



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

245403

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.

G 01 N 30/60

(22) Přihlášeno 01 03 83

(21) (PV 1432-83)

(89) (1 099 275), SU

(40) Zveřejněno 16 07 85

(45) Vydáno 15 11 86

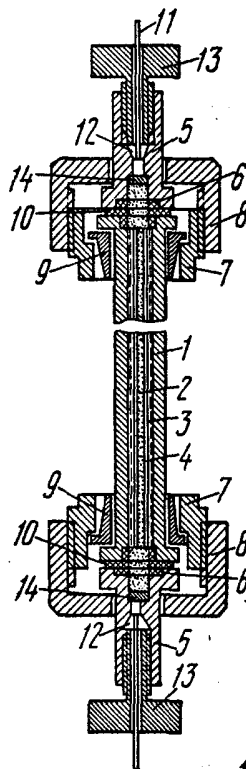
(75)

Autor vynálezu

OSTROVIDOV JEVGENIJ ALEXEJEVIČ; DANILENKO IGOR FEDORVIČ; KANEV
ARKADIJ SERAFIMVIČ; VORONCOV ALEXANDR MICHAJLOVIČ,
LENINGRAD (SU)

(54) Chromatografická kolona pro potenciostatickou chromatografii

Chromatografická kolona pro potenciostatickou chromatografii, obsahující pouzdro, naplněné elektricky vodivým sorbentem a pomocnou elektrodu, spojenou se zdrojem polarizace a umístěnou na povrchu pouzdra kolony, obrácené k sorbentu a oddělené od něho membránou, provedenou z materiálu, majícího iontovou vodivost.



Изобретение относится к технике аналитического определения состава веществ методом жидкостной колоночной хроматографии и может быть использовано при конструировании новых хроматографических анализаторов состава веществ и разработке хроматографических методов анализа смеси веществ.

Жидкостная хроматография — аналитический метод, который позволяет производить разделение и идентификацию составляющих анализируемой смеси в мягких условиях, не подвергая исследуемые вещества разрушительному действию высокой температуры. Частично анализируемая смесь при хроматографировании разделяется на составляющие не полностью.

Известен способ достижения полного разделения, состоящий в применении электропроводящего сорбента, который подвергается электрохимической поляризации до потенциала, при котором одни составляющие анализируемой смеси интенсивно сорбируются поверхностью сорбента или даже вступают на поверхности в электрохимические

245403

реакции, другие - проходят через слой сорбента, не взаимодействуя с ним. Устройства для хроматографирования этим методом, который, иногда, называют потенциостатическим, содержат металлический сорбент и вспомогательный электрод для его поляризации [1] .

Однако устройства для реализации метода потенциостатической хроматографии не приспособлены для фильтрации подвижной фазы с большой скоростью, что увеличивает продолжительность анализа.

Наиболее близкой по технической сущности к изобретению является хроматографическая колонка, содержащая корпус с электропроводящим сорбентом и вспомогательный электрод, соединенные с источником поляризации [2] .

Известная колонка содержит корпус и крышку, между которыми закреплена ионообменная мембрана, поверхность которой покрыта слоем сорбента. С помощью вспомогательного электрода, установленного в корпусе устройства, и внешнего источника поляризации сорбент устройства можно подвергать электрохимической поляризации. Через сорбент фильтруется поток подвижной фазы, содержащий анализируемую смесь. На анализируемые молекулы (ионы) действуют адсорбционные силы, изменяющиеся в зависимости от величины электрохимической поляризации. Изменяя величину поляризации слоя сорбента, можно регулировать время выхода хроматографических пиков.

Однако известное устройство обладает малой производительностью. Анализ двухкомпонентной смеси выполняется в течение 30 мин, что связано с низкой скоростью фильтрации подвижной фазы. Известное устройство не допускает увеличения гидравлического давления для увеличения скорости фильтрации подвижной фазы из-за ограниченной прочности ионообменной мембраны. Кроме того, при повышенном гидравлическом давлении часть подвижной фазы

с анализируемой смесью фильтруется через мембрану, не успевая взаимодействовать с сорбентом.

Целью изобретения является сокращение времени анализа путем увеличения скорости фильтрации подвижной фазы.

Поставленная цель достигается тем, что в хроматографической колонке для потенциостатической хроматографии, содержащей корпус, заполненный электропроводящим сорбентом, и вспомогательный электрод, соединенные с источником поляризации, вспомогательный электрод расположен на поверхности корпуса колонки, обращенной к сорбенту, и отделен от него диафрагмой, выполненной из материала, обладающего ионной проводимостью.

Диафрагма выполнена из ионообменной смолы.

На фиг. 1 изображена предлагаемая хроматографическая колонка; на фиг. 2 - хроматографический анализатор, содержащий предлагаемую хроматографическую колонку; на фиг. 3 - хроматограммы тиомочевины, полученные на известном устройстве и предлагаемой колонке.

Хроматографическая колонка состоит из корпуса 1, на поверхности которого, обращенной к сорбенту 2, установлен вспомогательный электрод 3. Между электродом 3 и сорбентом 2 установлена диафрагма 4. Фланцы корпуса 1 герметизируются с помощью прижимной втулки 5 с резиновым кольцом 6, опорного цилиндра 7, накидной гайки 8 и опорной втулки 9. На фланцах трубки установлен электролизующий вкладыш 10 из фторопласта. Прижимные втулки 5, выполненные из нержавеющей стали, выполняют одновременно функции токоподвода к сорбенту. Накидные гайки 8 выполнены из ударопрочного полистирола. Подвод подвижной фазы в колонку производится по фторопластовым капиллярам 11, их герметизация производится с помощью фторопластовых конусов 12, надетых на капилляры, и фигурных гаек 13. Корпус колонки выполнен из

титана, а в качестве сорбента использован активированный уголь с размером зерна 50-63 мкм. С целью воспрепятствовать выносу сорбента из колонки в прижимных втулках 5 установлены фильтрующие элементы 14 из пористого фторопласта.

Хроматографический анализатор, содержащий предлагаемую колонку, работает следующим образом (фиг.2).

Подвижную фазу из емкости I с помощью насоса 16 через шестиходовый кран 17 подают в хроматографическую колонку 18. Элюат из хроматографической колонки поступает в детектор 19 (254 нм). Анализируемую пробу вводят в поток подвижной фазы с помощью дозирующей петли 20, соединенной с шестиходовым краном 17, шприцем 21 и емкостью 22. Когда Kern крана находится в позиции I, подвижная фаза по каналу Б-2 поступает в хроматографическую колонку, минуя дозирующую петлю. Если Kern крана переводят в позицию II, то подвижная фаза вытесняет анализируемый раствор из дозирующей петли. Для удаления растворенного воздуха емкость с подвижной фазой I подогревают до кипения на электрическом нагревателе 23.

Источником поляризации колонки служит потенциостат 24, напряжение поляризации контролируют цифровым вольтметром 25. Сигнал детектора-анализатора регистрируют самопишущим потенциометром 26.

Техническая эффективность изобретения заключается в снижении времени анализа вещества, что достигается предлагаемым расположением вспомогательного электрода на поверхности корпуса, обращенной к сорбенту, и разделением сорбента и электрода диафрагмой, выполненной из материала, обладающего ионной проводимостью.

Названное расположение электрода и диафрагмы позволяет увеличивать гидравлическое давление и, следовательно, скорость фильтрации подвижной фазы при оди-

наковой прочности ионообменного материала в известном и предлагаемом устройстве, при этом движение подвижной фазы вдоль поверхности диафрагмы обеспечивает достаточное время для взаимодействия ее с сорбентом.

Увеличение скорости фильтрации подвижной фазы сорбентом, на который с помощью вспомогательного электрода подается электрохимическая поляризация, снижает время выхода хроматографических пиков, что, в свою очередь, сокращает время анализа вещества.

Пример. Имеются хроматограммы тиомочевины, полученные на известном устройстве и предлагаемой колонке (фиг.3). Условия хроматографирования: подвижная фаза - 0,01 М тетраборат натрия ($\text{pH}=9,2$); сорбент - активированный уголь, фракция 50-63 мк, микронасос; детектор (254 нм) $l = 5$ мм; источник поляризации - потенциостат, цифровой вольтметр; потенциометр (10 мВ); скорость фильтрации - 0,5 см³/мин; напряжение поляризации - 0,8 В; объем дозирующей петли - 0,03 см³. Как видно из приведенной на фиг.3 хроматограммы, время прохождения хроматографического пика тиомочевины через известное устройство и предлагаемую колонку составляет соответственно 12 и 4 мин.

Таким образом, применение предлагаемой хроматографической колонки позволяет снизить время анализа в три раза. Кроме того, сохраняется возможность воздействия на селективность электрохимической поляризации сорбента.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Хроматографическая колонка для потенциостатической хроматографии, содержащая корпус, заполненный электропроводящим сорбентом, и вспомогательный электрод, соединенные с источником поляризации, отличающаяся тем, что, с целью сокращения времени анализа путем увеличения скорости фильтрации подвижной фазы, вспомогательный электрод расположен на поверхности корпуса колонки, обращенной к сорбенту, и отделен от него диафрагмой, выполненной из материала, обладающего ионной проводимостью.

2. Колонка по п.1, отличающаяся тем, что диафрагма выполнена из ионообменной смолы.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Езрец В.А. и другие. Регулирование селективности хроматографической колонки с помощью электрического поля. "Успехи газовой хроматографии", 1978, № 5, с.77-82.

2. Авторское свидетельство СССР по заявке № 2871510/23-25, кл. G01N 31/08, 1979 (прототип).

А Н Н О Т А Ц И Я

Хроматографическая колонка для потенциостатической хроматографии, содержащая корпус, заполненный электропроводящим сорбентом и вспомогательный электрод, соединенный с источником поляризации и расположенный на поверхности корпуса колонки, обращенной к сорбенту, и отделенный от него диафрагмой, выполненной из материала, обладающего ионной проводимостью.

245403

Předmět vynálezu

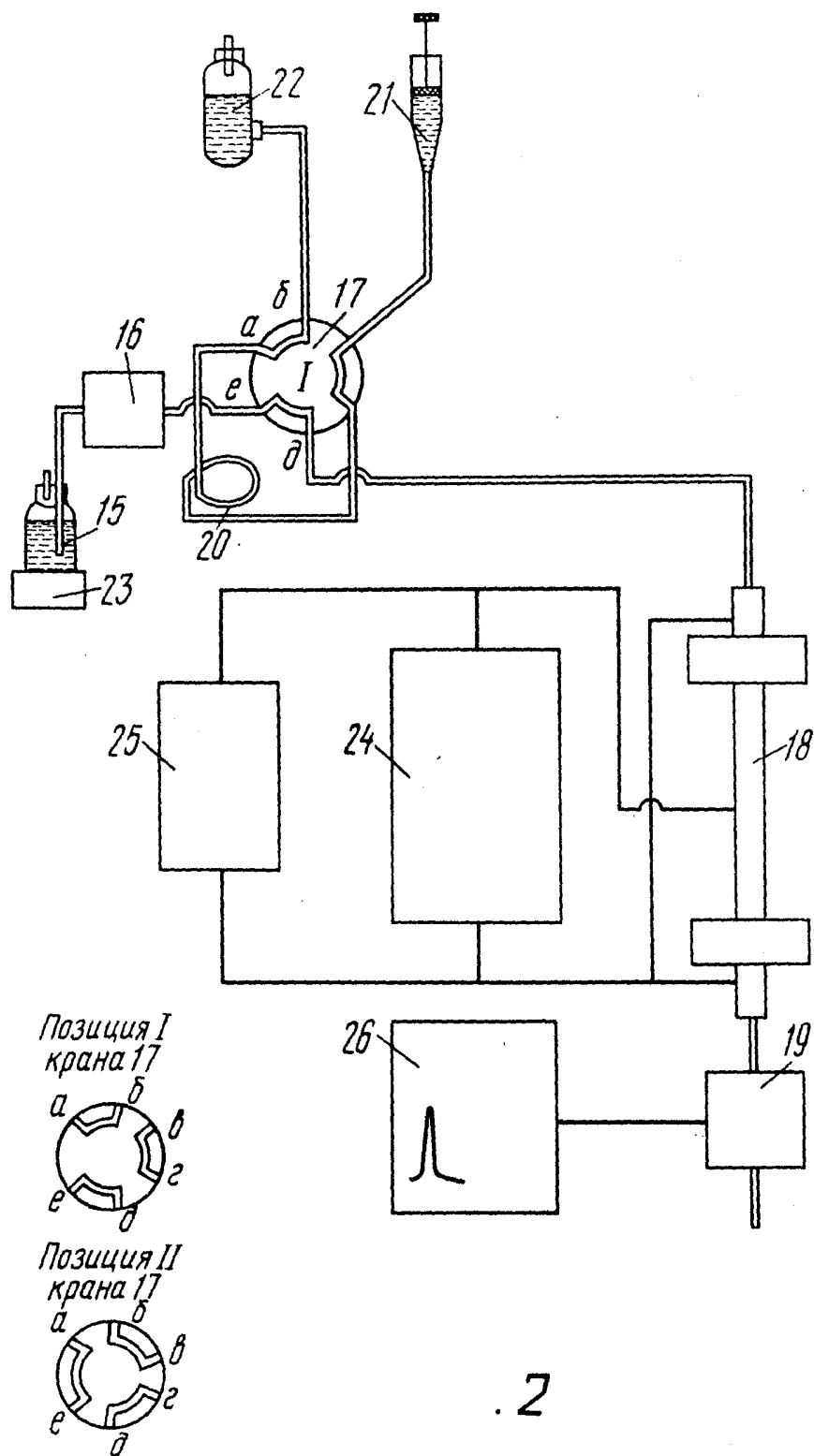
1. Chromatografická kolona pro potenciostatickou chromatografii, obsahující pouzdro, naplněné elektricky vodivým sorbentem a pomocnou elektrodu, spojené se zdrojem polarizace, vyznačující se tím, že pomocná elektroda je umístěna na povrchu pláště kolony obráceného k sorbentu a oddělena od něho membránou, provedenou z materiálu, majícího iontovou vodivost.

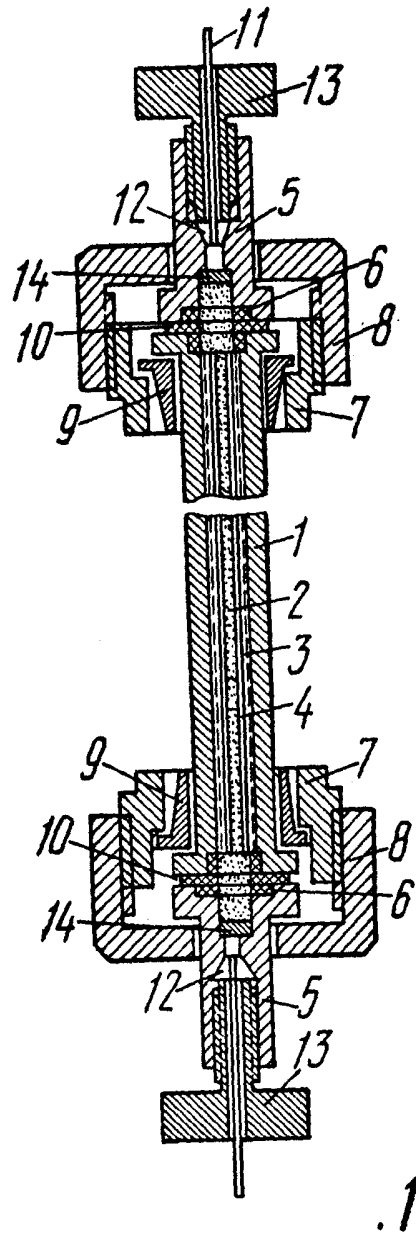
2. Chromatografická kolona podle bodu 1, vyznačující se tím, že membrána je z iontoměničové pryskyřice.

Uznáno vynálezem na základě výsledků expertizy, provedené Státním výborem pro vynálezy a objevy SSSR, Moskva SU

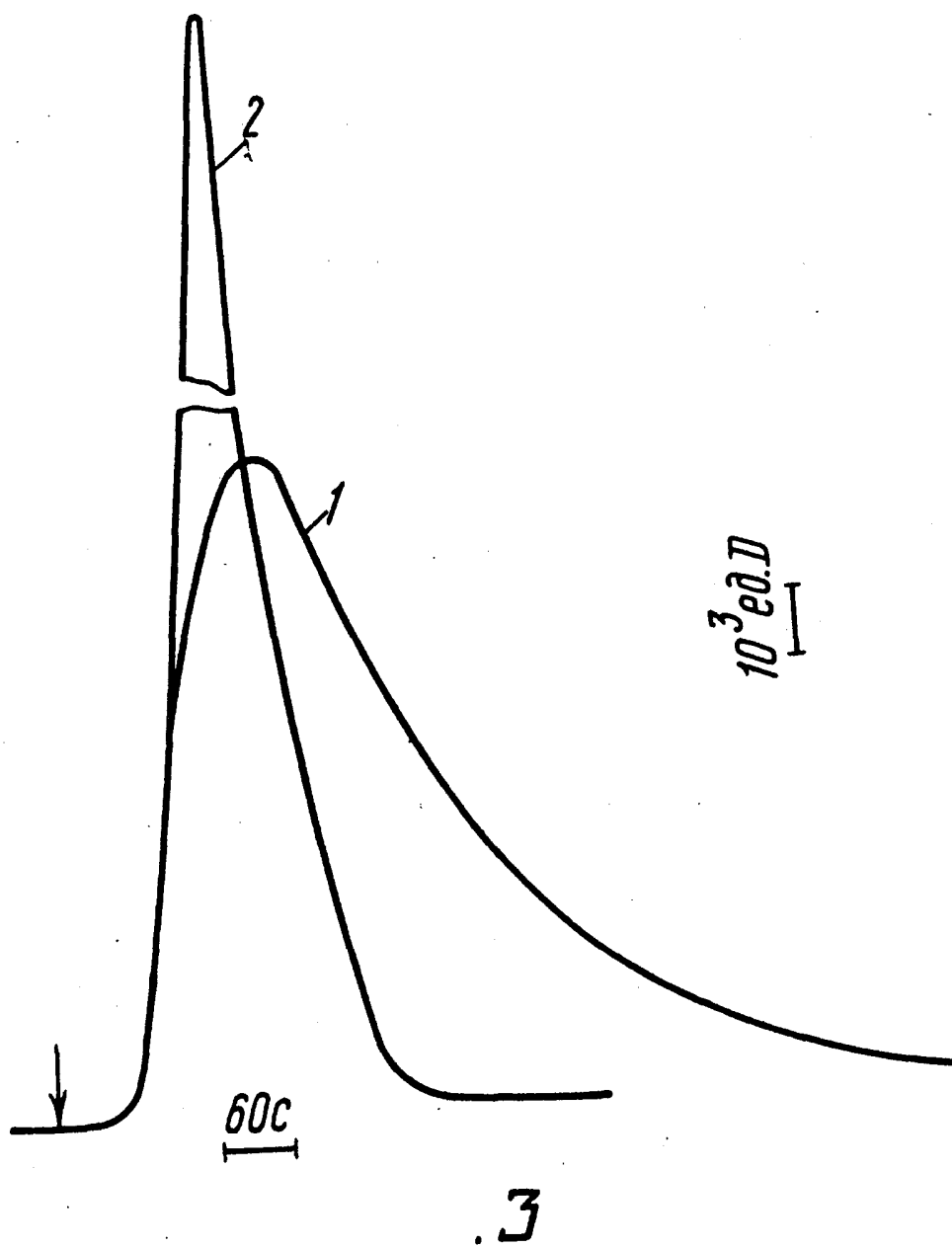
3 výkresy

245403





245403



Severografia, n. p., MOST

Cena 2,40 Kčs