

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 471 366**

51 Int. Cl.:

C07C 233/29 (2006.01)

B41M 5/333 (2006.01)

C07C 235/38 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.02.2010 E 10738327 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.05.2014 EP 2394985**

54 Título: **Compuesto fenólico y material de registro**

30 Prioridad:

03.02.2009 JP 2009022193

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.06.2014

73 Titular/es:

**NIPPON SODA CO., LTD. (100.0%)
2-1 Ohtemachi 2-chome Chiyoda-ku
Tokyo 100-8165, JP**

72 Inventor/es:

**KODAMA, SATOSHI;
SATOH, SHINICHI;
AIHARA, TOSHIO;
KAWAKAMI, TADASHI y
JYUJYO, KAZUMI**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 471 366 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Compuesto fenólico y material de registro.

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un compuesto fenólico, y a un material de registro que contiene el compuesto fenólico y que presenta una propiedad de almacenamiento superior para el fondo y la imagen.

10 Antecedentes de la técnica

Los materiales de registro que utilizan la formación de color que resulta de la reacción de un compuesto formador de color y un agente revelador del color hacen posible llevar a cabo la registro en un tiempo corto con un dispositivo relativamente simple sin realizar tratamientos engorrosos tales como el revelado/fijado. Tales materiales de registro se usan así ampliamente para papeles de registro térmico usados para la registro de información tal como para un facsímil y una impresora, así como para papeles de copia sensible a la presión usados para copiar simultáneamente múltiples hojas del libro de contabilidad. En cuanto a estos materiales de registro, se desean aquellos materiales de registro en los que el color se forma rápidamente, se retiene la blancura de la parte que no forma color (en adelante denominada como "fondo"), y la resistencia de la imagen coloreada es elevada. Especialmente, se esperan materiales de registro con una resistencia superior del fondo a la luz, en vista de la estabilidad durante el almacenamiento a largo plazo. Para este fin, se han realizado esfuerzos para desarrollar compuestos formadores de color, agentes reveladores del color, estabilizantes del almacenamiento, etc. A pesar de tales esfuerzos, todavía no se han encontrado esos materiales de registro que sean suficientemente satisfactorios con una sensibilidad a la formación del color, propiedad durante el almacenamiento para el fondo y la imagen, etc., bien balanceadas.

Además, la 2,4'-dihydroxidifenilsulfona y 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenilsulfona se han conocido convencionalmente como material de registro con una propiedad de almacenamiento superior del fondo, pero su resistencia del fondo a la luz no ha sido todavía satisfactoria.

En el artículo "Enzymatically Catalysed Synthesis of Photo Cross-linkable Oligophenols" (Makromolekulare Chemie and Physics, 2000, páginas 1593-1597), los autores describen la síntesis de una cinamoil-4-hidroxianilida. Se teoriza que este compuesto se puede oligomerizar, teniendo dichos oligómeros una aplicabilidad potencial como material fotorresistente.

El documento EP-A-0 374 048 describe derivados de 4-aminofenol, y procedimientos para prepararlos. Estos derivados pueden ser útiles como inhibidores de lipoxigenasas.

El documento JP 60097946 A describe un compuesto fenólico similar a los compuestos representados por la fórmula (II) (a continuación) que pueden tener actividad farmacéutica.

Ya se ha propuesto un material de registro con una resistencia superior a la luz del fondo, que comprende un compuesto a base de amida del ácido cinámico como agente revelador del color (véase el Documento 1 de patente), que, sin embargo, todavía no es suficientemente satisfactorio. Por lo tanto, todavía no se han obtenido materiales de registro prácticamente utilizables.

[Documento 1 de patente] publicación de solicitud de patente sin examinar japonesa nº 2003-305959

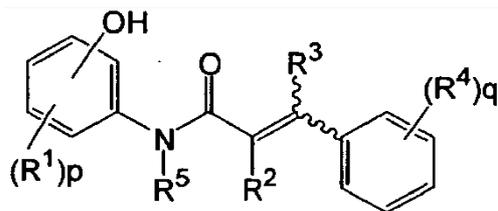
Sumario de la invención

[Objetivo que debe resolver por la invención]

El objetivo de la presente invención es remediar los inconvenientes de materiales de registro convencionales como se menciona anteriormente, y proporcionar un material de registro con una propiedad de almacenamiento superior para el fondo y la imagen, especialmente un material de registro que sea notablemente superior en resistencia del fondo a la luz así como resistencia de la imagen a la luz, a la humedad y al calor.

[Medios para resolver el objetivo]

Ya se ha descubierto que un material de registro que es superior en resistencia del fondo a la luz se puede proporcionar usando un compuesto a base de amida del ácido cinámico como agente revelador del color [publicación de solicitud de patente sin examinar japonesa nº 2003-305959]

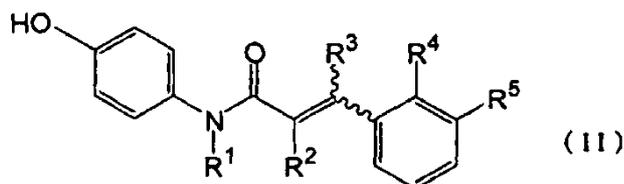


[en la que R^1 y R^4 representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo hidroxilo, un átomo de halógeno, un grupo alquilo de C_1-C_6 o un grupo alcoxi de C_1-C_6 ; p representa cualquier número entero de 0 a 4; q representa cualquier número entero de 0 a 5; cuando p o q es 2 o más, los R^1 y R^4 pueden ser iguales o diferentes; R^2 y R^3 representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo de C_1-C_6 ; y R^5 representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de C_1-C_6 , grupo fenilo opcionalmente sustituido, y grupo bencilo opcionalmente sustituido]

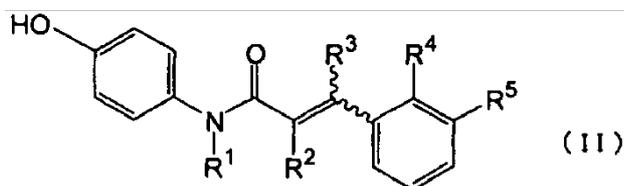
El material de registro anterior, sin embargo, todavía no ha alcanzado un nivel práctico, y se desea una resistencia mayor a la luz. Se ha realizado adicionalmente un exhaustivo estudio de compuestos de agentes reveladores del color a usar para tal material de registro, y se ha encontrado que se obtiene un material de registro con una resistencia a la luz notablemente superior del fondo y una resistencia a la luz superior de la imagen coloreada usando como agente revelador del color un compuesto en el que una posición particular está sustituida por un sustituyente particular en el compuesto a base de amida del ácido cinámico descubierto previamente.

Además, se ha encontrado que se puede proporcionar un material de registro sin precedentes que tiene una resistencia notablemente superior a la humedad y al calor de la imagen coloreada y que ejerce una amplia superioridad tanto en el fondo como en la imagen. De este modo, se ha completado la presente invención.

De este modo, la presente invención se refiere a: un compuesto fenólico representado por la fórmula (II)



en la que R^1-R^3 representan un átomo de hidrógeno; R^5 representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de C_1-C_4 o un grupo alcoxi de C_1-C_4 , con la condición de que cuando R^5 es un átomo de hidrógeno, R^4 es un grupo alquilo de C_1-C_4 , cuando R^5 es un grupo alquilo de C_1-C_4 , R^4 es un átomo de hidrógeno, y cuando R^5 es un grupo alcoxi de C_1-C_4 , R^4 es un grupo alcoxi de C_1-C_4 . La presente invención se refiere además a un material de registro que contiene un compuesto formador de color, en el que el material de registro contiene al menos un tipo de compuestos fenólicos representados por la fórmula (II)



en la que R^1-R^3 representan un átomo de hidrógeno; R^5 representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de C_1-C_4 o un grupo alcoxi de C_1-C_4 , con la condición de que cuando R^5 es un átomo de hidrógeno, R^4 es un grupo alquilo de C_1-C_4 , cuando R^5 es un grupo alquilo de C_1-C_4 , R^4 es un átomo de hidrógeno, y cuando R^5 es un grupo alcoxi de C_1-C_4 , R^4 es un grupo alcoxi de C_1-C_4 .

[Efecto de la invención]

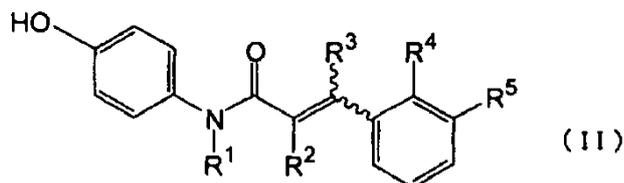
Según la presente invención, se puede obtener un material de registro que tiene una propiedad de almacenamiento no convencional tanto para el fondo como para la imagen, y especialmente que es prácticamente bastante superior en cualquiera de resistencia del fondo a la luz y resistencia de la imagen a la luz, a la humedad, y al calor.

Modo de poner en práctica la invención

(Material de registro)

Un material de registro de la presente invención se puede usar para cualquier fin, por ejemplo para materiales de registro térmico o materiales de copia sensibles a la presión, en tanto que el material de registro contenga un compuesto formador de color y al menos un tipo de compuestos fenólicos representados por la fórmula [II], en los que la posición de sustitución de un grupo hidroxilo fenólico está limitada a la posición 4,

5



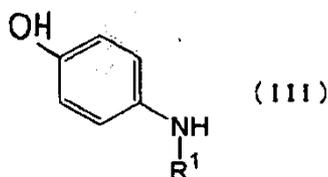
en la que R¹-R³ representan un átomo de hidrógeno; R⁵ representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de C₁-C₄ o un grupo alcoxi de C₁-C₄, con la condición de que cuando R⁵ es un átomo de hidrógeno, R⁴ es un grupo alquilo de C₁-C₄, cuando R⁵ es un grupo alquilo de C₁-C₄, R⁴ es un átomo de hidrógeno, y cuando R⁵ es un grupo alcoxi de C₁-C₄, R⁴ es un grupo alcoxi de C₁-C₄.

10

(Método para producir un compuesto fenólico representado por la fórmula (II))

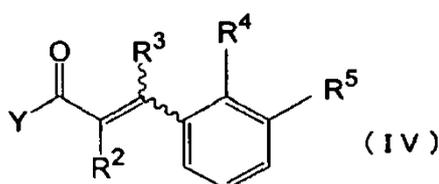
Un compuesto representado por la fórmula (II) a usar en la presente invención se puede obtener haciendo reaccionar un compuesto representado por la fórmula (III)

15



en la que R¹ tiene el mismo significado como se define anteriormente, y un compuesto representado por la fórmula (IV)

20

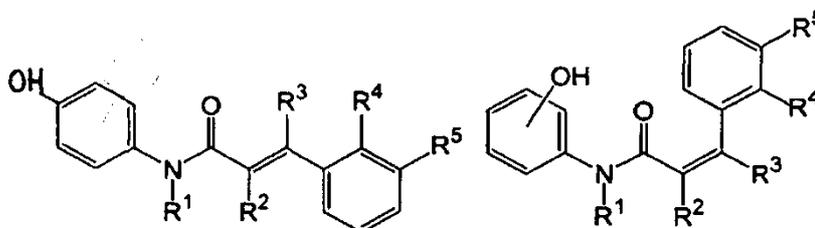


en la que R²-R⁵ tienen el mismo significado como se define anteriormente; e Y representa un átomo de halógeno tal como un átomo de cloro y un átomo de bromo, en un disolvente orgánico tal como acetonitrilo, y en presencia de una base tal como piridina.

25

Un compuesto de la presente invención representado por la fórmula (II) tiene isómeros geométricos como se muestra a continuación. Existen casos en los que se obtiene un tipo de isómero geométrico, o en los que se obtiene una mezcla de isómeros geométricos, dependiendo de las condiciones de reacción y métodos de purificación. Todos estos isómeros geométricos están comprendidos en el alcance de la presente invención.

30



35

(Compuesto fenólico representado por la fórmula (II))

A continuación se explica un compuesto fenólico representado por la fórmula (II).

En la fórmula (II), R¹-R³ representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, o un grupo alquilo de C₁-C₄ tal como un grupo metilo, grupo etilo, grupo n-propilo, grupo isopropilo, grupo n-butilo, grupo sec-butilo y grupo t-butilo. Especialmente preferido es un caso en el que todos de R¹-R³ son átomos de hidrógeno.

40

Los ejemplos de R⁴ incluyen un átomo de hidrógeno; un grupo alquilo de C₁-C₄ tal como un grupo metilo, grupo etilo, grupo n-propilo, grupo isopropilo, grupo n-butilo, grupo sec-butilo y grupo t-butilo; y un grupo alcoxi de C₁-C₄ tal como un grupo metoxi, grupo etoxi, grupo n-propoxi, grupo isopropoxi, grupo n-butoxi, grupo sec-butoxi y grupo t-butoxi.

Sin embargo, cuando R⁵ es un átomo de hidrógeno, R⁴ es siempre un grupo alquilo de C₁-C₄; cuando R⁵ es un grupo alquilo, R⁴ es siempre un átomo de hidrógeno; y cuando R⁵ es un grupo alcoxi, R⁴ es siempre un grupo alcoxi.

Los ejemplos de R⁵ incluyen un átomo de hidrógeno; un grupo alquilo de C₁-C₄ tal como un grupo metilo, grupo etilo, grupo n-propilo, grupo isopropilo, grupo n-butilo, grupo sec-butilo y grupo t-butilo; y un grupo alcoxi de C₁-C₄ tal como un grupo metoxi, grupo etoxi, n-propoxi, grupo isopropoxi, grupo n-butoxi, grupo sec-butoxi y grupo t-butoxi.

Los compuestos representativos representados por la fórmula (II) se muestran a continuación.

N-(4-hidroxifenil)-2-metilcinamoilamida
 N-(4-hidroxifenil)-3-metilcinamoilamida
 N-(4-hidroxifenil)-2,3-dimetoxicinamoilamida

(Otros componentes de un material de registro)

Además de un compuesto formador de color y un compuesto representado por la fórmula (II), un material de registro de la presente invención puede contener además, según sea necesario, uno o más de los siguientes: un agente revelador del color conocido, estabilizantes de la imagen, sensibilizante, carga, dispersante, antioxidante, desensibilizante, agente antiadhesivo, desespumante, estabilizante de la luz, abrillantador fluorescente, etc. Estos se usan respectivamente en una cantidad de habitualmente en un intervalo de 0,1 a 15 partes en masa, preferiblemente 1 a 10 partes en masa, con respecto a 1 parte en masa del compuesto formador de color.

Estos agentes pueden estar contenidos en la capa formadora de color, mientras que pueden estar contenidos en cualquier capa, tal como una capa protectora, cuando el material de registro consiste en una estructura de múltiples capas. Especialmente, cuando se proporciona una capa de sobre revesti miento o una capa de revesti miento subyacente sobre la parte superior y/o la parte inferior de la capa formadora de color, tal capa de sobre revesti miento y capa de revesti miento subyacente pueden contener un antioxidante, un estabilizante de la luz, etc. Además, un antioxidante y un estabilizante de la luz pueden estar contenidos en estas capas de tal manera que estén encapsulados en una microcápsula según la necesidad.

Los ejemplos del compuesto formador de color a usar para un material de registro de la presente invención incluyen: un leucocolorante tal como colorantes a base de fluorano, a base de ftalida, a base de lactama, a base de trifenilmetano, a base de fenotiazina y a base de espiropirano. Sin embargo, el compuesto formador de color no está limitado a estos ejemplos, y se puede usar cualquier compuesto formador de color en tanto que forme color cuando se pone en contacto con un agente revelador del color que es una sustancia ácida. Además, aunque es una cuestión habitual usar individualmente estos compuestos formadores de color para producir un material de registro del color formado por el colorante usado, también se pueden usar los compuestos formadores de color en combinación de dos o más tipos de los mismos. Por ejemplo, es posible producir un material de registro que produzca un negro real usando colorantes reveladores de tres colores primarios (rojo, azul, verde) o colorantes negros en combinación.

Los ejemplos del compuesto formador de color a base de fluorano incluyen 3,3-bis(p-dimetilaminofenil)-ftalida, 3,3-bis(p-dimetilaminofenil)-6-dimetilaminoftalida (alias: lactona de violeta de cristal), 3,3-bis(p-dimetilaminofenil)-6-dietilaminoftalida, 3,3-bis(p-dimetilaminofenil)-6-cloroftalida, 3,3-bis(p-dibutilaminofenil)-ftalida, 3-ciclohexilamino-6-clorofluorano, 3-dimetilamino-5,7-dimetilfluorano, 3-N-metil-N-isopropilamino-6-metil-7-anilino fluorano, 3-N-metil-N-isobutilamino-6-metil-7-anilino fluorano, 3-N-metil-N-isoamilamino-6-metil-7-anilino fluorano, 3-dietilamino-7-clorofluorano, 3-dietilamino-6,8-dimetilfluorano, 3-dietilamino-7-metilfluorano, 3-dietilamino-7,8-benzofluorano, 3-dietilamino-6-metil-7-clorofluorano, 3-dibutilamino-6-metil-7-bromofluorano, 3-(N-p-tolil-N-etilamino)-6-metil-7-anilino fluorano, 3-pirrolidino-6-metilamino-7-anilino fluorano, 2-{N-(3'-trifluolmetilfenil)amino}-6-dietilamino fluorano, 2-{lactama de benzoato 3,6-bis(dietilamino)-9-(o-cloroanilino)xantílico}, 3-dietilamino-6-metil-7-(m-triclorometilanilino)fluorano, 3-dietilamino-7-(o-cloroanilino)fluorano, 3-dibutilamino-7-(o-cloroanilino)fluorano, 3-N-metil-N-amilamino-6-metil-7-anilino fluorano, 3-N-metil-N-ciclohexilamino-6-metil-7-anilino fluorano, 3-dietilamino-6-metil-7-anilino fluorano, 3-dietilamino-6-metil-7-(2',4'-dimetilamino)fluorano, 3-(N,N-dietilamino)-5-metil-7-(N,N-dibencilamino)fluorano, 3-(N,N-dietilamino)-7-(N,N-dibencilamino)fluorano, 3-(N-etil-N-isobutilamino)-6-metil-7-anilino fluorano, 3-(N-etil-N-propilamino)-6-metil-7-anilino fluorano, 3-(N-metil-N-propilamino)-6-metil-7-anilino fluorano, 3-(N-etil-N-isopentilamino)-6-metil-7-anilino fluorano, 3-(N-etil-N-toluidino)-6-metil-7-anilino fluorano, 3-pirrolidino-6-metil-7-anilino fluorano, 3-piperidino-6-metil-7-anilino fluorano, 3-dimetilamino-7-(m-trifluorometilanilino)fluorano, 3-dipentilamino-6-metil-7-anilino fluorano, 3-(N-etoxipropil-N-etilamino)-6-metil-7-anilino fluorano, 3-dibutilamino-7-(o-fluoroanilino)fluorano, 3-dietilaminobenzo[a]fluorano, 3-dietilamino-5-metil-7-bencilaminofluorano, 3-dietilamino-5-clorofluorano, 3-dietilamino-6-(N,N'-dibencilamino)fluorano, 3,6-dimetoxifluorano, 2,4-dimetil-6-(4-dimetilaminofenil)aminofluorano, 3-dietilamino-7-(m-trifluorometilanilino)fluorano, 3-dietilamino-6-metil-7-

5 octilaminofluorano, 3-dietilamino-6-metil-7-(m-tolilamino)fluorano, 3-dietilamino-6-metil-7-(2,4-xililamino)fluorano, 3-dietilamino-7-(o-fluoroanilino)fluorano, 3-difenilamino-6-metil-7-anilino-fluorano, azul de benzoil-leucometileno, 6'-cloro-8'-metoxi-benzoindolino-espiropirano, 6'-bromo-3'-metoxi-benzoindolino-espiropirano, 3-(2'-hidroxi-4'-dimetilaminofenil)-3-(2'-metoxi-5'-clorofenil)ftalida, 3-(2'-hidroxi-4'-dimetilaminofenil)-3-(2'-metoxi-5'-nitrofenil)ftalida, 3-(2'-hidroxi-4'-dietilaminofenil)-3-(2'-metoxi-5'-metilfenil)ftalida, 3-(2'-metoxi-4'-dimetilaminofenil)-3-(2'-hidroxi-4'-cloro-5'-metilfenil)ftalida, 3-morfolino-7-(N-propil-trifluorometilanilino)fluorano, 3-pirrolidino-7-trifluorometilanilino-fluorano, 3-dietilamino-5-cloro-7-(N-bencil-trifluorometilanilino)fluorano, 3-pirrolidino-7-(di-p-clorofenil)metilaminofluorano, 3-dietilamino-5-cloro-7-(α -feniletilamino)fluorano, 3-(N-etil-p-toluidino)-7-(α -feniletilamino)fluorano, 3-dietilamino-7-(o-metoxicarbonilfenilamino)fluorano, 3-dietilamino-5-metil-7-(α -feniletilamino)fluorano, 3-dietilamino-7-piperidino-fluorano, 2-cloro-3-(N-metiltoluidino)-7-(p-n-butilanilino)fluorano, 3-(N-metil-N-isopropilamino)-6-metil-7-anilino-fluorano, 3-dibutilamino-6-metil-7-anilino-fluorano, 3-dipentilamino-6-metil-7-anilino-fluorano, 3,6-bis(dimetilamino)fluorenoespiro(9,3')-6'-dimetilaminoftalida, 3-(N-bencil-N-ciclohexilamino)-5,6-benzo-7- α -naftilamino-4'-bromofluorano, 3-dietilamino-6-cloro-7-anilino-fluorano, 3-N-etil-N-(2-etoxipropil)amino-6-metil-7-anilino-fluorano, 3-N-etil-N-tetrahidrofurfurilamino-6-metil-7-anilino-fluorano, 3-dietilamino-15 6-metil-7-mesitidino-4',5'-benzofluorano, y 3-(N-etil-p-toluidino)-7-(metilfenilamino)fluorano.

Entre estos compuestos formadores de color, se prefieren los siguientes:

20 3,3-bis(p-dimetilaminofenil)-6-dimetilaminoftalida,
3-ciclohexilamino-6-clorofluorano,
3-dietilamino-7-clorofluorano,
3-dietilamino-6,8-dimetilfluorano,
3-dietilamino-7-metilfluorano,
25 3-dietilamino-7,8-benzofluorano,
3-dietilamino-6-metil-7-clorofluorano,
3-dibutilamino-6-metil-7-bromofluorano,
3-dietilamino-7-(o-cloroanilino)fluorano,
3-dibutilamino-7-(o-cloroanilino)fluorano,
30 3-N-metil-N-ciclohexilamino-6-metil-7-anilino-fluorano,
3-(N,N-dietilamino)-5-metil-7-(N,N-dibencilamino)fluorano,
3-(N,N-dietilamino)-7-(N,N-dibencilamino)fluorano,
3-(N-etil-N-isobutilamino)-6-metil-7-anilino-fluorano,
3-(N-metil-N-propilamino)-6-metil-7-anilino-fluorano,
35 3-(N-etil-N-isopentilamino)-6-metil-7-anilino-fluorano,
3-(N-etil-N-toluidino)-6-metil-7-anilino-fluorano,
3-(N-etoxipropil-N-etilamino)-6-metil-7-anilino-fluorano,
3-dibutilamino-7-(o-fluoroanilino)fluorano,
3-dietilamino-7-(m-trifluorometilanilino)fluorano,
40 3-dietilamino-6-metil-7-octilaminofluorano,
3-dietilamino-6-metil-7-(m-tolilamino)fluorano,
3-dietilamino-7-(o-fluoroanilino)fluorano,
3-difenilamino-6-metil-7-anilino-fluorano,
azul de benzoil-leucometileno,
45 3-dibutilamino-6-metil-7-anilino-fluorano,
3-N-etil-N-tetrahidrofurfurilamino-6-metil-7-anilino-fluorano, y
3-(N-etil-p-toluidino)-7-(metilfenilamino)fluorano.

El colorante de absorción del infrarrojo cercano se puede ejemplificar mediante 3-[4-[4-(4-anilino)-anilino]anilino]-6-metil-7-clorofluorano, 3,3-bis[2-(4-dimetilaminofenil)-2-(4-metoxifenil)vinil]-4,5,6,7-tetracloroftalida, y 3,6,6'-tris(dimetilamino)espiro(fluoreno-9,3'-ftalida).

Un compuesto representado por la fórmula (II) de la presente invención se usa adecuadamente como un agente revelador del color principalmente para un material de registro térmico, y se puede usar solo o en combinación con una pluralidad de agentes reveladores del color conocidos, en una relación arbitraria.

55 Los ejemplos específicos de otros agentes reveladores del color incluyen: un compuesto bisfenólico tal como bisfenol A, 4,4'-sec-butilidenbisfenol, 4,4'-ciclohexilidenbisfenol, 2,2'-bis(4-hidroxifenil)-3,3'-dimetilbutano, 2,2'-dihidroxi-difenilo, pentametileno-bis(4-hidroxibenzoato), 2,2-dimetil-3,3-di(4-hidroxifenil)pentano, 2,2-di(4-hidroxifenil)hexano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)butano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-3-metilfenil)propano, 4,4'-(1-feniletiliden)bisfenol, 4,4'-etilidenbisfenol, (hidroxifenil)metilfenol, 2,2'-bis(4-hidroxifenil)propano, 4,4'-(1,3-fenilendiisopropiliden)bisfenol, 4,4'-(1,4-fenilendiisopropiliden)bisfenol, y acetato de 2,2-bis(4-hidroxifenil)butilo; un compuesto bisfenólico que contiene azufre tal como 4,4'-dihidroxi-difenililtioéter, 1,7-di(4-hidroxifenil)tio-3,5-dioxahexano, 2,2'-bis(4-hidroxifenil)diéter, y 4,4'-dihidroxi-3,3'-dimetildifenililtioéter; ésteres del ácido 4-hidroxibenzoico tales como éster bencílico del ácido 4-hidroxibenzoico, éster etílico del ácido 4-hidroxibenzoico, éster propílico del ácido 4-hidroxibenzoico, éster isopropílico del ácido 4-hidroxibenzoico, éster butílico del ácido 4-hidroxibenzoico, éster isobutílico del ácido 4-hidroxibenzoico, éster clorobencílico del ácido

4-hidroxibenzoico, éster metilbencílico del ácido 4-hidroxibenzoico, y éster difenilmetílico del ácido 4-hidroxibenzoico; una sal metálica del ácido benzoico tal como benzoato de cinc y 4-nitrobenzoato de cinc; ácidos salicílicos tales como 4-[2-(4-metoxifenilo)etiloxi]salicilato; una sal metálica de salicilato tal como salicilato de cinc, y bis[4-(octiloxycarbonilamino)-2-hidroxibenzoato] de cinc; hidroxisulfonas tales como 4,4'-dihidroxidifenilsulfona, 2,4'-dihidroxidifenilsulfona, 4-hidroxi-4'-metildifenilsulfona, 4-hidroxi-4'-isopropoxidifenilsulfona, 4-hidroxi-4'-butoxidifenilsulfona, 4,4'-dihidroxi-3,3'-dialildifenilsulfona, 3,4-dihidroxi-4'-metildifenilsulfona, 4,4'-dihidroxi-3,3',5,5'-tetrabromodifenilsulfona, 4-aliloxi-4'-hidroxidifenilsulfona, 2-(4-hidroxifenilsulfonil)fenol, 4,4'-sulfonilbis[2-(2-propenil)]fenol, 4-[(4-(propoxi)fenil)sulfonil]fenol, 4-[(4-(aliloxi)fenil)sulfonil]fenol, 4-[(4-(benciloxi)fenil)sulfonil]fenol, y 2,4-bis(fenilsulfonil)-5-metil-fenol; sales metálicas multivalentes de hidroxisulfonas tales como 4-fenilsulfonilfenoxi cinc, 4-fenilsulfonilfenoxi magnesio, 4-fenilsulfonilfenoxi aluminio y 4-fenilsulfonilfenoxi titanio; diésteres del ácido 4-hidroxifáltico tales como 4-hidroxifitalato de dimetilo; 4-hidroxifitalato de dicitlohexilo, y 4-hidroxifitalato de difenilo; ésteres del ácido hidroxinaftaleno tales como 2-hidroxi-6-carboxinaftaleno; trihalometilsulfonas tales como tribromometilsulfonas; 4,4'-bis(p-toluenosulfonilaminocarbonilamino)difenilmetano; sulfonilureas tales como N-(4-metilfenilsulfonil)-N'-(3-(4-metilfenilsulfoniloxi)fenil)urea; hidroxiacetofenona; p-fenilfenol, éster bencílico del ácido 4-hidroxifenilacético, p-bencilfenol, éter monobencílico de hidroquinona, 2,4-dihidroxi-2'-metoxibenzanilida; tetracianoquinodimetanos; N-(2-hidroxifenil)-2-[(4-hidroxifenil)tio]acetamida; N-(4-hidroxifenil)-2-[(4-hidroxifenil)tio]acetamida; 4-hidroxibencenosulfonanilida; 4'-hidroxi-4-metilbencenosulfonanilida; 4,4'-bis(4-metil-3-fenoxicarbonil)aminofenilureido)difenilsulfona; 3-(3-fenilureido)bencenosulfonanilida; fosfato de octadecilo; fosfato de dodecilo; un compuesto de reticulación de difenilsulfona representado por la siguiente fórmula; y una mezcla de los mismos.



(b representa un número entero de 0 a 6)

Preferentemente ejemplificados entre éstos están 4-hidroxi-4'-isopropoxidifenilsulfona, un compuesto de reticulación de difenilsulfona, y una mezcla de los mismos.

Los ejemplos del estabilizante del almacenamiento de la imagen incluyen difenilsulfonas que contienen grupos epoxi, tales como 4-benciloxi-4'-(2-metilglicidilo) difenilsulfona y 4,4'-diglicidiloxidifenilsulfona; 1,4-diglicidiloxibenceno, 4-[α -(hidroximetil)benciloxi]-4'-hidroxidifenilsulfona, derivado de 2-propanol, derivado de salicílico ácido, sal metálica (especialmente sal de cinc) de derivado de ácido oxinaftoico, sal metálica de 2,2-metilenbis(4,6-t-butilfenil)fosfato, otros compuestos de cinc insolubles en agua, 2,2-bis(4'-hidroxi-3',5'-dibromofenil)propano y 4,4'-sulfonilbis(2,6-dibromofenol).

Los ejemplos del sensibilizante incluyen una amida de ácidos grasos superiores, tal como amida de ácido esteárico; benzamida, anilida de ácido esteárico, acetoacetanilida, tioacetanilida; diésteres de ftalato tales como ftalato de dimetilo, isoftalato de dibencilo, isoftalato de dimetilo, tereftalato de dimetilo, isoftalato de dietilo, isoftalato de difenilo y tereftalato de dibencilo; oxalato de de dibencilo, oxalato de di(4-metilbencilo), oxalato de di(4-clorobencilo), bis(t-butilfenol)es; diéteres de 4,4'-dihidroxidifenilsulfona tales como 4,4'-dimetoxidifenilsulfona, 4,4'-dietoxidifenilsulfona, 4,4'-dipropoxidifenilsulfona, 4,4'-diisopropoxidifenilsulfona, 4,4'-dibutoxidifenilsulfona, 4,4'-diisobutoxidifenilsulfona, 4,4'-dipentiloxidifenilsulfona y 4,4'-dihexiloxidifenilsulfona; diéteres de 2,4'-dihidroxidifenilsulfona tales como 2,4'-dimetoxidifenilsulfona, 2,4'-dietoxidifenilsulfona, 2,4'-dipropoxidifenilsulfona, 2,4'-diisopropoxidifenilsulfona, 2,4'-dibutoxidifenilsulfona, 2,4'-diisobutoxidifenilsulfona, 2,4'-dipentiloxidifenilsulfona y 2,4'-dihexiloxidifenilsulfona; 1,2-bis(fenoxi)etano, 1,2-bis(4-metilfenoxi)etano, 1,2-bis(3-metilfenoxi)etano, 1,2-bis(fenoximetil)benceno, éter bencílico de 2-naftol, difenilamina, carbazol, 2,3-di-m-tolilbutano, 4-bencilbifenilo, 4,4'-dimetilbifenilo, m-terfenilo, di- β -naftilfenilendiamina, éster fenílico del ácido 1-hidroxi-naftoico, éter 2-naftilbencílico, éter 4-metilfenil-bifenílico, 1,2-bis(3,4-dimetilfenil)etano, 2,3,5,6-tetrametil-4'-metildifenilmetano, 1,2-bis(fenoximetil)benceno, amida del ácido acrílico, difenilsulfona, acetilbifenil(4'-fenilacetofenona), éster difenílico del ácido carbónico, y 4-acetilbifenilo.

Preferentemente ejemplificados entre éstos son los éteres tales como 1,2-bis(3-metilfenoxi)etano y éter 2-naftol bencílico, e hidrocarburos aromáticos tales como m-terfenilo, 4-bencilfenilo y oxalato de di(4-metilbencilo). Los ejemplificados más preferentemente son difenilsulfona y un derivado de la misma, y especialmente se ejemplifican diéteres de 4,4'-dihidroxidifenilsulfona y diéteres de 2,4'-dihidroxidifenilsulfona, y los ejemplos incluyen 4,4'-dimetoxidifenilsulfona, 4,4'-dietoxidifenilsulfona, 4,4'-dipropoxidifenilsulfona, 4,4'-diisopropoxidifenilsulfona, 4,4'-dibutoxidifenilsulfona, 4,4'-diisobutoxidifenilsulfona, 4,4'-dipentiloxidifenilsulfona, 4,4'-dihexilfenilsulfona, 2,4'-dimetoxidifenilsulfona, 2,4'-dietoxidifenilsulfona, 2,4'-dipropoxidifenilsulfona, 2,4'-diisopropoxidifenilsulfona, 2,4'-dibutoxidifenilsulfona, 2,4'-dipentiloxidifenilsulfona y 2,4'-dihexiloxidifenilsulfona.

Como carga, se ejemplifican sílice, arcilla, caolín, caolín pirolizado, talco, blanco satén, hidróxido de aluminio, carbonato de calcio, carbonato de magnesio, óxido de cinc, óxido de titanio, sulfato de bario, silicato de magnesio, silicato de aluminio y pigmento plástico. Preferentemente ejemplificados entre éstos son una sal de metal alcalino-térreo, especialmente, un carbonato tal como carbonato de calcio y carbonato de magnesio.

Los ejemplos del dispersante incluyen polialcohol vinílico, polialcoholes vinílicos de diversos grados de saponificación y grados de polimerización, tales como polialcohol vinílico acetoacetilado, polialcohol vinílico carboxidesnaturalizado y polialcohol vinílico desnaturalizado con ácido sulfónico, poliacrilato de sodio; metilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, poliacrilamida, almidón, ésteres del ácido sulfosuccínico, tales como dioctilsulfosuccinato de sodio, sal sódica del ácido dodecibencenosulfónico, sal sódica de éster de sulfato con alcohol laurílico, y una sal de ácido graso.

Los ejemplos del antioxidante incluyen 2,2'-metilenbis(4-metil-6-t-butilfenol), 2,2'-metilenbis(4-etil-6-t-butilfenol), 4,4'-propilmetilenbis(3-metil-6-t-butilfenol), 4,4'-butilidenbis(3-metil-6-t-butilfenol), 4,4'-tiobis(2-t-butil-5-metilfenol), 1,1,3-tris(2-metil-4-hidroxi-5-t-butilfenil)butano, 1,1,3-tris(2-metil-4-hidroxi-5-ciclohexilfenil)butano, 4-(4-[1,1-bis(4-hidroxifenil)etil]- α,α -dimetilbencil)fenol, 1,1,3-tris(2-metil-4-hidroxi-5-ciclohexilfenil)butano, 2,2'-metilenbis(6-terc-butil-4-metilfenol), 2,2'-metilenbis(6-terc-butil-4-etilfenol), 4,4'-tiobis(6-terc-butil-3-metilfenol), 1,3,5-tris[4-(1,1-dimetiletil)-3-hidroxi-2,6-dimetilfenil]metil]-1,3,5-triazin-2,4,6(1H,3H,5H)-triona, y 1,3,5-tris[3,5-bis(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]metil]-1,3,5-triazin-2,4,6(1H,3H,5H)-triona.

Los ejemplos del desensibilizante incluyen un alcohol graso superior, polietilenglicol y derivado de guanidina, y los ejemplos del agente antiadhesivo incluyen ácido esteárico, estearato de cinc, estearato de calcio, cera de carnauba, cera de parafina y cera de éster.

Los ejemplos del agente antiadhesivo incluyen ácido esteárico, estearato de cinc, estearato de calcio, cera de carnauba, cera de parafina y cera de éster.

Los ejemplos del desespumante incluyen aquellos a base de alcohol superior, éster de ácidos grasos, aceite, silicona, poliéter, hidrocarburo desnaturalizado y parafina.

Los ejemplos del estabilizante de la luz incluyen: un absorbente ultravioleta a base de ácido salicílico, tal como salicilato de fenilo, salicilato de p-t-butilfenilo y salicilato de p-octilfenilo; un absorbente ultravioleta a base de benzofenona, tal como 2,4-dihidroxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-benciloxibenzofenona, 2-hidroxi-4-octiloxibenzofenona, 2-hidroxi-4-dodeciloxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4-metoxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxi-5-sulfobenzofenona y bis(2-metoxi-4-hidroxi-5-benzoilfenil)metano; un absorbente ultravioleta a base de benzotriazol, tal como 2-(2'-hidroxi-5'-metilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-5'-t-butilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3',5'-di-t-butilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3'-t-butil-5'-metilfenil)-5-clorobenzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3',5'-di-t-butilfenil)-5-clorobenzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3',5'-di-t-amilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-5'-terc-butilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-5'-(1'',1'',3'',3''-tetrametilbutil)fenil)benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-3'-(3'',4'',5'',6''-tetrahidroftalimidometil)-5'-metilfenil]benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-5'-t-octilfenil)benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-3',5'-bis(α,α -dimetilbencil)fenil]-2H-benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3'-dodecil-5'-metilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3'-undecil-5'-metilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3'-tridecil-5'-metilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3'-tetradecil-5'-metilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3'-pentadecil-5'-metilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3'-hexadecil-5'-metilfenil)benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(2''-etilhexil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(2''-etilheptil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(2''-etiloctil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(2''-propiloctil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(2''-propilheptil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(2''-propilhexil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(1''-etilhexil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(1''-etilheptil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(1''-etiloctil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(1''-propiloctil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(1''-propilheptil)oxifenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-4'-(1''-propilhexil)oxifenil]benzotriazol, 2,2'-metilenbis[4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)-6-(2H-benzotriazol-2-il)]fenol, y un condensado de polietilenglicol y 3-[3-t-butil-5-(2H-benzotriazol-2-il)-4-hidroxifenil]propionato de metilo; un absorbente ultravioleta a base de cianoacrilato, tal como 2-ciano-3,3-difenilacrilato de 2'-etilhexilo y 2-ciano-3,3-difenilacrilato de etilo; un absorbente ultravioleta a base de amina impedida, tal como sebacato de bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidilo), éster bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidílico) del ácido succínico, y éster bis(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidílico) del ácido 2-(3,5-di-t-butil)malónico; y 1,8-dihidroxi-2-acetil-3-metil-6-metoxinaftaleno.

Los ejemplos del abrillantador fluorescente incluyen ácido 4,4'-bis[2-anilino-4-(hidroxietil)amino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal disódica, ácido 4,4'-bis[2-anilino-4-bis(hidroxietil)amino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal disódica, ácido 4,4'-bis[2-anilino-4-bis(hidroxipropil)amino-1,3,5-triazinil-1-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal disódica, ácido 4,4'-bis[2-metoxi-4-(2-hidroxietil)amino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal disódica, ácido 4,4'-bis[2-metoxi-4-(2-hidroxipropil)amino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal disódica, ácido 4,4'-bis[2-m-sulfoanilino-4-bis(hidroxietil)amino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal tetrasódica, ácido 4,4'-bis[2-p-sulfoanilino-4-bis(hidroxietil)amino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal tetrasódica, ácido 4,4'-bis[2-(2,5-disulfoanilino)-4-fenoxiamino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal hexasódica, ácido 4,4'-bis[2-(2,5-disulfoanilino)-4-(p-metoxicarbonilfenoxi)amino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal hexasódica, ácido 4,4'-bis[2-(p-sulfofenoxi)-4-bis(hidroxietil)amino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbeno-2,2'-disulfónico = sal hexasódica, ácido 4,4'-bis[2-(2,5-disulfoanilino)-4-formalinilamino-1,3,5-triazinil-

6-amino]estilbena-2,2'-disulfónico = sal hexasódica y ácido 4,4'-bis[2-(2,5-disulfoanilino)-4-bis(hidroxietil)amino-1,3,5-triazinil-6-amino]estilbena-2,2'-disulfónico = sal hexasódica.

(Método para producir un material de registro)

5 La presente invención se puede usar como un papel de registro térmico de manera similar a los métodos conocidos. Por ejemplo, un papel de registro térmico se puede producir según lo que se expone a continuación. Se mezclan disoluciones en suspensión y se aplican sobre un soporte, tal como un papel, y se secan, en el que las disoluciones de suspensión se preparan dispersando respectivamente micropartículas de un compuesto de la presente invención y micropartículas de un compuesto formador de color en las disoluciones acuosas que comprenden un aglutinante soluble en agua tal como polialcohol vinílico y celulosa.

15 La relación de un compuesto representado por la fórmula (II) que se va a utilizar con respecto a un compuesto formador de color es habitualmente 0,01 a 10 partes en masa, preferiblemente 1 a 10 partes en masa, y más particularmente 1,5 a 5 partes en masa con respecto a 1 parte en masa del compuesto formador de color.

20 Cuando se usa un compuesto de la presente invención para un papel de copia sensible a la presión, el papel de copia sensible a la presión se puede producir de manera similar a cuando se usa un agente revelador del color o sensibilizador conocido. Por ejemplo, un compuesto formador de color que se ha microencapsulado mediante un método conocido se dispersa con un dispersante apropiado y se aplica sobre un papel para preparar una hoja de agente formador de color. También, una disolución en forma de dispersión de un agente revelador del color se aplica sobre un papel para preparar una hoja de agente revelador del color. Al hacerlo, cuando se usa un compuesto de la presente invención como estabilizante del almacenamiento de la imagen, el compuesto se puede usar dispersándolo en una disolución en forma de dispersión para una hoja de agente formador de color o una hoja de agente revelador del color. Ambas hojas así preparadas se combinan para preparar un papel de copia sensible a la presión. Un papel de copia sensible a la presión puede ser una unidad, o el denominado papel autocontenido, en el que la unidad consiste en un papel superior que se aplica con y porta sobre su superficie subyacente las microcápsulas que encapsulan una disolución en un disolvente orgánico de un compuesto formador de color, y un papel inferior que se aplica con y presenta sobre su superficie superior un agente de revelado de color (sustancia ácida), y en el que el papel autocontenido se aplica con microcápsulas y un agente revelador del color sobre la misma superficie del papel.

35 En tal caso como anteriormente, un agente revelador del color usado y un agente revelador del color usado al mezclarlo con un compuesto de la presente invención pueden ser aquellos convencionalmente conocidos, y los ejemplos incluyen: una sustancia ácida inorgánica tal como tierra ácida, tierra activada, atapulgita, bentonita, sílice coloidal, silicato de aluminio, silicato de magnesio, silicato de cinc, silicato de estaño, caolín pirolizado y talco; ácido carboxílico alifático tal como ácido oxálico, ácido maleico, ácido tartárico, ácido cítrico, ácido succínico y ácido esteárico; ácido carboxílico aromático tal como ácido benzoico, ácido p-t-butilbenzoico, ácido ftálico, ácido gálico, ácido salicílico, ácido 3-isopropilsalicílico, ácido 3-fenilsalicílico, ácido 3-ciclohexilsalicílico, ácido 3,5-di-t-butilsalicílico, ácido 3-metil-5-bencilsalicílico, ácido 3-fenil-5-(2,2-dimetil-bencil)salicílico, ácido 3,5-di-(2-metilbencil)salicílico y ácido 2-hidroxi-1-bencil-3-naftoico, y una sal metálica tal como cinc, magnesio, aluminio y titanio de estos ácidos carboxílicos aromáticos; un agente revelador del color a base de una resina fenólica, tal como resina de p-fenilfenol-formalina y resina de p-butilfenol-acetileno, y una mezcla de tal agente revelador del color a base de resina fenólica y la sal metálica mencionada anteriormente de un ácido carboxílico aromático.

45 Un soporte usado en la presente invención puede ser un papel convencionalmente conocido, papel sintético, película, película plástica, película plástica espumada, tejido no tejido, papel reciclado, tal como pasta de papel de desecho. También se puede usar como soporte una mezcla de estos.

50 Ejemplos

Un material de registro de la presente invención se explica con mayor detalle a continuación haciendo referencia a los Ejemplos, pero la presente invención no deberá estar necesariamente limitada únicamente a estas ejemplificaciones.

55 (Ejemplo 1)

(Síntesis de un compuesto fenólico: N-(4-hidroxifenil)-2,3-dimetoxicinamoilamida)

60 A un matraz de recuperación de cuatro bocas de 500 ml equipado con un agitador y un termómetro, se le añadieron diclorometano (200 ml) y 41,6 g (0,20 moles) de ácido 2,3-dimetoxicinámico. A esto se le añadieron 27,9 g (0,22 moles) de cloruro de oxalilo y DMF (10 gotas), y la mezcla resultante se hizo reaccionar durante 4 horas a temperatura ambiente. El disolvente en la disolución obtenida se destiló y se obtuvo el cloruro de ácido correspondiente. Subsiguientemente, en un matraz de recuperación de cuatro bocas de 1 l equipado con un agitador y un termómetro que contiene un disolvente mixto de acetona (600 ml) y agua destilada (200 ml), se disolvieron 65 24,0 g (0,22 moles) de 4-aminofenol y 18,5 g (0,22 moles) de hidrogenocarbonato de sodio. A esto, se le añadió gota

ES 2 471 366 T3

a gota cloruro de ácido disuelto en diclorometano (120 ml) en un baño de hielo, y la mezcla resultante se hizo reaccionar durante 18 horas. El cristal obtenido tras destilar el disolvente se separó mediante filtración, se secó a presión reducida a 70°C, y se obtuvo un cristal con un rendimiento de 28,3 g.

5 Punto de fusión 208-210°C

RMN ¹H (DMSO, δ ppm): 3,80 (s, 3H), 3,82 (s, 3H), 6,80 (td, 1H), 6,87-6,95 (m, 2H), 7,00 (d, 1H), 7,06 (d, 1H), 7,18 (dd, 1H), 7,26 (d, 1H), 7,50 (d, 1H), 7,95 (d, 1H), 9,35 (brs, 1H)

10 (Ejemplo 2)

(Síntesis de un compuesto fenólico: N-(4-hidroxifenil)-3-metilcinamoilamida)

15 A un matraz de recuperación de cuatro bocas de 500 ml equipado con un agitador y un termómetro, se le añadieron diclorometano (200 ml) y 32,4 g (0,20 moles) de ácido 3-metilcinámico. A esto se le añadieron 27,9 g (0,22 moles) de cloruro de oxalilo y DMF (10 gotas), y la mezcla resultante se hizo reaccionar durante 4 horas a temperatura ambiente. El disolvente en la disolución obtenida se destiló y se obtuvo el cloruro de ácido correspondiente. Subsiguientemente, en un matraz de recuperación de cuatro bocas de 1 l equipado con un agitador y un termómetro que contiene un disolvente mixto de acetona (600 ml) y agua destilada (200 ml), se disolvieron 24,0 g (0,22 moles) 20 de 4-aminofenol y 18,5 g (0,22 moles) de hidrogenocarbonato de sodio. A esto, se le añadió gota a gota cloruro de ácido disuelto en diclorometano (120 ml) en un baño de hielo, y la mezcla resultante se hizo reaccionar durante 18 horas. El cristal obtenido tras destilar el disolvente se separó mediante filtración, se secó a presión reducida a 70°C, y se obtuvo un cristal con un rendimiento de 14,4 g.

25 Punto de fusión 207-208°C

RMN ¹H (DMSO, δ ppm): 3,39 (s, 3H), 6,72 (d, 2H), 6,78 (d, 1H), 7,20 (d, 1H), 7,32 (t, 1H), 7,38-7,41 (m, 2H), 7,48 (dd, 3H), 9,25 (brs, 1H)

30 (Ejemplo 3)

(Síntesis de un compuesto fenólico: N-(4-hidroxifenil)-2-metilcinamoilamida)

35 A un matraz de recuperación de cuatro bocas de 500 ml equipado con un agitador y un termómetro, se le añadieron diclorometano (200 ml) y 9,7 g (0,06 moles) de ácido 2-metilcinámico. A esto se le añadieron 9,2 g (0,07 moles) de cloruro de oxalilo y DMF (10 gotas), y la mezcla resultante se hizo reaccionar durante 4 horas a temperatura ambiente. El disolvente en la disolución obtenida se destiló, y se obtuvo el cloruro de ácido correspondiente. Subsiguientemente, en un matraz de recuperación de cuatro bocas de 1 l equipado con un agitador y un termómetro que contiene un disolvente mixto de acetona (120 ml) y agua destilada (30 ml), se disolvieron 7,2 g (0,07 moles) 40 de 4-aminofenol y 5,6 g (0,07 moles) de hidrogenocarbonato de sodio. A esto, se le añadió gota a gota cloruro de ácido disuelto en diclorometano (120 ml) en un baño de hielo, y la mezcla resultante se hizo reaccionar durante 18 horas. El cristal obtenido tras destilar el disolvente se separó mediante filtración, se secó a presión reducida a 70°C, y se obtuvo un cristal con un rendimiento de 5,0 g.

45 Punto de fusión 192-194°C

RMN ¹H (DMSO, δ ppm): 2,41 (s, 3H), 6,71 (d, 1H), 6,75 (d, 2H), 7,20-7,35 (m, 3H) 7,52 (d, 2H), 7,58 (m, 1H), 7,77 (d, 1H), 9,25 (brs, 1H)

50 (Ejemplo 4)

(Producción de un papel de registro térmico)

Disolución en forma de dispersión de un colorante (disolución A)

55 3-di-n-butilamino-6-metil-7-anilino fluorano 16 partes
Disolución acuosa de polialcohol vinílico al 10% 84 partes

Disolución en forma de dispersión de un agente revelador del color (disolución B)

Compuesto del Ejemplo 1 16 partes
Disolución acuosa de polialcohol vinílico al 10% 84 partes

60 Disolución en forma de dispersión de una carga (disolución C)

Carbonato cálcico 27,8 partes

Disolución acuosa de polialcohol vinílico al 10%
Agua

84 partes
71 partes
("partes" representa "partes en masa")

En primer lugar, las mezclas de disoluciones A a C que consisten en los componentes respectivos se molieron bien respectivamente en un mortero de arena para preparar las disoluciones en forma de dispersión de las disoluciones A a C que consisten en los componentes respectivos. Una disolución de revestimiento se preparó mezclando 1 parte en masa de la disolución A, 2 partes en masa de la disolución B y 4 partes en masa de la disolución C. Esta disolución de revestimiento se aplicó y se secó sobre un papel blanco usando una varilla de alambre (barra de alambre nº 12, Webster), seguido de un tratamiento de calandrado para producir un papel de registro térmico (disolución de revestimiento: alrededor de 5,5 g/m² en términos de masa seca).

(Ejemplo 5)

Se produjo un papel térmico de forma similar al método del Ejemplo 4, excepto que se usó el compuesto del Ejemplo 2 en lugar del compuesto del Ejemplo 1 para la disolución en forma de dispersión de un agente revelador del color (Disolución B) en el Ejemplo 4.

(Ejemplo 6)

Se produjo un papel térmico de forma similar al método del Ejemplo 4, excepto que se usó el compuesto del Ejemplo 3 en lugar del compuesto del Ejemplo 1 para la disolución en forma de dispersión de un agente revelador del color (Disolución B) en el Ejemplo 4.

(Ejemplo 1 Comparativo)

Se produjo un papel térmico de forma similar al método del Ejemplo 4, excepto que se usó (E)-N-(2-hidroxifenil)cinamoilamida (el compuesto del Ejemplo 1 en la publicación de solicitud de patente sin examinar japonesa 2003-305959) en lugar del compuesto del Ejemplo 1 para la disolución en forma de dispersión de un agente revelador del color (Disolución B) en el Ejemplo 4.

(Ejemplo 2 Comparativo)

Se produjo un papel térmico de forma similar al método del Ejemplo 4, excepto que se usó (E)-N-(3-hidroxifenil)cinamoilamida (el compuesto del Ejemplo 2 en la publicación de solicitud de patente sin examinar japonesa 2003-305959) en lugar del compuesto del Ejemplo 1 para la disolución en forma de dispersión de un agente revelador del color (Disolución B) en el Ejemplo 4.

(Ejemplo 3 Comparativo)

Se produjo un papel térmico de forma similar al método del Ejemplo 4, excepto que se usó (E)-N-(4-hidroxifenil)cinamoilamida (el compuesto del Ejemplo 3 en la Publicación de solicitud de patente sin examinar japonesa 2003-305959) en lugar del compuesto del Ejemplo 1 para la disolución en forma de dispersión de un agente revelador del color (Disolución B) en el Ejemplo 4.

(Ensayo 1)

(Ensayo de evaluación térmica - Prueba de resistencia del fondo a la luz)

Una parte de cada uno de los papeles de registro térmico producidos en los Ejemplos 4-6 y en los Ejemplos comparativos 1-3 se cortó y se sometió a un ensayo de resistencia a la luz usando un dispositivo de ensayo de resistencia a la luz (UV Long-Life Fade Meter U48, Suga Test Instruments Co., Ltd.). Después, la densidad del fondo tras 24 horas se determinó usando un densitómetro de reflexión Macbeth (filtro usado: #47). Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ensayo 2)

(Ensayo de evaluación térmica - Resistencia de la imagen a la humedad y al calor)

Una parte de cada uno de los papeles de registro térmico producidos en los Ejemplos 4-6 y los Ejemplos comparativos 1-3 se cortó y se coloreó bajo la condición de 0,72 mj por punto usando un aparato medidor de impresión térmica (nombre del modelo: TH-PMH, Ohkura Electric Co., Ltd.). Se llevó a cabo un ensayo de resistencia a la humedad y al calor para la imagen coloreada con un dispositivo de ensayo de resistencia a la humedad y al calor (Cámara de Humedad de Temperatura Baja Constante THN050FA, Advantec Toyo Kaisha, Ltd.). Después, la densidad de la imagen coloreada tras 24 horas se determinó usando un densitómetro de reflexión Macbeth (filtro utilizado: #106) para calcular la relación residual en base al estado inicial. Los resultados se muestran

en la Tabla 1.

(Ensayo 3)

5 (Ensayo de evaluación térmica - Resistencia de la imagen a la luz)

10 Una parte de cada uno de los papeles de registro térmico producidos en los Ejemplos 4-6 y los Ejemplos comparativos 1-3 se cortó y se coloreó bajo la condición de 0,72 mj por punto usando un aparato medidor de impresión térmica (nombre del modelo: TH-PMH, Ohkura Electric Co., Ltd.). Se llevó a cabo un ensayo de resistencia a la luz para la imagen coloreada usando un dispositivo de ensayo de resistencia a la luz (UV Long-Life Fade Meter U48, Suga Test Instruments Co., Ltd.). Después, la densidad de la imagen coloreada tras 24 horas se determinó usando un densitómetro de reflexión Macbeth (filtro usado: #106) para calcular la relación residual en base al estado inicial. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

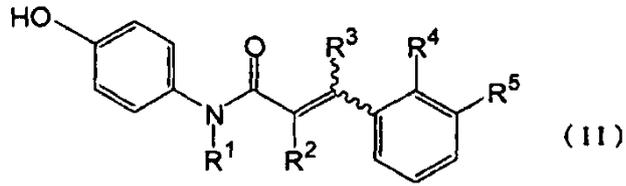
15 [Tabla 1]

Tabla 1

	Ensayo 1		Ensayo 2		Ensayo 3	
	Resistencia del fondo a la luz		Resistencia de la imagen a la humedad y al calor		Resistencia de la imagen a la luz	
Ejemplo 4	0,19	⊙	97%	⊙	71%	⊙
Ejemplo 5	0,19	⊙	100%	⊙	67%	⊙
Ejemplo 6	0,20	⊙	94%	⊙	77%	⊙
Ejemplo Comparativo 1	0,26	△	37%	△	61%	⊙
Ejemplo Comparativo 2	0,25	△	75%	○	54%	△
Ejemplo Comparativo 3	0,24	△	98%	⊙	63%	⊙
⊙ : Prácticamente buena ○ : Algo inferior, pero prácticamente sin problema △ : Prácticamente no buena						

REIVINDICACIONES

1. Compuesto fenólico representado por la fórmula (II)

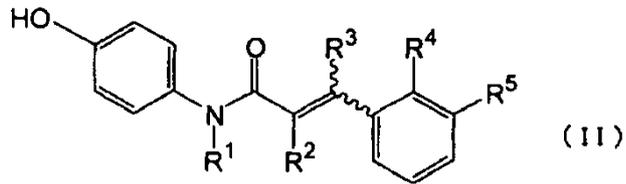


5

en la que R¹-R³ representan un átomo de hidrógeno; R⁵ representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de C₁-C₄ o un grupo alcoxi de C₁-C₄, con la condición de que cuando R⁵ es un átomo de hidrógeno, R⁴ es un grupo alquilo de C₁-C₄, cuando R⁵ es un grupo alquilo de C₁-C₄, R⁴ es un átomo de hidrógeno, y cuando R⁵ es un grupo alcoxi de C₁-C₄, R⁴ es un grupo alcoxi de C₁-C₄.

10

2. Material de registro que contiene un compuesto formador de color, en el que el material de registro contiene al menos un tipo de compuestos fenólicos representados por la fórmula (II)



15

en la que R¹-R³ representan un átomo de hidrógeno; R⁵ representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de C₁-C₄ o un grupo alcoxi de C₁-C₄, con la condición de que cuando R⁵ es un átomo de hidrógeno, R⁴ es un grupo alquilo de C₁-C₄, cuando R⁵ es un grupo alquilo de C₁-C₄, R⁴ es un átomo de hidrógeno, y cuando R⁵ es un grupo alcoxi de C₁-C₄, R⁴ es un grupo alcoxi de C₁-C₄.

20