

Säulenhandbuch

Metrosep C 6 (6.1051.XX0 / 6.01051.XX0)

Handbuch

8.107.8050DE / 2022-05-12



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

Säulenhandbuch

**Metrosep C 6 (6.1051.XX0 /
6.01051.XX0)**

Handbuch

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 | 4 |
| 3 | Eluentenherstellung | 8 |
| 3.1 | Chemikalien | 8 |
| 3.2 | Herstellung des Standardeluenten | 8 |
| 4 | Inbetriebnahme | 10 |
| 4.1 | Vorsäule anschliessen und spülen | 10 |
| 4.2 | Trennsäule anschliessen | 12 |
| 4.3 | Konditionierung | 16 |
| 5 | Applikationen | 18 |
| 5.1 | Standardchromatogramm | 18 |
| 5.2 | Einfluss der Temperatur | 20 |
| 5.3 | Eluent-Flussratenvariation | 22 |
| 5.4 | Variation des Eluenten | 23 |
| 5.4.1 | Variation der Salpetersäurekonzentration | 23 |
| 5.4.2 | Variation der Dippicolsäure-Konzentration | 26 |
| 5.4.3 | Variation der Oxalsäurekonzentration | 28 |
| 5.5 | Variation organischer Modifizier | 31 |
| 5.5.1 | Variation der Acetonkonzentration | 31 |
| 5.5.2 | Variation der Acetonitrilkonzentration | 32 |
| 5.6 | Bestimmung von Ammonium in natriumreicher Probe ... | 34 |
| 5.7 | Bestimmung von Trimethylamin und Cholin in acetonf- reiem Eluenten | 35 |
| 5.8 | Bestimmung verschiedener Amine aus Raffinerien | 36 |
| 5.9 | Bestimmung von Kationen in Bier | 37 |
| 5.10 | Bestimmung von Kationen in Solarzellen-Elektrolyten ... | 38 |
| 5.11 | Bestimmung von Natrium, Calcium und Magnesium in einer Infusionslösung | 39 |
| 5.12 | Bestimmung der Standardkationen mit einem Zitronen- säureeluenten | 40 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 5.13 | Bestimmung der Standardkationen mit einem Oxalsäureeluenten | 41 |
| 5.14 | Schnelle Bestimmung der Standardkationen in Rohwasser | 42 |
| 5.15 | Bestimmung der Standardkationen in Trinkwasser | 43 |
| 5.16 | Bestimmung der Standardkationen in Schnee | 44 |
| 5.17 | Bestimmung der Standardkationen in Strassenschnee ... | 45 |
| 6 | Problembehandlung | 47 |
| 6.1 | Regeneration | 47 |
| 6.2 | Abnehmende Auflösung / Peakformen | 48 |
| 6.3 | Instabile Retentionszeiten | 49 |
| 6.4 | Unbekannte Peaks | 49 |
| 6.5 | Steigender Rückdruck | 49 |
| 7 | Literatur | 51 |
| | Index | 53 |

1.2 Technische Spezifikationen

| | | | |
|--------------------------------------|---|-----------------------------|---------------------------|
| <i>Säulenmaterial</i> | Silicagel mit Carboxyl-Gruppen | | |
| <i>Partikelgrösse</i> | 5 µm | | |
| <i>Abmessungen</i> | Bestellnummer | Abmessungen | |
| | 6.1051.410 | 100 x 4.0 mm | |
| | 6.1051.420 | 150 x 4.0 mm | |
| | 6.1051.430 | 250 x 4.0 mm | |
| | 6.01051.210 | 100 x 2.0 mm | |
| | 6.01051.220 | 150 x 2.0 mm | |
| | 6.01051.230 | 250 x 2.0 mm | |
| <i>pH-Bereich</i> | Eluent: 2 bis 7 Probe: 2 bis 10 | | |
| <i>Temperaturbereich</i> | 20 bis 60 °C | | |
| <i>Empfohlene Standardtemperatur</i> | 30 °C | | |
| <i>Maximaler Druck</i> | 4 mm | 20 MPa (200 bar) | |
| | 2 mm | 20 MPa (200 bar) | |
| <i>Flussrate</i> | Bestellnummer | Empfohlene Flussrate | Maximale Flussrate |
| | 6.1051.410 | 0.9 mL/min | 3.5 mL/min |
| | 6.1051.420 | 0.9 mL/min | 2.5 mL/min |
| | 6.1051.430 | 0.9 mL/min | 1.5 mL/min |
| | 6.01051.210 | 0.25 mL/min | 1.0 mL/min |
| | 6.01051.220 | 0.25 mL/min | 0.7 mL/min |
| | 6.01051.230 | 0.25 mL/min | 0.4 mL/min |
| <i>Standardeluent</i> | 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure | | |
| <i>Erlaubte organische Zusätze</i> | | | |
| <i>Im Eluenten</i> | 0 bis 100 % Acetonitril, Aceton und kein Alkohol | | |
| <i>In der Probenmatrix</i> | 0 bis 100 % Acetonitril, Aceton und Alkohol | | |

Kapazität

| Bestellnummer | Kapazität |
|----------------------|----------------------|
| 6.1051.410 | 20 (K ⁺) |
| 6.1051.420 | 30 (K ⁺) |
| 6.1051.430 | 50 (K ⁺) |
| 6.01051.210 | 5 (K ⁺) |
| 6.01051.220 | 8 (K ⁺) |
| 6.01051.230 | 13 (K ⁺) |

Vorbereitung

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

Aufbewahrung

Die Säule bei Raumtemperatur in Standardeluent lagern.

Typischer Druck

Für Säulen ohne Vorsäule unter Standardbedingungen

| Bestellnummer | Typischer Druck |
|----------------------|------------------------|
| 6.1051.410 | 4.8 ± 2 MPa |
| 6.1051.420 | 6.9 ± 2 MPa |
| 6.1051.430 | 10.7 ± 2 MPa |
| 6.01051.210 | 3.4 ± 2 MPa |
| 6.01051.220 | 6.3 ± 2 MPa |
| 6.01051.230 | 9.9 ± 2 MPa |

Säulengehäuse

Intelligente Säule mit Chip, sogenannte iColumn aus PEEK

Anwendung

Bestimmung von Standardkationen, Alkalimetallen und Erdalkalimetallen sowie Aminen und Übergangsmetallen in wässrigen Medien.

| | |
|--------------------------------------|--|
| | <p>oxid-Eluenten und Carbonateluenten mit Natronkalk – als schwacher CO₂-Adsorber – befüllt.</p> |
| <i>Entgasen des Eluenten</i> | <p>Um Blasenbildung zu verhindern, empfehlen wir, die hergestellten Eluenten vor ihrer Verwendung im IC-System zu entgasen. Legen Sie dafür für ca. 10 Minuten mit einer Wasserstrahlpumpe oder einer Ölpumpe ein Vakuum an. Alternativ verwenden Sie ein Ultraschallbad, oder arbeiten Sie mit dem Eluent-Degasser.</p> |
| <i>Filter</i> | <p>Wenn Probleme mit IC-Systemen auftreten, so stehen sie meistens im Zusammenhang mit Partikeln. Diese können aus folgenden Quellen eingeschleppt werden:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Durch Bakterienwachstum ▪ Durch nicht filtrierte Eluenten ▪ Aus der Probe ▪ Durch die Spüllösung und/oder die Regenerierlösung <p>Minimieren Sie dieses Risiko, indem Sie einen Ansaugfilter (6.2821.090), den Inline-Filter (6.2821.120) und Vorsäulen verwenden. Die Filter gehören zur Grundausrüstung der Metrohm-Ionenchromatographen und sind im Lieferumfang enthalten. Wir empfehlen auch, die Filter regelmässig zu ersetzen.</p> |
| <i>Filtrieren des Eluenten</i> | <p>Alle Eluenten müssen unmittelbar vor ihrer Verwendung mikrofiltriert (0.45 µm) werden.</p> |
| <i>Mechanischer Stress</i> | <p>Jede mechanische Belastung der Säule sollte vermieden werden. Wenn die Säule z. B. auf eine harte Oberfläche aufschlägt, kann in der Säulenpackung (Trennphasenmaterial) ein Bruch oder eine Lücke entstehen. Das wirkt sich auf die Chromatographie aus. Die Säule wird dadurch irreversibel zerstört.</p> |
| <i>Partikel</i> | <p>Sämtliche Lösungen, Proben, Regenerierlösungen, das Wasser und die Eluenten müssen frei von Partikeln sein. Partikel verstopfen mit der Zeit die Trennsäulen. Der Säulendruck steigt an. Achten Sie besonders bei der Herstellung der Eluenten auf Partikelfreiheit. Der Eluent fließt kontinuierlich durch die Säule, pro Arbeitstag 500 bis 1000 mL im Vergleich zu ca. 0.5 mL Probenlösung. Filtrieren oder dialysieren Sie die Probe vollautomatisch mit einer der Metrohm Inline-Probenvorbereitungstechniken (MISP).</p> |
| <i>Probenvorbereitungskartuschen</i> | <p>Probenvorbereitungskartuschen dienen der Vorbereitung kritischer Proben, die nicht direkt in die Trennsäule injiziert werden dürfen. Sie entfernen z. B. organische Verunreinigungen oder neutralisieren stark alkalische oder saure Proben. Probenvorbereitungskartuschen sind Verbrauchsmaterialien, die in der Regel nicht regeneriert werden können. Probenvorbereitungskartuschen ersetzen nicht die Vorsäule, die mit jeder Trennsäule standardmässig verwendet werden sollte. Alternativ zu Probenvorbereitungskartu-</p> |

Vorsäulen

Vorsäulen dienen dem Schutz der Trennsäulen. Ihre Verwendung wird dringend empfohlen. Sie enthalten in der Regel die gleiche stationäre Phase, die auch in den Trennsäulen verwendet wird. Um einen Einfluss auf die Chromatographie zu verhindern, ist die Menge jedoch deutlich geringer. Vorsäulen entfernen kritische Verunreinigungen, die mit dem Säulenmaterial reagieren könnten, zudem entfernen sie wirkungsvoll Partikel und bakterielle Verunreinigungen. Ersetzen Sie die Vorsäule in folgenden Fällen:

- Wenn der Gegendruck im System ansteigt.
- Wenn sich die Chromatographie verschlechtert.

Vorsäulen sind für alle Metrosep-Trennsäulen erhältlich.

Wir empfehlen, die Vorsäule während der Lebensdauer der analytischen Säule drei- bis viermal zu ersetzen.

Wasserqualität

In der Ionenchromatographie wird vorwiegend mit wässrigen Medien gearbeitet. Die Wasserqualität ist deshalb ganz entscheidend für eine gute Chromatographie. Wenn die Wasserqualität ungenügend ist, so sind es die Ergebnisse definitiv auch. Zusätzlich besteht die Gefahr, dass Geräte und Trennsäulen durch ungenügende Wasserqualität beschädigt werden. Das verwendete Reinstwasser sollte einen spezifischen Widerstand grösser als 18.2 M Ω ·cm aufweisen und partikelfrei sein. Wir empfehlen deshalb, das Wasser durch ein 0.45- μ m-Filter zu filtrieren und mit UV zu behandeln. Moderne Reinstwasseranlagen für den Laborbedarf garantieren diese Wasserqualität (Typ I).

3 Eluentenherstellung

Wir empfehlen, sowohl für die Standardherstellung als auch für die Eluentenherstellung Chemikalien von hohem Reinheitsgrad zu wählen.

3.1 Chemikalien

Empfohlene Chemika-
lien

- Salpetersäure, HNO_3 , 2 mol/L
Sigma Aldrich Bestellnummer: 35278
- Dipicolinsäure, $\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_4$, 99 %
Sigma Aldrich Bestellnummer: 63808
- Reinstwasser vom Typ I (siehe ASTM D1193)
Widerstand $> 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ (25 °C)
TOC $< 10 \mu\text{g/L}$

3.2 Herstellung des Standardeluenten

Um 2 L des Standardeluenten mit 1.7 mmol/L Salpetersäure und 1.7 mmol/L Dipicolinsäure herzustellen, gehen Sie wie folgt vor:

2 L Standardeluent herstellen

- 1
 - Die Eluentenflasche mehrmals mit Reinstwasser vorspülen.
 - 1.7 L Reinstwasser vorlegen.
- 2 Wenn der Eluent nicht mit einem Eluent-Degasser entgast wird:
 - Das Reinstwasser für den Eluenten mit einer Vakuumpumpe entgasen. Dadurch werden Probleme mit Luftblasen in der Hochdruckpumpe vermieden.
- 3 Folgende Mengen an Chemikalien abmessen:
 - Salpetersäure: 1.7 mL
 - Dipicolinsäure: 568.1 mg
- 4
 - 1.7 mL Salpetersäure in die Eluentenflasche pipettieren.
 - Ca. 200 mL Reinstwasser in ein Becherglas geben.
 - 568.1 mg Dipicolinsäure in das Becherglas geben.

- Mit diesem Eluenten (1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure) kann eine Hintergrundleitfähigkeit von etwa 900 $\mu\text{S}/\text{cm}$ erreicht werden. Typischerweise beträgt das Rauschen weniger als 2 nS/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 anschliesen. Bis dahin die Vorsäule und die Trennsäule durch Kupplungen (6.2744.040) ersetzen.

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.

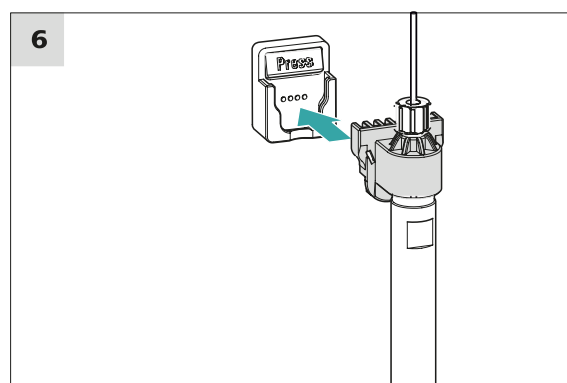
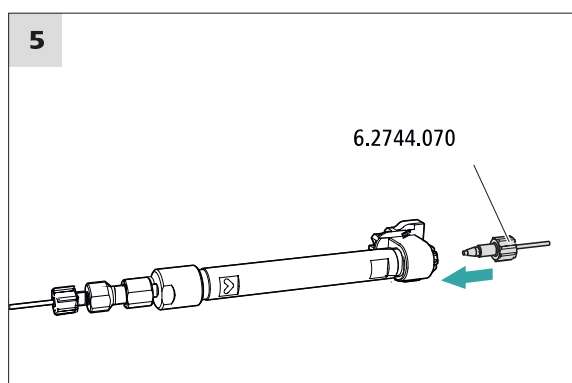
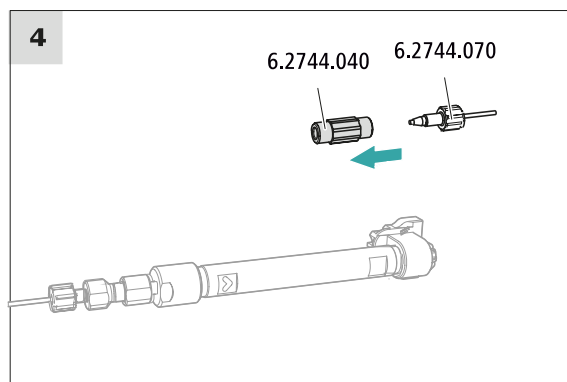
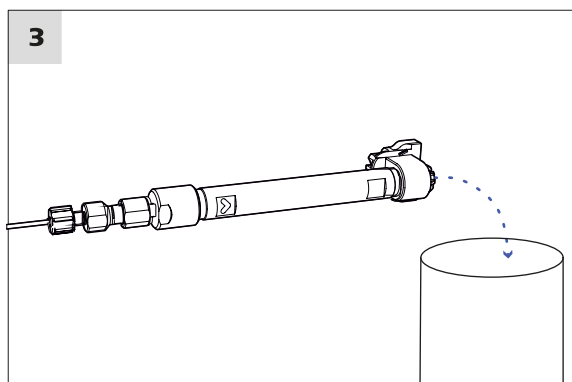
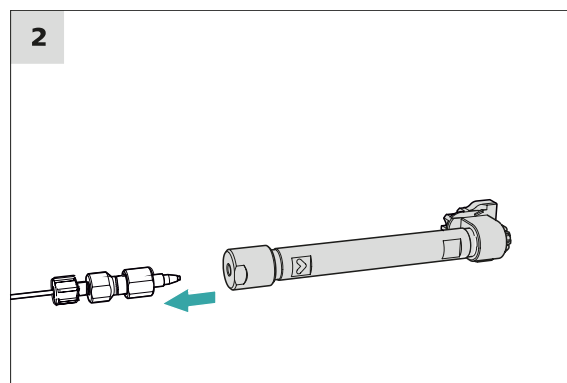
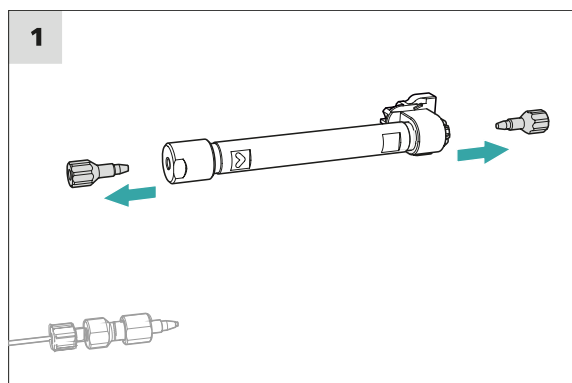
Die Produktinformationen zur Trennsäule finden Sie auf <http://www.metrohm.com> im Produktbereich Ionenchromatographie.

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.



HINWEIS

■■■■■■■■ 13



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 Säulenmerkmale 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.**

- ## 4 System konditionieren

Das Gerät ist nun bereit für Messungen von Proben.

5 Applikationen

5.1 Standardchromatogramm

2-mm-Säulen

Probenvorbereitung: —

Detektion: Leitfähigkeit

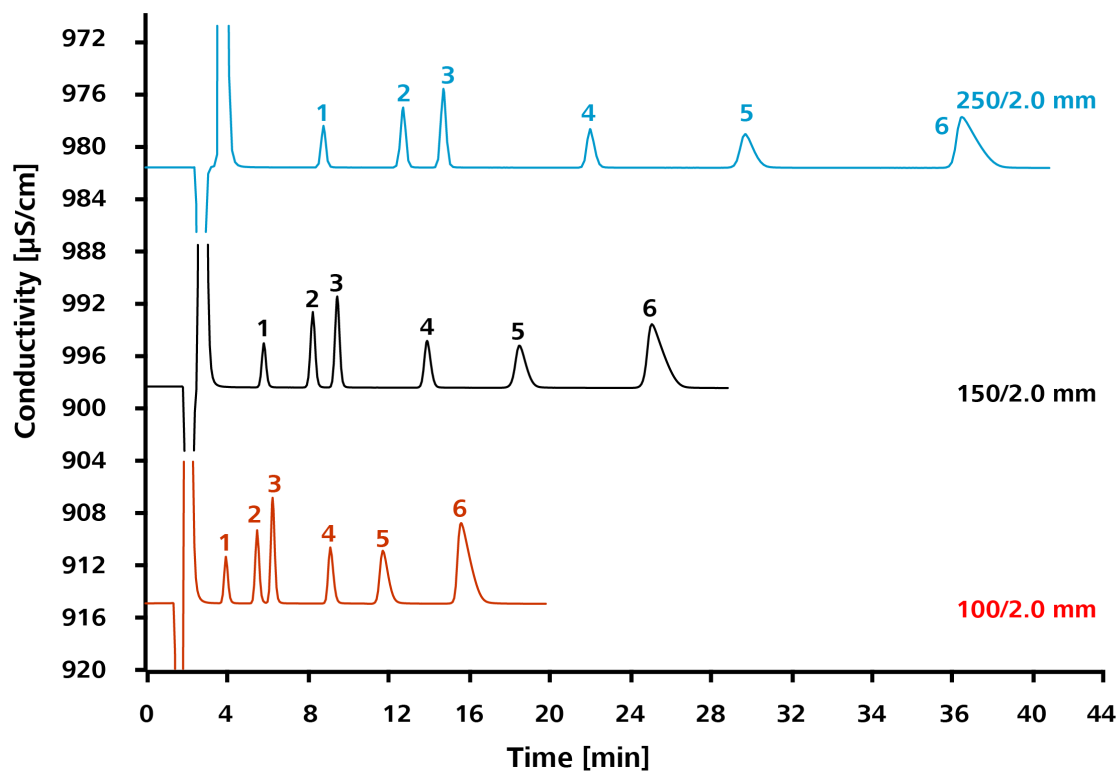
Suppression: —

Temperatur: 30 °C

Loop: 20 μ L

Flussrate: 0.25 mL/min

Eluent: 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure



| Metrosep C 6 - XX0/2.0 | | mg/L |
|------------------------|---------|------|
| 1 | Lithium | 1 |

| | Metrosep C 6 - XX0/2.0 | mg/L |
|---|------------------------|------|
| 2 | Natrium | 5 |
| 3 | Ammonium | 5 |
| 4 | Kalium | 10 |
| 5 | Calcium | 10 |
| 6 | Magnesium | 10 |

4-mm-Säulen

Probenvorbereitung: —

Detektion: Leitfähigkeit

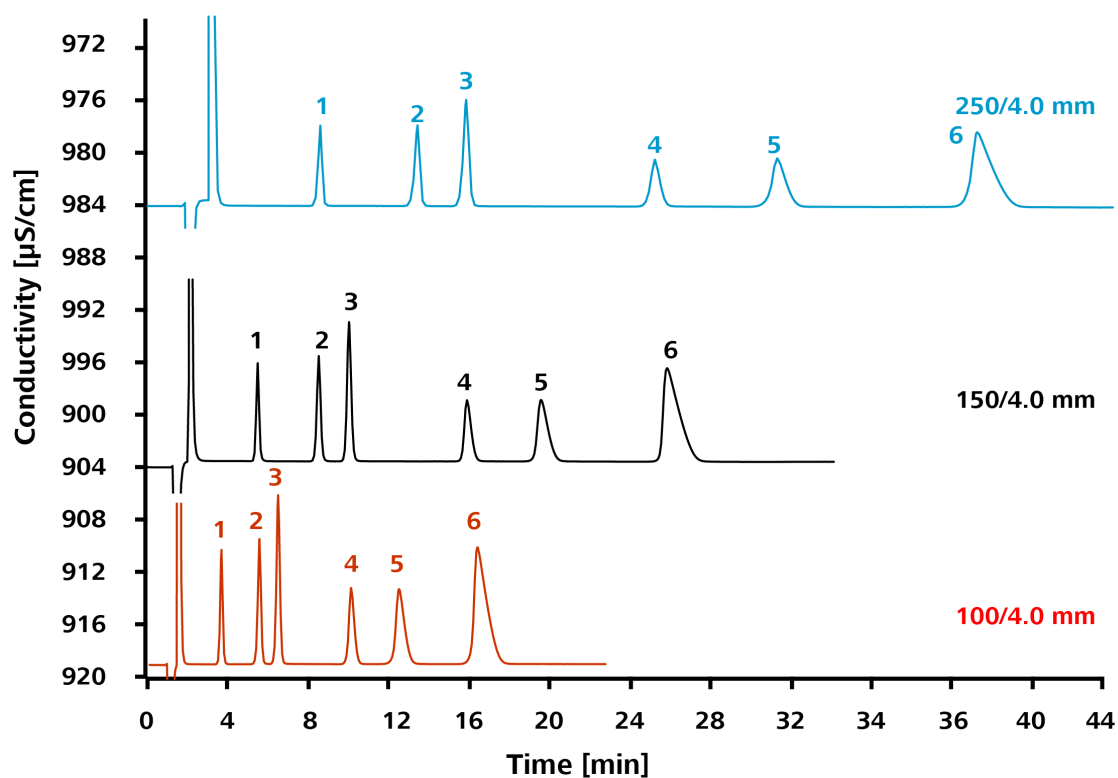
Suppression: —

Temperatur: 30 °C

Loop: 20 µL

Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent: 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dypicolinsäure



| | Metrosep C 6 - XX0/4.0 | mg/L |
|---|-------------------------------|-------------|
| 1 | Lithium | 1 |
| 2 | Natrium | 5 |
| 3 | Ammonium | 5 |
| 4 | Kalium | 10 |
| 5 | Calcium | 10 |
| 6 | Magnesium | 10 |

5.2 Einfluss der Temperatur

Säule: Metrosep C 6 - 150/4.0

Probenvorbereitung: —

Detektion: Leitfähigkeit

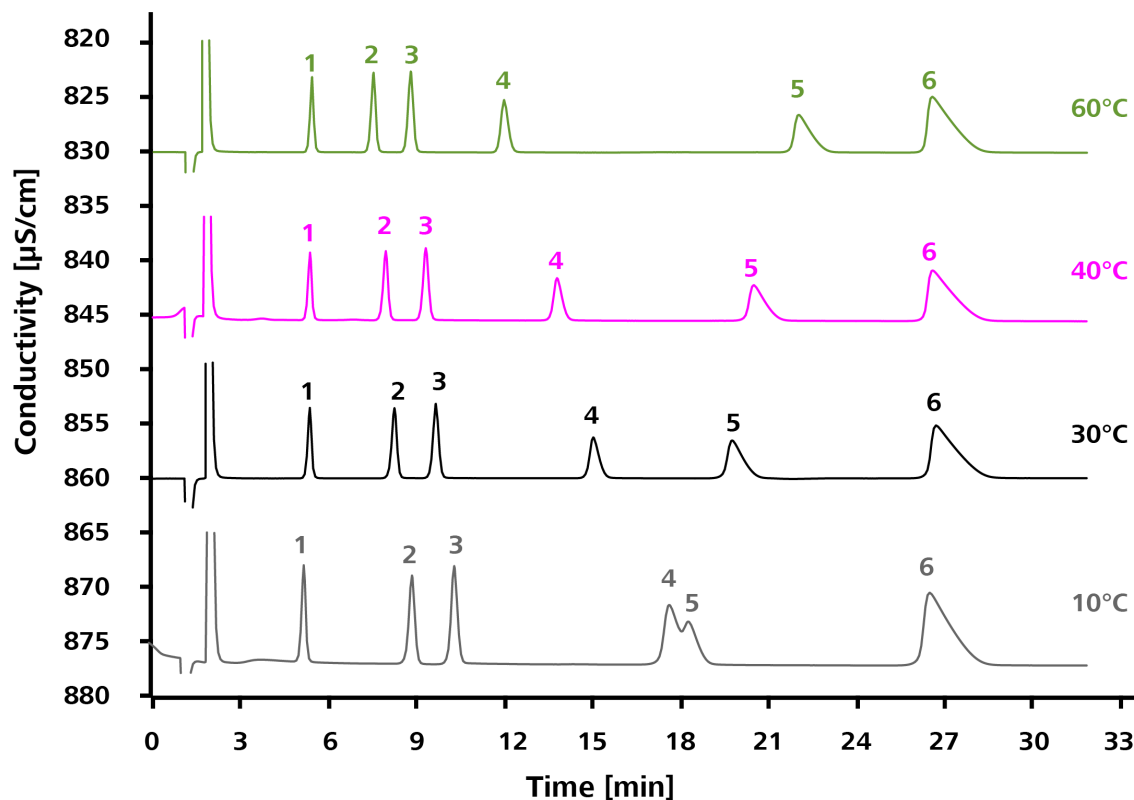
Suppression: —

Temperatur: 20 bis 60 °C

Loop: 20 μ L

Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent: 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure



| Metrosep C 6 - 150/4.0 | | mg/L |
|------------------------|-----------|------|
| 1 | Lithium | 1 |
| 2 | Natrium | 5 |
| 3 | Ammonium | 5 |
| 4 | Kalium | 10 |
| 5 | Calcium | 10 |
| 6 | Magnesium | 10 |

Bei Calcium schwächt sich mit höherer Temperatur die Komplexierung mit der Dicipolinsäure ab. Dies hat zur Folge, dass es später eluiert. Die Retentionszeit von Lithium und Magnesium nimmt bei Erhöhung der Temperatur leicht zu. Die anderen Kationen wie Natrium, Ammonium und Kalium eluieren früher.

5.3 Eluent-Flussratenvariation

Säule: Metrosep C 6 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

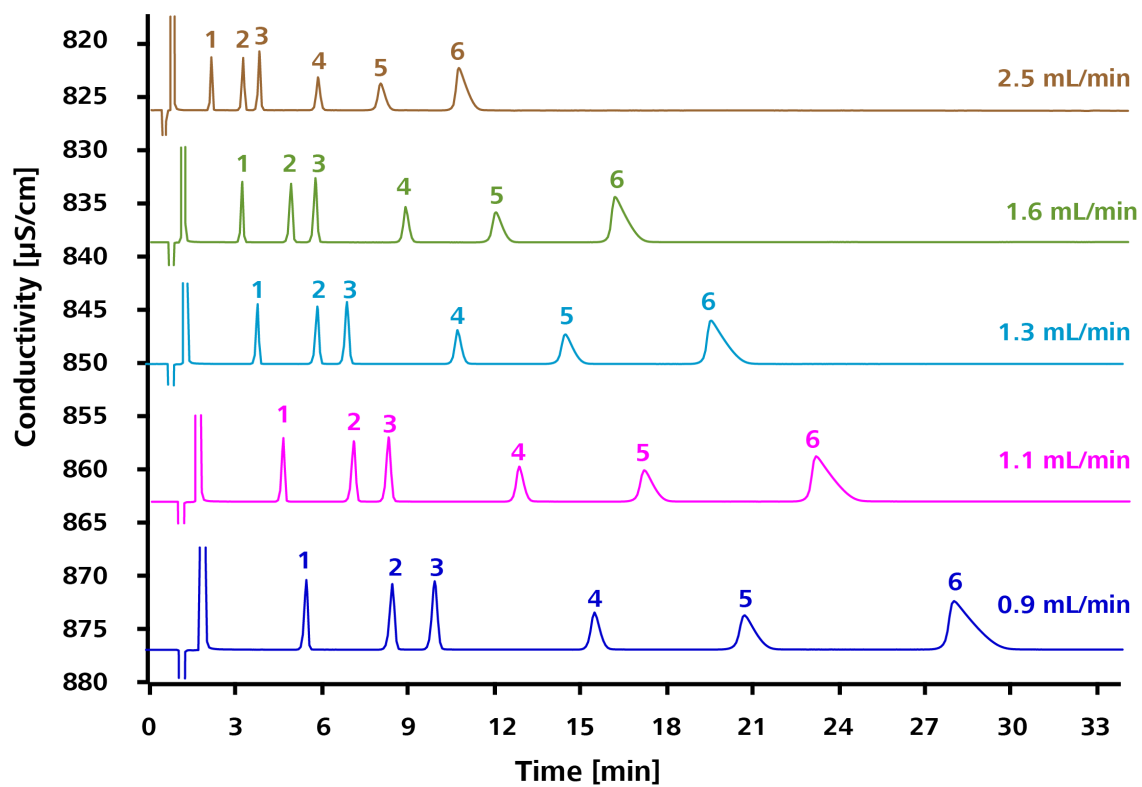
Suppression: —

Temperatur: 30 °C

Loop: 20 μ L

Flussrate: 0.9 bis 2.5 mL/min

Eluent: 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure



| | Metrosep C 6 - 150/4.0 | mg/L |
|---|-------------------------------|-------------|
| 1 | Lithium | 1 |
| 2 | Natrium | 5 |
| 3 | Ammonium | 5 |

Alle Kationen eluieren schneller, wenn die Flussrate höher ist. Der Rückdruck erreicht bei 2.5 mL/min 17 MPa.

5.4.1 Variation der Salpetersäurekonzentration

Säule: Metrosep C 6 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: —

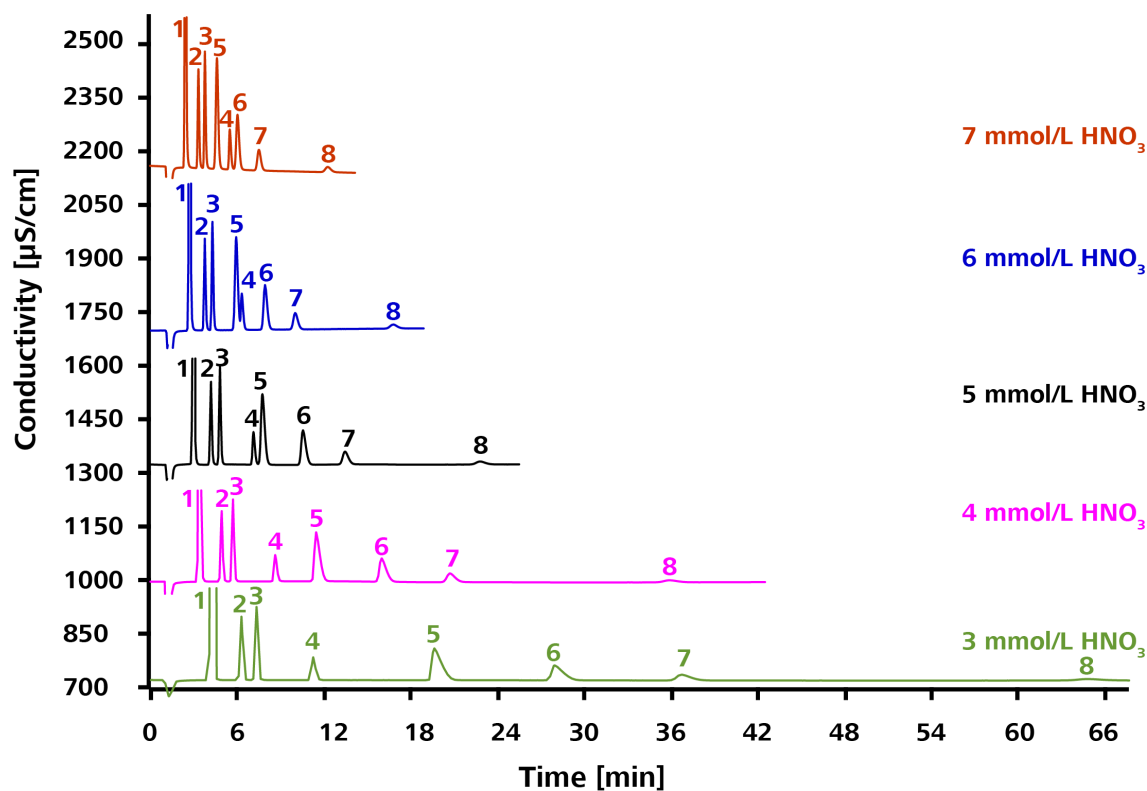
Temperatur: 30 °C

Loop: 20 μ L

Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent:

- A) 3 mmol/L Salpetersäure
- B) 4 mmol/L Salpetersäure
- C) 5 mmol/L Salpetersäure
- D) 6 mmol/L Salpetersäure
- E) 7 mmol/L Salpetersäure



| | Metrosep C 6 - 150/4.0 | mg/L |
|---|------------------------|------|
| 1 | Lithium | 1 |
| 2 | Natrium | 5 |
| 3 | Ammonium | 5 |
| 4 | Kalium | 10 |
| 5 | Magnesium | 10 |
| 6 | Calcium | 10 |
| 7 | Strontium | 10 |
| 8 | Barium | 10 |

Die Erhöhung der Salpetersäurekonzentration beschleunigt alle Standardkationen. Die zweiwertigen Kationen werden überproportional beschleunigt. Bei 5 mmol/L coeluiert Calcium mit Kalium. Ab 6 mmol/L eluiert Magnesium vor Kalium.

Einfluss auf Amine

Säule: Metrosep C 6 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

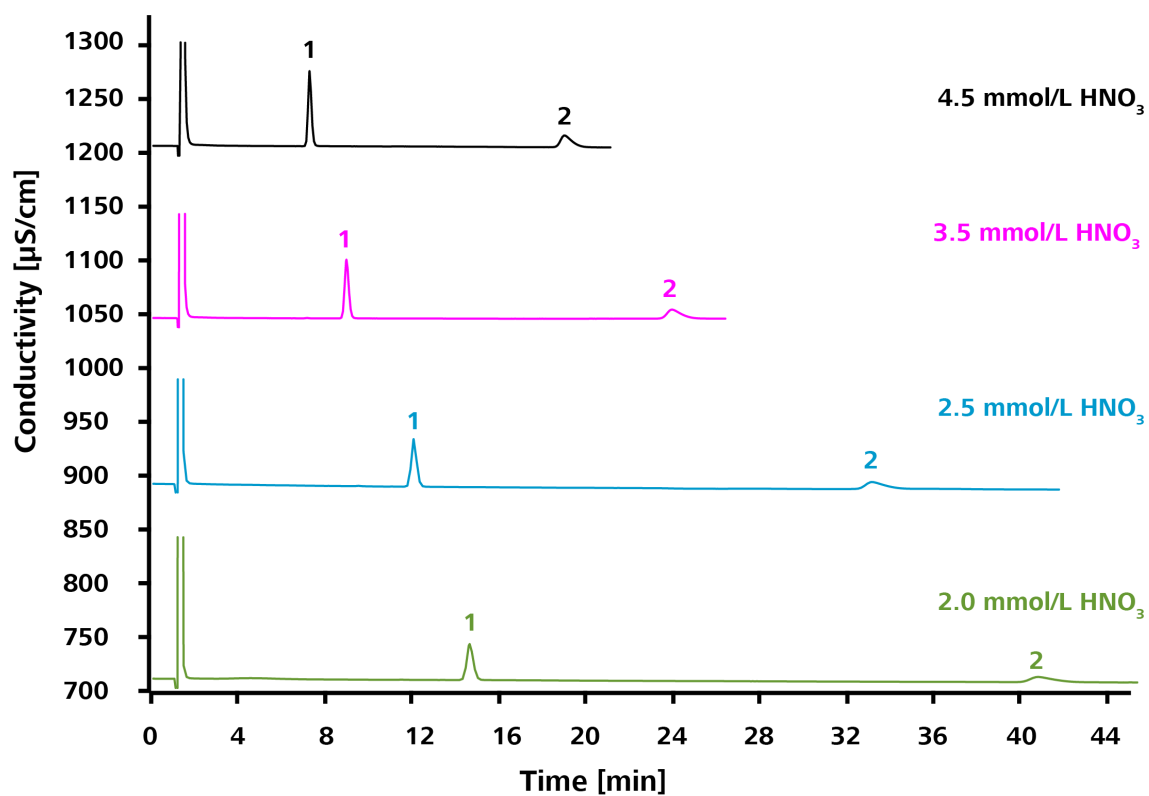
Suppression: —

Temperatur: 30 °C

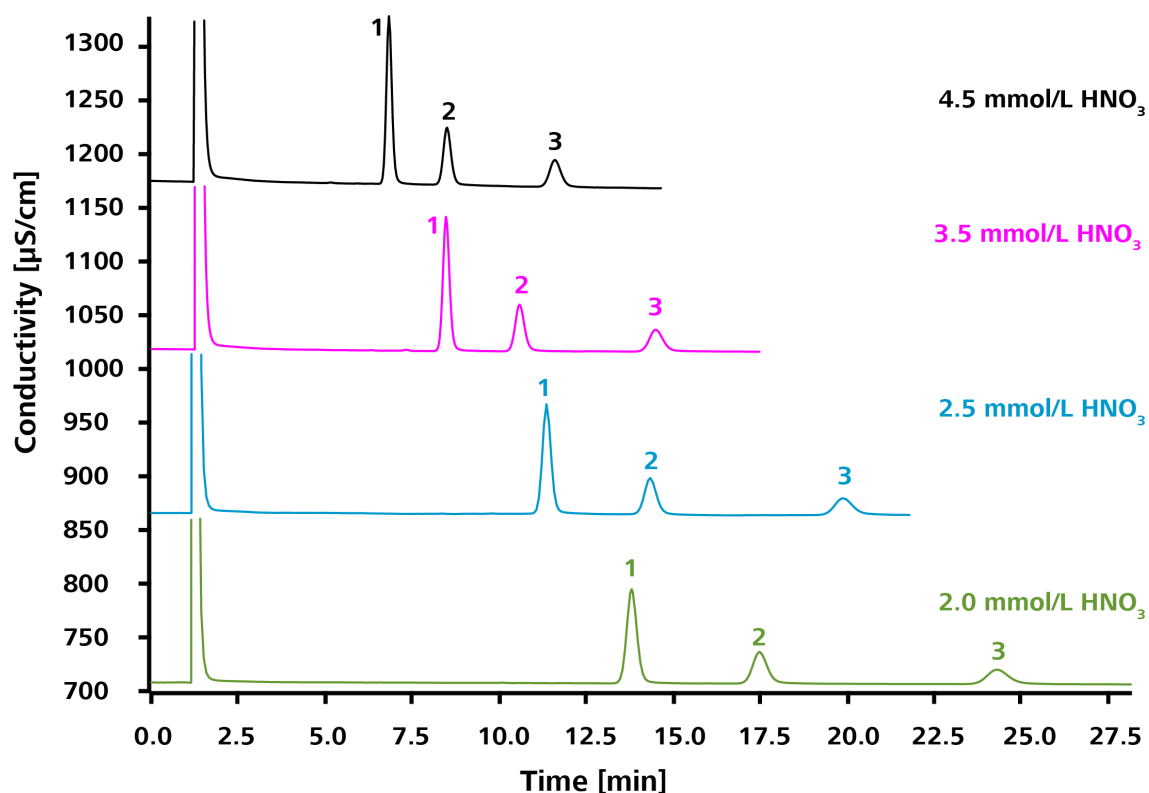
Loop: 20 µL

Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent:
 A) 2 mmol/L Salpetersäure
 B) 2.5 mmol/L Salpetersäure
 C) 3.5 mmol/L Salpetersäure
 D) 4.5 mmol/L Salpetersäure



| Metrosep C 6 - 150/4.0 | | mg/L |
|------------------------|---------------|------|
| 1 | Methylamin | 10 |
| 2 | Trimethylamin | 10 |



| | Metrosep C 6 - 150/4.0 | mg/L |
|---|-------------------------------|-------------|
| 1 | Monoethanolamin | 10 |
| 2 | Diethanolamin | 10 |
| 3 | Triethanolamin | 10 |

Die Erhöhung der Salpetersäurekonzentration verkürzt die Retentionszeiten der Amine.

5.4.2 Variation der Dipicolinsäure-Konzentration

Säule: Metrosep C 6 - 150/4.0

Probenvorbereitung: —

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: —

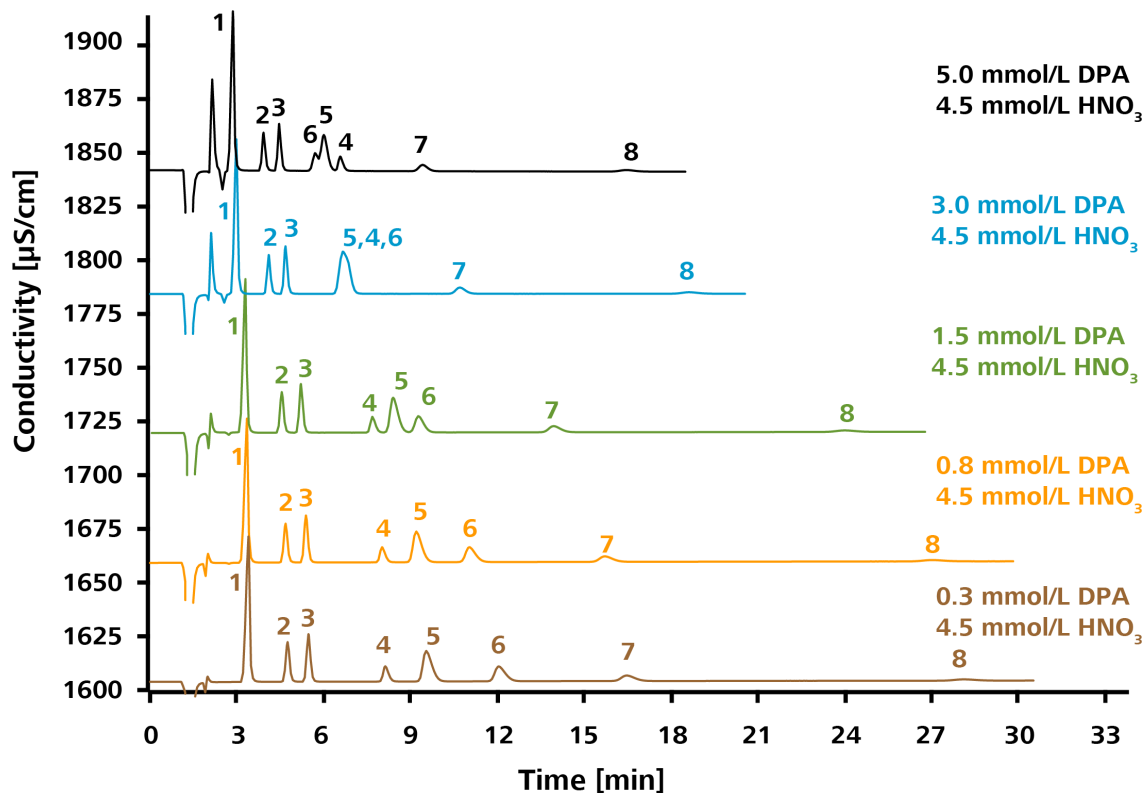
Temperatur: 30 °C

Loop: 20 μ L

Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent: A) 4.5 mmol/L Salpetersäure, 0.3 mmol/L Dipicolinsäure

- B) 4.5 mmol/L Salpetersäure, 0.8 mmol/L Dipicolinsäure
 C) 4.5 mmol/L Salpetersäure, 1.5 mmol/L Dipicolinsäure
 D) 4.5 mmol/L Salpetersäure, 3.0 mmol/L Dipicolinsäure
 E) 4.5 mmol/L Salpetersäure, 5.0 mmol/L Dipicolinsäure



| Metrosep C 6 - 150/4.0 | | mg/L |
|------------------------|-----------|------|
| 1 | Lithium | 10 |
| 2 | Natrium | 10 |
| 3 | Ammonium | 10 |
| 4 | Kalium | 10 |
| 5 | Magnesium | 10 |
| 6 | Calcium | 10 |
| 7 | Strontium | 10 |
| 8 | Barium | 10 |

Die Zugabe von Dipicolinsäure zur Salpetersäure beeinflusst die Retention von Calcium, Magnesium, Barium und Strontium durch Komplexbildung. Die Erhöhung der Dipicolinsäure-Konzentration beschleunigt diese Kationen. Die beste Trennung wird mit 1.5 mmol/L Dipicolinsäure erreicht. Ab 3.0 mmol/L Dipicolinsäure coeluiert Calcium, Magnesium und Kalium. Bei 5 mmol/L eluieren Calcium und Magnesium vor Kalium.

5.4.3 Variation der Oxalsäurekonzentration

Säule: Metrosep C 6 - 150/4.0

Probenvorbereitung: —

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: —

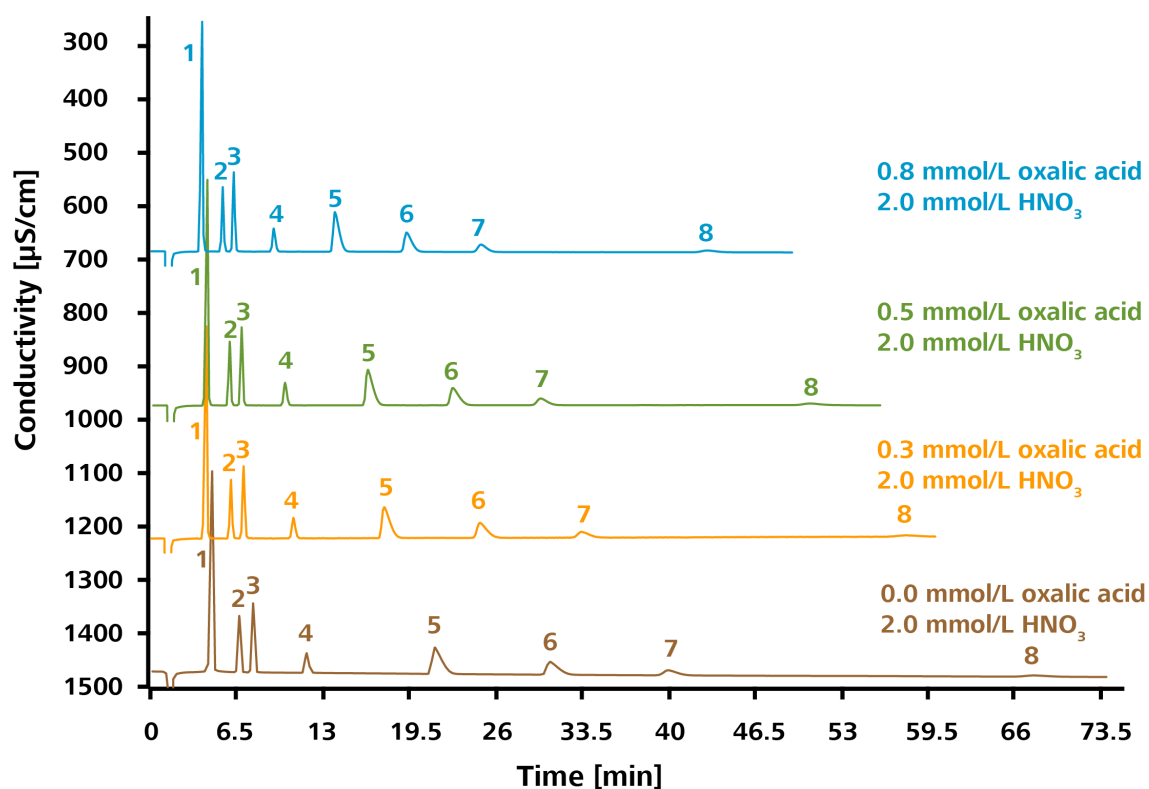
Temperatur: 30 °C

Loop: 20 μ L

Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent:

- A) 2 mmol/L Salpetersäure, 0 mmol/L Oxalsäure
- B) 2 mmol/L Salpetersäure, 0.3 mmol/L Oxalsäure
- C) 2 mmol/L Salpetersäure, 0.5 mmol/L Oxalsäure
- D) 2 mmol/L Salpetersäure, 0.8 mmol/L Oxalsäure

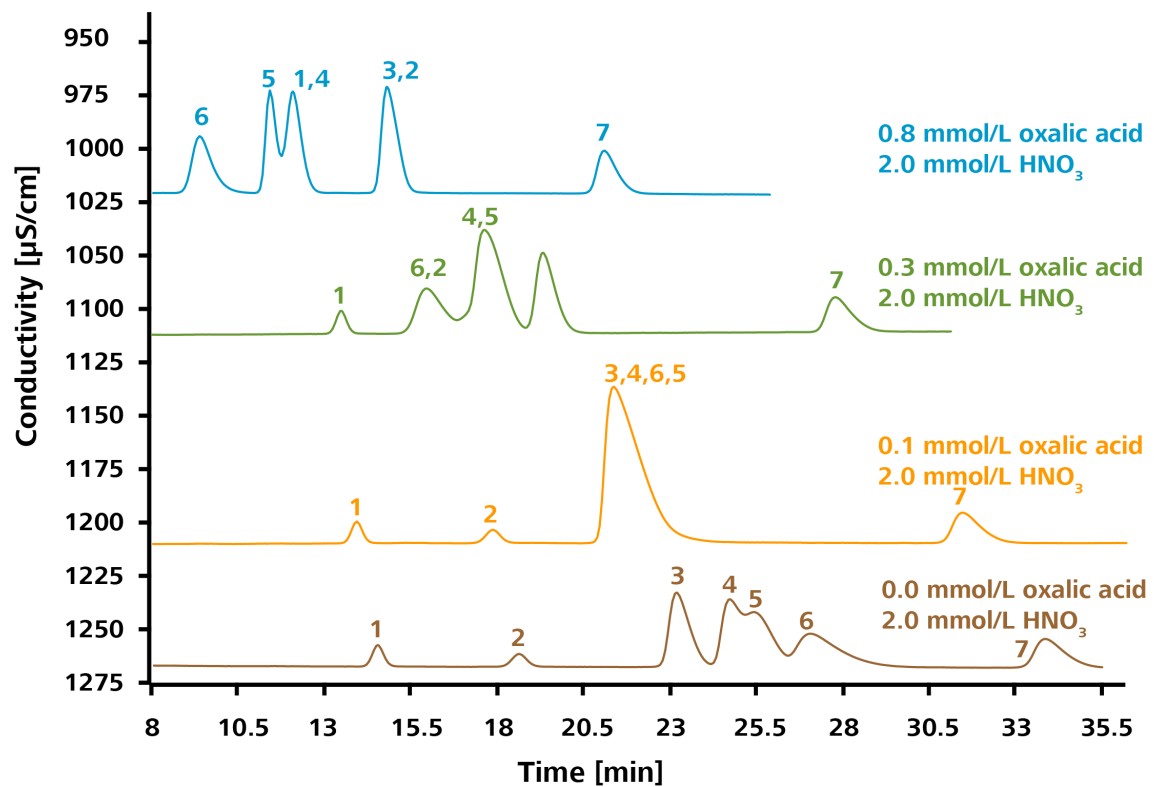


| Metrosep C 6 - 150/4.0 | | mg/L |
|------------------------|---------|------|
| 1 | Lithium | 10 |

| | Metrosep C 6 - 150/4.0 | mg/L |
|---|-------------------------------|-------------|
| 2 | Natrium | 10 |
| 3 | Ammonium | 10 |
| 4 | Kalium | 10 |
| 5 | Magnesium | 10 |
| 6 | Calcium | 10 |
| 7 | Strontium | 10 |
| 8 | Barium | 10 |

Bei Erhöhung der Oxalsäure eluieren die Kationen früher.

| | |
|----------------------------|--|
| <i>Säule:</i> | Metrosep C 6 - 150/4.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | — |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | — |
| <i>Temperatur:</i> | 30 °C |
| <i>Loop:</i> | 20 µL |
| <i>Flussrate:</i> | 0.9 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | A) 2 mmol/L Salpetersäure, 0 mmol/L Oxalsäure B) 2 mmol/L Salpetersäure, 0.1 mmol/L Oxalsäure C) 2 mmol/L Salpetersäure, 0.3 mmol/L Oxalsäure D) 2 mmol/L Salpetersäure, 0.8 mmol/L Oxalsäure |



| Metrosep C 6 - 150/4.0 | | mg/L |
|------------------------|----------|------|
| 1 | Rubidium | 10 |
| 2 | Cäsium | 10 |
| 3 | Mangan | 10 |
| 4 | Cobalt | 10 |
| 5 | Zink | 10 |
| 6 | Nickel | 10 |
| 7 | Cadmium | 10 |

Durch eine Erhöhung der Oxalsäure werden Rubidium und Cäsium nur leicht beeinflusst. Nickel und Zink hingegen werden durch Zugabe von Oxalsäure stark beschleunigt.

5.5 Variation organischer Modifizier

5.5.1 Variation der Acetonkonzentration

Säule: Metrosep C 6 - 150/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

Suppression: –

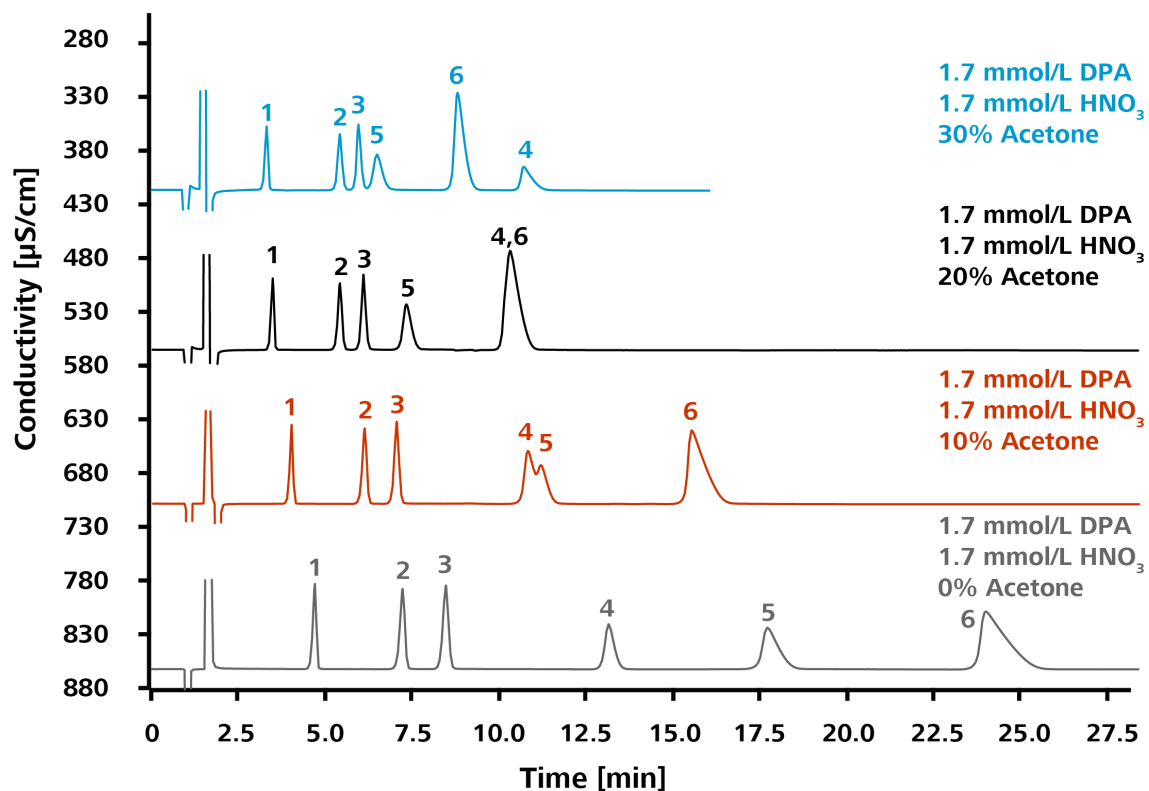
Temperatur: 30 °C

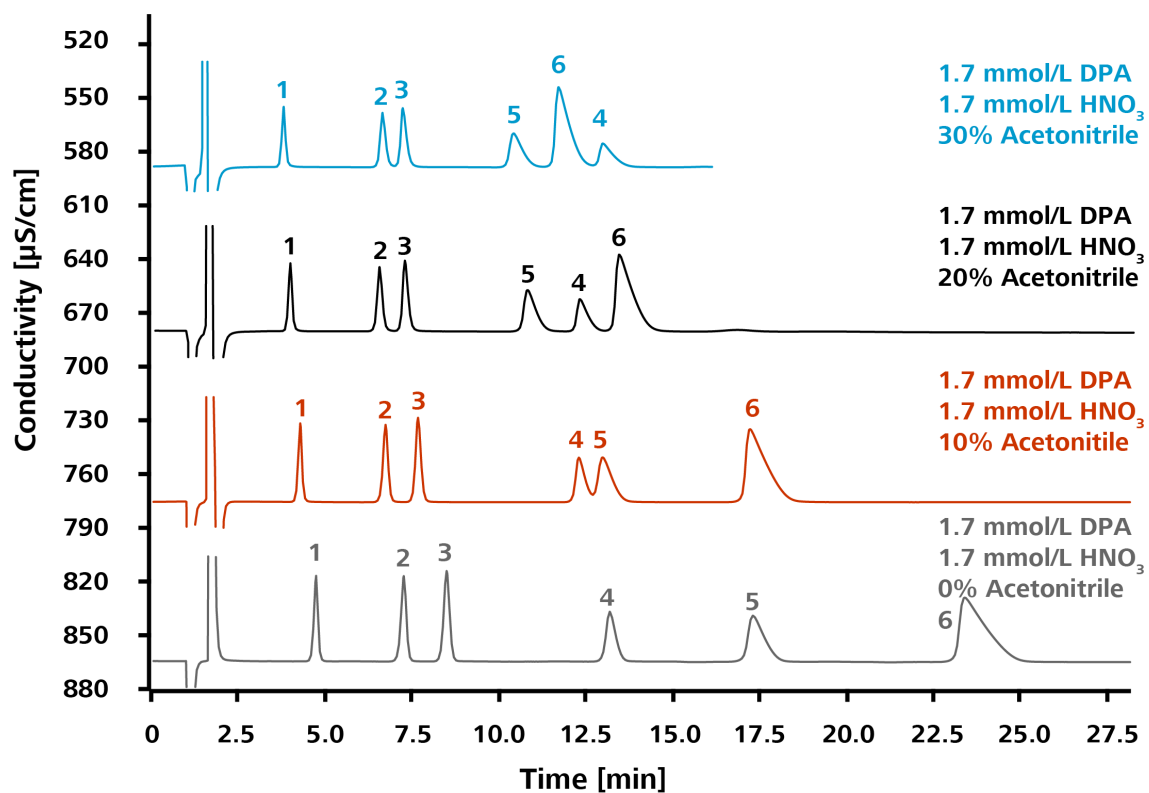
Loop: 10 µL

Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent:

- A) 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure, 0 % Aceton
- B) 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure, 10 % Aceton
- C) 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure, 20 % Aceton
- D) 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure, 30 % Aceton





| Metrosep C 6 - 150/4.0 | | mg/L |
|------------------------|-----------|------|
| 1 | Lithium | 1 |
| 2 | Natrium | 5 |
| 3 | Ammonium | 5 |
| 4 | Kalium | 10 |
| 5 | Calcium | 10 |
| 6 | Magnesium | 10 |

Durch die Zugabe von Acetonitril zum Eluenten verkürzen sich die Retentionszeiten aller Kationen, wobei der Effekt bei den zweiwertigen Kationen stärker sichtbar ist. Bei der Zugabe von 10 % Acetonitril coeluierten Kalium und Calcium. Bei der Zugabe von 20 % Acetonitril eluiert Calcium vor Kalium.

5.7 Bestimmung von Trimethylamin und Cholin in acetonefreiem Eluenten

Säule: Metrosep C 6 - 100/4.0

Probenvorbereitung: Verdünnung (1:1000) in 4 mmol/L Salpetersäure

Detektion: Leitfähigkeit

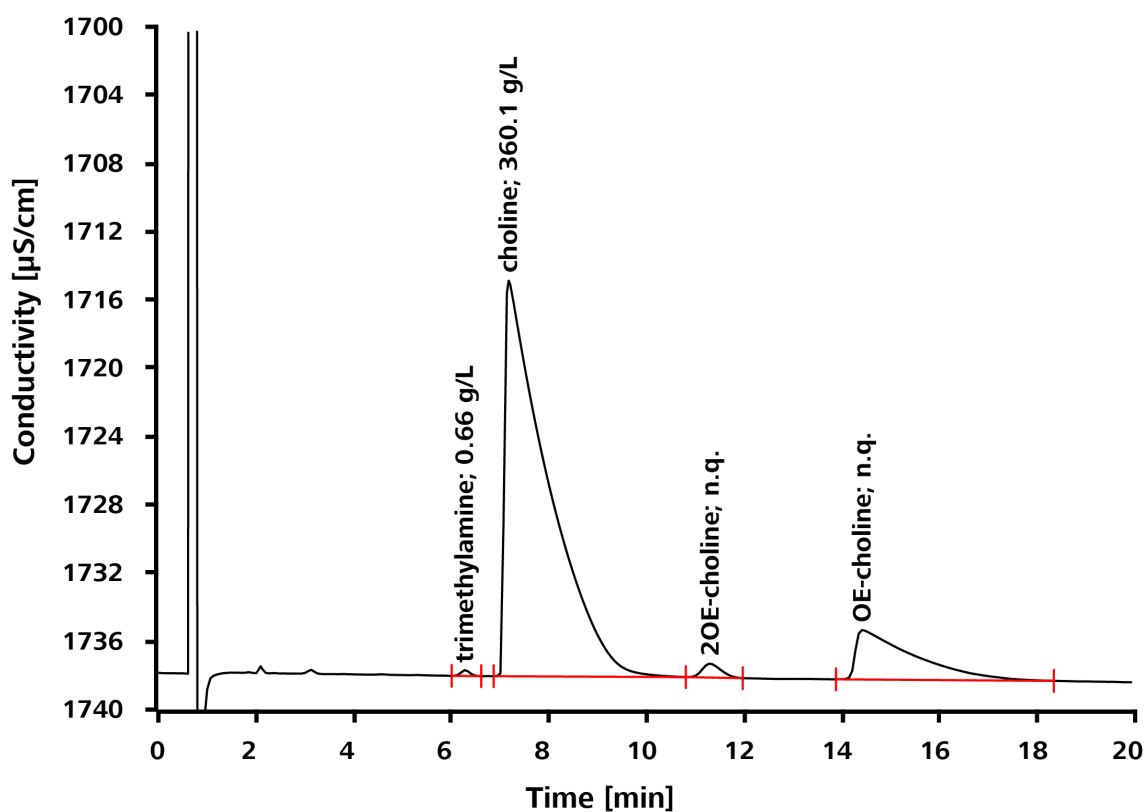
Suppression: –

Temperatur: 30 °C

Loop: 50 µL

Flussrate: 1.3 mL/min

Eluent: 6.4 mmol/L Salpetersäure



Bei 2OE-Cholin und OE-Cholin handelt es sich um Nebenprodukte des Analyten, welche nicht quantifiziert wurden.

5.8 Bestimmung verschiedener Amine aus Raffinerien

Säule: Metrosep C 6 - 250/4.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

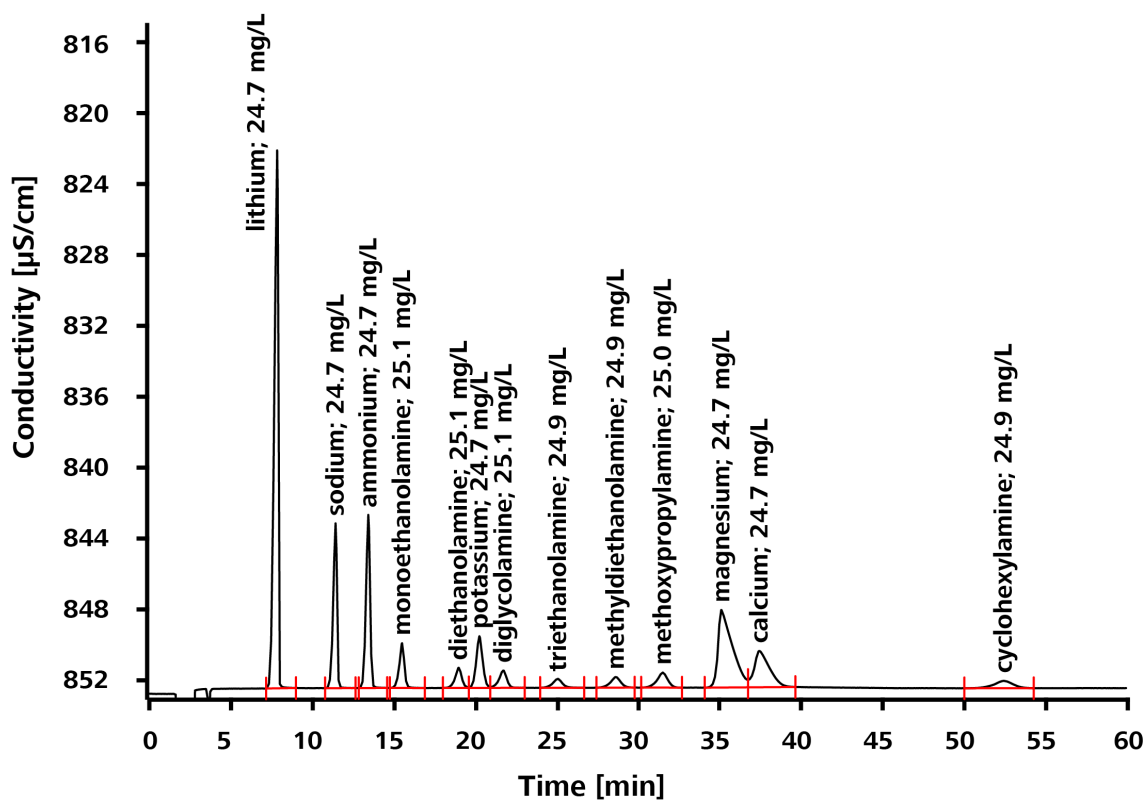
Suppression: —

Temperatur: 40 °C

Loop: 10 μ L

Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent: 1.0 mmol/L Salpetersäure, 1.5 mmol/L Oxalsäure, 0.75 mmol/L Dipicolinsäure, 1 % Aceton



5.9 Bestimmung von Kationen in Bier

Säule: Metrosep C 6 - 150/4.0

Probenvorbereitung: MiDT 1:10 (Metrohm-inline-Verdünnungstechnik), Inline-Ultrafiltration

Detektion: Leitfähigkeit

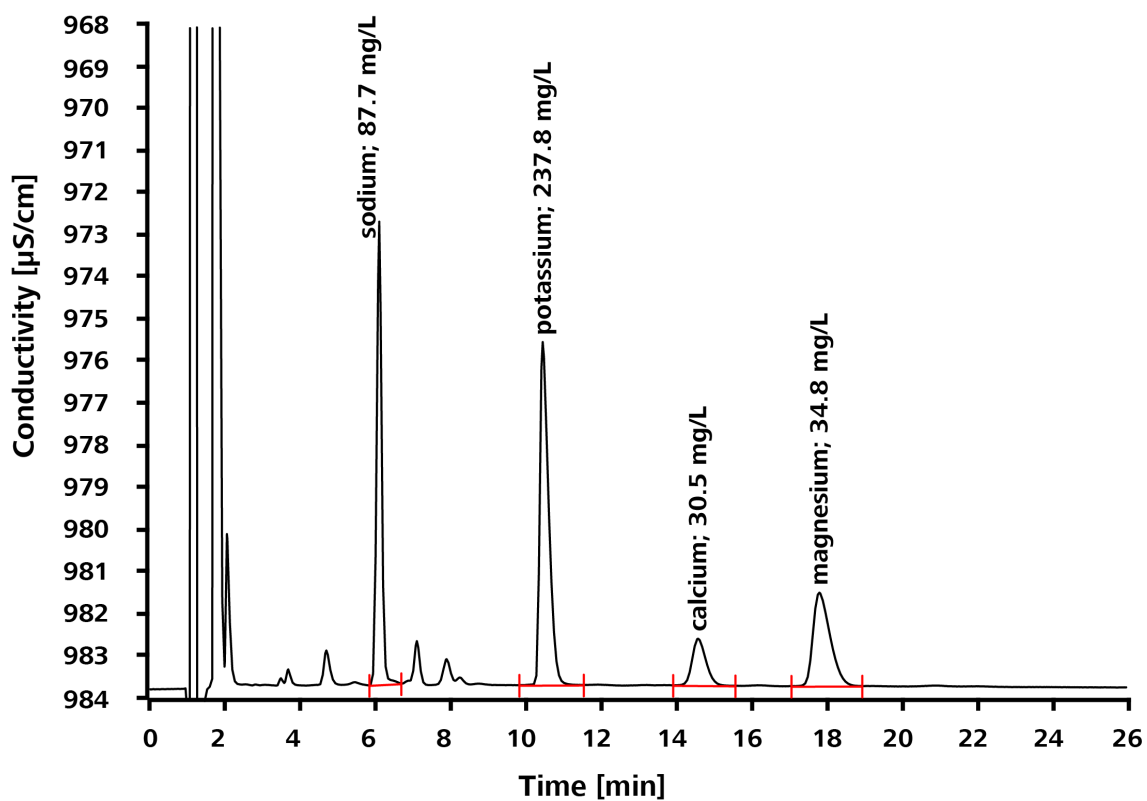
Suppression: –

Temperatur: 35 °C

Loop: 20 µL

Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent: 2.3 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure



5.10 Bestimmung von Kationen in Solarzellen-Elektrolyten

Säule: Metrosep C 6 - 150/4.0

Probenvorbereitung:

1. 0.5 g Probe in einen 10-mL-Messkolben geben.
2. Bis zur Marke mit Reinstwasser auffüllen.
3. 3 Minuten im Ultraschallbad beschallen.
4. Mit einen 0.2- μ m-Partikelfilter filtern.

Detektion: Leitfähigkeit

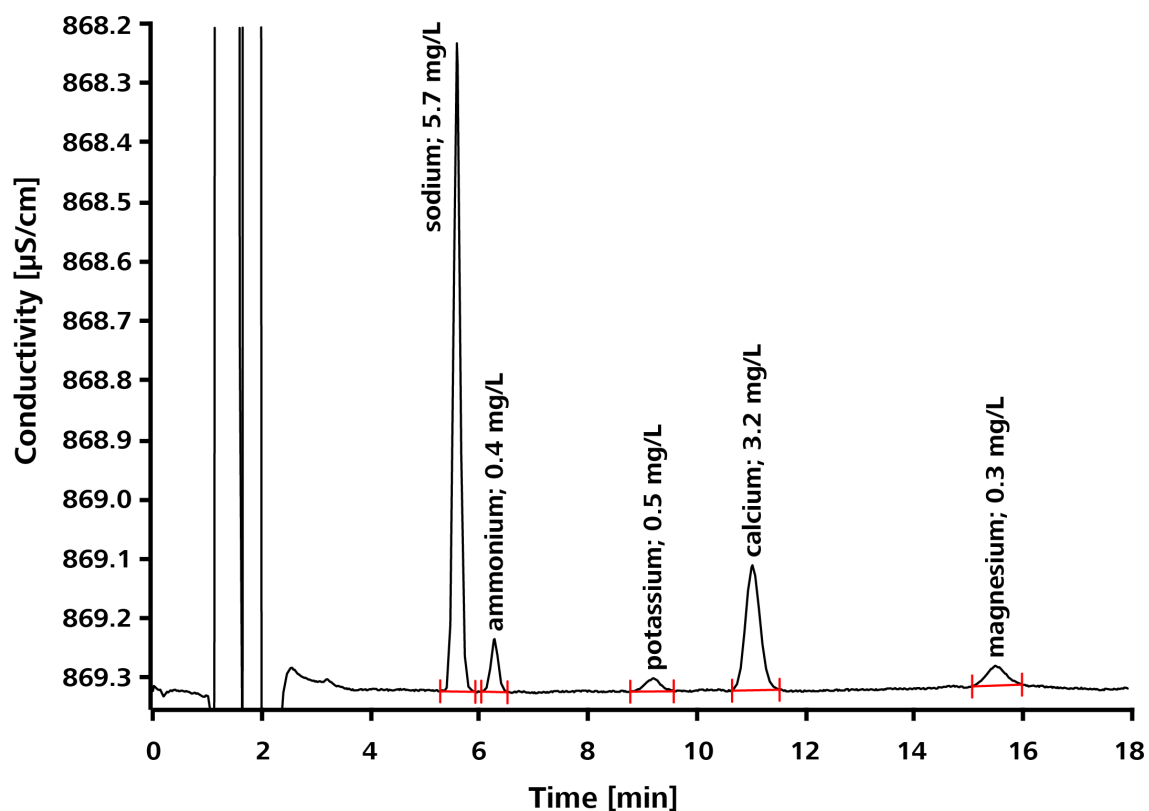
Suppression: —

Temperatur: 25 °C

Loop: 50 μ L

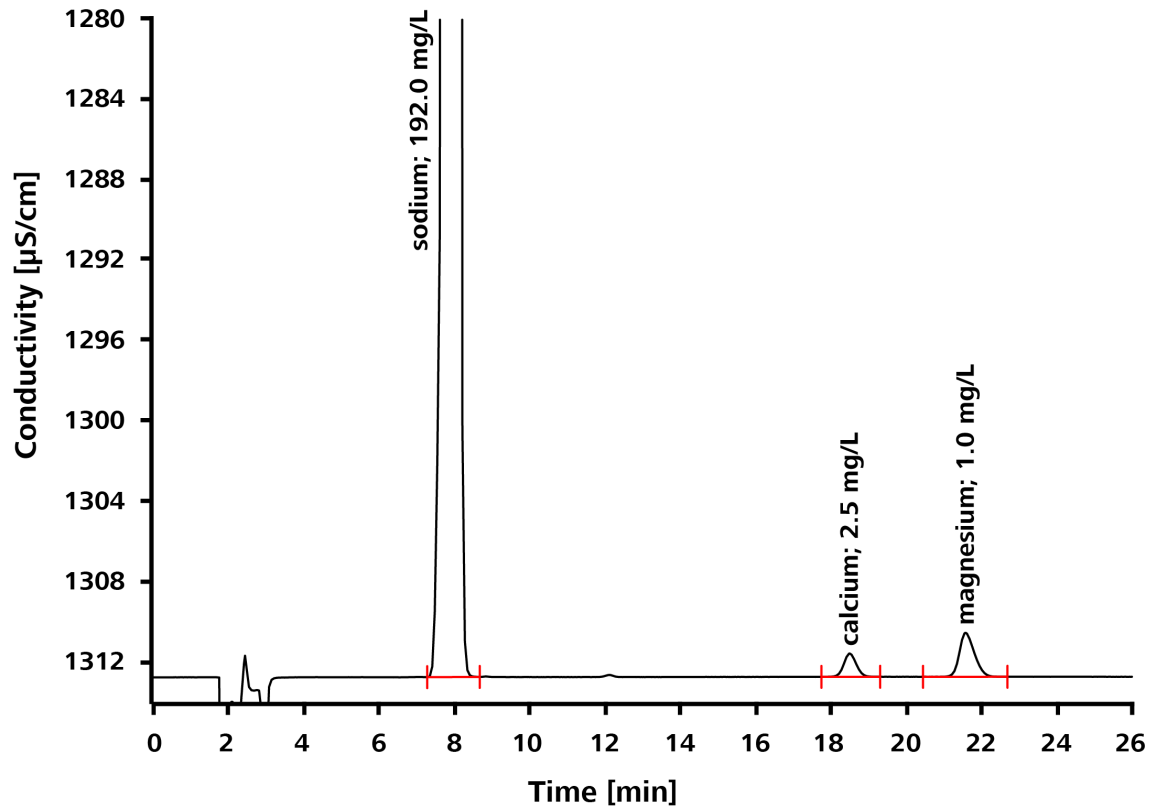
Flussrate: 0.9 mL/min

Eluent: 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure, 10 % Acetonitril



5.11 Bestimmung von Natrium, Calcium und Magnesium in einer Infusionslösung

| | |
|----------------------------|---|
| <i>Säule:</i> | Metrosep C 6 - 250/4.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | Verdünnung 1:10 |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | — |
| <i>Temperatur:</i> | 40 °C |
| <i>Loop:</i> | 10 µL |
| <i>Flussrate:</i> | 0.9 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | 4.0 mmol/L Salpetersäure, 0.5 mmol/L Dipicolinsäure |



5.12 Bestimmung der Standardkationen mit einem Zitronensäureeluenten

Säule: Metrosep C 6 - 150/2.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

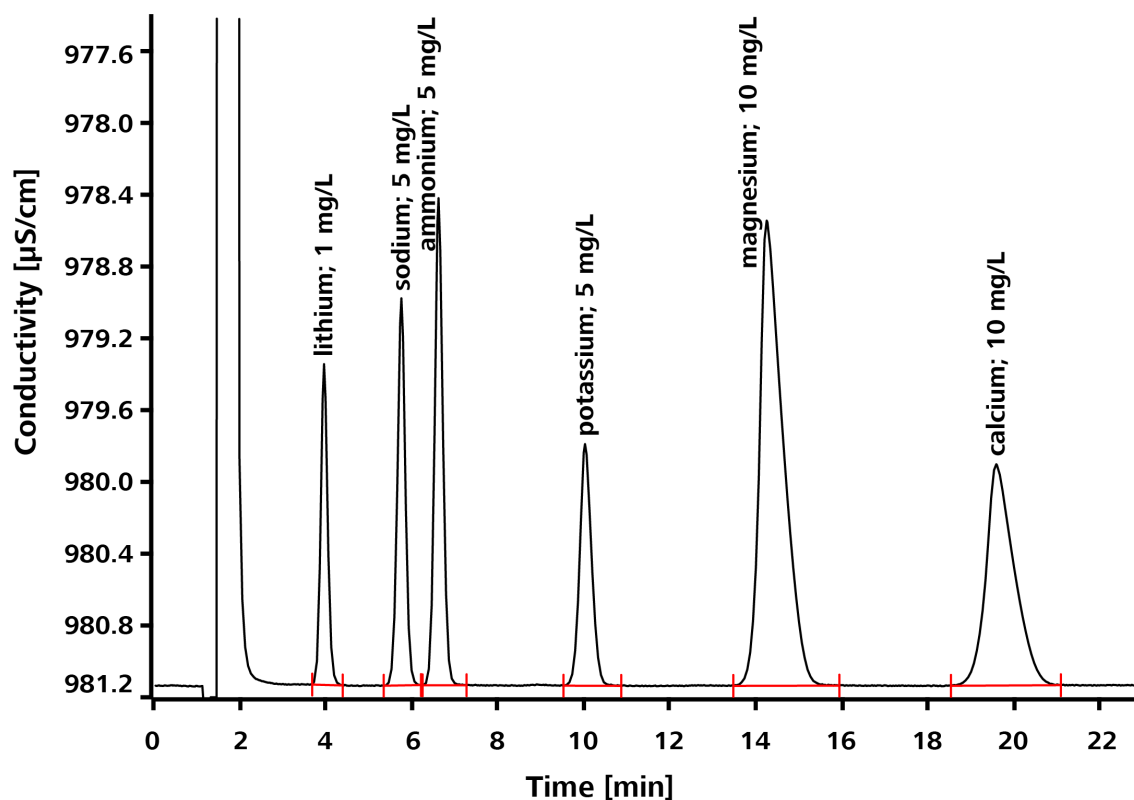
Suppression: —

Temperatur: 30 °C

Loop: 20 μ L

Flussrate: 0.25 mL/min

Eluent: 16 mmol/L Zitronensäure



5.13 Bestimmung der Standardkationen mit einem Oxal-säureeluenten

Säule: Metrosep C 6 - 150/2.0

Probenvorbereitung: –

Detektion: Leitfähigkeit

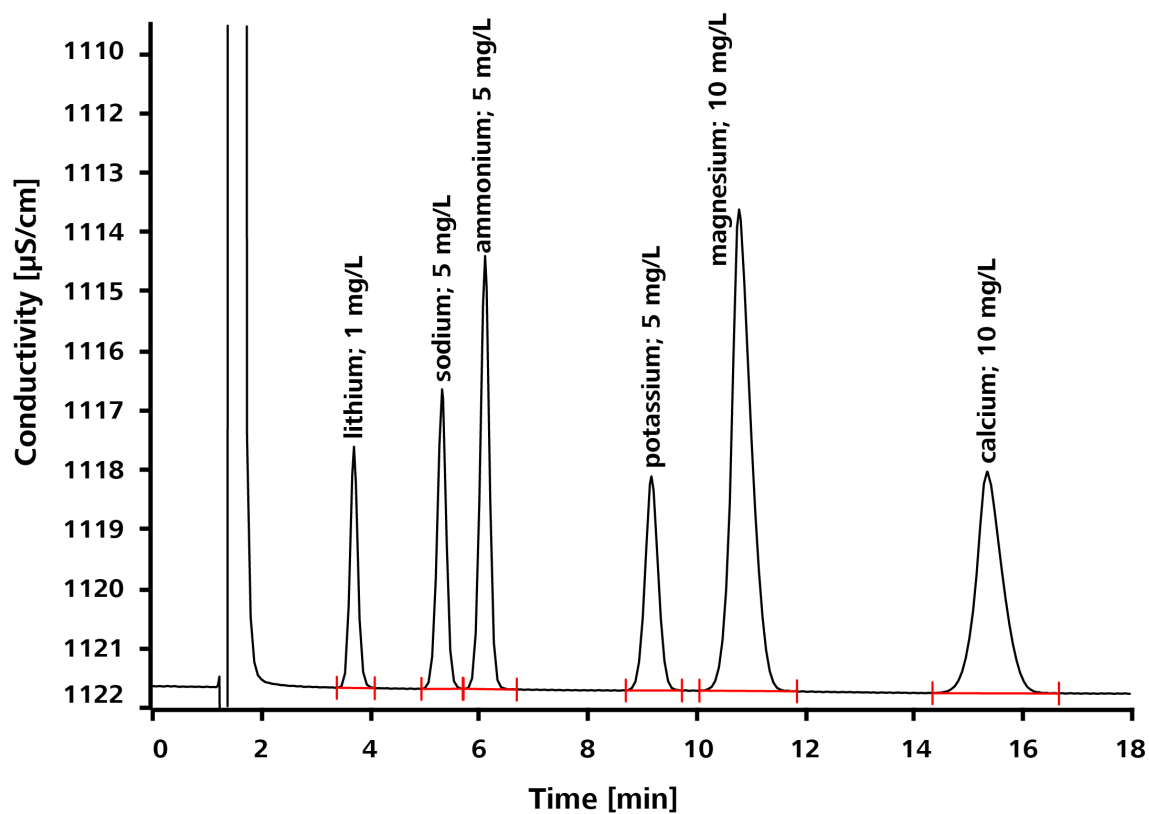
Suppression: –

Temperatur: 30 °C

Loop: 20 µL

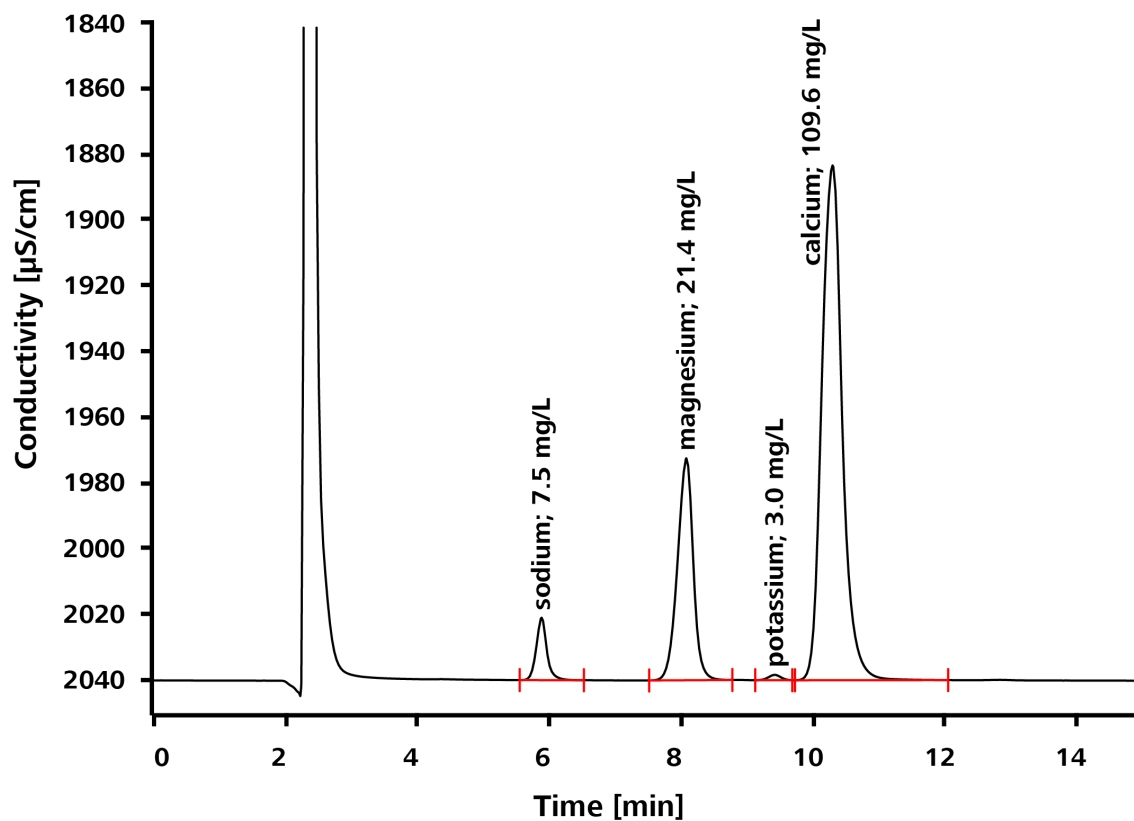
Flussrate: 0.25 mL/min

Eluent: 4 mmol/L Oxalsäure



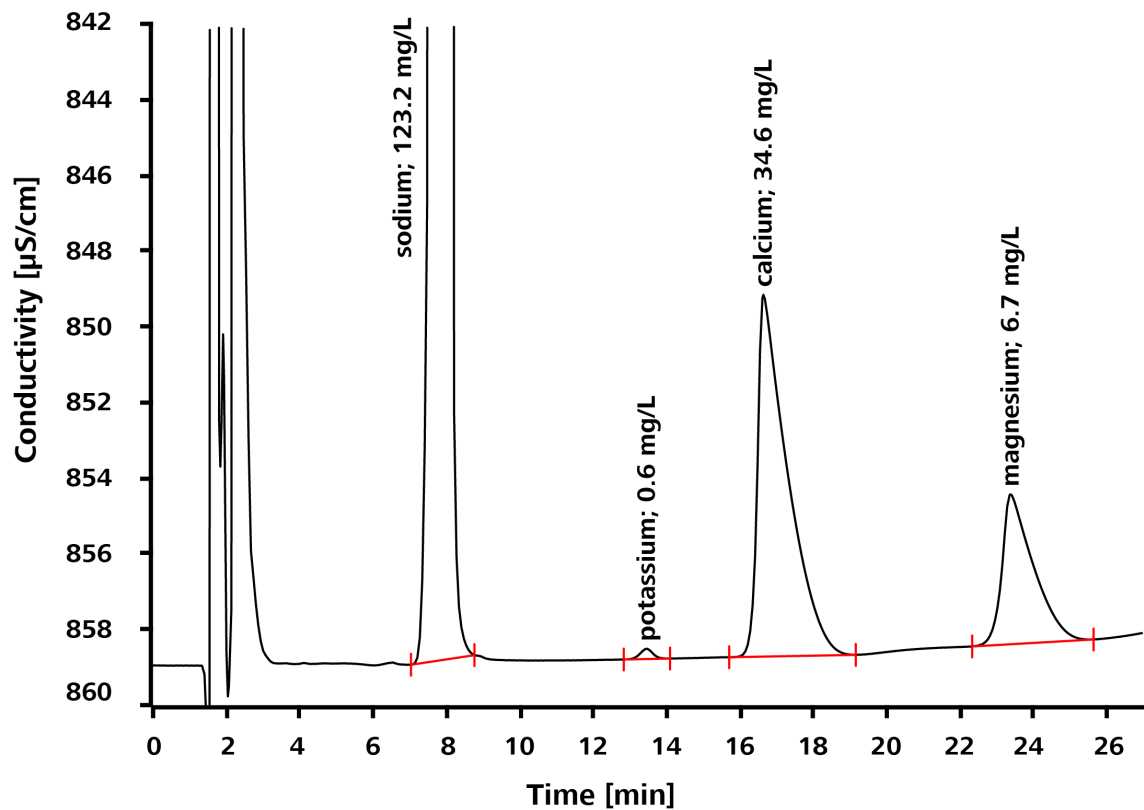
5.14 Schnelle Bestimmung der Standardkationen in Rohwasser

| | |
|----------------------------|---------------------------|
| <i>Säule:</i> | Metrosep C 6 - 250/2.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | – |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | – |
| <i>Temperatur:</i> | 30 °C |
| <i>Loop:</i> | 10 µL |
| <i>Flussrate:</i> | 0.25 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | 6.75 mmol/L Salpetersäure |



5.15 Bestimmung der Standardkationen in Trinkwasser

| | |
|----------------------------|---|
| <i>Säule:</i> | Metrosep C 6 - 150/2.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | – |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | – |
| <i>Temperatur:</i> | 30 °C |
| <i>Loop:</i> | 5 μL |
| <i>Flussrate:</i> | 0.25 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure |



Die Natriumkonzentration ist erhöht, da dieses Trinkwasser in einem Ionentauscher aufbereitet wurde.

5.16 Bestimmung der Standardkationen in Schnee

Säule: Metrosep C 6 - 100/2.0

Probenvorbereitung: 0.20 µm Partikelfilter

Detektion: Leitfähigkeit

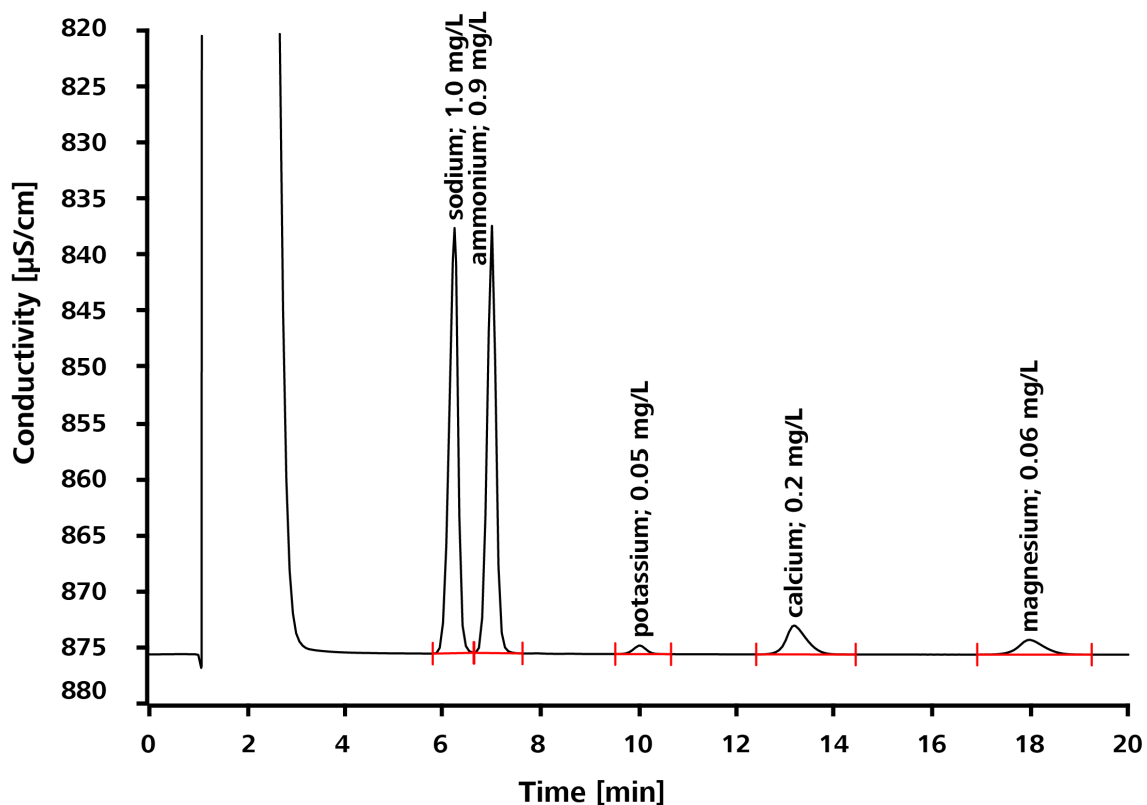
Suppression: —

Temperatur: 30 °C

Loop: 250 μ L

Flussrate: 0.25 mL/min

Eluent: 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure



5.17 Bestimmung der Standardkationen in Strassen-schnee

| | |
|----------------------------|---|
| <i>Säule:</i> | Metrosep C 6 - 250/2.0 |
| <i>Probenvorbereitung:</i> | 0.20 µm Partikelfilter, Verdünnung 1:25 |
| <i>Detektion:</i> | Leitfähigkeit |
| <i>Suppression:</i> | — |
| <i>Temperatur:</i> | 30 °C |
| <i>Loop:</i> | 5 µL |
| <i>Flussrate:</i> | 0.25 mL/min |
| <i>Eluent:</i> | 1.7 mmol/L Salpetersäure, 1.7 mmol/L Dipicolinsäure |

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 6.*

Problem

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

Behebung

Trennsäule regenerieren

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

1 Trennsäule vom IC-System trennen

Den Ausgang der Trennsäule vom Eingang des Detektors trennen.

2 Trennsäule regenerieren

Je nach Art der Verunreinigung die Trennsäule wie folgt regenerieren:

- Verunreinigung mit organischen Komponenten (*siehe Tabelle 4, Seite 48*).
- Verunreinigung mit anorganischen Komponenten (*siehe Tabelle 5, Seite 48*)

Tabelle 4 Verunreinigung mit organischen Komponenten

| | Spülen mit | Dauer [min] | Flussrate [mL/min] | |
|---|---|-------------|--------------------|-------------|
| | | | 2-mm-Säulen | 4-mm-Säulen |
| 1 | Reinstwasser, gegen die Flussrichtung | 60 | 0.25 | 0.9 |
| 2 | Acetonitril/Wasser (40/60), gegen Flussrichtung | 60 | 0.25 | 0.9 |
| 3 | Reinstwasser | 60 | 0.25 | 0.9 |

Tabelle 5 Verunreinigung mit anorganischen Komponenten

| | Spülen mit | Dauer [min] | Flussrate [mL/min] | |
|---|--|-------------|--------------------|-------------|
| | | | 2-mm-Säulen | 4-mm-Säulen |
| 1 | 10 mmol/L Salpetersäure und 4 mmol/L Dipicolinsäure, gegen Flussrichtung | 60 | 0.25 | 0.9 |

6.2 Abnehmende Auflösung / Peakformen

Problem

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

Ursachen und Vermeidung

| Ursachen | Vermeidung / Behebung |
|----------------------------------|---|
| Die Trennsäule wurde überladen. | Die Trennsäule kann z. B. durch hohe Salzgehalte in der Probenmatrix überladen werden. <ul style="list-style-type: none"> ▪ Probe verdünnen. ▪ Weniger Probe injizieren. |
| Im IC-System besteht Totvolumen. | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Überprüfen, ob alle Kapillaren einen Durchmesser von ≤ 0.25 mm (6.1831.010) besitzen. Falls nicht, grössere Kapillaren ersetzen. ▪ Überprüfen, ob alle Kapillaren korrekt installiert wurden. Im Multi Media Guide IC Maintenance wird die Installation Schritt für Schritt gezeigt. |

6.3 Instabile Retentionszeiten

Problem

Die Retentionszeiten sind instabil.

Ursachen und Vermeidung

| Ursachen | Vermeidung / Behebung |
|------------------------|---|
| Luftblasen im Eluenten | <p>Die Flussrate des Eluenten wird durch Luftblasen instabil. Eine instabile Flussrate zeigt sich u. a. am Rückdruck. Der Rückdruck sollte 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 in diesen Fällen 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. |

7 Literatur

Wir empfehlen folgende Literatur zur Vertiefung:

- Application Note C-119 Bethanechol chloride and calcium in tablets
- Application Note C-142 Separation of the standard cations on the high-capacity Metrosep C 6 separation columns
- Application Note C-143 Ammonia in addition to standard cations in maritime pore water
- Application Note M-007 Determination of urea in ultrapure water using IC-MS
- Application Note C-146 Bethanechol and HPTA (2-hydroxy-propyl-trimethyl ammonium) besides sodium and calcium (Metrosep C 6 - 250/4.0)
- Application Note C-144 Variable Inline Preconcentration including matrix elimination for trace cation determination (MiPCT-ME)
- Application Note C-154 Fast IC: cations in drinking water on a high capacity column in eleven minutes
- Application Note C-156 Temperature dependency of the cation separation on the Metrosep C 6 - 150/4.0 column
- Application Note C-158 Column stability of the Metrosep C 6 - 250/4.0 with Inline Ultrafiltration and Inline Eluent Preparation
- Application Note C-161 Trimethylamine N-oxide and biogenic amines in addition to standard cations in white wine
- Application Note C-164 Amine analysis in gas scrubber solutions from refineries with direct conductivity detection
- Application Note C-163 Cations in brine with minimal dilution and sub- μ L injection
- Application Note C-155 Selectivity of the high-capacity Metrosep C 6 - 150/4.0 cation column
- Application Note C-172 Cations in snow collected on an open field
- Application Note C-173 Cations in snow collected at a roadside
- Application Note C-174 Rapid determination of cations in drinking water on a microbore column
- Ismail, L.; Rifai, A.; Ferronato, C.; Fine, L.; Jaber, F.; Chovelon, J.M., Towards a better understanding of the reactive species involved in the photocatalytic degradation of sulfaclozine, *Applied Catalysis B: Environmental*, 2016, Issue 185, p.88-99
- Lopes Pereira, E.; Brazil de Paiva, T.C.; Teixeira da Silva, F., Physico-chemical and Eco-toxicological Characterization of Slaughterhouse Wastewater Resulting from Green Line Slaughter, *Water, Air, & Soil Pollution*, 2016, Issue 227, Volume 199, Influences of Asian Dust, Haze, and Mist Events on Chemical Compositions of Fine Particulate Matters at Go-san Site, Jeju Island in 2014

Index

A

Aufbewahrung 3

B

Basislinie

Konditionieren 17

Bestellnummer 1

E

Eluent 8

Equilibrierung 16

F

Flussrate 2

I

IC-Säule

siehe "Trennsäule" 12

Installation

Trennsäule 12

Vorsäule 10

K

Konditionieren 17

S

Säule

siehe "Trennsäule" 12

Spezifikation 2

Spülen

Trennsäule 15

Vorsäule 12

T

Trennsäule

Installation 12

Spülen 15

V

Vorsäule

Installation 10

Spülen 12