

文章编号:1674-2869(2009)05-0057-03

闪锌矿制取高纯氧化锌的研究

张勇,彭园,彭朝翼,孙光明,黄志良

(武汉工程大学材料科学与工程学院,湖北 武汉 430073)

摘要:为了利用闪锌矿制取高纯度氧化锌,首先在700~950℃温度范围内,将ZnS氧化分解为ZnO;然后采用流变相尿素先驱物法将氧化产物与尿素在150℃处理并过滤,将所得滤液进一步加热至650℃热处理得淡黄色高纯氧化锌。与传统的氧化锌制备方法相比,本方法工艺简单,能耗低,产品纯度高粒度小。

关键词:闪锌矿;氧化锌;流变相反应;先驱物

中图分类号:O 641 **文献标识码:**A

0 引言

ZnO是一种具有纤锌矿结构的自激活直接宽带隙半导体材料。其特殊的晶体结构决定了ZnO材料具有独特的电、光、磁、机械等性能,在微电子器件和光电器件等领域有广泛的应用前景^[1],同时ZnO在橡胶、陶瓷日用化工、涂料、磁性材料等方面具有广泛的用途,可用来制造气体传感器、荧光体、紫外线遮蔽材料、变阻器、图像记录材料、压敏材料、压电材料、高效催化剂等^[2-6]。

生产氧化锌的方法主要有间接法、直接法和氨浸法等^[6-8]。间接法是将金属锌锭经熔融及高温蒸发、氧化冷却而得到的,但由于它主要以锌锭为原料,成本高,能耗大,生产工艺不合理等而限制了其发展。直接法生产氧化锌是将焙烧矿粉与无烟粉煤混合,压制成块,在锌氧炉内被碳质还原剂还原成锌蒸气,再经氧化而得,该法生产氧化锌产品中常常混入炉气尘埃,产品质量不稳定。氨浸法生产氧化锌是将NH₃与普ZnO浸出制取Zn(NH₃)₄CO₃溶液,然后净化除杂,分解得到的ZnCO₃,再经过煅烧得到活ZnO产品,该法制备工艺不易控制,制备得到的氧化锌纯度不够。

本文采用流变相尿素先驱法^[9-10]从闪锌矿制取高纯氧化锌,该工艺简单有效,且能耗低,制得的氧化锌纯度很高,粒度小,为超细氧化锌的生产提供了一种合理可行的方法。

1 实验

1.1 试剂与仪器

仪器:岛津AY220电子分析天平,马弗炉,

Falcon型X射线能谱仪,XRD-6000X-射线粉末衍射仪,NICOLET SXB型傅立叶变换型红外光谱仪,JSM-5510LV扫描电镜。

试剂:闪锌矿(水口山锌矿);尿素(分析纯,国药集团化学试剂有限公司)。

1.2 实验过程

分别取闪锌矿原样20g,置于马弗炉中缓慢加热升温至700、800和950℃氧化。将氧化后原料按其中的ZnO与CO(NH₃)₂的摩尔比1:2称取CO(NH₃)₂;将称量后的原料移入研钵中并加入一定量的水充分研磨至流变态;将反应物在150℃左右充分反应后得到流状物并过滤;将滤液加热至650℃得淡黄色氧化锌。

于4000~400cm⁻¹范围内记录样品的红外光谱;记录样品的粉末衍射图;在X射线能谱仪上测定样品的成分;用扫描电镜研究样品的表面形貌与粒度分布;通过重量法计算产品的回收率。

2 结果与讨论

2.1 闪锌矿成分分析

图1为闪锌矿的EDS谱图,从图1可以看到闪锌矿中主要含有Fe、Al、Si等杂质元素。表1列出了矿中各元素的含量。

表1 闪锌矿的主要成分

Table 1 Main composition of sphalerite

元素	Zn	S	Fe
w/%	56.26	26.98	1.31
元素	Si	Al	O
w/%	7.14	0.66	7.66

2.2 闪锌矿的氧化

将闪锌矿分别在一定温度下氧化处理,图2

收稿日期:2008-12-10

作者简介:张勇(1976-),湖北汉川人,男,博士,副教授,研究方向:材料化学。

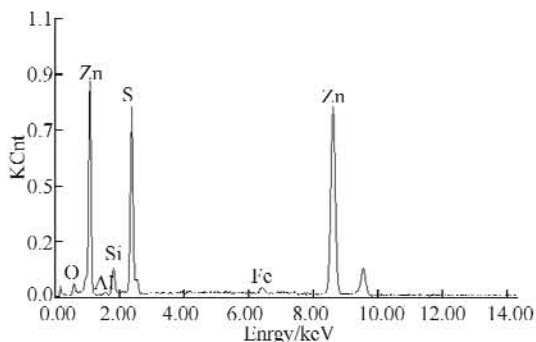


图 1 闪锌矿 EDS 谱图

Fig. 1 EDS spectrum of sphalerite

为在各温度下氧化后产物的 XRD 图,从图上可以看到 700 °C 氧化后的产物中已经有氧化锌生成,而且产物中存在一定量杂质。

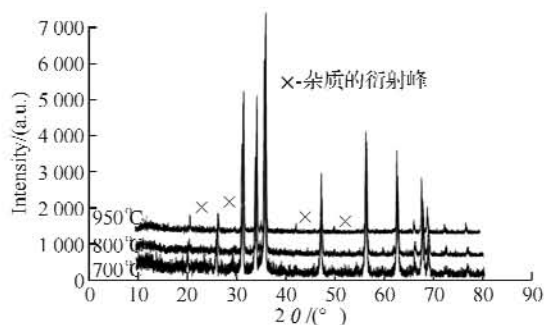


图 2 氧化后产物的 XRD 谱图

Fig. 2 XRD spectrum of oxidized products

在 700 °C 和 800 °C 氧化产物的 IR 光谱中,700 °C 时还有部分 ZnS 未分解.氧化物还需与尿素进行反应,因为过高的温度使氧化锌进一步烧结,其反应活性会降低,因此氧化温度不宜过高,800 °C 氧化是合适的。

2.3 氧化锌的提取

图 3 为经流变相尿素先驱物法提取后得到的氧化锌的 XRD 谱图,从图上可以看到产物中衍射除氧化锌的衍射外并无其他杂质.表 2 给出了 EDS 能谱仪测定的最终产物中各元素的含量.表中数据进一步证明了产物是高纯度氧化锌。

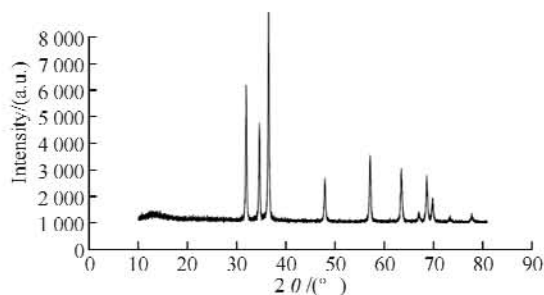


图 3 最终产物的 XRD 谱图

Fig. 3 XRD spectrum of final product

表 2 最终产物的成分

Table 2 Composition of final product

元素	Zn	O	S
w/%	79.32	20	0.68

图 4 为最终产物的 SEM 照片,从图上可以看到,氧化锌颗粒均为近球体,其粒度在 80~160 nm 之间,为超细粉体,颗粒与颗粒之间的团聚现象也比较明显。

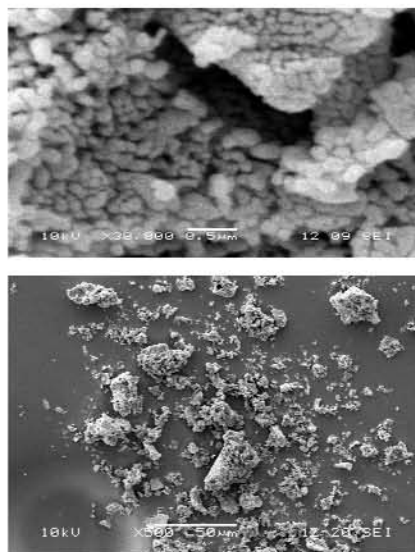


图 4 最终产物的 SEM 图

Fig. 4 SEM photos of final product

产品的回收率计算结果为:原料含锌为 56.3%,换算氧化锌为 70.2%,20 g 矿样中最终产品质量为 13.4 g,产品的回收率为 95.4%。

3 结 语

本文使用流变相尿素先驱物法实现了从闪锌矿生产高纯氧化锌的工艺,研究了产物氧化锌的组成、结构及表面形貌与粒度.研究表明流变相尿素先驱物法为氧化锌的生产提供了一条合理有效的方法,与传统方法相比,具有工艺简单,能耗低,产品纯度高粒度小的优点。

参考文献:

- [1] 华伟刚,崔学民,刘海峰,等.纳米 ZnO 材料制备技术研究进展[J].装备制造技术,2007,(6):124-126.
- [2] Rankin W J, Wright S. The reduction of zinc from slags by an Iron carbon melt[J]. Metallurgical and materials transaction, 1990, 21(10):885-897.
- [3] Donald J R, Pickles C A. A kinetic study of the reaction of zinc oxide with iron Powder [J]. Metallurgical and Materials Transaction, 1996, 27(6):363-373.
- [4] 籍远明.纳米氧化锌材料的制备与应用[J].平原大学学报,2001,18(2):66-67.

- [5] 张国旺,黄圣生.超细粉体制备技术的应用和发展[J].化工矿物与加工,2001,(12):1-3.
- [6] Jennie Wilkson. Primary zinc take to secondary sources lead/zinc [J]. Materials science and engineering,2001,(7):17-19.
- [7] 唐双华,覃文庆,何名飞,等.氧化锌矿硫化-胺法浮选及浸出研究.湖南有色金属,2007,23(3):5-7.
- [8] 童孟良.氧化锌矿制备活性氧化锌的工艺研究[J].矿冶工程,2006,26(4):43-45.
- [9] ZHANG Yong, LUO Shi-Ting. Synthesis and characterization of SnGd_2O_4 [J]. Journal of materials science letters,2003,22:111-112.
- [10] ZHANG Yong, ZHANG Ke Li. Synthesis and Characterization of a Novel compound SnDy_2O_4 [J]. Chinese Chemical letters,2002,13(6):587-588.

Study on preparation of high pure ZnO from sphalerite

ZHANG Yong, PENG Yuan, PENG Chao-yi, SUN Xian-ming, HUANG Zhi-liang

(School of Material Science and Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China)

Abstract: In this paper, a process for preparing high pure ZnO from sphalerite by rheology phase reaction was studied. First, the sphalerite was oxidized into ZnO at $700\sim 950\text{ }^\circ\text{C}$, and then the oxidized product was heated to $150\text{ }^\circ\text{C}$ with urea by rheology phase reaction after which a filtration was proceeded, and finally the filtrate was heated to $650\text{ }^\circ\text{C}$ for gaining yellowy ZnO powders. Comparing with traditional method, the method reported in this paper has many merits such as simple procession, low expense of energy, low particle size and high purity.

Key words: sphalerite; ZnO; rheology phase reaction; precursor

本文编辑:萧 宁



(上接第56页)

Preparation and characterization of vanadium oxide nanotubes

CHEN Qiu-suo¹, YU Hai-hu^{1,2}, HUANG Jin-shan¹, WU Yin-wei¹, SHI Yong¹

(1. Key Lab of Fiber Optic Sensing Technology and Information Processing of Ministry of Education; 2. State Key Lab of Advanced Technology for Materials Synthesis and Processing, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China)

Abstract: V_2O_5 powder and hexadecylamine were used as main raw materials, and vanadium oxide nanotubes were prepared through the hydrothermal method. The nanotubes were characterized with SEM, TEM, XRD and FT-IR. The obtained nanotubes are with length of $1\sim 5\text{ }\mu\text{m}$ and diameter of $30\sim 80\text{ nm}$. The formation mechanism of the nanotubes is as follow: lamellar structures form as the intercalation takes place between hexadecylamine and vanadate precursor under the hydrothermal environment. Some top layers on the parent materials peel off and scroll into tubes gradually with the curl of their edges.

Key words: Vanadium oxide; nanotube; hydrothermal method

本文编辑:萧 宁