



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

234 100

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 23 07 82

(21) (PV 5602-82)

(51) Int. Cl. G 01 N 31/06

(40) Zverejnené 25 11 83

(45) Vydané 01 10 86

(75)

Autor vynálezu

ŠOLTÉS LADISLAV ing. CSc.,

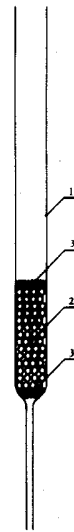
NOVÁK IVAN ing. CSc.,

BEREK DUŠAN ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Mikroseparator pre analytickú separáciu látok z kvapalnej fázy

Vynález sa týka mikroseparatora určeného pre analytickú separáciu látok z kvapalnej fázy pred ich následným chromatografickým určením. Podstata mikroseparatora spočíva v tom, že na jednom konci zúžená rúrka napríklad telo injekčnej striekačky je na strane zúženého konca naplnená sorbentom, ktorý je v tele mikroseparatora zafixovaný permeabilnými uzávermi. Náplň sorbenta tvorí silikágel alebo silikágel s chemicky viazanou alkylsilánovou fázou alebo zosieťovaný polystyrén alebo pórovitý uhlík alebo iontomenič. Permeabilné uzávery sú vyrobené z materiálov, ktoré obsahujú sklenenú alebo silanizovanú sklenenú vatú, alebo polyetylénovú či polypropylenovú fritu.

Mikroseparator možno využiť pri príprave vzoriek pred ich kvapalinovo alebo plynovo chromatografickým určením v analytických procesoch uplatňovaných v zdravotníctve.



Vynález sa týka mikroseparátora pre analytickú separáciu látok z kvapalnej fázy, t.j. afinitné zachytenie a koncentrovanie látok z kvapalnej fázy pred ich následným analytickým určením.

Doteraz používanou separačnou metódou z kvapalnej fázy je extrakcia látok do niektorého s kvapalnou fázou sa nemiešajúceho extrahovadla. Vyseparované látky sa koncentrujú odparením extrahovadla. Pri iných efektívnejších metódach sa využíva afinita separovaných látok k sorbentu. V poslednom čase sa začínajú používať už aj sorbentom naplnené separačné patróny, separačné mikrošpičky na separáciu prevažne polárnych, resp. nepolárnych látok z kvapalnej fázy. Ich nevýhodou pri použití v praxi je, že vyžadujú okrem prídavných zariadení aj bezprostrednú ručnú manipuláciu, v dôsledku čoho sú sériovo vykonávané analýzy zdĺhavé a časovo náročné. V laboratórnej praxi sa však často vyžaduje, pri minimálnom rozsahu manuálnych operácií, rýchle spracovanie sady vzoriek.

Uvedené nedostatky odstraňuje mikroseparátor pre analytickú separáciu látok z kvapalnej fázy podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že na jednom konci zúžená rúrka, s výhodou telo injekčnej striekačky, je na strane zúženého konca naplnená sorbentom, ktorý je v tele mikroseparátora zafixovaný permeabilnými uzávermi. Náplň sorbenta tvorí silikagél alebo silikagél s chemicky viazanou alkylsilánovou fázou alebo zosieťovaný polystyrén alebo pórovitý uhlík alebo iontomenič. Permeabilné uzávery sú vyrobené z materiálov, ktoré obsahujú sklenenú alebo silanizovanú sklenenú vatú, alebo polyetylénovú polypropylénovú fritu.

Vynález mikroseparátora pre analytickú separáciu látok z kvapalnej fázy umožňuje rýchlu separáciu a koncentráciu

látok z kvapalnej fázy pred ich analytickým určením kvapalínou alebo plynovou chromatografiou. Pritom možno mikroseparator použiť aj viackrát, najmä pri sériových analýzach, keď sa sada mikroseparatorov umiestni vo vhodne prispôsobenom stojane.

Príklad mikroseparatora pre analytickú separáciu látok z kvapalnej fázy je schematicky znázornený na pripojenom výkrese.

Telo mikroseparatora je tvorené rúrkou 1, na jednom konci zúženou, výhodne tvorené rúrkou 1 z injekčnej striekačky zo skla alebo plastu, napr. polypropylénu, o obsahu 2 až 10 ml. Na strane zúženého konca je v tele mikroseparatora umiestnený sorbent 2, ktorý je v mikroseparatori fixovaný permeabilnými uzávermi 3, ktoré znemožňujú jeho pohyb resp. únik. Sorbent je tvorený silikagélom, silanizovaným silikagélom s viazanou fázou ako napr. oktaedecylsilánom, zosieťovaným polystyrénom, pórovitým uhlíkom a pod. Permeabilné uzávery 3 sú zhotovené zo sklenej alebo silanizovanej sklenenej vaty, polyetylénovej, príp. polypropylénovej frity a pod. Pritom priestor rúrky 1 nad sorbentom 2 vytvára zásobník kvapaliny. Kvapalná vzorka naliatá do mikroseparatora voľne preteká cez sorbent 2, na ktorom sa zachytia separované látky. Afinita zachytených látok k sorbentu 2 sa zruší eluentom, ktorý vyplaví tieto látky z mikroseparatora.

Z nasledujúcich príkladov vyhotovenia a použitia mikroseparatora vyplýva, že uplatnenie mikroseparatora v praxi je pomerne rozsiahle.

Príklad 1

Separácia aminoglykozidového antibiotika Gentamicínu z krvného séra

Náplň sorbenta 2 tvorí 0,1 g guľčkového silikagélu s priemerom častíc 0,08 až 0,1 mm, pripraveného podľa čs. autorského osvedčenia č. 196 794 a čs. autorského osvedčenia č. 208 879. V mikroseparatori dlhom 10 cm a s vnútorným priemerom 5 mm sa sorbent 2 zmáča destilovanou vodou. Po vytečení destilovanej vody sa na sorbent 2 naleje 0,5 ml krvného séra pacienta

liečeného Gentamicínom. Gentamicín zachytený sorbentom 2 sa následne derivatizuje 0,5 ml roztoku o-ftalaldehydu v borátovom pufri s pH = 10,4. Derivatizované liečivo sa eluuje 1 ml etanolu. 0,1 ml etanolového roztoku sa analyzuje kvapalinovou chromatografiou s fluorometrickou detekciou.

Príklad 2

Separácia aminoglykozidového antibiotika Gentamicínu z krvného séra

Náplň sorbenta 2 tvorí 0,05 g katexu. V mikroseparátore dlhom 5 cm, s vnútorným priemerom 4 mm sa sorbent 2 zmáča 0,2 M roztokom síranu sodného. Po vytečení roztoku sa na sorbent 2 naleje 0,25 ml krvného séra pacienta liečeného Gentamicínom. Gentamicín zachytený sorbentom 2 sa eluuje 0,5 ml 0,01 M roztoku lúhu sodného. 0,05 ml eluátu sa analyzuje kvapalinovou chromatografiou s derivatizáciou za kolónou.

Príklad 3

Separácia komplexu vitamínov D z mlieka

Náplň sorbenta 2 tvorí 0,5 g zosieťovaného polystyrénu v 10 ml injekčnej striekačke z plastu. Sorbent 2 sa zmáča destilovanou vodou. Po vytečení destilovanej vody sa na sorbent 2 naleje 10 ml mlieka. Komplex vitamínov D zachytený na sorbente 2 sa eluuje 2,5 ml acetonitrilu. Po odparení rozpúšťadla sa k odparku pridá 0,05 ml acetonitrilu a roztok sa analyzuje kvapalinovou chromatografiou s fotometrickou detekciou.

Príklad 4

Separácia komplexu vitamínov D z mlieka

Náplň sorbenta 2 tvorí 0,5 g oktadecylsilanizovaného silikagélu. V mikroseparátore dlhom 15 cm s vnútorným priemerom 10 mm sa sorbent 2 zmáča metanolom a prepláchne destilovanou vodou. Po vytečení destilovanej vody sa na sorbent 2

naleje 10 ml mlieka. Komplex vitamínov D, zachytený sorbentom 2 sa eluuje 2,5 ml acetonitrilu. Acetonitrilový eluát sa spracuje ako v príklade 3.

Príklad 5

Separácia polycyklických aromatických uhľovodíkov z odpadovej vody

Náplň sorbenta 2 tvorí 0,5 g okta-decylsilanizovaného silikagélu. V mikroseparátore dlhom 15 cm s vnútorným priemerom 5 mm sa sorbent 2 zmáča metanolom a zúžený koniec mikroseparátora sa napojí na vodnú vývevu. Širší koniec sa ponorí do nádoby s 1 l odpadovej vody, ktorá sa prečerpá cez sorbent 2. Uhľovodíky zachytené sorbentom 2 sa eluujú 2,5 ml toluénu. Eluát sa analyzuje plynovou chromatografiou s plameňovo ionizačnou detekciou.

Príklad 6

Separácia polycyklických aromatických uhľovodíkov z odpadovej vody

Náplň sorbenta 2 tvorí 0,5 g guľčkového pórovitého uhlíka pripraveného podľa čs. autorského osvedčenia č. 221 197. Sorbent 2 sa v mikroseparátore dlhom 15 cm s vnútorným priemerom 5 mm zúženým koncom mikroseparátora pripojí na vodnú vývevu. Širší koniec sa ponorí do nádoby s 1 l odpadovej vody, pričom sa táto prečerpá cez sorbent 2. Uhľovodíky zachytené sorbentom 2 sa spracujú obdobným spôsobom ako v príklade 5.

Mikroseparátor možno využiť pri príprave vzoriek pred ich kvapalinovo alebo plynovo chromatografickým určením v analytických separačných procesoch uplatňovaných v zdravotníctve.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

234 100

1. Mikroseparator pre analytickú separáciu látok z kvapalnej fázy vyznačujúci sa tým, že jeho telo je tvorené rúrkou /1/, napríklad injekčnou striekačkou, ktorá je na jednom svojom konci zúžená a na strane zúženého konca naplnená sorbentom /2/, ktorý je v tele mikroseparatora zafixovaný permeabilnými uzávermi /3/.
2. Mikroseparator podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že náplň sorbenta /2/ pozostáva zo silikagélu alebo silikagélu s chemicky viazanou alkylsilánovou fázou, alebo zosieťovaného polystyrénu, pórovitého uhlíka alebo iontomeniča.
3. Mikroseparator podľa bodu 1 a 2 vyznačujúci sa tým, že permeabilný uzáver /3/ je vytvorený z materiálov, ktoré obsahujú sklenenú alebo silanizovanú sklenenú vatu, polyetylénovú, alebo polypropylénovú fritu.

1 výkres

