

微波消解离子交换树脂

1 前言

离子交换树脂是带有官能团（有交换离子的活性基团）、具有网状结构、不溶性的高分子化合物。通常是球形颗粒物。离子交换树脂的全名称由分类名称、骨架（或基因）名称、基本名称组成。离子交换树脂还可以根据其基体的种类分为苯乙烯系树脂和丙烯酸系树脂。树脂中化学活性基团的种类决定了树脂的主要性质和类别。首先区分为阳离子树脂和阴离子树脂两大类，它们可分别与溶液中的阳离子和阴离子进行离子交换。选取一种离子交换树脂，采用微波消解作为前处理方法，选择一种可将样品完全溶解的方案，有利于后续无机元素的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢（30%），盐酸（38%），氢氟酸（40%）

3 实验方法

3.1 样品图片



3.2 消解温度的选择

称取实验所用的离子交换树脂样品约 0.1g(精确至 0.1mg) ,加入 10mL 硝酸 ,静置 30min 左右 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	45	400

实验结束后 , 待冷却至 60℃以下 , 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开 , 赶酸定容后 , 存在少量白色浑浊。

重新称取树脂样品约 0.1g (精确至 0.1mg) , 加入 10mL 硝酸 , 静置 30min 左右 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	45	400

实验结束后 , 待冷却至 60℃以下 , 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开 , 赶酸定容后 , 消解液澄清透明。

3.3 酸体系探究

选择下列不同的酸体系，按照表二的参数分别对样品进行消解实验：

酸体系	消解效果
8mL 硝酸+1mL 过氧化氢	完全消解
8mL 硝酸+1mL 氢氟酸	完全消解
8mL 硝酸+2mL 盐酸	黄色浑浊

3.4 取样量的选择

由于离子交换树脂样品，分解会生成二氧化碳会产生较大的压力，在 3.2 的实验过程中，当最高消解温度为 210℃ 时，最大压力 2.6MPa，建议取样量控制在 0.1g 以内。

4 结果

实验选择的离子交换树脂样品，在取样为 0.1g，采用硝酸作为试剂，210℃ 保温 40min 左右，即可完全溶解，加入适量过氧化氢效果更佳。为保证实验安全性，取样量控制在 0.1g 以内。