



Application Note AN-O-043

Carbonatverunreinigungen in Natronlauge

Robuste IC-Analyse von Carbonat in Natriumhydroxid

Natriumhydroxid (NaOH, auch bekannt als Ätznatron oder Natronlauge) ist eine starke, schädliche Base, die aus festen weißen Kristallen besteht. Mit einer weltweiten Jahresproduktion von ca. 60 Millionen Tonnen wird sie in vielen Branchen (z. B. Papierherstellung, Petrochemie, Seifenherstellung [1]) eingesetzt [2]. Natronlauge ist sehr hygroskopisch und absorbiert Kohlendioxid (CO_2) aus der Umgebungsluft. Dadurch erhöht sich der Carbonatgehalt, während die Hydroxidkonzentration des Produkts sinkt. Daher sollte es sowohl unter wasser- als auch unter CO_2 -freien Bedingungen gelagert werden, mit minimalem Kontakt zur Umgebungsluft. Je nach Anwendung und Reinheitsanforderungen muss Natronlauge als

Rohprodukt die entsprechenden Qualitätskriterien erfüllen. Die Analyse zur Qualitätskontrolle umfasst die Bestimmung von Verunreinigungen wie Alkalität, Spurenmetalle, anionische Verunreinigungen (z.B. Nitrat und Sulfat) sowie Carbonat. Die Analyse von Carbonat mittels Ionenchromatographie (IC) gestaltet sich schwierig. Die suppressierte Anionen-IC mit Hydroxid-Eluenten funktioniert nicht, da durch die Suppression Carbonat zur fast unempfindlichen Kohlensäure (H_2CO_3) reagiert. In dieser Application Note wird die Carbonatbestimmung in NaOH durch Anwendung der Ionenausschlusschromatographie mit Leitfähigkeitsdetektion nach inverser Suppression beschrieben - ein Weg zur automatisierten, zuverlässigen und sicheren Quantifizierung.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Zwei 50%ige Natriumhydroxidlösungen werden auf ihren Carbonatgehalt analysiert (**Abbildung 1**). 50%ige NaOH-Lösungen sind aufgrund ihrer hohen Konzentration nicht für eine direkte Injektion in den IC geeignet. Daher wird eine 1:20-Verdünnung mit entgastem Reinstwasser vorgenommen. Um eine zusätzliche CO₂-Adsorption zu vermeiden, wird die

verdünnte Probe in einer geschlossenen Flasche aufbewahrt. Je nach Beschaffenheit der Ausgangsprobe kann die Metrohm-Inline-Ultrafiltration als passende Option für die automatisierte Probenvorbereitung in Betracht gezogen werden.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Analyse erfolgt auf einem Compact-IC-Flex-System, das mit einem 858 Professional Sample Processor und der intelligenten Partial-Loop-Injektionstechnik (MiPT) von Metrohm voll automatisiert ist (**Abbildung 2**). Die chromatographische Trennung von Carbonat (als Kohlensäure) von anderen Analyten in der Probe erfolgt auf der analytischen Säule Metrosep Organic Acids - 250/7.8 mit einem schwefelsauren Eluenten (**Abbildung 1**). Durch den Betrieb der Säule bei 30 °C wird eine thermische Stabilität gewährleistet, die reproduzierbare Ergebnisse sicherstellt. Bei der direkten Leitfähigkeitsdetektion kann Carbonat (als

Kohlensäure) nicht quantifiziert werden. Daher wird nach der Trennung eine inverse Suppression vor der Leitfähigkeitsdetektion durchgeführt. Im Gegensatz zur klassischen Anionensuppression wird bei der inversen Suppression das H⁺-Ion durch Li⁺ ersetzt. Dieser Schritt neutralisiert den schwefelsauren Eluenten und wandelt schwache Säuren in ihre Salze um. Auf diese Weise wird die Hintergrundleitfähigkeit des Eluenten verringert, und die schwachen Säuren werden dissoziiert. Dies verbessert die Leitfähigkeitsreaktion von z. B. organischen Säuren oder Kohlensäure.

A

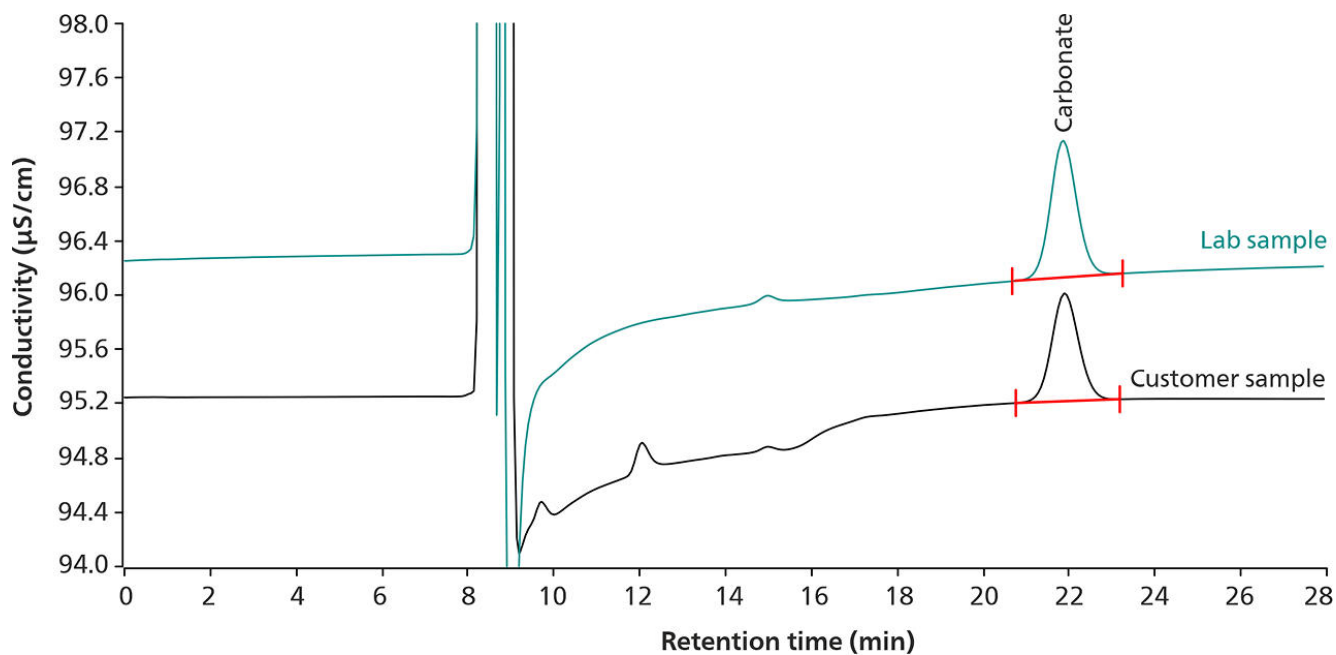


Abbildung 1. A) Chromatogramm-Überlagerung von Carbonat in zwei 50%igen NaOH-Proben (Laborprobe: 1018 mg/kg Carbonat, Kundenprobe: 816 mg/kg Carbonat), analysiert mit einem Compact IC 930 Compact IC Flex. 20 μl der verdünnten Proben werden mit der intelligenten Metrohm Partial-Loop-Injektionstechnik (MiPT) injiziert.

B

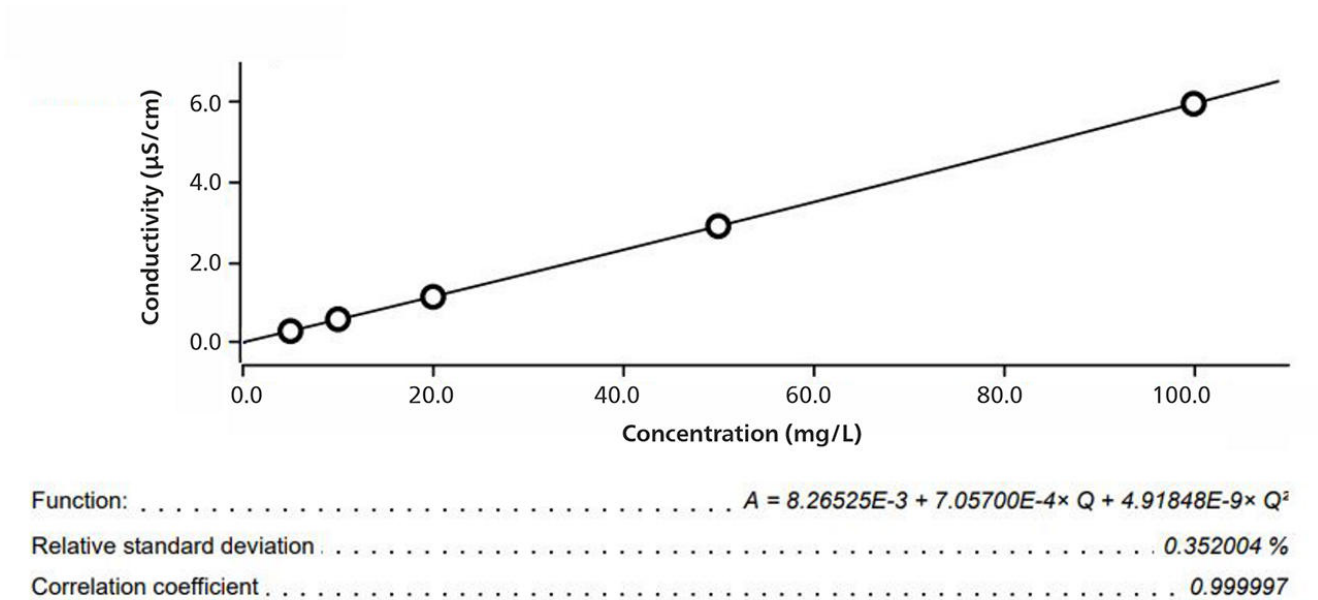


Abbildung 1. (B) Die Kalibrierung (5-100 mg/L) wird anhand eines einzigen Standards mittels MiPT durchgeführt.



Abbildung 2. Compact-System zur Quantifizierung von Carbonat in Natriumhydroxid: Compact IC Flex mit einem Dosino für MiPT und einem 858 Professional Sample Processor.

ERGEBNISSE

Carbonat wurde in einem Konzentrationsbereich von 5 bis 100 mg/L kalibriert (**Abbildung 1**). Die Kalibrierkurve wird durch Injektion verschiedener Volumina einer einzigen Standardlösung in einem vollautomatischen Ablauf mit MiPT erstellt (**Abbildung 1**). In diesem Anwendungsbeispiel wurden zwei

Proben mit 50 % NaOH getestet. Die erste wurde extern geliefert, und die zweite Flasche wurde vom Prüflabor bezogen. **Tabelle 1** zeigt die Konzentration von Carbonat in Natriumhydroxid in diesen beiden Proben.

Tabelle 1. Konzentration von Carbonat in zwei Proben von 50 %igem Natriumhydroxid, gemessen durch Ionenausschlusschromatographie.

	Carbonat (mg/kg)
Kundenprobe	816
Laborprobe	1018

ZUSAMMENFASSUNG

Die Ionenausschlusschromatographie ermöglicht die Qualitätskontrolle von Natriumhydroxid auf den Carbonatgehalt. Um die wartungsfreie Leitfähigkeitsdetektion universell einsetzen zu können, ist die inverse Suppression mit Li^+ ein entscheidender Schritt. Diese ist mit dem Metrohm-Suppressor-Modul (MSM) einfach durchzuführen. Das MSM bietet durch die Verwendung verschiedener Regenerationslösungen und seiner 100%igen pH-

Stabilität volle Flexibilität für eine Vielzahl von anspruchsvollen Applikationen. Die automatisierte IC liefert schnelle und zuverlässige Ergebnisse. Durch die intelligente Partial-Loop-Injektionstechnik von Metrohm und die optionale Inline-Ultrafiltration wird an zusätzlicher Zeit gespart und die Arbeitskosten gesenkt, wodurch dieses Analysensystem eine effiziente und präzise Option für Qualitätskontrollmessungen ist.

REFERENZEN

1. NIOSH. *Sodium Hydroxide, The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH)*.
<https://www.cdc.gov/niosh/topics/sodium-hydroxide/> (accessed 2022-05-13).
2. Vargel, C. Chapter E.4 - Inorganic Bases. In *Corrosion of Aluminium*; Vargel, C., Ed.; Elsevier: Amsterdam, 2004; pp 385–393.

Interne Referenz: AW IC CH6-1220-122014

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

GERÄTEKONFIGURATION



Metrosep Organic Acids - 250/7.8

Die Metrosep Organic Acids - 250/7.8 ist eine Kationenaustauschersäule auf Polymerbasis. Sie ist die Hochleistungssäule für die Bestimmung organischer Säuren und zur Lösung schwieriger und komplexer Trennprobleme. Zusätzlich können Carbonat (mit inverser Suppression), Fluorid (Flusssäure) und Phosphat (Phosphorsäure) neben den organischen Säuren bestimmt werden. Gegenüber der Hamilton PRP-X300 - 250/4.0 besitzt die Metrosep Organic Acids - 250/7.8 eine grössere Kapazität und gesteigerte Selektivität.



930 Compact IC Flex Oven/ChS/PP/Deg

Der 930 Compact IC Flex Oven/ChS/PP/Deg ist das intelligente Compact-IC-Gerät mit **Säulenofen**, **chemischer Suppression** und **Peristaltikpumpe** zur Suppressorregeneration, sowie eingebautem **Degasser**. Das Gerät kann mit beliebigen Trenn- und Detektionsmethoden eingesetzt werden.

Typische Anwendungsgebiete:

- Anionenbestimmungen mit chemischer Suppression und Leitfähigkeitsdetektion
- Organische Säuren mit Ionenausschlusschromatographie und inverser Suppression



858 Professional Sample Processor – Pump

Der 858 Professional Sample Processor – Pump verarbeitet Proben von 500 µL bis 500 mL. Der Probentransfer erfolgt entweder mit der eingebauten bidirektionalen Zweikanal-Peristaltikpumpe oder mittels eines 800 Dosino.



IC-Ausrüstung: MiPT

Zubehörset zur Montage eines Dosino für Partial-Loop-Injektion.



800 Dosino

Der 800 Dosino ist ein Antrieb mit Schreib-/Lesehardware für intelligente Dosiereinheiten. Mit fest montiertem Kabel (Länge 150 cm).