C09C 1/00 (2006.01)

C09C 1/02 (2006.01) *C09C 1/04* (2006.01)

C09C 1/30 (2006.01)

C09C 1/36 (2006.01)

C09C 1/40 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014146526, 19.11.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента: 19.11.2014

Дата регистрации: 22.05.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 19.11.2014

(43) Дата публикации заявки: 10.06.2016 Бюл. № 16

(45) Опубликовано: 22.05.2017 Бюл. № 15

Адрес для переписки:

634019, г. Томск, пер. Дербышевский, 5, кв. 2, Михайлову М.М.

(72) Автор(ы):

Михайлов Михаил Михайлович (RU)

(73) Патентообладатель(и): Михайлов Михаил Михайлович (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2527262 C2, 27.08.2014. SU 1407941 A1, 07.07.1988. US 7264672 B1, 04.09.2007. US 3981737 A1, 21.09.1976. CN 103113762 A, 22.05.2013. JP 2008069193 A, 27.03.2008.

0

S

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СВЕТОСТОЙКИХ ПИГМЕНТОВ

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано в лакокрасочной и химической промышленности, в строительстве, в космической технике. Светостойкие пигменты получают путем смешивания одного из порошков ZnO, TiO_2 , SiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 , $MgAl_2O_4$, Zn_2TiO_4 , $BaTiO_3$ с оксидантами с добавлением дистиллированной воды. Проводят диспергирование в шаровых мельницах или магнитных мешалках до получения однородной пастообразной массы. Затем осуществляют выпаривание не более 6 ч при

температуре не более 250°С, перетирание и прогрев не более 4 ч при температуре менее 1000°С. Оксиданты добавляют в смесь в количестве не более 30 мас.%. В качестве оксидантов используют пероксид натрия, или пероксоборат натрия, или пероксоборат калия. Изобретение позволяет повысить светостойкость пигментов, устранить многостадийность и использование сложного и дорогостоящего оборудования, уменьшить время и температуру проведения операций. 1 табл., 6 пр.

0054 C

6 2

—



FEDERAL SERVICE FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **PII** (11)

2 620 054⁽¹³⁾ **C2**

(51) Int. Cl.

C09C 3/06 (2006.01)

C09C 1/00 (2006.01)

C09C 1/02 (2006.01)

C09C 1/04 (2006.01)

C09C 1/30 (2006.01) *C09C 1/36* (2006.01)

C09C 1/40 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2014146526, 19.11.2014

(24) Effective date for property rights:

19.11.2014

Registration date:

22.05.2017

Priority:

(22) Date of filing: 19.11.2014

(43) Application published: 10.06.2016 Bull. № 16

(45) Date of publication: 22.05.2017 Bull. № 15

Mail address:

634019, g. Tomsk, per. Derbyshevskij, 5, kv. 2, Mikhajlovu M.M.

(72) Inventor(s):

Mikhajlov Mikhail Mikhajlovich (RU)

(73) Proprietor(s):

Mikhajlov Mikhail Mikhajlovich (RU)

(54) METHOD OF PRODUCING LIGHT-FAST PIGMENTS

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention can be used in paint and chemical industry, in construction, in space engineering. Lightfast pigments are obtained by mixing of one of powders ZnO, TiO₂, SiO₂, ZrO₂, Al₂O₃, MgAl₂O₄, Zn₂TiO₄, BaTiO₃ with oxidants with addition of distilled water. Method comprises dispersion in ball mills or magnetic mixers to obtain a homogeneous paste. Then, evaporation for not more than 6 hours at temperature not higher than 250 °C, rubbing and

heating for not more than 4 hours at temperature lower than 1,000 °C. Oxidants are added to mixture in amount of not more than 30 wt%. Oxiodants used are sodium peroxide or peroxy sodium borate or peroxy potassium borate.

N

0

S

EFFECT: invention increases light fastness of pigments, avoids multiple steps and use of complex and expensive equipment, reduces time and temperature of operations.

1 cl, 1 tbl, 6 ex

A

262005

Увеличение светостойкости пигментов для эмалей и красок является насущной проблемой лакокрасочной и химической промышленности и строительной индустрии. Ее решение позволит продлить сроки эксплуатации изделий, на которые нанесены такие краски и эмали, а также улучшить их качество и потребительские свойства.

Существуют различные способы увеличения светостойкости пигментов, основанные на различных физических явлениях и процессах. К таким способам относится модифицирование пигментов различными добавками, которые или поглощают часть падающей световой энергии, или образуют мономолекулярные слои вокруг зерен пигментов, предотвращающие разделение первичных продуктов фотолиза, или выступают в роли центров релаксации первичных дефектов.

Способ №1. Известен способ повышения стойкости к облучению пигментного диоксида циркония путем модифицирования силикатом стронция при следующем соотношении компонентов, масс. %: силикат стронция 0,1-10, диоксид циркония 90,0-99,9 [Пигмент на основе двуокиси циркония. Авторское свидетельство СССР №1068449 от 22.09.1983, SU 1068449 по заявке №3418755, 07.01.1983]. При содержании силиката стронция менее 0,1% эффект увеличения стойкости недостаточен с практической точки зрения, а при содержании SrSiO₃ более 10% снижается эффект увеличения стойкости, а также может иметь место коагуляция лака - связующего при приготовлении терморегулирующих покрытий. Недостатком данного способа является не высокая эффективность в отношении увеличения стойкости к действию излучений.

Способ №2. Известен способ повышения стойкости к действию излучений пигмента диоксида циркония, заключающийся в модифицировании микродобавкой стронция [Способ получения стабилизированной двуокиси циркония. АС. СССР №5222138 // Б.Н. 1976, №3, с. 66]. Роль микродобавки сводится к захвату и аннигиляции первичных продуктов разложения пигмента при действии излучений. Однако она не достаточно эффективна.

Способ №3. Известен способ повышения светостойкости пигмента ZrO_2 , заключающийся в выборе более эффективной по сравнению с выше приведенным примером микродобавкой $SrSiO_3$, которая при высокотемпературном прогреве взаимодействует с диоксидом циркония с образованием цирконата стронция по реакции

$$ZrO_2 + SrSiO_3 \rightarrow SrZrO_3 + SiO_2$$
 (1)

30

40

Такая реакция обеспечивает лучший контакт между поверхностью зерен и гранул ZrO_2 и диоксидом кремния. Но диоксид кремния в этом случае не играет роли защитного слоя [Известия АН СССР Неорганические материалы, 1988, т. 24, №6, с. 960-963]. Недостатком данного способа является то, что цирконат стронция в этом случае является дефектом по отношению к основному пигменту и при облучении могут образовываться катионы стронция, являющиеся дефектами и центрами поглощения в решетке ZrO_2 .

Способ №4. Известен способ повышения светостойкости пигмента ZrO_2 , заключающийся в выборе модификатора на основании измерений диэлектрической проницаемости соединений, в качестве которых могут выступать порошки Al_2O_3 , SrO, MgO, SiO_2 , $SrNO_3$ [Способ выбора модификатора для пигментов светоотражающих покрытий. Патент РФ №2160295 от 107.11.2000 по заявке №98114045 от 10.07.1998. RU 2160295]. Этот способ расширяет возможности способа №3, так как позволяет обоснованно выбрать тип модификатора, но основной недостаток при этом не устраняется.

Способ №5. Известен способ повышения стойкости к действию излучений

пигментного диоксида циркония путем модифицирования диоксидом кремния со средним размером гранул 5-110 мкм при следующем соотношении компонентов, масс. %: диоксид кремния 1-7, диоксид циркония 93-99 [Пигмент для светоотражающих покрытий. Патент РФ №2144932 от 27.01.2000, RU 2144932 по заявке №98110024 от 27.05.2008]. Эффект повышения стойкости к действию излучений обусловлен тем, что на поверхности зерен и гранул ZrO_2 образуется защитная аморфная пленка SiO_2 + nH_2O за счет разложения тетрахлорида кремния

$$SiCl4+(n+2)H2O \rightarrow SiO2nH2O+4HCl$$
 (2)

Недостатками данного способа является сложности его осуществления и получения пленок с высокой сплошностью.

Способ №6. Такой же эффект достигается путем нанесения на поверхность зерен и гранул ZrO₂ методом мономолекулярного наслаивания монослоя SiO₂ в реакции разложении SiCl₄ [Известия АН СССР Неорганические материалы, 1990, т. 26, №9, с. 1889-1892].

Недостатком данного способа являются технологические сложности его осуществления, поскольку получение частиц SiO_2 осуществляется в две стадии: разложение тетрахлорида кремния по реакции (2); дегидратация полученного диоксида кремния путем прогрева при температуре 670° С по реакции:

$$SiO_2nH_2O \xrightarrow{\tau} SiO_2 + nH_2O\uparrow$$
 (3)

20

Кроме того, при наращивании нескольких слоев нарушается сплошность пленки во время дегидратации по реакции (3), что понижает радиационную стойкость пигмента.

Способ №7. Известен способ повышения светостойкости частиц диоксида титана путем нанесения на них частиц диоксида циркония гидролизом на поверхности полиэстерной пленки [Titanium dioxide pigment for poyester film filling and film blended therewith (11-Aug-1998), Publication Number: JP 10-212423 A, Publish Date: 11-Aug-1998, Application Number: JP 09-29750, Japanese Application Publication Inventors: YAMAMOTO KENJI. Applicants: TEIKA CORP. International: C09C 1/36; C08J 5/18; C08K 3/20; C08K 9/02; C08L 67/03. Priority: JP (1997)-29750 A 28-Jan-1997.]. В этом способе для получения модифицированного пигмента используется полимерная пленка в качестве центров адсорбции, позволяющая без нагрева осуществлять осаждение частиц диоксида циркония на поверхности диоксида титана. Принцип повышения светостойкости заключается в том, что частицы диоксида циркония, поглощают часть квантов света и тем самым защищают частицы диоксида титана, т.е. они частично экранируют их от излучения.

Способ №8. Известен способ повышения светостойкости пигментов диоксида титана, заключающийся в его прогрева в кислороде [Михайлов М.М. О возможности повышения фото- и радиационной стойкости порошков TiO_2 (рутил) прогревом в кислороде // РАН. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2007, №35, с. 102-106]. Для его осуществления образцы пигмента TiO_2 квалификации Р 02 помещали

в вакуумную установку, которую откачивали до не более 10^{-4} Па, напускали кислород до давления 0,2-760 мм рт. ст и прогревали при температуре 110-150°C, в течение 17-120 мин. Стойкость к облучению определяли по изменению спектров диффузного отражения и интегрального коэффициента поглощения солнечного излучения до и

после облучения. Недостатком данного способа является большие трудовые и энергетические затраты, связанные с необходимостью получения высокого вакуума, напуска кислорода и прогрева порошков в его атмосфере. При этом эффективность

способа не очень высокая.

10

Способ №9. Другим подобным способом повышения светостойкости пигмента TiO₂, является его обработка ультрафиолетом в кислороде [Михайлов М.М. О возможности повышения фото- и радиационной стойкости порошков TiO₂. Обработка ультрафиолетом в кислороде // РАН. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2007, №8, с. 82-88.]. Эффект уменьшение концентрации анионных вакансий и повышения светостойкости в обработанных порошках может проявляться за счет диссоциация кислорода по реакции

$$O_2 + hv (E \ge 5,089B) \to O + O,$$
 (4)

сорбции атомарного кислороде на поверхности пигмента, его диффузии в поверхностные слои зерен и взаимодействии с анионными вакансиями. Этот кислород служит поставщиком кислорода взамен уходящего при облучении, он будет замещать вновь образованные вакансии при облучении пигмента.

Данный способ является эффективным, но обладает существенным недостатком, связанным с необходимостью размещения порошков в вакуумной камере, в которой после получения вакуума следует создать атмосферу кислорода напуском через специальное устройство - натекатель и в ней облучать порошки ультрафиолетом. Материальные и энергетические затраты для реализации данного способа заключаются в необходимости приобретения и эксплуатации высоковакуумной система и источника ультрафиолетового излучения.

Способ №10. Указанные в способе №9 недостатки частично устраняются в способе повышения светостойкости порошков TiO_2 , основанном на обработке ультрафиолетом на воздухе [Михайлов М.М. О возможности повышения радиационной стойкости порошков TiO_2 при обработке УФ-облучением на воздухе // РАН. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2007, №10, с. 68-72]. Экспериментальное оборудование в этом способе значительно упрощается, так как не требуется вакуумной камеры, необходим только источник ультрафиолетового излучения для насыщения порошков диоксида титана кислородом. Но и эффективность обработки существенно снижается по сравнению со способом №8.

Помимо указанных способов повышения фото- и радиационной стойкости путем насыщения решетки пигментов кислородом, к настоящему времени разработаны способы, основанные на создании на поверхности зерен и гранул слоев других соединений, выполняющих роль центров релаксации первичных продуктов фотолиза и радиолиза и поглощающих часть энергии излучений, падающих на диоксид титана роль защитных слоев.

Способ №11. Известен способ повышения светостойкости пигментов, путем создания слоев оксидов циркония и алюминия на поверхности пигмента диоксида титана [Реферат №2135536]. Частицы TiO₂ диспергируют в воде, добавляют диспергатор (гексаметафосфат натрия), полученную суспензию нагревают до 46,11-50°С. Добавляют раствор H₂SO₄ для поддержания рН от 7 до 9. Вводят раствор сульфата циркония. Осаждают 0,1-2,5% гидроксида циркония от массы TiO₂ в пересчете на ZrO₂. Добавляют водный раствор NaOH для поддержания рН от 7 до 9. Вводят водный раствор алюмината натрия. Осаждают 3,5-4% гидроксида алюминия от массы TiO₂ в пересчете на Al₂O₃. Полученный продукт отфильтровывают, промывают водой и сушат при 110°С. Измельчают. Пигментный композит имеет улучшенные оптические свойства, такие, как рассеяние, блеск, яркость и цвет, а также стойкость. Недостатком способа является

сложность осуществления, заключающаяся его в многостадийности и необходимости использования различных реактивов.

Способ №12. Известен способ повышения светостойкости пигментов диоксида титана является создание на его поверхности слоев, состоящих из диоксида церия в количестве 0,01-1 мас. % и аморфного диоксида кремния в количестве 1-8 мас. % от количества диоксида титана [Реферат №2099372]. Пигмент может быть дополнительно покрыт гидроксидом алюминия в количестве 2-4 мас. % от количества диоксида титана. Далее добавляют водорастворимый силикат в количестве 1-6 мас. % и минеральную кислоту для осаждения, по крайней мере, при рН 8 плотного аморфного диоксида кремния, при этом шлам непрерывно перемешивают и поддерживают температуру 60-100°С на протяжении всего процесса осаждения. Дополнительно к шламу добавляют водный раствор алюмината натрия и серную кислоту для осаждения гидроксида алюминия. Пигмент по изобретению обладает улучшенной прочностью, улучшенной устойчивостью к фотохимическому разложению. Недостатком способа является сложность осуществления, заключающаяся его в многостадийности и необходимости использования различных реактивов.

Общим недостатком способов №10-№12 является многоступенчатость химических реакций и большое число реагентов, необходимых для их осуществления, а также отсутствие данных по качеству наносимых слоев на поверхность зерен порошков диоксида титана, что не позволяет определить целесообразность нанесения последующих слоев, после нанесения предыдущих. Например, в способе №5 после нанесения слоя CeO₂ фото- и радиационная стойкость полученной композиции не определялась и не была доказана необходимость нанесение еще слоя SiO₂, а в способе №6 после нанесения слоя ZrO₂ фото- и радиационная стойкость полученной композиции не определялась и не была доказана необходимость нанесение еще слоя Al₂O₃.

Известны также другие способы повышения светостойкости пигментов и красок, изготовленных на их основе, заключающиеся в использовании для этих целей наночастиц.

30

Способ №13. Известен способ повышения светостойкости краски, в которой в качестве пигмента используют смесь смесь наночастиц оксидов металла ZrO₂ (30-55 мас. %) и MgO (25-35 мас. %) с размером частиц 80-120 нм, в качестве связующего - жидкое стекло (20-25 мас. %) [REFLECTIVE COATING COMPOSITION. Application: 2008150546/15, 19.12.2008. Effective date for property rights: 19.12.2008. Inventor(s):Zhabrev V.A., Kuznetsova L.A., Efimenko L.P. et.al. Proprietor(s):Uchrezhdenie Rossijskoj akademii nauk Institut khimiisilikatov imeni I.V. Grebenshchikova (IKhS RAN)] Недостатком данной композиции является то, что пигмент полностью на 100% состоит из наночастиц, стоимость которых во много раз превышает стоимость этих же соединений с частицами микронных размеров. Нанопорошки используются не эффективно с точки зрения повышения светостойкости, поскольку для этих целей достаточно несколько процентов наночастиц от массы пигмента, который они обволакивают, создавая слои, выступающие в качестве центров релаксации первичных дефектов, образованных квантами света.

Способ №14. В данном способе устранен недостаток способа №13 тем, что в качестве пигмента используют не на 100% нанопорошки, а смесь содержащую 5-7 мас. % нанопорошка ZrO₂ и 93-95 мас. % микропорошка ZrO₂, которую перемешивают в магнитной мешалке с добавлением дистиллированной воды, полученный раствор выпаривают в сушильном шкафу при 150°С в течение 6 часов, перетирают в агатовой ступке и прогревают при температуре 800°С в течение 2 час [Пигмент на основе смесей

микро и нанопорошков диоксида циркония Михайлов М.М. Положительное решение от 19.06.2014 по заявке на изобретение №2013101193/05 (001497) от 10.01.2013

Способ №15. Известен способ повышения светостойкости пигмента TiO₂ путем получения смеси, содержащей от 0,5 до 5,0 мас. % нанопорошка ZrO₂ и от 95,0 до 99,5 мас. % микропрошка TiO₂, которую перемешивают с добавлением дистиллированной воды, полученный раствор выпаривают в сушильном шкафу при 150°С в течение 6 часов, перетирают в агатовой ступке и прогревают при температуре 800°С в течение 2 час [Пигмент на основе модифицированного порошка диоксида титана. Михайлов М.М. Решение на выдачу патента на изобретение от 20.05.2014 по заявке №2012143246/04 (069397) от 09.101.2012]. Данный способ выбран в качестве прототипа.

Указанные в перечисленных выше способах недостатки в предлагаемом изобретении отсутствуют из-за устранения многостадийности химических реакций, применения различных реактивов, прогрева при высокой температуре, использовании сложного и дорогостоящего оборудования, трудоемкости и больших времен проведения операций. Ниже приведены примеры осуществления предлагаемого способа.

Пример 1. К одному из пигментов ZnO, TiO₂, SiO₂, ZrO₂, Al₂O₃, MgAl₂O₄, Zn₂TiO₄, ВаТiO₃ добавляют в необходимых в пропорциях оксиданты и дистиллированную воду, диспергируют в шаровых мельницах или магнитных мешалках необходимое количество времени до получения однородной пастообразной массы. Полученную пасту выпаривают не более 6 час при температуре не более 250°C, после выпаривания перетирают и прогревают не более 4 час при температуре не более 1000°C. Полученный порошок запрессовывают в металлические чашечки под давлением 1 МПа и измеряют спектр диффузного отражения в области 220-2500 нм. Затем облучают светом ксеноновой дуговой лампы в течение 10 час с интенсивностью, равной интенсивности излучения солнца в этом диапазоне, измеряют спектр диффузного отражения после облучения, рассчитывают изменение интегрального коэффициента поглощения Δa_s после облучения.

Пример 2. К одному из пигментов ZnO, TiO₂, SiO₂, ZrO₂, Al₂O₃, MgAl₂O₄, Zn₂TiO₄, BaTiO₃ добавляют в необходимых в пропорциях оксиданты и дистиллированную воду, диспергируют в шаровых мельницах или магнитных мешалках необходимое количество времени до получения однородной пастообразной массы. Полученную пасту выпаривают не более 6 час при температуре не более 250° C, после выпаривания перетирают и прогревают не более 4 час при температуре менее 1000° C. Полученный порошок запрессовывают в металлические чашечки под давлением 1 МПа и измеряют спектр диффузного отражения в области 220-2500 нм. Затем облучают светом ксеноновой дуговой лампы в течение 20 час с интенсивностью, равной интенсивности излучения солнца в этом диапазоне, измеряют спектр диффузного отражения после облучения, рассчитывают изменение интегрального коэффициента поглощения Δa_s после облучения.

30

Пример 3. К одному из пигментов ZnO, TiO₂, SiO₂, ZrO₂, Al₂O₃, MgAl₂O₄, Zn₂TiO₄, ВаTiO₃ добавляют в необходимых в пропорциях оксиданты и дистиллированную воду, диспергируют в шаровых мельницах или магнитных мешалках необходимое количество времени до получения однородной пастообразной массы. Полученную пасту выпаривают не более 6 час при температуре не более 250°C, после выпаривания перетирают и прогревают не более 4 час при температуре менее 1000°C. Полученный порошок запрессовывают в металлические чашечки под давлением 1 МПа и измеряют

спектр диффузного отражения в области 220-2500 нм. Затем облучают светом ксеноновой дуговой лампы в течение 30 час с интенсивностью, равной интенсивности излучения солнца в этом диапазоне, измеряют спектр диффузного отражения после облучения, рассчитывают изменение интегрального коэффициента поглощения Δa_s после облучения.

Пример 4. К одному из пигментов ZnO, TiO₂, SiO₂, ZrO₂, Al₂O₃, MgAl₂O₄, Zn₂TiO₄, ВаТiO₃ добавляют в необходимых в пропорциях оксиданты и дистиллированную воду, диспергируют в шаровых мельницах или магнитных мешалках необходимое количество времени до получения однородной пастообразной массы. Полученную пасту выпаривают не более 6 час при температуре не более 250°C, после выпаривания перетирают и прогревают не более 4 час при температуре менее 1000°C. Полученный порошок запрессовывают в металлические чашечки под давлением 1 МПа и измеряют спектр диффузного отражения в области 220-2500 нм. Затем облучают светом ксеноновой дуговой лампы в течение 40 час с интенсивностью, равной интенсивности излучения солнца в этом диапазоне, измеряют спектр диффузного отражения после облучения, рассчитывают изменение интегрального коэффициента поглощения Δa_8 после облучения.

Пример 5. К одному из пигментов ZnO, TiO₂, SiO₂, ZrO₂, Al₂O₃, MgAl₂O₄, Zn₂TiO₄, ВаТiO₃ добавляют в необходимых в пропорциях оксиданты и дистиллированную воду, диспергируют в шаровых мельницах или магнитных мешалках необходимое количество времени до получения однородной пастообразной массы. Полученную пасту выпаривают не более 6 час при температуре не более 250°C, после выпаривания перетирают и прогревают не более 4 час при температуре менее 1000°C. Полученный порошок запрессовывают в металлические чашечки под давлением 1 МПа и измеряют спектр диффузного отражения в области 220-2500 нм. Затем облучают светом ксеноновой дуговой лампы в течение 50 час с интенсивностью, равной интенсивности излучения солнца в этом диапазоне, измеряют спектр диффузного отражения после облучения, рассчитывают изменение интегрального коэффициента поглощения Δa_s после облучения.

Пример 6. К одному из пигментов ZnO, TiO₂, SiO₂, ZiO₂, Al₂O₃, MgAl₂O₄, Zn₂TiO₄, ВаТiO₃ добавляют в необходимых в пропорциях оксиданты и дистиллированную воду, диспергируют в шаровых мельницах или магнитных мешалках необходимое количество времени до получения однородной пастообразной массы. Полученную пасту выпаривают не более 6 час при температуре не более 250° C, после выпаривания перетирают и прогревают не более 4 час при температуре менее 1000° C. Полученный порошок запрессовывают в металлические чашечки под давлением 1МПа и измеряют спектр диффузного отражения в области 220-2500 нм. Затем облучают светом ксеноновой дуговой лампы в течение 60 час с интенсивностью, равной интенсивности излучения солнца в этом диапазоне, измеряют спектр диффузного отражения после облучения, рассчитывают изменение интегрального коэффициента поглощения Δa_s после облучения.

Выбор изменений интегрального коэффициента поглощения Δa_s после облучения в качестве меры светостойкости обусловлен тем, что коэффициент поглощения as характеризует изменения по всему спектру диффузного отражения для любой эмали и краски относительно спектра излучения Солнца согласно выражения

$$a_{s} = 1 - R_{s} = 1 - \frac{\int_{\lambda_{1}}^{\lambda_{2}} \rho_{\lambda} I_{\lambda} d\lambda}{\int_{\lambda_{1}}^{\lambda_{2}} I_{\lambda} d\lambda} = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{n} \rho_{\lambda}}{n} , \qquad (5)$$

где $R_{\rm s}$ - интегральный коэффициент диффузного отражения эмалей солнечного излучения, рассчитанный как среднеарифметическое значение коэффициента диффузного отражения по 24 точкам, расположенным на равноэнергетических участках спектра излучения Солнца;

 ρ_{λ} - спектральная отражательная способность, I_{λ} - спектр излучения Солнца, $\lambda_1 \div \lambda_2$ диапазон Солнечного спектра (в области 0,24÷2,5 мкм Солнце излучает 98% всей энергии), n - количество равноэнергетических участков солнечного спектра, равное 24.

Значения Δa_s после облучения каждой конкретной эмали иди краски рассчитывали по выражению:

$$\Delta a_s = a_{st} - a_{s0} , \qquad (6)$$

20

30

40

где a_{s0} - значение a_{s} до облучения, a_{st} - значение a_{s} после времени облучении t.

По полученным на основании выполненных экспериментальных исследований и расчетов значениям Δa_s определяют эффективность модифицирования (K) отношением изменений коэффициента поглощения не модифицированных пигментов ZnO, TiO₂, SiO₂, ZrO₂, Al₂O₃, MgAl₂O₄, Zn₂TiO₄, BaTiO₃ (Δa_{SH}) к значениям изменений коэффициента поглощения пигментов, модифицированных оксидантами (Δa_{SM}) при концентрации оксидантов C \leq 30 мас. %. Значения эффективности модифицирования приведены в таблице для времени облучения 10, 20, 30, 40, 50, 60 часов.

Время облу-	10	20	30	40	50	60
чения, час						
$K = \Delta a_{SH} / \Delta a_{SM}$	1,7÷5,2	1,68÷5,18	1,66÷5,16	1,65÷5,14	1,64÷5,12	1,63÷5,10

Данные таблицы показывают, что при всех значениях времени облучения светом лампы солнечного спектра эффективность модифицирования значительно больше единицы, что свидетельствует о более высокой светостойкости модифицированных пигментов по сравнению со светостойкостью соответствующих не модифицированных пигментов.

(57) Формула изобретения

Способ получения светостойких пигментов, заключающийся в том, что пигменты получают путем смешивания одного из порошков ZnO, TiO_2 , SiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 , $MgAl_2O_4$, Zn_2TiO_4 , $BaTiO_3$ с оксидантами с добавлением дистиллированной воды, диспергирования в шаровых мельницах или магнитных мешалках необходимое количество времени до получения однородной пастообразной массы, выпаривания не более 6 ч при температуре не более $250^{\circ}C$, перетирания и прогревания не более 4 ч при температуре менее $1000^{\circ}C$, отличающийся тем, что в смеси ингредиентов добавляют оксиданты в количестве не более 30 мас.%, в качестве которых используют одно из следующих соединений: пероксид натрия, пероксоборат натрия, пероксоборат калия.