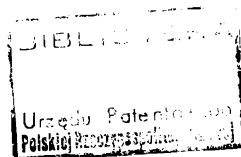


URZĄD PATENTOWY



G03C 1/30

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 24308.

~~Kl. 57 b, 6/01.~~

57 b, 1/30

Kodak Spółka z ograniczoną odpowiedzialnością
(Warszawa, Polska).

Sposób utwardzania fotograficznych emulsji żelatynowych oraz roztworów żelatyny.

Zgłoszono 3 sierpnia 1935 r.

Udzielono 19 grudnia 1936 r.

Pierwszeństwo: 4 sierpnia 1934 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy utwardzania żelatyny, wprowadzanej w postaci warstwy emulsji na błony, płyty lub papiery fotograficzne, albo w postaci roztworu stosowanego do wytwarzania powłoki na papierach albo podobnych materiałach.

Przy wytwarzaniu emulsji fotograficznych w praktyce zapobiegano skłonności żelatyny do topnienia lub pęcznienia podczas wywoływania, zwłaszcza w wysokich temperaturach, przez dodawanie czynników utwardzających, z których najbardziej znane są: alun chromowy i aldehyd mrówkowy. Proponowano również stoso-

wanie innych materiałów takich, jak akroleina, glioksal i pochodne glioksalu, lecz żaden z tych materiałów nie odpowiadał stawianym mu wymaganiom, zwłaszcza z punktu widzenia fotograficznego.

Obecnie wykryto, że dwuketony nadają emulsjom żelatynowym i warstwom żelatynowym wytrzymałość w stosunkowo wysokich temperaturach bez niepożądanego pęcznienia, z mniejszym wytwarzaniem zamglenia lub osłabieniem światłoczułości materiałów uczulonych, niż przy użyciu innych środków utwardzających.

Warstwy żelatynowe utwardzone według wynalazku słabiej podlegają zjawi-

sku, znanemu pod nazwą „twardnienia wtórnego”, wskutek którego punkt topnienia żelatyny wzrasta znacznie podczas przechowywania jej, zwłaszcza w atmosferze umiarkowanie cieplej. Czynniki utwardzające według wynalazku niniejszego mogą być użyte łącznie ze znanymi czynnikami utwardzającymi, np. alunem chromowym i aldehydem mrówkowym.

Jako środek utwardzający należy stosować dwuketon o wzorze ogólnym —C—CO—CO—C— , w którym grupy karbonylowe sąsiadują ze sobą. Związki te mogą być alifatyczne, aromatyczne lub częściowo alifatyczne, a częściowo aromatyczne, np. dwuacetyl, acetylokaproyl, acetylobenzoyl albo ich mieszaniny.

W następujących przykładach podano kilka postaci wykonania wynalazku niniejszego ilustrujących go.

Przykład I. Do 200 cm³ umiarkowanie czulej emulsji fotograficznej o średniej wartości γ , zawierającej haloidek srebra, dodaje się w temperaturze około 40°C po stopieniu emulsji 0,2 g dwuacetylu. Dwuacetyl można dodawać w postaci 10%-owego roztworu w metanolu lub innym odpowiednim rozpuszczalniku, w tym przypadku dodaje się 2 cm³ roztworu. Następnie emulsję pokrywa się płytą lub inne podłoże w sposób zwykły.

Z emulsją wytworzoną można pracować w temperaturze 38°C stosując zarówno kąpiel wywołującą, wodę do płukania, kąpiel utrwalającą, jak i wodę do płukania ostatecznego ogrzaną do tej temperatury, podczas gdy zwykła emulsja żelatynowa, nie utwardzona według wynalazku, topi się i spływa z płyty już w temperaturze 29°C. Stwardnienie wzrasta nieco z czasem i jest nieco większe np. po 14-o dniowym przechowywaniu w temperaturze 45°C. Nawet w tych warunkach dwuacetyl nie powoduje poważniejszego zamglenia lub obniżenia czułości emulsji.

W próbach porównawczych stwierdzo-

no, że zwykły czynnik utwardzający, np. alun chromowy, działa początkowo tak, iż przy pracy z emulsją w temperaturze 38°C emulsja nie rozpuszcza się w wywoływaczu, a topnieje częściowo w kąpeli utrwalającej oraz podczas płukania, materiał zaś utrwalony za pomocą dwuacetylu nieco tylko pęcznieje. Po 14-o dniowym trzymaniu w cieple, np. w temperaturze 45°C, emulsja zawierająca alun chromowy wykazywała stopień zamglenia = 0,48, podczas gdy emulsja zawierająca dwuacetyl — zaledwie 0,30. Powyższe wyniki otrzymano po dodaniu odpowiednich czynników utwardzających do emulsji przygotowanej do rozpostarcia. Jeśli czynników utwardzających dodano do emulsji bezpośrednio po jej wytworzeniu (t. j. bez dalszej obróbki przygotowującej emulsję do rozpostarcia na podłożu), to wyniki na korzyść dwuacetylu są jeszcze wyraźniejsze pod względem zdolności tych materiałów do wytrzymywania wysokich temperatur zarówno podczas zabiegów roboczych, jak i po 14-o dniowym pozostawianiu w cieple. W tym przypadku emulsja zawierająca alun chromowy wykazywała stopień zamglenia = 2,24, emulsja zaś zawierająca dwuacetyl wykazywała stopień zamglenia wynoszący zaledwie 0,62.

Porównywano również działanie dwuacetylu z glioksałem, który wydaje się być najlepszym czynnikiem utwardzającym dotychczas znanym. Jeśli dodawać równe ilości wagowe czynnika utwardzającego na jednostkę wagową emulsji, wówczas glioksal nadaje większą twardość fizyczną, lecz w praktyce porównywanie oparte na użyciu jednakowych ilości wagowych czynnika utwardzającego nie posiada wartości istotnej. W praktyce należy więc porównywać inne właściwości materiału utwardzonego; w tym celu emulsje powinny być porównywane po dodaniu do nich takich ilości środka utwardzającego,

jakie są potrzebne do wytworzenia produktów o jednakowym punkcie topnienia, albo (najkorzystniej) o jednakowym stopniu pęcznienia. Stwierdzono, że emulsje utwardzone dwuacetylem w tych warunkach wykazują lepszą wartość gamy (to jest dają lepszy kontrast fotograficzny) i powodują mniejsze zamglenie, niż emulsje utwardzone glioksalem.

Przykład II. Do 200 cm³ emulsji żelatynowej typu opisanego w przykładzie I dodano w temperaturze około 40°C po stopieniu emulsji 2 cm³ 10%-owego metanolewego roztworu acetylobenzoylu. Następnie emulsję powleczone odpowiednio podłoże i okazało się, że można z nią zadowalająco pracować bez mięknienia lub topnienia emulsji w temperaturach przewyższających 29°C. Należy zaznaczyć, że działanie utwardzające jest nieco słabsze w tym przypadku, lecz jedynie dzięki temu, że do tej samej ilości żelatyny dodano mniejszą liczbę cząsteczek czynnika utwardzającego.

Produkt wykazał wzrost punktu topnienia zaledwie o 8,5°C po leżeniu przez 14 dni w temperaturze 45°C.

Przykład III. Do 200 cm³ średnio czułej emulsji fotograficznej zawierającej haloidek srebra dodano 2 g acetylokaproylu w takich samych warunkach, jak w poprzednich przykładach, otrzymując w ten sposób emulsję, z którą można zadowalająco pracować w temperaturze 29°C, a po

dwutygodniowym trzymaniu w cieple można z nią pracować w temperaturze 38°C.

Wynalazek niniejszy można stosować nie tylko do wytwarzania emulsji fotograficznych, lecz również do wytwarzania roztworów żelatyny używanych do wytwarzania innego typu powłok lub warstw na papierze, płótnie, błonie i innych powierzchniach.

Wykryto również, że działanie utwardzające dwuketonów wzrasta wraz ze wzrostem p_H do wartości najdogodniejszej, która może się zmieniać zależnie od rodzaju żelatyny. W żelatynach użytych wartość najdogodniejsza p_H wynosiła 8.

Użyte dwuketony powinny być rozpuszczalne co najmniej w ilości 0,5% w wodnym roztworze o odczynie $p_H = 8$.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób utwardzania fotograficznych emulsji żelatynowych oraz roztworów żelatyny, znamienny tym, że traktuje się je dwuketonem o wzorze ogólnym >C-CO-
 -CO-C< , mającym łańcuch otwarty, np. dwuacetylem, acetylokaproylem, acetylobenzoylem.

Kodak
Spółka z ograniczoną
odpowiedzialnością.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.