

Säulenhandbuch

Metrosep A Supp 4 (6.1006.XX0 / 6.01021.XX0)

Handbuch

8.107.8051DE / 2017-11-30



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 4 (6.1006.XX0 /
6.01021.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.

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Allgemeine Informationen | 1 |
| 1.1 | Bestellinformationen | 1 |
| 1.2 | Technische Spezifikationen | 2 |
| 2 | Allgemeines ABC des Arbeitens mit Trennsäulen | 4 |
| 3 | Eluentenherstellung | 8 |
| 3.1 | Chemikalien | 8 |
| 3.2 | Herstellung des Standardeluenten | 8 |
| 4 | Inbetriebnahme | 10 |
| 4.1 | Vorsäule anschliessen und spülen | 10 |
| 4.2 | Trennsäule anschliessen | 12 |
| 4.3 | Konditionierung | 16 |
| 5 | Applikationen | 18 |
| 5.1 | Standardchromatogramm | 18 |
| 5.2 | Einfluss der Temperatur | 20 |
| 5.3 | Eluent-Flussratenvariation | 21 |
| 5.4 | Variation des Eluenten | 23 |
| 5.5 | Abwasseranalyse Kläranlage Herisau | 32 |
| 5.6 | Organische Säuren | 33 |
| 5.7 | Bestimmung von Fluorid, Chlorid, Nitrit, Nitrat und Sulfat in Mineralwasser | 34 |
| 5.8 | Bestimmung von Chlorid in System-Health-Check-Lösung in Heizungssystemen | 35 |
| 5.9 | Nicht suppressierte Leitfähigkeitsbestimmung von Hydroxylamindisulfonat | 36 |
| 5.10 | Bestimmung von Phosphat und Citrat in Blutgerinnungslösungen | 37 |
| 5.11 | Bestimmung von Iodat, Chlorid, Nitrat, Sulfat und Iodid mittels Leitfähigkeitsbestimmung und MiPT | 38 |
| 6 | Problembehandlung | 40 |
| 6.1 | Regeneration | 40 |
| 6.2 | Abnehmende Auflösung / Peakformen | 42 |



| | | |
|-----|----------------------------------|----|
| 6.3 | Instabile Retentionszeiten | 42 |
| 6.4 | Unbekannte Peaks | 43 |
| 6.5 | Steigender Rückdruck | 43 |
| 7 | Literatur | 44 |

1 Allgemeine Informationen

Diese äusserst robuste Anionen-Trennsäule wartet mit sehr guten Trenneigenschaften auf. Durch die 9 µm Partikelgrösse wird eine grössere Toleranz gegenüber Feinpartikeln gewährleistet. Sie eignet sich besonders für Routineaufgaben in der Abwasseranalytik.

1.1 Bestellinformationen

Tabelle 1 Säulen 4 mm

| Bestellnummer | Bezeichnung |
|----------------------|-----------------------------|
| 6.1006.430 | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 |

Tabelle 2 Säulen 2 mm

| Bestellnummer | Bezeichnung |
|----------------------|-----------------------------|
| 6.01021.230 | Metrosep A Supp 4 - 250/2.0 |

Tabelle 3 Vorsäulen 4 mm

| Bestellnummer | Bezeichnung |
|----------------------|-------------------------------|
| 6.01021.500 | Metrosep A Supp 4 Guard/4.0 |
| 6.01021.510 | Metrosep A Supp 4 S-Guard/4.0 |

Tabelle 4 Vorsäulen 2 mm

| Bestellnummer | Bezeichnung |
|----------------------|-------------------------------|
| 6.01021.600 | Metrosep A Supp 4 Guard/2.0 |
| 6.01021.610 | Metrosep A Supp 4 S-Guard/2.0 |



1.2 Technische Spezifikationen

| | | | |
|--------------------------------------|---|-----------------------------|---------------------------|
| <i>Säulenmaterial</i> | Polyvinylalkohol mit quartären Ammoniumgruppen | | |
| <i>Partikelgrösse</i> | 9 µm | | |
| <i>Abmessungen</i> | Bestellnummer | Abmessungen | |
| | 6.1006.430 | 250 x 4.0 mm | |
| | 6.01021.230 | 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: 12 MPa (120 bar) 2 mm: 15 MPa (150 bar) | | |
| <i>Flussrate</i> | Bestellnummer | Empfohlene Flussrate | Maximale Flussrate |
| | 6.1006.430 | 1.0 mL/min | 2.0 mL/min |
| | 6.01021.230 | 0.25 mL/min | 0.7 mL/min |
| <i>Standardeluent</i> | 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 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> | Bestellnummer | Kapazität | |
| | 6.1006.430 | 37 µmol (Cl ⁻) | |
| | 6.01021.230 | 11 µmol (Cl ⁻) | |
| <i>Vorbereitung</i> | <ol style="list-style-type: none"> 1. Die Säule mit einem Flussgradienten innerhalb von 2 min auf den Standardfluss einstellen. 2. Warten, bis sich die Basislinie einstellt. | | |
| <i>Aufbewahrung</i> | Die Säule in Standardeluent lagern. | | |
| <i>Typischer Druck</i> | Für Säulen mit Vorsäule unter Standardbedingungen mit chemischer Suppression: | | |



| Bestellnummer | Typischer Druck |
|----------------------|------------------------|
| 6.1006.430 | 5.3 ± 2 MPa |
| 6.01021.230 | 4.2 ± 2 MPa |

Säulengehäuse

Intelligente Säule mit Chip, sogenannte iColumn aus PEEK

Anwendung

Bestimmung von anorganischen und kleinen organischen Anionen mit chemischer oder sequenzieller Suppression. Die Säule eignet sich auch für die nicht suppressierte Analyse mit Phthalsäure als Eluent.



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">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. <p>Wenn sich trotz dieser Vorsichtsmassnahmen Bakterien oder Algen bilden, dürfen Sie dem Eluenten 5 % Methanol oder Acetonitril zusetzen.</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> | <p>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.</p> <p>Schützen Sie auch Eluenten mit schwacher Pufferkapazität (z. B. Natronlauge-Eluenten) vor Kohlendioxid.</p> |
| <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, rüsten Sie die Eluentenflasche immer mit einem CO ₂ -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 Carbonateluents 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- |



schen bieten sich Metrohm Inline-Probenvorbereitungstechniken (MISP) an, z. B. für die Neutralisation alkalischer Proben.

Pulsationsdämpfer

Wir empfehlen, einen Pulsationsdämpfer (6.2620.150) zu verwenden. Vor allem die Polymethacrylat-Säulen und Polyvinylalkohol-Säulen müssen vor kurzen Druckstößen, die zwangsläufig beim Schalten der Ventile entstehen, geschützt werden.

Mechanischer Stress

Jede mechanische Belastung der Säule sollte vermieden werden. Wenn die Säule beispielsweise auf eine harte Oberfläche aufschlägt, kann in der Säulenpackung (Trennphasenmaterial) ein Bruch oder eine Lücke entstehen, was sich auf die Chromatographie auswirkt. Die Säule wird dadurch irreversibel zerstört.

Regenerieren von Trennsäulen

Wenn Trennsäulen mit sauberen Eluenten betrieben und mit partikelfreien Proben beladen werden, so 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 unerwartet der Druck der Säule ansteigen oder die Trennleistung nachlassen sollte, dann können die zu jeder Säule angegebenen Regenerationsschritte durchgeführt werden. Generell ist zu beachten, dass die Regeneration ausserhalb der analytischen Linie stattfindet. Schliessen Sie die Trennsäule direkt an die Pumpe an. Leiten Sie die Regenerierlösung durch die Säule direkt in den Abfallbehälter. Bevor die Trennsäule wieder eingebaut wird, muss sie ausreichend mit frischem Eluenten gespült werden.

Stilllegen des Ionenchromatographen

Wenn Sie über längere Zeit (> 1 Woche) nicht mit dem Ionenchromatographen arbeiten, dann empfehlen wir, die Trennsäule auszubauen und mit den mitgelieferten Stopfen zu verschliessen. Spülen Sie den Ionenchromatographen mit Methanol/Wasser (1:4). Lagern Sie die Trennsäule in dem auf dem Säulenmerkblatt verzeichneten Medium und wenn nicht anderes erwähnt am besten zwischen 4 und 8 °C.

Wenn Sie das Gerät wieder in Betrieb nehmen, spülen Sie den Ionenchromatographen mit frischem Eluenten. Bringen Sie Trennsäule wieder auf Raumtemperatur, bevor Sie sie einbauen. 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 Unterhalt, Wartung und Kosten zuverlässig arbeiten. Metrosep-Trennsäulen stehen für Qualität, lange Lebensdauer und ausgezeichnete Ergebnisse.

Umweltschutz

Ein grosser Vorteil der Ionenchromatographie ist, dass meistens mit wässrigen Medien gearbeitet wird. Die in der Ionenchromatographie verwendete

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 Eluentenherstellung

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

3.1 Chemikalien

Empfohlene Chemikalien

- Natriumcarbonat
Merck Bestellnummer: 1.06393.1000
- Natriumhydrogencarbonat
Merck Bestellnummer: 1.06329.1000
- 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 1.8 mmol/L Natriumcarbonat und 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat herzustellen, müssen folgende Schritte ausgeführt werden:

2 L Standardeluent herstellen

Erforderliches Zubehör

- Eluentenflasche
- Deckel ausgerüstet mit CO₂-Adsorber
- Reinstwasser
- Natriumcarbonat
- Natriumhydrogencarbonat

- 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** 381.6 mg Natriumcarbonat und 285.6 mg Natriumhydrogencarbonat abwägen und zugeben und rühren.

5 Die Säule während 2 bis 3 Stunden mit dem Eluenten spülen.

Mit diesem Eluenten (1.8 mmol/L Natriumcarbonat und 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat) und sequenzieller Suppression kann eine Hintergrundleitfähigkeit von $< 1 \mu\text{S}/\text{cm}$ erreicht werden. Typischerweise beträgt das Rauschen weniger als $0.2 \text{ nS}/\text{cm}$.



HINWEIS

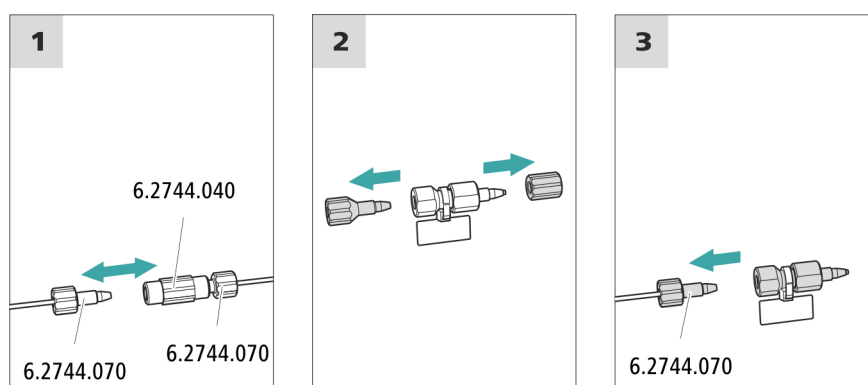
Die Vorsäule darf erst angeschlossen werden, nachdem das Gerät bereits einmal in Betrieb genommen wurde. Bis dahin müssen die Vorsäule und die Trennsäule durch eine Kupplung (6.2744.040) ersetzt werden.

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.

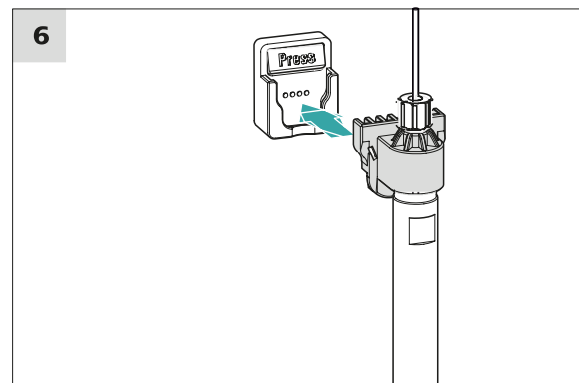
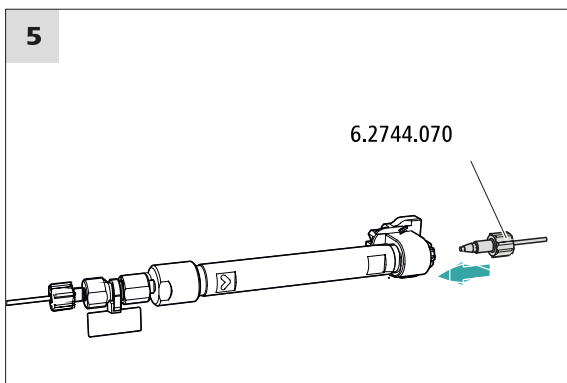
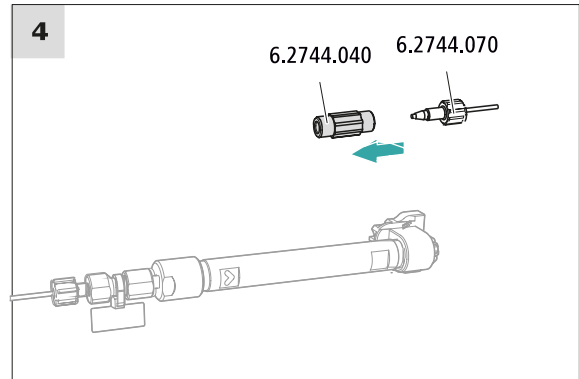
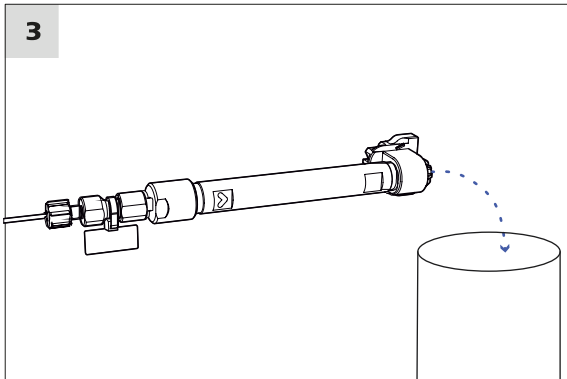
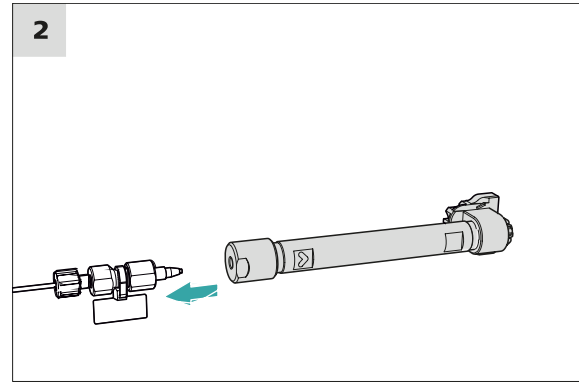
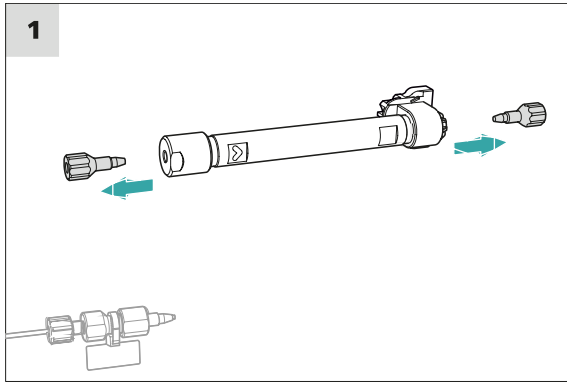
Jeder Säule liegt ein Testchromatogramm und ein Merkblatt bei. Detaillierte Informationen zu speziellen IC-Applikationen finden Sie in den entsprechenden "**Application Bulletins**" oder "**Application Notes**". Diese sind im Internet unter <http://www.metrohm.com> im Bereich Applikationen zu finden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

- 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

4-mm-Säule

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

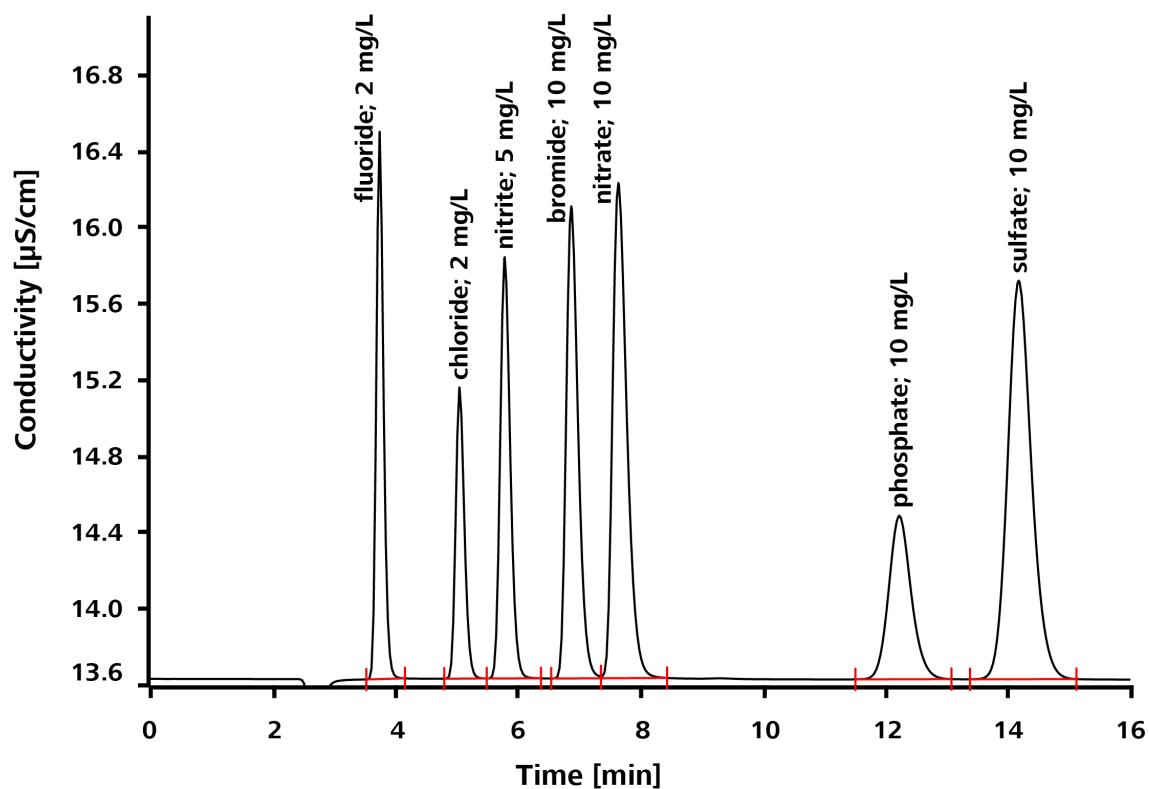
Suppression: Chemische Suppression mit MSM

Temperatur: 25 °C

Flussrate: 1.0 mL/min

Loop: 20 µL

Eluent: 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat



2-mm-Säule

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/2.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

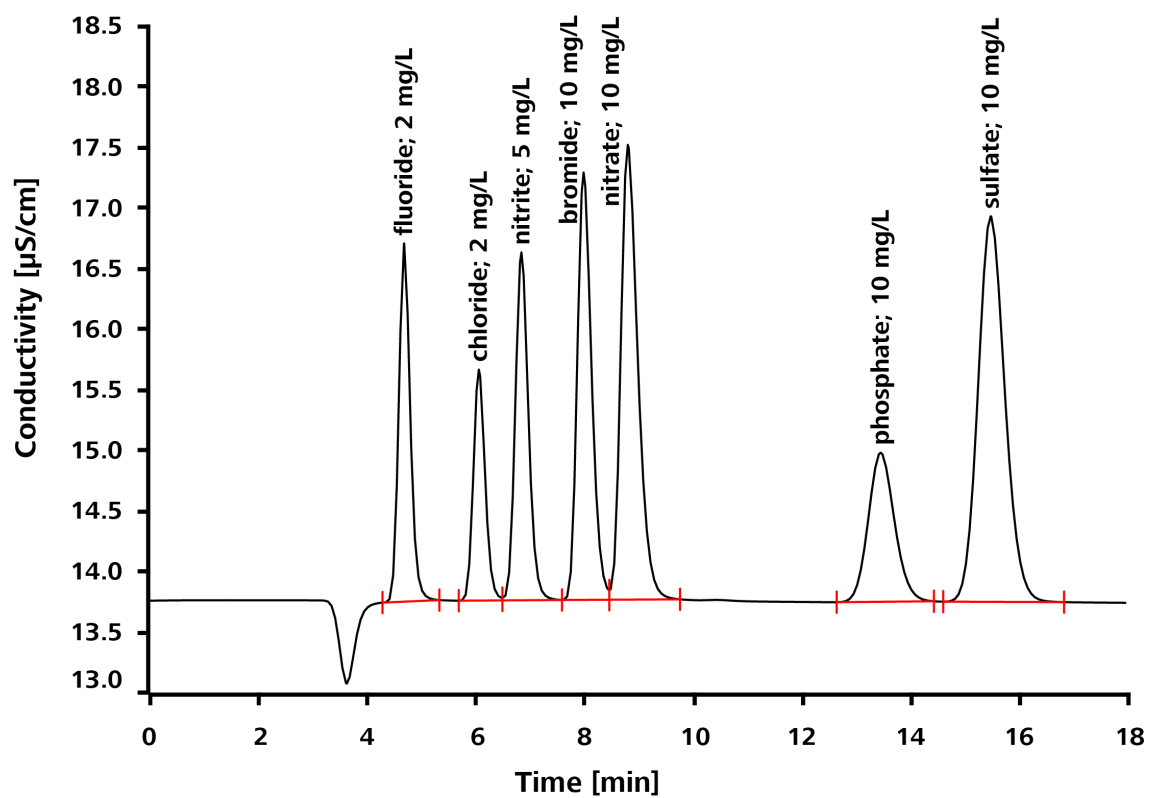
Suppression: Chemische Suppression mit MSM-LC

Temperatur: 25 °C

Flussrate: 0.25 mL/min

Loop: 10 µL

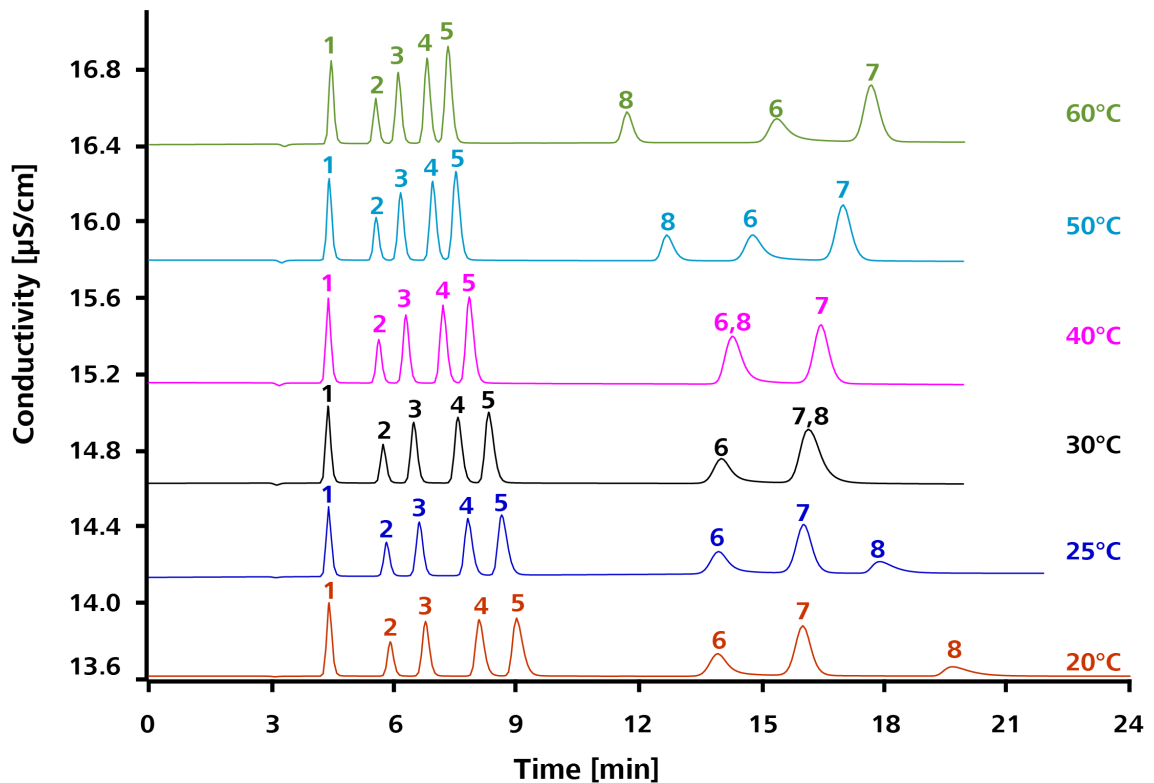
Eluent: 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat





5.2 Einfluss der Temperatur

| | |
|---------------------|--|
| Säule: | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 |
| Probenvorbereitung: | - |
| Detektion: | Leitfähigkeit |
| Suppression: | sequenzielle Suppression mit MSM und MCS |
| Temperatur: | 20 bis 60 °C |
| Flussrate: | 1.0 mL/min |
| Loop: | 20 µL |
| Eluent: | 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat |



Eine Erhöhung der Temperatur hat zur Folge, dass die Retentionszeiten der einwertigen Anionen leicht abnehmen. Bei Iodid hingegen wird die Retentionszeit bei Erhöhung der Temperatur stark verkürzt. Iodid coeluiert bei 30 °C mit Sulfat und bei 40 °C mit Phosphat. Phosphat und Sulfat eluieren bei höherer Temperatur später.

| Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | | mg/L |
|------------------------------------|----------|-------------|
| 1. | Fluorid | 2 |
| 2. | Chlorid | 2 |
| 3. | Nitrit | 5 |
| 4. | Bromid | 10 |
| 5. | Nitrat | 10 |
| 6. | Phosphat | 10 |
| 7. | Sulfat | 10 |
| 8. | Iodid | 10 |

5.3 Eluent-Flussratenvariation

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

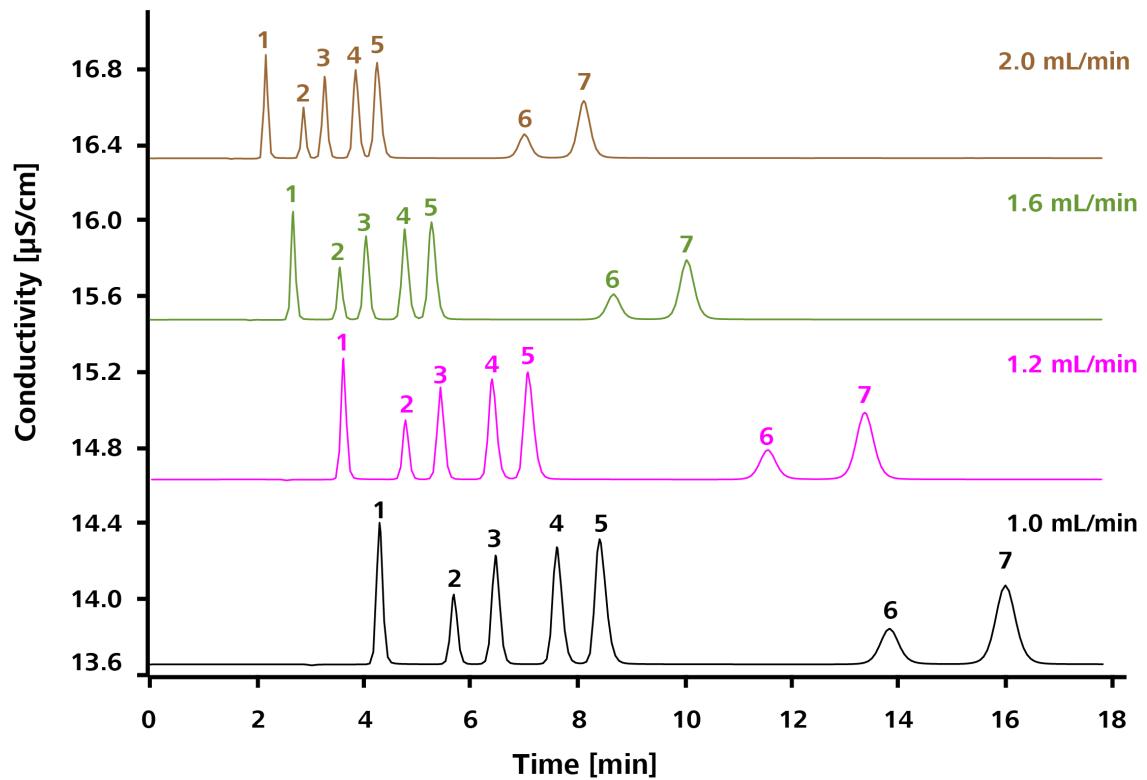
Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

Temperatur: 25 °C

Flussrate: 1.0 bis 2.0 mL/min

Loop: 20 µL

Eluent: 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat



Mit steigender Flussrate werden die Retentionszeiten aller Standardionen immer kürzer. Fluorid nähert sich stark dem Injektionspeak.

| Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | | mg/L |
|-----------------------------|----------|------|
| 1. | Fluorid | 2 |
| 2. | Chlorid | 2 |
| 3. | Nitrit | 5 |
| 4. | Bromid | 10 |
| 5. | Nitrat | 10 |
| 6. | Phosphat | 10 |
| 7. | Sulfat | 10 |

5.4 Variation des Eluenten

Variation mit konstantem Natriumcarbonat/Natriumhydrogencarbonat-Verhältnis

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

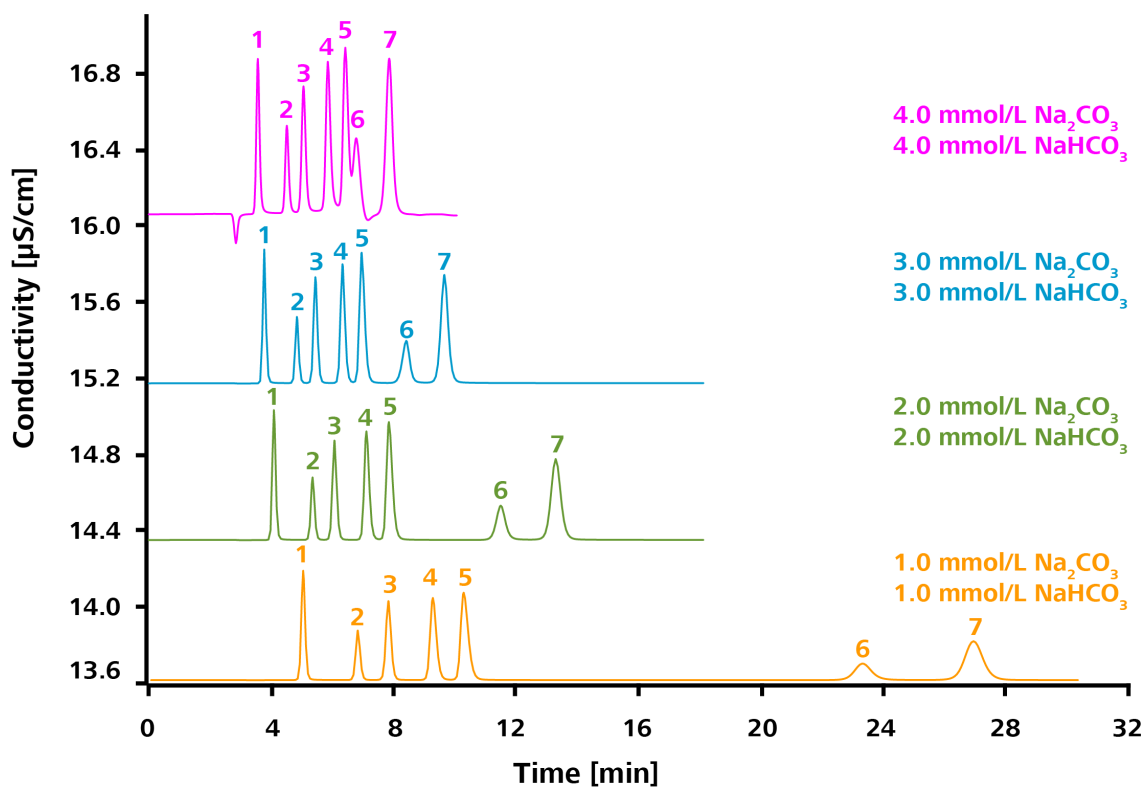
Temperatur: 25 °C

Loop: 20 µL

Flussrate: 1.0 mL/min

Eluent:

- A) 1 mmol/L Natriumcarbonat, 1 mmol/L Natriumhydrogencarbonat
- B) 2 mmol/L Natriumcarbonat, 2 mmol/L Natriumhydrogencarbonat
- C) 3 mmol/L Natriumcarbonat, 3 mmol/L Natriumhydrogencarbonat
- D) 4 mmol/L Natriumcarbonat, 4 mmol/L Natriumhydrogencarbonat



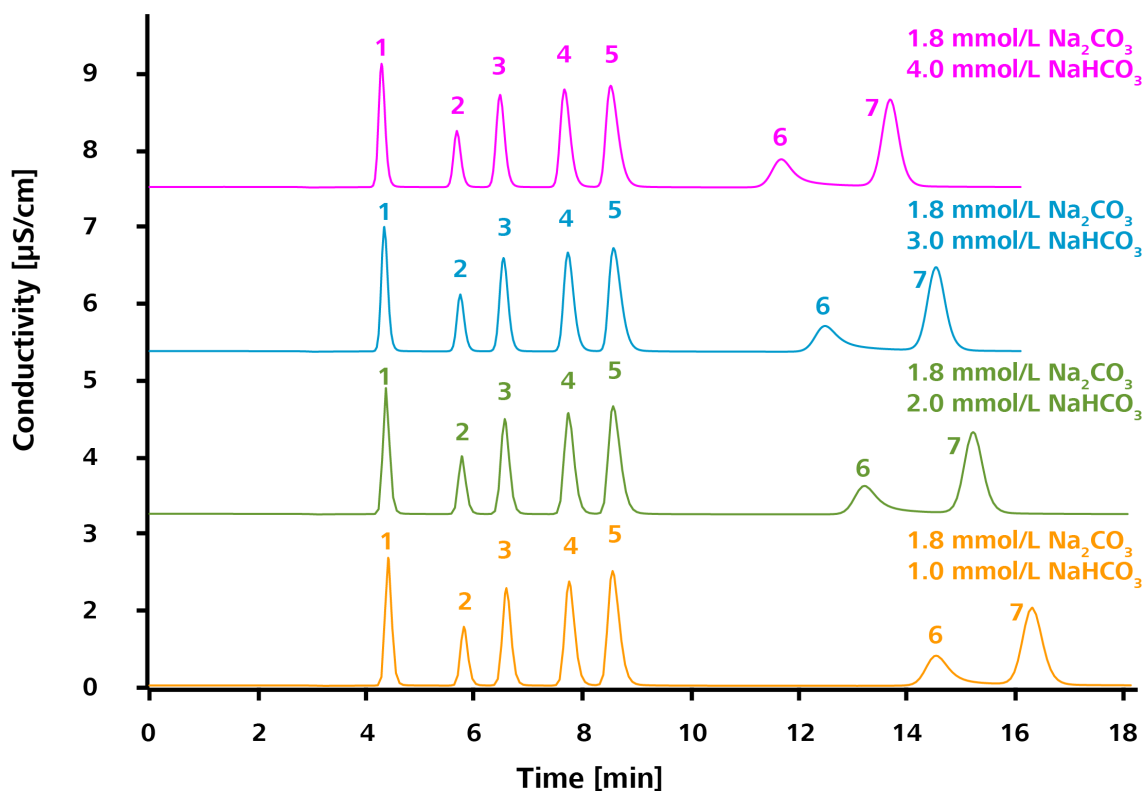


Die Retentionszeiten werden mit zunehmender Natriumcarbonat / Natriumhydrogencarbonat-Konzentration verkürzt. Insbesondere diejenigen für die mehrwertigen Anionen Phosphat und Sulfat werden stark verkürzt. Bei 4 mmol/L Natriumcarbonat, 4 mmol/L Natriumhydrogencarbonat coeluieren Phosphat und Nitrat.

| Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | | mg/L |
|------------------------------------|----------|-------------|
| 1. | Fluorid | 2 |
| 2. | Chlorid | 2 |
| 3. | Nitrit | 5 |
| 4. | Bromid | 10 |
| 5. | Nitrat | 10 |
| 6. | Phosphat | 10 |
| 7. | Sulfat | 10 |

Variation Natriumhydrogencarbonat mit konstantem Natriumcarbonat

| | |
|----------------------------|--|
| <i>Säule:</i> | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | - |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS |
| <i>Temperatur:</i> | 25 °C |
| <i>Loop:</i> | 20 µL |
| <i>Flussrate:</i> | 1.0 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | A) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1 mmol/L Natriumhydrogencarbonat B) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 2 mmol/L Natriumhydrogencarbonat C) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 3 mmol/L Natriumhydrogencarbonat D) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 4 mmol/L Natriumhydrogencarbonat |



Bei Erhöhung der Natriumhydrogencarbonat-Konzentration nimmt die Retentionszeit der einwertigen Anionen nur sehr schwach ab. Für Phosphat und Sulfat hingegen nimmt die Retentionszeit klar ab.

| Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | mg/L |
|-----------------------------|------|
| 1. Fluorid | 2 |
| 2. Chlorid | 2 |
| 3. Nitrit | 5 |
| 4. Bromid | 10 |
| 5. Nitrat | 10 |
| 6. Phosphat | 10 |
| 7. Sulfat | 10 |

Variation Natriumcarbonat mit konstantem Natriumhydrogencarbonat

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

5.4 Variation des Eluenten

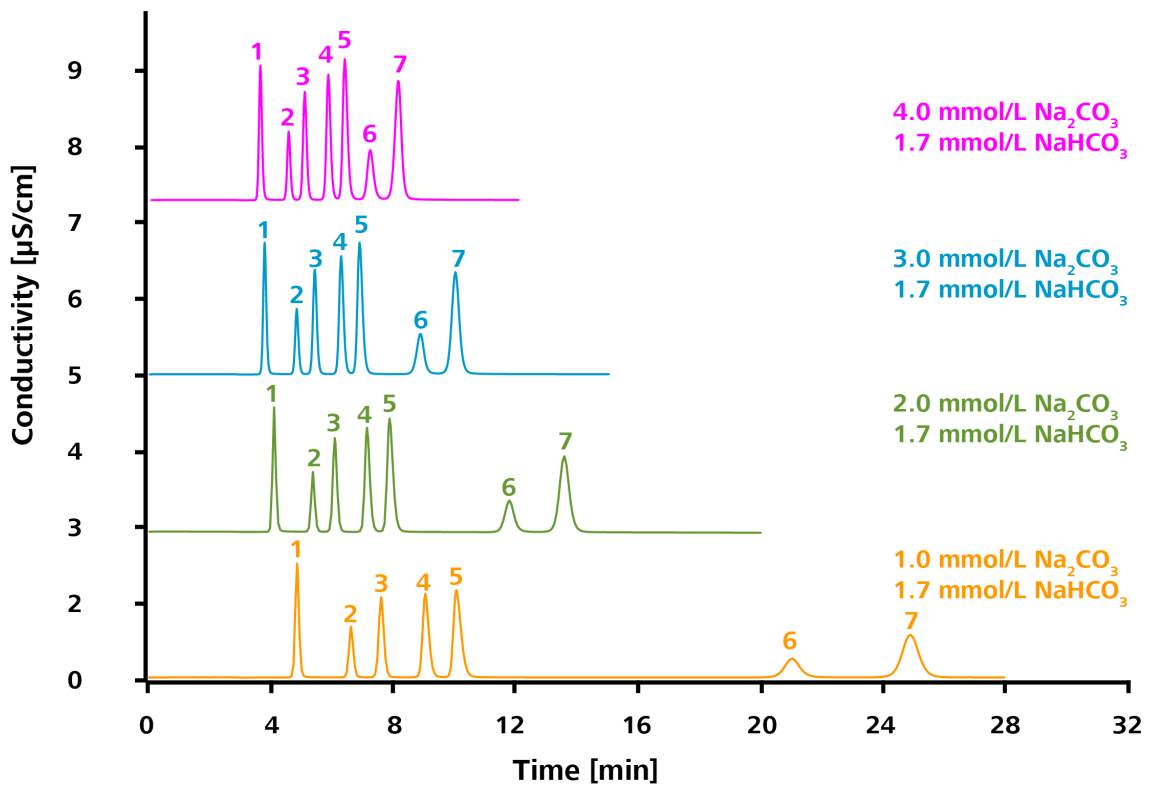


Temperatur: 25 °C

Loop: 20 µL

Flussrate: 1.0 mL/min

Eluent:
 A) 1 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat
 B) 2 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat
 C) 3 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat
 D) 4 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat



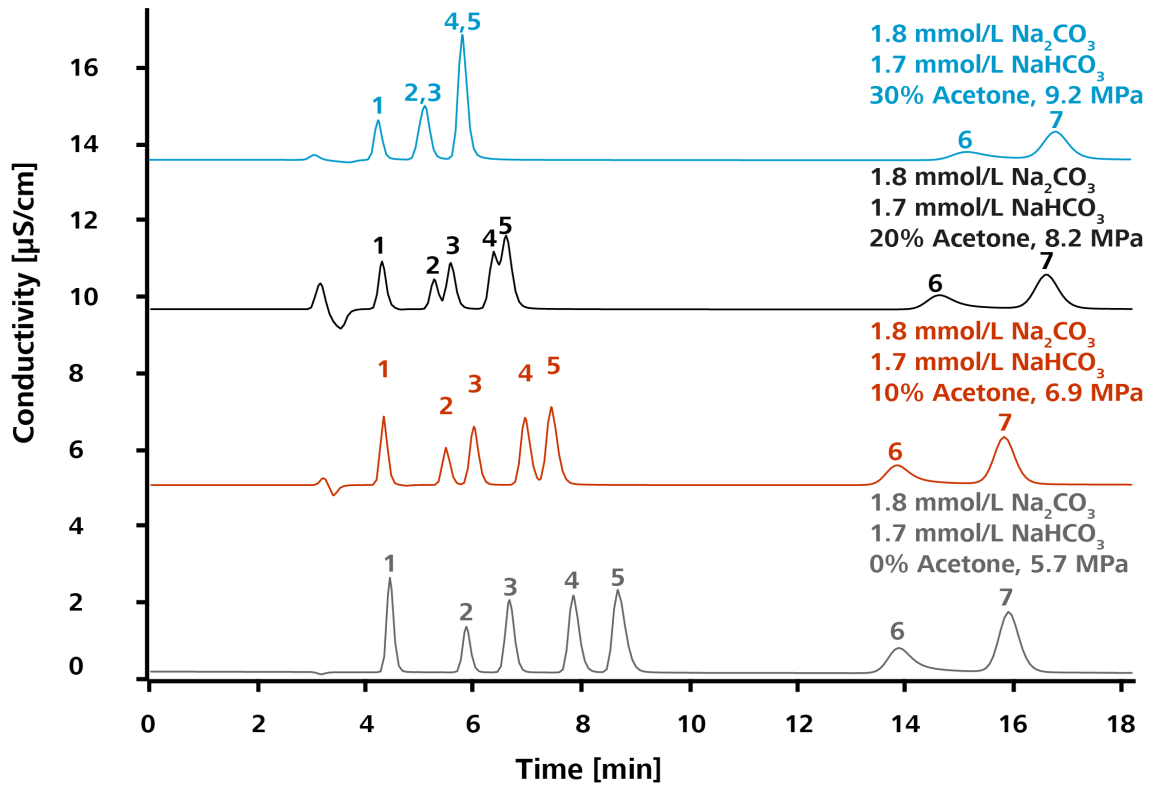
Durch die Erhöhung der Natriumcarbonat-Konzentration können die Retentionszeiten von Phosphat und Sulfat überproportional verkürzt werden.

| | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | mg/L |
|----|-----------------------------|------|
| 1. | Fluorid | 2 |
| 2. | Chlorid | 2 |
| 3. | Nitrit | 5 |
| 4. | Bromid | 10 |
| 5. | Nitrat | 10 |
| 6. | Phosphat | 10 |

| Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | | mg/L |
|------------------------------------|--------|-------------|
| 7. | Sulfat | 10 |

Variation organischer Modifier: Aceton

| | |
|----------------------------|--|
| <i>Säule:</i> | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | - |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | sequenzielle Suppression mit MSM und MCS |
| <i>Temperatur:</i> | 25 °C |
| <i>Loop:</i> | 20 µL |
| <i>Flussrate:</i> | 1.0 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | <p>A) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 0 % Aceton</p> <p>B) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 10 % Aceton</p> <p>C) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 20 % Aceton</p> <p>D) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 30 % Aceton</p> |



Der Rückdruck nimmt mit steigendem Acetongehalt stetig zu. Bei 10 % liegt der Druck bei 6.9 MPa. Die Retentionszeit von Phosphat und Sulfat nimmt bei Zugabe von Aceton zu. Die einwertigen Anionen eluieren früher. Ab 20 % Acetongehalt, coeluieren Chlorid und Nitrit sowie Bromid und Nitrat.

| | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | mg/L |
|----|-----------------------------|------|
| 1. | Fluorid | 2 |
| 2. | Chlorid | 2 |
| 3. | Nitrit | 5 |
| 4. | Bromid | 10 |
| 5. | Nitrat | 10 |
| 6. | Phosphat | 10 |
| 7. | Sulfat | 10 |

Variation organischer Modifizier: Methanol

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Probenvorbereitung: -

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

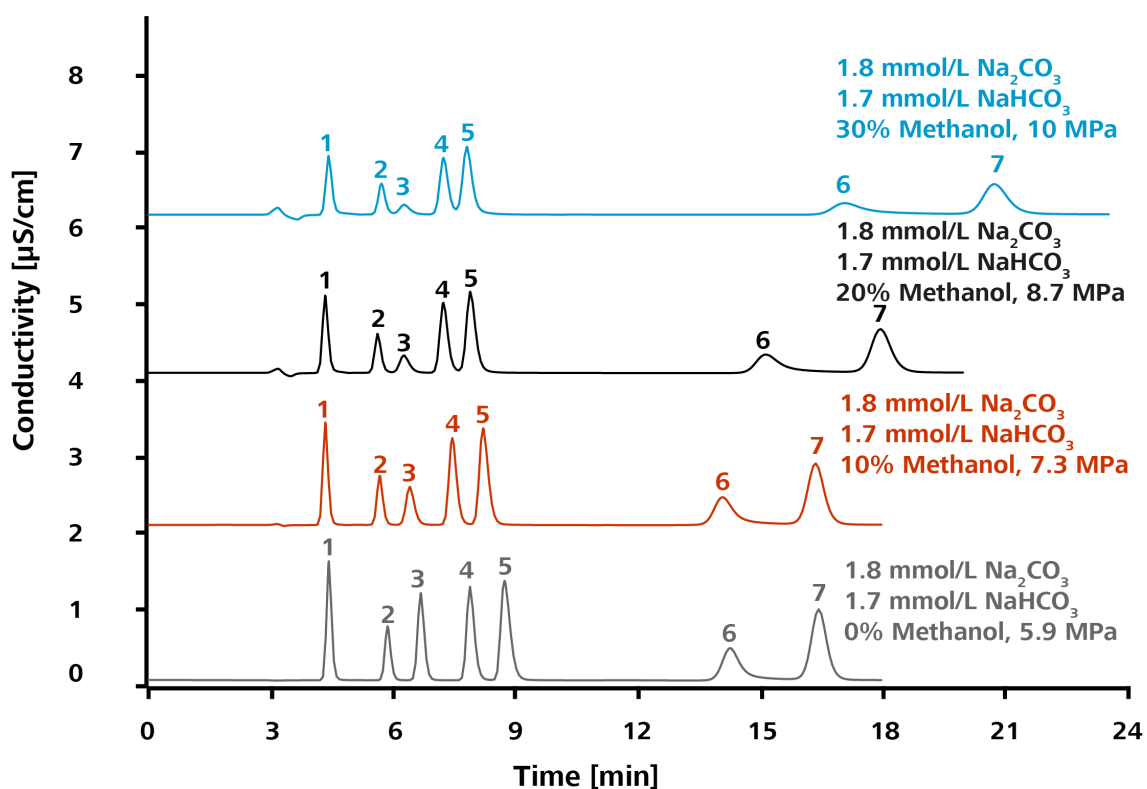
Temperatur: 25 °C

Loop: 20 µL

Flussrate: 1.0 mL/min

Eluent:

- A) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 0 % Methanol
- B) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 10 % Methanol
- C) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 20 % Methanol
- D) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 30 % Methanol



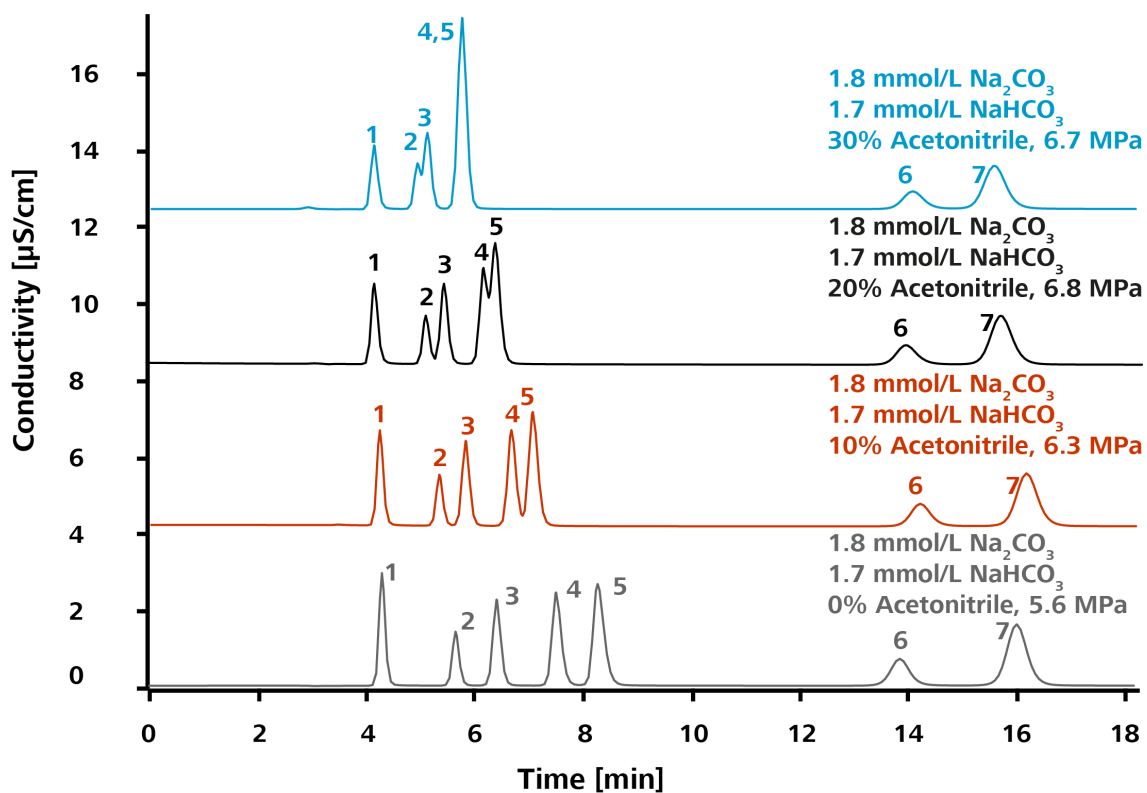
Der Rückdruck nimmt mit steigendem Methanolgehalt stetig zu. Bei 10 % liegt der Druck bei 7.3 MPa. Die Retentionszeit von Phosphat und Sulfat nimmt bei Zugabe von Methanol zu. Die Retentionszeit der einwertigen Anionen nimmt nur sehr leicht ab. Eine Erhöhung des Methanolgehalts hat zur Folge, dass Nitrit viel schwächer detektiert wird. Beim Injektionspeak bildet sich mit zunehmendem Lösungsmittelgehalt ein Störpeak.



| | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | mg/L |
|----|------------------------------------|-------------|
| 1. | Fluorid | 2 |
| 2. | Chlorid | 2 |
| 3. | Nitrit | 5 |
| 4. | Bromid | 10 |
| 5. | Nitrat | 10 |
| 6. | Phosphat | 10 |
| 7. | Sulfat | 10 |

Variation organischer Modifier: Acetonitril

| | |
|----------------------------|--|
| <i>Säule:</i> | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | - |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | sequenzielle Suppression mit MSM und MCS |
| <i>Temperatur:</i> | 25 °C |
| <i>Loop:</i> | 20 µL |
| <i>Flussrate:</i> | 1.0 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | <p>A) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 0 % Acetonitril</p> <p>B) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 10 % Acetonitril</p> <p>C) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 20 % Acetonitril</p> <p>D) 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 30 % Acetonitril</p> |



Bei 10 % liegt der Druck bei 6.3 MPa. Die einwertigen Anionen eluieren früher. Bei 20% Acetonitrilgehalt coeluierten Chlorid und Nitrit sowie Bromid und Nitrat. Acetonitril als organischer Modifizier erzeugt den geringsten Rückdruck.

| | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | mg/L |
|----|------------------------------------|-------------|
| 1. | Fluorid | 2 |
| 2. | Chlorid | 2 |
| 3. | Nitrit | 5 |
| 4. | Bromid | 10 |
| 5. | Nitrat | 10 |
| 6. | Phosphat | 10 |
| 7. | Sulfat | 10 |



5.5 Abwasseranalyse Kläranlage Herisau

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/2.0

Probenvorbereitung: Die Probe wurde 1:10 verdünnt und mit einem 0.2- μ m-Partikelfilter filtriert.

Detektion: Leitfähigkeit

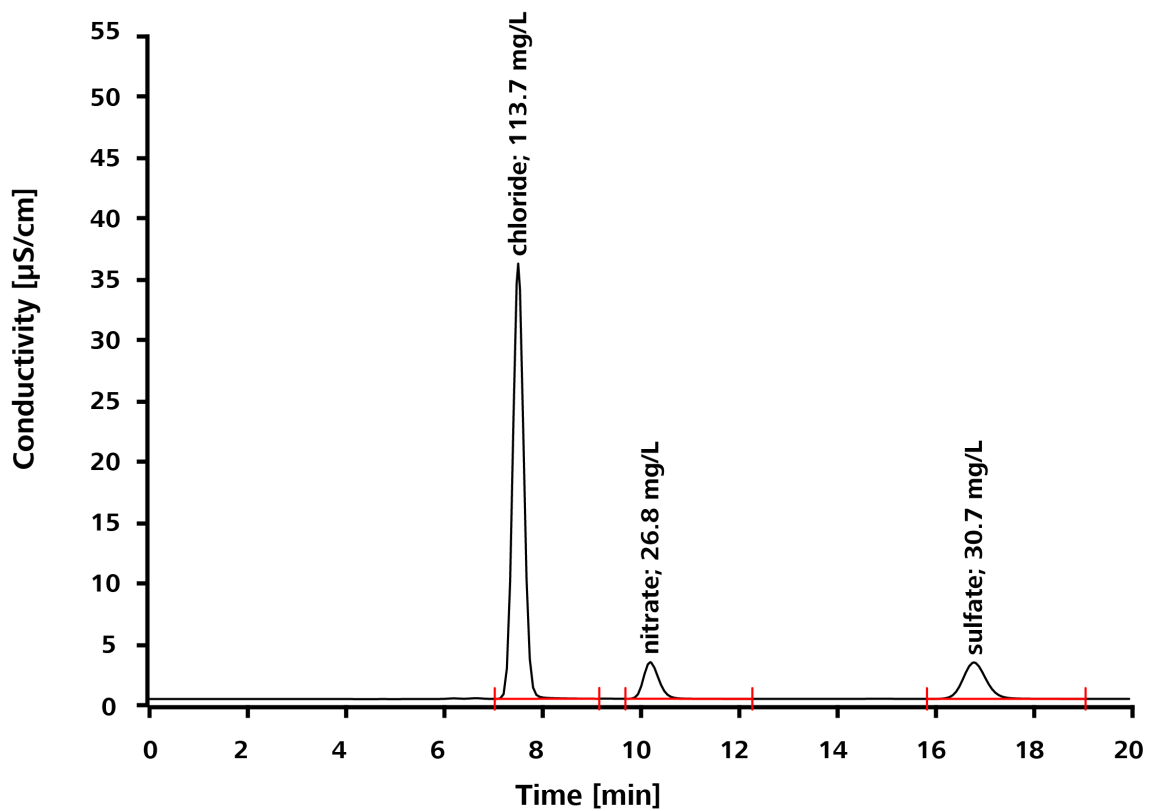
Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM-LC und MCS

Temperatur: 25 °C

Loop: 20 μ L

Flussrate: 0.25 mL/min

Eluent: 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat



5.6 Organische Säuren

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

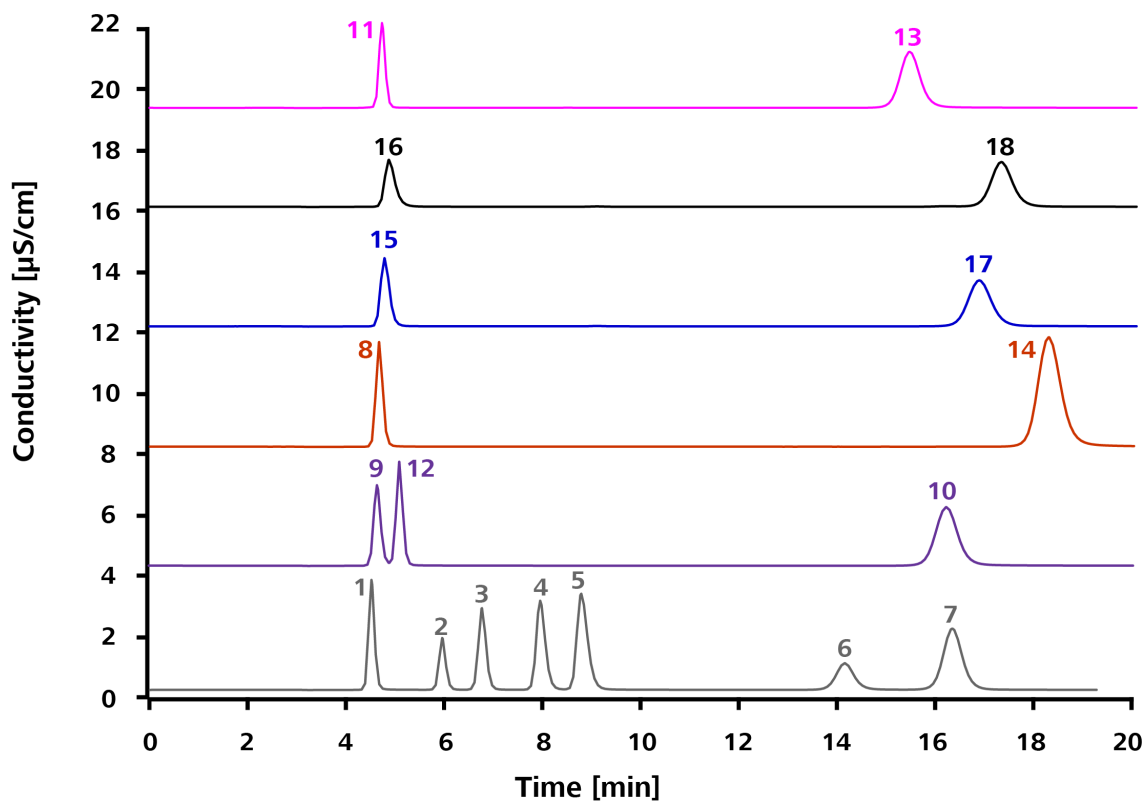
Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

Temperatur: 25 °C

Loop: 20 µL

Flussrate: 1.0 mL/min

Eluent: 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat



MSA und Formiat zeigen eine gute Trennung bei Fluorid. Oxalat zeigt eine gute Trennung bei Sulfat. Die Trennung Formiat/Acetat ist nicht hinreichend.



| | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | mg/L |
|-----|------------------------------------|-------------|
| 1. | Fluorid | 2 |
| 2. | Chlorid | 2 |
| 3. | Nitrit | 5 |
| 4. | Bromid | 10 |
| 5. | Nitrat | 10 |
| 6. | Phosphat | 10 |
| 7. | Sulfat | 10 |
| 8. | Glycolat | 10 |
| 9. | Lactat | 10 |
| 10. | Malat | 20 |
| 11. | Formiat | 5 |
| 12. | MSA | 10 |
| 13. | Tartrat | 20 |
| 14. | Oxalat | 20 |
| 15. | Acetat | 10 |
| 16. | Propionat | 10 |
| 17. | Succinat | 20 |
| 18. | Maleat | 20 |

5.7 Bestimmung von Fluorid, Chlorid, Nitrit, Nitrat und Sulfat in Mineralwasser

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Probenvorbereitung: Die Probe wurde 1:2 mit Reinstwasser verdünnt.

Detektion: Leitfähigkeit

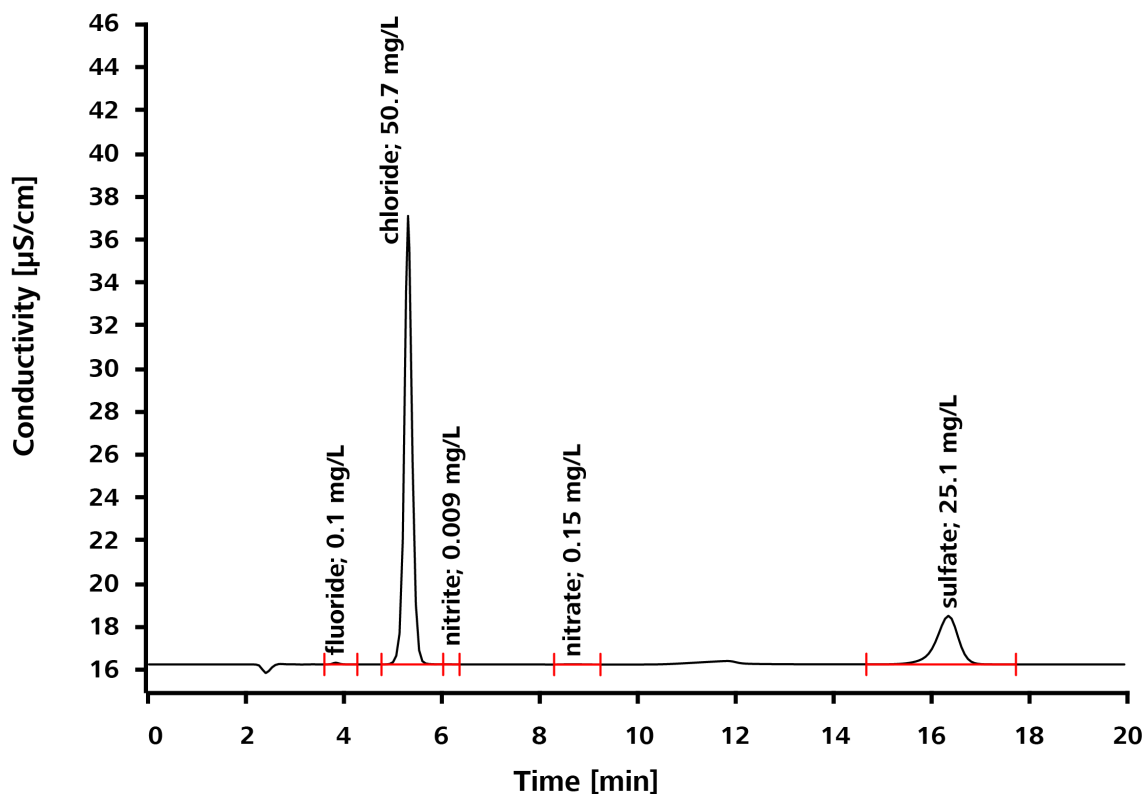
Suppression: Chemische Suppression mit MSM

Temperatur: 25 °C

Loop: 20 µL

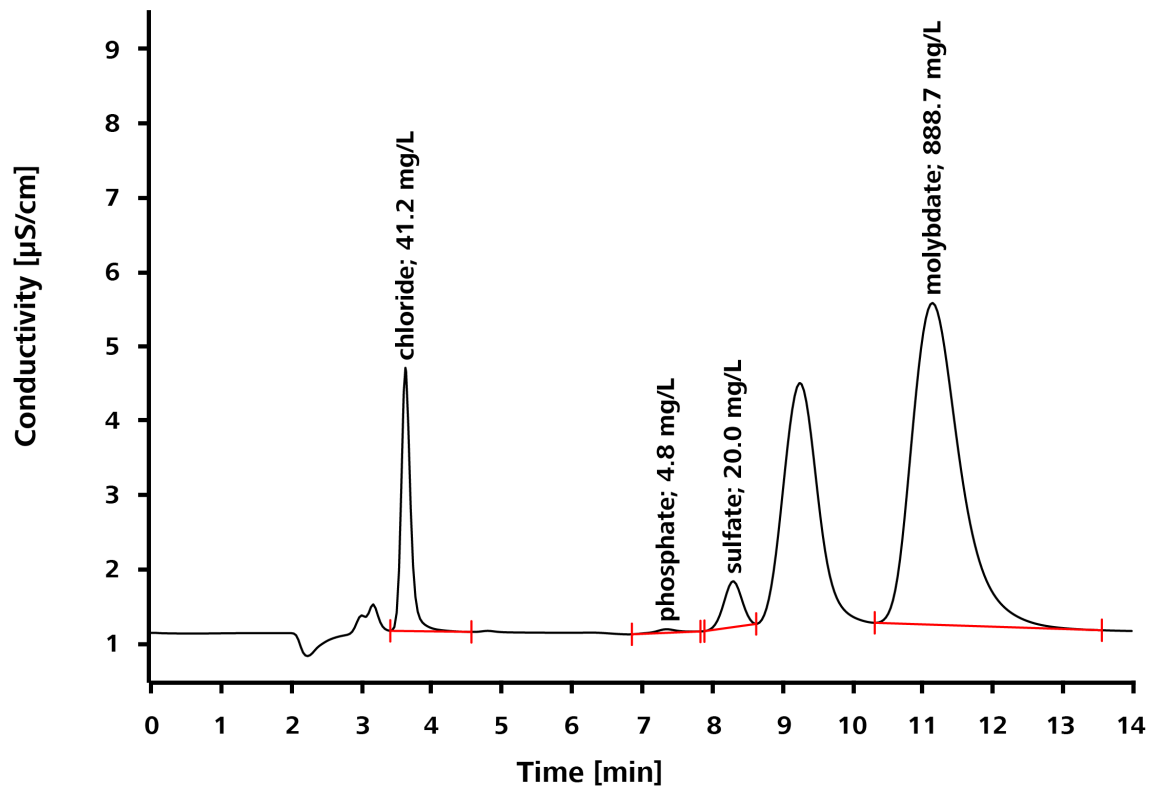
Flussrate: 1.0 mL/min

Eluent: 4.0 mmol/L Natriumcarbonat, 1.0 mmol/L Natriumhydrogencarbonat



5.8 Bestimmung von Chlorid in System-Health-Check-Lösung in Heizungssystemen

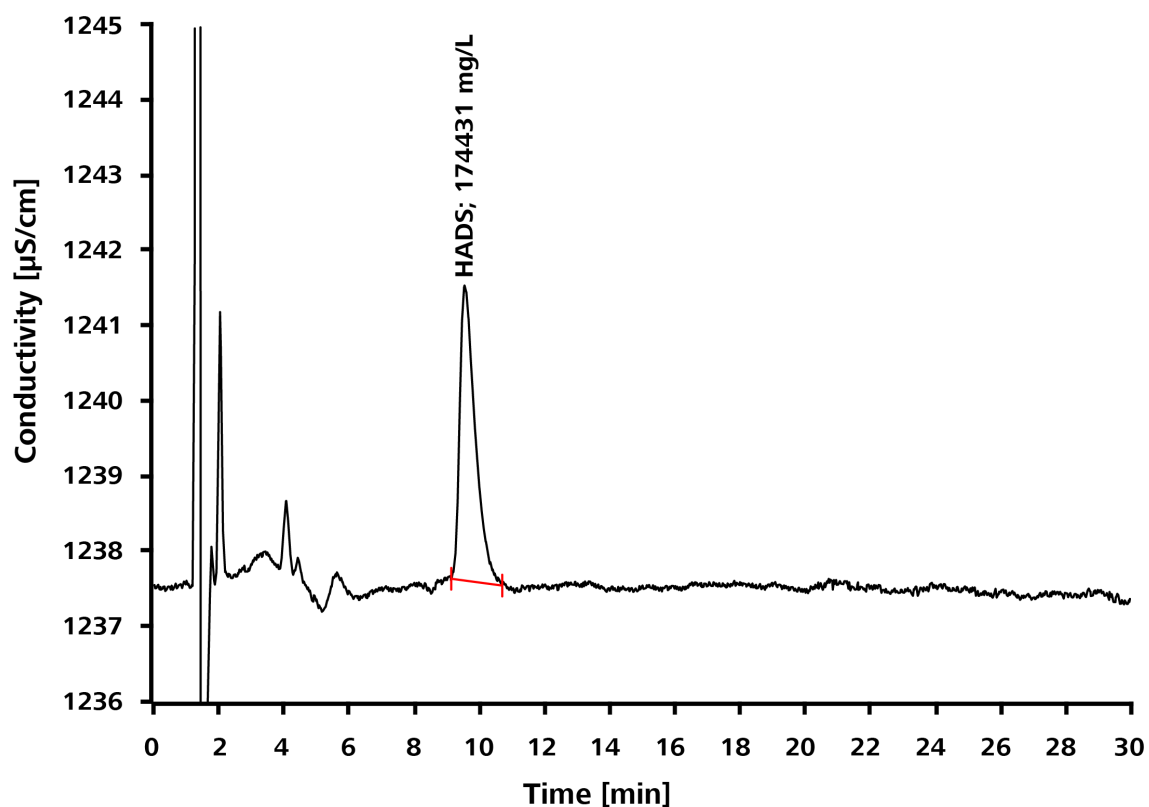
| | |
|----------------------------|---|
| <i>Säule:</i> | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 mit Metrosep RP 2 Guard/3.5 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | Metrohm Inline Ultrafiltration |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | sequenzielle Suppression mit MSM und MCS |
| <i>Temperatur:</i> | 25 °C |
| <i>Loop:</i> | 1.5 µL |
| <i>Flussrate:</i> | 1.25 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | 2.4 mmol/L Natriumcarbonat, 2.3 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, 15 % Aceton |



Molybdat dient als Schutz für das Heizungssystem und wird als Modifier zugeben. Es kann in einer Bestimmung mit den Standardanionen direkt mitquantifiziert werden.

5.9 Nicht suppressierte Leitfähigkeitsbestimmung von Hydroxylamindisulfonat

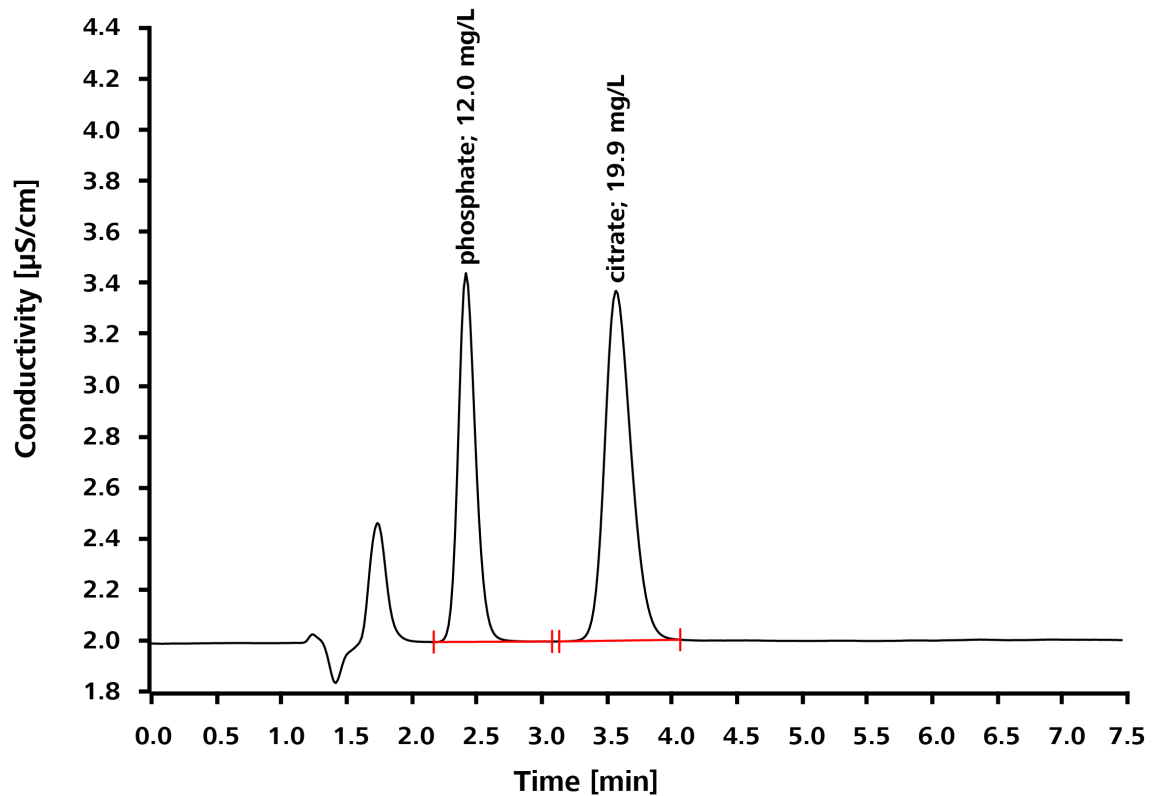
| | |
|----------------------------|---|
| <i>Säule:</i> | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | Filtration mit einem 0.2- μm -Partikelfilter |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | – |
| <i>Temperatur:</i> | 25 °C |
| <i>Loop:</i> | 50 μL |
| <i>Flussrate:</i> | 1.5 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | 10 mmol/L Phthalsäure, 2 % Aceton (pH-Wert mit TRIS-Puffer auf 7.6 eingestellt) |



Unter diesen Messbedingungen eluieren alle Standardanionen unter 3 Minuten und stören die Bestimmung nicht.

5.10 Bestimmung von Phosphat und Citrat in Blutgerinnungslösungen

| | |
|----------------------------|--|
| <i>Säule:</i> | Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | Filtration mit einem 0.2-µm-Partikelfilter |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | sequenzielle Suppression mit MSM und MCS |
| <i>Temperatur:</i> | 25 °C |
| <i>Loop:</i> | 10 µL |
| <i>Flussrate:</i> | 2.0 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | 20 mmol/L Natriumhydroxid |



5.11 Bestimmung von Iodat, Chlorid, Nitrat, Sulfat und Iodid mittels Leitfähigkeitsbestimmung und MiPT

Säule: Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

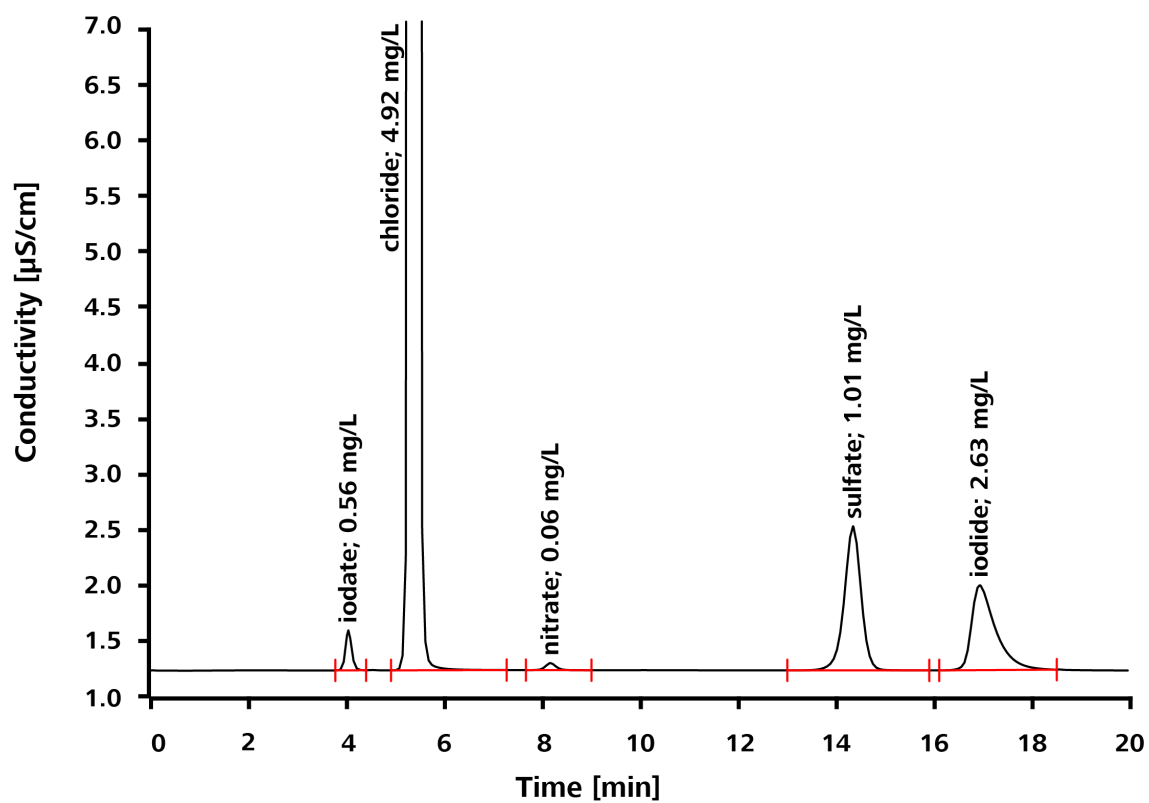
Suppression: sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

Temperatur: 25 °C

Loop: 5 μL mit Metrohm intelligent Partial Loop Injection Technique (MiPT)

Flussrate: 1.0 mL/min

Eluent: 1.8 mmol/L Natriumcarbonat, 1.7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat



Fluorid eluiert zur gleichen Retentionszeit wie Iodat. Falls die Probe Fluorid enthält, empfiehlt sich eine Bestätigung des Iodates mit UV-Detektion.

- Verunreinigung mit hochvalenten hydrophoben Ionen oder organischen Kontamination (*siehe Tabelle 6, Seite 41*)

Tabelle 5 Verunreinigung mit niedervalenten hydrophilen Ionen

| Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | | Dauer | Flussrate |
|------------------------------------|--|--------------|------------------|
| 1. | Spülen mit Reinstwasser | 10 min | 0.5 mL/min |
| 2. | Spülen mit 10-fach konzentriertem Eluenten | 60 min | 0.5 mL/min |
| 3. | Spülen mit Reinstwasser | 15 min | 0.5 mL/min |
| 4. | Spülen mit Eluent | 60 min | 0.5 mL/min |

| Metrosep A Supp 4 - 250/2.0 | | Dauer | Flussrate |
|------------------------------------|--|--------------|------------------|
| 1. | Spülen mit Reinstwasser | 15 min | 0.1 mL/min |
| 2. | Spülen mit 10-fach konzentriertem Eluenten | 60 min | 0.1 mL/min |
| 3. | Spülen mit Reinstwasser | 15 min | 0.1 mL/min |
| 4. | Spülen mit Eluent | 60 min | 0.1 mL/min |

Tabelle 6 Verunreinigung mit hochvalenten hydrophoben Ionen oder organischen Kontamination

| Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 | | Dauer | Flussrate |
|------------------------------------|------------------------------|--------------|------------------|
| 1. | Spülen mit Reinstwasser | 15 min | 0.5 mL/min |
| 2. | Spülen mit 5 % Acetonitril | 10 min | 0.5 mL/min |
| 3. | Spülen mit 100 % Acetonitril | 60 min | 0.5 mL/min |
| 4. | Spülen mit 50 % Acetonitril | 10 min | 0.5 mL/min |
| 5. | Spülen mit Reinstwasser | 30 min | 0.5 mL/min |
| 6. | Spülen mit Eluent | 60 min | 0.5 mL/min |

| Metrosep A Supp 4 - 250/2.0 | | Dauer | Flussrate |
|------------------------------------|------------------------------|--------------|------------------|
| 1. | Spülen mit Reinstwasser | 15 min | 0.1 mL/min |
| 2. | Spülen mit 5 % Acetonitril | 10 min | 0.1 mL/min |
| 3. | Spülen mit 100 % Acetonitril | 60 min | 0.1 mL/min |
| 4. | Spülen mit 50 % Acetonitril | 10 min | 0.1 mL/min |
| 5. | Spülen mit Reinstwasser | 30 min | 0.1 mL/min |
| 6. | Spülen mit Eluent | 60 min | 0.1 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 dünnere 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 | Kohlendioxid aus der Luft beeinflusst das Carbonat-Hydrogencarbonat-Gleichgewicht im Eluenten. Der Eluent wird mit der Zeit schwächer. <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 | Die Flussrate des Eluenten wird durch Luftblasen instabil. Eine instabile Flussrate zeigt sich u. a. am Rückdruck. Der Rückdruck sollte innerhalb von ± 0.1 MPa stabil bleiben. <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 U-012 Trace iodide in bottled water applying anion chromatography with UV/VIS detection
- Application Note S-279 Perchlorate and thiosulfate separated on a guard column
- Application Note N-071 Alendronate in tablets according to the Chinese Pharmacopeia
- Application Note M-011 The determination of soluble Cr(III) and Cr(VI) in alkali soil extract with IC-ICP/MS
- Application Note S-357 Wastewater from treatment plant: anions using Metrosep A Supp 4 - 250/2.0
- Huri, M.A.M.; Ahmad, U.K.; Ibrahim, R.; Omar, M., Chemical profiling of selected explosives using high performance liquid chromatography and ion chromatography, *Journal of Advanced Research in Applied Mechanics*, 2017, Volume 30, Issue 1, p. 1-16
- ZHU F.Q.; LI Y.H.; JIA H.M.; LI, M.X., IC Determination of Hexavalent Chromium in Air of Working Place, *Physical Testing and Chemical Analysis part B:Chemical Analysis*, 2017, Volume 53, Issue 2, p. 165-168
- Beccagutti, B.; Cafiero, L.; Pietrantonio, M.; Pucciarmati, S.; Tuffi, R.; Cipriotti, S.V., Characterization of Some Real Mixed Plastics from WEEE: A Focus on Chlorine and Bromine Determination by Different Analytical Methods, *Sustainability*, 2016, Volume 8, Issue 11
- Gonzalez, O.; Justo, A.; Bacardit, J.; Ferrero, E.; Malfeito, J.J.; Sans, C., Characterization and Fate of Effluent Organic Matter Treated with UV/H₂O₂ and Ozonation, *Chemical Engineering Journal*, 2013, Volume 226, p. 402-408
- Monographie: Analysis of water samples and water constituents with Metrohm instruments, page 68 ff (8.038.5003)
- Säulenkatalog, 8.000.5245