

Appareillage automatique permettant le passage successif de solvants en chromatographie sur colonne

Les techniques chromatographiques d'adsorption demandent l'utilisation de plusieurs solvants ce qui nécessite une surveillance continue. Nous décrirons dans cette note un dispositif automatique dont le but est d'amener successivement des solvants de nature différente sur une même colonne à chromatographie. Cet appareillage évite la présence constante d'un technicien.

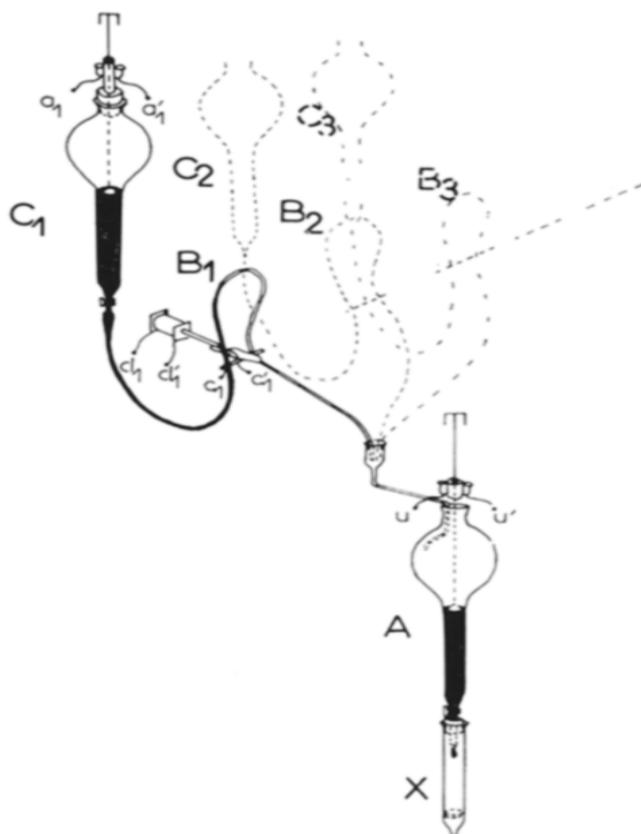
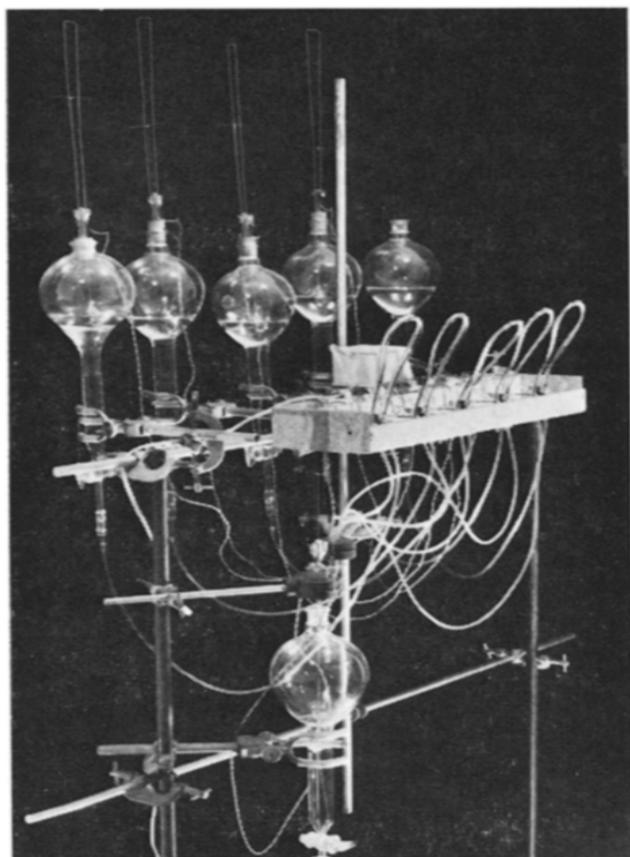


Fig. 1. Schéma d'ensemble. A = Ampoule principale; B₁, B₂, B₃ = siphons à bascule; C₁, C₂, C₃ = ampoules réservoirs; u u' = système contacteur (contact à mercure), ampoule principale; a₁' a₁ = système contacteur (contact à mercure), ampoule réservoir; c₁' c₁ = contacts ampoule à mercure (siphon bascule); d₁' d₁ = bornes de la bobine de l'électro-aimant.

La Fig. 1 présente le schéma d'ensemble qui comprend la colonne (X) surmontée du groupe d'alimentation composé d'une ampoule principale (A) et de systèmes d'alimentation secondaires constitués chacun d'un siphon à bascule (B₁, B₂, B₃...) et d'une ampoule réservoir (C₁, C₂, C₃...) munie d'un dispositif contacteur identique à celui de l'ampoule principale A.

Le principe de fonctionnement est le suivant (Fig. 2) : lorsque le liquide contenu dans l'ampoule principale (A) atteint un niveau minimum choisi, le système contacteur (uu') se ferme; ceci provoque la libération du siphon à bascule (B₁) qui permet la vidange du second solvant de l'ampoule (C₁) dans l'ampoule principale (A), le contact uu' s'ouvre. Ce solvant alimente alors la colonne à chromatographie.

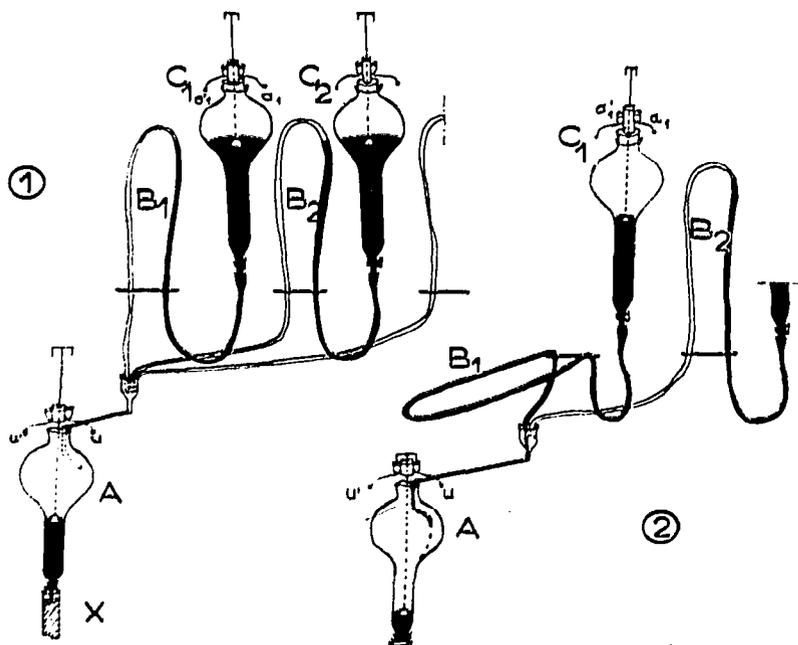


Fig. 2. (1) Les siphons à bascule B_1 et B_2 sont dans la "position haute" (verticale), l'éluant de l'ampoule principale A s'écoule dans la colonne X. (2) Le siphon à bascule B_1 est en position horizontale. L'éluant de l'ampoule réservoir C_1 se vide dans l'ampoule principale A. Les siphons à bascule B_2 sont toujours en "position haute". X = Colonne à chromatographie; A = ampoule principale; B_1 , B_2 = siphons à bascule; C_1 , C_2 = ampoules réservoir.

Quand un volume de solvant convenable s'est écoulé de l'ampoule (B_1) son système contacteur $a_1' a_1$, faisant office de relais retardé, se ferme; ce dispositif évite que les ampoules se déversent simultanément dans l'ampoule (A). Lorsque le deuxième solvant, se trouvant dans l'ampoule (A), arrive au niveau minimum désiré, le contact uu' s'établit de nouveau provoquant la vidange de l'ampoule (C_2) par l'intermédiaire du siphon à bascule (B_2).

Ce mécanisme se renouvelle autant de fois qu'il y a de solvants.

Description technique des différentes parties

(1) *Description des contacts à mercure.* Les différents systèmes de contact à mercure sont tous identiques et schématisés dans la Fig. 3. Ils sont commandés par un flotteur en verre (bulle soufflée (e) prolongée par un capillaire) surmonté par une fourchette métallique (f): celle-ci se compose de deux parties, l'une utilisée pour le contact électrique (f_1) l'autre (f_2) permettant de la guider.

Au niveau minimum prédéterminé de l'éluant la fourchette vient fermer le circuit par l'intermédiaire de deux godets à mercure reliés au circuit électrique général (Fig. 5). Ces godets à mercure sont fixés sur une tige de verre servant de guide au capillaire.

(2) *Description des siphons à bascule* (Fig. 4). Les siphons à bascule se composent de deux parties: (a) une partie mécanique constituée par une boucle métallique qui sert de support à un tuyau en silicones Rhodorsil (dia. int. 2 mm) allant de l'ampoule réservoir (C) à l'ampoule principale (A). Cette boucle métallique est montée sur un pivot (g), comportant une languette (l) maintenant le siphon dans la position haute r.

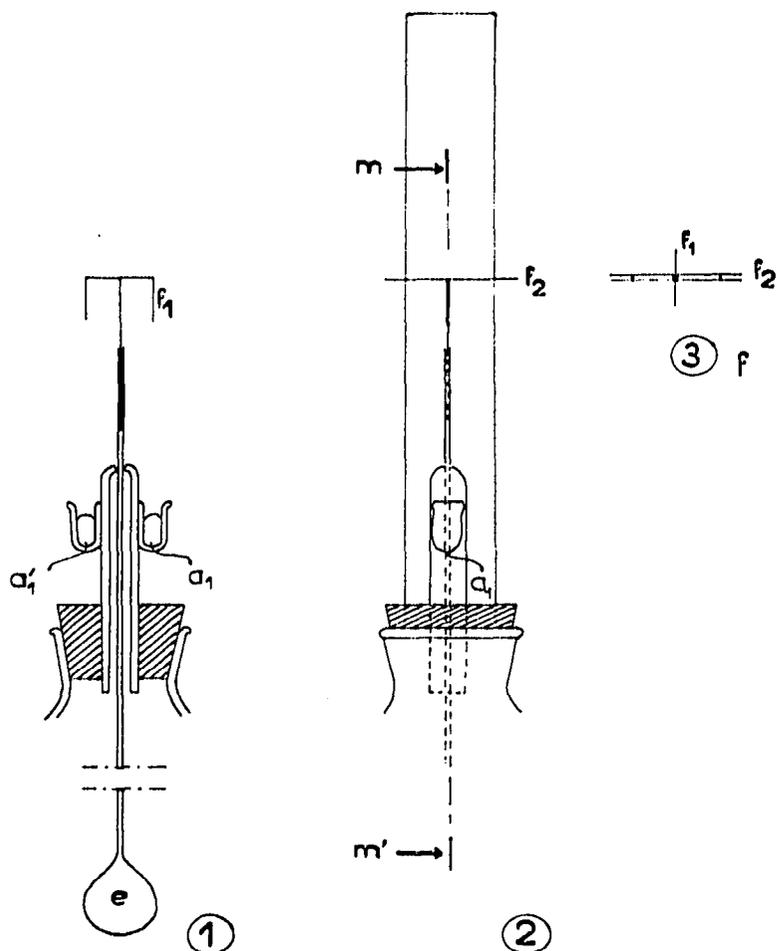


Fig. 3. Schéma des contacts à mercure. (1) Coupe mm' ; (2) vue de gauche; (3) fourchette (vue de dessus). e = Flotteur en verre, bulle soufflée prolongée par un capillaire; a_1 a_1' = contact à mercure; f_1 = partie de la fourchette servant pour le contact électrique; f_2 = partie de la fourchette servant de guide; f = fourchette.

Cette languette est retenue par un barreau en acier (k), coulissant librement dans l'entre fer d'un électro aimant (D).

Une partie électrique composée d'un électro aimant, fonctionnant sur la tension d'utilisation de l'appareil, et d'une ampoule à contact à mercure (h), coupant le circuit après bascule du siphon (position 2).

(3) Circuit électrique (Fig. 5)

Mode opératoire

- (a) Bloquer les siphons en position haute.
- (b) Remplir les ampoules avec la quantité de solvant désiré, le premier éluant étant dans l'ampoule principale "A".
- (c) Régler la hauteur des ampoules, le niveau de l'éluant dans les siphons devant être à la hauteur indiquée sur le schéma 3 (Fig. 4).
- (d) Disposer la colonne.

L'appareil est ainsi prêt à l'utilisation.

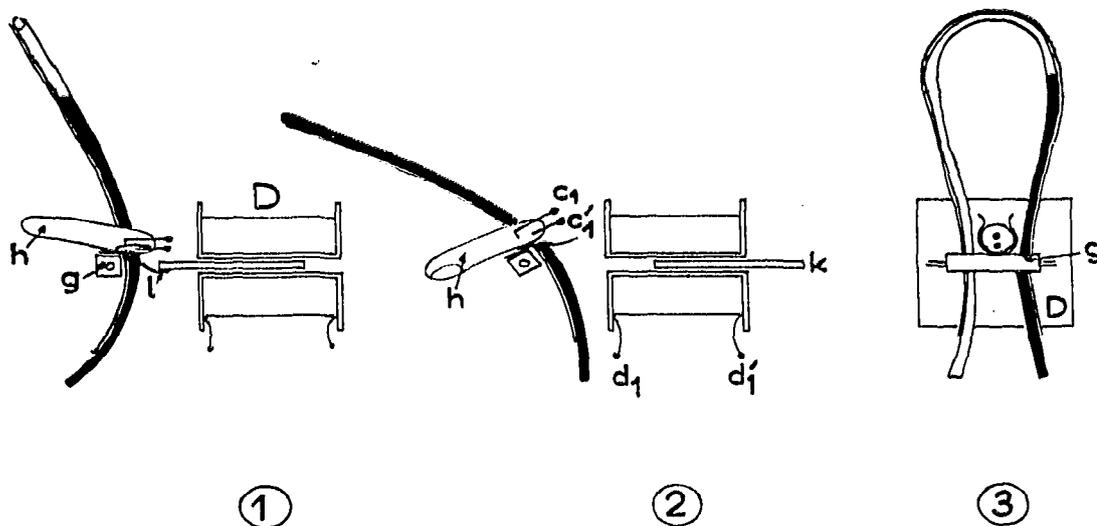


Fig. 4. (1) Siphon "position haute"; (2) siphon basculé; (3) siphon (vu de face) "position haute". D = Electro-aimant; g = pivot maintenant la boucle métallique; i = languette fixée après le pivot g; h = ampoule contact à mercure; k = barreau en acier coulissant dans l'entrefer de l'électro-aimant; $c_1 c_1'$ = contact de l'ampoule à mercure; $d_1 d_1'$ = bornes de la bobine de l'électro-aimant.

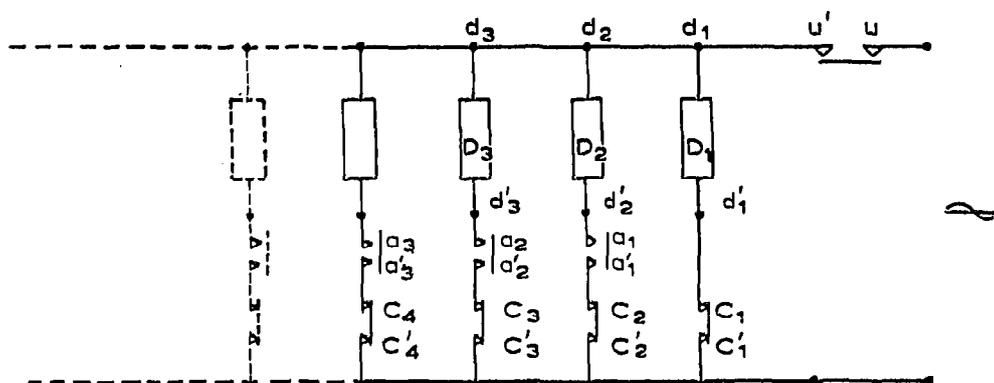


Fig. 5. Circuit électrique. $u u'$ = Contact à mercure de l'ampoule principale; $d_1 d_1'$ = bornes de la bobine de l'électro-aimant; $C_1 C_1'$ = contact à mercure du premier siphon à bascule; $a_1 a_1'$ = contact à mercure de la première ampoule réservoir.

NB: Avant chaque utilisation vérifier que les tuyaux soient *bien secs* pour éviter la formation de bulles d'air qui risqueraient de bloquer le fonctionnement des siphons.

Conclusions

Le dispositif que nous venons de décrire est simple. Son originalité consiste dans l'utilisation de siphons basculants se substituant aux robinets dont la commande automatique est toujours délicate. Notre appareil peut être facilement réalisé, même dans un laboratoire modeste, et présente une très grande sécurité. Nous l'employons depuis plusieurs mois avec satisfaction, en particulier pour effectuer la séparation des lipides totaux (esters de cholestérol, triglycérides, monoglycérides, phospholipides) d'après la méthode de FILLERUP ET MEAD¹ sur colonne d'acide silicique nécessitant la mise en oeuvre d'une succession de mélanges de solvants à savoir:

300 ml d'un mélange éther-éther de pétrole à 1:100,
300 ml d'un mélange éther-éther de pétrole à 4:100,
200 ml d'un mélange éther-éther de pétrole à 10:100,
200 ml d'un mélange éther-éther de pétrole à 50:100,
200 ml d'un mélange méthanol-éther à 25:100,
200 ml de méthanol.

L'appareil est compatible avec tous types de colonnes et peut être branché en circuit fermé en intercalant une micropompe entre l'ampoule principale "A" et la colonne.

Nous remercions le Prof. Agrégé GHIGLIONE pour ses conseils éclairés.

*Unité de Recherches de Pathologie digestive de l'Institut
national de la Santé et de la Recherche médicale*,
Hôpital Sainte-Marguerite, Marseille 9e (France)*

C. CROTTE
A. MULÉ
N. E. PLANCHE

I D. L. FILLERUP ET J. F. MEAD, *Proc. Soc. Exptl. Biol. Med.*, 83 (1953) 574.

Reçu le 22 mai 1967

* Directeur: Prof. Agrégé HENRI SARLES.

J. Chromatog., 30 (1967) 600-604