ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИОНИТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТИ

ГОСТ 20255.1–84, ГОСТ 20255.2–84

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ:

И. А. Крахмалец, М. П. Ковалева, Н. Ф. Фролова

ВНЕСЕНЫ Министерством химической промышленности

Заместитель министра **З. Н. Поляков**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлениями Государственного комитета СССР по стандартам от 12.09.84 № 3200, 3201

УДК 661.183.12.001.4 : 006.354 Группа Л99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИОНИТЫ

Методы определения динамической обменной емкости

Ion-exchange resins. Determination method of dynamic ion-exchange capacity

ГОСТ 20255.2—84

Взамен ГОСТ 20255.2—74

ОКСТУ 2209, 2227

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 12 сентября 1984 г. № 3201 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на иониты и устанавливает методы определения динамической обменной емкости:

1 — метод с полной регенерацией ионита;

2 — метод с заданным расходом регенерирующего вещества.

Сущность методов заключается 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 с избытком должен покрывать слой ионита с учетом его набухаемости. Через 5 ч ионит промывают дистиллированной водой.

1.3. Для ионитов, у которых массовая доля влаги более 30%, отбирают пробу (150±10) г в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 200 см³ дистиллированной воды.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

2. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, ПОСУДА, ПРИБОРЫ

Барий хлористый по ГОСТ 742—78, х. ч., 10%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кальций хлористый двуводный по ГОСТ 4161—77, х. ч., 0,01 и 0,0035 моль/дм^3 растворы.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 5%-ный, 0,5, 0,1 и 0,0035 моль/дм^3 растворы.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., 1%-ный, 0,5 моль/дм^3 (н.) растворы.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 5%, 4% и 2%-ные растворы, 0,5, 0,1 и 0,0035 моль/дм^3 растворы.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 0,01, 0,0035 моль/дм^3 растворы.

Индикатор смешанный, состоящий из метилового красного и метиленового голубого по ГОСТ 4919.1—77.

Метиловый оранжевый (индикатор) или метиловый красный 0,1%-ный раствор, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Поглотитель химический ХП-И по ГОСТ 6755—73.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Бутыль П-20 по ГОСТ 14182—80.

Трубка (хлоркальциевая) ТХ-П-1—22 по ГОСТ 25336—82.

Фильтр ФКП-32—ПОР250ХС по ГОСТ 25336—82.

Мензурка 1000 по ГОСТ 1770—74.

Цилиндры 1—100, 1—250, 1—500, 1—1000 по ГОСТ 1770—74.

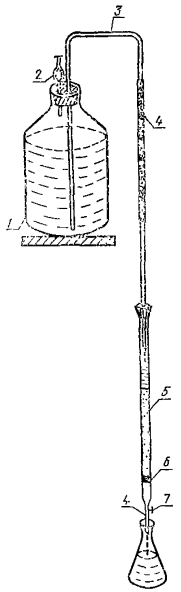
Стакан В-1—600, В-1—1000 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колбы Кн-1—250 по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 2—1—100, 2—1—25, 2—1—20 и 2—1—10 по ГОСТ 20292—74.

Бюретка 3—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336—82.



Установка лабораторная (см. чертеж) состоит из бутыли *1* и стеклянной колонки *5* внутренним диаметром (25,0±1,0) мм и высотой не менее 600 мм для измерений динамической обменной емкости по методу с полной регенерацией ионита и внутренним диаметром (16,0±0,5) мм и высотой не менее 850 мм — для измерений с заданным расходом регенерирующего вещества. В нижнюю часть колонки впаян фильтр *6* или

кислотостойкая фильтрующая пластинка, не пропускающая зерен ионита размером более 0,25 мм и обладающая малым сопротивлением фильтрации. Колонку соединяют с бутылью с помощью стеклянной трубки *3* и резинового шланга *4* с винтовым зажимом *7*. Для предотвращения попадания углекислого газа из воздуха в раствор гидроокиси натрия в бутыли устанавливают хлоркальциевую трубку *2* с поглотителем химическим ХП-И.

3. МЕТОД С ПОЛНОЙ РЕГЕНЕРАЦИЕЙ ИОНИТА

3.1. Подготовка к испытанию

3.1.1. Подготовку к испытанию проводят по ГОСТ 10896—78 и после подготовки ионит хранят в закрытой колбе под слоем дистиллированной воды.

3.1.2. Пробу ионита из колбы в виде водной суспензии переносят в цилиндр вместимостью 100 см^3 и уплотняют слой ионита постукиванием о деревянную поверхность дна цилиндра до прекращения усадки, затем доводят объем ионита до 100 см^3 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 слой над ионитом 1—2 см.

3.1.3. Сильноосновные аниониты в гидроксильной форме загружают быстро, применяя воду, не содержащую углекислого газа.

3.2. Проведение испытания

3.2.1. Определение динамической обменной емкости ионитов заключается в проведении циклов, каждый из которых состоит из трех последовательных операций: насыщения, регенерации, отмывки, условия проведения которых приведены в табл. 1.

3.2.2. Перед проведением операций насыщения, регенерации и отмывки в колонке над уровнем ионита соответствующим раствором устанавливают слой жидкости высотой (15±3) см.

3.2.3. После проведения операций насыщения, регенерации и отмывки в колонке над уровнем ионита оставляют слой жидкости высотой 1—2 см.

3.2.4. Колонку с ионитом заполняют рабочим раствором для конкретной марки ионита по табл. 1 на высоту (15±3) см над уровнем ионита и выбирают соответствующую скорость фильтрации.

При пропускании через колонку с ионитом рабочих растворов с концентрацией 0,1 моль/дм^3 фильтрат собирают в цилиндры вместимостью 250 см^3, при 0,01 моль/дм^3 — в цилиндры вместимостью 1000 см^3. Во втором и последующих циклах насыщения перед появлением ионов рабочего раствора в фильтрате (определяют после первого цикла), фильтрат собирают порциями по 25 и 250 см^3 соответственно.

Таблица 1

Условия проведения определения динамической обменной емкости с полной регенерацией ионита

Класс ионитов	Показатель	Подача растворов во всех циклах	Рабочий раствор для насыщения ионита	Контроль насыщения	Регенерирующий раствор	Скорость фильтрации/удельная нагрузка, $см^3/мин./дм^3/дм^3 \cdot ч$		
						насыщение	отмывка	регенерация
Сильнокислотные катиониты	Динамическая обменная емкость до проскока ($Д_п$)	Сверху вниз	Гидроокись натрия 0,1 моль/$дм^3$ раствор	До появления в фильтрате гидроокиси натрия (по фенолфталеину)	Соляная кислота 5%-ный раствор	8,3/5	8,3/5	8,3/5
			Кальций хлористый 0,01 моль/$дм^3$ раствор	До появления в фильтрате иона кальция в концентрации 0,05 мг·моль/$дм^3$ (определяют по ГОСТ 4151—77)		16,6/10	8,3/5	8,3/5
Сильноосновные аниониты			Соляная кислота 0,1 моль/$дм^3$ раствор	До появления в фильтрате кислоты (по метиловому оранжевому)	Гидроокись натрия 5%-ный раствор	8,3/5	8,3/5	8,3/5
			Натрий хлористый 0,01 моль/$дм^3$ раствор	До снижения щелочности и увеличения иона хлора в сравнении с максимально устойчивым их значением в фильтрате		16,6/10	8,3/5	8,3/5
Слабоосновные аниониты			Соляная кислота 0,1 моль/$дм^3$ раствор	До появления в фильтрате кислоты (по метиловому оранжевому)	Гидроокись натрия 2%-ный раствор	8,3/5	8,3/5	8,3/5

Продолжение табл. 1

Класс ионитов	Показатель	Подача растворов во всех циклах	Рабочий раствор для насыщения ионита	Контроль насыщения	Регенерирующий раствор	Скорость фильтрации/удельная нагрузка, см³/мин./дм³/дм³ · ч		
						насыщение	отмывка	регенерация
Сильнокислотные катиониты Сильноосновные аниониты	Полная динамическая обменная емкость $П_D$		Гидроокись натрия 0,1 моль/дм³ раствор	До уравнивания концентрации фильтрата с концентрацией рабочего раствора	Соляная кислота 5%-ный раствор	8,3/5	8,3/5	8,3/5
Слабоосновные аниониты			Соляная кислота 0,1 моль/дм³ раствор		Гидроокись натрия 5%-ный раствор	8,3/5	8,3/5	8,3/5
					Гидроокись натрия 2%-ный раствор	8,3/5	8,3/5	8,3/5

Примечания:

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

2. Скорость фильтрации устанавливают измерением объема фильтрата в мерный цилиндр за определенный промежуток времени.

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

3.2.6. После появления в порции фильтрата ионов рабочего раствора подсчитывают 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.

3.2.9. Регенерацию ионита проводят раствором кислоты (гидроокиси натрия) со скоростью регенерации по табл. 1, фильтрат непрерывно собирают порциями цилиндром 250—1000 $см^3$, добавляя 3—4 капли индикатора. При появлении кислоты (гидроокиси натрия) в фильтрате в последующих порциях определяют ее концентрацию. Для контроля фильтрата отбирают пипеткой пробу и титруют 0,5 моль/$дм^3$ раствором кислоты (гидроокиси натрия) 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 отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому (фенолфталеину) со скоростью отмывки по табл. 1. Затем ионит выдерживают в дистиллированной воде в течение часа, снова проверяют фильтрат. Если фильтрат не имеет нейтральной реакции, проводят повторную промывку.

3.2.12. Проведение последующих циклов заканчивают, если в двух последних циклах получены результаты, расхождение между которыми должно быть не более 5% относительно среднего результата.

4. МЕТОД С ЗАДАННЫМ РАСХОДОМ РЕГЕНЕРИРУЮЩЕГО ВЕЩЕСТВА

4.1. Подготовка к испытанию

4.1.1. К пробе анионита, отобранной по п. 1.2 или 1.3 в стакане, после слива избытка воды, приливают 300 $см^3$ 4%-ного раствора гидроокиси натрия и перемешивают. Через 4 ч раствор гидроокиси сливают, а ионит промывают водой до слабощелочной реакции по фенолфталеину и переносят в колонку по п. 3.1.2.

4.1.2. Пробу катионита, отобранную по п. 1.2 или 1.3, переносят в колонку по п. 3.1.2.

4.2. Проведение испытания

Таблица 2

Условия проведения определения динамической обменной емкости с заданным расходом регенерирующего вещества

Класс ионитов	Показатель	Регенерирующий раствор	Норма удельного расхода регенерирующего вещества г/г-моль (г/г-экв) поглощенных ионов	Контроль отмывки	Рабочий раствор насыщения ионита	Контроль насыщения	Скорость фильтрации Удельная нагрузка. см³/мин./,дм³/дм³ · ч		
							регенерация	отмывка	насыщение
Сильнокислотные катиониты	Динамическая обменная емкость до появления в фильтрате ионов рабочего раствора	Серная кислота 1%-ный раствор	147	До остаточной концентрации кислоты в фильтрате не более 1 мг-моль/дм³ и содержания ионов кальция не более 0,05 мг-моль/дм³ (определяют по ГОСТ 4151—77)	Кальций хлористый 0,0035 моль/дм³ раствор	До появления в фильтрате ионов кальция более 0,05 мг-моль/дм³ (определяют по ГОСТ 4151—77)	16,6/10	33,0/20	33/20
Слабокислотные катиониты		—	49	До отсутствия в фильтрате сульфат-ионов (проба с $BaCl_2$ в присутствии HCl)	Гидроокись натрия 0,0035 моль/дм³ раствор	До появления в фильтрате гидроокиси натрия в концентрации 0,1 мг-моль/дм³ (по фенолфталеину)	16,6/10	33,0/20	33/20
Сильноосновные аниониты		Гидроокись натрия 4%-ный раствор	200	До остаточной концентрации гидроокиси натрия в фильтрате не более 0,2 мг-моль/дм³ по фенолфталеину	Натрий хлористый 0,01 моль/дм³ раствор	До снижения щелочности на величину 0,7 мг-моль/дм³ в сравнении с максимально устойчивым его значением в фильтрате	13,3/8	13,3/8	33/20

Продолжение табл. 2

Класс ионитов	Показатель	Регенерирующий раствор	Норма удельного расхода регенерирующего вещества г/г-моль (г/г-экв) поглощенных ионов	Контроль отмывки	Рабочий раствор насыщения ионита	Контроль насыщения	Скорость фильтрации Удельная нагрузка, $см^3/мин./дм^3/дм^3 \cdot ч$		
							регенерация	отмывка	насыщение
Слабоосновные аниониты	Динамическая обменная емкость до появления в фильтрате ионов рабочего раствора	—	80	До остаточной концентрации гидроокиси натрия не более 0,2 мг-моль/$дм^3$	Соляная (серная) кислота 0,0035 моль/$дм^3$ раствор	До появления в фильтрате остаточной кислотности не более 0,1 мг-моль/$дм^3$ (индикатор — смешанный, титрант 0,01 моль/$дм^3$ гидроокиси натрия)	13,3/8	13,3/8	33/20

Примечание. Фактический расход регенерирующего вещества не должен быть более 5% от заданной нормы.

4.2.1. Условия проведения регенерации, насыщения и отмывки приведены в табл. 2. Растворы подают сверху вниз.

4.2.2. Через ионит в колонке пропускают регенерирующий раствор (V), объем которого вычисляют в см^3 по формуле

$$V = \frac{K_н D V_с \cdot 1000}{10^6 \cdot C},$$

где $K_н$ — заданная норма удельного расхода регенерирующего вещества, г/г·моль (г/г·экв);

D — значение динамической обменной емкости выбирают по нормативно-технической документации на конкретный ионит, г·моль/м^3 (г·экв/м^3).

Для ионитов марок АН-31 и ЭДЭ-10П значение динамической обменной емкости для первой регенерации равно 3D;

$V_с$ — объем пробы ионита, см^3;

C — концентрация регенерирующего раствора, г/дм^3.

Количество регенерирующего раствора измеряют на выходе из колонки. Затем колонку отсоединяют, а уровень раствора в колонке опускают до 1—2 см над ионитом и закрывают нижний зажим.

4.2.3. Иониты после регенерации промывают дистиллированной водой от избытка кислоты (гидроокиси натрия) со скоростью, указанной в табл. 2, и собирают фильтрат в цилиндры вместимостью 250—1000 см^3.

От каждой порции фильтрата отбирают пробу и титруют растворами гидроокиси натрия (кислоты) концентрации 0,1 моль/дм^3 в присутствии метилового оранжевого (фенолфталеина).

Отмывку контролируют по табл. 2.

4.2.4. После отмывки колонку заполняют рабочим раствором и устанавливают по табл. 2 скорость насыщения.

При пропускании через колонку рабочих растворов концентрацией 0,01 моль/дм^3 фильтрат собирают в цилиндр вместимостью 250 см^3, при 0,0035 моль/дм^3 — используют цилиндр вместимостью 1000 см^3. Во втором и последующих циклах насыщения перед появлением ионов рабочего раствора в фильтрате (определяют после первого цикла) фильтрат собирают по 25 и 250 см^3 соответственно.

4.2.5. От каждой порции фильтрата отбирают пробу и в соответствии с требованиями табл. 2 контролируют насыщение.

4.2.6. После появления в порции фильтрата ионов рабочего раствора, в количествах, указанных в табл. 2, насыщение заканчивают и подсчитывают общий объем фильтрата ($V_ф$) и динамическую обменную емкость.

4.2.7. Затем ионит подвергают второй регенерации и отмывке по п. 4.2.2 и п. 4.2.3.

При расчете регенерирующего вещества на второй цикл значение динамической обменной емкости принимают фактически полученное по п. 4.2.6.

Перед проведением последующих циклов насыщения расход регенерирующего вещества вычисляют по величине динамической обменной емкости, полученной во втором цикле.

4.2.8. Определение заканчивают, если в двух последних циклах получены результаты, допускаемые расхождения между которыми не должны быть более 5% относительно среднего результата.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Динамическую обменную емкость ($Д_п$) до появления ионов рабочего раствора в фильтрате в мг·моль/дм³ (г·моль/м³) вычисляют по формуле

$$Д_п = \frac{V_ф \cdot C \cdot 1000}{V_с},$$

где $V_ф$ — общий объем фильтрата, пропущенный через ионит до появления ионов рабочего раствора, дм³;

C — концентрация рабочего раствора, мг·моль/дм³;

$V_с$ — объем ионита, см³.

5.2. Фактический расход регенерирующего вещества ($K_ф$) в г-г/моль поглощенных ионов вычисляют по формуле

$$K_ф = \frac{V_р \cdot C_р}{V_ф \cdot C},$$

где $V_р$ — объем регенерирующего раствора, см³;

$C_р$ — концентрация регенерирующего раствора, г/дм³;

$V_ф$ — общий объем фильтрата, пропущенного через ионит до появления ионов рабочего раствора, дм³;

C — концентрация рабочего раствора, мг·моль/дм³.

5.3. Полную динамическую обменную емкость $П_D$ в мг·моль/дм³ вычисляют по формуле

$$П_D = \frac{(V \cdot C - \Sigma V_п \cdot C_п) 1000}{V_с},$$

где V — общий объем фильтрата, пропущенный через ионит до уравнивания концентрации фильтрата и рабочего раствора, дм³;

C — концентрация рабочего раствора, мг·моль/дм³;

$V_п$ — объем порции фильтрата после появления ионов рабочего раствора (проскока), дм^3;

$C_п$ — концентрация рабочего раствора в порции фильтрата, мг·моль/дм^3 (мг·экв/л);

$V_с$ — объем ионита, см^3.

5.4. За результат определения принимают среднее арифметическое двух последних циклов, допускаемые расхождения между которыми не должны быть более ±5%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Н. В. Келейникова*
Корректор *Л. А. Пономарева*

Сдано в наб. 25.09.84 Подп. в печ. 26.11.84 1,0 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 0,99 уч.-изд. л. Тир. 8.000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 976

Цена 5 коп.

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское
ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд
ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

Величина	Единица			Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
	Наименование	Обозначение		
		международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	$с^{-1}$
Сила	ньютон	N	Н	$м \cdot кг \cdot с^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$м^{-1} \cdot кг \cdot с^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$с \cdot А$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$м^{-2} \cdot кг^{-1} \cdot с^4 \cdot А^2$
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$м^{-2} \cdot кг^{-1} \cdot с^3 \cdot А^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	кд ср
Освещенность	люкс	lx	лк	$м^{-2} \cdot кд \cdot ср$
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$с^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грэй	Gy	Гр	$м^2 \cdot с^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$м^2 \cdot с^{-2}$

gost.e-ecolog.ru