



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00121**

(22) Data de depozit: **05.02.2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.11.2011** BOPI nr. **11/2011**

(41) Data publicării cererii:
29.01.2010 BOPI nr. **1/2010**

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA "BABEȘ-BOLYAI" DIN
CLUJ-NAPOCA,
STR.MIHAIL KOGĂLNICEANU NR.1,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO**

(72) Inventatori:
• **MĂRUȚOIU CONSTANTIN, STR.ION
MEȘTERU NR.12, BL.L1, SC.1, AP.15,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**

• **MĂRUȚOIU OLIVIA FLORENA,
STR.ION MEȘTERU NR.12, BL.L1, SC.1,
AP.15, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**
• **SIMIONESCU ANDREEA, STR.ULMULUI
NR.19, CRAIOVA, DJ, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**HU 196855 B; US 4430217; RU 2216018
C2; RO 79371**

(54) **CAMERĂ CROMATOGRFICĂ CIRCULARĂ CU GRADIENT
DE UMIDITATE**



RO 125185 B1

1 Prezenta invenție se referă la o cameră cromatografică pentru cromatografia pe strat
subțire, circulară, cu gradient de umiditate (de vapori).

3 Gradientul de vapori (umiditate) influențează vitezele de migrare a diferiților compo-
nenți în cadrul separărilor, obținându-se o rezoluție bună. În vederea controlului și a posibi-
5 lităților de programare a acestor vapori, s-au imaginat dispozitive corespunzătoare. Astfel,
s-a realizat o cameră cu ajutorul căreia s-a obținut un gradient paralel discontinuu de vapori.
7 Această cameră se compune dintr-o placă pe care sunt montate rezervorul cu eluent și un
dispozitiv cu douăzeci și unu de jgheaburi. La întrebuințare, jgheaburile sunt umplute cu
9 amestecuri de solvenți, polari și nepolari, după un anumit program, formând un gradient
compus. Vaporii acestor amestecuri de solvenți cu gradient de polaritate vor echilibra
11 adsorbentul de pe placa cromatografică, care este așezată cu stratul subțire deasupra
jgheaburilor. Eluentul este plasat într-un rezervor ce se află la un capăt al camerei, iar
13 legătura cu el și stratul subțire de adsorbent se realizează cu ajutorul unei benzi de hârtie
de filtru. Developarea poate continua un timp nelimitat, deoarece la sfârșitul plăcii, eluentul
15 este evaporat cu ajutorul unui tub izolat cu azbest, prin care circulă apă caldă (R. A. De
Zeeuw, *Analyt.Chem.*, 40, 2134, 1968).

17 În cazul cromatografiei plane circulare, gradientul de vapori s-a realizat într-o cameră
prevăzută cu o serie de jgheaburi circulare. Migrarea eluentului are loc centripetal, compo-
19 nenții sunt pipetați sub forma unui cerc la marginea exterioară a plăcii, eluția este continuă
și colectarea componentelor se face separat. Placa cromatografică este formată dintr-un disc
21 de sticlă (având diametrul de 23 cm), prevăzută cu un orificiu central. Numărul jgheaburilor
pentru programul de vapori a fost de cinci (J. H. Van Dijk în *Chromatographie sur colonne*
23 p. 234, E. Kovats (ed), Lausanne, 1970).

Prin adaptarea unor accesorii la camera Vario KS, s-a realizat un gradient ortogonal
25 discontinuu de vapori. Accesoriile constau dintr-o serie de cinci cuve mici pentru eluenți (S.
Sandroni, H. Schitt, *J. Chromatogr.*, 52, 169, 1970, C. Liteanu, S. Gocan, *Cromatografia de*
27 *lichide cu gradienti*, Editura tehnică, București, 1976).

Pentru a mări eficiența de separare a camerelor cromatografice, s-a realizat o cameră
29 cromatografică, cu gradient de temperatură combinat cu gradient de vapori (C. Măruțoiu, O.
Lujerdean, C. Liteanu, S. Gocan, C. Sârbu, I. Gebefugi, brevet **RO 88815**. Cu ajutorul acestei
31 camere, se pot obține gradienti longitudinali sau ortogonali de temperatură, combinați cu
gradienti de vapori. Gradientii de temperatură sunt realizați cu ajutorul unor corpuri de
33 încălzire, iar gradientii de vapori cu ajutorul unor cuve atașate pe o placă de sticlă, în care
se toarnă solvenți de polarități diferite. Camerele realizate prezintă dezavantajul că, nefiind
35 din porțelan, solvenții pot reacționa cu materialul din care este confecționată camera și în
special cu acizii când aceștia sunt folosiți pentru realizarea gradientilor de umiditate. De
37 asemenea, alimentarea cu eluent se face greoi prin filtre de hârtie care fac legătura între
rezervorul cu eluent și placa cromatografică sau prin ascensiune capilară (brevet
39 **US 3146616**; **US 3413842**; Saxena Vinit, Andresen Brian, brevet **US 4865729**; J. Chalmers
Hecker, brevet **GB 1143492**; T. Dzido, E. Soczewiski, *J. Chromatogr. A*, 516, 461, 1990).

41 Problema tehnică pe care își propune să o rezolve invenția este de a realiza o
cameră cromatografică pentru cromatografia pe strat subțire, circulară, cu gradient de
43 umiditate, care să fie rezistentă la acizi și baze, și care să permită reglarea și menținerea
constantă a debitului fazei mobile.

45 Camera cromatografică circulară, cu gradient de umiditate, conform invenției, înlătură
dezavantajele dispozitivelor din stadiul tehnicii, prin aceea că este constituită dintr-o cameră
47 tip sandwich, circulară, din porțelan glazurat, rezistent la acizi și baze, prevăzută cu cinci
rezervoare (jgheaburi) concentrice, în care se realizează gradientul de umiditate, aflate la
49 distanțe egale unele față de celelalte, aceeași distanță existând și între centrul camerei

RO 125185 B1

cromatografice și cel mai apropiat rezervor concentric de acesta, dintr-o placă cromatografică pe care au loc separările, care se fixează cu fața în jos pentru a intra în contact cu vaporii solvenților aflați în cele cinci rezervoare, și dintr-un dispozitiv din teflon, amplasat în centrul camerei din porțelan, perpendicular pe placa cromatografică, prin care se realizează alimentarea cu fază mobilă (eluarea cromatografică).	1 3 5
Camera cromatografică circulară, cu gradient de umiditate, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:	7
- construcție simplă și robustă;	
- rezistență la acizi și solvenți;	9
- în cameră se poate realiza un gradient constant de vapori cu substanțe diferite (acizi, baze, neutre);	11
- în cameră, cu ajutorul gradientilor realizați, se pot separa, pe plăci cromatografice, amestecuri de substanțe ce nu pot fi separate prin alte metode;	13
- îmbunătățește performanțele camerelor cromatografice existente, prin îmbinarea caracteristicilor cromatografiei pe strat subțire cu gradient de umiditate cu cele ale cromatografiei de lichide pe coloană (posibilitatea reglării și menținerii constante a debitului fazei mobile).	15 17
Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a camerei cromatografice, conform invenției, în legătură și cu fig. 1...3, care reprezintă:	19
- fig. 1, vedere frontală a camerei cromatografice, conform invenției;	
- fig. 2, privire de ansamblu și secțiune longitudinală prin camera circulară, conform fig. 1;	21
- fig. 3, secțiune X-X, prin injector.	23
Camera cromatografică circulară, cu gradient de umiditate (fig. 1) este compusă din următoarele componente: camera cromatografică S (sandwich) circulară 1 , cu diametrul de 200 mm, cuplată la o micropompă cu piston 2 , capabilă să asigure un debit constant de eluent de 0...10 ml/min și recipientul 3 având un volum de 250 ml, din care se aspiră faza mobilă (developantul). Camera cromatografică S (sandwich) circulară 1 (fig. 2) este confecționată din porțelan glazurat, rezistent la acizi și baze 1 , și este prevăzută cu 5 rezervoare (jgheaburi) concentrice, în care se realizează gradientul de umiditate, având volume de 20 ml, 30 ml, 40 ml, 50 ml, respectiv 60 ml, în care se introduce acid sulfuric de concentrații diferite, și cu un stativ metallic 5 , pe care se fixează placa din porțelan, iar deasupra acesteia se fixează placa cromatografică, pe care s-a aplicat proba de separat cu fața în jos, pentru a intra în contact cu atmosfera de umiditate din camera sandwich. Alimentarea cu faza mobilă se face prin orificiul central 4 cu ajutorul unui dispozitiv (injector, fig. 3) confecționat din teflon, având lungimea de 67 mm, care se fixează perpendicular pe placa cromatografică și în contact cu stratul subțire, fiind racordat la pompa cu piston. Dispozitivul de introducere a fazei mobile (injectorul, fig. 3) este compus dintr-un corp 9 , prevăzut la partea superioară cu o frită de sticlă 6 , care este în contact cu placa cromatografică, fixată într-un guler 7 și menținută în contact cu placa cu ajutorul unui distanțier 8 . Alimentarea cu fază mobilă se face printr-un orificiu cu diametrul de 1,5 mm, prevăzut cu olivă 11 , fixat de corpul injectorului cu o garnitură 12 și o piuliță olandeză 10 . Injectarea probei se poate face prin orificiul 15 cu diametrul de 1 mm, etanșezat prin garnitura 14 și piulița olandeză 13 .	25 27 29 31 33 35 37 39 41 43

RO 125185 B1

1

Revendicare

3

Cameră cromatografică circulară, cu gradient de umiditate, **caracterizată prin aceea că este constituită** dintr-o cameră tip sandwich circulară (1), din porțelan glazurat, rezistent la acizi și baze, prevăzută cu cinci rezervoare concentrice, în care se realizează gradientul de umiditate, aflate la distanțe egale unele față de celelalte, aceeași distanță existând și între centrul camerei cromatografice (4) și cel mai apropiat rezervor concentric de acesta, dintr-o placă cromatografică pe care au loc separările, care se fixează cu fața în jos, pentru a intra în contact cu vaporii solvenților aflați în cele cinci rezervoare, și dintr-un dispozitiv din teflon, amplasat în centrul camerei din porțelan (4), perpendicular pe placa cromatografică, prin care se realizează alimentarea cu fază mobilă.

11

(51) Int.Cl.

G01N 30/90 (2006.01);

G01N 30/00 (2006.01)

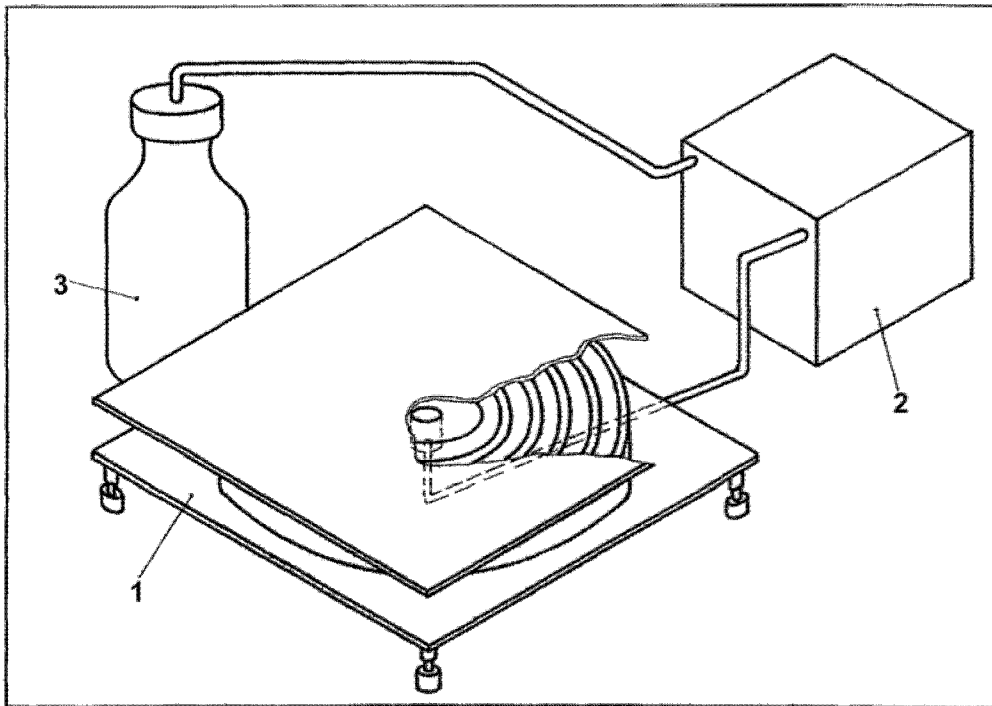


Fig. 1

(51) Int.Cl.

G01N 30/90 (2006.01);

G01N 30/00 (2006.01)

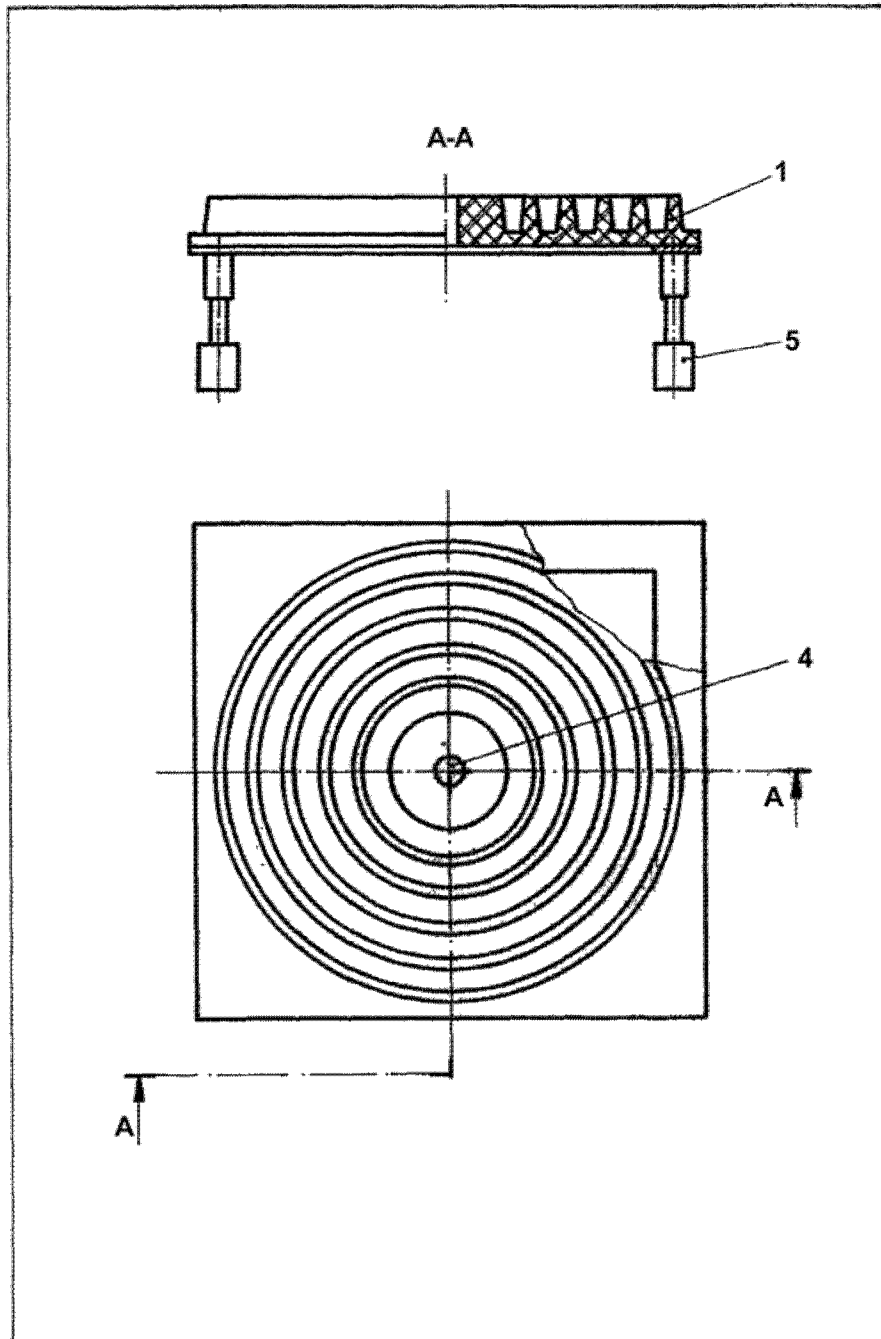


Fig. 2

(51) Int.Cl.

G01N 30/90 (2006.01),

G01N 30/00 (2006.01)

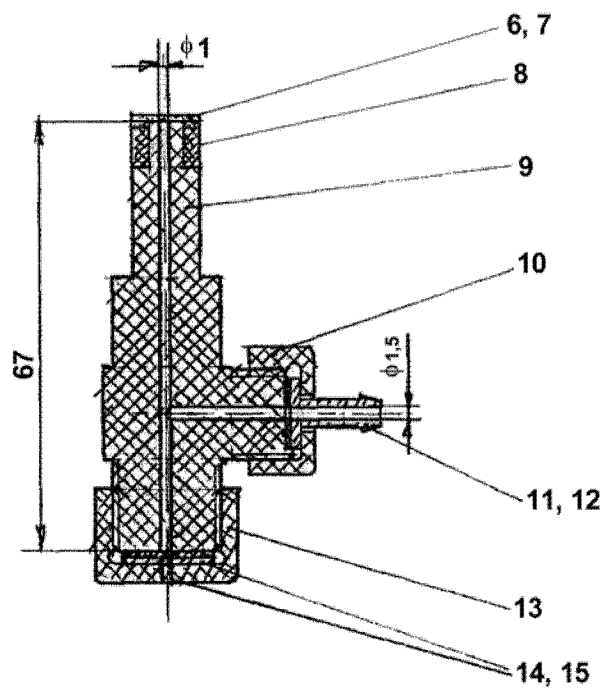


Fig. 3



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci