

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

KLASA 57



INDUSTRISKE SVOJINE

IZDAN 1 MAJA 1937.

PATENTNI SPIS BR. 13240

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M., Nemačka.

Postupak za spravljanje slojeva emulzije halogensrebra za fotografisanje u boji i za primenu istih.

Prijava od 14 jula 1936.

Važi od 1 decembra 1936.

Naznačeno pravo prvenstva od 7 avgusta 1935 (Nemačka).

Poznata je primena fotografskih slojeva emulzija za spravljanje slika u boji, koji sadrže sredstva za stvaranje bojne materije, koja slike u boji stvaraju prilikom razvijanja sa oksidacionim produktima izvesnih razvijača. Sredstva za stvaranje bojne materije, koja su za taj postupak pogodna, navedena su u nemačkim patentnim spisima br. 253535 i 257160. Ako se fotografiski slojevi koji sadrže takve bojne materije, razvijaju sa razvijačima, koji sadrže jednu slobodnu aminogrupu, na pr. p-fenilendiamina, p-dimetilaminoanilina, etoksi-p-dimetilaminoanilina, dobija se slika bojne materije. Pri upotrebi filma sa više slojeva za spravljanje slika u više boja nastupa često teškoća, što sredstva za stvaranje bojne materije jednog sloja, ili pri nanošenju daljih slojeva, ili pri razvijanju višeslojnog materijala difundiraju u druge slojeve. Ali za spravljanje besprekornih slika u više boja bezuslovno je potrebno, pojedine komponente bojne materije u njihovim slojevima fiksirati i svaku difuziju u susedne slojeve sprečiti. Dosada poznate materije ne odgovaraju ovom zahtevu u dovoljnoj meri.

Sada je pronađeno, da se difuzija sredstava za stvaranje bojne materije dalekosežno može smanjivati ili potpuno sprečiti, ako se za spravljanje fotografskih slojeva emulzija halogensrebra kao sredstva za stvaranje bojne materije upotrebjavaju jedinjenja, koja u molekulu sadrže alifatični lanac ugljenika sa više od 5 atoma ugljenika. Lanći ugljenika mogu biti

samo proizvoljno supstituisani, ali mogu biti poreklom i od alifatičnih nezasaćenih ugljovodonika.

Kao sredstva za stvaranje bojne materije, koja reaguju u alkalnim rastvorima sode ili alkalnog hidroksida sa oksidacionim produktima razvijača mogu biti navedena na pr.: fenoli, naftoli, aminonafoli, anilini, naftilamini. Još dolaze u obzir sva tela, koja sadrže metil-grupu, sposobnu za reakciju, na pr. acetester sirćetne kiseline, cijanester sirćetne kiseline, benzoil-ester sirćetne kiseline, nitrili benzoilacetona, hidrindeni, piracoloni, kumaranoni, oksitionafteni i sl. Vezivanje ovih sredstava za stvaranje bojne materije sa jednim lancem alifatičnog ugljovodonika sa više od 5 atoma ugljenika vrši se na sam po sebi poznati način. Tako na pr. može se stvoriti vezivanje u vidu kiselinskog amida, ako se u jednu amido-grupu sredstva za stvaranje bojne materije vezuje sa jednim alifatičnim aminom sa više od 5 atoma ugljenika. Dalje se može jedna oksi-grupa sredstva za stvaranje bojne materije acilirati sa alifatičnim kiselinskim hloridima sa više od 5 atoma ugljenika. Ili se mogu stvaraoci bojne materije izraditi sintetičkim putem pomoću polaznih produkata, koji već sadrže alifatični lanac sa više od 5 atoma ugljenika.

Na taj način dobivena sredstva za stvaranje bojne materije dodaju se fotografskim emulzijama u proizvoljnom trenutku. U izlivenim emulzionim slo-

jevima ove su materije čvrsto pripnjene i to se sposobnost difuzije jedinjenja smanjuje tim više, što alifatični lanac sadrži više atoma ugljenika. Ako se izabere dovoljno veliki alifatični ostatak, na pr. ostatak stearinske kiseline, može se sasvim sprečiti ma koja difuzija komponenata bojne mterije pri nanošenju daljih slojeva ili prilikom razvijanja gotovog fotografskog materijala sa više slojeva. Tek po moću predležećih slojeva emulzije je omogućeno potpuno sprečiti difuziju sredstava za stvaranje bojne materije, tako da se po moću ovih slojeva mogu postignuti potpuno besprekorne fotografiske slike u više boja.

Primer 1. — 1 mol. 1-(p-aminofenil)-3-metil-5-piracolon (ili slobodno ili kao hidrohlorid) rastvara se u suvom piridinu i doda se 1 mol. hlorida stearinske kiseline. Posle jednočasovnog zagrevanja u vodenom kupatilu izolira se reakcioni prođukat ulivanjem u vodu. 4 g 1-(p-stearilaminofenil)-3-metil-5-piracolona rastvaraju se sa 3 cm^3 20%-ne natrijeve lužine i 50 cm^3 vode i dodaju se 1000 g jedne fotografiske emulzije halogensrebra.

Primer 2. — 1 mol. 1-(m-aminofenil)-3-metil-5-piracolona rastvara se u suvom piridinu i doda se 1 mol. hlorida uljane kiseljne. Posle jednočasovnog zagrevanja na vodenom kupatilu izolira se reakcioni prođukat ulivanjem u vodu. 4 g 1-(m-oleilaminofenil)-3-metil-5-piracolona rastvaraju se sa 3 cm^3 20%-ne natrijeve lužine i 50 cm^3 vode i dodaju se 1000 g jedne emulzije halogensrebra.

Primer 3. — 1 mol. decilamina rastvara se u suvom piridinu i doda se 1 mol. 1-oksi-2-naftoilhlorida. Posle jednočasovnog zagrevanja na vodenom kupatilu izolira se reakcioni produkat ulivanjem u vodu. 4 g decil-1-oksi-2-naftoilamina rastvaraju se sa 5 cm^3 20%-ne natrijeve lužine i oko 50 cm^3 metanola i dodaju se 1000 g jedne fotografiske emulzije halogensrebra.

Jedan višeslojni film izraduje se na pr. kako sledi:

Na jedan nosač sloja nanosi se najpre jedan sloj emulzije halogensrebra, koji je panhromatično senzibiliziran i na svaki kilogram emulzije sadrži 10 g decil-1-oksi-2-naftoilamina.

Zatim sledi neposredno jedan emulzioni sloj, koji je ortohromatično senzibiliziran i sadrži na svaki kilogram emulzije 10 g 1-(m-stearilaminofenil)-3-metil-5-piracolona.

Zatim sledi jedan medusloj, koji sadrži jednu žutu bojnu materiju, koja se može isprati ili izbeliti.

Naposletku se nanosi jedan nesenzibilizirani emulzioni sloj, koji na svaki kilogram emulzije sadrži 10 g dekanoilacetato-p-anisidida.

Emulzioni slojevi mogu biti i drukčije rasporedeni. Mogu se upotrebiti i dalji filterni slojevi.

Primer 4. p-aminobenzoilacetanilid prevodi se sa laurilhloridom u p-laurilaminobenzolacetanilid.

5 g p-laurilaminobenzoilacetanilida rastvaraju se sa 2 cm^3 50%-ne natrijeve lužine u 50 cm^3 metanola i rastvor se dodaje jednom kilogramu jedno emulzije halogensrebra. S ovim liveni fotografiski slojevi daju posle razvijanja sa p-dietil-aminoanilinom žutu sliku.

Primer 5. m-aminobenzoilacetanilid-p'-karbonska kiselina prevodi se sa hloridom stearinske kiseline u m-stearilaminobenzoilacet-anilid-p'-karbonsku kiselinu.

5 g m-stearilaminobenzoilacetanilid-p' karbonske kiseline rastvaraju se sa 5 cm^3 20%-ne natrijeve lužine u 50 cm^3 metanola i dodaju se jednom kilogramu jedne emulzije halogensrebra. S ovim liveni fotografiski slojevi daju posle razvijanja sa p-dietilamino-anilinom jednu žutu sliku.

Primer 6. 1 mol. fenilhidracin-3-sulfonske kiseline kondenzira se sa 1 mol. p-nitrobenzoilsirćetnog estera u 1-(3'-sulfofenil)-3-(4'-nitrofenil)-5-piracolon i to se prema poznatoj metodi reducira u 1-(3'-sulfofenil)-3-(4'-aminofenil)-5-piracolon. Dalje se uvodi u amino-grupu ovog jedinjenja jedan ostatak stearinske kiseline.

10 g natrijeve soli 1-(3'-sulfofenil)-3-(4'-stearil-aminofenil)-5-piracolona rastvaraju se u 50 cm^3 vode i dodaju se jednom kilogramu emulzije halogensrebra. S ovim liveni fotografiski slojevi daju posle razvijanja sa p-dietilaminoanilinom plavčasto-crvenu sliku.

Primer 7. 1-(m-stearilaminofenil)-3-metil-5-piracolon iz primera 3 sulfonira se u koncentrisanoj sumpornoj kiselinii sa 15% oleuma. Pri tome sulfo-grupa verovatno ulazi u meta-položaj prema acilamino-grupi.

10 g natrijeve soli 1-(3'-sulfo-3'-stearilaminofenil)-3-metil-5-piracolona rastvaraju se u 50 cm^3 vode i dodaju se jednom kilogramu jedne emulzije halogensrebra. S tim liveni fotografiski slojevi daju pri razvijanju sa p-dietilaminoanilinom jednu žučkasto-crvenu sliku.

Primer 8. 1/10 mol. mono-stearinoil-fenilendiamina (t.toplj. 104°) prevodi se u piridinu sa 1/10 mol. hlorida 1-oksinaftoekiseline u 1-N-stearinoil-4-N-(1-oksi-2'-naftoil)-fenilendiamin. Ovaj se produkat rastvara u koncentrisanoj sumpornoj kise-

lini i sulfoniše se sa oleumom.

5 g natrijeve soli 1-N-stearinoil-4-N-(1'-oksi-2'-naftoil)-fenilendiaminsulfonske kiseline rastvaraju se u 50 cm³ vode i dodaju se jednom kilogramu emulzije halogensrebra. Sa ovom emulzijom liveni slojevi mogu se razvijati sa dimetilaminoanimonom u plavu sliku.

Patentni zahtevi:

1.) Postupak za spravljanje slojeva emulzije halogensrebra za fotografisanje u boji, naznačen time, što se emulziji u jednom proizvoljnom trenutku dodaju stvaraoci bojne materije, koji sadrže alifatični lanac ugljenika sa više od 5 atoma ugljenika.

2.) Postupak za pravljanje slojeva emulzije halogensrebra za fotografisanje u boji, prema zahtevu 1, naznačen time, što se emulziji u jednom proizvoljnom trenutku dodaju stvaraoci bojne materije, koji sadrže nezasićeni alifatični lanac ugljenika, sa više od 5 atoma ugljenika.

3.) Postupak za spravljanje slojeva emulzije halogensrebra za fotografisanje u boji, prema zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se emulziji u proizvoljnom trenutku dodaju stvaraoci bojne materije, koji sadrže proizvoljno supstituisani alifatični lanac sa više od 5 atoma ugljenika.

4.) Postupak za spravljanje slojeva emulzije halogensrebra za fotografisanje u boji, prema zahtevu 1-3, naznačen time, što se emulziji u jednom proizvoljnom trenutku dodaju stvaraoci bojne materije, čija amion-grupa nosi jedan alifatični kiselinski

ostatak sa više od 5 atoma ugljenika.

5.) Postupak za spravljanje slojeva emulzije halogensrebra za fotografisanje u boji, prema zahtevu 1-3, naznačen time, što se dodaje stvaraoc bojne materije, koji sadrži kiselinsku grupu, a koja je vezana sa alifatičnim aminima sa više od 5 atoma ugljenika.

6.) Postupak za spravljanje slojeva emulzije halogensrebra za fotografisanje u boji, prema zahtevu 1, naznačen time, što se emulziji dodaje 1-(p-stearilaminofenil)-3-metil-5-piracolon dobivenog kondenzacijom 1-(p-aminofenil)-3-metil-5-piracolona sa hloridom stearinske kiseline u alkaličnim kondenzacionim sredstvima:

7.) Postupak za spravljanje slojeva emulzije halogensrebra za fotografisanje u boji, prema zahtevu 1, naznačen time, što se emulziji dodje 1-(m-oleilaminofenil)-3-metil-5-piracolon, dobivenog kondenzacijom 1-(m-aminofenil)-3-metil-5-piracolona sa hloridom uljane kisevine u alkalnim kondenzacionim sredstvima.

8.) Postupak za spravljanje slojeva emulzije halogensrebra za fotografisanje u boji, prema zahtevu 1, naznačen time, što se emulziji dodaje oktodecil-1-oksi-2-naftoilamin, dobiveno kondenzacijom 1-oksi-2-naftoilhlorida sa oktodecilaminom u alkalnim kondenzacionim sredstvima.

9.) Postupak za spravljanje višeslojnog fotografskog materijala za fotografisanje u boji, naznačen time, što se na jednoj ili na obim stranama jednog nosača slojeva rasporeduju emulzije po zahtevu 1-8, jedna iznad druge.

