

# 固相还原法合成 $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$ 纳米颗粒及其光催化性能

张敏, 韦菲菲, 邓殷文, 董怡, 任根宽\*

(宜宾学院材料与化学工程学部, 四川 宜宾 640000)

**摘要:**在利用 FeS 还原硫酸亚铁制备  $\alpha-Fe_2O_3$  纳米材料过程中加入少量的  $MgSO_4$ , 合成纳米  $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$  材料, 然后用于光催化降解废水中甲基橙。用 X 射线衍射 (XRD)、傅里叶红外光谱 (FT-IR)、扫描电子显微镜 (SEM) 测试技术分析合成纳米材料结构性能。分析表明, 固相还原法成功合成具有类球形结构纯相纳米  $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$  材料, 平均纳米粒径为 56 nm。光催化降解实验表明, 初始质量浓度为 15 mg/L、固液比为 2 g/L、光照射 45 min 甲基橙降解率接近于 100%。

**关键词:**硫酸亚铁; 黄铁矿; 纳米  $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$ ; 固相还原法

**中图分类号:** X705; TQ426.6

**文献标志码:** A

**文章编号:** 0253-4320(2025)05-0158-05

**DOI:** 10.16606/j.cnki.issn0253-4320.2025.05.026

## Preparation of $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$ nanoparticles by solid phase reduction method and their photocatalytic performance

ZHANG Min, WEI Fei-fei, DENG Yin-wen, DONG Yi, REN Gen-kuan\*

(College of Materials and Chemical Engineering, Yibin University, Yibin 640000, China)

**Abstract:** To explore the impact of magnesium impurity in the by-product ferrous sulfate on the photocatalytic activity,  $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$  nano-material is prepared through simultaneously adding a certain amount of magnesium sulfate in reducing ferrous sulfate with FeS. The prepared  $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$  nano-material is used as a photocatalyst to degrade methyl orange in wastewater. XRD, FT-IR, and SEM are employed to analyze the structural performance of  $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$  nano-material. Analysis results show that the pure phase  $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$  nano-material is successfully synthesized via solid-phase reduction method, which has a spherical like structure and an average nanoparticle size of 56 nm. The photocatalytic degradation experiment shows that the degradation rate of methyl orange solution with a initial mass concentration of 15  $mg \cdot L^{-1}$  approaches to 100% within 45 minutes of light illumination under a solid-liquid ratio of 2  $g \cdot L^{-1}$ .

**Key words:** ferrous sulfate; pyrite;  $Mg(II)-\alpha-Fe_2O_3$  nano-material; solid-phase reduction method

目前我国 90% 钛白粉企业是用酸解钛铁矿生产钛白粉。根据钛铁矿来源, 酸解钛铁矿副产七水硫酸亚铁 ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ) 数量有所不同, 据文献报道, 每吨钛白粉约排放 3.0~4.0 t  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ <sup>[1-2]</sup>。副产  $FeSO_4$  内含有  $TiO^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$  等多种杂质, 难以直接利用, 致使资源化利用率较低<sup>[3]</sup>。如果处理不当, 副产  $FeSO_4$  内含有的少量硫酸, 将对周边环境造成严重污染。为了减轻环境污染的压力, 当前主要的处置方式是把副产物  $FeSO_4$  转化为钛石膏再作为固废处置<sup>[4-5]</sup>, 这不仅需要投入大量费用建设贮存场地, 而且造成土地资源及硫铁资源浪费<sup>[6]</sup>。随着我国节能环保要求的逐渐提高, 开发副产物  $FeSO_4$  资源化利用途径是钛白行业实现可持续性发展面临的一大难题。

氧化铁 ( $\alpha-Fe_2O_3$ ) 是一种重要的  $n$  型半导体材

料。由于其无毒、环境相容性好、禁带宽度窄 ( $E_g = 2.1$  eV) 等优点, 在水处理方面得到广泛应用<sup>[7]</sup>。 $\alpha-Fe_2O_3$  对可见光具有良好的光响应性, 但是光生电子和空穴分离效率低、催化降解效果不佳, 使其在用于光催化降解方面受到限制。研究表明, 掺杂能有效地抑制光生电子与空穴复合, 提高二者的分离效率。Kumar 等<sup>[8]</sup>通过改进水热法合成钴和镁共掺杂  $Fe_2O_3$  材料, 在光催化降解活性红 35 染料中表现出更好的催化活性。Alenad 等<sup>[9]</sup>通过水热法合成纳米  $Ni-Fe_2O_3$  材料, 在光催化降解甲基蓝实验中, 表现出比未掺杂  $Fe_2O_3$  更好的催化效果。副产物  $FeSO_4$  中  $Fe_2O_3$  的含量约 50%~60%, 符合纳米  $Fe_2O_3$  成分要求。为了探索  $FeSO_4$  中杂质  $Mg(II)$  对合成纳米  $Fe_2O_3$  光催化活性的影响, 本文以副产物  $FeSO_4$  为铁源, 在硫化亚铁 (FeS) 还原制备纳米

收稿日期: 2024-07-17; 修回日期: 2025-03-12

基金项目: 四川省科技厅重点研发项目 (2022YFS0461); 四川省大学生创新创业项目 (S202310641115)

作者简介: 张敏 (2000-), 女, 本科生, 从事纳米材料的合成工作, 2415795550@qq.com; 任根宽 (1972-), 男, 博士, 教授, 从事纳米材料的合成及其应用工作, 通讯联系人, 2004113001@yibin.edu.cn。

$\text{Fe}_2\text{O}_3$  过程中加入  $\text{MgSO}_4$ , 合成纳米  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  材料, 以甲基橙作为目标物, 评价  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  的光催化活性。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂与仪器

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  购自国药集团化学试剂有限公司;  $\text{MgSO}_4$  来自天津市致远化学试剂有限公司;  $\text{FeS}$  购于天津市大茂化学试剂厂; 甲基橙来自天津市北辰方正试剂厂;  $\text{NaOH}$  由成都市克隆化学品有限公司提供;  $\text{HCl}$  购买于西陇化工股份有限公司。实验所用化学试剂均为分析纯。

LY-GHX-1D 型光化学反应仪, 上海兰仪实业有限公司; GSL-1500X 型高温气氛管式炉, 合肥科晶材料技术有限公司; 752 型紫外-可见分光光度计, 上海菁华科技仪器有限公司; 101-00B 型真空恒温干燥箱, 绍兴市易诚仪器制造有限公司; FB224 型电子天平, 上海舜宇恒平科学仪器有限公司; PHS-2C 型实验室 pH 计, 上海锦幻仪器仪表有限公司; D8-Advance 型 X 射线衍射仪 (XRD), 德国布鲁克公司; IRAffinity-1S 型的傅里叶红外光谱仪 (FT-IR), 日本岛津公司; JSM-5900LV 型电子扫描显微镜 (SEM), 日本 JEOL 公司。

### 1.2 催化剂的制备

$\text{FeS}$  还原  $\text{FeSO}_4$  和  $\text{MgSO}_4$  制备纳米  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  材料。首先, 将  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  固体颗粒放入真空恒温干燥箱内, 在  $105^\circ\text{C}$  干燥 180 min, 冷却后粉磨至 140 目 (筛余小于 5%)。用电子天平分别称取 13.000 g 干燥的  $\text{FeSO}_4$ 、1.000 g  $\text{FeS}$  和 0.700 g  $\text{MgSO}_4$ , 在球磨机中混磨 30 min。取适量混磨良好的混合料装入瓷舟中, 放入氮气保护的管式炉高温区域, 然后按预先设定的程序启动管式炉, 升温速度控制在  $8^\circ\text{C}/\text{min}$ , 温度升高到  $550^\circ\text{C}$ , 保温 60 min, 反应结束后样品在管式炉内自然冷却到室温。最后, 取出烧结样品分别用去离子水和无水乙醇依次洗涤 3 次, 放入  $105^\circ\text{C}$  真空干燥箱内干燥 360 min。干燥后的样品装入样品袋中备用。反应过程排放的  $\text{SO}_2$  用水吸收生产硫酸。

### 1.3 材料性能分析

用 XRD 分析固相还原法合成的纳米  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  的物相及粒径, 测试范围为  $10^\circ \sim 80^\circ$ ; 用 FT-IR 分析合成材料的表面性能, 测试范围为  $400 \sim 4000 \text{ cm}^{-1}$ ; 合成材料的形貌及粒径用 SEM 进行表征; 采用紫外-可见光谱仪分析合成材料的吸收光谱, 测试范围  $200 \sim 800 \text{ cm}^{-1}$ 。

## 1.4 光催化活性评价

甲基橙作为评价  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  光催化活性的目标污染物, 以光化学反应仪自带汞灯 (300 W) 为实验光源。配制质量浓度 1 000 mg/L 甲基橙标准溶液, 然后根据需要把甲基橙溶液稀释至相应浓度。取 6 份 25 mL 质量浓度为  $5 \sim 25 \text{ mg/L}$  的甲基橙溶液, 用 0.1 mol/L  $\text{NaOH}$  或 0.1 mol/L  $\text{HCl}$  调节 pH 为  $2 \sim 10$ , 装入反应管中, 然后加入 0.005~0.04 g  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , 超声 15 min, 放入光化学反应仪, 黑暗条件下搅拌 30 min, 开起光源, 按设定时间间隔取样, 经  $0.45 \mu\text{m}$  滤膜过滤后用紫外-可见光谱测定在波长 460 nm 处的吸光度  $A$ 。根据绘制的标准曲线, 计算出甲基橙浓度。根据式 (1) 计算甲基橙降解率 ( $\eta, \%$ )。

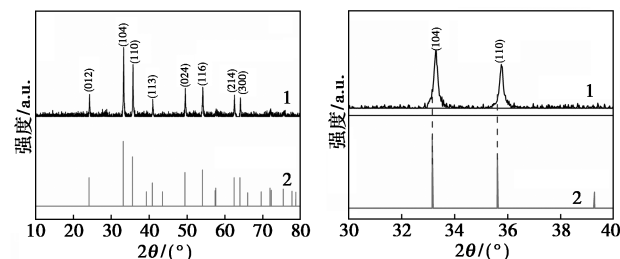
$$\eta = [(C_0 - C)/C_0] \times 100\% \quad (1)$$

式中:  $C_0$  为甲基橙模拟废水初始质量浓度, mg/L;  $C$  为光催化过程  $t$  时刻上清液中甲基橙的质量浓度, mg/L。

## 2 实验结果与分析

### 2.1 XRD 分析

$\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  的 XRD 及其放大图谱见图 1。从图 1(a) 可以看到, 衍射角  $2\theta$  值位于  $24.27^\circ$ 、 $33.30^\circ$ 、 $35.76^\circ$ 、 $40.96^\circ$ 、 $49.57^\circ$ 、 $54.17^\circ$ 、 $62.54^\circ$  和  $64.16^\circ$  均出现了明显的衍射峰, 分别对应于  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  的 (012)、(104)、(110)、(113)、(024)、(116)、(214) 和 (300) 晶面反射, 与标准  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (33-0664) 图谱完全吻合, 未发现其他杂质衍射峰, 表明合成材料为菱形结构纯相  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 。图 1(a) 中未发现  $\text{MgO}$  及其他镁化合物衍射峰, 表明混合料中加入的  $\text{MgSO}_4$  未形成新相, 但合成  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  衍射峰位发生偏移 [图 1(b)], 可能是  $\text{Mg}(\text{II})$  取代了  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  中  $\text{Fe}(\text{III})$ 。已报道的 Ni 掺杂  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  材料 XRD 的衍射峰峰位也发生相应的偏移。基于



(a) XRD 图

(b) XRD 放大图

1— $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ; 2— $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (33-0664)

图 1  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  的 XRD 图

Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的 (104) 晶面, 采用谢乐公式估算出 Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的晶粒粒径为 38.7 nm<sup>[10]</sup>。基于上述分析, 固相还原法成功合成了纳米 Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 材料。

## 2.2 FT-IR 分析

Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的 FT-IR 图谱见图 2。图 2 中出现了 4 个吸收峰, 波长分别在 465、542、1 641 cm<sup>-1</sup> 和 3 443 cm<sup>-1</sup>。其中, 3 443 cm<sup>-1</sup> 和 1 641 cm<sup>-1</sup> 处的较弱吸收峰应是纳米材料表面吸附水分子中羟基 (O—H) 的拉伸和弯曲振动<sup>[11]</sup>。而 542 cm<sup>-1</sup> 和 465 cm<sup>-1</sup> 处两个较强吸收峰归因于纳米颗粒晶体中 Fe—O—Fe 或 Mg—O—Fe 的拉伸振动<sup>[12]</sup>, 与已报道 Mg 掺杂 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的 FT-IR 图谱一致<sup>[8]</sup>, 进一步证实固相还原法成功合成 Mg 掺杂 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 材料。此外, 未发现其他吸收峰, 表明固相还原法合成了纯相 Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒。

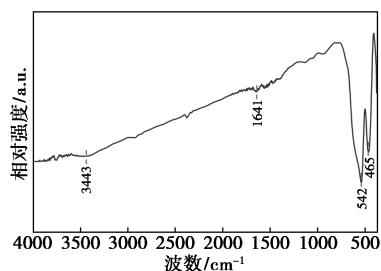
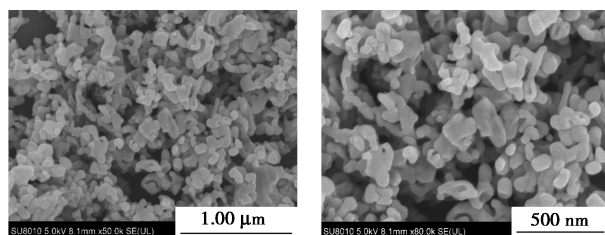


图 2 Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 纳米颗粒的 FT-IR 图谱

## 2.3 SEM 分析

用 SEM 分析 Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒形貌及颗粒平均粒径, 结果见图 3。从图 3 可知, 单个纳米 Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒呈现类球形结构, 而由于局部颗粒间发生团聚或烧结现象, 造成颗粒呈现出不同几何形状, 颗粒的平均粒径约为 56 nm, 高于 XRD 估算的晶粒粒径。原因是高温下颗粒表面活性较高, 引起表面能增加, 使多个颗粒粘连在一起。此外, 纳米颗粒间的静电作用、分子间作用力等, 也使多个纳米颗粒粘连在一起。



(a) 放大 50 000 倍 (b) 放大 80 000 倍

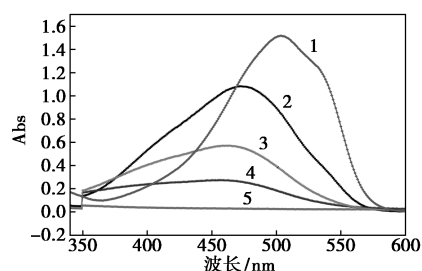
图 3 Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的 SEM 图

## 2.4 光催化活性评价

### 2.4.1 Mg 掺杂量对光催化活性的影响

Mg 掺杂量对甲基橙降解效果的影响如图 4 所

示。由图 4 可知, Mg 掺杂能有效提高  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的光催化性能。随着 Mg 掺杂量增加, 甲基橙降解效果先增强而后减弱。Mg 掺杂量为 0.5% 的 Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 纳米颗粒光催化性能最好, 甲基橙几乎完全降解。这与文献报道 Tb 掺杂量对 Bi<sub>2</sub>WO<sub>6</sub> 光催化活性的影响一致<sup>[13]</sup>。Mg 的掺入增强了光催化性能, 这可能是因为 Mg(II) 掺杂在导带附近形成引入杂质能级, 使价带上电子经光激发先跃迁到杂质能级, 然后再跃迁到导带上, 大大减少了电子跃迁所需能量, 利于光生电子-空穴对产生, 提高光催化性能<sup>[14]</sup>。此外, 掺入的 Mg(II) 与  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 形成异质结, 有利于增强合成材料的光催化性能<sup>[15]</sup>。掺杂量大于 0.75% 时, 光催化性能降低, 可能是由于 Mg 掺杂量过大时, 产生过多缺陷, 形成新的载流子复合中心, 导致材料光催化性能下降<sup>[16]</sup>。



甲基橙质量浓度 15 mg/L; 固液比 2 g/L; 溶液 pH 为 2;  
反应时间 120 min

1—0; 2—0.25%; 3—1.0%; 4—0.75%; 5—0.5%

图 4 Mg 掺杂量对 Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 纳米颗粒光催化性能的影响

### 2.4.2 溶液 pH 对光催化活性的影响

溶液 pH 不仅影响颗粒表面的电荷性能, 而且也影响溶液中甲基橙存在形式, 进一步影响催化剂对甲基橙的吸附性能及催化能力。通过批量实验测定不同 pH 下甲基橙降解率随光照时间的变化, 结果见图 5(a)。由图 5(a) 可知, 不同 pH 下甲基橙降解率随光照时间的变化趋势基本一致, 均随光照时间延长而增大, 而后又趋于稳定。光照 60 min, 弱酸条件下降解速率高于弱碱性条件, 随酸性增强降解速率增加, 在 pH=2 甲基橙溶液中降解速率最快, 光照 45 min 时甲基橙降解率接近 100%, pH=3~4 时, 甲基橙降解率为 70%~80%。而在弱碱性条件下, 甲基橙降解率仅达到 38%。由此可见, Mg(II)- $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的光催化性能在酸性环境中优于碱性或中性环境。

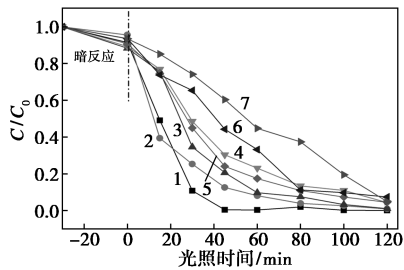
为了更直观地分析溶液 pH 对甲基橙降解效果的影响, 对图 5(a) 数据按式 (2) 拟一级动力学模型

进行拟合,拟合结果如图 5(b)所示。

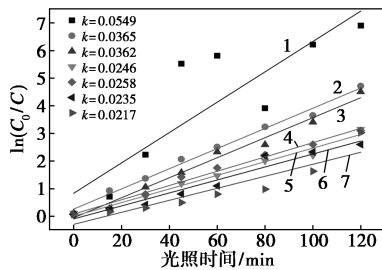
$$\ln(C_0/C) = kt \quad (2)$$

式中: $k$  为表观速率常数,  $\text{min}^{-1}$ ;  $t$  为时间,  $\text{min}$ 。

从图 5(b)可以看到,随着 pH 减小表观速率常数  $k$  增加,且  $\text{pH}=2$  的表观速率常数  $k$  值约为  $\text{pH}=10$  的 2.5 倍,这说明溶液的 pH 减小能有效提高  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  的光催化性能。可能是由于酸性条件下,  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  纳米颗粒表面带有正电荷,酸性越强,表面正电荷越多,越有利于光生电子转移到固液界面,促进光催化降解反应<sup>[17]</sup>;而碱性条件下,溶液中  $\cdot\text{OH}$  与甲基橙分子在  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  纳米颗粒表面形成竞争性吸附,不利于  $\cdot\text{OH}$  的形成,同时,光催化降解过程中产生  $\text{CO}_2$ ,在碱性条件下易转化成碳酸根或碳酸氢根,抑制  $\cdot\text{OH}$  形成,使甲基橙降解效果下降<sup>[18]</sup>。



(a) 不同 pH 下甲基橙降解率随光照时间的变化



(b) 动力学拟合曲线

1— $\text{pH}=2$ ; 2— $\text{pH}=3$ ; 3— $\text{pH}=4$ ; 4— $\text{pH}=5$ ; 5— $\text{pH}=6$ ;  
6— $\text{pH}=8$ ; 7— $\text{pH}=10$

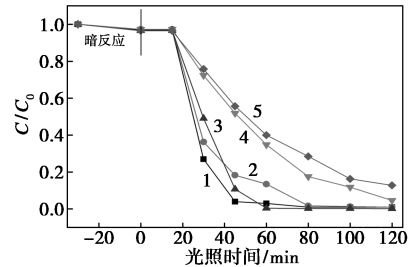
图 5 溶液 pH 对甲基橙降解效果的影响

#### 2.4.3 甲基橙初始质量浓度对光催化活性的影响

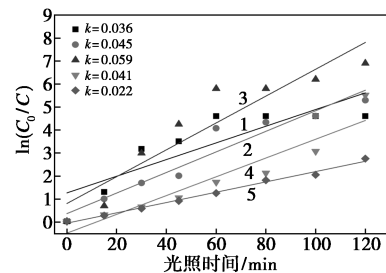
探究了甲基橙初始质量浓度对光催化降解效果的影响,结果见图 6。由图 6(a)可知,不同初始质量浓度甲基橙降解率随光照时间的变化趋势一致,均随初始质量浓度降低而增加。光照 120 min 时,质量浓度高于 15 mg/L 的甲基橙溶液降解率达到 80%~90%,而质量浓度为 15 mg/L 的甲基橙溶液,光照 60 min 后降解率接近 100%。可能是由于甲基橙质量浓度升高,大量甲基橙分子被吸附于纳米颗粒表面,导致缺乏产生  $\cdot\text{OH}$  的电子-空穴对,使光催

化效率降低<sup>[18]</sup>;此外,随着甲基橙质量浓度升高,溶液色度加深,导致光的利用率降低,致使能达到颗粒表面的光生电子减少<sup>[19]</sup>。

为了更直观地分析甲基橙初始质量浓度对降解效果的影响,对实验数据进行拟一级动力学拟合,结果如图 6(b)。从图 6(b)可看到,不同甲基橙初始质量浓度下光催化降解实验符合拟一级动力学模型,表观速率常数  $k$  随初始质量浓度增加先增大后减小,质量浓度为 15 mg/L 的速率常数达到最大,约为其他质量浓度速率常数  $k$  的 1.31~2.68 倍。由此可见,质量浓度 15 mg/L 为甲基橙降解的最佳初始质量浓度。



(a) 不同初始质量浓度下甲基橙降解率随光照时间的变化



(b) 动力学拟合曲线

1—5 mg/L; 2—10 mg/L; 3—15 mg/L; 4—20 mg/L; 5—25 mg/L

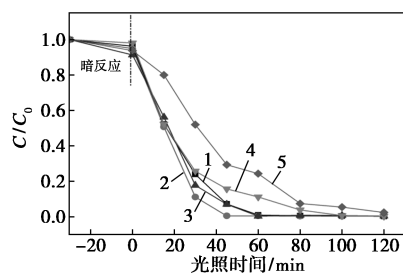
图 6 甲基橙初始质量浓度对降解效果的影响

#### 2.4.4 固液比对光催化活性的影响

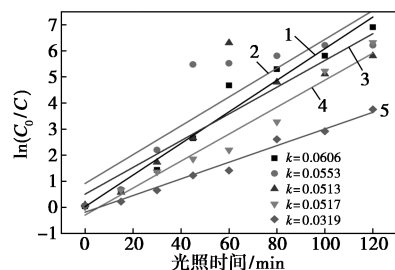
$\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  纳米颗粒添加量不仅影响活性位与甲基橙分子的比值,而且也影响纳米颗粒的团聚。因此,探讨了固液比(每升溶液中添加的催化剂质量)对甲基橙降解效果的影响,结果见图 7。由图 7(a)可知,不同固液比下甲基橙降解率均随着光照时间增加而增加。光照时间 45 min 时,固液比 4 g/L 降解速率最快,甲基橙降解率接近于 100%;光照时间为 60 min 时,固液比为 2~6 g/L 的  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  几乎能完全降解甲基橙;光照时间为 100 min 时,固液比为 2~8 g/L 的  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  对甲基橙的降解率均接近 100%;当固液比达到 10 g/L 时,光照 120 min 甲基橙降解率仅达到 98%。这可能由于催化剂添加量少,提供的催化活

性位较少,催化剂表面活性位吸附速率较慢,光生电子产生速度缓慢,催化反应速率低,反应效果差。随着固液比增加,增加了纳米颗粒间的团聚,减少了有效活性位,致使甲基橙光催化降解速率降低。同时,固液比过高时,过多的催化剂会遮挡光的传递,不利于光生电子产生,从而减缓了光催化剂的降解速率<sup>[19]</sup>。由此可见,固液比为 2 g/L 时,甲基橙降解效果最好。

为了更直观地分析固液比对甲基橙效果的影响,对实验数据进行拟一级动力学拟合,拟合曲线如图 7(b) 所示。由图 7(b) 可知,固液比为 2 g/L 的降解速率  $k$  值为  $0.0606 \text{ min}^{-1}$ ,分别为固液比 4、6、8 g/L 和 10 g/L 降解速率的 1.10、1.18、1.17 倍和 1.9 倍。说明固液比为 2 g/L 为降解甲基橙的最佳固液比。



(a) 不同固液比下甲基橙降解率随光照时间的变化



(b) 动力学拟合曲线

1—2 g/L; 2—4 g/L; 3—6 g/L; 4—8 g/L; 5—10 g/L

图 7 固液比对甲基橙降解效果的影响

### 3 结论

用  $\text{FeS}_2$  还原  $\text{FeSO}_4$  和  $\text{MgSO}_4$  混合物成功合成纳米级 Mg 掺杂  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  材料,并考察其对甲基橙模拟废水的光催化降解效果。用 XRD 和 SEM 对合成 Mg 掺杂  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  进行物相及形貌的分析。SEM 图像表明,固相还原法合成纳米级  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  颗粒呈现类球形结构,颗粒平均粒径为 56 nm,因团聚造成颗粒分布不均匀。实验表明,固相还原法合成  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  纳米颗粒对模拟废水中甲基橙均表现出优异的光催化活性,且掺杂

量为 0.5% 的  $\text{Mg}(\text{II})-\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  光催化性能最好,其对甲基橙的降解过程符合拟一级动力学模型,光照 45 min 对 15 mg/L 的甲基橙 ( $\text{pH}=2$ ) 降解率接近 100%。

### 参考文献

- [1] Jiang Y, Peng C, Zhou K, et al. Recovery of iron from titanium white waste for the preparation of  $\text{LiFePO}_4$  battery[J]. Journal of Cleaner Production, 2023, 415: 137817.
- [2] Deng L, Ma G, Chen Q. Preparation of iron phosphate battery materials from industrial ferrous sulfate waste by liquid phase method[J]. Integrated Ferroelectrics, 2023, 234(1): 67-78.
- [3] Tao Y, Jiang B, Yang X, et al. Physicochemical study of the sustainable preparation of nano- $\text{Fe}_2\text{O}_3$  from ferrous sulfate with coke[J]. Journal of Cleaner Production, 2020, 255: 120175.
- [4] Kanari N, Filippova I, Diot F, et al. Utilization of a waste from titanium oxide industry for the synthesis of sodium ferrate by gas-solid reactions[J]. Thermochimica Acta, 2014, 575: 219-225.
- [5] Li X, Lei Z, Qu J, et al. Synthesizing slow-release fertilizers via mechanochemical processing for potentially recycling the waste ferrous sulfate from titanium dioxide production[J]. Journal of Environmental Management, 2017, 186: 120-126.
- [6] 邱在蓉, 彭长宏, 周康根, 等. 硫酸法钛白铁资源综合利用现状及展望[J]. 有色金属科学与工程, 2023, (5): 758-764.
- [7] Wu R, Wei Lin C, Tseng W J. Preparation of electrospun Cu-doped  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  semiconductor nanofibers for  $\text{NO}_2$  gas sensor[J]. Ceramics International, 2017, 43: S535-S540.
- [8] Kumar A, Trivedi S K, Phor L, et al. Visible light activated Mg, Co co-doped hematite for effective removal of reactive red 35 from textile wastewater[J]. Ceramics International, 2023, 49(23): 37691-37699.
- [9] Alenad A M, Waheed M S, Aman S, et al. Visible light driven Ni doped hematite for photocatalytic reduction of noxious methylene blue[J]. Materials Research Bulletin, 2023, 165: 112306.
- [10] Algarni S A, Aman S, Ahmad N, et al. Processing of Nb doped hematite for visible light photocatalytic reduction of noxious methylene blue[J]. Optik, 2023, 287: 171097.
- [11] Hanumanthappa M, Siddalingappa J H, Channabasaveshwara Y, et al. Almond gum assisted synthesis of Mg doped  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  NPs: Structural analysis, electrochemical sensing, and optical applications[J]. ChemPhysMater, 2022, 1(4): 330-337.
- [12] Ren G. Chromium(VI) adsorption from wastewater using porous magnetite nanoparticles prepared from titanium residue by a novel solid-phase reduction method[J]. Science of the Total Environment, 2021, 607/608: 900-910.
- [13] 胡鑫, 王晟, 徐梦颖, 等. Tb 掺杂  $\text{Bi}_2\text{WO}_6$  降解盐酸四环素性能[J]. 南京工业大学学报(自然科学版), 2024, 46(1): 36-45.
- [14] 郭叶飞, 富笑男. 银掺杂纳米  $\text{ZnO}$  光催化性能的提高[J]. 应用化工, 2020, 49(10): 2549-2554.
- [15] 付璐, 刘顺强, 张浩, 等. 氧化铁/还原氧化石墨烯/钨酸铋复合光催化剂的光催化性能研究[J]. 化工新型材料, 2021, 49(4): 122-126.
- [16] 田清泉, 李沛莹, 曹攀婷, 等. 铋及钴掺杂  $\text{TiO}_2$  陶瓷负载膜的制备及光催化性能[J]. 硅酸盐通报, 2021, 40(11): 3750-3755.
- [17] 辛静.  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$  光催化剂复合改性及降解甲基橙的研究[D]. 沈阳: 沈阳建筑大学, 2022.
- [18] 朱文德, 陈志东, 张静超, 等.  $\text{Ag-Cu}_2\text{O}$ -沸石复合材料的制备及其光催化处理甲基橙废水的研究[J]. 现代化工, 2021, 41(2): 209-213.
- [19] 安风霞, 陈建林, 刘景亮. 水热法合成  $\text{SnWO}_4$  及其对甲基橙的光催化降解性能[J]. 化工环保, 2021, 41(4): 469-474. ■