

用分光光度法测定白土的吸蓝量

张理平¹, 宋纪蓉^{2,3}, 赵峭梅¹, 郭延红¹, 史启祯³

(1. 延安大学 化学与化工学院, 陕西 延安 716000; 2. 西北大学 化工学院, 陕西 西安 710069; 3. 陕西省物理无机化学重点实验室, 陕西 西安 710069)

摘要:用分光光度法替代“滴定法”测定白土的吸蓝量, 对测定过程中的主要影响因素(亚甲基蓝加入总量、缓冲液加入量、煮沸时间、吸附时间等)进行了实验研究, 表明分光光度法测定白土吸蓝量是可行的。

关键词:白土; 吸蓝量; 分光光度法

中图分类号:O657.32 **文献标识码:**A **文章编号:**1000-274X(2003)06-686-03

活性白土是由富含蒙脱石类的粘土矿经活化而得到的, 具有优良的吸附、脱色等性能, 被广泛地应用在石油、化工、环保、食品及医药等行业。表述活性白土吸附脱色性能的指标有多种, 如脱色力、脱色率、吸蓝量等, 且测定方法和条件又不尽相同^[1~4]。国家建材局在1995年发布的《膨润土试验方法》的行业标准, 采用“滴定法”^[5]测定白土的吸蓝量, 以吸蓝量表示吸附脱色性能。但是, 用该法时, 滴定过程较快, 亚甲基蓝在白土上的吸附未达到平衡, 滴定终点的判断易引起误差^[3], 且操作也较繁琐。故本文改用分光光度法测定白土的吸蓝量。

1 实验部分

1.1 主要仪器、试剂与材料

SHZ22 水浴恒温振荡器(江苏太仓市华美生化仪器厂); LDZ4-0.8 自动平衡微型离心机(上海安亭科学仪器厂); FA1004 电子天平(上海天平仪器厂); UV-VIS756MC 紫外-可见分光光度计(上海精密科学仪器有限公司分析仪器总厂)。

亚甲基蓝标准溶液(0.2%, 即 2 000 mg/L): 将亚甲基蓝在 93±3℃下烘 4 h, 冷却至室温后称取 2.000 g, 加水使其完全溶解(可微热), 移入 1 L 棕色容量瓶中, 稀释至刻度线, 摇匀待用。焦磷酸钠

(Na₄P₂O₇)溶液(1%); 按文献[5]配制。白土: 自制志丹活化白土。

1.2 实验方法

1.2.1 吸收曲线测定及标准工作曲线绘制 取 5 mL 亚甲基蓝标准溶液, 稀释定容至 1 000 mL(此时的亚甲基蓝浓度为 10 mg/L), 在不同波长下, 用分光光度计测定吸光值得曲线如图 1 所示。实验表明, 在 666 nm 处有最大吸收峰。

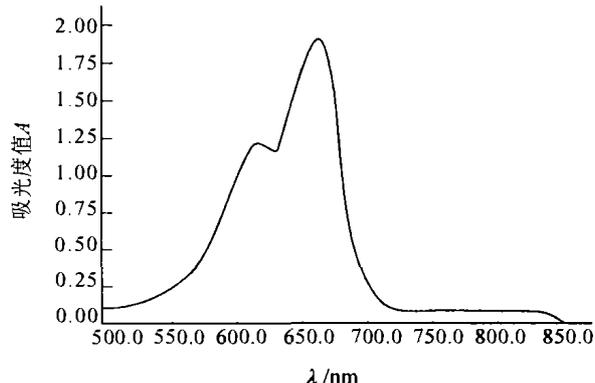


图 1 吸附曲线

Fig. 1 The absorption curve

将浓度为 10 mg/L 的亚甲基蓝溶液各取 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 和 60 mL, 均定容至 100 mL, 测其吸光度。由实验得标准工作曲线如图 2 所示。该曲线(视为直线)的方程为

$$m = 5.243A.$$

收稿日期: 2002-11-11

基金项目: 陕西省自然科学基金资助项目(2001H07); 陕西省重点实验室访问学者专项基金资助项目(02JF06)

作者简介: 张理平(1960-), 男, 陕西佳县人, 延安大学副教授, 硕士; 主要从事化学工程与工艺研究。

式中: A 为吸光度; m 为亚甲基蓝浓度, mg/L 。

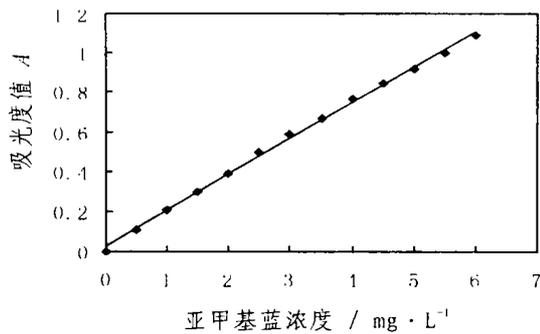


图 2 标准工作曲线

Fig. 2 The standard curve

1.2.2 吸附处理 准确称取 0.2~0.3 g 土样于 250 mL 细颈三角锥瓶中,加 30 mL 水和 20 mL $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 缓冲液,在电炉上加热至沸并保持若干分钟后,冷至室温,根据白土状况,加入适量亚甲基蓝标准溶液,并补加蒸馏水至液体总体积为 100 mL。然后,在振荡机上振摇使白土充分吸蓝,取上层清液,离心分离,取分离后的上层清液(需稀释)做分光光度测定。

1.2.3 白土吸蓝量的计算 当白土将加入的亚甲基蓝吸附后,测定溶液的吸光度值,由标准曲线方程计算溶液中未被吸附的亚甲基蓝量,再按下式求得白土的吸蓝量。

$$\text{白土吸蓝量}(\text{mg/g}) = \frac{\text{加入总蓝量}(\text{mg}) - \text{吸附后的溶液中含蓝量}(\text{mg})}{\text{白土试样重量}(\text{g})}$$

2 结果与讨论

2.1 加蓝总量对吸蓝量的影响

准确称取多份同等量白土试样,分别加入不同体积的亚甲基蓝标准溶液,经充分吸附,加蓝总量对白土的吸蓝量数值如图 3 所示。

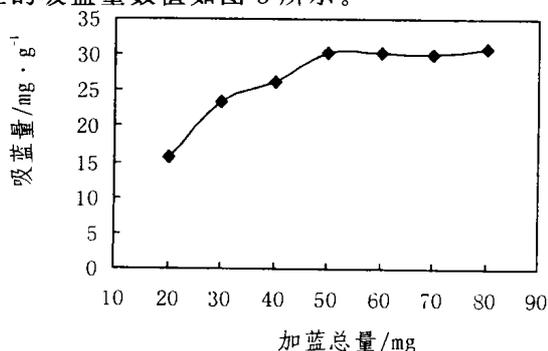


图 3 加蓝总量对白土吸蓝量测定值的影响

Fig. 3 The effect of adsorption of Methylene blue for total amount

由图 3 可知,随加蓝总量(亦即平衡浓度)的增加,所测得白土吸蓝量逐渐增大。当加蓝总量为 50 mg 左右时(即亚甲基蓝的平衡浓度为 500 mg/L),所测吸蓝量值趋于稳定。由此说明,白土吸附亚甲基蓝的等温线呈现 Langmuir 型^[6]。同时,亦表明亚甲基蓝在该白土表面上的吸附为单分子层吸附^[7]。因此,在测定白土的吸蓝量时,为使吸附达到饱和,应保证加蓝总量可使亚甲基蓝溶液的平衡浓度达到 500 mg/L 。

2.2 吸附时间对吸蓝量的影响

在加蓝总量相同的条件下,取多份同重的白土试样,控制其不同的吸附时间(在 25 $^{\circ}\text{C}$ 温度条件下),所测的白土吸蓝量与吸附时间的关系如图 4 所示,可以看出,白土吸附亚甲基蓝在 2 h 左右就达到饱和,采用滴定法时白土吸蓝时间较短,对测定结果产生一定的误差。

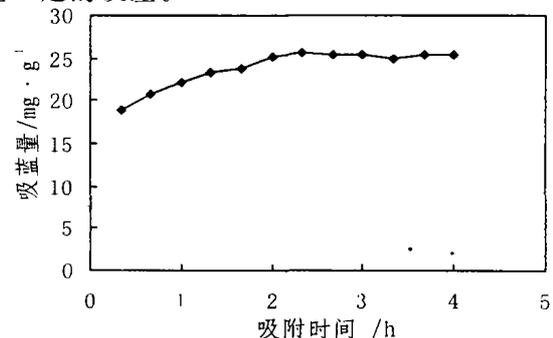


图 4 吸附时间对吸蓝量的影响

Fig. 4 The effect of adsorption of Methylene blue for time

2.3 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 对吸蓝量的影响

加入 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 溶液,一是起缓冲剂作用,二是起分散剂作用^[3]。其加入量对吸蓝量的影响如图 5 所示。

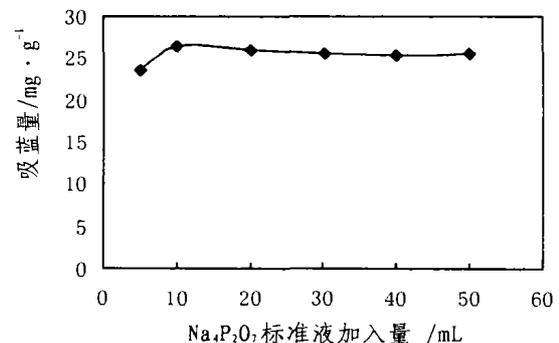


图 5 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 对白土吸蓝量的影响

Fig. 5 The effect of adsorption of Methylene blue for $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

结果表明: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 的加入量对吸蓝量测定值无明显影响,通常加入 20 mL $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 缓冲溶液较宜。

2.4 煮沸时间对吸蓝量的影响

为了有利于矿物的分散,在土样吸蓝前,要对土样进行煮沸预处理。煮沸时间对吸蓝量的影响如图 6 所示,表明煮沸时间对白土吸蓝量的测定值影响较小,一般煮沸时间取 3 min 即可。

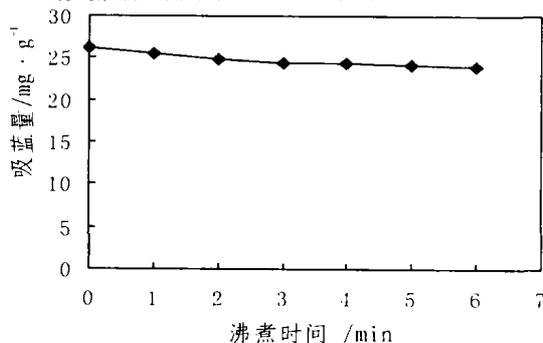


图 6 煮沸时间对白土吸蓝量的影响

Fig. 6 The effect of adsorption of Methylene blue for boiling time

2.5 重现性实验测定结果

取同一白土试样分作 3 份,在相同的操作条件下进行吸蓝量的测试,结果见表 1。

表 1 重现性实验结果

Tab. 1 Repetitive result table

吸蓝量/mg·g ⁻¹				最大相对误差/%
1 [#] 样	2 [#] 样	3 [#] 样	平均值	
28.8	31.4	30.3	30.2	8.6

由表 1 可见,平行测定结果的相对误差低于 10% 的要求^[5],说明该测定方法可行。

3 结 论

在 25℃ 下,通过分光光度法对白土吸蓝量的测定研究,表明:测定结果的误差符合要求(在吸蓝量的测定过程中,应保证加蓝总量使亚甲基蓝溶液的平衡浓度达到 500 mg/L,吸附平衡时间在 2 h 以上);亚甲基蓝在白土表面的吸附为单层吸附,属 Langmuir 型。

参考文献:

- [1] 陈德岭,葛岭媚. 活性白土的生产工艺及脱色能力的表述[J]. 陕西化工,1996,(2):10-12.
- [2] 李桂香,杨有学. 活性白土脱色力的分析方法[J]. 化工矿山技术,1995,24(4):47-48.
- [3] 叶华利. 示波极谱法测定膨润土的吸蓝量[J]. 分析化学,1986,14(12):928-930.
- [4] 顾良茨. 日用化工产品原料制造与应用大全[Z]. 北京:化学工业出版社,1997. 1 008-1 009.
- [5] JC/T593-1995,膨润土试验方法[S].
- [6] 潘竞军. 亚甲基蓝在钠、铝和铁蒙脱土上的吸附研究[J]. 油田化学,1999,16(3):195-197.
- [7] 史振民,巩育军,王文亮. 物理化学实验[M]. 西安:陕西人民教育出版社,1999.

(编辑 陈德文)

Photometry determination of methylene blue adsorbed by activated clay

ZHANG Li-ping¹, SONG Ji-rong^{2,3}, ZHAO Qiao-mei¹,
GUO Yan-hong¹, SHI Qi-zhen³

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Yan'an University, Yan'an 716000, China; 2. College of Chemical Engineering, Northwest University, Xi'an 710069, China; 3. Shaanxi Key Laboratory of Physico-inorganic Chemistry, Xi'an 710069, China)

Abstract: Photometry was used to replace "burette method" to determine the amount of methylene blue remained in a water suspension after absorption by activated clay. The influencing factors had been investigated, such as, the adding amount of methylene blue and buffer solution, and the time of boiling and adsorbing. The work condition was pointed out.

Key words: activated clay; adsorbed methylene blue; photometry