
Application Bulletin

Von Interesse für: Allgemein analytische Laboratorien

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

IC-Anionensäule Hamilton PRP-X100 (6.1005.000)

für die Bestimmung von Anionen ohne chemische Suppression

Zusammenfassung

Dieses Bulletin beschreibt die ionenchromatographische Bestimmung von Anionen, insbesondere Fluorid, Chlorid, Nitrit, Bromid, Nitrat und Sulfat, unter Verwendung der IC-Anionensäule Hamilton PRP-X100 ohne chemische Suppression.

Geräte und Zubehör

- 2.732.0010 IC-Detektor
 - 2.733.0010 IC Separation Center mit 1 Schleifeninjektor
 - 2.709.0010 IC-Pumpe
 - 2.714.0310 IC-Metrodata für 1 Chromatographiesystem mit maximal 2 Detektoren
 - 6.1005.000 IC-Anionensäule Hamilton PRP-X100
 - 6.2620.150 Pulsationsdämpfer Portmann
-

Reagenzien

- Anionen-Standards:
Zur Herstellung der Standardlösungen werden handelsübliche Stammlösungen der Konzentration $\beta(\text{Anion}) = 1000 \text{ mg/L}$ verwendet.
 - Phthalsäure, puriss. p.a.
 - Aceton, HPLC Qualität
 - Natronlauge $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$
-

Säulen-Kenndaten

- Säulenmaterial: Polystyrol/Divinylbenzol-Copolymer mit quaternären Ammoniumgruppen
- Abmessungen: 125 mm x 4,0 mm
- Vorsäule: IC-Vorsäulenkartusche PRP-X100, Best.-Nr. 6.1005.020 (Verwendung zusammen mit dem Kartuschenkopf 6.2821.040 oder dem Doppelkartuschenhalter 6.2821.050)

- pH-Bereich: 1 ... 13 (bei Temperaturen über 30 °C maximal pH = 8)
- Max. Fluss: 8,0 mL/min
- Max. Druck: 34 MPa (= 340 bar)
- Vorbereitung: Die Säule ist mit Phthalsäure-Eluent pH = 5,0 gefüllt.
- Aufbewahrung: Die Säule wird für kurze Zeit (Wochen) in Eluent, für längere Zeit (Monate) in Methanol/Wasser (1 : 4) gelagert.
- Regenerierung: Spülen der Säule mit 0,5 mol/L Weinsäure oder mit Salpetersäure (10 mL c(HNO₃) = 6 mol/L in 1L Methanol) bei einem Fluss von 0,5 mL/min während ca. 2 h.

Allgemeine Hinweise

- Die Säule kann nur in IC-Systemen ohne chemische Suppression verwendet werden.
- Probenlösungen müssen mikrofiltriert werden (0,45 µm).
- Proben eventuell mit Eluent verdünnen oder über H⁺-Ionenaustauscher-Kartuschen (6.1012.110) injizieren.
- Zur Schonung der Trennsäule wird empfohlen, die Vorsäulenkartusche 6.1005.020 und den Pulsationsdämpfer 6.2620.150, mit dem die Injektor-Druckstöße gedämpft werden, zu verwenden.

Standardsystem

Phthalsäure-Eluent

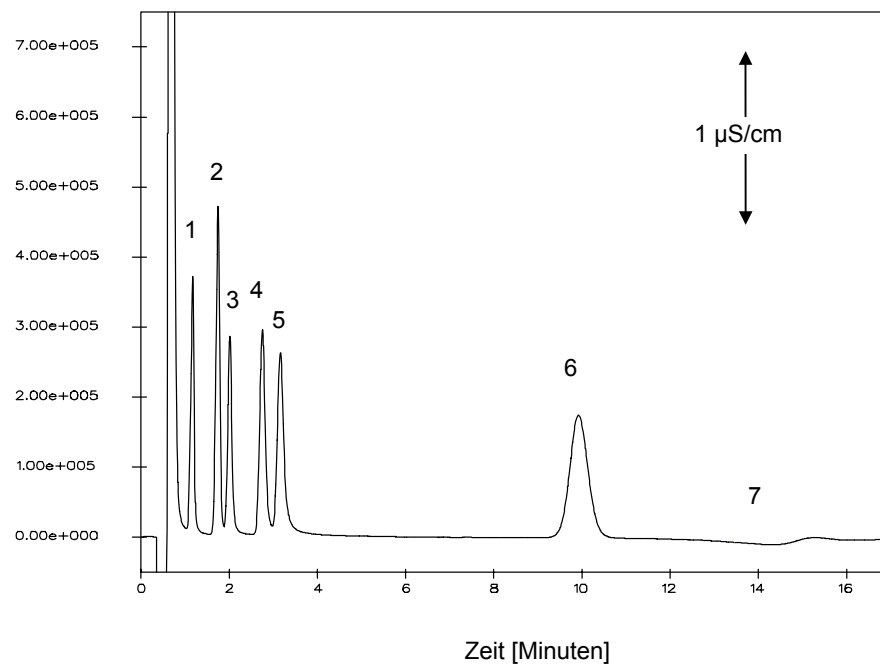
- Zusammensetzung: 2 mmol/L Phthalsäure, 10% Aceton; pH = 5,0 (NaOH) (Leitfähigkeit ca. 160 µS/cm)
- Herstellung: 664 mg Phthalsäure in 200 mL Aceton unter Rühren lösen, anschliessend mit Reinstwasser auf 2 L auffüllen und den pH-Wert mit c(NaOH) = 2 mol/L auf 5,0 einstellen.
- Standard: Zur Herstellung 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
Sulfat	Na ₂ SO ₄	105 °C	1,4790

- Flow: 2,0 mL/min
- Injektionsvolumen: 100 µL
- Detektion: Leitfähigkeit
- Full Scale: 4 µS/cm
- Polarität: +



Peak Nr.	Retentionszeit [min]	Ion	Konzentration [mg/L]
1	1,2	Fluorid	5
2	1,8	Chlorid	5
3	2,0	Nitrit	5
4	2,7	Bromid	10
5	3,2	Nitrat	10
6	9,9	Sulfat	10
7		Systempeak	

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

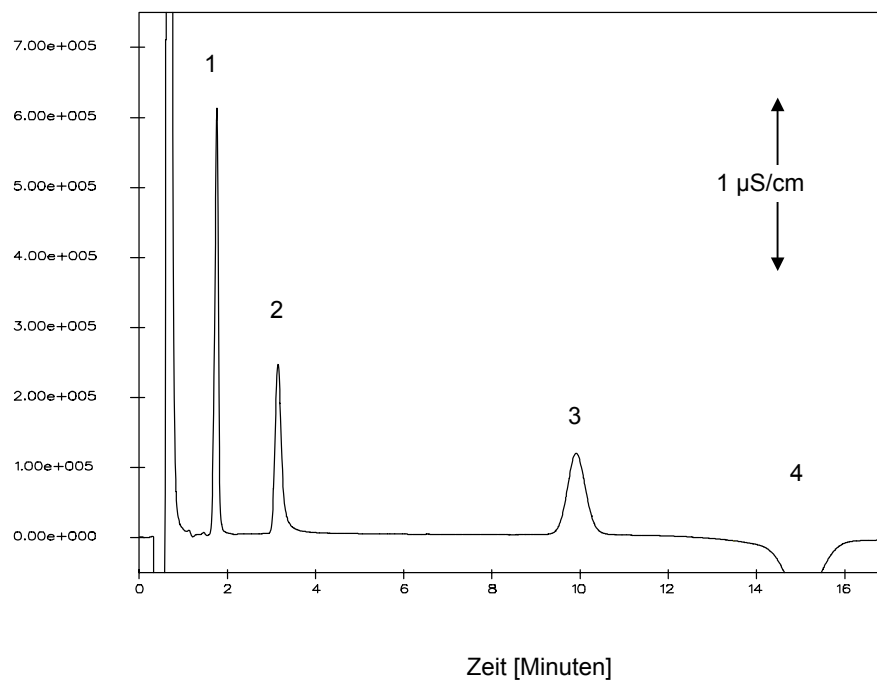
Bezeichnung	Bestell-Nr.			Trägermaterial	pH-Bereich	Bemerkungen
IC-Ausschlussäule Hamilton PRP-X300	6.1005.030			Polystyrol/Divinylbenzol	1 ... 13	Bestimmung von organischen Säuren; empfindliche Formiatbestimmung

Anhang 2

Beispiel aus der Praxis

Trinkwasser

- Eluent: 2 mmol/L Phthalsäure, 10% Aceton; pH = 5,0 (NaOH)
(Leitfähigkeit ca. 160 $\mu\text{S}/\text{cm}$)
- Flow: 2,0 mL/min
- Injektionsvolumen: 100 μL
- Detektion: Leitfähigkeit
- Full Scale: 4 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- Polarität: +
- Probenvorbereitung: Probe wird über eine H^+ -Ionenaustauscher-Kartusche (6.1012.110) injiziert.



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