



Application Note AN-D-001

Metrohm IC-Treiber für OpenLab CDS

OpenLab-gesteuerte Zweikanal-Analyse von Kationen und Anionen mit automatisierter Inline-Eluent-Produktion

OpenLab CDS ist die neueste Generation der Chromatographiedatensysteme von Agilent, die Chromatographie und Massenspektrometrie in einer einzigen Softwareplattform vereint. Die Veröffentlichung des Metrohm IC Driver 1.0 für OpenLab ermöglicht die vollständige Integration von Metrohm IC-Geräten in OpenLab CDS. Die Integration bietet eine einzige Softwarelösung für die IC-MS-Kopplung. OpenLab-basierte Labore profitieren davon, indem sie Zeit und Kosten für Benutzerschulungen, Validierung und Software einsparen, ohne dabei die Robustheit und Flexibilität zu verlieren, für die Metrohm bekannt ist. In dieser Applikation geht es um die parallele Analyse von

Kationen und supprimierten Anionen mit einem Zweikanal-Metrohm-IC, der von OpenLab CDS gesteuert wird. Die implementierte automatisierte Inline-Eluent-Produktion ermöglicht einen kontinuierlichen Betrieb ohne manuelle Eingriffe und verbessert die Retentionszeitstabilität. Als Beispielmatrix für die Messung von Kationen und Anionen wurde ein Erfrischungsgetränk gewählt, da dies wichtige Parameter für die Analyse der Lebensmittelsicherheit und -qualität sind. Ein Langzeitstabilitätstest bestätigt die Anforderungen an die Reproduzierbarkeit, Robustheit und Qualität der Metrohm-Geräte.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Um die Lebensmittelsicherheit und -qualität zu gewährleisten, ist die Bestimmung der wichtigsten Kationen und Anionen für die Getränkeindustrie von besonderem Interesse. Die Aufgabe für die vorliegende Studie war die Analyse der Standardkationen und -anionen in einem Erfrischungsgetränk innerhalb einer Bestimmung mit einem Ionenchromatographiesystem, das mit Agilent OpenLab CDS gesteuert wird.

Die Standardkationen und -anionen werden mit einem Zweikanal-IC-Setup (**Abbildung 1**) auf der Grundlage einer 4-Punkt-Kalibrierung im mg/L-Bereich analysiert. Um angemessene Analysen zu gewährleisten und die Probenstabilität zu garantieren, wird die Probe in Reinstwasser verdünnt und mit Ethanol gemischt.

Die gesamte Metrohm-IC-Konfiguration wird von OpenLab CDS gesteuert (**Abbildung 1**). Die Analysenmethode enthält komponentenspezifische Kontrollparameter und Zeiteinstellungen für den konfigurierten Geräteaufbau:

- IC-Startparameter: z. B. Aufnahmezeit, Durchflussrate, Säulentemperatur usw.
- IC-Zeitprogramm: z. B. Injektion und Datenanalyse

- Startparameter des Probenprozessors: z. B. Geschwindigkeit der Peristaltikpumpe
- Zeitprogramm des Probenprozessors: z. B. Probenvorbereitung oder -transfer

Spezielle "Event wait"-Befehle ermöglichen Synchronisation und Timing. Zusätzlich zu den üblichen chromatographischen Kontrollparametern ist die automatische Eluentherstellung in die Methode integriert. Mit einem 941 Eluent Production Module werden Eluenten automatisch aus einem Eluentkonzentrat, entweder kommerziell erworben (z. B. Merck) oder selbst angesetzt, hergestellt und ermöglichen so maximale Flexibilität bei der Analyse. Die Eluentherstellung wird durch Sensoren ausgelöst. In OpenLab CDS können mit diesem Modul bis zu vier Sensoren parallel gesteuert werden, je nach Einsatzzweck mit Leer- oder Vollüberwachung. So kann das Modul nicht nur zur Eluentproduktion, sondern auch zur Überwachung der Wasserversorgung, des Konzentrats oder des Abfalls eingesetzt werden.

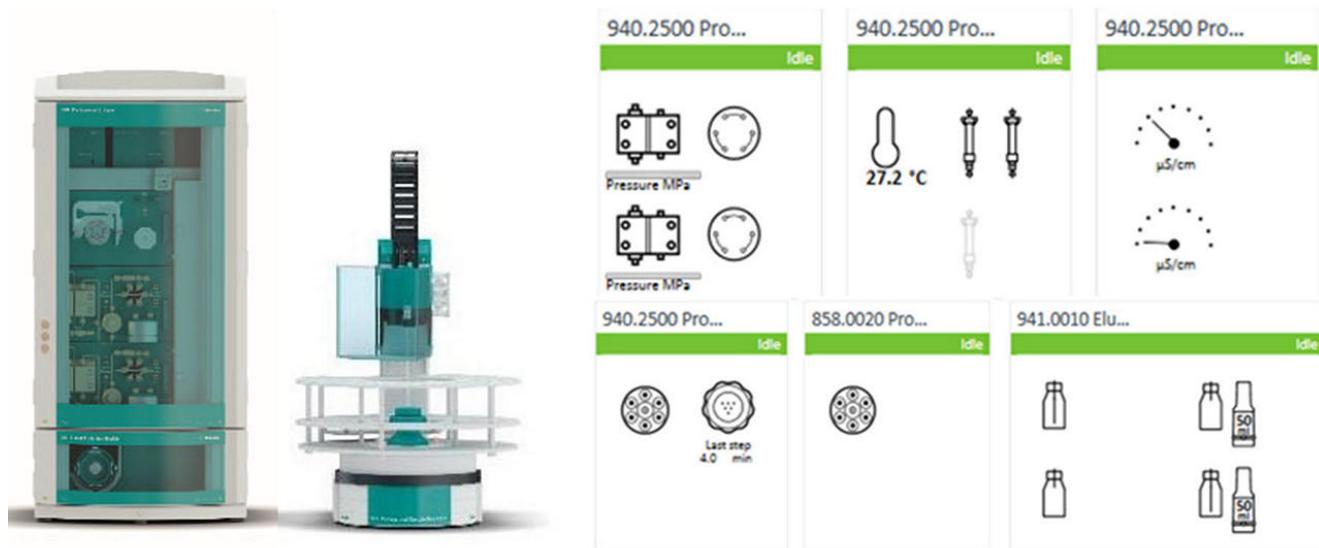


Abbildung 1 (L) Setup für die Analyse von Kationen und suppressierten Anionen mit einem Metrohm 940 Zweikanal-IC (940 Professional IC Vario TWO) und Inline-Eluentproduktion mit einem 941 Eluent Production Module und (R) Konfiguration in OpenLab.

ERGEBNISSE

Mehrfache Injektionen der Standards (Kationenstandards in **Abbildung 2**) und der Probe (**Tabelle 1**) zeigten nur geringe Abweichungen in den

Peakflächen. RSDs im Bereich von 0,1-1,1 % beweisen die gute Reproduzierbarkeit und Robustheit, die mit dem Zweikanalsystem erreicht wird.

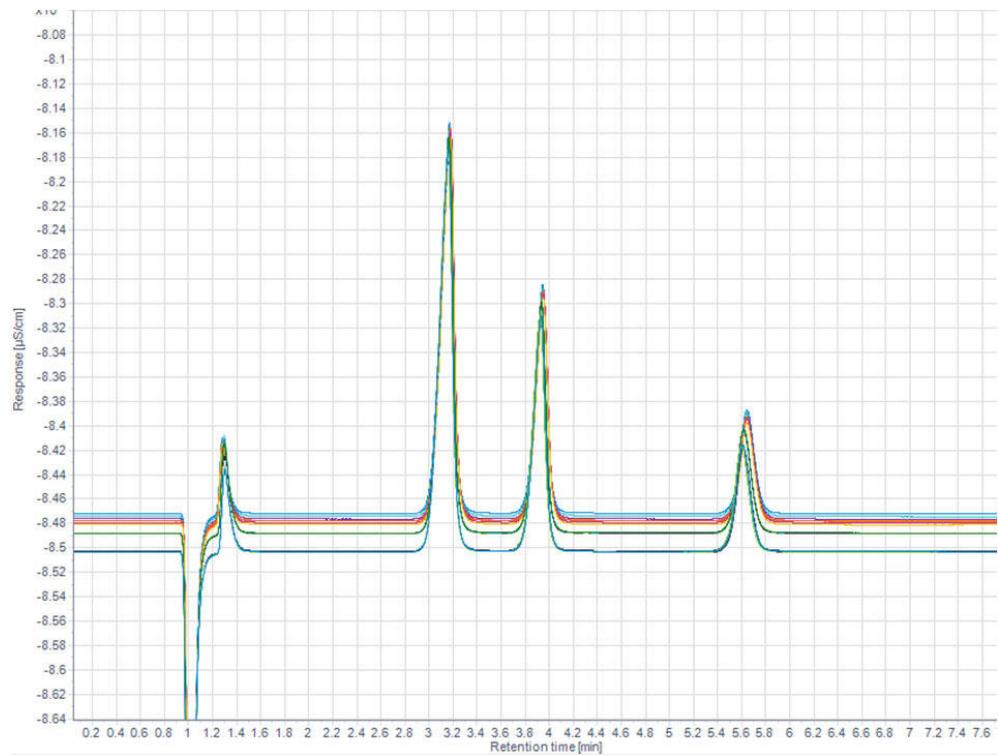


Abbildung 2. Wiederholungsmessungen ($n = 100$) eines gemischten Kationenstandards (Lithium 10 mg/L, Natrium und Kalium 20 mg/L).

ERGEBNISSE

Die Datenquantifizierung basiert auf einer linearen Regression der Peakflächen (**Abbildung 3**). Als Hauptbestandteile des Erfrischungsgetränks werden K^+ , Ca^{2+} , PO_4^{3-} , Cl^- , Mg^{2+} und NO_3^- in abnehmender Konzentrationsreihenfolge gefunden (**Tabelle 1**). Diese Konzentrationen entsprechen den FDA-

Empfehlungen für abgefüllte Erfrischungsgetränke (21CFR165.110). Erwartungsgemäß liegen die Konzentrationen für andere Anionen deutlich unter den von der FDA genannten kritischen Werten von 1,4 - 2,4 mg/L F- (abhängig von der Lufttemperatur), 10 mg/L NO_3^- (als N) und 250 mg/L SO_4^{2-} .

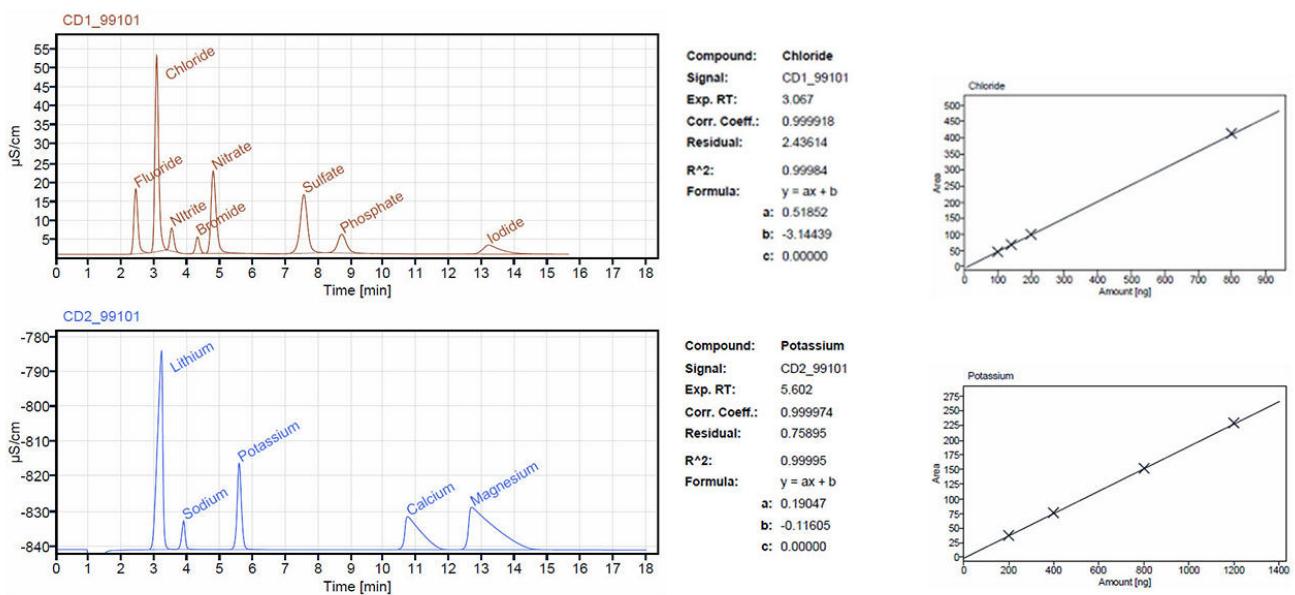


Abbildung 3. (L) Chromatogramme der gemischten Standards der Anionen (rot) und Kationen (blau), analysiert mit einem Zweikanal-IC (940 Professional IC Vario TWO), der von OpenLab CDS betrieben wird, und (R) Beispiel-Kalibrierkurven für Chlorid und Kalium basierend auf der Auswertung der Peakflächen. Die Chromatogramme zeigen die Leifähigkeitsmessungen der Anionen- und Kationen, die auf einer Metrosep A Supp 17-150/4.0 bzw. einer Metrosep C4-150/4.0 Säule getrennt wurden. Die Kalibrierkurven zeigen die Response-Daten für die Peakflächen gegen die Konzentrationsmengen in ng. Unter Berücksichtigung des Injektionsvolumens (hier 20 µL) können die Konzentrationen in mg/L-Einheiten umgerechnet werden.

Tabelle 1. Reproduzierbarkeit von Doppelinjektionen für ausgewählte Kationen und Anionen in der Softdrinkprobe. Die Konzentrationen werden als Mengen in ng bestimmt und durch Division durch das Injektionsvolumen (20 µL) und Multiplikation mit dem Verdünnungsfaktor (3) in mg/L umgerechnet.

Analyst	Konz. Menge (ng)	Konz. (mg/L)	RSD (%)
K ⁺	905	135.8	0.1
Ca ²⁺	172	25.8	0.1
PO ₄ ³⁻	145	21.8	0.1
Cl ⁻	99	14.9	0.8
Mg ²⁺	81	12.2	0.2
NO ₃ ⁻	59	8.9	1.1

FAZIT

Der Metrohm-Treiber 1.0 für OpenLab CDS öffnet den Weg für IC-Analysen, die für eine Vielzahl von Anwendungen in unterschiedlichen Bereichen (z.B. Lebensmittelindustrie, Wasser- und Umweltüberwachung) durchgeführt werden. Die

Implementierung von Funktionen, die über die üblichen IC-Funktionalitäten hinausgehen, wie Automatisierung, Probenvorbereitung und Suppression, verbessern die Ionenanalytik in OpenLab massiv.

Interne Referenz: AW IC CH6-1397-082019

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

GERÄTEKONFIGURATION



940 Professional IC Vario TWO/SeS/PP

Der 940 Professional IC Vario TWO/SeS/PP ist das intelligente **Zwei-Kanal-IC-Gerät** mit **sequenzieller Suppression** (ein Kanal) und einer **Peristaltikpumpe** zur Suppressorregeneration. Das Gerät kann mit beliebigen Trenn- und Detektionsmethoden eingesetzt werden.

Typische Anwendungsgebiete:

- Standardgerät für parallele Anionen- und Kationenbestimmungen
- Spurenanalytik für Anionen und Kationen
- Online-Monitoring für Anionen und Kationen



IC Conductivity Detector

Kompakter und intelligenter Hochleistungs-Leitfähigkeits-Detektor zu den intelligenten IC Geräten. 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.



Metrosep A Supp 17 - 150/4.0

Die Trennsäule Metrosep A Supp 17 - 150/4.0 ist die Säule der Wahl für Anionenbestimmungen, die eine gute Trennleistung und kurze Trennzeiten bei Raumtemperatur erfordern. Die maximale Flussrate von 1.4 mL/min bietet hierzu die Möglichkeit zur Optimierung der Bestimmung. Die Metrosep A-Supp-17-Säulen überzeugen durch ein gutes Preis/Leistungsverhältnis.



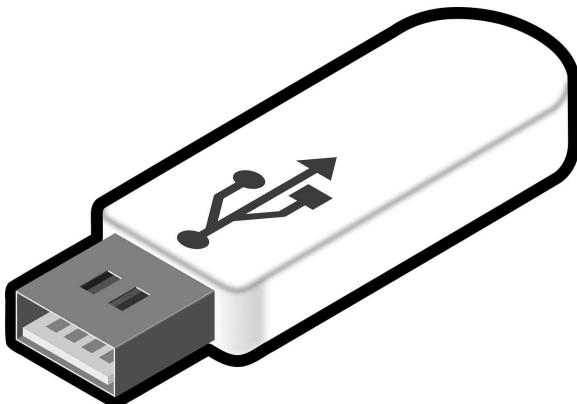
Metrosep C 4 - 250/4.0

Die Metrosep C 4 - 250/4.0 ist die Kationensäule mit der höchsten Kapazität der C-4-Reihe. Sie ist für Applikationen prädestiniert, die höchste Trennleistung erfordern. Mit dieser Säule lassen sich Proben mit extremen Konzentrationsunterschieden zuverlässig analysieren. Die Leistungsfähigkeit der Säule zeigt sich beispielsweise bei der Analyse von Kesselspeisewasser, bei der es gilt, 7 µg/L Natrium neben 7 mg/L Monoethanolamin (MEA) einwandfrei zu quantifizieren. Mit der C 4 - 250/4.0 lassen sich sowohl Amine und Übergangsmetalle als auch die Alkali- und Erdalkalimetalle in einem Lauf bestimmen.



858 Professional Sample Processor – Pump

Der 858 Professional Sample Processor – Pump verarbeitet Proben von 500 µL bis 500 mL. Der Probentransfer erfolgt entweder mit der eingebauten bidirektionalen Zweikanal-Peristaltikpumpe oder mittels eines 800 Dosino.



Metrohm IC Driver 1.0 für OpenLab CDS

Software-Treiber zum Einbinden von Metrohm IC-Geräten in «OpenLab CDS» (Versionen 2.3, 2.4, 2.5, 2.6, 2.7 und 2.8) von Agilent. Eine Lizenz pro Computer berechtigt den Betrieb vom IC-Systemen unter «OpenLab CDS».

[Lernen Sie mehr über die Kopplung von IC und Massenspektometern](#)



MSM Rotor A

Suppressor-Rotor für alle IC-Geräte mit MSM (Metrohm Suppressor Modul)