

出滤纸, 自来水漂洗数分钟, 于两张滤纸中间吸去水, 烘干。这样就制得六六六含量为 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10, 0.12, 0.15, 0.18, 0.20 微克的一套标准色阶, 很稳定, 可保存一年左右。每次做样前先用 5 微升去离子水做空白试验, 环圈不显色时再做样品。

3. 测定结果验证 为了确定此法的准确度, 证明有机氯分解是否完全。我们用氯化钠* 作基准物质, 配成浓度为 0.12 微克/微升的标准液(工作液为 0.012 微克/微升), 做成一标准色阶, 计算出 Cl^- 的含量, 再与六六六(或 DDT)色阶对比, 计算 Cl^- 的检出量, 结果列于表 1, 从表中看出低浓度时检出 Cl^- 含量与理论值较接近, 证明此方法较准确。

四、土壤中有机氯农药残留量的测定示例

称取干燥研细的土壤样品 300 克, 装入索氏萃取器中, 用 300 毫升无水苯抽提 14 小时, 回收溶剂至 10 毫升左右, 将浓缩液转移到 50 毫升分液漏斗中, 加入 10 毫升浓硫酸充分振摇, 除去有机物, 分出苯液, 酸层再以 10 毫升苯洗涤一次, 合并苯液, 蒸除溶剂至 2 毫升, 加入 10 毫升二甲苯与 0.2 克钠粒, 按前述方法处理, 定容至 50 毫升进行环炉测定, 结果见表 2。从测定结果看是符合实际的。02 样因位于关山

深山区, 为新开垦的药场, 未受到污染, 所以未检出。

表 2 土壤中有有机氯农药残留量的测定数据

说明 样号	采样地点	使用农药历史	六六六测定含量 (ppm)
01	陇县关山公社 蜜子沟药场	1977—1978年洒 过六六六粉剂	0.667
02	同 上	没使用过农药	未检出
03	杨陵公社下川 口大队	1980年洒过六 六六粉剂	1.0
04	杨陵公社西桥 大队	不 详	0.84
05	杨陵公社官村 大队	每年种小麦时 洒六六六粉	1.17

参 考 文 献

- [1] Rus, V. et al., *Analy Chem.*, **49** (13), 2123 (1977).
- [2] 吴钧烈等, *分析化学* **5**, 393(1980).
- [3] Sherma, J., *CRC Critical Rev. in Anal. Chem.*, **8**, 299, 330(1973).
- [4] 上海昆虫所等 *分析化学* **3**, 227(1974).

* NaCl 于 500—600°C 灼烧 2 小时。

新型粘土吸附剂处理含铬(Cr^{6+})废水

黄 南 俊

(延边大学化学系)

在电镀、制革、染料及染色、化学工业的废水中, 铬常以 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 的形式存在。近几年来, 在国外, 采用粘土或废粘土, 制备各种粘土吸附剂, 治理含重金属废水, 获得了显著的净化效果。

本文着重探讨以粘土为原料的各种粘土吸附剂, 对 Cr^{6+} 废水的净化效果, 进而选择了较满意的粘土吸附剂。

一、实 验

1. 吸附剂的制备: 如表 1 所示, 制备了七种粘土吸附剂。

2. 实验方法: 用量筒取 50 毫升废水, 分别注入 100 毫升锥形瓶中, 加入一定量的粘土吸附剂, 在常

表 1 吸附剂的制备

吸附剂 编号	原料	制 备 方 法
1	粘土	粘土: $2\text{NH}_4\text{Cl} = 1:2$ (重量) 搅拌, 浸泡 12 小时以上, 经洗涤、脱水、干燥(100°C)粉碎成 > 40 目
2	粘土	以 $1\text{NH}_4\text{SO}_4$ 取代 $2\text{NH}_4\text{Cl}$ 其余同 1
3	粘土	以 $2\text{NH}_4\text{NO}_3$ 取代 $2\text{NH}_4\text{Cl}$ 其余同 1
4	粘土	以 $2\text{NH}_4\text{SO}_4$ 取代 $2\text{NH}_4\text{Cl}$ 其余同 1
5	粘土	不经洗涤, 其余同 4
6	河淤泥	同 5
7	高岭土	同 5

温下振荡 2 小时,将混浊液进行常压过滤,取一定量的滤液和废水,依二苯碳酰二肼比色法^{[2][6][7]},测定 Cr^{6+} 浓度,并按下式^[8]计算净化率。

净化率(%) =

$$\frac{\text{废水 } \text{Cr}^{6+} \text{ 浓度} [\text{mg/l}] - \text{滤液 } \text{Cr}^{6+} \text{ 浓度} [\text{mg/l}]}{\text{废水 } \text{Cr}^{6+} \text{ 浓度} [\text{mg/l}]} \times 100$$

二、实验结果与讨论

1. 粘土吸附剂的净化率: 不同粘土吸附剂对含 Cr^{6+} 废水的净化效果列于表 2。

表 2 不同吸附剂的净化率

吸附剂编号	1	2	3	4	5	6	7
净化率(%)	49.22	57.03	27.34	99.22	99.90	78.46	47.72
净化条件	常温 pH = 6 振荡 2 小时 吸附剂用量为 2% 废水 Cr^{6+} 浓度为 12 mg/l						

2. 几个因素对净化率的影响: 探讨了吸附剂用量、废水 pH 值, 处理温度, 振荡时间等因素对净化率的影响。其实验结果分别列于表 3、表 4、表 5、表 6。

表 3 吸附剂用量对净化率的影响

净化率 (%)	用量 (%)				
		0.5	1.0	1.5	2.0
吸附剂	4	42.75	67.39	93.48	99.22
	5	62.98	99.79	99.81	99.90
767 型活性炭		70.02	90.42	96.88	97.92
净化条件		常温 pH = 6 振荡 2 小时 废水 Cr^{6+} 浓度 12mg/l			

表 4 废水 pH 值对净化率的影响

pH 值	1	3	6	9
净化率(%)	98.46	98.46	93.48	63.85
净化条件	常温 振荡 2 小时 4 号吸附剂用量 1.5% 废水 Cr^{6+} 浓度 12mg/l			

3. 吸附等温线: 含 Cr^{6+} 废水 50ml 中, 加入不

表 5 处理温度对净化率的影响

温度 (°C)	26	36	46	56	66
净化率(%)	65.42	65.83	66.67	67.92	70.00
净化条件	pH = 6 振荡 2 小时 5 号吸附剂用量 0.5% 废水 Cr^{6+} 浓度 12mg/l				

表 6 振荡时间对净化率的影响

振荡时间 (小时)	0.25	0.50	0.75	1	2	3	5	7
净化率 (%)	68.08	69.17	70.00	71.67	75.83	77.50	80.00	82.50
净化条件	常温 pH = 6 5 号吸附剂用量 0.6% 废水 Cr^{6+} 浓度 12mg/l							

同量的 5 号吸附剂, 待吸附平衡后, 振荡 48 小时, 测定 C^* (平衡浓度), 计算其平衡吸附量 q 。测定结果列于表 7。

表 7 吸附等温线数据

吸附剂量 (g)	0.25	0.30	0.35	0.40
平衡浓度 C^* (mg/l)	2.35	1.3	0.75	0.3
平衡吸附量 q (mg/g)	1.93	1.79	1.61	1.46

其结果符合弗来因德利胥吸附等温式^[8,9]。

$$q = K \cdot C^{\frac{1}{n}}$$

式中 $K=1.72$, $\frac{1}{n} = 0.143$

已达到井出哲夫^[9]所指出的容易吸附范围

$$\left(\frac{1}{n} = 0.1 \sim 0.5 \right)$$

三、结 论

5 号粘土吸附剂为最好, 其条件是: 吸附剂用量为 1%, 常温, pH = 6, 振荡时间 2 小时, 当废水 Cr^{6+} 浓度为 12 毫克/升时, 净化率达 99.79%, Cr^{6+} 残余浓度降低到 0.025 毫克/升, 远低于排放标准 0.5 毫克/升。

(参考文献略)