



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

239604

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 24 05 82
(21) PV 3802-82

(40) Zveřejněno 13 06 85

(45) Vydáno 16 03 87

(51) Int. Cl.⁴

G 03 C 1/30
G 03 C 1/34

(75)

Autor vynálezu

ARIENT JOSEF dr. ing. DrSc., PARDUBICE; DOSTÁL JOSEF ing.;
CHLUDIL JIŘÍ ing.; VÁVRA MILOŠ ing., HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Způsob stabilizace vysoce citlivých fotografických emulzí

Stabilizace vysoce citlivých fotografických emulzí působením kombinace 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu a derivátů alkoxy-polyethylenoxidu. Synergickým působením uvedených komponent dochází k význačnému zlepšení poměru citlivosti a závoje $S_{0,2}/D_0$ při zachování potřebné strmosti a mimoto poklesy citlivosti, strmosti a maximální optické hustoty během stárnutí jsou podstatně lepší.

Vynález se týká způsobu stabilizace vysoce citlivých fotografických emulzí.

Při přípravě vysoce citlivých fotografických emulzí dochází často vlivem dalších, výrobu fotografických materiálů podmiňujících ingrediencí, ke snižování fotografické citlivosti emulze, eventuálně k vzestupu závoje nebo poklesu strmosti a maximální optické hustoty. Tyto nežádoucí vlastnosti se projevují někdy okamžitě po polevu, ale nejčastěji až po určité době přirozeného stárnutí, tj. v průběhu skladování hotového fotografického materiálu. Pozitivní vlivy jednotlivých ingrediencí spektrálních senzibilizátorů, aktivátorů vyvolávání, respektive tvrdidel, na fotochemické vlastnosti fotografické emulze se v některých případech nejen vzájemně eliminují, ale přinášejí často i nežádoucí kvalitativní znaky, například zvýšení závoje, poklesy sensitometrických hodnot - strmosti, citlivosti apod., především v procesu stárnutí materiálu.

Výše uvedené nevýhody nemá způsob stabilizace vysoce citlivých fotografických emulzí podle vynálezu kombinací 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu a alkokypolyethylenoxidu obecného složení $RO(CH_2CH_2O)_nCH_2CH_2OH$, kde R je zbytek mastného alkoholu, fenolu, naftolu, alkylovaného fenolu, alifatického aminu, amidu, alifatické kyseliny, diaminu nebo esteru kyseliny fosforečné, obsahujícího 6 až 30 atomů uhlíku a $n = 30$ až 100.

2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazin působí sám o sobě jako tvrdidlo fotografické emulze (FR 2 353 877; SU 499 546; JP 32 024). Alkokypolyethylenové sloučeniny, například polyethylen glykol o molekulové hmotnosti 1 500 a vyšší, allylenoxidkondenzační produkty nebo jejich polymery a kopolymery, zvyšují citlivost emulze (US 1 970 578; 2 240 472; 2 423 549; 2 441 389; 2 531 832; 2 533 990; GB 920 637; 940 051; 945 340; 991 608; BE 648 310 a další).

Synergickým vlivem 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu dochází při použití alkokypolyethylenoxidového preparátu k význačnému zlepšení poměru citlivosti a závoje ($SO_{0,2}/D_0$) při zachování potřebné strmosti. Naproti tomu při použití jiného typu tvrdidla, např. dimethylmočoviny, k tomu nedochází. Navíc poklesy citlivosti, strmosti a maximální optické hustoty během stárnutí materiálu jsou podstatně nižší.

P ř í k l a d 1

Do vysoce citlivé emulze s obsahem 4 mol % J^- , která je panchromaticky sensibilizována směsí obvyklých cyaninových barviv a obsahuje polévací přísady, např. smáčedla, se přidá 5 ml vodného roztoku sodné soli 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu v 1 N roztoku uhličitanu sodného a 5 ml 10% roztoku kondenzátu laurylalkoholu s polyethylenoxidem (80 ethylenoxidových jednotek) na 1 kg emulze obsahující 45 g Ag. Emulze se spolu se želatinovou ochrannou vrstvou, obsahující obvyklé přísady a 3,5 ml 5% vodného roztoku 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu, polije na triacetátovou podložku. Pořízené senzitogramy se vyvolávají podle ČSN 66 6403.

Jako srovnávacích zkoušek se použije tatáž panchromaticky sensibilizovaná emulze

a) neobsahující roztok sodné soli 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu a roztok laurylalkoholu kondenzovaného s 80 jednotkami ethylenoxidu. Potřebného efektu tvrzení se dosáhne difusním tvrzením z ochranné vrstvy pomocí 10,45 ml 7% roztoku dimethylmočoviny/1 kg obvyklé želatinové ochranné vrstvy;

b) neobsahující vodný roztok sodné soli 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu, ale obsahující 5 ml 10% roztoku kondenzátu laurylalkoholu s polyethylenoxidem o $n = 80$ /1 kg emulze. Potřebného efektu tvrzení se dosáhne difúzním tvrzením z ochranné vrstvy pomocí 10,45 ml roztoku dimethylmočoviny/1 kg obvyklé želatinové ochranné vrstvy;

c) obsahující 5 ml 5% vodného roztoku 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu/1 kg emulze; želatinová ochranná vrstva obsahuje 3,5 ml téže látky/1 kg ochranné vrstvy.

Následující tabulka 1 ukazuje dosažené senzitometrické hodnoty, relativní bobtnavost a teplotu tání pro jednotlivé zkoušky. Obsah Ag/m² u všech zkoušek 3,8 g.

Tabulka 1

Emulze	navržená		srov. a)		srov. b)		srov. c)	
	1.	2.	1.	2.	1.	2.	1.	2.
vyvolávací doba na D = 0,8	10	12	12	16	10	14	13	16
v minutách D ₀	0,22	0,28	0,21	0,45	0,26	0,63	0,22	0,25
D _{max}	1,91	1,90	1,90	1,79	1,91	2,00	1,75	1,75
S _{0,1} (ČSN)	20,60	20,30	20,90	18,50	21,00	18,30	19,20	19,50
bobtnání	-	100 %	-	136 %	-	142 %	-	98 %
teplota tání	-	90 °C	-	66 °C	-	65 °C	-	98 °C

1. - ihned po polevu

2. - 3 dny termostatování při 50 °C do 30% relativní vlhkosti.

P ř í k l a d 2

Do vysoce citlivé emulze o obsahu jodidu 5 mol %, která je panchromaticky sensibilizována karbocyaninovými barvivy a obsahuje polévací přísady, např. smáčedla, se přidá 6 ml vodného roztoku sodné soli 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu v 1 N uhličitane sodném obsahujícím 5 % hmotnostních 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu/1 kg emulze a 5 ml 10% roztoku kondenzátu ethylenoxidu s lanolinem (75 ethylenoxidových jednotek) na 1 kg emulze obsahující 45 g Ag. Emulze se naleje na triacetátovou podložku. Obsah Ag/m² činí 4 g. Jako porovnávací zkoušky byly polity tytéž základní emulze, kde byla emulze tvrzená difúzně z ochranné vrstvy pomocí dimethylmočoviny a netvrzená emulze, obsahující polyethylenoxidovaný lanolin, 5 ml na 1 kg emulze. Získané hodnoty jsou uvedeny v tabulce 2.

Tabulka 2

Senzitometrické hodnoty po polevu a po stání v termostatu při 50 °C a 75% relativní vlhkosti po dobu 10 dnů.

Porovnávané emulze	S _{0,2}	ihned po polevu		S _{0,2}	10 dnů v termostatu	
		D ₀	strmost		D ₀	strmost
A	100%	0,20	1,2	90%	0,22	1,1
B	105%	0,21	1,2	52%	0,82	0,8
C	132%	0,27	1,25	110%	0,43	1,08
D	130%	0,22	1,21	130%	0,23	1,19

A - 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazin

B - emulze tvrzená difúzně z ochranné vrstvy pomocí dimethylmočoviny

C - netvrzená emulze obsahující polyethylenoxidový kondenzát lanolinu (5 ml na 1 kg emulze)

D - emulze obsahující 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazin a polyethylenoxidový lanolin

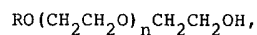
P ř í k l a d 3

Postup je stejný jako v příkladu 1, kde místo kombinace 2-hydroxy-4,6-dichlor-1,3,5-triazinu a polyethylenoxidovaného lanolinu je kombinace 50% roztoku 2-hydroxy-4,6-dichlor-

-1,3,5-triazinu a polyethyloxidovaného stearylaminu (25 ethylenoxidových jednotek).

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stabilizace vysoce citlivých fotografických emulzí, vyznačený tím, že se k emulzi přidá jako tvrdidlo 2-hydroxy-4,5-dichlor-1,3,5-triazin a alkoxy-polyethylenoxid obecného vzorce



kde R znamená zbytek mastného alkoholu, fenolu, naftolu, alkylovaného fenolu, alifatického aminu, amidu, alifatické kyseliny, diaminu nebo esteru kyseliny fosforečné, obsahující 6 až 30 atomů uhlíku a n znamená 30 až 100, přičemž se uvedené tvrdidlo přidá v množství 2 až 20 ml 5% vodného roztoku a alkoxy-polyethylenoxid se přidá v množství 1 až 10 ml 10% vodného roztoku, vztaženo na 1 kg emulze.