

414206

30 ABR. 1952



Int. Cl.: C04D

PATENTE DE INVENCION

Que por veinte años, para España y su Provincia de Ultramar se solicita, a favor de THE NATIONAL CASH REGISTER COMPANY, de nacionalidad estadounidense, domiciliado en Dayton-Ohio (Estados Unidos) por: "METODO DE PREPARACION DE NUEVOS COMPUESTOS CROMOGENICOS"

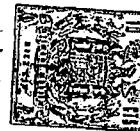
Memoria Descriptiva

Esta invención, se refiere a un método de preparación de nuevos compuestos cromogénicos de aplicación a los materiales piezosensibles de registro, Más específicamente esta invención se refiere a la preparación de nuevos ftaluros sólidos, prácticamente incoloros en solución líquida, pero que toman una coloración oscura al entrar en contacto reactivo con una sustancia ácida.

En la forma que se utiliza, en los sistemas de formación de marcas, las marcas a formar en las zonas de las hojas soporte en que se desean que aparezcan se consiguen

414206

30 452



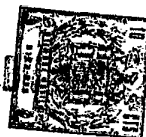
15 haciendo entrar en contacto reactivos localizado el material cromogénico con la sustancia ácida aplicada sobre la mencionada hoja soporte o que forma parte de ella, aplicándose el material cromogénico por transferencia, o encontrándose ya presente en la hoja y formando el contacto reactivo una coloración oscura en las áreas en que se quiere que aparezcan las marcas.

20 En los sistemas piezosensibles de formación de marcas conocidas, los compuestos formadores del color van aplicados sobre una o más hojas soporte o formando parte de ellas, estando aisladas estos compuestos unos de otros por una barrera que se rompe bajo presión. Cuando todos los componentes están dispuestos en una hoja única, se dice que el material de registro es "autónomo", cuando están dispuestos en hojas separadas se dice que el material de registro es un sistema "pareado" o de "transferencia." Los sistemas de hojas múltiples se pueden constituir colocando unas sobre otras varias hojas cuya superficie superior es receptora y la inferior transferidora.

30 En la forma de uso más extendido, se encierra una solución de materiales cromogénicos básicos en cápsulas microscópicas que se aplican después como revestimiento a la superficie de la hoja transferidora mientras que la hoja receptora adyacente se sensibiliza con un ácido Lewis, es decir, aceptador de electrones. En la especialidad de formación de marcas existen un elevado número de reactivos de tipo Lewis, que se emplean en combinación con materiales cromogénicos básicos. Los más comunes son las arcillas ácidas, como la atapulgita, la arcilla Siltón, la ceolita, la bentonita, la halloisita, el caolín y la sílico. Más reciente-

35

40

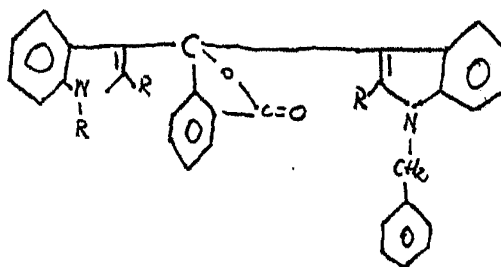


mente se han utilizado materiales poliméricos de reacción
 ácida solos o en combinación con arcillas ácidas. Ejemplos
 de estos materiales son los polímeros fenólicos como los
 de fenol-formaldehído y fenol-acetileno, las resinas de
 45 ácido maleico-colofania, los copolímeros de estireno-anhi-
 drido maleico parcial o totalmente hidrolizados, el car-
 boxipolimetileno y los copolímeros del éter vinilmetíli-
 co-anhidrido maleico parcial o totalmente hidrolizados y
 mezclas de estos compuestos. En la memoria descriptiva de
 50 la Patente española nº 316.761, se menciona un gran número
 de estos polímeros ácidos y solventes de ellos y de los
 materiales cromogénicos.

En dicha memoria se explica en detalle los varios
 requisitos que hay que cumplir al elegir los componentes
 55 del sistema.

Se conocen ya varios ftaluros adecuados para uti-
 lizarse con los materiales piezosensibles de registro an-
 teriormente descritos, Así, por ejemplo, en la memoria de
 la Patente Española 349.862, se mencionan muchos ftaluros
 60 3-(indol-3-il). Estos ftaluros conocidos presentan general-
 mente unas propiedades de solubilidad adecuadas para uti-
 lizarse con los sistemas de materiales piezosensibles de re-
 gistro. Dos nuevos ftaluros de la presente invención po-
 seen, sin embargo, unas propiedades mucho más acusadas de
 65 solubilidad.

Así pues, los nuevos compuestos cromogénicos que se
 prevén de acuerdo con la presente invención responde a la
 fórmula general:



70



en la que R es un radical alquilo que contiene el 1^o a 4 átomos de carbono.

75 El color que desarrollan estos compuestos es rojo, por lo que pueden utilizarse como componentes rojo en los sistemas cromogénicos incoloros precursores de color para producir una impresión en negro.

Los siguientes ejemplos tienen como objeto ilustrar la invención sin limitarla.

E J E M P L O - 1

80 Preparación del 3-(1-bencil-2-metilindol-3-il)-3(1-etil-2-metilindol-3-il)-ftaluro.

En baño de vapor se calienta durante dos horas y media una mezcla de 9.26 g. (0.03 moléculas gramo) de 1-etil-2-metil-3-(2-carboxibenzoil)indol, 6.63 g. (0.03 moléculas gramo) de 1-bencil-2-metilindol y 90 ml. de anhídrido acético. 85 La mezcla de la reacción se vierte en agua de hielo y se basifica con hidróxido amónico hasta un pH de 8-9. Es necesario enfriar más aún. la solución acuosa se extrae con benceno se lava tres veces con una solución acuosa de hidróxido acético al 5% y con agua después hasta que queda completamente neu- 90 tra. El benceno se seca (Na₂SO₄), se concentra y diluye con éter de petróleo. Se decanta la materia que sobrenada y el aceite se lava con éter de petróleo y se disuelve en acetonitrilo. Se deja reposar una noche y se filtran 4.0g. (28%) de un 95 material de punto de fusión de 125-72°C. que se caracteriza mediante análisis elementales después de repetidas recristalizaciones. Los valores calculados para el C₃₅H₃₀N₂O₂ son: C=82.33, H=5.92, N=5.49. Los valores que se encuentran son C=82.13, H=6.07, N=5.54. Cuando se aplica una solución en 100 benceno de este material a un papel revestido con arcilla o

414206



polímeros fenólicos da un color rojo.

30 años.

E J E M P L O - II

El 3-(1-etil-2-metilindol-3-il)-3-(1-bencil-2-metilindol-3-il)(-ftaluro preparado en el Ejemplo I y otros dos
105 fataluros, el 3,3-bis-(1-etil-2-metilindol-3-il) ftaluro y el
3,3-bis-(1-bencil-2-metilindol-3-il)-ftaluro, se disuelven individualmente en una mezcla al 2:1 en peso de metacisopropilbifenol y aceite de magneflux. Cada una de las soluciones está saturada del ftaluro respectivo. Después de una semana,
110 la solución del ftaluro de esta invención contine aproximadamente el 2% del ftaluro mientras que las otras soluciones continen respectivamente el 0.2 y el 0.1% de su correspondiente ftaluro. Estos resultados demuestran que el ftaluro de la presente invención, tiene unas propiedades de solubilidad mucho mayores que la de los ftaluros conocidos.
115

N O T A

La Patente de Invención que por veinte años se solicita, deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

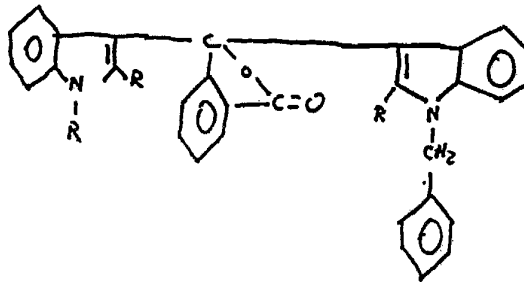
120 1ª.-"METODO DE PREPARACION DE NUEVOS COMPUESTOS CROMOGENICOS" caracterizados porque en un baño de vapor se calienta durante dos horas y media una mezcla de proporción de 9,26 gr.(0,03 moléculas gramo) de 1-etil-2-metil-3-(2-carboxibenzoil)indol, 6,63 gr.de(0,03 moléculas gramo) de 1-bencil-2-metilindol y 90 ml de anhídrido acético, la mezcla de la
125 reacción se vierte en agua de hielo y se basifica con hidróxido amónico hasta un pH de 8-9, es necesario enfriar más aún, la solución acuosa se extrae con benceno, se lava tres veces con una solución acuosa de hidróxido sódico al 5% y con
130 agua después hasta que queda completamente neutra.

Rey



2^a.-"METODO DE PREPARACION DE NUEVOS COMPUESTOS CRO-
MOGENICOS" según la reivindicación anterior, caracterizado
 porque el benceno se seca (Na_2SO_4) se concentra y diluye en
 éter de petróleo, se decanta la materia que sobrenada y el
 135 aceite se lava con éter de petróleo y se disuelve con aceta-
 tonitrilo.

3^a.-"METODO DE PREPARACION DE NUEVOS COMPUESTOS CRO-
MOGENICOS" según las reivindicaciones anteriores, caracteri-
 zado porque, la mezcla obtenida, se deja reposar una noche y
 140 se filtran 4,0 g (28%) de un material de punto de fusión de
 125-7^oC que se caracteriza mediante análisis elementales des-
 pués de repetidas recristalizaciones, obteniéndose nuevos
 ftaluros que poseen más cualidades más acusadas de solubili-
 das y responden a la fórmula general:



4^a.-"METODO DE PREPARACION DE NUEVOS COMPUESTOS CRO-
MOGENICOS"

Todo ello, tal y como queda descrito y reivindicado
 en la presente memoria descriptiva, que consta de 6 hojas fo-
 155 liadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, 30 ABR. 1973

[Handwritten signature]

[Handwritten signature]