

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利, 申請日期: 案號: , 有 無主張優先權

德國 1998 年 5 月 12 日 198 21 143.0 有主張優先權

有關微生物已寄存於: , 寄存日期: , 寄存號碼:

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

五、發明說明 (1)

本發明有關一種矽酸鋁懸浮水溶液，其製備方法及其用途。

矽酸鋁諸如例如 P820 係描述於 Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie[Ullmann 氏工業化學百科全書]第四版，第 21 冊，第 467 頁，表 12。其係於製紙時作為紙漿填料。報紙及薄印刷紙之印刷性可藉著使用矽酸鋁而改善。矽酸鋁係為一種白色粉末，而於此種形式下販售。然而，於製紙時，幾乎所有離析物皆於懸浮水溶液之形式下使用。矽酸鋁因此具有缺點，因為其粉末稠度，故當使用於製紙時，需建造及使用分離裝置以進行處理。若該矽酸鋁粉末可於懸浮水溶液形式下使用於製紙，可克服此項缺點。

因此，目的係將粉末矽酸鋁轉化成具有高固體含量而可使用於製紙之儲存安定性懸浮水溶液。

本發明提出一種矽酸鋁懸浮水溶液，其特徵為其除水之外，另外包含有至少 30 重量百分比之矽酸鋁，以至少 35 重量百分比為佳，0.1 至 3.0 重量百分比之硫酸鋁及 0.1 至 5.0 重量百分比之界面活性劑。

於本發明較佳具體實例中，可使用矽酸鋁 P 820 作為矽酸鋁。

可使用之界面活性劑係為已知之非離子性界面活性劑，諸如例如聚氧化乙烯。可另外使用陰離子性及／或陽離子性界面活性劑以作為界面活性劑。該界面活性劑有例如聚丙烯酸鹽、十二基苯磺酸鹽及檸檬酸鈉。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(2)

於較佳具體實例中，該懸浮液之固體含量可為 35 至 45 重量百分比，尤其是 35 至 40 重量百分比。該懸浮液之 pH 可介於 4.5 及 9.5 之間，以介於 5.0 及 8.0 之間為佳。

本發明亦提出一種製備矽酸鋁懸浮液之方法，其特徵為藉著合成路徑自硫酸鋁及水玻璃沉澱矽酸鋁並過濾，該矽酸鋁濾渣係藉著硫酸鋁水溶液經攪拌及／或進行剪切而液化，添加至少一種界面活性劑，於攪拌及／或進行剪切之下於經液化之矽酸鋁濾渣中添加粉末矽酸鋁，該混合物視情況再次攪拌及／或進行剪切。

於一本發明具體實例中，矽酸鋁濾渣可經洗滌並乾燥。形成之矽酸鋁粉末可與硫酸鋁水溶液混合，於攪拌及／或進行剪切下，添加至少一種界面活性劑，再於攪拌及／或進行剪切之下，於該懸浮液中添加其他粉末矽酸鋁，該混合物視情況再次攪拌及／或進行剪切。

本發明矽酸鋁懸浮水溶液以具有高固體含量為佳。即使經過相當長之儲存時間，仍不致發生固體之沉降。

不需要破壞性研磨。

本發明矽酸鋁懸浮水溶液可使用於製紙。

實施例

起始物質之性質係列示於表 1：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (3)

表 1

P 820A 粉末及濾渣之物化數據

	P 820 A 粉末	P 820 A 濾渣
敲打密度 [克 / 升]	237	-
乾燥損失 [百分比]	6.4	70.0
固體含量 [百分比]	93.6	30
平均粒徑 [微米]	5.6	7.5
表面積 [米 ² / 克]	66	-
DBP 吸附 [克 / 100 克]	90	-
pH	9.5	8.9 (漿液)

漿液製備

2400 克矽酸鋁 P 820 A 漿液緩緩添加於 5 升量杯中，於每分鐘 8500 轉下使用 Dispermat 進行剪切。同時，分階添加 30 毫升濃度為 90 克 / 升之 A1₂(SO₄)₃ 溶液。液化之剪切時間係為 14 分鐘。由表 2 及 3 可發現所添加之硫酸鋁及剪切之影響。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (4)

表 2

硫酸鋁		pH	粘度 [mPa*s]
[溶液 ml]	[g/100g 漿液]		
0	0	8.9	2000
0.5	0.02	8.9	2000
2	0.09	8.2	1800
4	0.18	6.8	1600
6	0.27	6.1	1500
8	0.36	5.7	1430
10	0.45	5.3	1400
12	0.54	5.1	1500
14	0.63	4.9	1900
16	0.72	4.8	1650
18	0.81	4.6	1650
20	0.90	4.5	1450
25	1.13	4.4	1200

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 訂 線

五、發明說明 (5)

表 3

剪切時間 [分]	粘度 [mPa*s]	平均粒徑 d ₅₀ [μm]
0	2600	7.7
5	100	7.1
10	80	7.1
15	65	7.1
20	55	7.1

界面活性劑添加劑係於低速旋轉下攪拌。該懸浮液隨之於每分鐘 8 5 0 0 轉下進行分散歷經 1 分鐘。添加量係列示於表 5 至 7。

使用 P 8 2 0 A 粉末建立所需之固體含量。

3 5 百分比 S C : 添加 2 1 7 . 1 克粉末

4 0 百分比 S C : 添加 4 5 6 . 3 克粉末

濃縮所需時間係為 1 5 分鐘。此法所得之懸浮液再於每分鐘 8 5 0 0 轉下分散另外 3 0 分鐘。

最後，該漿再使用 Ultra-Turrax 剪切一次，同時使用 I K A 實驗室攪拌器（分散盤 $\varnothing = 6$ 厘米，每分鐘 1 0 0 0 轉）攪拌。

測量該矽酸鋁（P 8 2 0 A）懸浮液（保持於室溫）之沉降、pH、黏度、研磨計值及使用振動及旋轉進行再

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (6)

次分散之時間。歷經一日之後，另外測定實際固體含量。此等值係於製備懸浮液之後的 1 日、4 週及 1 4 週測定。

所使用之方法的描述

沉降

於厘米規格下測定懸浮液之個別層。可於以下三類之間進行辨別：

- 1、上清液之水
- 2、懸浮液
- 3、沉降物

藉振動液化

試樣瓶上下顛倒地緊夾於振動網 (Retsch, AS 200 digit) 中，於 1 0 0 振幅下時時振動。測定懸浮至再次完全分散所花費之時間。若不需再次分散，實驗中斷 1 0 分鐘。

藉旋轉液化

試樣於軋混機 (設定 1) 上旋轉至再次形成均勻懸浮液。最大處理時間亦為 1 0 分鐘。

p H 之測定

經液化之懸浮液係於磁性攪拌器上充分混合 5 分鐘。關掉攪拌器之後，讀取 p H。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 訂 線

五、發明說明 (7)

黏度之測定

pH 經測定之後，使用 Brookfield DV - II + 黏度計（軸號 62，每分鐘 100 轉）測定黏度。同理，亦於 5 分鐘後讀取該值。

研磨計

懸浮液充分混合之後，使用研磨計測定懸浮液之粒徑。

固體含量

100 克再分散之懸浮液於 105 °C 之乾燥櫥中乾燥至定重。若無法使用振動或旋轉進行懸浮液之液化，則嚐試使用刮勺液化該懸浮液。僅於完全再分散之懸浮液上測定 pH、黏度、研磨計值及固體含量。

使用前述測定方法所測定之數據列示於表 6 - 8。為了評估添加劑對於改善懸浮液性質之適當性，更仔細地考慮三個因素：摻入添加劑之簡易性、懸浮液之沉降性質及該沉降物之再次分散性。

沉降性質

圖 1 及 2 係顯示已添加各種安定劑之懸浮液的沉降性質，其固體含量個別係約 35 重量百分比及 40 重量百分比。沉降物及水相之高度係列示於此等圖中。就各種添加劑（藉著圖左手邊之小橫線區分），繪出儲存一日後（底

五、發明說明 (8)

欄) 、 4 週後 (中欄) 及 1 4 週後 (頂欄) 之值。若不形成固體沉降物而懸浮液上沒有澄清之水相，則具有良好之儲存安定性，則即該沉降高度及水相高度之和始終接近零。固體含量為 3 5 百分比及 4 0 百分比之所有聚丙烯酸酯及聚氧化乙烯皆係如此。可僅於 3 5 百分比固體含量下研究檸檬酸鈉及十二基苯磺酸鈉，易發現其沉降傾向極低。

再分散性

雖然製備後之懸浮液係為液體，但其於冷卻之後變成糊狀。即使添加所研究之添加劑亦無法防止此種狀況。然而，使該懸浮液發生液化之能量消耗差異極大。嚐試藉著該試樣玻璃之特定振動或旋轉，以測定所需之能量導入。就某些試樣而言，可使用此種方式達成液化。然而，亦有無法僅藉著振動及旋轉而液化之懸浮液，但當懸浮液表面被刮勻刮破之後即液化。評估再分散性時，結合所有觀察值，而分成極佳至極差之等級。結果列示於表 4 中。

摻加之簡易性

已知摻加之簡易性係意指於添加安定劑之後摻加該粉末以使該漿液濃縮之方法。此參數無法測定，故此時採用進行試驗者之主觀評估。

五、發明說明 (9)

表 4

各種安定劑之評估

安定劑	摻加之 簡易度	沈降性質	再分散性
聚氧化乙烯	+	++	+
聚丙烯酸鹽 (MW=1,200)	+	+	+
聚丙烯酸鹽 (MW=8,000)	+	+	+
聚丙烯酸鹽 (MW=15,000)	+	+	+
檸檬酸鈉	-	+	+
EDTA	++	-	--
聚乙二醇 (MW=200)	++	-	--
聚乙二醇 (MW=2,000)	+	-	-
聚乙二醇 (MW=10,000)	+	-	0
十二基苯磺酸鹽	--	0	-
++ 極佳 + 佳 0 普通 - 差 -- 極差			

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (10)

表 5: 具有各種添加劑及固體含量之 P820A 懸浮水溶液之儲存安定性評估

實施例 添加劑濃度	無添加劑之試樣						
	1	2	3	4	5	6	7
儲存							
1d	分析 澄清層 [%] 漿液 [%] 沈降物 [%] 振動液化 [min.s] 旋轉液化 [min.s] pH 粘度 [mPasxs] 研磨性 [um] SC [%]	- 97.3(糊) 2.7(固體) ³ 2.44 2.30 8.0 79 80 42.4	2.0%(39.6ml) 99.3(糊) ¹ - n.redisp. 1.30 7.8 42 70 35.9	2.0%(43.3ml) 100(糊) ¹ - 5.33 10.00 7.8 104 80 41.7	1.0%(23.3ml) 5.6(混濁) 75.0(液體) 19.4(固體) ³ n.redisp. 7.00 7.9 40 65 36.1	1.0%(25.4ml) 1.6(混濁) 93.8(液體) 4.7(固體) ³ 4.41 3.30 7.9 53 70 41.4	檸檬酸鈉 2.0%(52.3g) 100(糊) - 1.22 6.45 8.0 49 65 36.5
4W	澄清層 [%] 漿液 [%] 沈降物 [%] 振動液化 [min.s] 旋轉液化 [min.s] pH 粘度 [mPasxs] 研磨性 [um]	5.3(澄清) 89.3(糊) 5.3(固體) ³ n.redisp. n.redisp. 8.1 75 75	1.4(澄清) 98.6(糊) ¹ - n.redisp. n.redisp. 7.9 65 70	100(糊) ¹ - - n.redisp. n.redisp. 8.0 122 80	32.4(混濁) - 67.6(混濁) n.redisp. n.redisp. - - - 32(混濁)	6.3(混濁) 84.4(糊) 9.4(混濁) n.redisp. n.redisp. - - - 9.5(混濁)	100(糊) ¹ - - n.redisp. n.redisp. 8.1 43 80 - 100(糊) ²
14W	澄清層 [%] 漿液 [%] 沈降物 [%] 振動液化 [min.s] 旋轉液化 [min.s] pH 粘度 [mPasxs] 研磨性 [um]	4.2(澄清) 90.3(糊) 5.6(固體) ³ n.redisp. n.redisp. 8.1 160 80	1.4(澄清) 98.6(糊) ¹ - n.redisp. n.redisp. 7.9 65 70	100(糊) ² - - n.redisp. n.redisp. 8.0 134 80	68.0(固體) n.redisp. n.redisp. n.redisp. n.redisp. - - - 68.0(固體)	12.7(固體) n.redisp. n.redisp. n.redisp. n.redisp. - - - 12.7(固體)	n.redisp. n.redisp. n.redisp. n.redisp. n.redisp. 8.0 62 70

表 6: 具有各種添加劑及固體含量之 P820A 漿液的儲存安定性評估

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

線 訂 裝

五、發明說明 (1)

- 1 容易使用刮勺攪拌再次分散
- 2 稍加努力即可使用刮勺再次分散
- 3 難以使用刮勺攪拌而再次分散
- 4 於刮破之後立即分散
- 5 於刮破後最多 1 分鐘之後分散
- 6 因為懸浮液發泡故難以測定研磨度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (12)

實施例	8	9	10	11	12	13	14
添加劑濃度	EDTA 3.0%(78.5g)	EDTA 3.0%(85.7g)	十二基苯磺酸鹽 0.5%(13.1g)	聚氧化乙烯 1.5%(39.3g)	聚氧化乙烯 1.5%(42.8g)	聚丙烯酸鹽 2.0%(40.2ml)	聚丙烯酸鹽 (M _w =8,000) 2.0%(43.9ml)
分析							
澄清層 [%]	1.3(混濁)	3.0(混濁)	-	-	-	0.7(澄清)	-
漿液 [%]	84.8(液體)	89.6(液體)	94.3(液體)	100(糊-液)	100(糊)	99.3(糊)	100(糊) ¹
沈降物 [%]	13.9(固體) ³	7.5(固體) ³	5.7(糊)	-	-	-	-
振動液化 [min.s]	n.redisp.	n.redisp.	0.21	未振動 即時	1.34	2.20	n.redisp. ⁴
旋轉液化 [min.s]	7.30	7.00	2.00	未旋轉 即時	0.07	1.45	n.redisp.
pH	4.3	4.3	7.5	7.8	7.8	7.7	7.7
粘度 [mPasxs]	37	53	36	206	681	83	166
研磨性 [um]	70	70	55 ⁶	70	65	70	75
SC [%]	36.2	42.1	35.4	36.6	42.4	36.6	42.5
澄清層 [%]	5.7(混濁)	31.1(混濁)	-	0.7(澄清)	-	1.5(澄清)	-
漿液 [%]	22.9(液體)	-	93.2(糊)	99.3(糊) ¹	100(糊) ¹	98.5(糊)	100(糊) ¹
沈降物 [%]	71.4(固體)	68.9(固體)	6.8(固體)	-	-	-	-
振動液化 [min.s]	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	7.34	n.redisp. ⁵	n.redisp. ⁴	n.redisp. ⁴
旋轉液化 [min.s]	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	2.30	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.
pH	-	-	-	7.9	7.9	7.8	7.8
粘度 [mPasxs]	-	-	-	240	568	77	149
研磨性 [um]	-	-	-	70	60	65	70
澄清層 [%]	31.5(混濁)	27.5(混濁)	4.4(混濁)	-	-	-	-
漿液 [%]	-	-	86.8(糊)	100(糊) ¹	100(糊) ¹	100(糊) ¹	100(糊) ¹
沈降物 [%]	65.8(固體)	68.5(固體)	8.8(固體)	-	-	-	-
振動液化 [min.s]	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp. ⁴	n.redisp. ⁵	n.redisp. ⁵	n.redisp. ²
旋轉液化 [min.s]	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.
pH	-	-	-	7.8	7.8	7.8	7.8
粘度 [mPasxs]	-	-	-	286	710	90	194
研磨性 [um]	-	-	-	70	70	70	70

) 請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁 (

裝

訂

線

五、發明說明 (18)

- 1 容易使用刮勺攪拌再次分散
- 2 稍加努力即可使用刮勺再次分散
- 3 難以使用刮勺攪拌而再次分散
- 4 於刮破之後立即分散
- 5 於刮破後最多 1 分鐘之後分散
- 6 因為懸浮液發泡故難以測定研磨度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (14)

表 7: 具有各種添加劑及固體含量之 Pasilex A 漿液的儲存安定性評估

實施例 添加劑濃度	15		16		17		18		19		20	
	聚丙烯鹽酸鹽 M _w =15,000 2.0%(41.8ml)		2.0%(45.7ml)		2.0%(52.3g)		2.0%(57.1g)		3.0%(78.5g)		3.0%(85.7g)	
儲存 1d	分析											
	澄清層 [%]	0.7(澄清)	-	4.2(混濁)	4.3(混濁)	3.0(混濁)	1.6(混濁)					
	漿液 [%]	99.3(糊)	100(糊)	84.5(液體)	92.9(糊)	89.6(液體)	96.8(液體)					
	沈降物 [%]	-	-	11.3(固體)	2.9(固體)	7.5(固體)	1.6(固體) ³					
	振動液化 [min.s]	0.55	1.34	n.redisp.	4.00	0.51	1.20					
	旋轉液化 [min.s]	0.45	8.15	6.00	31.5	2.00	0.30					
	pH	7.8	7.9	7.6	7.7	7.8	7.9					
	粘度 [mPasxs]	46	177	42	66	84	126					
	研磨性 [um]	65	65	70	70	70	65					
	SC [%]	36.1	41.6	36.6	41.7	36.9	42.1					
	澄清層 [%]	1.5(澄清)	-	6.2(混濁)	2.9(混濁)	11.4(混濁)	4.4(混濁)					
	漿液 [%]	98.5(糊) ¹	100(糊) ¹	20.0(液體)	89.9(糊)	77.1(糊)	94.1(糊)					
	沈降物 [%]	-	-	73.8(固體)	7.2(固體) ³	11.4(固體) ²	1.5(固體) ¹					
	振動液化 [min.s]	n.redisp. ⁴	n.redisp. ⁴	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.					
旋轉液化 [min.s]	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	7.30	n.redisp.						
pH	8.0	8.0	-	7.8	7.9	7.9						
粘度 [mPasxs]	75	181	-	174	131	235						
研磨性 [um]	80	85	-	70	70	70						
澄清層 [%]	-	-	15.2(混濁)	4.4(混濁)	9.1(混濁)	4.7(混濁)						
漿液 [%]	100(糊) ¹	100(糊) ²	39.4(糊)	88.2(糊)	74.2(糊)	92.2(糊)						
沈降物 [%]	-	-	45.5(固體)	7.4(固體) ³	16.7(固體)	3.1(固體)						
振動液化 [min.s]	n.redisp. ³	n.redisp. ⁵	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.						
旋轉液化 [min.s]	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.	n.redisp.						
pH	8.0	7.9	-	7.8	-	-						
粘度 [mPasxs]	120	254	-	268	-	-						
研磨性 [um]	80	80	-	70	-	-						

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (15)

- 1 容易使用刮勺攪拌再次分散
- 2 稍加努力即可使用刮勺再次分散
- 3 難以使用刮勺攪拌而再次分散
- 4 於刮破之後立即分散
- 5 於刮破後最多 1 分鐘之後分散
- 6 因為懸浮液發泡故難以測定研磨度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱： 矽酸鋁懸浮液)

一種矽酸鋁懸浮水溶液，其矽酸鋁含量至少 30 重量百分比，其係藉著使該矽酸鋁濾渣液化或藉著添加矽酸鋁粉末、界面活性劑及硫酸鋁而使矽酸鋁粉末分散於水中而製備。其可使用於製紙。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

英文發明摘要(發明之名稱：)

Aluminium silicate suspension

An aqueous aluminium silicate suspension having a content of aluminium silicate of at least 30 wt.% is prepared by liquefaction of the aluminium silicate filter cake or by dispersion of aluminium silicate powder in water with the addition of aluminium silicate powder, surfactant and aluminium sulfate. It can be employed in papermaking.

六、申請專利範圍 1

1. 一種矽酸鋁懸浮水溶液，其特徵為其除水之外另外包含至少 30 重量百分比之矽酸鋁，0.1 至 3.0 重量百分比之硫酸鋁及 0.1 至 5.0 重量百分比之界面活性劑。

2. 一種製備如申請專利範圍第 1 項之矽酸鋁懸浮液之方法，其特徵為藉合成路徑自硫酸鋁及水玻璃沉澱一矽酸鋁並過濾，該矽酸鋁濾渣係藉著硫酸鋁水溶液經攪拌及／或進行剪切而液化，添加至少一種界面活性劑，於攪拌及／或進行剪切之下添加粉末矽酸鋁至經液化之矽酸鋁濾渣，該混合物視情況再次攪拌及／或進行剪切。

3. 如申請專利範圍第 2 項之製備矽酸鋁懸浮液之方法，其特徵為該矽酸鋁濾渣係經洗滌及乾燥，形成之矽酸鋁粉末與硫酸鋁水溶液混合，於攪拌及／或進行剪切之下，添加至少一種界面活性劑，另外再於該懸浮液中添加其他矽酸鋁粉末，於攪拌及／或進行剪切之下，視情況使該混合物再次進行攪拌及／或剪切。

4. 如申請專利範圍第 1 項之矽酸鋁懸浮液，係用於製紙中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

民國 92 年 5 月 30 日修正

申請日期	88 年 5 月 6 日
案 號	88107402
類 別	C01B ^{33/06}

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

92.5.30

546253

發 明 專 利 說 明 書		
發 新 型		
一、發明 名稱	中 文	矽酸鋁懸浮液
	英 文	Aluminium silicate suspension
二、發明 創作人	姓 名	(1) 喬根·史考伯特 Schubert, Jurgen (2) 赫葛·格蘭 Glaum, Holger
	國 籍	(1) 德國葛蘭度威格那斯地十二號 Im Wagnersgrund 12, DE-63584 Grundau, Germany
	住、居所	(2) 德國馬堤威琴馬契辛德曼斯路二號 Hindemithstrasse 2, DE-63477 Maintal- Wachenbuchen, Germany
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 提古沙公司 Degussa Aktiengesellschaft
	國 籍	(1) 德國
	住、居所 (事務所)	(1) 德國杜塞爾朵夫班尼格聖佩雷茲一號 Bennigsenplatz 1, DE-40474 Dusseldorf, Germany
	代 表 人 姓 名	(1) 馬特斯·史契夫 Schafer, Matthias 武夫剛·偉伯 Weber, Wolfgang

裝
訂
線