

BROOKES & MARTIN

CHARTERED PATENT AGENTS
TRADE MARK AGENTS
EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

RICHARD C. MARTIN, M.A. (CANTAB.)
DAVID C. WOODCRAFT, B.Sc. (CHEM)
ERIC E. BARNARD, C.Eng., M.I.E.E., C.Dip. A.P.
JOHN F. SYMONDS, LL.B. (LOND.), SOLICITOR
JOHN H. BLAKE, B.Sc. (CHEM)
HUGH R. WRIGHT, M.A. (OXON)
PETER C. SANDERS, B.Sc.

DONALD J. ATTFIELD, B.Sc., C.Eng., M.R.S.C. (BIRMINGHAM)
ASSISTED BY:
TIMOTHY M. A. RICKARD, B.Sc. PH.D.
GRAHAM F. MATTHEWS, B.A., C.Eng., F.I.E.E. (CONSULTANT)
H. NICHOLAS MATTHEWS, M.Inst. T.M.A. (CONSULTANT)
GEOFFREY E. BROOME (CONSULTANT)

OFFICE MANAGER - A.J. JELLY
ACCOUNTS - MRS C. OLSINIA

RECEIVED

DEC 26 1990

PATENT RECORDS
CENTER

RECEIVED

JAN 03 1991

DJG

TELEPHONES (071) 242 9631
INTERNATIONAL +44 71 242 9631
FACSIMILE (071) 831 0586
INTERNATIONAL +44 71 831 0586
TELEX 267541 BROOKMAR G
LDX 318

HIGH HOLBORN HOUSE
52/54, HIGH HOLBORN
LONDON, WC1V 6SE

OUR REF JR/CH 1370

YOUR REF CH 1370

17 December 1990

E.I. Du Pont de Nemours & Company
Legal Department, Patent Records Center,
1007 Market Street,
Wilmington,
Delaware 19898,
U.S.A.

For the attention of Mr. David J. Gould ✓

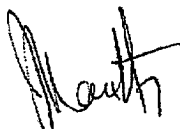
Dear Sirs,

European Patent Application No. 87 303 682.6 ✓

We now have pleasure in advising you that we have received the Decision to Grant a European Patent on the above identified application and a copy of this Decision is enclosed.

As you will see the patent will be granted under No. 0245984 and mention of the grant will be published in European Patent Bulletin 91/03 on 16 January 1991.

Yours faithfully,



Miss Jill Routh
BROOKES & MARTIN

FILE CHECKED

JAN 04 1991

Dr. J. R. 1/3-91 A.M.

N 30923

EUROPÄISCHES
PATENTAMT

EUROPEAN
PATENT
OFFICE

OFFICE EUROPEEN
DES BREVETS

Ernststraße 27
D-8000 München 2

Generaldirektion 2

Directorate General 2

Direction Générale 2

(0 89) 2399-0

Telex 5 23 656 epmu d

Telefax (089)2399-4465

Woodcraft, David Charles
BROOKES & MARTIN
High Holborn House
52/54 High Holborn
London, WC1V 6SE
GRANDE BRETAGNE

Datum/Date

11.12.90

Zeichen/Ref./Réf. DCW/CH-1370	Anmeldung Nr /Application No /Demande n° /Patent Nr /Patent No /Brevet n° 87303682.6-2112 0245984
Anmelder/Applicant/Demandeur/Patentinhaber/Proprietor/Titulaire E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY	

DECISION TO GRANT A EUROPEAN PATENT PURSUANT TO ARTICLE 97 (2) EPC

Following examination of European patent application No. 87303682.6 a European patent with the title and the supporting documents indicated in the communication pursuant to Rule 51(4) dated 08.03.90 is hereby granted in respect of the designated Contracting States. The amendments requested by the applicant and received at the EPO on 00.00.00 have been taken into account.

Patent No. : 0245984
Date of filing : 27.04.87
Priority claimed : 30.04.86/ US 857324
Designated Contracting States and Proprietor(s) : BE-DE-ES-FR-GB-NL
E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY
1007 Market Street
Wilmington Delaware 19898/US

This decision will take effect on the date on which the European Patent Bulletin mentions the grant (Art. 97(4) and (5) EPC).

The mention of the grant will be published in European Patent Bulletin 91/03 of 16.01.91.

INFANTE J J A
(Formalities Officer) Tel.No.: (089)23998074



Registered letter

EPO Form 2006 06.85

13 DEC 1990

7051001 BROOKES & MARTIN

N 30923.01

DUP050449370

BROOKES & MARTIN

CHARTERED PATENT AGENTS
TRADE MARK AGENTS
EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

E.I. Du Pont de Nemours & Company
Legal Department, Patent Records Center,
1007 Market Street,
Wilmington,
Delaware 19998,
U.S.A.

RICHARD C. MARTIN, M.A. (CANTAB.)
DAVID C. WOODCRAFT, B.Sc. (CHEM)
ERIC E. BARNARD, C.Eng., M.I.E.E., C.D.R. A.P.
JOHN F. SYMONDS, LL.B. (LOND.), SOLICITOR
JOHN H. BLAKE, B.Sc. (CHEM)
HUGH R. WRIGHT, M.A. (OXON)
PETER C. SANDERS, B.Sc.

TELEX 957078
TELEPHONES TUNBRIDGE WELLS (0892) 510600
FACSIMILE (0892) 510666
OX 3950 TUNBRIDGE WELLS

1 BOYNE PARK
TUNBRIDGE WELLS
KENT TN4 8EL

VAT REG. NO 232 2736 86
DATE & TAX POINT

17 September 1990
Our Ref: JR/CH1370 Your Ref: CH1370

DTG

INVOICE No. 73973

European Patent Application No. 87 303 682.6

To: Professional services in respect of
receiving, recording and reporting
Rule 51(4); approving text to EPO;
receiving, recording and reporting Rule
51(6) Notice; filing French & German
Translations of claims at EPO, reporting
to you; and in due course receiving,
recording and reporting Decision to Grant;
receiving, recording and forwarding
Certificate of Grant, EPO fees for
grant and printing; establishing records
and advising U.K. Patent Office as
address for service in respect of
European (UK) patent:-

US\$1449.00

To: German Associates charges for
translation of claims for filing
in EPO:-

US\$ 238.00

Total

US\$1687.00

VAT
Rate %

VAT
Total

APPROVAL COPY
KEEP IN CASE FILE FOLDER

Terms of Business
Payment is due within 30 days from the date of
this account

N 30923.02

DUP050449372

REVENDEICATIONS

1. Un pigment comprenant des particules de TiO_2 du type rutile, portant des revêtements comprenant SiO_2 et B_2O_3 .

5 2. Un pigment selon la revendication 1, dans lequel les particules de TiO_2 portent des revêtements comprenant 60 à 98 pour cent en poids de SiO_2 et 0,5 à 30 pour cent en poids de B_2O_3 , par rapport au poids de revêtement.

10 3. Un pigment selon la revendication 2, dans lequel les particules de TiO_2 portent des revêtements comprenant 80 à 90 pour cent en poids de SiO_2 et 2 à 20 pour cent en poids de B_2O_3 , par rapport au poids de revêtement.

15 4. Un pigment selon la revendication 3, dans lequel les particules de TiO_2 portent des revêtements de $\text{SiO}_2/\text{B}_2\text{O}_3$ constituant 2 à 10 % du poids total du pigment.

5. Un pigment selon la revendication 4, dans lequel les particules de TiO_2 portent des revêtements de $\text{SiO}_2/\text{B}_2\text{O}_3$ constituant 4 à 8 % du poids total du pigment.

20 6. Un pigment selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les particules de TiO_2 portent des revêtements extérieurs d'alumine constituant 0,5 à 5 % du poids total des particules.

25 7. Un pigment selon la revendication 6, dans lequel les particules de TiO_2 portent des revêtements extérieurs d'alumine constituant 1 à 4 % du poids total des particules.

8. Un procédé pour préparer des particules de TiO_2 portant des revêtements de silice modifiée par de l'anhydride borique, consistant à :

30 (a) former une suspension aqueuse de TiO_2 du type rutile à une température d'environ 65° à environ 90°C ;

(b) ajuster le pH de la suspension dans l'intervalle de 7 à 10,5 ;

35 (c) ajouter une quantité prédéterminée d'une solution comprenant Na_2SiO_3 et B_2O_3 , dans des

conditions qui maintiennent en solution les ions silicate et d'anhydride borique ;

5 (d) abaisser progressivement le pH de la suspension par addition d'acide jusqu'à atteindre environ 7,5 à 8,5, en déposant ainsi un revêtement de silice et d'anhydride borique ; et

(e) faire mûrir le pigment revêtu résultant à une température d'environ 65°C à environ 90°C pendant une période d'au moins 15 minutes.

10 9. Un procédé selon la revendication 8, dans lequel on ajoute suffisamment de Na_2SiO_3 et de B_2O_3 dans l'étape (c) pour former un revêtement comprenant 60 à 98 pour cent en poids de SiO_2 et 0,5 à 30 pour cent en poids de B_2O_3 , par rapport au poids de revêtement.

15 10. Un procédé selon la revendication 9, dans lequel on ajoute suffisamment de Na_2SiO_3 et de B_2O_3 dans l'étape (c) pour former un revêtement comprenant 80 à 90 pour cent en poids de SiO_2 et 2 à 20 pour cent en poids de B_2O_3 , par rapport au poids de revêtement.

20 11. Un procédé selon la revendication 10, dans lequel on ajoute suffisamment de Na_2SiO_3 et de B_2O_3 dans l'étape (c) pour former un revêtement de $\text{SiO}_2/\text{B}_2\text{O}_3$ constituant 0,5 à 10 % du poids total du pigment.

25 12. Un procédé selon la revendication 11, dans lequel on ajoute suffisamment de Na_2SiO_3 et de B_2O_3 dans l'étape (c) pour former un revêtement de $\text{SiO}_2/\text{B}_2\text{O}_3$ constituant 4 à 8 % du poids total du pigment.

30 13. Un procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 12, comprenant l'étape supplémentaire suivante :

35 (f) ajouter suffisamment de NaAlO_2 à la suspension, à une température d'environ 50° à 90°C, pour obtenir une concentration d'environ 2 à 8 % par rapport au poids du TiO_2 , tout en ajoutant un acide minéral de façon à maintenir le pH de la suspension entre 6 et 9.

14. Une composition de revêtement comprenant un pigment portant un revêtement densifié de $\text{SiO}_2/\text{B}_2\text{O}_3$ selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, une matière filmogène et un véhicule liquide.

5

Europäische Patentanmeldung 87 303 682.6
E.I. du Pont de Nemours and Company

10

Patentansprüche

15

1. Pigment, welches Rutil-TiO₂-Teilchen enthält,
die SiO₂ und B₂O₃ enthaltende Beschichtungen
aufweisen.

20

2. Pigment nach Anspruch 1, worin die TiO₂-Teilchen
Beschichtungen aufweisen, die 60-98 Gew.-% SiO₂
und 0,5 bis 30 Gew.-% B₂O₃, bezogen auf das Be-
schichtungsgewicht, enthalten.

25

3. Pigment nach Anspruch 2, worin die TiO₂-Teilchen
Beschichtungen aufweisen, die 80-90 Gew.-% SiO₂
und 2-20 Gew.-% B₂O₃, bezogen auf das Beschich-
tungsgewicht, enthalten.

30

4. Pigment nach Anspruch 3, worin die TiO₂-Teilchen
SiO₂/B₂O₃-Beschichtungen aufweisen, die 2-10 %
vom gesamten Pigmentgewicht ausmachen.

35

5. Pigment nach Anspruch 4, worin die TiO₂-Teilchen
SiO₂/B₂O₃-Beschichtungen aufweisen, die 4-8 %
vom gesamten Pigmentgewicht ausmachen.

6. Pigment nach einem der vorstehenden Ansprüche,
worin die TiO₂-Teilchen äußere Beschichtungen
aus Aluminiumoxid aufweisen, die 0,5-5 % vom Ge-
samtgewicht der Teilchen ausmachen.

7. Pigment nach Anspruch 6, worin die TiO_2 -Teilchen
äußere Beschichtungen aus Aluminiumoxid aufwei-
sen, die 1-4 % vom Gesamtgewicht der Teilchen
ausmachen.
- 5
8. Verfahren zur Herstellung von TiO_2 -Teilchen mit
Beschichtungen aus Boroxid-modifiziertem
Siliziumdioxid durch
- 10
- (a) Bilden einer wässrigen Aufschlämmung von
Rutil- TiO_2 bei einer Temperatur von etwa
65° bis etwa 90° C;
- (b) Einstellen des pH-Werts der Aufschlämmung
im Bereich von 7-10,5;
- 15
- (c) Zugabe einer vorbestimmten Menge einer
 Na_2SiO_3 und B_2O_3 enthaltenden Lösung unter
Bedingungen, die Silikat- und Borationen in
der Lösung halten;
- 20
- (d) allmähliches Senken des pH-Werts der Auf-
schlämmung auf etwa 7,5-8,5 durch Zugabe
von Säure, wodurch eine Beschichtung aus
Siliziumdioxid und Boroxid niedergeschlagen
wird; und
- 25
- (e) Härten des resultierenden, beschichteten
Pigments bei einer Temperatur von etwa 65°C
bis etwa 90°C über einen Zeitraum von
wenigstens 15 Minuten.
9. Verfahren nach Anspruch 8, worin in Schritt (c)
ausreichend Na_2SiO_3 und B_2O_3 zugesetzt werden,
um eine Beschichtung mit 60-98 Gew.-% SiO_2 und
0,5-30 Gew.-% B_2O_3 , bezogen auf das Beschich-
tungsgewicht, zu ergeben.
- 30
10. Verfahren nach Anspruch 9, worin in Schritt (c)
ausreichend Na_2SiO_3 und B_2O_3 zugesetzt werden,
um eine Beschichtung mit 80-90 Gew.-% SiO_2 und
- 35

2-20 Gew.-% B_2O_3 , bezogen auf das Beschichtungsgewicht, zu ergeben.

- 5 11. Verfahren nach Anspruch 10, worin in Schritt (c) ausreichend Na_2SiO_3 und B_2O_3 zugesetzt werden, um eine SiO_2/B_2O_3 -Beschichtung zu ergeben, die 0,5-10 % vom gesamten Pigmentgewicht ausmacht.
- 10 12. Verfahren nach Anspruch 11, worin in Schritt (c) ausreichend Na_2SiO_3 und B_2O_3 zugesetzt werden, um eine SiO_2/B_2O_3 -Beschichtung zu ergeben, die 4-8 % vom gesamten Pigmentgewicht ausmacht.
- 15 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 12, welches den folgenden zusätzlichen Schritt umfaßt
- 20 (f) Zugabe von ausreichend $NaAlO_2$ zur Aufschlammung bei einer Temperatur von etwa 50° bis 90° C, um eine Konzentration von etwa 2-8 % vom TiO_2 -Gewicht bereitzustellen, wobei Mineralsäure hinzugefügt wird, um den pH-Wert der Aufschlammung bei 6-9 zu halten.
- 25
- 30 14. Überzugszusammensetzung, welche ein Pigment mit einer verdichteten SiO_2/B_2O_3 -Beschichtung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, ein filmbildendes Material und einen flüssigen Träger umfaßt.