

143452

MEMORIA DESCRIPTIVA

KALLE & Co, Aktiengesellschaft.- WIESBADEN-BIEBRICH (Alemania).

143452



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

para "Un procedimiento para la preparación de capas sensibles a la luz"-----

a favor de: KALLE & C^o, Aktiengesellschaft, de nacionalidad y residencia alemanas.

MEMORIA DESCRIPTIVA

Hasta ahora en la diazotipia sólo unos pocos grupos de diazocombinaciones se han mostrado adecuados. En primer lugar, entran hoy en consideración las oxi- y las aminodiazo-combinaciones y sus productos de substitución. Son a su vez
5 contadas las diazocombinaciones de estos grupos que han encontrado empleo práctico, porque las exigencias para las cualidades de las capas sensibles a la luz y de las imágenes han aumentado. Junto con la estabilidad y la sensibilidad a la luz de las capas obtenidas con las diazocombinaciones se de-
10 sea la estabilidad, la insensibilidad a los ácidos y la solidez a la luz de los mariones acabados. Las diazocombinaciones deben estar lo más intensamente coloreadas posible a fin



de que pueda seguirse bien el proceso de copia. Además deben
permitir la obtención de tonalidades determinadas, especial-
15 mente tonalidades oscuras, pardas y negras. Las diversas
diazocombinaciones muestran en grado distinto las varias cua-
lidades deseadas, por lo que según el fin de empleo se pre-
fiere tal o cual diazocombinación, y así en la práctica se
emplean un gran número de diazocombinaciones que siempre ne-
20 cesita ser completado.

Se ha descubierto ahora que las diazocombinaciones que
tienen un anillo hidratado nitrogenado que está condensado
con el núcleo bencénico que lleva el diazogrupo son excelen-
tes para obtener capas sensibles a la luz. Así por ejemplo
25 con diazocombinaciones derivadas de las quinolinas hidrata-
das se obtienen capas muy sensibles a la luz y fuertemente
coloreadas, que en combinación con los azocomponentes usua-
les dan imágenes de trazos oscuros. Esto era sorprendente
porque las aminoquinolinas no hidratadas solamente dan diazo-
30 combinaciones inservibles para la diazotipia, ya que son sus-
ceptibles de descomponerse, no se decoloran completamente y
dan tonalidades poco convenientes. Las diazocombinaciones
de los indoles y carbazoles hidratados se comportan de aná-
loga manera que las diazoquinolinas hidratadas.

35 Son perfectamente adecuadas las combinaciones en las
que el nitrógeno del anillo hidratado está substituído por
un grupo acilo, alquilo, aranquilo, arilo, ciclohexilo y
especialmente bencilo. Pero también han dado buenos resul-
tados las combinaciones secundarias, especialmente aquéllas



40 en las que el átomo de carbono vecino al nitrógeno no está
substituído por oxígeno. Preferentemente se emplean combi-
naciones en las que el diazogrupa se encuentra en posición
"para" con relación al nitrógeno del anillo hidratado. El
núcleo que contiene el diazogrupa puede también contener
45 grupos de substitución, por ejemplo grupos halogenados o
alcoxílicos. Las aminas que sirven de materia prima para
las nuevas diazocombinaciones pueden obtenerse por los mé-
todos en sí mismos conocidos. Convenientemente se preparan
copulando las quinolinas, los indoles y los carbazoles hi-
50 dratados con diazocombinaciones, por ejemplo ácido sulfáni-
lico diazoado, y reduciendo a continuación los colorantes
formados. Las aminas hidratadas obtenidas de esta manera
se diazoan luego del modo en sí mismo conocido.

Las diazocombinaciones pueden aplicarse solas o conjun-
55 tamente con un diazocomponente. A las capas o imágenes pue-
den incorporarse sales metálicas, tiourea y otros aditamen-
tos tal como han sido empleados hasta ahora en la diazoti-
pia. El revelado de las imágenes se efectúa en la forma co-
nocida, mediante vapores, por ejemplo de amoniaco, o también
60 mediante vapor de agua o todavía mediante soluciones revela-
doras, según que la diazocombinación se encuentre en la ca-
pa sola o junto con un azocomponente, y en ciertos casos en
presencia todavía de álcali o de materias alcalinas.

EJEMPLO 1

35 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la
65 diazocombinación derivada de la 2', 6'-dicloro-N-bencil-



-1,2,3,4-tetrahidro-6-aminoquinolina, preparada con la tetrahidroquinolina (Ber. 16, pág. 728) por doble reacción con el cloruro de diclorobencilo (punto de ebullición del producto de la reacción: 198° a 0,5 - 0,6 mm.), copulación
70 de la base con ácido p-diazobenzolsulfónico, reducción del colorante para transformarlo en aminocombinación y diazoación de la base en la forma usual, se disuelven en 1 litro de agua con adición de

10 gramos de ácido tártrico,
75 10 gramos de ácido bórico,
40 gramos de tiourea,
40 gramos de ácido 1,3,6-naftalintrisulfónico,
10 gramos de sulfato amónico y
15 gramos de sulfato de aluminio,
80 y la solución se aplica sobre papel. Los mariones obtenidos después de la iluminación se revelan con una solución de

10 gramos de sosa,
40 gramos de fosfato trisódico,
20 gramos de bórax,
85 80 gramos de tiosulfato,
3,6 gramos de floroglucina anhidra y
2 gramos de resorcina

en 1 litro de agua.

Se obtienen mariones de brazos negroazulados.

90 En lugar de la diazocombinación derivada de la 2', 6'-dicloro-N-bencil-6-aminotetrahidroquinolina, también puede emplearse la diazocombinación derivada de la N-bencil-6-ami-



notetrahidroquinolina.

EJEMPLO 2

31 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la
95 diazocombinación derivada de la N-bencil-1,2,3,4-tetrahidro-3-
oxi-6-aminoquinolina se disuelven en 1 litro de agua con los
aditamentos del ejemplo 1 y se sacan los mariones del modo
usual. Con el revelador del ejemplo 1 se obtienen tonalida-
des azulnegras.

100 En lugar de la citada diazocombinación pueden emplear-
se las diazocombinaciones derivadas de la N-bencil-1,2,3,4-
tetrahidro-3-oxi-5-metil-6-aminoquinolina, de la N-bencil-
-1,2,3,4-tetrahidro-3-oxi-5-cloro-6-aminoquinolina y de la
N-bencil-1,2,3,4,tetrahidro-3-oxi-5-etoxi-6-aminoquinolina,
105 así como de la 2', 6'-dicloro-N-bencil-1,2,3,4-tetrahidro-3-
oxi-6-aminoquinolina.

Según la velocidad de la copulación de estos diazocom-
ponentes es conveniente variar la cantidad de álcali en el
revelador indicado en el ejemplo 1. De esta manera se ob-
110 tienen en todos los casos tonalidades oscuras profundas.

Las diazocombinaciones empleadas según el ejemplo 2 se
obtienen por copulación de la correspondiente 1,2,3,4-tetrahi-
dro-3-oxiquinolina con ácido sulfanílico diazoado, y reduc-
ción del azocolorante para transformarlo en las correspon-
115 dientes tetrahidro-3-oxi-6-aminoquinolinas, las cuales pue-
den diazocarse en la forma usual.

En los casos en que la copulación con ácido diazoben-
zolsulfónico falle, da buen resultado la introducción de los
aminogrupos pasando por la combinación nitrosada.



EJEMPLO 3

120 Se aplica sobre el papel una solución de 31 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la diazocombinación derivada de la N-benzoil-1,2,3,4-tetrahidro-6-aminoquinolina y los aditamentos del ejemplo 1 en 1 litro de agua. Por el revelado se obtienen mariones de trazos de color pardo oscuro.

125

La diazocombinación se prepara partiendo de la tetrahidroquinolina, la cual es transformada en la combinación benzoilada. Por nitración en ácido acético glacial con ácido nítrico (densidad) = 1,41) se obtiene un cuerpo nitrado bien cristalizado, el cual reducido con polvo de cinc y ácido clorhídrico alcohólico se transforma en la aminocombinación. Esta puede diazoarse en la forma usual. En lugar de la diazocombinación derivada de la N-benzoil-tetrahidroaminoquinolina puede emplearse la diazocombinación derivada de la N-benzoil-1,2,3,4-tetrahidro-5,8-dietoxi-6-aminoquinolina, la cual puede obtenerse partiendo del 1-amino-2,5-dietoxibenzol por condensación cíclica por el método de Skraup, hidratación y subsiguiente nitración del producto benzoilado, reducción y diazoación.

130

135

EJEMPLO 4

140 31 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la diazocombinación derivada de la N-bencil-1,2,3,4-tetrahidro-3-oxi-6-aminoquinolina se disuelven en la cantidad equivalente de sal R, y el conjunto se aplica sobre el papel.



Por el revelado con gas amoníaco pueden obtenerse mariones de trazos violadoazules oscuros.

EJEMPLO 5

145 En lugar de la diazocombinación citada en el ejemplo 1 también pueden utilizarse, con los mismos aditamentos, 33,8 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la diazocombinación derivada del 5-amino-2-metil-N-bencil-2,3-dihidroindol. Si los mariones se revelan con el mismo revelador
150 del ejemplo 1, se obtienen dibujos de trazos más pardonegros.

EJEMPLO 6

10 gramos de ácido cítrico,
10 gramos de ácido bórico,
40 gramos de tiourea,
40 gramos de ácido naftalin-1,3,6-trisulfónico,
155 20 gramos de sulfato amónico y
34,2 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la diazocombinación derivada del 5-amino-2-metil-N-2'6'-diclorobencil-2,3-dihidroindol

se disuelven en 1 litro de agua y se aplican sobre el papel. Como revelador para este papel puede servir una solución que por litro de agua contenga los siguientes componentes:

160 10 gramos de sosa,
40 gramos de fosfato trisódico,
20 gramos de bórax,
80 gramos de tiosulfato,
2 gramos de dihidroresorcina y
165 3,6 gramos de floroglucina (anhidra)



Se obtienen mariones de trazos pardos.

EJEMPLO 7

Si en lugar de la diazocombinación del ejemplo 6 se emplean 34,8 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la diazocombinación derivada del 5-amino-2,3-dimetil-N-bencil-2,3-dihidroindol se obtienen, con el revelador del ejemplo 1, tonalidades más pardonegras.

EJEMPLO 8

15 gramos de ácido tártrico,
5 gramos de ácido bórico,
40 gramos de tiourea,
175 40 gramos de ácido 1,3,6-naftalindrisulfónico,
5 gramos de sulfato amónico,
5 gramos de sulfato sódico,
15 gramos de sulfato de aluminio,
3,6 gramos de floroglucina (anhidra),
180 2,5 gramos de orcina y
32 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la diazocombinación derivada del 6-amino-9-etilhexahidrocarbazol

se disuelven en 1 litro de agua, y luego se aplican sobre una base adecuada. Después de la iluminación debajo del original los mariones se revelan con amoníaco, obteniéndose trazos de color negropardo.

Las diazocombinaciones citadas en los anteriores ejemplos, pertenecientes a las series del dihidroindol y del car-



bazol, se obtienen partiendo de los indoles preparados del modo usual, por reducción adecuada (por ejemplo con estaño y ácido clorhídrico), subsiguiente alquilación o aralquilación de los indoles hidratados y copulación de estas combinaciones con una diazocombinación o por nitrosación y reducción de los colorantes o combinaciones nitrosadas para obtener las correspondientes aminobases hidratadas y subsiguiente diazoación.

EJEMPLO 9

Se prepara papel con una solución de 3 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la diazocombinación derivada de la 2-oxo-1,2-dihidro-4-metil-5,8-dietoxi-6-aminoquinolina y 1,5 gramos de ácido cítrico en 100 centímetros cúbicos de agua. Con este papel se sacan mariones en la forma usual, revelándolos por vía semihúmeda. La citada diazocombinación se prepara partiendo de la anilida del ácido 2,5-dietoxiacetacético por condensación cíclica en presencia de ácido sulfúrico concentrado y nitración del producto de condensación. La elaboración ulterior para obtener la diazocombinación puede hacerse en la forma usual. En lugar de la diazocombinación citada puede emplearse la diazocombinación de la 2-oxo-1,2-dihidro-4-fenil-5,8-dietoxi-6-aminoquinolina obtenida partiendo del producto de condensación de la anilida del ácido 2,5-dietoxi-benzoilacetacético.

EJEMPLO 10

25 gramos de la sal doble de cloruro de estaño de la



- diazocombinación derivada de la 2,2,4-trimetil-tetrahidro-6-aminoquinolina, preparada partiendo de la 2,2,4-trimetil-tetrahidro-quinolina (Ber.d.dtsch.chem.Ges., tomo 65, página 1520; véase también el trabajo de P. Kalnin, Ann. 523, cuaderno 2, página 118) por copulación con ácido sulfanílico diazoado, reducción del colorante formado a aminocombinación y diazoación de esta base en la forma usual, se disuelven en 1 litro de agua con adición de
- 220 14 gramos de ácido bórico,
 27 gramos de sulfato de aluminio,
 22 gramos de tiourea
 17 gramos de ácido 1,3,6-naftalintrisulfónico y
 4 gramos de resorcina,
- 225 y esta solución se extiende sobre el papel. Después de la iluminación del papel debajo del original se revela con gas amoníaco. La imagen formada que al principio es rojiza vi-
ra, después de un tratamiento muy breve con vapor, a una bella tonalidad fotográfica pardo cálida.

N O T A

- 230 Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA:
- 1.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento para la preparación de capas sensibles a la luz, caracterizado por el hecho de emplear como materias sensibles a la luz diazocombinaciones que contienen un anillo hidratado nitrogenado que está condensado con el núcleo bencénico que lleva el diazogrupa, tales como por ejemplo
- 235 diazocombinaciones de quinolinas, indoles o carbazoles hi-



dratados.

240 2.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento para la preparación de capas sensibles a la luz, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el diazogrupo se encuentra en posición "para" con relación al nitrógeno del anillo hidratado.

245 3.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento para la preparación de capas sensibles a la luz de conformidad con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que el nitrógeno del anillo hidratado está substituído por un radical bencílico.

250 4.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento para la preparación de capas sensibles a la luz de conformidad con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que el núcleo bencénico que lleva el diazogrupo está substituído por un grupo alcofílico.

255 5.- La propiedad y la explotación exclusiva del objeto de la patente, sean cuales fueren las circunstancias que concurren con su esencialidad definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:

"Un procedimiento para la preparación de capas sensibles a la luz".

Consta la pre-



- 12 -

sente memoria de doce hojas foliadas, escritas por una sola
cara.

Barcelona, 10 de Noviembre de 1936.

P. p. de: KALLE & Co, Aktiengesellschaft,

J. BONET DEL RIO

P. P.

Juan Passana