



(11) RO 125683 B1

(51) Int.Cl.

G01N 30/92 (2006.01),  
B01D 15/08 (2006.01),  
B01J 20/14 (2006.01),  
B01J 20/02 (2006.01)

(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00122**

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

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

(41) Data publicării cererii:  
**30.08.2010** BOPI nr. **8/2010**

(73) Titular:

• UNIVERSITATEA " BABEŞ-BOLYAI " DIN  
CLUJ-NAPOCA,  
STR.MIHAIL KOGĂLNICEANU NR.1,  
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO

(72) Inventatori:

• MĂRUȚOIU OLIVIA FLORENA,  
STR.ION MEŞTERU NR.12, BL.L1, SC.1,  
AP.15, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;

• MĂRUȚOIU CONSTANTIN,  
STR.ION MEŞTERU NR.12, BL.L1, SC.1,  
AP.15, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;

• POPOVICI ELISABETH-JEANNE,  
STR.HĂȚEG, BL.LAMA G, AP.32,  
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:

RO 94726; US 3791523; RO 79818;  
GB 1045649; GB 1436635; GB 1054008;  
RO 97212

(54) **PLACĂ CROMATOGRAFICĂ PE BAZĂ DE PĂMÂNT  
DIATOMITIC R MODIFICAT CHIMIC CU AMESTEC DE  
INDICATORI FLUORESCENȚI**

Examinator: biochimist BABALIGEA IRINA



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat,  
la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în  
termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de  
acordare a acesteia

RO 125683 B1

Invenția se referă la o placă chromatografică pe bază de pământ diatomitic R modificat chimic, având formula  $\text{SiO}_2\text{-}(\text{CH}_2)_3\text{-SH}$ , cu amestec de indicatori fluorescenti, destinată separărilor chromatografice pe strat subțire, a compușilor care absorb sau emit în lumină UV.

Cu ajutorul plăcilor chromatografice cu indicatori de fluorescență, sunt separate și detectate substanțele necolorate, dar care absorb lumina ultravioletă. Acești indicatori de fluorescență sunt substanțe organice sau anorganice, ce se excită cu radiații UV de diferite lungimi de undă. În prepararea plăcilor chromatografice, cei mai utilizați sunt indicatorii de fluorescență, anorganici, de tipul: sulfuri de zinc și de cadmiu activate cu argint  $\text{ZnCdS/Ag}$ , silicat de zinc activat cu mangan  $\text{ZnSiO}_4/\text{Mn}$ , halofofați de calciu activați cu stibiu sau mangan  $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2/\text{Sb, Mn}$ , vanadat de ytriu activat cu europiu  $\text{YVO}_4/\text{Eu}$ , fluorogermanat de magneziu activat cu mangan  $\text{Mg}_{28}\text{Ge}_{7,5}\text{O}_{38}\text{F}_{10}/\text{Mn}$ , aluminat de bariu și magneziu activat cu europiu  $\text{BaMg}_2\text{Al}_{16}\text{O}_{27} : \text{Eu}$ . De asemenea, se cunosc plăci chromatografice cu amestecuri de luminofori pe bază de sulfură de zinc activată cu cadmu  $\text{ZnS : Cd}$  și fluorogermanat de magneziu activat cu mangan  $3,5\text{MgO} \cdot 0,5\text{MgF}_2\text{GeO}_2 : 0,04\text{ Mn}$ ; sulfură de zinc activată cu argint  $\text{ZnS : Ag}$ , și germanat de zinc și magneziu activat cu mangan  $(\text{Zn}_{0,79}\text{Mg}_{0,18})_2\text{GeO}_4 : 0,03\text{ Mn}$  (C. Sârbu, G. W. Schmidt, C. Măruțoiu, E. B. Cristea, brevet RO 81531); fluorogermanat de magneziu activat cu mangan  $3,5\text{MgO} \cdot 0,5\text{MgF}_2\text{GeO}_2 : 0,04\text{ Mn}$  (C. Măruțoiu, brevet RO 99528); aluminat de bariu și magneziu activat cu europiu  $\text{BaMg}_2\text{Al}_{16}\text{O}_{27} : \text{Eu}$  (C. Măruțoiu, M. I.E. Nemeș, brevet RO 94726; C. Măruțoiu, M. I. E. Nemeș, brevet RO 97212). Germanat de zinc și magneziu activat cu mangan  $(\text{Zn}_{0,79}\text{Mg}_{0,18})_2\text{GeO}_4 : 0,03\text{ Mn}$  amestecat cu polivinilpirolidonă dizolvată în alcool etilic ca și liant a fost utilizat la obținerea plăcilor cu silicagel modificat chimic  $\text{C}_8$  (C. Măruțoiu, M. V. Coman, brevet RO 113278).

Indicatorii fluorescenti se includ în masa adsorbantului (silicagel, aluminiu, poliamidă, celuloză, pământ diatomitic), în cursul preparării plăcii chromatografice, iar proba de analizat, care absoarbe lumina ultravioletă, la iradiere, apare ca o pată întunecată pe fondul luminos al plăcii. Indicatorii fluorescenti nu modifică proprietățile stratului adsorbant.

Dacă fiind că substanțele supuse analizelor absorb mai mult sau mai puțin într-un domeniu sau altul în ultraviolet, limita lor de detecție depinde și de lungimea de undă utilizată la iradierea plăcii. Astfel, utilizarea unui indicator activ pe tot domeniul UV mărește eficiența unei măsurători. Majoritatea luminoforilor se excită, adică absorb lumina ultravioletă numai într-un domeniu restrâns al lungimii de undă, în jur de 365 nm sau 254 nm, limitând astfel aplicabilitatea lor ca indicatori fluorescenti. Prin amestecarea a doi sau mai mulți luminofori, se poate obține o placă activă pe tot domeniul ultraviolet.

Alte dezavantaje ale plăcilor chromatografice care utilizează amestecuri de luminofori sunt: culoarea care nu este albă sau verde pe tot domeniul UV (254...365 nm) restul culorilor (albastru, roșu, galben) deranjează în detecția substanțelor, iar dacă indicatorii de fluorescență sunt utilizați în mediul puternic bazic sau acid, se descompun.

Problema tehnică pe care își propune să o rezolve inventia constă în obținerea unor plăci chromatografice care să lucreze în medii acide sau bazice cu sensibilitate mărită.

Placa conform inventiei înălătură dezavantajele de mai sus prin aceea că este o placă de sticlă, acoperită cu un amestec format din 4 părți aluminat de bariu și magneziu activat cu europiu  $\text{BaMg}_2\text{Al}_{16}\text{O}_{27} : \text{Eu}$  și 3 părți aluminat de ytriu activat cu ceriu  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12} : \text{Ce}$ , 100 părți în greutate pământ diatomitic R modificat chimic, având formula chimică  $\text{SiO}_2\text{-}(\text{CH}_2)_3\text{-SH}$  și un liant constituit din 2,5 părți alcool polivinilic și o parte agar-agar, părțile fiind exprimate în greutate.

Invenția prezintă avantajul că se obțin plăci chromatografice cu pământ diatomitic R modificat chimic, aderent la placa de sticlă, rezistente la șocuri, care pot fi eluate cu faze mobile acide sau bazice, fără a se descompune indicatorii fluorescenti, cu un câmp larg de aplicabilitate în tot domeniul ultraviolet (254...365 nm) și un fond alb ce mărește sensibilitatea detecției.

# RO 125683 B1

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a plăcii chromatografice conform inventiei. 1

Într-o moară cu bile, se introduc 100 g pulbere de pământ diatomitic R modificat chimic ( $\text{SiO}_2\text{-}(\text{CH}_2)_3\text{-SH}$ ), 4 g aluminat de bariu și magneziu activat cu europiu  $\text{BaMg}_2\text{Al}_{16}\text{O}_{27}\text{: Eu}$ , 3 g aluminat de ytriu activat cu ceriu  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}\text{: Ce}$ , de granulație sub 5  $\mu\text{m}$  și se omogenizează 15 min. Amestecul omogenizat se suspendă într-o soluție formată din 150 ml apă distilată, 2,5 g alcool polivinilic și 1 g agar-agar. Pasta astfel obținută se depune pe plăci de sticlă curate și în prealabil degresate, în grosime de 0,20 până la 0,50 mm și se lasă să se usuce la temperatura camerei. 3  
5  
7  
9

3 Placă cromatografică pe bază de pământ diatomitic R modificat chimic cu amestec  
5 de indicatori fluorescenti, **caracterizată prin aceea că** este constituită dintr-o placă de sticlă  
7 acoperită cu un amestec format din 4 părți aluminat de bariu și magneziu activat cu europiu  
și 3 părți aluminat de ytriu activat cu ceriu, 100 părți pulbere de pământ diatomitic R modificat  
chimic cu formula chimică  $\text{SiO}_2\text{-}(\text{CH}_2)_3\text{-SH}$  și un liant constituit din 2,5 părți alcool polivinilic  
și o parte agar-agar, părțile fiind exprimate în greutate.

