

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

100849

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

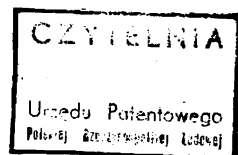
Zgłoszono: 18.01.77 (P. 195424)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 21.11.77

Opis patentowy opublikowano: 1.06.1979

Int. Cl.² G01N 31/08



Twórca wynalazku: Edward Soczewiński
Uprawniony z patentu : Akademia Medyczna, Lublin (Polska)

Urządzenie do ciągłego rozwijania chromatogramów cienkowarstwowych i bibułowych

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do ciągłego rozwijania chromatogramów cienkowarstwowych i bibułowych.

Aktualnie stosuje się dwa główne typy komór chromatograficznych w technice cienkowarstwowej i bibułowej, komory nasycone o stosunkowo dużej objętości i komory „sandwicz” z niewielką objętością atmosfery nasyconej parami rozpuszczalnika. Pierwszy typ komór stanowią zwykle prostopadłościennie stoje, wyłożone wewnątrz bibułą filtracyjną, zapewniającą nasycenie komory parami rozpuszczalników. Rozpuszczalnik nalewa się na dno komory w wysokości 1–2 cm. Wadą tego typu komór jest konieczność stosowania dużych objętości rozpuszczalników.

W komorach typu sandwicz, cienka warstwa adsorbentu jest osłonięta płytką szklaną równoległą do płytki, przy czym odległość obu płytek szklanych jest bardzo niewielka i wynosi około 1 mm, co ogranicza do minimum objętość atmosfery graniczącej z warstwą adsorbentu. Odpowiedni dystans można zapewnić umieszczając na przykład między płytkami bagietkę szklaną w kształcie odwróconej litery U. W obu typach komór, rozpuszczalnik jest doprowadzany do warstwy adsorbentu zwykle przez zanurzenie jednej krawędzi płytki w rozpuszczalniku albo za pomocą knota z bibuły lub innego porowatego materiału. Wcześniej nakrapla się wzdłuż krawędzi płytki, plamki rozdzielanych substancji. W nielicznych konstrukcjach, rozpuszczalniki doprowadza się kapilarną rurką ze zbiornika położonego nad płytką, przy czym szybkość dopływu rozpuszczalnika, zależnie od jego lepkości i właściwości chłonnych układu, regulowana jest wysokością zbiornika oraz długością i średnicą kapilary, gdyż przy zbyt szybkim dopływie rozpuszczalnik rozlewa się po płytce, a przy zbyt wolnym, przedłuża się czas analizy.

Główną niedogodnością obu rodzajów komór, a szczególnie typu „sandwicz” jest możliwość demiksji rozpuszczalnika. Efekty specyficzne dla techniki cienkowarstwowej w dotychczasowych rozwiązaniach konstrukcyjnych komór powodują, że wyniki chromatografii otrzymane tą techniką różnią się znacznie od danych chromatografii kolumnowej, w której układ sorbent – rozpuszczalnik osiąga stan równowagi, zaś roztwór analizowany wprowadza się do układu już po osiągnięciu równowagi w układzie. Z powyższych względów dane

chromatografii cienkowarstwowej i bibułowej są mniej powtarzalne i mniej dokładne z punktu widzenia badań teoretycznych.

Niedogodności opisanych nie posiada urządzenie do rozwijania chromatogramów według wynalazku, w którym rozpuszczalnik jest doprowadzany do adsorbentu ze zbiornika automatycznie, na zasadzie sił kapilarnych, syfonem z cienką rurką, z poziomu zbliżonego, korzystnie nieco niższego od poziomu sorbentu, zaś substancje rozdzielane nakrapla się za czołem rozpuszczalnika, którego ciągły przepływ powodowany jest jego parowaniem po przeciwległej stronie układu. Dzięki możliwości nakraplania analizowanej mieszaniny za czołem rozpuszczalnika, po osiągnięciu równowagi obu faz, można wyeliminować efekt demiksji rozpuszczalnika i inne efekty specyficzne dla metody cienkowarstwowej, zapewniając warunki procesu bardzo zbliżone dla metody kolumnowej.

Urządzenie według wynalazku składa się z komory typu „sandwicz”, zbiornika oraz doprowadzającej rurki kapilarnej. Istotą urządzenia jest zaopatrzenie komory chromatograficznej w dwudzielną płytkę przykrywającą lub płytkę przykrywającą ze szczeliną, umożliwiającą nakraplanie substancji w dowolnym momencie, wprowadzenie syfonu z rurki kapilarnej doprowadzającego rozpuszczalnik oraz umieszczenie zbiornika tak, aby poziom rozpuszczalnika był zbliżony do poziomu płytki z adsorbentem lub paska bibuły, korzystnie poniżej poziomu sorbenta o około 2 mm.

Zaletą rozwijania w urządzeniu według wynalazku jest niewielkie zużycie rozpuszczalnika, który pozostając w zbiorniku nie zmienia składu, możliwość ciągłego rozwijania chromatogramów w warunkach zbliżonych do kolumnowych, co umożliwia między innymi dobieranie optymalnych układów kolumnowych z danych chromatografii cienkowarstwowej, możliwość łatwej zmiany stosowanego rozpuszczalnika w trakcie procesu, w tym także stosowania elucji gradientowej z ciągłą zmianą składu rozpuszczalnika, prostota aparatury i mała przestrzeń przez nią zajmowana.

Urządzenie w przykładzie wykonania uwidocznione jest na rysunku na którym fig. 1 przedstawia widok górny komory chromatograficznej typu „sandwicz”, fig. 2 układ chromatografii w widoku bocznym. Komora przedstawiona na fig. 1 składa się z płytki z adsorbentem lub paska bibuły 1 umieszczonej poziomo na płytce podstawy, wykonanej w przykładzie wykonania ze szkła, obramowanej z trzech stron płytkami szklanymi 2 w formie odwróconej litery U. Grubość płytek 2 przekracza o 0,5 mm grubość płytki 1. Komora przykryta jest dwudzielną płytką 3. W jednej części płytki 3 znajduje się niewielki otwór 4 umożliwiający wprowadzenie kapilary doprowadzającej rozpuszczalnik. Płytką 1 na przeciwległym końcu posiada około 1 cm odcinek nieosłonięty, co umożliwia odparowywanie rozpuszczalnika i ciągły przepływ. Substancje chromatografowane nakrapla się przez chwilowe rozsuniecie płytek górnych 3. Syfon kapilarny 5 doprowadzający rozpuszczalnik ze zbiornika 6 uwidoczniono na fig. 2. W niektórych przypadkach, szczególnie przy rozdzielaniu mikropreparatów, istotne jest, że w wyniku odparowania lotnych rozpuszczalników, substancje opuszczając osłonięty odcinek płytki zateżają się w postaci wąskiego pasma, którego położenie można regulować pozycją płytki 3.

Wynalazek zostanie dalej objaśniony na przykładach.

P r z y k ł a d I. Płytkę z żelalem krzemionkowym firmy Merck (Darmstadt RFN) o wymiarach 5 X 20 cm na podłożu szklanym o grubości 1 mm, umieszczono w płytkach dystansujących o grubości 2 mm, w kształcie litery U. W celu szybkiego wyrównania czoła rozpuszczalnika, adsorbent w okolicy miejsca doprowadzenia rozpuszczalnika uformowano w kształcie trójkąta, którego wierzchołek znajdował się pod wylotem syfonu kapilarnego. Czoło rozpuszczalnika wyrównało się w odległości 2 cm od końca kapilary i w tejże odległości naniesiono w postaci pasma testową mieszaninę barwników Mercka. Barwniki rozdzieliły się w postaci równoległych pasm. Czas rozwijania benzenem na odległość 20 cm wynosił około 60 min, zużycie benzenu 0,8 cm³/60 min.

P r z y k ł a d II. W celu regulacji i dokładnej kontroli temperatury układu, zestaw opisany w przykładzie I, składający się z płytki nośnej z adsorbentem oraz płytek dystansujących, umieszczono na płytce aluminiowej grubości 2 cm, zaopatrzonej w otwór do którego wprowadzono termometr. Izolację termiczną stanowiły płytki ze styropianu. Blok aluminiowy można było oziębiać lub ogrzewać, kontrolując temperaturę układu z dokładnością $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$.

W innej wersji aparatury wyeliminowano płytki dystansujące przez wycięcie w bloku aluminiowym prostokątnego zagłębienia o wymiarach odpowiadających płytce z adsorbentem i o głębokości przekraczającej o 1 mm grubość tej płytki. Dwudzielną płytkę pokrywającą zastąpiono jednolitą płytką z otworami nad linią startu umożliwiającymi nakraplanie substancji w dowolnym momencie.

Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie do ciągłego rozwijania chromatogramów cienkowarstwowych i bibułowych, składające się z komory typu „sandwicz” doprowadzającej rozpuszczalnik rurki kapilarnej oraz zbiornika z rozpuszczalnikiem, z n a m i e n n e t y m, że płytką (3) przykrywającą komorę jest dwudzielna lub posiada otwory umożliwiające nakrapianie substancji za czołem rozpuszczalnika w dowolnym momencie, kapilara (5) posiada kształt syfonu, a zbiornik (6) jest usytuowany tak, że poziom rozpuszczalnika jest zbliżony, korzystnie nieco niższy od poziomu płytki z sorbentem.

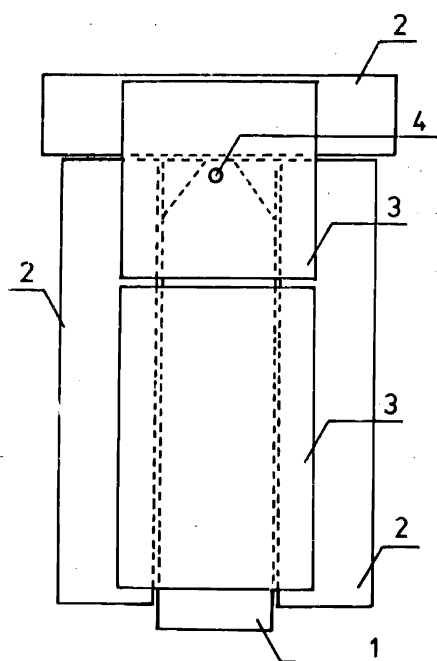


Fig. 1

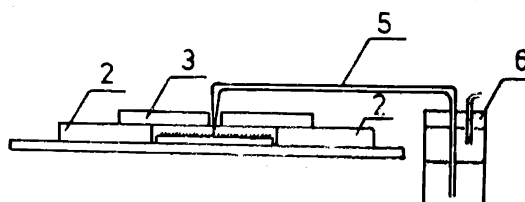


Fig. 2