



## Guia de solução de problemas de cromatografia de íons

Resolvendo problemas da  
análise de IC

# Resolvendo problemas da análise de IC

Cromatografia Iônica (IC) é a principal técnica para determinar compostos iônicos em solução. Os componentes básicos consistem em uma fonte de eluente, bomba, injetor de amostra, coluna de separação, supressor e detector. Como em qualquer instrumentação de laboratório, seu sistema de IC deve ser reparado regularmente para garantir o máximo desempenho. Se surgirem problemas que não são resolvidos pela manutenção de rotina, este guia de solução de problemas fornece soluções sugeridas para que você possa retomar rapidamente a geração dos dados precisos e confiáveis pelos quais os sistemas IC Thermo Scientific Dionex™ são conhecidos.

## Questões comuns de IC

(Clique no número para ir para a seção)



Sistema Thermo Scientific™ Dionex™ ICS-6000 HPIC™



## 1 Injeção de amostra

Certifique-se de que os materiais da válvula de injeção sejam compatíveis com as condições do eluente antes do uso. Se possível, filtre todos os padrões e amostras antes da injeção e verifique se a seringa está livre de bolhas antes da injeção da amostra. Se possível, use sucção para arrastar a amostra para o loop, a fim de evitar contaminação ou transferência da seringa.

Sintoma	Solução
Sem picos	Verifique se a válvula do injetor está bem instalada e se está trocando corretamente. Se estiver usando um amostrador automático, verifique se há bolhas de ar presas, verifique o local correto das amostras e soluções de lavagem e verifique se a agulha de amostragem está chegando à amostra. Verifique se há danos na ponta da agulha e verifique se a agulha está alinhada corretamente com a porta de injeção e se não está vazando. Para sistemas duplos que compartilham um amostrador automático, verifique a configuração da válvula de injeção e verifique se a válvula correta está girando.
Má precisão de injeção	Certifique-se de usar as configurações de amostrador automático recomendadas de fábrica e de que a linha de resíduos da válvula de injeção seja direcionada conforme recomendado no manual. Verifique a calibração da linha de transferência de amostras. Verifique o funcionamento da seringa e substitua, se necessário. Como acima, verifique a operação do amostrador automático e verifique se há bolhas de ar. Verifique e lave o rotor e as vedações, substituindo, se necessário. Para injeção manual, mantenha a seringa na posição de injeção enquanto a válvula gira para a posição Inject. Verifique a estabilidade da amostra e dos padrões.
Contaminação cruzada	Verifique a compatibilidade das amostras e padrões com o eluente e os sinais de precipitação da amostra. Purgue o ciclo de injeção com até 10 volumes de amostra antes da injeção. Para amostras problemáticas (viscosas), dilua ainda mais, se possível.
Alturas de pico reduzidas	Verifique se há adsorção, precipitação ou evaporação da amostra ou dos componentes da amostra no vial da amostra ou na tubulação de conexão. Execute os procedimentos de manutenção acima para garantir a operação correta da válvula.
Pressão excessiva e picos de pressão durante a injeção	Confirme se a válvula está alternando rápida e suavemente. Verifique se a válvula e a alça estão livres de depósitos de sal e sinais de precipitação. Lave (faça a sonicação) ou substitua o rotor, as vedações e o laço, conforme necessário.
Injetor com vazamento	Pode ser causado por um rotor da válvula injetora desgastado ou arranhado ou um rotor do injetor danificado e as vedações da agulha. Remova cada um, lave, verifique e substitua, se necessário.



## 2 Detecção e detectores

A detecção de condutividade suprimida é de longe o modo de detecção mais comum para IC moderno. Outros detectores comumente usados incluem absorvância UV e eletroquímico. Para todos os tipos de detectores, a pureza do eluente e a preparação correta são essenciais para as separações de IC com êxito.

Sintoma	Solução
Ruído excessivo	Verifique todos os módulos de pré-deteção (incluindo o supressor) quanto a fontes de ruído e elimine. Verifique se há bolhas de ar presas na célula de deteção. Verifique a célula de deteção quanto a qualquer contaminação visível e limpe se necessário. Cheque o tempo de uso da lâmpada (deteção de absorvância UV), substitua, se necessário.
Drift da linha de base	Verifique se há alterações ou desvio na vazão. Verifique se há flutuações na temperatura ambiente. Use o controle de temperatura da célula da coluna e do detector (deteção de condutividade). Verifique se há sangramento e contaminação da coluna (remova a coluna e refaça a leitura do drift da linha de base). Para deteção de absorvância, assegure aquecimento suficiente e verifique o tempo de uso da lâmpada.
Flutuação periódica da linha de base	Se as flutuações parecerem sincronizadas com o ciclo da bomba, limpe a bomba e verifique a funcionalidade geral. Para eliminar a presença de bolhas, degaseifique o eluente ou a água (para geração de eluentes) e purgue a bomba.
Sem picos	Verifique a operação do injetor. Verifique a integridade padrão. Como acima, verifique se todos os módulos predetectores estão funcionando corretamente. Verifique o ruído da linha de base. Para verificar a operação do detector, remova a coluna e injete o padrão para observar a resposta. Para deteção de absorvância UV, verifique a configuração correta do comprimento de onda.
Falta de sensibilidade do analito	Realize uma análise sinal-ruído e compare com os dados anteriores. Verifique as condições do eluente e o funcionamento da supressora (deteção de condutividade). Verifique a composição do eluente e a condutividade ou absorvância do fundo (o alto sinal de fundo pode obscurecer os picos do analito). Verifique o funcionamento correto do injetor.
Não-linearidade	Verifique a precisão do sistema, com e sem coluna. Verifique a linha de base e a estabilidade padrão ao longo do tempo. Verifique se a relação sinal / ruído é constante. Trabalhe acima da relação sinal-ruído de 10: 1 para quantificação. Verifique se você não está sobrecarregando a coluna. Estabelecer e trabalhar dentro da faixa linear. Nota: Para espécies de ácidos fracos e bases fracas, a condutividade é fundamentalmente não linear.

## 3 Retenção

No IC, a retenção do analito depende da força do eluente e, para trocadores de ânions e cátions fracos, pH. A variação na retenção é geralmente o resultado de erros de preparação de eluentes ou problemas na bomba.

Sintoma	Solução
Diminuindo o tempo de retenção	O uso da coluna pode afetar a capacidade. Reproduza o cromatograma de teste de produção usando as condições indicadas no Relatório de Garantia da Qualidade que foi enviado com a coluna para avaliar o desempenho da coluna. Se a capacidade foi perdida, tente a regeneração da coluna de acordo com as recomendações do fabricante ou substitua a coluna. Verifique a concentração do eluente. A adsorção irreversível de espécies altamente carregadas das amostras reduzirá a capacidade disponível. Verifique a amostra quanto a fontes potenciais de incrustação de colunas. Use a preparação da amostra de IC para minimizar os efeitos da matriz e evitar incrustações na coluna.
Aumentando os tempos de retenção	Verifique se a concentração e a vazão reais do eluente são as que foram especificadas no método. Para íons orgânicos, verifique as interações hidrofóbicas secundárias (alterne para a coluna de troca iônica mais hidrofílica, se disponível).
Tempos de retenção variáveis	Verifique a concentração do eluente e a estabilidade da bomba. Verifique se há tempo de equilíbrio suficiente entre as execuções. Verifique os volumes de injeção e as concentrações da amostra e padrão; se a coluna estiver sobrecarregada, tente uma coluna de maior capacidade ou injete um volume menor. Para eliminar flutuações devido a mudanças na temperatura ambiente, coloque a coluna no forno termostatizado.



## 4 Forma de pico

Formas de pico ruins são geralmente um sinal de interações secundárias (de troca não iônica) com componentes dentro do sistema, fase estacionária, membranas supressoras ou contaminantes adsorvidos (como íons metálicos). Para aumentar a vida útil da coluna IC, sempre prepare eluentes a partir de água desionizada (resistência acima de 18 MΩ-cm) e reagentes de maior pureza (recomendado pelo fabricante). Sempre use uma coluna de proteção.

Sintoma	Solução
Picos com cauda (tailing)	Reproduza o cromatograma de teste de produção usando as condições indicadas no Relatório de Garantia da Qualidade que foi enviado com a coluna para avaliar o desempenho da coluna. Verifique se há conexões incorretas na tubulação (recomenda-se o uso de acessórios <b>Dionex IC PEEK Viper</b> ). Verifique se a cauda ocorre com todos os picos ou apenas com determinadas classes de analito ou íons individuais (isso ajudará a identificar se interações secundárias estão causando o encaudamento). Para interações hidrofóbicas indesejadas, use uma coluna mais hidrofílica ou use um aditivo de solvente orgânico para eluente (verifique a compatibilidade completa do sistema). Se houver suspeita de contaminação por metais, use os procedimentos de condicionamento de colunas recomendados pelo fabricante.
Picos frontal	Verifique a capacidade da coluna e evite a sobrecarga da amostra. Verifique a configuração da concentração de eluente para o cartucho de geração de eluentes no software CDS (Thermo Scientific™ Chromeleon™ Chromatography Data System), ou os cálculos manuais de preparação de eluentes e o pH. Verifique possíveis anulações na coluna ou empacotamento e substitua a coluna, se necessário.
Picos duplos	Isso geralmente é causado por sobrecarga de coluna. Veja o conselho acima para picos frontais. Isso pode ser um sinal de vazio na coluna; nesse caso, a coluna requer substituição.
Picos fantasmas	Verifique o sistema quanto a contaminação. As fontes podem incluir tubulação de sistema de água deionizada, reagentes de eluente preparados manualmente e água de lavagem do amostrador automático. Garanta a eluição completa dos íons fortemente retidos antes da próxima injeção da amostra. Os picos do sistema são freqüentemente vistos quando os picos aparecem devido à retenção de íons eluentes.

## 5 Seletividade

A seletividade refere-se à ordem relativa na qual os analitos retidos são eluídos de uma coluna. Existe uma variedade considerável na química da fase estacionária IC, incluindo uma variedade de trocadores de íons de modo forte, fraco e misto com base em resinas não porosas, porosas e aglomeradas (e monólitos), juntamente com uma grande variedade de fases à base de sílica. No IC, o pH do eluente pode desempenhar um papel significativo na seletividade para íons fracamente ácidos e básicos, além de afetar a retenção e a seletividade nos trocadores de íons fracos. Use a **ferramenta online Virtual Column** disponível no AppsLab para encontrar a melhor coluna IC Thermo Scientific™ Dionex™ para seus analitos preferenciais.

Sintoma	Solução
Resolução reduzida	Verifique a concentração e o pH do eluente (particularmente importante ao usar trocadores de íons fracos e modos de detecção não suprimidos). Verifique o funcionamento correto da bomba. Verifique a estabilidade da temperatura da coluna e use um forno de coluna termostatizado, se disponível. Reproduza o cromatograma de teste de produção usando as condições indicadas no Relatório de Garantia da Qualidade que foi enviado com a coluna para avaliar o desempenho da coluna. Verifique se há efeitos de matriz de amostra.
Resolução aumentada	Tal como referido acima. Maior retenção de íons solitários ou específicos indica contaminação do sistema. Aplique procedimentos de regeneração ou lavagem e repita.
Alterações na seletividade de coluna para coluna	Verifique se a diferença se deve à variação de lote para lote, comparando os certificados de desempenho da coluna (Relatório de Garantia da Qualidade, QAR). Verifique o histórico de uso da coluna. Aplique procedimentos de regeneração ou lavagem.

## 6 Supressão eletrolítica

Sempre verifique se as diretrizes do fabricante para os procedimentos corretos de hidratação, posta em marcha, operação, desligamento e armazenamento são seguidas com precisão para evitar danos irreversíveis. Se forem observadas mensagens de erro, consulte o manual de operação antes de tentar uma solução. Sempre verifique a compatibilidade do solvente dos módulos eletrolíticos antes de usar solventes orgânicos nos eluentes do IC.

Sintoma	Solução
Módulo supressor com vazamento	Verifique se os conectores e a tubulação estão encaixados corretamente. Com o módulo supressor offline, verifique a contrapressão dos módulos a jusante e elimine as fontes de excesso de pressão (consulte o manual do supressor para obter instruções detalhadas). Verifique o fluxo de entrada e saída de soluções regenerantes e eluentes de forma independente para detectar vazamentos nas membranas supressoras. Se um problema for detectado, substitua o supressor.
Aumentando o ruído de fundo e da linha de base	Verifique e reduza a contrapressão em excesso (verifique se a célula de condutividade está operando na contrapressão recomendada). Verifique a pureza e o fluxo da solução eluente e regenerante. Se o ruído continuar, execute os procedimentos de limpeza e regeneração do supressor de acordo com as recomendações do fabricante.
Picos de linha de base	Verifique se as configurações corretas do supressor estão sendo usadas. Garanta a pureza e a condição sem gás de todas as soluções. Remova os vestígios de contaminação com os procedimentos de limpeza e reidrate o módulo.
Linearidade ruim e formas de pico em deterioração	Para IC de troca aniônica, formas de pico ruins podem resultar da contaminação por íons metálicos da membrana. A regeneração ou limpeza das membranas usando os procedimentos recomendados pelo fabricante deve ser tentada.

## 7 Geração de eluente eletrolítico

Sempre verifique se as diretrizes do fabricante para os procedimentos corretos de posta em marcha, operação, desligamento e armazenamento são seguidas com precisão para evitar danos irreversíveis. Se forem observadas mensagens de erro, consulte o manual de operação antes de tentar uma solução. Sempre verifique a compatibilidade com solvente dos módulos eletrolíticos antes de usar solventes orgânicos nos eluentes do IC.

Sintoma	Solução
Cartucho do gerador de eluente com vazamento	Verifique e aperte as conexões. Verifique se há bloqueios na tubulação e contrapressão alta do sistema. Se o cartucho vazar, substitua-o.
Nenhuma potência	Verifique a potência, as conexões e os contatos.
Baixa pressão do sistema	Verifique o cartucho e o desgaseificador EG quanto a vazamentos e, se houver, substitua. Verifique se foi feito o prime da bomba.
Sem picos	Confirme se a concentração correta foi definida no método do instrumento. Verifique se o cartucho de concentrado de eluente não foi esgotado.
Fundo de eluente alto	Verifique a pureza do suprimento de água. Certifique-se de que a coluna de retenção regenerada continuamente seja substituída sempre que o cartucho de eluente for substituído ou após um ano de uso. Verifique a operação adequada do supressor.

## 8 Bombas, fornecimento de eluentes e pressão

Normalmente, na cromatografia de íons, são usadas bombas de pistão duplo inerte (PEEK). As bombas de aço inoxidável projetadas para uso com HPLC devem ser evitadas devido à incompatibilidade com os eluentes do IC. Verifique todos os reservatórios de água deionizada e eluente e a tubulação de conexão quanto a sinais de contaminação e partículas. Use apenas fontes da mais alta qualidade para a preparação de eluentes e filtre-as antes de usar.

Sintoma	Solução
Fluxo flutuante e pulsante	Purgue as bombas com eluente desgaseificado. Bolhas persistentes nas cabeças da bomba geralmente podem ser removidas usando metanol desgaseificado ou propanol. Se a pulsação persistir, remova as válvulas de retenção e lave (sonicação em água-metanol). Se o problema persistir, considere substituir as vedações e limpar as cabeças da bomba. Certifique-se de que a contrapressão do sistema seja fornecida.
Leitura de pressão flutuante	Como acima, execute os procedimentos de limpeza, limpeza e manutenção.
Bolhas de ar	Filtrar usando um filtro hidrofílico inerte de 0,45 µm (evitar celulose) e desgaseificar todos os eluentes completamente, usando sonicação sob vácuo. Purgue as bombas sempre que eluente ou água fresca for preparada.
Cabeças da bomba com vazamento	Verifique os selos e substitua, se necessário. Verifique o manual do instrumento quanto à compatibilidade do eluente com as vedações da bomba.
Depósitos de sal	Lave com água para remover (verifique se há arranhões no pistão e substitua, se estiver arranhado). Verifique os cabeçotes do pistão quanto a vazamentos. Substitua as vedações, se necessário.
Alta contra-pressão	Verifique se a vazão da bomba não está muito alta. Verifique se há excesso de tubo de contrapressão instalado entre a bomba e a válvula de injeção e remova ou substitua, conforme necessário. Verifique se o sistema IC suporta a pressão operacional típica da coluna instalada, conforme especificado nos manuais do produto. Verifique a coluna de proteção quanto a fritas bloqueadas e substitua, se necessário. Verifique cada módulo e linha de resíduos quanto a bloqueios e verifique se os encaixes não estão apertados demais. Certifique-se de que a tubulação com o diâmetro interno correto seja usada em todo o sistema IC e que não haja dobras excessivas.



## Suporte de serviço por instrumento

Para suporte técnico da Dionex, ligue para **+55 11 2730-3006, Opção 3** ou envie um email

[suporte.cmd.br@thermofisher.com](mailto:suporte.cmd.br@thermofisher.com)

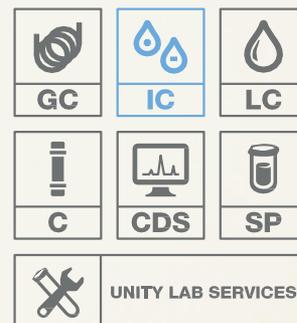


Voltar à imagem do instrumento

# A potência coletiva da cromatografia

## Conduza seu laboratório com o IC

A cromatografia de íons impactante é muito mais do que apenas o resultado final. É sobre como você chegou lá. Quão fácil foi. Quão rápido foi. E o mais importante, é sobre quanta confiança você tem no resultado. Por mais de 40 anos, a Thermo Fisher Scientific é líder em soluções de cromatografia de íons, aperfeiçoando esses atributos-chave, desenvolvendo instrumentos, químicas e aplicações para suas necessidades hoje e no futuro. Com o maior portfólio de soluções de IC, continuamos sendo um parceiro firme e comprometido em seu esforço para melhorar o mundo ao nosso redor.



## Um CDS para fazer tudo

O Chromeleon oferece o controle mais potente e o processamento de dados disponíveis para cromatografia iônica e oferece comunicação avançada do sistema com controle e funcionalidade inteligentes de ponto único.

Para mais detalhes, visite: [thermofisher.com/chromeleon](http://thermofisher.com/chromeleon)



Visite a Biblioteca AppsLab para acesso on-line a aplicativos para GC, IC, LC, MS e muito mais. [thermofisher.com/AppsLab](http://thermofisher.com/AppsLab)

Saiba mais em [thermofisher.com/IC](http://thermofisher.com/IC)