

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 87113451.6

(51) Int. Cl. 4: **G03C 1/76**

(22) Anmeldetag: 15.09.87

(30) Priorität: 27.09.86 DE 3632914

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.04.88 Patentblatt 88/14

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB IT

(71) Anmelder: **Agfa-Gevaert AG**
Patentabteilung
D-5090 Leverkusen 1(DE)

(72) Erfinder: **Lalvani, Dipl.-Ing.**
In den Dehlen 15
D-5090 Leverkusen 1(DE)
Erfinder: **Lademann, Diethart, Dr.**
Erfurterstrasse 4
D-5090 Leverkusen 1(DE)
Erfinder: **Buschmann, Hans, Dr.**
Heinrichstrasse 69
D-5000 Koeln 50(DE)
Erfinder: **Reif, Heinz, Dr.**
Andreas-Gryphius-Strasse 22
D-5000 Koeln 80(DE)
Erfinder: **Cohnen, Walther, Dr.**
Gerstemkamp 15
D-5000 Koeln 80(DE)

(54) **Herstellung eines mehrschichtigen fotografischen Materials.**

(57) Bei einem Verfahren zur Herstellung eines mehrschichtigen fotografischen Materials, bei dem die Schichten in wenigstens zwei Arbeitsgängen aufgebracht werden und das Material zwischen den Arbeitsgängen getrocknet und aufgewickelt wird, werden dann Verklebungen der Halbfabrikate vermieden, wenn die oberste Schicht des zuerst durchgeführten Arbeitsganges alkalilösliche Polymerteilchen eines mittleren Teilchendurchmessers von 0,2 bis 5,0 μm enthält.

EP 0 262 504 A2

Herstellung eines mehrschichtigen fotografischen Materials

Die Erfindung betrifft die Herstellung eines mehrschichtigen fotografischen Materials mit einer Zwischenschicht, die bestimmte Polymerteilchen enthält.

Es ist bekannt, daß fotografische Aufzeichnungsmaterialien, die aus mehreren Schichten bestehen, oft nicht in einem Arbeitsgang hergestellt werden können, sondern daß die Schichten in mindestens zwei
 5 Arbeitsgängen auf das Trägermaterial aufgebracht werden. Dabei kann man in einem Arbeitsgang sowohl Einzelschichten als auch Schichtpakete aus mehreren Schichten aufbringen. Die oberste Schicht eines jeden in einem Arbeitsgang aufgetragenen Schichtpaketes enthält üblicherweise einen hydrophilen Binder, beispielsweise Gelatine, ein Netzmittel sowie gegebenenfalls Alkali, einen Weichmacher, Farbstoffe und kolloidales Silber.

10 Nach jedem Arbeitsgang werden die fotografischen Aufzeichnungsmaterialien getrocknet und aufgewickelt, bevor sie mit der nächsten Schicht oder dem nächsten Schichtpaket versehen werden. Die aufgerollten Halbfabrikate neigen dazu, aneinander zu kleben und so Flecken auf dem Aufzeichnungsmaterial zu verursachen.

Es ist bekannt, bei einem fertigen Film diesen unerwünschten Effekt dadurch zu vermeiden, daß man in
 15 die oberste Schicht sogenannte Abstandhalter oder Mattierungsmittel einbringt, d.h., feste Partikel mit einem mittleren Teilchendurchmesser von mindestens 1 μm . Diese Maßnahme kann für die oberen Schichten eines Arbeitsganges, die später Innenschichten sind, nicht getroffen werden, da dies zu Schleierbildung, Unebenheiten beim Beguß und Verschlechterung der Bruchfestigkeit führt.

Es wurde auch schon vorgeschlagen, Mattierungsmittel in Zwischenschichten mit säurebehandelter
 20 Gelatine, die während der Herstellung oberste Schichten sind, einzubringen, wobei als Mattierungsmittel in Wasser nicht lösliche organische oder anorganische Materialien mit einer Teilchengröße von etwa 0,2 bis 5 μm in Frage kommen. Da Unterschiede im Brechungsindex zwischen diesen Teilchen und der Gelatine bestehen, kommt es zu vermehrter Lichtstreuung an diesem Teilchen, was zu erhöhter Körnigkeit führt (DE-A-2 526 970).

25 Der Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, Zwischenschichten zu entwickeln, bei denen das Kleben der obersten Schicht eines ersten Beschichtungsganges bei Aufbringung sämtlicher Schichten in wenigstens zwei Beschichtungsgängen vermieden und außerdem die statische Reibung reduziert wird. Dabei sollen die übrigen filmtechnologischen wichtigen Eigenschaften, insbesondere die sensitometrischen Eigenschaften, nicht nachteilig beeinflusst werden.

30 Es wurde nun ein Verfahren zur Herstellung eines mehrschichtigen fotografischen Materials, bei dem die Schichten in wenigstens zwei Arbeitsgängen aufgebracht werden und das Material zwischen den Arbeitsgängen getrocknet und aufgewickelt wird, gefunden, bei dem die vorbezeichneten Nachteile vermieden werden, das dadurch gekennzeichnet ist, daß die oberste Schicht des zuerst durchgeführten Arbeitsganges alkalilösliche Polymerteilchen eines mittleren Teilchendurchmessers von 0,2 bis 5,0 μm enthält.

35 Vorzugsweise ist der Teilchendurchmesser 0,5 bis 3,0 μm .

Als geeignete alkalilösliche Polymerteilchen kommen solche der folgenden chemischen Klassen in Frage:

1. Copolymerisate von Alkylmethacrylaten mit Methacrylsäure, Acrylsäure oder Itaconsäure.
2. Copolymerisate von Alkylmethacrylaten mit Maleinsäurehalbestern oder Maleinsäurehalbamiden.
- 40 3. Copolymerisate von Styrol mit α,β -ungesättigten Mono- oder Dicarbonsäuren, Dicarbonsäurehalbestern oder Dicarbonsäurehalbamiden.
4. Pflöppolymerisate von Methacrylsäure/Methylmethacrylat auf wasserlösliche Dispergatoren von Maleinsäureanhydrid und α -Olefin.
5. Cellulosederivate von Dicarbonsäurehalbestern, z. B. Phthalate und Hexahydrophthalat von Methyl-
 45 cellulose, Hydroxyethylmethylcellulose oder Hydroxypropylmethylcellulose.

Die Zusammensetzungen werden so ausgewählt, daß die Teilchen bei pH-Werten unter 5 in Wasser unlöslich und bei pH-Werten über 7 in Wasser löslich sind.

Die die alkalilöslichen Polymerteilchen enthaltende Schicht kann außerdem übliche Zusätze wie hydrophile Binder, beispielsweise Gelatine, vorzugsweise alkalisch geäscherte Gelatine, Netzmittel, vorzugs-
 50 weise grenzflächenaktive organische Fluorverbindungen, Formalinfänger, Weichmacher, kolloidales Silber und Farbstoffe enthalten.

Die Polymerteilchen werden üblicherweise in einer Menge von 20 bis 200 mg/m^2 fotografischen Materials, insbesondere 50 bis 120 mg/m^2 fotografischen Materials, aufgebracht. Sie werden der entsprechenden Gießlösung als wäßrige Dispersion zugesetzt.

Überraschenderweise wird durch den Zusatz der genannten Polymerteilchen eine Vermeidung der Klebeflecken, eine Reduzierung der statischen Reibwerte und eine Reduzierung der durch statische Entladungen verursachten Belichtungen erreicht, wobei die fotografischen Eigenschaften des mehrschichtigen fotografischen Materials, insbesondere Körnigkeit und Schärfe, nicht beeinflusst werden.

5 Das erfindungsgemäße Verfahren kann für die Herstellung aller mehrschichtigen fotografischen Materialien verwendet werden, bei dem die Schichten in wenigstens zwei Arbeitsgängen aufgebracht werden, beispielsweise für die Herstellung von Negativ- und Umkehrfilmen sowie Fotopapier, insbesondere aber für Colornegativfilm und Colorumkehrfilm. Werden die Schichten in mehr als zwei Arbeitsgängen aufgebracht, kann von der erfindungsgemäßen Maßnahme mehrfach Gebrauch gemacht werden.

10 Die erfindungsgemäß hergestellten fotografischen Materialien können in der für sie üblichen Weise belichtet und mit den dafür gebräuchlichen Verfahren verarbeitet werden.

Durch die alkalischen Entwickler werden die erfindungsgemäß zu verwendenden alkalilöslichen Mattierungsmittel aus dem fotografischen Material herausgelöst, so daß es danach nicht mehr zur Lichtstreuung an diesen Teilchen wegen unterschiedlichen Brechungsindices von Polymer und Gelatine kommen kann. 15 Überraschenderweise bleiben im Material keine Poren zurück, die ihrerseits für negative Effekte sorgen könnten.

Bei fotografischen, insbesondere farbfotografischen Aufzeichnungsmaterialien, auf die das Verfahren der vorliegenden Erfindung mit Vorteil angewendet werden kann, handelt es sich bevorzugt um mehrschichtige Materialien, die mehrere Silberhalogenidemulsionsschichten oder Emulsionsschichteneinheiten mit unterschiedlicher Spektralempfindlichkeit aufweisen. Als Emulsionsschichteneinheiten werden dabei Lamine 20 von 2 oder mehr Silberhalogenidemulsionsschichten gleicher Spektralempfindlichkeit verstanden. Schichten gleicher Spektralempfindlichkeit müssen aber nicht notwendigerweise benachbart zueinander angeordnet sein, sondern können auch durch andere Schichten, insbesondere auch durch Schichten anderer Spektralempfindlichkeit voneinander getrennt sein. Das Bindemittel in diesen Schichten ist in der Regel ein 25 proteinartiges Bindemittel mit freien Carboxylgruppen und freien Aminogruppen, bevorzugt Gelatine. Das Schichtbindemittel kann aber neben dem proteinartigen Bindemittel bis zu 50 Gew.-% nicht proteinartige Bindemittel wie Polyvinylalkohol, N-Vinylpyrrolidon, Polyacrylsäure und deren Derivate, insbesondere Mischpolymerisate, oder Cellulosederivate enthalten.

Den lichtempfindlichen Silberhalogenidemulsionsschichten bzw. Emulsionsschichteneinheiten ist mindestens eine farbgebende Verbindung, in der Regel ein Farbkuppler zugeordnet, der mit Farbreaktioxidationsprodukten unter Bildung eines nichtdiffundierenden Farbstoffes zu reagieren vermag. 30 Zweckmäßigerweise sind die Farbkuppler nichtdiffundierend und in der lichtempfindlichen Schicht selbst oder in enger Nachbarschaft hierzu untergebracht. Die den zwei oder mehr Teilschichten einer Emulsionsschichteneinheit zugeordneten Farbkuppler brauchen nicht notwendigerweise identisch zu sein. Sie sollen 35 lediglich bei der Farbreaktwicklung die gleiche Farbe ergeben, normalerweise eine Farbe, die komplementär ist zu der Farbe des Lichtes, gegen das die lichtempfindlichen Silberhalogenidemulsionsschichten empfindlich sind.

Den rotempfindlichen Silberhalogenidemulsionsschichten ist folglich mindestens ein nichtdiffundierender Farbkuppler zur Erzeugung des blaugrünen Teilfarbenbildes zugeordnet, in der Regel ein Kuppler vom 40 Phenol- oder α -Naphtholtyp. Besonders hervorzuheben sind beispielsweise Blaugrünkuppler, wie sie beschrieben sind in US-A 2 474 293, US-A 2 367 531, US-A-2 895 826, US-A 3 772 002, EP-A-O 028 099, EP-A-O 112 514.

Die grünempfindlichen Silberhalogenidemulsionsschichten enthalten mindestens einen nichtdiffundierenden Farbkuppler zur Erzeugung des purpurnen Teilfarbenbildes, wobei üblicherweise Farbkuppler vom Typ 45 des 5-Pyrazolons oder des Indazolons Verwendung finden. Weiter kommen als Purpurkuppler auch Cyanacetylverbindungen, Oxazolone, und Pyrazoloazole in Frage. Besonders hervorzuheben sind beispielsweise Purpurkuppler wie sie beschrieben sind in US-A-2 600 788, US-A-4 383 027, DE-A-1 547 803, DE-A 1 810 464, DE-A 24 08 665, DE-A-32 26 163.

Die blauempfindlichen Silberhalogenidemulsionsschichten schließlich enthalten mindestens einen nichtdiffundierenden Farbkuppler zur Erzeugung des gelben Teilfarbenbildes, in der Regel einen Farbkuppler mit einer offenkettigen Ketomethylengruppierung. Besonders hervorzuheben sind beispielsweise Gelbkuppler, 50 wie sie beschrieben sind in US-A-3 408 194, US-A-3 933 501, DE-A-23 29 587, DE-A-24 56 976.

Farbkuppler dieser Arten sind in großer Zahl bekannt und in einer Vielzahl von Patentschriften beschrieben. Beispielshaft sei hier ferner auf die Veröffentlichungen "Farbkuppler" von W. Pelz, "Mitteilungen 55 aus den Forschungslaboratorien der AGFA, Leverkusen/München", Band III (1961) S. 111, und von K. Venkataraman in "The Chemistry of Synthetic Dyes", Vol. 4., 341 bis 387, Academic Press (1971), verwiesen.

Bei den Farbkupplern kann es sich um 4-Äquivalentkuppler, aber auch um 2-Äquivalentkuppler handeln. Letztere leiten sich bekanntlich von den 4-Äquivalentkupplern dadurch ab, daß sie in der Kupplungsstelle einen Substituenten enthalten, der bei der Kupplung abgespalten wird. Zu den 2-Äquivalentkupplern sind sowohl solche zu rechnen, die praktisch farblos sind, als auch solche, die eine intensive Eigenfarbe aufweisen, die bei der Farbkupplung verschwindet bzw. durch die Farbe des erzeugten Bildfarbstoffes ersetzt wird (Maskenkuppler). Zu den 2-Äquivalentkupplern sind im Prinzip auch die bekannten Weißkuppler zu rechnen, die jedoch bei Reaktion mit Farbertwickleroxida-
 5 tionenprodukten im wesentlichen farblose Produkte ergeben. Zu den 2-Äquivalentkupplern sind ferner solche Kuppler zu rechnen, die in der Kupplungsstelle einen abspaltbaren Rest enthalten, der bei Reaktion mit Farbertwickleroxida-
 10 tionenprodukten in Freiheit gesetzt wird und dabei entweder direkt oder nachdem aus dem primär abgespaltenen Rest eine oder mehrere weitere Gruppen abgespalten worden sind (z.B. DE-A-27 03 145, DE-A 28 55 697, DE-A-31 05 026, DE-A-33 19 428), eine bestimmte erwünschte fotografische Wirksamkeit entfaltet, z.B. als Entwicklungsinhibitor oder-acceletator. Beispiele für solche 2-Äquivalentkuppler sind die bekannten DIR-Kuppler wie auch DAR-bzw. FAR-Kuppler.

15 Geeignete DIR-Kuppler sind beispielsweise beschrieben in GB-A-953 454, DE-A-1 800 420, DE-A 20 15 867, DE-A-24 14 006, DE-A-28 42 063, DE-A-34 27 235.

Geeignete DAR-bzw. FAR-Kuppler sind beispielsweise beschrieben in DE-A-32 09 110, EP-A-O 089 834, EP-A-O 117 511, EP-A-O 118 087.

Da bei den DIR-, DAR-bzw. FAR-Kupplern hauptsächlich die Wirksamkeit des bei der Kupplung freigesetzten Restes erwünscht ist und es weniger auf die farbbildenden Eigenschaften dieser Kuppler ankommt, sind auch solche DIR-, DAR-bzw. FAR-Kuppler geeignet, die bei der Kupplung im wesentlichen farblose Produkte ergeben wie beispielsweise beschrieben in DE-A 1 547 640.

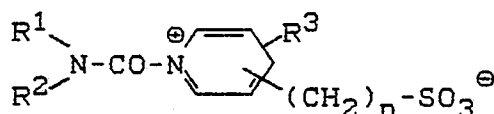
Der abspaltbare Rest kann auch ein Ballastrest sein, so daß bei der Reaktion mit Farbertwickleroxida-
 20 tionenprodukten Kupplungsprodukte z.B. Farbstoffe erhalten werden können, die diffusionsfähig sind oder
 25 zumindest eine schwache bzw. eingeschränkte Beweglichkeit aufweisen wie beispielsweise in US-A-4 420 556 beschrieben.

Hochmolekulare Farbkuppler sind beispielsweise beschrieben in DE-C-1 297 417, DE-A-24 07 569, DE-A-31 48 125, DE-A-32 17 200, DE-A-33 20 079, DE-A-33 24 932, DE-A-33 31 743, DE-A-33 40 376, EP-A-27 284, US-A-4 080 211. Die hochmolekularen Farbkuppler werden in der Regel durch Polymerisation von
 30 ethylenisch ungesättigten monomeren Farbkupplern hergestellt. Sie können aber auch durch Polyaddition oder Polykondensation erhalten werden.

Über die genannten Bestandteile hinaus können die Schichten weitere Zusätze enthalten, zum Beispiel Härtungsmittel, Antioxidantien, farbstoffstabilisierende Mittel und Mittel zur Beeinflussung der mechanischen und elektrostatischen Eigenschaften. Um die nachteilige Einwirkung von UV-Licht auf die mit dem erfindungsgemäßen farbfotografischen Aufzeichnungsmaterialien hergestellten Farbbilder zu vermindern oder zu
 35 vermeiden, können die Schichten auch UV-Licht absorbierende Verbindungen enthalten.

Bevorzugt werden carboxylgruppenaktivierende Härtungsmittel eingesetzt, insbesondere solche der allgemeinen Formel

40



45

worin

R¹ und R² eine Alkylgruppe mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen oder eine gegebenenfalls mit einer Alkylgruppe mit 1 oder 2 Kohlenstoffatomen oder mit einem Halogenatom substituierte Aryl- oder Alkylgruppe, oder zusammen die zur Vervollständigung eines gegebenenfalls mit einer Alkylgruppe mit 1 oder 2 Kohlenstoffatomen oder mit einem Halogenatom substituierten heterocyclischen Ringes erforderlichen
 50 Atome,

R³ ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 oder 2 Kohlenstoffatomen und
 n 0 oder 2 bedeuten.

55

Ein farbfotografisches Aufzeichnungsmaterial für die Umkehrfarbentwicklung wurde hergestellt, indem auf einen transparenten Schichtträger aus Cellulosetriacetat die folgenden Schichten in der angegebenen Reihenfolge aufgetragen wurden und zwar wurden die Schichten 1 und 2, die Schichten 3 bis 6, die Schichten 7 bis 10, die Schichten 11 bis 14 gemeinsam und anschließend Schicht 15 aufgetragen. Die Mengenangaben beziehen sich jeweils auf 1 m². Für den Silberhalogenidauftrag werden die entsprechenden Mengen AgNO₃ angegeben. Alle Silberhalogenidemulsionen waren pro 100 g AgNO₃ mit 0,5 g 4-Hydroxy-6-methyl-1,3,3a,7-tetraazainden stabilisiert.

10 Schicht 1

(Antihaloschicht)
Schwarzes kolloidales Silbersol mit
0,5 g Ag
1,5 g Gelatine.

20 Schicht 2

(Zwischenschicht)
0,9 g Gelatine
0,33 g AgNO₃ (Mikrat)
0,33 g Octylhydrochinon

30 Schicht 3

(1. rotsensibilisierte Schicht)
rotsensibilisierte Silberbromidiodidemulsion (5,5 mol-% Iodid; mittlerer Korndurchmesser 0,25 µm) aus
0,98 g AgNO₃, mit
0,81 g Gelatine und
0,25 g Kuppler C - 1

40

Schicht 4

(2. rotsensibilisierte Schicht)
rotsensibilisierte Silberbromidiodidemulsion (6,5 mol-% Iodid; mittlerer Korndurchmesser 0,6 µm) aus
0,85 g AgNO₃, mit
0,7 g Gelatine und
0,58 g Kuppler C - 1

50

55

Schicht 5

- 5: Zwischenschicht
 1 g Gelatine
 0,2 g Octylhydrochinon
 0,4 g Verbindung WM-1

- 10 Material 1 (gemäß der Erfindung)

Schicht 6

- 15 Zwischenschicht
 0,4 g Gelatine
 0,1 g Hydroxypropylmethylcellulosehexahydrophthalat (alkalilöslich) mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 2,0 μm .

20

- 25 Material 2 (nicht erfindungsgemäß)

Schicht 6

- 30 Zwischenschicht
 0,4 g Gelatine

- 35 Material 3 (nicht erfindungsgemäß)

Schicht 6

- 40 Zwischenschicht
 0,4 g Gelatine
 0,1 g Polymethylmethacrylat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 2 μm (alkalilöslich)

- 45 Die beschriebenen Schicht-Teilaufbauten (Schichten 1-6) wurden auf Gleiteigenschaften und Oberflächenwiderstand geprüft. Der Reibwert ($\text{Reibwert} = \text{Zugkraft} / \text{Normalkraft} \times 100$) ist ein Maß für die Haftreibung, wenn das Material mit der Beschichtungsseite unter der Einwirkung einer Zugkraft über die Rückseite sowie Schichtseite des gleichen Materials bzw. über eine Oberfläche aus Plüsch zu gleiten beginnt.

- Oberflächenwiderstand gemessen bei 50 und 20 % relative Luftfeuchtigkeit RF.

- 50 Elektrodenabstand 1 cm

- Elektrodenlänge 10 cm

- Die beschriebenen Teilaufbauten wurden weiter aufgebaut mit den unten aufgeführten Schichten.

55

Schicht 7

- 5 (1. grünsensibilisierte Schicht)
grünsensibilisierte Silberbromidioidemulsion (4,8 mol-% Iodid; mittlerer Korndurchmesser 0,28 μm)
aus 0,94 g AgNO_3 , mit
0,77 g Gelatine und
0,30 g Kuppler M-1

10

Schicht 8

- 15 (2. grünsensibilisierte Schicht)
grünsensibilisierte Silberbromidioidemulsion (4,3 mol-% Iodid; mittlerer Korndurchmesser 0,65 μm)
aus 0,94 g AgNO_3 , mit
0,87 g Gelatine und
0,64 g Kuppler M - 1

20

Schicht 9

- 25 (Zwischenschicht)
0,6 g Gelatine
0,15 g Ethylendiarnstoff
0,08 Verbindung WM-1

30

Schicht 10

- 35 (Gelbfilterschicht)
gelbes kolloidales Silbersol mit
0,2 g Ag
0,5 g Gelatine und
0,12 g Verbindung WM - 1

40

Schicht 11

- 45 (1. blauempfindliche Schicht)
Silberbromidioidemulsion (4,9 mol-% Iodid; mittlerer Korndurchmesser 0,35 μm) aus 0,76 g AgNO_3 , mit
0,56 g Gelatine
0,47 g Kuppler Y-1
50 0,4 g Verbindung WM-1

55

Schicht 12

(2. blauempfindliche Schicht)

Silberbromidiodidemulsion (3,3 mol-% Iodid; mittlerer Korndurchmesser 0,78 μm) aus 1,3 g AgNO_3 , mit

5 0,76 g Gelatine

1,42 g Kuppler Y-1

0,3 g Verbindung WM-1

10

Schicht 13

(UV-Absorberschicht)

15 1,5 g Gelatine

0,8 g Verbindung UV-1

20

Schicht 14

(Zwischenschicht)

0,9 g Gelatine

25 0,4 g Ethylendiharnstoff

30 Schicht 15

(Härtungsschutzschicht)

0,3 g Gelatine

35 0,15 g Verbindung HM-1

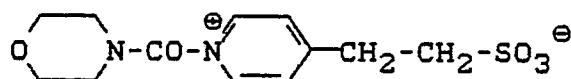
0,1 g Hydroxypropylmethylcellulosehexahydrophthalat

0,03 g Verbindung VI-1

0,018 g Dimethylpolysiloxan

0,7 g Härtungsmittel der Formel

40



45

Die Bruchfestigkeit, Körnigkeit und Schärfe der fertig aufgebauten Schichten wurden gemessen. Außerdem wurde die Fleckenbelastung visuell beurteilt und in prozentualer Belastung ausgegeben.

Die Parallelbruchfestigkeit wurde durch die Parameter Bruchdurchmesser [mm] und Bruchkraft [N] charakterisiert. Hierbei wurde ein 35 mm breiter Streifen des betreffenden Materials, der längs einer Querlinie perforiert war, zu einer Schleife geformt und diese zwischen zwei parallelen, einander stetig annähernden Backen zusammengepresst. Bruchdurchmesser ist der innere Durchmesser der Schleife und Bruchkraft ist die Kraft, mit der die beiden Backen auf die Schleife einwirken, und zwar in dem Moment, wo die Schleife entlang der Perforationslinie bricht.

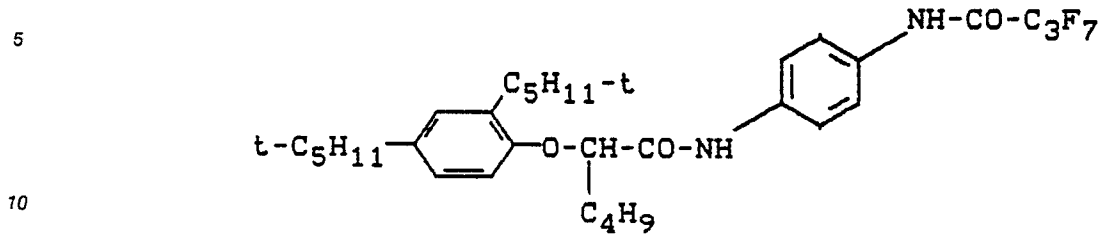
55 Methode beschrieben in Research Disclosure 25 302, 5/85.

Körnigkeit: RMS-granularity beschrieben in SPSE Handbook of Photographic science and Engineering 1973, S. 935, Meßblende 48 μm .

Schärfe: MTF beschrieben in SPSE Handbook of Photographic science and Engineering 1973, S. 946.

Folgende Verbindungen wurden verwendet:

C-1

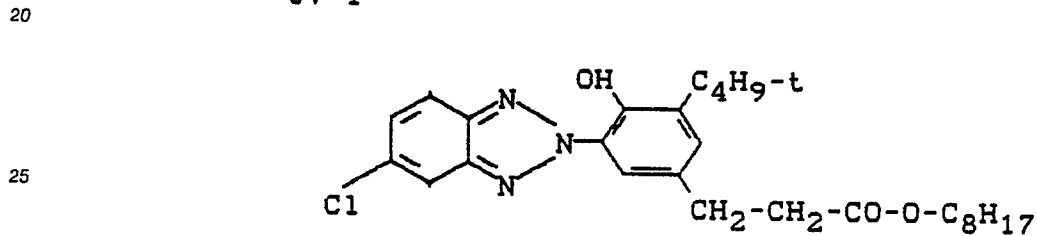


M-1 Kuppler 7 aus US-A-2 000 788

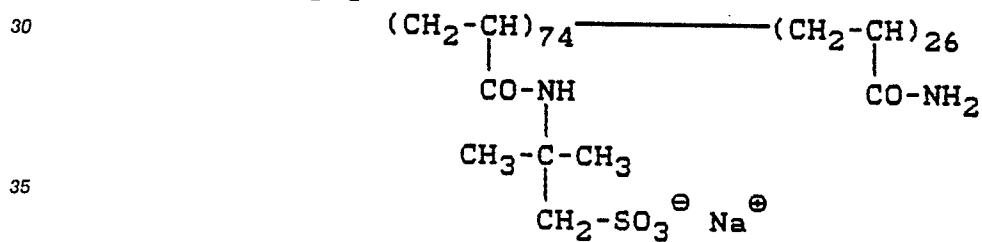
15 Y-1 Kuppler 16 aus US-A-3 933 501

WM-1 handelsübliche wäßrige Dispersion eines anionischen modifizierten Polyurethan

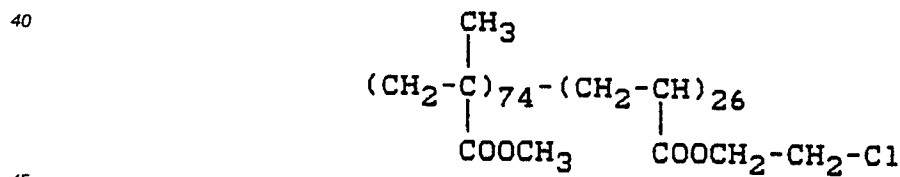
UV-1



VI-1



HM-1



Ein farbfotographisches Aufzeichnungsmaterial für die Colornegativentwicklung wurde hergestellt, indem auf einen transparenten Schichtträger aus Cellulosetriacetat die folgenden Schichten in der angegebenen Reihenfolge aufgetragen wurden; und zwar wurden die Schichten 1 und 2, die Schichten 3 bis 5, die Schichten 6 bis 9, die Schichten 10 bis 13 gemeinsam und schließlich Schicht 14 aufgetragen. Die Mengenangaben beziehen sich jeweils auf 1 m². Für den Silberhalogenidauftrag werden die entsprechenden Mengen AgNO₃ angegeben. Alle Silberhalogenidemulsionen waren pro 100 g AgNO₃ mit 0,5 g 4-Hydroxy-6-methyl-1,3,3a,7-tetraazainden stabilisiert.

Schicht 1

(Antihaloschicht)

Schwarzes kolloidales Silbersol mit 0,5 g Ag, 0,2 g Octylhydrochinon und 1,5 g Gelatine

5

Schicht 2

10

(Zwischenschicht)

1,0 g Gelatine

0,05 g Octylhydrochinon

15

Schicht 3

20

(1. rotsensibilisierte Schicht)

rotsensibilisierte Silberbromidiodidemulsion aus 3,5 g AgNO_3 (Gemisch aus 80 Gew.-% einer Emulsion mit 5 Mol-% Iodid und mittlerem Teilchendurchmesser von 0,2 μm und 20 Gew.-% einer Emulsion mit 7 Mol-% Iodid und mittlerem Teilchendurchmesser von 0,8 μm), 1,7 g Gelatine und 0,7 g Kupplergemisch C2, emulgiert mit 0,7 g Trikresylphosphat

25

Schicht 4

30

(2. rotsensibilisierte Schicht)

rotsensibilisierte Silberbromidiodidemulsion aus 2,0 g AgNO_3 (Gemisch aus 20 Gew.-% einer Emulsion mit 7 Mol-% Iodid, mittlerem Teilchendurchmesser von 0,8 μm und enger Korngrößenverteilung und 80 Gew.-% einer Emulsion mit 10 Mol-% Iodid, mittlerem Teilchendurchmessern von 0,8 μm und breiten Korngrößenverteilung),

35

2,0 g Gelatine und

0,2 g Kupplergemisch C2, emulgiert mit

0,2 g Trikresylphosphat

40

Schicht 5

45

(Zwischenschicht)

0,7 g Gelatine und

0,09 g 2,5-Diisooctylhydrochinon

50

Schicht 6

55

(1. grünsensibilisierte Schicht)

grünsensibilisierte Silberbromidiodidemulsion aus 2,2 g AgNO_3 (Gemisch aus 65 Gew.-% einer Emulsion mit 5 Mol-% Iodid und mittlerem Teilchendurchmesser von 0,2 μm und 35 Gew.-% einer Emulsion mit 7 Mol-% Iodid und mittlerem Teilchendurchmesser von 0,8 μm),

1,7 g Gelatine und
0,5 g Kuppler M2 emulgiert mit 0,5 g Trikresylphosphat

5

Schicht 7

(2. grünsensibilisierte Schicht)
10 grünsensibilisierte Silberbromidiodidemulsion aus 1,5 g AgNO_3 (Gemisch aus 70 Gew.-% einer Emulsion mit 7 Mol-% Iodid, mittlerem Teilchendurchmesser von 0,8 μm und enger Teilchengrößenverteilung und 30 Gew.-% einer Emulsion mit 10 Mol-% Iodid, mittlerem Teilchendurchmesser von 0,8 μm und breiter Teilchengrößenverteilung), 1,7 g Gelatine und 0,2 g Kuppler M2, emulgiert mit 0,2 g Trikresylphosphat
15

Schicht 8

(Zwischenschicht)
20 0,5 g Gelatine und
0,06 g 2,5-Diisooctylhydrochinon
25

Schicht 9

(Gelbfilterschicht)
30 gelbes kolloidales Silbersol mit 0,1 g Ag
0,35 g Gelatine und
0,2 g Verbindung WM-1
35

Schicht 10

(1. blauempfindliche Schicht)
40 Silberbromidiodidemulsion aus 0,6 g AgNO_3 (Gemisch aus 90 Gew.-% einer Emulsion mit 5 Mol-% Iodid und einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,2 μm und 10 Gew.-% einer Emulsion mit 7 Mol-% Iodid und einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,8 μm), 1,4 g Gelatine und 0,85 g Kuppler Y2 emulgiert mit 0,85 g Trikresylphosphat
45

Schicht 11

(2. blauempfindliche Schicht)
50 Silberbromidiodidemulsion aus 1,0 g AgNO_3 (Gemisch aus 50 Gew.-% einer Emulsion mit 7 Mol-% Iodid, einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,8 μm und enger Korngrößenverteilung und 50 Gew.-% einer Emulsion mit 10 Mol-% Iodid, einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,8 μm breiter Korngrößenverteilung),
55 0,6 g Gelatine und 0,3 g Kuppler Y2, emulgiert mit 0,3 g Trikresylphosphat

Schicht 12

(UV-Absorberschicht)
1,5 g Gelatine und
5 0,8 g Verbindung UV-1

10 Material 4 (gemäß der Erfindung)

Schicht 13

15 (Zwischenschicht)
0,9 g Gelatine
0,45 g Verbindung WM-1
0,10 Hydroxypropylmethylcellulosehexahydrophthalat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 2,0 μm .
20

Material 5 (nicht erfindungsgemäß)
25

Schicht 13

(Zwischenschicht)
30 0,9 g Gelatine
0,45 g Verbindung WM-1

35 Material 6 (nicht erfindungsgemäß)

Schicht 13

40 (Zwischenschicht)
0,9 g Gelatine
0,45 g Verbindung WM-1
0,10 g Polymethylmethacrylat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 2 μm (alkaliunlöslich).
45

Der beschriebene Schichtaufbau (Schichten 1-13) wurde durch Überschichten wie folgt gehärtet:

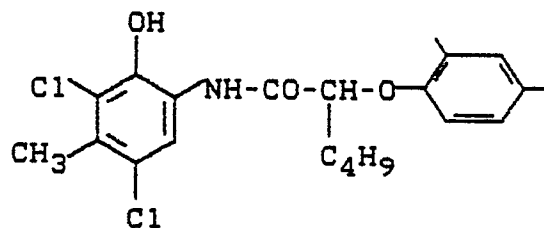
Schicht 14

50 (Härtungsschutzschicht)
0,2 g Gelatine
0,152 g Polymethylmethacrylat
0,15 g Hydroxypropylmethylcellulosehexahydrophthalat
55 0,025 g Verbindung VI-1
0,063 g Dimethylpolysiloxan
0,7 g Härtungsmittel wie Material 1, Schicht 15.

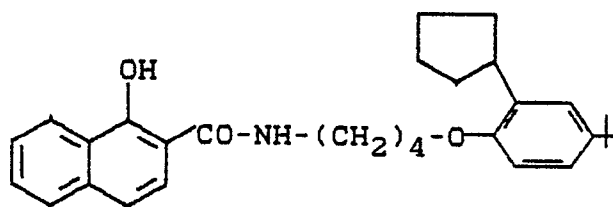
Die Ergebnisse sind in Tabellen 1-3 zusammengefaßt.

C2

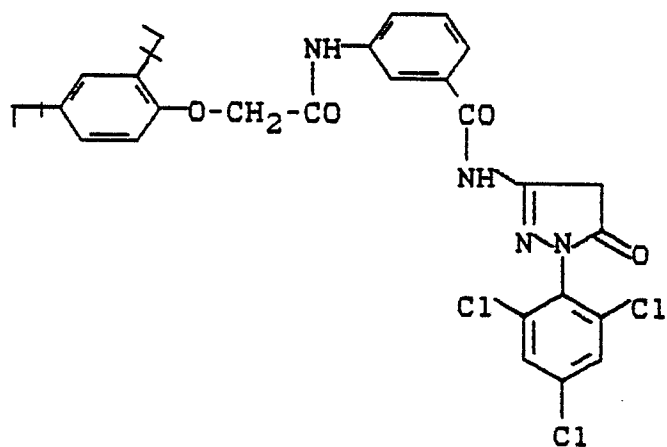
5 Gew. -%



95 Gew. -%



M2



Y2

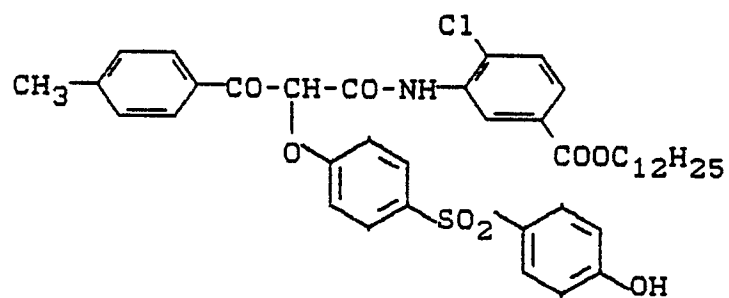


Tabelle 1 Material 1-6 Teilaufbauten

Material	Rückseite/Schicht	Reibwert		Oberflächenwiderstand	
		Plüsch/Schicht	Schicht/Schicht	50 % RF	20 % RF
1	38	33	32	$4,1 \cdot 10^{11} \Omega$	$5,0 \cdot 10^{12} \Omega$
2	63	38	48	$5,8 \cdot 10^{11} \Omega$	$9,1 \cdot 10^{12} \Omega$
3	41	32	35	$4,6 \cdot 10^{11} \Omega$	$6,5 \cdot 10^{12} \Omega$
4	23	26	27	-	-
5	35	28	36	-	-
6	28	28	31	-	-

Tabelle 2 Material 1-6 fertig aufgebaut

Material	Fleckenbelastung	Parallelbruchfestigkeit	
		Bruchdurchmesser [mm]	Bruchkraft [N]
1	0 %	0,5	16
2	80 %	0,5	16
3	0 %	0,7	14
4	0 %	2,7	7
5	70-80%	2,7	7
6	0 %	2,9	6

Tabelle 3

Schärfe (visuelles Filter) MTF Material	5			10			15			20			25			30			35			40			45		
	5	10	20 1/mm	5	10	20 1/mm	5	10	20 1/mm	5	10	20 1/mm	5	10	20 1/mm	5	10	20 1/mm	5	10	20 1/mm	5	10	20 1/mm	5	10	20 1/mm
1	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73
2	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73	1,02	0,93	0,73
3	0,98	0,87	0,65	0,98	0,87	0,65	0,98	0,87	0,65	0,98	0,87	0,65	0,98	0,87	0,65	0,98	0,87	0,65	0,98	0,87	0,65	0,98	0,87	0,65	0,98	0,87	0,65
4	1,19	1,15	1,07	1,19	1,15	1,07	1,19	1,15	1,07	1,19	1,15	1,07	1,19	1,15	1,07	1,19	1,15	1,07	1,19	1,15	1,07	1,19	1,15	1,07	1,19	1,15	1,07
5	1,18	1,16	1,07	1,18	1,16	1,07	1,18	1,16	1,07	1,18	1,16	1,07	1,18	1,16	1,07	1,18	1,16	1,07	1,18	1,16	1,07	1,18	1,16	1,07	1,18	1,16	1,07
6	1,08	1,12	1,02	1,08	1,12	1,02	1,08	1,12	1,02	1,08	1,12	1,02	1,08	1,12	1,02	1,08	1,12	1,02	1,08	1,12	1,02	1,08	1,12	1,02	1,08	1,12	1,02

* Dichten über Schleier und Maske

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines mehrschichtigen fotografischen Materials, bei dem die Schichten in wenigstens zwei Arbeitsgängen aufgebracht werden und das Material zwischen den Arbeitsgängen getrocknet und aufgewickelt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die oberste Schicht des zuerst durchgeführten Arbeitsganges alkalilösliche Polymerteilchen eines mittleren Teilchendurchmesser von 0,2 bis 5,0 μm enthält.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der mittlere Teilchendurchmesser 0,5 bis 3,0 μm beträgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymerteilchen in einer Menge von 20 bis 200 mg/m² fotografischen Materials eingesetzt werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymerteilchen in einer Menge von 50 bis 120 mg/m² fotografischen Materials eingesetzt werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymerteilchen aus Hydroxypropylmethylcellulose-hexahydrophthalat bestehen.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55