



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

200 886

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 11 78
(21) PV 7483-78

(51) Int. Cl.³ G 03 C 1/34

(40) Zveřejněno 31 01 80
(45) Vydáno 01 01 83

(75)
Autor vynálezu ČEJKA LADISLAV ing., VÁVROVÁ JAROSLAVA ing. CSc., VÁVRA MILOŠ ing., HRADEC
KRÁLOVÉ a
PETRÁŠ FRANTIŠEK ing., HOLICE V ČECHÁCH

(54) Způsob přípravy fotografické halogenstříbrné emulze

1

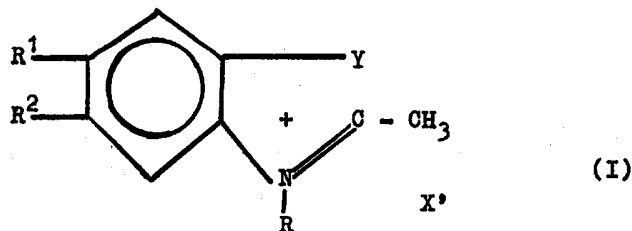
Vynález řeší způsob přípravy světlocitlivé fotografické halogenstříbrné emulze se zvýšenou odolností proti závoji.

Desud používané kombinace stabilizátorů fotochemických vlastností fotografických halogenstříbrných emulzí zahrnují vždy optimální dávku stabilizátorů typu triazaindolizinu, jako je například 5-metyl-7-hydroxy-2,3,4-triazaindolizin. Dále mohou být použity i jiné druhy stabilizátorů, jako jsou například stabilizátory typu derivátů merkaptobenzthiazolu, benzimidazolu, merkaptothiodiazolu, merkaptotetrazolu atd. Polevy takto stabilizované fotografické emulze prokazují při stárnutí celkem dobrou stabilitu senzimetrických hodnot. V případě stání takto připravené emulze před jejím polevem na podložku, což bývá při teplotách od 30 do 50 °C, dochází však k nepříznivému nárůstu hodnot závoje, zejména je-li tato doba stání dlouhá několik, například osm hodin a déle. Zvýšené hodnoty závoje se výrazně projevují při delších vyvolávacích časech a užité vlastnosti takto vyrobených fotomateriálů značně znehodnocují.

Výše uvedené nedostatky nemá způsob přípravy fotografické halogenstříbrné emulze se zvýšenou odolností proti emulznímu závoji, zapříčiněnému stáním emulze při teplotách v rozmezí 30 až 50 °C, jehož podstata spočívá v tom, že k optimálně stabilizované foto-

200 888.

grafické emulzi pomocí stabilizátoru typu triaza-indolizinu samotného nebo v kombinaci s jiným typem pretizávojevé látky se přidá látka obecného vzorce I,



ve kterém

Y znamená atom kyslíku, síry nebo selenu,

R znamená sulfoalkylskupinu s celkovým počtem uhlíkových atomů 3 nebo 4, sulfátoalkylskupinu s celkovým počtem uhlíkových atomů 2 nebo 3,

R¹ znamená atom vodíku, methylskupinu nebo methoxyskupinu,

R² znamená atom vodíku, methylskupinu, methoxyskupinu, fenylyskupinu, halogen nebo hydroxyskupinu a

X' znamená anion, jako například Br'.

Je výhodné látku obecného vzorce I přidávat k emulzi po skončení chemického zrání.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že se při vyváženém dávkování uvedených látek zvýší odolnost vyráběné fotografické emulze vůči nárůstce závoje při stání emulze při teplotě od 30 do 50 °C, a to i času stání delším než 10 hodin. Polevy tímto způsobem připravené emulze si přitom uchovávají své příznivé pretizávojevé vlastnosti i při stárnutí fotomateriálu.

Při optimální dávce stabilizátoru 5-metyl-7-hydroxy-2,3,4-triaza-indolizinu, která se pohybuje podle druhu vyráběných emulzí od 0,001 do 0,01 g na 1 g Ag, leží oblast dávkování nových typů látek obecného vzorce I v rozmezí 0,0001 a 0,001 g na 1 g Ag a toto množství je závislé na ev. dalším přidavku stabilizátorů jiného typu. Použitá kompozice stabilizátorů může být do emulze dávkována v kterémkoliv období při její výrobě, ale nejvhodnějším časovým úsekem je dávkování ihned po skončeném dodatkovém chemickém zrání.

Předmět vynálezu lze ilustrovat následujícími příklady.

Příklad 1

Byla vyrobena bromjodidová fotografická emulze s obsahem 1 mol. % AgJ o obsahu 46 g Ag/1 kg; chemické zrání dovedeno při použití senzibilizace komplexními sloučeninami zlata a KSCN do optima senzimetrických vlastností a emulze byla ihned oestabilizována dávkováním 5-metyl-7-hydroxy-2,3,4-triaza-indolizinem (MHT) v množství 0,008 g/1 g Ag a 3-merkpto-5-imino-1, 5-dihydro-4thio-1,2-diazolu (MIDTD) v množství 0,0002 g/ 1 g Ag.

Emulze byla rozdělena na tři díly, označené A, B a C a ponechána stát za míchání při teplotě $40^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

Do dílu B bylo dále dávkováno 0,0004 g 2-metyl-3-(karboxyetyl)-benzthiazoliumbromidu (MB) na 1 g Ag.

Do dílu C bylo dále dávkováno 0,0004 g 2-metyl-5-metoxy-3-(karboxyetyl) benzthiazoliumbromidu (MMB) na 1 g Ag.

Díl A sloužil jako porovnávací zkouška.

V období 8 a 24 hodin stání emulze při teplotě 40°C byly odebrány a polity emulzní zkoušky, které byly po usušení senzimetricky zpracovány podle ČSN 666402 s použitím vyvolávacích dob 5 a 11 minut. Úrovně závejů pro pěti a jedenácti minutovou vyvolávací dobu a pro 8 a 24 hodin stání při teplotě 40°C při jinak srovnatelných ostatních senzimetrických hodnotách jsou uvedeny v tabulce.

Tabulka 1

Zkouška	Stabilizace (g stabilizátoru na 1 g Ag)		Přídavný stab. (g stabilizátoru na 1 g Ag)	D ₀ - 8 h		D ₀ - 24 h	
				5 min	11 min	5 min	11 min
A	MHT 0,008		0	0,18	0,51	0,24	0,93
	MIDTD 0,0002						
B	MHT 0,008	MB	0,0004	0,15	0,29	0,18	0,39
	MIDTD 0,0002						
C	MHT 0,008	MMB	0,0004	0,15	0,30	0,14	0,34
	MIDTD 0,0002						

Z uvedené tabulky prokazatelně vyplývá protizávojeová účinnost přídavných látek MB a MMB, a to zvláště pro delší doby stání emulze při teplotě 40°C .

Příklad 2

Stejná emulze, jako je uvedeno v příkladu 1, byla po dosažení optima chemického zrání ostabilizována dávkováním 5-metyl-7-hydroxy-2,3,4-triazaindolizinu (MHT) v množství 0,008 g na 1 g Ag a 3-merkapt-5-imino-1,5-dihydro-4-thio-1,2-diazolu (MIDTD) v množství 0,0002 g na 1 g Ag. Emulze byla rozdělena na 7 dílů. Díl č. 1 byl ponechán bez přídavku další stabilizace jako srovnávací vzorek. Do dílů č. 2, 3 a 4 byl dávkován stabilizátor 2-metyl-3-(karboxyetyl) benzthiazoliumbromid (BM) v dávkě 0,0002; 0,0004 a 0,0006 g

200 888

na 1 g Ag. Do dílů č. 5, 6 a 7 byl dávkován stabilizátor 2-metyl-5-metoxy-3-(karboxyetyl) benzthiazoliumbromid (MMB) v dávkách 0,0002, 0,0004 a 0,0006 g na 1 g Ag. Po přidání běžných lečivých přísad byly emulzní vzorky polity na tracetátovou podložku. Po usušení byly polevy emulze uloženy do termostatu a ponechány simulovanému stárnutí při teplotě 50 °C po dobu 18 dní. Zpracování emulzních polev proběhlo potom podle ČSN 666402 s použitím vyvolávacích dob 5 a 11 minut. Úrovně závoje D_0 při jinak srovnatelných ostatních senzimetrických hodnotách pro simulované stárnutí v suchém termostatu při 50 °C po dobu 18 dní jsou uvedeny v tabulce 2.

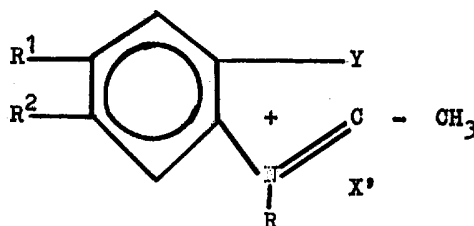
Tabulka 2

Zkouška	Stabilizace (g stabilizátoru na 1 g Ag)	Přídavný stab. (g stabilizátoru na 1 g Ag)	D_0 po 18 dnech suchého termostatu při 50 °C	
			Vyvolávací doba	
			5 minut	11 minut
č. 1		0	0,18	0,39
č. 2		MB 0,0002	0,18	0,30
č. 3		MB 0,0004	0,17	0,26
č. 4		MB 0,0006	0,15	0,24
č. 5		MMB 0,0002	0,18	0,30
č. 6		MMB 0,0004	0,16	0,27
č. 7		MMB 0,0006	0,16	0,25

Z uvedené tabulky vyplývá, že přidavek látek MB a MMB do emulze si ponechává svůj protizávojevý účinek i pro simulované stárnutí v suchém termostatu při 50 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy fotografické halogenstříbrné emulze, citlivé na světlo, se zvýšenou odolností proti emulznímu závoji, zapříčiněnému stáráním emulze při teplotě 30 až 50 °C, vyznačující se tím, že k optimálně stabilizované fotografické emulzi pomocí stabilizátoru typu trazaindilizinu samotného nebo v kombinaci s jiným typem protizávojevé látky, se přidá látka obecného vzorce I,



(I)

ve kterém

Y znamená atom kyslíku, síry nebo selenu,

R znamená sulfoalkylskupinu s celkovým počtem uhlíkových atomů 3 nebo 4, sulfátoalkylskupinu s celkovým počtem uhlíkových atomů 2 nebo 3, karboxyalkylskupinu s celkovým počtem atomů 2 nebo 3,

R¹ znamená atom vodíku, methylskupinu nebo methoxyskupinu,

R² znamená atom vodíku, methylskupinu, methoxyskupinu, fenyl-skupinu, halogen nebo hydroxyskupinu a

X' znamená anion, jako například Br',

v množství 0,0002 až 0,001 g na 1 g kovového stříbra, obsaženého v připravené emulzi.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se látka obecného vzorce I přidává k emulzi po skončení chemického zrání.