



Application Note AN-D-001

Pilote de circuit intégré Metrohm pour OpenLab CDS

Analyse des cations et des anions à double canal contrôlée par OpenLab avec production automatisée d'éluants en ligne

OpenLab CDS est la dernière génération de systèmes de données chromatographiques d'Agilent, combinant la chromatographie et la spectrométrie de masse dans une seule plate-forme logicielle.

La sortie du pilote Metrohm IC 1.0 pour OpenLab permet l'intégration complète des instruments Metrohm IC dans OpenLab CDS. L'intégration fournit une solution logicielle unique pour la césure IC-MS. Les laboratoires basés sur OpenLab bénéficient d'économies de temps et de coûts pour la formation des utilisateurs, la validation et les logiciels sans aucune perte de robustesse et de flexibilité pour lesquelles Metrohm est bien connu.

Cette application se concentre sur l'analyse

simultanée des cations et des anions supprimés avec un circuit intégré Metrohm à double canal exploité par OpenLab CDS. La production automatisée d'éluants en ligne mise en œuvre permet un fonctionnement continu sans intervention manuelle, améliorant ainsi la stabilité du temps de rétention. Une boisson gazeuse a été choisie comme matrice d'exemple dans laquelle mesurer les cations et les anions, car ce sont des paramètres importants pour les analyses de sécurité et de qualité des aliments. Un test de stabilité à long terme confirme les attentes en matière de répétabilité, de robustesse et de qualité des appareils Metrohm.

EXPERIMENTAL

Afin de garantir la sécurité et la qualité des aliments, la détermination des cations et des anions majeurs présente un intérêt particulier pour l'industrie des boissons. La tâche de la présente étude était l'analyse des principaux cations et anions dans une boisson gazeuse en une seule détermination par un système de chromatographie ionique, exploité avec Agilent OpenLab CDS.

Les principaux cations et anions sont analysés avec une configuration IC à double canal (**Figure 1**) basé sur un étalonnage à 4 points dans la gamme mg/L. Pour assurer des analyses appropriées, l'échantillon est dilué dans de l'eau ultrapure et mélangé à de l'éthanol pour garantir la stabilité de l'échantillon.

La configuration complète du Metrohm IC est contrôlée par OpenLab CDS (**Figure 1**). La méthode d'acquisition contient des paramètres de contrôle spécifiques aux composants et des réglages de temps pour la configuration de l'instrument configuré :

- Paramètres de démarrage du CI : par exemple, temps d'enregistrement, débit, température de la colonne, etc.
- Programme de temps IC : par exemple, injection et analyse de données

- Paramètres de démarrage du processeur d'échantillons : par exemple, vitesse de la pompe péristaltique
- Exemple de programme de temps de traitement : par exemple, préparation ou transfert d'échantillons

Les commandes spéciales « Attente d'événement » permettent la synchronisation et le chronométrage. En plus des paramètres de contrôle chromatographique courants, la production automatique d'éluant est incluse dans la méthode. Avec un module de production d'éluant 941, les éluants sont automatiquement préparés à partir d'un concentré d'éluant, soit disponible dans le commerce (par exemple, Merck), soit préparé par vous-même, permettant une flexibilité d'analyse maximale. La production d'éluant est déclenchée par des capteurs. Dans OpenLab CDS, jusqu'à quatre capteurs peuvent être contrôlés en parallèle avec ce module, avec une surveillance en mode vide ou plein, selon l'objectif. Ainsi, le module peut non seulement être utilisé pour la production d'éluant, mais également pour surveiller l'approvisionnement en eau, le concentré ou les niveaux de déchets.

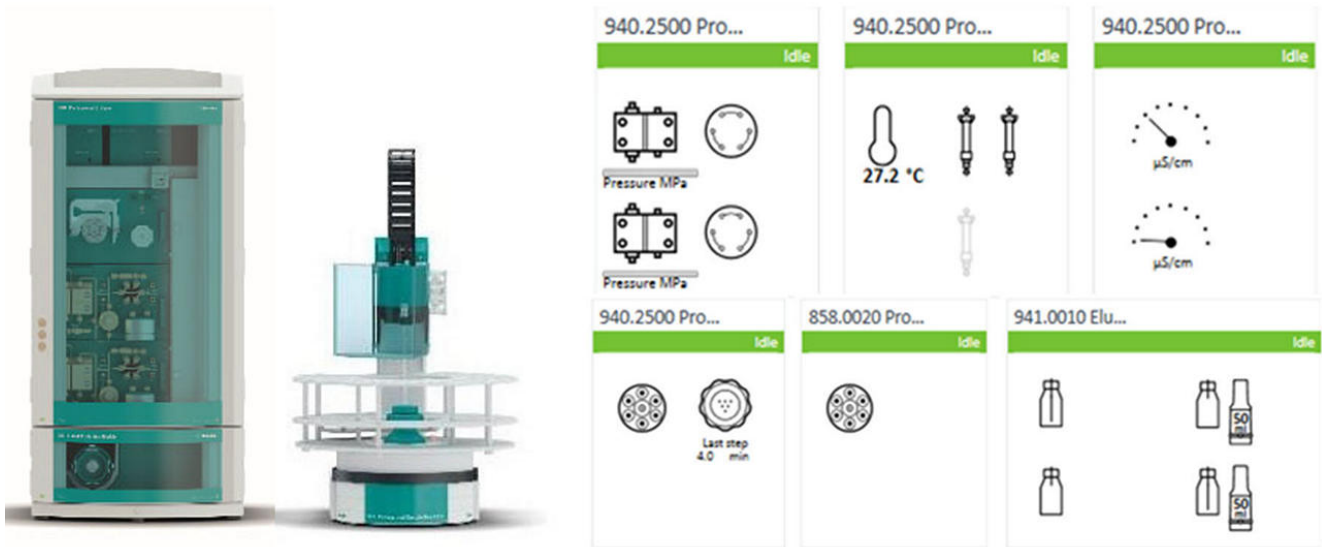


Figure 1. (L) Configuration pour l'analyse des cations et des anions supprimés avec un CI double canal Metrohm 940 (940 Professional IC Vario TWO) et la production d'éluant en ligne avec un module de production d'éluant 941 et (R) configuration dans OpenLab.

RESULTS

Injections multiples des standards (standards de cations représentés dans **Figure 2**) et échantillon (**Tableau 1**) n'ont montré que de faibles variations dans les zones de pic. Les RSD allant de 0,1 à 1,1 %

prouvent que la répétabilité et la robustesse appropriées sont obtenues grâce au système à double canal.

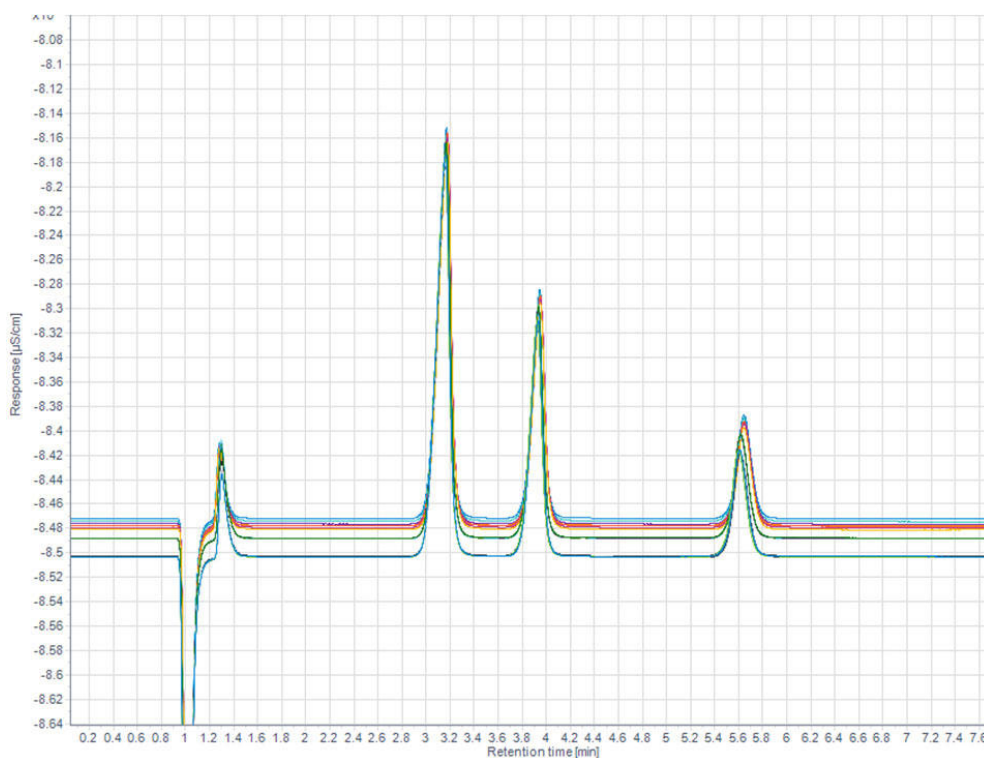


Figure 2. Analyses répétées (n = 100) d'un étalon de cations mixtes (lithium 10 mg/L, sodium et potassium 20 mg/L).

La quantification des données est basée sur la régression linéaire des surfaces de pic (**Figure 3**). En tant que composants majeurs de la boisson gazeuse, K^+ , Ca^{2+} , PO_4^{3-} , Cl^- , Mg^{2+} , et NO_3^- se trouvent suivant un ordre de concentration décroissant (**Tableau 1**). Ces concentrations répondent aux

recommandations de la FDA pour les boissons gazeuses en bouteille (21CFR165.110). Comme prévu, les concentrations pour les autres anions sont bien inférieures aux niveaux critiques cités par la FDA de 1,4 à 2,4 mg/LF⁻ (selon la température de l'air), 10 mg/L NO_3^- (en N) et 250 mg/L SO_4^{2-} .

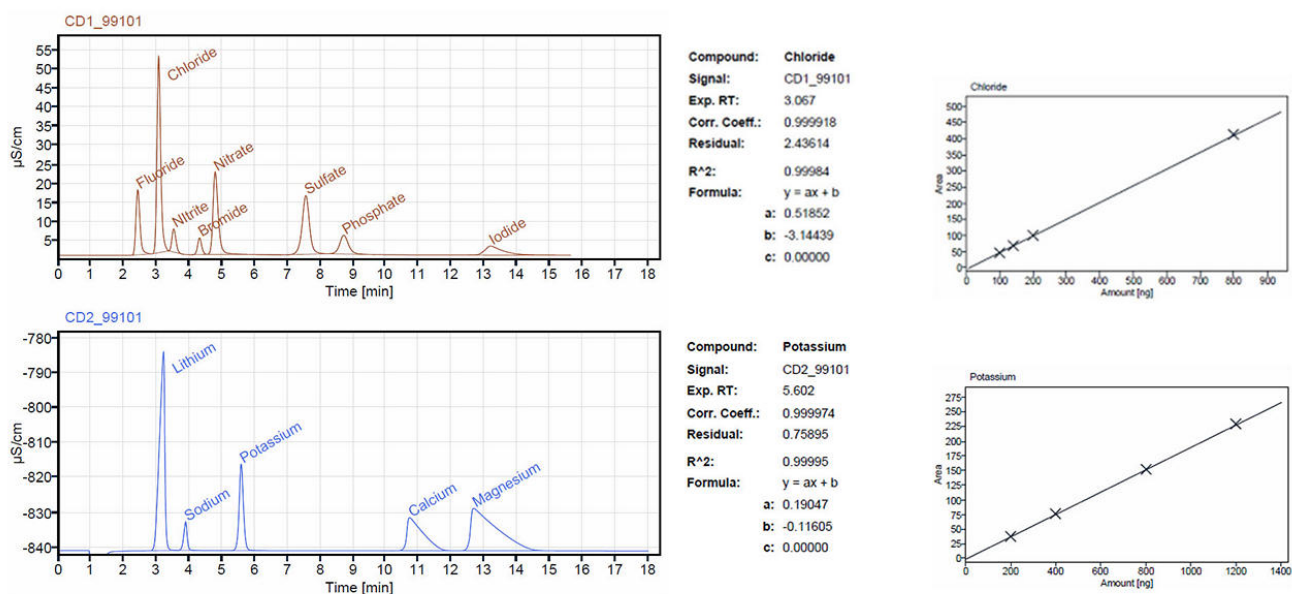


Figure 3. (L) Chromatogrammes pour les étalons mixtes pour les anions (rouge) et les cations (bleu) analysés avec un CI à double canal (940 Professional IC Vario TWO) exploité par OpenLab CDS et (R) exemples de courbes d'étalonnage pour le chlorure et le potassium basées sur l'évaluation des surfaces de pic. Les chromatogrammes montrent les pistes de conductivité anionique et cationique déterminées respectivement avec une colonne Metrosep A Supp 17-150/4.0 et une colonne Metrosep C4-150/4.0. Les courbes d'étalonnage montrent les données de réponse pour les surfaces de pic par rapport aux quantités de concentration en ng. Considérant le volume d'injection (ici, 20 µL), les concentrations peuvent être converties en unités mg/L.

Tableau 1. Répétabilité des doubles injections pour des cations et des anions sélectionnés dans l'échantillon de boisson gazeuse. Les concentrations sont déterminées en quantités en ng et sont converties en unités mg/L en divisant par le volume d'injection (20 µL) et en multipliant par le facteur de dilution (3).

| Analyte | Conc. montant (fr) | Conc. (mg/L) | RSD (%) |
|-------------------------------|--------------------|--------------|---------|
| K+ | 905 | 135,8 | 0,1 |
| Californie2+ | 172 | 25,8 | 0,1 |
| PO ₄ ³⁻ | 145 | 21,8 | 0,1 |
| Cl- | 99 | 14,9 | 0,8 |
| Mg2+ | 81 | 12,2 | 0,2 |
| NON ₃ ⁻ | 59 | 8,9 | 1,1 |

CONCLUSION

Le pilote Metrohm 1.0 pour OpenLab CDS ouvre la voie aux analyses IC effectuées pour une variété d'applications dans différents secteurs (par exemple, l'industrie alimentaire, la surveillance de l'eau et de l'environnement). La mise en œuvre de

fonctionnalités au-delà du circuit intégré habituel des fonctionnalités telles que l'automatisation, la préparation des échantillons et la suppression améliorent considérablement l'analyse des ions dans OpenLab.

Référence interne : Circuit intégré d'AW CH6-1397-

082019

CONTACT

Metrohm France
 13, avenue du Québec - CS
 90038
 91978 VILLEBON
 COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr