

148880



148880

Memoria Descriptiva  
de la  
Patente de Invención

que por 20 años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de KALLE & CO. AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad alemana, domiciliada en WIESBADEN-BIEBRICH (Alemania), por : "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CALCOS HELIOGRAFICOS". - - - - -

Memoria descriptiva

5 En la producción de calcos heliográficos mediante compuestos diazoicos se emplean, por regla general, compuestos diazoicos copulativos, eventualmente junto con componentes azoicos, para obtener calcos positivos. Además se conoce un procedimiento que aplica productos diazoicos foto-sensibles que no son capaces de copulación, o sea los llamados diazosulfonatos. Estos compuestos, más precisamente los arildiaso-N-sulfonatos, resultan de la reacción de compuestos de diazenio con sulfitos, por ejemplo sulfito sódico. Utilizando los mencionados diazosulfonatos y procediendo según los métodos hasta ahora conocidos, se obtienen, empero, de un calco positivo sólo copias negativas.

10



El presente invento se refiere a un procedimiento en el que los mencionados diazosulfonatos se emplean para la producción de copias positivas. Comparado con los otros métodos de la diazotipia que hasta ahora se han realizado en la industria, el nuevo procedimiento se distingue por el hecho notable de que el desarrollo se efectúa de un modo muy sencillo sin recurrir a soluciones o gases alcalinos.

Según el presente invento se utilizan capas foto-sensibles que contienen un diazosulfonato sensible a la luz junto con un componente copulativo. Tal material se expone primero a la luz debajo del original, por lo que el diazosulfonato queda destruido en los sitios impresionados. Luego el material se desarrolla por calentamiento, formándose un colorante en los sitios no expuestos a la luz.

Procediendo según el presente invento se debe cuidar de que los compuestos diazoicos copulativos que pueden formarse intermediariamente durante la destrucción de los diazosulfonatos por la acción de la luz, no encuentren ocasión de acoplarse con los componentes azoicos presentes en el material heliográfico, puesto que tal copulación causaría una coloración indeseable del fondo de las fotocopias obtenidas. Se puede impedir la formación de un colorante durante la exposición a la luz, por una selección adecuada del diazosulfonato o por ajustamiento apropiado del valor pH de la capa foto-sensible.

Se utilizan con preferencia los N-sulfonatos de compuestos diazoicos que poseen un poder copulativo relativamente débil, por ejemplo los N-sulfonatos de compuestos diazoicos que se acoplan con la floroglucina sólo en medio alcalino, pero no en medio neutro o ácido. También es deseable que los compuestos diazoicos copulativos, de los



50

55

60

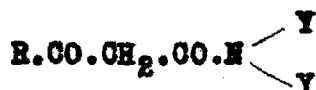
65

70

75

cuales se derivan los diasulfonatos, posean una gran sensibilidad a la luz. Así, por ejemplo, se prestan diasulfonatos que se derivan de compuestos paraaminodiazocios de la serie del bencol que contienen grupos alquílicos como substituyentes de uno o ambos átomos de hidrógeno del grupo amínico. Como grupos alquílicos pueden figurar, por ejemplo, grupos metílicos, etílicos, propílicos y también isopropílicos. También puede ser substituido un átomo de hidrógeno por un grupo alquílico, el otro por un grupo aralquílico, por ejemplo un grupo bencílico. Por regla general, empero, se muestran más apropiados los N-sulfonatos de compuestos para-dialquilaminobenzoldiazocios. Los mejores resultados han dado compuestos del tipo que acabamos de indicar que contienen en la posición orto respecto al grupo de diasulfonato un grupo alcoxí, por ejemplo un grupo metoxi o etoxi.

Como componentes azoicos se prestan, ante todo, compuestos de un poder copulativo muy enérgico. Un criterio del poder copulativo es, por ejemplo, el comportamiento de los componentes copulativos frente al compuesto diazoico obtenido del 1-benzolamino-2, 5-dietoxi-4-aminobenzol. Los componentes azoicos que entran en copulación con dicho compuesto diazoico ya en medio neutro o aún en medio ácido, pueden ser considerados como componentes azoicos de un poder copulativo muy enérgico. Especialmente bien se presta, por ejemplo, la floroglucina. También la resorcina se muestra muy útil. Buenos resultados se obtienen también mediante la anilida del ácido acetacético u otros componentes azoicos que se derivan de la fórmula siguiente



en la que R representa un grupo alquílico o arílico, mien-

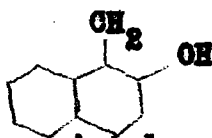


tras que X e Y significan hidrógeno, alquilo o arilo. Tam-  
 bién son apropiados la 3-metil-5-pirazolona y otros deri-  
 vados copulativos de pirazolona. Además son utilizables  
 los naftoles que llevan en el núcleo conteniendo el grupo  
 hidroxifenólico además un grupo alquílico con un grupo bá-  
 sico como substituyente. Un compuesto de esta clase es,  
 por ejemplo, el 1-dimetilaminometil-8-naftol:

80



85



Componentes azoicos igualmente útiles están indicados en  
 la patente alemana núm. 651 145.

Las capas foto-sensibles utilizadas según el presen-  
 te invento pueden contener los aditamentos usuales en la  
 diasotipía. Así se puede agregar a las capas alcoholes  
 plurivalentes como son la glicerina o el glicol, la urea,  
 tiourea o tiosinamina. Por tal aditamento se modifican en  
 algo las propiedades de los materiales heliográficos, por  
 ejemplo su sensibilidad a la luz y la velocidad del desa-  
 rrollo. Una influencia muy favorable provoca el aditamen-  
 to de un ácido muy débil, por ejemplo de ácido bórico, au-  
 mentándose por él la estabilidad de los materiales helio-  
 gráficos. Una influencia similar a la del ácido bórico e-  
 jercen sales debilmente ácidas, por ejemplo fosfato pri-  
 mario de sodio. No es recomendable agregar sustancias más  
 ácidas o sustancias de reacción alcalina, puesto que ta-  
 les agregados disminuyen, por regla general, la estabili-  
 dad de las capas. Eventualmente se puede agregar a las ca-  
 pas también las sales neutras de ácidos débiles, volátiles  
 en el calor, como son el ácido fórmico o acético. Así, por  
 ejemplo, se puede aumentar la velocidad del desarrollo del  
 material, adicionando a la capa acetato o formiato de cinc.

90

95

100

105



110

Dicho aumento de la velocidad se debe probablemente al hecho de que las sales mencionadas ceden ácido por la actuación del calor al desarrollar los materiales heliográficos, formándose óxidos o compuestos básicos que aceleran el desarrollo. Ventajoso es agregar al material fotosensible una pequeña cantidad de bisulfito sódico, adicionando, por ejemplo, a la solución de sensibilización un 0,2 %, aproximadamente, de este compuesto. De esta manera se aumenta la estabilidad del material.

115

120

Los materiales heliográficos descritos se calientan después de ser expuestos a la luz, de modo que se realice una formación de colorante en los sitios no impresionados por la luz. El grado de calentamiento necesario puede averiguarse fácilmente mediante ensayos. Por regla general es preciso calentar el material a una temperatura esencialmente superior a 100° C, por ejemplo de 140-150° C, aproximadamente, para efectuar el desarrollo dentro de un tiempo bastante breve. Un calentamiento notablemente más fuerte no es recomendable, puesto que eso podría causar una deterioración del papel. Se puede suministrar el calor por la actuación de gases o vapores de más de 100° C de temperatura, por ejemplo de aire, vapor de agua o similares, o por la aplicación de rodillos, planchas o dispositivos similares, correspondientemente calentados.

125

130

E j e m p l o s :

135

1) 1,1 grs. del diazosulfonato del 1-dietilamino-4-amino-3-etoxibenzol, 1 gr. de floroglucina, 0,7 gr. de tiourea, 0,7 gr. de tiosinamina y 1 gr. de ácido bórico se disuelven en 50 cm<sup>3</sup> de agua. El papel preparado con la solución obtenida se seca a unos 70° C. Después de ser expuesto a la luz debajo de un original, se desarrolla el papel

148880



140 poniéndolo en contacto con un rodillo giratorio calentado a unos 140° C. Se obtienen copias mostrando líneas de color azul violado oscuro sobre un fondo perfectamente blanco.

145 En lugar del diazosulfonato arriba indicado se pueden utilizar también los diazosulfonatos de otros 1-dialquilamino-3-alkoxi-4-aminobenzoles, por ejemplo del 1-dimetilamino-3-metoxi-4-aminobenzol.

150 2) 1,1 grs. del diazosulfonato de 1-dietilamino-4-amino-3-metoxibenzol, 1 gr. de 3-metil-5-pirazolona, 0,7 gr. de tiourea, 0,7 gr. de tiosinamina y 1 gr. de ácido bórico se disuelven en 50 cm<sup>3</sup> de agua. Con este material se puede obtener, cuando se procede según las indicaciones del ejemplo 1°, calcos con líneas de color rojo obscuro.

155 Utilizando en lugar de la 3-metil-5-pirazolona la anilida del ácido acetacético y procediendo de un modo correspondiente, se obtienen calcos con líneas amarillas.

160 3) 1,5 grs. del N-sulfonato del 1-dietilamino-3-etoxi-4-diazobenzol, 1 gr. de floroglucina, 1,5 grs. de tiourea y 1 gr. de ácido bórico se disuelven en 50 cm<sup>3</sup> de agua. Con esta solución se sensibiliza un papel revestido de una cara con una solución al 10 % de acetato de cinc. El papel se seca a unos 50-60°C y se expone a la luz debajo de un original. A continuación se desarrolla por la actuación de una corriente de aire de unos 140-150° C de temperatura, obteniéndose copias positivas con líneas de color azul obscuro sobre un fondo perfectamente blanco.

165 En lugar del diazosulfonato mencionado se puede también utilizar el diazosulfonato derivado del 1-monoetilamino-2-metil-4-aminobenzol.

170 4) Una solución de 1 gr. del diazosulfonato de 1-dietil-amino-4-aminobenzol, 1 gr. de floroglucina, 1,5 grs.



175 de tiourea y 1 cm<sup>3</sup> de ácido acético al 50 % en 50 cm<sup>3</sup> de agua se aplica sobre un papel preliminarmente preparado con acetato de cinc de la manera indicada en el ejemplo 3°. Una vez expuesto a la luz, se desarrolla el papel por tratamiento con vapor de agua sobrecalentado (a unos 150° C), obteniéndose copias positivas con líneas de color pardo obscuro sobre un fondo blanco.

180 5) 1,5 grs. del diazosulfonato de 1 (N-etil-N-bencilamino)-4-aminobenzol, 1 gr. de floroglucina, 1,5 grs. de tiourea y 1 gr. de ácido bórico se disuelven en 50 cm<sup>3</sup> de agua. La solución se aplica sobre un papel preliminarmente preparado con una solución al 5 % de formiato de cinc adicionada con 1/2 % de nitrato de cobre. El papel fotosensible así obtenido se expone a la luz debajo de un original y se desarrolla de la manera indicada en el ejemplo 3°.

185

#### REIVINDICACIONES

Se reivindican :

190 1). La propiedad y explotación exclusivas de un procedimiento para la obtención de calcos heliográficos positivos con empleo de compuestos diazoicos sin poder copulativo, caracterizado porque un material sensible a la luz conteniendo un diazosulfonato y un componente azoico que al ser expuesto a la luz no forme colorantes, se expone a la luz debajo de un original y se desarrolla después por calentamiento a una temperatura preferentemente superior a 100° C.

195

200 2). Un procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado porque se utiliza un diazosulfonato que se deriva de un compuesto diazoico de una energía copulativa reducida.

3). Un procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2).

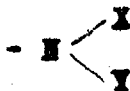


caracterizado porque el diazosulfonato corresponde a la siguiente fórmula general:

205



en la cual Z se encuentra en la posición para respecto al grupo



210

R representa un núcleo de bencol que en caso dado lleva substituyentes, Z un grupo de diazosulfonato, X un grupo alquílico e Y hidrógeno, alquilo o aralquilo.

215

4). Un procedimiento según las reivindicaciones 1), 2) y 3), caracterizado porque el diazosulfonato lleva un grupo alcoxí en la posición orto respecto al grupo de diazosulfonato.

5). Un procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se utiliza un componente asocico de gran energía copulativa.

220

6). Un procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la capa foto-sensible está ajustada ligeramente ácida por ejemplo mediante ácido bórico.

225

7). Un procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, <sup>caracterizado</sup> por el hecho de que la capa foto sensible obtenida contiene, al lado de un componente copulativo de gran energía copulativa, un N-sulfonato de 1-amino-4-diazobencol en el cual a lo menos uno de los dos átomos de hidrógeno del grupo amínico está substituido por alquile.

230

8). Un procedimiento para la obtención de capas foto-sensibles según la reivindicación 7), caracterizado porque el diazosulfonato utilizado contiene un grupo alcoxí en la posición orto respecto al grupo de diazosulfonato.

9). Un procedimiento según las anteriores reivindicaciones

148880

- 9 -



caracterizado por constituir esencialmente :

275

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CALCOS HELIO-  
GRAFICOS ". -----

Consta la presente Memoria descriptiva de nueve hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

Sevilla, 3 de Noviembre de 1979. Año de la Victoria.