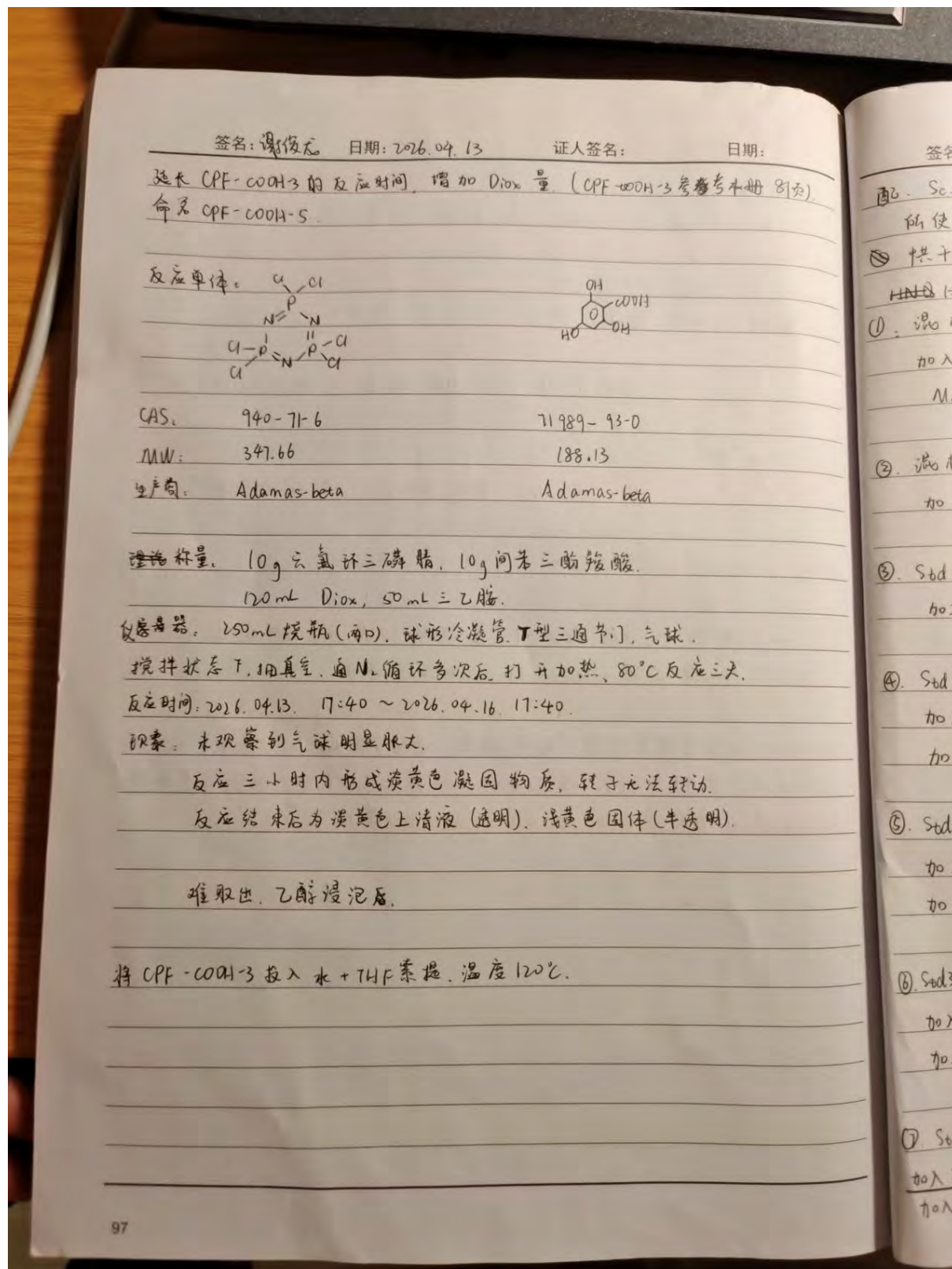


报告时间: 2026年04月19日

姓名: 谢俊龙

年级: 博一

本周进行一些吸附实验和 ICP 溶液配置, 并尝试合成一些 CPF-COOH 材料。



日期:

本册 81页

签名: 谢俊龙 日期: 2026.04.13

证人签名:

日期:

配. Se, Ni, Mn 的 LCP-MS 标曲 (三元系混合)

所使用 50ml 离心管均已使用 2% (v/v) HNO_3 浸泡 12 小时以上, 并洗净

① 烘干, 使用 10 ppm γ 标液为 2026.03.29 (本册第 85 页) 配制, 使用 2% (v/v) HNO_3 为 2026.03.28 配制.

①. 混标 10 ppm:

加入 Se 标液 (1000 ppm) 共 0.5001 g, Ni 标液 (1000 ppm) 共 0.4999 g,

Mn 标液 (1000 ppm) 共 0.5000 g. 加 2% 硝酸至 50.0001 g, 摇匀.

②. 混标 1 ppm:

加入 4.0000 g 混标 10 ppm 溶液, 加 2% (v/v) HNO_3 至 39.9999 g, 摇匀.

③. Std 0: 0 ppb.

加入 0.0400 g 10 ppm γ 标液, 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0000 g, 摇匀.

④. Std 1: 5 ppb.

加入 0.2000 g ~~10 ppm~~ 混标 1 ppm, 加入 0.0401 g 10 ppm γ 标液.

加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001 g, 摇匀.

⑤. Std 2: 10 ppb:

加入 0.4000 g 混标 1 ppm, 加入 0.0401 g 10 ppm γ 标液.

加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001 g, 摇匀.

⑥. Std 3: 20 ppb:

加入 0.8001 g 1 ppm 混标, 加入 0.0400 g 10 ppm γ 标液.

加入 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001 g, 摇匀.

⑦. Std 4: 50 ppb:

加入 2.0000 g 1 ppm 混标, 加入 0.0400 g 10 ppm γ 标液

加入 2% (v/v) HNO_3 至 40.0000 g, 摇匀

⑧. Std 5: 100 ppb:

加入 4.0000 g 混标 1 ppm, 加入 0.0400 g 10 ppm γ 标液

加入 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001 g, 摇匀.

签名: 谢俊龙 日期: 2026.04.14

证人签名:

日期:

配样品稀溶液

样品编号与说明如下:

样品1至样品6为 2026.04.07 (本册 94页) 500 ppm Se/Ni/Mn 单组分饱和吸附

0 min 与 180 min 滤液

样品7 8 为 2026.04.08 (本册 95页) 0.1 M Se + CPF-0004-3 饱和吸附 0 min 与 180 min 滤液

样品1: 100 mL 500 ppm Se, 0 min.

样品2: 100 mL 500 ppm Se, 10 mg CPF-0004-3, 180 min.

样品3: 100 mL 500 ppm Ni, 0 min.

样品4: 100 mL 500 ppm Ni, 10 mg CPF-0004-3, 180 min.

样品5: 100 mL 500 ppm Mn, 0 min.

样品6: 100 mL 500 ppm Mn, 10 mg CPF-0004-3, 180 min.

样品7: ~~0.1 M~~ 100 mL 0.1 M Se (浓度理论为 4495.6 ppm), 0 min.

样品8: 100 mL 0.1 M Se, 100 mg CPF-0004-3, 180 min.

稀释过程如下。所使用容器均为已酸洗并洗净烘干的 50 mL 离心管。

使用 2% (v/v) HNO₃ 为 2026.03.28 自制。10 ppm Y 标液为 2026.03.29 配制。

xxx × 100 为 xxx 稀释 100 倍。xxx × 10000 为 xxx 稀释 10000 倍。以此类推

①. 样品①:

样品① × 100: 取 0.4001 g 样品1原液, 加 2% (v/v) HNO₃ 至 40.0001 g, 摇匀。

样品① × 10000: 取 0.4000 g "样品① × 100", 加 0.0401 g 10 ppm Y 标液, 加 2% (v/v) HNO₃ 至 40.0000 g, 摇匀。

以 "样品① × 10000" 为上机液①。

②. 样品②:

样品② × 100: 取 0.3999 g 样品1原液, 加 2% (v/v) HNO₃ 至 40.0000 g, 摇匀。

样品② × 10000: 取 0.4001 g "样品② × 100", 加 0.0399 g 10 ppm Y 标液, 加 2% (v/v) HNO₃ 至 40.0001 g, 摇匀。

以 "样品② × 10000" 为上机液②。

99

签名: 谢俊

稀释过程续:

③. 样品③:

样品③ × 100

样品③ × 1000

以 "样品③"

④. 样品④:

样品④ × 100

样品④ × 1000

以 "样品④"

⑤. 样品⑤:

样品⑤ × 10

样品⑤ × 100

以 "样品⑤"

⑥. 样品⑥:

样品⑥ × 10

样品⑥ × 100

以 "样品⑥"

样品⑥与样

签名: 谢俊龙 日期: 2026.04.14

证人签名: 日期:

稀释过程续:

③. 样品③:

样品③ $\times 100$: 取 0.4001g 样品③原液, 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001g, 摇匀.

样品③ $\times 10000$: 取 0.4000g "样品③ $\times 100$ ", 加 0.0400g 10ppm γ 标准液,
加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0000g, 摇匀.

以 "样品③ $\times 10000$ " 为上机样③.

④. 样品④:

样品④ $\times 100$: 取 0.4001g 样品④原液, 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001g, 摇匀.

样品④ $\times 10000$: 取 0.4000g "样品④ $\times 100$ ", 加 0.0401g 10ppm γ 标准液,
加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001g, 摇匀.

以 "样品④ $\times 10000$ " 为上机样④.

⑤. 样品⑤:

样品⑤ $\times 100$: 取 0.4001g 样品⑤原液, 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001g, 摇匀.

样品⑤ $\times 10000$: 取 0.4001g "样品⑤ $\times 100$ ", 加 0.0400g 10ppm γ 标准液,
加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001g, 摇匀.

以 "样品⑤ $\times 10000$ " 为上机样⑤.

⑥. 样品⑥:

样品⑥ $\times 100$: 取 0.4000g 样品⑥原液, 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0000g, 摇匀.

样品⑥ $\times 10000$: 取 0.4001g "样品⑥ $\times 100$ ", 加 0.0399g 10ppm γ 标准液,
加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001g, 摇匀.

以 "样品⑥ $\times 10000$ " 为上机样⑥.

样品⑦与样品⑧见本册101页.

签名: 谢俊龙

日期: 2026.04.19

证人签名:

日期:

稀释过程续:

⑦. 样品⑦:

样品⑦ $\times 100$: 取 0.4000g 样品⑦原液, 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0001g, 摇匀.

样品⑦ $\times 10,000$: 取 0.4000g "样品⑦ $\times 100$ ", 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0000g, 摇匀.

样品⑦ $\times 100,000$: 取 4.0001g "样品⑦ $\times 10,000$ ", 加 ~~2%~~ 0.0400g 10ppm γ 标液, 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0000g, 摇匀.

以 "样品⑦ $\times 100,000$ " 为上机样⑦.

⑧. 样品⑧:

取样品⑧

样品⑧ $\times 100$: 取 0.4001g 样品⑧原液, 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0000g, 摇匀.

样品⑧ $\times 10,000$: 取 0.4001g "样品⑧ $\times 100$ ", 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0000g, 摇匀.

样品⑧ $\times 100,000$: 取 4.0001g "样品⑧ $\times 10,000$ ", 加 2% (v/v) HNO_3 至

加 10ppm γ 标液 0.0400g, 加 2% (v/v) HNO_3 至 40.0000g, 摇匀.

以 "样品⑧ $\times 100,000$ " 为上机样⑧.

假设该条件下饱和吸附量为 50mg/g, 则 $50\text{mg/g} \times 100\text{mg} = 5\text{mg}$.

则溶液中 S_c 浓度下降 $5\text{mg}/100\text{mL} = 50\text{ppm}$.

稀释 100,000 后, 反映至上机样中, 则 ~~精~~ 机样⑧中 S_c 浓度相较⑦中降低 0.5ppb.

可能难以测准.

日期:

签名: 谢德成

日期: 2026.04.15

证人签名:

日期:

取出 2026.04.13 投入水 + THF 萃取的 CPF-COOH-3, 发现全部溶解。
仅余玻璃纤维滤筒壁内 CPF-COOH-3, 经洗涤前, 无法取出。

DB18C6-HCP, CPF-1 在 0.1M Sc 或 0.1M Ni 中的单组分饱和吸附实验。

DB18C6-HCP 为 2026.04.19 合成, 详见本册第 99 页。

CPF-1 为 2026.03.18 合成, 详见本册第 71 页。

0.1M Sc 100ml: 2.594g $ScCl_3 \cdot xH_2O$ (Adamas-beta MW: 259.91)

0.1M Ni 100ml: 2.377g $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ (Adamas-beta, MW: 237.69)

①: 2.594g $ScCl_3 \cdot xH_2O$ 溶于 100ml 水中, 0.45um 过滤器 取约 3ml 过滤
作为 0min 滤液。

加入 100mg DB18C6-HCP, 搅拌, DB18C6 浮出水面, 疏水。

搅拌时间: 17:45 ~ 20:45, 于 20:45 取 3ml 过滤, 作为 180min 滤液。

剩余液体抽滤, 滤纸为普通滤纸(定性, 快速) 保留带滤饼的滤纸。

②: 2.377g $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ 溶于 100ml 水中, 0.45um 过滤器 取约 3ml 过滤
作为 0min 滤液。

加入 100mg ~~DB18C6-HCP~~ DB18C6-HCP, 搅拌, 搅拌时间: 18:05 ~ 21:05。

于 21:05 取约 3ml 过滤, 作为 180min 滤液。

剩余液体抽滤, 滤纸与 ① 相同, 保留带滤饼的滤纸。

③: 2.594g $ScCl_3 \cdot xH_2O$ 溶于 100ml 水中, 0.45um 过滤器 取约 3ml 过滤。

作为 0min 滤液

加入 100mg CPF-1, 搅拌, 搅拌时间: 17:55 ~ 20:55。

于 20:55 取约 3ml 过滤, 作为 180min 滤液。

剩余液体抽滤, 滤纸与 ① 相同, 保留带滤饼的滤纸。

④: 2.377g $NiCl_2 \cdot 6H_2O$, 100ml 水, 溶解后 0.45um 过滤器 取约 3ml 过滤 作为 0min 滤液。

加入 100mg CPF-1, 搅拌, 时间: 20:10 ~ 21:10, 于 21:10 取约 3ml 过滤, 作为 180min 滤液。

剩余液体抽滤, 滤纸与 ① 相同, 保留带滤饼的滤纸。

签名: 谢俊杰

日期: 2026.04.16

证人签名:

日期:

持 2026.04.15 吸附实验 (本册 102 页) 带称的滤纸干燥

整理结果如下:

①. 100ml 0.1 M Se + 100mg DB18C6-HCP. 吸附 180 min. 过滤.

40°C 真空干燥后 DB18C6-HCP 称重 86.6 mg.

②. 100ml 0.1 M Se + 100mg CPF-1. 吸附 180 min 后过滤.

40°C 真空干燥后. CPF-1 称重 43.9 mg.

③. 100ml 0.1 M Ni + 100mg DB18C6-HCP. 吸附 180 min 后过滤.

40°C 真空干燥后. DB18C6-HCP 称重 86.1 mg.

④. 100ml 0.1 M Ni + 100mg CPF-1. 吸附 180 min 后过滤.

40°C 真空干燥后. CPF-1 称重 46.4 mg.

①. ②. ③. ④ 中过滤干燥后的吸附剂 (DB18C6-HCP, CPF-1) 均速检 XPS.

XPS 检测样品说明如下:

样 1: 吸附前的 DB18C6-HCP. 测 C, O, Fe.

样 2: 吸附 Se 后的 DB18C6-HCP. 测 C, O, Fe, Se.

样 3: 吸附 Ni 后的 DB18C6-HCP. 测 C, O, Fe, Ni.

样 4: 吸附前的 CPF-1. 测 C, N, O, P, Cl.

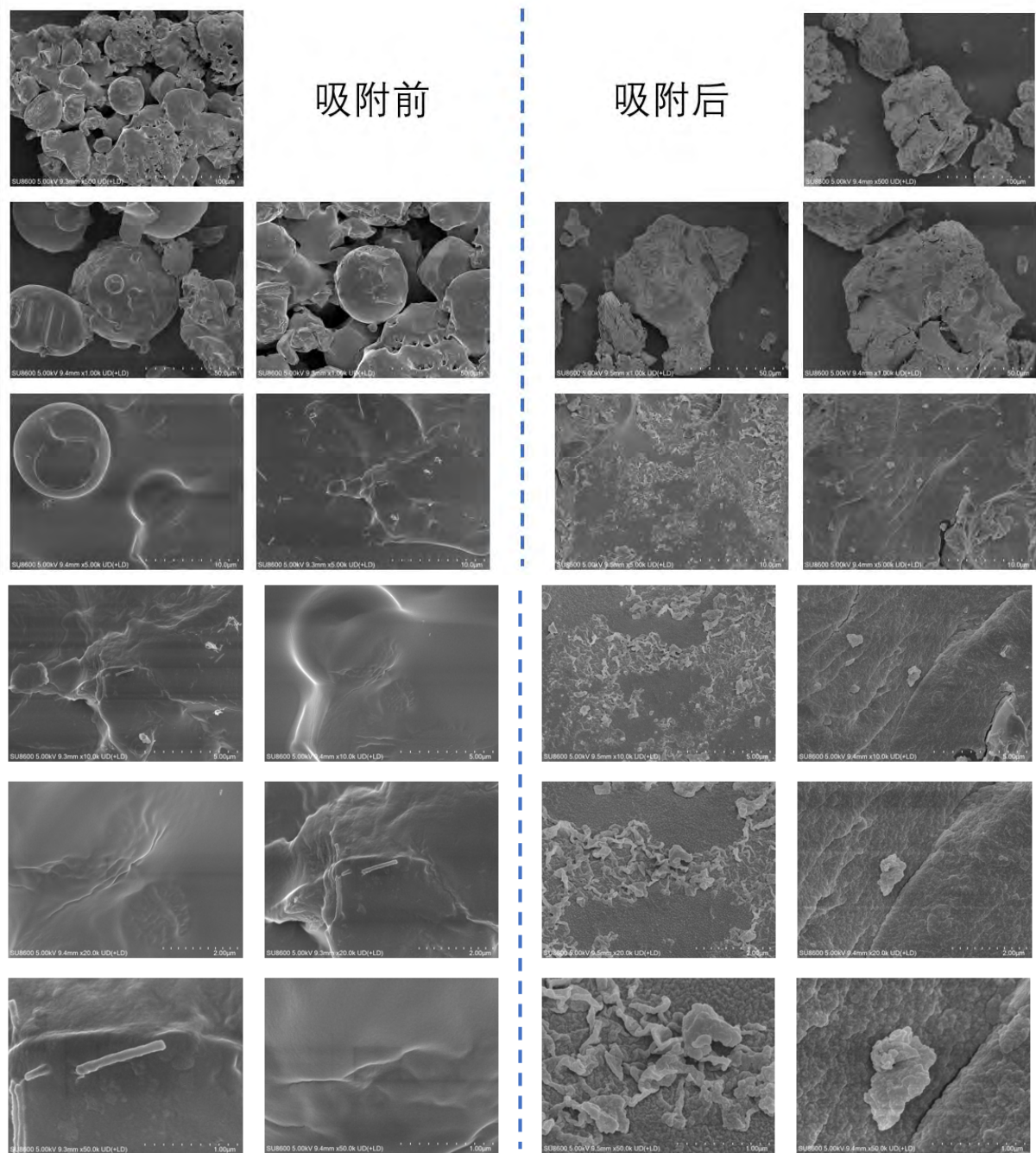
样 5: 吸附 Se 后的 CPF-1. 测 C, N, O, P, Cl, Se.

样 6: 吸附 ^{Ni} 后的 CPF-1. 测 C, N, O, P, Cl, Ni.

CPF-COOH-3 在 0.1 M Sc 溶液中吸附前后 SEM/Mapping 结果:

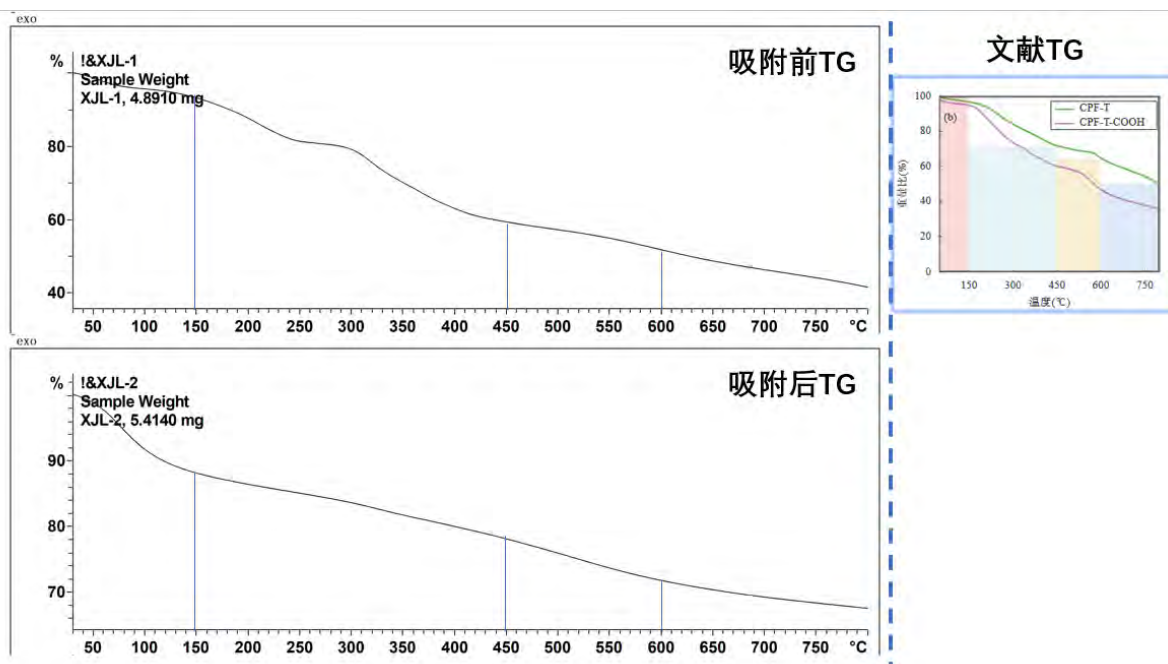
以中间蓝色竖线为界, 左为吸附前, 右为吸附后。

每行标尺相同, 从上到下依次为 100 微米、50 微米、10 微米、5 微米、2 微米、1 微米。



可见吸附前材料表面较为光滑, 黏连成片。而经过吸附搅拌三小时后, 由 100 微米、50 微米尺度下可见原本相连的部分破碎, 颗粒变细; 而在更小的尺度上, 可见原本光滑的表面明显变粗糙。

热重表征如下：



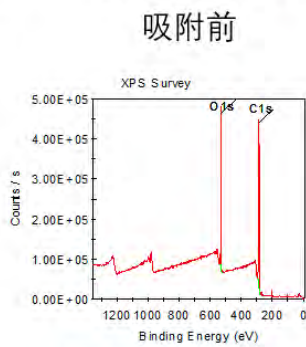
依文献中的不同温度范围划分阶段，发现所合成材料的失重阶段与文献中略有不同。文献中认为第一阶段的质量损失由有机溶剂和吸附水的损失引起；而第二阶段可能由于磷腈环的裂解；第三阶段由于 P-O 键的断裂；第四阶段由剩余部分（如苯环）碳化引起。

本工作合成的 CPF-COOH-3 对照文献中的 CPF-T-COOH，其 TG 曲线较为相似，在 450 摄氏度时均仅余 60% 左右，而后失重相较于文献中稍缓。

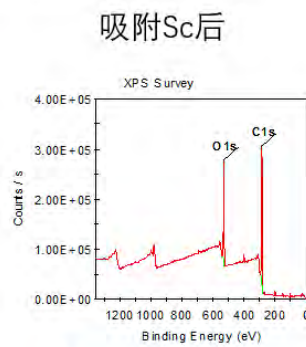
而由吸附后材料的 TG 可见，吸附 Sc 后，材料更加稳定，同样温度下质量损失明显小于吸附前材料。可能是因为材料的羧基中的 H 交换为 Sc，并可能形成三配位结构，使得结构更加稳固。

DB18C6-HCP吸附0.1 M Sc或Ni前后XPS

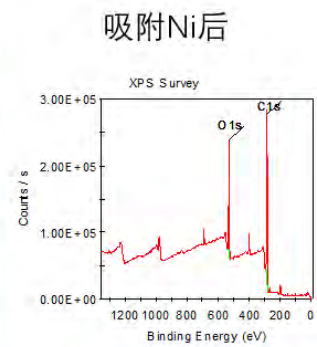
注：100 mg DB18C6-HCP吸附Sc或Ni后分别剩余86.6 mg与86.1 mg。



Name	Atomic %
C1s	77.82
Fe2p	0.26
O1s	21.92



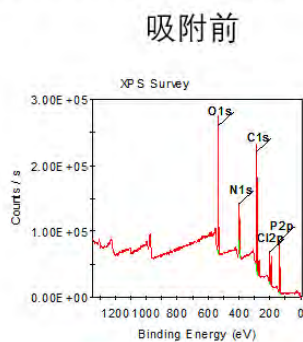
Name	Atomic %
C1s	76.69
Fe2p	0.2
O1s	22.04
Sc2p	1.07



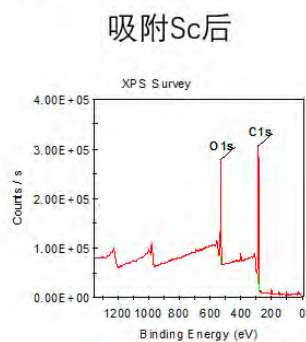
Name	Atomic %
C1s	79.45
Fe2p	0.32
Ni2p	0.29
O1s	19.94

CPF-1吸附0.1 M Sc或Ni前后XPS

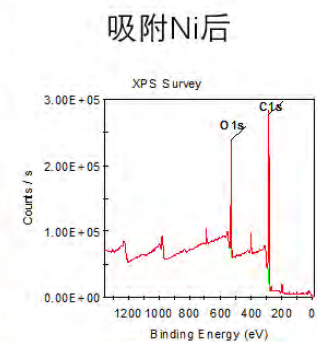
注：100 mg CPF-1吸附Sc或Ni后分别剩余43.9 mg与46.4 mg。



Name	Atomic %
C1s	49.61
Cl2p	4.7
N1s	14.14
O1s	21.25
P2p	10.3

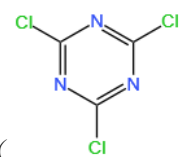
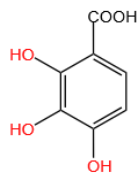
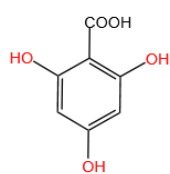


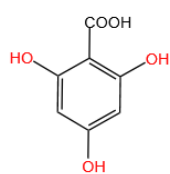
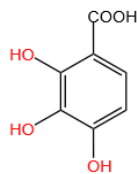
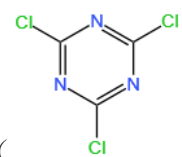
Name	Atomic %
C1s	48.5
Cl2p	4.95
N1s	15.19
O1s	19.44
P2p	7.62
Sc2p	4.3



Name	Atomic %
C1s	46.92
Cl2p	4.47
N1s	13.99
Ni2p	0.97
O1s	22.82
P2p	10.83

文献：



为确定三羟基苯甲酸（、）与 1,3,5-三氯-2,4,6-三嗪（）

反应的条件，查询相关文献：Mur, V. I. 《2,4,6-TRICHLORO-1,3,5-TRIAZINE

(CYANURYL CHLORIDE) AND ITS FUTURE APPLICATIONS》. *Russian Chemical Reviews* 33, 期 2 (1964): 92~103. <https://doi.org/10.1070/RC1964v033n02ABEH001380>.

主要参考第三节: Reactions with Alcohols and Phenols

……在某些情况下, 碱性试剂的存在不足以使反应成功, 使用 2,6-二烷基吡啶与酸结合效果显著优异, 尤其是 2,4,6-三甲基吡啶的结合效果较好……与醇类不同, 酚类与氰尿基氯化物及其他氯化三嗪反应更为困难。反应需要较高温度或使用碱金属苯氧化物。因此, 当氰尿基氯化物 (1 摩尔) 与苯氧化钠 (3 摩尔) 在 25°的水溶液丙酮中反应时, 三个氯原子全部被替换, 从而产生率 95% 的三醚。为了从酚中获得相同化合物, 必须将温度提高到 170-200°。……在吡啶、2,6-二甲基吡啶、2-甲基喹啉和 2,4,6-三甲基吡啶存在的情况下, 氯原子逐步取代效果最佳……

[1]扶昭龙. 磷酸铝复合材料制备及其选择性吸附废水中钪离子的研究[D]. 中国科学技术大学, 2025. DOI:10.27517/d.cnki.gzkju.2025.001660.

参考其实验方法:

Step1: 在较低浓度下 (20 ppm Sc) 筛选统一体系不同参数的材料, 找到最佳材料;

Step2: 在 100 ppm 不同 pH 下筛选吸附实验最佳 pH;

Step3: 在 100 ppm 不同吸附时间下, 找到平衡吸附时间;

Step4: 在 Step2 筛选得到的 pH 下, 不同浓度 Sc (5、10、15、25、35、60、80、100 ppm) 中测试吸附达到平衡时的浓度 (平衡时间由 Step3 获得), 从而依据模型计算得到最大饱和吸附量。