

Víz minta anion-tartalmának azonosítása ionkromatográfián

A meghatározás elve: az anionok különböző ionerősséggel kötődnek az állófázis anioncserélő tulajdonságú, pozitív csoportjaihoz. Ezért, és az eluens áramlása miatt, az anionok elkülönülnek egymástól. Az oszlop végéhez csatlakozó konduktométer más-más időpontoknál (kromatográfiás csúcs formájában) detektálja az anionokat.

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

Paraméterek: HAMILTON PRP-X100-as anioncserélő oszlop védőkolonnával; konduktometriás detektor (szobahőmérséklet); eluens: 2,5 mM ftálsav, 2,5mM TRISZ, térfogatáram: 1,0 cm³/perc, mintatérfogat: 20μl.

Vegyszerek: nátrium-fluorid*, nátrium-klorid, kálium-nitrát, kálium-bromid, ultratiszta víz.

(*: mérleg, beméréskor gumikesztyű és védőszemüveg használata kötelező!)

Eszközök: 100 cm³-es mérőlombikok, műanyag mintatartók, mintaadagoló fecskendő (készüléken), gyorsmérleg, 1-5 ml-es automata pipetta.

Mérés menete

1. Bekapcsolja az ionkromatográf rendszer részeit a főkapcsolókkal: számítógép, folyadékpumpa (+ON/OFF), detektor (termosztát nem működik, ha kell, a gyakorlatvezetővel légteleníteti a folyadékpumpát).
2. Törzsoldatokhoz szükséges sók tömegeinek kiszámítása: 100-100cm³ oldatokra, 1mg/cm³-ionkoncentrációkra. Bemérés, törzsoldatok elkészítése.
3. Törzsoldatok munkaoldattá hígításához szükséges cm³-ek kiszámítása, 100-100cm³ kalibráló oldatok készítéséhez. Koncentrációk:
 $F^-: 70 \text{ mg/dm}^3, Cl^-: 80 \text{ mg/dm}^3, NO_3^-: 80 \text{ mg/dm}^3, Br^-: 70 \text{ mg/dm}^3.$
4. **SET**, 1. sor: dátum, pontos idő beírása.
5. CDD-6A detektoron: GAIN= 1 μS/cm.
6. **MONIT (CH1-es csatorna)** alapvonal megfigyelése. Időnként, az alapvonal kisimulásáig, a CDD-6A detektor **ZERO** gombjával korrigál.
7. A fecskendőt többször öblíti a munkaoldattal. Injektortöltés (kar felfelé áll).
8. Injektor elforgatása (kar lefelé forgatva), CH1 START/STOP lenyomása azonnal.
9. Nyomon követés a képernyőről: rendszeres csúcs, majd az anion csúcsa. Anioncsúcs után leállítja a felvételt. Az egyes mérések után, ha szükséges, „zérózza” az alapvonalat. Felírja a regisztrátumra az anion vegyjelét.
10. Csapot visszaforgatja (kar felfelé áll) és folytatja a 6. ponttól a következő munkaoldattal, majd a mintával.

Minta: a munkaoldatokat személyenként egy műanyag mintatartóval kell beadni.

11. Vízzel öblíti a hurkot. Leállítja a pumpát. Kikapcsolja a berendezéseket. Óvatosan letépi a nyomtatott kromatogramokat (vágóéltre 45°-ban tartva a papírt).

Beadandó: az általános tartalmi elemeken kívüli az oldatok retenciós adatai és a minta anion-összetétele. A kromatogramokat is csatolni kell!