

管 式 逆 流 分 配 器

王 憲 楷

(四川医学院药理学系, 成都)

提要 本文设计了一种管状的逆流分配器, 每支可容 100 毫升溶剂(移动相与固定相各 50 毫升)分配, 100 支折迭构成立方体装置, 占 $28 \times 55 \times 40$ 厘米。

自 1944 年 Craig^[1-4] 发表其逆流分配装置以后, 逆流分配法的应用, 即很快推广到各种类型化合物的分离和精制方面。此后相继有 Hecker^[5] 改进 Craig 的装置; Weygand^[6] 提供另一种单管倾泻的装置; Pinsky^[7] 改进 Weygand 装置并加以自动化; Lathe 与 Ruthven^[8] 提供另一种“U”型装置; Raymond^[9] 提供音叉式的逆流分配装置等。

作者设计了能容 100 毫升(可再加大容积)溶液(移动相与固定相)平衡分配的管式逆流分配器。整个装置构成折迭式, 100 支分配管, 每 10 支一排, 10 排重迭, 占 55 厘米长、28 厘米宽、40 厘米高的空间, 构成立方体, 因之在转动时无扭转变形的情况, 排列吻合, 倾泻一致, 操作容易。

設 計 及 操 作

1. 结构: 如图 1 之(1), (2)。管全长 55 厘米, 直径 2.8 厘米, C 端接长约 2 厘米直径 0.7 厘米的玻管(以上指外径), 接一活塞。全管分为二段, A 段长 11 厘米, 顶端接一支管 a, 向 C 端弯曲, 直径 0.4 厘米; A 段容量略大于 50 毫升。A 段与 B 段间, 为一平坦玻片隔离, 于 A 段紧接隔板处, 接一支管 a', 如 a 支管弯向 C 端, 其内口下缘与中隔板接触, 以使溶液易于倾尽。B 段是贮存固定相溶液的部分, 也是两相溶剂振荡平衡的部分。从隔板向 C 端 9.5 厘米处接一支管 b, 管口弯曲与 a' 支管口相正对, 此段应具准确的 50 毫升容量。B 段的剩余部分, 长 34.5 厘米。B 段中点接一支管 b', 弯曲方向与 b 管一致。各支管在本管上空的高度不超过 1 厘米。

2. 排列与安装: 如图 1 之(2)及图 2。本装置以 10 管为一排, 10 排折迭为 10 层, 构成立方体(管数及排数视所需数量而定)。每排各管连接通式: 本管 a' 与 b' 支管用同径玻管连接, 连接管的中部向前一分配管方向凸出, 以便容纳本管上的 b 支管。支管 b 由一同径玻管斜连于后一分配管的 a 支管。如此构成一排。第一排的第一管(O 管)容纳样品液, 并容纳加入的移动相, 因而该管的 b' 支管与 B 段垂直不弯曲, 以便连接加液管。由于是以 10 管为一排构成折迭形式, 故各单数排与各双数排的转移方向相反, 一左一右。下一排的第一管位于上排最末管后的空格下方, 以便上排最末一管的 b 支管与下排第一管 a 支管用同径玻管相连接时不致扭曲。各连接管应与各支管接触, 用橡皮管或其他适当的

塑料管将接口固定。

3. 支持架：由木框或金属框构成。每排为一空框，壁高 4 厘米，C 端壁有 11 个孔，彼此相距 2.8 厘米，分配管 C 端插入孔中。框的 A 端底侧装一短底板，宽 2—3 厘米，底板上作 11 个半圆形凹面，以承纳分配管的 A 端。当各排 10 个分配管装上后（第 11 格空出），再于管 A 段上面用一压条将管固定。再将 10 排重迭构成一立方体。将立方体装入一立方空架中，于 A 端框架入口用一方形压条将各排框架固定不使滑出。在立方空架两侧的中央，安装一轴心，以便悬于支柱上，便于转动、倾泻和振荡。

4. 加液管：如图 1 之(3)，为一支大小长短与分配管相同的玻管，A 端 11 厘米处管壁开一等腰三角形孔，底边长 1 厘米，余二边各长 1.5—2 厘米，底边位向 A 端，使管 A 段容量为准确的 50 毫升。C 端小管口，向开口背侧弯向与本管正交，以便与 O 管 b' 支管接連。

5. 供液筒及加液：供液筒为一支直径约 5—8 厘米的玻筒，高 25—30 厘米，中盛移动相，液面至筒口约 70 毫升溶剂的距离，加液时水平上升供液筒，使筒内液面淹没加液管入口（加液管垂直于供液筒上），装满后，水平下降供液筒至原位。供液筒中的溶剂，可由一般的恒液面装置供给。

6. 操作：将装置悬于支持架上，使 C 端向上，分别从各管 C 端注入固定相 50 毫升，O

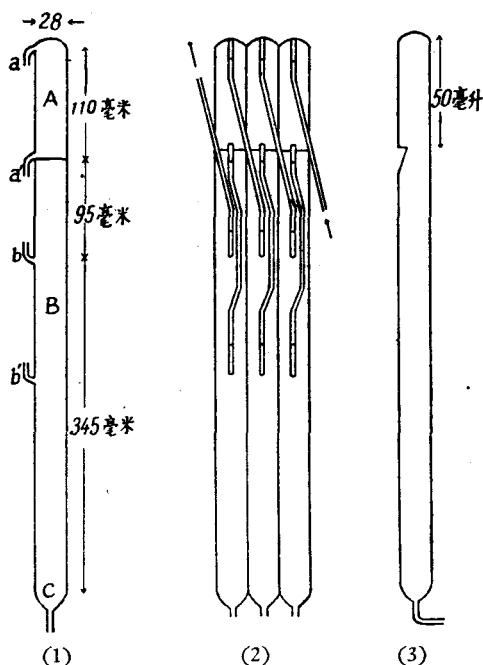


图 1 (1) 分配管结构(单位:毫米) (2) 分配管连接形式 (3) 加液管结构

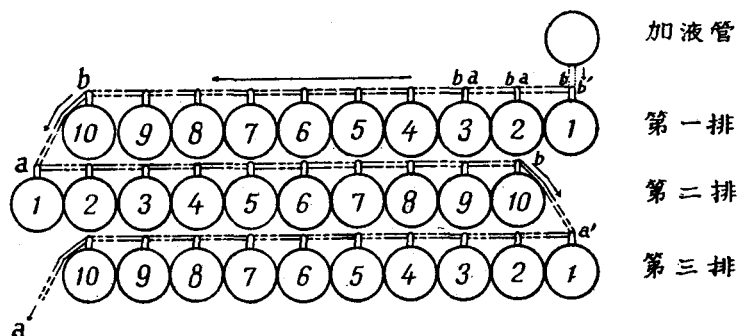


图 2 管式逆流分配器排列形式

管中加入 50 毫升样品液，关闭活塞同时如上述加入移动相于加液管内，继使 C 端向下垂直（第一排在装置上面，不使倒转），此时加液管中的移动相即流入 O 管，向上转为水平，摇船式平行往复振荡，使两相溶剂在 B 段中发生冲击。振荡完毕后，再缓缓转动使 A 端向下垂直，此时移动相从 O 管转入后一管 A 段。同时进行加液，再继续以振荡、转移。

实验: 样品为莨菪碱(0.678克)。溶剂为正丁醇(5500毫升)、冰乙酸(550毫升)及水(3300毫升)混合液(振荡后放置7天以上)。莨菪碱在上述溶剂间的分配系数为0.49。水相(固定相)及有机溶剂相(移动相)各50毫升,转移49次。分别取出各管溶液,加入氨溶液成碱性,振荡后分出溶剂,再以乙醚提取三次,合并提取液蒸发至干。残渣如常法以0.1N盐酸溶液溶解,以0.1N氢氧化钠溶液滴定,用溴甲酚蓝-甲基红作指示剂。所得结果如表1及图3。理论值由Williamson及Craig^[10]下述方程式求得。

$$T_{r,n} = \frac{n!}{r!(n-r)!} \cdot \left(\frac{1}{K+1}\right)^n \cdot K^r$$

表1 各逆流分配管中莨菪碱分配值(莨菪碱0.678克)

[溶剂:正丁醇-乙酸-水(10:1:6),转移49次]

管 号	9	11	13	15	17	18	19	20	21	23	25
计算值(毫克)	7.58	25.08	54.24	80.00	79.32	—	54.91	—	27.12	9.39	3.39
实测值(毫克)	8.43	27.66	49.80	81.61	71.93	58.23	—	29.77	16.60	11.06	4.21

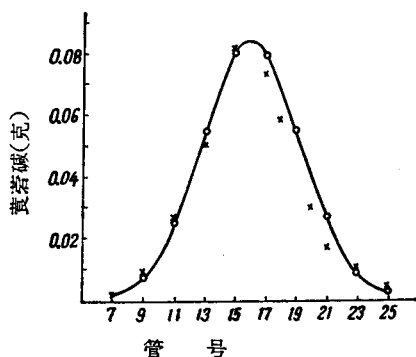


图3 莨菪碱的分配曲线

[溶剂:正丁醇-乙酸-水(10:1:6),转移49次]

○—○ 计算值; ×—× 实测值。

致谢 本实验数据由杨培全同志测定,特此致谢。

参 考 文 献

- [1] Craig, L. C.: Identification of Small Amounts of Organic Compounds by Distribution Studies II. Separation by Countercurrent Distribution, *J. Biol. Chem.*, 1944, 155, 519.
- [2] Craig, L. C., Golumbic, C., Mighton, H. and Titus, E.: Identification of Small Amounts of Organic Compounds by Distribution Studies III. The use of Buffers in Countercurrent Distribution, *J. Biol. Chem.*, 1945, 161, 321.
- [3] Craig, L. C. and Post, O.: Apparatus for Countercurrent Distribution, *Anal. Chem.*, 1949, 500.
- [4] Craig, L. C., Hausmann, W., Ahrens Jr. E. H. and Harfenist, E. J.: Automatic Countercurrent Distribution Equipment, *Anal. Chem.*, 1951, 1236.
- [5] Hecker, E.: *Chemie-Ingenieur-Technik* 1953, 25, 505; per Paech, K. and Tracey, M. V.: *Modern Methods of Plant Analysis*, Vol. I, 1956, 79.
- [6] Weygand, F.: *Chemie-Ingenieur-Technik* 1950, 22, 213; per Paech, K. and Tracey, M. V.: *Modern Methods of Plant Analysis*, Vol. I, 1956, 82.

- [7] Pinsky, A.: Simple Countercurrent Distribution Apparatus, *Anal. Chem.*, 1955, 2019.
- [8] Lathe, G. H. and Ruthven, C. R. J.: The Construction of a Countercurrent Apparatus, *Biochem. J.*, 1951, 49, 540.
- [9] Raymond, S.: Compact Countercurrent Distribution Apparatus, *Anal. Chem.*, 1958, 1214.
- [10] Williamson, B. and Craig, L. C.: Identification of Small Amounts of Organic Compounds by Distribution Studies V. Calculation of Theoretical Curves, *J. Biol. Chem.*, 1947, 168, 687.

A NEW COUNTERCURRENT DISTRIBUTION APPARATUS

WANG HSIEN-KAI

(Szechwan Medical Institute, Chengtu)

ABSTRACT

A countercurrent distribution apparatus is described. It is more compact than the apparatus of Craig and Post^[3]. It can take a large number of tubes with greater capacity in the extraction train, and permits close mounting in compact racks. A 100-tube extraction train of 100 ml capacity (50 ml upper and 50 ml lower phases) per tube occupies a space of 28×55×40 cm.

The tube shown in figure 1 (1), (2) is made from 2.8×55 cm glass tubing. "A" is a reservoir (more than 50 ml), "B" is an equilibration cell, approximately 200 ml in volume, the length of the lower part of the cell is adjusted to 50 ml in volume at the time of construction. All the tubes in the apparatus are joined together through "b" and "a" by glass tubing. The extraction train consists of 10 frames of 10 tubes each mounted in a rack rotating on a main shaft, as shown in figure 3.

A filling dipper shown in figure 1, (3) is joined to "b" of the first tube.