

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

G01N 30/02



[12] 实用新型专利说明书

[21] ZL 专利号 97218980.7

[45]授权公告日 1998年11月25日

[11] 授权公告号 CN 2298518Y

[22]申请日 97.6.10 [24]颁证日 98.9.5
[73]专利权人 中国科学院生物物理研究所
地址 100101北京市朝阳区大屯路15号
[72]设计人 赵永宏 金绿松

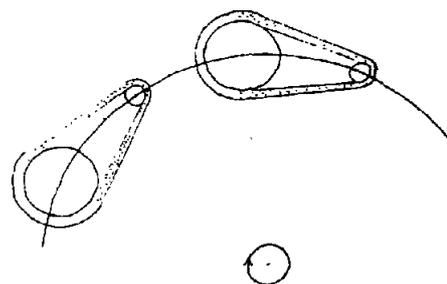
[21]申请号 97218980.7
[74]专利代理机构 中科专利代理有限责任公司
代理人 刘晓峰

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 4 页

[54]实用新型名称 链条形逆流色谱转子

[57]摘要

一种逆流色谱转子，由逆流色谱分离部分和旋转密封部分组成，旋转密封部分为端面密封，逆流色谱分离部分是用毛细管在多对（每对由一大一小两个圆柱组成）柱上绕制而成，本实用新型的逆流色谱转子可提高固定相的保留，增大进样量。



权利要求书

1.一种色谱转子，由逆流色谱分离部分和旋转密封部分组成，旋转密封部分为端面密封，其特征在于：逆流色谱分离部分是用毛细管在大小圆柱形立柱上绕制而成的链条形色谱分离柱。

2.根据权利要求1所述的色谱转子，其特征在于其中所述的毛细管的内径为0.1-10毫米。

3.根据权利要求1所述的色谱转子，其特征在于其中所述的大圆柱外径为5-100mm，小圆柱外径为1-96mm，且大小圆柱的圆心都在以离心轴为圆心，直径100-1000mm的圆周上。

说 明 书

链条形逆流色谱转子

本实用新型涉及一种逆流色谱转子，特别是一种链条形逆流色谱转子。

逆流色谱是一种基于液液分配原理，不需固态支撑物的色谱分离方法，1966年，Y.Ito制造了历史上第一台实现逆流色谱的装置，之后许多人研制出了各种各样的实现逆流色谱的仪器装置。并沿两个方向发展；第一类是基于流体动力学平衡的仪器装置，即离心逆流色谱仪，主要是Ito流通型无需密封的行星式离心机系列；第二类是基于流体静力学平衡的仪器装置，包含离心分配色谱仪和离心逆流分配色谱仪，而离心逆流分配色谱仪实际是一个色谱转子，可以用于普通实验室的离心机上（中国专利，86203547-3,1987），传统的色谱转子为长毛细管在一骨架上绕制而成的螺旋管。但这些转子在实际应用过程中，固定相保留也不超过50%，进样量小，一般在5-20 μ l的范围内，而且分离的时间长。

本实用新型的目的，即是提供一种新型的逆流色谱转子—链条形逆流色谱转子，可提高固定相的保留，并能提高进样量。

本实用新型的色谱转子由逆流色谱分离部分和旋转密封部分组成，旋转密封部分采用旋转端面密封来避免输入输出液管间的拧搅，使转子在旋转过程中仍能保持与外界连通。逆流色谱分离部分是该色谱转子的核心，它的关键是用毛细管(内径在0.2-10mm之间)在多对(2-100对)圆柱上绕制而成；每对圆柱由一大一小两个圆柱组成，其中大圆柱的外径在5-100mm的范围内，小圆柱的外径在1-96mm的范围内；圆柱的高度在5-600mm的范围内，大小圆柱的轴心都在以离心轴为圆心的圆周上，圆周的直径在100-1000mm的范围内。色谱分离部分是将毛细管在大的和小的两个圆柱形立柱上绕制而成，大小圆柱的轴心都在以离心轴为圆心的圆周上。

具有以上结构的本实用新型的色谱转子，可增大柱容量，提高固定相的保留，且能控制各种动力学因素对谱带展宽的影响。

图 1 为传统的逆流色谱转子的平面图；

图 2 为本实用新型的逆流色谱转子的平面图；

图 3 为本实用新型的逆流色谱转子对 D N P 氨基酸进行分离而获得的色谱分离图。

本实用新型的色谱转子，使用内径为1.6mm的聚四氟乙烯管来绕制，该管长60m左右，柱容积为125ml，绕于一模型骨架上，如图2所示，螺旋管是将毛细管在大的(外径18mm)和小的(外径6mm)两个圆柱形立柱上绕制而成，大小圆柱的轴心都在以离心轴为圆心、直径为200mm的圆周上。

下面将描述采用本实用新型的上述的转子，对正己烷溶剂系统(正乙烷：乙酸乙酯：乙醇：水(体积比6：3：2：5))的固定相保留实验。采用下相为固定相，改变转子的转速、流动相的流量而得到一系列数据，以流动相的流量为横轴，以固定相保留比为纵轴，得到该转子在使用该溶剂系统，在不同转速的固定相保留特性，如图3所示，图中结果显示当流量在1.0-3.0毫升/分、转速在400-800转/分的范围内变化时，固定相保留在48%-70%之间。

另外还采用本实用新型的新转子利用正丁醇：冰乙酸：水(体积比4：1：5)溶剂系统对D N P(二硝基苯基)氨基酸进行的试分离。

其实验方法和过程如下：首先配制好所需用的溶剂系统，在室温下平衡1-2小时后使用；把所要分离的样品混合物在1：1的上下相混合液中溶解，在4℃暗处保存待用。当转子管内固定相充满后，使转子以一定的转速运转，同时泵入流动相；待转子管内两相溶剂达到平衡(流动相从转子管出口流出，检测器、记录仪有所显示)后，再通过进样器注进样品；用紫外检测器对从转子管出口流出的洗脱液进行连续检测，并同时由记录仪记录下样品分离的色谱图；样品各组份峰出完后，在转子停转时用空压泵将转子管内的两相溶剂全部推出，由推出固定相的多少经计算可得到实验时转子管内的固定相保留比。8823紫外检测器在254nm波长处连续检测，吸收值为0.5A，3057记录仪走纸速率为2厘米/小时，以正丁醇：冰乙酸：水(体积比4：1：5)溶剂系统中的下相为固定相，上相为流动相，在1.5ml/分的流量下注入D N P-谷氨酸和D N P-鸟

氨酸的混合样品 0.5 毫升，2 小时后两组分得以分离，色谱图如图4所示。

从中可以看出，采用链条形绕法的转子，其固定相保留比突破了50%，最大达65%，样品混合物的组分都得到了分离，证明其进样量有很大的增加，且具有很好的分离能力。

说明书附图

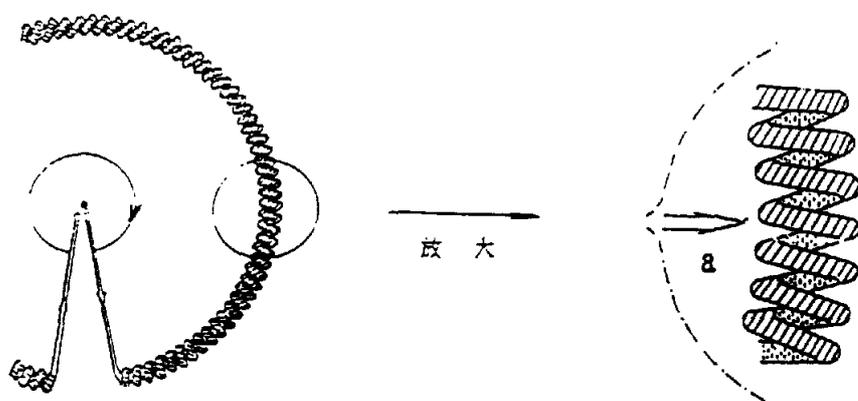


图 1

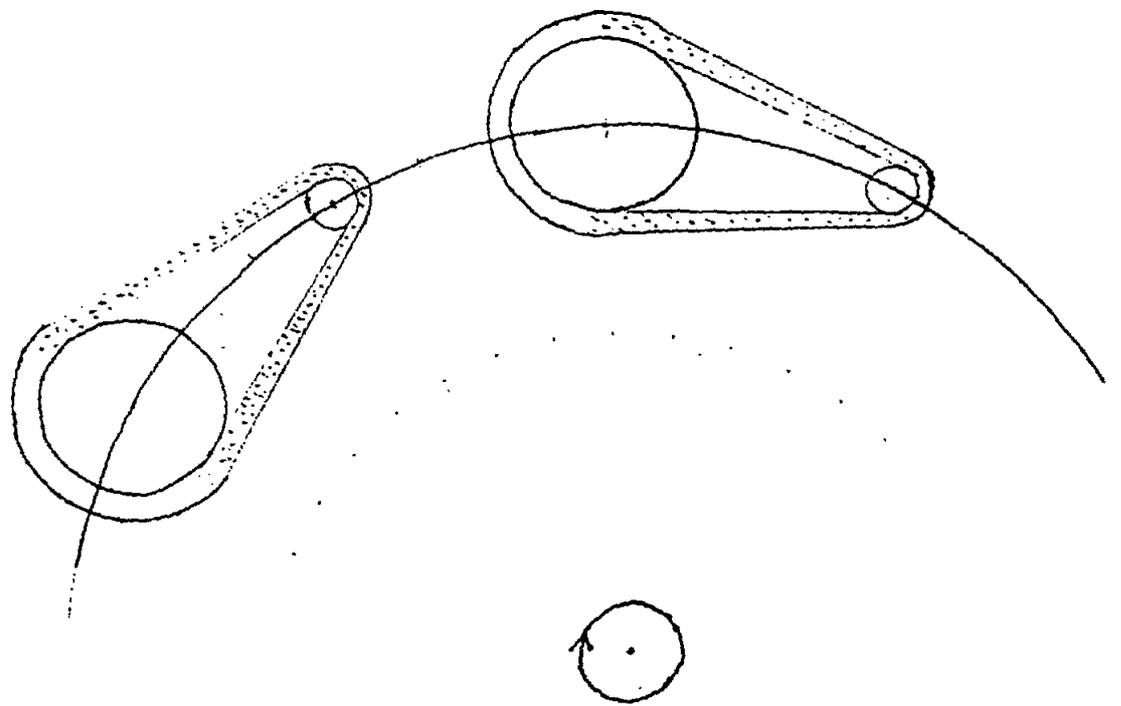


图 2

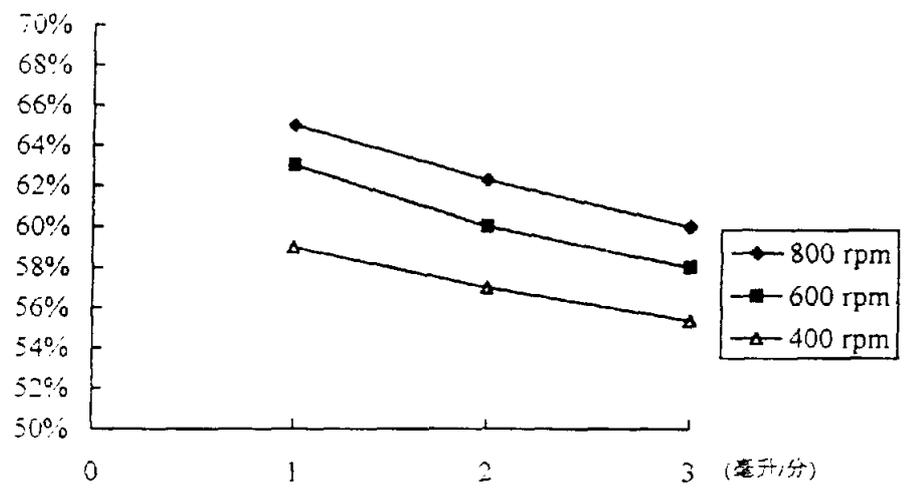


图 3

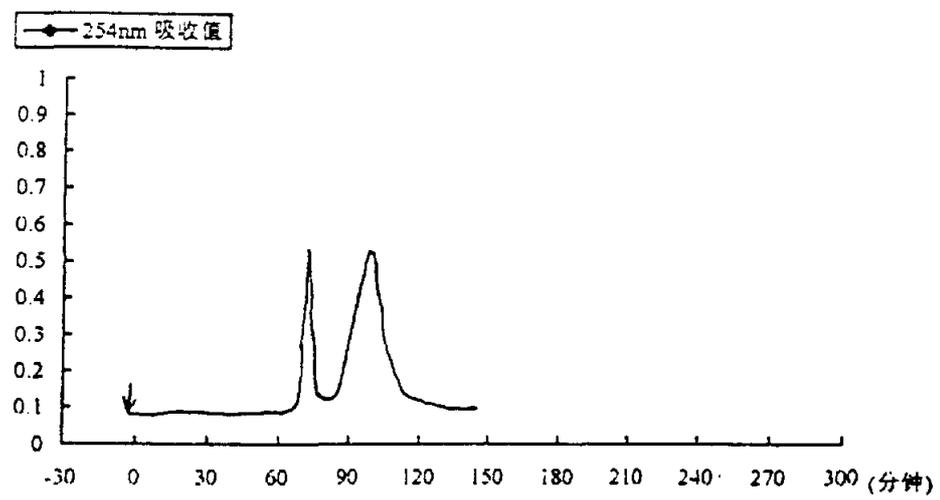


图 4