

TiO₂ 制备条件对光催化氧化活性的影响^{*}

蒋卫中¹⁾ 曾望珍¹⁾ 范山湖¹⁾ 李玉光¹⁾ 石宗炳²⁾

(1) 中山大学 化学与化工学院, 广州 510275; 2) 广州市环境保护研究所)

关键词 TiO₂ 光催化剂, 光催化降解, 环境保护

分类号 S 667. 148

半导体光催化剂, 如 TiO₂, 在紫外光照射下, 生成具有强氧化还原活性的电子和空穴, 可使许多有机物降解为 CO₂ 和 H₂O, 用于处理工业废水具有成本低, 无二次污染等优点, 是一种很有应用前景的废水催化方法^[1,2]. 制备高活性的 TiO₂ 光催化剂是这种过程在处理废水实际应用的重要课题. 合成 TiO₂ 方法很多, 不同方法 条件制备的 TiO₂, 光催化活性相差很大^[3,4]. 我们用苯作溶剂, 采用溶胶-凝胶法合成了具有高活性的纳米级 TiO₂ 光催化剂, 以苯酚的光催化降解作为测试反应, 考察了催化剂的活性, 得到很有意义结果.

1 试验部分

1.1 催化剂制备及表征 将一定量的苯分成 2 份, 1 份与水、乙酸充分混合配成 A 液, 另 1 份与钛酸丁酯混合配制成 B 液, 然后将 A 液以 5 mL/min 的速度滴入 B 液中, 在室温下搅拌 30~60 min, 几天后凝胶化过程完成. 凝胶在 80℃ 下干燥 5~8 h, 得干凝胶粉末, 再经不同温度焙烧 2 h 制得 TiO₂ 光催化剂.

X 射线衍法用于测定样品的结晶度、晶相组成, 并由 Scherrer 公式计算晶粒尺寸^[5].

1.2 光催化实验 苯酚的光催化降解实验是在悬浮式光催化反应器进行. 反应溶液 2 000 mL, 苯酚浓度为 100 mg/kg, 光源是 300 W 中压汞灯. 反应过程通入流量为 100 mL/min 的氧气, 实验时间为 3 h, 苯酚浓度用紫外分光光度计测定.

2 结果与讨论

2.1 TiO₂ 光催化剂晶相及组成 TiO₂ 光催化剂晶相及组成的 XRD 图谱如图 1 所示.

很明显, 未焙烧样品没有任何衍射峰, 表明样品是无定形. 焙烧温度为 573 K, 出现锐

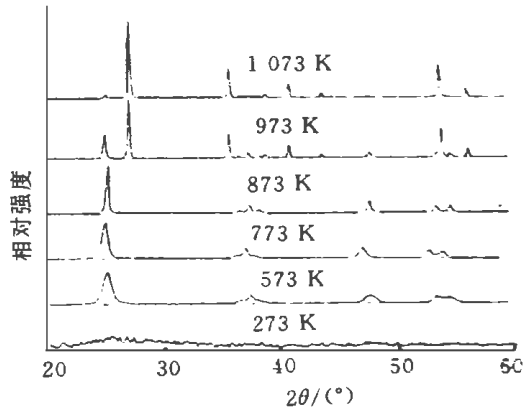


图 1 不同温度热处理的样品 XRD 图谱

Fig. 1 XRD patterns of TiO₂ heat-treated at various temperatures

* 广州市环境保护局研究基金资助项目

收稿日期: 1998-10-06 蒋卫中, 男, 23 岁, 硕士研究生

钛矿特征峰, 并且随着温度升高, 特征峰越来越尖锐, 表明样品在 573 K 由无定形转变为锐钛矿晶形, 温度升高, 这种转变加快, 结晶度提高. 但是, 温度超过 973 K, 样品出现金红石衍射峰, 说明发生晶相转变, 部分锐钛矿晶转变为金红石晶相, 在 1 073 K 温度下, 样品几乎完全转变为金红石晶体. 由 Scherrer 公式计算样品晶体尺寸的结果列表 1 中. 可以看到, 随焙烧温度升高晶体逐渐增大, 但最高温度下得到的样品, 晶体仅为 84.5 nm.

2.2 催化剂的光催化活性 从表 1 光催化实验结果可知, 未焙烧样品没有任何光催化活性, 经 573 K 焙烧后, 样品出现催化活性, 并且随焙烧温度升高活性显著提高, 773 K 焙烧的样品活性最高, 超过该温度后, 样品催化活性减少, 1 073 K 焙烧的样品光催化活性几乎降为零. 这个结果说明, 采用溶胶-凝胶法合成的 TiO_2 , 经 773 K 焙烧得到纳米级锐钛矿晶具有很好的光催化降解活性.

表 1 TiO_2 样品的晶相及其光催化活性

Tab. 1 Crystallite phase and photocatalytic reactivity of TiO_2 samples

样品	<i>T</i> / K	晶相	晶体大小 nm	催化活性 %	样品	<i>T</i> / K	晶相	晶体大小 nm	催化活性 %
A	273	无定形	—	—	E	873	锐钛矿	35.2	54.4
B	573	锐钛矿	7.3	33.3	F	973	锐钛矿, 金红石	44.8	10.3
C	723	锐钛矿	15.2	64.5	G	1 073	金红石	84.5	2.1
D	773	锐钛矿	23.2	100					

参 考 文 献

1 Turchi C S, Ouis D F. Mixed reactant photocatalysis intermediates and mutual rate inhibition. *J Catal*, 1989, 119: 483~ 492

2 Hoffmann M R, Martin S T, Wonyong C, et al. Environmental applications of semiconductor photocatalysis. *Chem Rev*, 1995, 95(1): 69~ 96

3 Sclafani A, Palmisano L, Schiavello M. Influence of the preparation methods of titanium dioxide on the photocatalytic degradation of phenol in aqueous dispersion. *J Phys Chem*, 1990, 94: 829~ 835

4 Mills A, Sawunyama P. Photocatalytic degradation of 4-chlorophenol mediated by TiO_2 : a comparative study of the activity of laboratory made and commercial TiO_2 samples. *J Photochem Photobiol A Chem*, 1994, 84: 305~ 316

5 Wamen B E. X-ray diffraction. Reading Mass: Addison-Wesley, 1969. 246~ 251

Effect of Preparation Condition on Photocatalytic Reactivity of TiO_2

Jiang Weizhong* Zeng Wangzhen Fan Shanhu Li Yuguang Shi Zongbing

Abstract Nano-size TiO_2 photocatalysts have been prepared by sol-gel process using benzene as solvent, and followed by calcination. Their activity for photocatalytic degradation of pheno has been examined. The results indicated that the TiO_2 calcined at 773 K showed the highest activity.

Keywords titanium dioxide photocatalysts, photodegradation, environment protection

* School of Chemistry and Chemical Engineering, Zhongshan University, Guangzhou 510275, China