



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0407265-0 B1

(22) Data do Depósito: 15/10/2004

(45) Data de Concessão: 09/01/2018



(54) Título: DISPERSÃO DE PARTÍCULAS FINAS DE MATERIAL DE PROTEÇÃO CONTRA INFRAVERMELHO

(51) Int.Cl.: C09C 1/00; C09C 3/04; C09D 17/00; C01G 41/00

(30) Prioridade Unionista: 03/02/2004 JP 2004-026901, 20/10/2003 JP 2003-359838

(73) Titular(es): SUMITOMO METAL MINING CO., LTD.

(72) Inventor(es): HIROMITSU TAKEDA; KENJI ADACHI

“DISPERSÃO DE PARTÍCULAS FINAS DE MATERIAL DE PROTEÇÃO CONTRA INFRAVERMELHO”

CAMPO TÉCNICO

[0001] A presente invenção refere-se a uma dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho, com partículas finas de um material de óxido, que é transparente em uma região visível e tendo uma absorção em uma região de proteção próximo do infravermelho dispersa em um meio, um corpo de proteção contra infravermelho produzido pela dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho, um método de produção de partículas finas de material de proteção contra infravermelho usado para a dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho e partículas finas de material de proteção contra infravermelho produzidas pelo método de produção de partículas finas de material de proteção contra infravermelho. Especificamente, a presente invenção refere-se à dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho formado dispersando-se as partículas finas de material de proteção contra infravermelho, contendo as partículas finas de óxidos de tungstênio e/ou composto de óxidos de tungstênio no meio.

FUNDAMENTOS DA TÉCNICA

[0002] O documento de patente 1 propõe uma película de proteção de luz, usada para um material de janela ou similar, contendo um pigmento preto incluindo um pigmento inorgânico, tal como negro de fumo e negro de titânio, tendo absorção em uma região de luz visível até a luz próxima do infravermelho e um pigmento orgânico, tal como negro de anilina, tendo forte absorção somente em uma região de luz visível. O documento de Patente 2 propõe um membro de proteção de luz semi-espelho, que é depositado por vapor com metal, tal como alumínio.

[0003] O documento de patente 3 propõe um vidro de corte de raios térmicos, adequadamente usado em uma posição requerendo alta transmissão

de raios visíveis, tendo um excelente desempenho de corte de raios térmicos, em que uma múltipla película de óxido de tungstênio, como uma primeira camada, é provida incorporando pelo menos uma espécie de elemento metálico, selecionada do grupo consistindo do grupo IIIa, IVa, Vb, VIb e VIIb da tabela periódica, de um lado do substrato sobre um substrato de vidro transparente, e uma película dielétrica transparente, como uma segunda camada sobre a primeira camada, e o índice refrativo da película dielétrica transparente da segunda camada sendo feito ser mais baixo do que o índice refrativo da múltipla película de óxido de tungstênio, da primeira camada ou da terceira camada.

[0004] No mesmo método do documento de patente 3, o documento de patente 4 propõe o vidro de corte de raios térmicos, laminando-se a primeira película dielétrica sobre o substrato de vidro, como a primeira camada do lado do substrato, a película de óxido de tungstênio sobre ela como a segunda camada e a segunda película dielétrica ainda sobre ela como a terceira camada.

[0005] Da mesma maneira que o documento de patente 3, o documento de patente 5 propõe o vidro de corte de raios térmicos, laminando-se a película composta de óxido de tungstênio, contendo o mesmo elemento metálico, como a primeira camada do lado do substrato e laminando-se a película dielétrica transparente sobre a primeira camada, como a segunda camada.

[0006] O documento de patente 6 propõe uma lâmina de vidro revestida para controlar a luz solar, tendo uma característica de proteção de luz solar. Esta lâmina de vidro é formada revestindo-se uma película de um óxido de metal por um método CVD ou um método de pulverização e submetendo-se a película a uma decomposição térmica a cerca de 250°C. O óxido metálico é pelo menos selecionado do grupo consistindo de trióxido de tungstênio (WO_3), trióxido de molibdênio (MoO_3), pentóxido de nióbio

(Nb_2O_5), pentóxido de tântalo (Ta_2O_5), pentóxido de vanádio (V_2O_5) e dióxido de vanádio (VO_2), contendo aditivos tais como hidrogênio, lítio, sódio e potássio.

[0007] O documento de patente 7 propõe um material isolante de calor fotocromico, que pode sofrer rápidos processos de coloração/descoloração na exposição à luz solar e que, quando colorido, tem um pico de absorção a 1250 nm e pode, assim, proteger da luz solar da região próxima do infravermelho. Este material utiliza um óxido de tungstênio, obtido por hidrólise de ácido de tungstênio. Um polímero orgânico específico, chamado polivinilpirrolidona, é adicionado ao óxido de tungstênio. Quando o material é exposto à luz solar, os raios-UV contidos na luz solar são absorvidos pelo óxido de tungstênio. Isto resulta na geração de elétrons excitados e buracos. Como resultado, uma pequena dose de irradiação UV pode causar a geração de uma quantidade significativa de tungstênio com uma valência de 5, que acelera a coloração do material. Quando a densidade de cor do material aumenta, o material protege de uma significativa proporção da luz solar e o tungstênio, com uma valência de 5, é imediatamente oxidado a uma valência de 6. Isto, por sua vez provoca rápido desbotamento da cor do material.

[0008] Os presentes inventores propõem, no documento de Patente 8, uma maneira de obter-se trióxido de tungstênio, um hidrato ou uma mistura deles. Especificamente, o hexacloreto de tungstênio é dissolvido em um álcool. Um produto desejado é fornecido por evaporação do solvente da mistura, ou primeiro refluxando-se a mistura e, em seguida, evaporando-se o solvente, seguido por aquecimento do resíduo a 100°C a 500°C. Os presentes inventores também propõem que partículas finas de tal óxido de tungstênio possam ser usadas para fabricar um elemento eletrocromico, para formar um laminado de multicamadas e, quando introduzindo prótons na película, as características ópticas da película possam ser mudadas.

[0009] O documento de Patente 9 propõe um método para produzir vários bronzes de tungstênio, como expresso pela fórmula: M_xWO_3 (onde M é um elemento de metal, tal como um metal alcalino, metal alcalino terroso ou metal de terras raras; satisfazendo $0 < x < 1$). Este método utiliza um meta tungstato de amônio e vários sais de metais solúveis em água como materiais de partida e envolve aquecer uma solução aquosa dos reagentes a cerca de 300 a 700°C, secar a mistura aquosa para obter um produto sólido e suprir um hidrogênio aquoso contendo um gás inerte (em uma quantidade de aproximadamente 50% em volume ou mais) ou vapor d'água (em uma quantidade de aproximadamente 15 % em volume ou menos) ao material sólido.

[00010] Documento de Patente 1 – Publicação de Patente Japonesa Aberta ao Público No. 2003-029314.

[00011] Documento de Patente 2 - Publicação de Patente Japonesa Aberta ao Público No. 9-107815.

[00012] Documento de Patente 3 - Publicação de Patente Japonesa Aberta ao Público No. Hei 8-59300

[00013] Documento de Patente 4 - Publicação de Patente Japonesa Aberta ao Público No. Hei 8-12378

[00014] Documento de Patente 5 - Publicação de Patente Japonesa Aberta ao Público No. Hei 8-283044.

[00015] Documento de Patente 6 - Publicação de Patente Japonesa Aberta ao Público No. 2000-119045.

[00016] Documento de Patente 7 - Publicação de Patente Japonesa Aberta ao Público No. Hei 9-127559.

[00017] Documento de Patente 8 - Publicação de Patente Japonesa Aberta ao Público No. 2003 – 121884.

[00018] Documento de Patente 9 - Publicação de Patente Japonesa Aberta ao Público No. Hei 8-73223.

DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

Problemas a Serem Resolvidos pela Invenção

[00019] O pigmento negro, descrito no Documento de Patente 1, tem um pico de absorção na região visível. Assim, quando o pigmento é usado em um material de janela ou similar, o material de janela tende a ter cores escuras e, portanto, a aplicação é limitada.

[00020] O material de janela ou similar, compreendendo película metálica depositada, descrita no Documento de Patente 2, está na aparência de um estado de semi-espelho. Portanto, quando usada do lado externo, tal semi-espelho tende a brilhar devido à reflexão, propondo um problema visualmente.

[00021] Os materiais de corte de raios térmicos, descritos nos documentos de patente 3 a 5, são produzidos principalmente por um método seco, empregando um método de deposição a vácuo, tal como crepitação, deposição de vapor, galvanização iônica e deposição de vapor químico (CVD). Estes métodos de produção requerem um aparelho de larga-escala e, assim, o custo é aumentado. Além disso, os substratos usados para estes materiais de corte de raios térmicos são expostos a plasma em temperatura elevada e podem requerer aquecimento após deposição da película. Assim, quando os materiais resinosos, tais como películas de resina, são usados como os substratos, os recursos e condições para deposição da película devem ser cuidadosamente considerados. Além disso, a película de óxido de tungstênio ou a película composta de óxido de tungstênio, mostradas nos documentos supracitados, exibem funções somente quando tais película são formadas em película de multicamadas com outra película dielétrica transparente. Por este ponto de vista, a presente invenção é significativamente distinguível dos documentos supracitados.

[00022] A lâmina de vidro revestida, pra controlar a luz solar descrita no Documento de Patente 6, tem uma película de revestimento formada por

deposição do material requerido sobre um substrato de vidro, utilizando-se um método CVD ou um método de pulverização, em conjunto com deposição térmica. Esta lâmina de vidro requer materiais precursores dispendiosos e envolve decomposição térmica em elevadas temperaturas. Por esta razão, quando os materiais resinosos, tais como películas de resina, são usados como os substratos, as condições para deposição da película devem ser cuidadosamente consideradas. A lâmina de vidro deve também incluir duas ou mais camadas e, portanto, o documento 6 essencialmente difere da presente invenção.

[00023] O material termicamente isolante, controlável pela luz variável da luz solar e os elementos eletrocromicos descritos nos documentos de patente 7 e 8, são materiais para mudar seus tons de cor por radiação UV e uma diferença do potencial elétrico. Portanto, a estrutura da película é complicada e é difícil de ser usada em um campo de aplicação em que não é desejada a mudança de tons de cor.

[00024] O Documento de Patente 9, embora o método de produção do bronze ao tungstênio seja aqui descrito, não menciona nada acerca do diâmetro de partícula ou características ópticas do pós resultante. Isto talvez ocorra porque o bronze ao tungstênio é destinado para uso como um material para eletrodos usados em vários dispositivos de eletrólise ou células de combustível ou como um material para os catalisadores usados em síntese orgânica, porém não pretendido para fins de corte de luz solar, como na presente invenção.

[00025] A fim de resolver o problema supracitado, é fornecida a presente invenção. Um objetivo da presente invenção é prover uma dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho, um corpo de proteção contra infravermelho, que suficientemente transmita uma luz visível, sem ter uma aparência de um semi-espelho, sem requerer um aparelho de produção de larga escala, durante a deposição em um substrato, capaz de

eliminar um tratamento térmico em temperatura elevada durante a deposição, eficientemente protegendo uma região invisível próxima do infravermelho de comprimentos de onda de 780 nm ou maiores, sem mudança de tom de cor, e um método de produção das partículas finas de material de proteção contra infravermelho e partículas finas de material de proteção contra infravermelho, assim produzidas pelo método de produção das partículas finas de material de infravermelho.

Meios para Resolver o Problema

[00026] É geralmente sabido que os materiais contendo elétrons livres, através do fenômeno chamado oscilações plasmáticas, refletem e absorvem ondas eletromagnéticas em uma região de comprimento de onda de 200 nm a 2600 nm, isto é, na parte periférica de um espectro de feixe solar. Quando um pó de tal material é produzido como uma partícula fina menor do que o comprimento de onda da luz, sabe-se que pode ser obtida alta transparência na região visível, devido à dispersão geométrica reduzida na região visível (380 nm a 780 nm). Observe-se que, neste relatório, o termo “transparência” é usado no sentido de que o material tem alta transmitância à luz na região visível, com pouca difusão.

[00027] No ínterim, sabe-se que o óxido de tungstênio, expresso por WO_{3-x} , e o bronze ao tungstênio, adicionados com um elemento positivo, tal como Na, ao trióxido de tungstênio, são materiais condutivos. De acordo com as análises de um único cristal destes materiais, é sugerido que os elétrons livres respondem à luz da região infravermelha.

[00028] Os presentes inventores conceberam que a quantidade de elementos livres presentes no material de proteção infravermelha, contendo partículas finas do óxido de tungstênio ou do composto de óxido de tungstênio, pode ser aumentada e, se um diâmetro de partícula for fixado para ser de 1 nm a 800 nm, eles podem funcionar como o material de proteção contra infravermelho. Os presentes inventores também verificaram que,

diferente das películas fabricadas por um método seco, incluindo uma deposição a vácuo, tal como crepitação, deposição de vapor, galvanização iônica e deposição de vapor químico (CVD) ou a película produzida por CVD e pulverização, a película obtida por dispersão das partículas finas do material de proteção contra infravermelho, em um meio adequado, pode efetivamente absorver o feixe de raios solares, particularmente em uma região próxima do infravermelho, sem contar com a interferência da luz, e pode transmitir luz na região visível. Estes achados finalmente resultaram na presente invenção.

[00029] Por conseguinte, a presente invenção assume diversos aspectos, como segue.

[00030] Em um primeiro aspecto, é fornecida uma dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho, que é formada dispersando-se partículas finas de material de proteção contra infravermelho em um meio, compreendendo partículas finas de óxido de tungstênio e/ou partículas finas de composto de óxido de tungstênio, em que um diâmetro de partícula das partículas finas de material de proteção contra infravermelho não é menor do que 1 nm e não maior do que 800 nm.

[00031] Em um segundo aspecto, é provida uma dispersão de partículas finas, do material de proteção contra infravermelho, de acordo com um primeiro aspecto, em que as partículas finas de óxido de tungstênio são as partículas finas de óxido de tungstênio expressado por uma fórmula geral: $WyOz$ (em que W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $2,2 \leq z/y \leq 2,999$).

[00032] Em um terceiro aspecto, é provida uma dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho, de acordo com um primeiro aspecto, em que o composto de óxido de tungstênio são partículas finas do composto de óxido de tungstênio expressado pela fórmula geral: $MxWyOz$ (em que M é pelo menos um elemento selecionado do grupo consistindo de H, He, metal alcalino, metal alcalino terroso, elemento de terras raras, Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn,

Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta, Re, Be, Hf, Os, Bi e I, W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $0,001 \leq x/y \leq 1$; e $2,2 \leq z/y \leq 3,0$).

[00033] Em um quarto aspecto, é provida a dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho, de acordo com qualquer um dos primeiro aspecto ao terceiro aspecto, em que as partículas finas de óxido de tungstênio e/ou as partículas finas de composto de óxido de tungstênio compreendem uma fase Magnéli, expressa pela fórmula geral: W_yO_z (em que W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $2,45 \leq z/y \leq 2,999$).

[00034] Em um quinto aspecto, é provida a dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho, de acordo com o terceiro aspecto, em que as partículas finas do composto de óxido de tungstênio, expresso pela fórmula geral $M_xW_yO_z$, compreende pelo menos mais do que uma espécie de partículas finas de estrutura cristalina hexagonal, tetragonal, cúbica ou estrutura amorfa.

[00035] Em um sexto aspecto, é provida a dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho, de acordo com o terceiro aspecto, em que algumas das partículas finas do composto de óxido de tungstênio, expresso pela fórmula geral $M_xW_yO_z$, ou todas elas, têm uma estrutura cristalina hexagonal.

[00036] Em um sétimo aspecto, é fornecida a dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho, de acordo com o terceiro aspecto, em que o elemento M é mais do que uma espécie de elemento selecionado do grupo consistindo de Cs, Rb, K, Tl, In, Ba, Li, Ca, Sr, Fe e Sn.

[00037] Em um oitavo aspecto, é fornecida a dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho, de acordo com qualquer um dos primeiro aspecto ao sétimo aspecto, em as partículas finas de material de proteção contra infravermelho são revestidas com óxido contendo mais do

que uma espécie de elemento selecionado do grupo consistindo de Si, Ti, Zr e Al.

[00038] Em um nono aspecto, é fornecida a dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho, de acordo com qualquer um dos primeiro aspecto ao oitavo aspecto, em que o meio é resina ou vidro.

[00039] Em um décimo aspecto, é fornecida a dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho, de acordo com o nono aspecto, em que a resina é mais do que uma espécie de elemento selecionado do grupo consistindo de resina de polietileno, resina de cloreto de polivinila, resina de cloreto de polivinilideno, resina de álcool de polivinila, resina de poliestireno, resina de polipropileno, copolímero de etileno-vinil acetato, resina de poliéster, resina de tereftalato de polietileno, resina de flúor, resina de policarbonato, resina acrílica e resina de polivinil butiral.

[00040] Em um décimo-primeiro aspecto, é provido um corpo de proteção contra infravermelho, em que a dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho, de acordo com qualquer um dos primeiro aspecto ao décimo aspecto, é formada em um formato de placa, em um formato de película e em um formato de película fina.

[00041] Em um décimo-segundo aspecto, é provido um método de produção de partículas finas de material de proteção contra infravermelho, contendo partículas finas de óxido de tungstênio expressado por uma fórmula geral: W_yO_z (em que W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $2,2 \leq x/y \leq 2,999$) e/ou partículas finas de composto de óxido de tungstênio, expresso pela fórmula geral: $M_xW_yO_z$ (onde M é pelo menos uma espécie de elemento selecionado do grupo consistindo de H, He, metal alcalino, metal alcalino terroso, elemento de terras raras, Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta, Re, Be, Hf, Os, Bi e I, W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $0,001 \leq x/y \leq 1$ e $2,2 \leq z/y \leq 3,0$), o método compreendendo a

etapa de:

aquecer um material de partida, das partículas finas de material de proteção contra infravermelho, em um gás redutor e/ou atmosfera de gás inerte.

[00042] Em um décimo-terceiro aspecto, é provido o método de produção das partículas finas do material de proteção contra infravermelho, de acordo com o décimo-segundo aspecto, em que um material de partida, das partículas finas de material de proteção contra infravermelho, é aquecido a 100°C a 850°C, em uma atmosfera de gás redutor e, subseqüentemente, aquecido a 650°C a 1200°C em uma atmosfera de gás inerte.

[00043] Em um décimo-quarto aspecto, é provido o método de produção das partículas finas de material de proteção contra infravermelho, de acordo com o décimo-segundo aspecto ou o décimo-terceiro aspecto, em que o material de partida das partículas finas de óxido de tungstênio, expresso pela fórmula geral $WyOz$, é mais do que uma espécie de pó selecionada do grupo consistindo de:

um pó de trióxido de tungstênio;

um pó de dióxido de tungstênio;

um pó de hidrato de óxido de tungstênio;

um pó de hexacloreto de tungstênio;

um pó de tungstato de amônio;

um pó de hidrato de óxido de tungstênio, obtido dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em um álcool e em seguida secando-se a solução;

um pó de hidrato de óxido de tungstênio, obtido dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em um álcool, adicionando-se água à solução, para formar um precipitado e secando-se o precipitado;

um pó de composto de tungstênio, obtido secando-se uma solução aquosa de tungstato de amônio; e

um pó de tungstênio de metal.

[00044] Em um décimo-quinto aspecto, é provido o método de produção das partículas finas de material de proteção contra infravermelho, de acordo com o décimo segundo aspecto ou o décimo-terceiro aspecto, em que o material de partida das partículas finas do compósito de óxido de tungstênio, expressão pela fórmula geral: $M_xW_yO_z$ é um pó obtido misturando-se um pó do elemento M ou um composto contendo o elemento M com mais do que uma espécie de pó selecionada do grupo consistindo de:

um pó de trióxido de tungstênio;

um pó de dióxido de tungstênio;

um pó de hidrato de óxido de tungstênio;[

um pó de hexafluoreto de tungstênio;

um pó de tungstato de amônio;

um pó de hidrato de óxido de tungstênio, obtido dissolvendo-se hexafluoreto de tungstênio em um álcool e, em seguida, secando-se a solução;

um pó de hidrato de óxido de tungstênio, obtido dissolvendo-se o hexafluoreto de tungstênio em um álcool, adicionando-se água à solução para formar um precipitado e secando-se o precipitado;

um pó de composto de tungstênio, obtido secando-se uma solução aquosa de tungstato de amônio; e

um pó de tungstênio metálico.

[00045] Em um décimo-sexto aspecto, é provida o método de produção das partículas finas de material de proteção contra infravermelho, de acordo com o décimo-segundo aspecto ou o décimo-terceiro aspecto, em que o material de partida das partículas finas do compósito de óxido de tungstênio, expresso pela fórmula geral $M_xW_yO_z$, é um pó obtido misturando-se uma solução de álcool do hexafluoreto de tungstênio ou uma solução aquosa de tungstato de amônio com uma solução de um composto contendo o elemento

M, e secando-se a mistura.

[00046] Em um décimo-sétimo aspecto, é provido o método de produção das partículas finas de material de proteção contra infravermelho, de acordo com o décimo-segundo aspecto ou o décimo-terceiro aspecto, em que o material de partida das partículas finas do composto de óxido de tungstênio, expresso pela fórmula geral $M_xW_yO_z$, é um pó obtido:

misturando-se uma solução de dispersão, obtida dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em álcool e formando-se um precipitado pela adição de água com um único pó ou um composto contendo o elemento M, ou uma solução do composto contendo o elemento M e, em seguida, secando-se a mistura assim obtida.

[00047] Em um décimo-oitavo aspecto, são providas partículas de material de proteção contra infravermelho, compreendendo partículas finas de óxido de tungstênio, expressado por uma fórmula geral W_yO_z (onde W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $2,2 \leq z/y \leq 2,999$), obtidas pelo método de acordo com qualquer um dos décimo segundo a décimo-sétimo aspectos e/ou as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, expressado pela fórmula geral $M_xW_yO_z$ (em que M é pelo menos um elemento selecionado do grupo consistindo de H, He, metal alcalino, metal alcalino terroso, elemento de terras raras, Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta, Re, Be, Hf, Os, Bi e I, W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $0,001 \leq x/y \leq 1$; e $2,2 \leq z/y \leq 3,0$), obtidas pelo método de acordo com qualquer um dos décimo-segundo ao décimo-sétimo aspectos.

Vantagem da Invenção

[00048] De acordo com a presente invenção, partículas finas de material de proteção contra infravermelho, contendo as partículas finas de óxido de tungstênio e/ou as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, são finamente granuladas a um tamanho de partícula de não

menos do que 1 nm e não mais do que 800 nm. As partículas finas de material de proteção contra infravermelho, assim obtidas, são dispersas em um meio e uma dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho pode ser fabricada, tendo excelentes características, tais como eficientemente protegendo dos raios solares, especialmente da luz da região próxima do infravermelho, enquanto mantendo uma transmitância para a região visível, comparada com a película fabricada por um método seco, incluindo um método de deposição a vácuo, tal como um método de crepitação, uma deposição de vapor, uma galvanização iônica e uma deposição de vapor químico (CVD), ou a película produzida por DVD e pulverização. Além disso, quando produzindo o corpo de proteção contra infravermelho, pela utilização da dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho, um corpo de proteção contra infravermelho barato pode ser produzido, sem utilização de um aparelho de grande escala, tal como um aparelho de vácuo, e um material de dispersão de proteção contra infravermelho é desse modo obtido.

Melhor Modo de Realizar a Invenção

[00049] Na dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho da presente invenção, são usadas partículas finas de material de proteção contra infravermelho, contendo partículas finas de óxido de tungstênio e/ou partículas finas de composto de óxido de tungstênio. Cada diâmetro de partícula das partículas finas de material de proteção contra infravermelho não é menor do que 1 nm e não maior do que 800 nm e partículas finas são dispersas em um meio apropriado, como será descrito mais tarde.

[00050] As partículas finas de material de proteção contra infravermelho e a dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho serão agora descritas em detalhe.

1. Material de proteção contra infravermelho

[00051] Geralmente, não há elétrons livres eficazes no trióxido de tungstênio (WO_3) e, portanto, pouca característica de absorção/reflexão é exibida em uma região próxima do infravermelho. Isto torna o trióxido de tungstênio inadequado para uso como um material de proteção contra infravermelho. Sabe-se que elétrons livres são gerados em um óxido de tungstênio, se a relação de oxigênio para tungstênio presente no trióxido de tungstênio for menor do que 3. Os presentes inventores verificaram que o óxido de tungstênio, contendo tungstênio e oxigênio em uma certa faixa de composição, é particularmente adequado como o material de proteção contra infravermelho.

[00052] A relação de oxigênio para tungstênio de um óxido de tungstênio é preferivelmente igual a ou menor do que 3. Mais especificamente, é preferível que o óxido de tungstênio seja expresso por WyOz , de modo a satisfazer $2,2 \leq z/y \leq 2,999$. Se o valor de z/y for 2,2 ou maior, um WO_2 inesperado é evitado de formar-se no óxido de tungstênio e, ao mesmo tempo, a estabilidade química do óxido de tungstênio pode ser assegurada como um material de partida. Isto torna o óxido de tungstênio um material de proteção contra infravermelho eficaz. Se o valor de z/y for 2,999 ou menor, então é gerada uma quantidade requerida de elétrons livres no óxido de tungstênio e um material de proteção contra infravermelho eficaz é desse modo obtido.

[00053] Além disso, quando as partículas finas de óxido de tungstênio, que são obtidas granulando-se o óxido de tungstênio em partículas finas, são expressado pela fórmula geral WyOz , uma chamada “fase Magnéli”, tendo uma relação de composição satisfazendo $2,45 \leq z/y \leq 2,999$, é quimicamente estável e tem uma excelente propriedade de absorção na região próxima do infravermelho e, portanto, são preferíveis como o material de proteção contra infravermelho.

[00054] Adicionando-se um elemento M (M é mais do que uma

espécie de elemento selecionada do grupo consistindo de Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta, Re, Be, Hf, Os, Bi e I) ao óxido de tungstênio, um compósito de óxido de tungstênio é obtido. Em seguida, no compósito de óxido de tungstênio assim obtido, elétrons livres são gerados e uma propriedade de absorção, que resulta dos elétrons livres, é exibida. Isto torna o compósito de óxido de tungstênio eficaz como um material de absorção de infravermelho na região de comprimento de onda de 1000 nm ou em torno dela. Em vista da estabilidade do compósito de óxido de tungstênio, entretanto, é mais preferível que o elemento M seja mais do que uma espécie de elemento selecionada do grupo consistindo de Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta, Re, Be, Hf, Os, Bi e I. Além disso, do ponto de vista de melhoria de uma característica óptica e uma característica de tempo como o material de proteção contra infravermelho, é ainda preferível que o elemento M seja selecionado do grupo consistindo de metal alcalino, metal alcalino terroso, metal de transição e elementos do grupo 4B e grupo 5B.

[00055] Controlando-se uma quantidade de oxigênio e adicionando-se o elemento para gerar os elétrons livres ao mesmo tempo para o compósito de óxido de tungstênio, podem ser obtidos materiais de proteção contra infravermelho mesmo mais eficazes. Quando controle da quantidade de oxigênio e a adição do elemento para gerar os elétrons livres são conduzidos ao mesmo tempo, é preferível que o material de proteção contra infravermelho seja expresso pela fórmula geral $M_xW_yO_z$ (onde M é o elemento M acima descrito, W é tungstênio e O é oxigênio), satisfazendo $0,001 \leq z/y \leq 1$; e $2,2 \leq z/y \leq 3,0$.

[00056] Primeiro será explicado um valor de x/y , mostrando uma quantidade do elemento M a ser adicionado. Quando o valor de x/y é maior

do que 0,001, uma quantidade suficiente de elétrons livres é gerada e, por uma quantidade maior de elemento M a ser adicionada, uma quantidade de suprimento dos elétrons livres é aumentada, desse modo também aumentando o efeito de proteção contra infravermelho, enquanto o efeito de proteção contra infravermelho é saturado no valor x/y de cerca de 1. Quando o valor de x/y é menor do que 1, preferivelmente uma fase de impureza é evitada de ser gerada no material de proteção contra infravermelho. Além disso, é preferivelmente que o elemento M seja mais do que uma espécie de elemento selecionada do grupo consistindo de H, He, metal alcalino, metal alcalino terroso, metal de terras raras, Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta, Re, Be, Hf, Os, Bi e I. Do ponto de vista da estabilidade de $MxWyOz$ adicionado com o elemento M, é ainda preferível que o elemento M seja mais do que uma espécie de elemento selecionada do grupo consistindo de metal alcalino, metal alcalino terroso e elemento de terras raras, Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta e Re. Além disso, do ponto de vista de melhoria da característica óptica e da estabilidade ao tempo como o material de proteção contra infravermelho, o elemento M é mais do que uma espécie de elemento selecionada do grupo consistindo de metal alcalino, metal alcalino terroso, metal de transição e elementos do grupo 4B e grupo 5B.

[00057] Em seguida, o valor de z/y , mostrando o controle de uma quantidade de oxigênio, será explicado. Preferivelmente, o valor de z/y é selecionado para satisfazer $2 \leq z/y \leq 3,0$, porque o mesmo mecanismo que o do material de proteção contra infravermelho supracitado, expresso por $WyOz$, funciona no material de proteção contra infravermelho, expresso por $MxWyOz$, e os elétrons livres são supridos pela adição do elemento M, mesmo quando o valor de z/y for selecionado para ser $z/y = 3,0$.

[00058] Outrossim, quando as partículas finas do compósito de óxido de tungstênio supracitadas têm uma estrutura cristalina hexagonal, a transmitância das partículas finas, na região de luz visível, é melhorada e a absorção na região próxima do infra-vermelho é também melhorada. Em seguida, será dada explicação para uma estrutura, com referência à Fig. 4, que é a vista em planta esquemática da estrutura cristalina hexagonal. Como mostrado na Fig. 4, seis octaedros, cada um compreendendo uma unidade WO_6 (indicada pelo numeral de referência 1), formam um agrupamento com um espaço hexagonal (túnel). Um elemento M (indicado pelo numeral de referência 2) é disposto no espaço hexagonal, para formar uma única unidade. Muitas destas unidades são reunidas em uma estrutura cristalina hexagonal.

[00059] A fim de obter-se uma vantagem de melhoria da transmitância na região de luz visível e melhorar a absorvência na região próxima do infravermelho, de acordo com a presente invenção, preferivelmente algumas das partículas finas do compósito de óxido de tungstênio podem ter uma estrutura unitária explicada na Fig. 4 (estrutura em que seis octaedros, cada um compreendendo uma unidade WO_6 , formam um agrupamento com um espaço hexagonal, e o elemento M é disposto no espaço) e as partículas finas de compósito de óxido de tungstênio podem ser cristalinas ou amorfas.

[00060] Quando íon positivo do elemento M é adicionado para existir no espaço hexagonal, a absorção na região próxima do infravermelho é melhorada. Genericamente, quando o elemento M, tendo um grande raio iônico é adicionado, o cristal hexagonal é formado. Especificamente, mais do que uma espécie de elemento, selecionada do grupo consistindo de Cs, Rb, K, Tl, In, Ba, Li, Ca, Sr, Fe e Sn, é adicionada e, preferivelmente, o cristal hexagonal está pronto para ser formado. Entretanto, os elementos não são limitados a esses e qualquer outro elemento pode ser adequado se o elemento M, a ser adicionado, estiver presente no espaço hexagonal formado pelas unidades WO_6 .

[00061] Quando as partículas finas de compósito de óxido de tungstênio, com uma estrutura hexagonal, tiverem uma estrutura cristalina uniforme, é preferível que o valor x/y , de uma quantidade do elemento M a ser adicionado, não seja menor do que 0,2 e não maior do que 0,5 e mais preferivelmente seja 0,33. Ajustando-se o valor z/y e o valor x/y para serem $z/y = 3$ e $x/y = 0,33$, o elemento M a ser adicionado é considerado ser disposto em cada espaço hexagonal.

[00062] Similarmente, quando o valor z/y é expresso por $z/y = 3$, cada um de composto de tungstênio compósito, tendo uma estrutura cristalina de um cristal cúbico ou um cristal tetragonal, tem um limite superior de uma quantidade do elemento M a ser adicionada, devido à estrutura (a expressão “estrutura cristalina cúbica”, especificada neste relatório, é usada como uma representante das estruturas de bronze ao tungstênio, classificadas como um tipo de estrutura de bronze ao tungstênio Cúbica ou um tipo de estrutura de bronze ao tungstênio Perovskite, na classificação geral de estruturas de bronze ao tungstênio. Além disso, a expressão “estrutura cristalina tetragonal”, especificada neste relatório, é usada como uma representante das estruturas de bronze ao tungstênio, classificadas como um tipo de estrutura de bronze ao tungstênio Tetragonal na classificação geral da estrutura de bronze ao tungstênio. Além disso, a expressão “estrutura cristalina hexagonal”, especificada neste relatório, é usada como uma representante das estruturas de bronze ao tungstênio, classificadas como um tipo de estrutura de bronze ao tungstênio Hexagonal, na classificação geral da estrutura de bronze ao tungstênio). Portanto, a quantidade de máxima adição do elemento M a ser adicionado a 1 mol de tungstênio é 1 mol para a estrutura cristalina cúbica e é de cerca de 0,5 mol para a estrutura cristalina tetragonal (embora a quantidade máxima de adição seja variada, dependendo da espécie do elemento M, sendo de cerca de 0,5 mol, para produção industrialmente facilitadora do composto de tungstênio compósito). Entretanto, é difícil simplesmente definir a

estrutura supracitada e um escopo básico é dado como um exemplo em particular na presente invenção e, portanto, a presente invenção não é limitada a ele.

[00063] As partículas finas de composto de óxido de tungstênio supracitadas são eficazes como o material de proteção contra infravermelho, mesmo quando as partículas finas de composto de óxido de tungstênio têm um bronze ao tungstênio de estrutura cristalina cúbica ou estrutura cristalina tetragonal, que não a estrutura cristalina hexagonal supracitada. Dependendo da estrutura cristalina das partículas finas de composto de óxido de tungstênio, uma posição de absorção na região próxima do infravermelho é mudada. Especificamente, com respeito à posição de absorção da região próxima do infravermelho, a estrutura cristalina tetragonal é mudada para o lado de comprimento de onda mais longo do que o da estrutura cristalina cúbica, e a estrutura cristalina hexagonal é ainda mudada para o lado de comprimento de onda mais longo do que o da estrutura cristalina tetragonal. Ainda, em associação com a mudança da posição de absorção, a absorção da região de luz visível é mínima na estrutura cristalina hexagonal, seguida pela estrutura cristalina tetragonal e a absorção torna-se máxima na estrutura cristalina cúbica entre estas estruturas cristalinas. Assim, os bronzes ao tungstênio, compostos de cristais hexagonais, são mais adequados para aplicações em que se deseja transmitir tanta luz na faixa visível e confinar tanta luz na faixa infravermelha quanto possível. Deve ser observado, entretanto, que as características ópticas descritas, do material de proteção contra infravermelho, somente refletem tendências gerais, e as características ópticas reais do material podem variar, dependendo do tipo e quantidade do elemento aditivo ou do teor de oxigênio do composto de óxido de tungstênio. Tais variações estão também dentro do escopo da invenção.

[00064] O material de proteção contra infravermelho, de acordo com a presente invenção, contendo as partículas finas de óxido de tungstênio e/ou

partículas finas de compósito de óxido de tungstênio, absorve largamente a luz da região de comprimento de onda de 1000 nm ou próxima, em particular e, portanto, em muitos casos, o tom de transmissão torna-se azul esverdeado. O diâmetro de partícula, das partículas do material de proteção contra infravermelho, pode ser selecionado de várias maneiras, dependendo das finalidades de uso. Quando o material de proteção contra infravermelho é aplicado a fim de reter a transparência, o diâmetro de partícula é preferivelmente fixado para ser de 800 nm ou menor. Isto ocorre porque, no caso de diâmetro de partícula menor do que 800 nm, a luz não é completamente interrompida por dispersão e, portanto, boa visibilidade na região de luz visível é mantida e a transparência pode ser simultaneamente eficazmente mantida. Quando a transparência na região de luz visível é importante, é preferível levar em consideração a dispersão pelas partículas.

[00065] Quando a dispersão pelas partículas é importante, o diâmetro das partículas é preferivelmente ajustado para ser 200 nm ou menos, ainda preferivelmente ajustado para ser 100 nm ou menos. A razão é que, quando o diâmetro das partículas for pequeno, a dispersão da luz na região de luz visível, no comprimento de onda de 400 nm a 780 nm, é reduzido por dispersão geométrica e dispersão Mie e, como resultado, é evitado que a película de proteção contra infravermelho tome a aparência de vidro enfumaçado, assim tornando impossível obter uma transparência clara. Especificamente, quando o diâmetro das partículas torna-se 200 nm ou menos, a dispersão geométrica supracitada, ou dispersão Mie, torna-se uma região de dispersão de Rayleigh. Na região de dispersão de Rayleigh, as luzes dispersas são reduzidas em proporção inversa a 6 vezes a multiplicação do diâmetro das partículas e, portanto, em associação com a redução do diâmetro das partículas, a dispersão é reduzida e a transparência sendo desse modo melhorada. Além disso, quando o diâmetro das partículas é de 100 nm ou mais, preferivelmente as luzes dispersas são extremamente reduzidas. Do

ponto de vista de evitar a dispersão das luzes, é preferível pequeno diâmetro de partícula. Partículas com a dimensão de 1 nm ou maior podem ser facilmente produzidas em uma escala industrial.

[00066] Quando o diâmetro de partícula é selecionado para ser 800 nm ou menor, um valor de turvação da dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho, com as partículas finas de material de proteção contra infravermelho dispersas no meio, é de 85% ou menos de transmitância da luz visível, desse modo suprimindo a turvação para ser de 30% ou menos. Quando a turvação é maior do que 30%, a película de proteção contra infravermelho torna-se com a aparência de vidro enfumaçado e, portanto, uma clara transparência não pode ser obtida.

[00067] Não é preferível, do ponto de vista de melhorar a estabilidade ao tempo do material de proteção contra infravermelho, que uma superfície das partículas finas do material de proteção contra infravermelho da presente invenção seja revestida com um óxido contendo mais do que uma espécie de elemento selecionada de Si, Ti, Zr e Al.

2. Produção de partículas finas de material de proteção contra infravermelho

[00068] As partículas finas de óxido de tungstênio, expressado pela fórmula geral supracitada $WyOz$ (onde W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $2,2 \leq z/y \leq 2,999$) e/ou as partículas finas de material de proteção contra infravermelho, contendo as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, expressado pela fórmula geral $MxWyOz$ (onde M é mais do que uma espécie de elemento selecionada do grupo consistindo de H, He, metal alcalino, metal alcalino terroso, elemento de terras raras, Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta, Re, Be, Hf, Os, Bi e I, W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $0,001 \leq x/y \leq 1$ e $2,2 \leq z/y \leq 3,0$) podem ser obtidas submetendo-se o composto de tungstênio como o material

de partida das partículas finas de óxido de tungstênio e/ou as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, para tratamento térmico em um gás inerte ou atmosfera de gás redutor. As partículas finas de óxido de tungstênio e as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, obtidas através do tratamento térmico, têm uma suficiente absorção próxima do infravermelho e têm uma propriedade preferível como partículas finas de material de proteção contra infravermelho.

[00069] Preferivelmente, o composto de tungstênio, como o material de partida, é mais do que um pó de tungstênio selecionado do grupo consistindo de pó de trióxido de tungstênio, pó de dióxido de tungstênio, hidrato de óxido de tungstênio, pó de hexacloreto de tungstênio, pó de tungstato de amônio, pó de hidrato de óxido de tungstênio, obtido dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em um álcool e secando-se a solução, pó de hidrato de óxido de tungstênio, obtido dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em um álcool, adicionando-se água à solução, para formar um precipitado e secando-se o precipitado, pó de composto de tungstênio, obtido secando-se uma solução aquosa de tungstato de amônio; e pó de tungstênio metálico.

[00070] Quando as partículas finas de óxido de tungstênio são produzidas, é ainda preferível utilizar-se pó de hidrato de óxido de tungstênio, trióxido de tungstênio ou pó de composto de tungstênio, obtido secando-se uma solução aquosa de tungstato de amônio, do ponto de vista de facilitar a etapa de produção. Além disso, quando as partículas finas de composto de óxido de tungstênio são produzidas, é preferível utilizar-se uma solução aquosa de tungstato de amônio ou uma solução aquosa de hexacloreto de tungstênio do ponto de vista de permitir mistura uniforme de cada elemento. Utilizando-se tais materiais de partida, o tratamento térmico é aplicado neles em uma atmosfera de gás inerte ou uma atmosfera de gás redutor, para obter-se as partículas finas de material de proteção contra infravermelho, contendo

as supracitadas partículas finas de óxido de tungstênio e/ou as partículas finas de composto de óxido de tungstênio.

[00071] O material de partida, das partículas finas de material de proteção contra infravermelho, contendo as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, expressado pela fórmula geral $M_xW_yO_z$, contendo o elemento M, é o mesmo composto de tungstênio do material de partida das partículas finas material de proteção contra infravermelho, contendo as partículas finas de óxido de tungstênio, expressado pela fórmula geral W_yO_z . Entretanto, nas partículas finas de material de proteção contra infravermelho, o composto de tungstênio, contendo o elemento M na forma de um único elemento ou um composto dele, é selecionado como o material de partida. A fim de produzir o composto de tungstênio como um material de partida, em que cada componente é uniformemente misturado em um nível molecular, é preferível misturar cada material com uma solução, de modo que o composto de tungstênio, contendo o elemento M, seja dissolvível em um solvente, tal como água e um solvente orgânico. Os tungstatos, cloretos, nitratos, sulfatos, oxalatos, óxidos, carbonatos e hidróxidos contendo o elemento M, são dados como exemplos do composto de tungstênio. Entretanto, o composto de tungstênio não é limitado a eles e o composto de tungstênio, em um estado de uma solução como líquido, é preferível.

[00072] Um material fonte, para produzir as partículas finas de óxido de tungstênio e as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, será explicado em detalhes abaixo.

[00073] Como composto de tungstênio, servindo como um material de partida para obter as partículas finas de óxido de tungstênio, expressado pelo fórmula geral W_yO_z , é possível utilizar mais do que um composto de tungstênio selecionado do grupo consistindo de pó trióxido de tungstênio; pó de dióxido de tungstênio; hidrato de óxido de tungstênio; pó de hexacloreto de tungstênio; pó de tungstato de amônio; pó de hidrato de óxido de tungstênio,

obtido dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em um álcool e secando-se a solução; pó de hidrato de óxido de tungstênio, obtido dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em um álcool, adicionando-se água à solução, formando um precipitado e secando-se o precipitado; pó de tungstato de amônio; e pó de tungstênio metálico. Do ponto de vista de facilitar a etapa de produção, é mais preferido utilizar pó de hidrato de óxido de tungstênio, pó de trióxido de tungstênio ou pó de composto de tungstênio, obtido pela secagem de uma solução aquosa de tungstato de amônio.

[00074] Como material de partida, para obter as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, expressado pela fórmula geral $M_xW_yO_z$, contendo o elemento M, é possível utilizar um pó misto de um pó de mais do que um composto de tungstênio, selecionado de pó de trióxido de tungstênio; pó de dióxido de tungstênio; hidrato de óxido de tungstênio; pó de hexacloreto de tungstênio; pó de tungstato de amônio; pó de hidrato de óxido de tungstênio, obtido dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em um álcool e secando-se a solução; pó de hidrato de óxido de tungstênio, obtido dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em um álcool, adicionando-se água à solução, formando-se um precipitado e secando-se o precipitado; pó de composto de tungstênio, obtido secando-se uma solução aquosa de tungstato de amônio; e pó de tungstênio metálico, e um único pó ou um seu composto contendo o elemento M.

[00075] Além disso, quando o composto de tungstênio, como um material de partida para obter as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, está com a aparência de solução ou solução de dispersão, cada elemento pode ser facilmente uniformemente misturado.

[00076] Por este ponto de vista, o material de partida das partículas finas de composto de óxido de tungstênio é mais preferivelmente um pó obtido misturando-se uma solução de álcool de hexacloreto de tungstênio ou uma solução aquosa de tungstato de amônio com uma solução de um

composto contendo o elemento M e, em seguida, secando-se a mistura.

[00077] Similarmente, é também preferível que o material de partida das partículas finas do tungstênio composto seja um pó obtido misturando-se uma solução de dispersão, obtida dissolvendo-se hexacloreto de tungstênio em um álcool e, em seguida, adicionando-se água para formar um precipitado, um único pó ou um seu composto contendo o elemento M, ou a solução do composto contendo o elemento M e, em seguida, secando-se a mistura.

[00078] Exemplos do composto contendo o elemento M são tungstatos, cloretos, nitratos, sulfatos, oxalatos, óxidos, carbonatos e hidróxidos do elemento M. Entretanto, o composto não é limitado a eles e o composto que pode ser no estado semelhante a solução pode ser usado. Além disso, quando um pó de hidrato de óxido de tungstênio ou trióxido de tungstênio e um carbonato ou hidróxido contendo o elemento M são usados para industrialmente produzir as partículas finas de composto de óxido de tungstênio, pode ser obtido um método de produção preferível, sem gerar um gás tóxico ou similar.

[00079] Preferivelmente, o material de partida das partículas finas de óxido de tungstênio ou do composto de óxido de tungstênio é aquecido em uma atmosfera inerte a 650°C ou temperatura superior. O material de partida, assim submetido a tratamento térmico a 650°C ou mais, tem uma alta absorção na região próxima do infravermelho e tem uma boa eficiência como partículas finas de material de proteção contra infravermelho. Gás inerte, tal como Ar e N₂ etc., é preferivelmente usado. Como uma condição do tratamento térmico na atmosfera redutora de gás, preferivelmente o material de partida é submetido a tratamento térmico, primeiro na atmosfera redutora de gás, a não menos do que 100°C e não, mais do que 850°C e, se necessário, subsequentemente submetido a tratamento térmico a não menos do que 650°C e não mais do que 1200°C na atmosfera inerte. Preferivelmente, o gás redutor nesta ocasião não é particularmente limitado, entretanto, H₂ é preferível.

Quando usado como o gás redutor, H_2 está preferivelmente presente na atmosfera redutora em uma relação em volume de 0,1% ou mais e, mais preferivelmente, 2% ou mais. O H_2 , presente em uma relação volumétrica de 0,1% ou mais, é suficiente para redução eficaz.

[00080] As partículas finas de óxido de tungstênio reduzidas por hidrogênio inclui uma fase Magnéli, exibindo uma boa característica de proteção contra infravermelho e, neste estado, podem ser usadas como as partículas finas de proteção contra infravermelho e, neste estado, podem ser usadas como as partículas finas de proteção contra infravermelho. Entretanto, o hidrogênio residual do óxido de tungstênio é instável e, portanto, a aplicação é possivelmente limitada em termos de estabilidade do tempo. Portanto, este óxido de tungstênio contendo hidrogênio é submetido a tratamento térmico a $650^\circ C$ ou mais na atmosfera inerte, assim obtendo-se mais partículas finas estáveis de materiais de proteção contra infravermelho. A atmosfera em que o tratamento térmico é aplicado a $650^\circ C$ ou mais não é particularmente limitada. Entretanto, do ponto de vista industrial, N_2 e Ar são preferíveis. Pelo tratamento térmico a $650^\circ C$ ou mais, a fase Magnéli pode ser obtida nas partículas finas de material de proteção contra infravermelho e a estabilidade ao tempo é melhorada.

[00081] É preferível que a superfície das partículas finas de material de proteção contra infravermelho, assim obtida na etapa supracitada, seja revestida com um óxido contendo o metal de mais do que uma espécie de elemento selecionado de Si, Ti, Zr e Al, em termos de melhoria da estabilidade ao tempo. Um método de revestimento não é particularmente limitado, entretanto, as superfícies das partículas finas de material de proteção contra infravermelho podem ser revestidas, adicionando-se um alcóxido do metal supracitado na solução em que as partículas finas de material de proteção contra infravermelho são dispersas.

3. Material de dispersão de proteção contra infravermelho

[00082] Em uma aplicação das partículas finas do material de proteção contra infravermelho da presente invenção, as partículas finas são dispersas em um meio apropriado e o material resultante é aplicado à superfície de um substrato desejado. Neste método, as partículas finas do material de proteção contra infravermelho, que são previamente recozidas, podem ser dispersas dentro do ou no substrato, de modo a ser grudada nele por um aglutinante. Portanto, este método pode ser aplicado a um material de substrato, tal como um material resinoso tendo uma temperatura resistiva ao calor mais baixa e tem a vantagem de que um aparelho de grande escala não é necessário durante a deposição e o custo pode ser reduzido.

[00083] O material de proteção contra infravermelho de acordo com a presente invenção é um material condutivo e, portanto, quando usado como uma película contínua, ondas de rádio de um telefone celular ou similar são absorvidas, refletidas e bloqueadas por tal película. Entretanto, o material de proteção contra infravermelho tem propriedades para fins gerais, quando disperso como partículas em uma matriz, porque as partículas são dispersas em um estado individualmente separado e a transmissividade às ondas de rádio é, desse modo, exibida.

(a) Método de formar uma película fina em uma superfície de substrato, dispersando-se as partículas finas em um meio.

[00084] Por exemplo, as partículas finas do material de proteção contra infravermelho, obtidas granulando-se finamente o material de proteção contra infravermelho de acordo com a presente invenção, são dispersas em um meio apropriado, para obter-se uma solução de dispersão das partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Alternativamente, o material de proteção contra infravermelho é misturado com o meio apropriado e a mistura, assim obtida, é moída úmida, para obter-se a solução de dispersão das partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Um meio de resina é adicionado à solução de dispersão das partículas finas do material

de proteção contra infravermelho assim obtidas, de modo que a superfície de substrato é revestida. Em seguida, o solvente é evaporado e a resina é curada por um método predeterminado, assim permitindo que seja formada nela uma película fina, com as partículas finas do material de proteção contra infravermelho dispersas no meio. Um método de revestir não é particularmente limitado a este e a resina contendo as partículas finas do material de proteção contra infravermelho pode ser uniformemente aplicada na superfície do substrato. Revestimento por barra, revestimento de gravura, revestimento de pulverização e revestimento de imersão etc. são dados como exemplos. Quando as partículas finas do material de proteção contra infravermelho são diretamente dispersas em uma resina aglutinante, não é necessário que o solvente seja evaporado, após aplicação na superfície de substrato. Isto é ambiental e industrialmente favorável.

[00085] O meio pode ser selecionado de resinas, tais como uma resina curável por UV, uma resina termocurável, uma resina curável por feixe de elétrons, uma resina curável em temperatura ambiente e uma resina termoplástica, de acordo com a finalidade. Especificamente, por exemplo, as resinas incluem uma resina de cloreto de polivinila, resina de cloreto de polivinilideno, resina de álcool polivinílico, resina de poliestireno, resina de polipropileno, copolímero de etileno-vinil acetato, resina de poliéster, resina de tereftalato de polietileno, resina de flúor, resina de policarbonato, resina acrílica e resinas de polivinil butiral. Estas resinas podem ser usadas individualmente ou como uma mistura. Um aglutinante utilizando um alcóxido de metal pode também ser usado. Como alcóxido de metal, alcóxidos tais como de Si, Ti, Al e Zr são tipicamente dados como exemplos. Entre tais alcóxidos de metal estão os alcóxidos de Si, Ti, Al e Zr. Os aglutinantes utilizando tal alcóxido de metal são submetidos a hidrólise/condensação, por exemplo, por aquecimento e uma película de óxido é, desse modo, formada.

[00086] A forma do substrato não é limitada e o substrato pode ser moldado em uma película ou em uma placa, se desejado. O substrato pode ser produzido de um material transparente, tal como PET, acrílico, uretano, policarbonato, polietileno, copolímero de etileno-vinil acetato, cloreto de vinila e resina de flúor. O material é apropriadamente selecionado, dependendo das finalidades pretendidas. Além das resinas, vidro pode também ser usado.

(b) Método de dispersar o substrato como partículas finas

[00087] Como outro método para utilizar o material de proteção contra infravermelho, de acordo com a presente invenção, como partículas finas, as partículas finas podem ser dispersas no substrato. A fim de dispersar as partículas finas dentro do substrato, as partículas finas podem ser permitidas permear da superfície do substrato ou o substrato pode ser derretido por aquecimento acima do ponto de fusão e o material derretido é misturado com as partículas finas. A resina resultante, contendo as partículas finas, é conformada em uma película ou placa (prancha) e é usada como o material de proteção contra infravermelho.

[00088] Por exemplo, em um método de dispersar as partículas finas em uma resina PET, a resina PET e a solução de dispersão de partículas finas são misturadas e, em seguida, o solvente de dispersão é evaporado. Em seguida, as partículas finas podem ser dispersas em uma resina PET como segue: uma resina PET é primeiro misturada com uma solução de dispersão das partículas finas. O solvente é evaporado e o material restante é aquecido a aproximadamente 300 °C, que é o ponto de fusão da resina PET, para derreter a resina PET. Esfriando-se o material, uma resina PET, com as partículas finas dispersas dentro dela pode ser obtida.

[00089] O método de pulverizar e dispersar as partículas do material de proteção contra infravermelho não é particularmente limitado e, por exemplo, irradiação ultra-sônica, um moinho de contas e um moinho de areia ou similar

podem ser usados. A fim de obter-se um corpo de dispersão uniforme, vários aditivos e dispersantes podem ser adicionados e o pH pode ser regulado. O dispersante pode ser selecionado de acordo com a finalidade de uso e, por exemplo, um dispersante baseado em polímero, um agente de acoplamento de silano, um agente de acoplamento de titanato e um agente de acoplamento baseado em alumínio são dados como exemplos, embora não limitado a eles.

4. Características ópticas da dispersão de partículas do material de proteção contra infravermelho

[00090] As características ópticas da dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho foram medidas, com base em uma película de um vidro de janela para construção JIS A 5759 (1998) (Fonte de luz: luz A) e uma transmitância de luz visível e uma transmissão de radiação solar foram computadas. As amostras de película foram diretamente usadas sem aplicar ao vidro de janela. O valor de turvação foi determinado de acordo com JIS K 7105. O tamanho médio das partículas dispersas foi medido por um espectrômetro de dispersão de luz dinâmico ELS-800 (Otsuka Electronics Co., Ltd.).

[00091] Como um exemplo dos resultados da análise, um perfil de transmissão de uma película de dispersão de partículas finas de $W_{18}O_{49}$ é mostrada na Fig. 1., em que o eixo geométrico horizontal representa o comprimento de onda da luz e o eixo geométrico vertical representa a transmitância de luz (%). Como pode ser visto pela Fig. 1, a película de dispersão de $W_{18}O_{49}$, de acordo com a presente invenção, transmite luz na faixa visível de 380 nm a 780 nm (por exemplo, a transmitância para a luz visível, com um comprimento de onda de 500 nm, é de 60% e os raios infravermelhos, com o comprimento de onda de 1000 nm ou próximo a mais do que 1000 nm, são seletivamente absorvidos, que é a região de raio invisível (por exemplo, a transmitância do raio infravermelho de comprimento de onda de 1000 nm é de 18% e a transmitância do raio infravermelho de

comprimento de onda de 1250 nm é de 15%). Assim, verificou-se que a película de dispersão de partículas finas supracitada tinha uma excelente característica de proteção contra infravermelho, de modo que a transparência foi exibida para a luz da região visível e uma propriedade de absorção foi exibida para a luz da região infravermelha.

[00092] A Fig. 2 mostra um perfil de transmitância exemplificativo da película de dispersão contendo as partículas finas de composto de óxido de tungstênio ($\text{Cs}_{0,33}\text{WO}_3$), composto de cristais hexagonais. Como pode ser visto pela Fig. 2, em que o eixo geométrico horizontal representa o comprimento de onda de luz e o eixo geométrico vertical representa a transmitância de luz (%), a película de dispersão de $\text{Cs}_{0,33}\text{WO}_3$, de acordo com a presente invenção, transmite luz na faixa visível de 380 nm a 780 nm (por exemplo, a transmitância da luz visível de comprimento de onda de 500 nm é de 79,5%) e, preferencialmente, absorve raios infravermelhos na faixa de comprimentos de onda de 1000 nm ou maiores, que são raios térmicos invisíveis (por exemplo, a transmitância dos raios infravermelhos de comprimento de onda de 1000 nm é de 19,0% e a transmitância de raios infravermelhos de comprimento de onda de 1250 nm é de 12,9%). Isto indica que a película de dispersão tem superiores características de proteção contra infravermelho: ela transmite luz na faixa visível e absorve luz na faixa infravermelha.

[00093] A Fig. 3 mostra outro perfil de transmitância exemplificativo da película de dispersão contendo as partículas finas de composto de óxido de tungstênio ($\text{Rb}_{0,33}\text{WO}_3$), composta de cristais hexagonais. Como pode ser visto pela Fig. 3, em que o eixo geométrico horizontal representa o comprimento de onda de luz e o eixo geométrico vertical representa a transmitância de luz (%), a película de dispersão de $\text{Rb}_{0,33}\text{WO}_3$, de acordo com a presente invenção, transmite luz na faixa visível de 380 nm a 780 nm (por exemplo, a transmitância da luz visível de comprimento de onda de 500

nm é de 80,0%) e, preferencialmente, absorve raios infravermelhos na faixa de comprimento de onda de 1000 nm ou maiores, que é um raio térmico invisível (por exemplo, a transmitância de raios infravermelhos de comprimento de onda de 1000 nm é de 14,32% e a transmitância dos raios infravermelhos de comprimento de onda de 1250 nm é de 8,0%). Isto indica que a película de dispersão tem superiores características de proteção contra infravermelho: ela transmite luz na faixa visível e absorve luz na faixa infravermelha.

[00094] A presente invenção será especificamente explicada com referência aos exemplos, entretanto, a presente invenção não sendo limitada a eles. Uma medição óptica dos exemplos e exemplos comparativos é conduzida com base na película de vidro de janela para construção JIS A 5759 (fonte de luz: luz A) e a transmitância de luz visível e a transmitância de radiação solar foram computadas. As amostras de película foram diretamente usadas sem aplicação ao vidro de janela. O valor de turvação foi determinado de acordo com JIS K 7105. O tamanho médio das partículas dispersas foi medido por um espectrômetro dinâmico de dispersão de luz ELS-800 (Otsuka Electronics Co., Ltd.).

[00095] Uma película PET HPE-50 (Teijin Co., Ltd.) foi usada como o substrato em cada um dos exemplos e foi determinada ter as seguintes características ópticas: transmitância de luz visível = 89%; transmitância de radiação solar = 89%; e turvação = 0,8%.

Exemplo 1

[00096] Hexacloreto de tungstênio e dicloreto de cobre foram pesados, de modo que a relação molar de W para Cu era de 1: 0,2. Cada composto foi dissolvido em pequenas porções em etanol, para obter-se uma solução de mistura. A solução de mistura foi secada a 130°C, para obter-se um material de partida em uma forma de pó. Este material de partida foi aquecido a 550°C em um atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95/5 em volume) por 1 hora,

em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma hora em uma atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $\text{Cu}_{0,2}\text{WO}_{2,72}$. Uma cristalografia de difração de raios-X, realizada no $\text{Cu}_{0,2}\text{WO}_{2,72}$ resultante, revelou a presença de fase cristalina de $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$. A área de superfície específica de $\text{Cu}_{0,2}\text{WO}_{2,72}$ era de 30 m²/g.

[00097] 20 partes em peso de pó de $\text{Cu}_{0,2}\text{WO}_{2,72}$, assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução A) em que o diâmetro médio das partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução A, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento dura curável por UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi, desse modo, formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e, desse forma, foi obtida uma película de proteção contra infravermelho.

[00098] Uma medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 61%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 45% e tapava cerca de 55% de luz incidente direta dos raios solares, assim exibindo excelente efeito isolante térmico. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo transparência de luz, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

[00099] Entretanto, a transmitância de luz visível supracitada e a

transmitância de radiação solar são mudadas de acordo com uma quantidade do material de proteção contra infravermelho disperso por área unitária. Portanto, tanto a transmitância de luz visível como a transmitância de radiação solar são flutuadas em associação com a quantidade do material de proteção contra infravermelho. Observe-se que uma condição de produção do material de proteção contra infravermelho descrito nos exemplos, características de energia e um resumo das características ópticas foram descritos em uma lista mostrada na Fig. 5.

[000100] O mesmo pode ser dito para os exemplos, como será mostrado abaixo.

Exemplo 2

[000101] Hexacloreto de tungstênio foi dissolvido em pequenas porções em etanol, para obter-se uma solução. A solução foi secada a 130°C, para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material de partida foi aquecido a 550°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95/5 em volume) por 1 hora e esfriado à temperatura ambiente uma vez, em seguida aquecido por uma hora a 800°C em uma atmosfera de argônio. O pó de $W_{18}O_{49}(WO_{2,72})$ foi assim produzido.

[000102] Uma cristalografia de difração de raios-X, realizada no resultante $WO_{2,72}$, revelou a presença de fase cristalina de $W_{18}O_{49}$. A área de superfície específica de $WO_{2,72}$ era de 30 m²/g.

[000103] 20 partes em peso de pó de $WO_{2,72}$ assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução B) em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução B, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento dura curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se

um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) para depositar uma película. A película depositada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000104] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 57%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 42% e tapava cerca de 58% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação foi de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Foi obtido azul claro como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 3

[000105] Hexacloreto de tungstênio e dicloreto de cobre foram pesados, de modo que a relação molar de W para Cu era de 1:0,2. Cada composto foi dissolvido em pequenas porções em etanol, pra obter-se uma solução de mistura. A solução de mistura foi secada a 350°C na atmosfera, para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material de partida foi aquecido a 980°C em uma atmosfera de argônio por 15 h, para produzir o pó de $\text{Cu}_{0,2}\text{WO}_{2,72}$. A área de superfície do pó de $\text{Cu}_{0,2}\text{WO}_{2,72}$ foi de 31 m²/g.

[000106] 20 partes em peso de pó de $\text{Cu}_{0,2}\text{WO}_{2,72}$ assim obtido, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução C) em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso da solução C, assim obtida, e 100 partes em peso de resina de revestimento dura curável-UV (componente

sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada à película de resina PET (HPE-50) e uma película foi assim formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos, para evaporar o solvente, e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e uma película de proteção contra infravermelho foi, desse modo, obtida.

[000107] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 58%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 43% e tapava cerca de 57% de luz incidente direta dos raios solares, assim exibindo excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 4

[000108] Hexaóxido de tungstênio e nitrato de alumínio foram pesados, de modo que a relação molar de W para Al era de 1:0,1. Cada composto foi dissolvido em pequenas porções em etanol, para obter-se uma mistura. A mistura foi secada a 130°C, para obter-se o material de partida em um estado pulverulento. Este material de partida foi aquecido a 550°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95/5 em volume) por 1 hora, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma hora em uma atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $Al_{0,1}WO_{2,72}$. Uma cristalografia de difração de raios-X, realizada no $Al_{0,1}WO_{2,72}$ resultante, revelou a presença de fase cristalina de $W_{18}O_{49}$. A área de superfície específica de $Al_{0,1}WO_{2,72}$ era de 28 m²/g.

[000109] 20 partes em peso de pó de $Al_{0,1}WO_{2,72}$, assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução D), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução D, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000110] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 61%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Verificou-se também que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 45% e tapava cerca de 55% de luz incidente direta dos raios solares, assim exibindo excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação foi de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 5

[000111] Hexacloreto de tungstênio e nitrato de manganês foram pesados de modo que a relação molar de W para Mn era de 1:0,1. Cada composto foi dissolvido em pequenas porções em etanol, para obter-se uma solução de mistura. A solução de mistura foi secada a 130°C para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a 550°C

em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95/5 em volume) por 1 hora e esfriado à temperatura ambiente uma vez, em seguida aquecido por uma hora a 800°C em uma atmosfera de argônio. Pó de $\text{Mn}_{0,1}\text{WO}_{2,72}$ foi assim produzido. Uma cristalografia de difração de raios-X, realizada no resultante $\text{Mn}_{0,1}\text{WO}_{2,72}$, revelou a presença de fase cristalina de $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$, e a área de superfície específica deste pó era de 30 m²/g.

[000112] 20 partes em peso de pó de $\text{Mn}_{0,1}\text{WO}_{2,72}$, assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução E), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução E, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) para depositar uma película. A película depositada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000113] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 60%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 49% e tapava cerca de 51% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 6

[000114] Selecionando-se um pó de trióxido de tungstênio como o material de partida, o material de partida foi aquecido a 550°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95/5 em volume) por 1 h, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma h em uma atmosfera de argônio, assim produzindo-se pó de WO_{2,72}. Uma cristalografia de difração de raios-X, realizada no WO_{2,72} resultante, revelou a presença de fase cristalina de W₁₈O₄₉. A área de superfície específica deste pó foi de 35 m²/g.

[000115] 20 partes em peso de pó de WO_{2,72} assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução F), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução F assim formada e 100 partes em peso de resina de revestimento dura curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) para depositar uma película. A película depositada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e uma película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000116] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 65%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 50% e tapava cerca de 50% de luz incidente direta dos raios solares, assim exibindo excelente efeito

isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 7

[000117] Hexacloreto de tungstênio e nitrato de índio foram pesados de modo que a relação molar de W para In era de 1:0,3. Cada composto foi dissolvido em pequenas porções em etanol, para obter-se uma mistura. A mistura foi secada a 130°C para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a 550°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95/5 em volume) por 1 hora e esfriado à temperatura ambiente, em seguida aquecido por uma hora a 800°C em uma atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $\text{In}_{0,3}\text{WO}_3$. Uma cristalografia de difração de raios-X, realizada no resultante $\text{In}_{0,3}\text{WO}_3$, revelou a presença de uma fase cristalina de bronze ao tungstênio hexagonal (partículas finas de um composto de óxido de tungstênio). A área de superfície específica deste pó era de 30 m²/g.

[000118] 20 partes em peso de pó de $\text{In}_{0,3}\text{WO}_3$, assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução H), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução H, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi

desse modo obtida.

[000119] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 65%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 44% e tapava cerca de 56% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 8

[000120] 20 partes em peso de pó de $WO_{2,72}$, assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução I), tendo um diâmetro médio de partículas dispersas de 80 nm. Usando-se um secador a vácuo a 50°C, o solvente foi removido da solução I, para obter-se um pó (pó I). 0,01 kg do pó I e 8,7 kg de resina PET foram misturados secos em um misturador-V. A mistura foi totalmente misturada em uma temperatura próxima do ponto de fusão da resina em uma condição hermética a ar e foi extrusada derretida, formando uma película de proteção contra infravermelho com espessura de 50 μ m.

[000121] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 58%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 42% e tapava cerca de 58% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,7%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por

uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 9

[000122] Hexaóxido de tungstênio foi dissolvido em pequenas porções em etanol, para obter-se uma solução. A solução foi secada a 130°C para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a 350°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95/5 em volume) por 1 hora e esfriado à temperatura ambiente, e aquecido por uma hora a 800°C em uma atmosfera de argônio, assim produzindo um pó misto de $WO_{2,83}$ e $WO_{2,92}$. Uma cristalografia de difração de raios-X, realizada nos resultantes $WO_{2,83}$ e $WO_{2,92}$ revelou a presença de fase cristalina de $W_{24}O_{68}$ e $W_{25}O_{73}$. A área de superfície específica de $W_{24}O_{68}$ e $W_{25}O_{73}$ foi de 30 m²/g.

[000123] 20 partes em peso de pó de $WO_{2,83}$ e $WO_{2,92}$ misturados assim formados, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliácrlato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução J), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução J, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película depositada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000124] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 61%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a

película tinha uma transmitância de radiação solar de 42% e tapava cerca de 58% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 10

[000125] Hexacloreto de tungstênio foi dissolvido em pequenas porções em etanol, para obter-se uma solução. A solução foi secada a 130°C para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a 800°C em uma atmosfera de argônio por 1 hora para produzir uma mistura de pó de $WO_{2,83}$ e $WO_{2,92}$. Uma cristalografia de difração de raios-X, realizada na resultante mistura de $WO_{2,83}$ e $WO_{2,92}$ revelou a presença de fase cristalina de $W_{24}O_{68}$ e $W_{25}O_{73}$. A área de superfície específica da mistura de $WO_{2,83}$ e $WO_{2,92}$ foi de 30 m²/g.

[000126] 20 partes em peso de pó de $WO_{2,83}$ e $WO_{2,92}$ misturados assim formados, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução k), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução k, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000127] A medição das características ópticas da película de proteção

contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 67%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 49% e tapava cerca de 51% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 11

[000128] Hexacloreto de tungstênio e triidrato de perclorato de bário foram pesados, de modo que a relação molar de W para Ba era de 1:0,21. Cada composto foi individualmente dissolvido em pequenas porções em etanol e as duas soluções foram misturadas entre si, para obter-se uma mistura. A mistura foi secada a 130°C, para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a 550°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95/5 em volume) por 1 hora, esfriado à temperatura ambiente e aquecido por uma hora a 800°C em uma atmosfera de argônio, assim produzindo um pó de $Ba_{0,21}WO_3$. A área de superfície específica de $Ba_{0,21}WO_3$ foi de 30 m²/g.

[000129] 20 partes em peso de pó de $Ba_{0,21}WO_3$ assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução L), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução L, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e

uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000130] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 59%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 35% e tapava cerca de 65% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 12

[000131] Uma solução aquosa de meta tungstato de amônio (50 % em peso em termos de WO_3) e uma solução aquosa de cloreto de cézio foram cada uma pesada, de modo que a relação molar de W para Cs era de 1:0,33. As duas soluções foram misturadas entre si, para obter-se uma solução de mistura. A solução de mistura foi secada a 130°C, para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a 550°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95,5 em volume) por 1 hora, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma hora em uma atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $Cs_{0,33}WO_3$. A área de superfície específica deste pó era de 20 m^2/g . Uma cristalografia de difração de raios-X revelou a presença de uma fase cristal de bronze ao tungstênio hexagonal (partículas finas de um composto de óxido de tungstênio).

[000132] 20 partes em peso de pó de $Cs_{0,33}WO_3$ assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão,

para obter-se uma solução de dispersão (solução M), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução M, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000133] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 72%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 39% e tapava cerca de 61% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 13

[000134] Uma solução aquosa de meta tungstato de amônio (50 % em peso em termos de WO_3) e uma solução aquosa de formiato de tálio foram cada uma pesada, de modo que a relação molar de W para Tl era de 1:0,33. As duas soluções foram misturadas entre si, para obter-se uma solução de mistura. A solução de mistura foi secada a 130°C, para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a 550°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95,5 em volume) por 1 hora, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma hora em

uma atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $Tl_{0,33}WO_3$. A área de superfície específica deste pó era de $20 \text{ m}^2/\text{g}$. Uma cristalografia de difração de raios-X revelou a presença de uma fase cristal de bronze ao tungstênio hexagonal (partículas finas de um composto de óxido de tungstênio).

[000135] 20 partes em peso de pó de $Tl_{0,33}WO_3$ assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução N), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução N, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000136] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 71%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 42% e tapava cerca de 58% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 14

[000137] Uma solução aquosa de meta tungstato de amônio (50 % em

peso em termos de WO_3) e uma solução aquosa de cloreto de rubídio foram cada uma pesada, de modo que a relação molar de W para Rb era de 1:0,33. As duas soluções foram misturadas entre si, para obter-se uma solução de mistura. A solução de mistura foi secada a 130°C , para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a 550°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95,5 em volume) por 1 hora, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma hora em uma atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $\text{Rb}_{0,33}\text{WO}_3$. A área de superfície específica deste pó era de $20 \text{ m}^2/\text{g}$. Uma cristalografia de difração de raios-X revelou a presença de uma fase cristal de bronze ao tungstênio hexagonal (partículas finas de um composto de óxido de tungstênio).

[000138] 20 partes em peso de pó de $\text{Rb}_{0,33}\text{WO}_3$ assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução O), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução O, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000139] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 76%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a

película tinha uma transmitância de radiação solar de 47% e tapava cerca de 53% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 15

[000140] Uma solução aquosa de meta tungstato de amônio (50 % em peso em termos de WO_3) e uma solução aquosa de cloreto de potássio foram cada uma pesada, de modo que a relação molar de W para K era de 1:0,33. As duas soluções foram misturadas entre si, para obter-se uma solução de mistura. A solução de mistura foi secada a $130^\circ C$, para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a $550^\circ C$ em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95/5 em volume) por 1 hora, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a $800^\circ C$ por uma hora em uma atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $K_{0,33}WO_3$. A área de superfície específica deste pó era de $20 \text{ m}^2/\text{g}$. Uma cristalografia de difração de raios-X revelou a presença de uma fase cristal de bronze ao tungstênio hexagonal (partículas finas de um composto de óxido de tungstênio).

[000141] 20 partes em peso de pó de $K_{0,33}WO_3$ assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução P), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução P, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a $60^\circ C$

por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000142] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 68%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 43% e tapava cerca de 57% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 16

[000143] Uma solução aquosa de meta tungstato de amônio (50 % em peso em termos de WO_3) e uma solução aquosa de octaidrato de hidróxido de bário foram cada uma pesada, de modo que a relação molar de W para BA era de 1:0,33. As duas soluções foram misturadas entre si, para obter-se uma solução de mistura. A solução de mistura foi secada a 130°C, para obter-se o material de partida em um estado de pó. Este material foi aquecido a 450°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 95,5 em volume) por 1 hora, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma hora em uma atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $Ba_{0,33}WO_3$. A área de superfície específica deste pó era de 20 m²/g. Uma cristalografia de difração de raios-X revelou a presença de uma fase cristal de bronze ao tungstênio hexagonal (partículas finas de um composto de óxido de tungstênio).

[000144] 20 partes em peso de pó de $Ba_{0,33}WO_3$ assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão,

para obter-se uma solução de dispersão (solução Q), em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso de solução Q, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento duro curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000145] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 75%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Além disso, verificou-se que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 54% e tapava cerca de 46% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência, e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 17

[000146] Um pó de um hidrato de óxido de tungstênio, representado por $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ e um pó de carbonato de céσιο foram pesados de modo que a relação molar de W para Cs era de 1:0,33. Os dois pós foram misturados entre si, para obter-se uma mistura de pós para obter-se o material de partida em um estado pulverulento. Este material foi aquecido a 600°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 97/3 em volume) por 1 hora, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma hora em atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $\text{Cs}_{0,33}\text{WO}_3$. A área de

superfície específica deste pó era de 20 m²/g. Uma cristalografia de difração de raios-X revelou a presença de uma fase cristal de bronze ao tungstênio hexagonal (partículas finas de um composto de óxido de tungstênio).

[000147] 20 partes em peso de pó de Cs_{0,33}WO₃, assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução R) em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso da solução R, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento dura curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000148] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 70%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Constatou-se também que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 36% e tapava cerca de 64% de luz incidente direta de raios solares, assim exibindo excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 18

[000149] Um pó de um hidrato de óxido de tungstênio, representado por WO₃·H₂O e um pó de carbonato de potássio foram pesados, de modo que a

relação molar de W para K era de 1:0,55. Os dois pós foram misturados entre si, para obter-se uma mistura de pós para obter-se o material de partida em um estado pulverulento. Este material foi aquecido a 600°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 97/3 em volume) por 1 hora, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma hora em atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $K_{0,55}WO_3$. A área de superfície específica deste pó era de 30 m²/g. Uma cristalografia de difração de raios-X revelou a presença de uma fase cristal de bronze ao tungstênio hexagonal (partículas finas de um composto de óxido de tungstênio).

[000150] 20 partes em peso de pó de $K_{0,55}WO_3$, assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução S) em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso da solução S, assim formada, e 10 partes em peso da solução S assim formada e 100 partes em peso de resina de revestimento dura curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000151] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 69%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Constatou-se também que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 40% e tapava cerca de 60% de luz incidente direta de raios solares, assim exibindo excelente efeito isolante de

calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

Exemplo 19

[000152] Um pó de um hidrato de óxido de tungstênio, representado por $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ e um pó de carbonato de sódio foram pesados, de modo que a relação molar de W para Na era de 1:0,50. Os dois pós foram misturados entre si, para obter-se uma solução de mistura de pós para servir como o material de partida. Este material foi aquecido a 600°C em uma atmosfera redutora (argônio/hidrogênio = 97/3 em volume) por 1 hora, em seguida esfriado à temperatura ambiente e aquecido a 800°C por uma hora em atmosfera de argônio, assim produzindo pó de $\text{Na}_{0,5}\text{WO}_3$. A área de superfície específica deste pó era de $20 \text{ m}^2/\text{g}$. Uma cristalografia de difração de raios-X revelou a presença de uma fase cristal de bronze ao tungstênio cúbica (partículas finas de um composto de óxido de tungstênio).

[000153] 20 partes em peso de pó de $\text{Na}_{0,55}\text{WO}_3$, assim formado, 75 partes em peso de tolueno e 5 partes em peso de dispersante baseado em poliacrilato foram misturadas e submetidas a processamento de dispersão, para obter-se uma solução de dispersão (solução T) em que o diâmetro médio de partículas dispersas era de 80 nm. 10 partes em peso da solução T, assim formada, e 100 partes em peso de resina de revestimento dura curável-UV (componente sólido = 100%) foram misturadas para obter-se a solução de dispersão de partículas finas do material de proteção contra infravermelho. Utilizando-se um revestidor de barra, esta solução de dispersão de proteção contra infravermelho foi aplicada a uma película de resina PET (HPE-50) e uma película foi desse modo formada. A película assim formada foi secada a 60°C por 30 segundos para evaporar o solvente e foi curada por uma lâmpada de mercúrio de alta pressão e a película de proteção contra infravermelho foi desse modo obtida.

[000154] A medição das características ópticas da película de proteção contra infravermelho resultante revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 75%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida. Constatou-se também que a película tinha uma transmitância de radiação solar de 53% e tapava cerca de 47% de luz incidente direta de raios solares, assim exibindo excelente efeito isolante de calor. Além disso, a turvação era de 0,9%, desse modo exibindo alta transparência e um estado interno pôde ser claramente confirmado por uma parte externa. Azul claro foi obtido como um tom de cor de transmissão.

(Exemplo Comparativo 1)

[000155] As características ópticas da própria película de resina PET (HPE-50), que foi usada como um substrato nos Exemplos 1 a 10, foram medidas. Foi constatado que a película tinha uma transmitância de luz visível de 88%, assim permitindo que a luz da região visível fosse suficientemente transmitida, a película tendo, entretanto, uma transmitância de radiação solar de 88% e tapava somente cerca de 12% de luz incidente direta dos raios solares, exibindo, assim, baixo efeito isolante.

(Exemplo de Referência 1)

[000156] Uma película de dispersão foi fabricada da mesma maneira que no Exemplo 2, exceto que um pó de WO_3 (trióxido de tungstênio) foi usado em lugar de pó de $W_{18}O_{49}$. A medição das características ópticas da película de dispersão revelou que a película tinha uma transmitância de luz visível de 83,44%, uma transmitância de radiação solar de 81,76% e tapava aproximadamente 17,24% da luz solar incidente.

APLICABILIDADE INDUSTRIAL

[000157] A presente invenção é adequadamente usada para fornecer efeitos de proteção contra infravermelho a um material de janela e equipamento eletrônico usado nos campos da construção e equipamento de transporte etc.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[000158] A Fig. 1 mostra um exemplo de um resultado de medição de um perfil de transmissão de uma película de dispersão de partículas finas de $W_{18}O_{49}$, de acordo com a presente invenção.

[000159] A Fig. 2 mostra um exemplo de um resultado de medição de um perfil de transmissão de uma película de dispersão de composto de óxido de tungstênio da presente invenção, compreendendo partículas finas de $Cs_{0,33}WO_3$, com uma estrutura cristalina hexagonal.

[000160] A Fig. 3 mostra um exemplo de um resultado de medição de um perfil de transmissão de uma película de dispersão de composto de óxido de tungstênio da presente invenção, compreendendo partículas finas de $Rb_{0,33}WO_3$, com uma estrutura cristalina hexagonal.

[000161] A Fig. 4 é um diagrama esquemático de uma estrutura cristalina de composto de óxido de tungstênio, com um sistema de cristal hexagonal.

[000162] A Fig. 5 é uma lista de condições de produção, características de pó e características ópticas de um material de proteção contra infravermelho de acordo com os exemplos da presente invenção.

Descrição de sinais e numerais

- 1 UNIDADE WO_6
- 2 ELEMENTO M
- 3 ESTRUTURA CRISTALINA HEXAGONAL

REIVINDICAÇÕES

1. Dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho, caracterizada pelo fato de ser formada dispersando-se partículas finas de um material de proteção contra infravermelho em um meio, em que

as partículas finas de material de proteção contra infravermelho consistem em partículas finas de composto de óxido de tungstênio expressas por uma fórmula geral: $M_xW_yO_z$ (em que M é um ou mais elementos selecionados do grupo consistindo de Cs, Rb, Ba, Li, Ca, Sr, Fe, In, Tl, W é tungstênio, O é oxigênio, satisfazendo $0,2 \leq x/y \leq 0,5$; e $2,2 \leq z/y \leq 3,0$),

as partículas finas de composto de óxido de tungstênio consistem de partículas finas de estrutura cristalina hexagonal,

o diâmetro da partícula do material de proteção contra infravermelho sendo entre 1 nm e 800 nm, e

o meio é vidro ou pelo menos uma resina selecionada a partir do grupo consistindo de resina de polietileno, resina de cloreto de polivinila, resina de cloreto de polivinilideno, resina de álcool de polivinila, resina de poliestireno, resina de polipropileno, copolímero de etileno-vinil acetato, resina de poliéster, resina de tereftalato de polietileno, resina de flúor, resina de policarbonato, resina acrílica e resina de polivinil butiral.

2. Dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que as partículas finas do material de proteção contra infravermelho são revestidas com óxido contendo pelo menos um tipo de elemento selecionado a partir do grupo que consiste em Si, Ti, Zr e Al.

3. Dispersão de partículas finas de material de proteção contra infravermelho de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizada pelo fato de compreender adicionalmente um dispersante baseado em poliacrilato.

FIG.1

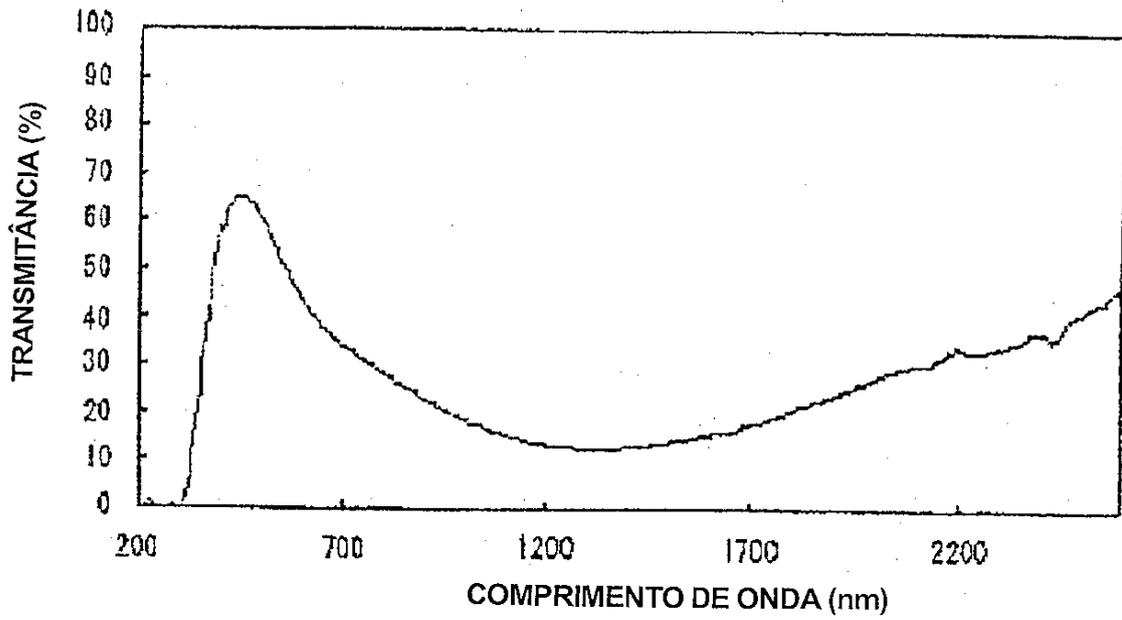


FIG.2

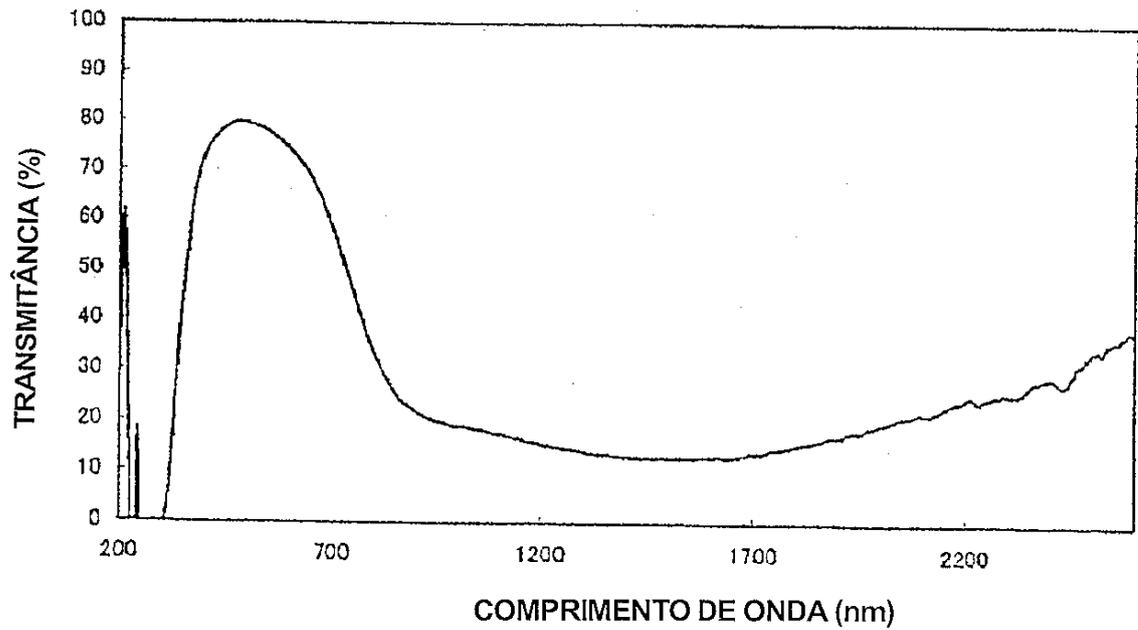


FIG.3

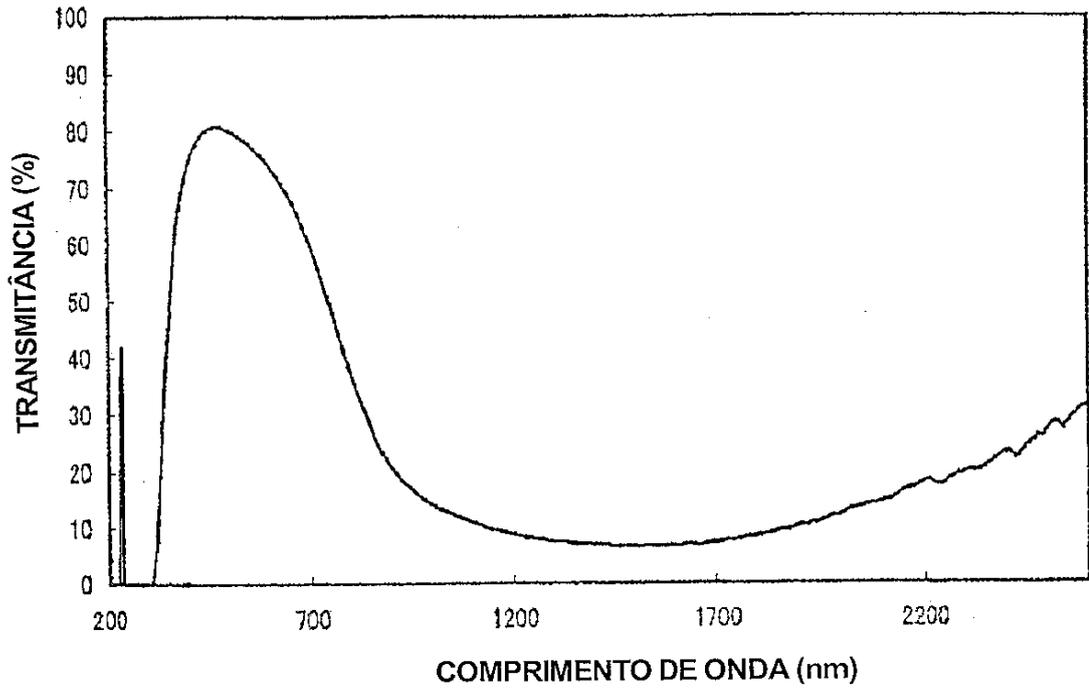
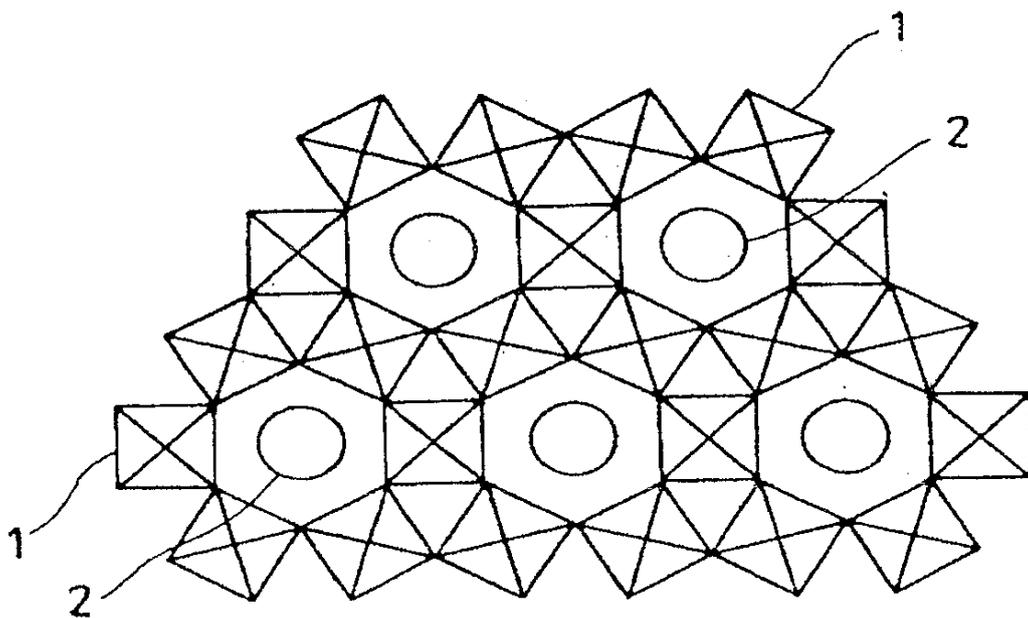
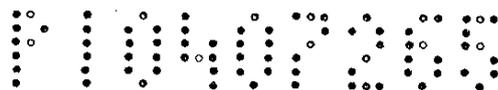


FIG.4





Exemplo (Nº)	Temperatura de Secagem (°C)	Atmosfera Redutiva	Temperatura de Tratamento Térmico (°C)	Tempo de Tratamento Térmico (hr)	Atmosfera Inerte	Temperatura de Tratamento Térmico (°C)	Tempo de Tratamento Térmico (hr)	Área de Superfície Específica (m²/g)	Transmitância de Luz Visível (%)	Transmitância de Radiação Solar (%)	Turvação (%)
1	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	30	61	45	0,9
2	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	30	57	42	0,9
3	130	--	--	--	Ar	800	15	31	58	43	0,9
4	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	28	61	45	0,9
5	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	30	60	49	0,9
6	--	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	35	65	50	0,9
7	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	30	65	44	0,9
8	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	30	58	42	0,7
9	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	30	61	42	0,9
10	130	--	--	--	Ar	800	1	30	67	49	0,9
11	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	30	59	35	0,9
12	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	20	72	39	0,9
13	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	20	71	42	0,9
14	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	20	76	47	0,9
15	130	Ar+H2	550	1	Ar	800	1	20	68	43	0,9
16	130	Ar+H2	450	1	Ar	800	1	20	75	54	0,9
17	--	Ar+H2	600	1	Ar	800	1	20	70	36	0,9
18	--	Ar+H2	600	1	Ar	800	1	30	69	40	0,9
19	--	Ar+H2	600	1	Ar	800	1	20	75	53	0,9

FIG. 5