



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

223 478

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 03 82
(21) PV 7609-81

(51) Int. Cl.³ C 07 D 251/26

(40) Zveřejněno 28 01 83
(45) Vydáno 01 05 84

(75)

Autor vynálezu

ARIENT JOSEF dr.ing.DrSc., PARDUBICE
DOSTAL JOSEF ing. HRADEC KRÁLOVÉ
CHLUDIL JIRÍ ing., HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Způsob přípravy vodných roztoků alkalických solí 2-hydroxy-4, 6-dichlor-1,3,5-triazinu

Způsob přípravy vodných roztoků alkalických solí 2-hydroxy-4, 6-dichlor-1, 3,5-triazinu. Vynález se týká oboru výroby fotomateriálů a řeší otázku tvrzení fotografických emulzí. Podstata vynálezu spočívá v alkalické hydrolýze 2,4,6-trichlor-1,3,5-triazinu /kyanurchloridu/ v silně alkalickém prostředí. Vynález může být použit při přípravě černobílých a barevných fotografických materiálů všeho druhu.

223 478

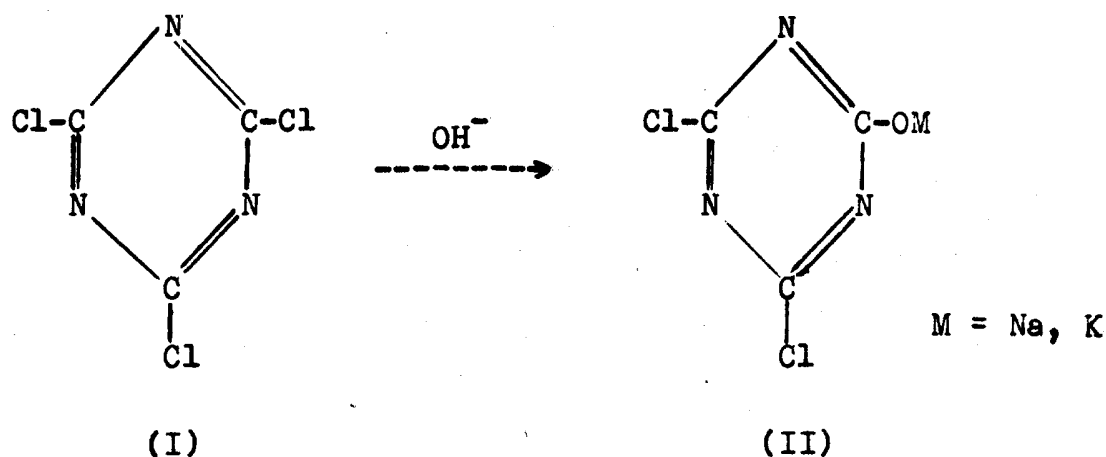
Vynález se týká způsobu přípravy vodných roztoků sodné nebo draselné soli 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu hydrolyzou kyanurchloridu v silně alkalickém prostředí.

2-Hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazin, eventu^{álně} jeho soli alkalických kovů, jsou účinné tvrdící látky vhodné pro vytvrzování želatinových vrstev při výrobě fotografického materiálu. Při tvrzení těmito látkami nedochází k závojení a ke snižování citlivosti, tvrzení probíhá rychle bez nežádoucího dodatečného dlouhodobého a samovolného dotvrzování.

Příprava solí 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu je popisována v řadě patentů. Vychází se z kyanurchloridu, který je hydrolyzován roztokem normálního fosforečnanu sodného /Agfa-Gevaert: Fr. pat. 2,353,877 (1977); C.A. 89, 171824p (1978); Šor M.J. a kol.: Tr. všes. gos. naučno-issled. proekt. inst. chim. fotoprom. 1976, 23, 90-94; C.A. 89, 223924 (1978)/, směsí kyselých fosforečnanů /Korněva E.D., Mošerkevič E.T.: SSSR pat. 499,546 (1976); C.A. 85, 39289f (1976)/, kyselinou boritou nebo tetraboritanem sodným /Sels F., Kokelenberg H.: Res. Discl. 192,134 (1980); Fuji Photo: Jap. 32,024 (1979)/. Vzniklé alkalické soli 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu se obvykle neizolují, nýbrž ve formě vodného roztoku se přidávají přímo do želatinových emulzí.

Uvedené postupy pracují velmi pomalu. Hydrolyza kyselinou boritou trvá více než 3 hodiny, kyselým fosforečnanem sodným 8 hodin až několik dní v závislosti na čistotě výchozího kyanurchloridu. Pro praktickou potřebu provozu, kde se

používá hydrolyzát přímo ve formě roztoku, jsou tyto doby průběhu hydrolyzy příliš dlouhé a v případě nižší kvality kyanurchloridu není postup jednoduše schůdný.



Nyní bylo nalezeno, že kyanurchlorid je možno hydrolyzovat při nízké teplotě roztokem hydroxidu sodného nebo draselného anebo roztokem uhličitanu sodného nebo draselného, eventuálně i pomocí jiných alkálií. Hydrolyza se provádí 1N až 2,5N roztokem některé z uvedených alkálií. Pracuje se při teplotě 10 až 30 °C. Hydrolyza proběhne za několik minut. Potřebného neutrálního, slabě alkalického nebo slabě kyselého prostředí se docílí zpětným okyselením alkalického roztoku kyselinou fosforečnou, kyselinou boritou, kyselinou chlorovodíkovou nebo sírovou za případné přítomnosti tetraboritanu sodného /boraxu/ nebo fosforečnanu sodného. Vodný roztok takto získané sodné nebo draselné soli 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu je relativně stálý a je ho možno přímo použít k tvrzení želatinových polevů.

Nejvhodnější koncentrace hydrolyzátu v želatině je 1 až 2.10⁻³ g kyanurchloridu na 1 g želatiny. Při těchto koncentracích nenastává prakticky změna viskozity želatinového roztoku nebo fotografické emulze, počáteční tvrzení probíhá relativně rychle a po šestidenním stání při 40 °C tvrzení již prakticky nepokračuje. Rovněž ostatní fotochemické parametry jako je citlivost, gradace a závoj jsou vyhovující.

Způsob přípravy vodného roztoku sodné nebo draselné soli 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu podle vynálezu představuje podstatné urychlení výroby a zjednodušení technologického postupu. Není zanedbatelný ani ekonomický faktor tohoto postupu, neboť kyanurchlorid je neporovnatelně lacinější než většina dosud používaných tvrdících prostředků.

Příklad 1

Do 500 ml 2N-hydroxidu sodného se za míchání vnáší 184,5 g kyanurchloridu. Teplota se udržuje mírným zevním chlazením na 10 až 15 °C. K docílení lepšího smočení kyanurchloridu se může do roztoku přidat několik kapek zředěného roztoku smáčedla, např. smáčedla polyethylenoxidového typu /Slovasol O/. Po 10 až 15 minutovém míchání přejde kyanurchlorid kvantitativně do roztoku. Po ukončené hydrolyze se upraví potřebné pH roztoku přidáním kyseliny fosforečné. Roztoky mající pH 7 ⁰² 8 jsou vysoce stabilní. Analýza: obsah zhydrolyzovaného Cl je 31,5%.

Příklad 2

Postupuje se stejným způsobem jako v příkladě 1, jen místo 2N roztoku hydroxidu sodného se použije 2N roztok hydroxidu draselného. Analýza: obsah zhydrolyzovaného Cl je 31,7%.

Příklad 3

Postup je stejný jako u příkladu 1. K hydrolyze se použije hydroxid sodný nebo draselný, ale k dosažení potřebného pH roztoku se použije místo kyseliny fosforečné kyselina boritá. Analýza: obsah zhydrolyzovaného Cl je 31,2%.

Příklad 4

Postup je stejný jako u příkladu 1. K hydrolyze se použije hydroxid sodný nebo draselný a pH konečného roztoku se upraví kyselinou sírovou a ekvivalentním množstvím boraxu. Analýza: obsah zhydrolyzovaného Cl je 33,1%.

Příklad 5

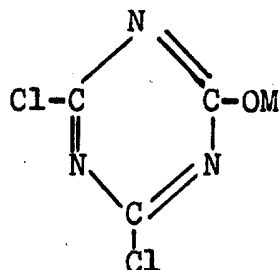
Postup je stejný jako u příkladu 1. Místo roztoku 2N-hydroxidu

sodného se použije roztok 2N uhličitanu sodného. Pracuje se při teplotě 10 až 30 °C. Konečné pH se upraví některou v dřívějších příkladech uvedenou kyselinou /kys. fosforečná, boritá, sírová a borax/. Analýza: obsah zhydrolyzovaného Cl je 30,4%.

Příklad 6

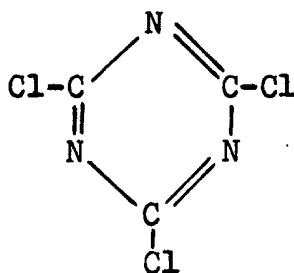
Postup stejný jako v příkladě 1. Místo roztoku 2N-hydroxidu sodného se použije roztok 2N-uhličitanu draselného a pracuje se při teplotě 10 až 30 °C. Konečná pH roztoku se upraví kyselinou fosforečnou, boritou nebo sírovou. Analýza: obsah zhydrolyzovaného Cl je 30,5%.

Způsob přípravy vodných roztoků alkalických solí 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu vzorce II



(II),

kde M značí sodík nebo draslík,
hydrolýzou kyanurchloridu vzorce I



(I),

vyznačený tím, že hydrolýza se provádí při teplotě 10 až 30 °C v silně alkalickém prostředí a potřebné hodnoty pH k dalšímu použití roztoku, s výhodou 7 ^{az} 8, se docílí dodatečnou úpravou roztoku pomocí kyseliny fosforečné, borité, chlorovodíkové nebo sírové za případné přítomnosti tetraboritanu sodného.