



Application Note AN-PAN-1046

Determinación en línea de impurezas aniónicas en 50% NaOH y KOH

Cromatografía iónica de proceso según ASTM E1787

La industria de los productos químicos básicos es responsable de producir miles de materias primas a gran escala. Los sectores que las utilizan dependen de un cierto nivel de pureza química para fabricar sus propios productos, ya que ciertas impurezas pueden causar problemas importantes en varios procesos. Durante la producción de los compuestos químicos básicos hidróxido de sodio y potasio (NaOH y KOH), la electrólisis con celdas de membrana de soluciones de salmuera saturada producen el producto que se concentra aún más por evaporación. Las impurezas de las sales utilizadas en la salmuera también se

concentrarán en este proceso. Por lo general, este análisis de impurezas se realiza fuera de línea utilizando varios productos químicos peligrosos con diferentes vidas útiles.

Esta Nota de aplicación del proceso se centra en el control de las impurezas aniónicas en la soda cáustica y la potasa cáustica. El **Analizador de procesos IC 2060** es la solución perfecta para realizar la medición descrita en la norma ASTM E1787 en línea, lo que garantiza un producto de calidad sin necesidad de experimentos de laboratorio peligrosos y que consumen mucho tiempo.

RESUMEN

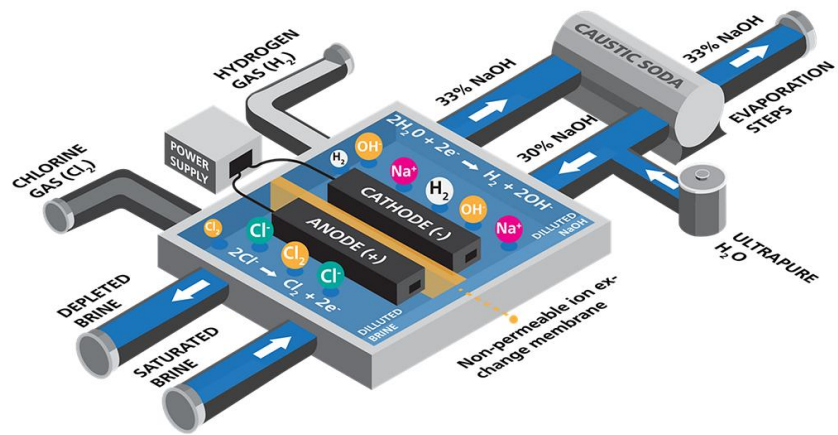
La producción de sosa cáustica (hidróxido de sodio, lejía, NaOH) y potasa cáustica (hidróxido de potasio, KOH) es muy importante, ya que se utiliza principalmente como precursores de muchos otros productos químicos utilizados en todas las industrias. Por ejemplo, la industria de la pulpa y el papel depende especialmente de la sosa cáustica concentrada para la fabricación química de pulpa de madera en el proceso Kraft, y la industria agroquímica depende en gran medida del KOH.

La sosa cáustica y la potasa cáustica se producen junto con el cloro en el proceso de cloro-álcali, que se explica con más detalle en [AN-PAN-1005](#). En este proceso, el cloro y la sosa cáustica (o potasa) se producen mediante electrólisis de salmuera de cloruro de sodio (o cloruro de potasio), principalmente con la técnica de celda de membrana [1]. Algunas plantas de producción producen tanto NaOH como KOH en la misma sala de celdas, aunque generalmente los circuitos de salmuera se mantienen separados para evitar procesos de limpieza y purga

que consumen mucho tiempo entre las diferentes salmueras. En ambas situaciones, el producto cáustico se concentra hasta aproximadamente el 50% en peso mediante evaporaciones de dos o tres pasos antes de almacenarse. Este producto concentrado contiene impurezas de las ventas utilizadas que son indeseables en ciertos grados de pureza química necesarios para los procesos de producción posteriores.

Por lo general, las impurezas aniónicas en la sosa cáustica o la potasa al 50 % en peso se determinan mediante métodos gravimétricos o de titulación que requieren una variedad de reactivos con diversos peligros y vidas útiles. En 2016, el **Método ASTM E1787** fue lanzado, especificando la cromatografía iónica (IC) para medir el bromuro (Br^-), clorato (ClO_3^-), cloruro (Cl^-), fluoruro (F^-), nitrato (NO_3^-), fosfato (PO_4^{3-}) y sulfato (SO_4^{2-}) en soluciones concentradas de NaOH o KOH. Los aniones de interés primario son Cl^- , ClO_3^- , y SO_4^{2-} , como se muestra en **Figura 1b**.

(a)



(b)

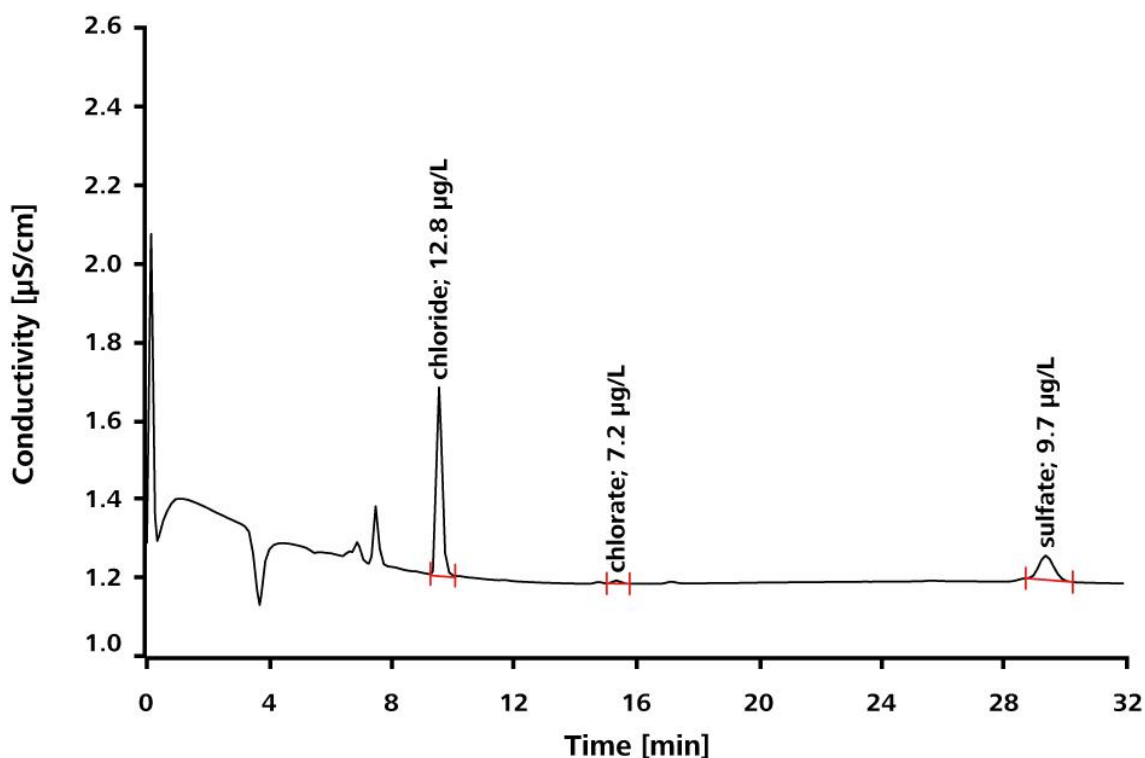


Figure 1. (a) Diagrama del proceso de celda de membrana utilizada para producir concentrados de NaOH y KOH junto con cloro (material de origen: <http://www.eurochlor.org> [1]); (b) Inyección de 100 µL de una muestra de KOH al 50 % (diluida 1:10), utilizando técnicas de preparación de muestras en línea (MISP) de Metrohm para una mayor flexibilidad de aplicación.

El 2060 IC Process Analyzer de Metrohm Process Analytics (Figura 2) es ideal para cumplir con la norma ASTM E1787. El analizador puede medir y monitorear continuamente las impurezas aniónicas en la soda cáustica y la potasa cáustica en una carcasa robusta adecuada para dicho entorno de proceso. Metrohm ofrece muchas técnicas de preparación de muestras en línea totalmente automáticas para cromatografía iónica, lo que hace que el análisis sea aún más flexible y sin intervención. La calibración automatizada garantiza excelentes límites de detección, alta reproducibilidad y excelentes tasas de recuperación. La corriente cáustica se muestrea con frecuencia, lo

que brinda información actualizada sobre el estado de las células de la membrana. El analizador de procesos IC 2060 puede proporcionar una alarma si se alcanzan los límites de concentración de advertencia o intervención preestablecida, lo que ayuda a ahorrar costos al evitar daños irreparables debido a la obstrucción de la membrana y otros problemas. Un analizador de procesos IC 2060 tiene la posibilidad de conectar hasta 10 flujos de muestra, lo que significa que un solo instrumento podría monitorear múltiples celdas con diferentes productos para detectar impurezas.



Figure 2. El analizador de procesos IC Metrohm Process Analytics 2060, junto con módulos de manejo de líquidos integrados y varias opciones de preparación de muestras automatizadas.

El 2060 IC Process Analyzer puede funcionar durante períodos prolongados en áreas menos frecuentadas, ya que hay espacio reservado para reactivos, recipientes de agua ultrapura y/o eluyente preparado, y sensores de nivel para alertar a los usuarios cuando los niveles de líquido son bajos. Al elegir un módulo

de eluyente integrado y PURELAB® flex 5/6 opcional de ELGA® para el suministro continuo de agua ultrapura sin presión, el 2060 IC Process Analyzer se puede configurar para ejecutar incluso análisis de trazas de forma autónoma.

APLICACIÓN

Las muestras concentradas de KOH y NaOH se pueden analizar de acuerdo con la norma ASTM E1787, con las técnicas de preparación de muestras

en línea de Metrohm para una mayor flexibilidad de aplicación. La detección del analito es por conductividad.

Cuadro 1. Parámetros de medición típicos en soluciones cáusticas concentradas * Algunas de las impurezas aniónicas incluyen bromuro, clorato, cloruro, fluoruro, nitrato, fosfato y sulfato [2].

Parámetros	Rango [$\mu\text{g/g}$]
Impurezas aniónicas *	0,1–1000

COMENTARIOS

Para la cuantificación de sulfatos es imprescindible el uso de ácido perclórico (HClO_4) para la neutralización en línea. Se debe utilizar una trampa de aniones (A Trap 1) junto con agua ultrapura de transferencia para garantizar resultados de la más alta calidad. Para altas

concentraciones de cloruro, se puede utilizar la titulación potenciométrica. Metrohm Process Analytics ofrece opciones de titulación potenciométrica para muestras por encima de 2 mg/L de Cl^- .

CONCLUSIÓN

El 2060 IC Process Analyzer de Metrohm Process Analytics puede medir y monitorear continuamente las impurezas aniónicas en corrientes cáusticas de acuerdo con ASTM E1787. Integrado con módulos de

manejo de líquidos y preparación de muestras automatizadas, el 2060 IC Process Analyzer hace que la calibración y la validación sean tan simples como presionar un botón.

REFERENCIAS

[1] ¿Cómo se fabrica el cloro y la soda cáustica? *Euro Chlor* 17.

[2] Método de prueba estándar para aniones en sosa cáustica y potasa cáustica (hidróxido de sodio e

hidróxido de potasio) mediante cromatografía iónica <https://www.astm.org/e1787-16.html> (consultado el 08-04-2022).

VENTAJAS DE LA CROMATOGRAFÍA IÓNICA DE PROCESO

- Mayor longevidad de valiosos activos de la empresa
- Monitorea múltiples flujos de muestra (hasta 10) para más ahorros por punto de medición y resultados
- Diagnóstico completamente automatizado – alarmas automáticas para cuando las muestras están fuera de los parámetros de imágenes



CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



2060 IC Process Analyzer

El 2060 Ion Chromatograph (IC) Process Analyzer de Metrohm Process Analytics se basa en el concepto de la plataforma modular 2060. Esta arquitectura modular permite la separación de los armarios en diferentes lugares alrededor de una planta y la conexión de hasta 20 corrientes de muestras para ahorrar tiempo en el análisis secuencial en múltiples áreas dentro de una planta.

Este instrumento de análisis no tiene límites en cuanto a la personalización de hardware, software y aplicaciones. Desde el módulo de producción continua de eluyentes, los módulos de partes húmedas para el acondicionamiento de muestras, y los múltiples bloques detectores de CI, el 2060 IC Process Analyzer tiene todas las opciones para cualquier aplicación industrial.

El software 2060 es una solución de software "todo en uno" que controla el instrumento de análisis para realizar análisis rutinarios, con diferentes métodos de operación, hojas de control de tiempo y gráficos de tendencias. Además, gracias a la variedad de protocolos de comunicación del proceso (por ejemplo, Modbus o E/S discretas), el software 2060 puede programarse para enviar retroalimentación y alarmas automáticas al proceso y tomar medidas si es necesario (por ejemplo, volver a medir una muestra o iniciar un ciclo de limpieza). Todas estas características aseguran un diagnóstico completamente automático del proceso industrial, las 24 horas del día, los siete días de la semana.