

REDUÇÃO DO ÓXIDO DE ZINCO PELO HIDROGÊNIO VISANDO A OBTENÇÃO DA LIGA FeZn

Aluna: Mariana Airosa Villano
Orientador: Eduardo de Albuquerque Brocchi

Introdução

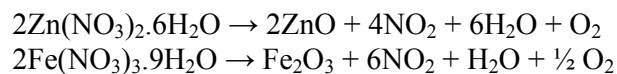
Algumas ligas metálicas se caracterizam pela ocorrência de propriedades específicas, tais como alta resistência ao calor, à corrosão e à solicitações mecânicas diversas. Todavia, como uma forma de ampliar, ainda mais, o campo de aplicação dos materiais metálicos, existe um grande interesse nas ligas nano-estruturadas. Essas ligas possuem propriedades diferenciadas e a sua importância é crescente no cenário tecnológico moderno. Uma das alternativas viáveis para a obtenção de ligas metálicas contendo partículas na escala nanométrica é a redução de óxidos nano-estruturados por intermédio do hidrogênio. Dessa forma, este projeto visa à obtenção de um composto (constituído por tais óxidos), a partir da dissociação de nitratos, seguido pela sua redução com hidrogênio. Por exemplo, ligas FeZn podem ser obtidas desde que as reduções ocorram em condições particulares. As ligas FeZn são de grande interesse científico pois são muito utilizadas nos processos de galvanização do aço. Então, serão estudadas separadamente a dissociação e redução dos óxidos de zinco e dos óxidos de ferro com o intuito de se identificar as condições adequadas para que ocorra uma dissociação e redução simultânea com os dois óxidos que também será discutida neste relatório.

Objetivos

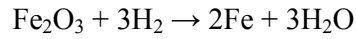
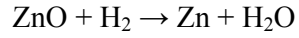
- Complementar estudos termodinâmicos e cinéticos sobre a dissociação de nitratos e sobre a redução dos óxidos de zinco e ferro com o gás hidrogênio.
- Realizar a dissociação dos nitratos de zinco e de ferro tendo em vista a obtenção dos respectivos óxidos (ZnO e Fe₂O₃).
- Realizar ensaios de redução do óxido de zinco, dando ênfase ao efeito da temperatura e a recuperação do zinco metálico, uma vez que este metal apresenta alta pressão de vapor, e do óxido de ferro.
- Posteriormente, serão realizados ensaios de co-precipitação dos óxidos de ferro e zinco seguido de ensaios de dissociação e redução simultâneos, destes óxidos, para a formação da liga.

Fundamentação Teórica

Estudos realizados anteriormente comprovaram que é possível a obtenção dos óxidos de zinco e ferro a partir de seus nitratos.



Após a etapa de dissociação será realizada a etapa de redução por intermédio do H₂ de acordo com as equações:



Os diagramas de predominância (estabilidade) abaixo, feitos no programa HSC Chemistry 5 mostram as regiões possíveis para ocorrência da redução.

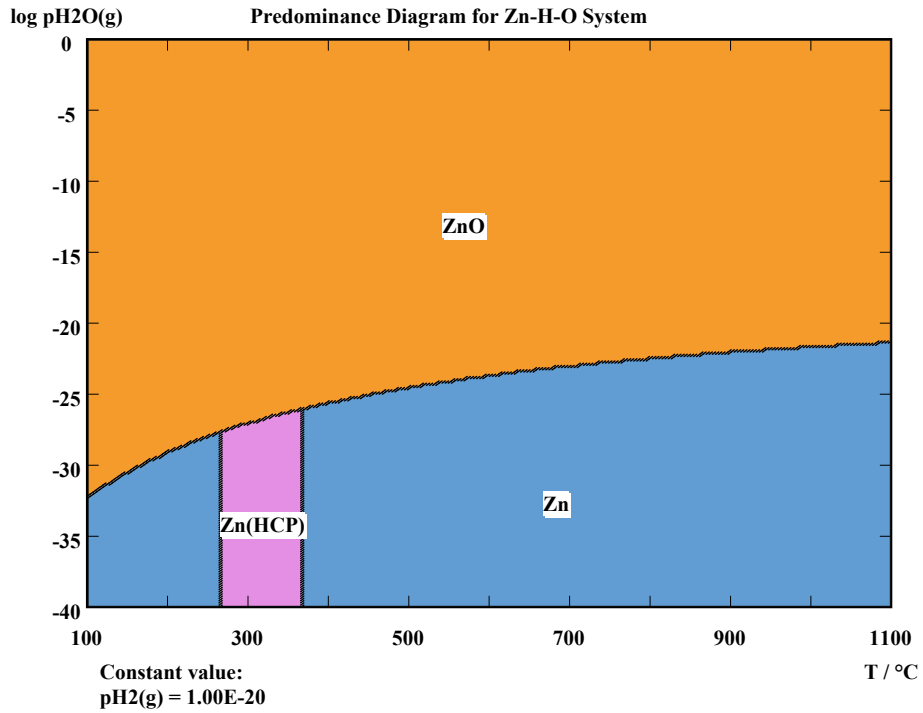


Figura 1: Diagrama de Predominância do sistema Zn-H-O

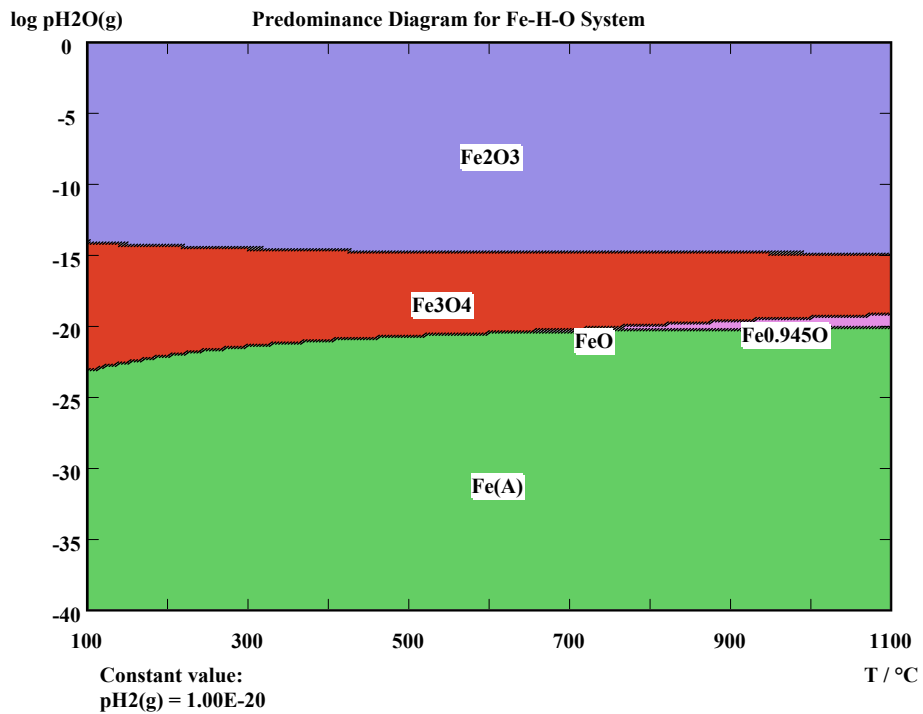


Figura 2: Diagrama de Predominância do sistema Fe-H-O

Metodologia

Primeiramente foi realizado um acompanhamento bibliográfico de assuntos relacionados com técnicas de produção e caracterização de ligas nano-estruturadas. Em seguida, foi conduzido um estudo termodinâmico, procurando identificar as condições mais favoráveis para a dissociação de nitratos e para a redução de óxidos com hidrogênio.

Para a realização das dissociações dos nitratos de zinco e de ferro os nitratos foram colocados num béquer e dissolvidos em água. Em seguida o béquer foi colocado numa manta e aquecido até 400° C por 3 horas (Fig. 3). A dissociação do co-formado foi conduzida da mesma maneira.



Figura 3: Equipamentos utilizados para a dissociação dos nitratos.

A etapa experimental da redução dos óxidos de zinco e de ferro foram conduzidas em um sistema experimental dotado de reator tubular utilizando-se gás nitrogênio como gás inerte e hidrogênio como gás redutor. Esse sistema possui facilidades para medições de variáveis do processo, tais como fluxo do gás reagente, temperatura e pressões parciais (Fig. 4). Adotou-se o mesmo procedimento citado por Sant'Anna (2005). O óxido obtido pela dissociação foi colocado em uma barquete de alumina e inserido dentro do reator tubular, em seguida a válvula do gás nitrogênio é aberta e espera-se até que todo o sistema entre em equilíbrio. Em seguida, fecha-se a válvula de nitrogênio e abre-se a de hidrogênio, dando início ao processo de redução. Após o tempo de redução a barquete é retirada e é calculada a perda de peso. Este procedimento foi utilizado tanto para os óxidos de ferro e zinco quanto para o co-formado.



Figura 4: Câmara reacional.

Além disso, percebeu-se que a partir de 800°C o zinco obtido é transportado na forma de vapor e a barquete encontra-se vazia no final do experimento. Para a obtenção do zinco metálico em altas temperaturas utilizou-se um equipamento chamado “cold-finger” que consiste em um tubo de vidro resfriado com ar por uma bomba que é colocado no final do tubo do reator e funciona como um condensador, assim o zinco em forma de gás se deposita na superfície do equipamento (Fig. 3).



Figura 5: condensador “cold-finger”.

Resultados e Discussões

Os experimentos de redução dos óxidos metálicos por hidrogênio foram realizados em diferentes níveis de temperatura. Para os óxidos de zinco e ferro foram implementadas, inicialmente, as faixas de 500 a 800 °C e 400 a 700 °C, respectivamente.

A Figura 6 ilustra os resultados, em termos da redução percentual em massa, para os experimentos com o óxido de zinco. Percebe-se que as conversões obtidas até 700 °C, mesmo para os maiores tempos, não são significativas. Todavia, o zinco pode evoluir na forma de gás quando a reação transcorre a 800 °C, uma vez que, para um ensaio de 40 minutos, foi identificada uma total perda de massa. Tal fato confirma o resultado obtido por Lima (2008), o qual indica, através análise por Difração de Raios-X, a presença de Zn metálico em um condensador.

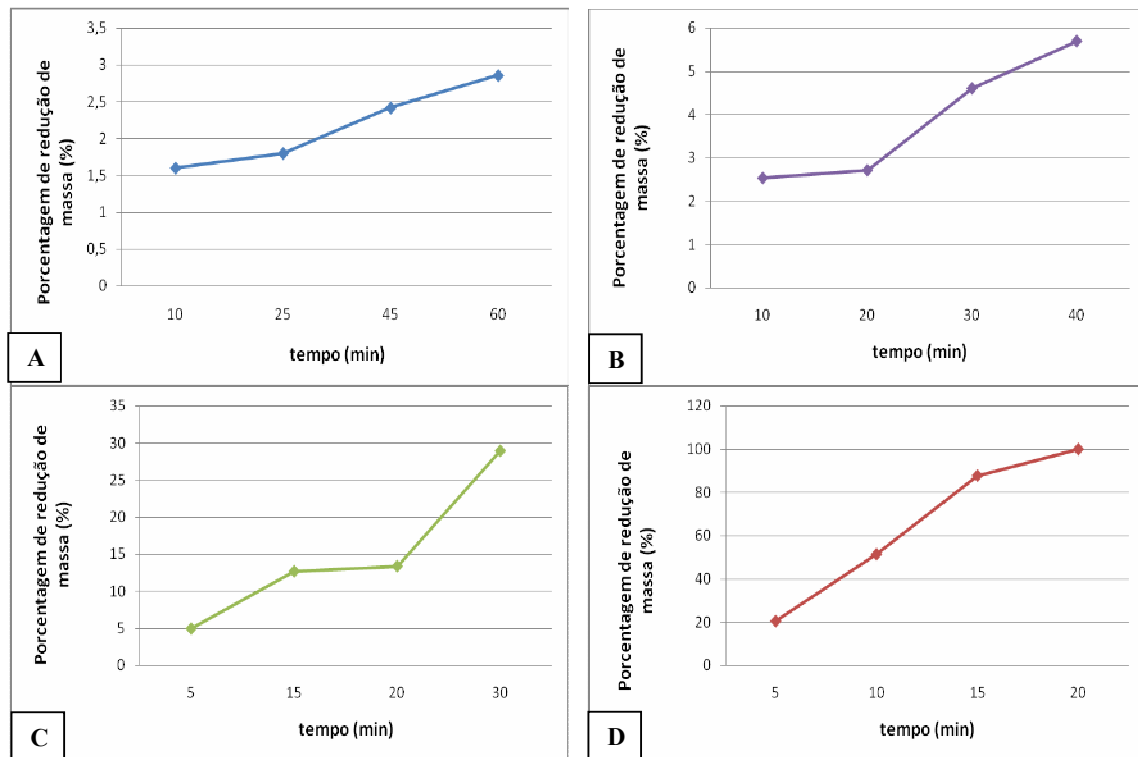


Figura 6: Percentual de perda de massa de ZnO em função do tempo para diferentes temperaturas. (A) 500°, (B) 600° C, (C) 700° C e (D) 800° C.

Na Figura 7 podem ser vistos os resultados, em termos da redução percentual em massa, dos experimentos realizados com o óxido de ferro. Observa-se que a partir de 500° C o percentual de perda em massa não varia muito, indicando que este é o máximo de redução que pode ser obtido.

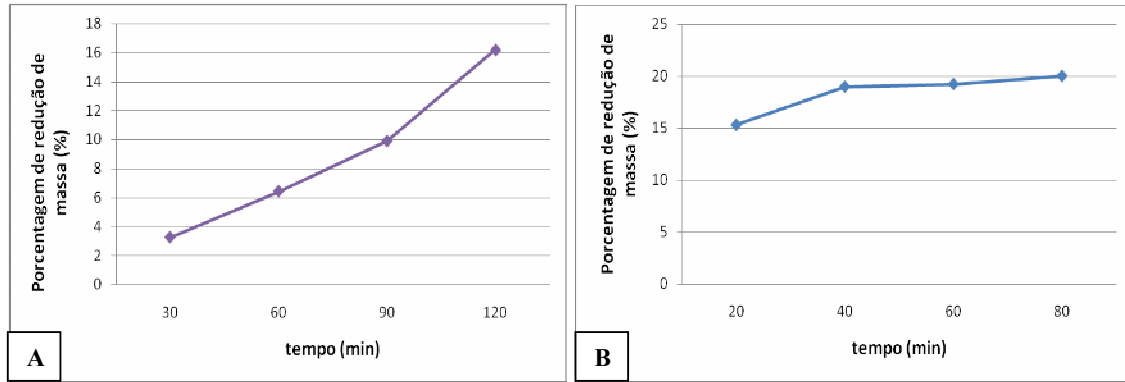
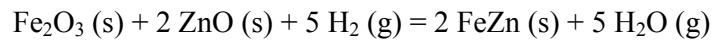
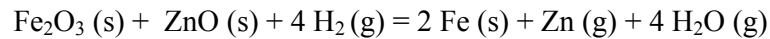


Figura 7: Percentual de perda de massa de Fe_2O_3 em função do tempo para diferentes temperaturas. (A) $400^\circ C$ e (B) $500^\circ C$.

Para a preparação da liga FeZn pelo método de redução por H_2 foi utilizada uma redução simultânea dos óxidos co-formados de ferro e zinco:



Nesta reação considera-se que o zinco metálico não evolui na forma de gás. Assim a perda estequiométrica de massa seria de 24, 82%. No entanto se considerarmos que o zinco metálico evolui para a forma de gás devemos considerar a reação abaixo. Assim a perda total de massa passa a ser de 51,87%.



Os experimentos realizados para a redução dos óxidos de ferro e zinco foram realizados em temperaturas mais elevadas para que fosse possível a obtenção de material no condensador “cold-finger”. Os resultados podem ser vistos na figura 8. Observa-se que as reduções realizadas a $800^\circ C$ apresentam uma porcentagem de perda de massa muito grande, com essas reduções foi possível observar a presença de material de aparência metálica no condensador.

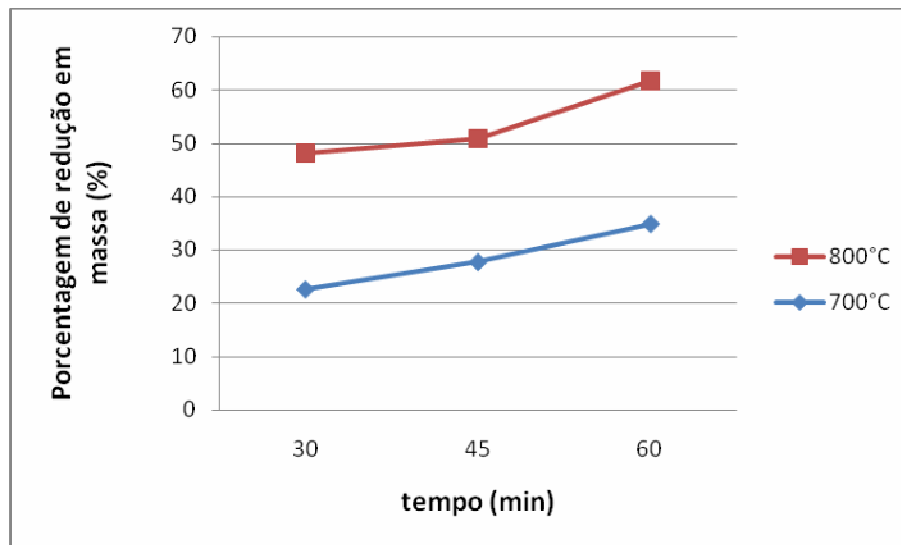


Figura 8: Percentual de perda de massa de Fe_2O_3 e ZnO co-formados em função do tempo para diferentes temperaturas.

Conclusões

Foram realizadas, com sucesso, as dissociações dos nitratos de zinco e ferro, obtendo-se os respectivos óxidos. As reduções experimentais do ZnO e do Fe₂O₃ coincidem com as previsões teóricas, inclusive no que diz respeito à obtenção do zinco na forma de gás, em função da sua alta pressão de vapor. Foi possível a redução plena do ZnO em 40 minutos de reação a 800 °C. Com os dados obtidos a partir dos experimentos de redução conduzidos com os óxidos de zinco e o ferro simultaneamente, percebe-se a possível formação da liga FeZn a qual, todavia, ainda não foi coletada, em quantidades satisfatórias no condensador (“cold-finger”) para sua identificação, por análise por DR-X,

Referências

- 1 – Gonçalves, Mário Sérgio Sant’Anna. **Aspectos da síntese por redução preferencial e caracterização do nanocompósito Co-ZnO**. Dissertação de Mestrado, PUC-Rio, 2005.
- 2 – Lima, Andrea Gomes da Costa. **Obtenção de metais e ligas nano-estruturados**. Anais do XVI Seminário de Iniciação Científica da PUC-Rio, Rio de Janeiro, pp.271-272, 2008.
- 3 – HSC Chemistry for Windows, Version 5.0 – Outokumpu Research Oy, Pori, Finland, A. Roine.