

Obținerea oxidului de zinc din cenușă de zinc

LAVINIA LUPA¹, PETRU NEGREA¹, AUREL IOVI¹, MIHAELA CIOPEC¹, MARILENA MOTOC²

¹Universitatea „Politehnica” Timișoara, Facultatea de Chimie Industrială și Ingineria Mediului, P-ța Victoriei nr. 2, 300006, Timișoara, România

²Universitatea de Medicină și Farmacie “Victor Babeș”, Catedra de Biochimie, P-ta Eftimie Murgu, Nr.2, 300041, Timișoara, România

Hot-dip galvanizing is one of the oldest and reliance commercial method of steel protection against corrosion. From the hot-dip galvanizing results zinc ash which contains almost 80% zinc. Obtaining of zinc oxide from zinc ash resulted from the zinc coating process was studied. The analysis certifies that the technical zinc oxide is obtained.

Keywords: recovering, zinc, zinc ash, zinc oxide

Epuizarea minereurilor cu zinc și acumularea unor mari cantități de resturi metalice, ca și a unor deșeurii metalurgice, a dus la un interes semnificativ la procesarea resurselor secundare. Aceste materiale reziduale pot cuprinde resturi de zinc din celule de baterii epuizate și uscate, rezultate din industria catodică de zinc, și cenușă de zinc rezultată din procesul de galvanizare [1].

Galvanizarea termică este una dintre cele mai vechi și de încredere metode comerciale de protecție a oțelului împotriva coroziunii [2 - 4]. Totodată procesul de galvanizare generează o serie de deșeurii printre care și cenușă de zinc. Din păcate cea mai uzuală și cea mai frecventă metodă întâlnită de a învinge problema acestor deșeurii este depozitarea acestora în depozite special amenajate. Această atitudine de depozitare conduce la o serie de dezavantaje, pe deoparte contribuie la creșterea accentuată a materialelor periculoase pe suprafața pământului, iar în al doilea rând nu ia în considerare recuperarea metalelor grele pentru reutilizare, ceea ce poate reprezenta o economie a materiilor brute și un potențial profit [5 - 8].

Prin utilizarea unei metode chimice sau biologice adecvate, este posibilă îndepărtarea metalelor grele din aceste deșeurii, concentrarea, reciclarea și reutilizarea acestora [1, 3 – 13].

Din procesul de zincare termică rezultă cenușă de zinc ce conține aproximativ 80 % zinc. În această lucrare s-a studiat obținerea oxidului de zinc din cenușă de zinc rezultată din procesul de zincare.

Partea experimentală

Cenușă de zinc obținută din industria de zincare termică a fost sortată în 4 fracțiuni (1 < 0,315 mm, 2 = 0,315-1,25,

3 = 1,25-2, 4 = 2-6,3) care au fost analizate în vederea stabilirii compoziției cenușii.

Pentru extragerea zincului din cenușă și obținerea oxidului de zinc s-au utilizat soluții de acid acetic. Pentru a stabili condițiile optime de extracție a ionilor metalici s-a urmărit dependența concentrației de extracție a ionilor metalici în funcție de concentrația acidului acetic utilizat, de fracțiunea cenușii, de raportul stoechiometric $Zn^{2+}:CH_3COOH$ și timpul de contact dintre cenușă și acid. S-a lucrat cu diferite concentrații ale acidului acetic (5; 7,5; 10; 12,5; 15 și 20%), la diferite rapoarte $Zn^{2+}:CH_3COOH$ (1:1, 1:1,05, 1:1,1, 1:1,15 și 1:1,2) și la doi timpi de contact de 15 și 30 min.

Concentrația ionilor de Zn a fost determinată prin titrare cu complexon III, iar concentrația ionilor de Fe, Ca și Pb a fost determinată prin spectrofotometrie de absorbție atomică utilizând un spectrofotometru VARIAN SpectraAA 110.

După stabilirea condițiilor optime produsul de acetat de zinc obținut în condițiile optime a fost supus unei analize complexe ce constă în: analiză chimică, analiză termică și difracție de raze X. În urma analizei termice s-a determinat temperatura necesară de calcinare pentru obținerea oxidului de zinc din acetatul de zinc. Proba a fost calcinată timp de o oră la 400°C. Oxidul de zinc obținut a fost analizat prin difracție de raze X.

Analiza termică s-a realizat utilizând o balanță termogravimetrică Netzsch TG 209.

Difracția de raze X a fost înregistrată cu un difractometru Bruker D* utilizând o radiație Cu-K α.

Rezultate și discuții

Din datele experimentale prezentate în tabelul 1 cu privire la compoziția chimică a cenușii de zinc, se observă

Fracția cenușii	Concentrația ionilor metalici, %			
	Zn	Fe	Ca	Pb
1	78	0,51	0,07	1,25
2	85,8	0,51	0,08	2,38
3	86,2	0,52	0,1	2,27
4	87,4	0,53	0,13	2,04

Tabelul 1
COMPOZIȚIA CENUȘII

* email: lavinia.lupa@chim.upt.ro

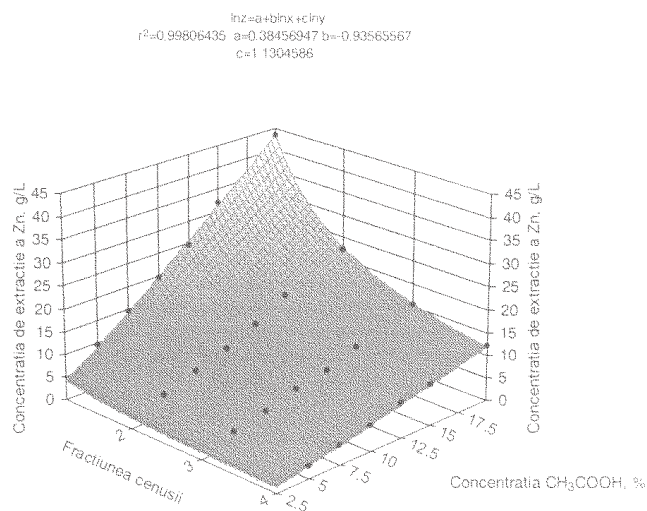


Fig. 1. Dependența concentrației de extracție a Zn funcție de concentrația CH_3COOH și funcție de fracțiunea cenușii la timpul de contact de 15 min

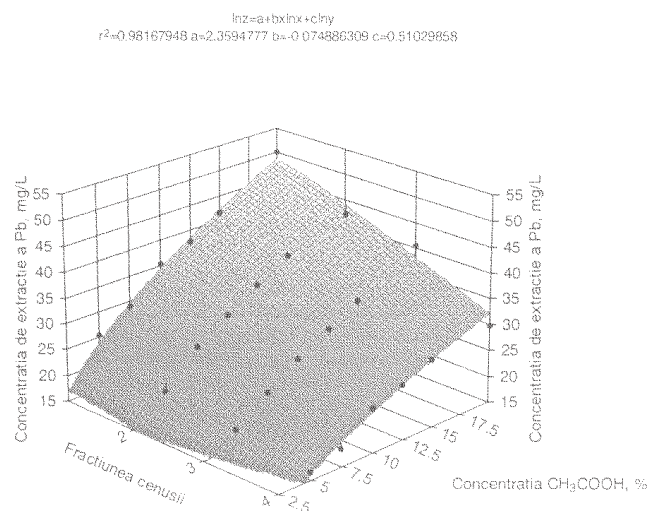


Fig. 4. Dependența concentrației de extracție a Pb funcție de concentrația CH_3COOH și funcție de fracțiunea cenușii la timpul de contact de 15 min

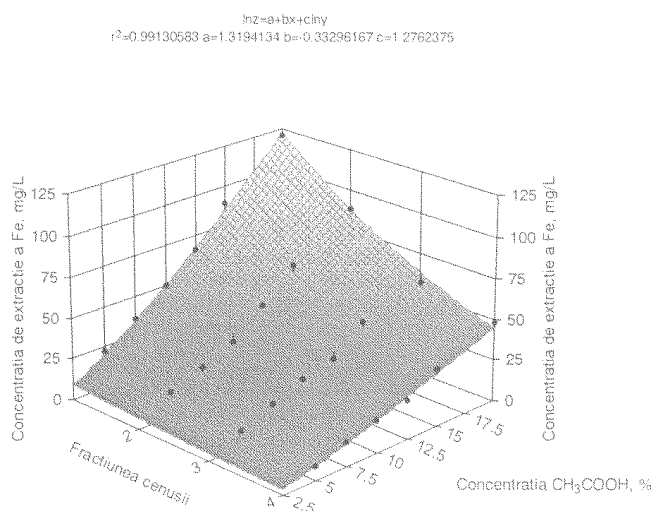


Fig. 2. Dependența concentrației de extracție a Fe funcție de concentrația CH_3COOH și funcție de fracțiunea cenușii la timpul de contact de 15 min

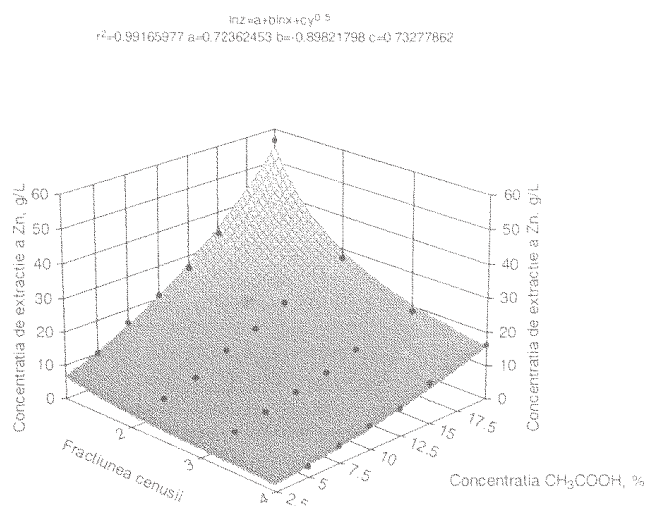


Fig. 5. Dependența concentrației de extracție a Zn funcție de concentrația CH_3COOH și funcție de fracțiunea cenușii la timpul de contact de 30 min

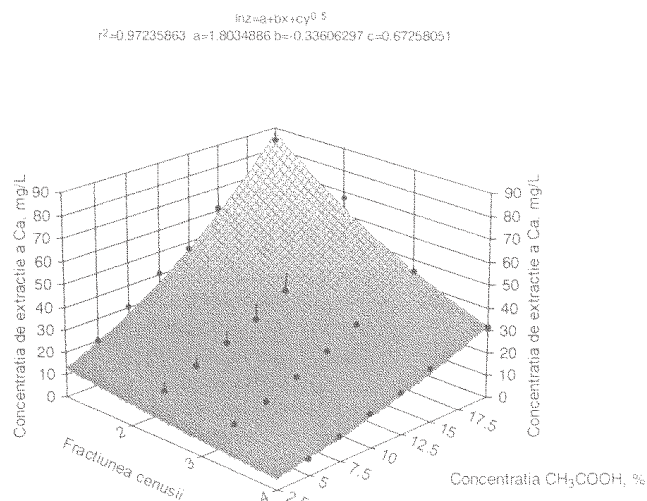


Fig. 3. Dependența concentrației de extracție a Ca funcție de concentrația CH_3COOH și funcție de fracțiunea cenușii la timpul de contact de 15 min

că toate fracțiunile prezintă aproximativ aceeași compoziție, se observă doar o mică creștere a concentrației ionilor de zinc cu creșterea fracțiunii cenușii.

Concentrațiile de extracție ale ionilor metalici la timpul de contact de 15 min

Datele experimentale privind dependența concentrațiilor de extracție a ionilor metalici funcție de concentrația soluției de acid acetic utilizat și de fracțiunea cenușii la timpul de contact de 15 min sunt prezentate în figurile 1 - 4.

Din datele experimentale se observă că concentrația de extracție a ionilor metalici scade cu creșterea fracțiunii și crește cu creșterea concentrației acidului acetic.

Concentrațiile de extracție ale ionilor metalici la timpul de contact de 30 min

Din datele experimentale privind variația concentrației de extracție a ionilor metalici funcție de fracțiunea cenușii și funcție de concentrația acidului acetic la timpul de contact de 30 min prezentate în figurile 5 - 8, se observă aceleași dependențe ca la timpul de 15 min însă se observă o ușoară creștere a concentrațiilor de extracție.

Se consideră concentrația optimă a acidului acetic cea de 20%, iar timpul de contact optim este cel de 30 min.

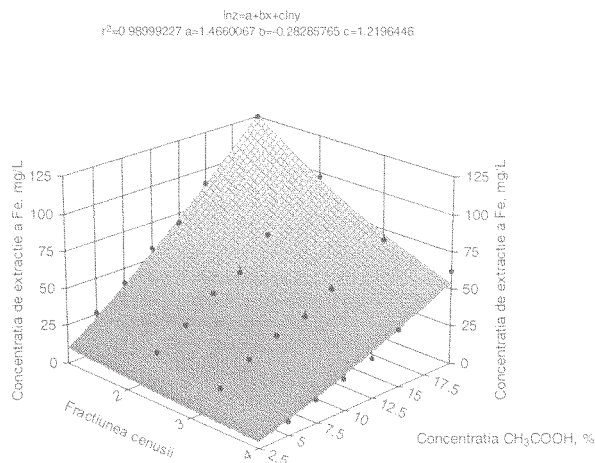


Fig. 6. Dependența concentrației de extracție a Fe funcție de concentrația CH_3COOH și funcție de fracțiunea cenușii la timpul de contact de 30 min

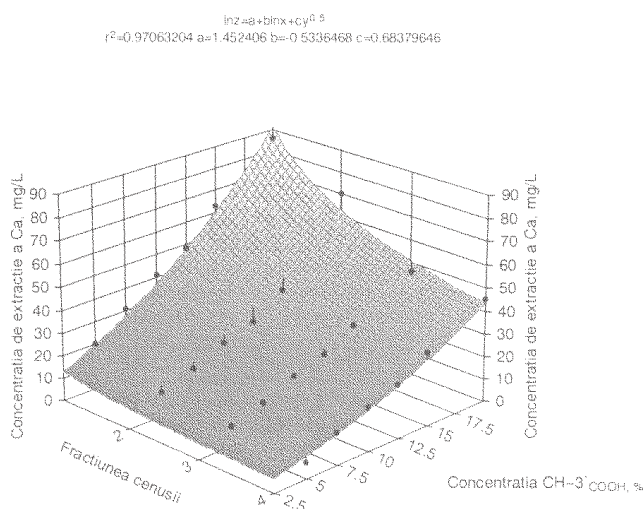


Fig. 7. Dependența concentrației de extracție a Ca funcție de concentrația CH_3COOH și funcție de fracțiunea cenușii la timpul de contact de 30 min

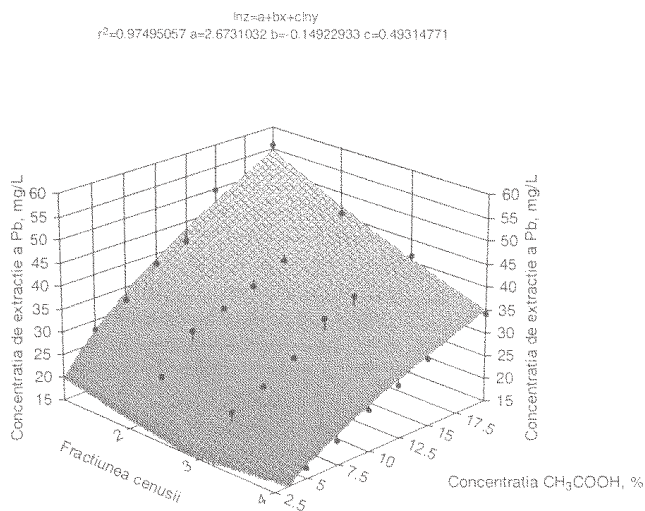


Fig. 8. Dependența concentrației de extracție a Pb funcție de concentrația CH_3COOH și funcție de fracțiunea cenușii la timpul de contact de 30 min

Concentrațiile de extracție ale ionilor metalici funcție de raportul $\text{Zn}^{2+}:\text{CH}_3\text{COOH}$

Datele experimentale privind dependența concentrațiilor de extracție a ionilor metalici funcție de fracțiunea cenușii și raportul $\text{Zn}^{2+}:\text{CH}_3\text{COOH}$, în cazul utilizării pentru extracție a acidului de concentrație 20% și la un timp de contact de 30 min sunt prezentate în figurile 9-12 de unde

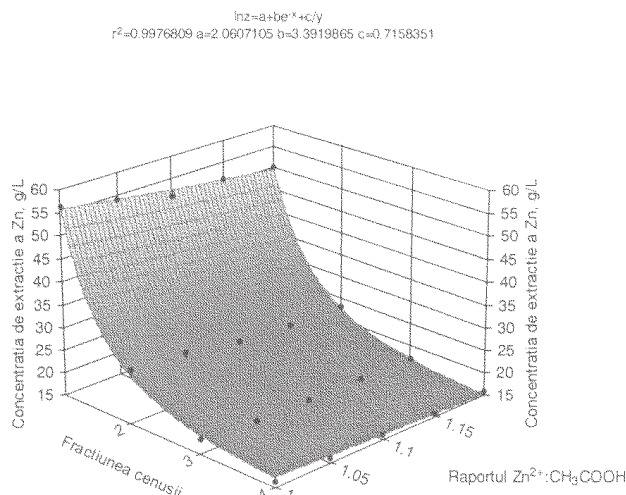


Fig. 9. Dependența concentrației de extracție a Zn funcție de raportul $\text{Zn}^{2+}:\text{CH}_3\text{COOH}$

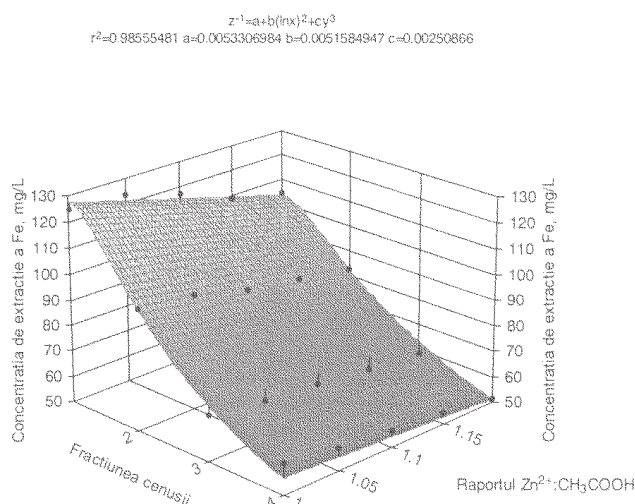


Fig. 10. Dependența concentrației de extracție a Fe funcție de raportul $\text{Zn}^{2+}:\text{CH}_3\text{COOH}$

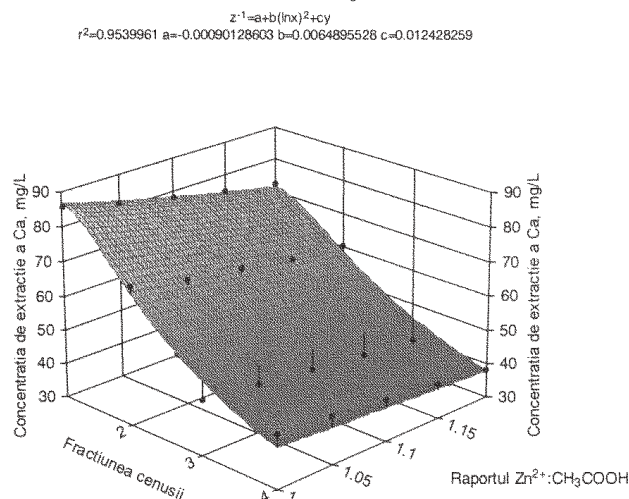


Fig. 11. Dependența concentrației de extracție a Ca funcție de raportul $\text{Zn}^{2+}:\text{CH}_3\text{COOH}$

Tabelul 2
COMPOZIȚIA CHIMICĂ A PRODUSULUI OBTINUT

Element	Concentrație, %
Zn	30,54
Fe	0,012
Pb	0,02
Ca	0,078

se poate observa că odată cu creșterea fracțiunii ϕ_i a raportului are loc scăderea concentrației de extracție a ionilor metalici, astfel nu se justifică utilizarea în exces a acidului acetic.

Analiza produsului obținut

Soluția obținută în condiții optime de extracție: concentrația acidului acetic 20%, fracțiunea cenușii < 0.315 mm, timp de contact 30 min la un raport $Zn^{2+}:CH_3COOH$

$$\ln z = a + b x^{0.5} + c y$$

$$r^2 = 0.94404761 \quad a = 5.4079203 \quad b = -0.47343506 \quad c = -0.90260669$$

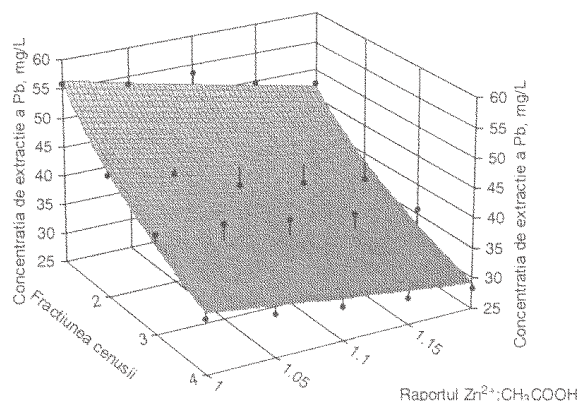


Fig. 12. Dependența concentrației de extracție a Pb funcție de raportul $Zn^{2+}:CH_3COOH$

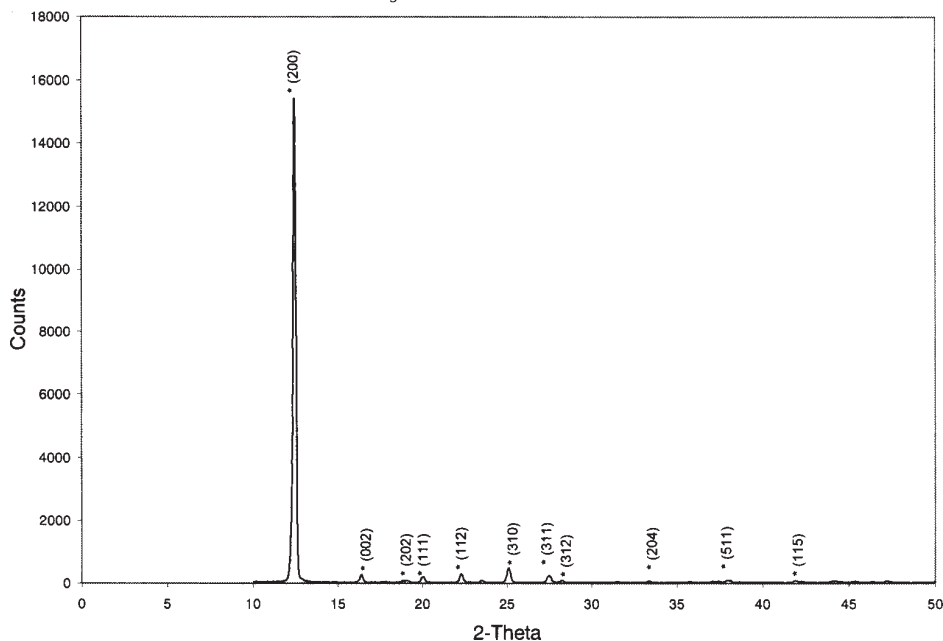


Fig. 13. Spectrul RX al acetatului de zinc

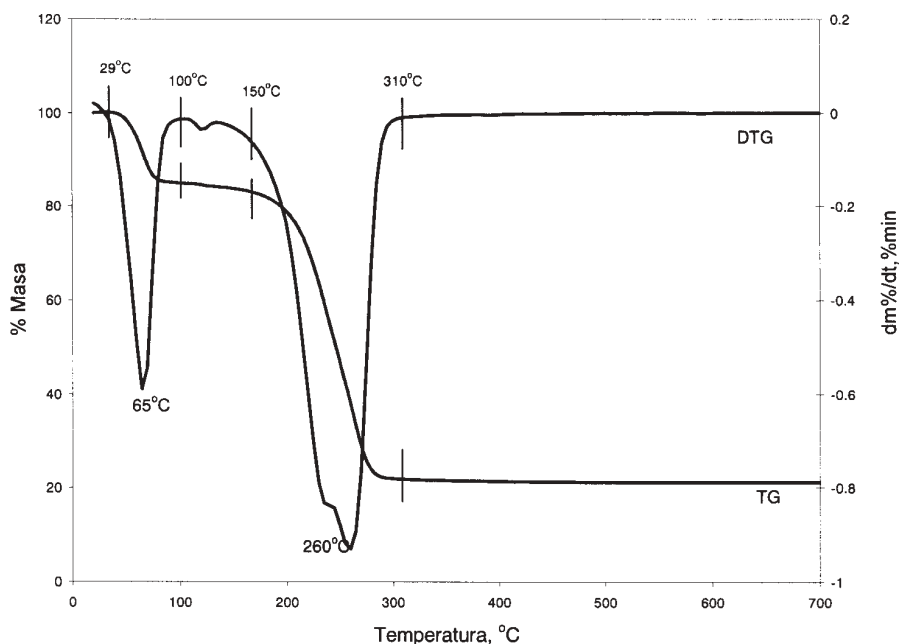


Fig. 14. Curbele TG și DTG ale acetatului de zinc

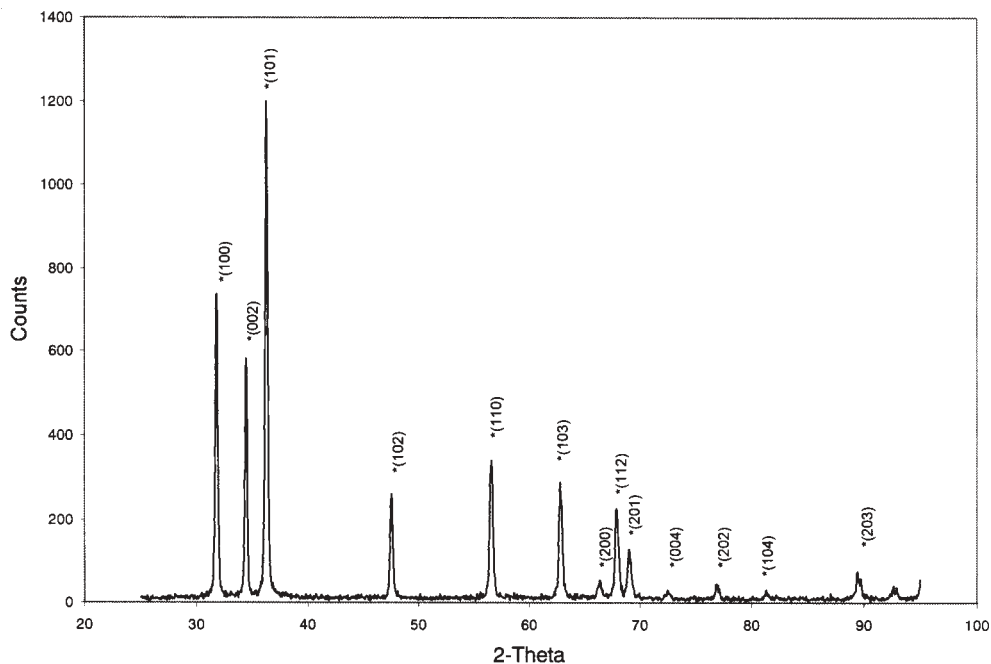


Fig. 15. Spectrul RX al oxidului de zinc

= 1:1 a fost tratată cu H_2O_2 în vederea oxidării ionilor de fier extra^oi din cenu^oă la Fe^{3+} apoi s-a introdus ZnO până la pH=6 în vederea separării ionilor de fier. S-a realizat o îndepărtare a ionilor de Fe de aproximativ 73,2% din soluție. Soluția rezultată a fost cristalizată la 100°C, iar produsul obținut analizat.

Din analiza chimică prezentată în tabelul 2 se observă că se obține $(CH_3COO)_2Zn$ de puritate 86%.

Din difracția de raze X (fig. 13) se observă că s-a obținut produsul $(CH_3COOH)_2Zn \cdot 2H_2O$ [14].

Comportarea termică a acetatului de zinc este prezentată în figura 14. Când produsul este încălzit neizoterm cu o viteză constantă de 5°C/min până la 700°C în probă au loc două procese cu pierdere de masă. Primul are loc în intervalul de temperatură 29-100°C cu o pierdere de masă de 15%, în acest proces având loc pierderea umidității ^oi a apei de cristalizare. Cel de-al doilea proces în care se pierde masa organică are loc în intervalul de temperatură 150-310°C cu o pierdere de masă de 62%.

Deoarece se observă că în intervalul de temperatură 300-700°C nu mai are loc nici o pierdere de masă se consideră că în acest interval s-a format oxidul de zinc. Astfel proba de acetat de zinc a fost calcinată la temperatura de 400°C timp de o oră iar oxidul de zinc obținut a fost analizat prin difracție de raze X. Din spectrul de RX prezentat în figura 15 se observă că s-a obținut ZnO [15].

Concluzii

Se observă că cenu^oa de zinc provenită din procesul de zincare termică poate fi utilizată pentru obținerea oxidului de zinc tehnic.

Condițiile optime de extracție a zincului din cenu^oă utilizând acidul acetic sunt:

- concentrația acidului acetic 20%;
- fracțiunea cenu^oii <0.315 mm;
- timp de contact 30 min;

- raport $Zn^{2+}:CH_3COOH = 1:1$.

Din analiza complexă a produsului obținut se observă că se obține acetatul de zinc hidratat cu două molecule de apă $(CH_3COO)_2Zn \cdot 2H_2O$.

După calcinarea produsului la 400°C se obține oxidul de zinc tehnic.

Bibliografie

- 1.RABAH, A.M., EL-SAYED, A.S., Hydrometallurgy 37 (1995) p. 23-32;
- 2.SHIBLI, S.M.A., MANU, R., DILIMON, V.S., Applied Surface Science, 245, 2005, p. 179
- 3.STOCKS, C., WOOD, J., GUY, S., Resources, Conservation and Recycling, 44, 2005, p. 153
- 4.AKTAS, S., ACMA, E., Turkish J. Eng. Env. Sci., 26 (2002), p 395
- 5.SILVA, J.E., PAIVA, A.P., SOARES D., LABRINCHA, A., CASTRO, F., Journal of Hazardous Materials B120, 2005, p. 113
- 6.ROSSINI, G., BERNARDES, A.M., Journal of Hazardous Materials 131, 2006, p. 210
- 7.KINOSHITA, T., YAMAGUCHI, K., AKITA, S., NII, KAWAIZUMI, F., TAKAHASHI, K., Chemosphere 59, 2005, p. 1105
- 8.HSIEN L., WANG Y.J., CHERN, J.M., Journal of Hazardous Materials, B123, 2005, p. 112
- 9.LUPA, L., IOVI, A., NEGREA, P., NEGREA, A., POCLID, M., The XIII Symposium on Analytical and Environmental Problems, Szeged, 2006, p. 118
- 10.VATISTAS, N., BARTOLOZZI, M., ARRAS, S., Journal of Power Sources 101 (2001) p. 182
- 11.VELOSO, L., R., S., V., RODRIGUES, L., E., O., C., FERREIRA, D., A., MAGALHAES, S., F., MANSUR, B., M., Journal of Power Sources 152, 2005, p. 295
- 12.LECLERC, N., MEUX, E., LECUIRE, J.M., Journal of Hazardous Materials B91, 2002, p. 257
- 13.ZEYDABADI, A. B., MOWLA, D., SHARIAT, M.H., KALAJAHI, F., J., Hydrometallurgy 47, 1997, p. 113
- 14.*** JCPDS International Centre for Diffraction Data 33-1464
- 15.*** JCPDS International Centre for Diffraction Data 89-0511 (C)

Intrat în redacție: 29.06.2007

