

# La suppression en chromatographie anionique



Analyse plus sensible des anions et  
des acides organiques

# À quoi sert la suppression ?

La suppression joue un rôle clé dans l'analyse des anions et des acides organiques en chromatographie échangeuse d'ions avec détection de la conductivité.

## La suppression en chromatographie anionique

- réduit la conductivité résiduelle de fond de l'éluant,
- atténue le bruit de fond de la ligne de base,
- transforme les analytes en anions libres avec des protons comme contre-ions (ce qui s'accompagne d'une forte augmentation du signal de conductivité)
- optimise de ce fait le rapport signal-bruit de fond
- augmente la sensibilité de détection du système de mesure.

## Le Metrohm Suppressor Module

Le module breveté Metrohm Suppressor Module (MSM) constitue une solution très fiable et élégante pour la suppression. C'est un rotor comprenant trois micro-cartouches remplies de résine échangeuse de cations. Tandis qu'une cartouche est utilisée pour la suppression, la régénération est effectuée automatiquement sur la deuxième et la troisième cartouche est pendant ce temps automatiquement rincée. Une cartouche de suppressor fraîchement régénérée est donc toujours disponible pour chaque analyse.

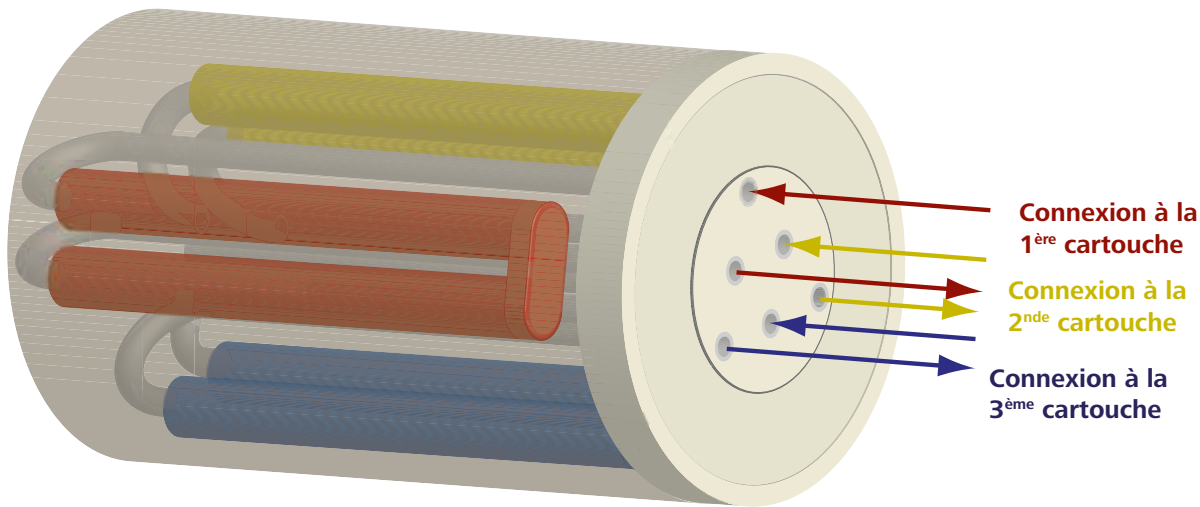
## Et maintenant : STREAM – la voie écologique de la suppression

Le mode STREAM (Suppressor Treatment Reusing Eluent After Measurement), optimise la suppression avec le MSM. Il utilise la sortie de l'éluant pour le rinçage de l'unité de suppression chimique régénérée. De plus, avec le mode STREAM, la consommation de solution de régénération est fortement réduite.

### Aperçu des avantages de STREAM

- Plus besoin d'eau ultrapure comme solution de rinçage
- Moins de déchets
- Réduction par 3 des besoins en solution de régénération
- Nette réduction des consommables

Tous ces avantages combinés prolongent la durée de vie du système sans aucune intervention de l'utilisateur.



## Le Metrohm Suppresseur Module pour anions en bref

- Une garantie de 10 ans
- 100 % stable à la pression
- 100 % résistant aux solvants
- Temps de conditionnement réduits
- Bruit de fond minimal < 0,2 nS/cm
- STREAM – la voie écologique de la suppression
- Économique et robuste
- Possibilité de changer d'application à tous moments sans altérer les performances du système
- Excellent rapport signal sur bruit pour l'analyse d'anions et d'acides organiques jusque dans l'ultratraces.

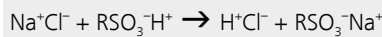


La suppression chimique pour anions

Le Metrohm Suppressor Module (MSM) se compose de trois cartouches remplies d’une résine échangeuse de cations. La première cartouche sert à la suppression. La deuxième cartouche est régénérée en parallèle avec un acide dilué (par ex. de l’acide sulfurique) alors que la troisième est rincée avec de l’eau ou avec la sortie du détecteur. Avant toute analyse, le supprimeur pivote de 120° afin que la suppression se fasse toujours avec une cartouche régénérée et rincée.

Réactions intervenant lors de la suppression chimique

Analyte :

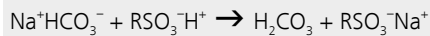


R = matériau support

Dans cet exemple d’analyse d’anions, le contre-ion de l’analyte est constitué par le sodium. Celui-ci est échangé contre un proton dont la conductance équivalente est cinq fois supérieure, ce qui accroît la conductivité de la solution d’échantillon et par conséquent, l’amplitude du signal de manière significative.

On utilise comme éluant des sels d’acides faiblement dissociés comme le carbonate de sodium ou l’hydrogénocarbonate de sodium.

Éluant :



R = matériau support

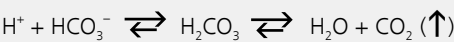
Les contre-ions de l’éluant sont également échangés contre des protons. L’acide carbonique qui en résulte est instable et seulement faiblement dissocié, raison pour laquelle une conductivité résiduelle plus basse est mesurée. Selon la composition de l’éluant, le résidu de conductivité est classiquement de l’ordre de 10 à 20 µS/cm.

La suppression séquentielle pour anions

La suppression séquentielle associe la suppression chimique et la suppression du CO<sub>2</sub>. En plus du MSM, on utilise un Metrohm CO<sub>2</sub> Suppressor (MCS). La suppression séquentielle abaisse encore la conductivité résiduelle (< 1,5 µS/cm), réduit l’interférence du carbonate s’il est présent dans la matrice d’échantillon (élimination du carbonate > 98 %) et optimise la séparation du pic d’injection et de pics à élution précoce comme le fluorure. Cela augmente encore la sensibilité de l’analyse des anions et des acides organiques.

Le MCS est composé d’une membrane perméable aux gaz, entourée d’une chambre où règne une dépression importante. L’acide carbonique résultant de la suppression chimique se décompose en dioxyde de carbone et en eau. Le dioxyde de carbone se diffuse à travers la membrane perméable aux gaz et est évacué. De cette façon, l’équilibre de la réaction de décomposition se décale de plus en plus du côté du dioxyde de carbone et de l’eau. Comme de moins en moins d’acide carbonique et, ainsi, d’acide carbonique dissocié sont présents, la conductivité résiduelle baisse, ce qui améliore énormément le rapport signal sur-bruit. Les limites de sensibilité sont encore plus basses qu’avec une suppression chimique seule.

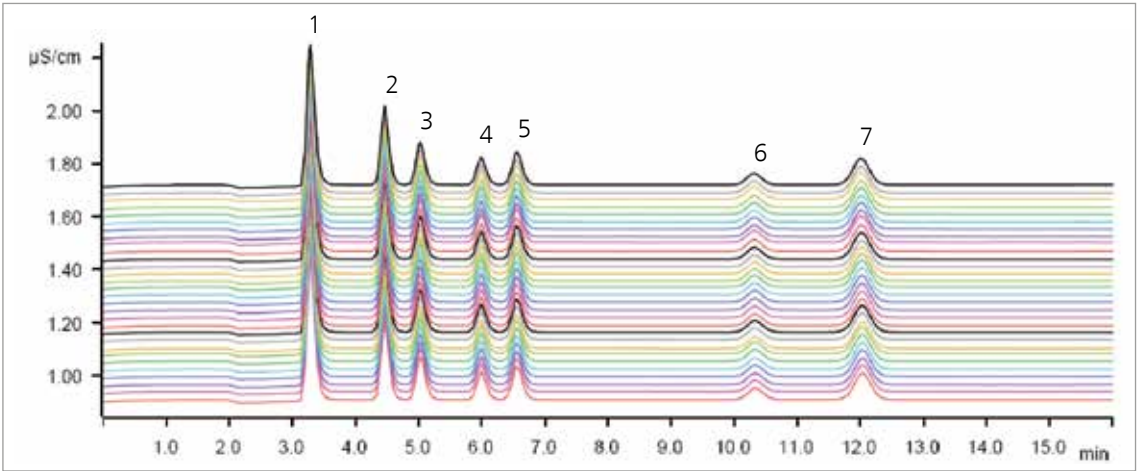
Réaction intervenant dans le Metrohm CO<sub>2</sub> Suppressor (MCS)



La précision à chaque analyse

Une nouvelle cartouche de supprimeur est utilisée pour chaque mesure réalisée avec le Metrohm Suppressor Module (MSM). L’utilisateur est ainsi assuré de toujours travailler avec un supprimeur chimique fonctionnant de manière optimum : aujourd’hui, demain et encore après de longues années d’utilisation.

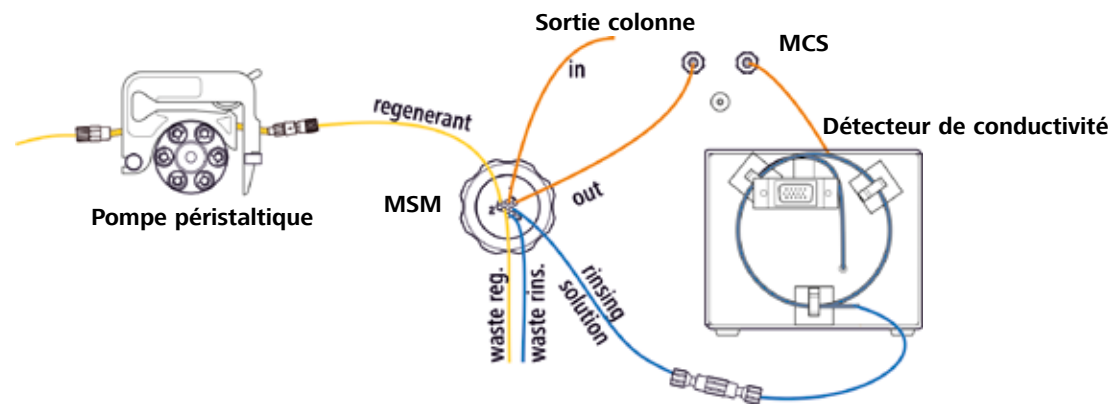
Les chromatogrammes suivants montrent l’excellente reproductibilité de la mesure avec le MSM – ici avec une suppression séquentielle pour l’analyse d’anions :



30 injections, séparation des anions standard sur la Metrosep A Supp 5 - 100/4.0, éluant 3,2 mmol/L de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> / 1,0 mmol/L de NaHCO<sub>3</sub>, débit 0,7 mL/min, volume injecté 20 µL, 45 °C, suppression séquentielle

Pic	1	2	3	4	5	6	7
Anions	Fluorure	Chlorure	Nitrite	Bromure	Nitrate	Phosphate	Sulfate
Concentration en mg/L	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Ecart-type relatif en % (n = 30)	0,26	0,06	0,42	0,17	0,30	0,46	0,25





**Schéma d'écoulement en mode STREAM avec pompe péristaltique**, le niveau de conductivité est réduit dans le MSM et le MCS où la conductivité des analytes est amplifiée avant leur passage dans le détecteur de conductivité. L'acheminement de la solution de régénération est pris en charge par une pompe péristaltique.

#### Régénération – deux méthodes

Pour la régénération du supprimeur, vous avez le choix entre le nouveau mode STREAM et la méthode traditionnelle.

Le mode STREAM est installé en standard sur tous les systèmes CI Metrohm. Comme décrit précédemment, cela réduit la consommation en produits chimiques et améliore le confort d'utilisation.

La suppression par la méthode traditionnelle est utilisée lorsque l'éluant est couplé à un autre détecteur après la détection de conductivité (par ex. PCR-UV/VIS ou détection ampérométrique, mais également lors de couplages IC-ICP/MS ou IC-MS). C'est pourquoi un second canal de pompe péristaltique est nécessaire pour acheminer l'eau de rinçage à travers le supprimeur.

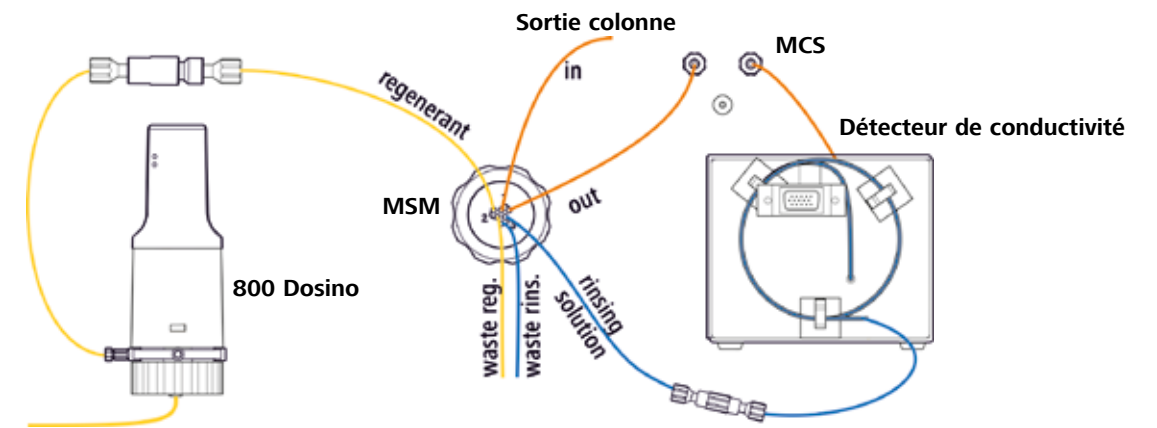
#### Libre choix du supprimeur

Sur les chromatographes ioniques 940 Professional IC Vario et 930 Compact IC Flex, il est possible de choisir librement le rotor de supprimeur. Metrohm dispose de trois supprimeurs chimiques anions de différentes capacités (MSM, MSM-HC et MSM-LC).

- Le MSM est le supprimeur universel pour les applications de routine
- Le MSM-HC est le supprimeur haute capacité destiné à des applications de gradient ou des applications isocratiques utilisant des éluants très forts
- Le MSM-LC est le supprimeur de moindre capacité avec un volume mort minimal pour les applications avec colonnes de 2 mm



Les trois rotors de supprimeurs MSM-HC, MSM et MSM-LC sont de structure identique et se distinguent uniquement par leur capacité.



**Schéma d'écoulement pour STREAM avec régénération Dosino**, le niveau de conductivité est réduit dans le MSM et le MCS où la conductivité des analytes est amplifiée avant leur passage dans le détecteur de conductivité. Dans ce système, un 800 Dosino prend en charge l'acheminement de la solution de régénération.

#### Acheminement de la solution de régénération

En mode STREAM, le régénérant peut être acheminé soit par une pompe péristaltique, soit par un Dosino 800. Cette dernière méthode est appelée « Régénération Dosino » et offre les avantages suivants :

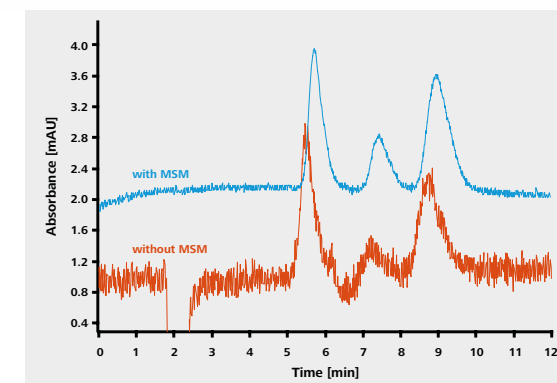
- le 800 Dosino requiert moins de maintenance que la pompe péristaltique
- MagIC Net peut surveiller le volume de régénérant consommé et informer l'utilisateur lorsqu'il faut en rajouter
- la pompe péristaltique inutilisée peut servir aux techniques de préparation d'échantillons, comme l'ultrafiltration inline ou la dialyse inline

#### Une autre utilisation de la suppression !

Jusqu'ici, la suppression était systématiquement associée à la détermination des anions et des acides organiques par chromatographie échangeuse d'ions et détection de conductivité.

Il est également recommandé d'utiliser un supprimeur anions lorsqu'il s'agit de déterminer les anions par détection UV/VIS (spécialement dans la gamme de 190 à 230 nm). L'atténuation du signal réduit le bruit de fond dans le détecteur UV/VIS. Il est en outre possible d'éviter les perturbations dues à la présence de carbonate dans la matrice de l'échantillon, comme c'est le cas pour la détermination de l'iodure dans l'eau minérale. Avec le 944 Professional UV/VIS Detector, on obtient de cette façon des limites de sensibilité plus basses.

Une autre utilisation possible du supprimeur anions est la suppression inverse. Elle sert par exemple dans la détermination des acides organiques par chromatographie ionique par exclusion et détection de conductivité. La formation de sels de lithium des acides organiques dans le supprimeur permet d'obtenir une nette amélioration de la sensibilité (facteur 2 à 25 selon la valeur  $pK_a$  de l'acide). Ainsi, ce type de chromatographie ionique s'utilise également pour les déterminations de faibles concentrations.



Détection UV/VIS à 218 nm avec et sans suppression, détermination du nitrite, du bromure et du nitrate

## Informations techniques relatives aux rotors de suppresseurs anions

	MSM	MSM-HC	MSM-LC
<b>Structure</b>	Suppresseur de type « micro packed bed » robuste et résistant chimiquement		
<b>Capacité</b>	env. 90 min* (0,45 meq)	env. 350 min* (1,8 meq)	env. 45 min** (0,13 meq)
<b>Volume mort</b>	< 50 µL	< 250 µL	< 10 µL
<b>Régénération</b>	Régénération chimique avec STREAM		
<b>Débit d'écoulement maximal</b>	Aucun endommagement irréversible possible		
<b>Limites de contre-pression</b>	Aucun endommagement irréversible possible, aucune contre-pression spécifique nécessaire au service		
<b>Stabilité aux solvants</b>	100 % stable aux solvants		
<b>Gamme de température</b>	Aucune limitation		
<b>Application</b>	Utilisation universelle	Suppresseur de haute capacité pour des applications de gradient ou des applications isocratiques utilisant des éluants très forts	Suppresseur de faible capacité avec un volume mort minimal pour les applications utilisant des colonnes de 2 mm
<b>Garantie du fabricant</b>	10 ans		

\*... Conditions standard Metrosep A Supp 5 - 100/4.0 : éluant 3,2 mmol/L de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  / 1,0 mmol/L de  $\text{NaHCO}_3$ , débit d'écoulement 0,7 mL/min

\*\*... Conditions standard Metrosep A Supp 10 - 100/2.0 : éluant 5,0 mmol/L de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  / 5,0 mmol/L de  $\text{NaHCO}_3$ , débit d'écoulement 0,2 mL/min

## Informations pour la commande

### Rotors de suppresseurs

6.2832.000	MSM Rotor A
6.2842.000	MSM-HC Rotor A
6.2844.000	MSM-LC Rotor A

### Accessoires

6.2835.010	Pièce de connexion pour MSM-HC et SPM
6.2842.020	Manchon adaptateur, MSM

### Régénération Dosino

2.800.0010	800 Dosino
6.5330.190	Équipement CI : régénération Dosino

[www.metrohm.com](http://www.metrohm.com)

