

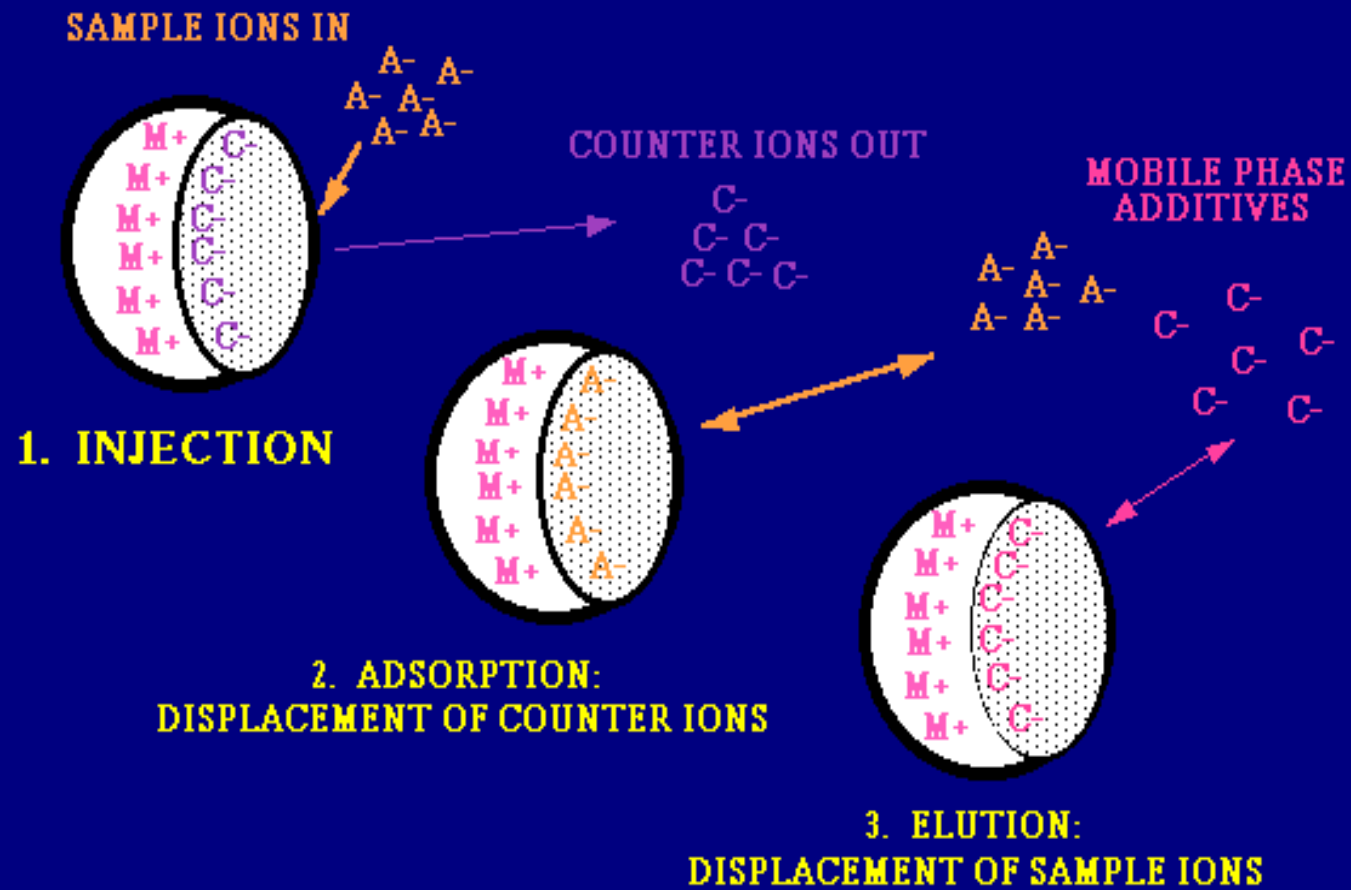
ΚΕΦ. 21
ΙΟΝΤΙΚΗ ΧΡΩΜΑΤΟΓΡΑΦΙΑ

Μ. ΚΟΥΠΠΑΡΗΣ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ (1)

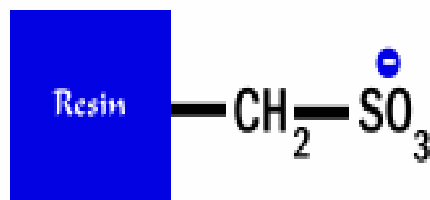
- Ιοντική Χρωματογραφία (Ion Chromatography, IC)
 - Μια από τις νεώτερες και δυναμικότερες αναλυτικές τεχνικές
 - Για ποιοτική και ποσοτική ανάλυση μείγματος ανοργάνων και οργανικών ιόντων
 - Προήλθε από επιτυχή συνδυασμό ιονανταλλαγής με υγροχρωματογραφία υψηλής απόδοσης και την αγωγιμομετρία

ION EXCHANGE INSIDE A PORE IN THE STATIONARY PHASE

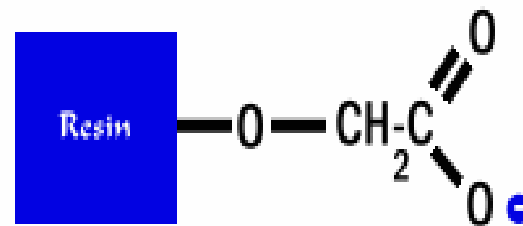


Κατιονανταλλακτική Χρωματογραφία

Θετικά φορτισμένα μόρια έλκονται από ένα αρνητικά φορτισμένο στερεό υπόστρωμα. Συνήθως χρησιμοποιούμενες κατιονανταλλακτικές ρητίνες: S-resin, θειικά παράγωγα και CM resins, καρβοξυλικά ιόντα



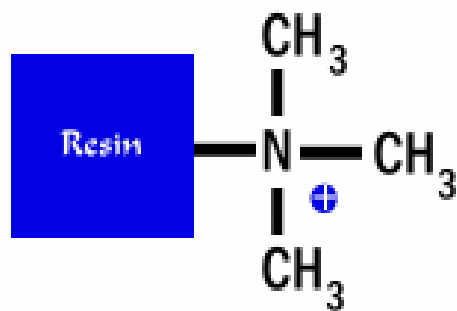
S-cation exchanger



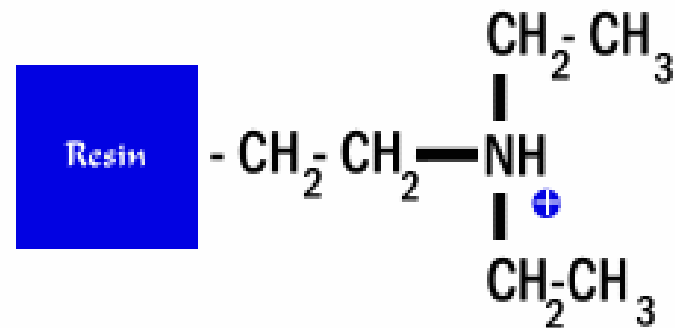
CM-cation exchanger

Ανιονανταλλακτική Χρωματογραφία

Αρνητικά φορτισμένα μόρια έλκονται σε ένα θετικά φορτισμένο στερεό υπόστρωμα. Συνήθως χρησιμοποιούμενες ανιονανταλλακτικές ρητίνες: Q-resin, τεταρτοταγής αμίνη και DEAE resin, DiEthylAminoEthane

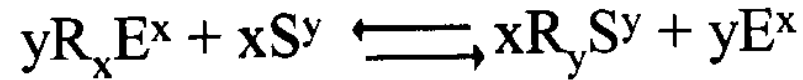


Q-anion exchanger



DEAE-anion exchanger

Διαχωρισμός με Μηχανισμό Ιονανταλλαγής



$$K_E^S = ([S^y]_R)^x ([E^x]_S)^y / ([S^y]_S)^x ([E^x]_R)^y$$

$$K_D = [S^y]_R / [S^y]_S \quad \uparrow K_D \implies \uparrow t_R$$

$$C_R = [E^x]_R$$

$$\log K_D = -(y/x) \log [E^x]_S + \log K_E^S C_R^{y/x}$$

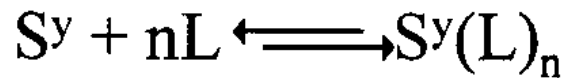
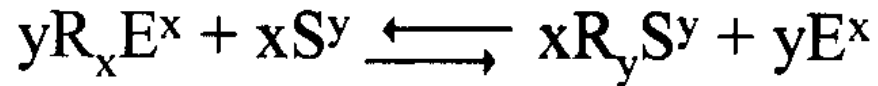
Συμπεράσματα:

* Αύξηση φορτίου ιόντος \implies Αύξηση K_D

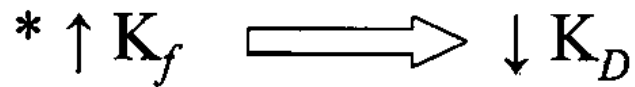
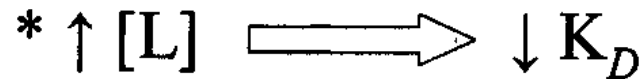
* Αύξηση της $[E^x]$ ή του $x \implies$ Μείωση t_R

Διαχωρισμός με Μηχανισμό

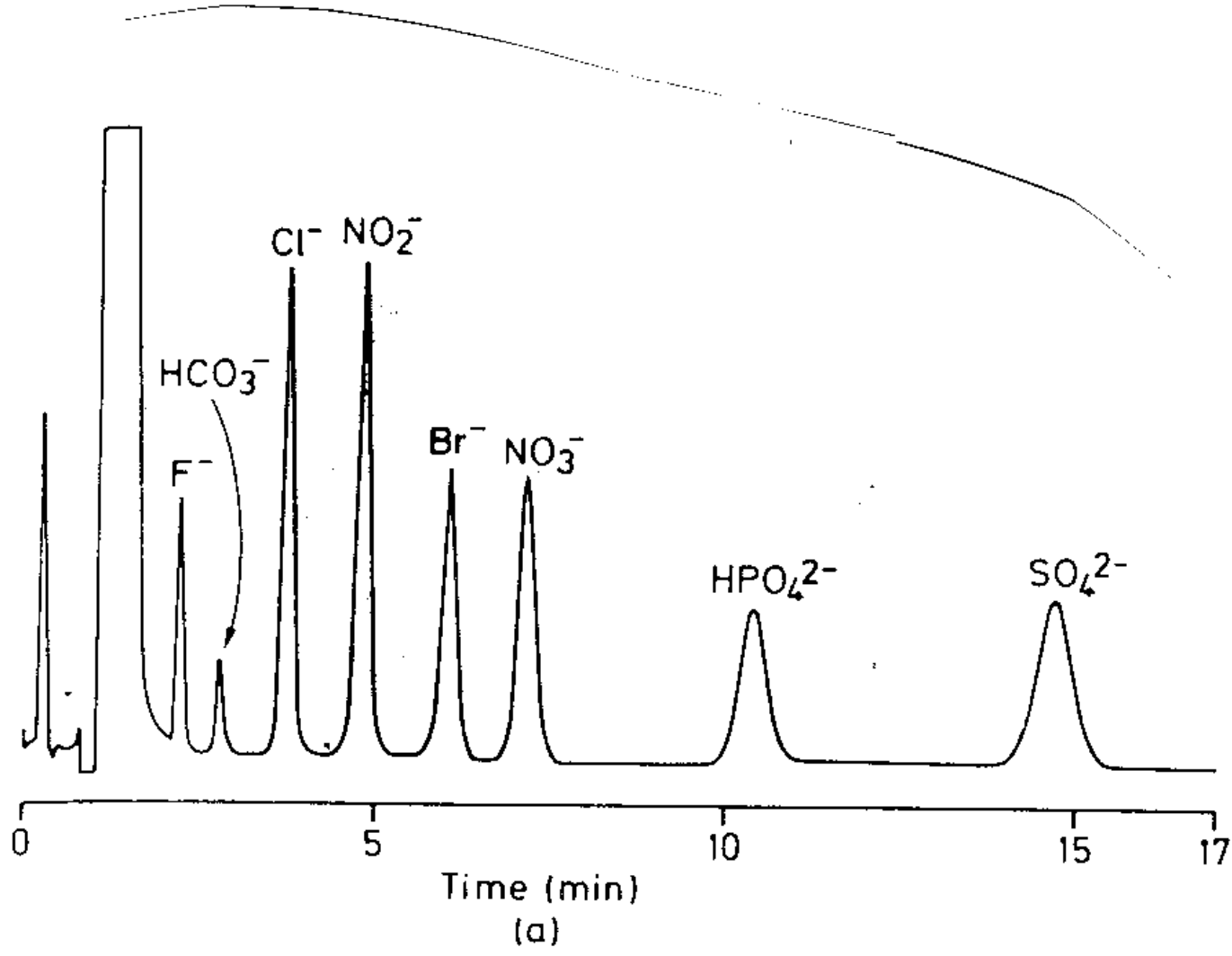
Ιονανταλλαγής



$$\log K_D = -(y/x) \log [E^x]_S + \log K_E^S C_R^{y/x} - \log (1 + K_f [L]_S^n)$$



Αύξηση φορτίου ιόντος \longrightarrow Αύξηση K_D



Σειρά εκλεκτικότητας: K_D αυξάνεται όσο μειώνεται 1
σφαίρα ενυδάτωσης \Longrightarrow $Li^+ < Na^+ < K^+ < Rb^+ < Cs^+$
 $F^- < Cl^- < Br^- < I^-$

Σύνδεση ιόντος - ρητίνης \Longrightarrow α) εισαγωγή τάσεων
στο ελαστικό δίκτυο της ρητίνης και β) αποδιάταξη
σφαίρας ενυδάτωσης ιόντος

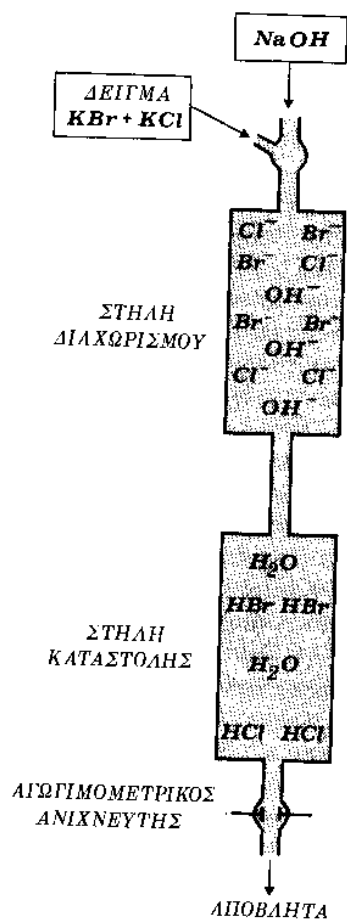
ΕΙΣΑΓΩΓΗ (2)

- Ιοντική Χρωματογραφία (Ion Chromatography, IC)
 - Αναπτύχθηκε από Small, Stevens και Baumann (1975)
 - Για την επίλυση του προβλήματος αδυναμίας εφαρμογής της HPLC ιονανταλλαγής στην ανάλυση μειγμάτων κοινών ανοργάνων και οργανικών ιόντων
 - Λόγω αδυναμίας ανιχνεύσεως των ιόντων μετά το διαχωρισμό τους με τους διαθέσιμους ανιχνευτές HPLC
 - Ο αγωγιμομετρικός ανιχνευτής δεν μπορεί να χρησιμοποιηθεί λόγω μεγάλου σήματος υποβάθρου του υγρού έκλουσης (περιέχει μεγάλη ποσότητα ηλεκτρολυτών)

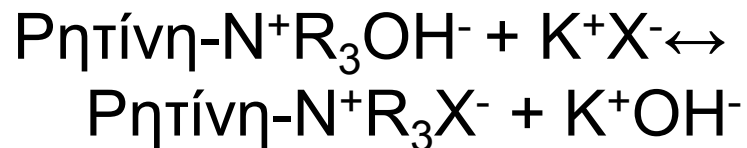
Βασικές Αρχές (1)

- Στην IC το πρόβλημα λύθηκε με τη **Χημική Καταστολή της αγωγιμότητας** του υγρού εκλούσεως και την παράλληλη **αύξηση της αγωγιμότητας** των διαχωριζόμενων ιόντων
- Προσθήκη μετά τη **στήλη διαχωρισμού** (separator column) μιας **στήλης καταστολής** (suppressor column)
- Δυνατή η χρήση του πολύ ευαίσθητου **αγωγιμομετρικού ανιχνευτή**.

Σχηματικό Διάγραμμα Αρχής Λειτουργίας Ιοντικής Χρωματογραφίας

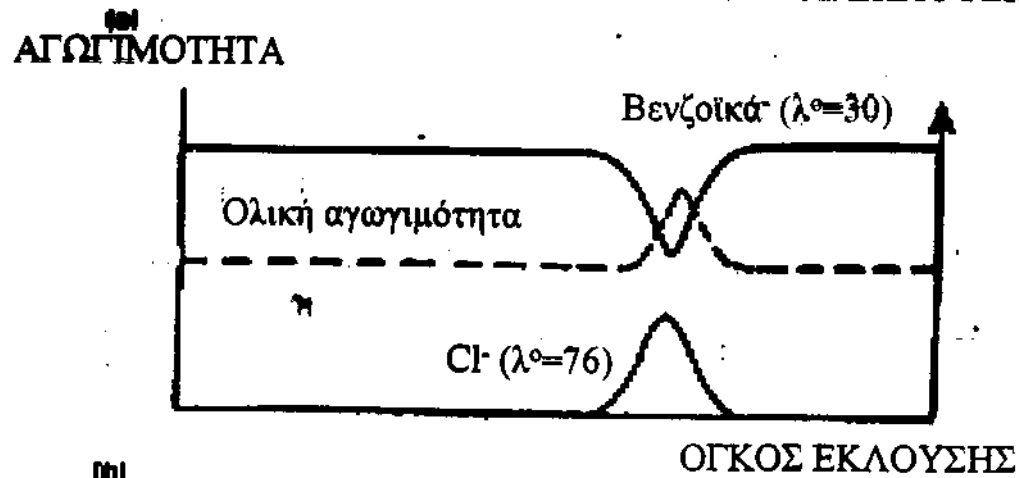
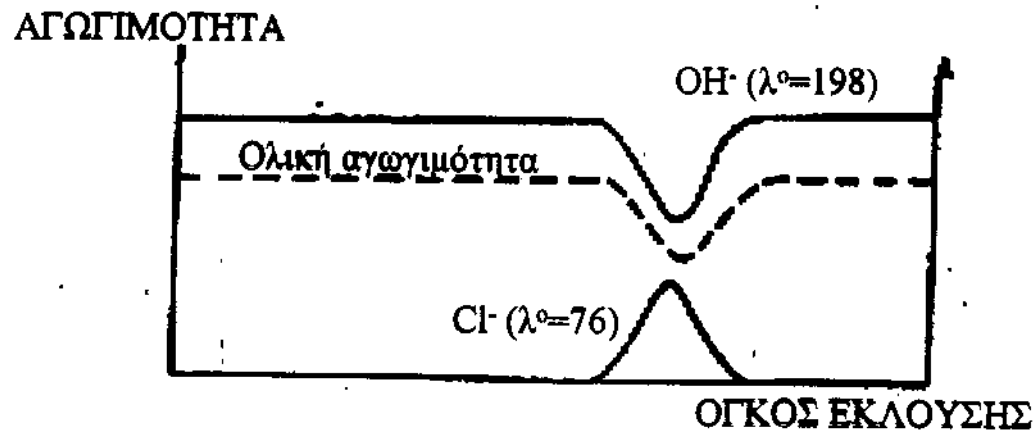


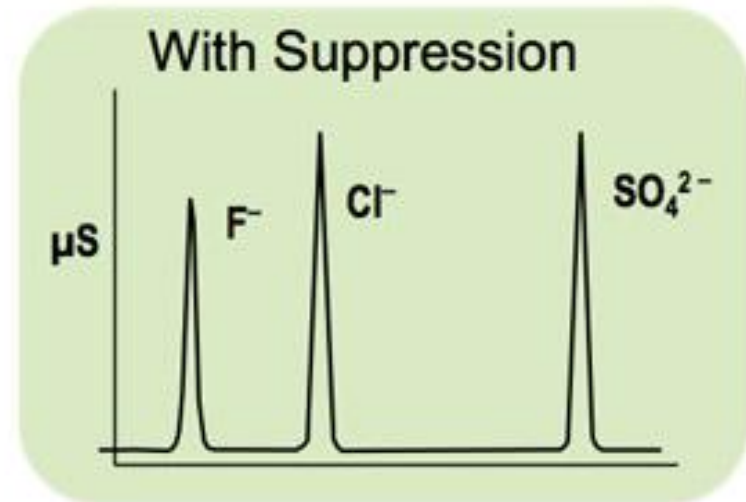
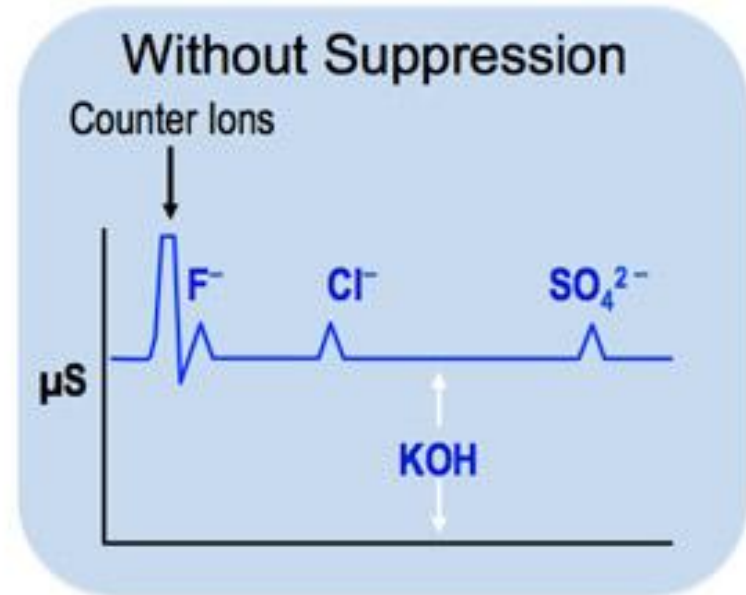
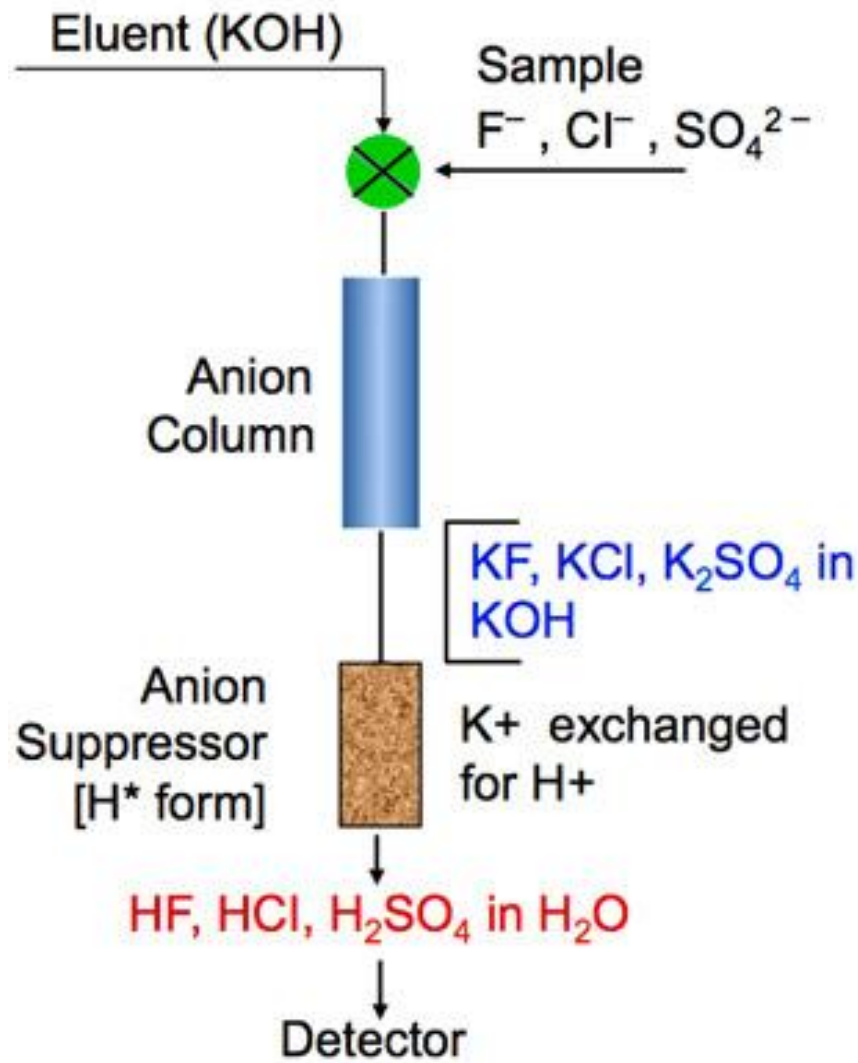
- Ανάλυση μείγματος ανιόντων (π.χ. KCl – KBr)
- Το διάλυμα μείγματος εισάγεται στη στήλη διαχωρισμού (ανιονανταλλακτική ρητίνη μικρής χωρητικότητας)
- Ανταλλάξιμα ιόντα υδροξυλίου
- Τύπος στήλης: Ρητίνη – N⁺R₃OH⁻
- Υγρό εκλούσεως: NaOH
- Τα ανιόντα X⁻ (Cl⁻, Br⁻) ανταλλάσσονται με ιόντα υδροξυλίου της ρητίνης



Συστήματα Καταστολής

Σκοπός: Μείωση της αγωγιμότητας υποβάθρου





Βασικές Αρχές (2)

Διαχωρισμός Ανιόντων

- Το κατιόν K^+ δεν συγκρατείται, λόγω αντιθέτου φορτίου
 - Απλώς εξέρχεται από τη στήλη με μορφή K^+OH^-
- Τα δύο ανιόντα συγκρατούνται σε διαφορετικό βαθμό, λόγω διαφορετικού **συντελεστή εκλεκτικότητας**
 - Διαχωρίζονται και εκκλύονται σε διαφορετικούς χρόνους από τη στήλη με τη μορφή Na^+X^-

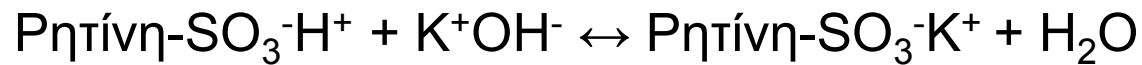
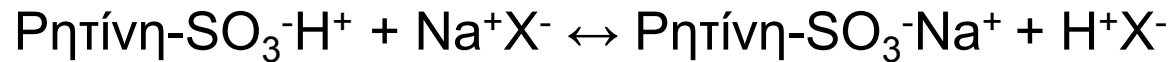
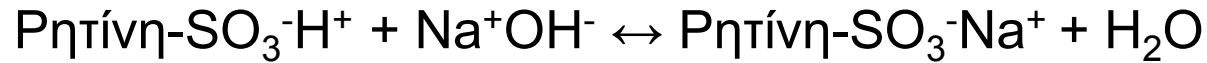
Βασικές Αρχές (3)

Διαχωρισμός Ανιόντων

- Το έκλουσμα στη συνέχεια εισέρχεται στη **στήλη καταστολής**
 - Κατιονανταλλακτική ρητίνη μεγάλης χωρητικότητας με ανταλλάξιμα ιόντα πρωτονίου
 - Τύπου Ρητίνη-SO₃-H⁺
 - Τα μεν ανιόντα Cl⁻ και Br⁻ διέρχονται ανενόχλητα
 - Τα κατιόντα (Na⁺ του υγρού εκλούσεως και K⁺ του δείγματος) ανταλλάσσονται με ιόντα H⁺ και συγκρατούνται ισχυρά από τη ρητίνη

Βασικές Αρχές (4)

Διαχωρισμός Ανιόντων



- Τα οξέα H^+Cl^- και H^+Br^- είναι ισχυροί ηλεκτρολύτες με υψηλή αγωγιμότητα
 - Σε αντίθεση με H_2O που έχει αμελητέα αγωγιμότητα.
- Τα ανιόντα μπορούν τώρα να ανιχνευθούν με τον αγωγιμομετρικό ανιχνευτή.
- Στην ουσία, η στήλη καταστολής εκτελεί μία **μετά στήλη χημική αντίδραση** για να τροποποιήσει τις ιδιότητες του υγρού εκλούσεως
 - Απομακρύνει τα ιόντα που προκαλούν μεγάλο σήμα υποβάθρου.

Βασικές Αρχές (5)

Διαχωρισμός Κατιόντων

- Στήλη διαχωρισμού: κατιονανταλλακτική ρητίνη με ανταλλάξιμα ιόντα πρωτονίου
- Υγρό εκλούσεως : HCl
- Στήλη καταστολής: ανιονανταλλακτική ρητίνη με ανταλλάξιμα ιόντα υδροξυλίου
 - Κατακρατούν τα ιόντα Cl^- του υγρού εκλούσεως και εξουδετερώνουν τα ιόντα H^+ του παρέχοντας H^+
- Τα διαχωριζόμενα κατιόντα με τη μορφή M^+OH^- ανιχνεύονται από τον αγωγιμομετρικό ανιχνευτή, χωρίς την ύπαρξη αγωγιμότητας υποβάθρου

Ανιοντική Χρωματογραφία (1)

- **Υγρό εκλούσεως:** Μπορεί να χρησιμοποιηθεί οποιοδήποτε σωματίδιο:
 - είναι ανιοντικό σε $\text{pH} > 8$ (περιοχή pH λειτουργίας ανιονταλλακτικής ρητίνης της στήλης διαχωρισμού)
 - και ουδέτερο σε $\text{pH} 5-8$ (περιοχή pH λειτουργίας της κατιονανταλλακτικής ρητίνης της στήλης καταστολής).
- Έχουν χρησιμοποιηθεί: βορικά, υδροξείδιο νατρίου, όξινα ανθρακικά, ανθρακικά, π-κυανοφαινολικά, σαλικυλικά, γλυκίνη, πυριτικά, τυροσίνη

Ανιοντική Χρωματογραφία (3)

- Μπορούν να διαχωρισθούν αποτελεσματικά και να προσδιορισθούν με μεγάλη ευαισθησία ανιόντα που παραμένουν ιοντισμένα σε $\text{pH} < 8$
 - Ανιόντα οξέων με $\text{pK}_a \leq 7$ (ανιόντα ανόργανων οξέων και πολλών οργανικών οξέων)

Κατιοντική Χρωματογραφία (1)

- Υγρά εκλούσεως: σωματίδια που είναι:
 - Κατιοντικά σε $\text{pH} < 5$
 - Ουδέτερα σε $\text{pH} 5-9$
- Χρησιμοποιούνται: HCl , HNO_3 , υδροχλωρικά άλατα ιστιδίνης, υδροξυλαμίνης, λυσίνης και τριαιθανολαμίνης
- Μπορούν να διαχωρισθούν και να προσδιορισθούν κατιόντα που παραμένουν ιοντισμένα σε $\text{pH} < 9$ και δεν καθιζάνουν ως υδροξείδια κατά τη δίοδο τους από την ανιοντική στήλη καταστολής.
 - Λιγότερες εφαρμογές από την ανιοντική.

Μειονεκτήματα Χημικής Καταστολής

- Τεχνική χημικής καταστολής αγωγιμότητας υγρού εκλούσεως: λέγεται και ιοντική χρωματογραφία δύο στηλών
- Μειονέκτημα: κορεσμός και αδρανοποίηση της ιονανταλλακτικής ρητίνης της στήλης καταστολής
 - Μετά από κάποιο χρόνο λειτουργίας απαιτείται αναγέννηση της στήλης με διαβίβαση H_2SO_4 ή $NaOH$ μέσα από την κατιονανταλλακτική ή ανιονανταλλακτική στήλη καταστολής, αντίστοιχα, με τη βοήθεια αντλίας
 - Ύπαρξη δεύτερης αντλίας προκαλεί διεύρυνση των κορυφών και μείωση της ευαισθησίας.

Αντιμετώπιση Προβλημάτων Χημικής Καταστολής (1)

1. Παρασκευή ειδικών ιονανταλλακτικών ρητινών πολύ μικρής χωρητικότητας (20-100 meq/g)
 - Χρησιμοποιούνται σε συνδυασμό με μικρό όγκο δείγματος και υγρό εκλούσεως μικρής συγκέντρωσης
 - Το σήμα υποβάθρου να είναι μικρό και να μην χρειάζεται στήλη καταστολής (ιοντική χρωματογραφία μιας στήλης).

Αντιμετώπιση Προβλημάτων Χημικής Καταστολής (2)

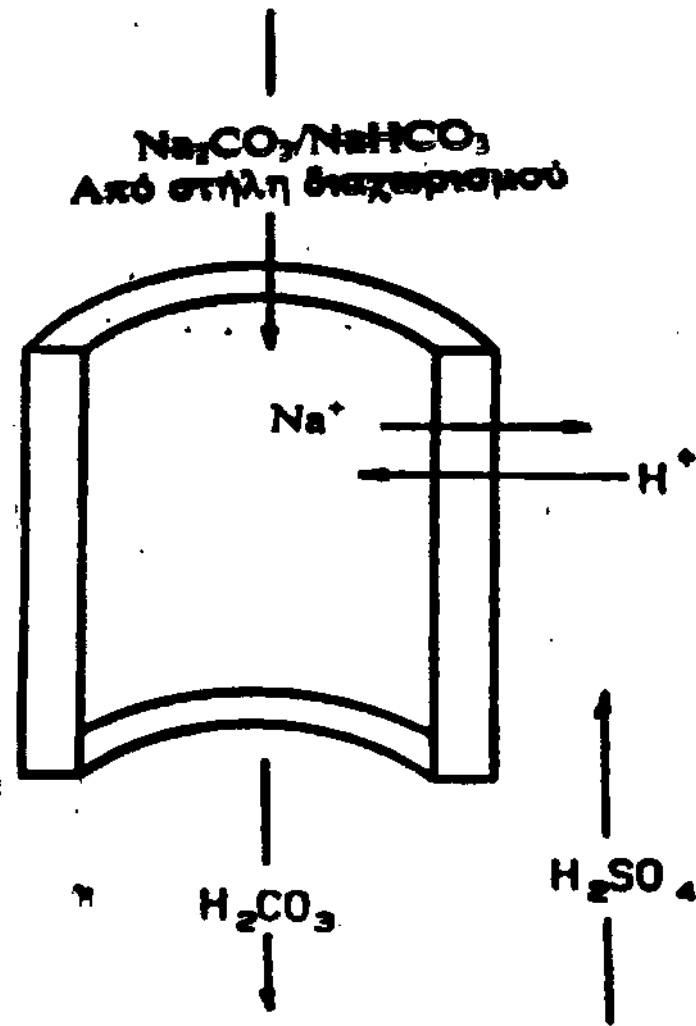
2. Κατασκευή ειδικών ιονανταλλακτικών μεμβρανών

- Χρησιμοποιούνται με μορφή σωλήνων ή μικροσυστημάτων διαπίδυσης ως καταστολείς σήματος υποβάθρου
- Το υγρό εκλούσεως διέρχεται μέσα από το σωλήνα / μικροσύστημα της ιονανταλλακτικής μεμβράνης, ενώ απέξω διαβιβάζεται διάλυμα ενός λουτρού

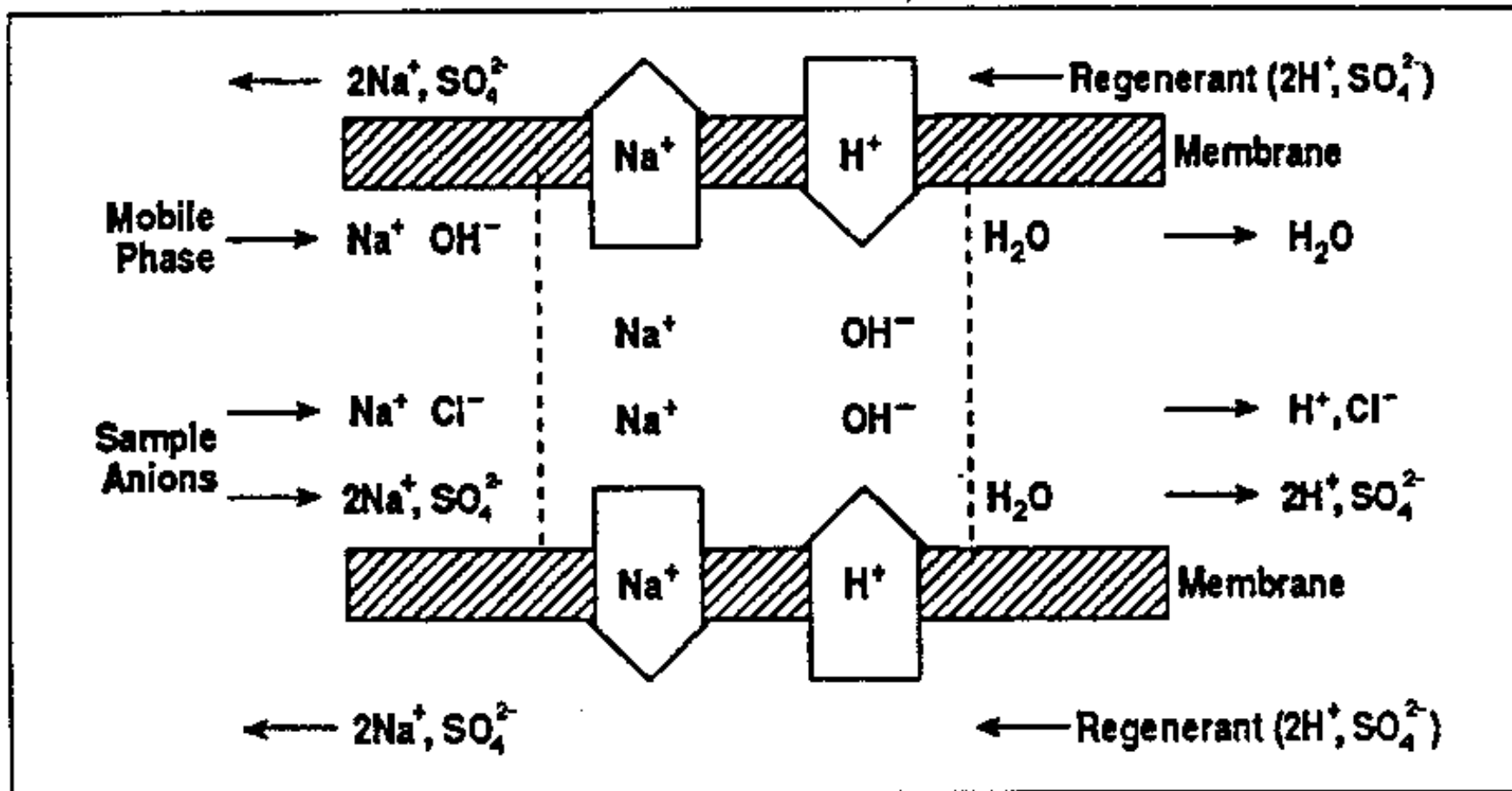
Ανιοντική χρωματογραφία με μεμβράνη καταστολής

- Υγρό εκλούσεως: Na_2CO_3
- Μεμβράνη καταστολής: διαθέτει στην επιφάνειά της σουλφονικές ομάδες ($-\text{SO}_3^-$)
 - Εμποδίζουν τα ομοίως φορτισμένα ανιόντα του υγρού εκλούσεως (CO_3^{2-}) και του λουτρού (διάλυμα H_2SO_4) να περάσουν τα τοιχώματα της μεμβράνης (ισορροπία Donnan, διαδικασία παρόμοια με αιμοδιαπίδυση)
 - Αντίθετα τα κατιόντα του υγρού εκλούσεως (Na^+) ανταλλάσσονται με τα κατιόντα του λουτρού (H^+) σχηματίζοντας το ελάχιστα διιστάμενο H_2CO_3 , με αμελητέα αγωγιμότητα.

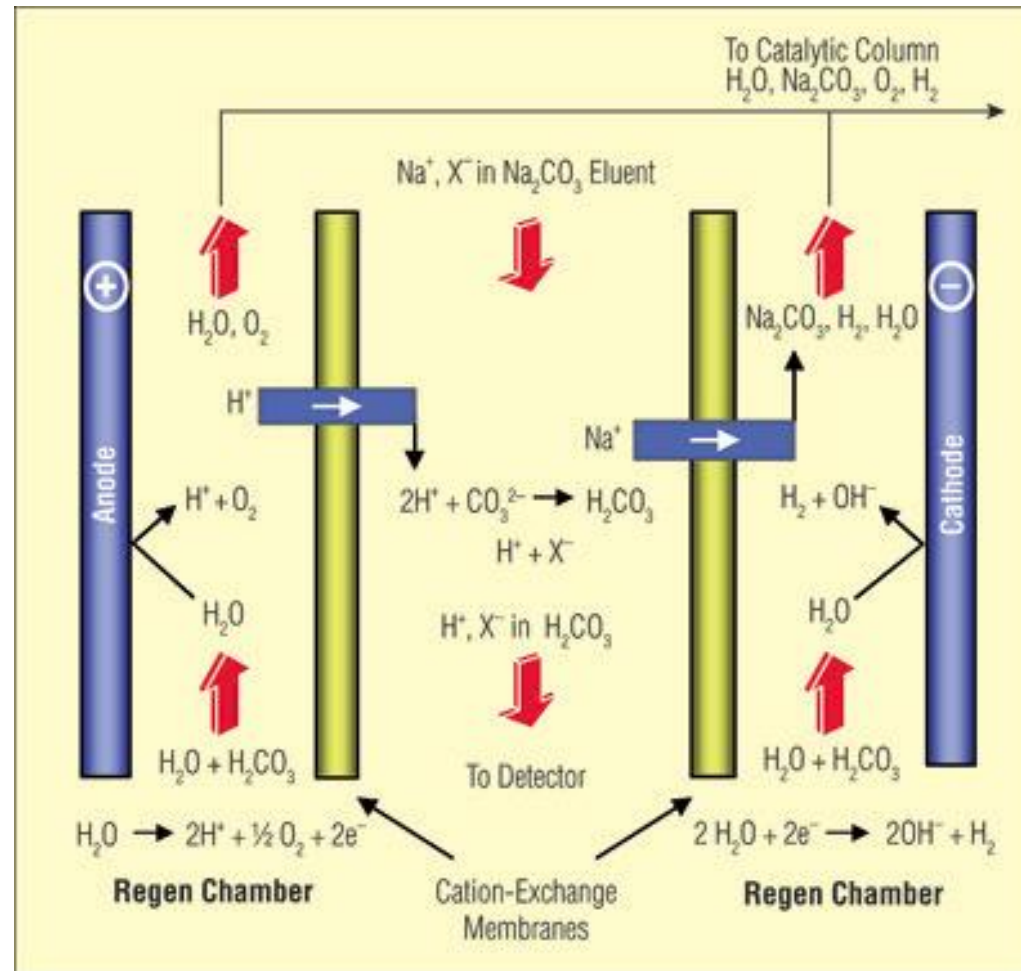
Συστήματα Καταστολής



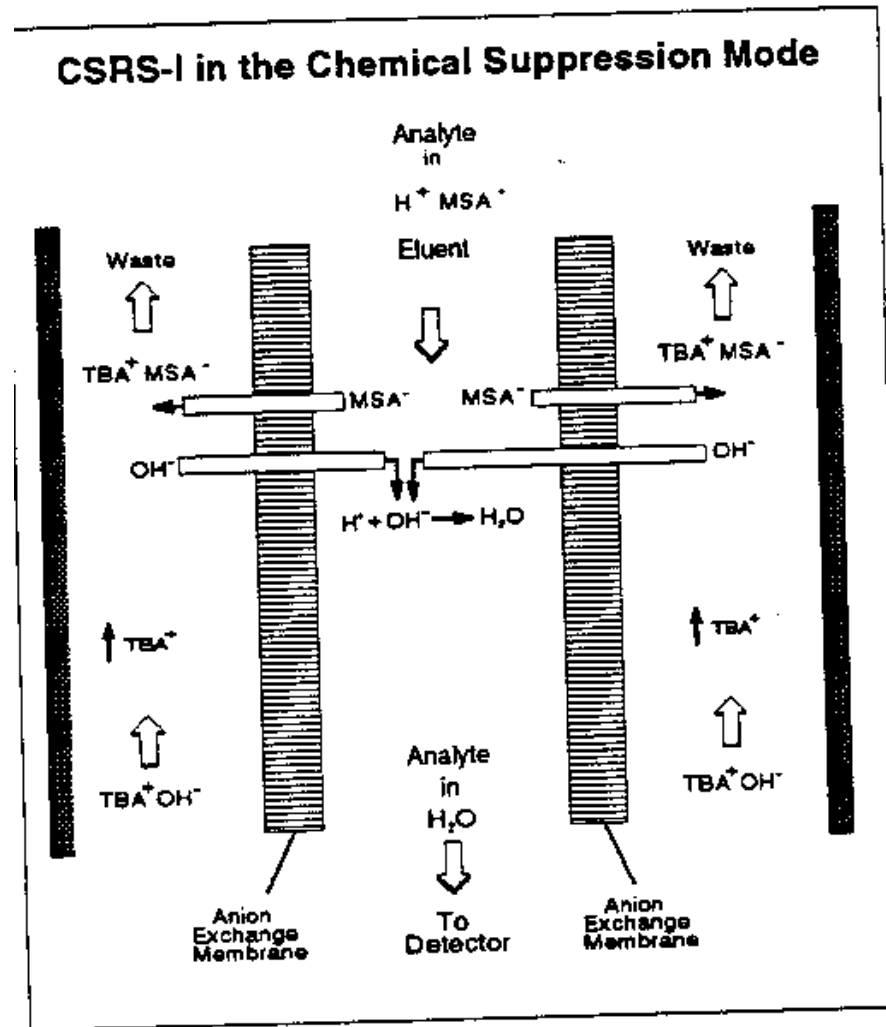
Σχηματικό διάγραμμα χημικής καταστολής μεμβράνης (για ανιονανταλλαγή)
 Τα αντισταθμιστικά ιόντα Na^+ από το εκλουστικό (NaOH) διέρχεται την
 κατιοανταλλακτική μεμβράνη και αντικαθίσταται με ιόντα H^+ από το
 αντιδραστήριο αναγέννησης (regenerant) H_2SO_4 , εξουδετερώνοντας τα OH^- με
 την υψηλή αγωγιμότητα και αυξάνοντας το λόγο S/N



Λειτουργία Καταστολής Μembrάνης για ανιόντα με ηλεκτρολυτική αναγέννηση του λουτρού



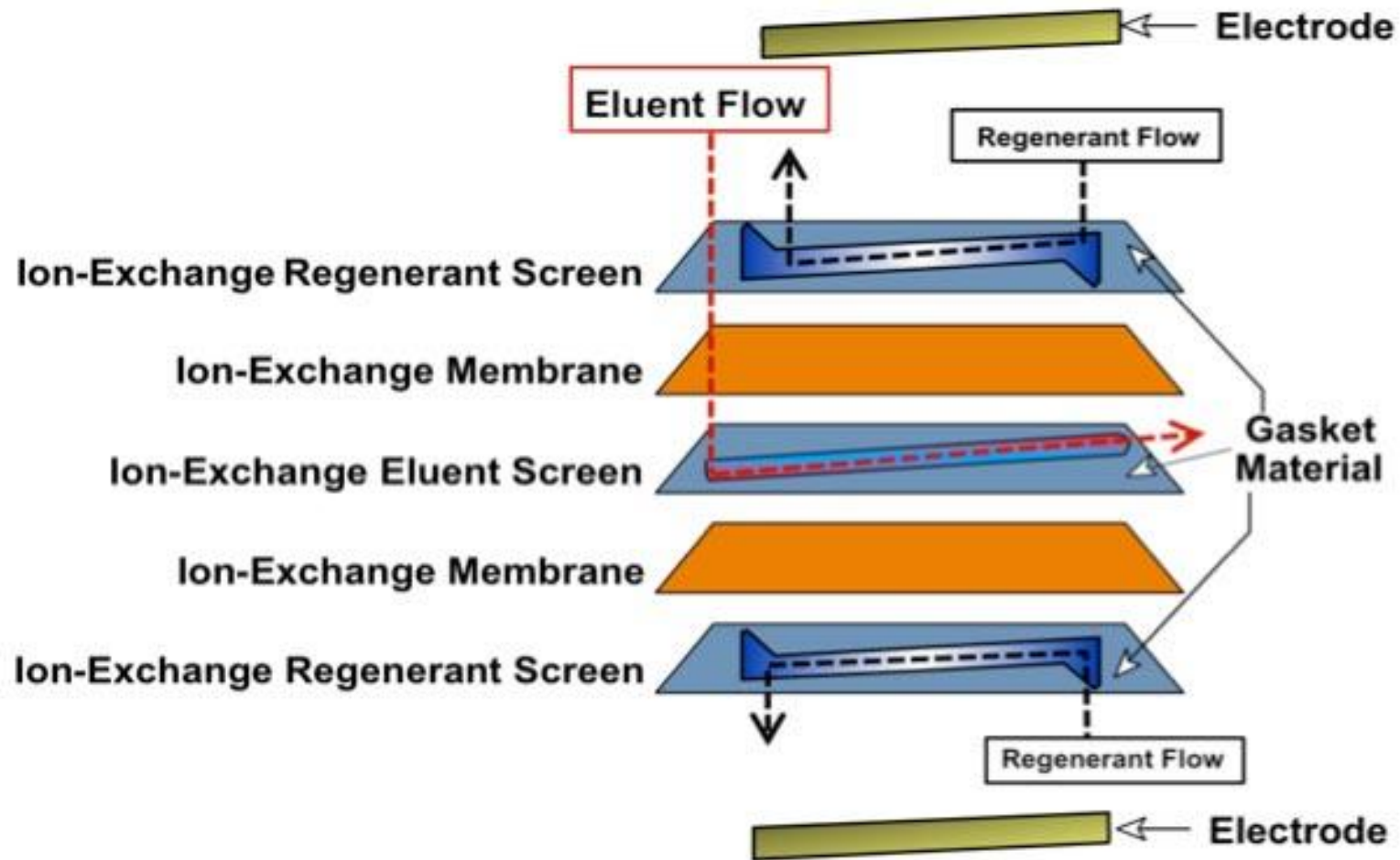
Σχηματικό διάγραμμα χημικής καταστολής μεμβράνης (για κατιονανταλλαγή)
 Τα αντισταθμιστικά ιόντα (μεθανοσουλφονικά) MSA^- από το εκλουστικό (H^+MSA^-)
 διέρχεται την ανιονανταλλακτική μεμβράνη και αντικαθίσταται με ιόντα OH^- από το
 αντιδραστήριο αναγέννησης (regenerant) TBA^+OH^- , εξουδετερώνοντας τα H^+ με την
 υψηλή αγωγιμότητα και αυξάνοντας το λόγο S/N



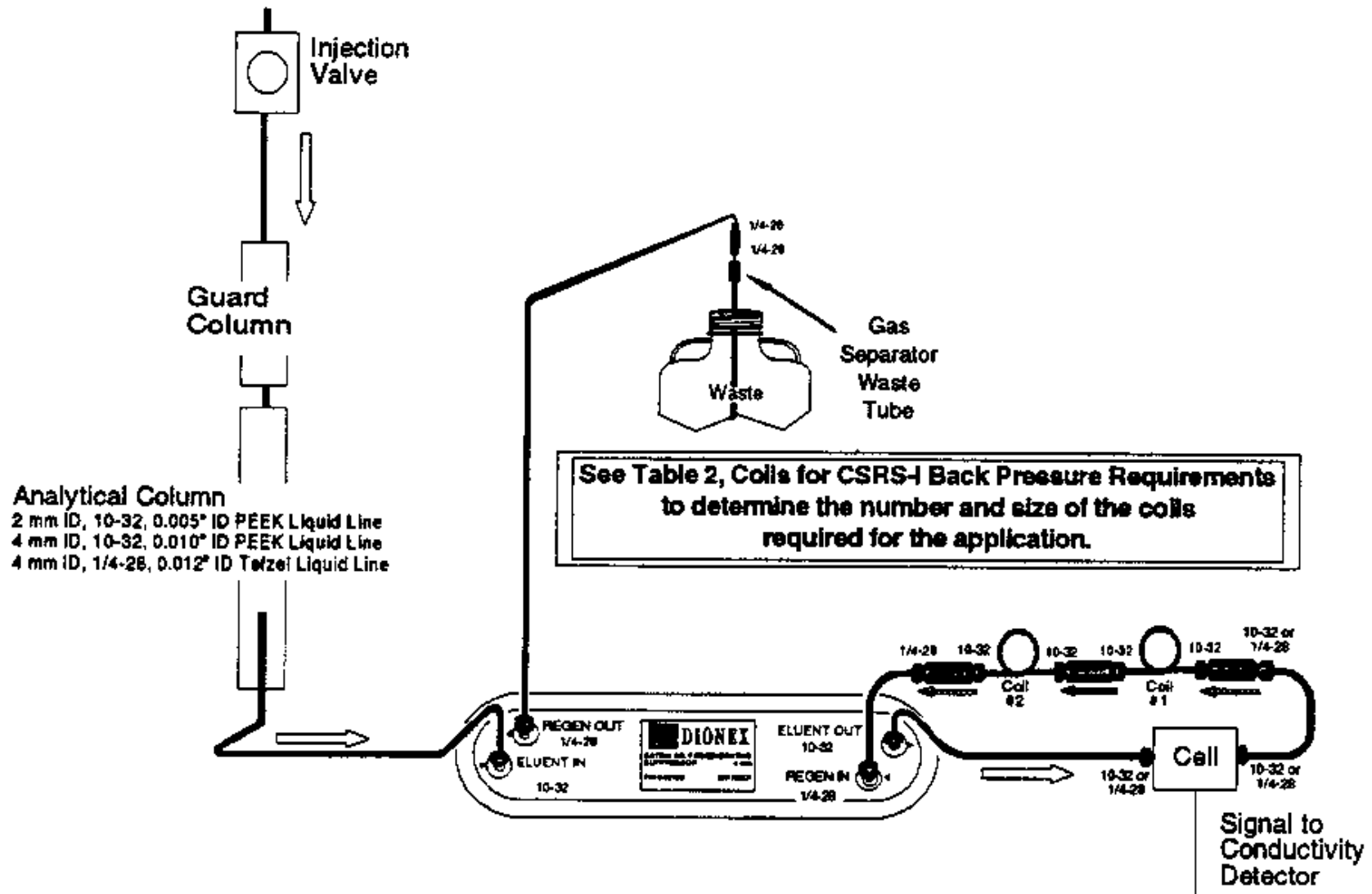
Μονάδα Καταστολής Dionex



Σχηματικό Διάγραμμα Καταστολέα Μembrάνης με Ηλεκτρολυτική Αναγέννηση Λουτρού



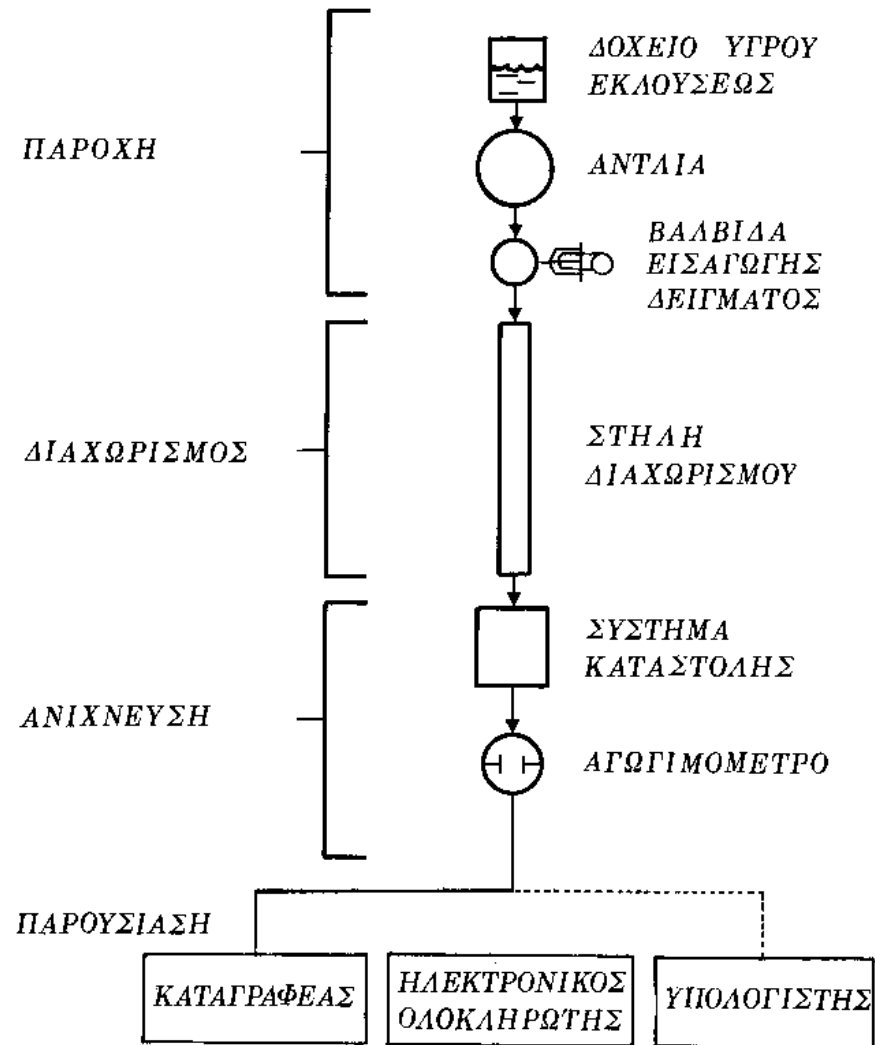
Διάγραμμα Συστήματος Αυτοκαταστολής με Ανακύκλωση



Πλεονεκτήματα Τεχνικής Μεμβράνης Καταστολής

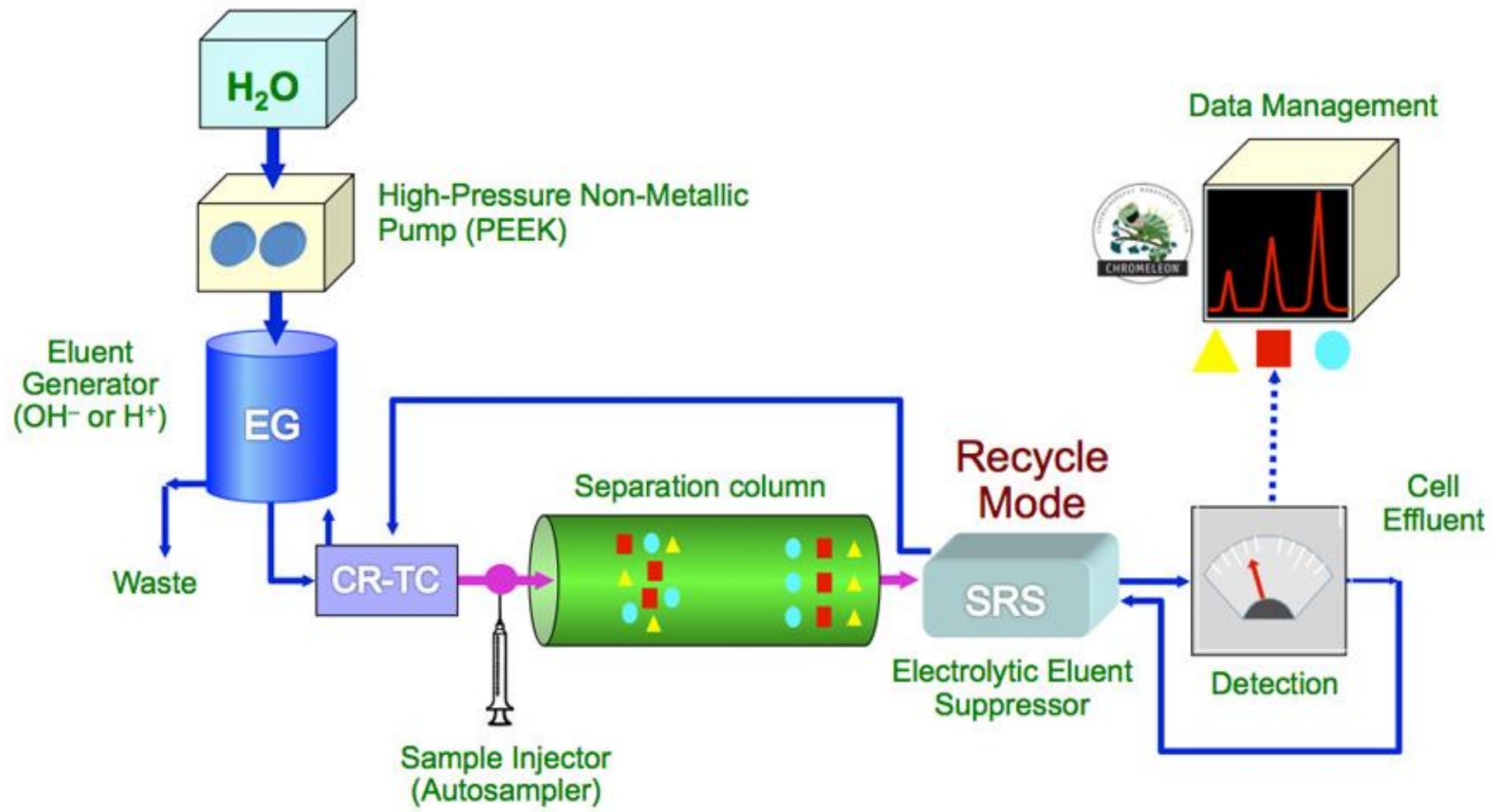
- Αποφυγή περιοδικής αναγέννησης της ιονανταλλακτικής ρητίνης καταστολής
- Μείωση νεκρού όγκου συστήματος
- Πολύ μεγάλη χωρητικότητα
 - Επιτρέπει την αξιοποίηση της βαθμιδωτής έκλουσης στην ιοντική χρωματογραφία (αδύνατη με σύστημα δύο στηλών).

Οργανολογία Ιοντικής Χρωματογραφίας



Οργανολογία Ιοντικής Χρωματογραφίας

- Δοχείο υγρού εκλούσεως
- Αντλία σταθερής παροχής (χαμηλής πίεσης, σε αντίθεση με HPLC)
- Περιστρεφόμενη βαλβίδα εισαγωγής δείγματος με βρόχο
- Στήλη διαχωρισμού
- Σύστημα καταστολής αγωγιμότητας υγρού εκλούσεως
 - Στήλη ιονταλλακτικής ρητίνης (με αναγκαίο σύστημα αναγέννησής της)
 - Μικροσυσκευή ιονταλλακτικής μεμβράνης με απαραίτητο διάλυμα λουτρού
- Ανιχνευτή ροής (αγωγιμόμετρο)
- Σύστημα λήψεως σήματος (καταγραφέας, ηλεκτρονικός ολοκληρωτής, υπολογιστής)



Στήλες Διαχωρισμού (1)

- Υλικό πληρώσεως από ουδέτερο πυρήνα από πολυμερές, διαμέτρου 10 μm
 - Ανιονανταλλακτική στήλη: πληρωτικό υλικό από αδρανή πυρήνα, μια ενδιάμεση στιβάδα σουλφονικών ομάδων, και μία λεπτή στιβάδα σφαιριδίων με τεταρτοταγείς αμινομάδες
 - Κατιονανταλλακτική στήλη: αδρανής πυρήνας, ενδιάμεση στιβάδα από τεταρτοταγείς ομάδες, και μία λεπτή στιβάδα σφαιριδίων με σουλφονικές ομάδες

Στήλες Διαχωρισμού (2)

- Εξαιτίας της κατασκευής, όλες οι ενεργές ομάδες είναι προσιτές στο υγρό εκλούσεως και η ρητίνη έχει εξαιρετικά χαρακτηριστικά μεταφοράς μάζας
- Η χωρητικότητα αυτών των ρητινών είναι μικρή (20-100 meq/g του συμπολυμερούς)
- Ρητίνες διοξειδίου πυριτίου είναι ακατάλληλες γιατί καταστρέφονται στα υδατικά υγρά εκλούσεως και η εκλεκτικότητά τους είναι μικρή για μερικά ιοντικά σωματίδια.

Στήλη Ιοντικής Χρωματογραφίας και Προστήλη Ασφαλείας



Ανιχνευτές

- Ηλεκτροχημικοί ανιχνευτές: α) Αγωγιμομετρικός
β) (Παλμικός) Αμπερομετρικός
γ) Ποτενσιομετρικός

- Οπτικοί ανιχνευτές: α) UV-Vis
β) Φθορισμομετρικός και Χημειοφωταύγ.
γ) Δείκτη διάθλασης
δ) Σκέδασης φωτός

- * Φασματομετρία ατομικής απορρόφησης / εκπομπής

- π
- * Φασματομετρία μαζών

Ανιχνευτές (1)

Αγωγιμομετρικός Ανιχνευτής

- **Ηλεκτρική Αγωγιμότητα**, απλή και ευαίσθητη παράμετρος που σχετίζεται με τη συγκέντρωση των ιοντικών σωματιδίων
- **Αγωγιμομετρικός ανιχνευτής**: ο περισσότερο χρησιμοποιούμενος γενικός ανιχνευτής στην ιοντική χρωματογραφία
- Σύγχρονοι αγωγιμομετρικοί ανιχνευτές έχουν ικανότητα **αντιστάθμισης** ευρείας περιοχής σήματος
 - Ενισχυμένη ικανότητα ρυθμίσεως μηδενός
 - Χρήση και στην Ιοντική Χρωματογραφία χωρίς χημική καταστολή σήματος (ηλεκτρονική καταστολή).

Αγωγιμότητα Διαλύματος

- Η μετρούμενη αγωγιμότητα (κ σε Siemens/cm) αραιού διαλύματος είναι το άθροισμα των επί μέρους συνιστωσών στην αγωγιμότητα όλων των ιόντων στο διάλυμα.
- Η αγωγιμότητα κάθε ιόντος είναι το γινόμενο της **ισοδύναμης αγωγιμότητας λ_i°** (σε $S\text{cm}^2 / \text{equiv}$) επί τη συγκέντρωση c_i (equiv/L)

$$\kappa = \frac{\sum_i \lambda_i^\circ c_i}{1000}$$

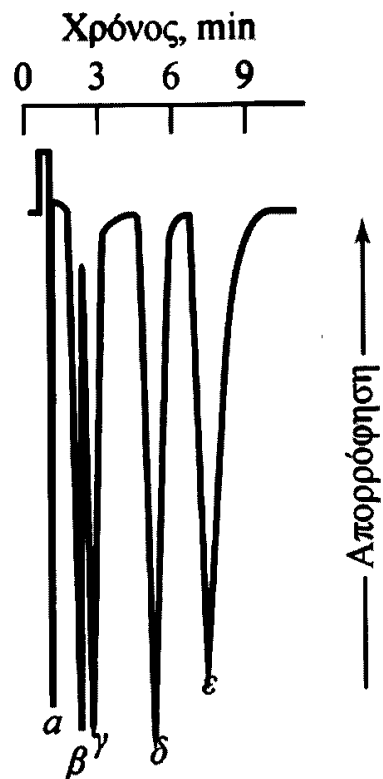
Equivalent Conductivities in Aqueous Solution, 25 C
(S × cm² / equiv)

Anions	λ°	Cations	λ°
OH ⁻	198	H ⁺	350
F ⁻	54	Li ⁺	39
Cl ⁻	76	Na ⁺	50
Br ⁻	78	K ⁺	74
I ⁻	77	NH ₄ ⁺	73
NO ₃ ⁻	71	Mg ²⁺	53
HCO ₃ ⁻	45	Ca ²⁺	60
SO ₄ ²⁻	80	Sr ²⁺	59
Acetate ⁻	41	CH ₃ NH ₃ ⁺	58
Benzoate ⁻	32	N(CH ₃ CH ₂) ₄ ⁺	33

Ανιχνευτές (2)

Φασματοφωτομετρικός Ανιχνευτής

- Μη χρήση επειδή τα περισσότερα κοινά ιόντα δεν απορροφούν ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία
- Έμμεση χρήση:
 - Χρησιμοποιείται ως υγρό εκλούσεως αραιό διάλυμα φθαλικού ιόντος (απορροφά έντονα στο UV) και παρέχει σταθερή υψηλή τιμή απορροφήσεως
 - Κατά την έκλουση ανιόντων γίνεται αντικατάστασή τους στις θέσεις ιονανταλλαγής της στήλης διαχωρισμού από ισοδύναμη ποσότητα φθαλικών ανιόντων
 - Παρατηρείται μείωση απορροφήσεως ανάλογη με τη συγκέντρωση του ανιόντος (εμφανίζονται αρνητικές κορυφές)



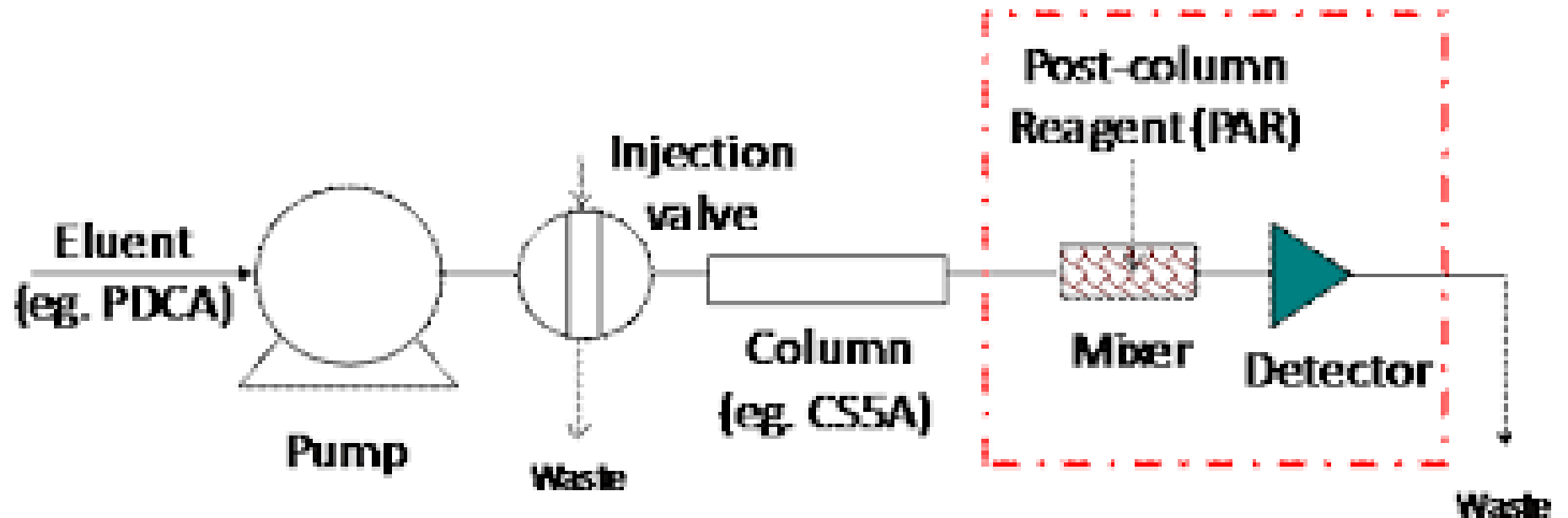
Σχήμα 28-24 Έμμεση φωτομετρική ανίχνευση διαφόρων ανιόντων με έκλουση. Διάλυμα έκλουσης: 10^{-3} M ουδέτερο φθαλικό νάτριο, 10^{-3} M βορικό οξύ, pH = 10. Ταχύτητα ροής: 5 mL/min. Όγκος δείγματος: 0,02 mL. Ανιχνευτής UV. Ιόντα δείγματος: (α) 18 μ g ανθρακικά, (β) 1,4 μ g χλωριούχα, (γ) 3,8 μ g φωσφορικά, (δ) 5 μ g αζίδια, (ε) 10 μ g νιτρικά. (Ανατύπωση με άδεια από το: H. Small, Anal. Chem., 1985, 55, 240 A. Copyright 1983. American Chemical Society).

Ανιχνευτές (3)

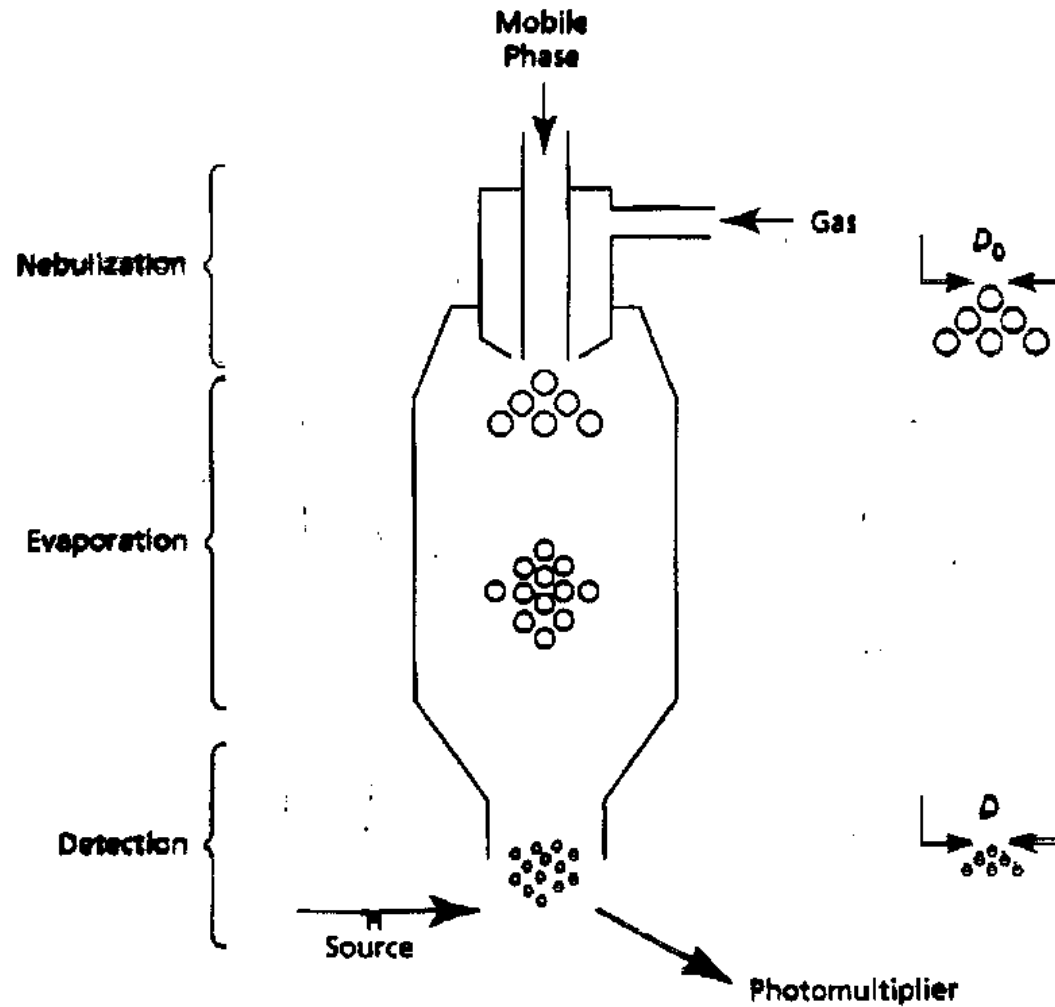
Φασματοφωτομετρικός Ανιχνευτής

- Ο ανιχνευτής τοποθετείται μετά τη στήλη διαχωρισμού (δεν απαιτείται στήλη / συσκευή καταστολής).
- Για την ανάλυση κατιόντων χρησιμοποιείται διάλυμα CuSO_4
- Για μεταλλοϊόντα που σχηματίζουν αδιάλυτα υδροξείδια στη στήλη καταστολής, χρησιμοποιείται μετά στήλη αντίδραση με συμπλεκτικά αντιδραστήρια για σχηματισμό έγχρωμων συμπλόκων (π.χ. διθειζόνη) και χρήση φασματοφωτομετρικού ανιχνευτή ορατού.

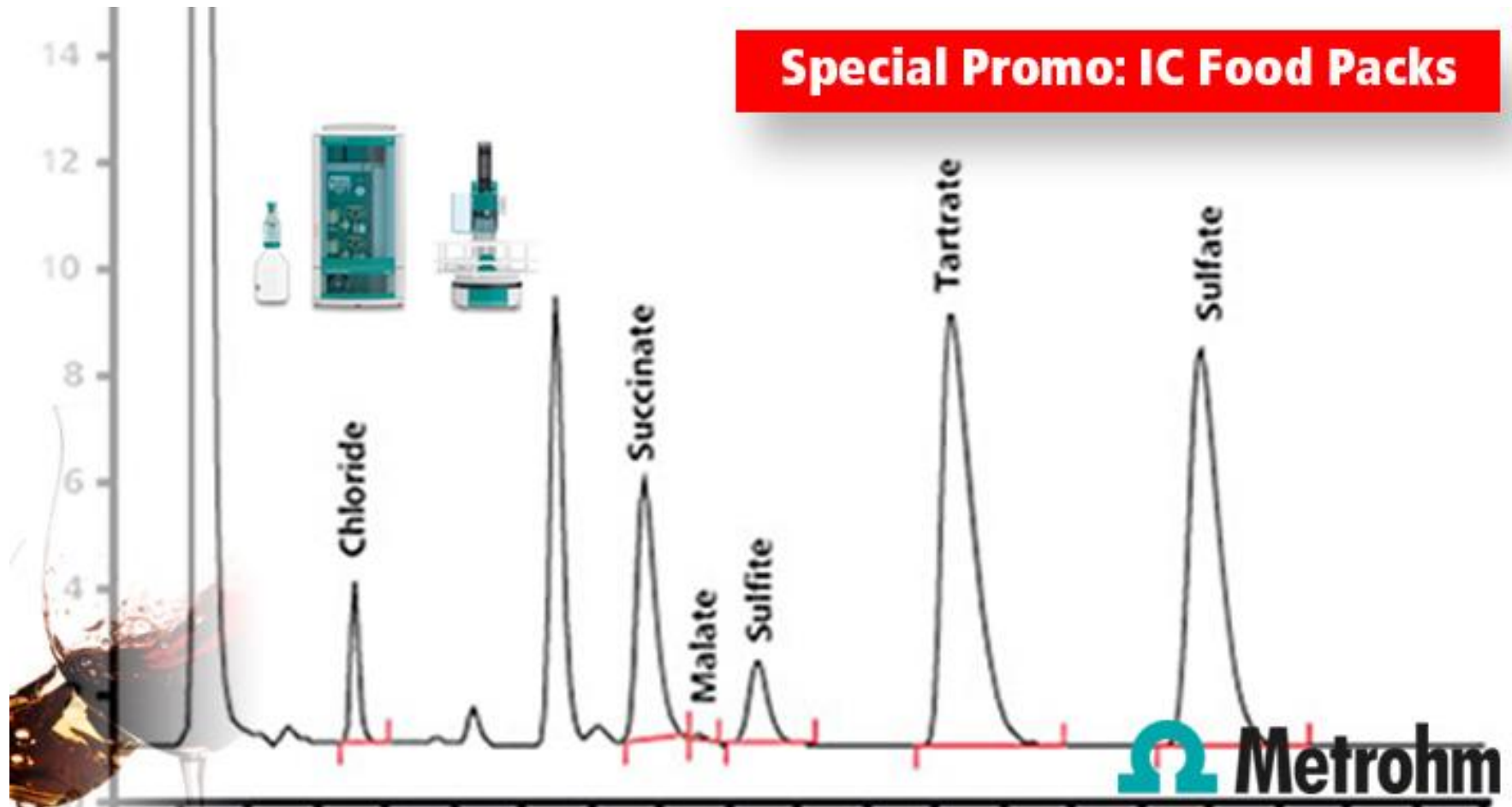
Ανάλυση Ιχνοστοιχείων Μετάλλων Με Φωτομετρικό
Ανιχνευτή με Μετά-στήλη Παραγωγοποίηση με PAR
(PyridylAzo Resorcinol)
PDCA = Pyridine-Dicarboxylic Acid



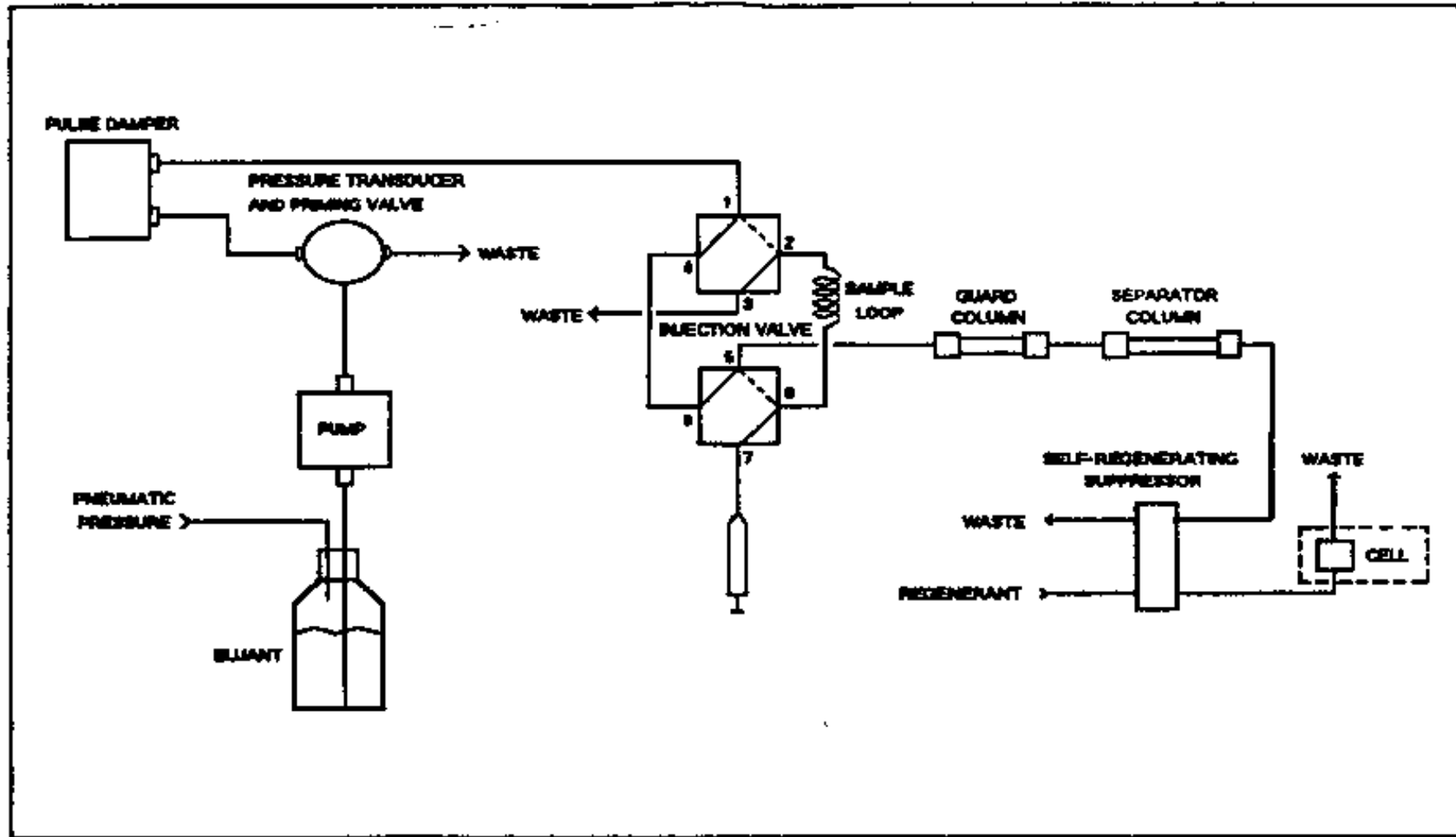
Εξατμιστικός Ανιχνευτής Σκέδασης Φωτός



Special Promo: IC Food Packs



Διάγραμμα Ιοντικού Χρωματογράφου



Εφαρμογές (1)

- Χρησιμοποιείται ευρέως για τον προσδιορισμό ιχνοποσοτήτων:
 - ανιόντων (περισσότερα από 60 είδη)
 - Κατιόντων (περισσότερα από 30 είδη)
- Σε ποικιλία δειγμάτων:
 - Ύδατα, εκχυλίσματα εδαφών, τρόφιμα, βιομηχανικά και περιβαλλοντικά δείγματα
- Είναι τεχνική επιλογής και έχει καθιερωθεί ως η επίσημη μέθοδος (περιβαλλοντική ανάλυση) για τον προσδιορισμό κοινών ανοργάνων και οργανικών ανιόντων, για τα οποία οι άλλες τεχνικές δεν μπορούν να εφαρμοσθούν.

Εφαρμογές (2)

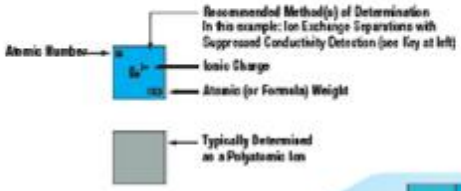
- Για τον προσδιορισμό κατιόντων συναγωνίζεται και συμπληρώνει ή συνδυάζεται με άλλες τεχνικές στοιχειακής ανάλυσης (φλογοφωτομετρία εκπομπής και απορρόφησης)
- Πλεονέκτημα: μπορεί και προσδιορίζει τις διάφορες μορφές ενός μεταλλοϊόντος (π.χ. Fe(II) και Fe(III)).

Periodic Table of Ion Analysis

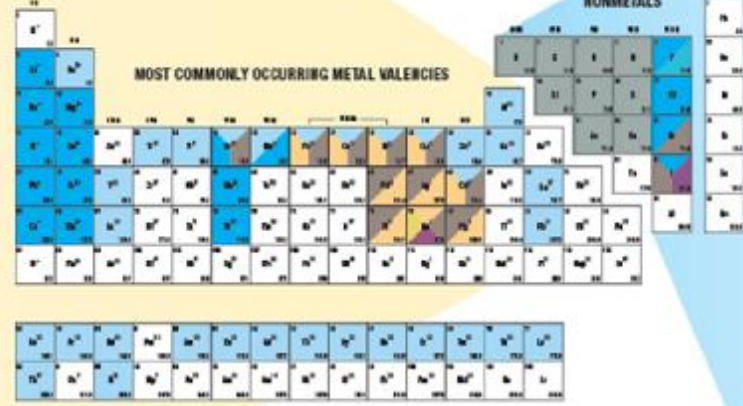
COMMONLY DETERMINED METAL IONS



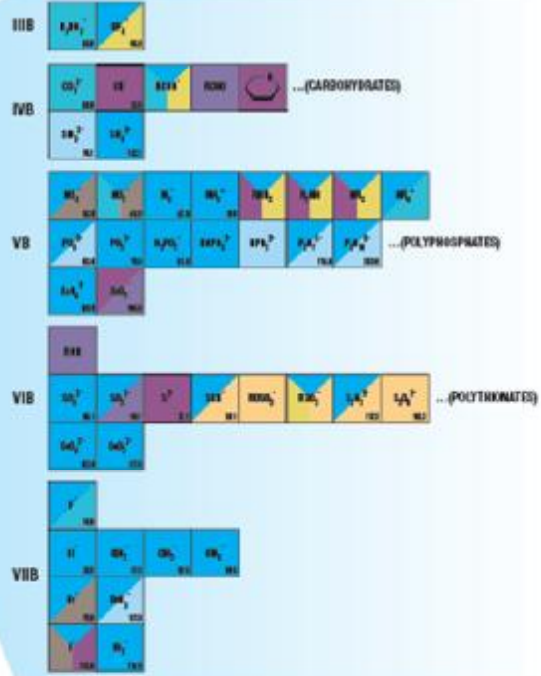
METHOD KEY	
SEPARATION	DETECTION MODE
Ion Exchange	Suppressed Conductivity
Ion Exchange	Suppressed Conductivity
Ion Picking	Suppressed Conductivity
Ion Exchange	Depressant
Ion Exchange	Depressant
Ion Exchange	Direct UV
Ion Exchange	Direct UV
Ion Exchange	Potassium Spectro/Flu



MOST COMMONLY OCCURRING METAL VALENCIES



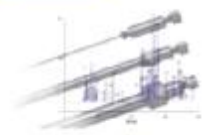
COMMONLY DETERMINED NONMETAL IONS



IC system is 81 year old and budget
Learn more about this in our chromatography systems
at www.thermo.com



IC column chemistries for a wide range of analytes
Learn more about these at our [Chromatography Solutions](http://www.thermo.com)



Model 4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100
 Model 4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100
 Model 4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100
 Model 4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100 IIC-4100

Thermo
SCIENTIFIC
Part of Thermo Fisher Scientific

Εφαρμογές (3)

Φαρμακευτική Ανάλυση

- Μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τον έλεγχο προσμίξεων σε πρώτες ύλες και ενδιάμεσα και τελικά προϊόντα:
 - Ανόργανων και οργανικών ανιόντων (αζίδιο (N_3^-), SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , NO_3^- , EDTA, κλπ)
 - Μεταλλοϊόντωνπαρέχοντας ακριβή προσδιορισμό και όχι ημιποσοτικό έλεγχο, όπως περιγράφεται στις φαρμακοποιίες
- Χρησιμοποιείται επίσης για την ανάλυση:
 - Υδατανθράκων (έκλουση σε υψηλό pH υπό μορφή ανιόντων)
 - Υδατοδιαλυτών βιταμινών, αντιβιοτικών, κλπ.

Προσδιορισμός S-carbocysteine

Koupparis, Megoulas, J. Chromatography A, 1026 (2004) 167-174

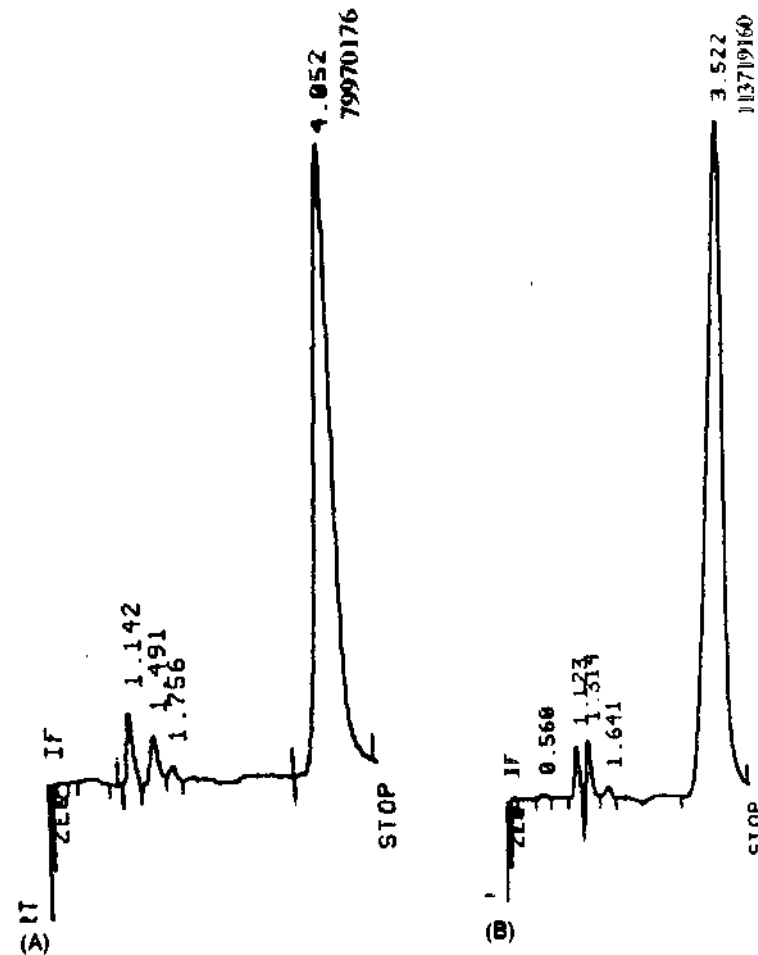


Fig. 4. Chromatogram of S-CMC (200 $\mu\text{g/ml}$) using cation exchange column (CS-14) and acidic mobile phases (aqueous TFA). Positive peak due to species III of S-CMC: (A) 0.50 mM TFA ($t_R = 4.1$ min); (B) 0.25 mM TFA ($t_R = 3.5$ min). Integrated peak areas in $\mu\text{V s}$ (detector full scale 100 μS).

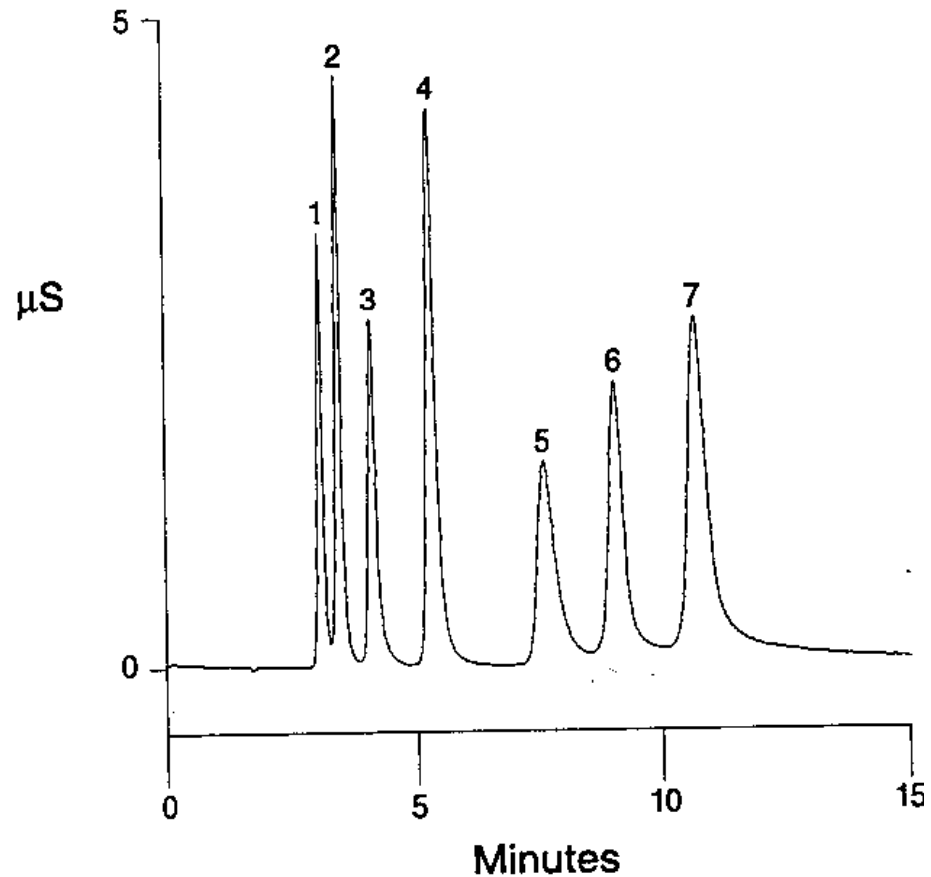
Αναλύσεις κατιόντων με στήλη CS14 και Cation Self-Regenerating Suppressor (CSRS)

- Εκλουστικά (Eluents)
 - Μεθανοσουλφονικό οξύ (MSA)
 - Τριφθοροξεϊκό οξύ (TFA)
 - 18-crown-6 ether

Ανάλυση κατιόντων

Στήλη: IonPac CS14, Εκλουστικό: Μεθανοσουλφονικό οξύ (MSA) 10 mM
Συμπιεστής αγωγιμότητας: CSRS-I

- | | | |
|----|------------------------------|-------------|
| 1. | Li ⁺ | (0.5 mg/L) |
| 2. | Na ⁺ | (2.0 mg/L) |
| 3. | NH ₄ ⁺ | (2.5 mg/L) |
| 4. | K ⁺ | (5.0 mg/L) |
| 5. | Diethylamine | (10.0 mg/L) |
| 6. | Mg ²⁺ | (2.5 mg/L) |
| 7. | Ca ²⁺ | (5.0 mg/L) |
- 1 mg/L = 1 ppm

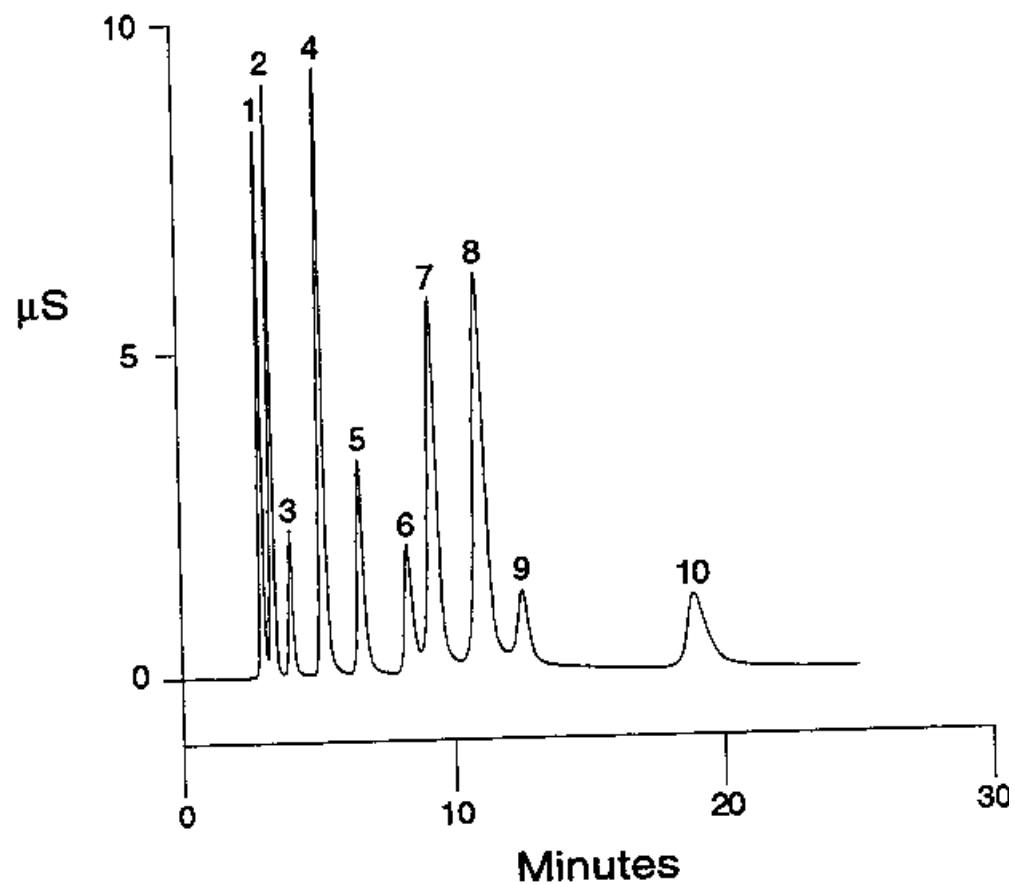


Ανάλυση κατιόντων

Στήλη: IonPac CS14, Εκλουστικό: Μεθανοσουλφονικό οξύ (MSA) 10 mM

Συμπιεστής αγωγιμότητας: CSRS-I

1. Li^+ (1.0 mg/L)
 2. Na^+ (4.0 mg/L)
 3. NH_4^+ (10.0 mg/L)
 4. K^+ (10.0 mg/L)
 5. Rb^+ (20.0 mg/L)
 6. Cs^+ (20.0 mg/L)
 7. Mg^{2+} (5.0 mg/L)
 8. Ca^{2+} (10.0 mg/L)
 9. Sr^{2+} (3.3 mg/L)
 10. Ba^{2+} (10.0 mg/L)
- 1 mg/L = 1 ppm

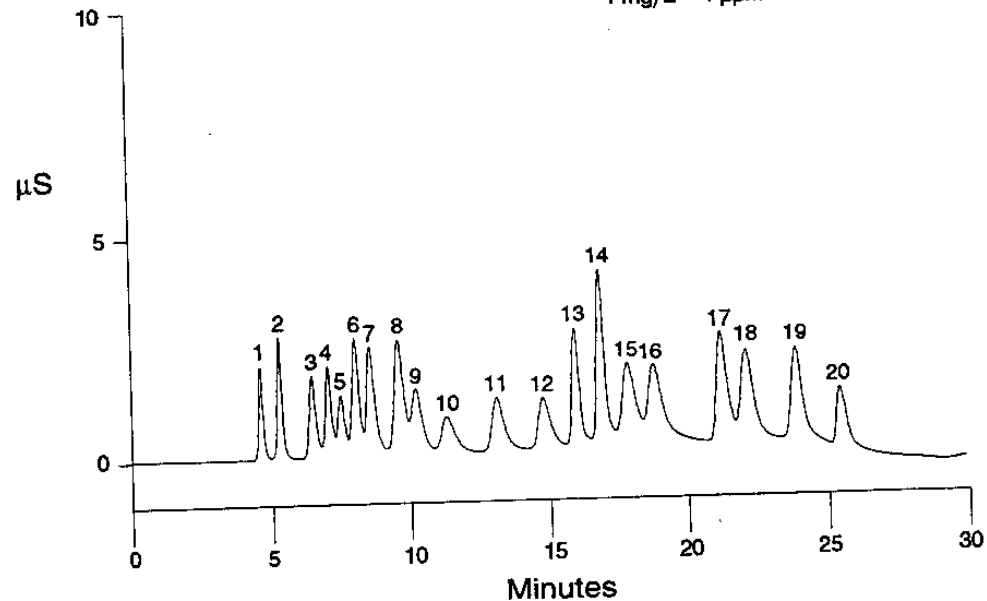


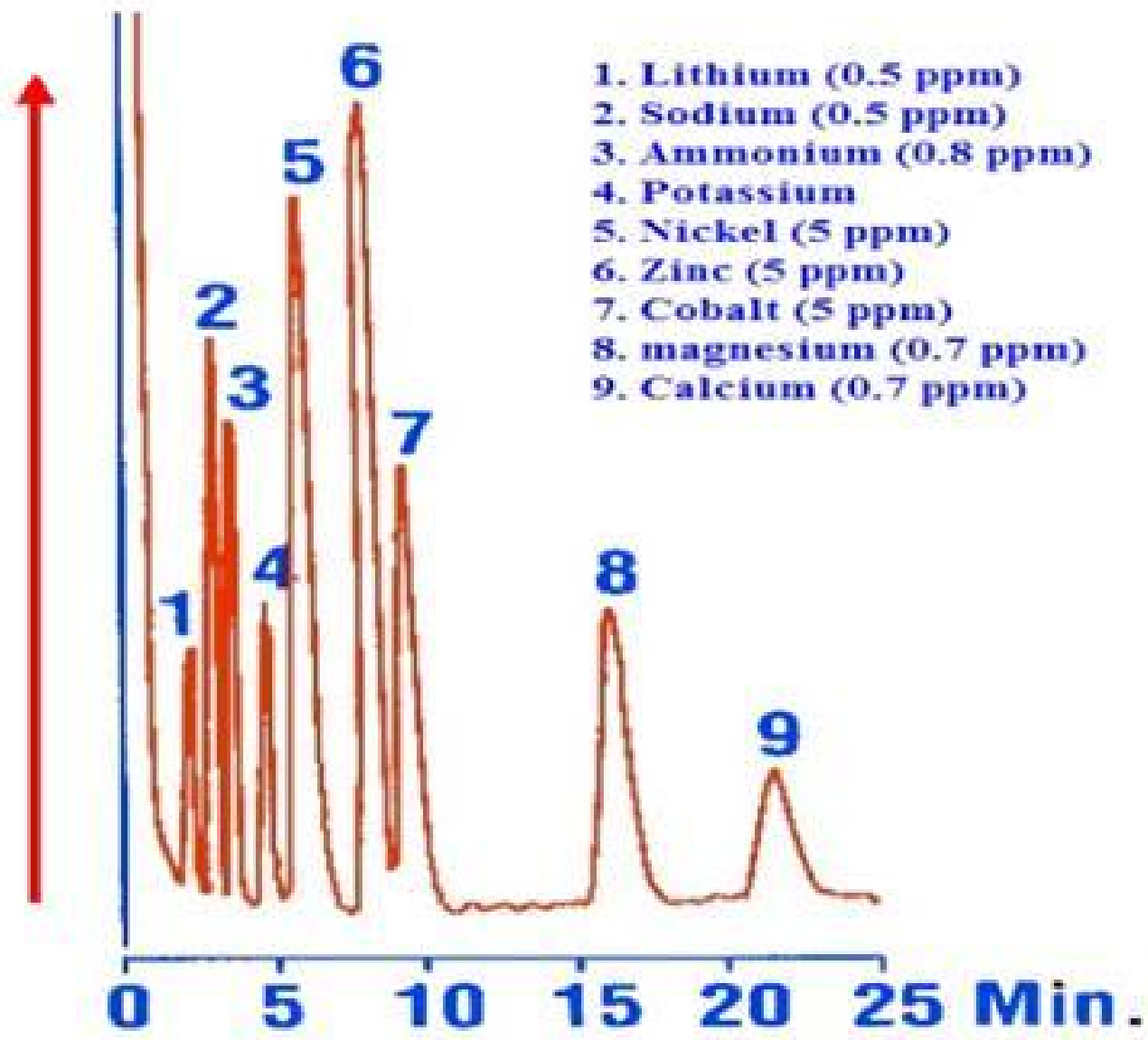
Ανάλυση κατιόντων

Στήλη: IonPac CS14, Εκλουστικό: Μεθανοσουλφονικό οξύ (MSA) 10 mM
Συμπιεστής αγωγιμότητας: CSRS-I, Βαθμιδωτή έκλουση

1. Li ⁺	(0.5 mg/L)	10. Morpholine	(25.0 mg/L)
2. Na ⁺	(2.0 mg/L)	11. sec-Butylamine	(10.0 mg/L)
3. NH ₄ ⁺	(2.5 mg/L)	12. iso-Butylamine	(10.0 mg/L)
4. Methylamine	(5.0 mg/L)	13. Mg ²⁺	(2.5 mg/L)
5. Ethylamine	(5.0 mg/L)	14. Ca ²⁺	(5.0 mg/L)
6. Dimethylamine	(10.0 mg/L)	15. 2-Methylpiperidine	(20.0 mg/L)
7. K ⁺	(5.0 mg/L)	16. Di-n-propylamine	(20.0 mg/L)
8. Trimethylamine	(20.0 mg/L)	17. 3-Methylpiperidine	(20.0 mg/L)
9. Propylamine	(5.0 mg/L)	18. Cyclohexylamine	(20.0 mg/L)
		19. N-Methylcyclohexylamine	(20.0 mg/L)
		20. Tripropylamine	(20.0 mg/L)

1 mg/L = 1 ppm



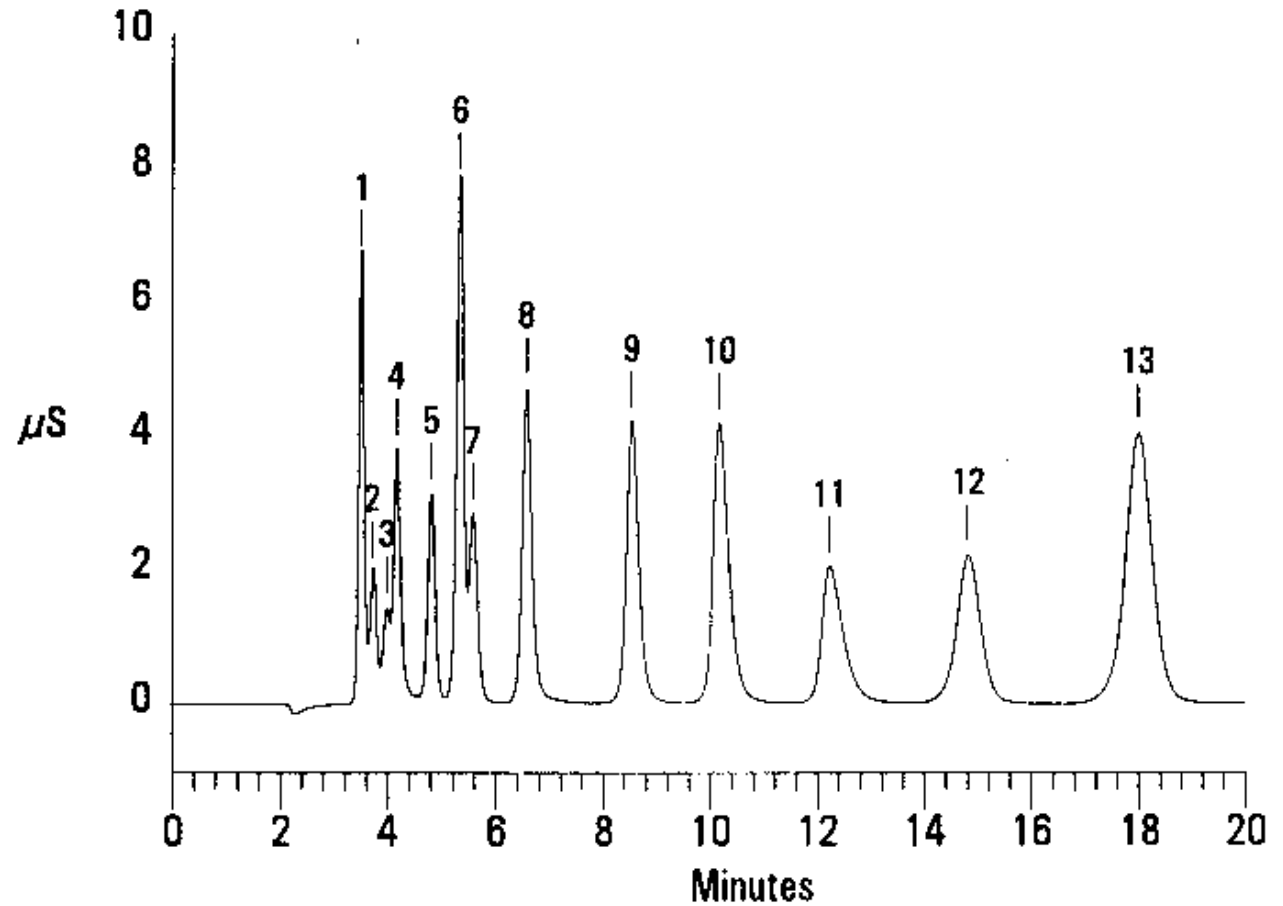


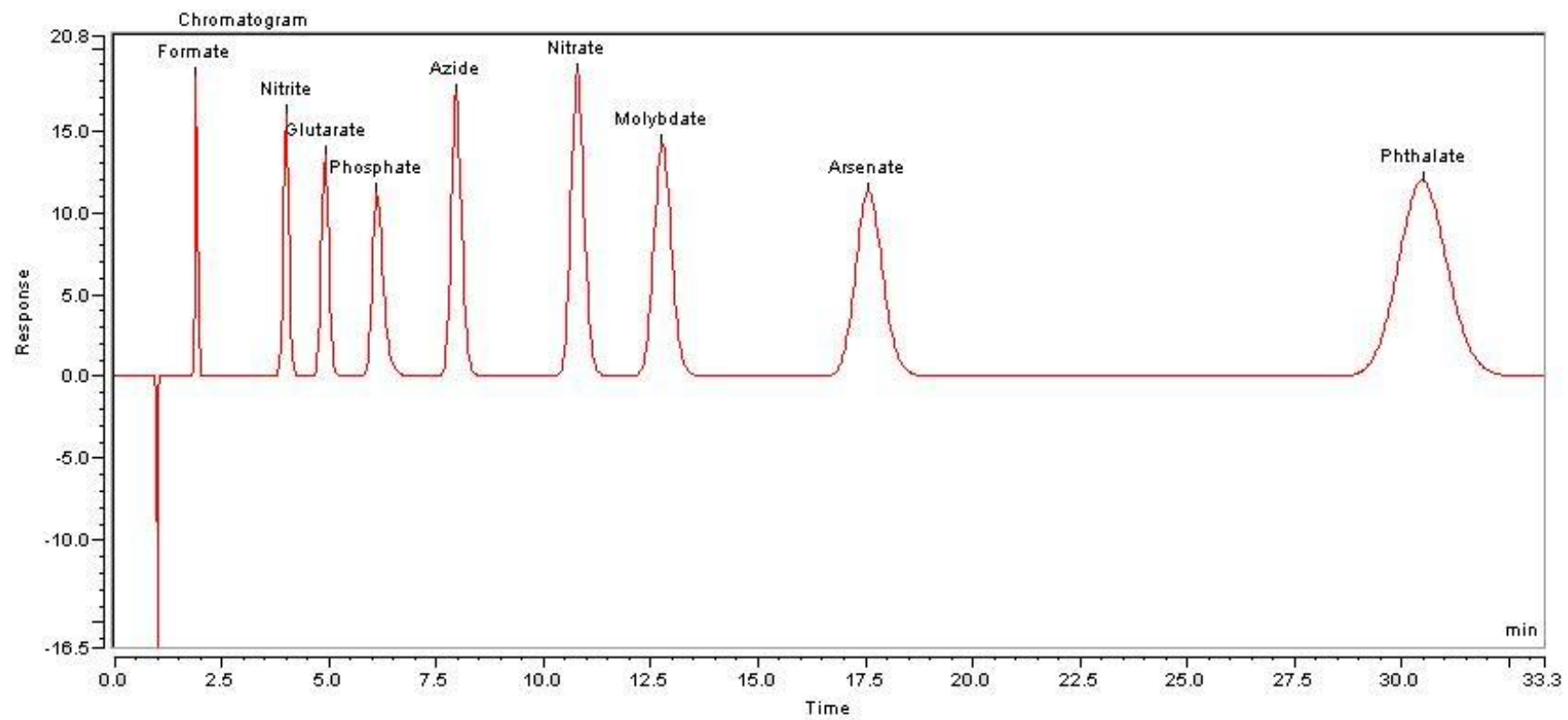
Ανάλυση ανιόντων

Στήλη: IonPac AS14, Εκλουστικό: 2,7 mM Na₂CO₃ / 1,0 mM NaHCO₃. Συμπιεστής αγωγιμότητας: ASRS-I, Βαθμιδωτή έκλουση

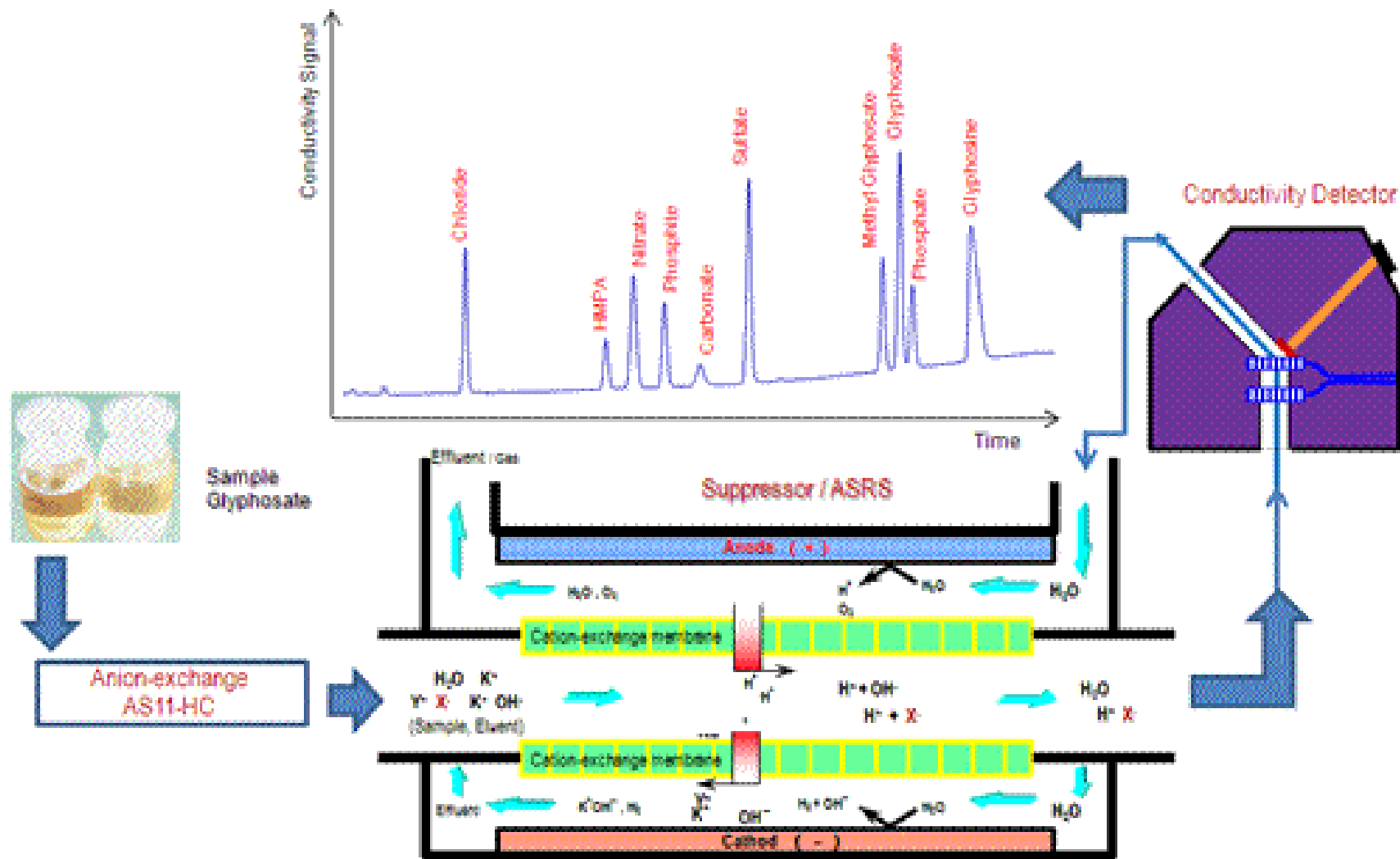
	Analyte	mg/L
1.	Fluoride	5.0
2.	Glycolate	10.0
3.	Acetate	20.0
4.	Formate	10.0
5.	Chlorite	10.0
6.	Chloride	10.0
7.	Bromate	20.0
8.	Nitrite	15.0
9.	Bromide	25.0
10.	Nitrate	25.0
11.	Chlorate	25.0
12.	Phosphate	40.0
13.	Sulfate	30.0

where 1 mg/L = 1 ppm





Simultaneous determination of by-products in Glyphosate by suppressed conductivity ion chromatography



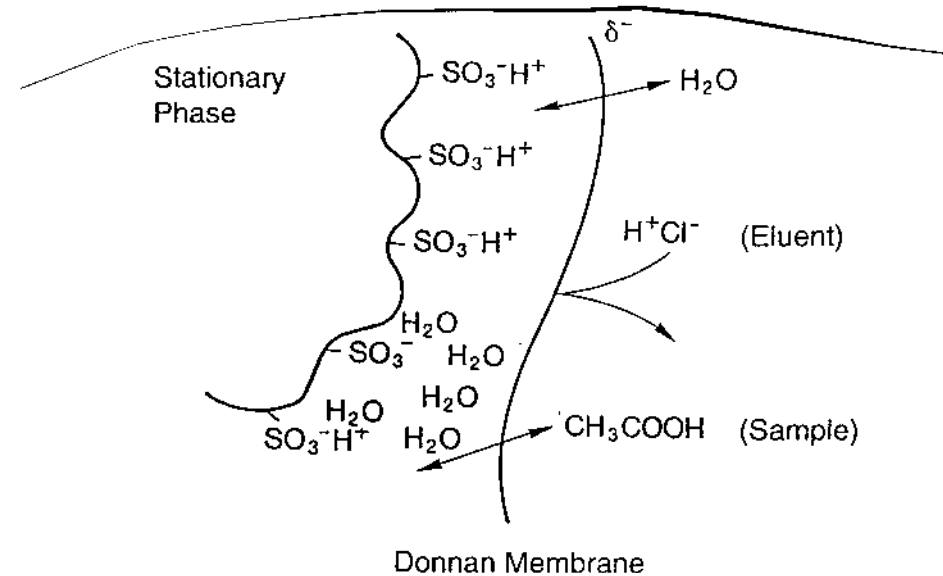
Διαχωρισμός με Μηχανισμό Αποκλεισμού

φαρμογές: Ασθενώς ιονιζόμενα μόρια (π.χ.: καρβοξυλικά οξέα

επισημοποιούμενες στήλες: α) Πλήρως τροποποιημένες
β) Αυστηρά καθορισμένο ποσοστό
σταυροδεσμών

κινητή φάση: α) Καθαρό Νερό
β) Προσθήκη οξέος \implies Βελτίωση AF
 \downarrow Ανιχνευσιμότητα

Διαχωρισμός με Μηχανισμό Αποκλεισμού

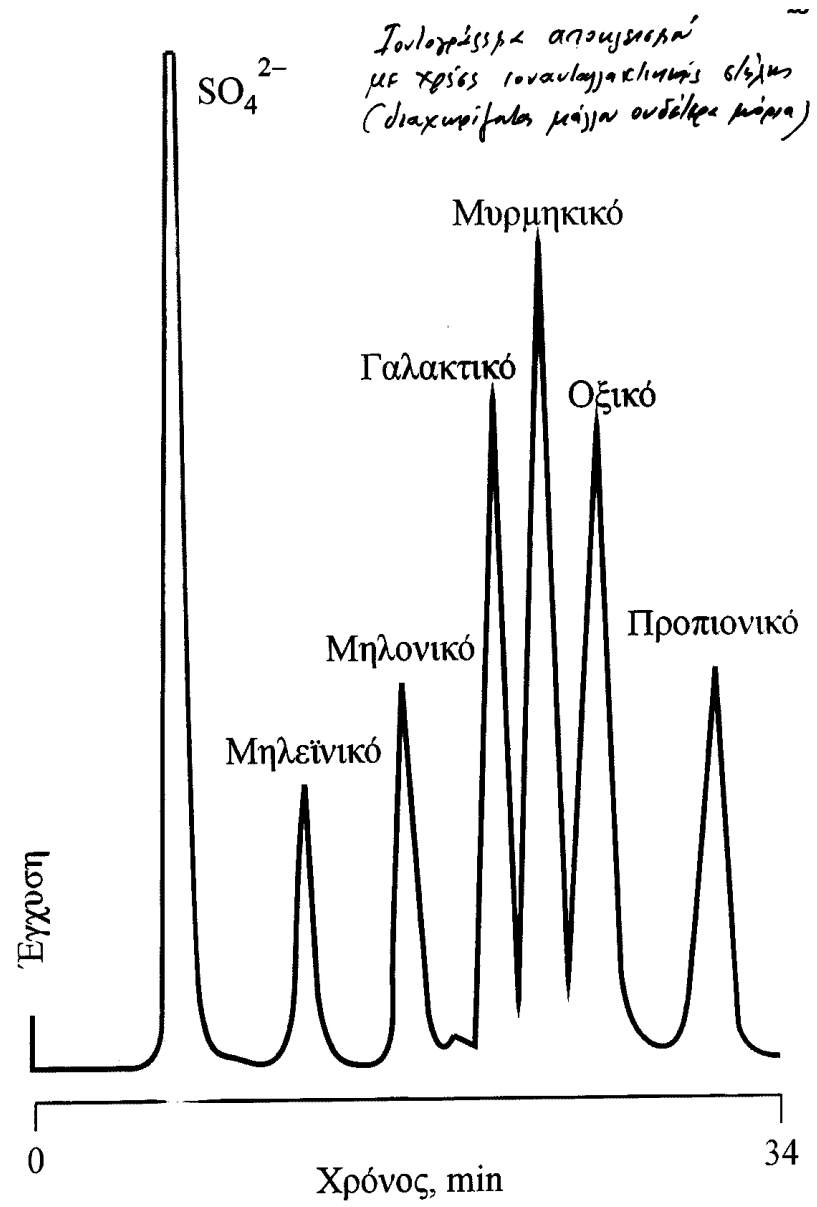


Volume: a) Exclusion, b) Total Permeated

Μηχανισμοί ανάσχεσης: α) Αποκλεισμός Donnan

β) Αποκλεισμός κατά μέγεθος

γ) Προσρόφηση



Σύστημα IC

