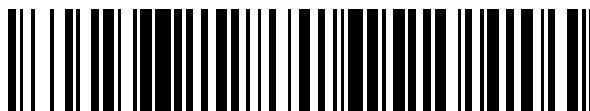


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 707 290**

51 Int. Cl.:

**C08G 73/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.09.2011 PCT/US2011/052685**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.03.2012 WO12040417**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.09.2011 E 11827508 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.11.2018 EP 2619244**

54 Título: **Método mejorado de producción de compuestos poliméricos de fenazonio**

30 Prioridad:

**24.09.2010 US 890013**

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

**03.04.2019**

73 Titular/es:

**MACDERMID ACUMEN, INC. (100.0%)  
245 Freight Street  
Waterbury, CT 06702, US**

72 Inventor/es:

**KROL, ANDREW, M.;  
LONG, ERNEST y  
TAYTSAS, LEV**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

ES 2 707 290 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

Método mejorado de producción de compuestos poliméricos de fenazonio

## 5 Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

Esta solicitud es una a continuación en parte del número de la solicitud n.º de serie 12/890,013, presentada el 24 de septiembre de 2010, pendiente.

## 10 Campo de la invención

La presente invención se refiere en general a métodos mejorados para producir compuestos poliméricos de fenazonio.

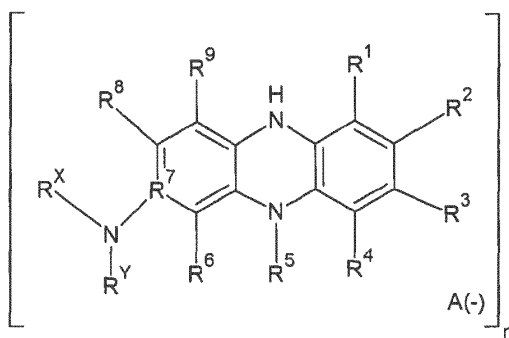
## 15 Antecedentes de la invención

La adición de sustancias orgánicas al baño de electrolito ácido de cobre, que incluye, por ejemplo, electrolitos de sulfato de cobre, ha sido bien conocida en la técnica para depositar capas de cobre brillante en lugar de un depósito mate cristalino. Estos aditivos incluyen, por ejemplo, polietilenglicol, tiourea y sus derivados, tiohidantoína, éster del ácido tiocarbámico y éster del ácido tiosulfónico, safraninas, condensados de tiourea-formaldehído y ciertos compuestos de C=S. Los aditivos anteriores se han usado tradicionalmente como aditivos para electrolitos ácidos de cobre, incluyendo electrolitos de sulfato de cobre, para obtener recubrimientos de cobre brillante. Además, los compuestos poliméricos de fenazonio también se han desarrollado para su uso en electrolitos ácidos de cobre para depositar recubrimientos de cobre brillantes y nivelados, y pueden usarse solos o en combinación con estas otras sustancias orgánicas

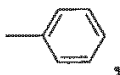
Como se describe por ejemplo en la patente de EE.UU. n.º 3.743.584 de Todt et al., se puede preparar un compuesto de fenazonio polimérico mediante la diazotización de una solución de amino en una solución ácida y, posteriormente, reducir la sal de diazonio resultante.

La diazotización del compuesto aminado se realiza normalmente suspendiendo el monómero en una solución de un ácido fuerte, como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido acético, ácido fluorobórico, ácido fosfórico y/u otro ácido adecuado. Los ácidos forman el radical ácido diazonio. La ebullición de la sal de diazonio formada tiene lugar a una temperatura que normalmente está dentro del intervalo de aproximadamente 5 a 100 °C, preferiblemente de aproximadamente 10 a 25 °C. Los productos de reacción precipitan de la solución de reacción ácida o se pueden precipitar a partir de ella mediante neutralización con una base como amoníaco o un hidróxido, tal como hidróxido de potasio.

Los compuestos de fenazonio poliméricos preparados de acuerdo con este proceso normalmente tienen la fórmula general:



en donde  $R^1, R^2, R^4, R^5, R^6, R^8$  y  $R^9$  son iguales o diferentes, y representan hidrógeno, un alquilo inferior o un arilo sustituido,  $R^3$  comienza como  $NH_2$  y se diazota seguido de polimerización,  $R^5$  y  $R^8$  pueden representar alternativamente radicales fenazonio monoméricos o poliméricos,  $R^7$  es un carbono en el anillo aromático, y en donde  $R^X-NR^Y$  representa una amina sustituida, y  $R^X$  y  $R^Y$  representan cualquier combinación de  $CH_3, C_2H_5,$



e hidrógeno, excepto por que  $R^X$  y  $R^Y$  no pueden ser ambos hidrógeno, A es un radical ácido y n es un número entero de 2 a 100.

Como radicales alquilo inferior, pueden usarse metilo, etilo y propilo, entre otros.

Como radicales arilo, se puede usar fenilo, que puede estar sustituido con metilo, etilo, metoxi, etoxi, etc., entre otros.

5 Los ejemplos de compuestos de fenazonio poliméricos de este tipo incluyen sulfato de poli (6-metil-7-dimetilamino-5-fenilfenazonio); cloruro de poli (2-metil-7-dietilamino-5-fenilfenazonio); sulfato de poli (2-metil-7-dimetilamino-5-fenilfenazonio); acetato de poli (5-metil-7-dimetilamino fenazonio); sulfato de poli (2-metil-7-anilino-5-fenilfenazonio); sulfato de poli (2-metil-7-dimetilamino fenazonio); acetato de poli (7-metilamino-5-fenilfenazonio); cloruro de poli (7-etilamino-2,5-difenilfenazonio); cloruro de poli (2,8-dimetil-7-dietilamino-5-p-tolil-fenazonio); sulfato de poli (2,5,8-trifenil-7-dimetilamino fenazonio); y cloruro de poli (7-dimetilamino-5-fenilfenazonio), a modo de ejemplo y no de limitación.

15 Sería deseable proporcionar un proceso para hacer estos compuestos de fenazonio poliméricos que requieran menos etapas y que produzcan un aditivo que tenga una cantidad menor de monómero sin reaccionar que permanezca en el producto final que los métodos de producción de la técnica anterior.

### Sumario de la invención

20 Un objeto de la presente invención es proporcionar un método mejorado para formar un monómero de fenazonio que supere las deficiencias de la técnica anterior.

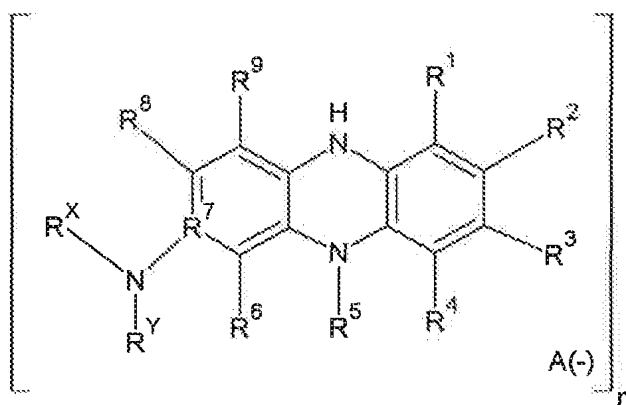
Otro objeto de la presente invención es proporcionar un método para formar un monómero de fenazonio con una síntesis mejorada del colorante polimérico.

25 Otro objeto más de la presente invención es proporcionar un método para formar un compuesto de fenazonio polimérico que requiera menos etapas de procesamiento.

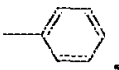
30 Otro objeto más de la presente invención es proporcionar un método para formar un compuesto de fenazonio polimérico que contenga un mayor porcentaje de concentración de material polimerizado presente en el producto final en comparación con los métodos de la técnica anterior.

La presente solicitud proporciona un proceso de acuerdo con la reivindicación 1 para fabricar un compuesto de fenazonio polimérico. Las características preferidas se definen en las reivindicaciones dependientes.

35 Con ese fin, la presente invención se refiere en general a un proceso para fabricar un compuesto de fenazonio polimérico que tiene la fórmula general:



40 en donde R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>8</sup> y R<sup>9</sup> son iguales o diferentes, y representan hidrógeno, un alquilo inferior o un arilo sustituido, R<sup>3</sup> comienza como NH<sub>2</sub> y se diazota seguido de polimerización, R<sup>5</sup> y R<sup>8</sup> pueden representar alternativamente radicales fenazonio monoméricos o poliméricos, R<sup>7</sup> es un carbono en el anillo aromático, y en donde R<sup>X</sup>-NR<sup>Y</sup> representa una amina sustituida, y R<sup>X</sup> y R<sup>Y</sup> representan cualquier combinación de CH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>,

45 

, e hidrógeno, excepto por que R<sup>X</sup> y R<sup>Y</sup> no pueden ser ambos hidrógeno, A es un radical ácido, y n es un número entero de 2 a 100, en donde dicho compuesto de fenazonio polimérico es utilizable como aditivo en un baño de metalizado, el método que comprende las etapas de:

- a) disolver una cantidad efectiva de un compuesto aminado en una solución de ácido fórmico;
- b) añadir una sal de nitrito para diazotizar el compuesto aminado; y
- c) añadir ácido sulfámico para neutralizar cualquier exceso de ácido nitroso que pueda formarse en la etapa b),

5 en el que se produce un compuesto de fenazonio polimérico según la reivindicación 1.

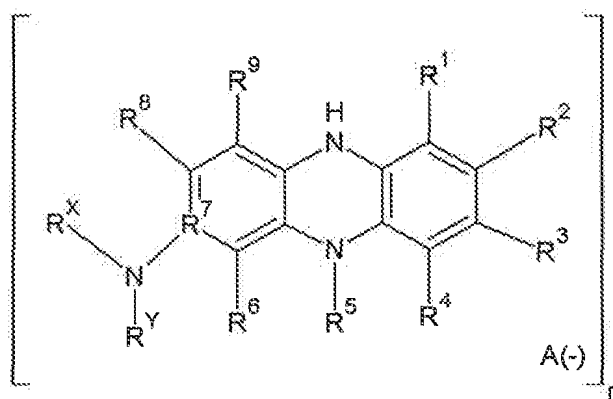
**Descripción detallada de las realizaciones preferidas**

10 La presente invención tiene un enfoque diferente del enfoque convencional para sintetizar compuestos de fenazonio poliméricos descritos, por ejemplo, en la patente de EE.UU. n.º 3.743.584, y ofrecen varias ventajas en la facilidad de síntesis del colorante polimérico.

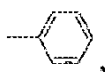
15 La presente invención se refiere en general a compuestos de fenazonio polimérico y a métodos mejorados para prepararlos. Estos compuestos poliméricos de fenazonio se utilizan, por ejemplo, en electrolitos ácidos para la deposición de recubrimientos de cobre niveladores y brillantes.

20 Los inventores de la presente invención han encontrado sorprendentemente que tanto el compuesto aminado como el colorante fenazonio polimerizado resultante son muy solubles en una solución de ácido fórmico. Mientras la patente de EE.UU. n.º 3.743.584 indica el uso de ácido acético como ácido fuerte para producir compuestos de fenazonio polimerizados, el uso de ácido acético aún requiere las numerosas etapas descritas en esta patente. Sin embargo, los inventores de la presente invención han encontrado un resultado sorprendente cuando se usa ácido fórmico debido a la solubilidad de los compuestos aminados en el ácido fórmico. Por lo tanto, el resultado es que se requieren muchas menos etapas para producir compuestos poliméricos de fenazonio mediante el proceso descrito en el presente documento.

25 En particular, es posible tomar el compuesto aminado, disolver el compuesto aminado en una solución de ácido fórmico y a continuación añadir el nitrito de la manera habitual a baja temperatura para diazotizar el compuesto aminado. Posteriormente, se añade ácido sulfámico para neutralizar cualquier exceso de ácido nitroso. El resultado es una solución altamente concentrada de colorante de fenazonio polimerizado que no requiere etapas adicionales antes de su uso en la solución de electrolito ácido de cobre y que adopta la forma:

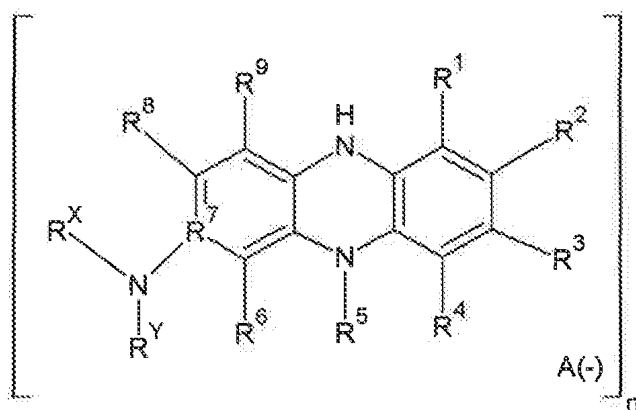


35 en donde R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>8</sup> y R<sup>9</sup> son iguales o diferentes, y representan hidrógeno, un alquilo inferior o un arilo sustituido, R<sup>3</sup> comienza como NH<sub>2</sub> y se diazota seguido de polimerización, R<sup>5</sup> y R<sup>8</sup> pueden representar alternativamente radicales fenazonio monoméricos o poliméricos, R<sup>7</sup> es un carbono en el anillo aromático, y en donde R<sup>X</sup>-NR<sup>Y</sup> representa una amina sustituida, y R<sup>X</sup> y R<sup>Y</sup> representan cualquier combinación de CH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>,

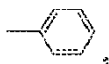


40 e hidrógeno, excepto por que R<sup>X</sup> y R<sup>Y</sup> no pueden ser ambos hidrógeno, A es un radical ácido y n es un número entero de 2 a 100.

45 Más particularmente, la presente invención se refiere en general a un proceso para fabricar un compuesto de fenazonio polimérico que tiene la fórmula general:



5 en donde  $R^1, R^2, R^4, R^5, R^6, R^8$  y  $R^9$  son iguales o diferentes, y representan hidrógeno, un alquilo inferior o un arilo sustituido,  $R^3$  comienza como  $NH_2$  y se diazota seguido de polimerización,  $R^5$  y  $R^8$  pueden representar alternativamente radicales fenazonio monoméricos o poliméricos,  $R^7$  es un carbono en el anillo aromático, y en donde  $R^X-NR^Y$  representa una amina sustituida, y  $R^X$  y  $R^Y$  representan cualquier combinación de  $CH_3, C_2H_5,$



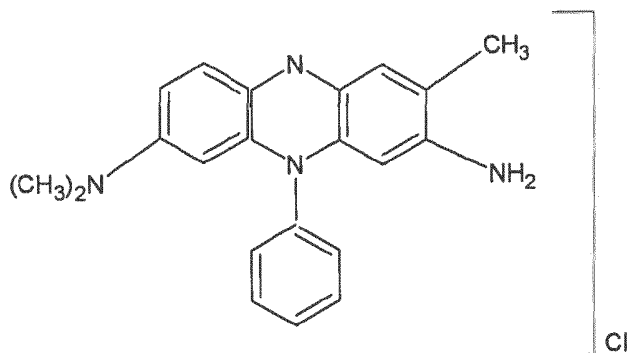
10 , e hidrógeno, excepto por que  $R^X$  y  $R^Y$  no pueden ser ambos hidrógeno, A es un radical ácido, y n es un número entero de 2 a 100, en donde dicho compuesto de fenazonio polimérico es utilizable como aditivo en un baño de metalizado, el método que comprende las etapas de:

- 15 a) disolver una cantidad efectiva de un compuesto aminado en una solución de ácido fórmico a baja temperatura;  
 b) añadir una sal de nitrito para diazotizar el compuesto aminado; y  
 c) añadir ácido sulfámico para neutralizar cualquier exceso de ácido nitroso que pueda formarse en la etapa b),

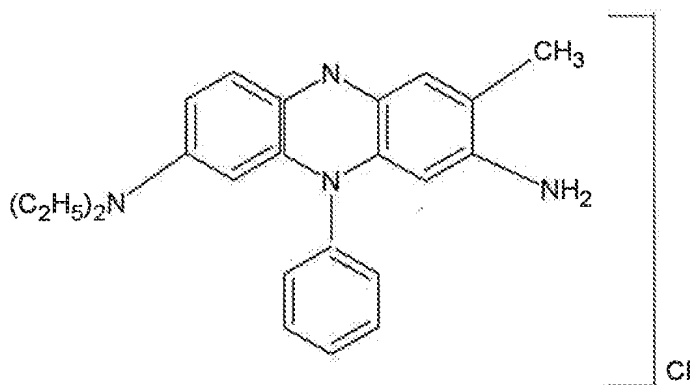
por lo que se produce un compuesto de fenazonio polimérico.

20 Los compuestos aminados se seleccionan entre sulfato de 2-metil-3-amino-7-dimetilamino-5-fenil-fenazonio, hidrogenosulfato de 3-amino-6-metil-7-dimetilamino-5-fenil-fenazonio, cloruro de 2-metil-3-amino-7-dietilamino-5-fenil-fenazonio, acetato de 3-amino-7-dimetilamino-5-metilfenazonio, hidrogenosulfato de 2-metil-3-amino-7-fenilamino-5-fenil-fenazonio, hidrogenosulfato de 2-metil-3-amino-7-dimetilamino-fenazonio, acetato de 3-amino-7-metilamino-5-fenilfenazonio, cloruro de 2-fenil-3-amino-7-etilamino-5-fenilfenazonio, hidrogenosulfato de 1,2,6,9-  
 25 tetrametil-3-amino-7-dietilamino-5-fenil-fenazonio, cloruro de 2,8-dimetil-3-amino-7-dietilamino-5-tolil-fenazonio e hidrogenosulfato de 2,9-difenil-3-amino-6-metil-7-dimetilamino-5-fenil-fenazonio. Estos compuestos tienen más preferiblemente una amina en la posición tres y una amina sustituida en la posición siete.

30 En una realización preferida, el compuesto aminado es cloruro de 2-metil-3-amino-7-dimetilamino-5-fenil-fenazonio, que tiene la estructura:



35 En otra realización preferida, el compuesto aminado es cloruro de 2-metil-3-amino-7-dietilamino-5-fenilfenazonio, que tiene la estructura:



5 Sobre esa base, los compuestos de fenazonio polimérico producidos a partir de estos compuestos aminados de acuerdo con el proceso descrito en el presente documento incluyen compuestos seleccionados del grupo que consiste en compuestos de fenazonio polimérico de este tipo que incluyen sulfato de poli (6-metil-7-dimetilamino-5-fenil fenazonio) ; cloruro de poli (2-metil-7-diotilainino-5-fenilfenazonio); sulfato de poli (2-metil-7-dimetilamino-5-fenilfenazonio); acetato de poli (5-metil-7-dimetilamino fenazonio); sulfato de poli (2-metil-7-amino-5-fenilfenazonio); sulfato de poli (2-metil-7-dimetilino fenazonio); acetato de poli (7-metilamino-5-fenilfenazonio); cloruro de poli (7-etilamino-2,5-difenilfenazonio); cloruro de poli (2,8-dimetil-7-dietilamino-5-p-tolil-fenazonio); sulfato de poli (2,5,8-trifenil-7-dimetilamino fenazonio); y cloruro de poli (7-dimetilamino-5-fenilfenazonio), a modo de ejemplo y no de limitación.

15 Aunque se pueden usar diversas sales de nitrito en la práctica de la invención, una sal de nitrito preferida es el nitrito de sodio como agente de diazotización. Otro agente de diazotización que se puede usar en la práctica de la invención es el ácido nitrosulfúrico.

La reacción generalmente se reduce a al menos 20 °C para producir completamente el producto de reacción (polímero).

20 En una realización preferida, el baño de galvanización de metal comprende cobre. Normalmente el cobre está en forma de sulfato de cobre. Sin embargo, también se pueden usar otras sales de cobre. Por ejemplo, en una realización, como electrolito para la deposición de recubrimientos de cobre con la adición de los compuestos de fenazonio poliméricos de acuerdo con la presente invención, se puede usar una solución de sulfato de cobre y ácido sulfúrico de la siguiente composición:

25 Sulfato de cobre  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  125-260 g/litro  
Ácido sulfúrico  $\text{H}_2\text{SO}_4$  20-85 g/litro

30 En lugar de sulfato de cobre, al menos en parte, se pueden usar otras sales de cobre. El ácido sulfúrico puede ser reemplazado parcial o totalmente por ácido fluorobórico, ácido fosfórico y/u otros ácidos adecuados. El electrolito puede estar libre de cloruro, o esto suele ser ventajoso para mejorar el brillo y la nivelación, puede contener cloruros, como cloruros alcalinos o ácido clorhídrico, en cantidades de 0,001 a 0,2 g/litro.

35 La concentración del compuesto aminado en la solución de ácido fórmico está preferiblemente entre 100 g/l y 200 g/l, más preferiblemente entre 110 y 185 g/l y lo más preferiblemente entre 110 y 122 g/l.

40 Como se ha descrito anteriormente, el proceso reivindicado en este documento no requiere etapas de procesamiento adicionales que se requieren en el proceso descrito, por ejemplo, en la patente de EE.UU. n.º 3.743.584. Por ejemplo, el proceso de la presente invención no requiere y por lo tanto no incluye una etapa de neutralización del compuesto de fenazonio polimérico con una base para precipitar el compuesto de fenazonio polimérico y etapas adicionales de refinación y aislamiento para producir el producto final. Más específicamente, en una realización preferida de la invención, no es necesario neutralizar el compuesto de fenazonio polimérico con gas amoniaco, hidróxido de potasio o hidróxido de sodio. Tampoco es necesario filtrar el producto final antes de su uso. Finalmente, el uso de ácido fórmico también da como resultado la producción de un producto de fenazonio polimérico sin producir ninguna desgasificación significativa de nitrógeno. En contraste, el uso de otros ácidos fuertes, como el ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y ácido acético en la producción de productos de fenazonio polimérico producen una importante liberación de nitrógeno.

50 Los ejemplos citados en la patente de EE.UU. n.º 3.743.584 se presentaron en rendimiento de la torta húmeda y las propiedades de las sustancias preparadas de acuerdo con estos ejemplos se proporcionan a continuación en la Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades de las sustancias 1-12 descritas en la patente de EE. UU. n.º 3.743.584

Sustancia n.º	Torta húmeda		TMW
	%	Gramos	
1	82,2	350 g (1 M)	426
2	76,4	300 g (1 M)	392,5
3	93,9	800 g (2 M)	426
4	64,1	20 g (0,1 M)	312
5	31,6	15 g (0,1 M)	474
6	28,6	5 g (0,05 M)	350
7	44,4	8 g (0,05 M)	360
8	21,325	4 g (0,05 M)	426,5
9	33,5	10 g (0,05 M)	497
10	39,1	8 g (0,05 M)	409,5
11	27,7	8 g (0,05 M)	578
12**	91,2	750 g (2 M)	411
* Contaminado con Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			
** Contaminado con (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			

Todas las sustancias anteriores también contendrían algunas sales alcalinas (KCl, NaCl, K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NH<sub>4</sub>Cl, etc.).

5 En contraste, el proceso descrito en este documento no contiene una etapa de neutralización y, en consecuencia, se elimina la presencia de sales inorgánicas.

10 Es difícil predecir el porcentaje de monómero debido al contenido de sal del precipitado. Sin embargo, los inventores de la presente invención han determinado que a partir de 0,1 moles de monómero (36,45 gramos) y una vez completado el proceso descrito en el presente documento, toda la masa de reacción se diluye a un litro de solución utilizable con agua desionizada. El rendimiento de este material es excepcional. Si uno lleva el monómero a través de una secuencia de rendimiento sin el proceso de polimerización, los resultados son, en el mejor de los casos, malos.

15 Cuando se añaden compuestos de fenazonio polimérico al electrolito de cobre como se describe en el presente documento, el precipitado normalmente cristalino opaco se vuelve brillante en un amplio rango de densidad de corriente. Preferiblemente, la densidad de corriente se mantiene en un nivel entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 8 ASD.

20 Las sustancias producidas de acuerdo con la presente invención también son particularmente adecuadas para depositar recubrimientos libres de turbidez y de alto brillo junto con otros formadores de brillo y/o agentes humectantes comunes. También se pueden añadir formadores de brillo y/o agentes humectantes, como se describe, por ejemplo, en la patente de EE.UU. n.º 3.743.584 al electrolito de cobre de la invención dentro de los límites prescritos.

Además, las relaciones de concentración de los compuestos individuales en el electrolito de cobre pueden variar dentro de amplios límites.

30 El compuesto de fenazonio polimérico producido de acuerdo con el proceso descrito en el presente documento se puede usar en la solución de electrolito de cobre ácido en una concentración de entre aproximadamente 0,0001 y 0,5 g/litro, preferiblemente entre aproximadamente 0,002 y aproximadamente 0,015 g/l.

#### Ejemplo 1:

35 36,45 gramos (0,1 moles) de un compuesto aminado C<sub>21</sub>H<sub>21</sub>N<sub>4</sub>Cl (cloruro de 2-metil-3-amino-5-fenil-7-dimetilamino fenazonio), disponible en varios fabricantes de colorantes, se disolvió en aproximadamente 300 mililitros de ácido fórmico al 90 % en peso. a continuación, la solución se enfría entre aproximadamente -10 y 0 °C y se añade lentamente la solución diazotizante (7,59 gramos de nitrato de sodio disuelto en 25,00 gramos de agua desionizada, aproximadamente 0,11 moles) mientras se mantiene la temperatura dentro del rango especificado. Una vez que se completa la adición, la masa de reacción se agita durante aproximadamente 2 horas a la temperatura especificada. Cualquier exceso de ácido nitroso se destruyó a continuación mezclando la solución con 1,20 gramos de ácido sulfámico disuelto en 10 gramos de agua desionizada. Cuando la solución se calentó a aproximadamente 20 °C; se observó muy poca o ninguna desgasificación.

45 La reacción está completa y el concentrado de colorante se diluye a un litro con agua desionizada y se mezcla durante cuatro horas. Ahora se puede utilizar directamente en el electrolito de cobre ácido sin ninguna etapa intermedia adicional.

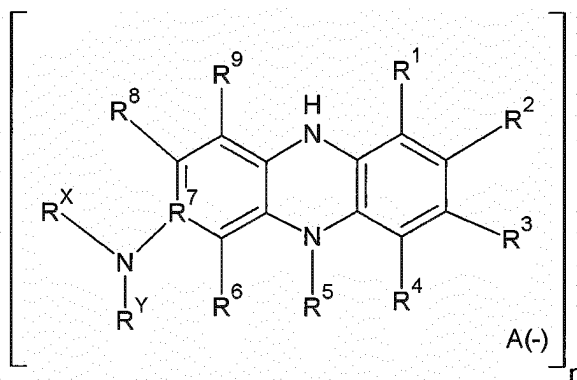
Ejemplo comparativo:

- 5 Se disolvieron 36,45 gramos (0,1 moles) de un compuesto aminado (cloruro de 2-metil-3-amino-5-fenil-7-dimetilamino-fenazonio) en 423 ml de agua desionizada y a continuación se suspendieron con 210 ml de ácido clorhídrico al 37 % (solución 12,0 N). Después de eso, la solución se diazotizó mezclando con 7,59 gramos de nitrito de sodio disuelto en 35,00 gramos de agua desionizada. El exceso de ácido nitroso se destruye a continuación mezclando la solución con 1,20 gramos de ácido sulfámico disuelto en 10,00 gramos de agua desionizada. La solución se calentó a aproximadamente 20 °C.
- 10 Sin embargo, se observa desgasificación significativa. Una vez finalizada la evolución del nitrógeno, el colorante se neutraliza con una solución de 315,00 gramos de hidróxido de potasio al 45 % mezclado con 95,32 gramos de agua desionizada. El colorante neutralizado se filtra a continuación de la solución en forma de precipitado, que se seca en un horno y a continuación se muele hasta obtener un polvo fino. Finalmente, el colorante resultante se disuelve en ácido sulfúrico y a continuación se diluye con agua desionizada para la composición del baño.
- 15 El producto de fenazonio polimérico seco también contenía sales inorgánicas residuales. Por lo tanto, al preparar el producto deseado en ácido clorhídrico y a continuación neutralizarlo con sodio o potasio para formar cloruro de sodio o cloruro de potasio, se debe evitar una relación sal/producto que exceda el consumo del baño de recubrimiento.
- 20 Como se describe en el presente documento, el proceso de la presente invención produce un compuesto de fenazonio polimérico que se puede producir de manera más simple, requiere menos etapas de procesamiento y no produce ninguna desgasificación significativa.
- 25 Aunque la invención se ha descrito anteriormente con referencia a realizaciones específicas de la misma, es evidente que se pueden realizar muchos cambios, modificaciones y variaciones sin apartarse del concepto de la invención descrito en el presente documento. En consecuencia, se pretende abarcar todos los cambios, modificaciones y variaciones que se encuentran dentro del amplio alcance de las reivindicaciones adjuntas.



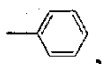
REIVINDICACIONES

1. Un proceso de fabricación de un compuesto de fenazonio polimérico que tiene la fórmula general:



5

en donde R<sup>1</sup> y R<sup>4</sup> son hidrógeno, R<sup>2</sup>, R<sup>8</sup> y R<sup>9</sup> son hidrógeno, CH<sub>3</sub> o



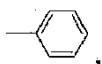
10

R<sup>5</sup> es hidrógeno, CH<sub>3</sub>, toliilo o



15

y R<sup>6</sup> es hidrógeno o CH<sub>3</sub>, R<sup>3</sup> comienza como NH<sub>2</sub> y se diazotiza seguido de polimerización, R<sup>5</sup> y R<sup>8</sup> pueden representar alternativamente radicales fenazonio monoméricos o poliméricos, R<sup>7</sup> es un carbono en el anillo aromático y en donde R<sup>X</sup>-NR<sup>Y</sup> representa una amina sustituida, y R<sup>X</sup> y R<sup>Y</sup> representan cualquier combinación de CH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>,



20

e hidrógeno, excepto por que R<sup>X</sup> y R<sup>Y</sup> no pueden ser ambos hidrógeno, A es un radical ácido, y n es un número entero de 2 a 100, el método que comprende las etapas de:

25

a) disolver una cantidad efectiva de un compuesto aminado en una solución de ácido fórmico, en donde el compuesto aminado se selecciona del grupo que consiste en sulfato de 2-metil-3-amino-7-dimetilamino-5-fenil-fenazonio, hidrogenosulfato de 3-amino-6-metil-7-dimetilamino-5-fenil-fenazonio, cloruro de 2-metil-3-amino-7-dietilamino-5-fenil-fenazonio, acetato de 3-amino-7-dimetilamino-5-metilfenazonio, hidrogenosulfato de 2-metil-3-amino-7-fenilamino-5-fenil-fenazonio, hidrogenosulfato de 2-metil-3-amino-7-dimetilamino-fenazonio, acetato de 3-amino-7-metilamino-5-fenilfenazonio, cloruro de 2-fenil-3-amino-7-etilamino-5-fenilfenazonio, hidrogenosulfato de 1,2,6,9-tetrametil-3-amino-7-dietilamino-5-fenil-fenazonio, cloruro de 2,8-dimetil-3-amino-7-dietilamino-5-tolil-fenazonio e hidrogenosulfato de 2,9-difenil-3-amino-6-metil-7-dimetilamino-5-fenil-fenazonio;

30

b) añadir una sal de nitrito para diazotizar el compuesto aminado; y

35

c) añadir ácido sulfámico para neutralizar cualquier exceso de ácido nitroso que pueda formarse en la etapa b), y producir un compuesto de fenazonio polimérico.

2. El método de la reivindicación 1, en el que la sal de nitrito es nitrito de sodio.

40

3. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el compuesto aminado se disuelve en el ácido fórmico a una temperatura de entre -10 y 0 °C.

4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que después de la etapa b) la reacción se calienta a al menos 20 °C.

45

5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además la etapa de añadir el compuesto de fenazonio polimérico a un baño de electrólito de cobre ácido.

6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la concentración del compuesto aminado en la solución de ácido fórmico se encuentra entre 100 g/l y 200 g/l.

7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el proceso de producción del compuesto polimérico de fenazonio no incluye una etapa de neutralización del compuesto polimérico de fenazonio con una base.