

引文格式:李晓艳,滕腾,孙航宇,等.一种微米级球形 α - Fe_2O_3 粉体的制备研究[J].中国有色冶金,2026,55(3):117-124.

LI Xiaoyan, TENG Teng, SUN Hangyu, et al. Preparation of micron-sized spherical α - Fe_2O_3 powder [J]. China Nonferrous Metallurgy, 2026, 55(3): 117-124.

一种微米级球形 α - Fe_2O_3 粉体的制备研究

李晓艳,滕 腾,孙航宇,郝森良,刘 君

(中国恩菲工程技术有限公司,北京 100038)

[摘 要] 传统方法所制备的 α - Fe_2O_3 粉体分散性差、形貌不规则,而且对设备和操作要求较高。本研究以三氯化铁和氢氧化钠为原料,采用共沉淀法制备了 Fe_2O_3 前驱体,并通过喷雾干燥和进一步煅烧制得粉体粒径约为 $1\sim 4\ \mu\text{m}$ 的球形 α - Fe_2O_3 粉体。研究采用热重(TG)、X射线衍射(XRD)、扫描电镜(SEM)和氮气吸附-脱附等分析手段对样品进行了表征,系统分析了煅烧温度、沉淀剂种类和原料溶液中铁离子价态对产物物相、形貌和比表面积等的影响规律。结果表明,氧化铁前驱体经喷雾干燥后为无定形状态,经进一步煅烧后前驱体的总重量损失约为15.59%,伴随着氧化铁前驱体的脱水生成氧化铁;随着煅烧温度的升高, Fe_2O_3 的XRD衍射峰的强度逐渐增强,比表面积逐渐减小,球形产物的表面形貌从小颗粒聚集体组成,逐渐变为棒状聚集体组成,最终演变为片状颗粒聚集体,该变化表明颗粒之间发生了烧结,红棕色产物颜色由浅变深;当沉淀剂为 NH_4HCO_3 或 $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 时,制备的产物为 α - Fe_2O_3 和 γ - Fe_2O_3 的混合物;当原料溶液中铁离子的价态由+3价变为+2价时,制备的产物由单一 α - Fe_2O_3 相转变为 α - Fe_2O_3 和 γ - Fe_2O_3 的混合相。

[关键词] 球形 α - Fe_2O_3 ; 化学共沉淀法; 喷雾干燥; 煅烧; 沉淀剂; 铁离子价态

[中图分类号] TF125.1 [文献标识码] A [文章编号] 1672-6103(2026)03-0117-08

DOI:10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2026.03.012

0 引言

氧化铁产品大致包括氧化铁红(Fe_2O_3)、氧化铁黄(FeOOH)、氧化铁黑(Fe_3O_4)、氧化铁紫、氧化铁灰与铁绿等系列。在市场需求量上, Fe_2O_3 、 FeOOH 与 Fe_3O_4 三种均占有较大的份额^[1,2]。 Fe_2O_3 有 α 、 β 、 γ 三种晶型,其中, α - Fe_2O_3 是铁氧化物中最常见、最稳定的一种晶型结构^[3,4]。 α - Fe_2O_3 的化学性质稳定,不仅具有良好的耐腐蚀性、耐热性、耐光性和耐候性等优点^[5],而且有良好的着色力与遮盖力,还对紫外线具有显著的吸收和屏蔽作用,被广泛应用于

着色、磁性材料、催化、吸附、传感器等领域^[6-9]。 α - Fe_2O_3 广泛的应用领域使其市场需求量最大,因此,近几十年来国内外研究者对 α - Fe_2O_3 材料的制备投入大量工作。不同形貌的 α - Fe_2O_3 性质会有所不同,导致其应用领域也有所不同^[10]。如以超细、高分散的球形 α - Fe_2O_3 粉体为原料制备的薄膜,气敏性能优于使用其他形貌的 α - Fe_2O_3 所制备的薄膜性能^[11]。

传统 α - Fe_2O_3 粉体的制备方法有机械球磨法^[12]、沉淀法^[13]、水热法^[14]等,这些制备方法原理不同,操作方式也不同,得到的产品形貌相差甚大^[15]。然而,机械球磨法制备的粉体纯度低,容易引入杂质,且很难制备出球形氧化铁;传统的沉淀法产出的粉末颗粒分散性差,在烧结过程中易发生团聚现象,形貌不规则;尽管水热法易生成纳微米氧化铁,可实现对产物形貌的控制,但是在高温高压作用下发生化学反应,对设备和操作要求较高。

任根宽等^[16]采用固相还原法制备了纳米

[收稿日期] 2025-12-09 [修订日期] 2026-01-19

[录用日期] 2026-01-21 [出版日期] 2026-06-01

[第一作者] 李晓艳(1989—),女,内蒙古呼和浩特人,博士,高级工程师,从事纳微米粉体材料合成及新能源方面的研发工作。

[通信作者] 刘君(1980—),女,四川隆昌人,硕士,教授级高级工程师,主要从事先进反应器、新材料研发和管理等工作。

α - Fe_2O_3 粉体,平均粒径为62 nm,但所制备的产物存在严重的团聚现象,颗粒和团聚体均为不规则形状。郝素菊等^[17]以 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 为原料、尿素为沉淀剂,采用水热法在160℃以上处理12 h制备出直径为40~60 nm的球状纳米氧化铁,但该法制备氧化铁的反应温度高、反应时间长,对设备要求高。吴文军等^[9]使用过氧化氢氧化法、氨水沉淀法对硫酸亚铁进行沉淀制得羟基氧化铁,接着采用调浆法和超声法洗涤羟基氧化铁制得前驱体,最后焙烧前驱体制得高纯粒径为300 nm的纳米氧化铁,但是该法制备的纳米颗粒间存在团聚现象,形成4~5 μm 不规则形貌的团聚体。因此,需要寻找一种操作简单有效的制备球形纳微米 Fe_2O_3 粉体的制备方法。

本文以三氯化铁(FeCl_3)和氢氧化钠(NaOH)为原料,采用共沉淀耦合喷雾干燥和煅烧法制备了粒径1~4 μm 、分布均匀、分散性好的球形 α - Fe_2O_3 粉

体,该法制备工艺简单、对设备要求低;探究了氧化铁前驱体制备 Fe_2O_3 的热解温度以及不同热解温度、沉淀剂种类和原料溶液中铁离子价态对物相、形貌、粒度和比表面积等的影响。研究结果可为进一步优化制备 α - Fe_2O_3 粉体提供理论依据和技术支撑。

1 实验介绍

1.1 实验材料及设备

实验用到的主要材料包括: FeCl_3 ,分析纯,98%;氯化亚铁($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$),分析纯,98%; NaOH ,分析纯,99%;碳酸氢铵(NH_4HCO_3),分析纯,99.9%;氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$),分析纯,25%~28%;硝酸银(AgNO_3),分析纯;无水乙醇,分析纯;去离子水,实验室自制。

实验用到的主要设备见表1。

表1 实验设备

Table 1 Experimental equipment

名称	型号	生产厂家
电子秤	JA10002B	上海浦春计量仪器有限公司
恒速搅拌器	DW-3-90 W	巩义市予华仪器有限公司
恒温加热磁力水浴锅	DF-101S	巩义市予华仪器有限公司
循环水式多用真空泵	SHZ-D(III)	郑州生化仪器有限公司
恒温干燥箱	XMTB-8000	浙江宁波余姚市金宏仪器厂
马弗炉	KSL-1400X-A4	合肥科晶材料技术有限公司
喷雾干燥	NAI-GZJ-Y	苏州微格纳米科技有限公司

1.2 制备方法

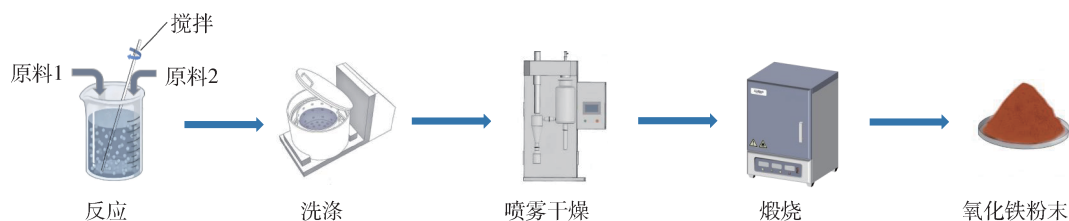
1)粉体制备。首先准确称取一定量的 FeCl_3 溶于去离子水中,搅拌,待 FeCl_3 充分溶解后配制成1 mol/L的 FeCl_3 溶液;称取一定量的 NaOH 溶于去离子水中,搅拌,待溶解后配制成1 mol/L的 NaOH 溶液。按化学计量比1:3称取相应的 FeCl_3 溶液和 NaOH 溶液,然后采用蠕动泵分别以30 $\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$ 和90 $\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$ 的滴加速度加入三口烧瓶中,随后继续搅拌0.5 h使沉淀反应完全,其中,反应温度为50℃,搅拌速度为400 r/min。接着对沉淀进行过滤,用去离子水洗涤多次,直到滤液中的氯离子不能用0.1 mol/L的 AgNO_3 溶液检出,取一定量的前驱体滤饼溶于去离子水中配制成固含量为10%的溶液,采用超声使其分散,然后进行喷雾干燥,喷雾出口温度260℃。最后,取部分干燥后样品分别在不同温

度下(500~900℃)煅烧1 h得到 Fe_2O_3 粉体,工艺流程如图1所示。将喷雾干燥后的样品标记为 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ -1,将喷雾干燥后经煅烧的样品标记为 Fe_2O_3 -1,具体的不同煅烧温度制得的 Fe_2O_3 粉体分别标记为 Fe_2O_3 -500、 Fe_2O_3 -600、 Fe_2O_3 -700、 Fe_2O_3 -800、 Fe_2O_3 -900。

2)对比实验。将过滤洗涤后的滤饼直接放入80℃烘箱中干燥,标记为 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ -2;将沉淀剂更换为 NH_4HCO_3 或 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$,标记为 Fe_2O_3 -2、 Fe_2O_3 -3;将 FeCl_3 部分和全部更换为 FeCl_2 ,标记为 Fe_2O_3 -4、 Fe_2O_3 -5。分别对上述煅烧前后的粉体进行TG、XRD和SEM等分析测试。

1.3 分析表征

采用德国耐驰热重(TG)分析仪定量测定样品在热分解过程中的质量变化,以获取样品组成信

图1 Fe_2O_3 粉体制备工艺流程图Fig. 1 Preparation process flow chart of Fe_2O_3 powder

息;采用荷兰PANalytical公司生产的Empyrean型X射线衍射仪(XRD)对所制备的产品进行物相组成分析;采用JEOL公司生产的JSM-7001F型扫描电镜(SEM)对所制备 Fe_2O_3 粉体样品进行形貌观察;采用全自动氮气吸附仪(NOVA3200e)并借助BET多点法对所制备材料的比表面积进行表征。

2 结果与讨论

2.1 氧化铁前驱体粉体的热重分析

图2为 Fe_2O_3 前驱体的TG曲线。测试气氛为空气气氛,温度范围为25~1000 $^{\circ}\text{C}$,升温速率10 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 。从图2可以看出,从室温到400 $^{\circ}\text{C}$,失重呈现持续下降趋势,到500 $^{\circ}\text{C}$ 后曲线基本平稳。25 $^{\circ}\text{C}$ 至500 $^{\circ}\text{C}$ 总重量损失约为15.59%,低于理论失重量25.26%,这是因为前驱体已经在喷雾干燥过程中脱除了大部分吸附水和部分结合水。因此,将经喷雾干燥后的氧化铁前驱体在500 $^{\circ}\text{C}$ 及以上温度煅烧,以保证全部发生脱水反应,从而转变为 Fe_2O_3 。

2.2 氧化铁前驱体和氧化铁粉体的物相组成分析

图3分别为沉淀物经普通干燥和喷雾干燥后的前驱体、以及喷雾干燥进一步煅烧后粉体的XRD图

谱。由图3(a)可知,沉淀物经普通干燥后粉体衍射峰在35 $^{\circ}$ 和62 $^{\circ}$ 处为两个弥散峰,表明所制备的前驱体为无定形状态;由图3(b)可知,经近200 $^{\circ}\text{C}$ 喷雾干燥后,所制备粉体仍为无定形状态;由图3(c)可知,经喷雾干燥再经煅烧(500~900 $^{\circ}\text{C}$)后,粉体衍射峰尖锐,与斜方相 α - Fe_2O_3 的标准谱图(JCPDS no. 33-0664)基本吻合,而且随着煅烧温度的升高,衍射峰的强度在增强。

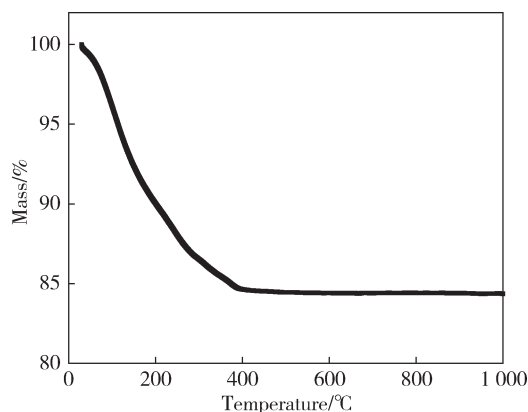
图2 喷雾干燥后 Fe_2O_3 前驱体的TG曲线

Fig. 2 TG curves of iron oxide precursor after spray drying

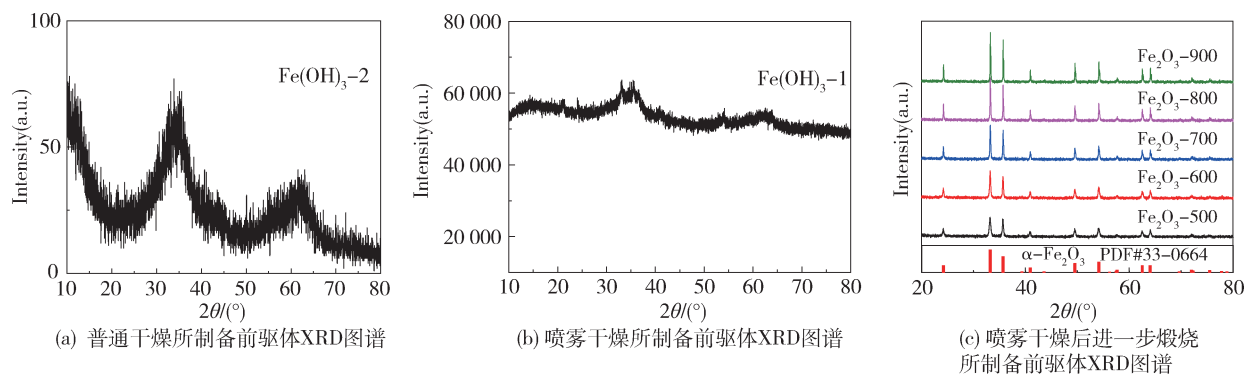


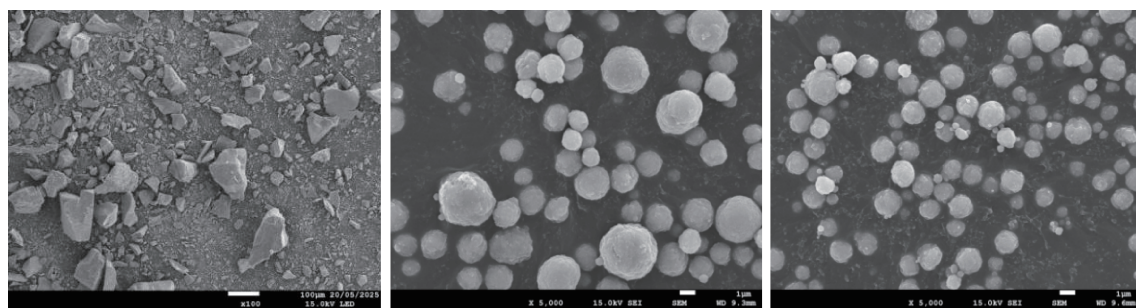
图3 普通干燥、喷雾干燥及喷雾干燥进一步煅烧所制备前驱体的XRD图谱

Fig. 3 XRD patterns of iron oxide precursor after ordinary drying, spray drying and further calcination after spray drying

2.3 氧化铁粉体的形貌和比表面积分析

图4为氧化铁前驱体经普通干燥收集的粉体和经喷雾干燥后收集的一级和二级粉体的SEM图。图4(a)表明,普通干燥所制备前驱物为几十微米的

形貌不规则的块状产物;图4(b,c)表明,喷雾干燥所制备粉体呈球形,有很好的单分散性,一级粉体的粒径约为 $1 \sim 4 \mu\text{m}$,二级粉体的粒径约为 $1 \sim 2 \mu\text{m}$,且二级粉体的粒径分布相比一级粉体更均匀。



(a) 普通干燥所制备的前驱体粉体 (b) 喷雾干燥所制备的一级前驱体粉体 (c) 喷雾干燥所制备的二级前驱体粉体

图4 普通干燥后制备的前驱体粉体及喷雾干燥后收集的一级和二级前驱体粉体的SEM图

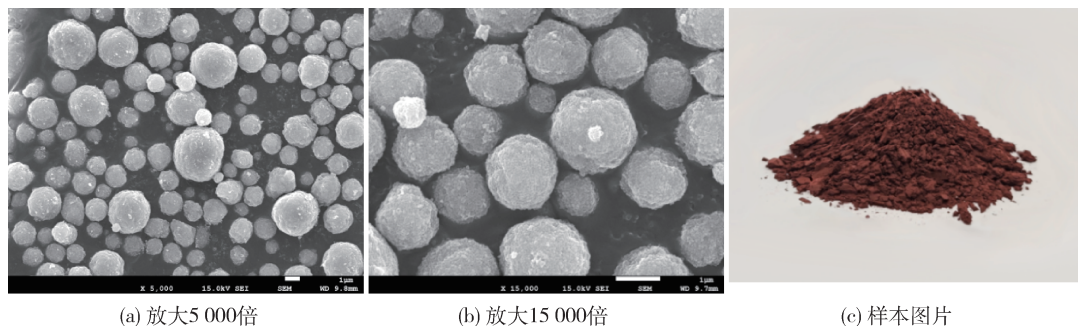
Fig. 4 SEM images of iron oxide precursor after ordinary drying, after spray drying with primary and secondary collection

图5(a,b)为经喷雾干燥后收集的一级粉体在 600°C 下进一步煅烧1 h制备的 Fe_2O_3 粉体的SEM图,图5(a)表明煅烧后所制备粉体仍然呈球形,有很好的单分散性,粉体粒径约为 $1 \sim 4 \mu\text{m}$,但进一步放大观察发现(图5(b)),球表面是由许多小的棒状颗粒所组成。由图5(c)可以看出,所制备 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉体呈红棕色。

图6为不同煅烧温度下所制备的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉体

SEM图。图6表明,随着煅烧温度的升高,由小颗粒组成的球形转变成由棒状再到片状颗粒组成的球形,说明随着温度的升高,多个小颗粒发生了烧结,形成了棒状再到片状结构的转变,且随着温度的升高, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉体颜色由浅变深。

表2列出了不同煅烧温度下 Fe_2O_3 粉体的比表面积,随着煅烧温度的升高,比表面积由 $28.3 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 减小到 $2.54 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 。



(a) 放大5 000倍

(b) 放大15 000倍

(c) 样本图片

图5 经喷雾干燥后收集的一级粉体进一步煅烧制备的 Fe_2O_3 粉体的SEM图和样品图片

Fig. 5 SEM and sample images of Fe_2O_3 powder prepared by further calcination of primary powder collected after spray drying

2.4 沉淀剂种类对粉体物相的影响

此外,探究了 NH_4HCO_3 或 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 沉淀剂对产物物相的影响。图7为沉淀剂分别为 NH_4HCO_3 和 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 两种情况下经沉淀、喷雾干燥和进一步 600°C 煅烧1 h制备产物的XRD谱图。由图7可以看出,与沉淀剂 NaOH 所制备的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉体相比,沉

淀剂 NH_4HCO_3 或 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 所制备的产物为斜方相 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (JCPDS no. 33-0664)和 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (JCPDS no. 39-1346)的混合物^[18],且衍射峰强度有明显减弱,表明沉淀剂为 NH_4HCO_3 或 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 所制备的无定型氢氧化铁在一定温度下脱水可部分转化为 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 。

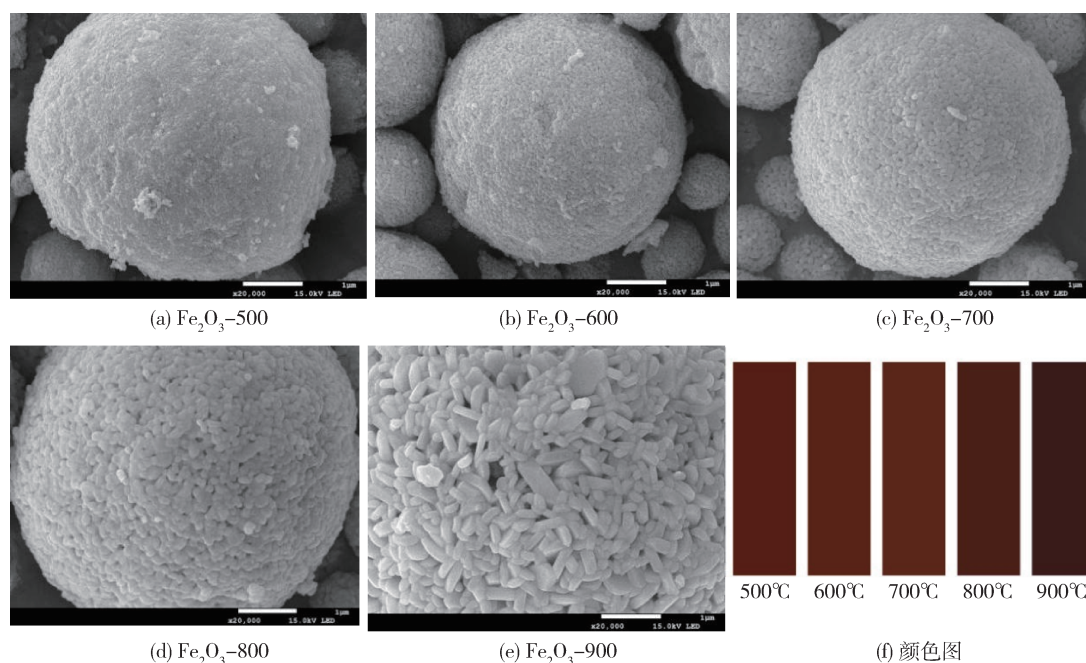
图6 不同煅烧温度制备的 Fe_2O_3 粉体SEM图和颜色图

Fig. 6 SEM images and color images of iron oxide powder prepared at different calcination temperatures

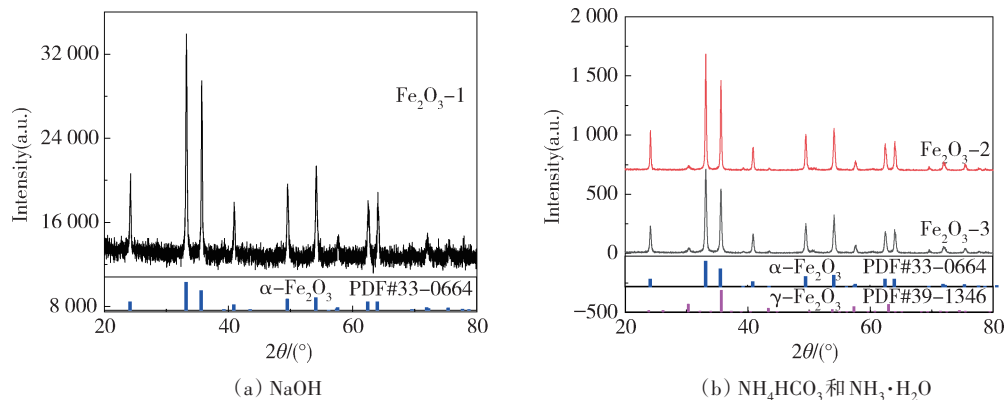
表2 不同煅烧温度制备的 Fe_2O_3 粉体的比表面积Table 2 Specific surface area of Fe_2O_3 powder prepared at different calcination temperatures

样品名称	Fe_2O_3 -500	Fe_2O_3 -600	Fe_2O_3 -700	Fe_2O_3 -800	Fe_2O_3 -900
检测结果/($\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)	28.3	16.9	10.4	5.03	2.54

2.5 铁离子价态对粉体物相的影响

图8为原料溶液中铁离子的价态分别为+3价、+3价:+2价(1:2)、+2价三种情况下经沉淀、喷雾干燥和进一步600℃煅烧1h后所制备产物的XRD谱图。从图可以看出,原料溶液中铁离子的价态为+3

价时,所制备产物为斜方相 α - Fe_2O_3 ,与标准谱图(JCPDS no. 33-0664)基本吻合,且最强衍射峰强度达到32 000以上;当原料溶液中铁离子的价态为+3价:+2价为1:2时,所制备产物仍为斜方相 α - Fe_2O_3 ,与标准谱图(JCPDS no. 33-0664)基本吻合,但衍射峰的强度明显减弱,最强衍射峰强度由32 000降到1 200左右;原料溶液中铁离子的价态为+2价时,所制备产物为斜方相 α - Fe_2O_3 (JCPDS no. 33-0664)和 γ - Fe_2O_3 (JCPDS no. 39-1346)的混合物,最强衍射峰强度为1 100左右,表明原料溶液中铁离子的价态由+3价转变成+2价时,产物衍射峰强度逐渐减弱,

图7 不同沉淀剂制备的 Fe_2O_3 粉体的XRD图谱Fig. 7 XRD patterns of Fe_2O_3 powder prepared with different precipitants

晶型由 α - Fe_2O_3 向 α - Fe_2O_3 和 γ - Fe_2O_3 转变。当向全部为+3价铁溶液中加入NaOH溶液时,与NaOH发生反应生成了 $\text{Fe}(\text{OH})_3$,随后通过喷雾干燥和进一步煅烧生成 α - Fe_2O_3 ^[19]。当向含有部分+2价铁的溶液中加入NaOH溶液时, Fe^{2+} 与NaOH发生反应生产了 $\text{Fe}(\text{OH})_2$,通过喷雾干燥时由于喷雾器携带热空气会使 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 氧化生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3$,进一步煅烧生成

α - Fe_2O_3 。当向全部为+2价铁溶液中加入NaOH溶液时, Fe^{2+} 与NaOH发生反应,生成了 $\text{Fe}(\text{OH})_2$,通过喷雾干燥时由于喷雾器携带热空气会使大部分 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 氧化生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3$,进一步煅烧生成 α - Fe_2O_3 ,但还有少量未被氧化的 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 煅烧生成 γ - Fe_2O_3 ,导致生成 α - Fe_2O_3 和 γ - Fe_2O_3 的混合物^[20]。

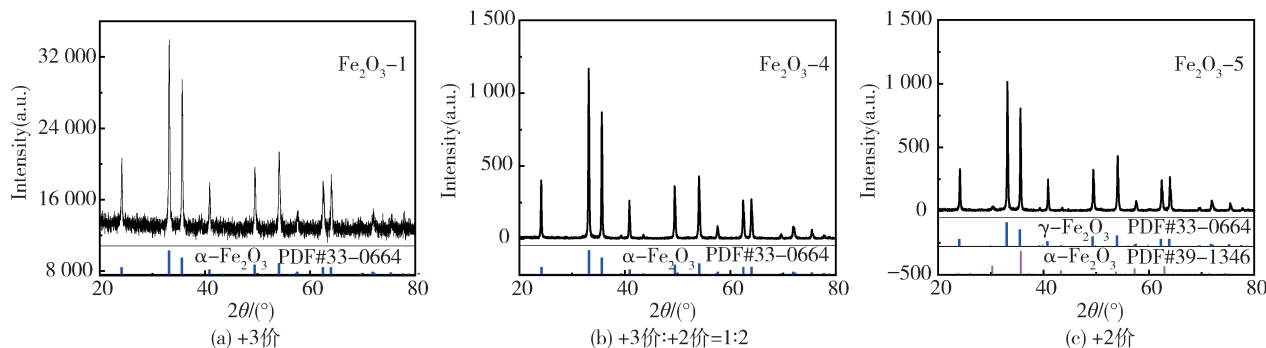


图8 原料溶液不同铁离子价态所制备 Fe_2O_3 粉体的XRD图谱

Fig. 8 XRD patterns of Fe_2O_3 powder prepared from raw material solution with different iron ion valence states

3 结论

本研究以 FeCl_3 和NaOH为原料,采用化学共沉淀法制备氧化铁前驱体,经喷雾干燥与进一步煅烧处理后,成功获得粒径为 $1 \sim 4 \mu\text{m}$ 的球形 α - Fe_2O_3 粉体。综合运用热重分析(TG)、X射线衍射(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)及氮气吸附-脱附等表征手段,系统考察了煅烧温度、沉淀剂种类及前驱液中铁离子初始价态对产物品相、微观形貌与比表面积的影响规律,得到以下主要结论。

1)经喷雾干燥的氧化铁前驱体加热到 500°C 基本分解完全,总失重量约为15.59%。

2)沉淀物经普通干燥和经喷雾干燥后制备的产物均为无定型状态,通过进一步热处理所制备的粉体衍射峰尖锐,为斜方相 α - Fe_2O_3 。

3)氧化铁前驱体经喷雾干燥后收集的粉体呈球形,有很好的单分散性,一级粉体的粒径约为 $1 \sim 4 \mu\text{m}$,二级粉体的粒径约为 $1 \sim 2 \mu\text{m}$ 。进一步煅烧后所制备的粉体仍然呈球形,有很好的单分散性。随着煅烧温度的升高,由小颗粒组成的球形转变成由棒状再到片状颗粒组成的球形;比表面积逐渐减小;且随着温度的升高产物的红棕色由浅变深。

4)与沉淀剂NaOH相比,沉淀剂为 NH_4HCO_3 或 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 制备的产物为 α - Fe_2O_3 和 γ - Fe_2O_3 的混合物,且衍射峰的强度有明显减弱。

5)当原料溶液中铁离子的价态为+3价或+3价和+2价混合存在时,制备的产物为 α - Fe_2O_3 ;当原料溶液中铁离子的价态为+2价时,制备的产物为 α - Fe_2O_3 和 γ - Fe_2O_3 的混合物。

[参考文献]

- [1] 孔祥华,汪君,李欢,等. 络合沉淀法制备球形透明氧化铁黄颜料[J]. 中国涂料, 2006, 21(11): 34-35.
KONG Xianghua, WANG Jun, LI Huan, et al. Preparation of transparent spherical iron oxide pigment by complex precipitation method[J]. China Coatings, 2006, 21(11): 34-35.
- [2] 赵倩,吕伟伟,陈占路,等. α -氧化铁材料的制备及应用进展[J]. 应用化工, 2019, 48(11): 2749-2752.
ZHAO Qian, LYU Weiwei, CHEN Zhanlu, et al. Progress of preparation and application of α - Fe_2O_3 [J]. Applied Chemical Industry, 2019, 48(11): 2749-2752.
- [3] 张雅晴,李军,罗建洪,等. 硫酸亚铁制备高品质氧化铁红的新工艺研究[J]. 无机盐工业, 2013, 45(1): 44-46.
ZHANG Yaqing, LI Jun, LUO Jianhong, et al. Study on new manufacture technology of high quality red iron oxide from ferrous sulfate[J]. Inorganic Chemicals Industry, 2013, 45(1): 44-46.
- [4] 武泽卿,龙海波,于传顺,等. 纳米介孔氧化铁的研究进展[J]. 功能材料, 2024, 55(11): 11048-11053.
WU Zeqing, LONG Haibo, YU Chuanshun, et al. Research

- progress of nano-mesoporous iron oxides [J]. Journal of Functional Materials, 2024, 55(11):11048-11053.
- [5] 林治华. 氧化铁颜料综述[J]. 上海染料, 2024, 52(1):35-37.
LIN Zhihua. Review of iron oxide pigments [J]. Shanghai Dyestuffs, 2024, 52(1):35-37.
- [6] 梁绪树, 程帅, 孙体昌, 等. 氨法制备氧化铁红晶种影响因素研究[J]. 金属矿山, 2011(4):77-82.
LIANG Xushu, CHENG Shuai, SUN Tichang, et al. Study on influencing factors in preparation of iron oxide red seed with ammonium process[J]. Metal Mine, 2011(4):77-82.
- [7] 张斌, 韩宇霞, 赵斯琴, 等. 纳米 γ -氧化铁的制备及其吸附性能研究[J]. 无机盐工业, 2019, 51(6): 76-79.
ZHANG Bin, HAN Yuxia, ZHAO Siqin, et al. Preparation of γ - Fe_2O_3 nanoparticles and its adsorption properties [J]. Inorganic Chemicals Industry, 2019, 51(6): 76-79.
- [8] 费明, 刘发平, 陈刘. 氧化铁红的制备方法及其在涂料中的应用探讨[J]. 百科论坛电子杂志, 2020(15):1696.
FEI Ming, LIU Faping, CHEN Liu. Discussion on the preparation methods of iron oxide red and its application in coatings[J]. Encyclopedic Forum, 2020(15):1696.
- [9] 吴文军, 韩召, 张福元, 等. 高纯纳米氧化铁的制备[J]. 中国粉体技术, 2024, 30(1): 56-65.
WU Wenjun, HAN Zhao, ZHANG Fuyuan, et al. Preparation of high-purity nano-iron oxide [J]. China Powder Science and Technology, 2024, 30(1): 56-65.
- [10] 刘成龙, 李艳, 梁浩, 等. 基于环境友好的酸浸煤矸石制备 α -氧化铁研究[J]. 无机盐工业, 2018, 50(12): 64-67.
LIU Chenglong, LI Yan, LIANG Hao, et al. Preparation of α - Fe_2O_3 products based on environmentally friendly acid leaching of coal gangue [J]. Inorganic Chemicals Industry, 2018, 50(12): 64-67.
- [11] 李强, 程晓丽, 高山, 等. 椭圆形 α - Fe_2O_3 纳米薄膜的制备与气敏性能[J]. 应用化学, 2003, 20(8):794-796.
LI Qiang, CHENG Xiaoli, GAO Shan, et al. Preparation and gas-sensing properties of ellipsoidal shaped α - Fe_2O_3 nano-films [J]. Chinese Journal of Applied Chemistry, 2003, 20(8): 794-796.
- [12] 邱春喜, 姜继森, 赵振杰, 等. 固相法制备理 α - Fe_2O_3 纳米粒子[J]. 无机材料学报, 2001, 16(5): 957-960.
QIU Chunxi, JIANG Jisen, ZHAO Zhenjie, et al. Solid-phase synthesis of nanophase α - Fe_2O_3 particle [J]. Journal of Inorganic Materials, 2001, 16(5): 957-960.
- [13] 许小荣, 李建芬, 肖波, 等. 均匀沉淀法制备纳米氧化铁及工艺优化[J]. 无机盐工业, 2009, 41(6): 14-16.
XU Xiaorong, LI Jianfen, XIAO Bo, et al. Preparation and process optimization of nano-sized ferric oxide by homogeneous precipitation method [J]. Inorganic Chemicals Industry, 2009, 41(6): 14-16.
- [14] 景志红, 王燕, 吴世华. 不同形态的 α - Fe_2O_3 纳米粉体的水热合成、表征及其磁性研究[J]. 无机化学学报, 2005, 21(1): 145-148.
JING Zhihong, WANG Yan, WU Shihua. Hydrothermal synthesis, characterization and magnetic studies on various morphological hematite nanopowders [J]. Chinese Journal of Inorganic Chemistry, 2005, 21(1): 145-148.
- [15] 杜凯, 张卓玲, 李婷华, 等. 氧化铁纳米颗粒的制备方法及其在肿瘤诊疗中的应用[J]. 中国生物医学工程学报, 2025, 44(2): 241-256.
DU Kai, ZHANG Zhuoling, LI Tinghua, et al. Iron oxide nanoparticle: preparation and application in tumor diagnosis and treatment [J]. Chinese Journal of Biomedical Engineering, 2025, 44(2): 241-256.
- [16] 任根宽, 罗欣, 朱登磊, 等. 固相还原法制备纳米氧化铁热力学分析及其实验研究[J]. 无机盐工业, 2025, 57(4): 73-78.
REN Genkuan, LUO Xin, ZHU Denglei, et al. Thermodynamic analysis and experiment research on preparation of α - Fe_2O_3 nanoparticles by solid-phase reduction method [J]. Inorganic Chemicals Industry, 2025, 57(4): 73-78.
- [17] 郝素菊, 高一策, 蒋武锋, 等. 一种新型球状纳米氧化铁的制备[J]. 材料研究学报, 2022, 36(12): 887-892.
HAO Suju, GAO Yice, JIANG Wufeng, et al. Preparation of a novel spherical nano-sized iron oxide [J]. Chinese Journal of Materials Research, 2022, 36(12): 887-892.
- [18] 蒋周, 李鹏, 闫炳基, 等. 基于铜渣制备 γ - Fe_2O_3 及其光催化-降解性能研究[J]. 中国有色冶金, 2023, 52(4):88-96.
JIANG Zhou, LI Peng, YAN Bingji, et al. Preparation and photocatalytic-degradation property of γ - Fe_2O_3 based on copper slag[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2023, 52(4):88-96.
- [19] 范景莲, 成会朝, 马运柱, 等. 纳米/超细氧化铁粉末制备技术的研究[J]. 粉末冶金技术, 2025, 23(3): 229-232.
FAN Jinglian, CHENG Huichao, MA Yunzhu, et al. Synthesis techniques of iron oxide nanopowder [J]. Powder Metallurgy Technology, 2025, 23(3): 229-232.
- [20] 岳明, 孙宁磊, 邹兴, 等. 锌浸出液三价铁直接水解赤铁矿法除铁的探讨[J]. 中国有色冶金, 2012, 41(4): 80-85.
YUE Ming, SUN Ninglei, ZOU Xing, et al. The discussion on hydrolysis precipitation of ferric oxide directly from ferric-ion rich zinc leachate [J]. China Nonferrous Metallurgy, 2012, 41(4):80-85.

Preparation of micron-sized spherical α - Fe_2O_3 powder

LI Xiaoyan, TENG Teng, SUN Hangyu, XI Senliang, LIU Jun

(China ENFI Engineering Corporation, Beijing 100038, China)

Abstract: The α - Fe_2O_3 powder prepared by traditional methods exhibits poor dispersibility, irregular morphology, and imposes high demands on equipment and operational requirements. The precursor of iron oxide was prepared by coprecipitation method using FeCl_3 and NaOH as raw materials, and spherical α - Fe_2O_3 powder with a particle size of $1 \sim 4 \mu\text{m}$ was prepared by spray drying and further calcination. The samples were characterized by TG, XRD, SEM and Nitrogen adsorption-desorption. The effects of calcination temperatures, types of precipitants and valence state of iron ions in the raw material solution on the phase, morphology and specific surface area of the products were analyzed in systematically. The results showed that the precursor of iron oxide was amorphous after spray drying, and the total weight loss of the precursor after further calcination was about 15.59%, accompanied by the dehydration of the precursor of iron oxide precursor to produce iron oxide. As the calcination temperature increased, the intensity of the diffraction peak of iron oxide increased, the specific surface area decreased, and the surface of the spherical product changed from many small particles to rod-shaped and then to sheet-like particles, indicating sintering between particles. The reddish brown product changed from light to dark. When the precipitant was ammonium bicarbonate or ammonia water, the product was a mixture of α - Fe_2O_3 and γ - Fe_2O_3 . When the valence state of iron ions in the raw material solution changed from +3 to +2, the prepared product transformed from a single α - Fe_2O_3 phase to a mixture of α - Fe_2O_3 and γ - Fe_2O_3 .

Key words: spherical α - Fe_2O_3 ; chemical co-precipitation method; spray drying; calcination; precipitant; iron ion valence state

我国锑冶炼行业低温余热利用实现零的突破

4月18日,湖南省冷水江市锡矿山闪星锑业有限责任公司(以下简称“锡矿山锑业”)锑冶炼低温低压余热回收发电与循环利用项目成功实现试运行并网。截至5月18日,该项目已安全稳定运行满1个月,各项设备运行平稳、参数正常,低温余热回收利用效果显著,标志着我国锑冶炼行业在低温余热规模化回收利用领域实现零的突破,为行业绿色低碳转型树立了新标杆。

该项目由锡矿山闪星锑业有限责任公司与湖南仕格华欧能源科技有限公司合作建设,2025年6月正式启动,2026年4月建成投试。该项目精准聚焦锑冶炼过程中低温低压蒸汽回收的行业难题,打破低温余热“无回收价值”的传统认知,以技术创新破解利用瓶颈,成功实现余热的资源化高效利用。该项目采用低温低压全凝式汽轮发电机组,配套先进的气凝胶保温工艺与数字孪生智慧管控系统,构建起“余热回收—发电—循环利用”的完整产业链,所发电量直接回用于锑冶炼生产,真正做到“变废为宝”。

目前,该项目在试运行期间发电量已达300千瓦时/小时。全面投运后,预计年发电量600万千瓦时,年回收冷凝水6万吨,年创造经济效益约450万元,水处理成本降低90%以上,兼具节能、节水、增效等多重显著效益,为全国同类锑冶炼企业提供了可复制、可推广的技术路径与实践经验,有力推动了有色金属冶炼行业的绿色高质量发展。

(资料来源:中国有色金属报)