



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 24.11.73 (P. 166789)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.06.75

Opis patentowy opublikowano: 30.05.1977

MKP G03c 1/02

Int. Cl.² G03C 1/02

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Edward Dubiel

Uprawniony z patentu: Warszawskie Zakłady Fotochemiczne FOTON,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania chlorowcosrebrowych emulsji fotograficznych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania chlorowcosrebrowych emulsji fotograficznych o dowolnej charakterystyce i przeznaczeniu.

Dotychczas znane metody wytwarzania chlorowcosrebrowych emulsji fotograficznych opierały się na żelatynie, która będąc produktem przeróbki surowców zwierzęcych, nie posiada powtarzalnych właściwości, zależących w dużym stopniu od rodzaju i gatunku surowca. Mimo tego, żelatyna jest dotychczas najważniejszym, obok soli srebra, surowcem stosowanym w przemyśle fotochemicznym. Żelatyna fotograficzna spełnia w produkcji materiałów fotograficznych cały szereg funkcji mając między innymi wpływ na zarodkowanie, wzrost i formowanie kryształów halogenków srebra, na kształtowanie wartości sensytmetycznych w drugim dojrzewaniu a ponadto działa jako koloid ochronny i zabezpiecza przed sklejeniem się kryształów halogenków srebra.

Celem wynalazku było opracowanie sposobu wytwarzania chlorowcosrebrowych emulsji fotograficznych w środowisku beżelatynowym w celu wyeliminowania trudności związanych z uzyskaniem powtarzalnych szarż żelatyny fotograficznej oraz uniezależnienia się od wad jakie żelatyna posiada.

Stwierdzono, że w wodnym beżelatynowym środowisku, w obecności substancji powierzchniowo czynnej można uzyskać różnorodne formy kry-

2

staliczne z korzystnymi dla procesów fotograficznych postaciami płaskich tabliczek.

Istota wynalazku, polega na zastąpieniu żelatyny substancją powierzchniowo czynną, korzystnie niejonową substancją powierzchniowo czynną, w pierwszym etapie wytwarzania emulsji chlorowcosrebrowych, kiedy to zachodzi strącanie i dojrzewania fizyczne kryształów halogenków srebra. W etapie tym zostają ukształtowane wszystkie najważniejsze własności takie jak światłoczułość, kontrastowość, zadymienie, zdolność rozdzielcza i inne.

Do opracowania receptur na poszczególne typy emulsji wykorzystano znane i stosowane receptury produkcyjne. Większość parametrów technologicznych decydujących o właściwościach produkowanych emulsji jak na przykład skład roztworów podstawowych, ilość wlewek, sposobów strącania, stężenia i nadmiar jonów chlorowcowych, dodatek jodków, amoniaku, i tym podobne działa podobnie i może być nie zmieniana przy przejściu z receptury żelatynowej na beżelatynową. Brak żelatyny w pierwszym etapie wytwarzania emulsji sposobem według wynalazku stwarza cały szereg korzyści i zalet otrzymywanego w ten sposób materiału fotograficznego, a mianowicie dzięki temu, że substancje powierzchniowo czynne zwilżając powierzchnię kryształów na granicy faz ciało stałe—ciecz, łatwo się desorbują i nie wbudowują się do wnętrza kryształów jak żelatyna,

można uzyskiwać kryształy pozbawione w dużym stopniu centrów wewnętrznych, które normalnie, konkurując w tworzeniu obrazu utajonego z centrami powierzchniowymi, zazwyczaj obniżają światłoczułość ogólną materiału. Z drugiej strony, kierując odpowiednio procesem poprzez dozowanie wtrąceń jonów obcych do sieci krystalicznej — jonów jodkowych, metali itp., można wewnętrzne centra czułości celowo wzmocnić, co jest korzystne dla materiałów przeznaczonych dla promieniowania przenikliwego (promienie rentgenowskie, gamma). Inną zaletą emulsji bezzelatynowych jest ich niespotykana stabilność: i tak na przykład emulsja przechowywana w środowisku wodnym, w normalnych warunkach temperaturowych, w ciemności, przez wiele miesięcy nie zmienia nic ze swych właściwości sensytmetycznych. Również po dyspersji w odpowiedniej żelatynie i normalnym dojrzewaniu chemicznym, otrzymany materiał fotograficzny wykazuje wielokrotnie większą stabilność i odporność na starzenie.

Stosując sposób według wynalazku eliminuje się pracochłonne i żmudne etapy schładzania i krzepnięcia oraz rozdrabniania i płukania emul-

sji konieczne przy produkcji emulsji żelatynowej znanymi sposobami. Również w stosunku do nowocześniejszych metod flokulacji emulsji, zastępujących wymienione etapy produkcji, sposób według wynalazku ma tę wyraźną przewagę, że jest niezawodny i nie wymaga żadnych, niekiedy drogich czynników flokujących.

Jeszcze inną zaletą emulsji bezzelatynowej wytwarzanej sposobem według wynalazku jest to, że może ona być redyspergowana w żelatynie lub innym środowisku o dowolnej koncentracji i w dowolnej ilości, co pozwala otrzymywać zarówno emulsje o dużym stężeniu srebra jak i materiały cienkowarstwowe.

Niżej podane przykłady ilustrują sposób według wynalazku nie ograniczając zakresu wynalazku. Przy sporządzaniu emulsji bezzelatynowych wychodzi się ze znanych receptur literaturowych lub produkcyjnych.

Przykład I. Sporządza się amoniakalną emulsję negatywową — drobnoziarnistą wychodząc z recepty wg książki: P. Glafkidesa „Chimie et physique photographiques”, rozdział XIX, str. 369 przygotowując wlewki A, B i C.

		Emulsja porównawcza	Emulsja bezzelatynowa	
Wlewka A	woda destylowana	200 cm ³	Temp.	200 cm ³
Temp.	bromek potasu	63 g	35°C	63 g
45° C	jodek potasu	2 g		2 g
	żelatyna aktywna	25 g		—
	substancja powierzchniowo czynna, niejonowa (Rokanol OC-21, addukt tlenku etylenu z alkoholem oleocetylowym. Produkcja: Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego „Rokita”)	—		20 g
Wlewka B	woda destylowana	480 cm ³		480 cm ³
	azotan srebra	75 g		75 g
	amoniak 25%	—		~ 75 cm ³ (do rozpuszczenia osadu)
Wlewka C	woda destylowana		120 cm ³	—
	żelatyna		60 g	—
	kwask octowy 50%		—	75 cm ³

Wlewkę B wprowadza się do wlewki A w ciągu pięciu minut po czym dojrzewa się przez 20 minut w temperaturze 35°C. Na zakończenie dojrzewania wlewa się kwas octowy (wlewka C) i odstawia do sedymentacji. Oddziela się osad halogenku srebra po czym dysperguje go w 8% roztworze odpowiednio aktywnej żelatyny. Dojrze-

wanie chemiczne, przygotowanie obłewu, obłew itd. prowadzi się w zwykły sposób stosowany przy emulsjach żelatynowych.

Przykład II. Sporządza się wysokoczułą negatywową emulsję bezamoniakalną przygotowując wlewki A, B i C.

		Emulsja porównawcza	Emulsja bezzelatynowa	
Wlewka A Temp. 69°C	woda destylowana bromek potasu jodek potasu żelatyna substancja powierzchniowo czynna, nie- jonowa, Rokanol OC-21	440 cm ³ 48 g 1,8 g 8,8 g	Temp. 40°C	440 cm ³ 48 g 1,8 g — 20 g
Wlewka B	woda destylowana azotan srebra	405 cm ³ 44 g		405 cm ³ 44 g
Wlewka C	żelatyna	160 g		—

195 cm³ wlewki B wprowadza się w ciągu 90 sekund do wlewki A, a resztę wlewki B w ciągu 33 minut, po czym miesza się przez dalsze 2 minuty a następnie odstawia do sedimentacji. Po sedimentacji i oddzieleniu (i ewentualnym przemyciu wodą destylowaną) kryształki redysperguje się w 6—10% roztworze aktywnej żelatyny i dojrzewa z dodatkiem soli złota. Dalsze etapy prowadzi się w sposób stosowany przy emulsji żelatynowej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania chlorowcosrebrowych emulsji fotograficznych, **znamienny tym**, że kryształki halogenków srebra strąca się i poddaje

dojrzewaniu fizycznemu w wodnym bezzelatynowym, środowisku stanowiącym wodny roztwór substancji powierzchniowo czynnej, po czym wydzielone nieplukane kryształki halogenków srebra dysperguje się w roztworze odpowiednio aktywnej żelatyny a następnie prowadzi się dojrzewanie chemiczne w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancje powierzchniowo czynne stosuje się rozpuszczalne w wodzie związki niejonowe lub amfolityczne.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że strącanie i dojrzewanie fizyczne prowadzi się w temperaturze 20—50°C.

