



Application Note AN-D-001

Metrohm IC Driver per OpenLab CDS

Analisi di cationi e anioni a doppio canale, controllata con OpenLab con preparazione dell'eluente in linea automatica

OpenLab CDS è l'ultimissimo sistema dati per cromatografia di Agilent, che combina cromatografia e spettrometria di massa in una sola piattaforma software.

Il rilascio di Metrohm IC Driver 1.0 per OpenLab consente la piena integrazione degli strumenti Metrohm IC in OpenLab CDS. L'integrazione fornisce un'unica soluzione software per la sillabazione IC-MS. I laboratori che usano OpenLab risparmiano sui tempi e i costi per la formazione degli utenti, la convalida e il software, senza rinunciare alla robustezza e alla flessibilità, caratteristiche note di Metrohm.

Questa Application Note si concentra sull'analisi

simultanea di cationi e anioni soppressi con uno strumento Metrohm IC a doppio canale azionato da OpenLab CDS. L'implementazione della preparazione automatica dell'eluente in linea consente il funzionamento ininterrotto senza intervento manuale, migliorando la stabilità del tempo di ritenzione. Come matrice di esempio è stata scelta una bibita analcolica in cui misurare cationi e anioni, poiché questi sono parametri importanti per la sicurezza alimentare e l'analisi della qualità. Un test di stabilità a lungo termine conferma le aspettative su ripetibilità, robustezza e qualità per i dispositivi Metrohm.

ANALISI

Per garantire la sicurezza e la qualità degli alimenti, la determinazione dei principali cationi e anioni è di particolare interesse per l'industria delle bevande. Il compito del presente studio era l'analisi dei principali cationi e anioni in una bevanda analcolica all'interno di una determinazione mediante un sistema di cromatografia ionica, operato con Agilent OpenLab CDS.

I principali cationi e anioni vengono analizzati con una configurazione IC a doppio canale (**Figura 1**) sulla base di una calibrazione a 4 punti nell'intervallo mg/L. Per assicurare analisi appropriate, il campione viene diluito in acqua ultrapura e miscelato con etanolo per garantire la stabilità del campione.

La configurazione completa del circuito integrato Metrohm è controllata da OpenLab CDS (**Figura 1**). Il metodo di acquisizione contiene parametri di controllo specifici del componente e impostazioni temporali per la configurazione dello strumento configurata:

- Parametri di avvio IC: ad es. tempo di registrazione, portata, temperatura della colonna, ecc.

- Programma orario IC: es., iniezione e analisi dei dati
- Parametri di avvio del processore campione: ad es. velocità della pompa peristaltica
- Programma del tempo del processore del campione: ad es. preparazione o trasferimento del campione

Speciali comandi «Event wait» consentono la sincronizzazione e la temporizzazione. Oltre ai comuni parametri di controllo cromatografico, nel metodo è inclusa la produzione automatica dell'eluente. Con un modulo di produzione eluente 941, gli eluenti vengono preparati automaticamente da un concentrato di eluente, disponibile in commercio (ad es. Merck) o auto-preparato, consentendo la massima flessibilità di analisi. La produzione dell'eluente è attivata da sensori. In OpenLab CDS, è possibile controllare fino a quattro sensori in parallelo con questo modulo, con monitoraggio in modalità vuota o completa, a seconda dello scopo. Pertanto, il modulo può essere utilizzato non solo per la produzione di eluente, ma anche per il monitoraggio dell'approvvigionamento idrico, del concentrato o dei livelli di scarico.

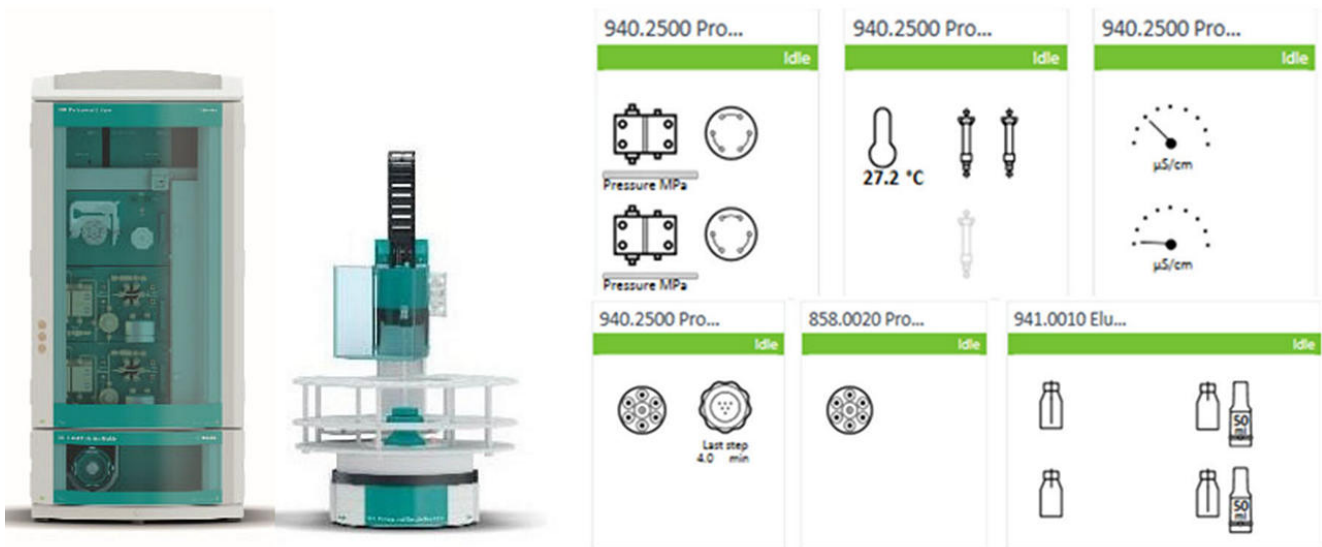


Figure 1. (L) Configurazione per l'analisi di cationi e anioni soppressi con un circuito integrato a doppio canale Metrohm 940 (IC 940 Professional Vario TWO) e produzione di eluenti in linea con un modulo di produzione di eluenti 941 e configurazione (R) in OpenLab.

RISULTATI

Iniezioni multiple degli standard (standard cationici mostrati in **figura 2**) e campioni (**Tabella 1**) hanno mostrato solo piccole variazioni nelle aree di picco. Gli

RSD compresi tra 0,1 e 1,1% dimostrano che la ripetibilità e la robustezza adeguate sono ottenute dal sistema a doppio canale.

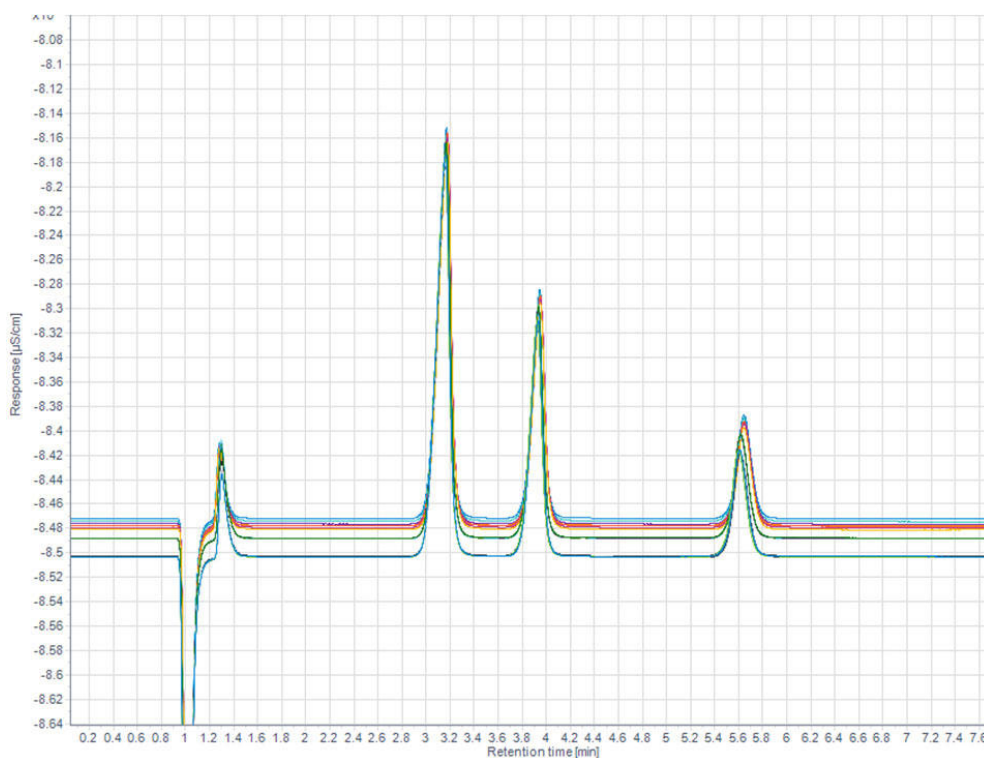


Figure 2. Ripetere le analisi (n = 100) di uno standard cationico misto (litio 10 mg/L, sodio e potassio 20 mg/L).

La quantificazione dei dati si basa sulla regressione lineare delle aree di picco (**Figura 3**). Come componenti principali della bevanda analcolica, K^+ , Ca^{2+} , PO_4^{3-} , Cl^- , Mg^{2+} , e NO_3^- si trovano seguendo un ordine di concentrazione decrescente (**Tabella 1**). Queste concentrazioni soddisfano le raccomandazioni

della FDA per le bevande analcoliche in bottiglia (21CFR165.110). Come previsto, le concentrazioni per altri anioni scendono ben al di sotto dei livelli critici citati dalla FDA di 1,4–2,4 mg/LF⁻ (a seconda della temperatura dell'aria), 10 mg/L NO_3^- (come N) e 250 mg/L SO_4^{2-} .

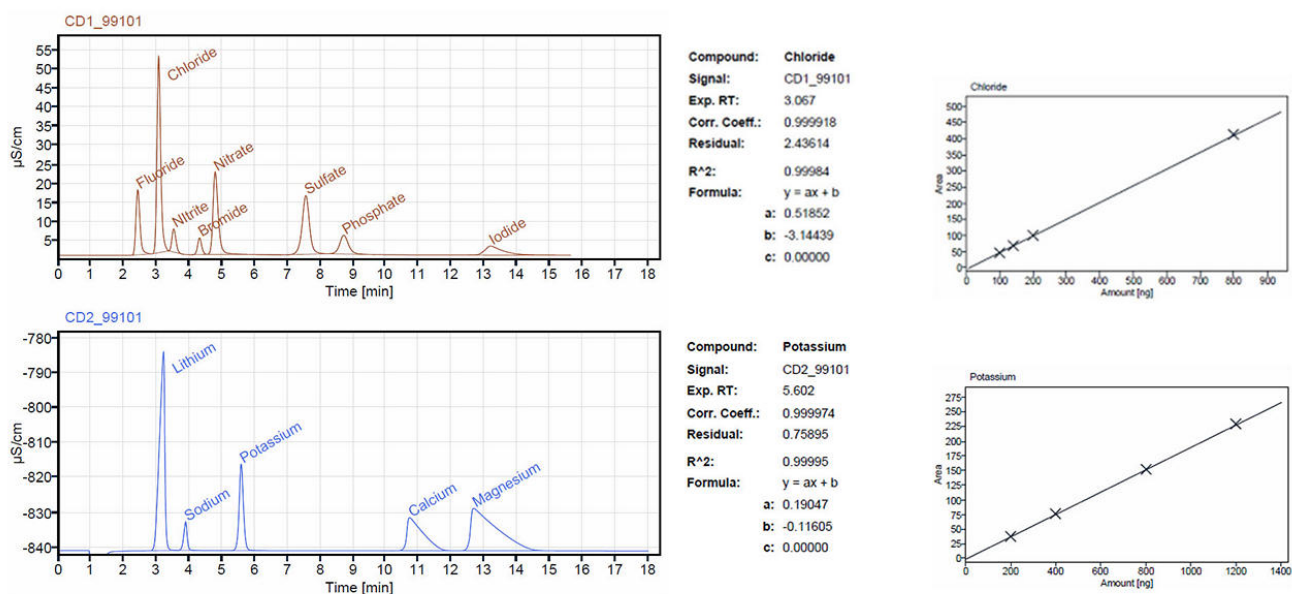


Figure 3. (L) Cromatogrammi per standard misti per anioni (rosso) e cationi (blu) analizzati con un IC a doppio canale (940 Professional IC Vario TWO) operato da OpenLab CDS e (R) curve di calibrazione di esempio per cloruro e potassio basate sulla valutazione di le zone di punta. I cromatogrammi mostrano tracce di conducibilità anionica e cationica determinate rispettivamente con una colonna Metrosep A Supp 17-150/4.0 e una colonna Metrosep C4-150/4.0. Le curve di calibrazione mostrano i dati di risposta per le aree di picco rispetto alle quantità di concentrazione in ng. Considerando il volume di iniezione (qui, 20 µL), le concentrazioni possono essere convertite in unità mg/L.

Tabella 1. Ripetibilità di doppie iniezioni per cationi e anioni selezionati nel campione di bibite. Le concentrazioni sono determinate come quantità in ng e vengono convertite in unità mg/L dividendo per il volume di iniezione (20 µL) e moltiplicando per il fattore di diluizione (3).

Analita	conc. Quantità (ng)	conc. (mg/l)	RSD (%)
K ⁺	905	135,8	0,1
Circa 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

CONCLUSIONE

Il Metrohm Driver 1.0 per OpenLab CDS apre la strada alle analisi IC eseguite per una varietà di applicazioni in diversi settori (ad es. industria alimentare, monitoraggio idrico e ambientale).

L'implementazione di funzionalità oltre le solite funzionalità IC come l'automazione, la preparazione del campione e la soppressione migliorano enormemente l'analisi ionica in OpenLab.

Internal reference: AW IC CH6-1397-082019

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE

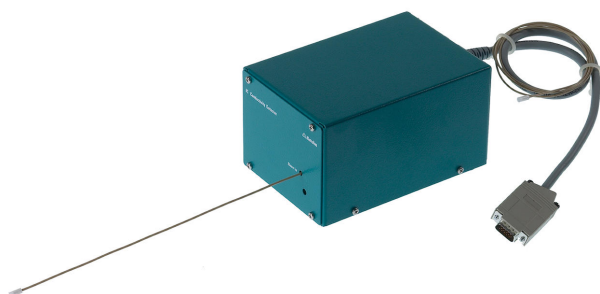


940 Professional IC Vario TWO/SeS/PP

Il 940 Professional IC Vario ONE/SeS/PP è l'intelligente strumento IC a **due canali** con **soppressione sequenziale** (un canale) e una **pompa peristaltica** per la rigenerazione del soppressore. Lo strumento può essere impiegato con qualsiasi metodo di separazione e di rilevamento.

Campi d'impiego tipici:

- Strumento standard per determinazioni parallele di anioni e cationi
- Analisi delle tracce per anioni e cationi
- Monitoraggio in linea per anioni e cationi



IC Conductivity Detector

Rilevatore della conducibilità ad alte prestazioni compatto e intelligente per gli strumenti IC intelligenti. Eccellente stabilità di temperatura, la completa elaborazione del segnale all'interno del blocco del rivelatore protetto e DSP – Digital Signal Processing – di ultima generazione garantiscono la massima precisione della misura. Grazie al range dinamico di lavoro non sono necessari cambiamenti (anche non automatici) del range di misura.



Metrosep A Supp 17 - 150/4,0

La colonna di separazione Metrosep A Supp 17 - 150/4,0 è la colonna d'elezione per la determinazione degli anioni che richiedono una buona prestazione di separazione e tempi brevi di separazione a temperatura ambiente. La portata massima di 1,4 mL/min fornisce proprio la possibilità di ottimizzare la determinazione. Le colonne Metrosep A Supp 17 convincono con un buon rapporto prezzo / prestazioni.



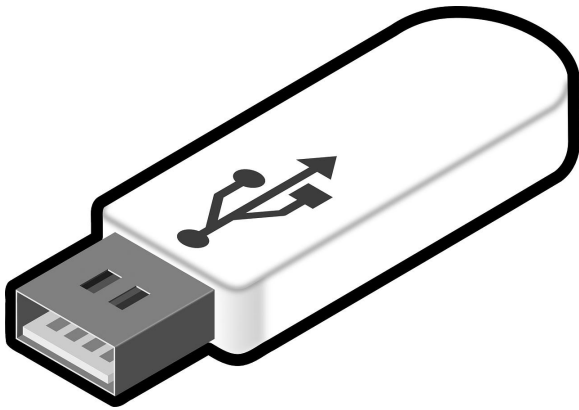
Metrosep C 4 - 250/4,0

La Metrosep C 4 - 250/4,0 è la colonna cationica con la massima capacità della serie C 4. È concepita per applicazioni che richiedono la massima capacità di separazione. Con questa colonna è possibile analizzare in modo affidabile campioni con differenze di concentrazione estreme. Le prestazioni della colonna si dimostrano ad esempio nell'analisi dell'acqua delle caldaie, si tratta di quantificare perfettamente sodio 7 µg/L in presenza di 7 mg/L monoetanolamina (MEA). Con la C 4 - 250/4,0 è possibile determinare sia le ammine e i metalli di transizione che i metalli alcalini e alcalino-terrosi in un solo ciclo.



858 Professional Sample Processor – Pump

L'858 Professional Sample Processor – Pump per il trattamento di campioni con volumi compresi tra 500 µL e 500 mL. Il trasferimento del campione avviene attraverso la pompa peristaltica bidirezionale a doppio canale integrata o tramite un 800 Dosino.



Metrohm IC Driver 1.0 per OpenLab CDS

Driver software per l'integrazione degli strumenti IC di Metrohm in «OpenLab CDS» (versioni 2.3, 2.4, 2.5, 2.6 e 2.7) di Agilent. Una licenza per computer autorizza il funzionamento dei sistemi IC alla voce «OpenLab CDS».

[Scoprite ulteriori informazioni sull'accoppiamento tra IC e spettrometri di massa](#)



Rotore MSM A

Rotore del soppressore per tutti gli strumenti IC con MSM