

13X 微孔沸石和 MCM-41 介孔材料的合成及用于处理含 Cd²⁺ 废水

杨静¹, 麻晓光¹, 马鸿文¹, Ray L. Frost²

(1. 中国地质大学材料学院, 北京 100083;

2. Inorganic Materials Research Program, School of Physical and Chemical Sciences,
Queensland University of Technology, GPO Box 2434, Queensland 4001, Australia)

摘要: 以天津蓟县钾长石矿粉为主要原料, 经选矿、煅烧、水热处理等工艺成功合成了 13X 微孔沸石. 以气相氧化硅、氢氧化钠、十六烷基三甲基溴化铵等为主要原料, 在水热条件下合成了 MCM-41 有序介孔材料. 采用 XRD 和 N₂ 吸附-脱附等手段对合成的 13X 沸石和 MCM-41 介孔材料的物相、比表面积、孔径、孔体积等进行了分析对比. 在此基础上, 对 13X 沸石和 MCM-41 介孔材料处理含 Cd²⁺ 废水的效果和机理进行了对比研究, 确定了不同分子筛用量、不同初始 pH 值、不同混合时间下 13X 沸石和 MCM-41 介孔分子筛对水中 Cd²⁺ 的吸附率和吸附量. 研究发现, 尽管 MCM-41 的比表面积和孔径远大于 13X 沸石, 但其对水中 Cd²⁺ 的处理效果却低于 13X 沸石, 这与 13X 沸石和 MCM-41 的孔道结构类型、化学组成、表面荷电性质等有关.

关键词: 13X 沸石; MCM-41; 水热合成; Cd²⁺ 离子; 吸附

中图分类号: O641 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-606X(2007)02-0399-05

1 前言

水中镉的污染物主要来源于工业废水和采矿废物, 吸附和离子交换法是处理含 Cd²⁺ 废水的重要方法, 主要的吸附材料包括活性炭、凹凸棒石、浮石、麦饭石、蛇纹石、磷矿石、介孔分子筛、沸石、生物针铁矿、大洋多结核矿、硅藻土等^[1-4]. 其中, 微孔沸石和介孔分子筛材料因具有规则有序的孔道结构, 因而在选择吸附和分离方面具有独特的优势.

13X 沸石是钠的八面沸石, SiO₂/Al₂O₃=2.2~3.0(摩尔比), 代表性的晶体化学式为 Na₂O·Al₂O₃·2.5SiO₂·6H₂O, 孔径通常为 0.74 nm 左右^[5]. 与传统沸石材料相比, 氧化硅有序介孔分子筛 MCM-41 的比表面积(700~1200 m²/g)、孔径(1.5~10 nm)及孔体积(可达 1 cm³/g)大, 苯吸附量大(>60%), 孔径均一^[6-9], 自 1992 年首次采用液晶模板途径合成以来备受关注, 在选择吸附、分离和催化领域具有潜在的应用价值.

与微孔沸石相比, 尽管 MCM-41 具有很高的比表面积和孔体积, 但对重金属离子特别是 Cd²⁺ 的吸附效果并不理想, 因此, 需要通过对其表面进行功能改性或合成微孔介孔复合分子筛, 以提高对重金属离子的吸附性能^[1-3]. 但 13X 微孔沸石和 MCM-41 介孔材料吸附重金属离子的对比实验研究未见报道, 而此研究对于揭示介孔分子筛和微孔介孔复合分子筛吸附重金属离子的作用机理至关重要.

本研究以天津蓟县不溶性钾矿—钾长石矿粉为主

要原料, 经选矿、焙烧、水热处理合成了 13X 微孔沸石; 以氧化硅、十六烷基三甲基溴化铵等为原料, 采用水热合成工艺在碱性条件下合成了有序介孔材料 MCM-41. 在分析对比两种分子筛材料的物相、孔道结构类型、物理特性的基础上, 对其处理水中 Cd²⁺ 的效果和机理进行了研究.

2 实验

2.1 试剂与仪器

试剂: 钾长石精矿粉, 氢氧化钠, 氢氧化铝, 十六烷基三甲基溴化铵(CTAB), 水玻璃(模数 3.1~3.4), 气相氧化硅, 硫酸镉(CdSO₄·8H₂O), 硫酸, 蒸馏水.

主要仪器设备: 不锈钢高压反应釜, 磁力搅拌器, 高温炉, 恒温水浴锅, 抽滤机, TDL80-1A 低速台式离心机, PHS-3C 型酸度计, Philips PW 1800 X 射线衍射仪, Micromeritics ASAP 2000 N₂ 吸附仪, WFX-130 原子吸收分光光度计等.

2.2 实验过程

2.2.1 13X 沸石的水热合成

实验用 13X 沸石用天津蓟县钾长石矿经提纯、煅烧、水热合成. 主要工艺流程为^[10-12]: 富钾火山岩破碎、纯化处理→钾长石精矿粉→配料、焙烧→水热合成→过滤、分离→13X 沸石. 优化工艺条件为: 碱硅比 1.57, 水碱比 30, 水热反应时间 8 h, 晶种用量 9%, 水热反应温度控制在 95~100℃.

收稿日期: 2006-06-15, 修回日期: 2006-07-11

基金项目: 教育部留学回国人员科研启动基金资助项目(编号: 2-2-03-07); 澳大利亚QUT访问基金资助项目(编号: 2003)

作者简介: 杨静(1969-), 女, 河南省南乐县人, 博士, 副教授, 无机非金属材料专业, E-mail: yjcl@cugb.edu.cn.

2.2.2 MCM-41 的合成

MCM-41 介孔分子筛以气相氧化硅、氢氧化钠、十六烷基三甲基溴化铵等为主要原料, 采用水热合成工艺在高压反应釜中合成^[13], 温度 120 °C, 时间 48 h. 经过滤、洗涤、干燥得到预合成样品, 550 °C 煅烧 9 h.

2.2.3 利用 13X 沸石和 MCM-41 处理水中 Cd²⁺

用蒸馏水和硫酸镉配制不同浓度的 Cd²⁺ 溶液, 分别加入不同量 13X 沸石或 MCM-41, 在室温下振荡 60 min. 从振荡后的溶液中用离心管取一部分在离心机中离心 15 min, 转速为 2000 r/min. 离心后取上层清液, 用原子吸收分光光度计测定 Cd²⁺ 浓度.

3 结果与讨论

3.1 合成 13X 沸石与 MCM-41 介孔材料的特征对比

13X 沸石与 MCM-41 介孔材料的主要特性见表 1,

X 射线粉晶衍射分析结果见图 1, 确定合成的微孔沸石属立方晶系, 合成的介孔材料属六方晶系, 计算出合成 13X 沸石的晶格常数 $a_0=2.50$ nm, 与 JCPDS 卡片中 13X 沸石的 a_0 值(2.49 nm)接近. 采用 N₂ 吸附技术测定了 13X 沸石与 MCM-41 介孔材料的比表面积、孔体积和平均孔径. 13X 沸石的吸水率为 25 mg/g, 符合我国化工行业标准(HG/T2690-95); 其比表面积为 292 m²/g. 合成 MCM-41 介孔材料的晶格常数 $a_0=5.15$ nm, 比表面积为 1032 m²/g, 孔径和孔体积分别为 3.1 nm 和 0.94 cm³/g. 13X 沸石与 MCM-41 介孔材料的显微形貌见图 2.

表 1 合成的 13X 沸石与 MCM-41 介孔分子筛的特征比较

Table 1 Properties of 13X zeolite and MCM-41 mesoporous molecular sieve samples

Adsorbent	a_0 (nm)	S_{BET} (m ² /g)	V_{BJH} (cm ³ /g)	Pore size (nm)
13X zeolite	2.50	292	—	0.7
MCM-41	5.15	1032	0.94	3.1

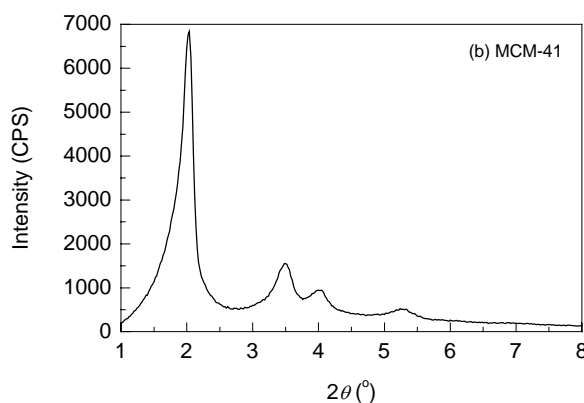
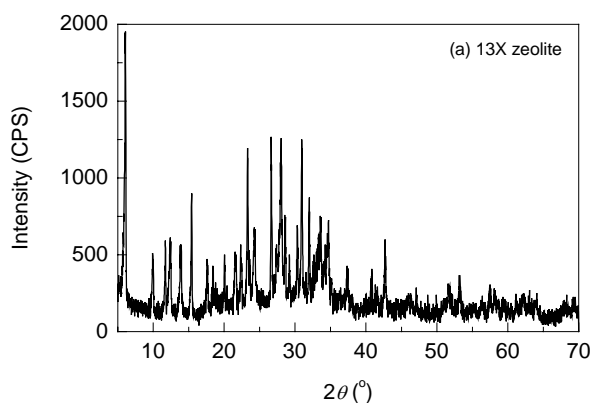
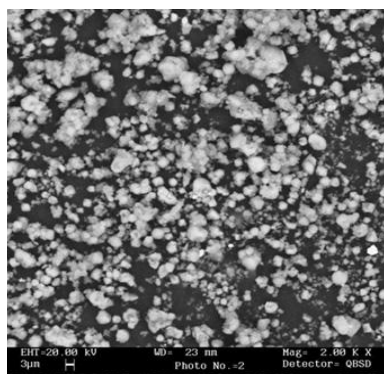


图 1 13X 沸石和 MCM-41 介孔分子筛的 XRD 图谱

Fig.1 XRD spectra of 13X zeolite and MCM-41 mesoporous molecular sieve samples



(a) 13X zeolite (SEM)



(b) MCM-41(TEM)

图 2 13X 沸石和 MCM-41 介孔分子筛的微观形貌照片

Fig.2 Microscopic images of 13X zeolite and MCM-41 mesoporous molecular sieve samples

3.2 合成 13X 沸石与 MCM-41 处理含 Cd²⁺ 废水效果对比

3.2.1 合成 13X 沸石用于处理水中 Cd²⁺ 的实验结果

(1) 沸石用量与 Cd²⁺ 吸附率的关系

在 Cd²⁺ 浓度为 20 mg/L 的 50 mL 水中分别加入不同

量 13X 沸石, 然后放入振荡器中振荡 60 min, 温度为 25 °C. 从振荡后的溶液中用离心管取样, 在离心机中以 2000 r/min 离心 15 min, 取上层清液, 用原子吸收分光光度计测定 Cd²⁺ 浓度, 用酸度计测定振荡后剩余溶液的

pH 值. 实验结果表明(表 2), 当沸石用量超过 0.50 g 时, 水中 Cd²⁺ 的浓度已基本达到允许排放浓度(0.1 mg/L).

表 2 13X 沸石用量对 Cd²⁺ 吸附率和吸附量的影响

13X zeolite (g)	Final pH	Final Cd ²⁺ (mg/L)	Adsorption rate (%)	Cd ²⁺ adsorbed (mg/g)
0.02	8.26	1.27	93.65	46.83
0.05	8.88	0.89	95.55	19.11
0.10	9.74	0.60	97.00	9.70
0.20	10.35	0.24	98.80	4.94
0.50	10.63	0.13	99.35	1.99
1.50	10.97	0.06	99.70	0.66
2.50	11.04	0.10	99.50	0.40
3.50	11.04	0.03	99.85	0.29
5.00	11.01	0.02	99.90	0.20

Note: Initial pH is 3.79, and initial Cd²⁺ concentration 20 mg/L.

(2) 混合时间与 Cd²⁺ 吸附率的关系

在 Cd²⁺ 浓度为 20 mg/L 的 50 mL 水溶液中加入 0.5 g 13X 沸石, 然后放入振荡器中分别振荡不同时间, 温度为 25 °C. 离心后测定 Cd²⁺ 浓度和溶液的 pH 值. 结果表明(表 3), 随振荡时间的延长, 溶液中 Cd²⁺ 的浓度下降, 当沸石与溶液的振荡时间为 100 min 时, 水中的 Cd²⁺ 浓度已低于 0.1 mg/L.

表 3 混合时间对 Cd²⁺ 吸附率和吸附量的影响

Mixing time (min)	Final pH	Final Cd ²⁺ (mg/L)	Adsorption rate (%)	Cd ²⁺ adsorbed (mg/g)
10	10.40	0.23	98.85	1.98
20	10.58	0.21	98.95	1.98
40	10.60	0.19	99.05	1.98
80	10.59	0.13	99.35	1.99
100	10.61	0.09	99.55	1.99

Note: Initial pH is 3.79, and initial Cd²⁺ concentration 20 mg/L.

(3) pH 值与 Cd²⁺ 吸附率的关系

取 Cd²⁺ 浓度为 20 mg/L 的溶液 50 mL, 用稀硫酸依次调节至不同 pH 值. 分别加入 1.5 g 13X 沸石, 然后放入振荡器中振荡 60 min, 温度为 25 °C. 离心后测定 Cd²⁺ 浓度和溶液的 pH 值. 结果表明(表 4), 当溶液 pH 值为 2.47~8.00 时, 13X 沸石对水中 Cd²⁺ 的处理效果影响不大, Cd²⁺ 的浓度均可以达到排放标准.

表 4 pH 值对 Cd²⁺ 吸附率和吸附量的影响

Initial pH	Final pH	Final Cd ²⁺ (mg/L)	Adsorption rate (%)	Cd ²⁺ adsorbed (mg/g)
2.47	10.40	0.06	99.70	0.66
3.31	10.58	0.04	99.80	0.67
4.71	10.60	0.03	99.85	0.67
6.46	10.59	0.05	99.75	0.67
7.40	10.59	0.08	99.60	0.66
8.00	10.61	0.11	99.45	0.66

Note: Initial Cd²⁺ concentration is 20 mg/L.

3.2.2 MCM-41 用于处理水中 Cd²⁺ 的实验结果

量取 50 mL Cd²⁺ 浓度为 20 mg/L 的溶液 5 份, 分别调节至不同 pH 值. 各加入 MCM-41 介孔分子筛 0.1 g, 然后放入振荡器中分别振荡 60 min, 温度为 25 °C. 离心后测定 Cd²⁺ 浓度和溶液的 pH 值. 实验结果表明(表 5), 溶液 pH 值增大和 MCM-41 用量增加有利于提高 MCM-41 介孔材料对水中 Cd²⁺ 的处理效果, 但水溶液中 Cd²⁺ 的浓度均未达到排放标准. 在 pH 值从 7 到 8 的过程中, 其吸附率有一个突变, 如用量为 0.1 g, pH 值为 7.01 时的吸附率为 38.80%, 而 pH 值为 8 时的吸附率为 69.40%. 经 MCM-41 介孔分子筛吸附后的溶液 pH 值变化不大, 而经沸石处理后的溶液 pH 值在 10~11 之间.

在 pH 值为 8 时, 研究了不同 MCM-41 用量对水中 Cd²⁺ 处理效果的影响, 发现即使 MCM-41 的用量达到 1 g, 溶液中的 Cd²⁺ 浓度仍然高于 4 mg/L, 吸附率最高为 77.55% (表 5), 处理效果远低于 13X 沸石.

表 5 合成 MCM-41 介孔分子筛对 Cd²⁺ 的吸附

MCM-41 (g)	Initial pH	Final pH	Final Cd ²⁺ (mg/L)	Adsorption rate (%)	Cd ²⁺ adsorbed (mg/g)
0.1	5.97	5.52	15.00	25.00	2.50
0.1	6.46	5.07	13.39	33.05	3.31
0.1	7.01	5.74	12.24	38.80	3.88
0.1	8.00	6.09	6.12	69.40	6.94
0.1	8.95	6.64	4.72	76.40	7.64
0.5	8.00	6.76	5.78	71.10	1.42
1.0	8.00	6.29	4.49	77.55	0.78

Note: Initial Cd²⁺ concentration is 20 mg/L.

3.2.3 13X 沸石与 MCM-41 对水中 Cd²⁺ 的处理效果对比

对比合成 13X 沸石与介孔材料 MCM-41 处理水溶液中 Cd²⁺ 的实验结果发现, 13X 沸石分子筛对 Cd²⁺ 的处理效果远好于介孔材料 MCM-41, 13X 沸石分子筛对 Cd²⁺ 的吸附率最高可达 99.90%, 水体中 Cd²⁺ 的浓度可降低到 0.1 mg/L 以下, 达到了排放标准. 介孔材料 MCM-41 对 Cd²⁺ 的吸附率最高可达 77.55%, 水体中 Cd²⁺ 的浓度仍然高于排放标准(图 3). pH 值对 13X 沸石处理含 Cd²⁺ 废水的效果无明显影响; MCM-41 介孔分子筛对 Cd²⁺ 吸附率与初始 pH 值关系较大, pH 值的增大有利于提高吸附率.

3.3 13X 沸石与 MCM-41 处理水中 Cd²⁺ 的机理

MCM-41 介孔分子筛的比表面积(约 1032 m²/g)和孔径(3.1 nm)远大于 13X 微孔沸石, 从理论上讲, 介孔分子筛 MCM-41 吸附重金属离子的效果应好于沸石. 但实验结果表明, 沸石对 Cd²⁺ 的吸附效果远好于 MCM-41. 在 Cd²⁺ 浓度 20 mg/L 的 50 mL 溶液中, 沸石用量大于 0.5

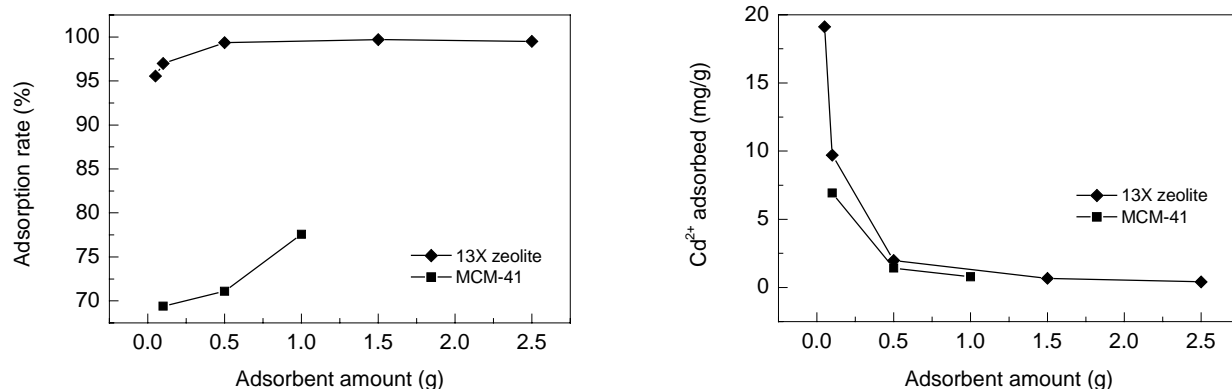


图3 合成13X沸石与MCM-41介孔材料对水中Cd²⁺的吸附率与吸附量对比
Fig.3 Amounts of Cd²⁺ adsorbed onto 13X zeolite and MCM-41 mesoporous molecular sieve samples

g, 吸附时间大于40 min, 其吸附率大于99%, 且吸附率与初始pH值关系不大. 介孔分子筛在pH=8时吸附效果最佳, 但吸附率最高也只有77.55%, 在pH=8.95时, 最大吸附量也只有7.64 mg/g左右. 13X沸石处理隔离离子废水的效果优于MCM-41介孔分子筛, 这与13X沸石和MCM-41介孔分子筛的晶体结构类型、孔道类型、化学组成及表面特性不同有关.

13X沸石分子筛能有效地去除废水中的Cd²⁺, 原因主要包括几个方面: 13X沸石的孔径虽小于MCM-41, 但属立方晶系, *Fd3m*, 相邻的 β 笼之间通过六方柱(D6R)连接, 从而形成超笼结构和三维孔道体系^[5], 有利于提高孔的利用率, 从而有效吸附镉离子; 而MCM-41介孔材料为六方晶系, *p6mm*, 孔道呈二维六方排列, 孔的有效利用率低. 采用钾长石矿为原料合成的沸石中含有Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺等阳离子^[10,11], 与水中的氢离子发生交换作用, 改变了溶液的pH值, 形成的碱性环境导致Cd(OH)₂沉淀生成. Cd(OH)₂的溶度积常数 $K_{sp}=2.5 \times 10^{-14}$, 当pH=9时, Cd²⁺浓度大于28.1 mg/L就产生沉淀, 当pH=10时, Cd²⁺浓度大于0.281 mg/L就产生沉淀. 经13X沸石处理的Cd²⁺溶液最终的pH值大多大于10, 因此Cd(OH)₂沉淀作用是13X沸石吸附率高的主要原因. 由此可见, 13X沸石分子筛对镉废水的净化主要是离子交换和沉淀共同作用的结果, 而介孔分子筛MCM-41在吸附Cd²⁺的过程中, 溶液pH值变化很小, 一般都小于8, 没有沉淀作用发生.

此外, 13X沸石分子筛的晶体结构中部分四价硅为三价铝所取代, 而致负电荷过剩. 因此, 在结构中有一价或二价阳离子如Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺等补偿过剩电荷, 这些阳离子存在于分子筛的孔洞中, 也可与Cd²⁺进行交换反应^[4], 达到去除废水中重金属离子的目的.

Cd²⁺在MCM-41表面的吸附机理为表面Si—OH与Cd²⁺间的交换反应, 其吸附形式多种多样, 有可能存在

着单齿、双齿吸附或水解-吸附等. 但这种吸附作用受溶液pH值影响较大, 且吸附容量低. MCM-41的化学组成为SiO₂, 不存在Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺等阳离子, 与Cd²⁺不可能发生离子交换作用, MCM-41介孔材料吸附Cd²⁺的机理主要为静电吸附, 但静电吸附效果远低于13X沸石的离子交换和共沉淀作用. 由于表面羟基的存在, MCM-41表面带负电^[14], 在酸性条件下, 发生了中和作用, 减弱了表面负电性, 不利于吸附带正电的Cd²⁺, 而在碱性条件下, 表面负电性才能得以充分发挥, 提高了吸附效果. 同时, 在较低pH值时, H⁺浓度较高, 对重金属离子存在着竞争吸附, 去除率不高; 当pH值升高时, H⁺的影响减弱, 溶液pH值的增大有利于提高MCM-41对Cd²⁺的吸附率.

因此, 为改善介孔材料MCM-41对Cd²⁺的处理效果, 必须对合成的MCM-41进行改性处理, 通过对介孔分子筛的改性, 可以增强其吸附性能, 提高其水热稳定性. 近年来, 许多过渡金属离子被引入介孔材料的骨架中, 改变了其骨架和孔道特性, 从而改变了介孔材料的骨架稳定性、表面缺陷浓度、选择催化能力及离子交换性能等. 徐应明等^[3]通过3-巯丙基三甲氧基硅烷(MP)在介孔分子筛MCM-41表面的自组装, 获得了对重金属离子具有较强选择吸附和分离作用的功能材料, MCM-41对Cd²⁺的吸附量由原来的2.84 mg/g增加到36.5 mg/g, 但仍低于13X沸石的最大饱和和吸附容量(46.83 mg/g).

4 结论

(1) 以天津蓟县钾长石矿粉为主要原料, 经选矿、煅烧、水热处理等工艺成功合成了13X微孔沸石, 优化工艺条件为: 碱硅比1.57, 水碱比30, 水热反应时间8 h, 晶种用量9%, 水热反应温度控制在95~100℃.

(2) 以气相氧化硅、氢氧化钠、十六烷基三甲基溴化铵等为主要原料在水热条件下合成了MCM-41有序

介孔材料, 水热合成温度 120 °C, 时间 48 h. 预合成样品的煅烧温度为 550 °C, 时间 9 h.

(3) 采用 XRD 和 N₂ 吸附-脱附等手段对合成的 13X 沸石和 MCM-41 介孔材料的物相、比表面积、孔径、孔体积等进行了分析对比.

(4) 对 13X 沸石和 MCM-41 介孔材料处理含 Cd²⁺ 废水的效果和机理进行了对比, 确定了不同分子筛用量、不同初始 pH 值、不同混合时间下 13X 沸石和 MCM-41 介孔分子筛对水中 Cd²⁺ 的吸附率和吸附量. 研究发现, 尽管 MCM-41 的比表面积和孔径远大于 13X 沸石, 但其对水中 Cd²⁺ 的处理效果却低于 13X 沸石, 这与 13X 沸石和 MCM-41 的孔道结构类型、化学组成、表面荷电性质等有关.

参考文献:

- [1] 黄少云, 葛学贵, 石磊, 等. 介孔复合沸石分子筛对重金属离子吸附性能的实验研究 [J]. 岩石矿物学杂志, 2004, 23(1): 57-60.
- [2] 徐应明, 王榕树. 介孔钛硅分子筛表面功能膜的制备及对水体中铅的去除作用 [J]. 高等学校化学学报, 1999, 20(7): 1002-1006.
- [3] 徐应明, 李军幸, 戴晓华, 等. 介孔分子筛表面功能膜的制备及对水体中铅汞镉的去除作用 [J]. 应用化学, 2002, 19(10): 941-945.
- [4] 陶红, 徐国勋, 马鸿文. 13X 分子筛处理重金属废水的试验研究 [J]. 中国给水排水, 2000, 16(5): 53-56.
- [5] 徐如人, 庞文琴, 于吉红. 分子筛与多孔材料化学 [M]. 北京: 科学出版社, 2005. 68-85.
- [6] Beck J S, Vartuli J C, Roth W J, et al. A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates [J]. J. Am. Chem. Soc., 1992, 114: 10834-10843.
- [7] Zhao X S, Audsley F, Lu G Q. Irreversible Change of Pore Structure of MCM-41 upon Hydration at Room Temperature [J]. J. Phys. Chem. B, 1998, 102: 4143-4146.
- [8] 谢永贤, 陈文, 徐庆, 等. 介孔氧化硅材料的合成及应用研究 [J]. 武汉理工大学学报, 2002, 24(9): 1-4.
- [9] Ciesla U, Schuth F. Ordered Mesoporous Materials [J]. Microporous Mesoporous Mater., 1999, 27: 131-149.
- [10] 杨静, 马鸿文, 王英滨, 等. 皖西霞石正长岩合成沸石分子筛及提钾的实验研究 [J]. 现代地质, 2000, 14(2): 153-157.
- [11] 陶红, 马鸿文. 钾长石合成 13X 分子筛的实验研究 [J]. 无机材料学报, 2001, 16(1): 63-68.
- [12] 马鸿文, 冯武威, 苗世顶, 等. 一种新型钾矿资源的物相分析及提取碳酸钾的实验研究 [J]. 中国科学 D 辑, 2005, 35(5): 420-427.
- [13] Yang J, Daehler A, Stevens G W, et al. Improving the Hydro-stability of MCM-41 by Post-synthesis Treatment and HMDS Coating [J]. Stud. Surf. Sci. Catal., 2002, 141: 221-228.
- [14] Yang J, Daehler A, Stevens G W, et al. Adsorption of Lysozyme and Trypsin onto Mesoporous Silica Materials [J]. Stud. Surf. Sci. Catal., 2003, 146: 775-778.

Synthesis of 13X Zeolite and MCM-41 Mesoporous Materials and Treatment of Cd²⁺-containing Wastewater

YANG Jing¹, MA Xiao-guang¹, MA Hong-wen¹, Ray L. Frost²

(1. School of Materials, China University of Geosciences, Beijing 100083, China;
2. Inorganic Materials Research Program, School of Physical and Chemical Sciences, Queensland University of Technology, GPO Box 2434, Queensland 4001, Australia)

Abstract: The 13X zeolite was synthesized hydrothermally by the calcined natural rocks, K-feldspar, from Jixian county, Tianjin, China. The ordered mesoporous molecular sieve material MCM-41 was synthesized by hydrothermal method using fumed silica, NaOH and CTAB. The synthesized 13X zeolite and MCM-41 samples were characterized by XRD, N₂ adsorption, SEM and TEM methods. The results show that the MCM-41 has larger pore size (2~4 nm) and higher specific surface area than the microporous 13X zeolite. Moreover, the 13X zeolite and MCM-41 were used to treat Cd²⁺-containing wastewater. The amounts of Cd²⁺ adsorbed onto the 13X zeolite and MCM-41 were studied in different adsorbent amounts, pH values and mixing times. Theoretically, the adsorbed amount of Cd²⁺ onto MCM-41 should be much more than that of 13X-zeolite because of its higher specific surface area and larger pore size. However, it is shown that the 13X zeolite (with the pore size of about 0.7 nm) adsorbs much more Cd²⁺ than the MCM-41 sample in Cd²⁺ aqueous solution. The adsorption rate of the 13X zeolite is over 99%, and the adsorption rate is below 80% for the MCM-41. The 13X zeolite can be used for treating the wastewater containing Cd²⁺ more effectively than the MCM-41 mainly because of their different chemical compositions, pore structures and surface charges, and the 13X zeolite interaction with Cd²⁺ by ion exchange and the precipitation as well.

Key words: 13X zeolite; MCM-41; hydrothermal synthesis; Cd²⁺; adsorption