

Säulenhandbuch



Metrosep A Supp 20 (6.01035.4x0)

Handbuch

8.0107.8018DE / v1 / 2026-03-27



Metrohm AG
CH-9100 Herisau
Schweiz
+41 71 353 85 85
info@metrohm.com
www.metrohm.com

Säulenhandbuch

Metrosep A Supp 20 (6.01035.4x0)

Handbuch

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau

Diese Dokumentation ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte vorbehalten.

Bei dieser Dokumentation handelt es sich um ein Originaldokument.

Diese Dokumentation wurde mit grösster Sorgfalt erstellt. Dennoch sind Fehler nicht vollständig auszuschliessen. Bitte richten Sie diesbezügliche Hinweise an die obenstehende Adresse.

Haftungsausschluss

Von der Gewährleistung ausdrücklich ausgeschlossen sind Mängel, die auf Umstände zurückgehen, die nicht von Metrohm zu verantworten sind, wie unsachgemässe Lagerung, unsachgemässer Gebrauch etc. Eigenmächtige Veränderungen am Produkt (z. B. Umbauten oder Anbauten) schliessen jegliche Haftung des Herstellers für daraus resultierende Schäden und deren Folgen aus. Anleitungen und Hinweise in der Produktdokumentation der Metrohm sind strikt zu befolgen. Andernfalls ist die Haftung von Metrohm ausgeschlossen.

Inhaltsverzeichnis

1	Allgemeine Informationen	1
1.1	Bestellinformationen	1
1.2	Technische Spezifikationen	1
2	Allgemeines ABC des Arbeitens mit Trennsäulen	3
3	Eluentenherstellung	7
3.1	Herstellung des Standardeluenten	7
4	Inbetriebnahme	8
4.1	Vorsäule anschliessen und spülen	8
4.2	Trennsäule anschliessen und spülen	10
4.3	Konditionieren	14
5	Applikationen	16
5.1	Standardchromatogramm	16
5.2	Temperatureinfluss	17
5.3	Variation der Eluentendurchflussrate	20
5.4	Variation des Eluenten	22
5.4.1	Konstantes Na ₂ CO ₃ /NaHCO ₃ -Verhältnis unter unter EPA 300.1, Teil A und Teil B	22
5.4.2	Konstantes Na ₂ CO ₃ /NaHCO ₃ -Verhältnis unter ISO 10304, Teil 1. und Teil 4. - Bedingungen	23
5.4.3	Variation NaHCO ₃ bei konstantem Na ₂ CO ₃	25
5.4.4	Variation Na ₂ CO ₃ bei konstantem NaHCO ₃	26
5.4.5	Variation NaOH bei konstantem Na ₂ CO ₃	28
5.5	Variation mit organischem Modifier	29
5.5.1	Variation der Acetonkonzentration	29
5.5.2	Variation der Methanolkonzentration	31
5.5.3	Variation der Acetonitrilkonzentration	33
5.6	Bestimmung von Standardanionen und Oxyhalogeni- den (Chlorit, Bromat, Chlorat) in Mineralwasserproben gemäss ISO 10304, Teil 1. und Teil 4.	34
5.6.1	Schnelle Version	34
5.6.2	Verbesserte Matrixkompatibilität	35
5.7	Bestimmung von Standardanionen, Oxohalogeniden (Chlorit, Bromat, Chlorat) und Dichloracetaten in Mine- ralwasserproben nach US EPA 300.1, Teil A und Teil B ..	36
5.7.1	Schnelle Version	36
5.7.2	Verbesserte Matrixkompatibilität	37

6	Problembehandlung	39
6.1	Regeneration	39
6.2	Abnehmende Auflösung und asymmetrische Peaks	40
6.3	Instabile Retentionszeiten	41
6.4	Unbekannte Peaks	42
6.5	Steigender Rückdruck	42
7	Literatur	43
	Index	44

1 Allgemeine Informationen

Die Metrosep A Supp 20 ist eine Hochleistungstrennsäule und eignet sich besonders für die Bestimmung von anorganischen Anionen und Desinfektionsnebenprodukten wie Chlorit, Bromat und Chlorat mit chemischer und sequenzieller Suppression. Aufgrund ihrer hohen Kapazität kann die Metrosep A Supp 20 problemlos Proben mit hoher Ionenstärke und grossen Konzentrationsschwankungen verarbeiten. Die hervorragende Peaksymmetrie und die hohe Anzahl theoretischer Böden ermöglichen einen universellen Einsatz in der Ionenchromatographie.

1.1 Bestellinformationen

Tabelle 1 Trennsäulen

Bestellnummer	Bezeichnung
6.01035.420	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0
6.01035.430	Metrosep A Supp 20 - 250/4.0

Tabelle 2 Vorsäule

Bestellnummer	Bezeichnung
6.01035.500	Metrosep A Supp 20 Guard/4.0

1.2 Technische Spezifikationen

Säulenmaterial Hydrophilisiertes Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer mit quartären Ammoniumgruppen

Partikelgrösse 4.6 µm

Abmessungen

Bestellnummer	Abmessungen
6.01035.420	150 x 4.0 mm
6.01035.430	250 x 4.0 mm

pH-Bereich Eluent 0 ... 14

pH-Bereich Probe 0 ... 14

Temperaturbereich 10 ... 70 °C

Empfohlene Standardtemperatur 30 °C



<i>Maximaler Druck</i>	Bestellnummer	Maximaler Druck	
	6.01035.420	25 MPa (250 bar)	
	6.01035.430	25 MPa (250 bar)	
<i>Flussrate</i>	Bestellnummer	Empfohlene Flussrate	Maximale Flussrate
	6.01035.420	0.85 mL/min	1.50 mL/min
	6.01035.430	0.75 mL/min	1.20 mL/min
<i>Standardeluent</i>	5.6 mmol/L Natriumcarbonat (Na ₂ CO ₃) und 3.1 mmol/L Natriumhydrogencarbonat (NaHCO ₃)		
<i>Erlaubte organische Zusätze</i>	0 ... 100 % Acetonitril, Aceton und Methanol		
<i>Kapazität</i>	Bestellnummer	Kapazität	
	6.01035.420	187 µmol (Cl ⁻)	
	6.01035.430	312 µmol (Cl ⁻)	
<i>Vorbereitung</i>	Die Säule mit einem Flussgradienten innerhalb von 5 Minuten auf den Standardfluss einstellen. Anschliessend warten, bis die Basislinie gegeben ist.		
<i>Aufbewahrung</i>	Die Säule im Standardeluenten und bei 4 ... 30 °C aufbewahren.		
<i>Typischer Druck</i>	Für Säulen mit einer Vorsäule unter Standardbedingungen mit chemischer Suppression:		
	Bestellnummer	Typischer Druck	
	6.01035.420	15 MPa	
	6.01035.430	18 MPa	
<i>Säulengehäuse</i>	Intelligente Säule mit Chip, sogenannte iColumn aus PEEK		
<i>Anwendung</i>	Bestimmung von anorganischen Anionen und Desinfektionsnebenprodukten wie Chlorit, Bromat und Chlorat mit chemischer und sequenzieller Suppression		

2 Allgemeines ABC des Arbeitens mit Trennsäulen

<i>Aufbewahrung</i>	Sobald sich der Rückdruck im Ionenchromatographen abgebaut hat, die Säule bei Umgebungstemperatur ausbauen. Die Säule beidseitig mit den originalen Gewindestopfen (6.2744.060) verschliessen. Die Säule im Standardeluenten und bei 4 ... 30 °C aufbewahren.
<i>Bakterienwachstum</i>	<p>Bakterienwachstum verschlechtert die Chromatographie signifikant und zerstört Trennsäulen. Sehr viele chromatographische Probleme sind auf den Bewuchs mit Algen, Bakterien und Pilzen zurückzuführen.</p> <p>Um Bakterienwachstum zu verhindern, Eluenten, Spüllösungen und Regenerierlösungen immer frisch ansetzen. Keine Lösungen verwenden, die länger nicht gebraucht wurden. Metrohm empfiehlt, alle Gefässe vor dem Befüllen wie folgt zu reinigen:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Gründlich mit hochreinem und UV-behandeltem Wasser (> 18.2 MΩ) spülen. 2. Mit einem Acetonitril-Wasser-Gemisch ausschwenken. 3. Nochmals mit Reinstwasser spülen. <p>Falls sich trotz dieser Vorsichtsmassnahmen Bakterien oder Algen bilden, dem Eluenten 5 % Methanol, Acetonitril oder Aceton zusetzen. Dies ist aber nur möglich, falls <i>keine Membransuppressoren</i> verwendet werden. Organische Lösungsmittel können Membransuppressoren zerstören. Die Metrohm Suppressor Modules (MSM, MSM-HC und MSM-LC) sind 100 % lösungsmittelbeständig.</p>
<i>Chemikalienqualität</i>	Sämtliche Chemikalien müssen mindestens die Qualität p.a. oder puriss. aufweisen. Standardlösungen müssen speziell für die Ionenchromatographie geeignet sein.
<i>Chemischer Stress</i>	Obwohl viele Trennphasen von der Spezifikation her einen grossen pH-Bereich abdecken, bedeutet das nicht, dass sie chemisch inert sind. Trennsäulen erreichen die längste Lebensdauer unter konstanten chemischen Bedingungen. Eine Säule darf niemals austrocknen und muss immer gut verschlossen sein.
<i>CO₂</i>	Kohlendioxid aus der Luft beeinflusst das Carbonat-Hydrogencarbonat-Gleichgewicht im Eluenten. Der Eluent wird mit der Zeit schwächer. Um das zu vermeiden, die Eluentenflasche immer mit einem CO ₂ -Adsorber mit dem Adsorbermaterial Natronkalk (Soda Lime) ausrüsten.

- sig eine Vorsäule verwenden. Die Vorsäule während der Lebensdauer der analytischen Säule 3 ... 4 Mal ersetzen. Alternativ zu Probenvorbereitungskartuschen bieten sich Metrohm Inline-Probenvorbereitungstechniken an, z. B. für die Neutralisation alkalischer Proben.
- Pulsationsdämpfer* Immer einen Pulsationsdämpfer (6.2620.150) verwenden. V.a. die Polyvinylalkohol-Säulen vor kurzen Druckstössen, die beim Schalten der Ventile entstehen, schützen. Dies ist bei der Verwendung des Pulsationsdämpfers (6.2620.150), der in den Ionenchromatographen von Metrohm bereits eingebaut ist, gewährleistet.
- Regenerieren von Trennsäulen* Falls Trennsäulen mit sauberen Eluenten betrieben und mit partikelfreien Proben beladen werden, dann ist in der Regel eine sehr lange Lebensdauer zu erwarten. Eine Regeneration der Säule ist dann nicht erforderlich und nach einer Vielzahl von Injektionen auch nicht mehr möglich.
- Falls dennoch der Säulendruck ansteigt oder die Trennleistung nachlässt, die angegebenen Regenerationsschritte durchführen. Die Regeneration ausserhalb der analytischen Linie durchführen. Zur Regeneration die Trennsäule direkt an die Pumpe anschliessen. Die Regenerierlösung durch die Säule direkt in den Abfallbehälter leiten. Die Trennsäule mit ausreichend frischem Eluenten spülen. Anschliessend die Trennsäule wieder einbauen.
- Stilllegen des Ionenchromatographen* Falls der Ionenchromatograph über längere Zeit (> 1 Woche) nicht betrieben wird, die Trennsäule ausbauen und mit den mitgelieferten Stopfen verschliessen. Den Ionenchromatographen inkl. allen 3 Suppressorkammern mit einem Methanol-Wasser-Gemisch (1:4) spülen. Die Trennsäule im auf dem Säulenmerkblatt verzeichneten Medium lagern. Falls auf dem Säulenmerkblatt nichts anderes erwähnt wird, die Säule bei 4 ... 30 °C lagern.
- Vor Inbetriebnahme den Ionenchromatographen zuerst mit Reinstwasser und anschliessend mit frischem Eluenten spülen. Die Trennsäule vor dem Einbau auf Umgebungstemperatur bringen. Anschliessend ggf. die Temperatur erhöhen.
- Spass* Ionenchromatographie soll Spass machen und nicht Ihre Nerven strapazieren. Metrohm setzt alles daran, dass Ihre IC-Systeme mit einem Minimum an Wartung und Kosten zuverlässig arbeiten. Metrosep-Trennsäulen stehen für Qualität, lange Lebensdauer und ausgezeichnete Resultate.
- Umweltschutz* Ein grosser Vorteil der Ionenchromatographie ist, dass meistens mit wässrigen Medien gearbeitet wird. Die in der Ionenchromatographie verwendeten Chemikalien sind deshalb weitestgehend ungiftig und belasten die Umwelt nicht. Falls mit Säuren, Basen, organischen Lösungsmitteln oder Schwermetallstandards gearbeitet wird, diese nach Gebrauch ordnungsgemäss entsorgen.

3 Eluentenherstellung

Metrohm empfiehlt, für die Standardherstellung und für die Eluentenherstellung Chemikalien von hohem Reinheitsgrad zu wählen.

3.1 Herstellung des Standardeluenten

Wie folgt vorgehen, um 2 L des Standardeluenten mit 3.1 mmol/L Natriumhydrogencarbonat und 5.6 mmol/L Natriumcarbonat herzustellen:

2 L Standardeluent herstellen

Zubehör

- Eluentenflasche (6.1608.120)
- Deckel (6.1602.200) ausgerüstet mit CO₂-Adsorber
- Reinstwasser
- Natriumcarbonat
- Natriumhydrogencarbonat

1 Die Eluentenflasche mehrmals mit Reinstwasser vorspülen.

2 2 L Reinstwasser in die Eluentenflasche füllen.

3 Das Reinstwasser entgasen.

Den Eluent-Degasser verwenden.

Falls kein Eluent-Degasser zur Verfügung steht, das Reinstwasser mit einer Vakuumpumpe während 5 ... 10 Minuten entgasen. Das Entgasen verhindert Probleme mit Luftblasen in der Hochdruckpumpe.

4

- 520.9 mg Natriumhydrogencarbonat abwägen.
- 1'187.1 mg Natriumcarbonat abwägen.
- Die abgewogenen Mengen Natriumhydrogencarbonat und Natriumcarbonat dem Reinstwasser zugeben.

5 Die Säule während 1 Stunde mit Eluent spülen.

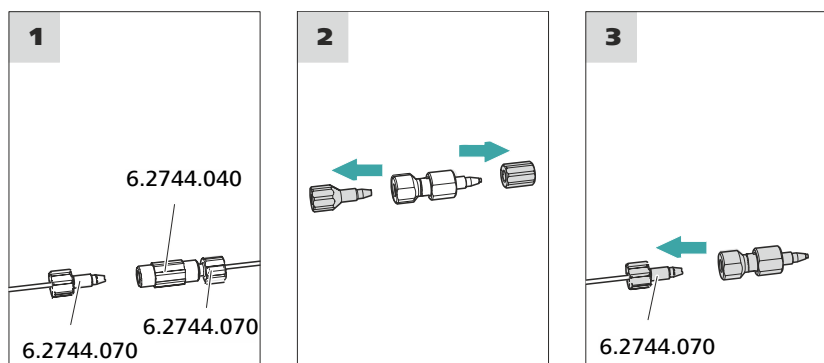
Mit diesem Eluenten (3.1 mmol/L Natriumhydrogencarbonat und 5.6 mmol/L Natriumcarbonat) und chemischer Suppression kann eine Hintergrundleitfähigkeit von weniger als 23 µS/cm erreicht werden. Typischerweise beträgt das Rauschen weniger als 0.2 nS/cm.

Zubehör

Für diesen Arbeitsschritt brauchen Sie das folgende Zubehör:

- Vorsäule (passend zur Trennsäule)

Vorsäule anschliessen



1 Kupplung entfernen

Die Kupplung (6.2744.040), die für die erste Inbetriebnahme zwischen der Säulen-Einlasskapillare und der Säulen-Auslasskapillare montiert wurde, entfernen.

2 Vorsäule vorbereiten

- Die Stopfen oder ggf. den Stopfen und die Verschlusskappe von der Vorsäule abschrauben.

3 Vorsäule anschliessen



VORSICHT

Achten Sie beim Einsetzen der Vorsäule immer darauf, dass diese gemäss der eingezeichneten Flussrichtung (falls angegeben) richtig eingesetzt wird.

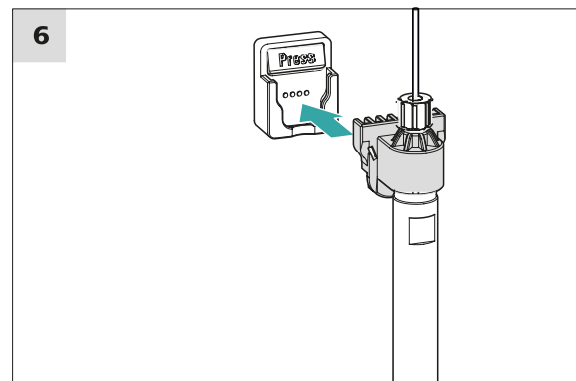
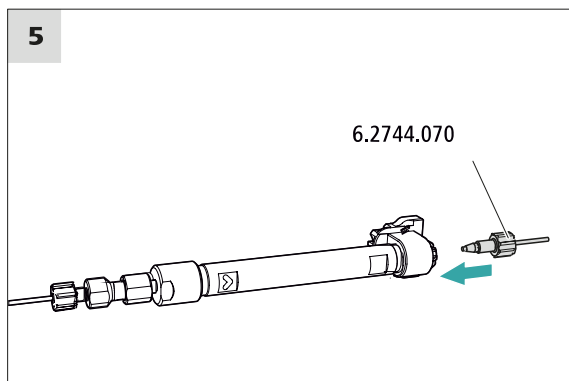
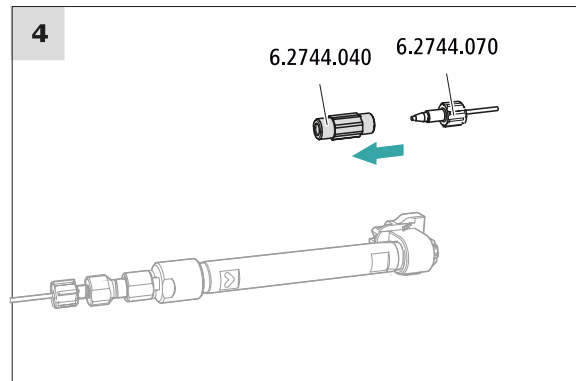
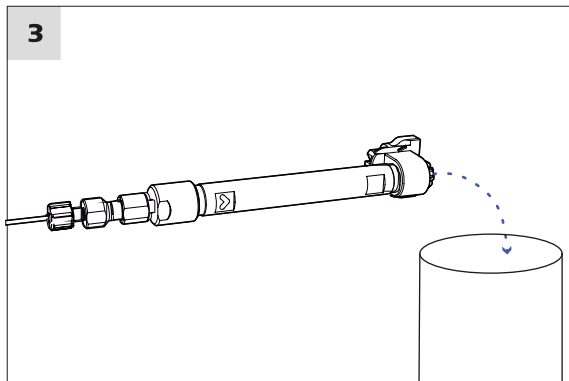
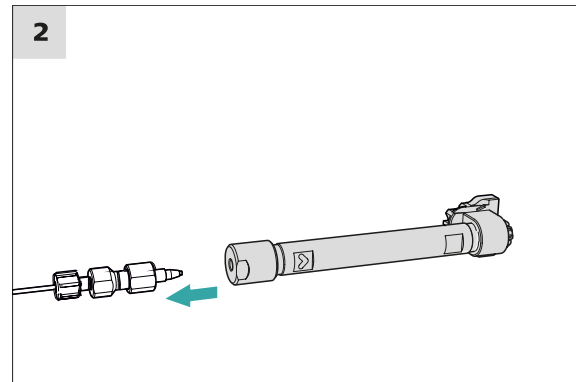
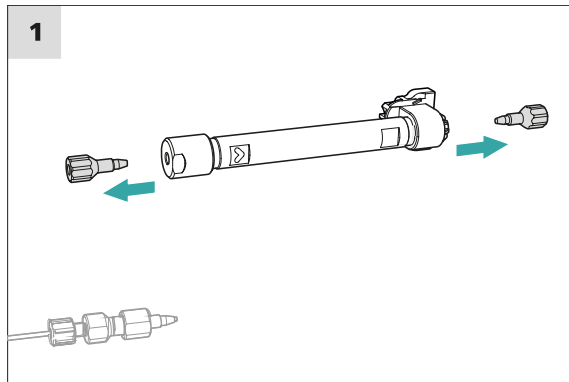
- Den Eingang der Vorsäule mit einer kurzen Druckschraube (6.2744.070) an der Säulen-Einlasskapillare befestigen.
- Falls die Vorsäule mit einer Verbindungskapillare an der Trennsäule angeschlossen wird, diese Verbindungskapillare mit einer Druckschraube am Ausgang der Vorsäule befestigen.

**VORSICHT**

Neue Trennsäulen sind mit Lösung gefüllt und beidseitig mit Stopfen verschlossen. Stellen Sie vor dem Einsetzen der Säule sicher, dass diese Lösung mit dem verwendeten Eluenten mischbar ist (Herstellerangaben beachten).

**HINWEIS**

Schliessen Sie die Trennsäule erst nach der ersten Inbetriebnahme des Geräts an. Setzen Sie bis dahin anstelle der Vorsäule und der Trennsäule eine Kupplung (6.2744.040) ein.



Trennsäule anschliessen

1 Stopfen entfernen

- Die Stopfen von der Trennsäule abschrauben.

2 Eingang der Trennsäule montieren



VORSICHT

Achten Sie beim Einsetzen der Säule immer darauf, dass diese gemäss der eingezeichneten Flussrichtung richtig eingesetzt wird.

Es gibt 3 Möglichkeiten:

- Den Säuleneinlass direkt auf die Vorsäule aufschrauben, oder
- falls die Vorsäule mit einer Verbindungskapillare an der Trennsäule angeschlossen wird: Den Säuleneinlass mit der PEEK-Druckschraube (6.2744.070) an der Auslasskapillare der Vorsäule anschliessen, oder
- falls keine Vorsäule verwendet wird (nicht empfohlen): Die Säuleneinlasskapillare mit einer kurzen Druckschraube (6.2744.070) am Eingang der Trennsäule befestigen.

3 Trennsäule spülen

- Ein Becherglas unter den Ausgang der Trennsäule stellen.
- In MagIC Net die manuelle Bedienung starten und die Hochdruckpumpe auswählen: **Manuell ► Manuelle Bedienung ► Pumpe**
 - **Fluss**: Schrittweise auf die im Säulenmerkblatt empfohlene Flussrate erhöhen.
 - **Ein**
- Die Trennsäule ca. 10 Minuten mit Eluent spülen.
- In der manuellen Bedienung von MagIC Net die Hochdruckpumpe wieder stoppen: **Aus**.

4 Kupplung entfernen

- Die Kupplung (6.2744.040) von der Säulen-Auslasskapillare entfernen.

5 Ausgang der Trennsäule montieren

- Die Säulen-Auslasskapillare mit einer kurzen PEEK-Druckschraube (6.2744.070) am Säulenauslass befestigen.

6 Trennsäule einsetzen

- Die Trennsäule mit dem Chip in den Säulenhalter einsetzen, bis sie hörbar einrastet.

Die Trennsäule wird jetzt von MagIC Net erkannt.

4.3 Konditionieren

In den folgenden Fällen muss das System so lange mit Eluent konditioniert werden, bis eine stabile Basislinie erreicht ist:

- Nach der Installation
- Nach jedem Einschalten des Geräts
- Nach jedem Eluentenwechsel



HINWEIS

Bei geänderter Zusammensetzung des Eluenten kann sich die Konditionierzeit deutlich verlängern.

System konditionieren

1 Software vorbereiten



VORSICHT

Achten Sie darauf, dass die eingestellte Flussrate nicht höher ist als die für die entsprechende Säule zulässige Flussrate (siehe Säulenmerkblatt und Chip-Datensatz).

- Das PC-Programm **MagIC Net** starten.
- In MagIC Net die Registerkarte **Equilibrierung** öffnen: **Arbeitsplatz ▶ Ablauf ▶ Equilibrierung**.
- Eine geeignete Methode auswählen (oder erstellen).
Siehe auch: *MagIC Net Tutorial* und Online-Hilfe.

2 Gerät vorbereiten

- Überprüfen, ob die Säule gemäss der auf dem Aufkleber eingezeichneten Flussrichtung richtig eingesetzt ist (Pfeil muss in Flussrichtung zeigen).
- Überprüfen, ob der Eluent-Ansaugschlauch in den Eluenten eingetaucht ist und genügend Eluent in der Eluentenflasche vorhanden ist.

3 Equilibrierung starten

- In MagIC Net die Equilibrierung starten: **Arbeitsplatz ▶ Ablauf ▶ Equilibrierung ▶ Start HW**.

- Visuell kontrollieren, ob alle Kapillaren und deren Anschlüsse von der Hochdruckpumpe bis zum Detektor dicht sind. Wenn irgendwo Eluent austritt, dann die entsprechende Druckschraube stärker anziehen oder die Druckschraube lösen, das Kapillarende prüfen und ggf. mit dem Kapillarschneider kürzen und die Druckschraube wieder anziehen.

4 System konditionieren

Das System so lange mit Eluent spülen, bis die gewünschte Stabilität der Basislinie erreicht ist.

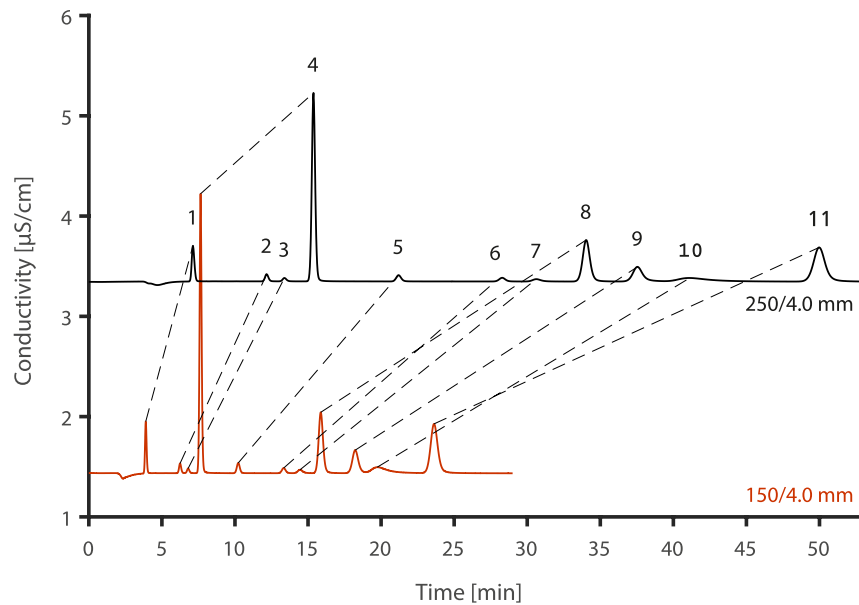
Das Gerät ist nun bereit für Probenmessungen.



5 Applikationen

5.1 Standardchromatogramm

- Säulen:*
- Metrosep A Supp 20 - 150/4.0
 - Metrosep A Supp 20 - 250/4.0
- Probenvorbereitung:* –
- Detektion:* Leitfähigkeit
- Suppression:*
- 150/4.0: sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS
 - 250/4.0: sequenzielle Suppression mit MSM-HC A und MCS
- Temperatur:* 30 °C
- Loop:* 50 µL
- Flussrate:*
- 150/4.0: 0.85 mL/min
 - 250/4.0: 0.75 mL/min
- Eluent:* 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃



Metrosep A Supp 20 - xxx/4.0	mg/L
1 Fluorid	0.1
2 Chlorit	0.1

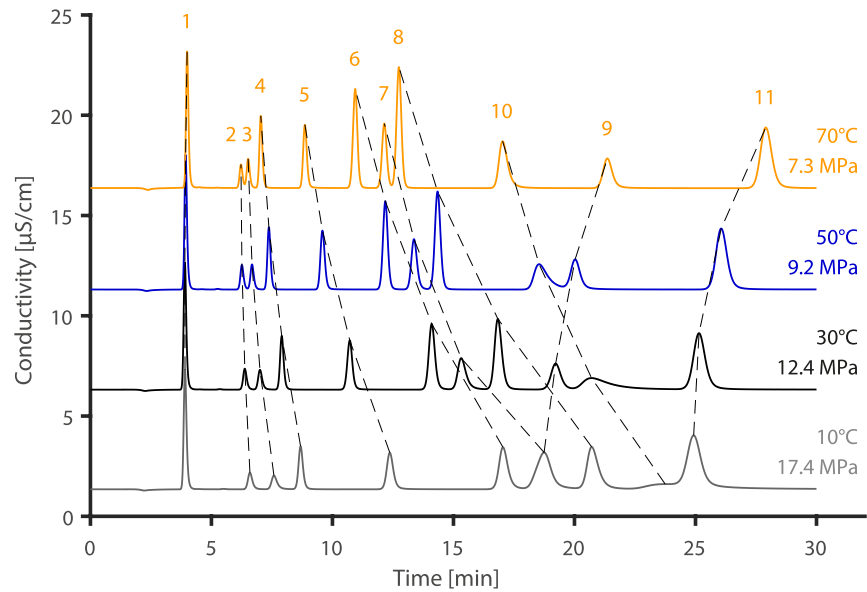


	Metrosep A Supp 20 - xxx/4.0	mg/L
3	Bromat	0.1
4	Chlorid	1
5	Nitrit	0.1
6	Bromid	0.1
7	Chlorat	0.1
8	Nitrat	1
9	Phosphat	1
10	Dichloroacetat	1
11	Sulfat	1

5.2 Temperatureinfluss

US EPA 300.1, Teil A und Teil B

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS
<i>Temperatur:</i>	10 ... 70 °C
<i>Loop:</i>	50 µL
<i>Flussrate:</i>	0.85 mL/min
<i>Eluent:</i>	3.1 mmol/L NaHCO ₃ , 5.6 mmol/L Na ₂ CO ₃



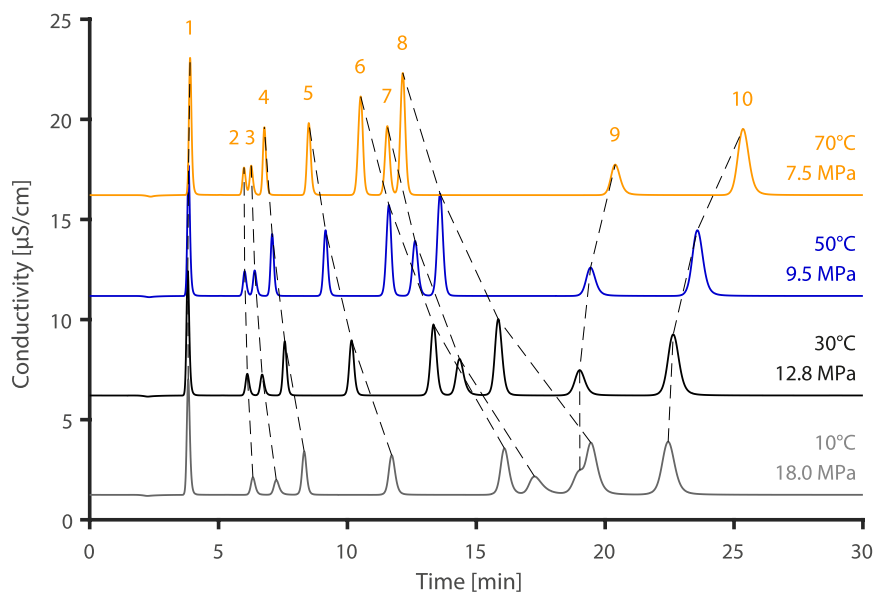
Metrosep A Supp 20 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Dichloroacetat	10
11	Sulfat	5

Die Metrosep A Supp 20 kann bei Temperaturen von 10 ... 70 °C verwendet werden. Die Retentionszeiten der einwertigen Anionen nehmen mit steigender Temperatur ab. Bei höheren Temperaturen verschlechtert sich die Trennung zwischen Chlorit und Bromat, während sich die Trennung zwischen Bromid und Chlorat verbessert. Daher ist 30 °C die optimale Temperatur für diese Anwendung. Die Retentionszeiten von Phosphat und Sulfat nehmen mit steigender Temperatur deutlich zu. Bei 10 °C sind Phosphat und Chlorat nicht komplett getrennt. Dichloroacetat rückt mit steigender Temperatur an den Anfang des Chromatogramms: Bei 10 °C eluiert es knapp vor Sulfat, während es bei 70 °C zwischen Nitrat und Phosphat eluiert und der Peak deutlich höher ist.

Die Erhöhung der Temperatur bewirkt auch eine deutliche Verringerung des Säulenrückdrucks. Bei 70 °C ist der Rückdruck nur noch ca. 7.3 MPa, wohingegen der Säulenrückdruck bei 10 °C mehr als doppelt so hoch ist (17.8 MPa).

DIN ISO 10304, Teil 1. und Teil 4.

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS
<i>Temperatur:</i>	10 ... 70 °C
<i>Loop:</i>	50 µL
<i>Flussrate:</i>	0.85 mL/min
<i>Eluent:</i>	1.6 mmol/L NaHCO ₃ , 6.5 mmol/L Na ₂ CO ₃



Metrosep A Supp 20 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2
4	Chlorid	1



Metrosep A Supp 20 - 150/4.0		mg/L
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Sulfat	5

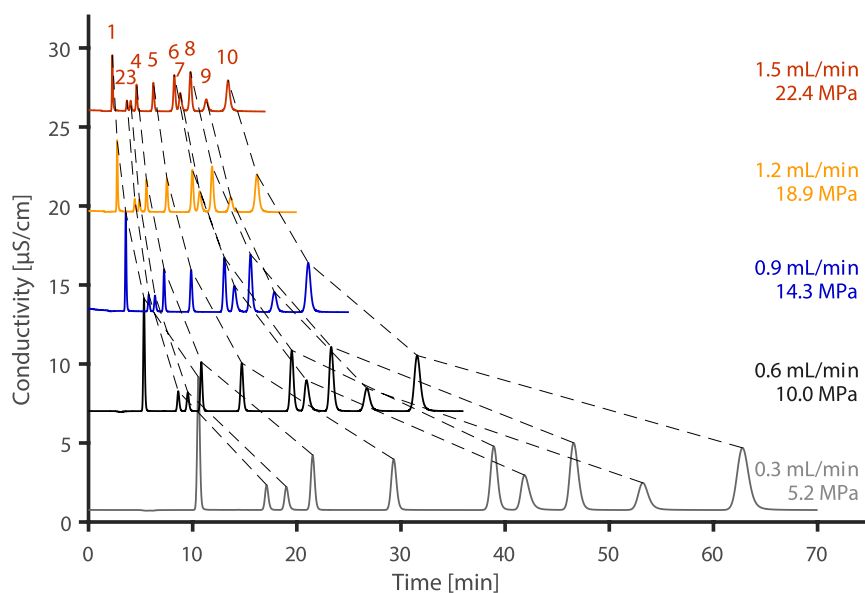
Das Verhalten der Temperaturänderung unter ISO 10304, Teil 1. und Teil 4. ist dem unter EPA 300.1, Teil A und Teil B sehr ähnlich. Bei niedrigen Temperaturen koeluieren Nitrat und Phosphat, während bei hohen Temperaturen Chlorat sehr nahe an Nitrat liegt. Daher ist 25 ... 30 °C die optimale Temperatur für diese Anwendung. Bei höheren Temperaturen rückt der Carbonatpeak Richtung Bromid und Chlorat, was die Quantifizierung von Chlorat stören kann.

5.3 Variation der Eluentendurchflussrate

Metrosep A Supp 20 - 150/4.0

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	50 µL
<i>Flussrate:</i>	0.3 ... 1.5 mL/min
<i>Eluent:</i>	1.6 mmol/L NaHCO ₃ , 6.5 mmol/L Na ₂ CO ₃





Metrosep A Supp 20 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Sulfat	5

Die Metrosep A Supp 20 - 150/4.0 kann mit einem Durchfluss von bis zu 1.5 mL/min betrieben werden. Mit steigendem Durchfluss werden alle Ionen gleichmässig beschleunigt, wobei Sulfat bei 1.5 mL/min in weniger als 15 Minuten eluiert. Der Druck steigt nahezu proportional zum Durchfluss. Aufgrund der höheren Flussrate verkürzt sich die Verweilzeit der Analyten im Detektor, was zu kleineren Peakflächen führt. Die Metrosep A Supp 20 - 250/4.0 kann mit einem maximalen Fluss von 1.2 mL/min betrieben werden.



5.4 Variation des Eluenten

5.4.1 Konstantes $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ -Verhältnis unter unter EPA 300.1, Teil A und Teil B

Säule: Metrosep A Supp 20 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS

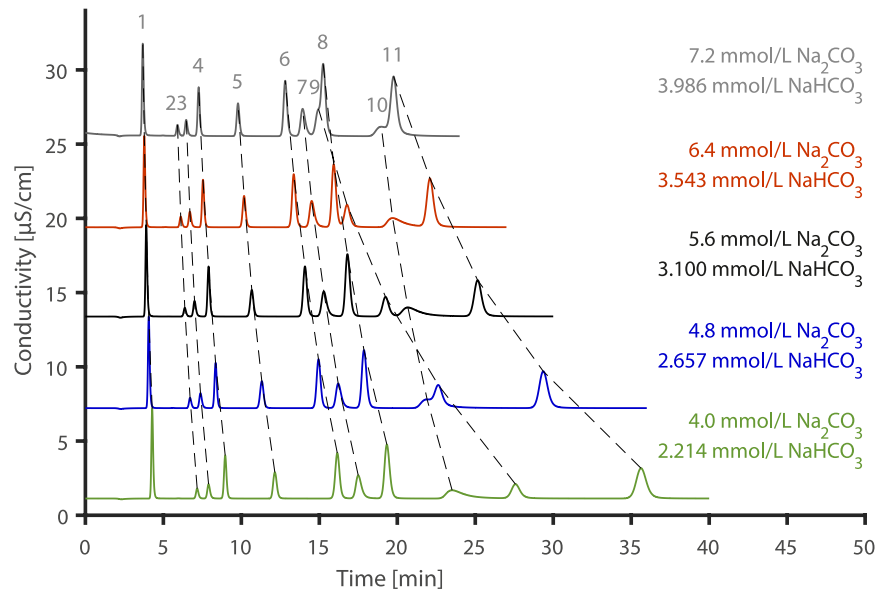
Temperatur: 30 °C

Loop: 50 μL

Flussrate: 0.85 mL/min

Eluent:

- 2.214 mmol/L NaHCO_3 , 4.0 mmol/L Na_2CO_3
- 2.657 mmol/L NaHCO_3 , 4.8 mmol/L Na_2CO_3
- 3.100 mmol/L NaHCO_3 , 5.6 mmol/L Na_2CO_3
- 3.543 mmol/L NaHCO_3 , 6.4 mmol/L Na_2CO_3
- 3.986 mmol/L NaHCO_3 , 7.2 mmol/L Na_2CO_3



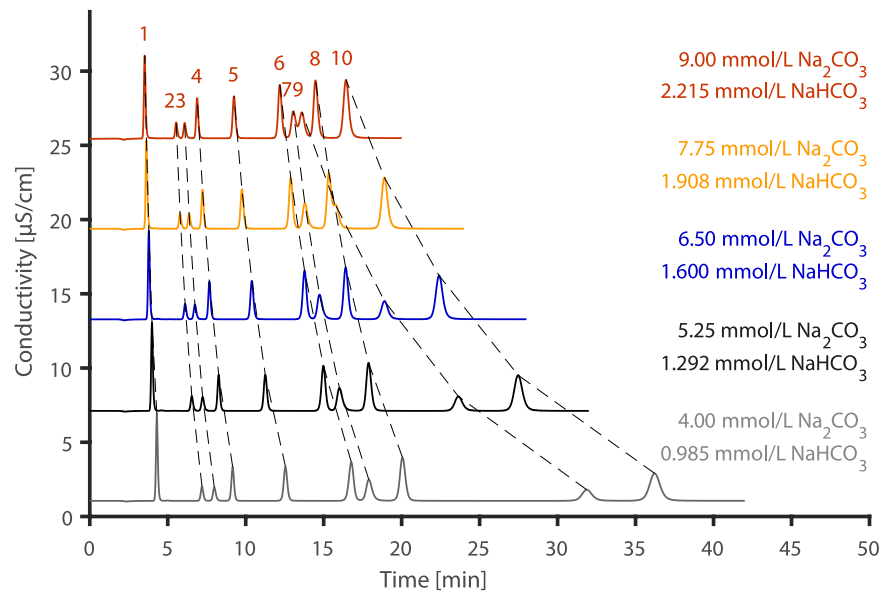
	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0	mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Dichloroacetat	10
11	Sulfat	5

Mit steigender Eluentenkonzentration werden alle Anionen deutlich beschleunigt. Die einwertigen Anionen reagieren dabei weniger stark als die mehrwertigen Anionen wie Phosphat und Sulfat. Folglich eluiert Phosphat bei hohen Eluentenkonzentrationen (3.986 mmol/L NaHCO₃, 7.2 mmol/L Na₂CO₃) kurz vor Nitrat, während Sulfat zusammen mit Dichloroacetat eluiert. Bei den einwertigen Anionen ändern sich die Selektivitäten mit der Änderung der Eluentenstärke nicht wesentlich. Eine Eluentenzusammensetzung von 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃ gilt als optimale Bedingung für die Anwendung EPA 300.1, Teil A und Teil B.

5.4.2 Konstantes Na₂CO₃/NaHCO₃-Verhältnis unter ISO 10304, Teil 1. und Teil 4. - Bedingungen

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	50 µL
<i>Flussrate:</i>	0.85 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 0.985 mmol/L NaHCO ₃ , 4.00 mmol/L Na ₂ CO ₃ B) 1.292 mmol/L NaHCO ₃ , 5.25 mmol/L Na ₂ CO ₃

- C) 1.600 mmol/L NaHCO₃, 6.50 mmol/L Na₂CO₃
 D) 1.908 mmol/L NaHCO₃, 7.75 mmol/L Na₂CO₃
 E) 2.215 mmol/L NaHCO₃, 9.00 mmol/L Na₂CO₃



Metrosep A Supp 20 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Sulfat	5

Eine steigende Eluentenkonzentration führt zu kürzeren Chromatogrammen, da alle Anionen schneller eluiert werden. Dabei reagieren die mehrwertigen Anionen Phosphat und Sulfat stärker als die einwertigen Anionen. Dies kann zu Koelutionen führen: Bei starkem Eluent eluiert Phosphat zwischen Chlorat und Nitrat, Sulfat eluiert unmittelbar nach Nitrat. Bei niedrigen Eluentenkonzentrationen hingegen sind die Peaks gut aufgelöst und die Chromatogrammdauer erhöht sich auf fast 40 Minuten. Eine Eluentenzusammensetzung von 1.6 mmol/L NaHCO₃, 6.5 mmol/L

Na_2CO_3 gilt als optimale Bedingung für die Anwendung nach ISO 10304, Teil 1. und Teil 4.

5.4.3 Variation NaHCO_3 bei konstantem Na_2CO_3

Säule: Metrosep A Supp 20 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

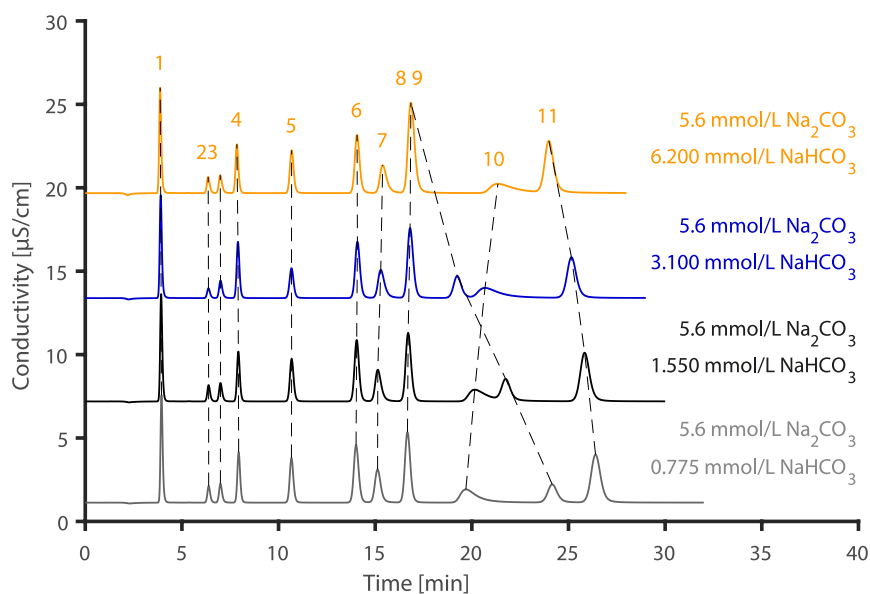
Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS

Temperatur: 30 °C

Loop: 50 μL

Flussrate: 0.85 mL/min

Eluent:
 A) 0.775 mmol/L NaHCO_3 , 5.6 mmol/L Na_2CO_3
 B) 1.550 mmol/L NaHCO_3 , 5.6 mmol/L Na_2CO_3
 C) 3.100 mmol/L NaHCO_3 , 5.6 mmol/L Na_2CO_3
 D) 6.200 mmol/L NaHCO_3 , 5.6 mmol/L Na_2CO_3



Metrosep A Supp 20 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2



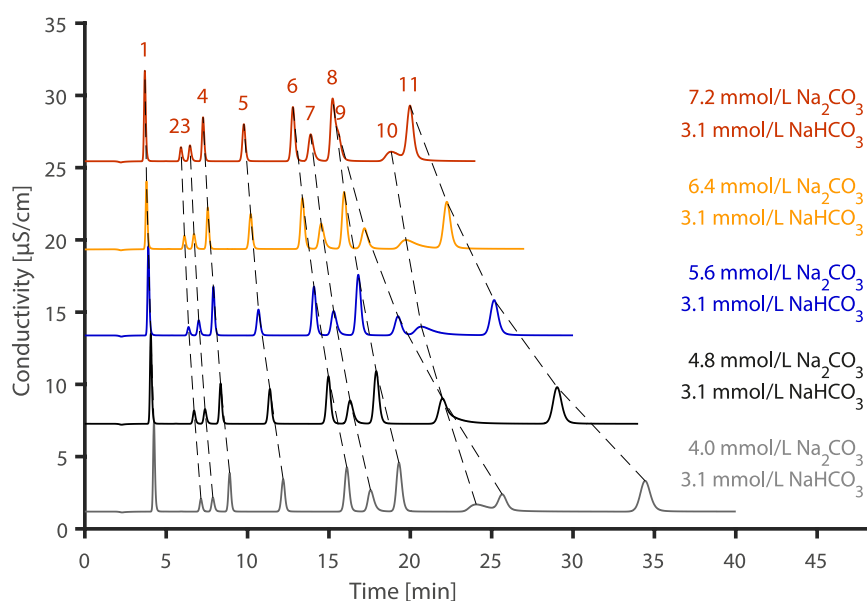
Metrosep A Supp 20 - 150/4.0		mg/L
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Dichloroacetat	10
11	Sulfat	5

Die Wirkung von Natriumhydrogencarbonat auf das Chromatogramm hängt hauptsächlich vom pH-Wert des Eluenten ab. Die Elutionskraft von Natriumhydrogencarbonat ist weitaus geringer als die Elutionskraft von Natriumcarbonat. Mit steigendem Natriumhydrogencarbonatgehalt verschiebt sich der pH-Wert des Eluenten in den saureren Bereich. Dies wirkt sich auf die mehrwertigen Anionen Phosphat und Sulfat aus. Insbesondere Phosphat wird an den Anfang des Chromatogramms verschoben, da seine effektive Ladung bei einem niedrigeren pH-Wert des Eluenten reduziert wird. Bei 6.2 mmol/L NaHCO_3 eluiert Phosphat unter Nitrat während es bei 0.775 mmol/L Na_2CO_3 zwischen Dichloroacetat und Sulfat eluiert. Dichloroacetat eluiert bei niedrigem pH-Wert etwas später.

5.4.4 Variation Na_2CO_3 bei konstantem NaHCO_3

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	50 µL
<i>Flussrate:</i>	0.85 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 3.1 mmol/L NaHCO_3 , 4.0 mmol/L Na_2CO_3 B) 3.1 mmol/L NaHCO_3 , 4.8 mmol/L Na_2CO_3 C) 3.1 mmol/L NaHCO_3 , 5.6 mmol/L Na_2CO_3 D) 3.1 mmol/L NaHCO_3 , 6.4 mmol/L Na_2CO_3



E) 3.1 mmol/L NaHCO₃, 7.2 mmol/L Na₂CO₃

	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0	mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Dichloroacetat	10
11	Sulfat	5

Natriumcarbonat hat eine starke Elutionskraft und beeinflusst die Retentionszeiten aller Anionen erheblich. Dabei reagieren Phosphat und Sulfat am stärksten. Mit steigender Natriumcarbonatkonzentration nehmen die Retentionszeiten aller Anionen ab. Aufgrund der starken Elutionskraft ist das Verhalten in dieser Einstellung dem in Kapitel 5.4.1 sehr ähnlich (*siehe Kapitel 5.4.1, Seite 22*): Bei hohen Natriumcarbonatkonzentrationen liegt Phosphat unter Nitrat und Dichloroacetat koeluiert mit Sulfat, während bei niedrigen Natriumkonzentrationen Phosphat mit Dichloroacetat koeluiert.



5.4.5 Variation NaOH bei konstantem Na₂CO₃

Säule: Metrosep A Supp 20 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS

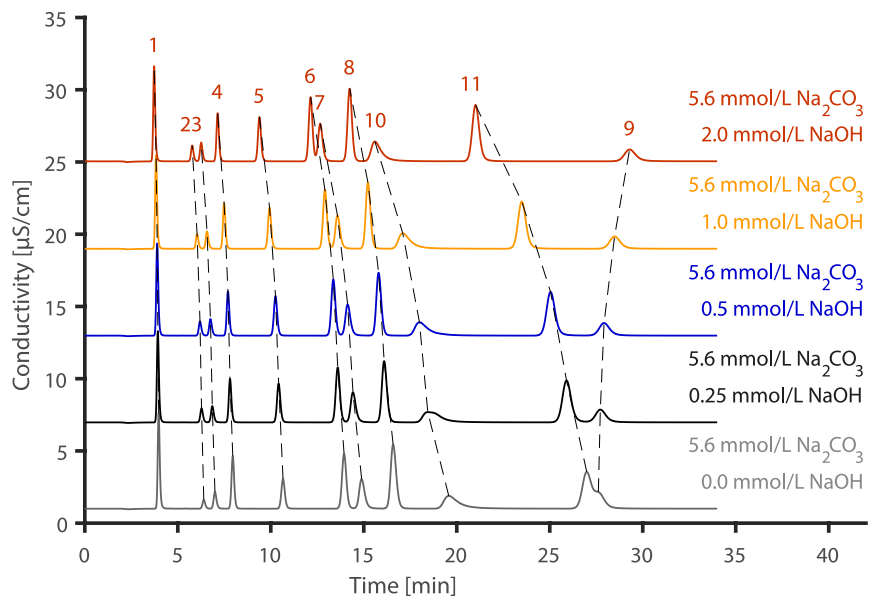
Temperatur: 30 °C

Loop: 50 µL

Flussrate: 0.85 mL/min

Eluent:

- A) 0.00 mmol/L NaOH, 5.6 mmol/L Na₂CO₃
- B) 0.25 mmol/L NaOH, 5.6 mmol/L Na₂CO₃
- C) 0.50 mmol/L NaOH, 5.6 mmol/L Na₂CO₃
- D) 1.00 mmol/L NaOH, 5.6 mmol/L Na₂CO₃
- E) 2.00 mmol/L NaOH, 5.6 mmol/L Na₂CO₃



Metrosep A Supp 20 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2

	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0	mg/L
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Dichloroacetat	10
11	Sulfat	5

Anstelle von Natriumhydrogencarbonat als Elutionskomponente kann auch Natriumhydroxid im Eluent verwendet werden. Dadurch verschiebt sich der pH-Wert des Eluenten in einen alkalischeren Bereich. Mit steigender Natriumhydroxidkonzentration verkürzen sich die Retentionszeiten aller Anionen aufgrund des stärkeren Eluenten. Die einzige Ausnahme bildet Phosphat, dessen effektive Ladung bei einem höheren pH-Wert des Eluenten zunimmt. Bei einem höheren pH-Wert des Eluenten reduziert sich die Auflösung zwischen Bromid und Chlorat.

5.5 Variation mit organischem Modifizier

5.5.1 Variation der Acetonkonzentration

Säule: Metrosep A Supp 20 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS

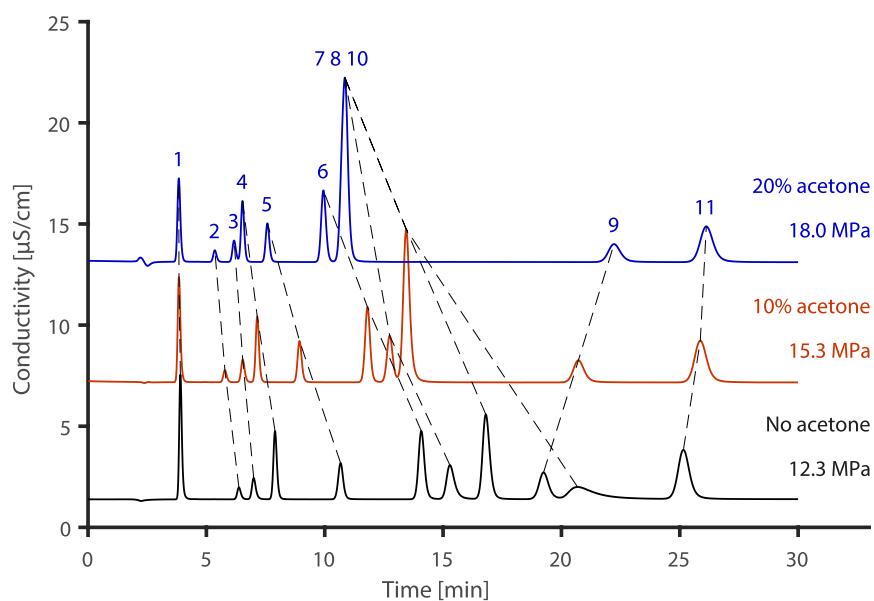
Temperatur: 30 °C

Loop: 50 µL

Flussrate: 0.85 mL/min

Eluent:

- A) 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃, 0 % Aceton
- B) 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃, 10 % Aceton
- C) 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃, 20 % Aceton



	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0	mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Dichloroacetat	10
11	Sulfat	5

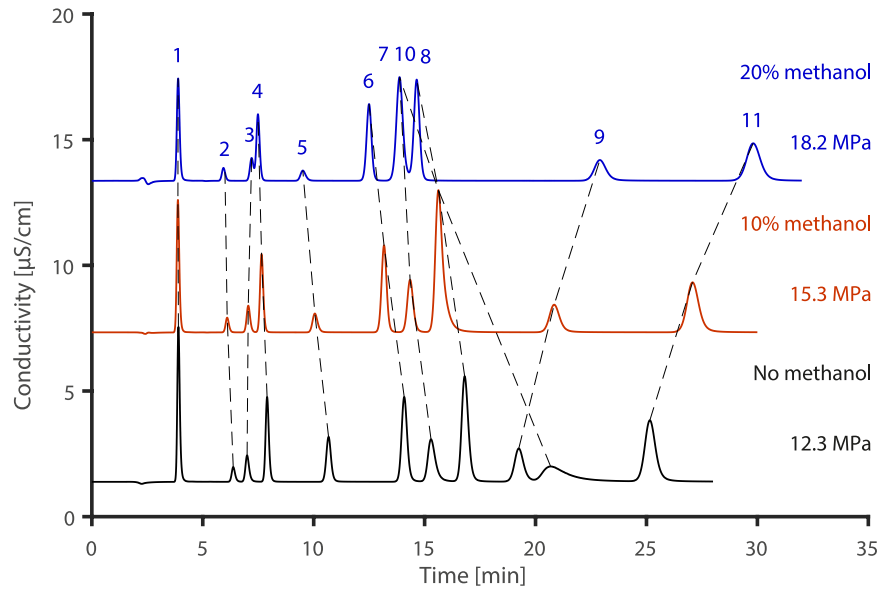
In einigen Fällen ist die Verwendung eines organischen Modifikators sinnvoll oder sogar notwendig. Anwendungsfälle für einen organischen Modifikator können sein:

- Die Stabilität des Eluenten gegenüber bakterieller Verunreinigung zu erhöhen.
- Organische Bestandteile einer Probe aus der Trennsäule auszuspülen und eine Verunreinigung der Säule zu vermeiden.
- Veränderung der Selektivität der Säule zur Optimierung der Trennung.
- Erhöhung der Ionisierbarkeit der Ionen bei IC-MS-Kopplungen.

Die Trennselektivität wird durch die Zugabe eines organischen Modifikators beeinflusst. Im Fall von Aceton eluieren alle einwertigen Anionen mit kürzeren Retentionszeiten, wenn Aceton vorhanden ist. Bei einem Acetonanteil von 10 % im Eluent wird Dichloracetat stark beschleunigt und koeluiert mit Nitrat. Ausserdem ist die Trennung zwischen Chlorat und Nitrat nicht ideal. Bei einem Acetonanteil von 20 % koeluiert alle drei Anionen (Chlorat, Nitrat und Dichloracetat) und die Trennung zwischen Bromat und Chlorid ist nicht ideal. Im Gegensatz zu den einwertigen Anionen reagieren die mehrwertigen Anionen Phosphat und Sulfat kaum auf die Zugabe von Aceton zum Eluent. Durch die Zugabe eines organischen Modifikators steigt die Eluentenviskosität in der Regel an, was zu einem höheren Rückdruck in der Säule führt. Bei der Zugabe von 20 % Aceton zum Eluenten steigt der Druck um ca. 50 %.

5.5.2 Variation der Methanolkonzentration

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	50 µL
<i>Flussrate:</i>	0.85 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 3.1 mmol/L NaHCO ₃ , 5.6 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 0 % Methanol B) 3.1 mmol/L NaHCO ₃ , 5.6 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 10 % Methanol C) 3.1 mmol/L NaHCO ₃ , 5.6 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 20 % Methanol



Metrosep A Supp 20 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2
6	Bromid	5
7	Chlorat	4
8	Nitrat	5
9	Phosphat	5
10	Dichloroacetat	10
11	Sulfat	5

Die Zugabe von Methanol zum Eluenten hat eine sehr ähnliche Wirkung wie die Zugabe von Aceton. Alle einwertigen Anionen eluieren früher, während die mehrwertigen Anionen kaum beeinflusst werden. Bei 10 % Methanol ist Dichloroacetat im Nachlauf des Nitratpeaks. Bei einer Erhöhung auf 20 % Methanol koeluiert Dichloroacetat mit Chlorat und Bromat verschiebt sich in den Chloridpeak. In Bezug auf den Druck ist bei der Zugabe von 20 % Methanol zum Eluenten mit einem Anstieg von ca. 50 % zu rechnen.

5.5.3 Variation der Acetonitrilkonzentration

Säule: Metrosep A Supp 20 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

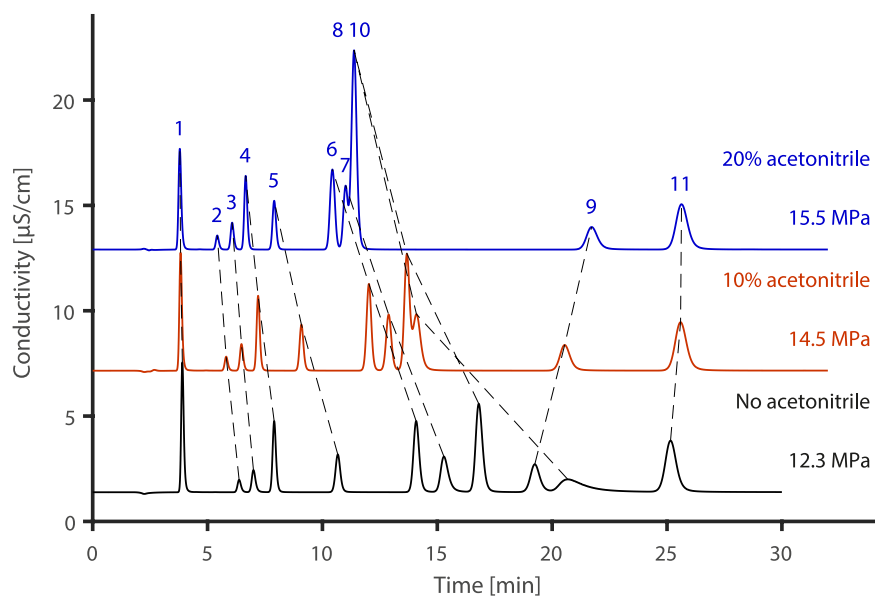
Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS

Temperatur: 30 °C

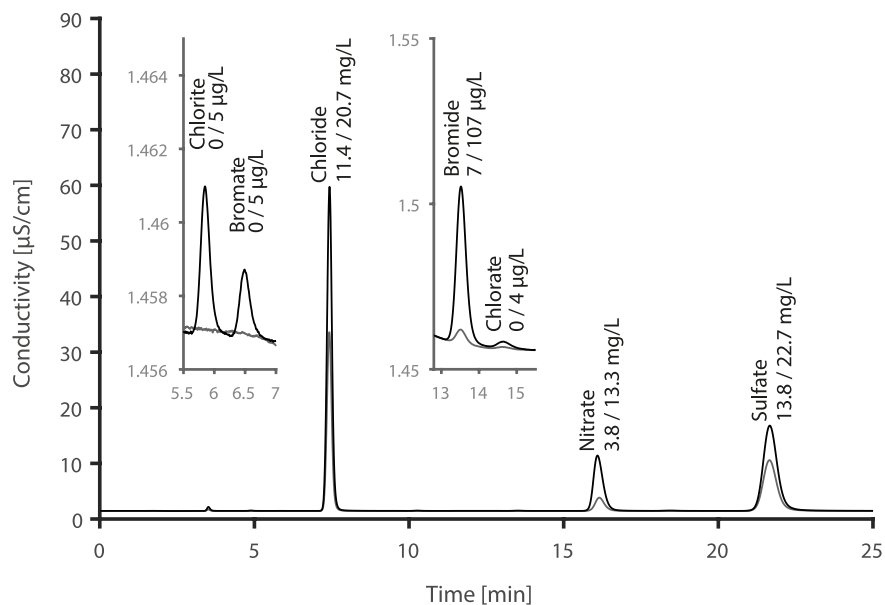
Loop: 50 µL

Flussrate: 0.85 mL/min

Eluent:
 A) 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃, 0 % Acetonitril
 B) 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃, 10 % Acetonitril
 C) 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃, 20 % Acetonitril



	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0	mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorit	1
3	Bromat	2
4	Chlorid	1
5	Nitrit	2



Das graue Chromatogramm entspricht einer direkt injizierten Mineralwasserprobe. Das schwarze Chromatogramm zeigt dieselbe Probe, angereichert mit 10 mg/L Chlorid, Nitrat und Sulfat, 1 mg/L Phosphat, 100 µg/L Fluorid, Nitrit und Bromid sowie 5 µg/L Chlorit, Bromat und Chlorat. Unter den gegebenen Bedingungen können Probenmatrizen mit bis zu 250 mg/L Chlorid, 50 mg/L Nitrat, 250 mg/L Sulfat und 300 mg/L Hydrogencarbonat analysiert werden.

5.6.2 Verbesserte Matrixkompatibilität

Säule: Metrosep A Supp 20 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS

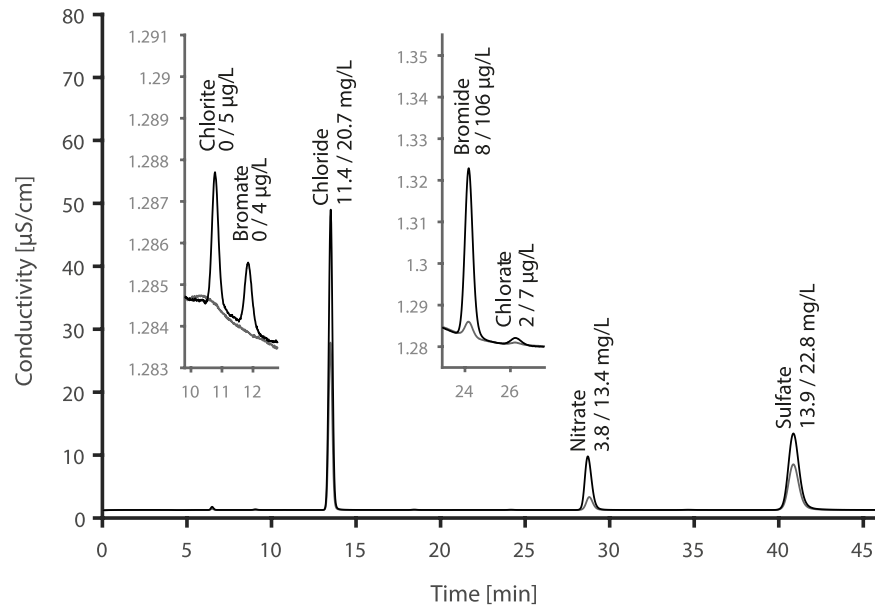
Temperatur: 30 °C

Loop: 50 µL

Flussrate: 0.75 mL/min

Eluent: 1.6 mmol/L NaHCO₃, 6.5 mmol/L Na₂CO₃

5.7 Bestimmung von Standardanionen, Oxohalogeniden (Chlorit, Bromat, Chlorat) und Dichloracetaten in Mineralwasserproben nach US EPA 300.1, Teil A und Teil B



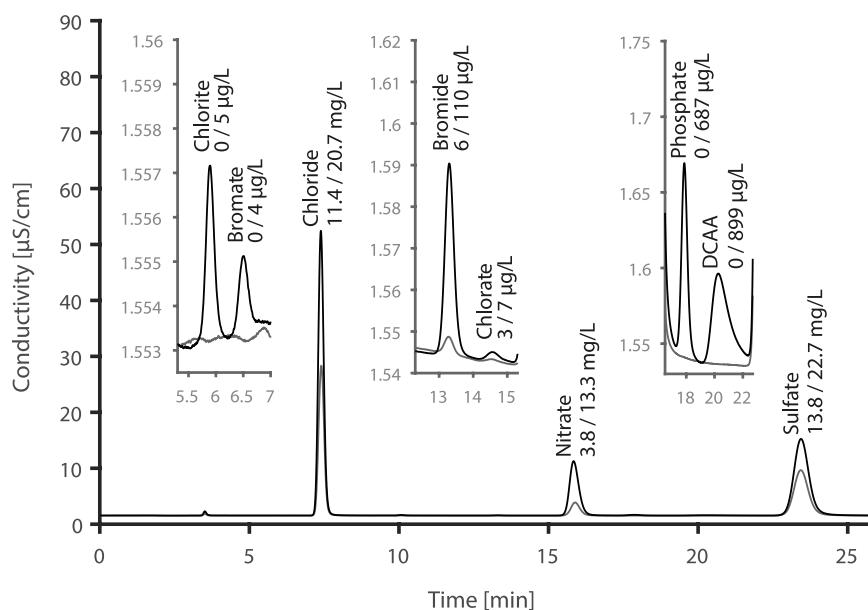
Das graue Chromatogramm entspricht einer direkt injizierten Mineralwasserprobe. Das schwarze Chromatogramm zeigt die gleiche Probe mit 10 mg/L Chlorid, Nitrat und Sulfat, 1 mg/L Phosphat, 100 µg/L Fluorid, Nitrit und Bromid und 5 µg/L Chlorit, Bromat und Chlorat. Unter den gegebenen Bedingungen können Probenmatrices mit bis zu 500 mg/L Chlorid, 100 mg/L Nitrat, 500 mg/L Sulfat und 300 mg/L Hydrogencarbonat analysiert werden.

5.7 Bestimmung von Standardanionen, Oxohalogeniden (Chlorit, Bromat, Chlorat) und Dichloracetaten in Mineralwasserproben nach US EPA 300.1, Teil A und Teil B

5.7.1 Schnelle Version

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 20 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	50 µL
<i>Flussrate:</i>	0.85 mL/min

Eluent: 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃



Das graue Chromatogramm entspricht einer direkt injizierten Mineralwasserprobe. Das schwarze Chromatogramm zeigt die gleiche Probe mit 10 mg/L Chlorid, Nitrat und Sulfat, 1 mg/L Phosphat und Dichloracetat, 100 µg/L Fluorid, Nitrit und Bromid und 5 µg/L Chlorit, Bromat und Chlorat. Unter den gegebenen Bedingungen können Probenmatrices mit bis zu 250 mg/L Chlorid, 50 mg/L Nitrat, 250 mg/L Sulfat und 300 mg/L Hydrogencarbonat analysiert werden.

5.7.2 Verbesserte Matrixkompatibilität

Säule: Metrosep A Supp 20 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM A und MCS

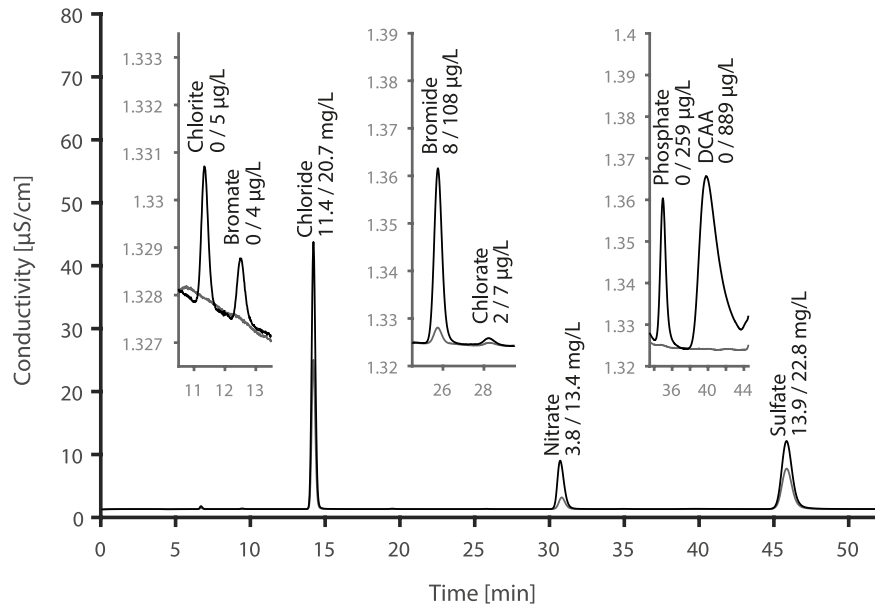
Temperatur: 30 °C

Loop: 50 µL

Flussrate: 0.75 mL/min

Eluent: 3.1 mmol/L NaHCO₃, 5.6 mmol/L Na₂CO₃

5.7 Bestimmung von Standardanionen, Oxohalogeniden (Chlorit, Bromat, Chlorat) und Dichloracetaten in Mineralwasserproben nach US EPA 300.1, Teil A und Teil B



Das graue Chromatogramm entspricht einer direkt injizierten Mineralwasserprobe. Das schwarze Chromatogramm zeigt die gleiche Probe mit 10 mg/L Chlorid, Nitrat und Sulfat, 1 mg/L Phosphat und Dichloracetat, 100 µg/L Fluorid, Nitrit und Bromid und 5 µg/L Chlorit, Bromat und Chlorat. Unter den gegebenen Bedingungen können Probenmatrixes mit bis zu 500 mg/L Chlorid, 100 mg/L Nitrat, 500 mg/L Sulfat und 300 mg/L Hydrogencarbonat analysiert werden.

6 Problembehandlung

6.1 Regeneration



VORSICHT

Die Säule nicht präventiv regenerieren!

Jede Regeneration bedeutet Stress für die Trennsäule und verkürzt ihre Lebensdauer *siehe "Regenerieren von Trennsäulen", Seite 5.*

Problem

- Der Rückdruck steigt an.
- Doppelpeaks treten auf.
- Tailing-Effekte treten auf.
- Die Retentionszeiten verkürzen sich.
- Die Auflösung verschlechtert sich.

Behebung

Trennsäule regenerieren

Falls oben genannte Probleme auftreten, dann zuerst die Vorsäule ersetzen. Falls diese Massnahme nicht hilft, die Trennsäule wie folgt regenerieren.

1 Trennsäule vom IC-System trennen

Den Ausgang der Trennsäule von folgenden Funktionseinheiten wie Suppressor oder dem Detektor trennen.

Den Flüssigkeitsstrom in einem Becherglas auffangen.

2 Trennsäule regenerieren



HINWEIS

Überprüfen Sie, ob der maximale Druck während der Regeneration nicht überschritten wird. Falls der Druck zu hoch ist, die Flussrate reduzieren.

Je nach Art der Verunreinigung die Trennsäule wie folgt regenerieren:

- Verunreinigung mit organischen Komponenten (*siehe Tabelle 3, Seite 40*)

Ursachen	Vermeidung oder Behebung
Im IC-System besteht Totvolumen.	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Überprüfen, ob alle Kapillaren einen Innendurchmesser von ≤ 0.25 mm (6.1831.010) besitzen. Falls nicht, Kapillaren mit kleinerem Innendurchmesser einsetzen. ▪ Überprüfen, ob alle Kapillaren korrekt installiert sind. Der Multimedia Guide IC Maintenance zeigt die Installation Schritt für Schritt.

6.3 Instabile Retentionszeiten

Problem

Die Retentionszeiten sind instabil.

Ursachen und Vermeidung

Ursachen	Vermeidung oder Behebung
Carbonat im Eluenten	<p>Kohlendioxid aus der Luft beeinflusst das Carbonat-Hydrogencarbonat-Gleichgewicht im Eluenten. Der Eluent wird mit der Zeit schwächer.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Die Eluentenflasche und die Flaschen mit den Eluentenkonzentraten immer gut verschliessen. ▪ Immer einen CO₂-Adsorber verwenden.
Luftblasen im Eluenten	<p>Die Eluentenflussrate wird durch Luftblasen instabil. Eine instabile Flussrate zeigt sich u. a. am Rückdruck. Der Rückdruck muss innerhalb von ± 0.1 MPa stabil bleiben.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Die Hochdruckpumpe entlüften. ▪ Den Eluent-Degasser einsetzen.

6.4 Unbekannte Peaks

Problem

Das Chromatogramm enthält breitere, unbekannte Peaks.

Ursachen und Vermeidung

Ursachen	Vermeidung oder Behebung
Spät eluierende Analyten	<p>Etwas breitere, unbekannte Peaks können durch spät eluierende Probenkomponenten entstehen. Diese stammen aus der vorhergehenden Injektion.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Chromatogrammdauer verlängern.

6.5 Steigender Rückdruck

Problem

Der Rückdruck steigt an.

Ursachen und Vermeidung

Ursachen	Vermeidung oder Behebung
Partikel auf der Vorsäule	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Vorsäule ersetzen.
Partikel auf der Trennsäule	<p>Die Trennsäule gegen die Flussrichtung bei reduzierter Flussrate spülen.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Den Säulenauslass in ein Becherglas halten. ▪ Die Trennsäule während ca. 1 h spülen. ▪ Die Trennsäule in Flussrichtung wieder einbauen.
Partikel in der Probe	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Probenvorbereitung, z. B. Partikel entfernen durch Inline-Ultrafiltration.

7 Literatur

Metrohm empfiehlt folgende Literatur zur Vertiefung:

- Application Note S-236: Drinking water quality by EPA 300.1
- Säulenkatalog, 8.000.5347



Index

B
Basislinie
 Konditionieren 15
Bestellnummer 1

E
Eluent 7
Equilibrierung 14

F
Flussrate 2

I
IC-Säule
 siehe "Trennsäule" 10

Installation
 Trennsäule 10
 Vorsäule 8

K
Kapazität 2
Konditionieren 15

S
Säule
 siehe "Trennsäule" 10
Spezifikation 1
Spülen
 Trennsäule 10, 13

Vorsäule 8, 10

T
Trennsäule
 Installation 10
 Spülen 10, 13

V
Vorsäule
 Installation 8
 Spülen 8, 10

