

Prüfung von Ionenaustauschern
Bestimmung der Beständigkeit gegenüber osmotischer
und hydromechanischer Beanspruchung

DIN
54406

ICS 71.100.40

Ersatz für
DIN 54406:1983-01

Testing of ion exchangers (bead form) –
Determination of resistance to osmotic and hydromechanical stress

Essai des échangeurs d'ions (forme billes) –
Détermination de la résistance aux chocs osmotiques et hydromécaniques

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 895 „Prüfung von Ionenaustauschern“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Anhang A ist normativ.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Gewindemaße für einige Teile der Prüfapparatur in Tabelle A.1 in „Zoll“ angegeben sind.

Änderungen

Gegenüber DIN 54406:1983-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Prüfapparatur verfahrenstechnisch überarbeitet;
- b) Einbau eines Volumenmessgefäßes;
- c) Konzentration der Salzsäure und der Natronlauge von jeweils 1,5 mol/l auf 2,0 mol/l erhöht;
- d) zur Prüfung eingesetzt wird das Harz in der chemischen Zustandsform mit dem größten Volumen;
- e) Durchführung einer Kalibrierung aufgenommen, um die Vergleichbarkeit der Ergebnisse an verschiedenen Geräten zu ermöglichen;
- f) redaktionelle Anpassungen durchgeführt.

Frühere Ausgaben

DIN 54507: 1983-01

Fortsetzung Seite 2 bis 24

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Beständigkeit von kugelförmigen Ionenaustauschern gegenüber osmotischer und hydromechanischer Beanspruchung durch wechselweise Behandlung mit Salzsäure und Natronlauge fest. Der Wechsel der chemischen Zustandsform verursacht Volumenänderungen, die im Innern des Ionenaustauschers und durch dichte Packung zusätzlich auch von außen zu hydromechanischer Beanspruchung führen.

Die Beständigkeit von Ionenaustauschern im Sinne dieser Norm stellt, für sich allein betrachtet, kein absolutes Qualitätsmerkmal dar. Abhängig von den Einsatzbedingungen können Ionenaustauscher, die z. B. bei der Behandlung mit einer Säure-, Laugekonzentration von 8,0 mol/l sehr wenig beständig sind, im praktischen Betrieb eine Lebensdauer von 5 Jahren bis 10 Jahren aufweisen. Dies ist unter anderem bei Standardkationenaustauschern der Fall.

Die Prüfung nach dieser Norm eignet sich daher vorwiegend zum Vergleich verschiedener Produkte für einen bestimmten Einsatzzweck sowie unterschiedlicher Chargen ein- und desselben Ionenaustauschers. Sie kann dann besonders aussagefähig sein, wenn von einem der geprüften Ionenaustauscher bereits Betriebserfahrungen vorliegen.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 12216, *Laborgeräte aus Glas – Glasrohren mit Rundgewinde.*

DIN 12541-1, *Laborgeräte aus Glas – Einweg-Kegelhähne.*

DIN 19610, *Salzsäure zur Wasseraufbereitung für Betriebswasser – Technische Lieferbedingungen.*

DIN 19616-2, *Natronlauge zur Wasseraufbereitung, zum Regenerieren von Ionenaustauschern – Technische Lieferbedingungen.*

DIN 54401, *Prüfung von Ionenaustauschern – Probenahme.*

DIN 54402, *Prüfung von Ionenaustauschern – Bestimmung der Totalen Kapazität von Anionenaustauschern.*

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

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Beständigkeit von Ionenaustauschern im Sinne dieser Norm wird in einem Filterrohr durch abwechselndes Behandeln mit Salzsäure und Natronlauge, bei zwischenzeitlichem Rückspülen mit Deionat, geprüft. Die Behandlung wird mit einer Säure-, Laugekonzentration von 8,0 mol/l durchgeführt. Wird der Ionenaustauscher dabei rasch zerstört, so wird die Behandlung mit einer Konzentration von 2,0 mol/l wiederholt. Je nach Stabilität des Ionenaustauschers wird ein mehr oder weniger großer Anteil mechanisch zerstört. Die Folge ist eine Verringerung des Volumenstromes, der gemessen wird.

4 Geräte

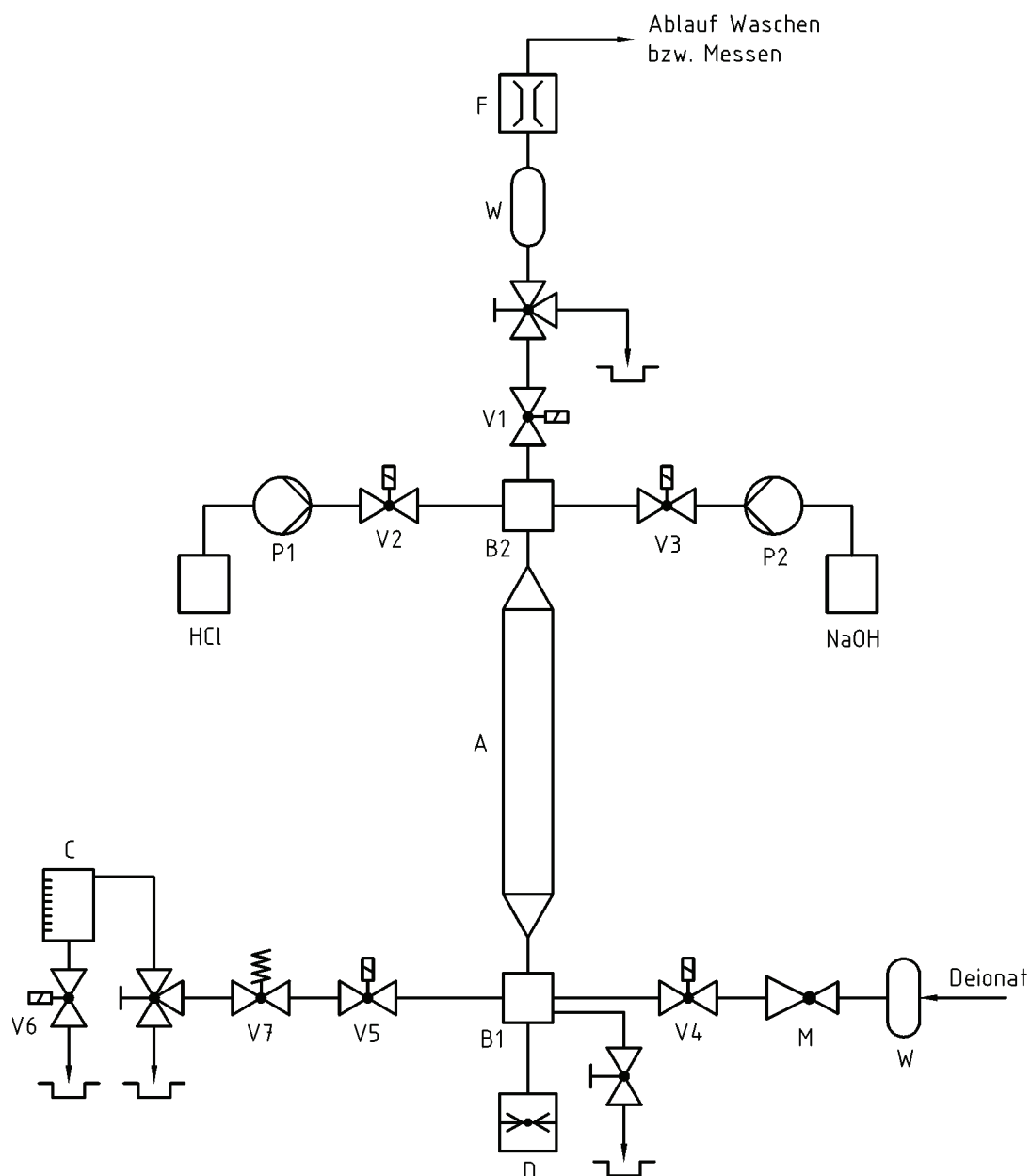
Übliches Laboratoriumsgerät sowie zusätzlich:

4.1 Rütteltisch

4.2 Labor-Siebmaschine für Nasssiebung

4.3 Prüfgerät zur Bestimmung der Beständigkeit von Ionenaustauschern gegenüber osmotischer und hydro-mechanischer Beanspruchung¹⁾. Das Prüfgerät besteht aus einer Prüfapparatur und einem Programmsteuergerät. Aufbau und Einzelteile der Prüfapparatur sind im Anhang A aufgeführt. Schematische Darstellung siehe Bild 1.

¹⁾ Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin).



Legende

A	Filterrohr
B1 und B2	Block
C	Messgerät
D	Druckmessumformer
F	Durchflußmessgerät
V1 bis V6	Magnetventil
V7	Überströmventil
P1 und P2	Pumpen
M	Druckminderer
W	Windkessel

Bild 1 – Schema der Prüfapparat

5 Reagenzien

Mindestanforderung für die Herstellung der Reagenzien ist Salzsäure bzw. Natronlauge nach DIN 19610 bzw. DIN 19616-2.

Natronlauge $c(\text{NaOH}) = 2,0 \text{ mol/l}$

Natronlauge $c(\text{NaOH}) = 8,0 \text{ mol/l}$

Salzsäure $c(\text{HCl}) = 2,0 \text{ mol/l}$

Salzsäure $c(\text{HCl}) = 8,0 \text{ mol/l}$

6 Probenahme

Nach DIN 54401.

7 Probenvorbereitung

7.1 Chemische Zustandsform

Die Ionenaustauscher werden in derjenigen chemischen Zustandsform in das Prüfrohr eingefüllt, die im Rahmen dieser Prüfung das größte Volumen aufweist. Dieses ist gegebenenfalls durch einen Vorversuch festzustellen, wobei die Herstellung dieser Form nach DIN 54402 bzw. DIN 54403 erreicht werden kann.

In der überwiegenden Anzahl der Fälle handelt es sich dabei um folgende chemische Zustandsformen:

- Anionenaustauscher, schwachbasisch Cl-Form
- Anionenaustauscher, starkbasisch OH-Form
- Kationenaustauscher, schwachsauer Na-Form
- Kationenaustauscher, starksauer H-Form

7.2 Korngrößenverteilung

Um einen Vergleich zwischen verschiedenen Ionenaustauscherproben oder Ionenaustauschertypen zu ermöglichen, wird aus der nach 7.1 vorbereiteten Probe eine Kornfraktion von 0,5 mm bis 1,0 mm ausgesiebt. Die Herstellung dieser Fraktion erfolgt mit einer Labor-Siebmaschine für Nasssiebung.

8 Durchführung

8.1 Vorbereitung

Der nach Abschnitt 7 vorbereitete Ionenaustauscher wird im Messzylinder unter Deionat mit Hilfe eines Rütteltisches auf Volumenkonstanz gebracht. Das Endvolumen muss $(25 \pm 0,2) \text{ ml}$ betragen.

Das Filterrohr wird aus der Prüfapparatur so ausgebaut, dass der untere Siebeinsatz am Rohr verbleibt. Die Ionenaustauscherprobe wird mit Deionat in das Filterrohr eingespült. Anschließend wird das Rohr wieder in die Prüfapparatur eingesetzt. Durch wiederholtes Öffnen und Schließen der Ventile V1 und V4 werden Prüfapparatur und Ionenaustauscher vollständig entlüftet. Anschließend Ionenaustauscher absitzen lassen.

Einstelldaten:

- Pumpen-Förderstrom 6 l/h
- Pumpen-Hubfrequenz etwa 90 min^{-1}

8.2 Druckeinstellung

Zu Beginn der Prüfung werden die Ventile V1 und V4 geöffnet und die Einstellung des Reduzierventils überprüft. Bei Abweichung vom Sollruck von 2,0 bar ist die Einstellung zu korrigieren. Danach werden die Ventile V1 und V4 wieder geschlossen.

8.3 Programmwahl

Die Programmsteuerung kann auf zwei verschiedene Programme eingestellt werden. Programm 1 beginnt mit der Salzsäure-Behandlung, Programm 2 dagegen mit der Natronlauge-Behandlung.

Die Programme werden so gewählt, dass die Ionenaustauscher nach abgeschlossenem Programm in der Zustandsform bei Prüfbeginn vorliegen.

In der überwiegenden Zahl der Fälle werden folgende Programme gewählt (siehe 7.1):

- Kationenaustauscher, schwachsauer Programm 1
- Anionenaustauscher, starkbasisch Programm 1
- Kationenaustauscher, starksauer Programm 2
- Anionenaustauscher, schwachbasisch Programm 2

8.4 Programmablauf

Das Programm besteht aus drei Teilen (nach Tabelle 1 bis Tabelle 3).

In den Tabellen 1 bis 3 werden nur diejenigen Ventile benannt, die beim jeweiligen Arbeitsschritt geöffnet sein sollten. Alle anderen Ventile bleiben dabei geschlossen. Ebenso wird nur die genannte Pumpe eingeschaltet, die anderen Pumpen bleiben in Ruhestellung.

Tabelle 1 – Programm Teil I: Bezugsmessung Q_0

Schritt	Zeit s	Ventile auf
1 Waschen	180	V4 + V1
2 Absetzen	105	
3 Verdichten	180	V4 + V1
4 Messen	10	V4 + V1
5 Schalten	1	

Tabelle 2 – Programm Teil II: Chemikalienbehandlung

Schritt	Zeit s	Volumen ml	Ventile auf	Pumpen ein
1 Einspeisen Salzsäure		175	V2 + V5	P1
2 Schalten	1			
3 Waschen Salzsäure und Entleeren	180	175	V4 + V1 V6	
4 Schalten	1			
5 Einspeisen Natronlauge		175	V3 + V5	P2
6 Schalten	1			
7 Waschen Natronlauge und Entleeren	180	175	V4 + V1 V6	
8 Schalten	1			

Tabelle 3 – Programm Teil III: Messen

Schritt	Zeit s	Ventile auf
1 Absetzen	105	
2 Verdichten	180	V4 + V1
3 Messen	10	V4 + V1
4 Schalten	1	

Beide Programme starten mit Teil I „Bezugsmessung Q_0 “. Danach läuft Teil II „Chemikalienbehandlung“ ab. Bei Programmwahl 2 sind die Schritte 1 und 5 des Programmteils II vertauscht. Nach jeweils 10 Zyklen schaltet die Programmsteuerung auf Teil III „Messen“ um. Nach insgesamt 100 Zyklen ist die Prüfung abgeschlossen.

Sollte sich bei der Verwendung von Chemikalien mit einer Konzentration von 8,0 mol/l schon weit vor Beendigung der Prüfung zeigen, dass der Volumenstrom auf 50 % des ursprünglichen Wertes zugeht, dann sollte das gesamte Programm mit neuer Probe und einer Konzentration der Salzsäure bzw. Natronlauge von 2,0 mol/l wiederholt werden.

Der Zeitbedarf für die gesamte Prüfung beträgt etwa 17 h.

8.5 Volumenkontrolle

Das Filterrohr wird nach Ablassen des in der Prüfapparatur verbliebenen Wassers ausgebaut und der Ionenaustauscher zur Volumenmessung herausgespült. Die Volumenmessung erfolgt wie nach 8.1 beschrieben.

9 Auswertung

Der nach je 10 Zyklen gemessene Volumenstrom Deionat Q_{10} bis Q_{100} wird auf den Volumenstrom bei der Bezugsmessung Q_0 bezogen und als relativer Volumenstrom $Q_{100\text{rel}}$ in Prozent ausgedrückt. Das Ergebnis wird graphisch und/oder tabellarisch dargestellt.

Die Kompensation aller an dem Prüfgerät ermittelten Prüfergebnisse wird nach Bild 2 über die Ausgleichsgerade durchgeführt. Daraus ergibt sich der kompensierte Wert $Q_{100\text{rel komp}}$. Die Kompensation im Sinne dieser Norm ist nur zulässig, wenn die Steigerung der Ausgleichsgeraden zwischen 0,9 und 1,1 liegt.

10 Kalibrierung

Um herstellungsbedingte Unterschiede verschiedener Prüfgeräte im Messergebnis zu kompensieren, ist eine Kalibrierung durchzuführen.

Dazu werden mit dem Prüfgerät fünf Standard-Ionenaustauscher¹⁾ mit den angekreuzten Konzentrationen nach Tabelle 4 geprüft.

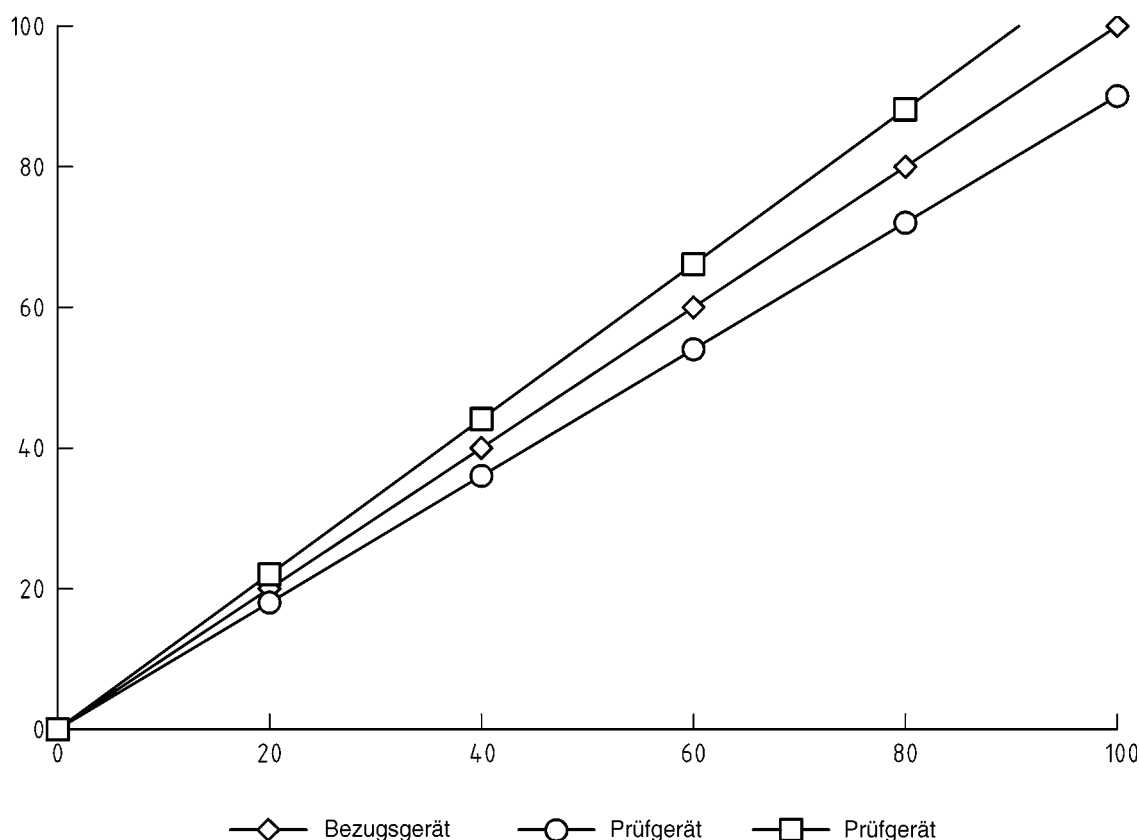


Bild 2 – Kompensation der Prüfergebnisse

¹⁾ siehe Seite 2

Tabelle 4 – Prüfbedingungen für Standard-Ionenaustauscher

Nr	Standard-Ionenaustauscher			Konzentration mol/l	
				8,0	2,0
1	starksauer	Polystyrol	makroporös	x	
2	starkbasisch	Polyacrylat	mikroporös	x	
3	schwachbasisch	Polyacrylat	mikroporös	x	x
4	starksauer	Polystyrol	mikroporös		x
5	starksauer	Polystyrol	mikroporös		x

Dieses Prüfergebnis ist in Beziehung zu setzen mit dem Prüfergebnis, das mit den gleichen Standard-Ionenaustauschern mit dem Bezugsgerät¹⁾ ermittelt worden ist. Dabei wird das jeweilige Messergebnis nach 100 Zyklen herangezogen.

Die Beziehung der beiden Prüfergebnisse wird hergestellt durch Ermittlung einer Ausgleichsgeraden nach Gauß, die durch den Punkt (100 %, 100 %) geht (siehe Bild 2).

11 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

- Art und Bezeichnung der Probe;
- chemische Zustandsform bei Prüfbeginn;
- Säure-, Laugekonzentration;
- relativer Volumenstrom Q_{10rel} bis Q_{100rel} ;
- Ionenaustauschervolumen vor und nach Behandlung;
- gegebenenfalls Abweichung von dieser Norm.

¹⁾ Siehe Seite 2

Anhang A (normativ)

Prüfapparatur

Die Prüfapparatur ist nach Bild A.1 aufgebaut. Die Ziffern entsprechen den Abschnittsnummern, die in der Stückliste (Tabelle A.1) aufgeführt sind. Die Buchstaben der Einzelteile sind ebenfalls in der Stückliste unter den Pos.-Nr. aufgeführt.

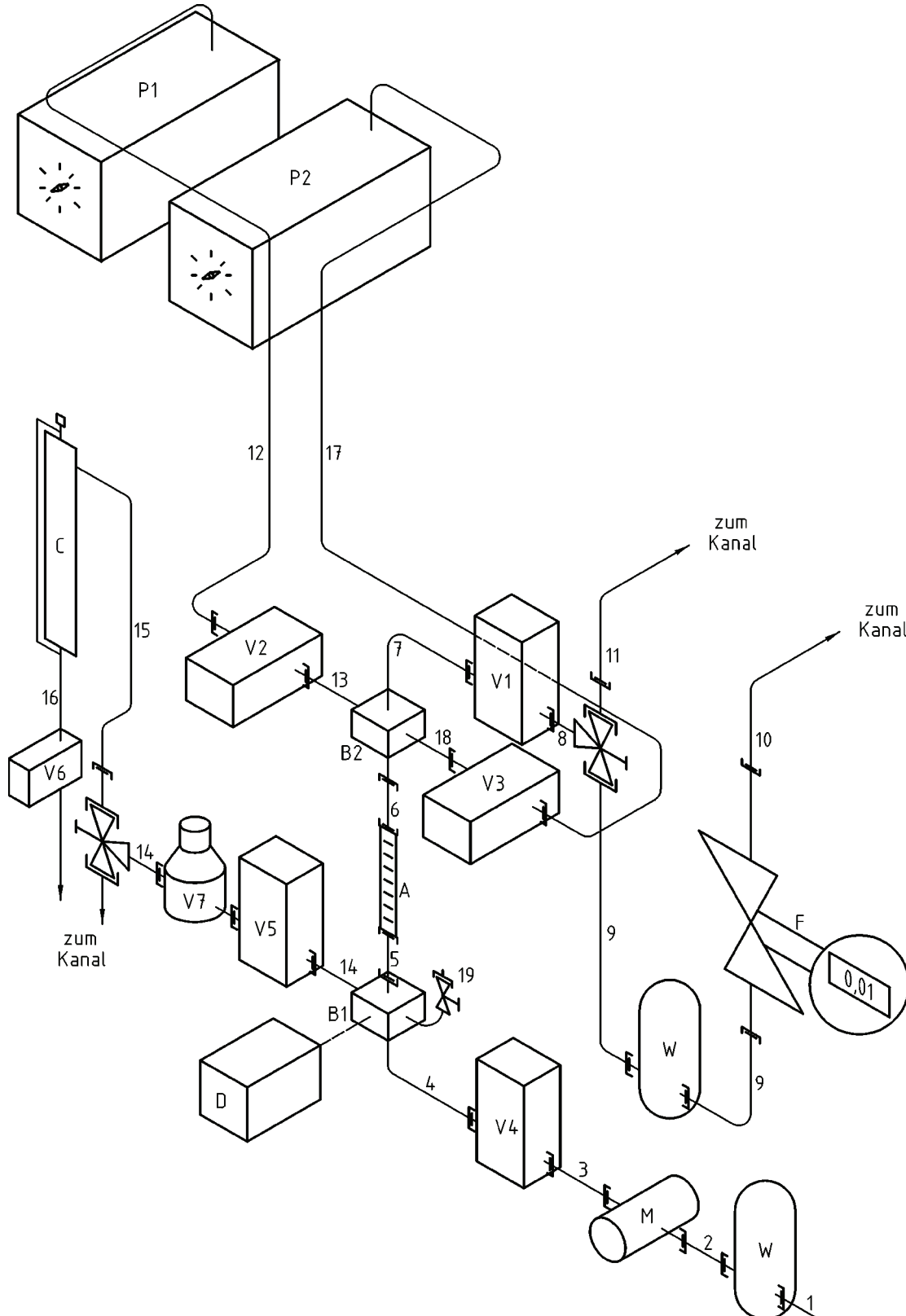


Bild A.1 – Aufbau Prüfapparatur