

342576

-3



MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un...

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: KALLE AKTIENGESELLSCHAFT

RESIDENCIA: Rheingaustrasse 190-196 - 6202

WIESBADEN-BIEBRICH - ALEMANIA.

ENUNCIADO: " UN PROCEDIMIENTO PARA LA CONFECCION
DE COPIAS DE DIAZOTIPIA "

Prioridad: Patente alemana K 59 675
n.º IXa/57 b del 6-7-66.

342574



1 En el procedimiento de diazotipia denominado de dos com-
ponentes, contiene el material copiativo fotosensitivo ade-
más del diazocompuesto fotosensitivo y estabilizadores, tam-
bién uno o varios componentes de copulación. El tono de co-
5 lor de la copia que se obtiene mediante exposición fotográ-
fica del material copiativo y revelado a continuación con
vapor de amoniaco húmedo y caliente, depende sustancialmente
del componente de copulación. La influencia del diazocompues-
to sobre el tono de color de la copia, es por el contrario
10 manifiestamente menor. Así, por ejemplo, se pueden confec-
cionar con un mismo diazocompuesto, mediante la selección
apropiada de los componentes de copulación, copias en colo-
res distintos. Los colores preferidos son el azul, el negro,
el pardo y el rojo. El revelado de las copias expuestas tie-
15 ne lugar en todos estos casos mediante vapor de amoniaco, de
modo que resulta posible, sin más ni más, revelar en el mis-
mo aparato unas junto a otras, por ejemplo, copias negras y
rojas. Por motivos de organización, se suele en la práctica
echar frecuentemente mano de esta posibilidad.

20 En el procedimiento de diazotipia denominado de un só-
lo componente, el material copiativo fotosensitivo no con-
tiene de los participantes en la reacción de copulación de
los colorantes, nada más que el diazocompuesto. Los compo-
25 nentes de copulación están disueltos en el denominado reve-
lador, que contiene además sales tampón y, eventualmente,
álcalis para ajustar el valor pH más favorable para la reac-
ción de copulación. El revelado tiene lugar mediante la apli-
cación de una delgada capa de esta solución de revelado so-
bre el material copiativo expuesto fotográficamente.

30 Como componentes de acoplamiento son apropiados para

342574

3



1 este procedimiento únicamente los de gran velocidad de co-
pulación, por ejemplo, la floroglucina y la resorcina. Si
se desea confeccionar por este procedimiento copias de co-
lores distintos, entonces es preciso también, por lo gene-
5 ral, emplear reveladores distintos.

Así, por ejemplo, se precisan para copias negras reve-
ladores que contienen floroglucina y, eventualmente, tam-
bién resorcina. Los reveladores pardos contienen general-
mente resorcina y/o derivados del ácido acetilacético, y
10 los reveladores rojos, derivados de la 1-fenilpirazolona-5.

En la patente belga nº 513.965 se describen revelado-
res azules que, como componente de copulación, contienen
una 2-hidroxinaftalina que en posición 3 presenta otro gru-
po hidroxil o un grupo carboxilamídico.

15 Por el procedimiento de un sólo componente es posible
también confeccionar copias en muchos colores deseados. Aho-
ra bien, el procedimiento para ello es complicado, ya que
al pasarse a otro color, es preciso dejar salir del aparato
revelador el revelador anteriormente empleado, y limpiar el
20 aparato concienzudamente. Un cambio rápido, por ejemplo, de
copias negras a copias azules, no es por lo tanto posible.
Para orillar esta dificultad, se podrían instalar varios
aparatos reveladores y hacerlos funcionar con reveladores
distintos, pero ello origina gastos adicionales y mayores
25 necesidades de espacio.

Otra posibilidad de alcanzar también en el procedi-
miento de un sólo componente el rendimiento del procedimien-
to de dos componentes en este sentido, estriba en revelar
distintos papeles heliográficos de un solo componente, cada
30 uno de ellos con diazocompuestos distintos, en un mismo re-

342574



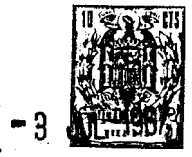
1 velador, para así obtener colores diferentes. Ahora bien, co-
 mo el tono de color de las copias está determinado más fuer-
 temente por el componente de copulación que por el diazocom-
 puesto, resulta que también aquí están hasta ahora muy limi-
 5 tadas las posibilidades de variación.

Así, por ejemplo, es conocido el emplear un revelador
 con contenido de floroglucina y resorcina para confeccionar
 copias negras y pardas. Para las copias negras se utilizan
 entonces papeles que, por ejemplo, contienen 4-diazo-N-me-
 10 til-N-benzil-anilina, mientras que para las copias pardas
 se emplean papeles con, por ejemplo, 4-diazo-1-dimetilamino-
 2-clorobenzol en calidad de diazocompuesto. Ahora bien, con
 ésto están agotadas las posibilidades de este revelador. Pa-
 ra copias rojas ó azules, se necesitan en cada caso otros
 15 reveladores.

Es conocido asimismo el revelado con un revelador azul
 alcalino que, como componente de copulación, contiene 2-hi-
 droxi-3-naftoletanolamida. En la siguiente tabla 1 han sido
 recopilados los tonos de color que se obtienen con diazo-
 20 compuestos conocidos para el procedimiento de un solo com-
 ponente y con estos reveladores

Tabla 1

	<u>Diazocompuestos a base de:</u>	<u>Tono de color</u>
	4-(N-metil-N-benzil)amino-anilina	azul neutro
25	2,5-dimetoxi-4-amino-4'- metil-difenilsulfuro	violeta azulado
	3-etoxi-4-(N-metil-N-benzil) amino-anilina	violeta azulado, medios tonos par- dos
	2-cloro-4-(N-metil-N-benzil) amino-5-metoxi-anilina	violeta
30	2-cloro-4-dimetilamino-5- (4'-clorofenoxi)-anilina	violeta



1 2,5-di-(n-butoxi)-4-(N-morfolino) azul neutro
anilina

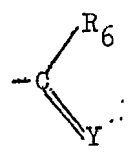
Un procedimiento o material de diazotipia de un sólo componente que hagan posible confeccionar con un solo revelador copias azules y rojas, no son conocidos.

5 Se ha descubierto ahora que con un revelador azul usual se obtienen copias con líneas rojas, si se emplea un material de diazotipia de un solo componente que, como sustancia fotosensitiva, contiene un compuesto de la fórmula general A (tabla 2, página 20), en la que

- 10 R₃ significa un grupo alcoholo, aminoalcoholo o hidroxialcoholo y
- R₄ un grupo alcoholo o un grupo aralcoholo, o en la que
- R₃ y R₄ representan, junto con el átomo de nitrógeno al que están ligados, un radical heterocíclico de 6 miembros,
- 15 R₅ hidrógeno, halógeno, un grupo alcoholo, un grupo alcoholmercapto o un grupo arilmercapto, y
- X el anión del diazocompuesto

estando caracterizada la fórmula por el hecho de que, o bien

- 20 R₁ es hidrógeno y
- R₂ un radical acilo, un radical carbonamídico o un radical de la estructura



25 en el que R₆ y Y, junto con el átomo de carbono al que están ligados, forman un radical heterocíclico, en el que en el puesto de Y se encuentra un átomo de nitrógeno,

o bien

- R₂ tiene la estructura indicada más arriba,
- R₁ y R₆ junto con el átomo de nitrógeno y de carbono a los que están ligados, forman un radical heterocíclico de 5 ó 6 miembros, y
- 30 Y es un átomo de oxígeno,

- 6 -
342574



1 y si este material, una vez expuesto fotográficamente, se
revela con una solución reveladora que, como componente de
copulación, contiene uno o varios compuestos conocidos como
copuladores azules, que son 2,3-dihidroxi-naftalina o amidas
5 del ácido 2-hidroxi-3-naftoico.

Diazocompuestos de la fórmula general A, en la que R_3 ,
 R_4 , R_5 y X tienen el significado más arriba indicado, son
conocidos. Cuando los símbolos citados significan grupos al-
coholo o radicales que contienen grupos alcoholo, no tienen
10 estos grupos por lo general nada más que cuatro átomos de
carbono; si se trata de radicales aralcoholo, no tienen éstos
generalmente nada más que 10 átomos de carbono, ya que cade-
nas de carbono demasiado largas reducen de manera indesea-
ble la solubilidad de las sustancias en agua.

15 Como en el presente procedimiento son de interés, en
primer término, diazocompuestos de copulación rápida, que
sean apropiados para un material de un solo componente, se
da la preferencia a compuestos en los que, o bien R_4 es un
grupo aralcoholo, o bien R_3 y R_4 forman con el átomo de ni-
20 trógeno un anillo heterocíclico de 6 miembros que también,
de la manera conocida, puede estar sustituido por radica-
les alcoholo de cadena corta; por ejemplo, radicales metilo
o etilo, que en total tengan a lo sumo 4 átomos de carbono.
Ahora bien, si no se trata - tal como aquí, de conseguir
25 efectos determinados, entonces se prefieren por lo general
sustituyentes que sean asequibles de manera especialmente
fácil. Así, por ejemplo, es R_5 , en el caso de ser halógeno,
preferentemente cloro y, si es un grupo alcoholo, preferen-
temente un grupo metilo, mientras que X es uno de los anio-
30 nes conocidos, que forman con los diazocompuestos sales es-

342574

- 3



1 tables. La sal de diazonio puede ser empleada también en
forma de una sal doble, por ejemplo, con cloruro de cinc,
cloruro de cadmio o tetracloruro de estaño, o en forma de
5 una sal con un ácido complejo, por ejemplo, como hexafluor-
fosfato o tetrafluoborato.

Es característico para los diazocompuestos empleados -
conforme al invento, el que llevan en el aminonitrógeno, en
posición 2 (fórmula A, tabla 2, página 20), un sustituyente
que contiene directamente a su lado un doble enlace polari-
10 zable. Mediante tal sustitución se corre evidentemente el
espectro de los azocolorantes obtenidos, de la manera cho-
cante aquí hallada. Modificaciones de los sustituyentes R_3 ,
 R_4 y R_5 no tienen nada más que una influencia relativamente
pequeña sobre el espectro de los azocolorantes, tal como --
15 es conocido en los diazocompuestos corrientes, que contie-
nen estos sustituyentes. Estos sustituyentes citados pueden,
por consiguiente, ser variados considerablemente, sin que
con ello se menoscabe el desplazamiento de color deseado -
conforme al invento. Naturalmente hay que tener en cuenta a
20 este particular, que debido a esta variación no sean modi-
ficadas de manera indeseable otras propiedades, tal como -
la fotosensibilidad, la velocidad de copulación, la hidro-
solubilidad, etc. La influencia de sustituyentes sobre tales
propiedades, es conocida, y no entra en el campo del inven-
25 to.

Los diazocompuestos empleados conforme al invento, se
obtienen de la manera siguiente:

Procedimiento I

30 Diazocompuestos de la fórmula general A indicada, en
la que R_5 significa hidrógeno, se obtienen de la manera si-



342574

1

guiente:

5

10

15

1-cloro-2,4-dinitrobenzol se hace reaccionar con aminas secundarias, por ejemplo, con dialcohol o alcoholalcoholaminas, o bien con bases heterocíclicas que contengan nitrógeno, sustituyéndose con ello en posición 1 el cloro por un grupo amino terciario. A continuación se reduce el grupo nitro de la posición 2 con polisulfuro sódico, convirtiéndolo en un grupo amino. El grupo amino primario así obtenido, puede entonces ser monosustituido por los métodos conocidos, mediante reacción con cloruros carboxílicos, anhídridos carboxílicos, sulfocloruros alcohólicos o arílicos, compuestos heterocíclicos reactivos, por ejemplo, cianurilcloruro, con isocianatos o isotiocianatos. Haciendo reaccionar el grupo amino con butirolactona en presencia de cloruro de cinc, se obtiene el anillo de pirrolidona indicado, por ejemplo, en la fórmula 18. La transformación del grupo nitro situado en posición 4 en el grupo diazo, tiene lugar mediante reducción al grupo amino y diazotación.

Procedimiento II

20

Diazocompuestos de la fórmula general A, en la que R₅ significa un halógeno o un grupo alcoholilo, pueden obtenerse, entre otras, de la manera siguiente:

25

30

1-cloro-2-nitrobenzol sustituido en posición 5 por halógeno o por un grupo alcoholilo, es transformado en amina terciaria en posición 1, de la manera indicada en I. Después se reduce el grupo nitro en grupo amino, y éste es hecho reaccionar a continuación con los medios de acilación indicados en I. La introducción del grupo diazo en la posición 4 tiene lugar de la manera conocida, por ejemplo, mediante copulación en posición 4 con un diazocompuesto para formar un

342574

3 JUL 1944



1 azocolorante, procediéndose seguidamente a la disociación re-
ductiva del azocolorante en amina, o a introducir un grupo
nitro, que entonces se reduce a grupo amino, para seguida-
mente diazotar el grupo amino.

5 Procedimiento III

Diazocompuestos de la fórmula general A, en la que R_5
significa un grupo alcoholomercapto o arilomercapto, pueden
ser sintetizados de la manera siguiente:

10 A partir de 1,5-dicloro-2-nitrobenzol se obtiene, de
manera análoga al procedimiento II, por ejemplo, un 1-terc.-
amino-2-acilamino-5-clorobenzol. A continuación se nitra en
posición 4 y después se sustituye en posición 5 el átomo de
cloro, ahora ya reactivo, por radicales alcoholomercapto o
15 arilomercapto. La reducción del grupo nitro a grupo amino y
la diazotación de éste, proporcionan el correspondiente
diazocompuesto.

La preparación de uno de los diazocompuestos empleados
conforme al invento, ha sido indicada para ilustración en el
ejemplo 1. Los restantes compuestos se obtienen de la manera
20 correspondiente por uno de los procedimientos fundamentales
I, II o III. Ahora bien, estos procedimientos de obtención
no pertenecen al campo de protección del presente invento.

Estos diazocompuestos propuestos conforme al invento,
poseen gran actividad copulativa, de modo que la mayoría de
25 ellos, en especial los que contienen radicales alcohol más
largos, por ejemplo, radicales butilo, o radicales aralcoholo
en el átomo de nitrógeno que se encuentra en posición p
respecto al grupo diazo, únicamente pueden ser considerados
para el procedimiento de un solo componente. Algunos de
30 ellos copulan también suficientemente rápidamente con reve-

342574

3



1 ladores neutros o ligeramente ácidos que, como componentes
de copulación, contienen floroglucina o una mezcla de floro-
glucina y resorcina, proporcionando así copias con líneas ro-
jas pardas hasta pardo-violetas, que absorben muy bien la
5 luz ultravioleta, por lo que son bien utilizables para ori-
ginales intermedios.

Los diazocompuestos conforme al invento con radicales
alcohilo más pequeños, por ejemplo, radicales metilo o etilo,
en el átomo de nitrógeno en posición p respecto al grupo
10 diazo, copulan algo más lentamente y son utilizables, además
de para el procedimiento de un solo componente, también para
el procedimiento de dos componentes. Si se aplican junto con
componentes azules usuales para papeles de diazotipia de dos
componentes, de copulación relativamente lenta, entonces se
15 obtienen, mediante exposición fotográfica y revelado con va-
por de amoniaco, asimismo copias con líneas rojas.

Los diazocompuestos a emplear conforme al invento, son
bien fotosensitivos frente a todas las lámparas usuales en
la diazotipia, por ejemplo, lámparas de arco voltaico, lám-
20 paras de vapor de mercurio de alta o baja presión, tubos
fluorescentes apropiados para fines de diazotipia, etc.

Las soluciones aplicables a brocha destinadas a confec-
cionar el material de diazotipia de un solo componente con-
forme al invento, pueden contener, además de los diazocom-
25 puestos citados, también estabilizadores, por ejemplo, áci-
dos inorgánicos y/u orgánicos, tales como ácido sulfamíni-
co, ácido bórico, ácido cítrico, ácido tartárico, ácido sul-
fosalicílico, ácidos naftalin di o trisulfónico, así como
sus sales alcalinas, y asimismo humectantes y/o dispersan-
30 tes, tiourea, aglutinantes tales como gelatina o goma arábi-

342574



1 ga, o bien dispersiones de material sintético y otras adiciones conocidas y apropiadas.

5 Como portadores pueden utilizarse todos los materiales apropiados para el procedimiento de diazotipia: Papel, que puede estar también afinado mediante la aplicación de una denominada mano de imprimación, papel transparente, papel barnizado o papel transparente barnizado, siempre que el barniz o una delgada capa superficial del barniz sean hidrófilos, toda clase de láminas transparentes, tales como láminas de acetato de celulosa, de acetatobutirato de celulosa, de poliéster o policarbonato, así como láminas de otros polimerizados o polimerizados mixtos. Estas láminas deben poseer una superficie hidrófila, que se puede obtener mediante saponificación de una capa superficial o mediante barnizado con un barniz hidrófilo, o bien mediante barnizado con un barniz saponificable hidrófobo y saponificación a continuación de una capa superficial.

15 Como reveladores que con papeles de diazotipia de un solo componente corrientes en el comercio proporcionan copias azules, pero que con material de diazotipia de un solo componente conforme al invento proporcionan copias con líneas rojas, pueden ser consideradas soluciones con un valor pH de entre 8 y 11, que contengan componentes azules de actividad de copulación relativamente grande. Bien apropiadas como tales componentes son la 2,3-dihidroxi-naftalina o las amidas ácidas del ácido 2-hidroxi-3-naftoico y de las aminas siguientes:

Etanolamina

Di-etanolamina

30

1,1-di-(hidroximetil)-etanolamina

342574 -3



1 (2-hidroxietyl)-(2'-aminoetyl)-éter
Acido aminoacético
Acido fenilamino-acético
2-(N-morfolino)-etylamina

5 N-metil-N-(2-amino-etyl)-morfolino-metilsulfato.
Para conservar el valor pH, contienen estas soluciones de revelador, de la manera conocida, álcalis y/o mezclas tampón.
Pueden contener, aparte de esto, también otras adiciones usuales para reveladores semihúmedos, tales como estabilizadores, por ejemplo, tiourea o ácido hidroquinonsulfónico, y humectantes y dispersantes.
Los ejemplos siguientes servirán para ilustrar el invento, pero sin limitarlo.

15 Ejemplo 1
Sobre un papel soporte heligráfico blanco, se aplica una solución de:
0,5 g de ácido tartárico
0,5 g de sulfato de aluminio
20 0,3 g de gelatina y
1,9 g del diazocompuesto a base de 2-benzoilamino-1-(n-metil-N-benzil)amino-4-anilina (fórmula 5)
en 100 ml de agua,
y se seca. Después de expuesto bajo un dibujo transparente,
25 se revela el papel con una solución que, en 100 ml de agua, contiene
7,2 g de tetraborato potásico
0,8 g de hidróxido potásico
3,5 g de tiourea
30 0,15 g de sodio isopropilnaftalinsulfónico y

342574



1 1,2 g de 2-hidroxi-3-naftol-etanolamida.

Las copias de diazotipia obtenidas presentan líneas rojas sobre fondo blanco.

5 Resultados similarmente buenos se obtuvieron al emplear uno de los compuestos de las fórmulas 1 - 4, 6, 9, 10, 13, 15 y 17, en la forma de aplicación más arriba indicada.

10 Con el mismo revelador se obtienen copias con líneas azules sobre fondo blanco, si se emplea papel de diazotipia que, como sustancia fotosensitiva, contiene, por ejemplo, el conocido diazocompuesto a base de 1-(N-etil-N-benzil)-amino-anilina-4.

El diazocompuesto de la fórmula 5 se obtiene de la manera siguiente:

15 250 partes en peso de 1-cloro-2,4-dinitro-benzol se suspendieron en 500 partes en volumen de etanol y, a 60 - 70° C y agitando, se mezclaron a gotas con 300 partes en peso de N-metil-N-benzilamina. A continuación se calentó todavía durante 1/2 hora en un refrigerador a reflujo, después se dejó enfriar y se decantó rígidamente la papilla de
20 cristales producida. Se obtuvieron 310 partes en peso de producto bruto de color amarillo (95% de la teoría) que, una vez recristalizado desde etanol, poseía un punto de fusión de 139-140°.

25 310 partes en peso del 1-(N-metil-N-benzil)amino-2,4-dinitrobenzol obtenido fueron suspendidas en 1550 partes en volumen de etanol y, agitando a 60 - 70° C, se agregó lentamente a gotas, durante 1 1/2 horas, una solución de polisulfuro sódico consistente en 322 partes en peso de Na₂S · 9H₂O, 49,6 partes en peso de azufre y 404 partes en volumen
30 de agua. A continuación se calentó todavía durante 1 hora

342574



1 en un refrigerador a reflujo y, después de enfriar y dejar
reposar durante la noche, se extrajo por succión el producto
bien cristalizado. Se obtuvieron 195 partes en peso (70% de
la teoría) de laminillas de color naranja que, recristaliza-
5 das desde etanol, fundieron a 124 - 125° C.

100 partes en peso de la 4-nitro-1-(N-metil-N-benzil)
amino-2-anilina así obtenida fueron disueltas en 500 partes
en volumen de piridina y, agitando por vía mecánica, se agre-
garon a gotas 67 partes en peso de benzoilcloruro. El calor
15 producido por la reacción pudo ser absorbido mediante refri-
geración por agua. A continuación se siguió agitando durante
20 minutos a temperatura ambiente, y seguidamente se vertió
la mezcla de la reacción en agua. La precipitación cristali-
na sedimentada fué extraída por succión y recristalizada
15 desde etanol. Rendimiento: 110 partes en peso (76% de la teo-
ría) de cristales amarillos con un punto de fusión de 123 -
124° C.

50 partes en peso del 1-(N-metil-N-benzil)amino-2-ben-
zoilamino-4-nitrobenzol se disolvieron en 500 partes en vo-
lumen de dioxano y, bajo presión normal y a 40 - 50° C, se
20 redujeron catalíticamente con hidrógeno (níquel Raney como
catalizador). Después de extraído el catalizador mediante
filtración, se hizo precipitar del filtrado el producto de
la reducción, mediante la adición de agua. Rendimiento: 43,3
25 partes en peso (94,4% de la teoría) de cristales incoloros
con un punto de fusión de 110 - 112° C.

20 partes en peso de la 1-(N-metil-N-benzil)amino-2-
benzoilamino-4-anilina así obtenida se diazotaron en 130
partes en volumen de ácido clorhídrico (1:1) a 0 - 5° C, con
30 una solución de nitrito sódico consistente en 4,5 partes en

342574

-3



1 peso de nitrito sódico y 30 partes en volumen de agua. El
rendimiento de cloruro de diazonio cristalino precipitado,
ascendió a 23,3 partes en peso.

Ejemplo 2

5 Sobre un papel soporte heliográfico blanco, provisto de
una mano de imprimación a base de polivinilacetato y ácido
silícico coloidal, se aplica una capa de una solución de

0,5 g de ácido cítrico

3,5 g de sodio naftalin-1,3,6-trisulfónico

10 0,2 g de goma arábiga y

1,8 g del tetrafluoroborato del diazocompuesto a base
de 5-cloro-1-(N-morfolino)-2-acetilamino-anilina-
4 (fórmula 12)

15 en 100 ml de agua, y se secó. El papel de diazotipia obteni-
do se expone bajo un modelo de dibujo, y se revela con la
solución siguiente:

2,0 g de fosfato trisódico

4,0 g de citrato trisódico

2,0 g de bórax

20 3,0 g de tiourea

0,2 g de sodio isopropilnaftalinsulfónico y

1,2 g de la amida ácida del ácido 2-hidroxi-3-naftoico
con (2-hidroxietil)-(2'-amino-etil)éter

en 100 ml de agua.

25 Se obtienen copias con líneas rojas sobre fondo blanco.

En lugar del diazocompuesto aquí indicado se empleó,
con aproximadamente el mismo resultado, el diazocompuesto a
base de 5-metil-1-(N-piperidino)-2-acetilamino-anilina-4
(fórmula 14) y 1-(N-morfolino)-2-(2'-oxo)-pirrolidino-7-ani-
lina-4 (fórmula 18).

30



342574

1 Ejemplo 3

Un papel heliográfico blanco, provisto de una capa de imprimación a base de fécula de avena y acetato de polivinilo, se recubre con la solución de:

- 5 0,5 g de ácido tartárico
- 2,0 g de sodio naftalin-1,3,6-trisulfónico
- 0,02 g de saponina y
- 1,6 g del diazocompuesto a base de 2-(p-tolilsulfonil)-amino-1-(N-morfolino)-anilina-4 (fórmula 11)

10 en 100 ml de agua. Después de secarse y exponerse debajo de un dibujo transparente, se revela la copia con el revelador siguiente:

- 7,0 g de tetraborato potásico
 - 2,5 g de tiourea
 - 15 0,1 g de sodio isopropilnaftalinsulfónico y
 - 0,8 g de 2-hidroxí-3-naftol-etanolamida
- en 100 ml de agua.

Se obtienen copias de diazotipia con líneas rojas sobre fondo blanco.

20 En lugar del diazocompuesto de la fórmula 11 se empleó, con aproximadamente el mismo éxito, el fluoroborato del diazocompuesto a base de 5-(p-tolilmercapto)-1-(N-morfolino)-2-acetilamino-anilina-4 (fórmula 16).

Ejemplo 4

25 Una lámina de acetilcelulosa a base del denominado acetato 2 1/2 (2,5 grupos de acetilo por unidad de glucosa), que ha sido saponificada en la superficie hasta una profundidad de aproximadamente 5/μ, fué provista de una mano de una solución de:

- 30 0,5 g de ácido tartárico



342574

1 0,1 g de saponina y
 3,5 g del diazocompuesto a base de 5-cloro-1-(N-metil-
 N-benzil)amino-2-benzoilamino-anilina-4 (fórmula
 8)

5 en 90 ml de agua y 10 ml de isopropanol, y se secó.

 Mediante exposición debajo de un modelo de dibujo y re-
velado con el revelador indicado en el ejemplo 1, se obtiene
sobre la lámina, claramente transparente, una reproducción
del modelo en líneas rojas.

10 Ejemplo 5

 A una solución destinada a fabricar una lámina de ace-
tilcelulosa (2,5 grupos de acetilo por unidad de glucosa),
se le agregó una cantidad tal de 2,5-di-(p-dimetilaminofe-
15 nil)-1,3,4-oxadiol, absorbedor de ultravioleta, que la lámi-
na terminada contiene entre 0,1 y 1,0% de su peso de dicho
compuesto, y a partir de esta solución se coló, de la mane-
ra conocida, una lámina. En ambas caras de esta lámina se
desacetiló de la manera conocida una delgada capa superfi-
cial, hidrofiliándose con ello.

20 Sobre la cara anterior de la lámina se aplicó entonces
una solución que contenía

 0,5 g de ácido cítrico
 0,1 g de saponina y
 3,5 g de la sal doble de cloruro de cinc del diazocom-
25 puesto a base de 2-(o-clorobenzoilamino)-1-(N-me-
 til-N-benzil)-amino-anilina-4 (fórmula 7) en
 2 ml de trietilenglicol
 10 ml de isopropanol y
 88 ml de agua.

30 Después de secarse, se aplicó sobre el dorso una solución de



342574

1 0,5 g de ácido cítrico
 3,5 g de sodio naftalin-1,3,6-trisulfónico
 0,1 g de saponina y
 3,0 g del diazocompuesto a base de 1-(N-etil-N-benzil)
5 amino-anilina-4 en
 2 ml de trietilenglicol
 10 ml de isopropanol y
 88 ml de agua,
y se secó.

10 La cara anterior fué expuesta seguidamente bajo un mo-
delo de dibujo (lámpara de arco voltaico para copias helio-
gráficas). El absorbedor de ultravioleta contenido en la lá-
mina originó el que también en los lugares exentos de imagen
penetrara tan sólo una parte muy pequeña de la luz irradiada
15 hasta el dorso, y que el diazocompuesto allí existente no
fuera prácticamente descompuesto. A continuación, y una vez
adaptado exactamente un modelo de dibujo complementario, se
expuso el dorso a través de dicho modelo. En ambas caras se
obtuvieron así sendas imágenes diazoicas de un amarillo dis
20 tinto. Las dos imágenes se complementan en toda la lámina al
ser ésta vista al trasluz, proporcionando una imagen total.

 Si el material copiativo así preparado se revela con el
revelador indicado en el ejemplo 2, empleando para ello un
aparato usual de revelado semihúmedo que aplica el revelador
25 sobre ambas caras del material copiativo, entonces la imagen
se revela en la cara anterior en líneas rojas, y la del dor-
so en líneas azules. Al trasluz resulta una imagen de dos
colores.

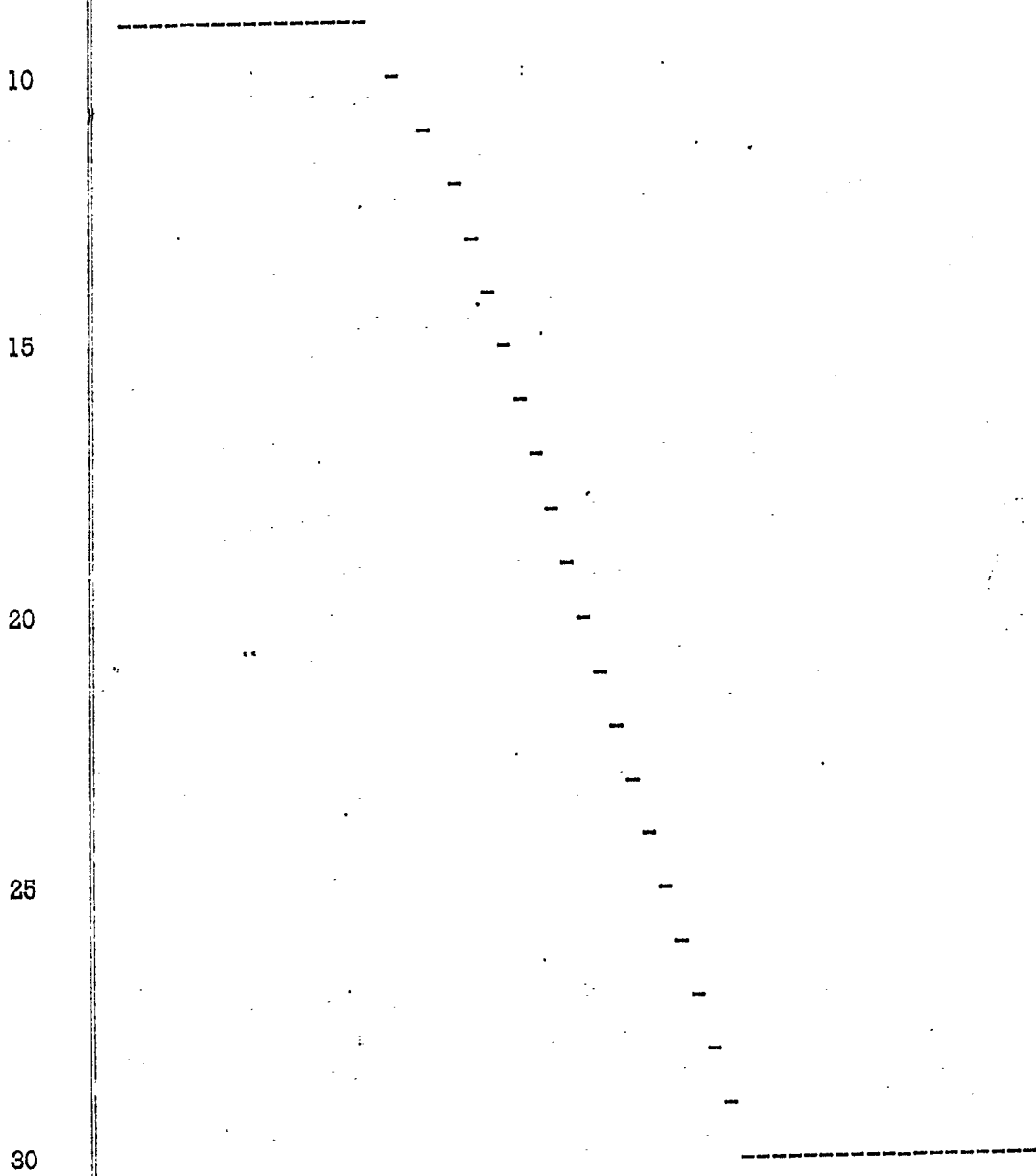
 En la tabla 2 siguiente se han indicado la fórmula ge-
30 neral de estructura A y las fórmulas de estructura de algu-



342574

1 nos compuestos, que son bien apropiados para la confección del material de diazotipia de un solo componente conforme al invento.

5 Las temperaturas indicadas en la tabla se refieren al punto de fusión del nitrocompuesto correspondiente al diazo-compuesto. Las cifras I, II y III indican el procedimiento por el que se ha preparado el correspondiente diazocompues-
to.



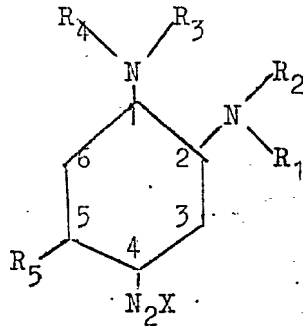


342574

1

Tabla 2

5



Fórmula A

10

15

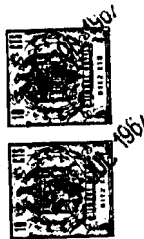
20

25

30

3 JUL 1967

21 B-1



342574

342574


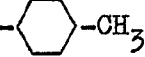

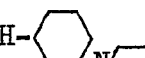
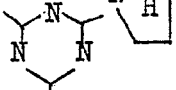










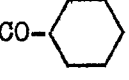
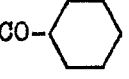
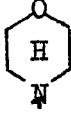
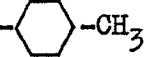
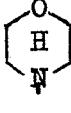
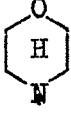

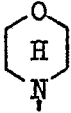
TABLE 2 (Continuación)

Formula No.	Ejemplo No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Procedimiento	Temp. en °C	Reactivo Separador
5	1	H	-COCH ₃	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	99-102	HPF ₆
	2	H	-SO ₂ -	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	143-145	ZnCl ₂
10	3	H	-CONH-	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	167-168	ZnCl ₂
	4	H		-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	192-193	SnCl ₄
	5	H	-CO-	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	123-124	ZnCl ₂
15	6	H	-COCH ₃	-CH ₃	-CH ₂ -	Cl	II	96-98	HPF ₆
	7	H	-CO-	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	101-103	ZnCl ₂
	8	H	-CO-	-CH ₃	-CH ₂ -	Cl	II	130-131	ZnCl ₂
20	9	H	-CO-	-CH ₃	-CH ₃	H	I	146-148	CaCl ₂
	10	H	-CO-	-CH ₃		H	I	130-132	ZnCl ₂
	11	H	-SO ₂ -	-CH ₃		H	I	196-198	ZnCl ₂
	12	H	-COCH ₃	-CH ₃		Cl	II	211-212	HPF ₆
	13	H	-CO-	-CH ₃		Cl	II	218-220	HPF ₆

342574

TABLA 2 (Continuación)

1
 5
 10
 15
 20
 25
 30

Formula No.	Ejemplo No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
1	1	H	-COCH ₃	-CH ₃	-CH ₂ - 
2	1	H	-SO ₂ -  -CH ₃	-CH ₃	-CH ₂ - 
3	1	H	-CONH-  	-CH ₃	-CH ₂ - 
4	1	H		-CH ₃	-CH ₂ - 
5	1	H	-CO- 	-CH ₃	-CH ₂ - 
6	1	H	-COCH ₃	-CH ₃	-CH ₂ - 
7	5	H	 -CO-	-CH ₃	-CH ₂ - 
8	4	H	-CO- 	-CH ₃	-CH ₂ - 
9	1	H	-CO- 	-CH ₃	-CH ₃
10	1	H	-CO- 		
11	3	H	-SO ₂ -  -CH ₃		
12	2	H	-COCH ₃		
13	1	H	-CO- 		

342574

- 21 -
73 JUL 1967

21 Bis

342574







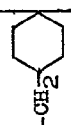


TABLA 2 (Continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Procedi- miento	Temp. en °C	Reactivo Separador
-COCH ₃	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	99-102	HPF ₆
-SO ₂ --CH ₃	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	143-145	ZnCl ₂
-CONH--	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	167-168	ZnCl ₂
	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	192-193	SnCl ₄
-CO-	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	123-124	ZnCl ₂
-COCH ₃ Cl	-CH ₃	-CH ₂ -	Cl	II	96-98	HPF ₆
-CO-	-CH ₃	-CH ₂ -	H	I	101-103	ZnCl ₂
-CO-	-CH ₃	-CH ₂ -	Cl	II	130-131	ZnCl ₂
-CO-	-CH ₃	-CH ₃	H	I	146-148	CdCl ₂
-CO-			H	I	130-132	ZnCl ₂
-SO ₂ --CH ₃			H	I	196-198	ZnCl ₂
-COCH ₃			Cl	II	211-212	HBF ₄
-CO-			Cl	II	218-220	HBF ₄

342574

342574

TABLA 2 (Continuación)

Formula No.	Ejemplo No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Procedimiento	Temp. en °C	Reactivo Separador
14	2	H	-COCH ₃			-CH ₃	II	110-112	ZnCl ₂
15	1	H	-COCH ₃			-SC ₂ H ₅	III	148-150	HPF ₆
16	3	H	-COCH ₃			-S-  -CH ₃	III	192-193	HBF ₄
17	1	H	-COOC ₂ H ₅			H	I	79-83	SnCl ₄
18	2					H	I	223-225	SnCl ₄

1

5

10

15

20

25


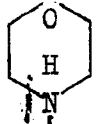

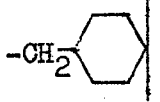
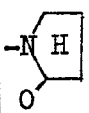
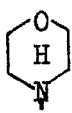
30

342574

3

TABLA 2 (Continuación)

1

Formula No.	Ejemplo No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
14	2	H	-COCH ₃		
15	1	H	-COCH ₃		
16	3	H	-COCH ₃		
17	1	H	-COOC ₂ H ₅		-CH ₃
18	2				

10

15

20

25

30

342574


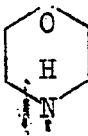


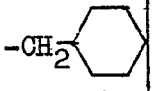
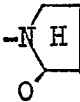
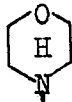
342574



JUL 1961

1961

TABLA 2 (Continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Procedimiento	Temp. en °C	Reactivo Separador
-COCH ₃			-CH ₃	II	110-112	ZnCl ₂
-COCH ₃			-SC ₂ H ₅	III	148-150	HPF ₆
-COCH ₃			-S-  -CH ₃	III	192-193	HBF ₄
-COOC ₂ H ₅		-CH ₃	H	I	79-83	SnCl ₄
			H	I	223-225	SnCl ₄

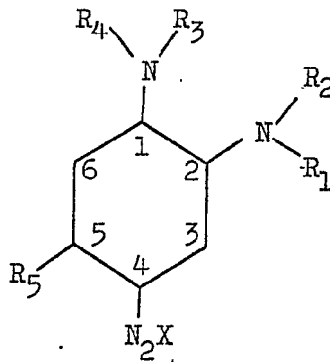
342574



1 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

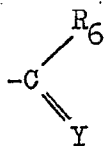
5 1. Un procedimiento para la confección de copias de
diazotipia con líneas rojas caracterizado porque se expone
fotográficamente un material de diazotipia que contiene co-
mo sustancia fotosensitiva un diazocompuesto de la fórmula
general



15 en la que

R₁ es hidrógeno y

R₂ un radical acilo, un radical carbonamídico o un
radical de la estructura



en el que R₆ y Y, junto con el átomo de car-
bono al que están ligados, forman un radi-
cal heterocíclico, en el que en el lugar de
Y se encuentra un átomo de nitrógeno,

o bien

25 R₂ tiene la estructura más arriba indicada, forman-
do

R₁ y R₆, junto con el átomo de nitrógeno y al átomo
de carbono a los que están ligados, un radi-
cal heterocíclico de 5 ó 6 miembros, y

30 Y es un átomo de oxígeno,

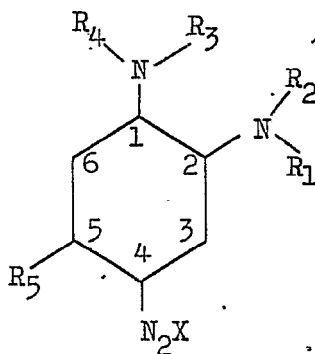
342574



- 1 R_3 representa un grupo alcoholo, aminoalcoholo o hidroxialcoholo, y,
- R_4 un grupo alcoholo o aralcoholo, o en la que
- 5 R_3 y R_4 juntamente con el átomo de nitrógeno al que están ligados, representan un radical heterocíclico de 6 miembros,
- R_5 hidrógeno, halógeno, un grupo alcoholo, un grupo alcoholmercapto o un grupo arilmercapto, y
- X el anión del diazocompuesto,

10 y porque se revela dicho material de diazotipia con una solución reveladora que, como componente de copulación, contiene uno o varios compuestos en sí conocidos como copuladores azules, que son 2,3-dihidroxi-naftalina o amidas del ácido 2-hidroxi-3-naftoico.

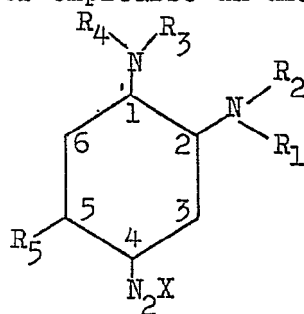
15 2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por emplearse un material con un diazocompuesto de la fórmula



20

en la que R_4 significa un radical aralcoholo.

25 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por emplearse un diazocompuesto de la fórmula



30



342574

1 en la que R₃ y R₄, junto con el átomo de nitrógeno al que
están ligados, significan un radical heterocíclico de 6
miembros.

5 4. Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN
PROCEDIMIENTO PARA LA CONFECCION DE COPIAS DE DIAZOTIPIA".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre
sente Memoria descriptiva que consta de veinticinco páginas
mecanografiadas.

10

Madrid, 3 de Julio de 1.967

BERNARDO UNGRIA
p.p.

15

20

25

30