



Application Note AN-C-195

Quantificazione dei cationi con prestazioni migliorate utilizzando IC microbore

Vantaggi della cromatografia ionica microbore per l'analisi dei cationi

Le prestazioni analitiche con la cromatografia ionica (IC) sono in genere determinate dal rapporto segnale/rumore (S/N) che l'apparecchiatura analitica può raggiungere. Il rapporto S/N dipende fortemente dalle forme dei picchi cromatografici. Le forme dei picchi migliorano nei sistemi IC miniaturizzati con meno volume morto [1].

Il Microbore IC combina colonne di separazione da 2

mm, capillari microbore e un rilevatore di conduttività con volume cellulare ridotto per creare un sistema IC miniaturizzato con sensibilità ottimale [2]. Tali sistemi garantiscono tempi di ritenzione più brevi e consumano meno eluente, aumentando la produttività del campione e riducendo i costi delle analisi di routine quotidiane.

In questa nota applicativa, un sistema IC microbore

(MB) è stato confrontato con un sistema IC standard bore (SB). Il sistema IC microbore ha mostrato una risoluzione migliorata e altezze di picco migliori (un fattore di circa il 30% in più per gli ioni di litio). L'IC microbore utilizza meno solventi e può comportare

riduzioni dei costi fino al 75% rispetto all'utilizzo di sistemi di cromatografia ionica standard bore. L'utilizzo di sistemi MB ha il potenziale per migliorare le prestazioni di molte applicazioni IC tipiche.

CAMPIONE E PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

Questo studio è stato condotto con ioni di metalli alcalini, ioni di metalli alcalino-terrosi e ammonio. Una soluzione standard mista ($c(\text{Li}^+) = 25 \mu\text{g/L}$, $c(\text{Na}^+, \text{NH}_4^+) = 125 \mu\text{g/L}$, $c(\text{K}^+, \text{Mg}^{2+}, \text{Ca}^{2+}) = 250 \mu\text{g/L}$) è

stata preparata da soluzioni madre da 1000 mg/L (Standard per IC, TraceCERT®, Sigma-Aldrich, Merck) mediante diluizione in acqua ultrapura.

ANALISI

A microbore IC system comprised of a 930 Compact IC Flex Oven/DEG/MB together with an IC conductivity detector MB (**Figure 1**) was compared to its respective standard bore IC system configuration (930 Compact IC Flex Oven/DEG).

The MB setup from Metrohm has a reduced dead volume with shorter capillaries and smaller capillary inner diameters (0.18 mm) wherever possible.

The microbore conductivity detector has a small inner cell volume (0.3 μL) and a low noise level ($<0.1 \text{ nS}$). Furthermore, it even tolerates challenging eluents such as methanesulfonic acid (MSA). Microbore columns, which have a 2 mm inner diameter and associated reduced eluent flow rates, lead to better S/N. This increases sensitivity even further and lowers limits of detection.

The mixed cation standard solution was injected using a 5 μL loop and then separated on a 2 mm version of the Metrosep C 6 column on both tested IC systems.

The conductivity was directly recorded (non-suppressed cation analysis, **Table 1**).

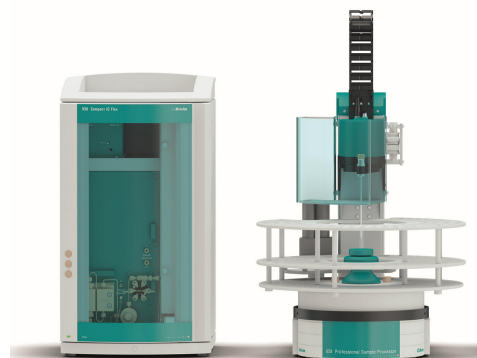


Figure 1. Instrumental setup including a miniaturized 930 Compact IC Flex Oven/Deg/MB and an 858 Professional Sample Processor.

Table 1. IC method parameters for both standard bore and microbore IC systems.

Column	Metrosep C 6 - 150/2.0
Eluent (from Merck concentrate Sigma-Aldrich, Merck 19399)	$c(\text{HNO}_3) = 1.7 \text{ mmol/L}$ $c(\text{DPA}) = 1.7 \text{ mmol/L}$
Flow rate	0.25 mL/min
Temperature	30 °C
Injection volume	5 µL
Detection	Direct conductivity

For performance comparison reasons, the retention times, resolution, peak heights, and repeatability were

evaluated with MagIC Net software (version 4.1).

RESULTS

Overall performance was improved when using the MB system for analysis. Retention times were shorter with the MB system (approximately 0.2 minutes in this case) than with the SB system (**Figure 2**).

Resolution with the MB system was ~115% better than with the SB system (**Table 2**). Peak heights were higher, with most improvement shown for the early-

eluting peaks (lithium, sodium, ammonium) on the MB system (**Table 3**). The noise was comparable for both tested IC setups.

Minimal improvement effects were observed for later eluting peaks (e.g., potassium, magnesium, and calcium). For all other relevant parameters, MB and SB showed similar results (e.g., repeatability).

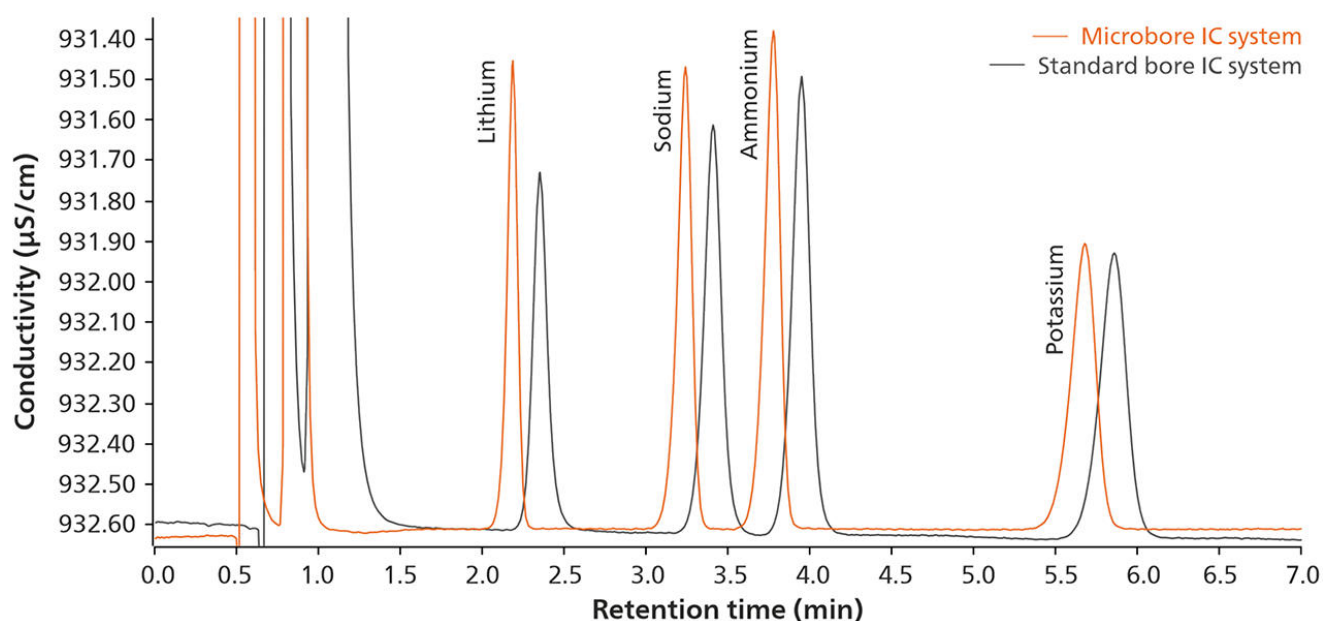


Figure 2. Comparison of the chromatograms for alkali metal ions (lithium, sodium, and potassium) and ammonium on a Metrosep C 6 microbore column with microbore IC (MB, orange chromatogram) and on a standard bore IC system (SB, grey chromatogram). The microbore IC system shows improved peak shapes, increased peak heights, and shorter retention times.

Table 2. Comparison of peak resolution for alkali metal ions and ammonium as measured by MB and SB systems.

Resolution	MB	SB
Lithium	5.6	5.6
Sodium	3.0	2.6
Ammonium	7.9	7.3
Potassium	6.0	5.8

Table 3. Comparison of peak heights and associated improvement factors for MB vs. SB systems.

Peak height [$\mu\text{S/cm}$]	MB	SB	Improvement factor
Lithium	1.16	0.88	131%
Sodium	1.14	1.01	113%
Ammonium	1.23	1.13	108%
Potassium	0.71	0.70	100%

CONCLUSION

The MB system combines microbore capillaries, a conductivity detector with reduced cell volume, and a 2 mm separation column—all of which lead to improved peak shapes and shorter retention times. This enables increased sensitivity and lower limits of detection. Lower flow rates reduce eluent consumption and overall running costs.

Non-suppressed MB systems in combination with 2 mm columns deliver significant improvements with respect to resolution and sensitivity. For sequentially suppressed IC systems (SES) including a microbore

CO₂ suppressor (MCS) with reduced dead volume, the main improvement is shorter retention times. This is helpful with low flow rates, and especially in combination with gradient applications as changes in the eluent composition will quickly impact the analysis and the effect will not be delayed by unnecessary dead volume.

MB systems can be used with 2 mm as well as 4 mm separation columns. These systems are suitable for all IC applications.

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



930 Compact IC Flex Oven/DEG/MB

Il 930 Compact IC Flex Oven/DEG/MB è lo strumento IC Compact intelligente con **forno per colonna, senza soppressione** e con **Degasser** integrato. Lo strumento può essere impiegato con qualsiasi metodo di separazione e di rilevazione.

Campi d'impiego tipici:

- Determinazione di anioni e cationi senza soppressione con rilevazione in conducibilità
- Applicazioni semplici con rilevazione UV/VIS o amperometrica
- Ottimizzato per le applicazioni Microbore (2 mm), ideale per le tecniche di accoppiamento (IC-MS o IC-ICP/MS)

Supportato da MagIC Net 4.1 e versioni successive



IC Conductivity Detector MB

Rilevatore della conducibilità ad alte prestazioni compatto e intelligente per gli strumenti IC intelligenti. Ottimizzato per le colonne Microbore. Eccellente stabilità di temperatura, la completa elaborazione del segnale all'interno del blocco del rivelatore protetto e DSP – Digital Signal Processing (elaborazione del segnale digitale) – 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.

Campi d'impiego tipici:

- Determinazione di anioni o cationi con soppressione chimica, soppressione sequenziale o senza soppressione e rilevazione in conducibilità
- Ottimizzato per le applicazioni Microbore (2 mm), ideale per le tecniche di accoppiamento (IC-MS o IC-ICP/MS)

Panoramica delle specifiche:

- Da 0 a 15.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ senza commutazione dell'intervallo
- Volume della cella: 0,3 μL
- Elettrodi ad anello in acciaio legato X2CrNiMo17-12-2 (316 L), compatibili con MSA
- Pressione d'esercizio massima: 10,0 MPa (100 bar)
- Temperatura della cella: da 20 a 50 °C in incrementi di 5 °C
- Stabilità della temperatura: 0,001 °C
- Rumore di fondo: 0,2 nS/cm tipico per la soppressione sequenziale
- Capillari: DI 0,18 mm

Supportato da MagIC Net 4.1 e versioni successive



Metrosep C 6 - 150/2,0

L'alta capacità del materiale C 6 rende la versione Microbore della colonna di separazione Metrosep C 6 - 150/4,0 la soluzione ottimale per la separazione di cationi standard con elevate differenze di concentrazione in tempi di reazione ragionevoli. Con questa colonna è possibile determinare le acque potabili a basso contenuto di ammonio.

La colonna è adatta all'impiego nell'accoppiamento IC-MS.



Metrosep C 6 Guard/2,0

La Metrosep C 6 Guard/2,0 contiene il materiale della colonna C 6 e serve come protezione da particelle e impurità. In tal modo viene prolungata notevolmente la durata della colonna di separazione analitica. La Metrosep C 6 Guard/2,0 funziona secondo il «On Column Guard System» e viene montata sulla rispettiva colonna di separazione pressoché senza volume morto.



Equipaggiamento IC: MiPT

Kit di accessori per il montaggio di un Dosino per l'iniezione a loop parziale.