

PATENTE DE INVENCION

ILFIC/18

280665



Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento de obtención de un acoplador cromático."

Solicitante: ILFORD LIMITED, entidad inglesa, residente en 23 Roden Street, Ilford, Essex, Inglaterra.

Esta invención se relaciona con fotografía en color y más particularmente con la provisión de nuevos acopladores cromáticos para uso en materiales para fotografía en color, con la producción de tales acopladores y con su empleo.

5.

280665 10 SEP. 1962



-2-

- La mayoría de los modernos métodos de fotografía en color se basan en un procedimiento que puede establecerse genéricamente como sigue. Se usa un material fotográfico que contiene capas de emulsión
5. de haluro de plata sensibles a la luz y superpuestas. Este material se expone para formar en las capas imágenes latentes, correspondientes respectivamente a las respuestas cromáticas principales del asunto original (azul, verde y rojo). El material
 10. expuesto es revelado directamente o siguiendo una técnica de inversión en un denominado revelador cromático, que es muy frecuentemente una diamina de para-fenileno N-sustituída u homólogo de la misma, en presencia de denominadores cromáticos,
 15. que son productos intermedios colorantes que combinan con los productos de oxidación del revelador para formar, in situ con la plata revelada, un tinte de azometina o quinona-imina. El orden de elaboración se ajusta de manera que se forme un tinte
 20. apropiadamente coloreado en cada una de las capas de emulsión. Los acopladores cromáticos pueden hallarse inicialmente presentes en las capas de emulsión o ser sustantivos de las mismas, de manera que una sola operación de revelado determinará la formación del tinte adecuado en cada capa, o bien pueden
 25. revelarse selectivamente las capas usando para cada una un revelador que contenga un adecuado acoplador cromático.
- En el habitual procedimiento de este tipo,
30. el material fotográfico presenta tres capas de



-3-280665

- emulsión que se disponen para registrar selectivamente los aspectos azules, verdes y rojos del tema original, disponiéndose la elaboración de modo que se establezca una imagen de tinte amarillo en la capa registradora del azul, una imagen de tinte magenta en la caja registradora del verde y una imagen del tinte azul en la capa registradora del rojo. Es bien sabido que los tintes formados no son ideales en cuanto a su color y en particular que los tintes magentas, que deben transmitir libremente la luz azul y roja pero absorber por completo la luz verde, de hecho absorben en un grado indeseable particularmente la luz azul. Esto dá lugar a falsificación de valores cromáticos al efectuar impresiones con el material fotográfico en color.
5. Es sabido ya desde hace muchos años que las desventajas de la indeseable absorción del azul por el tinte magenta puede reducirse al mínimo haciendo que el acoplador cromático que forma el tinte magenta sea de color amarillo. En la descripción N° 599.377 se expone un método de producción de una fotografía tricromática substractiva de colores corregidos, en el que la sal de plata se revela en forma de imágenes en tres capas de emulsión sobre un solo soporte, conteniendo respectivamente las capas de emulsión acopladores cromáticos, por medio de un revelador de acoplamiento que dá con tales acopladores cromáticos en la zona de la plata revelada imágenes amarillas, azules y magentas, caracterizándose dicho método porque el acoplador cromático que dá la imagen magenta es de coloración amarilla
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

280665



-4-

- y su sistema de cromóforos es de tal naturaleza que resulta destruido por el revelado de acoplamiento con la producción de la imagen magenta cada vez que tiene lugar el revelado, y el residuo no acoplado de tal acoplador coloreado queda en la capa de emulsión después del revelado de acoplamiento, con lo cual tal residuo no acoplado sirve de imagen correctora de color requerida para ocultar la imagen magenta.
- 5.
10. Por este medio se consigue que la absorción de luz azul por la imagen magenta sea complementada por la absorción de luz azul por el acoplador cromático complementario residual, es decir se produce una absorción substancialmente uniforme de luz azul en todo el área de la capa que soporta la imagen magenta y se elimina, o por lo menos se reduce notablemente, la falsificación del color en la impresión(de otro modo producida por la absorción localizada de luz azul).
- 15.
20. Se han propuesto numerosas variantes y extensiones del procedimiento referido. En la descripción No. 617.247, se propone el empleo de una combinación de acopladores coloreados y sin colorear para asegurar un adecuado equilibrio entre la absorción del azul acoplador cromático residual y la absorción del azul de la imagen magenta.
- 25.
30. En la descripción No. 651.059 se describe un procedimiento que comprende el revelado con un revelador formador de color de un elemento

280665

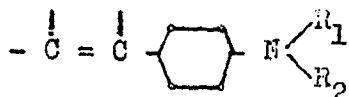
10



-5-

- fotográfico de capas múltiples expuesto, que comprende una base y, superpuestas sobre ella, tres capas de emulsión de haluro de plata diferentemente sensibilizadas, que contienen respectivamente un formador de color azul que no reacciona con aldehídos para dar compuestos coloreados, un formador de color magenta que contiene en su estructura molecular un grupo metileno reactivo, y un formador de color amarillo, que no reacciona con aldehídos para dar compuestos coloreados, y luego el tratamiento del elemento fotográfico con un aldehído aromático de la serie del benceno o naftaleno, que contenga por lo menos un grupo auxocrómico, o con un derivado funcional del mismo. Mediante este tratamiento, el formador del color magenta (acoplador cromático), inicialmente incoloro, es convertido en un colorante estirilo de color amarillo.

- En la descripción No. 673.091 se describe un procedimiento que utiliza colorantes estirilos coloreados de amarillo. Estos compuestos son los colorantes amarillos solubles en agua que contienen un grupo de ácido sulfónico o carboxílico, un sustitutivo que hace al colorante de rápida difusión en emulsiones de gelatina, y el grupo



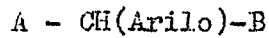
- en el que el núcleo bencénico puede ser sustituido y en el que el átomo de carbono terminal es el átomo de carbono omega de un radical cianoacetilo o forma parte de un núcleo heterocíclico, y en el que por lo menos uno de los radicales R_1 y R_2 es un radical alquílico sustituido con grupos
5. -CN, -COOAlquilo, -NO₂, halógeno, OH, OAlquilo, carboxilo o ácido sulfónico y, cuando sólo uno de los radicales R_1 y R_2 es un radical alquilo, así
10. sustituido, el otro radical es un radical hidrocarburo sustituido o sin sustituir.

- Estos colorantes estirilos son obtenibles condensando un anilo de un p-sustituido-amino-benzaldehído con un compuesto metilénico reactivo de la serie cianoacética o un compuesto heterocíclico que contenga un grupo metilénico intracíclico reactivo, siendo capaces dichos compuestos de formar colorantes magentas en fotografía en color mediante reacción con reveladores de color. Los compuestos heterocíclicos pueden ser, por ejemplo, compuestos de la serie de la pirazolona.
- 15.
- 20.

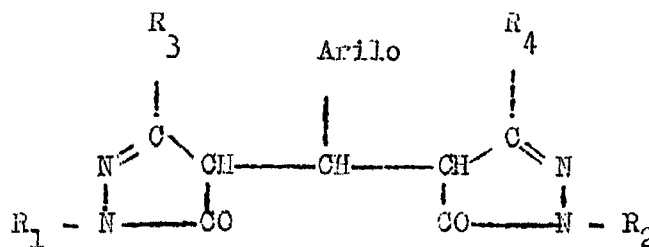
En la descripción N° 786.859 se expone un procedimiento que utiliza de un acoplador cromático incoloro o sustancialmente incoloro de



fórmula



- en la que $-CH(\text{Arilo})-$ es el residuo de un aldehído aromático de la serie del benceno que contiene un grupo auxocrómico en la posición p, y A y B, que pueden ser iguales o diferentes, son los residuos de pirazolonas que de por sí son acopladores cromáticos magentas (es decir compuestos que producen colorantes magentas cuando elementos fotográficos expuestos que los contienen se revelan con un revelador formador de color, por ejemplo la p-N:N-dietilaminosilina), y en la que A, B o el radical arilo contiene por lo menos un grupo de ácido sulfónico o ácido carboxílico.
- Estos compuestos pueden producirse mediante reacción de las adecuadas pirazolonas con oximas de aldehídos aromáticos de la serie del benceno que contengan un grupo auxocrómico en la posición p.
- Los compuestos obtenidos de una oxima de un aldehído aromático y una pirazolona sustituida se representan por la fórmula:



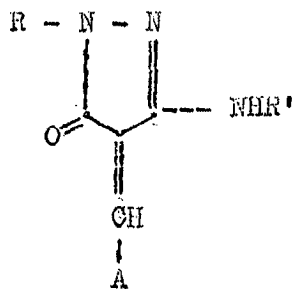


5. en la que Arilo es un núcleo arilo de la serie del benceno que contiene un grupo auxocrómico en la posición p para el grupo $-CH-$, R_1 y R_2 son hidrógeno o arilo, R_3 y R_4 son radicales arilos, alquílos, aminos o aminos sustituidos, y en la que R_1 , R_2 , R_3 , R_4 o el radical Arilo contienen por lo menos un grupo de ácido carboxílico o sulfónico.

10. Los compuestos pueden prepararse también tratando 2 proporciones moleculares de la pirazolona con 1 proporción molecular del aldehído, o calentando 1 proporción molecular del correspondiente colorante estirilo (preparado con proporciones equimoleculares de la pirazolona y el aldehído) con 1 proporción molecular de la pirazolona.

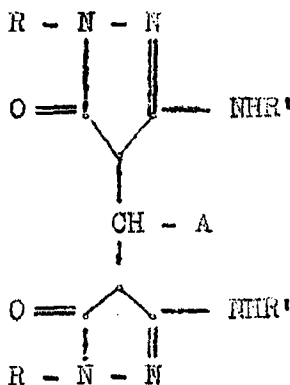
20. Constituye un primer objeto de la presente invención el proporcionar una nueva clase de acopladores cromáticos para la producción de las imágenes de tinte magenta, formando dichos acopladores cromáticos unas pantallas amarillas para dichas imágenes y proporcionando valiosas ventajas respecto a los acopladores cromáticos hasta ahora empleados para este fin.

25. De acuerdo con la presente invención, se establecen, como nueva clase de acopladores cromáticos, compuestos de la fórmula general I:



I

y correspondientes compuestos bis de la fórmula general II:



II

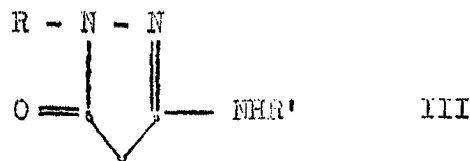
5. donde R y R' son grupos arilos o arilos sustituidos, A es un núcleo arilo de la serie bencénica que contiene un grupo auxocrómico en posición p para el grupo -CH-, conteniendo por lo menos uno de los símbolos R y R' un grupo alquilo de cadena larga. Generalmente, pero no esencialmente, los compuestos contendrán uno o más grupos solubilizadores, por ejemplo grupos de ácido carboxílico o sulfónico. Un citado grupo solubilizador puede hallarse presente en R, R' o A.
- 10.

Se ha observado que, en comparación con los compuestos análogos en los núcleos de pi-



- razolona contienen un sustitutivo 3-alquílico, los nuevos compuestos producen pantallas amarillas de mejorada estabilidad y una inferior densidad de apantallado u ocultación, de manera que mediante su empleo resulta posible una mayor velocidad de impresión. La descripción N^o 786.859 a que antes se hizo referencia expone una clase de compuestos que incluye en líneas generales compuestos de la anterior fórmula general II, pero no describe ningún compuesto específico de tal tipo.

Los compuestos de las fórmulas generales I y II pueden prepararse mediante reacción de una pirazolona de la fórmula III:



- con un aldehído aromático de la fórmula general A-CHO. Para producir un compuesto de fórmula I es preferible usar una molécula-gramo de la pirazolona con una molécula-gramo por lo menos del aldehído, mientras que un compuesto de fórmula II se produce usando dos moléculas-gramo de la pirazolona y una molécula-gramo del aldehído. Los compuestos de fórmula II pueden prepararse también mediante reacción de una molécula-gramo de un compuesto de fórmula I con una molécula-gramo de pirazolona de fórmula III.

280665

10 SEP



-11-

Entre los adecuados materiales iniciales de pirazolona, figuran la 1-(4'-carboxifenil)-3-(4"-dodecilfenilamino)-5-pirazolona, 1-fenil-3-(4"-dodecilfenilamino)-5-pirazolona, 5. 1-fenil-3-(4"-estearoilamino-fenilamino)-5-pirazolona y 1-4'-(2'''-sulfobenzoilamino)fenil-3-(4"-dodecilfenilamino)-5-pirazolona.

Otros compuestos de pirazolona útiles como materiales iniciales pueden obtenerse condensando una 1-aril-3-arilamino-5-pirazolona que con 10. tenga un grupo amino primario con un adecuado cloruro ácido o un anhídrido succínico adecuadamente sustituido. Adecuados cloruros ácidos y anhídridos succínicos sustituidos se describen en la solicitud de patente británica Nº 43.668/59 y en las 15. descripciones de patentes británicas Núms. 830.797 y 858.482.

Las 1-Aril-3-arilamino-5-pirazolonas que contienen un grupo amino primario pueden 20. obtenerse, por ejemplo, mediante reacción, preferiblemente en ácido acético, de una 1-aril-3-amino-pirazolona con una arilamina, conteniendo uno de dichos reactivos un grupo nitro- o acilamido que puede reducirse subsiguientemente o hidrolizarse 25. en un grupo amino primario. Los compuestos 1-aril-3-arilamino obtenidos de esta manera incluyen 1-(4'-amino-fenil)-3-fenil-aminopirazolona y derivados de la misma, en los que el grupo fenil-amino es sustituido por un átomo de cloro o un 30. grupo metilo o metóxido, 1-fenil-3-(2", -3" o

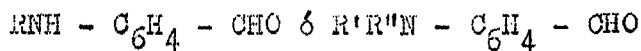
280665



-12-

5. 4"-aminofenilamino)pirazolona, 1-fenil-3-(2"-metoxi-5"-aminofenilamino)pirazolona, 1-fenil-3-(4"-metil-5"-amino-fenilamino)pirazolona y 1-(2'-, 3'-, ó 4'-clorofenil)-3-(4"-aminofenilamino)pirazolona.

10. Como ya se ha indicado, los compuestos A-CHO son aldehidos aromáticos de la serie bencénica que contienen un grupo auxocrómico en la posición p, por ejemplo un grupo hidróxido o amino o un grupo hidróxido o amino sustituidos. Por ejemplo, pueden usarse p-hidroxibenzaldehido, 2:4-dimetoxibenzaldehido o un aldehido de fórmula:



15. en la que R, R' y R'' son alquilos, arilos, aralquilos, hidroxialquilos, alcoxialquilos, halógenoalquilos, cianoalquilos, nitroalquilos, carboalquilos o sulfoalquilos, o en la que R' y R'' conjuntamente con el átomo de nitrógeno forman parte de un anillo de 5 ó 6 miembros, y en la que el núcleo bencénico puede llevar substitutivos tales como, por ejemplo, grupos nitros, alquilos, alcóxidos, halógenos, de ácido sulfónico o de ácido carboxílico. Ejemplos específicos de tales aldehidos son el p-(N-metil-N-beta-hidroxi-etilamino)-benzaldehido, p-(N-etil-N-beta-hidroxi-etilamino)-benzaldehido, p-(beta:beta'-dihidroxi-dietilamino)-benzaldehido, p-(N-metil-N-beta-metoxi-etilamino)-benzaldehido, p-N-etil-N-beta-metoxi-etilamino)-benzaldehido, p-(N-butil-N-beta-hidroxi-etilamino)-
- 20.
- 25.
- 30.



- benzaldehido, p-(N-metil-N-beta-cloroetilamino)-
 benzaldehido, p-(N-etil-N-beta-cloroetilamino)-
 benzaldehido, p-(beta:beta'-diclorodietilamino)-
 benzaldehido, 4-(beta:beta'-diclorodietilamino)-
 5. 2-metil-benzaldehido, p-(N-metil-N-beta-cianoetil
 amino)-benzaldehido, p-(beta:beta'-dicianodietil-
 amino)-benzaldehido, p-di-(etilcarboximetil) amino-
 benzaldehido, p-(N-metil-N-beta-sulfoetilamino)-
 benzaldehido, p-(N:N-beta:beta'-disulfodietilamino)-
 10. benzaldehido, 4-(N:N-beta:beta'-disulfodietil-ami
 no)-2-metil-benzaldehido, p-(N-metil-N-beta-carbo-
 xietil-amino)-benzaldehido, p-(N:N-beta:beta'-di-
 carboxidietilamino)-benzaldehido, p-N:N-di(carbo-
 ximetil)-amino-benzaldehido, p-(N-beta-sulfoetil-
 15. amino)-benzaldehido, 4-(N-N-dimetil-amino)-2-sul-
 fobenzaldehido y 4-(N:N-beta:beta'-diclorodietil-
 amino)-2-sulfobenzaldehido.

- Mediante adecuada elección de alde-
 hido aromático para uso con cualquier pirazolona
 20. determinada, por ejemplo eligiendo adecuadamente
 R, R' y R'' en las anteriores fórmulas, puede ob-
 tenerse un color ocultador que posea las reque-
 ridas características de absorción para contra-
 restar la indeseada absorción del azul por el co-
 lorante de azometina magenta obtenido mediante re-
 25. velado en color con la amina aromática, tal como
 p-dietilaminoanilina.

- Los compuestos coloreados de la fór-
 mula general I y los compuestos sin colorear de
 30. la fórmula general II pueden emplearse en la fo-

280665

10



-14-

5. tografía en color exactamente de igual manera que los acopladores cromáticos de la descripción N^o 673.091 y los acopladores acromáticos de la descripción N^o 786.859, respectivamente, proporcionando, como queda dicho, valiosas ventajas respecto a los compuestos específicamente descritos como utilizables en tales descripciones.

10. La invención incluye, en consecuencia, como nuevos productos industriales, emulsiones fotográficas de haluro de plata que contienen, como acoplador de color magenta, un compuesto de fórmula I ó II anteriormente expuestas, homogéneamente distribuido en la emulsión. La invención incluye además un elemento fotográfico de capas múltiples para uso en fotografía en color, que comprende una lámina básica y por lo menos tres capas de emulsión de haluro de plata, sensibles a diferentes partes del espectro, conteniendo una de tales capas, como acoplador de color magenta,
15. un compuesto de fórmula I ó II homogéneamente distribuido.
- 20.

Los siguientes Ejemplos servirán para ilustrar la invención.

EJEMPLO 1 -

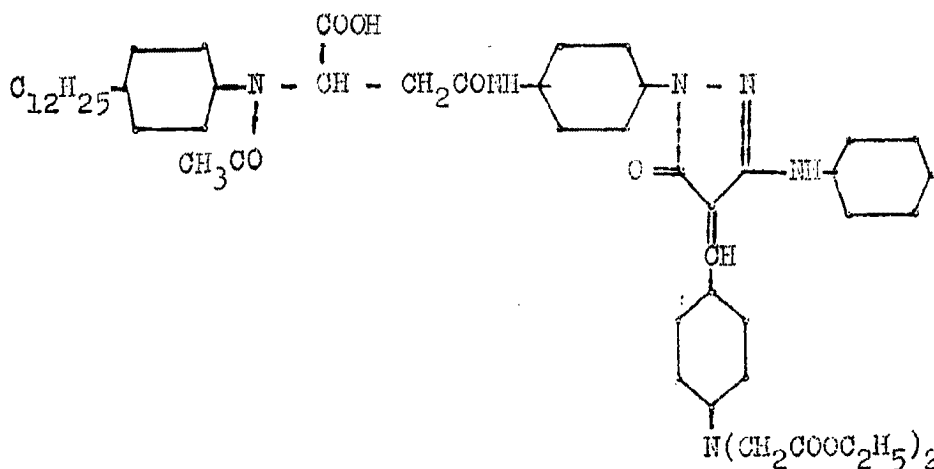
25. 1-4 { beta/N(4-n-dodecilfenil)acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } fenil/ 3-anilino-4(4-N:N-dicarbetoimetilaminobencilidina)-5-pirazolona.

280665



-15-

10 SEP 1952



- Se calienta bajo reflujo durante 1 hora, una mezcla de 33,3 partes de 1/4 { beta-N-(4-n-dodecilfenil)acetilamino/beta-carboxi propionil-amino } fenil/3-anilino-5-pirazolona, 16 partes de 4-N:N-dicarbetoimetilamino benzaldehido, 150 partes de n-propanol y 20 partes de ácido acético, evaporándose luego bajo reducida presión con mantenimiento de la temperatura por debajo de 50°C. Se extracta tres veces el residuo con éter dietílico
5. y luego se seca para dar el acoplador como sólido pardo amorfo que funde a 128-130°C con sinterización por encima de 118°C. El análisis revela en el acoplador cromático un contenido del 68,5% de carbono, 7,1% de hidrógeno y 9,1% de nitrógeno
10. (C₅₄H₆₆O₉N₆ requiere un 68,75% de carbono, 7,0% de hidrógeno y 8,9% de nitrógeno).
- 15.

- La 1-1/4 { beta-N-(4-n-dodecilfenil)acetilamino/beta-carboxipropionilamino } fenil/3-anilino-5-pirazolona usada en el anterior Ejemplo puede prepararse de la siguiente manera: se calienta
20. bajo reflujo durante 1 hora una mezcla de 53,2

280665

10 SE



-16-

- partes de 1(4-aminofenil)-3-anilino-5-pirazolona, 80,2 partes de anhídrido N(4-n-dodecifenil)acetilaminosuccínico y 300 partes de acetato de etilo, evaporándose luego bajo reducida presión. La goma residual es cristalizada a partir de etanol para dar el acoplador como cristales color beis que funden a 148-150°C. El análisis revela en el acoplador un contenido del 69,9% de carbono, 7,3% de hidrógeno y 10,6% de nitrógeno ($C_{39}H_{49}O_5N_5$ requiere un 70,2% de carbono, 7,35% de hidrógeno y 10,5% de nitrógeno).
- 5.
- 10.

- La 1(4-aminofenil)-3-anilino-5-pirazolona puede prepararse de la siguiente manera: se calienta bajo reflujo durante 18 horas una mezcla de 100 partes de 1(4-nitrofenil)-3-amino-5-pirazolona, 200 partes de anilina y 1.000 partes de ácido acético. Se enfría la mezcla de reacción y se filtra el producto cristalino, se lava con metanol y se seca. La 1-(4-nitrofenil)-3-anilino-5-pirazolona así obtenida funde a 248-250°C y su análisis muestra un contenido del 60,6% de carbono, 4,2% de hidrógeno y 18,6% de nitrógeno ($C_{15}H_{12}O_3N_4$ requiere un 60,55% de carbono, 4,05% de hidrógeno y 18,9% de nitrógeno).
- 15.
- 20.

- Se hidrogenan 50 partes del anterior compuesto nitro en 500 partes de acetato etílico a 60°C bajo presión, usando níquel Raney como catalizador. Se añade ácido acético a la mezcla de la reacción para disolver la amina y se filtra la solución del catalizador. Se evapora el filtrado
- 25.
- 30.



-17-

bajo presión para dar 1-(4-aminotienil)-3-amilino-5-pirazolona como microcristales que funden a 234-236°C.

- Una capa de emulsión fotográfica conteniendo el acoplador cromático puede obtenerse de la siguiente manera: se disuelven 2,7 partes del acoplador cromático en una mezcla de 10 partes de metanol y 3 partes de hidróxido 2N potásico y la solución obtenida se diluye a 54 partes con agua destilada. La solución del acoplador cromático se añade luego a una mezcla de 65 partes de una emulsión de haluro de plata sensibilizada respecto al verde, 150 partes de una solución de gelatina al 10% y 5 partes de una solución al 4% de la sal sódica de sulfosuccinato de dioctilo en metanol, diluyéndose el total a 500 partes con agua para dar una emulsión de una concentración de gelatina del 4%. Luego se aplica la emulsión como revestimiento a una película base y se seca la capa del revestimiento.

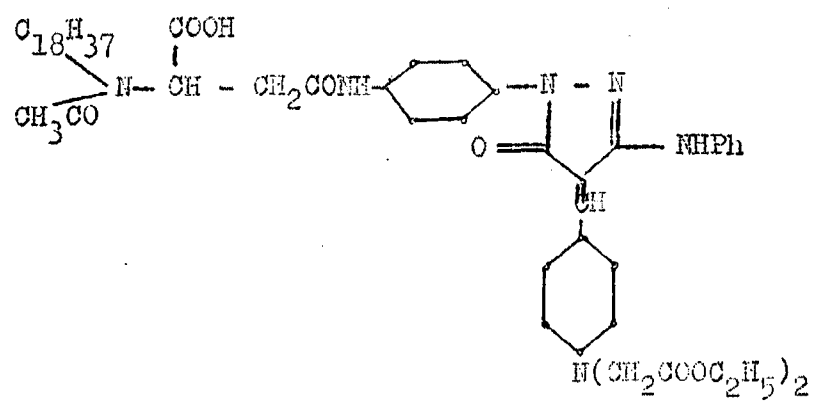
- Quando el material fotográfico así obtenido se expone a la luz verde a través de una cuña de grado neutro, se revela en un revelador cromático que contiene 4-amino-N-etil-N-epsilon-hidroxi-pentil-anilina, se blanquea, se fija y finalmente se trata con un baño acondicionador alcalino que contenga un 0,3% de formaldehído, entonces se obtiene una cuña de fase magenta en forma de imagen, junto con una imagen complementaria amarilla que comprende el acoplador cromático que no ha reaccio-



nado con el revelador cromático oxidado. La inde-
seada absorción del azul del colorante magenta
es así finalmente apantallado por el acoplador es-
tirilo amarillo.

- 5. La densidad filtrante del azul de la
ouña de fase apantallada es útilmente un 30% infe-
rior a la proporcionada por el acoplador cromático
relacionado del Ejemplo 2 de la descripción número
673.091. Una ventaja de esta característica es la
- 10. de que un negativo cromático de capas múltiples
que incorpore esta capa ~~tine~~ una mayor velocidad
de impresión. Otra ventaja es la mejorada estabi-
lidad del colorante estirilo amarillo, producién-
dose una reducción en la densidad filtrante del
azul de sólo el 9% cuando se somete a una prueba
- 15. de almacenamiento acelerado, en tanto que el Ejem-
plo 2 de la descripción N^o 673.091 muestra una
reducción del 27% en la densidad filtrante del azul
después de un almacenamiento idéntico.

20. EJEMPLO 2 -
1/4 { beta(N-n-octadecilacetilamino)-beta-carboxi-
propionilamino } fenil7-3-anilino-4-(4-N:N-dicarbe-
toximetilaminobencilideno)-5-pirazolona.





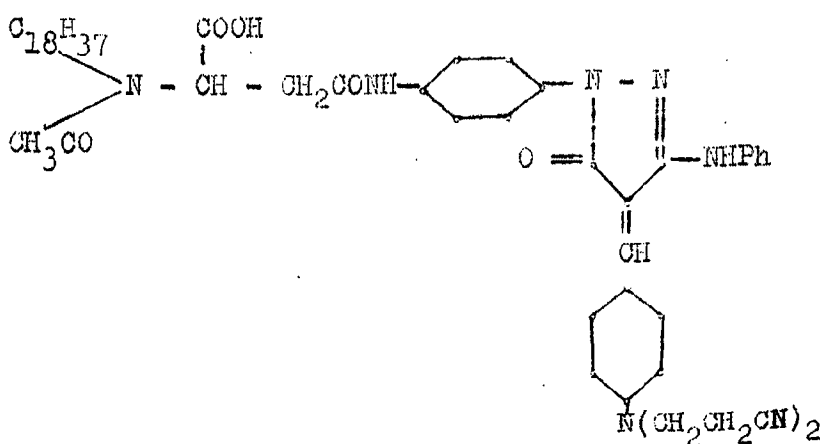
- En lugar de las 33,3 partes de 1/4 { beta
 1/4-(4-n-dodecilfenil)acetilamino/beta-carboxipro-
 pionilamino } fenil/3-anilino-5-pirazolona usadas
 en el Ejemplo 1, se emplean 33,7 partes de 1/4 { be
 ta(N-n-octadecilacetilamino) beta-carboxipropionil-
 amino } fenil/3-anilino-5-pirazolona. Después de
 evaporar hasta su secamiento, se tritura la goma
 coloreada residual con 3 x 600 partes de éter dietí
 lico y finalmente se cristaliza a partir de ace-
 tato etílico. Se obtiene el acoplador cromático
 como pequeños cristales coloreados en pardo que
 funden a 154-156°C. El análisis revela en el aco-
 plador un contenido de 67,8 partes de carbono,
 7,6 partes de hidrógeno y 9,1% de nitrógeno
 (C₅₄H₇₄O₉N₆ requiere un 68,2% de carbono, 7,8%
 de hidrógeno y 8,85% de nitrógeno).
- Puede obtenerse una capa de emulsión
 conteniendo el acoplador cromático como se descri-
 be en el ejemplo 1. La pérdida de densidad apant-
 alladora obtenida en una prueba de almacenamien-
 to acelerado sobre material blanqueado y fijo
 fué del 16% en contraste con el 27% del ejemplo 2
 de la descripción N° 673.091.
- La 1-1/4 { beta(N-n-octadecilacetilamino)
 beta-carboxipropionilamino } fenil/3-anilino-5-pi-
 razolona usada en el anterior Ejemplo puede ob-
 tenerse de la siguiente manera : se calienta ba-
 ajo reflujo durante media hora, una mezcla de 26,6
 partes de 1(4-aminofenil)-3-anilino-5-pirazolona,
 40,9 partes de anhídrido N-n-octadecilacetilamino-



- succínico y 150 partes de acetato etílico, evaporándose entonces la solución hasta su secamiento bajo reducida presión, manteniendo la temperatura por debajo de 50°C. La goma residual es cristalizada de metanol para dar 1- $\sqrt{4}$ { beta(N-n-octadecilacetilamino)-beta-carboxipropionilamino } fenil $\sqrt{7}$ -3-anilino-5-pirazolona en forma de cristales color beis o leonado que funden a 132-133°C. El análisis revela en el acoplador cromático un contenido del 69,6% de carbono, 8,2% de hidrógeno y 10,4% de nitrógeno (C₃₉H₅₇O₅N₅ requiere un 69,3% de carbono, 8,45% de hidrógeno y 10,35% de nitrógeno).

EJEMPLO 3 -

15. 1- $\sqrt{4}$ { beta(N-n-octadecilacetilamino)beta-carboxipropionilamino } fenil $\sqrt{7}$ anilino-4(4-N:N-di-omegacianoetilaminobencilideno-5-pirazolona.



20. Se calienta bajo reflujo durante 1 hora, una mezcla de 33,7 partes de 1- $\sqrt{4}$ beta(N-n-octadecilacetilamino)beta-carboxipropionilamino fenil $\sqrt{7}$ -

280665 105

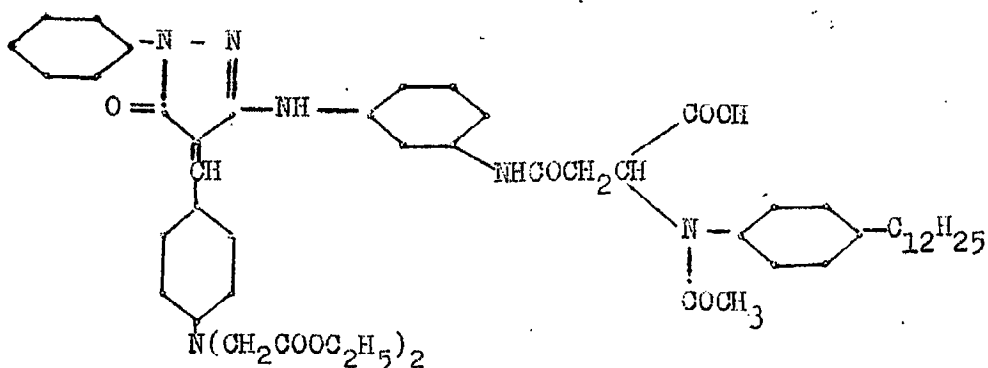


-21-

- anilino-5-pirazolona, 12,5 partes de 4-N:N-di-ome-
ga-cianoetilaminobenzaldehído, 150 partes de n-pro-
panol y 20 partes de ácido acético, evaporándose
luego hasta su secamiento bajo reducida presión.
5. La goma residual es liberada del exceso de aldehído mediante tres precipitaciones sucesivas de una solución en 350 partes de metanol, mediante la adición de 350 partes de agua. Finalmente se seca la goma bajo reducida presión para dar el acoplador como un viárico quebradizo que funde a 128-134°C. El análisis del acoplador muestra un contenido del 69,8% de carbono, 7,8% de hidrógeno y 12,2% de nitrógeno ($C_{52}H_{68}O_5N_8 \cdot 1H_2O$ requiere un 69,2% de carbono, 7,75% de hidrógeno y 12,4% de nitrógeno).
10. Puede obtenerse una caps de emulsión conteniendo el acoplador cromático, como se describe en el Ejemplo 1. La pérdida de densidad de apantallado obtenida en una prueba de almacenamiento acelerado sobre material blanqueado y fijo fué del 11% en contraste con el 27% del Ejemplo 2 de la descripción Nº 673.091.
15. 20.

EJEMPLO 4 -

25. 1-fenil-3/3 } beta/N-(4-n-dodecifenil)acetilamino/
beta-carboxipropionilamino } anilino/4-(4-N:N-dicar-
betoximetilaminobencilideno)-5-pirazolona.



5. En lugar de las 33,3 partes de 1/4 { beta /N-(4-n-dodecilfenil)acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } fenil/3-anilino-5-pirazolona usadas en el Ejemplo 1, se emplearon 33,7 partes de 1-fenil-3/3 { beta /N-(4-n-dodecilfenil)acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } anilino/5-pirazolona. Después de la evaporación de la mezcla de la reacción, se extrae dos veces la goma residual con éter de petróleo en ebullición (p.e. 80-100°C) y finalmente se seca. El acoplador es un sólido pardo amorfo que funde a 115-120°C que muestra un contenido, según análisis, del 68,6% de carbono, 6,9% de hidrógeno y 9,0% de nitrógeno (C₅₄H₆₆O₉N₆ requiere un 68,75% de carbono, 7,0% de hidrógeno y 8,9% de nitrógeno).
- 10.
- 15.

Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático, como se describe en el Ejemplo 1. La pérdida de densidad de apantallado obtenida en una prueba de almacenamiento acelerado sobre material blanqueado y fijo fué del 12% en contraste con el 27% para el Ejemplo 2 de la descripción N^o 673.091

20.



- La 1-fenil-3- β { beta-N(4-n-dodecilfenil) acetilamino- β -carboxipropionilamino } anilino-5-pirazolona usada en el anterior Ejemplo puede obtenerse de la siguiente manera: se agita y calienta bajo reflujo durante 3 horas, una mezcla de
5. 175 partes de 1-fenil-3-amino-5-pirazolona, 169 partes de 3-acetilaminobencilina y 700 partes de ácido acético, al cabo de cuyo tiempo se ha solidificado la mezcla de la reacción. Después de enfriar la 1-fenil-3-(3-acetilamino-anilino)-5-pirazolona, se filtra, se lava y se seca. El producto intermedio se obtiene en forma de cristales incoloros que funde a 256-258°C con descomposición y su análisis muestra un contenido del 66,2% de
10. carbono, 5,3% de hidrógeno y 18,1% de nitrógeno, ($C_{17}H_{16}O_2N_4$ requiere un 66,2% de carbono, 5,2% de hidrógeno y 18,2% de nitrógeno).
- Se calienta bajo reflujo en una atmósfera de nitrógeno y durante hora y media, una solución de 100 partes del anterior compuesto acetilo en 1.000 partes de solución de hidróxido 2N
20. potásico. Después de enfriar la solución, se acidifica con ácido acético y se filtra la 1-fenil-3-(3-aminoanilino)-5-pirazolona, se lava con agua y se seca. Se obtiene la amina como cristales grises de plata que funden a 202-204°C.
25. Se agita y calienta bajo reflujo una mezcla de 26,6 partes de 1-fenil-3-(3-aminoanilino)-5-pirazolona, 40,1 partes de anhídrido N(4-n-dodecilfenil)acetilaminosuccínico y 200 partes de
- 30.

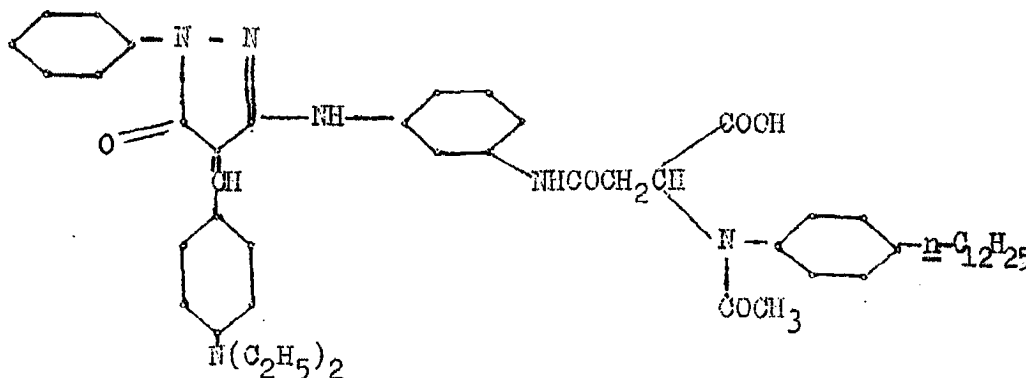


acetato de etilo, durante cuyo tiempo cristaliza el acoplador cromático. El producto es filtrado, lavado con metanol y secado, obteniéndose entonces como cristales incoloros que funden a 134°C.

5. Su análisis muestra un contenido del 70,0% de carbono, 7,2% de hidrógeno y 10,3% de nitrógeno ($C_{39}H_{49}O_5N_5$ requiere un 70,2% de carbono, 7,35% de hidrógeno y 10,5% de nitrógeno).

EJEMPLO 5 -

10. 1-fenil-3/3 {beta/N-(4-n-dodecilfenil)acetilamino/ beta-carboxipropianilamino } anilino/7-4(4-N:N-dietilaminobencilideno)-5-pirazolona.



15. Se calienta bajo reflujo durante 2 horas una mezcla de 13,34 partes de 1-fenil-3/3 { beta/N-(4-n-dodecilfenil)acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } anilino/7-5-pirazolona, cuya preparación se describe en el Ejemplo 4, 3,9 partes de 4-N:N-dietilaminobenzaldehído, 60 partes de n-propanol y 4 partes de ácido acético, y luego se evapora hasta su secamiento bajo reducida presión, manteniendo la temperatura por debajo de 50°C.
20. La goma así obtenida es extractada luego tres ve-

28066510



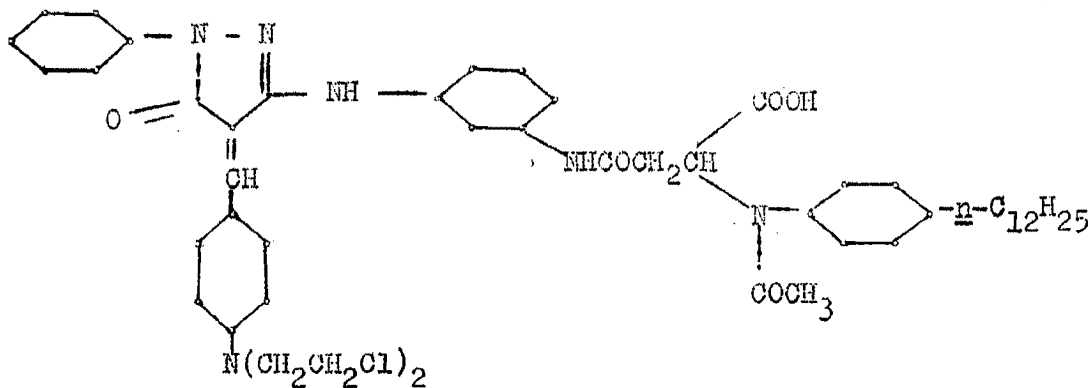
-25-

- ces con éter de petróleo caliente (p.e. 80-100°) para dar el acoplador como sólido pardo de punto de fusión indistinto. El análisis del acoplador muestra un contenido del 72,5% de carbono, 7,4% de hidrógeno y 10,1% de nitrógeno ($C_{50}H_{62}O_5N_6$ requiere un 72,6% de carbono, 7,5% de hidrógeno y 10,15% de nitrógeno). Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador por el método descrito en el Ejemplo 1.

10.

EJEMPLO 6 -

1-fenil-3/3 { beta/N-(4-n-dodecifenil)acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } anilino/4(N:N-di-beta-cloroetilaminobencilideno)-5-pirazolona.



15.

En lugar de las 3,9 partes de 4-N:N-di-etilaminobenzaldehído usadas en el Ejemplo 5, se emplean 5,4 partes de 4-N:N-di-beta-cloroetilaminobenzaldehído. Se obtiene el acoplador cromático como sólido amorfo color naranja que funde a 150-152°C con agitación por encima de 146°C.

20.

EJEMPLO 7 -

1-fenil-3/3 { beta(N-n-octadecil-isobutirilamino)

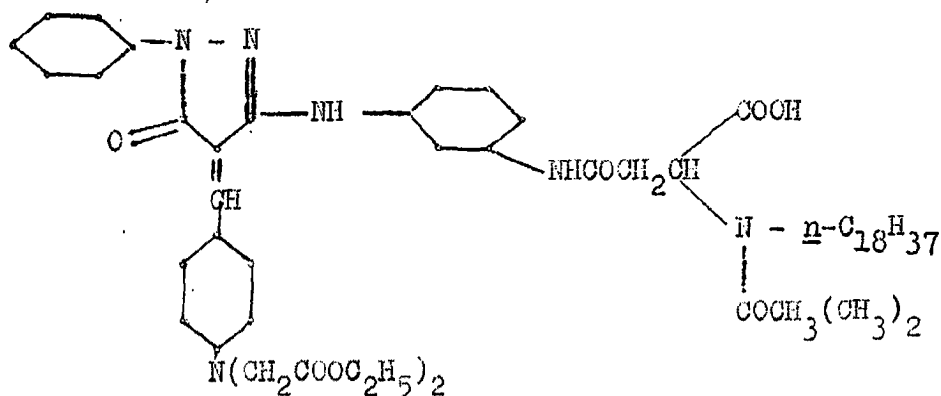
280665

10 SE



-26-

beta-carboxipropionilamino } anilino7-4(4-N:N-dicar-
betoximetilaminobencilideno)-5-pirazolona.



- Se calienta bajo reflujo durante hora y media, una mezcla de 14,06 partes de 1-fenil-3
5. Δ^3 { beta(N-n-octadecilisobutirilamino) beta-carboxipropionilamino } anilino7-5-pirazolona, 6,45 partes de 4-N:N-dicarbetoimetilaminobenzaldehido, 60 partes de n-propanol y 3 partes de ácido acético, y se evapora la solución hasta su secamiento
10. bajo reducida presión manteniendo la temperatura por debajo de 50°C. Luego se extracta el residuo cinco veces con éter de petróleo en ebullición (p.e. 80-100°C) para dar el acoplador como sólido color naranja-pardo con un punto de fusión de 88 a 92°C. con descomposición. El análisis del acoplador cromático muestra un contenido del 68,0% de carbono, 7,8% de hidrógeno y 8,7% de nitrógeno ($C_{56}H_{78}O_9N_6$ requiere un 68,7% de carbono, 7,95% de hidrógeno y 8,6% de nitrógeno). Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el
- 25.
- 20.

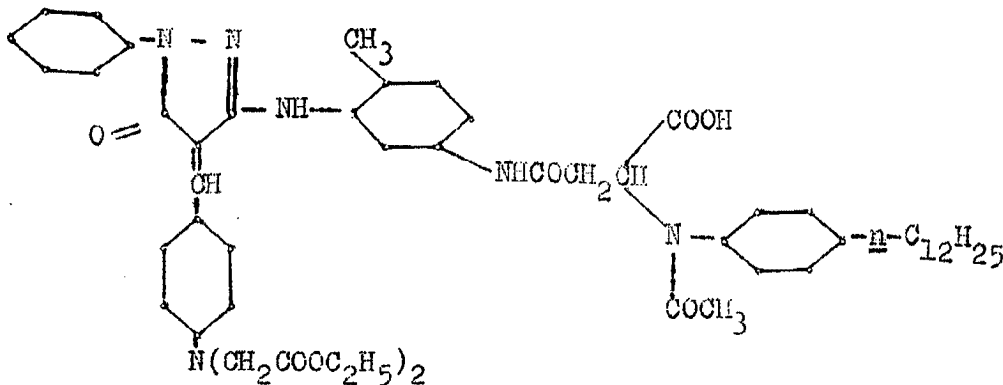


acoplador, como se describe en el Ejemplo 1.

La pirazolona usada en el anterior Ejemplo puede obtenerse de la siguiente manera: se agita y calienta bajo reflujo durante una hora, una mezcla de 26,6 partes de 1-fenil-3-(3-aminoanilino)-5-pirazolona, cuya preparación se describe en el Ejemplo 4, 45 partes de anhídrido N-n-octadecilisobutirilaminosuccínico y 200 partes de acetato de etilo, en cuyo tiempo cristaliza el producto. Después de enfriarlo, el producto es filtrado, lavado con acetato etílico y recristalizado de n-propanol para dar cristales blancos, con punto de fusión de 192-194°C. El análisis de la pirazolona muestra un contenido del 69,3% de carbono, 8,7% de hidrógeno y 10,0% de nitrógeno ($C_{41}H_{61}O_5N_5$ requiere un 70,0% de carbono, 8,7% de hidrógeno y 9,95% de nitrógeno).

EJEMPLO 8 -

1-fenil-3-(2-metil-5-beta-N-(4-n-dodecylfenil)acetilamino-7-beta-carboxipropionilamino)anilino-4-(4-N:N-dicarbetoimetilaminobencilideno)-5-pirazolona.

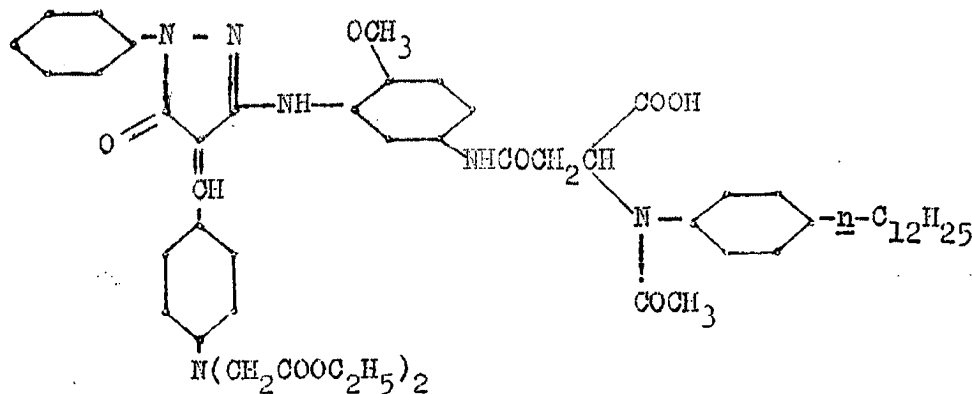


280005

10



- En lugar de las 14,06 partes de la pirazolona sustituida usadas en el Ejemplo 7, se emplean 12,62 partes de 1-fenil-3- $\sqrt{2}$ -metil-5- $\left\{ \begin{array}{l} \text{beta} \\ \text{N(4-n-dodecilfenil)acetilamino} \end{array} \right\}$ beta-carboxipropionilamino $\left. \vphantom{\left\{ \begin{array}{l} \text{beta} \\ \text{N(4-n-dodecilfenil)acetilamino} \end{array} \right\}} \right\}$ anilino $\sqrt{5}$ -pirazolona, cuya preparaci3n se describe en el Ejemplo 33 de la solicitud copen-
 5. die nte N^o 32574/61 y de la 983/62, relacionada con ella. El acoplador cromático obtenido funde a 97-99^oC.
10. Puede obtenerse una capa de emulsi3n conteniendo el acoplador como se describe en el Ejemplo 1. La p3rdida de densidad de apantallado obtenida en una prueba de almacenamiento acelerado sobre material blanqueado y fijo fu3 del 13% en contraste con el 27% del Ejemplo 2 de la descripci3n N^o 673.091:
15. EJEMPLO 9 -
1-fenil-3- $\sqrt{2}$ -metoxi-5- $\left\{ \begin{array}{l} \text{beta} \\ \text{N(4-n-dodecilfenil)ace-} \end{array} \right\}$ tilamino $\sqrt{7}$ beta-carboxipropionilamino $\left. \vphantom{\left\{ \begin{array}{l} \text{beta} \\ \text{N(4-n-dodecilfenil)ace-} \end{array} \right\}} \right\}$ anilino $\sqrt{7-4-}$
 20. (4-N:N-dicarbetoimetilaminobencilideno-5-pirazolona.



10 S
 280665



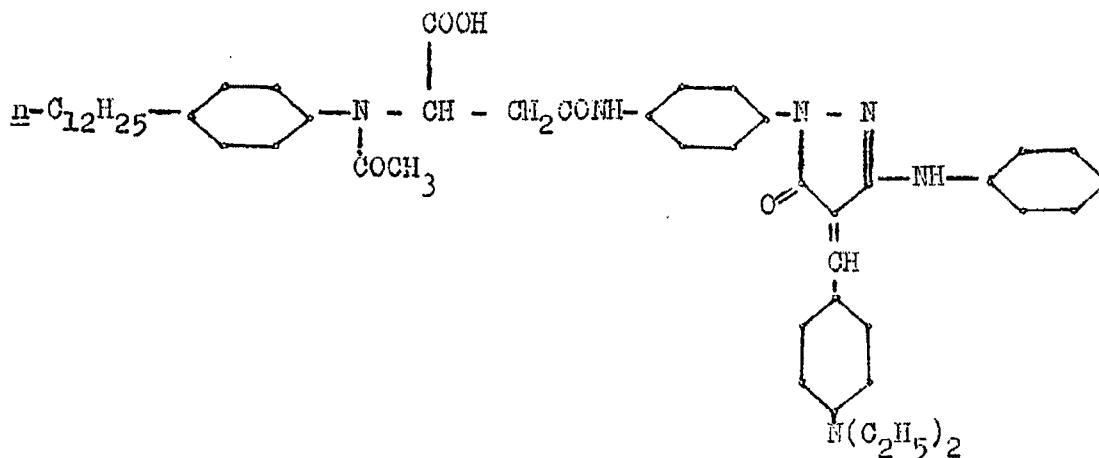
5. En lugar de las 14,06 partes de la pirazolona sustituida usadas en el ejemplo 7, se emplean 13,94 partes de 1-fenil-3/2-metoxi-5 { beta /N(4-n-dodecilfenil)acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } anilino/5-pirazolona, cuya preparacion se describe en el ejemplo 32 de la solicitud copendiente N^o 32.574/51 y la 983/52, con ella relacionada.

10. El acoplador cromático obtenido funde a 82-92°C y su análisis muestra un contenido del 67,4% de carbono, 7,0% de hidrógeno y 8,4% de nitrógeno (C₅₅H₆₈O₁₀N₄ requiere un 67,9% de carbono, 7,0% de hidrógeno y 8,65% de nitrógeno).

15. Puede obtenerse una capa de emulsion conteniendo el acoplador cromático como se describe en el ejemplo 1.

EJEMPLO 10 -

20. 1-4 { beta/N(4-n-dodecilfenil)acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } fenil/3-anilino-4-(4-N:N-dietilaminobencilideno)-5-pirazolona.





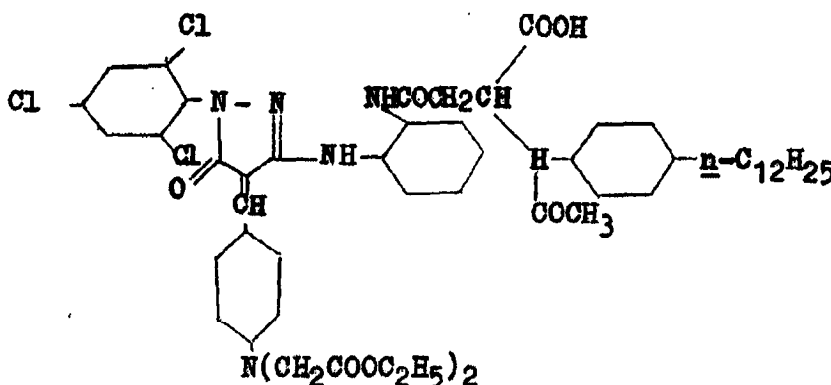
En lugar de las 16 partes de 4-N:N-dicarbetoximetilamino benzaldehido usadas en el Ejemplo 1, se emplean 9,7 partes de 4-N:N-dietilaminobenzaldehido. El residuo obtenido al evaporar la mezcla de reacción, es extractado tres veces con éter de petróleo hirviente (p.e. 80-100°C) para dar el acoplador cromático como sólido amorfo de punto de fusión indistinto.

El análisis del acoplador muestra un contenido del 72,7% de carbono, 7,3% de hidrógeno y 9,7% de nitrógeno (C₅₀H₆₂O₅N₆ requiere un 72,5% de carbono, 7,5% de hidrógeno y 10,15% de nitrógeno).

Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 11 -

1-(2:4:6-triclorofenil)-3/2 { beta/N-(4-n-dodeoilfenil) acetilamino/beta-carboxipropionilamino } anilino/4-(4-N:N-dicarbetoxi metilaminobencilideno)-5-pirazolona.



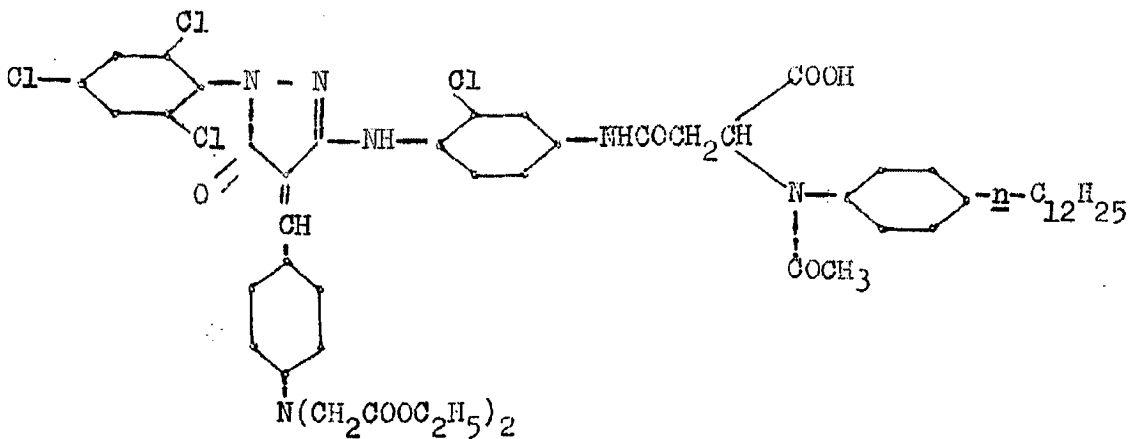
100 gr. 

En lugar de las 14,06 partes de la pirazolona sustituida usadas en el Ejemplo 7, se emplean 16,9 partes de 1(2:4:6-triclorofenil)-3- β { beta/N(4-n-dodecifenil)acetilamino γ beta-carboxipropionilamino } anilino γ -5-pirazolona, que es el acoplador cromático del Ejemplo 27 de la solicitud copendiente N^o 32.574/51 y 983/62, con ella relacionada. El acoplador cromático obtenido funde entre 117 y 120°C.

10. Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 12 -

15. 1-(2:4:6-triclorofenil)-3- β -cloro-4- { beta/N(4-n-dodecifenil)acetilamino γ beta-carboxipropionilamino } anilino γ -4-(4-N:N-dicarbetoetilaminobencilideno)-5-pirazolona.



Se calienta bajo reflujo durante 4 horas, una mezcla de 4,025 partes de 1(2:4:6-triclorofenil)3- β -cloro-4- { beta/N(4-n-dodecifenil)ace-

20.

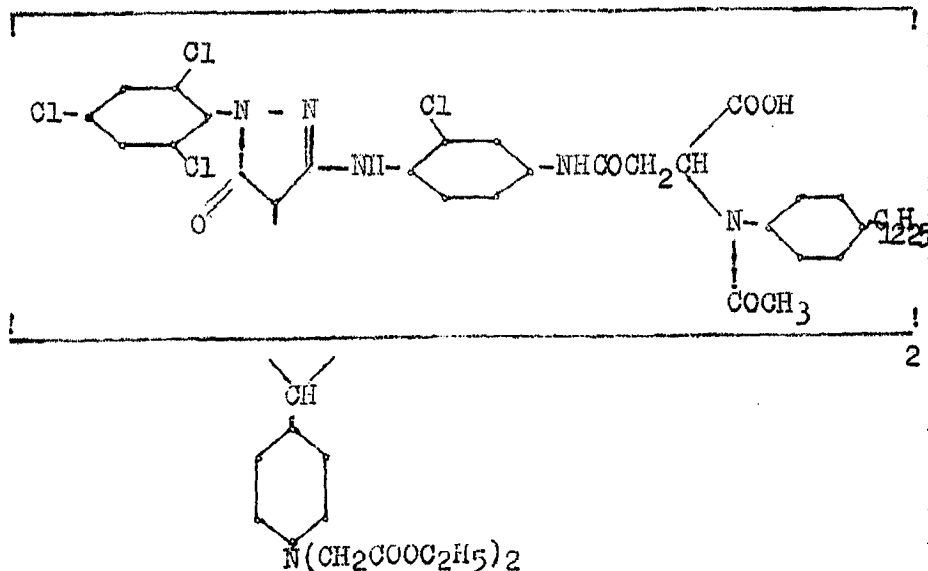


- tilamino/beta-carboxipropionilamino } anilino/7-5-pi-razolona, que es el acoplador cromático del Ejemplo 28 de la solicitud copendiente Nº 32.574/61 y 983/62, relacionada con ella, 1,47 partes de
5. 4-N:N-dicarbetoimetilaminobenzaldehído, 35 partes de n-propanol y 5 partes de ácido acético, y se evapora la solución hasta su secamiento bajo reducida presión, manteniendo la temperatura por debajo de 50°C. El acoplador cromático se obtiene
10. en forma de sólido amorfo que funde a 199-202°C.

Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1. La pérdida de densidad de apan tallado obtenida en una prueba de almacenamiento acelerado sobre material blanqueado y fijo fué del 7%, en contraste con el 27% del ejemplo 2 de la descripción Nº 673.091.

15.

- EJEMPLO 13 -
20. 4:4'-(4-N:N-di carboximetilaminobenzal) bis-1(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4 { beta/N(4-n-dodecilfenil) acetilamino/beta-carboxipropionilamino } anilino/7-5-pirazolona.





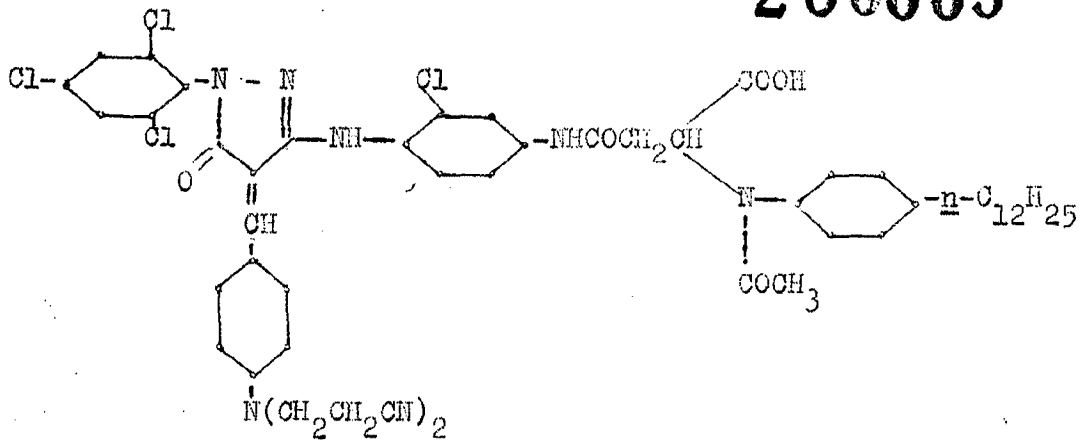
- Se disuelven 1,55 partes de 1(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4- { beta/N(4-n-dodecilfenil) acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } anilino/4 (4-N:N-dicarbetoimetilaminobencilideno)-5-pirazolona, que es el acoplador cromático del Ejemplo 12, en 8 partes de n-propanol, 8 partes de agua y 1,4 partes de solución de hidróxido 2N potásico. La solución obtenida es mezclada luego con una solución de 1,16 partes de 1(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4 { beta/N(4-n-dodecilfenil) acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } anilino/5-pirazolona, que es el acoplador cromático del Ejemplo 28 de la solicitud copendiente N° 32.574/61 y 983/62, con ella relacionada, en 6 partes de n-propanol, 6 partes de agua y 1,4 partes de solución de hidróxido 2N potásico. La solución así obtenida se añade luego a una emulsión gelatinosa de haluro de plata y se obtiene una capa de emulsión fotográfica como se describe en el Ejemplo 1. El acoplador cromático contenido en la capa de emulsión consta principalmente de la bis-pirazolona, siendo sustancialmente incolora la capa.

EJEMPLO 14 -

- 1-(2:4:6-triclorofenil)-3/2-cloro-4- { beta/N(4-n-dodecilfenil) acetilamino/ beta-carboxipropionilamino } anilino/4(4-N:N-di-omega-cianoetilaminobencilideno)-5-pirazolona.



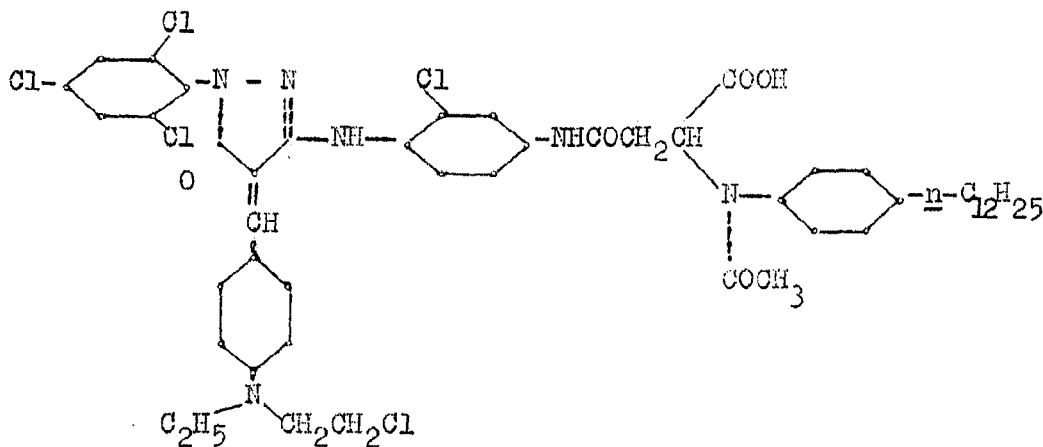
280665



5. En lugar de las 1,47 partes de 4-N:N-di-carbetoximetilamino benzaldehído usadas en el Ejemplo 12, se emplean 1,13 partes de 4-N:N-di-omega-cianoetilaminobenzaldehído. El acoplador cromático se obtiene como sólido amorfo que funde a 134-138°C. Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 15 -

10. 1(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4 { beta/N(4-n-dodecilfenil)acetilamino/beta-carboxipropionilamino } amino-7-4(4-N-etil-N-beta-cloroetilaminobencilideno)-5-pirazolona.



- En lugar de las 1,47 partes de 4-N:N-di-carbetoximetilamino benzaldehído usadas en el Ejem-



28 10 55

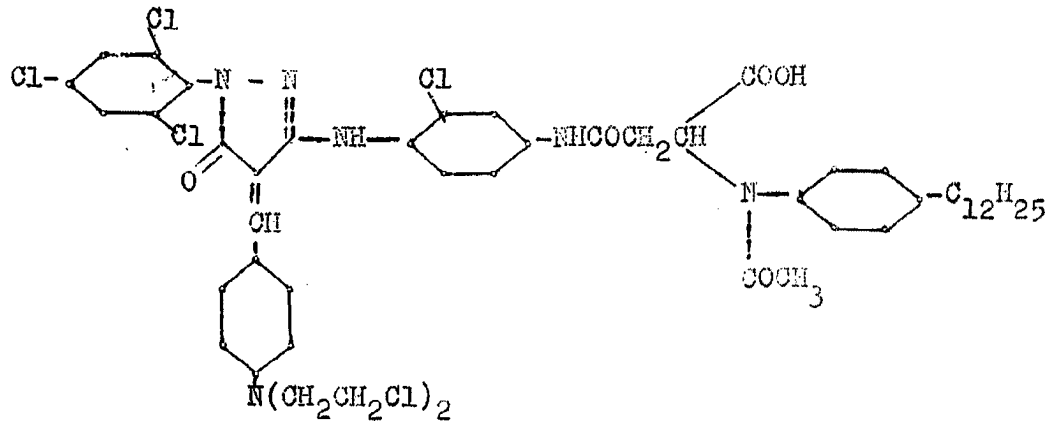
plo 12, se emplean 1,13 partes de 4-N-etil-N-beta-cloroetilaminobenzaldehido. Se obtiene el acoplador cromático como sólido amorfo que funde a 132-136°C con sinterización por encima de 106°C.

- 5. Puede obtenerse una capa de emulsión con teniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1. La pérdida de densidad de apantallado obtenida en una prueba de almacenamiento acelerado sobre material blanqueado y fijado fué del 4%, en contraste con el 27% del Ejemplo 2 de la descripción Nº 673.091.
- 10.

EJEMPLO 16 -

1(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4{beta/N(4-n-dodecilfenil)acetilamino/beta-carboxipropionilamino} anilino/4(4-N:N-di-beta-cloroetilaminobencilideno)-5-pirazona.

15.



20.

En lugar de las 1,47 partes de 4-N:N-di-carbetoximetilamino benzaldehido usadas en el Ejemplo 12, se emplean 1,23 partes de 4-N:N-di-beta-cloroetilaminobenzaldehido. El acoplador de color se obtiene como sólido amorfo que funde a 132-136°C con sinterización por encima de 118°C.

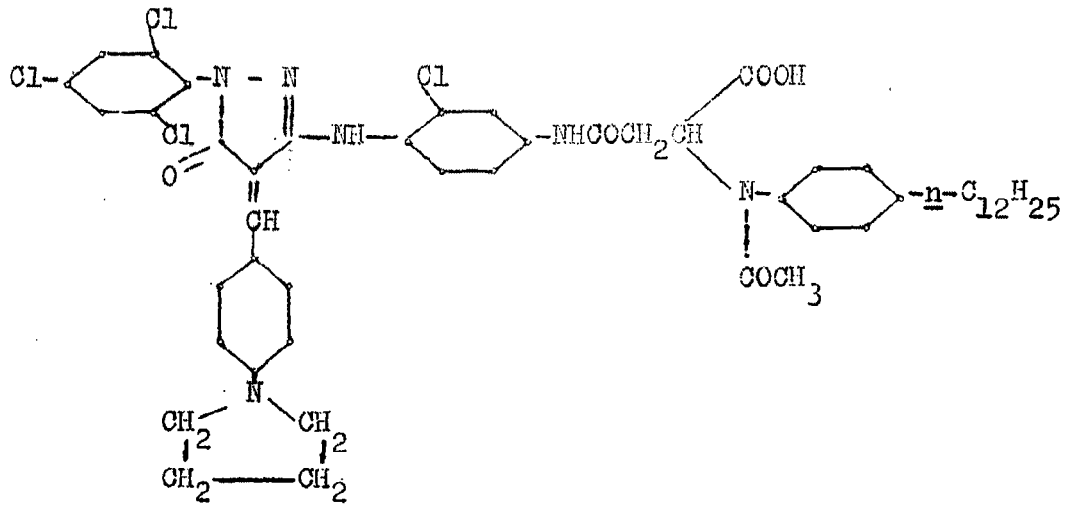
Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1. La pérdida de densidad de apantallado que se obtiene en una prueba de almacenamiento acelerado sobre material blanqueado y fijo fué del 4%, en contraste con el 27% del Ejemplo 2 de la descripción N° 673.091.

5.

EJEMPLO 17 -

10.

1-(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4 {beta/N(4-n-dodecilfenil)acetilamino/7beta-carboxipropionilamino } anilino/4-pirrolidilbenzaldehído-5-pirazolona.



15.

En lugar de las 1,47 partes de 4-N:N-dicarbetoimetilamino benzaldehído usadas en el Ejemplo 12, se emplean 0,89 partes de 4-pirrolidilbenzaldehído. El acoplador cromático se obtiene como sólido amorfo que funde a 136-140°C con sinterización por encima de 128°C.

20.

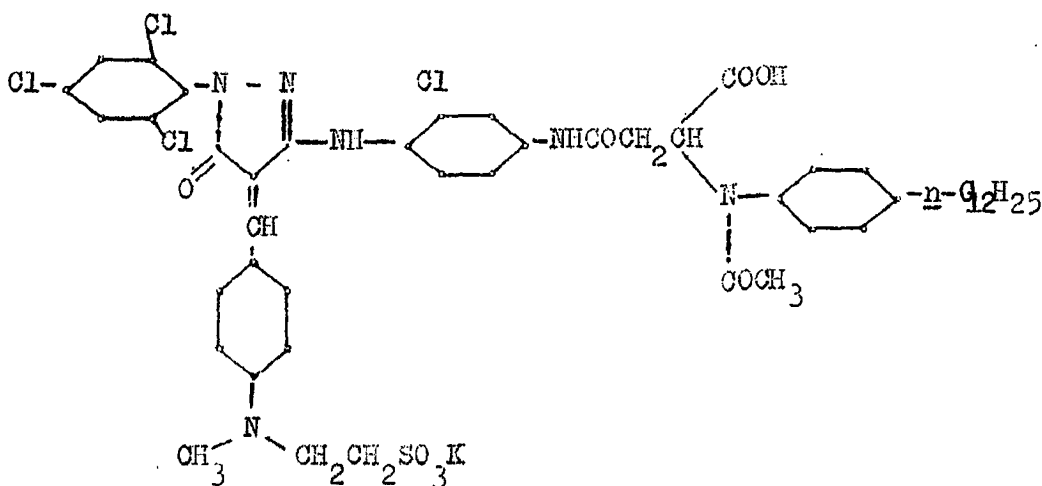
Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1. La pérdida de densidad de apantallado obtenida en una prueba de almacenamiento acelerado

10 SEP 28 1958

sobre material blanqueado y fijo fué del 4%, en contraste con el 27% del ejemplo 2 de la descripción Nº 673.091.

EJEMPLO 13 -

- 5. Sal potásica de 1(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4 {beta/N(4-n-dodecilfenil)acetilamino/beta-carboxi-propionilamino } anilino/4-(N-metil-N-beta-sulfoetil-bencilideno)-5-pirazolona.



- 10. En lugar de las 1,47 partes de 4-N:N-dicarbetoimetilamino benzaldehido usadas en el Ejemplo 12, se emplean 1,41 partes de la sal potásica de 4-N-metil-N-beta-sulfoetilaminobenzaldehido. El acoplador cromático se obtiene como sólido amorfo que funde a 206-210°C.

- 15. Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1. La pérdida de densidad de apan tallado obtenida en una prueba de almacenamiento acelerado sobre material blanqueado y fijo fué del 2%, en contraste con el 27% del Ejemplo 2 de la

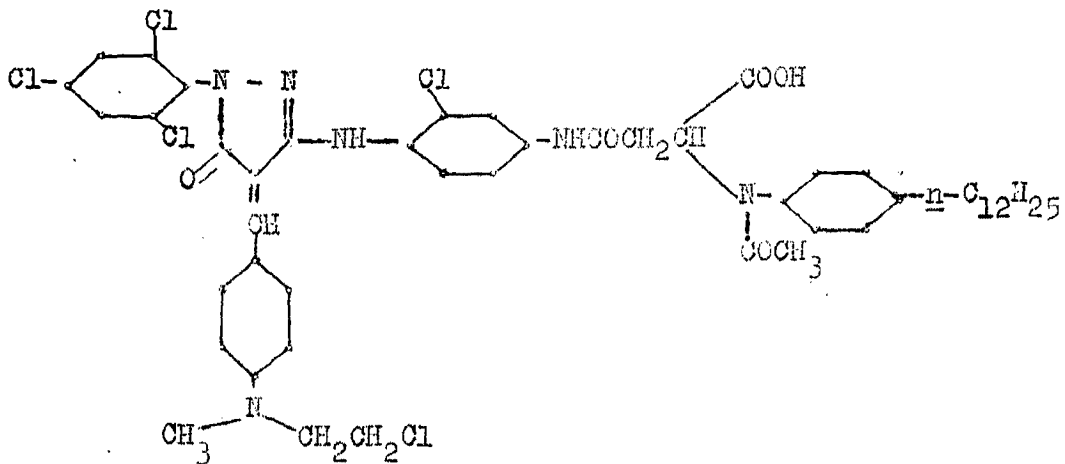


descripción N° 673.091.

280665

EJEMPLO 19 -

5. 1-(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4 { beta/N(4-n-do-
decilfenil)acetilamino/beta-carboxipropionilamino
}anilino/4-(N-metil-N-beta-cloroetilaminobencilli-
deno)-5-pirazolona.



10. En lugar de las 1,47 partes de 4-N:N-di-carbetoximetilamino benzaldehído usadas en el Ejem-
 plo 12, se emplean 0,99 partes de 4-N-metil-N-beta-
 cloroetilaminobenzaldehído. El acoplador cromático
 se obtiene como sólido amorfo que funde a 120-122°C
 con sinterización por encima de 120°C.

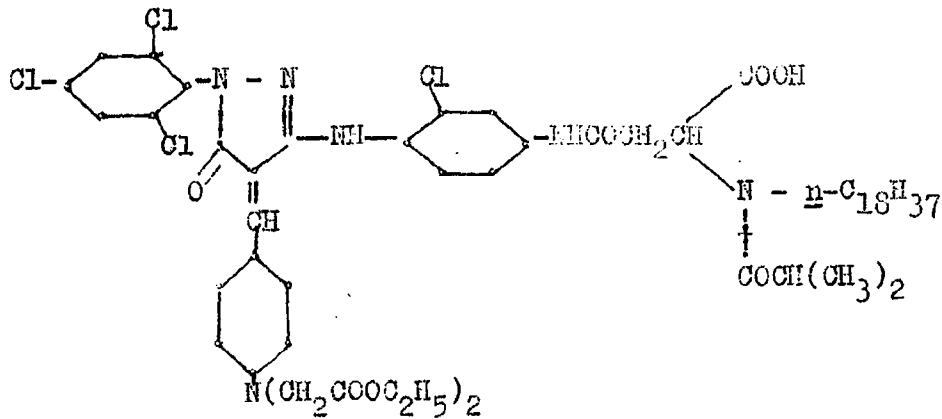
15. Puede obtenerse una capa de emulsión con
 teniendo el acoplador cromático como se describe en
 el Ejemplo 1. La pérdida de densidad de apantallado
 obtenida en una prueba de almacenamiento acelerado
 sobre material blanqueado y fijado fué del 5%, en
 contraste con el 27% del Ejemplo 2 de la descrip-
 ción N° 673.091.

20. EJEMPLO 20 -

1(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4 { beta(N-n-octa-



decilisobutirilamino) beta-carboxipropionilamino } ani-
lino 7-4-(4-N:N-dicarbetoimetilaminobencilideno)-5-
pirazolona.



5. En lugar de las 4,025 partes de la pirazolona sustituida usadas en el Ejemplo 12, se emplean 4,22 partes de 1(2:4:6-triclorofenil)3/2-cloro-4 { beta(N-n-octadecilisobutirilamino) beta-carboxipropionilamino } anilino 7-5-pirazolona, que es el acoplador cromático del Ejemplo 30 de la solicitud copendiente N^o 32.574/61 y 983/62, con ella relacionada.
- 10.

El acoplador cromático se obtiene como sólido amorfo que funde a 96-100°C.

15. Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1.

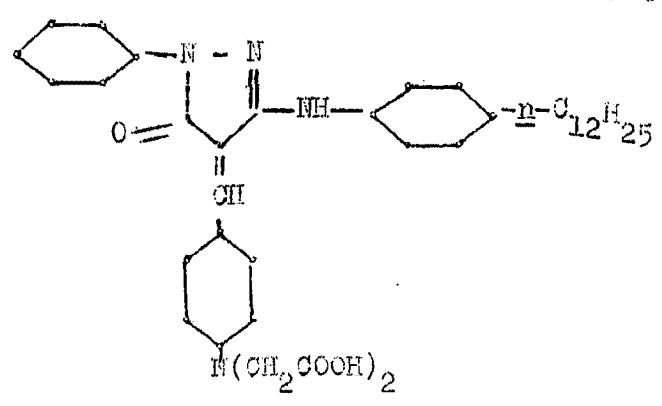
EJEMPLO 21 -

1-fenil-3-(4-n-dodecilenilino)-4-(4-N:N-dicarbetoimetilaminobencilideno)-5-pirazolona.

10 SEP



280655



5. Se agita y calienta bajo reflujo durante 1 hora, una mezcla de 8,38 partes de 1-ferul-3-(4-n-dodecylanilino)-5-pirazolona, 5,1 partes de 4-N:N-dicarboximetilaminobenzaldehído, 30 partes de n-propanol y 2 partes de ácido acético, durante cuyo tiempo cristaliza el acoplador cromático. Después de enfriar el acoplador, se filtra, se lava con metanol y se seca. El acoplador cromático funde a 200-202°C y su análisis muestra un contenido del 71,9% de carbono, 7,1% de hidrógeno y 9,5% de nitrógeno (C₃₈H₄₆O₅N₄ requiere un 71,5% de carbono, 7,2% de hidrógeno y 9,8% de nitrógeno).
10. Puede obtenerse una capa de emulsión conteniendo el acoplador cromático como se describe en el Ejemplo 1. La pérdida de densidad de apantallado obtenida en una prueba de almacenamiento acelerado sobre material blanqueado y fijado fué del 8%, en contraste con el 27% del Ejemplo 2 de la descripción N° 673.091.
15. La 1-ferul-3-(4-n-dodecylanilino)-5-pirazolona usada en el anterior Ejemplo puede obtenerse de la siguiente manera: se calienta bajo reflujo durante 4 horas una mezcla de 12,4 partes de
- 20.

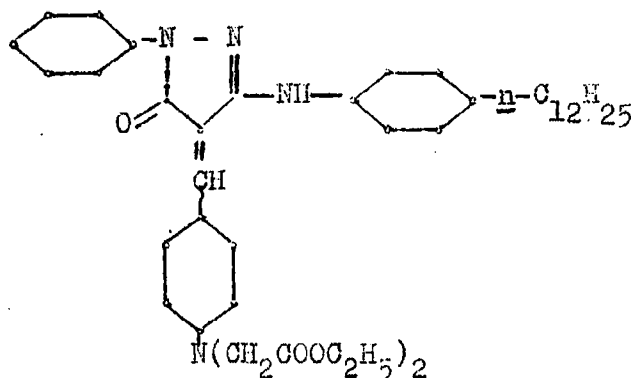


5. 1-fenil-3-amino-5-pirazolona, 18,6 partes de 4-n-dodecilanilina y 75 partes de ácido acético. Después de enfriar a 60°C, se diluye la mezcla con 85 partes de metanol, se enfría y el producto intermedio se filtra y se recristaliza a partir de metanol, con p.f. de 132-133°C.

EJEMPLO 22 -

1-fenil-3-(4-n-dodecilanilino)-4-(4-N:N-dicarbeto-
toximetilaminobencilideno)-5-pirazolona.

10.



15. Se calienta bajo reflujo durante 2 horas una mezcla de 4,17 partes de 1-fenil-3-(4-n-dodecilanilino)-5-pirazolona, 2,93 partes de 4-N:N-dicarbeto-toximetilaminobenzaldehído y 50 partes de n-propanol. Después de enfriar el acoplador cromático, se filtra y recristaliza a partir de una mezcla de metanol y n-propanol. El acoplador cromático funde a 82-84°C y su análisis muestra un contenido del 72,4% de carbono, 7,7% de hidrógeno y 8,0% de nitrógeno (C₄₂H₃₅O₅N₄ requiere un 72,05% de carbono, 7,9% de hidrógeno y 8,05% de nitrógeno).
20. El acoplador cromático puede formular-

10 SEP 1965

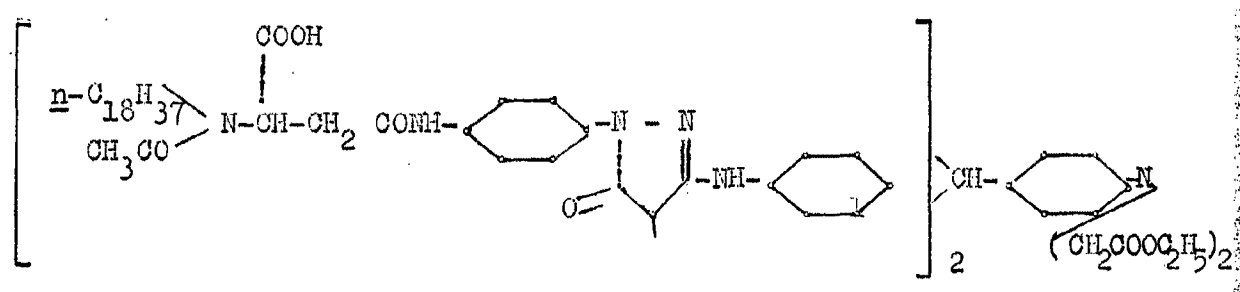
-42- 280665

- se como una dispersión de la siguiente manera:
 se disuelven 2,5 partes del acoplador de color en 9 partes de tricresilfosfato y se añade la solución a 71 cm³ de una solución acuosa de gelatina al 2,5% conteniendo 2,5 partes de una solución al 10% de la sal disódica de diactilsulfosuccinato. Se obtiene una dispersión coloidal estable cuando se agita la mezcla a elevada velocidad. Luego se añade la dispersión a una emulsión gelatinosa de haluro de plata, que se aplica como revestimiento a una película básica.
- 5.
- 10.

EJEMPLO 23 -

4:4'-(4-N:N-dicarbetoquina tilamino benzal) bis-1/4 { beta(N-n-octadecilacetilamino) beta-carboxipropionilamino } fenil7-3-anilino-5-pirazolona.

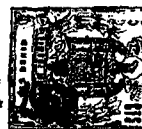
15.



Se disuelven 1,35 partes de 1/4 { beta(N-n-octadecilacetilamino) beta-carboxipropionilamino } fenil7-3-anilino-4-(4-N:N-dicarbetoquinimetilamino benzilideno)-5-pirazolona, que es el acoplador de color del Ejemplo 2, en 20 partes de n-propanol y 1,5 partes de solución de hidróxido 2N potásico y 20 partes de agua. luego se mezcla esta solución con una solución de 1,15 partes de 1-(4 { beta(N-n-octadecilacetilamino) beta-carboxipropionilamino } fenil7

20.

10 SEP.



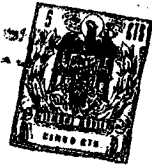
-43- 280665

- 3-anilino-5-pirazolona, cuya preparación se indica en el Ejemplo 2, en 6 partes de n-propanol, 10 partes de agua y 1,79 partes de solución de hidróxido 2N potásico. La solución así obtenida es añadida
5. luego a una emulsión gelatinosa de haluro de plata y se obtiene una capa de emulsión fotográfica como se describe en el Ejemplo 1. El acoplador cromático contenido en la capa de emulsión consta principalmente del acoplador de bis-pirazolona, siendo la capa sustancialmente incolora.
- 10.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Inglaterra con fecha 11 de
15. septiembre de 1.961, nº 32573/61 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años
20. en España: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCIÓN DE UN ACOPLADOR CROMÁTICO"; caracterizándose por lo siguiente:
- 25.

1ª - Procedimiento de obtención de un acoplador cromático de fórmula general:



con un aldehído aromático de fórmula general A-CHO.

2ª - Procedimiento, según la reivindicación 1ª, en el que hay un grupo de ácido carboxílico o sulfónico en R, R' o A.

5.

3ª - Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, caracterizado por la distribución homogénea de dicho acoplador con un haluro de plata para la formación de una emulsión fotográfica.

10.

4ª - Procedimiento de obtención de un acoplador cromático, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de cuarenta y cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

10 SEP. 1962

WILFORD MILTEND,

GÓMEZ ACEBO Y MODEY