



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.

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

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 -

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.

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'adeguata risoluzione e quantificazione di tutti i picchi.

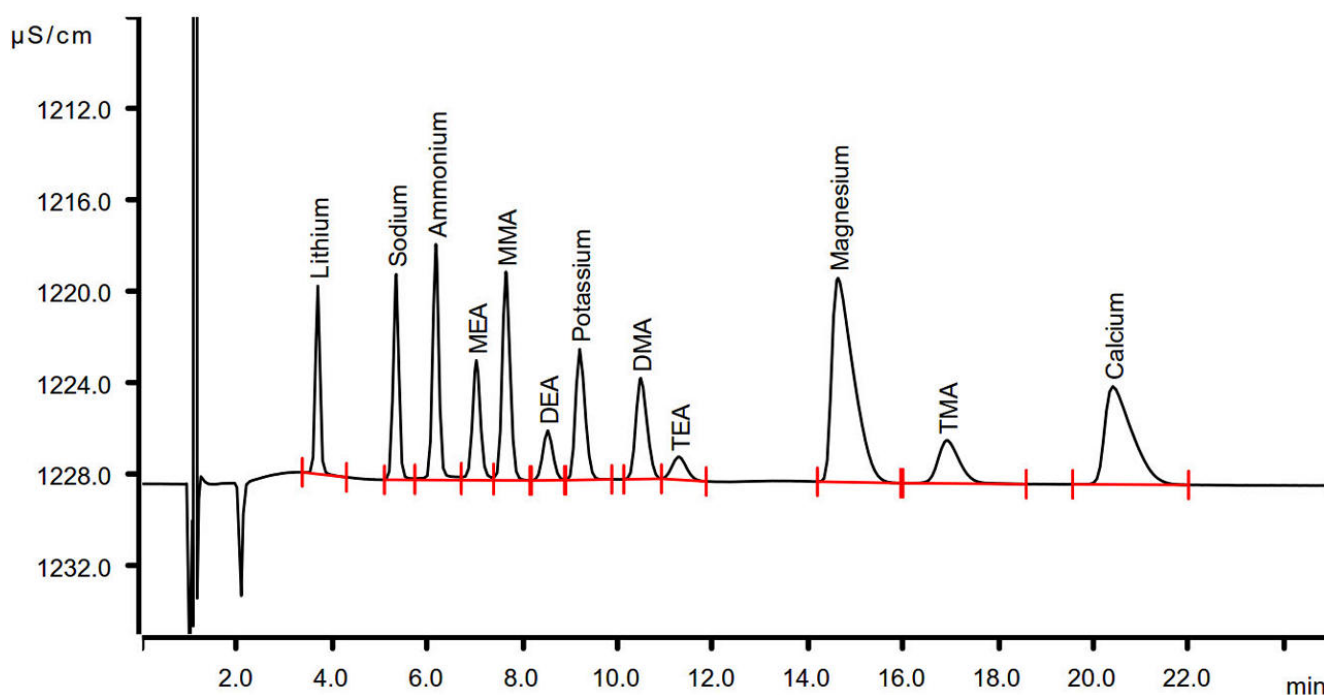


Figure 1. Determinazione di mono-, di- e trimetilammina (rispettivamente MMA, DMA, TMA) e mono-, di- e trietanolammina (rispettivamente MEA, DEA, TEA) oltre a litio, sodio, ammonio, potassio, magnesio e calcio in una soluzione mista con una concentrazione di 10 mg/L.

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).

CONCLUSIONE

Internal reference: AW IC CH6-1210-102014

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE

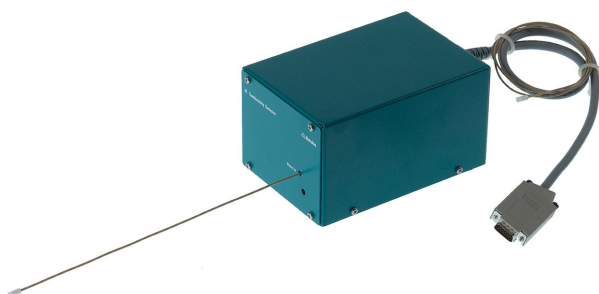


930 Compact IC Flex Oven/Deg

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.