



Application Note AN-O-043

Impurezze carbonatiche nella soda caustica

Robusta analisi IC del carbonato nell'idrossido di sodio

L'idrossido di sodio (NaOH, noto anche come soda caustica o liscivia di soda) è una base forte e dannosa composta da solidi cristalli bianchi. È utilizzato in molti settori (ad esempio, produzione di carta, petrolchimica, produzione di sapone [1]) con una produzione annua di circa 60 milioni di tonnellate nel mondo [2]. La soda caustica è molto igroscopica e assorbe anche anidride carbonica (CO_2) dall'atmosfera. Ciò aumenta il contenuto di carbonato riducendo la concentrazione di idrossido del prodotto. Pertanto, dovrebbe essere conservata in condizioni prive di acqua che di CO_2 con contatto atmosferico minimo. A seconda dell'applicazione e dei suoi requisiti di purezza, la soda caustica come prodotto grezzo deve soddisfare i rispettivi criteri di qualità.

L'analisi del controllo di qualità comprende la determinazione di contaminanti come alcalinità, metalli in tracce, impurità anioniche (ad es. nitrati e solfati), nonché carbonato. L'analisi del carbonato mediante cromatografia ionica (IC) è piuttosto complicata. Il circuito integrato anionico soppresso con eluenti di idrossido non funziona poiché la soppressione converte il carbonato in acido carbonico (H_2CO_3) quasi senza sensibilità. In questa Application Note, la determinazione del carbonato in NaOH è dimostrata applicando la cromatografia a esclusione ionica con rilevamento della conducibilità dopo la soppressione inversa, un modo per una quantificazione automatizzata, affidabile e sicura.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Due soluzioni di idrossido di sodio al 50% vengono analizzate per il loro contenuto di carbonato (**Figura 1**). Poiché il 50% di NaOH è troppo concentrato per essere iniettato direttamente nell'IC, viene applicata una diluizione 1:20 con acqua ultrapura degassata. Per evitare un ulteriore adsorbimento di CO₂, il

campione finale viene conservato in una bottiglia chiusa. A seconda della qualità del campione originale, l'ultrafiltrazione in linea Metrohm è una scelta adatta per la preparazione automatizzata del campione.

ANALISI

L'analisi viene eseguita su un sistema Compact IC Flex, completamente automatizzato con 858 Professional Sample Processor e Metrohm intelligent Partial Loop Injection Technique (MiPT) (**figura 2**). Il carbonato (come acido carbonico) viene separato dagli altri analiti nel campione sulla colonna analitica Metrosep Organic Acids - 250/7,8 con un eluente di acido solforico (**Figura 1**). La colonna viene fatta funzionare a 30 °C, fornendo stabilità termica per risultati riproducibili.

Con il rilevamento diretto della conducibilità, il

carbonato (come acido carbonico) non può essere quantificato. Pertanto, dopo la separazione, viene applicata la soppressione inversa prima del rilevamento della conducibilità. In contrasto con la classica soppressione anionica, la soppressione inversa sostituisce lo ione H⁺ con Li⁺. Questo passaggio neutralizza l'eluente di acido solforico e converte gli acidi deboli nei loro sali. In questo modo si riduce la conduttività di fondo dell'eluente e si dissociano gli acidi deboli. Ciò migliora la risposta di conducibilità ad es. di acidi organici o acido carbonico.

A

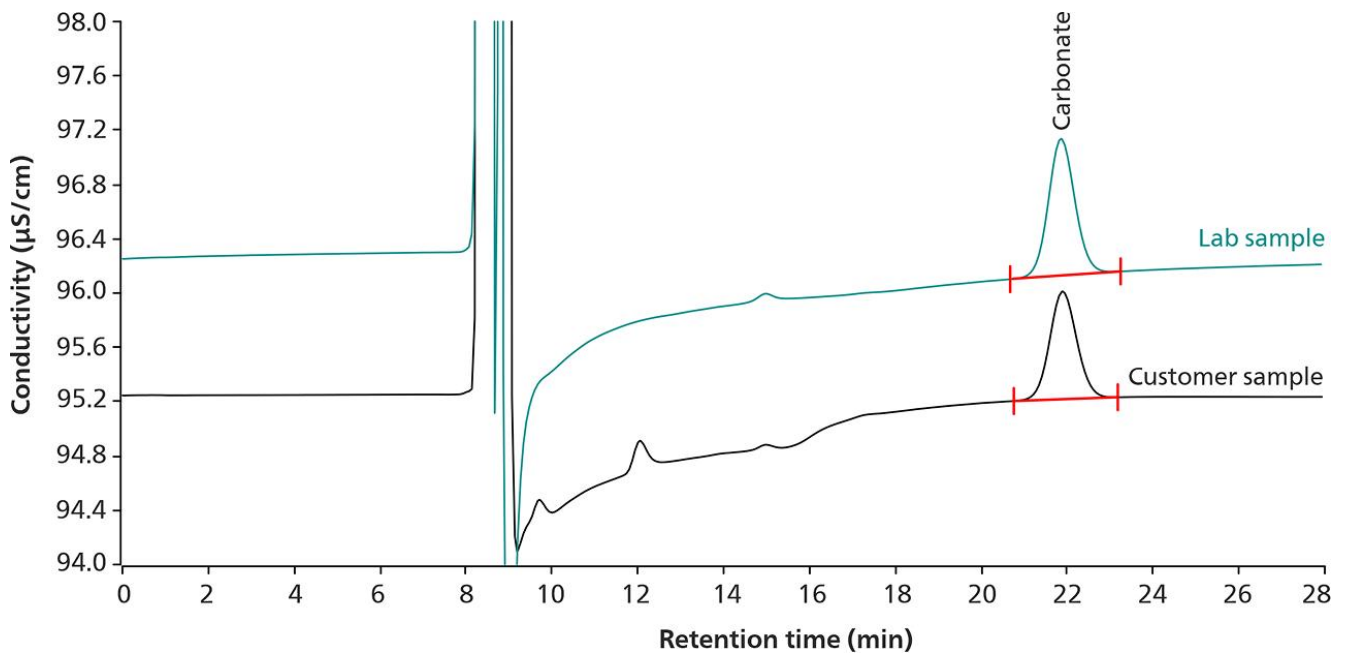
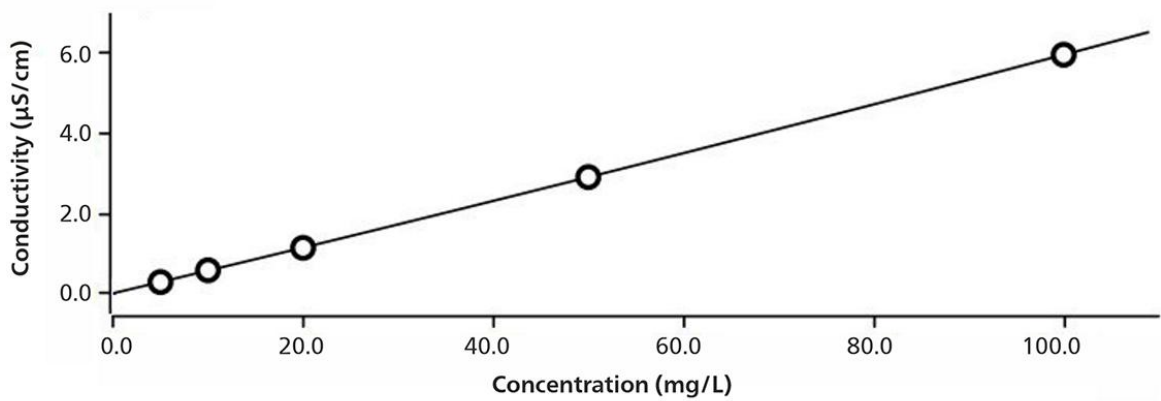


Figure 1. (A) Sovrapposizione del cromatogramma di carbonato in due campioni di NaOH al 50% (campione di laboratorio: 1018 mg/kg di carbonato, campione del cliente: 816 mg/kg di carbonato) analizzati da un Compact IC 930 Compact IC Flex. Un volume di 20 µL dei campioni diluiti viene iniettato applicando la tecnica di iniezione parziale intelligente Metrohm (MiPT).

B



Function: $A = 8.26525E-3 + 7.05700E-4 \times Q + 4.91848E-9 \times Q^2$
 Relative standard deviation 0.352004 %
 Correlation coefficient 0.999997

Figure 1. (B) La calibrazione (5–100 mg/L) viene eseguita da un unico standard utilizzando MiPT.



Figure 2. Strumentazione compatta per quantificare il carbonato in idrossido di sodio: Compact IC Flex con Dosino per MiPT e 858 Professional Sample Processor.

RISULTATI

La calibrazione variava da 5 a 100 mg/L per carbonato (Figura 1). La curva di calibrazione viene costruita iniettando diversi volumi di un'unica soluzione standard come un processo completamente automatizzato con MiPT (Figura 1).

In questo esempio di applicazione sono state testate

due bottiglie campione di NaOH al 50%. La prima è stata fornita esternamente e la seconda bottiglia è stata acquistata dal laboratorio di prova. La **Tabella 1** mostra la concentrazione di carbonato nell'idrossido di sodio da questi due campioni.

Tabella 1. Concentrazione di carbonato in due campioni di idrossido di sodio al 50% misurata mediante cromatografia ad esclusione ionica.

	Carbonato (mg/kg)
Campione del cliente	816
Campione di laboratorio	1018

RIASSUNTO

Il controllo di qualità dell'idrossido di sodio per il contenuto di carbonato è possibile con la cromatografia ad esclusione ionica. Per utilizzare universalmente la tecnica di rilevamento della conducibilità esente da manutenzione, la soppressione inversa con Li^+ è un passaggio cruciale. Questo è facilmente eseguibile con il Metrohm Suppressor Module (MSM). La libertà di soluzioni di rigenerazione utilizzabili e la stabilità del pH al 100%

consentono la piena flessibilità dell'MSM per una varietà di applicazioni impegnative.

L'IC automatizzato offre risultati rapidi e affidabili. La tecnica intelligente di iniezione del circuito parziale Metrohm e l'ultrafiltrazione in linea opzionale consentono di risparmiare tempo aggiuntivo, ridurre i costi di manodopera e ne fanno una scelta efficiente e precisa per le misurazioni di controllo qualità.

RIFERIMENTI

1. NIOSH. *Idrossido di sodio*, *The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH)*.
<https://www.cdc.gov/niosh/topics/sodium-hydroxide/> (accesso 13-05-2022).
2. Vargel, C. Capitolo E.4 - Basi inorganiche. In *Corrosione dell'alluminio*; Vargel, C., ed.; Altro: Amsterdam, 2004; pagine 385–393.

Internal reference: AW IC CH6-1220-122014

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Metrosep Organic Acids - 250/7,8

La colonna Metrosep Organic Acids - 250/7,8 è una colonna a scambio cationico su base polimerica. È una colonna ad alte prestazioni per la determinazione di acidi organici e per la soluzione di difficili e complessi problemi di separazione. Oltre agli acidi organici, possono essere determinati il carbonato (con soppressione inversa), il fluoruro (acido fluoridrico) e il fosfato (acido fosforico). Rispetto alla colonna Hamilton PRP-X300 - 250/4,0, la Metrosep Organic Acids - 250/7,8 ha una maggiore capacità e selettività.



930 Compact IC Flex Oven/ChS/PP/Deg

Il 930 Compact IC Flex Oven/ChS/PP/Deg è l'intelligente strumento Compact-IC con **forno della colonna, soppressione chimica e pompa peristaltica** per la rigenerazione del soppressore, nonché **Degasser** incorporato. Lo strumento può essere impiegato con qualsiasi metodo di separazione e di rilevamento.

Campi d'impiego tipici:

- Determinazione di anioni con soppressione chimica e rilevazione in conducibilità
- Acidi organici con cromatografia a esclusione ionica e soppressione inversa



858 Professional Sample Processor – Pump

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



Equipaggiamento IC: MiPT

Kit di accessori per il montaggio di un Dosino per l'iniezione a loop parziale.



800 Dosino

Drive con hardware di scrittura/lettura per Unità di dosaggio intelligenti. Con cavo fisso (150 cm).