

DIN 54402**DIN**

ICS 71.100.40

Ersatz für
DIN 54402:2001-12**Prüfung von Ionenaustauschern –
Bestimmung der Totalen Kapazität von Anionenaustauschern**

Testing of ion exchangers –

Determination of the total capacity of anion exchangers

Essai des résines échangeuses d'ions –

Détermination de la capacité totale des résines échangeuses d'anions

Gesamtumfang 19 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Einheit	4
5 Grundlagen der Verfahren	4
5.1 Allgemeines	4
5.2 Starkbasische und gemischtbasische Anionenaustauscher	5
5.2.1 Allgemeines	5
5.2.2 Aktive starkbasische Kapazität	5
5.2.3 Starkbasische Kapazität	5
5.2.4 Schwachbasische Kapazität	5
5.2.5 Totale Kapazität	6
5.3 Schwachbasische Anionenaustauscher	6
5.3.1 Allgemeines	6
5.3.2 Totale Kapazität	6
6 Bezeichnung	6
7 Geräte	6
8 Chemikalien und Reagenzien	8
9 Probenahme	8
10 Probenvorbereitung (siehe Arbeitsschema 1 und 2)	9
10.1 Starkbasische Anionenaustauscher	9
10.2 Schwachbasische Anionenaustauscher	9
11 Volumeneinstellung	9
12 Durchführung und Auswertung der Bestimmungen bei starkbasischen Anionenaustauschern (Verfahren A)	9
12.1 Bestimmung der aktiven starkbasischen Kapazität (Arbeitsschema 1)	9
12.2 Bestimmung der starkbasischen Kapazität (Arbeitsschema 1)	10
12.3 Bestimmung der schwachbasischen Kapazität (Arbeitsschema 2)	11
13 Durchführung und Auswertung der Bestimmung der schwachbasischen Kapazität bei schwachbasischen Anionenaustauschern (Verfahren B) (siehe Arbeitsschema 2)	13
14 Schnellverfahren zur Bestimmung der starkbasischen Kapazität von stark basischen Anionenaustauschern (Verfahren C)	15
14.1 Chemikalien	15
14.1.1 Probenvorbereitung	15
14.1.2 Bestimmung der Totalen Kapazität	15
14.2 Geräte	15
14.2.1 Probenvorbereitung	15
14.2.2 Bestimmung der Totalen Kapazität	15
14.3 Geräteeinstellung	16
14.3.1 Probenvorbereitung	16
14.3.2 Bestimmung der Totalen Kapazität	16
14.4 Durchführung	16
14.4.1 Probenvorbereitung	16
14.4.2 Bestimmung der Totalen Kapazität	17
14.5 Berechnung der Totalen Kapazität (K_T) in Mol je Liter Austauscher:	17
15 Prüfbericht	19

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-08-95 AA „Prüfung von Ionenaustauschern“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

In dieser Norm bedeutet die Angabe % Massenanteile in Prozent.

Änderungen

Gegenüber DIN 54402:2001-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 15 überarbeitet;
- b) redaktionelle Anpassungen durchgeführt.

Frühere Ausgaben

DIN 54402: 1980-08, 1985-07, 2001-12

1 Anwendungsbereich

In dieser Norm sind Verfahren zur Bestimmung der Totalen Kapazität von Anionenaustauschern (in dieser Norm auch kurz Austauscher genannt) festgelegt. Die Verfahren A, B und C nach dieser Norm sind auf alle gekörnten Arten von starkbasischen und schwachbasischen Anionenaustauschern anwendbar, jedoch nicht auf gemahlene oder flüssige Anionenaustauscher.

Die Bestimmung der Totalen Kapazität bietet die Möglichkeit, die in Aufbereitungsanlagen eingesetzten Anionenaustauscher an Hand von Laboratoriumsuntersuchungen außerhalb der Anlagen zu beobachten und Aussagen über Veränderungen der Austauscher zu machen.

Die verschiedenen im Verlauf der Bestimmung erhaltenen Werte erlauben eine Aussage über die Gesamtanzahl der austauschfähigen Gruppen, über deren Basizität und über etwaige Veränderungen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 54400, *Ionenaustausch — Begriffe*

DIN 54401, *Prüfung von Ionenaustauschern — Probenahme*

DIN 54403, *Prüfung von Ionenaustauschern — Bestimmung der Totalen Kapazität von Kationenaustauschern*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 54400.

4 Einheit

Für alle Kapazitätsangaben in dieser Norm gilt die Einheit Mol je Liter.

5 Grundlagen der Verfahren

5.1 Allgemeines

Die in dieser Norm festgelegten Verfahren A (siehe Abschnitt 12) und Verfahren B (siehe Abschnitt 13) zur Charakterisierung und Prüfung von Anionenaustauschern stützen sich auf folgende Reaktionen:

- Natronlauge regeneriert Gruppen verschiedener Basizität mit verschiedenem Effekt;
- Starkbasische Gruppen in der Hydroxid-Form überführen Neutralsalze in deren Hydroxide;
- das Nitrat-Ion verdrängt das Chlorid-Ion vom Austauscher;
- Schwachbasische Gruppen in der regenerierten Form, d. h. als freie Basen, binden Anionen nur aus saurer Lösung.

Zur Bestimmung der jeweiligen Kapazität muß beim starkbasischen Anionenaustauscher von der Chlorid-Form (Cl-Form), beim schwachbasischen Anionenaustauscher von der Freie-Base-Form ausgegangen werden. Wäre der Austauscher mit anderen Ionen beladen, so würden auf Grund unterschiedlicher Quellung für die einzelnen Anionen abweichende Kapazitätswerte erhalten.

Sind die Austauscher während des Betriebes durch Ablagerungen, sorbiertes Öl oder andere organische Stoffe verschmutzt worden, so können sich dadurch die Werte der Totalen Kapazität des Austauschers ändern. Die Bestimmung der Kapazität im Laboratorium vor und nach einem Reinigungsverfahren gibt Aufschluss über den erzielten Reinigungseffekt und die Verbesserung der Werte. Zur Feststellung von Schädigungen des Austauschers durch Abbau des Grundgerüsts oder der funktionellen Gruppen ist jedoch immer das gereinigte Muster mit einem Muster des fabrikneuen Austauschers derselben Lieferung zu vergleichen.

5.2 Starkbasische und gemischtbasische Anionenaustauscher

5.2.1 Allgemeines

Die starkbasischen und gemischtbasischen Gruppen von Anionenaustauschern weisen Abstufungen in der Basizität auf, die unter anderem im Aufbau des Anionenaustauschers begründet sind. Bei starkbasischen Anionenaustauschern wird z. B. zwischen solchen vom Typ I (Benzyltrimethylammonium-Verbindung) und vom Typ II (Benzyl(2-hydroxyethyl)-dimethylammonium-Verbindung) unterschieden. Es gibt auch gemischtbasische Anionenaustauscher, welche stark- und schwachbasische Gruppen enthalten. Sie sind wie starkbasische Anionenaustauscher zu prüfen.

Bei starkbasischen Anionenaustauschern kann auch durch das Behandeln mit Natronlauge im Überschuss nicht die gesamte starkbasische Kapazität in die Hydroxid-Form übergeführt werden. Die Überführung erfolgt nur für einen bestimmten Bruchteil, der aktive starkbasische Kapazität genannt wird.

5.2.2 Aktive starkbasische Kapazität

Der Austauscher in der Cl-Form wird unter definierten Bedingungen mit Natronlauge behandelt und mit Deionat ausgewaschen. Dann wird Natriumchlorid-Lösung im Überschuss aufgegeben und das Natriumhydroxid im Ablauf bestimmt. Aus der freigesetzten Menge an Hydroxid-Ionen wird die aktive starkbasische Kapazität errechnet.

5.2.3 Starkbasische Kapazität

Nach Auswaschen des überschüssigen Natriumchlorids mit Deionat wird der Austauscher mit Natriumnitrat-Lösung im Überschuss beaufschlagt. Im Ablauf werden die freigesetzten Chlorid-Ionen bestimmt und daraus die starkbasische Kapazität errechnet.

Die starkbasische Kapazität entspricht der Gesamtzahl starkbasischer Gruppen eines starkbasischen Anionenaustauschers. Dagegen ist die aktive starkbasische Kapazität nur ein Teil der starkbasischen Kapazität.

WARNHINWEIS Ionenaustauscher in Nitratform sind wegen Explosionsgefahr vor Austrocknung zu schützen.

5.2.4 Schwachbasische Kapazität

Nach Auswaschen des überschüssigen Natriumnitrats mit Deionat wird der Austauscher mit einem Überschuss an Salzsäure behandelt. Aus der gebundenen Menge Salzsäure wird die schwachbasische Kapazität errechnet.

5.2.5 Totale Kapazität

Die Totale Kapazität eines starkbasischen Anionenaustauschers erhält man durch Addition der starkbasischen und schwachbasischen Kapazität.

5.3 Schwachbasische Anionenaustauscher

5.3.1 Allgemeines

Bei schwachbasischen und vorwiegend schwachbasischen Anionenaustauschern wird nur die Totale Kapazität bestimmt.

Bei schwachbasischen Austauschern wird ein zum Teil erheblicher Volumenunterschied zwischen Salz-Form und Freie-Base-Form (Austauschquellung bzw. Austauschschumpfung) beobachtet. Der zur Bestimmung dienende Austauscher wird daher immer in der mittels Natronlauge hergestellten Freie-Base-Form eingesetzt.

Schwachbasische Austauscher in der Cl-Form neigen bei Auswaschen mit Deionat zur Hydrolyse, wobei Salzsäure entsteht. Zur Unterdrückung dieser Reaktion, durch welche zu niedrige Werte für die Totale Kapazität erhalten werden, müssen schwachbasische Austauscher in der Cl-Form mit Methanol ausgewaschen werden.

5.3.2 Totale Kapazität

Der Austauscher wird mit einem Überschuss an Natronlauge regeneriert und mit Deionat ausgewaschen. Dann wird das Volumen des Austauschers abgemessen. Anschließend wird der Austauscher mit einem Überschuss an Salzsäure behandelt. Aus der gebundenen Menge Salzsäure wird die Totale Kapazität errechnet.

6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung der Totalen Kapazität von Anionenaustauschern nach Verfahren A:

Prüfung DIN 54402-A

7 Geräte

Kalibrierte Messgeräte, übliches Laborgerät sowie zusätzlich:

- Filterrohr (siehe Bild 1) aus Glas (1), Länge etwa 400 mm, Innendurchmesser etwa 20 mm, mit eingeschmolzener Glasfritte G0 (2) entsprechend einer Porenweite von 150 µm bis 200 µm, mit Schliffhülse (3) und mit einem etwa 20 mm langen Stutzen (4) von 4 mm Innendurchmesser und etwa 8 mm Außendurchmesser. An diesem Stutzen (4) wird ein etwa 450 mm langer PE-Schlauch (5) von 6 mm Innendurchmesser angeschlossen. An seinem anderen Ende trägt der PE-Schlauch ein etwa 100 mm langes Glasformstück (6) von 4 mm Innendurchmesser, an dessen Mitte ein zunächst im Winkel von etwa 45°, dann von etwa 20° schräg verlaufendes Glasrohr angeschmolzen ist. Durch Heben oder Senken des Glasformstückes (6) kann, wenn dieses in die Öffnung eines auf einer höhenverstellbaren Plattform stehenden Gefäßes (z. B. Messkolben) eingehängt wird, der Flüssigkeitsstand über dem in das Filterrohr (1) eingefüllten Ionenaustauscher nach den Erfordernissen (z. B. 1 cm hoch) eingestellt werden. Auf das Filterrohr (1) wird ein 500 ml oder 1 000 ml fassenden Tropftrichter (7) aufgesetzt, der einen Hahn mit einem Kücken (8) aus PTFE (Polytetrafluorethen) und einen Schliffkern besitzt.