

## (469) 溶融亜鉛めっき浴に発せするボトムドロスとAlとの反応

九州工大 工学部 °若松良徳 大西正己

1. 緒言 Al無添加の溶融Znめっき浴に発せするボトムドロス中のZn含有量が高い理由はまずボトムドロスを構成する $\gamma$ (FeZn<sub>13</sub>)晶のZn濃度が高いこと、第二にそれらの粒間に全粒の体積に匹敵するZn融液が含有されることによる。このためボトムドロス(以後ドロスと称する)からZnを回収する方法としてドロスを500~600°Cに加熱して $\gamma$ 晶をよりZn含有量の少ない $\delta_1$ (FeZn<sub>7</sub>)晶とする方法、さらにはAlを添加して加熱し、 $\gamma$ 晶をFe-Al化合物に変える方法も知られている。この内後者、すなわちAl添加法は現行のZn回収法の蒸発酸化や電解採取などの方法と比べて設備とエネルギー面で経済的であるが、回収ZnにAlが含有される。このためAl添加法は従来その採用が見合せて来なかったらしいかあるか、近年高濃度のAlを含有するZn浴を用いた溶融めっき法が開発されているにいたり、その浴への回収Znの用途が開けつつある。Al添加法は今後その採用がますます期待されるにもかかわらず、その反応の詳細については不明な点が多いので、本研究ではドロスにAlを添加して加熱し、Fe-Al化合物の形成反応を調べた。

2. 実験方法 ドロス試料は純度が99.99%のZnと99.9%のFeをFeが3wt%の比に配合したものを約6g内径8mmの磁製タンマン管に入れて約0.4気圧のArとともに石英管中に封入し、510°Cで48丸、続いて460°Cで24丸加熱して作成した。Alは純度99.99%のものを用い、Al 50wt%のAl-Zn合金の形で添加した。Al-Zn合金の添加量はドロスの重量の1~10%とし、加熱に際しては上記タンマン管中のドロスの下にAl-Zn合金を入れ、タンマン管ごと種々の気圧のArとともに石英管中に封入した。加熱温度は500~750°Cの範囲の6種類、加熱時間は15min~240丸の範囲の種々の時間とし、所定時間の経過後は水中に急冷した。Alと反応後の試料は加熱時の重力方向に切断して顕微鏡で組織観察するとともに反応形成相の面積率を格子点計数法によって求めた。また一部の試料については反応形成相および $\gamma$ 相(加熱時はZn融液)の濃度をそれぞれE.P.M.A.および化学分析によって測定した。

3. 実験結果 Al-Zn合金の添加量を種々変えて700°Cで72丸の長時間加熱した結果、添加量が1~2%では $\alpha$ 相、3~6%では $\alpha$ とFe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>相、8~10%ではFe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>相の球状に近い結晶が形成し、 $\delta_1$ および $\gamma$ 晶はそれぞれ4.5%以上の添加量で消失した。E.P.M.A.による濃度分析の結果、 $\alpha$ 晶は約Fe 70%、Al 25%、Zn 5%で、Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>晶は約Fe 40%、Al 40%、Zn 20%の重量濃度を有し、Al-Zn合金の添加量の増加とともにいずれもAl濃度が高くなる傾向を有する。

Al-Zn合金の添加量は上述の結果から5%で十分とみなされるので、添加量を5%一定として500~750°Cの種々の温度に加熱した結果、全温度で $\alpha$ とFe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>晶が形成した。しかし、 $\delta_1$ および $\gamma$ 晶が消失する反応終了時間は温度の低下とともに延長され、例えば700°Cでは約8丸で反応が終了したか、550°Cでは240丸の長時間の加熱後も $\delta_1$ 晶が出現した。加熱時間を種々変えた試料の顕微鏡組織観察の結果から、ドロスとAlとの反応は $\gamma$ および $\delta_1$ 晶がZn融液中に溶解し、Fe過飽和となったZn融液から $\alpha$ およびFe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>が晶出することによって進行すると思われるので、おそらく反応終了時間の温度依存性にはZn融液中のFeの溶解度およびFeとAl原子の拡散速度の温度依存性が関係する。

格子点計数法による測定の結果、反応終了後の試料縦断面における $\alpha$ とFe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>を合わせた面積率の平均値は約10%で、両晶とも密度がZn融液よりも軽いために加熱時の試料上部に多く分布する。また化学分析の結果、反応終了後の $\gamma$ (Zn)相のAlおよびFeの濃度はそれぞれ0.22および0.07wt%であった。反応後、かりに $\alpha$ とFe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>晶をくみ出して除去すると、その際両晶と同体積のZn融液が一掃にくみ出されるとして、Znの回収率を上述の分析値と面積率から試算した結果、回収率は約90%と見積もられた。