研究論文

単ロール急冷凝固法により作製した Al-Si 合金箔の
表面性状に及ぼす成形条件の影響

羽賀 俊雄*・本村 貢*

Effect of the process parameters on the foil manufactured
by single roll rapid solidification

Toshio HAGA* and Mitsugu MOTOMURA*

The nozzle-roll gap in the melt spinning is usually set closer than slit clearance of the nozzle, and puddle is held between nozzle and roll. At high roll speed and high ejection pressure of the melt, the puddle is broken and melt flows off (back break). We succeeded to make foil under the back break conditions setting nozzle-roll gap wider than slit clearance. The surface condition of the foil made with back break is more sound than the foil made by holding puddle. The diagram which consists of roll speed and ejection pressure is established in order to estimate the foil condition. The area in which sound foil can be made is compared between the diagram of back break and the diagram of puddle holding, and it has been found clear that the method of "high roll speed and high ejection pressure method" is suitable for making sound foil.

Keywords: single roll method, rapid solidification, foil, puddle, back break

(Received January 19, 1993)

1. 緒 言

単ロール急冷凝固法で非晶質合金の箔を作製する場合、ノズルとロールの間隔を 1 mm 以下と狭くし、ノズルの先端でロール面上のパドルを押え込む方法¹⁾を用いるのが一般的である。パドルを押え込む状態から、徐々に溶湯噴出圧力を高めていくと、箔が引出される方向と逆方向に溶湯が飛散する状態へと変わる²⁾。筆者らは、パドルを押え込む方法と比較し、ロール周速と溶湯噴出圧力を高くし、溶湯を後方へ飛散させる方法（高ロール周速、高溶湯噴出圧力法）においても、パドルを押え込む方法と同様に箔を作製することが可能であり、かつ幅 160 mm の広幅箔³⁾やクラッド箔^{4),5)}の作製が可能であることを明らかにした。単ロール急冷凝固法では、結晶質合金の箔を作製する場合、箔の非ロール接触面の状態が非晶質合金と比較して不良であり、結晶質合金の急冷凝固箔の非ロール接触面の状態を良好にすることが望まれている。本研究においては、パドルを押え込む方法と溶

湯を後方へ飛散させる方法において Al-Si 合金箔の作製を試み、両作製方法においてロール回転数と溶湯噴出圧力をパラメータとした箔の状態の分類図を作成し、各作製方法における特徴を明らかにした。また、Al-Si 合金の結晶質合金の箔の作製において、両方法の有効性について比較検討を行った。

2. 実験条件

実験に用いた単ロール急冷凝固装置³⁾のロールは、銅製で直径 300 mm、幅 100 mm である。ノズルのスリット間隔は 0.5 mm、幅は 40 mm である。ノズルの位置はロール直上とした。ノズルとロールの間隔は、0.1 mm～3.0 mm とした。ロール回転数は、500 rpm（周速約 8 m/s）から 3500 rpm（周速約 55 m/s）の間で実験を行った。ロール面は、毎回実験直前に #1200 のエメリー紙で研磨した。実験試料は、Al-12 mass%Si を用い、溶湯噴出温度は 650°C に設定した。1 回の実験で約 150 g の試料を溶解した。溶湯噴出圧力は、最高で約 0.3 MPa と

* 早稲田大学理工学部（新宿区）。Faculty of Science and Engineering, Waseda University (Sinjuku-ku, Tokyo).

Fig. 1 Schematic illustration of the molten metal and foil on the roll.

- (a) holding of the puddle by the tip of the nozzle
 - (b) back break of the melt
 - (c) definition of C_s and C_{nr}
- C_s : slit clearance, C_{nr} : nozzle-roll gap

した。実験は、ビデオカメラにより箔が引出される方向とロール軸方向から観察した。

Fig. 1 にパドルを押え込む状態(a)と溶湯が後方へ飛散する状態(b)を示す。パドルの押え込みは、**Fig. 1(c)** でノズルのスリット間隔 C_s よりノズルとロールの間隔 C_{nr} が小さい場合に起こるとされている。溶湯の後方への飛散の有無は、ビデオカメラによる観察の結果より判断した。

3. 実験結果と考察

3.1 溶湯の後方への飛散が起こらないノズルとロールの間隔

溶湯の後方への飛散の有無に対するノズルとロールの間隔の影響について調査を行った。箔を作製するとき、溶湯の後方への飛散が起こらないノズルとロールの間隔 C_{nr} とロール回転数の関係を **Fig. 2** に示す。図において A と B の斜線領域に相当するノズルとロールの間隔では、溶湯の後方への飛散は起こらない。ロール回転数が大きくなるほどノズルとロールの間隔を狭くしないと、溶湯は後方へ飛散してしまうことが明らかである。溶湯の後方への飛散を起こさないためには、3500 rpm ではノズルとロールの間隔を0.1 mm 以下と大変狭くすることが必要である。斜線部 A の領域においては、ノズルとロールの間隔 C_{nr} がノズルのスリット間隔 C_s より広く、パドルを押え込まないと考えられる場合でも、溶湯の後方への飛散は起こらない。以下の実験では、ノズルとロールの間隔 C_{nr} は3500 rpm の場合においても、溶

Fig. 2 Effect of the nozzle-roll gap on the holding of the puddle. The puddle can be held when nozzle is set at the gap of zone A or zone B. zone A: $C_s > C_{nr}$, zone B: $C_s \leq C_{nr}$. C_s : slit clearance, C_{nr} : nozzle-roll gap

Fig. 3 Effect of the ejection pressure on the holding of the puddle and back break. Nozzle-roll gap $C_{nr} = 0.1$ mm.

湯の後方への飛散が起こらない0.1 mm に設定した。本実験においては、溶湯噴流はロール面に垂直に当たるようにしたが、溶湯噴流とロール面のなす角度と溶湯の後方への飛散とは相関関係があり、角度が小さくなるほど飛散し難くなる⁶⁾。

3.2 溶湯噴出圧力とパドルの押え込みの可否

パドルの押え込みの可否に対しては、溶湯噴出圧力の影響が最も大きいと考えられる。そこでロール周速に対して、パドルの押え込みが可能な溶湯噴出圧力と後方への飛散が起こる圧力について明らかにした。**Fig. 3** にノズルとロールの間隔を0.1 mm とした場合のロール回転数、溶湯噴出圧力に対するパドルの押え込みが可能な領域と溶湯の後方への飛散が起こる領域を示した。本実験装置では、溶湯噴出圧力を**Fig. 3**の放物線の下側に設定すれば、溶湯の後方への飛散を起こさずに、箔を作製できることが明らかになった。また、溶湯の後方への

Fig. 4 Effect of the rotating speed of the roll on the maximum thickness of the foil which can be made under the condition of holding of the puddle. Nozzle-roll gap $C_{nr}=0.1$ mm

飛散が起こる領域では、溶湯噴出圧力が高くなるほど飛散する溶湯量は多くなる。

3.3 パドルの押え込みが可能な領域における箔の厚さ

Fig. 3 に示したロール周速に対するパドルの押え込みが可能な領域において、最も溶湯噴出圧力を高めた場合の箔厚を Fig. 4 に示す。各ロール回転数においてパドルを押え込んだ状態で作製できる最大箔厚は、ロール回転数が大きくなるに従い薄くなっている。本研究では、ノズルとロールの間隔 C_{nr} は、 $100\ \mu\text{m}$ であるが、ロール回転数が $500\ \text{rpm}$ の場合は、箔の厚さは約 $140\ \mu\text{m}$ であり、ノズルとロールの間隔より厚い。この結果について以下のように考察した。ノズルとロールの間隔が $140\ \mu\text{m}$ となるのは、ノズル直下から約 $5\ \text{mm}$ の位置である。ノズルとロールの間隔は、ノズルから噴出した溶湯で、ノズル直下からロール回転方向に約 $5\ \text{mm}$ の位置まで充満し、溶湯の凝固はこの位置でほぼ完了すると考えられる。したがって、ロール回転数が $500\ \text{rpm}$ の場合は、Fig. 5(a) に示されるように箔の厚さが、ノズルとロールの間隔で決定されるような凝固形態をしているものと考えられる。これに対し他の場合は、Fig. 5(b) に示すようなパドルの形状をしていると考えられ、ノズルとロールの間隔は Fig. 5(a) ほど溶湯で満たされていない。

3.4 パドルを押え込む方法と溶湯を後方へ飛散させる方法で作製した箔の分類と比較

3.4.1 パドルを押え込む方法

パドルを押え込む方法で箔を作製する場合において、ロール回転数と溶湯噴出圧力に対する箔の状態の分類図を Fig. 6 に示す。パドルの押え込みが可能な領域を A、

Fig. 5 Schematic illustration of the solidification of the melt between nozzle and roll.

(a) roll speed is low, for example, rotation speed is $500\ \text{rpm}$.

(b) roll speed is higher than $1000\ \text{rpm}$.

Fig. 6 Appearance of foil plotted against roll speed and ejection pressure under the condition of holding of the puddle.

A: foil is thin and porous, B: excellent, C: roll uncontact surface is uneven like scratched, D: foil is thick and not cooled enough, and roll uncontact surface is uneven like scratched.

B, C, D の 4 領域に分割した。A の領域は、冷却状態は良好であるが、無数のピンホールが存在する。B の領域は、パドルを押え込む方法において最も良好な箔の作製が可能な領域であり、ピンホールは存在せず表面の状態、冷却状態も良好である。C の領域の箔は、ピンホールが存在せず冷却状態も良好であるが、非ロール接触面の凹凸は激しく、状態は不良である。D の領域の箔は、ピンホールは存在しないが冷却状態が不良で、非ロール接触面が未凝固のままロールから剥離してしまう。また、D の領域では、非ロール接触面の凹凸も激しい。したがって、パドルを押え込む方法で良好な箔を作製する場合は、B の領域のロール回転数と溶湯噴出圧力を選択することが必要である。パドルを押え込む方法では、良好な箔を作製するための条件として溶湯噴出圧力のみではなく、ロール周速にも上限、下限が存在することが明らかになった。

3.4.2 溶湯を後方へ飛散させる方法

溶湯を後方へ飛散させる方法で作製した箔のロール回

転数と溶湯噴出圧力に対する分類図³⁾を Fig. 7 に示す。ノズルとロールの間隔は、1 mm とした。Fig. 6 と Fig. 7 では、縦軸の溶湯噴出圧力の目盛りは異なっている。図を箔の状態により X, Y, Z, W の 4 領域に分割した。パドルを押え込む方法と溶湯を後方へ飛散させる方法では、箔の状態が異なるので Fig. 6 と Fig. 7 の分類の基準は異なる。X の領域では、箔は薄く、無数のピンホールが存在する。Y の領域では、ピンホールは存在せず、箔の非ロール接触面にも凹凸が存在せず、溶湯を後方へ飛散させる方法において、最も良好な箔を作製できる領域である。ロール回転数は 3500 rpm までしか行っていないが、これよりロール回転数が高い領域においても Y 領域が存在することが推測され、Y 領域の溶湯噴出圧力の範囲は、ロール回転数が高くなるほど広くなると考えられる。Z 領域では、ピンホールは存在しないが、非ロール接触面に筋状の盛上がりが存在する。W 領域では、溶湯噴出圧力に左右されず箔の状態は不良である。溶湯が後方へ飛散するとき、ノズルから噴出した溶湯が、箔と後方へ飛散する溶湯に定常的に分離しているのか疑問であった。しかし、ビデオと作製した箔の観察結果より、ノズルから噴出した溶湯の一定量が箔に成形されていると考えられる。

3.4.3 パドルを押え込む方法と溶湯を後方へ飛散させる方法で作製した箔の状態の比較

パドルを押え込む方法で、最も良好な箔が作製できる Fig. 6 の B 領域と、溶湯を後方へ飛散させる方法で最も良好な箔が作製できる Fig. 7 の Y 領域を比較すると、Y 領域は B 領域よりロール回転数、溶湯噴出圧力の範囲は広く、したがって溶湯を後方へ飛散させる方法は、パドルを押え込む方法より、良好な箔が作製可能な領域は広い。特に溶湯を後方へ飛散させる方法では、良好な箔を作製可能な領域がパドルを押え込む方法より高ロール周速側に存在することが、二つの方法における顕著な相異である。パドルを押え込む方法において良好な箔が作製可能な Fig. 6 の B 領域と、溶湯を後方へ飛散させる方法において良好な箔が作製可能な Fig. 7 の Y 領域の箔の非ロール接触面の状態を Fig. 8 の (f2) と (f3) に示した。Fig. 6 の B 領域に対応する (f2) の箔には周期的な縞模様が存在し、縞の部分は他の部分より薄い。このような縞模様は、ロール接触面にも存在する。これに対し、Fig. 7 の Y 領域に対応する (f3) の箔には縞模様などの欠陥は存在せず箔の状態は健全である。したがって、Al-Si 合金では、溶湯を後方へ飛散させる方法の方がパドルを押え込む方法より健全な箔を作製できることが明らかにした。

クラッド箔を作製する場合、母材となる箔の上に表材となる箔の溶湯が噴出される前に母材がロールから剝離

Fig. 7 Appearance of foil plotted against roll speed and ejection pressure under the condition of back break of the melt.

X: foil is thin and porous, Y: excellent, Z: thick and inferior at roll uncontact surface, W: inferior at any ejection pressure.

すると、クラッド箔を作製することは不可能である。また、表材となる溶湯を母材の上に噴出したとき、衝撃で母材がロールから剝離しない程度に母材とロールの固着力は強固なことが必要であり、母材がロールから剝離す前に表材となる溶湯を噴出するより、剝離位置から離れた位置で表材の溶湯を噴出することが必要である。箔のロールへの巻き付き長さは、ロール周速が高くなるほど長くなる。したがって、クラッド箔を作製する場合は、良好な箔を作製できるロール周速に上限が存在するパドルを押え込む方法より、高ロール周速でも箔の作製が可能である溶湯を後方へ飛散させる方法が適している。

3.5 ノズルとロールの間隔、ノズルの先端形状と箔の状態

ノズルの先端でパドルを押え込む場合は、ノズルとロールの間隔から溶湯がロール回転方向に噴出し、箔の非ロール接触面にすれたような痕跡が存在する場合や縞模様が存在する場合がある。これらの現象とノズルとロールの間隔、ノズルの先端形状と箔の状態との関係について調査を行った。Fig. 6 の A, C の領域では、上端の境界線に近い溶湯噴出圧力が高い場合では、Fig. 8(a1)に示したように、溶湯はロール回転方向に噴出し、箔の非ロール接触面には、Fig. 8(f1)に示すように、こすれたような痕跡が存在した。この原因としては、初めに実験に用いたノズル（以後平坦ノズルと呼ぶ）では、パドルとノズル先端の平坦部との干渉が考えられたので、Fig. 8(b1)のようにノズルの先端を鋭角にし（以後鋭角ノズルと呼ぶ）、ノズルとパドル先端との干渉を小さくしたノズルを用いて実験を行った。しかし、溶湯はロール回転方向に同様に噴出し、箔のロール接触面にもこす

Fig. 8 Schematic illustration of the forming process of foil, and photographs of roll uncontact surface of the foil.

れたような痕跡が存在した。そこで Fig. 8(c) に示すようにノズルの前端だけを切断し、パドルとノズルがまったく干渉しないノズル（以後前断ノズルと呼ぶ）を用いて実験を行った。ノズルの前端のみを 1 mm 切り欠いた前断ノズルでは、ノズルの後端とロールの間隔は、Fig. 8(a1), (b1) と同様に 0.1 mm である。Fig. 8(c) の場合は溶湯が前方に噴出されることなく、Fig. 8(f3) に示すように箔の非ロール接触面にもこすれたような痕跡は存在しなかった。また、Fig. 8(d) に示すようにノズルとロールの間隔を 1 mm とし、溶湯を後方へ飛散させる場合も溶湯はロール回転方向へ飛散せず、箔の非ロール接触面にもこすれたような痕跡は存在しなかった。平坦ノズル、鋭角ノズルを用いた場合でも Fig. 8(a1), (b1) の場合より溶湯噴出圧力を低くすると、Fig. 8(a2), (b2) の場合のように、溶湯はロール回転方向に噴出しなかった。箔の非ロール接触面の状態は Fig. 8(f2) に示すように、こすれたような痕跡は存在しないが、周期的な縞模様が存在した。これらの結果より Fig. 8(c), (d) のようにノズルの前端がパドルと干渉しない方が箔の表面状態は良好になると考えられる。前断ノズルもロール回転数が 2500 rpm より高くなると、溶湯を後方へ飛散

させることなしに、良好な箔を作製することは不可能であった。また、溶湯を後方へ飛散させる場合は、ノズルとロールの間隔を 0.2 mm とした場合でも、箔の非ロール接触面にはこすれたような痕跡は確認されず、Fig. 8(d) に示したようにパドルは形成されていないと考えられる。一般に単ロール急冷凝固法では、ロール周速が高い方が箔の状態は良好であり、良好な箔が作製可能なロール周速の上限が大きい溶湯を後方へ飛散させる方法は、パドルを押え込む方法よりアルミニウム合金箔の表面状態を良好にするのに有効であると考えられる。単ロール急冷凝固法により結晶質のアルミニウム合金箔を作製する場合、箔の表面状態、特に非ロール接触面の状態を良好にするためには、ノズルの先端でパドルを押え込む方法より、ロール周速と溶湯噴出圧力を高くし、溶湯をロール回転方向と逆方向へ飛散させながら箔を作製させる方法（高ロール周速、高溶湯噴出圧力法）が適している。

4. 結 言

単ロール急冷凝固法により結晶質のアルミニウム合金箔を作製する場合に、パドルを押え込む方法と溶湯を後

方へ飛散させる方法(高ロール周速, 高溶湯噴出圧力法)の両方法により, 急冷凝固箔の成形性について Al-Si 合金を実験試料として調査を行った。その結果, 以下の結論を得た。

(1) ロール周速と溶湯噴出圧力からなる箔の状態を示す分類図において, 良好な箔が作製可能な領域は, パドルを押え込む方法より溶湯を後方へ飛散させる方法のほうが広く, かつ高ロール周速域まで良好な箔を作製可能である。

(2) パドルを押え込む方法と溶湯を後方へ飛散させる方法(高ロール周速, 高溶湯噴出圧力法)では, 箔の状態は溶湯を後方へ飛散させる方法の方が良好である。

(3) 箔が引出される側では, ノズルとパドルが干渉し

ない方が箔の非ロール接触面の状態は良好になる。

おわりに実験に協力してくれた本学学生の田中達夫君, 木村 修君に, 実験試料をご供試いただいた(株)日軽技研に感謝する。

参 考 文 献

- 1) たとえば H. Fiedler, H. Muhlback and G. Stephain: J. Mater. Sci., **19** (1984), 3229.
- 2) M. Yukimoto, K. Shibuya, T. Kan and I. Ito: Rapidly Quenched Metals, ed. S. Steeb and H. Warlimont, vol. 1 (1985), 91.
- 3) 本村 貢, 羽賀俊雄: 軽金属, **38** (1988), 528.
- 4) 本村 貢, 羽賀俊雄: 軽金属, **39** (1989), 196.
- 5) 本村 貢, 羽賀俊雄: 軽金属, **40** (1990), 653.
- 6) 本村 貢, 羽賀俊雄: 軽金属, **38** (1988), 534.