

DIN 54403**DIN**

ICS 71.100.40

Ersatz für
DIN 54403:2001-12**Prüfung von Ionenaustauschern –
Bestimmung der Totalen Kapazität von Kationenaustauschern**

Testing of ion exchangers –

Determination of the total capacity of cation exchangers

Essai des résines échangeuses d'ions –

Détermination de la capacité totale des résines échangeuses de cations

Gesamtumfang 15 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

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 54403:2001-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Bild 2 „Arbeitsschema 1“ wurde korrigiert;
- b) redaktionelle Anpassungen durchgeführt.

Frühere Ausgaben

DIN 54403: 1980-11, 1982-11, 2001-12

1 Anwendungsbereich

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

Die Bestimmung der Totalen Kapazität bietet die Möglichkeit, die in Aufbereitungsanlagen eingesetzten Kationenaustauscher 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 Acidität 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 54402, *Prüfung von Ionenaustauschern — Bestimmung der Totalen Kapazität von Anionenaustauschern*

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 Kationenaustauschern stützen sich auf folgende Reaktionen:

- Salzsäure regeneriert Gruppen verschiedener Acidität mit verschiedenem Effekt;
- Starksaure Gruppen in der Wasserstoff-Form überführen Neutralsalze in freie Säuren;
- das Natrium-Ion verdrängt das Wasserstoff-Ion vom Austauscher;
- Schwachsaure Gruppen (nach Regeneration mit einer stärkeren Säure, als der Acidität der schwachsauren Gruppen entspricht) binden Kationen nur aus alkalischer Lösung.

Zur Bestimmung der jeweiligen Kapazität muss beim starksauren Kationenaustauscher entweder von der durch Regenerieren mit Säure hergestellten Wasserstoff-Form (H-Form) des Austauschers ausgegangen werden oder von der bei starksauren Kationenaustauschern ebenfalls gebräuchlichen Natrium-Form (Na-Form) als Bezugsform. Beim schwachsauren Kationenaustauscher ist in jedem Fall von der Wasserstoff-Form (H-Form) auszugehen. Ist der Austauscher mit anderen Ionen beladen, so werden aufgrund der unterschiedlichen Quellung der einzelnen Beladungsformen abweichende Kapazitätswerte erhalten. Es ist zu beachten, dass auch zwischen H- und Na-Form wegen ihrer Volumendifferenz deutlich unterschieden wird. 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 den 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 Starksaure Kationenaustauscher

5.2.1 Allgemeines

Bei starksauren Kationenaustauschern werden durch das Behandeln mit einer ausreichenden Menge an Säure alle funktionellen Gruppen in die H-Form überführt.

5.2.2 Totale Kapazität

Der Austauscher wird unter definierten Bedingungen mit Salzsäure behandelt und mit Deionat ausgewaschen. Dann wird das Bezugsvolumen abgemessen (Bezugsgröße: H-Form). Wird die Na-Form als Bezugsgröße gewählt, dann wird die Volumenmessung nach der Behandlung mit Natriumchloridlösung (siehe 10.1.3), jedoch vor der Regeneration mit Salzsäure vorgenommen. Danach wird Natriumchlorid-Lösung im Überschuss aufgegeben und die Salzsäure im Ablauf bestimmt. Aus der freigesetzten Menge an Wasserstoff-Ionen wird die Totale Kapazität errechnet.

5.3 Schwachsaure Kationenaustauscher

5.3.1 Allgemeines

Bei schwachsauren Kationenaustauschern interessiert nur die Totale Kapazität.

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

5.3.2 Totale Kapazität

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

6 Bezeichnung

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

Prüfung DIN 54403-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) und 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) ist 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) wird, 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. Auf das Filterrohr (1) wird ein 500 ml oder 1 000 ml fassender Tropftrichter (7) aufgesetzt, der einen Hahn mit einem Küken (8) aus PTFE (Polytetrafluorethen) und einen Schliffkern besitzt. Es ist sehr zweckmäßig, wenn der am Tropftrichter (7) sitzende, etwa 60 mm lange Ansatz entweder an seinem Ende bis auf eine Öffnung von 1 mm bis 2 mm Durchmesser verjüngt oder im ganzen als Kapillare gleichen Innendurchmessers ausgeführt ist.

ANMERKUNG Die hier beschriebene Apparatur ist mit der in DIN 54402 identisch.

Rütteltisch, zur maschinellen Volumeneinstellung.