

2. 实验部分

2.1实验原料和试剂

2.1.1实验原料

实验所用的凹凸棒粘土原产地为甘肃靖远，原矿经烘干水洗，再烘干后研磨，过200目筛，外观呈砖色粉状，其主要成分为非品质SiO₂。

2.1.2实验试剂

实验所用药品有苯酚(1.0g/L)、4-氨基安替比林、铁氰化钾、氨水(NH₃.H₂O)、氯化铵、氢氧化钠、盐酸、溴代十六烷基吡啶、十二烷基磺酸钠、四丁基溴化铵。实验所用主要试剂见表2.1。

表2.1试验试剂

药品名称	规格	生产厂商
溴代十六烷基吡啶	分析纯(AR)	天津市化学试剂第六二厂三分厂
盐酸(HCL)	分析纯(AR)	天津市化学试剂六厂三分厂
苯酚	分析纯(AR)	北京化学试剂二厂
氨水(NH ₃ .H ₂ O)	分析纯(AR)	天津市化学试剂六厂三分厂
4-氨基安替比林	分析纯(AR)	上海试剂一厂
氢氧化钠	分析纯(AR)	天津市化学试剂六厂三分厂
铁氰化钾	分析纯(AR)	天津市化学试剂四厂
氯化铵	分析纯(AR)	天津市大茂化学试剂厂

2.1.3实验所用药品的配置

所用药品配置方法如下：

- (1) 苯酚标准储备液: 称取0.5g无色苯酚溶于蒸馏水，定容至500ml，配成浓度为 1g/L 苯酚无色溶液，备用。
- (2) 氨缓冲溶液：称取20g NH₄Cl白色固体溶于100ml的氨水中配成pH[^]10的氨缓冲溶液，备用。
- (3) 安替比林溶液：称取2g淡黄色安替比林固体粉末溶于蒸馏水，定容至100ml，配成质量浓度为20%的浅黄色溶液。
- (4) 铁氰化钾溶液: 称取8g铁氰化钾红色颗粒溶于92ml的蒸馏水中，配成质量浓度为 8%的铁氰化钾溶液。

(5) 盐酸溶液：量取10ml的分析纯盐酸溶液加入10ml蒸馏水，配成pH[^]2的盐酸 溶液。

(6)氢氧化钠溶液：称取一定量的氢氧化钠固体，加入定量的蒸馏水，配成pH[^]10 的氢氧化钠溶液。

2.2实验仪器设备

实验所用仪器有分光光度仪、恒温振荡器、低速离心机、电热恒温鼓风干燥箱、玻璃仪器气流烘干器、电子分析天平。试验主要设备见表2.2。

表2.2实验所用仪器

仪器名称	型号	生产厂家
分光光度仪	722s	上海精密科学仪器有限公司
恒温振荡器	THZ-82	国华企业
低速离心机	TDL80-2B	
电热恒温鼓风干燥箱	DHG-9626A	上海精宏实验设备有限公司
电子分析天平	FA1004N	
玻璃仪器气流烘干器		巩义市英峪予华仪器厂

2.3实验方法

2.3.1吸附剂的制备

取凹凸棒土若干克，用200目的筛子进行筛分。分别称取0.02g, 0.04g, 0.06g, 0.085g, 0.11g, 0.135g漠代十六烷基吡啶(C₂₁H₃₈NBr)溶解到25ml水中，在30℃下放于恒温 振荡器中充分搅拌使其溶解。然后称上述土样1g加入其中，在80C下放于恒温振荡器 (r=170r/min)中充分搅拌分散6h, 再将该体系静置1h, 然后将其离心清洗，倒掉上清液， 重复三次，将所得的有机改性土置于烘箱中于80C下烘干，经研磨即可得到疏松的砖红 色固体粉末，将制备好的有机土放到干燥器中，备用。

2.3.2吸附实验流程

准确称取一定量吸附剂于100mL具塞锥形瓶中，再加入苯酚溶液10mL。在一定温 度下震荡一定时间，对悬浮液离心分离，测定上清液中残留苯酚的浓度。由式2.1)计 算。

$$Q = \frac{V(C_0 - C)}{m}$$

2.1

式中： Q —吸附剂的吸附量 (mg/g)；
C₀ —苯酚溶液的初始浓度（mg/L）；
C —苯酚溶液的剩余浓度（mg/L）；
m —吸附剂的质量（mg）。

2.3.3测定方法

实验中苯酚的分析测定采用安替比林分光光度法测定。在微碱性条件下以铁氰化钾为显色剂，在波长510nm处测定吸光度，由此确定溶液中苯酚的浓度。

2.3.4标准曲线的绘制

取数支50mL具塞比色管，分别加入苯酚（10mg/L）溶液0.50、1.00、3.00、5.00、 7.00、10.00、12.50mL，向比色管中加适量水，再加入氨缓冲溶液0.5mL后混匀，再加 安替比林1.0mL混匀，再加铁氰化钾1.0ml混匀，然后加蒸馏水至25mL刻度线，放置 15min。在 722s分光光度计上用10mm比色皿，于510nm波长处，以空白溶液为参比， 测量吸光度。结果见表2.3。

以苯酚的含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线，如图2-1所示。可见， 吸光度和浓度之间有良好的线性关系，线性相关系数R₂=0.9996，直线方程为y=0.0295x+0.0016。

表2.3不同浓度溶液的吸光度

苯酚量（g）	5	10	30	50	70	100	125
吸光度A	0.015	0.032	0.096	0.147	0.206	0.296	0.372

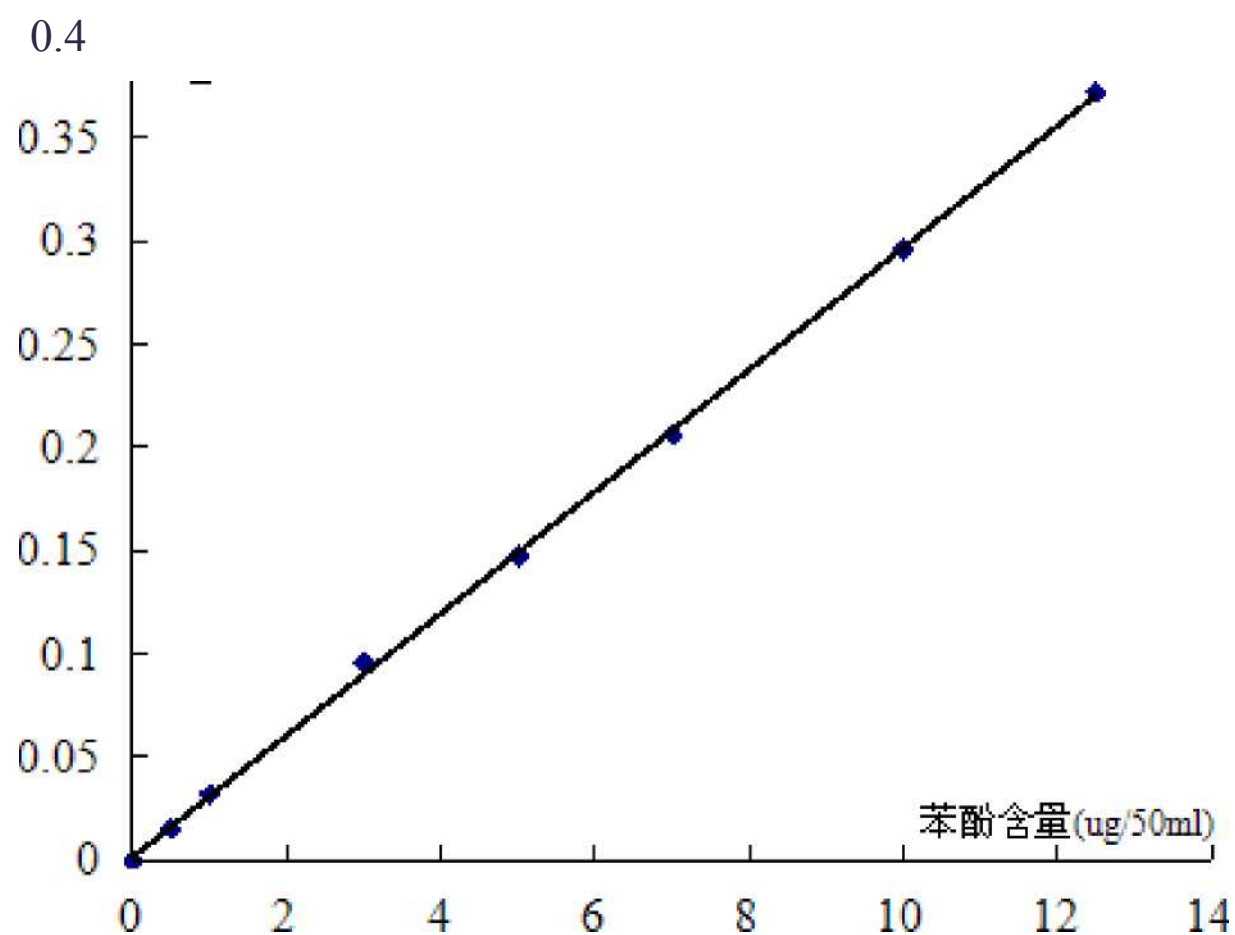


图2-1苯酚吸附标准曲线

3. 结果与讨论

3.1改性剂用量的影响

分别取改性以后的不同配比的吸附剂(见表3.2) 0.2g于100ml的三口瓶中，移取 1g/L 的苯酚储备液5ml加蒸馏水稀释至100ml(苯酚浓度为50mg/L) 定容，用10ml移 液管分别移取浓度为50mg/L的苯酚溶液10ml于上述三口瓶中，在30℃下放于恒温振 荡器($r=140r/min$) 中充分搅拌分散40min，静止10min后，离心。然后取离心后的上清液 2ml, 显色，显色方法与标准吸附线的测定相同。向比色管中加适量水，再加入、氨缓 冲溶液0.5mL后混匀，再加安替比林1.0mL混匀，再加铁氰化钾1.0ml混匀，然后加蒸 馏水至50mL刻度线，放置 15min。在 722s分光光度计上用10mm比色皿，于510nm 波长处，以空白溶液为参比，测量 吸光度。并计算其吸附后的苯酚浓度C (mg/L)，及 吸附量Q (mg/g)，其结果见表3.1，吸 附剂的配比与吸附量的关系如图3-1。

表3.1改性剂的量对吸附的影响

T=30C		苯酚初始浓度(C节50mg/L)		吸附平衡时间T=40min		
改性剂量毗	吸附剂质	苯酚体	上清液体	吸光度A	平衡浓度	吸附量Q

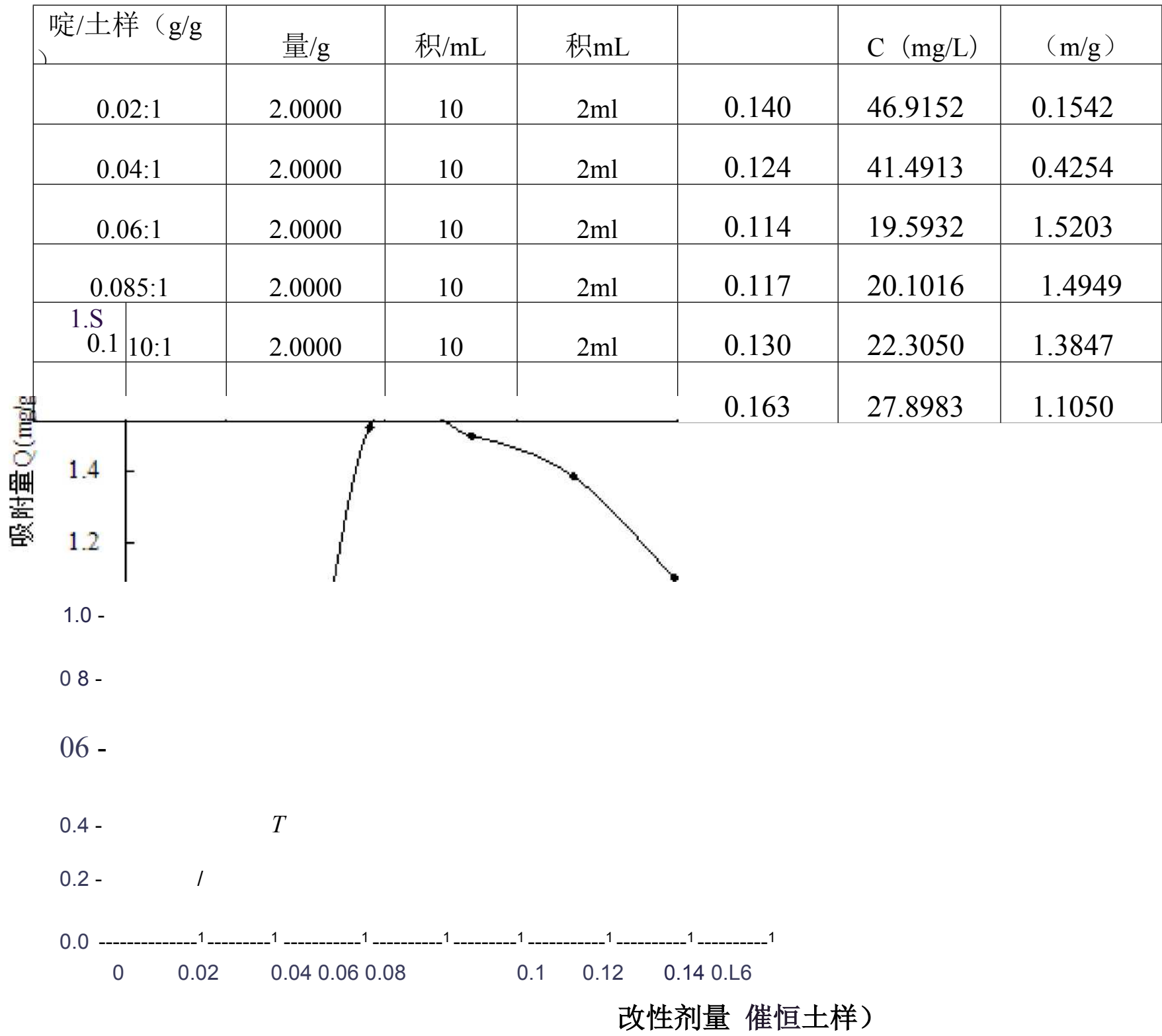


图3-1改性剂量对 [⊙附的影响 (D. 2g土样)

由表3.1和图3-1可以看出，当改性剂的量比较小时，随着改性剂的量的增加，吸附 量迅速增加，当改性剂的量与凹凸棒土的质量比为0.07:1左右时吸附量最大，超过一定 配比时吸附量反而会缓缓降低。出现这种现象可能是由于（1）阳离子表面活性剂主要通过离子交换吸附与凹凸棒土发生作用，大分子量有机基团取代了原有的无机阳离子，凹凸棒土颗粒表面也因各种活性中心的存在而吸附一部分有机物，凹凸棒土表面的负电性也产生对有机阳离子的吸附，从而使大分子有机物覆盖于凹凸棒土的表面，生成凹凸棒土一有机表面活性剂复体，同时晶格内外的部分结晶水和吸附水被有机物取代，从而改善了凹凸棒土的疏水性，将无机凹凸棒土改性成为具有亲油性的有机凹凸棒土，增强了去除有机污染物的能力。但是随着季按盐加入量的增加凹凸棒土可出现超当量的离子吸附，超当量吸附的有机阳离子可通过范德华力在凹凸棒土表面形成“双重层”而使外层表面活性剂亲水基朝外，反而导致疏油性增加，从而使得去除苯酚污染物的能力不再增

强 [18, 25] 。(2)改性剂产生解吸的缘故，与原凹凸中的电荷量有关 [26]。故本实验选0.07：1 的配比作为改性剂的最佳配比，扩大10倍进行再次改性，改性后土样放在干燥箱中备用。

3.2吸附剂用量的影响

取一定量的吸附剂在室温下吸附50mg/L的苯酚溶液10ml，吸附时间为40min时， 取清液2mL测定其吸光度，考察吸附剂用量对吸附效果的影响。清液的浓度和吸附量 与吸附剂量的关系见表3.1和图3-2。

.57.6

表3.2吸附剂的量对吸附的影响

T=30℃		苯酚初始浓度(C节50mg/L)		吸附平衡时间T=40min		
吸附剂质 量(g)	改性剂量毗 啶 / 土样(g/g)	苯酚体 积(mL)	上清液体 积(mL)	吸光度A	平衡浓度 Ce(mg/L)	吸附量Q (m/g)
0.1	0.06:1	10	2ml	0.276	46.50847	0.3491
0.2	0.06:1	10	2ml	0.225	37.86441	0.6068
0.3	0.06:1	10	2ml	0.169	28.37288	0.7209
0.5	0.06:1	10	2ml	0.11	18.37288	0.6325

D.5 -

D.4 -

03 -

D.2 -----1 -----1 -----1 -----1 -----1 -----1
0 0.1 02 03 0.4 0.5 0.6

吸附剂童（曹圪土样）

图3T吸附剂昼对吸附的影响

由图3-2可知，当凹凸棒土的添加量较少时，增加凹凸棒土用量，对苯酚吸附量明显上升，但是当添加量达到0.3g时，继续增加凹凸棒土用量，吸附量不再增加。这是

由于凹凸棒土用量达到一定数值时，苯酚与凹凸棒土之间达到吸附平衡，所以继续增加 凹凸棒土，对苯酚的吸附也无明显的提高，而且随着凹凸棒土添加改性四凸棒土吸附微 污染源水中苯酚性能的实验研究量的增加，单位吸附量明显下降。综合考虑去除率、 单位吸附量、成本等因素，改性凹凸棒土的用量定为0.3g。

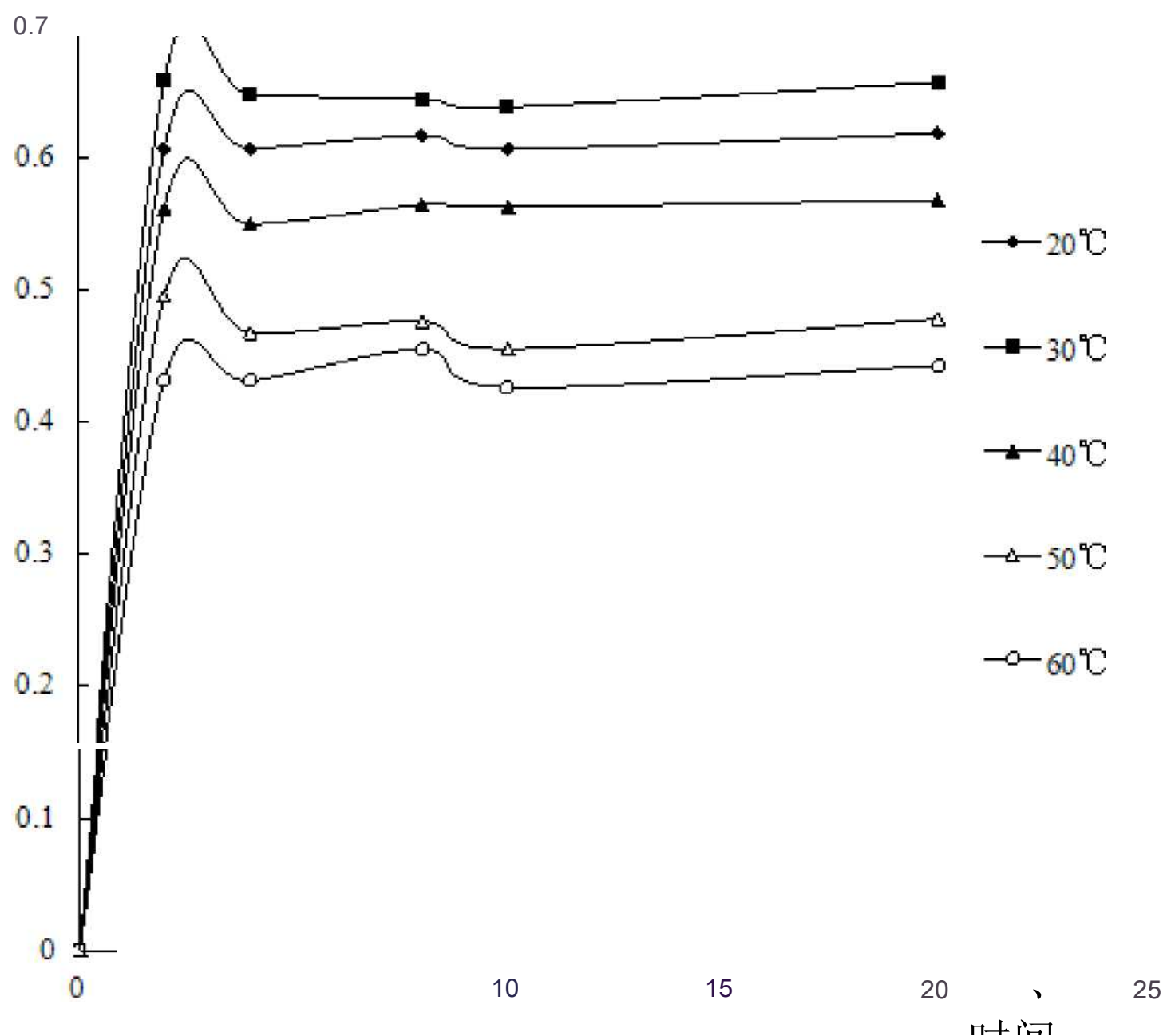
3.3吸附时间的影响

当苯酚溶液的初始浓度为50mg/L时，分别在20、30、40、50、60、 的温度下测吸附时间对吸附量的影响如表3.3和图3-3。。

表3.3时间对吸附的影响

温度T/r 时间/min		吸附剂质 量/g	吸光度 A	吸附后浓 度 /C _t (mg/L)	吸附量 Q _t /(mg/g)	t/Q _t	
T=20 ° C	2	0.3001	0.189	31.7627	0.6077	3.2911	
	4	0.3002	0.189	31.7627	0.6075	6.5843	
	6	0.3008	0.187	31.4237	0.6176	12.9542	
	8	0.3002	0.189	31.7627	0.6075	16.4608	
	10	0.3000	0.187	31.4237	0.6192	32.2993	
	20	0.3001	0.189	31.7627	0.6077	3.2911	
T=30 C	2	0.3049	0.165	27.6949	0.7316	2.7339	
	4	0.2994	0.165	27.6949	0.7450	5.3692	
	6	0.3009	0.159	26.6779	0.7751	10.3216	
	8	0.2985	0.167	28.0339	0.7359	13.5891	
	10	0.3003	0.167	28.0339	0.7315	27.3421	
	20	0.3049	0.165	27.6949	0.7316	2.7339	
T=40 C	2	0.2972	0.189	31.7627	0.6136	3.2593	
	4	0.3067	0.192	32.2712	0.5781	6.9198	
	6	0.3047	0.191	32.1017	0.5874	13.6192	
	8	0.2996	0.197	33.1186	0.5635	17.7474	
	10	0.2997	0.199	33.4576	0.5520	36.2342	
	20	0.2972	0.189	31.7627	0.6136	3.2593	
T=50 C	2	0.2995	0.214	36.0000	0.4674	4.2786	
	4	0.2990	0.211	35.4915	0.4852	8.2435	
	6	0.3006	0.207	34.8136	0.5052	15.8352	
	8	0.2996	0.212	35.6610	0.4786	20.8941	
	10	0.2995	0.209	35.1525	0.4957	40.3436	
	20	0.2995	0.214	36.0000	0.4674	4.2786	
T=60 C	2	0.3001	0.223	37.5254	0.4157	4.8114	
	4	0.3008	0.210	35.3220	0.4880	8.1973	
	6	0.2998	0.207	34.8136	0.5066	15.7930	
	8	0.3003	0.210	35.3220	0.4888	20.4592	

	10	0.3001	0.206	34.6441	0.5117	39.0859	
	20	0.3001	0.223	37.5254	0.4157	4.8114	



E3-3时间对吸附的影响

由图3-3可以看出，在吸附的初始阶段，PBC改性凹凸棒土对苯酚的吸附量随着时间的延长迅速提高，3min左右吸附去除率达到最大，此后趋于稳定，说明吸附基本达到了平衡，再延长吸附时间，吸附去除率不再增加。对此现象可以认为是PBC改性凹凸棒土具有快速吸附的有机层，在吸附初始阶段，苯酚快速吸附在有机层的表层，但由于吸附不牢固，苯酚可能解析出来，从而导致吸附量在达到最大后又略有下降，随着时间的推移，苯酚从有机表层向内部扩散而逐渐达到稳定【25】。

3.4 pH对吸附的影响

称取一定量的NaOH固体，配成pH大约为11的溶液20ml，配成1:1的盐酸溶液10ml，将配置好的酸液和碱液作为pH的调节剂。同样在表面活性剂总质量与坡缕石的质量比为0.07:1的条件下制得的吸附剂6g，考察不同pH值对苯酚的吸附容量的影响(图3.3)。

表3.4 pH对吸附的影响

苯酚初始浓度($C_0=50\text{mg/L}$)	吸附平衡时间 $T=40\text{min}$	改性剂的配比0.07:1
苯酚的体积10ml	上清液体积2ml	

pH值	2.66	3.72	5.33	6.86	8.05	9.41	10.13
吸附剂质量/g	0.3007	0.3008	0.3006	0.2997	0.3007	0.3007	0.3000
吸光度A	0.201	0.198	0.178	0.170	0.168	0.169	0.172
吸附后浓度mg/L	33.7966	33.2881	29.8983	28.5424	28.2034	28.3729	28.8814
吸附量mg/g	0.5389	0.5556	0.6687	0.7160	0.7249	0.7192	0.7040

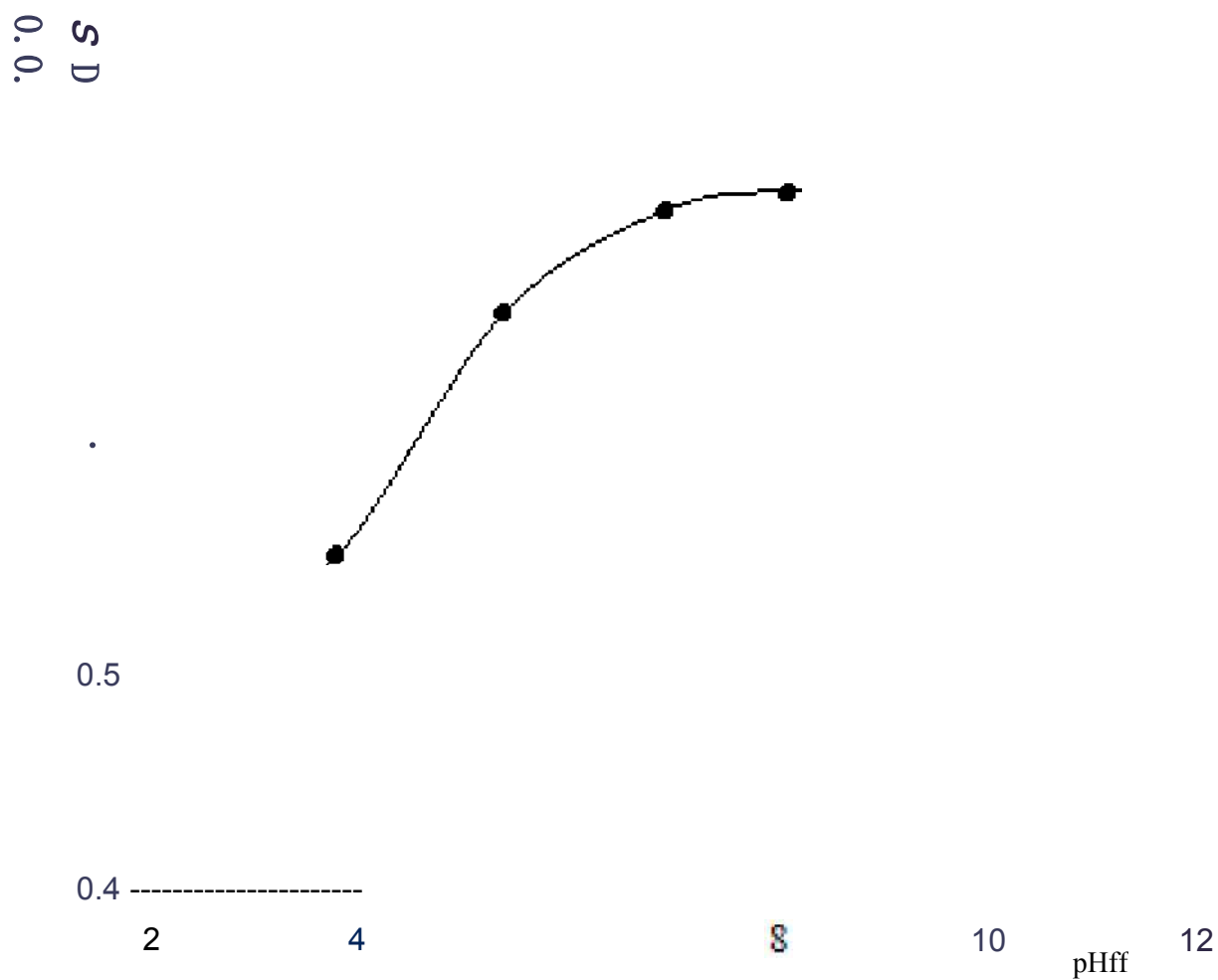


图3-4 pH对吸附的影响

由图3-4可知，在其它吸附条件相同时，pH值对CPB改性土吸附去除苯酚的影响比较明显，吸附量在pH为2—4时变化很小，pH在6—8时则显著增加，pH为8左右接近最大值。

邻硝基苯酚可看作一种弱酸($pK_a=7.15$)，当 $pH < pK_a$ 时，其主要以中性分子形式存在，邻硝基苯酚在CPB改性土上的吸附机制主要是分配作用；在 $pH > pK_a$ 时，邻硝基苯酚则主要以阴离子形式存在，其在CPB改性土上的吸附除分配作用以外，还有CPB改性土上因疏水作用而结合的CPB有机阳离子对苯酚阴离子的静电吸附作用，从而大大提高了苯酚的吸附作用。

3.5温度的影响 吸附等温线

分别称取0.3g定量吸附剂在室温下吸附50mg/L的苯酚溶液10ml，吸附时间为10min，取一定体积上清液测定其吸光度，考察在不同的苯酚初始浓度条件下，温度对吸附效果的影响。清液的浓度和吸附量及吸附剂量的关系见表3.4 和图3-5。由此可以看出，（1）在一定的浓度范围内随着苯酚初始浓度的增加吸

附量呈上升趋势。当浓度增加到一定程度时吸附量基本恒定。（2）在温度低于 30℃时随着温度的身高，平衡吸附量上升。当温度超过30℃时 随温度的升高， 平衡吸附量稍微降低。

表3.5 温度对吸附的影响

苯酚初始浓度（C₀=50mg/L） 吸附平衡时间T=40min 改性剂的配比0.07:1
苯酚的体积10ml 上清液体积2ml

温度T/C 浓 度 (mg/L)		吸附 剂质 量/g	上清 液体 积 /mL	吸光 度A	平衡浓 度 /C _e (mg/ L)	吸附量 /(mg/g)	lnQ	lnC	1/Q	1/c
20 C	20	0.3004	4	0.152	12.7457	0.2415	-1.4209	2.5452	4.1410	0.0785
	40	0.2999	2	0.154	25.8305	0.4725	-0.7497	3.2516	2.1165	0.0387
	60	0.3003	2	0.232	39.0508	0.6976	-0.3600	3.6649	1.4335	0.0256
	80	0.3004	1	0.163	54.7118	0.8418	-0.1721	4.0021	1.1879	0.0183
	100	0.3003	1	0.195	65.5593	1.1469	0.1370	4.1830	0.8719	0.0153
	150	0.2999	1	0.289	97.4237	1.7531	0.5614	4.5791	0.5704	0.0103
	200	0.3003	0.5	0.188	126.372	2.4518	0.8968	4.8392	0.4079	0.0079
30 C	20	0.3004	4	0.152	12.7457	0.2415	-1.4209	2.5452	4.1410	0.0785
	40	0.2999	2	0.156	26.1694	0.4612	-0.7739	3.2646	2.1684	0.0382
	60	0.3001	2	0.243	40.9152	0.6359	-0.4526	3.7115	1.5725	0.0244
	80	0.2998	1	0.163	54.7118	0.8435	-0.1701	4.0021	1.1855	0.0183
	100	0.2998	1	0.195	65.5593	1.1488	0.1387	4.1830	0.8705	0.0153
	150	0.3001	1	0.285	96.0677	1.7971	0.5861	4.5651	0.5564	0.0104
	200	0.2997	0.5	0.211	141.966	1.9364	0.6608	4.9556	0.5164	0.0070
40 C	20	0.2995	4	0.154	12.9152	0.2366	-1.4415	2.5584	4.2274	0.0774
	60	0.2999	2	0.242	40.7457	0.6420	-0.4431	3.7074	1.5576	0.0245
	100	0.3007	1	0.203	68.2711	1.0552	0.0536	4.2235	0.9477	0.0146
	150	0.3006	1	0.31	104.542	1.5122	0.4135	4.6496	0.6613	0.0096
	200	0.2995	0.5	0.216	145.355	1.8245	0.6013	4.9792	0.5481	0.0069
50 C	20	0.3013	4	0.163	13.6779	0.2098	-1.5614	2.6158	4.7659	0.0731
	40	0.3009	2	0.17	28.5423	0.3708	-0.9921	3.3514	2.6969	0.0350
	60	0.3008	2	0.252	42.4406	0.5838	-0.5382	3.7481	1.7131	0.0236

	80	0.3003	2	0.34	57.3559	0.7540	-0.2822	4.0493	1.3262	0.0174
	100	0.2995	1	0.214	72.0000	0.9349	-0.0673	4.2767	1.0696	0.0139
	150	0.3039	1	0.317	106.915	1.4177	0.3490	4.6720	0.7054	0.0094
	200	0.3076	0.5	0.219	147.389	1.7103	0.5366	4.9931	0.5847	0.0068
60 C	20	0.2996	4	0.16	12.7457	0.2195	-1.5163	2.5970	4.5558	0.0745
	40	0.2999	2	0.169	25.8305	0.3877	-0.9475	3.3454	2.5793	0.0352
	60	0.3000	2	0.258	39.0508	0.5514	-0.5952	3.7718	1.8135	0.0230
	80	0.3000	2	0.34	54.7118	0.7548	-0.2812	4.0493	1.3249	0.0174
	100	0.3000	1	0.208	65.5593	1.0011	0.0011	4.2480	0.9989	0.0143
	150	0.2997	1	0.314	97.4237	1.4715	0.3863	4.6625	0.6796	0.0094
	200	0.3002	0.5	0.218	146.712	1.7751	0.5738	4.9885	0.5634	0.0068

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：
<https://d.book118.com/818026062035006053>