



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2014 00958

(22) Data de depozit: 05/12/2014

(41) Data publicării cererii:  
30/06/2016 BOPI nr. 6/2016

(71) Solicitant:  
• SHIMIZU HIDEKAZU, 505 LAUREL  
COURT TSUSHIMMACHI, 7-32,  
MINAMIMARUNOUCHI, TSU-SHI, JP

(72) Inventatori:  
• SHIMIZU HIDEKAZU, 505 LAUREL  
COURT TSUSHIMMACHI, 7-32,  
MINAMIMARUNOUCHI, TSU-SHI, JP

(74) Mandatar:  
ROMINVENT S.A.,  
STR. ERMIL PANGRATTI NR.35,  
SECTOR 1, BUCUREȘTI

(54) PIGMENT STRĂLUCITOR, COSMETICE, COMPOZIȚIE  
APOASĂ DE VOPSEA ȘI COMPOZIȚIE DE RĂȘINĂ CARE  
CONȚIN ACEST PIGMENT

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un pigment strălucitor, utilizat în compoziții de cosmetice, vopseluri și rășini. Pigmentul conform invenției cuprinde o particulă floconoasă având până la 4% în greutate metal alcalin ales din grupul format din Na, K și Li, exprimat ca oxid de metal, un strat de oxid de metal care acoperă particula floconoasă, și care conține un oxid de metal drept com-

ponentă principală, ales dintre dioxid de titan și oxid de titan redus, sau oxid de fier și oxid de fier redus, în care stratul de oxid de metal nu conține un metal alcalin.

Revendicări: 10

Figuri: 8



## PIGMENT STRĂLUCITOR, COSMETICE, COMPOZIȚIE APOASĂ DE VOPSEA ȘI COMPOZIȚIE DE RĂȘINĂ CARE CONȚIN ACEST PIGMENT

### GENERALITĂȚI PRIVIND INVENȚIA

#### 1. Domeniul invenției

[0001] Prezenta invenție se referă la un pigment strălucitor; la cosmetice, la o compoziție apoasă de vopsea și la o compoziție de rășină care conțin pigmentul strălucitor și la o metodă de obținere a pigmentului strălucitor.

#### 2. Descriere stadiului tehnicii

[0002] În mod obișnuit, ca pigment strălucitor, cum ar fi un pigment sedefiu, se cunoaște un pigment în care fiecare dintre particulele floconoase, cum ar fi fulgi de mică, fulgi de mică sintetică, fulgi de silicagel, fulgi de alumină, fulgi de sticlă sau fulgi de grafit, este acoperită cu un strat de acoperire care conține un oxid de metal, cum ar fi dioxid de titan sau oxid de fier, particulele de oxid de fier conținând cristale de oxid de fier  $\alpha$  ca componentă principală și altele asemenea. Pigmenții sedefii strălucesc prin reflectarea luminii incidente din exteriorul suprafețelor acestora și conferă suprafeței aspecte unice, care sunt variate și au efecte frumoase pe o suprafață de acoperire când se amestecă cu o vopsea, pe o linie trasată sau pe o suprafață de tipărire când se amestecă cu cerneală sau pe o suprafață de rășină formată când se amestecă cu o compoziție de rășină, împreună cu nuanțele diferitelor suprafețe ale substraturilor acestora.

[0003] Pentru a îmbunătăți frumusețea, pigmenții sedefii s-au utilizat larg pentru diferite aplicații cum ar fi automobile, motociclete, echipament automatizat pentru birou (OA), telefoane mobile, electrocasnice, diferite tipărituri și instrumente de scris.

[0004] Dioxidul de titan are trei tipuri de forme cristaline care includ anatas, brookit și rutil. Dintre aceste forme, se obțin industrial dioxizii de titan anatas și rutil. Dioxidul de titan anatas are activitate fotocatalitică ridicată și, ca urmare, accelerează degradarea și decolorarea unei rășini și a unei vopsele. Pe de altă parte, dioxidul de titan rutil are o activitate fotocatalitică care este de aproximativ o zecime din cea a dioxidului de titan anatas și este adecvat pentru utilizare ca pigment într-o vopsea sau o rășină.

[0005] Ca exemplu de pigment de interferență cu cromaticitate ridicată, s-a descris un pigment de interferență în care suprafața fiecărei particule floconoase este acoperită cu un strat de acoperire stratificat, care include cel puțin două straturi de oxid

de metal, fiecare conținând cel puțin un metal ales din grupul format din Ce, Sn, Ti, Fe, Zn și Zr (vezi, de exemplu, Documentul de brevet 1).

**[0006]** O metodă de obținere a unui pigment de interferență, descrisă în Documentul de brevet 1, presupune adăugarea unei soluții apoase de sare metalică și o soluție apoasă bazică, cum ar fi o soluție apoasă de hidroxid de sodiu, o soluție apoasă de amoniu sau o altă soluție apoasă bazică de amine solubile în apă, la o suspensie de particule floconoase și, în continuare, adăugarea la suspensia rezultată a unui hidroxid de metal alcalin, cum ar fi hidroxidul de sodiu, ajustând astfel suspensia la pH 9. Apoi, particulele floconoase, fiecare acoperită cu un hidrat al unui oxid de metal, s-au filtrat din suspensie, s-au spălat cu apă, s-au uscat și sinterizat. Particulele floconoase, fiecare acoperită cu un hidrat al unui oxid de metal, s-au filtrat din suspensia alcalină și s-au spălat cu apă și, prin urmare, nu au venit în contact cu un lichid acid în timpul filtrării și după filtrare. Trebuie menționat că Documentul de brevet 1 descrie că hidroxidul de metal alcalin poate fi adăugat la suspensie după sau simultan cu adăugarea soluției apoase de sare metalică. Hidroxidul de metal alcalin, cum ar fi hidroxidul de sodiu, se adaugă ca agent de sinterizare pentru accelerarea sinterizării. În cazul folosirii unei soluții apoase de hidroxid de sodiu, ca soluție apoasă bazică, soluția apoasă de hidroxid de sodiu are rol și de agent de sinterizare și contribuie la scăderea porozității și a suprafeței specifice a stratului de oxid de metal. În Documentul de brevet 1, stratul de oxid de metal care acoperă fiecare particulă floconoasă conține un metal alcalin.

**[0007]** În plus, s-a descris și un pigment de interferență în care fiecare particulă floconoasă de sticlă, care conține o cantitate mare de metal alcalin, s-a acoperit cu un strat de oxid de metal (vezi Documentele de brevet 2 și 3). În Documentul de brevet 2, particulele floconoase din sticlă sunt formate din sticlă C și conținutul de metal alcalin în particula floconoasă din sticlă este de 8,5% în greutate sau mai mare, exprimat ca oxid ( $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ ). În Documentul de brevet 3, conținutul de metal alcalin în fiecare particulă floconoasă de sticlă (fulgi de sticlă) este de 5 până la 12% în greutate, exprimat ca oxid ( $\text{Na}_2\text{O}$ ).

**[0008]** Mai mult, s-a descris o metodă pentru acoperirea suprafeței unei particule floconoase din sticlă cu dioxid de titan rutil (vezi Documentul de brevet 4). În Documentul de brevet 4, se adaugă o soluție de tetraclorură de titan la o soluție de acid care conține particule floconoase din sticlă, menținând în timpul introducerii pH-ul constant cu hidroxid de sodiu și apoi particulele floconoase din sticlă cu titan aderat la

acestea se filtrează și se usucă în aer.

**[0009]** Totuși, când conținutul de metal alcalin este mare, în ciuda faptului că un pigment de interferență are cromaticitate ridicată, pigmentul de interferență nu poate fi utilizat deoarece produce inconveniente, prezentate în continuare, în aplicațiile pentru cosmetice, într-o compoziție apoasă de vopsea, o compoziție de rășină și altele asemenea.

**[0010]** De exemplu, când pigmentul de interferență se amestecă cu cosmetice, o componentă de metal alcalin se eluează din pigmentul de interferență și cosmeticele încep să prezinte proprietăți alcaline puternice, cu urmarea că uleiurile și grăsimile conținute în cosmetice pot fi denaturate producând deteriorarea mirosului acestora.

**[0011]** Într-o compoziție apoasă de vopsea care conține un monomer nesaturat polimerizabil având o grupă carbonil, un compus alcalin volatil (de exemplu, amoniu), conținut într-un precursor al filmului de acoperire format prin aplicarea compoziției apoase de vopsea, se volatilizează prin încălzire având ca urmare polimerizarea monomerului cu formarea unui film de acoperire. Totuși, există o problemă în sensul că metalul alcalin eluat din pigmentul de interferență este captat de grupa carbonil și, de aceea, produsul alcalin volatil nu se volatilizează în timpul încălzirii precursorului filmului de acoperire și inhibă reacția de întărire și de reticulare. Când reacția de întărire și de reticulare este inhibată, luciul filmului de acoperire poate fi diminuat.

**[0012]** Într-o compoziție de rășină, o rășină termoplastică se decolorează, în timpul formării prin injecție, datorită unei componente alcaline din pigmentul strălucitor. În mod concret, în cazul în care o rășină policarbonat, care se supune formării prin injecție la o temperatură ridicată, conține o compoziție de rășină, decolorarea are loc în mod evident în timpul formării.

**[0013]** Pe de altă parte, când se utilizează, ca material de bază, particule floconoase în care conținutul de metal alcalin este mai mic de 4% în greutate, suprafața specifică a unui strat de oxid de metal care acoperă fiecare particulă floconoasă crește, cu urmarea că se obține un pigment strălucitor având o culoare de interferență cu cromaticitate scăzută.

DOCUMENTE DIN STADIUL TEHNICII

DOCUMENTE DE BREVET

**[0014]** Documentul de brevet 1: JP 2004-168940 A

Documentul de brevet 2: JP 2002-509561 A

Documentul de brevet 3: JP 2010-538096 A

Documentul de brevet 4: JP 2001-31421 A

**[0015]** Totuși, există necesitatea de cosmetice comerciale, de o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină care conțin un pigment strălucitor în care conținutul de metal alcalin să fie mic și care să aibă cromaticitate ridicată.

#### EXPUNEREA INVENȚIEI

**[0016]** O problemă a prezentei invenții este de a realiza un pigment strălucitor cu cromaticitate înaltă, în ciuda faptului că conținutul componentei metal alcalin în pigmentul strălucitor este scăzut; cosmetice, o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină care să conțină pigmentul strălucitor; și o metodă pentru producerea pigmentului strălucitor.

**[0017]** Un pigment strălucitor conform prezentei invenții, include:

o particulă floconoasă; și

un strat de oxid de metal care acoperă particula floconoasă și care conține un oxid de metal drept componentă principală,

în care conținutul de metal alcalin din pigmentul strălucitor este mai mic de 4% în greutate, exprimat ca oxid de metal,

pigmentul strălucitor are o suprafață specifică de  $5 \text{ m}^2/\text{g}$  sau mai mică,

pigmentul strălucitor are o cromaticitate ( $C^*$ ), conform sistemului de culoare  $L^*a^*b$ , 23 sau mai mare și

stratul de oxid de metal nu conține un metal alcalin.

**[0018]** Cosmeticele conform prezentei invenții conțin pigmentul strălucitor conform prezentei invenții.

**[0019]** O compoziție apoasă de vopsea conform prezentei invenții conține pigmentul strălucitor conform prezentei invenții.

**[0020]** O compoziție de rășină conform prezentei invenții conține pigmentul strălucitor conform prezentei invenții.

**[0021]** O metodă de obținere a unui pigment strălucitor conform prezentei invenții, include:

o etapă (etapa 1) de adăugare a unei soluții apoase de clorură de metal la o suspensie care conține sare neutră, obținută prin adăugarea unei sări neutre care conține un metal alcalin la o suspensie care conține o particulă floconoasă, în care conținutul de metal alcalin este mai mic de 4% în greutate, exprimat ca oxid de metal și acid clorhidric, pentru a depune pe suprafața particulei floconoase un hidrat al unui oxid de metal derivat din soluția apoasă de clorură de metal, prin aceasta acoperind particula

floconoasă cu un strat de hidrat de oxid de metal care conține hidratul oxidului de metal;  
și

o etapă (etapa 2) de spălare și uscare a particulei floconoase acoperită cu stratul de hidrat de oxid de metal și coacerea particulei floconoase rezultată, acoperită cu stratul de hidrat de oxid de metal, pentru a transforma hidratul oxidului de metal într-un strat de oxid de metal,

în care conținutul de sare neutră în suspensia care conține sarea neutră este de 5% în greutate sau mai mare,

în etapa 1,

în cazul în care oxidul de metal este cel puțin unul ales dintre dioxid de titan și oxid de titan redus, soluția apoasă de clorură de metal se adaugă la suspensia care conține sarea neutră în timp ce pH-ul amestecului format din suspensia care conține sarea neutră și soluția apoasă de clorură de metal se menține, cu soluție apoasă bazică, în intervalul de la 0,8 la 1,3,

în cazul în care oxidul de metal este cel puțin unul ales dintre oxid de fier și oxid de fier redus, soluția apoasă de clorură de metal se adaugă la suspensia care conține sarea neutră în timp ce pH-ul amestecului format din suspensia care conține sarea neutră și soluția apoasă de clorură de metal se menține, cu o soluție apoasă bazică, în intervalul de la 2,0 până la 4,0 și

în etapele 1 și 2 nu se pune în contact un metal alcalin cu particula floconoasă acoperită cu stratul de hidrat de oxid de metal.

**[0022]** În pigmentul strălucitor conform prezentei invenții, conținutul unui metal alcalin este mai mic de 4% în greutate exprimat ca oxid de metal alcalin și suprafața specifică a pigmentului strălucitor este de  $5 \text{ m}^2/\text{g}$  sau mai mică, stratul de oxid de metal neconținând un metal alcalin. Ca urmare, sunt reduse diferite efecte adverse cauzate de un metal alcalin eluat din pigmentul strălucitor. În cosmetice se suprimă deteriorarea mirosului; într-o compoziție apoasă de vopsea se suprimă degradarea luciului unui film de acoperire; și într-o compoziție de rășină se suprimă decolorarea unui produs format prin turnate. În plus, pigmentul strălucitor conform prezentei invenții are o suprafață specifică mică și stratul de oxid de metal este dens. Ca urmare, pigmentul strălucitor conform invenției prezintă o culoare de interferență cu cromaticitate ridicată, chiar dacă conținutul componentei de metal alcalin este mic. Când se utilizează pigmentul strălucitor conform prezentei invenții, se pot realiza cosmetice în care deteriorarea mirosului este suprimată, o compoziție apoasă de vopsea capabilă de a forma un film

de acoperire cu degradarea luciului suprimată și o compoziție de rășină capabilă de formare prin turnare în care decolorarea este suprimată. În continuare, conform metodei de obținere a unui pigment strălucitor conform prezentei invenții, se poate obține un pigment strălucitor adecvat pentru utilizare în cosmetice, într-o compoziție apoasă de vopsea și într-o compoziție de rășină.

#### SCURTĂ DESCRIERE A DESENELOR

**[0023][FIG. 1]** Vedere schematică în secțiune a unui pigment strălucitor conform prezentei invenții.

**[FIG. 2]** Vedere schematică în secțiune parțială care prezintă un exemplu al unui aparat centrifugal pentru producerea unei particule floconoase care formează un pigment strălucitor conform prezentei invenții.

**[FIG. 3]** O micrografie electronică a unui pigment strălucitor (Exemplul 1) conform prezentei invenții.

**[FIG. 4]** O micrografie electronică a unui pigment strălucitor (Exemplul de comparație 7) conform prezentei invenții.

**[FIG. 5]** Grafic care prezintă relația dintre suprafața specifică a unui pigment strălucitor și mirosul cosmeticelor.

**[FIG. 6]** Grafic care prezintă relația dintre conținutul de metal alcalin conținut în pigmentul strălucitor și suprafața specifică a pigmentului strălucitor.

**[FIG. 7]** Grafic care prezintă relația dintre conținutul de sare neutră dintr-o suspensie care conține o sare neutră utilizată într-o metodă de obținere a unui pigment strălucitor și suprafața specifică a pigmentului strălucitor.

**[FIG. 8]** Grafic care prezintă relația dintre conținutul de sare neutră dintr-o suspensie care conține o sare neutră utilizată într-o metodă de obținere a unui pigment strălucitor și cromaticitatea pigmentului strălucitor.

#### DESCRIEREA DETALIATĂ A INVENȚIEI

**[0024]** (Forma de realizare 1)

În forma de realizare 1, este descris un exemplu de pigment strălucitor conform prezentei invenții. Așa cum se prezintă în FIG. 1, un pigment strălucitor 1, care este un exemplu de pigment strălucitor conform prezentei invenții, include o particulă floconoasă 2 și un strat de oxid de metal 3 care acoperă particula floconoasă 2 și care conține, drept componentă principală, un oxid de metal.

**[0025]** Conținutul de metal alcalin conținut în pigmentul strălucitor 1 conform prezentei forme de realizare este mai mic de 4% în greutate, de preferință 3% în

greutate sau mai mic, mai preferat 1% în greutate sau mai mic, încă mai preferat 0,8% în greutate sau mai mic, exprimat ca oxid de metal alcalin, din punct de vedere al îmbunătățirii aplicabilității unui pigment strălucitor în cosmetice, într-o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină, în mod concret suprimând deteriorarea mirosului în cosmetice, suprimând degradarea luciului unui film de acoperire format prin utilizarea unei compoziții apoase de vopsea și suprimând decolorarea unui produs format prin utilizarea unei compoziții de rășină. Conținutul de metal alcalin conținut în pigmentul strălucitor 1 conform prezentei forme de realizare este din punct de vedere al asigurării cromaticității ridicate de 0% în greutate sau mai mare, de preferință 0,1% în greutate sau mai mare, mai preferat 0,5% în greutate sau mai mare, exprimat ca oxid de metal alcalin.

**[0026]** Un metal alcalin conținut în pigmentul strălucitor conform prezentei forme de realizare este, în majoritatea cazurilor, cel puțin unul ales din grupul format din Na, K și Li. Dintre aceștia, conținutul de Na este mare în majoritatea cazurilor și, în mod deosebit, conținutul de Na este mare în particulele floconoase din sticlă. Conținutul de Na în pigmentul strălucitor conform prezentei invenții este, din punct de vedere al îmbunătățirii aplicabilității unui pigment strălucitor pentru cosmetice, pentru o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină, de preferință, mai mic de 4% în greutate, mai preferat 3% în greutate sau mai mic, mult mai preferat 1,9% în greutate sau mai mic, în continuare, de preferință 0,8% în greutate sau mai mic, exprimat ca  $\text{Na}_2\text{O}$ . În vederea asigurării cromaticității ridicate, conținutul de Na în pigmentul strălucitor conform prezentei invenții este de 0% în greutate sau mai mare, de preferință 0,1% în greutate sau mai mare, mai preferat 0,3% în greutate sau mai mare, exprimat ca  $\text{Na}_2\text{O}$ .

**[0027]** Diametrul particulei (D50) pigmentului strălucitor conform prezentei forme de realizare este, de preferință, de la 10 până la 2.000  $\mu\text{m}$ , mai preferat 20 până la 500  $\mu\text{m}$ , mult mai preferat 40 până la 300  $\mu\text{m}$ , în continuare preferat de la 40 până la 150  $\mu\text{m}$ , din punct de vedere al îmbunătățirii aplicabilității unui pigment strălucitor în cosmetice, într-o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină, în mod concret pentru suprimarea deteriorării mirosului în cosmetice, suprimarea degradării luciului unui film de acoperire format prin utilizarea unei compoziții apoase de vopsea și suprimarea decolorării unui produs format prin turnarea unei compoziții de rășină. În plus, diametrul particulei (D50) este în continuare, de preferință, de la 50 până la 90  $\mu\text{m}$ , încă preferat de la 70 până la 90  $\mu\text{m}$ , din punct de vedere al suprimării îngălbenirii unui produs format prin turnarea unei compoziții de rășină și suprimarea denaturării uleiurilor



și grăsimilor din cosmetice. Diametrul particulei (D50) poate fi măsurat prin metoda descrisă în exemple.

**[0028]** Trebuie subliniat că distribuția mărimii particulelor menționată mai sus este un indice care indică raportul mărimii (diametrul particulei) particulelor conținute într-un grup de particule, care trebuie măsurată și în cazul de față măsurată pe baza metodei de difracție și difuzie laser. Metoda de difracție și difuzie laser este o metodă de determinare a distribuției mărimii particulei prin utilizarea luminii difuzate în urma iradierii cu lumină a unei particule și distribuția mărimii particulei se raportează la volum, ca bază a cantității de particule.

**[0029]** Grosimea medie a pigmentului strălucitor conform prezentei forme de realizare este din punct de vedere al utilizării, cum ar fi retenția rezistenței la sfărâmare și retenția uniformității filmului de acoperire, de preferință, de 0,1 până la 30  $\mu\text{m}$ , mai preferat 0,5 până la 10  $\mu\text{m}$ , mult mai preferat 1,0 până la 5  $\mu\text{m}$ , în continuare preferat 1,0 până la 3  $\mu\text{m}$ .

**[0030]** Suprafața specifică a pigmentului strălucitor conform prezentei forme de realizare este, de preferință, de 1 până la 5  $\text{m}^2/\text{g}$ , mai preferat 1 până la 3,5  $\text{m}^2/\text{g}$ , mult mai preferat 1 până la 3  $\text{m}^2/\text{g}$  pentru a îmbunătăți aplicabilitatea unui pigment strălucitor pentru cosmetice, pentru o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină, în mod deosebit îmbunătățind rezistența la lumină prin reducerea punctelor active de lumină într-un strat de oxid de metal, îmbunătățind cromaticitatea și suprimând deteriorarea mirosului cosmeticelor.

**[0031]** (Particula floconoasă)

Conținutul de metal alcalin al unei particule floconoase utilizată pentru producerea pigmentului strălucitor 1, conform prezentei forme de realizare, este, de preferință, mai mic de 4% în greutate, mai preferat 3% în greutate sau mai mic, mult mai preferat 2% în greutate sau mai mic, în continuare preferat 1% în greutate sau mai mic, exprimat ca oxid de metal alcalin, din punct de vedere al îmbunătățirii aplicabilității unui pigment strălucitor în cosmetice, într-o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină, în mod specific suprimând deteriorarea mirosului în cosmetice, suprimând degradarea luciului unui film de acoperire format prin utilizarea unei compoziții apoase de vopsea și suprimând decolorarea unui produs format prin turnarea unei compoziții de rășină. Conținutul de metal alcalin al unei particule floconoase utilizată pentru producerea pigmentului strălucitor 1, conform prezentei forme de realizare, este de 0% în greutate sau mai mare, de preferință, 0,1% în greutate sau mai

mare, mai preferat 0,5% în greutate sau mai mare, exprimat ca oxid de metal alcalin, din punct de vedere al asigurării cromaticității ridicate.

**[0032]** Un metal alcalin conținut într-o particulă floconoasă este, în majoritatea cazurilor, cel puțin unul ales din grupul format din Na, K și Li. Dintre acestea, conținutul de Na este mare în majoritatea cazurilor și, în mod deosebit, în particulele floconoase din sticlă conținutul de Na este mare. Conținutul de Na în particulele floconoase care formează pigmentul strălucitor conform prezentei invenții este, de preferință, mai mic de 4% în greutate, mai mic de 3% în greutate sau mai mic, mult mai preferat 2% în greutate sau mai mic, în continuare de preferință 1% în greutate sau mai mic, exprimat ca  $\text{Na}_2\text{O}$ , din punct de vedere al îmbunătățirii aplicabilității unui pigment strălucitor în cosmetice, într-o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină. Conținutul de Na în particulele floconoase care formează pigmentul strălucitor conform prezentei invenții este de 0% în greutate sau mai mare, de preferință 0,1% în greutate sau mai mare, mai preferat 0,3% în greutate sau mai mare, exprimat ca  $\text{Na}_2\text{O}$ , din punct de vedere al asigurării cromaticității ridicate.

**[0033]** Ca material pentru particula floconoasă, se preferă cel puțin unul ales din grupul format din sticlă, mică sintetică și alumină. Dintre acestea, se preferă sticla cu uniformitate ridicată a suprafeței și transparență înaltă. Un pigment strălucitor, care prezintă o culoare de interferență frumoasă, poate fi realizat prin acoperirea unei particule floconoase din sticlă cu un strat de oxid de metal care conține, drept componentă principală, cel puțin un oxid de metal ales dintre dioxid de titan ( $\text{TiO}_2$ ) și oxid de titan redus ( $\text{TiO}_{2-x}$ ) sau cel puțin un oxid de metal ales dintre oxid de fier ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) și oxid de fier redus ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).

**[0034]** Tabelele 1 la 3 prezintă exemple de compoziții preferate de particulă floconoasă utilizată pentru producerea unui pigment strălucitor conform prezentei invenții, cât și exemple de referință.

**[0035]**

**Tabelul 1**

Compoziția sticlei floconoase

	Exemplu cf. prezentei invenții	Exemplu cf. prezentei invenții	Exemplu cf. prezentei invenții	JP 2010-538096 A	Sticlă C	Sticlă A
$\text{SiO}_2$	60-65	55-60	65-70	65-75	65-70	70-73
$\text{Al}_2\text{O}_3$	8-12	9-13	5-15	2-9	1-7	1,0-1,8

CaO	20-24	15-25	10-25	0-5	4-11	7-12
MgO	1-5	1-5	1-10	-	0-5	1,0-4,5
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	0-7	8-15	0-8	-
Na <sub>2</sub> O	0-3	0-2	0-3	5-12	9-14	10-13
K <sub>2</sub> O	0-1	0-1	0-1	-	0-3	0-3
Li <sub>2</sub> O	0-2	-	0-2	-	-	-
R <sub>2</sub> O*	0-3,9	0-3	0-3,9			
ZnO	-	1-5	0-5	-	0-6	-
TiO <sub>2</sub>	0-5	1-5	0-5	0,1-5	-	-
FeO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-	0-0,2
ZrO <sub>2</sub>	-	-	0-5	0-5	-	-

(Unitate: % în greutate)

\*R<sub>2</sub>O: masa totală % Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O+Li<sub>2</sub>O**[0036]****Tabelul 2**

Compoziția de mică sintetică floconoasă

	Exemplu conform prezentei invenții	Exemplu de referință	Exemplu de referință
	mică aurie cu fluor	mică potasiu tetrasiliciu	mica sodiu tetrasiliciu
	KMg <sub>3</sub> (AlSi <sub>3</sub> O <sub>10</sub> )F <sub>2</sub>	KMg <sub>2,5</sub> (Si <sub>4</sub> O <sub>10</sub> )F <sub>2</sub>	NaMg <sub>2,5</sub> (Si <sub>4</sub> O <sub>10</sub> )F <sub>2</sub>
SiO <sub>2</sub>	40 - 50	53 - 65	55 - 65
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6 - 15	-	-
MgO	25 - 35	20 - 28	21 - 29
Na <sub>2</sub> O	-	-	4 - 9
K <sub>2</sub> O	3 - 3,9	7 - 13	-
F	5 - 13	7 - 14	6 - 15

(Unitate: % în greutate)

**[0037]****Tabelul 3**

Compoziția aluminei floconoase

	Exemplu conform prezentei invenții	Exemplu conform prezentei invenții	Exemplu de referință	Exemplu de referință
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	97,9	94,8	92,8	78,5
Na <sub>2</sub> O	0,1	1,8	4,2	1,3
K <sub>2</sub> O	-	1,6	2	17,4

TiO <sub>2</sub>	0,8	0,8	-	1
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,2	1	1	1,8

(Unitate: % în greutate)

**[0038]** În distribuția mărimii particulelor floconoase, diametrul particulei (D<sub>50</sub>) care corespunde diametrului particulei cumulativ pe volum de 50% din partea cu diametru mic al particulelor este, de preferință de 10 până la 2.000 μm, mai preferat 20 până la 500 μm, încă mai preferat 40 până la 300 μm, în continuare preferat 40 până la 150 μm, din punct de vedere al îmbunătățirii aplicabilității unui pigment strălucitor în cosmetice, într-o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină. În plus, diametrul particulei (D<sub>50</sub>) care corespunde diametrului particulei cumulativ pe volum de 50% din partea cu diametru mic al particulei este în continuare de preferință de 50 până la 90 μm, încă în continuare de preferință 70 până la 90 μm, din punct de vedere al suprimării îngălbenirii unui produs format prin turnarea unei compoziții de rășină și suprimarea denaturării uleiurilor și grăsimilor din cosmetice. Diametrul particulei (D<sub>50</sub>) se poate măsura prin metoda descrisă în exemple.

**[0039]** Grosimea medie a particulelor floconoase, din punct de vedere al utilizării, cum ar fi retenția rezistenței la sfărâmare și retenția uniformității filmului de acoperire, este, de preferință, de la 0,1 până la 30 μm, mai preferat de la 0,5 până la 10 μm, mult mai preferat de la 1,0 până la 5 μm, în continuare preferat de la 1,0 până la 3 μm. Grosimea medie a particulelor floconoase se poate determina prin metoda descrisă în exemple.

**[0040]** Particulele floconoase pot fi obținute, de exemplu, prin obținerea unui film subțire de sticlă, dintr-un flux de sticlă topită, sub acțiunea unei forțe centrifuge și sfărâmarea filmului de sticlă.

**[0041]** Această metodă este preferată pentru obținerea particulelor floconoase din sticlă având, de exemplu, o grosime medie de 0,01 până la 2,0 μm. FIG. 2 prezintă un exemplu de aparat pentru producerea de particule floconoase din sticlă prin utilizarea unui flux de sticlă topită. Trebuie menționat că, în cazul producerii particulelor floconoase din sticlă cu o grosime medie mai mare de 2,0 μm, se preferă o metodă cu balon, folosind un aparat descris în JP 5(1993)-826 A, ca metodă de obținere a particulelor floconoase din sticlă.

**[0042]** Aparatul prezentat în FIG. 2 include o cupă conică 22 atașată la un motor electric 21 cu viteză variabilă și un cadru 23 al cupei 22 poziționat între două plăci

unghiulare 24, 25. Placa superioară 24 este prevăzută astfel încât să se deplaseze vertical și distanța dintre plăcile 24, 25 poate fi reglată. Plăcile 24, 25 sunt atașate în interiorul unei camere de vid 26 de tip ciclon și camera 26 este conectată la o pompă de vid tip ciclon de colectare/separare (nefigurată) printr-o legătură de ieșire 27. Cupa 22 se rotește cu o viteză predeterminată și sticla topită 28 se toarnă în cupa 22 de sus.

**[0043]** Sticla topită din cupa 22 este trimisă în afară dincolo de cadrul 23 datorită forței centrifuge. Presiunea în interiorul camerei 26 se reduce prin funcționarea pompei de vid de tip ciclon de colectare–separare și aerul intră în camera 26 prin regiunea 29 dintre plăcile 24, 25. Aerul intrat în camera 26 stinge sticla topită trimisă în exterior, dincolo de cadrul 23 al cupei 22.

**[0044]** În continuare, un flux de aer care trece între plăcile 24, 25 are, de asemenea, funcția de menținere a topiturii de sticlă astfel încât sticla topită trimisă dincolo de cadrul 23 al cupei 22 și poziționată între plăcile 24, 25 să nu vină în contact cu suprafețele plăcilor 24, 25. Fluxul de aer dintre plăcile 24, 25 răcește sticla topită între plăcile 24, 25 până când sticla topită devine solidă. Sticla poziționată între plăcile 24, 25 este trasă în direcție radială, datorită frecării cu fluxul de aer și sfărâmată în mici particule floconoase din sticlă, fiind menținută în formă plată de fluxul de aer. Particulele floconoase din sticlă astfel obținute se colectează în camera 26 și se trimit la secțiunea ciclonului de colectare/filtrare (nefigurată) prin legătura de ieșire 27.

**[0045]** În cazul producerii particulelor floconoase din sticlă cu aparatul descris, grosimea particulelor floconoase din sticlă poate fi reglată prin reglarea distanței dintre plăcile 24, 25, a vitezei fluxului de aer dintre plăcile 24, 25 și altele asemenea.

**[0046]** Suprafața fiecărei particule floconoase din sticlă astfel obținută își menține uniformitatea pe o suprafață lustruită cu flacără în timpul formării prin turnare. Suprafața uniformă reflectă bine lumina. Când se obține un pigment strălucitor prin utilizarea unor astfel de particule floconoase din sticlă și se amestecă cu cosmetice, cu o compoziție apoasă de vopsea sau cu o compoziție de rășină, aspectul foarte lucios se obține dintr-un film de acoperire format prin utilizarea cosmeticilor sau a unei compoziții apoasă de vopsea sau un produs format prin utilizarea unei compoziții de rășină.

**[0047]** (Metoda de sortare)

În prezenta invenție, mărimea particulei floconoase poate fi ajustată, de exemplu, prin sortare pe sită. Pentru sortarea pe sită se poate utiliza, de exemplu, sortarea de tip uscat sau sortarea de tip umed. Este adecvat ca mărimea ochiurilor unei site utilizată să se aleagă, înainte de sitare, în funcție de mărimea particulei floconoase sau de

diametrul țintă al particulei floconoase.

**[0048]** O metodă de sortare, alta decât sortarea pe sită, poate fi folosită pentru a îndepărta pulberea fină și pulberea grosieră din particulele țintă care urmează a fi sortate.

**[0049]** În cazul sortării uscate, se poate utiliza un sortator cu flux de aer, cum ar fi un sortator gravitațional, un sortator inerțial și un sortator centrifugal.

**[0050]** Ca sortator gravitațional, se pot folosi, de exemplu, sortatoare de tip cu flux orizontal, de tip cu flux vertical și de tip cu flux inclinat. Ca sortator inerțial, se pot folosi sortatoare de tip liniar, de tip curbat și de tip turn, un Elbow-Jet și un impactor variabil. Ca sortator centrifugal se pot folosi sortatoare de tip vortex cu aer, de tip ciclon, de tip Van Tongeren și de tip clasic, un separator de dispersie și un Microplex. Drept separator centrifugal, care folosește rotația mecanică, se poate folosi un separator Micron, Turboplex, Acucut, Turbo și altele asemenea.

**[0051]** În cazul sortării umede, de exemplu, se poate folosi un sortator cu flux de aer, cum ar fi un sortator gravitațional și un sortator centrifugal. Drept sortator gravitațional care folosește vase de decantare prin gravitație se poate folosi un vas de decantare, o pâlnie de depunere, un Spitzkasten și un hidroseparator. Ca sortator gravitațional care folosește rotația mecanică, se poate folosi un sortator cu lanț de tracțiune, un sortator cu raclete, un sortator cu bile, un sortator cu spirală și altele asemenea. Ca sortator hidraulic, se poate folosi un clasor "doruko", un clasor Valenwald, un clasor sifon, un hidrooscilator și altele asemenea. Ca sortator centrifugal, se pot folosi sortatoare hidrociclon și centrifugale (de tip cu disc și de tip decantor) și altele asemenea.

**[0052]** (Stratul de oxid de metal)

În continuare, se descrie un exemplu concret de strat de oxid de metal.

**[0053]** În sensul utilizat aici, "un strat de oxid de metal care conține un oxid de metal drept componentă principală" se referă la aceea că o componentă principală care formează un strat de oxid de metal este un oxid de metal și înseamnă că stratul de oxid de metal este făcut în mod substanțial dintr-un oxid de metal dorit. În sensul folosit în prezenta descriere, "substanțial" înseamnă că o componentă, alta decât un oxid de metal dorit, de exemplu un catalizator, este conținută în mod inevitabil într-un strat de oxid de metal în timpul formării stratului de oxid de metal și conținutul respectivei componente, alta decât oxidul de metal dorit, este în stratul de oxid de metal de 0,1% în greutate sau mai puțin, de preferință, 0,01% în greutate sau mai puțin. Trebuie

menționat că componenta, alta decât oxidul de metal dorit, nu include un metal alcalin sau un compus care conține un metal alcalin.

**[0054]** Se preferă ca oxidul de metal (oxidul de metal dorit menționat mai sus) conținut în stratul de oxid de metal să fie cel puțin un oxid de metal ales dintre dioxid de titan ( $\text{TiO}_2$ ) și oxid de titan redus ( $\text{TiO}_{2-x}$ ) sau cel puțin un oxid de metal ales dintre oxid de fier ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) și oxid de fier redus ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), pentru formarea unui strat de oxid de metal cu indice de refracție ridicat. Trebuie subliniat că oxidul de titan redus se obține prin reducerea oxidului de titan în atmosferă care conține hidrogen, la 400 până la 600°C și oxidul de fier redus se obține prin reducerea oxidului de fier în atmosferă care conține hidrogen, la 400 până la 600°C.

**[0055]** Pigmentul strălucitor conform prezentei forme de realizare are o suprafață specifică de 5 m<sup>2</sup>/g și fiecare particulă floconoasă din pigmentul strălucitor este acoperită cu un strat dens de oxid de metal care conține o fază cristalină. Ca urmare, indicele de refracție al pigmentului strălucitor este mare. În plus, stratul de oxid de metal este dens; de aceea, de exemplu, în cazul în care oxidul de metal este dioxidul de titan ( $\text{TiO}_2$ ) sau oxidul de fier ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) numărul de puncte active al unui fotocatalizator este mic și pigmentul strălucitor are rezistență ridicată la intemperii.

**[0056]** Referitor la metoda de acoperire a particulelor floconoase cu un strat de oxid de metal, depunerea fizică de vapori (PVD) și depunerea chimică de vapori (CVD) sunt cunoscute ca metode în fază de vapori și depunerea în fază lichidă (LPD) și un tratament hidrotermic sunt cunoscute ca o metodă în fază lichidă. Dintre acestea, se preferă LPD deoarece această metodă este capabilă de a reduce conținutul de metal alcalin în particulele floconoase, formând astfel un strat de oxid de metal dens, dă posibilitatea formării unui strat de oxid de metal fără neuniformități pe suprafețele particulelor floconoase, permite obținerea unei grosimi uniforme a stratului de oxid de metal și este economică, datorită productivității ridicate.

**[0057]** În LPD, conținutul de sare neutră (de exemplu, NaCl, LiCl, KCl,  $\text{MgCl}_2$  și  $\text{CaCl}_2$ ) într-un amestec (suspensie care conține sare neutră), obținut prin adăugarea unei sări neutre care conține un metal alcalin sau metal alcalino-pământos la o suspensie care conține particule floconoase și acid clorhidric, este, de preferință, 5% în greutate sau mai mare, mai preferat 10% în greutate sau mai mare, din punct de vedere al îmbunătățirii aplicabilității unui pigment strălucitor în cosmetice, într-o compoziție apoasă de vopsea și într-o compoziție de rășină. Pe de altă parte, din punct de vedere

a solubilității și a costului de drenaj, conținutul de sare neutră (de exemplu, NaCl, LiCl, KCl, MgCl<sub>2</sub> și CaCl<sub>2</sub>) într-o suspensie care conține sare neutră este, de preferință, de 35% în greutate sau mai mic, mai preferat 30% în greutate sau mai mic, încă mai preferat 25% în greutate sau mai mic.

**[0058]** În continuare, se descrie în detaliu un strat de oxid de metal, ilustrând, ca exemplu, cazul în care oxidul de metal (oxidul de metal dorit) conținut într-un strat de oxid de metal este dioxidul de titan sau oxidul de fier.

**[0059]** <Stratul de dioxid de titan>

Dioxidul de titan are trei tipuri de forme cristaline și anume anatas, brookit și rutil. Dintre aceste tipuri, dioxizii de titan anatas și rutil se produc industrial. Dioxidul de titan anatas are o activitate fotocatalitică înaltă și, prin urmare, accelerează degradarea și decolorarea unei compoziții apoase de vopsea și a unei compoziții de rășină care conține dioxid de titan anatas.

**[0060]** Pe de altă parte, dioxidul de titan rutil are o activitate fotocatalitică care este aproximativ o zecime din cea a dioxidului de titan anatas și este adecvat pentru utilizare într-o compoziție apoasă de vopsea sau o compoziție de rășină. În plus, dioxidul de titan rutil are un indice de refracție mai mare decât cel al dioxidului de titan anatas și poate forma cu ușurință un film de acoperire dens și uniform și, prin urmare, îmbunătățește proprietatea de dezvoltare a culorii unui pigment strălucitor datorită interferenței luminii. Dioxidul de titan anatas are un indice de refracție mic și, prin urmare, interferența luminii are ca efect scăderea cromaticității. În continuare, dioxidul de titan anatas are un diametru mare al granulei cristaline și, prin urmare, grosimea filmului pentru respectivele particule floconoase variază scăzând cromaticitatea.

**[0061]** Oxidul de titan anatas poate fi transformat în faza cristalină rutil la temperatură ridicată (de exemplu, 800°C sau mai mare), în prezența unui catalizator de transformare a cristalului, cum ar fi oxidul de staniu. Totuși, există dezavantajul că, dacă oxidul de titan anatas se încălzește la temperatura la care oxidul de titan anatas poate fi transformat în faza cristalină rutil, granulele cristalului se măresc scăzând densitatea stratului de oxid de metal, ceea ce are ca urmare scăderea indicelui de refracție a pigmentului strălucitor.

**[0062]** Ca metodă de producere a unui strat de dioxid de titan, care conține dioxid de titan drept componentă principală, poate fi ilustrată o metodă de depunere a dioxidului de titan rutil hidratat printr-o reacție de neutralizare, la temperatura de 55 până la 85°C și pH de 1,3 sau mai mic, așa cum se prezintă în JP 2001-31421 A.



Conform acestei metode, încălzirea pentru transformarea formei cristaline nu este necesară în fond și un dioxid de titan rutil hidratat poate fi cu ușurință fixat pe o bază (particulă floconoasă din sticlă) cu rezistență termică scăzută. Temperatura și pH-ul menționate mai sus indică valorile la care se adaugă o soluție apoasă de clorură de metal și o soluție apoasă bazică la o suspensie, adică, valorile la care o suspensie este supusă unei reacții de neutralizare.

**[0063]** Un pigment strălucitor cu un conținut de metal alcalin mai mic de 4% în greutate, exprimat ca oxid de metal alcalin și o particulă floconoasă acoperită cu un strat de dioxid de titan, care conține dioxid de titan drept componentă principală, poate fi format, de exemplu, după cum urmează.

**[0064]** Așa cum se descrie în continuare, fiecare particulă floconoasă se acoperă cu un strat de dioxid de titan prin LPD. Inițial, o sare neutră de metal alcalin sau metal alcalino-pământos se adaugă la o suspensie în care sunt dispersate particule floconoase într-un mediu de dispersie, care conține acid clorhidric și în care pH-ul se menține la o valoare într-un interval predeterminat. Apoi, când o soluție apoasă de tetraclorură de titan, care servește drept soluție apoasă de clorură de metal și sodă caustică, care servește drept soluție apoasă bazică, se picură într-o suspensie care conține o sare neutră, prin adăugarea unei sări neutre la suspensia menționată mai sus, se formează pe suprafața fiecărei particule floconoase un strat de dioxid de titan hidratat care are, drept componentă principală, dioxid de titan rutil hidratat.

**[0065]** Ca mediu de dispersie care formează o suspensie se utilizează, de preferință, apă deionizată. Ca sare neutră de metal alcalin sau metal alcalino-pământos se preferă cel puțin una aleasă din grupul format din NaCl, LiCl, KCl, MgCl<sub>2</sub> și CaCl<sub>2</sub>, din punct de vedere al depunerii rapide a dioxidului de titan rutil hidratat prin creșterea concentrației de clor în suspensia care conține sare neutră și formarea unui strat dens de dioxid de titan rutil hidratat având densitate înaltă a reticulării.

**[0066]** pH-ul suspensiei care conține sarea neutră, înainte de picurarea soluției apoase de tetraclorură de titan, este de 0,8 până la 1,3, de preferință 0,9 până la 1,2, din punct de vedere al depunerii rapide a dioxidului de titan rutil hidratat pe suprafața fiecărei particule floconoase. Când pH-ul este mai mic de 0,8, depunerea dioxidului de titan rutil hidratat este lentă și grosimea filmului variază în cazul respectivilor pigmenti strălucitori conducând la cromaticitate slabă. Când pH-ul este mai mare de 1,3, se depune dioxid de titan anatas hidratat în loc de dioxid de titan rutil hidratat. Deși se poate folosi acid azotic sau acid sulfuric în loc de acid clorhidric în suspensie, se preferă

acidul clorhidric, din punct de vedere al depunerii rapide a dioxidului de titan rutil hidratat pe suprafața fiecărei particule floconoase.

**[0067]** pH-ul suspensiei care conține sare neutră în timpul adăugării soluției apoase de tetraclorură de titan (amestec de suspensie care conține sare neutră și o soluție apoasă de clorură de metal în timpul reacției de neutralizare) se menține la 0,8 până la 1,3, mai preferat 0,9 până la 1,2, din punct de vedere al depunerii rapide de dioxid de titan rutil hidratat pe suprafața fiecărei particule floconoasă. Când pH-ul este mai mic de 0,8, depunerea dioxidului de titan rutil hidratat este lentă și grosimea filmului variază pentru respectivii pigmenți strălucitori, rezultând cromaticitate slabă. Când pH-ul este mai mare de 1,3, se depune dioxid de titan anatas hidratat în loc de dioxid de titan rutil hidratat. Cu alte cuvinte, soluția apoasă de clorură de metal, menționată mai sus, se adaugă la o suspensie care conține sare neutră la un pH al acesteia de 0,8 până la 1,3, de preferință 0,9 până la 1,2, menținut cu o soluție apoasă bazică.

**[0068]** Temperatura suspensiei care conține sarea neutră în timpul reacției de neutralizare (amestec de suspensie care conține sare neutră și o soluție apoasă de clorură de metal) este, de preferință, de 60 până la 85°C, mai preferat 70 până la 80°C, din punct de vedere al îmbunătățirii vitezei de reacție și a generării rapide a cristalului de rutil.

**[0069]** Din punct de vedere al suprimării fluctuației pH-ului suspensiei care conține sarea neutră în timpul adăugării la aceasta a soluției apoase de tetraclorură de titan (amestec de suspensie care conține sarea neutră și o soluție apoasă de clorură de metal în timpul reacției de neutralizare), se preferă să se adauge o soluție apoasă bazică, la suspensia care conține sarea neutră, simultan cu soluția apoasă de tetraclorură de titan. Ca soluție apoasă bazică, în afară de hidroxid de sodiu, se poate utiliza hidroxid de litiu, hidroxid de potasiu, amoniac sau alții asemenea.

**[0070]** Speciile anionice (ionii de clor) ale sării neutre, menționată mai sus, contribuie direct la generarea de dioxid de titan hidratat în faza cristalină rutil când oxidul de titan (tetraclorura de titan) este hidrolizată pentru a depune dioxid de titan hidratat. Adică, dioxidul de titan rutil hidratat poate fi depus rapid prin creșterea concentrației de clor din suspensia care conține sare neutră, la care se adaugă o soluție apoasă de tetraclorură de titan și o soluție apoasă bazică, cu o sare neutră (NaCl, LiCl, KCl, MgCl<sub>2</sub>, CaCl<sub>2</sub>) care conține acid clorhidric și clor în suspensie.

**[0071]** Pe de altă parte, speciile cationice (Na, Li, K, Mg, Ca) ale sării neutre menționate mai sus servesc drept catalizator pentru hidroliza și condensarea prin

deshidratare a oxiclururii de titanil (tetraclorura de titan) și accelerează generarea unui oligomer de dioxid de titan. În plus, se consideră că speciile cationice formează o sare împreună cu oligomerul de dioxid de titan pentru a preveni creșterea (polimerizarea) oligomerului, cu rezultatul că se obțin particule coloidale dense de dioxid de titan rutil hidratat având densitate de reticulare înaltă. Se consideră că particulele coloidale nu cresc bine și fiecare particulă floconoasă este acoperită cu particule coloidale (particule de dioxid de titan hidratat) cu diametru mic al particulei, cu rezultatul că se formează un strat de dioxid de titan hidratat (strat de hidrat de oxid de metal) care acoperă fiecare particulă floconoasă și care conține dioxid de titan hidratat drept componentă principală. Trebuie menționat că oligomerul de dioxid de titan este denumit și polimer de dioxid de titan reprezentat prin  $[\text{TiO}_{x-1}(\text{OH})_{2x+2}]_x$  (în care  $x = 2$  până la 6).

**[0072]** După formarea stratului de dioxid de titan hidratat, se filtrează un precipitat (particule floconoase acoperite fiecare cu un strat de dioxid de titan hidratat) din suspensia acidă care conține sarea neutră (amestecul de reacție) la care s-a adăugat o soluție apoasă de tetraclorura de titan și o soluție apoasă bazică. Apoi, particulele floconoase, acoperită fiecare cu un strat de dioxid de titan hidratat, s-au spălat cu un acid (de exemplu, o soluție apoasă de acid clorhidric) având un pH de preferință 0,8 până la 1,3, mai preferat 0,9 până la 1,2 astfel încât să se îndepărteze cât mai bine posibil metalul alcalin din pigmentul strălucitor. Apoi, s-au spălat cu apă deionizată sau s-au neutralizat cu o bază volatilă, urmată de coacere pentru a transforma dioxidul de titan hidratat în dioxid de titan. Spălarea cu acid se poate efectua de mai multe ori. Ca bază volatilă se utilizează, de preferință, de exemplu, amoniac, piridină, trimetilamină sau dimetilamină.

**[0073]** Grosimea stratului de dioxid de titan rutil astfel format este, de preferință, de 20 nm până la 350 m, mai preferat 30 nm până la 300 nm, mult mai preferat 40 nm până la 250 nm pentru-ca strălucirea produsă prin reflexia luminii să fie ridicată și să se obțină o diferență a căii optice suficientă pentru interferență. Există o corelație între grosimea stratului de dioxid de titan rutil și nuanța cromatică a stratului de oxid de metal și, prin urmare, grosimea stratului de dioxid de titan rutil poate fi reglată prin observarea nuanței. Trebuie menționat că grosimea stratului de dioxid de titan rutil poate fi determinată prin măsurarea secțiunii transversale a unui pigment strălucitor cu un microscop electronic de baleiaj (SEM).

**[0074]** În mod uzual, după formarea unui strat de dioxid de titan hidratat, se adaugă hidroxid de sodiu sau altele asemenea, care servesc drept aditiv de sinterizare,

la o suspensie la care s-a adăugat o soluție apoasă de clorură de metal și o soluție apoasă bazică, pentru a fixa pH-ul, de exemplu, la 9 și apoi particulele floconoase (precursor al pigmentului strălucitor), acoperită fiecare cu strat de dioxid de titan hidratat, s-au spălat cu apă (Documentul de brevet 1). Spre deosebire, conform unui exemplu al metodei de obținere a unui pigment strălucitor conform prezentei forme de realizare, o suspensie care conține o sare neutră conține o cantitate mare de sare neutră și, prin urmare, se formează un strat dens de dioxid de titan hidratat, așa cum s-a descris mai sus. Conform exemplului metodei de obținere a unui pigment strălucitor conform prezentei forme de realizare, chiar dacă nu se adaugă un hidroxid de metal alcalin, cum ar fi hidroxidul de sodiu, la suspensia care conține sare neutră, la care se adaugă o soluție apoasă de tetraclorură de titan și o soluție apoasă bazică, adică chiar atunci când un metal alcalin nu este contactat cu particulele floconoase, fiecare acoperită cu stratul de dioxid de titan hidratat după formarea stratului de dioxid de titan hidratat, se poate forma un strat dens de dioxid de titan.

**[0075]** În plus, în metoda de obținere a unui pigment strălucitor conform prezentei invenții, etapa de acoperire a particulei floconoase cu un strat de hidrat de oxid de metal (de exemplu, un strat de dioxid de titan hidratat) care conține un hidrat al unui oxid de metal (Etapa 1) se efectuează în condiții acide și nu se contactează un metal alcalin cu particula floconoasă acoperită cu stratul de hidrat de oxid de metal (de exemplu, un strat de dioxid de titan hidratat) în Etapa 1 și o etapă de spălare a particulei floconoasă acoperită cu stratul de hidrat de oxid de metal (de exemplu, un strat de dioxid de titan hidratat), uscarea particulelor floconoase și apoi coacerea particulei floconoase pentru a transforma hidratul oxidului de metal în oxid de metal (Etapa 2). Ca urmare, conținutul de metal alcalin în particulele floconoase poate fi redus în cursul obținerii unui pigment strălucitor și se poate forma un strat de hidrat de oxid de metal care nu conține metal alcalin.

**[0076]** Stratul de dioxid de titan rutil conține un cristal dens având o suprafață specifică mică și o densitate înaltă, adică, stratul de dioxid de titan rutil are un indice de refracție ridicat și, de aceea, prin utilizarea stratului de dioxid de titan rutil se obține un pigment strălucitor cu cromaticitate înaltă. Un strat de dioxid de titan (strat de oxid de metal) care conține dioxid de titan, drept componentă principală, este în mod substanțial format numai din dioxid de titan. Aici, termenul "substanțial" înseamnă că alte componente decât dioxidul de titan, dintr-un strat de dioxid de titan, sunt în cantitate de 0,1% în greutate sau mai mică, de preferință, 0,01% în greutate sau mai mică. Un

exemplu de componente, altele decât dioxidul de titan, îl reprezintă  $\text{SnO}_2$  și componentele nu includ un metal alcalin sau un compus care conține un metal alcalin.

**[0077]** Ca urmare, un exemplu preferat al metodei de obținere a unui pigment strălucitor conform prezentei invenții include etapa de adăugare a unei soluții apoase de tetraclorură de titan (soluție apoasă de clorură de metal) la o suspensie care conține sare neutră, obținută prin amestecarea unei suspensii care conține particule floconoase, acid clorhidric și apă cu o sare neutră, menținând pH-ul suspensiei care conține sarea neutră la 0,8 până la 1,3 cu o soluție apoasă bazică, pentru depunerea dioxidului de titan hidratat (hidratul unui oxid de metal) pe suprafața particulei floconoase, în felul acest acoperind particula floconoasă cu un strat de dioxid de titan hidratat, care conține dioxid de titan hidratat drept componentă principală; și etapa de filtrare a particulei floconoase acoperită cu dioxid de titan hidratat, spălarea particulei floconoase filtrată cu un lichid acid, neutralizarea particulei floconoase prin spălare cu apă, uscarea particulei floconoase și apoi coacerea particulei floconoase pentru a transforma dioxidul de titan hidratat în dioxid de titan. Conținutul de sare neutră în suspensia care conține sare neutră, înainte de adăugarea soluției apoase de clorură de metal și de soluție apoasă bazică, este de 5% în greutate sau mai mare. Apoi, după formarea particulei floconoase acoperită cu stratul de hidrat de oxid de metal, particula floconoasă acoperită cu stratul de hidrat de oxid de metal nu se contactează cu un metal alcalin.

**[0078]** În cazul acoperirii unei particule floconoase cu un strat de dioxid de titan hidratat, se preferă ca particula floconoasă din suspensie să fie tratată în prealabil cu oxid de staniu, ca agent de reformare a suprafeței, de exemplu, prin următoarea metodă.

**[0079]** Suprafața particulei floconoase poate fi tratată (acoperită) cu oxid de staniu prin adăugarea unei cantități predeterminate de soluție apoasă de acid clorhidric având dizolvată clorură stanică în aceasta, la o suspensie de particule floconoase și menținerea amestecului un timp. Este adecvat ca cantitatea de soluție apoasă de acid clorhidric, care conține dizolvată în aceasta clorură stanică, adăugată la suspensie să se determine în mod adecvat în funcție de masa și grosimea particulei floconoase (suprafața specifică a particulei floconoase), etc.

**[0080]** pH-ul suspensiei, înainte de adăugarea oxidului de staniu, este, de preferință, de la 1,5 până la 2,0, mai preferat de la 1,5 până la 1,8 pentru realizarea unei acoperiri uniforme a particulei floconoase cu oxid de staniu.

**[0081]** <Stratul de oxid de fier>

Alt exemplu de strat de oxid de metal, care acoperă fiecare particulă floconoasă, este un strat de oxid de fier care conține oxid de fier drept componentă principală. Oxidul de fier are o activitate fotocatalitică scăzută, care este aproximativ o zecime din cea a dioxidului de titan anatas, la fel ca a dioxidului de titan rutil și, prin urmare, este adecvat pentru utilizare într-o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină.

**[0082]** Dacă stratul de oxid de metal conține oxid de fier, are loc colorarea culorilor cromatice dezvoltate prin absorbția luminii de oxidul de fier și a culorilor (culoarea bronz, culoarea portocalie, culoarea roșie) dezvoltate prin interferența luminii, care se suprapun una cu alta. Ca oxid de fier, de exemplu, se menționează un oxid de fier trivalent sau un amestec format din oxid de fier bivalent și oxid de fier trivalent. Stratul de oxid de fier care acoperă fiecare particulă floconoasă și care conține oxid de fier drept componentă principală este format, în mod substanțial, din oxidul de fier menționat mai sus. Aici, termenul "în mod substanțial" înseamnă că alte componente decât oxidul de fier, din stratul din oxid de fier, sunt în cantitate de 0,1% în greutate sau mai mică, de preferință, 0,01% în greutate sau mai mică. Exemplele de componente, altele decât oxidul de fier, includ  $\text{SnO}_2$  și nu includ un metal alcalin sau un compus care conține un metal alcalin.

**[0083]** Metoda de acoperire a particulei floconoase cu un strat de oxid de fier care conține oxid de fier este aceeași ca metoda de acoperire a unei particule floconoase cu un strat de oxid de metal care conține dioxid de titan drept componentă principală, descrisă mai sus, cu diferența că pH-ul preferat al unui amestec format din suspensia care conține o sare neutră și soluția apoasă de clorură de metal, în timpul adăugării soluției apoase de clorură de metal și a soluției apoase bazice la suspensia care conține sarea neutră, adică în timpul reacției de neutralizare, este puțin diferit. pH-ul amestecului de suspensie care conține sare neutră și soluția apoasă de clorură de fier (soluție apoasă de clorură de metal) în timpul reacției de neutralizare este, de preferință, de la 2,0 până la 4,0, mai preferat de la 2,5 până la 3,5. Cu alte cuvinte, soluția apoasă de clorură de fier se adaugă la suspensia care conține sare neutră la un pH al suspensiei care conține sarea neutră, de preferință, de la 2,0 până la 4,0, mai preferat de la 2,5 până la 3,5, menținut cu o soluție apoasă bazică.

**[0084]** Grosimea unui strat de oxid de fier este, de preferință, de la 20 nm până la 350 nm, mai preferat de la 30 nm până la 300 nm, mult mai preferat de la 40 nm până la 250 nm pentru-ca strălucirea produsă prin reflexia luminii să fie ridicată și să se obțină o diferență a căii optice suficientă pentru interferență. Există o corelație între

grosimea unui strat de oxid de fier și nuanța cromatică a unui strat de oxid de metal și, prin urmare, grosimea stratului de oxid de fier poate fi reglată prin observarea nuanței. Trebuie menționat că grosimea stratului de oxid de fier poate fi determinată prin măsurarea secțiunii transversale a unui pigment strălucitor cu microscopul electronic de baleiaj (SEM).

**[0085]** Temperatura preferată a unui amestec format dintr-o suspensie care conține sare neutră și o soluție apoasă de clorură de metal, în timpul adăugării unei soluții apoase de clorură de fier și a unei soluții apoase bazice la o suspensie care conține sare neutră, adică, în timpul reacției de neutralizare, este, de preferință, de la 50 până la 80°C, mai preferat de la 70 până la 80°C din punct de vedere al creșterii vitezei de reacție și a formării rapide a unui strat de oxid de fier.

**[0086]** Temperatura de uscare a particulei floconoase acoperită cu strat de hidrat de oxid de metal, efectuată după spălarea particulei floconoase cu acid și apă deionizată este, de preferință, 150 până la 250°C. Temperatura de coacere este, de preferință, de la 400 până la 700°C, mai preferat de la 550 până la 650°C din punct de vedere al măririi gradului de cristalizare a oxidului de metal și prevenirea măririi cristalelor. Trebuie menționat că temperatura de uscare sau temperatura de coacere este temperatura atmosferei din uscător sau din cuptorul de coacere și poate fi verificată printr-o secțiune de afișare a temperaturii din uscător sau din cuptor.

**[0087]** Cantitatea eluției unui metal alcalin din pigmentul strălucitor conform prezentei forme de realizare este, de preferință, de la 0 până la 0,3 ml/g, mai preferat de la 0 până la 0,21 ml/g pentru a suprima denaturarea uleiurilor și a grăsimilor din cosmetice, a inhiba reacția de întărire și de reticulare într-o compoziție apoasă de vopsea și a suprima decolorarea unui produs format prin turnarea unei compoziții de rășină. Cantitatea de eluție a unui metal alcalin dintr-un pigment strălucitor poate fi măsurată procedând la fel ca în exemplele descrise.

**[0088]** În continuare se descriu exemple de cosmetice, o compoziție apoasă de vopsea, o compoziție de rășină, o compoziție apoasă de cerneală și hârtie acoperită care conțin pigmentul strălucitor conform prezentei forme de realizare.

**[0089]** [Cosmetice]

În cosmetice, este de dorit un pigment strălucitor cu o cantitate de eluție mică a metalului alcalin, pentru a suprima denaturarea uleiurilor și a grăsimilor. Cosmeticele au o mare varietate, cum ar fi cosmeticele faciale, fardurile și cosmeticele pentru păr. Dintre acestea, în mod deosebit, în farduri cum ar fi fondul de ten, pudra pentru ten,

fardul pentru pleoape, pensule, crema pentru fond de ten, lacul de unghii, fardul de pleoape, rimelul, rujul și pudra fantezie, se utilizează, de preferință, pigmentul strălucitor conform prezentei forme de realizare.

**[0090]** În funcție de scopul cosmeticelor, pigmentul strălucitor conform prezentei forme de realizare poate fi supus, în mod adecvat, unui tratament de hidrofobizare. Ca tratament de hidrofobizare sunt date următoarele cinci metode.

**[0091]** (1) O metodă de tratament care folosește un compus siliconic, cum ar fi metil hidrogen polisioxanul, uleiul siliconic cu vâscozitate înaltă sau o rășină siliconică

(2) O metodă de tratament care folosește un agent tensioactiv, cum ar fi un activator anionic sau un activator cationic

(3) O metodă de tratament care folosește un compus polimeric, cum ar fi nylon, polimetilmetacrilat, polietilenă, diferite rășini cu fluor (rășină politetrafluoretilenică (PTFE), copolimer tetrafluoretilenă-perfluoralchil vinil eter (PFA), copolimer tetrafluoretilenă-hexafluorpropilenă (FEP), copolimer etilenă-tetrafluoretilenă (ETFE), fluorură de poliviniliden (PVDF), policlorotrifluoretilenă (PCTFE), etc.) sau poliaminoacid

(4) Metodă de tratament care folosește un compus care conține o grupă perfluor, lecitină, colagen, săpun metalic, ceară lipofilă sau un ester parțial/complet al unui alcool polihidric

(5) Metodă de tratament realizată prin combinarea metodelor menționate anterior.

Trebuie menționat că se pot folosi și alte metode decât cele menționate mai sus, atâta timp cât acestea se folosesc pentru hidrofobizarea unei pulberi.

**[0092]** În plus, și alte materiale utilizate, în general, pentru cosmetice pot fi amestecate, în mod adecvat, după cum este necesar, cu cosmeticele menționate anterior. Exemplele de alte materiale includ pulbere anorganică, pulbere organică, pigmenți, alții decât pigmentul strălucitor conform prezentei invenției, un colorant, un material de colorare, uleiuri și grăsimi, un solvent organic, o rășină, un plastifiant, un absorber de ultraviolet, un antioxidant, un agent antiseptic, un agent tensioactiv, un agent de hidratare, parfum, apă, alcool și un agent de îngroșare.

**[0093]** Exemplele de pulbere anorganică includ talc, caolin, sericit, mică albă, mică aurie, lepidolit, mică neagră, mică cu litiu, vermiculit, carbonat de magneziu, carbonat de calciu, pământ diatomeic, silicat de magneziu, silicat de calciu, silicat de aluminiu, sulfat de bariu, sare tungstat, silicagel, hidroxiapatită, zeolit, nitrură de bor și pulberi ceramice.



**[0094]** Exemplele de pulbere organică includ pulbere de nylon, pulbere de poli-etenă, pulbere de polistiren, pulbere de benzoguanamină, pulbere de politetrafluor-etenă, pulbere de polimer distirenbenzen, pulbere epoxi, pulbere acrilică și celuloză microcristalină.

**[0095]** Pigmentul se clasifică, în mod grosier, în pigment anorganic și pigment organic. Exemplele de pigment anorganic includ, în funcție de culoare, următorii.

Pigment anorganic alb: oxid de titan, oxid de zinc, etc.

Pigment anorganic roșu: oxid de fier (colcotar), titanat de fier, etc.

Pigment anorganic brun:  $\gamma$ -oxid de fier, etc.

Pigment anorganic galben: oxid de fier galben, loess, etc.

Pigment anorganic cu cromaticitate înaltă: oxid negru de fier, negru de fum, etc.

Pigment anorganic purpuriu: violet mango, violet cobalt, etc.

Pigment anorganic verde: titanat de cobalt, etc.

Pigment anorganic albastru: albastru marin, albastru indigo, etc.

**[0096]** În plus, exemplele de pigment sedefiu includ mică acoperită cu oxid de titan, oxiclaură de bismut acoperită cu oxid de titan, oxiclaură de bismut, talc acoperit cu oxid de titan, argentină și mică colorată acoperită cu oxid de titan. În plus, exemplele de pigment pulbere de metal includ pulberea de aluminiu și pulberea de cupru.

**[0097]** Ca pigment organic, sunt prezentați următorii (1) și (2).

(1) Red Nr. 201, Red Nr. 202, Red Nr. 204, Red Nr. 205, Red Nr. 220, Red Nr. 226, Red Nr. 228, Red Nr. 405, Orange Nr. 203, Orange Nr. 204, Yellow Nr. 205, Yellow Nr. 401, Blue Nr. 404 și alții asemenea, definiți ca materiale de colorare certificate, care se folosesc drept colorant din gudron pentru medicamente, aprobați de Ministerul Sănătății, Muncii și Bunăstării din Japonia.

(2) Pigmenți organici obținuți prin înglobarea coloranților, listați în continuare, în pigmenți de umplură, cum ar fi talc, carbonat de calciu, sulfat de bariu, oxid de zirconiu sau alb de aluminiu.

**[0098]** Exemplele de coloranți includ Red Nr. 3, Red Nr. 104, Red Nr. 106, Red Nr. 227, Red Nr. 230, Red Nr. 401, Red Nr. 505, Orange Nr. 205, Yellow Nr. 4, Yellow Nr. 5, Yellow Nr. 202, Yellow Nr. 203, Green Nr. 3 și Blue Nr. 1.

**[0099]** În plus, exemplele de material de colorare includ materiale de colorare naturale, cum ar fi clorofila și  $\beta$ -carotina.

**[0100]** În continuare, exemplele de uleiuri și grăsimi includ scualan, polibutenă (hidrogenată), ulei parafinic, vaselină, ceară microcristalină, ozokerit, ceresină, acid

miristic, acid palmitic, acid stearic, acid oleic, acid izostearic, alcool cetilic, alcool hexadecilic, alcool oleilic, 2-etilhexanoat de cetil, acid palmitic, miristat de 2-etilhexil, 2-octildodecil, di-2-etilhexanoat de neopentil glicol, tri-2-etilhexanoat de glicerină, oleat de 2-octildodecil, miristat de izopropil, triizostearat de glicerină, tricocoat de glicerină, ulei de măsline, ulei de avocado, ceară de albine, miristat de miristol, ulei de nurcă și lanolină.

**[0101]**În continuare, exemplele de solvent organic includ acetonă, toluen, acetat de butil sau ester al acidului acetic; exemplele de rășină includ o rășină alchidică sau o rășină ureică; și exemplele de plastifiant includ camfor sau citrat de acetiltributil.

**[0102]**Pentru suprimarea denaturării uleiurilor și grăsimilor, raportul masic dintre uleiuri și grăsimi și pigmentul strălucitor conform prezentei invenției (masa de uleiuri și grăsimi/masa de pigment strălucitor conform prezentei invenției) în cosmeticele conform prezentei forme de realizare este, de preferință, de la 100/0,1 până la 100/5,.

**[0103]**Forma cosmeticelor nu este în mod particular limitată și exemple ale acestora includ o formă de pulbere, o formă de turtă, o formă de creion, o formă de baton, o formă de unguent, o formă de lichid, o formă de emulsie și o formă de cremă.

**[0104]**[Compoziția de rășină]

În continuare, se prezintă un exemplu de compoziție de rășină care conține un pigment strălucitor conform prezentei invenției. Exemplele de produse formate prin turnarea unei compoziții de rășină, conform prezentei forme de realizare, includ containere pentru cosmetice, containere pentru alimente, materiale de acoperire a pereților, materiale pentru dușumele, carcase pentru aparate electrocasnice, accesorii, articole de papetărie, jucării, căzi de baie, obiecte sanitare, încălțăminte, articole sportive și articole de toaletă. Compoziția de rășină conform prezentei forme de realizare conține un pigment strălucitor conform prezentei invenției și o rășină ca material de bază.

**[0105]**Exemplele de rășină, ca material de bază, includ rășini termorigide cum ar fi o rășină policarbonat, o rășină acrilică, o rășină poliestică, o rășină epoxi, o rășină fenolică, o rășină ureică, o rășină cu fluor, o rășină poliester-uretanică reticulabilă, o rășină epoxi-poliestică reticulabilă, o rășină pe bază de poliester acrilic, o rășină uretan-acrilică reticulabilă, o rășină melamin-acrilică reticulabilă și o rășină poliester-melaminică reticulabilă și rășini termoplastice, cum ar fi o rășină polietilenică, o rășină polipropilenică, o rășină petrolieră, o rășină poliestică termoplastică și o rășină termoplastică cu fluor. În cazul utilizării unei rășini termoplastice, ca rășină de

bază, se poate realiza formarea prin injecție și poate fi formată prin turnare orice formă complicată. Particulele floconoase de pigment strălucitor sunt, de preferință, din sticlă, care nu are proprietatea de clivaj ca mica, în care sticla poate să-și mențină diametrul particulei dinainte de formare și după formarea prin injecție.

**[0106]** Compoziția de rășină conform prezentei forme de realizare poate conține un agent de întărire, dacă este necesar. Exemplele de agent de întărire includ poliizocianat, amină, poliamidă, acid polibazic, anhidridă acidă, polisulfură, trifluorură de bor, dihidrazidă acidă și imidazol.

**[0107]** Compoziția de rășină conform prezentei forme de realizare poate conține, în plus, un pigment, altul decât pigmentul strălucitor conform prezentei invenții, un agent tensioactiv, un lubrifiant, un agent antispumant și un agent de nivelare.

**[0108]** Conținutul fiecărei componente din compoziția de rășină nu este limitat în prezenta invenție și poate fi similar cu cel al compoziției cunoscute de rășină.

**[0109]** Raportul masic dintre rășină, ca material de bază și pigmentul strălucitor conform prezentei invenții (masa rășinii ca material de bază/masa de pigment strălucitor conform prezentei invenții) în compoziția de rășină conform prezentei forme de realizare este, de preferință, de la 100/0,1 până la 100/10, pentru suprimarea decolorării unui produs format prin utilizarea compoziției de rășină conform prezentei forme de realizare.

**[0110]** [Compoziție apoasă de vopsea]

În continuare, se descrie un exemplu de compoziție apoasă de vopsea care conține un pigment strălucitor conform prezentei invenții. Compoziția apoasă de vopsea conform prezentei forme de realizare poate fi produsă prin amestecarea pigmentului strălucitor conform prezentei forme de realizare, descrisă mai sus, cu un purtător. Purtătorul este format dintr-o compoziție apoasă de rășină, care conține o rășină în emulsie apoasă și un agent de întărire prin reticulare și alți aditivi, descriși în continuare.

**[0111]** < Compoziția apoasă de rășină >

(Rășina în emulsie apoasă)

O rășină în emulsie apoasă se obține prin polimerizarea în emulsie a unui monomer nesaturat, polimerizabil, având o grupă carbonil, descris în continuare, în prezență de emulgator. Exemplele de emulgator includ un agent tensioactiv anionic și un agent tensioactiv neionic și rășina în emulsie apoasă se obține prin polimerizarea în emulsie în prezența unui inițiator de polimerizare, cum ar fi un persulfat și un peroxid, în prezența unuia sau a două sau mai multe tipuri de emulgatori.

**[0112]** (Monomerul nesaturat, polimerizabil, având o grupă carbonil,)

Monomerul nesaturat, polimerizabil, având o grupă carbonil, menționat mai sus este ales dintre următorii de la (a) la (d).

**[0113]** (a) Monomerul nesaturat, polimerizabil, având o grupă carbonil este, de exemplu, un monomer nesaturat, polimerizabil, având cel puțin o grupă carbonil într-o moleculă și, mai concret, ca exemplu, sunt diaceton acrilamida și diaceton metacrilamida.

**[0114]** (b) Monomerul nesaturat, polimerizabil, având o grupă carbonil este, de exemplu, un compus vinilic polifuncțional având cel puțin două legături nesaturate polimerizabile în moleculă și include un ester al unui acid monocarboxilic nesaturat, polimerizabil cu un alcool polihidric, un ester al unui alcool nesaturat, polimerizabil cu un acid polibazic și un compus aromatic substituit cu două sau mai multe grupe vinil. Mai concret, de exemplu, sunt alil(met)acrilatul, etilenglicol di(met)acrilatul, trietilenglicol di(met)acrilatul și tetraetilenglicol di(met)acrilatul.

**[0115]** (c) Monomerul nesaturat, polimerizabil, având o grupă carbonil este, de exemplu, un monomer cu nesaturare etilenică, solubil în apă. Mai concret, ca monomer anionic, se menționează, de exemplu, acidul (met)acrilic, acidul maleic, acidul crotonic,  $\beta$ -carboxiacrilatul de etil și alții asemenea; ca monomer cationionic se menționează (met)acrilamida, dimetilaminopropil(met)acrilamida, dimetilaminoetil(met)acrilatul și alții asemenea; și ca monomer neionic se menționează (met)acrilatul cu catenă polioxi-etilenică și alții asemenea.

**[0116]** (d) Monomerul nesaturat, polimerizabil, având o grupă carbonil este, de exemplu, alt monomer cu nesaturare etilenică. Mai concret, ca exemple sunt metil(met)acrilatul, etil(met)acrilatul, propil(met)acrilatul, butil(met)acrilatul, 2-etilhexil(met)acrilatul, ciclohexil(met)acrilatul și lauril(met)acrilatul.

**[0117]** (Agentul de întărire prin reticulare)

Ca agent de întărire prin reticulare se prezintă, de exemplu, un compus hidrazidic având cel puțin două grupe hidrazidă per moleculă. Mai concret, de exemplu, sunt dihidrazid oxalatul, dihidrazid malonatul, dihidrazid succinatul, dihidrazid glutaratul și dihidrazid adipatul.

**[0118]** <Alți aditivi>

Compoziția apoasă de rășină poate conține, în funcție de utilizarea acesteia și alți aditivi. Exemplele de alți aditivi includ rășini termoplastice (de exemplu, o rășină de clorură de vinil fără grupă carbonil, o rășină polietilenică fără grupă carbonil, etc.), rășini termorigide (de exemplu, o rășină uretanică, o rășină aminică, etc.), antioxidanți,

absorberi de radiații ultraviolete, stabilizatori, cum ar fi stabilizatorii termici, plastifianți, agenți antistatici, agenți de dispersie, agenți antispumare, modificatori de vâscozitate, cum ar fi agenți de îngroșare, agenți de uniformizare, agenți antipicurare, fungicide, conservanți, umpluturi, coloranți și pigmenți (cum ar fi pigmentul ftalocianic, pigmentul perilenic, pigmentul chinacridonă, pigmentul indigo, pigmentul izoindolinonic, colcotar, oxid galben de fier și negru de fum).

**[0119]** Raportul masic între monomerul nesaturat, polimerizabil, având o grupă carbonil și pigmentul strălucitor conform prezentei invenții (masa de monomer nesaturat, polimerizabil având grupă carbonil/masa de pigment strălucitor conform prezentei invenții) în compoziția apoasă de vopsea conform prezentei forme de realizare este, de preferință, de la 100/0,1 până la 100/7, pentru suprimarea degradării luciului unui film de acoperire format din compoziția apoasă de vopsea conform prezentei forme de realizare.

#### EXEMPLE

**[0120]** În continuare se descrie, mai în detaliu, un exemplu conform prezentei invenții cu ajutorul exemplelor și a exemplelor de comparație; totuși, prezenta invenție nu este limitată la descrierea care urmează.

**[0121]** Tabelele 4 până la 6 prezintă compoziții de particule floconoase din sticlă, particule floconoase din mică sintetică și particule floconoase din alumină utilizate în exemple și în exemplele de comparație.

[0122]

[Tabelul 4]

## Compoziția particulelor floconoase din sticlă

	Exemplul 1 4-11 Ex.comparatie 1, 12, 13 Ex.comparatie 17-21	Exemplul 2	Exemplul 3 12 Ex.comparatie 2	Ex.comparatie 3,9	Ex.comparatie 4,10	Ex.comparatie 5	Ex.comparatie 6	Ex.comparatie 7,11	Ex.comparatie 8
SiO <sub>2</sub>	62,4	60,7	64,5	64,9	64,7	62,4	69,3	66,7	71,5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11,0	11,3	11,5	11,4	11,6	11,1	4,1	4,7	1,5
CaO	21,1	23,9	15,4	15,2	13,4	13,1	1,8	6,6	9,0
MgO	3,1	3,3	3,2	3,1	3,3	2,6	1,2	2,6	3,6
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	9,9	4,1	0,0
Na <sub>2</sub> O	0,4	0,0	2,9	4,5	5,9	9,7	10,0	10,3	13,6
K <sub>2</sub> O	0,3	0,0	0,1	0,2	0,1	0,3	2,0	0,8	0,7
Li <sub>2</sub> O	0,3	0,8	0,9	0,7	1,0	0,8	0,0	0,6	0,0
R <sub>2</sub> O*	1,0	0,8	3,9	5,4	7,0	10,8	12,0	11,7	14,3
ZnO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,6	0,0
TiO <sub>2</sub>	1,4	0,0	1,5	0,0	0,0	0,0	1,6	0,0	0,0
FeO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1
ZrO <sub>2</sub>	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0

(Unitate: % în greutate)

\*R<sub>2</sub>O: masa totală % de Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O+Li<sub>2</sub>O

[0123]

[Tabelul 5]

**Compoziția particulelor floconoase din mică sintetică**

	Exemplul 13, Exemplul de comparație 14 Mica aurie cu fluor $\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})\text{F}_2$	Exemplul de comparație 22 Mica sodiu tetrasiliciu $\text{NaMg}_{2,5}(\text{Si}_4\text{O}_{10})\text{F}_2$
$\text{SiO}_2$	45	60,8
$\text{Al}_2\text{O}_3$	12,5	–
$\text{MgO}$	29,6	24,6
$\text{Na}_2\text{O}$	0,9	4,1
$\text{K}_2\text{O}$	3,0	–
$\text{R}_2\text{O}^*$	3,9	4,1
F	9,0	10,5

(Unitate: % în greutate)

\* $\text{R}_2\text{O}$ : total % în greutate de  $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$

[0124]

[Tabelul 6]

**Compoziția particulelor floconoase din alumină**

	Exemplul 14	Exemplul 15	Exemplul de comparație 23	Exemplul de comparație 24
	Exemplul de comparație 15	Exemplul de comparație 16		
$\text{Al}_2\text{O}_3$	97,9	94,4	92,8	78,5
$\text{Na}_2\text{O}$	0,1	2,8	4,2	1,3
$\text{K}_2\text{O}$	–	1,0	2,0	17,4
$\text{R}_2\text{O}^*$	0,1	3,8	6,2	18,7
$\text{TiO}_2$	0,8	0,8	–	1,0
$\text{P}_2\text{O}_5$	1,2	1,0	1,0	1,8

(Unitate: % în greutate)

\* $\text{R}_2\text{O}$ : total % în greutate de oxid de metal alcalin  $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$

[0125] Ca urmare a analizei structurii cristaline a dioxidului de titan din fiecare strat de oxid de metal, prin metoda de difracție a razelor X pe pulbere, structurile

cristaline din pigmenții strălucitori din Exemplele 1 până la 15 și Exemplele de comparație 1 până la 18, 20 și 22 până la 24 s-au găsit a fi de tip rutil și structurile cristaline din pigmenții strălucitori din Exemplele de comparație 19 și 21 s-au găsit a fi de tip anatas.

**[0126]** Trebuie menționat că, deși valorile diametrelor (D50) particulelor floconoase din sticlă utilizate în Exemplele 4 până la 9 și Exemplele de comparație 12, 13 sunt diferite de valoarea diametrului (D50) al particulelor floconoase din sticlă utilizate în Exemplul 1, această diferență se datorează erorilor de determinare și diferențelor dintre loturi. În plus, diferența diametrului particulelor (D50) dintre Exemplul 3 și Exemplul de comparație 2, dintre Exemplul de comparație 3 și Exemplul de comparație 9 și dintre Exemplul de comparație 17 și Exemplele de comparație 18 până la 21 se datorează, de asemenea, erorilor de determinare și a diferențelor dintre loturi.

**[0127]**(Exemplul 1)

În pigmentul strălucitor din Exemplul 1 s-au folosit particule floconoase din sticlă având compoziția prezentată în Tabelul 4. Un strat de oxid de metal a fost format în mod substanțial din dioxid de titan. În stratul de oxid de metal nu s-a injectat metal alcalin.

**[0128]** Particulele floconoase din sticlă, care formează pigmentul strălucitor din Exemplul 1, s-au obținut folosind aparatul prezentat în FIG. 2.

**[0129]** Inițial, o cupă conică 22 atașată la un motor electric 21 cu viteză variabilă s-a rotit la o viteză predeterminată și sticla topită s-a turnat în cupa 22 de mai sus. Sticla topită din cupa 22 s-a trimis în afara unui cadru 23 datorită forței centrifuge și s-a sfărâmat în fulgi mici, menținuți în formă plată cu un curent de aer. Particulele floconoase din sticlă, astfel obținute, s-au colectat într-o cameră 26. Apoi, particulele floconoase din sticlă s-au trimis la o secțiune de colectare/filtrare cu ciclon și în continuare s-au solidificat prin răcire. Particulele floconoase din sticlă astfel obținute s-au pulverizat folosind un pulverizator de tip moară cu jet pentru a obține particule floconoase din sticlă cu un diametru al particulei (D50) de 105 până la 110 μm. Factorii pentru stabilirea distribuției grosimii sunt stabilitatea debitului de sticlă topită, distanța dintre plăcile 24, 25, viteza curentului de aer dintre plăcile 24, 25 și altele asemenea.

**[0130]** Particulele floconoase din sticlă astfel obținute s-au sortat. Folosind o sită cu o deschidere a ochiului de 109 μm și dispunând o tavă sub sită, s-au cernut particulele floconoase din sticlă și particulele grosiere s-au îndepărtat. Particulele floconoase din sticlă colectate pe tavă s-au obținut ca material de bază (particulă floconoasă) pentru pigmentul strălucitor din Exemplul 1. Distribuția mărimii particulelor



floconoase din sticlă astfel obținute s-a măsurat și s-a găsit că diametrul particulei (D50) a fost de 84,5  $\mu\text{m}$  și grosimea medie a fost de 1,3  $\mu\text{m}$ .

**[0131]** Particulele floconoase din sticlă obținute s-au dizolvat în acid fluorhidric și s-au analizat ICP. Ca urmare, s-a constatat că conținutul total de metal alcalin din particulele floconoase din sticlă a fost de 1,0% în greutate, exprimat ca oxid de metal alcalin ( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ) și conținutul de Na a fost de 0,4% în greutate exprimat ca  $\text{Na}_2\text{O}$ .

**[0132]** În continuare, particulele floconoase din sticlă, sortate, s-au tratat cu oxid de staniu (agent de reformare a suprafeței) și apoi s-au acoperit cu dioxid de titan. Oxidul de staniu servește drept catalizator pentru depunerea unui film de acoperire. În mod concret, s-au efectuat următoarele.

**[0133]** Inițial, 3 L de apă deionizată, la temperatura camerei, s-a adus la pH 1,6 cu acid clorhidric, sub agitare și s-au adăugat 300 g particule floconoase din sticlă obținându-se o suspensie. La această suspensie, s-a adăugat, la un dozaj de 1,5 ml per minut, o soluție de staniu, obținută în prealabil prin dizolvarea a 2 g clorură stanică în 30 ml soluție apoasă de acid clorhidric cu pH 2. Apoi, după menținere în această stare timp de 20 minute, particulele floconoase din sticlă s-au supus unui tratament de suprafață cu oxid de staniu.

**[0134]** Apoi, suspensia rezultată s-a încălzit la 75°C, cu ajustarea pH-ului la 1,0 cu 35% în greutate de acid clorhidric. Cu încălzire și agitare, s-a adăugat și s-a dizolvat în suspensie, clorură de sodiu (sarea neutră) astfel încât conținutul de clorură de sodiu în suspensia care conține clorură de sodiu (suspensia care conține sare neutră) a ajuns la 10% în greutate. Apoi, la suspensia care conține sarea neutră s-a adăugat o soluție apoasă de tetraclorură de titan (cu un conținut de 16,5% în greutate de titan), la un dozaj de 2,0 ml/minut și la amestecul (amestecul de reacție) de suspensie care conține sarea neutră și soluția apoasă de tetraclorură de titan s-au adăugat 10% în greutate de soluție apoasă de sodă caustică astfel încât să se mențină pH-ul amestecului rezultat la 1,0. Adică, pH-ul soluției mixte s-a menținut la 1,0 în timp ce s-a depus un hidrat (dioxid de titan hidratat) al unui oxid de metal provenit din soluția apoasă de clorură de metal (soluția apoasă de tetraclorură de titan) pe suprafața fiecărei particule floconoase (particulă floconoasă din sticlă), în felul acesta particula floconoasă s-a acoperit cu stratul de hidrat de oxid de metal (dioxid de titan hidratat) care conține un hidrat al unui oxid de metal. În plus, în timpul reacției de neutralizare, temperatura amestecului s-a menținut la 75°C. S-a continuat adăugarea soluției apoase de tetraclorură de titan și a

soluției apoase de sodă caustică până când s-a obținut un produs cu aspect strălucitor și o nuanță roșie siderică.

**[0135]** După obținerea produsului cu nuanța de culoare dorită, produsul s-a colectat prin filtrarea, sub presiune redusă, a amestecului cu pH 1,0 s-a spălat cu soluție apoasă de acid clorhidric cu pH 1,0, s-a spălat cu apă deionizată, s-a uscat la 180 °C și s-a calcinat la 600 °C, timp de 2 ore.

**[0136]** Prin metoda menționată mai sus, s-a obținut pigmentul strălucitor cu aspect strălucitor și cu nuanță roșie siderică din Exemplul 1, în care particulele floconoase din sticlă s-au acoperit cu un strat de dioxid de titan (strat de oxid de metal).

**[0137]** Diametrul particulei (D50) pigmentului strălucitor din Exemplul 1 astfel obținut a fost de 85,3 μm și suprafața specifică a acesteia a fost de 2,1 m<sup>2</sup>/g. Pigmentul strălucitor obținut s-a dizolvat în acid fluorhidric și s-a analizat prin ICP. Ca urmare, s-a constatat că conținutul total de metal alcalin în pigmentul strălucitor a fost de 0,8% în greutate, exprimat ca oxid de metal alcalin (Na<sub>2</sub>O, Li<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O) și conținutul de Na a fost de 0,3% în greutate, exprimat ca Na<sub>2</sub>O. Structura cristalină a dioxidului de titan din stratul de oxid de metal s-a găsit, prin metoda de difracție a razelor X pe pulbere, a fi de tip rutil. Cantitatea de eluție alcalină determinată prin următoarea metodă a fost de 0,20 ml/g.

**[0138]** FIG. 3 prezintă o micrografie electronică a pigmentului strălucitor din Exemplul 1. Așa cum se prezintă în FIG. 3, suprafața pigmentului strălucitor din Exemplul 1 este formată din particule mici de dioxid de titan și fiecare particulă floconoasă din sticlă este acoperită cu un strat din oxid de metal format prin umplere densă cu particule de dioxid de titan. Pe de altă parte, într-un pigment strălucitor din Exemplul de comparație 7, descris ulterior, așa cum se prezintă în micrografia electronică a acestuia (FIG. 4), particulele de dioxid de titan care formează un strat de oxid de metal care acoperă fiecare particulă floconoasă din sticlă au un diametru al particulei mai mare decât cel al particulei de dioxid de titan prezentată în FIG. 3 și particulele sunt sinterizate una cu alta cu formarea unui strat de oxid de metal. Trebuie menționat că ambele magnitudini ale microografiilor electronice din FIG. 3 și 4 au fost de 50.000 de ori.

**[0139]** În continuare, referitor la Exemplele 2 până la 15 și Exemplele de comparație 1 până la 24, diferiții parametri s-au determinat în același mod ca în Exemplul 1 și sunt prezentați în Tabelele 8 până la 10.

**[0140]**(Exemplele 2 și 3)

Pigmenții strălucitori din Exemplele 2 și 3 s-au obținut în același mod ca cel din Exemplul 1, cu diferența că s-a folosit compoziția de sticlă prezentată în Tabelul 4 drept compoziție de sticlă a particulelor floconoase din sticlă. S-a obținut pigmentul strălucitor cu o nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost substanțial format din dioxid de titan.

**[0141]**(Exemplele 4, 5, 6 și 7)

Pigmenții strălucitori din Exemplele 4, 5, 6 și 7 s-au obținut în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că în amestecul (suspensie care conține sare neutră) de suspensie și sare neutră, înainte de adăugarea la acesta a soluției apoase de tetraclorură de titan, conținutul de sare neutră a fost de 5% în greutate, 6% în greutate, 7% în greutate și 15% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost substanțial format din dioxid de titan.

**[0142]**(Exemplele 8 și 9)

Pigmenții strălucitori din Exemplele 8 și 9 s-au obținut în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că pH-ul suspensiei care conține sarea neutră, înainte de adăugarea soluției apoase de clorură de metal (soluție apoasă de tetraclorură de titan) și pH-ul amestecului de reacție, în timp ce fiecare particulă floconoasă s-a acoperit cu un strat de hidrat de oxid de metal (strat de dioxid de titan hidratat) care conține un hidrat al unui oxid de metal, s-au menținut la 0,9 și respectiv, la 1,2. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță de culoare roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format substanțial din dioxid de titan.

**[0143]**(Exemplul 10)

S-a obținut un pigment strălucitor în Exemplul 10 în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că grosimea medie a particulelor floconoase din sticlă s-a ajustat la 5,0 μm și diametrul particulei (D50) acestuia s-a ajustat la aproximativ 100 μm. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format substanțial din dioxid de titan.

**[0144]**(Exemplul 11)

S-a obținut un pigment strălucitor în Exemplul 11 în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că diametrul particulei (D50) particulelor floconoase din sticlă s-a ajustat la aproximativ 20 μm, grosimea medie a acestora s-a ajustat la 0,4 μm și în amestecul de suspensie (suspensia care conține sare neutră) și sare neutră, înainte de adăugarea la

acesta a soluției apoase de tetraclorură titan, conținutul de sare neutră a fost stabilit la 5% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0145]**(Exemplul 12)

S-a obținut un pigment strălucitor în Exemplul 12 în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că compoziția de sticlă a particulelor floconoase din sticlă a fost aceeași ca în Exemplul 3, diametrul particulei (D50) și grosimea medie a particulelor floconoase din sticlă au fost stabilite la aproximativ 20 μm și respectiv, 0,4 μm și conținutul de sare neutră din amestecul de suspensie (suspensia care conține sare neutră), înainte de adăugarea la aceasta a soluției apoase de tetraclorură de titan și a sării neutre, a fost fixat la 5% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0146]**(Exemplul 13)

S-a obținut un pigment strălucitor în Exemplul 13 în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că fiecare dintre particulele floconoase din mică sintetică s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan. Ca particule floconoase, s-au utilizat particule din mică sintetică având compoziția (mică aurie cu fluor  $\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})\text{F}_2$ ) prezentată în Tabelul 5 și conținutul de sare neutră în amestecul de suspensie (suspensie care conține sare neutră), înainte de adăugarea la acesta a soluției apoase de tetraclorură de titan și sarea neutră, s-a fixat la 5% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan. Trebuie menționat s-a folosit, ca particule floconoase din mică sintetică, un produs disponibil comercial ("PDM-7-325" fabricat de Topy Industries Ltd.).

**[0147]**(Exemplul 14)

S-a obținut un pigment strălucitor în Exemplul 14 în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că fiecare dintre particulele floconoase de alumină s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan; ca particule floconoase s-au utilizat particule floconoase din alumină având compoziția prezentată în Tabelul 6 și conținutul de sare neutră în amestecul de suspensie (suspensia care conține sare neutră), înainte de adăugarea la aceasta a soluției apoase de tetraclorură de titan și sarea neutră, s-a stabilit la 5% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost, în mod substanțial, format din dioxid de titan.

**[0148]** Particulele floconoase din alumină s-au obținut în felul următor.

**[0149]** În 450 ml apă desalinizată s-au adăugat și s-au dizolvat 223,8 g sulfat de

aluminiu octadecahidrat, 14,5 g sulfat de sodiu (anhidru) și 9,7 g sulfat de potasiu, cu încălzire la aproximativ 75°C. La soluția rezultată, după dizolvarea completă, s-au adăugat 2,0 g soluție de sulfat de titanil (concentrație: 34,4%) pentru a prepara o soluție apoasă mixtă (a). Separat, 0,9 g fosfat trisodiu dodecahidrat și 10,9 g carbonat de sodiu s-au dizolvat în 250 ml apă desalinizată pentru a prepara o soluție apoasă mixtă (b). Soluțiile apoase mixte (a) și (b) s-au adăugat în 200 ml apă desalinizată, sub agitare la o viteză predeterminată la care soluțiile apoase (a) și (b) au devenit aproape echivalente una cu cealaltă în aproximativ 15 minute și amestecul s-a agitat în continuare timp de 15 minute. Soluția astfel obținută s-a uscat prin evaporare și apoi s-a supus unui tratament termic la 1.200°C, timp de 5 ore. La materialul tratat astfel obținut s-a adăugat apă astfel încât să dizolve sulfatul liber în apă. Apoi, s-a separat prin filtrare un solid insolubil, s-a spălat cu apă și s-a uscat cu obținerea de particule floconoase de alumină.

**[0150]**(Exemplul 15)

În Exemplul 15 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1, cu diferența că fiecare dintre particulele floconoase de alumină s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan; ca particule floconoase s-au utilizat particule floconoase de alumină având compoziția prezentată în Tabelul 6 și conținutul de sare neutră din amestecul de suspensie (suspensia care conține sare neutră), înainte de adăugarea soluției apoase de tetraclorură de titan și de sare neutră, s-a fixat la 5% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidifiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0151]** Particulele floconoase din alumină s-au obținut în același mod ca în Exemplul 14 cu diferența că s-a utilizat o cantitate de sulfat de sodiu (anhidru) de 114,5 g, o cantitate de sulfat de potasiu de 93,7 g și o cantitate de carbonat de sodiu de 107,9 g.

**[0152]**(Exemplul de comparație 1)

În Exemplul de comparație 1 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că nu s-a adăugat o sare neutră la suspensie. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță roșu sidifiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0153]**(Exemplele de comparație 2 până la 8)

În Exemplele de comparație 2 până la 8 s-au obținut pigmenți strălucitori în același mod ca în Exemplul 1, cu diferența că compoziția de sticlă a particulelor

floconoase din sticlă este cea prezentată în Tabelul 4 și la suspensie nu s-a adăugat o sare neutră. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal format a fost, în mod substanțial, din dioxid de titan. FIG. 4 prezintă o micrografie electronică a unui pigment strălucitor din Exemplul de comparație 7.

**[0154]** (Exemplele de comparație 9 la 11)

În Exemplele de comparație 9 la 11 s-au obținut pigmenți strălucitori în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că compoziția de sticlă a particulelor floconoase din sticlă a fost cea prezentată în Tabelul 4. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0155]** (Exemplul de comparație 12)

În Exemplul de comparație 12 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că conținutul de sare neutră în amestecul de suspensie (suspensie care conține sare neutră), înainte de adăugarea la acesta a soluției apoase de tetraclorură de titan și sarea neutră, s-a fixat la 3% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidefie, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0156]** (Exemplul de comparație 13)

În Exemplul de comparație 13 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că conținutul de sare neutră în amestecul de suspensie (suspensie care conține sare neutră), înainte de adăugarea la acesta a soluției apoase de tetraclorură de titan și sarea neutră, s-a fixat la 4% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal strat a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0157]** (Exemplul de comparație 14)

În Exemplul de comparație 14 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că fiecare dintre particulele floconoase de mică sintetică s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan; ca particule floconoase s-au utilizat particule floconoase din mică sintetică având compoziția (mică aurie cu fluor  $\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})\text{-F}_2$ ) prezentată în Tabelul 5 și conținutul de sare neutră în amestecul de suspensie (suspensia care conține sare neutră), înainte de adăugarea la aceasta a soluției apoase de tetraclorură de titan și sare neutră, s-a stabilit la 4% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan. Trebuie menționat că s-a utilizat, ca

particule floconoase din mică sintetică, același produs disponibil comercial ca cel din Exemplul 13.

**[0158]**(Exemplul de comparație 15)

În Exemplul de comparație 15 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că fiecare dintre particulele floconoase din alumină s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan; ca particule floconoase s-au utilizat particule floconoase din alumină având compoziția prezentată în Tabelul 6 și conținutul de sare neutră din amestecul de suspensie (suspensia care conține sare neutră), înainte de adăugarea la acesta a soluției apoase de tetraclorură de titan și sare neutră, s-a fixat la 4% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal format a fost în mod substanțial din dioxid de titan. Ca particule floconoase din alumină s-au utilizat aceleași particule ca cele din Exemplul 14.

**[0159]**(Exemplul de comparație 16)

În Exemplul de comparație 16 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că fiecare dintre particulele floconoase din alumină s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan; ca particule floconoase s-au utilizat particule floconoase de alumină având compoziția prezentată în Tabelul 6 și conținutul de sare neutră în amestecul de suspensie (suspensia care conține sare neutră), înainte de adăugarea la acesta a soluției apoase de tetraclorură de titan și sare neutră, s-a fixat la 4% în greutate. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidefie, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan. Ca particule floconoase din alumină s-au folosit aceleași particule ca cele din Exemplul 15.

**[0160]**(Exemplul de comparație 17)

În Exemplul de comparație 17 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că la suspensie nu s-a adăugat sare neutră și după ce fiecare dintre particulele floconoase din sticlă s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan hidratat, s-a adăugat, în continuare, soluție apoasă de sodă caustică astfel încât pH-ul suspensiei cu soluție apoasă de tetraclorură de titan și soluție apoasă de sodă caustică să fie 9,0. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidefie, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0161]**(Exemplul de comparație 18)

În Exemplul de comparație 18 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că după ce fiecare particulă floconoasă din sticlă s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan hidratat, s-a adăugat în continuare soluție apoasă

de sodă caustică astfel încât pH-ul suspensiei, care conține sare neutră și soluție apoasă de tetraclorură de titan și soluție apoasă de sodă caustică, să fie 9,0. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0162]**(Exemplul de comparație 19)

În procedeul de obținere a unui pigment strălucitor din Exemplul de comparație 19, s-a adăugat la suspensie o sare neutră și pH-ul suspensiei, înainte de adăugarea soluției apoase de clorură de metal (soluție apoasă de tetraclorură de titan) și pH-ul în timpul acoperirii fiecăreia dintre particulele floconoase din sticlă (particule floconoase) cu un strat de hidrat de oxid de metal (strat de dioxid de titan hidratat) care conține un hidrat al unui oxid de metal s-a menținut la 1,4. În continuare, după acoperirea fiecărei particule floconoase din sticlă cu stratul de dioxid de titan hidratat, s-a adăugat o soluție apoasă de sodă caustică astfel încât pH-ul suspensiei cu soluție apoasă de tetraclorură de titan și soluție apoasă de sodă caustică a devenit 9,0. Exceptând cele menționate anterior, s-a obținut un pigment strălucitor în Exemplul de comparație 19 în același mod ca în Exemplul 1. S-a obținut un pigment strălucitor cu nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal strat a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0163]**(Exemplul de comparație 20)

În Exemplul de comparație 20 S-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că pH-ul suspensiei care conține sare neutră, înaintea adăugării la aceasta a soluției apoase de clorură de metal (soluție apoasă de tetraclorură de titan), pH-ul în timpul acoperirii fiecărei particule floconoase din sticlă (particule floconoase) cu un strat de oxid de metal hidratat (strat de dioxid de titan hidratat) care conține un hidrat al unui oxid de metal și pH-ul suspensiei care conține sarea neutră, după reacția de neutralizare, s-a menținut la 0,7. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sidefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0164]**(Exemplul de comparație 21)

În Exemplul de comparație 21 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că pH-ul suspensiei care conține sarea neutră, înaintea adăugării soluției apoase de clorură de metal (soluție apoasă de tetraclorură de titan) și pH-ul în timpul acoperirii fiecărei particule floconoase din sticlă (particule floconoase) cu un strat de hidrat de oxid de metal (strat de dioxid de titan hidratat) care conține un hidrat al unui oxid de metal s-a menținut la 1,4. S-a obținut un pigment strălucitor cu o



nuanță roșu sedefie, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0165]** (Exemplul de comparație 22)

În Exemplul de comparație 22 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că fiecare dintre particulele floconoase din mică sintetică s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan; ca particule floconoase s-au utilizat particule floconoase din mică sintetică având compoziția (mică tetrasiliciu sodiu  $\text{NaMg}_{2,5}(\text{Si}_4\text{O}_{10})\text{F}_2$ ) prezentată în Tabelul 5 și la suspensie nu s-a adăugat o sare neutră. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță argintie sedefie, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan. Trebuie menționat că s-a utilizat, ca particule floconoase de mică sintetică, un produs accesibil comercial ("DP-DM" produs de Topy Industries Ltd.).

**[0166]** (Exemplul de comparație 23)

În Exemplul de comparație 23 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că fiecare dintre particulele floconoase din alumină s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan și s-au utilizat, ca particule floconoase, particule floconoase din alumină având compoziția prezentată în Tabelul 6 și la suspensie nu s-a adăugat o sare neutră. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sedefiu, în care stratul de oxid de metal a fost format, în mod substanțial, din dioxid de titan.

**[0167]** Particulele floconoase din alumină s-au obținut în felul următor.

**[0168]** Particulele floconoase din alumină s-au obținut în același mod ca în Exemplul 14, cu diferența că s-au utilizat 164,5 g sulfat de sodiu (anhidridă), 143,7 g sulfat de potasiu, 157,9 g carbonat de sodiu și 0 g soluție de sulfat de titanil.

**[0169]** (Exemplul de comparație 24)

În Exemplul de comparație 24 s-a obținut un pigment strălucitor în același mod ca în Exemplul 1 cu diferența că fiecare dintre particulele floconoase din alumină s-a acoperit cu un strat de dioxid de titan; ca particule floconoase s-au utilizat particule floconoase din alumină având compoziția prezentată în Tabelul 6 și la suspensie nu s-a adăugat o sare neutră. S-a obținut un pigment strălucitor cu o nuanță roșu sedefie, în care stratul de oxid de metal a fost format în mod substanțial din dioxid de titan.

**[0170]** Particulele floconoase din alumină s-au obținut în felul următor.

**[0171]** Particulele floconoase din alumină s-au obținut în același mod ca în Exemplul 14 cu diferența că s-a utilizat o cantitate de sulfat de sodiu (anhidru) de 43,5 g, o cantitate de sulfat de potasiu de 749g și o cantitate de carbonat de sodiu de 32,5 g.

**[0172]** Probele de pigmenți strălucitori din Exemplele 1 până la 15 și Exemplele de comparație 1 până la 24, obținuți așa cum s-a descris mai sus, s-au supus diferitelor evaluări prin următoarele metode. Se prezintă, în continuare, o metodă de determinare a distribuției mărimii particulelor și o metodă de determinare a distribuției grosimii particulelor floconoase. Tabelele 8 până la 10 prezintă rezultatele evaluării pigmentilor strălucitori din Exemplele 1 până la 15 și din Exemplele de comparație 1 până la 24.

**[0173]** <Metoda de determinare a distribuției mărimii particulelor>

În prezentul exemplu s-a utilizat un analizor laser pentru determinarea distribuției mărimii particulelor (denumire produs: "Microtrac HRA" fabricat de Nikkizo Co., Ltd.). Din rezultatele determinării, în distribuția mărimii particulei unui pigment strălucitor și a particulelor floconoase, s-a determinat ca diametru particulei (D50) diametrul particulei care corespunde diametrului particulei cumulativ pe un volum de 50% din partea cu diametru mic al particulei.

**[0174]** <Grosimea medie a particulelor floconoase>

În prezentul exemplu, pentru a obține grosimea medie s-a măsurat o grosime "d" (vezi FIG. 1), cu un microscop electronic de baleiaj (SEM), pentru oricare 100 particule floconoase.

**[0175]** <Conținutul de Na<sub>2</sub>O, Li<sub>2</sub>O și K<sub>2</sub>O>

(1) Na<sub>2</sub>O

0,1 g Particule floconoase sau pigment strălucitor s-au cântărit cu precizie și s-au dizolvat în 4 ml acid percloric (HClO<sub>4</sub>) și 7,5 ml acid fluorhidric. Apoi, amestecul rezultat s-a solidificat prin uscare și s-a dizolvat în 2 ml acid clorhidric (1+1) pentru a obține o soluție a probei dizolvate. În continuare, utilizând soluția probei dizolvate, s-a măsurat, cu un spectrofotometru cu flacăra, absorbanta sodiului la a lungime de undă de 589 nm. Cantitatea A(g) de oxid de sodiu din probă s-a calculat cu următoarea expresie.

$$A(g) = \text{valoarea măsurată (ppm)} \times 10^{-3} \times (100/1000)$$

$$\text{Na}_2\text{O} (\%) = (A/W) \times 100$$

W: Cantitatea colectată (g) de particule floconoase sau de pigment strălucitor

(2) Li<sub>2</sub>O

În ceea ce privește conținutul de Li<sub>2</sub>O, s-a obținut în același mod o soluție a probei dizolvate ca în cazul Na<sub>2</sub>O și, utilizând soluția probei dizolvate, s-a determinat,

cu spectrofotometru cu flacără, absorbanta litiului la o lungime de undă de 670,8 nm. Cantitatea B (g) de oxid de litiu din probă s-a calculat cu următoarea expresie.

$$B \text{ (g)} = \text{Valoarea măsurată (ppm)} \times 10^{-3} \times (100/1000)$$

$$\text{Li}_2\text{O}(\%) = (B/W) \times 100$$

W: Cantitatea colectată (g) de particule floconoase sau de pigment strălucitor

### (3) K<sub>2</sub>O

În ceea ce privește conținutul de K<sub>2</sub>O, s-a obținut o soluție a probei dizolvate în același mod ca în cazul Na<sub>2</sub>O și, utilizând soluția probei dizolvate, s-a determinat, cu un spectrofotometru cu flacără, absorbanta potasiului la o lungime de undă de 766,5 nm. Cantitatea C(g) de oxid de potasiu din probă s-a calculat cu următoarea expresie.

$$C \text{ (g)} = \text{Valoarea măsurată (ppm)} \times 10^{-3} \times (100/1000)$$

$$\text{K}_2\text{O}(\%) = (C/W) \times 100$$

W: Cantitatea colectată (g) de particule floconoase sau pigment strălucitor

### [0176] <Suprafața specifică a pigmentului strălucitor>

S-au cântărit cu precizie 0,5 până la 1 g pigment strălucitor și s-au introdus în celula de determinare și s-a determinat suprafața specifică utilizând "NOVA1000" fabricat de Yuasa Ionics, Inc.

### [0177] <Structura cristalină a dioxidului de titan de acoperire >

Structura cristalină a stratului de oxid de metal (strat de dioxid de titan) s-a identificat prin utilizarea metodei de difracție a razelor X pe pulbere (XRD). În mod concret, inițial, s-a obținut pulberea de pigment strălucitor cu un mojar până când nu s-a mai simțit a fi granular și apoi s-a efectuat determinarea în următoarele condiții de analiză. Spectrul de difracție a razelor X pe pulbere s-a analizat cu un soft de analiză totală a caracteristicilor de difracție a razelor X (JADE 6,0 fabricat de MDI, Inc.) și separarea picurilor s-a efectuat după procesarea fundalului. S-a identificat o fază cristalină din poziția 2θ a liniei de difracție detectată.

### [0178] (Condiții de analiză)

Dispozitiv de măsurare: dispozitiv de difracție a razelor X (SmartLab fabricat de Rigaku Corporation)

Condiții de măsurare: voltaj tub –45 kV, curent tub –200 mA (identificat în

această stare)

Metodă de măsurare: măsurat cu baleiaj interlocking 2θ/θ (sistem optic pentru pulbere Bragg-Brentano)

Interval de baleiaj 2θ: 20 până la 80°, unghi de eşantionare: 0,02°

Mod de baleiaj: continuu (Cont), timp de eşantionare: 1,0°/min

Fanta de incidență paralelă: Soller\_slit\_5,0deg, fanta limită longitudinală: 10 mm, Elementul optic de primire a luminii: deschis, fanta paralelă de primire a luminii: Soller\_slit\_5,0deg, Fanta de incidență: 2/3deg, fanta 1 de primire a luminii: 2,3deg, fanta 2 de primire a luminii: 0,300 mm.

Raza X a fost făcută monocromă prin utilizarea unui monocromator curbat din grafit pe partea de primire a luminii.

**[0179]** < Cantitatea de eluție alcalină a pigmentului strălucitor >

Inițial, s-au cântărit 7 g de pigment strălucitor și s-au adăugat la acesta 50 ml alcool etilic. Soluția astfel obținută s-a agitat bine și s-a îndepărtat din aceasta lichidul supernatant. Apoi, s-au adăugat la precipitat 50 ml alcool etilic. Soluția astfel obținută s-a agitat bine și din aceasta s-a îndepărtat lichidul supernatant. În continuare, precipitatul rezultat s-a uscat într-un uscător la 105°C, timp de 30 minute și s-a răcit la temperatura camerei într-un exicator. Într-un pahar de laborator de 200 ml, s-au cântărit cu precizie cinci grame din pigmentul strălucitor răcit și s-au adăugat 100 ml apă deionizată. Amestecul rezultat s-a încălzit timp de 1 oră, cu agitare intermitentă, pe o baie de apă și apoi s-a răcit la temperatura camerei. După răcire, amestecul s-a filtrat prin aspirație, folosind un filtru cu membrană (0,45 μm) și reziduul s-a spălat cu o cantitate redusă de apă deionizată. Filtratul rezultat și apa pură (soluția de curățare) utilizată pentru spălarea reziduului s-au păstrat. S-a adăugat un indicator mixt la filtrat și la soluția de curățare și amestecul s-a titrat cu o soluție etalon 0,1 M de acid sulfuric. Trebuie menționat că punctul final al titrării a fost timpul la care culoarea verde a lichidului a virat la culoarea slab magenta. Pentru corecție, s-a efectuat un test orb, prin aceeași metodă. Cantitatea eluției alcaline s-a calculat cu expresia descrisă în continuare. În testul orb, indicatorul mixt s-a adăugat la același cantitate de apă deionizată ca cea a soluției mixte de filtrat și soluție de curățare și apoi s-a titrat cu soluție etalon 0,1 M de acid sulfuric.

**[0180]** Cantitatea de eluție alcalină (ml) = (a-b) × f

a: Cantitatea consumată (ml) de soluție etalon de acid sulfuric 0,1 M necesară pentru titrarea cantitativă a unui metal alcalin din filtrat și din soluția de curățare

b: Cantitatea consumată (ml) de soluție etalon de acid sulfuric 0,1 M necesară pentru titrare în testul orb

f: Titrul acidului sulfuric 0,2 N

**[0181]**(Ajustarea și evaluarea soluției etalon de acid sulfuric 0,1 M)

Aproximativ 6 ml acid sulfuric s-au adăugat la 1 L de apă deionizată pentru a prepara o soluție etalon de acid sulfuric 0,1 M. Apoi, pentru a verifica dacă concentrația de acid sulfuric în soluția etalon de acid sulfuric s-a ajustat exact, s-a efectuat următorul test de evaluare.

**[0182]**S-a introdus într-un creuzet de platină un reactiv standard de carbonat de sodiu și s-a uscat la 500 până la 650°C, urmat de răcire la temperatura camerei într-un exicator. După răcire, s-au cântărit cu precizie 2 până la 3 g reactive carbonat de sodiu standard din creuzetul de platină și s-au dizolvat în apă deionizată cu obținerea a 250 ml soluție. Apoi, s-au preluat 25 ml soluție care s-au titrat cantitativ cu soluție etalon de acid sulfuric 0,1 M. Ca indicator s-a folosit albastru de bromfenol. În apropierea punctului final, soluția rezultată s-a încălzit la fierbere pentru a îndepărta bioxidul de carbon și titrarea s-a continuat după răcire. Soluția de albastru de bromfenol, ca indicator, s-a obținut prin dizolvarea a 0,1 g albastru de bromfenol în 20 ml alcool etilic (95%) și apă deionizată până la 100 ml soluție.

**[0183]**Indicatorul mixt s-a preparat prin procedeul următor.

**[0184]**Indicatorul mixt s-a preparat prin amestecarea unei soluții de verde de bromcrezol cu o soluție de roșu de metil în raport 1:1. Soluția de verde de bromcrezol s-a obținut prin dizolvarea a 0,05 g verde de bromcrezol în 20 ml alcool etilic (95%) și adăugarea, până la 100 ml, apă deionizată. Soluția de roșu de metil (100 ml) s-a obținut prin dizolvarea a 0,1 g roșu de metil în 90 ml alcool etilic (95%) și apă deionizată până la 100 ml soluție.

**[0185]**<Evaluarea cosmeticelor>

(Ruj lichid)

Rujul lichid s-a obținut prin utilizarea pigmentilor strălucitori din Exemplele 1 până la 15 și din Exemplele de comparație 1 până la 24.

**[0186]**Componentele (1) până la (10), prezentate în tabelul 7, s-au amestecat uniform, cu încălzire la 90°C, pentru a obține un amestec. S-a adăugat componenta (11) și s-a amestecat astfel încât să fie dispersată uniform în amestec. Apoi, pentru degazarea amestecului, amestecul cu componenta (11) adăugată s-a încălzit la 90°C. Amestecul rezultat și răcit s-a introdus într-un container cu aplicator pentru a obține

produsul (ruj lichid). Rujul lichid obținut s-a menținut, timp de 4 ore, într-o cameră cu iluminare de 150 până la 200 lux. După cele 4 ore, rujul lichid s-a evaluat pentru determinarea mirosului conform folosind următoarea metodă de evaluare și standard de evaluare. Tabelele 8 până la 10 prezintă rezultatele evaluării (evaluarea cosmeticelor).

[0187]

[Tabelul 7]

Componentă	Materie primă	Masa %
(1)	ester de acid gras cu dextrină *1	3
(2)	2-etilhexanoat de cetil	5
(3)	anhidridă silicică sililată *2	2
(4)	ulei parafinic	10
(5)	Polibutenă	50
(6)	triizostearat de digliceril	5
(7)	trioctonate de gliceril	10
(8)	absorber de ultraviolet (ester 2-etilhexilic al acidului p-metoxicinamic)	0,1
(9)	antioxidant (vitamina E naturală)	0,1
(10)	Malat de diizostearil	cantitate remanentă
(11)	Pigmenți strălucitori din Exemplele 1 până la 15, Exemplele de comparație 1 până la 24	1
	Total	100

\*1 Leopard KL (Chiba Flour Milling Co., Ltd.)

\*2 AEROSIL R972 (fabricat de Nippon Aerosil Co., Ltd.)

[0188] < Metoda de evaluare >

S-au solicitat zece experți pentru a mirosi rujul lichid și evaluarea s-a bazat pe următorul standard de evaluare.

[0189] < Standard de evaluare >

5: Nouă din cei zece experți au răspuns că nu a existat niciun miros.

4: Șapte până la opt din cei zece experți au răspuns că nu a existat niciun miros.

3: Patru până la șase din cei zece experți au răspuns că nu a existat niciun miros.

2: Doi până la trei din cei zece experți au răspuns că nu a existat niciun miros

1: Unul din cei zece experți au răspuns că nu a existat niciun miros.

[0190] După cum se vede din Tabelele 8 până la 10 și din "evaluarea suprafeței

specifice și a mirosului cosmeticelor” din FIG. 5, în orice ruj lichid care conține pigmenți strălucitori din Exemplele 1 până la 15, având o suprafața specifică de 5 m<sup>2</sup>/g sau mai mică, rezultatele evaluării au fost “5” sau “4” și cea mai mare parte a experților au răspuns că “nu a existat niciun miros”. În plus, toate rezultatele evaluării rujului lichid, care conține pigmenții strălucitori din Exemplele 1 până la 10 având o suprafață specifică de 3,5 m<sup>2</sup>/g sau mai mică, au fost “5”. Ca urmare, când suprafața specifică a fost de 3,5 m<sup>2</sup>/g sau mai mică, s-au obținut rezultate deosebit de satisfăcătoare în ceea ce privește suprimarea deteriorării mirosului.

**[0191]** <Evaluarea compoziției apoase de vopsea >

O vopsea metalică apoasă, care a fost un tip de compoziție apoasă de vopsea, s-a obținut prin utilizarea pigmentilor strălucitori din Exemplele 1 până la 15 și din Exemplele de comparație 1 până la 24.

**[0192]** (Pre-emulsie)

Inițial, s-au amestecat într-un balon următoarele componente. Amestecul s-a menținut la 85°C, timp de 2 ore și apoi s-a scăzut temperatura la 40 până la 60°C. În continuare, amestecul rezultat s-a adus la pH 8 până la 9 cu apă cu amoniac cu obținerea unei pre-emulsii cu un conținut în solide de 55% în greutate. pH-ul pre-emulsiei obținute a fost 8,3.

Apă deionizată	36,8 părți în greutate
Stiren	15 părți în greutate
Metacrilat de metil	41,3 părți în greutate
acrilat de n-butil	24 părți în greutate
acrilat de 2-etilhexil	15 părți în greutate
Diaceton acrilamidă	2 părți în greutate
diacrilat de 1,6-hexandiol	0,5 părți în greutate
acrilat de hidroxietil	2 părți în greutate
acid acrilic	0,2 părți în greutate
Newcol 707SF (fabricat de Nippon Nyukazai Co., Ltd.)	6,6 părți în greutate

Total: 143,4 părți în greutate

(Newcol 707SF este un agent tensioactiv anionic având o catenă de polioxi-etenă, componentă nevolatilă: 30%)

**[0193]** Într-un alt balon s-au introdus 28,5 părți în greutate apă deionizată și 0,1 părți în greutate Newcol 707SF. Interiorul balonului s-a umplut cu azot și s-a menținut la

85°C. În acest balon s-a adăugat 3% în greutate pre-emulsie, care s-a emulsionat și 25% în greutate soluție formată din 10,5 părți în greutate soluție A în care s-au dizolvat 0,5 părți în greutate persulfat de amoniu în 10 părți în greutate apă deionizată. La douăzeci de minute după adăugare, s-a picurat în amestecul rezultat, timp de 4 ore, pre-emulsia remanentă și soluția remanentă A cu obținerea unei soluții mixte B formată din pre-emulsie și soluție A.

**[0194]** (Prepararea vopselei metalice apoase)

În continuare, întreaga cantitate de soluție mixtă B s-a introdus într-un container și s-a amestecat cu adipat de dihidrazidă (agent de reticulare) astfel încât cantitatea molară de grupe hidrazidice a fost de 0,5 la 1 mol grupe carbonil din soluția mixtă B. Soluția s-a agitat și s-a amestecat și, în continuare, s-au adăugat la amestec 5 părți în greutate de pigment strălucitor din oricare dintre exemple sau din exemplele de comparație. Amestecul din container s-a adus la pH 7 până la 9 cu apă cu amoniac cu obținerea unei soluții apoase de vopsea metalică.

**[0195]** (Prepararea vopselei transparente de tip cu solvent organic)

S-a adăugat un diluant la 72 părți în greutate de rășină acrilică (denumire produs: "Acrylic A-345" fabricată de DIC Corporation) și 28 părți în greutate de rășină melaminică butilată (denumire produs: "Super Beckamine L-117-60" fabricată de DIC Corporation). Aceste componente s-au amestecat cu un agitator astfel încât vâscozitatea acestora a devenit 24 Pa·s "Cupa Ford Nr. 4/20°C" (fabricată de Yasuda Seiki Seisakusho, Ltd.), pentru a prepara o vopsea transparentă de tip cu solvent organic.

**[0196]** (Obținerea unei plăci acoperite pentru evaluare)

Ca placă acoperită supusă conversiei chimice a fosfatului de zinc, acoperirii prin electrodepunere cationică și acoperirii intermediare în mod succesiv, s-a folosit D-7 (culoare de acoperire intermediară: N=7,0) fabricată de Japan Root Service Co., Ltd. și vopseaua metalică apoasă menționată mai sus s-a pulverizat cu aer pe placa acoperită la o temperatură a cabinei de 20°C și umiditate 75% cu formarea unui film de acoperire reticulat având o grosime de aproximativ 20 μm. Placa acoperită s-a menținut la temperatura camerei, timp de 15 minute și apoi s-a pulverizat cu aer vopsea transparentă de tip cu solvent organic pe filmul de acoperire reticulat astfel încât grosimea după uscare a fost de 30 μm. Apoi, placa acoperită s-a lăsat să stea timp de 10 minute. Placa acoperită astfel obținută s-a copt la 140°C, timp de 30 minute, într-un uscător pentru a obține o placă acoperită pentru evaluare.



**[0197]** (Metoda testului de rezistență la apă)

Placa acoperită pentru evaluare s-a scufundat într-o baie de apă deionizată (40°C), timp de 10 zile.

**[0198]** (Evaluarea luciului)

la o oră după testul de rezistență la apă, placa acoperită s-a măsurat pentru determinarea luciului reflectant la 60° cu un aparat pentru măsurarea luciului (glosmetru) ("True Gloss GM-26PRO" fabricat de Murakami Color Research Laboratory Co., Ltd.) și retenția luciului s-a determinat prin următoarea expresie. Retenția luciului indică gradul în care luciul s-a menținut după test.

**[0199]** Retenție luci (%) =  $\left\{ \frac{\text{Luciu după testul de rezistență la apă}}{\text{Luciu înainte de testul de rezistență la apă}} \right\} \times 100$

**[0200]** După cum se vede din Tabelele 8 până la 10, retenția luciului pentru oricare dintre Exemplele 1 până la 15, în care conținutul de metal alcalin a fost mai mic de 4% în greutate, exprimat ca oxid de metal alcalin, a fost de 90% sau mai mare.

**[0201]** <Evaluarea compoziției de rășină >

Fiecare amestec de pigmenți strălucitori din Exemplele 1 până la 15 conform prezentei invenții și din Exemplele de comparație 1 până la 24 și o rășină policarbonat (Eupiron H-4000 fabricată de Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation) s-a supus formării de pelete prin extrudare în următoarele condiții și apoi s-a supus formării prin injecție.

**[0202]** Inițial, 6 g de pigment strălucitor și 294,0 g rășină policarbonat s-au pelletizat prin extrudare la o temperatură a cilindrului de 310°C și s-au supus formării prin injecție pentru a obține o placă (formarea rășinii policarbonat). Formarea rășinii policarbonat s-a evaluat din punct de vedere al decolorării cu un colorimetru. Tabelele 8 până la 10 prezintă rezultatele obținute (evaluarea colorării unei compoziții de rășină).

**[0203]** După cum este evident din Tabelele 8 până la 10, în cazul folosirii pigmentilor strălucitori din Exemplele 1 până la 15, în care conținutul de metal alcalin a fost mai mic de 4% în greutate, exprimat ca oxid de metal alcalin, la formarea rășinii policarbonat, îngălbenirea s-a suprimat, valoarea nuanței b\* a fost mică și a fost apropiată de cea (b\* = 1,0) a unui produs format prin utilizarea unei rășini care nu conține un pigment strălucitor și decolorarea a fost suprimată.

**[0204]** FIG. 6 prezintă relația dintre conținutul de metal alcalin și suprafața specifică pentru fiecare pigment strălucitor descris în Tabelele 8 până la 10. În pigmentul strălucitor din fiecare exemplu, conținutul de metal alcalin a fost mai mic de

4% în greutate, exprimat ca oxid de metal alcalin; totuși, fiecare dintre particulele floconoase a fost acoperită cu un strat de dioxid de titan având o suprafață specifică mică, adică, suprafața specifică a pigmentului strălucitor a fost mică.

**[0205]** În continuare, FIG. 7 prezintă relația dintre conținutul de sare neutră și suprafața specifică într-un amestec de suspensie (suspensie care conține sare neutră) și sare neutră. Se înțelege din FIG. 7 că, în pigmentul strălucitor din fiecare exemplu, fiecare dintre particulele floconoase a fost acoperită cu un strat de dioxid de titan având o suprafață specifică mică și suprafața specifică a pigmentului strălucitor a fost mică când concentrația de sare neutră din suspensia care conține sare neutră a fost de 5% în greutate sau mai mare.

**[0206]** În continuare, FIG. 8 prezintă relația dintre conținutul de sare neutră și cromaticitatea pigmentului strălucitor dintr-un amestec de suspensie (suspensie care conține sare neutră) și sare neutră. Se înțelege din FIG. 8 că atunci când conținutul de sare neutră din suspensia care conține sare neutră este de 5% în greutate sau mai mare, se obține un pigment strălucitor cu cromaticitate ridicată.

**[0207]** <Evaluarea cromaticității>

Cromaticitatea s-a evaluat după cum urmează. Inițial, s-a adăugat un pigment strălucitor la o vopsea de rășină acrilică (denumire produs: "Acrylic Auto Clear Super" fabricat de Nippon Paint Co., Ltd., conținut în solide: aproximativ 30% în greutate) și s-a amestecat bine prin agitare. Apoi, amestecul s-a aplicat, cu un aplicator având un rost de 9 mils (9/1000 inch), pe o hârtie de măsurare cu raport de contrast și s-a uscat. Placa acoperită astfel obținută s-a măsurat pentru determinarea valorilor nuanțelor a\* și b\* cu un cromometru ("CR400" fabricat de Konica Minolta Inc.) și C\* s-a determinat cu următoarea expresie. Trebuie menționat că pigmentul strălucitor s-a adăugat astfel încât conținut acestuia să fie de 10% în greutate în amestecul de vopsea de rășină acrilică și pigment strălucitor. Deoarece valoarea b\* este mai mică, îngălbenirea este suprimată mai mult și se păstrează culoarea inițială a rășinii acrilice. Deoarece valoarea C\* este mai mare, cromaticitatea este mai mare.

$$C = \{(a^*)^2 + (b^*)^2\}^{1/2}$$

**[0208]**

[Tabelul 8]

Tip particule floconose	Ex.1	Ex.2	Ex.3	Ex.4	Ex.5	Ex.6	Ex.7	Ex.8	Ex.9	Ex.10	Ex.11	Ex.12	Ex.13	Ex.14	Ex.15
	sticlă	sticlă	sticlă	sticlă	sticlă	sticlă	sticlă	sticlă	sticlă	sticlă	sticlă	sticlă	mică sint.	alumi nă	alumi nă
Diametrul particulei floconose ( $\mu\text{m}$ )	84,5	84,3	84,9	85,1	85,1	85,1	85,1	84,7	84,7	107,8	20,6	20,9	20,3	20,6	20,4
Grosimea medie a particulei floconose ( $\mu\text{m}$ )	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	5,0	0,4	0,4	0,4	0,3	0,3
Conținutul de oxid de metal alcalin al particulelor floconose (% în greutate)	1,0	0,8	3,9	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	3,9	3,9	0,1	3,8
Conținutul de $\text{Na}_2\text{O}$ al part. floconose (% în greutate)	0,4	0,0	2,9	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	2,9	0,9	0,1	2,8
Conținutul de sare neutră în suspensia care conține sare neutră (%)	10	10	10	5	6	7	15	10	10	10	5	5	5	5	5
pH-ul suspensiei care conține sare neutră, înainte de adăugarea soluției apoase de clorură de metal	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	0,9	1,2	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
pH-ul suspensiei care conține sare neutră în timpul reacției de neutralizare	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	0,9	1,2	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
pH-ul suspensiei care conține sare neutră după reacția de	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	0,9	1,2	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

neutralizare																					
Injectia de metal alcalin în stratul de oxid de metal	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu
Conținutul de oxid de metal alcalin al pigmentului strălucitor (% în greutate)	0,8	0,6	3,1	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Conținutul de $\text{Na}_2\text{O}$ al pigmentului strălucitor (% în greutate)	0,3	0,0	2,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Conținutul de oxid de metal alcalin al stratului de oxid de metal (% în greutate)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Tipul de oxid de metal	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$
Tipul cristalinului de $\text{TiO}_2$	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil
Diametrul particulei pigmentului strălucitor D50 ( $\mu\text{m}$ )	85,3	84,9	85,5	85,2	85,3	85,3	85,2	85,3	85,1	107,8	21,1	21,6	20,9	21,3	20,1						
Suprafața specifică a pigmentului ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	2,1	2,8	1,9	2,8	2,2	2,0	1,7	1,8	1,9	1,2	4,7	4,5	4,1	4,5	4,0						
Conținutul de eluție alcalină a pigmentului strălucitor (ml/g)	0,20	0,17	0,30	0,19	0,20	0,20	0,20	0,20	0,21	0,28	0,22	0,30	0,29	0,25	0,30						
Evaluarea colorației C*	30,2	29,7	31,0	29,1	30,5	30,6	30,9	30,5	30,3	31,2	29,0	31,0	30,9	29,2	30,4						
Evaluarea funcționării în cosmetice	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	4	4	4	4	4						
Evaluarea compoziției apoase de vopsea (retenție luciu %)	96	96	90	94	94	96	96	96	95	96	96	90	91	95	90						

Evaluarea colorației compoziției de rășină (îngălbenire b*)	1,3	1,2	2,3	1,3	1,3	1,3	1,3	14	12	13	22	14	27	25	12	28
---	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	----	----	----	----	----	----	----	----	----

[02091]

[Tabelul 9]

Exemple de comparație

Tip particule floconose	Ex. comp. 1	Ex. comp. 2	Ex. mp. 3	Ex. comp. 4	Ex. Comp. 5	Ex. comp. 6	Ex. comp. 7	Ex. comp. 8	Ex. comp. 9	Ex. comp. 10	Ex. comp. 11	Ex. comp. 12	Ex. comp. 13
Diametrul particulei floconose D50 (µm)	84,5	84,3	84,9	85,1	85,1	85,1	85,1	84,7	84,7	85,1	85,1	84,7	84,7
Grosimea medie a particulei floconose (µm)	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3
Conținutul de oxid de metal alcalin a particulelor floconose (% în greutate)	1,0	3,9	5,4	7,0	10,8	12,0	11,7	14,3	5,4	7,0	11,7	1,0	1,0
Conținutul de Na <sub>2</sub> O a part. floconose (% în greutate)	0,4	2,9	4,5	5,9	9,7	10,0	10,3	13,6	4,5	5,9	10,3	0,4	0,4
Conținutul de sare neutră în suspensia care conține sare neutră (%)	0	0	0	0	0	0	0	0	10	10	10	3	4
pH-ul suspensiei care conține sare neutră sau a suspensiei lichide înainte de adăugarea	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

soluției apoase de clorură de metal																				
pH-ul suspensiei care conține sarea neutră în timpul reacției de neutralizare	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
pH-ul suspensiei care conține sarea neutră după reacția de neutralizare	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Injecția de metal alcalin în stratul de oxid de metal	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu
Conținut de oxid de metal alcalin al pigmentului strălucitor (% în greutate)	0,8	3,1	4,3	5,6	8,6	9,6	9,4	11,4	4,3	5,6	9,4	0,8	0,8							
Conținut de Na <sub>2</sub> O al pigmentului strălucitor (% în greutate)	0,3	2,3	3,6	4,7	7,8	8,0	8,2	10,9	3,6	4,7	8,2	0,3	0,3							
Conținut de oxid de metal alcalin al stratului de oxid de metal (% în greutate)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0							
Tipul de oxid de metal	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>							
Tipul cristalului de TiO <sub>2</sub>	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil							
Diametrul particulei pigmentului strălucitor D50 (μm)	85,3	85,3	85,3	85,3	85,3	85,8	85,4	84,7	84,9	85,4	85,1	85,3	85,3							
Suprafața specifică a pigmentului (m <sup>2</sup> /g)	8,8	6,8	4,6	3,9	2,5	2,0	1,9	1,8	1,9	1,8	1,7	5,9	5,3							

Canitatea de eluție alcalină a pigmentului strălucitor (ml/g)	0,20	0,30	0,53	0,62	0,68	0,77	0,72	1,33	0,37	0,45	0,68	0,21	0,21
Evaluarea colorației C*	23,6	24,8	25,9	27,5	29,4	32,2	32,4	31,6	30,9	30,9	31,0	27,5	28,0
Evaluarea funcționării în cosmetice	2	2	4	4	5	5	5	5	5	5	5	2	3
Evaluarea compoziției apoase de vopsea (retenție luciu %)	95	90	88	86	85	83	84	82	88	86	85	94	94
Evaluarea colorației compoziției de rășină (îngălbenire b*)	1,4	2,7	6,5	6,1	8,1	8,1	8,4	9,5	6,5	6,1	8,1	1,5	1,5

[0210]

Tabelul 10

Tip particule floconoase	Ex. comp. 14	Ex. comp. 15	Ex. comp. 16	Ex. comp. 17	Ex. comp. 18	Ex. comp. 19	Ex. comp. 20	Ex. comp. 21	Ex. comp. 22	Ex. comp. 23	Ex. comp. 24
Diametrul particulei floconoase D50 (µm)	20,3	20,6	20,4	84,9	85,1	85,1	85,1	85,1	20,2	20,1	20,3
Grosimea medie a particulei floconoase (µm)	0,4	0,3	0,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	0,4	0,3	0,3
Conținutul de oxid de metal alcalin al particulelor floconoase (% în greutate)	3,9	0,1	3,8	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	4,7	6,2	18,7
Conținutul de Na <sub>2</sub> O a part. floconoase (% în greutate)	0,9	0,1	2,8	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	4,7	4,6	1,3

Conținutul de sare neutră în suspensia care conține sarea neutră (%)	4	4	4	0	10	0	10	0	10	0	10	0	10	0	10	0	10	0	10
pH-ul suspensiei care conține sarea neutră sau a suspensiei lichide înainte de adăugarea soluției apoase de clorură de metal	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,4	0,7	1,4	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
pH-ul suspensiei care conține sarea neutră în timpul reacției de neutralizare	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,4	0,7	1,4	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
pH-ul suspensiei care conține sarea neutră după reacția de neutralizare	1,0	1,0	1,0	9,0	9,0	9,0	0,7	1,4	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Injecția de metal alcalin în stratul de oxid de metal	Nu	Nu	Nu	Da	Da	Da	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu	Nu
Conținutul de oxid de metal alcalin al pigmentului strălucitor (% în greutate)	2,7	0,1	2,7	5,3	5,3	5,5	0,8	0,8	4,1	4,3	4,1	4,3	4,3	13,1					
Conținutul de Na <sub>2</sub> O al pigmentului strălucitor (% în greutate)	0,6	0,1	2,0	4,3	4,3	4,5	0,3	0,3	4,1	3,2	0,9								
Conținutul de oxid de metal alcalin al stratului de oxid de metal (% în greutate)	0,0	0,0	0,0	3,9	3,9	4,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Tipul de oxid de metal	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>



Tipul cristalinului de TiO <sub>2</sub>	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Rutil	Anatas	Rutil	Anatas	Rutil	Rutil	Rutil
Diametrul particulei pigmentului strălucitor D50 (µm)	20,9	21,3	21,1	84,9	85,2	85,1	85,1	85,1	85,4	20,9	20,7	21,2
Suprafața specifică a pigmentului (m <sup>2</sup> /g)	5,6	6,3	5,3	5,2	1,6	5,6	1,9	2,0	1,9	1,9	1,9	2,0
Cantitatea de eluție alcalină a pigmentului strălucitor (ml/g)	0,23	0,15	0,30	0,53	0,53	0,54	0,21	0,21	4,58	5,39	7,83	
Evaluarea colorației C*	27,3	25,1	27,9	27,5	31,1	19,3	20,8	17,9	32,4	32,3	31,0	
Evaluarea funcției în cosmetice	3	2	3	2	5	2	5	2	5	5	5	5
Evaluarea compoziției apoase de vopsea (retenție luciu %)	91	95	90	89	88	86	94	94	78	75	72	
Evaluarea colorației compoziției de rășină (îngălbenire b*)	2,5	1,2	2,8	5,3	5,3	5,5	1,3	1,3	6,2	6,9	10,3	

## APLICABILITATEA INDUSTRIALĂ

**[0211]** Pigmentul strălucitor conform prezentei invenții are eluție mai mică a unui metal alcalin, o excelentă proprietate de dezvoltare a culorii cauzată de interferență și suprimă activitatea optică. Ca urmare, pigmentul strălucitor conform prezentei invenții poate fi utilizat pentru diferite aplicații, cum ar fi cosmetice, o compoziție apoasă de vopsea și o compoziție de rășină și poate fi utilizat, de preferință, ca orice material pentru cosmetice care conțin uleiuri și grăsimi (în special, un compus hidrocarbonat), într-o compoziție apoasă de vopsea care conține un monomer nesaturat, polimerizabil, având o grupă carbonil și într-o compoziție de rășină care conține policarbonat.

Invenția poate fi realizată și în alte moduri, fără depărtarea de spiritul sau caracteristicile esențiale ale acesteia. Realizările dezvoltate în prezenta cerere trebuie considerate, din toate privințele, ca ilustrative și nu limitative. Sfera prezentei invenții este indicată de revendicările anexate, mai degrabă decât de descrierea anterioară și toate modificările care au semnificația și domeniul de echivalență a revendicărilor sunt incluse în aceasta.

## REVENDICĂRI

1. Pigment strălucitor care cuprinde:  
o particulă floconoasă; și  
un strat de oxid de metal care acoperă particula floconoasă și care conține un oxid de metal drept componentă principală,  
în care oxidul de metal este cel puțin unul ales dintre dioxid de titan și oxid de titan redus sau este cel puțin unul ales dintre oxid de fier și oxid de fier redus,  
un conținut de metal alcalin conținut în pigmentul strălucitor mai mic de 4% în greutate, exprimat ca oxid de metal, și  
stratul de oxid de metal nu conține un metal alcalin.
2. Pigment strălucitor conform revendicării 1, în care conținutul de metal alcalin conținut în particula floconoasă este mai mic de 4% în greutate, exprimat ca oxid de metal.
3. Pigment strălucitor conform revendicării 1 sau 2, în care metalul alcalin este cel puțin unul ales din grupul format din Na, K și Li.
4. Pigment strălucitor conform revendicării 3, în care conținutul de Na conținut în pigmentul strălucitor este mai mic de 3% în greutate, exprimat ca  $\text{Na}_2\text{O}$ .
5. Pigment strălucitor conform cu oricare dintre revendicările 1 până la 4, în care stratul de oxid de metal include dioxid de titan rutil.
6. Pigment strălucitor conform cu oricare dintre revendicările 1 până la 5, în care materialul pentru particula floconoasă este cel puțin unul ales din grupul format din sticlă, alumină și mică sintetică.
7. Pigment strălucitor conform cu oricare dintre revendicările 1 până la 6, în care în distribuția mărimii particulelor pigmentului strălucitor, diametrul particulei (D50) corespunzător diametrului particulei cumulat pe 50% volum din partea diametrului mic al particulelor este de 10 până la 2.000  $\mu\text{m}$ .

**8.** Cosmetice care cuprind pigmentul strălucitor conform cu oricare dintre revendicările 1 până la 7.

**9.** Compoziție apoasă de vopsea care cuprinde pigmentul strălucitor conform cu oricare dintre revendicările 1 până la 7.

**10.** Compoziție de rășină care cuprinde pigmentul strălucitor conform cu oricare dintre revendicările 1 până la 7.

Desene

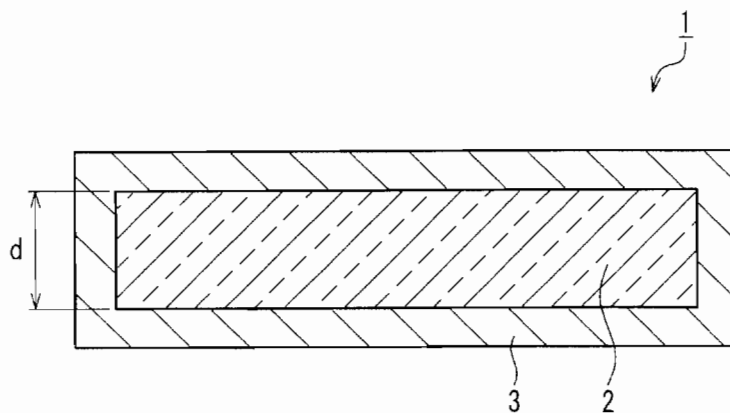


FIG. 1

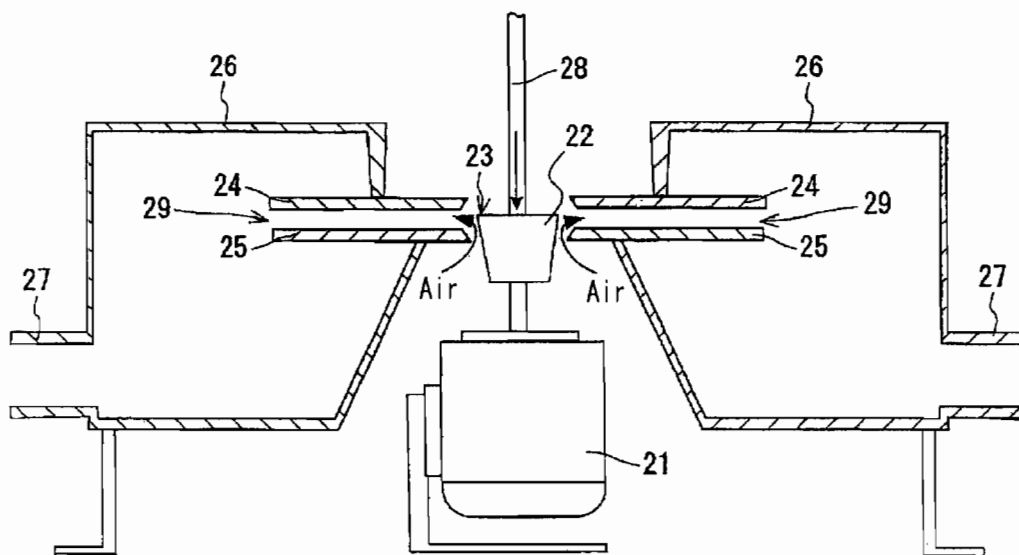


FIG. 2

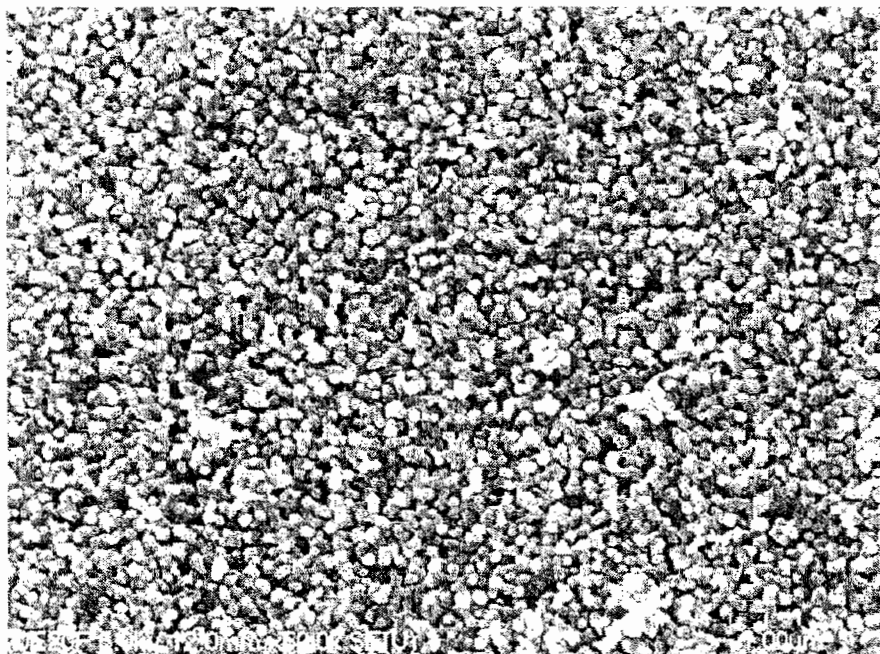


FIG. 3

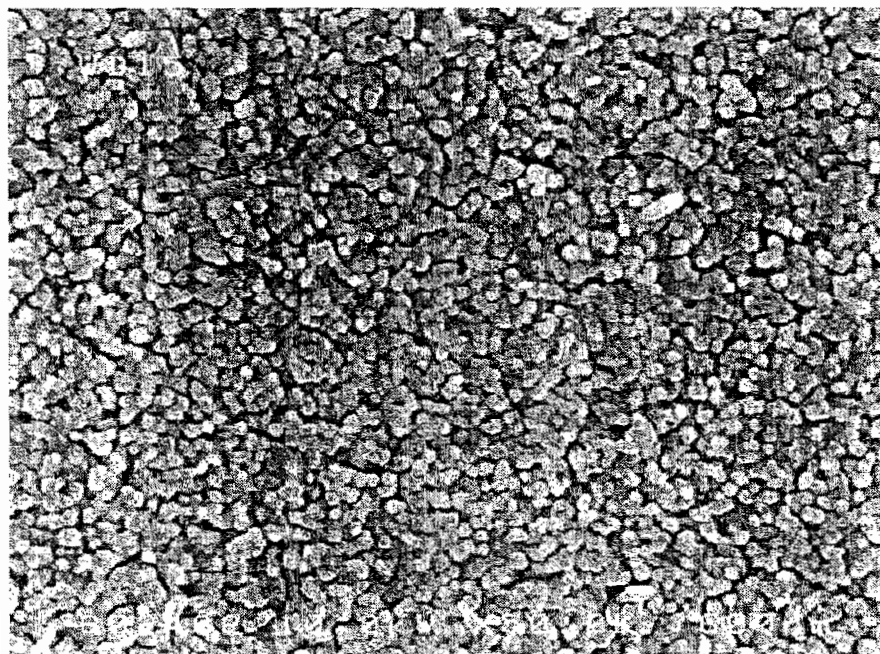


FIG. 4

Evaluarea suprafeței specifice și a mirosului cosmeticelor

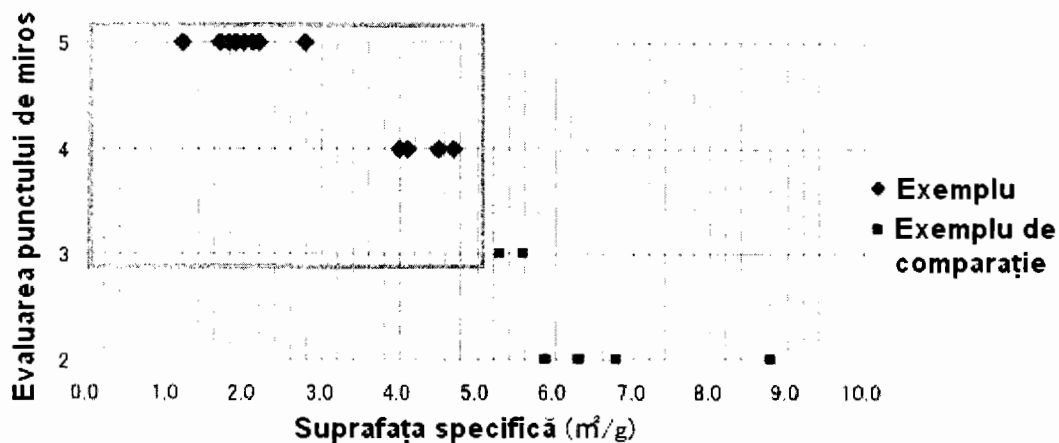


FIG. 5

Relația dintre conținutul de metal alcalin și suprafața specifică

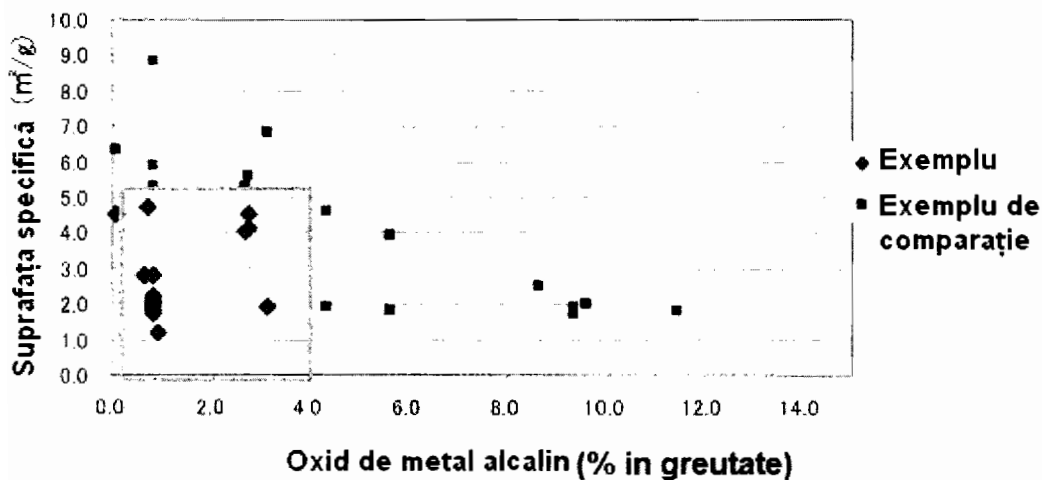


FIG. 6

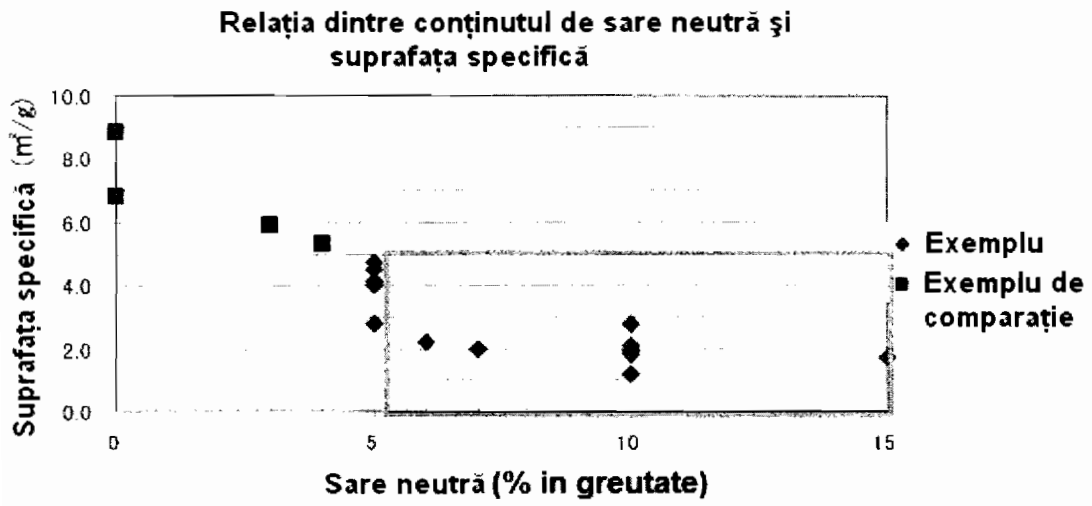


FIG. 7

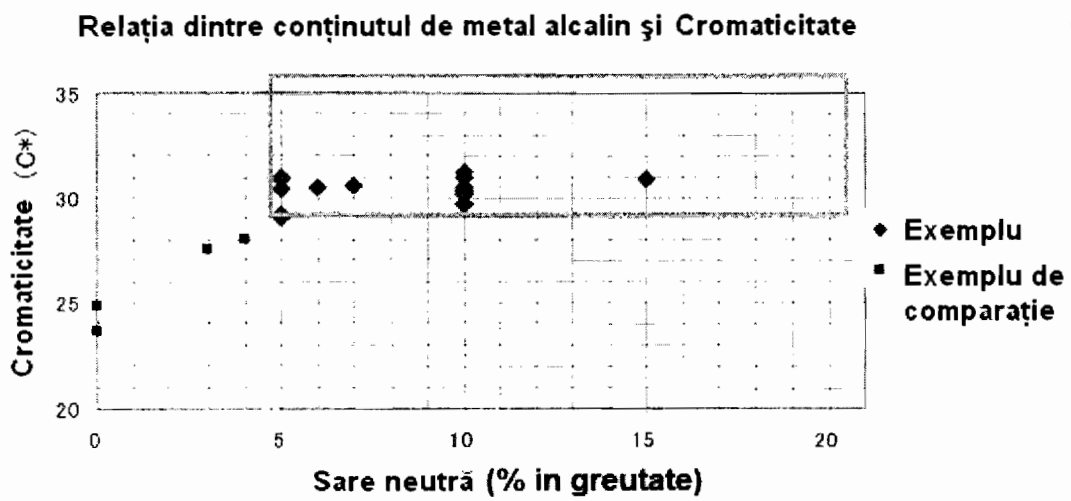


FIG. 8