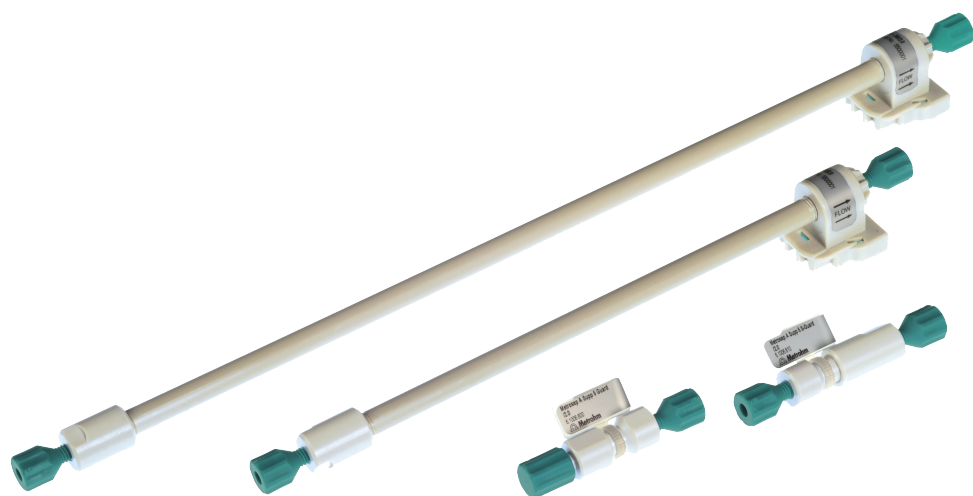


# Säulenhandbuch



Metrosep A Supp 5 (6.1006.XX0)

Handbuch

8.107.8040DE / 2017-04-18





Metrohm AG  
CH-9100 Herisau  
Schweiz  
Telefon +41 71 353 85 85  
Fax +41 71 353 89 01  
info@metrohm.com  
www.metrohm.com

# **Säulenhandbuch**

## **Metrosep A Supp 5 (6.1006.XX0)**

**Handbuch**

Technical Communication  
Metrohm AG  
CH-9100 Herisau  
techcom@metrohm.com

Diese Dokumentation ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte vorbehalten.

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

Dokumente in weiteren Sprachen finden Sie auf  
<http://documents.metrohm.com>.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Allgemeine Informationen</b>	<b>1</b>
1.1	Bestellinformationen .....	1
1.2	Technische Spezifikationen .....	2
<b>2</b>	<b>Allgemeines ABC des Arbeitens mit Trennsäulen</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>Eluentherstellung</b>	<b>8</b>
3.1	Chemikalien .....	8
3.2	Herstellung des Standardeluenten .....	8
<b>4</b>	<b>Inbetriebnahme</b>	<b>9</b>
4.1	Vorsäule anschliessen und spülen .....	9
4.2	Trennsäule anschliessen .....	11
4.3	Konditionierung .....	15
<b>5</b>	<b>Applikationen</b>	<b>17</b>
5.1	Standardchromatogramm .....	17
5.2	Einfluss der Temperatur .....	19
5.3	Variation des Eluenten .....	20
5.4	Bromat in Abwasser/Trinkwasser .....	24
5.5	Chromatbestimmung nach US EPA 218.7 .....	25
5.6	Spurenanalyse im Kühlkreislauf von Kraftwerken .....	27
5.7	Multikomponentenanalyse .....	28
5.8	Gradienten Applikation für spät eluierende Ionen .....	30
5.9	Aerosolanalyse mit PILS .....	31
5.10	Bioethanol denaturiert .....	32
5.11	Ultra-high temperature processed milk .....	33
<b>6</b>	<b>Problembehandlung</b>	<b>35</b>
6.1	Regeneration .....	35
6.2	Abnehmende Auflösung / Peakformen .....	37
6.3	Instabile Retentionszeiten .....	37
6.4	Unbekannte Peaks .....	38
6.5	Steigender Rückdruck .....	38



<b>7</b>	<b>Literatur</b>	<b>39</b>
	<b>Index</b>	<b>40</b>

# 1 Allgemeine Informationen

Diese Anionentrennsäule eignet sich speziell für die Bestimmung von anorganischen und kleinen organischen Anionen mit chemischer und sequenzieller Suppression. Die ausgezeichneten Peaksymmetrien und hohen Bodenzahlen erlauben einen universellen Einsatz in der Ionenchromatographie.

## 1.1 Bestellinformationen

*Tabelle 1 Säulen 4 mm*

<b>Bestellnummer</b>	<b>Bezeichnung</b>
6.1006.550	Metrosep A Supp 5 - 50/4.0
6.1006.510	Metrosep A Supp 5 - 100/4.0
6.1006.520	Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
6.1006.530	Metrosep A Supp 5 - 250/4.0

*Tabelle 2 Säulen 2 mm*

<b>Bestellnummer</b>	<b>Bezeichnung</b>
6.1006.220	Metrosep A Supp 5 - 150/2.0
6.1006.230	Metrosep A Supp 5 - 250/2.0

*Tabelle 3 Vorsäulen*

<b>Bestellnummer</b>	<b>Bezeichnung</b>
6.1006.500	Metrosep A Supp 5 Guard/4.0
6.1006.540	Metrosep A Supp 5 S-Guard/4.0
6.1006.600	Metrosep A Supp 5 Guard/2.0
6.1006.610	Metrosep A Supp 5 S-Guard/2.0



## 1.2 Technische Spezifikationen

<i>Säulenmaterial</i>	Polyvinylalkohol mit quaternären Ammoniumgruppen		
<i>Partikelgrösse</i>	5 µm		
<i>Abmessungen</i>	<b>Bestellnummer</b>	<b>Abmessungen</b>	
	6.1006.550	50 x 4.0 mm	
	6.1006.510	100 x 4.0 mm	
	6.1006.520	150 x 4.0 mm	
	6.1006.530	250 x 4.0 mm	
	6.1006.220	150 x 2.0 mm	
	6.1006.230	250 x 2.0 mm	
<i>pH-Bereich</i>	3 bis 12		
<i>Temperaturbereich</i>	20 bis 60 °C		
<i>Empfohlene Standardtemperatur</i>	25 °C		
<i>Maximaler Druck</i>	4 mm	15 MPa (150 bar)	
	2 mm	20 MPa (200 bar)	
<i>Flussrate</i>	<b>Bestellnummer</b>	<b>empfohlene Flussrate</b>	<b>maximale Flussrate</b>
	6.1006.550	0.7 mL/min	0.8 mL/min
	6.1006.510	0.7 mL/min	0.8 mL/min
	6.1006.520	0.7 mL/min	0.8 mL/min
	6.1006.530	0.7 mL/min	0.8 mL/min
	6.1006.220	0.18 mL/min	0.21 mL/min
	6.1006.230	0.18 mL/min	0.21 mL/min
<i>Standardeluent</i>	3.2 mmol/L Natriumcarbonate, 1.0 mmol/L Natriumhydrogencarbonat		
<i>Erlaubte organische Zusätze</i>			
<i>Im Eluenten</i>	0 bis 100 % Acetonitril, Aceton und Methanol		
<i>In der Probenmatrix</i>	0 bis 100 % Acetonitril, Aceton und Methanol		

<i>Kapazität</i>	<b>Bestellnummer</b>	<b>Kapazität</b>
	6.1006.550	28 µmol (Cl <sup>-</sup> )
	6.1006.510	56 µmol (Cl <sup>-</sup> )
	6.1006.520	70 µmol (Cl <sup>-</sup> )
	6.1006.530	107 µmol (Cl <sup>-</sup> )
	6.1006.220	18 µmol (Cl <sup>-</sup> )
	6.1006.230	27 µmol (Cl <sup>-</sup> )
<i>Vorbereitung</i>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Die Säule mit einem Flussgradienten innerhalb von 2 min auf den Standardfluss einstellen.</li> <li>2. Anschliessend warten, bis die Basislinie stabil ist.</li> </ol>	
<i>Aufbewahrung</i>	Die Säule in Standardeluent und am besten bei einer Temperatur von 4 bis 8 °C lagern.	
<i>Typischer Druck</i>	Für Säulen mit Vorsäule unter Standardbedingungen	
	<b>Bestellnummer</b>	<b>Typischer Druck</b>
	6.1006.550	4.0 ± 2 MPa
	6.1006.510	5.2 ± 2 MPa
	6.1006.520	8.5 ± 2 MPa
	6.1006.530	12.5 ± 2 MPa
	6.1006.220	6.5 ± 2 MPa
	6.1006.230	10.5 ± 2 MPa
<i>Säulengehäuse</i>	Intelligente Säule mit Chip, sogenannte iColumn aus PEEK	
<i>Anwendung</i>	Bestimmung von anorganischen und kleinen organischen Anionen mit chemischer und sequenzieller Suppression.	

## 2 Allgemeines ABC des Arbeitens mit Trennsäulen

<i>Aufbewahrung</i>	Wenn sich der Rückdruck in Ihrem Ionenchromatographen abgebaut hat, bauen Sie die Säule bei Raumtemperatur aus. Verschiessen Sie die Säule beidseitig mit den originalen Stopfen (6.2744.060). Bewahren Sie sie im Standardeluenten und am besten bei einer Temperatur zwischen 4 und 8 °C auf.
<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, setzen Sie Eluenten, Spüllösungen und Regenerierlösungen immer frisch an. Verwenden Sie keine Lösungen, die Sie länger nicht gebraucht haben. Wir empfehlen, alle Gefässe vor dem erneuten Befüllen wie folgt zu reinigen:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Gründlich mit hochreinem und UV-behandeltem Wasser (&gt; 18.2 MΩ) spülen.</li> <li>2. Mit einem Methanol-Wasser-Gemisch oder einem Aceton-Wasser-Gemisch ausschwenken.</li> <li>3. Nochmals mit Reinstwasser spülen.</li> </ol> <p>Wenn sich trotz dieser Vorsichtsmassnahmen Bakterien oder Algen bilden, dürfen Sie dem Eluenten 5% Methanol, Acetonitril oder Aceton zusetzen. Aber nur wenn Sie <i>keine Membransuppressoren</i> verwenden. Membransuppressoren können durch organische Lösungsmittel zerstört werden. Die Metrohm Suppressor Module ("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>CO<sub>2</sub></i>	Kohlendioxid aus der Luft beeinflusst das Carbonat-Hydrogencarbonat-Gleichgewicht im Eluenten. Der Eluent wird mit der Zeit schwächer. Um das zu vermeiden, rüsten Sie die Eluentenflasche immer mit einem CO <sub>2</sub> -Adsorbermaterial ("Natronkalk", "soda lime") aus. Schützen Sie auch

	Eluenten mit schwacher Pufferkapazität (z. B. Natronlauge-Eluenten) vor Kohlendioxid.
<i>Eluentenflaschen</i>	Die Eluenten werden in speziellen Eluentenflaschen meist direkt auf dem IC-System platziert. Damit keine Feuchtigkeit und kein Kohlendioxid in den Eluenten gelangt, sind die Flaschen mit einem Adsorberrohr versehen. Im Normalfall ist das Adsorberrohr mit Molekularsieb und für Natriumhydroxid-Eluenten und Carbonateluents mit Natronkalk – als schwacher CO <sub>2</sub> -Adsorber – befüllt.
<i>Entgasen des Eluenten</i>	Um Blasenbildung zu verhindern, empfehlen wir, die hergestellten Eluenten vor ihrer Verwendung im IC-System zu entgasen. Legen Sie dafür für ca. zehn Minuten mit einer Wasserstrahlpumpe oder einer Ölpumpe ein Vakuum an. Alternativ verwenden Sie ein Ultraschallbad, oder arbeiten Sie mit dem Eluent-Degasser.
<i>Filter</i>	<p>Wenn Probleme mit IC-Systemen auftreten, so stehen sie meistens im Zusammenhang mit Partikeln. Diese können aus folgenden Quellen eingeschleppt werden:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ durch Bakterienwachstum</li> <li>▪ durch nicht filtrierte Eluenten</li> <li>▪ aus der Probe</li> <li>▪ durch die Spüllösung und/oder Regenerierlösung</li> </ul> <p>Minimieren Sie dieses Risiko, indem Sie einen Ansaugfilter (6.2821.090), den Inline-Filter (6.2821.120) und Vorsäulen verwenden. Die Filter gehören zur Grundausrüstung der Metrohm-Ionenchromatographen und sind im Lieferumfang enthalten. Wir empfehlen auch, die Filter regelmässig zu ersetzen.</p>
<i>Filtrieren des Eluenten</i>	Alle Eluenten müssen unmittelbar vor ihrer Verwendung mikrofiltriert (0.45 µm) werden.
<i>Partikel</i>	Sämtliche Lösungen, Proben, Regenerierlösungen, das Wasser und die Eluenten müssen frei von Partikeln sein. Partikel verstopfen mit der Zeit die Trennsäulen (der Säulendruck steigt an). Achten Sie besonders bei der Herstellung der Eluenten auf Partikelfreiheit. Der Eluent fließt kontinuierlich durch die Säule, pro Arbeitstag 500 bis 1000 mL im Vergleich zu ca. 0.5 mL Probenlösung. Filtrieren oder dialysieren Sie die Probe vollautomatisch mit einer der Metrohm Inline-Probenvorbereitungstechniken (MISP).
<i>Probenvorbereitungskartuschen</i>	Probenvorbereitungskartuschen dienen der Vorbereitung kritischer Proben, die nicht direkt in die Trennsäule injiziert werden dürfen. Sie entfernen z. B. organische Verunreinigungen oder neutralisieren stark alkalische oder saure Proben. Probenvorbereitungskartuschen sind Verbrauchsmaterialien, die in der Regel nicht regeneriert werden können. Probenvorbereitungskartuschen ersetzen nicht die Vorsäule, die mit jeder Trennsäule standard-







## 4 Inbetriebnahme

### 4.1 Vorsäule anschliessen und spülen

Vorsäulen schonen die Trennsäulen und erhöhen deren Lebensdauer beträchtlich. Die bei Metrohm erhältlichen Vorsäulen sind entweder eigentliche Vorsäulen oder Vorsäulenkartuschen, welche zusammen mit einem Kartuschenhalter verwendet werden. Die Installation einer Vorsäulenkartusche in den zugehörigen Halter ist im Merkblatt der Vorsäule beschrieben.



#### HINWEIS

Metrohm empfiehlt, immer mit Vorsäulen zu arbeiten. Diese schützen die Trennsäulen und können bei Bedarf regelmässig ersetzt werden.



#### HINWEIS

Welche Vorsäule für Ihre Trennsäule geeignet ist, entnehmen Sie bitte dem **Metrohm Säulenprogramm** (das über Ihre Metrohm-Vertretung erhältlich ist), dem mitgelieferten Merkblatt Ihrer Trennsäule, den Produktinformationen zur Trennsäule auf <http://www.metrohm.com> (Produktbereich Ionenchromatographie) oder lassen Sie sich direkt von Ihrer Vertretung beraten.



#### VORSICHT

Neue Vorsäulen sind mit Lösung gefüllt und beidseitig mit Stopfen oder Kappen verschlossen.

Stellen Sie vor dem Einsetzen der Vorsäule sicher, dass diese Lösung mit dem verwendeten Eluenten mischbar ist (Angaben des Herstellers beachten).



#### HINWEIS

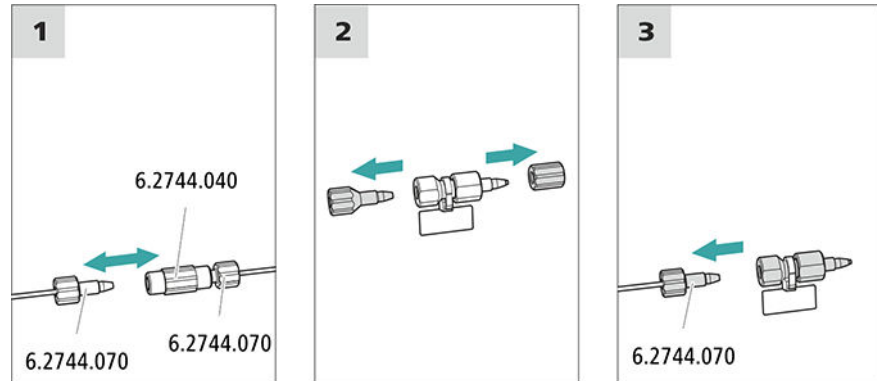
Die Vorsäule darf erst angeschlossen werden, nachdem das Gerät bereits einmal in Betrieb genommen wurde. Bis dahin müssen die Vorsäule und die Trennsäule durch eine Kupplung (6.2744.040) ersetzt werden.

## 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

- 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 (wenn 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.

## Vorsäule spülen

### 1 Vorsäule spülen

- Ein Becherglas unter den Ausgang der Vorsäule stellen.
- In MagIC Net die manuelle Bedienung starten und die Hochdruckpumpe auswählen: **Manuell ► Manuelle Bedienung ► Pumpe**
  - **Fluss: gemäss Säulenmerkblatt**
  - **Ein**
- Die Vorsäule ca. 5 Minuten mit Eluent spülen.
- In der manuellen Bedienung von MagIC Net die Hochdruckpumpe wieder stoppen: **Aus**.

## 4.2 Trennsäule anschliessen

Die intelligente Trennsäule (iColumn) ist das Herz der ionenchromatographischen Analyse. Sie trennt die unterschiedlichen Komponenten entsprechend ihrer Wechselwirkungen mit der Säule auf. Die Metrohm-Trennsäulen sind mit einem Chip ausgestattet, auf dem ihre technischen Spezifikationen und ihre Geschichte (Inbetriebnahme, Betriebsstunden, Injektionen usw.) abgespeichert sind.



### HINWEIS

Welche Trennsäule für Ihre Applikation geeignet ist, entnehmen Sie bitte dem **Metrohm Säulenprogramm**, den Produktinformationen zur Trennsäule oder lassen Sie sich von Ihrer Vertretung beraten.

Die Produktinformationen zur Trennsäule finden Sie auf <http://www.metrohm.com> im Produktbereich Ionenchromatographie.

Jeder Säule liegt ein Testchromatogramm und ein Merkblatt bei. Detaillierte Informationen zu speziellen IC-Applikationen finden Sie in den entsprechenden "**Application Bulletins**" oder "**Application Notes**". Diese sind im Internet unter <http://www.metrohm.com> im Bereich Applikationen zu finden oder können bei der zuständigen Metrohm-Vertretung kostenlos angefordert werden.



### **VORSICHT**

---

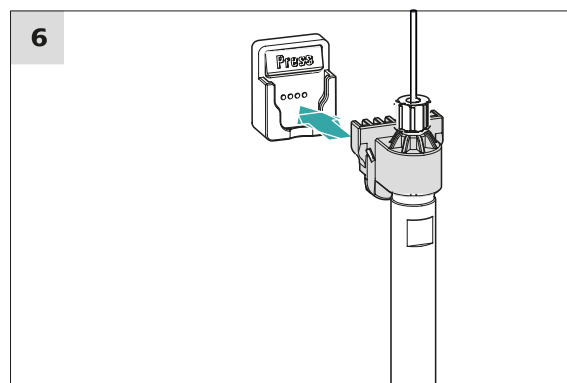
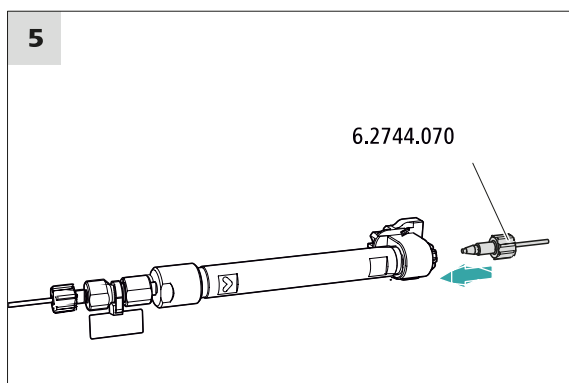
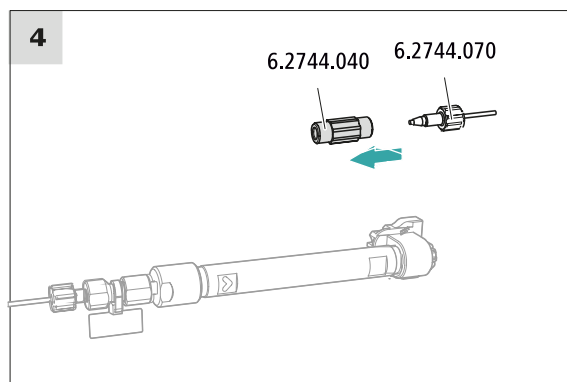
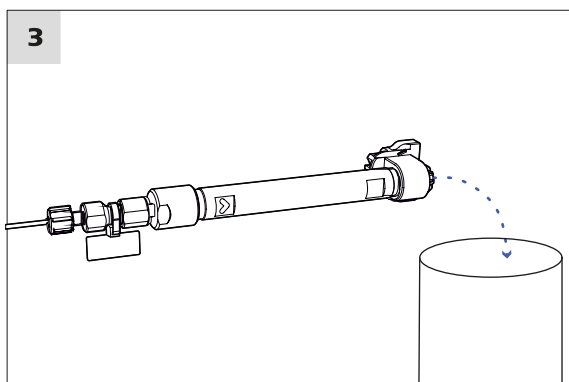
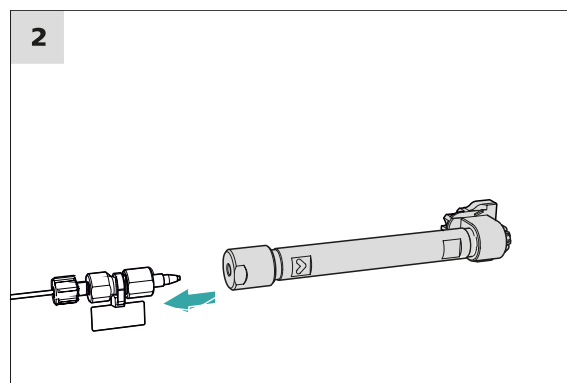
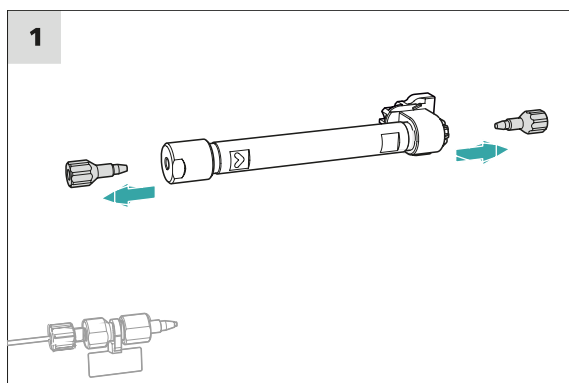
Neue Trennsäulen sind mit Lösung gefüllt und beidseitig mit Stopfen verschlossen. Stellen Sie vor dem Einsetzen der Säule sicher, dass diese Lösung mit dem verwendeten Eluenten mischbar ist (Angaben des Herstellers beachten).



### **HINWEIS**

---

Schliessen Sie die Trennsäule erst nach der ersten Inbetriebnahme des Gerätes 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 Säulemerkblatt 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 Konditionierung

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 Gerätes
- 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 Bedienungslehrgang* und Online-Hilfe.

#### 2 Gerät vorbereiten

- Sicherstellen, dass die Säule gemäss der auf dem Aufkleber eingezeichneten Flussrichtung richtig eingesetzt ist (Pfeil muss in Flussrichtung zeigen).
- Sicherstellen, dass 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 Messungen von Proben.

## 5 Applikationen

### 5.1 Standardchromatogramm

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

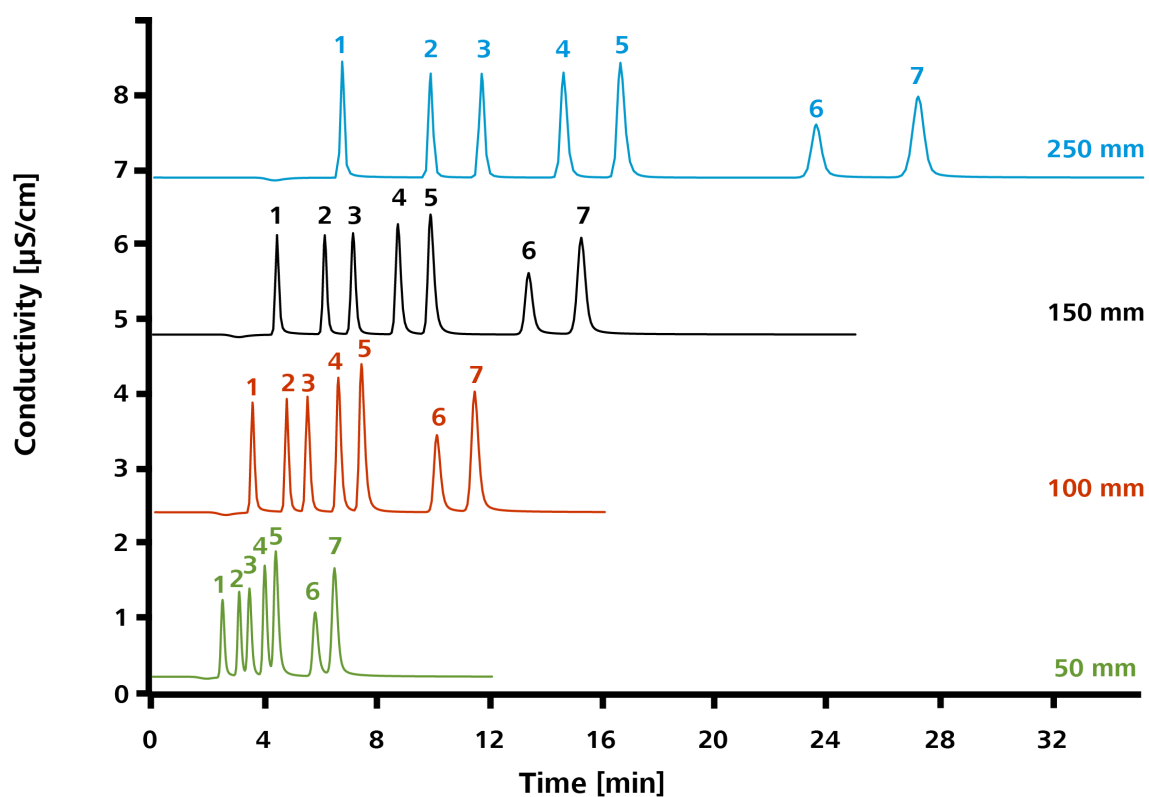
Suppression: 4 mm: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS  
2 mm: chemische Suppression mit MSM-LC

Temperatur: 30 °C

Loop: 4 mm: 20 µL  
2 mm: 10 µL

Flussrate: 4 mm: 0.7 mL/min  
2 mm: 0.18 mL/min

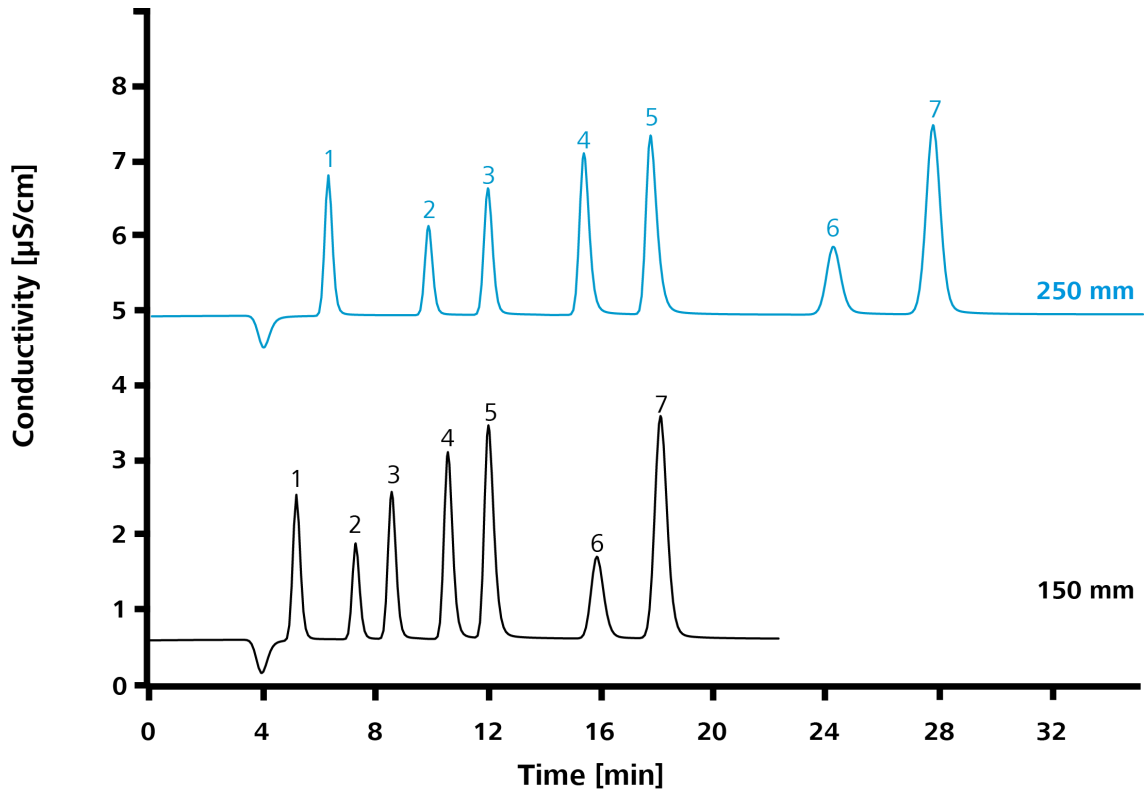
Eluent: 3.2 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 1.0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>





**A Supp 5 - XXX/4.0**

- 1 2 mg/L Fluorid
- 2 3 mg/L Chlorid
- 3 5 mg/L Nitrit
- 4 10 mg/L Bromid
- 5 10 mg/L Nitrat
- 6 10 mg/L Phosphat
- 7 10 mg/L Sulfat



**A Supp 5 - X50/2.0**

- 1 2 mg/L Fluorid
- 2 2 mg/L Chlorid
- 3 5 mg/L Nitrit
- 4 10 mg/L Bromid
- 5 10 mg/L Nitrat
- 6 10 mg/L Phosphat
- 7 10 mg/L Sulfat

## 5.2 Einfluss der Temperatur

Säule: Metrosep A Supp 5 - 250/2.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

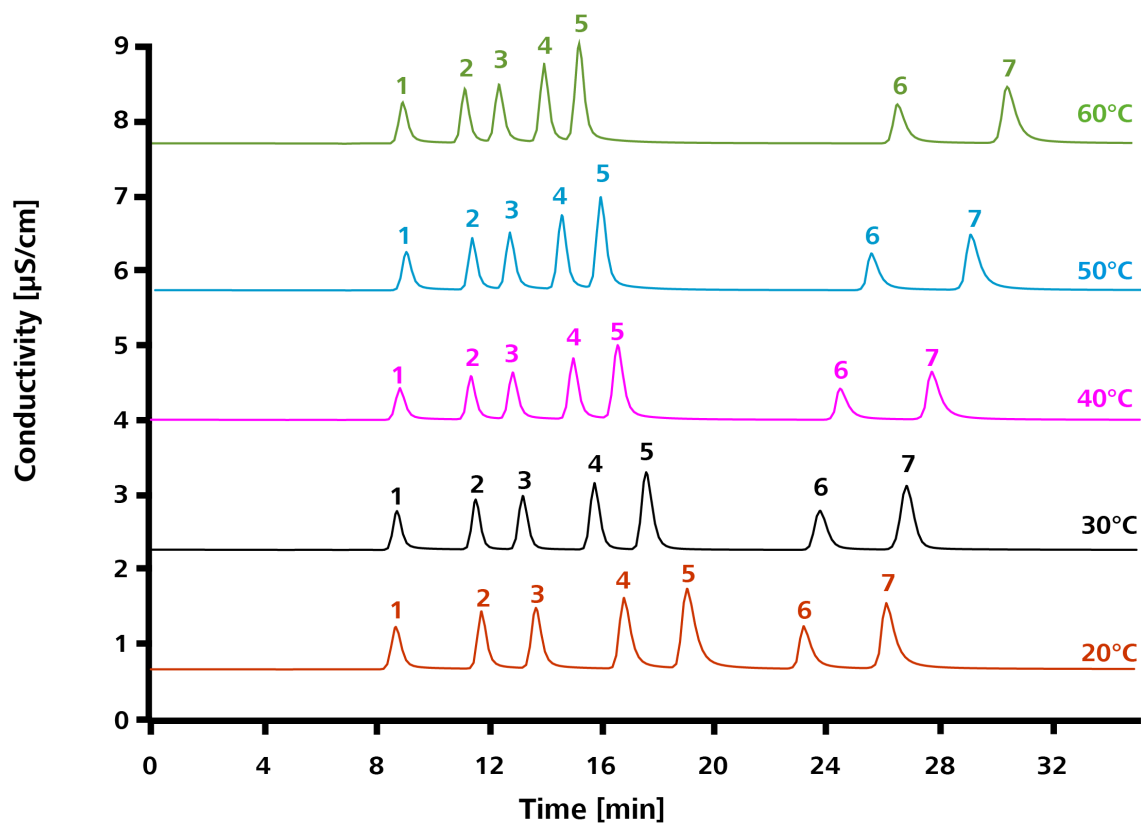
Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM-LC und MCS

Temperatur: 20 bis 60 °C

Loop: 10 µL

Flussrate: 0.18 mL/min

Eluent: 3.2 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 1.0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>



### A Supp 5 - 250/2.0

- 1 2 mg/L Fluorid
- 2 3 mg/L Chlorid

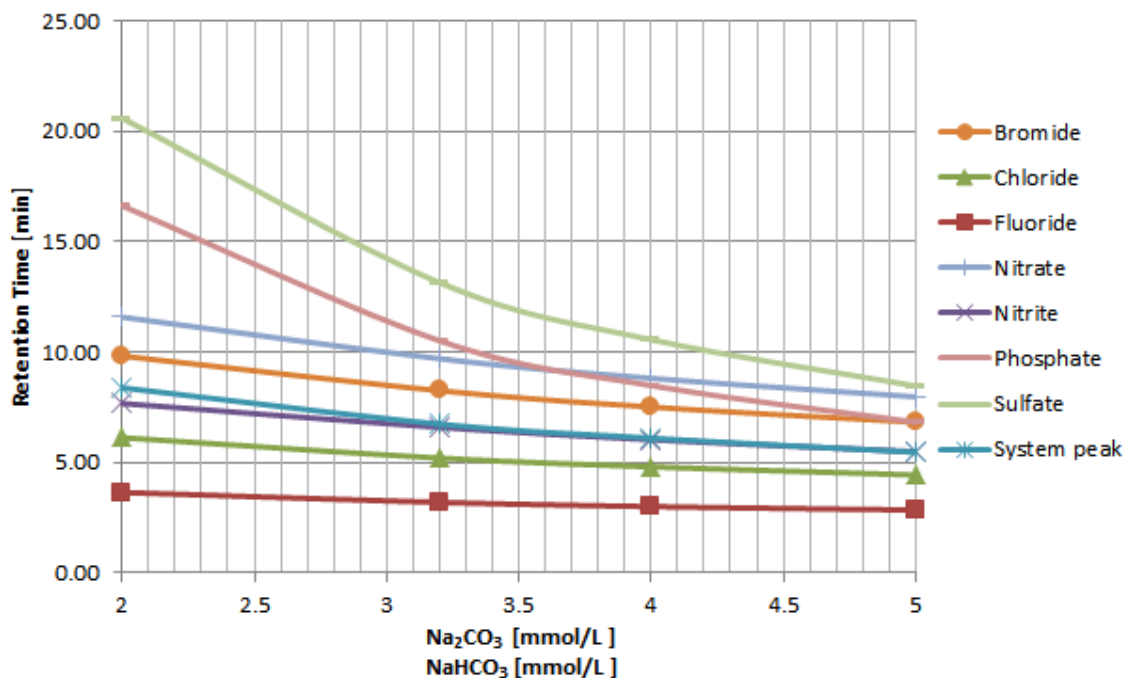


<b>A Supp 5 - 250/2.0</b>	
3	5 mg/L Nitrit
4	10 mg/L Bromid
5	10 mg/L Nitrat
6	10 mg/L Phosphat
7	10 mg/L Sulfat

## 5.3 Variation des Eluenten

### Variation mit konstantem $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ -Verhältnis

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Chemische Suppression mit MSM
<i>Temperatur:</i>	Raumtemperatur
<i>Loop:</i>	20 $\mu\text{L}$
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 2.0 mmol/L $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 2.0 mmol/L $\text{NaHCO}_3$ B) 3.2 mmol/L $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 3.2 mmol/L $\text{NaHCO}_3$ C) 4.0 mmol/L $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 4.0 mmol/L $\text{NaHCO}_3$ D) 5.0 mmol/L $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 5.0 mmol/L $\text{NaHCO}_3$

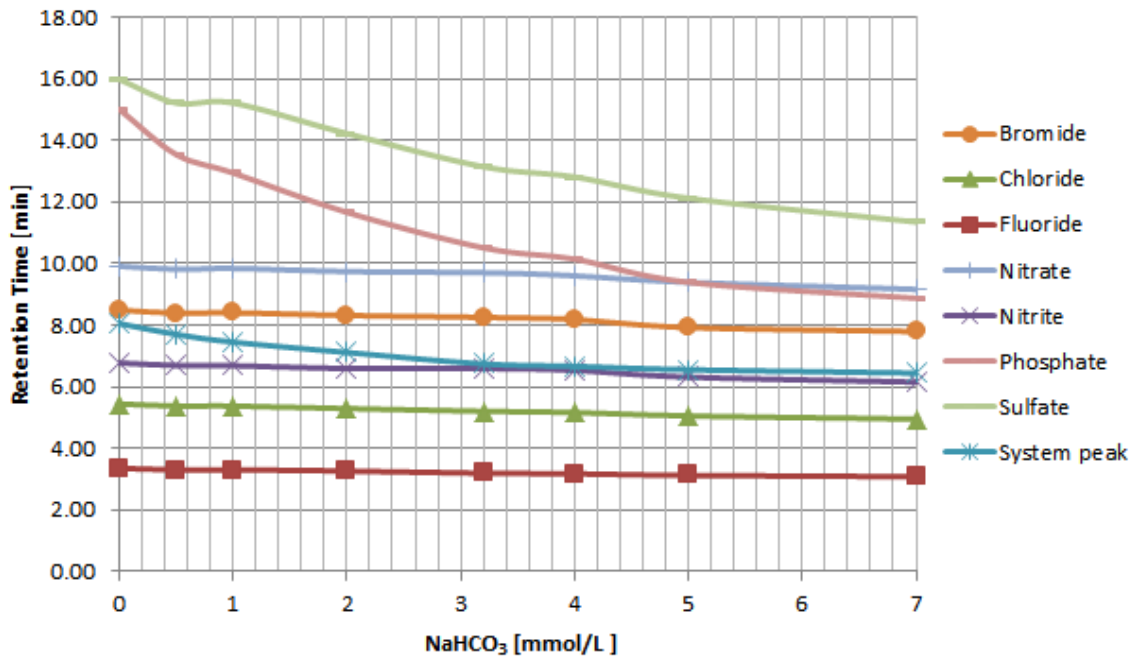


Die Retentionszeit wird mit zunehmender Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> / NaHCO<sub>3</sub>-Konzentration verkürzt. Insbesondere diejenigen für die mehrwertigen Anionen Phosphat und Sulfat werden stark verkürzt. Mit 4.0 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> / 4.0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub> eluiert Phosphat vor Nitrat, mit 5.0 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> / 5.0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub> coeluiert es mit Bromid. Die Auflösung zwischen dem Systempeak und Nitrit nimmt mit zunehmender Konzentration ab.

#### Variation NaHCO<sub>3</sub> mit konstantem Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Chemische Suppression mit MSM
<i>Temperatur:</i>	Raumtemperatur
<i>Loop:</i>	20 µL
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 3.2 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , 0 mmol/L NaHCO <sub>3</sub> B) 3.2 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , 0.5 mmol/L NaHCO <sub>3</sub> C) 3.2 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , 1.0 mmol/L NaHCO <sub>3</sub> D) 3.2 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , 2.0 mmol/L NaHCO <sub>3</sub>

- E) 3.2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 3.2 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$   
 F) 3.2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 4.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$   
 G) 3.2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 5.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$   
 H) 3.2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 7.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$



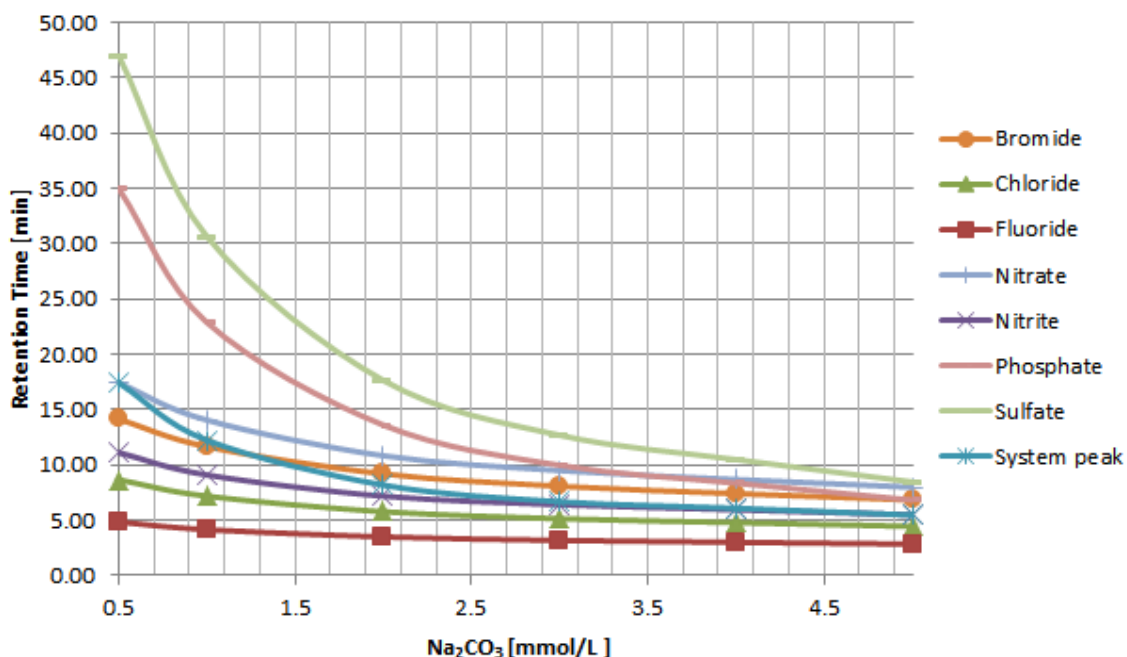
Für Fluorid, Chlorid, Nitrit, Bromid und Nitrat wird mit zunehmender  $\text{NaHCO}_3$ -Konzentration fast keine Abnahme der Retentionszeit beobachtet, ganz im Gegensatz zum Systempeak, Phosphat und Sulfat. Mit zunehmender  $\text{NaHCO}_3$  - Konzentration verschiebt sich der Systempeak vom Bromid hin zum Nitrit. Je höher der  $\text{NaHCO}_3$  Gehalt, desto tiefer der pH und dadurch ein verschobenes Dissoziationsgleichgewicht für Phosphat und Sulfat. Beide rücken stark näher an die einwertigen Ionen.

#### Variation $\text{Na}_2\text{CO}_3$ mit konstantem $\text{NaHCO}_3$

Säule:	Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
Probenvorbereitung:	–
Detektion:	Leitfähigkeit
Suppression:	Chemische Suppression mit MSM
Temperatur:	Raumtemperatur
Loop:	20 $\mu\text{L}$

Flussrate: 0.7 mL/min

Eluent:  
 A) 0.5 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 5.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$   
 B) 1 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 5.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$   
 C) 2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 5.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$   
 D) 3 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 5.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$   
 E) 4 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 5.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$   
 F) 5 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 5.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$



Für Fluorid, Chlorid, Nitrit, Bromid und Nitrat wird mit zunehmender  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Konzentration eine Abnahme der Retentionszeit beobachtet. Für den Systempeak, Phosphat und Sulfat findet man wiederum eine starke Verkürzung. Der Systempeak verschiebt sich mit zunehmender  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Konzentration vom Nitrat über Bromid hin zum Nitrit.

### Variation organischer Modifier Aceton

Säule: Metrosep A Supp 5 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

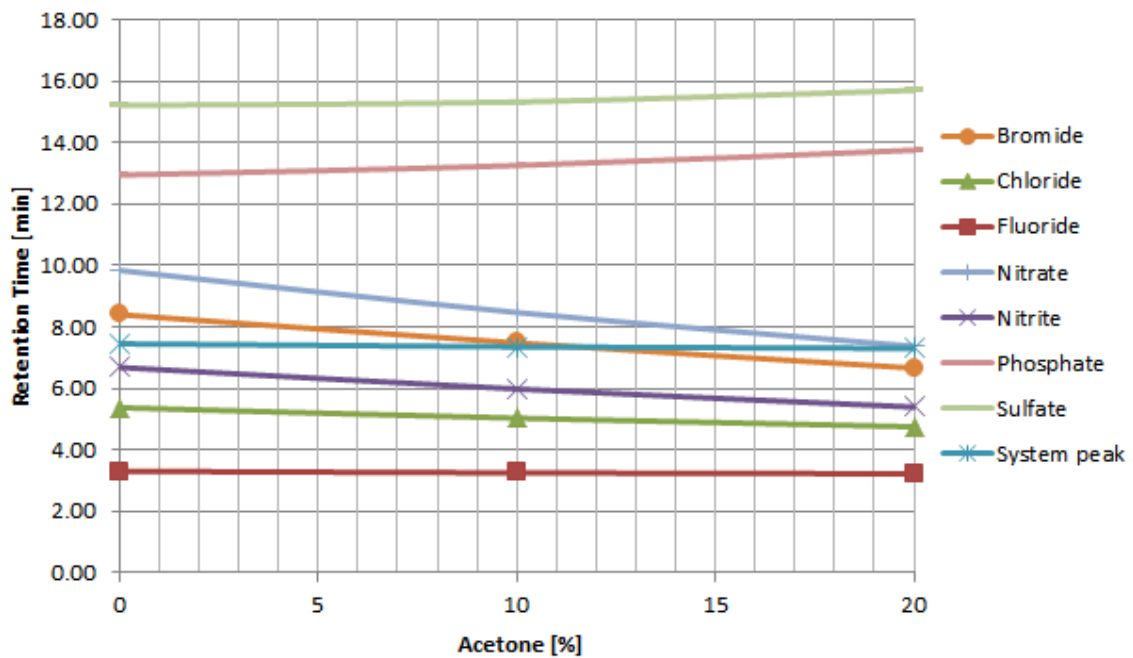
Suppression: Chemische Suppression mit MSM

Temperatur: Raumtemperatur

Loop: 20  $\mu$ L

Flussrate: 0.7 mL/min

Eluent:  
 A) 3.2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 1.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$ , 0 % Aceton  
 B) 3.2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 1.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$ , 10 % Aceton  
 C) 3.2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 1.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$ , 20 % Aceton



Aceton hat keinen Einfluss auf die Retentionszeit des Systempeaks. Fluorid, Chlorid, Nitrit, Nitrat verlaufen mit zunehmendem Acetongehalt gegenläufig zu Phosphat und Sulfat. Der Systempeak coeluiert mit Bromid bei 10 % Aceton und mit Nitrat bei 20 % Aceton.

## 5.4 Bromat in Abwasser/Trinkwasser

Säule: Metrosep A Supp 5 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

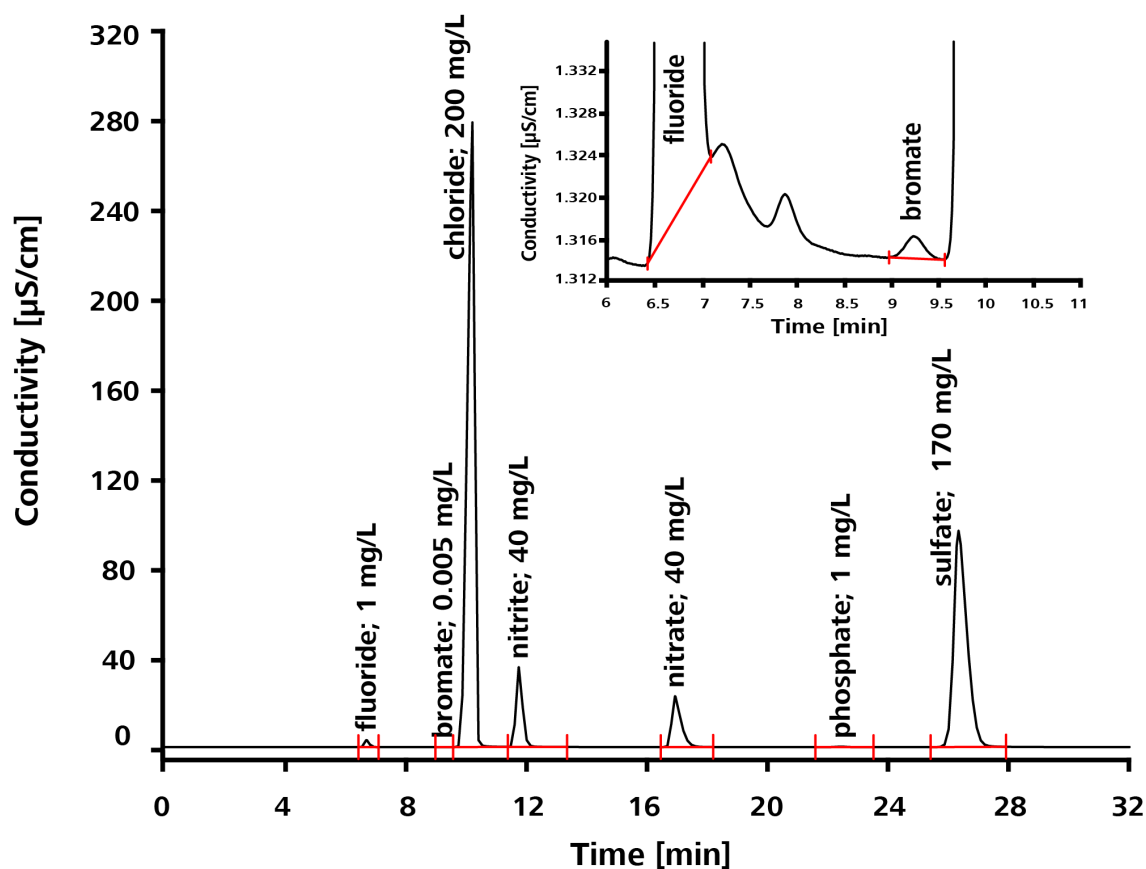
Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

Temperatur: 30 °C

Loop: 20  $\mu$ L

Flussrate: 0.7 mL/min

Eluent: 3.2 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 1.0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>



## 5.5 Chromatbestimmung nach US EPA 218.7

Säule: Metrosep A Supp 5 - 150/4.0

Probenvorbereitung: pH der Probe mit 1 mL Pufferlösung (33 g/L (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) pro 100 mL einstellen

Nachsäulenreagenz: 2 mmol/L 1,5-Diphenylcarbazide

Detektion: VIS Detektion bei 530±21 nm (Referenzkanal 650±21 nm)

Suppression: –

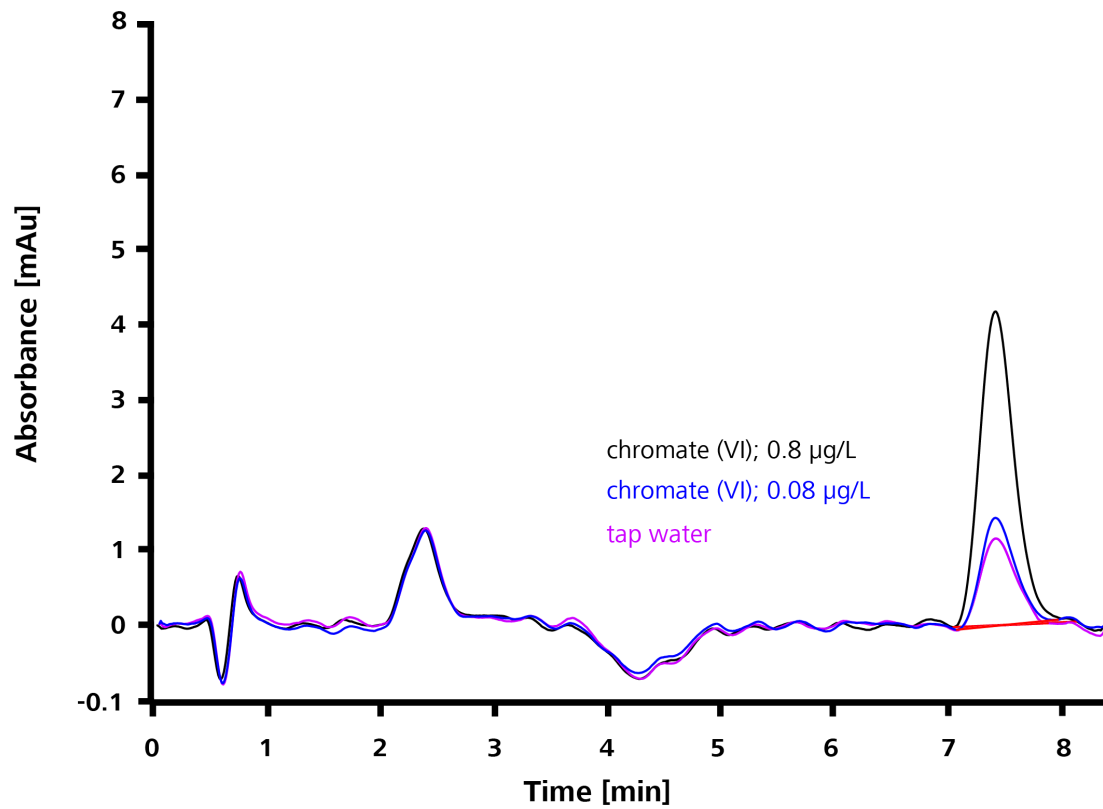
Temperatur: 45 °C

Loop: 1325  $\mu\text{L}$

Flussrate: 0.7 mL/min



Eluent: 12.8 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 4.0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>, 2.5 g/L (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

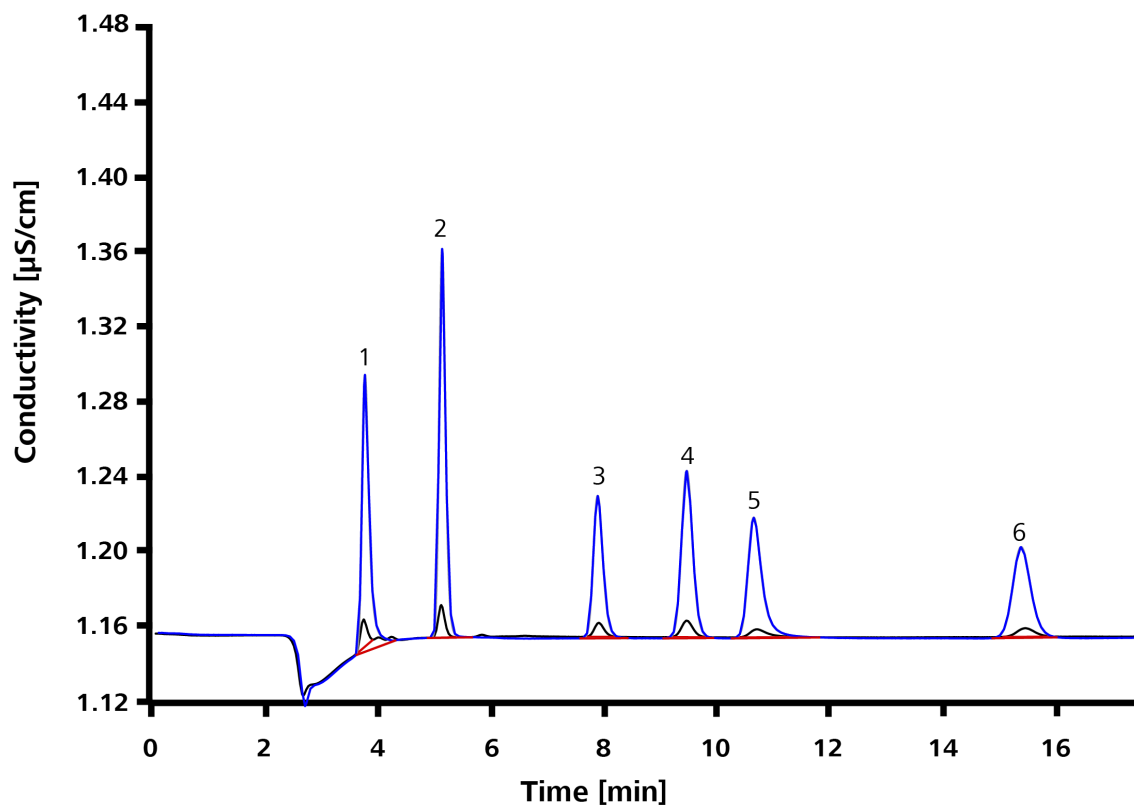


	Konzentration		Wiederfindung [%]
	Mittelwert [µg/L]	RSD [%]	Mittelwert
<b>N = 3</b>			
Trinkwasser...	0.33	0.71	–
...mit 0.08 µg/L Chromat Spike	0.41	0.41	99.9
...mit 0.8 µg/L Chromat Spike	1.13	0.23	99.8



## 5.6 Spurenanalyse im Kühlkreislauf von Kraftwerken

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	Inline-Anreicherung
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	2000 µL mit Anreicherung auf A PCC HC
<i>Flussrate:</i>	0.8 mL/min
<i>Eluent:</i>	4.8 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , 1.5 mmol/L NaHCO <sub>3</sub>



	Schwarz	Blau
1	0.1 µg/L Fluorid	1 µg/L Fluorid
2	0.2 µg/L Chlorid	2 µg/L Chlorid

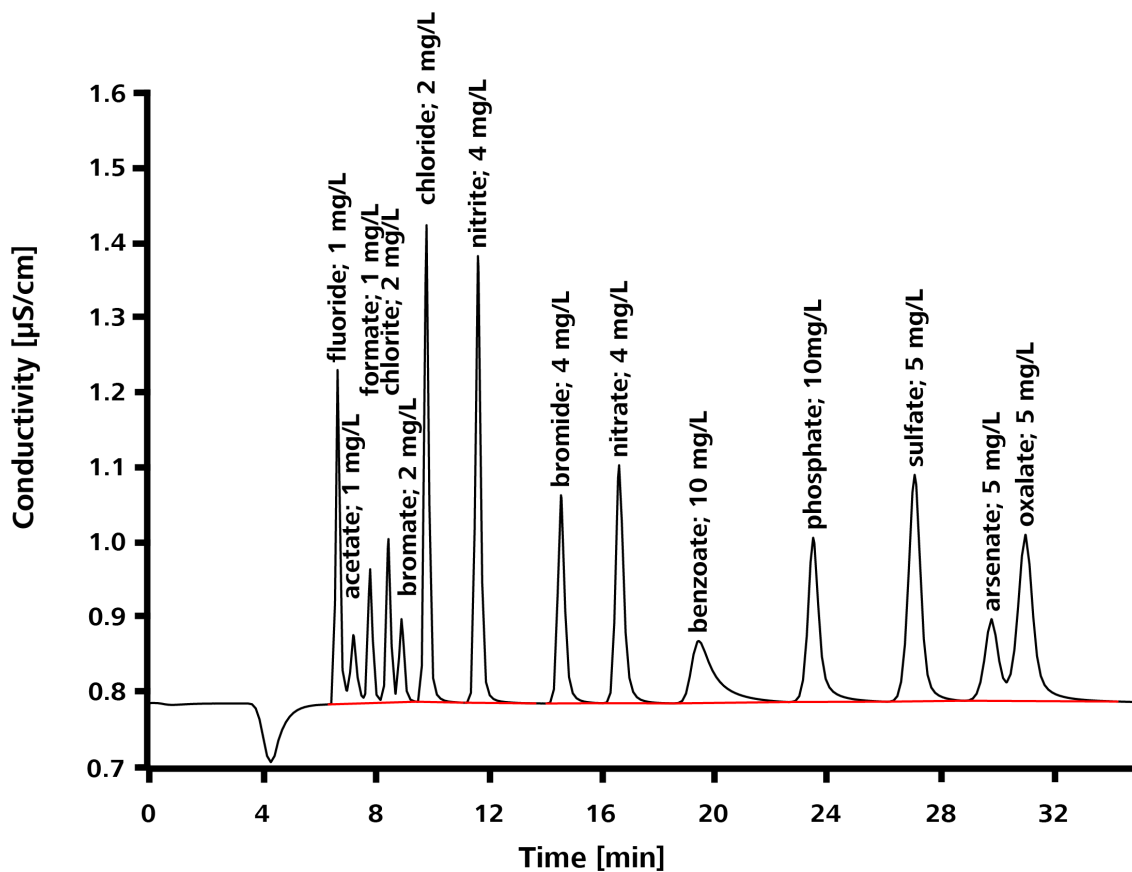


	<b>Schwarz</b>	<b>Blau</b>
3	0.2 µg/L Nitrat	2 µg/L Nitrat
4	0.2 µg/L Sulfat	2 µg/L Sulfat
5	0.2 µg/L Oxalat	2 µg/L Oxalat
6	0.2 µg/L Chromat	2 µg/L Chromat

## 5.7 Multikomponentenanalyse

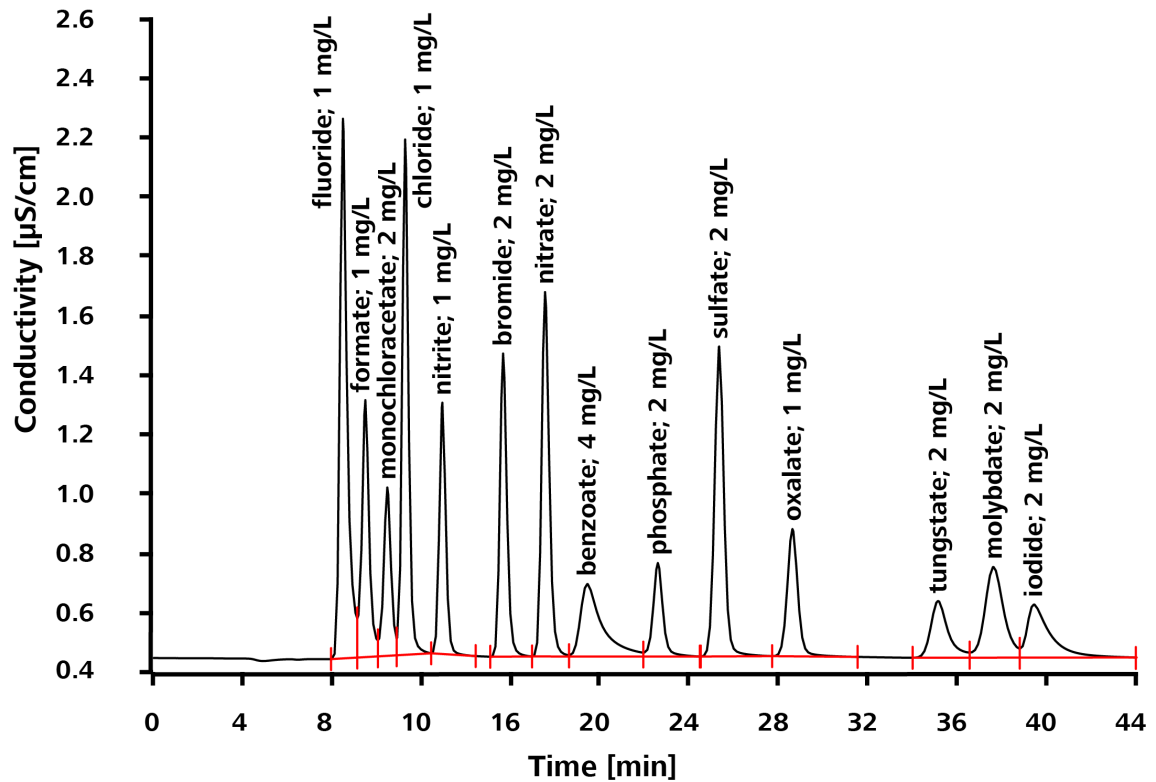
### 4-mm-Säule

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 5 - 250/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	5 µL
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	3.2 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , 1.0 mmol/L NaHCO <sub>3</sub>



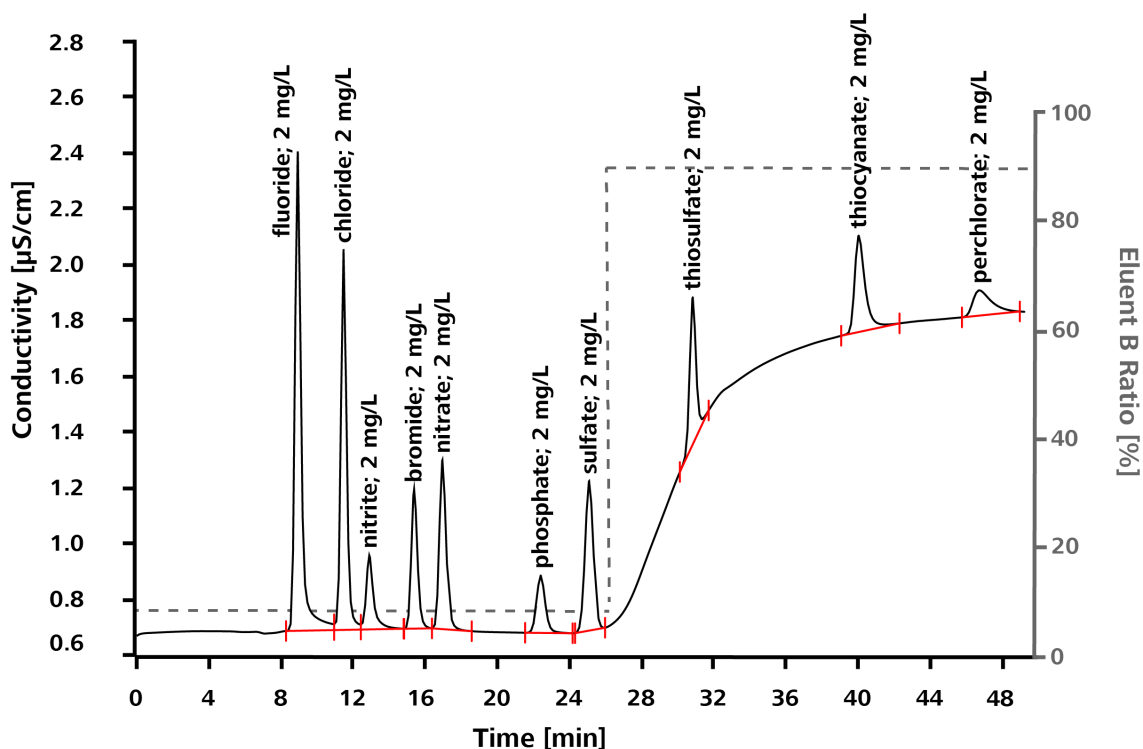
### 2-mm-Säule

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 5 - 250/2.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	10 µL
<i>Flussrate:</i>	0.18 mL/min
<i>Eluent:</i>	3.2 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , 1.0 mmol/L NaHCO <sub>3</sub>



## 5.8 Gradienten Applikation für spät eluierende Ionen

Säule	Metrosep A Supp 5 - 250/2.0
Probenvorbereitung:	-
Detektion:	Leitfähigkeit
Suppression:	sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
Temperatur:	30 °C
Loop:	5 µL
Flussrate:	0.18 mL/min
Eluent:	Eluent A: 2 % Aceton in Reinstwasser Eluent B: 3.2 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , 1.0 mmol/L NaHCO <sub>3</sub>



## 5.9 Aerosolanalyse mit PILS

*Säule:* Metrosep A Supp 5 - 100/4.0

*Probenvorbereitung:* Mit einem Zyklon werden PM<sub>10</sub> Aerosole, also Luftpartikel < 10 µm, selektiert. Die Aerosole werden mit einem Particle into Liquid Sampler (PILS) in eine wässrige Lösung mit einem internen Standard (LiBr) gebracht.

*Detektion:* Leitfähigkeit

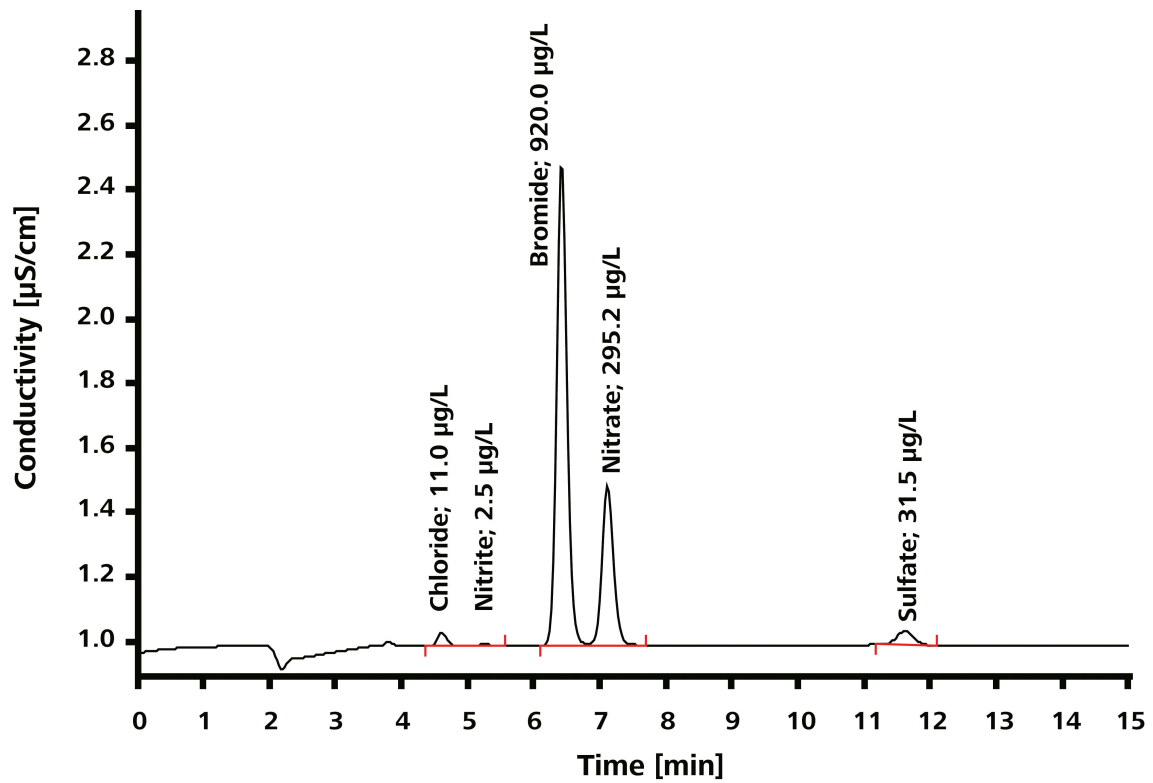
*Suppression:* Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

*Temperatur:* 30 °C

*Loop:* 250 µL

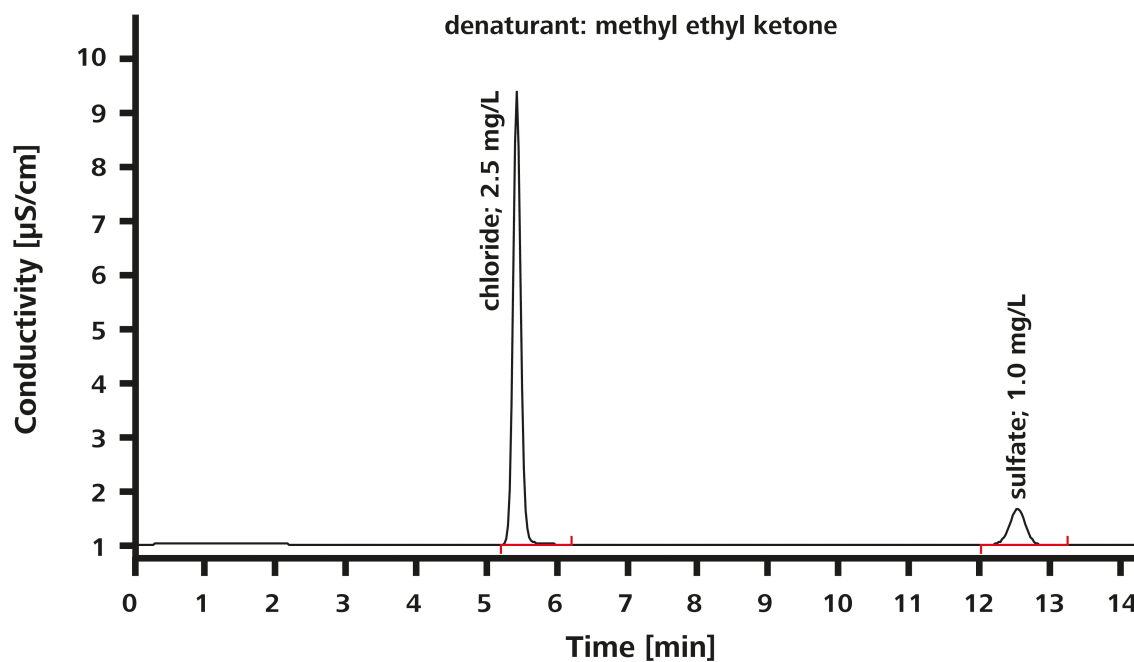
*Flussrate:* 0.7 mL/min

*Eluent:* 3.2 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 1.0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>



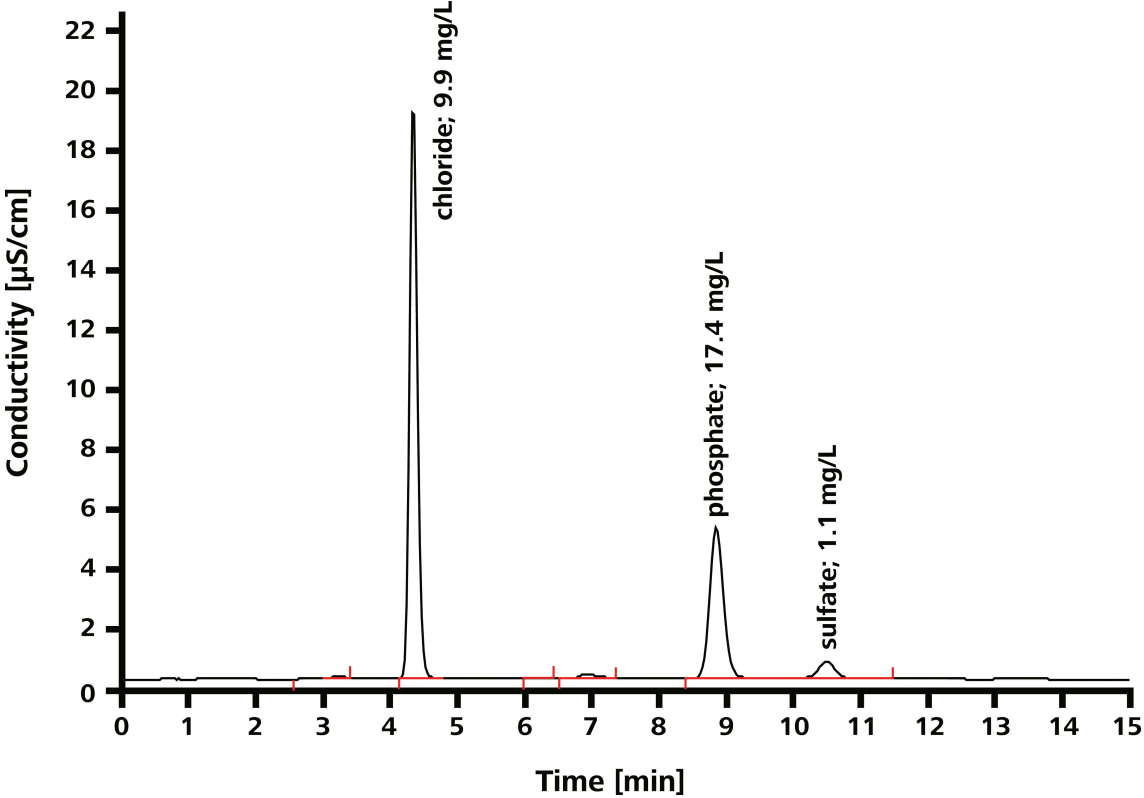
## 5.10 Bioethanol denaturiert

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	Direktinjektion nach ASTM D 7319
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	35 °C
<i>Loop:</i>	10 µL
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	3.2 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , 1.0 mmol/L NaHCO <sub>3</sub>



## 5.11 Ultra-high temperature processed milk

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 5 - 100/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	Metrohm Inline Dialysis
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	20 $\mu\text{L}$
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	3.2 mmol/L $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 1.0 mmol/L $\text{NaHCO}_3$



## 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 6.*

#### Problem

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

#### Behebung

#### Trennsäule regenerieren

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

##### 1 Trennsäule vom IC-System trennen

Den Ausgang der Trennsäule vom Eingang des Detektors trennen.

##### 2 Trennsäule regenerieren

Je nach Art der Verunreinigung muss die Trennsäule unterschiedlich regeneriert werden:

- Verunreinigung mit niedervalenten hydrophilen Ionen (*siehe Tabelle 4, Seite 36*).
- Verunreinigung mit hochvalenten hydrophoben Ionen oder organischen Verunreinigungen (*siehe Tabelle 5, Seite 36*)
- Verschobener Systempeak: Regeneriermethode mit Säulenofen (*siehe Tabelle 6, Seite 36*)

Tabelle 4 Verunreinigung mit niedervalenten hydrophilen Ionen

	Spülen mit	Dauer [min]	Flussrate [mL/min]	
			2-mm-Säulen	4-mm-Säulen
1	Reinstwasser	25	0.1	0.3
2	32 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 10 mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	100	0.1	0.3
3	Reinstwasser	25	0.1	0.3
4	Eluent	100	0.1	0.3

Tabelle 5 Verunreinigung mit hochvalenten hydrophoben Ionen oder organischen Verunreinigungen

	Spülen mit	Dauer [min]	Flussrate [mL/min]	
			2-mm-Säulen	4-mm-Säulen
1	Reinstwasser	25	0.1	0.3
2	5 % Acetonitril	20	0.1	0.3
3	100 % Acetonitril	60	0.1	0.3
4	50 % Acetonitril	10	0.1	0.3
5	Reinstwasser	50	0.1	0.3
6	Eluent	100	0.1	0.3

Tabelle 6 Verschobener Systempeak: Regeneriermethode mit Säulenofen

	Dauer	Flussrate [mL/min]		
		2-mm-Säulen	4-mm-Säulen	
1	Spülen mit konzentriertem Eluenten 1 mol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	25 min	0.1	0.4
2	Heizen auf 45 bis 50 °C, ohne zu spülen	10 - 12 h	0	0
3	Spülen mit normalem Eluenten	min. 40 min	0.1	0.4

## 6.2 Abnehmende Auflösung / Peakformen

### Problem

Die Auflösung der Peaks verschlechtert sich oder die Peakformen sind asymmetrisch.

### Ursachen und Vermeidung

Ursachen	Vermeidung / Behebung
Die Trennsäule wurde überladen	Die Trennsäule kann z. B. durch hohe Salzgehalte in der Probenmatrix überladen werden. <ul style="list-style-type: none"> <li>Probe verdünnen.</li> <li>Weniger Probe injizieren.</li> </ul>
Im IC-System besteht Totvolumen	<ul style="list-style-type: none"> <li>Überprüfen, ob alle Kapillaren einen Durchmesser von <math>\leq 0.25</math> mm (6.1831.010) besitzen. Falls nicht, diese Kapillaren ersetzen.</li> <li>Überprüfen, ob alle Kapillaren korrekt installiert wurden. Im Multi Media Guide IC Maintenance wird die Installation Schritt für Schritt gezeigt.</li> </ul>

## 6.3 Instabile Retentionszeiten

### Problem

Die Retentionszeiten sind instabil.

### Ursachen und Vermeidung

Ursachen	Vermeidung / Behebung
Carbonat im Eluenten	Kohlendioxid aus der Luft beeinflusst das Carbonat-Hydrogencarbonat-Gleichgewicht im Eluenten. Der Eluent wird mit der Zeit schwächer. <ul style="list-style-type: none"> <li>Die Eluentenflasche und die Flaschen mit Eluentenkonzentraten immer gut verschliessen.</li> <li>Immer einen CO<sub>2</sub>-Adsorber verwenden.</li> </ul>
Luftblasen im Eluenten	Der Fluss des Eluenten wird durch Luftblasen instabil. Ein instabiler Fluss zeigt sich u. a. am Rückdruck. Der Rückdruck sollte innerhalb von $\pm 0.1$ MPa stabil bleiben. <ul style="list-style-type: none"> <li>Die Hochdruckpumpe entlüften.</li> <li>Den Eluent-Degasser einsetzen.</li> </ul>



## 7 Literatur

Wir empfehlen folgende Literatur zur Vertiefung:

- Application Note S-229 Oxalate, thiosulfate and thiocyanate in amines
- Application Note S-239 Oxyhalides and standard anions according to EPA 300.1 applying the A Supp 5 - 250/4.0
- Application Note S-265 Semi-continuous determination of anions in aerosol applying PILS-IC
- Application Note S-269 MiPT – Metrohm intelligent Partial Loop Injection Technique
- Application Note S-275 Formate, acetate, oxalate and molybdate besides standard anions
- Application Note U-47 Anions in cooling lubricant after Inline Dialysis
- Application Note S-103 Five anions in water for infusion solutions
- Application Note S-323 Fast IC: Drinking water analysis including fluoride within less than seven minutes
- Application Note AN S-154 Eleven anions with high pressure gradient elution
- Direct injection ion chromatography for the control of chlorinated drinking water: simultaneous estimation of nine haloacetic acids and quantitation of bromate, chlorite and chlorate along with the major inorganic anions; p. 443-451; Journal of Water and Health, Vol. 12; No. 3;2014
- Poster: Determination of hexavalent chromium in drinking water according to a U.S. EPA Method; 8.000.6087
- Optimal Sample Preservation and Analysis of Cr(VI) in Drinking Water Samples by High Resolution Ion Chromatography Followed by Post Column Reaction and UV/Vis Detection; p.74-80; Journal of Analytical Sciences, Methods and Instrumentation;2/2012
- Sulphur and halide determination by combustion ion chromatography; p. 9-12; LC-GC Europe; May 31st 2010
- Metrosep A Supp 5-xxx/2.0 Flyer, 8.107.5003
- Monographie: Analysis of water samples and water constituents with Metrohm instruments, Seite 66 ff (8.038.5003)
- Säulenkatalog, 8.000.5117



# Index

## A

Aufbewahrung ..... 3

## B

Basislinie

    Konditionieren ..... 16

Bestellnummer ..... 1

## E

Eluent ..... 8

Equilibrierung ..... 15

## F

Flussrate ..... 2

## I

IC-Säule

    siehe "Trennsäule" ..... 11

Installation

    Trennsäule ..... 11

    Vorsäule ..... 9

## K

Konditionieren ..... 16

## S

Säule

    siehe "Trennsäule" ..... 11

Spezifikation ..... 2

Spülen

    Trennsäule ..... 14

    Vorsäule ..... 11

## T

Trennsäule

    Installation ..... 11

    Spülen ..... 14

## V

Vorsäule

    Installation ..... 9

    Spülen ..... 11