

不同方法合成纳米氧化锌的光催化性能比较研究

肖生彩

甘肃省白银生态环境监测中心

DOI:10.32629/eep.v3i2.636

[摘要] 用固相研磨法和液相沉淀法合成了纳米氧化锌颗粒。两种方法得到的纳米氧化锌都用红外和X射线粉末衍射及透射电镜进行了表征。再用两种方法合成的纳米氧化锌作催化剂,利用太阳光为光源对甲基橙溶液进行光催化实验,对其光催化性能进行对比,实验结果表明:液相沉淀法合成的纳米氧化锌具有更好的光催化性能。

[关键词] 纳米氧化锌; 固相合成; 液相合成; 光催化

1 实验步骤

1.1 纳米氧化锌的合成

1.1.1 固相研磨法合成纳米氧化锌:

将七水合硫酸锌($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$)与氯化钠(NaCl)按质量比1:2混合,在研钵中研磨0.5h至糊状;加入粉末状的氢氧化钠(NaOH),继续研磨0.5h;将糊状混合物刮到烧杯里,加入适量蒸馏水,搅拌0.5h,洗涤抽滤,直至上清液中检测不出硫酸根离子和氯离子;80℃下减压干燥3h后,再将产品放入马弗炉中300℃煅烧3h。

1.1.2 液相沉淀法合成纳米氧化锌:

取800mL Na_2CO_3 (0.12mol/L)溶液于烧杯中,在80℃温度下逐滴加入等体积的0.1mol/L $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ 溶液,同时保持强烈搅拌;滴加结束后继续搅拌1h;冷却后抽滤洗涤,直至上清液中检测不出硫酸根离子;将产品放入烘箱中80℃下干燥后,获得前驱体碱式碳酸锌;将前驱体放入马弗炉中300℃煅烧3小时,得到纳米氧化锌颗粒。

1.2 纳米ZnO的光催化实验

以太阳光为光源的光催化实验:

(1)取三个培养皿,分别加入800mL 12.5mg/L的甲基橙溶液,标记为B、C、D。(2)在中B加入0.8000g固相研磨法合成的纳米氧化锌样品,在中C加入0.8000g液相沉淀法合成的纳米氧化锌样品,中D不加纳米氧化锌样品。(3)将培养皿B、C分别放在磁力搅拌器上避光搅拌30min,使其基本达到吸附-脱附平衡,并从B、C、D中取样作为光催化初始浓度,标记为 B_0 、 C_0 、 D_0 。(4)将培养皿B、C、D置于太阳光下每隔10min搅拌一次,每隔一定的时间后,用注射器从B、C、D中取5mL试样,将样品加入离心试管避光放置,并标记为 B_1 — B_9 、 C_1 — C_9 、 D_1 — D_9 。(5)将所取溶液放入离心机中以3000r/min离心20min,取上清液在分光光度计上于波长465nm处测定甲基橙溶液的吸光度并记录。

2 结果与分析

2.1 固相研磨法合成纳米氧化锌的性能表征

XRD特征峰归于氧化锌(ZnO),其中峰(100)、(101)、(002)、(110)、(103)和(112)都很明显,没有其他杂质峰,说明样品纯度高,晶型单一。较为分散的纳米氧化锌粒子尺寸在20~50nm之间,部分粒子有团聚现象,也有一些较大的外貌为棒状结构的纳米氧化锌粒子,长度达到100nm。

2.2 液相沉淀法合成纳米氧化锌的性能表征

XRD特征峰归于氧化锌(ZnO),没有其他杂质峰,说明样品纯度高,晶型单一。在前驱体的红外光谱中,3438 cm^{-1} 为O—H的伸缩振动峰,1637 cm^{-1} 为O—H的弯曲振动峰,1508 cm^{-1} 和1394 cm^{-1} 为 CO_3^{2-} 的吸收峰,470 cm^{-1} 为O—Zn的伸缩振动峰,可知前驱体为碱式碳酸锌;3438 cm^{-1} 为O—H的伸缩振动峰,1637 cm^{-1} 为O—H的弯曲振动峰,470 cm^{-1} 为O—Zn的伸缩振动峰,其强度明显较a中470 cm^{-1} 峰强,说明经300℃煅烧后样品为纳米氧化锌,但含有残留的羟基或物理吸附水。

2.3 光催化实验结果分析

由于甲基橙溶液在低浓度范围内的浓度值与吸光度值成线性关系,所以可用吸光度间接表示甲基橙的浓度,因此,光催化降解率计算公式为:降解率=(A_0-A)/ A_0 其中 A_0 和 A 分别为甲基橙溶液的初始吸光度和瞬时光度。以太阳光为光源,纳米氧化锌颗粒对甲基橙溶液有较好的催化效果,用降解率=(A_0-A)/ A_0 可以计算出以固相研磨法合成的纳米氧化锌作催化剂,甲基橙溶液的降解率为55.41%;以液相沉淀法合成的纳米氧化锌作催化剂,甲基橙溶液的降解率为80.82%。而不加氧化锌样品的甲基橙溶液由于水分的蒸发,其吸光度略微增大。催化降解效果用液相直接沉淀法合成的纳米氧化锌作催化剂,甲基橙溶液的降解效果更显著,明显比固相研磨法合成的纳米氧化作催化剂时甲基橙溶液的降解效果好;开始后45min—120min降解速度最快,120min后降解速度逐渐减弱。

3 结论

固相研磨法合成的纳米氧化锌颗粒未煅烧前经TEM表征,其粒径为20~50nm,液相沉淀法合成的纳米氧化锌颗粒,其特征峰较固相研磨法合成的纳米氧化锌颗粒特征峰宽,由此可以得出,液相沉淀法合成的纳米氧化锌颗粒粒径较小,比表面积大。用室温固相研磨法制备纳米氧化锌无需溶剂、产率高且反应条件易掌握,但是所得产物的光催化性能不及液相沉淀法所得氧化锌的光催化性能好。

[参考文献]

[1]刘立华.纳米氧化锌的制备研究进展[J].唐山师范学院学报,2008,30(2):59-61.

[2]陈金华,樊桢,周海晖,等.表面活性剂对纳米氧化锌合成及分散性的影响[J].湖南大学学报,2004,29(2):1-5.

[3]潘明月.纳米氧化锌的制备与应用[J].四川化工,2005,4(8):2-5.