

CHROM. 5891

Dispositif nouveau pour l'étalement des couches minces

L'introduction en chromatographie sur couches minces de méthodes de séparation nécessitant des résultats analytiques reproductibles et, plus encore, la mise au point des déterminations par densitométrie directe des spots impliquent l'emploi de supports présentant un revêtement régulier.

Les chromatoplaques préfabriquées de même que celles obtenues à partir d'appareillages existant ne répondent qu'imparfaitement à cette exigence.

C'est pour pallier cet inconvénient qu'un dispositif original¹ a été mis au point dans nos laboratoires. Les solutions techniques retenues pour sa construction ont été les suivantes. Elles réunissent en ce qui concerne les points 1, 2 et 3 des caractéristiques déjà adoptées, séparément, par SHANDON et CAMAG.

(1) Réservoir fixe; (2) entraînement mécanique à vitesse constante des supports; (3) dispositif assurant la fixation et l'alignement des supports sur une même surface; (4) réglage fin de la distance séparant le fond du réservoir et les supports; (5) profil particulier de la paroi mobile du réservoir.

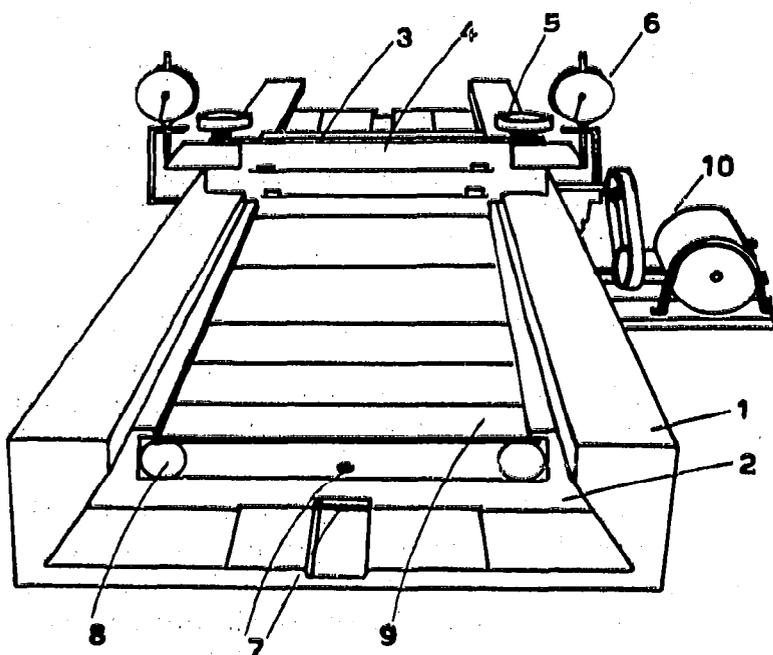


Fig. 1. L'appareil comprend: (1) Bâti; (2) chariot; (3) réservoir; (4) paroi mobile du réservoir; (5) vis de réglage; (6) comparateur; (7) crémaillère et boulon de fixation au chariot; (8) chambre à air; (9) support (plaque de glace polie); (10) Dispositif d'entraînement du mélangeur pour la fabrication des chromatoplaques à gradients d'adsorbants.

Construction

L'appareillage (Fig. 1) comprend un chariot de 125 cm de longueur (6 chromatoplaques de 20 × 20 cm) coulissant dans un bâti de 160 cm de long. Le réservoir est placé, transversalement, au centre du bâti; sa paroi mobile présente, à la partie inférieure, un profil étudié pour obtenir un écoulement régulier et relativement indépendant du volume de suspension présent dans le réservoir. Le réglage de la paroi mobile s'opère au moyen de deux vis et le contrôle, possible avec une précision

allant jusqu'à $\pm 1 \mu$ pour des largeurs de fente pouvant atteindre 4 mm, est assuré par deux comparateurs micrométriques. Un motoréducteur et un pignon engrenant une crémaillère fixée à la face interne du chariot permettent le déplacement, à vitesse constante, des supports sous le réservoir.

Les supports viennent s'appliquer, par gonflage de deux chambres à air et sans intermédiaire, sur les rebords de la glissière. La surface interne de ces rebords a été traitée au moyen d'une fraise fixée au lieu exact de l'écoulement des suspensions et en faisant progresser mécaniquement la glissière de façon à rectifier le jeu d'usinage existant nécessairement entre les extrémités de la pièce.

Avantages

L'utilisation d'un réservoir de grande capacité, auquel est adjoint, en outre, le dispositif de STAHL² étend les possibilités de l'appareil à la fabrication des couches minces à l'échelle préparative ainsi que de celles à gradients d'adsorbants.

Les nombreux essais utilisés pour tester les performances de l'appareillage ont montré que le coefficient de variation du poids d'adsorbant déposé par unité de surface du support^{3,4} atteignait au maximum 3 % que ce soit d'une série à l'autre de chromatoplaques, d'une chromatoplaque à l'autre dans une même série et d'un point à l'autre d'une même chromatoplaque.

Les défauts de surface du support, qui sera obligatoirement choisi en glace polie, interviennent nécessairement dans ce coefficient de variation. Sa valeur extrêmement réduite est à comparer avec celle obtenue à partir d'appareillages non automatisés ou semi-automatisés et pour lesquels soit la pression manuelle exercée sur le réservoir, soit la vitesse de répartition de la suspension d'adsorbant, soit encore les irrégularités d'épaisseur des supports ne sont pas compensées ou contrôlées.

C'est ainsi que des déterminations effectuées, parallèlement, sur des chromatoplaques préparées à l'aide de tels appareillages montrent que :

(a) Le coefficient de variation du poids d'adsorbant déposé par 20 cm² de support, pour une même série de chromatoplaques, est situé entre 7 et 12 % suivant la pression exercée sur le réservoir (épaisseur réglée à 250 μ). Ces valeurs sont multipliées par deux lorsque la vitesse de déplacement réservoir/support est réduite de moitié.

(b) Les inégalités de répartition s'accroissent considérablement si plusieurs séries de chromatoplaques sont comparées entr'elles et si l'épaisseur choisie est plus grande.

Par exemple, pour une épaisseur réglée à 750 μ , le coefficient de variation calculé passe de 19 à 43 % si les vitesses de déplacement réservoir/support sont égales respectivement à 20 cm/sec et à 10 cm/sec.

*Service de Pharmacognosie, Institut de Pharmacie,
Université Libre de Bruxelles (Belgique)*

M. VANHAELLEN

1 Brevet belge, L.64696.L.C., DB 10.913.

2 E. STAHL, *Chem. Ing. Technol.*, 36 (1964) 941.

3 M. VANHAELLEN, *Symp. IV de Chromatographie et d'Électrophorèse*, Presses Académiques Européennes, 1968, p. 160.

4 M. VANHAELLEN, *Contribution à l'étude de la chromatographie sur couches minces d'adsorbants*, Thèse U.L.B., Faculté de Médecine et de Pharmacie, Institut de Pharmacie, 1965-1966.

Reçu le 4 novembre 1971; manuscrit modifié reçu le 31 décembre 1971