



發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：A513018

※申請日期：95.8.17

※IPC 分類：C01B 33/45

一、發明名稱：(中文/英文)

奈米有機相矽溶膠製造方法

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

長春石油化學股份有限公司

代表人：(中文/英文) 林書鴻

住居所或營業所地址：(中文/英文)

苗栗市福安里福星 246 號

國 籍：(中文/英文) 中華民國

三、發明人：(共 5 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 鍾新興 2. 謝耀南 3. 徐守英 4. 范偉達 5. 黃文淵

國 籍：(中文/英文)

1. 中華民國 2. 中華民國 3. 中華民國 4. 中華民國 5. 中華民國

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☐ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☐ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於一種奈米有機相矽溶膠之製造方法，尤指以矽酸作為基礎加入醇類，並加入水相晶種中並形成水相二氧化矽，經由轉相而獲得有機相矽溶膠。

【先前技術】

一般矽溶膠的應用例如在造紙、塗料、催化劑、防滑產品上，尤以現今電子工業之各種不同工業之研磨劑，其先前技術所獲得的原料，大致為鹼性水相 silica solution 或酸性水相 silica solution 所完成之，而鹼性水相 silica solution 無法直接轉相成有機相 silica solution，必須先加入 HCl、H₂SO₄ 調整成酸性水相 silica solution 後，方可進行改質轉相，不過酸性水相 silica solution 如果沒有經過無機物的表面處理，在轉入有機溶劑相過程中會發生黏度上升，形成結膠的情形發生(例如；美國專利 2,892,979、6,025,455 及日本特開 6-199,515 都有提到此點)，而美國專利 6,025,455 所揭示，以無機金屬氫氧化物 Al(OH)₃、Mg(OH)₂ 改質酸性水相 silica solution。加入 IPA、MEK 等混合溶劑，再以 monoalkylsilane 當改質劑進行反應。繼續加入 MEK solvent 利用共沸蒸餾將水份及 IPA 移出，最後得到 MEK 相 silica solution。又，美國專利 5,902,226 所揭示的 1，以鹼性水相 silica

solution 為原料，通過陰、陽離子交換樹脂變成酸性水相 silica solution。接著用異丙醇(isopropyl alcohol)蒸氣通入酸性水相 silica solution 中(同時溫度保持在水的沸點，讓水蒸氣逸出)，最後得到 IPA 相 silica solution。在美國專利 6,051,672 亦有以改質劑及鹼性水相中進行反應者，以鹼性水相 silica solution 為原料，慢慢加入 HCl、IPA 及改質劑 HMDSO，攪拌混合後，加入 Toulene 並進行共沸蒸餾將水份及 IPA 移出，當黏度上升時加入氯代矽烷 chlorosilane 降低黏度，最後得到 Toulene 相 silica solution。

【發明內容】

本發明主要目的，主要係要提出一種奈米有機相矽溶膠之製造方法專利申請，主要係利用矽酸鈉經過離子交換樹脂而形成矽酸，並將醇類加入矽酸中，並滴入水相 SiO_2 晶種中，經由晶粒顆粒的成長與水熱合成的現象，而接續形成水相 SiO_2 ，並經過共沸蒸餾轉相形成有機相(例如；IPA 相、MeOH 相及 MEK 相)的矽溶膠，而本發明係以混入醇類的水相矽酸溶液當 SiO_2 水相晶種顆粒的成長及表面改質原料，進行合成並改質 SiO_2 溶膠，所得 SiO_2 溶膠可以不需經過無機物的表面處理及不需再作酸性調整，於有機溶劑轉相過程中沒有黏度升高造成結膠的現象，而由本發明之方法所製造之成品，可延長儲存時間且不會產生結膠現象為其特性。

為了使審查員更了解本發明的特徵與方法，茲配合下列實施方式與流程圖說明如后；

【實施方式】

本發明係為一種奈米有機相矽溶膠之製造方法，其包括之步驟：

(a). 係利用矽酸鈉(水玻璃)經過離子交換樹脂而形成安定矽酸或聚矽酸水溶液， SiO_2 含量基準 1~10 wt%；(b). 將醇類(1~10wt%) 加入上述矽酸水溶液中形成複合劑；(c). 複合劑滴入水相 SiO_2 晶種中，利用水熱合成方式成長 SiO_2 晶粒及晶粒表面改質，成穩定水相矽溶膠；(d). 再利用共沸蒸餾的方法轉相形成穩定 IPA 相、MeOH 相及 MEK 相等有機相矽溶膠。。

在步驟(a). 中矽酸水溶液中 SiO_2 較佳濃度 4~8%，最佳濃度為 5.5-6%。

在步驟(b). 中的醇類係為甲醇、乙醇、丙醇、異丙醇、異丁醇、正丁醇等碳數 1-4 的單基醇、雙基醇、三基醇及其異構物或上述各類醇混合物，其中以甲醇、乙醇為最佳。

上述的醇類加入矽酸水溶液的添加量較佳的濃度是 1-20%，最佳的濃度為 2-10wt%。

茲進一步以較佳實施例說明本發明有機相矽溶膠之製造方法；

實施例

取水玻璃(厚生三號水玻璃)1,000g加水稀釋至 SiO_2 含量為6%的稀釋水玻璃溶液4,117g，經過強酸型離子交換樹脂管柱進行離子交換，以產生含有 SiO_2 5.5wt%的矽酸水溶液4,561g，上述矽酸水溶液加入甲醇274g(5.67wt%)成為”醇相矽酸”，持續將醇相矽酸滴入鹼性水相晶種(SiO_2 5wt%)1,024g中保持PH9.5~10及反應總體積狀況下進行水熱合成，當達到預設產生顆粒粒徑或 SiO_2 含量約30%時停止加入，合成為”鹼性醇相矽溶膠”，經由離子交換樹脂去除離子後得”酸性醇相矽溶膠”，再經由IPA共沸蒸餾可轉相為穩定IPA相的有機矽溶膠。

綜上所述，本發明係為一種奈米有機相矽溶膠之製造方法，已符合專利要件，依法提出專利申請。

以上已將本發明作詳細說明，惟以上所述者，僅為本發明之較佳實施例而已，當不能限定本發明實施例之範圍，即凡依本發明申請專利範圍所作均等變化與修飾等，皆應仍屬本發明之專利涵蓋範圍內。

【圖式簡單說明】

圖1 係為本發明之奈米有機相矽溶膠之製造方法流程圖

【主要元件符號說明】

A 矽酸鈉(水玻璃)

B	離子交換樹脂
C	矽酸
D	醇類
E	水相晶種
F	水相 SiO_2
G	轉相
H	有機相矽溶膠

五、中文發明摘要：

本發明係為一種奈米有機相矽溶膠製造方法，其步驟：(a). 係利用矽酸鈉(水玻璃)經過離子交換樹脂而形成矽酸水溶液；(b). 將醇類加入矽酸中形成複合劑；(c). 複合劑滴入水相 SiO_2 晶種中，利用水熱合成方式成長 SiO_2 晶粒及晶粒表面改質，成穩定水相矽溶膠；(d). 再利用共沸蒸餾的方法轉相形成穩定 IPA 相、MeOH 相及 MEK 相.....等有機相矽溶膠。

六、英文發明摘要：



十、申請專利範圍：

1. 一種奈米有機相矽溶膠之製造方法，其包括之步驟：
(a). 係利用矽酸鈉(水玻璃)經過離子交換樹脂而形成安定矽酸或聚矽酸水溶液， SiO_2 含量基準 1~10 wt%；(b). 將醇類(1~10wt%)加入上述矽酸水溶液中形成複合劑；(c). 複合劑滴入水相 SiO_2 晶種中，利用水熱合成方式成長 SiO_2 晶粒及晶粒表面改質，成穩定水相矽溶膠；(d). 再利用共沸蒸餾的方法轉相形成穩定 IPA 相、MeOH 相及 MEK 相等有機相矽溶膠。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述之有機相矽溶膠製造方法，步驟(a). 中矽酸水溶液中 SiO_2 較佳濃度 4~8%，最佳濃度為 5.5-6%。
3. 如申請專利範圍第 1 項所述之有機相矽溶膠製造方法，其中步驟(b). 中的醇類係為甲醇、乙醇、丙醇、異丙醇、異丁醇、正丁醇等碳數 1-4 的單基醇、雙基醇、三基醇及其異構物或上述各類醇混合物，其中以甲醇、乙醇為最佳。
4. 如申請專利範圍第 3 項所述之有機相矽溶膠製造方法，其中醇類係加入矽酸水溶液的添加量較佳的濃度是 1-20%，最佳的濃度為 2-10wt%。
5. 如申請專利範圍第 1 項所述之有機相矽溶膠製造方法，其中轉相過程中黏度不會快速上升，成品不會產生結膠現象。

十一、圖式：

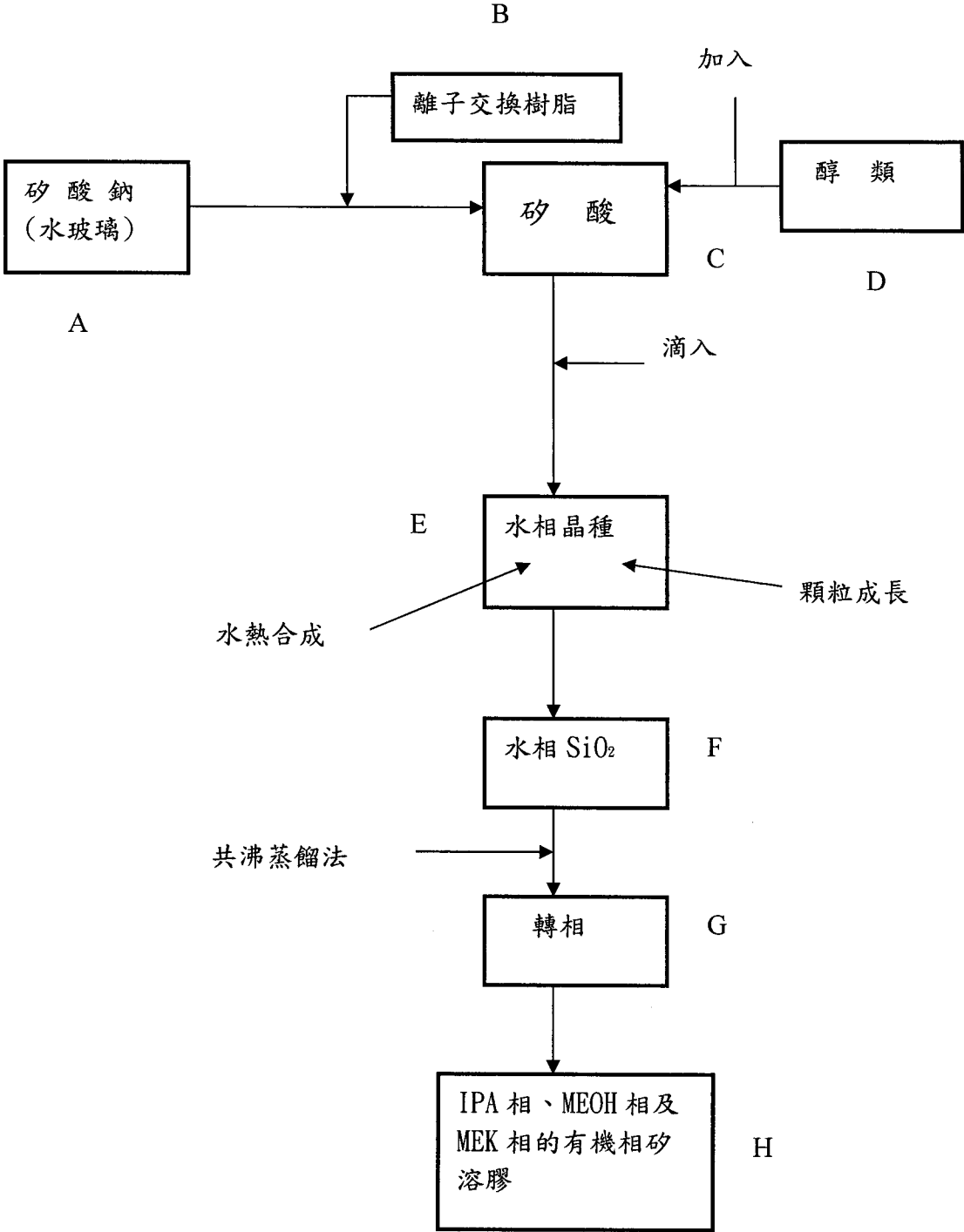


圖 1

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

A	矽酸鈉(水玻璃)
B	離子交換樹脂
C	矽酸
D	醇類
E	水相晶種
F	水相 SiO_2
G	轉相
H	有機相矽溶膠

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：