

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИОНИТЫ

Методы определения динамической обменной емкости

Ion-exchange resins. Methods of determining
dynamic ion-exchange capacityГОСТ
20255.2—89

ОКСТУ 2209, 2227

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на иониты и устанавливает методы определения динамической обменной емкости с полной регенерацией ионита и с заданным расходом регенерирующего вещества.

Методы заключаются в определении количества ионов, поглощаемых из рабочего раствора единицей объема набухшего ионита при непрерывном протекании раствора через слой ионита.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб указывают в нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

1.2. Для ионитов, у которых массовая доля влаги менее 30 %, отбирают пробу (100±10) г. Для набухания пробу помещают в стакан вместимостью 600 см³ и заливают насыщенным раствором хлористого натрия, который должен с избытком покрывать слой ионита с учетом его набухаемости. Через 5 ч ионит промывают дистиллированной водой.

1.3. Для ионитов с массовой долей влаги более 30 % отбирают пробу (150±10) г в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 200 см³ дистиллированной воды.

2. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, ПОСУДА, ПРИБОРЫ

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная, отвечающая требованиям ГОСТ 6709.

Барий хлористый по ГОСТ 742, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Кальций хлористый 2-водный, х. ч., растворы концентраций $c(1/2 \text{ CaCl}_2) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.) и $c(1/2 \text{ CaCl}_2) = 0,0035$ моль/дм³ (0,0035 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., растворы с массовой долей 5 % и концентраций $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.), $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) и $c(\text{HCl}) = 0,0035$ моль/дм³ (0,0035 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., растворы с массовой долей 1 %, концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.).

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч., растворы с массовой долей 2, 4, 5 %, концентраций $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.), $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), $c(\text{NaOH}) = 0,0035$ моль/дм³ (0,0035 н.).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч., насыщенный раствор и раствор концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.).

Индикатор смешанный, состоящий из метилового красного и метиленового голубого или из метилового красного и бромкрезолового зеленого, готовят по ГОСТ 4919.1.

Индикатор метиловый оранжевый или метиловый красный, раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Индикатор фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Поглотитель химический известковый ХПИ-1 по ГОСТ 6755 или известь натронная.

Трубка (хлоркальциевая) по ГОСТ 25336.

Мензурка 1000 по ГОСТ 1770.

Цилиндры по ГОСТ 1770 исполнений 1—4 вместимостью 100 и 250 см³ и исполнений 1, 2 вместимостью 500 и 1000 см³.

Стаканы В или Н по ГОСТ 25336 в любом исполнении вместимостью 600 и 1000 см³.

Колбы Кн-1—250 по ГОСТ 25336.

Пипетки 2—2—100, 2—2—25, 2—2—20 и 2—2—10 по НТД.

Бюретки по НТД типов 1, 2, исполнений 1—5, классов точности 1, 2, вместимостью 25 или 50 см³, с ценой деления не более 0,1 см³ и бюретки типов 1, 2, исполнения 6, классов точности 1, 2, вместимостью 2 или 5 см³, с ценой деления не более 0,02 см³.

Колбы мерные исполнений 1, 2 по ГОСТ 1770, классов точности 1, 2, вместимостью 10, 25 и 100 см³.

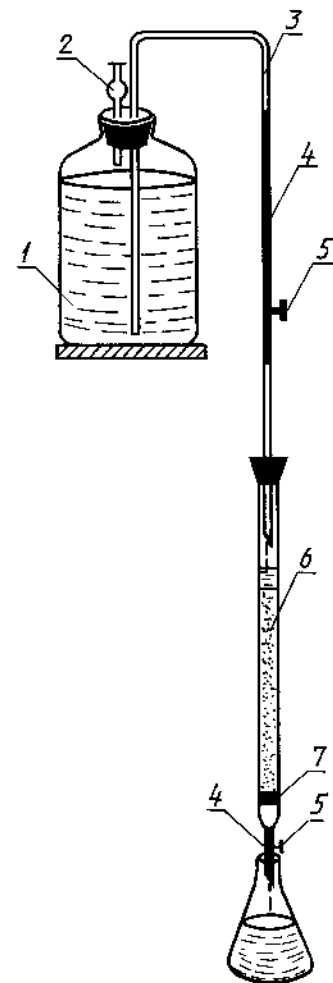
Сито с контрольной сеткой 0315К по ГОСТ 6613 с обечайкой диаметром 200 мм.

Чашка ЧКЦ-5000 по ГОСТ 25336 или из полимеризационного материала, достаточная для помещения в нее сита.

Установка лабораторная (см. чертёж) состоит из бутылки 1 и стеклянной колонки 6 внутренним диаметром $(25,0 \pm 1,0)$ мм и высотой не менее 600 мм для определения динамической обменной емкости в условиях полной регенерации ионита и внутренним диаметром $(16,0 \pm 0,5)$ мм и высотой не менее 850 мм для определения в условиях заданного расхода регенерирующего вещества. В нижнюю часть колонки впаян фильтр 7 типа ФКП ПОР 250 ХС по ГОСТ 25336 или другое фильтрующее устройство, устойчивое к действию кислот и щелочей, не пропускающее зерен ионита размером более 0,25 мм и обладающее малым сопротивлением фильтрации. Колонку соединяют с бутылкой с помощью стеклянной трубки 3 и резинового шланга 4 с винтовым зажимом 5. Для предотвращения попадания углекислого газа из воздуха в раствор гидроокиси натрия в пробку бутылки устанавливают хлоркальциевую трубку 2 с поглотителем ХПИ-1.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже указанных, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

Лабораторная установка



3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИНАМИЧЕСКОЙ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТИ С ПОЛНОЙ РЕГЕНЕРАЦИЕЙ ИОНИТА

3.1. Подготовка к испытанию

3.1.1. Подготовка к испытанию проводят по ГОСТ 10896 и после подготовки ионит хранят в закрытой колбе под слоем дистиллированной воды.

Катионит марки КУ-2—8чС и анионит марки АВ-17—8чС к испытанию по ГОСТ 10896 не готовят.

3.1.2. Пробу ионита из колбы в виде водной суспензии переносят в цилиндр вместимостью 100 см³ и уплотняют слой ионита постукиванием о твердую поверхность дна цилиндра до прекращения усадки. Объем ионита доводят до 100 см³ и с помощью дистиллированной воды переносят ионит в колонку, следя за тем, чтобы между гранулами ионита не попали пузырьки воздуха. Избыток воды из колонки сливают, оставляя над уровнем ионита слой высотой 1—2 см.

3.1.3. Ионит в колонке промывают дистиллированной водой, пропуская ее сверху вниз со скоростью 1,0 дм³/ч. При этом анионит отмывают от щелочи (по фенолфталеину), а катионит от кислоты (по метиловому оранжевому).

3.1.4. Сильноосновные аниониты в гидроксильной форме быстро загружают и промывают водой, не содержащей углекислый газ.

3.2. Проведение испытания

3.2.1. Определение динамической обменной емкости ионитов состоит из нескольких циклов, каждый из которых включает три последовательные операции — насыщение, регенерацию, отмывку, условия проведения которых приведены в табл. 1.

Условия определения динамической обменной емкости с полной регенерацией ионита

Показатель	Класс ионитов	Рабочий раствор для насыщения ионитов	Контроль насыщения	Регенерирующий раствор	Скорость фильтрации/удельная нагрузка (см ³ /мин)/(дм ³ /дм ³ ·ч)		
					насыщение	отмывка	регенерация
Динамическая обменная емкость до проскока (D)	Сильнокислотные катиониты	Кальций хлористый $c(1/2 \text{CaCl}_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ (0,01 н.)	До концентрации ионов кальция в фильтрате $c(1/2 \text{Ca}^{2+}) = 0,05 \text{ ммоль/дм}^3$ (0,05 мг·экв/дм ³) определяют по ГОСТ 4151	Соляная кислота, раствор с массовой долей 5 %	16,6/10	8,3/5	8,3/5
	Сильноосновные аниониты	Натрий хлористый $c(\text{NaCl}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ (0,01 н.)	До снижения концентрации щелочи на 0,5 ммоль/дм ³ (0,5 мг·экв/дм ³) в сравнении с максимально устойчивым ее значением в фильтрате [индикатор смешанный, титрующий раствор, соляная кислота концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ (0,01 н.)] и до повышения содержания ионов хлора в сравнении с его устойчивым содержанием в фильтрате (определяют по ГОСТ 15615)	Гидроокись натрия, раствор с массовой долей 5 %	16,6/10	8,3/5	8,3/5
Полная динамическая обменная емкость ($D_{\text{П}}$)	Слабоосновные аниониты	Соляная кислота $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.)	До появления в фильтрате кислоты (по метиловому оранжевому)	Гидроокись натрия, раствор с массовой долей 2 %	8,3/5	8,3/5	8,3/5
	Слабоосновные аниониты	Соляная кислота $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.)	До уравнивания концентрации фильтрата с концентрацией рабочего раствора	Гидроокись натрия, раствор с массовой долей 2 %	8,3/5	8,3/5	8,3/5

Примечания:

1. При определении концентрации ионов Ca^{2+} по ГОСТ 4151 допускается использование 2—3 капель индикатора хром-темно-синего и титрование раствором трилона Б концентрации $c(1/2 \text{Na}_2\text{H}_{14}\text{C}_{10}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ (0,01 н.).

2. Удельная нагрузка — это объем раствора, пропускаемый через объем ионита за 1 ч. Например, 5 дм³/дм³·ч соответствует скорости фильтрации, при которой через 100 см³ ионита за 1 ч проходит 500 см³ раствора (8,3 см³/мин).

3. Скорость фильтрации устанавливают измерением в мерном цилиндре объема фильтрата, полученного за определенный интервал времени.

Растворы и воду подают сверху вниз. При насыщении анионита марок АН-1 и АН-2ФН растворы подают снизу вверх.

3.2.2 Перед проведением операций насыщения, регенерации и отмывки колонку заполняют соответствующим раствором. Слой раствора над ионитом должен быть (15 ± 3) см.

3.2.3 После насыщения, регенерации и отмывки в колонке над ионитом оставляют слой жидкости высотой 1—2 см.

3.2.4 Колонку с ионитом заполняют рабочим раствором для конкретного класса ионита (см. табл. 1) так, чтобы слой раствора над ионитом составлял (15 ± 3) см, и выбирают соответствующую скорость фильтрации.

При пропускании через колонку с ионитом рабочих растворов концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), фильтрат собирают в цилиндры вместимостью 250 см³, при концентрации 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) — в цилиндры вместимостью 1000 см³. Во втором и последующих циклах насыщения перед появлением ионов рабочего раствора в фильтрате (определяют после первого цикла) фильтрат собирают порциями по 100 и 250 см³ соответственно концентрациям рабочего раствора.

3.2.5. От каждой порции фильтрата отбирают пробу и контролируют насыщение в соответствии с табл. 1.

3.2.6. После появления в порции фильтрата ионов рабочего раствора вычисляют общий объем фильтрата.

3.2.7. Для определения полной динамической обменной емкости продолжают пропускать раствор до выравнивания концентрации фильтрата с концентрацией рабочего раствора. Контроль насыщения в этом случае проводят титрованием пробы раствором кислоты (гидроокиси натрия) со смешанным индикатором до изменения окраски.

3.2.8. Перед проведением регенерации ионит в колонке взрыхляют током дистиллированной воды снизу вверх так, чтобы все зерна ионита были в движении. Взрыхление катионита марки КУ-1 и анионитов марок АН-1 и АН-2ФН проводят перед операцией насыщения.

3.2.9. Регенерацию ионита проводят раствором кислоты (гидроокиси натрия) со скоростью, указанной в табл. 1. Фильтрат непрерывно собирают порциями цилиндром объемом 250—1000 см³, добавляя 3—4 капли индикатора. При появлении кислоты (гидроокиси натрия) в фильтрате в последующих порциях определяют ее концентрацию. Для контроля фильтрата отбирают пипеткой или мерной колбой пробу и титруют раствором кислоты (гидроокиси натрия) концентрации $c(\text{HCl}, \frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.), $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.) в присутствии индикатора.

3.2.10. Раствор кислоты (гидроокиси натрия) пропускают до уравнивания концентрации фильтрата с концентрацией регенерирующего раствора.

3.2.11. Ионит после регенерации промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому (фенолфталеину) со скоростью, указанной в табл. 1. Затем ионит выдерживают в дистиллированной воде в течение 1 ч и снова проверяют фильтрат. Если фильтрат не имеет нейтральной реакции, ионит промывают повторно.

3.2.12. Определение динамической обменной емкости заканчивают, если в двух последних циклах получены результаты, расхождение между которыми не превышает 5 % среднего результата.

3.2.13. Динамическую обменную емкость анионита АВ-17—8чС определяют на двух параллельных пробах по первому циклу насыщения, перед появлением ионов рабочего раствора в фильтрате. Фильтрат собирают порциями по 250 см³. За результат принимают среднее арифметическое результатов двух определений, допустимое расхождение между которыми не превышает 5 % среднего результата.

(Поправка, ИУС 3—91).

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИНАМИЧЕСКОЙ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТИ С ЗАДАННЫМ РАСХОДОМ РЕГЕНЕРИРУЮЩЕГО ВЕЩЕСТВА

4.1. Подготовка к испытанию

4.1.1. Ионит, отобранный в соответствии с пп. 1.2 и 1.3, отделяют от мелких фракций методом мокрого отсева по ГОСТ 10900, используя сито с сеткой № 0315К.

4.1.2. Отсеянный анионит помещают в стакан, приливают 500 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 4 % и перемешивают. Через 4 ч раствор гидроокиси сливают, а анионит промывают водой до слабощелочной реакции по фенолфталеину и переносят в колонку, как указано в п. 3.1.2.

4.1.3. Отсеянный катионит промывают от взвеси и мути дистиллированной водой декантацией до появления светлой промывной воды и переносят в колонку в соответствии с п. 3.1.2.

4.2. Проведение испытания

4.2.1. Определение динамической обменной емкости ионитов до появления ионов рабочего раствора в фильтрате (D) состоит из нескольких циклов, каждый из которых включает три последовательные операции — насыщение, регенерацию, отмывку, условия проведения которых приведены в табл. 2. Растворы и воду подают сверху вниз. Высоту слоя жидкости над уровнем ионита устанавливают, как указано в пп. 3.2.2 и 3.2.3.