



Application Note AN-C-195

Kationenquantifizierung mit verbesselter Leistung durch Microbore IC

Vorteile der Microbore-Ionenchromatographie für die Kationenanalyse

ZUSAMMENFASSUNG

Die analytische Leistung der Ionenchromatographie (IC) wird üblicherweise anhand des Signal-Noise-Verhältnisses (S/N), das das Analysensystem erreichen kann, bestimmt. Das S/N-Verhältnis hängt stark von der Form der chromatographischen Peaks ab. Durch das geringere Totvolumen verbessern sich die Peakformen in Microbore IC-Systemen [1].

Microbore IC kombiniert 2 mm Trennsäulen,

Microbore-Kapillaren und einen Leitfähigkeitsdetektor mit reduziertem Zellvolumen in ein kompaktes IC-System mit optimaler Empfindlichkeit [2]. Solche Systeme bieten kürzere Retentionszeiten und verbrauchen weniger Eluent, wodurch der Probendurchsatz erhöht und die Kosten der täglichen Routineanalytik gesenkt werden.

In dieser Application Note wurde ein Microbore-IC-

System (MB) mit einem Standardbore-IC-System (SB) verglichen. Das Microbore-IC-System zeigte eine verbesserte Auflösung und bessere Peakhöhen (bei Lithiumionen um etwa 30 % mehr). Microbore IC verwendet weniger Lösungsmittel und kann im Vergleich zur Verwendung von

Ionenchromatographiesystemen mit Standard-Innendurchmesser zu Kosteneinsparungen von bis zu 75 % führen. Der Einsatz von MB-Systemen bietet das Potenzial, die Leistung vieler typischer IC-Anwendungen zu verbessern.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Untersuchung wurde mit Alkali-, Erdalkalimetallionen und Ammonium durchgeführt. Es wurde ein Mischstandard ($c(\text{Li}^+) = 25 \mu\text{g/L}$, $c(\text{Na}^+, \text{NH}_4^+) = 125 \mu\text{g/L}$, $c(\text{K}^+, \text{Mg}^{2+}, \text{Ca}^{2+}) = 250 \mu\text{g/L}$)

wurde aus 1000 mg/L Stammlösungen (Standards für IC, TraceCERT®, Sigma-Aldrich, Merck) durch Verdünnung in Reinstwasser hergestellt.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Ein Microbore-IC-System bestehend aus einem 930 Compact IC Flex Oven/DEG/MB zusammen mit einem IC-Leitfähigkeitsdetektor MB (Abbildung 1) wurde mit der entsprechenden Standardbohrungs-IC-Systemkonfiguration (930 Compact IC Flex Oven/DEG) verglichen.

Der MB-Aufbau von Metrohm verfügt über ein reduziertes Totvolumen mit kürzeren Kapillaren und, wo möglich, kleineren Kapillarinnendurchmessern (0,18 mm).

Der Microbore-Leitfähigkeitsdetektor hat ein kleines inneres Zellvolumen (0,3 μl) und ein geringes Rauschen (<0,1 nS). Darüber hinaus ist er sogar resistent gegenüber anspruchsvoller Eluenten wie Methansulfinsäure (MSA). Microbore-Säulen mit einem Innendurchmesser von 2 mm und den damit verbundenen reduzierten Flussraten führen zu einem besseren S/N-Verhältnis. Dadurch wird die Empfindlichkeit noch weiter erhöht und die Nachweisgrenzen gesenkt.

Der Kationenstandard wurde mittels einer 5- μL -Probenschleife injiziert und anschließend auf beiden getesteten IC-Systemen auf einer 2-mm-Version der

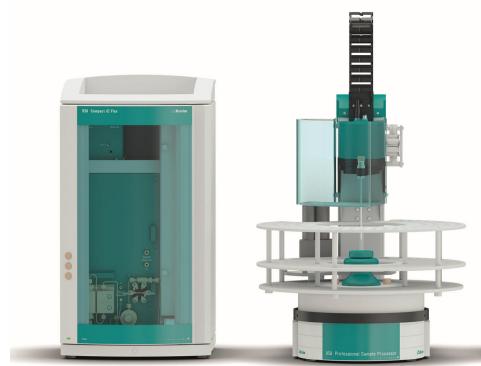


Abbildung 1 Instrumenteller Aufbau, einschließlich eines 930 Compact IC Flex Oven/Deg/MB und eines 858 Professional Sample Processor.

Metrosep C 6-Säule getrennt. Die Leitfähigkeit wurde direkt aufgezeichnet (nicht supprimierte Kationenanalyse, Tabelle 1).

Tabelle 1. IC-Methodenparameter für Standardbore- und Microbore-IC-Systeme.

Säule	Metrosep C 6 - 150/2,0
Eluent (aus Merck-Konzentrat Sigma-Aldrich, Merck 19399)	$c(\text{HNO}_3) = 1,7 \text{ mmol/l}$ $c(\text{DPA}) = 1,7 \text{ mmol/l}$
Flussrate	0,25 ml/min
Temperatur	30 °C
Injektionsvolumen	5 µL
Detektion	Direkte Leitfähigkeit

Zum Vergleich der Leistung wurden die Retentionszeiten, Auflösung, Peakhöhen und

Reproduzierbarkeit mithilfe der MagIC Net-Software (Version 4.1) ausgewertet.

Die Gesamtleistung hat sich mit der Verwendung des MB-Systems zur Analyse verbessert. Die Retentionszeiten waren beim MB-System kürzer (in diesem Fall etwa 0,2 Minuten) als beim SB-System (**Abbildung 2**).

Die Auflösung mit dem MB-System war ~115% besser als mit dem SB-System (**Tabelle 2**). Die Peakhöhen waren höher, wobei sich die meisten Verbesserungen bei den früh eluierenden Peaks

(Lithium, Natrium, Ammonium) im MB-System zeigten (**Tabelle 3**). Das Rauschen war bei beiden getesteten IC-Setups vergleichbar.

Bei später eluierenden Peaks (z. B. Kalium, Magnesium und Calcium) wurden minimale Verbesserungseffekte beobachtet. Für alle anderen relevanten Parameter zeigten MB und SB ähnliche Ergebnisse (z. B. Reproduzierbarkeit).

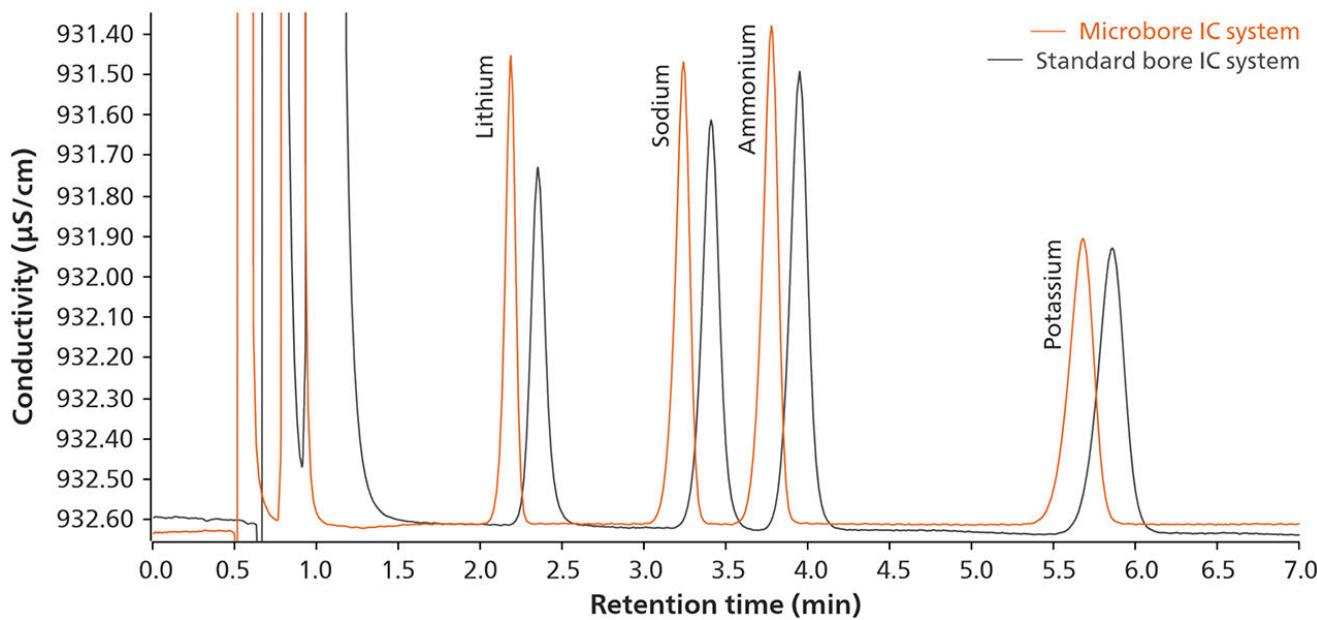


Abbildung 2 Vergleich der Chromatogramme für Alkalimetallionen (Lithium, Natrium und Kalium) und Ammonium auf einer Metrosep C 6 Microbore-Säule mit Microbore-IC (MB, orangefarbenes Chromatogramm) und auf einem Standardbore-IC-System (SB, graues Chromatogramm). Das Microbore-IC-System zeigt verbesserte Peakformen, größere Peakhöhen und kürzere Retentionszeiten.

Tabelle 2. Vergleich der Peakauflösung für Alkalimetallionen und Ammonium, gemessen mit MB- und SB-Systemen.

Auflösung	MB	SB
Lithium	5.6	5.6
Natrium	3.0	2.6
Ammonium	7.9	7.3
Kalium	6.0	5.8

Tabelle 3. Vergleich der Peakhöhen und der damit verbundenen Verbesserungsfaktoren für MB- und SB-Systeme.

Peakhöhe [μS/cm]	MB	SB	Verbesserungsfaktor
Lithium	1.16	0.88	131%
Natrium	1.14	1.01	113%
Ammonium	1.23	1.13	108%
Kalium	0.71	0.70	100%

FAZIT

Das MB-System kombiniert Microbore-Kapillaren, einen Leitfähigkeitsdetektor mit reduziertem Zellvolumen und eine 2-mm-Trennsäule – all dies führt zu verbesserten Peakformen und kürzeren Retentionszeiten. Dies ermöglicht eine höhere Empfindlichkeit und niedrigere Nachweisgrenzen. Niedrigere Flussraten reduzieren den Eluentenverbrauch und die Gesamtbetriebskosten. Nicht supprimierte MB-Systeme in Kombination mit 2-mm-Säulen liefern erhebliche Verbesserungen hinsichtlich Auflösung und Empfindlichkeit. Für sequenziell supprimierte IC-Systeme (SES) mit einem

Microbore-CO₂ Suppressor (MCS) mit reduziertem Totvolumen liegt die größte Verbesserung in den kürzeren Retentionszeiten. Dies ist bei niedrigen Flussraten und insbesondere in Kombination mit Gradientenanwendungen hilfreich, da Änderungen in der Eluentenzusammensetzung schnell Auswirkungen auf die Analyse haben und der Effekt nicht durch unnötiges Totvolumen verzögert wird. MB-Systeme können sowohl mit 2 mm als auch mit 4 mm Trennsäulen verwendet werden. Diese Systeme sind für alle IC-Anwendungen geeignet.

REFERENZEN

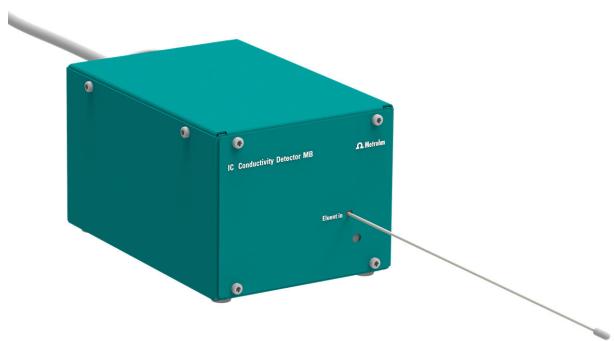
1. Diederich, V.; Riess, A. K. Best Practice for Separation Columns in Ion Chromatography (IC) – Part 2. *Analyze This – The Metrohm Blog*, 2021.
2. Metrohm AG. Metrohm Microbore Ion Chromatography – Maximize the Efficiency of Your Ion Chromatography!, 2023.

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

GERÄTEKONFIGURATION



IC Conductivity Detector MB

Kompakter und intelligenter Hochleistungs-Leitfähigkeits-Detektor zu den intelligenten IC Geräten. Optimierte für Microboresäulen. Hervorragende Temperaturkonstanz, die gesamte Signalverarbeitung innerhalb des geschützten Detektorblocks und DSP – Digital Signal Processing – der letzten Generation garantieren höchste Präzision der Messung. Dank dem dynamischen Arbeitsbereich sind keine (auch nicht automatische) Bereichswechsel notwendig.

Typische Anwendungsgebiete:

- Anionen- oder Kationenbestimmungen mit chemischer Suppression, sequenzieller Suppression oder ohne Suppression und Leitfähigkeitsdetektion
- Optimierte für Microbore (2mm) Applikationen, ideal geeignet für Kupplungstechniken (IC-MS or IC-ICP/MS)

Spezifikation auf einen Blick:

- 0 ... 15000 μ S/cm ohne Bereichsumschaltung
- Zellvolumen: 0.3 μ L
- Ringförmige Elektroden aus Edelstahl X2CrNiMo17-12-2 (316 L), kompatibel mit MSA
- Maximaler Betriebsdruck: 10.0 MPa (100 bar)
- Zelltemperatur: 20 ... 50 °C in Schritten von 5 °C
- Temperaturstabilität: < 0.001 °C
- Basislinienrauschen: < 0.2 nS/cm typisch für sequenzielle Suppression
- Kapillaren: ID 0.18 mm

Unterstützt mit MagIC Net 4.1 und höher



IC-Ausrüstung: MiPT

Zubehörset zur Montage eines Dosino für Partial-Loop-Injektion.