



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00845**

(22) Data de depozit: **23.10.2009**

(41) Data publicării cererii:
29.07.2011 BOPI nr. 7/2011

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA "ȘTEFAN CEL MARE"
DIN SUCEAVA, STR. UNIVERSITĂȚII NR.13,
SUCEAVA, SV, RO

(72) Inventatori:
• GUTT GHEORGHE, STR.VICTORIEI
NR. 185 BIS, SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO;
• GUTT SONIA, STR.VICTORIEI NR.185
BIS, SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO

(54) CROMATOGRAF PORTABIL

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un cromatograf portabil, destinat separării in situ a unui amestec lichid pe componente, urmată de determinarea naturii și concentrației acestor componente pe cale spectrofotometrică. Cromatograful portabil, conform invenției, este alcătuit dintr-o seringă de presiune în a cărei compunere intră un mâner (1) de apăsare, o tijă (2), un arc (3), un piston (4), un cilindru (5) gradat realizat din sticlă, o cămașă (6) din metal inoxidabil, o piuliță (7) specială cu mâner și o altă piuliță (8) specială pentru prestabilirea debitului maxim de lichid absorbit, dintr-un corp (9) metalic echipat cu două supape (10 și 11) cu sens unic de tip arc-bilă și cu un șurub (12) de închidere și prevăzut cu niște canale care fac legătura între seringă, un ac (13) lung de seringă și o coloană (14) cromatografică cu umplutură (15) aflată în legătură cu o celulă (19) de curgere prevăzută cu o fotobarieră realizată cu două fibre optice (20 și 21), precum și dintr-o sursă (22) de radiație luminoasă, dintr-un spectrometru (23) miniatural prevăzut cu detector de tip Diode-Array, dintr-un calculator (24) pe care rulează un program de calcul specific pentru achiziția și prelucrarea datelor experimentale și dintr-o imprimantă (25).

Revendicări: 1
Figuri: 2

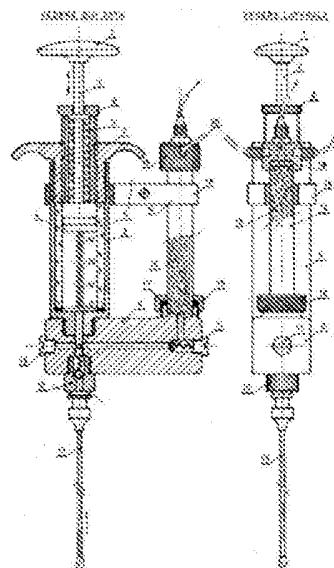


Fig. 1



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	
Cerere de brevet de invenție	
Nr.	a 2009 00845
Data depozit	23-10-2009

CROMATOGRAF PORTABIL

Invenția se referă la un aparat electronic portabil destinat separării în - situ a componentelor dintr-un amestec lichid urmată de analiza calitativă și cantitativă pe cale spectrofotometrică a speciilor chimice rezultate.

În vederea separării componentelor unor amestecuri lichide complexe, urmate de analiza calitativă și cantitativă a acestora pe cale spectrofotometrică, sînt cunoscute cromatografe de lichide, cel mai reprezentativ tip fiind cromatograful de lichide de înaltă performanță (HPLC—High Performance Liquid Chromatographie). Acest tip de cromatograf este un mijloc de laborator echipat cu pompe speciale de înaltă presiune de cca 600-800 ata, reglatoare de presiune, ventile de dozare, sisteme injectoare, coloane cromatografice, diverse tipuri de detectoare inclusiv detectoare fotometrice și tehnică de calcul. După separarea componentelor amestecului lichid în coloana cromatografică după afinitatea acestora cu umplutura coloanei, acestea sosesc pe rînd în dreptul detectorului. Rezultatul reprezentării valorii semnalului electric dat de detector în funcție de timp este o funcție grafică, denumită cromatogramă, care oferă informațiile pentru analiza calitativă și cantitativă a componentelor amestecului analizat. Natura componentelor din amestec (analiza calitativă) se determină din valoarea timpului lor de sosire (denumit și timp de retenție), la detector, iar concentrația lor (analiza cantitativă) pe baza intensității semnalului electric al detectorului, intensitate măsurată fie prin integrarea suprafeței peak-urilor cromatogramei fie din valoarea înălțimii acestora. Dezavantajul principal al cromatografelor de lichide de tip HPLC îl reprezintă faptul că au dimensiuni și masă mare ceea ce face imposibilă utilizarea lor la analize in-situ, de asemenea manevrarea lor necesită cunoștințe și personal de specialitate, iar prețul de cost la achiziție precum și costurile de utilizare sînt extrem de mari.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unui cromatograf electronic portabil destinat separării componentelor unor amestecuri lichide urmată de analiza calitativă și cantitativă pe cale spectrofotometrică a speciilor chimice separate. În acest scop este folosit un echipament format dintr-o seringă de presiune, un ac lung de aspirație, o coloană cromatografică, de dimensiuni mici, cu umplutură, o celulă de curgere cu fotobarieră, o sursă de radiație luminoasă, un spectrofotometru miniatural echipat cu detector diode — array fără de care realizarea unui cromatograf conform invenției nu ar fi posibilă din cauza imposibilității asigurării unui gradient de presiune constant pe toată perioada traversării coloanei cromatografice de către amestecul lichid (așa cum este cazul la cromatografia HPLC), un calculator portabil și un program de calcul pentru achiziția și prelucrarea datelor. Echipamentul conform invenției este de tip modular, permite lucrul comod precum și o curățire și o întreținere ușoară.

În prima fază se introduce acul unei seringi de dozare de presiune în amestecul soluției de analizat și se apasă manual pistonul pînă la limita de jos a cilindrului. Prin eliberarea apăsării manuale asupra tijei pistonului se destinde un arc precomprimat care deplasează pistonul seringii în sus provocînd prin depresiunea creată în partea inferioară a cilindrului seringii deschiderea unei

supape de sens unic, cu bilă și arc, urmată de aspirația în cilindrul seringii a unui volum de amestec de analizat prestabilit printr-o poziționare corespunzătoare a unei piulițe speciale.

În faza a 2-a printr-o apăsarea lentă a pistonului seringii lichidul sub presiune provoacă automat închiderea primei supape de sens și deschiderea altei supape de sens unic, cu bilă și arc, ce permite intrarea amestecului lichid în coloana cromatografică miniaturală unde pe baza afinității componentelor amestecului cu umplutura coloanei au loc absorbții și desorbții repetate de pe umplutură ceea ce are ca efect final separarea în timp a componentelor amestecului analizat acestea sosind în ordinea separării lor la celula de curgere unde traversează o unitate fotometrică de tip fotobarieră alimentată de la o sursă de radiație și legată la un spectrometru electronic miniatural echipat cu detector diode-array. Măsurarea absorbției componentelor soluției în funcție de lungimea de undă are loc în mod automat din momentul traversării fotobarierii de către primul component lichid până la momentul în care prin aceasta nu mai trece nici un component, situație ce corespunde cu scăderea presiunii din coloană ca urmare a trimiterii întregului volum de lichid din cilindrul seringii prin coloana cromatografică. În urma procesării datelor pe display-ul computerului se obține o spectro-cromatogramă în coordonate absorbantă-lungime de undă, de forma celei din figura 3, care este folosită la identificarea naturii componentelor amestecului pe baza lungimilor de undă specifice de absorbție, stabilite la rîndul lor pe baza extrapolării automate a peak-urilor de absorbție pe axa lungimilor de undă. Determinarea concentrației componentelor amestecului are loc pe baza conversiei înălțimii peak-urilor specifice în unități de concentrație prin intermediul unei curbe de etalonare. Atunci cînd în amestecul analizat sînt bănuite a fi prezente specii chimice cu lungimi de undă de absorbție specifică apropiate, situație care poate duce la erori importante la analiza calitativă sau cea cantitativă, se apelează la reprezentarea spectro-cromatogramelor în trei dimensiuni în coordonate: absorbantă-lungime de undă-timp. În felul acesta două peak-uri apropiate sau chiar suprapuse sînt decalate în timp fiind identificabile calitativ precis și ca atare și cuantificabile cantitativ. Trebuie specificat că și la acest mod de reprezentare baza analizei calitative o constituie tot lungimea de undă specifică a absorbției și nu timpul de retenție, așa cum este cazul la cromatografia HPLC, din cauza imposibilității asigurării unei viteze de curgere constante a amestecului analizat prin coloana cromatografică la pomparea manuală a acestuia.

Pe lîngă diverse aplicații clasice una dintre utilizările cele mai importante ale acestui echipament o reprezintă analiza anionilor și cationilor din apă pe cale fotometrică. La ora actuală, această analiză se realizează pentru fiecare specie chimică urmărită în parte prin adăugarea unei anumite substanțe chimice într-un volum prestabilit de apă analizată rezultînd o colorare specifică a amestecului realizat intensitatea culorii fiind proporțională cu concentrația anionului sau cationului urmărit. Determinarea intensității culorii amestecului se realizează cu un detector fotometric ce dă un fotocurent a cărui intensitate este convertită și afișată electronic în unități de concentrație pe baza unei curbe de etalonare memorată electronic. Prin folosirea cromatografului

conform invenției este posibilă determinarea concomitentă a mai multor anioni și cationi din apă. În acest sens mai multe chituri de colorare, ce nu dau reacții chimice între ele, sînt adăugate toate împreună într-un volum corespunzător de apă din care este aspirat în seringă un volum prestabilit. Conținutul cilindrului seringii este ulterior presat prin coloană unde are loc separarea compușilor colorați formați urmată de spectrofotometrarea acestora pe măsura trecerii acestora prin dreptul fotobarierei. Evitarea confundării naturii acestora din cauza timpilor de retenție, cu o reproductibilitate relativ mică de la o determinare la alta, (la cromatograful portabil conform invenției acesti timpi nu sînt așa de reproductibili ca cei de la un cromatograf HPLC).

În urma aplicării invenției se obțin următoare avantaje:

- se realizează un cromatograf electronic, miniatural, portabil, acționat manual, ce permite, în timp scurt și în situ, separarea componentelor unui amestec de lichide urmată de identificarea și cuantificarea spectrofotometrică a acestora.
- prin folosirea echipamentului este eliminată necesitatea efectuării unor cromatograme de etalonare în vederea corelării valorii timpilor de retenție ale componentelor amestecului cu timpii de retenție a componentelor pure (metoda clasică), deoarece determinarea naturii componentelor din amestecul analizat se face pe baza lungimilor de undă de absorbție specifică
- cromatograful conform invenției permite folosirea acestuia la determinarea rapidă a anionilor și cationilor din apă cu folosirea concomitentă a unui chit de colorare avînd o compoziție chimică complexă
- cromatograful este de tip modular, este ușor de deservit, de întreținut și de curățat și nu necesită cunoștințe de specialitate la utilizare

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legătură cu figurile prezentate:

Fig. 1 - vedere în secțiune a cromatografului portabil

Fig. 2 - schema de principiu a cromatografului portabil

Cromatograful conform invenției se prezintă sub forma unui aparat modular, electronic portabil format dintr-o seringă de presiune în a cărei compunere intră un mîner **1** pentru exercitarea apăsării, o tijă **2**, un arc **3**, un piston **4**, un cilindru **5** gradat din sticlă, o cămașă **6** din material metalic inoxidabil, o piuliță **7** specială cu mîner, o altă piuliță **8** specială pentru prestabilirea debitului maxim de lichid absorbit. Tot în compunerea aparatului mai intră un corp **9** metalic echipat cu două supape **10 și 11**, cu sens unic, de tip arc-bilă, un șurub **12** de închidere folosit pentru curățarea canalelor, un ac **13** lung de seringă, o coloană **14** cromatografică cu umplutură **15**, o piuliță **16** de stringere, o garnitură **17** de etanșare, un colier **18** de fixare, o celulă **19** de curgere prevăzută cu o fotobarieră realizată cu două fibre **20 și 21** optice, o sursă **22** de radiație luminoasă, un spectrometru **23** miniatural prevăzut cu detector diode – array, un calculator **24** electronic cu un program de calcul specific pentru achiziția și prelucrarea datelor experimentale și o imprimantă **25** electronică.

REVENDICARE

Invenția Cromatograf portabil caracterizată prin aceea că în vederea separării in-situ a unui amestec lichid pe componente urmată de determinarea naturii și concentrației acestor componente pe cale spectrofotometrică este folosită o structură modulară portabilă compusă dintr-o seringă de presiune în a cărei compunere intră un mâner (1) de apăsare, o tijă (2), un arc (3), un piston (4), un cilindru (5) gradat din sticlă, o cămașă (6) din material metalic inoxidabil, o piuliță (7) specială cu mâner, o altă piuliță (8) specială pentru prestabilirea debitului maxim de lichid absorbit, tot în compunerea aparatului mai intră un corp (9) metalic echipat cu două supape (10) și (11), cu sens unic, de tip arc-bilă, un surub (12) de închidere pentru curățarea canalelor, un ac (13) lung de seringă, o coloană (14) cromatografică cu umplutură (15), o celulă (19) de curgere prevăzută cu o fotobarieră realizată cu două fibre (20) și (21) optice, o sursă (22) de radiație luminoasă, un spectrometru (23) miniatural prevăzut cu detector diode-array și un calculator (24) electronic cu un program de calcul specific pentru achiziția și prelucrarea datelor experimentale și o imprimantă (25) electronică.

VEDERE DIN FATA

2009-00845
23-10-2009

VEDERE LATERALA

16

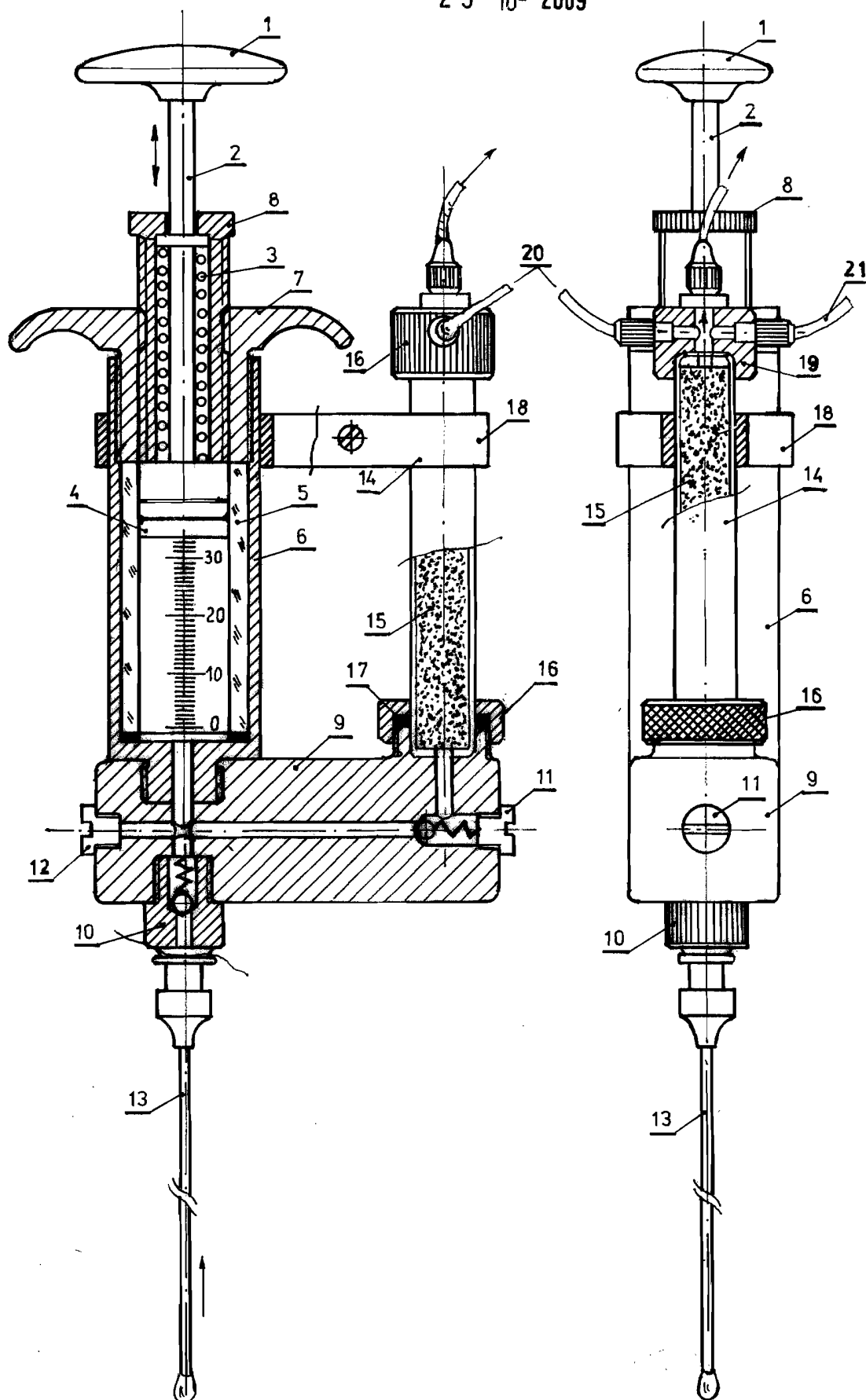


FIG.1

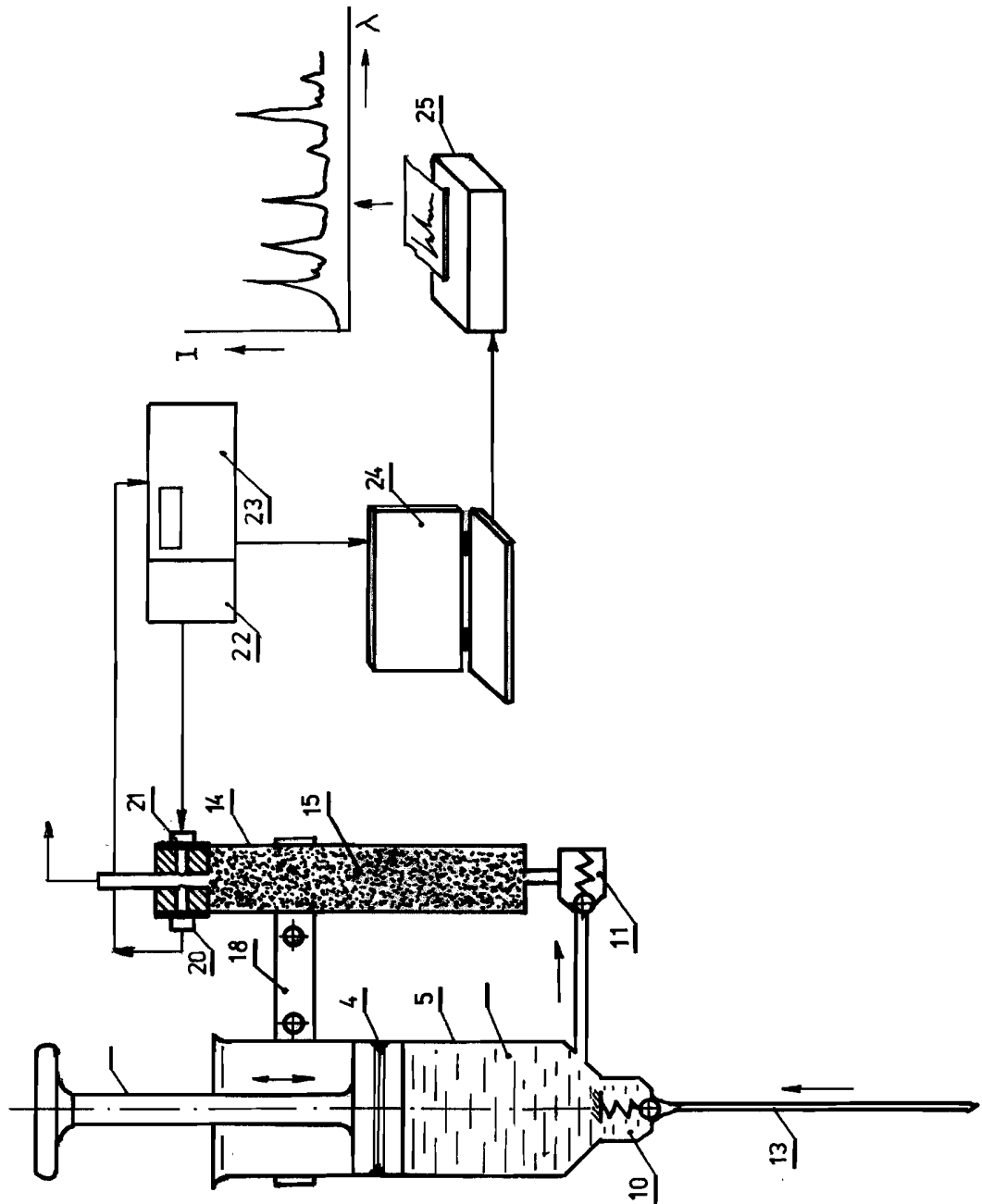


FIG. 2