

CASE 5211/E



294 369

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO DEL BLANQUEO ARGENTICO DEL COLOR",  
a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domi-  
ciliada en Basilea (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

En el procedimiento del blanqueo argéntico del color se plantean la mayoría de las veces a los colorantes de la capa marilla exigencias sumamente elevadas. Un colorante de este tipo debe tener un máximo de absorción lo más cercano posible a las 450 milimicras y presentar a poco más de las 450 milimicras un descenso abrupto de la absorción, que en las zonas de las ondas más largas se convierte en gran transparencia. Un colo-



294369

- rante amarillo cuyo máximo de absorción se halle por debajo de las 420 milimicras se designa visualmente como amarillo verdoso, pero puede fallar en el material de tres capas, porque con un amarillo así no pueden realizarse densidades cromáticas suficientes para los colores mixtos. Otra exigencia es la buena resistencia a la difusión. Si ésta está motivada por un pequeño número de grupos acuosolubilizantes, o sea por ejemplo por menos grupos de ácido carboxílico o de ácido sulfónico,
5. la difícil solubilidad de tal colorante causa dificultades al teñir la gelatina, y sobre todo es difícil obtener una tinción uniforme. Estos colorantes tienden también a asociaciones moleculares que opalecen en la capa, las cuales conducen a efectos de turbiedad, sobre todo cuando
  10. se utilizan en el tratamiento baños muy ácidos o muy salinos. Los colorantes de difícil solubilidad pueden también actuar precipitativamente sobre la gelatina, de modo que originan flocuaciones que son muy finas pero que sólo pueden blanquearse por completo con dificultad.
  15. No se obtiene entonces ningún blanco puro. Ciertos colorantes, por sus productos de escisión, actúan también obstaculizando el blanqueo de los otros colorantes de capa. Por último es importante asimismo la buena solidez de los colorantes a la luz.
  - 20.
  - 25.

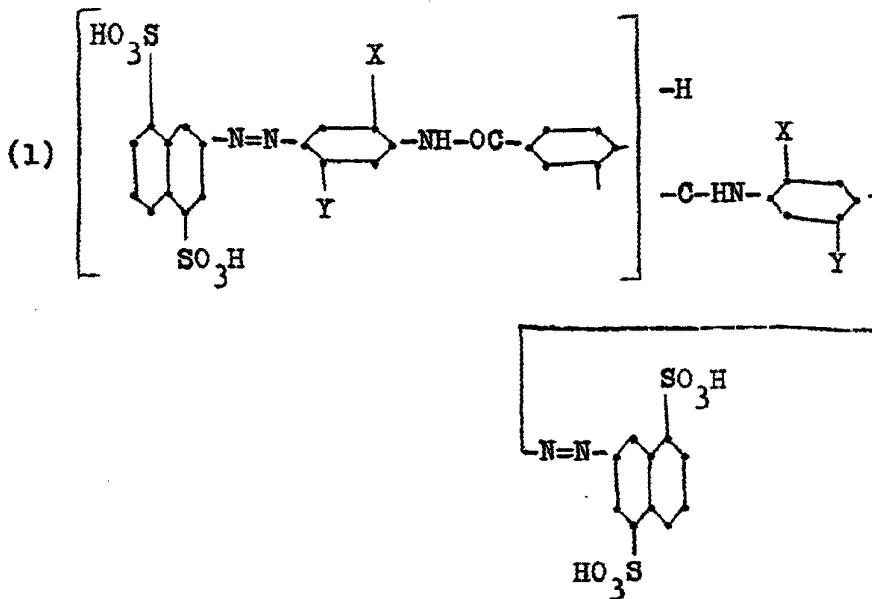


294369

Se ha descubierto que los colorantes amarillos presentes, según el invento aquí expuesto, en las capas fotográficas cumplen ampliamente las condiciones que acaban de reseñarse. Objeto de este invento son por lo tanto materiales fotográficos para el procedimiento del blanqueo argéntico del color, y estos materiales se caracterizan por el hecho de que contienen sobre un soporte una capa con un colorante, por lo menos, de la fórmula

10.

15.



en la que X significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, alcoxi u oxialcoxi de peso molecular bajo e

25.



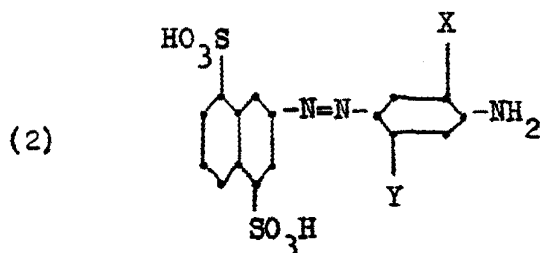
294369

Y significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo de peso molecular bajo.

Los colorantes de la fórmula (1) pueden preparar-

5. se haciendo reaccionar en la proporción molecular 1:2 un dihaluro, de preferencia el dicloruro del ácido benzen-1,3- o 1,4-di-carboxílico con un colorante aminomazoico de la fórmula

10.



15.

en la que X e Y tienen el significado ya expuesto.

20. Se llega a los colorantes aminoazoicos de la fórmula (2), si se copula ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico, diazoado, con un 1-aminobenceno, que puede contener en posición 2 un grupo alquilo de peso molecular bajo y en posición 5 un grupo alquilo, alcoxi u oxialcoxi de peso molecular bajo, pero que no contiene ningún otro substituyente. Los mencionados radicales de peso molecular bajo contienen a lo sumo 2 átomos de carbono. Como
- 25.

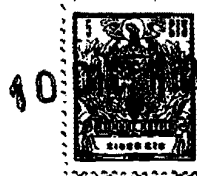


254369

ejemplos de componentes azoicos cabe mencionar:

5. 1-amino-2- o -3-metilbenceno,  
1-amino-2-metoxibenceno,  
1-amino-2-etoxibenceno,  
1-amino-2,5-dimetilbenceno, y  
1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno.

- Por lo demás, los colorantes de las fórmulas
10. (1) y (2) pueden prepararse por métodos ya de sí conocidos. La copulación para formar los colorantes aminoazoicos se efectúa en medio ácido, y las aminas de difícil copulación pueden copularse en forma de sus ácidos omega-metansulfónicos, con disociación consecutiva del
15. grupo de ácido metansulfónico. Los colorantes aminoazoicos se hacen reaccionar convenientemente con el ácido bencendicarboxílico en presencia de un agente combinador de ácido. Como los propios colorantes, también las
20. capas fotográficas que, conforme al invento, contienen por lo menos un colorante de la fórmula (1) pueden prepararse de manera corriente, ya de sí conocida, y emplearse para la producción de imágenes en color. En particular, los colorantes de la fórmula (1) pueden estar presentes en un material de varias capas que contenga sobre un
25. soporte de capa una capa selectivamente sensible al rojo,



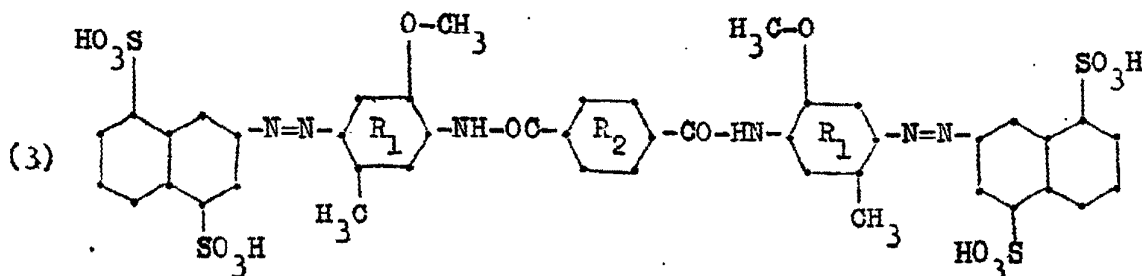
294369

teñida con colorante veridazul, encima una capa selectivamente sensible al verde, teñida de púrpura, y por último una capa sensible al azul, teñida con un colorante de la fórmula (1).

5. En el ejemplo que sigue, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

10. EJEMPLO

Se disuelven en 3,4 cc de agua 20 miligramos de colorante de la fórmula



25. Se mezcla esta solución con 3,3 cc de una solución de gelatina al 6% y 3,3 cc de una emulsión de bromuro de plata (con 6,5 % de contenido de gelatina y 16 g de plata por kilogramo) y se la cuele sobre una placa de 13 cm por 18 cm. Luego se expone detrás de una

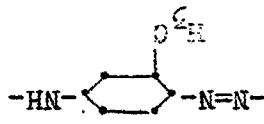

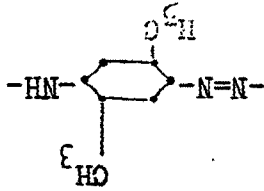

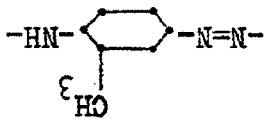

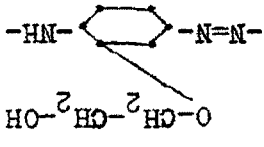
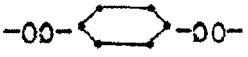
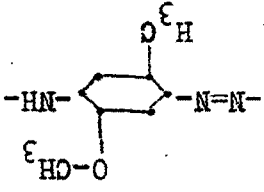
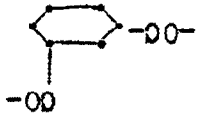


294369

cuña graudada, se revela la imagen argéntica en un revelador de metal-hidroquinona y se la fija. El colorante de la imagen se blanquea, a tenor de la cantidad de plata existente, en un baño que contiene en 1000 volúmenes

5. 30 a 100 volúmenes de ácido clorhídrico al 32%, 40 a 120 partes de bromuro potásico, 30 a 50 partes de tiourea y 0,001 a 0,01 partes de 2-amino-3-oxifenazina. A continuación se elimina la plata excedente en un baño que contiene, en 1000 volúmenes, 100 partes de cloruro sódico,
10. 100 partes de sulfato de cobre cristalizado y 50 volúmenes de ácido clorhídrico al 37%. Al final se fija como de ordinario. Se obtiene una cuña cromática amarilla que representa una imagen opuesta a la cuña argéntica original y que está blanqueada con blanco puro en los
15. lugares de mayor densidad primitiva de la plata. Una imagen amarilla de este tipo pueden también formar parte de un material de varias capas.

- Se obtienen resultados semejantes si, en lugar del colorante de la fórmula (3), se emplean los colorantes disazoicos simétricos que contienen igualmente dos veces el radical del ácido 2-amino-naftalin-4,8-disulfónico, dos veces los radicales  $-N=N-R_1-NH-$  y una vez el radical  $-OC-R_3-CO-$  siguiente:
- 20.

	$R_1$				
		1			5.
		2			10.
		3			15.
		4			20.
		5			25.

294369





294369

El colorante de la fórmula (3) puede prepararse así:

- Se disuelven en 1000 partes de agua 60,6 partes de ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico, presente en forma de sal sódica, se ajusta con hielo a 0° la temperatura de la solución y se la diazoa de manera ordinaria con 65 partes de ácido clorhídrico al 37% y 14 partes de nitrito sódico. En 300 partes de agua y 30 partes de ácido clorhídrico al 37% se disuelven, a temperatura de 60° a 70°, 30,5 partes de 2-metoxi-5-metil-1-aminoben-
5. ceno, se enfría con hielo hasta 5° y se añade a la solución del compuesto diazoico. Se agita durante 24 horas a temperatura de 8 a 15°, y en el curso de este tiempo se termina la copulación que da el colorante aminomono-
10. azoico. Neutralizando el ácido mineral con acetato sódico, puede abreviarse el tiempo de copulación. La suspensión
15. ácida del colorante monoazoico se calienta a 65° y luego se filtra a 30°.

- El precipitado del colorante monoazoico se suspende en 1000 partes de agua, se disuelve primeramente con carbonato sódico, neutralizando, y luego se ajusta a reacción ligeramente alcalina de carbonato sódico. Se calienta la solución a  $25^{\circ} \pm 2^{\circ}$  y se la mezcla con 30 partes de acetato sódico cristalizado. A esto se añaden 19 a 21 partes de dicloruro de ácido tereftálico, que se ha humedecido con un poco de acetona y molido. La
- 20.
- 25.



294369

reacción se desarrolla con desprendimiento de calor, y se mantienen temperaturas de 25 a 35°. En el curso de 2 horas, se aumenta el pH por adición de un poco de solución de hidróxido sódico del valor primitivo 9 al

5. valor  $10 \pm 0,2$ . Terminada la condensación, se calienta a 65° y se añaden 12 partes de carbonato sódico. Después de enfriar hasta 40°, se filtra y, con etanol y acetona, se lavan del condensado los productos secundarios. A continuación se seca el colorante.

10. Los colorantes n° 1 a 5 de la tabla pueden obtenerse igualmente según esta prescripción, a base de las materias de partida cuya constitución se expone en la tabla.



294369

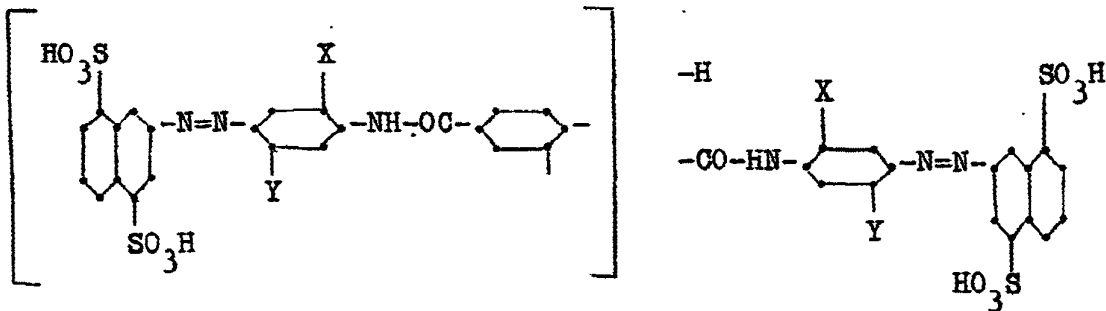
N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente suiza N° 14492/62 del 11 de diciembre de 1962.

5.

1. Procedimiento del blanqueo argéntico del color, en materiales fotográficos, caracterizado por disponer sobre un soporte una capa con un colorante, por lo menos, de la fórmula

10.



en la que

20.

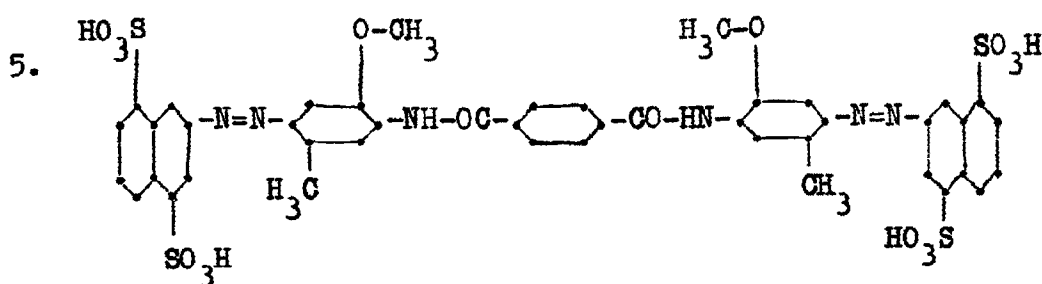
X significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, alcoxi u oxialcoxi de peso molecular bajo e

Y significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo de peso molecular bajo.



# 294369

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por contener la capa el colorante de la fórmula



10.

3. Procedimiento del blanqueo argéntico del color.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de doce páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

15.

Madrid, a 10 de diciembre de 1.963.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

JAIIE IBERN IRRALLES

E.P.