



УКРАЇНА

(19) **UA**(11) **126505**(13) **C2**

(51) МПК

C09C 1/36 (2006.01)**A61K 8/29** (2006.01)**C09D 11/322** (2014.01)**C09D 7/61** (2018.01)**C08K 9/02** (2006.01)**C09D 11/037** (2014.01)**C09D 7/40** (2018.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО
"УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД**(21)** Номер заявки: **а 2020 02881****(22)** Дата подання заявки: **15.10.2018****(24)** Дата, з якої є чинними
права інтелектуальної
власності: **20.10.2022****(31)** Номер попередньої
заявки відповідно до
Паризької конвенції: **17196845.6****(32)** Дата подання
попередньої заявки
відповідно до
Паризької конвенції: **17.10.2017****(33)** Код держави-учасниці
Паризької конвенції,
до якої подано
попередню заявку: **EP****(41)** Публікація відомостей
про заявку: **10.09.2020, Бюл.№ 17****(46)** Публікація відомостей
про державну
реєстрацію: **19.10.2022, Бюл.№ 42****(86)** Номер та дата
подання міжнародної
заявки, поданої
відповідно до
Договору РСТ **PCT/EP2018/078019,
15.10.2018****(72)** Винахідник(и):
Ламмінмякі Ральф-Йохан (FI)**(73)** Володілець (володільці):
ВЕНАТОР ПІ ЕНД ЕЙ ФІНЛАНД ОЙ,
Titaanitie, 28840 Pori, Finland (FI),
ВЕНАТОР ДЖЕРМАНІ ГМБХ,
Dr. Rudolf-Sachtleben-Strasse 4, 47198
Duisburg, Germany (DE)**(74)** Представник:
**Каплуненко Дар'я Олександрівна, реєстр.
№435****(56)** Перелік документів, взятих до уваги
експертизою:
JPH 10 130527 A
EP 1 292 646 B1
EP 2 545 776 A2
DE 27 40 561 A1**(54) СПОСІБ ВИРОБНИЦТВА ПОКРИТИХ ЧАСТИНОК ДІОКСИДУ ТИТАНУ, ПОКРИТІ ЧАСТИНКИ ДІОКСИДУ ТИТАНУ ТА ПРОДУКТИ, ЯКІ ЇХ МІСТЯТЬ****(57) Реферат:**

Представлений винахід передбачає спосіб виробництва пігментних частинок діоксиду титану, покритих SiO₂ покриваючим шаром. Спосіб включає стадії: (i) утворення водної дисперсії, що містить рутилові частинки діоксиду титану, які мають середній розмір частинок в діапазоні 7-1000 нм, (ii) введення до зазначеної дисперсії зі стадії (i) кремнієвої сполуки та основи, (iii) додавання до дисперсії, отриманої на стадії ii, кислоти, (iv) повторення стадій ii та iii щонайменше один раз. Нарешті, рН дисперсії знижується до значення в межах діапазону від 1,9 до 9,0 перед фільтруванням та промиванням таким чином отриманого продукту.

UA 126505 C2

Представлений винахід стосується дисперсного матеріалу на основі діоксиду титану, який є покритим діоксидом кремнію. Зокрема, покритий діоксид титану є прийнятним компонентом для вимогливих застосувань, таких як композиція друкарської фарби, яка зазвичай використовується у ламінованих виробках.

5 Передумови створення винаходу

Можливим є замінити значну кількість білого пігменту діоксиду титану в композиції білої фарби, не втрачаючи занадто багато оптичних властивостей білої фарби. Однак, все ще існують проблеми з цим видом фарби, особливо в системах на основі розчинників, де наповнювач врешті-решт осідає на дні контейнера з фарбою. Дана усталена поведінка є пов'язаною зі стабільністю дисперсії, коли наповнювачі без покриття не змочуються належним чином зв'язуючою речовиною, та коли вони не стабілізуються в системі.

10 Існує чіткий попит на ринку друкарських фарб на товар, який має матеріальну вартість нижче, ніж у звичайного рутилового пігменту діоксиду титану, та який є стабільним в умовах зберігання. Цей вид матеріалу на основі діоксиду титану може застосовуватися в покриттях, пластмасах та нанесеннях на папір.

15 Друкарські фарби можуть застосовуватися як фарби для гнучких упаковок, особливо ламінувальні фарби, та фарби для паперу та картону. Ламінувальні фарби зазвичай друкуються на прозорому субстраті, який потім ламінується адгезивом або розплавленим полімером та формується "сендвіч" з іншим матеріалом. Рівень блиску може змінюватися в залежності від застосування; всі цільові ринки не потребують високого блиску. Однак, розподіл за розміром частинок продукту повинен бути відрегульованим, щоб забезпечити ротогравюрний та флексографічний друк.

20 Ефективність розсіювання світла дисперсного матеріалу діоксиду титану залежить від розміру частинок, розподілу частинок за розміром та якості диспергування. В ідеальному варіанті кристали діоксиду титану утворюють 3-вимірну матрицю, в якій кожна окрема однакова за розміром частинка круглої форми знаходиться на однаковій відстані одна від одної. Це теоретичне розуміння розсіювання світла ґрунтується на теорії Мі та є зображенням на фігурі 1. Насправді частинки рутилу мають різний розмір та форму, і вони мають тенденцію до агломерації та/або флокуляції. Однак, схема фігури 1 представлятиме кінцеву мету подальшого розвитку.

30 У наявного комерційно доступного матеріалу на основі діоксиду титану шар поверхневої обробки є досить тонкий. Для того, щоб отримати найкращі оптичні властивості матеріалу, його потрібно змочити та стабілізувати розчинною зв'язуючою речовиною та диспергувати відповідним чином для того, щоб частинки трималися окремо одна від одної. Коли друкується біла фарба, зв'язуюча речовина затвердіває та створює певну мережу з полімеру, функція якої полягає в тому, щоб зв'язувати частинки діоксиду титану разом та локалізувати їх на поверхні. В той же час зв'язуюча речовина утримує частинки окремо, завдяки чому досягається гарна сила розсіювання та підвищена непрозорість.

40 Частина ламінувальних фарб збільшується, та композиції стають технічно більш вимогливими, наприклад, поліуретанові композиції. Більш того, конкуренція стає все складнішою, оскільки прийнятними є низькоглянцеві рутілові якості.

При глибокому друку швидкості друкарських машин зростають. Це створює додаткові вимоги до білих фарб.

45 В ламінувальних фарбах використовуються поліуретани високої в'язкості та інші високомолекулярні зв'язуючі речовини. В'язкість друку обмежує оптичні показники білої фарби, коли як пористий пігмент, так і високомолекулярні зв'язуючі речовини впливають на реологію.

Коли використовуються одиничні покриття поліуретанових компонентів разом з пігментами, такими як пігменти оксиду титану, вирішується декілька проблем. Зазвичай пігменти в деякій мірі можуть містити абсорбовану вологу, викликаючи нестабільність поліуретанової композиції. 50 Желетування поліуретану може відбуватися, що робить композицію твердою та непринятною для подальшого використання. Можливим є утворення діоксиду вуглецю внаслідок реакцій ізоціанату з водою, створюючи тиск в ємностях для зберігання.

Рівень техніки не є здатним забезпечити титановий пігмент з покриттям, прийнятний для ламінарних цілей, що відповідає вимогам до нього. Тому існує потреба в новому матеріалі з покритого діоксиду титану, який долає проблеми, обговорені вище.

Суть винаходу

55 Задача представленого винаходу полягає в забезпеченні дисперсного матеріалу на основі діоксиду титану, який є покритим густим діоксидом кремнію, та який є особливо прийнятним для застосування в композиції ламінувальної фарби. Представлений винахід передбачає спосіб

виробництва частинок діоксиду титану, покритих шаром покриття на основі діоксиду кремнію, та покриті частинки діоксиду титану, отримані за зазначеним способом.

Композиція ламінувальної фарби, яка містить дисперсний матеріал на основі діоксиду титану, покритий діоксидом кремнію, є необхідною для того, щоб забезпечувати високу непрозорість та отримувати низьку в'язкість.

Представлений винахід передбачає спосіб виробництва покриття із щільного діоксиду кремнію (SiO_2) з використанням циклічності pH, при цьому частинки серцевини на основі дисперсного діоксиду титану покривають зазначеним SiO_2 .

Основні варіанти здійснення характеризуються в незалежних пунктах формули винаходу. Різні варіанти здійснення є розкритими в залежних пунктах формули винаходу. Варіанти здійснення, викладені в формулі винаходу та в описі, є взаємно вільно комбінованими, якщо інше не зазначено прямо.

Один варіант здійснення передбачає спосіб виробництва нефлокульованих дискретно розподілених частинок діоксиду титану, покритих шаром покриття на основі діоксиду кремнію, переважно, які функціонують як розділювач між індивідуальними частинками діоксиду титану, де спосіб включає стадії

i) утворення водної дисперсії, яка містить частинки діоксиду титану, де середній розмір частинок, d_{50} , частинок діоксиду титану знаходиться в діапазоні 7-1000 нм,

ii) введення до зазначеної дисперсії кремній-вмісної сполуки при постійному перемішуванні, необов'язково з додаванням основи, з отриманням лужної дисперсії,

iii) додавання кислоти до лужної дисперсії, отриманої на стадії ii, для зниження pH, щоб ініціювати осадження діоксиду кремнію з дисперсії на частинки діоксиду титану, та

iv) повторення стадій ii) та iii), щонайменше, один раз, з отриманням нефлокульованих дискретно розподілених частинок діоксиду титану.

Представлений винахід, крім того, передбачає матеріали на основі діоксиду титану, покритого діоксидом кремнію, отримані за способом, розкритим в даному документі.

Матеріал на основі діоксиду титану, покритого діоксидом кремнію, є прийнятним для застосування в композиціях ламінованих фарб для друку, сонцезахисних засобах та фарбувальних композиціях.

Представлений винахід, крім того, передбачає композиції, такі як композиція ламінувальної фарби для друку, композиція сонцезахисного засобу та фарбувальна композиція, які містять матеріал на основі діоксиду титану, покритого діоксидом кремнію.

Спосіб за представленим винаходом передбачає щільне покриття серцевини діоксиду титану. Властивості покритих частинок в значній мірі відрізняють в порівнянні з частинками TiO_2 , які на даний час є комерційно доступного. Покращені властивості включають стабільність покритих частинок в різних препаратах, питому поверхню за BET, абсорбцію олії, відтінок та/або відтінюючу розбілювальну здатність продукту. Більш того, зменшується тенденція до агломерації або флокуляції. Крім того, завдяки гарному покриттю із шару SiO_2 на TiO_2 , досягається краща стабільність. Дані покращені властивості забезпечують перевагу в кінцевому застосуванні, в якому використовуються частинки. Вони включають кращі реологічні властивості для кінцевої фарби, яка надає більше свободи щодо регулювання властивостей друку високої швидкості. Крім того, може досягатись краща міцність за рахунок покращення ламінувальних властивостей, або включення нижчого розчинника, та/або забезпечення адгезивом. Більш того, підвищений чинник захисту від сонця (SPF) може бути досягнутий в сонцезахисних засобах.

Покращені властивості покриття частинок забезпечують перевагу щодо фотостабільності кристалів TiO_2 , надаючи кращу довговічність покриттям при зовнішньому кінцевому застосуванні.

Спосіб може бути здійснений при істотно низьких температурах, що забезпечує переваги в процесі. Наприклад, споживання енергії є нижчим та немає ніякої потреби в охолодженні, як це було б, якби використовувались більш високі температури. Існує більше варіантів вибору матеріалу пристроїв, таких як ємність реактора.

Короткий опис фігур

Фігура 1 показує ідеальну кристалічну мережу TiO_2 .

Фігура 2 показує одну схему обробки відповідно до представленого винаходу.

Фігура 3 показує ЯМР спектри частинок оксиду титану, покритих SiO_2 .

Фігура 4 показує площу поверхні та поведінку абсорбції олії 8 % діоксиду кремнію в загальних осаджених на частинки TiO_2 .

Фігура 5 показує схематично структуру ламінату.

Фігура 6 показує коефіцієнти контрастності для ламінованих та неламінованих структур з частинками оксиду титану, покритими SiO_2 .

Фігура 7 показує, що зразки TiO_2 , покриті декількома шарами SiO_2 , забезпечували явно кращі значення коефіцієнта контрастності, ніж зразки, покриті одним шаром.

Фігура 8 показує, що зразки TiO_2 , покриті декількома шарами SiO_2 , забезпечували явно кращі значення коефіцієнта контрастності, ніж зразки, покриті одним шаром.

5 Фігура 9 показує результати порівняння, в якому покритий TiO_2 є включеним в немодифіковані плівки та в ламіновані плівки.

Фігура 10 показує як покриття пігменту TiO_2 в циклах SiO_2 покращує (зменшує) абсорбцію олії та площу поверхні частинок.

Детальний опис

10 В даному описі відсоткові значення, якщо спеціально не вказано інше, ґрунтуються на масі (мас./мас.; мас.-%). Якщо надаються будь-які числові діапазони, де діапазони включають також верхнє та нижнє значення.

Діоксид кремнію як використовується в представленому винаході стосується матеріалу, який переважно включає кремнезем, SiO_2 . Однак, діоксид кремнію може додатково містити кількість гідроксильних груп OH^- , вологи H_2O та/або водневих H^+ груп.

Нефлокульовані дискретно розподілені частинки, як використовується в даному документі, стосуються окремих частинок, які є добре відокремлені одна від одної таким чином, що дані окремі частинки не знаходяться в безпосередньому контакті одна з одною. Частинки не агрегуються, тобто не приєднуються одна до одної або флокулюються з дисперсії.

20 Рутиловий діоксид титану, як використовується в даному документі, стосується конкретної поліморфної форми діоксиду титану. Рутиловий діоксид титану має об'ємноцентровану тетрагональну елементарну ґратку, з параметрами елементарної ґратки $a=b=4,584 \text{ \AA}$, та $c=2,953 \text{ \AA}$. Катіони титану мають координаційне число 6, яке означає, що вони є оточеними октаедром із 6 атомів кисню. Аніони кисню мають координаційне число 3, що в результаті призводить до тригональної плоскої координації. Інша типова поліморфна форма діоксиду титану являє собою анатаз.

Вираз "середній розмір частинок", як використовується в даному документі, стосується значення, яке ґрунтується на зчитаному середньому або медіанному розмірі частинок, отриманому із суспензії частинок, вимірюваному з використанням комерційно доступного аналізатора частинок. В представленому винаході використовується Malvern Mastersizer. Значення для позначень d_{10} , d_{50} або d_{90} , отримані з використанням аналізатора частинок, щодо розподіленням за розміром частинок використовуються для опису середнього значення діаметра частинок розподілення за розміром частинок, тобто d_{50} являє собою значення діаметра частинок при 50 % за функцією розподілення. Наприклад, якщо $d_{50}=5,8 \text{ мкм}$, потім 50 % частинок в зразку мають середній діаметр частинок більший, ніж 5,8 мкм, та 50 % мають середній діаметр частинок менший, ніж 5,8 мкм. $D_{50} (=d_{50})$ зазвичай використовується для представлення розміру частинок групи частинок.

Пігментні частинки, як використовується в даному документі, стосуються частинок, які є здатними забезпечувати покривність фарби та надавати непрозорість поверхні. Пігментні частинки діоксиду титану забезпечують ефективний агент, який надає непрозорість, у вигляді порошку, при цьому вони використовуються як пігмент для забезпечення білизни та непрозорості для різного діапазону продуктів. Середній розмір частинок пігментних частинок діоксиду титану, d_{50} , відповідно до представленого винаходу можуть знаходитись в діапазоні 7-1000 нм, такому як в діапазоні 7-100 нм, в діапазоні 7-900 або в діапазоні 100-900 нм.

45 В одному варіанті здійснення застосовується так званий УФ-ТИТАН, тобто прозорий діоксид титану. Прозорий УФ-ТИТАН стосується діоксиду титану, який є прозорим та має середній розмір кристала менший, ніж 100 нм, та переважно 7 нм або більше відповідно до представленого винаходу, такий як в діапазоні 7-100 нм. Розмір кристала стосується первинного розміру частинок без агрегації.

50 Перший аспект представленого винаходу являє собою спосіб виробництва нефлокульованих дискретно розподілених частинок діоксиду титану. Частинки є покритими шаром покриття на основі діоксиду кремнію. Шар покриття на основі діоксиду кремнію функціонує як розділювач покриваючого шару між індивідуальними частинками діоксиду титану, тобто забезпечується дисперсний матеріал на основі діоксиду титану, при цьому серцевини частинок діоксиду титану мають щільне покриття із діоксид кремнію на ньому.

55 Спосіб за представленим винаходом включає наступні стадії. (i) Утворення водної дисперсії, що містить частинки діоксиду титану, де середній розмір частинок, d_{50} , частинок діоксиду титану становить від 7 нм до 1000 нм. Частинки діоксиду титану стосуються таких частинок оксиду титану, як правило, вторинних частинок, які отримують безпосередньо з процесу виробництва,

та які піддаються розмелюванню для відокремлення або видалення агломератів або флокулятів з утворенням окремих частинок.

(ii) Введення кремній-вмісної сполуки в дисперсію при постійному перемішуванні, необов'язково з додаванням основи, таким чином, отримуючи лужну дисперсію. рН, як результат додавання кремній-вмісної сполуки, може вже бути лужним в залежності від хімічних реагентів, які використовуються, у випадку якого ніяке додаткове додавання основи не є необхідним. Якщо дисперсія не є лужною після додавання кремній-вмісної сполуки, додаткове додавання основи є необхідним для доведення отриманої в результаті дисперсії до лужної. рН отриманої в результаті дисперсії може бути вимірним з використанням загальновідомих пристроїв та методик для вимірювання рН.

(iii) Додавання кислоти до лужної дисперсії, отриманої з попередньої стадії, щоб ініціювати осадження кремній-вмісної сполуки з дисперсії. За рахунок додавання кислоти до дисперсії рН дисперсії знижується до прийнятного значення, забезпечуючи осадження кремнієвої сполуки із рідкої фази.

(iv) Повторення стадій додавання кремній-вмісної сполуки, із або без основи, та додавання кислоти, щонайменше, один раз. При даному циклічному режимі рН може контролюватися осадження кремній оксидної сполуки та бути розділеним на бажані цикли осадження.

В результаті, рН дисперсії може знижуватись кислотою до значення в діапазоні 1,9-9,0, переважно в діапазоні 3-8,5, більш переважно в діапазоні 4,5-8, та отриманий продукт відфільтровують та промивають.

Покриваючий шар, що містить діоксид кремнію, осаджується на поверхні частинок діоксиду титану вологими хімічними засобами. Шляхом регулювання умов полярної дисперсійної фази, переважно водної дисперсії на основі діоксиду титану, до прийнятного діапазону рН забезпечується осадження кремнієвої сполуки.

Полярна фаза диспергування переважно є системою полярних розчинників, таких як вода, або системою, яка містить водний спирт, при цьому діоксид титану легко диспергується.

В ілюстративному варіанті здійснення концентрація діоксиду титану дисперсії знаходиться в діапазоні 70-400 г/л. Переважно, концентрація знаходиться в діапазоні 150-350 г/л, більш переважно в діапазоні 200-320 г/л, найбільш переважно в діапазоні 225-315 г/л, такий як в діапазоні 270-310 г/л. Переважна концентрація є високою, але пов'язане з цим підвищення в'язкості викликає практичні проблеми, наприклад, ефективне перемішування. Концентрації можуть бути збалансовані шляхом вибору прийнятного розміру частинок TiO_2 , використовуваної їх кількості та температури реакції.

В одному варіанті здійснення діоксид титану за представленим винаходом демонструє рутилову структуру на щонайменше 80 % (мас./мас.) або більше, переважно 90 % (мас./мас.) або більше, більш переважно 97 % (мас./мас.) або більше, найбільш переважно 99 % (мас./мас.) або більше, такий як 99,5 % (мас./мас.) або більше, або навіть приблизно 100 % (мас./мас.), в залежності від способу їх отримання.

В одному варіанті здійснення, так званий УФ-ТИТАН, тобто застосовується прозорий діоксид титану. Даний діоксид титану демонструє на щонайменше 80 % (мас./мас.) рутилову структуру.

В одному варіанті здійснення, на першій стадії способу утворюється водна дисперсія, що містить щонайменше 97 % (мас./мас.) рутилової форми частинок діоксиду титану, які мають середній розмір частинок в діапазоні 100-1000 нм, наприклад, в діапазоні 100-900 нм. Форма частинок переважно сферична. Інколи, частинки можуть бути голкоподібними за формою та, в такому випадку, найбільший розмір частинок може знаходитись в діапазоні 100-800 нм. Співвідношення найбільшого розміру до найменшого розміру може становити від 2:1 до 3:2. Переважно, частинки додатково мають вузьке розподілення за розміром; щонайменше 80 відсотків за масою мають розмір в межах середнього розміру частинок в діапазоні 200-300 нм.

В ілюстративному варіанті здійснення середній розмір частинок, d_{50} , рутилових частинок діоксиду титану становить щонайменше 150 нм, переважно щонайменше 175 нм, такий як щонайменше 200 нм.

В іншому ілюстративному варіанті здійснення середній розмір частинок, d_{50} , рутилових частинок діоксиду титану є менший, ніж 450 нм, переважно менший, ніж 400 нм, такий як менший, ніж 300 нм. В деяких варіантах здійснення середній розмір частинок, d_{50} , рутилових частинок діоксиду титану знаходиться в діапазоні 150-450 нм, такий як 150-400 нм, 175-400 нм, 175-450 нм, 200-400 нм, або 200-450 нм.

Рівномірне покриття забезпечується шляхом перемішування дисперсії під час циклу рН. Зокрема, спрямовується на щільне покриття діоксиду кремнію. Термін "щільний", як використовується в даному документі, стосується покриття, яке показує чітко модифіковані характеристики або властивості в порівнянні з частинками, які включають регулярні поверхневі

обробки. Наприклад, якість покриття може бути оцінена за змінами в властивостей поверхня щодо абсорбції олії. Крім того, зміна в покриваючому шарі також може спостерігатися в інших властивостях продукту, таких як час фільтрування та промивання під час процесу отримання, та значення питомої площі поверхні (ВЕТ), загальний об'єм пор та середній радіус пор покритого

5 пігменту. Опосередковано, щільність поверхні впливає на властивості ламінату та композиції друкарської фарби з використанням такого покритого матеріалу.

Дисперсний матеріал на основі діоксиду титану за представленим винаходом може утворюватися за будь-яким прийнятним способом. Переважно, його виготовляють сульфатним

10 способом, як зображено в EP0444798B1 або EP0406194B1. Найбільш переважно, мікрокристалічні або УФ-ТИТАН, тобто частинки TiO_2 з розміром частинок 100 нм або менше виготовляються відповідно до прикладу 1 з EP0444798B1, та пігментний TiO_2 із розміром частинок більше, ніж 100 нм відповідно до прикладу 1 з EP0406194B1.

Зазвичай перед покриттям дисперсного матеріалу на основі діоксиду титану переважно

15 подрібнюється до відповідного розміру частинок, які потрапляють в межі потрібного діапазону, використовуючи середовище для подрібнювання, таке як пісок, який може бути легко та ефективно відокремлений від подрібненого продукту. Подрібнення може проводитися в присутності диспергуючого агента, такого як силікат натрію або інший диспергуючий агент, наприклад, органічний диспергуючий агент, такий як моноізопропаноламін (1-аміно-2-пропанол). Вологе розмелювання може здійснюватися звичайними способами розмелювання, відомими в

20 даній галузі, такий як розмелювання в кульковому млині.

В ілюстративному варіанті здійснення температура дисперсії, що містить діоксид титану, підтримується на значенні в діапазоні 40-100 °C. Переважно, температура дисперсії знаходиться в діапазоні 50-90 °C, щоб забезпечити використання різних контейнерних матеріалів, більш переважно в діапазоні 60-85 °C, або 60-80 °C, для ефективного споживання

25 енергії, найбільш переважно в діапазоні 63-80 °C або 63-75 °C, наприклад, приблизно 65 °C. Більш низька температура є переважною через швидший час охолодження перед можливим наступним промиванням. Дисперсія може зовні нагріватися для підтримки оптимальної температури реакції, використовуючи звичайні засоби нагрівання. Більш того, дисперсія змішують, використовуючи звичайні засоби для перемішування для підтримки однорідності та

30 забезпечення рівномірного покриття.

На другій стадії кремній-вмісна сполука, та необов'язково основа, вводяться в зазначену дисперсію частинок діоксиду титану, таких як рутилові частинки діоксиду титану.

В ілюстративному варіанті здійснення представленого винаходу кремній-вмісна сполука, яка використовується, як покриваючий агент, являє собою будь-який прийнятний водорозчинний

35 силікат. Переважно, використовується силікат лужного металу. Особливо корисними є силікати натрію та калію, та найбільш переважно розчин силікату отримують безпосередньо перед застосуванням.

В ще одному ілюстративному варіанті здійснення кремній-вмісна сполука, яка викорстовується як попередник для покриття вибирають із групи, яка складається з водного

40 скла, силікатного золю, SiO_2 , та кремнійорганічної сполуки. Кремнійорганічна сполука переважно включає ортосилікат або тетраетилортосилікат. Силікатний золь стосується колоїдного кремнезему, що має хімічну молекулярну формулу $m\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Він не має ні запаху, ні смаку та не є токсичним. Найбільш переважно, застосовується водяне скло. Він є комерційно легко доступним та ефективною хімічною речовиною, та його водний розчин є досить

45 стабільним для даного застосування.

В іншому ілюстративному варіанті здійснення основа, яка додається в дисперсію до, після або під час додавання кремнієвої сполуки, використовується для підвищення pH дисперсії до значення, при якому кремнієва сполука залишається у розчиненому вигляді. Переважно, основу вибирають з групи, яка складається із NaOH, KOH, Na_2CO_3 або аміаку. Зокрема, переважним є

50 додавати NaOH, Na_2CO_3 або аміак, найбільш переважно NaOH. Дані основи не вносять додаткових іонних видів у дисперсію. Основа переважно додається у вигляді концентрованого водного розчину.

В ілюстративному варіанті здійснення pH дисперсії після додавання кремній-вмісної сполуки, із або без додавання основи, знаходиться в діапазоні 9,3-12. Переважно, pH

55 знаходиться в діапазоні 9,5-11 для забезпечення належного розчинення кремнієвої сполуки у водній фазі.

В ілюстративному варіанті здійснення кремній-вмісна сполука додається в кількості в діапазоні 50-100 г/л, переважно в діапазоні 55-90 г/л, більш переважно в діапазоні 60-80 г/л, в перерахунку на SiO_2 . Дане додавання є по відношенню до додавання діоксиду титану.

Переважно, якщо n являє собою кількість циклів SiO_2 , та u являє собою загальну кількість SiO_2 , кількість діоксиду кремнію, яка міститься в шарі, x , являє собою $x=u/n$.

В ілюстративному варіанті здійснення кількість діоксиду кремнію в одному шарі становить 3 % (мас./мас.), при цьому кількість діоксиду титану становить 94 % (мас./мас.), яка надається, коли кількість шарів становить 2.

Далі, на третій стадії способу відповідно до представленого винаходу кислота додається до дисперсії. Мета додавання кислоти полягає у зниженні pH, та ініціюванні, та підтримуванні осадження діоксиду кремнію на частинки діоксиду титану. Осадження діоксиду кремнію відбувається в результаті додавання мінеральної кислоти до лужного розчину розчинного силікату та титану діоксиду для гідролізу силікату в розчині до щільного діоксиду кремнію.

В ілюстративному варіанті здійснення pH після додавання кислоти знаходиться в діапазоні 4-9,3, такому як в діапазоні 4-9 або 4-8,5, переважно в діапазоні 4,3-8,5 або 4,3-8, більш переважно в діапазоні 4,5-7,8, найбільш переважно в діапазоні 5-7,5, наприклад, приблизно 7,3. Верхня межа pH обмежує осадження. На кислотному кінці в'язкість збільшується, зменшуючи ємність. Якщо вода додається, концентрація знижується, що зазвичай є небажаною ознакою.

В ілюстративному варіанті здійснення кислоту вибирають з неорганічних мінеральних кислот або органічних кислот. Переважно, кислота включає сірчану кислоту, азотну кислоту, хлороводень, мурашину кислоту, оцтову кислоту або щавлеву кислоту. Зокрема, переважна кислота являє собою сірчану кислоту, таку як концентрована сірчана кислота, при цьому ніяких додаткових іонних видів не потрібно вводити в процес.

В способі за представленим винаходом pH дисперсії згодом знову підвищується в діапазон розчинення діоксиду кремнію, тобто стадію розчинення повторюють шляхом додавання додаткової основи до дисперсії, переважно разом з додатковою кремній-вмісною сполукою. Підвищення pH додатково дозволяє розчинення вже сформованого покриваючого шару діоксиду кремнію, більш конкретно менш щільної зовнішньої частини сформованого покриття. Циклічність pH також повторюється подальшим додаванням частини кислоти, що, таким чином, знижує pH дисперсії знову до діапазону осадження діоксиду кремнію. Стадії розчинення та осадження ii та iii повторюють щонайменше, один раз, переважно щонайменше двічі.

В одному варіанті здійснення стадії ii та iii повторюють щонайменше два рази. В одному варіанті здійснення стадії ii та iii повторюють щонайменше три рази. В одному варіанті здійснення стадії ii та iii повторюють щонайменше чотири рази. В одному варіанті здійснення стадії ii та iii повторюють щонайменше п'ять разів. Зокрема, коли покривають прозорим УФ-ТИТАНОМ, переважним є більше циклів покриття. В одному варіанті здійснення стадії ii та iii повторюють щонайменше шість разів, зокрема, коли потрібним є важко покритий прозорий титан.

В ілюстративному варіанті здійснення існує затримка або час перебування на стадії розчинення та осадження. Цей час є необхідним для проведення кожної реакції, переважно являє собою, щонайменше, одну хвилину, більш переважно щонайменше дві хвилини, найбільш переважно щонайменше три хвилини для забезпечення ефективного перемішування та контрольованого розчинення або реакцій осадження, та для забезпечення різкої зміни умов реакції pH дисперсії. В деяких прикладах час затримки або часу перебування знаходиться в діапазоні 1-30 хвилин, 2-30 хвилин, 3-30 хвилин, 1-10 хвилин, 2-10 хвилин, 3-10 хвилин, 1-5 хвилин, 2-5 хвилин або 3-5 хвилин.

Передбачається, не зв'язуючи себе будь-якою теорією, що формування зв'язків Si-O посилюється за рахунок циклічної процедури за представленим винаходом. Таким чином, отримують дуже щільне SiO_2 покриття, або покриття, яке складається з декількох шарів покриття. Шляхом прямого одиничного циклу осадження утворюється пухка мережа Si-O при дефіциті кисню. При циклічності pH, яка дозволяє проводити багаторазові цикли розчинення та осадження, досягають більш щільної, тобто склоподібної мережі Si-O. В цій мережі кількість кисню відповідає кратній, такий як чотиривалентна, координації Si-O.

Щільний покриваючий шар SiO_2 за представленим винаходом забезпечує менший розмір частинок продукту. Оскільки загальний діаметр дисперсного продукту зменшується, здатність до диспергування збільшується та збільшується оптична ефективність. Більш того, змочуваність частинки є кращою, та їх концентрація може підвищуватися.

В представленому винаході послідовність покриття є pH-контрольованою, що включає втручання між утворенням покриття SiO_2 , тобто покриття здійснюється по стадійно. Дане багатостадійне покриття, яке включає циклічність осадження та розчинення діоксиду кремнію, в результаті призводить до утворення щільного SiO_2 мультишару поверх матеріалу серцевини діоксиду титану. Отримане в результаті покриття із щільного діоксиду кремнію є практично непористим, аморфним та суцільним навколо частинки діоксиду титану.

Щільний аморфний діоксид кремнію, який присутній у вигляді покриття на частинках, утворює бар'єр між частинками діоксиду титану та середовищем, в якому частинки діоксиду титану є диспергованими, та зменшує, наприклад, міграцію реактивних видів з частинок до середовища або навпаки. Щільний аморфний діоксид кремнію утворюється в умовах

контрольованого осадження, яке є описаним вище. Частинки за представленим винаходом можуть бути покриті великими різними кількостями щільного аморфного діоксиду кремнію.

В одному варіанті здійснення кількість SiO_2 знаходиться в діапазоні 2-25 % (мас./мас.), такому як в діапазоні 4-10 % (мас./мас.), покритого продукту.

Після осадження декількох шарів, що містять діоксид кремнію, поверх матеріалу серцевини на основі діоксиду титану готовий, отримання продукту завершують шляхом зниження рН дисперсії до значення в діапазоні 4,5-8, переважно в діапазоні 4,5-5,5, перед фільтруванням та промиванням продукту, отриманого таким чином.

Дещо кислотний рН продукту є переважним для кінцевого продукту, для того, щоб видалити сліди натрію з поверхні. Подальше промивання видаляє домішки, та продукт далі може бути висušений, подрібнений, та необов'язково покритий звичайними засобами, наприклад, органічним шаром.

В ілюстративному варіанті здійснення органічний шар включає осадження макромолекулярних солей жирних кислот, кремнійорганічної сполуки, такої як силіконова олія, алкілсилан, олефінової кислоти, поліолу, диметилполісилоксану, спирту, поліспирту, фосфорорганічної кислоти, такої як диметикон та/або дибензоїлметанова похідна, на частинки діоксиду титану, покриті діоксидом кремнію.

Процес виробництва за представленим винаходом відрізняється від способів покриття діоксидом кремнію з рівня техніки, тим що багат шарові покриваючі шари з одного або однакового SiO_2 матеріалу виробляються з використанням циклічності рН.

В ілюстративному варіанті здійснення застосовують процес отримання такий, як зображено на фігурі 2 щодо нанесення 3-шарового покриття з діоксиду кремнію на частинки діоксиду титану. Основа або серцевина діоксиду титану з процесу його виробництва спрямовується на подаючу ємність. В першому циклі регулювання рН розчин кремнієвої сполуки, такої як розчинне скло, разом із основою, такою як NaOH , вводяться в ємність 1, в дисперсію діоксиду титану. Вміст ємності перемішують для отримання гомогенного розчину, та отриману в результаті дисперсійну суспензію далі спрямовують в ємність 2. Кислота, така як сірчана кислота, вводиться в ємність 2, знижуючи рН дисперсійної суспензії до діапазону, прийнятного для осадження кремнієвої сполуки. Вміст ємності далі перемішують протягом прийнятного часу для забезпечення однорідності, та дисперсійну суспензію потім спрямовують в ємність 3 для подальшого додавання кремнієвої сполуки та основи. рН підвищується до діапазону, в якому кремнієва сполука розчиняється. Отримана в результаті суспензія піддають подальшому підкислюванню в ємностях 4 та 6, та для подальшого додавання кремнієвої сполуки та основи в ємностях 3 та 5. Нарешті, рН отриманого в результаті суспензійного продукту знижується до цільового значення продукту, та одержують кінцевий продукт із діоксиду титану, покритий щільним шаром із діоксиду кремнію, та переважно фільтрують, промивають та висušують.

Як другий аспект, представлений винахід передбачає покритий продукт діоксиду титану прийнятний, зокрема, для застосувань друку фарб. Цей продукт виготовляється за описаним вище способом.

В одному варіанті здійснення продукт включає щонайменше 97 % частинок діоксиду титану, як серцевини, рутилової форми, покритих SiO_2 розділювачем покриваючого шару, який має середній розмір частинок, d_{50} , від 200 до 300 нм, при цьому зазначений продукт має ^{29}Si хімічний зсув піку при (-105)-(-115) м.ч. в спектрі ЯМР твердого тіла (ядерно-магнітного резонансу) що вказує на повністю симетричний Si-O-Si зв'язок. Продукт на основі оксиду титану, покритий щільним SiO_2 покриваючим шаром є зокрема прийнятним для використання в складних сферах застосування, таких як нанесення друкарських фарб. Зокрема, цільове застосування даного продукту, покритого щільно діоксидом кремнію, є в ламінувальних фарбах та/або зворотних друкарських фарбах. В обох із даних застосувань в даний час використовується сильно покритий об'єм TiO_2 .

В одному варіанті здійснення кількість розділювача SiO_2 покриваючого шару в зазначеному вище продукті знаходиться в діапазоні 2-4 % (мас./мас.) від покритого продукту діоксиду титану.

Пігментний продукт в діапазоні 200-300 нм, отриманий за розкритим на даний час способом, є новим, оскільки він показує характеристики та властивості, які не були знайдені в продуктах з попереднього рівня техніки. Утворення щільного покриття з діоксиду кремнію підтримується аналітичними вимірюваннями в порівнянні з літературними даними та властивостями, які вимірюються для комерційно доступних продуктів.

В іншому варіанті здійснення кількість SiO_2 розділювача покриваючого шару в зазначеному вище продукті знаходиться в діапазоні 2-14 % (мас./мас.) від покритого продукту діоксиду титану. Даний тип покритого діоксиду титану, зокрема, добре підходить для композицій фарб.

В ілюстративному варіанті здійснення покритий передбачається продукт діоксиду титану, при цьому продукт діоксиду титану має питому поверхню за БЕТ, яка є меншою, ніж $20 \text{ м}^2/\text{г}$, такою як менше, ніж $15 \text{ м}^2/\text{г}$, переважно менше, ніж $12 \text{ м}^2/\text{г}$. Значення БЕТ, розкриті в даному документі, визначаються на основі вимірювань, зроблених з використанням вимірювача питомої поверхні Micromeritics Tristar II 3020, серійний номер 1319 (дата введення в експлуатацію 13.11.2014, від Oy G. W. Berg & Co Abby).

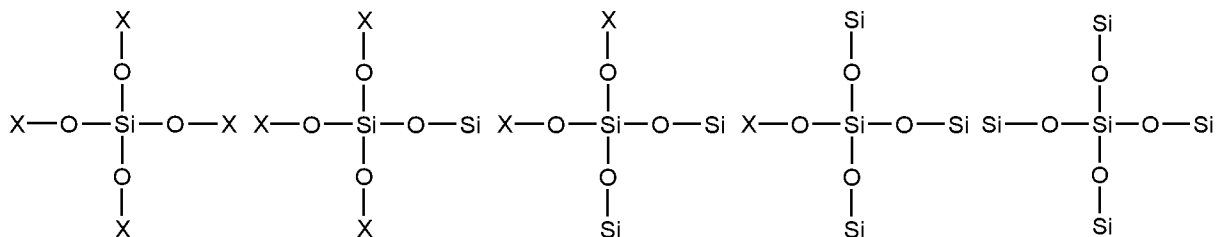
В ілюстративному варіанті здійснення передбачається покритий продукт діоксиду титану, в якому продукт діоксиду титану має абсорбцію олії меншу, ніж 30 %, переважно меншу, ніж 28 %. Значення адсорбції олії, розкриті в даному документі, вимірюють відповідно до ASTM D281-95(2007) Standard Test Method for Oil Absorption of Pigments by Spatula Rub-out, використовуючи сиру олію з пляного насіння, яка має кислотне значення 3+1 (ASTM).

В ілюстративному варіанті здійснення покритий продукт діоксиду титану забезпечується, коли продукт діоксиду титану має відтінюючу розбілювальну здатність L^* (сіра паста) більше, ніж 64.

В ілюстративному варіанті здійснення покритий продукт діоксиду титану забезпечується, коли продукт діоксиду титану має відтінок b^* менший, ніж -6.

Відтінююча розбілювальна здатність (L^*) стосується здатності пігмента освітлювати колір чорної або кольорової фарби або пасту. Відтінок (b^*) стосується тону відтінку фарби або пасту, що містить пігмент діоксиду титану. Визначення значень в даному документі включає вимірювання інтенсивності відбитого світла від зразка плівки на пластиковій підкладці. Інтенсивність відтінку та відтінок розраховують із значень X, Y, Z та надають як значення L^* , a^* , b^* відповідно до системи CIE LAB з використанням вимірювача кольору Hunterlab UltraScan XE.

Під час вивчення спектрів ядерно-магнітного резонансу твердого тіла (ЯМР), отриманих із частинок діоксиду титану, щільно покритих діоксидом кремнію, було зрозуміло, що багатошарова або рециркульована структура покриття SiO_2 , в результаті призводила до посилення інтенсивності піку разом із зміною положення в бік негативних значень в м.ч. Дані зсуви можуть бути розподілені для різних структурних одиниць силікатних аніонів в твердому діоксиді кремнію, наприклад, які виникають в діапазоні від -80 до -110 м.ч. (TMS), як зображено на фігурі 3. Комерційний зразок (RDDI) демонструє пік в діапазоні значень від -80 до -100, тоді як покриття SiO_2 має основний пік на приблизно -110, або на приблизно -115. Зі збільшенням кількості шарів SiO_2 положення зміщується в бік більш негативних значень. Положення піку розподіляється до структурних змін щодо порядку зростання зв'язків Si-O зліва направо



де 5-Si-координація може бути віднесена до багатошарової щільної SiO_2 -структури покриття. Хімічний пік ^{29}Si змістився від діапазону значень від -80 до -100 м.ч. у бік значень менших, ніж -100 м.ч., таких як до приблизно -105 м.ч., до приблизно -110 м.ч., або до приблизно -115 м.ч., або менше, таких як до приблизно -120 м.ч. в ЯМР твердого тіла.

Щільний SiO_2 мультишар передбачає покращені властивості для пігментної частинки TiO_2 , що в результаті призводить до підвищення продуктивності друкарської фарби, що містить дані пігменти, зокрема, при використанні ламінованого паперу.

В ілюстративному варіанті здійснення рутилові частинки діоксиду титану, поверхня яких оброблена діоксидом кремнію, були отримані відповідно до способу за представленим винаходом. Даний пігмент є відповідним до наступних загально відомих класифікаційних характеристик: ISO 591, DIN 55912, CAS № (TiO_2) 13463-67-7, ASTM D476 III, EINECS № (TiO_2) 2366755, індекс кольору 778891, компоненти, зазначені в TSCA, EINECS, пігмент білий 6.

Продукт має наступні типові властивості:

Коефіцієнт заломлення 2,7

Відносний відтінок, розбілювальна здатність 1800

Абсорбція олії (г/100 г пігменту) приблизно 30

Вміст TiO_2 (%) щонайменше 89

Поверхнева обробка SiO_2 , шар органічного покриття

5 рН приблизно 8,0

Волога при упакованні (%) максимум 0,9

Розмір кристала (середнє значення) (нм) приблизно 240

Питома вага (г/см³) 3,9

Об'ємна щільність (кг/м³) приблизно 500

10 Насипна щільність (утрамбована) (кг/м³) приблизно 600.

В ілюстративному варіанті здійснення, абсорбція олії на покритому діоксидом кремнію титану діоксиді зменшується від значення 30 % або більше до менше, ніж 28 %, коли кількість шарів діоксиду кремнію збільшується від 1 до 3. В той же час, площа поверхні за БЕТ зменшується від приблизно 17 м²/г до приблизно 4, коли кількість шарів діоксиду кремнію збільшується від 1 до 3, як є показаним на фігурі 4.

15 Як третій аспект, представлений винахід передбачає застосування продуктів, отриманих за способом за представленим винаходом.

Як четвертий аспект, представлений винахід передбачає продукти, які містять покритий діоксид титану, отриманий за способом за представленим винаходом.

20 Продукт, отриманий за в даний момент розкритим способом, являє собою в значній мірі покрити пігментну частинку TiO_2 , яка має низький об'єм пор. Застосування даного продукту в композиції друкарської фарби покращує реологію та призводить до більш високої непрозорості у в'язкості друку.

25 В ще наступному варіанті здійснення продукт включає щонайменше 80 % (мас./мас.) частинки діоксиду титану із серцевиною в рутиловій формі, покритих SiO_2 розділювачем покриваючого шару, який має середній розмір частинок, d_{50} , менший, ніж 100 нм, переважно від 7 до 100 нм, при цьому зазначений продукт має ²⁹Si піковий хімічний зсув на (-105)-(-115) м.ч. в спектрі ЯМР твердого тіла (ядерно-магнітного резонансу), що вказує на повністю симетричний Si-O-Si зв'язок. Продукт на основі прозорого оксиду титану, покритого щільним SiO_2

30 покриваючим шаром є особливо прийнятним для використання в сонцезахисних застосуваннях.

В одному варіанті здійснення продукт, прийнятний для сонцезахисного застосування має кількість покриваючого шару SiO_2 розділювача в діапазоні 4-25 % за масою від покритого продукту діоксиду титану.

35 Продукт за представленим винаходом є, зокрема, особливо прийнятним для використання в застосуваннях друкарських фарб, зокрема, для друку з виворотних форм та ламінованого друку. Оскільки він по суті не має блиску, його можна використовувати на матових поверхнях. Вузьке розподілення за розміром частинок робить його прийнятним для високоякісного флексографічного та глибокого друку. Фігура 5 зображує структуру ламінованого нанесення, що включає композицію друкарської фарби, яка містить матеріал з діоксиду титану, щільно покритого діоксидом кремнію.

40 Один варіант здійснення передбачає композицію друкарської фарби, яка містить покритий продукт діоксиду титану. Композиція друкарської фарби може являти собою композицію ламінувальної фарби (яку також називають як ламінувальна фарба), або композицію фарби для друку з виворотних форм. Композиція друкарської фарби, як правило, містить один або більше розчинник(ів), зв'язуючу(і) речовину(и), наповнювач(і), інші пігмент(и), реологічну(і) добавку(и) та/або подібні інгредієнти, які зазвичай використовуються в даній галузі техніки.

Наприклад, при глибокому друку швидкості є підвищеними. Це створює додаткові вимоги до композицій білих фарб.

50 В композиції ламінувальної фарби зазвичай використовують поліуретани високої в'язкості та/або інші високомолекулярні зв'язуючі речовини. В'язкість друку обмежує оптичні характеристики білої фарби, коли як пористий пігмент, так і високомолекулярна зв'язуюча речовина впливають на реологію. Якщо використовувати продукт із високою непрозорістю, низьким об'ємом пор за представленим винаходом, дані проблеми можуть бути вирішені.

55 В ламінувальних фарбах ніякої глянцевої не потребується. Глянцевість приходить з пластикового субстрату поверх пакувального матеріалу. В ламінувальній фарбі можливим є використовувати більш сильно покриті частинки, які руйнують глянцевість, але покращують непрозорість... Межа шорстких частинок (d_{90}) становить приблизно 2 мкм, щоб забезпечити гарну рідкотекучість на друкарській машині.

60 З мінімізуванням об'єму пор, можливим є покращити реологію. Також низький об'єм пор пігменту покращує адгезію та силу зв'язування всередині ламінатної структури.

Продукт за представленим винаходом є здатним забезпечити високу непрозорість та низьку в'язкість в поліуретановій системі.

В ілюстративному варіанті здійснення отримують композицію друкарської фарби для ламінування, яка містить частинки діоксиду титану, покритих щільним мультишаром діоксиду кремнію з більше, ніж 5 % SiO_2 , та площею поверхнею нижче $12 \text{ м}^2/\text{г}$ та адсорбцією олії меншою, ніж 30 %.

Титан діоксиду, покритий щільним мультишаром діоксиду кремнію, коли включений в ламінувальні друкарські фарби, є здатними забезпечити високу непрозорість як до, так і після ламінування в кінцевому застосуванні. Коефіцієнт контрастності підвищується щонайменше на 50 % в порівнянні з діоксидом титану, покритим одинарним шаром діоксиду кремнію, як зображено на фігурі 6.

В даних застосуваннях зараз використовується сильно покритий TiO_2 . Продукт за представленим винаходом покращує реологію та призводить до більш високої непрозорості у в'язкості друку за рахунок особливо низького об'єму пор, що забезпечується щільним SiO_2 покриттям поверх серцевинного матеріалу на основі діоксиду титану.

Частинки TiO_2 , сильно покриті діоксидом кремнію зменшують IEP (ізоелектричну точку) пігментного продукту. Якщо потрібно, IEP може бути відрегульований більш високим шляхом введення шару оксиду алюмінію поверх частинок, покритих діоксидом кремнію з використанням загальноприйнятих способів осадження, які зазвичай використовуються у виробництві пігментів. Тому, в одному варіанті здійснення, нефлокульовані дискретно розподілені частинки діоксиду титану, які є покритими шаром покриття на основі діоксиду кремнію, містять шар оксиду алюмінію поверх частинок.

Один варіант здійснення передбачає сонцезахисну композицію, яка містить покритий продукт діоксиду титану. Покритий продукт діоксиду титану діє як неорганічний дисперсний активний інгредієнт, який поєднується з носієм, такий як лосьйон, спрей, гель або інший місцевий продукт.

В одному варіанті здійснення передбачається застосування покритого прозорого продукту діоксиду титану прийнятного для сонцезахисних застосувань, при цьому продукт є виготовленим за способом за представленим винаходом, який включає щонайменше 80 % частинок діоксиду титану з прозорою серцевиною в рутиловій формі, покритих покриваючим шаром SiO_2 розділювача, який має середній розмір частинок менший, ніж 100 нм, при цьому зазначений продукт має ^{29}Si піковий хімічний зсув на $(-105)\text{--}(-115)$ м.ч. в спектрі ЯМР твердого тіла (ядерно-магнітного резонансу), що вказує на повністю симетричний Si-O-Si зв'язок. Переважно, кількість покриваючого шару SiO_2 розділювача на прозорому продукті діоксиду титану знаходиться в діапазоні 4-10 % (мас./мас.) від покритого продукту діоксиду титану.

Один варіант здійснення передбачає фарбу або композицію для покриття, яка містить покритий продукт діоксиду титану. Композиція покриття, як правило, містить один або більше розчинник(ів), зв'язуючу(их) речовину(), наповнювача(ів), інший(их) пігмент(ів), реологічну(их) добавку(ок) та/або подібних інгредієнтів, які зазвичай використовуються в даній галузі техніки.

Один варіант здійснення передбачає пластиковий матеріал або пластиковий продукт, який містить покритий продукт діоксиду титану. Продукт діоксиду титану може бути включений у пластиковий матеріал, такий як пластикові волокна. Продукт діоксиду титану може змінювати властивості пластикового матеріалу та може використовуватись для отримання пігментованого пластикового матеріалу.

Представлений винахід далі ілюструється наступними необмежуваними прикладами.

Приклади

NTU (помутніння)

Помутніння виражається нефелометричною одиницею помутніння NTU. Він вимірювався турбідиметром HACH 2100 в кюветі об'ємом 30 мл.

SPF

SPF позначає коефіцієнт захисту від сонця та вимірюється за допомогою гомогенізованої емульсії з використанням аналізатора пропуску ультрафіолету Labsphere's UV-2000S Ultraviolet Transmittance SPF.

Вітамін С (зміна кольору)

Хімічна стабільність мікрокристалічного TiO_2 оцінюється за допомогою вимірювання зміни кольору вітаміну С. Вітамін С змінює колір в присутності нестабільного TiO_2 . Вимірювання, як правило, здійснюється в середовищі або на олійній, або на водній основі, виявляючи зміну кольору за допомогою вимірювача кольору, наприклад, Minolta Chroma Meter CR-410.

Parsol (зміна кольору)

Стабільність TiO_2 додатково вивчається з використанням вимірювання зміни кольору Parsol 1789 (авобензону), яка детектується з використанням Minolta Chroma Meter CR-410.

PG (фото сіре фарбування)

Фотокаталітичну активність TiO_2 в косметичній емульсії визначають за відсотком значення ΔE відповідно до системи CIE L^*a^*b передбачуваного фотокаталітичного зразка TiO_2 стосовно значення ΔE відповідного не-фотокаталітичного зразка TiO_2 . Minolta Chroma Meter CR-410 використовувався для визначення CIE координат з ATLAS SUNTEST CPS+ як джерела опромінення.

Насипна густина TP_0 , TP_{100} та TP_{600}

Насипну густину визначають шляхом вставки матеріалу, який оцінюється, в колонку. Якщо матеріал є вставленим вільно, значення TP_0 вказує насипну густину, при цьому низьке значення являє собою міру високої щільності та високе значення зображує низьку щільність. TP_{100} вимірюється шляхом обстукування колонки 100 разів, та TP_{600} вимірюється шляхом обстукування колонки 600 разів.

ЯМР

Спектри ядерно-магнітного резонансу (ЯМР) твердого тіла реєстрували, використовуючи обладнання Bruker AV400 (400 МГц), яке має обертання під магнітним кутом 12 кГц. Елементи детектування являли собою ^{27}Al (5/2) та ^{31}P (1/2) та ^{29}Si (1/2), та параметри вимірювання, імпульс, 1 мкс, релаксаційна затримка 0,1 с/10 с. Твердотільні зразки вимірювали, використовуючи оксид алюмінію та діоксиду кремнію без TiO_2 , як референтні.

Приклад 1

Діоксиду титану отримували, використовуючи сульфатний спосіб відповідно до способу, розкритому в EP0406194B1, приклад 1. Даний продукт потім піддавали вологому розмелюванню до суспензії, що має концентрацію TiO_2 приблизно 295 г/л. Розподілення за розміром частинок суспензії на їх основі, яку двічі піддавали вологому розмелюванню, становило $d_{10}=0,179$; $d_{50}=0,347$; $d_{90}=0,656$ мкм.

3-шарове покриття з діоксиду кремнію виготовляли на частинках діоксиду титану, як серцевини.

Спочатку, частинки діоксиду титану, як серцевину, спрямовували до першої живильної ємності. Температура в реакційних ємностях підтримувалась при 80 °C. pH суспензії становив 9,1.

Потім, діоксид кремнію вводили в ємність у вигляді розчину розчинного скла (64 г/л SiO_2), та pH ємності регулювали, використовуючи 25 мас.-% H_2SO_4 та 30 мас.-% NaOH наступним чином:

1) Додавання першої частини 3,2 мас.-% SiO_2 -pH, як виміряно, становив 9,8. 2) pH регулювали H_2SO_4 до 7,3 та перемішували протягом 18 хв. 3) Додавання другої частини 3,2 мас.-% SiO_2 -pH, як виміряно, становив 9,6. 4) pH регулювали H_2SO_4 спочатку до 9,5 та перемішували протягом 1 хв. 5) pH регулювали H_2SO_4 спочатку до 9,0 та перемішували протягом 12 хв. 6) pH регулювали H_2SO_4 спочатку до 7,3 та перемішували протягом 6 хв. 7) Додавання третьої частини 3,2 мас.-% SiO_2 -pH, як виміряно, становив 9,5. 8) Суспензію перемішували протягом 10 хв. - pH, як виміряно, становив 9,5. 9) pH регулювали H_2SO_4 спочатку до 9,0 та перемішували протягом 10 хв. 10) pH регулювали H_2SO_4 спочатку до 7,3 та перемішували протягом 5 хв. 11) pH регулювали NaOH до 7,6.

Після того, як осаджувалось тришарове покриття SiO_2 , частинки піддавали додаванню 0,5 мас.-% P_2O_5 (97 г/л) у вигляді Calgon (Merck). Отриману в результаті суспензію перемішували, охолоджували до 60 °C та фільтрували. Корж, який утворився, промивали та висушували при 105 °C. На даній стадії здійснювалися вимірювання фотостабільності та BET. Потім, поверхні частинок, які утворились, покривали шляхом введення 0,1 мас.-% TMP.

Результати зразків стосовно абсорбції олії, кількості SiO_2 , b^* , BET та насипної густини TP_0 , TP_{100} та TP_{600} є представленими в таблиці 1.

Таблиця 1

абсорбцію олії	23,1
кількість SiO_2	7,27
b^*	-6,67
BET	10
TP_0	615
TP_{100}	739
TP_{600}	761

Приклад 2

Діоксид титану отримували, використовуючи сульфатний спосіб відповідно до способу, розкритому в EP0444798B1, приклад 1. Даний продукт потім піддавали вологому розмелюванню до суспензії, що має концентрацію TiO_2 приблизно 222 г/л. Розподілення за розміром частинок суспензії на їх основі, яку двічі піддавали вологому розмелюванню, становило $d_{10}=0,015$;

$d_{50}=0,100$; $d_{90}=0,025$ мкм.

3-шарове покриття з діоксиду кремнію виготовляли на частинках діоксиду титану, як серцевини.

Спочатку, частинки діоксиду титану, як серцевину, спрямовували до першої живильної ємності. Температура в реакційних ємностях підтримувалась при 80 °C. pH суспензії становив 9,9.

Потім, діоксиду кремнію вводили в ємність у вигляді розчину розчинного скла (64 г/л SiO_2), та pH ємності регулювали, використовуючи 25 мас.-% H_2SO_4 та 30 мас.-% NaOH , наступним чином:

- 1) Додавання першої частини 7,0 мас.-% SiO_2 -pH, як виміряно, становив 9,9.
- 2) pH регулювали H_2SO_4 до 7,3 та перемішували протягом 15 хв.
- 3) Додавання другої частини 7,0 мас.-% SiO_2 -pH, як виміряно, становив 9,8.
- 4) pH регулювали H_2SO_4 спочатку до 9,5 та перемішували протягом 3 хв.
- 5) pH регулювали H_2SO_4 спочатку до 9,0 та перемішували протягом 10 хв.
- 6) pH регулювали H_2SO_4 спочатку до 7,3 та перемішували протягом 7 хв.
- 7) Додавання третьої частини 7,0 мас.-% SiO_2 – pH, як виміряно, становив 9,7.
- 8) Суспензію перемішували протягом 10 хв. - pH, як виміряно, становив 9,7.
- 9) pH регулювали H_2SO_4 до 9,5 та перемішували протягом 4 хв.
- 10) pH регулювали H_2SO_4 до 9,0 та перемішували протягом 11 хв.
- 11) pH регулювали H_2SO_4 до 7,3 та перемішували протягом 6 хв.
- 12) pH регулювали NaOH до 7,6.

Після того, як осаджувалось тришарове покриття SiO_2 , частинки піддавали додаванню 0,5 мас.-% P_2O_5 (97 г/л) у вигляді Calgon (Merck). Отриману в результаті суспензію перемішували, охолоджували до 60 °C та фільтрували. Корж, який утворився, промивали та висушували при 105 °C. На даній стадії здійснювалися вимірювання фотостабільності та БЕТ. Потім, поверхні частинок, які утворились, покривали шляхом введення 6,0 мас.-% PDMS (полі(диметилсилоксанової)) емульсії.

Приклад порівняння 1

Діоксид титану отримували, використовуючи сульфатний спосіб відповідно до способу, розкритому в EP0444798B1, приклад 1. Даний продукт потім піддавали вологому розмелюванню до суспензії, що має концентрацію TiO_2 приблизно 222 г/л. Розподілення за розміром частинок суспензії на їх основі, яку двічі піддавали вологому розмелюванню, становило $d_{10}=0,015$; $d_{50}=0,020$; $d_{90}=0,025$ мкм.

1-шарове покриття з діоксиду кремнію виготовляли на частинках діоксиду титану, як серцевини.

Спочатку, частинки діоксиду титану, як серцевину, спрямовували до першої живильної ємності. Температура в реакційних ємностях підтримувалась при 80 °C. pH суспензії становив 9,9.

Потім, діоксид кремнію вводили в ємність у вигляді розчину розчинного скла (64 г/л SiO_2), та pH ємності регулювали, використовуючи 25 мас.-% H_2SO_4 та 30 мас.-% NaOH , наступним чином:

- 1) pH регулювали NaOH до 10,4.
- 2) Суспензію перемішували протягом 30 хв. - pH, як виміряно, становив 10,5.
- 3) Додавання 21,0 мас.-% SiO_2 -pH, як виміряно, становив 9,9.
- 4) Суспензію перемішували протягом 20 хв. - pH, як виміряно, становив 9,8.
- 5) pH регулювали H_2SO_4 повільно до 9,5 та перемішували протягом 30 хв.
- 6) pH регулювали H_2SO_4 до 7,3 та перемішували протягом 30 хв.

Після того, як осаджувалось покриття SiO_2 , частинки піддавали додаванню 0,5 мас.-% P_2O_5 (97 г/л) у вигляді Calgon (Merck). Отриману в результаті суспензію перемішували, охолоджували до 60 °C та фільтрували. Корж, який утворився, промивали та висушували при 105 °C. На даній стадії здійснювалися вимірювання фотостабільності та БЕТ. Потім, поверхні частинок, які утворились, покривали шляхом введення 6,0 мас.-% PDMS емульсії.

Приклад 3

Результати зразків з приклада 6 та приклада порівняння 1 стосовно NTU, SPF, вітаміну С, Parsol, PG, абсорбції олії, БЕТ та насипної густини TP_0 , TP_{100} та TP_{600} є представленими в таблиці 2.

Таблиця 2

	Приклад 3	Приклад порівняння 1
NTU	10,1	16,9
SPF	27,5	25,4
вітамін С	13,4	13,5
Parsol	10,4	14,2
PG	0,5	2,8
абсорбція олії	65,7	74,0
БЕТ	42,8	43,7
TP_0	87	113
TP_{100}	95	118
TP_{600}	104	136
P_2O_5 %	0,004	0,004
Рутил %	99,9	99,9
SiO_2 %	20,374	20,262

5

Особливо гарні результати були отримані для фото сірого фарбування, при цьому зразок відповідно до приклада 6 явно є дуже пасивним в порівнянні зі зразком з одинарним бар'єрним шаром SiO_2 . Зміна кольору є кращою в прикладі 6 в порівнянні з одинарним, зокрема, з огляду на Parsol -дослідження. Показник захисту від сонця є більш високим, забезпечуючи кращий захист з такою самою кількістю матеріалу. Продукт зразка 6 також явно є більш гідрофобним в порівнянні зі зразком з одинарним бар'єрним шаром SiO_2 , оскільки значення помутніння NTU є значно нижчим.

Приклад 4

15

Діоксид титану отримували, використовуючи сульфатний спосіб відповідно до способу, розкритому в EP0406194B1, приклад 1. Даний продукт потім піддавали вологому розмелюванню до суспензії, що має концентрацію TiO_2 приблизно 300 г/л. Розподілення за розміром частинок суспензії на їх основі, яку двічі піддавали вологому розмелюванню, становило $d_{10}=0,207$; $d_{50}=0,376$; $d_{90}=0,703$ мкм.

20

4-шарове покриття з діоксиду кремнію виготовляли на частинках діоксиду титану, як серцевини.

Спочатку, частинки діоксиду титану, як серцевину, спрямовували до першої живильної ємності. Температура в реакційних ємностях підтримувалась при 65 °C. рН суспензії становив 9,4.

25

Потім, діоксид кремнію вводили в ємність у вигляді розчину розчинного скла (63 г/л SiO_2), та рН ємності регулювали, використовуючи 25 мас.-% H_2SO_4 та NaOH, наступним чином:

30

- 1) рН регулювали H_2SO_4 до 8,0, та суспензію перемішували протягом 5 хвилин.
- 2) Додавання першої частини 2,0 мас.-% SiO_2 – рН, як виміряно, становив 9,7.
- 3) рН регулювали H_2SO_4 до 8,0, та суспензію перемішували протягом 10 хвилин.
- 4) Додавання другої частини 2,0 мас.-% SiO_2 – рН, як виміряно, становив 9,6.
- 5) рН регулювали H_2SO_4 до 8,0, та суспензію перемішували протягом 10 хвилин.
- 6) Додавання третьої частини 2,0 мас.-% SiO_2 – рН, як виміряно, становив 9,5.
- 7) рН регулювали H_2SO_4 до 8,0, та суспензію перемішували протягом 10 хвилин.
- 8) Додавання четвертої частини 2,0 мас.-% SiO_2 – рН, як виміряно, становив 9,5.
- 9) рН регулювали H_2SO_4 до 8,0, та суспензію перемішували протягом 30 хвилин.

35

Після того, як осаджувалось чотиришарове покриття SiO_2 , частинки фільтрували, промивали та висушували при 105 °C. На даній стадії здійснювалися вимірювання фотостабільності, БЕТ та адсорбції олії. Потім, поверхні частинок, які утворились, покривали шляхом введення 0,1 мас.-% TMP (триметилпропану).

Приклад 5

40

Діоксид титану отримували, використовуючи сульфатний спосіб відповідно до способу, розкритому в EP0406194B1, приклад 1. Даний продукт потім піддавали вологому розмелюванню до суспензії, що має концентрацію TiO_2 приблизно 250 г/л. Розподілення за розміром частинок суспензії на їх основі, яку двічі піддавали вологому розмелюванню, становило $d_{10}=0,254$; $d_{50}=0,455$; $d_{90}=0,843$ мкм.

4-шарове покриття з діоксиду кремнію виготовляли на частинках діоксиду титану, як серцевини.

Спочатку, частинки діоксиду титану, як серцевину, спрямовували до першої живильної ємності. Температура в реакційних ємностях підтримувалась при 90 °С. рН суспензії становив 9,2.

Потім, діоксид кремнію вводили в ємність у вигляді розчину розчинного скла (63 г/л SiO₂), та рН ємності регулювали, використовуючи 25 мас.-% H₂SO₄ та NaOH, наступним чином:

- 1) рН регулювали NaOH до 9,5, та суспензію перемішували протягом 5 хвилин.
- 2) Додавання першої частини 2,5 мас.-% SiO₂ – рН, як виміряно, становив 9,2.
- 3) рН регулювали NaOH до 9,5, та суспензію перемішували протягом 5 хвилин.
- 4) рН регулювали H₂SO₄ до 7,3, та суспензію перемішували протягом 10 хвилин.
- 5) Додавання другої частини 2,5 мас.-% SiO₂ – рН, як виміряно, становив 9,0.
- 6) рН регулювали NaOH до 9,5, та суспензію перемішували протягом 5 хвилин.
- 7) рН регулювали H₂SO₄ до 7,3, та суспензію перемішували протягом 10 хвилин.
- 8) Додавання третьої частини 2,5 мас.-% SiO₂ – рН, як виміряно, становив 9,0.
- 9) рН регулювали NaOH до 9,5, та суспензію перемішували протягом 5 хвилин.
- 10) рН регулювали H₂SO₄ до 7,3, та суспензію перемішували протягом 10 хвилин.
- 11) Додавання четвертої частини 2,5 мас.-% SiO₂ – рН, як виміряно, становив 9,5.
- 12) рН регулювали NaOH до 9,5, та суспензію перемішували протягом 5 хвилин.
- 13) рН регулювали H₂SO₄ до 7,3, та суспензію перемішували протягом 30 хвилин.

Після того, як осаджувалось чотиришарове покриття SiO₂, частинки охолоджували до 60 °С, фільтрували, промивали та висушували при 105 °С. На даній стадії здійснювалися вимірювання фотостабільності, BET та адсорбції олії. Потім, поверхні частинок, які утворились, покривали шляхом введення 0,1 мас.-% TMP (триметилпропану).

Результати зразків з даного експерименту (PRO32-491,10) порівнювали з комерційно доступними зразками RDO та RDE2, та включали в ламінувальну плівку. Фігура 9 зображує результати з даного порівняння, при цьому покритий TiO₂ є включеним в немодифіковані (неламіновані) плівки та в ламіновані плівки. Коефіцієнт контрастності (CR) вимірюється в поліуретановій ламінувальній фарбі з ламінованими плівками 12 мкм, використовуючи Leneta 2A.

Результати зразків із приклади 4 та 5 стосовно абсорбції олії, кількості SiO₂, відтінку b*, BET та насипну густину TP₀, TP₁₀₀ та TP₆₀₀ є представленими в таблиці 2.

Таблиця 2.

	Приклад 4 65 °С	Приклад 5 90 °С
абсорбція олії	24,2	30,7
кількість SiO ₂	4,9	9,6
b*	-6,51	-5,98
L*	64,98	64,90
BET	9	10

Приклад 6

Характеристики зразків TiO₂, покритих декількома шарами SiO₂ (567,3 та 567,4) порівнювали зі зразками, покритими одинарним шаром SiO₂ (RDO та RDE).

Зразки включали вимірювання, здійснені з немодифікованих плівок та з ламінованих плівок.

Фігура 7 показує, що зразки TiO₂, покриті декількома шарами SiO₂ забезпечували явно кращі значення коефіцієнта контрастності, ніж зразки з одношаровим покриттям.

Приклад 7

Зразки TiO₂, покриті тришаровим SiO₂ (567,1, 567,3, 546,7 та 567,2), виготовлені з різною циклічністю рН порівнювали зі зразками, покритими одинарним SiO₂ (RDO та RDE).

Зразки включали вимірювання, зроблені з немодифікованих плівок та з ламінованих плівок.

Фігура 8 показує коефіцієнт контрастності (CR) плівки PU ламінувальної фарби (Neorez U-471) на OPP шляхом глибокого ламінування з PE плівкою, вимірювали з використанням 13-IND-068 HunterLab UltraScan XE. Зразки TiO₂, покриті декількома шарами SiO₂, забезпечували явно кращі значення коефіцієнта контрастності, ніж зразки з одношаровим покриттям.

Приклад 8

Зразки TiO₂, покриті тришаровим SiO₂ (3xSiO₂) порівнювали зі зразком, покритим одинарним SiO₂ (RDE2). Вимірювані результати є показаними в таблиці 3.

Таблиця 3

Категорія	Пр. 3 xSiO ₂	TiO ₂ RDE2
Яскравість L* - порошок -Xrite i7	98,1	98,1
Тон кольору b* - порошок - Xrite i7	1,6	2,3
Відтіночна розбілювальна здатність L* - сіра паста	64,9	63,9
Відтінок b* - сіра паста	-6,3	-6,7
Абсорбція олії (%)	28	28
Площа поверхні (м ² /г)	12	19
TiO ₂ (%)	92	90
Неорганічна поверхнева обробка	SiO ₂	SiO ₂ /Al ₂ O ₃
Органічна поверхнева обробка	TMP	TMP
Середній розмір частинок, мкм (Coulter N5)	0,32	0,32

Приклади 9-11

5 Діоксид титану отримували, використовуючи сульфатний спосіб відповідно до способу, розкритому в EP0406194B1, приклад 1. Даний продукт потім піддавали вологому розмелюванню до суспензії, що має концентрацію TiO₂ приблизно 325 г/л. Розподілення за розміром частинок суспензії на їх основі, які піддавали вологому розмелюванню, становило d₁₀=0,146; d₅₀=0,331 мкм.

Покриття з діоксиду кремнію

10 A) 1 (1 × 8 % SiO₂)

B) 2 (2 × 4 % SiO₂)

C) 3 (3 × 2,67 % SiO₂)

отримували на частинках серцевинного діоксиду титану.

15 Спочатку, частинки діоксиду титану, як серцевину, спрямовували до першої живильної ємності. Температура в реакційних ємностях підтримувалась при 80 °C. pH суспензії становив 9,3.

Потім, діоксид кремнію вводили в ємність у вигляді розчину розчинного скла (68 г/л SiO₂), та pH ємності регулювали, використовуючи 25 мас.-% H₂SO₄ та 30 мас.-% NaOH, наступним чином:

20 Для покриття A:

1) Додавання 8 мас.-% SiO₂ – pH, як виміряно, становив 9,8.

2) pH регулювали NaOH до 10,5, та перемішували протягом 10 хв.

3) pH регулювали H₂SO₄ до 7,3, та перемішували протягом 30 хв.

Для покриття B:

25 1) Додавання першої частини 4 мас.-% SiO₂-pH, як виміряно, становив 9,8.

2) pH регулювали H₂SO₄ до 7,3, та перемішували протягом 20 хв.

3) Додавання другої частини 4 мас.-% SiO₂-pH, як виміряно, становив 9,6.

4) pH регулювали NaOH до 10,5, та перемішували протягом 10 хв.

5) pH регулювали H₂SO₄ до 7,3, та перемішували протягом 30 хв.

30 Для покриття C:

1) Додавання першої частини 2,67 мас.-% SiO₂-pH, як виміряно, становив 9,9.

2) pH регулювали H₂SO₄ до 7,3, та перемішували протягом 20 хв.

3) Додавання другої частини 2,67 мас.-% SiO₂-pH, як виміряно, становив 9,6.

4) pH регулювали NaOH до 10,5, та перемішували протягом 10 хв.

35 5) pH регулювали H₂SO₄ до 7,3, та перемішували протягом 20 хв.

6) Додавання третьої частини 2,67 мас.-% SiO₂-pH, як виміряно, становив 9,3.

7) pH регулювали NaOH до 10,5, та перемішували протягом 10 хв.

8) pH регулювали H₂SO₄ до 7,3, та перемішували протягом 30 хв.

40 В кожному отриманні A, B та C, отриману в результаті суспензію охолоджували до 60 °C холодною водою та фільтрували. Корж, який утворився, промивали та висушували при 105 °C.

На даній стадії здійснювалися вимірювання фотостабільності та БЕТ. Потім, поверхні частинок, які утворились, покривали шляхом введення 0,1 мас.-% TMP.

Результати вимірювань показані в таблиці 4 та на фігурі 4.

Таблиця 4

	Зразок А	Зразок В	Зразок С
абсорбція олії (%)	30,5	27,9	28,8
кількість SiO ₂ (%)	6,2	6,8	6,7
b*	-6,23	-6,22	-6,25
BET	17	14	12
L*	64,84	64,86	64,21
Фотоактивність [м.ч./год.]	4,8	3,3	2,8

- 5 Покриття пігмента TiO₂ в циклах SiO₂ покращує (зменшує) абсорбцію олії та площу поверхні частинок. Крім того, фотоактивність зменшується, коли цикли збільшуються, що свідчить про кращий покрив діоксидом кремнію частинок TiO₂ (фігура 10).

Приклад 12

В одному з прикладів ламінувальні друкарські фарби на основі поліуретану отримували на основі комерційного NeoRez U-471.

Пігментна паста та розчин, який випускається (21,6 %)

Етанол 90 %/ етилацетат 10 %	236
NeoRez U-471 (51 %)	174

Отримання друкарських фарб

Пігментна паста

Розчин пігментної пасты (21,6 %)	55,6
TiO ₂	90

300 мл стальний хімічний стакан,
диск = 40 мм. 3500 об./хв.
TiO₂ 61,8 %, P:B=7,5:1

Випуск

Розчин, який випускається (21,6 %)	63,4
Етанол 90 %/ етилацетат 10 %	15,0
всього	224

TiO₂-% = 40,2

P:B=3,5:1

10

Фарби розбавляли етанолом 90 %/ етилацетатом 10 % до в'язкості 22-24 с, вимірювали з використанням DIN чаші 4.

- 15 Друкарські фарби застосовувались з використанням машини для тестування фарби Norbert Schläfli Gravure та ламінувались з використанням ламінатора на стільниці LL-100. Субстрат являв собою плівку OPP, та плівка для ламінування являла собою поліетиленову плівку. Формула ламінантного клею містила:

Liofol UR 3966-21	50 г
Liofol LA 6074-21	3,8 г
Етилацетат	40 г

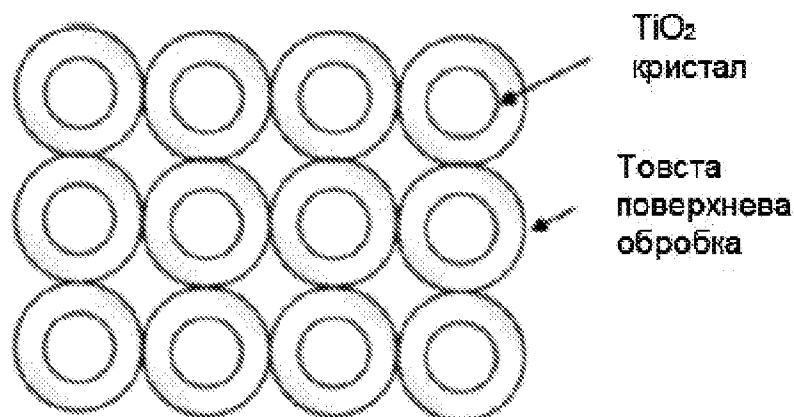
20

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

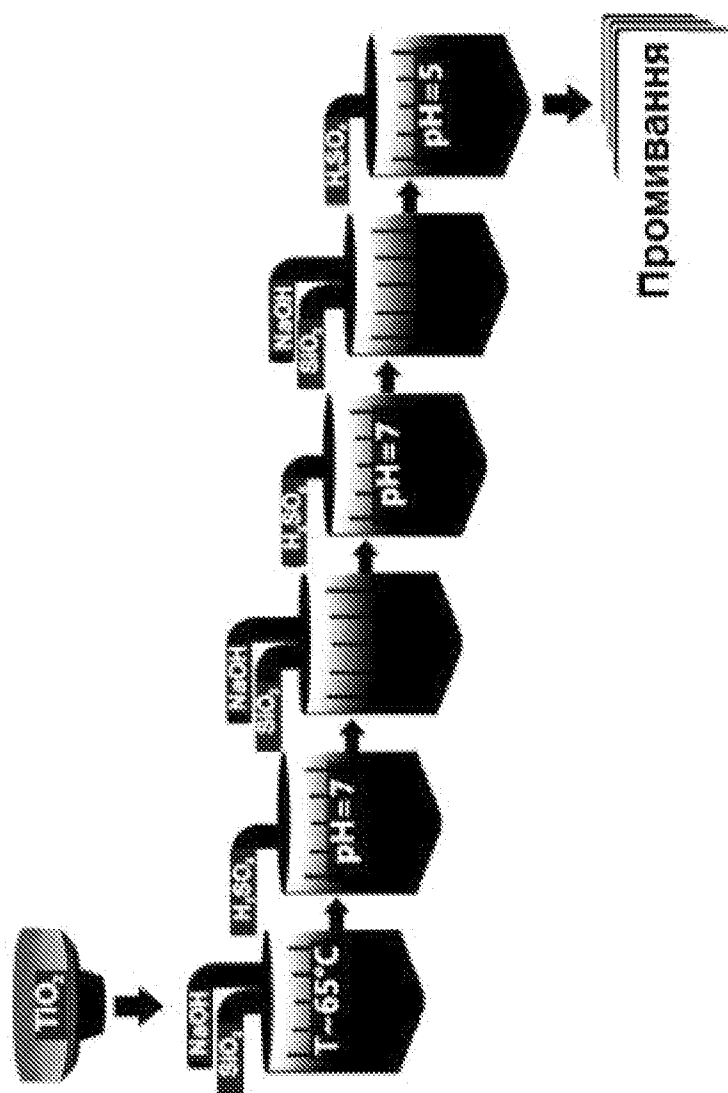
1. Спосіб виробництва нефлокульованих дискретно розподілених частинок діоксиду титану, покритих шаром покриття на основі діоксиду кремнію, що функціонує як розділювач між індивідуальними частинками діоксиду титану, при цьому спосіб включає стадії:

- i) утворення водної дисперсії, що містить частинки діоксиду титану, де середній розмір частинок, d_{50} , діоксиду титану знаходиться в діапазоні 7-1000 нм,
- ii) введення до зазначеної дисперсії кремнійвмісної сполуки при постійному перемішуванні з отриманням лужної дисперсії, яка має рН в діапазоні 9,3-12, при цьому кремнійвмісна сполука розчиняється,
- iii) додавання кислоти до лужної дисперсії, отриманої на стадії ii), для зниження рН до діапазону 4,3-8, щоб ініціювати осадження діоксиду кремнію з дисперсії на частинки діоксиду титану, та
- iv) повторення стадій ii) та iii) щонайменше один раз для частинок діоксиду титану, отриманих на стадії iii),
- з отриманням нефлокульованих дискретно розподілених частинок діоксиду титану, та переважно знижуючи рН дисперсії до значення в діапазоні 1,9-9,0, переважно в діапазоні 3-8,5, перед фільтруванням та промиванням отриманого продукту.
2. Спосіб за п. 1, в якому зазначену кремнійвмісну сполуку вибирають з групи, яка складається із розчинного скла, золю діоксиду кремнію, SiO_2 та кремнійорганічної сполуки, такої як ортосилікат або тетраетилортосилікат, переважно розчинне скло.
3. Спосіб за п. 1 або 2, в якому рН після додавання кремнійвмісної сполуки знаходиться в діапазоні 9,5-11.
4. Спосіб за будь-яким одним з пп. 1-3, який додатково включає додавання основи для досягнення рН в діапазоні 9,3-12, переважно в діапазоні 9,5-11.
5. Спосіб за п. 4, в якому основа являє собою NaOH , KOH , Na_2CO_3 або аміак, переважно NaOH .
6. Спосіб за будь-яким одним з пп. 1-5, в якому температура дисперсії знаходиться в діапазоні 40-100 °C, переважно в діапазоні 50-90 °C, найбільш переважно в діапазоні 60-85 °C.
7. Спосіб за будь-яким одним з пп. 1-6, в якому рН після додавання кислоти знаходиться в діапазоні 4,5-7,8, більш переважно в діапазоні 5-7,5.
8. Спосіб за будь-яким одним з пп. 1-7, в якому кислота включає сірчану кислоту, HCl , HNO_3 або органічну кислоту, таку як мурашина кислота, оцтова кислота або щавлева кислота, переважно кислота являє собою сірчану кислоту.
9. Спосіб за будь-яким одним з пп. 1-8, в якому стадії ii) та iii) повторюють щонайменше два рази, щонайменше три рази, щонайменше чотири рази або щонайменше п'ять разів.
10. Спосіб за будь-яким одним з пп. 1-9, в якому час реакції на стадії i) та/або стадії ii) становить щонайменше 1 хв., переважно щонайменше 3 хв.
11. Спосіб за будь-яким одним з пп. 1-10, в якому концентрація діоксиду титану в дисперсії знаходиться в діапазоні 70-400 г/л, переважно в діапазоні 150-350 г/л, більш переважно в діапазоні 200-320 г/л, наприклад в діапазоні 220-310 г/л.
12. Спосіб за будь-яким одним з пп. 1-11, в якому частинки діоксиду титану, щонайменше 80 % (мас./мас.), знаходяться в рутиловій формі, переважно щонайменше 90 % (мас./мас.), більш переважно щонайменше 95 % (мас./мас.), найбільш переважно щонайменше 97 % (мас./мас.).
13. Покритий продукт діоксиду титану, який переважно виробляється за способом за будь-яким одним з пп. 1-12, який включає щонайменше 95 % (мас./мас.) частинок діоксиду титану у рутиловій формі як серцевини, покритих шаром SiO_2 , який має середній розмір частинок в діапазоні 100-1000 нм, при цьому зазначений продукт має ^{29}Si піковий хімічний зсув при (-105)-(-115) м.ч. в спектрі ЯМР (ядерно-магнітного резонансу) твердого тіла, що вказує на повністю симетричний Si-O-Si зв'язок.
14. Покритий продукт діоксиду титану за п. 13, де продукт діоксиду титану має питому поверхню за БЕТ, яка становить 15 м²/г або менше, переважно 12 м²/г або менше.
15. Покритий продукт діоксиду титану за п. 13 або 14, де продукт діоксиду титану має абсорбцію олії, меншу ніж 31 %, переважно меншу ніж 28 %.
16. Покритий продукт діоксиду титану за будь-яким одним з пп. 13-15, де продукт діоксиду титану має відтінок b*, менший ніж -6.
17. Покритий продукт діоксиду титану за будь-яким одним з пп. 13-16, де продукт діоксиду титану має відтінюючу розбілювальну здатність L* (сіра паста), більшу ніж 64.
18. Покритий продукт діоксиду титану за будь-яким одним з пп. 13-17, в якому кількість покриваючого шару SiO_2 розділювача знаходиться в діапазоні 2-4 % (мас./мас.) від покритого продукту діоксиду титану.
19. Покритий продукт діоксиду титану, який переважно виробляють за способом за будь-яким одним з пп. 1-12, який включає щонайменше 80 % (мас./мас.) частинок прозорого серцевинного діоксиду титану в рутиловій формі, покритих шаром SiO_2 , який має середній розмір частинок, менший ніж 100 нм, при цьому зазначений продукт має ^{29}Si піковий хімічний зсув при (-105)-(-115) м.ч. в спектрі ЯМР (ядерно-магнітного резонансу) твердого тіла, що вказує на повністю симетричний Si-O-Si зв'язок.

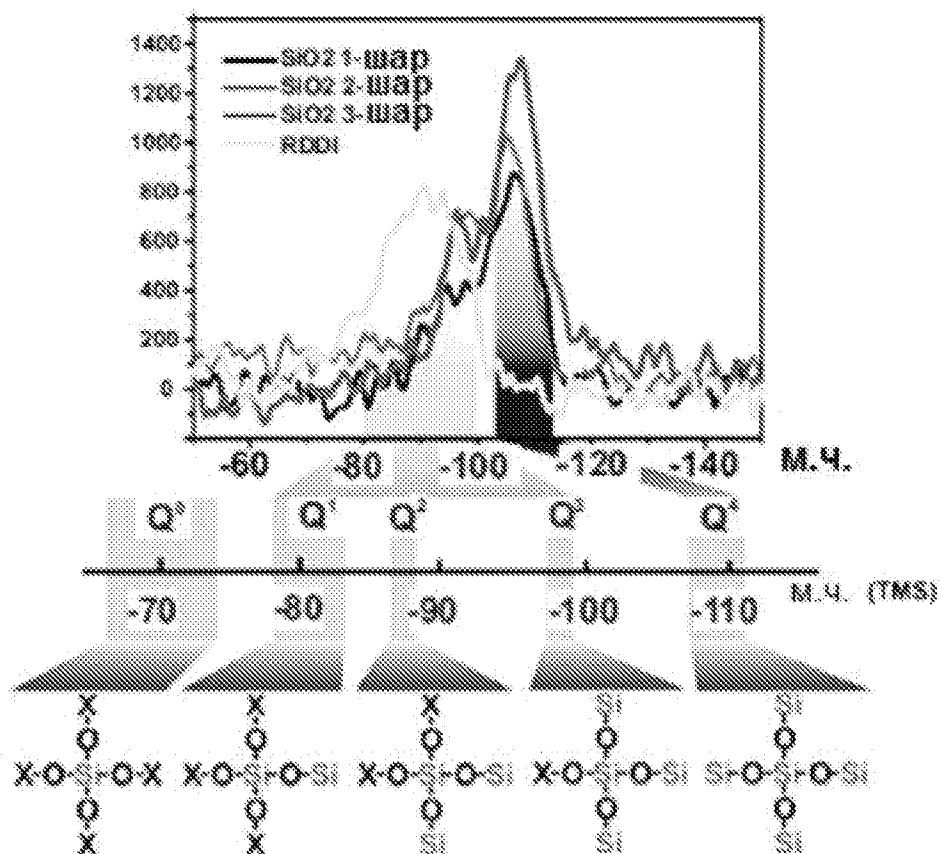
20. Композиція друкарської фарби, яка містить покритий продукт діоксиду титану за будь-яким одним з пп. 13-18 або 19, переважно фарбу для друку з виворотних форм або ламінувальну друкарську фарбу.
21. Сонцезахисна композиція, яка містить покритий продукт діоксиду титану за будь-яким одним з пп. 13-17 або 19, переважно в якій кількість шару SiO_2 знаходиться в діапазоні 4-25 % (мас./мас.) від покритого продукту діоксиду титану.
22. Композиція фарби, яка містить покритий продукт діоксиду титану за будь-яким одним з пп. 13-17 або 19, переважно в якій кількість шару SiO_2 знаходиться в діапазоні 2-14 % (мас./мас.) від покритого продукту діоксиду титану.



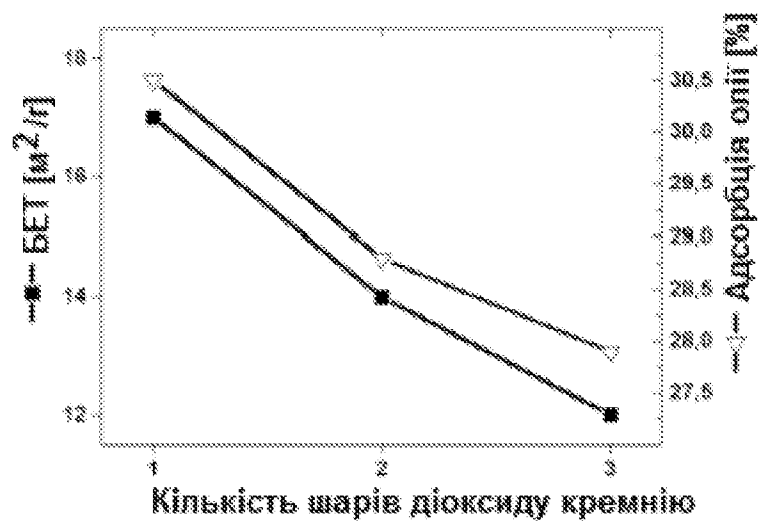
Фіг. 1



Фіг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4

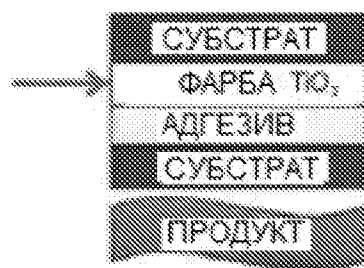


Fig. 5

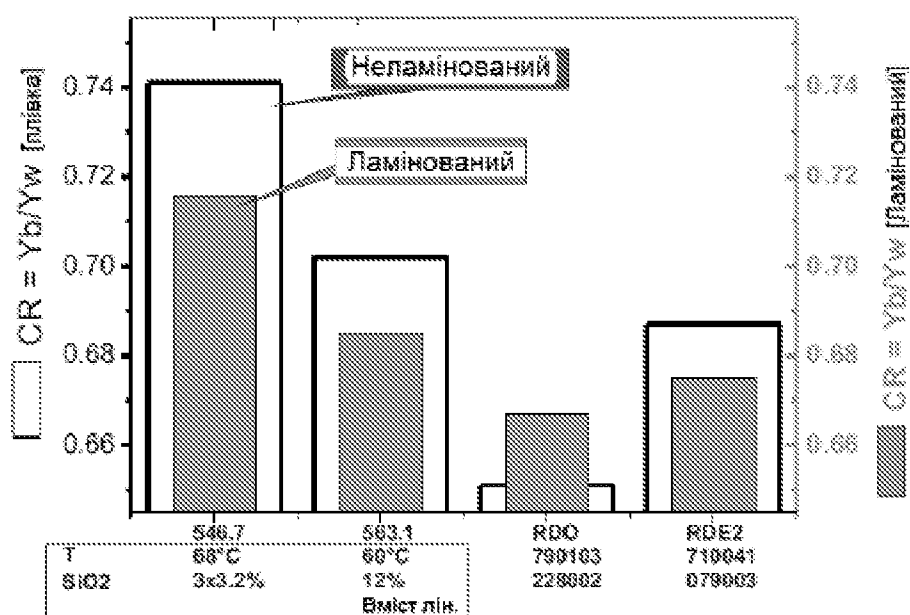


Fig. 6

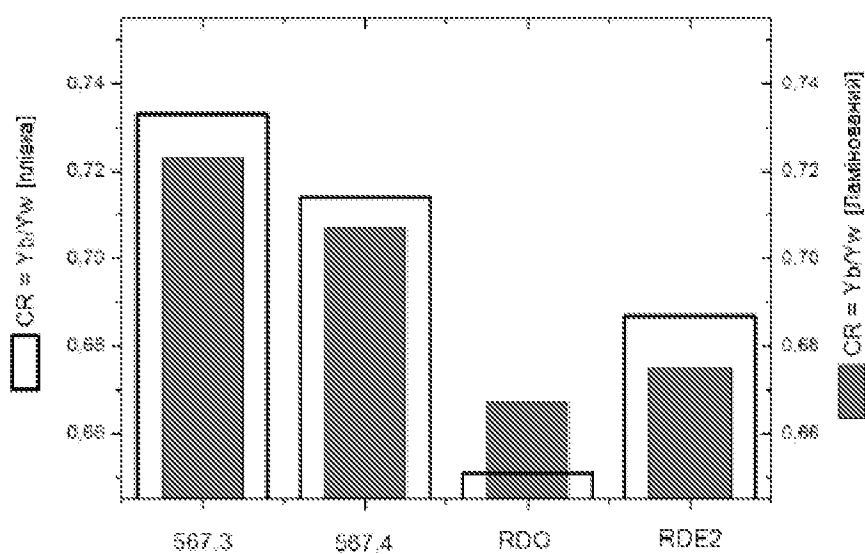
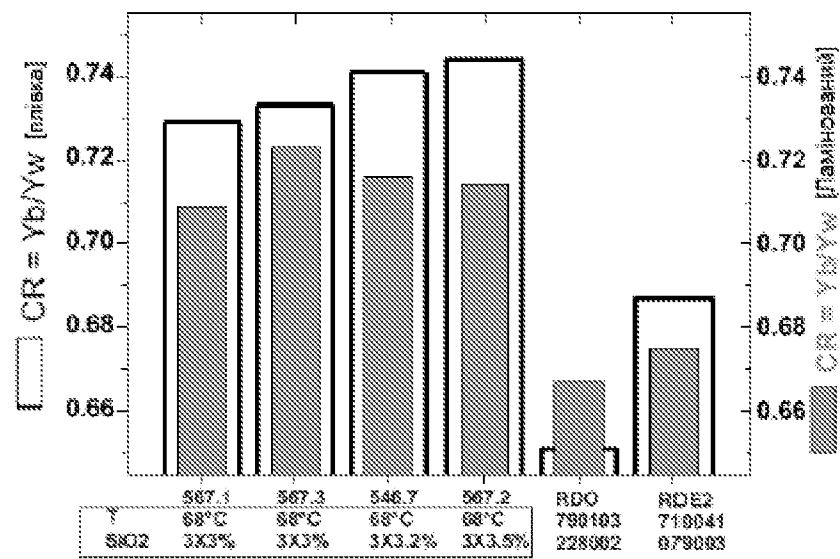
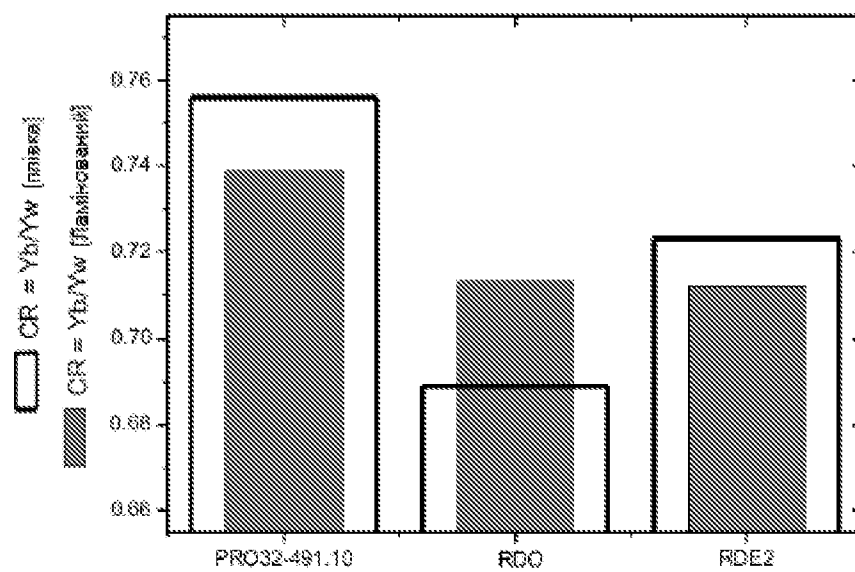


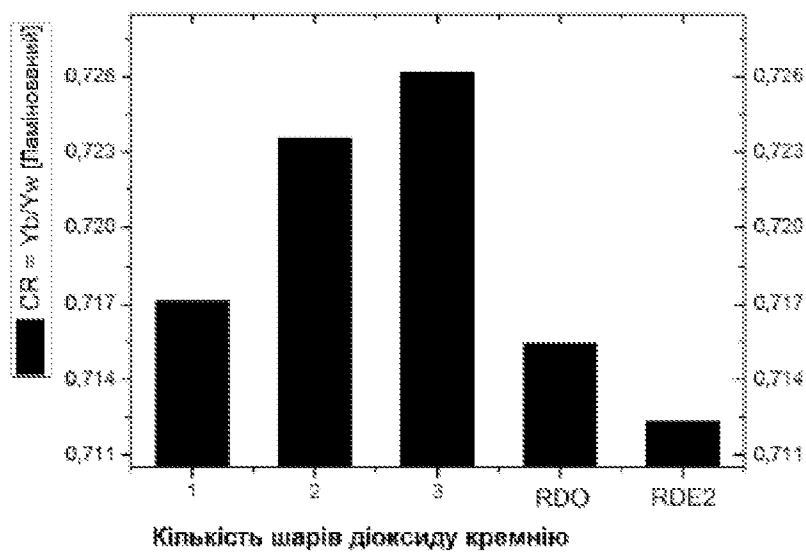
Fig. 7



Фиг. 8



Фиг. 9



Фіг. 10