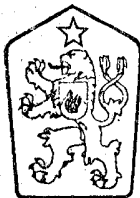


ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



RAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240365

(11)

(B1)

[22] Přihlášeno 26 08 83

[21] (PV 6221-83)

[40] Zveřejněno 16 07 85

[45] Vydáno 15 08 87

(51) Int. Cl.⁴
G 03 C 1/08

[75]

Autor vynálezu

ARIENT JOSEF dr. ing. DrSc., PARDUBICE; DOSTÁL JOSEF ing.;
HRDLÍČKA JAROSLAV, HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Způsob emulgace barvotvorných disperzních složek

1

Byl vypracován nový způsob emulgace disperzních barvotvorných složek za použití vysokovroucích rozpouštědel na bázi vyšších alifatických alkoholů, alkylaryloxypolyethylenoxidu, event. jejich směsí a za přítomnosti dispergačních prostředků na bázi derivátů sulfonovaných alkylaryloxypolyethylenoxidu.

2

Vynález se týká emulgace barvotvorných disperzních složek pro světlocitlivý, halogenstříbrný, barevný i černobílý materiál.

Disperzní barvotvorné složky, tj. složky nerozpustné ve vodném prostředí (triviálně tzv. chráněné složky) musí se uvádět do vodných roztoků želatiny zcela jiným technologickým postupem, než je tomu u vodorozpustných barvotvorných složek. Disperzní složky je nutno pomocí nejrůznějších ingrediencí a za pomoci vhodných mechanických zařízení převést na emulze nebo disperze o určité velikosti částic, které potom vytvářejí s želatinovými roztoky nepravé roztoky.

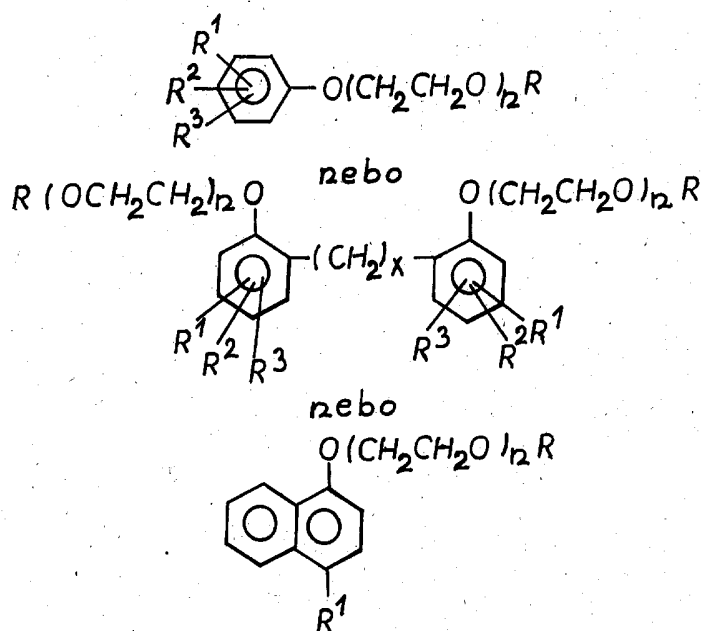
Jednou z nejrozšířenějších a nejběžněji používanou metodou je emulzifikace barvotvorných složek v organických rozpouštědlech o teplotě varu 170 °C, event. vyšším, které se nemísí s vodou. Ke snazšímu převedení barvotvorných složek do roztoku vysokovroucích rozpouštědel se používají nízkovroucí rozpouštědla, která se nemísí, anebo jenom částečně mísí s vodou nebo jsou ve vodě rozpustná.

Jako vysokovroucí rozpouštědla se používají di-n-butylftalát, benzylsulfát, tri-o-kresylfosfát a další tak, jak jsou uvedeny v

patentu US 2 322 027 a patentu DE 2 536 191.

Nízkovroucí, pomocná rozpouštědla jsou uvedena v řadě patentů (patenty 2 528 845, 2 532 225, 2 536 191; pat. GB 1 142 553; pat. US 2 801 171, 2 801 170, 2 949 360 a 3 468 666). Nevýhodou těchto nízkovroucích rozpouštědel je, že se musí z připravených fotografických emulzí před jejich polem odstranit odpařením. Tím se do značné míry snižuje bezpečnost celého technologického procesu a výroba fotografického materiálu se podstatně po stránce provozní, investiční i ekonomické komplikuje.

Nyní bylo nalezeno, že vhodné disperze či emulze barvotvorných složek se připraví jejich rozpuštěním v samotných vysokovroucích rozpouštědlech nebo jejich směsí za event. přítomnosti vhodného dispergujícího činidla a vhodné teploty bez přítomnosti nízkovroucích, pomocných rozpouštědel. Jako vysokovroucí rozpouštědlo se použije oktylalkohol a alkoholy alifatické řady C₉₋₁₆ s rovně probíhajícím nebo rozvětveným řetězcem, deriváty alkylaryloxypolyethylenoxidu typu



kde

R = H, alkyl C₁₋₄, acyl nebo alkylamino-skupina, aryl nebo aralkylskupina (alkyl = C₁₋₄);

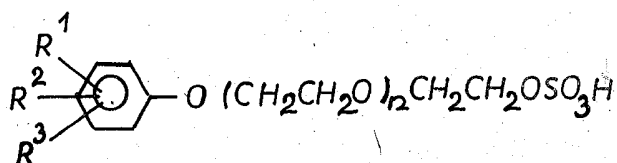
R¹, R², R³ = H, alkyl C₁₋₁₆

x = 0 až 10

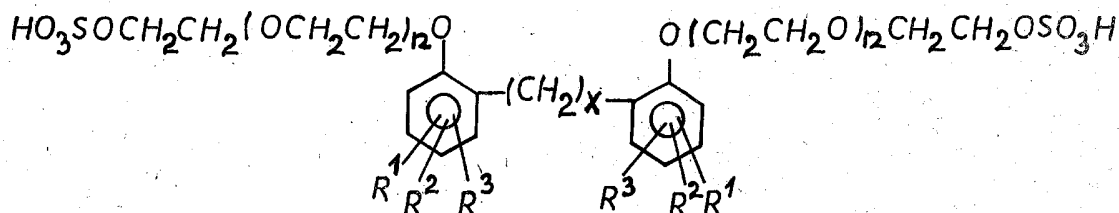
n = 2 až 200

event. jejich směsí.

Dále bylo nalezeno, že účinnost emulgace se podstatně zvýší použitím emulgátorů na bázi sulfatovaných alkylarylpolyethylenoxidu typu:



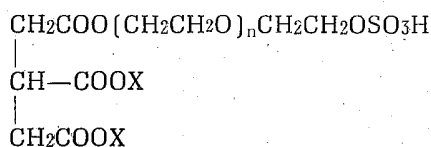
nebo



kde

$R^1, R^2, R^3 = \text{H, alkyl } C_{1-8}, \text{ alkylfenyl, kde}$
 $\text{alkyl} = C_{1-8} \text{ nebo naftyl}$
 $n = 2 \text{ až } 100$
 $x = 0 \text{ až } 10$

nebo



kde

$n = 2 \text{ až } 100; X = \text{H nebo}$
 $\text{H}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OSO}_3\text{H} (n = 2 \text{ až } 100)$

Výše uvedená rozpouštědla podle našeho vynálezu je možno podle potřeby kombinovat i s jinými vysokovroucími rozpouštědly jako je dibutylftalát, trikresylfosfát, tri-isopropenylfosfát, butyléterdiglykolacetát, butylethertriglykolacetát apod. Při přípravě roztoků, event. emulzí výše uvedeným postupem podle našeho vynálezu, je nutno dodržovat potřebný teplotní režim. Při teplotách nad 120°C se řada disperzních barvotvorných složek zcela nebo částečně rozkládá. Při příliš nízkých teplotách se nedosáhne potřebného stupně rozpuštění, případně emulzifikace. Jako nejvýhodnější teplota byla nalezena pro rozpouštění $80 \text{ až } 110^\circ\text{C}$, pro emulsifikaci $50 \text{ až } 70^\circ\text{C}$.

Tím, že se z emulgačního procesu zcela eliminuje nízkovroucí rozpouštědlo, se docílí vysoké koncentrace emulze [5 až 20 g barvotvorné složky na 100 g emulgátu] a tím i vysokého obsahu stříbra v emulzi, eventuálně na ploše. Vysoká koncentrace takto získaných emulzí silně snižuje možnost difúze barvotvorných složek mezi vrstvami a umožní se současně polévání více emulzí, obsahující různé barvotvorné složky přímo na sebe bez ochranné vrstvy.

Další výhodou je i snížení pěnivosti emulzí.

Ekonomický i technický význam technologického postupu dispergace uvedeného v našem vynálezu je vysoký. Eliminací nízkovroucího rozpouštědla z dispergačního procesu se odstraní výbušné, případně toxické prostředí, snižuje se provozní i investiční náklady.

Příklad 1

5 g 5-methyl-4,6-dichlor-2-(2,4-di-terc.-pentylfenoxy-1-ethylacetamido)fenolu (azurová složka V-44) bylo rozpuštěno ve 2,5 ml 4-oktadecylfenoxyhexaethylenoxidu a 4 ml oktanolu. Po přidání 0,7 ml p-nonylfenoxy-pentaethylenoxyethylsulfoesteru jako dispergátoru, byl roztok rozmíchán s 50 ml 7% vodného roztoku želatiny. Po 2minutovém míchání kavitačním míchadlem typu stator-rotor při teplotě 90°C byla získána emulze o polydisperzitě částic 2/185 (vyjádřeno v N-stupnici polydisperzity), která se delším stáním nemění.

Příklad 2

Emulze byla připravována stejným způsobem jako v příkladě 1, jako rozpouštědla se však použije 2,5 ml o-trikresylfosfátu a 5 ml oktanolu. Byla získána emulze o polydisperzitě 1/285.

Příklad 3

Emulze byla připravována stejným způsobem jako v příkladě 1, jako rozpouštědla se použije 7,5 ml oktanolu. Byla získána emulze o polydisperzitě 2/225.

Příklad 4

5 g 1-(2,4,6-trichlorfenyl)-3-(2-chlor-5-oktadecyljantarimido)fenylaminopyrazolonu-5- (purpurová složka) bylo rozpuštěno ve směsi 2,5 ml 4-oktadecylfenoxyhexaethylenoxidu a 5 ml oktanolu při 110°C . Po přidání 0,7 ml p-nonylfenoxy-pentaethylenoxye-

thylsulfoesteru jako dispergátoru, byl roztok rozmíchán kavitačním míchadlem s 50 mililitry 7% vodného roztoku želatiny. Po 2minutovém míchání při 50 °C byla získána emulze o polydisperzitě 1/245, která se dalším stáním nemění.

Příklad 5

5 g 2-chlor-5-(2,4-di-terc.pentylfenoxypentamido)-1-pivaloylacetanilidu (žlutá složka) bylo rozpuštěno ve 2,5 ml 4-oktadecylfenoxyhexaethylenoxidu a 5 ml oktanolu při 110 °C. Po přidání 0,7 ml p-nonylphenoxypentaethylenoxyethylsulfoesteru jako dispergátoru, byl roztok rozmíchán s 50 ml 7% vodného roztoku želatiny. Po 2minutovém míchání kavitačním míchadlem byla získána emulze o polydisperzitě 1/240, která se dalším stáním již nemění.

Příklad 6

5 g 2-chlor-5-(2,4-di-terc.pentylfenoxypentamido)-1-(3-chlortriazolo-1)-1-pivaloylacetanilidu (žlutá DIR-složka) bylo rozpuštěno ve 2,5 ml 4-oktadecylfenoxyhexaethylenoxidu a 5 ml oktanolu při 80 °C. Po přidání 0,7 ml p-nonylphenoxypentaethylenoxyethylsulfoesteru jako dispergátoru byl roztok rozmíchán s 50 ml 7% vodného roztoku želatiny kavitačním míchadlem. Po 2minutovém míchání byla získána emulze o poly-

disperzitě 1/200, která se dalším stáním nemění.

Příklad 7

5 g 2-chlor-5-(2,4-di-terc.pentylfenoxypentamido)-1-(1-fenyltetrazolo-5)-1-pivaloylacetanilidu bylo rozpuštěno ve 2,5 ml 4-oktadecylfenoxyhexaethylenoxidu a 5 ml oktanolu při 80 °C. Po přidání 0,7 ml p-nonylphenoxypentaethylenoxyethylsulfoesteru jako dispergátoru byl roztok rozmíchán s 50 ml 7% vodného roztoku želatiny kavitačním míchadlem. Po 2minutovém míchání byla získána emulze o polydisperzitě 1/180, která se dalším stáním nemění.

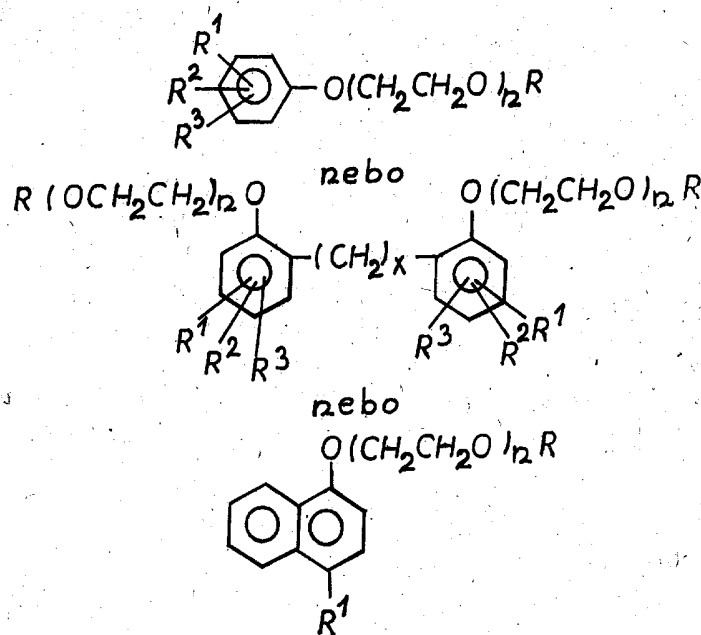
Příklad 8

0,7 g 5-methyl-4,6-dichlor-2-(2,4-di-terc.pentylfenoxypentamido)fenolu, 0,75 gramu 1-(2,4,6-trichlorfenyl)-3-(2-chlor-5-oktadecyljantarimido)fenylaminopyrazolu-5 a 2,5 g 2-chlor-5-(2,4-di-terc.pentylfenoxypentamido)-1-pivaloylacetanilidu bylo rozpuštěno ve 4 ml 4-oktadecylfenoxyhexaethylenoxidu a 1,5 ml oktanolu při 110 °C. Po přidání 0,6 ml p-nonylphenoxypentaethylenoxyethylsulfoesteru jako dispergátoru, byl roztok rozmíchán kavitačním míchadlem se 40 ml 7% vodného roztoku želatiny. Po 2minutovém míchání byla získána emulze o polydisperzitě 1/180, která se dalším stáním prakticky nemění.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob emulgace barvotvorných disperzních složek pro světlocitlivý, halogenstříbrný, barevný i černobílý materiál vyznačený tím, že se použije oktanolu jako vysoko-

vroucího rozpouštědla nebo vysokovroucích rozpouštědel na bázi alkylaryloxypolyethylenoxidu typu



kde

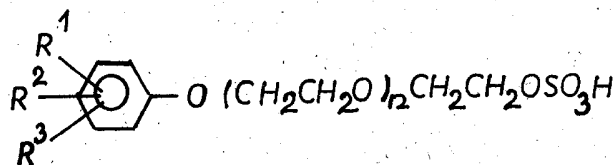
$R = H$, alkyl C_{1-4} , aryl nebo aralkyl C_{1-4} ,
acyl nebo aminoalkyl

$R^1, R^2, R^3 = H$, alkyl C_{1-8}

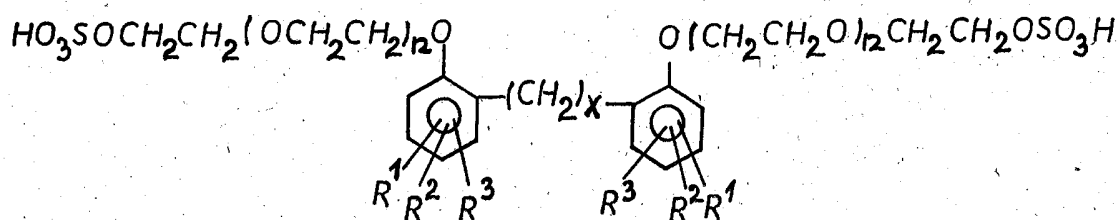
$x = 0$ až 10 a

$n = 2$ až 100 a

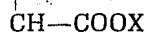
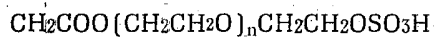
anebo těchto vysokovroucích rozpouštědel
na bázi alkylaryloxypolyethylenoxidu v kom-
binaci s oktanolem a jako emulgátoru se
použije sulfonovaných alkylaryloxypolyethy-
lenoxidových derivátů typu:



nebo



nebo



kde

$R^1, R^2, R^3 = H$, alkyl C_{1-8} , alkylfenyl, kde
alkyl = C_{1-8} nebo naftyl

$X = H$ nebo $(CH_2CH_2O)_nCH_2CH_2OSO_3H$,

$n = 2$ až 100

$x = 0$ až 10