

## Natriumhydroxid zur Wasseraufbereitung

Technische Lieferbedingungen

DIN

19 616

Sodium hydroxide for water  
treatment; technical  
delivery conditions

Einsprüche bis  
30. Apr 1992

Anwendungswarn-  
vermerk auf der  
letzten Seite  
beachten!

Vorgesehen als Ersatz  
für DIN 19 615/10.71,  
DIN 19 616 T 1/10.71  
und DIN 19 616 T 2/12.71

## 1 Zweck

Natriumhydroxid nach dieser Norm wird bei der Aufbereitung von Wasser zu Trinkwasser und Betriebswasser zum Einstellen des pH-Wertes (Typ I und Typ II) und zum Regenerieren von Ionenaustauschern (Typ I) verwendet.

## 2 Begriff und Handelsformen

### 2.1 Natriumhydroxid

Natriumhydroxid (Typ I und Typ II) zur Wasseraufbereitung ist technisch reines Natriumhydroxid in fester Form oder in wäßriger Lösung.

Anmerkung: Natriumhydroxid und seine Lösungen können schwere Verätzungen verursachen. Beim Umgang mit diesen Stoffen sind Gummihandschuhe und Schutzbrille bzw. Gesichtsschutz zu tragen [1], [2].

### 2.2 Handelsformen

Übliche Handelsformen sind:

für die feste Ware: Blockform, Schuppen, Perlen und Pulver

für die Lösung: Natronlauge, Massenanteil  $w(\text{NaOH})$  bis 50 %

## 3 Anforderungen

### 3.1 Gehalt an Natriumhydroxid (NaOH)

Feste Ware: Massenanteil  $w(\text{NaOH})$  mindestens 98 %

Lösungen: Grenzabweichung vom vereinbarten Massenanteil  $w(\text{NaOH}) = \pm 1 \%$

Fortsetzung Seite 2 bis 24

Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Tabelle 1. Gehalt an Begleitsubstanzen

| Begleitsubstanz                                    | Massenanteil*)  |                   |
|----------------------------------------------------|-----------------|-------------------|
|                                                    | Typ I<br>max. % | Typ II<br>max. %  |
| Chlorid (ausgedrückt als Cl)                       | 0,04            | -                 |
| Oxidationsmittel (ausgedrückt als O <sub>2</sub> ) | 0,001           | -                 |
| Sulfat (ausgedrückt als SO <sub>4</sub> )          | 0,02            | -                 |
| Kieselsäure (ausgedrückt als SiO <sub>2</sub> )    | 0,01            | -                 |
| Eisen (ausgedrückt als Fe)                         | 0,001           | 0,01              |
| Aluminium (ausgedrückt als Al)                     | 0,005           | -                 |
| Erdalkalien (ausgedrückt als Ca)                   | 0,01            | -                 |
| Quecksilber (ausgedrückt als Hg)                   | 0,00004         | $4 \cdot 10^{-5}$ |
| *) Alle Angaben beziehen sich auf NaOH             |                 |                   |

### 3.2 Gehalt an sonstigen Verunreinigungen

Bei der Verwendung für die Aufbereitung von Wasser zu Trinkwasser darf Natriumhydroxid keine Verunreinigungen in solchen Konzentrationen enthalten, daß das Trinkwasser nach abgeschlossener Aufbereitung die menschliche Gesundheit schädigen kann [3], [4], [5], [6].

## 4 Prüfung

Festes Natriumhydroxid ist hygroskopisch. Daher sollte die Probe vor Feuchtigkeit weitgehend geschützt werden. Für die Aufbewahrung von Proben sind dicht verschließbare Gefäße aus Kunststoff zu verwenden.

Als Chemikalien für die Prüfung sind nur solche des Reinheitsgrades "zur Analyse", als Wasser ist deionisiertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden.

### 4.1 Probenahme

Die Proben zur Prüfung müssen sofort nach Eintreffen der Lieferung entnommen werden.

Bei Lieferung von festem Natriumhydroxid in Gebinden muß je Liefereinheit eine Gesamtprobe von 2 bis 3 kg aus mindestens zwei verschiedenen Gebinden entnommen werden. Um eine Wasseraufnahme bei festem Natriumhydroxid zu vermeiden, muß dies möglichst schnell geschehen.

Bei Lieferung der Lösungen wird bei der Entleerung je Liefereinheit ebenfalls eine Probe von 2 bis 3 kg entnommen.

Für die Probenahme des festen Natriumhydroxids wird nach Öffnen der Verpackung die obere, etwa 10 cm dicke Schicht entfernt; der Probenstecher (aus Kunststoff oder Glas) wird so weit durch die verbleibende Füllung gestochen, daß die unteren 10 cm der Füllung nicht erfaßt werden.

Die Einzelproben\*) werden durch Mischen in einem verschließbaren Behälter aus Kunststoff zu einer Sammelprobe vereinigt. Aus der gut gemischten Sammelprobe wird eine Laboratoriumsprobe von etwa 2 kg entnommen. Da Natriumhydroxid hygroskopisch ist, wird auf die Anwendung eines Probeteilers oder der Vierteilungsmethode verzichtet. Von der Laboratoriumsprobe werden etwa je 500 g in drei Kunststoffflaschen gefüllt. Diese werden luftdicht verschlossen, plombiert und beschriftet. Eine dieser Proben ist für die Prüfung durch den Empfänger bestimmt, die übrigen werden für den Fall einer späteren Beanstandung bereitgestellt.

## 4.2 Massenanteil an Natriumhydroxid $w(\text{NaOH})$

### 4.2.1 Geräte und Chemikalien

- Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 250 ml, z. B. Kolben DIN 12 387 - E 250 ANS 29
- Meßkolben, Nennvolumen 500 ml, z. B. Meßkolben DIN 12 664 - MSA 500
- Vollpipette, Nennvolumen 50 ml, z. B. Pipette DIN 12 691 - VPAS 50
- Becherglas, Nennvolumen 400 ml, z. B. Becher DIN 12 331 - H 400
- Bürette, Nennvolumen 25 ml, z. B. Bürette DIN 12 700 - SGAS 25-005
- Salzsäure,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$
- Mischindikator Lösung  
Lösung a: 600 mg Methylrot (Natriumsalz) und 100 ml Wasser  
Lösung b: 400 mg Methylenblau und 400 ml Wasser

Die Lösungen a und b werden miteinander vermischt.

### 4.2.2 Durchführung

- Die Probe, die etwa 8 bis 10 g NaOH enthalten soll, im Erlenmeyerkolben auf 0,001 g einwiegen, in destilliertem, kohlenstoffdioxidfreiem Wasser lösen, in den Meßkolben geben und bis zur Meßmarke mit destilliertem, kohlenstoffdioxidfreiem Wasser auffüllen.
- 50 ml der Lösung abpipettieren, mit 3 Tropfen Mischindikator-Lösung versetzen und mit Salzsäure bis zum Farbumschlag von grün nach violett titrieren.

Der Endpunkt kann auch potentiometrisch durch Titration bis zum pH-Wert 4 ermittelt werden.

---

\*) Anzahl der Einzelproben siehe DIN V 53 242 Teil 1

### 4.2.3 Berechnung

Der Massenanteil an NaOH wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$w_1 = \frac{V_1 \cdot f_2}{m_1} \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

$w_1$  Massenanteil an NaOH, bezogen auf das Produkt, in %

$V_1$  Volumen der verbrauchten Salzsäure, in ml

$f_2$  Umrechnungsfaktor,  $f_2 = 40 \text{ (g/ml)} \cdot \%$

$m_1$  Masse der eingewogenen Probe, in g

Anmerkung:

$$f_2 = \frac{c_1 \cdot V_2 \cdot M(\text{NaOH}) \cdot f_1}{V_3 \cdot f_3} \quad (2)$$

Hierin bedeuten:

$c_1$  Stoffmengenkonzentration der zur Titration verwendeten Salzsäure,  
 $c_1 = c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l} = 1 \text{ mmol/ml}$

$V_2$  Volumen der Probenlösung,  $V_2 = 500 \text{ ml}$

$M(\text{NaOH})$  Molare Masse des Natriumhydroxids,  $M(\text{NaOH}) = 40 \text{ g/mol} = 40 \text{ mg/mmol}$

$f_1$  Umrechnungsfaktor,  $f_1 = 100 \%$

$V_3$  Volumen der zur Titration entnommenen Probenlösung,  $V_3 = 50 \text{ ml}$

$f_3$  Umrechnungsfaktor,  $f_3 = 1000 \text{ mg/g}$

## 4.3 Massenanteil an Chlorid

### 4.3.1 Geräte und Chemikalien

- Becherglas, Nennvolumen 600 ml, z. B. Becher DIN 12 331 - H 600
- Tropftrichter 100 ml, z. B. Tropftrichter DIN 12 566 - A 100
- Trichter, Durchmesser 70 mm, z. B. Trichter DIN 12 445 - 70
- Blaubandfilter, Durchmesser 125 mm
- Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 500 ml, z. B. Kolben DIN 12 387 - E 500 ANS 29
- Vollpipette, Nennvolumen 25 ml, z. B. Pipette DIN 12 691 - VPAS 25

- Bürette, Nennvolumen 50 ml, z. B. Bürette DIN 12 700 - SGAS 50-01
- Meßpipette, Nennvolumen 5 ml, z. B. Pipette DIN 12 696 - MPAV 5-005
- Magnetrührer mit Rührstab
- Phenolphthalein-Lösung, 0,2 g in 100 ml Ethanol gelöst
- Salpetersäure,  $\rho = 1,4 \text{ g/ml}$ , im Volumenverhältnis 1:1 mit Wasser verdünnt
- Silbernitrat-Lösung,  $c(\text{Ag}^+) = 0,1 \text{ mol/l}$
- Ammoniumthiocyanat-Lösung,  $c(\text{SCN}^-) = 0,1 \text{ mol/l}$
- $\text{Fe}^{3+}$ -Indikatorlösung  
Kaltgesättigte Lösung von Ammoniumeisen(III)-sulfat,  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ,  
tropfenweise mit Salpetersäure bis zum Verschwinden der Braunfärbung versetzen.

#### 4.3.2 Durchführung

- Eine Probe, die etwa 50 g NaOH enthält, auf 0,01 g in das Becherglas einwiegen, mit 100 ml Wasser lösen, 3 Tropfen Phenolphthalein-Lösung zugeben und unter Rühren aus dem Tropftrichter mit Salpetersäure neutralisieren.

Die Lösung ist zunächst farblos, färbt sich in der Nähe des Neutralpunktes rot.

- Weiter bis zum Farbumschlag nach farblos tropfenweise mit Salpetersäure versetzen, dann noch 20 Tropfen Salpetersäure im Überschuß zugeben.
- In die Lösung 25 ml Silbernitrat-Lösung pipettieren und rühren, bis sich das ausgefällt Silberchlorid gut zusammengeballt hat.
- Das Silberchlorid durch ein Blaubandfilter abfiltrieren, mit wenig Wasser mehrmals waschen, das Filtrat nebst Waschwasser im Erlenmeyerkolben auffangen.
- Die Lösung auf Raumtemperatur abkühlen, mit 5 ml  $\text{Fe}^{3+}$ -Indikatorlösung versetzen und den Überschuß an  $\text{Ag}^+$  mit Ammoniumthiocyanat-Lösung bis zum Auftreten einer schwachen Rotfärbung titrieren.

#### 4.3.3 Berechnung

Der Massenanteil an Chlorid wird nach Gleichung (3) berechnet:

$$w_2 = \frac{(V_4 - V_5) \cdot f_4}{m_2 \cdot w_1} \quad (3)$$

Hierin bedeuten:

$w_2$  Massenanteil an Chlorid ( $\text{Cl}^-$ ), bezogen auf NaOH. in %

$V_4$  Volumen an vorgelegter Silbernitrat-Lösung,  $V_4 = 25 \text{ ml}$

$V_5$  Verbrauch an Ammoniumthiocyanat-Lösung, in ml

$f_4$  Umrechnungsfaktor,  $f_4 = 35,453 \text{ (g/ml)} \cdot \% \cdot \%$

$m_2$  Masse der eingewogenen Probe, in g

$w_1$  Massensanteil an NaOH, bezogen auf das Produkt (siehe Abschnitt 4.2), in %

Anmerkung:

$$f_4 = \frac{c_2 \cdot M(\text{Cl}) \cdot f_1 \cdot f_1}{f_3} \quad (4)$$

Hierin bedeuten:

$c_2$  Stoffmengenkonzentration der Ammoniumthiocyanat- und der Silbernitrat-Lösung,  $c_2 = c(\text{SCN}^-) = c(\text{Ag}^+) = 0,1 \text{ mol/l} = 0,1 \text{ mmol/ml}$

$M(\text{Cl})$  Molare Masse der Chloridionen,  $M(\text{Cl}) = 35,453 \text{ g/mol} = 35,453 \text{ mg/mmol}$

$f_1$  Umrechnungsfaktor,  $f_1 = 100 \%$

$f_3$  Umrechnungsfaktor,  $f_3 = 1000 \text{ mg/g}$

#### 4.4 Massenanteil an Oxidationsmitteln (ausgedrückt als $\text{O}_2$ )

##### 4.4.1 Geräte und Chemikalien

- Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 250 ml, mit Kegelhülse, z. B. Kolben DIN 12 387 - E 250 ANS 29, dazu Stopfen, z. B. Stopfen DIN 12 252 - C 29/32
- Meßzylinder, Nennvolumen 50 ml, z. B. Meßzylinder DIN 12 680 - ME 50 oder Dispenser, z. B. nach DIN 12 650 Teil 3
- Bürette mit Schellbachstreifen, Nennvolumen 10 ml, z. B. Bürette DIN 12 700 - SGAS 10-002
- Kaliumbromid, KBr
- Salzsäure, HCl,  $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$
- Kaliumiodid-Lösung,  $c(\text{KI}) = 0,2 \text{ mol/l}$
- Natriumthiosulfat-Lösung,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$
- Stärkelösung

##### 4.4.2 Durchführung

- In den Erlenmeyerkolben die Probe, die etwa 5 g NaOH enthält, auf 0,001 g einwiegen.
- Dann 1 g Kaliumbromid und 30 ml Salzsäure zufügen.

- Den Kolben sofort verschließen.
- Nach kurzem Schütteln den Kolben 10 min geschlossen stehenlassen.
- Dann 30 ml Kaliumiodid-Lösung sowie einige Tropfen Stärkelösung zufügen und mit Natriumthiosulfat-Lösung titrieren.

#### 4.4.3 Berechnung

Der Massenanteil an Oxidationsmitteln wird nach Gleichung (5) berechnet:

$$w_3 = \frac{V_6 \cdot f_5}{m_3 \cdot w_1} \quad (5)$$

Hierin bedeuten:

- $w_3$  Massenanteil an Oxidationsmittel, ausgedrückt als  $O_2$ , bezogen auf NaOH, in %
- $V_6$  Volumen der bei der Titration verbrauchten Natriumthiosulfat-Lösung, in ml
- $f_5$  Umrechnungsfaktor,  $f_5 = 0,80 \text{ (g/ml)} \cdot \% \cdot \%$
- $m_3$  Masse der eingewogenen Probe, in g
- $w_1$  Massenanteil an NaOH, bezogen auf das Produkt (siehe Abschnitt 4.2), in %

Anmerkung:

$$f_5 = \frac{c_3 \cdot M(1/4 O_2) \cdot f_1 \cdot f_1}{f_3} \quad (6)$$

Hierin bedeuten:

- $c_3$  Stoffmengenkonzentration der Natriumthiosulfat-Lösung,  
 $c_3 = c(Na_2S_2O_3) = 0,01 \text{ mol/l} = 0,01 \text{ mmol/ml}$
- $M(1/4 O_2)$  Molare Masse eines Oxidationsäquivalentes an Sauerstoff,  
 $M(1/4 O_2) = 8,00 \text{ g/mol} = 8,00 \text{ mg/mmol}$
- $f_1$  Umrechnungsfaktor,  $f_1 = 100 \%$
- $f_3$  Umrechnungsfaktor,  $f_3 = 1000 \text{ mg/g}$

#### 4.5 Massenanteil an Sulfat, ausgedrückt als $SO_4$

##### 4.4.1 Geräte und Chemikalien

- Becherglas, Nennvolumen 1000 ml, z. B. Becher DIN 12 331 - H 100
- Porzellantiegel, z. B. Tiegel, hohe Form, Durchmesser etwa 40 mm, z. B. Tiegel DIN 12 904 - 3/40
- Rundfilter, sehr dicht, z. B. aus Filtrierpapier DIN 53 135 - 1d

- Salzsäure,  $\text{HCl}$ ,  $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$
- Bariumchlorid-Lösung,  $\beta(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 100 \text{ g/l}$
- Phenolphthalein-Lösung  
1 g Phenolphthalein in 100 ml Ethanol lösen.

#### 4.5.2 Durchführung

- Die Probe, die etwa 25 g NaOH enthalten soll, auf 0,001 g in ein Becherglas einwiegen und mit Wasser auf etwa 500 ml verdünnen.
- Nach Zugabe von 5 Tropfen Phenolphthalein-Lösung die Probe mit Salzsäure neutralisieren.
- Dann weitere 0,5 ml Salzsäure zusetzen.
- Die Lösung zum Sieden erhitzen und tropfenweise mit 5 ml heißer Bariumchlorid-Lösung versetzen.
- Nach Absetzen des Bariumsulfat-Niederschlages in der Wärme, frühestens nach 6 h, abfiltrieren und mit heißem Wasser auswaschen, bis das Filtrat chloridfrei ist.
- Das Filter mit dem Bariumsulfat-Niederschlag im Porzellantiegel veraschen und bei etwa 800 °C glühen.
- Den Tiegel in einen Exsikkator setzen und nach Temperatúrausgleich wiegen.

#### 4.5.3 Berechnung

Der Massenanteil an Sulfat wird nach Gleichung (7) berechnet:

$$w_4 = \frac{m_4 \cdot f_6}{m_5 \cdot w_1} \quad (7)$$

Hierin bedeuten:

- $w_4$  Massenanteil an Sulfat, ausgedrückt als  $\text{SO}_4$ , bezogen auf NaOH, in %
- $m_4$  ausgewogene Masse an Bariumsulfat, in g
- $f_6$  Umrechnungsfaktor,  $f_6 = 4116 \% \cdot \%$
- $m_5$  eingewogene Masse an Produkt, in g
- $w_1$  Massenanteil an NaOH, bezogen auf das Produkt (siehe Abschnitt 4.2), in %