



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu nr ———

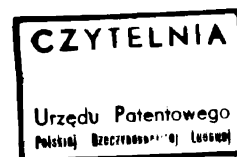
Zgłoszono: 86 03 03 (P. 258207)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 87 11 30

Opis patentowy opublikowano: 89 07 31

Int. Cl.⁴ G03C 1/82
C09K 3/16



Twórcy wynalazku: Roman Bartnik, Jerzy Konarski, Antoni Kaczmarek

Uprawniony z patentu: Zakłady Włókien Chemicznych „Stilon”,
Gorzów Wielkopolski (Polska)

Sposób obróbki antystatycznej folii z trójoctanu celulozy

Przedmiotem wynalazku jest sposób zmniejszenia podatności na elektryzowanie się folii z trójoctanu celulozy przeznaczonej do celów fotochemicznych i do innych zastosowań.

Folię wytwarza się poprzez wylanie warstwy wysokolepkiego roztworu trójoctanu celulozy w rozpuszczalnikach organicznych, na przesuwającą się, bezkońcową taśmę, odparowanie większości rozpuszczalników i następnie oderwanie od bezkońcowej taśmy wstęgi folii i dalsze jej suszenie w suszarni. W tych samych suszarniach folię powleka się jednostronnie lub dwustronnie preparacją adhezyjną, której głównym składnikiem jest hydrofilowy polimer, na przykład żelatyna i po wysuszeniu warstwy preparacji wstęgę folii nawija się na rdzeń. Folia z trójoctanu celulozy jest dobrym dielektrykiem i silnie elektryzuje się zwłaszcza w suszarni, w której prowadzona jest z prędkością około 2 m/min po licznych wałkach prowadzących i ciągnących, a przy tym wilgotność wdmuchiwanego do suszarni powietrza jest niska. Jest to zjawisko niekorzystne ze względu na bezpieczeństwo procesu odparowania rozpuszczalników jak i na przyciąganie przez naelektryzowaną folię zanieczyszczeń. Jeszcze bardziej folia elektryzuje się podczas produkcji z niej materiałów światłoczułych, ponieważ w maszynie do oblewu folii emulsją światłoczułą, folia jest odwijana z rdzenia i prowadzona z prędkością 20-30 m/min po licznych wałkach do strefy nanoszenia emulsji.

Następnie folia z naniesioną emulsją jest suszona w suszarniach, gdzie prowadzona jest po bardzo licznych, obracających się wałkach i to przy niskiej wilgotności powietrza, a po wysuszeniu wstęga folii nawijana jest na rdzeń. Cechy charakterystyczne tej technologii takie jak: szybki przesuw folii, niska wilgotność powietrza, częsty styk powierzchni folii z powierzchnią wałków, zwijanie na rdzeń i rozwijanie sprzyjają gromadzeniu się ładunków elektrostatycznych na powierzchni folii, a jeśli dochodzi do ich rozładowania poprzez przeskok iskry elektrycznej to następuje zaświecenie nałożonej już emulsji światłoczułej, co w praktyce dyskwalifikuje produkt. Stąd wynika konieczność obniżenia podatności folii na elektryzowanie się. Osiąga się to najczęściej nanosząc na jej powierzchnię preparację antystatyczną lub dodając antystatyk do składu preparacji adhezyjnej.

Znane jest stosowanie jako antystatyków do folii trójoctanowej związków takich jak: siarczany i azotany srebra, cynku, kadmu i magnezu, chlorki i wodorotlenki metali alkalicznych,

organiczne pochodne kwasu fosforowego i siarkowego, czwartorzędowe sole amoniowe, pochodne guanidyny i dwuguanidyny, poliglikole.

Działanie powyższych związków polega głównie na obniżeniu oporności właściwej powierzchni folii do oporności rzędu 10^{11} — 10^{12} omów. Jednak osiągnięcie takiej oporności właściwej powierzchniowej nie zapewnia jeszcze prawidłowego przerobu, bowiem nawet folie o jednakowej oporności mogą wykazywać wyraźnie odmienną podatność do elektryzacji, gdyż wielkość indukowanego ładunku zależy wyraźnie od cech samych powierzchni folii, a te są zależne między innymi od własności trójoctanu celulozy, z którego folię wyprodukowano. Stwierdzono na przykład, że folia z trójoctanu celulozy, otrzymywanego metodą homogeniczną, powleczone dwustronnie żelatynową warstwą adhezyjną oraz jednostronnie warstwą antystatyczną zawierającą azotan sodowy w ilości 0,05-0,1 grama azotanu na 1 m^2 ma oporność właściwą powierzchniową 10^{11} — 10^{12} omów i że przy nanoszeniu na tę folię emulsji światłoczułej wyładowania elektryczne nie występują.

Natomiast folia z trójoctanu celulozy otrzymanego metodą heterogeniczną, powleczone takimi samymi preparacjami jak folia z trójoctanu homogenicznego, wykazuje wprawdzie również oporność właściwą powierzchniową 10^{11} — 10^{12} omów, ale w czasie nanoszenia na nią emulsji światłoczułej w maszynie oblewniczej, silnie przylega do powierzchni wałków i elektryzuje się w takim stopniu, że następują wyładowania iskrowe i w ich wyniku zaświetlenia emulsji. Trójoctan celulozy wytwarzany metodą heterogeniczną różni się od trójoctanu otrzymywanego metodą homogeniczną między innymi tym, że zawiera znacznie więcej frakcji niskocząsteczkowych rozpuszczalnych w acetonie. Frakcje te są ekstrahowane przez aceton zawarty w roztworze preparacji adhezyjnej, a następnie wraz z tą preparacją наносzone są na powierzchnię folii, wskutek czego powierzchnia ta staje się bardziej gładka niż powierzchnia folii z trójoctanu homogenicznego. Powoduje to zwiększenie przylegania folii do wałków i dlatego przy rozdzielaniu powierzchni folii od powierzchni obracającego się wałka, powstaje duży ładunek elektryczny i następuje wyładowanie iskrowe powodujące zaświetlenie emulsji światłoczułej.

Celem wynalazku było zmniejszenie podatności na elektryzowanie się folii z trójoctanu celulozy, szczególnie wytworzonego metodą heterogeniczną, do poziomu gwarantującego oblew tej folii emulsją światłoczułą bez wyładowań elektrycznych.

Cel ten osiągnięto przez opracowanie sposobu obróbki antystatycznej folii z trójoctanu celulozy przez nanoszenie na tę powierzchnię preparacji składającej się z: 0,32%-0,70% żelatyny fotograficznej, 0,30%-0,50% kwasu ortoftalowego, 0,16%-0,52% azotanu sodowego, 0,012%-0,050% dwutlenku krzemu o ziarnach wielkości $1\text{ }\mu\text{m}$ - $6\text{ }\mu\text{m}$, 0,002%-0,006% siarczanu chromowo-potasowego, 0,003%-0,015% formaldehydu, 3,0%-5,2% chlorku metylenu, 50%-78% metanolu i 15%-50% wody. Grubość warstwy antystatycznej po wyschnięciu wynosi poniżej $1\text{ }\mu\text{m}$ z wyjątkiem miejsc, gdzie są ziarenka dwutlenku krzemu o średnicy $1\text{ }\mu\text{m}$ - $6\text{ }\mu\text{m}$, które nadają powierzchni folii mikrochropowatość. Do zwiększenia rozwinięcia powierzchni folii przyczynia się także zawartość siarczanu chromowo-potasowego, który zwiększa zgarbowanie żelatyny.

Przykład I. Do mieszalnika o pojemności 60l, z mieszadłem ramowym i z płaszczem wodnym wlewa się 20 kg wody destylowanej i przy pracującym mieszadle zasypuje się 1 kg żelatyny fotograficznej. Mieszadło po około 2 minutach wyłącza się i zawartość pozostawia na około 30 minut w celu spęcznienia żelatyny. Po tym czasie zawartość mieszalnika ogrzewa się do temperatury w zakresie 70-80°C i miesza przez około 1 godzinę aż do całkowitego rozpuszczenia żelatyny. Uzyskany roztwór schładza się do temperatury 53-58°C i dodaje do niego przy obracającym się mieszadle 19 kg 5% roztworu kwasu o-ftalowego w metanolu. Uzyskany roztwór żelatyny stabilizowany kwasem o-ftalowym przepompowuje się do drugiego mieszalnika o pojemności 500l, wyposażonego w mieszadło ramowe pracujące z prędkością 300 obrotów/minutę, do którego to mieszalnika uprzednio wpompowano już i wymieszano: 200 kg metanolu, 30 kg wody i 10 kg chlorku metylenu. Całość miesza się przez około 30 minut, po czym dodaje przy pracującym mieszadle roztwór 0,5 kg azotanu sodowego w 10 kg wody, miesza się przez 5 minut i dodaje się 0,033 kg 38% roztworu formaldehydu w wodzie, a po następnych 5 minutach mieszania dodaje się 0,3 kg 2,5% wodnego roztworu siarczanu chromowo-potasowego. Całość miesza się przez 5 minut, po czym dodaje się przygotowaną uprzednio zawiesinę 0,040 kg dwutlenku krzemu w 0,5 kg mieszaniny metanolu, wody i chlorku metylenu w stosunku wagowym 77 : 18 : 5.

Zawiesinę sporządza się przez mielenie w młynie wypełnionym kulami porcelanowymi dwutlenku krzemu w rozpuszczalnikach, w celu rozbicia aglomeratów tegoż dwutlenku. Preparację nanosi się systemem zanurzeniowym na folię z trójoctanu celulozy powleczonej już uprzednio adhezyjną preparacją żelatynową. Temperatura w strefie nanoszenia mieści się w przedziale 45°C-55°C. Po naniesieniu preparacji folia suszona jest z suszarniach, w których temperatura poszczególnych stref wynosi od 60°C do 110°C, przez około 1 godzinę. Oporność właściwa powierzchniowa tak spreparowanej folii, mierzona w temperaturze 30°C i przy wilgotności względnej powietrza 60% jest rzędu 10^{11} — 10^{12} omów.

Przykład II. Do mieszalnika o pojemności 60 l wyposażonego w mieszadło ramowe i płaszcz wodny, wlewa się 40 kg wody destylowanej i zasypuje się przy pracującym mieszadle 1,7 kg żelatyny fotograficznej. Po około 2 minutach mieszadło wyłącza się i zawartość pozostawia na 30 minut w celu spęcznienia żelatyny. Następnie zawartość mieszalnika ogrzewa się do temperatury 70-80°C i miesza przez około 1 godzinę aż do całkowitego rozpuszczenia żelatyny. Uzyskany roztwór schładza się do temperatury 53-58°C, po czym dodaje się do niego przy pracującym mieszadle 30 kg 5% roztworu kwasu o-ftalowego metanolu i miesza jeszcze przez około 10 minut. Uzyskany roztwór przepompowuje się do drugiego mieszalnika o pojemności 500 l, wyposażonego w mieszadło ramowe wykonujące około 300 obrotów w ciągu minuty, do którego to mieszalnika uprzednio wpompowano już i wymieszano: 150 kg metanolu, 70 kg wody destylowanej i 15 kg chlorku metylenu i całość miesza się przez około 30 minut. Potem co 5 minut przy pracującym przez cały czas mieszadle wprowadza się kolejno dodatki: roztwór 1,5 kg azotanu sodowego w 15 kg wody, 0,090 kg 38% roztworu formaldehydu w wodzie, 0,5 kg 2,5% wodnego roztworu siarczanu chromowo-potasowego, zawiesina 0,120 kg dwutlenku krzemu w 0,5 kg mieszaniny metanolu, wody i chlorku metylenu zmieszanych w stosunku wagowym jak 10 : 5 : 1. Zawiesinę taką sporządza się w młynie porcelanowym wypełnionym kulami porcelanowymi mieląc dwutlenek krzemu w mieszaninie rozpuszczalników. Dalej postępuje się analogicznie jak w przykładzie I.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób obróbki antystatycznej folii z trójoctanu celulozy przez naniesienie na nią preparacji antystatycznej, **znamienny tym**, że stosuje się preparację składającą się z: 0,32%-0,70% żelatyny fotograficznej, 0,30%-0,50% kwasu orto-ftalowego, 0,16%-0,52% azotanu sodowego, 0,012%-0,050% dwutlenku krzemu o ziarnach wielkości $1\mu\text{m}$ - $6\mu\text{m}$, 0,002%-0,006% siarczanu chromowo-potasowego, 0,003%-0,015% formaldehydu, 3,0%-5,2% chlorku metylenu, 50%-78% metanolu i 15%-50% wody.