

343572

P.- 35.804

U.S. 569.441



Memoria descriptiva

343572

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de EASTMAN KODAK COMPANY

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 343 State Street, Rochester, N.Y., Estados Unidos de América.

por: "UN METODO DE PREPARAR UN ELEMENTO CROMATOGRAFICO"

(Clase Internacional G01n)



U.S. No. 569,441

343572

Esta invención se relaciona con un método de preparar un elemento cromatográfico para la cromatografía de capa fina y con el elemento así preparado.

Las técnicas cromatográficas de capa fina hasta ahora conocidas han sido cada vez más populares en la química analítica. Sus ventajas incluyen la sencillez, rapidez, y aplicabilidad a una gran variedad de separaciones. El gran número disponible de adsorbentes, la facilidad de introducir otros componentes, como agentes fluorescentes o complejos, y de varias condiciones, como la selección de disolventes deslavadores, presentan un número de parámetros que pueden manipularse para obtener la separación conveniente.

Una gran desventaja ha impedido la aceptación más extensa de la cromatografía de capa fina: la fragilidad y el riesgo al daño por rozamiento de los elementos cromatográficos de capa fina de la técnica anterior. Los elementos cromatográficos comunes y corriente comprenden una placa de vidrio portadora de una capa fina de polvo absorbente y adherente dispersado débilmente. Se consiguen comercialmente, pero como estas capas preformadas son frágiles son muy propensas a dañarse con el manejo proveniente del empaque y embarque. Además, son inconvenientes para almacenar y generalmente no se prestan para fines de registro debido a su susceptibilidad a la rayadura y rotura. Por consiguiente, las placas son revestidas con más frecuencia por el consumidor cuando las necesita.

Un objeto de esta invención es proveer un método de preparar elementos cromatográficos de capa fina, flexibles y livianos que



343572

disolvente parcial para la resina, (b) revestir la mezcla sobre un soporte, y (c) remover el disolvente parcial.

La invención consiste también en un elemento cromatográfico que consiste en una capa coherente que se sostiene por sí sola de un ligador resinoso conteniendo un adsorbente cromatográfico finamente dividido.

10 A fin de no perjudicar la actividad cromatográfica del adsorbente, la cantidad del ligador puede ser suficientemente baja para no cubrir las partículas cromatográficas ni rellenar completamente los huecos entre las partículas y el material ligador. Las partículas del ligador se adhieren a porciones de las superficies de las partículas del adsorbente adyacente para juntar las partículas cromatográficas en una capa de buena resistencia mecánica. También proveen adhesión a la base cuando se desea una capa en soporte.

Las capas cromatográficas hechas de acuerdo con la presente invención son microscópicamente heterogéneas, particuladas y porosas. Vistas bajo un lente de aumento, presentan una apariencia sinterizada o como una esponja.

20 El método de la presente invención permite hacer la preparación de revestimientos de capas porosas, coherentes y fuertes con capacidad cromatográfica igual a la de los revestimientos sin ligador de la técnica anterior. Como las capas de esta invención son coherentes, flexibles y resistentes a las rayaduras, no es necesario usar placas de vidrio ni otros soportes rígidos para proveer resistencia y protección para los revestimientos cromatográficos comunes

343572



y corrientes. Es posible emplear un soporte flexible e inerte, o la capa cromatográfica porosa se puede emplear sin ningún soporte separado. Sin embargo, si fuera conveniente poner estas nuevas capas porosas sobre vidrio, los elementos resultantes serían superiores a los elementos de la técnica anterior porque la capa cromatográfica se puede pre-revestir y manejar de un modo rutinario sin causarle ningún daño. También se puede retener como un registro permanente.

La cromatografía de capa fina es una técnica de separación que tiene una gran utilidad con numerosos materiales desconocidos y disolventes. Como comúnmente se emplean disolventes orgánicos en la cromatografía de capa fina, la ilustración de esta invención se relacionará principalmente con los ligadores que funcionan del modo deseado con tales disolventes. Sin embargo, esta invención es igualmente aplicable a deslavadores cromatográficos menos usados comúnmente, incluyendo líquidos acuosos.

Los elementos cromatográficos de capa fina típicos tienen capas adsorbentes de un espesor alrededor de 0,254 mm. Sin embargo, por medio de la invención es posible proveer capas cromatográficas más gruesas, hasta de unas 1,016mm de espesor, para facilitar la separación de cantidades mayores de un sólo compuesto. Los ensayos anteriores para hacer tales capas más gruesas han resultado generalmente en revestimientos que se rompen, aún manejándolos con mucho cuidado. Los elementos de la presente invención provistos con capas cromatográficas gruesas, no tienen esta desventaja.

29 JUN



343572

En la separación cromatográfica de compuestos incoloros, se emplea una técnica visual llamada de "visualización". Esta técnica consiste en un tratamiento para mostrar la separación cromatográfica, v.g. carbonización por ácido sulfúrico. La "visualización" de cromatogramas mediante las técnicas de la carbonización por ácido, está divulgada en las páginas 85-86 (en inglés) de "Thin-Layer Chromatography" por James M. Bobbit, publicado por Reinhold Publishing Corporation, Nueva York, 1963.

10 Hasta ahora, ha sido imposible obtener visualmente una separación cromatográfica que pueda soportar el manejo normal sin desgastar o destruir parte del registro. Los elementos de la presente invención soportan este tratamiento de visualización y aún proveen un registro de calidad apropiada para archivo, sin detrimento de las propiedades cromatográficas y de manejo.

20 Las capas cromatográficas de capa fina de la presente invención son revestidas común y corrientemente sobre soportes inertes escogidos para no afectar la actividad cromatográfica del adsorbente. Con las capas fuertemente coherentes de la invención, el soporte no es necesario, excepto como una medida provisional para preparar el revestimiento inicial. Después que la capa coherente ha sido preparada, el soporte temporal se puede despegar, si es conveniente. Si se desea tener un soporte permanente, las capas cromatográficas de la invención se pueden revestir sobre muchas superficies, y ventajosamente sobre películas plásticas, v.g., películas hechas de poliolefinas, poliésteres, poliésteres con subcapa de poliolefina,

29 JUL



343572

poliamidas, policarbonatos, ésteres de celulosa, o sobre papel revestido con material plástico, sobre aluminio o sobre otros soportes de metal, o sobre vidrio. Los papeles revestidos con poliolefina se prestan especialmente; son muchos menos costosos que un espesor equivalente de poliolefina solamente.

La invención no está limitada con respecto al adsorbente particulado, como por ejemplo, la alúmina, sílice gelatinosa, quiselgur, poliamida o celulosa. Ventajosamente, las partículas deben ser lo suficiente finas para pasar por un cedazo de 44 micras de abertura de malla. Es posible incorporar aditivos, como los compuestos fosforescentes o fluorescentes y otros que se han empleado en la técnica anterior en elementos cromatográficos de capa fina. Estos incluyen, silicato de calcio, metasilicato de calcio, y silicato de cinc.

El empleo de los elementos de nuestra invención facilita los procedimientos separativos en los cuales se han usado elementos cromatográficos en placa de vidrio libres de ligador, disponibles corrientemente. Así, pues, el nitrato de plata es incorporado a menudo en la capa adsorbente para formar complejos débiles con los grupos olefínicos para distinguir estos materiales. Cuando se emplea el nitrato de plata con los elementos libres de ligador de la técnica anterior aquél se añade a la solución pastosa de adsorbente antes del revestimiento. Esto hace aún más frágil el revestimiento adsorbente polvoriento que es ya frágil. Sin embargo, basta meramente meter los elementos de la invención en una solución

29 JUL



343572

alcohólica de nitrato de plata y secarlos antes de usarlos. Los elementos tratados retienen su excelente coherencia y resistencia a las raspaduras.

Si bien, no es esencial, los elementos cromatográficos de la invención pueden ser activados de un modo conocido calentándolos antes de usarlos. Los elementos responden a esta activación esencialmente del mismo modo que los elementos cromatográficos de capa fina libres de ligador, mostrando prácticamente el mismo grado de mejoramiento después de calentarlos por más o menos una hora a 110°C.

10 Esto ilustra además que las propiedades cromatográficas de los elementos de la invención no sufren por la presencia del ligador particulado que mejora notablemente las propiedades mecánicas del material.

Hay disponible una gran selección de ligadores resinosos que se pueden emplear en forma finamente particulada para hacer las capas fuertes y sumamente adsorbentes de la invención.

20 Los polvos resinosos se ponen pegajosos mediante la aplicación del calor, presión o disolventes o de alguna combinación de éstos. El tamaño de la partícula del adsorbente y de la resina, la proporción de adsorbente a resina, la selección del vehículo para hacer la solución pastosa y el revestimiento y el grado de ablandamiento de la resina en el tratamiento después del revestimiento para producir la coherencia conveniente de la capa, son todos importantes, y se pueden variar dependiendo de las condiciones particulares de uso.



343572

Típicamente, un volumen de ligador resinoso en polvo de 10 por ciento a 50 por ciento del volumen del adsorbente cromatográfico produce resultados ventajosos, aunque otras escalas pueden ser útiles con combinaciones particulares de adsorbente y resina.

Para una hoja cromatográfica que se va a usar con la técnica de la carbonización de ácido, un ligador particulado preferido es una poliolefina, especialmente polietileno o polipropileno. Ambas poliolefinas de alta y baja densidad producen buenos resultados.

Una película de poliolefina o un papel revestido con poliolefina o película resinosa revestida, de una resina diferente, provee una base excelente para tales capas. El ligador de resina se escoge de modo que sea inerte a los disolventes que se van a usar en el revelado cromatográfico. Si bien, no es necesario proveer una subcapa entre el soporte y la capa cromatográfica, estas subcapas pueden ser ventajosas para mejorar la adhesión del ligador al soporte o para asegurar la buena separación cuando es conveniente usar un soporte temporal que se pueda separar fácilmente. También es posible obtener una buena adherencia a un soporte para uso en este sistema si la superficie del soporte se pone áspera usando un brozador o material abrasivo sobre la superficie.

Los ligadores que se usan en la invención son mezclados con el adsorbente en forma de polvo o granular. De acuerdo con la técnica descrita en esta especificación, es posible usar también ligadores poliméricos. Estos ligadores incluyen polímeros hidrófilos como el alcohol de polivinilo y mezclas de alcohol polivinílico con

29 JUL

343572



gelatina, polímeros termofraguables como las resinas de poli (vinilo acetal) y polímeros de olefina como el polietileno y polipropileno.

5 Es posible emplear muchas de las resinas naturales o termoplásticas sintéticas o ablandables a disolvente, en los elementos de la invención. Los ejemplos de tales resinas incluyen el cloruro de polivinilo, poliolefinas, poliestirenos, polimetacrilatos, copolímeros de metacrilato estireno-metálicos, acetato de polivinilo, copolímeros butadieno-estirenos, poliácridatos y derivados de ácido poliacrílico. La goma laca y la colofonia y otras resinas naturales también se pueden usar, pero hay que tener el cuidado de ver que no se usen disolventes en la preparación y en el paso de la separación para evitar destruir la porosidad de la capa. Estos ligadores son incomparados en su forma particulada. Por ejemplo, se obtienen resultados excelentes con polvo, gránulos o bolitas que pasen por un cedazo de 44 micras de abertura de malla.

Alternativamente, el ligador resinoso se puede usar como un látex acuoso o emulsión de la resina. A veces es ventajoso emplear combinaciones de dos o más resinas para realizar la porosidad de la capa mejorando al mismo tiempo la adhesión del ligador a los adsorbentes y al soporte.

El vehículo para la solución pastosa y el revestimiento es típicamente un líquido que no es disolvente ni reactivo químico para el adsorbente o la resina. Para fácil remoción, se prestan los líquidos volátiles v. g., el alcohol etílico, agua o ligroína. Es posible escoger el disolvente cosa de que tenga un efecto ablandador



suficiente sobre la resina para lograr una buena adhesión entre la resina y las partículas adsorbentes sin tratamiento separado. Alternativamente, el vehículo para la solución pastosa y el revestimiento se puede remover y entonces las partículas resinosas se pueden ablandar lo suficiente para asegurar la adhesión a las partículas adsorbentes asociadas y al soporte mediante un calentamiento breve al punto de ablandamiento de la resina, típicamente a una temperatura entre 100°C. y 175°C., dependiendo de la resina que se use. Alternativamente, se puede usar un vapor de disolvente para la resina. Las combinaciones de calentamiento y disolvente son útiles y en algunos casos se puede combinar la presión mecánica con calentamiento y/o disolventes para asegurar la armonía conveniente entre la porosidad y resistencia a la raspadura en la capa cromatográfica.

Es posible emplear métodos y aparatos de revestimiento comunes y corrientes para revestir la mezcla de adsorbente-ligador sobre el soporte. Así, pues, se pueden emplear técnicas usando una espátula, espátula neumática, rodillo y tolva.

Un experimento que demuestra el mejoramiento en los elementos cromatográficos de capa fina de la invención, se llama "el experimento con brocha de pelo de camello". Esto consiste en frotar el elemento cromatográfico con una brocha de pelo de camello cincuenta veces en condiciones mecánicas controladas de presión y velocidad de aplicación. Con un elemento cromatográfico de capa fina sobre una placa de vidrio, común y corriente, la remoción completa del



material ocurrió con menos de 50 brochazos, con frecuencia con el primero o segundo brochazo. Los elementos cromatográficos de capa fina porosa producidos de acuerdo con la invención no mostraron ninguna pérdida visible de material de la capa adsorbente después de 50 brochazos.

De acuerdo con la invención se ilustra un elemento en los dibujos acompañantes, en el cual:

10 La Figura 1 es una vista ampliada de una proyección vertical del borde de un elemento cromatográfico de capa fina, de acuerdo con la invención.

La Figura 2 es una vista transversal de la hoja de la Figura 1, pero en una escala más ampliada.

La Figura 3 es una gráfica mostrando los grados de la migración del disolvente para un elemento cromatográfico previamente conocido y para un elemento de acuerdo con esta invención.

20 La Figura 1 muestra un elemento que incluye un revestimiento 11 de un adsorbente particulado sólido y un ligador resinoso particulado sobre una película polimérica 13, un vehículo líquido que se ha removido y la adhesión de la capa porosa resultante realizada mediante tratamiento de calor.

La Figura 2 muestra que la capa 11 está hecha de partículas activas 15 entremezcladas con partículas 17 de ligador resinoso.

En la gráfica de la Figura 3, la migración del disolvente para metanol en centímetros se ha trazado contra el tiempo en minutos para dos elementos A y B cromatográficos. El elemento A

29 Jul.



343572

no tiene ningún ligador, pero el elemento B es de acuerdo con la invención. Se usó el mismo adsorbente y concentración por unidad de área en los dos elementos. La actuación superior del elemento B es evidente observando la gráfica.

Ahora la invención será ilustrada con referencia a los siguientes ejemplos.

Ejemplo I

Se mezclaron completamente a fondo 100 gramos de alúmina neutra, 65 gramos de polvo de polietileno (Microteno FN510, suministrado por la U.S. Industrial Chemicals, una división de la National Distillers and Chemicals Corporation), y 115 ml. de alcohol de etilo, y la suspensión se revistió sobre un papel revestido con polietileno. Después de la evaporación del alcohol, el revestimiento fué calentado durante cinco minutos a 120°C., resultando en una capa porosa fuertemente adherente. Una mezcla de colorante standard fué separada por el revestimiento después del deslavado durante diez minutos con tolueno.

La mezcla de colorante usada se obtuvo de la Brinkmann Instruments, Inc.; ésta contenía 0,01% por peso de 4-dimetilamino-azo-benceno, indofenol, y Rojo Sudan G en benceno.

El alcohol se usó meramente para formar una solución pastosa del adsorbente y ligador para facilitar la aplicación de un revestimiento uniforme. El tratamiento a calor ligó la resina y las partículas de adsorbente en una capa coherente y ligó el ligador firmemente al soporte. El tiempo y la temperatura del calentamiento



343572

deben controlarse cuidadosamente para asegurar que el polvo de poliolefina no se junte y rodee el adsorbente, sino que sólo se ablande en la superficie para asegurar adherencia a las partículas adyacentes, preservando así la porosidad necesaria para la penetración rápida y eficiente del revelador.

Ejemplo II

10 Se hizo una solución pastosa de 36 gramos de celulosa en polvo fino, 24 gramos de polvo de polietileno, y 150 ml. de alcohol etílico, y se revistió sobre película de polipropileno. El revestimiento se calentó durante 5 minutos a 130°C. y después de dejó enfriar a la temperatura del local. La capa cromatográfica fuerte y porosa separó satisfactoriamente una mezcla de colores de alimentos después de un deslavado de 20 minutos en una mezcla de isopropanol etanol-agua.

Ejemplo III

20 Se mezclaron completamente a fondo 80 gramos de sílice gelatinosa en polvo fino, 40 gramos de polvo de polietileno, 265 ml. de alcohol de etilo y 140 ml. de agua y se revistió sobre un papel revestido con polietileno. El revestimiento se calentó a 120°C. durante cinco minutos. La capa cromatográfica resistente a la raspadura resultante separó satisfactoriamente la mezcla de colorante standard Brinkmann de ensayo, después de 10 minutos, usando el tolueno como disolvente deslavador.

Ejemplo IV

Se hizo una solución pastosa de 80 gramos de sílice gelatinosa en polvo fino, 40 gramos de polietileno en polvo, 265 ml. de alcohol



343572

de etilo y 140 ml. de agua, y se reveistió sobre un soporte de película de polipropileno. El revestimiento se calentó a 130°C. por cinco minutos. El resultado fué una capa cromatográfica fuertemente coherente que separó satisfactotamente la mezcla de colorantes standard Brinkmann de ensayo, despues de 10 minutos, usando el tolueno como deslavador.

Ejemplo V

Se mezclaron completamente a fondo 45,4 klgs de Nylon 11 adsorbente de poliamida en polvo (Brinkmann Instruments, Inc.), 29,5 kgs de polipropileno en polvo fino y 59,1 litros de alcohol de etilo y se revistió sobre película de polietileno para obtener un espesor seco de poco más o menos 1,016 mm. Despues de calentar la película durante cinco minutos a 130°C. el revestimiento se pegó firmemente al soporte y resistió la abrasión. una muestra de la película separó la mezcla de colores Desaga de ensayo después del revelado por diez minutos, usando cetona de isobutilo metílica como disolvente.

Ejemplo VI

Se mezclaron completamente a fondo 45,4 kgs de óxido de aluminio (alúmica AG7, Bio-Rad Laboratories), 18,1 kgs de polipropileno en polvo fino y 54,4 litros de alcohol de etilo y se revistió sobre papel revestido con polipropileno para obtener un espesor seco de poco más o menos 0,127 mm. El revestimiento seco entonces se calentó a 130°C. El elemento cromatográfico así formado separó la mezcla de colorantes standard Brinkmann de ensayo, usando tolueno como disolvente revelador, en cuatro minutos.

343572



Ejemplo VII

Se mezclaron completamente a fondo 130 gramos de Nylon 11 en polvo, 32 gramos de polietileno en polvo fino, 32 gramos de polipropileno en polvo fino y 250 ml. de alcohol de etilo y se revistió sobre papel revestido con polipropileno para obtener un espesor seco de 10 milipulgadas. El revestimiento entonces se secó y calentó durante cinco minutos a 120°C., dando como resultado una capa porosa adherente. Usando metanol como disolvente revelador, se separó en cuatro minutos una mezcla de dos colorantes (colores rojo y azul para alimentos suministrados por la R.T. French Company).

Ejemplo VIII

Se hizo una solución pastosa de 50 gramos de adsorbente de celulosa no substituída normal en polvo fino (Celulosa MN300, Brinkmann Instruments, Inc.), 80 gramos de polipropileno y 100 ml. de alcohol de etilo y se revistió sobre un soporte claro de polietileno. El revestimiento se secó y calentó por cinco minutos a 120°C. Una muestra del revestimiento fué probada con una mezcla de dos colorantes de alimentos como en el Ejemplo VII. Los colorantes fueron separados en cuatro minutos usando metanol como disolvente revelador.

Ejemplo IX

Se mezclaron completamente a fondo 150 gramos de sílice gelatinosa en polvo fino, 100 gramos de copolímero metacrilato estireno-metilo en polvo fino y 470 ml. de alcohol de etilo y se revistió sobre un soporte de película de polipropileno. El revestimiento se calentó, después de la remoción del disolvente, en un

343572 29



horno a 115°C. por cuatro minutos. El revestimiento resultante separó satisfactoriamente la mezcla de colorante standard de ensayo, en cinco minutos.

Ejemplo X

Se mezclaron 50 gramos de adsorbente de celulosa no substituída normal en polvo fino, 70 gramos de polietileno en polvo fino, 225 ml. de alcohol de metilo, y 150 ml. de alcohol de isopropilo y se revistió sobre un soporte de película de polipropileno. El revestimiento se curó después de la remoción del disolvente calentán-
10 dolo en un horno por cinco minutos a 150°C. El revestimiento resultante separó satisfactoriamente la mezcla de colorante standard de prueba en 10 minutos.

Ejemplo XI

Se mezclaron completamente a fondo 130 gramos de Nylon 11 en polvo, 70 gramos de ácido poliacrílico en polvo fino, 225 ml. de benceno, y 150 ml. de tolueno y se revistió sobre un soporte de película de polipropileno. El revestimiento se calentó después de la remoción del vehículo líquido en un horno durante cinco minutos a 130°C. El revestimiento resultante separó satisfactoria-
20 mente la mezcla de colorante standard de ensayo, en 10 minutos.

Ejemplo XII

Se mezclaron completamente a fondo 150 gramos de sílice gelatinosa en polvo fino, 100 gramos de resina de polimetacrilato en polvo fino, 470 ml. de alcohol de etilo y se revistió sobre papel revestido con polipropileno. El revestimiento se secó y calentó



343572

en un horno a 125°C., por 8 minutos. El revestimiento resultante separó satisfactoriamente la mezcla de colorante standard de ensayo, en cinco minutos.

Ejemplo XIII

Se mezclaron completamente a fondo 80 gramos de sílice gelatinosa en polvo fino, 50 gramos de resina de cloruro de polivinilo en polvo fino, 225 ml. de alcohol de etilo y 150 ml. de alcohol de isopropilo y se revistió sobre papel revestido con polipropileno. El revestimiento se secó y calentó en un horno a 125°C. por cinco minutos. El revestimiento resultante separó satisfactoriamente la mezcla de colorante standard de ensayo, en cinco minutos.

Ejemplo XIV

Se mezclaron completamente a fondo 80 gramos de sílice gelatinosa en polvo fino, 40 gramos de polietileno en polvo, 265 ml. de alcohol de etilo, y 140 ml. de agua y se revistió sobre película de terftalato de polietileno sin subcapa. El revestimiento se calentó a 115°C. por cinco minutos, se enfrió a la temperatura del local y se despegó de la película de terftalato de polietileno. Este revestimiento era tan flexible como los revestimientos anteriores y separó satisfactoriamente la mezcla de colorante standard, en diez minutos.

Ejemplo XV

Una solución pastosa conteniendo 150 gramos de celulosa microcristalina, 9,4 gramos de polietileno en polvo, y 53 gramos de 1,1,1-tricloroetano fué revestida sobre una película transparente



343572

de polipropileno de un espesor seco de 10 milipulgadas. Entonces, el disolvente fué evaporado de la película dejando un elemento cromatográfico poroso y adherente. Usando el metanol como disolvente revelador, se separó una mezcla de dos colorantes para alimentos, como se describió en el Ejemplo VII, en cuatro minutos.

Esta técnica de fundir el disolvente para obtener una capa porosa es útil, pero hay que encontrar el disolvente apropiado para ablandar, y no disolver, las partículas poliméricas de modo que, al secarse, las partículas adsorbentes se adhieran al polímero y la capa permanezca porosa.

10

Ejemplo XVI

Se mezclaron completamente a fondo 100 gramos de alúmina neutra, 65 gramos de polietileno en polvo y 115 ml. de alcohol de etilo y la suspensión se revistió sobre papel revestido con polipropileno. Después de evaporar el alcohol, el revestimiento se sometió a un rocío de 1,1,1-tricloroetano por dos minutos. Después, el revestimiento se secó. El revestimiento fué probado como en el Ejemplo XV y se encontró que separó los colorantes de alimentos en cuatro minutos.

20

Ejemplo XVII

Se añadieron 80 gramos de sílice gelatinosa en polvo fino a un látex de 40 por ciento de poliestireno en agua, y se mezclaron completamente a fondo. La mezcla entonces fué revestida sobre papel revestido con polietileno y se secó. El revestimiento resultante se calentó a 125°C. por cinco minutos, después se enfrió a



la temperatura del local. El elemento cromatográfico separó satisfactoriamente la mezcla de colorante standard de ensayo, en cinco minutos.

Ejemplo XVIII

Se repitió el ejemplo XVII excepto que se usó un látex de 45 por ciento de cloruro de polivinilideno en agua. El resultado fué esencialmente el mismo del Ejemplo XVI.

Ejemplo XIX

Se hizo una solución pastosa de 100 gramos de alúmina neutra, 44 micras de abertura de malla y 65 gramos de polvo de polietileno, 44 micras de abertura de malla en 115 ml. de alcohol de etilo y la suspensión se revistió sobre la superficie de polietileno de un soporte compuesto de poliolefina-poliéster, que consistía en una capa de 0,178 mm de espesor de polietileno laminada a una capa de 0,178 mm de espesor de un terftalato de polietileno. El alcohol se dejó evaporar, y despues el revestimiento se curó por cinco minutos a 125°C, lo que dió como resultado una capa firmemente adherente y porosa. El revestimiento se probó como en el Ejemplo I con buenos resultados equivalentes.

Ejemplo XX

Es posible usar resinas naturales o sintéticas que se ponen pegajosas cuando hacen contacto con agua como resultado de ser solubles en agua o ablandables en agua (llamadas gomas o mucilagos solubles en agua), para formar partículas ligadoras para la práctica de la invención. Las hojas cromatográficas resultantes

343572

29



se pueden usar ventajosamente en la cromatografía de capa fina con soluciones de disolventes orgánicos. Así, pues, es posible emplear varios almidones, v.g. de maiz, patata, raíces de taro, algarrobo, mucilagos y gomas solubles en agua, como la gelatina, tragacanto, karaya, acacia, ácidos alginicos y derivados, hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxietilcarboximetilcelulosa, ácido polimetacrílico, alcohol polivinílico, flalato acetato de celulosa y materiales similares. Estos materiales resinosos son duros, fuertes y sólidos en una condición seca y se pueden moler para obtener partícula del tamaño apropiado para uso en la práctica de ésta invención. La cohesión de las partículas de resina y la adhesión al soporte y a las partículas adsorbentes se puede realizar mojando ligeramente la superficie. Por ejemplo, se puede hacer una solución pastosa de polvos granulares del adsorbente y un ligador de almidón o goma arábiga, y revestirse partiendo de un deslavador como el de Stoddard. Despues de la remoción del líquido portador, la necesaria adhesión se puede lograr mediante el tratamiento con un rocío con agua caliente, o la aplicación de una solución acuosa de alcohol, v.g. solución de etanol enagua al 30 por ciento.

Ejemplo XXI

Se mezclaron completamente a fondo 10 gramos de almidón de algarrobo molido a una partícula de tamaño de 5-10 micras con 85 gramos de alúmina de partícula de tamaño de 10-25 micras y se hizo una solución pastosa en 200 cc. de ligroína y se revistió a un espesor seco de 0,127 mm sobre película celulosa con



343572

subcapa. La ligroína fué removida secando con aire forzado a 95°F. y el revestimiento se fijó mediante tratamiento con rocío de solución de isopropanol al 30 por ciento en agua. Se obtuvo un revestimiento de buena resistencia mecánica con fuerte unión al soporte. Este se usó en una separación cromatográfica de una mezcla de tres colorantes (rojo sudan amarillo y azul de indofenol) disolviendo en benceno.

Ejemplo XXII

Se mezclaron completamente a fondo 25 gramos de hidroxietilcelulosa (diámetro promedio de 5-10 micras) con 250 gramos de sílice gelatinosa (diámetro promedio de 10-25 micras), en solución pastosa con 320 ml, de kerosina desinfectada y se revistió sobre un soporte de película celulósica con subcapa de hidroximetilcelulosa. La portadora de líquido fué removida en un secador de aire caliente a 60°C, y el revestimiento fué estabilizado enfriandolo a 1,7°C, y después pasandolo por una recámara conteniendo aire saturado con vapor de agua a 49°C.

El agua que se condensó en el revestimiento ablandó los gránulos de hidroxietilcelulosa y la subcapa lo suficiente para promover buena adhesión al soporte y para formar un revestimiento de resistencia mecánica adecuada. La hoja resultante se usó en la separación cromatográfica de la mezcla de colorantes del Ejemplo XXI. Se obtuvo buena separación.

De la descripción anterior y de los ejemplos, es claro que la presente invención provee elementos cromatográficos que se pueden



343572

pre-revestir de acuerdo con normas exactas y reproducibles en condiciones de producción en masa. Después, las hojas se pueden almacenar o transportarse fácilmente sin tener que tomar precauciones detalladas y sin temor a dañarlas.

Los elementos de la presente invención tienen esencialmente todas las ventajas de los elementos cromatográficos de capa fina libres de ligador sobre placa de vidrio, en los cuales el adsorbente es meramente depositado sobre un soporte de placa de vidrio sin un ligador, evitando además las serias desventajas de tales elementos cromatográficos libres de ligador.

10

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América con fecha 1 de Agosto de 1.966 con el número 569.441 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

29 JUL



343572

Reivindicaciones

1. Un método de preparar un elemento cromatográfico comprendiendo mezclar conjuntamente un adsorbente cromatográfico finamente dividido, un ligador resinoso de partículas finas y un líquido, líquido que es de tal clase que el adsorbente y/o la resina son parcialmente disueltos en él, cuando más; revestir la mezcla resultante sobre un soporte, secar la mezcla, y, si es necesario, ablandar las superficies de las partículas de la resina para formar una capa coherente.
2. Un método como en la reivindicación 1 en el cual el ablandamiento de las partículas de resina se hace con calor.
3. Un método como en la reivindicación 2 en el cual la capa es ligada al soporte calentando dicho elemento a una temperatura entre 100°C. y 175°C.
4. Un método como en la reivindicación 1, 2 o 3, en el cual el ligador es una poliolefina termoplástica.
5. Un método como en la reivindicación 1, en el cual las partículas de la resina son ablandadas aplicándoles un disolvente en una cantidad y durante un tiempo suficiente para fundir las superficies, y el disolvente entonces es eliminado.
6. Un método como en la reivindicación 5, también comprendiendo despegar la capa coherente de su soporte.

**343572**

7. Un método como en la reivindicación 1, 2 o 3 en el cual el ligador resinoso de partículas finas es la fase dispersa de un látex resinoso.
8. Un método como en la reivindicación 1 en el cual el ligador resinoso es un material que se pone pegajoso cuando hace contacto con el agua y las superficies de las partículas de la resina son ablandadas aplicándoles agua.
9. Un método como en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual el soporte es una película de terftalato de polietileno.
10. Un método como en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual el adsorbente cromatográfico es alúmina, sílice gelatinosa, quiselgur, polvo de poliamida o polvo de celulosa.
11. Un método como en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 y 7 a 10, también comprendiendo despegar la capa coherente de su soporte.
12. Un método de preparar un elemento cromatográfico comprendiendo (a) mezclar un adsorbente cromatográfico finamente dividido con un ligador de resina de partículas finas en la presencia de un líquido que no es un disolvente para el adsorbente o ligador de resina, (b) revestir la mezcla sobre un soporte, (c) secar la mezcla y (d) ablandar las superficies de las partículas de dicha resina para formar una capa coherente.



343572

13.- Un método de preparar un elemento cromatográfico comprendiendo (a) mezclar un adsorbente cromatográfico con resina particulada en la presencia de un disolvente parcial para la resina, (b) revestir la mezcla sobre un soporte, y (c) remover el disolvente parcial.

14.- Un método de preparar un elemento cromatográfico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

29 JUL 1968

P. A.

Alfredo de la Haza

1.7.68

A. A. B.



343572

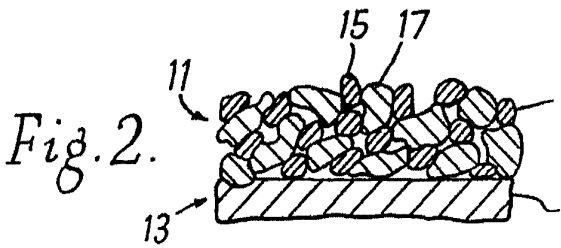
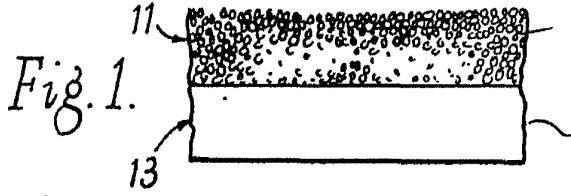
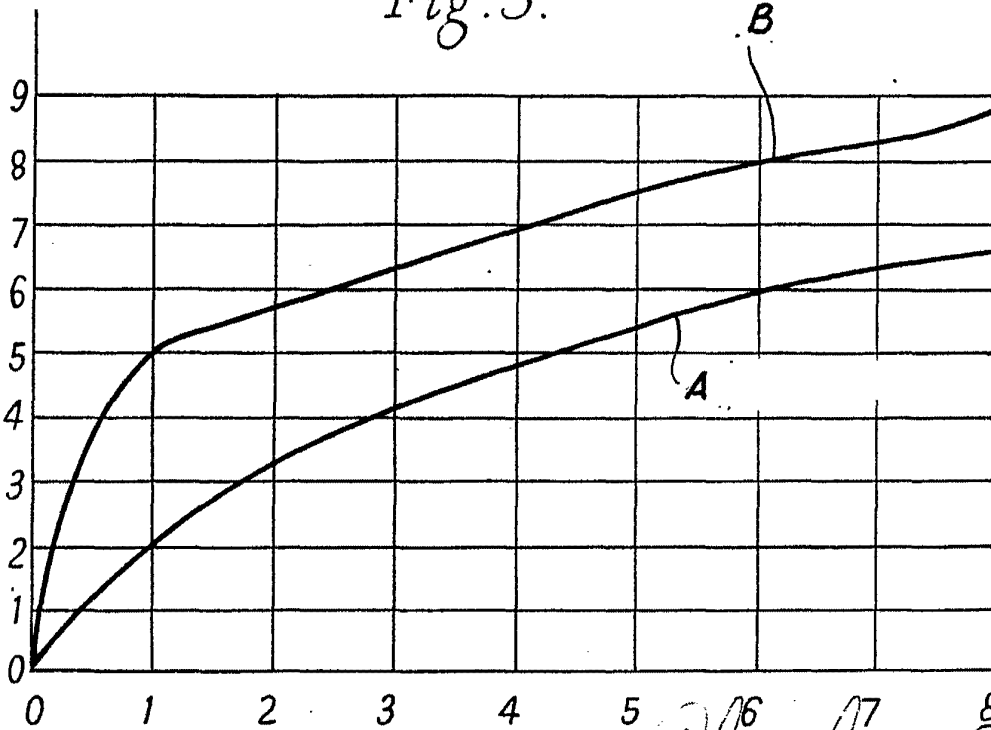


Fig. 3.



Alfred Eastman
Inventor of the
Kodak Process