

---

---

**EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA**

---

---

**Prístroj na kvantitatívne vyhodnocovanie papierových chromatogramov**

A. PRÍBELA

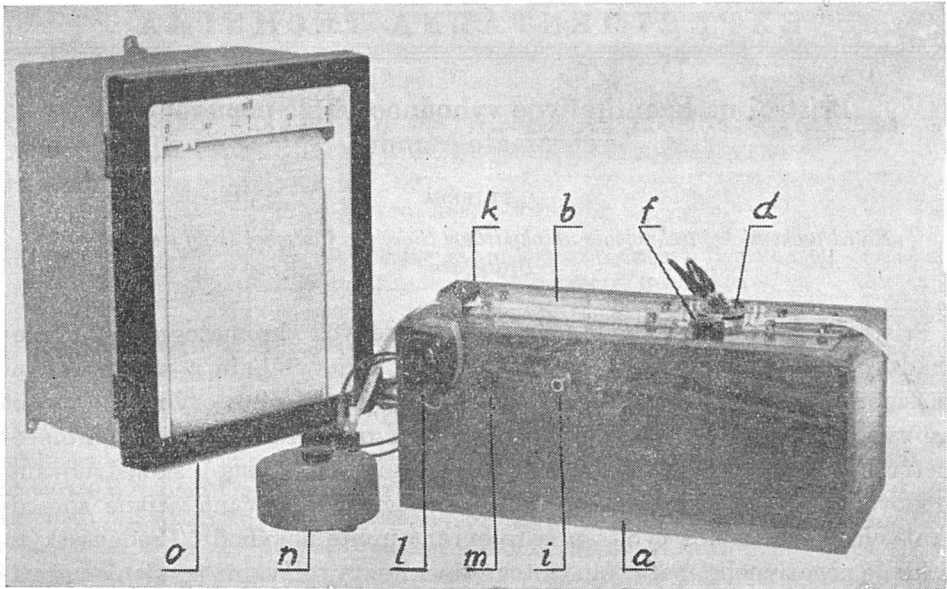
*Katedra chemickej technológie uhlohýdrátov Slovenskej vysokej školy technickej,  
Bratislava*

Prístroje na priame vyhodnocovanie papierových chromatogramov v prechádzajúcom alebo odrazenom svetle sa u nás nevyrábajú a zahraničné sú väčšinou ťažko dostupné. Jediný československý prístroj, ktorý možno použiť na vyhodnocovanie chromatogramov po ich ofotografovaní, je mikrofotometer F-3 podľa dr. Kohla (výrobca Keramos, n. p., Brno), skonštruovaný predovšetkým pre vyhodnocovanie röntgenogramov. Kvantitatívne spracovanie chromatogramov týmto prístrojom má určité nevýhody. Predovšetkým získanie negatívneho materiálu (fotografovanie, vyvolávanie a sušenie negatívov) a vlastné vyhodnotenie negatívneho chromatogramu je časovo veľmi náročné. Podľa počtu a veľkosti chromatografických škvŕn trvá len vyhodnotenie jednej zmesi 25 až 40 minút. Je zrejmé, že nesprávne fotografické spracovanie materiálu môže byť zdrojom mnohých chýb. Výhodou je uchovateľnosť negatívu ako dokumentačného materiálu.

Spomenuté ťažkosti nás prinútili zhotoviť vlastný vyhodnocovač chromatogramov, ktorý by spĺňal tieto požiadavky: konštrukčná i funkčná jednoduchosť, priame spracovanie chromatogramu, skrátenie vyhodnocovacej doby, dostatočná reprodukovateľnosť výsledkov a široké možnosti použitia. Na rozdiel od podobných prístrojov [1, 2] chromatogramy vyhodnocujeme v prechádzajúcom svetle.

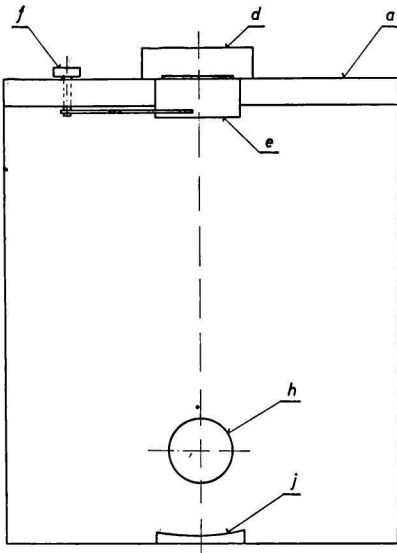
*Opis prístroja*

Kostru prístroja tvorí drevená skrinka (a) o rozmeroch  $22 \times 25 \times 50$  cm. Na vrchnej snímateľnej doske sú vodiace lišty (b) pre chromatografický papier. Vzdialenosť lišt sa dá ľahko nastaviť na šírku chromatografického pásika. V jednej tretine dĺžky dosky je štrbinový otvor (c) ( $2 \times 25$  mm) a svetlotesné lôžko pre selénový fotočlánok (d). Pod štrbinou na spodnej časti dosky je centricky umiestená irisová clona (e), ktorou možno plynule meniť dĺžku štrbiny. Je ovládaná pomocou gombíka (f). Nad irisovú clonu sa vkladajú korekčné filtre (g). Štrbinu osvetľuje 30 W žiarovka (h), umiestená pod irisovou clonou a napájaná stabilizovaným prúdom. Pri použití interferenčných filtrov je potrebná 100 W žiarovka, umiestená mimo skrinky, inak dochádza k ohrievaniu fotobunky, čo zhoršuje nulovú hodnotu záznamu. Reostatom (i) možno plynule regulovať intenzitu osvetlenia a tým aj citlivosť záznamu. Pod žiarovkou je odrazové zrkadlo (j) na koncentráciu svetelných lúčov. V úrovni vrchnej dosky sú dva pogumované valčeky (k), odpruže-



Obr. 1. Celkový pohľad na prístroj.

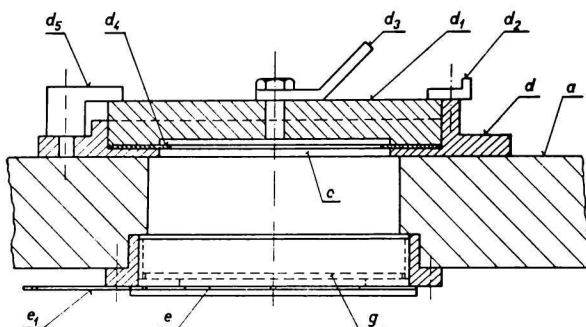
né perom, ktoré posúvajú chromatografický papier. Spodný valček je poháňaný 6 V elektromotorčekom (*l*) a prevodovými ozubenými kolesami, pohyb vrchného valčeka je realizovaný trením, ktoré zabezpečuje pružina. Odporom (*m*) sa dajú regulovať otáčky motorčeka a tým aj rýchlosť posunu papiera. Prúd z fotočlánku je vedený na nulovací systém a reduktor citlivosti (*n*), odtiaľ na registračný prístroj (*o*). Na registráciu sme najčastejšie používali milivoltmeter eKB 0—2 mV (VEB-MAW — Karl Marx, Magdeburg — Buckau) a líniový milivoltmeter EZ-3 (Laboratorní přístroje, n. p., Praha). Celkové usporiadanie prístroja vidieť na obr. 1.



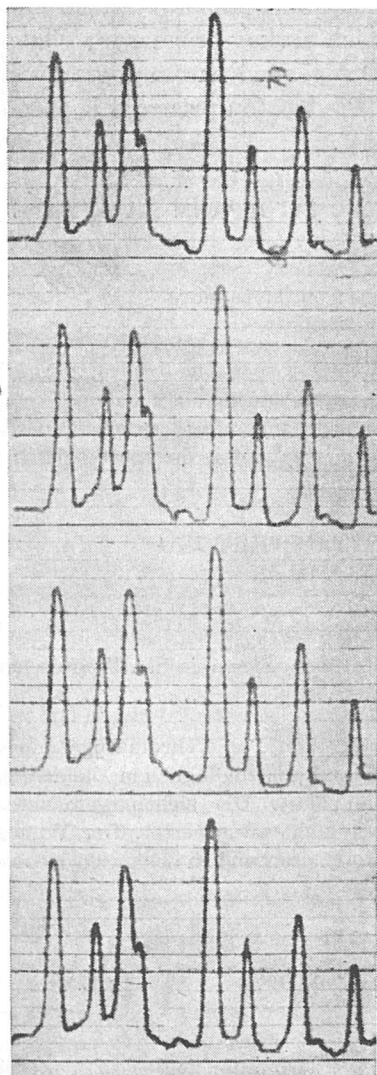
Obr. 2a. Rez prístrojom.

Prístroj sme zostavili z jednoduchých prvkov, ktoré sú dostupné pre každé bežné laboratórium a dajú sa zostrojiť za minimálnej pomoci dielni. Ako osvetľovacie zariadenie je vhodná aj mikroskopická lampa alebo malý diaprojektor. Selénový fotočlánok a farebné filtre používame z Langeho kolorimetra, irisovú clonu z mikroskopickkej lampy (Meopta, n. p., Přerov). Posun papiera obstaráva elektromotorček z autostieračov.

Na registráciu možno okrem prístrojov eKB a EZ-3 použiť dostatočne citlivý mikroampérmeter a milivoltmeter (prípadne miliampérmeter a milivoltmeter s vhodným zosilňova-



Obr. 2b. Detail snímačej časti.  $d_1$  — fotočlánok;  $d_2$  — záchytné pero;  $d_3$  — kontakt fotočlánku;  $d_4$  — vložka na pritlačenie papiera na štrbinu;  $d_5$  — zádržka fotočlánku;  $e_1$  — páčka irisovej clony. Ostatné podľa textu.



čom). Vyskúšali sme napríklad registračný miliampermeter DRgT 0—2,5 mA (Metra, n. p., Blansko) so zosilňovačom [3]. Rovnako dobre poslúži optický kimograf (Keramos, n. p., Brno) alebo registračné zariadenie polarografu. V prípade, že sa vyhodnocuje iba výška krivky, stačí citlivý galvanometer ručičkový alebo zrkadlový.

#### Postup pri vyhodnocovaní

Štandardne vyvolané chromatogramy sa postrihajú na 2,5 až 3,5 cm široké pásy (podľa šírky škvŕn) a bez akejkoľvek ďalšej úpravy sa použijú na vyhodnocovanie. Pred vyhodnocovaním je výhodné pospájať pásiky chromatogramov lepiacou páskou v „nekonečný“ pás. Na biele pozadie chromatogramu (blank) sa nastaví citlivosť zapisovača a vhodný posun registračného papiera. Rovnako sa zvolí optimálna rýchlosť chromatogramu. Maximálna rýchlosť chromatogramu sa riadi schopnosťou registračného prístroja kvantitatívne sledovať prúdové zmeny fotočlánku. Pri líniovom zapisovači EZ-3, kde doba prebehu písatka cez celú stupnicu je 2 sekundy, optimálny posun pásika je do 10 cm/min. Nad touto hodnotou sa výška vln znižuje. To platí aj o zapisovači eKB-MAW 0—2 mV. Rez prístroja a detail snímačej časti je na obr. 2a a 2b.

Obr. 3. Ukážka reprodukovateľnosti prístroja. (Karbonylové zlúčeniny ako 2,4-dinitrofenylhydrazóny, registrované pri posune papiera 8 cm/min. prístrojom EZ-3.)

Ako vidieť na obr. 3, reprodukovateľnosť prístroja pri udržaní všetkých parametrov na konštantnej hodnote je dobrá. Vyhodnotenie chromatografického pásika s 12 až 15 škvŕnami trvá 3 až 4 minúty. Prístroj sa použil na vyhodnocovanie aminokyselín, cukrov, aldehydov, ketónov (ako deriváty 2,4-dinitrofenylhydrazínu) a alkoholov (deriváty kyseliny 3,5-dinitrobenzoovej). O štatistickom zhodnotení výsledkov, získaných na tomto prístroji, budeme hovoriť v ďalšej práci.

### Súhrn

Opísali sme prístroj na kvantitatívne vyhodnocovanie papierových chromatogramov, ktorý možno skonštruovať z dostupných prvkov priemerne vybaveného laboratória za minimálnych nákladov. Detegované chromatogramy sa vyhodnocujú priamo v prechádzajúcom svetle. Prednosťou prístroja je jednoduchosť, rýchla práca a dobrá reprodukovateľnosť.

195

### ПРИБОР ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ ХРОМАТОГРАММ НА БУМАГЕ

A. Прибела

Кафедра химической технологии углеводов Словацкого  
политехнического института, Братислава

В статье описан прибор для количественной оценки хроматограмм на бумаге, который может быть легко конструирован из деталей, часто встречающихся в лаборатории. Расходы на прибор минимальные. Проявленные хроматограммы регистрируются в проходящем свете. Аппарат отличается простотой конструкции, быстротой работы и хорошей воспроизводимостью.

### GERÄT FÜR DIE QUANTITATIVE AUSWERTUNG VON PAPIERCHROMATOGRAMMEN

A. Príbela

Lehrstuhl für chemische Technologie der Kohlenhydrate an der Slowakischen Technischen Hochschule, Bratislava

Es wurde ein Gerät für die quantitative Auswertung von Papierchromatogrammen beschrieben, das sich bei einem minimalen Kostenaufwand aus zugänglichen Elementen eines durchschnittlichen Laboratoriums konstruieren lässt. Die sichtbargemachten Chromatogramme werden direkt im durchscheinenden Licht ausgewertet. Der Vorzug dieses Geräts beruht in seiner Einfachheit, im raschen Arbeiten und in der guten Reproduzierbarkeit.

### LITERATÚRA

1. Fellegi J., Sláma E., *Chem. zvesti* **10**, 314 (1956).
2. Haľama D., *Chem. zvesti* **13**, 254 (1959).
3. Böhm Z., *Chem. listy* **52**, 359 (1958).

Do redakcie došlo 20. 5. 1963