

# 浸渍介孔二氧化硅固相萃取钴镍离子研究

张胜航,舒宣朝,焦子铭,黄宇坤

(郑州大学 化工学院,河南 郑州 450001)

**摘要:**以 2-乙基己基磷酸单(2-乙基己基)酯(P507)为萃取剂、介孔纳米二氧化硅材料(SBA-15)为载体,研究制备了一系列浸渍介孔二氧化硅 SBA-15-P507,并考察了其对于废水中  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附性能。结果表明:在吸附剂用量 5 g/L、 $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  初始质量浓度均为 400 mg/L、吸附温度 25 °C 条件下, $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  平衡吸附量分别达 58.90、23.45 mg/g,吸附平衡时间为 40 min; $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  的吸附过程均符合准二级动力学方程, $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  的吸附等温线符合 Langmuir 等温吸附模型, $\text{Co}^{2+}$  的吸附反应为吸热反应, $\text{Ni}^{2+}$  的吸附反应为放热反应;在含有  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的混合模拟体系中,SBA-15-P507(2.0)可选择性吸附  $\text{Co}^{2+}$ ;0.1 mol/L 硫酸溶液对 SBA-15-P507(2.0)所吸附的  $\text{Co}^{2+}$  具有显著的洗脱效果。该研究可为含钴镍废水净化除钴提供一种新途径,具有一定的理论指导和实际应用价值。

**关键词:**钴;镍;固相萃取;浸渍;介孔二氧化硅;废水;净化;去除

**中图分类号:**TF804.2;TF816 **文献标识码:**A **文章编号:**1009-2617(2025)02-0204-11

**DOI:**10.13355/j.cnki.sfyj.2025.02.009

钴、镍等重金属因具有生物不可降解性、高毒性和持久性特征,使其浓度成为了衡量环境污染控制的重要指标<sup>[1]</sup>。钴是一种稀缺金属资源,被称为“工业味精”或“工业牙齿”,是重要的战略资源之一,在许多关键行业中都发挥着不可替代的作用,是电池材料、硬质合金、超级合金、磁性材料,以及航空航天等领域的重要原材料<sup>[2-3]</sup>。当前钴已成为严重短缺的九大矿种之一<sup>[4]</sup>,我国是钴消费大国,但钴资源较为匮乏,目前的原料来源主要为进口的钴精矿和回收的含钴废料。而含钴镍废水也是一种含钴二次资源,直接排放不仅会造成钴资源浪费,还会严重污染环境,因此若能对这类废水进行无害化回收处理,不仅能弥补钴资源短缺问题,对环境保护也具有重要意义。

含钴镍废水主要来源于金属电镀、采矿和电池制造行业<sup>[5]</sup>。对此类废水的无害化回收,一方面需要对  $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  进行深度净化,另一方面需要实现  $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  的选择性分离,以降低后续提纯钴的难

度。对于钴镍溶液中钴分离回收方法,现有技术主要包括离子交换法、溶剂萃取法<sup>[6-9]</sup>、化学沉淀法<sup>[10-12]</sup>、吸附法等。溶剂萃取法因操作简单、分离效果好、回收率高等优点成为了当前的主流技术,但该技术在使用过程中易形成第三相,难以分层,且因使用有机物还会对环境造成影响,不利于环保。

近年来,固相萃取法因同时具有萃取法的高选择性和固相特有的易分离属性,被视作可替代溶剂萃取法从稀溶液中回收金属离子的技术之一,并逐渐成为了研究热点,广泛应用于溶液中金属离子的吸附与分离<sup>[13]</sup>。固相萃取剂是利用不同的表面活性剂修饰软/硬模板而合成的对特定离子具有吸附能力的吸附剂<sup>[14]</sup>。介孔纳米二氧化硅 SBA-15 是典型的硬模板之一,具有结构均匀有序、孔体积大、比表面积大及热稳定性好等优点<sup>[15]</sup>。为满足含钴镍废水的处理需要,试验以 2-乙基己基磷酸单(2-乙基己基)酯(P507)为修饰用表面活性剂、介孔纳米二氧化硅材料(SBA-15)

收稿日期:2024-10-11

基金项目:广西科技重大专项(桂科 AA22068078);河南省级科技研发计划联合基金项目(优势学科培育类)(232301420043);河南省自然科学基金优秀青年科学基金项目(242300421061)。

第一作者简介:张胜航(2000—),男,硕士研究生,主要研究方向为关键金属萃取回收。

通信作者简介:黄宇坤(1990—),男,博士,副教授,主要研究方向为关键金属资源超常富集提取。E-mail:huang90@zzu.edu.cn。

为模板,研究制备了一系列浸渍介孔二氧化硅 SBA-15-P507,并将其作为  $\text{Co}^{2+}$  的固相萃取剂,从含钴镍废水中萃取钴。

## 1 试验部分

### 1.1 试验试剂及仪器

试验用介孔纳米二氧化硅 SBA-15 购自江苏先丰纳米材料科技有限公司,主要的物理性能参数见表 1。

试剂:2-乙基己基磷酸单(2-乙基己基)酯(95%, 麦克林试剂);三氯甲烷(分析纯,南京试剂);七水合硫酸钴(分析纯,麦克林试剂);六水合硫酸镍(分析纯,麦克林试剂);硫酸(优级纯,洛阳市化学试剂厂)。

仪器:电感耦合等离子体发射光谱仪(AGILENT-5800 型,美国安捷伦有限公司);台式 pH 计(METTLER FE28 型,瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司)。

表 1 SBA-15 介孔二氧化硅的物理性能参数  
Table 1 Physical property parameters of SBA-15 mesoporous silica

孔容/ ( $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ )	比表面积/ ( $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ )	孔径/nm	$\text{Na}_2\text{O}$ 质量 分数/%
1~2	550~600	6~11	$\leq 0.01$

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 浸渍二氧化硅的制备

在前期研究和验证试验基础上,选取对镍钴分离效果较好的 2-乙基己基磷酸单(2-乙基己基)酯(P507)作为浸渍介孔二氧化硅的萃取剂、三氯甲烷(氯仿)作为稀释剂、介孔纳米二氧化硅材料 SBA-15 作为浸渍介孔二氧化硅的载体,合成浸渍介孔二氧化硅材料。将一定体积(0.8、1.0、2.0、3.0、4.0 mL)P507 萃取剂溶于 25 mL 氯仿溶剂中,在 25 °C 下加入 1.000 g SBA-15,缓慢搅拌 24 h。浸渍完成后,在温度 50 °C、搅拌速度 90 r/min 条件下旋蒸 1 h 除去氯仿,得到萃取剂浸渍介孔二氧化硅白色固体粉末。之后用超纯水冲洗过滤直至 pH 稳定,再放入 60 °C 鼓风干燥箱中烘干 24 h,最后放入 60 °C 真空干燥箱中烘干 24 h,备用。合成的不同系列的浸渍介孔二氧化硅按照 P507 加入体积  $x$  命名为 SBA-15-P507( $x$ ),即 SBA-15-P507(0.8)、SBA-15-P507(1.0)、SBA-15-P507(2.0)、SBA-15-P507(3.0)、SBA-15-P507(4.0)。

#### 1.2.2 静态吸附试验

分别称取一定量  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  试剂加入到超纯水中,并用稀硫酸和氢氧化钠溶液调节溶液 pH,之后将其定容至 1 L,作为静态吸附的单一金属离子料液。同理,称取一定量  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  试剂制备静态吸附的混合金属离子料液,用于混合体系吸附性能研究。利用高速旋转的磁子防止二氧化硅颗粒沉降,实现固液两相的高效混合。初步研究表明,混合振荡 2 h 足以使固液萃取达到吸附平衡。每次称取 1.0 g P507 浸渍介孔二氧化硅于 250 mL 烧杯中,按照固液质量体积比 1/200(g/mL,下同)加入不同浓度的含钴镍溶液,在不同温度条件下混合振荡一定时间,取出反应液并吸入注射器中,滤膜过滤后测定溶液中剩余离子浓度。为确保数据可靠性,每组试验重复 3 次,取平均值。

#### 1.2.3 溶液中离子浓度的测定方法

将相应的  $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  标准溶液(1 g/L)分别稀释为不同质量浓度(1、2、5、10、15 和 20 mg/L)的混合标准溶液。将不同金属离子质量浓度测定并拟合的 ICP-OES 曲线作为测定金属离子质量浓度的标准曲线。

## 2 试验结果与讨论

### 2.1 浸渍二氧化硅对 $\text{Co}(\text{II})$ 和 $\text{Ni}(\text{II})$ 的吸附性能

#### 2.1.1 吸附时间对吸附的影响

在温度 25 °C、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  单一料液初始 pH = 5.0、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  初始质量浓度均为 400 mg/L 条件下,考察吸附时间对 SBA-15-P507(0.8) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的影响,结果如图 1 所示。

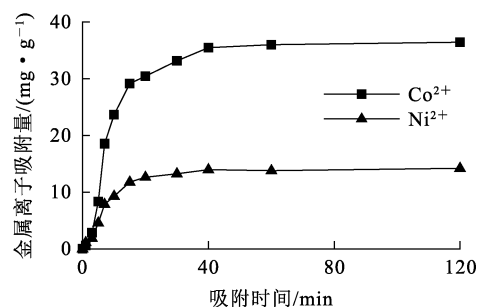


图 1 吸附时间对 SBA-15-P507(0.8) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的影响

Fig. 1 Effect of adsorption time on adsorption of  $\text{Co}^{2+}$  and  $\text{Ni}^{2+}$  by SBA-15-P507(0.8)

由图 1 看出:浸渍二氧化硅吸附前 40 min 内,随吸附进行,溶液中  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  吸附量迅速增加,这主要是因为,在吸附前期,材料表面有大量活性位点未被占用,吸附反应速率较快;吸附 40 min 时,溶液中离子质量浓度基本稳定,此时已达到吸附平衡,之后随吸附时间延长,溶液中离子质量浓度基本稳定,这是因为随反应进行,吸附剂活性位点逐渐减少,吸附速率逐渐降低直至反应达到平衡状态。试验条件下,SBA-15-P507(0.8)对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  吸附的前 40 min 内, $\text{Co}^{2+}$  吸附量达 35.50 mg/g, $\text{Ni}^{2+}$  吸附量达 13.98 mg/g;之后随吸附时间延长至 120 min,吸附量变化较小, $\text{Co}^{2+}$  吸附量为 36.46 mg/g, $\text{Ni}^{2+}$  吸附量为 14.21 mg/g。为保证试验结果的可靠性,适当的延长吸附时间有助于吸附体系保持稳态,因此后续试验选择吸附时间为 120 min。

### 2.1.2 萃取剂用量对吸附的影响

在  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  单一料液初始 pH = 5.0、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  初始质量浓度均为 400 mg/L、反应时间 120 min 条件下,考察萃取剂用量(相对 SBA-15)对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  吸附量的影响,结果如图 2 所示。

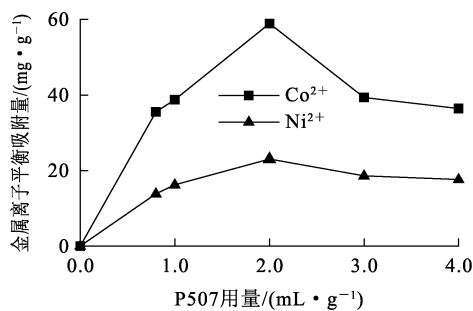


图 2 P507 用量对 Co(II) 和 Ni(II) 平衡吸附量的影响  
Fig. 2 Effect of P507 amount on adsorption capacity of impregnated silica

由图 2 看出:随 P507 用量增加, $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  吸附量增大,这是因为浸渍二氧化硅中吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的主要成分为 P507,其用量增加会使浸渍二氧化硅吸附能力提升;P507 用量为 2.0 mL/g 时,浸渍介孔二氧化硅对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附量达最大;P507 用量超过 2.0 mL/g 时, $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  吸附量均出现一定程度降低,这可能是因为较多 P507 以孔填充的形式聚集在二氧化

硅孔道中,使孔道变窄,不利于待吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  离子向孔道内表面扩散,导致吸附量降低。根据萃取剂利用率可知,1.00 g 二氧化硅用 2.0 mL P507 萃取时所制备浸渍介孔二氧化硅的性价比最高,因此,后续试验均在此配比下进行,即选用 SBA-15-P507(2.0)作为吸附剂。

### 2.1.3 料液初始 pH 对吸附的影响

溶液 pH 是影响吸附过程的重要因素之一,不仅会影响溶液中离子存在形态,还会影响吸附剂本身。在料液中  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  质量浓度均为 400 mg/L、反应时间 120 min 条件下,考察料液初始 pH 对 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的影响,结果如图 3 所示。

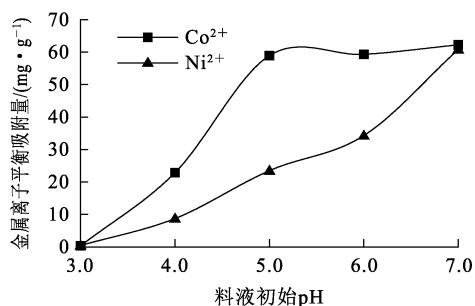


图 3 料液初始 pH 对 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的影响

Fig. 3 Effect of initial pH of feed liquid on adsorption of  $\text{Co}^{2+}$  and  $\text{Ni}^{2+}$  by SBA-15-P507(2.0)

由图 3 看出:在 pH = 3.0~7.0 考察范围内,随 pH 升高,SBA-15-P507(2.0)对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附量逐渐增加;pH = 3.0 的酸性溶液中 SBA-15-P507(2.0)对 2 种重金属离子的吸附量均较低,这可能是由于溶液中的质子化作用和静电排斥作用对介孔二氧化硅上的活性吸附位点产生了影响,以及高浓度氢离子与金属离子产生的竞争作用所致;随 pH 升高, $\text{H}^+$  竞争力减弱,浸渍二氧化硅对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附量逐渐增加,pH 小于 5.0 时, $\text{Co}^{2+}$  吸附量升幅较大,之后升幅变小并趋于稳定,而  $\text{Ni}^{2+}$  吸附量始终保持上升趋势。综合考虑  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  吸附效果,确定料液初始 pH = 5.0 较为适宜,此时有利于  $\text{Co}^{2+}$  的选择性分离。

### 2.1.4 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 初始质量浓度对吸附的影响

在  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  单一料液初始 pH = 5.0、反应时间 120 min 条件下,分别考察料液中  $\text{Co}^{2+}$ 、

$\text{Ni}^{2+}$  初始质量浓度对 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的影响结果如图 4 所示。

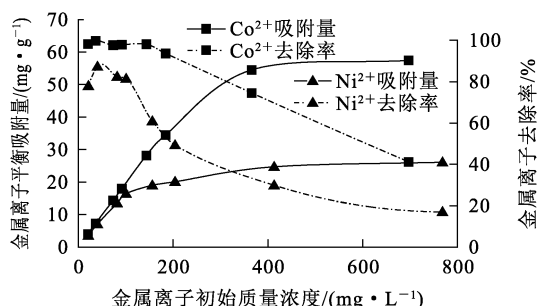


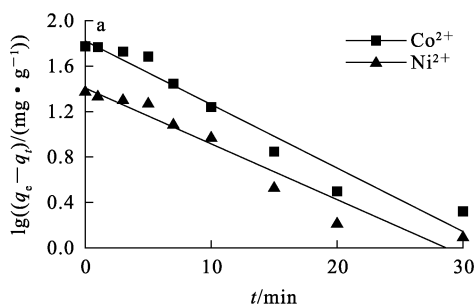
图 4 金属离子初始质量浓度对 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的影响

Fig. 4 Effect of initial ion concentration on adsorption of  $\text{Co}^{2+}$  and  $\text{Ni}^{2+}$  by SBA-15-P507(2.0)

由图 4 看出:一方面, $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  去除率均随相应离子初始质量浓度增大而降低, $\text{Co}^{2+}$  初始质量浓度为 200 mg/L 时, $\text{Co}^{2+}$  去除率可达 99.66%, $\text{Co}^{2+}$  初始质量浓度为 400 mg/L 时, $\text{Co}^{2+}$  去除率降至 75%;另一方面,随金属离子质量浓度增大,SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  的平衡吸附量均增大。这是因为吸附开始时,SBA-15-P507(2.0) 表面活性位点较多,对金属离子的吸附能力较强,当位点被全部占据时,吸附达到平衡状态;而待吸附金属离子浓度进一步增大时,离子数量会超过吸附剂表面的活性位点数,导致去除率下降。综合考虑,确定单一料液中  $\text{Co}^{2+}$  质量浓度以控制在 200 mg/L 以下为宜, $\text{Ni}^{2+}$  质量浓度以控制在 100 mg/L 以下为宜。

## 2.2 吸附动力学分析

试验研究了吸附时间对 SBA-15-P507(2.0)



吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的影响,结果如图 5 所示。可以看出:反应前 30 min 时,SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附量随吸附时间延长迅速增大;反应 30 min 后, $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  吸附量增幅渐缓;反应 40 min 后,吸附量基本保持不变。这主要是因为,在吸附反应前期,吸附剂活性位点较多,吸附反应速率较快,随反应时间延长,吸附剂活性位点逐渐减少,吸附速率逐渐降低,直至反应达到平衡状态。SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附达到平衡的时间为 40 min,此时  $\text{Co}^{2+}$  平衡吸附量为 58.90 mg/g, $\text{Ni}^{2+}$  平衡吸附量为 23.45 mg/g。

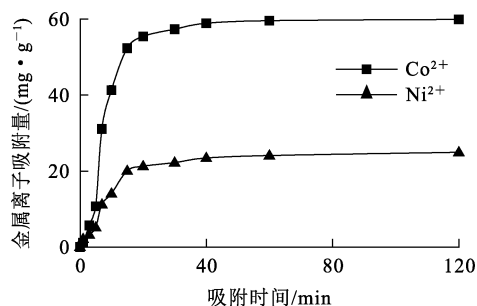


图 5 吸附时间对 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的影响

Fig. 5 Effect of adsorption time on adsorption capacity of  $\text{Co}^{2+}$  and  $\text{Ni}^{2+}$  by SBA-15-P507(2.0)

吸附动力学是评价吸附剂吸附性能的重要参数之一,对其进行研究有助于探讨吸附反应机制。SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附过程属于固-液界面传递过程,因此试验分别采用准一级、准二级动力学模型对图 6 试验数据进行拟合,研究 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  动力学过程,探讨其表面的吸附行为及吸附速率。

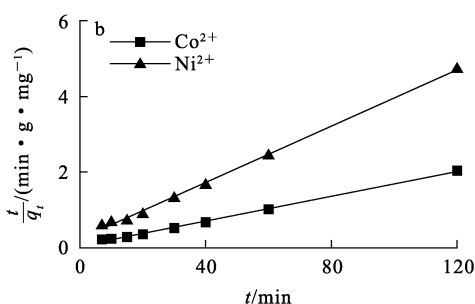


图 6 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的准一级(a)、准二级(b)动力学拟合曲线

Fig. 6 Quasi-first-order (a) and quasi-second-order (b) kinetic fitting curves for adsorption of  $\text{Co}^{2+}$  and  $\text{Ni}^{2+}$  by SBA-15-P507(2.0)

准一级动力学方程:

$$\lg(q_e - q_t) = \lg q_e - \frac{k_1 t}{2.303}; \quad (1)$$

准二级动力学方程:

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e}. \quad (2)$$

式中:  $k_1$ —准一级动力学反应速率常数,  $\text{min}^{-1}$ ;  $k_2$ —准二级动力学反应速率常数,  $\text{g}/(\text{mg} \cdot \text{min})$ ;  $t$ —吸附时间,  $\text{min}$ ;  $q_t$ —吸附  $t$  时间的吸附量,  $\text{mg}/\text{g}$ ;  $q_e$ —平衡吸附量,  $\text{mg}/\text{g}$ 。

SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的准一级(a)、准二级(b)动力学拟合参数见表 2。可知, 准二级动力学方程拟合的相关系数明显高于准一级动力学, 说明其可以更好地拟合试验数据, 通过准二级动力学方程拟合所得平衡吸附量  $q_e$  更接近试验值, 说明 SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附过程更适合用准二级动力学描述, 吸附剂对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附过程主要受化学反应控制。

表 2 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的动力学拟合参数  
Table 2 Kinetic fitting parameters of adsorption of  $\text{Co}^{2+}$  and  $\text{Ni}^{2+}$  by SBA-15-P507(2.0)

吸附离子	$q_{e, \text{试验}}/(\text{mg} \cdot \text{g}^{-1})$	准一级动力学方程			准二级动力学方程		
		$q_{e, \text{理论}}/(\text{mg} \cdot \text{g}^{-1})$	$k_1/\text{min}^{-1}$	$R^2$	$q_{e, \text{理论}}/(\text{mg} \cdot \text{g}^{-1})$	$k_2/\text{min}^{-1}$	$R^2$
$\text{Co}^{2+}$	58.90	66.276 6	0.128 7	0.976 4	61.087 4	0.005 3	0.997 6
$\text{Ni}^{2+}$	23.45	20.512 3	0.113 0	0.972 6	26.845 6	0.005 9	0.997 5

### 2.3 吸附等温线及热力学计算

为了更好地研究 SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附机制, 试验进一步研究分析了吸附等温线、吸附热力学参数。

#### 2.3.1 $\text{Co}^{2+}$ 吸附等温线

SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$  的吸附等温线如图 7 所示。可以看出:  $\text{Co}^{2+}$  吸附量随初始质量浓度增加而增大, 速率逐渐减小, 直至达到吸附平衡。SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$  的吸附性能随温度升高而提高, 表明温度升高可促进 SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$  的吸附。

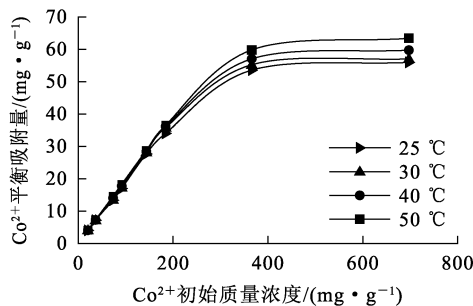


图 7 SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$  的吸附等温线

Fig. 7 Adsorption isotherm of  $\text{Ni}^{2+}$  by SBA-15-P507(2.0)

采用 Freundlich 模型和 Langmuir 等温吸附模型对试验数据进行拟合分析, 并根据数据分析

结果判断吸附属于单分子层吸附还是多分子层吸附, 从而更加准确地描述 SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的吸附机制。

Langmuir 等温吸附模型:

$$\frac{\rho_e}{q_e} = \frac{\rho_e}{q_m} + \frac{1}{k_L q_m}; \quad (3)$$

Freundlich 等温吸附模型:

$$\ln q_e = \ln k_F + \frac{1}{n} \ln \rho_e. \quad (4)$$

式中:  $\rho_e$ —平衡质量浓度,  $\text{mg}/\text{L}$ ;  $q_e$ —平衡吸附量,  $\text{mg}/\text{g}$ ;  $q_m$ —最大吸附量,  $\text{mg}/\text{g}$ ;  $k_L$ —Langmuir 平衡吸附常数,  $\text{L}/\text{mg}$ ;  $k_F$ —Freundlich 平衡吸附常数,  $\text{mg}^{1-1/n} \cdot \text{L}^{1/n} \cdot \text{g}^{-1}$ ;  $n$ —SBA-15-P507(2.0) 吸附强度。

上述 2 个模型对不同温度不同浓度条件下的试验数据的拟合曲线如图 8 所示。可以看出: SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$  的吸附量随温度升高而增大, 说明升温有利于 SBA-15-P507(2.0) 对溶液中  $\text{Co}^{2+}$  的吸附。

SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$  的等温吸附拟合参数见表 3。可以看出: 在不同温度条件下, Langmuir 等温吸附模型对  $\text{Co}^{2+}$  的吸附拟合度优于 Freundlich 模型, 相关系数  $R^2$  在 0.99 以上, 说明 Langmuir 等温吸附模型比 Freundlich 等温吸附模型更适合描述 SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Co}^{2+}$  的吸附状态, 吸附过程主要是单层吸附。

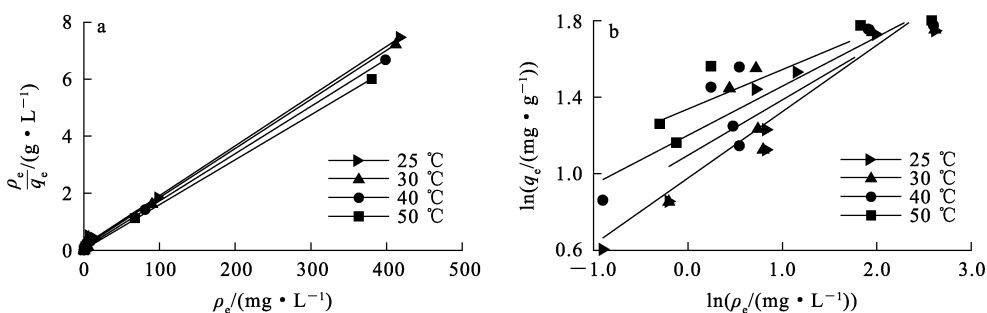


图 8 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$  的 Langmuir(a)、Freundlich(b) 等温吸附拟合曲线

Fig. 8 Langmuir (a)、Freundlich (b) isothermal adsorption fitting curves of SBA-15-P507(2.0) for  $\text{Co}^{2+}$

表 3 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$  的等温吸附拟合参数

Table 3 Isothermal adsorption fitting parameters for adsorption of  $\text{Co}^{2+}$  by SBA-15-P507(2.0)

温度/ $^{\circ}\text{C}$	Freundlich			Langmuir		
	$k_F/(\text{mg}^{1-1/n} \cdot \text{L}^{1/n} \cdot \text{g}^{-1})$	$n$	$R^2$	$q_m/(\text{mg} \cdot \text{g}^{-1})$	$k_L/(\text{L} \cdot \text{mg}^{-1})$	$R^2$
25	9.501 0	2.880 5	0.947 7	57.241 0	0.104 8	0.998 9
30	12.497 4	3.452 8	0.830 4	58.038 3	0.142 0	0.998 9
40	15.896 8	3.893 9	0.880 8	60.277 3	0.246 0	0.999 6
50	21.818 7	4.854 4	0.905 7	63.451 8	0.803 2	0.999 9

### 2.3.2 $\text{Ni}^{2+}$ 吸附等温线

SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Ni}^{2+}$  的吸附等温线如图 9 所示。可以看出:SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Ni}^{2+}$  的平衡吸附量随初始质量浓度增加而增大,直至达到吸附平衡;但平衡吸附量随温度升高而减小,说明温度升高不利于 SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Ni}^{2+}$  的吸附。

为研究 SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Ni}^{2+}$  的吸附过程,采用 Freundlich 和 Langmuir 等温吸附模型对图 9 数据进行拟合,拟合曲线如图 10 所示。可以看出:SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Ni}^{2+}$  的吸附量随温度升高而减小,说明升温不利于  $\text{Ni}^{2+}$  吸附。

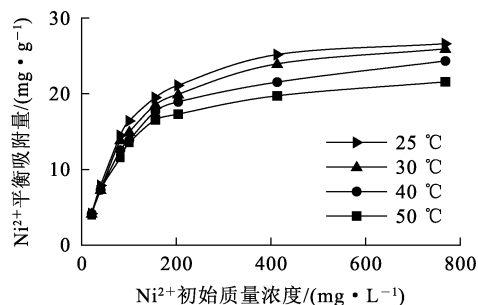


图 9 SBA-15-P507(2.0) 对  $\text{Ni}^{2+}$  的吸附等温线

Fig. 9 Adsorption isotherm of  $\text{Ni}^{2+}$  by SBA-15-P507(2.0)

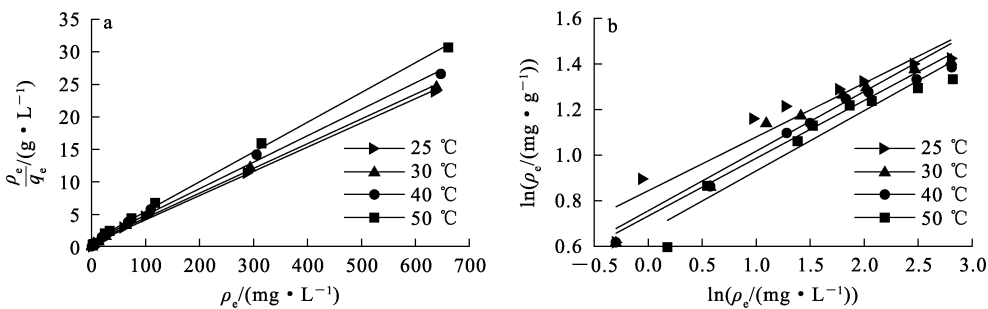


图 10 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Ni}^{2+}$  的 Langmuir(a)、Freundlich(b) 等温吸附拟合曲线

Fig. 10 Langmuir (a)、Freundlich (b) isothermal adsorption fitting curves of SBA-15-P507(2.0) for  $\text{Ni}^{2+}$

表 4 SBA-15-P507(2.0) 吸附 Ni<sup>2+</sup> 的等温吸附拟合参数  
Table 4 Isothermal adsorption fitting parameters of Ni<sup>2+</sup> by SBA-15-P507(2.0)

温度/℃	Freundlich			Langmuir		
	$k_F / (\text{mg}^{1-1/n} \cdot \text{L}^{1/n} \cdot \text{g}^{-1})$	$n$	$R^2$	$q_m / (\text{mg} \cdot \text{g}^{-1})$	$k_L / (\text{L} \cdot \text{mg}^{-1})$	$R^2$
25	6.989 9	4.237 5	0.953 5	26.860 1	0.080 5	0.999 1
30	5.710 3	3.823 1	0.974 8	26.295 0	0.056 7	0.998 8
40	5.415 8	3.94 8	0.987 5	24.582 1	0.051 9	0.998 1
50	4.650 7	3.787 4	0.961 8	21.862 7	0.048 9	0.998 9

SBA-15-P507(2.0) 吸附 Ni<sup>2+</sup> 的等温吸附拟合参数见表 4。可以看出: 在不同温度条件下, Langmuir 等温吸附模型的拟合度优于 Freundlich, 相关系数 R<sup>2</sup> 在 0.99 以上, 说明 Langmuir 等温吸附模型比 Freundlich 等温吸附模型更适合描述 SBA-15-P507(2.0) 对 Ni<sup>2+</sup> 的吸附状态, 吸附过程主要是单层吸附。

### 2.3.3 吸附热力学计算

为更好地解释 SBA-15-P507(2.0) 对 Co<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup> 的吸附行为, 根据式(5)~(7) 计算吸附前后的热力学焓变、熵变、自由能。

热力学计算公式:

$$K_d = \frac{q_e}{\rho_e}; \quad (5)$$

$$\ln K_d = -\frac{\Delta H}{RT} + \frac{\Delta S}{R}; \quad (6)$$

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S. \quad (7)$$

式中: T—热力学温度, K; K<sub>d</sub>—分配系数, L/g; q<sub>e</sub>—平衡吸附量, mg/g; ρ<sub>e</sub>—平衡质量浓度, mg/L; R—理想气体常数, 8.314 J/(mol · K); ΔG—自由能变, kJ/mol; ΔH—焓变, J/mol; ΔS—熵变, J/(mol · K)。

控制 Co<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup> 初始质量浓度为 25 mg/L, 根据不同温度下 Co<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup> 的分配系数, 计算 SBA-15-P507(2.0) 对 Co<sup>2+</sup> 和 Ni<sup>2+</sup> 的热力学吸附参数, 结果见表 5。可以看出: Co<sup>2+</sup> 吸附过程的 ΔS 大于 0, 自由度升高, 体系中混乱程度增加, 表明 Co<sup>2+</sup> 吸附完成后溶液中自由离子数量将会增加, Ni<sup>2+</sup> 吸附过程的 ΔS 小于 0, Ni<sup>2+</sup> 吸附完成后溶液中自由离子数量将会减少; Co<sup>2+</sup> 吸附过程的 ΔH 大于 0, 说明发生了吸热反应, Ni<sup>2+</sup> 吸附过程的 ΔH 小于 0, 说明发生了放热反应; Ni<sup>2+</sup> 吸附过程的 ΔH 始终小于 Co<sup>2+</sup> 吸附过程 ΔH, 说明 SBA-15-P507(2.0) 对 Co<sup>2+</sup> 的亲合力强于 Ni<sup>2+</sup> [5,16]。综上可知, SBA-15-P507(2.0) 对 Co<sup>2+</sup> 的吸附是吸热熵增反应, 对 Ni<sup>2+</sup> 的吸附是放热熵减反应。

表 5 SBA-15-P507(2.0) 吸附 Co<sup>2+</sup> 和 Ni<sup>2+</sup> 的热力学参数

Table 5 Thermodynamic parameters for adsorption of Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> by SBA-15-P507(2.0)

金属离子	温度/℃	ΔG/(kJ · mol <sup>-1</sup> )	ΔH/(kJ · mol <sup>-1</sup> )	ΔS/(J · mol <sup>-1</sup> · K <sup>-1</sup> )
Co <sup>2+</sup>	25	-5.415 72	7.887	44.64
	30	-5.638 92		
	40	-6.085 32		
	50	-6.531 72		
Ni <sup>2+</sup>	25	-1.433 5	-11.64	-34.25
	30	-1.262 25		
	40	-0.919 75		
	50	-0.577 25		

### 2.4 混合体系吸附性能

为了验证混合体系中 SBA-15-P507(2.0) 对 Co<sup>2+</sup> 的选择性吸附性能, 取 120 mg/L Co<sup>2+</sup>、500 mg/L Ni<sup>2+</sup> 的工业废液 200 mL, 在温度 30 ℃、pH=7.0 条件下, 考察反应时间对 SBA-15-P507(2.0) 吸附 Co<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup> 的分离系数 β(Co<sup>2+</sup>/Ni<sup>2+</sup>) 和去除率的影响, 结果如图 11 所示。可以看出: 反应 60 min 时, 钴离子去除率为 99.99%, 镍离子去除率为 26.98%, 分离系数最大可达 24 612。可见, 通过控制溶液 pH 和温度, SBA-15-P507(2.0) 可选择性吸附 Co<sup>2+</sup>, 从而将 Co<sup>2+</sup> 从含 Ni<sup>2+</sup> 的混合体系分离出来。

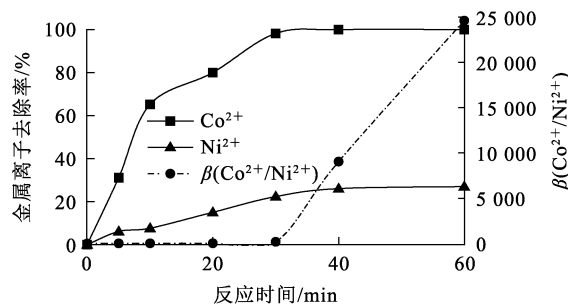


图 11 反应时间对 SBA-15-P507(2.0) 吸附 Co<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup> 分离系数和去除率的影响

Fig. 11 Effects of reaction time on separation coefficients and removal rates of Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> by SBA-15-P507(2.0)

## 2.5 浸渍二氧化硅的表征

### 2.5.1 红外光谱分析

为了进一步验证 SBA-15-P507(2.0)对  $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  的吸附机制,采用傅里叶红外光谱仪对 SBA-15、P507 和 SBA-15-P507(2.0),以及吸附钴、镍混合离子后的 SBA-15-P507(2.0)(负载 SBA-15-P507(2.0))的结构进行表征,结果如图 12 所示。

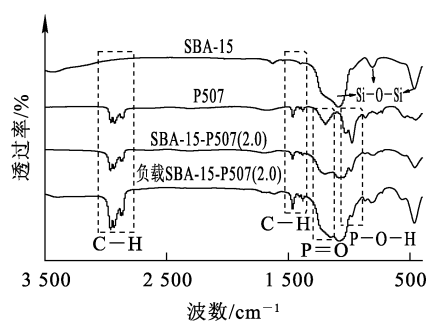


图 12 SBA-15、P507、SBA-15-P507(2.0)和负载 SBA-15-P507(2.0)的红外光谱

Fig. 12 Infrared spectra of SBA-15, P507, SBA-15-P507(2.0) loaded and SBA-15-P507(2.0)

由图 12 看出:与 SBA-15 相比,SBA-15-P507(2.0)在  $1\ 340\sim 1\ 474\ \text{cm}^{-1}$  和  $2\ 852\sim 2\ 960\ \text{cm}^{-1}$  处的特征吸收峰分别由  $\text{CH}_3$  和  $\text{CH}_2$  中的 C—H 弯曲和拉伸振动引起,说明桥键乙烷— $\text{CH}_2$ — $\text{CH}_2$ —被成功引入;在  $1\ 700\ \text{cm}^{-1}$  附近的峰为 P507 二聚体之间的氢键特征峰;在  $960\ \text{cm}^{-1}$  附近的峰为 P—O—H 的伸缩振动峰;在  $1\ 230$  和  $1\ 282\ \text{cm}^{-1}$  处的吸收峰对应 P=O 特征峰,初步判断萃取剂成功浸渍于二氧化硅中;对比 P507 和 SBA-15-P507(2.0) 吸收峰强度发现,P—O—H 的伸缩振动峰明显减弱,推测在制备浸渍介孔二氧化硅过程中,P—O—H 是 P507 接枝于 SBA-15 的关键点位;由图 12 还可看出:负载 SBA-15-P507(2.0) 仍出现 SBA-15 的特征吸收峰,说明在 SBA-15-P507(2.0) 吸附  $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  过程中,材料的介孔结构仍能保持完好;负载 SBA-15-P507(2.0) 的 P=O 键相较于 SBA-15-P507(2.0) 向低波数偏移,说明磷酸基 P=O 参与了  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的配位反应,形成了相应的配合物;通过对比 SBA-15-P507(2.0) 和负载 SBA-15-P507(2.0) 键位置发现,P—O—C 键位置基本不变,说明 P—O—C 键不参与反应;负载

SBA-15-P507(2.0)相较于 SBA-15-P507(2.0)的光谱峰 P=O、P—O—H 伸缩振动峰发生了波数变化,其中 P—O—H 键发生明显红移,峰强度发生改变,说明有阳离子交换发生,P—O 键与  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  相互结合,同时置换出  $\text{H}^+$ 。

### 2.5.2 热重分析

用热重分析仪对 SBA-15、SBA-15-P507(0.8) 和 SBA-15-P507(2.0) 的热稳定性进行表征,热重曲线如图 13 所示。

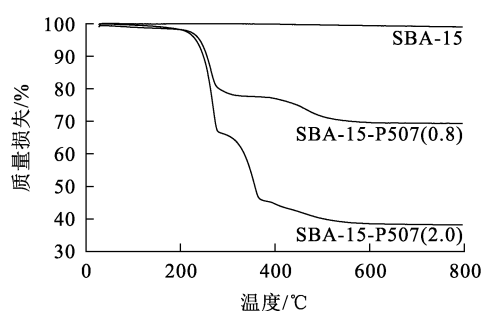


图 13 SBA-15、SBA-15-P507(0.8)和 SBA-15-P507(2.0)的热重分析曲线

Fig. 13 Thermogravimetric analysis curves of SBA-15, SBA-15-P507(0.8) and SBA-15-P507(2.0)

由图 13 看出:3 种材料在  $0\sim 300\ ^\circ\text{C}$  温度范围内缓慢失重,质量损失率约为 3.35%,对应于吸附水的失去,整体失重不明显,表明 SBA-15 作为载体具有较好的热稳定性;SBA-15-P507(0.8) 和 SBA-15-P507(2.0) 分别在  $180\sim 300\ ^\circ\text{C}$  和  $300\sim 510\ ^\circ\text{C}$  温度为范围出现 2 次明显质量损失,分别对应于溶剂浸渍二氧化硅中萃取剂的有机键断裂和羟基脱水缩合;浸渍二氧化硅在低于  $180\ ^\circ\text{C}$  范围内具有良好的热稳定性,此时可满足金属离子在吸附中的温度要求;在室温  $\sim 800\ ^\circ\text{C}$  范围内,SBA-15 质量损失率约为 3.35%,而 SBA-15-P507(2.0) 质量损失率约为 61.63%,推断浸渍到 SBA-15 载体介孔中的 P507 萃取剂质量分数约为 58.28%。

### 2.5.3 孔结构分析

SBA-15、SBA-15-P507(2.0) 和负载 SBA-15-P507(2.0) 的氮气吸附—脱附曲线及孔径分布如图 14 所示。

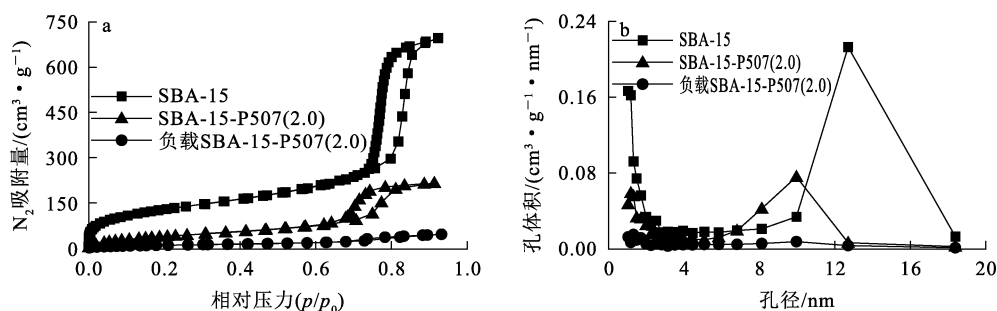


图 14 SBA-15、SBA-15-P507(2.0)和负载 SBA-15-P507(2.0)的吸附—脱附曲线(a)及孔径分布(b)

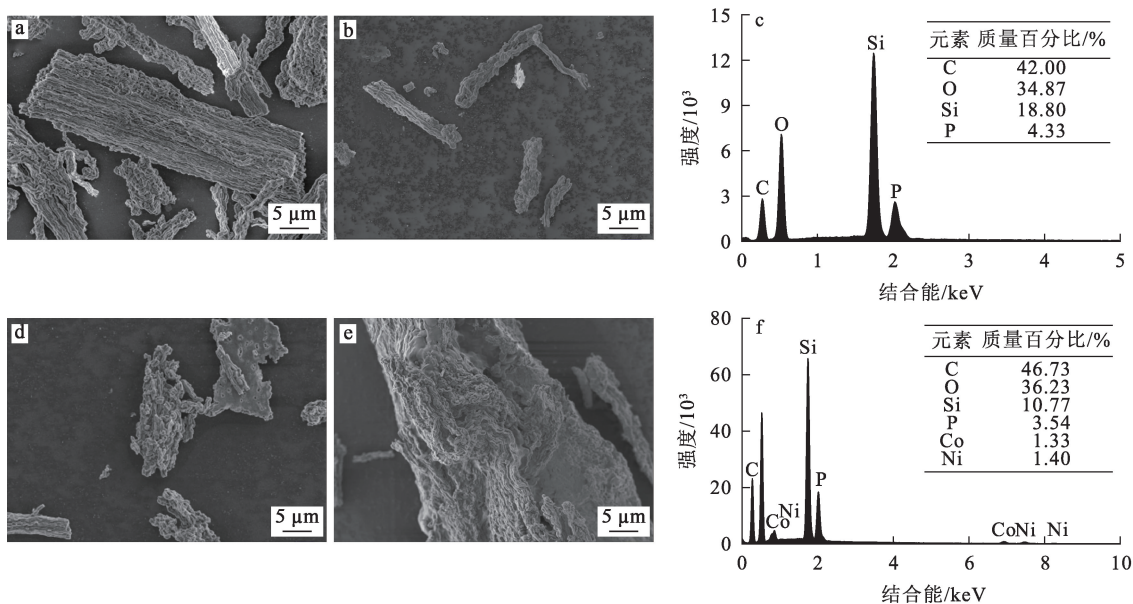
Fig. 14 Adsorption-desorption curves (a) and pore size distribution (b) of SBA-15, SBA-15-P507(2.0) and loaded SBA-15-P507(2.0)

由图 14 看出;SBA-15 和 SBA-15-P507(2.0) 的  $N_2$  吸附—脱附曲线存在明显的滞后环,负载 SBA-15-P507(2.0)滞后环较小,但均属于 IV 型吸附等温线,3 种材料均具有明显的介孔特性;SBA-15 和 SBA-15-P507(2.0)的吸附—脱附曲线回滞环属于 H1 型,说明材料存在两端开口的管径分布均匀的圆筒状孔;负载 SBA-15-P507(2.0)的吸附—脱附曲线回滞环属于 H4 型,说明材料含有狭窄裂隙;SBA-15-P507(2.0)比 SBA-15 出现拐点早,说明 P507 成功填充至二氧化硅内部孔道,同时

填充后的二氧化硅材料孔径明显变小;负载 SBA-15-P507-H(2.0)相较于 SBA-15-P507-H(2.0),回滞环类型发生明显变化,同时吸附  $Co^{2+}$ 、 $Ni^{2+}$  后的样品孔径有所减小,这是因为溶液中  $Co^{2+}$  和  $Ni^{2+}$  由二氧化硅表面进入内部孔道中,与萃取剂接触,发生物理化学作用,使得离子占据介孔材料部分孔道所致。

#### 2.5.4 扫描电镜和能谱分析

SBA-15-P507(2.0)和负载 SBA-15-P507(2.0)的扫描电镜和能谱分析结果如图 15 所示。



a、b—SBA-15-P507(2.0), SEM; c—SBA-15-P507(2.0), EDS;  
d、e—负载 SBA-15-P507(2.0), SEM; f—负载 SBA-15-P507(2.0), EDS.

图 15 扫描电镜和能谱分析结果

Fig. 15 Analysis results of SEM and EDS

由图 15 看出:SBA-15-P507(2.0)吸附前呈棒状结构,比表面积较大,有利于吸附重金属离子;SBA-15-P507(2.0)吸附  $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  金属离子后,其表面形态有所改变,表面暗点数量增加,表面凹凸不平,开放孔数减少,说明发生了孔填充效应;负载 SBA-15-P507(2.0)表面沉积物中含有钴镍元素,说明 SBA-15-P507(2.0)表面的吸附位点有效吸附了溶液中的  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 。

## 2.6 循环再生性能

为了验证 SBA-15-P507(2.0)循环使用性能,试验选用 0.1 mol/L 硫酸溶液作为洗脱剂,对上述吸附了含 120 mg/L  $\text{Co}^{2+}$ 、500 mg/L  $\text{Ni}^{2+}$  的工业废液的 SBA-15-P507(2.0)进行 6 次吸附—脱附循环试验,结果如图 16 所示。可以看出:在前 2 次循环再生过程中,SBA-15-P507(2.0)对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的去除率仍维持在 97.45%和 24.15%以上,变化不大;在第 6 次循环再生过程中,其对  $\text{Co}^{2+}$  的去除率仍保持在 88.50%以上,说明 SBA-15-P507(2.0)吸附剂具有良好吸附再生能力,可循环使用,节约成本。

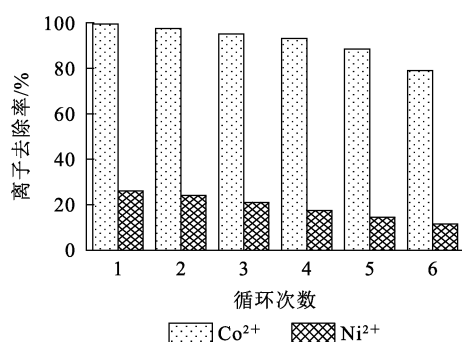


图 16 SBA-15-P507(2.0)循环再生性能测试结果

Fig. 16 Recycling performance test results of SBA-15-P507(2.0)

## 3 结论

选取 P507 作为萃取剂、SBA-15 为载体模板,制备了一种对钴离子具有良好吸附性能的浸渍二氧化硅 SBA-15-P507(2.0)。对于单一离子固相萃取时,在吸附剂用量 5 g/L、 $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  初始质量浓度为 400 mg/L、吸附温度 25 °C 条件下, $\text{Co}^{2+}$  和  $\text{Ni}^{2+}$  平衡吸附量分别可达 58.90、23.45 mg/g,吸附平衡时间为 40 min。当溶液中  $\text{Co}^{2+}$  初始质量浓度小于 200 mg/L 时, $\text{Co}^{2+}$  去除

率高达 99.66%;吸附过程中,SBA-15-P507(2.0)的 P=O 双键和 P—O—H 键参与了金属离子的配位和交换反应,相较于  $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Co}^{2+}$  与 SBA-15-P507(2.0)的结合能力更强。

针对含 120 mg/L  $\text{Co}^{2+}$ 、500 mg/L  $\text{Ni}^{2+}$  的工业废液,SBA-15-P507(2.0)对  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  的最大去除率分别为 99.99%和 26.98%,经 6 次吸附—脱附循环再生后,对  $\text{Co}^{2+}$  的去除率仍能保持在 88.50%以上,具有良好的吸附再生能力,可满足镍钴电池废水中钴选择性分离要求。

## 参考文献:

- [1] 陶学文. 新型吡啶类螯合树脂对钴镍的吸附分离特性研究及其在高纯钴制备中的应用探索[D]. 南京:南京大学,2015.
- [2] 周艳晶,李颖,柳群义,等. 中国钴需求趋势及供应问题浅析[J]. 中国矿业,2014,23(12):16-19.  
ZHOU Yanjing, LI Ying, LIU Qunyi, et al. Analysis of cobalt demand trends and brief supply in China[J]. China Mining Magazine, 2014, 23(12): 16-19.
- [3] 卢宜冠,郝波,孙凯,等. 钴金属资源概况与资源情况分析[J]. 地质调查与研究,2020,43(1):72-80.  
LU Yiguan, HAO Bo, SUN Kai, et al. General situation of cobalt resource and its utilization analysis[J]. Geological Survey and Research, 2020, 43(1): 72-80.
- [4] HUANG Y K, CHEN P X, SHU X Z, et al. Extraction and recycling technologies of cobalt from primary and secondary resources; a comprehensive review[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 2024, 31(4): 628-649.
- [5] RODRIGUEZ-ESTUPINAN P, LEGNOVERDE M S, SIMONETTI S, et al. Influence of functionalization, surface area and charge distribution of SBA15-based adsorbents on Co(II) and Ni(II) removal from aqueous solutions[J]. Journal of Environmental Chemical Engineering, 2020, 8(2). DOI:10.1016/j.jece.2020.103671.
- [6] 诸爱士,徐亮,沈芬芳,等. 钴与镍的分离技术研究综述[J]. 浙江科技学院学报,2007(3):169-174.  
ZHU Aishi, XU Liang, SHEN Fenfang, et al. Review of separation technology study of cobalt and nickel[J]. Journal of Zhejiang University of Science and Technology, 2007(3): 169-174.
- [7] SAFARZADEH M S, DHAWAN N, BIRINCI M, et al. Reductive leaching of cobalt from zinc plant purification residues[J]. Hydrometallurgy, 2011, 106(1/2): 51-57.
- [8] 王辉,丰成友,张明玉. 全球钴矿资源特征及勘查研究进展[J]. 矿床地质,2019,38(4):739-750.  
WANG Hui, FENG Chengyou, ZHANG Mingyu. Characteristics and exploration and research progress of global

- cobalt deposits[J]. *Mineral Deposits*, 2019, 38(4): 739-750.
- [9] NADIMI H, FATMEHSARI D H, FIROOZI S. Separation of Ni and Co by D<sub>2</sub>EHPA in the presence of citrate ion[J]. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2017, 48(5): 2751-2758.
- [10] 刘三平, 王海北, 蒋开喜, 等. 钴提取分离技术分析与应用[J]. *有色金属*, 2004, 56(2): 73-76.  
LIU Sanping, WANG Haibei, JIANG Kaixi, et al. Cobalt separation technologies and their application to scrap treatment[J]. *Nonferrous Metals*, 2004(2): 73-76.
- [11] 王明欣, 孙润超, 张建国, 等. 化学沉淀中和法处理人造金刚石含镍酸性废水[J]. *广州化工*, 2013, 41(13): 192-193.  
WANG Mingxin, SUN Runchao, ZHANG Jianguo, et al. Chemical precipitation neutralization treatment of artificial diamond acid wastewater containing nickel[J]. *Guangzhou Chemical Industry*, 2013, 41(13): 192-193.
- [12] SHIH Y J, LIN C P, HUANG Y H. Application of Fered-Fenton and chemical precipitation process for the treatment of electroless nickel plating wastewater[J]. *Separation and Purification Technology*, 2013, 104: 100-105.
- [13] 葛勇德. 硫化沉淀浮选处理电解钴镍废水的实验研究[J]. *环境与开发*, 1999(2): 23-24.  
GE Yongde. Study on treatment of electrolytic cobalt and nickel wastewater by sulphur-precipitation flotation[J]. *Environment and Exploitation*, 1999(2): 23-24.
- [14] ZHAO D, FENG J, HUO Q, et al. Triblock copolymer syntheses of mesoporous silica with periodic 50 to 300 angstrom pores[J]. *Science*, 1998, 279: 548-552.
- [15] ALFREDSSON V, WENNERSTROM H. The dynamic association processes leading from a silica precursor to a mesoporous SBA-15 material[J]. *Accounts of Chemical Research*, 2015, 48(7): 1891-1900.
- [16] GHEYTANZADEH M, RAJABHASANI F, BAGHBAN A, et al. Estimating hydrogen absorption energy on different metal hydrides using Gaussian process regression approach[J]. *Scientific Reports*, 2022, 12(1). DOI: 10.1038/s41598-022-26522-2.

## Solid-Phase Extraction of Cobalt(Ⅱ) and Nickel(Ⅱ) from Wastewater Using Impregnated Mesoporous Silica

ZHANG Shenghang, SHU Xuanzhao, JIAO Ziming, HUANG Yukun

(School of Chemical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** A series of impregnated mesoporous silica SBA-15-P507 was prepared by using 2-ethylhexyl phosphate (P507) as extractor and mesoporous nano-silica material (SBA-15) as carrier. The adsorption properties of SBA-15-P507 on Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> in wastewater were investigated. The results show that under the conditions of adsorbent dosage of 5 g/L, initial mass concentrations of Co<sup>2+</sup> of 400 mg/L, initial mass concentrations of Ni<sup>2+</sup> of 400 mg/L, adsorption temperature of 25 °C, the equilibrium adsorption capacities of Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> can reach 58.90 and 23.45 mg/g, respectively, and the adsorption equilibrium time is 40 min. The adsorption processes of Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> conform to the quasi-second-order kinetic equation, and the adsorption isotherms of Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> conform to the Langmuir isotherm adsorption model. The adsorption reaction of Co<sup>2+</sup> is endothermic, while that of Ni<sup>2+</sup> is exothermic. In the mixed simulation system containing Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup>, SBA-15-P507(2.0) can selectively adsorb Co<sup>2+</sup>. 0.1 mol/L sulfuric acid solution has significant elution effect on Co<sup>2+</sup> adsorbed by SBA-15-P507(2.0). The research results can provide a new way for the purification of cobalt-nickel wastewater, which has certain theoretical guidance and practical application value.

**Key words:** cobalt; nickel; solid phase extraction; macerate; mesoporous silica; wastewater; purification; removal