

Säulenhandbuch



Metrosep A Supp 10 (6.1020.XX0)

Handbuch

8.0107.8009DE / 2021-10-08



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

Säulenhandbuch

Metrosep A Supp 10 (6.1020.XX0)

Handbuch

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau

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.

Haftungsausschluss

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

Inhaltsverzeichnis

1	Allgemeine Informationen	1
1.1	Bestellinformationen	1
1.2	Technische Spezifikationen	2
2	Allgemeines ABC des Arbeitens mit Trennsäulen	5
3	Eluentenherstellung	9
3.1	Chemikalien	9
3.2	Herstellung des Standardeluenten	9
4	Inbetriebnahme	11
4.1	Vorsäule anschliessen und spülen	11
4.2	Trennsäule anschliessen	13
4.3	Konditionierung	17
5	Applikationen	19
5.1	Standardchromatogramm	19
5.2	Einfluss der Temperatur	22
5.3	Variation der Eluentenflussrate	23
5.4	Variation des Eluenten	25
5.4.1	Konstantes Na ₂ CO ₃ -NaHCO ₃ -Verhältnis	25
5.4.2	Variation NaHCO ₃ bei konstantem Na ₂ CO ₃	29
5.4.3	Variation Na ₂ CO ₃ bei konstantem NaHCO ₃	31
5.5	Variation mit organischem Modifizier	33
5.5.1	Variation der Acetonkonzentration	33
5.5.2	Variation der Methanolkonzentration	35
5.5.3	Variation der Acetonitrilkonzentration	39
5.6	Bestimmung von Standardanionen und organischen Säuren in Weinproben	41
5.7	Bestimmung von Phosphat in Coca-Cola	43
5.8	Bestimmung von Standardanionen und Iodat, Chlorit, und Bromat in Leitungswasser	44
5.9	Bestimmung von Sulfit in Bier	46
5.10	Bestimmung von Cyanid und Sulfid in Getränken	47
5.11	Bestimmung von Zink in Kosmetika nach USP General Chapter <591>	48
5.12	Bestimmung von Eisen und Übergangsmetallen	49



5.13	Bestimmung von hexavalentem Chrom in Leitungswasser	50
6	Problembehandlung	52
6.1	Regeneration	52
6.2	Abnehmende Auflösung und asymmetrische Peaks	53
6.3	Instabile Retentionszeiten	54
6.4	Unbekannte Peaks	55
6.5	Steigender Rückdruck	55
7	Literatur	56
	Index	58

1 Allgemeine Informationen

Die Metrosep A Supp 10 ist eine Anionentrennsäule mit hoher Kapazität. Diese Säule eignet sich speziell für die Bestimmung von Proben mit hoher Ionenstärke und grossen Konzentrationsschwankungen. Mit der Metrosep A Supp 10 werden anorganische niedermolekulare Anionen analysiert.

1.1 Bestellinformationen

Tabelle 1 Säulen 4 mm

Bestellnummer	Bezeichnung
6.1020.050	Metrosep A Supp 10 - 50/4.0
6.1020.070	Metrosep A Supp 10 - 75/4.0
6.1020.010	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0
6.1020.030	Metrosep A Supp 10 - 250/4.0

Tabelle 2 Säulen 2 mm

Bestellnummer	Bezeichnung
6.1020.250	Metrosep A Supp 10 - 50/2.0
6.1020.270	Metrosep A Supp 10 - 75/2.0
6.1020.210	Metrosep A Supp 10 - 100/2.0
6.1020.220	Metrosep A Supp 10 - 150/2.0
6.1020.230	Metrosep A Supp 10 - 250/2.0

Tabelle 3 Vorsäulen

Bestellnummer	Bezeichnung
6.1020.500	Metrosep A Supp 10 Guard/4.0
6.1020.510	Metrosep A Supp 10 S-Guard/4.0
6.1020.520	Metrosep A Supp 10 Guard HC/4.0
6.1020.600	Metrosep A Supp 10 Guard/2.0
6.1020.600	Metrosep A Supp 10 S-Guard/4.0



1.2 Technische Spezifikationen

Säulenmaterial Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer mit quartären Ammoniumgruppen

Partikelgrösse 4.6 µm

Abmessungen

Bestellnummer	Abmessungen
6.1020.050	50 x 4.0 mm
6.1020.070	75 x 4.0 mm
6.1020.010	100 x 4.0 mm
6.1020.030	250 x 4.0 mm
6.1020.250	50 x 2.0 mm
6.1020.270	75 x 2.0 mm
6.1020.210	100 x 2.0 mm
6.1020.220	150 x 2.0 mm
6.1020.230	250 x 2.0 mm

pH-Bereich Eluent 0 ... 14

pH-Bereich Probe 0 ... 14

Temperaturbereich 10 ... 70 °C

Empfohlene Standardtemperatur 45 °C

Maximaler Druck

alle Dimensionen 25 MPa (250 bar)

Flussrate

Bestellnummer	Empfohlene Flussrate	Maximale Flussrate
6.1020.050	1.0 mL/min	2.0 mL/min
6.1020.070	1.0 mL/min	2.0 mL/min
6.1020.010	1.0 mL/min	2.0 mL/min
6.1020.030	1.0 mL/min	2.0 mL/min
6.1020.250	0.25 mL/min	1.3 mL/min
6.1020.270	0.25 mL/min	1.1 mL/min
6.1020.210	0.25 mL/min	0.9 mL/min
6.1020.220	0.25 mL/min	0.7 mL/min
6.1020.230	0.25 mL/min	0.7 mL/min

Standardeluent 5.0 mmol/L Natriumcarbonat (Na_2CO_3) und 5.0 mmol/L Natriumhydrogencarbonat (NaHCO_3)

Erlaubte organische Zusätze

Im Eluenten 0 ... 100 % Acetonitril, Aceton und Methanol

In der Probenmatrix 0 ... 100 % Acetonitril, Aceton und Methanol

Kapazität

Bestellnummer	Kapazität
6.1020.050	17 μmol (Cl^-)
6.1020.070	22 μmol (Cl^-)
6.1020.010	37 μmol (Cl^-)
6.1020.030	100 μmol (Cl^-)
6.1020.250	4.6 μmol (Cl^-)
6.1020.270	6.9 μmol (Cl^-)
6.1020.210	8.7 μmol (Cl^-)
6.1020.220	15 μmol (Cl^-)
6.1020.230	24 μmol (Cl^-)

Vorbereitung

Die Säule mit einem Flussgradienten innerhalb von 2 Minuten auf den Standardfluss einstellen. Anschliessend warten, bis die Basislinie gegeben ist.

Aufbewahrung

Die Säule im Standardeluenten und bei Raumtemperatur lagern.

Typischer Druck

Für Säulen mit Vorsäule unter Standardbedingungen mit chemischer Suppression:

Bestellnummer	Typischer Druck
6.1020.050	5.0 \pm 1.0 MPa
6.1020.070	7.0 \pm 1.0 MPa
6.1020.010	8.5 \pm 1.0 MPa
6.1020.030	15.0 \pm 1.0 MPa
6.1020.250	3.0 \pm 1.0 MPa
6.1020.270	4.5 \pm 1.0 MPa
6.1020.210	5.5 \pm 1.0 MPa
6.1020.220	8.0 \pm 1.0 MPa
6.1020.230	11.0 \pm 1.0 MPa

Säulengehäuse

Intelligente Säule mit Chip, so genannte iColumn aus PEEK



Anwendung

Bestimmung von anorganischen und niedermolekularen Anionen mit chemischer und sequenzieller Suppression

2 Allgemeines ABC des Arbeitens mit Trennsäulen

<i>Aufbewahrung</i>	Sobald sich der Rückdruck im Ionenchromatographen abgebaut hat, die Säule bei Raumtemperatur ausbauen. Die Säule beidseitig mit den originalen Stopfen (6.2744.060) verschliessen. Die Säule im Standardeluenten und bei Raumtemperatur aufbewahren.
<i>Bakterienwachstum</i>	<p>Bakterienwachstum verschlechtert die Chromatographie signifikant und zerstört Trennsäulen. Sehr viele chromatographische Probleme sind auf den Bewuchs mit Algen, Bakterien und Pilzen zurückzuführen.</p> <p>Um Bakterienwachstum zu verhindern, Eluenten, Spüllösungen und Regenerierlösungen immer frisch ansetzen. Keine Lösungen verwenden, die länger nicht gebraucht wurden. Metrohm empfiehlt, alle Gefässe vor dem Befüllen wie folgt zu reinigen:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Gründlich mit hochreinem und UV-behandeltem Wasser (> 18.2 MΩ) spülen. 2. Mit einem Acetonitril-Wasser-Gemisch ausschwenken. 3. Nochmals mit Reinstwasser spülen. <p>Falls sich trotz dieser Vorsichtsmassnahmen Bakterien oder Algen bilden, dem Eluenten 5 % Methanol, Acetonitril oder Aceton zusetzen. Dies ist aber nur möglich, falls <i>keine Membransuppressoren</i> verwendet werden. Organische Lösungsmittel können Membransuppressoren zerstören. Die Metrohm Suppressor 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>CO₂</i>	Kohlendioxid aus der Luft beeinflusst das Carbonat-Hydrogencarbonat-Gleichgewicht im Eluenten. Der Eluent wird mit der Zeit schwächer. Um das zu vermeiden, die Eluentenflasche immer mit einem CO ₂ -Adsorber mit dem Adsorbermaterial Natronkalk (soda lime) ausrüsten.

	<p>kartuschen ersetzen nicht die Vorsäule. Mit jeder Trennsäule standardmässig eine Vorsäule verwenden. Alternativ zu Probenvorbereitungskartuschen bieten sich Metrohm Inline-Probenvorbereitungstechniken (MISP) an z. B. für die Neutralisation alkalischer Proben.</p>
<i>Pulsationsdämpfer</i>	<p>Immer einen Pulsationsdämpfer (6.2620.150) verwenden. V.a. die Polymethacrylat-Säulen und Polyvinylalkohol-Säulen vor kurzen Druckstössen, die beim Schalten der Ventile entstehen, schützen. Dies ist bei der Verwendung des Pulsationsdämpfers (6.2620.150), der in den Ionenchromatographen von Metrohm bereits eingebaut ist, gewährleistet.</p>
<i>Regenerieren von Trennsäulen</i>	<p>Falls Trennsäulen mit sauberen Eluenten betrieben und mit partikelfreien Proben beladen werden, dann ist in der Regel eine sehr lange Lebensdauer zu erwarten. Eine Regeneration der Säule ist dann nicht erforderlich und nach einer Vielzahl von Injektionen auch nicht mehr möglich.</p> <p>Falls dennoch der Druck der Säule ansteigt oder die Trennleistung nachlässt, die angegebenen Regenerationsschritte durchführen. Die Regeneration ausserhalb der analytischen Linie durchführen. Zur Regeneration die Trennsäule direkt an die Pumpe anschliessen. Die Regenerierlösung durch die Säule direkt in den Abfallbehälter leiten. Die Trennsäule mit ausreichend frischem Eluenten spülen. Anschliessend die Trennsäule wieder einbauen.</p>
<i>Stilllegen des Ionenchromatographen</i>	<p>Falls der Ionenchromatograph über längere Zeit (> 1 Woche) nicht betrieben wird, die Trennsäule ausbauen und mit den mitgelieferten Stopfen zu verschliessen. Den Ionenchromatographen inkl. allen 3 Kammern des Suppressors mit einem Methanol-Wasser-Gemisch (1:4) spülen. Die Trennsäule im auf dem Säulenmerkblatt verzeichneten Medium lagern. Falls auf dem Säulenmerkblatt nichts anderes erwähnt wird, die Säule bei Raumtemperatur lagern.</p> <p>Vor Inbetriebnahme den Ionenchromatographen zuerst mit Reinstwasser und anschliessend mit frischem Eluenten spülen. Die Trennsäule vor dem Einbau auf Raumtemperatur bringen. Anschliessend ggf. die Temperatur erhöhen.</p>
<i>Spass</i>	<p>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.</p>
<i>Umweltschutz</i>	<p>Ein grosser Vorteil der Ionenchromatographie ist, dass meistens mit wässrigen Medien gearbeitet wird. Die in der Ionenchromatographie verwendeten Chemikalien sind deshalb weitestgehend ungiftig und belasten die Umwelt nicht. Falls mit Säuren, Basen, organischen Lösungsmitteln oder</p>

3 Eluentenherstellung

Metrohm empfiehlt, 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 > 18.2 M Ω ·cm (25 °C)
TOC < 10 μ g/L

3.2 Herstellung des Standardeluenten

Wie folgt vorgehen, um 2 L des Standardeluenten mit 5.0 mmol/L Natriumcarbonat und 5.0 mmol/L Natriumhydrogencarbonat herzustellen:

2 L Standardeluent herstellen

Zubehör

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

1 Die Eluentenflasche mehrmals mit Reinstwasser vorspülen.

2 2 L Reinstwasser in die Eluentenflasche füllen.

3 Das Reinstwasser entgasen.

Den Eluent-Degasser verwenden.

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

- 4**
- 1059.9 mg Natriumcarbonat abwägen.
 - 840.1 mg Natriumhydrogencarbonat abwägen.



- Die abgewogenen Mengen Natriumcarbonat und Natriumhydrogencarbonat dem Reinstwasser zugeben.

5 Die Säule während 2 bis 3 Stunden mit Eluent spülen.

Mit diesem Eluenten (5.0 mmol/L Natriumcarbonat und 5.0 mmol/L Natriumhydrogencarbonat) und chemischer Suppression kann eine Hintergrundleitfähigkeit von $<24 \mu\text{S}/\text{cm}$ erreicht werden. Typischerweise beträgt das Rauschen weniger als $0.2 \text{ nS}/\text{cm}$.

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 Säulenmerkblatt und den Produktinformationen 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

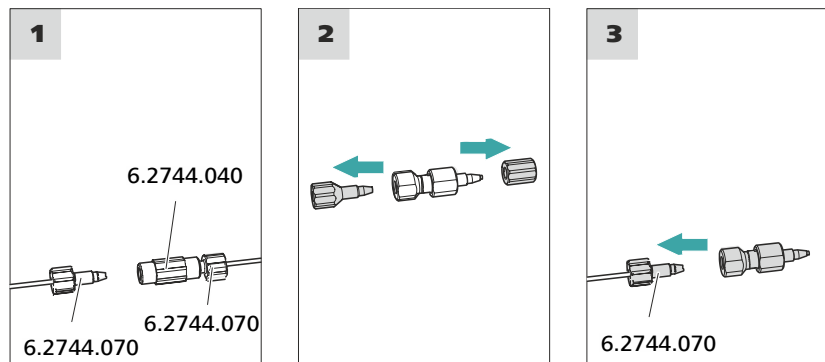
Die Vorsäule erst nach der ersten Inbetriebnahme des Geräts anschliessen. Bis dahin die Vorsäule und die Trennsäule durch Kupplungen (6.2744.040) ersetzen.

Zubehör

Für diesen Arbeitsschritt brauchen Sie das folgende Zubehör:

- Vorsäule (passend zur Trennsäule)

Vorsäule anschliessen



1 Kupplung entfernen

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

2 Vorsäule vorbereiten

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

3 Vorsäule anschliessen



VORSICHT

Achten Sie beim Einsetzen der Vorsäule immer darauf, dass diese gemäss der eingezeichneten Flussrichtung (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 bei. Das Säulenmerkblatt ist im Internet unter <http://www.metrohm.com> beim jeweiligen Artikel zu finden. 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.



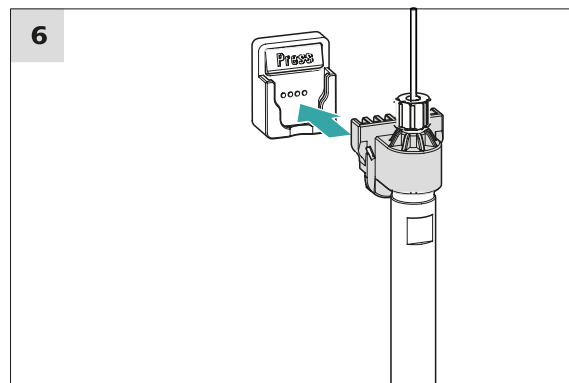
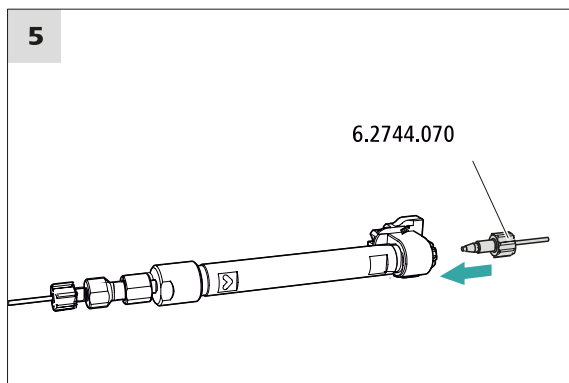
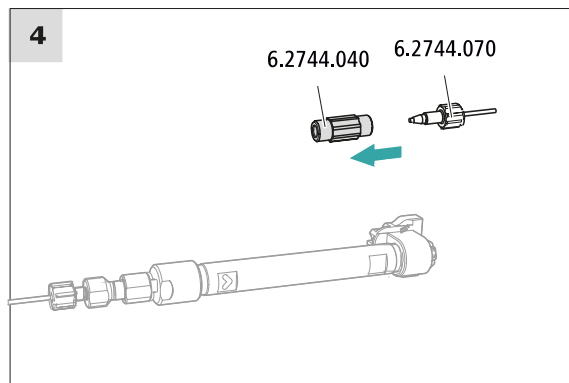
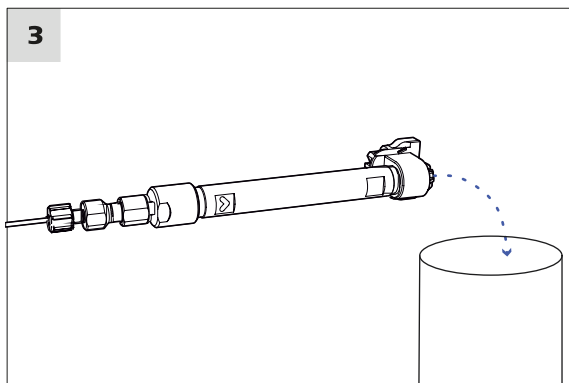
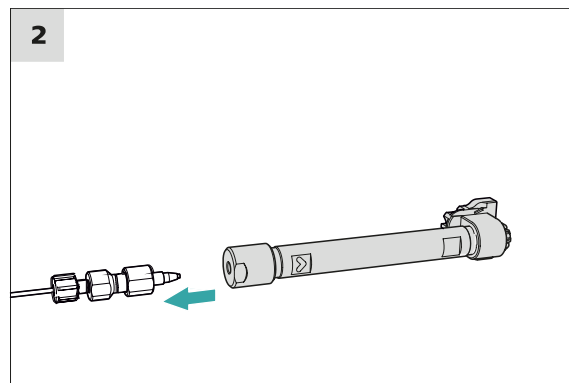
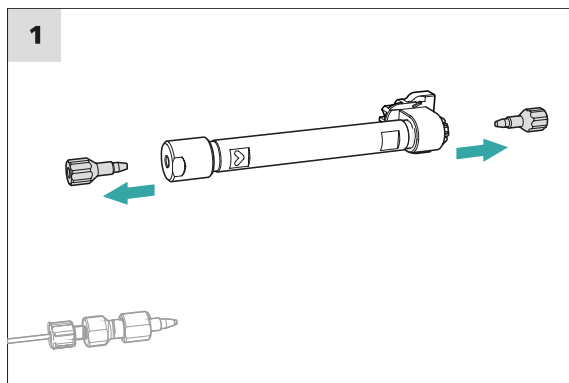
VORSICHT

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 Säulenmerkblatt empfohlene Flussrate erhöhen.
 - **Ein**
- Die Trennsäule ca. 10 Minuten mit Eluent spülen.
- In der manuellen Bedienung von MagIC Net die Hochdruckpumpe wieder stoppen: **Aus**.

4 Kupplung entfernen

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

5 Ausgang der Trennsäule montieren

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

6 Trennsäule einsetzen

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

Die Trennsäule wird jetzt von MagIC Net erkannt.

4.3 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.

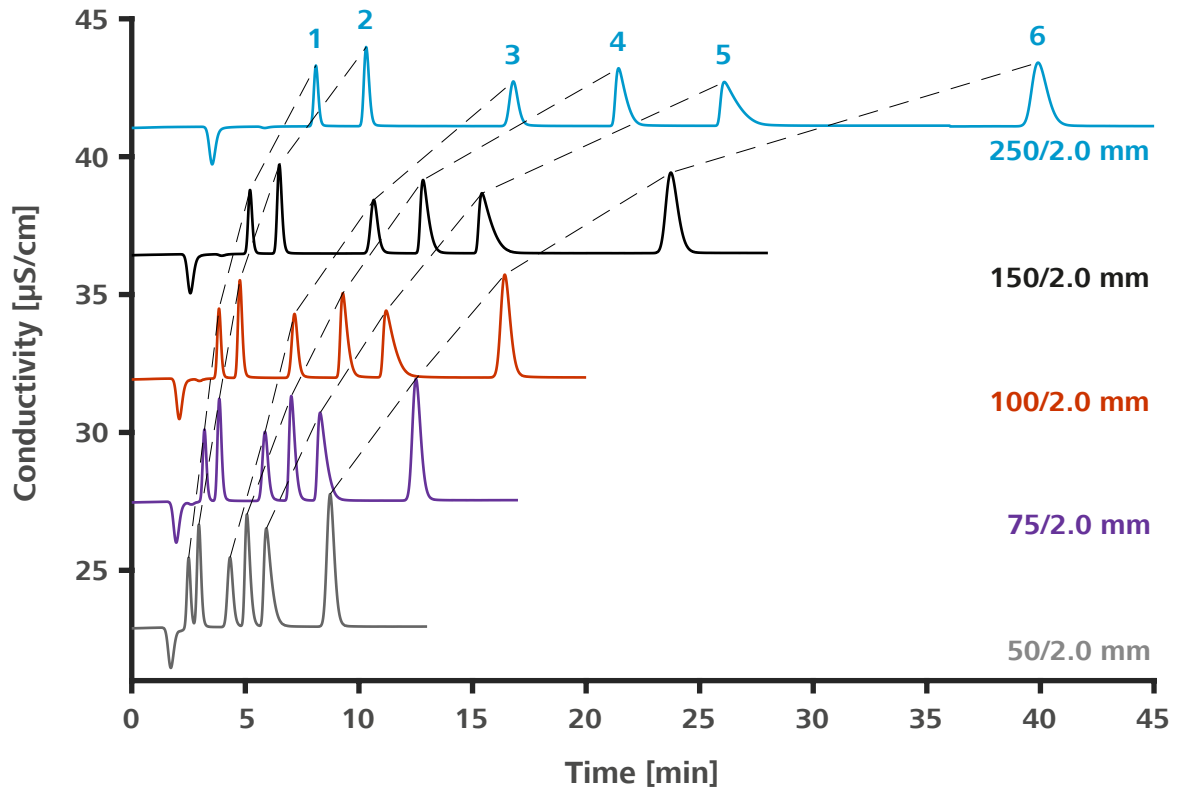
Das Gerät ist nun bereit für Messungen von Proben.

5 Applikationen

5.1 Standardchromatogramm

Säulen 2 mm

<i>Säulen:</i>	<ul style="list-style-type: none">▪ Metrosep A Supp 10 - 50/2.0▪ Metrosep A Supp 10 - 75/2.0▪ Metrosep A Supp 10 - 100/2.0▪ Metrosep A Supp 10 - 150/2.0▪ Metrosep A Supp 10 - 250/2.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Chemische Suppression mit MSM
<i>Temperatur:</i>	45 °C
<i>Loop:</i>	10 µL
<i>Flussrate:</i>	0.25 mL/min
<i>Eluent:</i>	5.0 mmol/L NaHCO ₃ und 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃



Metrosep A Supp 10 -		mg/L
XXX/2.0		
1	Chlorid	5
2	Nitrit	5
3	Phosphat	10
4	Bromid	10
5	Nitrat	10
6	Sulfat	10

Säulen 4 mm

- Säulen:
- Metrosep A Supp 10 - 50/4.0
 - Metrosep A Supp 10 - 75/4.0
 - Metrosep A Supp 10 - 100/4.0
 - Metrosep A Supp 10 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

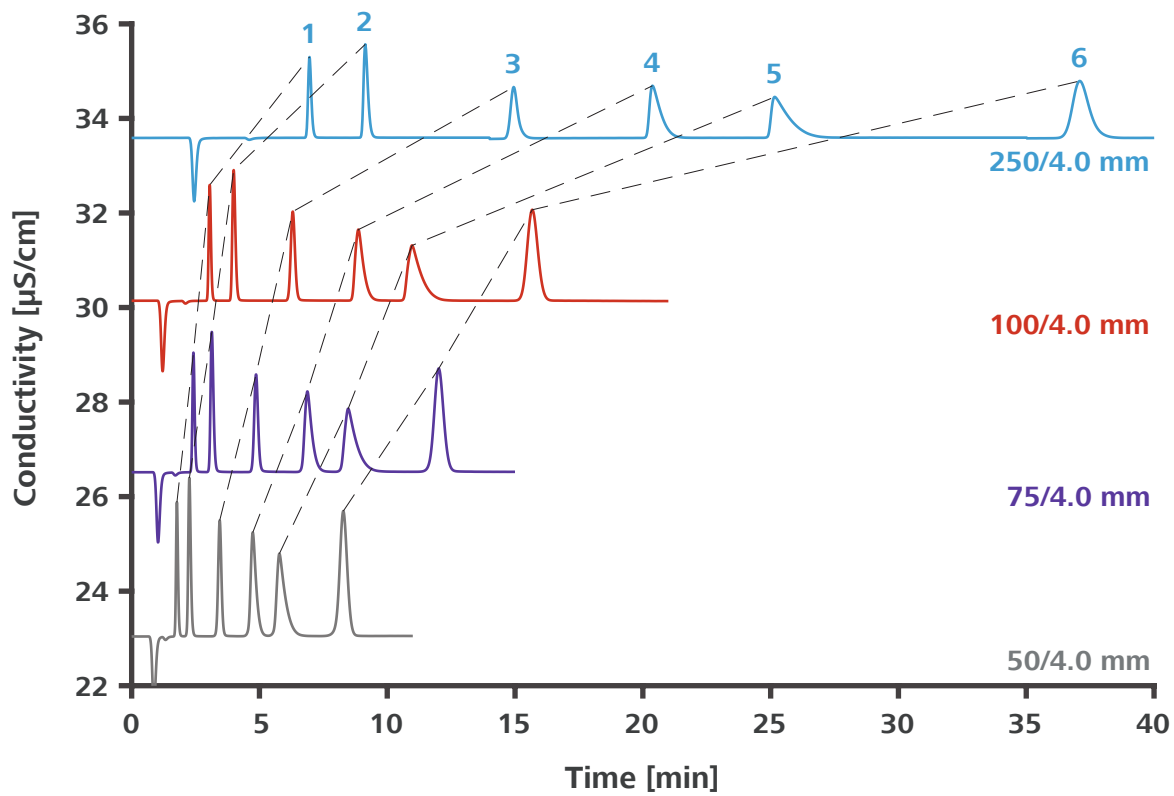
Suppression: Chemische Suppression mit MSM

Temperatur: 45 °C

Loop: 20 μL

Flussrate: 1.0 mL/min

Eluent: 5.0 mmol/L NaHCO_3 und 5.0 mmol/L Na_2CO_3

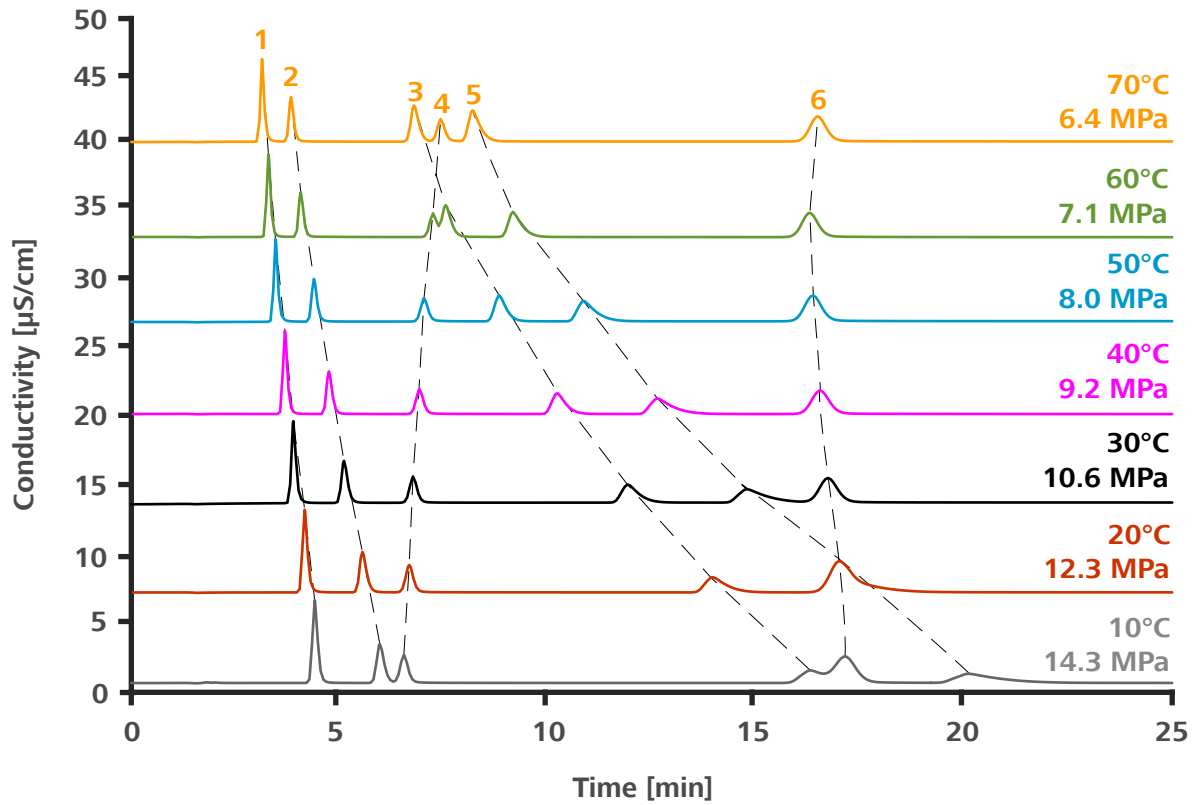


	Metrosep A Supp 10 - XXX/4.0	mg/L
1	Chlorid	5
2	Nitrit	5
3	Phosphat	10
4	Bromid	10
5	Nitrat	10
6	Sulfat	10



5.2 Einfluss der Temperatur

Säule: Metrosep A Supp 10 - 100/4.0
 Probenvorbereitung: –
 Detektion: Leitfähigkeit
 Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
 Temperatur: 10 ... 70 °C
 Loop: 20 µL
 Flussrate: 1.0 mL/min
 Eluent: 5.0 mmol/L NaHCO₃ und 5.0 mmol/L Na₂CO₃



Metrosep A Supp 10 - 100/4.0		mg/L
1	Chlorid	10
2	Nitrit	10

	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0	mg/L
3	Bromid	10
4	Phosphat	10
5	Nitrat	10
6	Sulfat	10

Die Metrosep A Supp 10 kann bei Temperaturen von 10 bis 70 °C eingesetzt werden. Mit steigender Temperatur nehmen die Retentionszeiten der einwertigen Anionen ab. Die Erhöhung der Temperatur beschleunigt insbesondere die polarisierbaren Ionen Bromid und Nitrat. Höhere Temperaturen verbessern die Peakformen von Bromid und Nitrat stark. Die Retentionszeit von Phosphat steigt bei höherer Temperatur leicht an. Die Retentionszeit von Sulfat bleibt bei unterschiedlichen Temperaturen nahezu unverändert. Bei 20 °C koeluieren Nitrat und Sulfat.

Die Erhöhung der Temperatur bewirkt eine deutliche Verringerung des Säulenrückdrucks. Bei 70 °C ist der Säulenrückdruck ca. 6.4 MPa. Bei 10 °C ist der Säulenrückdruck ca. 14.3 MPa. Aufgrund des hohen Rückdrucks ist eine Messung bei 10 °C bei Standardfluss auf der langen Metrosep A Supp 10 - 250/4.0 Säule unmöglich.

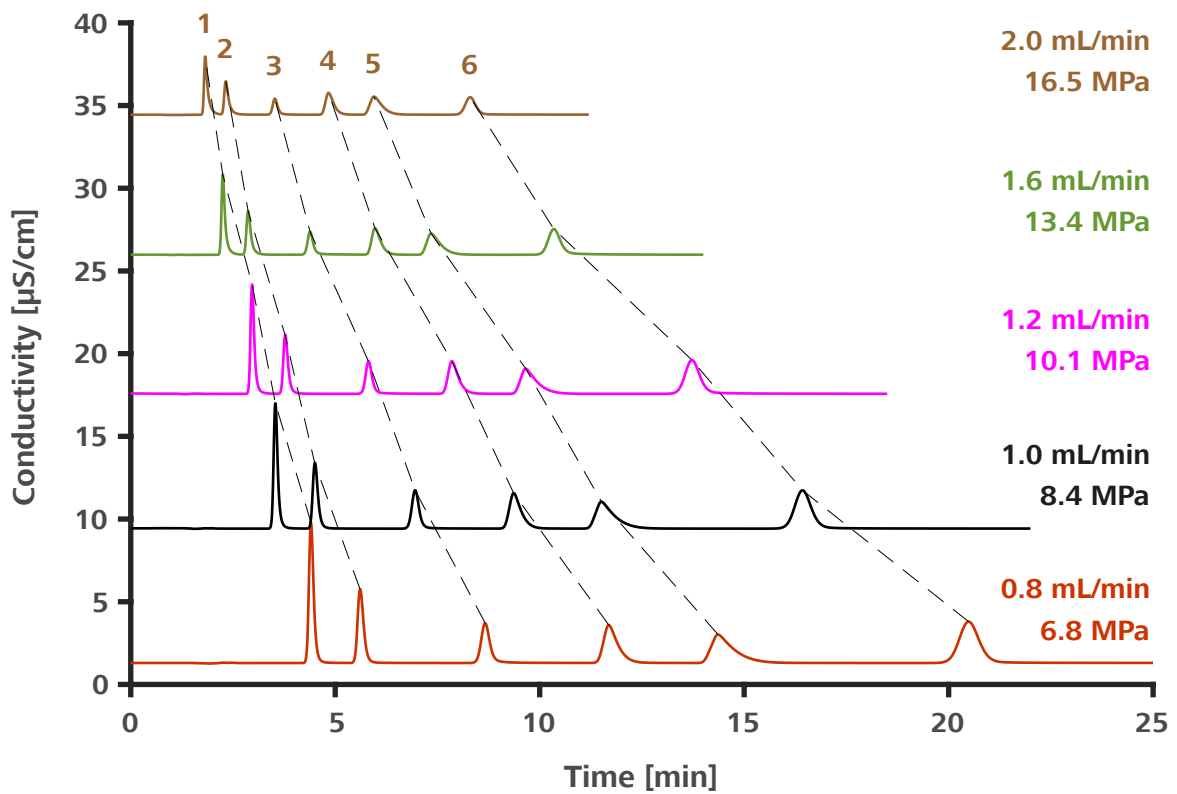
Bei den organischen Säuren können wenige Verschiebungen aufgrund der Temperatur herbeigeführt werden (Chromatogramme nicht gezeigt). Acetat, Glykolat, Formiat, Lactat, Propionat und Pyruvat eluieren entweder im Injektionspeak oder werden kaum auf der Säule zurückgehalten. Dieses Verhalten ist von der Temperatur unabhängig. Die Retentionszeiten der organischen Säuren Succinat, Malat, Adipat und Malonat nehmen bei steigender Temperatur zu. Die Retentionszeiten von Tartrat und Oxalat verkürzen sich bei steigender Temperatur leicht.

5.3 Variation der Eluentenflussrate

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0
<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>	0.8 ... 2.0 mL/min



Eluent: 5.0 mmol/L NaHCO₃ und 5.0 mmol/L Na₂CO₃



	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0	mg/L
1	Chlorid	10
2	Nitrit	10
3	Phosphat	10
4	Bromid	10
5	Nitrat	10
6	Sulfat	10

Die Metrosep A Supp 10 - 100/4.0 kann mit einem Fluss von bis zu 2.0 mL/min betrieben werden. Die Steigerung des Flusses beschleunigt alle Ionen gleichmässig. Sulfat eluiert bei 2.0 mL/min in weniger als 10 Minuten. Dabei steigt der Druck nahezu proportional zum Fluss an. Die höhere Flussrate verringert die Verweilzeit der Analyten im Detektor. Dies führt zu kleineren Peakflächen. Auf der langen Metrosep A Supp 10 - 250/4.0 Säule kann ebenfalls ein Fluss von bis zu 2.0 mL/min eingesetzt werden. Bei hohem Fluss auf der langen Säule muss die Temperatur erhöht werden. Andernfalls kommt es zu einem Überdruck auf der Säule.

5.4 Variation des Eluenten

5.4.1 Konstantes Na₂CO₃-NaHCO₃-Verhältnis

Säule: Metrosep A Supp 10 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

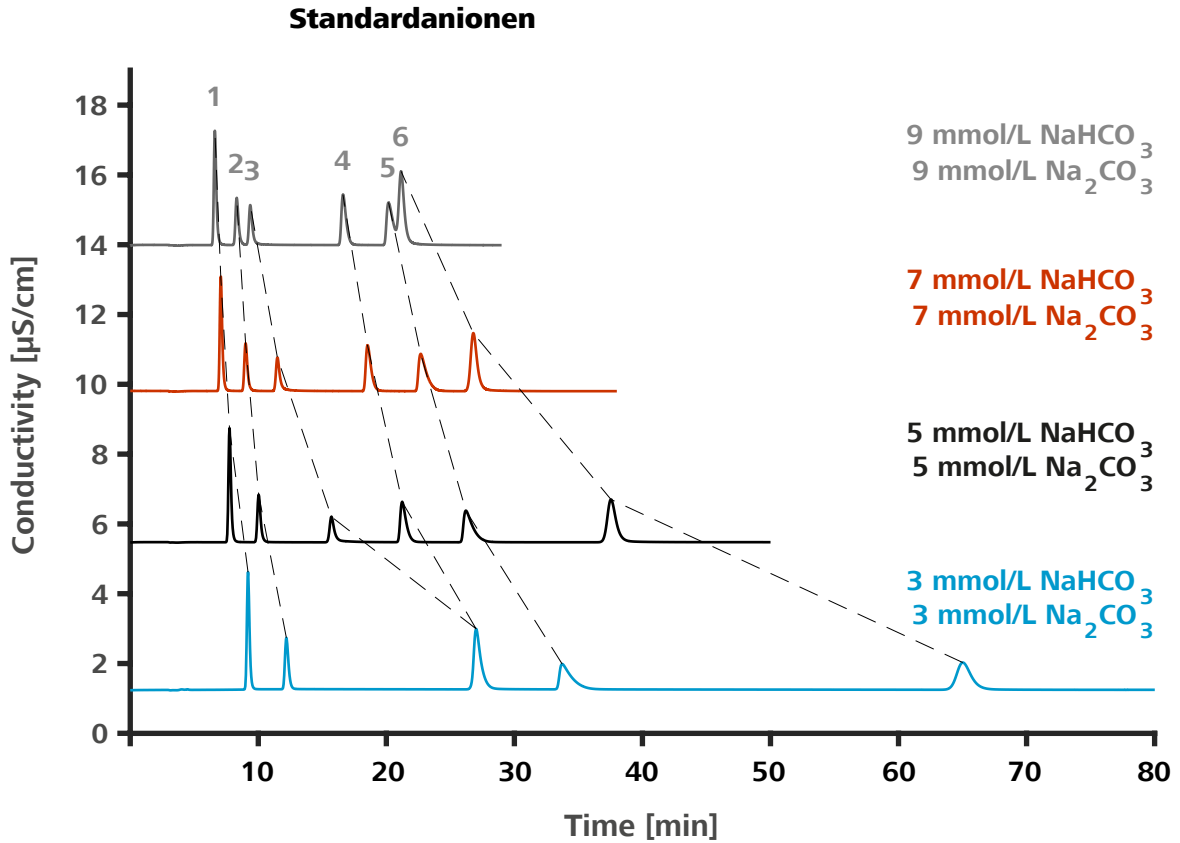
Temperatur: 45 °C

Loop: 20 µL

Flussrate: 1.0 mL/min

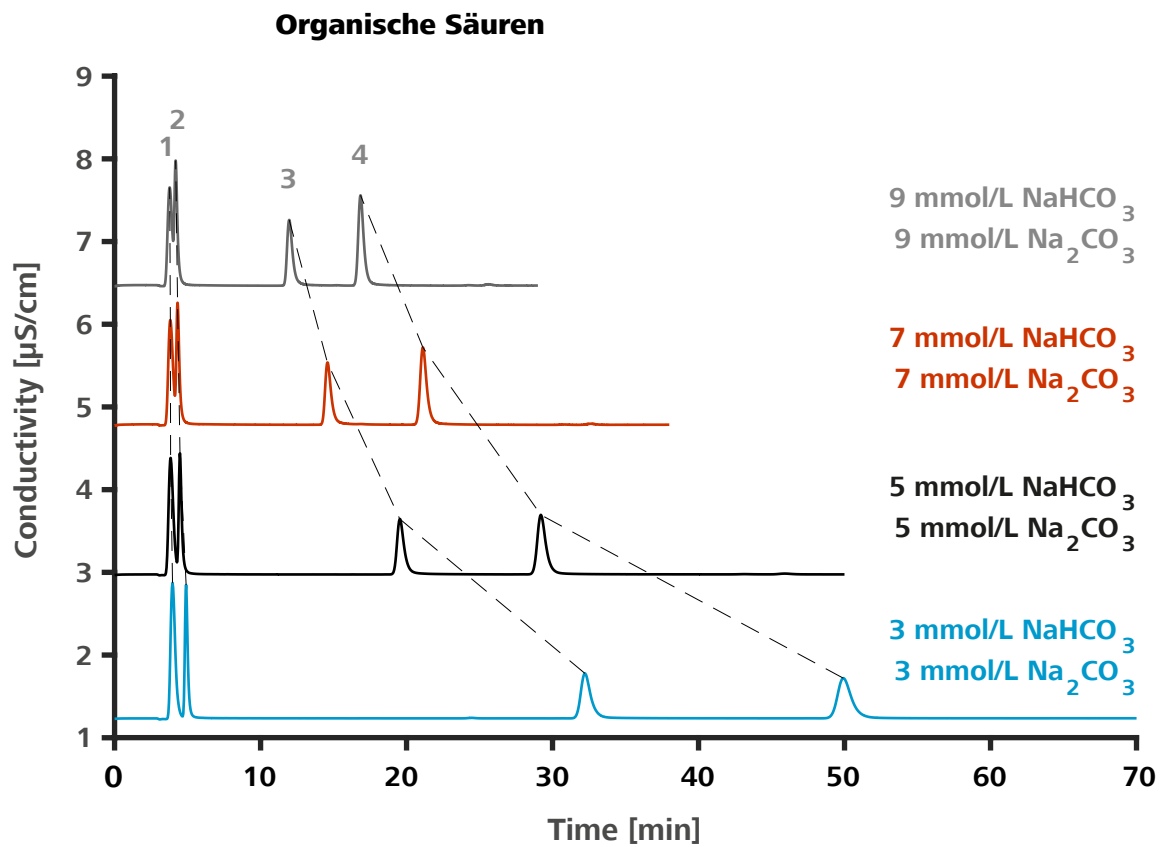
Eluent:

- A) 3.0 mmol/L NaHCO₃, 3.0 mmol/L Na₂CO₃
- B) 5.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃
- C) 7.0 mmol/L NaHCO₃, 7.0 mmol/L Na₂CO₃
- D) 9.0 mmol/L NaHCO₃, 9.0 mmol/L Na₂CO₃

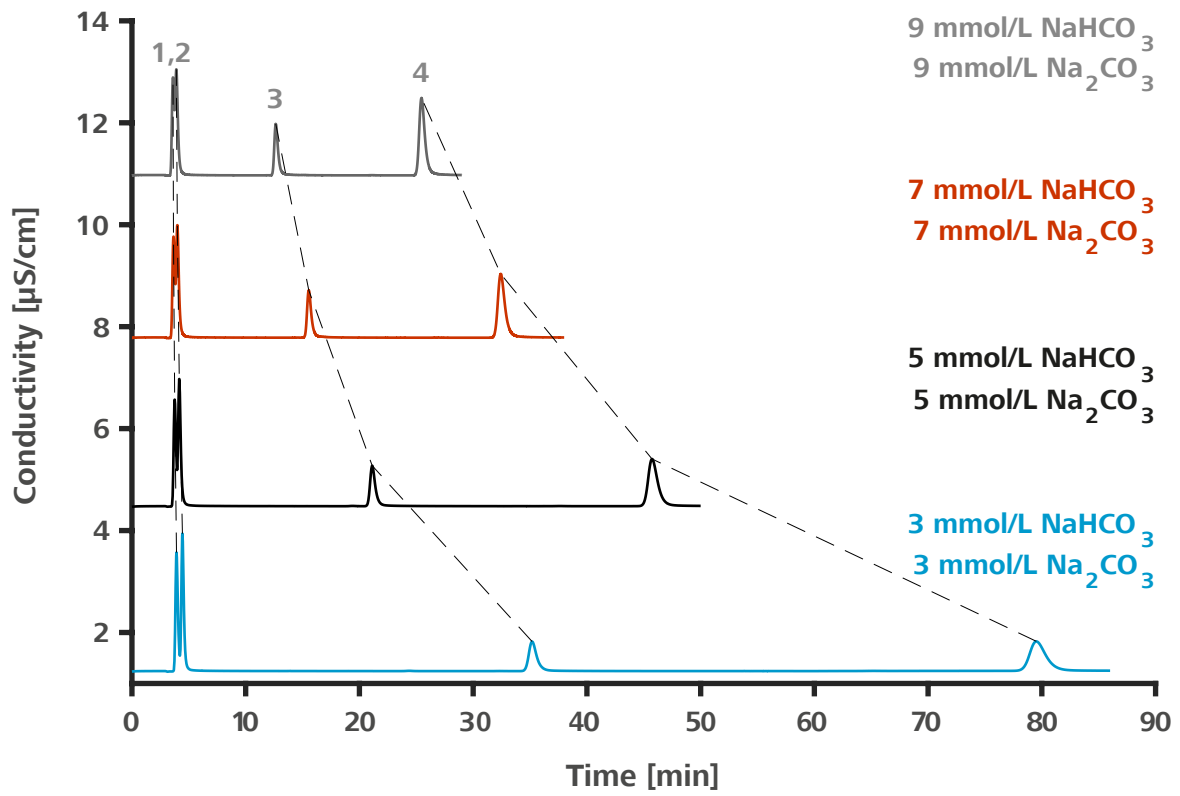


Metrosep A Supp 10 - 250/4.0		mg/L
1	Chlorid	10
2	Nitrit	10
3	Phosphat	10
4	Bromid	10
5	Nitrat	10
6	Sulfat	10

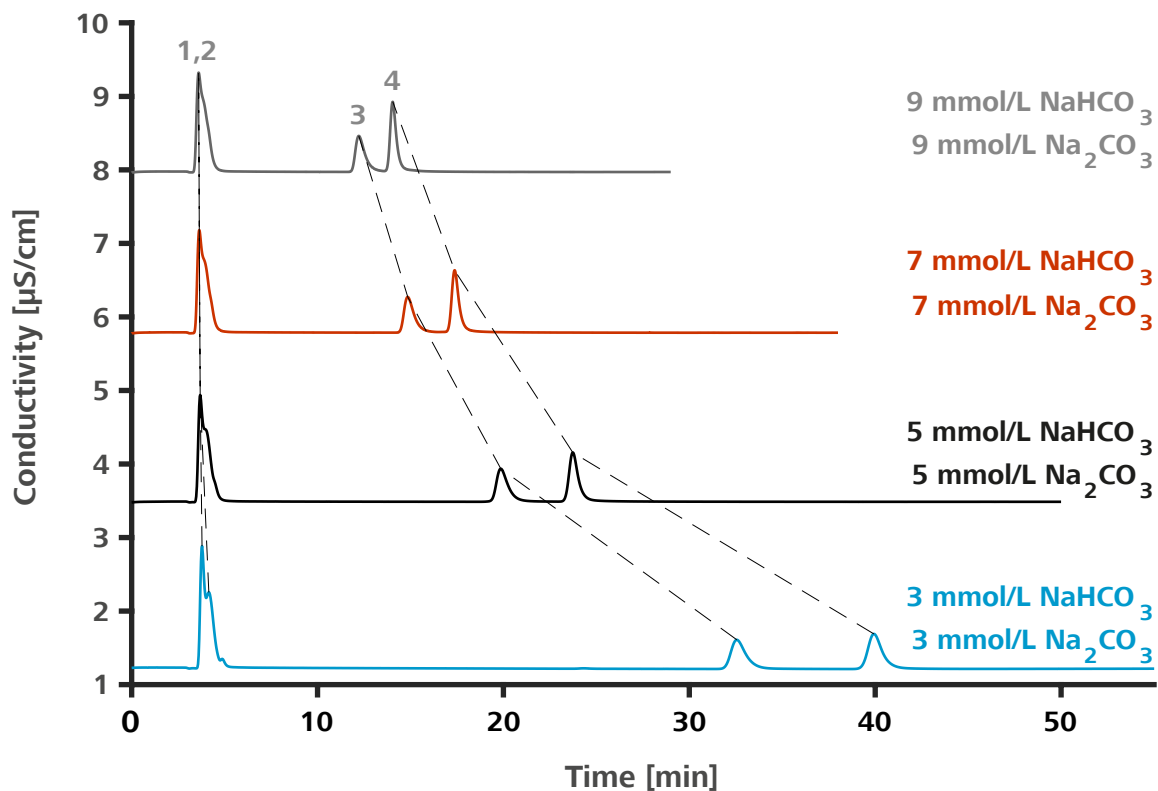
Eine Steigerung der Eluentenkonzentration beschleunigt alle Anionen. Die mehrwertigen Anionen Phosphat und Sulfat werden stärker beschleunigt als die einwertigen Anionen. Je stärker der Eluent ist, desto schärfer und höher sind die Peaks. Bei schwachem Eluenten (3.0 mmol/L Na₂CO₃, 3.0 mmol/L NaHCO₃) koeluiieren Phosphat und Bromid. Bei starkem Eluenten (9.0 mmol/L Na₂CO₃, 9.0 mmol/L NaHCO₃) gibt es keine optimale Trennung zwischen Nitrat und Sulfat.



Metrosep A Supp 10 -		mg/L
250/4.0		
1	Acetat	10
2	Pyruvat	10
3	Succinat	10
4	Tartrat	10



Metrosep A Supp 10 - 250/4.0		mg/L
1	Glykolat	10
2	Formiat	10
3	Malat	10
4	Oxalat	10



Metrosep A Supp 10 - 250/4.0		mg/L
1	Lactat	10
2	Propionat	10
3	Adipat	10
4	Malonat	10

Eine Steigerung der Eluentkonzentration beschleunigt organische Säuren. Die Peaks werden schmaler und höher.

5.4.2 Variation NaHCO₃ bei konstantem Na₂CO₃

Säule: Metrosep A Supp 10 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

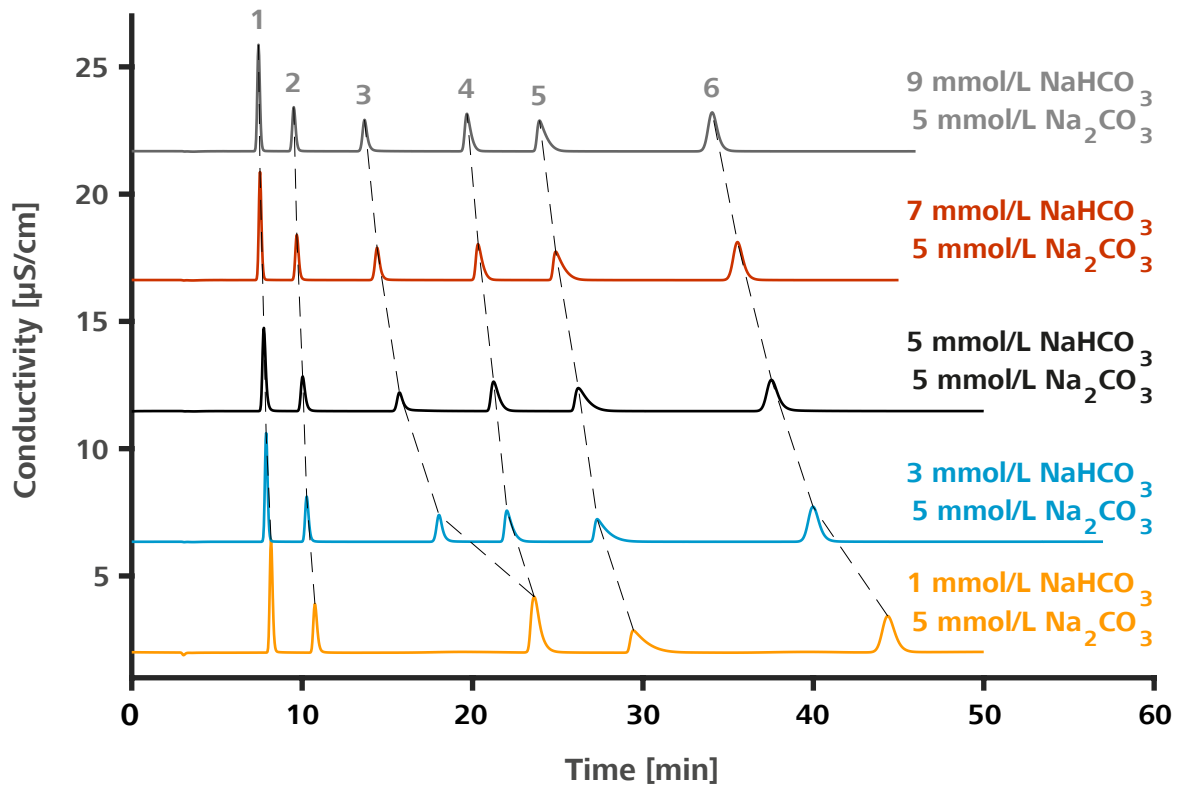
Temperatur: 45 °C

Loop: 20 µL



Flussrate: 1.0 mL/min

- Eluent:
- A) 1.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃
 - B) 3.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃
 - C) 5.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃
 - D) 7.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃
 - E) 9.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃



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

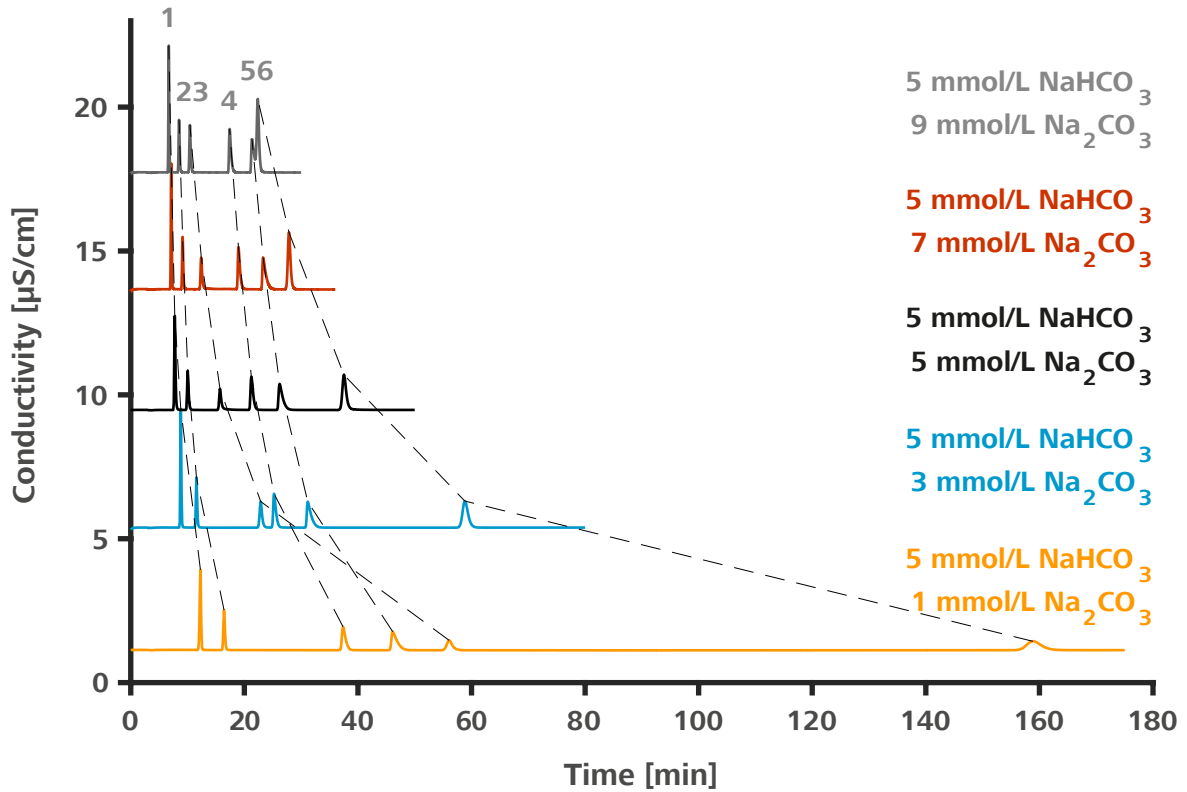
Natriumhydrogencarbonat trägt weniger zur Eluentenstärke bei als Natriumcarbonat. Daher verkürzt ein steigender Natriumhydrogencarbonatgehalt die Retentionszeiten der Anionen nur leicht. Einzig die Retentionszeit von Phosphat wird signifikant verkürzt. Dies resultiert daraus, dass sich der

pH-Wert des Eluenten und somit die effektive Ladung des Phosphations deutlich verändern. Über den getesteten Bereich an Natriumhydrogencarbonat ist keine signifikante Veränderung der Peakhöhe erkennbar. Bei einer Eluentenzusammensetzung von 1.0 mmol/L NaHCO₃ und 5.0 mmol/L Na₂CO₃ koeluieren Bromid und Phosphat.

Die organischen Säuren Acetat, Glykolat, Formiat, Lactat, Propionat und Pyruvat eluieren nahezu im Injektionspeak. Sie verändern sich durch eine Änderung der Menge an Natriumhydrogencarbonat im Eluenten kaum (Chromatogramme nicht gezeigt). Die organischen Säuren Succinat, Malat, Adipat, Malonat, Tartrat und Oxalat werden auf der Säule zurückgehalten. Ein steigender Gehalt an Natriumhydrogencarbonat im Eluenten verkürzt ihre Retentionszeit.

5.4.3 Variation Na₂CO₃ bei konstantem NaHCO₃

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 10 - 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>	1.0 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 1.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ B) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 3.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ C) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ D) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 7.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ E) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 9.0 mmol/L Na ₂ CO ₃



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

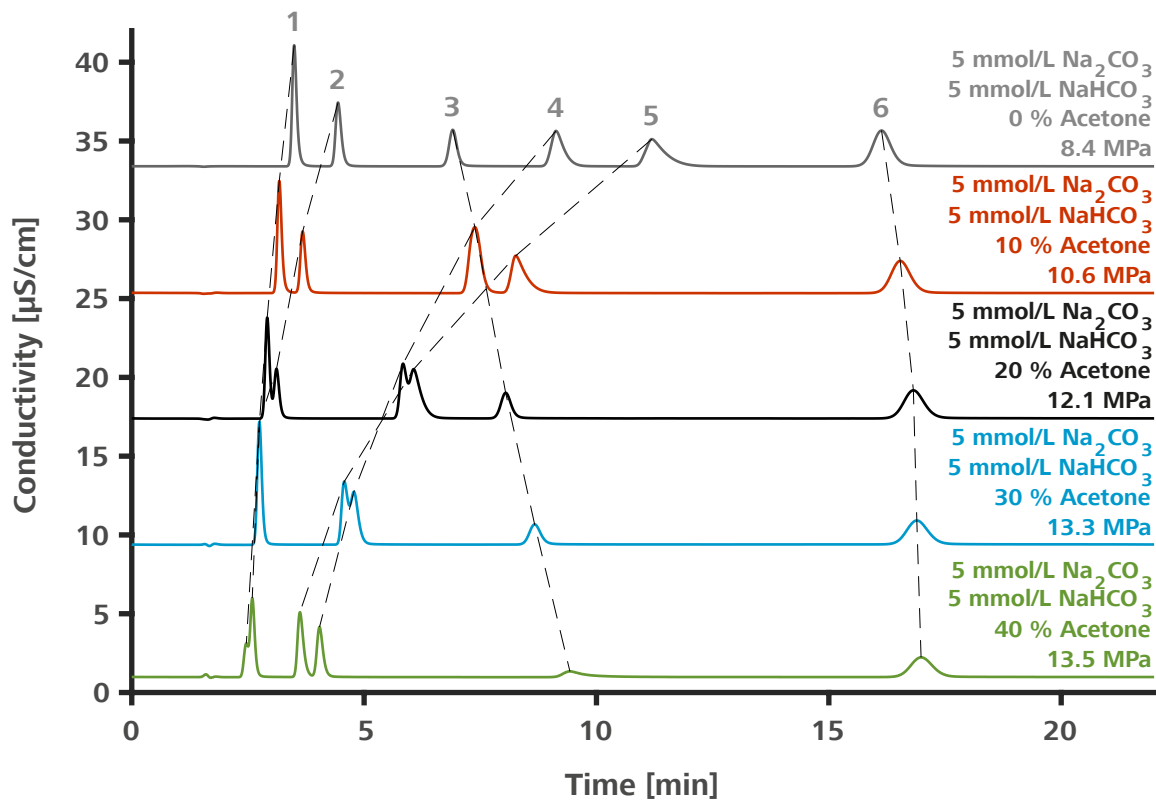
Natriumcarbonat hat eine starke Elutionskraft. Daher ist der Einfluss des Natriumcarbonatgehalts im Eluenten stärker als der Einfluss des Natriumhydrogencarbonatgehalts. Eine Steigerung des Natriumcarbonatgehalts verkürzt die Retentionszeiten aller Anionen deutlich. Die mehrwertigen Anionen Phosphat und Sulfat werden am stärksten beschleunigt. Bei schwachem Eluenten (5 mmol/L NaHCO₃ und 1 mmol/L Na₂CO₃) eluiert Phosphat hinter Nitrat. Bei starkem Eluenten (5 mmol/L NaHCO₃ und 9 mmol/L Na₂CO₃) eluiert Phosphat hingegen vor Bromid. Dies resultiert daraus, dass sich der pH-Wert des Eluenten und somit auch die effektive Ladung des Phosphations verändern. Bei starkem Eluenten (5 mmol/L NaHCO₃ und 9 mmol/L Na₂CO₃) ist die Basislinientrennung zwischen Nitrat und Sulfat nicht mehr gegeben. Die Beschleunigung der Anionen durch den Einsatz von stärkerem Eluenten führt zu höheren Peaks.

Die organischen Säuren Acetat, Glykolat, Formiat, Lactat, Propionat und Pyruvat eluieren nahezu im Injektionspeak. Sie ändern sich durch eine Änderung der Natriumcarbonatmenge im Eluenten kaum (Chromatogramme nicht gezeigt). Die organischen Säuren Succinat, Malat, Adipat, Malonat, Tartrat und Oxalat werden auf der Säule zurückgehalten. Ein steigender Gehalt an Natriumcarbonat im Eluenten verkürzt ihre Retentionszeit. Der Einfluss der Natriumcarbonatmenge ist deutlich stärker als der Einfluss der Natriumhydrogencarbonatmenge.

5.5 Variation mit organischem Modifizier

5.5.1 Variation der Acetonkonzentration

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0
<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>	1.0 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 0 % Aceton B) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 10 % Aceton C) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 20 % Aceton D) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 30 % Aceton E) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 40 % Aceton



	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0	mg/L
1	Chlorid	10
2	Nitrit	10
3	Phosphat	10
4	Bromid	10
5	Nitrat	10
6	Sulfat	10

Für Proben mit einer organischen Matrix kann dem Eluenten ein organischer Modifizier beigefügt werden. Die Zugabe von Aceton zum Eluenten ändert die Elutionsreihenfolge und die Selektivität der Standardanionen. Ein steigender Acetongehalt im Eluenten beschleunigt die Elution von Chlorid, Nitrit, Bromid und Nitrat und retardierte Phosphat. Bei 10 % Aceton koeluierten Bromid und Phosphat. Der Einfluss von Aceton auf Sulfat ist vernachlässigbar. Für Nitrit und Nitrat ist die Beschleunigung stark ausgeprägt. Dadurch tauschen Bromid und Nitrat bei ca. 25 % Aceton im Eluenten die Elutionsreihenfolge. Bei ca. 35 % Aceton im Eluent tauschen Chlorid und Nitrit die Elutionsreihenfolge. Durch Zugabe von Aceton zum Eluent verschlechtern sich die Peakformen und somit auch die Peakhöhen.

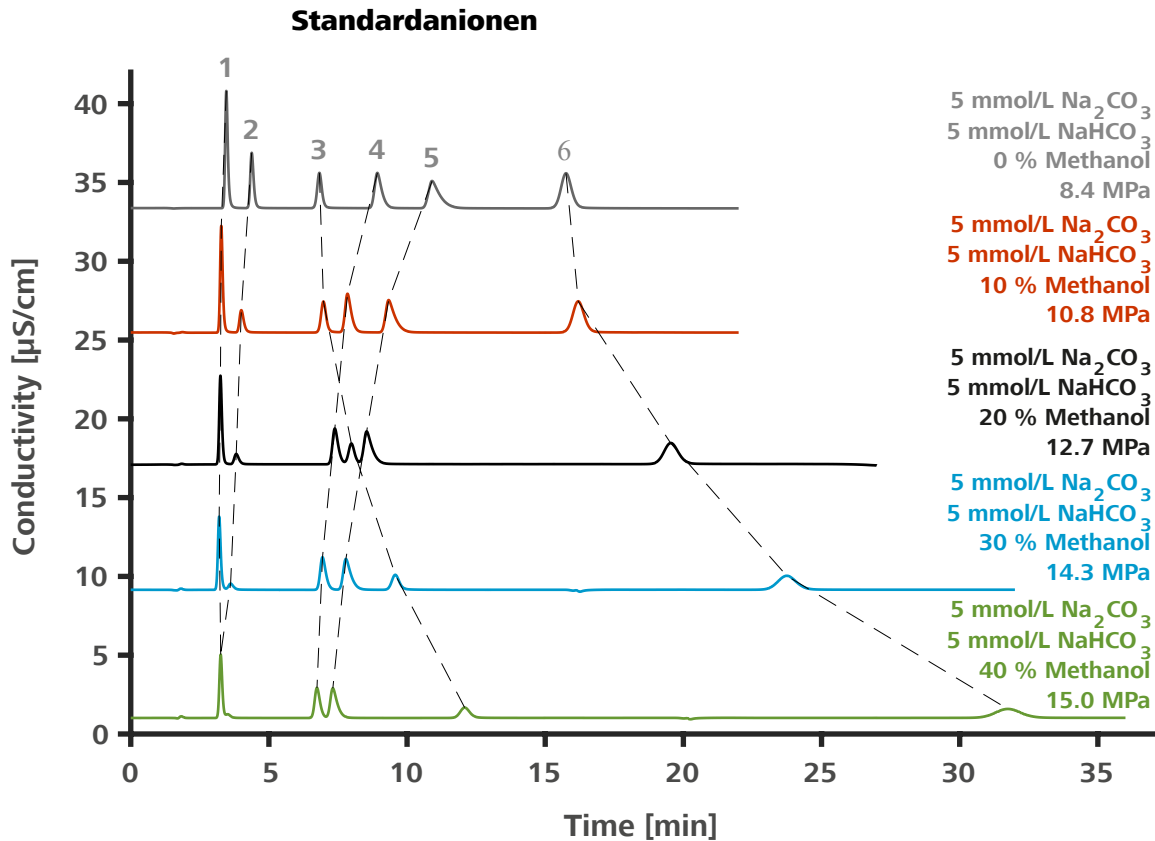
Der Säulenrückdruck nimmt mit zunehmendem Acetongehalt im Eluenten zu. Das ist auf die steigende Viskosität der Eluentenmischung zurückzuführen.

ren. Bei ca. 40 % Aceton im Eluenten sind Viskosität und Rückdruck am höchsten. Bei höherem Acetongehalt nimmt der Rückdruck wieder ab.

Die Zugabe von Aceton zum Eluenten beschleunigt alle organischen Säuren (Chromatogramme nicht gezeigt). Dies resultiert aus der verbesserten Löslichkeit der organischen Säuren in der mobilen Phase. Bei Adipat ist dieser Effekt besonders ausgeprägt.

5.5.2 Variation der Methanolkonzentration

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0
<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>	1.0 mL/min
<i>Eluent:</i>	A) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 0 % Methanol B) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 10 % Methanol C) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 20 % Methanol D) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 30 % Methanol E) 5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ , 40 % Methanol



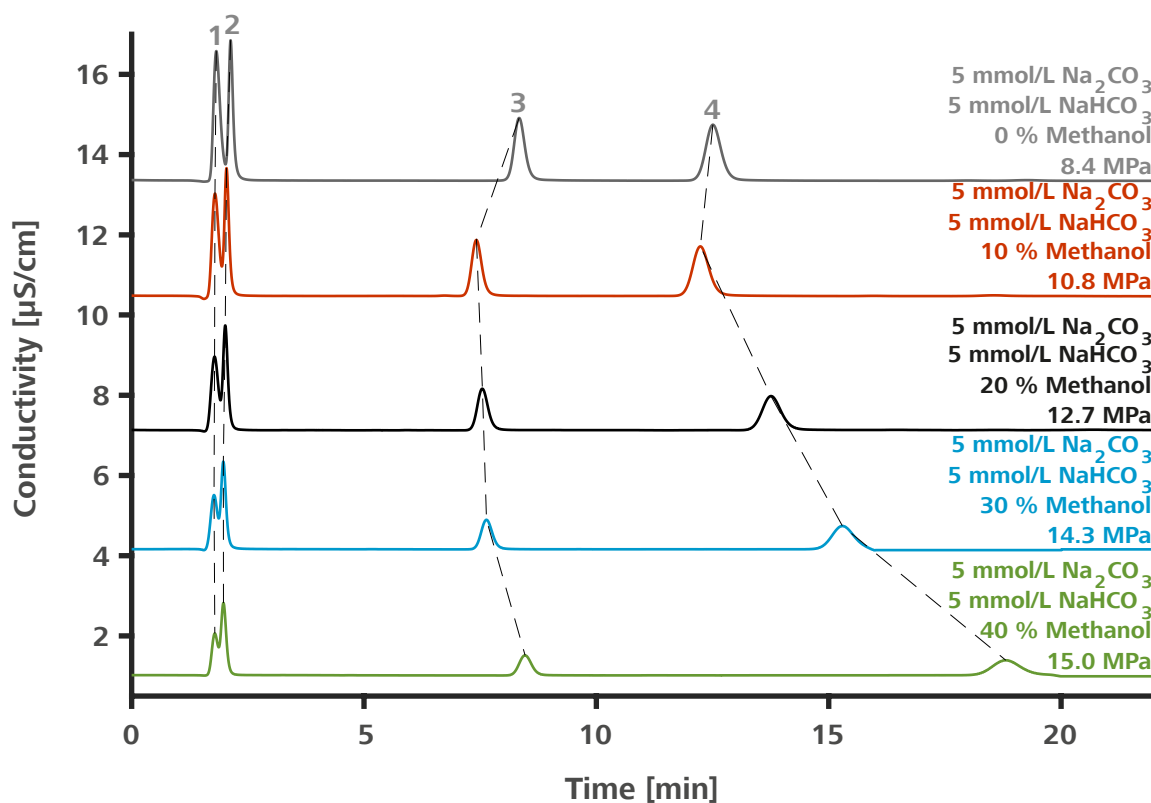
	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0	mg/L
1	Chlorid	10
2	Nitrit	10
3	Phosphat	10
4	Bromid	10
5	Nitrat	10
6	Sulfat	10

Statt Aceton kann auch Methanol als organischer Modifizier eingesetzt werden. Ähnlich wie bei der Zugabe von Aceton verkürzen sich die Retentionszeiten von Chlorid, Nitrit, Bromid und Nitrat durch die Zugabe von Methanol. Ein steigender Methanolgehalt verlängert die Retentionszeiten von Phosphat und Sulfat. Dadurch ändert sich die Elutionsreihenfolge. Bei 20 % Methanol im Eluenten eluiert Phosphat zwischen Bromid und Nitrat. Bei 30 % Methanol eluiert Phosphat hinter Nitrat. Bei 40 % Methanol im Eluenten koeluiert Nitrit mit Chlorid. Ein steigender Methanolgehalt verkleinert die Peakflächen und Peakhöhen von Nitrit und Phosphat.

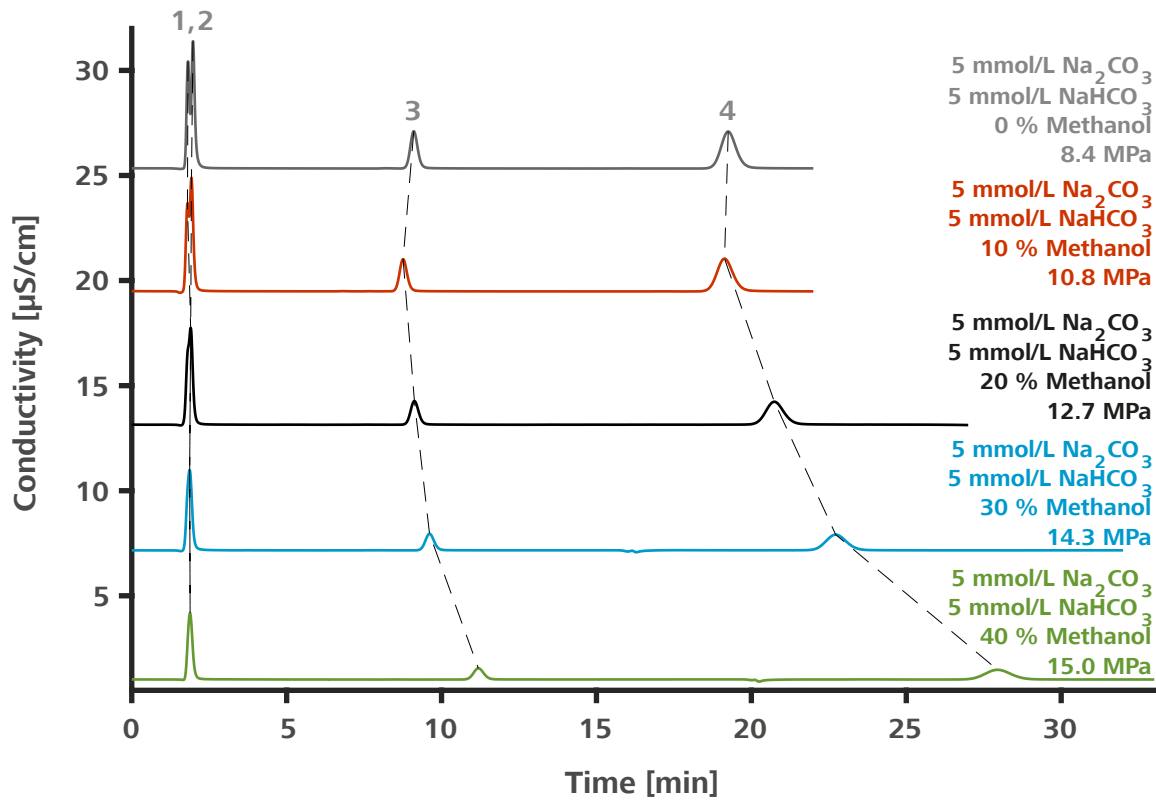
Methanol trägt noch stärker zur Erhöhung der Eluentenviskosität bei als Aceton. Somit nimmt der Säulenrückdruck durch die Zugabe von Metha-

not stark zu. Bei einem Methanolgehalt von über 50 % nimmt der Säulenrückdruck wieder ab.

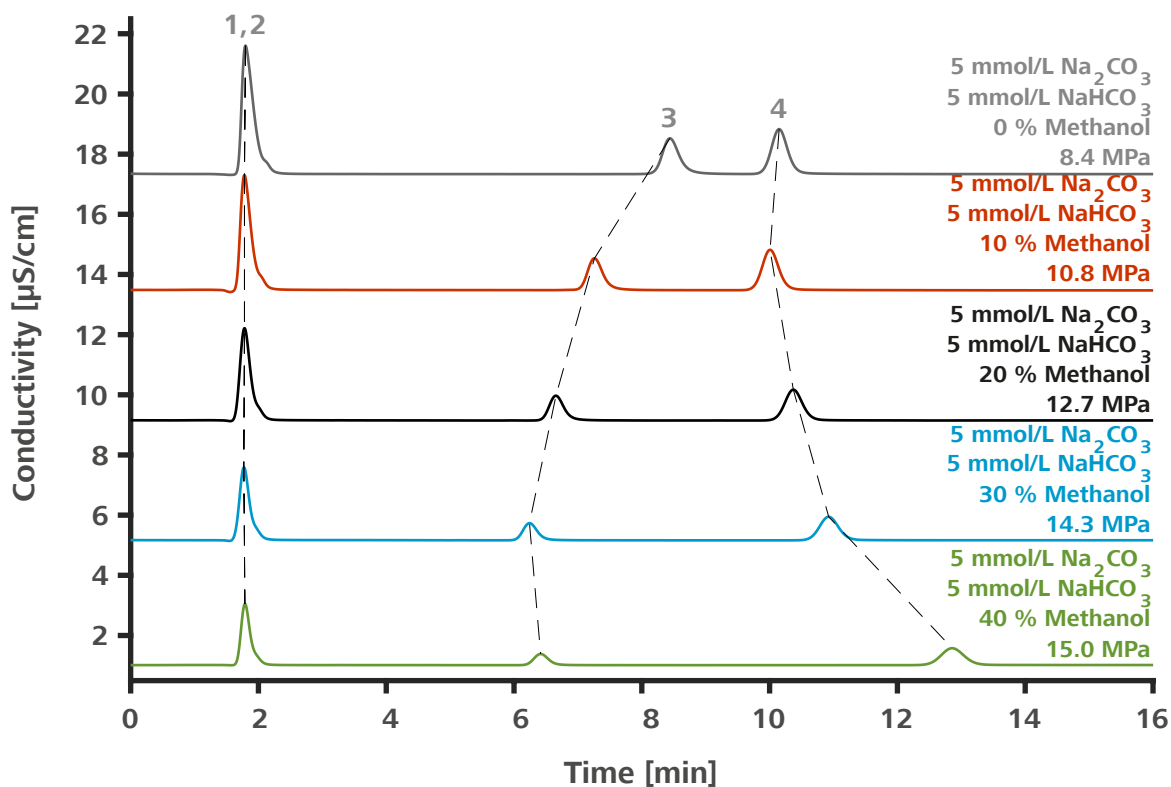
Organische Säuren



Metrosep A Supp 10 - 100/4.0		mg/L
1	Acetat	10
2	Pyruvat	10
3	Succinat	10
4	Tartrat	10



	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0	mg/L
1	Glykolat	10
2	Formiat	10
3	Malat	10
4	Oxalat	10



Metrosep A Supp 10 - 100/4.0	mg/L
1 Lactat	10
2 Propionat	10
3 Adipat	10
4 Malonat	10

Der Einfluss von Methanol auf die Retentionszeiten der organischen Säuren unterscheidet sich je nach Säure. Durch Zugabe von 10 % Methanol zum Eluenten verkürzt sich die Retentionszeit aller organischen Säuren. Falls der Methanolgehalt weiter erhöht wird, setzt sich dieser Trend für Adipat fort. Die Retentionszeiten der übrigen organischen Säuren nehmen bei höherem Methanolgehalt wieder zu.

5.5.3 Variation der Acetonitrilkonzentration

Säule: Metrosep A Supp 10 - 100/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

5.5 Variation mit organischem Modifier

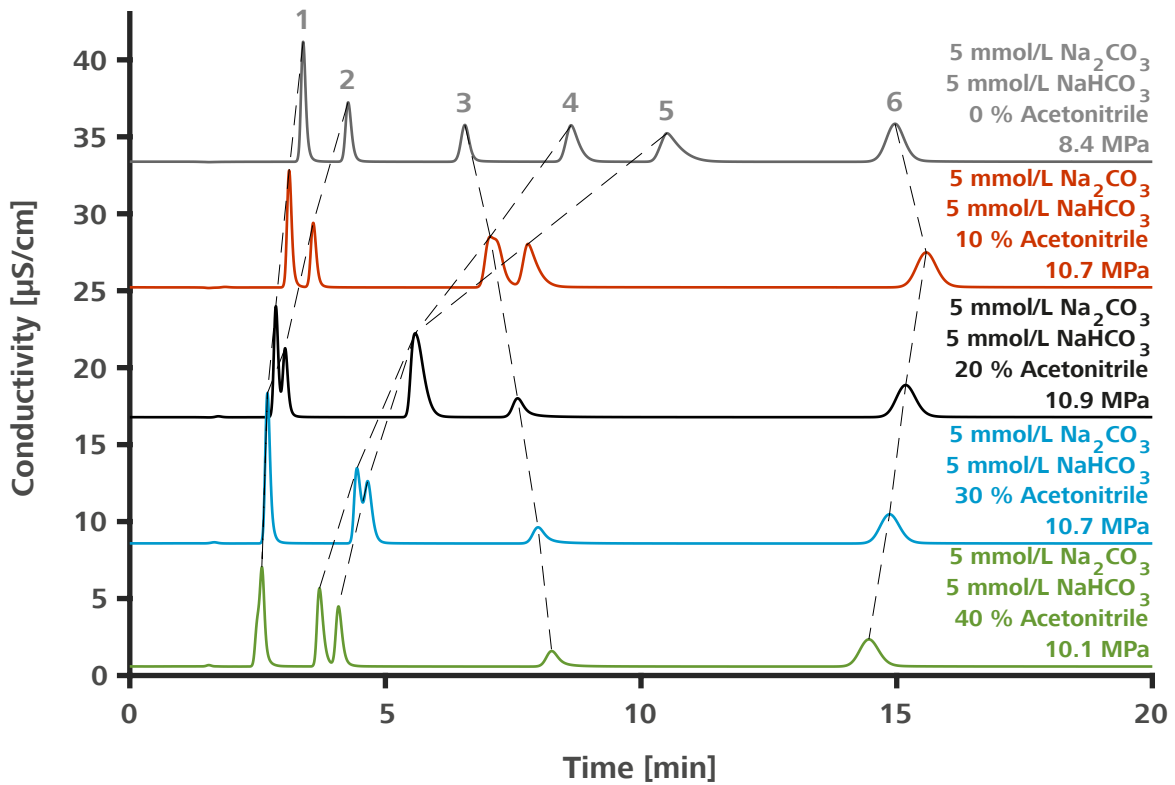


Temperatur: 45 °C

Loop: 20 µL

Flussrate: 1.0 mL/min

- Eluent:
- A) 5.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃, 0 % Acetonitril
 - B) 5.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃, 10 % Acetonitril
 - C) 5.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃, 20 % Acetonitril
 - D) 5.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃, 30 % Acetonitril
 - E) 5.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃, 40 % Acetonitril



Metrosep A Supp 10 - 100/4.0		mg/L
1	Chlorid	10
2	Nitrit	10
3	Phosphat	10
4	Bromid	10
5	Nitrat	10
6	Sulfat	10

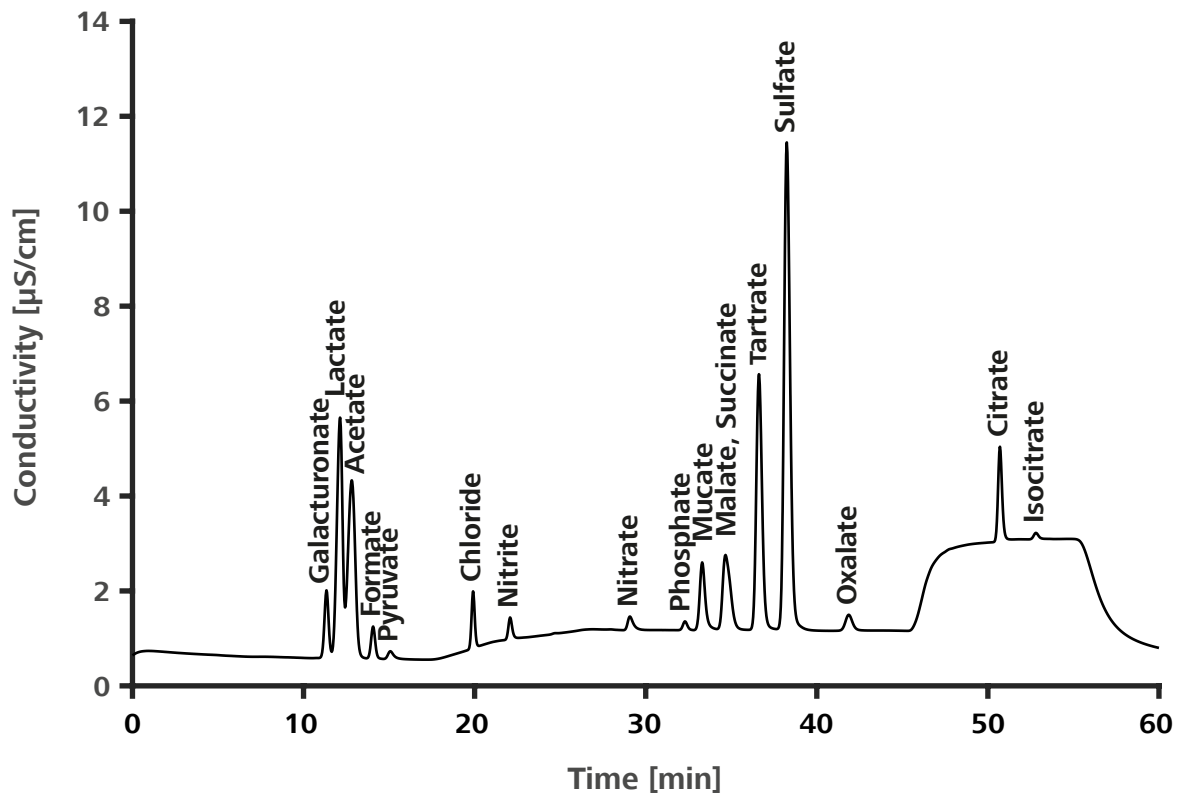
Der Einfluss der Acetonitrilzugabe zum Eluenten ist vergleichbar mit dem Einfluss von Aceton. Bei 10 % Acetonitril koeluieren Phosphat und Bromid. Bei 20 % Acetonitril wechseln Nitrat und Bromid die Elutionsreihenfolge, da Nitrat stärker beschleunigt wird als Bromid. Ab einer Zugabe von 30 % Acetonitril zum Eluenten koeluieren Chlorid und Nitrit.

Acetonitril als organischer Modifier generiert einen geringeren Druckanstieg als Aceton und Methanol. Bei ca. 20 % Acetonitril wird der maximale Druck erreicht.

Die Zugabe von Acetonitril zum Eluenten beschleunigt die organischen Säuren (Chromatogramme nicht gezeigt). Wie bei Aceton ist der Beschleunigungseffekt bei Adipat am stärksten ausgeprägt.

5.6 Bestimmung von Standardanionen und organischen Säuren in Weinproben

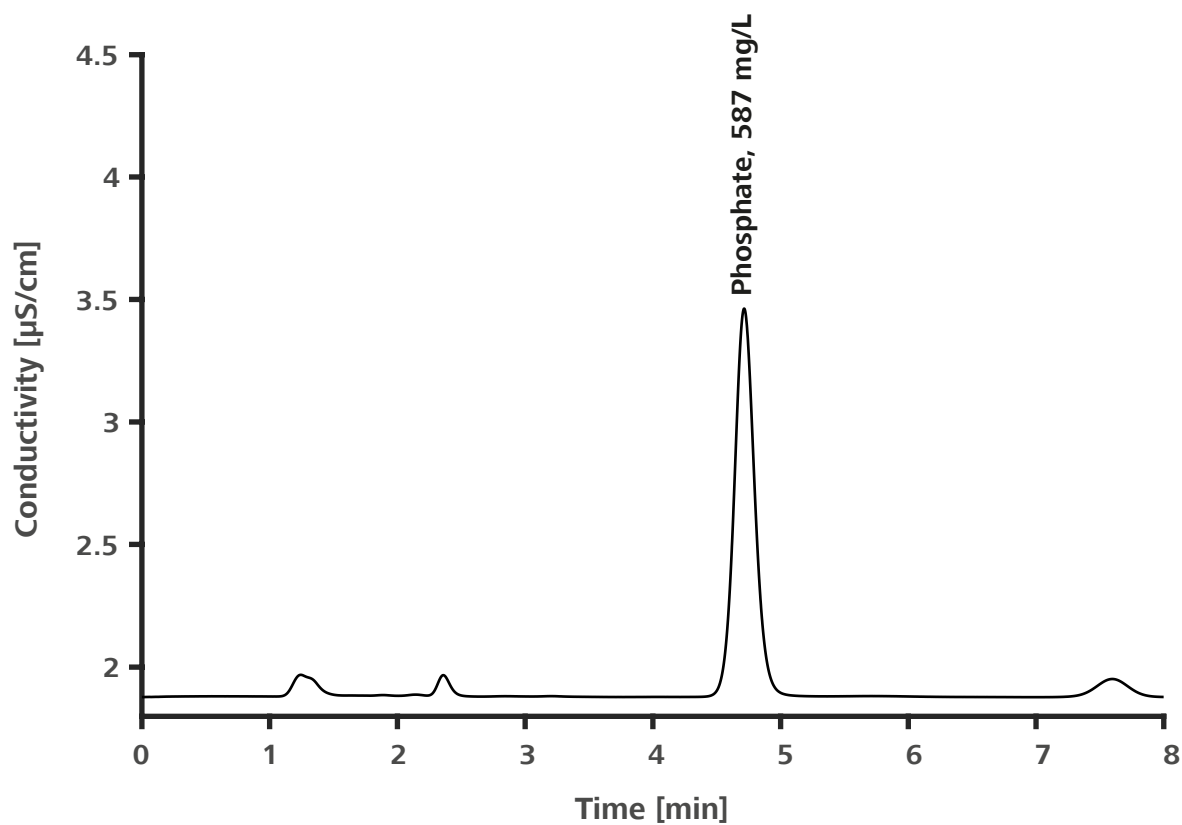
<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 5 - 250/4.0 mit Metrosep A Supp 10 - 50/4.0 als Vorsäule
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	50 °C
<i>Loop:</i>	20 µL
<i>Flussrate:</i>	0.7 mL/min
<i>Eluent:</i>	Dose-in Gradient A) 0.2 mmol/L NaOH, 0.64 mmol/L Na ₂ CO ₃ B) 20 mmol/L NaOH, 64 mmol/L Na ₂ CO ₃ Gradientenprofil: <ul style="list-style-type: none"> ▪ 0 ... 10 min: 100 % A, 0 % B ▪ 10 ... 20 min: 100 ... 90 % A, 0 ... 10 % B ▪ 20 ... 40 min: 90 % A, 10 % B ▪ 40 ... 50 min: 10 % A, 90 % B ▪ 50 ... 60 min: 100 % A, 0 % B



	Metrosep A Supp 5 - 250/4.0 und Metrosep A Supp 10 - 50/4.0	mg/L
1	Galacturonat	10
2	Lactat	20
3	Acetat	10
4	Formiat	1
5	Pyruvat	1
6	Chlorid	1
7	Nitrit	1
8	Nitrat	1
9	Phosphat	1
10	Mucate	10
11	Malat + Succinat	5
12	Tartrat	20
13	Sulfat	20
14	Oxalat	1
15	Citrat	10
16	Isocitrat	1

5.7 Bestimmung von Phosphat in Coca-Cola

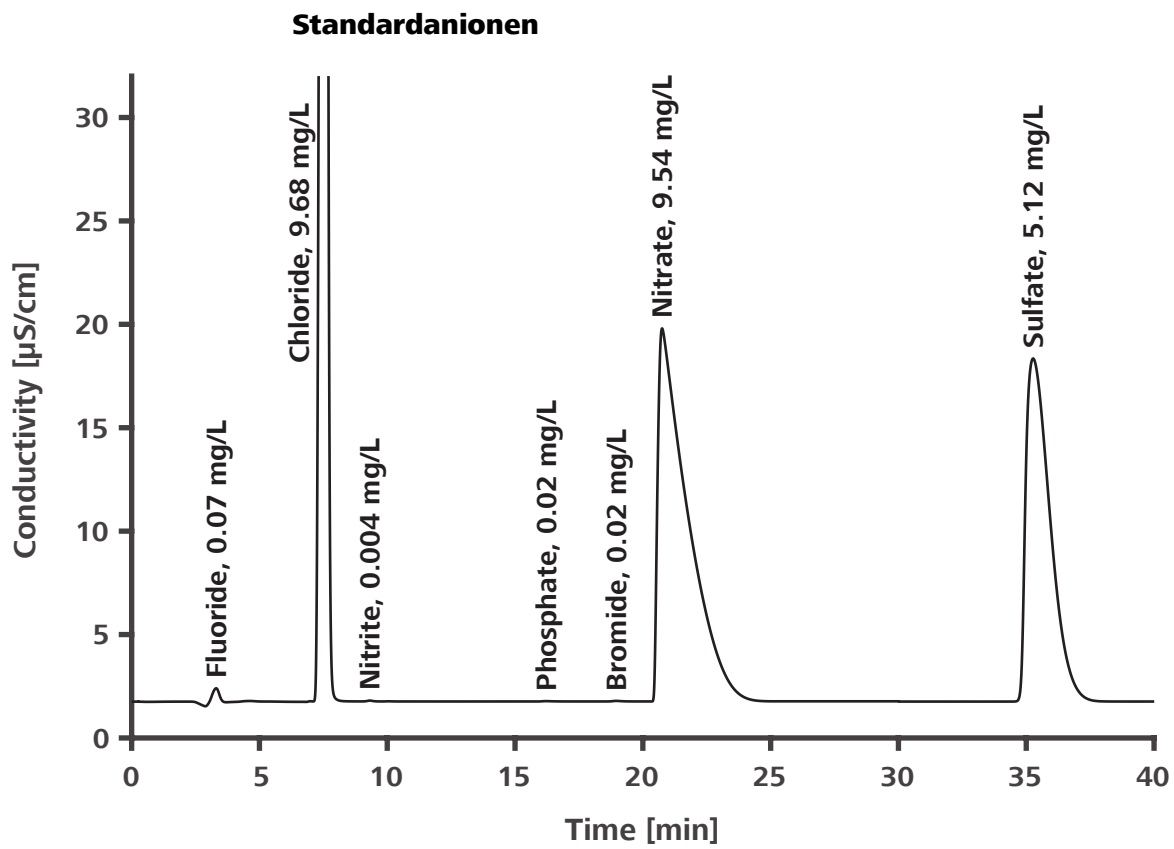
<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 10 - 75/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	30 °C
<i>Loop:</i>	0.25 µL
<i>Flussrate:</i>	1.2 mL/min
<i>Eluent:</i>	0.4 mmol/L NaHCO ₃ , 8.0 mmol/L Na ₂ CO ₃

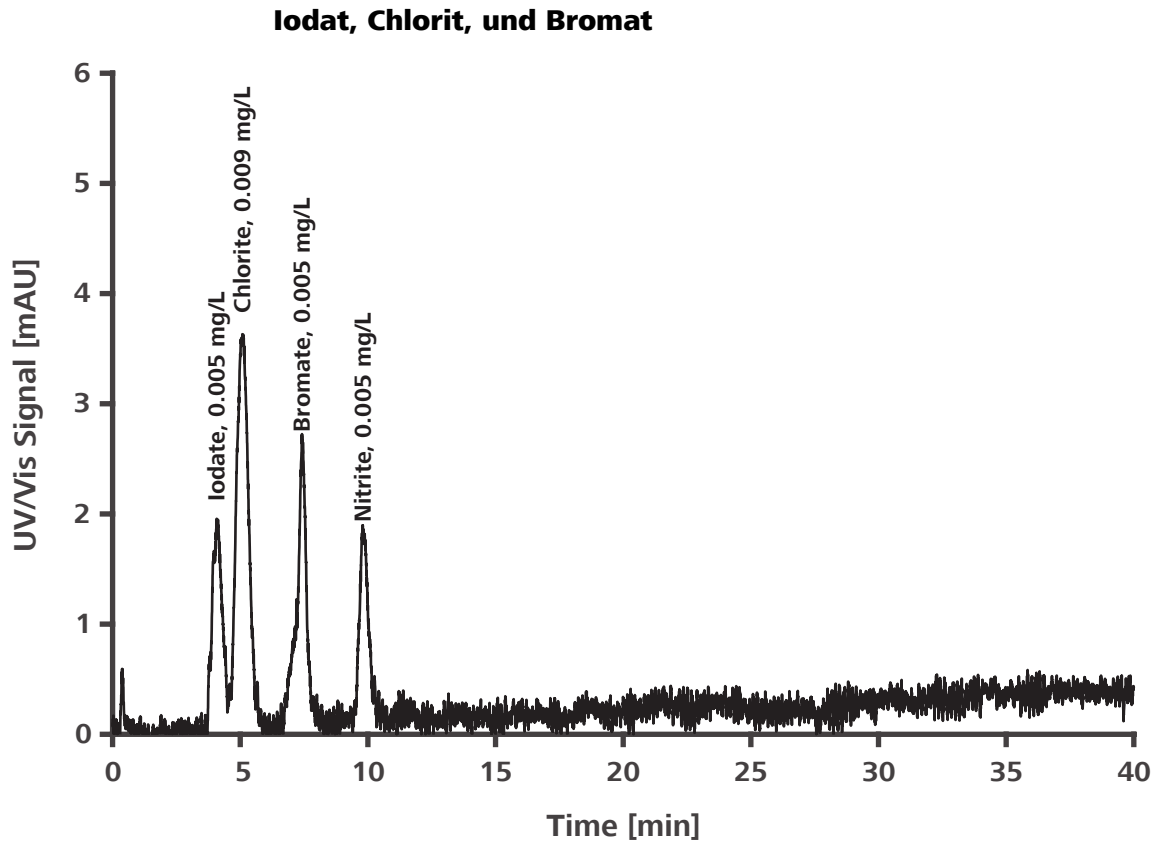




5.8 Bestimmung von Standardanionen und Iodat, Chlorit, und Bromat in Leitungswasser

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 10 - 250/4.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Leitfähigkeit und UV/VIS nach PCR (352 nm)
<i>Suppression:</i>	Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS
<i>Temperatur:</i>	45 °C
<i>Loop:</i>	550 µL
<i>Flussrate:</i>	1.0 mL/min
<i>Eluent:</i>	5.0 mmol/L NaHCO ₃ , 5.0 mmol/L Na ₂ CO ₃
<i>Nachsäulenderivatisierungs-Reagenz:</i>	1) 0.2 mmol/L Ammonium Molybdat in 1 mol/L H ₂ SO ₄ 2) 40 g/L KI
<i>Temperatur Nachsäulenderivatisierung:</i>	30 °C





5.9 Bestimmung von Sulfid in Bier

Säule: Metrosep A Supp 10 - 100/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

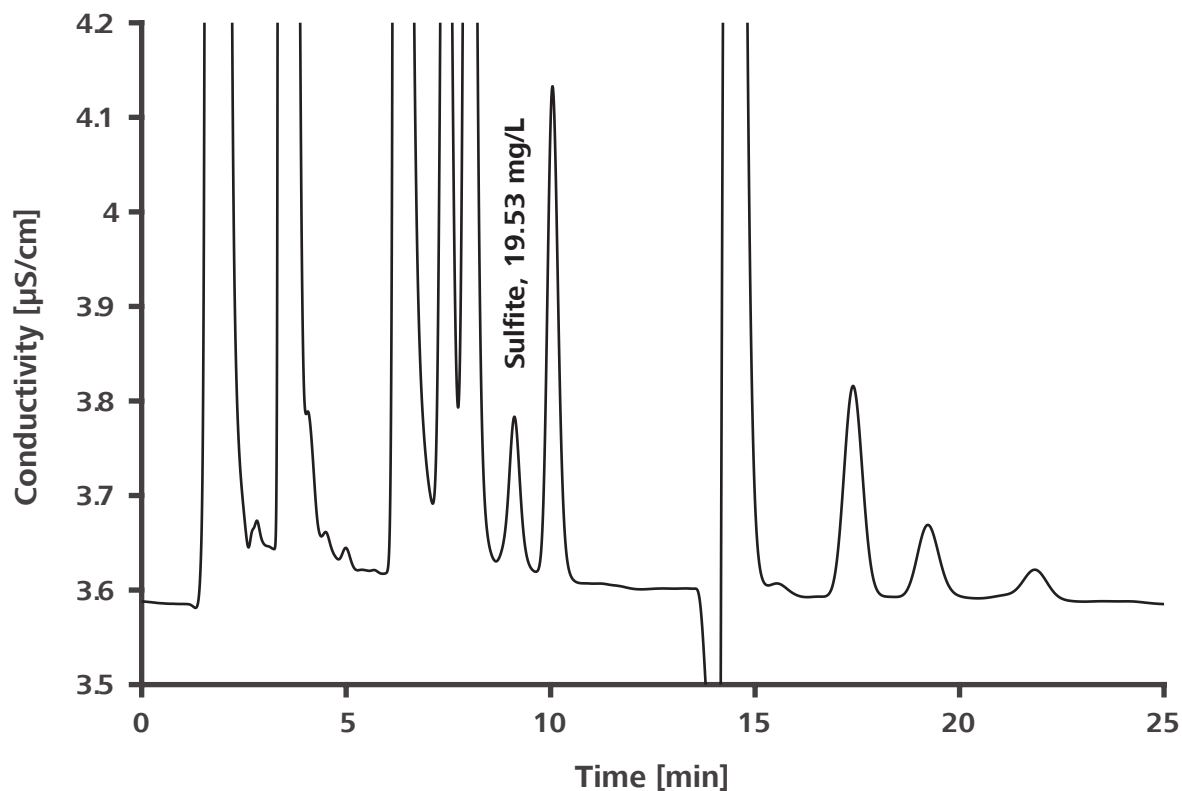
Suppression: Sequenzielle Suppression mit MSM und MCS

Temperatur: 35 °C

Loop: 20 µL

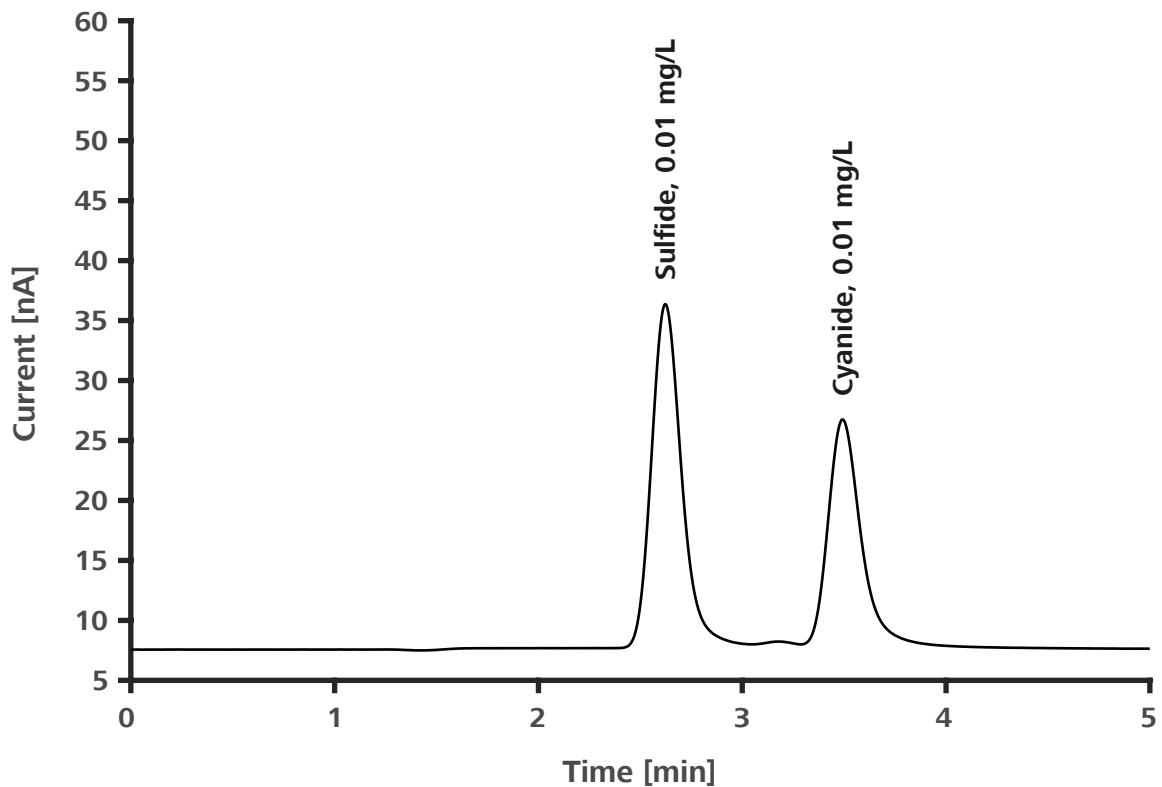
Flussrate: 1.0 mL/min

Eluent: 5.0 mmol/L NaHCO₃, 5.0 mmol/L Na₂CO₃, 35 µmol/L HClO₄



5.10 Bestimmung von Cyanid und Sulfid in Getränken

<i>Säule:</i>	Metrosep A Supp 10 - 100/2.0
<i>Probenvorbereitung:</i>	–
<i>Detektion:</i>	Pulsamperometrische Detektion, DC mode
<i>Suppression:</i>	–
<i>Temperatur:</i>	35 °C
<i>Loop:</i>	20 µL
<i>Flussrate:</i>	0.25 mL/min
<i>Eluent:</i>	100 mmol/L NaOH, 0.007 mmol/L EDTA



5.11 Bestimmung von Zink in Kosmetika nach USP General Chapter <591>

Säule: Metrosep A Supp 10 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: UV/VIS nach PCR (530 nm)

Suppression: –

Temperatur: 30 °C

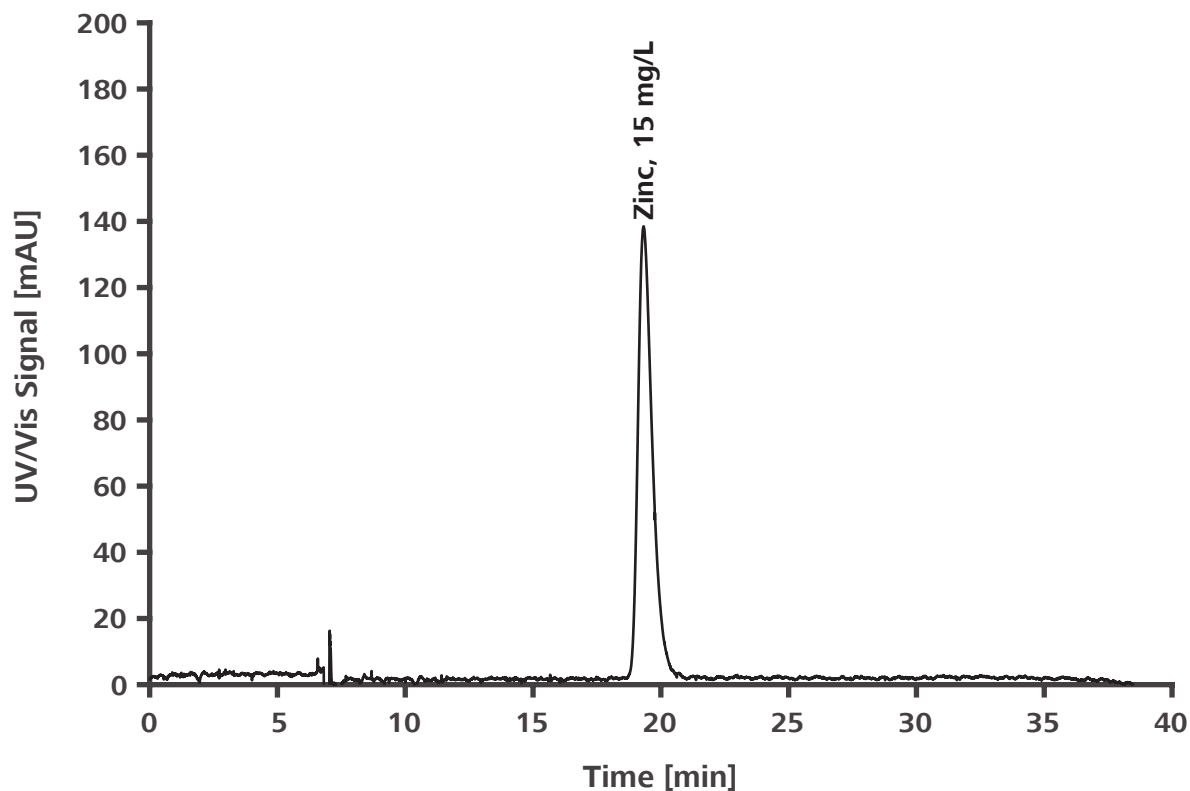
Loop: 10 µL

Flussrate: 1.2 mL/min

Eluent: 7.0 mmol/L Dipicolinsäure, 66.0 mmol/L NaOH, 5.6 mmol/L Na₂SO₄, 74 mmol/L Ameisensäure (pH 4.2)

Nachsäulenderivatisierungs-Reagenz: 0.5 mmol/L 4-(2-Pyridylazo)resorcinol Natriumsalz Monohydrat, 1.0 mol/L Methylaminoethanol, 0.5 mol/L Ammoniumhydroxid, 0.3 mol/L NaHCO₃

Flussrate Nachsäulen-
derivatisierungs-Rea-
genz: 0.6 mL/min



5.12 Bestimmung von Eisen und Übergangsmetallen

Säule: Metrosep A Supp 10 - 250/2.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: UV/VIS nach PCR (510 nm)

Suppression: –

Temperatur: 55 °C

Loop: 4000 µL (Anreicherung)

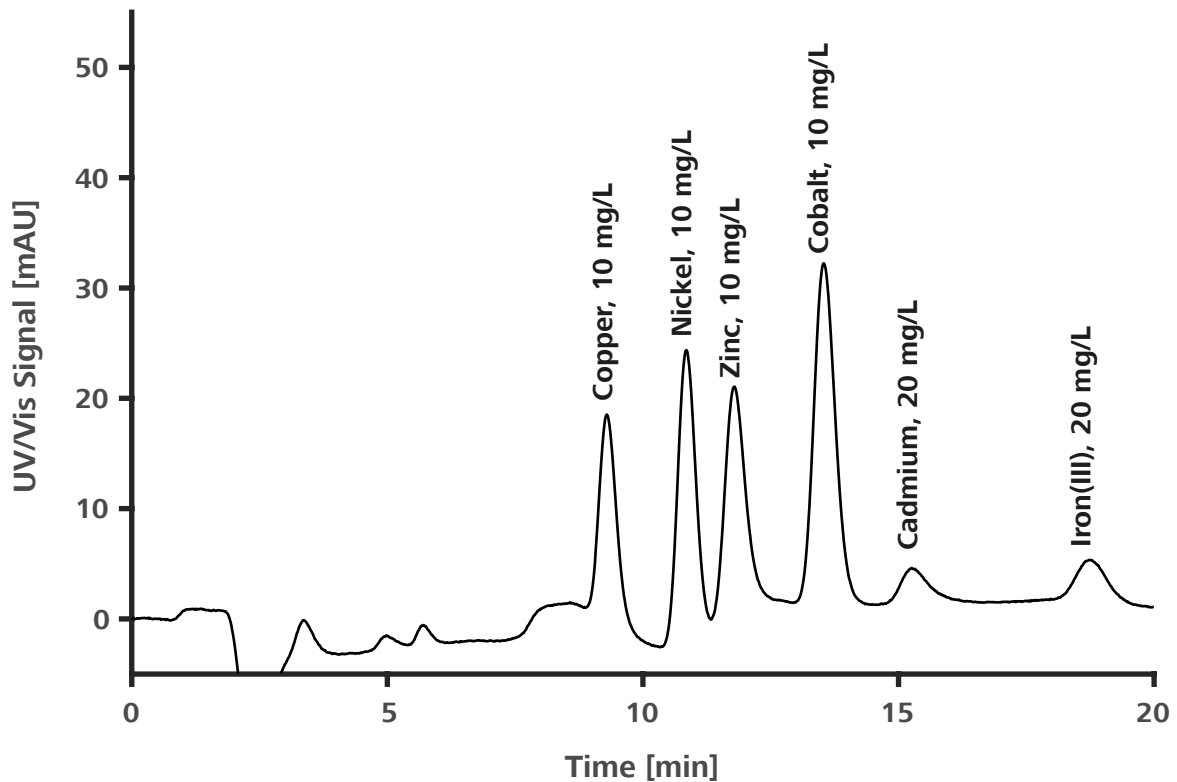
Flussrate: 0.3 mL/min

Eluent: 3.0 mmol/L Dicolinsäure, 10.0 mmol/L Na₂SO₄, 66.0 mmol/L NaOH,
80 mmol/L Ameisensäure (pH 4.3)

Nachsäulenderivatisierungs-Reagenz: 0.15 mmol/L 4-(2-Pyridylazo)resorcinol Natriumsalz Monohydrat, 80 mmol/L HNO₃, 0.4 mol/L Ammonium Hydroxid

Flussrate Nachsäulenderivatisierungs-Reagenz: 0.2 mL/min

Temperatur Nachsäulenderivatisierung: 55 °C



5.13 Bestimmung von hexavalentem Chrom in Leitungswasser

Säule: Metrosep A Supp 10 - 250/2.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: UV/VIS nach PCR (530 nm)

Suppression: –

Temperatur: 50 °C

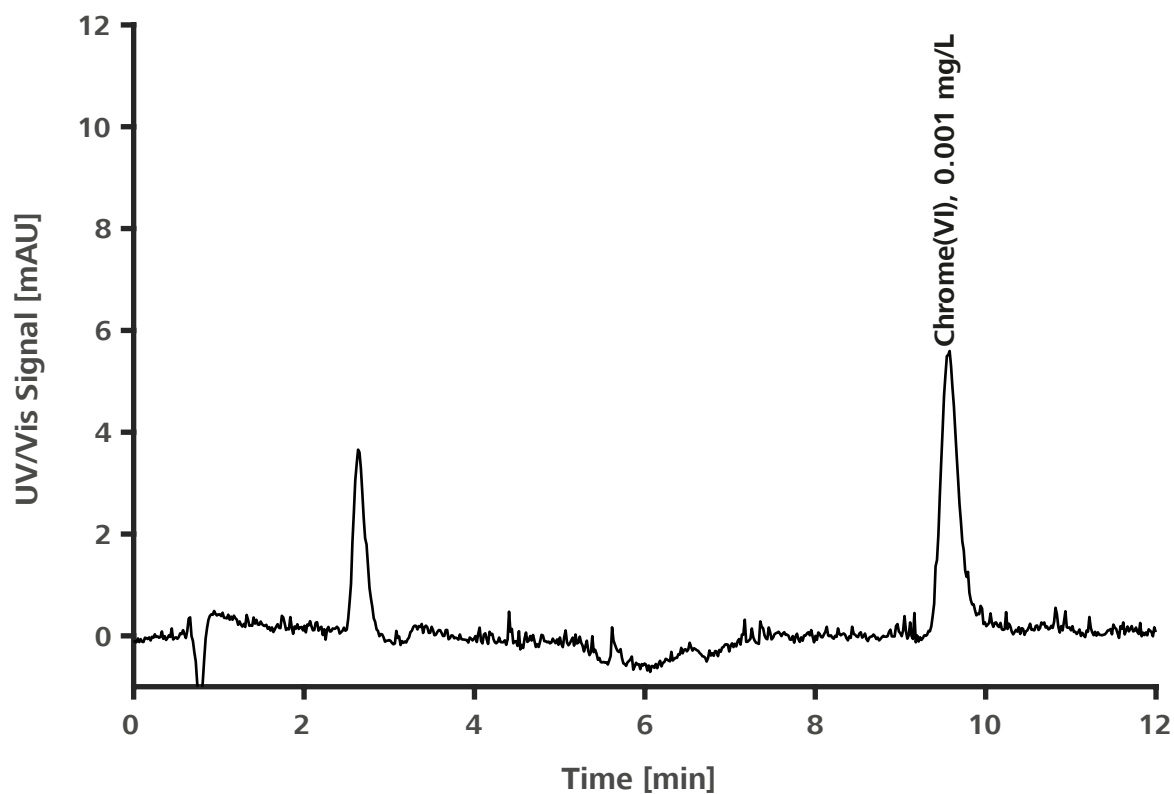
Loop: 1000 µL

Flussrate: 0.3 mL/min

Eluent: 10 g/L Ammoniumsulfat, 6.5 mL/L Ammoniumhydroxid

Nachsäulenderivati-
sierungs-Reagenz: 2.0 mmol/L 1,5-Diphenylcarbазид

Temperatur Nachsäu-
lenderivatisierung: 50 °C



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 7.*

Problem

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

Behebung

Trennsäule regenerieren

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

1 Trennsäule vom IC-System trennen

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

Den Flüssigkeitsstrom in einem Becherglas auffangen.

2 Trennsäule regenerieren



HINWEIS

Sicherstellen, dass der maximale Druck während der Regeneration nie überschritten wird. Falls der Druck zu hoch ist, die Flussrate reduzieren.

Je nach Art der Verunreinigung die Trennsäule wie folgt regenerieren:

- Verunreinigung mit organischen Komponenten (*siehe Tabelle 4, Seite 53*).

- Verunreinigung mit anorganischen Komponenten (siehe Tabelle 5, Seite 53).

Bei der Verwendung von organischen Modifiern zur Regeneration auf den maximalen Rückdruck achten.

Tabelle 4 Verunreinigung mit organischen Komponenten

	Spülen mit	Dauer [h]	Flussrate 4 mm [mL/min]	Flussrate 2 mm [mL/min]
1	70 % Methanol evtl. mit Zusatz von 1 % Essigsäure	12	1.0	0.25
2	Eluent	2	1.0	0.25

Tabelle 5 Verunreinigung mit anorganischen Komponenten

	Spülen mit	Dauer [min]	Flussrate 4 mm [mL/min]	Flussrate 2 mm [mL/min]
1	Reinstwasser	30	0.5	0.12
2	0.05 mol/L Na ₄ EDTA	100	0.5	0.12
3	0.1 mol/L NaOH	60	0.5	0.12
4	Eluent	120	0.5	0.12

6.2 Abnehmende Auflösung und asymmetrische Peaks

Problem

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

Ursachen und Vermeidung

Ursachen

Die Trennsäule wurde überladen.

Vermeidung / Behebung

Die Trennsäule kann z. B. durch hohe Salzgehalte in der Probenmatrix überladen werden.

- Probe verdünnen.
- Weniger Probe injizieren.



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

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>Die Flussrate des Eluenten wird durch Luftblasen instabil. Eine instabile Flussrate zeigt sich u. a. am Rückdruck. Der Rückdruck muss innerhalb von ± 0.1 MPa stabil bleiben.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Die Hochdruckpumpe entlüften. ▪ Den Eluent-Degasser einsetzen.



6.4 Unbekannte Peaks

Problem Das Chromatogramm enthält breitere, unbekannte Peaks.

Ursachen und Vermeidung

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

6.5 Steigender Rückdruck

Problem Der Rückdruck steigt an.

Ursachen und Vermeidung

Ursachen	Vermeidung / 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 M-012: Iron speciation analysis in soil using IC-ICP/MS in accordance with EPA SW846 Method 6800
- Application Note P-051: Cyanide and sulfide on Metrosep A Supp 10 - 100/2.0 using amperometric detection
- Application Note P-052: Trace analysis of cyanide and sulfide in aqueous samples – DC amperometric determination after ion chromatographic separation
- Application Note P-059: Sulfide in wastewater with Metrosep A Supp 10 - 100/4.0 and amperometric detection
- Application Note S-223: Chlorate and sulfate in brine
- Application Note S-225: Sulfite besides standard anions in beer on the Metrosep A Supp 10 - 100/4.0
- Application Note S-230: Phosphate and sulfate in polymer samples after inline dilution plus inline dialysis
- Application Note S-231: Nitrite, nitrate and phosphate in sea water from a shrimp farm
- Application Note S-281: Anions in wine
- Application Note S-295: Anions in boiler water including sulfur speciation (sulfite and sulfate)
- Application Note S-318: Fast IC: Separation of standard anions within three minutes
- Application Note S-319: Fast IC: Separation of organic acids anions besides sulfate within three minutes
- Application Note S-320: Fast IC: Drinking water analysis within three minutes
- Application Note S-321: Fast IC: Sulfite besides sulfate in beer within less than ten minutes
- Application Note U-009: Iodate, chlorite, bromate and nitrite by suppressed ion chromatography applying post column reaction (PCR) and UV/VIS detection
- Application Note U-010: Nitrite, nitrate and phosphate in sea water from a shrimp farm
- Application Note U-022: Traces of nitrite in mineral water with UV detection
- Application Note U-056: Nitrite, bromide and nitrate in artificial sea water applying direct UV/VIS detection
- Application Note U-069: Chromate using post-column reaction and UV/VIS detection in accordance with EPA 218.7
- Application Note U-076: Zinc Oxide Assay as per USP General Chapter <591>

- Säulenkatalog, 8.000.5245



Index

B

Basislinie	
Konditionieren	18
Bestellnummer	1

E

Eluent	9
Equilibrierung	17

F

Flussrate	2
-----------------	---

I

IC-Säule	
siehe "Trennsäule"	13

Installation	
Trennsäule	13
Vorsäule	11

K

Kapazität	3
Konditionieren	18

S

Säule	
siehe "Trennsäule"	13
Spezifikation	2
Spülen	
Trennsäule	16

Vorsäule	13
----------------	----

T

Trennsäule	
Installation	13
Spülen	16

V

Vorsäule	
Installation	11
Spülen	13

