

ICS 83.080
G 31



中华人民共和国国家标准

GB/T 19861—2005

丙烯酸系阴离子交换树脂强碱基团、弱碱基团和弱酸基团交换容量测定方法

Determination for strong-base group, weak-base group and weak-acid group exchange capacity of acrylic type anion exchange resins

2005-07-29 发布

2006-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
丙 烯 酸 系 阴 离 子 交 换 树 脂 强 碱 基 团、弱 碱
基 团 和 弱 酸 基 团 交 换 容 量 测 定 方 法

GB/T 19861—2005

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码：100045

网 址 www.bzcbs.com

电 话：68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷

各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 14 千 字

2006 年 1 月 第 一 版 2006 年 1 月 第 一 次 印 刷

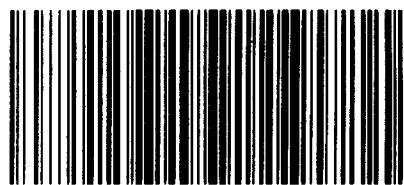
*

书 号：155066·1-26865 定 价 10.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换

版 权 专 有 侵 权 必 究

举 报 电 话：(010)68533533



GB/T 19861—2005

前 言

丙烯酸系阴离子交换树脂是一种新型离子交换树脂,由于其具有交换容量高、抗有机物污染能力强的特点,有着广泛的应用前景。为了正确测定在使用过程中产生的强碱交换基团、弱碱交换基团和弱酸交换基团,特制定本标准。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会方法和产品分会(TC15/SC4)归口。

本标准主要起草单位:国电热工研究院、漂莱特(中国)有限公司。

本标准主要起草人:彭章华、吴崇志、崔焕芳、汪祖瑜、王广珠。

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 测定原理	1
5 试剂和溶液	2
6 仪器与设备	2
7 试验步骤	3
8 结果表示	4
9 精密度	5
10 试验报告	6

丙烯酸系阴离子交换树脂强碱基团、弱碱基团和弱酸基团交换容量测定方法

1 范围

本标准规定了丙烯酸系阴离子交换树脂强碱基团交换容量、弱碱基团交换容量和弱酸基团交换容量的测定方法。

本标准适用于丙烯酸系阴离子交换树脂强碱基团交换容量、弱碱基团交换容量和弱酸基团交换容量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品制备

GB/T 5475 离子交换树脂取样方法

GB/T 5757—1986 离子交换树脂含水量测定方法

GB/T 5759—2000 氢氧型阴离子交换树脂含水量测定方法

GB/T 6682 分析实验室用水规则和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准：

3.1

强碱基团交换容量 strong-base group exchange capacity

在本标准规定的条件下单位质量的丙烯酸系阴离子交换树脂中能同中性盐进行交换反应的活性基团的量，以 mmol/g(干)表示。

3.2

弱碱基团交换容量 weak-base group exchange capacity

在本标准规定的条件下单位质量的丙烯酸系阴离子交换树脂中能同酸进行交换反应的活性基团的量，以 mmol/g(干)表示。

3.3

弱酸基团交换容量 weak-acid group exchange capacity

在本标准规定的条件下单位质量的丙烯酸系阴离子交换树脂中能同碱进行交换反应的活性基团的量，以 mmol/g(干)表示。

3.4

基准型 fiducial conformation

在本标准规定的预处理及转型处理条件下处理后所得的样品的离子型态。

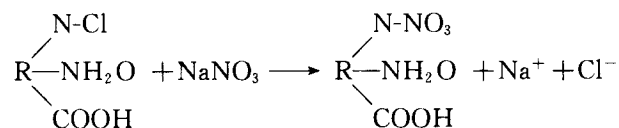
4 测定原理

根据定义，丙烯酸系阴离子交换树脂中的强碱基团具有中性盐分解的能力，而弱碱基团、弱酸基团

不能分解中性盐。

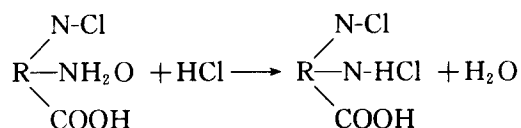
当基准型丙烯酸系阴离子交换树脂与中性盐(如硝酸钠溶液)反应时,可根据滴定交换下来的氯离子含量计算出树脂的强碱基团交换容量。

其反应式为:



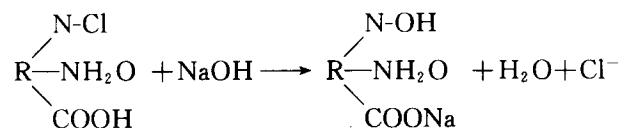
当基准型丙烯酸系阴离子交换树脂与过量的一元酸(如盐酸)溶液反应时,可根据滴定未反应的酸量计算出树脂的弱碱基团交换容量。

其反应式为:



当基准型丙烯酸系阴离子交换树脂与过量的一元碱(如氢氧化钠)溶液反应时,可根据滴定未反应的碱量和交换下来的氯离子含量计算出树脂的弱酸基团交换容量。

其反应式为:



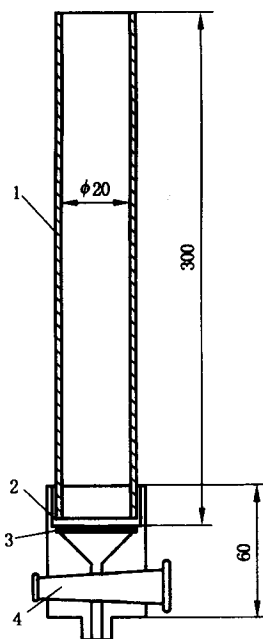
5 试剂和溶液

- 5.1 纯水:三级水,GB/T 6682。
- 5.2 NaOH 标准溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制。
- 5.3 HCl 标准溶液 [$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制。
- 5.4 AgNO₃ 标准溶液 [$c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制。
- 5.5 NaNO₃ 溶液 [$c(\text{NaNO}_3)=1 \text{ mol/L}$]:称取 85 g 分析纯硝酸钠,加少量纯水溶解,然后稀释到 1 000 mL。
- 5.6 NaOH 溶液 [$c(\text{NaOH})=1.0 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 603 配制。
- 5.7 HCl 溶液 [$c(\text{HCl})=1.0 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 603 配制。
- 5.8 氨-氯化铵溶液 [$\text{pH}=9.25 \pm 0.15$]:称取 53 g 分析纯氯化铵溶解于少量水中,量取 67 mL 分析纯氨水,稀释至 1 000 mL,调节 pH 值在 9.25 ± 0.15 范围之内。
- 5.9 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂:按 GB/T 603 配制。
- 5.10 铬酸钾指示剂:将 10.0 g 铬酸钾(K₂CrO₄)溶于 50 mL 纯水中,稀释到 100 mL。
- 5.11 硝酸(1+9):将 1 体积硝酸(HNO₃,密度 1.42)倒入 9 体积纯水中,充分混匀。
- 5.12 硝酸银指示剂:称取 5 g 分析纯硝酸银,溶于 95 mL 纯水中。
- 5.13 酚酞指示剂:按 GB/T 603 配制。

6 仪器与设备

- 6.1 具塞三角瓶:250 mL。
- 6.2 酸式滴定管:25 mL。
- 6.3 碱式滴定管:25 mL。
- 6.4 移液管:25 mL,100 mL。

- 6.5 三角瓶:250 mL。
- 6.6 分析天平:感量 0.1 mg,最大称量 200 g。
- 6.7 广口瓶:100 mL。
- 6.8 分液漏斗:250 mL。
- 6.9 秒表:精度±2 s。
- 6.10 电动离心机:转速 0~4 000 r/min(可调),50 mL 离心管 4 支。
- 6.11 烘箱:控温精度±2℃。
- 6.12 称量瓶:φ40 mm×20 mm,φ70 mm×35 mm。
- 6.13 有机玻璃交换柱:如图 1 所示,单位:mm。



- 1——交换柱;
- 2——橡皮垫圈;
- 3——滤板;
- 4——旋塞。

图 1 有机玻璃交换柱

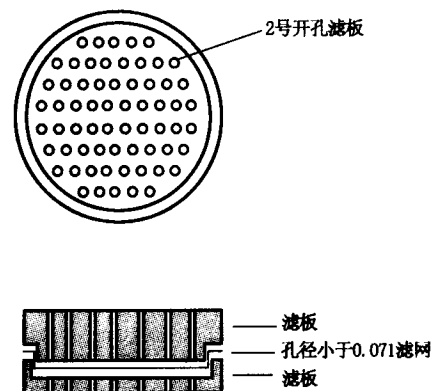


图 2 滤板结构图

7 试验步骤

7.1 取样

按 GB/T 5475 进行。

7.2 反洗

取 50 mL 试样置于有机玻璃交换柱中,用纯水或自来水进行反洗。试样展开率为 50%~100%,直至试样中无可见机械杂质且出水澄清为止。

7.3 预处理及转型处理

7.3.1 依次用 250 mL 1 mol/L 盐酸溶液、纯水、1 mol/L 氢氧化钠溶液、纯水自上而下通过树脂层。试剂流速为(5~8) mL/min,纯水流速约为 10 mL/min。

7.3.2 依次用 300 mL 1 mol/L 盐酸溶液、250 mL 纯水,以(8~10) mL/min 的流速自上而下流过树脂层,量取 400 mL 氨-氯化铵溶液以约 7 mL/min 的流速通过树脂层,纯水洗至流出液用酚酞检验无色、硝酸银溶液检验无白色沉淀产生。

7.3.3 每次转换溶液时,保持液面高出树脂层 2 cm 并保证树脂层中无气泡。将交换柱中试样全部转入清洁的广口瓶中待用。

7.4 含水量测定

先按 GB/T 5759—2000 中 8.1~8.3 去除外部水分,然后按 GB/T 5757—1986 中 3.6~3.8 进行含水量 X 的测定。

7.5 强碱基团交换容量测定

7.5.1 称取二份按 GB/T 5759 除去外部水分的样品 m_1 ,每份约 1 g,准确至 0.000 1 g,置于干燥的具塞三角瓶中。

7.5.2 量取 100 mL 1 mol/L 硝酸钠溶液加入到置样的三角瓶中,摇匀后将瓶塞盖严,在常温下放置 1 h。

7.5.3 在三角瓶中加入 1 mL 铬酸钾指示剂,用 0.1 mol/L 硝酸银标准溶液滴至出现砖红色沉淀,保持 15 s 不褪色,即为终点。记录消耗的硝酸银标准溶液体积 V_1 (mL)。

7.5.4 量取 100 mL 1 mol/L 硝酸钠溶液,按 7.5.3 的步骤进行空白试验,记录滴定消耗的硝酸银标准溶液体积 V_0 (mL)。

7.6 弱碱基团交换容量测定

7.6.1 称取二份按 GB/T 5759 除去外部水分的样品 m_2 ,每份约 1 g,准确至 0.000 1 g,置于干燥的具塞三角瓶中。

7.6.2 移取 100 mL 0.1 mol/L 盐酸标准溶液加入到置样的三角瓶中,摇匀后将瓶塞盖严,常温放置 2 h。

7.6.3 移取 25 mL 浸泡液(不得吸出树脂颗粒)置于三角瓶中,加入 2 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示剂。用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴至溶液呈亮绿色,保持 15 s 不褪色,即为终点。记录消耗的氢氧化钠标准溶液体积 V_2 (mL)。

7.6.4 移取 25 mL 0.1 mol/L 盐酸标准溶液置于三角瓶中,按 7.6.3 的步骤进行空白试验,记录消耗的氢氧化钠标准溶液体积 V_3 (mL)。

7.7 弱酸基团交换容量测定

7.7.1 称取二份按 GB/T 5759 除去外部水分的样品 m_3 ,每份约 2.5 g,准确至 0.000 1 g,置于干燥的具塞三角瓶中。

7.7.2 移取 100 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液加入到置样的三角瓶中,摇匀后将瓶塞盖严,常温下放置 3 h。

7.7.3 移取 25 mL 浸泡液(不得吸出树脂颗粒)置于三角瓶中,加入 2 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示剂。用 0.1 mol/L 盐酸标准溶液滴至溶液呈微红色,保持 15 s 不褪色,即为终点。记录消耗的盐酸标准溶液体积 V_4 (mL)。

7.7.4 移取 25 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液置于三角瓶中,按 7.7.3 的步骤进行空白试验,记录消耗的盐酸标准溶液体积 V_5 (mL)。

7.7.5 移取 25 mL 浸泡液(不得吸出树脂颗粒)置于三角瓶中。

7.7.6 加入 50 mL 纯水,1 滴酚酞指示剂,然后慢慢滴加(1+9)硝酸溶液至溶液颜色恰好消失为止。

7.7.7 用 0.1 mol/L 硝酸银标准溶液滴至出现砖红色沉淀,保持 15 s 不褪色,即为终点。记录消耗的硝酸银标准溶液体积 V_6 (mL)。

7.7.8 移取 25 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液,按 7.7.6、7.7.7 的步骤进行空白试验,记录滴定消耗的硝酸银标准溶液体积 V_7 (mL)。

8 结果表示

取二次测定的平均值,计算结果保留小数点后二位。

8.1 丙烯酸系阴离子交换树脂强碱基团交换容量

丙烯酸系阴离子交换树脂强碱基团交换容量按(1)式计算:

$$Q_{SB} = \frac{c_{AgNO_3} \times (V_1 - V_0)}{m_1 \times (1 - X)} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- Q_{SB} ——强碱基团交换容量,mmol/g(干);
- c_{AgNO_3} ——硝酸银标准溶液浓度, mol/L;
- V_1 ——硝酸银标准溶液的滴定消耗体积, mL;
- V_0 ——硝酸银标准溶液的空白消耗体积, mL;
- m_1 ——树脂样品的质量, g;
- X ——树脂样品的含水量, %。

8.2 丙烯酸系阴离子交换树脂弱碱基团交换容量

丙烯酸系阴离子交换树脂弱碱基团交换容量按(2)式计算:

$$Q_{WB} = 4 \times \frac{c_{NaOH} \times (V_3 - V_2)}{m_2 \times (1 - X)} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- Q_{WB} ——弱碱基团交换容量,mmol/g(干);
- c_{NaOH} ——氢氧化钠标准溶液浓度, mol/L;
- V_3 ——氢氧化钠标准溶液的空白消耗体积, mL;
- V_2 ——氢氧化钠标准溶液的滴定消耗体积, mL;
- m_2 ——树脂样品的质量, g;
- X ——树脂样品的含水量, %。

8.3 丙烯酸系阴离子交换树脂弱酸基团交换容量

丙烯酸系阴离子交换树脂弱酸基团交换容量按(3)式计算:

$$Q_{WA} = 4 \times \frac{[c_{HCl} \times (V_5 - V_4) - c_{AgNO_3} \times (V_6 - V_7)]}{m_3 \times (1 - X)} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- Q_{WA} ——弱酸基团交换容量,mmol/g(干);
- c_{HCl} ——盐酸标准溶液浓度, mol/L;
- c_{AgNO_3} ——硝酸银标准溶液浓度, mol/L;
- V_5 ——盐酸标准溶液的空白消耗体积, mL;
- V_4 ——盐酸标准溶液的滴定消耗体积, mL;
- V_6 ——硝酸银标准溶液的滴定消耗体积, mL;
- V_7 ——硝酸银标准溶液的空白消耗体积, mL;
- m_3 ——树脂样品的质量, g;
- X ——树脂样品的含水量, %。

9 精密度

9.1 丙烯酸系阴离子交换树脂强碱基团交换容量

重复性: $r=0.061$ mmol/g;

再现性: $R=0.150$ mmol/g。

9.2 丙烯酸系阴离子交换树脂弱碱基团交换容量

重复性: $r=0.046$ mmol/g;

再现性: $R=0.265$ mmol/g。

9.3 丙烯酸系阴离子交换树脂弱酸基团交换容量

重复性: $r=0.061$ mmol/g;

再现性: $R=0.131$ mmol/g。

10 试验报告

试验报告应包括下列各项:

- a) 注明采用本标准;
 - b) 受检产品的完整标识:包括产品名称、型号、等级、生产厂名等;
 - c) 强碱基团交换容量, mmol/g(干); 弱碱基团交换容量, mmol/g(干); 弱酸基团交换容量, mmol/g(干);
 - d) 试验人员和试验日期。
-