



24 A30

386487
386487

SECCION TÉCNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE <u>07</u>	<u>G03</u>
SUBCLASE <u>D</u>	<u>G</u>

No. 386487

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: KALLE AKTIENGESELLSCHAFT

RESIDENCIA: Postfach 9165, 6202 WIESBADEN-BIEBRICH,
ALEMANIA OCCIDENTAL.

ENUNCIADO: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL PROCEDI-
MIENTO PARA LA FABRICACION DE UN MA-
TERIAL DE DIAZOTIPIA".

Prioridad: Patente alemana nº P 19 63 252.1 del 17-12-69

386487



1970

1

El invento se refiere a nuevos compuestos de benzoldiazonio derivados de la p-fenilendiamina diazotada unilateralmente, así como a su utilización con compuestos fotosensitivos en la diazotipia.

5

Compuestos de benzoldiazonio que llevan en posición 4 con respecto al grupo diazonio un grupo amino terciario, son utilizados en la diazotipia ya hace bastante tiempo en calidad de sustancias fotosensitivas. Estos compuestos pueden contener otros sustituyentes en el anillo benzólico, preferentemente en las posiciones 2 y 5 ó en las 2 y 3 con respecto al grupo diazonio, por ejemplo, grupos acilamino, grupos alcoxi o átomos de halógenos. Las propiedades de los compuestos citados, que les hacen apropiados para fines de diazotipia, vienen determinadas ampliamente por los sustituyentes mencionados.

10

15

20

25

Es sabido también que, para la elaboración de materiales de diazotipia de un sólo componente, se emplean preferentemente diazocompuestos de copulación rápida, ya que únicamente entonces la formación de colorantes en el revelado tiene lugar a una velocidad defendible. Si la formación de colorantes tiene lugar de manera demasiado lenta, entonces el diazocompuesto hidrosoluble se difunde durante el revelado, pasando de las partes no expuestas, a las partes expuestas del material copiativo. Se obtienen con ello líneas indeseablemente borrosas.

30

Diazocompuestos para materiales de diazotipia de un sólo componente han sido descritos varias veces en la bibliografía. Por la AS holandesa nº 6.610.037 se conocen compuestos que llevan en las posiciones 2 y 3 con respecto al grupo diazonio sendos átomos de halógenos, y por la patente



1 británica nº 1.082.889, compuestos que en la posición 2 con
respecto al grupo diazonio llevan un grupo acilamino, y en
la posición 3, un radical alcoxi. La velocidad de copula-
ción de todos estos compuestos no basta para las exigencias
5 de hoy en día, ya que en medida creciente se da la preferen-
cia a materiales de diazotipia de un sólo componente, que
puedan ser revelados ya con reveladores debilmente ácidos.
Lo mismo ocurre con los compuestos que en la posición 2 lle-
van un grupo alcoholomercapto, y en la posición 3 con res-
pecto al grupo diazonio, un átomo de halógeno.

10 En la patente francesa nº 93.482 se describen compues-
tos que en la posición 2 llevan un grupo acilamino, y en la
posición 5, un radical fenoxi. Estos compuestos, si bien
copulan algo más rápidamente, no es sin embargo todavía to-
talmente satisfactoria también su velocidad de copulación
15 en un agente ácido. Además adolecen del inconveniente de
que por lo general forman azocolorantes que absorben rela-
tivamente mal en la gama ultravioleta del espectro.

20 Una velocidad de copulación todavía más alta la tienen
los compuestos que en posición 2 con respecto al grupo dia-
zonio llevan un grupo acilamino, y en la posición 5, un gru-
po alcoxi, y en los que, a diferencia de los compuestos ci-
tados más arriba, no se encuentra en posición 4 ningún gru-
po amino terciario, sino un radical tioéter o acilamino (pa-
25 tentes británicas nums. 1.064.129 y 1.045.242, solicitud de
patente alemana nº P 18 14 282.1 y publicación alemana nº
1.256.065). Ahora bien, estos compuestos adolecen del incon-
veniente de que son relativamente insensibles a la luz.

30 La misión del invento ha estribado en encontrar nuevos
compuestos de benzoldiazonio, que reúnan una buena fotosen-



sibilidad y estabilidad, con una velocidad más alta de copulación.

El objeto del invento son compuestos de benzoldiazonio derivados de la p-fenilendiamina diazotada unilateralmente, que están caracterizados por la fórmula general (pág. 21), representando en ella

R_1 y R_2 , radicales alcohilo, aralcohilo o cicloalcoholo, o bien, junto con el átomo de nitrógeno, un radical heterocíclico;

R_3 y R_4 , átomos de hidrógeno o halógeno;

R_5 el grupo $-N \begin{matrix} R_6 \\ \diagdown \\ CO-O_n-R_7 \end{matrix}$;

X el anión del compuesto de diazonio;

n, 0 ó 1, y

R_6 y R_7 , radicales alcohilo, aralcohilo, cicloalcoholo o arilo,

teniendo uno de los radicales R_3 y R_4 que ser hidrógeno.

Los diazocompuestos conforme al invento se caracterizan frente a los compuestos conocidos por una mayor velocidad de copulación, siendo buena su fotosensibilidad y estabilidad.

Preferentemente se utilizan los compuestos conforme al invento en material de diazotipia de un sólo componente. Este material es bien fotosensitivo y puede ser revelado con soluciones de revelador alcalinas, así como con soluciones de revelador tamponadas en forma débilmente ácida. Como es natural, la ventaja de la alta velocidad de acoplamiento de los diazocompuestos conforme al invento repercute de manera especial en agentes neutros o débilmente ácidos, ya que en estos valores de pH el revelado suele tener lugar por lo general de manera más lenta.

386487



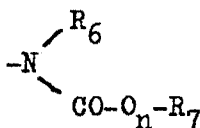
1 En combinación con azocomponentes de copulación muy
 lenta, por ejemplo, 7'-hidroxi-1',2',4,4-naftimidazol ó
 2-hidroxi-8-biguanidino-naftalina, pueden los compuestos
 conforme al invento ser empleados también en materiales de
 5 diazotipia de dos componentes, que se revelen mediante va-
 por de amoniaco o mediante calentamiento.

En los compuestos conforme al invento pueden R₁ y R₂
 ser en cada caso radicales alcoholo, aralcoholo o cicloal-
 cohilo, que eventualmente pueden no estar saturados o, de
 10 la manera conocida, llevar otros sustituyentes, por ejemplo
 halógeno, grupos hidroxi o grupos amino. Cuando R₁ y R₂ for-
 man junto con el átomo de hidrógeno terciario un radical he-
 terocíclico, puede éste estar derivado, por ejemplo, de la
 pirrolidina, la piperidina, la piperacina, la N-metilpipe-
 racina, la N-acilpiperacina, la tiomorfolina, la morfolina,
 15 la hexametenimina, etc., y estar a su vez sustituido. La
 forma de actuar estos radicales en la diazotipia, es en sí
 conocida.

20 Como átomo de halógeno R₃ ó R₄ se elige preferentemen-
 te cloro, por motivos económicos y debido á su fácil acce-
 sibilidad. Ahora bien, pueden emplearse también compuestos
 en los que R₃ ó R₄ representen bromo, fluoro o yodo.

R₅ es en los compuestos conforme al invento un grupo
 amino secundario acilado

25



30

El radical acilo CO-O_n-R₇ puede estar derivado, tanto
 de un ácido carboxílico alifático o aromático (n = 0), como
 también de un semiéster del ácido carbónico (n = 1), produ-

386487



DIC. 1970

1

ciéndose con el átomo aminonitrógeno un grupo ureta-
no.

5

R_6 y R_7 pueden ser radicales alcohilo, aralcohilo, cicloalcohilo y arilo. Se emplean preferentemente grupos alcohilo con 1 a 7, grupos aralcohilo con 7 a 10, y grupos cicloalcohilo con 5 a 7 átomos de carbono. Los radicales R_6 y R_7 pueden estar también sustituidos. Como sustituyentes deben considerarse preferentemente grupos alcoxi, átomos de halógeno o grupos amino sustituidos.

10

X es uno de los aniones usuales en la diazotipia, que forman sales de diazonio estables. La sal de diazonio puede estar presente en forma, por ejemplo, de cloruro, sulfato, tetrafluoroborato, hexafluorofosfato, o bien como sal doble con cloruro de cinc, tetracloruro de estaño, cloruro de cadmio y similares.

15

Ejemplos para compuestos de benzoldiazonio conforme al invento son:

20

1) Sulfato hidrogenado de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-3-cloro-4-dimetilamino-benzoldiazonio
Fp 121° C

2) Sulfato hidrogenado de 2-(N-metil-N-etoxicarbonil-amino)-3-cloro-4-dimetilamino-benzoldiazonio
Fp 75° C

25

3) Cloruro de 2-(N-propil-N-etoxicarbonil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-benzoldiazonio - tetracloruro de estaño
Fp 82° C

30

4) Tetrafluoroborato de 2-(N-propil-benciloxicarbonil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-benzoldiazonio
Aceite

- 7 -
386487



1970

- 1 5) Tetrafluoroborato de 2-(N-ciclohexil-N-acetil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 138° C
- 5 6) Cloruro de 2-(N-ciclohexil-N-acetil-amino)-3-cloro-4-dimetilamino-benzoldiazonio - cloruro de cinc
Fp 88° C
- 7) Tetrafluoroborato de 2-(N-ciclohexil-N-etoxicarbonil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 83° C
- 10 8) Tetrafluoroborato de 2-(N-n-butil-N-acetil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-benzoldiazonio
Aceite
- 15 9) Cloruro de 2-(N-bencil-N-acetil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-benzoldiazonio - tetracloruro de estaño
Fp 83° C
- 10) Tetrafluoroborato de 2-(N-bencil-N-acetil-amino)-3-cloro-4-dimetilamino-benzoldiazonio
Fp 114° C
- 20 11) Tetrafluoroborato de 2-(N-bencil-N-etoxicarbonil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 69° C
- 12) Tetrafluoroborato de 2-(N-bencil-N-etoxicarbonil-amino)-3-cloro-4-dimetilamino-benzoldiazonio
Fp 93° C
- 25 13) Cloruro de 2-(N-(β-fenil-etil)-N-etoxicarbonil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-benzoldiazonio - cloruro de cinc
Fp 91 - 92° C
- 30

386487



DEC. 1970

- 1 14) Tetrafluoroborato de 2-(N-metil-N-etoxicarbonil-amino)-4-(N-metil-N-n-butil-amino)-5-cloro-benzoldiazonio
Aceite
- 5 15) Cloruro de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-(N-metil-N-ciclohexil-amino)-5-cloro-benzoldiazonio - cloruro de cinc
Fp 120 - 121° C
- 10 16) Tetrafluoroborato de 2-(N-metil-N-etoxicarbonil-amino)-4-(N-metil-N-ciclohexil-amino)-5-cloro-benzoldiazonio
Aceite
- 15 17) Cloruro de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-(N-metil-N-bencil-amino)-5-cloro-benzoldiazonio - cloruro de cinc
Aceite
- 20 18) Tetrafluoroborato de 2-(N-ciclohexil-N-acetil-amino)-4-dietilamino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 112 - 113° C
- 20 19) Tetrafluoroborato de 2-(N-ciclohexil-N-cloroacetil-amino)-4-dietilamino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 93 - 95° C
- 25 20) Tetrafluoroborato de 2-(N-ciclohexil-N-etoxicarbonil-amino)-4-dietilamino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 106 - 106° C
- 25 21) Tetrafluoroborato de 2-(N-bencil-N-etoxicarbonil-amino)-3-cloro-4-dietilamino-benzoldiazonio
Fp 76 - 78° C
- 30 22) Cloruro de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-pirrolidino-5-cloro-benzoldiazonio - tetracloruro de estaño
Fp 140 - 142° C

- 9 -
386487



- 1 23) Cloruro de 2-(N-ciclohexil-N-acetil-amino)-4-pirro-
lidino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 167° C
- 5 24) Cloruro de 2-(N-ciclohexil)-N-etoxicarbonil-amino)-
4-pirrolidino-5-cloro-benzoldiazonio - cloruro de
cinc
Fp 128° C
- 10 25) Cloruro de 2(N-bencil-N-etoxicarbonil-amino)-4-pi-
rrolidino-5-cloro-benzoldiazonio - tetracloruro de
estaño
Fp 114° C
- 15 26) Tetrafluoroborato de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-
piperidino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 130 - 131° C
- 20 27) Cloruro de 2-(N-metil-N-etoxicarbonil-amino)-4-pi-
peridino-5-cloro-benzoldiazonio - tetracloruro de
estaño
Fp 71 - 72° C
- 25 28) Cloruro de 2-(N-propil-N-acetil-amino)-4-piperidi-
no-5-cloro-benzoldiazonio - tetracloruro es estaño
Aceite
- 29) Hexafluorofosfato de 2-N-(β-dietilamino-etil)-N-
acetil-amino-4-piperidino-5-cloro-benzoldiazonio -
ácido hexafluorofosfórico
Aceite
- 30 30) Hexafluorofosfato de 2-N-(β-piperidino-etil)-N-
acetil-amino-4-piperidino-5-cloro-benzoldiazonio -
ácido hexafluorofosfórico
Aceite

386487



M.C. 1970

- 1 31) Tetrafluoroborato de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-(4',metil-piperidino)-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 129 - 130° C
- 5 32) Cloruro de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-(3'-metil-piperidino)-5-cloro-benzoldiazonio - tetracloruro de estaño
Aceite
- 10 33) Sulfato hidrogenado de 2-(N-metil-N-etoxicarbonil-amino)-4-heptametenimino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 95 - 96° C
- 34) Sulfato hidrogenado de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-morfolino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 126 - 128° C
- 15 35) Cloruro de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-morfolino-5-bromo-benzoldiazonio - cloruro de cinc
Fp 125 - 127° C
- 20 36) Cloruro de 2-(N-metil-N-benzoil-amino)-4-morfolino-5-cloro-benzoldiazonio - cloruro de cinc - cloruro sódico
Fp 122 - 125° C
- 37) Sulfato hidrogenado de 2-(N-metil-N-etoxicarbonil-amino)-4-morfolino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 99 - 100° C
- 25 38) Cloruro de 2-N-(γ-metoxi-propil)-N-benzoilcarbo-
nil-amino-4-morfolino-5-cloro-benzoldiazonio - te-
tracloruro de estaño
Aceite
- 30 39) Sulfato hidrogenado de 2-(N-ciclohexil-N-acetil-ami-
no)-4-morfolino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 185° C

386487



1970

- 1 40) Cloruro de 2-(N-ciclohexil-N-etoxicarbonil-amino)-
4-morfolino-5-cloro-benzoldiazonio - tetracloruro
de estaño
Fp 181° C
- 5 41) Cloruro de 2-(N-bencil-N-acetil-amino)-4-morfolino-
5-cloro-benzoldiazonio - cloruro de cinc
Fp 132° C
- 10 42) Tetrafluoroborato de 2-(N-bencil-N-etoxicarbonil-
amino)-4-morfolino-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 138° C
- 43) Cloruro de 2-(N-(4'-metoxi-fenil)-N-acetil-amino)-
4-morfolino-5-cloro-benzoldiazonio- tetracloruro de
estaño
Fp 170 - 171° C
- 15 44) Sulfato hidrogenado de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-
4-(3'-metil-morfolino)-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 198 - 200° C
- 20 45) Sulfato hidrogenado de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-
4-(3',5'-dimetil-morfolino)-5-cloro-benzoldiazonio
Fp 131 - 134° C
- 46) Cloruro de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-(N-metil-
piperacino)-5-cloro-benzoldiazonio cloruro de cinc
Fp 178 - 180° C.

25 Los puntos de fusión se refieren a los correspondien-
tes nitrocompuestos, que todavía tienen que reducirse y
diazotarse.

30 Para la preparación de los diazocompuestos conforme al
invento se acetila 2,5-dicloro-anilina, se nitrura y se des-
acetila. La 2,5-dicloro-4-nitro-anilina se alcoholiza en-
tonces, por ejemplo, se metiliza. Mediante reacción con una

386487



1970

1. amina primaria, por ejemplo, butilamina. se obtiene 2-clo-
ro-4-nitro-5-butilamino-N,N-dimetil-anilina, que después se
acila, se reduce y se diazota.

5 En una segunda vía de síntesis se parte de 3,4-dicloro-
anilina, que se acetila, se nitrura y se desacetila. La 3,
4-dicloro-6-nitro-anilina se hace reaccionar, por ejemplo,
con morfolina y, a través de una reacción Sandmeyer siguien-
te, se obtiene 2,5-dicloro-4-morfolino-nitrobenzol. La re-
acción, por ejemplo, con γ -metoxi-propilamina, proporcio-
10 na 2-nitro-4-cloro-5-morfolino-N-(γ -metoxi-propil)-anili-
na, que se hace reaccionar con el éster etílico del ácido
clorofórmico, después de lo cual se reduce y se diazota.

15 El portador del material de diazotipia elaborado con
los compuestos conforme al invento puede ser opaco, tal co-
mo papel, tela, papeles recubiertos y materiales metálicos,
o translucido, tal como papeles de calco recubiertos y sin
recubrir, o también transparente, tal como, por ejemplo,
hojas de acetato de celulosa, de poliéster o de policarbo-
nato. Cuando la superficie del portador es hidrófoba, tal
20 como en las hojas de materiales sintéticos, se aplica el
diazocompuesto preferentemente en una capa de película hi-
drófila, con la que se recubre la superficie del portador
hidrófobo, junto con las adiciones usuales.

25 Un material de diazotipia excelente se obtiene emplean-
do un portador transparente, por ejemplo, papel transparen-
te natural, papel transparentizado, papel tela de dibujo u
hoja de poliéster, que lleva sobre la superficie una capa
de película hidrófila obtenida median hidrólisis superfi-
cial de una capa de barniz a base de éster de celulosa o
30 de polivinilo.

386487



1970

1 Cuando el portador es transparente o por lo menos translúcido, entonces el material de diazotipia elaborado con éste resulta muy bueno especialmente para la confección de originales intermedios.

5 La capa fotosensitiva del material de diazotipia puede contener, además del diazocompuesto conforme al invento y eventualmente un componente de copulación, también las adiciones usuales, por ejemplo, ácidos como el cítrico, el tartárico, el bórico, el sulfosalicílico; estabilizadores como
10 el ácido naftalin-1,3,6-trisulfónico y sus sales hidrosolubles; antioxidantes como la tiourea; sales metálicas como el sulfato de aluminio; aglutinantes como gelatina y goma arábica, y también resinas sintéticas, así como dispersiones de ácido silícico.

15 Los ejemplos siguientes servirán para ilustrar el invento, sin por ello limitar su alcance.

Ejemplo 1

Un papel soporte heliográfico blanco se provee de una mano previa de ácido silícico de partícula fina y acetato
20 de polivinilo, y después se recubre con una solución de

0,5 g de ácido cítrico

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

1,7 g de cloruro de 2-(N-metil-N-acetil-amino)-4-

(N-metil-N-ciclohexil-amino)-5-cloro-benzol-

25 diazonio - cloruro de cinc (nº 15), en

100 ml de agua,

y se seca. Después de exponerse fotográficamente, se revela con la solución siguiente:

0,33 g de floroglucina

30 9,6 g de citrato trisódico

386487



DIC. 1970

1 1,0 g de formiato sódico
1,0 g de tiourea
0,1 g sal sódica de un ácido alcoholnaftalinsulfóni-
co en calidad de humectante, en
5 100 ml de agua.

El valor pH es de aproximadamente 7,0.

Inmediatamente después de la aplicación del revelador
aparece la imagen revelada con líneas de color pardo oscu-
ro, que absorben muy bien la luz ultravioleta. La copia ob-
tenida es por consiguiente excelentemente apropiada como
10 original intermedio para confeccionar otras copias. Result-
tados similarmente buenos se obtienen con los compuestos
nº 5, 8, 44 y 45.

Ejemplo 3:

15 Un papel transparente se barniza con acetilcelulosa,
y la capa de barniz se hidroliza superficialmente hasta una
profundidad de aproximadamente 3,5 μ . Después de eliminados
mediante lavado con agua los productos químicos utilizados
para la hidrólisis, se sensibiliza la superficie hidrófila
20 con la solución siguiente:

0,5 g de ácido cítrico
4,0 g de sodio naftalin-1,3,6-trisulfónico
0,1 g de saponina, y
4,0 g de tetrafluoroborato de 2-(N-bencil-N-etoxi-
25 carbonil-amino)-3-cloro-4-dimetilamino-benzol-
diazonio (nº 12), en
85 ml de agua y
15 ml de isopropanol.

30 Se expone debajo de una muestra y se revela con la so-
lución indicada en el ejemplo 1. La copia obtenida presenta

386487



1970

1 líneas violeta sobre fondo transparente y es muy bien apropiada como original intermedio. Resultados similarmente buenos se obtienen con los compuestos n^{os} 26, 34 y 37.

Ejemplo 4:

5 Un papel soporte heliográfico blanco se provee de una mano previa de fécula de arroz y acetato de polivinilo, y después se sensibiliza con una solución de

0,5 g de ácido cítrico

4,0 g de sodio naftalin-1,3,6-trisulfónico, y

10 2,0 g de cloruro de 2-(N-ciclohexil-N-acetil-amino)-3-cloro-4-dimetilamino-benzoldiazonio - cloruro de cinc(n^o 6), en

100 ml de agua.

15 Si se expone fotográficamente el material de diazotipia así obtenido y se revela con el revelador descrito en el ejemplo 1, se obtienen copias con líneas de color violeta pardo sobre fondo blanco.

20 Para determinar la velocidad de revelado se revela una tira no expuesta por el denominado método de capa delgada, empleando para ello un máquina de rodillos acanalados y el revelador del ejemplo 1, e inmediatamente después de la salida de la máquina se corta en 3 trozos. Sobre el trozo I se interrumpe el revelado 15 segundos después de la aplicación del revelador y, sobre el trozo II, 30 segundos después de dicha aplicación, para lo cual se exponen bajo una fuente luminosa potente, mientras que el trozo III se hace pasar una segunda vez por la máquina de revelado para alcanzar la densidad máxima posible del colorante. En este material se alcanzan al cabo de 15 segundos 89 %, y después

25

30 de 30 segundos, 96 % de la densidad máxima.

386487



1970

1 Si un material que en lugar del diazocompuesto citado
contiene una cantidad equimolar de cloruro de 2,3-dicloro-
4-dimetilamino-benzoldiazonio - cloruro de cinc, se trata
del mismo modo y con el mismo revelador, entonces se consi-
5 guen al cabo de 15 segundos 57 %, y después de 30 segundos,
76 % de la densidad máxima del colorante. Empleando tetra-
fluoroborato de 2-etil-mercapto-3-cloro-4-dimetilamino-ben-
zoldiazonio en lugar del diazocompuesto citado, son los va-
lores correspondientes 38 % al cabo de 15 segundos, y 55 %
10 después de 30 segundos, y empleando tetrafluoroborato de
2-(N-ciclohexil-N-acetil-amino)-3-metoxi-4-dimetilamino-ben-
zoldiazonio, son los valores correspondientes 56 % al cabo
de 15 segundos, y 74 % después de 30 segundos.

Ejemplo 5:

15 Un papel soporte heliográfico blanco se recubre con
una solución de

0,5 g de ácido tartárico

3,5 g de sodio nartalin-1,3,6-trisulfónico y

2,2 g de cloruro de 2-(N-ciclohexil-N-etoxicarbonil-
20 amino)-4-pirrolidino-5-cloro-benzoldiazonio -
cloruro de cinc (n° 24), en

100 ml de agua,

y se seca. Después de expuesto fotográficamente se revela
con una solución de

25 0,6 g de floroglucina

0,6 g de resorcina

1,5 g de tiourea

7,2 g de tetraborato potásico

0,8 g de hidróxido potásico

30 0,1 g de sodio isopropilnaftalinsulfónico, en
100 ml de agua.



DIC. 1970

386487

1

El valor pH de este líquido es de aproximadamente 9,5.

Se obtienen copias con líneas de color pardo rojizo. Resultados similarmente buenos se obtienen empleando los compuestos de los n^{os} 13, 14, 18 y 23.

5

Ejemplo 6:

Un papel soporte heliográfico blanco se dota de una mano previa de fécula de arroz y acetato de polivinilo, y después se recubre con una solución de

10

0,3 g de goma arábiga

0,5 g de ácido cítrico

0,02 g de saponina y

1,76 g de tetrafluoroborato de 2-(N-ciclohexil-N-etoxycarbonil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-benzoldiazonio (n^o 7); en

15

100 ml de agua,

y se seca (material A). Exponiendo debajo de una muestra y revelando con una solución de

20

0,4 g de floroglucina

0,1 g de acetoacetanilida

0,25 g de ácido benzoico

1,5 g de benzoato sódico

15,0 g de formiato sódico y

0,1 g de monoéster 2-etil-hexílico del ácido sulfúrico como sal sódica, en

25

100 ml de agua,

solución que tiene un valor pH de aproximadamente 5,8, se obtienen calcos con líneas violeta vigorosas.

30

Si se determina la velocidad de revelado de la manera descrita en el ejemplo 4, entonces se han alcanzado al cabo de 5 segundos 87 %, y después de 10 segundos, 91 % de la

-19-
386487



DIC. 1970

1 densidad máxima.

5 Si se sustituye el diazocompuesto conforme al invento
por una cantidad equimolar de sulfato hidrogenado de 2-(N-
ciclohexil-N-etoxicarbonil-amino)-4-dimetilamino-5-(4'-cloro-
fenoxi)-benzoldiazonio (material B), entonces los valo-
res correspondientes con 76 % al cabo de 5 segundos, y 86 %
después de 10 segundos. El material A conforme al invento
alcanza por consiguiente en el revelado 87 % de la densidad
máxima ya al cabo de aproximadamente la mitad de tiempo que
10 el material B.

Ejemplo 7:

15 Un papel transparente barnizado con acetilcelulosa se
hidroliza superficialmente hasta una profundidad de aproxi-
madamente 3,0 μ , y la superficie hidrófila así obtenida se
recubre con una solución de

0,5 g de ácido cítrico

0,1 g de saponina y

3,5 g de tetrafluoroborato de 2-(N-ciclohexil-N-eto-
xicarbonil-amino)-4-dimetilamino-5-cloro-ben-
zoldiazonio (n° 7), en

20 10 ml de isopropanol y

90 ml de agua,

25 y se seca (material A1). Si se expone este material debajo
de una muestra y se revela con el revelador indicado más
arriba, entonces se obtiene un calco transparente con lí-
neas de color violeta oscuro, que debido a alta absorción
del colorante para la luz actínica, es excelentemente apro-
piado como original intermedio para seguir calcando.

30 Como comparación se recubrió el mismo portador con una
solución que contenía una cantidad equimolar del compuesto

386487



1

conocido más arriba citado (material B1). Mediante exposición y revelado con el mismo revelador, se obtienen aquí calcos con líneas de color negro azulado, que absorben la luz actínica mucho más débilmente.

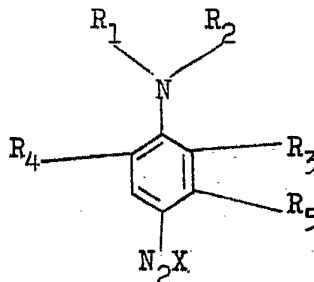
5

Los lugares de imagen de la copia obtenida con el material A1 tienen, medida contra el fondo terminado de exponer del calco, una transmisión de 6,5 % en 405 nm. Los lugares de imagen de la copia obtenida con el material B1 presentan en estas condiciones una transmisión de 13,0 %.

10

Fórmula I

15



20

25

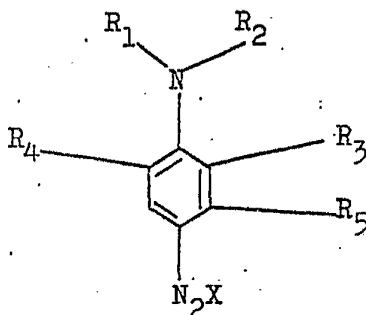
30



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

- REIVINDICACIONES -

5 1. Mejoras introducidas en el procedimiento para la fabricación de un material de diazotipia, caracterizadas porque en un portador se aplica una solución que al menos contiene un diazocompuesto fotosensible de la fórmula general I



15 en la cual

R₁ y R₂ son radicales alcoholo, aralcoholo o cicloalcoholo, o bien, junto con el átomo de nitrógeno, un radical heterocíclico;

R₃ y R₄ son átomos de hidrógeno o halógeno;

20 R₅ representa el grupo - N $\begin{matrix} \diagup R_6 \\ \diagdown CO-O_n-R_7 \end{matrix}$

X es el anión del compuesto de diazonio;

n es 0 ó 1, y

25 R₆ y R₇ son radicales alcoholo, aralcoholo, arilo o cicloalcoholo, teniendo uno de los radicales R₃ y R₄ que ser hidrógeno y secándose la solución.

30 2. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICA-



24  1970

1

CIÓN DE UN MATERIAL DE DIAZOTIPIA".

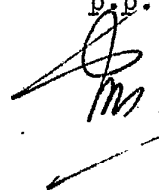
Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de veintidos páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 15 Diciembre 1970

BERNARDO UNGRIA

P.P.



10

15

20

25



30