

研究論文

アルミニウム-遷移金属合金の急冷凝固 フレークの製造と性質

菅又 信*・磯村 裕臣**
金子 純一*・堀内 良***

Production and properties of splat quenched flakes of aluminum-transition metal alloys

Makoto SUGAMATA*, Hiroomi ISOMURA**
Junichi KANEKO* and Ryo HORIUCHI***

As the first step of production of P/M aluminum materials, an experimental apparatus has been made for continuous production of splat quenched aluminum alloy flakes. The apparatus, by which aluminum alloy melt is atomized into small droplets and subsequently splat quenched on a rotating water-cooled copper drum, is capable of producing flakes at a rate of 5 g/s. Splat quenched flakes of Al-2~18 wt%Fe, Al-5~11 wt%Mn and Al-8~18 wt%Ni alloys were produced and their properties were examined.

A typical flake is approximately 10 mm in diameter, and its thickness is about 30 μm at the center and increases near the edge. From the measurement of eutectic interlamellar spacing of Al-33 wt%Cu alloy flakes, the cooling rate was estimated as $3 \times 10^5 \text{C/s}$ at the center. The formation of primary intermetallic compounds is suppressed in splat quenched flakes of all the alloys tested. The structures of splat quenched flakes of Al-Fe and Al-Ni alloys are fine cellular and rod or lamellar eutectic, respectively. A supersaturated solid solution is formed in Al-Mn alloys, which decomposes upon heating at above 350°C. The hardness of as splat quenched flakes, which is higher for the higher content of alloying elements, is thermally stable up to 350°C in Al-Fe and Al-Mn alloys.

Keywords: rapid solidification, microstructure, hardness, Al-Fe alloy, Al-Ni alloy, Al-Mn alloy

(Received September 16, 1986)

1. 緒 言

最近、急冷凝固法によって得られる粉末やフレーク等の素材を、粉末冶金の方法 (P/M 法) によつて緻密化したアルミニウム合金材料の優れた材料特性が注目されている¹⁾。この P/M 材の高強度化や耐疲労強度の向上は、微細かつ均一な凝固組織によるものであり、凝固の際の冷却速度が大きい方が高性能化に対して望ましい。噴霧法によるアルミニウム合金粉末の製造は、工業的規模で達成されているが、冷却速度が大きいといわれる液

体冷却でも、 10^4C/sec レベルの冷却速度が限界とされている。さらに冷却速度を大きくするには、冷却媒体の上で凝固を完了する Splat quench 法がある。しかし、Splat quench 法の多くは、少量の急冷凝固試料を作る目的で行なわれており^{2)~4)}、急冷凝固素材を集めて P/M 材とするためには、多量の急冷凝固素材を安定して製造しなければならない。

本研究では、優れた性能を示す急冷凝固 P/M 材を得るための第一段階として、Splat quench 法の急冷凝固速度で大量の急冷凝固素材を製造することを目的としたも

* 日本大学生産工学部 (習志野市)。College of Industrial Technology, Nihon University (Narashino)

** 日本大学大学院 (習志野市)。現在、(株)アルプスエンジニアリング (浜松市)。Graduate School, Nihon University (Narashino), Presently at Alps Engineering Ltd. (Hamamatsu).

*** 宇宙科学研究所 (東京都)。The Institute of Space and Astronautical Science (Tokyo).

のである。すなわち、噴霧法と単ロール法の組合せからなる急冷凝固装置を試作して、アルミニウム合金溶湯を連続して Splat quench させ、フレック状の急冷凝固素材を製造する実験を行った。さらに、耐熱性に優れたアルミニウム合金として注目されている、Al-Fe 合金や Al-Mn, Al-Ni 合金などのアルミニウムと遷移金属との 2 元合金の急冷凝固フレックを製造して、その性質をしらべることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 急冷凝固装置

Fig. 1 は、独自に設計試作した急冷凝固装置の主要部分の概略図であり、図中の尺度で位置関係は表されている。原理的に同じような急冷凝固装置が Thursfield ら⁵⁾によってすでに報告されている。以下に実験手順を述べる。あらかじめ合金とした鋳塊を密閉された黒鉛製のつぼに、1 チャージ当たり約 400 g 入れて高周波加熱によって溶解する。つぼ上部にはつぼ内を加圧する Ar ガスのパイプを接続し、下部には溶湯が流出する直径 0.6 mm のノズルを設けてある。なお、ノズルは 1 回使用すると、溶湯が内部に残って再使用が不可能となるため、Fig. 2 に示すように、テーパで漏れを防ぐ黒鉛製のノズルのみ交換できるよう考慮した。溶湯は合金組成によって決まる液相線温度より 90°C 高い温度に保持し、つぼ内圧力を高めると、溶湯はノズルより流出する。流出した溶湯は、ノズル直下に設けたアトマイズノズルから

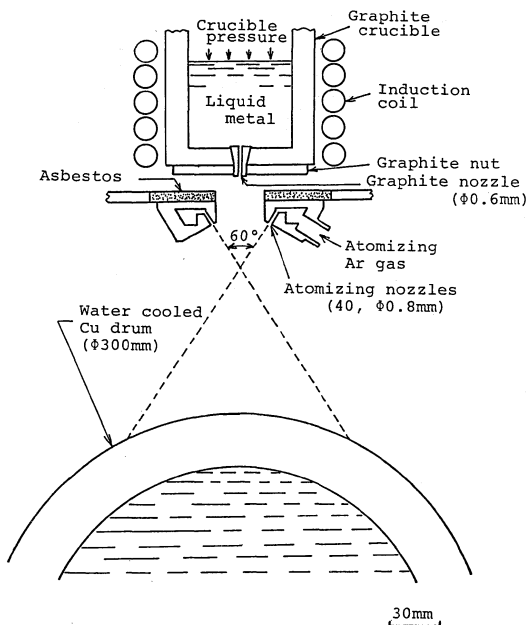


Fig. 1 Schematic drawing of the apparatus for splat quenching liquid metals.

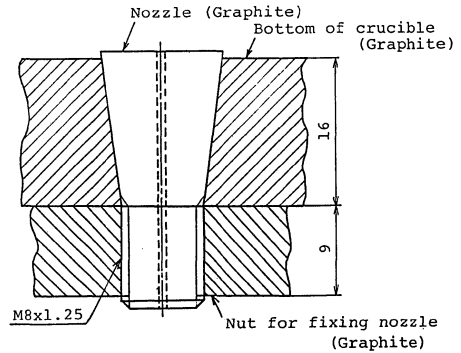


Fig. 2 Details of a nozzle fixed at the bottom of the graphite crucible.

放出する Ar ガスによって噴霧される。小さな液滴となった溶湯は加速され、回転する銅製の水冷ドラム上へたたきつけられて急速に凝固する。凝固したフレックは、ドラムの下方に取り付けられたスクレーパーによって、ドラム表面より取り除かれる。アトマイズガス用ノズルは直径 0.8 mm で 40 個の等間隔の穴を、ジェット先端角が 60 度の向きに明けた。水冷ドラムは直径 300 mm で、周速度は装置の最大速度である 3.9 m/sec の一定とした。

フレックの飛散防止のため、Fig. 1 の部分はアクリル製のカバーで覆われており、アトマイズ用 Ar ガスによって加圧状態となっている。このため内部は Ar ガス雰囲気であり、噴霧された溶湯の酸化防止に役立っている。

2.2 アルミニウム—遷移金属合金の組成

Table 1 に実験の対象とした Al-遷移金属 2 元合金の目標組成と液相線温度を示す。いずれの遷移金属とも、共晶組成よりはるかに添加量の多い範囲まで選んだ。各合金とも添加量の増加と共に液相線温度は高くなり、装置の加熱の恐れから液相線温度が 900°C までを目安とした。ただし、Al-Fe 合金については、Thursfield らの研究⁶⁾より添加量の多い範囲までとした。なお、各合金鋳塊は高純度アルミニウム (99.99%) ベースで溶製した。

2.3 測定および組織観察

フレックの硬度はマイクロビッカース硬度計(荷重: 10 g)で自由凝固表面にて測定した。フレックの加熱による軟化を 500°C までの温度の空気炉で 2 時間加熱し、室温での硬度測定でしらべた。

急冷凝固によって、添加元素がアルミニウム中に強制固溶される場合が多く報告されているので、得られたフレック中の合金元素の固溶量を CuK_α 線を用いた X 線ディフラクトメータによって、アルミニウムの格子定数を測定してしらべた。測定はフレックを集めて、直径 22 mm、厚さ約 5 mm に圧縮成形した円盤の試料面で行

Table 1 Nominal composition and liquidus temperature of aluminum-transition metal alloys

Alloy	Content (wt%)	Liquidus temp. (°C)
Al-Fe	2	670
	4	770
	6	820
	8	870
	10	890
	14	950
	18	1000
Al-Mn	5	730
	8	770
	11	800
Al-Ni	8	680
	13	750
	18	820

った。

フレークの組織については、光学顕微鏡および透過型電子顕微鏡によって、主に晶出物の形態を観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 急冷凝固フレークの製造条件

冷却速度を高めるためには、フレークの厚さは薄いことが望ましく、良好なフレークを安定して製造する条件を見出すため、るつぼ内圧力とアトマイズ圧力を変えることによる、フレーク形状の変化をしらべた。るつぼ内圧力のみの場合には、長いリボン状となり、アトマイズ用の Ar ガスを放出するとフレーク状となるが、いずれも中央部が薄く、周辺部の縁が厚い形状となる。**Fig. 3** は純アルミニウムからのフレークについて、製造条件によるフレークの中央部の厚さを示している。なお、圧力はいずれもゲージ圧力で表示している。アトマイズガスの圧力を高めるとフレークは薄くなり、サイズも小さくなった。るつぼ内圧力による影響は、圧力を 0.8 kgf/cm^2 から 1.3 kgf/cm^2 へと高めると、流出する溶湯の量が多くなるため、フレークは厚くなる。良好な形状のフレークの製造には、るつぼ内の加圧力を低くして、アトマイズ用のガス圧力を高めることが望ましい。しかし、るつぼ内圧力が低くなると溶湯の流出は安定しない。また、アトマイズ用のガス圧力を 5 kgf/cm^2 以上とすると、流出した溶湯がジェット先端角の内側の、アトマイズノズルの開口部付近にたまるブロッキング現象を起こし、連続してフレークを製造することは不可能であった。このブロッキング現象の発生原因としては、アトマイズノズルから噴出した Ar ガスがドラム表面で反射して溶湯を押

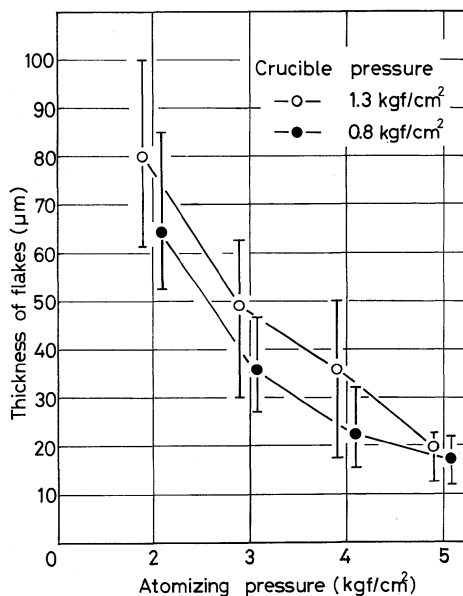


Fig. 3 Variation of thickness of splat quenched flakes at center zone with atomizing pressure and crucible pressure.

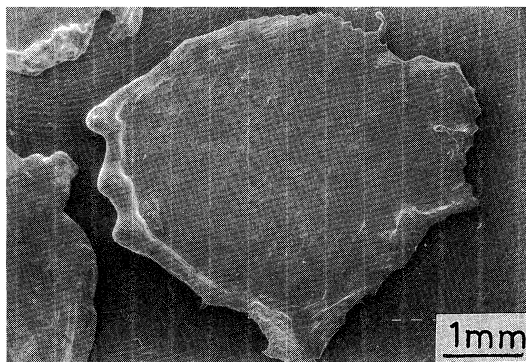


Fig. 4 A typical example of appearance of splat quenched flakes. (Al-6%Fe alloy).

し上げるためと、アトマイズノズルの開口部穴径が小さいためと考えると、種々の改良を試みて本実験のノズルとした。その試みによる影響をまとめて次に述べる。

- ① アトマイズノズルとドラムの距離を大きくすると、フレークは薄くかつ小さくなり、ブロッキング現象は発生しにくくなった。しかし、噴霧された液滴のドラム面への衝突角度、衝突前の凝固による制限がある。
- ② アトマイズノズルの開口部穴径を大きくすると、ブロッキング現象は発生しないが、アトマイズ用の Ar ガスの集中点がドラムに近くなるため、厚く大きなフレークとなった。

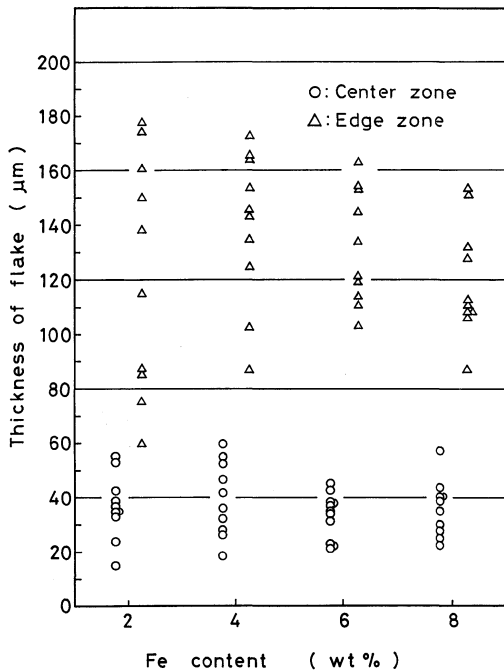


Fig. 5 Thickness of Al-Fe alloy flakes at center zone and edge zone.

③ Ar ガスの導入部を含めてアトマイズノズルの形状を小さくすると、ドラムの表面で反射した Ar ガスの開口部への流入が少なくなるため、ブロッキング現象は発生しにくくなった。

以上のことから、より薄く、小さなフレークを連続して製造するための、Ar ガス圧の適当な条件として、るつぼ内の加圧力を 0.8 kgf/cm²、アトマイズ用の Ar ガスの圧力を 4 kgf/cm² と決めて、各合金のフレークを製造した。なお、この条件でのフレークの製造能力は 5 g/sec 程度であった。良好な形状のフレーク製造の難易を合金間で比較すると、Al-Fe 系で Fe10% 以上の組成のように固液共存の温度範囲の広い合金程難しく、製造条件のわずかな変化によつて、厚いフレークとなったり、ブロッキング現象が発生する傾向が認められた。

Fig. 4 は製造したフレーク外観の走査電顕観察の一例であり、自由凝固表面側を見ている。衝突時の条件によつて、大きさ、形状は異なっている。いずれもアトマイズガスによって飛散した溶湯が水冷ドラムにたきつけられ、外側に向かって広がる間に急速に冷却されるため、周辺部が中央部に比べて厚くなっている。純アルミニウムを急冷凝固したフレークの重量は、1.8 mg 程度であり、噴霧された溶湯を球体と仮定すると、その液滴の直径は約 1 mm である。

このようなフレークの厚さを測定した結果を、Fig. 5

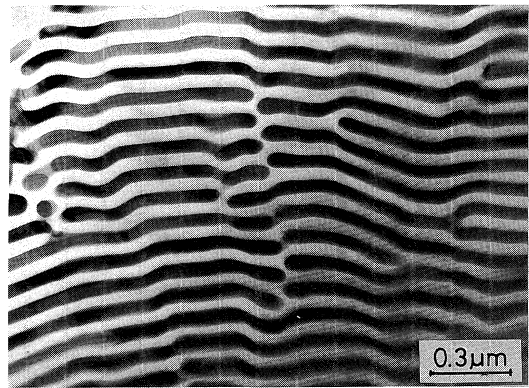


Fig. 6 Lamellar eutectic structure in splat quenched Al-Cu eutectic alloy flake.

に Al-Fe 合金について示す。横軸の Fe 量ごとにそれぞれ 10 枚のフレークについて、周辺部と中央部の厚さの測定値をそのままプロットしてある。Fe 含有量の違いによる差はほとんど認められない。中央部は 20~60 μm 程度と試片間の厚さの差は比較的少ないが、周辺部は厚かつ大きな差が認められる。Splat quench 法における冷却速度は、フレークあるいはリボンの厚さによってほぼ決まることが示されている⁷⁾。したがって、本装置で急冷凝固フレークを製造すると、フレーク間や同一フレーク内においても冷却速度に差のあるフレークが混在していることがわかった。

3.2 凝固の際の冷却速度の推定

本装置によって製造される急冷凝固フレークの冷却速度を推定するため、Al-33%Cu 共晶合金のフレークについて透過電顕観察を行なった。Fig. 6 の観察結果のように、共晶ラメラの平均間隔は約 0.074 μm であることが測定された。なお、組織観察はフレーク中央部の冷却速度の大きい部分で行った。冷却速度は、Davies ら⁸⁾ による次式によって算出した。

$$r = \frac{R \times L_f}{C \times t} \quad (1)$$

ここで r : 冷却速度 (K/sec), R : 成長速度 (μm/sec), L_f : 潜熱 (J/g), C : 比熱 (J/g·K), t : 試料の厚さ (μm) である。

Burden ら⁹⁾ によって求められた、Al-Cu 共晶合金のラメラ間隔 (λ) とその成長速度 (R) との関係は次式で

$$\lambda^2 R = 108 \mu\text{m}^3/\text{sec} \quad (2)$$

表されている。Al-33 wt%Cu 合金の 20°C での比熱 (C) を 0.729 J/g·K, また同合金の潜熱 (L_f) を 333.65 J/g とし、フレークの平均の厚さ (t) を 30 μm として、(1)

と(2)式に代入すると、冷却速度 (\dot{x}) は、 $3.01 \times 10^5 \text{C/sec}$ と算出される。

以上の計算結果より、本実験装置によって得られる急冷凝固フレークは、中央部では 10^5C/sec 以上の冷却速度で凝固を完了したと判断され、この冷却速度は、他のアルミニウム合金についても特に変化はないものと推測される。フレーク周辺部の厚い部分の電顕組織観察は行っていないが、この冷却機構は溶湯とドラムとの界面でのニュートン冷却に従っており⁷⁾、界面での熱伝達係数がフレークの各部分で変わらないとすると、冷却速度はフレークの厚さによって決定される。Fig. 5でフレーク周辺部の厚い部分は約 $180 \mu\text{m}$ であり、前述の計算に用いた厚さ ($30 \mu\text{m}$) より6倍厚い。すなわち、周辺部での冷却速度は $3.01 \times 10^5 \text{C/sec}$ の $1/6$ の $5 \times 10^4 \text{C/sec}$ 程度と求められる。実際には溶湯は広がりながら凝固することから、周辺部ほど押し付ける力は小さく、熱伝達係数が低くなることから、冷却速度はさらに低くなることも考えられる。このように、フレーク全体の平均冷却速度は中心部の値より小さくなる。フレークが薄くかつ均一の厚さであれば、急冷凝固の効果の大きいフレークとなるが、そのためには水冷ドラムの周速度を速くして、衝突した溶湯をひきのばす作用を高めることが一つの方法であろう。

3.3 急冷凝固フレークの強制固溶

平衡状態でのアルミニウムに対する遷移金属の固溶限

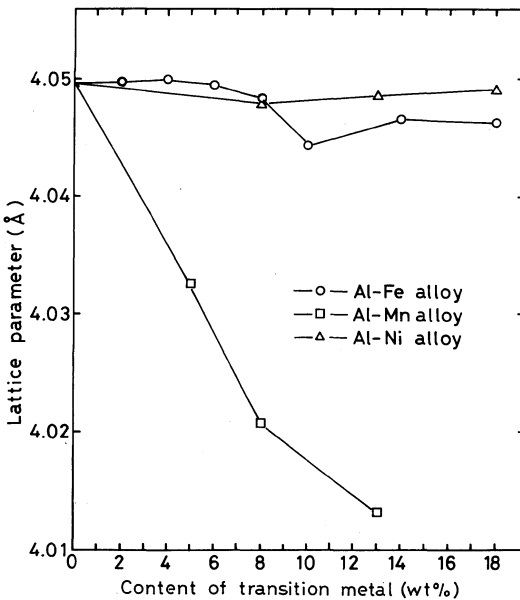


Fig. 7 Relation between lattice parameters of aluminum-transition metal alloy flakes and transition metal contents under as splat-quenched condition.

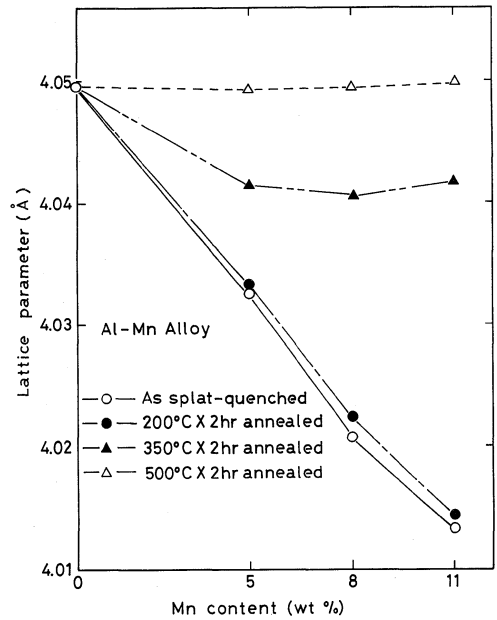


Fig. 8 Variation of lattice parameters of Al-Mn alloy flakes with annealing condition.

は、Fe: 0.052 wt%, Mn: 1.82 wt%, Ni: 0.05 wt%とMnを除いて極くわずかであるが、急冷凝固によってFeやMnはアルミニウム中へ強制固溶することが知られている^{10),11)}。本装置で製造したフレークの各遷移金属の強制固溶状態を、マトリックスのアルミニウムの格子定数測定によってしらべた。急冷凝固したままのフレークについて、合金元素量による格子定数の変化を、Fig. 7にAl-Fe合金、Al-Mn合金、Al-Ni合金について示す。いずれの合金も合金元素が固溶した場合には、格子定数は小さくなる。急冷凝固によって合金元素量の増加と共に格子定数が減少するのはAl-Mn合金であり、大部分のフレークでMnの強制固溶体が形成されていることを表している。Fig. 8にAl-Mn合金の急冷凝固フレークの焼鈍による格子定数の変化を示す。200°Cの焼鈍では格子定数はほとんど急冷直後と変わらないが、さらに焼鈍温度が高くなると固溶していたMnが化合物となって析出するため、格子定数はより大きくなり、500°Cで加熱するといずれの濃度についても純アルミニウムと同じ値となった。Fig. 7でAl-Fe合金、Al-Ni合金については、Al-Fe合金の高濃度の場合に格子定数がやや小さくなる傾向が見られるものの、凝固直後でも格子定数は純アルミニウムの値と比較して、大きな差はない。焼鈍したフレークについても格子定数を測定したが、凝固直後に比べてほとんど変化はなかった。すなわち、Al-Fe合金、Al-Ni合金のフレークの大部分では、合金元素はほとんど強制固溶状態ではなく、化合物として晶出

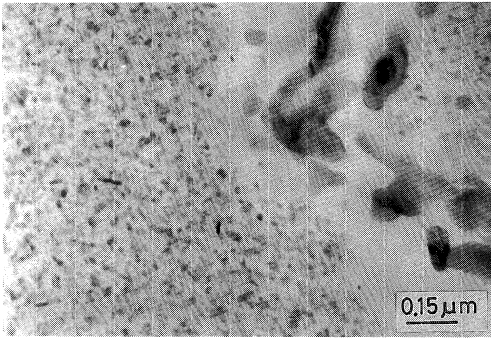


Fig. 9 Transmission electron micrograph of Al-4% Fe alloy flake annealed at 350°C for 2 hours.

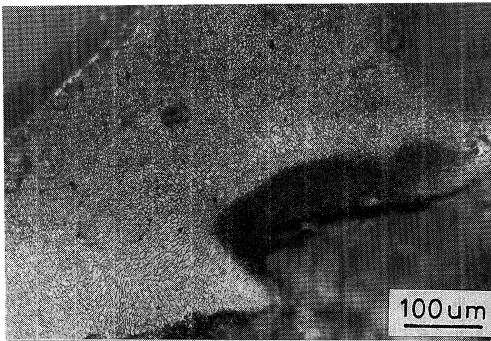


Fig. 10 Optical micrograph of splat-quenched flake at center zone (Al-2% Fe alloy).

している。しかし、Al-Fe合金で、2~4%と添加量が少ない合金では、セル径が大きく、セル内は強制固溶体の領域と思われる部分も観察された。なお、強制固溶体部分の *in situ* 加熱の観察結果ではないが、焼鈍したフレークの中央部では **Fig. 9** のように微細な析出物が認められ、フレークの一部分ではFeが強制固溶状態にあったと推定される。

3.4 急冷凝固フレークの組織

急冷凝固フレークの光学顕微鏡による組織観察の一例として、**Fig. 10** にAl-2%Fe合金の凝固したままのフレーク断面の組織を示す。写真でフレークの右側がドラムに接触した面であり、ドラムの切断面に対応した凹凸が見られる。全面にわたり、 α 相とFe化合物からなる微細なセル状の凝固組織を形成しており、冷却速度の遅い通常の溶解铸造において晶出する、粗大な初晶の化合物は観察されなかった。他の合金については、Al-Mn合金でセル状組織がわずかに認められ、Al-Ni合金では非常に微細な共晶組織を呈していた。なお、合金元素の添加量が多くなると、Al-Fe合金のセル状組織はより細くなり、光学顕微鏡で明瞭な写真を撮影することは

困難であった。

フレークの晶出組織の形態および急冷凝固した組織の熱的安定性をしらべるため、各合金の凝固したままと、各温度で2時間加熱した焼鈍したフレークについて透過電顕観察を行った。**Fig. 11**はAl-8%Fe合金、**Fig. 12**はAl-11%Mn合金、**Fig. 13**はAl-18%Ni合金についての観察結果である。いずれの合金とも(a)に示した凝固したままの組織を比較すると、Al-Fe合金、Al-Mn合金では α 相のマトリックスに化合物がセル状に分布する組織を呈し、Al-Ni合金では NiAl_3 化合物がロッド状またはラメラ状に晶出した共晶組織である。合金元素量が多くなると、いずれの合金ともセル径は小さくなり、また、ラメラ間隔が狭くなる傾向であった。フレーク全体で考えると、晶出している化合物のほとんどは安定相であろうが、Al-Fe合金では、**Fig. 11(a)**に見られるセル境界の晶出物は準安定相の FeAl_6 と思われる^{12),13)}。

そのセル径は0.3 μm 以下であり、セル径と凝固の際の冷却速度の関係から¹⁴⁾、冷却速度は約10°C/secと推定された。この冷却速度は、先にAl-33%Cu共晶合金のラメラ間隔から求めた値とほぼ一致する。また、Al-8%Fe合金のフレーク周辺部の光顕観察の結果から、セル径は約2 μm と読みとられ、フレークの厚い部分の冷却速度は10°C/secのレベルであることがわかった。**Fig. 12(a)**のAl-11%Mn合金では合金元素量が多いものの、セル径は大きくて、晶出物(MnAl_6)¹⁵⁾の占める部分はわずかであって、格子定数の測定結果からも明らかのように、Mnはほとんど強制固溶状態である。

各合金の焼鈍による組織変化を見ると、いずれの合金とも、焼鈍温度が高くなるにつれて、急冷凝固によって生成した微細な晶出物は、球状化しながら粗大化する。**Fig. 13**のAl-18%Ni合金では、他の合金より低い焼鈍温度である200°Cでも、ロッド状の急冷凝固組織の NiAl_3 化合物は完全に球状化し、さらに高温の350°Cでは粗大な化合物が認められる。他の組成のAl-Ni合金も同様の変化を示し、Al-Ni合金の急冷凝固組織は、他の合金に比べて熱的に不安定であるといえる。

Al-Fe、Al-Mn合金については、350°Cと500°Cで焼鈍した組織を示しているが、200°Cでの焼鈍では凝固したままの組織に比べてほとんど変化がなかった。両合金とも、500°Cで焼鈍すると晶出物が球状化するものの、350°Cの焼鈍では、晶出物はセル状組織を形成している。**Fig. 12(b)**のAl-11%Mn合金の350°Cで焼鈍した組織には、晶出した化合物の成長の他に、強制固溶体の分解によって直接生成した、Mnの析出物(G相)¹⁵⁾も明らかに認められる。

3.5 急冷凝固フレークの硬度

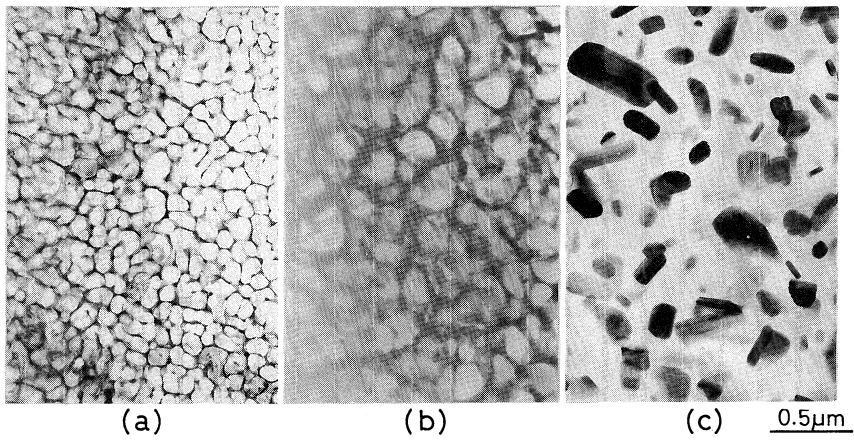


Fig. 11 Transmission electron micrographs of Al-8%Fe alloy flakes. (a) as splat-quenched, (b) 350°C × 2hr annealed, (c) 500°C × 2hr annealed.

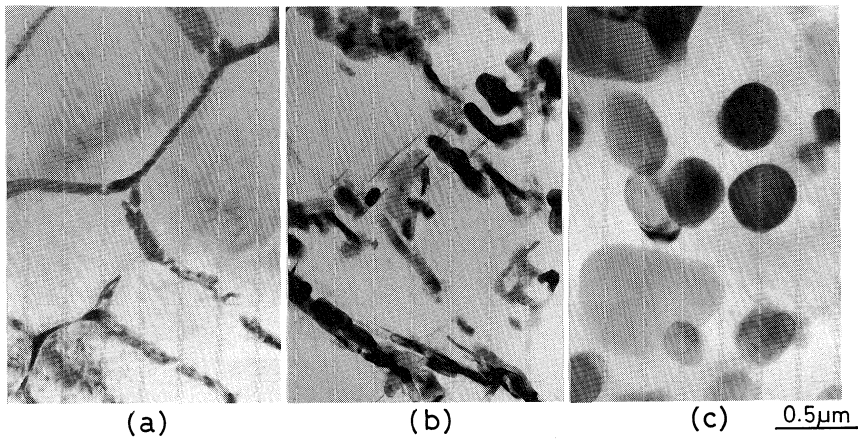


Fig. 12 Transmission electron micrographs of Al-11%Mn alloy flakes. (a) as splat-quenched, (b) 350°C × 2hr annealed, (c) 500°C × 2hr annealed.

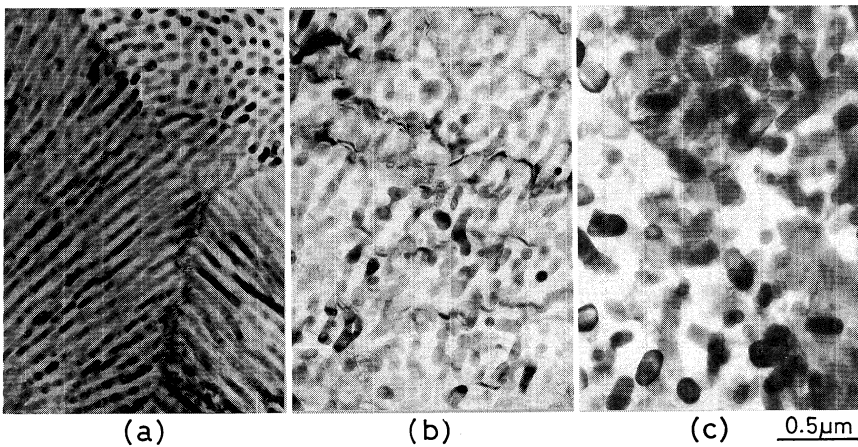


Fig. 13 Transmission electron micrographs of Al-18%Ni alloy flakes. (a) as splat-quenched, (b) 200°C × 2hr annealed, (c) 350°C × 2hr annealed.

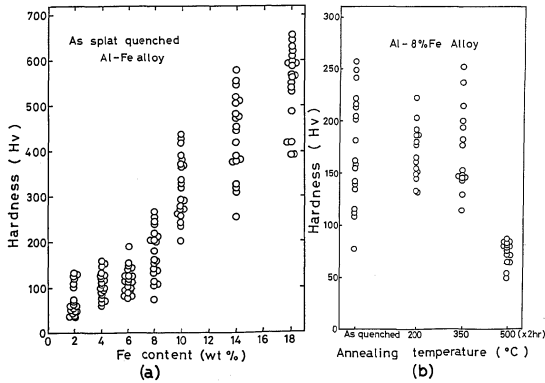


Fig. 14 Variation of hardness of Al-Fe alloy flakes with Fe content (a) and annealing temperature (b).

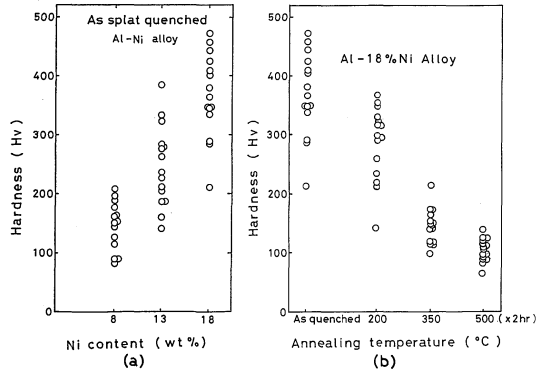


Fig. 16 Variation of hardness of Al-Ni alloy flakes with Ni content (a) and annealing temperature (b).

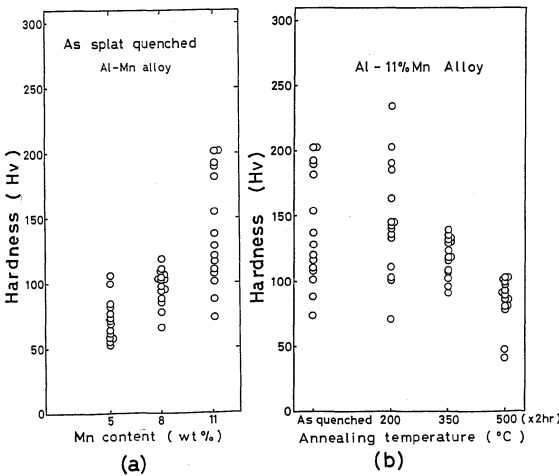


Fig. 15 Variation of hardness of Al-Mn alloy flakes with Mn content (a) and annealing temperature (b).

各合金のフレークの硬度測定の結果を Fig. 14, Fig. 15, Fig. 16に、それぞれ Al-Fe, Al-Mn, Al-Ni 合金について示す。いずれも同一条件で5枚のフレークについて、1枚当たり3~4点の測定値をそのままプロットしている。各合金とも(a)は凝固したままのフレークについて、合金元素量による硬さの変化であり、(b)は一つの組成の合金についての焼鈍による硬度変化を示している。同一合金のフレーク内においても、硬度値には大きな差が認められ、冷却速度の大小による急冷凝固組織の相違による影響が現れている。各合金とも、急冷凝固したままのフレークは、合金元素量の増加に対応して硬化する。共晶組成に比べて合金元素量の割合が多い Al-18%Fe 合金では、600 Hv 以上の高い硬度を示す場合もあり、非常に硬いフレークが得られた。合金元素量の多い Al-18%Ni も急冷凝固状態では比較的高い硬度値を

示した。

焼鈍による硬度値の変化を合金間で比較すると、焼鈍温度が500°Cと高い場合には、いずれの合金でも急冷凝固組織が完全に粗大化するため著しく軟化するが、低い焼鈍温度では硬度変化に相違が認められる。Fig. 14(b)の Al-8%Fe 合金は、350°Cで2時間加熱しても硬度の低下が少なく、組織観察で示したように熱的に安定な急冷凝固組織が、焼鈍による軟化を抑えている。

Al-Ni 合金では Fig. 16(b)に示すように、いずれの合金組成においても、焼鈍温度が高くなるとほぼ直線的に軟化する傾向が認められた。Al-Ni 合金で焼鈍による軟化が著しいのは、急冷凝固によって生成した共晶化合物の微細組織が、比較的低い焼鈍温度でも粗大化するためである。

Fig. 15(b)の Al-11%Mn 合金では、200°Cで焼鈍しても軟化が認められないが、350°Cに至ると急激に軟化する。200°Cで軟化しないのは、格子定数の変化や組織観察から明らかのように、加熱しても変化の少ない急冷凝固による固溶体強化が持続して作用しているためと思われる。350°Cの加熱により、強制固溶した Mn の大部分は析出するが、フレークは軟化しており、Mn 化合物の析出による強化への寄与はほとんどないと思われる。

4. 結論

アルミニウム合金の急冷凝固 P/M 材を作るための第一段階として、急冷凝固フレークを連続的に製造する装置を試作して、その性能を確かめた。さらに、製造したアルミニウム-遷移金属合金の急冷凝固フレークの性質をしらべて次の結論を得た。

(1) 独自に設計試作した噴霧法と単ロール法の組合せから成る急冷凝固装置によって、アルミニウム合金の急冷凝固フレークを約 5 g/sec の能力で、連続的に製造することができた。

(2) 急冷凝固フレークは中央部が薄く、周辺部が厚い形状で、中央部における凝固時の冷却速度は $10^5 \sim 10^6$ °C/secのレベルに達した。フレーク全体を平均して冷却速度を高くするには、薄く、できるだけ均一な厚さのフレークの製造が望まれる。

(3) Feは18 wt%, Mnは11 wt%, Niは18 wt%まで添加した、過共晶組成のそれぞれのアルミニウム—遷移金属2元合金の急冷凝固フレークには、粗大な初晶化合物の晶出は抑えられた。

(4) Al-Fe, Al-Ni合金の急冷凝固フレークは、微細な晶出組織を呈し、Al-Mn合金については、添加したMnの大部分は強制固溶した。

(5) 急冷凝固フレークの硬度は、いずれのAl—遷移金属合金とも合金元素量の増加に対応して高くなった。急冷凝固組織の焼鈍による粗大化にともなって、フレークは軟化するが、Al-Fe合金の急冷凝固組織は加熱による変化が比較的少なく、Al-Ni合金では加熱による影響が大きく現れた。

終わりに、卒業研究生として装置の試作および実験に協力された、石山徹、斉藤達也、三村司、山田秀嗣、荻原馨、清水良和の諸氏に感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) たとえば, K. K. Sankaran and N. J. Grant: *Mater. Sci. Eng.*, **44** (1980), 213.
- 2) P. Duwez and R. H. Willens: *Trans. TMS-AIME.*, **227** (1963), 362.
- 3) D. R. Harbur, J. W. Anderson and W. J. Maraman: *Trans. TMS-AIME.*, **245** (1969), 1055.
- 4) R. W. Cahn, K. D. Krishnanand, M. Laridjani, M. Greenhalz and R. Hill: *Mater. Sci. Eng.*, **23** (1976), 83.
- 5) G. Thursfield and H. Jones: *J. Phys. E. Sci. Instrum.*, **4** (1971), 675.
- 6) G. Thursfield and M. J. Stowell: *J. Mater. Sci.*, **9** (1974), 1644.
- 7) H. Jones: "Rapid Solidification Processing" Proc. Int. Conf. on Rapid Solidification Processing, ed. by R. Mehrabian, B. H. Kear and M. Cohen (1978), 28.
- 8) H. A. Davies and J. B. Hull: *J. Mater. Sci.*, **9** (1974), 707.
- 9) M. H. Burden and H. Jones: *J. Inst. Metals*, **98** (1970), 249.
- 10) A. Tonejc and A. Bonefačić: *J. Appl. Phys.*, **40** (1969), 419.
- 11) C. P. Hinesley and J. G. Morris: *Met. Trans.*, **1** (1970), 1476.
- 12) W. J. Boettinger, L. Bendersky and J. G. Early: *Met. Trans.*, **17A** (1986), 781.
- 13) 神尾, 手塚, 里, T. T. Long, 高橋: 軽金属, **36** (1986), 72.
- 14) H. Ahlborn and D. Merz: *Aluminium*, **47** (1971), 671.
- 15) 村上, 森: 軽金属, **18** (1968), 339.