



Application Note AN-PAN-1046

Determinazione online delle impurità anioniche in NaOH e KOH al 50%.

Cromatografia ionica di processo secondo ASTM E1787

L'industria chimica di base è responsabile della produzione di migliaia di materiali grezzi ad ampia scala. Le industrie a valle si affidano a un certo livello di purezza chimica per produrre i propri beni, in quanto determinate impurezze possono causare problemi importanti in vari processi. Durante la produzione delle sostanze chimiche di base sodio e idrossido di potassio (NaOH e KOH), l'elettrolisi con celle a membrana di soluzioni saturi di salamoia fornisce il prodotto che viene ulteriormente concentrato per evaporazione. Anche le impurità dei

sali utilizzati nella salamoia verranno concentrate. In genere, questa analisi delle impurità viene eseguita offline utilizzando varie sostanze chimiche pericolose con durate di conservazione variabili.

Questa Application Note del processo è incentrata sul monitoraggio delle impurità anioniche nella soda caustica e nella potassa caustica. Il **2060 IC Process Analyzer** è la soluzione perfetta per eseguire la misurazione descritta in ASTM E1787 online, garantendo un prodotto di qualità senza la necessità di lunghi e pericolosi esperimenti di laboratorio.

INTRODUZIONE

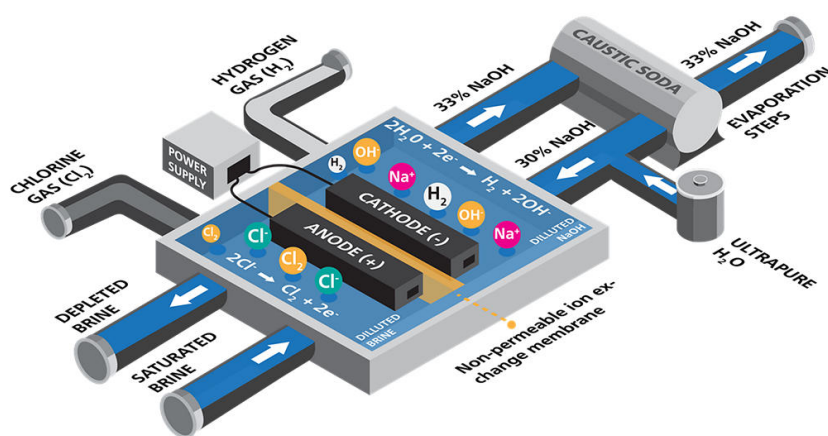
La produzione di soda caustica (idrossido di sodio, liscivia, NaOH) e potassa caustica (idrossido di potassio, KOH) è estremamente significativa, in quanto queste sono utilizzate principalmente come precursori di molte altre sostanze chimiche utilizzate in tutti i settori. Ad esempio, l'industria della cellulosa e della carta fa particolarmente affidamento sulla soda caustica concentrata per la pasta chimica del legno nel processo Kraft e l'industria agrochimica dipende fortemente dal KOH.

La soda caustica e la potassa caustica vengono prodotte insieme al cloro nel processo cloro-alcali, che è spiegato più dettagliatamente in [AN-PAN-1005](#). In questo processo, il cloro e la soda caustica (o potassa) vengono prodotti tramite elettrolisi della salamoia di cloruro di sodio (o cloruro di potassio), principalmente con la tecnica delle cellule a membrana [1]. Alcuni impianti di produzione producono sia NaOH che KOH nella stessa cella, sebbene generalmente i circuiti della salamoia siano tenuti separati per evitare lunghi

processi di pulizia e spurgo tra le diverse salamoie. In entrambe le situazioni, il prodotto caustico viene concentrato a circa il 50% in peso mediante evaporazioni in due o tre fasi prima di essere immagazzinato. Questo prodotto concentrato contiene impurità dei sali utilizzati che sono indesiderabili in alcuni gradi di purezza chimica necessari per i successivi processi di produzione.

Tipicamente, le impurità anioniche nel 50% in peso di soda caustica o potassa sono determinate mediante metodi gravimetrici o di titolazione che richiedono una varietà di reagenti con diverse durate di conservazione e rischi. Nel 2016 è stato rilasciato il **metodo ASTM E1787**, che specifica la cromatografia ionica (IC) per misurare bromuro (Br^-), clorato (ClO_3^-), cloruro (Cl^-), fluoruro (F^-), nitrato (N_3^-), fosfato (PO_4^{3-}), e solfato (SO_4^{2-}) in soluzioni concentrate di NaOH o KOH. Gli anioni di interesse primario sono Cl^- , ClO_3^- , e SO_4^{2-} , come mostrato in **Figura 1b**.

(a)



(b)

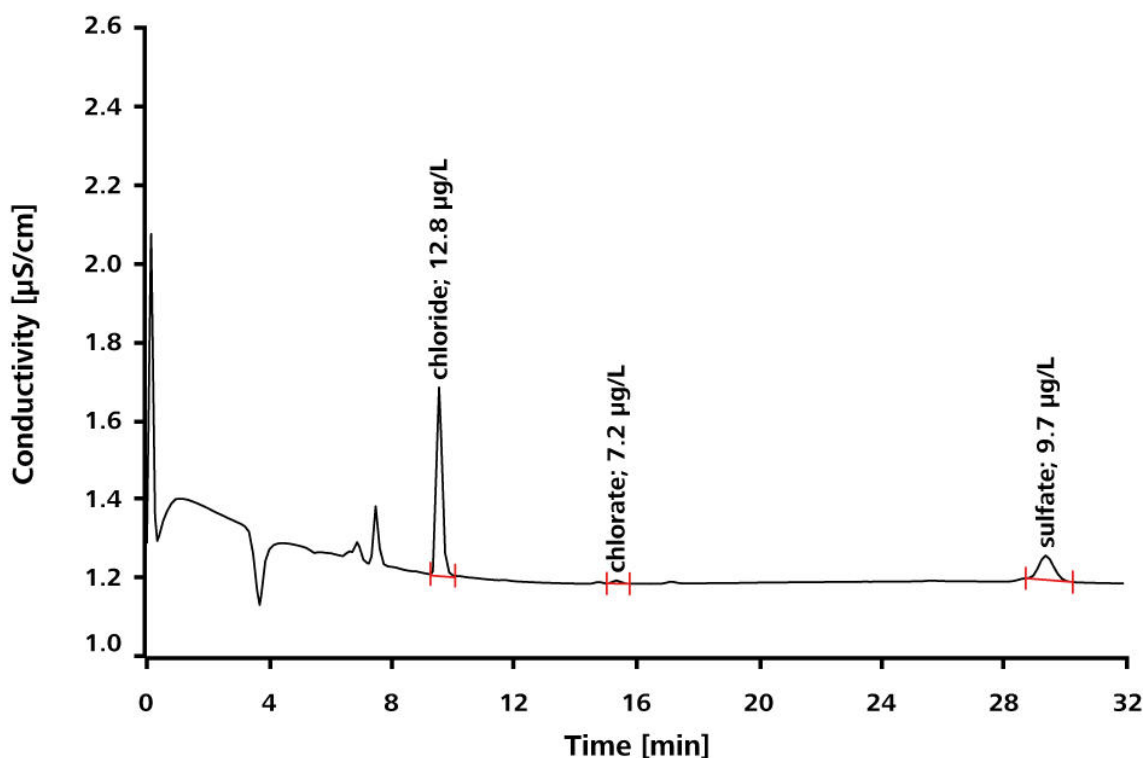


Figure 1. (a) Diagramma del processo cellulare a membrana utilizzato per produrre NaOH e KOH concentrati insieme al cloro (materiale di partenza: <http://www.eurochlor.org> [1]); (b) Iniezione di 100 μL di campione di KOH al 50% (diluito 1:10), utilizzando le tecniche di preparazione del campione in linea Metrohm (MISP) per una maggiore flessibilità di applicazione.

Il 2060 IC Process Analyzer di Metrohm Process Analytics (figura 2) è ideale per soddisfare ASTM E1787. L'analizzatore è in grado di misurare e monitorare continuamente le impurità anioniche nella soda caustica e nella potassa caustica in un alloggiamento robusto adatto a tale ambiente di processo. Metrohm offre molte tecniche di preparazione del campione in linea completamente automatiche per la cromatografia ionica, rendendo l'analisi ancora più pratica e flessibile. La calibrazione automatizzata garantisce eccellenti limiti di rilevamento, elevata riproducibilità ed eccellenti tassi di recupero.

Il flusso caustico viene campionato frequentemente, fornendo informazioni aggiornate sullo stato delle cellule della membrana. Il 2060 IC Process Analyzer può fornire un allarme se vengono raggiunti i limiti di concentrazione preimpostati di avviso o intervento, contribuendo a risparmiare sui costi prevenendo danni irreparabili dovuti all'incrostazione della membrana e ad altri problemi. Un 2060 IC Process Analyzer ha la possibilità di connettersi a un massimo di 10 flussi di campioni, il che significa che più celle con diversi prodotti finali possono essere monitorate per le impurità da un unico strumento.



Figure 2. L'analizzatore di processo IC Metrohm Process Analytics 2060, insieme a moduli di gestione dei liquidi integrati e diverse opzioni di preparazione automatizzata dei campioni.

Il 2060 IC Process Analyzer può funzionare per lunghi periodi in aree meno frequentate in quanto vi è uno spazio adeguato riservato a reagenti, contenitori di acqua ultrapura e/o eluente preparato e sensori di livello per avvisare gli utenti quando i livelli del liquido

sono bassi. Scegliendo un modulo eluente integrato e PURELAB® flex 5/6 opzionale di ELGA® per la fornitura continua di acqua ultrapura senza pressione, il 2060 IC Process Analyzer può essere configurato per eseguire anche analisi di tracce in modo autonomo.

APPLICAZIONE

I campioni concentrati di KOH e NaOH possono essere analizzati secondo ASTM E1787, con le tecniche di preparazione dei campioni in linea Metrohm per una

maggior flessibilità di applicazione. Il rilevamento dell'analita avviene per conducibilità.

Tabella 1. Tipici parametri di misura in soluzioni caustiche concentrate * Alcune delle impurità anioniche includono bromuro, clorato, cloruro, fluoruro, nitrato, fosfato e solfato [2].

Parametri	Intervallo [$\mu\text{g/g}$]
Impurezze anioniche *	0,1–1000

NOTE

Per la quantificazione dei solfati è indispensabile utilizzare l'acido perclorico (HClO_4) per la neutralizzazione in linea. Una trappola anionica (A Trap 1) dovrebbe essere utilizzata in linea con qualsiasi acqua di trasferimento ultrapura per

garantire risultati della massima qualità. Per alte concentrazioni di cloruro, può essere utilizzata la titolazione potenziometrica. Metrohm Process Analytics offre opzioni di titolazione potenziometrica per campioni superiori a 2 mg/L Cl^- .

CONCLUSIONE

Il 2060 IC Process Analyzer di Metrohm Process Analytics può misurare e monitorare continuamente le impurità anioniche nei flussi caustici secondo ASTM E1787. Integrato con moduli di gestione dei liquidi e

preparazione automatizzata dei campioni, il 2060 IC Process Analyzer rende la calibrazione e la convalida semplici come premere un pulsante.

RIFERIMENTI

[1] Come vengono prodotti il cloro e la soda caustica? *Euro Cloro 17*.

[2] Metodo di prova standard per anioni in soda caustica e potassa caustica (idrossido di sodio e

idrossido di potassio) mediante cromatografia ionica <https://www.astm.org/e1787-16.html> (accesso 08-04-2022).

VANTAGGI PER LA CROMATOGRAFIA IONICA DI PROCESSO

- Aumento della longevità di preziosi beni aziendali
- Tiene sotto controllo **più flussi di campioni** (fino a 10) per maggiori risparmi per punto di misura e risultati
- Diagnostica completamente automatizzata – allarmi automatici per quando i campioni sono fuori dai parametri delle specifiche



CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



2060 IC Process Analyzer

Lo strumento **2060 Ion Chromatograph (IC) Process Analyzer** di Metrohm Process Analytics si basa sul concetto di piattaforma modulare 2060. Questa architettura modulare permette la separazione degli armadi in diversi luoghi dell'impianto e di collegare fino a 20 flussi di campione per l'analisi sequenziale rapida in più zone dell'impianto.

Questo analizzatore non presenta alcuna limitazione in termini di personalizzazione di hardware, software e applicazioni. Dal modulo di produzione continua dell'eluente, ai moduli delle parti a umido per il condizionamento dei campioni fino ai blocchi multipli del rilevatore IC, lo strumento 2060 IC Process Analyzer ha tutte le opzioni per qualsiasi applicazione industriale.

Il software 2060 è una soluzione «all-in-one» che controlla l'analizzatore per eseguire analisi di routine, con vari metodi operativi, fogli di presenza e i grafici delle tendenze. Inoltre, grazie alla varietà dei protocolli di comunicazione dei processi (ad es. Modbus o Discrete I/O), il software 2060 può essere programmato in modo da inviare allarmi e un feedback automatico al processo e intraprendere azioni, se necessario (ad es., misurare di nuovo il campione o avviare un ciclo di pulizia). Tutte queste funzioni assicurano una diagnostica completamente automatica del processo industriale, 24 ore su 24, sette giorni su sette.