

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ(12) **ЗАЯВКА НА ИЗОБРЕТЕНИЕ**

(21)(22) Заявка: 2012127202/05, 30.11.2010

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
02.12.2009 DE 102009056634.1

(43) Дата публикации заявки: 10.04.2014 Бюл. № 10

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 02.07.2012(86) Заявка РСТ:
EP 2010/007264 (30.11.2010)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2011/066948 (09.06.2011)Адрес для переписки:
105082, Москва, Спартаковский пер., д. 2, стр. 1,
секция 1, этаж 3, "ЕВРОМАРКПАТ"

(71) Заявитель(и):

ГИЗЕКЕ УНД ДЕВРИЕНТ ГМБХ (DE)

(72) Автор(ы):

Йоханн КЕХТ (DE),
Штефан ШТАЙНЛАЙН (DE)(54) **ТВЕРДЫЕ ЧАСТИЦЫ С КРЕМНЕЗЕМНЫМ ПОКРЫТИЕМ**

(57) Формула изобретения

1. Способ получения твердых частиц с кремнеземным покрытием путем диспергирования снабжаемых покрытием твердых частиц в водной среде с получением дисперсии твердых частиц и установления ее значения pH на требуемое с помощью буферной системы с получением забуференной дисперсии твердых частиц или путем растворения буферной системы в водной среде с получением буферного раствора с определенным значением pH и диспергирования снабжаемых покрытием твердых частиц в этом буферном растворе с получением забуференной дисперсии твердых частиц и путем добавления в нее основного силикатного раствора для образования кремнеземного покрытия на твердых частицах на протяжении времени его нанесения, отличающийся тем, что состав и количества буферной системы и основного силикатного раствора выбирают такими, что значение pH перед добавлением основного силикатного раствора составляет по меньшей мере 7,0, а по завершении добавления основного силикатного раствора составляет максимум 11,0.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что состав и количества буферной системы и основного силикатного раствора выбирают такими, что значение pH перед добавлением основного силикатного раствора составляет по меньшей мере 8,5, а по завершении добавления основного силикатного раствора составляет максимум 10,5.

3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что основной силикатный раствор добавляют к забуференной дисперсии твердых частиц при ее перемешивании и при

одновременном приложении сдвиговых усилий, предпочтительно при ее перемешивании и при одновременном применении диспергатора Ultra-Turrah.

4. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что температуру забуференной дисперсии твердых частиц перед добавлением к ней основного силикатного раствора устанавливают на величину в пределах от 60 до 90°C, предпочтительно от 70 до 90°C, особенно предпочтительно от 70 до 80°C, и поддерживают на установленном уровне на протяжении времени нанесения покрытия на твердые частицы.

5. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что в качестве основного силикатного раствора используют калиевое жидкое стекло или натриевое жидкое стекло.

6. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что буферную систему выбирают из группы, включающей буферные системы типа гидрокарбонат калия/карбонат калия, гидрокарбонат натрия/карбонат натрия, дигидрофосфат калия/гидрофосфат калия, гидросульфит калия/сульфит калия, а также их смеси, предпочтительна среди которых буферная система типа гидрокарбонат калия/карбонат калия.

7. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что основной силикатный раствор содержит SiO₂ в количестве от 10 до 360 г/л, предпочтительно от 60 до 200 г/л, особенно предпочтительно 80 г/л, а также содержит КОН в количестве от 5 до 280 г/л, предпочтительно от 30 до 150 г/л, особенно предпочтительно 40 г/л, либо эквивалентное указанным концентрациям КОН количество NaOH или другого основания.

8. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что используют буферную систему с относительным содержанием в ней буферной кислоты, которое составляет от 1 до 4 молярных эквивалентов, предпочтительно 3 молярных эквивалента, в пересчете на 1 эквивалент гидроксида в основном силикатном растворе.

9. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что из расчета на 1 м² площади поверхности снабжаемых покрытием твердых частиц основной силикатный раствор добавляют в количестве, соответствующем содержанию SiO₂ от 0,8 до 3,5 г, предпочтительно от 1,2 до 2,8 г, особенно предпочтительно 2 г.

10. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что для приготовления забуференной дисперсии твердых частиц воду используют в количестве от 500 до 1000 мл из расчета на 100 г твердых частиц.

11. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что основной силикатный раствор добавляют к забуференной дисперсии твердых частиц со скоростью, которая соответствует добавлению SiO₂ в количестве от 0,08 до 1,6 г на 1 м² площади поверхности твердых частиц в час (от 0,08 до 1,6 г SiO₂ на м⁻²·ч⁻¹), предпочтительно от 0,3 до 1,2 г SiO₂ на м⁻²·ч⁻¹, особенно предпочтительно 0,6 г SiO₂ на м⁻²·ч⁻¹.

12. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что по истечении времени нанесения кремнеземного покрытия снабженные им твердые частицы отделяют от их забуференной дисперсии, сушат и подвергают термической обработке, которую проводят при температуре в пределах от 150 до 350°C и в течение по меньшей мере 1 ч.

13. Способ по п.12, отличающийся тем, что снабженные кремнеземным покрытием твердые частицы подвергают термической обработке либо при температуре 150°C в течение 12 ч, либо при температуре 250°C в течение 4 ч, либо при температуре 300°C в течение 2 ч при скорости нагрева до 150°C, соответственно до 250°C, соответственно до 300°C, равной 5°C/мин.

14. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что в качестве снабжаемых покрытием твердых частиц используют неорганические твердые вещества, предпочтительно кислотолabile твердые вещества, особенно предпочтительно кислотолabile защитные вещества.

15. Способ по п.14, отличающийся тем, что в качестве кислотолабильного защитного вещества используют либо один или несколько люминофоров с характеристическими свойствами люминесценции, либо одно или несколько магнитных веществ, либо одно или несколько электропроводных веществ, либо одно или несколько веществ со специфическим поглощением излучения в инфракрасном диапазоне длин волн.

16. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что на снабжаемых покрытием твердых частицах образуют оболочку из кремнеземных наночастиц, диаметр которых составляет от 1 до 100 нм.

17. Способ по п.16, отличающийся тем, что кремнеземные наночастицы образуемой ими оболочки по меньшей мере частично конденсируют с образованием трехмерной сетчатой структуры, которая в основном сплошным слоем окружает снабжаемые покрытием твердые частицы.

18. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что снабженные кремнеземным покрытием твердые частицы имеют диаметр в пределах от 0,5 до 60 мкм при толщине кремнеземного покрытия в пределах от 100 нм до 10 мкм.