



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.VI.1964 (P 105 002)

Pierwszeństwo: _____

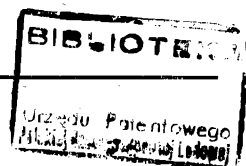
Opublikowano: 20.I.1967

Kl. ~~57, b, 8/02~~

576, 1/36

MKP G 03 c 5/36

UKD



Współtwórcy wynalazku: Manfred Jürgens, Heinz Priebe,
dr Alfred Wende

Właściciel patentu: VEB Fotochemische Werke Berlin, Berlin-Köpenick,
(Niemiecka Republika Demokratyczna)

Sposób hartowania fotograficznych warstw żelatynowych

1

Do hartowania fotograficznych warstw żelatynowych stosowano dotychczas rozmaite nieorganiczne lub organiczne substancje hartujące. Między innymi stosowano również dwu- i trójfunkcyjne epoksydy. Opisane to zostało w patencie Stanów Zjednoczonych Ameryki Północnej Nr 3.047.394 (1958 r.), w patencie francuskim Nr 1.247.635 (1959 r.), patencie belgijskim Nr 620.602 (1962 r.), patencie japońskim Nr 133 (1959 r.), oraz patentach Niemieckiej Republiki Demokratycznej Nr 20.377 (1958 r.), Nr 21.288 (1959 r.), Nr 21.758 (1959 r.) i Nr 24.569 (1960 r.) Mimo bardzo obszernego materiału podanego w literaturze nie stosuje się w przemyśle na większą skalę tego rodzaju środków hartujących. Wykazują one bowiem szereg ujemnych cech. Trudności, które uniemożliwiały dotychczas stosowanie związków epoksydowych do hartowania fotograficznych warstw żelatynowych, polegają przede wszystkim na ich skłonności do samopolimeryzacji, oraz na reaktywności w stosunku do innych związków niż żelatyna. W wyniku tego trwałość tych środków podczas składowania obniża się znacznie, a ich skuteczność maleje. Często dochodzi do polimeryzacji już podczas poddawania syntetycznego środka hartującego destylacji w celu jego oczyszczenia. Niektóre związki takie jak na przykład eter glikolu etylenowego i dwuglicydu polimeryzują już w obecności małych ilości za-

2

nieczyszczeń, natomiast inne związki, takie jak cyjanuran trójglicydyłu trzeba przechowywać w niskiej temperaturze, jeżeli równoważnik epoksydowy ma pozostać stały.

5 Ponadto znane środki hartujące wykazują małą rozpuszczalność w rozpuszczalnikach stosowanych w fotochemii. Mała jest również trwałość ich wodnych roztworów. I tak na przykład cyjanuran trójglicydyłu rozpuszcza się jedynie w mieszaninach acetonu, dioksanu lub glikolu etylenowego i metanolu. Rozpuszczalniki te mogą spowodować zaburzenia w fotochemicznych właściwościach warstw fotograficznych i są ponadto niepożądane z uwagi na swą toksyczność. Tego rodzaju roztwory są również 15 niezwykle wrażliwe na dodatek wody, który często powoduje wytrącenie środka hartującego oraz hydrolizę pierścienia oksyranu. Mała rozpuszczalność tych związków w wodzie może spowodować, że na przykład po dodaniu do 20 emulsji eteru chlorohydrochinonu i dwuglicydu, następuje jego rozlanie się i wykrystalizowanie na powierzchni filmu. W przypadku użycia fosforanu trójglicydyłu jako środka hartującego obok hydrolizy pierścienia oksyranu może wystąpić niepożądana zmiana wartości pH spowodowana tą hydrolizą. W przypadku użycia jako 25 środka hartującego krzemianu fenylotrójglicydyłu może tworzyć się kwas krzemowy. Zastosowanie wielu epoksydów jest wreszcie proble-

matyczne z uwagi na to, że ciekłe i lotne monomery stanowią truciźny kontaktowe.

Obecnie stwierdzono, że można uniknąć wyżej wymienionych trudności i hartować w sposób tani i pewny warstwy fotograficzne, a zwłaszcza wysokoczułe emulsje, osiągając jednocześnie dowolny stopień zahartowania, jeżeli według wynalazku zastosuje się jako środek hartujący izo-cyanuran trójglicydy. Substancję tę można łatwo otrzymać na skalę techniczną z kwasu cyjanurowego i epichlorohydriny sposobem opisanym przez Wendego i Preibego (zgłoszenia patentowe w Niemieckiej Republice Demokratycznej Nr WP 12q (83 323 z dnia 18.I. 1963 r. oraz w Wielkiej Brytanii Nr 11 251/64 z dnia 17.III.1964 r.). Jest to biała krystaliczna substancja o temperaturze topnienia 90°C, rozpuszczalna w wodzie. W odróżnieniu od cyjanuranu trójglicydy nie wykazuje ona struktury s-triazyny, lecz strukturę laktamową kwasu izocyjanurowego. Dobra rozpuszczalność w wodzie izocyjanuranu trójglicydy jest spowodowana silnie polarną grupą C=O w pierścieniu.

Na rysunku przedstawiono na fig. 1 wzór strukturalny cyjanuranu trójglicydy, natomiast na fig. 2 — izocyjanuranu trójglicydy.

Przegrupowanie cyjanuranu trójglicydy w uboższą energetycznie, a zatem trwalszą po-

stać izocyjanuranu trójglicydy nie występuje.

Ze względu na dużą trwałość izocyjanuranu trójglicydy, dużą reaktywność jego grup epoksydowych, jego rozpuszczalność w wodzie oraz dużą stabilność podczas składowania, jak również z uwagi na łatwość jego wytwarzania, nadaje się on bardzo dobrze do hartowania żelatynowych warstw fotograficznych, stosowanych zwłaszcza do wytwarzania materiałów filmowych przeznaczonych dla okolic tropikalnych.

Przykład: Do 1000 części wagowych żelatynowej emulsji bromo-srebrowej gotowej do wylania dodaje się 14 części wagowych 5%-owego wodnego roztworu izocyjanuranu trójglicydy. Po trzech dniach składowania w warunkach normalnych, to znaczy w pomieszczeniu o temperaturze 20° i względnej wilgotności powietrza 60%, emulsja jest odporna na warunki występujące w okolicach tropikalnych (według wskazań ASA). Po inkubowaniu w ciągu 6 godzin wykazuje ona temperaturę topnienia powyżej 100°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób hartowania fotograficznych warstw żelatynowych, **znamienny tym**, że jako środek hartujący stosuje się izocyjanuran trójglicydy.

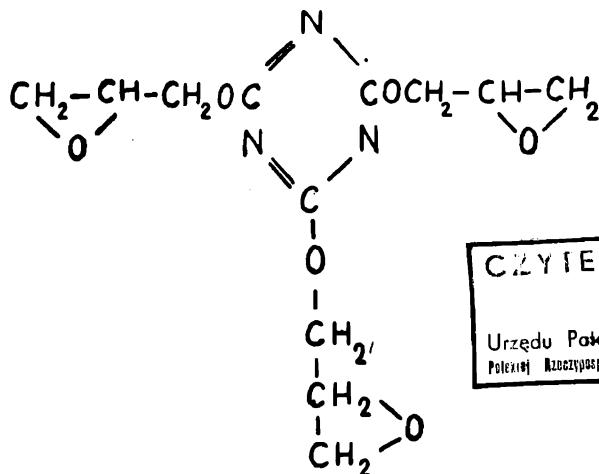


Fig. 1

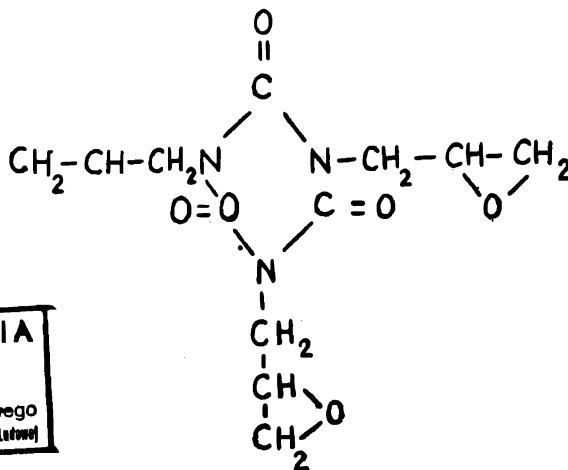


Fig. 2

