介在物や酸化物等の異物が熔融金属表面に浮上しても、CCDカメラ等による撮影手段を用いることにより、浮上発生ガスと介在物や酸化物との区別を正確且つ簡単に判別することができる。

【0029】

（実施例3）

実施例3は、実施例1, 2の装置と異なり、熔融金属としてのJISマグネシウム合金AZ91を溶解炉からフォークリフト等で真空精錬装置に供給し、ここで熔融金属精錬を行う場合を示す。Mg合金AZ91の組成は、Al:9%、Mn:0.2%、Zn:0.80%、Si<0.02%、Cu<0.002%、Ni<0.001%、Fe<0.003%、残部Mgであり、空気成分と激しく反応するため危険である。

【0030】

即ち、実施例3では、溶解炉、脱ガス装置から脱ガスMg合金溶湯（熔融金属）を採取した直後に、熔融表面を硫黄粉末等の防燃剤、または六フッ化硫黄（S）、アルゴン（Ar）等の防燃ガスにより被覆し、真空精錬装置内に送り、該真空精錬装置で不活性ガス処理を行っている。

【0031】

実施例3によれば、実施例1と同様に、実施例1と同様に、熔融金属4の精錬を確実にこなうとともに、作業時の短縮、光熱費の大幅な減少を実現できる。

【0032】

なお、実施例3においても、真空精錬装置として図1または図2に示した構成の真空精錬装置を用いれば、真空精錬装置の他方の部屋の真上から目視又はCCDカメラ等による手段により介在物や酸化物等の異物を観察するので、危険性無く異物の観察を行なうことができる。事実、真空精錬装置内を6000Pa程度に減圧して観察したところ、粗大な黒色被膜（MgO）が6ヶ観察できた。

【0033】

なお、上記各実施例1, 2では、熔融金属中の介在物や酸化物等の異物を真空精錬装置内で浮上分離させるためには、熔融金属のフラックス処理と脱ガス処理と不活性ガス処理を行った場合に述べたが、これに限らず、熔融金属を脱ガス処理し、更にフラックス処理と不活性ガス処理の少なくともいずれかの処理を行えばよい。また、アルミニウム合金やマグネシウム合金は上述した組成のものに限らず、別の組成のものでも精錬や迅速な判別が可能である。

【図面の簡単な説明】

【0034】

【図1】図1は本発明に係る溶湯精錬装置の一例を示す説明図。

【図2】図2は本発明に係る溶湯精錬装置の他の例を示す説明図。

【図3】図3は、大気圧下における酸化物、介在物の熔融金属における熔融状態を示す説明図。

【図4】図4は、真空雰囲気における酸化物、介在物の熔融金属における浮遊状態を示す説明図。

【符号の説明】

【0035】

1…真空精錬装置、2a, 2b…部屋、3…溶解炉、4…熔融金属、5…仕切り、6…ガス導入回転装置、7…配管、8…真空計、9…シーケンサー、10…タッチパネル、12…窓、13…リング型照明付き拡大鏡、14…排湯通路、15…LED照明部、16…カ

10

20

30

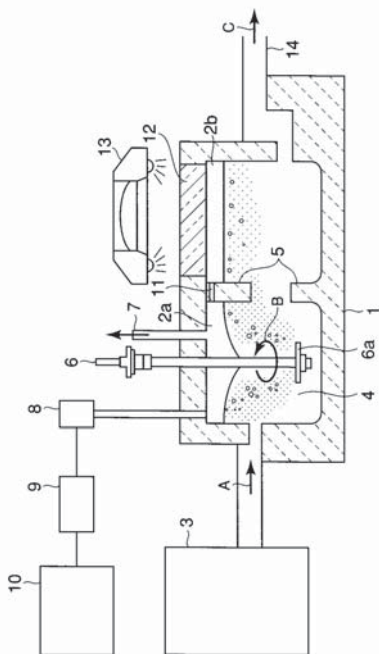
40

50

メラ部、17…照明コントローラ、21…酸化皮膜（酸化物）、22…介在物、23…ガス気泡、25、26…安全弁、27…取鍋、28…開閉弁。

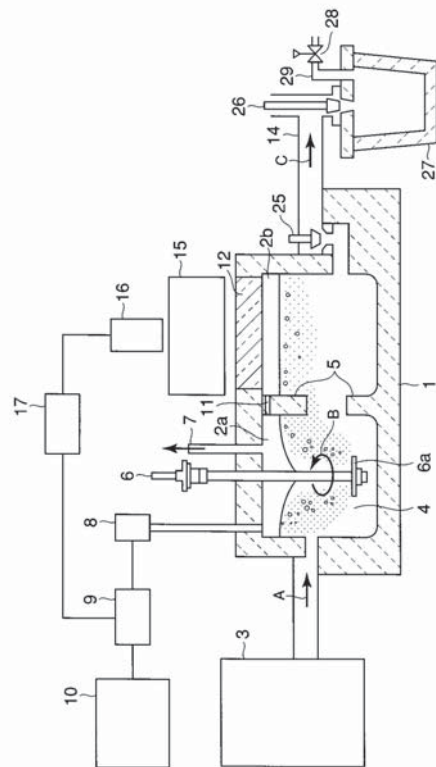
【図1】

図1

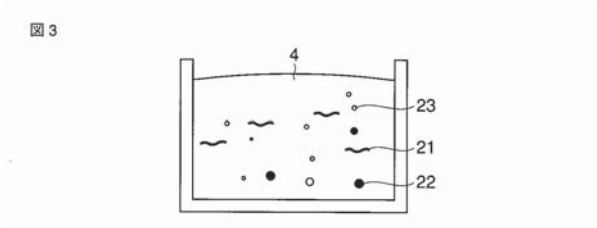


【図2】

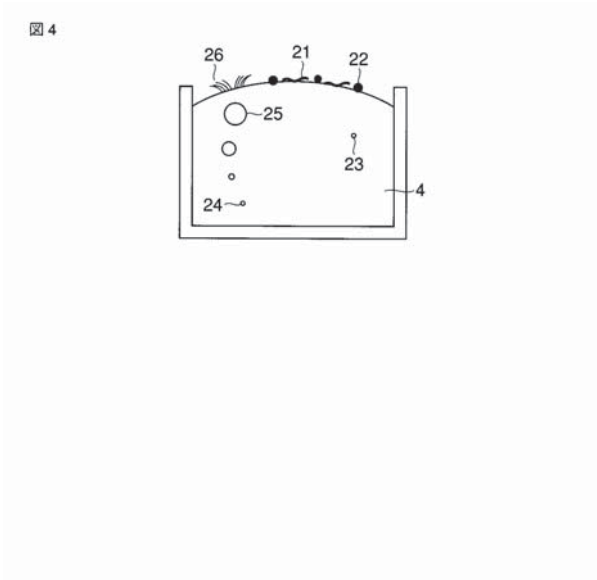
図2



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		
B 2 2 D	1/00	(2006.01)	B 2 2 D	1/00 L
G 0 1 N	33/20	(2006.01)	B 2 2 D	1/00 B
			B 2 2 D	1/00 K
			B 2 2 D	1/00 C
			G 0 1 N	33/20 J

(74)代理人 100084618

弁理士 村松 貞男

(74)代理人 100092196

弁理士 橋本 良郎

(72)発明者 阿部 哲也

茨城県那珂市向山801番地1 独立行政法人日本原子力研究開発機構那珂核融合研究所内

(72)発明者 廣木 成治

茨城県那珂郡東海村白方白根2番地4 独立行政法人日本原子力研究開発機構東海研究開発センター原子力科学研究所内

(72)発明者 根本 正博

茨城県那珂郡東海村白方白根2番地4 独立行政法人日本原子力研究開発機構東海研究開発センター原子力科学研究所内

(72)発明者 新井 貴

茨城県那珂市向山801番地1 独立行政法人日本原子力研究開発機構那珂核融合研究所内

(72)発明者 平塚 一

茨城県那珂市向山801番地1 独立行政法人日本原子力研究開発機構那珂核融合研究所内

(72)発明者 長谷川 浩一

茨城県那珂市向山801番地1 独立行政法人日本原子力研究開発機構那珂核融合研究所内

(72)発明者 田島 保英

茨城県那珂郡東海村白方白根2番地4 独立行政法人日本原子力研究開発機構東海研究開発センター原子力科学研究所内

(72)発明者 大間知 聡一郎

埼玉県ふじみ野市亀久保1651 日本金属化学株式会社内

審査官 河口 展明

(56)参考文献 特開2003-105455 (JP, A)
 特表2004-511661 (JP, A)
 特開2002-213877 (JP, A)
 特開平06-265269 (JP, A)
 特開2003-240449 (JP, A)
 特開昭57-092146 (JP, A)
 特開2005-076071 (JP, A)
 特開2001-181750 (JP, A)
 特開平03-162530 (JP, A)
 特開平05-263123 (JP, A)
 特開2000-273555 (JP, A)
 特開昭52-043708 (JP, A)
 特開昭61-147810 (JP, A)
 特開2001-174451 (JP, A)
 特開2003-328047 (JP, A)

特開2004-292941 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22B 1/00-61/00