

Säulenhandbuch

Metrosep A Supp 7 (6.1006.6X0)

Handbuch

8.107.8046DE / v2 / 2024-05-01



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 7 (6.1006.6X0)

Handbuch

Technische Dokumentation
Metrohm AG
CH-9100 Herisau
techdoc@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.

Inhaltsverzeichnis

1	Allgemeine Informationen	1
1.1	Bestellinformationen	1
1.2	Technische Spezifikationen	2
2	Allgemeines ABC des Arbeitens mit Trennsäulen	4
3	Eluentherstellung	8
3.1	Chemikalien	8
3.2	Herstellung des Standardeluenten	8
4	Inbetriebnahme	9
4.1	Vorsäule anschliessen und spülen	9
4.2	Trennsäule anschliessen	11
4.3	Konditionierung	15
5	Applikationen	17
5.1	Standardchromatogramm	17
5.2	Einfluss der Temperatur	19
5.3	Eluent-Flussratenvariation	21
5.4	Variation des Eluenten	22
5.5	Trennung der Oxohalogeniden nach EPA 300.1	31
5.6	Verbesserung der Trennung Bromid/Chlorat/DCA mit der A Supp 16 Guard (EPA 300.1)	32
5.7	Multikomponentenanalyse mit Dose-in Gradient	34
5.8	Primärkreislauf eines Druckwasserreaktors	35
5.9	Ethanol E85 mit 85 % Ethanol and 15 % Benzin	36
5.10	Multikomponentenanalyse mit organischen Säuren	37
5.11	Schnelle Analytik für spät eluierende Ionen	38
6	Problembehandlung	39
6.1	Regeneration	39
6.2	Abnehmende Auflösung / Peakformen	40
6.3	Instabile Retentionszeiten	41
6.4	Unbekannte Peaks	41
6.5	Steigender Rückdruck	42



7	Literatur	43
	Index	45

1 Allgemeine Informationen

Diese Anionen-Trennsäule eignet sich speziell für die Bestimmung der Nebenprodukte aus der Wasseraufbereitung. Die Oxohalogenide können parallel zu den Standard-Anionen mittels sequenzieller Suppression und anschließender Leitfähigkeitsdetektion bestimmt werden. Zudem eignet sich die Säule für die Trennung organischer Säuren wie Glycolat, Acetat und Formiat.

Die ausgezeichneten Peaksymmetrien und hohe Bodenzahlen erlauben einen universellen Einsatz in der Ionenchromatographie.

1.1 Bestellinformationen

Tabelle 1 Säulen 4mm

Bestellnummer	Bezeichnung
6.1006.620	Metrosep A Supp 7 - 150/4.0
6.1006.630	Metrosep A Supp 7 - 250/4.0

Tabelle 2 Säulen 2mm

Bestellnummer	Bezeichnung
6.1006.640	Metrosep A Supp 7 - 150/2.0
6.1006.650	Metrosep A Supp 7 - 250/2.0

Tabelle 3 Vorsäulen 4 mm

Bestellnummer	Bezeichnung
6.1006.500	Metrosep A Supp 4/5 Guard/4.0
6.1006.540	Metrosep A Supp 4/5 S-Guard/4.0
6.1011.030	Metrosep RP 2 Guard/3.5
6.1031.500	Metrosep A Supp 16 Guard/4.0
6.1031.510	Metrosep A Supp 16 S-Guard/4.0

Tabelle 4 Vorsäulen 2 mm

Bestellnummer	Bezeichnung
6.1006.600	Metrosep A Supp 5 Guard/2.0
6.1006.610	Metrosep A Supp 5 S-Guard/2.0



Bestellnummer	Bezeichnung
6.1031.600	Metrosep A Supp 16 Guard/2.0
6.1031.610	Metrosep A Supp 16 S-Guard/2.0

1.2 Technische Spezifikationen

Säulenmaterial Polyvinylalkohol mit quaternären Ammoniumgruppen

Partikelgrösse 5 µm

Abmessungen

Bestellnummer	Abmessungen
6.1006.620	150 x 4.0 mm
6.1006.630	250 x 4.0 mm
6.1006.640	150 x 2.0 mm
6.1006.650	250 x 2.0 mm

pH-Bereich 3 bis 12

Temperaturbereich 20 bis 60 °C

Empfohlene Standardtemperatur 45 °C

Maximaler Druck

4 mm	15 MPa (150 bar)
2 mm	20 MPa (200 bar)

Flussrate

Bestellnummer	Empfohlene Flussrate	Maximale Flussrate
6.1006.620	0.7 mL/min	1.0 mL/min
6.1006.630	0.7 mL/min	1.0 mL/min
6.1006.640	0.2 mL/min	0.6 mL/min
6.1006.650	0.2 mL/min	0.4 mL/min

Standardeluent 3.6 mmol/L Natriumcarbonat

Erlaubte organische Zusätze

im Eluenten 0 bis 100 % Acetonitril, Aceton und Methanol

in der Probenmatrix 0 bis 100 % Acetonitril, Aceton und Methanol

Kapazität

Bestellnummer	Kapazität
6.1006.620	76 µmol (Cl ⁻)

Bestellnummer	Kapazität
6.1006.630	110 µmol (Cl ⁻)
6.1006.640	18 µmol (Cl ⁻)
6.1006.650	27 µmol (Cl ⁻)

Vorbereitung

1. Die Säule mit einem Flussgradienten innerhalb von 2 min auf den Standardfluss einstellen.
2. Warten, bis sich die Basislinie einstellt.

Aufbewahrung

Die Säule in Standardeluent bei 4 bis 8 °C lagern.

Typischer Druck

Für Säulen mit Vorsäule unter Standardbedingungen mit sequenzieller Suppression.

Bestellnummer	Typischer Druck
6.1006.620	5.8 ± 2 MPa
6.1006.630	9.6 ± 2 MPa
6.1006.640	5.2 ± 2 MPa
6.1006.650	9.0 ± 2 MPa

Gehäusematerial

intelligente Säule mit Chip, sogenannte iColumn aus PEEK

Anwendung

Bestimmung von anorganischen Anionen und Oxyhalogeniden inklusive Dichloressigsäure mit chemischer und sequenzieller Suppression.

2 Allgemeines ABC des Arbeitens mit Trennsäulen

Aufbewahrung 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.

Bakterienwachstum Bakterienwachstum verschlechtert die Chromatographie signifikant und zerstört Trennsäulen. Sehr viele chromatographische Probleme sind auf den Bewuchs mit Algen, Bakterien und Pilzen zurückzuführen.

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:

1. Gründlich mit hochreinem und UV-behandeltem Wasser (> 18.2 MΩ) spülen.
2. Mit einem Methanol-Wasser-Gemisch oder einem Aceton-Wasser-Gemisch ausschwenken.
3. Nochmals mit Reinstwasser spülen.

Wenn sich trotz dieser Vorsichtsmassnahmen Bakterien oder Algen bilden, dürfen Sie dem Eluenten 5 % Methanol oder Acetonitril zusetzen.

Chemikalienqualität Sämtliche Chemikalien müssen mindestens die Qualität p.a. oder puriss. aufweisen. Standardlösungen müssen speziell für die Ionenchromatographie geeignet sein.

Chemischer Stress 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.

Schützen Sie auch Eluenten mit schwacher Pufferkapazität (z. B. Natronlauge-Eluenten) vor Kohlendioxid.

CO₂ Kohlendioxid aus der Luft beeinflusst Natriumhydroxid-Eluenten. Der Eluent entwickelt mit der Zeit eine stärkere Elutionskraft. Um das zu vermeiden, rüsten Sie die Eluentenflasche immer mit einem CO₂-Adsorbiermaterial ("Natronkalk", "soda lime") aus.

<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 befüllt. Für Natriumhydroxid-Eluenten und Carbonat-Eluenten wird Natronkalk – als schwacher CO ₂ -Adsorber – verwendet.
<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. 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"> ▪ durch Bakterienwachstum ▪ durch nicht filtrierte Eluenten ▪ aus der Probe ▪ durch die Spüllösung und/oder Regenerierlösung <p>Minimieren Sie dieses Risiko, indem Sie einen Ansaugfilter (6.2821.090), den Inline-Filter (6.2821.120) und eine Vorsäule 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 standardmäßig verwendet werden sollte. Alternativ zu Probenvorbereitungskartu-

ten Chemikalien sind deshalb weitestgehend ungiftig und belasten die Umwelt nicht. Sofern Sie jedoch mit Säuren, Basen, organischen Lösungsmitteln oder Schwermetallstandards arbeiten, entsorgen Sie diese nach Gebrauch ordnungsgemäss.

Vorsäulen

Vorsäulen dienen dem Schutz der Trennsäulen. Ihre Verwendung wird dringend empfohlen. Sie enthalten in der Regel die gleiche stationäre Phase, die auch in den Trennsäulen verwendet wird, jedoch in deutlich geringerer Menge, um einen Einfluss auf die Chromatographie zu verhindern. Vorsäulen entfernen kritische Verunreinigungen, die mit dem Säulenmaterial reagieren könnten, zudem entfernen sie wirkungsvoll Partikel und bakterielle Verunreinigungen.

Ersetzen Sie die Vorsäule in folgenden Fällen:

- wenn der Gegendruck im System ansteigt
- wenn sich die Chromatographie verschlechtert

Wir empfehlen, während der Lebensdauer der Trennsäule 3 bis 4 Vorsäulen einzusetzen.

Vorsäulen sind für alle Metrosep-Trennsäulen erhältlich.

Wasserqualität

In der Ionenchromatographie wird vorwiegend mit wässrigen Medien gearbeitet. Die Wasserqualität ist deshalb ganz entscheidend für eine gute Chromatographie. Ist die Wasserqualität ungenügend, so sind es die Ergebnisse definitiv auch. Zusätzlich besteht die Gefahr, dass Geräte und Trennsäulen durch ungenügende Wasserqualität beschädigt werden. Das verwendete Reinstwasser sollte einen spezifischen Widerstand grösser als 18.2 M Ω -cm aufweisen und partikelfrei sein. Wir empfehlen deshalb, das Wasser durch ein 0.45- μ m-Filter zu filtrieren und mit UV zu behandeln. Moderne Reinstwasseranlagen für den Laborbedarf garantieren diese Wasserqualität (Typ I).

3 Eluentherstellung

Wir empfehlen, sowohl für die Standardherstellung als auch für die Eluentherstellung Chemikalien von hohem Reinheitsgrad zu wählen.

3.1 Chemikalien

Empfohlene Chemikalien

- Natriumcarbonat
Merck Bestellnummer: 1.06393.1000
- Reinstwasser vom Typ I (siehe ASTM D1193)
Widerstand > 18 M Ω ·cm (25 °C)
TOC < 10 μ g/L

3.2 Herstellung des Standardeluenten

Um 2 L des Standardeluenten mit 3.6 mmol/L Natriumcarbonat herzustellen, müssen folgende Schritte ausgeführt werden:

2 L Standardeluent herstellen

Erforderliches Zubehör

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

- 1** Die Eluentenflasche mehrmals mit Reinstwasser vorspülen.
- 2** 2 L Reinstwasser in die Eluentenflasche füllen.
- 3** Den Eluent-Degasser verwenden. Falls kein Eluent-Degasser zur Verfügung steht, das Reinstwasser mit einer Vakuumpumpe während ca. 5 bis 10 Minuten entgasen.

Das Entgasen verhindert Probleme mit Luftbläschen in der Hochdruckpumpe.
- 4** 763 mg Natriumcarbonat abwägen und zugeben.

Mit diesem Eluenten (3.6 mmol/L Natriumcarbonat) und sequenzieller Suppression kann eine Hintergrundleitfähigkeit von < 1 μ S/cm erreicht werden. Typischerweise beträgt das Rauschen weniger als 0.2 nS/cm.

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

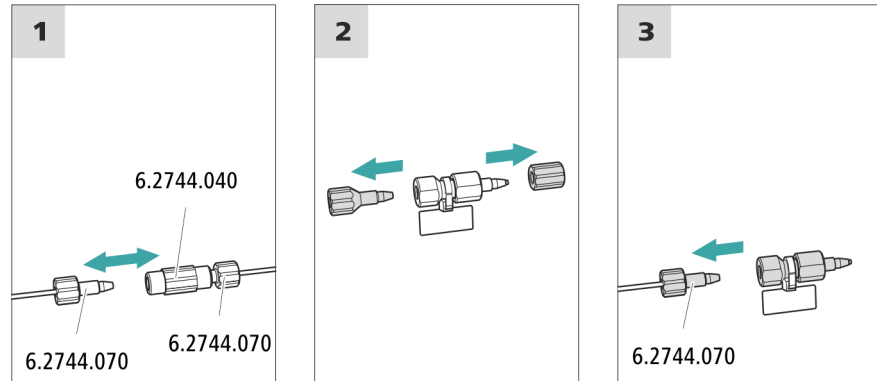
Die Vorsäule darf erst angeschlossen werden, nachdem das Gerät bereits einmal in Betrieb genommen wurde. Bis dahin müssen die Vorsäule und die Trennsäule durch eine Kupplung (6.2744.040) ersetzt werden.

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.



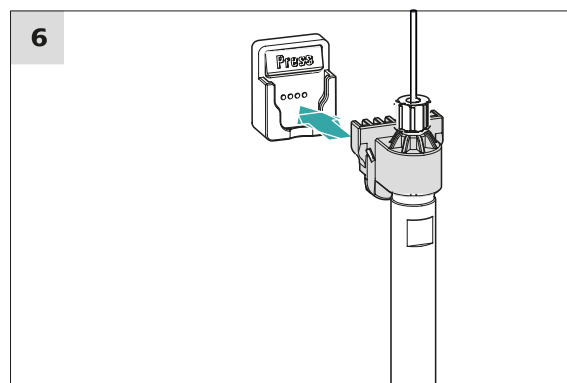
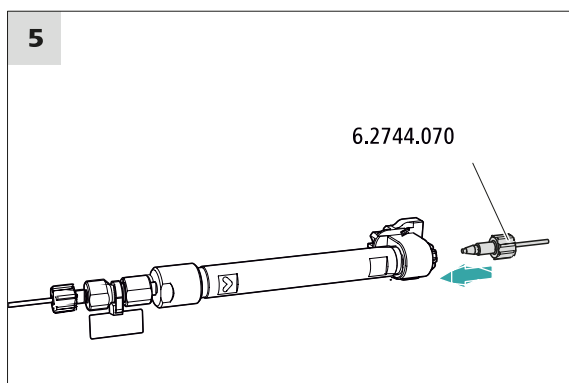
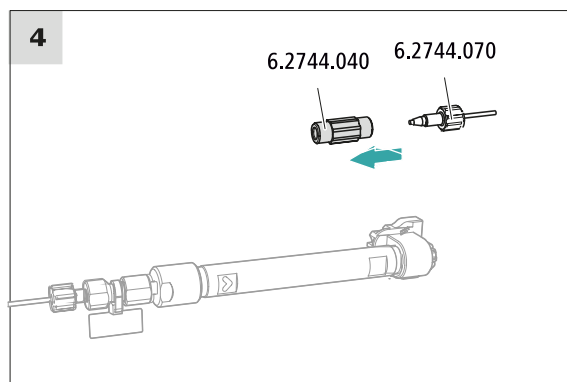
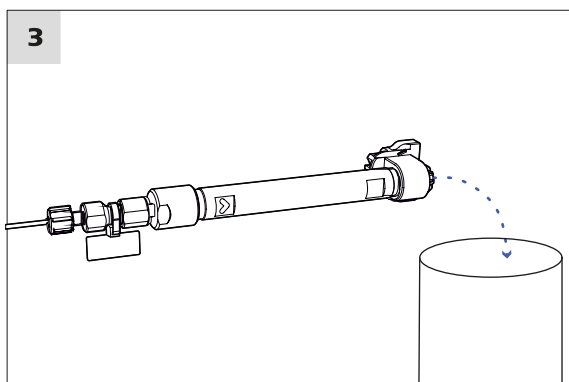
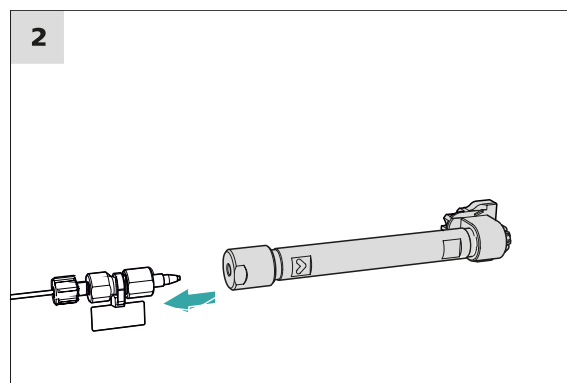
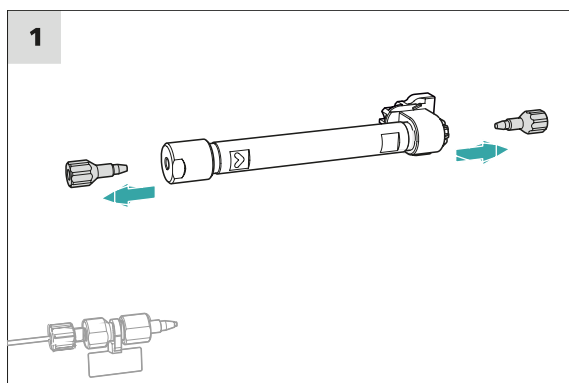
VORSICHT

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 Säulen-Einlasskapillare 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: 45 °C

Flussrate: 4 mm: 0.7 mL/min
2 mm: 0.2 mL/min

Loop: 4 mm: 20 µL
2 mm: 10 µL

Eluent: 3.6 mmol/L Na₂CO₃

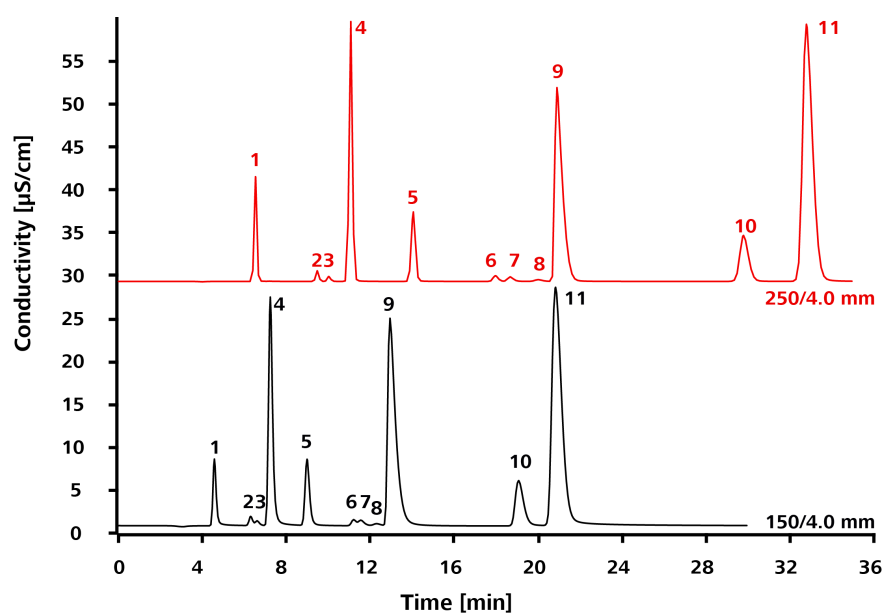


Abbildung 1 Metrosep A Supp 7 - X50/4.0

Metrosep A Supp 7 x50/4.0		mg/L
1	Fluorid	2
2	Chlorit	1



Metrosep A Supp 7 x50/4.0		mg/L
3	Bromat	1
4	Chlorid	10
5	Nitrit	5
6	Bromid	1
7	Chlorat	1
8	Dichloressigsäure	1
9	Nitrat	30
10	Phosphat	15
11	Sulfat	40

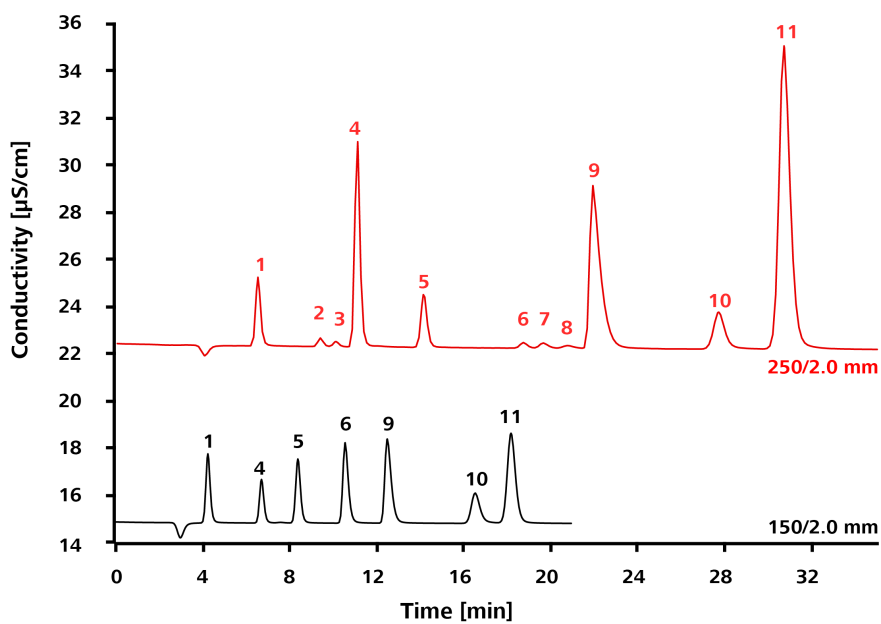


Abbildung 2 Metrosep A Supp 7 - X50/2.0

Metrosep A Supp 7 x50/2.0		mg/L
1	Fluorid	2
2	Chlorit	1
3	Bromat	1
4	Chlorid	10
5	Nitrit	5
6	Bromid	1
7	Chlorat	1
8	Dichloressigsäure	1
9	Nitrat	30
10	Phosphat	15



Metrosep A Supp 7 x50/2.0		mg/L
11	Sulfat	40

5.2 Einfluss der Temperatur

Säule: Metrosep A Supp 7 - 250/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

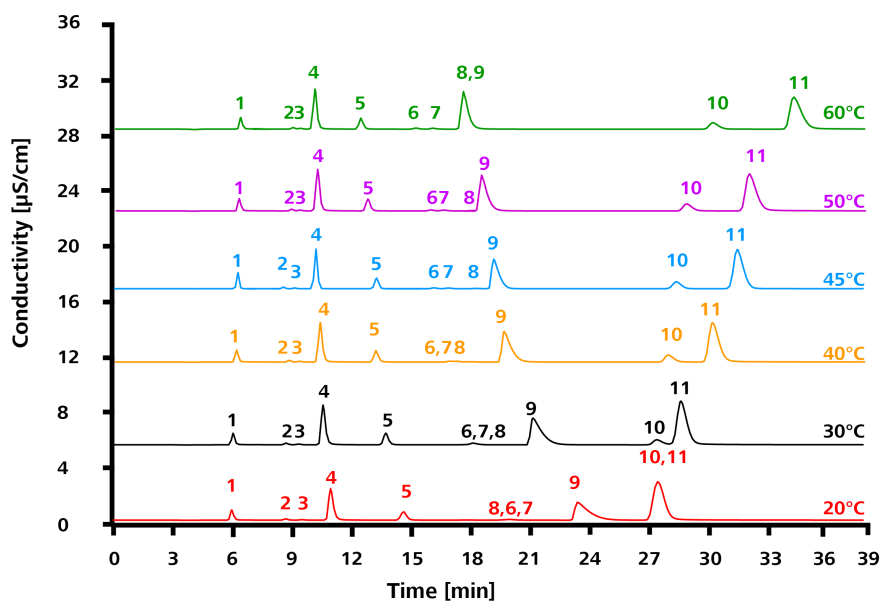
Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

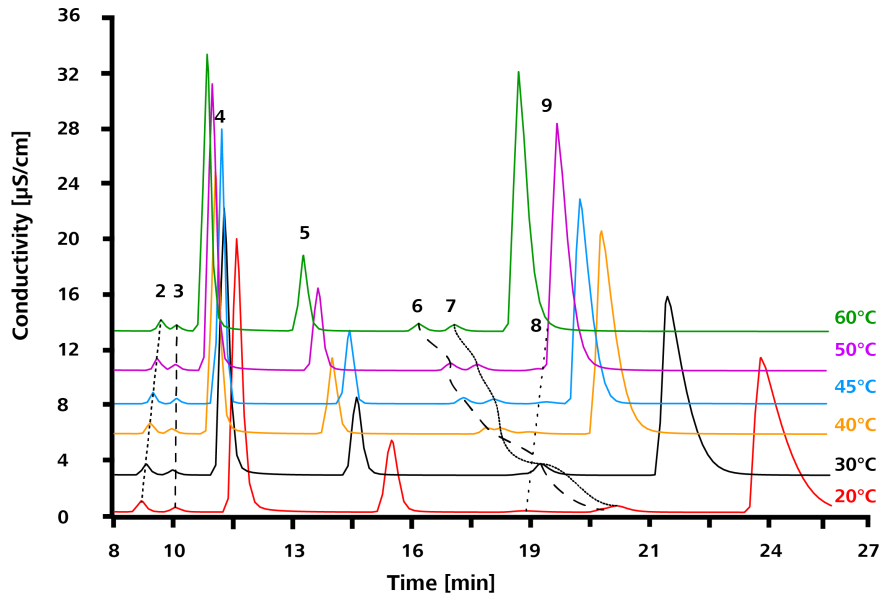
Temperatur: 20 bis 60 °C

Loop: 50 µL

Flussrate: 0.7 mL/min

Eluent: 3.6 mmol/L Na₂CO₃





	Metrosep A Supp 7 250/4.0	mg/L
1	Fluorid	2
2	Chlorit	1
3	Bromat	1
4	Chlorid	10
5	Nitrit	5
6	Bromid	1
7	Chlorat	1
8	Dichloressigsäure	1
9	Nitrat	30
10	Phosphat	15
11	Sulfat	40

Eine Erhöhung der Temperatur hat zur Folge, dass die Retentionszeiten der mehrwertigen Ionen wie Phosphat (10) und Sulfat (11) zunehmen. Die anderen Standardanionen nehmen leicht ab. Ausnahme hier bildet Nitrat (9) welches stark abnimmt. Gleichzeitig verbessert sich die Peaksymmetrie von Nitrat.

Die Trennung Chlorit (2) zu Bromat (3) ist grösser bei kühleren Temperaturen. Die Trennung von Bromid (6) zu Chlorat (7) hingegen ist besser bei erhöhter Temperatur. Dichloressigsäure (8) wird kaum von der Temperatur beeinflusst.

5.3 Eluent-Flussratenvariation

Säule: Metrosep A Supp 7 - 150/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

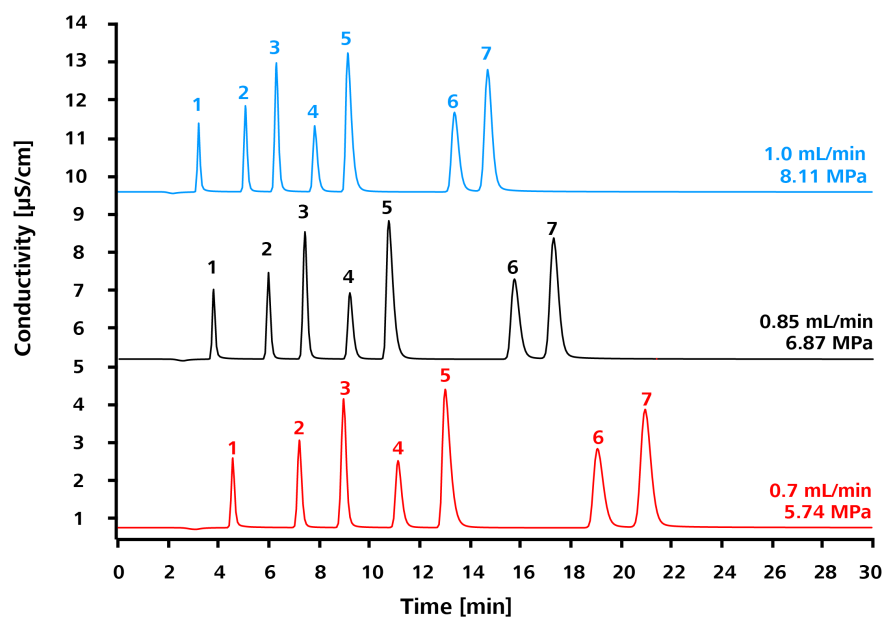
Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

Temperatur: 45 °C

Loop: 50 µL

Flussrate: 0.7 mL/min, 0.85 mL/min, 1.0 mL/min

Eluent: 3.6 mmol/L Na₂CO₃



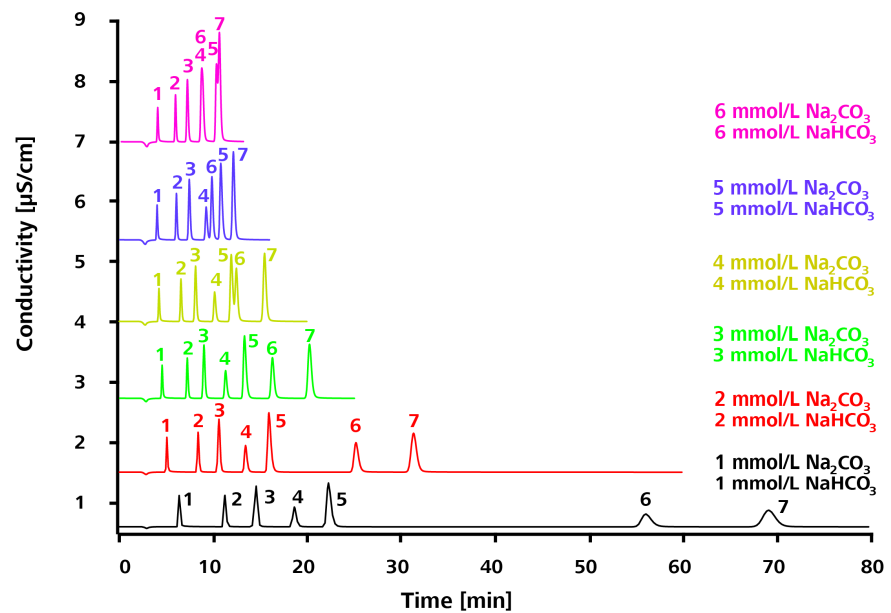
	Metrosep A Supp 7 - 150/4.0	mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorid	2
3	Nitrit	5
4	Bromid	5
5	Nitrat	10
6	Phosphat	15
7	Sulfat	10



5.4 Variation des Eluenten

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

Säule:	Metrosep A Supp 7 - 150/4.0
Probenvorbereitung:	-
Detektion:	Leitfähigkeit
Suppression:	sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
Temperatur:	45 °C
Loop:	20 µL
Flussrate:	0.7 mL/min
Eluent:	A) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 1 mmol/L NaHCO_3 B) 2 mmol/L Na_2CO_3 , 2 mmol/L NaHCO_3 C) 3 mmol/L Na_2CO_3 , 3 mmol/L NaHCO_3 D) 4 mmol/L Na_2CO_3 , 4 mmol/L NaHCO_3 E) 5 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3 F) 6 mmol/L Na_2CO_3 , 6 mmol/L NaHCO_3

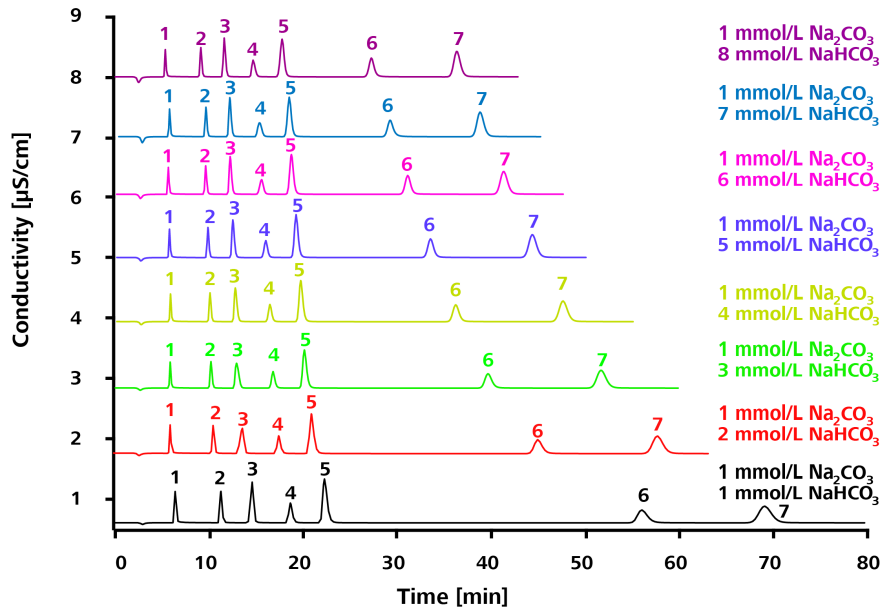


Metrosep A Supp 7 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorid	2
3	Nitrit	5
4	Bromid	5
5	Nitrat	10
6	Phosphat	15
7	Sulfat	10

Die Retentionszeit wird mit zunehmender $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ -Konzentration verkürzt. Insbesondere diejenigen für die mehrwertigen Anionen Phosphat und Sulfat werden stark verkürzt. Mit 5 mmol/L Na_2CO_3 / 5 mmol/L NaHCO_3 eluiert Phosphat (6) schön zwischen Bromid (4) und Nitrat (5). Bei 6 mmol/L Na_2CO_3 / 6 mmol/L NaHCO_3 coeluiieren Bromid (4) mit Phosphat (6) und Nitrat (5) mit Sulfat (7).

Variation NaHCO_3 mit konstantem Na_2CO_3

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 7 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	-
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	45 °C
<i>Loop:</i>	20 µL
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 1 mmol/L NaHCO_3 B) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 2 mmol/L NaHCO_3 C) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 3 mmol/L NaHCO_3 D) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 4 mmol/L NaHCO_3 E) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3 F) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 6 mmol/L NaHCO_3 G) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 7 mmol/L NaHCO_3 H) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 8 mmol/L NaHCO_3



Metrosep A Supp 7 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorid	2
3	Nitrit	5
4	Bromid	5
5	Nitrat	10
6	Phosphat	15
7	Sulfat	10

Die Retentionszeiten der monovalenten Anionen nehmen nur sehr schwach ab. Für Phosphat (6) und Sulfat (7) hingegen nimmt die Retention klar ab. Der Effekt schwächt sich aber mit zunehmender Konzentration des NaHCO₃ ab.

Variation Na₂CO₃ mit konstantem NaHCO₃

Säule: Metrosep A Supp 7 - 150/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

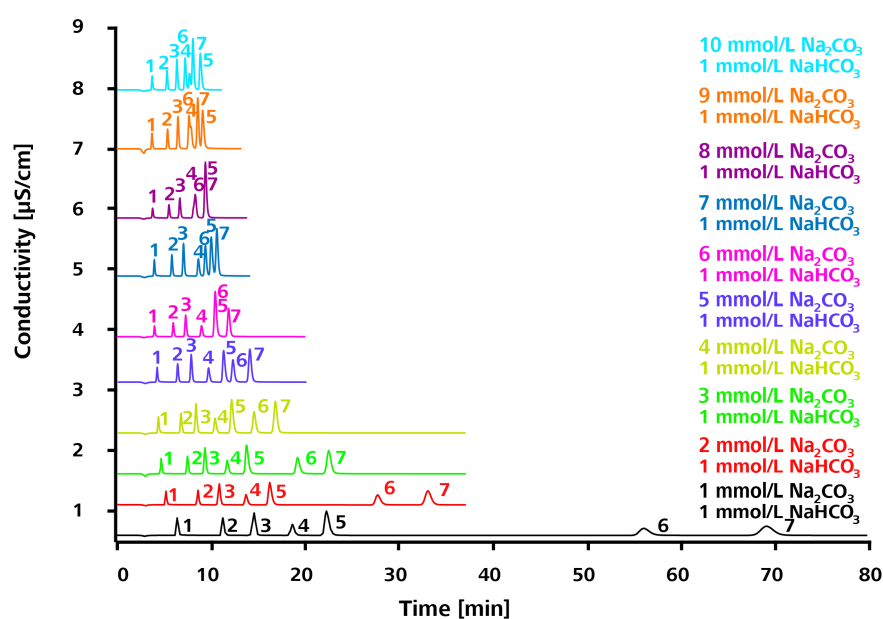
Temperatur: 45 °C

Loop: 20 µL

Flussrate: 0.7 mL/min

Eluent:

- A) 1 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3
 B) 2 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3
 C) 3 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3
 D) 4 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3
 E) 5 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3
 F) 6 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3
 G) 7 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3
 H) 8 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3
 I) 9 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3
 J) 10 mmol/L Na_2CO_3 , 5 mmol/L NaHCO_3



Metrosep A Supp 7 - 150/4.0		mg/L
1	Fluorid	1
2	Chlorid	2
3	Nitrit	5
4	Bromid	5
5	Nitrat	10
6	Phosphat	15
7	Sulfat	10

Durch die Erhöhung der Na_2CO_3 Konzentration können die Retentionszeiten von Phosphat (6) und Sulfat (7) überproportional verkürzt werden. Bei 10 mmol/L Na_2CO_3 eluiert Nitrat (5) sogar hinter Phosphat (6) und Sulfat (7).



Variation organischer Modifier: Aceton

Säule: Metrosep A Supp 7 - 150/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

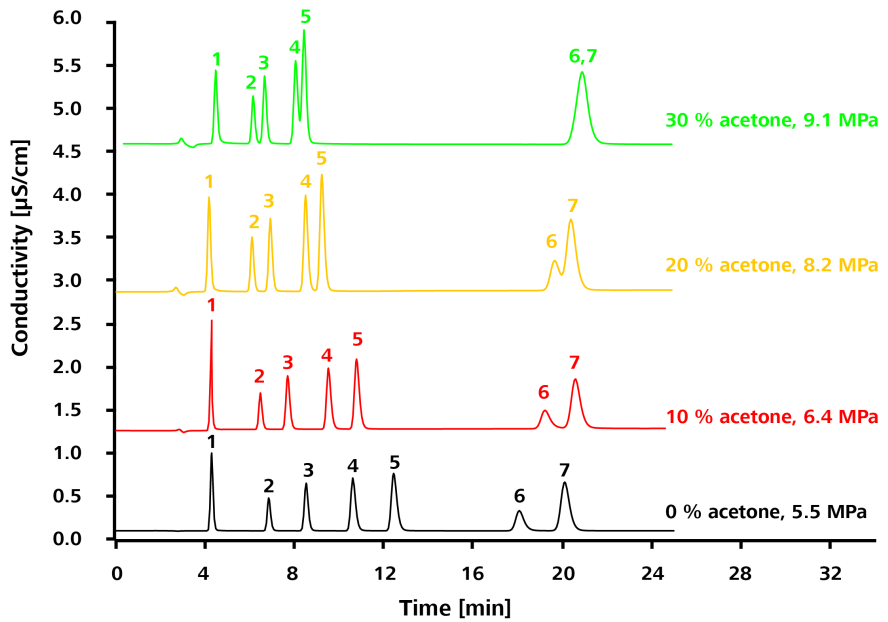
Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

Temperatur: 45 °C

Loop: 10 µL

Flussrate: 0.7 mL/min

Eluent: A) 3.6 mmol/L Na₂CO₃, 0 % Aceton
 B) 3.6 mmol/L Na₂CO₃, 10 % Aceton
 C) 3.6 mmol/L Na₂CO₃, 20 % Aceton
 D) 3.6 mmol/L Na₂CO₃, 30 % Aceton



	Metrosep A Supp 7 - 150/4.0	mg/L
1	Fluorid	"
2	Chlorid	2
3	Nitrit	5
4	Bromid	10
5	Nitrat	10

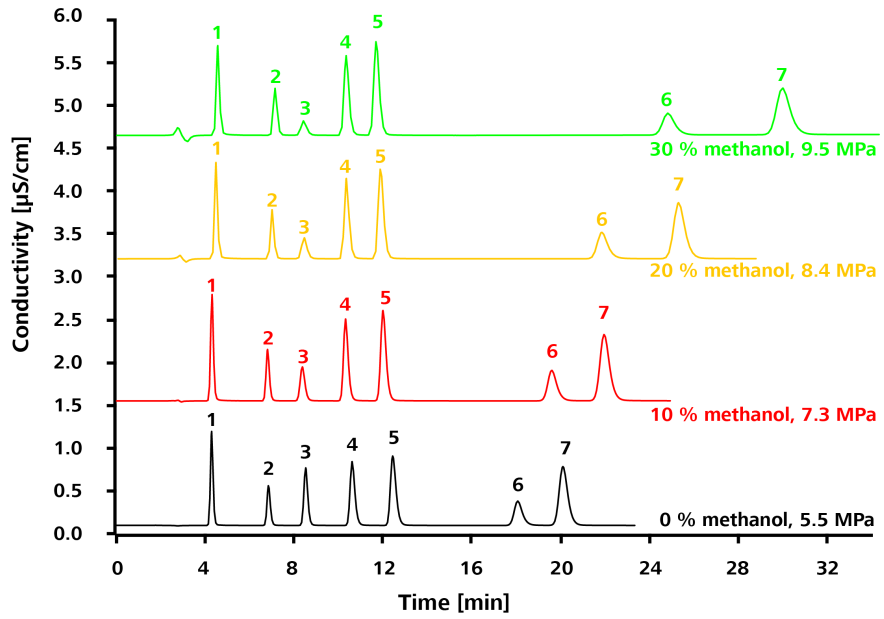
Metrosep A Supp 7 - 150/4.0		mg/L
6	Phosphat	10
7	Sulfat	10

Die einwertigen Ionen verlaufen mit zunehmendem Acetongehalt gegenläufig zu den mehrwertigen Phosphat (6) und Sulfat (7). Letztere verschieben sich mit steigendem Acetongehalt zu längeren Retentionszeiten. Mit 30 % Aceton coeluiert Phosphat (6) mit Sulfat (7).

Der Rückdruck nimmt mit steigendem Acetongehalt stetig zu.

Variation organischer Modifier: Methanol

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 7 - 150/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	-
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	45 °C
<i>Loop:</i>	10 µL
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 3.6 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 0 % Methanol B) 3.6 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 10 % Methanol C) 3.6 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 20 % Methanol D) 3.6 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 30 % Methanol



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

Die einwertigen Ionen Fluorid (1), Chlorid (2), Nitrit (3), Bromid (4), Nitrat (5) zeigen nur einen minimalen Einfluss durch Methanol zu kürzeren Retentionszeiten. Phosphat (6) und Sulfat (7) verschieben sich mit steigendem Methanolgehalt zu späteren Retentionszeiten. Im Gegensatz zu Aceton bleibt bei steigendem Methanolanteil die Trennung von Phosphat (6) und Sulfat (7) erhalten.

Die Empfindlichkeit der Ionen nimmt mit zunehmendem Methanolgehalt ab. Besonders stark ist dies für Nitrit (3) zu beobachten.

Der Rückdruck nimmt mit steigendem Methanolgehalt stetig zu.

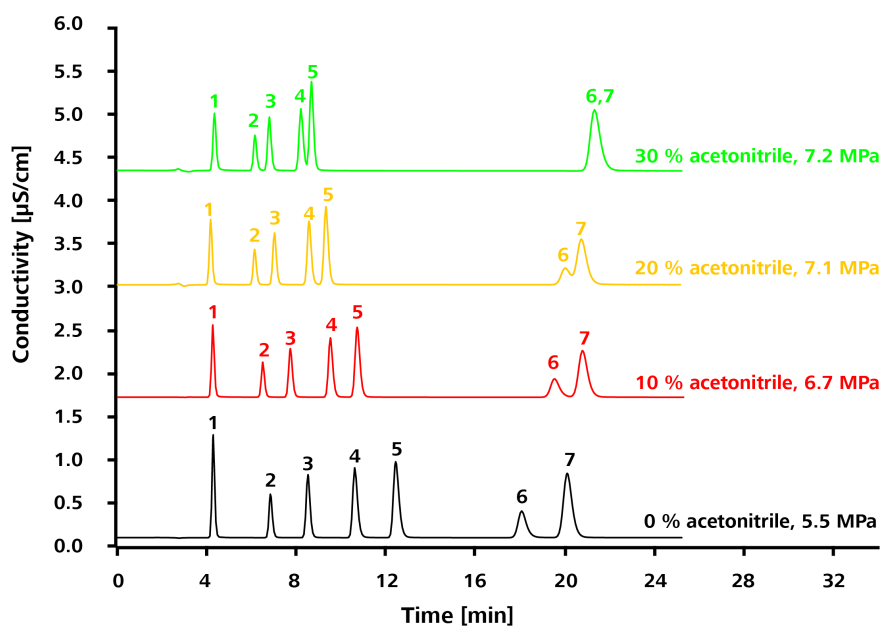
Variation organischer Modifizier: Acetonitril

Säule: Metrosep A Supp 7 - 150/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

<i>Suppression:</i>	sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	45 °C
<i>Loop:</i>	10 µL
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 3.2 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 1.0 mmol/L NaHCO ₃ , 0 % Acetonitril B) 3.2 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 1.0 mmol/L NaHCO ₃ , 10 % Acetonitril C) 3.2 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 1.0 mmol/L NaHCO ₃ , 20 % Acetonitril D) 3.2 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 1.0 mmol/L NaHCO ₃ , 30 % Acetonitril



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

Mit Acetonitril als organischem Modifizier zeigt sich ein sehr ähnliches Verhalten wie mit Aceton. Die einwertigen Ionen verlaufen mit zunehmendem Acetonitrilgehalt gegenläufig zu den mehrwertigen Phosphat (6) und Sulfat (7). Letztere verschieben sich mit steigendem Acetonitrilgehalt zu

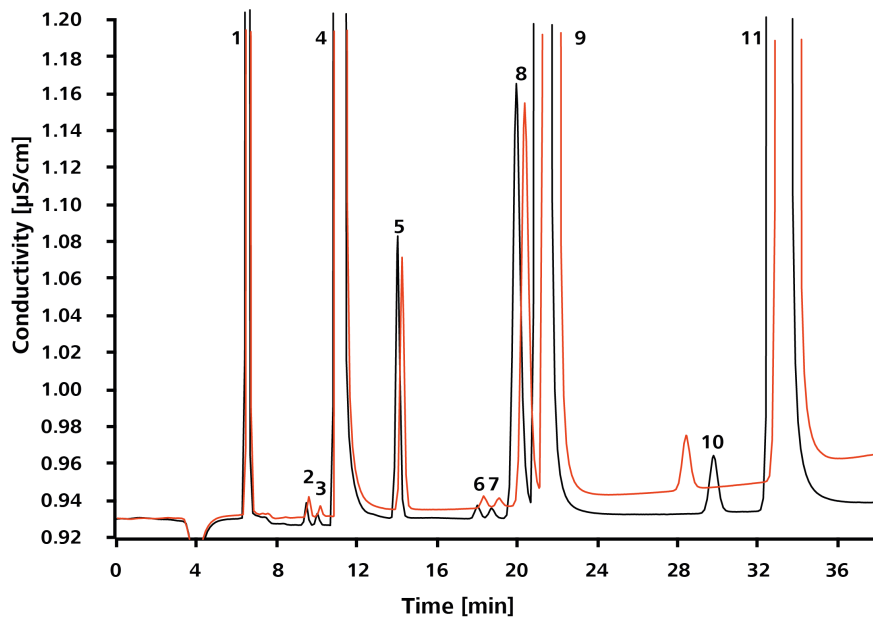


längeren Retentionszeiten. Mit 30 % Acetonitril coeluiert Phosphat (6) mit Sulfat (7).

Der Rückdruck nimmt mit steigendem Acetonitrilgehalt als organischem Modifizier am wenigsten zu.

Eluentvariation: Metrosep A Supp 5 Eluent

- Säule:* Metrosep A Supp 7 - 250/4.0
- Probenvorbereitung:* -
- Detektion:* Leitfähigkeit
- Suppression:* Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
- Temperatur:* 45 °C
- Loop:* 50 µL
- Flussrate:* 0.7 mL/min
- Eluent:* A) 3.2 mmol/L Na₂CO₃ / 1.0 mmol/L NaHCO₃ (rot)
B) 3.6 mmol/L Na₂CO₃ (schwarz)



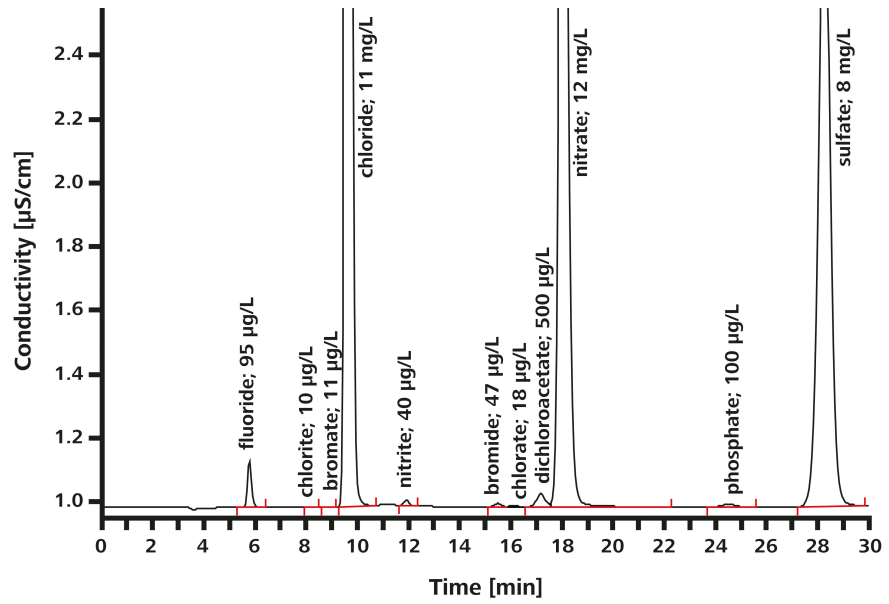
Metrosep A Supp 7 250/4.0		mg/L
1	Fluorid	0.1
2	Chlorit	0.01
3	Bromat	0.01

	Metrosep A Supp 7 250/4.0	mg/L
4	Chlorid	10
5	Nitrit	0.1
6	Bromid	0.1
7	Chlorat	0.01
8	Dichloressigsäure	1
9	Nitrat	10
10	Phosphat	0.1
11	Sulfat	10

Die Metrosep A Supp 7 kann neben dem Standardeluent (schwarz) auch mit dem Eluenten der Metrosep A Supp 5 (rot), der gepuffert ist, eingesetzt werden. Es ist kein Einfluss auf die Oxohalogenide zu sehen. Phosphat (10) verschiebt sich etwas durch die pH Veränderung.

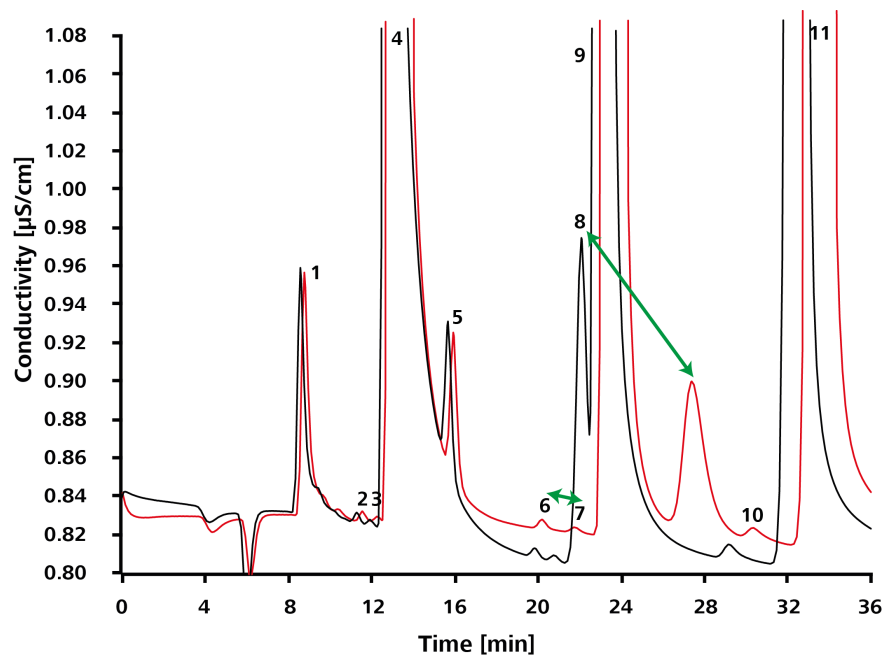
5.5 Trennung der Oxohalogeniden nach EPA 300.1

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 7 - 250/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	Inline Ultrafiltration
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	45 °C
<i>Loop:</i>	20 µL
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	3.6 mmol/L Na ₂ CO ₃



5.6 Verbesserung der Trennung Bromid/Chlorat/DCA mit der A Supp 16 Guard (EPA 300.1)

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 7 - 250/2.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	-
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	45 °C
<i>Loop:</i>	10 µL
<i>Flussrate:</i>	0.2 mL/min
<i>Eluent:</i>	3.6 mmol/L Na ₂ CO ₃

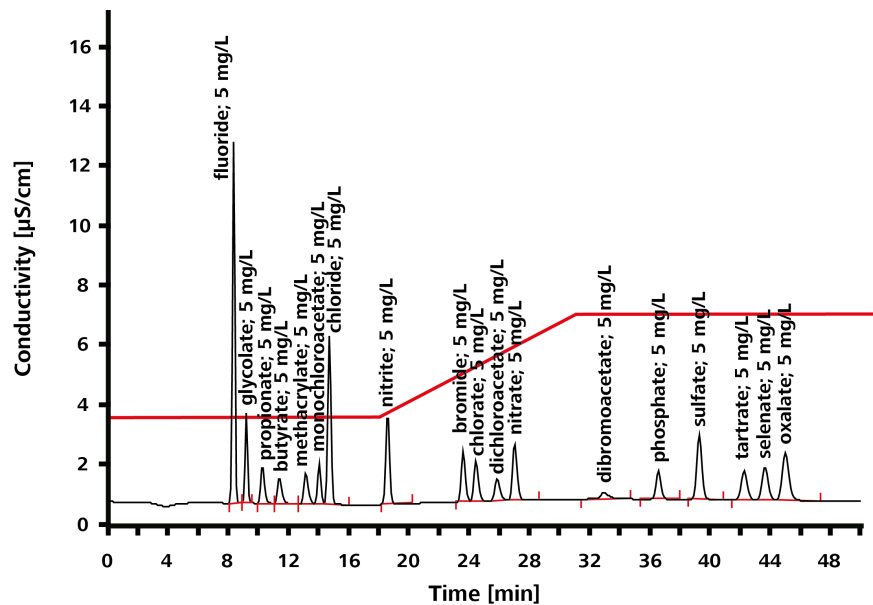


	Metrosep A Supp 7 - 250/2.0	mg/L
1	Fluorid	0.1
2	Chlorit	0.01
3	Bromat	0.01
4	Chlorid	10
5	Nitrit	0.1
6	Bromid	0.1
7	Chlorat	0.01
8	Dichloressigsäure	1
9	Nitrat	10
10	Phosphat	0.1
11	Sulfat	10

Eine Metrosep A Supp 5 Guard/2.0 hat keinen Einfluss auf die Trennung der Oxohalogenide. Die Metrosep A Supp 16 Guard/2.0 hingegen verbessert die Bromid/Chlorat Auflösung. Zugleich verschiebt sich DCA hinter das Nitrate. Derselbe Effekt lässt sich auch auf den 4 mm Säulen beobachten.

5.7 Multikomponentenanalyse mit Dose-in Gradient

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 7 - 250/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	-
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	45 °C
<i>Loop:</i>	20 µL
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	Eluent A: 9.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ Eluent B: 1.8 mmol/L Na ₂ CO ₃ Linearer Gradient mit 10 mL Dosing Unit wie folgt: <ul style="list-style-type: none"> ▪ 0-15 min: A: 0%, B: 100% ▪ 15-30 min: A: 0-37.5%, B: 100-62.5% ▪ 30-50 min: A: 37.5%, B: 62.5% ▪ 50-60 min: A: 0%, B: 100%



5.8 Primärkreislauf eines Druckwasserreaktors

Säule: Metrosep A Supp 7 - 250/4.0

Probenvorbereitung: Inline Anreicherung mit Inline Neutralisation von 3.3. mg/L Lithiumhydroxid und Matrix Elimination von 2 g/L Borsäure (MIPCT-NE-ME)

Detektion: Leitfähigkeit

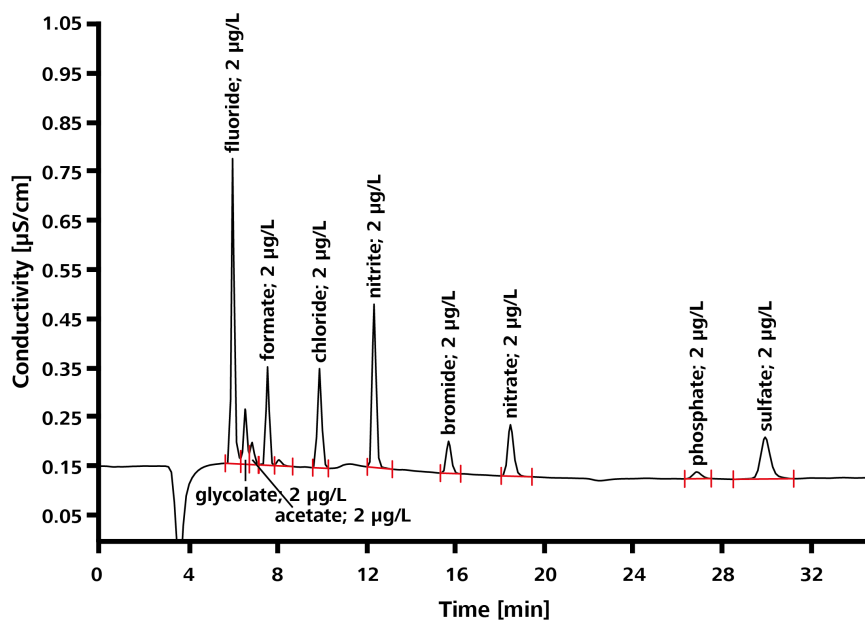
Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

Temperatur: 45 °C

Loop: 2000 µL mit Anreicherung auf Metrosep A PCC 2 HC/4.0

Flussrate: 0.7 mL/min

Eluent: 3.6 mmol/L Na₂CO₃



5.10 Multikomponentenanalyse mit organischen Säuren

Säule: Metrosep A Supp 7 - 250/2.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

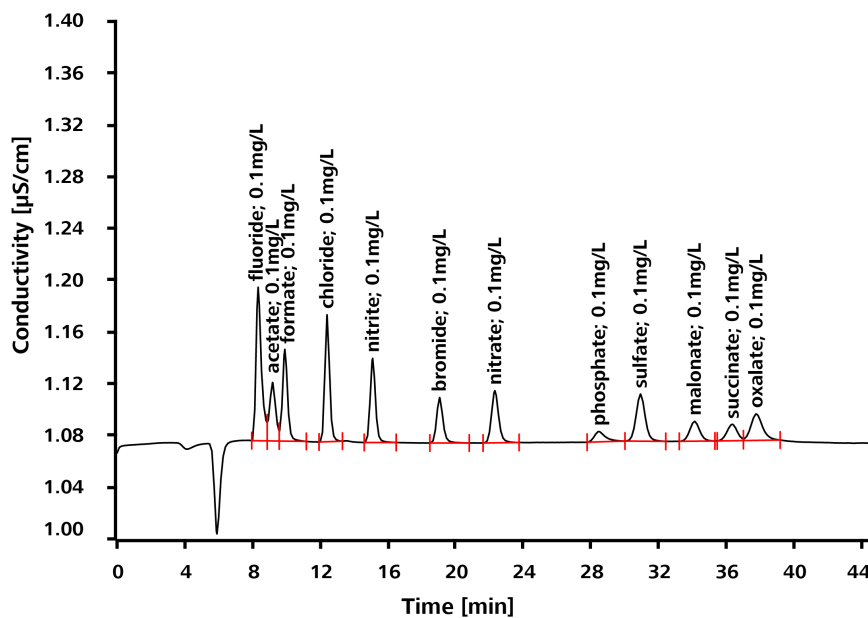
Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM-LC und MCS

Temperatur: 45 °C

Loop: 10 µL

Flussrate: 0.2 mL/min

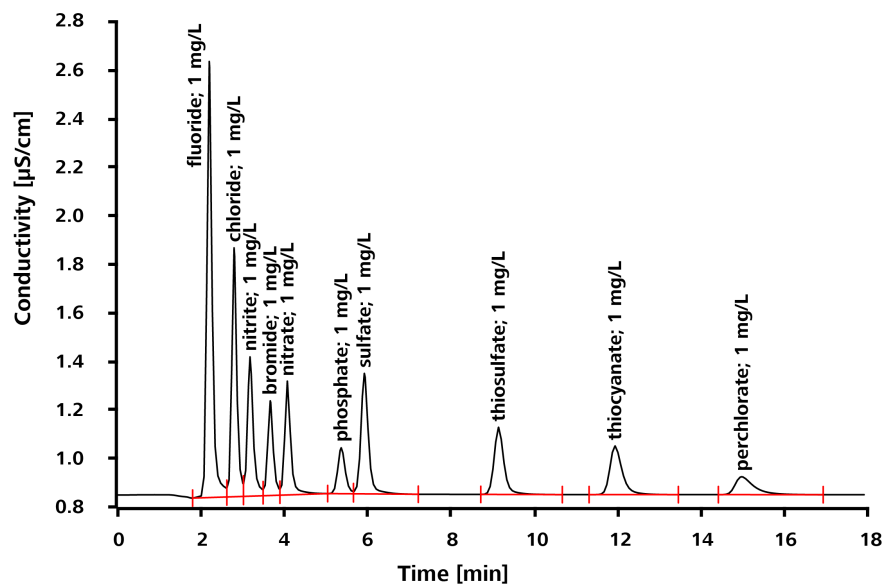
Eluent: 3.6 mmol/L Na₂CO₃





5.11 Schnelle Analytik für spät eluierende Ionen

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 7 - 150/2.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	-
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	55 °C
<i>Loop:</i>	10 µL
<i>Flussrate:</i>	0.6 mL/min (Rückdruck: ca. 18 MPa)
<i>Eluent:</i>	4.0 mmol/L Na ₂ CO 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 5, Seite 39*)
- Verunreinigung mit hochvalenten hydrophoben Ionen oder organischen Verunreinigungen (*siehe Tabelle 6, Seite 40*)

Tabelle 5 Verunreinigung mit niedervalenten hydrophilen Ionen

	Dauer in Minuten	Flussrate 2 mm	Flussrate 4 mm
1. Spülen mit Reinstwasser	25	0.1 mL/min	0.3 mL/min

	Dauer in Minuten	Flussrate 2 mm	Flussrate 4 mm
2. Spülen mit 10-fach konzentriertem Eluenten	100	0.1 mL/min	0.3 mL/min
3. Spülen mit Reinstwasser	25	0.1 mL/min	0.3 mL/min
4. Spülen mit Eluent	100	0.1 mL/min	0.3 mL/min

Tabelle 6 Verunreinigung mit hochvalenten hydrophoben Ionen oder organischen Verunreinigungen

	Dauer in Minuten	Flussrate 2 mm	Flussrate 4 mm
1. Spülen mit Reinstwasser	25	0.1 mL/min	0.3 mL/min
2. Spülen mit 100 % Acetonitril	20	0.1 mL/min	0.3 mL/min
3. Spülen mit Reinstwasser	25	0.1 mL/min	0.3 mL/min
4. Spülen mit 10-fach konzentriertem Eluenten	100	0.1 mL/min	0.3 mL/min
5. Spülen mit Reinstwasser	25	0.1 mL/min	0.3 mL/min
6. Spülen mit Eluent	100	0.1 mL/min	0.3 mL/min

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"> Probe verdünnen. Weniger Probe injizieren.
Im IC-System besteht Totvolumen	<ul style="list-style-type: none"> Überprüfen, ob alle Kapillaren einen Durchmesser von ≤ 0.25 mm (6.1831.010) besitzen. Falls nicht, die Kapillaren durch kleinere Kapillaren ersetzen. Überprüfen, ob alle Kapillaren korrekt installiert wurden. Im Multi Media Guide IC Maintenance wird die Installation Schritt für Schritt gezeigt.

6.3 Instabile Retentionszeiten

Problem Die Retentionszeiten sind instabil.

Ursachen und Vermeidung

Ursachen	Vermeidung / 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 Eluentkonzentraten immer gut verschliessen. ▪ Immer einen CO₂-Adsorber verwenden.
Luftblasen im Eluenten	<p>Der Fluss des Eluenten wird durch Luftblasen instabil. Ein instabiler Fluss zeigt sich u. a. am Rückdruck. Der Rückdruck sollte 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 / Behebung
Spät eluierende Analyten	<p>Etwas breitere unbekannte Peaks können durch spät eluierende Probenkomponenten entstehen. Diese stammen in diesen Fällen 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 / Behebung
Partikel auf der Vorsäule	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Vorsäule ersetzen.
Partikel auf der Trennsäule	<p>Die Trennsäule gegen die Flussrichtung 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

Wir empfehlen folgende Literatur zur Vertiefung:

- Application Note S-229 Oxohalides and monovalent organic acids in the presence of standard anions
- Application Note S-235 Determination of Anions and Oxohalides by US EPA method 300.1 A and B in a single analysis (Standard solution)
- Application Note S-236 Determination of Anions and Oxohalides by US EPA method 300.1 A and B in a single analysis (Sample)
- Application Note S-249 14 anions in an industrial process water
- Application Note S-252 Standard anions and organic acids in Bayer liquor applying Inline Neutralization
- Application Note S-255 Sixteen anions separated on the Metrosep A Supp 7 - 250 applying gradient elution
- Application Note S-256 Thirteen anions separated on the Metrosep A Supp 7 - 250
- Application Note S-267 Anions in an E85 blend (85% ethanol and 15% gasoline) applying Inline Matrix Elimination
- Application Note S-277 Hexafluorosilicate besides standard anions
- Application Note S-278 Anions in sodium tetraborate with Metrohm Inline Acidification, Inline Matrix Elimination and Inline Calibration
- Application Note U-48 Silicate and hexafluorosilicate
- Application Note S-305 Determination of chlorate, thiosulfate, thiocyanate, and perchlorate in the presence of standard anions using a Dose-in Gradient
- Application Note S-324 Traces of perchlorate in drinking water
- Application Note S-327 Shorter citrate retention times in beverage analysis using a step gradient
- Application Note S-339 15 organic acids on the Metrosep A Supp 7 - 250/4.0 using a high-pressure gradient
- Trace-level determination of anions in the primary circuit of a PWR-type nuclear power plant using ion chromatography after inline sample preparation, Poster Pittcon 2007, 8.000.6071
- Simultaneous Determination of Anions and Oxy-Halides (US EPA 300.1) by Sequential Suppressed Ion Chromatography in a Single Injection Analysis, p.23ff, The Application Notebook, 2007
- Direct Injection, Simple and Robust Analysis of Trace-Level Bromate and Bromide in Drinking Water by IC with Suppressed Conductivity Detection, p.537-543, Journal of separation Science, 48, 2010
- Physiochemical properties of carbonaceous aerosol from agricultural residue burning: Density, volatility, and hygroscopicity, p. 94-105, Atmospheric Environment, 140, 2016



- Monographie: Analysis of water samples and water constituents with Metrohm instruments, Seite 73 ff (8.038.5003)
- Säulenkatalog, 8.000.5194

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