

# Ионная хроматография

Вебинар

*(Часть I)*

**Scanlab** 

Декабрь 2020 г.

# I. Введение

## *Аналиты (определяемые вещества)*

- *Неорганические ионы (анионов и катионов)*
- *Органические ионы*
- *Углеводы*
- *Гликопротеины и др.*

# I. Введение

## Отрасли

- *Экологический контроль (природные и сточные воды, метеорологический контроль, контроль промышленных выбросов и т.д.)*
- *Водоподготовка (питьевая вода)*
- *Энергетика (технологические среды)*
- *Пищевая промышленность*
- *Сельское хозяйство*
- *Фармацевтика*
- *Производство полупроводников*
- *Нефтепереработка и т.д.*

# I. Введение

## *Особенности метода*

- *В основе - стехиометрический ионный обмен*
- *Сорбенты (неподвижная фаза) – ионообменники разной силы невысокой ёмкости*
- *Элюенты – растворы электролитов – солей, кислот и оснований*
- *Режим подачи растворителей - изократический*



# I. Введение

## *Особенности метода (плюсы)*

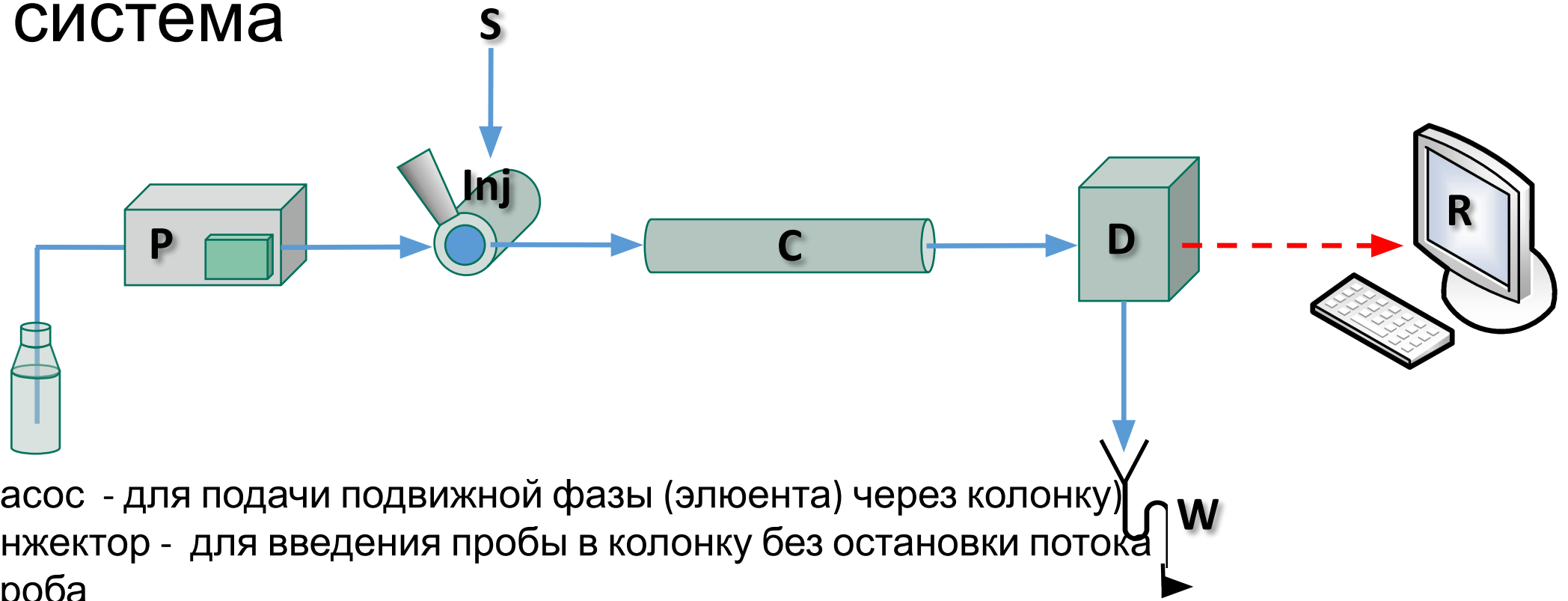
- + Возможность определять количественно сразу несколько компонентов*
- + Экспрессность*
- + Высокая чувствительность (до  $10^{-9}$  г/мл без концентрирования)*
- + Возможность частичной или полной автоматизации*
- + Часто, отсутствие пробоподготовки*

# I. Введение

## *Особенности метода (минусы)*

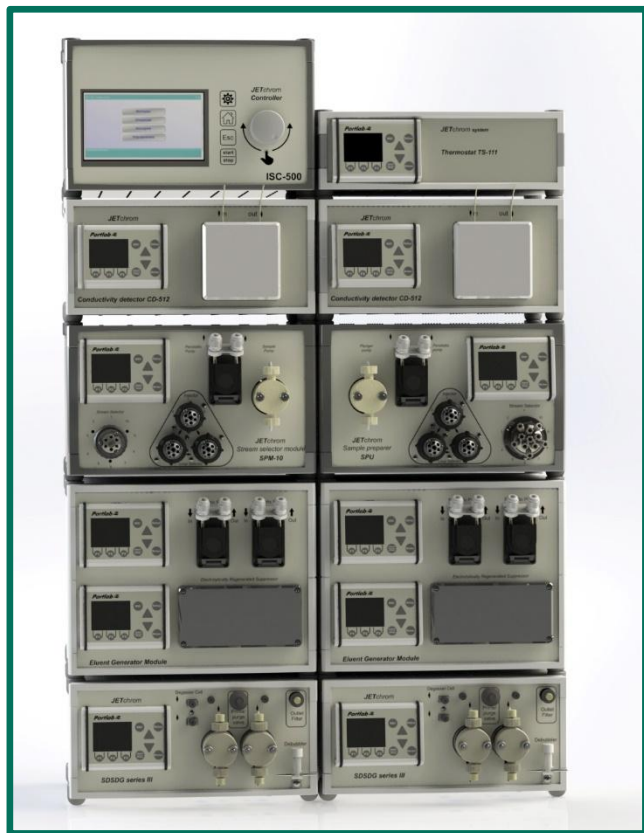
- *Сложность синтеза ионообменных сорбентов*
- *Эффективность разделения хуже, чем в стандартной обращенофазной ВЭЖХ*
- *Сильно коррозионная среда*
- *Чувствительность ионообменников к органическим загрязнениям*

# I. ИХ система



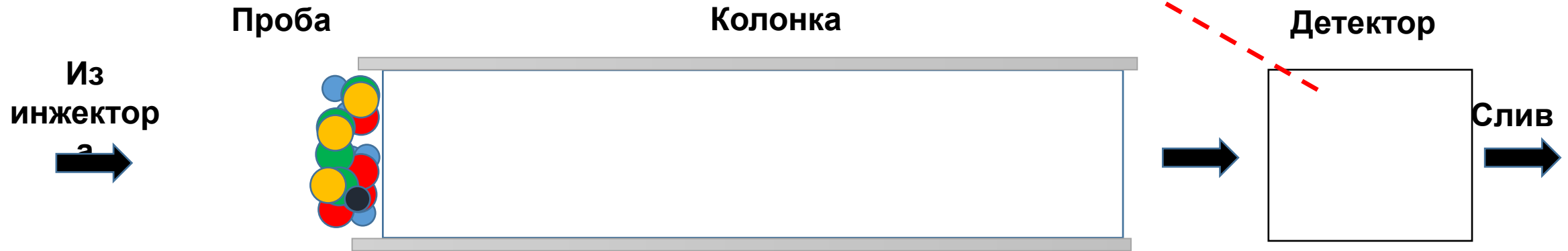
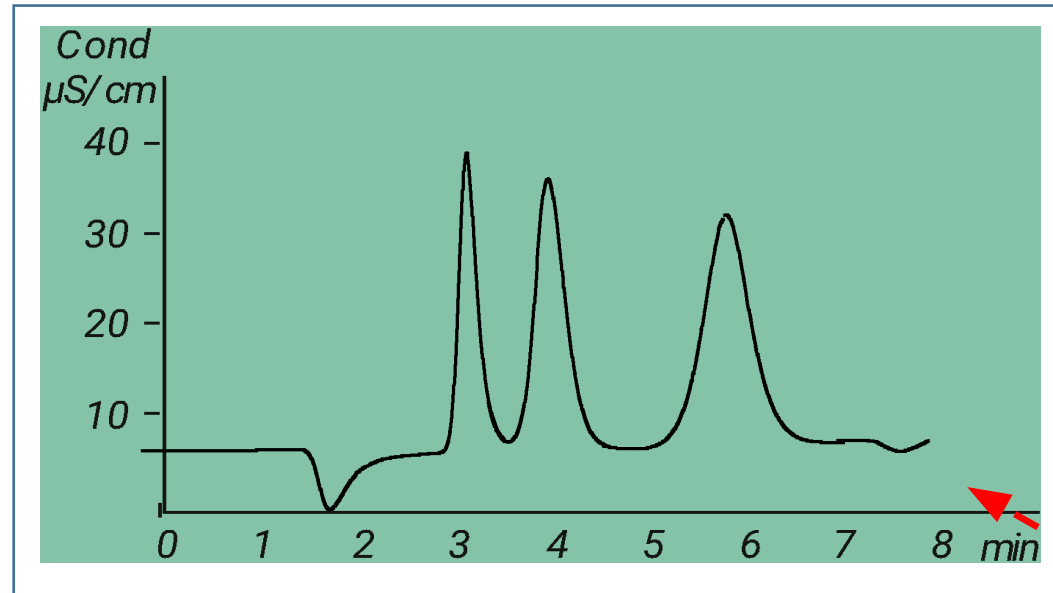
- P – насос - для подачи подвижной фазы (элюента) через колонку)
- I – инжектор - для введения пробы в колонку без остановки потока
- S – проба
- C – разделительная колонка
- D – детектор - устройство для получения аналитического сигнала, пропорционального концентрации определяемого компонента
- R – регистратор - для преобразования аналитического сигнала в форму, необходимую для автоматического управления и расчета концентрации искомого аналита
- W - слив

# I. Введение





# I. Процесс разделения на колонке

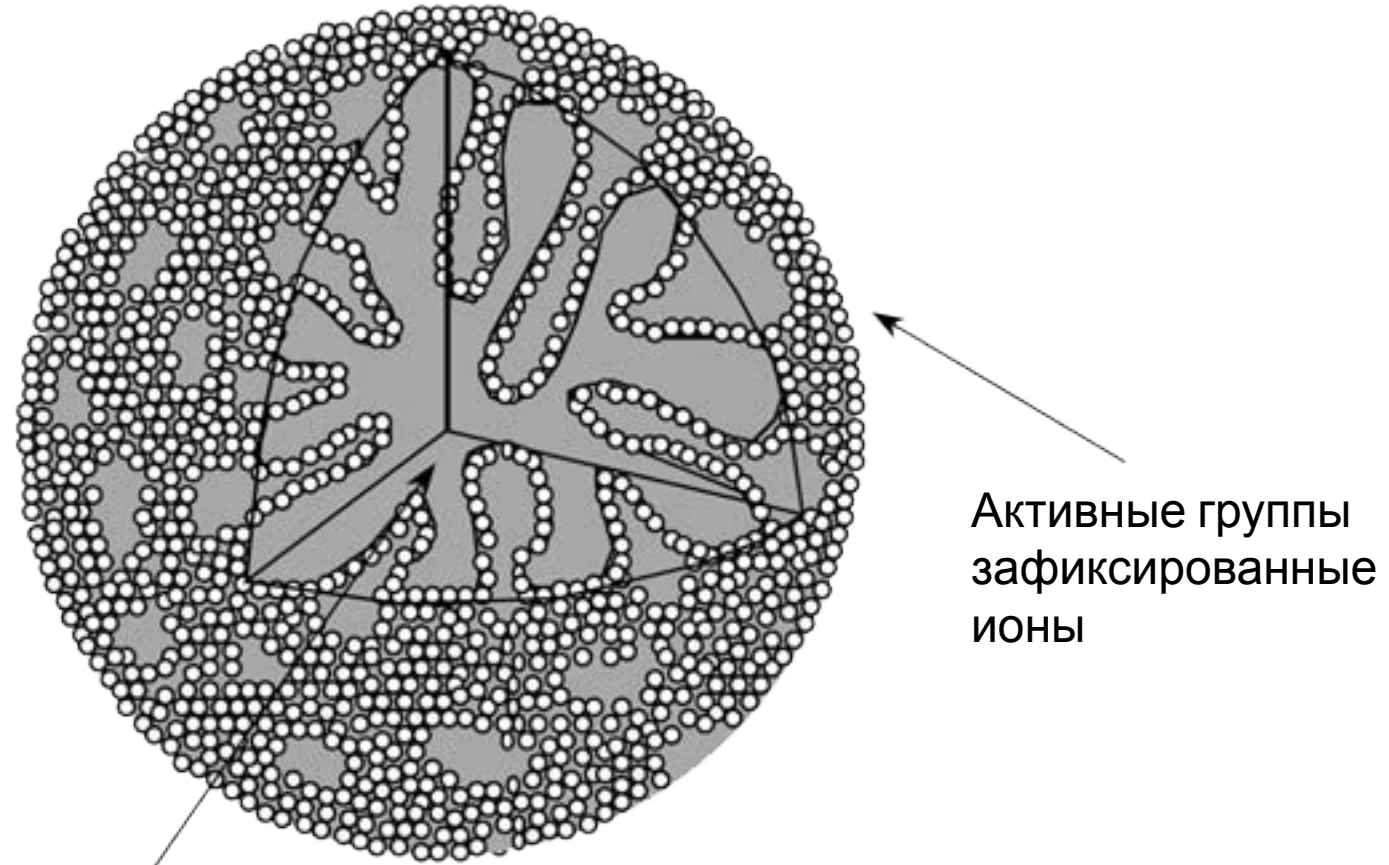


# I. Введение

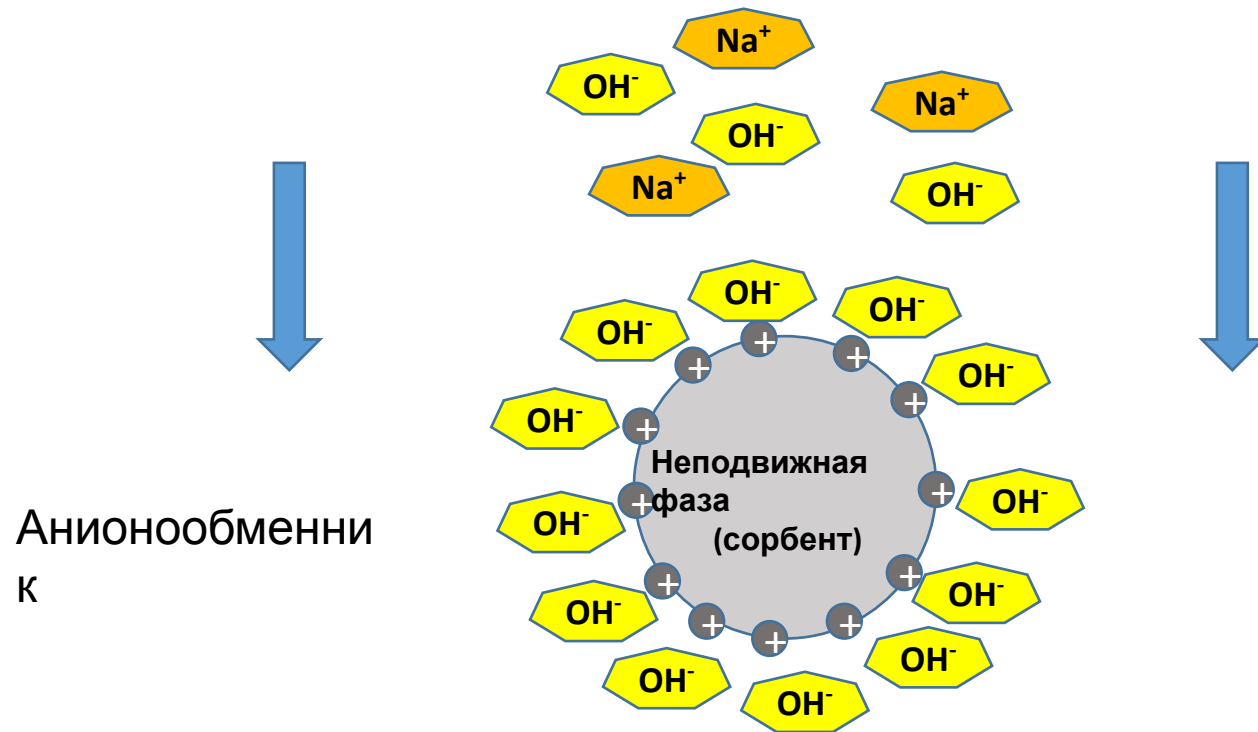
## *Основные характеристики «типичного» ИХ метода*

Параметр	Величина
Размер частиц сорбента	3 – 7 мкм
Длина колонки	50 – 250 мм
Внутренний диаметр колонки	2 – 5 мм
Эффективность (число теоретических тарелок)	10 – 20 тыс
Расход элюента	0,1 – 2 мл/мин
Рабочее давление	50 – 200 бар (атм)
Продолжительность анализа	10 – 20 мин

# I.1. Ионный обмен

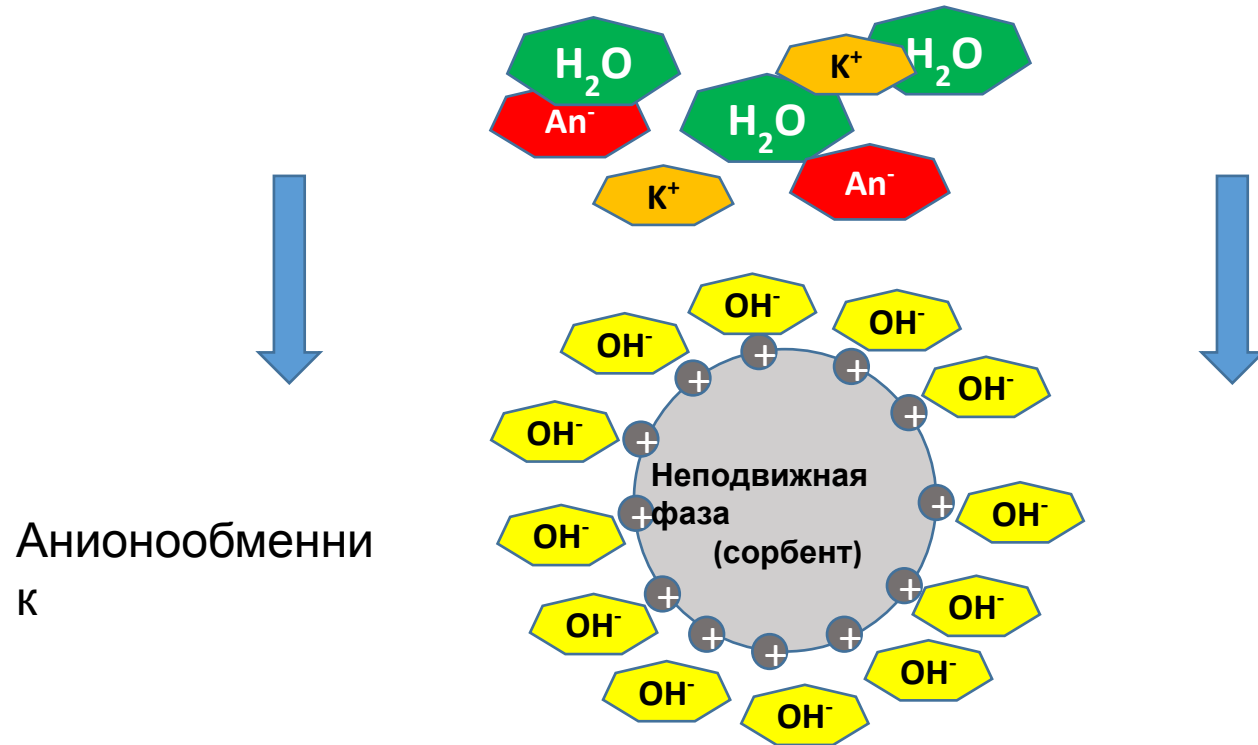


# I.1. Схема ионного обмена





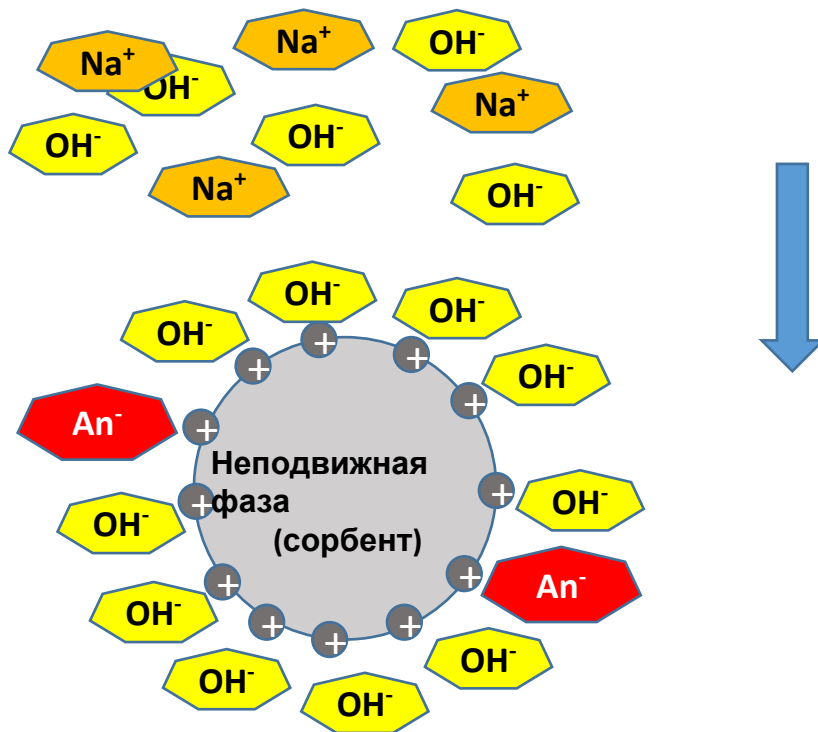
# I.1. Схема ионного обмена



# I.1. Схема ионного обмена

Разделение  
анионов

Анионообменник



# I.1. Схема ионного обмена

## Кристаллографические

### радиусы

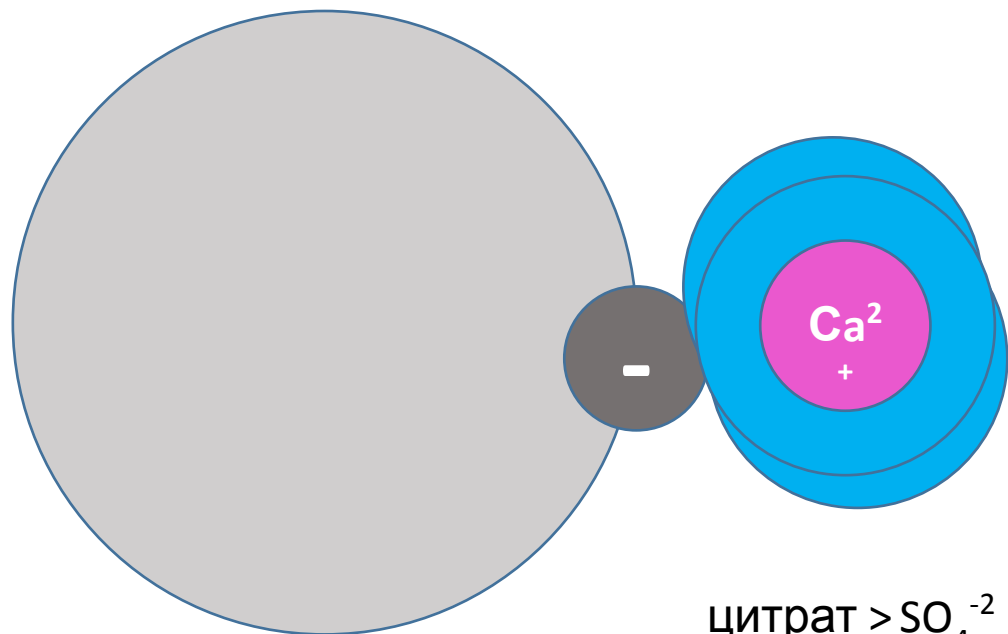
Group 1A	Group 2A	Group 3A	Group 6A	Group 7A
$\text{Li}^+$ Li 0.68 1.34	$\text{Be}^{2+}$ Be 0.31 0.90	$\text{B}^{3+}$ B 0.23 0.82	O $\text{O}^{2-}$ 0.73 1.40	F $\text{F}^-$ 0.71 1.33
$\text{Na}^+$ Na 0.97 1.54	$\text{Mg}^{2+}$ Mg 0.66 1.30	$\text{Al}^{3+}$ Al 0.51 1.18	S $\text{S}^{2-}$ 1.02 1.84	Cl $\text{Cl}^-$ 0.99 1.81
$\text{K}^+$ K 1.33 1.96	$\text{Ca}^{2+}$ Ca 0.99 1.74	$\text{Ga}^{3+}$ Ga 0.62 1.26	Se $\text{Se}^{2-}$ 1.16 1.98	Br $\text{Br}^-$ 1.14 1.96
$\text{Rb}^+$ Rb 1.47 2.11	$\text{Sr}^{2+}$ Sr 1.13 1.92	$\text{In}^{3+}$ In 0.81 1.44	Te $\text{Te}^{2-}$ 1.35 2.21	I $\text{I}^-$ 1.33 2.20

## Гидратированные ионы

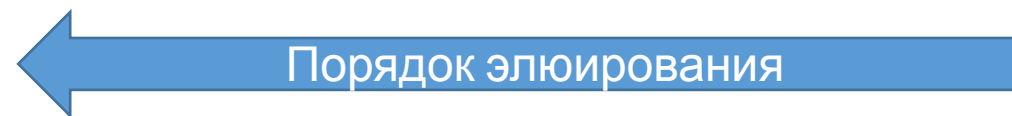
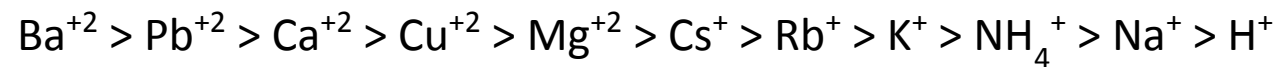
(в таком виде существуют в водных растворах)



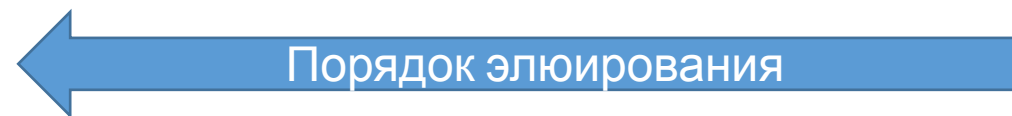
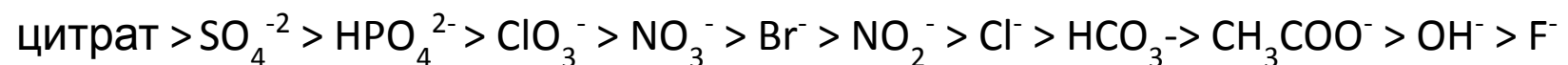
# I.1. Схема ионного обмена



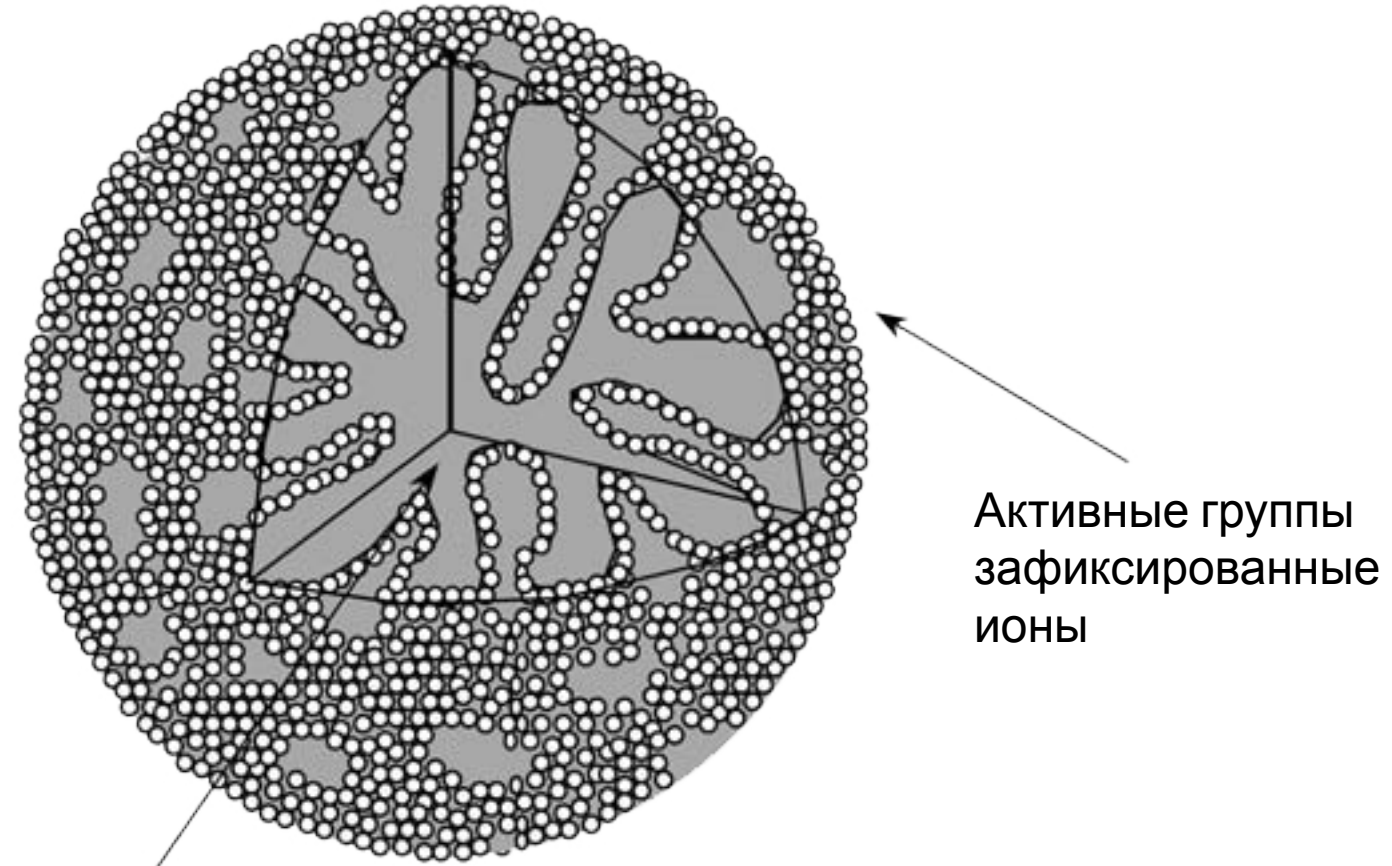
Сорбционный ряд катионов:



Сорбционный ряд анионов:



## 2. Ионообменные сорбенты





# 1.2. Ионообменные сорбенты

## 1.2 Требования к сорбентам

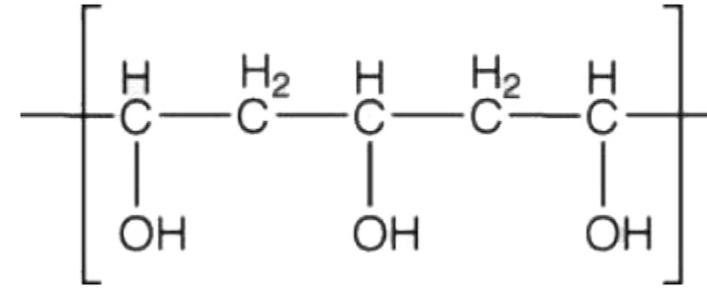
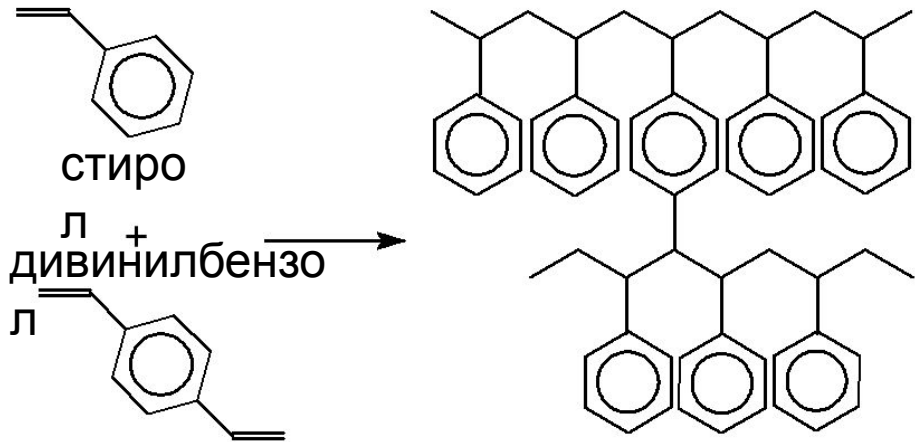
- Сорбент должен иметь низкую ионообменную ёмкость (ограниченное количество активных центров):

Катиониты : 4 – 4,5 ммоль экв./г

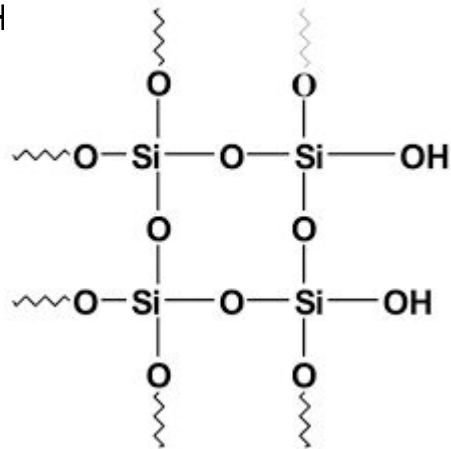
Аниониты: 3,5-4 ммоль экв./г

- Диаметр зерен сорбента не должен превышать 20 мкм, чтобы добиться необходимого разрешения
- Зерна сорбента должны обладать высокой механической прочностью и устойчивостью к давлению
- Сорбент должен обладать высокой химической устойчивостью по отношению к подвижной фазе (элюенту)

# 1.2. Ионообменные сорбенты. Матрицы

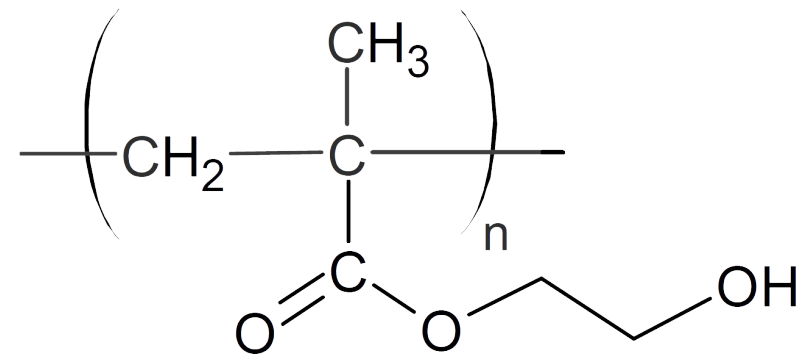


Поливиниловый спирт



Силикагель

ь



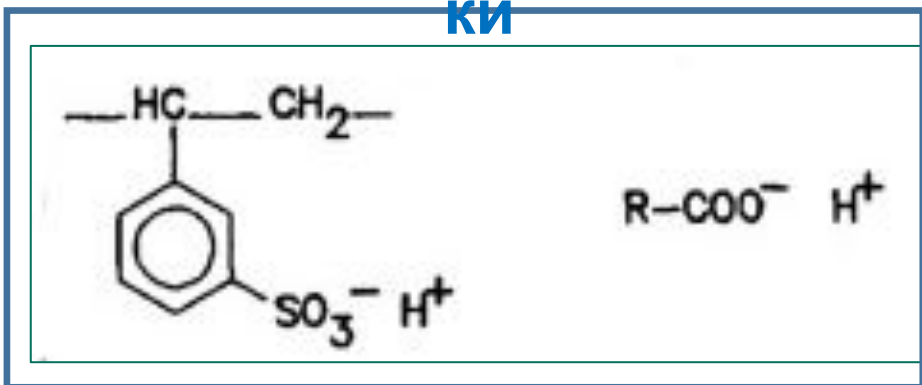
Полигидроксиметакрилат

ат

# 1.2. Ионообменные сорбенты . Активные группы

## Катионообменники

КИ

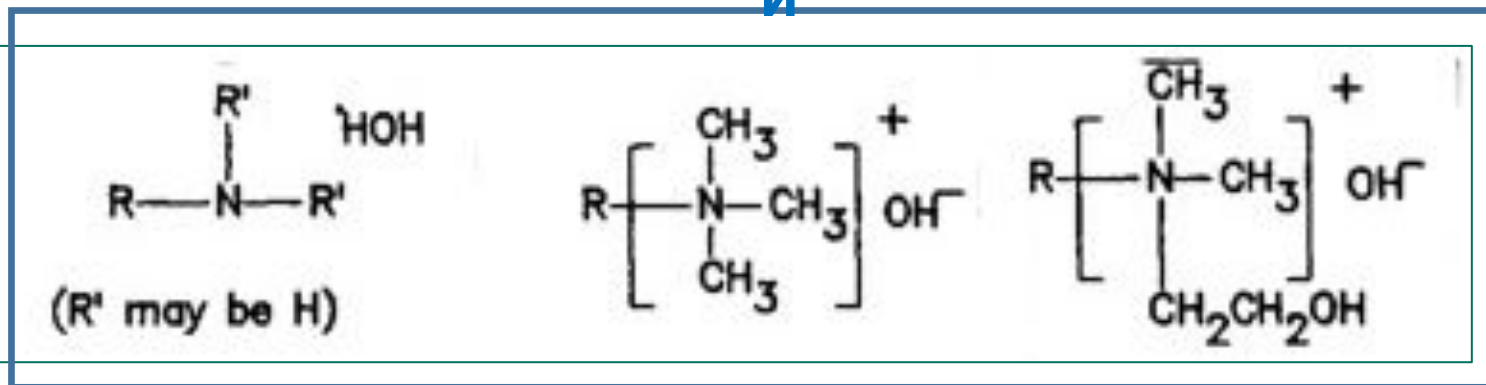


Сульфо-группа  
Сильный

Карбоксильная-  
группа  
Слабый

## Анионообменники

И



Вторичные или  
третичные  
амино-группы  
Слабый

Четвертичная  
амино-группы  
Сильный

Четвертичная  
амино-группы  
Сильный



# 1.3. Подвижные фазы

## *Особенности подвижных фаз*

- Практически всегда – водные растворы электролитов – солей, кислот и оснований*
- Низкие концентрации (чтобы уменьшить фоновый сигнал)*
- Элюирующая сила меняется с изменением состава и концентраций*
- Сильное влияние рН*
- Элюирующий ион*

# 1.3. Подвижные фазы

## Для анионного анализа

Наиболее распространенными элюентами в ионной хроматографии анионов являются разбавленные растворы солей слабых кислот. Эти элюенты используют для определения анионов сильных кислот, рК которых ниже 5.

Элюент	Элюирующий иона	Элюирующая способность
NaOH	OH <sup>-</sup>	низкая
Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	BO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Очень низкая
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	средняя
NaHCO <sub>3</sub> / Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	средняя
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> / NaOH	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , OH <sup>-</sup>	высокая

# 1.3. Подвижные фазы

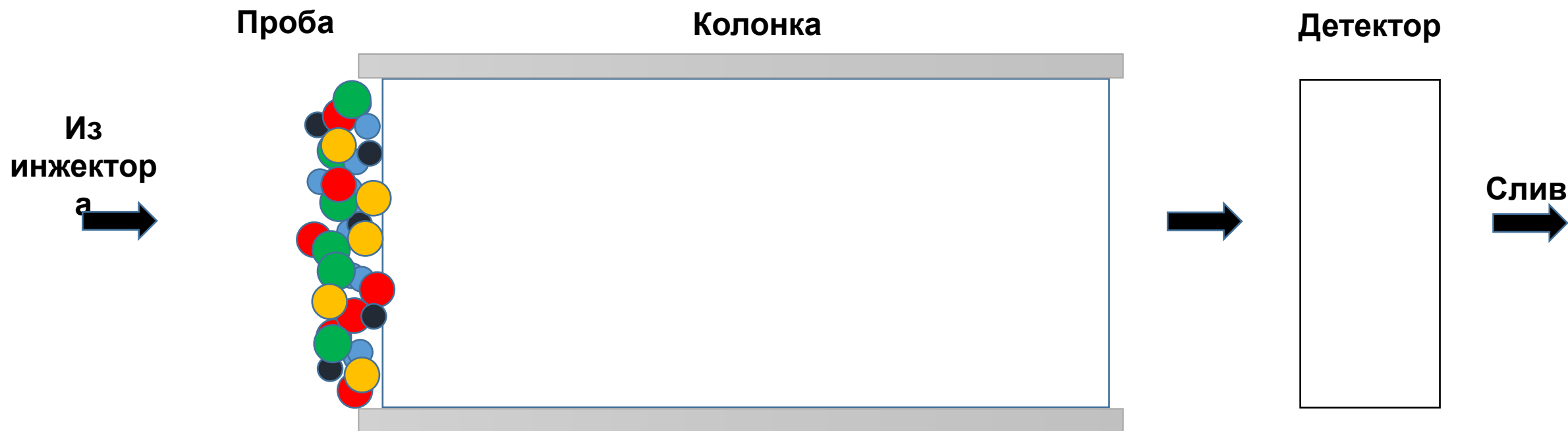
## Для катионного анализа

Наиболее распространенными элюентами в ионной хроматографии анионов являются разбавленные растворы

солей слабых кислот. Эти элюенты используют для определения анионов сильных кислот

Элюент	Элюирующий иона	Элюирующая способность
HNO <sub>3</sub>	H <sup>+</sup>	низкая
AgNO <sub>3</sub>	Ag <sup>+</sup>	средняя
HCl	H <sup>+</sup>	низкая
Метансульфоновая кислота	H <sup>+</sup>	средняя

## 2.1 Разделение в колонке и детектирование



Аналит (то, что мы ищем в пробах, например: анионы или катионы)



Загрязняющие примеси

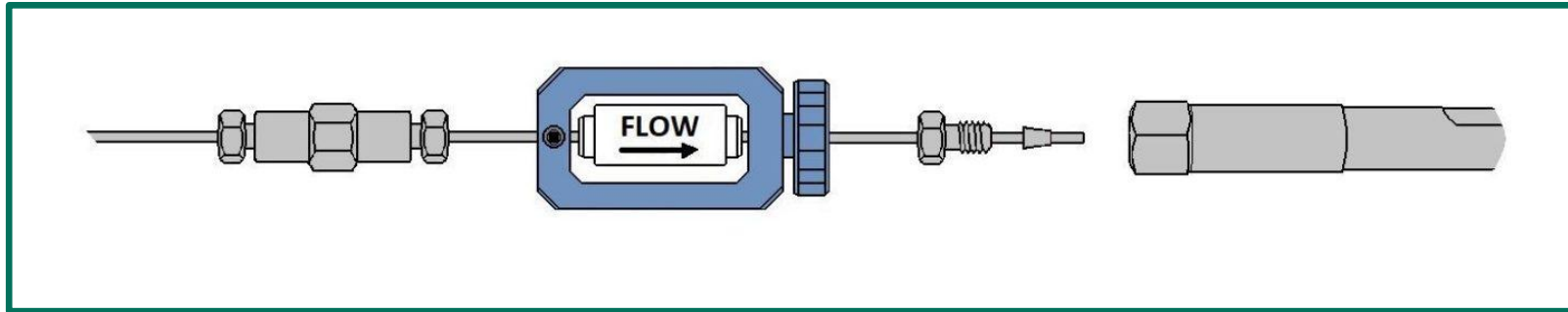
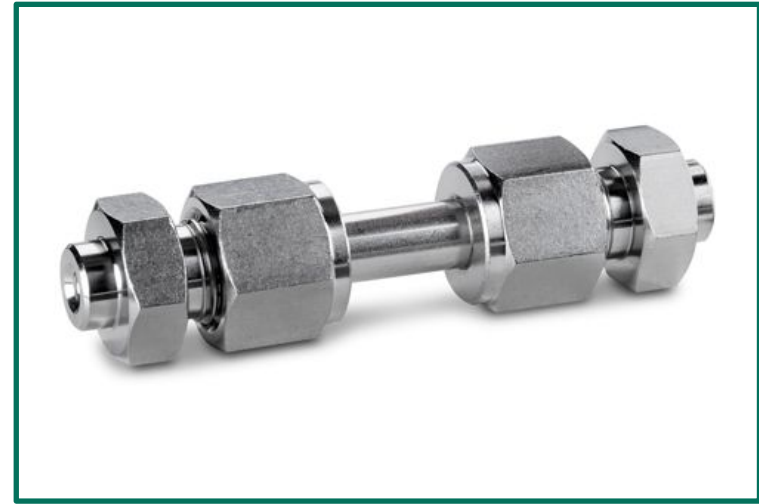


Неудерживаемые компоненты, в т.ч. растворитель пробы. Например: вода в ИХ

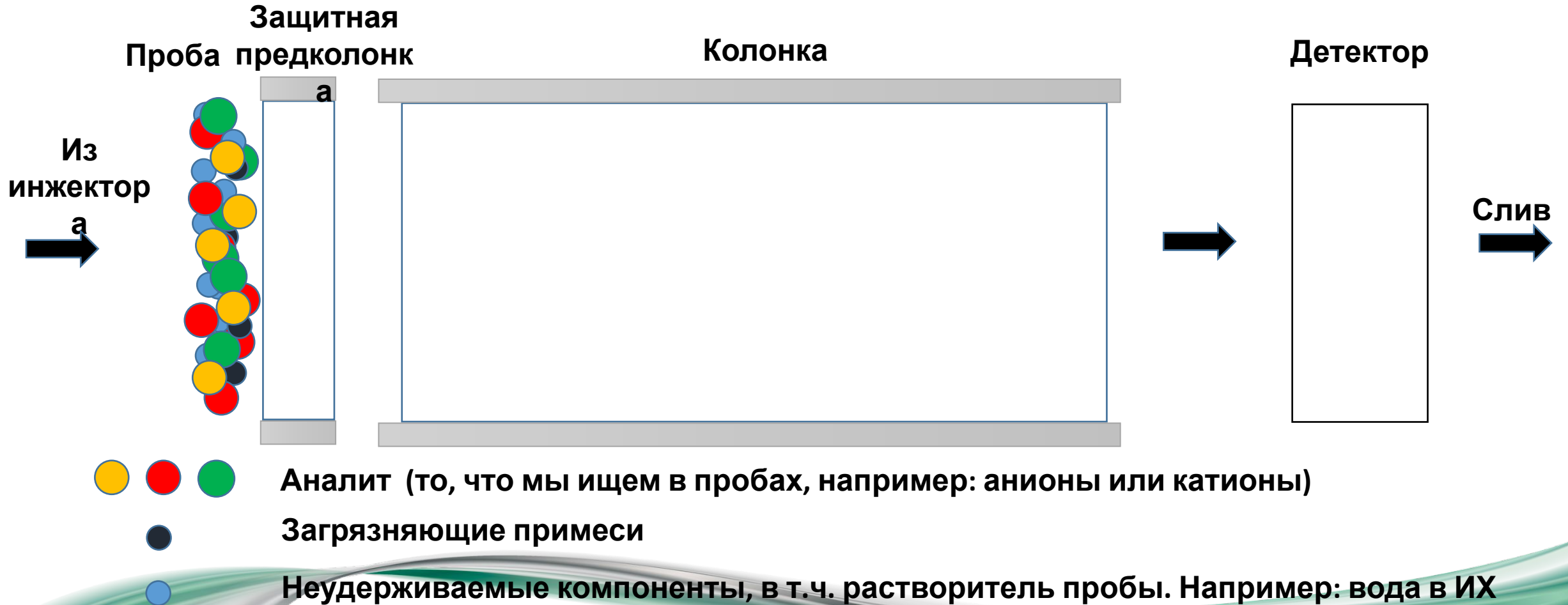
## 2.1 Разделение в колонке и детектирование



## 2.1 Защитные предколонки



## 2.1 Защитные предколонки

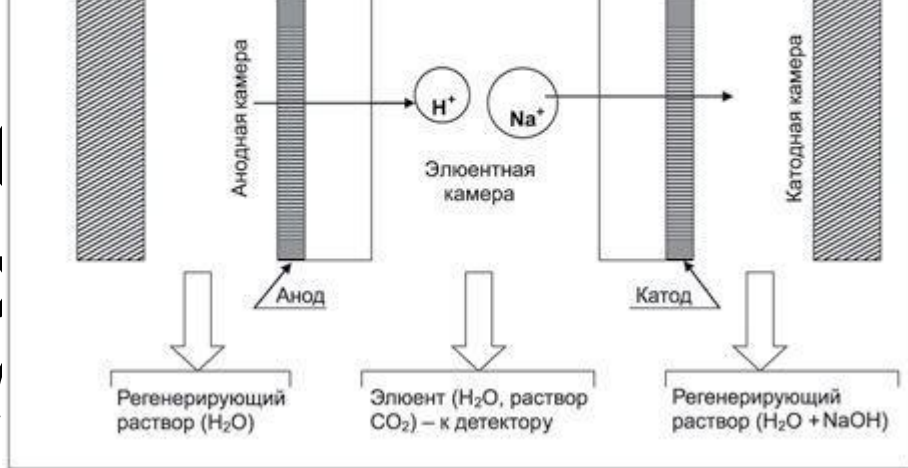




*Спасибо за внимание!*

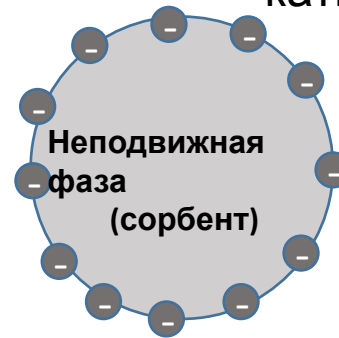
**Scanlab** 





# ДКОСТНОГО

разделение  
КАТИОНОВ



*Спасибо за внимание!*