



Application Note AN-D-001

Controlador IC de Metrohm para OpenLab CDS

Análisis de aniones y cationes de doble canal controlado por
OpenLab con producción de eluyente en línea automatizada

OpenLab CDS es la última generación de sistemas de datos de cromatografía de Agilent, que combina la cromatografía y la espectrometría de masas en una única plataforma de software.

El lanzamiento de Metrohm IC Driver 1.0 para OpenLab permite la integración completa de los instrumentos Metrohm IC en OpenLab CDS. La integración proporciona una única solución de software para la partición de IC-MS. Los laboratorios basados en OpenLab se benefician del ahorro de tiempo y costes en la formación de los usuarios, la validación y el software sin perder la robustez y la flexibilidad por las que Metrohm es bien conocida.

Esta aplicación se centra en el análisis simultáneo de cationes y aniones suprimidos con un sistema CI de doble canal de Metrohm operado por OpenLab CDS. La producción automatizada de eluyentes inline implementada permite un funcionamiento continuo sin intervención manual, mejorando la estabilidad del tiempo de retención. Se eligió un refresco como matriz de ejemplo en la que medir cationes y aniones, ya que estos son parámetros importantes para los análisis de calidad y seguridad alimentaria. Una prueba de estabilidad a largo plazo confirma las expectativas de repetibilidad, robustez y calidad de los dispositivos de Metrohm.

EXPERIMENTAL

Para garantizar la seguridad y calidad de los alimentos, la determinación de los principales cationes y aniones es de especial interés para la industria de bebidas. La tarea del presente estudio fue el análisis de los principales cationes y aniones en un refresco dentro de una determinación mediante un sistema de cromatografía iónica, operado con Agilent OpenLab CDS.

Los principales cationes y aniones se analizan con una configuración IC de doble canal (**Figura 1**) basado en una calibración de 4 puntos en el rango de mg/L. Para asegurar análisis apropiados, la muestra se diluye en agua ultrapura y se mezcla con etanol para garantizar la estabilidad de la muestra.

La configuración completa de Metrohm IC está controlada por OpenLab CDS (**Figura 1**). El método de adquisición contiene parámetros de control específicos del componente y ajustes de tiempo para la configuración del instrumento configurado:

- Parámetros de inicio del IC: p. ej., tiempo de registro, caudal, temperatura de la columna, etc.
- Programa de tiempo IC: por ejemplo, inyección y análisis de datos

- Parámetros de inicio del procesador de muestra: por ejemplo, velocidad de la bomba peristáltica
- Programa de tiempo del procesador de muestras: p. ej., preparación o transferencia de muestras

Los comandos especiales de «espera de evento» permiten la sincronización y el tiempo. Además de los parámetros de control cromatográfico comunes, el método incluye la producción automática de eluyentes. Con un módulo de producción de eluyentes 941, los eluyentes se preparan automáticamente a partir de un eluyente concentrado, ya sea comercialmente disponible (p. ej., Merck) o autopreparado, lo que permite la máxima flexibilidad de análisis. La producción de eluyente es activada por sensores. En OpenLab CDS, se pueden controlar hasta cuatro sensores en paralelo con este módulo, ya sea con monitoreo de modo vacío o completo, según el propósito. Por lo tanto, el módulo no solo se puede utilizar para la producción de eluyentes, sino también para monitorear los niveles de suministro de agua, concentrado o desechos.

EXPERIMENTAL

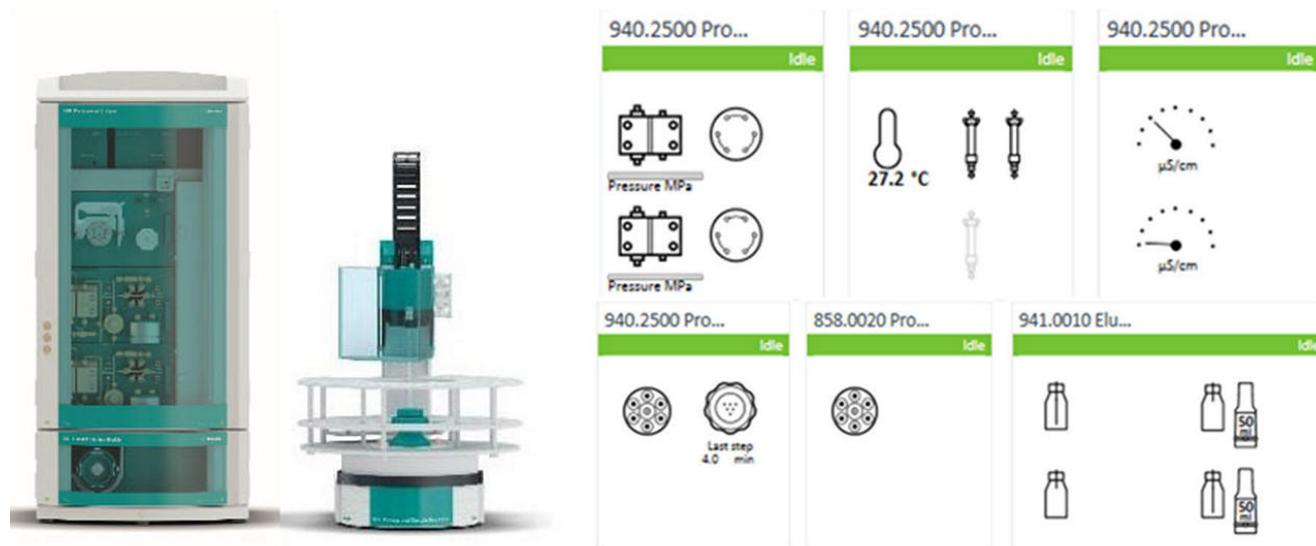


Figure 1. (L) Configuración para análisis de cationes y aniones suprimidos con un IC de dos canales Metrohm 940 (940 Professional IC Vario TWO) y producción de eluyentes en línea con un módulo de producción de eluyentes 941 y configuración (R) en OpenLab.

RESULTADOS

Múltiples inyecciones de los estándares (los estándares de cationes se muestran en **Figura 2**) y muestra (**tabla 1**) mostró solo pequeñas variaciones

en las áreas de los picos. Las RSD que van del 0,1 al 1,1 % demuestran que se logra la repetibilidad y la robustez adecuadas con el sistema de doble canal.



Figure 2. Repita los análisis ($n = 100$) de un estándar de cationes mixtos (litio 10 mg/L, sodio y potasio 20 mg/L).

La cuantificación de datos se basa en la regresión lineal de las áreas de los picos (figura 3). Como componentes principales del refresco, K^+ , Ca^{2+} , PO_4^{3-} , Cl^- , Mg^{2+} , y NO_3^- se encuentran siguiendo un orden de concentración decreciente (tabla 1). Estas concentraciones cumplen con las recomendaciones

de la FDA para refrescos embotellados (21CFR165.110). Como era de esperar, las concentraciones de otros aniones están muy por debajo de los niveles críticos citados por la FDA de 1,4 a 2,4 mg/LF⁻ (dependiendo de la temperatura del aire), 10 mg/L NO_3^- (como N) y 250 mg/L SO_4^{2-} .

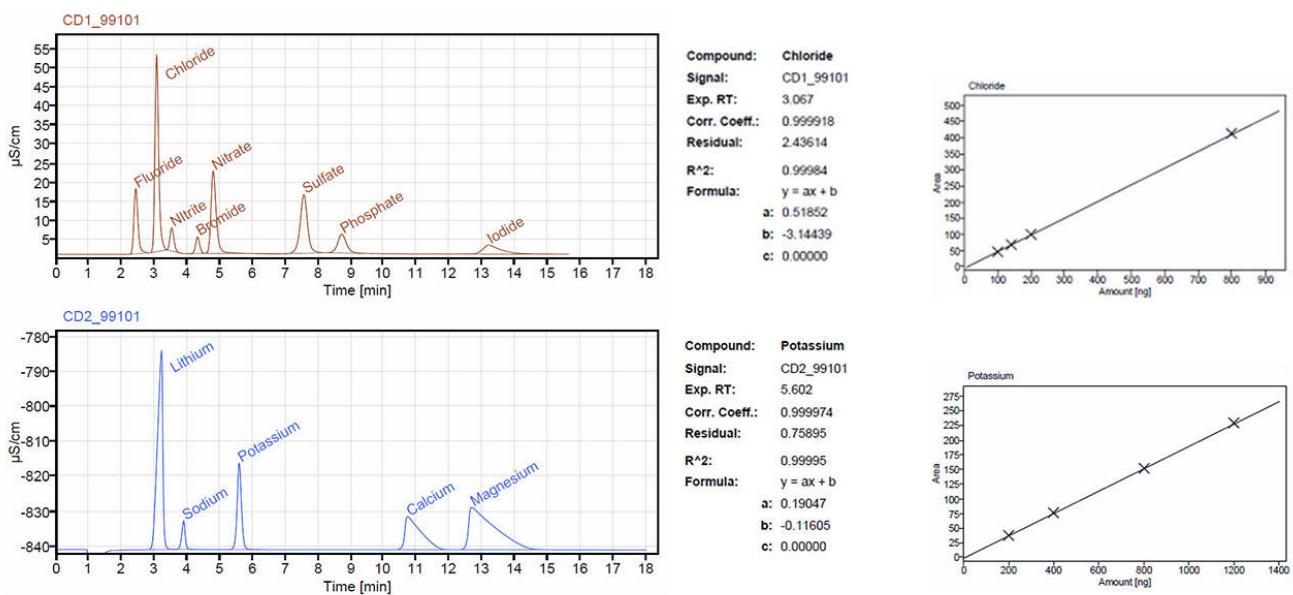


Figure 3. (L) Cromatogramas para estándares mixtos para aniones (rojo) y cationes (azul) analizados con un IC de doble canal (940 Professional IC Vario TWO) operado por OpenLab CDS y (R) curvas de calibración de ejemplo para cloruro y potasio basadas en la evaluación de las zonas de los picos. Los cromatogramas muestran trayectorias de conductividad de aniones y cationes determinadas con una columna Metrosep A Supp 17-150/4.0 y Metrosep C4-150/4.0, respectivamente. Las curvas de calibración muestran datos de respuesta para las áreas de los picos frente a las cantidades de concentración en ng. Teniendo en cuenta el volumen de inyección (aquí, 20 µL), las concentraciones se pueden convertir en unidades de mg/L.

Tabla 1. Repetibilidad de inyecciones dobles para cationes y aniones seleccionados en la muestra de refresco. Las concentraciones se determinan como cantidades en ng y se convierten en unidades de mg/l dividiéndolas por el volumen de inyección (20 µl) y multiplicándolas por el factor de dilución (3).

Analito	Conc. Monto (ng)	Conc. (mg/L)	DSR (%)
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

CONCLUSIÓN

Metrohm Driver 1.0 para OpenLab CDS abre el camino para los análisis de circuitos integrados realizados para una variedad de aplicaciones en diferentes sectores (p. ej., industria alimentaria, agua y monitoreo ambiental). La implementación de

características más allá del IC habitual. Funcionalidades como la automatización, la preparación de muestras y la supresión mejoran enormemente el análisis de iones en OpenLab.

Internal reference: AW IC CH6-1397-082019

CONTACT

Metrohm Argentina S.A.
Avda. Regimiento de
Patricios 1456
1266 Buenos Aires

info@metrohm.com.ar

CONFIGURACIÓN

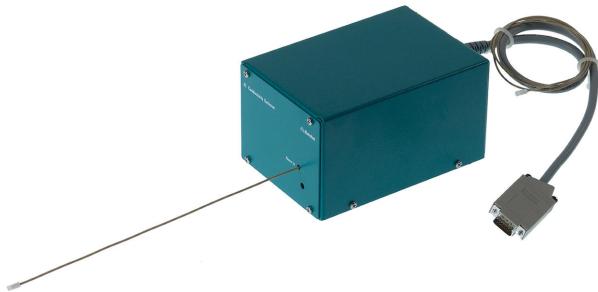


940 Professional IC Vario TWO/SeS/PP

El 940 Professional IC Vario TWO/SeS/PP es un aparato inteligente CI **bicanal con supresión secuencial** (un canal) y una **bomba peristáltica** para la regeneración de supresores. El aparato se puede emplear con cualquier método de separación o de detección.

Ámbitos típicos de aplicación:

- Aparato estándar para determinaciones en paralelo de cationes y aniones
- Análisis de trazas para aniones y cationes
- Supervisión online para aniones y cationes



IC Conductivity Detector

Detector de conductividad de alto rendimiento, inteligente y compacto para los aparatos CI inteligentes. La extraordinaria constancia de temperatura, el tratamiento completo de la señal dentro del bloque detector protegido y DSP (tratamiento digital de la señal controlado por microprocesador) de última generación garantizan la máxima precisión de la medida. Gracias a la zona de trabajo dinámica no es necesario el cambio de la zona (ni siquiera automático).



Metrosep A Supp 17 - 150/4,0

La columna de separación Metrosep A Supp 17 - 150/4,0 es la columna predilecta para las determinaciones de aniones que precisan una buena eficacia de separación y tiempos de separación cortos a temperatura ambiente. El máximo flujo de 1,4 mL/min proporciona en estos casos la posibilidad de optimizar la determinación. Las columnas Metrosep A Supp 17 convencen por su buena relación calidad-precio.



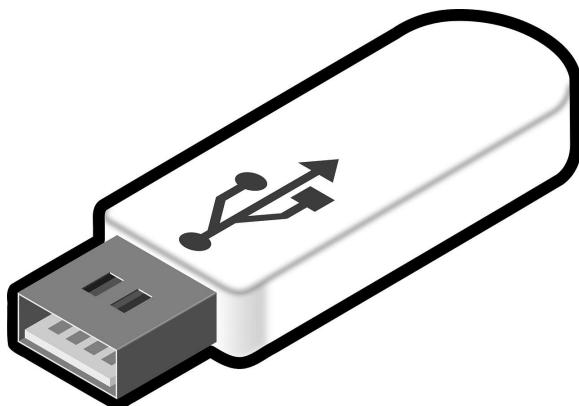
Metrosep C 4 - 250/4,0

La Metrosep C 4 - 250/4,0 es la columna de cationes con mayor capacidad de la serie C 4. Está destinada a aplicaciones que exigen la máxima eficacia de separación. Con esta columna se pueden analizar de forma fiable muestras con diferencias de concentración extremas. La capacidad de esta columna se demuestra, por ejemplo, en el análisis de agua de alimentación de calderas en el que hay que cuantificar correctamente 7 µg/L de sodio en presencia de 7 mg/L de monoetanolamina (MEA). Con la C 4 - 250/4,0 se pueden determinar tanto aminas y metales de transición como metales alcalinos y alcalinotérreos de una sola vez.



858 Professional Sample Processor – Pump

El 858 Professional Sample Processor – Pump procesa muestras de 500 µL a 500 mL. La transferencia de muestras se realiza por medio de la bomba peristáltica de dos canales bidireccional integrada o con un 800 Dosino.



Metrohm IC Driver 1.0 para OpenLab CDS

Software de controlador para la integración de aparatos CI de Metrohm en "OpenLab CDS" (versiones 2.3, 2.4, 2.5, 2.6, 2.7 y 2.8) de Agilent. Una licencia por ordenador autoriza la operación de los sistemas CI bajo "OpenLab CDS".

[Más información sobre el acoplamiento de la cromatografía iónica y espectrómetros de masas](#)



Rotor MSM A

Rotor de supresor para todos los aparatos CI con MSM (Módulo Supresor Metrohm)