

УДК 543.544.45: 66.067.55/.57

© Н. Н. Князьков, Т. А. Марютина

## ПЛАНЕТАРНАЯ ЦЕНТРИФУГА ДЛЯ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ СО СВОБОДНОЙ НЕПОДВИЖНОЙ ФАЗОЙ

Рассмотрено два варианта планетарных центрифуг, разработанных специалистами ИАнП РАН и ГЕОХИ РАН. Основной особенностью разработки является применение гибкого полого вала для организации планетарного вращения спиральной колонки и укладки жидкостных магистралей. Это техническое решение позволило повысить надежность и уменьшить уровень акустического шума. В планетарных центрифугах обеспечена возможность изменения основных параметров и режимов работы приборов. Поэтому планетарные центрифуги могут быть использованы для исследования и оптимизации гидродинамических условий хроматографического разделения и разработки практических методик разделения различных веществ.

### ВВЕДЕНИЕ

Жидкостная хроматография со свободной неподвижной фазой (ЖХСНФ) является перспективным методом концентрирования и разделения веществ и используется для решения различных задач аналитической химии, радиохимии, фармакологии, биохимии и биотехнологии. Метод реализуется с помощью планетарных центрифуг — оригинального оборудования, в котором разделение веществ происходит за счет различия в коэффициентах распределения компонентов между несмешивающимися фазами жидкостной системы. В планетарных центрифугах одна из фаз жидкостной системы (неподвижная) удерживается во вращающейся спиральной распределительной колонке (ВСК) под действием центробежных сил, возникающих при вращении колонки вокруг своей оси и одновременного ее обращения вокруг центральной оси устройства; другая фаза (подвижная) при этом непрерывно прокачивается через колонку. Особенностью ЖХСНФ является отсутствие сорбента или твердого носителя для удерживания неподвижной жидкой фазы, что обеспечивает ряд преимуществ в сравнении с другими видами хроматографии. Основные из них:

- разнообразие используемых двухфазных жидкостных систем и легкость перехода от одной распределительной системы к другой;
- низкие потери разделяемых веществ и высокий выход целевого продукта;
- выделение целевых компонентов непосредственно из сложных по составу матриц, минуя стадии предварительной очистки и разделения;
- анализ гетерогенных и гомогенных твердых природных образцов, включая почву, илы и донные осадки;

- возможность работы "on-line".

На мировом рынке примерно поровну представлены препаративные и аналитические планетарные центрифуги. Оборудование для препаративного разделения веществ методом ЖХСНФ серийно выпускается в США и Японии (отечественных серийных образцов не существует). Опытные образцы аналитических и препаративных планетарных центрифуг различных конструкций производятся также в Англии, Германии и Китае. Повышенный уровень шума и вибрации, а также частые случаи обрыва капилляров, подводящих жидкости к колонке, являются существенными недостатками производимых аппаратов и объектом поиска технических решений, направленных на их устранение.

В России имеется опыт разработки и эксплуатации планетарных центрифуг. Метод ЖХСНФ для концентрирования и разделения неорганических веществ успешно применяется в Институте геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН. Специалистами ИАнП РАН и ГЕОХИ РАН предложены несколько вариантов конструкций новых планетарных центрифуг (ПЦ) аналитического образца. Два последних варианта — планетарные центрифуги СПРИНГ-01 и СПРИНГ-02 рассматриваются в данной работе.

### ОПИСАНИЕ КОНСТРУКЦИИ ЦЕНТРИФУГИ

Функциональная схема центрифуги приведена на рис. 1. Узлом, в котором осуществляется процесс хроматографического разделения, является вращающаяся спиральная колонка (ВСК), представляющая собой барабан, на цилиндрической

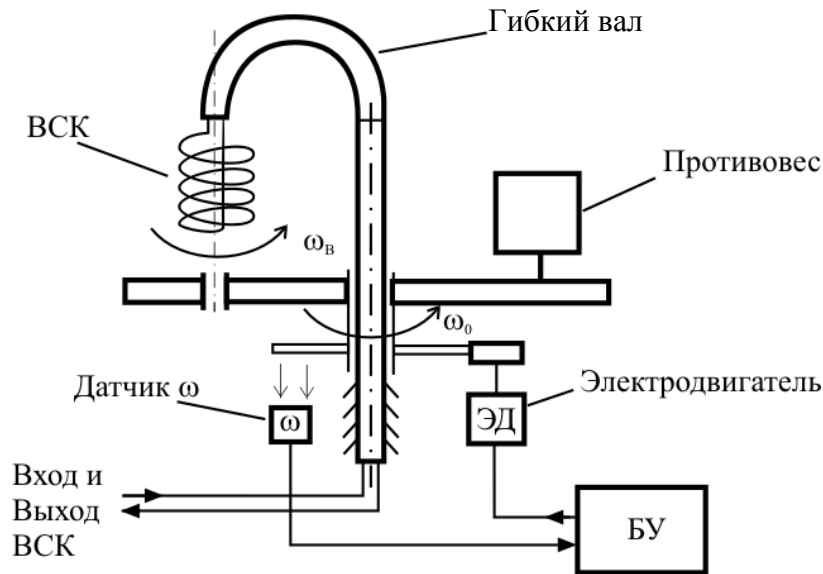


Рис. 1. Функциональная схема планетарной центрифуги

поверхности которого спирально уложена тefлоновая трубка. Ось барабана одним концом закреплена на несущем диске с возможностью свободного вращения, а другим соединена с гибким полым валом. Гибкий полый вал соединен с неподвижной центральной осью устройства. При обращении несущего диска вокруг центральной оси со скоростью  $\omega_0$  возникает вращающий момент, который приводит во вращение ВСК со скоростью  $\omega_в$ , равной по величине и направлению скорости  $\omega_0$  [1]. Таким образом, планетарный принцип вращения ВСК, необходимый для реализации процесса жидкостной хроматографии со свободной неподвижной фазой, обеспечивается без использования зубчатых передач, являющихся источником акустического шума и вибраций. Капилляры, подводящие и отводящие жидкие фазы в ВСК, прокладываются через полый гибкий вал и центральную ось устройства и не подвергаются действию воздушного потока, создаваемого при вращении центрифуги. Кроме того, они фиксируются в центральной оси устройства. Все перечисленное существенно снижает износ капилляров и увеличивает гарантированный срок их службы. Балансировка центрифуги осуществляется с помощью противовеса. Вращение несущего диска осуществляется электродвигателем, управляемым от блока управления (БУ) по сигналу с датчика, измеряющего скорость вращения диска.

Основными параметрами ПЦ, влияющими на гидродинамические условия хроматографического разделения, являются: скорость вращения ( $\omega$ ), внутренний диаметр трубки колонки ( $d$ ), радиус

вращения ( $r$ ) и радиус обращения ( $R$ ) ВСК, а также конструктивный параметр  $\beta = r / R$ .

Оптимальное соотношение этих параметров определяет качество и эффективность процесса разделения и зависит от используемой системы фаз и решаемой задачи. Поэтому при разработке конструкции ПЦ была предусмотрена возможность изменения этих параметров.

#### ХАРАКТЕРИСТИКИ И ОСОБЕННОСТИ ПЦ СПРИНГ-01

На рис. 2 представлен общий вид планетарной центрифуги СПРИНГ-01. Конструкция центрифуги имеет следующие основные особенности. ВСК состоит из трех узлов: вращающейся оси; барабана со спирально уложенной трубкой и разъемами для соединения концов трубки с подводящими капиллярами; узла крепления гибкого вала, выполненного в виде кулачного зажима. Вращающаяся ось крепится на несущем диске с помощью резьбового соединения. Барабан и узел крепления гибкого вала закрепляются на оси с помощью двух винтов.

Разработанная инструкция обеспечивает возможность изменения параметров  $r$ ,  $d$  и  $R$  без демонтажа планетарной центрифуги. Изменение  $r$  и  $d$  осуществляется установкой соответствующего барабана. Для этого достаточно отсоединить подводящие капилляры от разъемов и отвернуть два винта. Изменение  $R$  осуществляется установкой оси ВСК в резьбовое отверстие, находящееся на соответствующем расстоянии от центральной оси устройства. В качестве гибкого полого вала ис-



Рис. 2. Общий вид центрифуги СПРИНГ-01

пользована металлическая пружина. Средние витки пружины фиксированы в подшипнике, закрепленном на несущем диске с помощью кронштейна. Такое крепление пружины не мешает вращению пружины вокруг своей оси, но препятствует ее смещению под действием центробежной силы, возникающей при работе ПЦ. Следует отметить, что в доступной нам технической литературе мы не встретили методик расчета пружин, работающих в режиме гибкого вала. Поэтому параметры этого элемента ПЦ определялись экспериментально путем проведения натурных испытаний.

Скорость вращения  $\omega$  и время работы ПЦ задаются с клавиатуры или персонального компьютера. После пуска работа ПЦ осуществляется в автоматическом режиме. На индикаторе отображаются текущие и заданные значения скорости вращения и времени работы с момента выхода центрифуги на рабочий режим. Диапазон рабочих скоростей вращения ПЦ СПРИНГ-01 100–1200 мин<sup>-1</sup>. Нестабильность скорости вращения не более  $\pm 1\%$ . ВСК может быть установлена на расстоянии ( $R$ ) 90 и 100 мм от центральной оси устройства. ПЦ комплектуется тремя сменными барабанами со спирально уложенной тефлоновой трубкой с внутренним диаметром 1.5 мм. Высота барабанов — 100 мм, их радиусы соответственно 36, 45 и 55 мм. Это обеспечивает возможность изменения коэффициента  $\beta$  в диапазоне 0.36–0.61.

Более широкие возможности изменения пара-

метров реализованы в центрифуге СПРИНГ-02, предназначенной в первую очередь для проведения научных исследований.

### ХАРАКТЕРИСТИКИ И ОСОБЕННОСТИ ПЦ СПРИНГ-02

Общий вид ПЦ СПРИНГ-02 представлен на рис. 3, а в таблице приведены возможные параметры ее работы.

Основные особенности этого варианта центрифуги: горизонтальное расположение центральной оси устройства; три позиции установки ВСК на несущем диске ( $R = 60, 90$  и  $120$  мм) и соответственно три позиции установки противовеса. Для работы на большом, среднем и малом  $R$  используются пружины длиной 208, 161 и 114 мм соответственно.

ПЦ комплектуется четырьмя сменными барабанами с радиусами вращения  $r = 36, 48, 72$  и  $96$  мм. Для проведения научных исследований могут быть использованы и другие типы ВСК, например ВСК, содержащие несколько барабанов, расположенных коаксиально или аксиально на вращающейся оси. Конструкция ВСК этого типа рассмотрена в [1].

В центрифуге предусмотрена возможность постановки зубчатых шестерен, передающих вращающий момент на ВСК и разгружающих пружину. Одна из шестерен крепится на нижнем торце барабана, а вторая — на центральной оси устройства над поверхностью несущего диска.



Рис. 3. Общий вид планетарной центрифуги СПРИНГ-02 (с открытой крышкой)

Параметры работы планетарной центрифуги СПРИНГ-02

$r$ (мм)	$\beta = r / R$			$\omega_{\max}$ (мин <sup>-1</sup> )
	$R = 120$ (мм)	$R = 90$ (мм)	$R = 60$ (мм)	
96	0.8	—	—	800
72	0.6	0.8	—	900; 1200
48	0.4	0.53	0.8	1200; 1300; 1500
36	0.3	0.4	0.6	1500; 1500; 1500

Конструкция крепления зубчатых шестерен обеспечивает легкий съем и установку этих элементов. Для работы на каждом из трех  $R$  центрифуга комплектуется тремя парами зубчатых шестерен. Дополнительное использование зубчатых шестерен необходимо для работы на скорости, превышающей 1200 мин<sup>-1</sup> и/или при использовании барабанов, имеющих радиус  $r$  больше 55 мм. Это связано с использованием в качестве гибкого вала пружин, аналогичных применяемым в ПЦ СПРИНГ-01 и испытанных в режимах ее работы.

Работа выполнена при поддержке гранта ИНТАС-00-0782

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Вишневецкая О.Е., Галь Л.Н., Князьков Н.Н., Кузьмин А.Г., Марютина Т.А., Сливаков Б.Я. Планетарная центрифуга для противоточной хроматографии. Патент РФ № 2126722 от 29.12.97 г.

*Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург (Князьков Н.Н.)*

*Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН (Марютина Т.А.)*

Материал поступил в редакцию 18.07.2003.

## PLANETARY CENTRIFUGE FOR COUNTER-CURRENT CHROMATOGRAPHY

**N. N. Kniazkov, T. A. Mariutina\***

*Institute for Analytical Instrumentation RAS (St. Petersburg)*

*\*Vernadsky Institute of Geochemistry and Analytical Chemistry RAS (Moscow)*

Two different centrifuges designed at the Institute for Analytical Instrumentation RAS (St. Petersburg) and Vernadsky Institute of Geochemistry and Analytical Chemistry RAS (Moscow) are considered. The main feature of both is the application of a flexible hollow shaft for realizing the planetary motion of the coil column and/or laying lines for liquids. This engineering solution has provided higher reliability and lower acoustic noise of planetary centrifuges. Thanks to the easy changing of the working parameters during the experimental run the planetary centrifuges can be used both for investigation of the hydrodynamic behavior of liquids in the coil columns and for development and/or optimization of the chromatographic procedures for separation of different substances.