



29

329890

No. 329.890

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: KALLE AKTIENGESELLSCHAFT.

RESIDENCIA: Postfach 9165 - 6202 WIESBADEN-

BLEBRICH - ALEMANIA.-

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE UN ..
MATERIAL DE DIAZOTIPIA".

Prioridad: Patente alemana n. ^{K 56 833}IXa/57b del 7-8-65.



1

5

10

15

20

25

30

Para un determinado material de diazotipia se emplean en la capa fotosensitiva componentes de acoplamiento que, al ser revelados con amoniac, se acoplan formando colorantes amarillos, por lo que en la práctica se denominan componentes amarillos. Este material de diazotipia se utiliza preferentemente para la confección de originales intermedios, o bien se emplean los componentes amarillos en la capa fotosensitiva conjuntamente con los denominados componentes azules, para obtener de este modo un material de diazotipia destinado a la obtención de copias con líneas negras. En el caso citado en último lugar, se precisan en la capa fotosensitiva normalmente dos o tres componentes amarillos, a la vez que al menos un componente azul, puesto que en el acoplamiento del diazocompuesto existente con un componente azul y tan solo un único componente amarillo, no resulta el negro, bien sea debido a la velocidad distinta de acoplamiento, o bien a la tonalidad del azocolorante formado con el componente amarillo. Por lo general suele ser suficiente un solo componente azul, pero también puede ser conveniente aquí combinar dos o más componentes diferentes. Siempre que no se indique expresamente lo contrario, deberá entenderse que esta memoria y en las reivindicaciones por "un componente amarillo" o "un componente azul", siempre la combinación de varios de los compuestos correspondientes entre sí.

El objeto del invento es un material para diazotipia de dos componentes, con una capa fotosensitiva que, como componente de acoplamiento, contiene un componente amarillo y, eventualmente, también un componente azul. El material de diazotipia conforme al invento está carac-



1 terizado por el hecho de que la capa fotosensitiva contiene, en calidad de componente amarillo, una fenilamina correspondiente a la fórmula general:



10 en la que R₁ representa uno de los grupos -COCH₃, -CONH₂, -OSNH₂ ó -CNHNH₂, eventualmente en combinación con un componente azul.

15 Convenientemente contiene el grupo alcoholo 1 a 4 átomos de carbono, Los colorantes de acoplamiento que se producen con los componentes amarillos a utilizar de acuerdo con el invento, presentan tonalidades amarillas, anaranjadas o pardas, según el diazocompuesto existente en la capa fotosensitiva. Estos colorantes tienen un poder cubridor muy bueno, por lo que son excelentemente apropiados para un material de diazotipia que deba servir para la confección de originales intermedios. Si están contenidos en

20 la capa fotosensitiva conjuntamente con un componente azul entonces el poder cubridor del componente amarillo en la tonalidad negra producida por el revelado con amoníaco es ya suficiente para obtener copias con líneas negras, que representan también originales intermedios excelentes.

25 Las fenilaminas de la fórmula general más arriba indicada, que han de ser empleadas conforme al invento como componentes amarillos, poseen una buena actividad de acoplamiento, al mismo tiempo que son bien almacenables en presencia de diazocompuestos. Es destacable también su buena

30 solubilidad en agentes acuosos-alcohólicos, así como su



1 buena capacidad de extensión sobre materiales a base de -
acetato de celulosa.

5 Los azocolorantes formados con fenilaminas de la -
fórmula de más arriba son de una resistencia excelente con-
tra el corrimiento, diferenciándose en ello de otros azoco-
lorantes amarillos, que al ser almacenados durante algún -
tiempo en hojas de acetato como material portador, se di-
funden, penetrando en hojas situadas encima o debajo cuan-
do se apilan tales hojas. Este proceso puede ser acelerado
10 y servir, por lo tanto, como test, si por ejemplo sobre la
cara recubierta de una hoja de acetato, sobre la que se ha
producido un azocolorante por el procedimiento de diazoti-
pia, se coloca una hoja de acetato no provista de capa, am-
bas se prensan entre dos placas de vidrio, y se conservan
15 en este estado durante una semana a 60°C. En los azocolo-
rantes a partir de los componentes de acoplamiento de la -
fórmula de más arriba, a emplear conforme el invento, no -
se produce un corrimiento, es decir una difusión del colo-
rante en la hoja de acetato no provista de capa.

20 Diazocompuestos muy apropiados en calidad de sus-
tancias fotosensitivas en combinación con los componentes
de acoplamiento a emplear conforme al invento, son, entre
otros, por ejemplo:

- 25 1-diazo-4-dimetilaminobenzol.
1-diazo-4-dietilaminobenzol.
1-diazo-4-morfolinobenzol.
1-diazo-4-metilbenzilaminobenzol.
1-diazo-4-dietilamino-3-metilbenzol.
1-diazo-4-etilamino-3-metilbenzol.
30 1-diazo-4-morfolino,2,5-dietoxibenzol.



1 1-diazo-4-morfolino-2,5-dimetoxibenzol.

5 Como material portador para las capas de diazotipia conforme al invento, se emplean preferentemente papel transparente, papel transparentizado, papel recubierto con acetato de celulosa, hojas de acetato de celulosa y hojas de material sintético, estas últimas eventualmente después del correspondiente tratamiento previo.

10 Las fenilaminas de la fórmula general más arriba indicada, a emplear como componentes de acoplamiento, pueden ser obtenidas fácilmente y con buenos rendimientos. Como material de partida sirven 5-amino-2-alcohilfenoles, cuyo grupo amino se hace reaccionar por los métodos conocidos con cloruros ácidos, anhídridos ácidos, ésteres de ácidos, cianatos, rodanuros, cianamida o dicianidamida.

15 En los ejemplos siguientes se indican prescripciones para la obtención de los compuestos en ellos empleados.

Ejemplo 1º

20 Una hoja de acetato de celulosa, con un contenido de acetilo de aproximadamente 55%, se recubre con la solución siguiente:

- 38 ml de agua
- 2,6 g de ácido cítrico
- 6,0 g de tiourea
- 1,4 g de 2-hidroxi-3-nafto- β -hidroxietilamida
- 25 1,75 g de 3-hidroxi-4-metil-fenilurea
- 1,2 ml de ácido fórmico
- 48 ml de isopropanol
- 4,0 g de 1-diazo-4-dietilaminobenzol como fluoruro bérico

30 Una vez seca la solución aplicada, se expone la -



29

1 hoja de acetato bajo un negativo, y se revela con amoníaco. Se obtiene una imagen negra del negativo con buen poder cubridor, sobre un fondo bien transparente.

5 La 3-hidroxi-4-metilfenilurea se obtuvo de la manera siguiente: 8,7 g de 4-amino-2-cresol, punto de fusión 158 - 159°C, se disuelven en 40 c.c. de agua de 70°C y 8 c.c. de ácido clorhídrico concentrado bruto, removiéndose con una punta de espátula de carbón activo. Se filtra la mezcla y se agrega al producto filtrado una solución de 10 5,0 g de cianato sódico en 45 c.c. de agua de 35°C. La formación de urea da comienzo inmediatamente. Después de remover durante media hora, se enfría la mezcla de la reacción a temperatura ambiente y se extrae mediante absorción. La 15 torta obtenida de este modo, todavía en estado húmedo, se recristaliza desde 100 c.c. de agua hirviendo, junto con un poco de carbón activo, y una vez secada a 40 - 60°C, se obtienen 8,2 g de cristales prácticamente incoloros de un punto de fusión de 178-179,5°C, lo que corresponde a un rendimiento de 70%.

20 Ejemplo 2a

Una hoja de acetato de celulosa con un contenido de acetilo de aproximadamente 55% se recubre con la solución siguiente:

- 25 38 ml de agua
2,5 g de ácido cítrico
6,0 g de tiourea
1,3 g de 2-hidroxi-3-nafto- β -aminoetilamida,
en forma de sal clorhídrica
1,5 g de 3-hidroxi-4-metilfeniltiourea
30 1,2 ml de ácido fórmico



1 48 ml de isopropanol
 4,0 g de 1-diazo-4-dietilaminobenzol, en forma de
 fluoruro bórico

5 Después se seca la solución sensibilizadora apli-
cada, se expone la hoja de acetato debajo de un negativo,
y se revela con amoniaco. Se obtiene una imagen negra del
negativo con un buen poder cubridor, sobre fondo claro.

10 Con la misma solución se obtienen asimismo buenos
resultados, si como material portador se utiliza una hoja
de poliéster que, en una de sus caras está provista de -
una superficie sobre la que se pueda escribir, mientras -
que en la otra cara posee una capa de acetato de celulosa
apropiada para recibir diazocompuestos.

15 La 3-hidroxi-4-metilfenilurea fué obtenida de la
manera siguiente: 20,4 g de 4-amino-2-hidroxitoluol (sal
bromhídrica) se disuelven en 50 c.c. de agua caliente y,
con 10 g de rodanuro potásico, se desecan al baño de va--
por. Los residuos se reciben dos veces en 150 c.c. de agua
desecándose después de cada una de ellas. Mediante recrís-
20 talización desde agua, se obtienen en forma de cristales -
incolores con un punto de fusión de 181 - 182°C.

Ejemplo 32

25 Un papel transparente de los usuales en la diazoti-
pia, se recubre con la solución siguiente:

 80 ml de agua
 4,0 g de ácido cítrico
 5,0 g de tiourea
 2,95 g de 3-hidroxi-4-metilfenil-guanidina, en for-
 ma de clorhidrato
30 5,0 g de 1-diazo-4-metilbenzilaminobenzol, en for-



1

ma de sal de cinc.

3 ml de ácido acético glacial.

5

Después se seca la solución sensibilizadora aplicada, se expone el papel bajo un negativo, y se revela con amoníaco. Se obtiene una imagen parda amarillenta de buen poder cubritivo, sobre fondo blanco.

La 3-hidroxi-4-metilfenilguanidina (clorhidrato) - se obtuvo de la manera siguiente:

10

12,3 g de 4-amino-2-cresol se disuelven en una mezcla de 25 c.c. de agua y 10 c.c. de ácido clorhídrico bruto, y se calientan hasta la ebullición durante 2 horas en un refrigerador de reflujo, junto con 4,2 g de cianamida sólida. Seguidamente se agregan a la mezcla de la reacción otros 0,4 g de cianamida, hirviéndose la mezcla de nuevo durante seis horas. Después de enfriada, se filtra la mezcla de la reacción sobre una pequeña cantidad de carbón animal, y se le agrega sal común. Los cristales precipitados se extraen mediante absorción y se recristalizan desde una cantidad muy pequeña de agua. Se obtienen 11 g de cristales coloreados, con un punto de fusión de 196--198°C.

15

20

Ejemplo 42

Un papel transparente provisto por una cara de una capa de acetato de celulosa, se recubre por el lado de la capa con la solución siguiente:

25

- 30 ml de agua
- 15 g de ácido tartárico
- 1,5 g de ácido bórico
- 2,0 g de tiourea
- 3,3 g de 3-hidroxi-4-metilacetanilida
- 5 ml de ácido fórmico

30



1 50 ml de isopropanol

5,0 g de 1-diazo-4-morfolinobenzol, en forma de -
fluoruro de boro

5 Después se seca la solución aplicada, se expone el
material fotosensitivo bajo un negativo, y se revela con -
amoníaco. Se obtiene una imagen parda de buen poder cubri-
tivo.

El compuesto 3-hidroxi-4-metilacetanilida se obtu-
vo de la manera siguiente:

10 84 g de 4-amino-2-metoxitoluol destilado se calien-
tan hasta la ebullición durante 45 minutos con 300 c.c. de
ácido bromhídrico al 63%. Después de volver a agregar 50
c.c. de ácido bromhídrico al 63%, se sigue hirviendo la -
mezcla de la reacción durante tres horas. Después de en- -
15 friada, se absorbe la masa cristalina y se lava. Se obtie-
nen 116,4 g de agujas incoloras, con un rendimiento de 93%.

20 20,4 g de 4-amino-2-hidroxitoluol bromhídrico se -
disuelven en 250 c.c. de agua. Mediante la adición de 10 g
de sulfito sódico a la solución, se forma la base libre. -
Después se agregan agitando intensamente, 11 g de anhídri-
do del ácido acético glacial, a efectos de la acetilación.
El compuesto acetílico es absorbido una vez frío. En rendi-
miento asciende a 17 g. El compuesto acetílico es difícil-
mente soluble en agua. Después de recristalizado desde al-
25cohol acuoso, tiene un punto de fusión de 224-226°C.

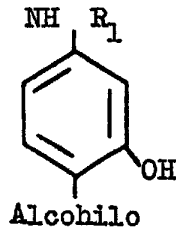
En resumen, la Patente de Invención que se solici-
ta, recaerá sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

30 1. Procedimiento de fabricación de un material de
diazotipia, en el que se aplica a un portador una capa de



1 una solución que contiene un diazocompuesto fotosensitivo
 y un componente de acoplamiento formador de un colorante -
 amarillo, y se seca la capa aplicada, caracterizado porque
 se aplica una capa de una solución que contiene como compo-
 5 nente de acoplamiento un compuesto de la fórmula general:



10 en la que R₁ representa uno de los grupos -COCH₃, -CONH₂,
 -CSNH₂ o -C(NH)NH₂.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación
 1, caracterizado porque la solución contiene además un com-
 ponente de acoplamiento formador de un colorante azul.

15 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación
 1, caracterizado porque el diazocompuesto fotosensitivo -
 es un derivado de p-fenilendiamina diazotado unilateral-
 mente.

20 4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicacio-
 nes 1 a 3, caracterizado porque se aplica la solución so-
 bre un portador de capas transparente.

5. Se reivindica por último como objeto sobre el
 que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
 "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE UN MATERIAL DE DIAZOTIPIA"

25

30



1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de once páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 4 de Agosto de 1.966

BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15

20

25

30