



21

Case TEL 21/E

323369

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

por "PROCEDIMIENTO DEL BLANQUEO CROMATICO POR MEDIO DE LA PLATA", a favor de la firma suiza GIBA SOCIETE ANONYME, BASILEA (Suiza).

= . =

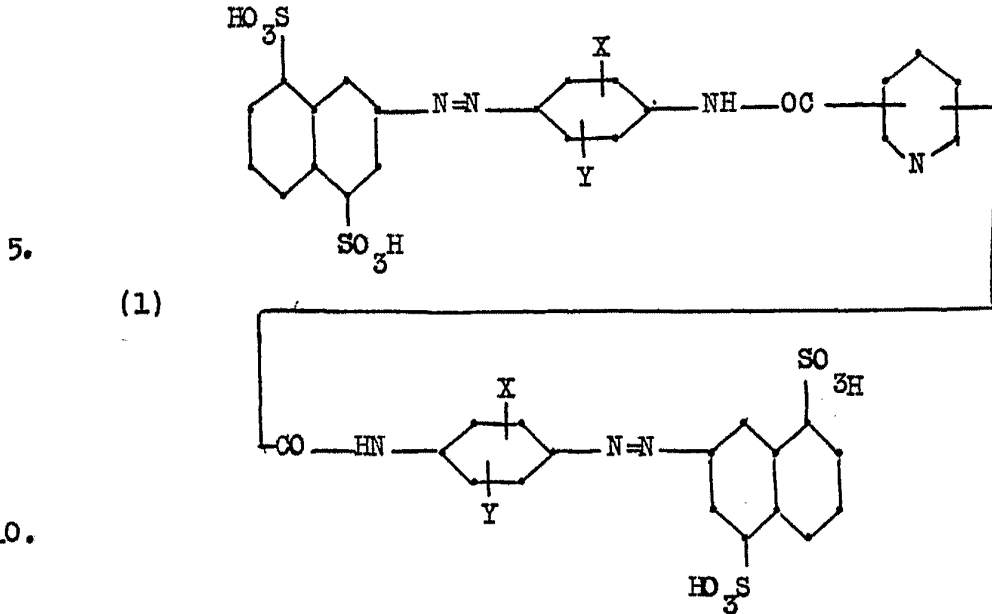
MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento son materiales fotográficos para el procedimiento del blanqueo cromático por medio de la plata. Estos materiales se caracterizan por contener, sobre un soporte, una capa con un colorante de la fórmula

5.



323369



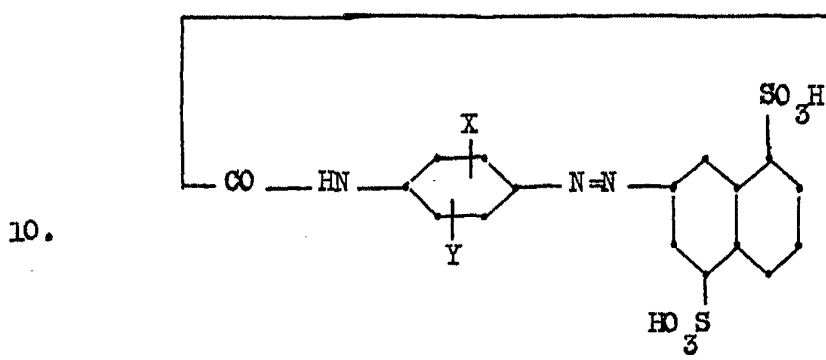
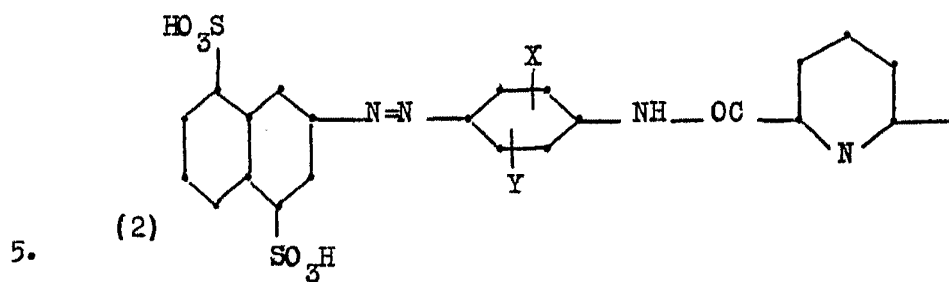
en la que

15. X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquilo, un grupo alcoxi, un grupo hidroxialcoxi, un grupo alcoxialcoxi o un grupo acilamino e

Y significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o un grupo alcoxi.

20.

Se prefieren aquí los colorantes de la fórmula

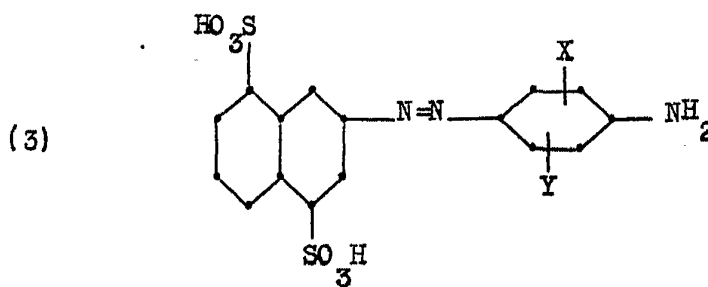


en la que

15. X e Y tienen el significado expuesto antes.

Los colorantes de la fórmula (1) pueden sintetizarse haciendo reaccionar, en la proporción molecular 1:2, un dihaluro de un ácido piridindicarboxílico con un colorante aminoazoico de la fórmula

20.



25.

323369

21



en la que

X e Y tienen asimismo el significado expuesto antes.

- Para esta reacción se emplea con ventaja un dicloruro de ácido piridincarboxílico. En calidad de tal entran en consideración, por ejemplo, los dicloruros del ácido piridin-2,5-dicarboxílico, del ácido piridin-3,5-dicarboxílico y, en particular, del ácido piridin-2,6-dicarboxílico. A los colorantes aminoazoicos de la fórmula (3) se llega copulando ácido 2-aminonaftalín-4,8-disulfónico, diazoado, con un aminobenceno, el cual puede contener los sustituyentes X e Y del carácter que se ha indicado. Estos sustituyentes tienen cada uno, de preferencia, 4 átomos de carbono a lo sumo. Como ejemplos de componentes azoicos cabe citar:
- 5. el 1-amino-2- o -3-metilbenceno,
 - el 1-amino-2,5- o -2,6-dimetilbenceno,
 - el 1-amino-2- o -3-metoxibenceno,
 - el 1-amino-2-etoxibenceno,
 - 10. el 1-amino-2-beta-hidroxi-etoxibenceno,
 - el 1-amino-2-beta-metoxi-etoxi-5-metilbenceno,
 - el 1-amino-3-acetilaminobenceno,
 - el aminobenceno,
 - el 1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno,
 - 15. el 1-amino-3-clorobenceno,
 - 20. el 1-amino-3-metoxi-metoxibenceno,
 - 25. el 1-amino-3-metoxi-metoxibenceno,

323369



el 1-amino-2,5-dimetoxibenceno y
el 1-amino-2,5-dietoxibenceno.

5. Por lo demás, los colorantes de las fórmulas (1), (2) y (3) pueden prepararse por métodos ya de sí conocidos. La copulación para formar los colorantes aminoazoicos se efectúa en medio ácido, y las aminas de copulación difícil pueden copularse en forma de sus ácidos omega-metansulfónicos, con disociación consecutiva del grupo de ácido metansulfónico. Los colorantes aminoazoicos se hacen
10. reaccionar, por ejemplo, en presencia de un agente aceptor de ácido con el haluro de ácido piridindicarboxílico.

Igual que los propios colorantes, también las capas fotográficas que, conforme al invento, contienen por lo menos un colorante de la fórmula (1) pueden prepararse
15. de la manera ordinaria, ya de sí conocida, y emplearse para la producción de imágenes en color.

En particular, los colorantes de la fórmula (1) pueden hallarse en un material de varias capas que presente, sobre un soporte para capas, una capa teñida
20. con colorante verdiazul y sensible selectivamente para el rojo, encima una capa teñida de púrpura y sensible selectivamente para el verde y, por último, una capa teñida con un colorante de la fórmula (1) y sensible para el azul.

Los colorantes de la fórmula (1) son por lo
25. general muy resistentes a la difusión en las capas usuales.



323369

No propenden, al secarse o durante el almacenamiento, a tomar en las capas de gelatina una forma opalescente hasta turbia y en el baño de blanqueo cromático se reducen bien a productos de escisión inocuos y/o fáciles de eliminar por lavado.

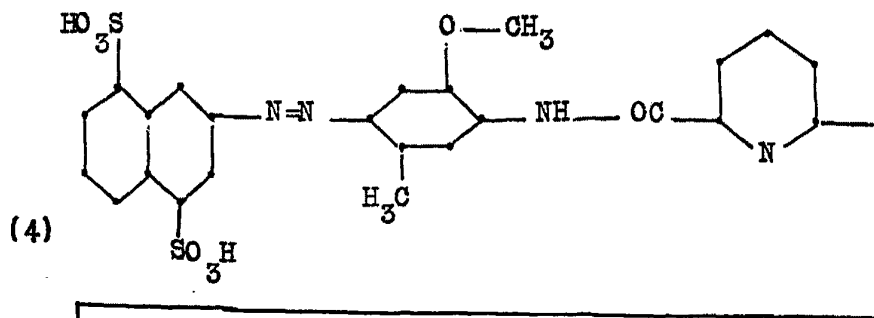
5.

En los ejemplos que siguen, las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso.

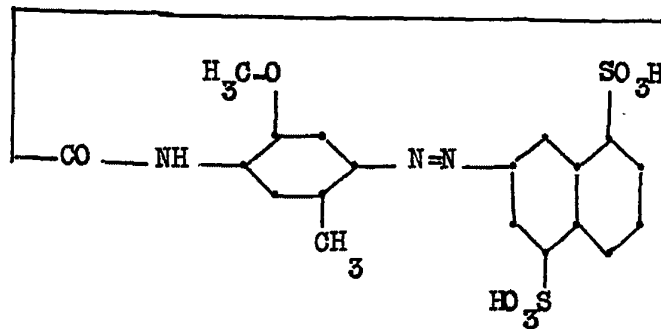
10. EJEMPLO 1

A 40°, se añaden a 3,3 cc de una gelatina acuosa al 6 % 1,68 cc de una solución acuosa al 1 % del colorante de la fórmula

15.



20.



25.

(máximo de absorción en agua, $\lambda = 388$ milimicras)



323369

Luego se añaden 3,3 cc de una emulsión de bromuro de plata en gelatina, a 40°, así como eventualmente 1 a 2 cc de una solución acuosa de un extensor (por ejemplo, saponina) y de un endurecedor (por ejemplo, dimetilolurea).

5. Se vierte esta mezcla sobre una placa de vidrio de 13 cm por 18 cm y se seca.

10. Luego se expone detrás de una cuña graduada, se revela la imagen de plata en un revelador de sulfato de 1-metilamino-4-hidroxibenceno e hidroquinona y se la fija.

15. El colorante de la imagen se blanquea, a tenor de la cantidad de plata existente, en un baño que contiene, en 1000 volúmenes, 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-hidroxifenacina.

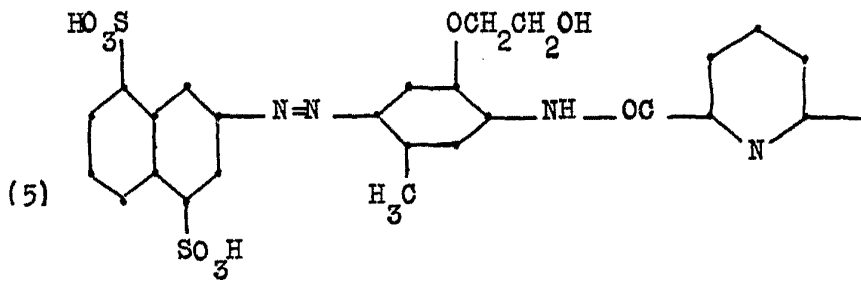
20. Después de un enjuague intermedio, se elimina la plata sobrante en un baño que contiene, en 1000 volúmenes, 100 partes de cloruro sódico, 100 partes de sulfato de cobre cristalizado y 50 volúmenes de ácido clorhídrico al 37 %. Por último, se fija como de ordinario. Se obtiene una cuña cromática amarilla, que constituye una imagen opuesta a la de la cuña argéntica original y que está completamente blanqueada en los lugares de la máxima densidad primitiva de plata. Esta imagen amarilla puede formar también parte de un material policromo.
- 25.

323369

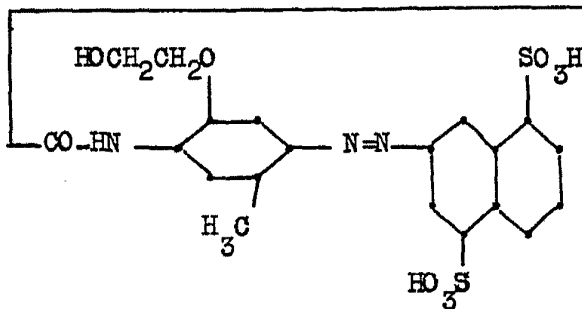


Se obtienen resultados semejantes si, en lugar del colorante de la fórmula (4), se emplean los colorantes de las fórmulas (5) a (13):

5.



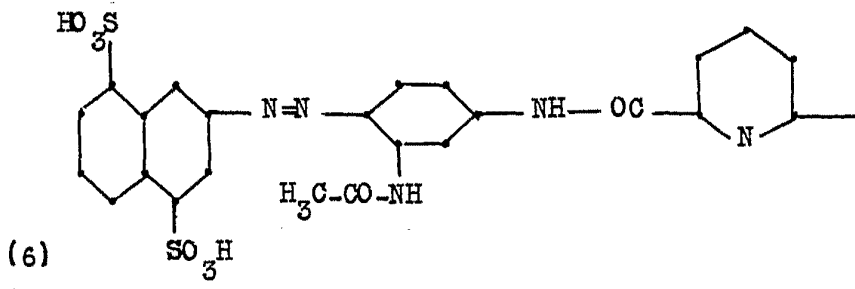
10.



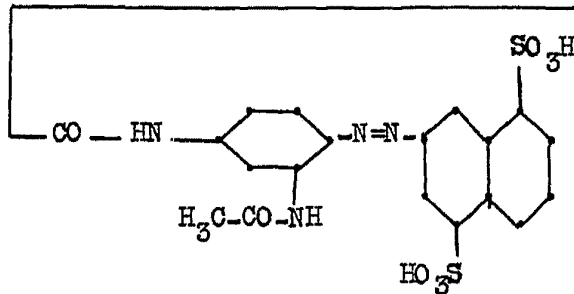
15.

(máximo de absorción en agua, $\lambda = 386$ milimicras)

20.



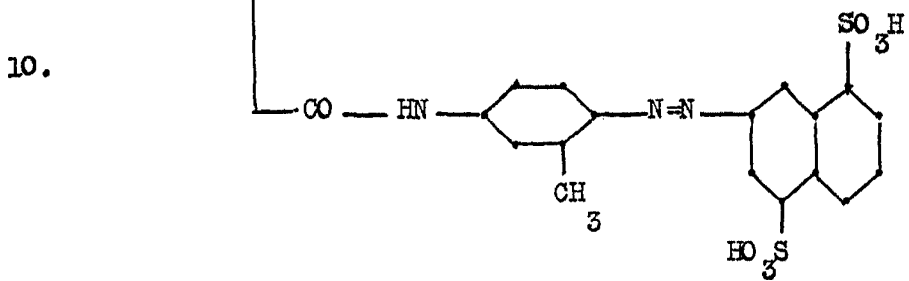
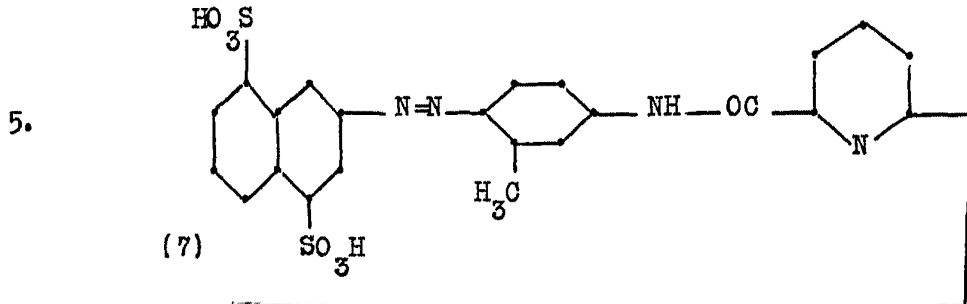
25.



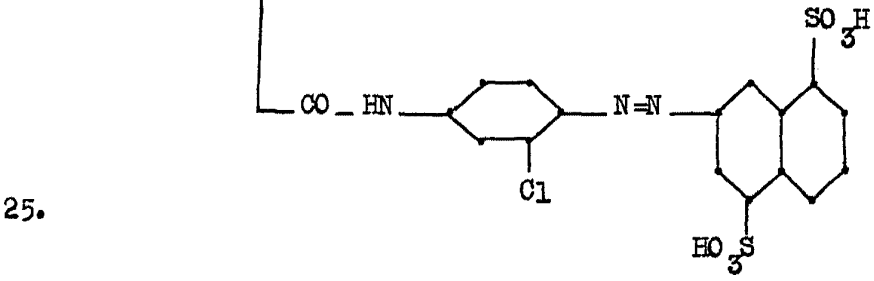
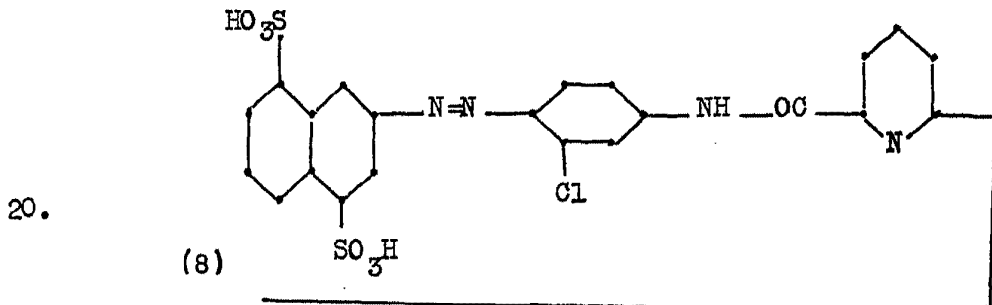
323369



(máximo de absorción en agua, $\lambda = 382$ milimicras)

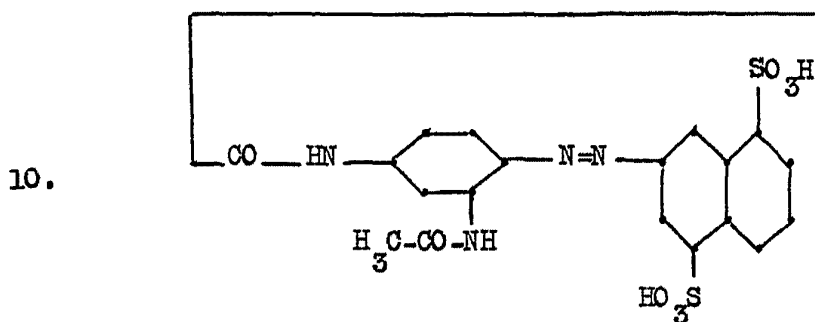
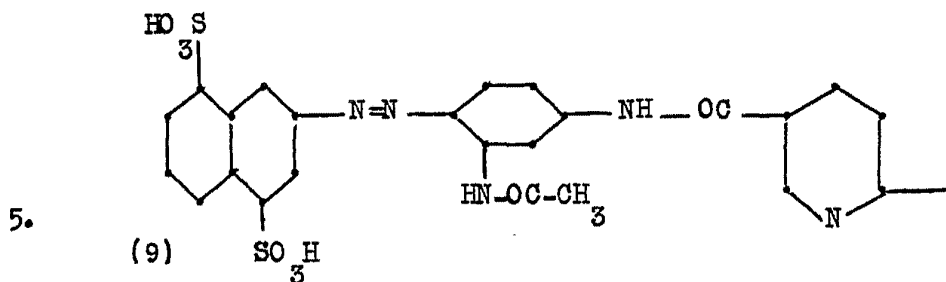


15. (máximo de absorción en agua, $\lambda = 366$ milimicras)



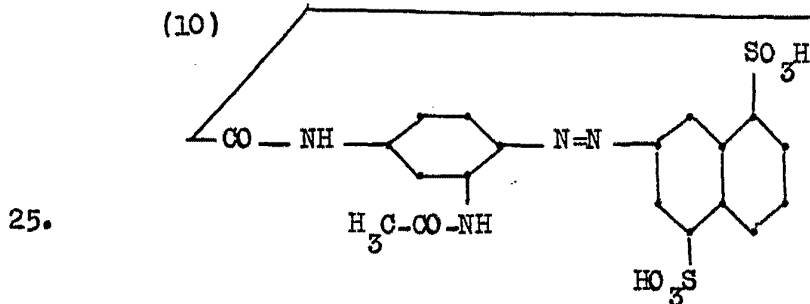
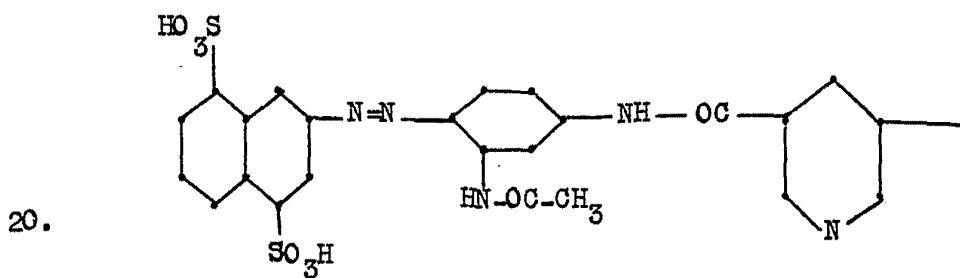
(máximo de absorción en agua, $\lambda = 370$ milimicras)

323369



(máximo de absorción en agua, $\lambda = 390$ milimicras)

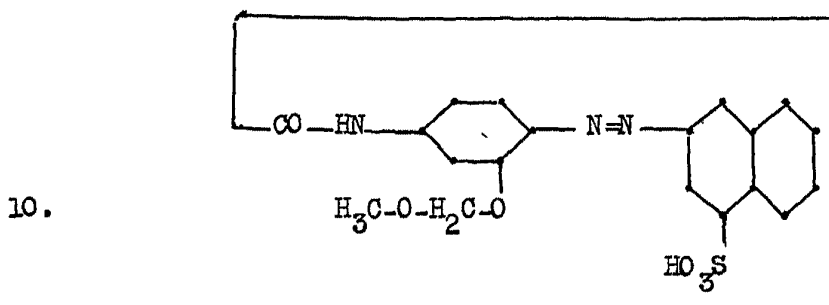
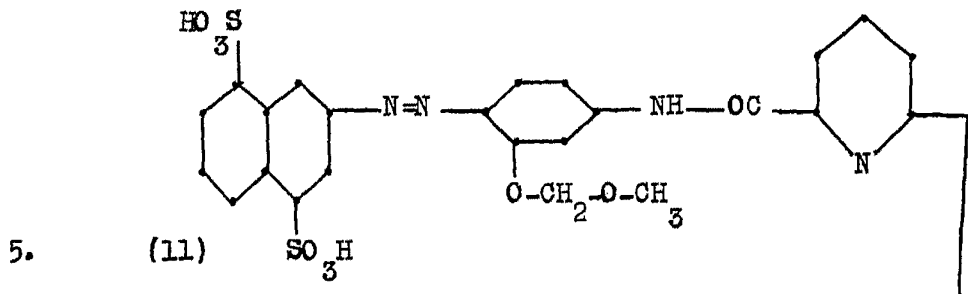
15.



(máximo de absorción en agua, $\lambda = 392$ milimicras)

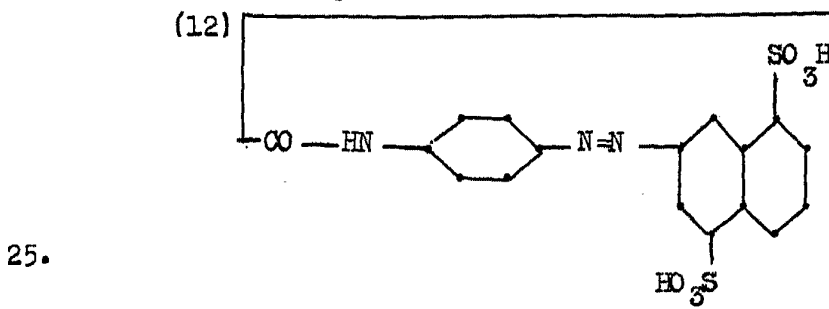
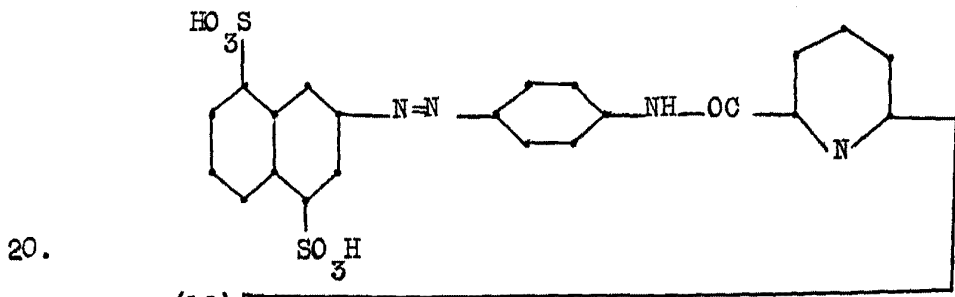


323369



(máximo de absorción en agua, $\lambda = 390$ milimicras)

15.

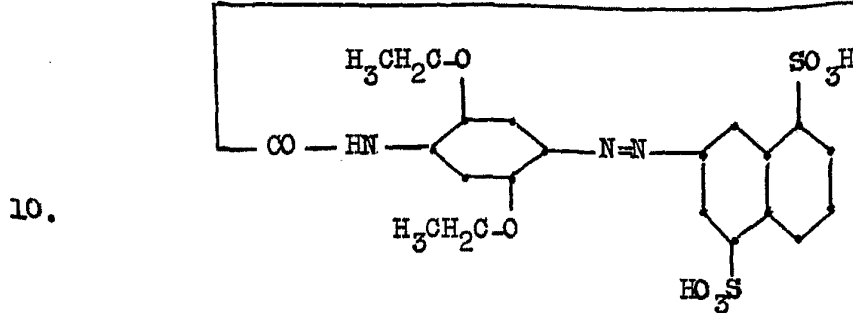
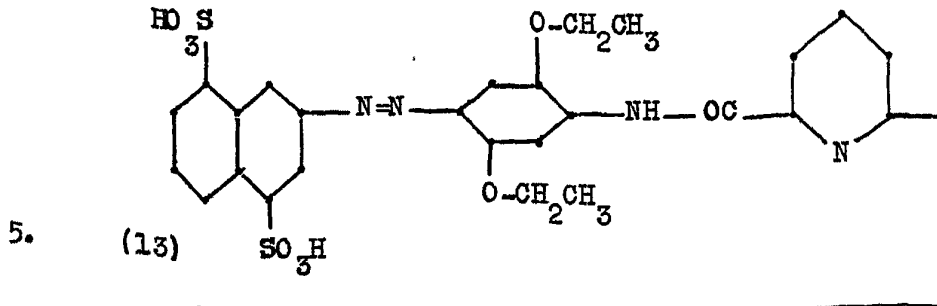


(máximo de absorción en agua, $\lambda = 362$ milimicras)

21 FEB.



323369



(máximo de absorción en agua, $\lambda = 424$ milimicras)

15.

El colorante de la fórmula (4) puede sintetizarse de la manera siguiente:

20.

Se disuelven en 1000 partes de agua 60,6 partes de sal sódica de ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico, se ajusta la solución, con hielo, a la temperatura de 0° y se la diazoa de la manera ordinaria con 65 partes de ácido clorhídrico al 37 % y 14 partes de nitrito sódico. Se disuelven 30,5 partes de 2-metoxi-5-metil-1-aminobenceno, a temperatura de 60 a 70° C, en 300 partes de agua y 30 partes de ácido clorhídrico al 37 %, se enfría la solución hasta 5° C por medio de hielo y se la añade a la solución

25.

21 FEB 1953



323369

del compuesto diazoico. Después de 24 horas de agitación a temperatura de 8 a 15° C, la copulación para formar el colorante aminomonoazoico queda terminada. Se calienta la suspensión ácida a 65° C y luego se la filtra a 30° C.

5. 9 partes del colorante aminomonoazoico así obtenido se disuelven a pH 9 en 75 partes de agua. Se disuelven en caliente 2 partes de dicloruro de ácido piridin-2,6-dicarboxílico en 20 volúmenes de acetona y se añade esta solución, en porciones y a pH 8,5 a 9,5, a la solución del colorante aminomonoazoico. Se agita una hora a la temperatura ambiente y con pH de 9,0 a 9,5, a continuación 12 a 14 horas con pH 10,0 y luego se separa el producto precipitado filtrando por succión.

15. Para purificar el colorante, se le disuelve en 250 partes de agua y la cantidad necesaria de lejía de sosa cáustica 0,1-n, se le precipita por adición de 25 volúmenes de etanol/solución de acetato potásico al 50 % (2:1), se le separa por succión y se le exime de los productos secundarios lavándolo con etanol. El rendimiento en colorante seco es de un 70 %.

EJEMPLO 2

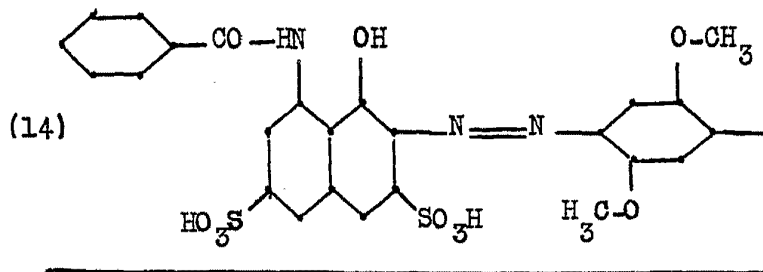
25. Sobre una película de acetato blancoopaca, provista de capa adhesiva, se aplican una tras otra las capas siguientes:

323369

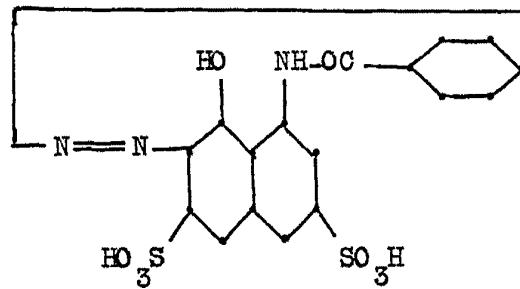


1. Una emulsión de bromuro de plata en gelatina, sensible al rojo y que contiene el colorante verdiazul de la fórmula

5.



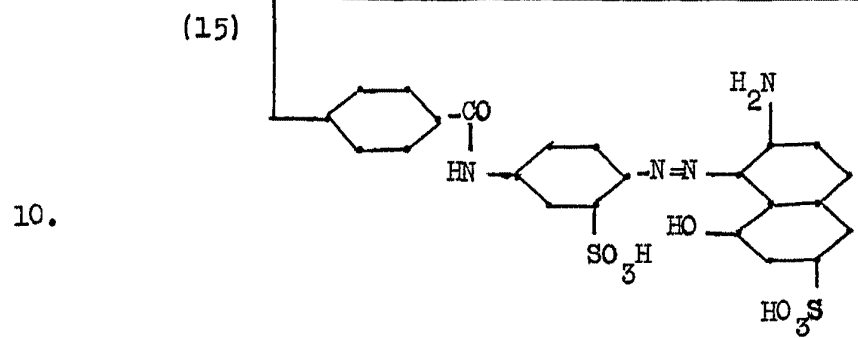
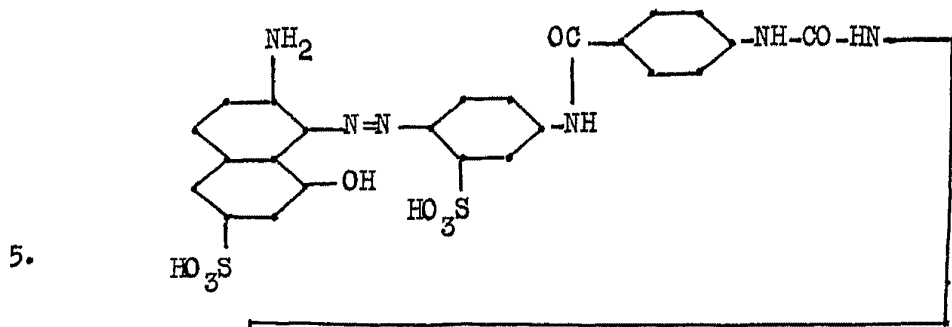
10.



15.

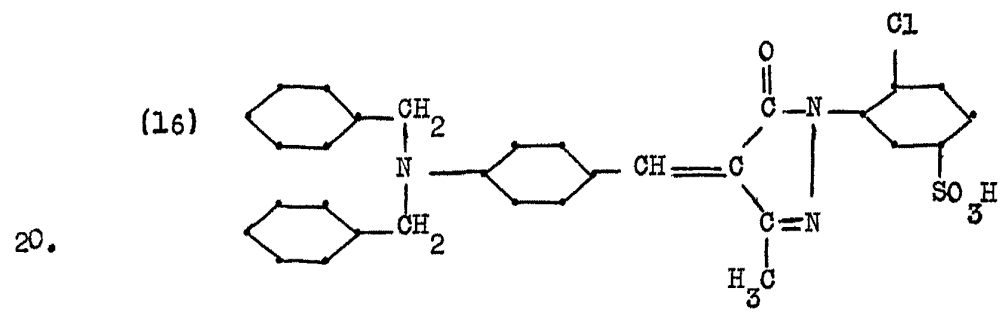
2. Una capa incolora de gelatina, sin haluro de plata.

20. 3. Una emulsión de bromuro de plata en gelatina, sensible al verde y que contiene el colorante púrpura de la fórmula



4. Una capa de filtro amarilla, que contiene el colorante de la fórmula

15.



5. Una emulsión de bromuro de plata en gelatina, sensible al azul y que contiene un colorante amarillo de las fórmulas 4 a 13.

25.

Las capas de gelatina pueden contener aún

323369



- adiciones como humectantes, endurecedores y estabilizadores para el haluro de plata. En lo demás, se procede de modo que las diversas capas contengan, por metro cuadrado de película, 0,5 g del eventual colorante y la cantidad de bromuro de plata correspondiente a 1-1,2 g de plata.
- 5.

Se expone esta película bajo una diapositiva en color, con luz copiadora roja, verde y azul. Luego se revela la copia según el procedimiento siguiente:

10. 1. 6 minutos de revelado en un baño que contiene, por litro de agua, 50 g de sulfito sódico anhidro, 0,2 g de 1-fenil-3-pirazolidona, 6 g de hidroquinona, 35 g de carbonato sódico anhidro, 4 g de bromuro potásico y 0,3 g de benzotriazol;
15. 2. 5 minutos de enjuague;
3. 6 minutos de fijación en una solución de 200 g de tiosulfato sódico cristalizado y 20 g de metabisulfito potásico en 1 litro de agua;
20. 4. 5 minutos de enjuague;
5. 3 a 12 minutos de blanqueo con una solución que contiene, por litro de agua, 50 a 80 g de bromuro potásico, 40 a 80 g de tiourea, 35 a 80 g de ácido sulfúrico al 30 % y, si se quiere, 0,01 g de 2-amino-3-hidroxifenacina;
- 25.



323369

6. 10 minutos de enjuague;
7. 5 minutos de blanqueo de la plata residual, con una solución de 60 g de sulfato de cobre cristalizado, 80 g de bromuro potásico y 15 cc de ácido clorhídrico al 30 % en un litro de agua;
5. 8. 5 minutos de enjuague;
9. 5 minutos de fijación tal como se ha indicado en 3;
10. 10. 5 minutos de enjuague.

Se obtiene una imagen a contraluz positiva, estable a la luz y apta para documentos.

- - - - -

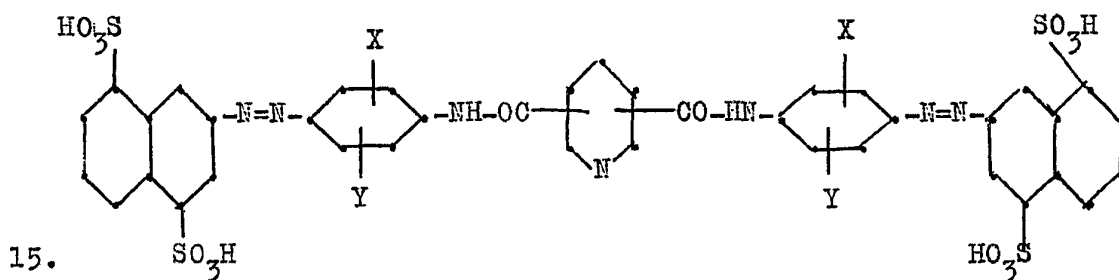


323369

NOTA

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 2426/65 del 22 de Febrero de 1965 y del 31 de Enero de 1966, existiendo en ellas unidad de invención.

1. Procedimiento del blanqueo cromático por medio de la plata, en materiales fotográficos, caracterizado por contener los materiales, sobre un soporte, una capa con un colorante de la fórmula



en la que

X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquilo, un grupo alcoxi, un grupo hidroxialcoxi, un grupo alcoxialcoxi o un grupo acilamino e

20.

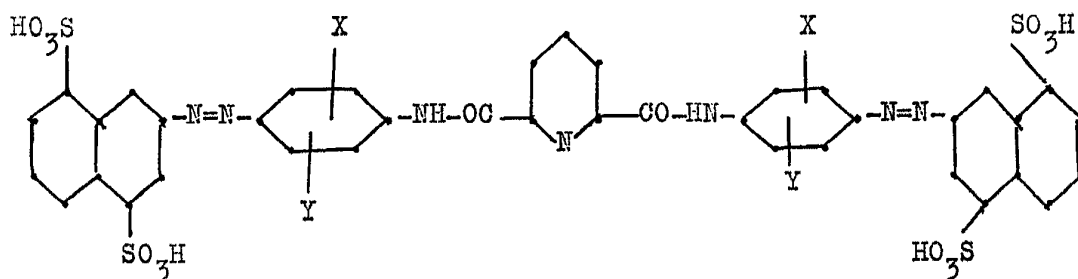
323369

21 FEB



Y significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o un grupo alcoxi.

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



10. en la que

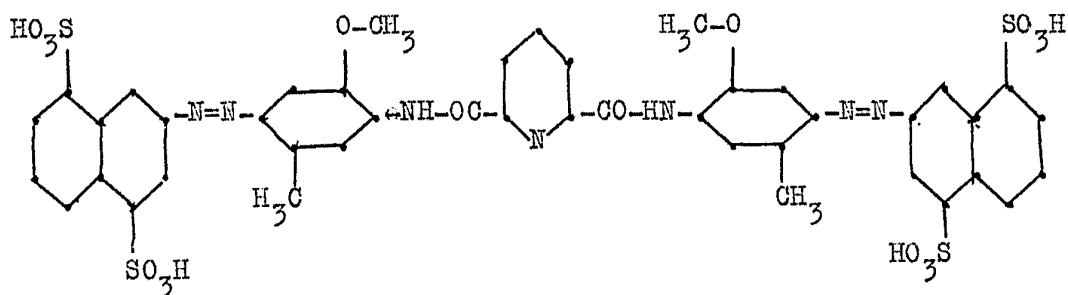
X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquilo, un grupo alcoxi, un grupo hidroxialcoxi, un grupo alcoxialcoxi o un grupo acilamino e

15.

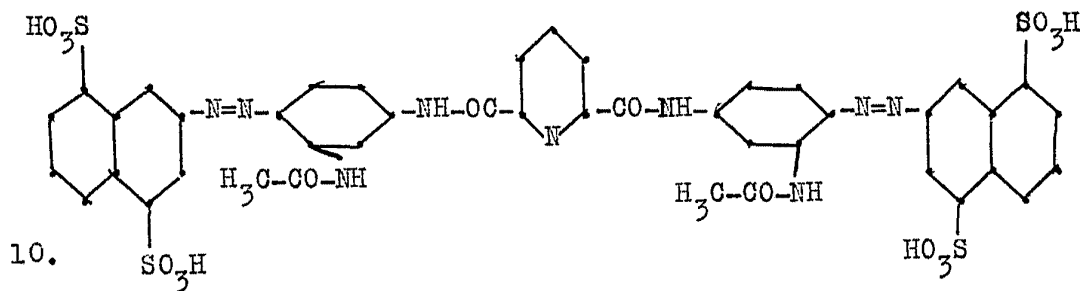
Y significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o un grupo alcoxi.

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

323369 21 FEB

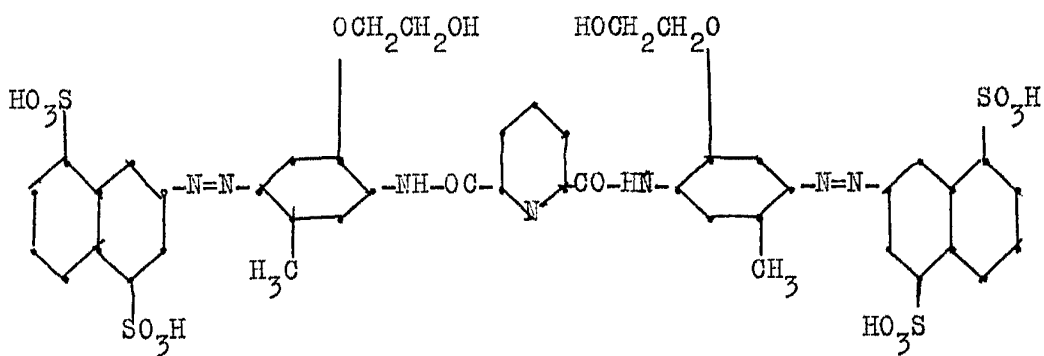


5. 4. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por contener la capa el colorante de la fórmula



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

323369



5. 6. Procedimiento del blanqueo cromático por medio de la plata.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 21 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 21 FEB 1951

p.a. JAIME ISERN
P. P.

Firmado: LUIS REY PADILLA