

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 870 248**

51 Int. Cl.:

**C07C 311/60** (2006.01)

**B41M 5/333** (2006.01)

**B41M 5/323** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.07.2017** **PCT/EP2017/067044**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.01.2018** **WO18015178**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.07.2017** **E 17737776 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.03.2021** **EP 3484848**

54 Título: **Material de registro termosensible**

30 Prioridad:

**18.07.2016 DE 102016113203**

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

**26.10.2021**

73 Titular/es:

**PAPIERFABRIK AUGUST KOEHLER SE (100.0%)**  
**Hauptstrasse 2**  
**77704 Oberkirch, DE**

72 Inventor/es:

**HORN, MICHAEL y**  
**ZIERINGER, KERSTIN**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 870 248 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

## Material de registro termosensible

5 La invención se refiere a un revelador de color, a un material de impresión termosensible que comprende un sustrato portador y una capa formadora de color termosensible que contiene al menos un formador de color y al menos este revelador de color, un procedimiento para su fabricación, así como el uso del revelador de color sin fenol contenido en el material de impresión termosensible.

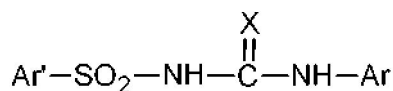
10 Los materiales de registro termosensibles para la aplicación de impresión térmica directa, que tienen una capa formadora de color termosensible (capa de reacción térmica) aplicada a un sustrato portador, se conocen desde hace mucho tiempo. La capa formadora de color termosensible suele contener un formador de color y un revelador de color, que reaccionan entre sí bajo la influencia del calor, dando lugar al desarrollo del color. Los reveladores de color  
 15 fenólicos de bajo costo, como, por ejemplo, el bisfenol A y el bisfenol S, con los cuales se pueden obtener materiales de registro termosensibles, se utilizan ampliamente para obtener materiales de impresión termosensibles que tienen un perfil de rendimiento aceptable para numerosas aplicaciones. También se conocen los materiales de impresión termosensibles que contienen un revelador de color no fenólico en la capa formadora de color termosensible. Estos fueron desarrollados para mejorar la estabilidad de la imagen impresa, en particular, también cuando el material de impresión termosensible se almacena durante mucho tiempo o entra en contacto con sustancias hidrofóbicas, como  
 20 materiales que contienen plastificantes o aceites. Ante el trasfondo de los debates públicos sobre el potencial tóxico de los productos químicos bisfenólicos, el interés por los reveladores de tinta no fenólicos ha aumentado considerablemente. El objetivo aquí ha sido evitar las desventajas de los reveladores de color bisfenólicos, pero al menos mantener y preferiblemente aumentar, las características de rendimiento técnico que se pueden lograr con los reveladores de color fenólicos.

25 El estado de la técnica sobre los reveladores de color no fenólicos revela características estructurales comunes a pesar de la gran diversidad química de estas sustancias.

30 De esta manera, una subestructura (tio)ureido 1,3-disustituida (Y-NH-C(X)-NH-Z) constituye una característica común de numerosos reveladores de color no fenólicos. La elección adecuada de los grupos Y y Z puede modular las propiedades funcionales relevantes para su idoneidad como reveladores de color, en particular, la acidez y las propiedades de donante de puentes de hidrógeno.

35 El uso de reveladores de color con estructuras de sulfonil-urea -SO<sub>2</sub>-NH-CO-NH- está ampliamente difundido, ya que son relativamente fáciles de preparar y los materiales de registro termosensibles preparados con ellos tienen propiedades de aplicación relativamente buenas.

En el documento EP 0 526 072 A1 se revelan reveladores de color de la clase de las sulfonil(tio)ureas aromáticas de la fórmula



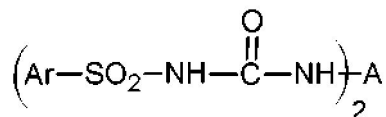
40 en la que X es O u S.

45 Con ellos se pueden obtener materiales de registro termosensibles que se caracterizan por una estabilidad mejorada de la imagen. Además, los materiales de impresión termosensibles basados en estos reveladores de color presentan una sensibilidad térmica útil con una buena blancura superficial, de modo que, con un diseño adecuado de la formulación de la capa formadora de color termosensible, es comparativamente fácil producir altas densidades de impresión utilizando las impresoras térmicas disponibles en el mercado.

50 El documento WO 0 035 679 A1 divulga compuestos aromáticos y heteroaromáticos de sulfonil(tio)urea (X = S u O) y/o sulfonilguanidinas (X = NH) de la fórmula anterior, en la que Ar está unido a otros grupos aromáticos por un grupo enlazador divalente. Un revelador no fenólico de esta clase, metil-N-[[[3-[[[4-metilfenil]sulfonil] oxil]fenil]amino]carbonil]-bencensulfonamida (nombre comercial Pergafast 201®, BASF), que se utiliza ampliamente en la práctica, se caracteriza por un equilibrio de las propiedades de aplicación de los materiales de impresión termosensibles preparados con este revelador de color. En particular, tienen una buena respuesta dinámica y una gran resistencia a  
 55 las sustancias hidrofóbicas en comparación con los materiales de impresión obtenidos con reveladores de color (bis)fenólicos.

También se han descrito en muchas oportunidades las unidades de sulfonilurea unidas por medio de un grupo de enlace A di- o plurivalente, por ejemplos, los compuestos bis-sulfonilurea, de la fórmula

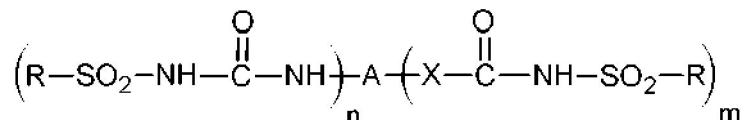
60



en su función de reveladores (véase EP 0 535 887 A1, EP 0 542 556 A1, EP 0 604 832 B1, EP 0 620 122 A1 y EP 1 044 824 A2).

5 En la práctica se usa sobre la N,N'-[metilenbis(4,1-fenilenoiminocarbonil)]bis[4-metil-bencensulfonamida] (B-TUM).

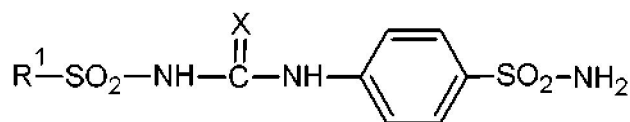
La combinación de una estructura de sulfonilurea con un grupo N-sulfonil-(tiol)uretano de la fórmula



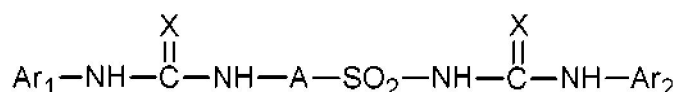
10 en la que R es un resto aromático, A es un grupo de enlace orgánico (m+n)-valente y X= O o S, es objeto del documento JP H 0 664 335.

Se describe una mayor estabilidad de la imagen impresa a los agentes hidrofóbicos para los materiales de registro sensibles al calor producidos con estos reveladores de color. Sin embargo, el acceso sintético a estos reveladores de color es problemático cuando se desean materiales químicamente uniformes.

15 El JP H 0 858 242 combina subestructuras de sulfonilurea con grupos sulfonamida primarios para obtener reveladores de la fórmula

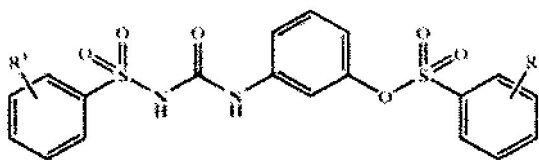


20 El documento JP H 11-263067 divulga los reveladores de color de las subestructuras (tio)urea y sulfonil-(tio)ureas unidas por una unidad de enlace aromático de la fórmula



25 El documento EP 0 701 905 A1 divulga un material de registro termosensible que comprende un compuesto aromático que tiene al menos un grupo de la fórmula  $-\text{SO}_2\text{NHCXNH}-$ , en la que X es un átomo de O o de S.

30 El documento US 2004/029056 divulga un material de registro termosensible que comprende un compuesto de la fórmula



35 Los materiales de grabación termosensibles al calor basados en la química de la sulfonilurea y obtenidos con reveladores de tinta no fenólicos tienen en común que muestran un buen rendimiento en algunas propiedades relevantes para la aplicación, pero revelan debilidades en otras.

Por ejemplo, una alta estabilidad de la escritura a las sustancias hidrofóbicas por lo general conlleva una modesta sensibilidad de respuesta (sensibilidad dinámica) en la impresora térmica, que efectivamente sólo puede mejorarse mediante el uso de grandes cantidades de auxiliares de fusión a veces muy especiales (disolventes térmicos especiales, agentes sensibilizadores especiales).

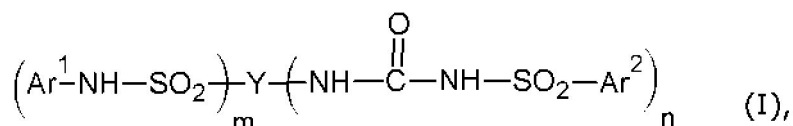
40 Por otro lado, se pueden conseguir con relativa facilidad valores de sensibilidad dinámica elevados con ciertos reveladores de color no fenólicos, aunque la estabilidad del tipo de la imagen del texto es modesta. Esta deficiencia

puede subsanarse con la ayuda de agentes antioxidantes (estabilizadores), pero a costa de una formulación más compleja y costosa de la capa de registro.

Por lo tanto, es un objeto de la presente invención remediar las desventajas descritas anteriormente del estado de la técnica. En particular, es tarea de la presente invención proporcionar un revelador de color y un material de impresión termosensible que contenga el mismo, que tenga un perfil de propiedades técnicas de aplicación equilibrado y alcance al menos las prestaciones de los materiales de grabación termosensibles basados en reveladores de color no fenólicos conocidos, sin tener que depender de componentes de formulación especiales en la capa funcional termosensible, como agentes antioxidantes, o auxiliares de fusión especiales con disponibilidad limitada y/o precio elevado. Una de las principales tareas de la invención era proporcionar reveladores de tinta que permitieran la formación de complejos de tinta muy estables y, por tanto, permitieran una durabilidad significativamente mayor de la imagen impresa del material de registro termosensible en comparación con la técnica anterior.

De acuerdo con la invención, esta tarea se resuelve utilizando un compuesto de acuerdo con la reivindicación 1 en un material de registro termosensible de acuerdo con la reivindicación 9.

El compuesto de acuerdo con la reivindicación 1 posee la fórmula (I),



en la que m y n son independientemente entre sí > 1, Ar<sup>1</sup> es un resto fenilo no sustituido, 1-naftilo no sustituido, 2-naftilo no sustituido, un resto fenilo monosustituido, un resto 1-naftilo monosustituido o un resto 2-naftilo monosustituido en el que el resto fenil monosustituido, el resto 1-naftilo monosustituido o el resto 2-naftilo monosustituido está sustituido por un alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>, un alquenilo, un alquinilo, un bencilo, un resto RO, halógeno, ROC, RO<sub>2</sub>C, CN, NO<sub>2</sub>, R-SO<sub>2</sub>O, RO-SO<sub>2</sub>, RNH-SO<sub>2</sub>, R-SO<sub>2</sub>NH, R-NH-CO-NH, R-SO<sub>2</sub>-NH-CO-NH, un resto R-NH-CO-NH-SO<sub>2</sub> o un resto R-CO-NH, siendo R un alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>, alquenilo, alquinilo, fenilo, tolilo o bencilo, Ar<sup>2</sup> es un resto fenil no sustituido o sustituido, e Y es al menos un grupo benceno o naftaleno (m+n) sustituido.

Preferentemente m es 1 o 2, especialmente preferente es 1.

Preferentemente n es 1 o 2, especialmente preferente es 1.

Preferentemente m es 1 y n es 1, m es 1 y n es 2 o m es 2 y n es 2.

Preferentemente Ar<sup>1</sup> es un resto 4-alcoxycarbonilfenilo. Este brinda resultados especialmente buenos.

Preferentemente el resto aromático sustituido, en particular, el resto fenilo sustituido, está sustituido con un resto alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>, un resto alquenilo, alquinilo, bencilo, un resto RO, un resto halógeno, ROC, RO<sub>2</sub>C, CN, NO<sub>2</sub>, R-SO<sub>2</sub>O, RO-SO<sub>2</sub>, R-NH-SO<sub>2</sub>, R-SO<sub>2</sub>NH, R-NH-CO-NH-, R-SO<sub>2</sub>-NH-CO-NH, R-NH-CO-NH-SO<sub>2</sub> o un resto R-CO-NH, mientras R es un resto fenilo o p-tolilo. Ar<sup>1</sup> también puede ser un resto aromático plurisustituido.

Preferentemente Ar<sup>2</sup> es un resto fenilo es un fenilo no sustituido o un resto fenilo monosustituido. El resto fenilo monosustituido preferentemente está sustituido con un resto alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, especialmente preferente con un resto metilo y muy especialmente preferente está sustituido con un resto 4-metilo o con un resto halógeno.

De manera particularmente preferente, Y es un grupo benceno (m+n) sustituido. De manera particularmente preferente, la suma de (m+n) es 2, 3 o 4, especialmente 2, es decir, Y es un grupo fenileno, ya que tales compuestos pueden prepararse de manera económica.

En una realización preferida, Ar<sup>1</sup> es un resto fenilo no sustituido o un resto fenilo monosustituido, Ar<sup>2</sup> es un resto fenilo no sustituido o un resto fenilo monosustituido, e Y es un grupo benceno (m+n) sustituido.

Los compuestos de fórmula (I) particularmente preferidos se muestran en la siguiente Tabla 1.

Tabla 1: Compuestos preferidos de fórmula (I) con los significados indicados para el grupo Y, el resto Ar<sup>1</sup>, el resto Ar<sup>2</sup>, m y n (R= como se ha mencionado anteriormente).

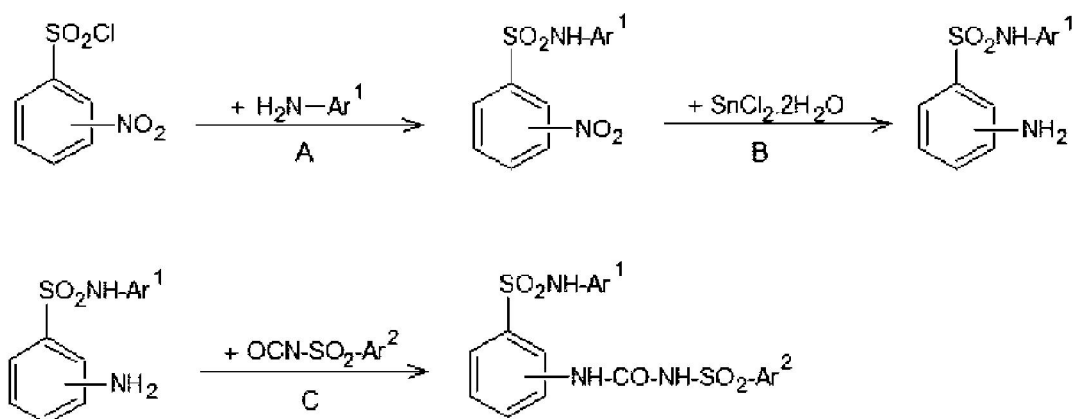
| Y        | Ar <sup>1</sup> | Ar <sup>2</sup> | m | n |
|----------|-----------------|-----------------|---|---|
| fenileno | fenilo          | fenilo          | 1 | 1 |

(continuación)

|                         |                                                              |                                                              |   |   |
|-------------------------|--------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|---|---|
| fenileno                | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>5</sub> | fenilo                                                       | 1 | 1 |
| fenileno                | Fenilo sustituido con RO                                     | fenilo                                                       | 1 | 1 |
| fenileno                | Fenilo sustituido con RO <sub>2</sub> C                      | fenilo                                                       | 1 | 1 |
| fenileno                | Fenilo sustituido con halógeno                               | fenilo                                                       | 1 | 1 |
| fenileno                | Fenilo sustituido con R-NH-CO-NH                             | fenilo                                                       | 1 | 1 |
| fenileno                | fenilo                                                       | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| fenileno                | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>5</sub> | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| fenileno                | Fenilo sustituido con RO                                     | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| fenileno                | Fenilo sustituido con RO <sub>2</sub> C                      | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| fenileno                | Fenilo sustituido con halógeno                               | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| fenileno                | Fenilo sustituido con R-NH-CO-NH                             | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| Benceno trisustituido   | fenilo                                                       | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 1 | 2 |
| Benceno trisustituido   | fenilo                                                       | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 1 | 2 |
| Benceno tetrasustituido | fenilo                                                       | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 2 | 2 |
| Benceno tetrasustituido | fenilo                                                       | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 2 | 2 |
| Benceno tetrasustituido | Fenilo sustituido con RO <sub>2</sub> C                      | Fenilo sustituido con alquilo C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> | 2 | 2 |

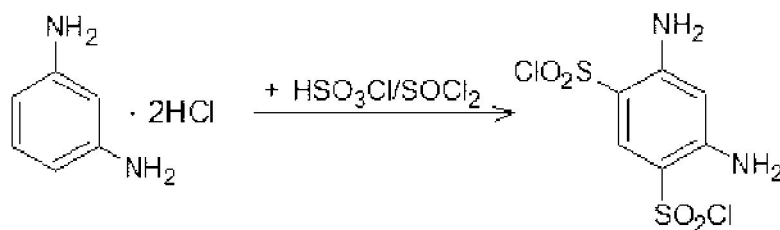
La preparación del compuesto de fórmula (I) de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo según procedimientos en sí conocidos. El siguiente esquema de reacción ilustra una posible vía de síntesis para el compuesto de fórmula (I) de acuerdo con la invención, tomando como ejemplo los compuestos I a XXXII (véase la Tabla 2).

5



Los compuestos XXXIII-XXXIV incluidos en el compuesto de fórmula (I) de acuerdo con la invención (véase, Tabla 2) puede convertirse según el siguiente esquema de reacción partiendo de los correspondientes cloruros de bis-aminosulfono (G. Barnikow, K. Krüger, G. Hilgetag, Z. Chem., 6,(7), 262 (1966)) en la bis-aminobencen-bis-sulfoanilida y posteriormente se procesa hasta el producto final.

10



Las realizaciones preferentes indicadas en relación con el compuesto de la fórmula (I) también se aplican para el procedimiento para su preparación.

Como se ha mencionado anteriormente, la presente invención también se refiere a un material de impresión termosensible que comprende un sustrato de soporte, al menos un formador de color y al menos un revelador de color sin fenol que contiene una capa formadora de color termosensible, donde el al menos un revelador de color sin fenol es el compuesto de la fórmula (I) descrito anteriormente.

El compuesto de la fórmula (I) está preferiblemente presente en una cantidad de aproximadamente 3 % a aproximadamente 35 % en peso, especialmente preferente presente en una cantidad de aproximadamente 10 % a aproximadamente 25 % en peso basado en el contenido total de sólidos de la capa termosensible.

La selección del sustrato de soporte no es crítica. Sin embargo, se prefiere utilizar papel, papel sintético y/o una película de plástico como sustrato de soporte.

En su caso, existe al menos una capa intermedia entre el sustrato de soporte y la capa termosensible. Además, en el material de registro termosensible de acuerdo con la invención puede haber al menos una capa protectora y/o al menos una capa que promueva la capacidad de impresión o las propiedades de barrera, y estas capas pueden aplicarse a la cara anterior o posterior del sustrato.

Con respecto a la elección del formador de color, la presente invención tampoco está sujeta a ninguna limitación significativa. Sin embargo, es preferible que el formador de color sea un colorante del tipo trifenilmetano, del tipo fluorano, del tipo naftalina y/o del tipo fluoreno. Un formador de color particularmente preferido es un colorante de tipo fluorano, ya que su disponibilidad y sus equilibradas propiedades relacionadas con la aplicación permiten proporcionar un material de registro con una atractiva relación precio/rendimiento.

Los colorantes especialmente preferentes del tipo fluorano son:

3-dietilamino-6-metil-7-anilino fluorano,  
 3-(N-etil-N-p-toludinamino)-6-metil-7-anilino fluorano,  
 3-(N-etil-N-isoamilamino)-6-metil-7-anilino fluorano,  
 3-dietilamino-6-metil-7-(o,p-dimetilanilino) fluorano,  
 3-pirrolidino-6-metil-7-anilino fluorano,  
 3-(ciclohexil-N-metilamino)-6-metil-7-anilino fluorano,  
 3-dietilamin-7-(m-trifluorometilanilino) fluorano,  
 3-N-n-dibutilamin-6-metil-7-anilino fluorano,  
 3-dietilamino-6-metil-7-(m-metilanilino) fluorano,  
 3-N-n-dibutilamin-7-(o-cloroanilino) fluorano,  
 3-(N-etil-N-tetrahydrofurilamin)-6-metil-7-anilino fluorano,  
 3-(N-metil-N-propilamin)-6-metil-7-anilino fluorano,  
 3-(N-etil-N-etoxipropilamin)-6-metil-7-anilino fluorano,  
 3-(N-etil-N-isobutilamin)-6-metil-7-anilino fluorano y/o 3-dipentilamin-6-metil-7-anilino fluorano.

Los formadores de color pueden utilizarse como materiales individuales o como cualquier mezcla de dos o más formadores de color, siempre que las propiedades de aplicación deseables de los materiales de impresión no sufran por ello.

El formador de color está presente preferentemente en una cantidad de aproximadamente 5 a aproximadamente 30 % en peso, especialmente preferente en una cantidad de aproximadamente 8 a aproximadamente 20 % en peso, basada en el contenido total de sólidos de la capa termosensible.

Para controlar las propiedades de aplicación específicas, puede ser ventajoso tener al menos dos de los compuestos correspondientes a la fórmula general (I) presentes como reveladores de color en la capa termosensible. Del mismo modo, uno o más reveladores de color (bis)fenólicos o no fenólicos pueden estar presentes además de los compuestos de fórmula (I) en la capa formadora de color termosensible.

Además del al menos un formador de color y del al menos un revelador de color, pueden estar presentes en la capa formadora de color termosensible uno o más agentes sensibilizadores, también llamados disolventes térmicos o auxiliares de fusión, lo que tiene la ventaja de facilitar el control de la sensibilidad a la presión térmica.

5 Por lo general, se consideran ventajosamente como agentes sensibilizadores las sustancias cristalinas cuyo punto de fusión está entre unos 90 y unos 150 °C y que disuelven los componentes formadores de color (formador de color y revelador de color) en el estado fundido sin interferir en la formación del complejo de color.

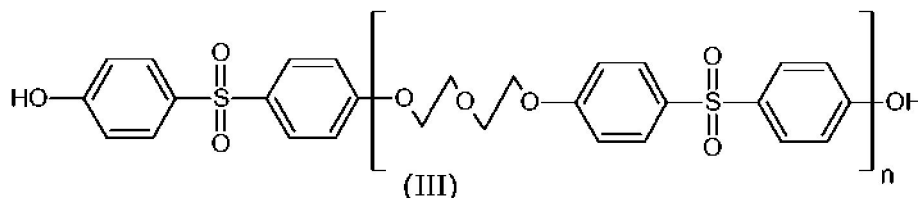
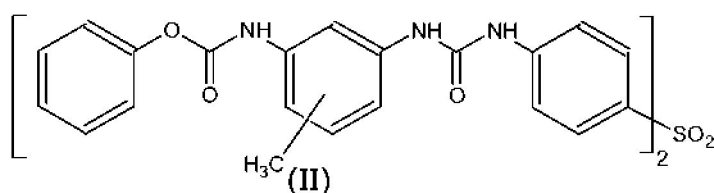
10 Preferentemente, el sensibilizador es una amida de ácido graso, como la estearamida, la beheneamida o la palmitamida, una amida de ácido bis-etilen-graso, como la amida de ácido *N,N'*-etilen-bis-esteárico o la amida de ácido *N,N'*-etilen-bis-oleico, una amida de ácido graso alcanolamida, como *N*-(hidroximetil)estearamida, *N*-hidroximetilpalmitamida o hidroxietilestearamida, una cera, como la cera de polietileno o la cera montana, un éster de ácido carboxílico, como el tereftalato de dimetilo, tereftalato de dibencilo, benzoato de bencil-4-benciloxi, oxalato de di-(4-metilbencilo), oxalato de di-(4-clorobencilo) u oxalato de di-(4-bencilo), cetonas, como el 4-acetilbifenilo, un éter aromático, como 1,2-difenoxi-etano, 1,2-di-(3-metilfenoxi)etano, 2-benciloxinaftaleno, 1,2-bis-(fenoximetil)benceno o 1,4-dietoxinaftaleno, una sulfona aromática, como difenil sulfona, y/o una sulfonamida aromática, como bencensulfonanilida o *N*-bencil-4-toluensulfonamida.

20 El sensibilizador está preferiblemente presente en una cantidad de aproximadamente 10 a aproximadamente 40 % en peso, especialmente preferente en una cantidad de aproximadamente 15 a aproximadamente 25 % en peso, basada en el contenido total de sólidos de la capa termosensible.

25 En otra realización preferida, al menos un estabilizador (agente antioxidante) está opcionalmente presente en la capa formadora de color termosensible además del formador de color, el revelador de color sin fenol y el agente sensibilizador.

30 Como estabilizador preferiblemente se usan fenoles con impedimentos estéricos, especialmente preferentemente 1,1,3-tris-(2-metil-4-hidroxi-5-ciclohexil-fenil)butano, 1,1,3-tris-(2-metil-4-hidroxi-5-terc-butilfenil)butano, 1,1-bis-(2-metil-4-hidroxi-5-terc-butil-fenil)butano.

35 También los compuestos de urea-uretano (producto comercial UU) o los éteres derivados de la 4,4'-dihidroxidifenilsulfona, como 4-benciloxi-4'-(2-metilglicidiloxi)-difenilsulfona (nombre comercial NTZ-95®, Nippon Soda Co. Ltd.) o los éteres oligoméricos de la fórmula general (III) (nombre comercial D90®, Nippon Soda Co. Ltd.) pueden utilizarse como estabilizadores en el material de impresión de acuerdo la invención.



Especialmente preferentes son los compuestos urea-uretano de la fórmula general (II).

40 El estabilizador está presente preferentemente en una cantidad de 0,2 a 0,5 partes en peso, basada en el al menos un revelador de color sin fenol del compuesto de la fórmula (I).

45 En otra realización preferida, al menos un aglutinante está presente en la capa formadora de color termosensible. Se trata preferentemente de almidones solubles en agua, derivados del almidón, biolátex a base de almidón del tipo EcoSfere®, metilcelulosa, hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosas, alcoholes polivinílicos parcial o totalmente saponificados, alcoholes polivinílicos químicamente modificados o copolímeros de anhídrido estireno-málico, copolímeros de estireno-butadieno, copolímeros de (me)acrilamida, terpolímeros de metacrilato de acrilamida, poliácridatos, ésteres poli(me)acrílicos, copolímeros de acrilato-butadieno, acetatos de polivinilo y/o copolímeros de nitrilo-butadieno.

En otra realización preferida, al menos un agente separador (agente antiadherente) o lubricante está presente en la capa formadora de color termosensible. Estos agentes son preferiblemente sales metálicas de ácidos grasos, como, por ejemplo, estearato de zinc o estearato de calcio, o también sales de behenato, ceras sintéticas, por ejemplo en forma de amidas de ácidos grasos, como, por ejemplo, amida de ácido esteárico y amida de ácido behénico, alcanolamidas de ácidos grasos, como, por ejemplo, metamida de ácido esteárico, metilolamida del ácido esteárico, ceras de parafina de diferentes puntos de fusión, ceras de éster de diferentes pesos moleculares, ceras de etileno, ceras de propileno de diferentes durezas y/o ceras naturales, como la cera de carnauba o la cera de montana.

El agente separador está presente preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 % en peso, especialmente preferente en una cantidad de aproximadamente 3 a aproximadamente 6 % en peso, basada en el contenido total de sólidos de la capa termosensible.

En otra realización preferida, la capa termosensible formadora de color contiene pigmentos. El uso de estos tiene, entre otras cosas, la ventaja de que pueden fijar en su superficie la fusión química formada en el proceso de impresión térmica. Los pigmentos también pueden utilizarse para controlar la blancura y la opacidad de la superficie de la capa formadora de tinta termosensible y su imprimibilidad con tintas convencionales. Por último, los pigmentos tienen una "función extensora", por ejemplo, para los productos químicos relativamente caros que forman el color.

Los pigmentos particularmente adecuados son pigmentos inorgánicos, tanto de origen sintético como natural, preferiblemente arcillas, carbonatos de calcio precipitados o naturales, óxidos de aluminio, hidróxidos de aluminio, ácidos silícicos, ácidos sílices precipitados y pirógenos (por ejemplo, los tipos Aerodisp®), tierras diatomeas, carbonatos de magnesio, talco, pero también pigmentos orgánicos como los pigmentos huecos con una pared de copolímero de estireno/ acrilato o polímeros de condensación de urea/formaldehído. Se pueden utilizar solos o en cualquier mezcla.

Los pigmentos están presentes preferentemente en una cantidad de aproximadamente 20 a aproximadamente 50 % en peso, especialmente preferente en una cantidad de aproximadamente 30 a aproximadamente 40 % en peso, basada en el contenido total de sólidos de la capa termosensible.

Para controlar la blancura de la superficie del material de impresión termosensible de la invención, se pueden incorporar blanqueadores ópticos a la capa termosensible formadora de color. Se trata preferentemente de estilbenos.

Para mejorar ciertas propiedades de recubrimiento, se prefiere en casos individuales adicionar otros constituyentes, en particular, auxiliares reológicos, como espesantes y/o tensioactivos, a los constituyentes obligatorios del material de impresión termosensible de acuerdo con la invención.

Tal como se mencionó precedentemente, la capa formadora de color termosensible por lo tanto preferentemente puede contener aditivos habituales, como, por ejemplo, agentes sensibilizantes, estabilizadores, aglutinantes, agentes separadores, pigmentos y/o clarificantes.

Es preferible que el peso de aplicación de la superficie de la capa termosensible (seca) sea de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 g/m<sup>2</sup>, preferiblemente de aproximadamente 3 a aproximadamente 6 g/m<sup>2</sup>.

En una realización especialmente preferente, el material de registro termosensible es uno de acuerdo con la reivindicación 10, en el que se utiliza un colorante de tipo fluorano como formador de color y además presenta un sensibilizador seleccionado del grupo que consiste en amidas de ácidos grasos, sulfonas aromáticas y/o éteres aromáticos. En esta realización preferida, también es ventajoso tener desde aproximadamente 1,5 a aproximadamente 4 partes en peso del revelador de color sin fenol de la reivindicación 1, basado en el formador de color.

Las realizaciones preferidas enumeradas en relación con el compuesto de fórmula (I) también se aplican al material de registro termosensible de la invención.

El material de registro termosensible de acuerdo con la invención puede obtenerse mediante procedimientos de preparación conocidos.

Sin embargo, se prefiere obtener el material de registro de acuerdo con la invención mediante un procedimiento en el que una suspensión acuosa que contiene los materiales de partida de la capa formadora de color termosensible se aplica a un sustrato portador y se seca, teniendo la suspensión de aplicación acuosa un contenido de sólidos de aproximadamente 20 a aproximadamente 75% en peso, preferiblemente de alrededor de 30 a alrededor de 50 % en peso, y aplicándose y secándose mediante el proceso de recubrimiento por cortina a una velocidad de funcionamiento del sistema de recubrimiento de al menos aproximadamente 400 m/min.

Este proceso es particularmente ventajoso desde el punto de vista económico.

Si el valor del contenido de sólidos cae por debajo de aproximadamente el 20 % en peso, la economía se deteriora, ya que hay que eliminar una gran cantidad de agua del recubrimiento mediante un secado suave en poco tiempo, lo

que tiene un efecto perjudicial en la velocidad de recubrimiento. Por otro lado, si se supera el valor del 75 % en peso, esto sólo conlleva un mayor esfuerzo técnico para garantizar la estabilidad de la cortina de color del recubrimiento durante el proceso de recubrimiento.

5 Como se ha mencionado anteriormente, es ventajoso producir el material de registro termosensible de acuerdo con la invención mediante un proceso en el que la suspensión de recubrimiento acuosa se aplica mediante el proceso de recubrimiento de cortina a una velocidad de funcionamiento del sistema de recubrimiento de al menos unos 400 m/min. El llamado proceso de revestimiento de cortina es conocido por el experto y se caracteriza por los siguientes criterios:  
10 En el proceso de recubrimiento por cortina (proceso de curtain-coating), se forma una cortina de caída libre de una dispersión de recubrimiento. Por caída libre, la dispersión de recubrimiento presente en forma de una película fina (cortina) se "vierte" sobre un sustrato para aplicar la dispersión de recubrimiento al sustrato. El documento DE 10196052 T1 divulga el uso del proceso de recubrimiento por cortina en la producción de materiales de registro de información, incluidos los materiales de registro sensibles al calor, en el que las capas de registro multicapa se producen aplicando la cortina formada por varias películas de dispersión de recubrimiento a los sustratos (velocidad  
15 máxima de 200 m/min).

El ajuste de la velocidad de funcionamiento del sistema de recubrimiento a por lo menos unos 400 m/min tiene ventajas tanto operativas como técnicas. De manera particularmente preferente, la velocidad de funcionamiento es de al menos unos 750 m/min, muy especialmente preferente unos 1000 m/min y muy especialmente preferente unos 1500 m/min.  
20 En particular, fue sorprendente comprobar que, incluso a esta última velocidad, el material de registro termosensible obtenido no se ve afectado en modo alguno y que el rendimiento de la operación es óptimo incluso a esta alta velocidad.

En una realización preferida del procedimiento de acuerdo con la invención, la suspensión acuosa desgasificada de grabación tiene una viscosidad de aproximadamente 150 a aproximadamente 800 mPas (Brookfield, 100 rpm, 20 °C). Si la viscosidad cae por debajo del valor de unos 150 mPas o supera el valor de unos 800 mPas, se produce una mala fluidez de la composición de recubrimiento en la unidad de recubrimiento. De manera particularmente preferente, la viscosidad de la suspensión acuosa de recubrimiento desaireada es de unos 200 a unos 500 mPas.

30 En una realización preferida, la tensión superficial de la suspensión acuosa de recubrimiento puede ajustarse a unos 25 a unos 60 mN/m, preferiblemente a unos 35 a unos 50 mN/m (medidos según el método del anillo estático según Du Noüy, DIN 53914), para optimizar el proceso.

La formación de la capa formadora de color termosensible puede tener lugar en línea o en un proceso de recubrimiento separado fuera de línea. Esto también se aplica a cualquier capa aplicada posteriormente o a las capas intermedias.

Es ventajoso si la capa de formación de color termosensible seca se somete a una operación de alisado. Preferentemente, el alisado de la superficie del material de registro se lleva a cabo con un dispositivo de alisado de calzado según el documento DE 102004029261 B4. En este caso, es ventajoso establecer la suavidad Bekk, medida  
40 según la norma ISO 5627, entre 100 y 1000 segundos aproximadamente, preferiblemente entre 250 y 600 segundos aproximadamente.

La rugosidad de la superficie (PPS) según la norma ISO 8791-4 está en el rango de aproximadamente 0,50 a aproximadamente 2,50 µm, preferentemente entre 1,00 -2,00 µm.

45 Las realizaciones preferidas enumeradas en relación con el compuesto de fórmula (I) también se aplican al procedimiento de acuerdo con la invención para producir el material de registro termosensible según la invención.

La presente invención también se refiere a un material de registro termosensible que se puede obtener por el procedimiento descrito anteriormente.

El procedimiento descrito anteriormente es ventajoso desde el punto de vista económico y permite un alto control del procedimiento de la revestidora incluso a una velocidad de más de 1500 m/min sin afectar al producto del proceso, es decir, al material de registro termosensible de acuerdo con la invención. El control del procedimiento puede ser en  
55 línea y fuera de línea, lo que supone una flexibilidad deseable.

El material de registro termosensible de acuerdo con la invención no contiene fenol, y es muy adecuado para aplicaciones de punto de venta y/o etiquetas. También es adecuado para la producción de tickets de estacionamiento, boletos de transporte, entradas de admisión, boletos de lotería, boletos de apuestas, etc., que pueden ser impresos  
60 por métodos térmicos directos, y garantiza una alta resistencia de las imágenes grabadas en ellos bajo un almacenamiento prolongado, incluso bajo condiciones climáticas severas en términos de temperatura y humedad ambiental, y del contacto de la imagen escrita con sustancias hidrofóbicas, tales como plastificantes, materiales grasos o aceitosos, etc.

Sorprendentemente, se ha demostrado que es posible obtener, con el revelador de color de la fórmula (I), materiales de registro termosensibles caracterizados por una destacada resistencia del tipo de letra a los agentes hidrofóbicos. También se consiguen buenas sensibilidades de presión dinámica.

- 5 Sin que ello sea vinculante, se cree que la estabilidad del complejo de color obtenido con el compuesto o revelador de color de fórmula (I) se consigue gracias a que la fracción de sulfonamida -SO<sub>2</sub>-NH-Ar<sup>1</sup> proporciona una capacidad adicional de donante de enlace de hidrógeno para estabilizar el complejo de color, dándose especial importancia a la posibilidad de modular la acidez de esta unidad estructural mediante restos Ar<sup>1</sup> adecuadamente sustituidos.

- 10 La invención se explica en detalle a continuación con referencia a ejemplos no limitantes.

#### EJEMPLOS:

Preparación de los compuestos de fórmula (I) de acuerdo con la invención.

- 15 Los compuestos I-XXXII (Tabla 2) se prepararon como sigue:

Paso A - Preparación de nitroarilsulfonanilidas.

- 20 A una mezcla de 55 mmol de amina aromática y 50 mmol de piridina, se adicionaron con agitación 50 mmol del cloruro de nitroarilsulfonilo en porciones. La mezcla se calentó brevemente (5-10 min) hasta 95-100°C, se enfrió y se trituró con 100-150 ml de ácido clorhídrico (2mol/l). Después de la depuración, la mezcla se lavó con agua neutra y se secó. Las nitroarilsulfonanilidas se utilizaron en el paso B sin purificación previa.

- 25 Paso B - Reducción del grupo nitro a la amina primaria.

Se disolvieron 40 mmol del producto del paso A en 140 ml de etilacetato, se adicionaron 140 mmol de SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O con agitación y se calienta a reflujo. El curso de la reacción se controló mediante DC (medio eluyente ciclohexano/etilacetato 1:1). Una vez completada la reacción (aprox. 2 - 3 h), se diluyó con 140 ml de etilacetato, se adicionó una solución acuosa de K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> al 10 % y se agitó durante 30 min a temperatura ambiente. Los compuestos de Sn se filtraron y la fase acuosa se separó de la fase orgánica en el filtrado. Esta última se agitó dos veces con 100 ml de una solución saturada de cloruro sódico y se secó sobre MgSO<sub>4</sub>. Tras la evaporación del disolvente, se obtuvo la aminoaril sulfanilida como un sólido. La purificación se realizó por recristalización a partir de metanol acuoso.

- 35 Paso C - Preparación de los compuestos de sulfonilurea.

Se disolvieron 15 mmol del producto del paso B en diclorometano (60-100 ml) y se adicionaron 15 mmol de isocianato de sulfonilo en porciones a temperatura ambiente con agitación. La reacción se controló por DC (medio eluyente n-hexano/ CHCl<sub>3</sub>/ CH<sub>3</sub>OH 4:2:1). Una vez completada la reacción, el producto precipitado se filtró, se lavó con diclorometano y se secó a < 70°C.

- 40 Los compuestos XXXIII - XXXIV (Tabla 2), a partir de los correspondientes cloruros de bis-amina sulfonil (Esquema 2, G. Barnikow, K. Krüger, G. Hilgetag, Z. Chem., 6,(7), 262 (1966)), se convirtieron en las bis-aminobenceno bis-sulfonanilidas según la prescripción general del Paso A, y éstas en los productos finales según la prescripción del Paso C.

La preparación de los compuestos de partida es conocida o están disponibles comercialmente.

Tabla 2 Recopilación de compuestos seleccionados de fórmula (I).

50

|      | Y            | Ar <sup>1</sup>                                                                  | Ar <sup>2</sup>                                  | m | n |
|------|--------------|----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|---|---|
| I    | 1,2-fenileno | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                                                    | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                    | 1 | 1 |
| II   | 1,2-fenileno | 2-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                 | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                    | 1 | 1 |
| III  | 1,2-fenileno | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                 | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                    | 1 | 1 |
| IV   | 1,2-fenileno | 4-OCH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                    | 1 | 1 |
| V    | 1,2-fenileno | 2-(CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                    | 1 | 1 |
| VI   | 1,2-fenileno | 4-(CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>               | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                    | 1 | 1 |
| VII  | 1,2-fenileno | 3-Cl-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                               | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                    | 1 | 1 |
| VIII | 1,2-fenileno | 2-(NH-CO-NH-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>        | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                    | 1 | 1 |
| IX   | 1,2-fenileno | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                                                    | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| X    | 1,2-fenileno | 2-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                 | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XI   | 1,2-fenileno | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                 | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XII  | 1,2-fenileno | 3-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                 | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XIII | 1,2-fenileno | 4-OCH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XIV  | 1,2-fenileno | 2-(CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |

(continuación)

|        | Y                      | Ar <sup>1</sup>                                                                                        | Ar <sup>2</sup>                                  | m | n |
|--------|------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|---|---|
| XV     | 1,2-fenileno           | 4-(CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                     | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XVI    | 1,2-fenileno           | 2-Cl-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                                                     | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XVII   | 1,2-fenileno           | 3-Cl-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                                                     | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XVIII  | 1,2-fenileno           | 4-Cl-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                                                     | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XIX    | 1,2-fenileno           | 4-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                        | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XX     | 1,2-fenileno           | 2-OCH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                                      | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXI    | 1,2-fenileno           | 3-(O-SO <sub>2</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -4-CH <sub>3</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXII   | 1,2-fenileno           | 2-(NH-CO-NH-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                              | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXIII  | 1,2-fenileno           | 4-(CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                       | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXIV   | 1,3-fenileno           | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                                                                          | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXV    | 1,3-fenileno           | 2-(NH-CO-NH-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                              | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXVI   | 1,4-fenileno           | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                                                                          | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXVII  | 1,4-fenileno           | 3-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                                       | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXVIII | 1,4-fenileno           | 4-(CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                     | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXIX   | 1,4-fenileno           | 4-Cl-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                                                                     | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXX    | 1,4-fenileno           | 2-(NH-CO-NH-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                              | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXXI   | 1,4-fenileno           | 4-(CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>                       | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 1 |
| XXXII  | Bencen-1,2,4-triilo    | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                                                                          | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 1 | 2 |
| XXXIII | Bencen-1,3,4,6-tetrilo | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                                                                          | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                    | 2 | 2 |
| XXXIV  | Bencen-1,3,4,6-tetrilo | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>                                                                          | 4-CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> | 2 | 2 |

## Datos analíticos

- 5 I, C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>, M = 431.5, *N*-fenil-2-(3-(fenilsulfonil)ureido)bencensulfonamida  
 EM (ESI):m/z (%) = 430.0 (13) [M-H]<sup>+</sup>, 273.0 (100) [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 247.0 (6) [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NCO]<sup>+</sup>.  
 RMN de <sup>1</sup>H (500 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ (ppm) = 11.71 (1H, s), 10.37 (1H, s), 8.72 (1H, s), 8.04 - 7.97 (2H, m), 7.77 (1H, dd, *J* = 8.3, 1.2 Hz), 7.73 (1H, dd, *J* = 8.1, 1.7 Hz), 7.71 (1H, tt, *J* = 7.4, 1.5 Hz), 7.67-7.62 (2H, m), 7.49 (1H, ddd, *J* = 8.3, 7.4, 1.6 Hz), 7.21 - 7.13 (3H, m), 7.02 - 6.97 (3H, m).
- 10 RMN de <sup>13</sup>C (126 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ (ppm) = 149.06 (NH-C(O)NH), 139.71, 136.65, 135.21, 133.62, 133.40, 131.67, 129.09, 129.04, 128.96, 128.82, 127.34, 125.52, 124.59, 120.54.
- 15 II, C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>, M = 445.5, *N*-(2-Tolil)-2-(3-(fenilsulfonil)ureido)bencensulfonamida  
 EM (ESI):m/z (%) = 444.0 (20) [M-H]<sup>+</sup>, 287.0 (100), [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 261.1(10) [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NCO]<sup>+</sup>.  
 RMN de <sup>1</sup>H (500 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ (ppm) = 11.73 (1H, s), 9.73 (1H, s), 8.74 (1H, s), 8.00 - 7.98 (2H, m), 7.83 (1H, dd, *J* = 8.5, 1.1 Hz), 7.70 (1H, tt, *J* = 7.4, 1.6 Hz), 7.66 - 7.60 (3H, m), 7.51 (1H, ddd, *J* = 8.3, 7.6, 1.7 Hz), 7.13 (1H, ddd, *J* = 7.6, 1.1 Hz), 7.05 (1H, ddd, *J* = 8.1, 6.5, 2.2 Hz), 7.03 - 6.97 (3H, m), 1.95 (3H, s).  
 RMN de <sup>13</sup>C (126 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ (ppm) = 148.96 (NH-C(O)NH), 139.78, 135.17, 134.24, 133.72, 133.57, 133.35, 130.68, 129.01, 128.90, 128.43, 127.31, 126.81, 126.56, 126.29, 123.41, 122.77, 17.24 (CH<sub>3</sub>).
- 20 III, C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>, M = 445.5, *N*-(4-Tolil)-2-(3-(fenilsulfonil)ureido) bencensulfonamida  
 EM (ESI):m/z (%) = 287.0 (100) [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 261.1(5) [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NCO]<sup>+</sup>.  
 RMN de <sup>1</sup>H (500 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ (ppm) = 11.74 (1H, s), 10.23 (1H, s), 8.75 (1H, s), 8.04 - 7.99 (2H, m), 7.78 (1H, dd, *J* = 8.4, 1.1 Hz), 7.71 (1H, dd, 8.0, 1.6 Hz), 7.70 (1H, tt, *J* = 7.4, 1.5 Hz), 7.66 - 7.61 (2H, m), 7.46 (1H, ddd, *J* = 8.4, 7.4, 1.6 Hz), 7.14 (1H, ddd, *J* = 7.8, 7.5, 1.2 Hz), 7.00 - 6.94 (2H, m), 6.93 - 6.89 (2H, m), 2.14 (3H, s).  
 RMN de <sup>13</sup>C (126 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ (ppm) = 149.11 (NH-C(O)NH), 139.81, 135.28, 134.11, 133.96, 133.54, 133.38, 129.58, 129.06, 129.01, 127.88, 127.35, 123.66, 123.32, 121.14, 20.25 (CH<sub>3</sub>).
- 25 IV, C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>S<sub>2</sub>, M = 461.5, *N*-(4-metoxifenil)-2-(3-(fenilsulfonil)ureido) bencensulfonamida  
 EM (ESI):m/z (%) = 460.0 (25) [M-H]<sup>+</sup>, 303.0 (100) [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 278.0 (4) [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NCO]<sup>+</sup>.  
 RMN de <sup>1</sup>H (500 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ (ppm) = 11.75 (1H, s), 10.06 (1H, s), 8.76 (1H, s), 8.02 - 7.99 (2H, m), 7.78 (1H, dd, *J* = 8.4, 1.2 Hz), 7.70 (1H, tt, *J* = 7.4, 1.6 Hz), 7.67-7.61 (3H, m), 7.47 (1H, ddd, *J* = 8.4, 7.4, 1.6 Hz), 7.14 (1H, ddd, *J* = 7.9, 7.4, 1.2 Hz), 6.94 - 6.90 (2H, m), 6.77 - 6.72 (2H, m), 3.65 (3H, s).  
 RMN de <sup>13</sup>C (126 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ (ppm) = 156.95 (C-OCH<sub>3</sub>), 149.14 (NH-C(O)NH), 139.82, 135.27, 133.50, 133.37, 129.06, 129.04, 128.93, 127.78, 127.31, 124.02, 123.60, 123.22, 114.32, 55.09 (OCH<sub>3</sub>).
- 30 V, C<sub>22</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>S<sub>2</sub>, M = 503.5, 2-(2-(3-(fenilsulfonil)ureido)fenilsulfonamido) benzoato de etilo  
 EM (ESI):m/z (%) = 501.9 (4) [M-H]<sup>+</sup>, 345.1(100) [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 319.0 (15) [M-H-Ar<sup>2</sup>SO<sub>2</sub>NCO]<sup>+</sup>.  
 RMN de <sup>1</sup>H (500 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ (ppm) = 11.93 (1H, s), 10.73 (1H, s), 8.66 (1H, s), 8.00 - 7.96 (2H, m), 7.81 (1H, dd, *J* = 8.0, 1.6 Hz), 7.77 (2H, 2xddd, *J* = 8.2, 1.4 Hz), 7.69 (1H, tt, *J* = 7.4, 1.6 Hz), 7.64 - 7.59 (2H, m), 7.58 - 7.46 (3H, m), 7.53 (1H, ddd, *J* = 8.3, 7.4, 1.6 Hz), 7.49 (1H, ddd, *J* = 8.3, 7.4, 1.6 Hz), 7.18 (1H, ddd, *J* = 7.7, 7.8, 1.2 Hz), 7.12 (1H, ddd, *J* = 7.9, 7.4, 1.2 Hz), 4.18 (2H, q, *J* = 7.1 Hz), 1.23 (3H, t, *J* = 7.1 Hz).
- 40

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 166.80 ( $\text{CO}_2\text{R}$ ), 149.07 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 139.74, 138.05, 135.04, 134.32, 134.25, 133.38, 130.87, 129.37, 129.02, 127.24, 127.10, 125.52, 124.24, 123.89, 120.15, 117.87, 61.47 ( $\text{OCH}_2\text{CH}_3$ ), 13.71 ( $\text{OCH}_2\text{CH}_3$ ).

5 VI,  $\text{C}_{21}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}_2$ ,  $M = 489.5$ , 4-(2-(3-(fenilsulfonyl)ureido)fenilsulfonamido) benzoato de metilo

EM (ESI): $m/z$  (%) = 488.0 (26)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 331.0 (100)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 305.0 (50)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.68 (1H, s), 10.97 (1H, s), 8.71 (1H, s), 8.03 - 7.99 (2H, m), 7.80 (1H, dd,  $J = 8.1$ , 1.6 Hz), 7.79 - 7.74 (3H, m), 7.71 (1H, tt,  $J = 7.4$ , 1.3 Hz), 7.67 - 7.62 (2H, m), 7.51 (1H, ddd,  $J = 8.3$ , 7.4 1.6 Hz), 7.20 (1H, ddd,  $J = 7.7$ , 1.2 Hz), 7.16 - 7.12 (2H, m), 3.78 (3H, s), 3.35 (1H, q,  $J = 7.0$  Hz), 1.07 (2H, t,  $J = 7.0$  Hz).

10 RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 165.47 ( $\text{CO}_2\text{R}$ ), 149.13 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 141.49, 139.70, 135.17, 133.95, 133.40, 130.52, 129.05, 129.00, 127.99, 127.34, 125.54, 124.87, 124.05, 118.43, 51.84 ( $\text{OCH}_3$ ).

VII,  $\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}_5\text{S}_2$ ,  $M = 465.9$ , *N*-(3-clorofenil)-2-(3-(fenilsulfonyl)ureido) bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 307.0 (100)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 281.0 (26)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

15 RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.70 (1H, s), 10.67 (1H, s), 8.71 (1H, s), 8.02 - 7.99 (2H, m), 7.77 (1H, dd,  $J = 8.4$ , 1.2 Hz), 7.76 (2H, dd,  $J = 8.0$ , 1.6 Hz), 7.70 (1H, tt,  $J = 7.4$ , 1.3 Hz), 7.66 - 7.61 (2H, m), 7.52 (1H, ddd,  $J = 8.4$ , 7.3, 1.6 Hz), 7.22 (1H, ddd,  $J = 9.1$ , 7.9, 1.7 Hz), 7.18 (1H, dd,  $J = 8.1$  Hz), 7.08 (1H, dd,  $J = 2.1$  Hz), 7.03 (1H, ddd,  $J = 8.0$ , 2.1, 0.9 Hz), 6.97 (1H, ddd,  $J = 8.2$ , 2.1, 0.9 Hz).

20 RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.10 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 139.71, 138.33, 135.26, 133.90, 133.43, 133.39, 130.76, 129.04, 128.88, 127.80, 127.31, 124.30, 123.97, 123.83, 119.76, 118.5.

VIII,  $\text{C}_{26}\text{H}_{23}\text{N}_5\text{O}_6\text{S}_2$ ,  $M = 565.6$ , 2-(3-(fenilsulfonyl)ureido)-*N*-(2-(3-fenilureido)fenil)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 564.1 (100)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 407.0 (80)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 381.2 (12)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

25 RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.74 (1H, s), 9.78 (1H, s), 9.47 (1H, s), 8.72 (1H, s), 8.00 (1H, dd,  $J = 8.3$ , 1.4 Hz), 8.00-7.97 (2H, m), 7.84 (1H, dd,  $J = 8.3$ , 1.2 Hz), 7.70 (1H, tt,  $J = 7.5$ , 1.6 Hz), 7.66 (1H, dd,  $J = 8.0$ , 1.6 Hz), 7.65-7.62 (2H, m), 7.58-7.54 (1H, m), 7.54 - 7.51 (2H, m), 7.34 - 7.29 (2H, m), 7.17 (1H, ddd,  $J = 8.0$ , 7.2, 0.9 Hz), 7.05 (1H, ddd,  $J = 8.3$ , 7.4, 1.6 Hz), 7.00 (1H, tt,  $J = 7.4$ , 1.1 Hz), 6.67 (1H, ddd,  $J = 7.8$ , 6.4, 1.5 Hz), 6.42 (1H, dd,  $J = 8.0$ , 1.5 Hz).

30 RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 152.67 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 149.17 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 139.80, 139.67, 136.96, 135.56, 133.39, 131.70, 129.06, 128.85, 128.78, 128.74, 127.54, 127.33, 125.55, 124.14, 123.03, 122.18, 121.96, 121.15, 118.33, 118.31.

IX,  $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}_2$ ,  $M = 445.5$ , *N*-fenil-2-(3-tosilureido) bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 444.0 (22)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 273.0 (100)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 247.0 (9)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

35 RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.65 (1H, s), 10.38 (1H, s), 8.72 (1H, s), 7.92 - 7.87 (2H, m), 7.79 (1H, dd,  $J = 8.4$ , 1.1 Hz), 7.74 (1H, dd,  $J = 8.0$ , 1.6 Hz), 7.48 (1H, ddd,  $J = 8.4$ , 7.3, 1.6 Hz), 7.44-7.40 (2H, m), 7.26 - 7.12 (3H, m), 7.05 - 7.01 (2H, m), 6.99 (1H, tt,  $J = 7.4$ , 1.4 Hz), 2.38 (3H, s).

40 RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.11 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 143.93, 136.91, 136.70, 135.31, 133.61, 129.46, 129.10, 128.97, 127.88, 127.45, 124.60, 123.69, 123.44, 120.54, 20.99 ( $\text{CH}_3$ ).

X,  $\text{C}_{21}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}_2$ ,  $M = 459.5$ , *N*-(2-Tolil)-2-(3-tosilureido) bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 457.9 (1)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 287.1 (100)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 261.1 (16)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

45 RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.61 (1H, s), 9.69 (1H, s), 8.70 (1H, s), 7.87 - 7.80 (2H, m), 7.82 (1H, dd,  $J = 8.3$ , 1.1 Hz), 7.60 (1H, dd,  $J = 8.0$ , 1.6 Hz), 7.52 (1H, ddd,  $J = 8.4$ , 7.3, 1.6 Hz), 7.45 - 7.40 (2H, m), 7.25 - 7.19 (1H, m), 7.14 (1H, ddd,  $J = 8.0$ , 7.4, 1.1 Hz), 7.09 - 7.05 (1H, m), 7.03 - 7.00 (2H, m), 6.97 - 6.94 (1H, m), 2.40 (3H, s), 1.95 (3H, s). RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.00 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 143.85, 136.95, 135.23, 134.22, 133.74, 133.56, 130.69, 129.42, 128.90, 128.38, 127.36, 126.78, 126.48, 126.28, 123.35, 122.74, 20.98 ( $\text{CH}_3$ ), 17.26 ( $\text{CH}_3$ ).

XI,  $\text{C}_{21}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}_2$ ,  $M = 459.5$ , *N*-(4-Tolil)-2-(3-tosilureido) bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 287.1 (100)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 261.1 (8)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

50 RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.63 (1H, s), 10.20 (1H, s), 8.71 (1H, s), 7.90 - 7.86 (2H, m), 7.79 (1H, dd,  $J = 8.4$ , 1.2 Hz), 7.70 (1H, dd,  $J = 8.0$ , 1.6 Hz), 7.47 (1H, ddd,  $J = 8.4$ , 7.4, 1.6 Hz), 7.44 - 7.41 (2H, m), 7.14 (1H, ddd,  $J = 8.0$ , 7.3, 1.2 Hz), 6.97 - 6.94 (2H, m), 6.91 - 6.88 (2H, m), 2.39 (3H, s), 2.15 (3H, s).

55 RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.06 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 143.84, 136.95, 135.33, 134.00, 133.95, 133.48, 129.52, 129.44, 128.96, 127.78, 127.41, 123.55, 123.23, 121.05, 20.95 ( $\text{CH}_3$ ), 20.20 ( $\text{CH}_3$ ).

XII,  $\text{C}_{21}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}_2$ ,  $M = 459.5$ , *N*-(3-Tolil)-2-(3-tosilureido) bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 58.0 (1)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 287.1 (100)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 261.0 (10)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

60 RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.64 (1H, s), 10.29 (1H, s), 8.72 (1H, s), 7.90 - 7.86 (2H, m), 7.79 (1H, dd,  $J = 8.4$ , 1.1 Hz), 7.74 (1H, dd,  $J = 8.0$ , 1.6 Hz), 7.48 (1H, ddd,  $J = 8.4$ , 7.4, 1.6 Hz), 7.42 (2H, d,  $J = 8.1$  Hz), 7.17 (1H, ddd,  $J = 7.7$ , 1.2 Hz), 7.03 (1H, t,  $J = 7.8$  Hz), 6.86 (1H, t,  $J = 1.9$  Hz), 6.82 - 6.78 (2H, m), 2.38 (3H, s), 2.15 (3H, s).

65 RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.05 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 143.89, 138.55, 136.92, 136.60, 135.36, 133.56, 129.44, 128.89, 127.84, 127.39, 125.37, 123.63, 123.23, 121.12, 117.65, 20.97 ( $\text{CH}_3$ ), 20.85 ( $\text{CH}_3$ ).

XIII,  $C_{21}H_{21}N_3O_6S_2$ ,  $M = 475.5$ , *N*-(4-metoxifenil)-2-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 473.9 (2)  $[M-H]^-$ , 303.0 (100)  $[M-H-Ar^2SO_2NH_2]^-$ , 277.0 (5)  $[M-H-Ar^2SO_2NCO]^-$ .

RMN de  $^1H$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.64 (1H, s), 10.03 (1H, s), 8.72 (1H, s), 7.89 - 7.85 (2H, m), 7.79 (1H, dd,  $J = 8.4, 1.1$  Hz), 7.64 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.6$  Hz), 7.48 (1H, ddd,  $J = 8.4, 7.3, 1.6$  Hz), 7.44 - 7.40 (2H, m), 7.14 (1H, ddd,  $J = 7.9, 7.5, 1.2$  Hz), 6.93 - 6.88 (2H, m), 6.75 - 6.71 (2H, m), 3.66 (3H, s), 2.39 (3H, s).

RMN de  $^{13}C$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 156.89 ( $C-OCH_3$ ), 149.10 (NHC(O)NH), 143.84, 136.96, 135.32, 133.45, 129.45, 129.42, 128.92, 127.68, 127.36, 123.94, 123.50, 123.13, 114.26, 55.04 ( $OCH_3$ ), 20.95 ( $CH_3$ ).

XIV,  $C_{23}H_{23}N_3O_7S_2$ ,  $M = 517.6$ , 2-(2-(3-tosilureido)fenilsulfonamido)benzoato de etilo

EM (ESI): $m/z$  (%) = 516.0 (5)  $[M-H]^-$ , 345.0 (100)  $[M-H-Ar^2SO_2NH_2]^-$ , 319.1 (23)  $[M-H-Ar^2SO_2NCO]^-$ .

RMN de  $^1H$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.84 (1H, s), 10.73 (1H, s), 8.64 (1H, s), 7.87 - 7.84 (2H, m), 7.82 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.7$  Hz), 7.78 (1H, dd,  $J = 8.2, 1.1$  Hz), 7.77 (1H, dd,  $J = 7.9, 1.6$  Hz), 7.53 (1H, ddd,  $J = 8.3, 7.5, 1.6$  Hz), 7.49 (1H, ddd,  $J = 8.4, 7.2, 1.7$  Hz), 7.41 (1H, dd,  $J = 8.3, 1.1$  Hz), 7.40 - 7.38 (2H, m), 7.18 (1H, ddd,  $J = 7.8, 7.6, 1.2$  Hz), 7.13 (1H, ddd,  $J = 7.8, 7.5, 1.3$  Hz), 4.19 (2H, q,  $J = 7.1$  Hz), 2.37 (3H, s), 1.24 (3H, t,  $J = 7.1$  Hz).

RMN de  $^{13}C$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 166.78 ( $CO_2R$ ), 149.07 (NHC(O)NH), 143.86, 138.08, 136.91, 135.09, 134.29, 134.23, 130.85, 129.39, 129.33, 127.31, 127.07, 124.17, 123.86, 123.82, 120.06, 117.81, 61.45 ( $OCH_2CH_3$ ), 20.93 ( $CH_3$ ), 13.70 ( $OCH_2CH_3$ ).

XV,  $C_{22}H_{21}N_3O_7S_2$ ,  $M = 503.5$ , 4-(2-(3-tosilureido)fenilsulfonamido)benzoato de metilo

EM (ESI): $m/z$  (%) = 502.0 (1)  $[M-H]^-$ , 331.0 (100)  $[M-H-Ar^2SO_2NH_2]^-$ , 305.1 (73)  $[M-H-Ar^2SO_2NCO]^-$ .

RMN de  $^1H$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.55 (1H, s), 10.93 (1H, s), 8.67 (1H, s), 7.90 - 7.86 (2H, m), 7.81 (1H, dd,  $J = 8.2, 1.6$  Hz), 7.76 (1H, dd,  $J = 8.5, 1.2$  Hz), 7.76 - 7.72 (2H, m), 7.51 (1H, ddd,  $J = 8.4, 7.3, 1.6$  Hz), 7.43 - 7.41 (2H, m), 7.20 (1H, ddd,  $J = 7.9, 7.4, 1.2$  Hz), 7.09 (2H, m), 3.77 (3H, s), 2.39 (3H, s).

RMN de  $^{13}C$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 165.45 ( $CO_2R$ ), 149.13 (NHC(O)NH), 143.97, 141.46, 136.80, 135.14, 133.96, 130.51, 129.47, 129.07, 127.99, 127.50, 124.81, 124.18, 124.05, 118.31, 51.84 ( $OCH_3$ ), 20.96 ( $CH_3$ ).

XVI,  $C_{20}H_{18}ClN_3O_5S_2$ ,  $M = 479.9$ , *N*-(2-clorofenil)-2-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 307.0 (100)  $[M-H-Ar^2SO_2NH_2]^-$ , 281.0 (90)  $[M-H-Ar^2SO_2NCO]^-$ .

RMN de  $^1H$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.64 (1H, s), 10.00 (1H, s), 8.65 (1H, s), 7.89 (1H, dd,  $J = 8.5, 1.2$  Hz), 7.87 - 7.83 (2H, m), 7.64 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.6$  Hz), 7.52 (1H, ddd,  $J = 8.5, 7.2, 1.5$  Hz), 7.41 (2H, d,  $J = 8.0$  Hz), 7.32 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.5$  Hz), 7.27 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.7$  Hz), 7.22 (1H, ddd,  $J = 7.7, 1.5$  Hz), 7.13 (1H, ddd,  $J = 8.1, 7.2, 1.0$  Hz), 7.12 (1H, ddd,  $J = 7.7, 1.2$  Hz), 2.38 (3H, s).

RMN de  $^{13}C$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 148.94 (NHC(O)NH), 143.89, 136.86, 135.37, 133.89, 132.51, 129.81, 129.43, 129.01, 128.96, 127.94, 127.90, 127.69, 127.38, 127.25, 123.34, 122.73, 20.99 ( $CH_3$ ).

XVII,  $C_{20}H_{18}ClN_3O_5S_2$ ,  $M = 479.9$ , *N*-(3-clorofenil)-2-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 477.9 (2)  $[M-H]^-$ , 307.0 (100)  $[M-H-Ar^2SO_2NH_2]^-$ , 281.0 (40)  $[M-H-Ar^2SO_2NCO]^-$ .

RMN de  $^1H$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.63 (1H, s), 10.68 (1H, s), 8.70 (1H, s), 7.90 - 7.87 (2H, m), 7.78 (1H, dd,  $J = 8.5, 1.2$  Hz), 7.76 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.6$  Hz), 7.51 (1H, ddd,  $J = 8.4, 7.4, 1.6$  Hz), 7.43 - 7.39 (2H, m), 7.19 (1H, ddd,  $J = 8.1, 7.4, 1.2$  Hz), 7.18 (1H, dd,  $J = 8.2$  Hz), 7.08 (1H, dd,  $J = 2.1$  Hz), 7.04 (1H, ddd,  $J = 8.1, 2.1, 0.9$  Hz), 6.99 (1H, ddd,  $J = 8.2, 2.2, 0.9$  Hz), 2.37 (3H, s).

RMN de  $^{13}C$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.14 (NHC(O)NH), 143.91, 138.37, 136.90, 135.35, 133.88, 133.46, 130.75, 129.45, 128.90, 127.77, 127.40, 124.29, 123.90, 123.81, 119.76, 118.55, 20.98 ( $CH_3$ ).

XVIII,  $C_{20}H_{18}ClN_3O_5S_2$ ,  $M = 479.9$ , *N*-(4-clorofenil)-2-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 307.0 (100)  $[M-H-Ar^2SO_2NH_2]^-$ , 281.0 (23)  $[M-H-Ar^2SO_2NCO]^-$ .

RMN de  $^1H$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.63 (1H, s), 10.56 (1H, s), 8.72 (1H, s), 7.91 - 7.86 (2H, m), 7.78 (1H, dd,  $J = 8.4, 1.1$  Hz), 7.72 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.5$  Hz), 7.50 (1H, ddd,  $J = 8.4, 7.4, 1.6$  Hz), 7.42 (2H, d,  $J = 8.0$  Hz), 7.22 - 7.15 (3H, m), 7.02 - 7.00 (2H, m), 2.38 (3H, s).

RMN de  $^{13}C$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.15 (NHC(O)NH), 143.91, 136.88, 135.76, 135.27, 133.78, 129.48, 129.46, 129.07, 128.94, 128.70, 127.74, 127.43, 123.75, 121.92, 20.98 ( $CH_3$ ).

XIX,  $C_{22}H_{23}N_3O_6S_2$ ,  $M = 489.5$ , *N*-(4-etoxifenil)-2-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 488.0 (3)  $[M-H]^-$ , 317.1 (100)  $[M-H-Ar^2SO_2NH_2]^-$ .

RMN de  $^1H$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.66 (1H, s), 10.03 (1H, s), 8.74 (1H, s), 7.90 - 7.86 (2H, m), 7.80 (1H, dd,  $J = 8.4, 1.2$  Hz), 7.65 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.6$  Hz), 7.48 (1H, ddd,  $J = 8.4, 7.4, 1.6$  Hz), 7.45 - 7.41 (2H, m), 7.14 (1H, ddd,  $J = 7.9, 7.5, 1.2$  Hz), 6.93 - 6.88 (2H, m), 6.75 - 6.71 (2H, m), 3.91 (2H, q,  $J = 7.0$  Hz), 2.39 (3H, s), 1.26 (3H, t,  $J = 7.0$  Hz).

RMN de  $^{13}C$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 156.19 ( $C-OC_2H_5$ ), 149.11 (NHC(O)NH), 143.82, 136.97, 135.33, 133.43, 129.43, 128.98, 128.81, 127.67, 127.36, 123.92, 123.46, 123.08, 114.73, 63.05 ( $OCH_2CH_3$ ), 20.94 ( $CH_3$ ), 14.48 ( $OCH_2CH_3$ ).

XX,  $C_{21}H_{21}N_3O_6S_2$ ,  $M = 475.5$ , *N*-(2-metoxifenil)-2-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 473.9 (3)  $[M-H]^-$ , 303.0 (100)  $[M-H-Ar^2SO_2NH_2]^-$ , 277.0 (10)  $[M-H-Ar^2SO_2NCO]^-$ .

RMN de  $^1H$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.68 (1H, s), 9.42 (1H, s), 8.61 (1H, s), 7.96 (1H, dd,  $J = 8.5, 1.2$  Hz), 7.92 - 7.86 (2H, m), 7.58 (1H, dd,  $J = 7.9, 1.6$  Hz), 7.47 (1H, ddd,  $J = 8.5, 7.4, 1.6$  Hz), 7.43 (2H, d,  $J = 8.1$  Hz), 7.24

(1H, dd,  $J = 7.8, 1.6$  Hz), 7.07 (1H, dd,  $J = 5.1, 1.6$  Hz), 7.06 (1H, ddd,  $J = 7.8, 5.9, 1.8$  Hz), 6.86 - 6.78 (2H, m), 3.33 (3H, s), 2.38 (3H, s)

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 152.30 ( $\text{C}-\text{OCH}_3$ ), 148.97 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 143.97, 136.85, 135.40, 133.56, 129.45, 129.13, 127.60, 127.44, 127.17, 125.22, 124.05, 122.82, 121.92, 120.36, 111.56, 55.22 ( $\text{OCH}_3$ ), 20.97 ( $\text{CH}_3$ ).

XXI,  $\text{C}_{27}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_8\text{S}_3$ ,  $M = 615.7$ , 3-(2-(3-tosilureido)fenilsulfonamido)fenil 4-metil bencensulfonato

EM (ESI): $m/z$  (%) = 614.1(100)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 443.0 (95)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 417.0 (25)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.64 (1H, s), 10.70 (1H, s), 8.68 (1H, s), 7.91 - 7.85 (2H, m), 7.81 (1H, d,  $J = 8.3$  Hz), 7.64 (3H, m), 7.52 (1H, ddd,  $J = 8.5, 7.2, 1.5$  Hz), 7.40 (4H, t,  $J = 8.3$  Hz), 7.18 (1H, ddd,  $J = 7.7, 1.2$  Hz), 7.13 (1H, dd,  $J = 8.2$  Hz), 6.93 (1H, dd,  $J = 8.1, 2.0$  Hz), 6.89 (1H, dd,  $J = 2.2$  Hz), 6.61 (1H, dd,  $J = 8.1, 2.3$  Hz), 2.37 (6H, s).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.32, 149.19( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 145.71, 143.88, 138.30, 136.93, 135.33, 133.85, 131.19, 130.46, 130.09, 129.43, 128.77, 127.97, 127.50, 127.37, 125.58, 123.56, 118.57, 117.58, 113.36, 21.08( $\text{CH}_3$ ), 20.96( $\text{CH}_3$ ).

XXII,  $\text{C}_{27}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_6\text{S}_2$ ,  $M = 579.6$ , 4-Metil-*N*-((4-(*N*-(2-(3-fenilureido)fenil) sulfamoil)fenil)carbamoil)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 578.1(100)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 407.1 (55),  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 381.0 (8)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.63 (1H, s), 9.75 (1H, s), 9.45 (1H, s), 8.69 (1H, s), 8.30 (1H, s), 8.00 (1H, dd,  $J = 8.4, 1.3$  Hz), 7.84 (1H, dd,  $J = 8.4, 1.2$  Hz), 7.86 - 7.83 (2H, m), 7.65 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.6$  Hz), 7.55 (1H, ddd,  $J = 8.6, 7.2, 1.7$  Hz), 7.52-7.49 (2H, m), 7.44 - 7.40 (2H, m), 7.33 - 7.29 (2H, m), 7.16 (1H, ddd,  $J = 8.1, 7.2, 1.2$  Hz), 7.07 (1H, ddd,  $J = 8.3, 7.4, 1.6$  Hz), 7.00 (1H, tt,  $J = 7.4, 1.1$  Hz), 6.68 (1H, ddd,  $J = 7.7, 1.5$  Hz), 6.40 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.6$  Hz), 2.40 (3H, s).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 152.62 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 149.17( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 146.49, 143.86, 141.76, 141.40, 139.63, 136.95, 135.55, 129.43, 129.19, 128.74, 128.70, 127.53, 127.35, 125.56, 124.16, 121.92, 118.54, 118.30, 118.28, 116.84, 20.82( $\text{CH}_3$ ).

XXIII,  $\text{C}_{23}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}_2$ ,  $M = 517.6$ , 4-(2-(3-tosilureido)fenilsulfonamido)benzoato de etilo

EM (ESI): $m/z$  (%) = 516.9 (4)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 345.0 (100)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 319.1(70)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.53 (1H, s), 10.91 (1H, s), 8.66 (1H, s), 7.92 - 7.87 (2H, m), 7.82 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.6$  Hz), 7.76 (1H, dd,  $J = 8.4, 1.1$  Hz), 7.77 - 7.72 (2H, m), 7.51 (1H, ddd,  $J = 8.3, 7.4, 1.6$  Hz), 7.43 (2H, d,  $J = 8.1$  Hz), 7.22 - 7.18 (1H, m), 7.13 - 7.10 (2H, m), 4.24 (3H, q,  $J = 7.2$  Hz), 2.39 (3H, s), 1.26 (3H, t,  $J = 7.1$  Hz)

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 164.94 ( $\text{CO}_2\text{R}$ ), 149.14 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 143.93, 141.38, 136.82, 135.14, 133.94, 130.45, 129.44, 129.13, 127.98, 127.52, 125.12, 124.18, 124.02, 118.31, 60.45 ( $\text{OCH}_2\text{CH}_3$ ), 20.96( $\text{CH}_3$ ), 14.06 ( $\text{OCH}_2\text{CH}_3$ ).

XXIV,  $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}_2$ ,  $M = 445.5$ , *N*-fenil-3-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 444.0 (100)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 273.1 (20)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 247.0 (8)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 10.82 (1H, s), 10.29 (1H, s), 9.17 (1H, s), 8.05 - 8.02 (1H, m), 7.92 - 7.88 (2H, m), 7.46 (1H, m), 7.44 - 7.40 (4H, m), 7.22 - 7.17 (2H, m), 7.12 - 7.08 (2H, m), 6.99 (1H, tt,  $J = 7.4, 1.2$  Hz), 2.36 (3H, s).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.42 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 143.95, 140.29, 138.90, 137.58, 137.01, 129.63, 129.48, 129.06, 127.53, 124.05, 122.91, 121.22, 120.13, 116.67, 21.01( $\text{CH}_3$ ).

XXV,  $\text{C}_{27}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_6\text{S}_2$ ,  $M = 579.6$ , *N*-(2-(3-fenilureido)fenil)-3-(3-tosilureido) bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 578.1 (95)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 407.1 (100)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 9.56 (1H, s), 9.47 (1H, s), 9.16 (1H, s), 8.29 (1H, s), 8.05 (1H, dd,  $J = 8.3, 1.4$  Hz), 7.93 (1H, t,  $J = 2.0$  Hz, dd), 7.89 (2H, d,  $J = 8.2$  Hz), 7.53 (1H, dd,  $J = 8.0, 2.1$  Hz), 7.52 - 7.49 (2H, m), 7.44 (1H, t,  $J = 8.1$  Hz), 7.44 (2H, d,  $J = 8.1$  Hz), 7.33 (1H, ddd,  $J = 7.8, 1.4$  Hz), 7.31 - 7.27 (2H, m), 7.16 (1H, ddd,  $J = 8.0, 1.6$  Hz), 6.98 (1H, t,  $J = 7.3$  Hz), 6.76 (1H, ddd,  $J = 7.6, 1.5$  Hz), 6.49 (1H, dd,  $J = 8.0, 1.6$  Hz), 2.39 (3H, s)

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 152.49( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 149.38 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 143.91, 139.94, 139.76, 138.78, 136.98, 136.95, 129.47, 129.44, 128.73, 127.58, 127.49, 127.13, 124.88, 122.94, 121.88, 121.84, 121.70, 120.95, 118.25, 117.06, 21.00 ( $\text{CH}_3$ ).

XXVI,  $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}_2$ ,  $M = 445.5$ , *N*-fenil-4-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 444.1(100)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 273.0 (40)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 247.1(68)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 10.88 (1H, s), 10.11 (1H, s), 9.18 (1H, s), 7.88-7.84 (2H, m), 7.68 - 7.64 (2H, m), 7.50 - 7.47 (2H, m), 7.40 (2H, d,  $J = 8.1$  Hz), 7.22 - 7.17 (2H, m), 7.10 - 7.06 (2H, m), 6.99 (1H, tt,  $J = 7.4, 1.3$  Hz), 2.36 (3H, s)

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.25 ( $\text{NHC}(\text{O})\text{NH}$ ), 143.93, 142.02, 137.71, 136.83, 133.34, 129.44, 129.00, 127.92, 127.47, 123.93, 120.09, 118.51, 20.97 ( $\text{CH}_3$ ).

XXVII,  $\text{C}_{21}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}_2$ ,  $M = 459.5$ , *N*-(3-Tolil)-4-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 458.0(100)  $[\text{M}-\text{H}]^-$ , 287.0 (23)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 261.1 (47)  $[\text{M}-\text{H}-\text{Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 10.84 (1H, s), 10.04 (1H, s), 9.17 (1H, s), 7.89 - 7.84 (2H, m), 7.69 - 7.64 (2H, m), 7.51 - 7.47 (2H, m), 7.42 - 7.38 (2H, m), 7.07 (1H, t,  $J = 7.7$  Hz), 6.92 - 6.86 (2H, m), 6.80 (1H, ddt,  $J = 7.4, 1.7, 0.9$  Hz), 2.37 (3H, s), 2.17 (3H, s)

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.26 (NHC(O)NH), 143.93, 141.99, 138.33, 137.67, 136.84, 133.45, 129.43, 129.41, 128.80, 127.91, 127.47, 124.61, 120.48, 118.51, 116.98, 20.95( $\text{CH}_3$ ).20.93 ( $\text{CH}_3$ ).

XXVIII,  $\text{C}_{22}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}_2$ ,  $M = 503.5$ , 4-(4-(3-tosilureido)fenilsulfonamido) benzoato de metilo

EM (ESI): $m/z$  (%) = 502.0(100)  $[\text{M-H}]^-$ , 331.0 (12)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 305.1(45)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 10.88 (1H, s), 10.70 (1H, s), 9.20 (1H, s), 7.86 (2H, d,  $J = 8.0$  Hz), 7.81 (2H, d,  $J = 8.6$  Hz), 7.74 (2H, d,  $J = 8.6$  Hz), 7.51 (2H, d,  $J = 8.7$  Hz), 7.39 (2H, d,  $J = 8.0$  Hz), 7.21 (2H, d,  $J = 8.6$  Hz), 3.76 (3H, s), 2.35 (3H, s).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 165.58 ( $\text{CO}_2\text{R}$ ), 149.26(NHC(O)NH), 143.93, 142.40, 142.37, 136.81, 132.93, 130.49, 129.41, 128.00, 127.46, 124.35, 118.64, 118.16, 51.76( $\text{OCH}_3$ ), 20.95( $\text{CH}_3$ ).

XXIX,  $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{O}_5\text{S}_2$ ,  $M = 479.9$ , *N*-(4-clorofenil)-4-(3-tosilureido)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 478.0(100)  $[\text{M-H}]^-$ , 306.9(18)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 281.1(52)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 10.86 (1H, s), 10.27 (1H, s), 9.19 (1H, s), 7.90 - 7.85 (2H, m), 7.70 - 7.65 (2H, m), 7.53 - 7.49 (2H, m), 7.89 (2H, d,  $J = 8.1$  Hz), 7.61 (2H, d,  $J = 8.9$  Hz), 7.51 - 7.07 (2H, m), 2.35 (3H, s).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.28 (NHC(O)NH), 143.95, 142.24, 136.84, 136.73, 132.98, 129.43, 129.01, 128.16, 127.96, 127.50, 121.67, 118.59, 20.98( $\text{CH}_3$ ).

XXX,  $\text{C}_{27}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}_2$ ,  $M = 579.6$ , 4-Metil-*N*-((4-(*N*-(4-(3-fenilureido) fenil)sulfamoil) fenil)carbamoil)bencensulfonamida

EM (ESI): $m/z$  (%) = 578.1(100)  $[\text{M-H}]^-$ , 407.0 (18)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 381.0(4)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 10.91 (1H, s), 9.43 (2H, d,  $J = 30.4$  Hz), 9.22 (1H, s), 8.28 (1H, s), 8.01 (1H, dd,  $J = 8.2, 1.3$  Hz), 7.89 (2H, d,  $J = 8.1$  Hz), 7.61 (2H, d,  $J = 8.9$  Hz), 7.51 (4H, m), 7.43 (2H, d,  $J = 8.1$  Hz), (2H, t,  $J = 7.8$  Hz), 7.16 (1H, ddd,  $J = 7.8, 1.5$  Hz), 6.97 (1H, t,  $J = 7.4$  Hz), 6.78 (1H, ddd,  $J = 7.9, 1.4$  Hz), 6.50 (1H, dd,  $J = 7.9, 1.4$  Hz), 2.39 (3H, s).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 152.53(NHC(O)NH), 149.26(NHC(O)NH), 143.96, 142.18, 139.72, 136.86, 136.83, 133.00, 129.47, 129.43, 128.71, 128.39, 127.52, 125.17, 121.96, 121.85, 120.99, 118.29, 118.28, 118.26, 20.99 ( $\text{CH}_3$ ).

XXXI,  $\text{C}_{23}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}_2$ ,  $M = 517.6$ , 4-(4-(3-tosilureido)fenilsulfonamido)benzoato de etilo

EM (ESI): $m/z$  (%) = 516.0(100)  $[\text{M-H}]^-$ , 345.0 (12)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 319.0(43)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 10.87 (1H, s), 10.69 (1H, s), 9.20 (1H, s), 7.89 - 7.84 (2H, m), 7.83 - 7.79 (2H, m), 7.77 - 7.73 (2H, m), 7.55 - 7.50 (2H, m), 7.39 (2H, d,  $J = 8.1$  Hz), 7.25 - 7.20 (2H, m), 4.22 (2H, q,  $J = 7.1$  Hz), 2.34 (3H, s), 1.24 (3H, t,  $J = 7.1$  Hz).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 165.10 ( $\text{CO}_2\text{R}$ ), 149.27(NHC(O)NH), 143.93, 142.41, 142.33, 136.83, 132.95, 130.45, 129.41, 128.03, 127.49, 124.68, 118.64, 118.20, 60.38 ( $\text{OCH}_2\text{CH}_3$ ), 20.95( $\text{CH}_3$ ), 14.07 ( $\text{OCH}_2\text{CH}_3$ ).

XXXII,  $\text{C}_{28}\text{H}_{27}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}_3$ ,  $M = 657.7$ , *N,N'*-(((4-(*N*-fenilsulfamoil)-1,3-fenileno) bis(azanedil))bis(carbonil))bis(4-metilbencensulfonamida)

EM (ESI): $m/z$  (%) = 656.1 (100)  $[\text{M-H}]^-$ , 485.1 (60)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 459.0 (2)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ , 314.0 (13)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 288 (4)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, ACN- $d_3$ ):  $\delta$  (ppm) = 8.92 (1H, s), 8.64 (1H, s), 8.06 (1H, s), 7.94 (1H, s), 7.88 - 7.82 (5H, m), 7.59 (1H, d,  $J = 8.8$  Hz), 7.38 - 7.31 (4H, m), 7.15 (1H, dd), 7.14 - 7.10 (2H, m), 7.02 - 6.98 (1H, m), 6.98 - 6.95 (2H, m), 2.39 (3H, s), 2.37 (3H, s).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, ACN- $d_3$ ):  $\delta$  (ppm) = 149.76(NHC(O)NH), 149.61(NHC(O)NH), 146.07, 146.06, 143.80, 137.48, 137.34, 137.29, 137.04, 131.79, 130.66, 130.58, 130.21, 128.68, 128.60, 126.74, 123.08, 122.39, 114.66, 113.28, 21.68( $\text{CH}_3$ ), 21.65 ( $\text{CH}_3$ ).

XXXIII,  $\text{C}_{32}\text{H}_{28}\text{N}_6\text{O}_{10}\text{S}_4$ ,  $M = 784.8$ , *N,N'*-difenil-4,6-bis(3-(fenilsulfonil)ureido) bencen-1,3-disulfonamida EM (ESI): $m/z$  (%) = 783.1 (100)  $[\text{M-H}]^-$ , 626.0 (75)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 600.0 (5)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ , 469.0 (50)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 442.9 (8)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.93 (2H, s), 10.45 (2H, s), 8.71 (2H, s), 8.48 (1H, s), 8.15 (1H, s), 7.88 - 7.84 (4H, m), 7.77-7.71 (2H, m), 7.61 - 7.55 (4H, m), 7.13 - 7.07 (4H, m), 7.00 - 6.92 (6H, m).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 148.46(NHC(O)NH), 139.76, 139.36, 135.87, 133.58, 129.17, 129.12, 128.84, 127.41, 125.54, 121.12, 120.98, 119.09.

XXXIV,  $\text{C}_{34}\text{H}_{32}\text{N}_6\text{O}_{10}\text{S}_4$ ,  $M = 812.9$ , *N',N'*-difenil-4,6-bis(3-tosilureido)bencen-1,3-disulfonamida EM (ESI): $m/z$  (%) = 811.0(100)  $[\text{M-H}]^-$ , 640.0 (70)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 614.1(8)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.85 (2H, s), 10.44 (2H, s), 8.52 (1H, s), 8.15 (1H, s), 7.88 - 7.83 (4H, m), 7.48-7.42 (4H, m), 7.13 - 7.07 (4H, m), 6.99-6.93 (6H, m), 2.43 (6H, s).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 148.44(NHC(O)NH), 144.14, 139.81, 136.51, 135.88, 129.54, 129.22, 129.17, 127.49, 125.58, 121.01, 120.92, 119.08, 21.04( $\text{CH}_3$ ).

XXXV,  $\text{C}_{40}\text{H}_{40}\text{N}_6\text{O}_{14}\text{S}_4$ ,  $M = 957.03$ , 4,4'-((4,6-bis(3-tosilureido)-1,3-fenilenoedisulfonil) bis(azanedil))dibenzoato de dietilo

EM (ESI): $m/z$  (%) = 955.1(55)  $[\text{M-H}]^-$ , 784.1 (100)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 758.1(7)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO}]^-$ , 613.0 (40)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ , 587.0 (8)  $[\text{M-H-Ar}^2\text{SO}_2\text{NCO-Ar}^2\text{SO}_2\text{NH}_2]^-$ .

RMN de  $^1\text{H}$  (500 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 11.80 (2H, s), 11.06 (2H, s), 8.77 (2H, s), 8.52 (1H, s), 8.28 (1H, s), 7.89-7.81 (4H, m), 7.71-7.65 (4H, m), 7.44-7.39 (4H, m), 7.04-6.98 (4H, m), 4.28 (4H, q,  $J = 7.0$  Hz), 2.42 (6H, s), 1.30 (6H, t,  $J = 7.0$  Hz).

RMN de  $^{13}\text{C}$  (126 MHz, DMSO- $d_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 164.78( $\text{CO}_2\text{R}$ ), 148.51( $\text{NH}\text{C}(\text{O})\text{NH}$ ), 144.16, 140.61, 139.98, 136.43, 130.43, 129.55, 129.21, 127.50, 125.59, 125.53, 121.13, 118.44, 60.52 ( $\text{OCH}_2\text{CH}_3$ ), 21.01( $\text{CH}_3$ ), 14.04 ( $\text{OCH}_2\text{CH}_3$ ).

La aplicación de una suspensión de aplicación acuosa para formar la capa formadora de tinta termosensible de un papel de grabación termosensible se llevó a cabo a escala de laboratorio mediante una racleta de varilla sobre una cara de un papel base sintético (Yupo® FP680) de 63 g/m<sup>2</sup>. Tras el secado, se obtuvo una hoja de registro térmico. La tasa de aplicación de la capa formadora de tinta termosensible oscilaba entre 4,0 - 4,5 g/m<sup>2</sup>.

A escala de producción, la suspensión de aplicación acuosa se aplicó a una banda de papel de un peso base de 43 g/m<sup>2</sup> utilizando el método de revestimiento de cortina. La viscosidad de la suspensión acuosa de recubrimiento era de 450 mPas (según Brookfield, 100 rpm, 20 °C) (en el estado desaireado). La tensión superficial era de 46 mN/m (método del anillo estadístico). La unidad de recubrimiento estaba dispuesta en línea. El proceso de revestimiento de la cortina se realizó a una velocidad de 1550 m/min.

Tras la aplicación de la suspensión acuosa de recubrimiento, el proceso de secado del sustrato de papel recubierto se llevó a cabo de la manera habitual. La aplicación del peso base de la capa seca termosensible fue de 4,0 - 4,5 g/m<sup>2</sup>.

Sobre la base de lo anterior, se preparó un material de registro termosensible o papel termo, en el que se utilizaron las siguientes formulaciones de suspensiones de aplicación acuosa para formar una estructura compuesta sobre un sustrato portador y, posteriormente, se formaron las capas adicionales, en particular una capa protectora, de la manera habitual, que no se discutirá por separado aquí.

Preparación de las dispersiones (cada una por 1 parte en peso) para las suspensiones de aplicación.

La dispersión acuosa A (dispersión formadora de color) se prepara moliendo 20 partes en peso de 3-N-n-dibutilamina-6-metil-7-anilino fluorano (ODB-2) con 33 partes en peso de una solución acuosa al 15 % de Ghosenex™ L- 3266 (alcohol polivinílico sulfonado, Nippon Ghosei) en un molino de perlas.

La dispersión acuosa B (dispersión del revelador de color) se prepara moliendo 40 partes en peso del revelador de color junto con 66 partes en peso de una solución acuosa al 15% de Ghosenex™ L-3266 en el molino de perlas.

La dispersión acuosa C (dispersión del sensibilizador) se preparó moliendo 40 partes en peso de sensibilizador con 33 partes en peso de una solución acuosa al 15% de Ghosenex™ L-3266 en un molino de perlas.

La dispersión acuosa D (dispersión antioxidante o estabilizadora) se preparó moliendo 12,5 partes en peso de UU (urea uretano) con 10 partes en peso de una solución acuosa al 15% de Ghosenex™ L-3266 en un molino de bolas.

Todas las dispersiones producidas por molienda tienen un tamaño medio de partícula D(4,3) de 0,80 - 1,20  $\mu\text{m}$ .

La dispersión E (dispersión de deslizamiento) es una dispersión de estearato de zinc al 20 % que consiste en 9 partes en peso de estearato de Zn, 1 parte en peso de Ghosenex™ L-3266 y 40 partes de agua.

El pigmento P es una suspensión de caolín de recubrimiento al 72 % (Lustra® S, BASF).

El aglutinante es una solución acuosa de alcohol polivinílico al 10 % (Mowiol 28-99, Kuraray Europe).

La suspensión de aplicación se prepara mezclando con agitación las dispersiones según las cantidades indicadas en la Tabla 3, teniendo en cuenta el orden de introducción B, E, C, D, P, A, aglutinante, y se lleva a un contenido de sólidos de aproximadamente el 25 % con agua.

La medición de la distribución del tamaño de las partículas de las dispersiones de recubrimiento se realizó mediante difracción láser con un dispositivo Coulter LS230 de Beckman Coulter.

| Formulación / componente | R1 | R2 |
|--------------------------|----|----|
| A                        | 1  | 1  |
| B                        | 1  | 1  |
| C                        | 1  | 1  |
| D                        | 0  | 1  |

(continuación)

| Formulación /<br>componente | R1  | R2  |
|-----------------------------|-----|-----|
| E                           | 56  | 56  |
| P                           | 146 | 126 |
| Aglutinante                 | 138 | 138 |

Tabla 3

Resumen de las formulaciones para las dispersiones de aplicación (partes en peso)

- 5 Las suspensiones de recubrimiento termosensible así obtenidas se utilizaron para preparar imágenes compuestas de soporte de papel y capa de reacción térmica.
- 10 Los materiales térmicos de registro según la Tabla 3 fueron evaluados como se describe a continuación.
- 1) La blancura del papel en el lado del revestimiento se determinó según la norma DIN/ISO 2470 utilizando un espectrofotómetro Elrepho 3000 (incertidumbre de medición de los valores de blancura <0,5%).
- 2) Densidad de color dinámica:
- 15 Los papeles (tiras de 6 cm de ancho) se imprimieron térmicamente utilizando la impresora de prueba Atlantek 200 (Atlantek Company, EE.UU.) con una barra de impresión Kyocera de 200 dpi y 560 ohmios a una tensión aplicada de 20,6 V y una anchura de pulso máxima de 0,8 ms con un patrón de tablero de ajedrez de 10 gradaciones de energía. La densidad de la imagen (densidad óptica, d.o.) se midió con un densitómetro Macbeth RD-914, de Gretag, donde el valor "1/2" corresponde a la densidad óptica en el nivel de energía de 0,4 ms, el valor "máx." al nivel de energía de 0,8 ms. La incertidumbre de medición de los valores de densidad óptica se estima en  $\pm 0,02$  unidades de densidad óptica.
- 20 3) Densidad de color estática (temperatura inicial):
- 25 La hoja de registro se presiona contra una serie de sellos metálicos calentados a diferentes temperaturas y termoestados con una presión de contacto de 0,2 kg/cm<sup>2</sup> y un tiempo de contacto de 5 segundos (probador térmico TP 3000QM, Maschinenfabrik Hans Rychiger AG, Steffisburg, Suiza). La densidad de la imagen (d. o.) de las imágenes producidas de este modo se mide con un densitómetro Macbeth RD-914 de Gretag. El punto de partida estático es, por definición, la temperatura más baja a la que se alcanza una densidad óptica de 0,2. La precisión del método de medición es  $\leq \pm 0,5$  °C.
- 30 4) Prueba de durabilidad de la imagen impresa:
- (4.1) Resistencia a los plastificantes:
- 35 Sobre la muestra de papel de registro térmico grabada dinámicamente según el procedimiento de (2), se puso en contacto una película plastificada (PVC - película que contiene 20-25 % de dioctiladipato) evitando las arrugas y las bolsas de aire, se enrolló en un rollo y se almacenó durante 16 horas. Una muestra se almacenó a temperatura ambiente (20-22°C) y la otra a 40°C. Después de despegar la película, se midió la densidad de la imagen (d. o.) y se relacionó con los valores correspondientes de la densidad de la imagen antes de la exposición a plastificantes según la fórmula (IV).
- 40 (4.2) Resistencia al adhesivo sensible a la presión:
- 45 Una tira de cinta autoadhesiva transparente Tesa (tesafilm® crystal clear, N.º 57315) y, por separado, una tira de cinta de embalaje Tesa (N.º 04204) se adhirieron a la muestra de papel de registro térmico grabada dinámicamente según el procedimiento de (2), evitando las arrugas y las bolsas de aire. Tras el almacenamiento a temperatura ambiente (20-22°C), se midió la densidad de la imagen (d. o.) -a través de la respectiva cinta adhesiva- después de 24 horas y se relacionó con los valores de densidad de la imagen determinados análogamente de las muestras recién encintadas según la fórmula (IV). El valor así obtenido corresponde al % de disminución de la intensidad de la imagen original.
- 50

$$\% \text{ modificación de la d.o.} = \left( \frac{\text{densidad imagen desp. prueba}}{\text{densidad imagen antes de prueba}} - 1 \right) * 100 \quad (\text{IV})$$

La dispersión de los valores % calculados según (IV) es de 62 puntos porcentuales.

CL-EM: Tipo de instrumento HPLC: Agilent serie 1200, Columna: Synergi 4 $\mu$  Fusion-RP80A (250 x 4,6 mm, Phenomenex Inc.).

5 Eluyente A: acetonitrilo/agua + 0,1 % de ácido fórmico (60/40, v/v).

Eluyente B: acetonitrilo + 0,1 % de ácido fórmico.

10 Gradiente: 0,0 min 100 % A  $\rightarrow$  8,0 min 100% A (0,4 ml/min)  $\rightarrow$  10,0 min 100 % A (1,0 ml/min)  $\rightarrow$  11 min 20 % A (1,0 ml/min)  $\rightarrow$  20,0 min 20 % A (1,0 ml/min)  $\rightarrow$  22,0 min 100 % A (0,4 ml/min).

Detector DAD G1315C (Agilent), rango de longitud de onda explorada 200-400 nm. Espectrómetro de masas de un solo cuadrupolo, tipo 6120B (Agilent) con ionización por electrospray (ESI), modos de iones positivos y negativos, rango de masas escaneadas 100 - 1000 m/z.

15 La Tabla 4 resume la evaluación de los materiales de registro fabricados.

La Tabla 5 muestra, para materiales reveladores seleccionados de la clase de compuestos de acuerdo con la invención, posibilidades ejemplares de mejorar la estabilidad de la imagen mediante el uso de agentes antioxidantes sin afectar a otras propiedades de rendimiento.

20

Tabla 4: Evaluación de las muestras de papel con formulación R1

| N.º                                               | Revelador | Blancura de fondo (%) |           | Densidad óptica |      | Punto inicial estático (°C) | Estabilidad de la imagen impresa |        |                                       |     |
|---------------------------------------------------|-----------|-----------------------|-----------|-----------------|------|-----------------------------|----------------------------------|--------|---------------------------------------|-----|
|                                                   |           |                       |           |                 |      |                             | TESA, 24 h (con d.o. máxima)     |        | Lámina plastif., 16 h (con d.o. máx.) |     |
|                                                   |           | 1 día TA              | 7 días TA | ½               | máx. |                             | #57315                           | #04204 | TA                                    | 40° |
| 1                                                 | I         | 87                    | 87        | 1,36            | 1,35 | 80,5                        | -43                              | -70    | -7                                    | -40 |
| 2                                                 | III       | 89                    | 89        | 1,26            | 1,32 | 85,5                        | -38                              | -67    | -9                                    | -76 |
| 3                                                 | IV        | 89                    | 88        | 1,25            | 1,27 | 81,5                        | -37                              | -66    | -6                                    | -34 |
| 4                                                 | VII       | 86                    | 86        | 1,28            | 1,31 | 76,5                        | -36                              | -60    | -5                                    | -27 |
| 5                                                 | X         | 89                    | 90        | 1,25            | 1,27 | 85,0                        | -45                              | -70    | -9                                    | -63 |
| 6                                                 | XII       | 89                    | 89        | 1,27            | 1,29 | 81,0                        | -37                              | -60    | -6                                    | -40 |
| 7                                                 | XV        | 89                    | 89        | 1,30            | 1,30 | 81,5                        | -25                              | -48    | -5                                    | -20 |
| 8                                                 | XVIII     | 88                    | 88        | 1,32            | 1,31 | 78,0                        | -37                              | -57    | -8                                    | -42 |
| 9                                                 | XXIII     | 89                    | 89        | 1,25            | 1,29 | 81,5                        | -26                              | -50    | -5                                    | -26 |
| 10                                                | XXXII     | 87                    | 87        | 1,15            | 1,20 | 80,0                        | -14                              | -13    | -4                                    | -10 |
| 11                                                | XXXV      | 87                    | 87        | 1,23            | 1,26 | 82,5                        | -6                               | -5     | -2                                    | -9  |
| 12                                                | FE A*     | 88                    | 88        | 1,26            | 1,29 | 76,5                        | -32                              | -57    | -5                                    | -31 |
| 13                                                | FE B*     | 89                    | 89        | 1,25            | 1,28 | 85,5                        | -50                              | -70    | -15                                   | -91 |
| Reveladores no fenólicos del estado de la técnica |           |                       |           |                 |      |                             |                                  |        |                                       |     |

25 Tabla 5: Evaluación de las muestras de papel sin/con protección antioxidante (AS) con formulación R2

| N.º | Revelador | Blancura del fondo (%)          |           | Densidad óptica |      | Punto inicial estático (°C) | Estabilidad de la imagen impresa |        |                                       |     |
|-----|-----------|---------------------------------|-----------|-----------------|------|-----------------------------|----------------------------------|--------|---------------------------------------|-----|
|     |           |                                 |           |                 |      |                             | TESA, 24 h (con d.o. máxima)     |        | Lámina plastif., 16 h (con d.o. máx.) |     |
|     |           | 1 día TA [temperatura ambiente] | 7 días TA | ½               | máx. |                             | #57315                           | #04204 | TA                                    | 40° |
| 14  | II        | 89                              | 89        | 1,21            | 1,28 | 86                          | -44                              | -75    | -15                                   | -67 |
| 15  | II/AS     | 90                              | 88        | 1,21            | 1,21 | 83                          | -32                              | -59    | -4                                    | -18 |
| 16  | IX        | 89                              | 89        | 1,25            | 1,21 | 81                          | -53                              | -78    | -6                                    | -47 |
| 17  | IX/AS     | 82                              | 87        | 1,21            | 1,22 | 80                          | -29                              | -54    | -2                                    | -20 |
| 18  | XIV       | 90                              | 90        | 0,54            | 0,55 | 81                          | -49                              | -69    | -85                                   | -87 |
| 19  | XIV/AS    | 88                              | 90        | 0,84            | 0,95 | 78                          | -43                              | -45    | -13                                   | -40 |
| 20  | XXVI      | 78                              | 78        | 1,20            | 1,31 | 81                          | -18                              | -41    | -4                                    | -19 |
| 21  | XXVI/AS   | 87                              | 82        | 1,24            | 1,24 | 81                          | -16                              | -37    | -3                                    | -9  |

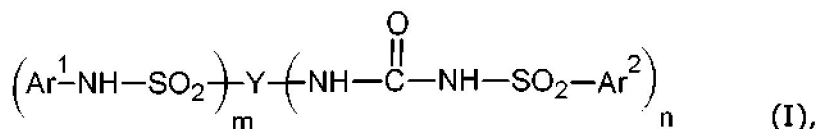
En particular, el material de registro termosensible de la presente invención presenta las siguientes propiedades ventajosas:

30

- 1) La blancura de la superficie de los papeles de grabación termosensibles de acuerdo con la invención es mejor o comparable a las muestras comparativas con reveladores de color del arte anterior, tanto en estado libre como después del almacenamiento.
- 5 2) La imagen grabada de los papeles termosensibles de acuerdo con la invención con el revelador de color de acuerdo con la invención muestra una densidad de impresión (valores de densidad óptica "1/2" y "máx.") que no es en absoluto inferior a los reveladores de color de las muestras de comparación.
- 10 3) La temperatura a partir de la cual se produce un engrosamiento visualmente perceptible de los materiales de registro termosensibles de acuerdo con la invención (punto de partida estático) es comparable o superior a la de los materiales de registro termosensibles conocidos y cumple los requisitos de los materiales de registro termosensibles comercializables. Es necesario un punto de partida elevado para las aplicaciones de etiquetado en el sector alimentario/médico (laminabilidad térmica, idoneidad para microondas y esterilizadores).
- 15 4) La imagen impresa (valores máximos de densidad de la tabla 4), apenas se desvanece tras la exposición a agentes hidrofóbicos (adhesivos, plastificantes). La permanencia de la imagen es mejor o comparable que cuando se utilizan reveladores de color no fenólicos conocidos.
- 20 5) Si es necesario, la estabilidad de la imagen a los agentes hidrofóbicos de los papeles de la invención puede aumentarse con agentes antioxidantes típicos, sin desventajas en cuanto a la escasa blancura de la superficie o la baja temperatura de inicio (Tab. 5).
- 25 6) Con el proceso de producción de acuerdo con la invención, se puede producir un material de registro termosensible de alta calidad en todos los aspectos importantes relacionados con la aplicación en condiciones económicamente ventajosas.

## REIVINDICACIONES

1. Compuesto de la fórmula (I),



en la que m y n independientemente entre sí son > 1, Ar<sup>1</sup> es un fenilo no sustituido, un 1-naftilo no sustituido, un 2-naftilo no sustituido, un resto fenilo monosustituido, un 1-naftilo monosustituido o un resto 2-naftilo monosustituido en el que el resto fenilo monosustituido, el resto 1-naftilo monosustituido o el resto 2-naftilo monosustituido está sustituido por un alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>, un resto alquenilo, alquino, bencilo, un resto RO, un resto halógeno, ROC, RO<sub>2</sub>C, CN, NO<sub>2</sub>, -R-SO<sub>2</sub>O-, RO-SO<sub>2</sub>, un resto R-NH-SO<sub>2</sub>-, R-SO<sub>2</sub>NH, R-NH-CO-NH, R-SO<sub>2</sub>-NH-CO-NH-, un resto R-NH-CO-NH-SO<sub>2</sub> o un resto R-CO-NH-, siendo R un alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>, un resto alquenilo, un alquino, un fenilo, un toliilo o un benceno, Ar<sup>2</sup> es un resto fenilo no sustituido o sustituido e Y es al menos un grupo benceno o naftaleno (m+n) sustituido.

2. Compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, en el que m es 1 o 2.

3. Compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, en el que n es 1 o 2.

4. Compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, en el que Ar<sup>1</sup> es un resto 4-alcocixarbonilfenilo.

5. Compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el resto fenilo monosustituido está sustituido con un resto alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>, alquenilo, alquinilo, bencilo, un resto RO, halógeno, ROC, RO<sub>2</sub>C, CN, NO<sub>2</sub>, R-SO<sub>2</sub>O, RO-SO<sub>2</sub>, R-NH-SO<sub>2</sub>, R-SO<sub>2</sub>NH, R-NH-CO-NH, R-SO<sub>2</sub>-NH-CO-NH, R-NH-CO-NH-SO<sub>2</sub> o un resto R-CO-NH, siendo R un resto fenilo o un resto p-tolilo.

6. Compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, en el que Ar<sup>2</sup> es un resto fenilo no sustituido o un resto fenilo monosustituido, en particular un resto fenilo sustituido por un resto alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, particularmente preferido por un resto metilo o por un resto halógeno.

7. Compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, en el que Y es un grupo benceno o naftaleno sustituido (m+n) veces, preferentemente un grupo benceno.

8. Compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, en el que Ar<sup>1</sup> un resto fenilo no sustituido o un resto fenilo monosustituido, Ar<sub>2</sub> un resto fenilo no sustituido o un resto fenilo monosustituido e Y es mono sustituido un grupo benceno sustituido (m+n) veces.

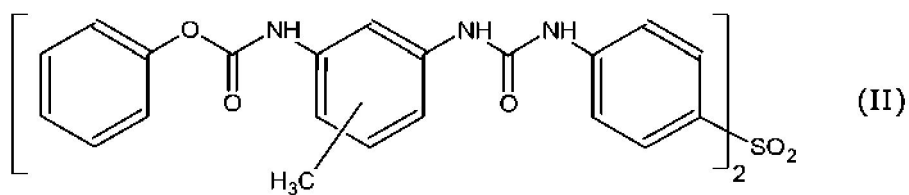
9. Material de registro termosensible, que comprende un sustrato de soporte y una capa formadora de color termosensible que contiene al menos un formador de color y al menos un revelador de color sin fenol, en el que el al menos un revelador de color es el compuesto de fórmula (I) de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 8.

10. Material de registro termosensible de acuerdo con la reivindicación 9, en el que el al menos un formador de color es un colorante del tipo trifenilmetano, del tipo fluorano, del tipo azaftalido y/o del tipo fluoreno, preferentemente del tipo fluorano.

11. Material de registro termosensible de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 9 y 10, en el que, además del compuesto de fórmula (I), están presentes uno o más reveladores de color no fenólicos.

12. Material de registro termosensible de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 9 a 11, en el que el compuesto de fórmula (I) de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 8 está presente en una cantidad del 3 al 35 % en peso, preferiblemente del 10 al 25 % en peso, basado en el contenido total de sólidos de la capa termosensible.

13. Material de registro termosensible de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 9 a 12, en el que la capa formadora de color termosensible comprende un compuesto de urea-uretano representado por la fórmula general (II)



14. Un procedimiento para la producción de un material de registro termosensible de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 9 a 13, en el que una suspensión acuosa que contiene los materiales de partida de la capa formadora de color termosensible se aplica a un sustrato portador y se seca, en el que la suspensión de aplicación acuosa tiene un contenido de sólidos del 20 al 75 % en peso, preferiblemente del 30 al 50 % en peso, preferentemente del 30 al 50 % en peso, y se aplica y seca mediante el proceso de recubrimiento por cortina a una velocidad de funcionamiento del aparato de recubrimiento de al menos 400 m/min, preferentemente de al menos 1000 m/min, muy particularmente preferente de al menos 1500 m/min.
15. Material de registro termosensible de acuerdo con la reivindicación 9, que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14.