



337834

PATENTE DE INVENCION

Br. 10910/66.

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la preparación de material diazotipo de 1-componente".

Solicitante: ADLAI INTERNATIONAL LIMITED, entidad inglesa, de Dacre Works, Brooklands Road, Weybridge, Surrey, RONALD ARTHUR MAY, de 25 Hamesmoor Way, Mytchett, Aldershot, Hampshire, PETER BERT READINGS, de "Florenda", Laleham Reach, Chertsey, Surrey, y LOUIS FREDERICK WILLIAM LAWES, de Tudor House, Ashley Drive, Walton-on-Thames, Surrey, respectivamente en: Inglaterra, los tres de nacionalidad inglesa.

337834

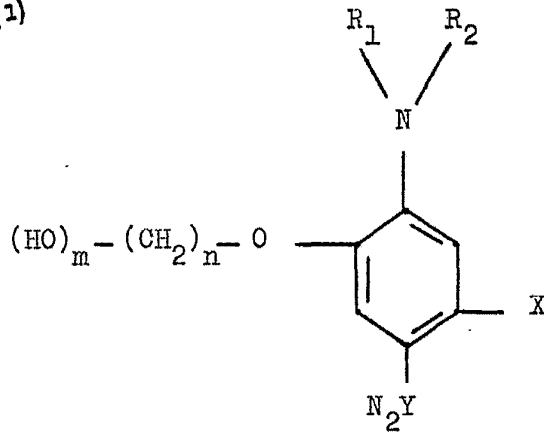


Este invento se refiere a un material diazotipo y, de acuerdo con este invento, se proporcionan sales de diazonio sensibles a la luz, de fórmula general,

5.

(1)

10.



15.

en la que R_1 y R_2 son iguales y significan grupos aralquílicos que pueden, o no, contener un sustituyente halógeno; X es cloro o bromo; \underline{n} es 2 o 3; \underline{m} es 1, cuando \underline{n} es 2, y \underline{m} es 1 o 2, cuando \underline{n} es 3, e Y es el anión de un ácido.

20.

Los materiales diazotipos sensibilizados con una sal de diazonio de esta fórmula general, son especialmente adecuados para producir capas sensibles a la luz en láminas que pueden revelarse con un revelador débilmente ácido o débilmente alcalino de floroglucinol. Estos materiales retienen la característica de elevada sensibilidad a la luz de los compuestos diazoicos que contienen un grupo alcoxi en posición meta respecto del grupo diazo, pero acusan mejor estabilidad y solubilidad, en los compuestos diazoicos sencillos meta-alcóxidos.

25.

30.

Los compuestos diazónicos de la fórmula

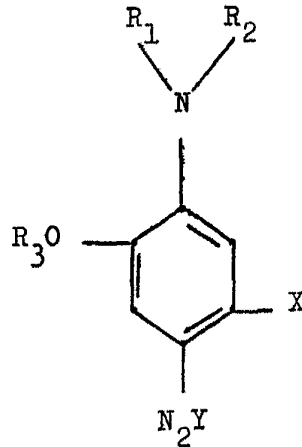
337834



general siguiente, se conocen por la Memoria de la Patente nº 867,630,

(2)

5.



10.

en la que R₁ y R₂ son grupos alquilo, Hidroxialquilo, cloroalquilo o aralquilo; R₃ es un grupo alquilo o aralquilo, X es flúor o cloro, e Y es el anión de un ácido.

15.

No cubiertos por esta fórmula general, existen compuestos en los que el substituyente R₃, es un grupo hidroxialquilo, y es en estos compuestos, que contienen un grupo metahidroxialquílico en el grupo diazo, en los que los Solicitantes han comprobado que posee características de solubilidad muy convenientes.

20.

Una ventaja de los compuestos diazónicos de fórmula general (1) es que el grupo o grupos hidroxilo de la cadena lateral, en posición meta respecto al grupo diazoico, hace que este compuesto diazoico sea mas soluble en agua que el compuesto correspondiente sin el grupo o grupos hidroxilo. El efecto de contener un grupo hidroxilo en esta posición, sería, normalmente, que el tinte resultante

30.

337834



5. formado por revelado con un revelador diazotipo, no sería resistente al agua, restringiendo esto su empleo para los fines normales de un componente diazotipo. Al contener dos substituyentes bencílicos en el grupo amino, se obtiene un efecto insolubilizador por la substitución del dibencilo, y el tinte resultante es resistente al agua.

10. Con preferencia, los dos substituyentes son iguales, por ejemplo bencilo, dado que la substitución de dos grupos idénticos en el grupo amino, en posición para, respecto al grupo diazo, es una operación mucho mas sencilla que la substitución de dos grupos distintos. La disubstitución puede llevarse a cabo en una operación, y la destilación del producto no es necesaria. Sin embargo, la producción del diazocompuesto es mucho más económica, ya que la destilación costosa y lenta en vacío, u otro método de purificación necesaria si se introducen substituyentes distintos, se evita.

15. Cuando se lleva a cabo la disubstitución, el producto cristaliza de la solución, en una condición suficientemente pura para llevar a cabo la ulterior operación, sin nueva purificación.

20. Cuando se introducen dos grupos diferentes, tales como metilo y bencilo, es corriente bencilar primero el compuesto diazoico, destilar fraccionadamente los productos y luego metilar la fracción monobencílica, seguido bien por destilación fraccionada o por recristalización.

25. En vista de la facilidad de prepara-

30.

337834



5. ción, es conveniente utilizar el compuesto amínico dibencil substituido, pero en muchos casos esto da origen a un compuesto diazónico que es demasiado insoluble para el empleo. Es el efecto solubilizador del grupo hidroxilo de la cadena lateral, lo que hace que el compuesto diazoico dibencil amínico substituido sea aplicable para el uso.

10. Las sales de diazonio de este invento, pueden hallarse presentes bien en forma de complejos con cloruro de cinc, cloruro de estaño o cloruro de cadmio, o como sales, por ejemplo el fluoborato o el sulfato.

15. Se obtiene otra ventaja mediante el empleo de una sal estabilizada de cloruro de estaño, dado que es suficientemente soluble en soluciones acuosas para emplearse a la concentración necesaria para la formulación de los materiales tipo diazoico, a diferencia de otras sales, la sal de estaño no precisa ulterior estabilización con, por ejemplo, la sal sódica del ácido naftaleno-1, 3, 6-trisulfónico, para permitir que la base revestida tenga una duración satisfactoria en almacén. Al utilizar cloruro de N, N-dibencil amino-2, (2-hidroxi etoxi)-5-clorobenceno-4-diazonio, la sal de estaño estabilizada puede emplearse con solamente la adición de un ácido orgánico débil, para la estabilización. La adición del ácido naftaleno-1,3,6-trisulfónico, que puede dar lugar a la precipitación de la sal diazónica, se evita por este procedimiento.

20. Los Ejemplos siguientes sirven para aclarar este invento:

30. EJEMPLO I - Un soporte normal de diazotipo, revestido

337834



5. con una solución acuosa que contenía, por 100 partes en volúmen de agua, 7 partes en peso de N,N-dibencil amino-2, (2-hidroxi-etoxi)-5-cloro-4-diazo benceno en forma de la sal doble de cloruro de estaño, 1,25 partes en peso de ácido cítrico, 2,5 partes en peso de urea y 2,5 partes en peso de emulsión de acetato de polivinilo (Vinamul N. 9125). El papel se secó después del revestimiento.

10. Después de exposición a un positivo y revelado con un revelador de floroglucinol débilmente ácido, el material proporcionó una imagen con densas líneas negras, resistentes al agua y de matiz constante.

15. El compuesto diazónico, N,N-dibencil amino-2, (2-hidroxi etoxi)-5-cloro-4-diazo benceno, se preparó como sigue: se hizo reaccionar 4-cloro-2-nitro fenol con ácido acético para acetilar el grupo fenol a fin de dar acetato de 4-cloro-2-nitro fenol.

20. Este se redujo, con polvo de hierro y ácido clorhídrico en alcohol acuoso, a 4-cloro-2-acetil amino fenol, con emigración del grupo acetilo desde el grupo fenol al grupo amino. El grupo fenol libre se hizo reaccionar a continuación con 2-cloro-etanol para introducir la cadena lateral hidroxí etoxi. Esta
25. reacción se llevó a cabo calentando el 4-cloro-2-acetil amino fenol, sometido a reflujo, con una solución de alcohol etílico y 2-cloroetanol, con la adición de hidróxido sódico. El grupo acetilo se separó sometiendo a reflujo el acetato con ácido sulfúrico al 50%, dilu-
30. yendo con agua después de terminar la reacción y el



337834

producto se neutralizó para obtener 4-cloro-2-amino-(2-hidroxi etil) fenol.

5. El grupo amino se dibenciló por suspensión de la amina en una solución acuosa de bicarbonato sódico y adición del cloruro de bencilo mientras se calentaba y agitaba. Se formó un aceite que se cristalizó al enfriarse. Se llevó a cabo la nitración por adición de ácido nítrico concentrado al compuesto dibencílico disuelto en una mezcla de ácido acético y agua. El nitro-compuesto se redujo a continuación a la amina, y se diazotó. El diazo-compuesto se aisló con cloruro estánnico.

15. El compuesto diazónico preparado como se ha descrito se adapta de modo admirable para el empleo en un componente de revestimientos semi-secos de diazotipo, para ambos reveladores, débilmente ácidos y débilmente alcalinos, de floroglucinol, proporcionando una imagen negra neutra y densa con los primeros y una imagen marrón con los últimos. El compuesto diazoico es también especialmente útil en la impresión de proyección, dado que por el color amarillo intenso del compuesto, el tiempo preciso de exposición puede observarse visualmente. Esto no se considera ser una limitación de este invento ya que el diazo-compuesto es bastante adecuado para la impresión del diazotipo en contacto con una hoja principal.

20. EJEMPLO 2 - En lugar del diazo-compuesto utilizado en el ejemplo 1, se empleó una cantidad equivalente del compuesto N, N dibencil amino-2 (3 hidroxi propo-



337834

xi)-5 cloro 4-diazo benceno como sal doble de cloruro de estaño. La capa sensibilizada obtenida utilizando este compuesto, proporcionó resultados exactamente iguales a los conseguidos en el ejemplo 1.

5. EJEMPLO 3 - En lugar del diazo-compuesto utilizado en el Ejemplo 1, se empleó una cantidad equivalente de N, N dibencil amino-2 (2:3 dihidroxi propoxi)-5 cloro 4-diazo benceno cloruro de estaño, sal doble. Los resultados obtenidos fueron virtualmente iguales a los del Ejemplo 1.

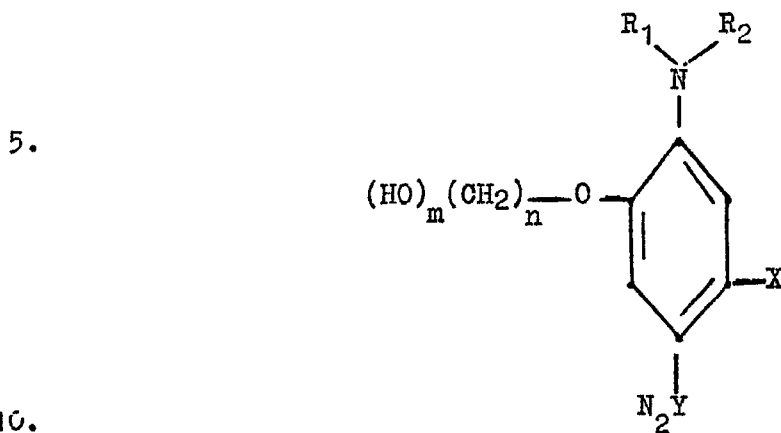
N O T A

15. Describa 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 corresponde a una solicitud de Patente presentada en Inglaterra con fecha 11 de marzo de 1966, bajo el nº 10910/66, acogiéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "Procedimiento para la preparación de material diazotipo de 1-componente"; caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la preparación de material diazotipo de 1-componente, caracterizado porque en una capa sensitiva a la luz de dicho material,



se incorpora un compuesto de diazonio de fórmula general:



en la que $R_1 = R_2 =$ grupos aralquilo que pueden o no contener un sustituyente halógeno, X es cloro o bromo, n es 2 ó 3, m es 1 cuando $n = 2$, y m es 1 ó 2 cuando $n = 3$, e Y es el anión de un ácido.

15. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque a la citada capa sensitiva a la luz de dicho material se incorpora un compuesto de diazonio constituido por la sal doble del citado compuesto de diazonio y una sal metálica.

20. 3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 2ª, caracterizado porque como sal metálica se incorpora una sal elegida del grupo consistente en cloruro de cinc y cloruro estánnico.

25. 4ª.- Procedimiento para la preparación de material diazotipo de 1-componente; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta Memoria consta de nueve hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 10 MAR. 1967

ADKLE INTERNATIONAL LIMITED, RONALD ARTHUR MAY, PETER BERT READINGS y LOUIS FREDERICK WILLIAM LAWES.

J. GOMEZ ACEBO Y COMP.
o. p. Firmador F. Hernández Ruiz