

国产阳离子交换树脂代替无水高氯酸镁在有机碳 湿烧重量法中作干燥剂的试验

中心实验室 岩化组

一、试验目的

在有机碳湿烧重量法分析中,原用无水高氯酸镁作干燥剂,以吸收样品加热氧化和烧碱石棉吸收二氧化碳时所释出之水分。无水高氯酸镁虽然具有吸水性很强的优点,但价格昂贵,不易购买,回收困难(一般都不回收),消耗量大,用时需捣碎,吸水要结块,使用不是最方便。

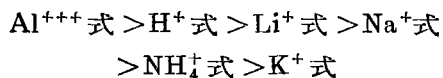
阳离子交换树脂,其内部具有多孔性的网状结构,所以在干燥状态时也有较强的吸湿能力。树脂具价格低、使用方便、易于购置及回收等优点,使其有可能代替无水高氯酸镁作有机碳湿烧重量法干燥剂之用。

二、树脂型号

国产 732 苯乙烯型强酸性(钠型)16~50目阳离子交换树脂(上海树脂厂出品)。

三、树脂处理

不同阳离子式树脂的吸附能力可以相差很大,在一般压力下,其吸湿量顺序为:



根据需要,可以分别加以处理取得。将苯乙烯磺酸钠型树脂(市售)在烧杯中用 2N 盐酸溶液浸渍 24 小时,浸渍过程中更换溶液 3 次,抽滤后用蒸馏水浸洗,直至浸液的 pH 约为 5,就是 H^+ 式树脂。将 H^+ 式树脂分别用 10% 的氯化铝、氯化锂、氯化钠、氯化铵、氯化钾溶液浸渍 48 小时,过程中更换溶液 5 次(每次溶液加入量为树脂体积的 2 倍),然后用蒸馏水洗

去 Cl^- 离子,即得不同阳离子式树脂。湿树脂经抽滤后于 60°C 干燥 24 小时, 118°C 干燥 8 小时后供用。

在有机碳湿烧重量法中作干燥剂时,一般可以采用 H^+ 式树脂,以使其制备方便。我们也采用了更简便的方法,直接使用钠式树脂原样(市售),不经特殊处理,只将原样放在烧杯中先用自来水洗去一部分杂质(用倾析法),然后用蒸馏水洗去大部分 Cl^- 离子(倾析 5 次左右),湿树脂经抽滤后于 120°C 以下干燥 24 小时后,置于干燥器中冷却后供用。

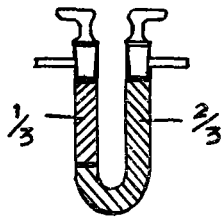
四、树脂装置

湿烧重量法中一般装有两种吸水管,一种全部装入干燥剂,以吸收仪器系统中所放出的水分。在此管内,树脂装置与无水高氯酸镁相同(即管内全部装树脂,两端用棉花球塞紧,防止将其抽出),但后者在使用前,必须以二氧化碳气体饱和,否则会吸收一部分二氧化碳使分析结果偏低,而阳离子树脂则不吸收二氧化碳,就不需要进行饱和。




另一种是称重用的 U 形吸收管,管内干燥剂吸收的对象是烧碱石棉吸收二氧化碳后所释出之水分。原用无水高氯酸镁时,它与烧碱石棉的比例为 1:2; 用树脂时,考虑它的吸水性比高氯酸镁差,为了保证吸收管在更换吸收剂前树脂不失效,它与烧碱石棉的比例采用 1:1。(两种装置如下页图)

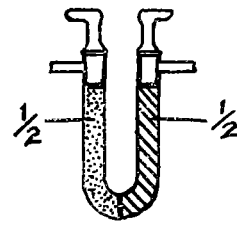
五、试验情况

1. 用树脂装置的吸水管,恒重情况很好。新装的吸水管在 1~2 小时内即能恒重(基本上



(无水高氯酸镁和烧碱石棉装置的吸收管)

 烧碱石棉
 阳离子树脂
 无水高氯酸镁



(阳离子树脂和烧碱石棉装置的吸收管)

是恒重 2 次),经常使用的吸收管没有产生较大的增重和失重,在条件一致下,都保持着恒重。

2. 空白情况正常,与无水高氯酸镁作干燥剂时,完全一致,大部分在 0.5 毫克左右,没有出现 >1 毫克的情况。

3. 测定样品时,前面一只 U 形管虽然吸收了大量的 CO₂ 而增重(一次最大的增重达

0.2787 克),但后面一只 U 形管基本上都未增重,效果与无水高氯酸镁完全一致。

4. 经过两批生产样品测定(共 143 只),虽然有机碳含量变化很大,但与无水高氯酸镁作干燥剂时所测的结果对比,两者吻合情况很好。现将其中一批样品的两种分析结果(两人平行检查)列表如下:

样品号	百分含量		样品号	百分含量		样品号	百分含量	
	干燥剂			干燥剂			干燥剂	
	树脂	高氯酸镁		树脂	高氯酸镁		树脂	高氯酸镁
1	0.663	0.672	22	0.238	0.229	43	0.055	0.052
2	0.612	0.612	23	0.360	0.344	44	0.330	0.292
3	0.693	0.685	24	0.958	0.939	45	0.104	0.087
4	0.584	0.573	25	0.096	0.106	46	0.740	0.734
5	0.680	0.685	26	0.423	0.456	47	0.115	0.104
6	3.814	3.877	27	0.325	0.311	48	1.581	1.469
7	0.912	0.906	28	0.284	0.273	49	2.872	2.726
8	0.975	0.958	29	1.357	1.267	50	1.411	1.373
9	0.104	0.093	30	0.281	0.246	51	1.370	1.286
10	0.986	0.923	31	0.450	0.442	52	0.794	0.781
11	1.152	1.144	32	0.631	0.587	53	0.917	0.953
12	0.082	0.093	33	0.546	0.511	54	0.325	0.300
13	0.052	0.041	34	1.043	1.073	55	0.980	0.953
14	0.076	0.074	35	0.079	0.071	56	0.707	0.685
15	0.082	0.071	36	0.224	0.224	57	2.624	2.536
16	0.046	0.060	37	1.220	1.190	58	1.799	1.824
17	0.057	0.074	38	0.117	0.117	59	3.123	3.156
18	0.074	0.066	39	0.238	0.216	60	0.551	0.557
19	0.022	0.019	40	0.243	0.213	61	0.497	0.486
20	0.038	0.019	41	1.234	1.190	62	0.521	0.538
21	0.052	0.038	42	1.220	1.155	63	15.190	15.083

5. 当U形吸收管内的烧碱石棉吸收 CO₂ 全部失效后,吸收管还能保持恒重,说明树脂未被水分饱和,仍然具有吸湿能力,在更换烧碱石棉前,也就不必几次更换树脂,完全可以与

烧碱石棉一起更换。现将烧碱石棉全部失效后的增重量、树脂装入量,以及吸收管最后一次恒重情况列表如下:

100

大有

十二

40

吸收管号	树脂重量 (克)	烧碱石棉 增重量 (克)	吸收管最后一次恒重	
			第一次(克)	第二次(克)
1	4.7259	0.9640	48.7231	48.7229
2	4.9909	0.9322	49.9767	49.9766
3	4.8126	1.0894	54.4471	54.4472
4	4.3462	0.8471	53.8602	53.8599
5	4.3039	0.6142	52.7408	52.7408

注：树脂吸水性很强，称重时天秤一直增重，无法正确称其重量。表中树脂重量为更换吸收管时所得的粗略重量，这一重量比加入的树脂量为大。

六、使用效果

通过试验，初步证明国产阳离子交换树脂可以代替无水高氯酸镁在有机碳温烧重量法中作为干燥剂用，两者比较，除树脂吸水性较高氯酸镁差一些外(相差程度目前还难衡量)，树脂具有较多优点：

1. 树脂国内生产量大，购买容易，且价格便宜，回收简便，烘干后即能反复使用，实际消耗量不大。树脂 1 公斤为 16 元，无水高氯酸镁每 100 克为 20 元，两者相差 10 多倍。

2. 树脂经大批处理后，随时取用，用时不需捣碎，不需 CO₂ 饱和，使用方便。

3. 树脂为均匀粒状，无高氯酸镁捣碎时的粉末，抽气时不会流失，故不影响吸收管重量。

4. 高氯酸镁吸水后会结块，易使分析系统堵塞，有时会造成生产事故(质量事故和安全事故)，而树脂吸水后保持原来粒状，没有这一影响。

参考资料：沈钟，化学世界，第 1 期，(1964)《国产阳离子交换树脂的吸附性能及其新应用》。

(岩化组 陈伟国)

从碳酸盐矿物中定量分离非碳酸盐矿物

(美) J. 伊林堡 J. 威尔逊

摘要

用 10% 的盐酸，在室温 24 小时内能使碳酸盐矿物从非碳酸盐矿物中分离出来。在这种情况下，粘土矿物和黄铁矿几乎全不溶解。然而，适宜于碳酸盐矿物溶解的条件石膏也能溶解。菱铁矿在研究的所有九个碳酸盐矿物中最难溶解。为此，在这里推荐一个容易再现的鉴定不溶残渣的方法。

绪论

碳酸盐岩石分析的习用方法是全分析，其中除碳酸盐矿物外还包括了非碳酸盐矿物，如粘土矿物。全分析碳酸盐岩中的钙，不仅包括碳酸钙，而且还包括其他形式的钙，如粘土矿物和硫酸钙。若要单分析碳酸盐矿物，则要从非碳酸盐矿物中把碳酸盐矿物分离出来。而非

碳酸盐部分叫做不溶残渣。

用酸处理样品是化学分离不溶残渣最常用的方法。文献中提到的，使用的酸的种类、酸的浓度、以及酸处理的时间和温度是多种多样的。柯莱尔(1935)曾用 14% 的醋酸于室温下从不溶的白云岩残余物中消除方解石。希尔斯特和尼柯尔(1958)研究了 25% 的醋酸和 25% 的盐酸于室温之下过夜(16~20 小时)的效果。他们发现用盐酸处理比用醋酸处理溶解的物质多，他们工作的目的是研究岩石中碳酸盐和非碳酸盐部分中的微量元素。高卢特和威勒(1955)也用醋酸获得不溶残渣。

罗依、高卢特和多德(1957)研究用 25% 的醋酸、蚁酸和盐酸在 80~85℃ 之下经过 1.5 小时来获得不溶残渣。他们也用两种阳离子交换树脂 IRC-50 和 IR-120 (罗姆和哈斯)来溶解碳酸钙，为了这个工作，将粘土和碳酸钙配