

IONTOVÁ CHROMATOGRRAFIE NA PROFESIONÁLNÍ ÚROVNI

Nedávno uplynulo právě sto let od chvíle, kdy ruský botanik Michail Semjonovič Cvět, vynalezl separační techniku, kterou sám pojmenoval chromatografií. Od té doby se chromatografie značně změnila a vyvinula až do dnešních podob. Výzkum a vývoj metod dělení látek založených na různých fyzikálně chemických principech je pracovní náplní laboratoří po celém světě; na jednom z nich je založena i metoda iontová chromatografie (dále jen IC – z angl. ion chromatography), která se v současné době těší stále větší oblibě pro její snadnost a široké aplikační využití.

IC lze rozdělit do dvou základních skupin podle náboje analytu – na aniontovou a kationtovou. Princip IC spočívá v iontových interakcích molekul analytu iontové povahy s povrchem stacionární fáze, která obsahuje iontové funkční skupiny nesoucí oproti analytu opačný náboj. Z toho plyne, že IC je analytická metoda vhodná pro rychlé stanovení aniontů a/nebo kationtů ve směsi (např. analýzy pitných a odpadních vod). V IC lze využít detekční systémy různého typu, nicméně univerzálním detektorem pro tuto metodu je detektor vodivosti, který je jako šitý na míru pro analyt iontového charakteru.

Hlavní složkou mobilní fáze pro IC obvykle bývá voda, do níž jsou přidávány různé anorganické i organické kyseliny a zásady. Složení mobilní fáze se pro kationtovou i aniontovou analýzu liší. Drtivá většina aplikací pro analýzu aniontů, které byly vyvinuty v laboratořích Metrohm je prováděna isokraticky a díky mobilní fázi na bázi bivalentní/monovalentní soli i velmi rychle bez nutnosti použití gradientu pro urychlení retence vícemocných aniontů. Výhoda oproti gradientovým řešením s využitím např. NaOH je především úspora času během analýz, kdy není třeba čekat na ustálení vodivosti pozadí mezi jednotlivými analýzami a také úspora finanční.

Důležitou součástí pro aniontovou analýzu metodou IC je supresor, který snižuje vodivost pozadí a tím zvyšuje citlivost stanovení. Metrohm profesionální iontové chromatografy používají tzv. sekvenční supresi – kombinace chemické suprese (MSM) s Metrohm CO₂ supresí (MCS) umožňuje odstranění veškerého oxidu uhličitého, který je produkován při reakci v MSM supresoru. Toto řešení dovoluje využití velmi flexibilní mobilní fáze na bázi uhličitán/hydrogenuhlíčan zatímco nabývá velmi nízkých hodnot vodivosti pozadí odpovídajících eluentu na bázi hydroxidu.

Pro kationtovou IC se používají mobilní fáze na bázi vody a silné minerální kyseliny (kyselina chlorovodíková nebo dusičná), většinou v kombinaci s organickými kyseli-

nami. Potlačení vodivosti pozadí pomocí supresoru není pro kationtovou IC nezbytné.

V IC je možné použít široké spektrum stacionárních fází tvořených organickými i anorganickými materiály. To, co mají tyto stacionární fáze společné, je, že na svém povrchu nesou funkční skupiny na bázi iontové výměny. Pro praktické účely v IC je nevhodnější použít stacionární fáze na bázi modifikovaných organických polymerů a silikagelu.

Proč používat IC?

IC není jen jednou z okrajových forem analytické chemie, ale je velmi důmyslnou metodou. V každodenním životě se setkáváme s problémy, ze kterých vyvstává celá řada otázek, jako např.: Je tato voda vhodná pro kojení? Kolik dusitanů obsahuje špenát? Proč se usazuje pračka? Může tato voda způsobit znečištění prostředí?

Odpověď (nejen) na tyto otázky lze jednoduše a zároveň sofistikovaně využít metody IC.

Metrohm – pouze profesionální řešení jsou ta jediná správná

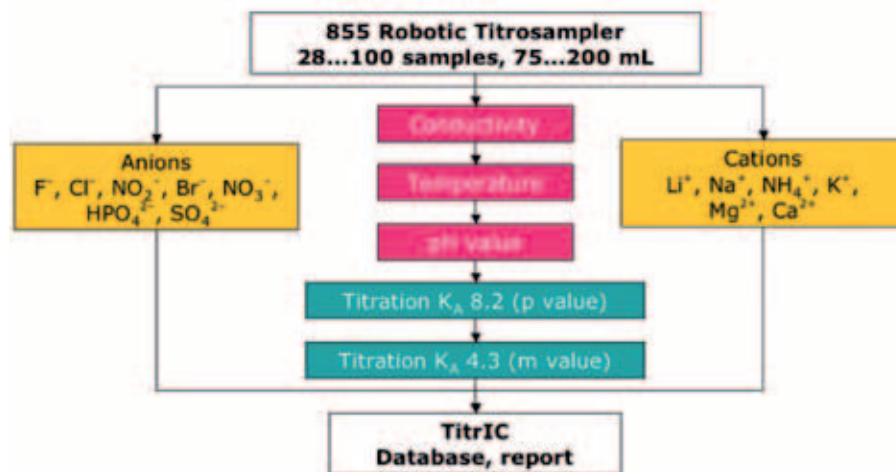
Metrohm se zabývá vývojem a výrobou iontových chromatografů již několik desítek let a svým zákazníkům nabízí elegantní, rychlé a provozně levné řešení analytických problémů. Klade velký důraz na soustavnou inovaci a vývoj jak svých přístrojů, tak i praktických aplikací, čímž se nemalou měrou podílí na samotném rozvoji IC. V celosvětovém měřítku je o krok před konkurencí především pro plně automatizované systémy, které šetří čas i peníze. Profesionální Metrohm IC systémy vynikají pro své excelentní výsledky a jejich reprodukovatelnost, robustnost, uživatelsky přátelské ovládání a v neposlední řadě také vysokou životnost. Důkazem je inteligentní iontový chromatograf Metrohm 850 Professional

IC v kombinaci se softwarem MagIC NetTM a inteligentními kolonami řady Metrosep iColumns. Veškeré součásti IC obsahují integrovaný data čip, díky kterému jsou jednotlivé komponenty okamžitě rozpoznány softwarem a nastavení experimentálních parametrů je velmi jednoduché a intuitivní. Na data čipu jsou navíc uloženy limitní hodnoty jednotlivých parametrů, jako je např. tlak či průtok pro danou kolonu. Překročením některého z těchto limitů pak dojde automaticky k zastavení celého systému, čímž se předejde možnému poškození kolony či jiné součásti chromatografu.

Plně automatizovaná analýza vody pomocí IC a titrační metody spojených do jednoho systému

V současné době je ze zdravotního, ekologického i legislativního hlediska kladen na analýzu vody velký důraz. Analýza iontových látek obsažených ve vzorcích vody zahrnuje čtyři analytické metody: přímé měření, iontovou chromatografií, titrací a voltametrií. V roce 1998 představil Metrohm systém TitrIC, který vznikl spojením prvních třech zmíněných metod do jednoho plně automatizovaného přístroje. Díky rychlému pokroku ve vývoji přístrojů byla nedávno představena nejnovější verze tohoto systému. Systém TitrIC je určen zejména pro analýzu vody. Zaručuje rychlé analýzy, spolehlivé a reprodukovatelné výsledky, snadnost ovládání a nízké provozní náklady. Spojení titrační metody a chromatografie je zcela unikátní a v současnosti je komerčně dostupné pouze od společnosti Metrohm. Na Obr. 1 je jako příklad uvedeno schéma systému TitrIC 5, které sestává z aniontového i kationtového IC systému a titrosampleru (autosampler a titrační systém), který je schopen nejen titrovat, ale také měřit pH, teplotu a vodivost a následně provést požadovanou analýzu na IC. Extrémní fle-

Obr.1 – Schéma automatizovaného systému TitrIC 5



xibilita softwaru TitrIC umožňuje provedení jakékoliv titrace či přímého měření, stejně tak i jakékoliv stanovení kationtů či aniontů pomocí IC. Z toho vyplývá, že TitrIC nemusí sloužit pouze k analýze vody, ale je ideální také pro analýzu potravin a produktů galvanického a farmaceutického průmyslu. Systémů TitrIC existuje celá řada a lze je sestavit i na míru podle požadavků analýzy na analyt a na úpravu vzorku k analýze – vše samozřejmě online (ultrafiltrace, dialýza, ředění vzorků, úprava matrice, zakoncentrování,...). Obr. 2 je další adaptací tohoto flexibilního systému – typ TitrIC 7 – obsahující online ultrafiltrační jednotku, která slouží k odstranění pevných částic ze vzorku, což řeší proces mnohdy komplikované úpravy vzorku před analýzou.

Obr. 2 – TitrIC 7 – 850 IC Professional Prep 2 pro anionty, 872 Extension module IC pump pro kationty, 855 Robotický titrosampler, 856 vodivostní modul, 2x Dosino®



Spojení IC s moderními detekčními systémy

Iontová chromatografie je ve spojení s vodivostním detektorem velmi účinným nástrojem pro stanovení aniontů i kationtů a polárních látek (aminy, organické kyseliny) již celou řadu let. Další alternativou detekce je užití hmotnostních detektorů.

Výhoda aplikací hmotnostních detektorů spočívá nejen v detekci, ale také identifi-

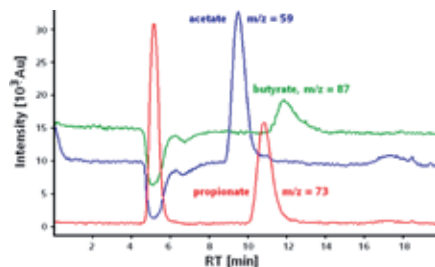
kaci neznámých látek ve vzorku. Zejména s ohledem na politiku nulové tolerance týkající se chromu, arsenu a selenu v pitné vodě dosahuje detektor ICP/MS významné důležitosti. Spojení ICP/MS s IC může posloužit k rozlišení různých oxidačních stavů a chemických forem daných prvků, což se nazývá speciální analýza. IC/MS zase umožňuje identifikaci výchozích látek a jejich odpovídajících metabolitů.

Společnost Metrohm se zabývala myšlenkou spojení IC (850 Professional IC, Metrohm) s ESI-MS (1100 MSD SL, Agilent Technologies) a ICP/MS (7500 ICP/MS, Agilent Technologies) pro stanovení toxických látek v pitné vodě. Výsledkem bylo uvedení aplikací IC/MS pro stanovení bromičnanů a chloristanů v pitné vodě a stanovení kyseliny propionové, octové a máselné ve vzorku průmyslové vody z naftařského průmyslu s vysokým obsahem chloridů cca 100 g/l (Obr. 4).

Obr. 3 – a) autosampler 858 Professional Sample Processor, b) iontový chromatograf 850 Professional IC Anion, c) hmotnostní detektor s indukčně vázanou plazmou 7500 ICP/MS, Agilent Technologies



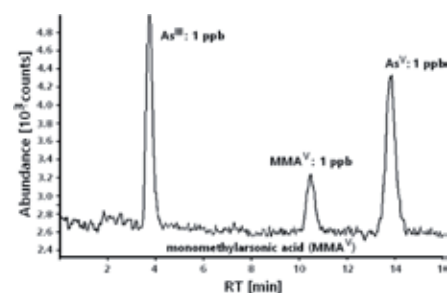
Obr. 4 – Stanovení kyseliny propionové, octové a máselné ve vzorku průmyslové vody z naftařského průmyslu



Metrohm vyvinul i další velmi zajímavé aplikace pro IC-ICP/MS zabývající se prvko-

vou analýzou chromu, arzenu a selenu v jejich různých oxidačních stavech. Sloučeniny chromu jsou hojně využívány v barvářském průmyslu, dále jako inhibitory koroze nebo ke konzervaci dřeva. Zatímco Cr^{3+} je pro lidské tělo nepostradatelný, všechny formy šestimocného chromu jsou vedeny jako vysoce toxické a karcinogenní látky. Norma udává limit pro šestimocný chrom 100 ppb. Stejně jako šestimocný chrom tak i arzén je pro člověka velmi nebezpečnou látkou z hlediska její toxicity i kancerogenních vlastností. Dnes je známo více než dvacet sloučenin arzenu, jejichž toxicita se liší v závislosti na charakteru vazby a oxidačním stavu. Zejména trojmocný arzén je vysoce toxický. Maximální povolený limit v pitné vodě je 10 ppb. Metrohm demonstruje vhodnost propojení IC-ICP/MS ukázkou aplikace pro stanovení různých forem arzenu v pitné vodě (Obr. 5).

Obr. 5 – Stanovení různých oxidačních forem arzenu



Závěr

Metrohm zaujímá ve sféře analytické chemie výsostné postavení. Technická vyspělost, důmyslnost a nadčasovost přístrojů vyrobených touto společností je prověřena zkušenostmi spokojených zákazníků již po desítky let. IC systémy od společnosti Metrohm jsou jasnou volbou určenou těm zákazníkům, kteří chtějí pracovat přesně, správně, rychle a s minimálními provozními náklady.

Lucie BALDRIOVÁ, Peter BARATH,
Metrohm Česká republika s.r.o.,
www.metrohm.cz, office@metrohm.cz