



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **79693** (13) **C2**
(51) **МПК (2006)**
G03C 5/56
C07C 251/22 (2007.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) 2,5-БІС(ФОРМІЛАМІНО)-1,4-БІС(БЕНЗОЛСУЛЬФОНІЛАМІДО)БЕНЗОЛ ЯК АНТИВУАЛЕНТ ПРОЯВНОГО РОЗЧИНУ ГАЛОГЕНСРІБНИХ ФОТОГРАФІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ

1

(21) а200509794

(22) 18.10.2005

(24) 10.07.2007

(46) 10.07.2007, Бюл. № 10, 2007 р.

(72) Шапка Василь Харитонович, Бурмістр Михайло Васильович, Свердліковська Ольга Сергіївна, Безверхий Микола Павлович, Гайдук Тетяна Іванівна

(73) УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

(56) SU, 128286, A1, 1960

SU, 265715, A, 24.06.1970

US, 3023103, A, 27.02.1962

US, 3390998, A, 02.07.1968

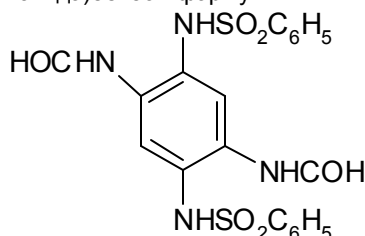
RU, 2028651, C1, 09.02.1995

RU, 2184990, C2, 10.07.2002

2

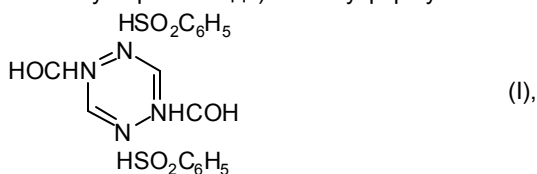
EP, 0666501, A2, 09.08.1995

(57) 2,5-біс(форміламіно)-1,4-біс(бензолсульфоніламідо)бензол формули:



як антивуалент проявних розчинів галогенсрібних фотографічних матеріалів.

Винахід відноситься до похідного N-арилсульфонілхіноніміна, а саме до 2,5-біс(форміламіно)-1,4-біс(бензолсульфоніламідо)бензолу формули:



яке може бути використано як антивуалююча речовина при проявленні галогенсрібних фотографічних матеріалів.

Відоме застосування калію бромистого (або розчинних у воді галогенідів лужних металів) у якості антивуалентів при проявленні галогенсрібних фотографічних матеріалів [Гурлев Д. С. Справочник по фотографии (обработка фотоматериалов). - Киев: Техника, 1988. - 336с.]. Основним недоліком калію бромистого як антивуалента є слабка антивуалююча дія.

Найбільш близьким за отриманими результатами є застосування бензотриазола в якості антивуалента при проявленні галогенсрібних фотографічних матеріалів [Кириллов Н. И. Основы

процессов обработки кинофотоматериалов. - М.: Искусство, 1977. - С. 95-99] (прототип).

Недоліком бензотриазола є те, що він одночасно з вуаллю знижує і світлочутливість.

В основу винаходу поставлено задачу зниження оптичної густини вуалі та збільшення світлочутливості шляхом введення у проявний розчин галогенсрібних фотографічних матеріалів антивуалюючих речовин.

Ця задача вирішується введенням у проявний розчин в процесі його приготування 2,5-біс(форміламіно)-1,4-біс(бензолсульфоніламідо)бензолу формули (I) в кількостях 0,005-0,500г/л. 2,5-біс(форміламіно)-1,4-біс(бензолсульфоніламідо)бензол - це безбарвні високоплавкі кристали, без запаху, нерозчинні у воді, які синтезовані на кафедрі органічної хімії УДХТУ.

Спосіб одержання сполуки формули (I) полягає у відновленні 2,5-біс(форміламіно)-N,N'-біс(фенілсульфоніл)-1,4-бензохінондиіміна дітіонатом натрію в етиловому спирті. Будова отриманої сполуки підтверджено спектральними даними та елементним аналізом.

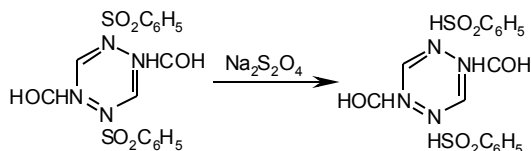
(13) **C2**

(11) **79693**

(19) **UA**

Речовина формули (I) у технології виробництва й обробки кінофотоматеріалів не використовувалась.

Приклад 1. Синтез 2,5-біс(форміламіно)-1,4-біс(бензолсульфоніламідо)бензолу здійснюється за схемою:



До суспензії 2,5-біс(форміламіно)-N,N'-біс(бензолсульфоніл)-1,4-бензохінондиіміна (I) у 100 мл етанолу додають 8 г дитіоніта натрію. Реакційну суміш кип'яють 30 хвилин і виливають у 500 мл води, яка містить 5 мл оцтової кислоти. Осад 2,5-біс(форміламіно)-1,4-біс(бензолсульфоніламідо)бензолу (II), що випав, одфільтровують, проми-

вають водою, висушують. Вихід 3,5 г, тобто 37,1%. $T_{пл.} = 348-350^{\circ}\text{C}$ (розк.).

Знайдено, %: C - 50,55; H - 3,5; N - 11,62; S - 13,58. $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_6\text{S}_2$. Обчислено, %: C - 50,62; H - 3,82; N - 11,81; S - 13,51.

Приклад 2. Сенситометричні іспити кіноплівки КН-3. Сенситометричні іспити виконувалися відповідно до ГОСТ 2817-50, 2988-81, 10691.3-73.

Плівку експонують на сенситометрі ЦС-2М при кольоровій температурі 5500 K, експозиція за першим полем клина складала 56 лк-с. Плівку проявляють у проявнику стандартом №5 (СТ-5) (без KBr) при 20°C . Склад обробних розчинів наведений у таблиці 1, а режим обробки - у таблиці 2. Оптичні густини сенситограм проміряють на денситометрі ДП-1М, сенситометричні результати обробляють за ГОСТ 106191.3-73.

Таблиця 1

Склад обробних розчинів

Речовина	Од. вим.	Проявники			Стоп розчин	Фіксаж
		УП-2	СТ-5	СТ-2		
Метанол	г	5	1,6	8		25
Гідрохінон	г	6	2			
Сульфат натрію б/в	г	40	100	125		
Сода безводна	г	31		5,75		
Бура	г		2			
Калій бромистий	г	4	0,4	2,5	20	5-7
Кислота оцтова	мл					
Тіосульфат натрію кристалічний	г					
Вода	л	до 1	ДО 1	до 1	до 1	до 1

Таблиця 2

Режим обробки кіноплівки

Операція	Тривалість, хв.	Температура, C
1. Прояв	3,6,9,15,20	20, $30 \pm 0,3$
2. Ополіскування в 1% розчині оцтової кислоти	1	20 ± 5
3. Фіксування	15	20 ± 5
4. Промивання	20	10-15
5. Сушіння	до повного висихання	

Таблиця 3

Значення сенситометричних параметрів кіноплівок відповідно до технічних умов

Плівка	Проявник	Тривалість проявлення, хв.	Світлочутливість ГОСТ 10691.3-73	Оптична густина вуалі	Коефіцієнт контрастності
КН-3	СТ-5	5-10	90	0,15	0,65
КН-4С	УП-2	8-13	500	0,18	1,00
Фото-130	СТ-2	8-14	130	0,06	0,80

Приклади 3-7 виконують за прикладом 2 з тією відмінністю, що в проявник вводять речовину формули (I) у кількостях, г/л: приклад 3 - 0,005;

приклад 4 - 0,01; приклад 5 - 0,05; приклад 6 - 0,1; приклад 7 - 0,5.

Приклад 8 виконують за прикладом 2 з тією відмінністю, що в проявник вводять калій бромистий відповідно до рецепта.

Приклади 9-13 виконують за прикладом 8 з тією відмінністю, що в проявник вводять речовину формули (I) у кількостях, г/л: приклад 9 - 0,005;

приклад 10-0,01; приклад 11 - 0,05; приклад 12-0,1; приклад 13-0,5.

Приклад 14 виконують за прикладом 2 з тією відмінністю, що проявлення проводять при 30°C.

Приклади 15-19 виконують за прикладом 14 з тією відмінністю, що в проявник додатково вводять речовину формули (I) у кількостях, г/л: приклад 15 - 0,005; приклад 16-0,01; приклад 17 - 0,05; приклад 18-0,1; приклад 19 -0,5.

Приклади 20-24 виконують за прикладом 2 з тією відмінністю, що в проявник вводять бензотриазол (прототип) у кількостях, г/л: приклад 20 - 0,005; приклад 21-0,01; приклад 22 - 0,05; приклад 23-0,1; приклад 24 - 0,5.

Приклад 25 виконують за прикладом 2, але для плівки КН-4С у проявнику УП-2 (без калію бромистого).

Приклади 26-30 виконують за прикладом 25 з тією відмінністю, що в проявник додатково вводять речовину формули (I) у кількостях, г/л: приклад 26 - 0,005; приклад 27 - 0,01; приклад 28 - 0,05; приклад 29 - 0,1; приклад 30 - 0,5.

Приклад 32 виконують за прикладом 2, але для плівки Фото-130 і проявника стандартного 2 (без калію бромистого).

Приклади 32-36 виконують за прикладом 32 з тією відмінністю, що в проявник додатково вводять речовину формули (I) у кількостях, г/л: приклад 32 - 0,005; приклад 33 - 0,01; приклад 34 - 0,05; приклад 35 - 0,1; приклад 36 - 0,5.

Таблиця 4

Покажчик номерів прикладів

Плівка	Проявник, температура, °C	Добавка	Контр. дослід (без добавки)	Концентрація речовини, г/л				
				0,005	0,01	0,05	0,1	0,5
КН-3	СТ-5 (без KBr), 20	речовина формули (I)	2	3	4	5	6	7
КН-3	СТ-5 (без KBr), 20	теж	6	9	10	11	12	13
КН-3	СТ-5 (без KBr), 30	теж	14	15	16	17	18	19
КН-3	СТ-5 (без KBr), 20	прототип	2	20	21	22	23	24
КН-4С	СТ-5 (без KBr), 20	речовина Формули (I)	25	26	27	28	29	30
Фото-130	СТ-5 (без KBr), 20	теж	31	32	33	34	35	36

Результати іспитів кіноплівок за прикладами 2-36 наведені в таблицях 5,

Таблиця 5

Результати іспитів фотоплівок за прикладами 2-31

№ прикладу	Плівка, проявник, температура, °C	Добавка, її концентрація, г/л	Тривалість проявлення, хв.				
			5	7	9	15	20
1	2	3	4	5	6	7	8
Світлочутливість							
2	КН-3	відсутня речовина формули (I)	18	25	37	70	85
3	СТ-5 (без KBr), 20.	0,005	20	53	70	130	200
4		0,01	100	130	170	190	320
5		0,05	40	60	80	150	220
6		0,1	20	33	45	82	90
7		0,5	18	26	37	73	84
8	КН-3	відсутня речовина формули (I)	35	48	60	120	130
9		0,005	41	55	78	135	165
10		0,01	90	115	180	235	300
11	СТ-5, 20	0,05	53	75	105	155	215
12		0,1	38	50	70	125	140
13		0,5	35	45	60	120	130

Продовження таблиці 5

14	КН-3, СТ-5 (без КВк), 30	відсутня речовина формули (I)	60	110	125	250	350
15		0,005	70	120	138	263	370
16		0,01	150	250	310	380	490
17		0,05	85	135	143	275	390
18		0,1	70	110	130	260	370
19		0,5	60	110	125	250	350
20	КН-3, СТ-5 (без КВr), 20	прототип 0,005	18	35	45	80	90
21		0,01	60	95	130	160	200
22		0,05	40	73	90	110	150
23		0,1	20	40	55	90	100
24		0,5	18	35	45	80	90
25	КН-4С	відсутня речовина формули (I)	120	250	450	650	900
26	УП-2 (без КВr), 20	0,005	130	280	490	700	1000
27		0,01	200	410	600	620	1450
28		0,05	150	300	400	650	780
29		0,1	130	290	500	750	950
30		0,5	120	280	490	700	900
31	Фото-130	відсутня речовина формули (I)	68	95	130	160	210
32	СТ-2 (без КВr), 20	0,005	75	120	160	185	265
33		0,01	128	210	270	280	370
34		0,05	80	110	150	170	280
35		0,1	70	98	135	175	270
36		0,5	65	94	130	160	260
Оптична густина вуалі							
2	КН-3	відсутня речовина формули (I)	0,12	0,17	0,24	0,32	0,45
3	СТ-5 (без КВr), 20	0,005	0,1	0,14	0,21	0,28	0,4
4		0,01	0,03	0,05	0,07	0,1	0,15
5		0,05	0,03	0,05	0,07	0,1	0,17
6		0,1	0,04	0,07	0,09	0,12	0,14
7		0,5	0,04	0,07	0,01	0,12	0,2
8	КН-3 СТ-5, 20	відсутня речовина формули (I)	0,05	0,06	0,08	0,09	0,14
9		0,005	0,04	0,04	0,07	0,08	0,1
10		0,01	0,01	0,01	0,03	0,04	0,07
11		0,05	0,01	0,01	0,03	0,04	0,07
12		0,1	0,01	0,01	0,03	0,04	0,07
13		0,5	0,01	0,01	0,03	0,04	0,07
14	КН-3, СТ-5 (без КВr), 30	відсутня речовина формули (I)	0,11	0,13	0,17	0,21	0,31
15		0,005	0,09	0,11	0,15	0,18	0,27
16		0,01	0,04	0,06	0,08	0,11	0,18
17		0,05	0,04	0,06	0,08	0,11	0,18
18		0,1	0,06	0,08	0,1	0,14	0,2
19	0,5	0,06	0,08	0,1	0,14	0,2	
20	КН-3, СТ-5 (без КВr), 20	прототип 0,005	0,11	0,15	0,22	0,3	0,42
21		0,01	0,07	0,09	0,13	0,21	0,35
22		0,05	0,06	0,07	0,12	0,19	0,32
23		0,1	0,06	0,07	0,13	0,22	0,34
24		0,5	0,08	0,09	0,15	0,25	0,36

Продовження таблиці 5

25	КН-4С УП-2 (без KBr), 20	відсутня речовина формули (I)	0,12	0,22	0,38	0,45	0,67
26		0,005	0,08	0,16	0,31	0,4	0,55
27		0,01	0,03	0,08	0,16	0,21	0,29
28		0,05	0,03	0,08	0,16	0,21	0,29
29		0,1	0,05	0,09	0,16	0,23	0,31
30		0,5	0,05	0,09	0,16	0,23	0,31
31	Фото-130 УП-2 (без KBr), 20	відсутня речовина формули (I)	0,01	0,03	0,06	0,11	0,22
32		0,005	0	0,02	0,04	0,08	0,18
33		0,01	0	0	0	0,03	0,07
34		0,05	0	0	0	0,02	0,05
35		0,1	0	0	0	0,02	0,05
36		0,5	0,01	0,02	0,04	0,05	0,07
Коефіцієнт контрастності							
2	КН-3	відсутня речовина формули (I)	0,35	0,45	0,63	0,7	0,75
3	СТ-5 (без KBr), 20	0,005	0,39	0,49	0,71	0,73	0,77
4		0,01	0,45	0,57	0,77	0,8	0,86
5		0,05	0,43	0,53	0,73	0,77	0,81
6		0,1	0,42	0,52	0,73	0,75	0,8
7		0,5	0,42	0,5	0,7	0,71	0,75
8	КН-3	відсутня речовина формули (I)	0,5	0,63	0,75	0,85	1
9	СТ-5, 20	0,005	0,53	0,65	0,77	0,87	1,1
10		0,01	0,61	0,71	0,83	0,93	1,21
11		0,05	0,61	0,72	0,85	0,93	1,22
12		0,1	0,61	0,72	0,85	0,93	1,22
13		0,5	0,61	0,72	0,85	0,93	1,22
14	КН-3, СТ-5, 30	відсутня речовина формули (I)	0,7	0,75	0,87	1,1	1,4
15		0,005	0,71	0,77	0,9	1,25	1,45
16		0,01	0,83	0,85	1,1	1,45	1,65
17		0,05	0,85	0,9	1,1	1,5	1,7
18		0,1	0,85	0,9	1,1	1,5	1,7
19		0,5	0,85	0,9	1,1	1,5	1,7
20	КН-3, СТ-5 (без KBr), 20	0,005	0,28	0,32	0,38	0,45	0,65
21		0,01	0,3	0,35	0,4	0,5	0,7
22		0,05	0,4	0,5	0,5	0,6	0,8
23		0,1	0,4	0,5	0,5	0,6	0,8
24		0,5	0,4	0,5	0,5	0,6	0,8
25	КН-4С, УП-2 (без KBr), 20	відсутня речовина формули (I)	0,5	0,85	1,1	1,4	1,75
26		0,005	0,53	0,89	1,15	1,45	1,79
27		0,01	0,61	0,95	1,3	1,6	1,93
28		0,05	0,61	0,97	1,32	1,6	1,95
29		0,1	0,61	0,97	1,32	1,6	1,95
30		0,5	0,61	0,97	1,32	1,6	1,95
31	Фото-130, СТ-2 (без KBr), 20	відсутня речовина формули (I)	0,45	0,67	0,8	1,12	1,6
32		0,005	0,5	0,7	0,87	1,2	1,7
33		0,01	0,63	0,85	1,1	1,38	1,85
34		0,05	0,65	0,85	1,1	1,4	1,9
35		0,1	0,65	0,85	1,1	1,4	1,9
36		0,5	0,65	0,85	1,1	1,4	1,9

Таблиця 6

Порівняння ефективності дії антиуалентів

№ прикладу	Плівка, проявник, тем- пература, °С	Добавка, її концентрація, г/л	Тривалість проявлення, хв.				
			5	7	9	15	20
1	2	3	4	5	6	7	8
Світлочутливість							
2	КН-3, СТ-5 (без KBr), 20 теж	відсутня речовина фор- мули (I)	18	25	37	70	85
4		0,01	100	130	170	190	320
8	КН-3, СТ-5, 20 теж	відсутня речовина фор- мули (I)	35	48	60	120	130
10		0,01	90	115	180	235	300
14	КН-3, СТ-5 (без KBr), 30 теж	відсутня речовина фор- мули (I)	60	110	125	250	350
16		0,01	150	250	310	380	490
21	КН-3, СТ-5 (без KBr), 20	прототип 0,01	60	95	130	160	200
25	КН-4С, УП-2 (без KBr), 20	відсутня речовина фор- мули (I)	120	250	450	650	900
27	теж	речовина формули (I) 0,01	200	410	600	820	1450
31	фото-130, СТ-3 (без KBr), 20	відсутня речовина фор- мули (I)	68	95	130	160	218
33	теж	речовина формули (I) 0,01	128	210	270	280	370
Оптична густина вуалі							
2	КН-3, СТ-5 (без KBr), 20 теж	відсутня речовина фор- мули (I)	0,12	0,17	0,24	0,32	0,45
4		0,01	0,03	0,05	0,07	0,1	0,15
8	КН-3, СТ-5, 20 теж	відсутня речовина фор- мули (I)	0	0,06	0,08	0,09	0,14
10		речовина формули (I) 0,01	0,01	0,01	0,03	0,04	0,07
14	КН-3, СТ-5 (без KBr), 30 теж	відсутня речовина фор- мули (I)	0,11	0,13	0,17	0,21	0,31
16		0,01	0,04	0,06	0,08	0,11	0,18
21	КН-3, СТ-5 (без KBr), 20	прототип 0,01	0,07	0,09	0,13	0,21	0,35
25	КН-4С, УП-2 (без KBr), 20	відсутня речовина фор- мули (I)	0,12	0,22	0,38	0,45	0,67
27	теж	речовина формули (I) 0,01	0,03	0,08	0,16	0,21	0,29
31	фото-130, СТ-3 (без KBr), 20	відсутня речовина фор- мули (I)	0,01	0,03	0,06	0,11	0,22
33	теж	речовина формули (I) 0,01	0	0	0	0,03	0,07
Коефіцієнт контрастності							
2	КН-3, СТ-5 (без KBr), 20 теж	відсутня речовина фор- мули (I)	0,35	0,45	0,63	0,7	0,75
4		0,01	0,35	0,45	0,63	0,7	0,75
8	КН-3, СТ-5, 20 теж	відсутня речовина фор- мули (I)	0,5	0,63	0,75	0,85	1
10		речовина формули (I) 0,01	0,61	0,71	0,83	0,93	1,21
14	КН-3, СТ-5 (без KBr), 30 теж	відсутня речовина фор- мули (I)	0,7	0,75	0,87	1,1	1,4
16		0,01	0,83	0,85	1,1	1,45	1,65
21	КН-3, СТ-5 (без KBr), 20	прототип 0,01	0,3	0,35	0,4	0,5	0,7
25	КН-4С, УП-2 (без KBr), 20	відсутня речовина фор- мули (I)	0,5	0,65	1,1	1,4	1,75

Продовження таблиці 6

27	теж	речовина формули (I) 0,01	0,67	0,95	1,3	1,6	1,93
31	фото-130, СТ-3 (без KBr), 20	відсутня речовина фор- мули (I)	0,45	0,67	0,8	1,12	1,6
33	теж	речовина формули (I) 0,01	0,63	0,85	1,1	1,38	1,85

З таблиці 5, 6 видно, що речовина формули (I) є антиуваляючою речовиною. Її введення у про-
явні розчини дозволяє:

- знизити оптичну густину вуалі в 1,5-4 рази в порівнянні з базовим об'єктом, і приблизно в два рази в порівнянні з прототипом;

- збільшити світлочутливість фотошарів у 1,5-3 рази в порівнянні з базовим об'єктом і в 1,5-2 рази в порівнянні з прототипом;

- коефіцієнт контрастності збільшується в ме-
жах 1-10%.

Завдяки цьому 2,5-біс(форміламіно)-1,4-
біс(бензолсульфоніламідо)бензол може бути ре-
комендованим до використання у процесах оброб-
ки світлочутливих шарів галогенсрібних фотогра-
фічних матеріалів в якості антиуваляючих
речовин.