



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00845**

(22) Data de depozit: **23.10.2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.04.2012** BOPI nr. **4/2012**

(41) Data publicării cererii:  
**29.07.2011** BOPI nr. **7/2011**

(73) Titular:  
• **UNIVERSITATEA "ȘTEFAN CEL MARE"**  
**DIN SUCEAVA, STR. UNIVERSITĂȚII**  
**NR. 13, SUCEAVA, SV, RO**

(72) Inventatori:  
• **GUTT GHEORGHE, STR.VICTORIEI**  
**NR. 185 BIS, SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO;**  
• **GUTT SONIA, STR.VICTORIEI NR.185**  
**BIS, SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**RO 125045 B1; US 6091490 A**

(54) **CROMATOGRAF PORTABIL**



# RO 126500 B1

1           Invenția se referă la un cromatograf portabil, destinat separării *in situ* a  
componentelor dintr-un amestec lichid, urmată de analiza calitativă și cantitativă pe cale  
3           spectrofotometrică a speciilor chimice rezultate.

          În vederea separării componentelor unor amestecuri lichide complexe, urmate de  
5           analiza calitativă și cantitativă a acestora pe cale spectrofotometrică, sunt cunoscute  
cromatografe de lichide, cel mai reprezentativ tip fiind cromatograful de lichide de înaltă  
7           performanță (HPLC - Cromatografie lichidă de înaltă performanță). Acest tip de cromatograf  
este un mijloc de laborator echipat cu pompe speciale de înaltă presiune de circa 600-  
9           800 ata, regulatoare de presiune, ventile de dozare, sisteme injectoare, coloane cromatografice,  
diverse tipuri de detectoare, inclusiv detectoare fotometrice și tehnică de calcul.  
11          După separarea componentelor amestecului lichid, în coloana cromatografică, după  
afinitatea acestora cu umplutura coloanei, acestea sosesc pe rând în dreptul detectorului.  
13          Rezultatul reprezentării valorii semnalului electric dat de detector în funcție de timp este o  
funcție grafică, denumită cromatogramă, care oferă informațiile pentru analiza calitativă și  
15          cantitativă a componentelor amestecului analizat. Natura componentelor din amestec  
(analiza calitativă) se determină din valoarea timpului lor de sosire (denumit și timp de  
17          retenție), la detector, iar concentrația lor (analiza cantitativă), pe baza intensității semnalului  
electric al detectorului, intensitate măsurată fie prin integrarea suprafeței determinate de  
19          vârfurile cromatogramei, fie din valoarea înălțimii acestora. Dezavantajul principal al  
cromatografelor de lichide de tip HPLC îl reprezintă faptul că au dimensiuni și masă mari  
21          ceea ce face imposibilă utilizarea lor la analize *in situ*; de asemenea, manevrarea lor  
necesită cunoștințe și personal de specialitate, iar prețul de cost la achiziție, precum și  
23          costurile de utilizare sunt extrem de mari.

          Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în ameliorarea cromatografelor  
portabile în sensul de a permite separarea componentelor unor amestecuri lichide, urmată  
25          de analiza calitativă și cantitativă, pe cale spectrofotometrică, a speciilor chimice separate.

          În acest scop, este folosit un cromatograf format dintr-o seringă de presiune, un ac  
lung de aspirație, o coloană cromatografică, de dimensiuni mici, o celulă de curgere cu  
27          fotobarieră, o sursă de radiație luminoasă, un spectrofotometru miniatural echipat cu detector  
cu matrice de diode (diode-array), fără de care realizarea unui cromatograf conform invenției  
31          nu ar fi posibilă din cauza imposibilității asigurării unui gradient de presiune constant pe toată  
perioada traversării coloanei cromatografice de către amestecul lichid (așa cum este cazul  
33          la cromatografia HPLC), un calculator portabil și un program de calcul pentru achiziția și  
prelucrarea datelor.

          Cromatograful conform invenției se prezintă sub forma unui aparat modular,  
35          electronic, portabil, format dintr-o seringă de presiune în a cărei compunere intră un mâner  
pentru exercitarea apăsării, o tijă, un arc, un piston, un cilindru gradat din sticlă, o cămașă  
37          din material metalic inoxidabil, o piuliță cu mâner, o altă piuliță pentru prestabilirea debitului  
maxim de lichid absorbit. Tot în compunerea aparatului mai intră un corp metalic echipat cu  
39          două supape cu sens unic de tip arc-bilă, ce permit trecerea amestecului din cilindru în  
coloana cromatografică, un șurub de închidere folosit pentru curățarea canalelor, un ac lung  
41          de seringă, o coloană cromatografică cu amestecul, o piuliță de strângere, o garnitură de  
etanșare, un colier de fixare, o celulă de curgere prevăzută cu o fotobarieră realizată cu două  
43          fibre optice, o sursă de radiație luminoasă, un spectrometru miniatural prevăzut cu detector  
cu matrice de diode, un calculator electronic cu un program de calcul pentru achiziția și  
45          prelucrarea datelor experimentale și o imprimantă electronică.

          În urma aplicării invenției, se obțin următoarele avantaje:

          - se realizează un cromatograf electronic, miniatural, portabil, acționat manual, ce  
47          permite, în timp scurt și *in situ*, separarea componentelor unui amestec de lichide, urmată  
49          de identificarea și cuantificarea spectrofotometrică a acestora;

# RO 126500 B1

- prin folosirea echipamentului este eliminată necesitatea efectuării unor cromatograme de etalonare în vederea corelării valorii timpilor de retenție ale componentelor amestecului cu timpii de retenție a componentelor pure (metoda clasică), deoarece determinarea naturii componentelor din amestecul analizat se face pe baza lungimilor de undă de absorbție specifică;	1 3 5
- cromatograful conform invenției permite folosirea acestuia la determinarea rapidă a anionilor și cationilor din apă cu folosirea concomitentă a unui chit de colorare având o compoziție chimică complexă;	7
- cromatograful este de tip modular, este ușor de deservit, de întreținut și de curățat, și nu necesită cunoștințe de specialitate la utilizare.	9
Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu figurile prezentate:	11
- fig. 1 a, vedere din față a cromatografului portabil;	13
- fig. 1 b, vedere în secțiunea laterală a cromatografului portabil;	
- fig. 2, schema de principiu a cromatografului portabil.	15
Sistem cromatografic, conform invenției, permite următorul mod de lucru:	
În prima fază se introduce acul unei seringi 13 de dozare în amestecul soluției de analizat și se apasă mânerul 1 până când pistonul 4 ajunge la limita de jos a cilindrului 5. Prin eliberarea apăsării manuale asupra tijeii pistonului 2, se destinde un arc 3 precomprimat, care deplasează pistonul seringii în sus, provocând, prin depresiunea creată în partea inferioară a cilindrului seringii, deschiderea unei supape de sens unic 10, cu bilă și arc, urmată de aspirația, în cilindrul seringii, a unui volum de amestec de analizat, prestabilit printr-o poziționare corespunzătoare a unei piulițe 8.	17 19 21 23
În faza a doua, printr-o apăsare lentă a pistonului seringii, lichidul sub presiune provoacă automat închiderea primei supape de sens 10 și deschiderea altei supape de sens unic 11, cu bilă și arc, ce permite intrarea amestecului lichid în coloana 14 cromatografică miniaturală, unde pe baza afinității componentelor amestecului cu umplutura coloanei, au loc absorbții și desorbții repetate de pe umplutură ceea ce are ca efect final separarea, în timp, a componentelor amestecului analizat, acestea sosind, în ordinea separării lor, la celula 19 de curgere ce traversează o unitate fotometrică de tip fotobarieră, alimentată de la o sursă 22 de radiație și legată la un spectrometru electronic 23 miniatural, echipat cu detector cu matrice de diode. Măsurarea absorbantei componentelor soluției în funcție de lungimea de undă are loc în mod automat, din momentul traversării fotobarierii de către primul component lichid, până la momentul în care prin aceasta nu mai trece niciun component, situație ce corespunde cu scăderea presiunii din coloană, ca urmare a trimiterii întregului volum de lichid din cilindrul seringii prin coloana cromatografică. În urma procesării datelor pe display-ul computerului 24, se obține o spectro-cromatogramă în coordonate absorbantă-lungime de undă, care este folosită la identificarea naturii componentelor amestecului, pe baza lungimilor de undă specifice de absorbție, stabilite, la rândul lor, pe baza extrapolării automate a vârfurilor de absorbție pe axa lungimilor de undă. Determinarea concentrației componentelor amestecului are loc pe baza conversiei înălțimii vârfurilor specifice în unități de concentrație, prin intermediul unei curbe de etalonare. Atunci când în amestecul analizat sunt bănuite a fi prezente specii chimice cu lungimi de undă de absorbție specifică apropiate, situație care poate duce la erori importante la analiza calitativă sau cea cantitativă, se apelează la reprezentarea spectro-cromatogramelor în trei dimensiuni în coordonate: absorbantă-lungime de undă-timp. În felul acesta, două vârfuri apropiate sau chiar suprapuse sunt decalate în timp, fiind identificabile calitativ precis și ca atare și	25 27 29 31 33 35 37 39 41 43 45 47

# RO 126500 B1

1 cuantificabile cantitativ. Trebuie specificat că și la acest mod de reprezentare, baza analizei  
calitative o constituie tot lungimea de undă specifică a absorbției și nu timpul de retenție, așa  
3 cum este cazul la cromatografia HPLC, din cauza imposibilității asigurării unei viteze de  
curgere constantă a amestecului analizat prin coloana cromatografică, la pomparea manuală  
5 a acestuia.

Pe lângă diverse aplicații clasice, una dintre utilizările cele mai importante ale acestui  
7 echipament o reprezintă analiza anionilor și cationilor din apă pe cale fotometrică. La ora  
actuală, această analiză se realizează pentru fiecare specie chimică urmărită în parte prin  
9 adăugarea unei anumite substanțe chimice într-un volum prestabilit de apă analizată,  
rezultând o colorare specifică a amestecului realizat, intensitatea culorii fiind proporțională  
11 cu concentrația anionului sau cationului urmărit. Determinarea intensității culorii amestecului  
se realizează cu un detector fotometric ce dă un fotocurent a cărui intensitate este convertită  
13 și afișată electronic în unități de concentrație pe baza unei curbe de etalonare memorată  
electronic. Prin folosirea cromatografului conform invenției, este posibilă determinarea  
15 concomitentă a mai multor anioni și cationi din apă. În acest sens, mai multe chituri de  
colorare, ce nu dau reacții chimice între ele, sunt adăugate toate împreună într-un volum  
17 corespunzător de apă, din care este aspirat în seringă un volum prestabilit. Conținutul  
cilindrului seringii este ulterior presat prin coloană, unde are loc separarea compușilor  
19 colorați formați, urmată de spectrofotometrarea acestora, pe măsura trecerii acestora prin  
dreptul fotobarierei, pentru evitarea confundării naturii acestora din cauza timpilor de retenție,  
21 cu o reproductibilitate relativ mică de la o determinare la alta (la cromatograful portabil,  
conform invenției, acești timpi nu sunt așa de reproductibili ca cei de la un cromatograf  
23 HPLC).

# RO 126500 B1

## Revendicare

Cromatograf portabil, în vederea separării *in situ* a unui amestec lichid pe componente, urmată de determinarea naturii și concentrației acestor componente pe cale spectrofotometrică, **caracterizat prin aceea că** este constituit dintr-o structură modulară, portabilă, compusă dintr-o seringă de presiune pentru extragerea și dozarea amestecului, în a cărei alcătuire intră un mâner (1) de apăsare, o tijă (2), un arc (3), un piston (4), un cilindru (5) gradat din sticlă, o cămașă (6) din material metalic inoxidabil, o piuliță (7) cu mâner pentru manevrarea cu ușurință a echipamentului, o altă piuliță (8) pentru prestabilirea debitului maxim de lichid absorbit, dintr-un corp (9) metalic pentru îmbinarea componentelor și trecerea amestecului (15) prin canale, echipat cu două supape (10 și 11) cu sens unic de tip arc-bilă, ce permit trecerea amestecului (15) dintr-un cilindru (5) într-o coloană cromatografică (14), amestec preluat printr-un ac (13), un șurub (12) de închidere pentru curățarea canalelor și dintr-un modul pentru prelevarea și analizarea amestecului, alcătuit din coloana (14) cromatografică, o celulă (19) de curgere prevăzută cu o fotobarieră realizată cu două fibre (20 și 21) optice, o sursă (22) de radiație luminoasă, iar pentru achiziția, prelucrarea și afișarea datelor, se utilizează un spectrometru (23) miniatural, prevăzut cu detector cu matrice de diode, un calculator (24) cu un program de calcul și o imprimantă (25) electronică, în sine cunoscute.

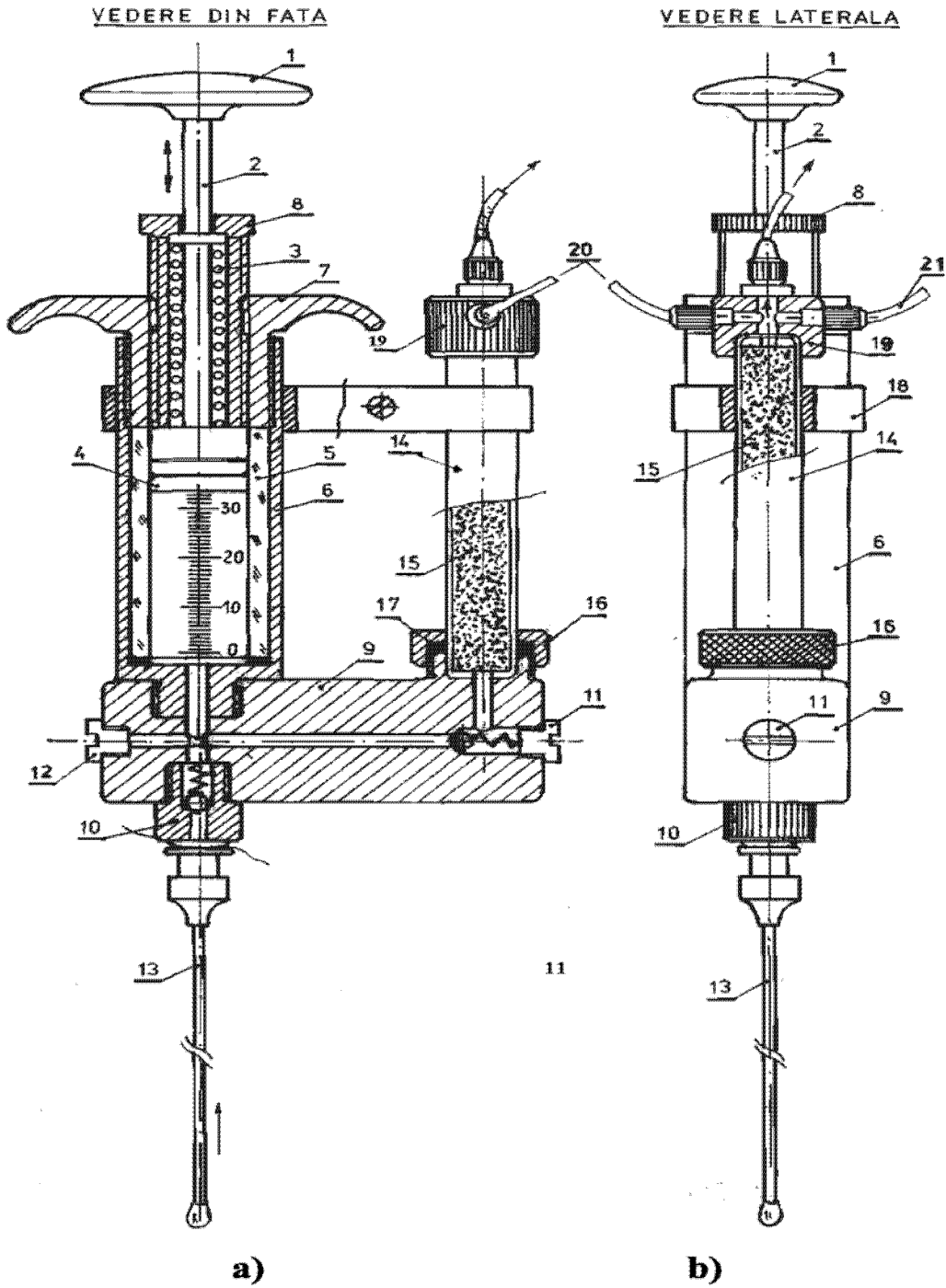


Fig. 1

(51) Int.Cl.  
G01N 30/02 (2006.01),  
G01N 21/27 (2006.01)

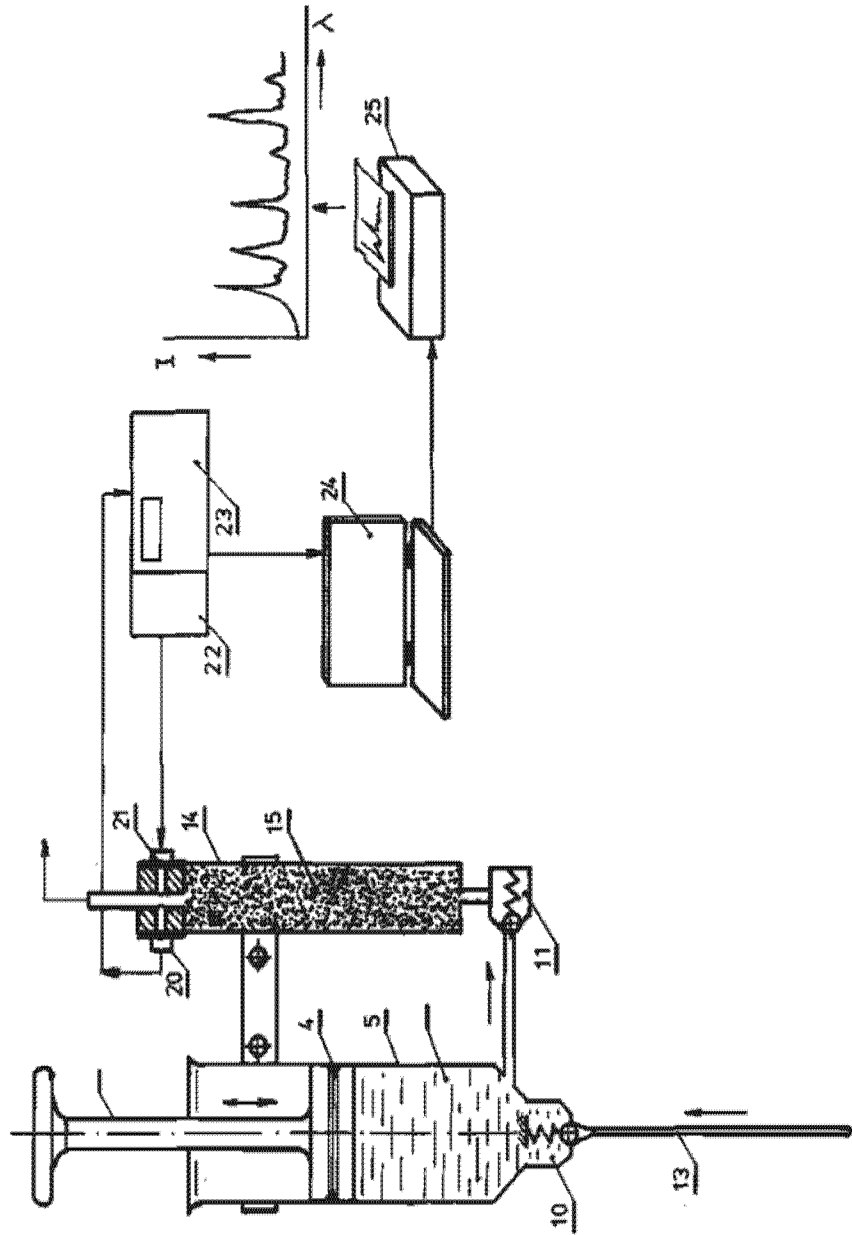


Fig. 2

