

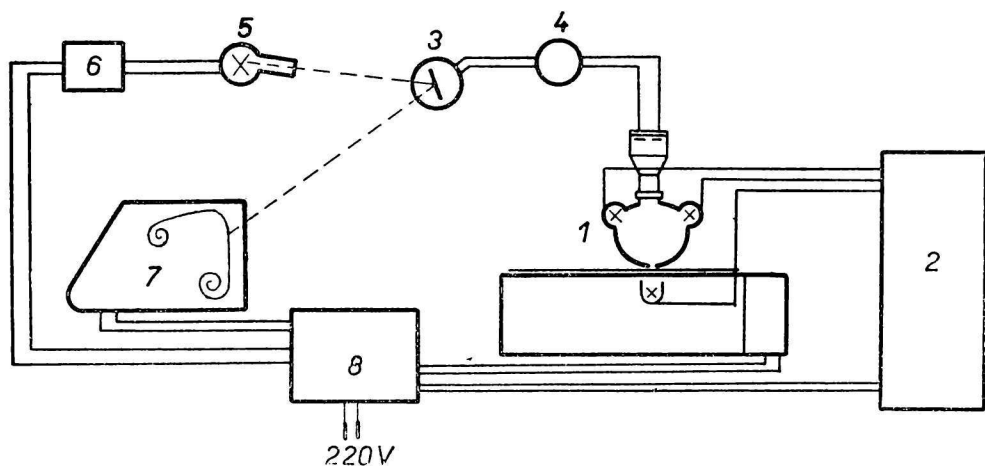
Registračný fotometer pre vyhodnocovanie papierových chromatogramov

F. RENDOŠ

ČSAV, Chemický ústav Slovenskej akadémie vied, Bratislava

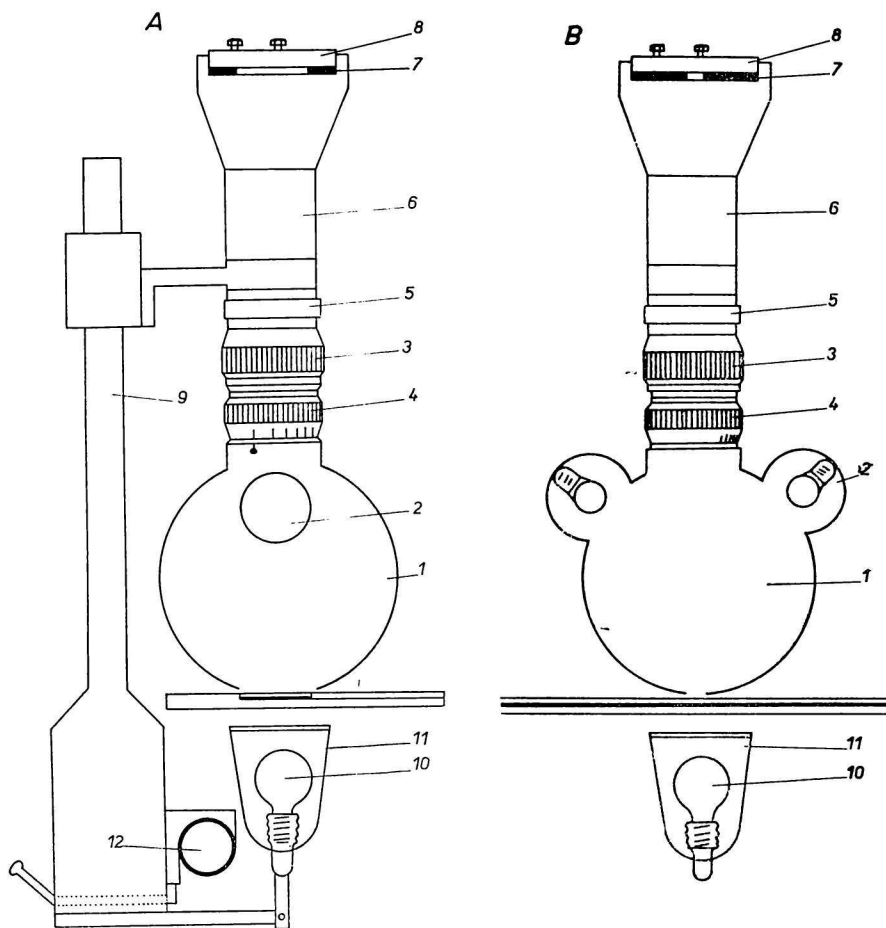
Kvantitatívne stanovenie látok chromatografiou na papieri metódou priameho vyhodnocovania škvŕn fotometricky je rýchle, dostatočne presné, avšak vyžaduje špeciálny vyhodnocovací prístroj.

Nami navrhnutý a zhotovený prístroj na priame fotometrické vyhodnocovanie chromatogramov (obr. 1) pozostáva z týchto častí: 1. vlastný fotometer, 2. stabilizátor napätia, 3. zrkadlový galvanometer, 4. regulátor citlivosti, 5. lampa k zrkadlovému galvanometru, 6. transformátor, 7. optický kimgraf, 8. rozvodný panel.



Obr. 1. Schéma zapojenia registračného fotometra.

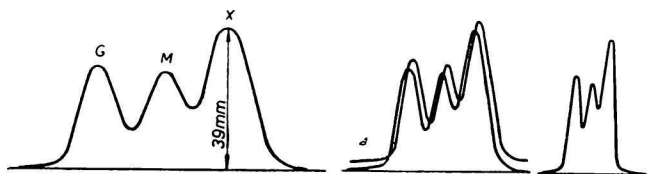
Oproti iným typom, pri ktorých meracie zariadenie je stabilné a pohybuje sa chromatografický papier so škvŕnami nad štrbinou, v tomto prípade sa posúva meracie zariadenie (obr. 2). Meracie zariadenie pozostáva z Ulbrichtovej gule (1), v ktorej sú umiestnené dve žiarovky (2). Na Ulbrichtovu guľu je nasadený objektív (3) (zn. Jupiter-9, 1 2, F 85 mm) s clonkou (4) s medzikružkom (5) a tubusom (6). Na objektív možno upevniť farebné filtre. Tubus je navrchu rozšírený. Do rozšírenej časti tubusu sa vkladá pliesok so štrbinou (7) a selénový fotočlánok typu VÚPEF o priemere 40 mm (8). Pomocou objektívu sa dosiahne zväčšenie škvŕny. Meracie zariadenie je pripevnené na stojan (9). Na spodnej časti stojana je namontovaný reflektor (10) so žiarovkou (11), pomocou ktorej je možné vyhodnocovať chromatogramy v prechádzajúcom svetle. Namiesto obvyčajnej žiarovky možno použiť ortuťovú výbojku s príslušným ultrafialovým filtrom pre využitie fluorescenčných vlastností látok v ultrafialovom svetle na ich kvalitatívne, resp. kvantitatívne stanovenie. Stojan s meracím zariadením sa posúva pomocou skrutky (12). Rýchlosť posunu možno nastaviť pomocou prevodovej skrine. Závit posuvnej skrutky nesiahá až k okraju, aby po prebehnutí meracieho zariadenia ku krajnej polohe nastalo samočinné zastavenie posunu.



Obr. 2. Schéma vlastného fotometra. A. pohľad spredu; B. pohľad z boku.

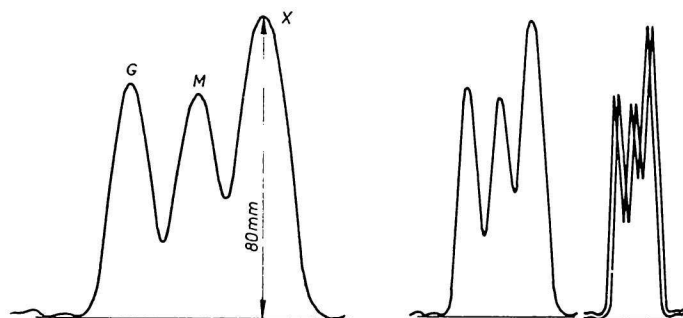
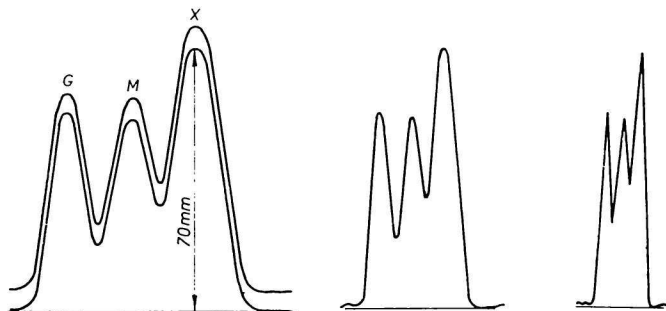
Postup pri vyhodnocovaní papierových chromatogramov je takýto: chromatografický papier sa postrhá na pásy široké 35 mm. Vyberie sa pás, na ktorom sú škvrny najintenzívnejšie sfarbené, položí sa na sklenú, resp. zrkadlovú podložku a prikryje sa sklom. Zapne sa stabilizátor napätia, stojan s meracím zariadením sa posunie na ľavú stranu, svetelný lúč sa nastaví na kimograf a zapne sa posun. Keď výchylka galvanometra pri najintenzívnejšie sfarbenej škvrne je väčšia než šírka štrbiny v kimografe, zníži sa citlivosť pomocou clonky na objektíve tak, aby sme dostali optimálnu výchylku galvanometra. Pri vyhodnocovaní ostatných chromatogramov ostáva citlivosť nezmenená. Rýchlosť posunu sa volí podľa spôsobu vyhodnocovania kriviek svetlosti. Ak sa meria výška maxima vlny, možno zväčšiť rýchlosť posunu meracieho zariadenia a spomaliť posun v kimografe. Ak meriame plochu krivky svetlosti, je výhodné nastaviť rýchlosť posunu meracieho zariadenia tak, aby bola totožná s rýchlosťou posunu v kimografe.

Na obr. 3, 4 a 5 sú naznačené denzitogramy chromatogramov, z ktorých vidieť reprodukovateľnosť prístroja. Na obr. 3 sú krivky svetlosti D-glukózy, D-manózy a D-xylózy,



Obr. 3. Krivky svetlosti D-glukózy, D-mannózy a D-xylózy, získané meraním v odrazenom svetle.

Obr. 4. Krivky svetlosti D-glukózy, D-mannózy a D-xylózy, získané meraním v prechádzajúcom svetle.



Obr. 5. Krivky svetlosti D-glukózy, D-mannózy a D-xylózy, získané meraním v prechádzajúcom a odrazenom svetle súčasne.

získané meraním v odrazenom svetle. Na obr. 4 sú krivky svetlosti, získané meraním v prechádzajúcom svetle, na obr. 5 v odrazenom a prechádzajúcom svetle súčasne, a to pri rôznych rýchlostiach posunu. Pri odrazenom svetle je citlivosť asi dvojnásobne nižšia, avšak krivka pozadia je priamkou. Pri meraní v prechádzajúcom svetle je citlivosť značne väčšia, avšak v dôsledku nerovnomernosti chromatografického papiera je krivka pozadia zvlnená. Veľmi slabé škvrny je výhodné vyhodnocovať v prechádzajúcom svetle.

Zariadenie pracuje bez poruchy už vyše troch rokov na rozličných pracoviskách s dobrými výsledkami.

Súhrn

Opisuje sa konštrukcia fotometra pre kvantitatívne vyhodnocovanie papierových chromatogramov. Prístroj dovoľuje vyhodnocovanie v prechádzajúcom svetle, v odrazenom svetle alebo v kombinovanom osvetlení súčasne.

Na príklade analýzy cukrov sa ukazuje použiteľnosť prístroja a reproduk-
vateľnosť záznamu.

Do redakcie došlo 17. 5. 1963

Adresa autora:

Inž. František Rendoš, ČSAV, Chemický ústav SAV, Bratislava, Dúbravská cesta.

РЕГИСТРАЦИОННЫЙ ФОТОМЕТР ДЛЯ ОЦЕНКИ ХРОМАТОГРАММ НА БУМАГЕ

Ф. Рендош

ЧСАН, Химический институт Словацкой академии наук, Bratislava

Описывается конструкция фотометра для количественной оценки хроматограмм на бумаге. Прибор позволяет регистрировать хроматограммы в проходящем или в отраженном светах, или обоими способами одновременно.

На случае анализа сахаров показана применительность аппарата и воспроизводимость записи.

REGISTRIERENDES PHOTOMETER ZUR AUSWERTUNG VON PAPIER- CHROMATOGRAMMEN

F. Rendoš

ČSAV, Chemisches Institut der Slowakischen Akademie der
Wissenschaften, Bratislava

Es wird die Konstruktion eines Photometers zur quantitativen Auswertung von Papierchromatogrammen beschrieben. Das Gerät erlaubt die Auswertung im durchfallenden oder reflektierten Licht sowie auch bei der kombinierten Beleuchtung.

Die Verwendbarkeit des Gerätes und die Reproduzierbarkeit der Aufzeichnung wird am Beispiel einer Zuckeranalyse gezeigt.