



Application Note AN-PAN-1046

イオンクロマトグラフィーによる 50% NaOH および 50% KOH に含 まれる陰イオンのオンライン測定

ASTM E1787 に準拠したプロセス用イオンクロマトグラフィー

基礎化学品産業は、数千種類に及ぶ原材料を大規模に生産する役割を担っており、その下流に位置する産業では、製品の製造にあたって一定の化学的純度が求められます。なぜなら、特定の不純物が製造工程において重大な問題を引き起こす可能性があるためです。水酸化ナトリウム(NaOH)および水酸化カリウム(KOH)といった基礎化学品の製造では、飽和

食塩水の膜電解により得られた生成物を、蒸発によって濃縮しますが、この際、食塩中に含まれる不純物も同様に濃縮されることになります。通常、このような不純物の分析は、さまざまな有害化学物質を使用したオフライン分析によって行われており、使用される試薬には有効期限のばらつきがあります。本プロセスアプリケーションノートでは、水酸化ナ

トリウムおよび水酸化カリウム中の陰イオン性不純物のモニタリングに焦点を当てています。ASTM E1787 に記載された測定をオンラインで実施するための最適なソリューションとして、The 2060 IC

はじめに

水酸化ナトリウム(苛性ソーダ、苛性アルカリ、NaOH)および水酸化カリウム(苛性カリ、KOH)の製造は極めて重要であり、これらは多くの産業で利用される各種化学製品の前駆体として広く利用されています。例えば、製紙業界ではクラフト法による木材の化学パルプ化において、高濃度の苛性ソーダが不可欠であり、また農芸化学品においてはKOHへの依存度が非常に高くなっています。

苛性ソーダおよび苛性カリは、塩素とともにクロルアルカリ法により製造されます。このプロセスの詳細については、[AN-PAN-1005](#)で説明されています。このプロセスでは、主に膜電解法を用いて、塩化ナトリウム(または塩化カリウム)からなる食塩水を電気分解することにより、塩素および苛性ソーダ(または苛性カリ)が生成されます [1]。一部の製造プラントでは、同一の電解槽室内でNaOHとKOHの両方を製造していますが、通常は異なる食塩水系統(ブライン系)は分離して運用されており、これは異なるブライン間の切り替え時に必要となる洗浄やパージ作業にかかる時間を回避するためです。

Process Analyze が活用されており、時間のかかる危険な実験室作業を行うことなく、高品質な製品の確保を可能にします。

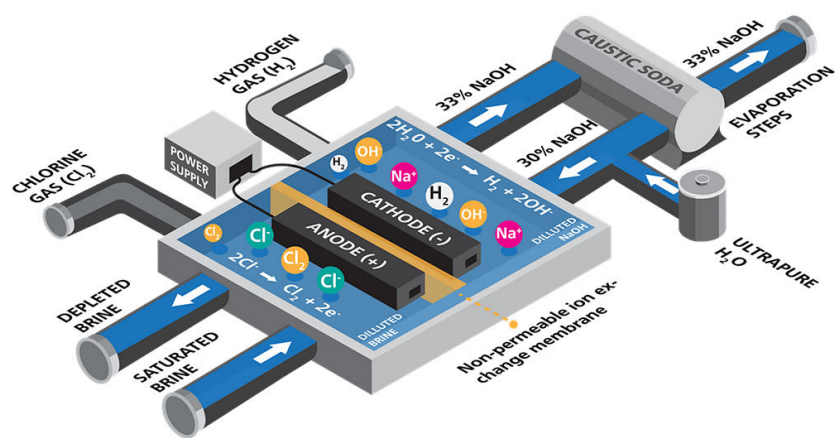
いずれの場合においても、得られた苛性製品は2段階または3段階の蒸発工程により約50重量%まで濃縮され、その後、貯蔵されます。この濃縮製品には、使用された塩由来の不純物が含まれており、後続の製造工程において要求される特定の化学的純度グレードにおいては、これらの不純物は望ましくありません。

通常、50重量%の苛性ソーダまたは苛性カリ中の陰イオン性不純物は、重量分析法や滴定法によって測定されます。これらの手法では、保存期間や危険性の異なる複数の試薬を使用する必要があります。

2016年には、**ASTM規格 E1787** が発行され、イオンクロマトグラフィー(IC)を用いて、濃縮NaOHまたはKOH溶液中の臭化物(Br^-)、亜塩素酸塩(ClO_3^-)、塩化物(Cl^-)、フッ化物(F^-)、硝酸塩(NO_3^-)、リン酸塩(PO_4^{3-})、および**硫酸塩(SO_4^{2-})**を測定する方法が規定されました。

特に関心の高い陰イオンは、**塩化物(Cl^-)**、**亜塩素酸塩(ClO_3^-)**、および**硫酸塩(SO_4^{2-})**であり、これらは図1bに示されています。

(a)



(b)

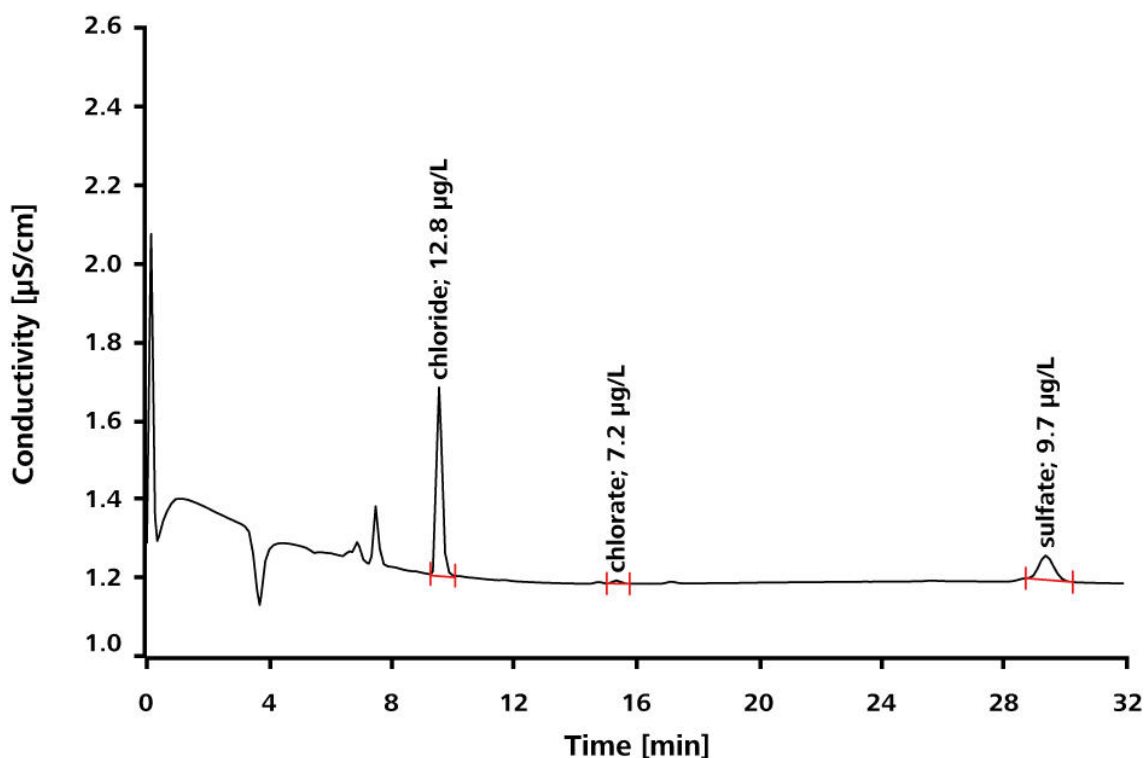


図 1. (a) 濃縮NaOHおよびKOHを塩素とともに製造するために用いられる膜電解プロセスの模式図（出典： <http://www.eurochlor.org> [1]） (b) 50% KOH試料を10倍に希釈し、100 μL注入により測定を実施。Metrohm Inline Sample Preparation (MISP) 技術を用いることで、柔軟なアプリケーション展開が可能。）

メトローム・プロセス・アナリティクス の 2060 ICプロセスアナライザー(図2)は、ASTM E1787の要件を満たすのに理想的な装置です。本アナライザーは、耐久性の高い筐体に収められており、過酷なプロセス環境下でも苛性ソーダおよび苛性カリ中の陰イオン不純物を連続的に測定・モニタリングすることが可能です。また、メトロームはイオンクロマトグラフィー用の多彩な全自動インラインサンプル前処理技術を提供しており、分析作業の省力化と柔軟な運用を実現しています。さらに、自動校正機能により、優れた検出感度、高い再現性、および優秀な

回収率が保証されます。

苛性液のサンプリングは頻繁に行われ、膜電解槽の状態に関する最新の情報を提供します。2060 ICプロセスアナライザーは、あらかじめ設定された警告レベルや介入濃度の限界に達した場合にアラームを発することができ、膜の汚染やその他の問題による修復不可能な損傷を防止し、コスト削減に貢献します。また、1台の2060 ICプロセスアナライザーは最大10のサンプリングポイントに接続可能であり、複数の電解槽から異なる最終製品の不純物を単一の装置でモニタリングすることができます。



図 2. メトローム プロセス アナリティクス の 2060 IC プロセスアナライザーは、統合型の液体処理モジュールおよび複数の自動サンプル前処理オプションと組み合わせて使用されます。

2060 IC プロセスアナライザーは、試薬や超純水および/または調整済み溶離液の容器のための十分なスペースを確保しているため、人の立ち入りが少ない場所でも長時間の連続運転が可能です。また、液量が少なくなった際にはユーザーに警告を発するレベルセンサーも備えています。内蔵溶離液モジュールと、ELGA®のPURELAB® flex 5/6をオプションで組み合わせることで、連続かつ圧力不要の超純水供給が可能となり、2060 IC プロセスアナライザーは微量成分分析も自律的に実行できる構成が可能です。

濃縮KOHおよびNaOHサンプルは、ASTM E1787に準拠して分析することができ、メトロームのインラインサンプル前処理技術を併用することで、さらなるアプリケーションの柔軟性が得られます。測定対象成分の検出は、電気伝導度法により行われます。

アプリケーション

濃縮KOHおよびNaOHサンプルは、ASTM E1787に準拠して分析することができ、メトロームのインラインサンプル前処理技術を併用することで、さらなるアプリケーションの柔軟性が得られます。測定対象成分の検出は、電気伝導度法により行われます。

濃縮KOHおよびNaOHサンプルは、ASTM E1787に準拠して分析することができ、メトロームのインラインサンプル前処理技術を併用することで、さらなるアプリケーションの柔軟性が得られます。測定対象成分の検出は、電気伝導度法により行われます。

表 1. 濃縮苛性溶液における代表的な測定パラメータ * 代表的な陰イオン性不純物: 臭化物(Br⁻)、亜塩素酸塩(ClO₃⁻)、塩化物(Cl⁻)、フッ化物(F⁻)、硝酸塩(NO₃⁻)、リン酸塩(PO₄³⁻)、および硫酸塩(SO₄²⁻) [2].

パラメーター	測定範囲 [μg/g]
陰イオン性不純物 *	0.1–1000

注目点

硫酸塩の定量には、過塩素酸(HClO₄)を用いたインライン中和が不可欠です。また、最高品質の分析結果を得るためには、超純水の移送ラインにアニオントラップ(A Trap 1)を組み込むことが推奨されます。

また、塩化物濃度が高い場合には、電位差滴定法を用いることができます。メトローム プロセス アナリティクスでは、2 mg/L以上のCl⁻濃度を含むサンプルに対応した電位差自動滴定オプションを提供しています。

結論

メトローム プロセス アナリティクスの2060 ICプロセスアナライザーは、ASTM E1787に準拠し、苛性ソーダおよび苛性カリの製造工程に含まれる陰イオン性不純物を連続的に測定・モニタリングすることが可能です。

本装置は液体ハンドリングモジュールおよび自動サンプル前処理機能を統合しており、キャリブレーション(校正)やバリデーション(検証)は、ボタンひとつで簡単に実行できます。

参考文献

[1] How Are Chlorine and Caustic Soda Made?
Euro Chlor 17.

[2] Standard Test Method for Anions in Caustic Soda and Caustic Potash (Sodium Hydroxide and

Potassium Hydroxide) by Ion Chromatography
<https://www.astm.org/e1787-16.html> (accessed 2022-04-08).

プロセス用イオンクロマトグラフィーのメリット

- 設備投資の価値を最大化
- 最大10サンプリングポイントの同時モニタリングで、測定コストと結果取得の効率を最適化
- 完全自動の診断機能により、サンプルが管理外に達した際には自動的にアラームを発報



CONTACT

メトロームジャパン株式会
社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置構成



2060 IC Process Analyzer

Metrohm Process Analytics製の2060 Ion Chromatograph (IC) Process Analyzer は、モジュラー 2060 プラットフォームコンセプトに基づいたものです。このモジュラーアーキテクチャにより、プラント周辺の様々な箇所におけるキャビネットの分離、ならびにプラント内部の複数のエリアにおける、時間を節約する連続的な分析のための最高20までのサンプル流との接続が可能になります。

このアナライザーには、ハードウェア、ソフトウェア、ならびにアプリケーションのカスタマイズにおいて限界がありません。連続的な溶離液製造モジュールから、サンプルコンディショニングのための湿部モジュール、また複数のIC検出器ブロックに至るまで、2060 IC Process Analyzerはあらゆる産業アプリケーションのための全てのオプションを有しています。

2060 ソフトウェアは、異なる操作メソッド、タイムシート、およびトレンドチャートを有する、ルーチン分析を実行するためにアナライザーをコントロールする「オールインワン」のソフトウェアソリューションです。くわえて、プロセスコミュニケーションプロトコルの多様性のおかげで（例えば ModbusまたはDiscrete I/Oなど）、2060ソフトウェアは自動フィードバックを送信するプログラミングが可能で、プロセスに警告を発し、必要であればアクションを起こします（例えばサンプルの再測定、または洗浄サイクルの開始など）。これら全ての特徴が、産業プロセスの完全自動診断を24時間365日保証します。