

Natronlauge zur Wasseraufbereitung

zum Regenerieren von Ionenaustauschern

Technische Lieferbedingungen

DIN
19 616
Blatt 2

Caustic soda solution for water treatment; for regeneration of ion exchangers;
technical specifications for delivery

1. Zweck

Natronlauge nach dieser Norm wird bei der Aufbereitung von Wasser zu Trinkwasser¹⁾ und Betriebswasser zum Regenerieren von Ionenaustauschern verwendet.

2. Begriff

Natronlauge (Handelsbezeichnung) nach dieser Norm ist technisch reines Natriumhydroxid in wässriger Lösung mit 50 Gew.-% NaOH entsprechend den Anforderungen nach Abschnitt 3.

3. Anforderungen

Für Natronlauge gelten folgende Anforderungen:

Aussehen der Lösung nach Verdünnung mit destilliertem Wasser auf etwa 20 Gew.-% und nach Absetzen des Unlöslichen:

klar und farblos

Gehalt an Natriumhydroxid (NaOH):

50 Gew.-% $\pm$ 1 Gew.-%

Gehalt an Verunreinigungen:

Chlorid (ausgedrückt als Cl^-):

höchstens 0,2 Gew.-% des NaOH-Gehaltes

Oxidationsmitteln (ausgedrückt als O_2):

höchstens 0,001 Gew.-% des NaOH-Gehaltes

Sulfat (ausgedrückt als SO_4^{2-}):

höchstens 0,1 Gew.-% des NaOH-Gehaltes

Kieselsäure (ausgedrückt als SiO_2):

höchstens 0,01 Gew.-% des NaOH-Gehaltes

Eisen (ausgedrückt als Fe^{3+}):

höchstens 0,001 Gew.-% des NaOH-Gehaltes

Aluminium (ausgedrückt als Al^{3+}):

höchstens 0,005 Gew.-% des NaOH-Gehaltes

Erdalkali-Ionen (ausgedrückt als Ca^{2+}):

höchstens 0,01 Gew.-% des NaOH-Gehaltes

Gehalt an sonstigen Verunreinigungen:

Bei der Verwendung für die Aufbereitung von Wasser zu Trinkwasser darf Natronlauge keine Verunreinigungen in solchen Konzentrationen enthalten, daß das Trinkwasser nach abgeschlossener Aufbereitung die menschliche Gesundheit zu schädigen geeignet ist²⁾.

4. Verpackung, Versand, Kennzeichnung

Natronlauge wird in Ballons aus Kunststoff oder in Kesselwagen mit Innengummierung oder Spezialanstrich geliefert. Bei einer Temperatur unter 11 °C können sich aus dieser Natronlauge Bodenkörper ausscheiden. Kesselwagen müssen deshalb bei niedrigen Temperaturen mit Heizschlangen ausgerüstet sein; diese müssen aus einem Werkstoff bestehen, der von Natronlauge nicht angegriffen wird.

Natronlauge fällt unter die Gefahrenklasse V, Ziffer 3 a der Anlage C der Eisenbahnverkehrsordnung. Auf die Einhaltung der in dieser Verordnung enthaltenen Vorschriften ist zu achten.

Der Lieferung muß ein Lieferschein beigegeben sein, der die genaue Handelsbezeichnung (z. B. Natronlauge, technisch, 50 Gew.-% NaOH) und die Angabe „Inhalt entspricht DIN 19 616 Blatt 2“ enthält. Jede Verpackungseinheit soll Gewichtsangabe, Waren- und Handelsbezeichnung sowie den Namen des Lieferers tragen.

5. Prüfung

5.1. Probenahme

Die Proben zur Prüfung von Natronlauge nach dieser Norm müssen sofort nach dem Eintreffen der Ware am Bestimmungsort mit einem Probesteher aus Kunststoff entnommen, möglichst schnell in einer Kunststoffflasche gesammelt und nach kräftigem Umschütteln in 3 Kunststoffflaschen von je etwa 500 ml Rauminhalt gefüllt werden. Diese werden sofort luftdicht verschlossen, versiegelt und beschriftet. Eine dieser Proben ist für die Prüfung durch den Empfänger bestimmt, die übrigen werden für den Fall einer späteren Beanstandung bereitgestellt.

5.2. Gehalt an Natriumhydroxid (NaOH)

Geräte und Reagenzien:

Hohes Wägegias 40 x 80 DIN 12 605

Schellbachbürette G 25 x 0,05 A DIN 12 701

Salzsäure, n

Mischindikator-Lösung:

Lösung a) 600 mg Methylrot (Natriumsalz) und 100 ml destilliertes Wasser

Lösung b) 400 mg Methylenblau und 400 ml destilliertes Wasser

Die Lösungen a) und b) werden miteinander vermischt.

Durchführung:

2 g $\pm$ 1 g der Probe werden in dem Wägegias auf 0,0001 g gewogen, mit 3 Tropfen Mischindikator-Lösung versetzt und mit n Salzsäure bis zum Farbumschlag von Grün nach Violett titriert.

1) Siehe auch Verordnung für den Zusatz fremder Stoffe bei der Aufbereitung von Trinkwasser (Trinkwasser-Aufbereitungs-Verordnung) vom 19.12.1959, Bundesgesetzblatt Teil I (1959) Nr 52 S. 762, und Verordnung zur Änderung der Trinkwasser-Aufbereitungs-Verordnung vom 27.6.1960, Bundesgesetzblatt Teil I (1960) Nr 33 S. 479

2) Siehe Gesetz über den Verkehr mit Lebensmitteln und Bedarfsgegenständen (Lebensmittelgesetz) vom 21.12.1958, Bundesgesetzblatt Teil I (1958) Nr 46 S. 950

Fortsetzung Seite 2 bis 5

Fachnormenausschuß Wasserwesen im Deutschen Normenausschuß (DNA)

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses, Berlin 30, gestattet.

$$\text{Berechnung: } G_1 = \frac{b \cdot 40}{a \cdot 1000} \cdot 100 = \frac{b \cdot 4}{a}$$

Hierin bedeuten:

G_1	Gehalt der Natronlauge an Natriumhydroxid	in Gew.-%
a	Gewicht der angewendeten Natronlauge	in g
b	Volumen der verbrauchten n Salzsäure	in ml
40	Äquivalenzfaktor	in g/l

5.3. Gehalt an Chlorid

Geräte und Reagenzien:

Erlenmeyer-Kolben, enghalsig, 300 DIN 12 380

Schellbachbürette G 25 x 0,05 A DIN 12 701

Mischindikator-Lösung:

Lösung a) 600 mg Methylrot (Natriumsalz) und 100 ml destilliertes Wasser

Lösung b) 400 mg Methylenblau und 400 ml destilliertes Wasser

Die Lösungen a) und b) werden miteinander vermischt.

Schwefelsäure ($\rho = 1,20 \text{ g/ml}$):

10 ml Schwefelsäure, zur Analyse ($\rho = 1,84 \text{ g/ml}$), werden vorsichtig mit 75 ml destilliertem Wasser gemischt.

Natronlauge, 0,1 n

Schwefelsäure, 0,1 n

Quecksilber(II)-oxidcyanid-Lösung:

100 ml destilliertes Wasser werden mit Quecksilber(II)-oxidcyanid, DAB 6, gesättigt (etwa 10 g). Die Lösung wird vom Bodensatz dekantiert, mit 3 Tropfen Mischindikator-Lösung und anschließend tropfenweise mit 0,1 n Schwefelsäure versetzt, bis die Farbe von Grün nach Violett umschlägt.

Durchführung:

20 g $\pm$ 3 g der Probe werden auf 0,1 g in den Erlenmeyer-Kolben eingewogen und mit etwa 300 ml destilliertem Wasser verdünnt. Nach Zugabe von 3 Tropfen Mischindikator-Lösung wird der Inhalt des Kolbens mit Schwefelsäure ($\rho = 1,20 \text{ g/ml}$) bis zum Farbumschlag von Grün nach Violett versetzt. Dann wird tropfenweise 0,1 n Natronlauge hinzugefügt, bis die Farbe eben von Violett nach Grün umschlägt. Nach Zugabe von etwa 10 ml Quecksilber(II)-oxidcyanid-Lösung wird der Inhalt des Kolbens mit 0,1 n Schwefelsäure bis zum Farbumschlag von Grün nach Violett titriert.

$$\text{Berechnung: } G_2 = \frac{e \cdot 35,457 \cdot 100}{G_1 \cdot d \cdot 10 \cdot 1000} \cdot 100 = \frac{e \cdot 35,457}{G_1 \cdot d}$$

Hierin bedeuten:

G_2	Gehalt der Natronlauge an Chlorid (Cl^-)	in Gew.-% des NaOH-Gehaltes
e	Volumen der verbrauchten 0,1 n Schwefelsäure	in ml
d	Gewicht der angewendeten Natronlauge	in g
G_1	Gehalt der Natronlauge an Natriumhydroxid $\triangleq$ Gew.-%	in g/100 g
35,457	Äquivalenzfaktor	in g/l

5.4. Gehalt an Oxidationsmitteln (ausgedrückt als O_2)

Geräte und Reagenzien:

Meßkolben MS A 1000 DIN 12 664

Vollpipette 1 B DIN 12 690

Erlenmeyer-Kolben, enghalsig, 200 DIN 12 380

Bürette, Inhalt 10 ml, Teilung 0,01 ml

Kaliumchlorat, KClO_3 , zur Analyse

Salzsäure, HCl ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$), zur Analyse

Methylorange-Lösung:

400 mg Methylorange werden in 1 l destilliertem Wasser gelöst.

Einstellen der Methylorange-Lösung:

1,0000 g Kaliumchlorat wird in dem Meßkolben in destilliertem Wasser gelöst und mit destilliertem Wasser bis zur Meßmarke aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung wird in dem Erlenmeyer-Kolben mit etwa 100 ml destilliertem Wasser verdünnt, aus der Bürette mit 9,0 ml Methylorange-Lösung versetzt und zum Sieden erhitzt. Dann werden 30 ml Salzsäure hinzugefügt. Wird die Lösung entfärbt, so wird zu der heißen Lösung sofort aus der Bürette tropfenweise mehr Methylorange-Lösung gegeben, bis die Rotfärbung einige Minuten lang bestehen bleibt. Das so ermittelte Volumen an Methylorange-Lösung wird bei einer zweiten Probe vor dem Zusatz von Salzsäure hinzugefügt. Nach dem Zusatz der Salzsäure wird dann mit Methylorange-Lösung zu Ende titriert.

Berechnung des Faktors der Methylorange-Lösung:

$$F_1 = \frac{0,392}{e}$$

Hierin bedeuten:

F_1	Umrechnungsfaktor zur Ermittlung des Gewichtes des O_2 in mg aus dem Gewicht des KClO_3 in mg	in mg/ml
e	Volumen der verbrauchten Methylorange-Lösung	in ml
0,392	bei der Reaktion frei werdende Sauerstoffmenge	in mg

Durchführung:

15 g $\pm$ 2 g der Probe werden auf 0,1 g in den Erlenmeyer-Kolben eingewogen, mit etwa 40 ml destilliertem Wasser versetzt und zum Sieden erhitzt. Dann werden aus der Bürette 3 Tropfen der Methylorange-Lösung und 40 ml Salzsäure zugesetzt. Wird die Lösung entfärbt, so wird zu der heißen Lösung sofort tropfenweise mehr Methylorange-Lösung gegeben, bis die Rotfärbung eine Minute lang bestehen bleibt. Das so ermittelte Volumen an Methylorange-Lösung wird bei einer zweiten Probe vor dem Zusatz von Salzsäure hinzugefügt. Nach dem Zusatz der Salzsäure wird dann mit Methylorange-Lösung zu Ende titriert.

$$\text{Berechnung: } G_3 = \frac{g \cdot F_1 \cdot 100}{h \cdot G_1 \cdot 1000} \cdot 100 = \frac{g \cdot F_1 \cdot 10}{h \cdot G_1}$$

Hierin bedeuten:

G_3	Gehalt der Natronlauge an Oxidationsmitteln (ausgedrückt als O_2)	in Gew.-% des NaOH-Gehaltes
h	Gewicht der angewendeten Natronlauge	in g
g	Volumen der verbrauchten Methylorange-Lösung	in ml
G_1	Gehalt der Natronlauge an Natriumhydroxid $\triangleq$ Gew.-%	in g/100 g
F_1	Faktor der Methylorange-Lösung	in mg/ml