1100°Cマッフル炉製作記

固体地球研究センター・神崎正美 mkanzaki@misasa.okayama-u.ac.jp

(これを見て作製して事故等起きても責任はもちません、質問等にはできるかぎりお答えします)

目的: セラミックスファイバーボードを使った1100°C程度まで加熱できるマッフル炉を作る. 脱CO2や仮焼用に使う. 低融点のものならガラス合成にも使える. MoSi2炉の混雑緩和も目的. 自作とそれほど変わらない価格で買える安価なマッフル炉(実際にはコントローラ込みで考えるとそうでもない) もあるため自作する意義は何かというと, 市販品はセラミックスファイバーー体ものであるので, ヒーターが悪くなると直すことが出来なく, 全体を買い換えなくてはいけない. 自作だと悪くなった部分のみ取り替えればいいため, 安くつき長く使える.

Part 1: マッフル炉部

設計:時間もなかったのでセラミックスファイバーボードと一体化しているヒーターユニットを使った.マッフル炉の場合,内面に6面ある訳であるが,市販のものは3-4面が発熱面になっているものが多いようである.今回の場合は上下面と左右側面の4面にヒーター付きのセラミックスボードを使うことにした.ヒーターのない前面は試料入り口になり,背面は熱電対と電線が集まることになる.炉内部空間は100x100x150mm程度になるようにする.少し奥行き方向を長めに取ってあるのは温度勾配を考えてである.経験的にこの程度なら1kW弱程度の電力となる.

ヒーター: webで探して、坂口電熱で扱っていたものがサイズ的によさそうなので買った (http://www.sakaguchi.com/index_f.html). ただ坂口電熱から直接購入は出来ないようであり、業者経由で買った. いくつかの形状(板、円筒、半円筒)があり、詳しい形状等がpdfになったものが上記ホームページから手に入る. スタンダード平型のもので、型番はVF-04A06Sの全端非発熱型タイプ8型を2枚、全面発熱型タイプ5型を2枚を買った. 最も小さいサイズであり、ヒーター部分の大きさは102x152mmである. 厚さは51mmと結構あるので、厚さ方向には別に断熱材を加える必要はなさそう. ヒーターのない端部分は幅50mm程度で、厚さと対応させていると思われる. したがって全端非発熱型タイプのサイズは203mmx254mmとなる. 電線の取り出しはBリード(平板)にした. Photo1は左が全面発熱型タイプで、右が全端非発熱型タイプである. ヒーター面積自体は全く同じであるが、余白部分のあるなしで大きさが違う. 左側は埋め込まれたヒーターがかすかに見える. メンテナンスの時写した写真なのですこし汚い.



Photo 1.2種類のボード(ヒーター部分は全く同じ形状)

このボードは 1 枚約 2 万円程度であった。納期 6 週間と言われたが, 2 週間弱で届いた。届いたボードを見ると結構形状はいびつであり,組み立てると傾いたりしそうなので,削った。ヒーター自体は元々ほとんど露出していないが,削ったので一部見えかけているところがある。ボードにはWatlowと書いてある。Webで調べたところこのボードはWatlow社が作っているようだ(http://www.watlow.co.jp/).そこの情報によるとヒーター材質はIron-chrome-aluminum合金とあるので,カンタル線と似たような組成であろう.最高使用温度 1205° Cとなっている.許容ワット密度1.8W/cm2.

このボードの電圧は60Vで275Wとなっている(他に120, 240Vの規格). 4枚ボードがあるので、2枚ずつ直列で、それらを並列に配線するようにした。なので電源には120V欲しいところであるが、100V電源を使っても実際には1100°Cまで問題なく到達した。

その他材料:

- 1) アルミアングル, アルミ板, ハンドル, ネジ等
- 2) セラミックスファイバーボード(フタと背面および隙間用)
- 3) セラミックス板 100x100mm (底敷き用)

組み立て

ヒーターは既にセラミックスボートと一体なので、基本的にはボードを組み立てるだけである。枠はアルミのアングルと下、左右側面にアルミ板を使っていい加減に組み立てている(Photo 2)。全端非発熱型タイプ(大きい方)を上下に置いて、全面発熱型タイプを側面にする。そうすると側面の前後に隙間があるので、ここは手持ちのセラミックスファイバーボード(デンカアルセン)で埋める。あとは前に100x100mm(厚さ50mm)の開口部が残っている。ここは入り口なので、ファイバーボード(25mm厚)を100x75mmにカットしたもの4枚を重ねて、フタにする(Photo 3)。これもアルミアングルと電気パーツのアルミハンドルを使っている。これが開口部に入れられるように加工する。このままだとフタが落ちやすいので、アルミアングルをフタの下に来るようにフレームに取付、フタを支持する。炉後部はボードを2枚はめ込み、熱電対用の穴を開ける。ボードからのリード線(板状)は後部に集まるが、リード線に穴を空けて、2つ直列でそれらが並列になるように配線する (Photo 4)。熱電対の支え金具は別の電気炉の廃品の流用であるが、旋盤とボール盤で簡単につくれる。



Photo 2. 組み立て途中



Photo 3. フタ部分(ボード 4 枚重ね)

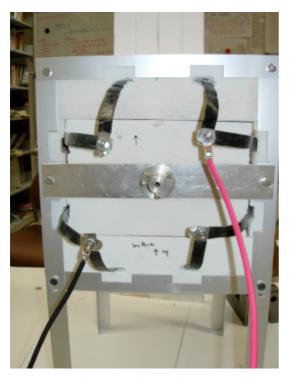


Photo 4. 背面(リード線の配線と熱電対取付具)

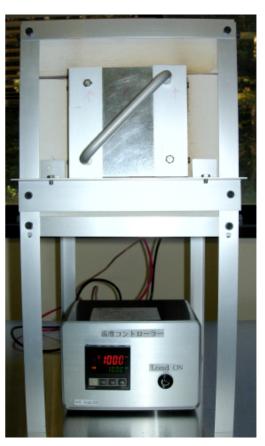


Photo 5. 加熱中の電気炉とコントローラー

Part 2: 温度制御装置部



Photo 6. コントローラー前面

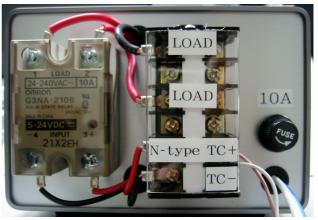


Photo 7. コントローラー背面

設計:上記のマッフル炉を制御する.上記の炉の場合本当は120Vの方がいいのであるが,適当なトランスもないので,電源は100Vとしている.比較的安価な温度調整器とSSR(ソリッドステートリレー)の組み合わせを使った.この炉の使い道から考えて,プログラム機能は付けなかった.熱電対と炉への出力の接続のためにケース外面に端子台を付ける.コントローラー自体の電源SWとそれ用のヒューズは省略.また電源ランプもなしで行う.熱電対はNタイプを使

う. このタイプはあまり使っているのを聞かないが、クロメルーアルメル(Kタイプ)熱電対と似た組成であり、Kタイプよりも寿命が長いということなので今回使ってみる.

マッフル炉はボード自体規格の総和が1kWを少し越えるため念のため20Aで設計した.が実際にはヒーター仕様の120V(60Vx2)はかけられないので、本当は最大7.7Aしか流れないはずなので、10Aでもよかったのではないかと思う.トランスを使えば120Vかけることもできるだろう.その場合は20Aの方が安心.

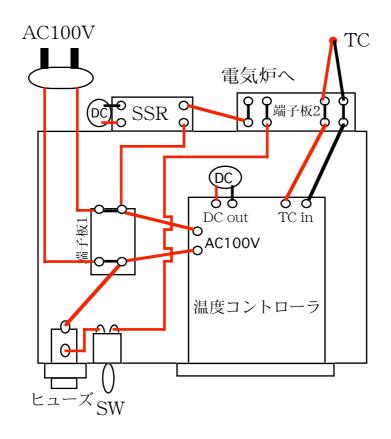
温度コントローラーパーツリスト:

- 1) 温調器(オムロンE5CN-QTC) 15000円. Nタイプ熱電対に対応していることと, SSR出力用で2自由度PID制御可能であることで選択. 警報等のオプションもないプレーンなもので最も安い. プログラム機能はない.
- 2) SSR 20AでDC入力のもの(オムロンG3NA-220B DC5-24) 2900円. 上記写真は最初別の電気炉用に設計したので、10Aのものが付いている. 当然温調器の制御出力(電圧)がSSRの入力と対応しないとダメである. 端子付きで便利そうなのでこれを選んだ. ゼロクロス機能と動作表示灯が付いている. 今回はケース裏面の外部露出して取り付けてあり、多少とも冷却を期待している. 端子なしならもっと安いものがある.
- 3) ヒューズケースとヒューズ: 20Aのガラス管型のヒューズは見つからなかったので、セラミック式ヒューズのものを使っている. 1個100円(10個組). ケースは入手経路不明だが200円くらいである.
- 4) 電源SW: 単極(2P)でよい. 定格20A以上のもの. 500円くらい. ランプをつけるなら2連の4Pを使う.
 - 5) ケース:タカチの100H,150W,120Dのもの. 2900円.
- 6)端子台:ケース内配線のために3Pのもの1つと、外部端子用に6Pのもの1つ、実際に必要なのはそれぞれ2Pと4P分である、定格20A以上のもの、それぞれ480円と720円、
- 7) Nタイプ熱電対:シースタイプのものがRSにあった. MgOで絶縁されていて, 1300Cまで使用可能. 3340円.
- 8) その他:圧着端子、電線、ボルト、ナット、グロメットなど少々、総額3万円弱くらい。

ほとんどアールエスコンポーネンツから購入した. 価格はアールエスコンポーネンツの2004年のカタログから.

なのでこの電気炉で使った予算は約12万円程度となった.

実体配線図:



温度コントローラーの作成:

ケースを加工して、温度コントローラー、電源SW、ヒューズ用の穴を空ける。端子台、SSR 取り付け用の穴を開ける。内部の端子台はケース底から貫通したボルトが外部に出て欲しくないので、ケースにタップでネジを切って、取り付ける。AC100V、熱電対、外部端子台への配線用の穴を空ける。

ケースにパーツを取り付けて、配線をする。ネジで締められるところは圧着端子で取り付ける。それ以外(ヒューズとSW部分)はハンダ付けする。熱電対の配線とコントローラーとSSR間の配線は直流なので極性に注意する。

配線を何度もチェックして、負荷をつながずに電源をつなぐ. 問題なくコントローラーが働いて室温を示せば、温度コントローラー側はとりあえずOK. 電気炉を負荷としてつないで最終的なチェックする.

Part 3: マッフル炉のテスト

マッフル炉のテスト運転. コントローラーの出力部分に電気炉ヒーターとつなぐ. コントローラーの使い方はAppendixを参照. 何の問題もなく1100°Cまで加熱することができた. Photo 8は加熱中フタを取ったときの様子. 炉自体は予め熱処理されているようで, 加熱しても特に変化はなかった. ただフタや隙間に使ったボード (デンカアルセン) には有機バインダーが入っているので, 加熱中それらが不完全燃焼して焦げ臭い.

この温度コントローラーの場合、出力している時間(ONの時間)の長さでPID制御する. 現在何%の出力かは直接分からないが、ONである時間(これはOUT1と表示されている時間)を計ることにより大体何%であるか推定できる. 上記の電気炉の場合、1000°Cで50%程度、1100°Cで60%程度であった. ちゃんと時間を計ったことはないが、1100°Cまで30分以内で到達する. 温度的にはヒーターの資料を見る限り、もう少し上げることは可能であろうが、寿命を考えると最高1100°Cとした方がよさそうだ. オートチューニングを使ってPIDパラメータを決めた. 炉の熱容量が小さいので、制御周期をデフォルトの20秒よりは短くした方がよさそうだ.

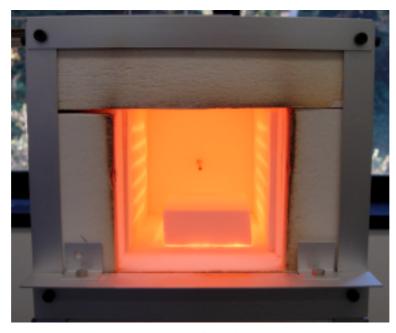


Photo 9. 加熱中の炉内の様子(フタを取った状態)

Appendix

温度コントローラー (オムロンE5CN-QTC) の使用方法

簡易マニュアル用(印刷してコントローラー上面に貼った)

左端:レベルキー;左から2番目:モードキー

- 1) 電源を接続
- 2) Load SW ON
- 3)上下矢印SWで温度設定
- 4) 左下にOUT1が10秒毎に表示されれば正常に運転中. StoPが表示されている時はモードキーを押してr-5で 上矢印キーを押してrUnにする
- 5) レベルキーを押すとAtモードと運転モードが切り替わる
- 6) At (オートチューニング) を使う場合はAtモードで矢印キーで rUnにする. At中は設定温度が点滅する.
- 7) PID値を変更するにはAtモードでモードキーを押すと PIDパラメータが表示される. inSは入力オフセットなので 0 にする.
- 8) レベルキーを3秒以上押し続けると初期設定モードになる. このモードでは熱電対の種類(in-t, N-type=8, K-type=0など), 上下限温度設定,制御周期(CP)などが設定できる. レベルキーを1秒以上押し続けると運転モードに戻る.