

Vízmintha aniontartalmának azonosítása és meghatározása ionkromatográfián

A módszer elve: a mintában lévő anionok eltérő erősséggel kötődnek az anioncserélőhöz, ezért az eluenssel hajtvva különböző retencióval fognak vándorolni, majd a kromatográfiás oszlop végén elkülönülve megjeleni. Megfelelő összetételű összehasonlító oldatok kromatogramjaiból az anionok retenciós ideje kikövetkeztethető, a kromatográfiás csúcsok területértékeiből pedig, az anionok koncentrációjával arányos kalibrációs egyenesek készíthetők. A retenciós idők és a kalibrációs egyenesek lehetővé teszik a vízminthák aniontartalmának azonosítását és mennyiségi meghatározását.

Anyagok, eszközök: nátriumfluorid, nátriumklorid, káliumnitrát, káliumszulfát, ultratiszta víz (adagolóban). 100 ml-es mérőlombikok, 1-5 ml-es automata pipetta, műanyag mintatartók, mintaadagoló fecskendő, analitikai mérleg.

Készülékek: LC-6A eluenspumpa, CDD-6A konduktometriás detektor, HIC-6A termosztát, C-R4AX számítógép.

Paraméterek: 10 cm hosszú, szobahőmérsékletű Shodex IC-I-524A jelű anioncserélő oszlop, az eluens: 2,5 mmol/dm³ o-ftálsav és 2,4 mmol/dm³ és 2-amino-2-(hidroximetil)-propán-1,3-diol (röviden: TRIS) oldata, áramlási sebesség: 1 cm³/perc, minta: 20 µl.

A mérés menete

1. Eluenspumpa bekapcsolása és elindítása.

2. Törzsoldatok*: 100-100 cm³, 1,00 mg/ cm³ koncentrációjú fluorid-, klorid-, nitrát- és szulfát tartalmú törzsoldatok, melyek ultratiszta vízzel készítenők (szükséges sémennyiségek számíthatók).

3. Kalibráló oldatsorozat: a törzsoldatokból, a lenti táblázat szerinti koncentrációkkal, 100-100 cm³ kalibráló oldatokat készítenk, automata pipetta és ultratiszta víz felhasználásával. Az elkészítendő oldatok számát a meghatározandó anionok száma határozza meg, a koncentrációkat a vastagított határvonalaktól balra eső értékek (a hígítandó törzsoldat-térfogatok számíthatók).

N _o	Fluorid (mg/dm ³)	Klorid (mg/dm ³)	Nitrát (mg/dm ³)	Szulfát (mg/dm ³)
1.	-	20	30	30
2.	20	-	60	60
3.	40	40	-	90
4.	60	60	90	-

4. Vízmintha kikérése: személyenként névvel és a feladat megnevezésével ellátott 100 ml-es mérőlombik beadása a törzsoldatokkal és az automata pipettával. A visszakapott lombikot ultratiszta vízzel jelre állítva kapjuk a mintát.

5. Számítógép és detektor bekapcsolása. Mérés előkészítése: írjuk be a számítógépbe (SET menü, 1. pont) a dátumot és a pontos időt. Győződjünk meg a nyomtató bekapcsolt állapotáról! A detektoron: GAIN=1µS/cm. A számítógép MONIT funkciójával (CH1-es csatorna) kövessük nyomon az alapvonal alakulását! Időnként, az alapvonal kisimulásáig, a detektoregységen található ZERO gombot nyomjuk le. Ha az alapvonal egyenes, nyomjuk le a számítógép Z billentyűjét is („programzéro”). Indítsuk, az S gomb lenyomásával a SLOP tesztet, ez az alapvonal zajt fogja meghatározni µV/percben.

6. A mintaadagoló fecskendő segítségével töltsük fel a kézi mintaadagoló hurkát az első oldattal (LOAD állásnál). Forgassuk el a csapot (INJECT), majd a CH1 csatorna START/STOP gombjával indítsuk a mérést. Ha a kb.: 1,5 percnél megjelenő rendszeres csúcson kívül (pozitív és negatív is lehet!), kalibráló oldatok esetén, megjelent az összes várható anion kromatográfiás csúcsa, állítsuk le a számítógépet, a CH1 csatorna START/STOP gombjának megnyomásával. Forgassuk töltő állásba a mintaadagolót és folytassuk az előzőekhez hasonlóan a többi standard és a minták kromatografálását. Vízminthák esetén, várjuk ki az esetlegesen megjelenő legnagyobb retenciójú anion idejét.

7. Kiértékelés: a kromatogramokról leolvasható csúcsterületek alapján, táblázatkezelő program segítségével, kalibrációs egyenesek készítése. Az egyenesek egyenletei alapján a minta aniontartalmának kiszámítása.

Beadandó: a mintában talált anionok koncentrációja mg/dm³-ben megadva.

*Az elkészítendő törzsoldatok számát a gyakorlatvezető határozza meg!