

11-12-77

381084



381084

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
Clas. <u>6.07</u>	<u>B41</u>
Inv. <u>C</u>	<u>M</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

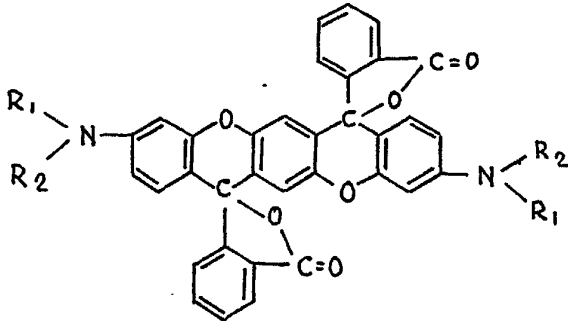
Correspondiente a la solicitud de registro de una Patente de Inven-
 ción que, por veinte años se solicita para España, a favor de la
 entidad FUJI PHOTO FILM CO., LTD., de nacionalidad jurídica japo-
 nesa, domiciliada en Kanagawa (Japón), Nº 210, Nakanuma, Minami As-
 higara-Machi, Ashigara-Kamigun - - - - -

p o r

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN NUEVO COMPUESTO DE LACTONA"

El presente invento se refiere a un procedimiento para la pre-
 paración de un nuevo compuesto de lactona, que se representa por la
 fórmula general I,

5



10

en que R₁ y R₂, cada uno, es un grupo alquilo teniendo de 1 a 5 áto

381084

23 JUN 1970

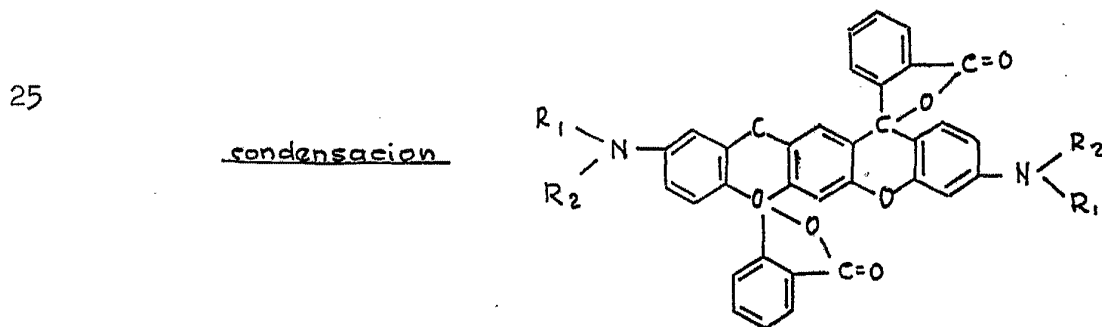
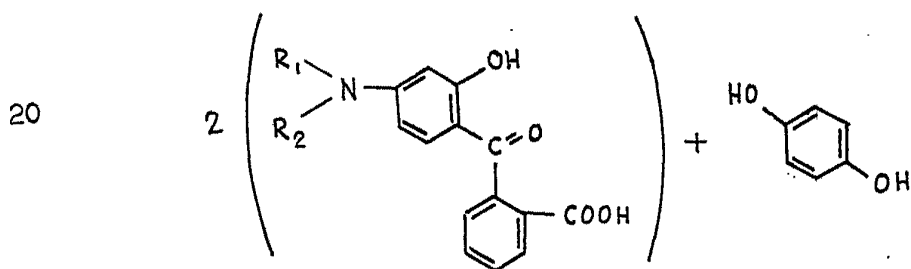


mos de carbono o un grupo bencilo.

Aunque el compuesto de lactona, representado por la arriba citada fórmula I y obtenido por el procedimiento del invento es, en si, sustancialmente incoloro, el mismo produce instantáneamente un color verde oscuro, azul oscuro o negro, cuando se pone en contacto con una sustancia, que acepta electrones, tal como un ácido sólido, por ejemplo, arcilla ácida, arcilla activa, bentonita, ceolita, atapulgita o trisilicato de magnesio, o un ácido orgánico, por ejemplo ácido benzóico, ácido benceno sulfónico o naftol.

10 El compuesto del invento es muy útil como formador de color para papel sensible a la presión para copiar, un papel copiator termo-sensible o un papel copiator fotosensible.

El procedimiento para la preparación del compuesto arriba citado consiste básicamente en hacer reaccionar un ácido o-(4-dialquilamino-2-hidroxi-benzoil)benzóico, representado por la fórmula general II con 15 hidroquinona en presencia de un agente condensador,



381084

23



en que R_1 y R_2 cada uno es el mismo substituyente que en la definición antes mencionada.

5 La temperatura de reacción debería decidirse por una especie de agente condensador y, si el sistema contiene agua, la temperatura tiene relación mutua con una concentración de agente condensador. Los ejemplos prácticos de los agentes condensadores, la concentración y temperatura de reacción son ácido sulfúrico (concentración: 50-100%, temperatura de reacción: 60-160°C), ácido sulfúrico fumante (menos de 20%, 20-100°C) pentóxido de fósforo (80-120°C), ácido polifosfórico (100-140°C) oxiclорuro de fósforo (80-100°C) y cloruro de zinc anhidro (120-180°C). En los arriba citados agentes condensadores, pentóxido de fósforo, ácido polifosfórico, cloruro de zinc anhidro y oxiclорuro de fósforo se disuelven en cloroformo, benceno y semejantes, de modo que la concentración de los mismos no se limite.

15 La terminación de la reacción puede confirmarse por la medida de la densidad de color del producto, que es un tinte ácido. La reacción se termina después de alrededor de 3 horas en el caso de usar ácido sulfúrico al 98% a 100°C.

20 El producto, así obtenido, es entonces neutralizado con un álcali, extraído y recristalizado por métodos convencionales.

25 Como ejemplos típicos de los compuestos representados por la fórmula II, existen ácido o-(4-dimetilamino-2-hidroxibenzoil) benzóico, ácido o-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil) benzóico, ácido o-(4-N-etil-N-n-butilamino-2-hidroxibenzoil)benzóico, ácido o-(4-N-bencil-N-etilamino-2-hidroxibenzoil)benzóico y semejante.

Uno o dos grupos de hidroxilo de la fórmula II pueden ser esterificados o eterificados. Además, el grupo o los grupos de hidroxilo pueden condensarse con compuestos de anilina para formar un compuesto condensado en la forma de anilino-fenol.

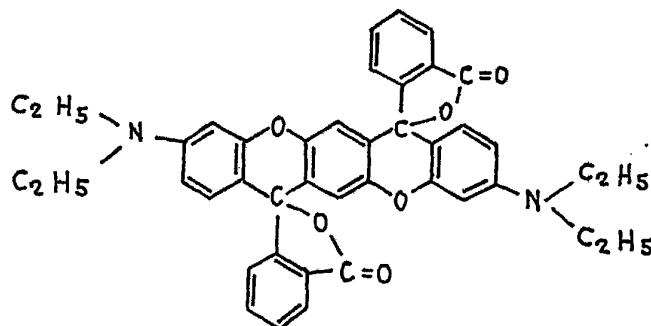
30 Ejemplo 1.

381084 23



En 90 cc de ácido sulfúrico al 98% se disolvieron 0,1 moles de ácido orto-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)benzóico y 0,05 moles de hidroquinona, y la solución fue calentada a 80 - 100°C durante 3 ho-
5 ras. La mezcla de reacción después fue vertida dentro de agua de hie-
lo, y el precipitado fue neutralizado con una sosa cáustica acuosa, extraído con cloroformo y secado. El cristal, así recuperado, fue re-
cristalizado desde la mezcla de benceno-cloroformo para obtener un compuesto de lactona sustancialmente incoloro de la siguiente fórmu-
15 la, en un rendimiento de 40%

10



15

El producto se convirtió en púrpura oscuro cuando se calentó a alrededor de 350°C y se fundió y descompuso a 355-357°C. Desarrolló púrpura oscuro en un ácido acético al 95% y los máximos de absorción de los mismos fueron: $\lambda_1 = 660 \text{ m}\mu$, $\lambda_2 = 604 \text{ m}\mu$, $\lambda_3 = 556 \text{ m}\mu$,
20 $\lambda_4 = 518 \text{ m}\mu$, $\lambda_5 = 425 \text{ m}\mu$ y $\lambda_6 = 460 \text{ m}\mu$. En su espectro de absorción infra-rojo, hubo una absorción atribuible a C=O de lactona de 1760 cm^{-1} , la absorción de alrededor de 1680 cm^{-1} y de alrededor de 2600 cm^{-1} atribuible a COOH en el nuevo material, compuesto de la fórmula general II, desapareció. Los resultados de análisis elemental-
25 les y de espectrografía de masa coincidieron con la fórmula arriba citada.

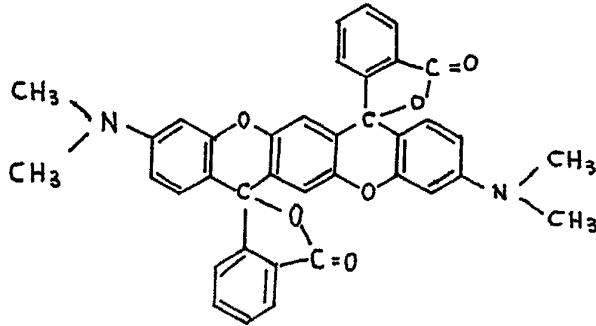
Ejemplo 2

En 90 cc. de ácido sulfúrico al 98%, se disolvieron 0,1 moles de ácido orto-(4-dimetilamino-2-hidroxibenzoil)benzóico y 0,05 moles
30 de hidroquinona y se trataron de una manera similar al Ejemplo 1 para



obtener un compuesto de lactona, representado por la siguiente fórmula.

5



El compuesto fue de un punto de fusión por encima de 370°C y desar-
rolló el color púrpura oscuro en ácido acético al 95% y del que los
máximos de absorción fueron:

$\lambda_1 = 655 \text{ m}\mu$, $\lambda_2 = 599 \text{ m}\mu$, $\lambda_3 = 553 \text{ m}\mu$, $\lambda_4 = 519 \text{ m}\mu$, $\lambda_5 = 424 \text{ m}\mu$ y

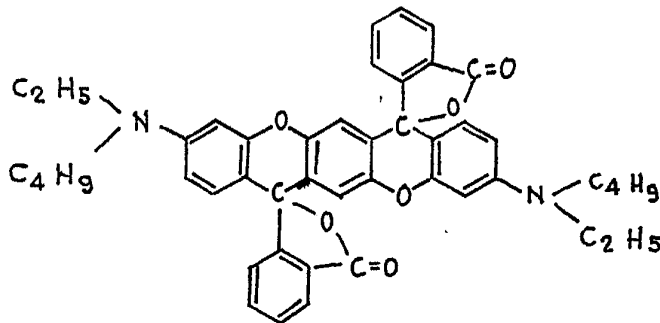
$\lambda_6 = 460 \text{ m}\mu$. Al análisis de espectro de absorción infra-rojo, exhibió
una absorción de 1760 cm^{-1} atribuible a C=O de lactona. Los resultados

de análisis elemental y espectrografía de masa coincidieron con la fór-
mula arriba citada.

Ejemplo 3

En 60 cc. de un ácido sulfúrico al 95%, se disolvieron y calenta-
ron a 90-100°C durante 8 horas, 0,1 moles de ácido orto-(4-N-etil-N-n-
butil-amino-2-hidroxibenzoil)benzóico y 0,05 moles de hidroquinona. La
mezcla de reacción después fue tratada de una manera similar a la del
Ejemplo 1 para obtener un compuesto de lactona, representado por la
fórmula siguiente.

25



30



El compuesto se decoloró en negro pupúreo a alrededor de 310°C y se fundió y descompuso. El compuesto desarrolló púrpura oscuro en un ácido acético al 95% de los que los máximos de absorción fueron:

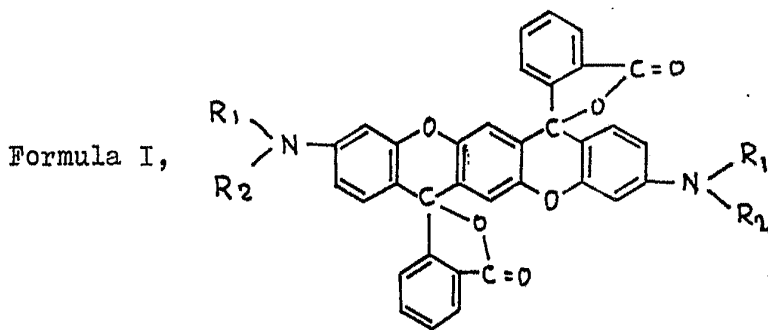
5 $\lambda_1 = 662 \text{ m}\mu$, $\lambda_2 = 605 \text{ m}\mu$, $\lambda_3 = 557 \text{ m}\mu$, $\lambda_4 = 518 \text{ m}\mu$, $\lambda_5 = 425 \text{ m}\mu$ y $\lambda_6 = 460 \text{ m}\mu$. En el espectro infra-rojo de absorción del compuesto hubo una absorción en 1760 cm^{-1} atribuible a C=O de lactona. Los resultados de análisis elemental y de espectrografía coincidieron con la fórmula arriba citada.

N O T A

10 EN RESUMEN: la presente Patente de Invención que por veinte años se solicita para España, ha de recaer sobre las siguientes reivindicaciones:

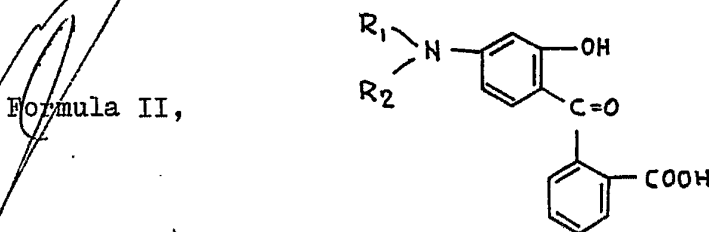
1ª.- Procedimiento para la preparación de un nuevo compuesto de lactona representado por la siguiente fórmula general I,

15



en que R_1 y R_2 cada uno es un miembro seleccionado del grupo consistente en un grupo alquilo, teniendo de 1 a 5 átomos de carbono y un grupo bencilo, caracterizado porque se condensa ácido O-(4-dialquilamino-2-hidroxibenzoil)benzóico, representado por la siguiente fórmula general II,

25





203

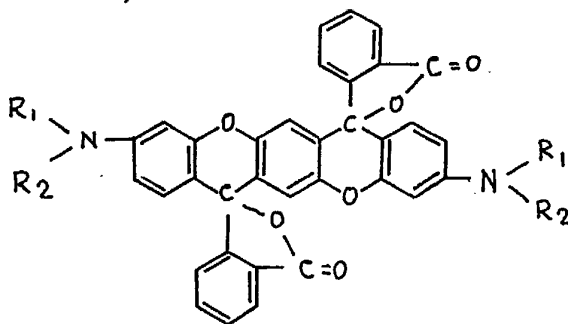
con hidroquinona, en presencia de un agente condensador.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho agente condensador es un miembro seleccionado del grupo consistente en ácido sulfúrico, ácido sulfúrico fumante, pentaóxido de fósforo, ácido polifosfórico, cloruro de zinc anhidro y oxicluro de fósforo.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho compuesto, representado por la fórmula II, es un miembro seleccionado del grupo consistente en ácido O-(4-dimetilamino-2-hidroxibenzoil)benzónico, ácido O-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)benzónico, ácido O-(4-N-etil-N-butilamino-2-hidroxibenzoil)benzónico y ácido O-(4-N-bencil-N-etilamino-2-hidroxibenzoil)benzónico.

4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes para la preparación de un compuesto de lactona representado por la siguiente fórmula general I,

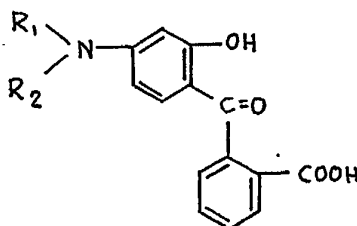
Formula I,



20

en que R₁ y R₂ es cada uno un miembro seleccionado del grupo consistente en un grupo alquilo, teniendo de 1 a 5 átomos de carbono y un grupo bencilo, que se caracteriza porque se condensa ácido O-(4-dialquilamino-2-hidroxibenzil)benzónico, representado por la siguiente fórmula general II,

Formula II,



30

381084₂₃



con hidroquinona a 60-160°C, en la presencia de ácido sulfúrico, teniendo una concentración de 50-100%.

5 5ª.- Por último se reivindica como objeto sobre el que ha de recaer la presente Patente de Invención que por veinte años se solicita registrar para España, - - - - -

p o r

" PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN NUEVO COMPUESTO DE LACTONA "

10 Todo conforme queda expresado en la presente Memoria Descriptiva que consta de ocho hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 23 JUN. 1970

P.A.,

PEDRO FELIU MAÑA
P.P.