

1 ABR. 1963

P.- 23.733.-

BO 3749 va



283593

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 21 de diciembre 1962, con el núm. 283.593

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de CHEMISCHE FABRIEK L. VAN DER GRINTEN N.V., en
tidad holandesa, establecida en Venlo, Holanda, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE PAPEL DIAZOTIPO".-

La invención se refiere a un procedimiento para la
producción de papel diazotipo de dos componentes, que pue
de ser revelado por calentamiento y que contiene un com-
puesto de benceno diazonio sensible a la luz, un compo-
5 nente de copulación azo, un compuesto de reacción ácido,
la pequeña cantidad de agua utilizada comúnmente en el ma
terial diazotipo de dos componentes, y un material fusi-
ble neutralizador de ácidos, estando este último material
separado de la capa que contiene el compuesto de diazonio
10 por medio de una capa intermedia, refiriéndose también la

283593



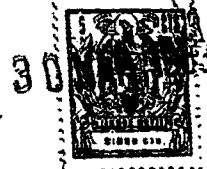
invención a material diazotipo de dos componentes revelable por calor, producido de acuerdo con este procedimiento.

5 El material diazotipo de dos componentes usual se revela, generalmente, con la ayuda de vapor de amoníaco. Este método de revelado se aplica en gran escala, pero tiene desventajas que impiden la aplicación del proceso del diazotipo de dos componentes en muchos casos, por ejemplo, en las oficinas.

10 Se han propuesto materiales diazotipo de dos componentes, especiales, que pueden ser revelados sin vapor de amoníaco, utilizando exclusivamente calor. Se han descrito materiales cuya capa sensible a la luz contiene una sustancia que se evapora o descompone por calentamiento, aumentando el pH de la capa sensible a la luz como consecuencia de ello, hasta un valor en el que puede tener lugar la combinación del diazocompuesto con el componente de copulación azo.

15 Estos materiales diazotipo o tienen escasas cualidades de conservación, por ejemplo debido a que en vista de la velocidad de revelado necesaria el pH de la capa sensible a la luz es demasiado elevado o la capa ha sido insuficientemente estabilizada, o bien no puede ser revelado a una temperatura todavía admisible, como es el caso, por ejemplo, si la sustancia que efectúa el revelado es una sustancia que separa amoníaco por calentamiento, tal como urea, tiourea y sus derivados alcohilo. No son convenientes las temperaturas de revelado de, por ejemplo, 150°C y superiores. Si las copias se calientan hasta una temperatura alta como ésta, se vuelven quebradí-

283593



zas o se abrasan; una gran parte de la cantidad de diazo compuesto disponible para la formación de colorante azo se descompone como consecuencia de la pirolisis, de tal manera que se obtienen imágenes débiles de colorante azo.

5 En relación con esto se ha observado que la temperatura de las copias durante el revelado no debe ser confundida con la del dispositivo revelador. Este último tiene, por lo general, una temperatura considerablemente más alta.

10 En la revista *Photographic Science and Eng.*, Vol. 5, No. 4, Julio-Agosto 1961, páginas 239-243, se publicó un resumen de los procesos y materiales conocidos.

15 La descripción de la patente británica nº 815.006 describe un material diazotipo revelable por calor en el cual el diazo compuesto y el componente de copulación azo están presentes en capas separadas, las cuales están separadas por una capa de cera que funde entre 60 y 70°C. Esta última capa está formada de cera fundida. Si es necesario, se puede aplicar una capa superior consistente en un agente orgánico aglutinante formador de película.

20 El compuesto diazo es, preferiblemente, un diazo compuesto que se copula muy activamente y, por lo tanto, no es particularmente estable, tal como una sal de 4-(4'-tolil) mercapto-2,5-dietoxibenceno diazonio o una sal de 4-benzilamino-2,5-dietoxibenceno diazonio. Como componentes
25 adecuados de copulación azo se mencionan los compuestos resorcina, floroglucina y dimedona que se copulan activamente.

30 Este material diazotipo solamente posee buenas cualidades de conservación si la capa de cera es gruesa. Pero entonces el revelado es lento e incompleto, debido a



283593

que al calentar el componente de copulación azo tiene que disolverse en la capa intermedia de cera fundida antes de penetrar en la capa diazo. Todo esto tiene que tener lugar durante el tiempo de que se dispone para el revelado y que, con vistas a la pirolisis del diazo compuesto, sólo puede ser muy corta.

Con el fin de aumentar la velocidad y la perfección del revelado, la capa que contiene el componente de copulación azo puede contener también una sustancia de reacción básica, por ejemplo, una amina de un hidrocarburo de cadena larga, tal como estearilamina.

Sin embargo, en presencia de aminas varios componentes de copulación azo, incluyendo la floroglucina y la resorcina, forman con el oxígeno del aire productos de oxidación coloreados. Estos productos de oxidación afectan de manera desfavorable la transmitancia de la luz y el matiz de la capa de componente de copulación azo. Además, esto disminuye el contenido de componente de copulación azo en esta capa y, por consiguiente, también la perfección del revelado. Para el material diazotipo que se produce de la manera descrita en esta descripción de la patente, no es posible utilizar como soporte en el proceso diazotípico el papel base de color blanco usual, ya que éste es transparentado por la cera fundida de que está formada la capa intermedia.

En la descripción de la patente francesa 1.255.950 se describe un papel diazotipo revelable por calor de tipo similar, en el que se ha aplicado sucesivamente sobre un soporte de papel una capa que contiene componente de copulación azo, una capa de cera y una capa de diazo com-

283593



5 puesto. La capa que contiene componente de copulación azo
contiene un componente de copulación azo que se copula de
activa a muy activamente, tal como 2,3-dihidrexinaftale-
no, o un componente de copulación azo del tipo de la pira-
zolina o acetilacetanilida con un punto de fusión bajo.
Además, contiene un agente aglutinante hidrófilo, tal co-
mo alcohol polivinílico, y, si es necesario, una sustan-
cia de reacción básica tal como hexilamina, laurilamina
y estearilamina. En esta capa puede también haber presen-
10 te acetato de polivinilo.

La capa intermedia consiste, principalmente, en ma-
terial ceroso, tal como parafina y polietileno, aplicado
sobre la capa de componente de copulación azo a partir de
una emulsión o de una dispersión acuosa. Contiene un agen-
15 te aglutinante hidrófilo, tal como alcohol polivinílico,
y funde cuando se calienta el papel diazotipo hasta por
encima de 160°C.

La capa sensible a la luz contiene como diazo com-
puesto p-diazo-N,N-dimetilanilina, un diazo compuesto es-
20 table que se copula lentamente, y un ácido cuya primera
constante de disociación es mayor de 10^{-3} , tal como ácido
maleico o ácido sulfámico. Para evitar la copulación pre-
matura, ha de utilizarse una cantidad muy grande de este
ácido fuerte, mientras que, además, la capa intermedia ce-
25 rosa ha de ser todavía lo bastante gruesa para que tam-
bién con este material transcurra el revelado a velocidad
comparativamente lenta. Así, si el material diazotipo ha
de ser revelado tan satisfactoriamente como sea posible,
debe mantenerse a una temperatura elevada durante un lar-
30 go tiempo. Sin embargo, a menos que el contenido de diazo

283593



compuesto de la capa sensible a la luz sea elevado, proporciona imágenes de colorante azo que no son muy densas, lo cual se debe a la pirolisis del diazo compuesto que ocurre entonces.

5 Una desventaja más del uso de capas intermedias de material ceroso, según se describe en la memoria de la patente británica 815.005 y en la memoria de la patente francesa 1.255.950, es que en el revelado el diazo compuesto es desplazado lateralmente por el material ceroso fundido. Como consecuencia de esto, se obtienen imágenes borrosas.

10 La invención se refiere a un procedimiento para la producción de papel diazotipo de dos componentes, revelable por calor, que contiene un compuesto de benceno diazonio sensible a la luz, un componente de copulación azo, un componente de reacción ácida, así como la pequeña cantidad de agua utilizada comúnmente en el material diazotipo de dos componentes, y un material neutralizador de ácidos, fusible, estando separado este último material

15 de la capa que contiene el diazo compuesto, por medio de una capa intermedia, estando caracterizado dicho procedimiento por que el papel se recubre sucesivamente, con:

20 1. una capa sensible a la luz, de estructura abierta, que contiene además del diazo compuesto, del componente de copulación azo y del compuesto de reacción ácida, una cantidad de 1 a 6 gramos/m² de un compuesto de vinilo sustituido, polimerizado, de alto peso molecular, termoplástico, que se aplica desde una dispersión acuosa;

25 2. una capa de película termoplástica hidrófoba,

283593



delgada, que tiene un peso que no excede los 4 gramos/m²,
cuya capa separa el material neutralizador de ácido de
la capa sensible a la luz, pero transmite este material
por calentamiento, y en cuya capa está presente una sus-
5 tancia polimérica seleccionada del grupo formado por com-
puestos de vinilo sustituidos, polimerizados, hidrófobos,
y derivados celulósicos hidrófobos, formándose dicha capa
de película sobre la capa seca sensible a la luz a partir
de una solución de la sustancia polímera en un disolven-
10 te, en el cual el diazo compuesto, el componente de copu-
lación azo y el compuesto de reacción ácida presentes en
la capa sensible a la luz, no se disuelven o se disuelven
sólo muy ligeramente; y

3. una capa transmisora de la luz que es sólida y
15 está seca a la temperatura ambiente y que contiene una
carga, así como un material orgánico neutralizador de
ácido, que funde por debajo de los 100°C y que está se-
leccionado del grupo formado por aminas orgánicas no ar-
máticas, no volátiles o sólo ligeramente volátiles y por
20 las sales de estas aminas con ácidos débiles.

La invención se refiere también a un papel diazo-
tipo de dos componentes, revelable por calor, que se pro-
duce mediante el método arriba mencionado. Procediendo
de acuerdo con la invención, se puede producir papel dia-
25 zotipo de dos componentes, revelable por calor, que posee
buenas cualidades de conservación en condiciones atmosfé-
ricas normales, pudiéndose revelar copias sobre este ma-
terial en unos segundos mediante calentamiento hasta una
temperatura que no exceda de 120°C, formándose así inten-
30 sas imágenes de colorante azo.



283593

Una de las cualidades características del papel diazotipo de dos componentes revelable por calor de acuerdo con la invención, es que el diazo compuesto y el componente de copulación azo están presentes juntos en una capa, con una cantidad de un ácido o una sustancia de reacción ácida necesaria para evitar la descomposición del diazo compuesto y la copulación prematura del diazo compuesto y del componente de copulación azo. Esta capa puede ser considerada como una capa normal de diazotipo de dos componentes que, si se desea, puede verdaderamente también ser revelada con la ayuda de vapor de amoníaco. El papel de acuerdo con la invención puede ser revelado, por lo tanto, de dos maneras diferentes, lo cual puede ser una ventaja para los usuarios que ya tienen a su disposición el aparato para el revelado con amoníaco en un gabinete de delineación por ejemplo, y que instalan una maquinaria de revelado por calor en la oficina, pero desean utilizar el mismo papel en ambos departamentos.

Después del revelado con vapor de amoníaco, el papel diazotipo se coloca, preferiblemente, de tal manera que su parte posterior esté vuelta hacia la fuente de amoníaco, debido a que el soporte del papel tendrá, por lo general, una mayor transmisión para el vapor de amoníaco que la combinación de capas aplicadas sobre la capa sensible a la luz.

La estructura de la capa sensible a la luz del papel diazotipo de acuerdo con la invención, debe satisfacer ciertas exigencias especiales en comparación con el papel diazotipo normal de dos componentes. De hecho, después del revelado por calor, el material orgánico líquido

283593



do neutralizador de ácidos debe penetrar a través de la
capa intermedia hasta el interior de la capa sensible a
la luz, donde ha de neutralizar el compuesto de reacción
ácida presente allí, con el fin de efectuar la formación
5 del colorante azo. El material neutralizador de ácidos
debe penetrar en la capa sensible a la luz en unos segun
dos, debido a que de otro modo tendrá lugar hasta un gra
do considerable la pirolisis del diazo compuesto. Por lo
tanto, la capa sensible a la luz debe tener una estructu
10 ra abierta y, preferiblemente, debe estar presente sobre
la superficie del soporte en forma de una capa separada
muy fina.

Este no es el caso si, por ejemplo, el diazo com
puesto y el componente de copulación azo han penetrado
15 entre o en el interior de las fibras del soporte del pa
pel. Por lo tanto, el soporte preferiblemente utilizado
es papel que ha sido previamente recubierto con un agen
te denominado mejorador de superficie, tal como sílice
coloidal o no coloidal u óxido de aluminio o dióxido de
20 titanio o barita, arcillas (coloidales) tales como caolín,
bentonita, ceolita, atapulgita, haloisita y semejantes, o
con resinas sintéticas, tales como poliestireno, poli(ma
tacrilato de metilo), poli(acetato de vinilo), copolíme
ros de butadieno-acrilonitrilo, copolímeros de cloruro de
25 vinilideno y semejantes, o con papel que ha sido barniza
do con, por ejemplo, un barniz de acetato de celulosa. Si
se desea y si es posible, el agente mejorador de la super
ficie puede ser añadido también al líquido sensibilizan
te.

30 Con el fin de proporcionar a la capa sensible a la

283593



luz la estructura abierta deseada, se incorpora a esta capa, desde una dispersión acuosa una cantidad de un compuesto de vinilo sustituido, polimerizado, de alto peso molecular, termoplástico y finamente dividido. Preferiblemente, se añade al líquido acuoso sensibilizante, una dispersión acuosa ácida de un polímero como este, con cuya ayuda se forma la capa sensible a la luz. Sin embargo, también es posible aplicar la dispersión antes o después de la sensibilización.

10 En principio, pueden utilizarse las dispersiones acuosas ácidas de muchos compuestos de vinilo sustituidos, polimerizados, de alto peso molecular y termoplásticos. Se hace uso, preferiblemente, de polímeros cuyas partículas debido al reblandecimiento se adhieren unas a otras después de calentar, en este caso después de secar, la superficie que ha sido tratada con el líquido en el que está presente el polímero. Esta cualidad se puede proporcionar a polímeros cuyas partículas no tienen esta cualidad, añadiéndoles una cierta cantidad de plastificante. Sin embargo, las partículas de tales polímeros pueden ser también fijadas a la superficie del papel con ayuda de un agente aglutinante, tal como alcohol de polivinilo.

25 Sin embargo, el polímero no debe ser notablemente adherente ni formar una película estrechamente unida a la superficie del papel, cuyas dos cualidades son propias de polímeros con un peso molecular relativamente bajo y/o un alto contenido en plastificante.

30 Los compuestos de vinilo sustituidos y polimerizados que son adecuados para utilizarlos en la capa sen

283593



1953

sible a la luz y que pueden ser incorporados a ella desde una dispersión acuosa ácida, son, por ejemplo, poli(acetato de vinilo) de alto peso molecular, poliestireno, poli(cloruro de vinilo), copolímeros de alto peso molecular de acetato de vinilo con cloruro de vinilo y de estireno con butadieno, poli(metacrilato de metilo), poli(metacrilato de butilo), copolímeros de cloruro de vinilideno y copolímeros de cloruro de vinilo con éter vinilisobutilico.

Preferiblemente, se utilizan dispersiones con un tamaño de partícula medio entre 0,5 y 3 micras. También se pueden obtener resultados utilizables, con dispersiones más finas. Así, se pueden usar todavía dispersiones de polímeros que se ablandan a temperaturas relativamente altas, tales como poliestireno, cuyo tamaño medio de partícula es de aproximadamente 0,1 micras, aunque las capas sensibles a la luz que se forman con estas dispersiones son menos fácilmente accesibles al material neutralizador de ácidos que penetra a través de la capa intermedia después del revelado, de lo que lo son las capas sensibles a la luz en cuya formación se han utilizado dispersiones de grano más grueso. Debido a que la capa sensible a la luz formada con ellas no tiene con frecuencia la estructura abierta deseada, son mucho menos adecuadas las dispersiones más finas (con un tamaño medio de partícula menor de 0,5 micras) de polímeros con un punto de reblandecimiento bajo, tales como poli(acetato de vinilo). Una capa sensible a la luz a la que se ha incorporado un polímero desde una dispersión acuosa, con un tamaño medio de partícula de más de 3 micras, tiene



283593

frecuentemente una estructura que es demasiado gruesa y demasiado abierta, como consecuencia de lo cual apenas se puede formar sobre una tal capa una capa intermedia-
ria delgada. Los mejores resultados se obtienen con dis-
5 persiones acuosas de polímeros con un tamaño medio de partícula de aproximadamente una micra.

La cantidad de polímero que debe contener la capa sensible a la luz, si ha de poseer la estructura deseada, está entre 1 y 6 gramos de polímero por metro cuadrado de superficie sensibilizada. Cantidades menores de
10 1 gramo/m² no son muy eficaces, mientras que cantidades de más de 6 g son causa de que la capa sensible a la luz resulte demasiado gruesa. En ambos casos, el revelado transcurre demasiado lentamente y se obtienen imágenes
15 de colorante azo relativamente débiles. Por lo general, se eligen cantidades de 2 a 4 gramos/m².

Sobre la capa sensible a la luz se aplica una delgada capa de película termoplástica hidrófoba. Esta capa separa el material orgánico neutralizador de ácidos de la
20 capa sensible a la luz, incluso si el material diazotipo se conserva en condiciones desfavorables, por ejemplo, en ambientes húmedos y cálidos. Sin embargo, después del revelado transmite este material.

Se han encontrado muchos polímeros que son adecuados para la formación de la capa intermedia, entre los
25 compuestos de vinilo sustituidos, polímeros, hidrófobos, no cerosos y que no cristalizan, por ejemplo, entre los poli(acetatos de vinilo), acetales de polivinilo, butirales de polivinilo, poliestirenos, poli(metacrilato de me
30 tilo) y sus copolímeros, poli(metacrilato de butilo), co

283503



polímeros de acetato de vinilo con cloruro de vinilo, y además entre los acetatos de celulosa, acetato-butiratos de celulosa, bencil celulosas y etil celulosas. Como es natural, se pueden utilizar también mezclas de estos polímeros.

La solución a partir de la cual se forma la capa intermedia contiene, preferiblemente, de 1 a 3% en peso del polímero en un disolvente tal como acetato de etilo, acetona, tricloroetileno, tetracloruro de carbono, benceno, tolueno y tetrahidrofurano. El diazo compuesto, el componente de copulación azo y el compuesto de reacción ácida que están presentes en la capa sensible a la luz, no se disuelven en estos disolventes o se disuelven sólo ligeramente, de tal manera que cuando se aplica la capa intermedia, estas sustancias permanecen en el mismo lugar y no se mezclan con el polímero de que está formada la capa intermedia. Como es natural, se pueden utilizar también mezclas de estos disolventes.

El espesor de la capa intermedia puede ser muy pequeño. Con capas cuyo peso es considerablemente menor de $0,5 \text{ g/m}^2$ se pueden obtener todavía buenos resultados. Sin embargo, su producción exige un método de trabajo muy exacto porque, por ejemplo, cualquier impureza del líquido a partir del cual se forma esta capa puede ser causa de una abertura de la capa, a través de la cual puede penetrar el material neutralizador de ácidos en el interior de la capa sensible a la luz. Las capas intermedias que tienen un peso de más de 4 g/m^2 no pueden ser muy bien utilizadas en la práctica, por ser demasiado largo el tiempo que necesita el material neutralizador de ácidos para penetrar

283593



a través de ellas después del revelado. Son capas intermedias muy adecuadas aquellas que tienen un peso de 0,3 a 1 g/m².

5 El material orgánico neutralizador de ácidos está presente sobre la capa intermedia en una capa transmisora de la luz que es sólida y está seca a la temperatura ambiente. No debe ser volátil, o prácticamente no volátil, a temperaturas por debajo de los 140°C, pudiendo consistir en una sustancia que sea sólida a la temperatura ambiente y que tenga un bajo punto de fusión. Sin embargo, puede ser líquido también a la temperatura ambiente. Se han encontrado muy adecuadas las aminas orgánicas no aromáticas, no volátiles o ligeramente volátiles, y sus sales con ácidos débiles. Ejemplos de aminas adecuadas son: aminas alifáticas primarias de cadena carbónica larga, tales como laurilamina, estearilamina, octametilendiamina, decametilenodiamina; N-alcohol-carbonil-N'-2-hidroxi-etil-etileno diamidas con un radical alcohol de 6 a 18 átomos de carbono; trietanolamina; siendo además
10 adecuadas sales de estas aminas con ácidos débiles, tales como estearato y fosfato de trietanolamina. Estas sales pueden ser formadas en la solución o dispersión con ayuda de la cual se aplica la capa que contiene el material neutralizador de ácido, por ejemplo, a partir de una
15 mezcla de una sal de una amina como esta con un ácido fuerte y una sal de una base fuerte con un ácido débil, por ejemplo, a partir de cloruro de trietanolamina y estearato sódico.
20
25

Entre estas sustancias se prefieren las N-alcoholcarbonil N'-2-hidroxi-etil-etileno diamidas con un ra-
30



283593

dical alcohol de 6 a 18 átomos de carbono. Después del revelado penetran rápidamente a través de la capa intermedia y apenas se evaporan a temperaturas de 120 a 140°C.

5 Con el fin de obtener una capa que sea seca y sólida a la temperatura ambiente, sobre la que puede escribirse fácilmente y que sea agradable al tacto, el material orgánico neutralizador de ácido ha de ser mezclado con sustancias finamente divididas, denominadas cargas en lo que sigue, tales como sílice, óxido de aluminio, caolín, dióxido de titanio, sulfato de bario, bentonita, carbonato magnésico, dispersiones de resina sintética, por ejemplo dispersiones de poli(acetato de vinilo), poli(cloruro de vinilo), poliestireno, poli(metacrilato de metilo) y sus copolímeros.

10

15

No hace falta mencionar que cada una de las diferentes capas del papel diazotipo de dos componentes de acuerdo con la invención debe tener un espesor y estructura uniformes en todo su plano, y debe tener buena cohesión con el papel de soporte y con las capas adyacentes. Una realización atractiva del procedimiento de acuerdo con la invención, es aquella en la cual la capa intermedia se forma a partir de una solución de un polímero adecuado en un disolvente, en el que el polímero presente en la capa sensible a la luz se hincha o disuelve. Por consiguiente, después de la formación de la capa intermedia, se obtiene una buena adherencia del polímero que está presente en dicha solución con el polímero de la capa sensible a la luz, debido a lo cual se fijan firmemente entre sí ambas capas. En este procedimiento

20

25

30

283593



se obtienen siempre buenos resultados si los dos polímeros son de la misma clase o por lo menos están muy estrechamente relacionados, siempre que, como es natural, la dispersión a partir de la cual se aplica el polímero a la capa sensible a la luz haya sido elegida de tal manera que la capa sensible a la luz tenga la estructura abierta deseada. Así, si el polímero de la capa sensible a la luz se aplica desde una dispersión acuosa de poliestireno o poli(metacrilato de n-butilo), se puede producir papel diazotipo de dos componentes de acuerdo con la invención, el cual tiene buenas cualidades de conservación y se revela bien a unos 120°C, si la capa intermedia se forma con una solución de poliestireno o con una solución de poli(metacrilato de metilo), en disolventes tales como tricloroetileno, acetato de etilo y acetona.

Es bastante curioso que se obtenga prácticamente siempre un buen resultado con la realización de la invención arriba mencionada, si hay presente poli(acetato de vinilo) tanto en la capa sensible a la luz como en la solución a partir de la cual se forma la capa intermedia, o en ambas. Así, de acuerdo con la invención se puede producir papel diazotipo de dos componentes estable y de revelado rápido, si la capa intermedia se forma a partir de una solución de poli(acetato de vinilo) en un disolvente en el cual se hincha o disuelve el polímero presente en la capa sensible a la luz, tal como acetato de etilo, acetona, tetracloruro de carbono, tricloroetileno, benceno y tolueno. En la solución de poli(acetato de vinilo) puede haber presentes también otros polímeros. En lugar del poli(acetato de vinilo), se pueden utilizar también sus co-

283593



polímeros. Se prefiere una solución de 1 a 3% en peso de poli(acetato de vinilo) que tenga un peso molecular de 500.000 o superior, preferiblemente de 1.000.000 o superior, en acetato de etilo, acetona o tricloroetileno. Si en la capa sensible a la luz se utiliza poli(acetato de vinilo) la dispersión de poli(acetato de vinilo) debe satisfacer los requerimientos arriba mencionados con referencia al polímero de la capa sensible a la luz. El papel diazotipo de dos componentes de acuerdo con la invención, cuya capa sensible a la luz contiene una cantidad entre 1 y 6 gramos/m² de poli(acetato de vinilo) finamente dividido, que tiene un peso molecular de por lo menos 500.000 aplicado desde una dispersión acuosa ácida cuyo tamaño medio de partícula está entre 0,8 y 3 micras, mientras que la capa intermedia es una delgada capa de película que tiene un peso que no excede los 4 gramos/m², que consiste substancialmente en poli(acetato de vinilo) con un peso molecular de más de 500.000 y cubierta con una capa transmisor de luz que está seca y es sólida a la temperatura ambiente y contiene una carga así como un material orgánico neutralizador de ácido que funde por debajo de 100°C y que pertenece al grupo formado por aminas orgánicas no aromáticas no volátiles o solamente ligeramente volátiles y sales de estas aminas con ácidos débiles, tiene una buena estructura y buena coherencia de las diferentes capas. Tiene buenas cualidades de conservación y se revela rápidamente. También se obtiene papel diazotipo de dos componentes eminentemente adecuado de acuerdo con la invención, si después del uso de dicho poli(acetato de vinilo) finamente dividido de la capa sensible a la luz, se forma la capa inter

283593



media con ayuda de una solución de un polímero distinto del poli(acetato de vinilo), por ejemplo de un derivado de celu-
losa hidrófobo, tal como acetato de celulosa, acetato-butira-
to de celulosa, etil celulosa, bencilcelulosa, así como con
5 la ayuda de una solución de poliestireno, poli(metacrilato
de metilo), poli(cloruro de vinilo), y sus copolímeros. En
todos estos casos se utiliza un disolvente para el poli(ace-
tato de vinilo) en el que no se disuelve el diazo compuesto,
el componente de copulación azo ni el compuesto de reacción
10 ácida presentes en la capa sensible a la luz.

El papel diazotipo de dos componentes de acuerdo con
la invención, en el cual el polímero de la capa sensible a la
luz o el de la capa intermedia, o ambos, es o son poli(aceta-
to de vinilo), se revela rápidamente a temperatura entre 100
15 y 130°C y tiene buenas cualidades de conservación si el mate-
rial orgánico neutralizador de ácidos es una N-alcohol-carbo-
nil-N'-2-hidroxietileno diamina soluble en agua, cuyo ra-
dical alcoholo contiene por lo menos 6 átomos de carbono.

En el papel diazotipo de dos componentes revela-
20 ble por calor de acuerdo con la invención, pueden emplear-
se los compuestos de diazonio utilizados comúnmente en el
proceso diazotipo de dos componentes. Se obtienen buenos
resultados con sales de benceno diazonio con un grupo ami-
no terciario en posición para, tales como la 4-diazo N,
25 N-dimetilanilina, 4-diazo N, N-dietilanilina, 4-diazo
N-etil N-2'-hidroxi-etil anilina, y 4-diazo morfolibence-
no, pero también con diazocompuestos con un grupo amino
secundario en posición para, tales como 4-diazo 2-metoxi
N-metilanilina. Durante el tiempo necesario para el reve-
30 lado, estos diazo compuestos son satisfactoriamente resis-

28350



tentes a las temperaturas de 100-130°C. Es bastante curioso que se puedan también utilizar con buen resultado las mucho menos estables 4-diazo 2,5-dialcoxi-morfolinas, tales como la 4-diazo 2,5-dietoxifenilmorfolina y la 4-diazo 2,5-di-n-butoxifenilmorfolina. Evidentemente, la cantidad de estos diazocompuestos en el material diazotipo de acuerdo con la invención, convertidos en unos segundos a una temperatura de revelado de 120°C en colorante azo, es suficiente para obtener vigorosas imágenes de colorante azo. Debido a su gran sensibilidad a la luz, se puede utilizar una cantidad más grande de estos compuestos que de los compuestos primeramente mencionados. Sin embargo, el papel diazotipo producido con ellos es mucho más sensible a la luz que el papel diazotipo fabricado con los compuestos primeramente mencionados.

Los componentes de copulación azo que se utilizan más comúnmente en el proceso diazotipo de dos componentes, tales como 2-hidroxinaftaleno, 2,3-dihidroxinaftaleno, ácido 2,3-dihidroxinaftaleno 6-sulfónico, ácido 2,7-dihidroxinaftaleno-3,6-disulfónico, ácido 1,6,7-trihidroxinaftaleno-3-sulfónico, 7'-hidroxi-1',2',4,5-naftimidazol, 2-hidroxi-3-(2'-hidroxi)etilamidocarbonilnaftaleno, m-ureidofenol, 2,2',4,4'-diresorcinol, hidroxietilamida del ácido beta-resorcílico, 4-di-metilamino metil-2,5-dimetilfenol, dimedona, 1-fenil-3-amido-carbonilpirazolona-5, son también eminentemente adecuados para utilizarlos en el material diazotipo de dos componentes revelable por calor de acuerdo con la invención. Para evitar la copulación prematura se utilizan en combinación con diazocompuestos de copulación relativamente lenta, componentes de copulación

233593



azo que se copulan activamente, tales como floroglucina y resorcina, mientras se combinan componentes de copulación azo que se copulan lentamente, tales como 2-hidroxinaftaleno-3,6-ácido disulfónico y 7'-hidroxi-1', 2', 4,5-naftimidazol, con diazo compuestos de copulación relativamente activa; todo esto es usual en el proceso diazotipo de dos componentes normal.

La capa sensible a la luz contiene además una cantidad suficiente de un compuesto de reacción ácida, tal como ácido tartárico, ácido cítrico, ácido maleico, ácido succínico, alumbre y semejantes.

Puede también contener otros agentes auxiliares, utilizados comúnmente en las capas de diazotipo de dos componentes, por ejemplo sales metálicas, tales como cloruro de zinc, cloruro magnésico y sulfato de níquel; sustancias que aumentan la velocidad de revelado, tales como glicerina, polietilen-glicol, urea, aliltiourea, estabilizadores, tales como tiourea y ácido naftaleno-1,3,6-trisulfónico o una de sus sales; sustancias que mejoran el matiz del colorante azo formado después del revelado, tales como el 2-hidroximetilbencimidazol, etc.

Exactamente igual que el material diazotipo de dos componentes de tipo usual, el papel diazotipo de dos componentes revelable por calor, de acuerdo con la invención, debe contener una pequeña cantidad de agua con el fin de asegurar un buen revelado.

Ejemplo I

Se sensibiliza papel base de color blanco de 80 gramos/m² para el proceso diazotipo, que ha sido pre-recubier

283593



to con una dispersión acuosa de sílice y secado, con un líquido que contiene:

9 gramos de sal doble de cloruro de 4-dietilamino-
benceno diazonio, cloruro de zinc

5 7,5 gramos de 2,3-dihidroxi naftaleno

15 gramos de cafeína

3 gramos de ácido cítrico

450 ml de dispersión acuosa de copolímero de poli(ace-
tato de vinilo) poli(cloruro de vinilo), Appretan

10 E. M. (de la Farbwerke Hoechst A.G., Frankfurt a.M.,
Alemania)

600 ml. de agua

y se seca hasta que el papel contenga solamente aproxima-
damente un 3% en peso de agua. La capa sensible a la luz

15 contiene aproximadamente 3 gramos de polímero por m².

Sobre la capa sensible a la luz y seca, se forma
una capa intermedia extendiendo sobre ella una solución
de:

30 gramos del poli(acetato de vinilo) de alto peso

20 molecular Mowilith 70 (de la Farbwerke Hoechst
A.G.) de peso molecular aproximadamente 1.000.000,

en

1000 ml de acetato de etilo.

y secando.

25 La capa intermedia pesa 0,5-0,7 gramos/m².

Finalmente, se recubre el material obtenido con una
capa transmisora de la luz, sólida, seca, que contiene ma-
terial neutralizador de ácido, aplicando sobre la capa in-
termedia una capa de 10 a 15 g/m² de un líquido que contie

30 ne:

283593



50 g de estearilamina (punto de fusión aproximadamente 4320)

17 g de sílice no coloidal (Syloid 244 de The Davison Chemical Corporation, Baltimore 3, Maryland, U.S.A.)

5

1000 ml de éter de petróleo,

y secando.

Una hoja de papel diazotipo así producido se expone a la imagen en contacto por debajo con un dibujo de tinta transparente hasta que por debajo de las partes blancas del dibujo ha sido blanqueado todo el compuesto diazo, y se revela, seguidamente, guiándolo alrededor de un cilindro metálico que tiene una temperatura de 120°C, cuyo cilindro gira con una velocidad circunferencial de aproximadamente 1,5 m/minuto, mientras la hoja yace con la parte posterior apoyada contra el cilindro y está en contacto con el cilindro a lo largo de una distancia de unos 10 cm. Cada parte de esta hoja se calienta, así, durante unos 4 segundos.

10

15

20

La copia obtenida muestra una vigorosa imagen de colorante azo de color azul-violeta sobre un fondo blanco transparente. Sobre el lado imagen de la copia se puede escribir fácilmente con lápiz, pluma estilográfica y bolígrafo.

25

Sobre este papel diazotipo se pueden revelar también copias exponiéndolas al vapor de amoníaco, volviéndose la hoja a revelar con la cara del papel hacia la fuente de amoníaco.

30

El papel diazotipo tiene buenas cualidades de conservación.

283593



Ejemplo II

Se recubre con una capa sensible a la luz, papel ba
se blanco de 80 g/m² para proceso diazotipo que ha sido pre-
recubierto con una dispersión acuosa de poli(acetato de vi-
nilo) y secado, tratándolo por la cara pre-recubierta con
un líquido que contiene:

- 16 g de sal doble de cloruro de 4-morfolino-2,5-
-distoxibenceno diazonio, cloruro de zinc
- 10 32 g de sal sódica del ácido 2,3-dihidroxinaftaleno-
-6-sulfónico
- 4 g de ácido tartárico
- 400 ml de agua y
- 600 ml de dispersión acuosa de metacrilato de n-buti-
lo, Plextol P2n (de Röhm & Haas G.m.b.H., Darmstadt,
15 Alemania)

y se seca hasta que el papel tiene un contenido de humedad
de 2 a 3%. La capa sensible a la luz contiene aproximadamen-
te 4 gramos de polímero por m².

- 20 Sobre la capa sensible a la luz se aplica ahora una
capa intermedia, extendiendo sobre ella una capa delgada
de una solución de:

- 30 g del poli(acetato de vinilo) de alto peso molecu-
lar Mowilith 90 (de la Farbwerke Hoechst A.G.,
25 peso molecular aproximadamente 2.000.000) en
1000 ml de tricloroetileno,

y secando. La capa intermedia pesa aproximadamente 1 g/m².

- 30 Sobre la capa intermedia se aplica una capa sólida,
seca, transmisora de la luz, que contiene un material or-
gánico neutralizador de ácido. A este fin se aplica y seca

283593



una delgada capa de un líquido que contiene:

40 g del N-alcoholcarbonil N'-2-hidroxietiletileno diamida, Nalcamine A.12 (de la Nalco Chemical Company, Chicago 38, Ill., U.S.A.) (punto de fusión 352C)

7 g de sílice no coloidal (Syloid 244)

250 ml de la dispersión de poli(acetato de vinilo) Vinnapas H.60 (de la Wacker-Chemie G.m.b.H., Munich, Alemania), y

1000 ml de agua.

Se expone a la imagen una hoja del material diazotipo muy sensible a la luz así obtenido, hasta que por debajo de las partes blancas del original haya sido blanqueado todo el diazocompuesto, y se revela, a continuación, guiándolo alrededor de un cilindro metálico a una temperatura de 1352C, cuyo cilindro gira con una velocidad de aproximadamente 1,8 m/minuto, mientras que la hoja yace con su cara sensible a la luz contra el cilindro y está en contacto con el cilindro durante una distancia de 10 cm. Cada parte de la hoja es, así, calentada durante aproximadamente 3 y 1/3 segundos.

La copia obtenida muestra una vigorosa imagen de colorante azo de color azul-violeta, sobre un fondo blanco. El revelado con la ayuda de vapor de amoníaco proporciona también una vigorosa imagen de colorante azo de color azul-violeta.

El papel diazotipo tiene buenas cualidades de conservación.

2835

Ejemplo III

Se sensibiliza papel base blanco de 80 g/m² para proceso diazotipo, el cual ha sido pre-recubierto con la dispersión acuosa de copolímero de butadieno-acrilonitrilo, Chemigum 245 CHS (de la Goodyear Tire & Rubber Co., Inc., Akron, Ohio, U.S.A.), y secado, con un líquido que contiene:

6 gramos de sal doble de cloruro de 4-morfolino-

2,5-di-n-butoxibenceno diazonio, cloruro de zinc,

12 gramos de sal sódica del ácido 2,3-dihidroxi-naftaleno-6-sulfónica

2 gramos de ácido tartárico

600 ml de agua

450 ml de dispersión acuosa de poli(acetato de vinilo) Vinnapas H.60

y se seca. La capa sensible a la luz contiene 5 g de polímero por m². El papel diazotipo tiene un contenido en humedad de aproximadamente 2,5%.

La capa sensible a la luz seca se trata con una solución de

10 gramos del poli(acetato de vinilo) de alto peso molecular Mowilith 90 en

1000 ml de tricloroetileno

y se seca, a continuación. Se forma así una capa intermedia con un peso de aproximadamente 0,3 g/m².

Sobre la capa intermedia se forma una capa transmisora de la luz, sólida y seca, mediante la aplicación de un líquido que contiene:

45 g de la N-alcoholcarbonil N'-2-hidroxi-etil-etileno diamida, Nalcamine A.12

65595



60 ml de la dispersión acuosa de sílice, Satessa
14 (de la Degussa, Frankfurt a.M., Alemania)
300 ml de agua, y
600 ml de una solución de 70 g del alcohol de poli
5 vinilo Mowiol 50-98 (de la Farbwerke Hoechst
A.G.) en una mezcla de 300 ml de etanol (96%)
y
700 ml de agua,
y secando.

10 Una hoja de material diazotipo muy sensible a la
luz así obtenido, se expone a la imagen y se revela como
en el Ejemplo I. Muestra una vigorosa imagen de coloran-
te azo de color azul oscuro.

15 El papel diazotipo tiene cualidades de conserva-
ción razonables.

Ejemplo IV

Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para
proceso diazotipo, que ha sido pre-recubierto con una dis-
20 persión de sílice acuosa y secado a continuación, con un
líquido que contiene:

9 g de sal doble de cloruro de 4-N-2'-hidroxietil
N-etilaminobenceno diazonio, cloruro de zinc
9 g de sal sódica del ácido 2,7-dihidroxinaftale-
25 no-3,6-disulfónico
3 g de ácido bórico
450 ml de dispersión de acetato de polivinilo Seta-
mul N.9125 (de la Kunstharzfabriek Synthese N.V.
Katwijk aan Zee, Holanda) y
30 600 ml de agua.

283593



y se seca. La capa sensible a luz contiene aproximadamente 3 gramos de polímero por m². El papel diazotipo tiene un contenido de humedad de aproximadamente 4%.

5 Sobre la capa sensible a la luz y seca se aplica una capa intermedia de poli(acetato de vinilo) con ayuda de una solución de:

30 g de poli(acetato de vinilo), Mowilith 90, en 1000 ml de tricloroetileno.

10 Después de secar, se ha formado una delgada película de poli(acetato de vinilo) sobre la capa sensible a la luz, cuya película se adhiere firmemente a la capa sensible a la luz. Pesa aproximadamente 0,5 gramos/m². Sobre la capa intermedia semejante a una película se aplica una capa que contiene un material orgánico neutralizador de ácidos desde un líquido que contiene:

30 g de estearato de trietanolamina

12 de sílice no coloidal (Syloid 244)

1000 ml de agua

20 Después de haberse evaporado el agua queda una capa seca y sólida que no es pegajosa.

Una hoja de papel diazotipo así obtenido se expone a la imagen y se revela como en el Ejemplo II. La copia muestra una imagen violeta sobre un fondo blanco. El revelado con vapor de amoníaco proporciona también una imagen violeta sobre un fondo blanco.

25 El papel diazotipo tiene excelentes cualidades de conservación.

Ejemplo V

30 Papel blanco de 150 g/m², el cual está recubierto

283593



por una cara con una capa de película de acetato de celulosa (aproximadamente 50% en peso de ácido acético combinado) con un espesor de unas 10 micras, la cual está fijada al papel por medio de un adhesivo, se recubre sobre la cara de la capa de acetato de celulosa con una capa sensible a la luz mediante tratamiento con una solución que contiene:

10 g de sal doble de cloruro de 4-morfolino-2,6-dietoxibenceno diazonio, cloruro de zinc

5 g de ácido tartárico

30 g de sal sódica del ácido 2,3-dihidroxinaftaleno-6-sulfónico

500 ml de la dispersión de poliestireno Polystyreen R (de la Koppers Company, Inc., Plastics Division, Pittsburgh, Pennsylvania, U.S.A.)

500 ml de agua

y se seca.

La capa sensible a la luz contiene aproximadamente 2 gramos de poliestireno por m² y aproximadamente 2 g de agua por m².

3^a Sobre la capa sensible a la luz se aplica una capa intermedia mediante extensión sobre ella de una delgada capa de una solución que contiene:

22,5 g del poli(acetato de vinilo) Mowilith 70

7,5 g de acetato de celulosa del tipo Hercules L.

M.1 (de la Hercules Powder Co., Wilmington 99, Delaware, U.S.A.) en

1000 ml de acetona

y se seca.

Sobre la capa intermedia que pesa aproximadamente

283593



1 g/m², se aplica la capa sólida, seca, transmisora de la luz descrita en el Ejemplo I que contiene un material orgánico neutralizador de ácidos.

Una hoja del material diazotipo muy sensible a la luz así obtenido, se expone a la imagen y se revela como en el Ejemplo II. La copia obtenida muestra una imagen azul violeta sobre un fondo blanco. El papel diazotipo tiene buenas cualidades de conservación.

Ejemplo VI

10

Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para proceso diazotipo, el cual ha sido pre-recubierto con la dispersión acuosa de metacrilato de n-butilo Plextol P2n (de la Röhm & Haas G.m.b.H.) y secado, con un líquido que contiene:

15

7,5 g de sal doble de cloruro de 4-metilamino-3-metoxibenceno diazonio cloruro de zinc

15 g de sal sódica del ácido 2,3-dihidroxinaftaleno-6-sulfónico

20

2,5 g de ácido tartárico

750 ml de la dispersión de metacrilato de n-butilo Plextol P2n

250 ml de agua,

y se seca de la manera usual.

25

La capa sensible a la luz contiene aproximadamente 3 gramos de polímero por m².

Sobre la capa seca sensible a la luz se aplica una capa intermedia de 3 g/m², con ayuda de una solución de:

30 g de poli(acetato de vinilo) Mowilith 90 en

30

1000 ml de acetona

283593

30



Sobre la capa intermedia se aplica una capa sólida y seca que contiene un material orgánico neutralizador de ácidos, mediante tratamiento con un líquido que contiene:

- 5 31 gramos de N-alcoholcarbonil N'-2-hidroxi~~etile~~ileno diamida, Nalcamine A.12.
- 5,5 gramos de sílice no coloidal
- 150 ml de la dispersión de poli(acetato de vinilo) Vinnapas H.60
- 850 ml de agua,

10 y se seca.

Una hoja del papel diazotipo así obtenido, se expone a la imagen y revela como en el Ejemplo I. La copia muestra una imagen de colorante azo de color azul violeta sobre un fondo blanco. El papel diazotipo tiene buenas 15 cualidades de conservación.

Ejemplo VII

Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para el proceso diazotipo, el cual ha sido pre-recubierto con 20 la dispersión acuosa de copolímero de poli(cloruro de vinilideno) Saran F. 122-A.15 (de The Dow Chemical Company, Midland, Michigan, U.S.A.) y seguidamente secado, con un líquido que contiene:

- 25 10 g de sal doble de cloruro de 4-morfolino-2,5-dietoribenceno diazonio, cloruro de zinc
- 5 g de ácido tartárico
- 30 g de sal sódica del ácido 2,3-dihidroxinaftaleno-6-sulfónico
- 600 ml de la dispersión de poli(acetato de vinilo) Vinnapas H.60

30



283593

400 ml de agua

y se seca de la manera usual.

La capa sensible a la luz, seca, contiene aproximadamente 5 gramos de poli(acetato de vinilo) por m². Sobre la capa sensible a la luz se aplica una capa intermedia extendiendo sobre ella una delgada capa de una solución que contiene:

25 gramos del copolímero Plexigum M-265, que contiene predominantemente poli(metacrilato de metilo) (de la Röhm & Haas G.m.b.H.)

en 1000 ml de acetona,

y se seca.

Sobre la capa intermedia que pesa aproximadamente 0,8 gramos/m², se aplica la capa transmisora de la luz, sólida, seca, descrita en el Ejemplo III, que contiene un material orgánico neutralizador de ácidos.

Una hoja del material diazotipo muy sensible a la luz así obtenido, se expone a la imagen y revela como en el Ejemplo II. La copia muestra una imagen vigorosa de color azul violeta sobre un fondo blanco. El papel diazotipo tiene buenas cualidades de conservación.

Resultados igualmente buenos se obtienen si en vez de resina acrílica Plexigum M.265, se utiliza para la formación de la capa intermedia una cantidad igual del butirato acetato de celulosa, Cellit B (de la Farbenfabriken Bayer A.G. Leverkusen, Alemania).

Ejemplo VIII

Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para el proceso diazotipo, que ha sido pre-recubierto con una

283593



dispersión acuosa de sílice, con un líquido que contiene:

10 g de sal doble de cloruro de 4-morfolino-2,5-
-dietoxibenceno diazonio, cloruro de zinc

5 g de ácido tartárico

5 30 g de sal sódica del ácido 2,3-dihidroxinaftale-
no-6-sulfónico

400 ml de agua

600 ml de la dispersión de metacrilato de n-butilo,
Flextol P2n,

10 y se seca de la manera usual.

La capa sensible a la luz, seca, contiene aproxi-
madamente 4 gramos de polímero por m².

Con ayuda de una solución de

15 50 g del copolímero de poli(acetato de vinilo) y
poli(cloruro de vinilo) Vinnol HH 40 (de la
Wacker-Chemie G.m.b.H., Munich, Alemania) en

1000 ml de tricloroetileno

se forma sobre la capa sensible a la luz una capa interme-
dia que después de secada pesa aproximadamente 2 gramos
20 por m².

Sobre la capa intermedia se aplica la capa trans-
misora de la luz, sólida, seca, descrita en el Ejemplo III,
que contiene material orgánico neutralizador de ácido. Una
hoja del papel diazotipo muy sensible a la luz así obteni-
do, se expone a la imagen y revela como en el Ejemplo I. La
25 copia muestra una vigorosa imagen de color azul violeta so-
bre un fondo blanco. El papel diazotipo tiene cualidades de
conservación razonables.

283593



Ejemplo IX

Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para el proceso diazotipo que ha sido pre-recubierto con una dispersión acuosa de sílice y secado, con un líquido que
5 contiene:

10 g de sal doble de cloruro de 4-morfolino-2,5-
-dietoxibenceno diazonio, cloruro de zinc,

5 g de ácido tartárico

32 g de sal sódica del ácido 2,3-dihidroxinafta-
10 leno-6-sulfónico

400 ml de agua

600 ml de la dispersión de poli(metacrilato de n-
-butilo) Plextol P2n,

y se seca de la manera usual.

15 Sobre la capa sensible a la luz, seca, que contiene aproximadamente 4 gramos de polímero por m², se forma una capa intermedia mediante tratamiento con una solución de:

25 g del copolímero Flexigum M.265, que contiene
20 predominantemente poli(metacrilato de metilo)

en

1000 ml de acetona

y se seca, formándose, como resultado de ello, una capa intermedia de aproximadamente 1 gramo/metro cuadrado.

25 Sobre la capa intermedia se aplica la capa superior descrita en el Ejemplo III, que contiene un material orgánico neutralizador de ácidos.

Una hoja de papel diazotipo muy sensible a la luz así obtenido, se expone a la imagen y revela como en el
30 Ejemplo I. Se obtiene una copia con una vigorosa imagen



83503

de colorante azo de color azul violeta sobre un fondo blanco, sobre cuya copia puede escribirse fácilmente.

Ejemplo X

5 Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para el proceso diazotipo, el cual ha sido pre-cubierto con una dispersión acuosa de sílice y secado, con un líquido que contiene:

- 10 8 g de sal doble de cloruro de 4-morfolino-2,5-dietoxibenceno diazonio, cloruro de zinc
- 16 g de sal sódica del ácido 2,3-dihidroxi-naftaleno-6-sulfónico
- 4 g de ácido tartárico
- 400 ml de agua
- 15 600 ml de la dispersión de poliestireno Polystyreen R, y se seca de la manera usual.

Sobre la capa sensible a la luz, seca, que contiene aproximadamente 2 gramos de poliestireno por m², se forma una capa intermedia de aproximadamente 1,5 gramos, mediante tratamiento con una solución de:

- 20 25 g de poliestireno en
- 1000 ml de tetracloruro de carbono
- y se seca.

25 Seguidamente, se aplica sobre la capa intermedia la capa descrita en el Ejemplo III, que contiene material orgánico neutralizador de ácido.

Una hoja del papel diazotipo de sensibilidad a la luz satisfactoria así obtenido, se expone a la imagen y revela como en el Ejemplo II. La copia muestra una imagen de color azul violeta sobre un fondo blanco.

30



33593

Ejemplo XI

Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para el proceso diazotipo, con un líquido que contiene:

- 5 12 g de sal doble de cloruro de 4-morfolinobenceno diazonio, cloruro de zinc
- 2 g de ácido tartárico
- 24 g de 2-hidroxi-3-(beta-hidroxi-etil)amidocarbonylnaftaleno
- 48 g de cafeína
- 10 400 ml de agua
- 600 ml del polímero acrílico Rhoplex B.15 (de la Röhm & Haas Co., Philadelphia 5, P., U.S.A.)

y se seca de la manera usual.

- 15 Sobre la capa sensible a la luz, seca, que contiene aproximadamente 3 gramos de polímero por m², se forma una capa intermedia de aproximadamente 2 g, con la ayuda de una solución de:

- 25 g del acetal de polivinilo Alvar 1570 (de la Shawinigan Products Corp., New York 1, U.S.A.)
- 20 en 1000 ml de tricloroetileno.

Después del secado, esta capa intermedia se recubre con una capa en la que hay presente material orgánico neutralizador de ácido, mediante tratamiento con un líquido que contiene:

- 25 35 g de la N-alcohol N'-hidroxi-etil-etileno diamida Nalcamine A.12
- 175 ml de Vinnapas H.60
- 6 g de bentonita Colclay 0023 (puesto en el mercado por Th.J. Verwaayen & Co., Rotterdam-N, Holanda).
- 30



900 ml de agua

283533

y se seca.

Una hoja del papel diazotipo así obtenido, se expone a la imagen y revela como en el Ejemplo I. La copia muestra una imagen de colorante azo de color azul violeta sobre un fondo blanco.

Ejemplo XII

Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para el proceso diazotipo el cual ha sido pre-recubierto con una dispersión acuosa de sílice y secado, con un líquido que contiene:

12 g de sal doble de cloruro de 4-dietilamino-2-etoxibenceno diazonio, cloruro de zinc

2 g de ácido tartárico

24 g de sal sódica del ácido 2,3-dihidroxinaftaleno-6-sulfónico

400 ml de agua

600 ml de la dispersión de poli(acetato de vinilo)

Setamul N. 9125

y se seca de la manera usual.

La capa sensible a la luz, seca, contiene aproximadamente 4 gramos de poli(acetato de vinilo) por metro cuadrado. Sobre esta capa se forma otra capa intermedia de aproximadamente 1 gramo/m², tratándola con una solución de:

25 g de acetato de celulosa Cellit L.1000 (de la Farbenfabriken Bayer A.G.)

en 1000 ml de acetona,

y se seca.

28359336



Sobre la capa intermedia seca, se aplica una capa que contiene material orgánico neutralizador de ácidos, tratándola con un líquido que contiene:

50 g de decametileno diamina

5 5 gramos de sílice no coloidal

950 ml de una solución de 70 g del alcohol polivinílico Mowiol 50-98 en 300 ml de etanol y 700 ml de agua

y se seca.

10 Una hoja del papel diazotipo así obtenido se expone a la imagen y revela como en el Ejemplo II. La copia muestra una imagen verde azulada sobre un fondo blanco.

Ejemplo XIII

15

Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para el proceso diazotipo, el cual ha sido pre-recubierto con una dispersión acuosa de sílice y secado, con el líquido sensibilizante descrito en el Ejemplo XII, y se seca.

20 Sobre la capa sensible a la luz, seca, se aplica una capa intermedia de aproximadamente 1 g/m², mediante tratamiento con una solución de:

25 g de la etilcelulosa Hercules de 10 cps (de la Hercules Powder Co.);

25 en 1000 ml de acetona,

y se seca. El material así producido se recubre, seguidamente, con una capa que contiene un material neutralizador de ácidos con ayuda de un líquido que contiene:

40 g de octametileno diamina

30 4 g de sílice no coloidal

283593



950 ml de una solución de 70 g del alcohol de polivinilo Mowiol 50-98 en 300 ml de etanol y 700 ml de agua.

5 Una hoja del papel diazotipo así obtenida, se expone y revela del mismo como que en el Ejemplo I. La copia obtenida muestra una imagen verde azulada sobre un fondo blanco.

Ejemplo XIV

10 a. Se sensibiliza papel base blanco de 70 g/m² para el proceso diazotipo, el cual ha sido pre-recubierto con una dispersión acuosa de sílice y secado, con un líquido que contiene:

15 12 g de sal doble de cloruro de 4-benzoilamino-2,5-dietoxibenceno diazonio, cloruro de zinc
24 g de 7'-hidroxi-1',2',4,5-naftimidazol
8 g de ácido tartárico
4 g de ácido bórico
400 ml de agua
20 600 ml de Vinnapas H.60

y se seca. La capa sensible a la luz, seca, contiene aproximadamente 4 gramos de polímero por m².

25 La capa sensible a la luz, seca, está provista de una capa intermedia y de una capa superior que contiene material neutralizador de ácido, según se ha descrito en el Ejemplo III.

30 Después de exposición a la imagen y revelado de una hoja del papel diazotipo así producido, como en el Ejemplo II, se obtiene una copia con una imagen de colorante azo rojo sobre un fondo blanco.

283593



El papel diazotipo tiene cualidades de conservación razonables.

b. Si en lugar del líquido sensibilizante arriba mencionado, se utiliza un líquido que contiene:

- 5 12 g de sal doble de cloruro de 4-p-toliltio-2,5-
 -dietoxibenceno diazonio, cloruro de zinc
 24 g de etanolamida del ácido beta-resorcílico
 40 g de ácido cítrico
 400 ml de agua
10 600 ml de Vinnapas H.60

y si se produce un papel diazotipo de dos componentes re
velable por calor, mediante un método por otra parte idén
tico completamente al descrito arriba, este papel tiene
cualidades de conservación razonables y después de una ex
15 posición y revelado semejante proporciona copias con una
imagen de colorante azo rojo pardo sobre un fondo blanco.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en
Holanda, con fecha 21 de Diciembre de 1961, bajo el número
272.631, se acoge a los beneficios del artículo 51 del
20 vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención, propia y nueva, que se
25 presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patén
te de Invención en España, por VEINTE años, son los si-
guientes:

12. - Procedimiento para la producción de papel
diazotipo de dos componentes revelable por calor, que
30 contiene un compuesto de benceno diazonio sensible a la

283598



luz, un componente de copulación azo, un componente de -
reacción ácida, la pequeña cantidad de agua utilizada co-
múnmente, y un material fusible neutralizador de ácido,
estando separado este último material de la capa que con-
5 tiene el compuesto diazo por medio de una capa interme-
dia, caracterizándose el procedimiento porque se recubre
papel sucesivamente con a) una capa sensible a la luz de
estructura abierta que contiene además del compuesto dia-
zo, el componente de copulación azo, y el compuesto de -
10 reacción ácida, una cantidad de 1 a 6 gramos/m² de un --
compuesto de vinilo substituído polimerizado, de alto pe-
so molecular, termoplástico, el cual se aplica desde una
dispersión acuosa; b) una delgada capa de película termo-
plástica hidrófoba que tiene un peso que no excede de --
15 los 4 g/m², cuya capa separa el material neutralizador -
de ácido de la capa sensible a la luz, pero transmite es-
te material después de calentamiento y en cuya capa hay
presente una sustancia polímera seleccionada del grupo -
formado por compuestos devinilo sustituídos polimeriza--
20 dos hidrófobos y derivados de celulosa hidrófobos, cuya
capa está formada sobre la capa sensible a la luz, seca,
a partir de una solución de la sustancia polímera en un
disolvente en el que no se disuelven, o solamente se di-
suelven ligeramente, el diazocompuesto, el componente de
25 copulación azo y la sustancia de reacción ácida proceden-
te de la capa sensible a la luz; y c) una capa transmisio-
ra a la luz que está seca y es sólida a la temperatura -
ambiente y que contiene una carga así como un material -
orgánico neutralizador de ácido que funde por debajo de
30 100°C. y que está seleccionado del grupo formado por ami

283598



nas orgánicas no aromáticas, no volátiles o sólo ligeramente volátiles, y por las sales de estas aminas con ácidos débiles.

22. - Procedimiento de acuerdo con el punto 1, caracterizado porque la capa intermedia está formada a partir de una solución de un polímero adecuado en un disolvente en el que no se disuelven, o sólo ligeramente, el diazocompuesto, el componente de copulación azo y el compuesto de reacción ácida, pero en el cual se disuelve o hincha el polímero presente en la capa sensible a la luz.

32. - Procedimiento de acuerdo con el punto 2, caracterizado porque el polímero que se incorpora a la capa sensible a la luz, se disuelve o hincha en un disolvente para el poli(acetato de vinilo), y porque el líquido a partir del cual se forma la capa intermedia es una solución que contiene poli(acetato de vinilo) o un copolímero de poli(acetato de vinilo) y, como disolvente, acetato de etilo, acetona, tricloroetileno, tetracloruro de carbono, benceno o tolueno.

42. - Procedimiento de acuerdo con el punto 3, caracterizado porque la capa intermedia está formada a partir de una solución de exclusivamente poli(acetato de vinilo) en acetato de etilo, acetona o tricloroetileno.

52. - Procedimiento de acuerdo con el punto 4, caracterizado porque el poli(acetato de vinilo) a partir del cual está formada la capa intermedia tiene un peso molecular de por lo menos 500.000.

62. - Procedimiento para la producción de papel diazotipo.

283598



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cuarenta y dos hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

1 ABR. 1963

P.A.

Alberto de Echeburu