
Application Bulletin

Von Interesse für: Allgemein analytische Laboratorien

I L 1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 9, 11, 16

IC-Anionensäule Phenomenex Star Ion A300 (6.1005.100)

für die Bestimmung von Anionen mit chemischer Suppression

Zusammenfassung

Dieses Bulletin beschreibt die ionenchromatographische Bestimmung von Anionen, insbesondere Fluorid, Chlorid, Nitrit, Bromid, Nitrat, Orthophosphat und Sulfat, unter Verwendung der IC-Anionensäule Phenomenex Star Ion A300 mit chemischer Suppression.

Geräte und Zubehör

- 2.732.0010 IC-Detektor
 - 2.733.0130 IC Separation Center mit 1 Schleifeninjektor und Metrohm-Suppressor-Modul MSM
 - 2.709.0010 IC-Pumpe
 - 2.752.0010 Pump Unit
 - 2.714.0310 IC-Metrodata für 1 Chromatographiesystem mit maximal 2 Detektoren
 - 6.1005.100 IC-Anionensäule Phenomenex Star Ion A300
 - 6.2620.150 Pulsationsdämpfer
-

Reagenzien

- Anionen-Standards:
Zur Herstellung der Standardlösungen werden handelsübliche Stammlösungen der Konzentration $\beta(\text{Anion}) = 1000 \text{ mg/L}$ verwendet.
 - Natriumcarbonat wasserfrei, puriss. p.a.
 - Natriumhydrogencarbonat (Natriumbicarbonat), puriss. p.a.
 - Schwefelsäure, puriss. p.a.
-

Säulen-Kenndaten

- Säulenmaterial: Polystyrol/Divinylbenzol-Copolymer mit quaternären Ammoniumgruppen
- Abmessungen: 100 mm x 4,6 mm

- pH-Bereich: 1 ... 12
- Max. Fluss: 2,0 mL/min (empfohlener Fluss 1,5 mL/min)
- Max. Druck: 7 MPa (= 70 bar)
- Vorbereitung: Die Säule ist mit Natriumcarbonat/-hydrogencarbonat-Eluent gefüllt und kann direkt eingesetzt werden.
- Aufbewahrung: Die Säule wird im verwendeten Eluenten bei Raumtemperatur gelagert.
- Regenerierung: 30 min spülen mit einer Lösung, die 18 mmol/L Natriumcarbonat und 17 mmol/l Natriumhydrogencarbonat enthält (Fluss 1 mL/min).

Allgemeine Hinweise

- Die Säule kann nur in IC-Systemen mit chemischer Suppression verwendet werden.
- Die Säule ist für die Chloridbestimmung nicht zu empfehlen, da diese durch Carbonat gestört wird.
- Probenlösungen müssen mikrofiltriert werden (0,45 µm).
- Eluenten dürfen **keine** organischen Lösungsmittel enthalten.
- Zur Schonung der Trennsäule wird empfohlen, den Pulsationsdämpfer 6.2620.150 zu verwenden, mit dem die Injektor-Druckstöße gedämpft werden.

Standardsystem

Carbonat/Hydrogencarbonat-Eluent

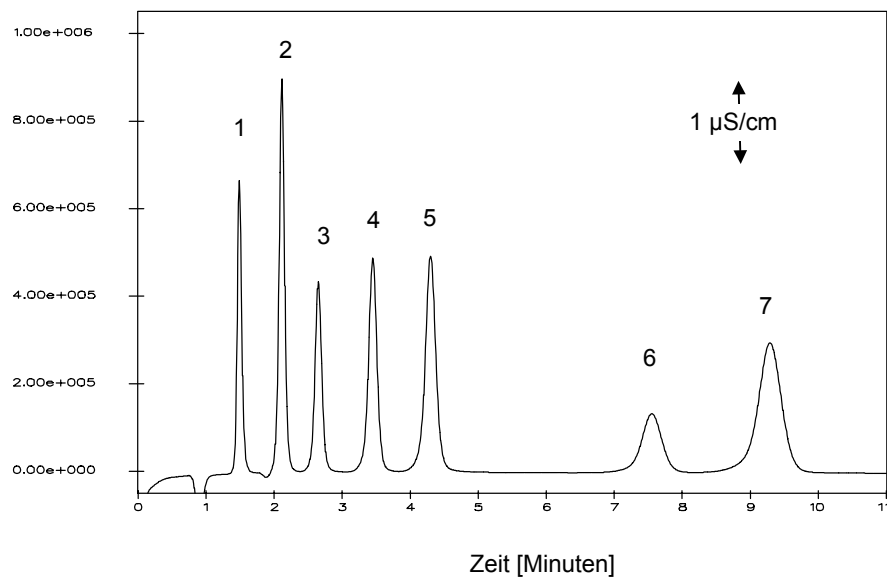
- Zusammensetzung: 1,8 mmol/L Natriumcarbonat, 1,7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat (Leitfähigkeit nach chemischer Suppression ca. 14 µS/cm)
- Herstellung: 381 mg Natriumcarbonat (wasserfrei) und 285 mg Natriumhydrogencarbonat in Reinstwasser lösen, danach mit Reinstwasser auf 2 L auffüllen. Vor dem Gebrauch den Eluenten durch Anlegen eines Vakuums entgasen.
- Standard: Zur Herstellung der Standardlösungen werden handelsübliche Stammlösungen der Konzentration $\beta(\text{Anion}) = 1000 \text{ mg/L}$ verwendet.

Alternativ kann man die Stammlösungen der Konzentration $\beta(\text{Anion}) = 1000 \text{ mg/L}$ auch durch Lösen der entsprechenden Menge eines geeigneten Salzes (Reinheitsgrad puriss. p.a.) in Reinstwasser selbst ansetzen. Die pro Liter Reinstwasser erforderlichen Einwaagen können der untenstehenden Tabelle entnommen werden.

Zur Herstellung des Anionen-Standards werden diese Stammlösungen dann mit Reinstwasser auf die gewünschten Konzentrationen verdünnt.

Anion	Salz	Trocknen bei	Einwaage [g]
Fluorid	NaF	105 °C	2,2100
Chlorid	NaCl	105 °C	1,6484
Nitrit	NaNO ₂	105 °C	1,4998
Bromid	NaBr	105 °C	1,2877
Nitrat	NaNO ₃	105 °C	1,3707
Orthophosphat	KH ₂ PO ₄	105 °C	1,4330
Sulfat	Na ₂ SO ₄	105 °C	1,4790

- Flow: 1,5 mL/min
- Injektionsvolumen: 20 µL
- Detektion: Leitfähigkeit nach chemischer Suppression
- Full Scale: 5 µS/cm
- Polarität: +



Peak Nr.	Retentionszeit [min]	Ion	Konzentration [mg/L]
1	1,5	Fluorid	2
	1,9	Systempeak	
2	2,1	Chlorid	5
3	2,6	Nitrit	5
4	3,4	Bromid	10
5	4,3	Nitrat	10
6	7,5	Orthophosphat	10
7	9,3	Sulfat	10

Anhang 1

Trennsäulen für die Ionenchromatographie

IC-Anionensäulen

Bezeichnung	Bestell-Nr.	Chem. ohne	Suppr. mit	Trägermaterial	pH-Bereich	Bemerkungen
IC-Anionensäule Hamilton PRP-X100	6.1005.000	●		Polystyrol/Divinylbenzol	1 ... 13	robuste Trennsäule für die Routineanalytik; weniger geeignet für Fluoridbestimmung
IC-Anionensäule Super-Sep	6.1009.000	●		Polymethacrylat	1 ... 13	sehr gute Trennleistung
IC-Glaskartusche Metrosep Anion Dual 1	6.1006.020	●	●	Hydroxyl-Methacrylat	2 ... 12	günstiges Preis/Leistungsverhältnis; für die Routineanalytik; Trennung von Fluorid, Acetat, Formiat; für tiefe Fluoridkonzentrationen mit sauren Eluenten und für tiefe Nitritkonzentrationen mit chemischer Suppression ungeeignet
IC-Säule Metrosep Anion Dual 2	6.1006.100	●	●	Polymethacrylat	1 ... 12	bessere Trennleistung als IC-Säule Metrosep Anion Dual 1; geeignet für tiefe Nitritkonzentrationen
IC-Anionensäule Phenomenex Star Ion A300	6.1005.100		●	Polystyrol/Divinylbenzol	1 ... 12	kurze Analysenzeiten; Chlorid durch Carbonat gestört

IC-Kationensäulen

Bezeichnung	Bestell-Nr.	Trägermaterial	pH-Bereich	Bemerkungen
IC-Kationensäule Vydac 400	6.1008.000	Silicagel	2 ... 7	zur Trennung von monovalenten Kationen
IC-Kationensäule Nucleosil 5SA	6.1007.000	Sphärisches Silicagel	2 ... 7	zur Trennung von divalenten Kationen
IC-Säule Metrosep Cation 1-2	6.1010.000	Sphärisches Silicagel	2 ... 7	geeignet zur Trennung von monovalenten und divalenten Kationen sowie für Amine

IC-Ausschlussäulen

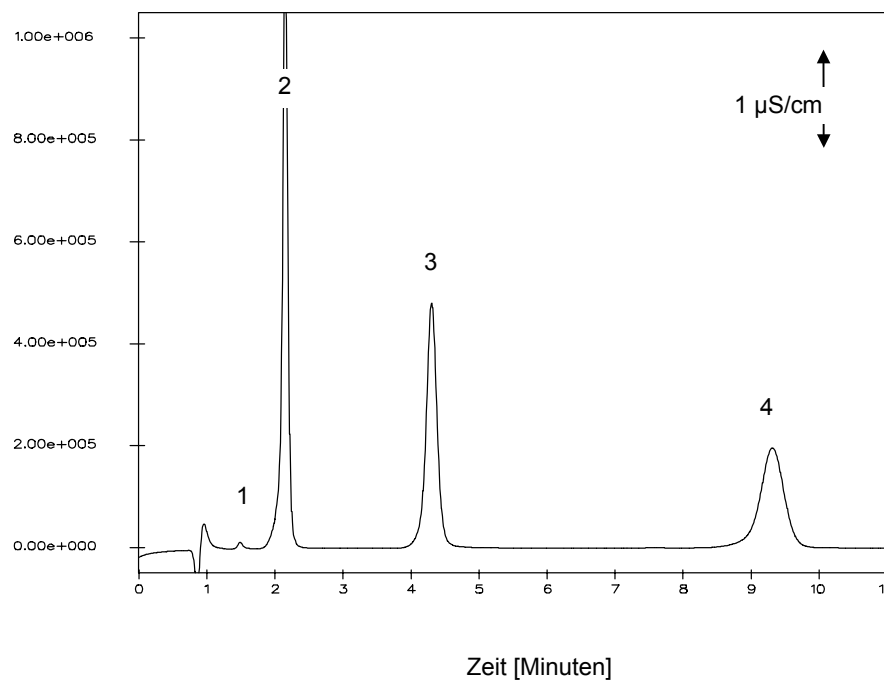
Bezeichnung	Bestell-Nr.	Trägermaterial	pH-Bereich	Bemerkungen
IC-Ausschlussäule Hamilton PRP-X300	6.1005.030	Polystyrol/Divinylbenzol	1 ... 13	Bestimmung von organischen Säuren; empfindliche Formiatbestimmung

Anhang 2

Beispiel aus der Praxis

Trinkwasser

- Eluent: 1,8 mmol/L Natriumcarbonat, 1,7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat (Leitfähigkeit nach chemischer Suppression ca. 14 $\mu\text{S}/\text{cm}$)
- Flow: 1,5 mL/min
- Injektionsvolumen: 20 μL
- Detektion: Leitfähigkeit nach chemischer Suppression
- Full Scale: 5 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- Polarität: +



Peak Nr.	Retentionszeit [min]	Ion	Konzentration [mg/L]
1	1,5	Fluorid	0,04
2	2,1	Chlorid	6,7 *
3	4,3	Nitrat	9,8
4	6,6	Sulfat	6,6

*) Die Chloridbestimmung wird durch Carbonat verfälscht: Die ermittelte Cl^- -Konzentration ist zu hoch.