

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

61807

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 04.XI.1967 (P 123 401)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 21.XII.1970

Kl. 42 I, 3/02

MKP G 01 n, 1/18

UKD

Współtwórcy wynalazku: Jan Simonides, Vit Nádvořník, Jiří Plíml

Właściciel patentu: Československá Akademie Véd, Praga
(Czechosłowacja)

Sposób wykonywania podkładu pod cienkowarstwowy adsorbent dla dwukierunkowej chromatografii

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wykonywania podkładu pod cienkowarstwowy adsorbent dla dwukierunkowej chromatografii.

Dotychczas jako podkład pod cienkowarstwowy adsorbent dla dwukierunkowej chromatografii stosowano płytkę szklaną, jak opisano w publikacji E. Stahl, *Dünnschicht-Chromatographie*, Springer-Verlag, Berlin 1962. Dopiero od niedawna zaczęto zastępować je płytkami wykonanymi z innych materiałów, np. z tworzyw sztucznych, opisanymi we francuskim opisie patentowym Nr 1.370.780 lub z blachy bądź folii metalowej o różnej grubości, jako podano w następujących publikacjach: F. Snyder: *Anal. Chem.* 35, 599 (1963); F. W. Koss *Naturwissenschaften* 51, 382 (1964); J. C. Brown; *J. Soc. Dyer Colourists* 81, 161 (1965); B. Rabenort: *J. Chromat.* 17, 594 (1965). Jednakże płytki do chromatografii wykonane z folii lub blachy metalowej mają szereg wad, które ograniczają ich przydatność. Ulegają one np. deformacji, w wyniku czego powstają na ich powierzchniach zgięcia i wgłębienia, powodujące zniekształcenie wyników analizy chromatograficznej. Podobnie płytki wykonane ze szkła lub z folii z tereftalanu polietylenu mają szereg wad. Wskutek ich przezroczystości zacierają się kontury granic plamki na cienkiej warstwie adsorbenta. Przy stosowaniu jako podkładu np. folii z tworzyw sztucznych dla określenia granic w plamce konieczne jest stosowanie specjalnej aparatury. Poza tym płytki szklane mają szereg wad

2

mechanicznych, jak kruchość, rozgraniczanie powierzchni, znaczny ciężar itp.

Wszystkie te wady zostały usunięte przez wynalezienie podkładu pod cienkowarstwowy adsorbent dla dwukierunkowej chromatografii, wykonanego sposobem według wynalazku.

Sposób wykonywania podkładu według wynalazku polega na tym, że na powierzchnię z nieklejonego kartonu o grubości 0,2—0,5 mm wprasowuje się lub przykleja folię metalową, np. wykonaną z aluminium lub cyny.

Powierzchnie podkładu pokrywa się korzystnie obustronnie folią metalową. Karton, na który nakleja się lub wprasowuje folię metalową, można przedtem nasycić związkami mającymi własności hydrofobowe, np. żywicami metylo-silikonowymi lub 0,5—2,5% emulsją wodną oleju silikonowego. Do przyklejania folii metalowej stosuje się klej, korzystnie wykonany ze skrobii, do którego dodano uprzednio związki mające własności hydrofobowe, albo klej z żywicy epoksydowej zmieszanej z utwardzaczem, lub klejem wykonanym ze skrobii bądź klejem wykonanym ze szkła wodnego z dodatkiem związków mających własności hydrofobowe.

Jak już wspomniano, podkład otrzymany według wynalazku składa się z dwóch składników: z metalowej folii, korzystnie aluminiowej lub cynowej i z nieklejonego kartonu, który służy jako nośnik folii. Metalowa folia może być bardzo cienka, gdyż

mechaniczne właściwości całego podkładu wyznacza jego dolna warstwa. Właściwości chemiczne powierzchni podkładu zależą przy tym od górnej warstwy metalowej. Dotyczy to np. odporności na działanie odczynników agresywnych, jak kwas siarkowy. Karton jest trwale połączony z folią metalową przez sprasowanie albo przez przyklejenie. Na folię nakłada się w znany sposób warstwę adsorbenta.

Zależnie od grubości użytego kartonu podkład wykonany sposobem według wynalazku można stosować w chromatografii wstępującej lub zstępującej. Jeśli zastosuje się aktywowanie podkładu, wówczas można go poddawać działaniu znacznie wyższych temperatur, niż ma to miejsce w przypadku użycia podkładu z tworzyw sztucznych.

W przypadku pokrycia kartonu obustronnie metalową folią, warstwę adsorbenta nakłada się tylko na jedną stronę. Metalowa folia nałożona obustronnie chroni podkład przed deformacją wskutek pęcznienia w trakcie rozwijania przy użyciu niektórych mieszanin rozpuszczalników.

Nasylenie kartonu substancją o własnościach hydrofobowych zapobiega pęcznieniu i deformacji podkładu. Po nasyceniu kartonu np. olejem metylo-silikonowym łączy się go z folią metalową za pomocą kleju, korzystnie skrobi z dodatkiem substancji o własnościach hydrofobowych.

Podkład wykonany sposobem według wynalazku jest całkowicie nieprzezroczysty, dzięki czemu granice warstw plamki na adsorbencie są wyraźnie widoczne wskutek dużej kontrastowości. Kontrastowość tę poprawia jeszcze odbicie światła od lustrzanej powierzchni metalowej folii. Praca na podkładzie według wynalazku nie wymaga używania dodatkowej aparatury takiej, jaka jest konieczna przy stosowaniu przezroczystego podkładu wykonanego np. z tworzyw sztucznych. Wreszcie podkład według wynalazku jest w przeciwieństwie do podkładu z płytek szklanych lekki, trwały i łatwy do przechowywania.

Wytwarzanie podkładu pod cienką warstwę adsorbenta dla dwukierunkowej chromatografii według wynalazku ilustrują następujące przykłady:

Przykład I. Podkład otrzymuje się z kartonu o grubości 0,2 mm, na którego powierzchnię wprasowuje się pod ciśnieniem aluminium lub cynową (staniolową) folię o grubości 0,01 mm. Powierzchnia folii musi być idealnie gładka i błyszcząca, przy czym przed nałożeniem adsorbenta dodatkowo oczyszczona. Warstwę adsorbenta otrzymuje się z żelu krzemionkowego, tlenku glinowego, celulozy bądź mieszanin tych związków z dodatkiem środków wiążących.

Przykład II. Na obydwie strony kartonu wprasowuje się folię metalową w celu uniknięcia deformacji podkładu w czasie pracy z roztworami

mi wodnymi. Adsorbent nakłada się jednak tylko na jedną stronę podkładu.

Przykład III. Taśmę kartonu używanego dla otrzymywania podkładu pokrywa się związkami o własnościach hydrofobowych. W tym celu zanurza się ją w rozcieńczonym roztworze żywicy metylosilikonowej, rozpuszczonej w toluenie, w stosunku 1:100. Po zanurzeniu i wyjęciu taśmę suszy się w temperaturze 100°C.

Po kilku minutach suszenia następuje odparowanie rozpuszczalnika i polimeryzacja hydrofobowego związku.

Przykład IV. Taśmę kartonu używanego do otrzymywania podkładu impregnuje się wodną emulsją oleju silikonowego, do którego dodano uprzednio katalizatory powodujące jego polimeryzację. W tym celu obie strony kartonu natryskuje się emulsją za pomocą pistoletu, lub w inny znany sposób, nakładając określoną jej ilość. Suszenie taśmy przeprowadza się w temperaturze 110—130°C. Następnie na jej powierzchnię przykleja się klejem, do którego dodano uprzednio 0,5% emulsję wodną oleju metylosilikonowego, folię aluminiową, w sposób podany w przykładzie II i III.

Przykład V. Metalową folię przykleja się do powierzchni kartonu klejem wykonanym ze skrobi z dodatkiem związków o własnościach hydrofobowych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wykonywania podkładu pod cienkowarstwowy adsorbent dla dwukierunkowej chromatografii, **znamienny tym**, że na powierzchnię z nieklejonego kartonu o grubości 0,2—0,5 mm wprasowuje się bądź przykleja folię metalową, np. wykonaną z aluminium lub cyny.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że powierzchnie podkładu pokrywa się obustronnie folią metalową.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że karton, na który naprasowuje się lub przykleja folię metalową, nasycy się związkami mającymi własności hydrofobowe, na przykład żywicami metylo-silikonowymi lub 0,5—2,5% emulsją wodną oleju silikonowego.

4. Sposób według zastrz. 3, **znamienny tym**, że na powierzchnie podkładu przykleja się metalową folię klejem, korzystnie wykonanym ze skrobi, do którego dodaje się uprzednio związki mające własności hydrofobowe.

5. Sposób według zastrz. 1—4, **znamienny tym**, że metalową folię przykleja się klejem z żywicy epoksydowej zmieszanej z utwardzaczem, bądź klejem wykonanym ze skrobi, bądź klejem wykonanym ze szkła wodnego, z dodatkiem związków mających własności hydrofobowe.