



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0029733

C30B 7/00; C09C 1/04; C09C 1/16; (13) B

C09C 1/28; C09C 1/36; C09D 5/02;

(51)^{2016.01} G02B 5/26; C30B 29/16; C30B 29/54;

C30B 29/60; G02B 1/02; G02B 5/22;

B01J 13/00; C09D 5/33

(21) 1-2014-01328

(22) 01/03/2013

(86) PCT/US2013/028600 01/03/2013

(87) WO 2014/046723 27/03/2014

(30) PCT/US2012/056907 24/09/2012 US

(45) 25/10/2021 403

(43) 25/06/2015 327A

(73) PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (US)

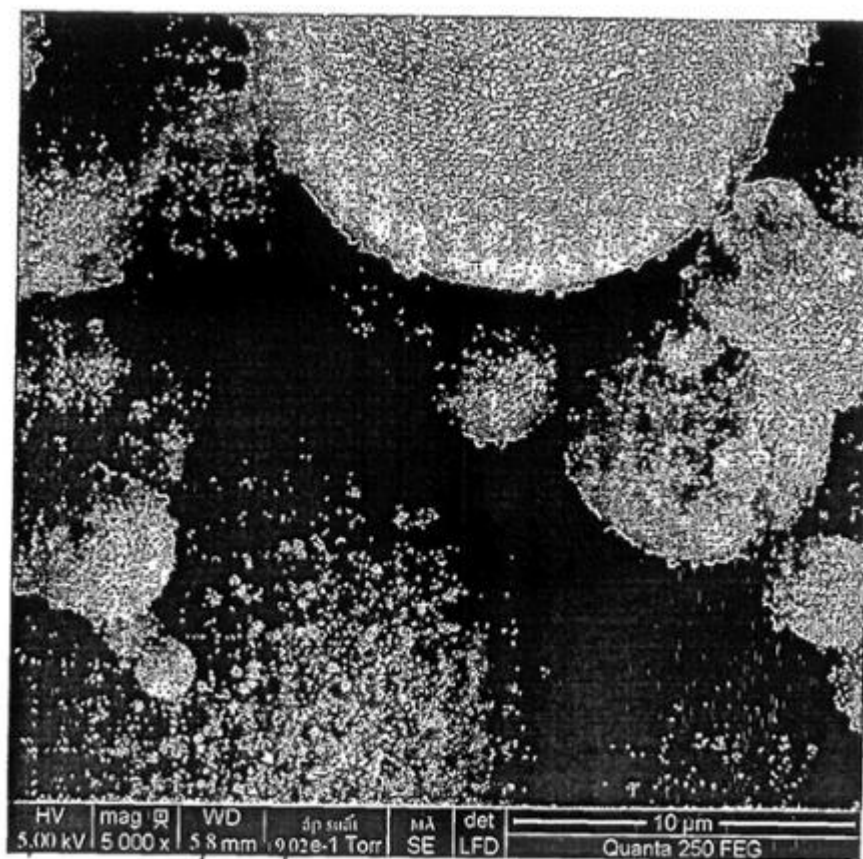
3800 West 143rd Street, Cleveland, Ohio 44111, United States of America

(72) VANIER, Noel R. (US); DONNELLY, John T. (US); XU, Xiangling (US).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) CHẾ PHẨM PHẢN XẠ VÀ HẤP THỤ BỨC XẠ PHỨC HỢP, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẾ PHẨM NÀY, VÀ CHẾ PHẨM PHỦ PHẢN XẠ

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp, chế phẩm này bao gồm nhiều tinh thể keo hoặc tinh thể keo kết tụ, mỗi tinh thể này bao gồm các hạt phản xạ bức xạ trong mảng keo và các hạt hấp thụ bức xạ được phân tán trong tinh thể. Chế phẩm tán xạ bức xạ ở dải độ dài bước sóng về cơ bản theo tất cả các hướng và hấp thụ bức xạ. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm này, và chế phẩm phủ phản xạ bao gồm chế phẩm này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp, phương pháp sản xuất chế phẩm này, và chế phẩm phủ phản xạ. Cụ thể, sáng chế đề cập đến mảng keo kết tinh được tạo thành theo định hướng ngẫu nhiên, tinh thể có hệ số co thấp.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Mảng keo kết tinh đã được sử dụng cho các mục đích khác nhau. Mảng kết tinh keo (Crystalline colloidal array - CCA) là mảng được sắp xếp thứ tự ba chiều, thông thường được tạo thành từ các hạt keo được đơn phân tán, mà có thể bao gồm vật liệu vô cơ hoặc hữu cơ. Mà CCA này thường được tạo thành trong cấu trúc bao gói hình sáu (hexagonal close-packed - HCP) hoặc bao gói hình sáu cạnh ngẫu nhiên (random hexagonal close-được bao gói - RHCP), biểu hiện cấu trúc phân lớp với trục nhiều xạ được ưu tiên mà vuông góc với các lớp trong cấu trúc. Độ dài bước sóng nhiều xạ khác nhau với góc tới so với các lớp này. Khi được cố định trong chất kết dính làm chất nhuộm màu, mà CCA này có thể bức xạ nhiều xạ ở quang phổ có thể nhìn thấy. Các CCA nhuộm màu này biểu hiện hiệu ứng phát quang sắc khi được phủ lên nền, như được mô tả trong Công bố đơn sáng chế Hoa Kỳ số US2007/0100026 A1.

Khi được sử dụng ở màng hoặc lớp phủ, thông thường CCA được định hướng chiếm ưu thế theo hướng đơn, như mặt phẳng sáu cạnh của CCA được bố trí song song với bề mặt của màng hoặc nền. Cụ thể hơn, CCA đã được sử dụng để tạo thành hiệu ứng quang học độc nhất, như dùng để tạo thành hình ảnh hoặc chức năng làm cái cảm biến.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm tán xạ bức xạ mà bao gồm nhiều tinh thể keo. Mỗi tinh thể này bao gồm mảng keo của hạt. Chế phẩm tán xạ bức xạ trên dải độ dài bước sóng về cơ bản theo tất cả các hướng. Sáng chế cũng bao gồm phương pháp sản xuất chế phẩm tán xạ bức xạ bằng cách tạo thành sự phân tán các hạt phân tán đơn được

tích điện và sau đó sắp xếp các hạt thành các mảng tuần hoàn để tạo thành nhiều tinh thể keo. Tinh thể được phân tán thành chất mang tạo thành chế phẩm mà tán xạ bức xạ ở dải độ dài bước sóng về cơ bản theo tất cả các hướng.

Sáng chế bao gồm chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp, bao gồm nhiều tinh thể keo được định hướng ngẫu nhiên, mỗi tinh thể bao gồm các hạt phản xạ bức xạ được sắp xếp trong mảng keo và các hạt hấp thụ bức xạ được phân tán trong tinh thể. Chế phẩm tán xạ bức xạ ở dải độ dài bước sóng về cơ bản theo tất cả các hướng và hấp thụ bức xạ ở dải độ dài bước sóng khác.

Ngoài ra bao gồm phương pháp sản xuất chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp bao gồm: tạo thành sự phân tán bao gồm các hạt thứ nhất đơn phân tán được tích điện và các hạt hấp thụ bức xạ thứ hai; sắp xếp các hạt thứ nhất thành các mảng tuần hoàn trong đó các hạt thứ hai được phân bố ngẫu nhiên, trong đó mỗi tinh thể tán xạ bức xạ bằng cách phản xạ từ các hạt thứ nhất và hấp thụ bức xạ qua các hạt thứ hai; và phân tán tinh thể trong chất mang tạo thành chế phẩm mà tán xạ bức xạ ở dải độ dài bước sóng về cơ bản theo tất cả các hướng và hấp thụ bức xạ ở dải độ dài bước sóng khác.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình ảnh tạo thành bởi kính hiển vi điện tử truyền qua (transmission electron microscope - TEM) của các hạt rỗng được tạo thành theo một phương án của sáng chế;

Fig.2 là hình ảnh TEM của các hạt rỗng tạo thành theo phương án khác của sáng chế;

Fig.3 là hình ảnh TEM của các hạt rỗng tạo thành theo phương án khác của sáng chế;

Fig.4 là hình ảnh đen trắng thể hiện bộ hình ảnh được nhuộm màu của các hạt rỗng biểu hiện trong các Fig. 1 đến Fig.3 kết lắng và được phủ bằng lớp phủ UV, biểu hiện màu đỏ, xanh lục và xanh lơ, từ trái sang phải;

Fig.5 là hình ảnh tạo thành bởi kính hiển vi quét điện tử (scanning electron microscope - SEM) của tinh thể kết tụ được tạo thành theo một phương án của sáng chế;

Fig.6 là hình ảnh của chế phẩm phủ trắng nhạt tạo thành theo sáng chế;

Fig.7 là hình ảnh TEM của các hạt rỗng tạo thành theo phương án khác của sáng chế; và

Fig.8 là hình ảnh đen trắng trong số các hình ảnh được nhuộm màu của các khối kết tụ kết tinh thể được sấy phun được nhuộm màu được phủ trên ảnh mẫu mờ đục, mà không có các hạt nano (Fig. 8A) và có các hạt nano (Fig. 8B).

Mô tả chi tiết sáng chế

Nên được hiểu rằng bất kỳ dãy số được nêu ở đây được dự tính bao gồm tất cả các khoảng phụ được gộp ở đây. Ví dụ, nằm trong khoảng từ “1 đến 10” được dự tính bao gồm tất cả các khoảng phụ (và bao gồm) giữa giá trị nhỏ nhất được nêu là 1 và giá trị lớn nhất được nêu là 10, nghĩa là, có giá trị nhỏ nhất lớn hơn hoặc bằng 1 và giá trị lớn nhất nhỏ hơn hoặc bằng 10.

Thuật ngữ "polyme" nghĩa là bao gồm homopolyme, copolyme, và oligome. Thuật ngữ “kim loại” bao gồm kim loại, oxit kim loại, và á kim. Thuật ngữ “ngâm” và liên quan thuật ngữ (như sự ngâm) nhằm để chỉ sự thấm từ pha lỏng.

Sáng chế bao gồm CCA cụ thể phù hợp dùng để sử dụng thay thế chất màu, thông thường dùng để thay thế chất màu trắng như TiO_2 hoặc chất màu được nhuộm màu khác. Nếu được tạo thành ở màng tạo thành trên nền, CCA theo sáng chế có thể biểu hiện hiệu ứng quang học phụ thuộc góc. Tuy nhiên, khi, như theo sáng chế, mà CCA này được phân tán ngẫu nhiên trong chế phẩm phủ, như trong chế phẩm tạo màng, chế phẩm phủ bức xạ nhiễu xạ theo tất cả các hướng cơ bản để tạo thành hiệu ứng quang học nghĩa là có thể nhìn thấy bằng mắt người như thuốc nhuộm màu và/hoặc như chất màu cản quang. Bằng cách tán xạ theo tất cả các hướng cơ bản nghĩa là các tinh thể này không được sắp xếp hoặc hầu như không được sắp xếp so với nhau và không biểu hiện phản xạ theo một hướng. Theo một cách khác, tinh thể ngẫu nhiên được định hướng sao cho phản xạ (tán xạ) xảy ra theo nhiều hướng. Sáng chế không giới hạn đến ánh sáng có thể nhìn thấy nhiễu xạ. Hoặc độ dài bước sóng của bức xạ điện từ bên ngoài quang phổ có thể nhìn thấy có thể bị nhiễu xạ bởi CCA theo sáng chế như tia cực tím hoặc bức xạ hồng ngoại.

Thuật ngữ “độ dài bước sóng” nghĩa là bao gồm dải quang phổ của bức xạ điện

từ, trừ khi được nêu khác. Ví dụ, viên dẫn đến độ dài bước sóng 600 nm có thể nằm trong khoảng từ 595 đến 605 nm. Tương tự, dải độ dài bước sóng có thể liên quan đến màu của nó, như “đỏ”, nghĩa là dải độ dài bước sóng này biểu hiện màu đỏ.

Theo một phương án, chế phẩm tán xạ bức xạ theo sáng chế bao gồm nhiều tinh thể keo, mà có thể tạo thành làm tinh thể keo riêng lẻ (mỗi tinh thể là CCA riêng lẻ mà biểu hiện nhiễu xạ Bragg) hoặc khi kết tụ tinh thể của nó. Trừ phi được nêu rõ ràng khác, tinh thể keo và tinh thể kết tụ có thể được sử dụng hoán đổi cho nhau theo phương án được mô tả ở đây. Bằng tinh thể kết tụ nghĩa là khối tinh thể riêng lẻ của CCA, mà có thể ưu tiên làm bề mặt tinh thể, và trong đó mỗi tinh thể thường biểu hiện nhiễu xạ Bragg và liên kết với nhau. Mỗi tinh thể trong phạm vi kết tụ được sắp xếp ngẫu nhiên ở đây. Mỗi tinh thể keo (riêng lẻ hoặc kết tụ) có thể bao gồm cấu trúc lập phương tâm mặt (face-centered cubic FCC), cấu trúc lập phương đơn, và/hoặc cấu trúc HCP. Bằng cách biểu hiện nhiễu xạ Bragg, nghĩa là bức xạ nhiễu xạ tinh thể keo theo định luật Bragg. Mặt phẳng song song hoặc lớp được tạo thành theo mảng được sắp xếp thứ tự của các hạt trong sự tương tác tinh thể với bức xạ tới theo định luật Bragg. Bức xạ tới tinh thể keo được nhiễu xạ nhờ đó bức xạ của độ dài bước sóng này phù hợp với điều kiện Bragg (độ dài bước sóng nhiễu xạ) là được phản xạ bằng mặt phẳng của các hạt trong khi phần còn lại của bức xạ được truyền thông qua nền như được mô tả theo bằng sáng chế Hoa Kỳ số 6894086. Ở quang phổ có thể nhìn thấy, ánh sáng được nhiễu xạ có thể phát ngũ sắc, tức là màu của bức xạ được phản xạ có thể phụ thuộc vào góc quan sát. Độ dài bước sóng nhiễu xạ của ánh sáng dựa vào góc tương xứng giữa mặt phẳng Bragg được tạo thành theo mảng tuần hoàn của hạt, trong đó tương xứng với đường kính hạt so với tinh thể HCP và có thể tương xứng với đường kính hạt so với tinh thể FCC và tinh thể khối đơn. Độ dài bước sóng nhiễu xạ có thể được cộng hưởng với dải độ dài bước sóng mong muốn bằng các cách khác nhau nghĩa là như bằng cách chọn cỡ hạt (tức là, khoảng cách giữa mặt phẳng Bragg) và/hoặc chọn vật liệu cho tinh thể keo để biến đổi hệ số khúc xạ thực tế.

Độ dài bước sóng nhiễu xạ cũng phụ thuộc vào hệ số khúc xạ thực tế của vật liệu mà bao gồm tinh thể keo. Hệ số khúc xạ thực tế của tinh thể keo được làm xấp xỉ như trung bình khối theo hệ số khúc xạ của vật liệu tinh thể keo. Mật độ của bức xạ được nhiễu xạ phụ thuộc vào phần trên số lớp có mặt trong tinh thể, với số lớp lớn hơn

tạo thành mật độ nhiễu xạ cao hơn. Mật độ của bức xạ được nhiễu xạ cũng phụ thuộc trên sự chênh lệch ở hệ số khúc xạ giữa mặt phẳng của các hạt và mặt phẳng của vật liệu xung quanh. Tương phản hệ số khúc xạ cao hơn giữa mặt phẳng xen kẽ hoặc lớp làm tăng mật độ nhiễu xạ.

Các chế phẩm khác nhau có thể được sử dụng dùng cho hạt, bao gồm nhưng không giới hạn polyme hữu cơ như polystyren, polyuretan, acrylic polyme, alkyt polyme, polyeste, polyme chứa siloxan, polysulfua, polyme chứa epoxy và vật liệu vô cơ như oxit kim loại (tức là, nhôm oxit, silic oxit, kẽm oxit, hoặc titan dioxit) hoặc chế phẩm của các vật liệu này. Các hạt có thể là nguyên khối (tức là có chế phẩm đơn). Theo một cách khác, các hạt có thể có cấu trúc vỏ lõi trong đó lõi này có thể được tạo thành từ cùng vật liệu như được mô tả nếu trên các hạt nguyên khối, như được mô tả theo bằng sáng chế Hoa Kỳ số 8133938.

Theo một phương án của sáng chế, lõi này bao gồm vật liệu hệ số khúc xạ cao (tức là, trên 1,65) như TiO_2 hoặc các vật liệu tương tự, như ZnO , ZrO_2 , PbO , ZrSi , ZrSiO_4 , ZnS , hoặc ZnSe_2 . Lõi có hệ số khúc xạ cao có thể được bao quanh bằng vỏ polyme được tạo thành từ polyme được mô tả nêu trên. Vỏ có thể được tạo thành từ vật liệu polyme mà được ứng dụng đến hạt lõi (tức là, TiO_2) ở nhiều lớp nhờ đó tạo thành polyme đa phân lớp bao quanh vỏ hạt lõi. Ví dụ, các hạt TiO_2 (hoặc các hạt vô cơ có hệ số khúc xạ cao khác) có thể được xử lý với phân tử hữu cơ mà sẽ liên kết với TiO_2 trên bề mặt chức năng hóa của các hạt bằng nhóm chức, như nhóm chức acrylic. Vỏ polyme được tạo thành bằng cách polyme hóa monome với nhóm chức phân tử hữu cơ, tùy chọn với chất tạo liên kết ngang và/hoặc chất khơi mào gốc tự do. Quá trình bóc vỏ có thể được lặp lại để thu được đường kính mong muốn của hạt.

Theo phương án khác, hạt lõi có thể xác định một hoặc nhiều lỗ rỗng, mà có thể được điền đầy bằng không khí hoặc khí khác. Không khí được điền đầy lỗ rỗng, có hệ số khúc xạ thấp, có thể truyền hệ số khúc xạ lớn trái ngược với polyme của vỏ và phần còn lại của tinh thể keo. Lỗ rỗng trong hạt lõi có thể làm giảm chi phí vật liệu và lớp trát trọng lượng nhẹ hơn hạt. Lỗ rỗng có thể tạo thành trong hạt lõi bằng sự trương nở, bọc kín dung môi, khắc ăn mòn, hòa tan hoặc một số phương pháp khác. Theo một phương án, các hạt có kích cỡ khoảng 200 nm theo đường kính.

Theo một phương án, tinh thể keo hoặc tinh thể kết tụ được tạo thành làm cầu

trúc hệ số co thấp, có hệ số co nhỏ hơn 100 hoặc nhỏ hơn 10 hoặc nhỏ hơn 2. Nhiều tinh thể keo hoặc tinh thể kết tụ biểu hiện độ dài bước sóng nhiều xạ khác nhau có thể được sử dụng để kết hợp trong chế phẩm. Ví dụ, tinh thể keo này bức xạ nhiều xạ ở độ dài bước sóng ở quang phổ xanh lơ (phản xạ ánh sáng được nhuộm màu xanh lơ) có thể được sử dụng cùng với tinh thể keo mà bức xạ nhiều xạ ở quang phổ xanh lục (phản xạ ánh sáng xanh lục) và tinh thể keo mà bức xạ nhiều xạ ở quang phổ đỏ (phản xạ ánh sáng đỏ). Bằng cách sử dụng ba kiểu tinh thể này để kết hợp (xanh lơ, xanh lục và đỏ), chế phẩm mà chứa các tinh thể này có thể xuất hiện màu trắng. Theo phương pháp này, chất màu trắng thông thường như TiO_2 có thể thay thế bằng phần lớn của tinh thể có chi phí thấp biểu hiện độ dài bước sóng nhiều xạ khác nhau.

Trong Ví dụ không giới hạn, chế phẩm mà có độ phủ cao và/hoặc xuất hiện màu trắng có thể bao gồm khối tinh thể keo hoặc tinh thể kết tụ thứ nhất mà phản xạ ở dải nằm trong khoảng từ 400 đến 500 nm, khối tinh thể keo hoặc khối tinh thể thứ hai mà phản xạ ở dải nằm trong khoảng từ 500 đến 600 nm, và khối tinh thể keo hoặc khối tinh thể thứ ba mà phản xạ nằm trong khoảng từ 600 đến 700 nm. Mức độ phản xạ theo phần trăm ở tất cả độ dài bước sóng ở mỗi dải có thể nhỏ nhất là 50%, sao cho để kết hợp ba khối tinh thể keo hoặc tinh thể kết tụ có độ phủ cao và/hoặc xuất hiện màu trắng. Theo một phương án, các dải độ dài bước sóng này có dải tần tại một nửa chiều cao nhỏ hơn 200 nm. Phản xạ trung bình lớn hơn như nhỏ nhất là 80% hoặc trên 90% theo mỗi khối tinh thể hoặc kết tụ có thể xuất hiện màu trắng sáng hơn. Hoặc khối tinh thể hoặc khối kết tụ mà phản xạ để dải độ dài bước sóng có thể được sử dụng như để thu được dải phản xạ rộng và độ phủ cao và/hoặc xuất hiện màu trắng. Theo một cách khác, tinh thể keo hoặc tinh thể kết tụ được tạo thành từ các hạt lớn hơn có nhiều bậc một ở tia hồng ngoại (infrared - IR) vùng (như khoảng 1200 nm), có thể được sử dụng. Nhiều xạ bậc hai từ tinh thể làm nhiễu xạ tia IR này có thể phủ quang phổ có thể nhìn thấy toàn vẹn.

Theo hướng ngẫu nhiên tinh thể keo và tinh thể kết tụ, tốt hơn nếu các tinh thể này có cấu trúc FCC, trong chế phẩm phủ, được biểu hiện dải phản xạ rộng. Ngược lại vật liệu dạng các hạt bao gồm CCA làm thuốc nhuộm màu trong chế phẩm phủ được phủ lên nền trong đó CCA thường được sắp xếp dọc theo trục dài của nó với nền, tinh thể keo và tinh thể kết tụ theo sáng chế được phân tán ngẫu nhiên trong chế phẩm phủ.

Phản xạ quang phổ rộng thu được bằng cách sử dụng tinh thể theo sáng chế trong chế phẩm phủ có thể xuất hiện như màu trắng.

Theo một phương án, tinh thể keo và/hoặc tinh thể kết tụ bao gồm chất mang trong, như chế phẩm phủ bao gồm chế phẩm tạo màng để tạo thành độ phủ và/hoặc màu chế phẩm phủ. Mức độ phản xạ (tức là khả năng phủ) của tinh thể keo theo sáng chế có thể giống nhau hoặc thậm chí trội hơn mức độ phản xạ của TiO_2 . Khi được sử dụng trong chế phẩm phủ, lượng TiO_2 trong tinh thể hoặc khối kết tụ theo sáng chế nghĩa là cần thu được độ phủ có thể nhỏ hơn lượng TiO_2 được sử dụng thông thường trong chế phẩm phủ độ phủ có độ phủ cao, do đó làm giảm chi phí.

Tinh thể keo theo sáng chế có thể được tạo thành bằng trộn các mẫu được đơn phân tán các hạt được tích điện trái dấu (dương và âm) mà có kích cỡ để tạo thành cấu trúc kết tinh lập phương như các tinh thể này được biểu hiện bằng KCl hoặc NaCl . Ví dụ, các hạt được tích điện trái dấu có kích cỡ giống nhau với hệ số khúc xạ giống nhau sẽ tạo thành cấu trúc kết tinh này với đặc tính nhiễu xạ có thể mong muốn. Mẫu có thể chứa lượng hạt như nhau hoặc bằng. Bằng cách sử dụng các hạt này như nhau hoặc bằng về cỡ và/hoặc có hệ số khúc xạ như nhau hoặc bằng, thu được tinh thể biểu hiện mức độ đồng dạng trong phạm vi mỗi tinh thể. Các hạt có thể được tạo thành từ vật liệu có hệ số khúc xạ giống hoặc khác nhau và/hoặc có kích cỡ giống hoặc khác nhau và vẫn tạo thành tinh thể lập phương với đặc tính nhiễu xạ có thể mong muốn.

Theo một phương án, các hạt được sử dụng trong tinh thể keo theo sáng chế là các hạt lỗm, mà có thể tạo thành bằng cách bọc kín dung môi hoặc tạo thành bằng sự trương nở trong axit hoặc bazo. Sự bọc kín dung môi bao gồm quá trình phản ứng trùng hợp nhũ tương mà bao gọn không có khả năng hòa tan hydrocacbon vì polyme được tạo thành. Pha polyme phân tử lượng thấp phân tách trong hỗn hợp hydrocacbon monome được phân tán. Sau khi bay hơi dung dịch, thu được các hạt được đơn phân tán có thể xác định phần lớn của lỗ rỗng hoặc lỗ rỗng đơn. Quá trình phù hợp dùng để tạo thành các hạt rỗng bằng cách bọc kín dung môi được mô tả bởi McDonald và các đồng tác giả., *Macromolecules*, 2000, 33, 1593-1605.

Hạt rỗng có thể được tạo thành bằng sự trương nở với axit hoặc bazo theo quá trình được mô tả bởi Pavlyuchenko và các đồng tác giả., *Journal of Polyme Science*, phần A: Polyme Chemistry, tập 39, 1435-1449 (2001) và/hoặc Cai-Deng Yuan và các

đồng tác giả., *Journal of Applied Polyme Science*, tập 98, 1505-1510 (2005). Hạt mủ cao su lõi được kết vỏ bằng ít nhất một vỏ polyme. Hạt này được xử lý với thành phần trương nở (tức là, bazo có nước) mà phồng ra cả lõi và vỏ. Khi được làm khô và được liên kết ngang, lõi co lại để thu được một hoặc nhiều lỗ rỗng trong phạm vi vỏ được liên kết ngang. Theo một phương án, hạt lõi tinh thể mềm được kết vỏ bằng ít nhất 3 vỏ, và lõi tinh thể mềm sau đó được trung hòa với thành phần trương nở (để tạo thành lỗ hổng bên trong) bằng liên kết ngang ít nhất một vỏ. Kích cỡ của các hạt rỗng được bóc nhiều vỏ, và do đó độ dài bước sóng nhiễu xạ của tinh thể keo tạo thành do đó, có thể được kiểm soát bằng kích cỡ của hạt lõi tinh thể mềm gốc và/hoặc bề dày và khối lượng của vỏ. Ví dụ, các hạt lõi tinh thể mềm nhỏ hơn thu được ở các hạt rỗng có đường kính nhỏ hơn mà khi được sắp xếp trong tinh thể keo, phản xạ ở độ dài bước sóng nhiễu xạ ngắn hơn (tức là, ánh sáng xanh lơ) trong khi các hạt lõi tinh thể mềm lớn hơn có thể được sử dụng để tạo thành các hạt rỗng lớn hơn và tinh thể keo này phản xạ độ dài bước sóng nhiễu xạ dài hơn như ánh sáng xanh lục hoặc đỏ, do đó tạo thành để điều chỉnh độ dài bước sóng nhiễu xạ của tinh thể keo như được mô tả nêu trên.

Đối với một trong hai kiểu các hạt lõm, muối natri axit ion monome như 4-styrenesulfonic hoặc chất hoạt động bề mặt có thể polyme hóa như SIPOMER® PAM 200 có thể được kết hợp ở vỏ là cần thiết để thúc đẩy tự nó liên kết bằng cách tăng điện tích bề mặt. Nhóm làm ổn định không gian như thu được từ polyetylen glycol (MPEG) chứa acrylat monome có thể được kết hợp ở vỏ để làm ổn định các hạt trong môi trường hữu cơ. Các nhóm làm ổn định này nên có kích cỡ và độ dài vừa đủ để ngăn sự keo tụ giữa hạt với hạt và được hòa tan hoặc tương thích bằng dung dịch và vật liệu hữu cơ của chế phẩm tạo thành màng mà màng này thu nhận chúng cuối cùng.

Phân tán các hạt (lõm, vỏ lõi hoặc đơn nguyên) có thể được làm sạch để loại bỏ phần vật liệu thô dư, bằng sản phẩm, dung môi, và một số cách tương tự. Lực đẩy tĩnh điện của các hạt được tích điện tạo thành các hạt mà tự nó sắp xếp thẳng hàng thành mảng được bao gói được sắp xếp thứ tự. Bằng cách được sắp xếp thứ tự, mảng được bao gói, nghĩa là tổng bao các hạt và các hạt được sắp xếp ở cấu trúc thông thường (FCC, khối mẫu, RHCP hoặc HCP) và có thể tiếp xúc với nhau.

Theo một phương án, phân tán các hạt đơn phân tán có thể được tập hợp thành

mảng bằng sự phân tán sạch, phân tán phù hợp trên nền và sự phân tán khô. Sự phân tán các hạt được phủ lên nền có thể chứa từ 10 đến 70% theo thể tích của các hạt được tích điện hoặc từ 30 đến 65% theo thể tích của các hạt được tích điện. Phân tán có thể được phủ lên nền bằng cách ngâm, phun, quét, phủ con lăn, phủ màng, phủ dòng chảy, hoặc phủ khuôn để có bề dày mong muốn. Lớp phủ ẩm có thể có bề dày nằm trong khoảng từ 20 đến 60 μm , như 40 μm . Khi làm khô các hạt tự nó đặt vào CCA và theo bức xạ nhiều xạ. CCA có thể làm cơ sở để tinh thể có kích cỡ thích hợp, như nhỏ hơn 5 μm hoặc khoảng 2,5 μm dùng để sử dụng trong chế phẩm phủ hoặc các chế phẩm tương tự. Theo một cách khác, CCA được làm khô có thể sau đó được phủ bằng chất kết dính có thể đóng rắn. Khi đóng rắn, thu được vật liệu có thể làm cơ sở để kết tinh chất kết dính và tinh thể CCA có kích cỡ phù hợp, như nhỏ hơn 5 μm hoặc khoảng 2,5 μm dùng để sử dụng trong chế phẩm phủ hoặc chế phẩm khác.

Theo phương án khác, chất kết dính có thể đóng rắn được bổ sung để phân tán hạt, mà phần dư với các hạt khi làm khô để tạo thành tinh thể kết tụ. Ví dụ, chất kết dính có thể đóng rắn như polyme acrylic phân tử lượng thấp có thể hòa tan trong nước, oligome, monome hoặc chất tạo liên kết ngang nhựa amino và tùy chọn polyol có thể được hòa tan để phân tán hạt ở nồng độ mà sẽ thu được ở tỉ lệ thể tích để phân tán thể tích polyme được đóng rắn so với lượng của các hạt là 0,1:7 hoặc 0,5:7 hoặc 2,5:7, lên đến nhỏ nhất là 7:7. Thu được sự phân tán được làm khô, như bằng cách sấy phun mù, để tạo thành tinh thể kết tụ mà bao gồm các hạt được sắp xếp ở tinh thể và chất kết dính (polyme được đóng rắn). Phân tán hạt như nêu trên có thể cũng được làm khô bằng thiết bị sấy khô hình trụ, tủ sấy khay hoặc được làm khô bằng cách sử dụng thiết bị bay hơi quay tạo thành tinh thể kết tụ được đóng rắn và được tập hợp. Tinh thể kết tụ theo sáng chế có thể được sử dụng như hoặc chúng có thể làm cơ sở để có kích cỡ thích hợp, như nhỏ hơn 5 μm hoặc khoảng 2,5 μm dùng để sử dụng trong chế phẩm phủ hoặc một số chế phẩm khác.

Khối kết tụ có tỉ lệ thể tích thấp giữa polyme được đóng rắn so với các hạt (tức là, khoảng từ 0,1:7 đến 0,5:7) có thể không hoàn toàn được xen lẫn với polyme được đóng rắn. Có thể lỗ rỗng trong hốc giữa hạt. Khi tinh thể kết tụ có tỉ lệ thể tích polyme thấp bao gồm trong chế phẩm phủ, một số thành phần của chế phẩm phủ có thể còn xen lẫn nhau kết tinh. Như, polyme mà được sử dụng để tạo thành khối kết tụ (tức là,

chứa đựng các hạt trong phạm vi kết tụ tại chỗ) có thể có chức năng theo phương pháp “keo dính” cho đến khi kết tụ bao gồm thành chế phẩm phủ này hầu như xen lẫn hoàn toàn khối kết tinh. Theo một cách khác, các hạt keo có thể được tập hợp thành CCA mà không kết dính và sau đó kết tụ từng phần bằng cách làm nóng rồi lập bảng biểu về nhiệt độ được kiểm soát cẩn thận. CCA kết tụ từng phần vẫn có thể xác định lỗ rỗng giữa các nút mà có thể được đóng kín và không được nối thông. Lỗ rỗng này có thể thu được khi tương phản hệ số khúc xạ cao.

Theo phương án khác, các hạt nano hấp thụ bức xạ bao gồm ở khối tinh thể theo sáng chế. Bằng các hạt nano nghĩa là các hạt này có kích cỡ nhỏ hơn $1\text{ }\mu\text{m}$. Thu được tinh thể kết tụ bao gồm chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp có mảng keo và các hạt hấp thụ bức xạ, mà biểu hiện hai hiệu ứng quang học, phản xạ bức xạ từ các hạt trong mảng keo và hấp thụ bức xạ từ các hạt nano. Theo phương pháp này, bức xạ phân tán tinh thể kết tụ phức hợp ở một dải độ dài bước sóng và hấp thụ bức xạ ở dải độ dài bước sóng khác. Các hạt nano hấp thụ bức xạ có thể được chọn từ hấp thụ bức xạ ở một hoặc nhiều dải độ dài bước sóng trong khi phản xạ bức xạ mảng keo như được mô tả nêu trên. Ví dụ, các hạt nano có thể hấp thụ dải rộng của bức xạ có thể nhìn thấy sao cho tinh thể kết tụ phức hợp có thể xuất hiện được nhuộm màu thẫm cũng trong khi phản xạ bức xạ có thể nhìn thấy từ mảng keo, nhờ đó màu thẫm của các hạt nano chức năng làm “nền” để ánh sáng được phản xạ từ tinh thể keo. Các hạt nano phù hợp bao gồm ở tinh thể kết tụ phức hợp theo sáng chế bao gồm vật liệu được đề cập nền được nhuộm màu thẫm để phản xạ tinh thể kết tụ, như thuốc nhuộm hoặc chất màu được nhuộm màu thẫm. Ví dụ không giới hạn của chất màu được nhuộm màu đen bao gồm muội than, sắt oxit, hoặc chất màu xanh lơ hoặc đỏ khác hoặc một số chất khác, bất kỳ trong số các chất này tạo thành nền thẫm để phản xạ được tạo thành từ CCA.

Trong một số trường hợp, tinh thể kết tụ theo sáng chế không có các hạt hấp thụ bức xạ được phủ lên nền được nhuộm màu sáng hoặc trắng, ánh sáng được phản xạ là bị chắn bằng phản xạ ánh sáng rộng từ nền. Việc chắn này có thể tối thiểu hóa bằng cách sử dụng tinh thể kết tụ phức hợp theo sáng chế. Khi tinh thể kết tụ phức hợp (có các hạt hấp thụ bức xạ) được phủ trên nền được nhuộm màu sáng hoặc trắng mà phản xạ ở dải độ dài bước sóng rộng, chức năng các hạt hấp thụ bức xạ làm nền thẫm mà

tăng cường độ tương phản, để ánh sáng được phản xạ từ CCA có thể nhìn thấy. Theo phương pháp này, tinh thể kết tụ có thể biểu hiện màu đậm thậm chí khi được phủ trên nền được nhuộm màu sáng hoặc trắng. Theo phương án, các hạt nano hấp thụ bức xạ có thể hấp thụ ánh sáng đủ để có chức năng làm nền để phản xạ ánh sáng từ các hạt CCA, tuy nhiên có thể không hấp thụ bức xạ ở độ dài bước sóng mà xuất hiện màu thẫm. Hoặc màu và màu sắc của bức xạ được hấp thụ bao gồm theo sáng chế sao cho độ dài bước sóng của bức xạ được phản xạ và độ dài bước sóng của bức xạ được hấp thụ có thể được chọn và được phối hợp như mong muốn cho nền cụ thể.

Theo một phương án, các hạt hấp thụ bức xạ được phân tán ngẫu nhiên trong tinh thể kết tụ phức hợp, như trong chất kết dính này tiếp nhận các hạt CCA. Mà cấu trúc có thể tạo thành bằng cách phân tán thứ nhất các hạt hấp thụ bức xạ trong môi trường như nước và hỗn hợp phân tán các hạt hấp thụ bức xạ bằng sự phân tán các hạt này tạo thành CCA. Khi làm khô được kết hợp phân tán, như bằng cách sấy phun mù, các hạt nano ngẫu nhiên được kết hợp thành chất kết dính bao quanh các hạt trong CCA. Theo một phương án, phân tán các hạt hấp thụ bức xạ chứa ít hoặc không có vật liệu ion và các hạt tích điện hấp thụ bức xạ là giống nhau mà các hạt tạo thành CCA, để bao gồm sự phân tán các hạt hấp thụ bức xạ không gây nhiễu với quá trình tạo thành màng keo.

Theo một cách khác, các hạt hấp thụ bức xạ có thể được kết hợp thành chính nó trong khi tổng hợp hạt. Chất màu hoặc thuốc nhuộm có thể bao gồm như bổ sung vào hỗn hợp phản ứng của thành phần mà tạo thành các hạt CCA để chất màu hoặc thuốc nhuộm được kết hợp trực tiếp thành các hạt CCA. Đối với thuốc nhuộm hữu cơ, thuốc nhuộm này có thể có ích để phân tán đầu tiên hoặc hòa tan thuốc nhuộm hữu cơ trong nước, thu được trong sự phân tán không ion hoặc hòa tan thuốc nhuộm màu hữu cơ mà có thể được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng.

Theo một phương án, các hạt hấp thụ bức xạ bao gồm nhỏ hơn khoảng 10% theo trọng lượng hoặc nhỏ hơn khoảng 1% theo trọng lượng của kết hợp tinh thể phức hợp và có kích cỡ hạt nhỏ hơn 100 nm.

Theo một số Ví dụ có prophetic, được nêu để chứng minh gốc chung theo sáng chế. Sáng chế nên không được hiểu là bị giới hạn bởi ví dụ cụ thể được thể hiện ở đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Hạt lõi tinh thể mềm mủ cao su được tạo thành như sau. Nước (1060 g) được khử ion hóa (Deionized -DI) đầu tiên được đưa vào bốn bình đáy tròn cổ cong kết hợp với cặp nhiệt điện, máy trộn cơ khí, và bình ngưng, và sau đó được làm nóng lên đến 80°C dưới dòng khí N₂. Khi nhiệt độ đạt đến 80°C, hỗn hợp của 3g của ammoni persulfat và 36g nước DI được đưa vào bình và được trộn trong thời gian 15 phút. Sau đó, tiền nhũ tương 30g nước DI, 5g của Disponil FES 993 (chất nhũ tương hóa sản xuất từ BASF) và 44g của metyl metacrylat (methyl methacrylate - MMA), tất cả đưa vào bình cùng một lúc và giữ ở 80°C trong thời gian 30 phút. Sau khi giữ lại hoàn toàn tiền nhũ tương của 95g nước DI, 1,05g SR 550 (metoxy polyetylen glycol (350) monometacrylat, sản xuất từ Sartome), 3,15g Disponil A 1080 (chất hoạt động bề mặt không ion, sản xuất từ BASF), 4,25g Disponil FES 993, 50,0g axit metacrylic (methyl methacrylate - MAA) và 108g MMA, được đưa vào bình trên khoảng 3 giờ. Sau khi cung cấp hoàn toàn, hỗn hợp giữ ở 80°C trong thời gian 30 phút bổ sung trước khi được để nguội xuống nhiệt độ trong phòng.

Ví dụ 2

Hạt mủ cao su rỗng được tạo thành bằng cách sử dụng các hạt lõi tinh thể mềm tạo thành theo Ví dụ 1 như sau. Nước DI (1398g) đầu tiên được đưa vào bốn bình đáy tròn cổ cong kết hợp với cặp nhiệt điện, máy trộn cơ khí, và bình ngưng, và sau đó được làm nóng lên đến 85°C dưới dòng khí N₂. Khi nhiệt độ đạt đến 85°C, hỗn hợp 2g của ammoni persulfat và 87,0g nước DI được đưa vào bình, và sau đó 430g mủ cao su lõi tinh thể mềm của Ví dụ 1 được đưa vào bình. Hỗn hợp giữ ở 77°C trong thời gian 10 phút.

Ba vỏ được tạo thành trên các hạt tinh thể mềm bằng cách đưa vào bình (trên khoảng 60 phút) cung cấp monome thứ nhất của tiền nhũ tương 76,5g nước DI, 1,80g natri dodecylbenzensulfonat (dodecylbenzenesulfonat - SDBS), 9,0g MAA, 60,0g MMA, 1,5g divinyl benzen (DVB) và 84,0g styren. Ngay sau khi cung cấp monome thứ nhất hoàn toàn, cung cấp monome thứ hai của tiền nhũ tương 303,0g nước DI, 2,25g ammoni persulfat, 3,3g SDBS, 12,0g MAA, 3,0g DVB và 600,0g styren, được đưa vào bình trên khoảng 90 phút. Sau khi, làm nóng hỗn hợp lên đến 90°C, và hỗn

hợp giữ ở 90°C trong thời gian 15 phút. Sau khi giữ lại, cung cấp monome thứ ba của tiền nhũ tương 90,0g nước DI, 0,9g SDBS, 0,6g natri styren sulfonat, 90,0g DVB và 75,0g styren, được đưa vào bình trên khoảng 10 phút.

Lõi các hạt và vỏ thứ nhất trương nở bằng cách trung hòa với bazo. Hỗn hợp 37,5g của 30% dung dịch amoni và 161,0g nước DI được đưa vào bình trên khoảng 15 phút, và giữ ở 90°C trong thời gian 45 phút để trương nở lõi các hạt và vỏ của các hạt mủ cao su. Mủ cao su được để nguội xuống 77°C, và hỗn hợp của 3,0g t-butyl hydroperoxit (70%) và 21,0g nước DI được đưa vào bình cùng một lúc. Hỗn hợp của 3,0g axit ascorbic và 90,0g nước DI sau đó được cung cấp trên khoảng 15 phút để polyme hóa styren ở vỏ. Sau đó mủ cao su giữ ở 77°C trong thời gian 30 phút trước khi được làm lạnh đến nhiệt độ trong phòng, lượng phân tán mủ cao su của 210nm các hạt polyme với lõi rỗng 101nm. Hình ảnh TEM của các hạt rỗng này thể hiện trong Fig. 1.

Phân tán mủ cao su sau đó được siêu lọc bằng cách sử dụng hộp siêu lọc 10,16 cm (4 inch) với 6,12 cm (2,41-inch) polyvinylidene florua membran, cả hai từ PTI Advanced Filtration, Inc., Oxnard, CA., và được bơm bằng cách sử dụng bơm nhu động ở tốc độ chảy khoảng 170ml trên giây. Nước DI (2985g) được bổ sung vào 3000g chất siêu lọc sau khi phân tán đã được loại bỏ. Sự trao đổi này được lặp lại vài lần cho đến khi 11349g chất siêu lọc được thay thế bằng 11348g nước DI. Bổ sung chất siêu lọc sau đó được loại bỏ cho đến khi hàm lượng chất rắn của hỗn hợp nằm trong khoảng từ 36 đến 38 phần trăm theo trọng lượng.

Ví dụ 3

Một phần phân tán theo Ví dụ 2 kết lắng trên nền và được phủ bằng tia UV có thể đóng rắn monome (SR9003, propoxylatd neopentyl glycol diacrylat, sản xuất từ Sartome) và được đóng rắn. Vật liệu được đóng rắn được biểu hiện màu nhiễu xạ trên bề mặt xanh lơ (như thể hiện ở mẫu bên tay phải trong Fig. 4, với đường màu trắng biểu hiện giữa trong số ba mẫu trong Fig. 4 do đó để phản xạ trên đầu đèn) và màu xanh lơ ấn tượng thông thường dịch chuyển sang đen làm giảm góc tới.

2% hỗn hợp của CYMEL® 385 (nhựa imino metylat melamin cao tạo thành bởi Cytec Industries, Inc.) được bổ sung để phân tán mủ cao su (30% chất rắn) mà sau đó được phun khô bằng cách sử dụng thiết bị phun khô Buchi B290 khô để tạo thành bột

ting thể kết tụ. Cho phép đặt ở 40%, nhiệt độ đầu vào là 155°C (được làm lạnh trên đầu phun) và nhiệt độ đầu ra là 72°C. Thiết bị hút là 70% và bơm được giới hạn nằm trong khoảng từ 6 đến 14% với áp suất được duy trì ở -40 millibar. Mẫu bột được gom (0,3g) được phân tán ở CYMEL® 385 (1,5g trong 1,5g nước) bằng vệt của phenyl axit phosphat catalyst và kết lắng trên ảnh mẫu BYK đen. Đóng rắn lớp phủ ở 90°C trong thời gian 30 phút để tạo thành màu hơi xanh lục.

Ví dụ 4

Hỗn hợp 238nm các hạt polyme với 154nm lõi rỗng tạo thành theo Ví dụ 1 và 2, ngoài trừ 4g Disponil FES 993 được sử dụng trong tiền nhũ tương thứ nhất như được mô tả ở Ví dụ 1. Hình ảnh TEM của các hạt rỗng này thể hiện trong Fig. 2. Khi kết lắng trên nền và được phủ bằng tia UV có thể đóng rắn monome (Sartome SR9003) và được đóng rắn, vật liệu được đóng rắn được biểu hiện màu nhiều xạ bề mặt xanh lục (như thể hiện ở mẫu giữa của Fig. 4) và màu xanh lục ấn tượng thông thường dịch chuyển sang màu xanh lơ làm giảm góc tới. Phân tán mù cao su thứ hai này được phun khô để tạo thành tinh thể kết tụ, và chất kết dính Cymel 385 được bổ sung là 1%. Mẫu bột được gom (0,3 g) được phân tán trong Cymel 385 (1,5 g trong 1,5 g nước) bằng vệt của phenyl axit phosphat catalyst và kết lắng trên ảnh mẫu BYK đen. Đóng rắn lớp phủ ở 90°C trong thời gian 30 phút để tạo thành màu xanh lục hơi đậm.

Ví dụ 5

Hỗn hợp của 270nm các hạt polyme với 170nm lõi rỗng tạo thành theo Ví dụ 1 và 2, ngoài trừ 3,0g Disponil FES 993 được sử dụng trong tiền nhũ tương thứ nhất như được mô tả ở Ví dụ 1. Hình ảnh TEM của các hạt rỗng này thể hiện trong Fig. 3. Khi kết lắng trên nền và được phủ bằng tia UV có thể đóng rắn monome (Sartome SR9003) và được đóng rắn, vật liệu được đóng rắn được biểu hiện màu nhiều xạ bề mặt đỏ (như thể hiện ở mẫu phía bên tay trái trong Fig. 4) và màu đỏ ấn tượng thông thường dịch chuyển sang màu xanh lục làm giảm góc tới. Mù cao su thứ ba này được phun khô để tạo thành tinh thể kết tụ, và chất kết dính Cymel 385 được bổ sung là 1%. Mẫu của bột được gom (0,3g) được phân tán trong Cymel 385 (1,5g trong 1,5g nước) bằng vệt của phenyl axit phosphat catalyst và kết lắng trên ảnh mẫu BYK đen. Đóng rắn lớp phủ ở 90°C trong thời gian 30 phút để tạo thành màu hồng.

Hình ảnh SEM được phun khô “màu đỏ” tinh thể kết tụ được tạo thành theo Fig. 5. Vùng của tinh thể keo đường như làm mặt trên bề mặt được bọc lộ kết tụ, được chứng minh bằng cách sắp xếp phù hợp của các hạt mủ cao su.

Ví dụ 6

Lớp phủ với hỗn hợp của ba mẫu được phun khô tinh thể kết tinh theo Ví dụ 3, 4, và 5 ở tỉ lệ 1:2:3 để kết lắng trong chế phẩm phủ như ở Ví dụ từ 3 đến 5, tạo thành lớp phủ trắng nhạt với độ phủ như thể hiện trong Fig. 6.

Ví dụ 7

Hạt mủ cao su rộng đơn phân tán được tạo thành bằng cách bọc kín dung môi như sau. hạt lõi tinh thể mủ cao su được tạo thành đầu tiên như sau. Nước DI (700g), 6g natri lauryl sulfat và 0,848g natri bicarbonat đầu tiên được đưa vào bốn bình đáy tròn cổ cong kết hợp với cặp nhiệt điện, máy trộn cơ khí, và bình ngưng, và sau đó được làm nóng đến 80°C dưới dòng khí N₂. Khi nhiệt độ đạt đến 80°C, 5% tiền nhũ tương của 164g styren, 8g axit acrylic, 0,5g natri lauryl sulfat, 60g nước DI và 17,2g *tert*-dodecyl mercaptan được đưa vào bình, và được trộn trong thời gian 20 phút. Sau đó phần còn lại của hỗn hợp tiền nhũ tương được nạp vào bình trên khoảng 1 giờ ở 80°C. Sau khi cung cấp hoàn toàn, hỗn hợp phản ứng giữ trong thời gian 1 giờ trước khi để nguội xuống nhiệt độ trong phòng.

Hạt polyme với dung môi được kết vỏ trong lõi được tạo thành như sau với hạt lõi tinh thể mủ cao su được mô tả nêu trên. Nước DI (471,5 g), 189,5 g metanol, 2,07g DOWFAX® 8390 (chất hoạt động bề mặt anionic sản xuất từ Dow Chemicals), 1,0g DOWFAX® 2A1 (chất hoạt động bề mặt anionic sản xuất từ Dow Chemicals), 6,55g *tert*-dodecyl mercaptan và 12,6g hạt lõi tinh thể mủ cao su được đưa vào bốn bình đáy tròn cổ cong kết hợp với cặp nhiệt điện, máy trộn cơ khí, và bình ngưng, và sau đó được làm nóng lên đến 70°C. Khi nhiệt độ đạt đến 70°C, hỗn hợp của 112,5g styren, 100g isooctan và 18,5g axit metacrylic được đưa vào bình cùng một lúc và sau đó hỗn hợp giữ ở 70°C trong thời gian 30 phút. Sau khi giữ lại, hỗn hợp của 5g nước DI và 5,24g ammoni persulfat được bổ sung vào bình cùng một lúc, và sau đó giữ ở 70°C trong thời gian 1 giờ. Sau khi giữ lại hoàn toàn, hỗn hợp 192,5g styren, 26,5g divinyl benzen và 34,0g isooctan được đưa vào bình trên khoảng 3 giờ ở 70°C.

Sau đó hỗn hợp giữ ở 70°C trong thời gian 1 giờ trước khi làm lạnh đến nhiệt độ trong phòng, lượng phân tán mù cao su 185nm các hạt polyme với 108nm lõi rỗng. Hình ảnh TEM là các hạt rỗng thể hiện trong Fig. 7.

Ví dụ 8

Sự phân tán có nước là đơn phân tán hoặc các hạt TiO₂ đơn phân tán ổn định (hoặc các hạt vô cơ có hệ số khúc xạ cao khác) với đường kính hạt trung bình là 130nm (đường kính trung bình có thể nằm trong khoảng từ 80 đến 220 nm) có thể được xử lý với 3-(trimetoxysilyl)propyl metacrylat hoặc phân tử hữu cơ khác mà sẽ liên kết với TiO₂ lên bề mặt chức năng hóa của hạt. Sự phân tán sẽ được làm nóng đến 80°C, và ổn định nhũ tương styren để phủ các hạt bằng vỏ dày 5nm và chứa 5% DVB làm chất tạo liên kết ngang sẽ được bổ sung cùng với ít kali persulfat làm chất khơi mào gốc tự do. Sau khi phản ứng trùng hợp vỏ styren/DVB này trên các hạt xong, quá trình bóc vỏ sẽ được lặp lại. Vỏ dày polyme sẽ được ghép vào các hạt cho đến khi đường kính hạt là 250nm. Quá trình này sẽ được lặp lại để tạo thành các hạt đơn phân tán với đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 170 đến 300nm. Hoặc vật liệu hạt lõi có hệ số khúc xạ cao như ZrO₂, ZnO hoặc ZnS với đường kính nằm trong khoảng từ 80 đến 180nm sẽ được phủ để tạo vỏ các hạt lõi phức hợp như được mô tả nêu trên.

Ví dụ 9

Phân tán theo Ví dụ 2, 4, 5, 7 và 8 sẽ được làm khô qua mỗi trong số thiết bị sấy khô hình trụ, tủ sấy khay và thiết bị bay hơi quay tạo thành tinh thể kết tụ lại và được đóng rắn. Thỏi tích polyme được đóng rắn có thể được sử dụng ở tỉ lệ nằm trong khoảng từ 2,5:7,5 đến 6:4.

Một phần phân tán hạt theo Ví dụ 2 được tập hợp thành mảng keo kết tinh bằng cách làm khô trên nền PET để tạo thành màng dày khoảng 10 µm. Màng còn được phủ bằng 50% dung dịch có nước 385 Cymel bằng vệt của phenyl axit phosphat catalyst. Sau đó màng được làm khô ở nhiệt độ trong phòng, và sau đó được kết tụ ở 90°C trong thời gian 1 giờ tạo thành màng CCA mà được nhuộm xạ màu xanh lơ.

Ví dụ 10

Phân tán theo Ví dụ 2, 4, 5, 7 và 8 hạt sẽ được tập hợp thành mảng keo kết tinh bằng cách làm khô. Polyme acrylic phân tử lượng thấp có khả năng hòa tan trong nước

có thể đóng rắn chứa nhiều nhóm keton và phân tử chất tạo liên kết ngang dihydrazit có khả năng hòa tan trong nước sẽ được hòa tan để phân tán ví dụ ở nồng độ mà sẽ thu được ở tỉ lệ thể tích của thể tích polyme được đóng rắn so với thể tích của các hạt để phân tán là 3:7. Thu được sự phân tán sẽ được phun khô tạo thành tinh thể kết tụ được đóng rắn và được tập hợp.

Sự phân tán như nêu trên cũng sẽ được làm khô qua mỗi trong số thiết bị sấy khô hình trụ, tủ sấy khay và thiết bị bay hơi quay tạo thành tinh thể kết tụ được đóng rắn và được tập hợp. thể tích polyme được đóng rắn có thể được sử dụng ở tỉ lệ nằm trong khoảng từ 2,5:7,5 đến 6:4.

Ví dụ 11

Phân tán theo Ví dụ 2, 4, 5, 7 và 8 hạt sẽ được tập hợp thành mảng keo kết tinh bằng cách làm khô. Nhựa amino tạo liên kết ngang có khả năng hòa tan có thể đóng rắn hoặc nhựa amino phân tử lượng thấp như CYMEL® 385 (nhựa imino metylat melamin cao tạo thành bởi công ty Cytec Industries, Inc.) hoặc CYMEL® 1172 (chất tạo liên kết ngang glycoluric), tùy chọn với diol hoặc polyol, sẽ được hòa tan để phân tán ví dụ ở nồng độ mà sẽ thu được ở tỉ lệ thể tích của thể tích polyme được đóng rắn so với thể tích của các hạt để phân tán là 3:7. Thu được sự phân tán sẽ được phun khô tạo thành tinh thể kết tụ được đóng rắn và được tập hợp.

Sự phân tán như nêu trên cũng sẽ được làm khô qua mỗi trong số thiết bị sấy khô hình trụ, tủ sấy khay và thiết bị bay hơi quay tạo thành tinh thể kết tụ được đóng rắn và được tập hợp. Thể tích polyme được đóng rắn có thể được sử dụng ở tỉ lệ nằm trong khoảng từ 2,5:7,5 đến 6:4.

Ví dụ 12

Phân tán theo Ví dụ 2, 4, 5, 7 và 8 hạt sẽ được tập hợp thành mảng keo kết tinh bằng cách làm khô. Hỗn hợp của acrylic monome có khả năng hòa tan trong nước và oligome bao gồm ít nhất một hai, ba hoặc bốn acrylat làm chất tạo liên kết ngang và chất khơi mào gốc tự do ở nhiệt độ thấp như 4,4'-azobis(axit 4-xyanovaleic) sẽ được hòa tan để phân tán ví dụ ở nồng độ mà sẽ thu được ở tỉ lệ thể tích của thể tích polyme được đóng rắn so với thể tích của các hạt để phân tán là 3:7. Theo một cách khác, tại chỗ chất khơi mào quang khơi mào gốc tự do có thể được kết hợp và hệ được đóng rắn

bằng cách tiếp xúc với tia cực tím bức xạ. Thu được sự phân tán sẽ được phun khô tạo thành tinh thể kết tụ được đóng rắn và được tập hợp.

Phân tán như nêu trên cũng sẽ được làm khô qua mỗi trong số thiết bị sấy khô hình trụ, tủ sấy khay và thiết bị bay hơi quay tạo thành tinh thể kết tụ được đóng rắn và được tập hợp. Thể tích polyme được đóng rắn có thể được sử dụng ở tỉ lệ nằm trong khoảng từ 2,5:7,5 đến 6:4.

Ví dụ, phân tán hạt 5g được tạo thành theo Ví dụ 5 được trộn với 1,8g SR 610 (polyetylen glycol (600) diacrylat, sản xuất từ Sartome) và 0,05g diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphin oxit/2-hydroxy-2-metyl-propiophenon (từ Aldrich), và sau đó được làm khô ở nhiệt độ trong phòng trên nền PET để tạo thành màng dày khoảng 10µm. Sau khi, màng này được đóng rắn bằng ánh sáng cực tím LED trong thời gian 1 phút dưới dòng khí N₂. Tạo thành màng đỏ.

Ví dụ 13

Phân tán theo Ví dụ 2, 4, 5, 7 và 8 hạt sẽ được bổ sung hỗn hợp monome chứa styren, butyl acrylat và 2% etylenglycol dimetacrylat ở tỉ lệ thể tích nằm trong khoảng từ 1:7 đến 6:4 để các hạt cùng với chất khơi mào kali persulfat ở 80°C. Vỏ polyme Tg thấp sẽ được tạo thành trên hạt. Vỏ này có thể lỏng bít kín trong vỏ cụ thể sau khi xử lý nhiệt. Thu được sự phân tán sẽ được phun khô để làm kết tụ và hợp nhất lại, kết tụ từng phần hoặc tinh thể kết tụ được liên kết.

Phân tán như nêu trên cũng sẽ được làm khô bằng mỗi trong số thiết bị sấy khô hình trụ, tủ sấy khay và thiết bị bay hơi quay để làm kết tụ và hợp nhất lại từng phần hoặc tinh thể kết tụ được liên kết.

Ví dụ, 2000g mủ cao su được tạo thành theo Ví dụ 2 (mà không siêu lọc) được tích điện đưa vào bốn bình đáy tròn cổ cong kết hợp với cặp nhiệt điện, máy trộn cơ khí, và bình ngưng, và sau đó được làm nóng lên đến 77°C dưới dòng khí N₂. Khi nhiệt độ đạt đến 77°C, tiền nhũ tương của 150g nước DI, 1,5g ammoni persulfat, 0,45g natri dodecylbenzensulfonat (SDBS), 0,6g natri styren sulfonat, 50g styren, 25g butyl acrylat và 50g MMA được đưa vào bình trên khoảng 45 phút. Sau khi cung cấp hoàn toàn, sau đó mủ cao su giữ ở 77°C trong thời gian 60 phút trước khi làm lạnh đến nhiệt độ trong phòng.

Ví dụ 14

Phân tán hạt theo Ví dụ 2, 4, 5, 7 và 8 sẽ được chuyển vào dung môi bằng cách, ví dụ, bổ sung chất hòa tan Dowanol PM Axetat (DPMA) và ngừng chưng cất nước. Sự phân tán không có nước này được ổn định bằng nhóm làm ổn định không gian trên vỏ hạt sẽ được bổ sung monome kết dính polyme không có ion có khả năng hòa tan trong dung môi, oligome hoặc polyme như isocyanat/polyol, tia UV có thể đóng rắn monome, melamin/polyol hoặc polyme chất dẻo nóng. Bay hơi dung dịch và đóng rắn như theo Ví dụ từ 9 đến 13 sẽ tạo thành mảng kết tinh được điền đầy với nền polyme.

Ví dụ, 400g mủ cao su được tạo thành theo Ví dụ 2 được đưa vào bình được trang bị thiết bị chân không. Hỗn hợp được làm nóng lên đến 40°C, và 68g nước thứ nhất được tách dưới chân không 24,5 Hg. Sau khi, 600g DPMA được đưa vào bình cùng một lúc. Còn 338g chất hòa tan được tách dưới chân không. Theo cách này, các hạt polyme được chuyển từ nước sang DPMA.

Ví dụ 15

Tinh thể kết tụ trong được tập hợp, được điền đầy và được đóng rắn theo Ví dụ từ 9 đến 14 sẽ được nghiền để kích cỡ hạt trung bình là 2,5 μm , thông qua kích cỡ trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 5 μm có thể được sử dụng. Khối tinh thể của tinh thể keo với nhiều xạ ban đầu ở quang phổ đỏ sẽ được trộn ở lớp phủ với lượng phù hợp của tinh thể kết tụ bằng nhiều xạ xanh lục và tinh thể kết tụ bằng nhiều xạ xanh lơ để tạo thành lớp phủ trắng. Kích cỡ hạt trung bình và tỉ lệ tối ưu của các hạt bằng nhiều xạ độ dài bước sóng khác nhau tạo thành độ trắng và độ phủ tối ưu. Các lớp phủ này sẽ được làm với các hạt làm bằng cách nghiền ẩm, nghiền khô và nghiền phun tia.

Ví dụ 16

Tinh thể kết tụ theo Ví dụ 9 đến 14 mà chủ yếu có cấu trúc lập phương hoặc FCC sẽ được tán thành kích cỡ hạt trung bình là 2,5 μm . Mỗi vật liệu này sẽ được trộn trong chế phẩm phủ và được sử dụng như chất nhuộm màu để tạo thành màu đậm. Hỗn hợp của các chất màu này cũng sẽ được sử dụng để tạo thành màu bổ sung. Ví dụ, tinh thể kết tụ nhiều xạ xanh lơ sẽ được trộn với tinh thể kết tụ nhiều xạ đỏ để tạo thành màu đỏ thẫm.

Ví dụ 17

Phân tán theo Ví dụ 2, 4, 5, 7 và 8, 1% muối than tinh luyện sự phân tán sẽ được bổ sung trước để tạo thành tinh thể kết tụ như Ví dụ từ 9 đến 14. Các ví dụ này sẽ được xử lý như Ví dụ 16 để tạo thành chất màu phủ được nhuộm màu đậm. Theo Ví dụ khác, thuốc nhuộm Sudan Black sẽ được kết hợp ở vỏ hữu cơ phân tán. Mỗi ví dụ này sẽ được trộn trong chế phẩm phủ và được phủ bằng chất nhuộm màu để tạo thành màu đậm. Hỗn hợp của các chất màu này cũng sẽ được sử dụng để tạo thành màu bổ sung ở lớp phủ.

Ví dụ 18 A và B

Trong mỗi Ví dụ 18 A và B, phân tán của các hạt vỏ ba lõi tạo thành theo phương pháp của Ví dụ 2, ngoài trừ 342g mủ cao su lõi tinh thể mềm được sử dụng. Phân tán (30% chất rắn, với 2% Cymel 385 được bổ sung làm chất kết dính) được phun khô bằng máy phun khô 290 Buchi với được làm lạnh trên đầu phun, nhiệt độ đầu vào là 170°C, nhiệt độ đầu ra là 80°C và áp suất là -50 mbar để tạo thành được các hạt được sấy khô bằng cách phun.

Như kiểm soát, trong Ví dụ 18A, các hạt được sấy khô bằng cách phun (0,5g) được phân tán ở 2g Cymel 385 melamin và 2g nước DI và 2 giọt của PAP (phenyl axit phosphat) axit catalyst. Phân tán các hạt được sấy khô bằng cách phun kết lắng trên Leneta tạo thành ảnh mẫu 2C để tạo thành lớp phủ và sau đó được đóng rắn ở 90°C trong thời gian 30 phút. Lớp phủ này được xuất hiện xanh lơ hơi lục trên nền đen và hầu như không màu trên nền trắng (Fig. 8A).

Trong Ví dụ 18B, để phân tán các hạt được sấy khô bằng cách phun theo Ví dụ 18A (hạt được sấy khô bằng cách phun trong Cymel 385) được bổ sung Penn Color black Aqualour phân tán 36B165 (phân tán muối than không ion) ở 3,7% dựa trên trọng lượng chất rắn. Sự phân tán được kết hợp các hạt được sấy khô bằng cách phun và muối than được phun khô như nêu trên. Vật liệu được phun khô được phủ trên giấy Leneta như Ví dụ 18A. Khác với Ví dụ 18A, lớp phủ được xuất hiện màu xanh lục thẫm trên cả hai nền trắng và đen (Fig. 8B).

So sánh, lớp phủ của chỉ phân tán muối than (không phân tán keo) ở cùng nồng độ được ứng dụng lên giấy Leneta và được xuất hiện màu đen trên nền đen và màu

xám thẫm trên nền trắng, biểu hiện rằng lớp phủ của phản xạ bức xạ ở Ví dụ 18B giống Ví dụ 18A cũng như hấp thụ bức xạ.

Ngược lại phương án cụ thể theo sáng chế đã được mô tả nêu trên đối với mục đích của việc minh họa, sẽ được nêu rõ bởi người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật mà các dãy số khác nhau được nêu chi tiết theo sáng chế có thể không bị giới hạn sáng trong yêu cầu bảo hộ đi kèm.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp, chế phẩm này bao gồm:

nhiều tinh thể keo được định hướng ngẫu nhiên, mỗi tinh thể này bao gồm (1) các hạt phản xạ bức xạ được sắp xếp trong mảng keo và (2) các hạt hấp thụ bức xạ được phân tán trong tinh thể, sao cho chế phẩm tán xạ bức xạ ở dải độ dài bước sóng về cơ bản theo tất cả các hướng và hấp thụ bức xạ ở dải độ dài bước sóng khác.

2. Chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp theo điểm 1, trong đó nhiều tinh thể keo này được tạo thành khi kết tụ tinh thể, tốt hơn là còn bao gồm chất kết dính.

3. Chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp theo điểm 2, trong đó các hạt hấp thụ bức xạ được phân tán trong chất kết dính.

4. Chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp theo điểm 3, trong đó các hạt hấp thụ bức xạ này bao gồm chất màu thẫm hoặc thuốc nhuộm, tốt hơn là bao gồm muối than hoặc sắt oxit.

5. Chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp theo điểm 1, trong đó các hạt hấp thụ bức xạ bao gồm nhỏ hơn 10% theo trọng lượng của tinh thể, tốt hơn là nhỏ hơn 1% theo trọng lượng của tinh thể.

6. Chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp theo điểm 1, trong đó các hạt hấp thụ bức xạ có kích cỡ nhỏ hơn 100nm.

7. Chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp theo điểm 1, trong đó mỗi các hạt phản xạ bức xạ chứa vỏ xác định phân bên trong.

8. Chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp theo điểm 1, chế phẩm này còn bao gồm chế phẩm tạo màng.

9. Phương pháp sản xuất chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp, phương pháp này bao gồm các bước:

tạo thành sự phân tán bao gồm các hạt thứ nhất đơn phân tán được tích điện và các hạt hấp thụ bức xạ thứ hai;

sắp xếp các hạt thứ nhất thành các mảng tuần hoàn để tạo thành nhiều tinh thể keo trong đó các hạt thứ hai được phân bố ngẫu nhiên, trong đó mỗi tinh thể tán xạ bức xạ bằng cách phản xạ từ các hạt thứ nhất và hấp thụ bức xạ qua các hạt thứ hai; và

phân tán tinh thể trong chất mang để tạo thành chế phẩm mà chế phẩm này tán xạ bức xạ ở dải độ dài bước sóng về cơ bản theo tất cả các hướng và hấp thụ bức xạ ở dải độ dài bước sóng khác.

10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó các hạt thứ nhất được tích điện và các hạt thứ hai không được tích điện hoặc có cùng tích điện giống các hạt thứ nhất.

11. Phương pháp theo điểm 9, phương pháp này còn bao gồm bước phân tán các hạt thứ nhất ở bước phân tán thứ nhất, phân tán các hạt thứ hai ở bước phân tán thứ hai, và kết hợp sự phân tán thứ nhất và thứ hai.

12. Phương pháp theo điểm 9, phương pháp này còn bao gồm bước sấy phun tinh thể được phân tán trong chất kết dính để tạo thành sự kết tụ tinh thể và chất kết dính.

13. Phương pháp theo điểm 10, trong đó phần bên trong của các hạt thứ nhất xác định lỗ rỗng, tốt hơn là các hạt thứ hai được thu nhận trong phạm vi các hạt thứ nhất.

14. Chế phẩm phủ phản xạ bao gồm chế phẩm phản xạ và hấp thụ bức xạ phức hợp theo điểm 1 và chế phẩm tạo màng.

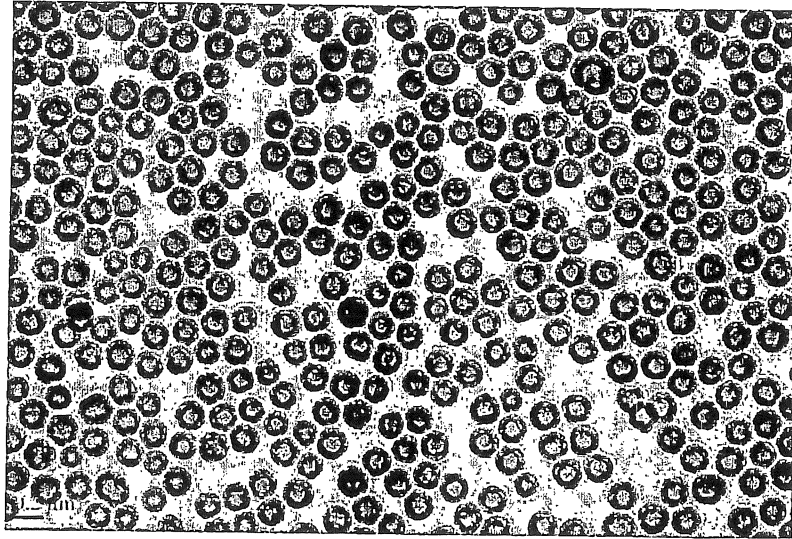


FIG. 1

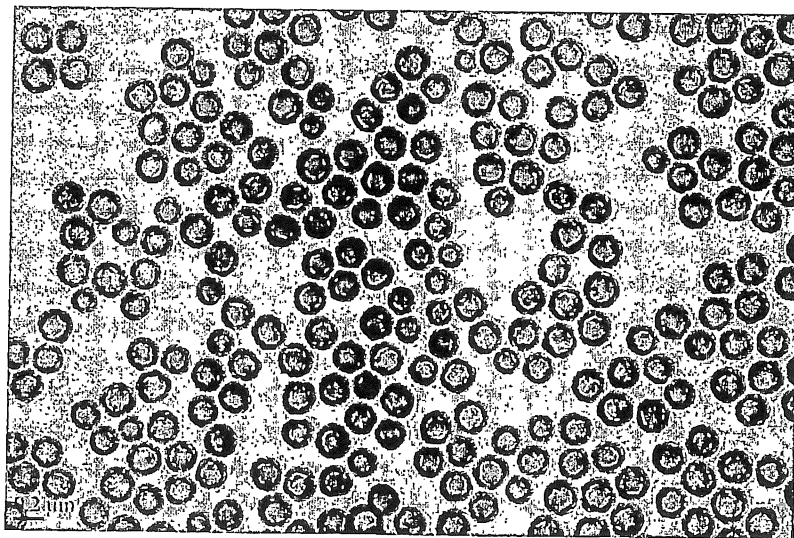


FIG. 2

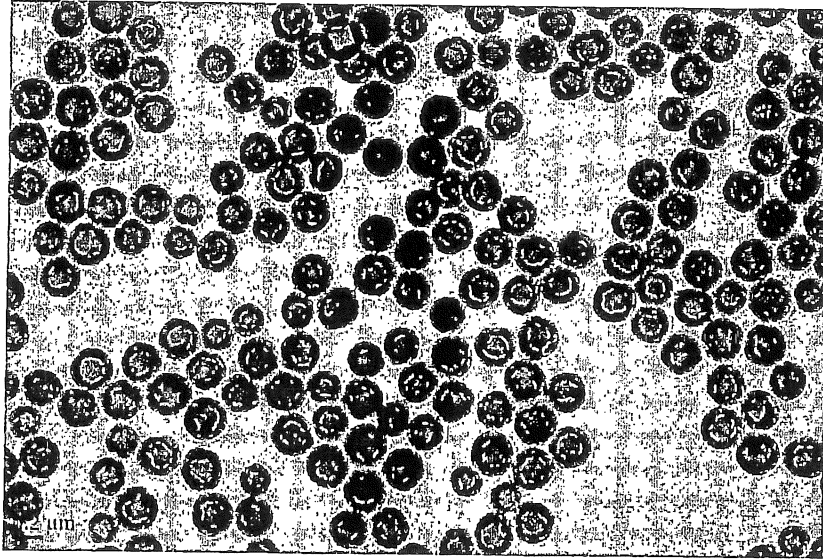


FIG. 3

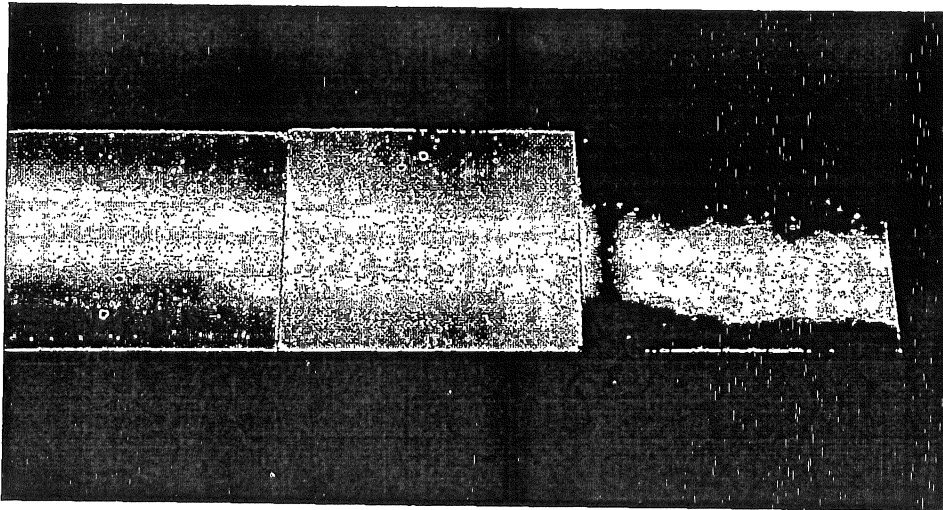


FIG. 4

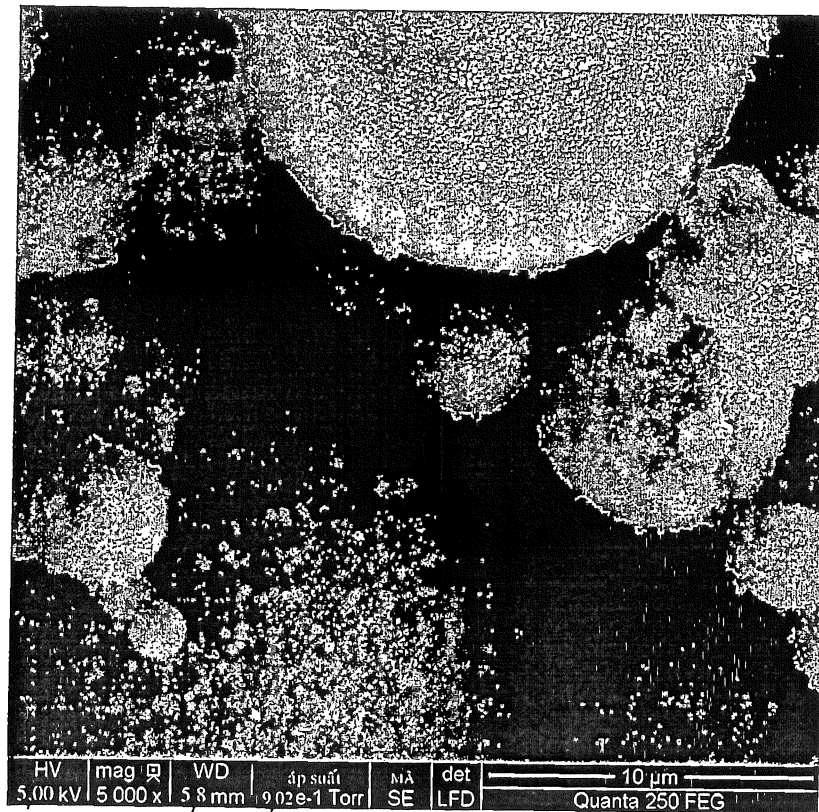


FIG. 5

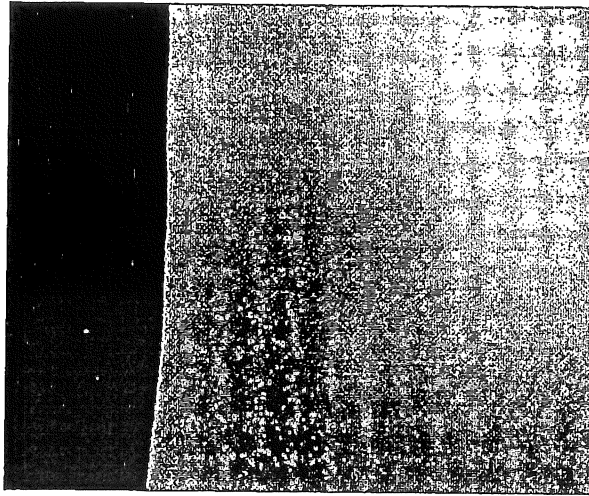


FIG. 6

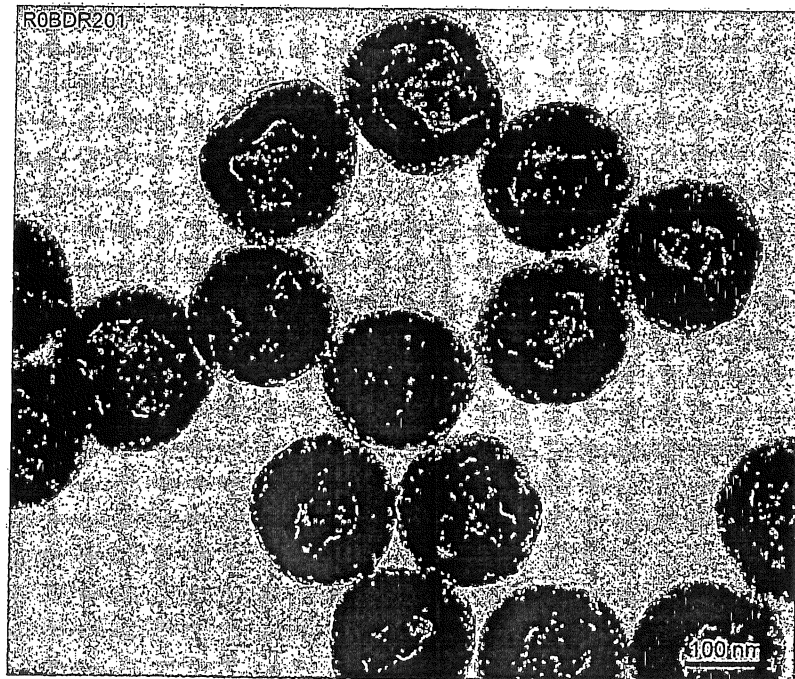


FIG. 7

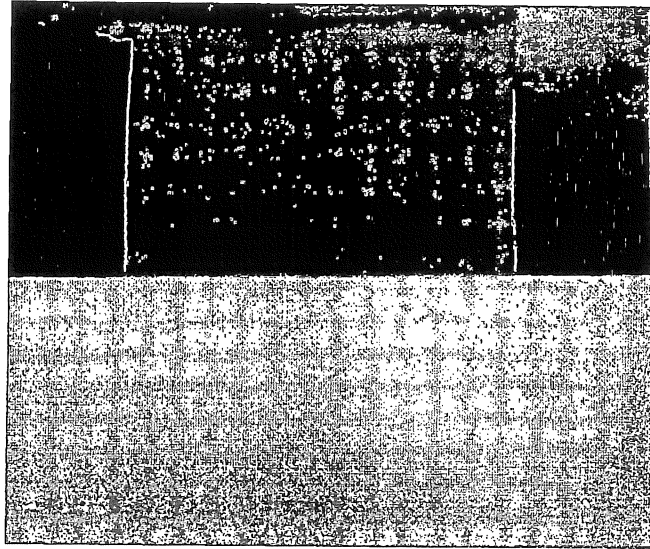


FIG. 8A

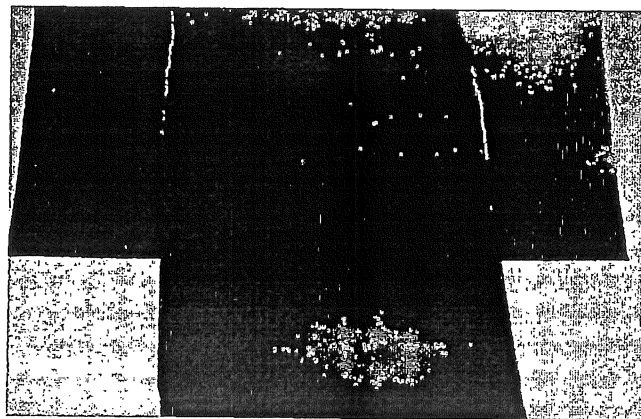


FIG. 8B