



Application Note AN-C-193

Alchilammine nelle soluzioni di lavaggio

Determinazione di etanolammine e metilammine oltre ai cationi inorganici per il monitoraggio del processo

Le soluzioni di lavaggio contengono spesso miscele di alchilammine. Queste sostanze neutralizzano i gas acidi nocivi come H_2S e CO_2 , e li rimuovono dai processi industriali, il cosiddetto «gas sweetening». In molti processi industriali, come nelle raffinerie di petrolio o nella produzione di gas naturale, questo trattamento di lavaggio del gas è fondamentale per inibire la corrosione e i danni alle tubazioni e alle apparecchiature causati dai gas acidi. Inoltre, tali matrici sono spesso molto complesse e possono contenere cationi inorganici in concentrazioni più elevate come sali termostabili. Oltre al loro uso come inibitori di corrosione, le etanolammine e le

metilammine sono utilizzate come materie prime per vari processi di produzione, ad esempio detersivi, emulsionanti, lucidanti o per prodotti farmaceutici e intermedi chimici. La cromatografia ionica fornisce un mezzo efficace per monitorare tali processi. È richiesta una buona risoluzione del picco e la separazione delle ammine dai cationi inorganici. La colonna Metrosep C 6 ad alta capacità offre condizioni eccellenti: picchi stretti e elevata flessibilità nelle composizioni dell'eluente. Questa Application Note mostra lo sviluppo del metodo per l'analisi di etanolammine, metilammine e cationi inorganici comuni.

BACKGROUND

I gas acidi nocivi formano acidi deboli quando trasferiti in un mezzo acquoso. Possono reagire con basi deboli, come le etanolamina nelle soluzioni di lavaggio, e trasformarsi in sali inerti. L'aggiunta della quantità appropriata di ammine neutralizzerà la soluzione. Per mantenere il valore del pH in un

intervallo ottimale, è necessario uno stretto controllo della composizione chimica. La cromatografia ionica con rilevamento della conducibilità fornisce un mezzo efficace per monitorare questo processo e controllare l'aggiunta di ammina.

ANALISI

La determinazione di cationi e ammine viene eseguita come analisi non soppressa con 940 Professional IC a 30 °C.

Una miscela di acido nitrico, acido dipicolinico e acetone funge da fase mobile. I campioni vengono iniettati con un volume di iniezione di 20 µL. La separazione avviene su una colonna Metrosep C 6 -

150/4.0 dotata di Metrosep RP 2 Guard/3.5. Il segnale di conducibilità viene registrato e quantificato con il software MagIC Net.

Le temperature della colonna, le portate e la composizione dell'eluente sono state variate per trovare una risoluzione di picco ottimale nel più breve tempo possibile di analisi (**Tabella 1**).

Tabella 1. Regolazioni durante lo sviluppo del metodo per ridurre il tempo di esecuzione e aumentare la risoluzione del picco.

Parametro	Effetto
Aumento della temperatura	Tempi di ritenzione più brevi, soprattutto per i metalli alcalino terrosi
Aumento della portata	Eluizione più rapida con picchi più nitidi, con qualità di separazione invariata
Modificatore dell'acido dipicolinico	I cationi bivalenti accelerano, magnesio e calcio cambiano l'ordine di eluizione
Modificatore di acetone	Migliore risoluzione delle ammine

RISULTATI

Le etanolammine e le metilammine sono ben separate da vari cationi di metalli alcalini e alcalino-terrosi in meno di 25 minuti (risoluzioni superiori a 1,6 con 10 mg/L di ciascun analita) (Fig. 1).

La buona risoluzione del sodio e dell'ammonio (risoluzione maggiore di 3.1) permette la loro precisa quantificazione accanto alle ammine, anche quando uno dei componenti è presente in grande eccesso.

Grazie all'elevata capacità del Metrosep C 6 - 150/4.0 è possibile iniettare anche volumi maggiori senza

compromettere le forme dei picchi. La lunghezza della colonna consente la determinazione di questi composti multipli in un tempo ragionevole inferiore a 25 minuti. In caso di concentrazioni più elevate, la risoluzione può essere mantenuta aumentando la lunghezza della colonna a 250 mm. Inoltre, la diluizione in linea può essere utilizzata per automatizzare la procedura di diluizione per garantire un'adequata risoluzione e quantificazione di tutti i picchi.

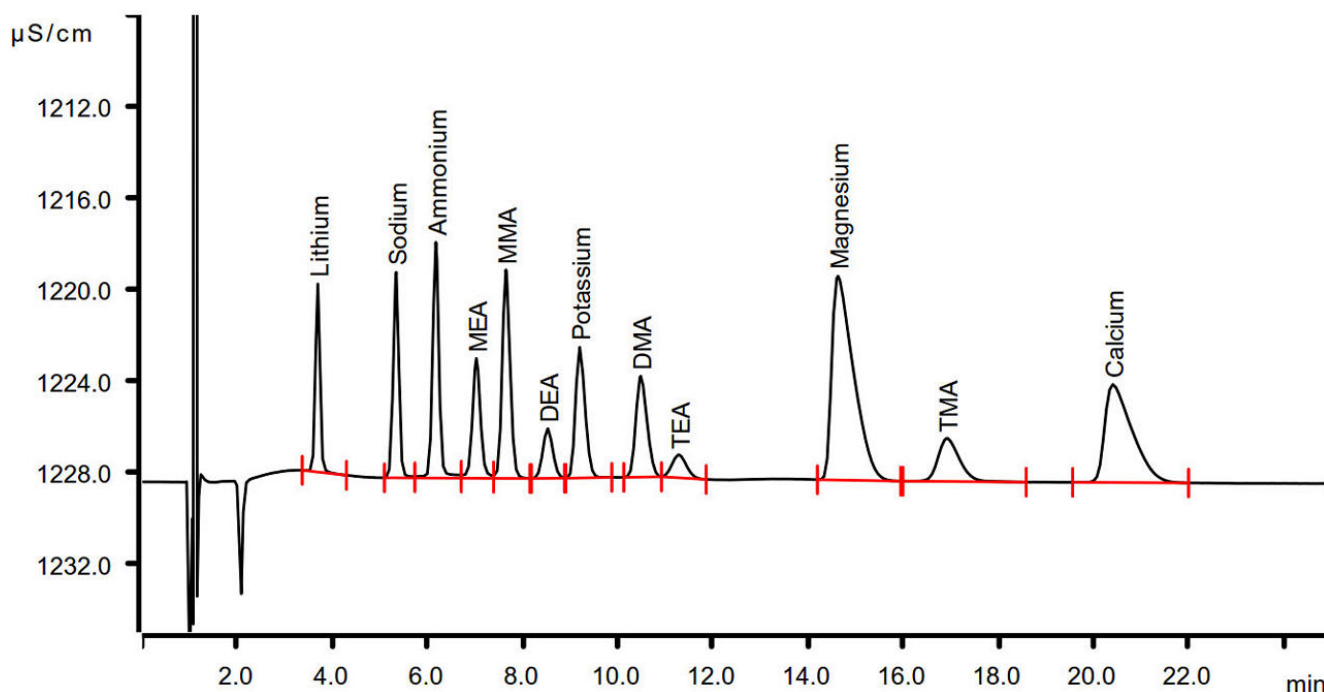


Figure 1. Determinazione di mono-, di- e trimetilammina (rispettivamente MMA, DMA, TMA) e mono-, di- e trietanolammina (rispettivamente MEA, DEA, TEA) oltre a litio, sodio, ammonio, potassio, magnesio e calcio in una soluzione mista con una concentrazione di 10 mg/L.

CONCLUSIONE

L'analisi dei cationi non soppressi con rilevamento diretto della conducibilità è una tecnica semplice e robusta che può essere utilizzata su scala di laboratorio ma anche per l'analisi di processo. Il 2060 Ion Chromatograph di Metrohm Process Analytics quindi una soluzione automatizzata affidabile e altamente precisa (Fig. 2). Questi robusti strumenti per il monitoraggio e il controllo dei processi online possono essere collegati a un massimo di 20 punti di processo. Pertanto è possibile un'analisi sequenziale in più aree all'interno di un impianto.

L'applicazione può essere aggiornata con ulteriori componenti aggiuntivi per migliorare ulteriormente l'usabilità e l'automazione:

- Dialisi o ultrafiltrazione come tecniche automatizzate di preparazione del campione in linea.

- MiPT per un volume di iniezione ottimale, per coprire un intervallo di concentrazione più ampio ed eseguire la calibrazione automatica.
- Analisi dei cationi soppressi per concentrazioni molto basse, per ottenere un rapporto segnale/rumore ancora migliore.
- Spettrometria di massa come secondo rivelatore indipendente in serie dopo il rivelatore di conducibilità per migliorare i limiti di rilevamento e confermare l'identità del picco.



Figure 2. Cromatografi ionici per laboratori (a sinistra) e per analisi di processo (a destra).

Internal reference: AW IC CH6-1210-102014

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE

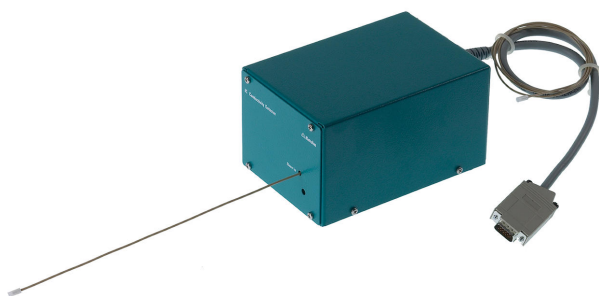


930 Compact IC Flex Oven/Deg

Il 930 Compact IC Flex Oven/Deg è l'intelligente strumento Compact-IC con **forno della colonna, senza soppressione** e con **Degasser** incorporato. Lo strumento può essere impiegato con qualsiasi metodo di separazione e di rilevamento.

Campi d'impiego tipici:

- Determinazione di anioni e cationi senza soppressione con rilevamento della conduttività
- Applicazioni semplici con rilevamento UV/VIS o amperometrico



IC Conductivity Detector

Rilevatore della conducibilità ad alte prestazioni compatto e intelligente per gli strumenti IC intelligenti. Eccellente stabilità di temperatura, la completa elaborazione del segnale all'interno del blocco del rivelatore protetto e DSP – Digital Signal Processing – di ultima generazione garantiscono la massima precisione della misura. Grazie al range dinamico di lavoro non sono necessari cambiamenti (anche non automatici) del range di misura.



Metrosep C 6 - 150/4,0

L'alta capacità del materiale C 6 rende la colonna di separazione Metrosep C 6 - 150/4,0 la soluzione ottimale per la separazione di cationi standard con elevate differenze di concentrazione in tempi di reazione ragionevoli. Con questa colonna è possibile determinare le acque potabili a basso contenuto di ammonio.



858 Professional Sample Processor – Pump

L'858 Professional Sample Processor – Pump per il trattamento di campioni con volumi compresi tra 500 μL e 500 mL. Il trasferimento del campione avviene o attraverso la pompa peristaltica bidirezionale a doppio canale integrata o tramite un 800 Dosino.



Stazione di trasferimento liquidi, a sinistra

Stazione combinata di lavaggio e diluizione per campionatori con Swing Head. Per il montaggio a sinistra della torre.