

RECUPERAÇÃO DE ZINCO, POR DESTILAÇÃO A VÁCUO, A PARTIR DOS RESÍDUOS DE ZINCO-FERRO DAS CUBAS DE GALVANIZAÇÃO ⁽¹⁾

MÁRIO PARUCKER ⁽²⁾

RESUMO

Baseado nos resultados alcançados pelo Eng. Dr. Tharcisio D. de Souza Santos, na destilação de ligas zinco-prata de baixo teor em chumbo sob vácuo, e no estudo sobre o aproveitamento do zinco contido em resíduos de zinco-ferro, construiu o autor um forno semelhante ao descrito na Publicação N.º 497 do Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo. As retortas e botes foram inclusive fornecidas pelo referido Instituto. É aquecido por combustão de lenha e o vácuo necessário é efetuado por uma bomba rotativa "Leybold S 12" de capacidade de aspiração igual a 200 l/min. e 0,01 mm Hg de pressão final. A pressão residual é medida por um vacuoscópio segundo Gaede, também de fabricação Leybold, cujo intervalo de medidas é de 35 a 0,05 mm Hg. O tempo necessário para se atingir uma pressão residual inferior a 1 mm Hg é de 15 minutos.

O autor relata neste trabalho a natureza da liga zinco-ferro a ser destilada, descrevendo ainda teoricamente o processo. Cita também a maneira pela qual se determinou as melhores condições operacionais.

Todos os resultados transcritos, referem-se a um lote de 10 t. de liga zinco-ferro que foi exclusivamente utilizado para este estudo. Algumas variações nas cifras e índice são perfeitamente possíveis, devido à heterogeneidade da liga.

1. INTRODUÇÃO

O presente trabalho visa divulgar os conhecimentos por nós adquiridos no reaproveitamento do zinco contido na liga de "ZINCO-FERRO".

Esta liga provém das cubas de galvanização, onde, pela progressiva dissolução do ferro pelo zinco líquido, originam-se cris-

(1) Contribuição Técnica N.º 538. Apresentada ao XIX Congresso Anual da ABM; São Paulo, julho de 1964.

(2) Membro da ABM e Engenheiro Químico, do quadro técnico da Fundação Tupy, de Joinville, SC.

tais do eutético Zinco-Ferro, desde que seja atingida a saturação crítica correspondente. Êstes cristais, face a seu pêsso específico mais elevado, sedimentam-se no fundo da cuba, retendo elevada quantidade de zinco metálico do banho. Êste sedimento, de consistência pastosa, é retirado periòdicamente a fim de evitar que, pela agitação do banho líquido, o mesmo *não* contamine o restante de zinco líquido acarretando dificuldades na galvanização das peças, pela elevação do teor de Ferro no banho.

A análise química dêste Zinco-Ferro revela a seguinte composição média, em %: Zn — 90,5; Fe — 4,5; Pb — 0,3; Al — 0,1; Cu — 0,02.

Como se pode ver, o único elemento indesejável e de suma importância para o nosso caso, é o ferro, uma vez que a quantidade de chumbo é relativamente pequena e além do mais, junto do cobre é um elemento sempre presente em zinco do tipo "PRIME WESTERN". Quanto ao alumínio, é adicionado a fim de melhorar o acabamento das peças galvanizadas.

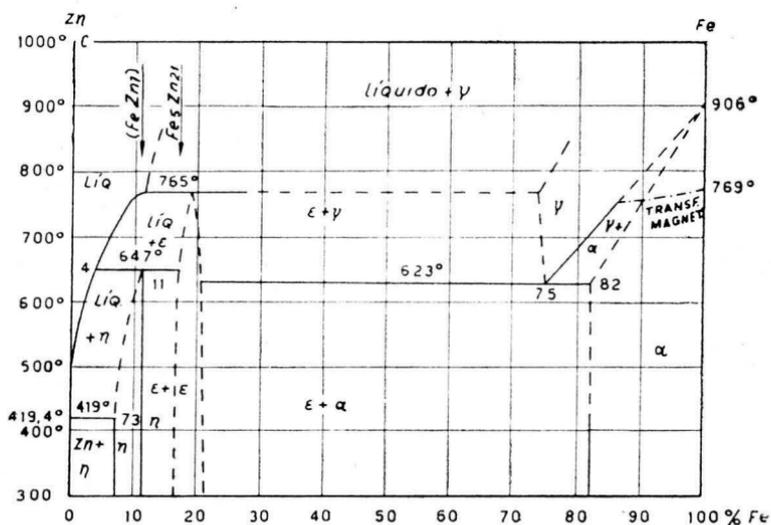


Fig. 1 — Diagrama de equilíbrio das ligas Zinco-Ferro, segundo M. Hansen.

Assim, pois, pelo diagrama de equilíbrio binário das ligas Zinco-Ferro, podemos ver que, pequena quantidade de ferro dissolvida pelo zinco líquido aumenta consideravelmente seu ponto de fusão. Os cristais de Zinco-Ferro assim formados, possuem a propriedade de dissolverem certa quantidade de zinco líquido, motivo pelo qual adquirem consistência pastosa.

No que diz respeito ao eutético formado, deve ser provavelmente o FeZn_7 — fase η (89,12% de Zn) de ponto de fusão igual a 765°C aproximadamente.

A quantidade mensal de resíduo é bastante elevada, atingindo até 12 t. (em média), motivo pelo qual torna-se necessária a sua recuperação já que o zinco depende de importação e possui, além da dificuldade momentânea de consegui-lo, um preço bastante elevado.

Convém salientar aqui, que, além dos elementos revelados pela análise química do Zinco-Ferro, existem ainda outros componentes como SiO_2 , ZnO e, principalmente peças de ferro maleável, que por ocasião da galvanização caem na cuba, incorporando-se à liga existente no fundo da mesma.

2. FUNDAMENTOS DO PROCESSO

No que diz respeito à liga de Zinco-Ferro e a fim de que tenhamos melhor compreensão da destilação propriamente dita, iremos tecer algumas considerações sobre a mesma. Comparando-se a análise química com o diagrama de equilíbrio da liga podemos ver que esta nada mais é que cristais da fase η encerran-

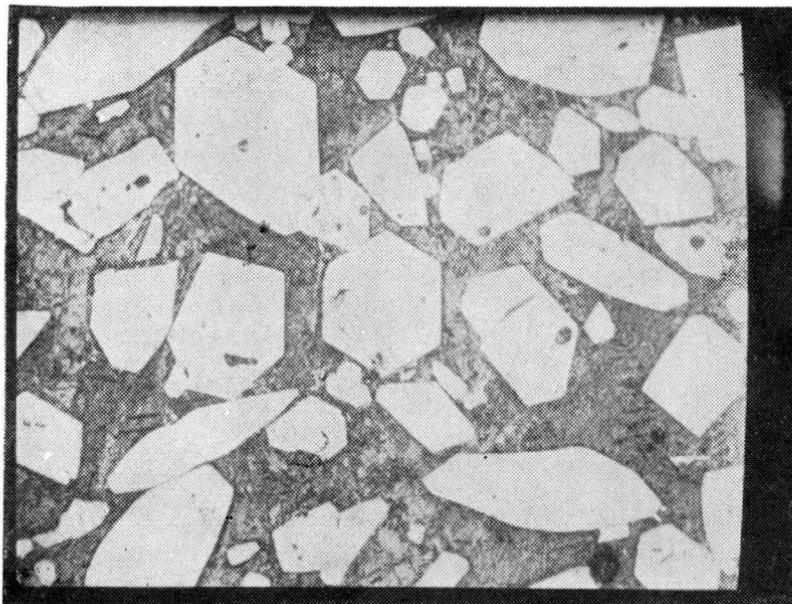


Fig. 2 — Zinco-Ferro: cristais da fase η disseminados na massa de zinco; Cristalização hexagonal; 80 \times .

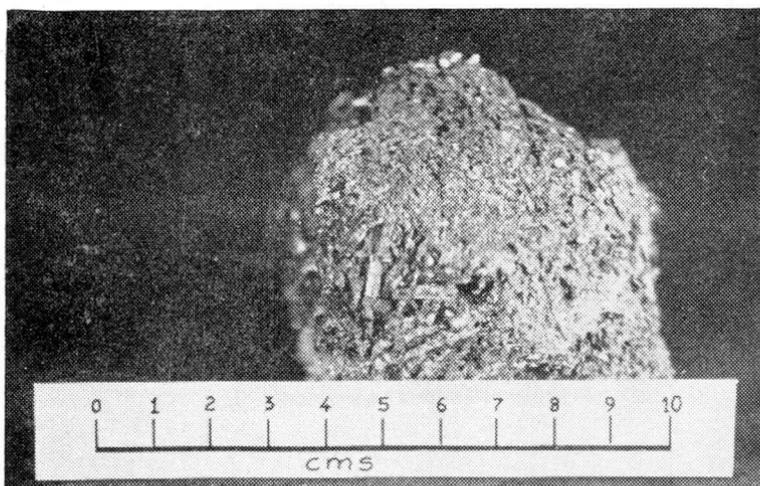


Fig. 3 — Zinco-Ferro. Cristais de $FeZn_7$, que cresceram livremente nas paredes da cuba de galvanização; Cristalização hexagonal.

do mecânicamente grande quantidade de zinco metálico. Calculando-se a quantidade de cada um dos compostos presentes constatamos que:

$FeZn_7 + Zn$ em solução	= 61,6%
Zn metálico	= 38,4%
Fe_nZ_7	= 41,3%
Zn em solução no $FeZn_7$	= 20,3%
Zn total	= 58,7%

O exame microscópico (Fig. 2, 4 e 5) da liga nos mostra claramente os cristais de $FeZn_7$ disseminados na massa de Zinco-Ferro.

A Fig. 3a mostra uma fotografia microscópica de um cristal de $FeZn_7$ que cresceu livremente numa das paredes da cuba de galvanização. Sua composição química é, em %: Zinco — 89; Ferro — 10,9.

Este cristal de $FeZn_7$ encontra-se no agregado de cristais de Zinco-Ferro, mostrado pela Fig. 3. Isto vem a comprovar que os cristais que se encontram no resíduo de Zinco-Ferro são realmente os da fase η e não outros, cuja composição é de $Fe = 5,75$ a $6,25\%$, da chamada fase ζ , que cristalizam no sistema monoclínico.

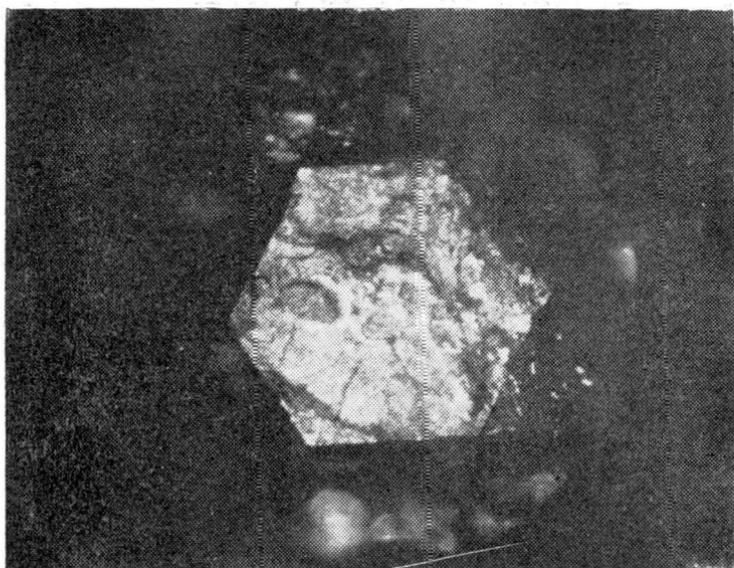


Fig. 3a — Zinco-Ferro. Sistema de cristalização hexagonal do FeZn_2 ; 30 \times .

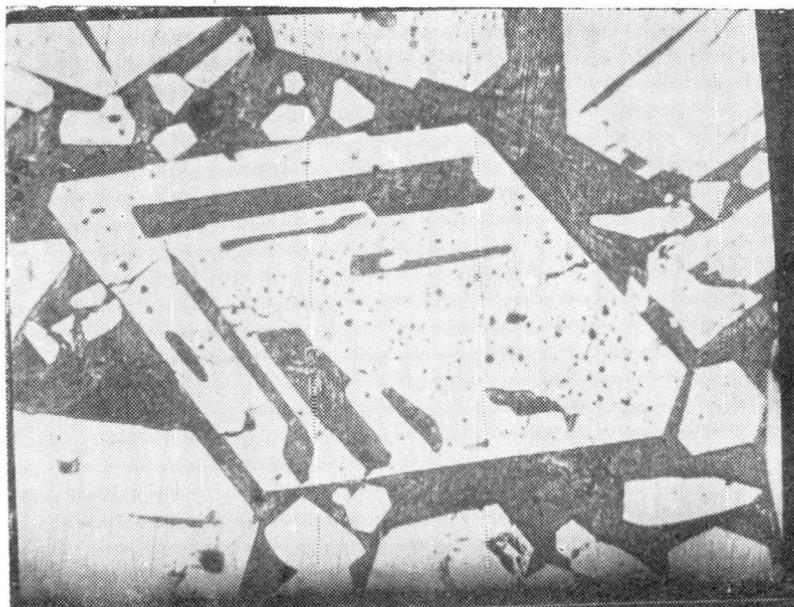


Fig. 4 — Zinco-Ferro. Cristais de FeZn_2 ; 80 \times .

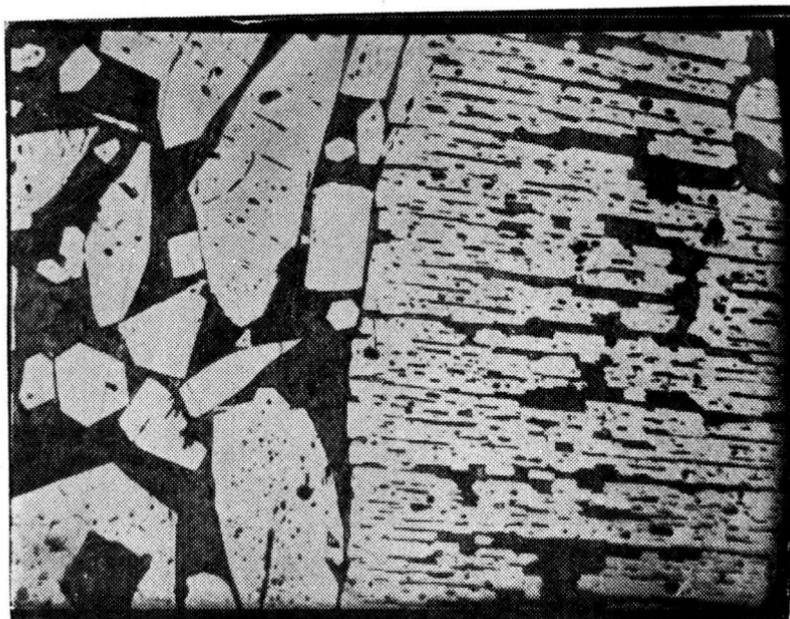


Fig. 5 — Zinco-Ferro; composição 90,5% Zn e 4,5 Fe; 80 \times .

Lembrando que existem compostos não metálicos presentes na liga e que a análise química revela como 95% a sua pureza em Zn e FeZn_7 , logo sua verdadeira composição será:

$$\begin{array}{rcl} \text{FeZn}_7 & = & 39,2\% \\ \text{Zn total} & = & 55,8\% \\ \hline & & 95,0\% \end{array}$$

A partir dos dados assim obtidos determinaremos a pressão de vapor da liga, para a temperatura de ebulição do zinco. Segundo Weaton e Long, a pressão de vapor em função da temperatura para o zinco é dada pela fórmula: ($T = ^\circ\text{K}$).

Zn (líquido):

$$\log p = - \frac{6789,5}{T} - 1,051 \log T - 0,1255 \times 10^{-3} T + 12,0181$$

Zn (sólido):

$$\log p = - \frac{6939}{T} - 0,1458 \log T - 0,2883 \times 10^{-3} T + 9,7756$$

Para o ferro, a equação é:

$$\text{Fe (sólido)} \log p = - \frac{19270}{T} + 8,965$$

$$\text{Fe (líquido)} \log p = - \frac{18480}{T} + 8,527$$

Calculando, pois, a pressão de vapor da liga para a temperatura de ebulição do zinco (905°C) teremos:

a) Para FeZn₇:

$$\text{Fe} = 10,88\%$$

$$\text{Zn} = 89,12\%$$

$$\frac{10,88}{56} = 0,1943 \text{ moles de Fe}$$

$$\frac{89,12}{65} = 1,372 \text{ moles de Zn}$$

$$1,5663 \text{ total}$$

$$100 \times \frac{0,1943}{1,5663} = 12,41 \text{ moles \% de Fe}$$

$$100 \times \frac{1,372}{1,5563} = 87,59 \text{ moles \% de Zn}$$

$$100,00 \text{ total}$$

Pressão máxima dos vapores de Ferro a 905°C (1178°K):

$$\log p = - \frac{6789,5}{1178} - 1,051 \log 1178 -$$

$$- 0,1255 \times 10^{-3} \times 1178 + 12,0181$$

$$\log p = - 5,7627 - 3,2281 - 0,1478 + 12,0181$$

$$\log p = 2,8795 \cong 2,88$$

$$p = 759 \text{ mm Hg.}$$

Pressão parcial dos vapores de zinco na liga FeZn₇:

$$759 \times 0,8759 = 665 \text{ mm Hg.}$$

Pressão máxima dos vapores de Ferro a 905°C (1178°K)

$$\log p = - \frac{19270}{1178} + 8,965$$

$$\log p = -16,358 + 8,965$$

$$\log p = -7,393$$

$$p = 0,000000405 = 4,05 \times 10^{-7} \text{ mm Hg.}$$

Pressão parcial dos vapores de Ferro:

$$4,05 \times 10^{-7} \times 0,1241 = 0,503 \times 10^{-7} \text{ mm Hg.}$$

Em virtude da reduzidíssima pressão de vapor do ferro, podemos desprezá-la sem alterar profundamente os cálculos. A pressão de vapor da liga FeZn_7 será de 760 mm Hg. quando a pressão de vapor de zinco for:

$$\frac{760}{0,8759} \cong 868 \text{ mm Hg.}$$

Assim, pois, a temperatura de ebulição da liga será em torno de:

$$\log 868 = -\frac{6789,5}{T} - 1,051 \log T - 0,1255 \times 10^{-3} T + 12,0181$$

$$T \cong 1192^\circ\text{K} = 919^\circ\text{C}$$

Observação — Não foi levado em consideração o calor de combinação, entre Zn e Fe.

b) Para o Zn: $p = 759 \text{ mm Hg.}$

Observando os resultados alcançados, vemos que as diferenças entre os pontos de ebulição e as respectivas pressões de vapor do Zn e do FeZn_7 são muito pequenas, podendo mesmo, sem cometer erro apreciável, desprezá-las. Assim sendo, o nosso resíduo de Zinco-Ferro comportar-se-á de maneira idêntica ao zinco metálico. Lembra-se porém, que o ponto de fusão da liga zinco-ferro é bem superior à do zinco puro.

Em virtude da impossibilidade de se destilar zinco em presença de ar e da dificuldade de se executar o processo sob atmosfera protetora (reduzora ou inerte) optamos pela destilação a vácuo. Esta, além de evitar a formação de "Pó de Zinco" (blue powder — Poussière — Zinkstaub) (Zinco com 6 a 10% de ZnO), reduz de maneira considerável a temperatura de trabalho (ponto de ebulição do zinco) possibilitando o emprêgo de retortas metálicas (ferro fundido ao Cromo — 2%).

No diagrama pressão — temperatura do zinco, segundo Weaton e Long (Fig. 6) para pressão residual de 1 mm Hg o ponto de ebulição será de ca. 490°C . Na realidade, não se trata prò-

priamente do ponto de ebulição uma vez que nesta temperatura a liga Zinco-Ferro ainda se encontra no estado sólido. O zinco ocluido é que permanece fundido no seio da massa conferindo-lhe a consistência pastosa.

A pressão residual escolhida (menor que 1 mm Hg) baseia-se nos resultados alcançados pelo Eng.º Dr. Tharcísio D. de Souza Santos, citada no Relatório n.º 2396 do IPT (22/6/55).

Quanto à temperatura de aquecimento da retorta, esta poderá ser bastante superior a 490°C, aumentando assim a velocidade da destilação, pela maior transmissão do calor, e reduzindo o tempo necessário para obter o máximo rendimento possível. Um aumento de temperatura na região aquecida da retorta também possibilita uma maior velocidade de transporte dos vapores de zinco para o condensador, região esta cuja temperatura média está em torno de 300°C.

Os vapores que se desprendem à temperatura de 490°C possuem a pressão de 1 mm Hg (pressão de saturação) e desprezando-se a pressão devida ao ar residual, podemos dizer que a concentração dos vapores é de 100%. No condensador, onde a temperatura é de 300°C, a pressão de saturação dos vapores de Zinco é:

$$\log p = - \frac{6939}{573} - 1458 \log 573 - 0,2883 \times 10^{-3} T + 9,7756$$

$$p = 0,001253 \text{ mm Hg.}$$

A concentração dos vapores será:

$$\frac{0,001253}{1} = 0,001253 = 0,1253\%$$

Total de zinco condensado:

$$100 - 0,1253 = 99,8747\%$$

Êstes 0,1253% de vapores incondensáveis de zinco irão condensar-se na tampa da retorta, onde a temperatura média é de 40°C, não existindo, pois, qualquer perda.

Resta agora, tão somente, calcular a quantidade de calor transmitida através da retorta a fim de determinar o tempo necessário para aquecer e destilar 1 kg de zinco. Êste cálculo, porém, é praticamente impossível de se executar em virtude da dificuldade de se determinar, de maneira suficientemente precisa, a temperatura da parede interna, na região aquecida da retorta. Assim sendo, procuramos através de experiência determinar qual

o tempo e respectiva temperatura que nos permitirá obter o máximo rendimento possível. Outrossim, a velocidade de evaporação não depende somente da temperatura de aquecimento mas também de próprio Zinco-Ferro, pois, as inclusões de peças de ferro maleável e materiais não metálicos, bem como o seu grau de oxidação influem de maneira apreciável no processo. A quantidade de material a ser tratado em cada retorta também influe sobre o rendimento.

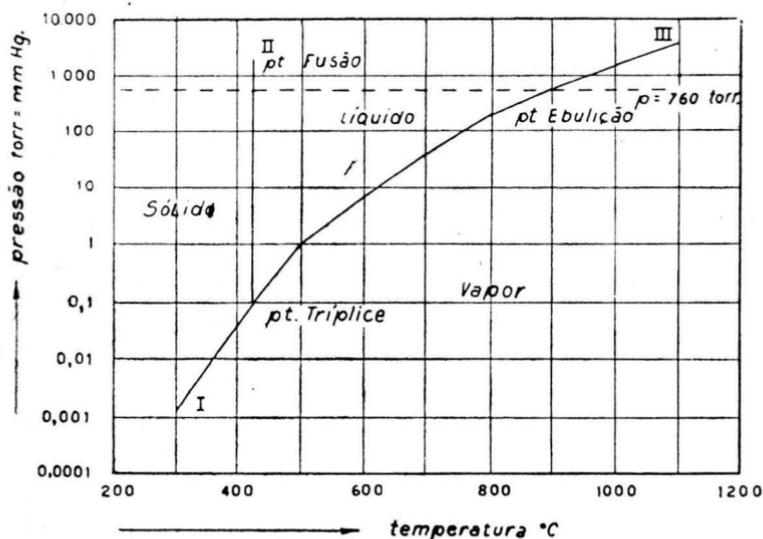


Fig. 6 — Diagrama pressão — temperatura do zinco, segundo Weaton e Long.

Finalmente, os cristais de zinco que se formam no condensador dependem principalmente da pressão e em menor intensidade da temperatura. O objetivo é obter cristais grandes e compactos, isentos de oxidação, a fim de que possam ser carregados no banho de zinco líquido da cuba de galvanização sem perdas apreciáveis, perdas essas, exclusivamente por oxidação. Depende pois da qualidade da cristalização do zinco destilado a necessidade de serem estes cristais refundidos e lingotados ou simplesmente utilizados diretamente. Refundir e lingotar os cristais é uma operação muito importante, principalmente no que se refere aos cuidados a serem tomados na fusão, onde torna-se necessário o emprego de uma cobertura de sais fundidos (cloreto de amônio e cloreto de zinco) sobre o zinco líquido para evitar perdas por oxidação. Além do mais, devido à facilidade de absorção de ferro pelo zinco líquido, o cadinho de fusão não poderá ser de ferro-fundido, necessitando-se então de forno e instalação de lingota-

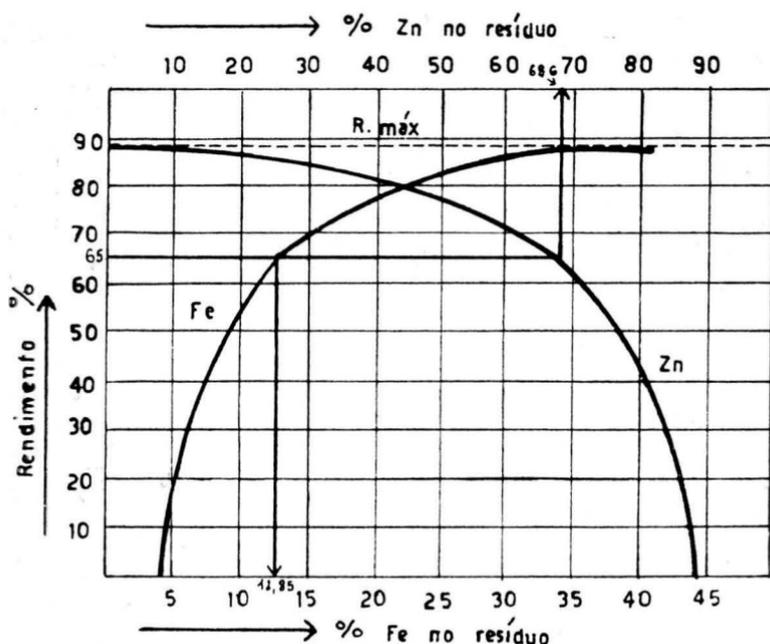


Fig. 7 — Gráfico representativo da composição do resíduo em Fe e em Zn metálicos em função do rendimento da destilação.

gem especiais. Enfim, tôda esta operação viria a encarecer o custo da recuperação.

Quanto à temperatura no condensador, esta deverá ser suficientemente baixa, a fim de evitar a fusão dos cristais, dificultando a sua retirada e favorecendo ainda a absorção de ferro das paredes do condensador pelo zinco líquido formado. Contudo, a temperatura não deverá ser demasiadamente baixa, devido ao fato de se formarem cristais muito pequenos e pouco compactos. O esfriamento dos vapores de zinco deverá ser relativamente lento, a fim de possibilitar o crescimento dos cristais na forma desejada. Em virtude da impossibilidade de se fixarem teoricamente as condições ideais para esta cristalização, determinaremos praticamente as referidas condições.

3. EXPERIÊNCIAS REALIZADAS

Conforme o que foi dito anteriormente, o resíduo de Zinco-Ferro possui a seguinte composição:

$$\begin{aligned} \text{FeZn}_7 &= 39,2\% \cong (34,7 \text{ Zn} + 4,5 \text{ Fe}) \\ \text{Zn} &= 55,8\% \end{aligned}$$

Teòricamente podemos destilar o zinco-ferro obtendo um rendimento máximo de: $34,7 + 55,8 = 90,5\%$.

Como porém, parte do Zinco-Ferro, encontra-se oxidada, vamos admitir que o máximo rendimento seja de 89% , em pêso, da liga Zinco-Ferro. Neste caso, permaneceria um resíduo de destilação cuja composição em Zinco e Ferro deveria ser a seguinte: 41% Fe e $13,6\%$ Zn (sob a forma de ZnO).

Representando grãficamente êste raciocínio obtemos um diagrama que nos permite conhecer, para cada rendimento alcançado, a respectiva composição do resíduo em Ferro e Zinco metálico.

Exemplo — Para um rendimento de 65% , em pêso, a composição teórica do resíduo deverá ser: $12,85\%$ Fe e $68,5\%$ Zn metálico.

Na realidade, êste resíduo não mais possui esta quantidade de zinco metálico suscetível de recuperação, pois, parte se perde pela oxidação do mesmo por ocasião da descarga das retortas. Esta perda é da ordem de 3% do zinco metálico existente o resíduo.

Foram então, levadas a efeito, uma série de experiências visando determinar qual o tempo e a temperatura que nos permi-

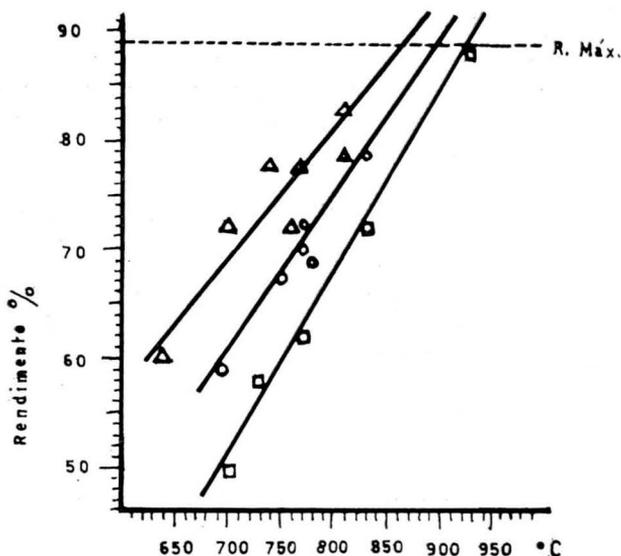


Fig. 8 — Experiências visando determinar o tempo e a temperatura de maior rendimento. Δ = 5 h; \circ = 4,5 h; \square = 4 h.

tem obter economicamente o máximo rendimento possível. Fixaram-se os tempos de 4 horas, 4,5 horas e 5 horas e fêz-se a temperatura variar de 50°C em cada destilação sucessiva, partindo de 700°C. Os resultados obtidos estão representados na Fig. 8. O grau de vácuo médio das experiências realizadas atinge a 1 mm Hg de pressão residual.

Nêste gráfico, podemos ver que quanto maior o tempo e quanto mais alta for a temperatura, tanto maior será o rendimento alcançado. Nota-se porém, que a inclinação das curvas é diferente para cada caso. Isto é motivado pelo fato de, quanto maior o rendimento alcançado, isto é, quanto menor o teor de zinco no resíduo, tanto menor será a pressão parcial dos vapores de zinco, como mostra o gráfico da Fig. 9.

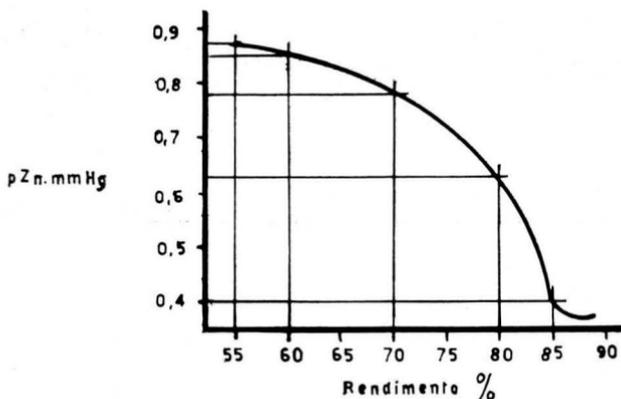


Fig. 9 — Variação da pressão parcial dos vapores de zinco na liga Zinco-Ferro em função do rendimento alcançado na destilação.

Observa-se também, na Fig. 8, que para uma temperatura de 910°C e um tempo de 4 horas, alcançou-se um rendimento de 88,5%, muito próximo do teórico. Êste mesmo rendimento seria alcançado para um tempo de 4,5 horas e uma temperatura ca. 890°C ou então em 5 horas e uma temperatura de ca. 860°C (dados obtidos do gráfico da Fig. 8).

Porém, trabalhar a uma temperatura superior a 820°C, ocasiona sérias dificuldades de operação, pois, o zinco destilado funde em virtude de refrigeração insuficiente, dando um produto com 0,016% de Fe oriundo do ataque do zinco líquido às paredes do condensador, o qual terá sua duração bastante diminuída face à citada corrosão. Outrossim, os cristais fundidos são difíceis de serem retirados do condensador implicando em excessiva mão de

obra. Quanto às retortas e demais acessórios do forno, também terão reduzida a sua duração nas condições de trabalho acima citadas. Assim sendo, apesar de ser possível obter altos rendimentos, devemos restringir-nos à temperaturas inferiores por motivo de ordem técnica e econômica.

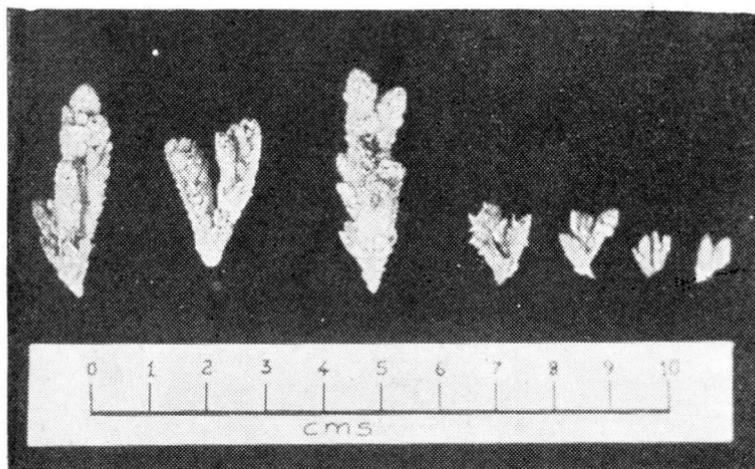


Fig. 10 — Diversas fases do crescimento de cristais de zinco.

Segundo nos revelou a experiência, a melhor temperatura de trabalho está entre 750 e 800°C. Nesta faixa de temperatura e com uma pressão residual inferior a 1 mm Hg conseguiu-se a melhor cristalização. Os cristais obtidos preenchem todos os requisitos anteriormente citados, sendo de salientar que, mesmo após a sua retirada do condensador, efetuada com grande facilidade, a porcentagem de material fino é muito reduzida. Quanto ao sistema de refrigeração, êste satisfaz plenamente.

A Fig. 10 mostra claramente diversas fases do crescimento de cristais obtidos à temperatura 780°C e 0,5 mm Hg de pressão residual. Crescimento dendrítico bastante acentuado em tôdas as direções, dando origem a cristais compactos e unidos entre si. A fig. 11 apresenta a sequência de crescimento lento dando formação a cristais compactos e bem desenvolvidos. Êstes foram obtidos a uma temperatura de 770°C e vácuo de 0,8 mm Hg. A temperatura média do condensador foi cêrca de 360°C.

A fig. 13, por sua vez, nos mostra algumas fases do crescimento e a respectiva união entre si, de cristais que cresceram rapidamente. Foram obtidos à temperatura de 810°C e 0,2 mm

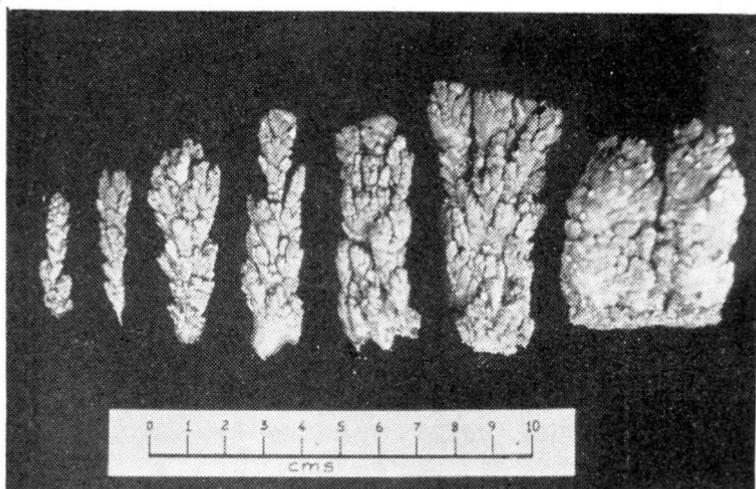


Fig. 11 — Sequência de crescimento lento de cristais de zinco. Ver figura 12.

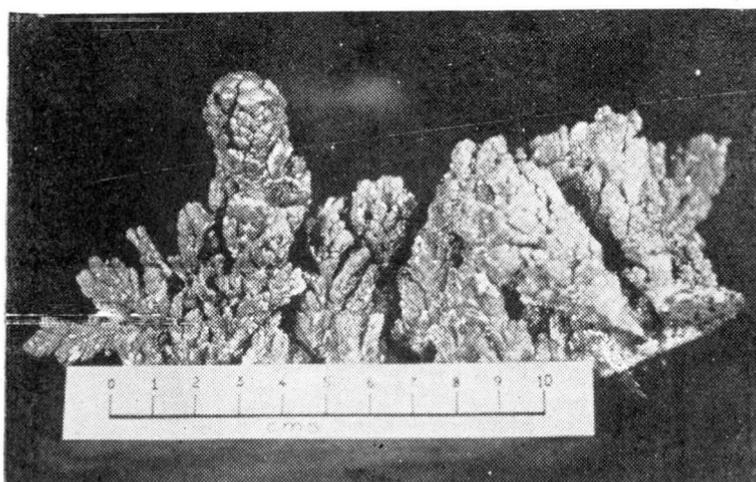


Fig. 12 — Agregado de cristais de crescimento lento.

Hg de pressão residual, sendo que a temperatura média no condensador era de 200°C. Note-se o crescimento acentuado numa única direção. São bastante compactos e de tamanho muito uniforme, apresentando a excepcional qualidade de, por ocasião da retirada destes do condensador, não darem formação de cristais

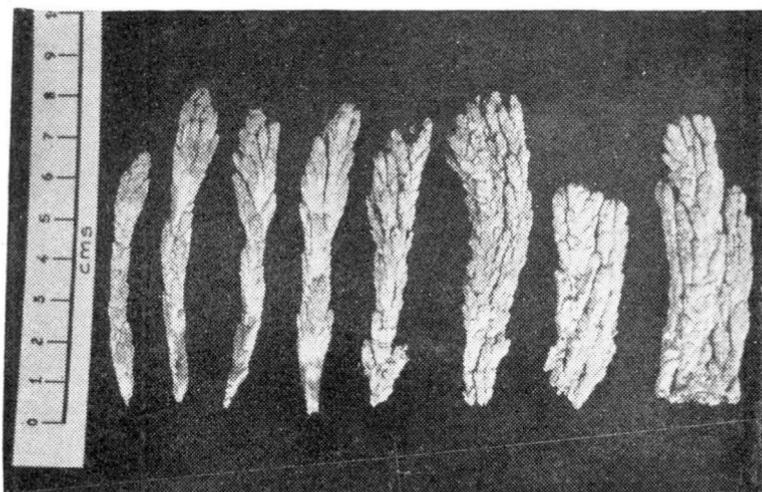


Fig. 13 — Diversas fases do crescimento rápido de cristais de zinco.

pequenos. Contudo, são difíceis de serem obtidos normalmente na prática, pois, necessita-se vácuo acentuado (pressão residual inferior a 0,25 mm Hg) e temperatura do condensador bastante controlada. Caso a refrigeração seja excessiva e não se atinja o grau de vácuo citado, forma-se certa quantidade de pó (finís-

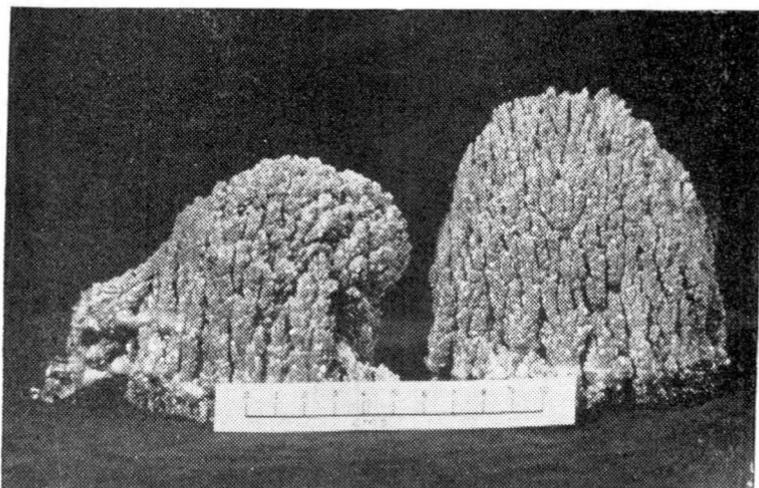


Fig. 14 — Agregado de cristais de crescimento rápido.

simos cristais de zinco) diminuindo conseqüentemente o rendimento na fusão dos cristais por ocasião do carregamento dos mesmos, no banho de zinco líquido, na cuba de galvanização.

A fig. 14 mostra o estado de agregação dos cristais, obtidos nas condições precedentes.

Temperaturas inferiores a 750°C, apesar de possibilitarem formação de cristais semelhantes, possuem o inconveniente de darem baixos rendimentos. No que diz respeito a pureza dos cristais de zinco obtidos nas diversas temperaturas e rendimentos, a análise química destes, atesta ser o zinco, da mais alta qualidade.

Análise química dos cristais de zinco:

Fe = 0,008%

Pb = ausente

Cd = ausente

Cu = vestígios

Al = ausente

Zn = 99,992%

Segundo normas da A.S.T.M. B6 — 37 vê-se que este zinco se enquadra dentro do tipo "High Grade", e nas normas

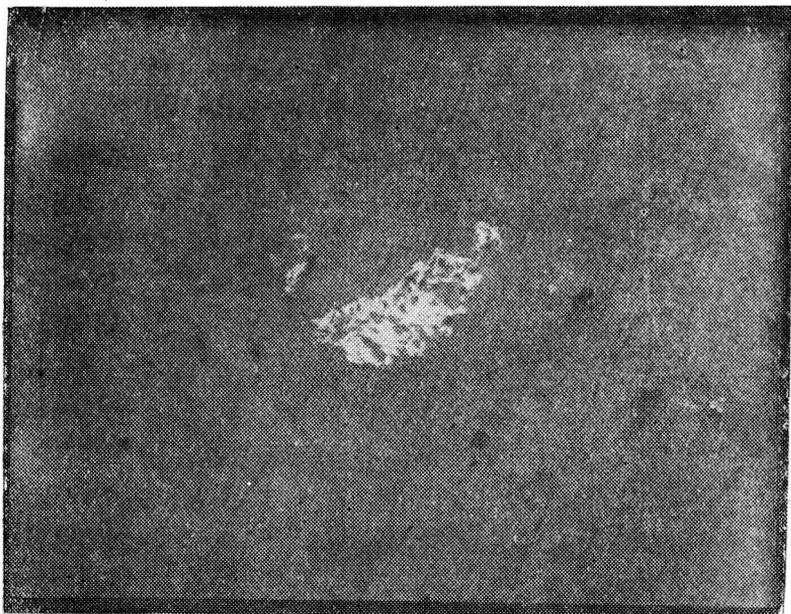


Fig. 15 — Superfície do zinco destilado; 80 ×.



Fig. 16 — Outro campo da superfície de zinco destilado; 80 \times .

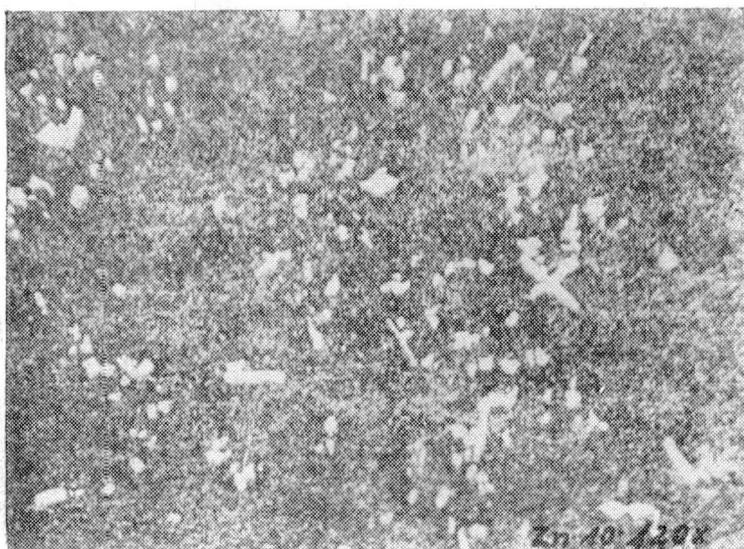


Fig. 17 — Aspecto da superfície de um zinco importado; 120 \times .

DIN 1706 encontra-se classificado como “Feinzink 99,99”. Nas fig. 15 e 16 vemos duas fotografias microscópicas do zinco destilado, notando-se a ausência, quase completa, de cristais de FeZn_7 .

A fig. 17 representa uma fotografia microscópica de zinco importado, do tipo “Prime Western” onde pode-se ver e comparar com o zinco destilado, a quantidade de FeZn_7 existente.

4. A ESCOLHA DAS CONDIÇÕES DE TRABALHO

A capacidade de carga do forno é de 150 kg. (25 kg. por cada retorta). O número de operários necessários para conduzi-lo é de 2, no máximo, por turno. A duração da descarga e recarga é de 30 minutos.

Em virtude dos resultados alcançados pela experiência, escolhemos a temperatura de 775°C , como a mais adequada. Assim, podemos admitir uma variação de $\pm 25^\circ\text{C}$ na temperatura, sem consequências importantes no resultado da destilação.

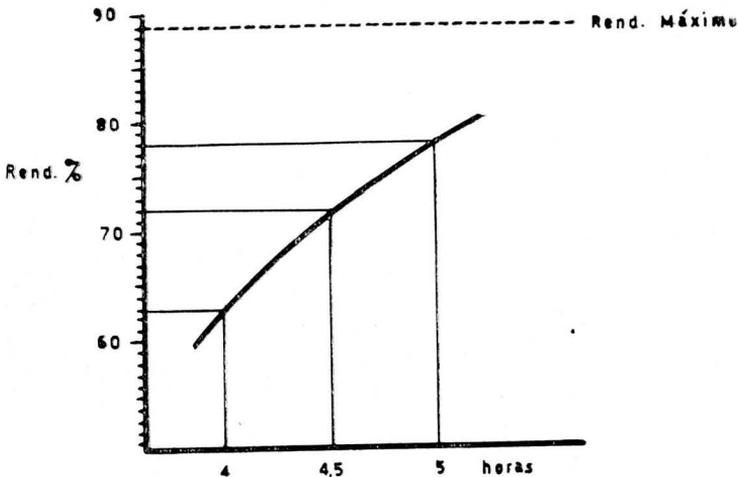


Fig. 18 — Rendimento da destilação em função do tempo.

Trabalhando continuamente, durante 24 horas, necessita-se de 5 operários (2 turnos de 10 horas cada e 1 operário para quebra dos lingotes e contrôles do forno durante 4 horas), independentemente do tempo de duração de cada destilação (ciclo). O serviço de administração e manutenção, bem como a quantidade de combustível consumida, igualmente independem da duração de cada ciclo.

Na fig. 8, tomando-se para cada tempo, os rendimentos alcançados à temperatura de 775°C e representando grãficamente (fig. 18) verifica-se que os acréscimos de rendimento não são proporcionais aos de tempo, isto é, a curva é de caráter assintótico em relação ao rendimento máximo.

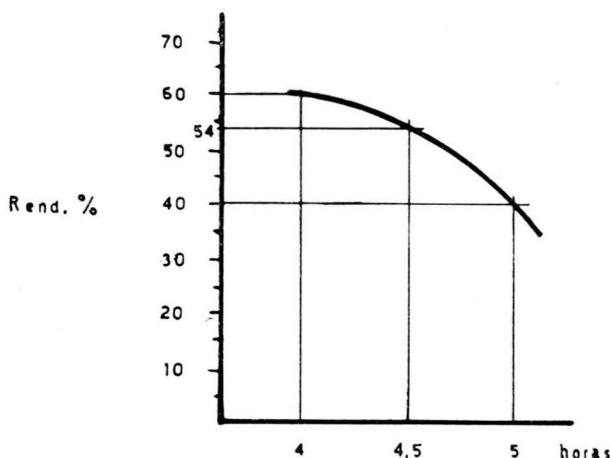


Fig. 19 — Rendimento obtido na destilação de resíduos.

Comparando-se na tabela I, a produção mensal para cada tempo de destilação, vemos que o menor custo de recuperação é o que nos proporciona, aparentemente, o ciclo de 4,5 horas.

Porém, estudando-se detalhadamente os resíduos oriundos das diversas experiências, verificamos que, destilando êstes na mesma temperatura e tempo em que foram obtidos, o rendimento da destilação foi tanto menor quanto maior o tempo da destilação que lhes deu origem. (fig. 19)

Tabela I

Tempo de destilação	N.º de ciclos por dia (24 h)	Rendimento %	Kg. ZINCO FERRO p/ dia	Kg. Zinco destil. p/ dia	Kg. Zn destil. p/ mês (20 dias)
4	5,3	63	795	501	10.020
4,5	4,8	72	720	518	10.360
5	4,3	78	645	504	10.080

A fig. 20 nos mostra a fotografia microscópica de um resíduo, onde se podem ver os cristais de Zinco-Ferro separados por espaços vazios, ocupados anteriormente por zinco metálico, e que, muito bem demonstra que a destilação compreende de duas fases:

- 1.º) Destilação do zinco metálico existente no Zinco-Ferro oriundo das cubas de galvanização.
- 2.º) Destilação do zinco combinado com o Fe.

Mediante os resultados alcançados e um raciocínio idêntico ao exposto na tabela I verificamos na tabela II os dados obtidos na destilação completa da liga Zinco-Ferro, onde o ciclo de 4,5 horas nos proporcionou o maior rendimento total.

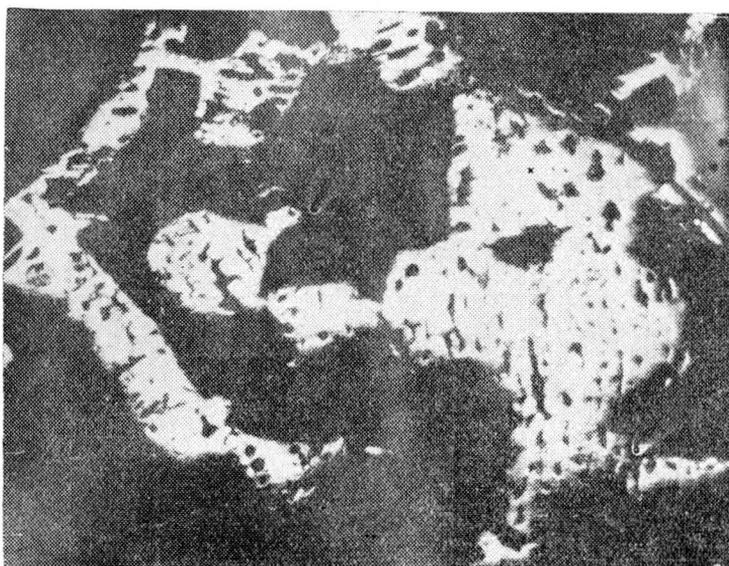


Fig. 20 — Resíduo de destilação; 80 ×.

Tabela II

Tempo horas	Kg de carga	1.º Rend. %	Kg. Zn	Kg. Resíduo	2.º Rend. %	Kg Zn	Kg Zn total	Rend. % total
4	150	63	94,5	55,5	60	33,3	127,8	85,2
4,5	150	72	108	42	54	22,7	130,7	87,13
5	150	78	117	33	40	13,2	130,2	86,8

Fixando-se então em 15 o número de dias do mês em que podemos trabalhar destilando o Zinco-Ferro, permanecem ainda 5 dias para se trabalhar com os resíduos desta destilação. A capacidade de carga do fôrno, trabalhando com resíduos é no máximo de 100 kg. (20 kg. por retorta).

No entanto, não é necessário que se trabalhe alguns dias do mês unicamente com resíduos, pois, poder-se-ia fazer com que uma ou duas retortas trabalhem, conforme o caso, exclusivamente com êste material.

A destilação de resíduos, quer sejam êles provenientes de destilações no tempo de 4, 4,5 ou 5 horas, não é vantajosa, pois, o rendimento em pêsô é baixo, e, além do mais, influe decisivamente no custo da recuperação.

Comparando-se os resultados mensais alcançados nos diversos tempos de destilação do Zinco-Ferro e dos respectivos resíduos, também destilados no mesmo tempo, verificamos que o ciclo de 4,5 horas é realmente o mais econômico, pois, possibilitando maior quantidade mensal de zinco recuperado, é o de menor custo de recuperação. (Tabela III). Apesar de apresentar um rendi-

Tabela III

Tempo em horas	Kg de Resíduos p/ mês (15 dias)	Kg de Resíduos p/ carga	Kg de Resíduos p/ dia	N.º de dias de trabalho c/ resíduos	Kg de Zn obtidos p/ destila. de resid.	Redução na recuperação de Zinco-Ferro — Kg	Total de Zn produzido Kg/mês (20 dias)
4	4412	100	530	8,33	2650	1670	8490
4,5	3025	100	480	6,3	1633	674	8749
5	2130	100	430	4,96	852	0	8402

mento total de recuperação bastante alto, deve-se levar em consideração a heterogeneidade do material (Zinco-Ferro), que pode causar pequenos desvios nas cifras obtidas.

Finalmente, podemos dizer que, tempos de destilação inferiores a 4 horas não nos permitem atingir tão elevada quantidade mensal de zinco recuperado, devido ao fato de motivarem maior número de ciclos diários, tornando maior a incidência do tempo de descarga e recarga. Ciclos superiores a 5 horas também são desaconselháveis devido ao fato, já mencionado, de ser a curva do rendimento em função do tempo de destilação de caráter assintótico.

5. CONCLUSÕES

- 1) As melhores condições de trabalho para a destilação a vácuo do resíduo de Zinco-Ferro oriundo das cubas de galvanização são:
 - a) Temperatura = 750 a 800°C
 - b) Pressão residual = inferior a 1 mm Hg.
 - c) Tempo = 4,5 horas
- 2) Para os resíduos provenientes da primeira destilação prevalecem as mesmas condições.
- 3) Os cristais de zinco obtidos possuem uma pureza de 99,99%, sendo que o teor de ferro nos mesmos não ultrapassa a 0,01%.
- 4) O tamanho dos cristais obtidos permite o seu emprêgo imediato, não necessitando de refusão e lingotagem.
- 5) O rendimento total médio da destilação do Zinco-Ferro e dos resíduos desta, é de 85%, em pêso, da carga. Não consideramos a cifra de 87,13%, devido a heterogeneidade da carga (o tamanho dos pedaços de Zinco-Ferro carregados na retorta influem consideravelmente sobre o rendimento).
- 6) Para a recuperação de 10 t de liga Zinco-Ferro o custo foi de Cr\$ 68,60/Kg.

BIBLIOGRAFIA

1. PERRY, J. H. — *Chemical Engineers' Handbook* — 3rd edition — 1950. Mc Graw-Hill Book Co. — N.Y.
2. THEWS, EDMUND R. — *Schmelztechnische Verarbeitung von Altzink, Abfaellen und Rueckstaenden*. Verlag Technik Berlin — 1952.
3. TAFEL, VICTOR — *Lehrbuch der Metallhuettenkunde* — Band II — S. Hirzel, Verlagsbuchhandlung Leipzig — 1953.
4. SOUZA SANTOS, T. D.; CORRÊA DA SILVA, L. C.; MARTINI, J. — *Experiências de Destilação de Ligas Zinco-Prata de Baixo Teor em Chumbo em Retortas de Ferro Fundido sob Vácuo*. ABM-Boletim da Associação Brasileira de Metais, vol. 8, n.º 28, pág. 328-348, São Paulo — 1952.
5. BUTTS, A. — *Metallurgical Problems*. McGraw-Hill Book Co. — N. Y. — 1943.
6. BRAY, JOHN L. — *Non-Ferrous Production Metallurgy* — 2nd edition — John Willey & Sons Inc., N. Y. — 1959.

7. Relatório n.º 2396 — Instituto de Pesquisas Tecnológicas — S.P. 22/6/55.
8. BABLIK, HEINZ — *Galvanizing (Hot-Dip)* — 3rd edition, John Willey & Sons Inc. N.Y. — 1950.
9. DAESSEN, JOHN R. — *Galvanizing Handbook* — Reinhold Publishing Co. N.Y. — 1946.
10. SCHUMANN, HERMANN — *Metallographie* — 3. Auflage, VEB. Deutscher Verlag fuer Grundstoffindustrie — Leipzig 1960.
11. SOUZA SANTOS, T. D. — Comunicação pessoal ao Autor. 19/3/64.
12. SOUZA SANTOS, T. D. — *Descrição do forno para destilação sob vácuo de zinco contido em ligas de Zinco-Prata, construído pelo I.P.T. em São Paulo.* Publicação n.º 497 — S.P. — 1953.



DISCUSSÃO

Eng. Manoel A. Moraes ⁽¹⁾ — Mais uma vez temos a contribuição dos engenheiros da Fundação Tupy, de Joinville, a progressiva empresa que sempre tem colaborado com a ABM. Está aberta a discussão.

M. Rennó Gomes ⁽²⁾ — Quero felicitar vivamente o autor do trabalho, porque me parece uma pesquisa de interesse tecnológico, conduzida de forma brilhante e orientada por análise teórica do problema. Acho que aqui está um excelente complemento, feito já dentro da indústria, daquele trabalho de catequese que o IPT realizou em São Paulo. Queria fazer uma pergunta ao Eng. Parucker: o senhor mencionou, por exemplo, o problema de deformação das retortas, sobretudo quando as temperaturas ficam muito altas. Vejo que estas retortas são apoiadas apenas nas extremidades.

A deformação que sofrem é simplesmente por flexão ou contração?

M. Parucker ⁽³⁾ — Principalmente por flexão. Esta flexão, alterando a geratriz — porque as retortas são cilíndricas — ocasiona dificuldades no encaixe dos botes, que levam a carga, com o condensador que recebe os vapores de zinco, possibilitando a cristalização dos vapores de metal na parede interna da retorta, surgindo assim dificuldades na retirada destes acessórios, devido a fusão do zinco e aderência do condensador à retorta.

Realmente, cogitam-se introduzir modificações bastante grandes no forno. No momento não foi tomada nenhuma providência, em virtude de ter sido êle construído baseado totalmente na publicação do IPT.

Assim é uma instalação experimental, e futuramente construiremos novo forno, contornando as dificuldades encontradas, inclusive o aquecimento que passará a ser a gás, ao invés de combustão a lenha.

(1) Membro da ABM e na presidência da Comissão; Diretor da Fundação Progresso S.A.; São Paulo, SP.

(2) Membro da ABM e professor Catedrático da EEUMG; Belo Horizonte, MG.

(3) Membro da ABM e autor do trabalho; Eng. Químico da Divisão de Areias e Refratórios da Fundação Tupy de Joinville, SC.

M. Rennó Gomes — Queria lembrar o recurso que é empregado no processo da destilação do magnésio, em que a temperatura é bem maior — 1.150 a 1.200°C — onde também surge a deformação da retorta. Essa retorta, que têm maior número de apoios, justamente por causa da temperatura mais alta, sofre deformação por contração, havendo contudo periódica pressão de ar sobre a retorta. Parece que a experiência americana mostrou que êsse trabalho de pressão periódica reajusta a retorta trazendo-lhe duração maior e permitindo que trinque menos. O senhor teve ocasião de verificar o tempo de duração da retorta?

M. Parucker — Para esta destilação de 10 toneladas, o número de destilações foi em torno de 150, funcionando quase sempre com tôdas as seis retortas, uma vez que é quantas o forno possui. Até o momento não encontramos nenhum problema quanto a duração. Creio que em torno de 300 a 350 destilações seria o tempo de duração de cada uma delas.

M. Rennó Gomes — Gostaria de fazer, agora, uma observação que é mais de natureza econômica. Os senhores estão realizando um excelente refino de zinco, dado que obtém zinco «special high degree», que seria não para cuba de galvanização, mas sim para ligas de zinco para fabricantes, que teriam já uma boa fonte onde obter êsse material. Faria mais uma indagação: Sobre vácuo, o senhor mencionou, a certo momento, bomba de difusão de mercúrio ou óleo? O equipamento de vácuo também tem bomba de difusão ou é bomba mecânica?

M. Parucker — Bomba mecânica rotativa apenas, desde que se tenha vedação perfeita do conjunto. Não se torna necessária a bomba de difusão, porque a pressão residual em que se trabalha é bastante elevada, não havendo necessidade de alto vácuo no caso. Para um vácuo de 0,15 mm de mercúrio de pressão residual, já teríamos a sublimação direta do zinco, o que talvez aumentasse um pouco a velocidade do processo, não havendo porém diferença acentada. Conseguimos chegar a 0,25 mm. com a bomba mecânica rotativa; a pressão, neste caso, foi medida com um vacuoscópio, segundo GAEDE, de mercúrio, que funciona entre as pressões residuais de 30 e 0,05 mm de mercúrio.

O Sr. Presidente — Agradecemos, mais uma vez, a colaboração do Eng. Mário Parucker, apresentando trabalho que, como bem disse nosso colega, talvez possibilite a recuperação do zinco para outros fins também. (Palmas).

Grato pela presença de todos, dou por encerrada a presente reunião.



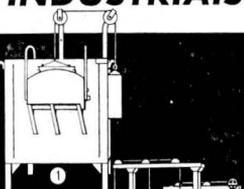
**TRADIÇÃO
DE EFICIÊNCIA
TÉCNICA**

na fabricação de

FORNOS INDUSTRIAIS

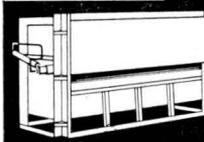
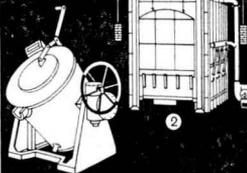
**PARA TRATAMENTOS
TÉRMICOS**
figuras 1 e 2

- Têmpera
- Normalização
- Revenido
- Recozimento



**FUSÃO EM
CADINHO**

Tipos FML
em cadinhos de grafite
com aquecimento a óleo,
fixos ou basculantes.
Capacidades adequadas
à produção pretendida.



**FORNOS DE
FORJA**
para grande
produção horária

Para sua completa informação
peça nosso folheto STT/1/ASS

SOTITE S.A. SOCIEDADE
TERMO INDUSTRIAL

Rua Lucas Obes, 1054 - Fone: 63-6337 - São Paulo