

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 705 375**

51 Int. Cl.:

C01G 45/00	(2006.01)
C09D 5/33	(2006.01)
C09D 7/40	(2008.01)
C09K 3/00	(2006.01)
C01G 23/00	(2006.01)
C01G 45/12	(2006.01)
C09D 1/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.11.2014 PCT/JP2014/081422**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **04.06.2015 WO15080214**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.11.2014 E 14865896 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.10.2018 EP 3075709**

54 Título: **Material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano, método para la fabricación del mismo, y uso del mismo**

30 Prioridad:

29.11.2013 JP 2013247165

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.03.2019

73 Titular/es:

**ISHIHARA SANGYO KAISHA, LTD. (100.0%)
3-15 Edobori 1-chome, Nishi-ku
Osaka-shi, Osaka 550-0002, JP**

72 Inventor/es:

**ISOBE KAORU;
SANEFUJI NORIHIKO y
KATAOKA KENJI**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 705 375 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano, método para la fabricación del mismo, y uso del mismo

Campo de la técnica

5 La presente invención se refiere a un material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano y a un método para la fabricación del mismo. La presente invención también se refiere a una dispersión de disolvente, a un material de revestimiento, a una composición de resina, y a una composición de fibras, que incluye al mismo y, además, se refiere a un reflector de infrarrojos en el que se usa el material de revestimiento.

Antecedentes de la técnica

10 Los materiales reflectantes del infrarrojo cercano son materiales que reflejan los rayos del infrarrojo cercano contenidos en la luz del sol o similar. Los materiales reflectantes del infrarrojo cercano pueden reducir la cantidad de rayos del infrarrojo cercano absorbidos por una superficie de suelo cubierta con asfalto, hormigón o similar, por los edificios, y similares, y así los materiales reflectantes del infrarrojo cercano se usan para aliviar el fenómeno de la isla de calor, y para un aumento en la eficiencia del acondicionamiento del aire de los edificios en el verano, y similares. Específicamente, el material de revestimiento que incluye materiales reflectantes del infrarrojo cercano se usa para ser aplicado sobre un material base, para ser amasado en una resina y ser moldeado, para ser amasado y luego transformarlo en fibras, o para ser fijado sobre la superficie de un hilado. Las tonalidades de los materiales reflectantes del infrarrojo cercano incluyen blanco, negro, y colores cromáticos. Se conoce un óxido de material compuesto de tipo perovskita que incluye al menos un elemento metal alcalinotérreo, un elemento titanio, y un elemento manganeso como el material negro reflectante del infrarrojo cercano, y se revelan los hechos de que el titanato de calcio que contiene manganeso es negro y además tiene una excelente reflectividad en el infrarrojo cercano (ver Bibliografía de Patente 1).

Lista de Citas

Bibliografía de Patentes

Bibliografía de Patente 1: JP 2010-202489 A

25 Resumen de la invención

Problema de la técnica

30 El anterior titanato de calcio que contiene manganeso se describe específicamente en los Ejemplos 10 a 16 de la Bibliografía de Patente 1, y cada materia prima se cuece a 1.400°C, para fabricar un material con un área de superficie específica de 0,32 a 1,54 m²/g, y un tamaño medio de partícula, que se calcula a partir del valor del área de la superficie específica, de 0,86 a 4,25 μm. Aunque estos materiales son negros y tienen una excelente reflectividad en el infrarrojo cercano, los materiales no tienen suficientes poder de cubrición y poder colorante debido a su tamaño de partícula de 0,8 μm o más. Además, cuando se aplican o se fijan a un material base y similar, no son suficientes la cubrición de la base y el poder colorante. Por estas razones, se desean mejoras.

Solución al problema

35 Como resultado de los diversos estudios, los presentes inventores han encontrado que cuando se mezclan al menos un compuesto de metal alcalinotérreo, un compuesto de titanio, y un compuesto de manganeso mientras se pulverizan vigorosamente, preferentemente por medio de un pulverizador en húmedo, y se cuecen a una temperatura relativamente baja de 800 a 1.100°C, se reduce de ese modo el residuo sin reaccionar de la materia prima, y se disminuye la tonalidad roja, incluso cuando la reacción en la fase sólida descrita anteriormente se desarrolla a una temperatura baja. Además, los presentes inventores han encontrado que la supresión del crecimiento de las partículas debido a la reacción en la fase sólida a una temperatura baja permite que las partículas sean micronizadas, mejorando de ese modo el poder de cubrición y el poder colorante, etc. Como resultado, los presentes inventores han presentado la presente invención.

Específicamente, la presente invención incluye las siguientes realizaciones de (1) a (17).

45 (1) Un material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano según la reivindicación 1.

(2) El área de superficie específica BET del material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano según (1) está preferiblemente en el intervalo de 3,0 a 50 m²/g, más preferiblemente en el intervalo de 3,0 a 25 m²/g.

50 (3) La reflectancia a una longitud de onda de 1.200 nm del material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de (1) a (2) es preferiblemente el 45% o más, más preferiblemente el 50% o más, y aún más preferiblemente el 52% o más.

- (4) El material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de (1) a (3) comprende al menos dos o más compuestos seleccionados de un compuesto de titanato de metal alcalinotérreo, un compuesto de manganato de metal alcalinotérreo, y un compuesto de titanato manganato de metal alcalinotérreo. Este material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano tiene excelentes poder de cubrición y poder colorante.
- 5 (5) El material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano según (4) comprende preferiblemente un compuesto de titanato de metal alcalinotérreo y un compuesto de titanato manganato de metal alcalinotérreo.
- (6) Es preferible el compuesto representado por la fórmula de composición $x\text{AeTiO}_{3-y} \cdot z\text{Ae}''(\text{Ti}_\alpha\text{Mn}_\beta)\text{O}_{3-y}$, que es la fórmula de la composición según cualquiera de (1) a (5) con $y = 0$.
- 10 (7) El material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de (1) a (6) que además comprende un elemento del Grupo 13 de la tabla periódica. Este material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano tiene excelentes poder de cubrición y poder colorante.
- (8) Un método para la fabricación del material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de (1) a (6) que comprende mezclar al menos un compuesto de metal alcalinotérreo, un compuesto de titanio, y un compuesto de manganeso con un pulverizador en húmedo, y cocer la mezcla de 800 a 1.100°C.
- 15 (9) En el caso de fabricar el material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano según (7), se mezclan preferiblemente un compuesto de metal alcalinotérreo, un compuesto de titanio, un compuesto de manganeso, y adicionalmente un elemento del Grupo 13 de la tabla periódica por medio de un pulverizador en húmedo, antes de su cocción a una temperatura de 800 a 1.100°C.
- (10) El pulverizador en húmedo usado en (8) o (9) incluye más preferiblemente un medio.
- 20 (11) Una dispersión de disolvente comprende el material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de (1) a (7).

Efectos ventajosos de la invención

25 El material reflectante del infrarrojo cercano según la presente invención es un material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano de un óxido de material compuesto de tipo perovskita que incluye al menos un elemento metal alcalinotérreo, un elemento titanio, y un elemento manganeso. El material tiene suficiente ennegrecimiento y reflectividad en el infrarrojo cercano, además de tener excelentes poder de cubrición y poder colorante debido a que es un material particulado fino. Así, el material reflectante del infrarrojo cercano se puede usar para ser aplicado sobre un material base, para ser fijado sobre un material base, o para ser amasado en un material base, y similar. Por lo tanto, se puede impartir la reflectividad en el infrarrojo cercano a una película de revestimiento, a un plástico, a una fibra, y similar, y además se puede cubrir o colorar la base.

30

Además, según el método de fabricación de la presente invención, se mezclan al menos un compuesto de metal alcalinotérreo, un compuesto de titanio, un compuesto de manganeso, y similares mientras se pulverizan vigorosamente, preferiblemente por medio de un pulverizador en húmedo. Como resultado, se puede reducir el residuo sin reaccionar de la materia prima aun cuando la cocción se realiza a una temperatura baja, y se puede producir fácilmente el material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano.

35

Breve descripción de los dibujos

- [Fig. 1] La Figura 1 es un gráfica de difracción de rayos-X del polvo de las Muestras A, C, D a G obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos.
- 40 [Fig. 2] La Figura 2 es una fotografía de microscopio electrónico que muestra la forma de las partículas de la Muestra A obtenida en el Ejemplo 1.
- [Fig. 3] La Figura 3 es una fotografía de microscopio electrónico que muestra la forma de las partículas de la Muestra C obtenida en el Ejemplo 3.
- [Fig. 4] La Figura 4 es una fotografía de microscopio electrónico que muestra la forma de las partículas de la Muestra D obtenida en el Ejemplo Comparativo 1.
- 45 [Fig. 5] La Figura 5 es una fotografía de microscopio electrónico que muestra la forma de las partículas de la Muestra E obtenida en el Ejemplo Comparativo 2.
- [Fig. 6] La Figura 6 es una fotografía de microscopio electrónico que muestra la forma de las partículas de la Muestra F obtenido en el Ejemplo Comparativo 3.
- 50 [Fig. 7] La Figura 7 es una fotografía de microscopio electrónico que muestra la forma de las partículas de la G muestra obtenida en el Ejemplo Comparativo 4.

[Fig. 8] La Figura 8 es una gráfica que muestra la reflectancia espectral del polvo de las Muestras A, C, D-G obtenidas en los Ejemplos Comparativos.

Descripción de las realizaciones

5 La presente invención es un óxido de material compuesto de tipo perovskita que incluye al menos un elemento metal alcalinotérreo, un elemento titanio, y un elemento manganeso. Específicamente, el óxido de material compuesto puede incluir un compuesto de titanato de metal alcalinotérreo (que está representado por la fórmula de composición $AeTiO_{3-\gamma}$) y un compuesto de manganato de metal alcalinotérreo (que está representado por la fórmula de composición $Ae'MnO_{3-\gamma}$), y puede incluir un compuesto de titanato manganato de metal alcalinotérreo (que está representado por la fórmula de composición $Ae''(Ti_{\alpha}Mn_{\beta})O_{3-\gamma}$), y similares. Sin embargo, a diferencia de las mezclas simples de estos compuestos, el óxido de material compuesto no se puede separar. Así, la fórmula de la composición se puede describir como $x AeTiO_{3-\gamma} \cdot y Ae'MnO_{3-\gamma} \cdot z Ae''(Ti_{\alpha}Mn_{\beta})O_{3-\gamma}$. En la fórmula de la composición, Cada uno de Ae, Ae', y Ae'' es al menos un elemento metal alcalinotérreo seleccionado de un elemento magnesio, un elemento calcio, un elemento estroncio, y un elemento bario, y puede ser el mismo o diferente entre sí. Ti representa un elemento titanio, Mn representa un elemento manganeso, y O representa un elemento oxígeno. En la presente invención, x, y, y z son números reales, $0 \leq x < 1$, $0 \leq y < 1$, $0 \leq z \leq 1$, y $x + y + z = 1$. Además, α y β son números reales, $0 < \alpha < 1$, $0 < \beta < 1$, y $\alpha + \beta = 1$. Además, γ es un número real y $0 \leq \gamma < 3$. El compuesto de titanato manganato de metal alcalinotérreo representado por fórmula de composición $Ae''(Ti_{\alpha}Mn_{\beta})O_{3-\gamma}$ puede ser un compuesto de titanato de metal alcalinotérreo disuelto en una fase sólida (dopado) con manganeso o un compuesto de manganato de metal alcalinotérreo disuelto en una fase sólida (dopado) con titanio.

20 El elemento metal alcalinotérreo como se describe anteriormente es preferiblemente al menos uno seleccionado de un elemento calcio, un elemento estroncio, y un elemento bario debido que forma un óxido de material compuesto que tiene una excelente reflectividad en el infrarrojo cercano y una estructura de tipo perovskita. Un elemento magnesio que está clasificado como un elemento metal alcalinotérreo forma una estructura de tipo ilmenita cuando se usa individualmente, pero forma un óxido de material compuesto de una estructura de tipo perovskita cuando se usa en combinación con un elemento metal alcalinotérreo que no sea un elemento magnesio, tal como un elemento calcio, un elemento estroncio, un elemento bario, o una mezcla de los mismos. Adicionalmente, el óxido de material compuesto de tipo perovskita tiene una reflectividad en el infrarrojo cercano más excelente en comparación con la del compuesto al que no se añade el elemento magnesio. Así, tal combinación es preferible cuando se usa un elemento magnesio como el elemento metal alcalinotérreo. El contenido del elemento magnesio se puede ajustar aproximadamente dependiendo del rendimiento deseado de la reflectividad en el infrarrojo cercano o similar, y la relación atómica de elemento magnesio (Mg) a elemento metal alcalinotérreo (A) diferente del elemento magnesio, que es la relación del número de átomos de magnesio a número de átomos de metal alcalinotérreo diferente de los átomos de magnesio, y que a menudo se refiere como una relación molar, es preferiblemente $1,0 \times 10^{-6} \leq Mg/A \leq 0,20$, más preferiblemente $1,0 \times 10^{-6} \leq Mg/A \leq 0,12$. En la presente invención, "Mg" representa el número de moles del elemento magnesio, y "A" representa el número de moles del elemento metal alcalinotérreo diferente del magnesio.

El material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención puede incluir además un elemento del Grupo 13 de la tabla periódica tal como un elemento boro, un elemento aluminio, un elemento galio, un elemento indio, o una mezcla de los mismos. Es más preferible incluir el elemento del Grupo 13 de la tabla periódica debido a que proporciona una reflectividad en el infrarrojo cercano más excelente que la de aquellos materiales a los que no se añade el elemento del Grupo 13 de la tabla periódica. Es aún más preferible incluir al menos un elemento seleccionado de un elemento aluminio y un elemento galio entre el elemento del Grupo 13 de la tabla periódica debido a que particularmente proporciona una excelente reflectividad en el infrarrojo cercano. El elemento del Grupo 13 de la tabla periódica puede existir sobre la superficie de y/o existir dentro de las partículas del óxido de material compuesto de tipo perovskita, y preferiblemente existe dentro de las partículas del óxido de material compuesto de tipo perovskita. El contenido del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica se puede ajustar según corresponda dependiendo del rendimiento de la reflectividad en el infrarrojo cercano que se desea, o similar, y es preferible incluir la cantidad que satisface $0,0005 \leq Al/Ti \leq 1,5$ en la relación atómica (relación molar) del elemento del Grupo 13 (Al) de la tabla periódica a elemento titanio (Ti). En la presente invención, "Al" representa el número de moles del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica, y "Ti" representa el número de moles del elemento titanio. El valor de la relación atómica (relación molar) anterior de Al/Ti está preferiblemente en el intervalo de 0,0005 a 1,5 debido a que proporciona una excelente reflectividad en el infrarrojo cercano, más preferiblemente en el intervalo de $0,001 \leq Al/Ti \leq 0,45$, aún más preferiblemente en el intervalo de $0,005 \leq Al/Ti \leq 0,35$, y lo más preferiblemente en el intervalo de $0,005 \leq Al/Ti \leq 0,25$. Es preferible el valor de Al/Ti de 0,0005 o más debido a que se puede evitar el problema de los efectos causados por su adición insuficiente. Es preferible el valor de Al/Ti de 1,5 o menos debido a que se puede evitar el problema del inicio de la generación de otra fase.

Además, el material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención puede incluir adicionalmente un elemento cinc en el óxido de material compuesto de tipo perovskita que incluye el elemento metal alcalinotérreo, el elemento titanio, y el elemento manganeso anterior, o en el óxido de material compuesto de tipo perovskita que incluye además el elemento del Grupo 13 de la tabla periódica, tal como el elemento boro, el elemento aluminio, el elemento galio, y el elemento indio. Es más preferible incluir el elemento cinc debido a que proporciona una reflectividad en el infrarrojo cercano más excelente en comparación con la de aquellos materiales a los que no se añade el elemento cinc. El elemento cinc puede existir sobre la superficie de y/o existir dentro de las partículas del óxido de material

compuesto de tipo perovskita, y preferiblemente existe dentro de las partículas del óxido de material compuesto de tipo perovskita. El contenido del elemento cinc se puede ajustar según corresponda dependiendo del rendimiento de la reflectividad en el infrarrojo cercano que se desea, o similar, y es preferible incluirlo en la presente invención en la cantidad que satisface $1,0 \times 10^{-6} \leq \text{Zn/Ti} \leq 0,20$ en la relación atómica (relación molar) del elemento titanio (Ti) a elemento cinc (Zn). En la presente invención, "Zn" representa el número de moles del elemento cinc, y "Ti" representa el número de moles del elemento titanio. El valor de la relación atómica (relación molar) anterior de Zn/Ti está preferiblemente en el intervalo de $1,0 \times 10^{-6}$ a 0,2, debido a que proporciona una excelente reflectividad en el infrarrojo cercano, más preferiblemente en el intervalo de $1,0 \times 10^{-6} \leq \text{Zn/Ti} \leq 0,15$, y aún más preferiblemente en el intervalo de $1,0 \times 10^{-6} \leq \text{Zn/Ti} \leq 0,12$. No es preferible el valor de Zn/Ti menor de $1,0 \times 10^{-6}$ debido a que son insuficientes los efectos causados por su adición. No es preferible el valor de Zn/Ti mayor de 0,2 debido a que se inicia la generación de otra fase, y ocurre un cambio drástico en el color del polvo.

En el caso donde el material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención tiene una estructura de tipo perovskita del tipo ABO_3 , la relación de a/b en donde el contenido del elemento metal alcalinotérreo anterior está representado por a moles y el contenido total del elemento titanio, del elemento manganeso, del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica, y del elemento cinc está representado por b moles, generalmente se ajusta para que sea 1. Sin embargo, es más preferible la composición que satisface $1 < a/b \leq 1,5$, a saber, más de 1 vez y no más de 1,5 veces el contenido del elemento metal alcalinotérreo, debido a que proporciona una más excelente reflectividad en el infrarrojo cercano que la composición de $a/b = 1$. El intervalo de $1 < a/b < 1,1$ es aún más preferible debido a que difícilmente puede ocurrir otra fase diferente a la estructura de tipo perovskita incluso cuando el material se cuece a una temperatura relativamente baja.

Las cantidades del elemento metal alcalinotérreo, del elemento titanio, del elemento manganeso, del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica, y del elemento cinc, que se incluyen en el material reflectante del infrarrojo cercano en se determinan mediante análisis de rayos X fluorescente, y la cantidad de oxígeno necesaria para mantener el equilibrio de las cargas se calcula sobre la base del número de valencia de estos componentes. Además, se puede confirmar la estructura cristalina del material reflectante del infrarrojo cercano mediante difracción de rayos X.

La composición de los componentes que constituyen el material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención se puede identificar mediante difracción de rayos X del polvo (rayos CuK α), y se determina sobre la base de las posiciones de los picos que aparecen en el intervalo del ángulo de Bragg (2θ) de 30 a 40°. Cada pico usado en la determinación no es un poco menor, sino un pico claro. Cuando se observan tres picos en el intervalo del ángulo de Bragg (2θ) de la difracción de rayos X del polvo de 30 a 40°, esto indica que el material está constituido por tres óxidos de material compuesto. Cuando se observan dos picos, esto indica que el material está compuesto por dos óxidos de material compuesto. Cuando se observa un pico, esto indica que el material está compuesto por un óxido de material compuesto. Cada posición de pico se puede desplazar. Por ejemplo, cuando el titanato de calcio está dopado (disuelto en fase sólida) con manganeso, se observa que el pico del titanato de calcio se desplaza hacia una región de ángulo más alta a medida que se aumenta la cantidad del elemento que se dopa. El material de la presente invención está constituido por dos o más óxidos de material compuesto, y así tiene al menos dos picos en el intervalo del ángulo de Bragg (2θ) de 30 a 40°, en particular en el intervalo de 32 a 36° en la difracción de rayos X del polvo. Específicamente, son posibles los dos óxidos de material compuesto representados por las fórmulas de composición $x\text{AeTiO}_{3-y}$ y $y\text{AeMnO}_{3-y}$, por las fórmulas de composición $x\text{AeTiO}_{3-y}$ y $z\text{Ae}''(\text{Ti}_\alpha\text{Mn}_\beta)\text{O}_{3-y}$, o por las fórmulas de composición $y\text{AeMnO}_{3-y}$ y $z\text{Ae}''(\text{Ti}_\alpha\text{Mn}_\beta)\text{O}_{3-y}$.

En el material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención, se incluye el compuesto de titanato manganato de metal alcalinotérreo (que también está representado por la fórmula de composición $\text{Ae}''(\text{Ti}_\alpha\text{Mn}_\beta)\text{O}_{3-y}$), y los átomos de soluto (específicamente, átomos de manganeso, átomos del Grupo 13 de la tabla periódica, o átomos de cinc) están preferiblemente en una solución sólida e incluidos dentro de las partículas de y/o en la parte superficial de las partículas del óxido de material compuesto formando una solución sólida intersticial en la que los átomos de soluto (específicamente, los átomos de metal alcalinotérreo y los átomos de titanio) en los puntos reticulares del óxido de material compuesto de tipo perovskita están sustituidos por átomos de soluto o están formando una solución sólida intersticial en la que los átomos de soluto entran dentro de los huecos de la red del óxido de material compuesto de tipo perovskita. Más particularmente, se forma preferiblemente una solución sólida en la que los átomos de titanio están sustituidos por los anteriores átomos de soluto de manganeso, del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica, o de cinc. El óxido de material compuesto mantiene preferiblemente la estructura de tipo perovskita. Cuando la estructura de tipo ABO_3 contiene el elemento manganeso en el anterior intervalo de $0,01 \leq \alpha/\beta \leq 3,0$, su contenido cae dentro del intervalo de aproximadamente 0,01 a 0,75, cuando está representado por la relación atómica (relación molar) de $\text{Ae}'':\text{Ti}:\text{Mn}:\text{O} = 1:\alpha:\beta:3$. El hecho de que el elemento manganeso, el elemento del Grupo 13 de la tabla periódica, o el elemento cinc estén incluidos en el material se puede confirmar por el resultado de la difracción de rayos X que muestra que no aparecen picos de cualesquiera otra fase diferente a la del óxido de material compuesto.

Según la presente invención, en el material reflectante del infrarrojo cercano puede estar mezclado de forma inevitable con impurezas derivadas de diversas materias primas. En este caso, es preferible que el Cr no éste incluido tanto como sea posible en el material. Incluso si el Cr está incluido como impureza, el contenido es del 1% en masa o menos, y particularmente, el contenido del Cr^{6+} que causa preocupación con relación a la seguridad es preferiblemente 10 ppm o menos. Además, es preferible que el residuo sin reaccionar de la materia prima no esté incluido tanto como sea posible. En particular, su contenido es preferiblemente el 1% en masa o menos.

El material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención tiene un valor del área de superficie específica BET (se adopta el método de punto único basado en la adsorción de nitrógeno) en el intervalo de 3,0 a 150 m²/g. En el caso donde el valor del área de superficie específica BET es menor de 3,0 m²/g, las partículas son gruesas, o las partículas se sinterizan mutuamente, y así es pobre el poder de cubrición y se reduce su poder colorante. El valor del área de superficie específica BET es más preferiblemente de 3,0 a 50 m²/g, y aún más preferiblemente de 3,0 a 25 m²/g. El valor del área de superficie específica BET se puede medir por medio de un Macsorb HM modelo 1220 (fabricado por Mountech Co., Ltd.). A partir de este valor del área de superficie específica BET y mediante la siguiente Expresión 1, se calcula el tamaño medio de partícula cuando se asume que la forma de la partícula es esférica. El tamaño medio de partícula calculado a partir del valor del área de superficie específica BET es de 0,01 a 0,49 μm, más preferiblemente de 0,03 a 0,49 μm, y aún más preferiblemente de 0,06 a 0,49 μm. Este tamaño medio de partícula puede ser diferente del tamaño medio de partícula calculado a partir de una fotografía de microscopio electrónico debido a influencias tales como la forma de las partículas y la distribución del tamaño de las partículas.

$$\text{Expresión 1: } L = 6/(\rho \cdot S)$$

en donde, L es un tamaño medio de partícula (μm), ρ es la densidad de una muestra (g/cm³), y S es el valor del área de superficie específica BET de la muestra (m²/g). En la presente invención, se calcula una densidad de la muestra usando la densidad (densidad específica absoluta) de cada compuesto de titanato de metal alcalinotérreo y de cada compuesto de manganato de metal alcalinotérreo de manganeso, y estimando su contenido respectivo. Por ejemplo, para la densidad del CaTiO₃ se usa el valor de 4,04 g/cm³, y para la densidad del CaMnO₃ se usa el valor de 4,53 g/cm³.

El material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención puede tener diversas formas de partícula y tamaños de partícula al cambiar las condiciones de producción. La forma de las partículas puede ser tubular, granular, aproximadamente esférica, como agujas, indefinida, y similares. Preferiblemente, un tamaño medio de partícula (valor medio aritmético del diámetro máximo de una partícula) medido a partir de una fotografía de microscopía electrónica es aproximadamente de 0,005 a 1,0 μm. Es preferible el tamaño medio de partícula de 1,0 μm o menos debido a que al no ser el tamaño de partícula demasiado grande se puede evitar el problema de un poder de cubrición pobre y de un poder colorante reducido. Es preferible el tamaño medio de partícula de 0,005 μm o más debido a que se puede evitar el problema de la posible dificultad en la dispersión en un material de revestimiento. Por esta razón, el tamaño medio de partícula es preferiblemente de 0,01 a 0,5 μm, más preferiblemente de 0,02 a 0,5 μm, y aún más preferiblemente de 0,03 a 0,5 μm.

El color del polvo del material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención es negro. El ennegrecimiento expresado por un valor L del índice de luminosidad según el espacio de color de Hunter Lab (sistema de color Lab), (en donde el valor L se refiere como un valor L de Hunter, y disminuye a medida que aumenta el ennegrecimiento) es preferiblemente 30 o menos, más preferiblemente 28 o menos, y aún más preferiblemente 25 o menos. Así, el material reflectante del infrarrojo cercano según la presente invención puede reducir el valor L del índice de luminosidad, y así se puede usar como un pigmento negro. Con respecto al valor de a y al valor de b del sistema de color Lab medidos de la misma manera que el valor L, por ejemplo, el valor de a puede suprimir el color rojo al ser aproximadamente de -5 a 20, y el valor de b puede suprimir el color amarillo al ser aproximadamente de -5 a 10. La reflectividad en el infrarrojo cercano cambia dependiendo del color del polvo. El polvo negro, que absorbe fácilmente la radiación infrarroja, tiene una reflectividad en el infrarrojo cercano relativamente más baja que la del polvo blanco que refleja los rayos de infrarrojo. Sin embargo, cuando la reflectividad en el infrarrojo cercano del polvo negro se expresa mediante una reflectividad a una longitud de onda de 1.200 nm, la reflectancia es del 40% o más, preferiblemente del 45% o más, más preferiblemente del 50% o más, aún más preferiblemente del 52% o más.

El material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención es un óxido de material compuesto. Las diferencias entre el óxido de material compuesto y una mezcla de cada uno de los componentes de la composición que constituyen el óxido de material compuesto se pueden confirmar claramente comparando el óxido de material compuesto con una muestra preparada de tal modo que tenga la misma composición que el óxido de material compuesto mediante la mezcla del compuesto de titanio del elemento metal alcalinotérreo anterior y del compuesto de manganeso del elemento metal alcalinotérreo anterior. Esto es, comparado con esta muestra comparativa, el material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención tiene el valor L más pequeño que el polvo, y la reflectancia más alta a una longitud de onda de 1.200 nm. Además, en el material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención, tanto el poder colorante expresado por un poder colorante relativo Kr que se evalúa según el método descrito anteriormente como el poder de cubrición expresado por una relación de contraste (relación CR) son mayores que en este ejemplo comparativo, y el valor L que muestra un índice del ennegrecimiento es menor.

(1) Evaluación comparativa del poder colorante relativo

Se usa el método fotométrico descrito en la norma JIS K 5101-3-3 dentro del intervalo de la relación en masa de una mezcla de un pigmento de dióxido de titanio (TiO₂) a otro material de 3:1. El poder colorante de un producto mixto de pigmento de dióxido de titanio (TiO₂) y de material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención es preferiblemente el 105% o más cuando se expresa mediante el poder colorante relativo Kr (a una longitud de onda λ = 555 nm) con respecto al poder colorante de un producto mixto del pigmento de dióxido de titanio (TiO₂) anterior y de una mezcla de un compuesto de titanato de metal alcalinotérreo y un compuesto de

manganato de metal alcalinotérreo en donde la mezcla tiene casi la misma área de superficie específica BET y la casi misma composición de componentes que el material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano anterior, y aún más preferiblemente el 110% o más.

(2) Evaluación comparativa del valor L

- 5 El valor L de una película de revestimiento se usa dentro del intervalo de la proporción en masa de una mezcla de un pigmento de dióxido de titanio y otro material de 3/1. Cuando el valor L del producto mixto de pigmento de dióxido de titanio (TiO_2) y material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención se compara con el valor L del producto mixto del pigmento de dióxido de titanio (TiO_2) anterior y la mezcla de compuesto de titanato de metal alcalinotérreo y compuesto de manganato de metal alcalinotérreo en donde la mezcla tiene casi la misma
- 10 área de superficie específica BET y composición de componentes que el material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano anterior, el valor L del producto mixto de la presente invención es preferiblemente el 95% o menos con respecto a esta muestra comparativa, y aún más preferiblemente el 90% o menos.

(3) Método para la medición del poder de cubrición

- 15 Después de que se pulveriza suficientemente la muestra por medio de un mortero de ágata, se prepara un material de revestimiento sobre la base de una formulación de resina alquídica/melamina (19,2% de PVC, -por sus siglas en inglés- (concentración en volumen del pigmento), 45,3% de SVC -por sus siglas en inglés- (concentración en volumen del contenido en sólidos)). El material de revestimiento preparado se diluye 5 veces con una resina transparente (resina alquídica/melamina, NV 40%) que no incluye la carga anterior (la muestra anterior), y se aplica usando un aplicador de revestimiento de barra sobre un papel de prueba para determinar el poder de cubrición. Después del
- 20 secado, se lleva a cabo la colorimetría sobre el valor Y del color blanco subyacente (Y_w) y sobre el valor Y del color negro subyacente (Y_b) en el sistema de visualización XYZ por medio de un medidor colorimétrico de diferencia de color ZE2000 (fabricado por Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.), y se calcula Y_b/Y_w como una relación de contraste (CR, por sus siglas en inglés). A medida que aumenta esta relación CR (por sus siglas en inglés), se mejora el poder de cubrición.

- 25 El material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención se puede usar para materiales de revestimientos, tintas, plásticos, cerámicas, materiales electrónicos, y similares. Con el fin de mejorar la capacidad de dispersión en un disolvente o en la resina a mezclar, se puede revestir la superficie de las partículas, según se requiera, con un compuesto inorgánico y/o con un compuesto orgánico. Ejemplos de compuesto inorgánico incluyen preferiblemente al menos uno seleccionado de un compuesto de silicio, un compuesto de circonio, un compuesto de aluminio, un
- 30 compuesto de titanio, un compuesto de antimonio, un compuesto de fósforo, y un compuesto de estaño. Como el compuesto de silicio, el compuesto de circonio, el compuesto de aluminio, el compuesto de titanio, el compuesto de antimonio, y el compuesto de estaño, son más preferibles los óxidos, los óxidos hidratados, o los hidróxidos de silicio, de circonio, de aluminio, de titanio, de antimonio, y de estaño. Como el compuesto de fósforo, son más preferibles los compuestos de ácido fosfórico o los compuestos de fosfato. Ejemplos del compuesto orgánico, incluyen compuestos
- 35 orgánicos de silicio, compuestos organometálicos, polioles, alcanolaminas o derivados de las mismas, ácidos grasos superiores o sales metálicas de los mismos, e hidrocarburos superiores o derivados de los mismos, y se puede usar al menos uno seleccionado de entre estos tipos.

- 40 El material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención incluye un elemento metal alcalinotérreo, el elemento titanio, y el elemento manganeso, e incluye, además, según sea necesario, el elemento del Grupo 13 de la tabla periódica tal como el elemento boro, el elemento aluminio, el elemento galio, y el elemento indio, y el elemento cinc. El elemento metal alcalinotérreo, el elemento manganeso, y similares se eluyen en agua, y se eluyen fácilmente especialmente en agua ácida. Por esta razón, en el caso donde es necesario suprimir adecuadamente la elución con agua, es eficaz revestir la superficie de las partículas del material reflectante del infrarrojo cercano con un compuesto inorgánico. Ejemplos de tal compuesto inorgánico incluyen al menos un compuesto seleccionado de un compuesto de
- 45 silicio, un compuesto de circonio, un compuesto de aluminio, un compuesto de titanio, un compuesto de antimonio, un compuesto de fósforo, y un compuesto de estaño. Los óxidos, los óxidos hidratados, o los hidróxidos de silicio, circonio, aluminio, titanio, antimonio, y estaño son más preferibles como el compuesto de silicio, el compuesto de circonio, el compuesto de aluminio, el compuesto de titanio, el compuesto de antimonio, y el compuesto de estaño. Los compuestos de ácido fosfórico o los compuestos de fosfato son más preferibles como el compuesto de fósforo. En particular, son preferibles los óxidos de silicio o de aluminio, los óxidos hidratados de silicio o de aluminio, o los hidróxidos de silicio o de aluminio. Con respecto a los óxidos de silicio, a los óxidos hidratados de silicio, y a los hidróxidos de silicio (los cuales a menudo se refieren de aquí en adelante como sílice), son más preferibles aquellos capaces de formar sílice de alta densidad o sílice porosa. Aunque la sílice usada en el tratamiento del revestimiento puede ser porosa o no porosa (alta densidad) dependiendo del intervalo de pH en el momento del tratamiento del
- 50 revestimiento de sílice, es más preferible la sílice de alta densidad debido a que proporciona un efecto de alta supresión de la propiedad de elución con el agua del material reflectante del infrarrojo cercano por la facilidad de formación de un revestimiento fino. Por esta razón, es preferible que exista una primera capa de revestimiento de sílice de alta densidad sobre la superficie de las partículas del material reflectante del infrarrojo cercano, y que exista sobre la anterior una segunda capa de revestimiento de sílice porosa o de óxido de aluminio, óxido de aluminio hidratado, o hidróxido de aluminio (los cuales a menudo se refieren de aquí en adelante como alúmina). El revestimiento de sílice se puede observar por medio de un microscopio electrónico. La cantidad de revestimiento del compuesto inorgánico
- 60

se puede ajustar según corresponda. Por ejemplo, la cantidad es preferiblemente del 0,1 al 50% en masa, más preferiblemente del 1,0 al 20% en masa, con respecto al material reflectante del infrarrojo cercano. La cantidad de compuesto inorgánico se puede medir por medio de un método convencional tal como análisis de rayos X fluorescentes, y espectrometría de emisión óptica ICP (por sus siglas en inglés).

- 5 El método para la fabricación de un material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención incluye: mezclar al menos el compuesto de metal alcalinotérreo, el compuesto de titanio, y el compuesto de manganeso mientras se pulverizan vigorosamente, preferiblemente por medio de un pulverizador en húmedo, y cocer la muestra a una temperatura de 800 a 1.100°C. Además, en el caso donde se incluyen el compuesto del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica y el compuesto de cinc en el mismo según se requiera, los compuestos se mezclan de forma similar mientras se pulverizan vigorosamente, preferiblemente por medio de un pulverizador en húmedo. Como el compuesto de metal alcalinotérreo, se pueden usar óxidos, hidróxidos, carbonatos o similares de magnesio, calcio, estroncio, bario, y similares. Como el compuesto de titanio, el compuesto de manganeso, y el compuesto de cinc, se pueden usar óxidos, hidróxidos, carbonatos o similares de titanio, manganeso, y cinc. Como el compuesto del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica, se pueden usar óxidos, hidróxidos, carbonatos o similares de boro, aluminio, galio, indio, y similares. Estas materias primas se pesan y se mezclan mientras se pulverizan vigorosamente, preferiblemente por medio de un pulverizador en húmedo. Ejemplos de pulverizador capaz de mezclar las materias primas mientras las pulveriza vigorosamente incluyen pulverizadores en seco y pulverizadores en húmedo.

Como pulverizador en seco, se pueden usar según corresponda dispositivos bien conocidos. Por ejemplo, molinos de chorro seco, molinos de martillos, molinos de granalla en seco, molinos de impulsor, y molinos de bolas.

- 20 Además, como pulverizador en húmedo se pueden usar según corresponda dispositivos bien conocidos. Se pueden usar pulverizadores en húmedo que incluyen un medio, tales como molinos de granalla, molinos pulverizadores de arena, y molinos de agitación de medio, o pulverizadores en húmedo que no incluyen un medio, tales como molinos de agitación, molinos de disco, molinos de línea, y molinos de chorro. En la presente invención, es preferible el uso del pulverizador en húmedo debido a que el triturador en húmedo es capaz de desarrollar una pulverización más vigorosa que la desarrollada por los pulverizadores en seco, reduciendo de manera suficiente de ese modo el tamaño de partícula de la materia prima para lograr la mezcla suficiente. Los pulverizadores en húmedo que incluyen un medio, por ejemplo, molinos de bolas, molinos de granalla en húmedo, y similares son particularmente preferidos debido a la suficiente mezcla de la materia prima. La trituración vigorosa tal como se describe anteriormente permite que el tamaño de partícula acumulativo del 90% del polvo de la materia prima sea de 1,5 µm o menos. Particularmente, es preferible 30 1,3 µm o menos (El tamaño de partícula acumulativo del 90% se determina por el método de difracción/dispersión de rayo láser. Se usa agua como medio de dispersión, y se establece el índice de refracción en 2,00). En la presente invención, cuando se desarrolla la pulverización en húmedo, se puede añadir un agente dispersante. Por ejemplo, se usan preferiblemente agentes dispersantes poliméricos, tales como agentes dispersantes de polioxialquileño y agentes dispersantes de ácido policarboxílico. La cantidad del agente dispersante a añadir se puede ajustar según corresponda. Después de mezclar cada materia prima, la mezcla se puede filtrar, secar, o secar por pulverización según se requiera.

- A continuación, la mezcla de los anteriores compuestos de materia prima se granula y/o moldea según se requiera, y posteriormente se cuece. La temperatura de cocción está preferiblemente en el intervalo de 800 a 1.100°C, más preferiblemente de 850 a 1.050°C, y aún más preferiblemente de 900 a 1.050°C. La temperatura de cocción mayor de 40 1.100°C conduce a un aumento en el tamaño de partícula del producto, reduciendo de ese modo el poder de cubrición y el poder colorante. Además, la temperatura de cocción inferior a 800°C conduce a restos de residuos sin reaccionar, resultando de ese modo con facilidad una tonalidad rojiza. Mediante el uso de una mezcla preparada por la mezcla de las materias primas mientras se pulverizaban de manera vigorosa, se podía obtener fácilmente el producto con un tamaño de partícula pequeño, que incluye un óxido de material compuesto de tipo perovskita, en particular dos o más 45 óxidos compuestos de tipo perovskita, incluso en intervalo de temperatura anteriormente mencionado en el que el residuo sin reaccionar es probable que permanezca sin reaccionar. Así, se puede proporcionar el material reflectante del infrarrojo cercano con un buen equilibrio de poder de cubrición y ennegrecimiento. Si la temperatura de cocción es mayor de 1.100 °C, es probable que se obtenga un óxido de material compuesto de tipo perovskita. Mientras que la atmósfera en el momento de la cocción puede ser cualquier atmósfera, es preferible la cocción en aire en términos de retener la suficiente reflectividad en el infrarrojo cercano. El tiempo de cocción se puede ajustar según corresponda, y es preferiblemente de 0,5 a 24 horas, más preferiblemente de 1,0 a 12 horas. Es preferible el tiempo de cocción de 50 0,5 horas o más debido a que se puede evitar el problema que ocurre a menudo del insuficiente progreso de la reacción. Además, es preferible el tiempo de cocción de 24 horas o menos debido a que se pueden evitar los problemas de un aumento en la dureza de las partículas y de la producción de partículas anormalmente grandes debido a la sinterización. Como el aparato de cocción, se pueden usar según corresponda hornos eléctricos, hornos rotatorios, y similares. En el caso donde se mezcla el compuesto del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica, o el elemento cinc y si las cantidades de estos compuestos son pequeñas, es preferible que estos compuestos existan previamente sobre la superficie de y/o dentro de las partículas del compuesto de titanio. Esto se debe a que la reacción de síntesis en la fase sólida se realiza de ese modo de una manera uniforme, y así se puede obtener el material reflectante del infrarrojo cercano uniforme. Por esta razón, son preferibles el caso donde se deposita preliminarmente el compuesto del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica o el compuesto de cinc y éste existe sobre la superficie de las partículas del compuesto tal como un óxido, un óxido hidratado, un hidróxido o similar de titanio, y el caso donde existe preliminarmente el compuesto del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica o el compuesto de cinc dentro 60

de las partículas debido a que el elemento del Grupo 13 de la tabla periódica o el elemento cinc tiende a existir fácilmente dentro de las partículas del óxido de material compuesto de tipo perovskita. El método no está particularmente limitado, y se pueden usar los métodos bien conocidos.

Además, con el fin de realizar de una forma más uniforme la reacción de cocción o con el fin de hacer más uniforme el tamaño de partícula del material reflectante del infrarrojo cercano se puede añadir a la mezcla de los compuestos de la materia prima un agente de tratamiento de cocción (agente regulador del tamaño de partícula), y luego se puede cocer. Como tal agente de tratamiento de cocción, se pueden usar también compuestos de metal alcalino, compuestos de silicio tales como sílice y silicatos, compuestos de estaño tales como óxido de estaño e hidróxido de estaño, y compuestos del elemento del Grupo 13 de la tabla periódica tales como elemento boro, elemento aluminio, elemento galio, y elemento de indio. Sin embargo, el agente de tratamiento de cocción no se limita a estos, y se pueden usar diversos compuestos inorgánicos u orgánicos. Aunque la cantidad de aditivo del agente de tratamiento de cocción (agente regulador del tamaño de partícula) se puede ajustar según corresponda, es preferible que la cantidad no reduzca la reflectividad en el infrarrojo cercano. En particular, es preferible la adición del compuesto de metal alcalino a la mezcla del compuesto de materia prima seguida de la cocción debido a que se obtiene fácilmente un material reflectante del infrarrojo cercano con el tamaño de partícula más uniforme. Además, la adición del compuesto de metal alcalino también tiene ventajas, por ejemplo, la pulverización después de la cocción es relativamente fácil. Incluso, si el compuesto de metal alcalino permanece en el material reflectante del infrarrojo cercano obtenido, no se observa influencia adversa alguna sobre la reflectividad en el infrarrojo cercano, y el compuesto de metal alcalino que permanece sin reaccionar se puede disolver y eliminar mediante lavado con agua. Como el compuesto de metal alcalino, se pueden usar compuestos de potasio tales como cloruro de potasio, sulfato de potasio, nitrato de potasio, y carbonato de potasio, se pueden usar compuestos de sodio tales como cloruro de sodio, sulfato de sodio, nitrato de sodio, y carbonato de sodio, y se pueden usar compuestos de litio tales como cloruro de litio, sulfato de litio, nitrato de litio, y carbonato de litio. La cantidad de aditivo del compuesto de metal alcalino en términos de conversión de un metal alcalino a un óxido (K_2O , Na_2O , Li_2O , o similar) es preferiblemente de 0,01 a 15 partes en peso, más preferiblemente de 0,1 a 6 partes en peso, basado en 100 partes en peso de la mezcla de los compuestos de la materia prima.

Es preferible el recocido del óxido de material compuesto obtenido por el método descrito anteriormente debido a que aumenta adicionalmente la cristalinidad del óxido de material compuesto, suprimiendo de ese modo las propiedades de elución en el agua de los elementos metal alcalinotérreo, del elemento manganeso, y similares. La temperatura de recocido está preferiblemente en el intervalo de 200 a 1.100 °C, más preferiblemente de 400 a 1.100 °C. Aunque la atmósfera en el momento de la cocción puede ser cualquier atmósfera, es preferible la cocción en aire con el fin de retener suficiente reflectividad en el infrarrojo cercano. El tiempo de recocido se puede ajustar según corresponda, y es preferiblemente de 0,5 a 24 horas, más preferiblemente de 1,0 a 12 horas.

Con el fin de revestir la superficie de las partículas del material reflectante del infrarrojo cercano obtenido según los métodos anteriormente mencionados con el compuesto inorgánico o con el compuesto orgánico, se pueden usar los métodos de tratamiento de superficie convencionales usados para el pigmento de dióxido de titanio. Específicamente, es preferible revestir la superficie anterior mediante la adición de un compuesto inorgánico o de un compuesto orgánico a una suspensión del material reflectante del infrarrojo cercano, y es más preferible depositar el compuesto inorgánico o el compuesto orgánico mediante su neutralización en la suspensión, revistiendo de ese modo la superficie anterior. Además, el compuesto inorgánico o el compuesto orgánico se puede mezclar añadiéndolo al polvo del material reflectante del infrarrojo cercano, mezclándolo, y recubriendo de ese modo la superficie del mismo.

Específicamente, con el fin de revestir la superficie de las partículas del material reflectante del infrarrojo cercano con la sílice de alta densidad, en primer lugar, se ajusta el pH de una suspensión acuosa del material reflectante del infrarrojo cercano a 8 o más, preferiblemente se ajusta de 8 a 10 mediante el uso de un compuesto alcalino (por ejemplo, hidróxido de sodio o hidróxido de potasio), amoniaco, o similar. Luego, se calienta la suspensión acuosa a 70°C o más, y preferiblemente de 70 a 105°C. Luego, se añade un silicato a una suspensión acuosa del material reflectante del infrarrojo cercano. Como el silicato, se pueden usar diversos silicatos tales como silicato de sodio y silicato de potasio. Generalmente, el silicato se añade preferiblemente durante 15 minutos o más, más preferiblemente durante 30 minutos o más. A continuación, después de que finalice la adición del silicato se llevan a cabo suficientemente agitación y mezcla adicionales según se requieran. Posteriormente, se neutraliza la suspensión con un ácido mientras se mantiene la temperatura de la suspensión a 80°C o más, más preferiblemente a 90°C o más. Ejemplos del ácido que se usa en la presente invención incluyen ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, y ácido acético. Estos ácidos pueden ajustar el pH de la suspensión preferiblemente a 7,5 o menos, más preferiblemente a 7 o menos, revistiendo de ese modo la superficie de las partículas del material reflectante del infrarrojo cercano con la sílice de alta densidad.

Además, con el fin de revestir la superficie de las partículas del material reflectante del infrarrojo cercano con la sílice porosa, en primer lugar, se añade el ácido tal como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, y ácido acético a una suspensión acuosa del material reflectante del infrarrojo cercano para así ajustar el pH de 1 a 4, preferiblemente de 1,5 a 3. La temperatura de la suspensión se ajusta preferiblemente al intervalo de 50 a 70°C. Luego, mientras se mantiene el pH de la suspensión dentro del intervalo anterior, se añaden un silicato y un ácido a la misma para así formar el revestimiento de sílice porosa. Como el silicato, se pueden usar diversos silicatos tales como silicato de sodio y silicato de potasio. El silicato se añade general y preferiblemente durante 15 minutos o más, más preferiblemente durante 30 minutos o más. Después de que finalice la adición del silicato, se añade un compuesto

alcalino, según se requiera, para ajustar el pH de la suspensión a aproximadamente de 6 a 9, revistiendo de ese modo la superficie de las partículas del material reflectante del infrarrojo cercano con la sílice porosa.

5 Por otra parte, con el fin de revestir la superficie de las partículas del material reflectante del infrarrojo cercano con alúmina, es preferible que después de neutralizar en primer lugar una suspensión del material reflectante del infrarrojo cercano a un pH de 8 a 9 con un álcali tal como hidróxido de sodio en un reactor, se caliente la suspensión a una temperatura de 50°C o más, y luego se lleve a cabo una adición concurrente de un compuesto de aluminio y de una disolución acuosa ácida. Como el compuesto de aluminio, se pueden usar adecuadamente aluminatos tales como aluminato de sodio y aluminato de potasio. Como la disolución acuosa ácida, se pueden usar adecuadamente disoluciones acuosas de ácido sulfúrico, de ácido clorhídrico, de ácido nítrico, y similares. La adición concurrente anterior significa un método para añadir continua o intermitentemente una pequeña cantidad del compuesto de aluminio y una pequeña cantidad de la disolución acuosa ácida por separado al reactor. Específicamente, es preferible que el compuesto de aluminio y la disolución acuosa ácida se añadan simultáneamente durante aproximadamente de 10 minutos a 2 horas, mientras que mantiene el pH en el reactor de 8,0 a 9,0. Es preferible que después de añadir el compuesto de aluminio y la disolución acuosa ácida al reactor, se añada adicionalmente una disolución acuosa ácida para así ajustar el pH a aproximadamente 5 a 6.

10 Es preferible el recocido del óxido de material compuesto revestido con el compuesto inorgánico anterior o con el compuesto orgánico anterior debido a que aumenta adicionalmente la cristalinidad del óxido de material compuesto, suprimiendo de este modo las propiedades de elución en agua de los elementos metal alcalinotérreo, del elemento manganeso, y similares. La temperatura de recocido está preferiblemente en el intervalo de 200 a 1.100°C, más preferiblemente de 400 a 1.100°C. Mientras que la atmósfera en el momento de la cocción puede ser cualquier atmósfera, es preferible la cocción en aire con el fin de retener la suficiente reflectividad en el infrarrojo cercano. El tiempo de recocido se puede ajustar según corresponda, y es preferiblemente de 0,5 a 24 horas, más preferiblemente de 1,0 a 12 horas.

20 El óxido de material compuesto obtenido por el método anterior se puede usar en diversas formas tales como polvo y un cuerpo moldeado. En el caso donde el óxido de material compuesto se usa como un polvo, se puede pulverizar para ajustar el tamaño de partícula del mismo según se requiera. En el caso donde el óxido de material compuesto se use como un cuerpo moldeado, el polvo se puede moldear en un tamaño y forma adecuados. Como un pulverizador, se pueden usar, por ejemplo, pulverizadores de impacto tales como molinos de martillos y molinos de púas, pulverizadores de molienda tales como molinos y pulverizadores de rodillos, y pulverizadores de chorro tales como molinos de chorro. Como una máquina de moldeo, se pueden usar, por ejemplo, máquinas de moldeo de uso general tales como máquinas de extrusión o granuladoras.

25 El material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención tiene la suficiente reflectividad en el infrarrojo cercano. Al mezclarlo con otro compuesto que tenga reflectividad en el infrarrojo cercano, se puede lograr el aumento adicional de la reflectividad en el infrarrojo cercano o la complementación de la reflectividad a una longitud de onda específica. Como el otro compuesto con la reflectividad en el infrarrojo cercano, se pueden usar los usados convencionalmente. Específicamente, son preferibles compuestos inorgánicos tales como dióxido de titanio, compuestos a base de hierro-cromo, compuestos a base de manganeso-bismuto, y compuestos a base de itrio-manganeso. El tipo y la proporción de mezcla del otro compuesto con la reflectividad en el infrarrojo cercano se pueden seleccionar adecuadamente según los usos previstos del mismo.

35 El material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención tiene una tonalidad negra. Al mezclarlo con otro pigmento se puede lograr el aumento adicional del ennegrecimiento, la provisión de la tonalidad gris, o la provisión del color tal como rojo, amarillo, verde, y azul. Como el otro pigmento descrito anteriormente, se pueden usar pigmentos inorgánicos, pigmentos orgánicos, pigmentos de laca, y similares. Específicamente, ejemplos del pigmento inorgánico incluyen pigmentos blancos tales como dióxido de titanio, blanco de cinc, y sulfato de bario precipitado, pigmentos rojos tales como óxido de hierro, pigmentos azules tales como azul ultramarino y azul de Prusia (ferrocianuro férrico de potasio), pigmentos negros tales como negro de carbono, y pigmentos tales como polvo de aluminio. Ejemplos del pigmento orgánico incluyen compuestos orgánicos tales como antraquinona, perileno, ftalocianina, compuestos azoicos, y compuestos metiazoo azoicos. El tipo y la proporción de mezcla del pigmento se pueden seleccionar adecuadamente según el color y la tonalidad.

40 Además, la presente invención es un dispersante de disolvente que incluye el material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano. Como el disolvente, se pueden usar disolventes inorgánicos tales como el agua, disolventes orgánicos tales como alcoholes, alquilos, glicoles, éteres, cetonas, bencenos, y acetatos, y disolventes mixtos de un disolvente inorgánico y un disolvente orgánico. La concentración del material reflectante del infrarrojo cercano se puede ajustar según corresponda, y es preferiblemente aproximadamente de 1 a 1.000 g/l. En el dispersante de disolvente, se pueden mezclar un agente dispersante, un pigmento, una carga, un agregado, un espesante, un agente de control de la fluidez, un agente de nivelación, un agente de curado, un agente de reticulación, un catalizador para el curado, y similares. El dispersante de disolvente se puede fabricar usando un método convencional, y el material reflectante del infrarrojo cercano se dispersa preferiblemente en un disolvente por medio de un pulverizador en húmedo. Como el pulverizador en húmedo, se puede usar según corresponda un dispositivo conocido, y se pueden usar los pulverizadores en húmedo que incluyen un medio tales como molinos de granalla, los molinos pulverizadores de arena, y molinos de agitación de un medio, o los pulverizadores en húmedo que no incluyen

un medio tales como molinos de agitación, molinos de disco, molinos en línea, y molinos de chorro. En la presente invención, se usan preferiblemente los pulverizadores en húmedo que incluyen un medio con el fin de dispersar suficientemente el material reflectante del infrarrojo cercano.

Además, la presente invención es un material de revestimiento que incluye el anterior material reflectante del infrarrojo cercano. El material de revestimiento de la presente invención incluye una composición llamada como una tinta. Además, la presente invención es una composición de resina que contiene el anterior material reflectante del infrarrojo cercano. Además, la presente invención es una composición de fibras que incluye el anterior material reflectante del infrarrojo cercano. Además, la presente invención es un material reflectante del infrarrojo cercano en donde el material de revestimiento preparado por mezcla del material reflectante del infrarrojo cercano anterior se aplica a un material base.

Cuando se incluye el material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención en una resina tal como un material de revestimiento, en una tinta, o en un producto moldeado de plástico tal como una película, se puede obtener una composición con una excelente reflectividad en el infrarrojo cercano. En tales materiales de revestimiento, tintas, y composiciones de resina, se puede incluir adecuadamente la cantidad del material reflectante del infrarrojo cercano con respecto a la resina. La cantidad del material reflectante del infrarrojo cercano es preferiblemente el 0,1% en masa o más, más preferiblemente el 1% en masa o más, y aún más preferiblemente el 10% en masa o más. Además, se puede mezclar un material que forme la composición usada en casa caso, y además se pueden mezclar diferentes clases de aditivos.

Específicamente, en el caso de obtener un material de revestimiento o una tinta, además de un material formador de película en revestimientos o de un material formador de película en tintas se pueden mezclar un disolvente, un agente dispersante, un pigmento, una carga, un agregado, un espesante, un agente de control de la fluidez, un agente de nivelación, un agente de curado, un agente de reticulación, un catalizador para el curado, y similares. Como el material formador de película en revestimientos, se pueden usar, por ejemplo, componentes orgánicos tales como resinas acrílicas, resinas alquídicas, resinas de uretano, resinas de poliéster, y resinas amino, y componentes inorgánicos tales como organosilicato, organotitanato, cemento, y yeso. Como el material formador de película en tintas, se pueden usar resinas de uretano, resinas acrílicas, resinas de poliamida, resinas de copolímero a base de cloruro de vinilo-acetato de vinilo, resinas de propileno clorado, y similares. Para estos materiales formadores de película en revestimientos y materiales formadores de película en tintas se pueden usar sin limitación diversas clases de resinas tales como resinas de curado por calor, resinas de curado a temperatura ambiente, y resinas de curado por radiación ultravioleta. En el caso de usar la resina de curado por radiación ultravioleta de un monómero o de un oligómero como material formador de película en revestimientos y como material formador de película en tintas: se puede obtener una película de revestimiento con excelentes dureza y adhesión mezclando un iniciador de fotopolimerización y un fotosensibilizador a la misma; aplicando la mezcla obtenida, y luego irradiando con luz ultravioleta para su curado, sin aplicar carga térmica al material base. Así, son preferibles estos materiales formadores de película en revestimientos y materiales formadores de películas en tintas.

El material de revestimiento de la presente invención se puede aplicar sobre un material base para fabricar un reflector del infrarrojo cercano. Este reflector del infrarrojo cercano se puede usar como material de blindaje frente a infrarrojos, y adicionalmente como un material de aislamiento térmico. En otras palabras, el material de revestimiento de la presente invención se puede usar como un reflector de infrarrojos. Como el material base, se pueden usar aquellos materiales de diversos materiales y de diversas calidades. Específicamente, se pueden usar diversos materiales de construcción, materiales de ingeniería civil, y similares. El reflector del infrarrojo cercano fabricado se puede usar como un material de cubierta, un material de pared, y como un material de suelo para casas y fábricas, y como un material de pavimentación que constituye carreteras y pavimentos. El espesor del material reflectante del infrarrojo cercano se puede ajustar de forma óptima dependiendo de diversas aplicaciones. Por ejemplo, en el caso donde se usa el material reflectante del infrarrojo cercano como un material para cubiertas, el espesor del mismo es aproximadamente de 0,1 a 0,6 mm, y preferiblemente de 0,1 a 0,3 mm. En el caso donde se usa el material reflectante del infrarrojo cercano como un material de pavimentación, el espesor del mismo es aproximadamente de 0,5 a 5 mm, y preferiblemente de 1 a 5 mm. Con el fin de aplicar el material de revestimiento sobre el material base, son posibles métodos de aplicación, un método de pulverización y un método que usa una llana. Después de la aplicación, el material de revestimiento se puede secar, cocer, o curar según se requiera.

En el caso donde se usa el material reflectante del infrarrojo cercano como una composición de resina, además de una resina junto con el material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención se amasan un pigmento, un colorante, un agente dispersante, un lubricante, un material antioxidante, un agente absorbente de ultravioleta, un estabilizador de luz, un agente antiestático, un retardante de llama, un bactericida, y similares, y se moldean en una forma opcional tal como una forma de película, una forma de lámina, una forma de placa, y similar. Como la resina, se pueden usar resinas termoplásticas tales como resinas a base de poliolefina, resinas a base de poliestireno, resinas a base de poliéster, resinas a base de acrílicos, resinas a base de policarbonatos, resinas a base de flúor, resinas a base de poliamida, resinas de base de celulosa, y resinas a base de ácido poliláctico, y resinas termoendurecibles tales como resinas a base de fenol y resinas a base de uretano. Tal composición de resina se puede moldear en una forma opcional tal como una película, una lámina, y una placa, y se puede usar como reflectores de infrarrojo cercano para usos industriales, usos agrícolas, usos en el hogar, y similares. La composición también se puede usar como un material de aislamiento térmico que protege de los rayos infrarrojos.

Una composición de fibras que incluye el material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención puede impartir reflectividad en el infrarrojo cercano a ropa, telas tejidas, telas no tejidas, papeles de pared, y similares. Como la fibra, se pueden usar las ya conocidas. Ejemplos de fibra incluyen fibra de celulosa regenerada tal como rayón, fibra de poliamida tal como nylon, poliéster tal como tereftalato de polietileno, fibra acrílica, y fibra de carbono. Cuando se mezcla el material reflectante del infrarrojo cercano en las fibras, este material reflectante del infrarrojo cercano se puede amasar o fijar sobre la superficie de las fibras de hilatura a usar. Como estos métodos, se pueden usar los métodos convencionales según corresponda. La fibra puede incluir una cantidad opcional de material reflectante del infrarrojo cercano basado en la fibra, y la cantidad de fibra es preferiblemente el 0,1% en masa o más, más preferiblemente el 1% en masa o más.

10 Ejemplos

De aquí en adelante, se describirá la presente invención usando los Ejemplos y los Ejemplos Comparativos, pero la presente invención no se limitará a estos Ejemplos.

Ejemplo 1

En un recipiente de mezcla de 140 ml se pesaron y colocaron como un materia prima 3,62 g de carbonato de calcio CaCO_3 (fabricado por Kojundo Chemical Laboratory Co., Ltd., pureza del 99,99%), 2,02 g de dióxido de titanio de pureza elevada (PT-301 fabricado por Ishihara Sangyo Kaisha Ltd., pureza del 99,99%), 0,94 g de dióxido de manganeso MnO_2 (fabricado por Kojundo Chemical Lab. Co., Ltd., pureza del 99,99%), y 0,01 g de α -alúmina $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (fabricada por Kojundo Chemical Lab. Co., Ltd., pureza del 99,99%), y además se añadieron perlas de zirconia y agua pura. Después de mezclar y agitar suficientemente la mezcla por medio de un agitador de pintura (fabricado por Red Devil Equipment Company), se colocó una cantidad predeterminada del polvo de materia prima obtenido así en un crisol de alúmina, y se coció a 1.050°C durante 4 horas para obtener un óxido de material compuesto de una estructura de tipo perovskita que contenía titanio, manganeso, calcio, y aluminio (Muestra A). El tamaño de partícula acumulativo del 90% del polvo de la materia prima después de la molienda y de la mezcla de la materia prima era 1,26 μm . Para la medición se usó un analizador de distribución de tamaño de partícula por difracción/dispersión de rayo láser (LA-910 fabricado por Horiba, Ltd.).

En la Muestra A, el valor de la relación atómica (relación molar) de manganeso a titanio, representada por Mn/Ti es 0,43, y el valor de la relación atómica (relación molar) de aluminio a titanio, representada por Al/Ti es 0,007. Los resultados de la difracción de rayos X (Figura 1) mostraron que el ángulo de Bragg (2θ) tenía dos picos en el intervalo de 30 a 40°. Se confirma que estos picos se atribuyen a CaTiO_3 y $\text{Ca}(\text{Ti}_\alpha\text{Mn}_\beta)\text{O}_3$.

30 Ejemplo 2

Se pesaron y colocaron 100 g de carbonato de calcio CaCO_3 (fabricado por Kojundo Chemical Laboratory Co., Ltd., pureza del 99,99%), 39,9 g de dióxido de titanio de alta pureza (PT-301 fabricado por Ishihara Sangyo Kaisha Ltd., pureza del 99,99%), 42,2 g de dióxido de manganeso MnO_2 (fabricado por Kojundo Chemical Lab. Co., Ltd., pureza del 99,99%), 1,53 g de alúmina α -alúmina $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (fabricada por Kojundo Chemical Lab. Co., Ltd., pureza del 99,99%) y un dispersante de polioxialquileño, y se mezclaron y agitaron suficientemente por medio de un pulverizador Dyno-Mill (Multi-lab, fabricado por Shinmaru Enterprises Corporation) que era un molino de agitación de medio húmedo (molino de granalla). Luego, se colocó una cantidad predeterminada del polvo de materia prima obtenido así en un crisol de alúmina, y se coció a 1.000°C durante 4 horas para obtener un óxido de material compuesto de una estructura de tipo perovskita que contenía titanio, manganeso, calcio, y aluminio (Muestra B). El tamaño de partícula acumulativo del 90% del polvo de la materia prima después de la molienda y de la mezcla de la materia prima era 0,87 μm .

En la Muestra B, el valor de la relación atómica (relación molar) de manganeso a titanio, representada por Mn/Ti es 0,43, y el valor de la relación atómica (relación molar) de aluminio a titanio, representada por Al/Ti es 0,007. Los resultados de la difracción de rayos X mostraron que el ángulo de Bragg (2θ) tenía dos picos en el intervalo de 30 a 40°. Se confirma que estos picos se atribuyen a CaTiO_3 y $\text{Ca}(\text{Ti}_\alpha\text{Mn}_\beta)\text{O}_3$.

45 Ejemplo 3

Se llevaron a cabo los mismos procedimientos que en el Ejemplo 2, excepto que la temperatura de cocción fue de 900°C. obteniendo de ese modo un óxido de material compuesto de una estructura de tipo perovskita que contiene titanio, manganeso, calcio, y aluminio (Muestra C). En la Muestra C, el valor de la relación atómica (relación molar) de manganeso a titanio, representada por Mn/Ti es 0,43, y el valor de la relación atómica (relación molar) de aluminio a titanio, representada por Al/Ti es 0,007. Los resultados de la difracción de rayos X (Figura 1) mostraron que el ángulo de Bragg (2θ) tenía dos picos en el intervalo de 30 a 40°. Se confirma que estos picos se atribuyen a CaTiO_3 y $\text{Ca}(\text{Ti}_\alpha\text{Mn}_\beta)\text{O}_3$.

Ejemplo Comparativo 1

Se mezclaron y agitaron suficientemente por medio de un mortero de ágata 3,68 g de carbonato de calcio CaCO_3 (fabricado por Kojundo Chemical Laboratory Co., Ltd., pureza del 99,99%), y 2,94 g de dióxido de titanio de alta pureza (PT-301 fabricado por Ishihara Sangyo Kaisha Ltd., pureza del 99,99%). Luego, se colocó una cantidad

predeterminada del polvo mezclado en un crisol de alúmina, y se coció a 1.000°C durante 4 horas para obtener un titanato de calcio de una estructura de tipo perovskita (CaTiO₃) (Muestra D). Los resultados de la difracción de rayos X (Figura 1) mostraron que el ángulo de Bragg (2θ) tenía un pico de CaTiO₃ en el intervalo de 30 a 40°.

Ejemplo Comparativo 2

5 Se mezclaron y agitaron suficientemente por medio de un mortero de ágata 3,68 g de carbonato de calcio CaCO₃ (fabricado por Kojundo Chemical Laboratory Co., Ltd., pureza del 99,99%), y 3,19 g de dióxido de manganeso MnO₂ (fabricado por Kojundo Chemical Lab. Co., Ltd., pureza del 99,99%). Luego, se colocó una cantidad predeterminada del polvo mezclado en un crisol de alúmina, y se coció a 1.000°C durante 4 horas para obtener un manganato de calcio de una estructura de tipo perovskita (CaMnO₃) (Muestra E). Los resultados de la difracción de rayos X (Figura 1) mostraron que el ángulo de Bragg (2θ) tenía un pico de CaMnO₃ en el intervalo de 30 a 40°.

Ejemplo Comparativo 3

15 Se mezclaron y agitaron suficientemente 1 mol de la Muestra D y 1 mol de la Muestra E, que se han obtenido respectivamente en los Ejemplos Comparativos 1 y 2, para obtener la Muestra F. Los resultados de la difracción de rayos X (Figura 1) mostraron que el ángulo de Bragg (2θ) tenía dos picos de CaTiO₃ y CaMnO₃ en el intervalo de 30 a 40°.

Ejemplo Comparativo 4

20 Se pesaron y colocaron como una materia prima 3,62 g de carbonato de calcio CaCO₃ (fabricado por Kojundo Chemical Laboratory Co., Ltd., pureza del 99,99%), 2,02 g de dióxido de titanio de alta pureza (PT-301 fabricado por Ishihara Sangyo Kaisha Ltd., pureza del 99,99%), 0,94 g de dióxido de manganeso MnO₂ (fabricado por Kojundo Chemical Lab. Co., Ltd., pureza del 99,99%), y 0,01 g de α-alúmina α-Al₂O₃ (fabricada por Kojundo Chemical Lab. Co., Ltd., pureza del 99,99%) y después se mezclaron y agitaron suficientemente por medio de un mortero de ágata. Se colocó una cantidad predeterminada del polvo de materia prima así obtenido en un crisol de alúmina, y se coció a 1.200°C durante 4 horas para obtener un titanato de calcio de una estructura de tipo perovskita que contenía manganeso y aluminio (CaTiO₃:Mn, Al) (Muestra G). El tamaño de partícula acumulativo del 90% del polvo de la materia prima después de la molienda y de la mezcla de la materia prima era 1,65 μm.

25 En la Muestra G, el valor de la relación atómica (relación molar) de manganeso a titanio, representada por Mn/Ti es 0,43, y el valor de la relación atómica (relación molar) de aluminio a titanio, representada por Al/Ti es 0,007. Los resultados de la difracción de rayos X (Figura 1) mostraron que el ángulo de Bragg (2θ) tenía un pico identificado como Ca(Ti_αMn_β)O₃ en el intervalo de 30 a 40°.

30 En la Tabla 1 se muestran las áreas de superficie específica BET de las Muestras A, C, D, E, F, y G obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos, y los tamaños medios de partícula calculados a partir de los valores de las áreas de superficie específica. La Muestra A de la presente invención tiene un área de superficie específica de 4,3 m²/g y un tamaño medio de partícula de 0,34 μm calculado a partir del valor del área de superficie específica. Se encontró que la Muestra A era un material particulado fino. La Muestra C de la presente invención tiene un área de superficie específica de 8,7 m²/g y un tamaño medio de partícula de 0,17 μm calculado a partir del valor del área de superficie específica. Se encontró que la Muestra C era un material particulado fino. La Muestra G del Ejemplo Comparativo 4 tiene un área de superficie específica de 2,6 m²/g y un tamaño medio de partícula de 0,56 μm calculado a partir del valor del área de superficie específica, lo que indicaba que era un material de partícula grande. Además, se confirmó que las muestras del Ejemplo Comparativo 1 y del Ejemplo Comparativo 2 (es decir, las Muestras D y E) tenían substancialmente la misma área de superficie específica que la Muestra A. El área de superficie específica BET se midió por medio de un MacsorbHM modelo 1220 (fabricado por Mountech Co., Ltd.). En las Figuras 2 a 7 se muestran las fotografías de microscopio electrónico de las Muestras A, C, D, E, F, y G obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos.

[Tabla 1]

	Muestra	Área de superficie específica (m ² /g)	Tamaño medio de partícula (μm)
Ejemplo 1	A	4,3	0,34
Ejemplo 3	C	8,7	0,17
Ejemplo Comparativo 1	D	4,4	0,33
Ejemplo Comparativo 2	E	4,5	0,30
Ejemplo Comparativo 3	F	-	-
Ejemplo Comparativo 4	G	2,6	0,56

En la Tabla 2 se muestran los resultados de la medición de los colores de las Muestras A, C a G obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos. Las Muestras A y C de la presente invención tienen un valor L de 30 o menos en donde el valor L es un índice de ennegrecimiento, y además muestran una tonalidad en el que el valor de a es aproximadamente de -5 a 20, y el valor de b es aproximadamente de -5 a 10. Así, se encontró que la presente invención se usa como un material negro. Se encontró que el valor L de la Muestra A de la presente invención es comparable al de la Muestra G del Ejemplo Comparativo 4, y también es comparable al de la Muestra E del Ejemplo Comparativo 2 que incluyen manganato de calcio con un tamaño de partícula substancialmente equivalente. También se encontró que la muestra C de la presente invención tiene un valor L más bajo que las Muestras E y G, y así exhibe un excelente ennegrecimiento. La Muestra D del Ejemplo Comparativo 1 era titanato de calcio, y mostraba un color blanco. Por lo tanto, la mezcla de manganato de calcio y titanato de calcio de la Muestra F del Ejemplo Comparativo 3 tenía un valor L mayor que la Muestra A del Ejemplo 1, que la Muestra C del Ejemplo 3, y que la Muestra E del Ejemplo Comparativo 2.

Con respecto al color, las Muestras A, C a G obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos se molieron suficientemente por medio de un mortero de ágata. Luego, cada muestra se colocó en un anillo de aluminio que tenía un diámetro de 30 mm, y se moldeó por presión bajo una carga de 9,8 MPa. El color del polvo se midió por medio de un medidor colorimétrico de diferencia de color ZE2000 (fabricado por Nippon Denshoku Kogyo Co., Ltd.).

[Tabla 2]

	Muestra	Color del polvo		
		L	a	b
Ejemplo 1	A	21,2	0,58	0,19
Ejemplo 3	C	19,4	0,82	1,27
Ejemplo Comparativo 1	D	90,6	1,69	4,83
Ejemplo Comparativo 2	E	21,2	0,71	0,10
Ejemplo Comparativo 3	F	31,4	-0,22	-1,75
Ejemplo Comparativo 4	G	21,7	0,33	-0,56

En la Tabla 3 se muestran los resultados de la medición del poder colorante relativo, el valor L, y el poder de cubrición de las Muestras A, C, E, F, y G de los Ejemplos y de los Ejemplos Comparativos. Se encontró que ambas Muestras A y C de la presente invención tenían mayor poder colorante relativo, valor L, y poder de cubrición que las Muestras F y G de los Ejemplos Comparativos 3 y 4.

(1) Método para la medición del poder colorante relativo

Las Muestras (A, C, E, F, y G) obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos y el pigmento de dióxido de titanio (TiO₂) se molieron por medio de un mortero de ágata para así proporcionar una relación en masa de muestra a TiO₂ de 1/3. Luego se usó una formulación de resina alquídica/melamina (19,2% de PVC -por sus siglas en inglés- (concentración en volumen de pigmento), 45,3% de SVC -por sus siglas en inglés- (concentración en volumen de sólidos)) para preparar un material de revestimiento, que se aplicó sobre papel de prueba por medio de un aplicador para determinar el poder de cubrición. Se midió la reflectancia espectral sobre una base negra en el intervalo de 300 a 2.500 nm usando un espectrofotómetro de infrarrojo cercano y ultravioleta visible V-670 (fabricado por Jasco Corporation). Al aplicar los datos a la fórmula de Sanderson descrita en la norma JIS K 5101-3-3 se determinó la reflectancia interna para calcular los valores K/S. Se compararon el valor K/S del Ejemplo Comparativo 4 (Muestra G) y los valores K/S de las Muestras A, C, E, y F para calcular el poder colorante relativo Kr. En la Tabla 3 se muestra el poder colorante relativo como el valor relativo cuando el Ejemplo Comparativo 4 (Muestra G) tiene un valor relativo de 100.

(2) Método para la medición del valor L

Las Muestras (A, C, E, F, y G) obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos y el pigmento de dióxido de titanio (TiO₂) se molieron por medio de un mortero de ágata de tal modo que la proporción en masa de la muestra a TiO₂ era 1/3. Luego se usó una formulación de resina alquídica/melamina (19,2% de PVC -por sus siglas en inglés- (concentración en volumen de pigmento), 45,3% de SVC -por sus siglas en inglés- (concentración en volumen de sólidos)) para preparar un material de revestimiento, que se aplicó sobre un papel de prueba por medio de un aplicador para determinar el poder de cubrición. Luego, se midió el color de la superficie de la base negra por medio de un medidor colorimétrico de diferencia de color ZE2000 (fabricado por Nippon Denshoku Kogyo Co., Ltd.).

(3) Método para la medición del poder de cubrición

Las Muestras (A, C, E, F, y G) obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos se molieron por medio de un mortero de ágata, y luego se usó una formulación de resina alquídica/melamina (19,2% de PVC -por sus siglas en

5 inglés- (concentración en volumen de pigmento), 45,3% de SVC (concentración en volumen de sólidos)) para preparar un material de revestimiento. Estos materiales de revestimiento preparados se diluyeron 5 veces con una resina transparente (resina alquídica/melamina, NV40%) que no contenía la carga anterior (es decir, las Muestras A, C, E, F, y G), y se aplicaron sobre un papel de prueba para determinar el poder de cubrición por medio de un aplicador de revestimiento de barra. Después de su secado, se midieron el valor Y del color blanco subyacente (Yw) y el valor Y del color negro subyacente (Yb) en el sistema de visualización XYZ por medio de un medidor colorimétrico de diferencia de color ZE2000 (fabricado por Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.) para calcular Yb/Yw como un valor numérico de la relación de contraste (CR, por sus siglas en inglés).

[Tabla 3]

	Muestra	Poder colorante relativo Kr (%)	Valor L	Poder de cubrición CR (%)
Ejemplo 1	A	177	38,9	59,6
Ejemplo 3	C	180	37,8	64,3
Ejemplo Comparativo 2	E	187	37,6	76,9
Ejemplo Comparativo 3	F	101	46,3	57,6
Ejemplo Comparativo 4	G	100	46,2	20,8

10 En la Figura 8 se muestra la reflectancia del polvo de las Muestras A, C, E, F, y G obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos. De la Figura 8, se encuentra que la Muestra A de la presente invención tiene una reflectancia del 40% o más a una longitud de onda de 1.200 nm, que es comparable a la de la Muestra G del Ejemplo Comparativo 4, y mayor que la reflectancia de la Muestra E del Ejemplo Comparativo 2 (manganato de calcio). Se encontró que la Muestra C de la presente invención también tiene una reflectancia del 40% o más a una longitud de onda de 1.200 nm, que es mayor que la reflectancia de la Muestra E del Ejemplo Comparativo 2 (manganato de calcio). Además, para la medición de la reflectancia se colocó cada Muestra (A, C, E, F, o G) obtenida en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos en una celda específica, y se midió la reflectancia espectral (reflectancia de luz a una longitud de onda de 350 a 2.100 nm) por medio de un espectrofotómetro de infrarrojo cercano y ultravioleta visible V-570 (fabricado por Jasco Corporation, usando un Spectralon (fabricado por Labsphere Inc.) como una placa reflectante patrón).

20 En la Tabla 4 se muestran los resultados de la reflectancia solar calculados a partir de estos datos según la norma JIS K 5602. Se encontró que las Muestras A y C de la presente invención tienen un reflectancia solar en el intervalo de 780 a 2.500 nm mayor que la de la Muestra E del Ejemplo Comparativo 2.

[Tabla 4]

	Muestra	Reflectancia Solar (JIS K 5602)		
		300 ~ 2.500 nm	300 ~ 780 nm	780 ~ 2.500 nm
Ejemplo 1	A	18,8	6,0	35,0
Ejemplo 3	C	16,0	6,5	22,5
Ejemplo Comparativo 2	E	12,0	6,0	19,5
Ejemplo Comparativo 3	F	14,3	8,3	21,9
Ejemplo Comparativo 4	G	24,0	6,2	46,5

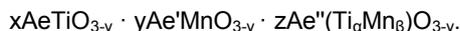
25 Se confirmó que las Muestras A, B, C obtenidas en los Ejemplos eran polvos, y así se pueden mezclar en una dispersión de disolvente, en un material de revestimiento, en una composición de resina, o en una composición de fibras.

Aplicabilidad industrial

30 El material reflectante del infrarrojo cercano de la presente invención es un óxido de material compuesto de tipo perovskita que incluye al menos un elemento metal alcalinotérreo, un elemento titanio, y un elemento manganeso, y, según se requiera, incluye además un elemento del Grupo 13 de la tabla periódica, el elemento cinc, y similares. El material reflectante del infrarrojo cercano, a pesar de su color negro, tiene la suficiente reflectividad en el infrarrojo cercano, y además tiene excelentes características tales como excelentes poder de cubrición y poder de coloración, y de ese modo se puede usar en varias aplicaciones de reflectantes del infrarrojo cercano. Particularmente, el material reflectante del infrarrojo cercano se puede usar para aliviar el fenómeno de isla de calor o similar, por ejemplo, mediante la aplicación del material sobre cubiertas y paredes exteriores de edificios, usando el material como una composición de resina para películas y láminas, usando el material como una composición de fibras, o aplicando el material sobre carreteras y pavimentos.

REIVINDICACIONES

1.- Un material particulado fino negro reflectante del infrarrojo cercano de un óxido de material compuesto de tipo perovskita representado por la siguiente fórmula de composición:



5 en donde

Ae, Ae', y Ae'' son cada uno al menos un elemento metal alcalinotérreo seleccionado de magnesio, calcio, estroncio, y bario, y pueden ser el mismo o diferentes entre sí;

Ti representa un elemento Ti;

Mn representa un elemento Mn;

10 O representa un elemento O;

x, y, y z son números reales, $0 \leq x < 1$, $0 \leq y < 1$, $0 \leq z \leq 1$, $y + x + y + z = 1$;

α y β son números reales, $0 < \alpha < 1$, $0 < \beta < 1$, $y \alpha + \beta = 1$; y

y es un número real y $0 \leq y < 3$; y

15 en donde el material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano tiene un área de superficie específica BET en el intervalo de 3,0 a 150 m²/g, un valor L de Hunter de 30 o menos, una reflectancia del 40% o más a una longitud de onda de 1.200 nm, y un tamaño de partícula en un intervalo de 0,01 a 0,49 μ m.

2.- El material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según la reivindicación 1, con un área de superficie específica BET en un intervalo de 3,0 a 50 m²/g.

20 3.- El material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según la reivindicación 1 o 2, con una reflectancia del 45% o más a una longitud de onda de 1.200 nm.

4.- El material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende al menos 2 o más compuestos seleccionados de un compuesto de titanato de metal alcalinotérreo, un compuesto de manganato de metal alcalinotérreo, y un compuesto de titanato manganato de metal alcalinotérreo.

25 5.- El material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según la reivindicación 4, que comprende un compuesto de titanato de metal alcalinotérreo y un compuesto de titanato manganato de metal alcalinotérreo.

6.- El material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la fórmula de la composición está representada por la siguiente fórmula de composición:



30 7.- El material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que además comprende un elemento del Grupo 13 de la tabla periódica.

8.- Un método para fabricar el material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende:

mezclar al menos un compuesto de metal alcalinotérreo, un compuesto de titanio, y un compuesto de manganeso por medio de un pulverizador en húmedo; y

35 cocer la mezcla a una temperatura de 800 a 1.100°C

9.- El método para fabricar el material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según la reivindicación 8, que comprende:

mezclar un compuesto de elemento del Grupo 13 de la tabla periódica junto con al menos un compuesto de metal alcalinotérreo, el compuesto de titanio, y el compuesto de manganeso.

40 10.- El método para fabricar el material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según la reivindicación 8 o 9, en donde el pulverizador en húmedo incluye un medio.

11.- Un dispersante de disolvente que comprende el material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

45 12.- Un material de revestimiento que comprende el material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

13.- Una composición de resina que comprende el material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

14.- Una composición de fibras que comprende el material particulado negro reflectante del infrarrojo cercano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

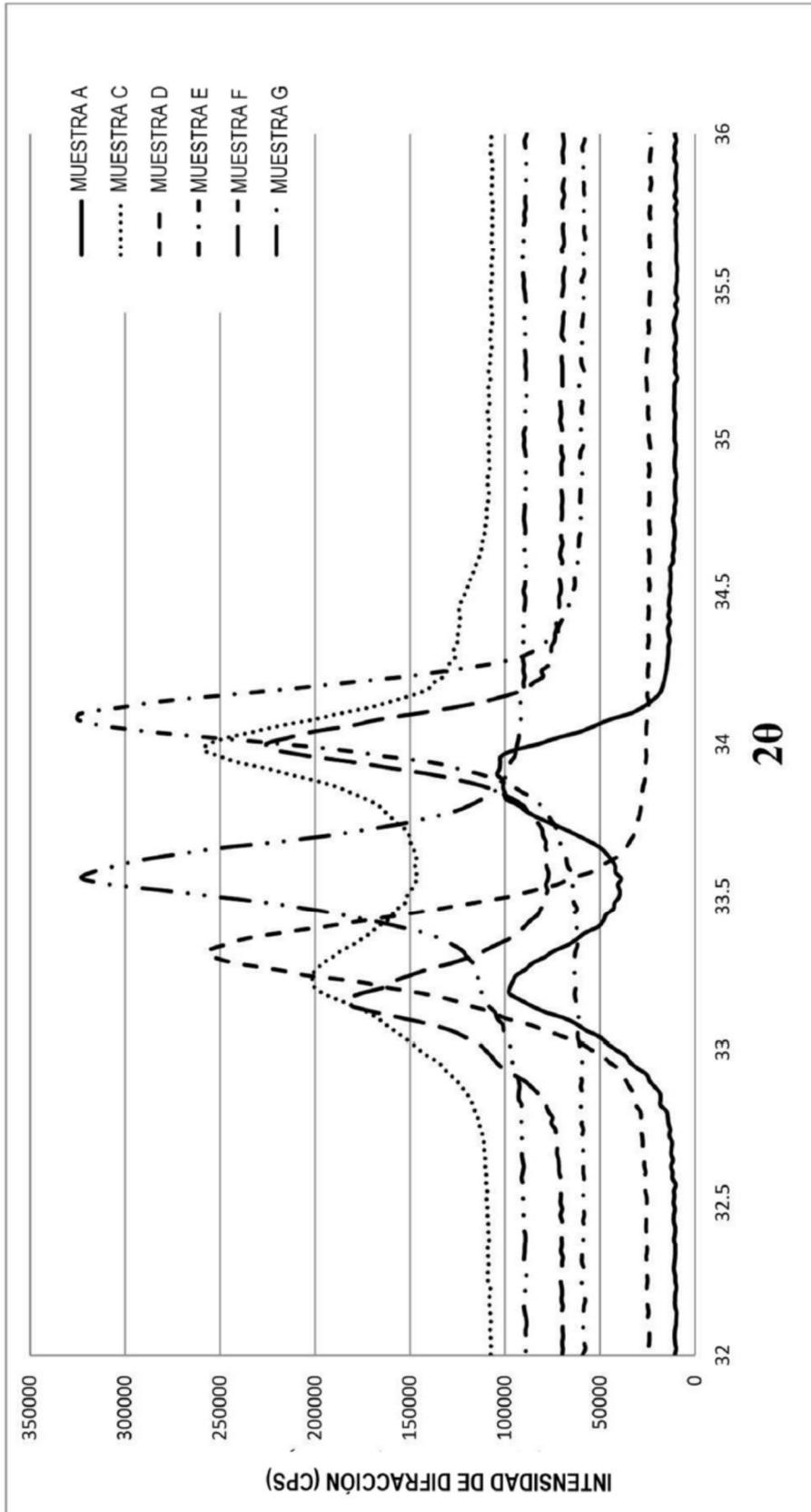


Figura 1

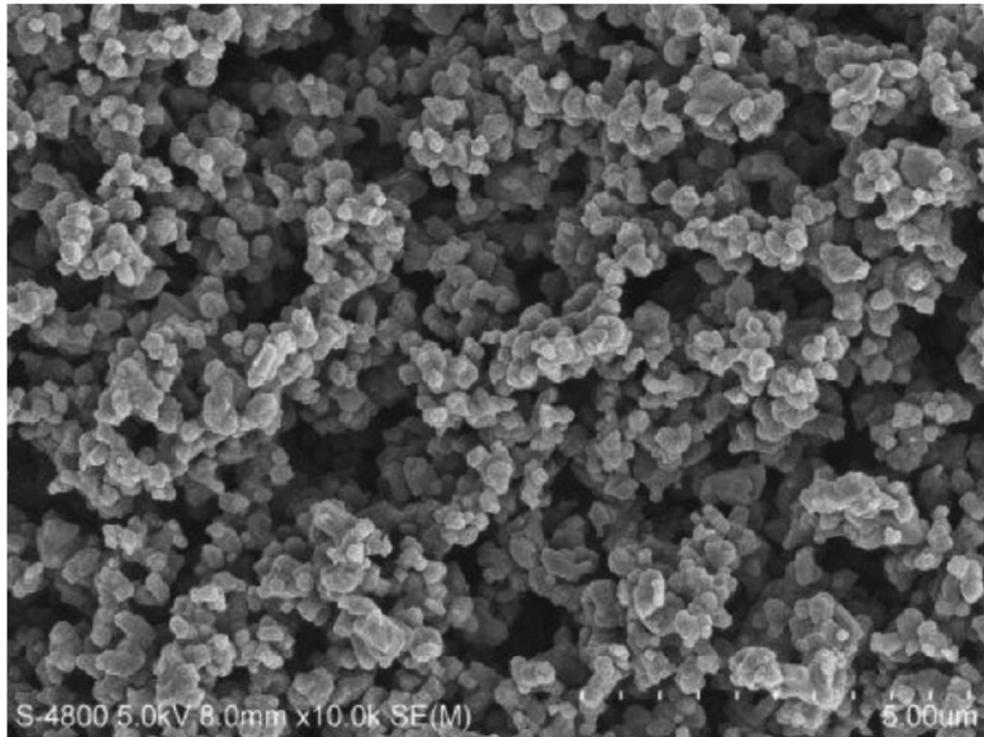


Figura 2

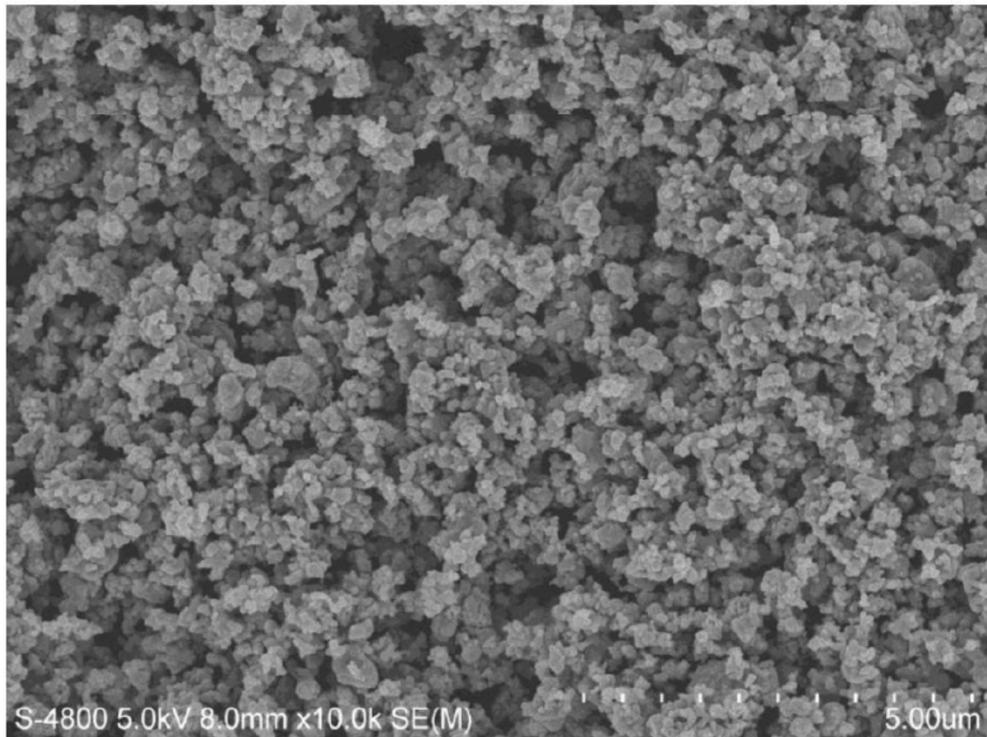


Figura 3

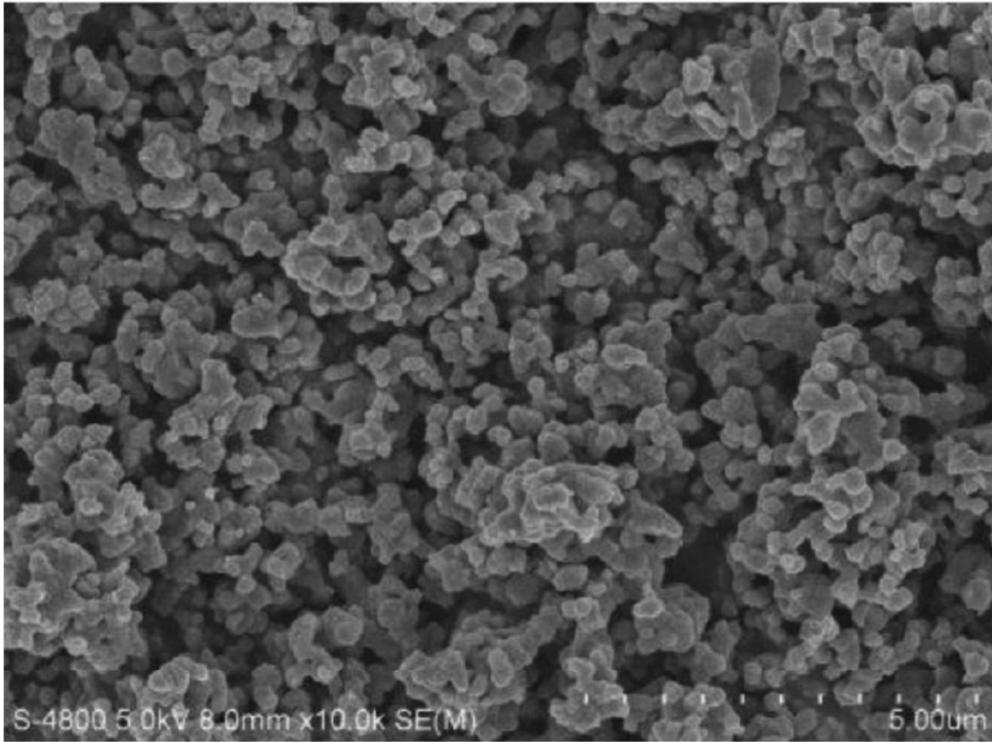


Figura 4

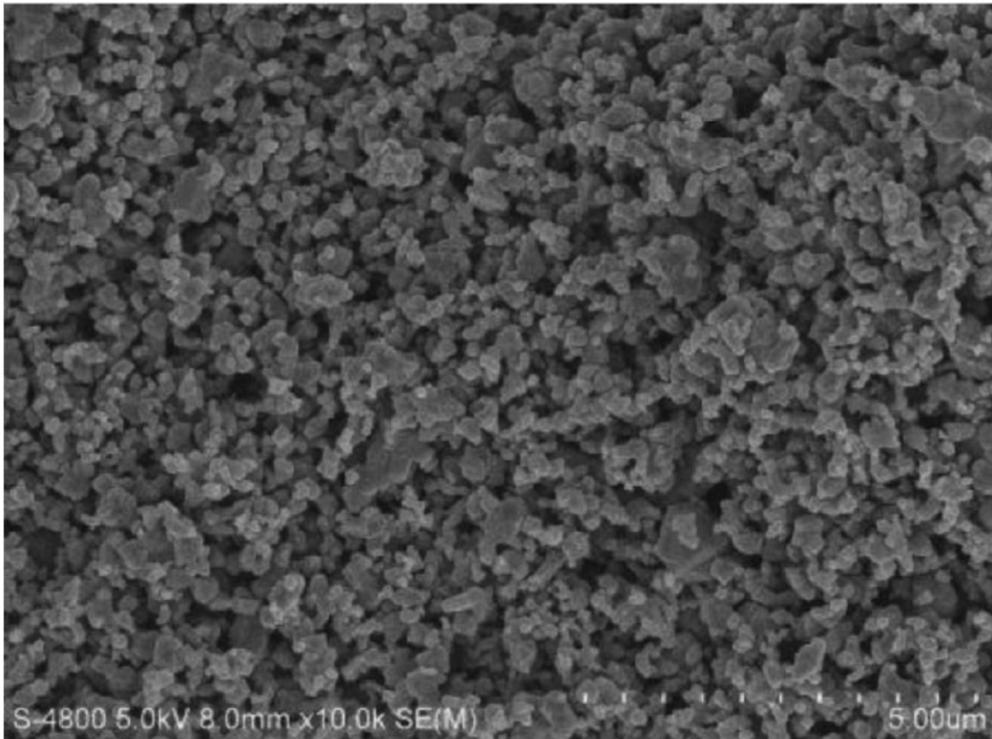


Figura 5

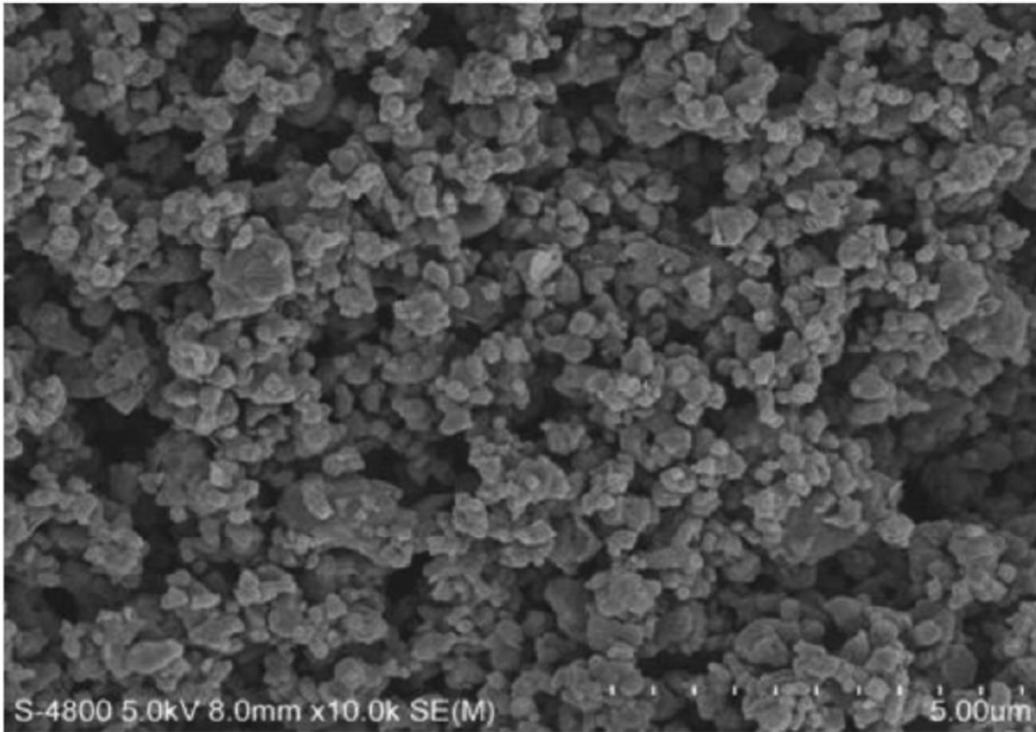


Figura 6

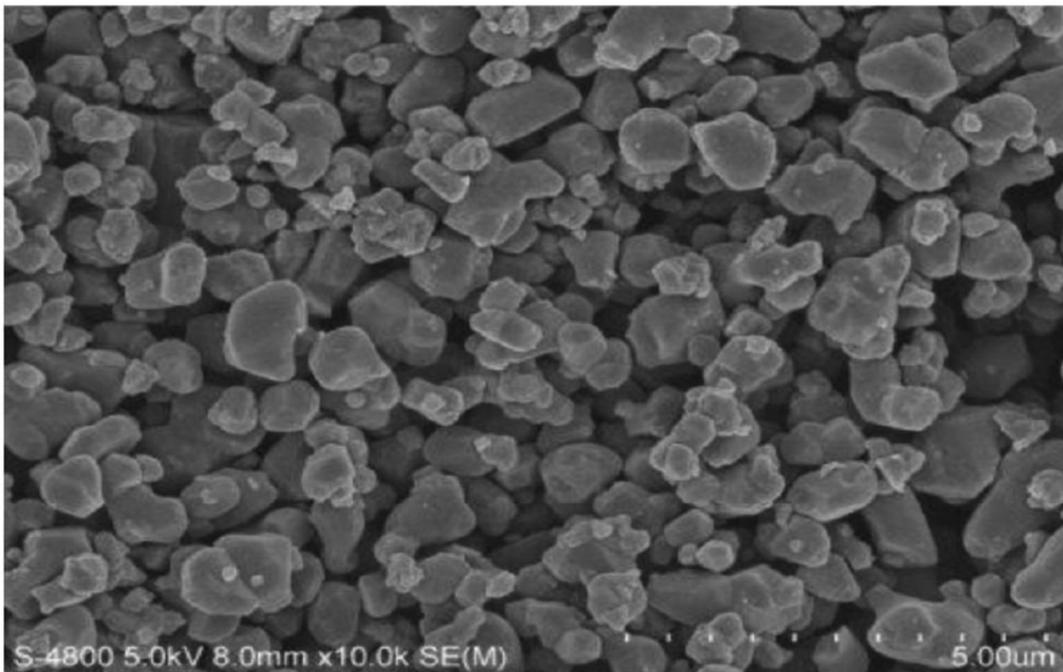


Figura 7

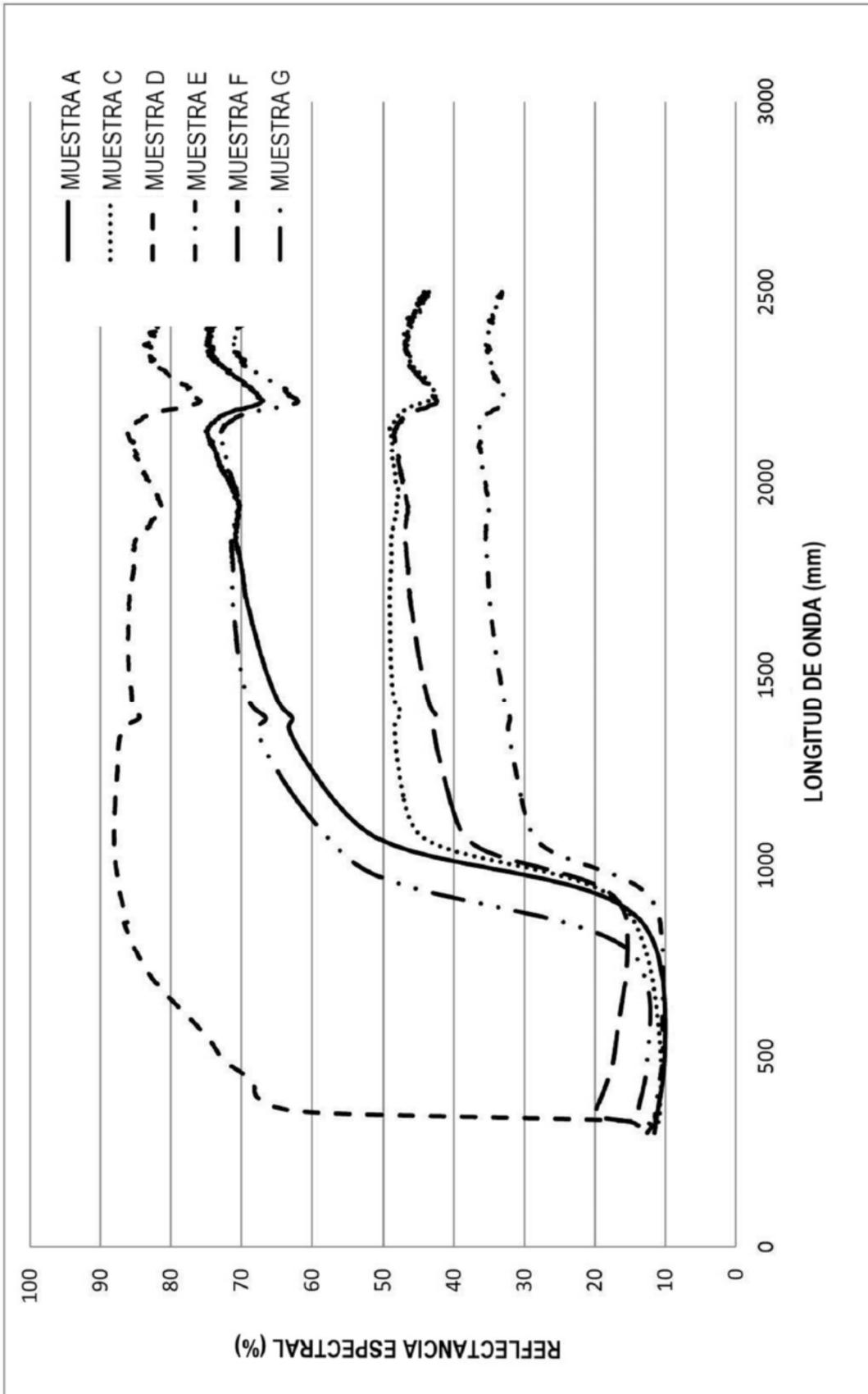


Figura 8