

### 30. Collecteur de fractions automatique pour chromatographie

par G. Brunisholz et A. Germano.

(14 XII 53)

Les appareils à fractionnement automatique sont d'une grande utilité, en chromatographie, dans la technique dite du «chromatogramme liquide». On trouve dans la littérature de nombreuses descriptions de collecteurs automatiques; nous n'en mentionnerons que quelques-unes, parmi les plus récentes. Le dispositif de fractionnement de ces appareils est basé sur le poids<sup>1)</sup> ou le volume<sup>2)</sup> des fractions, sur le dénombrement des gouttes<sup>3)</sup> ou encore sur le temps d'écoulement<sup>4)</sup>.

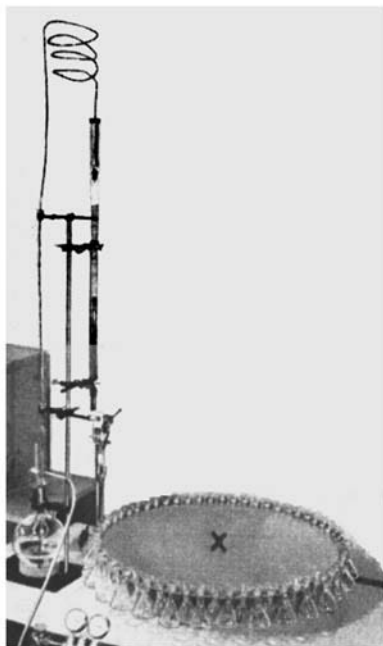


Fig. 1.

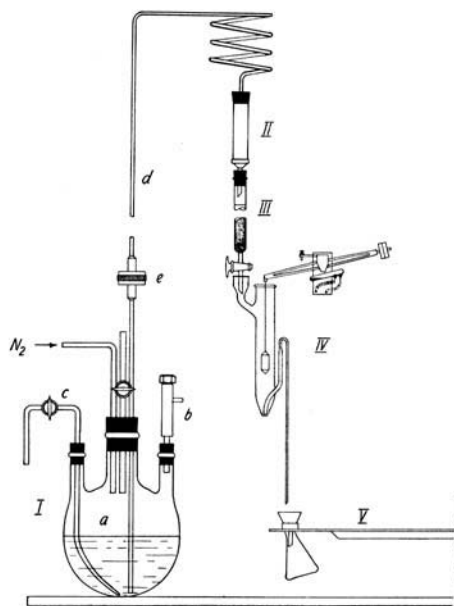


Fig. 2.

<sup>1)</sup> C. Boelhouwer, A. J. van Riemsdijk, J. van Steenis & H. J. Waterman, *Anal. Chim. Acta* **6**, 476 (1952).

<sup>2)</sup> L. Chapon, *Bull.* **1952**, 538; H. J. Dutton & F. J. Castle, *Analyt. Chem.* **25**, 1427 (1953).

<sup>3)</sup> J. M. Landucci, *Chim. anal.* **35**, 11 (1953); *Chem. Abstr.* **47**, 3047f (1953).

<sup>4)</sup> J. L. Hickson & R. L. Whistler, *Analyt. Chem.* **25**, 1425 (1953).

L'appareil que nous avons construit pour nos chromatographies possède un nouveau dispositif de fractionnement donnant des fractions de volume constant. L'alimentation en éluant s'effectuant sous pression (technique de *Aeppli, Munter & Gall*<sup>1)</sup>), l'appareil est muni d'un système de fermeture qui arrête le courant gazeux, lorsque le réservoir d'éluant est vide.

L'appareil (fig. 1) comprend les parties suivantes (voir fig. 2): alimentation en éluant (I); valve d'arrêt du courant gazeux (II); colonne de chromatographie (III); dispositif de fractionnement (IV); collecteur de fractions (V).

I. *L'alimentation en éluant* s'effectue à l'aide d'azote comprimé (le gaz carbonique ne convient pas à cause de sa solubilité notable dans la plupart des solvants). Un tube à azote, muni d'une valve de réduction de précision, est relié au réservoir d'éluant (a). Celui-ci porte une soupape de sûreté réglable (b) et un robinet de vidange (c) (voir fig. 2). Le tube d'alimentation (d), en cuivre, est muni d'une valve (e) (détails de construction, voir fig. 3) qui se ferme en cas de baisse de pression dans le réservoir. On évite ainsi un retour de liquide et de brusques diminutions de pression dans la colonne chromatographique, qui auraient pour conséquence un morcellement de l'adsorbant.

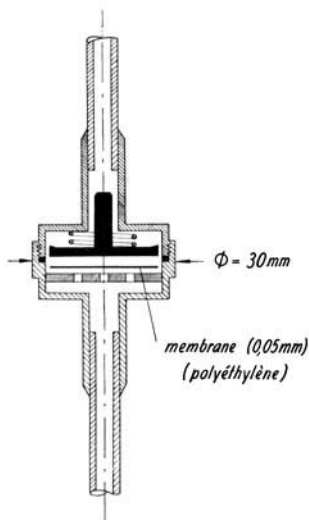


Fig. 3.

Soupape du tube d'alimentation.

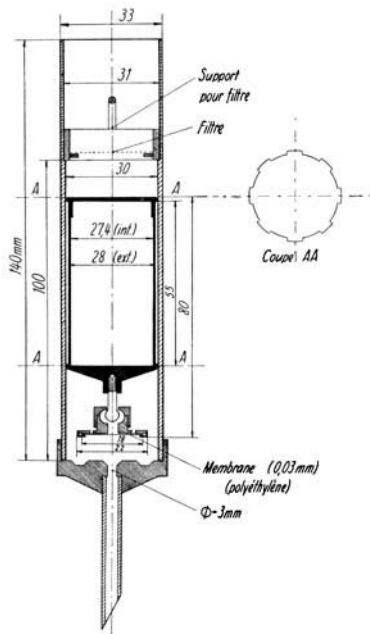


Fig. 4.

Valve d'arrêt.

II. La *valve d'arrêt* interrompt le courant d'azote lorsque le réservoir d'éluant est vide, évitant ainsi un dessèchement de l'adsorbant et la perte de gaz comprimé. Le dispositif représenté par la fig. 4 a été adopté après de nombreux essais. La valve se place sur la colonne de chromatographie<sup>2)</sup>. Elle est constituée d'un petit réservoir en laiton contenant

<sup>1)</sup> O. T. Aeppli, P. A. Munter & J. F. Gall, *Analyt. Chem.* **20**, 610 (1948).

<sup>2)</sup> Lors de la mise en marche de l'appareil, il ne faut connecter le tube d'alimentation à la valve d'arrêt que lorsque l'air en a été chassé par l'éluant.

env. 50 cm<sup>3</sup> d'éluant et d'un flotteur en duralumin, à parois minces. Le flotteur porte, à l'aide d'une tige à rotule, un support dans lequel est logée une membrane en polyéthylène. Il est essentiel que la membrane soit entièrement libre dans son logement. Un filtre de tulle, placé sur un treillis métallique, retient d'éventuels grains de poussière.

III. La *colonne de chromatographie* est constituée par un tube en verre (Pyrex), à parois épaisses, muni d'un robinet capillaire. Travaillant sous pression, on l'entoure, par précaution, d'un treillis métallique.

IV. Le *dispositif de fractionnement* (fig. 5) comporte une pipette à siphon de forme spéciale. Il importe que le siphon soit en deux parties de diamètres différents. La branche ascendante a un diamètre intérieur de 5–6 mm, ce qui supprime la formation de chapelets de bulles d'air. Le diamètre intérieur de la deuxième partie du siphon ne doit pas dépasser 3 mm afin d'assurer l'amorçage même avec des liquides de faible tension superficielle. Nous utilisons des pipettes de 10, 25 et 50 cm<sup>3</sup> (volume utile). La constance du volume écoulé est satisfaisante ( $\sim \pm 0,1$  cm<sup>3</sup>).

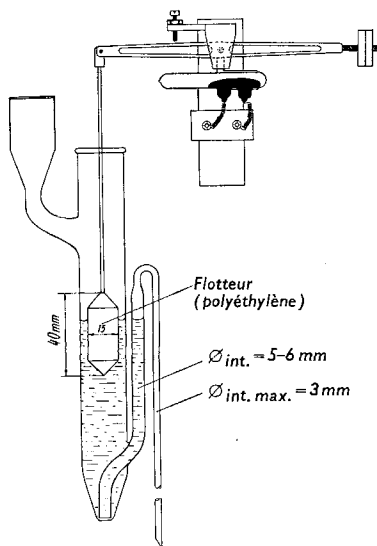


Fig. 5.

Dispositif de fractionnement.

La commande électrique est assurée par un flotteur en polyéthylène suspendu à un fléau muni d'un contrepoids réglable et d'un contacteur à mercure. Ce dernier, suivant la position du fléau, ouvre ou ferme le circuit de l'électro-aimant du collecteur de fractions. Le fléau et la pipette sont fixés sur le même support, solidaire du châssis du collecteur.

V. Le *collecteur* permet de recueillir 60 fractions de 10 à 100 cm<sup>3</sup>. Il comprend le plateau pour les récipients, une poulie motrice et le dispositif d'échappement, l'ensemble étant fixé sur un axe monté sur roulement à billes.

Le plateau, de 80 cm de diamètre, est renforcé par 4 traverses (profilé en U). Sur sa périphérie, on a pratiqué 60 encoches (22 mm de largeur et 30 mm de profondeur) afin de pouvoir utiliser des tubes à essais, des ballons ronds ou des erlenmeyers pour recueillir les fractions. Les récipients, placés le cas échéant en quinconce, sont tenus en place, par groupes de six, à l'aide de ressorts en acier inoxydable munis de crochets. Chaque récipient est pourvu d'un entonnoir (35 mm de diamètre) maintenu en position verticale par un anneau en duralumin (30 mm de diamètre et 15 mm de hauteur), qui repose sur le plateau.

Le plateau est mû par un contrepoids d'env. 500 g qui est suspendu à un cordon enroulé sur la poulie motrice d'env. 20 cm de diamètre.

La fig. 6 montre le dispositif d'échappement constitué d'une roue dentée en anticorrosion (12 cm de diamètre, 60 dents) et d'une ancre en acier, actionnée par un électro-aimant de sonnerie. Pour atténuer les chocs, on a prévu un système de frein à bille; à chaque arrêt, la bille, pressée par un ressort, vient se loger dans un petit creux fraisé dans la roue dentée. Le mouvement du plateau se fait en deux temps. L'ancre est taillée de façon que les  $\frac{4}{5}$  du mouvement s'effectuent lors du premier temps, lorsque le circuit de l'électro-aimant se ferme. Un récipient vide vient se placer sous le tube d'écoulement de la pipette qui est en train de se remplir. Quand la pipette se vide, le circuit s'ouvre à nouveau, et un ressort ramène l'ancre dans sa position initiale; le plateau achève alors son mouvement. L'électro-aimant est alimenté par un accumulateur (12 V), ce qui rend l'appareil complètement indépendant du réseau.

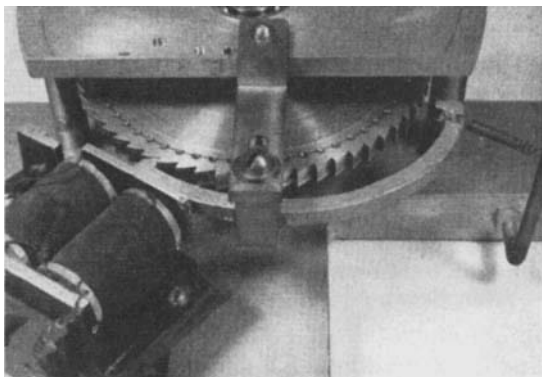


Fig. 6.  
Dispositif d'échappement.

Nous remercions M. *Guidoux*, mécanicien de l'École de chimie, pour l'exécution soignée de cet appareil et pour l'aide apportée à sa réalisation.

#### SUMMARY.

A pressure-operated chromatographic device, fitted with a float valve which shuts off the pressure system when the reservoir of the eluant is empty, and a constant-volume automatic fraction collector are described.

Université de Lausanne,  
Laboratoire de chimie minérale et analytique,  
Laboratoire de chimie organique.

---