

313441



965

Nº 313.441

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INTRODUCCION

SOLICITANTE: KALLE AKTIENGESELLSCHAFT,

RESIDENCIA: Miesbaden-Biebrich, Alemania,

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE CAPAS
COPIATIVAS PARA DIAZOTIPIA, DESTINADAS
ESPECIALMENTE A LA CONFECCION DE ORIGI
NALES INTERMEDIOS".

Prioridad: Patente n.º del



1 En la patente española nº 313.251 se describen capas
copiativas para diazotipia, destinadas a la confección de -
originales copiativos, en las que, como componente de acco-
plamiento, se emplean 1-hidroxi-2,5-dialquil-4-morfolinometil-
5 -bencenos en combinación con compuestos diazoicos, que en el
acoplamiento proporcionan colorantes azoicos amarillos hasta
amarillos verdosos.

En otra mejora de la patente nº 313.251 pueden en-
contrarse ahora capas copiativas, especialmente para la con-
fección de originales intermedios, caracterizadas por el he-
cho de contener, en calidad de componente azoico, hidroxi-
10 dialquil-morfolinometil-bencenos que están sustituidos en el
radical morfolino por alquilo, o bien hidroxi-dialquil-mor-
folino-metil-bencenos, estos últimos a excepción de los deri-
15 vados de los 2,5-dialquil-fenoles.

Los hidroxi-dialquil-bencenos morfolinmetilo-sustitui-
dos, que deben ser utilizados conforme al invento en calidad
de componente azoico, pueden ser obtenidos mediante la re-
acción de dialquifenoles con cantidades equimolares de for-
20 maldehído y morfolina, o con morfolinas alquil-sustituidas.

Como hidroxi-dialquil-bencenos se emplean a este par-
ticular, aquellos cuyos radicales alquilos no contienen más
de 5 átomos de carbono en cadena recta. Tales compuestos son,
por ejemplo, el 3,5-dimetilfenol, el 3-metil-5-etilfenol, el
25 2,3-dimetilfenol, el 2,5-dimetilfenol, el 2-metil-5-isopropil-
fenol, el 5-metil-2-isopropilfenol y el 3-metil-6-etilfenol.

En calidad de componente morfolino pueden emplearse,
aparte de la propia morfolina, todas aquellas que están susti-
tuidas en átomos de carbono por uno ó más grupos alquilos.
30 Como sustituyentes alquilos deben utilizarse alquilos infe-



313441

1 riores, preferentemente los que no poseen más de 5 átomos de
carbono en cadena recta, por ejemplo, la 2-metilmorfolina,
la 2-etil-morfolina, la 2,3-dimetil-morfolina, la 2,5-dimetil-
5 -morfolina, la 3,5-dimetil-morfolina, la 2-etil-5-metil-mor-
folina, la 2,6-dimetil-morfolina, la 2,6-dietil-morfolina,
la 3-metil-5-etil-morfolina y la 2,3,5-trimetil-morfolina.

Frente a la patente española nº 313.251, en la que co-
mo componentes azoicos únicamente hallan aplicación 4-morfo-
linometilfenoles alquil-sustituídos en posición 2,5, se ha
10 descubierto ahora que también los componentes análogos, en
los que los sustituyentes alquilo y morfolino-metilo, se en-
cuentran en otra posición en el núcleo benzoico, resultan -
excelentemente apropiados como componentes azoicos. Asimismo
se ha comprobado que los productos en que el radical mor-
15 folino ha sido sustituido por alquilo, proporcionan a su -
vez resultados muy buenos.

Los componentes azoicos conforme al presente invento
se acoplan con la mayoría de los componentes diazoicos, pro-
porcionando colorantes relativamente claros, casi siempre
20 amarillos o amarillos verdosos, por lo que resultan especial-
mente apropiados para la confección de originales interme-
dios, puesto que su absorción de la luz oscila entre 3300
y aproximadamente 4400 Å.

Se ha comprobado igualmente, que los componentes azoi-
25 cos resultan muy apropiados como componente de mezcla para
producir tonalidades cromáticas pardas y negras, en combina-
ción con otros componentes azoicos.

El radical morfolino, o bien el radical morfolino-sus-
tituido, confiere a los componentes azoicos conforme al in-
30 vento una cierta hidrofiliía, de modo que se extienden bien



313441

1 sobre el material portador, en especial también sobre papel transparente.

5 Los colorantes amarillos hasta amarillo verdosos, que se producen por el acoplamiento de los componentes azoicos conforme al invento con determinados compuestos diazoicos, absorben los rayos de luz de la gama de ondas más arriba -
indicada, y poseen un excelente poder de cubrición cuando son vueltos a copiar sobre capas fotosensibles. Las copias
10 obtenidas, son muy ricas en contraste gracias a este aumento del poder de cubrición. Así, por ejemplo, se pueden reproducir dibujos de poco contraste, tales como dibujos a lápiz de líneas débiles, de una manera mucho mejor que empleando originales intermedios, que han sido confeccionados con los
componentes azoicos conocidos.

15 A continuación describiremos la elaboración de algunos de los componentes conforme al invento. Para la obtención del 3,5-dimetil-2-(2'-metil-morfolino-(4')-metil)-fenol, se disuelven 101 partes en peso de 2-metil-morfolina. A esta
20 solución se agregan a gotas, agitando y enfriando, 100 partes volumétricas de formaldehído acuoso al 30%, agitándose a continuación la mezcla todavía durante 2 horas, con lo que se producen dos capas. La capa acuosa superior se decanta,
y el aceite restante se mezcla con ácido clorhídrico, con lo que precipita el hidrocloreuro del 3,5-dimetil-2-(2'-metil-
25 morfolino-(4')-metil)-fenol. Después de recristalizado desde etanol, funde este hidrocloreuro a 185-187°C.

30 Para la obtención del 2,5-dimetil-4-(2'-metil-morfolino-(4')-metil)-fenol, se agregan a una solución de 61 partes en peso de 2,5-dimetilfenol en 70 partes volumétricas de metanol, agitando, por lo pronto 50 partes volumétricas de

313441



685

1 formaldehído acuoso al 30%, incorporándose seguidamente una
solución de 50,5 partes en peso de 2-metil-morfolino en 30
partes volumétricas de metanol. Se sigue agitando durante
2 horas y se deja reposar la mezcla de la reacción durante
5 toda la noche, con lo que se forman dos capas. Una vez se-
parada la capa acuosa superior, se mezcla el resto con 210
partes volumétricas de ácido clorhídrico al 18%, con lo que
se forma una papilla espesa de cristales, que representa el
hidrocloruro del 2,5-dimetil-5- $\overline{2}$ '-metil-morfolino-(4')-
10 metil- $\overline{7}$ -fenol. Este se extrae por succión, el producto en -
bruto se muele con acetona para su purificación, y se vuel-
ve a extraer por succión. Se obtienen así cristales incolo
ros con un punto de fusión de 203-210°C.

15 De manera análoga a la descrita más arriba, eventual-
mente con ligeras modificaciones - tales como clase y canti-
dad del disolvente - se pueden obtener también los otros -
compuestos conforme al invento.

A manera de ejemplo, citaremos todavía los siguien-
tes:

20 3,5-dimetil-2- $\overline{7}$ -morfolino-(4')-metil- $\overline{7}$ -fenol (punto de
fusión: 96-98°C).

Hidrocloruro de 2,3-dimetil-6- $\overline{7}$ -morfolino-(4')-metil- $\overline{7}$ -
fenol (punto de fusión 228°C).

25 Hidrocloruro de 2,5-dimetil-4- $\overline{2}$ ', 6'-dimetil-morfo-
lino-(4')-metil- $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 203-
205°C).

Hidrocloruro de 2,5-dimetil-4- $\overline{2}$ '-etil-morfolino-
(4')-metil- $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 134-136°C).

30 2-metil-5-isopropil-4- $\overline{2}$ '-metil-morfolino-(4')-metil- $\overline{7}$ -
fenol (punto de fusión: 169-170°C).

313441



- 1 Hidrocloruro de 3-metil-6-isopropil-4- $\overline{2}$ '-metil-morfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol, (punto de fusión: 191-192°C).
- 5 Hidrocloruro de 3-metil-6-etil-4- $\overline{2}$ '-metil-morfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 179-180°C)
- Hidrocloruro de 2,3-dimetil-6- $\overline{2}$ '-metilmorfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 212-213°C).
- 2,5-dimetil-4- $\overline{2}$ ', 3'-dimetil-morfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 139-140°C).
- 10 Hidrocloruro de 2,6-dimetil-4- \overline{m} orfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 259-261°C).
- Hidrocloruro de 2,6-dimetil-4- $\overline{2}$ '-metil-morfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 247-249°C).
- 15 Hidrocloruro de 3-metil-6-isopropil-4- $\overline{2}$ ',6'-dimetil-morfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 192-193°C).
- Hidrocloruro de 2-metil-5-isopropil-4- $\overline{2}$ ',6'-dimetil-morfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol, (punto de fusión: 149-150°C).
- 20 Hidrocloruro de 3-metil-5-etil-2- \overline{m} orfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 173-175°C).
- 2,6-dimetil-4- $\overline{2}$ ',6'-dimetil-morfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 110-111°C).
- Hidrocloruro de 2,6-dimetil-4- $\overline{2}$ ',3'-dimetil-morfolino-(4')-metil $\overline{7}$ -fenol (punto de fusión: 185°C).
- 25 Para la reacción pueden ser empleadas también mezclas de morfollnas, sustituidas. Se obtiene así, por ejemplo, mediante la reacción de 2,5-dimetil-fenol con una mezcla de 2,5-dimetil-morfolina y 3,5-dimetil-morfolina, puesta a la venta por la casa Wyandotte Chemicals Corp., Wyan-
- 30

313441



1 peso de sulfato de aluminio, 4 partes en peso de ácido 1,3,
6-naftalin-trisulfónico (sal trisódica), 3 partes en peso
de la sal doble de zinc-cloruro del compuesto diazoico a ba
se de 1-amino-4-morfolino-benceno en 100 partes volumétricas
5 cas de agua, y se seca el papel así tratado. Las copias -
confeccionadas con este papel fotosensible, proporcionan,
al ser reveladas con amoniaco, imágenes de tonalidad cromá
tica amarilla. Estas fotocopias son excelentemente apropiadas
para obtener nuevas copias.

10 EJEMPLO 3º

Para la fabricación de papel de diazotipia con
forme al invento, se procede según las instrucciones dadas
en el ejemplo 1º, pero sustituyendo el hidrocioruro de 2,5-
dimetil-4- $\sqrt{2}$,6'-dimetil-morfolino-(4')-metil $\sqrt{7}$ -fenol por la
15 misma cantidad en peso de hidrocioruro de 2,5-dimetil-4- $\sqrt{2}$ -
etil-morfolino-(4')-metil $\sqrt{7}$ -fenol. Con este papel se obtie
nen asimismo copias, que son excelentemente apropiadas para
hacer nuevas copias,

20 EJEMPLO 4º

Un papel opaco se recubre con la solución siguien
te: 2,5 partes en peso de la sal doble de zinc-cloruro del
compuesto diazoico a base de 1-amino-4-morfolino-benceno,
3 partes en peso de 3,5-dimetil-2- $\sqrt{7}$ -morfolino-(4')-metil $\sqrt{7}$ -
fenol, 0,2 partes en peso de hidrocioruro de 2-amino-4-im
25 no-7'-oxi-1',5-naftiltriazina-(1,3,5), 4 partes en peso de
ácido cítrico, 2 partes en peso de sulfato de aluminio y 4
partes en peso de ácido 1,3,6-naftalintrisulfónico (sal tri
sódica), todo ello disuelto en 100 partes volumétricas de
agua. Se expone y se revela de la manera acostumbrada con
30 gas de amoniaco. Las copias obtenidas presentan una agrada

313441



1 ble tonalidad cromática parda.

En resumen, la Patente de Introducción que se solicita recaerá sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento de fabricación de capas copiativas para diazotipia, destinadas especialmente a la confección de originales intermedios, de acuerdo con la patente nº - 313.251, caracterizado porque se aplica a una base una solución copiativa diazotípica que en calidad de componentes -
10 azoicos, contiene hidroxí-dialquil-morfolino-metil-bencenos, que en el radical morfolino están sustituidos por alquilo, o bien hidroxí-dialquil-morfolino-metil-bencenos, estos últimos a excepción de los derivados de los 2,5-dialquil-fenoles y se seca la solución aplicada.

15 2. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Introducción que se solicita:
"PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE CAPAS COPIATIVAS PARA DIAZOTIPIA, DESTINADAS ESPECIALMENTE A LA CONFECCION DE ORIGINALES INTERMEDIOS".

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de nueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 26 de mayo 1.965

ALFONSO UNGRIA

P.P.

25

30