

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

225173
(11) (B1)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

[22] Prihlášené 20 07 81
[21] {PV 5524-81}

[40] Zverejnené 27 05 83

[45] Vydané 15 04 86

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/26

(75)

Autor vynálezu

RAJEC PAVOL RNDr., KANIANSKÝ DUŠAN RNDr. CSc., ŠVEC ANTON
ing. CSc., HAVAŠI PETER ing., MACÁŠEK FEDOR doc. RNDr. CSc.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob uskutočňovania rádiochemických analýz pomocou izotachoforézy a zariadenie na ich vykonanie

1

Vynález sa týka spôsobu uskutočňovania rádiochemických analýz pomocou izotachoforézy a zariadenie na vykonávanie tohoto spôsobu.

Medzi analytické metódy založené na rádioaktívnej detekcii patrí stanovenie molovej aktivity, izotópovej zriedovacej analýzy, prípadne substechiometrickej analýzy ako aj monitorovanie rádioaktívnych látok. Tieto metódy sú častým problémom v rádiochemických laboratóriách a na pracoviskách iného zamerania, ktoré používajú metódy na riešenie špecifických problémov. Stanovenie molovej aktivity, alebo iného analogického parametra, napríklad mernej aktivity, predpokladá vypracovanie metodiky na stanovenie koncentrácie nosiča a meranie aktivity radionuklidu. V mnohých prípadoch sa jedná o zložitú zmes iónogénnych látok, kde v prípade nízkych koncentrácií a množstiev vznikajú ťažkosti pri stanovení koncentrácie, pričom na stanovenie sa často musí použiť značné množstvo veľmi drahého materiálu. Izotómová zriedovacia analýza je veľmi často používaným princípom v analytickej chémii a vyžaduje presné stanovenie mernej aktivity v priebehu analýzy, čo je častokrát náročná úloha z hľadiska dostupnej prístrojovej techniky a času. Princípy substechiometrickej stanovení vy-

2

žadujú separáciu zreagovanej a nezreagovanej rádioaktívnej látky s následným stanovením ich aktivít. Častým problémom je identifikácia látok pochádzajúcich z reakčného chemického systému. Na identifikáciu sa s výhodou používajú látky so selektívne rádioaktívne označenými skupinami pre monitorovanie reakčného systému.

V poslednej dobe sa k deleniu, kvalitatívnej a kvantitatívnej analýze, prípadne z koncentrovaniu látok používa kapilárna izotachoforéza. Táto technika sa vyznačuje vysokou rozlišovacou schopnosťou a tým, že k práci postačujú množstvá látok v rozmedzí pg- μ g. Priebeh separačného procesu a analytickej vyhodnotenie sa s výhodou sleduje on-line detektormi, napríklad vodivostným, termometrickým, meracím gradientu napätia, fotometrickým, refraktometrickým a pod. Doteraz známe detektory neumožňujú v kapilárnej izotachoforéze špecificky detekovať rádioaktívne látky a tým využiť túto metódu pre vyhodnotenie molovej aktivity, vykonanie izotópovej zriedovacej analýzy, substechiometrickej analýzy a monitorovania rádioaktívnych látok.

Tieto nedostatky sú odstránené u spôsobu uskutočňovania rádiochemických analýz pomocou izotachoforézy a zariadenie na uskutočňovanie tohoto spôsobu podľa vyná-

lezu, pri ktorom sa zmes látok delí a koncentruje do zón s rovnakou efektívnou pohyblivosťou izotachoforetickou technikou, ktoréhč podstatou je, že zmes rádioaktívnych alebo rádioaktívnych a neaktívnych iónogénnych látok sa analyzuje v jednom alebo v dvoch spriahnutých krokoch, a to tak, že v každom z týchto krokov sa vykoná osobitne alebo súčasne z jedného nástreku vzorku kvalitatívne a kvantitatívne vyhodnotenie meraných parametrov, z ktorých aspoň jeden parameter je meranie aktivity rádioaktívnych látok. Postupovať sa môže aj tým spôsobom, že rozdelená zmes sa po detekcií rozfrakcionuje na konečný počet frakcií a aktivita sa rádiometricky vyhodnotí. Zariadenie na vykonávanie spôsobu podľa vynálezu pozostávaajúce zo zdroja napätia pripojeného k rezervám pre vodiaci a zakončujúci elektrolyt, s prepojeným dávkovačom ku kapilárnej trubici alebo drážke a ďalej z vodivostného, prípadne ďalších detektorov s vyhodnocovacou elektronikou a registračným zariadením, ktorého podstatou je, že pozostáva z rádiometrického detektora, napojeného na registračné a vyhodnocovacie zariadenie a ďalej z kohúta pre frakcionáciu alebo, že môže pozostávať okrem hore uvedených súčastí z predseparačnej kapiláry s blokom pre predseparáciu, ktorá je s kapilárou spojená v bloku pre spájanie kolón s prepínačmi polohy, pričom súčasťou oboch je frakcionačný kohút.

Zariadenie pracuje tým spôsobom, že zdroj hnacieho napätia sa pripája k rezervoárom roztokov vodiaceho a zakončujúceho elektrolytu s pripojeným dávkovačom do kapilárnej trubice alebo drážky, kde prebieha delenie a koncentrovanie rádioaktívnych, resp. rádioaktívnych a neaktívnych iónogénnych látok a ďalej sa detekuje ich aktivita, pričom je možné súčasne detekovať vodivostným, resp. iným detektorom. Detektory sú napojené na vyhodnocovaciu elektroniku a registračné zariadenie. Frakcionačný kohút slúži na rozfrakcionovanie na konečný počet frakcií. Postupovať sa môže aj tak, že izotachoforetický separačný proces je rozdelený do dvoch spriahnutých fáz, z ktorých každá osobitne alebo vykonávanie oboch fáz poskytne požadované rozdelenie látok z jedného nástreku vzorku. Rozdelené látky môžu byť riadne zakoncentrované alebo riedené výberom vodiacich elektrolytov pri vhodne zvolených geometrických parametroch kapilár. V tomto prípade sa použije predseparačná kapilára napojená na blok vodiaceho elektrolytu a ďalej kapilára analytická napojená na blok vodiaceho elektrolytu pre túto kapiláru, pričom obe kapiláry sú spojené v bloku spájania kolón a fáza deliaceho procesu sa určuje polohami prepínačov. Súčasťou kapilár je frakcionačný kohút.

Zariadenie je zobrazené na obr. 1 a zariadenie s predseparačnou kapilárou je na obr.

2 a na obr. 3 je registrácia príkladu delenia popísaná v príklade.

Na obr. 1 je zariadenie podľa vynálezu, ktoré pozostáva z bloku 1 vodiaceho elektrolytu, z bloku 2 zakončujúceho elektrolytu, dávkovača 3, zdroja 4 napätia, z predseparačnej kapiláry 10, v ktorej sa realizuje separácia látok, z rádiometrického detektora 5, z vodivostného detektora, prípadne iného detektora 6, vyhodnocovanej elektroniky 7, registračného zariadenia 8 z frakcionačného kohúta 9.

Na obr. 2 je zariadenie podľa vynálezu pozostávajúce z bloku 1 vodiaceho elektrolytu pre predseparačnú kapiláru 10, z bloku 2 zakončujúceho elektrolytu, dávkovača 3, zdroja 4 napätia, z predseparačnej kapiláry 10 bloku 14 vodiaceho elektrolytu pre analytickú kapiláru 11, kapiláry 11, z rádiometrických detektorov 5, 5', z vodivostných a fotometrických detektorov 6, 6', z vyhodnocovacích elektronických detekcií 7, 7' z registračných zariadení 8, 8', pričom predseparačná kapilára 10 a analytická kapilára 11 sú spojené v bloku 12 spájania kolón a fáza deliaceho procesu sa určuje polohami prepínačov 15, 15'. Súčasťou predseparačnej kapiláry 10 a analytickej kapiláry 11 je frakcionačný kohút 9.

V ďalšom je uvedený príklad prevedenia analýzy spôsobu podľa vynálezu.

Príklad prevedenia

Uskutočnilo sa testovanie spôsobu a zariadenia na vyhodnotenie molovej aktivity po izotachoforetickom vydelení a zakoncentrovaní fosfátov ich zóna prešla vodivostným detektorom popísaným v autorskom osvedčení č. 190 933, vodivosť bola vyhodnotená konduktometrom popísanom v Journal of Chromatography zv. 119/1976/ strany 129 až 155 a registrovaná líniovým zapisovačom (obr. 3a). Na izotachoforeograme (obr. 3b) je záznam z rádiometrického detektora, ktorý bol vyhodnotený intenzimetrom popísaným v Sdelovací technika zv. 23 /1975/ strany 223 až 225 a registrovaným líniovým zapisovačom. Na vodorovnej osi (os x) je vynesene čas od začiatku analýzy (v minútach). Na zvislej osi (os y) sú zaznamenané signály z konduktometra (obr. 3a) a intenzimetra (obr. 3b). Základná línia 40 prislúcha zóne vodiaceho aniónu (chloridy). Ďalšie zóny prislúchajú fosfátom 20 a zakončujúcim aniónom 30 (morfolénetánsulfonany). Záznam z intenzimetra je časovo posunutý o konštantnú hodnotu 3 minúty, vzhľadom na priestorové posunutie detekčných čidiel na kapiláre. Separácia trvala 9 minút a kapilárou tiekol prúd 40 A z prúdovostabilizovaného zdroja vysokého napätia. Ako vodiaci elektrolyt bol použitý vodný roztok zmesi histidínu o 10^{-2} M koncentracií a histidínium chloridu taktiež o 10^{-2} M koncentracií. Zakončujúcim elektrolytom bol

$5 \cdot 10^{-3}$ M roztok kyseliny morfolínatánsulfónovej.

Na obr. 3 sú zaregistrované posledné 2 minúty analýzy, ktoré sú dôležité pre vy-

hodnotenie príkladu delenia a zakoncentrovania (5 minút na vodivostnom detektore a 8 minút na rádiometrickom detektore bola registrovaná len základná línia).

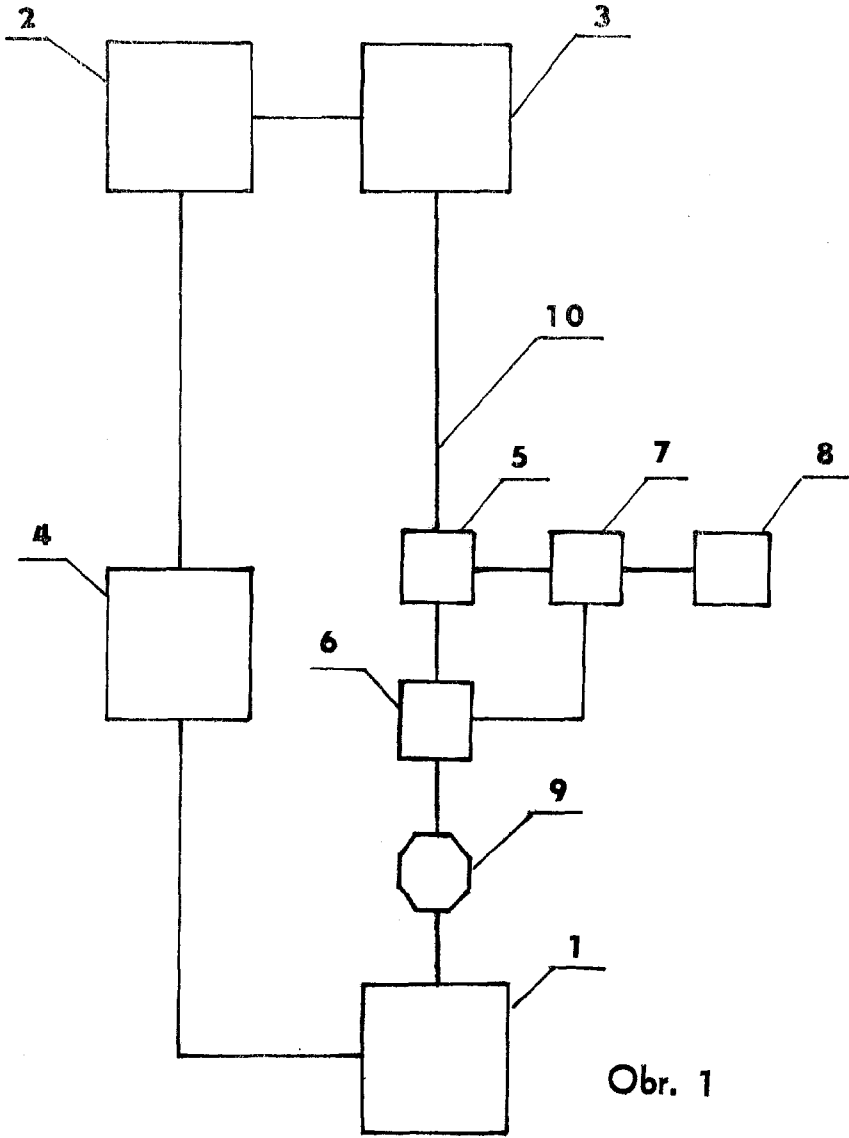
PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob uskutočňovania rádiochemických analýz pomocou izotachoforézy, pri ktorom sa zmes iónogenných látok delí a koncentruje do zón s rovnakou efektívnou pohyblivosťou izotachoforetickou technikou, vyznačený tým, že rádioaktívna látka, alebo zmes rádioaktívnych a neaktívnych iónogenných látok sa analyzuje v jednom kroku alebo v dvoch spriahnutých krokoch, z ktorých každý krok sa uskutočňuje osobitne alebo sa uskutočňuje súčasne z jedného nástreku vzorky, pričom kvalitatívne alebo kvantitatívne vyhodnotenie sa vykoná z odozvy merania jedného alebo dvoch parametrov, z ktorých jeden je meranie aktivity rádioaktívnych látok.

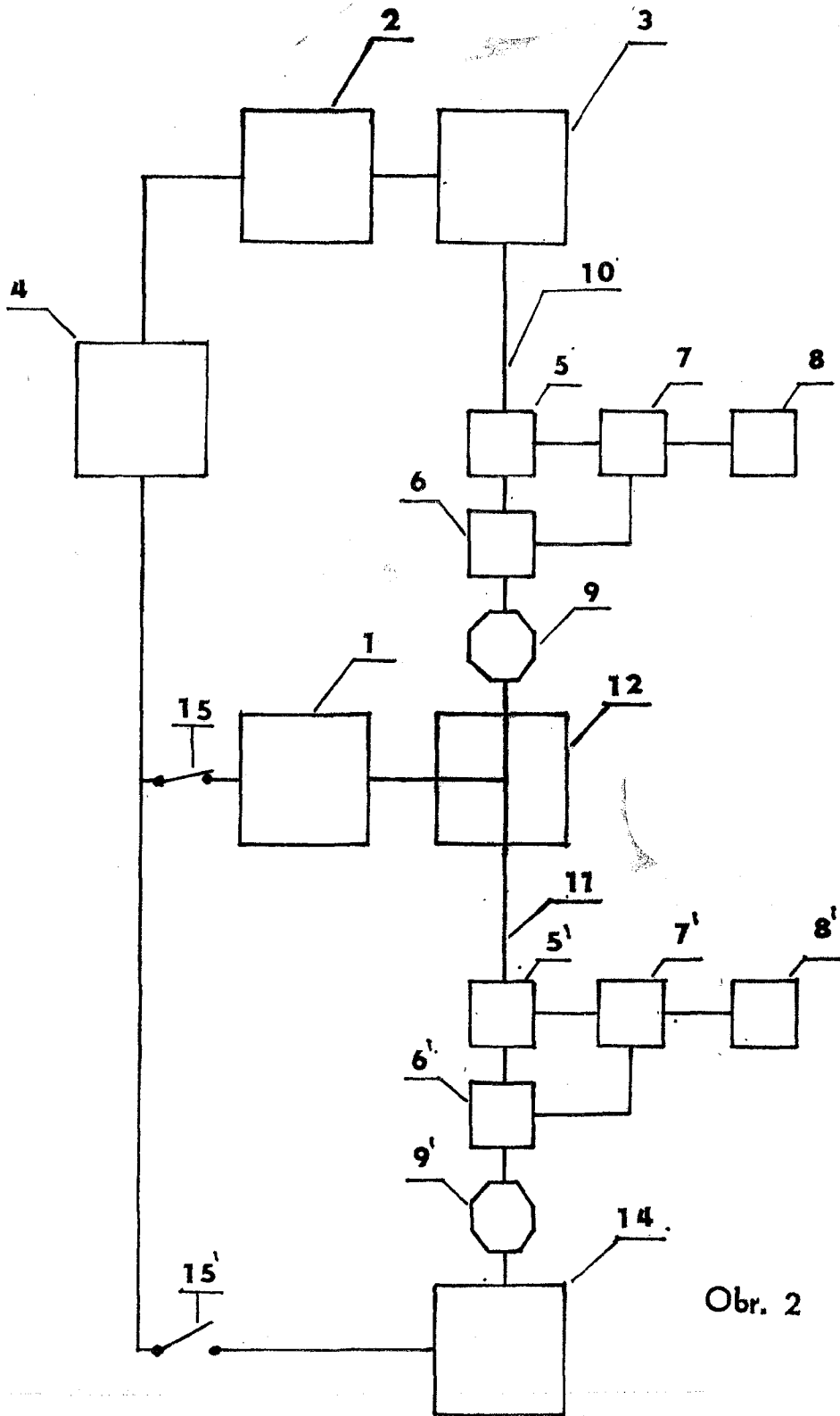
2. Zariadenie na vykonávanie spôsobu po-

dľa bodu 1 pozostávajúce zo zdroja napätia, pripojeného k blokom pre vodiaci a zakončujúci elektrolyt s pripojeným dávkovačom ku kapilárnej trubici alebo drážke a ďalej z vodivostného, prípadne ďalších detektorov s vyhodnocovacou elektronikou a registračným zariadením, vyznačené tým, že pozostáva z rádiometrického detektora (5) napojeného na zariadenie (8) pre registráciu a z kohúta (9) pre frakcionáciu alebo z predseparačnej kapiláry (10) s blokom (1) pre predseparácie, ktorá je s kapilárou (11) spojená v bloku (12) pre spájanie kolón, s prepínačom (15) polôh, pričom súčasťou kapilár (10 a 11) je kohút (9) pre frakcionáciu.

3 listy výkresov



Obr. 1



Obr. 2

