



Application Note AN-C-195

Cuantificación de cationes con mayor rendimiento utilizando microbore IC

Beneficios de la cromatografía iónica de microperforación para el análisis de cationes

El rendimiento analítico con cromatografía iónica (IC) suele estar determinado por la relación señal-ruido (S/N) que puede alcanzar el equipo analítico. La relación S/N depende en gran medida de las formas de los picos cromatográficos. Las formas de los picos mejoran en sistemas IC miniaturizados con menos volumen muerto [1].

Microbore IC combina columnas de separación de 2

mm, capilares de microbore y un detector de conductividad con volumen celular reducido para crear un sistema IC miniaturizado con sensibilidad óptima [2]. Estos sistemas proporcionan tiempos de retención más cortos y consumen menos eluyente, lo que aumenta el rendimiento de las muestras y reduce los costos de los análisis de rutina diarios.

En esta nota de aplicación, se comparó un sistema CI

de microcalibre (MB) con un sistema CI de calibre estándar (SB). El sistema IC de microcalibre mostró una resolución mejorada y mejores alturas de pico (un factor de ~30 % más para los iones de litio). Microbore IC utiliza menos solventes y puede generar reducciones de costos de hasta un 75 % en

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Este estudio se realizó con iones de metales alcalinos, iones de metales alcalinotérreos y amonio. Una solución estándar mixta ($c(\text{Li}^+) = 25 \mu\text{g/L}$, $c(\text{Na}^+, \text{NH}_4^+) = 125 \mu\text{g/L}$, $c(\text{K}^+, \text{Mg}^{2+}, \text{Ca}^{2+}) = 250 \mu\text{g/L}$) se preparó

EXPERIMENTO

Un sistema IC de microcalibre compuesto por un 930 Compact IC Flex Oven/DEG/MB junto con un detector de conductividad IC MB (**Figura 1**) se comparó con su respectiva configuración del sistema IC de diámetro estándar (930 Compact IC Flex Oven/DEG).

La configuración MB de Metrohm tiene un volumen muerto reducido con capilares más cortos y diámetros interiores de capilares más pequeños (0,18 mm) siempre que sea posible.

El detector de conductividad de microdiámetro tiene un pequeño volumen de celda interna (0,3 μL) y un bajo nivel de ruido ($<0,1 \text{ nS}$). Además, tolera incluso eluyentes difíciles como el ácido metanosulfónico (MSA). Las columnas de microcalibre, que tienen un diámetro interior de 2 mm y tasas de flujo de eluyente reducidas asociadas, conducen a una mejor relación relación/ruido. Esto aumenta aún más la sensibilidad y reduce los límites de detección.

La solución estándar de cationes mixtos se inyectó usando un bucle de 5 μL y luego se separó en una versión de 2 mm de la columna Metrosep C 6 en

comparación con el uso de sistemas de cromatografía iónica de calibre estándar. El uso de sistemas MB tiene el potencial de mejorar el rendimiento de muchas aplicaciones IC típicas.

a partir de soluciones madre de 1000 mg/L (Estándares para IC, TraceCERT®, Sigma-Aldrich, Merck) mediante dilución en agua ultrapura.

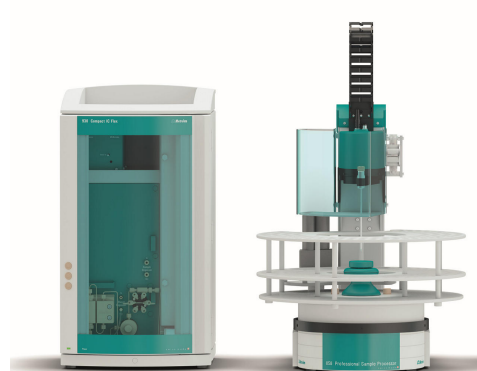


Figure 1. Configuración instrumental que incluye un 930 Compact IC Flex Oven/Deg/MB miniaturizado y un procesador de muestras profesional 858.

ambos sistemas IC probados. La conductividad se registró directamente (análisis de cationes no suprimidos, **tabla 1**).

Tabla 1. Parámetros del método IC para sistemas IC de calibre estándar y de microcalibre.

Columna	Metrosep C 6 - 150/2,0
Eluyente (del concentrado de Merck Sigma-Aldrich, Merck 19399)	$c(\text{HNO}_3) = 1,7 \text{ mmol/L}$ $c(\text{DPA}) = 1,7 \text{ mmol/L}$
Tasa de flujo	0,25 ml/min
Temperatura	30 °C
Volumen de inyección	5 µL
Detección	Conductividad directa

Por motivos de comparación de rendimiento, los tiempos de retención, la resolución, las alturas de los

picos y la repetibilidad se evaluaron con el software MagIC Net (versión 4.1).

RESULTADOS

El rendimiento general mejoró al utilizar el sistema MB para el análisis. Los tiempos de retención fueron más cortos con el sistema MB (aproximadamente 0,2 minutos en este caso) que con el sistema SB (**Figura 2**).

La resolución con el sistema MB fue ~115% mejor que con el sistema SB (**Tabla 2**). Las alturas de los picos fueron mayores, y la mayor mejora se mostró en los picos de elución temprana (litio, sodio, amonio) en el

sistema MB (**Tabla 3**). El ruido fue comparable para ambas configuraciones de circuitos integrados probadas.

Se observaron efectos de mejora mínimos para los picos de elución posteriores (p. ej., potasio, magnesio y calcio). Para todos los demás parámetros relevantes, MB y SB mostraron resultados similares (p. ej., repetibilidad).

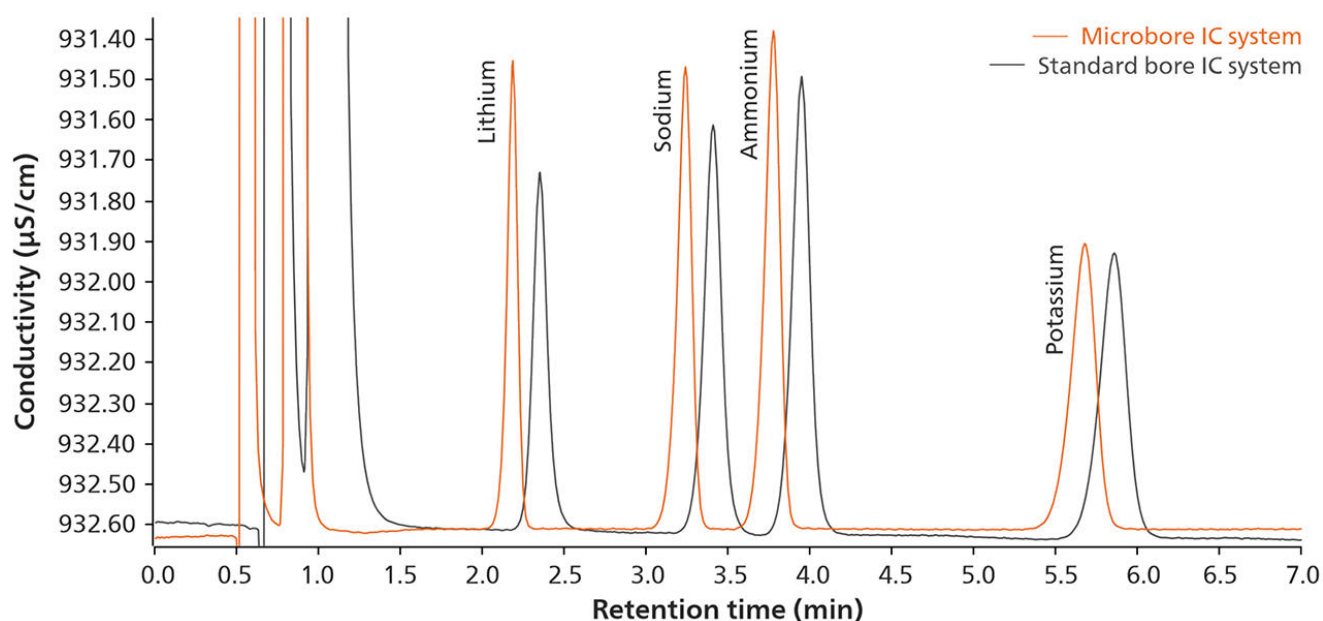


Figure 2. Comparación de los cromatogramas de iones de metales alcalinos (litio, sodio y potasio) y amonio en una columna de microbore Metrosep C 6 con microbore IC (MB, cromatograma naranja) y en un sistema IC de calibre estándar (SB, cromatograma gris). El sistema IC de microcalibre muestra formas de pico mejoradas, mayores alturas de pico y tiempos de retención más cortos.

Tabla 2. Comparación de la resolución máxima de iones de metales alcalinos y amonio medida por sistemas MB y SB.

Resolución	MB	SB
Litio	5,6	5,6
Sodio	3,0	2,6
Amonio	7,9	7,3
Potasio	6,0	5,8

Tabla 3. Comparación de alturas máximas y factores de mejora asociados para sistemas MB frente a SB.

Altura del pico [µS/cm]	MB	SB	Factor de mejora
Litio	1,16	0,88	131%
Sodio	1,14	1,01	113%
Amonio	1,23	1,13	108%
Potasio	0,71	0,70	100%

CONCLUSIÓN

El sistema MB combina capilares de microperforación, un detector de conductividad con volumen celular reducido y una columna de separación de 2 mm, todo lo cual conduce a formas de pico mejoradas y tiempos de retención más cortos. Esto permite una mayor sensibilidad y límites de detección más bajos. Los caudales más bajos reducen el consumo de eluyente y los costos generales de funcionamiento.

Los sistemas MB sin supresión en combinación con columnas de 2 mm ofrecen mejoras significativas con respecto a la resolución y la sensibilidad. Para sistemas IC (SES) con supresión secuencial, incluido un

microagujero de CO₂ supresor (MCS) con volumen muerto reducido, la principal mejora son tiempos de retención más cortos. Esto resulta útil con caudales bajos y, especialmente, en combinación con aplicaciones de gradiente, ya que los cambios en la composición del eluyente afectarán rápidamente al análisis y el efecto no se verá retrasado por un volumen muerto innecesario.

Los sistemas MB se pueden utilizar con columnas de separación de 2 mm y 4 mm. Estos sistemas son adecuados para todas las aplicaciones de IC.

REFERENCES

1. Diederich, V.; Riess, A. K. Best Practice for Separation Columns in Ion Chromatography (IC) – Part 2. *Analyze This – The Metrohm Blog*, 2021.
2. Metrohm AG. Metrohm Microbore Ion Chromatography – Maximize the Efficiency of Your Ion Chromatography!, 2023.

CONTACT

Metrohm México
Calle. Xicoténcatl #181, Col
Del Carmen, Alcaldía
Coyoacán.
04100. Ciudad de México
México

info@metrohm.mx

CONFIGURACIÓN



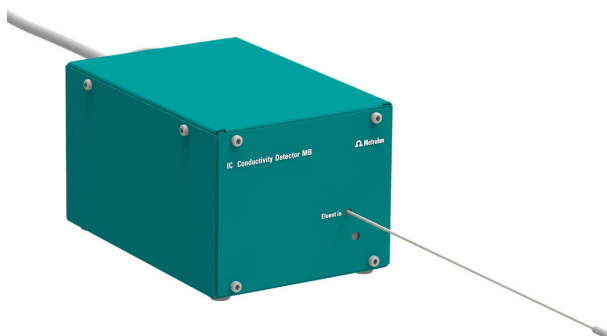
930 Compact IC Flex Oven/DEG/MB

El 930 Compact IC Flex Oven/DEG/MB es el aparato Compact IC inteligente con **horno para columnas, sin supresión** y con **desgasificador** incorporado. Este aparato puede emplearse con cualquier método de separación o de detección.

Ámbitos típicos de aplicación:

- Determinaciones de cationes y aniones sin supresión con detección de conductividad
- Aplicaciones sencillas con detección amperométrica o UV/VIS
- Optimizado para aplicaciones microbore (2 mm), ideal para técnicas de acoplamiento (IC-MS o IC-ICP/MS)

Compatible con MagIC Net 4.1 y versiones superiores



IC Conductivity Detector MB

Detector de conductividad de alto rendimiento, inteligente y compacto para aparatos CI inteligentes. Optimizado para columnas microbore. La extraordinaria constancia de temperatura, el tratamiento completo de la señal dentro del bloque detector protegido y DSP (tratamiento digital de la señal) 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).

Ámbitos típicos de aplicación:

- Determinaciones de cationes o aniones con supresión química, supresión secuencial o sin supresión y detección de conductividad
- Optimizado para aplicaciones microbore (2 mm), ideal para técnicas de acoplamiento (IC-MS o IC-ICP/MS)

Resumen de la especificación:

- 0...15 000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ sin conmutación de gama
- Volumen de celda: 0,3 μL
- Electrodo de forma anular de acero fino X2CrNiMo17-12-2 (316 L), compatibles con MSA
- Presión máxima de servicio: 10,0 MPa (100 bar)
- Temperatura de la celda: 20...50 °C en pasos de 5 °C
- Estabilidad térmica: 0,001 °C
- Ruido de la línea de base: 0,2 nS/cm típico en la supresión secuencial
- Capilares: d. i. 0,18 mm

Compatible con MagIC Net 4.1 y versiones superiores



Metrosep C 6 - 150/2,0

El material C 6 tiene una gran capacidad y convierte a la columna Metrosep C 6 - 150/4,0 versión microbore en la solución óptima para separar cationes estándar con grandes diferencias de concentración en tiempos de retención razonables. Las aguas potables con bajos contenidos de amonio pueden determinarse con esta columna.

La columna es apta para el uso en el acoplamiento IC-MS.



Metrosep C 6 Guard/2,0

La Metrosep C 6 Guard/2,0 está hecha a base del material de la columna C 6 y sirve para proteger frente a las partículas y la contaminación. Con ello se prolonga notablemente la vida útil de la columna de separación analítica. La Metrosep C 6 Guard/2,0 funciona según el "On Column Guard System" y se monta prácticamente sin volumen muerto directamente en la columna de separación correspondiente.



Juego de accesorios CI: MiPT

Set de accesorios para el montaje de un Dosino para Partial Loop Injection.