



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53670 (13) U  
(51) МПК  
B01J 20/286 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ПЛАСТИН З УЛЬТРАТОНКИМ ШАРОМ СОРБЕНТУ

1

(21) u201005232

(22) 29.04.2010

(24) 11.10.2010

(46) 11.10.2010, Бюл.№ 19, 2010 р.

(72) ЛОГІНОВА ЛІДІЯ ПАВЛІВНА, БОЙЧЕНКО  
ОЛЕКСАНДР ПАВЛОВИЧ, КОНОВАЛОВА ОЛЬГА  
ЮРІІВНА, ФРОЛОВА АНАСТАСІЯ МИХАЙЛІВНА(73) ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИ-  
ТЕТ ІМЕНІ В.Н. КАРАЗІНА

(57) 1. Спосіб виготовлення пластин з ультратонким шаром сорбенту, що включає приготування реакційної суміші, проведення золь-гель синтезу монолітного неорганічного сорбенту, нанесення отриманого золю кремнезему на попередньо підготовлені скляні пластини, висушування шару монолітного сорбенту на пластині, який **відрізняється** тим, що реакційну суміш готують з співвідношенням компонентів: тетраетоксисилану (TEOS), води, етанолу, диметилформаміду (DMFA), поліетиленгліколю (PEG) та цетилпіридиній хлориду (CPC) 1,00 : 4,64 : 7,65 : 1,44 : 0,26 :  $7,8 \cdot 10^{-3}$  моль/моль, відповідно, причому висушування монолітного шару сорбенту пластини проводять спочатку упродовж 2 діб на повітрі при кімнатній температурі, а потім упродовж 4 діб у сушильній шафі з поступовим збільшенням температури до 90 °C при атмосферному тиску, після

2

чого з метою вилучення органічних компонентів промивають у ацетонітрилі.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що для підготовки скляних пластин їх попередньо матують, для чого беруть скляні пластини, наприклад, розміром 10 см × 10 см кожна, наносять на робочу поверхню означених скляних пластин насичений розчин амонію фториду у фторидній кислоті, наприклад, у кількості 4 мл та висушують на повітрі при кімнатній температурі, після чого промивають спочатку проточною, а потім дистильованою водою.

3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що для висушування монолітного шару сорбенту на матованій скляній пластині формують рамку з силікону, наприклад, розміром 10 см × 10 см та товщиною 0,5 см, яку накривають листом того ж розміру, наприклад, з фотографічної плівки для офсетного друку фірми "AGFA", з якої попередньо вилучають галогеніди аргентуму, орієнтуючи шар желатинового гелю назовні, причому у листі фотоплівки роблять отвір для нанесення реакційної суміші на пластину, наприклад, діаметром 0,4 см та отвір для випаровування розчинників, наприклад, діаметром 0,1 см.

Передбачувана корисна модель належить до способів отримання пластин для тонкошарової хроматографії і може бути використана в хімічному аналізі сумішей лікарських препаратів, харчових продуктів, біологічних рідин та іншого.

Відомий спосіб отримання пластин з тонким шаром монолітного сорбенту на основі кремнезему, в якому реакційну суміш, що містить тетраетоксисилан (TEOS), воду, етанол,  $N(C_4H_9)_4OH$ ,  $CH_3COOC_2H_5$ , полівініловий спирт, готували у 4 операції. За цим способом отриманий після фільтрування золь кремнезему наносили на кремнієву пластину, яку потім обертали зі швидкістю 3000-3500 об/хв. упродовж 20 с в ультратонкому боксі. Отримані плівки кремнезему сушили при 350°C упродовж 30 хв. у муфельній печі. Операції нанесення золю на пластину та сушки повторювали, поки не отримували плівки потрібної товщини [1].

Недоліками відомого способу є те, що процедура приготування пластин трудомістка та вимагає спеціального складного обладнання.

Відомий спосіб отримання скляних пластин з тонким шаром монолітного сорбенту на основі кремнезему, в якому реакційну суміш, що містить метилтетраметоксисилан, воду, метанол, хлоридну кислоту, бромкрезоловий пурпурний, перемішували упродовж 4 хв. та 0,2 мл отриманої суміші одразу наносили на скляну пластину (2,5 см × 7,5 см). Отримані пластини сушили упродовж 1 доби при кімнатній температурі на повітрі, після чого їх ополіскували в етанолі [2].

Недоліком цієї методики є низька відтворюваність властивостей пластин з тонким шаром монолітного сорбенту.

Найближчим аналогом до корисної моделі є спосіб отримання пластин з тонким шаром монолі-

(13) U

(11) 53670

(19) UA

тного сорбенту на основі кремнезему [3], що включає приготування реакційної суміші, проведення золь-гель синтезу монолітного неорганічного сорбенту, нанесення отриманого золю кремнезему на попередньо підготовлені скляні пластини, висушування шару монолітного сорбенту на пластині.

Для приготування реакційної суміші за цим способом брали TEOS, воду, етанол, хлоридну кислоту, цетилтриметиламонія бромід та готували суміш у 2 операції. Отриманий золь кремнезему наносили на скляну пластину, яку попередньо обробляли у розчині, що містив калію нітрат, алюмінію нітрат, калію гідроксид, та яку потім обертали зі швидкістю 2500 об/хв. упродовж 30 с. Отримані плівки кремнезему сушили при 100°C упродовж 12 год та прожарювали при 400°C упродовж 12 год зі швидкістю нагріву 10°C/год [3].

Недоліками цього способу є те, що процедура приготування пластин складна та вимагає спеціального обладнання.

В основу корисної моделі поставлена задача здійснення такого золь-гель синтезу монолітних сорбентів на основі кремнезему та отримання на їх основі пластин для тонкошарової хроматографії, в якому забезпечується добра відтворюваність властивостей монолітних сорбентів, що отримують, та забезпечується операційне спрощення приготування пластин з шаром монолітного сорбенту, а також здешевлення пластин для хроматографії.

Для вирішення поставленої задачі у способі, обраному за найближчий аналог, що включає приготування реакційної суміші, проведення золь-гель синтезу монолітного неорганічного сорбенту, нанесення отриманого золю кремнезему на попередньо підготовлені скляні пластини, висушування шару монолітного сорбенту на пластині, згідно з корисною моделлю, реакційну суміш готують з співвідношенням компонентів: TEOS, води, етанолу, диметилформаміду (DMFA), поліетиленгліколю (PEG) та цетилпіридиній хлориду (CPC) 1,00 : 4,64 : 7,65 : 1,44 : 0,26 :  $7,8 \times 10^{-3}$  моль/моль, відповідно, причому висушування монолітного шару сорбенту пластини проводять спочатку упродовж 2 діб на повітрі при кімнатній температурі, а потім упродовж 4 діб у сушильній шафі з поступовим збільшенням температури до 90 °C при атмосферному тиску, після чого з метою вилучення органічних компонентів промивають у ацетонітрилі.

Крім того, для підготовки скляних пластин їх попередньо матують, для чого беруть скляні пластини, наприклад, розміром 10 см × 10 см кожна, наносять на робочу поверхню означених скляних пластин насичений розчин амонію фториду у фторидній кислоті, наприклад, у кількості 4 мл, та висушують на повітрі при кімнатній температурі, після чого промивають спочатку проточною, а потім дистильованою водою.

Найкращого результату досягають, коли для висушування монолітного шару сорбенту на матованій скляній пластині формують рамку з силікону, наприклад, розміром 10 см × 10 см та товщиною 0,5 см, яку накривають листом того ж розміру, наприклад, з фотографічної плівки для офсетного друку фірми «AGFA». З плівки попередньо вилу-

чають галогеніди аргентуму, орієнтуючи шар желатинового гелю назовні, причому у листі фотоплівки роблять отвір для нанесення реакційної суміші на пластину та отвір для випаровування розчинників, наприклад, діаметром 0,4 см та діаметром 0,1 см відповідно.

Сутність передбачуваної корисної моделі пояснюється наступним прикладом застосування.

Для отримання пластин з шаром монолітного сорбенту наважку PEG з відносною молекулярною масою 1000 (0,93 г) розчиняли у розчині  $1,8 \cdot 10^{-2}$  моль/л CPC у етанолі (об'ємна частка етанолу 96%) об'ємом 1,6 мл в склянці, у розчин вносили 0,4 мл DMFA, 0,3 мл фосфатного буферного розчину з pH 7,4 та 0,8 мл TEOS. Отриманий розчин ретельно перемішували 40 хв. на магнітній мішалці. За допомогою піпетки на поверхню матованої скляної пластини (4 см × 9 см) через отвір з діаметром 0,4 см у кришці пристрою для сушки, в який було покладено пластину, виливали 2,5 мл отриманої реакційної суміші, що вільно розтікалась по поверхні пластини. Після цього отвір у кришці пристрою заклеювали клейким папером та сушили реакційну суміш упродовж 6 діб. Упродовж перших двох діб пластини сушили при кімнатній температурі. Упродовж третьої доби пластини сушили в сушильній шафі, повільно збільшуючи температуру до 60°C з швидкістю 5°C/год та витримуючи пластини при 60°C ще 3-5 годин. Упродовж четвертої доби за 6 годин температуру збільшували від 60°C до 90°C з швидкістю 5°C/год та витримували пластини при 90°C ще 3 години. Наступні дві доби шар монолітного сорбенту на пластині сушили при 90°C упродовж 10 годин щодоби. Отримані пластини охолоджували та виймали з пристрою для сушки. Охолоджені пластини з тонким шаром монолітного сорбенту розташовували під кутом до горизонталі та промивали 3 рази порціями ацетонітрилу по 5 мл, зливаючи розчинник по пластині.

Для побудови пристрою для сушки шару монолітного сорбенту на пластині по периметру матованої скляної пластини (10см × 10см) формували рамку товщиною 0,5 см з силікону «Ceresit» фірми «Хенкель Баутехнік». Рамку з силікону накривали листом з фотографічної плівки для офсетного друку (10см × 10см) фірми «AGFA», з якої попередньо були вилучені галогеніди аргентуму, орієнтуючи шар желатинового гелю назовні. У листі фотоплівки робили отвір діаметром 0,4 см для нанесення реакційної суміші на пластину та отвір діаметром 0,1 см для випаровування розчинників.

Для отримання матованих скляних пластин на скляну пластину (10см × 10см) наносили 4мл насиченого розчину амонію фториду у фторидній кислоті та сушили її на повітрі при кімнатній температурі. Отримані матовані скляні пластини промивали послідовно проточною та дистильованою водою.

Отримані згідно з даною корисною моделлю пластини з тонким шаром монолітного сорбенту було досліджено при розділенні суміші барвників в ацетоні, що містила, г/л:

бромкрезоловий зелений	0,7
малахітовий зелений	0,4
метилловий червоний	0,4,

з використанням методу тонкошарової хроматографії. Об'єм проби 0,3 мкл.

У якості рухомої фази використовували суміш толуол : метанол з об'ємним співвідношенням 80 : 20.

В таблиці наведено результати хроматографічного розділення суміші барвників (довірчий інтервал фактору утримування ( $R_f$ ) при довірчій ймовірності ( $P$ ) та кількості паралельних випробувань ( $n$ )) на пластинах з тонким шаром монолітного сорбенту. Розділення здійснено за 5 хв. при довжині пробігу фронту розчинника 2 см.

Барвник	$R_f$ , см ( $P=0,95$ ; $n=5$ )
Бромкрезоловий зелений	$0,06 \pm 0,02$
Малахітовий зелений	$0,22 \pm 0,02$
Метилловий червоний	$0,66 \pm 0,05$

Технічним результатом запропонованого способу є отримання пластин з ультратонким шаром монолітного сорбенту на основі кремнезему для тонкошарової хроматографії, які дозволяють отримати відтворювані результати в планарній хроматографії. Впровадження цього способу дозволяє значно здешевити пластини для хроматографії та операційно спростити їх приготування, а також регулювати випаровування розчинників при сушці.

Джерела інформації:

1. Yin M., Yao X., Zhang L. // J. Zhejiang Univ SCI. 2004. Vol. 5(4). P. 422-427.
2. Tsionsky M., Vanger A., Lev O. // J. Sol-Gel Science and Technology. 1994. Vol. 2. P. 595-599.
3. Berquier J.M., Teyssedre L., Jacquiod C. // J. Sol-Gel Science and Technology. 1998. Vol. 13. P. 739-742.