

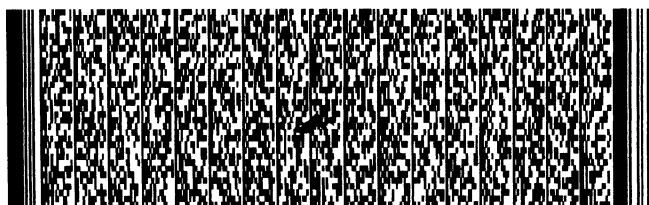
申請日期： 9/ 7 15	案號： 91115667
類別： 101623/053	

(以上各欄由本局填註)

公告本

發明專利說明書

一、 發明名稱	中 文	陶瓷分散液，其製造方法，以及使用該陶瓷分散液之親水性塗覆劑
	英 文	CERAMICS DISPERSION LIQUID, METHOD FOR PRODUCING THE SAME, AND HYDROPHILIC COATING AGENT USING THE SAME
二、 發明人	姓 名 (中文)	1. 酒谷能彰 2. 小池宏信
	姓 名 (英文)	1. YOSHIAKI SAKATANI 2. HIRONOBU KOIKE
	國 籍	1. 日本 2. 日本
	住、居所	1. 日本國愛媛縣新居濱市一宮町2-2-215 2-2-215, Ikku-cho, Niihama-shi, Ehime, JAPAN 2. 日本國愛媛縣新居濱市星越町11-28 11-28, Hoshigoe-cho, Niihama-shi, Ehime, JAPAN
三、 申請人	姓 名 (名稱) (中文)	1. 住友化學工業股份有限公司
	姓 名 (名稱) (英文)	1. SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED
	國 籍	1. 日本
	住、居所 (事務所)	1. 日本國大阪府中央區北濱四丁目5番33號 5-33, Kitahama 4-chome, Chuo-ku, Osaka, JAPAN
	代表人 姓 名 (中文)	1. 米倉弘昌
	代表人 姓 名 (英文)	1. HIROMASA YONEKURA



申請日期：

案號：

類別：

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、 發明名稱	中 文	
	英 文	
二、 發明人	姓 名 (中文)	3. 安東博幸
	姓 名 (英文)	3. HIROYUKI ANDO
	國 籍	3. 日本
	住、居所	3. 日本國愛媛縣新居濱市一宮町2-6-332 2-6-332, Ikku-cho, Niihama-shi, Ehime, JAPAN
三、 申請人	姓 名 (名稱) (中文)	
	姓 名 (名稱) (英文)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代表人 姓 名 (中文)	
	代表人 姓 名 (英文)	



本案已向

國(地區)申請專利	申請日期	案號	主張優先權
日本 JP	2001/07/19	特願2001-219492	有
日本 JP	2001/07/19	特願2001-219493	有
日本 JP	2001/11/15	特願2001-349770	有
日本 JP	2001/12/25	特願2001-391186	有

有關微生物已寄存於

寄存日期

寄存號碼

無



五、發明說明 (1)

[發明背景]

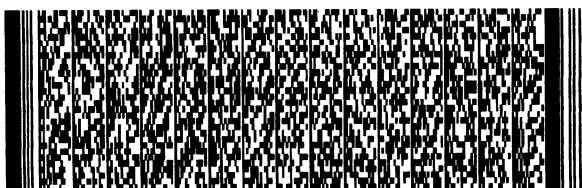
本發明係有關一種陶瓷分散液、一種使用該陶瓷分散液之親水性塗覆劑，以及一種光催化之官能性產物。該陶瓷分散液可以用於各種材料使具有親水性。

[發明之相關技藝]

文獻曾記載不同之陶瓷分散液。近幾年，陶瓷分散液可以藉由光催化方法使不同材料表面變成親水性已引起關注。在本文中，「藉由光催化方法使表面變成親水性」表示藉由光線照射而活化薄膜中之觸媒，該薄膜係由一種分散液製造且應用於一材料表面上，藉以使該應用薄膜本身親水化；用以分解應用薄膜表面上之低親水性材料（亦即，親油性材料等），藉以回復該應用薄膜之親水性；或者兩者兼是。舉例來說，公開公告案W0 96/29375揭示一種藉著混合二氧化鈦溶膠及二氧化矽溶膠而得之氧化鈦光催化塗覆劑可以製備此等應用薄膜。該用於形成親水性薄膜之氧化鈦光催化塗覆劑亦係市面上販售的。利用特殊光源例如殺菌燈之光線照射，由此等已知氧化鈦光催化塗覆劑製成之應用薄膜可能具有一定程度之親水性以提供某程度之抗霧效果及自淨效果。然而，該應用薄膜有諸多問題，以致一旦親脂性材料之污染遍布整個應用薄膜時，需要花費一段冗長之時間以回復該親水性。因此，需要更一步之改良。

[發明概述]

本發明者已經在陶瓷上進行研究以開發出一種可以形



五、發明說明 (2)

成應用薄膜之陶瓷分散液，該薄膜以光線照射能輕易回復親水性，即使係受到親脂性材料時也是一樣。結果，本發明者發現一種包括有機酸之陶瓷分散液，其可製備一種用光線照射會回復親水性之應用薄膜，即使該應用薄膜之全部表面都受到親脂性材料之污染也是一樣，同時該表面仍能持續顯示該親水性。同樣地，本發明者發現包括有機酸之陶瓷分散液可以製備一種應用薄膜，利用普通家居使用之照明設備之光線照射即能高度顯示該親水性，而無需使用像是殺菌燈之特定光源。本發明係以上述之發現為基礎而完成。

本發明提供一種陶瓷分散液，其包括

(i)一種陶瓷物，

(ii)一種分散介質，以及

(iii)至少一種選自羧酸；羧酸銨；羧酸與選自第Ia族、IIa族、IIIa族、Va族、VIa族、VIIa族、VIII族、Ib族、IIb族、IIIb族、IVb族及鑷族金屬之鹽類；以及草酸與選自IVa族金屬之鹽類之化合物。

本發明復提供一種用於製造陶瓷分散液方法，其包括之步驟為：混合一種陶瓷物、一種分散介質及至少一種選自上述鹽類(iii)之化合物、其水合物及其酸酐而獲得一種混合物，以及使該混合物經過分散處理。

再者，本發明提供一種親水性塗覆劑，其包括上述之陶瓷分散液。

一種藉著將此等陶瓷分散液或此等親水性塗覆劑應用



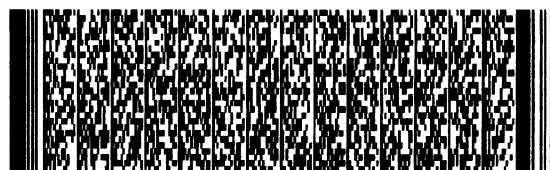
五、發明說明 (4)

銨、草酸氫銨、檸檬酸銨及檸檬酸氫銨。

羧酸與選自第 Ia 族、IIa 族、IIIa 族、Va 族、VIa 族、VIIa 族、VIII 族、Ib 族、IIb 族、IIIb 族、IVb 族及鑷族金屬之該鹽類之實施例包括羧酸之 Ia 族金屬(鹼金屬)鹽，例如草酸鋰、草酸氫鋰、草酸鈉、草酸氫鈉、草酸鉀及草酸氫鉀；羧酸之 IIa 族金屬(鹼土金屬)鹽，例如草酸鎂、草酸鈣、草酸鋇及草酸鋇；羧酸之 IIIa 族金屬鹽，例如草酸釷；羧酸之 Va 族金屬鹽，例如草酸釩、草酸鈮及草酸鉭；羧酸之 VIa 族金屬鹽，例如草酸鉻、草酸鉬及草酸鎢；羧酸之 VIIa 族金屬鹽，例如草酸錳；羧酸之 VIII 族金屬鹽，例如草酸鐵、草酸鐵銨、草酸鈷、草酸鎳、草酸鈮、草酸鈳、草酸鈹、草酸銻、草酸鉍及草酸鉑；羧酸之 Ib 族金屬鹽，例如草酸銅、草酸銀及草酸金；羧酸之 IIb 族金屬鹽，例如草酸鋅；羧酸之 IIIb 族金屬鹽，例如草酸鋁、草酸鎵及草酸銦；羧酸之 IVb 族金屬鹽，例如草酸錳、草酸錫及草酸鉛；羧酸之鑷族鹽，例如草酸鑷、草酸鈾及草酸鈾。

草酸與選自 IVa 族金屬之鹽之實施例包括草酸與鈦之鹽、草酸與鈷之鹽及草酸與鈳之鹽。

上述草酸與鈦之鹽可能包括草酸鈦 $[\text{Ti}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$ 、草酸氧鈦 $[(\text{TiO})_2\text{OC}_2\text{O}_4]$ 、草酸(氧)鈦及草酸銨之雙鹽(在後文中簡稱「草酸鈦銨」)、草酸(氧)鈦及草酸鉀之雙鹽、草酸(氧)鈦及草酸鈉等。該草酸鈦銨之指定實施例包括二草酸鈦銨 $[\text{NH}_4[\text{Ti}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]]$ 、二草酸氧化鈦銨 $[(\text{NH}_4)_2[\text{TiO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]]$ 。



五、發明說明 (5)

$4)_2]]$ 、三草酸鈦銨 $[(NH_4)_2[Ti(C_2O_4)_3]]$ 等。草酸與鋯之鹽之指定實施例包括草酸鋯 $[Zr_2(C_2O_4)_3]$ ；草酸氧鋯 $[(ZrO)_2OC_2O_4]$ 、草酸鋯銨 $[NH_4[Zr(C_2O_4)_2]]$ 、 $(NH_4)_2[ZrO(C_2O_4)_2]$ 或 $(NH_4)_4[Zr(C_2O_4)_4]$ 等。草酸與鈺之鹽之指定實施例包括草酸鈺 $[Hf_2(C_2O_4)_3]$ 、草酸氧鈺 $[(HfO)_2OC_2O_4]$ 、草酸鈺銨 $[NH_4[Hf(C_2O_4)_2]]$ 或 $(NH_4)_2[HfO(C_2O_4)_2]$ 等。上述之羧酸類、羧酸銨類、羧酸類與草酸類之鹽類可以單獨使用，或合併其中兩種或多種使用。其中，較佳者使用羧酸銨、羧酸與選自Ia族及IIa族金屬之鹽及/或草酸與選自IVa族金屬之鹽。更佳者使用至少一種選自草酸、草酸銨、草酸氫銨、草酸鋰、草酸氫鋰、草酸鈉、草酸氫鈉、草酸鉀、草酸氫鉀、草酸鎂、草酸鈣、草酸鋇、草酸鋇之化合物及草酸與鈦之鹽。

當本發明之陶瓷分散液包括草酸、羧酸銨及/或羧酸金屬鹽時，該陶瓷分散液中包含之該化合物之用量以該分散液中陶瓷物之莫耳量為基準，可能不少於大約0.005倍莫耳或更多。當該化合物之用量增加時，該分散液中陶瓷物之分散安定性及產生之應用薄膜之親水性都會改良，此係所欲之事。因此，該化合物之用量以該分散液中陶瓷物之莫耳量為基準，較佳者係大約0.01倍莫耳或更多，更佳者係大約0.03倍莫耳。另一方面，當用量增加太多時，用量增加相對應之（該產生之應用薄膜之）親水性可能無法獲得改良或親水性可能會降低。因此，該化合物之用量以該分散液中陶瓷物之莫耳量為基準，較佳者係大約400倍莫



五、發明說明 (6)

耳，更佳者大約5倍莫耳。

當本發明之陶瓷分散液中包括草酸與選自IVa族金屬之鹽時，草酸與金屬之鹽之用量以該分散液中陶瓷物之100重量份為基準，可能大約1重量份至大約50重量份。當草酸鹽之用量係少於大約1重量份時，該分散液中陶瓷物之分散安定性可能會降低且該產生之應用薄膜之親水性傾向降低。另一方面，同樣當草酸該鹽之用量超過大約50重量份時，該產生之應用薄膜之親水性可能會降低。

在本發明之陶瓷分散液中，陶瓷物係用作分散膠體，其係分散於分散介質中。該陶瓷分散液中包含之陶瓷物係顆粒外形較佳具有大約500奈米或更小之平徑粒徑者，更佳具有大約200奈米或更小之平均粒徑者，而最佳具有大約100奈米或更小之平均粒徑者。當該陶瓷物具有超過大約500奈米平均粒徑之顆粒外形時，儲藏一段長時間後該陶瓷物可能會沉澱於分散液中。該陶瓷物用於本發明之實施例包括金屬元素例如Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Tc、Re、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Tl、Ge、Sn、Pb、Bi、La及Ce之氧化物、氮化物、硫化物、氧氮化物或氧硫化物。該陶瓷物可能單獨使用或合併兩種或多種使用。

較佳地，使用上述之化合物中之Ti、W或Nb之氧化物當作陶瓷物。更佳者，使用氧化鈦(TiO_2)。氧化鈦之中，更佳者使用含銳鈦礦型結晶構造之氧化鈦。



五、發明說明 (7)

當氧化鈦係用作本發明之陶瓷物時，該氧化鈦較佳具有大約 0.97 或更小之 Z 指數，更佳者大約 0.97 或更小，而最佳者大約 0.93 或更小，Z 指數以方程式 (III) 計算：

$$Z = D / C \quad (III)$$

其中，在 4 次氧化鈦之 X 射線光電子圖譜之測量當中，C 代表第一及第二 X 射線光電子圖譜中 458 電子伏特至 460 電子伏特之結合能範圍內之峰半寬平均值，而 D 則代表第三及第四 X 射線光電子圖譜中 458 電子伏特至 460 電子伏特之結合能範圍內之峰半寬平均值。一種包括 Z 指數介於上述範圍內之氧化鈦之陶瓷分散液可能形成一種利用可見光照射會顯示優良親水性之應用薄膜。

同樣地，當氧化鈦係用作本發明之陶瓷物時，該氧化鈦宜具有大約 0.75 或更大之 W 指數，更佳者大約 0.11 或更大，而最佳者大約 0.145 或更大，W 指數由方程式 (IV) 計算：

$$W = F / E \quad (IV)$$

其中 E 代表沿著該氧化鈦之紫外線可見光擴散反射光譜之 250 奈米至 550 奈米波長範圍內吸收率之積分值，而 F 則代表沿著紫外線可見光擴散反射光譜之 400 奈米至 550 奈米波長範圍內吸收率之積分值。包括指數 W 介於上述範圍內之氧化鈦之陶瓷分散液可以形成一種利用可見光照射會顯示優良親水性之應用薄膜。當氧化鈦之 W 指數小於大約 0.075 時，該氧化鈦傾向吸收小量可見光，其可能會降低利用可見光照射之氧化鈦光催化活性。E 及 F 每個吸收值之積分值



五、發明說明 (8)

對應至上面指定之各別波長範圍內，該氧化鈦之紫外線可見光擴散反射光譜下方之積分面積，光譜中將吸收值標繪於縱座標，波長於橫座標。

一種製造銳鈦礦型氧化鈦之方法，較佳者銳鈦礦型氧化鈦係包含於本發明之陶瓷分散液中，可能包括鈦化合物，例如三氯化鈦 $[\text{TiCl}_3]$ 、四氯化鈦 $[\text{TiCl}_4]$ 、硫酸鈦 $[\text{Ti}(\text{SO}_4)_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}, 0 \leq m \leq 20]$ 、硫酸氧鈦 $[\text{TiOSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}, 0 \leq n \leq 20]$ 、氯氧化鈦 $[\text{TiOCl}_2]$ ，與鹼化合物例如氫氧化鈉、氫氧化鉀、碳酸鈉、碳酸鉀、氨、胼、羥胺、一乙醇胺、非環式的胺化合物，以及介於2至7pH值範圍內，更佳者介於3至5 pH值範圍內之脂肪族胺化合物進行反應以獲得其反應產物，添加鹼化合物進行例如氨與該反應產物混合，然後老化，隨後清洗該產生之老化產物，接著乾燥並鍛燒之方法。或者，銳鈦礦型氧化鈦可以藉由鈦化合物例如硫酸氧鈦與過氧化氫混合而獲得其混合物，添加氨（以超過將鈦化合物轉成氫氧化鈦所需之量）並與該混合物反應而於該混合物中獲得反應產物，該產生之固態產物藉由固液分離法自混合物中分離出來，隨後清洗經分離之固態產物，接著乾燥並於 300°C 至 500°C 之溫度下鍛燒之方法製造。

鈦化合物與鹼化合物例如氨之反應可以用第1圖所顯示之裝置進行。在此反應器中，藉由能源2驅動之攪拌葉片3、3及藉由能源4驅動之攪拌葉片5、5係裝設於容器1中。容器1具有圓柱狀外形，能源2及4係馬達等。攪拌葉

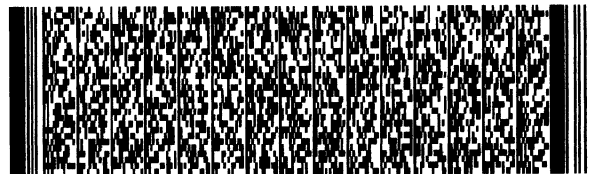


五、發明說明 (9)

片3、3係置於容器1中心而攪拌葉片5、5係置於偏離容器1中心。攪拌葉片3、3之直徑與攪拌葉片5、5的不一樣。較小的攪拌葉片對較大的攪拌葉片之比率介於0.1至0.9之間。在第1圖中，具有較大的葉片直徑之攪拌葉片3、3係置於容器1之中心，具有較小的葉片直徑之攪拌葉片5、5係置於容器1之周圍。使用此一具有不同葉片直徑之攪拌葉片之容器，可以有效地製造用以製造分散液之陶瓷物。在第1圖中，如上述，具有較大直徑之攪拌葉片係置於容器中心，具有另一個直徑之攪拌葉片係置於該容器之周圍。或者，鈦化合物與鹼化合物之反應可以用如第2圖所顯示之裝置進行，其中較大的攪拌葉片6及較小的葉片7二者都可以設置於容器1之兩側周圍部分。同樣地，鈦化合物與鹼化合物之反應可以用置於容器中之含三種或多種攪拌葉片之裝置(未顯示)進行。在本裝置中，舉例來說，一種攪拌葉片可以置於容器中心而其他種類之攪拌葉片可以置於該容器之周圍部分。再者，可以在容器中設置擋板。使用擋板，陶瓷物可以更有效地製造。

當氧化鈦係用作本發明之陶瓷物時，必要之時，固態酸例如氧化鎢、氧化鈮、氧化鐵及氧化鎳；固態鹼例如氧化鋁、氧化鈾及氧化鋅；及/或化合物例如氧化鈹及氧化鈾可以添加至該氧化鈦使用。

在本文中，曾經說明過以氧化鈦陶瓷物為分散膠體之示範分散液。在本發明中，氧化鈦以外之物亦可以當作分散膠體。該當作分散膠體之陶瓷物之實施例包括氧化鈮



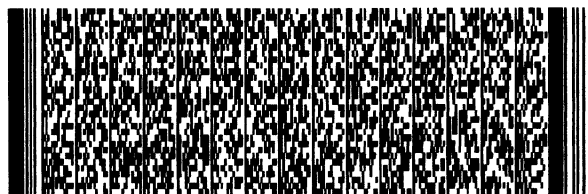
五、發明說明 (10)

(Nb_2O_5)、氧化鎢(WO_3)、氧化鋅(ZnO)、硫化鋅(ZnS)及氧化錫(SnO_2)。

三氧化鎢(WO_3)可以藉由鍛燒鎢化合物例如偏鎢酸銨之方法獲得。該鍛燒可以在該鎢化合物可以轉化成三氧化鎢之條件下進行。舉例來說，該鍛燒可以在 250°C 至 600°C 溫度在空氣中進行。氧化鈮(Nb_2O_5)可以藉由鍛燒鈮化合物例如草酸氫鈮之方法獲得，或藉著將例如五乙醇鈮及五異丙醇鈮之鈮烷氧化物溶於醇中，並且以含無機酸及醇之酸性溶液加入該溶液中，混合該產生之混合物且濃縮以獲得黏稠溶液，然後鍛燒該溶液之方法獲得。

在本發明之陶瓷分散液中，使用一種分散該陶瓷物之分散介質(ii)。該分散介質之實施例包括不同種類之介質，舉例來說，一種水性介質；一種醇類介質例如乙醇、甲醇、2-丙醇及丁醇；一種酮衍生之介質例如丙酮及2-丁酮。較佳者該使用之分散介質係一種會溶解上述之陶瓷分散液中包括之化合物(iii)之分散介質，且端視該化合物(iii)而加以適當地選擇。當化合物(iii)係草酸之金屬鹽時，水性介質可以用作分散介質因為該金屬鹽當中有許多係水溶性。關於該水性介質，可以使用水，例如離子交換水及過氧化氫水溶液。較佳者，使用離子交換水。即使金屬鹽係稍溶於水，該鹽可以藉著與草酸一起使用而溶於水中。

本發明之陶瓷分散液可以形成一種利用可見光照射會顯示高度親水性之應用薄膜。該應用薄膜可以藉由光線之



五、發明說明 (11)

照射而回復親水性並能持續地顯示親水性，即使是該整個應用薄膜表面都受到親油性材料所污染亦同。該分散液可能包括會改良該應用薄膜之親水性之材料。此等材料之實施例包括二氧化矽(SiO_2)溶膠等。

本發明之陶瓷分散液宜具有X指數大約0.175或更小，更佳者大約0.16或更小，更佳者大約0.14或更小，X指數係藉由方程式(I)計算：

$$X = T_2 / T_1 \quad (I)$$

其中 T_1 代表該陶瓷分散液之穿透光譜中波長800奈米處之穿透率， T_2 代表穿透光譜中波長400奈米處之穿透率。當具有X指數大約0.175或更小之陶瓷分散液可以形成利用可見光照射會顯示親水性之應用薄膜。 T_1 及 T_2 可以利用紫外線及可見光光譜儀分別測量陶瓷分散液溶液之穿透光譜中400奈米及800奈米處之穿透率而獲得，該溶液經製備俾使該溶液之固體含量係介於0.1重量%至10重量%之間，較佳者大約0.2重量%。

X指數反映出陶瓷分散液之穿透性。小的X指數表示400奈米處之小的穿透率及/或800奈米處之大的穿透率。陶瓷分散液在某波長處之穿透率可能隨著該欲測量之液體中陶瓷物之用量而定。然而，即使陶瓷物之含量改變了，一波長處之穿透率對另一波長處之穿透率之比率不會改變。因此，倘若該分散液具有形成其薄膜之陶瓷物含量，舉例來說，該分散液之固體含量係介於0.1重量%至10重量%之間，那麼陶瓷分散液之X指數在任何陶瓷物含量之下幾



五、發明說明 (12)

乎總是相同值。

同樣地，本發明中陶瓷分散液宜具有Y指數大約0.4或更小，更佳者大約0.3或更小，最佳者大約0.2或更小，Y指數係藉由方程式(II)計算：

$$Y = A / B \quad (II)$$

其中A代表沿著氧化鈦穿透光譜400奈米至420奈米波長範圍內之穿透率積分值，而B代表沿著氧化鈦穿透光譜780奈米至800奈米波長範圍內之穿透率積分值，該穿透光譜係使用該經製備俾使其固體含量介於0.1重量%至10重量%，較佳者大約0.2重量%之該陶瓷分散液溶液而測量。一種具有Y指數大約0.4或更大之陶瓷分散液可以形成一種利用可見光照射會顯示優異親水性之應用薄膜。A及B每個穿透率之積分值對應至上面指定之各別波長範圍內，該陶瓷分散液之穿透光譜下方之積分面積，該光譜將穿透率標繪於縱座標，波長於橫座標。

再者，本發明之陶瓷分散液在上述該陶瓷分散液穿透光譜之一次微分光譜中，較佳者於400奈米或更大波長處，更佳者於450奈米或更大波長處，最佳者於480奈米或更大波長處具有最大強度。該最大強度較佳者係於該一次微分光譜之760奈米或更小波長處，更佳者於720奈米或更小波長處，最佳者於670奈米波長處。後文中，上述該陶瓷分散液之穿透光譜之一次微分光譜稱為「一次微分穿透光譜」。一次微分穿透光譜在上述範圍中某波長處具有最大強度之陶瓷分散液可以形成一種利用可見光照射會顯示

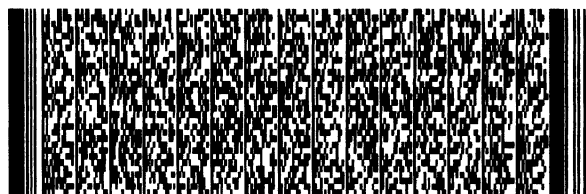
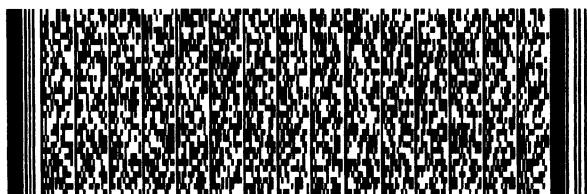


五、發明說明 (14)

理可於以包含1克之陶瓷物為基準，超音速輸出係1 Wh或更大(較佳者10 Wh或更大)及10 kWh或更小(較佳者3 kWh或更小)之條件下進行。使用溼式研磨方法時，分散處理可以用氧化鋯及氧化鋁等材料製成之分散介質、珠或球來進行。該分散介質之外徑不大於0.65毫米，較佳者不大於0.5毫米，最佳者不大於0.3毫米。較佳者分散處理係於陶瓷物中主成分之結晶構造本質上沒改變之條件下進行，也就是說，在該條件下該陶瓷物之主成分沒有相變化且維持該陶瓷物主成分之結晶構造，其中該結晶構造係以X射線繞射測量獲得。舉例來說，較佳者分散處理係於低於90℃之溫度下進行。以維持該陶瓷物之結晶構造來看，較佳者分散處理係於低溫下進行，舉例來說，在80℃或更低之溫度下，更佳者在75℃或更低之溫度下。另一方面，當分散處理之溫度極低時，該產生之陶瓷分散液之安定性可能會降低。因此，較佳者該溫度係10℃或更高，更佳者係20℃或更高。

分散處理之周期宜視該分散處理及/或用於該處理之裝置之溫度而定。該周期不可少於1分鐘，較佳者不少於1小時，且不可以多於50小時，較佳者不多於24小時。分散處理可以兩或多步驟進行。

如果必要的話，分散處理之後該產生之混合物可以藉由離心分離進行大顆粒移除作業，或藉由稀釋進行陶瓷含量之調整作業。當該化合物(iii)係以多於對應至所欲含量之用量使用時，較佳者可進行由該混合物移除一部分化



五、發明說明 (15)

合物(iii)之作業以調整其中陶瓷物之含量至預定含量。該化合物(iii)之移除作業可以藉由光線照射、藉由加熱、藉由添加氧化劑或還原劑、藉由離子交換膜之處理、藉由臭氣處理、藉由水熱處理等進行。再者，如果必要的話，分散處理之後該獲得之混合物可藉由添加酸或鹼而進行pH值之調整作業。用於本文之該酸之實施例包括氫氯酸、硝酸、磷酸、硫酸等。用於本文之該鹼之實施例包括氨、尿素、胼、氫氧化鋰、氫氧化鈉、氫氧化鉀、氫氧化鉍、氫氧化銨等。該酸及鹼可於分散處理時添加。

分散液中該陶瓷物之含量宜視該分散液所應用之標的材料之種類及/或由該分散液製成之應用薄膜所欲之厚度而定。以該分散液為基準，該陶瓷物之含量不可少於大約0.1重量%，較佳者不少於大約1重量%，且不可多於大約30重量%，較佳者不多於大約10重量%。

由此獲得之陶瓷分散液可以應用並於材料(例如玻璃、塑膠、金屬及陶器)上乾燥以獲得該材料上之陶瓷應用薄膜。

本發明之陶瓷分散液宜儲存於不曝露於可見光之條件下。舉例來說，該分散液宜儲存於暗室中，或儲存於遮光容器中，透過該遮光容器穿透之紫外線及可見光不多於10%。當本發明之陶瓷分散液係儲存於透明玻璃容器中時，該玻璃容係置於一房間之照明設備下一段長時間，使用該產生之分散液可能難以形成平坦且平滑的應用薄膜。

本發明之陶瓷分散液可以用作親水性塗覆劑。



五、發明說明 (17)

於該材料表面上形成應用薄膜，且使光線照射至該應用薄膜之方法。該光線之照射可以使用水銀蒸氣燈、冷陰極放電管（例如螢光燈及不可見光）、鹵素燈、鈉燈、發光二極體、EL燈、氣體燈等。或者，該光線之照射可以藉著將該應用薄膜於白天時間置於開放空間。

包括本發明之陶瓷分散液之親水性塗覆劑形成一種應用薄膜，復形成一種包括該應用薄膜之光催化官能性產物。該光催化官能性產物可能含有表面上具親水性之應用薄膜。

本發明之應用薄膜（其可能係於光催化官能性產物上）用可見光照射會顯示親水性。具體而言，該應用薄膜可能具有諸多性質，例如，當含油酸之丙酮溶液係應用且於該應用薄膜上乾燥，然後該膜係使用於大約 25°C 之溫度於空氣中使用已濾除不大於430奈米波長光線之500瓦氙氣燈以可見光照射24小時後，該薄膜具有不大於 45° 之水接觸角，較佳者不大於 35° ，更佳者不大於 10° 。水接觸角係當水係置於薄膜上時，由於接觸線處該水之表面及該薄膜之表面之間之角度測量得到之接觸角。如果上述評估方法中該應用薄膜之水接觸角超過 45° ，在一般居家環境中利用照明設備照射時，該光催化官能性產物可能難以顯示出足夠之抗霧效果或自淨效果。

本發明之光催化官能性產物之表面上可能含有一種厚度從0.02微米至1微米，較佳者厚度從0.1微米至1微米之應用薄膜（其包括本發明之陶瓷分散液）。當該應用薄膜係



五、發明說明 (18)

使用照明設備(其通常在房內使用)等以光線照射而活化，該應用薄膜將顯示親水性，防止弄髒。當該應用薄膜係置於窗戶玻璃、鏡子、盥洗臺等上時，亦可由該應用薄膜提供抗霧效果。

光催化官能性產物可以藉由，舉例來說，將本發明陶瓷分散液應用於窗戶玻璃、鏡子、盥洗臺上，接著乾燥之方法而獲得。該陶瓷分散液之應用可以藉由旋塗、蘸塗、刮刀塗覆、噴塗、刷塗等而進行。該陶瓷分散液之乾燥可以藉由乾燥器，或藉由空氣乾燥而進行，該空氣乾燥使用分散介質係高揮發性溶劑之陶瓷分散液。該乾燥溫度宜視欲使用之陶瓷分散液而予以選擇，可能介於室溫(大約 20℃)至大約 200℃ 之溫度範圍內。

使用本發明之陶瓷分散液或親水性塗覆劑時，可賦予材料例如玻璃、塑膠、金屬及陶器之表面以親水性。再者，根據製造本發明陶瓷分散液之方法，該具有親水性之陶瓷分散液可以輕易地製造。再者，因為由本發明獲得之光催化官能性產物不易被污染或霧化，因此該產物不需經常清洗。

由上述本發明之討論，同樣的道理顯然在許多方面都可加以變化。此等變化係視為本發明之精神及範圍之內，並企圖將所有對於熟於此藝之士係顯而易見之此等修飾皆都納入以下申請專利範圍之範圍內。

如 2001 年，7 月 19 日提出申請之日本專利編號

2001-219492、2001 年，7 月 19 日提出申請之日本專利編號



五、發明說明 (19)

2001-219493、2001年11月15日提出申請之日本專利編號2001-349770及2001年，12月25日提出申請之日本專利編號2001-391186全文所揭示的，所有指出之說明書、申請專利範圍、圖式及總結之全部內容併入本文作為參考。

[實施例]

本發明係藉由以下之實施例更詳細地說明，並非欲令其於任何方面限制本發明之範疇。

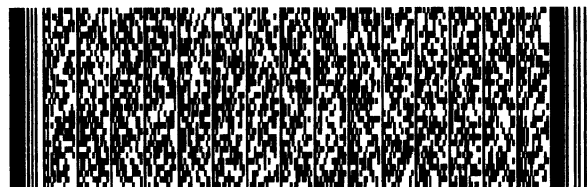
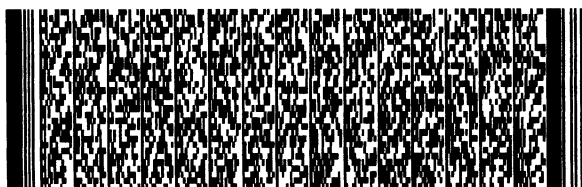
分散液之穿透率、沿分散液穿透光譜之積分值、該分散液之一次微分穿透光譜中分散液具有最大強度處之波長、氧化鈦之晶體構造、氧化鈦之X射線光電子光譜(XPS)及氧化鈦之吸收積分值係由以下各方法獲得。應用薄膜之親水性評估亦藉由以下方法進行。

穿透率(%)及沿穿透光譜之積分值：

樣品分散液之穿透光譜係使用該具有固體含量0.2重量%之分散溶液及硫酸鋇溶液(當作標準白板)，其中各溶液係置於一石英盒(1公分長、1公分寬及4.5公分高)中，利用具積分球之紫外線及可見光光譜儀(商品名：UV-2500PC，由Shimadzu公司製造)獲得。使用該穿透光譜，獲得800奈米處之穿透率 T_1 (%)及400奈米處之穿透率 T_2 (%)。同樣地，各別沿著該穿透光譜，獲得穿透率之積分值A(從400奈米至420奈米之波長範圍內)及穿透率之積分值B(從780奈米至800奈米之波長範圍內)。

一次微分穿透光譜中有最大強度之波長(奈米)：

使用紫外線及可見光光譜儀(商品名：UV-2500PC，由



五、發明說明 (20)

Shimadzu公司製造)中設置之軟體，樣品分散液之一次微分穿透光譜係藉由將上述所得之穿透光譜對介於400奈米至760奈米範圍內之波長 λ ，在 $\Delta\lambda=40$ 奈米之條件下進行微分而獲得。使用該軟體，獲得一次微分穿透光譜中該分散液具有最大強度處之波長。

平均粒徑(奈米)：

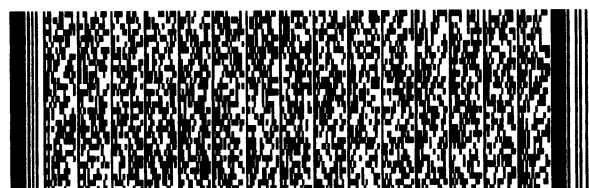
使用次微米粒徑分布測量設備(商品名「N4Plus」，由Coulter公司製造)，測量一樣品之粒度分布。由該分布，獲得50重量%累進直徑(accumulated diameter)，其係用作該樣品之平均粒徑。

結晶構造：

使用X射線繞射設備(商品名「RAD-IIA」，由Rigaku公司製造)，獲得一樣品之X射線繞射光譜。使用該X射線繞射光譜，獲得該樣品主要成分之結晶構造。

XPS光譜：

使用X射線光電子光譜儀(商品名：XPS-7000，由RIGAKU公司製造)及 $MgK\alpha$ 之X射線光源在輸出為8千伏及30毫安培之條件下，掃描模式係窄幅掃描(narrow scan)，操作E係10電子伏特，每階E係0.04電子伏特，真空度係 5×10^{-6} 帕，測量溫度係室溫，Ti2p峰修正係於 $C1s=284.6$ 電子伏特時進行，並且該樣品用碳帶支撐，獲得4次(與XPS光譜一起，顯示為氧或碳之電子態)顯示鈦之電子態之樣品XPS光譜。具體而言，樣品之XPS光譜顯示鈦之電子態經測量兩次(第一及第二次測量)，每次測量60秒；然後一



五、發明說明 (21)

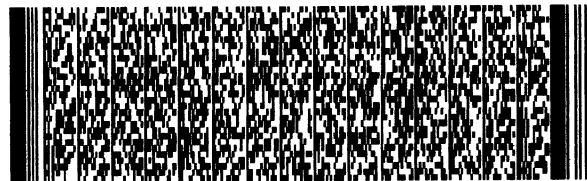
XPS光譜顯示氧之電子態經測量兩次，每次測量56秒；然後一XPS光譜顯示碳之電子態經測量兩次，每次測量80秒；然後再一XPS光譜顯示鈦之電子態經測量兩次(第三及第四次測量)，每次測量60秒。計算第一及第二次XPS光譜中之峰半寬平均值C及第三及第四次X射線光電子光譜中之峰半寬平均值D。

吸收率之積分值：

一樣品分散液經乾燥以獲得乾燥粉末。該乾燥粉末之紫外線可見光擴散反射光譜係使用硫酸鋇當作標準白板利用含一積分球之紫外線及可見光光譜儀(商品名：UV-2500PC，由Shimadzu公司製造)獲得。各別沿著紫外線可見光擴散反射光譜，獲得吸收率之積分值E(從220奈米至550奈米之波長範圍內)及吸收率之積分值F(從400奈米至550奈米之波長範圍內)。

親水性評估：

0.05重量%之油酸之丙酮溶液係應用於樣品上。該樣品用旋塗機(商品名：1H-D3，由MIKASA製造)以3000轉/分之速率旋轉5秒，接著7000轉/分轉60秒俾由樣品表面移除過量之油酸之丙酮溶液。該產生之樣品係於110°C下乾燥以獲得樣品。(在實施例5及比較例2中，將0.2重量%之油酸之丙酮溶液進一步應用於該乾燥之樣品上，過量之油酸之丙酮溶液亦以使用上述該旋塗機相同之方法移除，然後，該樣品係再一次於110°C下乾燥以獲得樣品。)接著，對該樣品進行可見光照射。在該光線照射之前及之後，該

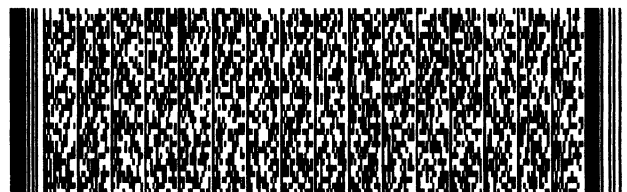


五、發明說明 (22)

水及該樣品表面之間之水接觸角用水接觸角度量計(型號: CA-A型, 由 KYOWA INTERFACE SCIENCE 有限公司製造)測量。使用該水接觸角, 評估該樣品之親水性。較小之水接觸角代表該樣品之較高親水性。要注意光線之照射係於 25℃ 下用第 3 圖中顯示之裝置進行。在第 3 圖中, 該光線照射係使用裝備 500 瓦氙氣燈 9 (商品名: Lamp UXL-500SX, 由 UHSIO 公司製造), 濾除波長大約 400 奈米或更短紫外光之紫外線濾除器 11 (商品名: L-42, 由 Asahi Techno Glass 有限公司製造) 以及濾除波長大約 830 奈米或更長紅外線之紅外線濾除器 12 (商品名: SupercoldFilter, 由 USHIO 公司製造) 之光源裝置 10 (商品名: Optical Modulex SX-UT500XQ, 由 USHIO 公司製造) 實行。樣品 8 及光源裝置之附屬鏡子 13 之間之空間係設定於 10 公分。

實施例 1

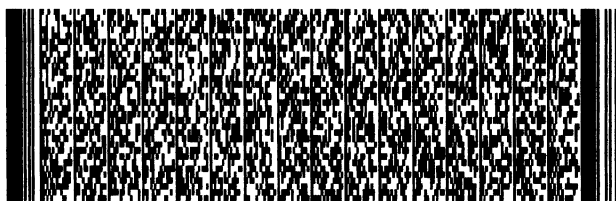
硫酸氧鈦 (3388 克) (由 Tayca 公司製造) 係溶於水 (2258 克) 中。將 35 重量 % 之過氧化氫水溶液 (1309 克) (由 Kishida Chemical 有限公司製造) 加至該產生之溶液以製造混合溶液。離子交換水 (4700 克) 係供入裝配 pH 電極及與該 pH 電極相連接之 pH 控制器之反應容器中, 該 pH 控制器具有供應 25 重量 % 之氨水溶液 (超純試藥, 由 Wako Pure Chemical Industries 製造) 之功能用以均勻地調整 pH 值。該控制器之 pH 值係設定於 4, 而該反應容器中該離子交換水之 pH 值則使用稀硫酸調整至設定值 4。供應氨水溶液之速率係設定於 17.9 毫升/分。該 pH 控制器運作俾使當該容器內之液



五、發明說明 (23)

體 pH 值變得低於設定之 pH 值時，該氨水溶液係以上述速率持續供應直到該液體之 pH 值達到設定值為止。以上製造之混合溶液係以 14.9 毫升/分之速率供入該反應容器中，在 117 轉/分之下攪拌，同時與由 pH 控制器供入該反應容器之氨水溶液反應，於該混合物中獲得反應產物。該反應溫度係介於 23°C 至 35°C 之範圍內。該混合物於攪拌下維持 1 小時。然後，將 25 重量%之氨水溶液(超純試藥，由 Wako Pure Chemical Industries 製造)供入該混合物而獲得一種泥漿。該氨水溶液供入該反應容器之總量係 3746 克，係將硫酸氧鈦轉化成氫氧化鈦所需量之兩倍之多。然後過濾該泥漿，俾由其中獲得該反應產物。該反應產物係利用離子交換水清洗，且乾燥以獲得一種粉末。該粉末係於空氣中於 370°C 下鍛燒 1 小時，接著冷卻至室溫，獲得含 15 重量%之溼氣含量之粒狀銳鈦礦型氧化鈦。

草酸二水合物($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$)(1.58 克)(二氧化硫自動分析機用之試藥，由 Wako Pure Chemical Industries 製造)係溶於水(88.42 克)中。在該產生之草酸水溶液中添加上述之粒狀銳鈦礦型氧化鈦(10 克)並相互混合。草酸氧鈦銨該草酸二水合物之用量以該氧化鈦為基準，係 0.1 倍莫耳。該產生之混合物係於 20°C 之溫度下使用含由氧化鋯製成之外徑 0.3 毫米之珠粒當作介質之介質攪拌型研磨器(商品名：4TSG-1/8，由 Igarashi Machine 公司製造)進行分散處理 3 小時，獲得氧化鈦分散液。該分散液包含平均粒徑 82.5 奈米之固體，並含有 10 重量%之固體含量。該固體



五、發明說明 (24)

係氧化鈦，而其結晶構造係銳鈦礦型。

於一部分該獲得之氧化鈦分散液中添加水以製備一種具有固體含量0.2重量%之分散液。使用該製備之分散液，測量該氧化鈦分散液之穿透光譜。該穿透光譜係顯示於第4圖中。穿透率 T_1 及 T_2 、積分值A及B、該穿透光譜之X指數($=T_2/T_1$)及Y指數($=A/B$)係顯示於第1表中。對該穿透光譜微分獲得該氧化鈦分散液之一次微分穿透光譜。該一次微分穿透光譜係顯示於第5圖中。該一次微分穿透光譜具有最大強度處之波長係顯示於第1表中。

以一部分該獲得之氧化鈦分散液在空氣中以 150°C 之溫度乾燥而獲得其粉末。使用該粉末，獲得該氧化鈦分散液之XPS光譜。在該第一及第二XPS光譜中之峰半寬平均值C、在該第三及第四XPS光譜中之峰半寬平均值D、Z指數($=D/C$)、該第一及第二XPS光譜之積分光譜中之峰位置(亦即，由該峰所顯示之結合能)及該第三及第四XPS光譜之積分光譜中之峰位置係顯示於第2表中。同樣地，使用上述獲得之氧化鈦分散液，測量該分散液之紫外線可見光擴散反射光譜。沿著紫外線可見光擴散反射光譜之吸收率之積分值E及F及W指數($=F/E$)係顯示於第2表中。

於一部分該獲得之氧化鈦分散液中添加水以獲得一種具有固體含量2重量%之分散液。該分散液係應用於長76毫米、寬26毫米及厚1毫米之載玻片上。該載玻片用旋塗機(商品名：1H-D3，由MIKASA製造)以300轉/分旋轉5秒，接著以500轉/分旋轉30秒，以移除過量之分散液。然後，在



五、發明說明 (25)

110°C 下乾燥該載玻片。上述該分散液在該載玻片上應用並乾燥之操作係重覆兩次，俾於該載玻片其中之一整面上形成該氧化鈦分散液之應用薄膜。然後，等該載玻片用不可見光照射之後，在陰暗處儲藏該載玻片。

為達親水性評估，油酸之丙酮溶液係應用於該載玻片(如上述)上以獲得該應用薄膜之樣品。照射之前及經過12-及24-小時照射之後，評估該應用薄膜之親水性。結果顯示於第3表及第6圖中。

實施例 2

以實施例1中相同之方法獲得氧化鈦分散液，但使用溶於水之草酸銨水溶液(90克)(其中一水合草酸銨(3.56克) $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ (超純試藥，由Wako Pure Chemical Industries製造)，代替使用草酸水溶液。草酸氧鈦銨使用之該一水合草酸銨之用量以該氧化鈦之用量為基準係0.2倍莫耳。該分散液包含一種平均粒徑係172.3奈米之固體，並具有10重量%之固體含量。該固體係結晶構造為銳鈦礦型之氧化鈦。

於一部分該獲得之氧化鈦分散液中添加水以製備一種具有固體含量0.2重量%之分散液。使用此製備之分散液，測量該氧化鈦分散液之穿透光譜。該穿透光譜顯示於第7圖中。穿透率 T_1 及 T_2 ，積分值A及B，該穿透光譜之X指數及Y指數係顯示於第1表中。對該穿透光譜微分獲得該氧化鈦分散液之一次微分穿透光譜。該一次微分穿透光譜係顯示於第8圖中。該一次微分穿透光譜具有最大強度處之波長



五、發明說明 (26)

係顯示於第1表中。

以一部分該獲得之氧化鈦分散液在空氣中以150°C之溫度乾燥而獲得其粉末。使用該粉末，獲得該氧化鈦分散液之XPS光譜。峰半寬平均值C、峰半寬平均值D、Z指數、該第一及第二XPS光譜之積分光譜中之峰位置及該第三及第四XPS光譜之積分光譜中之峰位置係顯示於第2表中。同樣地，使用上述獲得之氧化鈦分散液粉末，測量該分散液之紫外線可見光擴散反射光譜。吸收率之積分值E及F及W指數係顯示於第2表中。

以實施例1中相同之方法在一載玻片其中之一整面上形成應用薄膜，但使用上述氧化鈦分散液，代替使用實施例1中獲得之分散液。

評估該應用薄膜之親水性。結果顯示於第3表及第6圖中。

實施例3

硫酸氧鈦(3388克)(由Tayca公司製造)係溶於水(2258克)中以製備硫酸氧鈦水溶液。以離子交換水(4700克)供入裝配pH電極及與該pH電極相連接之pH控制器之反應容器中，該pH控制器具有供應25重量%之氨水溶液(超純試藥，由Wako Pure Chemical Industries製造)之功能用以均勻地調整酸鹼度。該控制器之pH值係設定於4，而該反應容器中該離子交換水之pH值則使用稀硫酸調整至該設定值4。供應氨水溶液之速率係設定於18毫升/分。該pH控制器運作俾使當該容器內之液體pH值變得低於設定之pH值

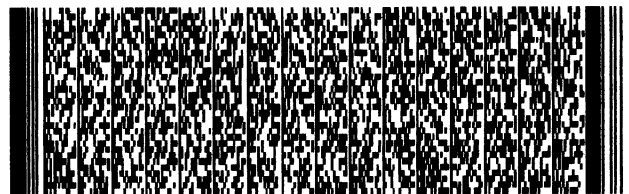


五、發明說明 (27)

時，該氨水溶液係以上述速率持續供應直到該液體之pH值達到設定值為止。以上製造之混合溶液係以12毫升/分之速率供入該反應容器中，在107轉/分之下攪拌，同時與由pH度控制器供入該反應容器之氨水溶液反應，於該產生之混合物中獲得反應產物。該混合物於攪拌下維持1小時。然後，將25重量%之氨水溶液(超純試藥，由Wako Pure Chemical Industries製造)供入該混合物而獲得一種泥漿。該氨水溶液供入該反應容器之總量係3746克，係將硫酸氧鈦轉化成氫氧化鈦所需量之兩倍之多。然後過濾該泥漿，俾由其中獲得該反應產物。該反應產物係利用離子交換水清洗，且乾燥以獲得一種粉末。該粉末係於空氣中於425°C下鍛燒1小時，接著冷卻至室溫，獲得含15重量%之溼氣含量之粒狀銳鈦礦型氧化鈦。

五水合對錳酸銨 $[(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41} \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ (111.11克)(由Wako Pure Chemical Industries製造)係溶於離子交換水(3089克)中製備對錳酸銨水溶液。在該對錳酸銨水溶液中添加上述之粒狀銳鈦礦型氧化鈦(800克)，該產生之混合物係於平常溫度在大氣壓力下攪拌20分鐘。接著，在55°C至60°C於減壓之下攪拌時，水份由該混合物蒸發。然後，經乾燥之混合物係於空氣中在425°C之溫度下鍛燒1小時以獲得載於氧化鈦上之氧化錳。該氧化鈦在該氧化鈦中/上之用量以該氧化鈦為基準，係5莫耳%之錳。

氧化鈦(承載該氧化錳)分散液係以實施例1相同之方法獲得，但使用上述載於氧化鈦(10克)上之氧化錳，代替



五、發明說明 (28)

使用實施例1中獲得之該粒狀銳鈦礦型氧化鈦。在此使用之二水合草酸之用量以氧化鈦之用量為基準，係0.1倍莫耳。該分散液包含平均粒徑係93.1奈米之固體，且具有10重量%之固體含量。該固體係結晶構造係銳鈦礦型之氧化鈦。

於一部分該獲得之氧化鈦分散液中添加水以製備一種具有固體含量0.2重量%之分散液。使用該製備之分散液，測量該氧化鈦分散液之穿透光譜。該穿透光譜係顯示於第9圖中。穿透率 T_1 及 T_2 ，積分值A及B，該穿透光譜之X指數及Y指數係顯示於第1表中。對該穿透光譜微分獲得該氧化鈦分散液之一次微分穿透光譜。該一次微分穿透光譜係顯示於第10圖中。該一次微分穿透光譜具有最大強度處之波長係顯示於第1表中。

以一部分該獲得之氧化鈦(承載該氧化鎢)分散液在空氣中以150°C之溫度乾燥而獲得其粉末。使用該粉末，獲得該氧化鈦分散液之XPS光譜。該半寬平均值C及D、Z指數及第一及第二XPS光譜之峰位置及該第三及第四XPS光譜之峰位置係顯示於第2表中。同樣地，使用上述獲得之氧化鈦分散液，測量該分散液之紫外線可見光擴散反射光譜。吸收率之積分值E及F及W指數係顯示於第2表中。

如實施例1之相同方法在載玻片之其中之一整面上形成應用薄膜，但使用上述之氧化鈦(承載該氧化鎢)分散液，代替使用實施例1中獲得之分散液。

評估該應用薄膜之親水性。結果顯示於第3表中。



五、發明說明 (29)

比較例 1

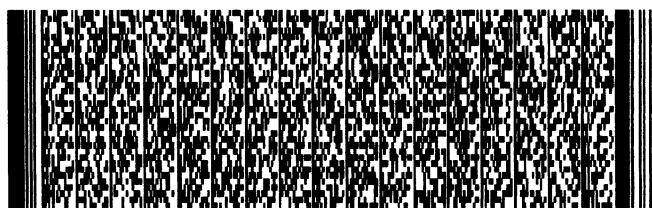
於市售由氧化鈦及水組成之光催化氧化鈦塗覆劑(商品名:TKC-302,固體含量:2.3重量%,該塗覆劑中該氧化鈦之平均粒徑:54奈米,由Tayca公司製造)中添加水俾使製備具有固體含量0.2重量%之分散液。使用該製備之分散液,測量該塗覆劑之穿透光譜。該穿透光譜係顯示於第11圖中。穿透率 T_1 及 T_2 ,積分值A及B,該穿透光譜之X指數及Y指數係顯示於第1表中。對該穿透光譜微分獲得該氧化鈦分散液之一次微分穿透光譜。該一次微分穿透光譜係顯示於第12圖中。該一次微分穿透光譜具有最大強度處之波長係顯示於第1表中。

如實施例1之相同方法在載玻片之其中之一整面上形成應用薄膜,但使用上述之市售氧化鈦光催化塗覆劑(商品名:TKC-302),代替使用實施例1中獲得之分散液。

評估該應用薄膜之親水性。結果顯示於第3表及第6圖中。

表 1

	實施例 1	實施例 2	實施例 3	比較例 1
穿透率 T_1 (%)	73.88	19.56	56.72	83.29
穿透率 T_2 (%)	5.48	1.58	1.59	15.25
X 指數 (T_2/T_1)	0.074	0.081	0.028	0.183
積分值 A	129.3	38.8	45.3	389.1
積分值 B	1455	373	1104	1654
Y 指數 ($=A/B$)	0.089	0.104	0.041	0.235
一次微分穿透光譜具有最大強度處之波長(奈米)	577	448	687	無



五、發明說明 (30)

表 2

	實施例 1	實施例 2	實施例 3
半寬之平均值 C(電子伏特)	1.51	1.44	1.61
半寬之平均值 D(電子伏特)	1.36	1.37	1.40
Z 指數(=D/C)	0.90	0.95	0.87
第一及第二 XPS 光譜之積分 光譜中之峰位置(電子伏特)	458.5	458.2	458.9
第三及第四 XPS 光譜之積分 光譜中之峰位置(電子伏特)	458.3	458.1	458.5
積分值 E	210.4	207.3	216.5
積分值 F	34.7	30.8	41.8
W 指數(=F/E)	0.165	0.149	0.193

表 3

	實施例 1	實施例 2	實施例 3	比較例 1
光線照射前之水接觸角(°)	66	106	64	90
光線照射 12 小時 後之水接觸角(°)	16	56	-	60
光線照射 24 小時 後之水接觸角(°)	不大於 5	32	24	62

實施例 4

以硫酸氧鈦(3388克)(由 Tayca 公司製造)溶於水(2258克)中。於該產生之溶液中添加 35 重量%之過氧化氫水溶液(1309克)(由 Kishida Chemical 有限公司製造)以製備其混合溶液。於裝有離子交換水(4700克)之容器中分別以 14.9



五、發明說明 (31)

毫升/分之速率及17.9毫升/分之速率添加該混合溶液及25重量%之氨水溶液(3746克)(超純試藥，由Wako Pure Chemical Industries製造)，同時於117轉/分之下攪拌，並相互反應。該反應係於23℃至35℃之溫度下進行以獲得一種泥漿。在此該氨水溶液之用量係將硫酸氧鈦轉化成氫氧化鈦所需量之兩倍之多。然後過濾該泥漿，俾由其中獲得該反應產物。該反應產物係利用離子交換水清洗，且乾燥以獲得一種粉末。該粉末係於空氣中於370℃下鍛燒1小時，接著冷卻至室溫，獲得含15重量%之溼氣含量之粒狀銳鈦礦型氧化鈦。

將草酸氧鈦銨(3.68克) $[(\text{NH}_4)_2[\text{TiO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]]$ (由Sigma-Aldrich公司製造)溶於離子交換水(86.32克)中。於該產生之溶液中添加上述之粒狀銳鈦礦型氧化鈦(10克)並相互混合而獲得一混合物。在此使用之草酸氧鈦銨以100重量份之該氧化鈦為基準，係43重量份。該獲得之混合物係經如實施例1之相同方法之分散處理，獲得一種氧化鈦分散液。經製備具有0.2重量%之固體含量之後，測量該分散液之穿透光譜。

使用該氧化鈦分散液，以實施例1中之相同方法在一載玻片上形成其應用薄膜。

實施例 5

以硫酸氧鈦(3388克)(由Tayca公司製造)溶於水(2258克)中。於該產生之溶液中添加35重量%過氧化氫水溶液(1309克)(由Kishida Chemical公司製造)以製備混合溶



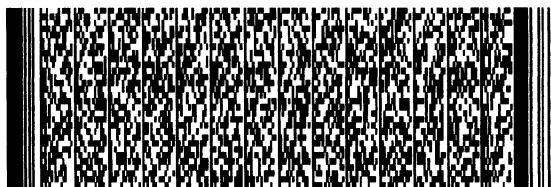
五、發明說明 (32)

液。以該產生之混合溶液與氨反應。該反應係使用第13圖中顯示之反應器進行。

該反應器包括

- 具有內徑33公分及高度33公分之圓柱型容器14；
- 具有六片3公分長、15公分寬之葉片且葉片直徑30公分之攪拌葉片16(設置於容器14內)，以馬達15驅動攪拌葉片16；
- 具有六片1公分長、5公分之葉片寬且葉片直徑10公分之攪拌葉片18(設置於容器14內)，以馬達17驅動攪拌葉片18；
- pH電極19(設置於容器14內)；
- 具有供應25重量%之氨水溶液(超純試藥，由Wako Pure Chemical Industries製造)以均勻地調整容器14內溶液之pH功能之pH控制器20(連接至pH電極19)
- 溫度計21(設置於容器14內)；以及
- 將上述混合溶液供入容器14之餵料器22。

在容器14中供入離子交換水(4700克)。控制器20之pH值係設定於4，而容器14中該離子交換水之pH值用稀硫酸調整至該設定值4。將以上製備之混合溶液用餵料器22以50毫升/分之速率供至容器14中，攪拌葉片16以50轉/分攪拌，而攪拌葉片18以500轉/分，同時與自pH控制器20供入容器14之氨水溶液反應，於該混合物中獲得反應產物。該反應溫度介於23℃至58℃。要注意pH控制器20運作俾使當該容器內之液體pH值變得低於設定之pH值時，該氨水溶液



五、發明說明 (33)

係以 50 毫升 / 分之速率持續供應直到該液體之 pH 值達到設定值為止。

該混合溶液於攪拌下維持 1 小時。然後，將 25 重量 % 之氨水溶液 (超純試藥，由 Wako Pure Chemical Industries 製造) 供入該混合物而獲得一種泥漿。該氨水溶液供入該反應容器 14 之總量係 3746 克，係將硫酸氧鈦轉化成氫氧化鈦所需量之兩倍之多。然後過濾該泥漿，俾由其中獲得該反應產物。該反應產物係利用離子交換水清洗，且乾燥以獲得一種粉末。該粉末係於空氣中於 370°C 下鍛燒 1 小時，接著冷卻至室溫，獲得含 15 重量 % 之溼氣含量之粒狀銳鈦礦型氧化鈦。

一水合草酸氧鈦銨 (3.68 克) $[(\text{NH}_4)_2[\text{TiO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}]$ (由 Sigma-Aldrich 公司製造) 係溶於水 (76.32 克) 中。在該產生之草酸氧鈦銨水溶液中，添加上述之粒狀銳鈦礦型氧化鈦 (20 克) 並相互混合。在此使用之該草酸氧鈦銨之用量以 100 重量份之該氧化鈦為基準，係 17 重量份。該產生之混合物係於 20°C 之溫度下使用含由氧化鋁製成之外徑 0.3 毫米之珠粒當作介質之介質攪拌型研磨器 (商品名：4TSG-1/8，由 Igarashi Machine 公司製造) 進行分散處理 9 小時，獲得氧化鈦分散液。該分散液包含平均粒徑 75.3 奈米之固體，並包含 10 重量 % 之固體含量。該固體係氧化鈦，而其結晶構造係銳鈦礦型。

於一部分該獲得之氧化鈦分散液中添加水以製備一種具有固體含量 0.2 重量 % 之分散液。使用該製備之分散液，



五、發明說明 (34)

測量該氧化鈦分散液之透光光譜。該透光光譜係顯示於第14圖中。穿透率 T_1 及 T_2 ，積分值A及B，該透光光譜之X指數及Y指數係顯示於第4表中。對該透光光譜微分獲得該氧化鈦分散液之一次微分透光光譜。該一次微分透光光譜係顯示於第15圖中。該一次微分透光光譜具有最大強度處之波長係顯示於第4表中。

於一部分該獲得之氧化鈦分散液中添加水以獲得一種具有固體含量2重量%之分散液。該分散液係應用於長40毫米、寬40毫米及厚1毫米之石英玻璃上。該石英玻璃用旋塗機(商品名：1H-D3，由MIKASA製造)以300轉/分旋轉5秒，接著以500轉/分旋轉30秒，以移除過量之分散液。然後，在110°C下乾燥該石英玻璃。上述該分散液在該石英玻璃上應用並乾燥之操作係重覆三次，俾於該石英玻璃其中之一整面上形成該氧化鈦分散液之應用薄膜。

評估該應用薄膜之親水性。結果顯示於第16圖中。

比較例 2

於市售由氧化鈦、硝酸及水組成之氧化鈦光催化塗覆劑(商品名：STS-01，固體含量：30重量%，該塗覆劑中該氧化鈦之平均粒徑：50奈米，由ISHIHARA SANGYO KAISHA有限公司製造)中添加水以製備一種具有固體含量0.2重量%之分散液。使用該製備之分散液，測量該塗覆劑之透光光譜。該透光光譜係顯示於第17圖中。穿透率 T_1 及 T_2 ，積分值A及B，該透光光譜之X指數及Y指數係顯示於第4表中。對該透光光譜微分獲得該氧化鈦分散液之一次微分穿



五、發明說明 (35)

透光譜。該一次微分穿透光譜係顯示於第18圖中。該一次微分穿透光譜具有最大強度處之波長係顯示於第4表中。

以實施例5之相同方法在載玻片其中之一整面上形成應用薄膜，但使用該上述市售之氧化鈦光催化塗覆劑(商品名：STS-01)，代替使用實施例5獲得之分散液。

評估該應用薄膜之親水性。結果顯示於第16圖中。

表 4

	實施例 5	比較實施例 2
穿透率 T_1 (%)	82.57	91.08
穿透率 T_2 (%)	10.09	19.12
X 指數 (T_2/T_1)	0.122	0.210
積分值 A	234.4	444.5
積分值 B	1637	1818
Y 指數 ($=A/B$)	0.143	0.244
一次微分穿透光譜具有最大強度處之波長(奈米)	498	441



圖式簡單說明

[圖示之簡單說明]

第1圖顯示一個反應器之示意圖，該反應器藉由鈦化合物及例如氨之鹼反應而獲得本發明中用作陶瓷物之氧化鈦。

第2圖顯示另一個反應器之示意圖，該反應器藉由鈦化合物及例如氨之鹼反應而獲得本發明中用作陶瓷物之氧化鈦。

第3圖顯示一種裝置及一種光源配備其中之一個實施例，該裝置及光源配備係用於一種由包括本發明之陶瓷分散液之親水性塗覆劑製成之應用薄膜之親水性評估（見於以下之實施例）。

第4、7、9及14圖顯示本發明之陶瓷分散液之穿透光譜。

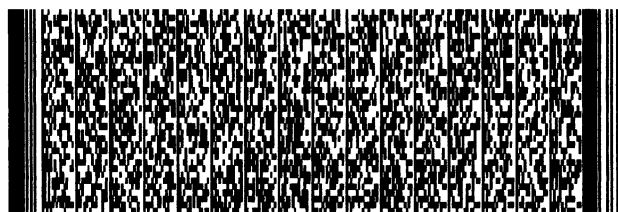
第5、8、10及15圖顯示本發明之氧化鈦分散液之穿透率一次微分光譜。

第6及16圖顯示該應用薄膜之親水性，該應用薄膜係由本發明之氧化鈦分散液及市面上販售之氧化鈦光催化塗覆劑製成之該應用薄膜之分散液製成。

第11及17圖顯示諸多分散液之穿透光譜，該分散液係由市面上販售之氧化鈦光催化塗覆劑製成。

第12及18圖顯示諸多分散液之穿透率一次微分光譜，該分散液係由市面上販售之氧化鈦光催化塗覆劑製成。

第13圖顯示一個可用於製造氧化鈦之反應器，該氧化鈦可能當作陶瓷物包含於本發明之陶瓷分散液中。



圖式簡單說明

[元 件 名 稱]

1	容 器	12	紅 外 線 濾 除 器
2	能 源	13	鏡 子
3	攪 拌 葉 片	14	圓 柱 型 容 器
4	能 源	15	馬 達
5	攪 拌 葉 片	16	攪 拌 葉 片
6	攪 拌 葉 片	17	馬 達
7	攪 拌 葉 片	18	攪 拌 葉 片
8	樣 品	19	pH電 極
9	氙 氣 燈	20	pH控 制 器
10	光 源 裝 置	21	溫 度 計
11	紫 外 線 濾 除 器	22	餵 料 器

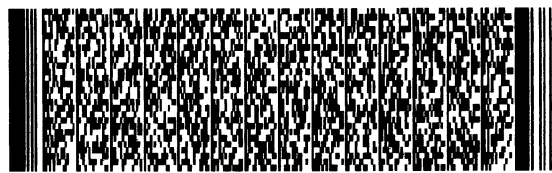
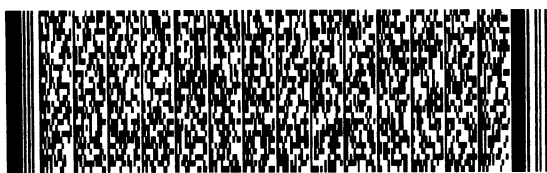


四、中文發明摘要 (發明之名稱：陶瓷分散液，其製造方法，以及使用該陶瓷分散液之親水性塗覆劑)

本發明係有關一種陶瓷分散液。該分散液可以形成一種應用薄膜，該薄膜以光線照射能輕易回復親水性，即使係受到親脂性材料污染時亦同。該陶瓷分散液包括一種陶瓷物、一種分散介質及至少一種選自羧酸、羧酸銨、羧酸與選自第Ia族、IIa族、IIIa族、Va族、VIa族、VIIa族、VIII族、Ib族、IIb族、IIIb族、IVb族及鑷族金屬之鹽類，以及草酸與選自IVa族金屬之鹽類之化合物。

英文發明摘要 (發明之名稱：CERAMICS DISPERSION LIQUID, METHOD FOR PRODUCING THE SAME, AND HYDROPHILIC COATING AGENT USING THE SAME)

A ceramics dispersion liquid is provided. The dispersion liquid may form an applied film easily recovering hydrophilic properties with light irradiation even when contaminated by lipophilic materials. The ceramics dispersion liquid comprises a ceramics, a dispersion medium, and at least one compound selected from a carboxylic acid, an ammonium carboxylate, a salt of carboxylic acid with metal selected from Ia group, IIa group, IIIa group, Va group, VIa group, VIIa

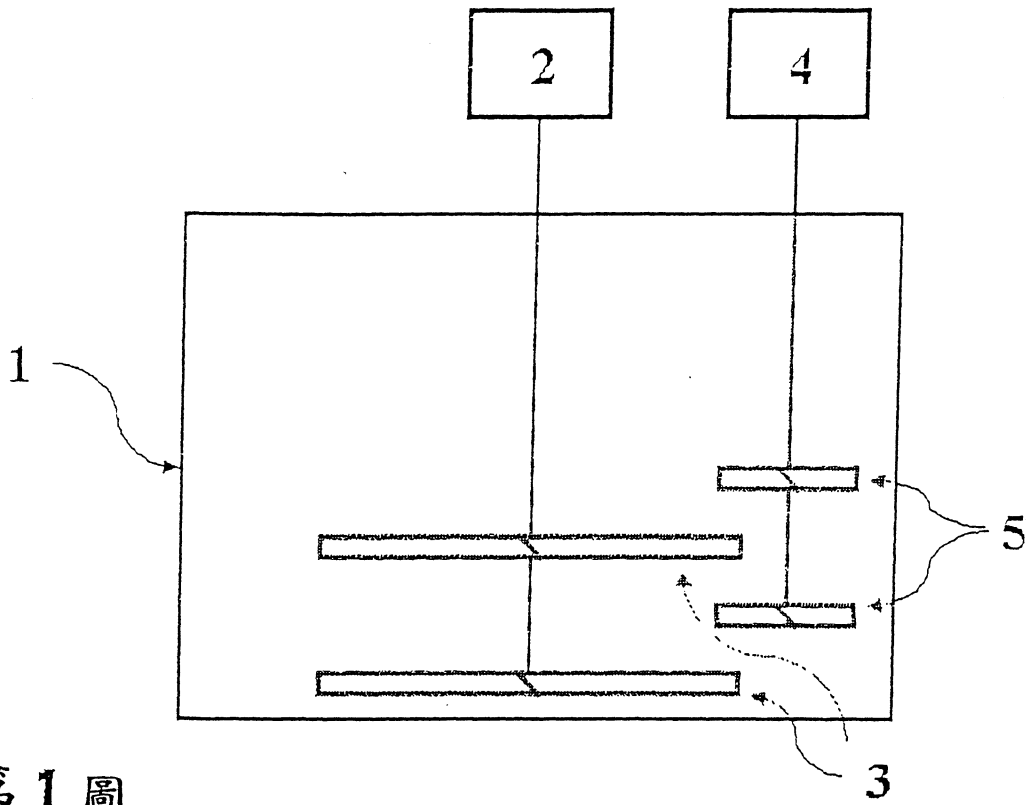


四、中文發明摘要 (發明之名稱：陶瓷分散液，其製造方法，以及使用該陶瓷分散液之親水性塗覆劑)

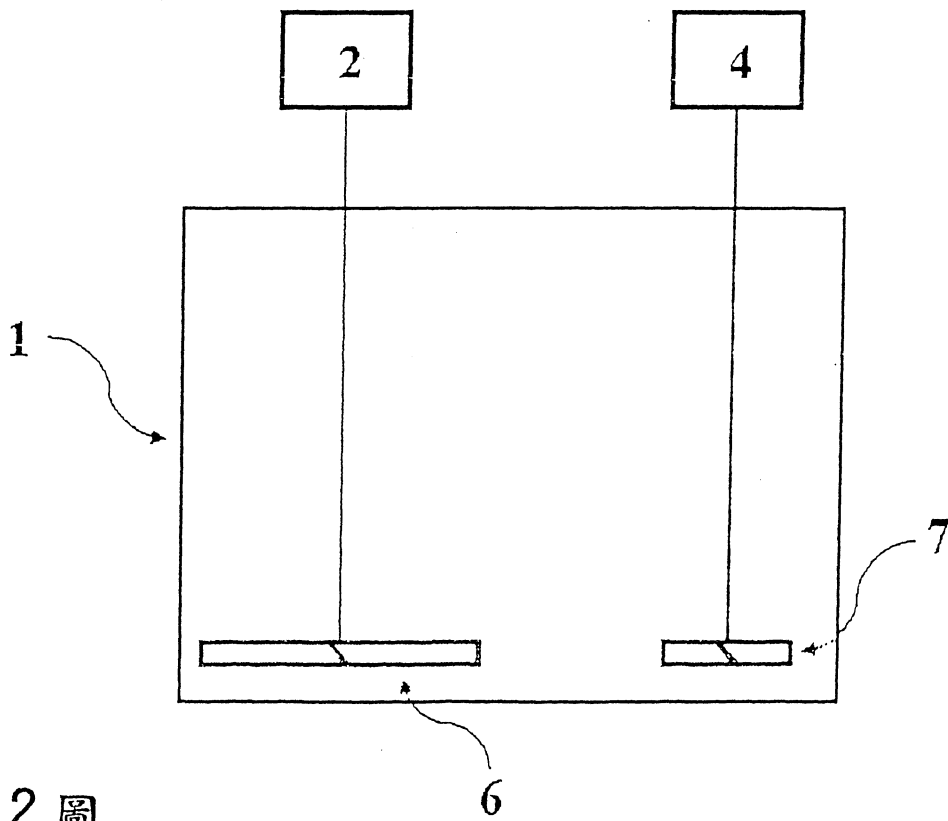
英文發明摘要 (發明之名稱：CERAMICS DISPERSION LIQUID, METHOD FOR PRODUCING THE SAME, AND HYDROPHILIC COATING AGENT USING THE SAME)

group, VIII group, Ib group, IIb group, IIIb group, IVb group and lanthanoid group, and a salt of oxalic acid with metal selected from IVa group.

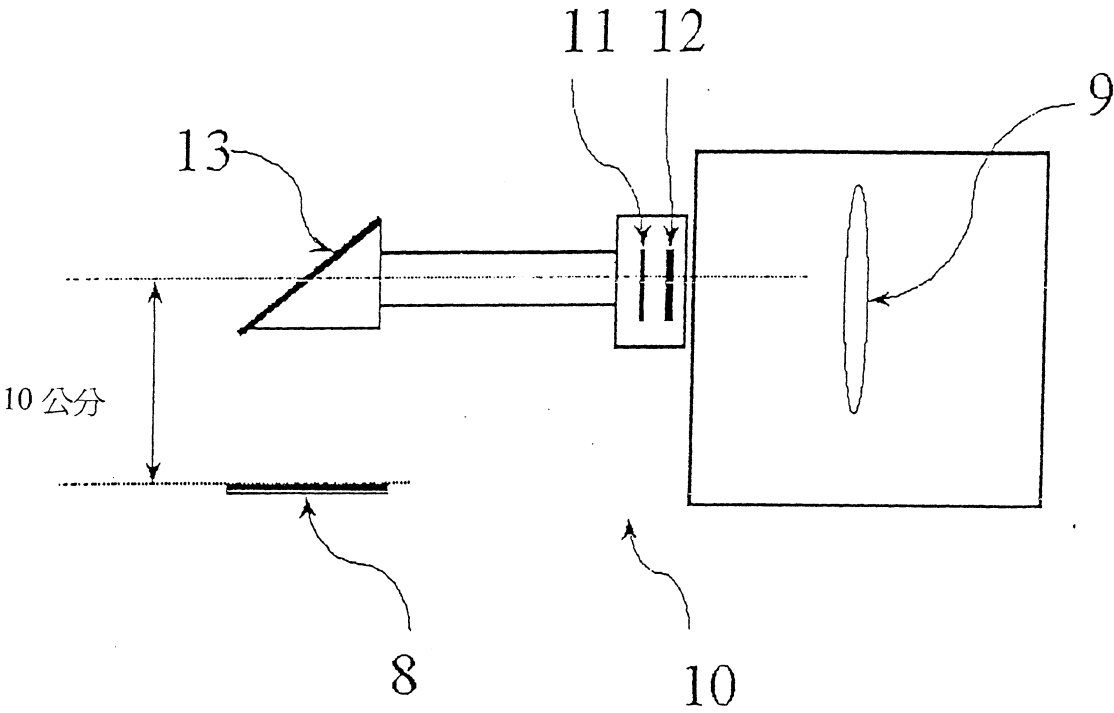




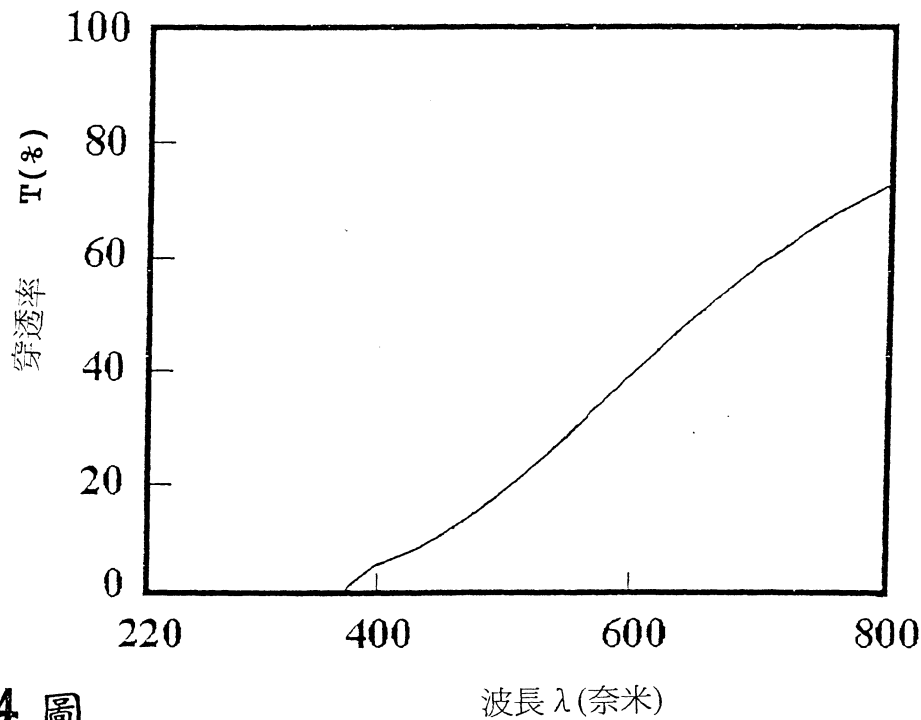
第 1 圖



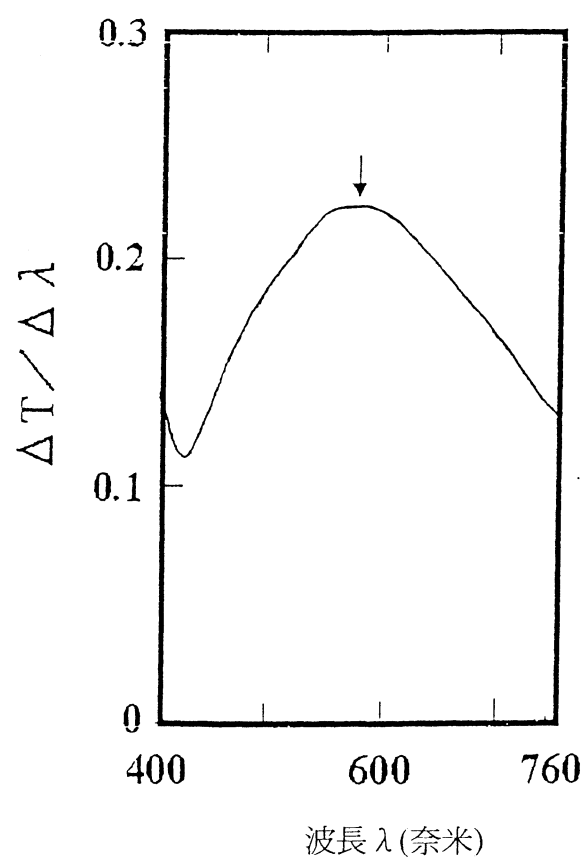
第 2 圖



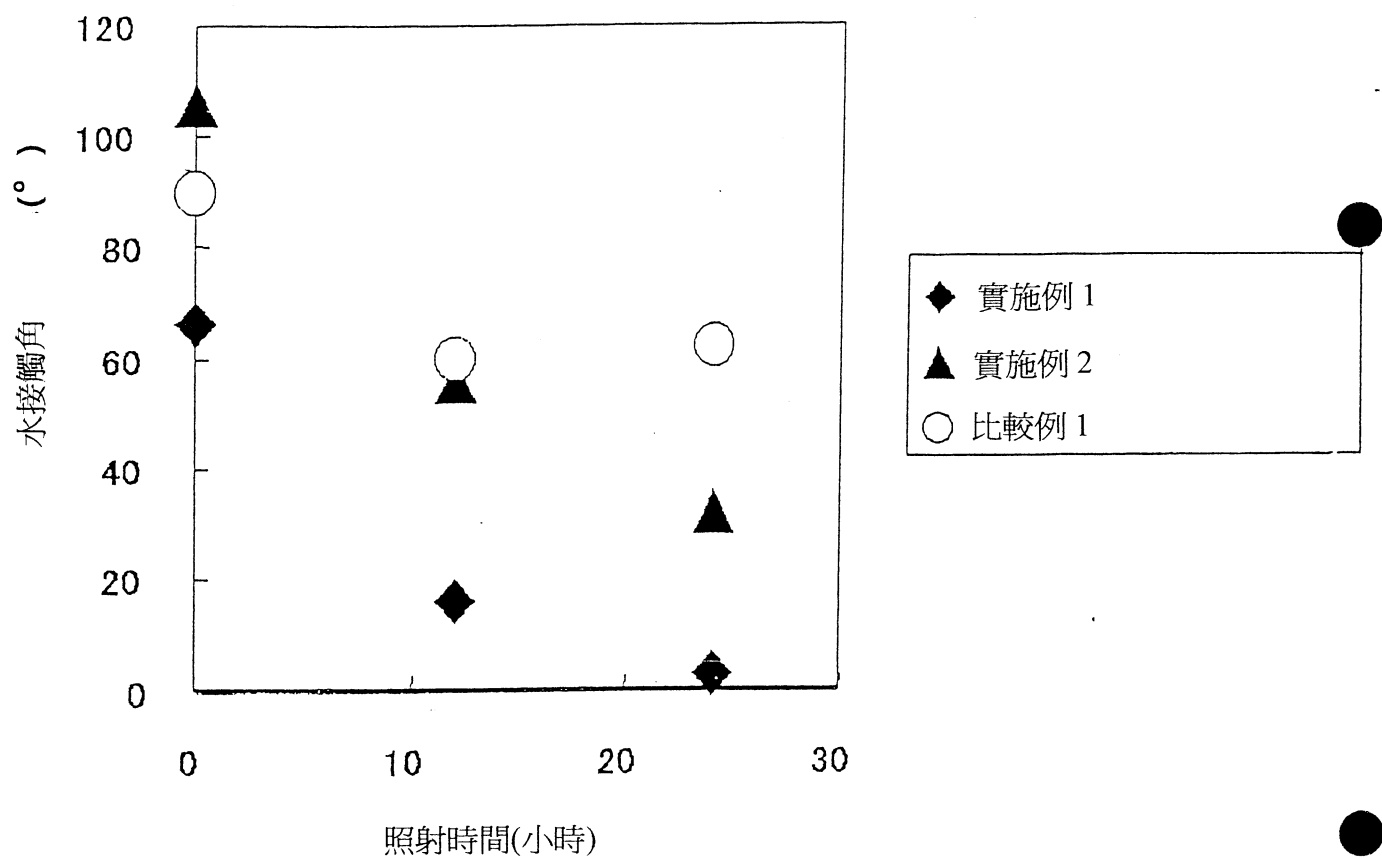
第 3 圖



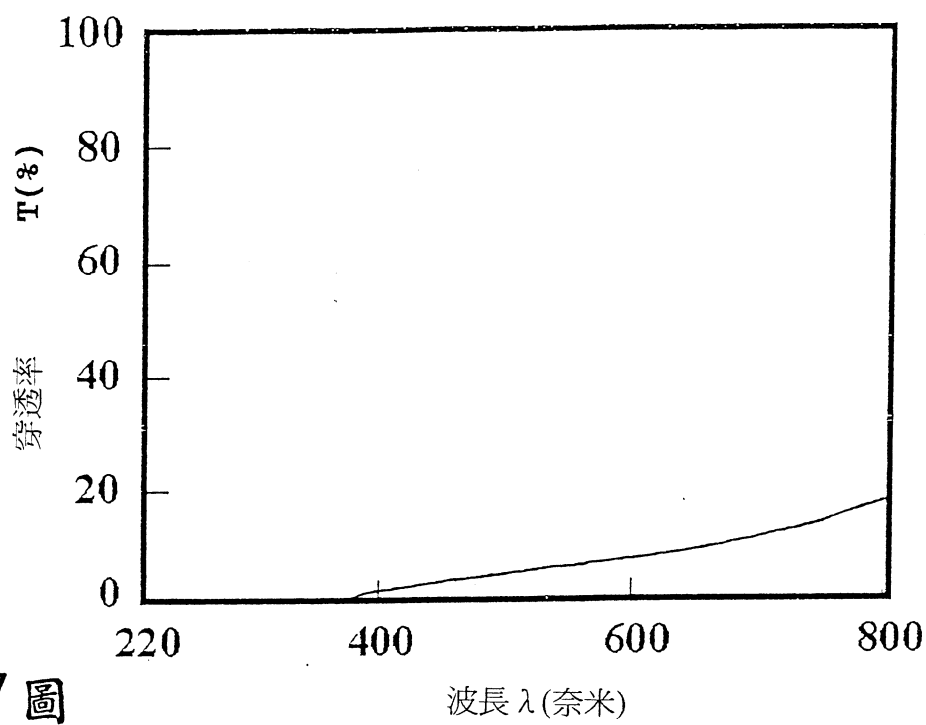
第 4 圖



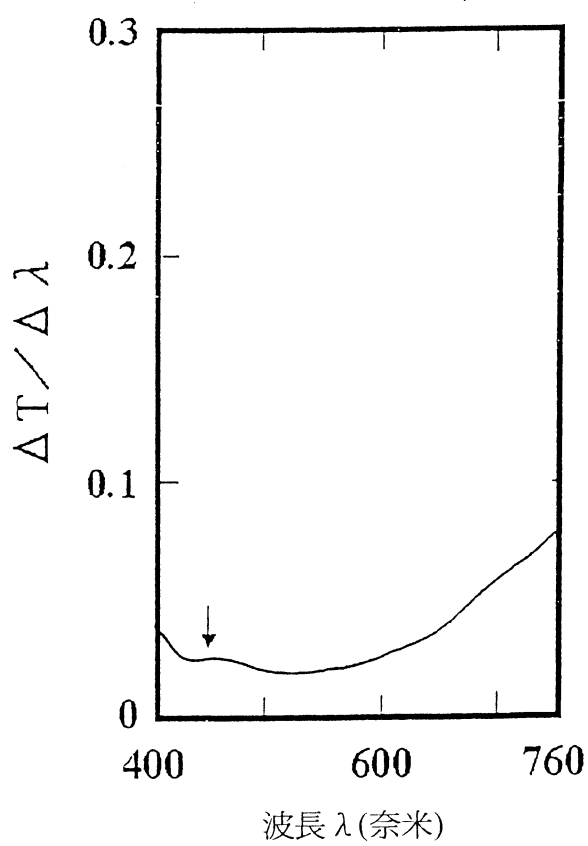
第 5 圖



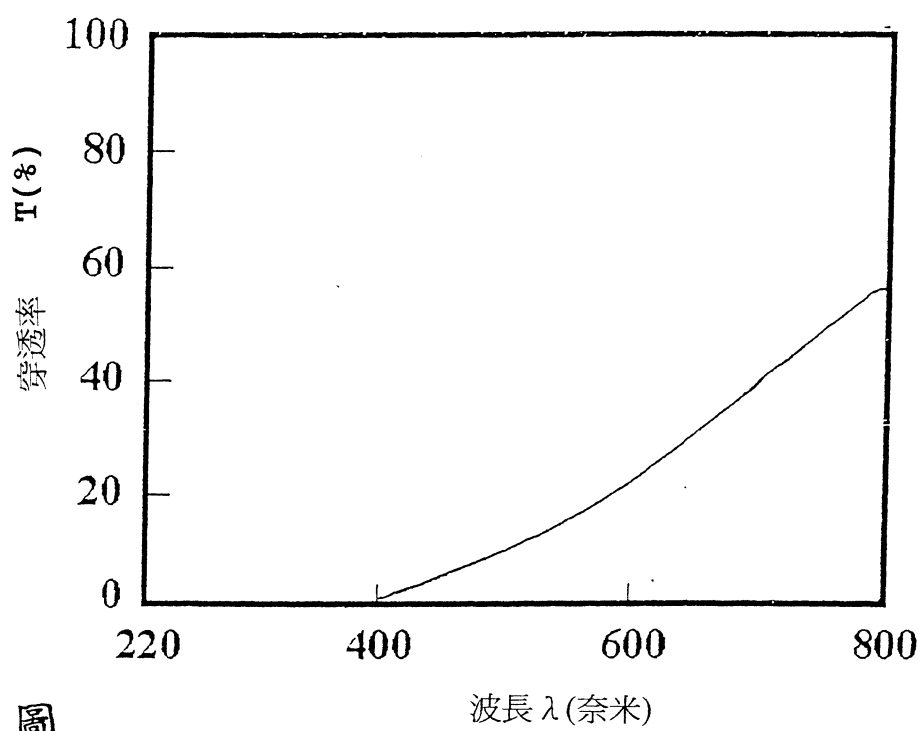
第 6 圖



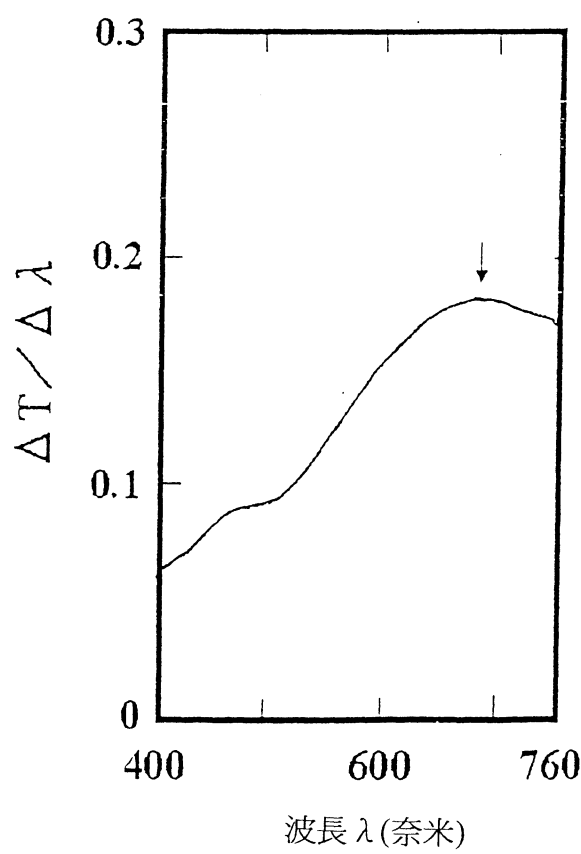
第 7 圖



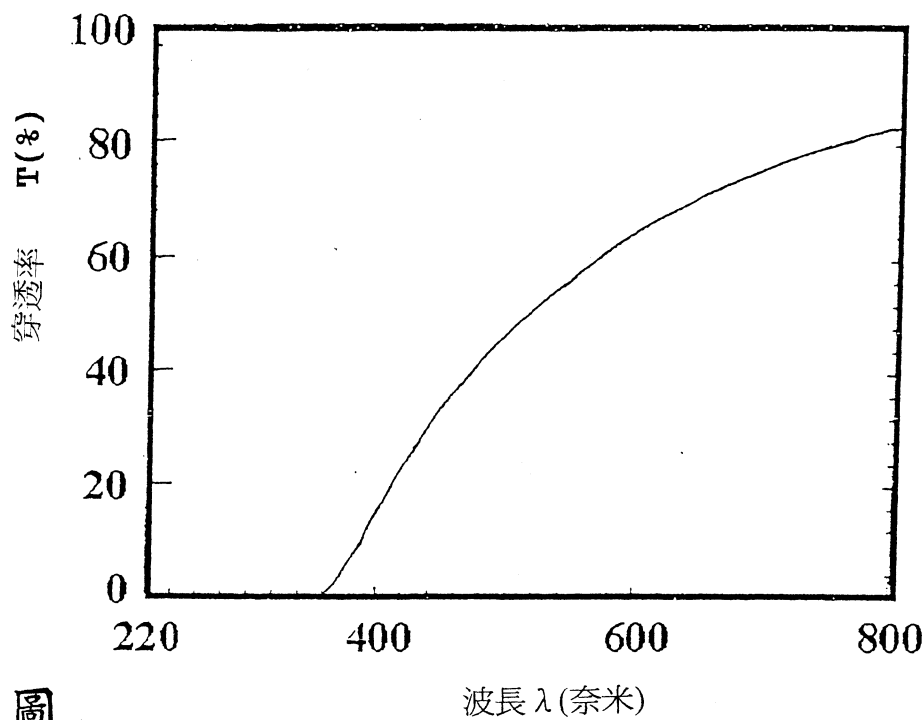
第 8 圖



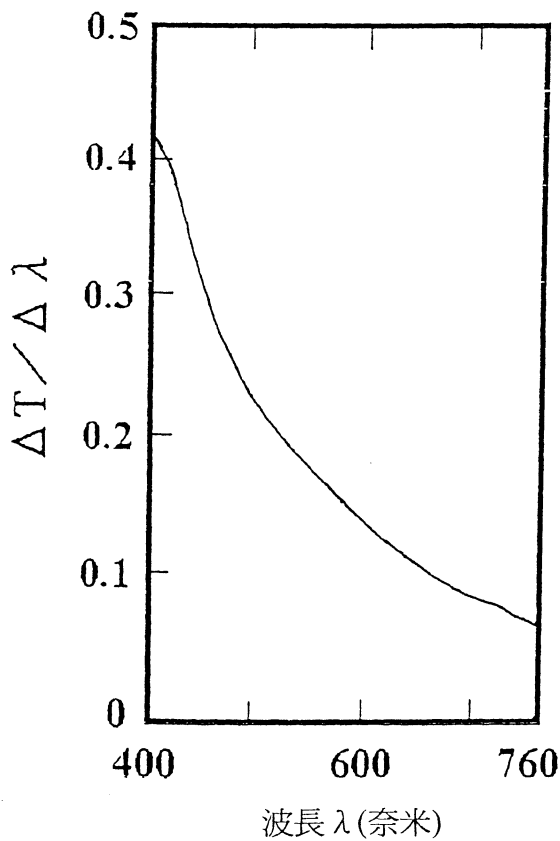
第 9 圖



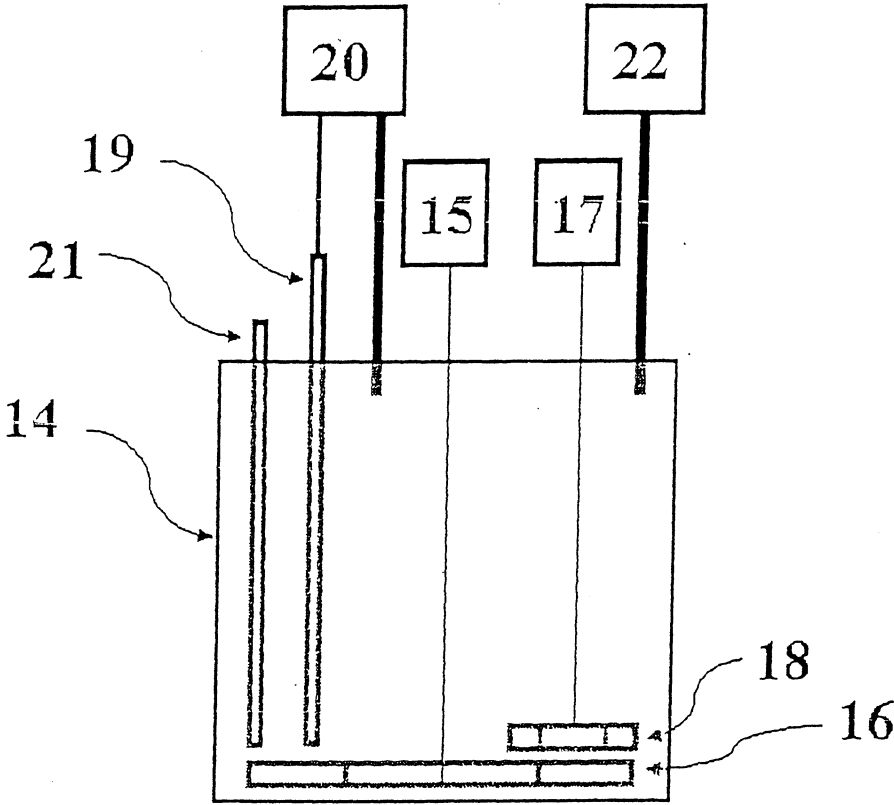
第 10 圖



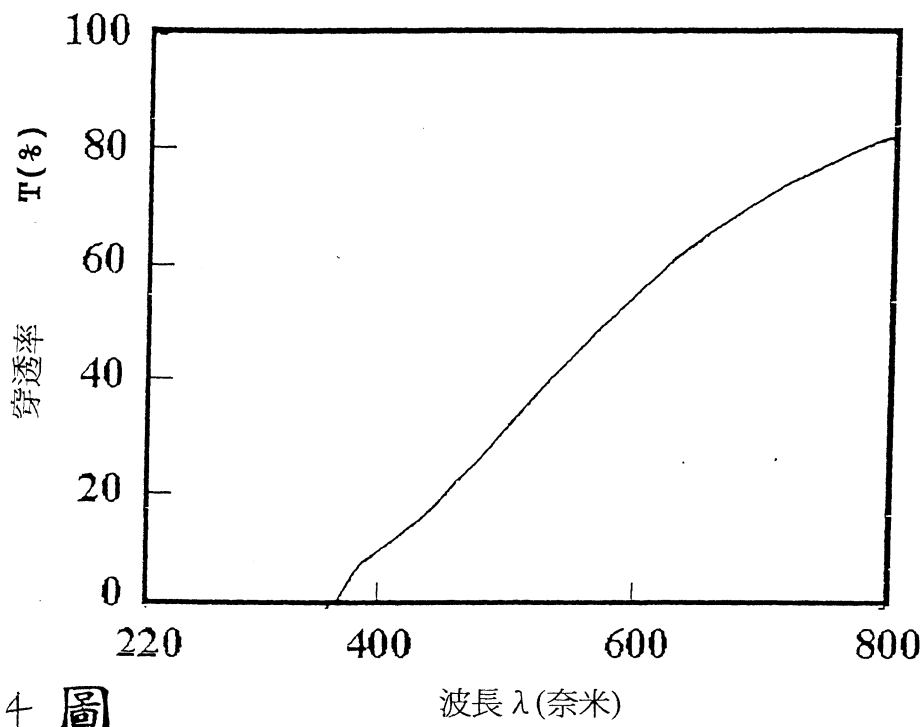
第11圖



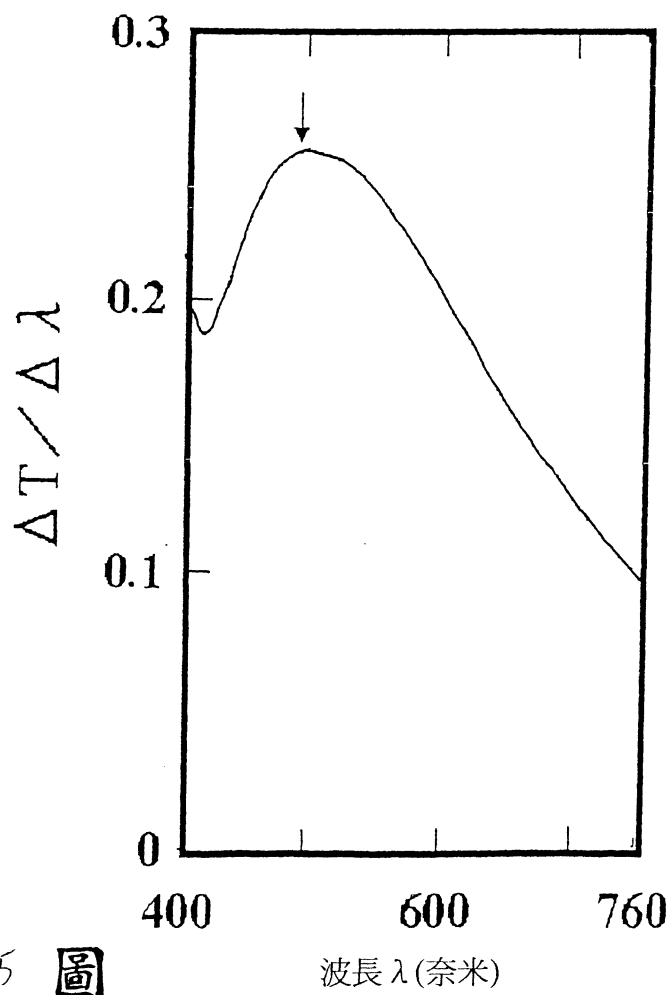
第12圖



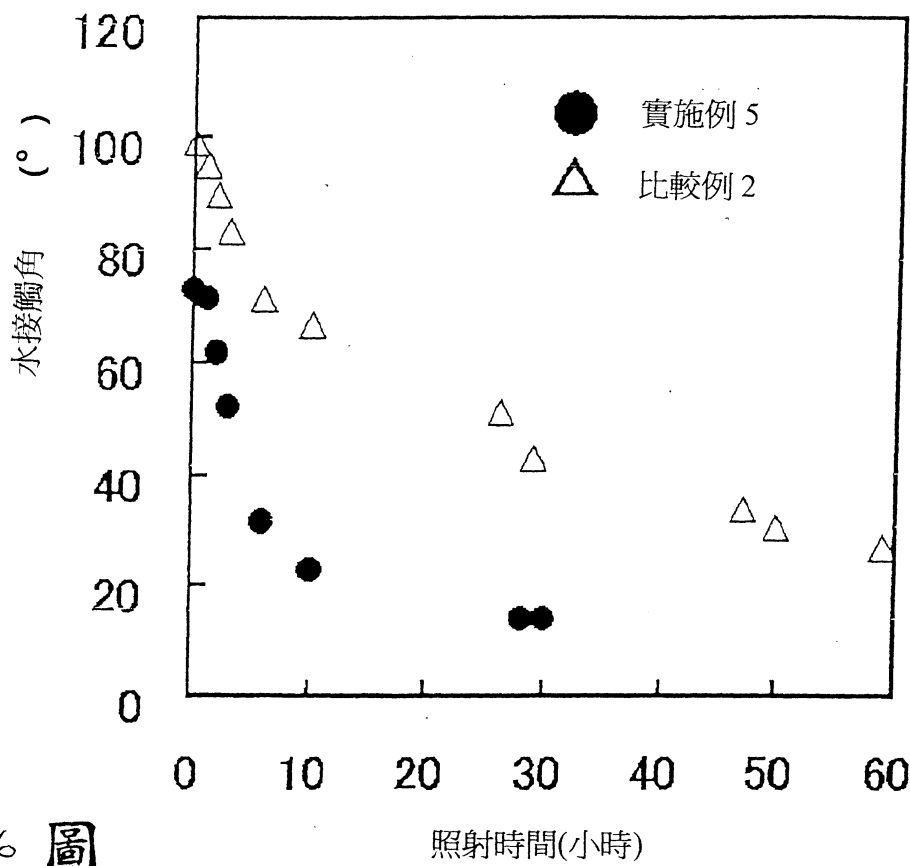
第 13 圖



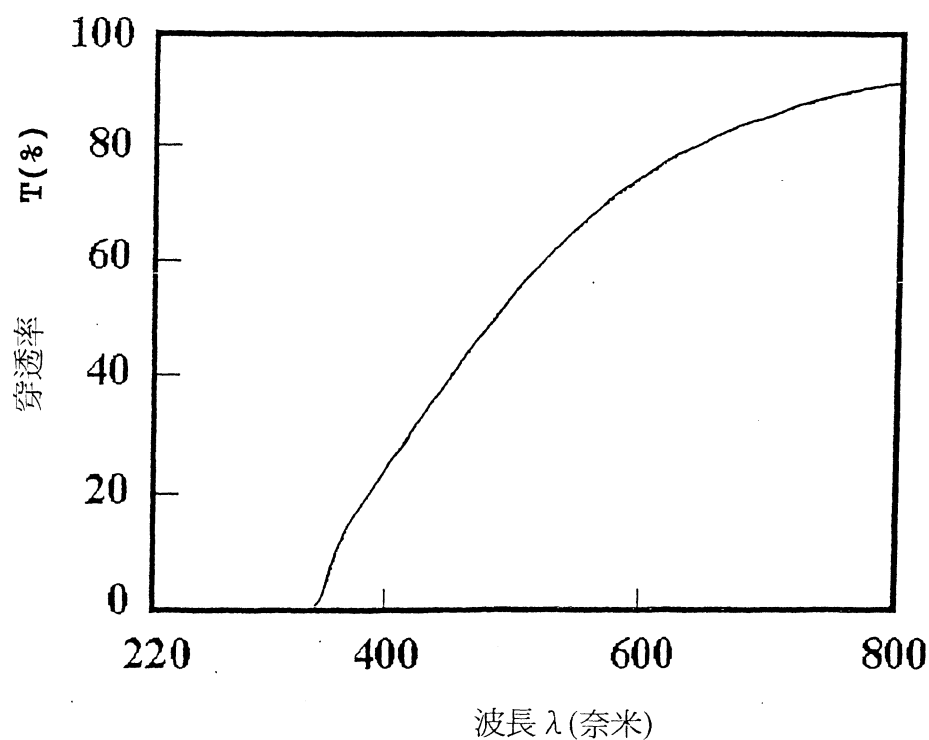
第 14 圖



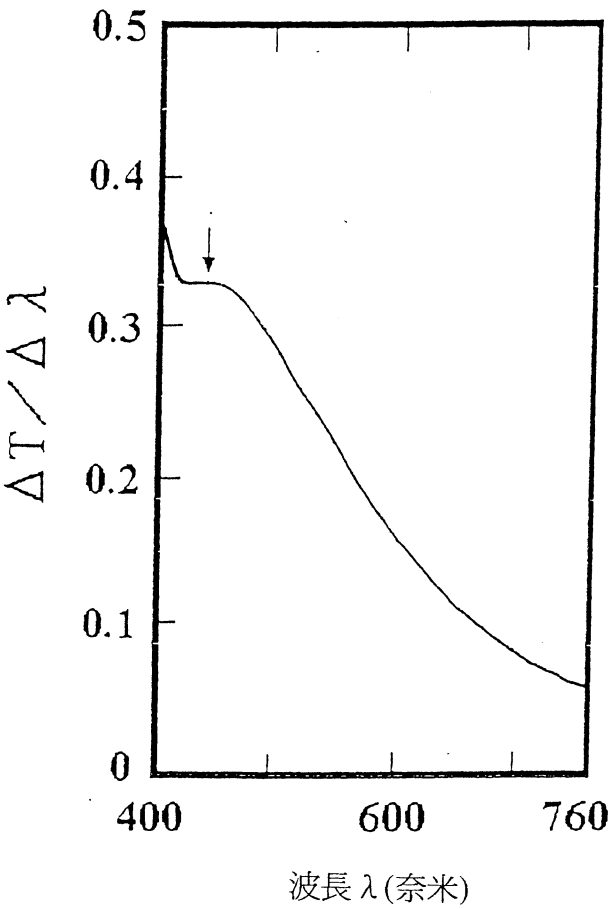
第 15 圖



第 16 圖



第 17 圖



第 18 圖

五、發明說明 (3)

於基材上而獲得之應用薄膜可以輕易地回復親水性，即使係受到親脂性材料污染也是一樣。

本發明復提供該應用薄膜，再者，並提供一種含該應用薄膜之光催化官能性產物。

舉例來說，本發明提供一種含應用薄膜之光催化官能性產物，該應用薄膜具有下列特性，將含油酸之丙酮溶液施加在該應用薄膜之表面上並使之乾燥，然後將該薄膜於大約 25°C 之溫度下，在空氣中使用已濾除小於或等於 430 奈米波長之光線之 500 瓦氙氣燈，以可見光照射 24 小時之後，該薄膜具有不大於 45° 之水接觸角。

[發明之詳細說明]

本發明之一種陶瓷分散液，其包括：

(i) 一種陶瓷物，

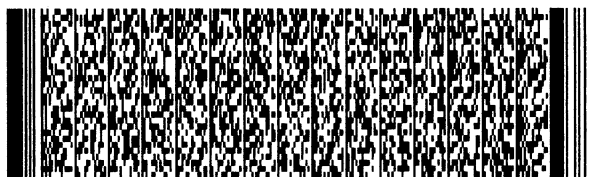
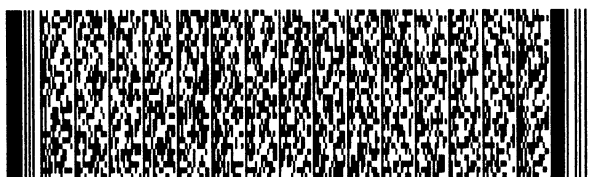
(ii) 一種分散介質，以及

(iii) 至少一種選自羧酸；羧酸銨；羧酸與選自第 Ia 族、IIa 族、IIla 族、Va 族、VIa 族、VIIa 族、VIII 族、Ib 族、IIb 族、IIlb 族、IVb 族及鑰族之金屬所成之鹽類；以及草酸與選自 IVa 族之金屬所成之鹽類之化合物。

本發明之陶瓷分散液包含至少一種選自羧酸、羧酸銨、上述之羧酸鹽及上述之草酸鹽之化合物 (iii)。

該羧酸之實施例包括一羧酸，例如甲酸、乙酸及丙酸；二羧酸，例如草酸、戊二酸、丁二酸、丙二酸、順丁烯二酸及己二酸；以及三羧酸，例如檸檬酸。

該羧酸銨之實施例包括羧酸銨，例如乙酸銨、草酸



五、發明說明 (13)

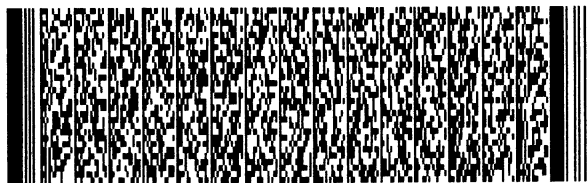
優異親水性之應用薄膜。

本發明之陶瓷分散液可以藉由混合上述之陶瓷物 (i)、上述之分散介質 (ii) 及上述之化合物 (iii)，並且使該產生之混合物經過分散處理而製造。

為了製造本發明之陶瓷分散液，一種可以於分散介質中產生上述化合物 (iii) 之化合物，舉例來說，亦可不使用化合物 (iii) 本身，而使用上述化合物 (iii) 之水合物或酸酐作為化合物 (iii)。當使用羧酸之鹽之水合物時，分散介質中將包含該羧酸鹽。當使用羧酸酐時，分散介質中將包含該羧酸。

化合物 (iii)、其水合物或酸酐之用量可能係對應至該陶瓷分散液中化合物 (iii) 所欲之量。以陶瓷物之分散來看，較佳者使用大量之化合物 (iii)。此係因為大量之該化合物能夠使該化合物輕易地分散開來。當該化合物 (iii) 以大於所欲含量所對應之用量時，較佳者由陶瓷物 (i)、分散介質 (ii) 及化合物 (iii) 之混合物移除一部分化合物 (iii) 之操作 (說明於後文中) 可以在分散處理之後實行。

分散處理可以藉由超音速照射法，藉由使用溼式研磨之方法，藉著使該混合物快速減壓或藉著以高速旋轉葉片攪拌而於陶瓷物 (i)、分散介質 (ii) 及化合物 (iii) 之混合物中形成中空部分 (孔洞) 並且利用該孔洞之消失引起壓力變化之方法，或藉著使用攪拌葉片、螺桿等旋轉產生剪應力之方法。這些方法可以單獨進行，並且該方法中兩種或多種可以合併使用。當進行超音速照射之方法時，分散處



修正替換本

93年8月12日

六、申請專利範圍

1. 一種陶瓷分散液，係包括

(i)陶瓷物，

(ii)分散介質，以及

(iii)至少一種選自羧酸；羧酸銨；羧酸與選自第 Ia 族、IIa族、IIIa族、Va族、VIa族、VIIa族、VIII 族、Ib族、IIb族、IIIb族、IVb族及鑰族之金屬所成之鹽類；以及草酸與選自 IVa族之金屬所成之鹽類之化合物。

2. 如申請專利範圍第 1項之陶瓷分散液，其中該化合物

(iii)係至少一種選自羧酸；羧酸銨；羧酸與選自第 Ia 族、IIa族、IIIa族、Va族、VIa族、VIIa族、VIII 族、Ib族、IIb族、IIIb族、IVb族及鑰族之金屬所成之鹽類之化合物。

3. 如申請專利範圍第 1項之陶瓷分散液，其中該化合物

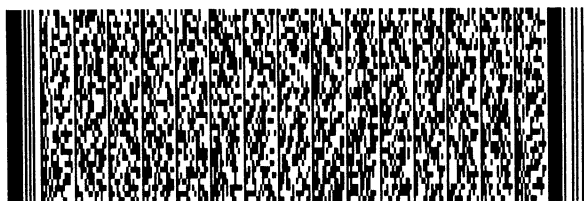
(iii)係至少一種選自草酸、草酸銨、草酸氫銨、草酸鋰、草酸氫鋰、草酸鈉、草酸氫鈉、草酸鉀、草酸氫鉀、草酸鎂、草酸鈣、草酸鋁及草酸鋇之化合物。

4. 如申請專利範圍第 1項之陶瓷分散液，其中該化合物

(iii)係至少一種選自草酸與選自第 IVa族之金屬所成之鹽類之化合物。

5. 如申請專利範圍第 4項之陶瓷分散液，其中該陶瓷分散

液包含至少一種選自草酸與選自第 IVa族之金屬所成之鹽類之化合物，該化合物之用量以 100重量份之該陶瓷物為基準，係 1重量份至 50重量份。



六、申請專利範圍

6. 如申請專利範圍第 1、4 及 5 項中任一項之陶瓷分散液，其中該草酸鹽係一種選自草酸鈦、草酸氧鈦、草酸鈦銨及草酸氧鈦銨之化合物。
7. 如申請專利範圍第 1 項之陶瓷分散液，其中該陶瓷物具有平均粒徑 200 奈米或更小之顆粒外形。
8. 如申請專利範圍第 1 項之陶瓷分散液，其中該陶瓷物係氧化鈦。
9. 如申請專利範圍第 1 項之陶瓷分散液，其中該陶瓷物係具有銳鈦礦型結晶構造之氧化鈦。
10. 如申請專利範圍第 1 項之陶瓷分散液，其中該陶瓷物係具有 0.97 或更小之 Z 指數之氧化鈦，Z 指數以方程式 (III) 計算：

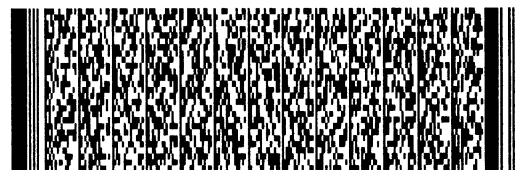
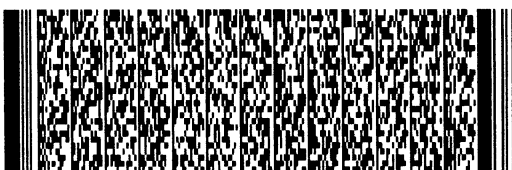
$$Z = D / C \quad (III)$$

其中，在 4 次該氧化鈦之 X 射線光電子圖譜之測量當中，C 代表該第一及第二 X 射線光電子圖譜中 458 電子伏特至 460 電子伏特之結合能範圍內之峰半寬平均值，而 D 則代表該第三及第四 X 射線光電子圖譜中 458 電子伏特至 460 電子伏特之結合能範圍內之峰半寬平均值。

11. 如申請專利範圍第 1 項之陶瓷分散液，其中該陶瓷物係具有 0.145 或更大之 W 指數之氧化鈦，W 指數由方程式 (IV) 計算：

$$W = F / E \quad (IV)$$

其中 E 代表沿著該氧化鈦之紫外線-可見光擴散反射光譜之 250 奈米至 550 奈米波長範圍內之吸收率之積分



六、申請專利範圍

值，而 F則代表沿著紫外線-可見光擴散反射光譜之 400 奈米至 550奈米波長範圍內之吸收率之積分值。

12.如申請專利範圍第 1項之陶瓷分散液，其中分散介質 (ii)將化合物 (iii)溶解。

13.如申請專利範圍第 1、2及 4項中任一項之陶瓷分散液，其中該陶瓷分散液具有 0.14或更小之 X指數，X指數係藉由方程式 (I)計算：

$$X = T_2 / T_1 \quad (I)$$

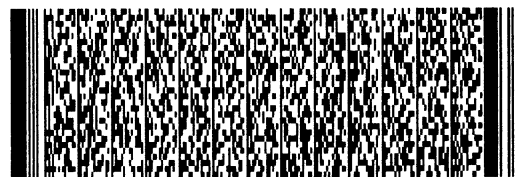
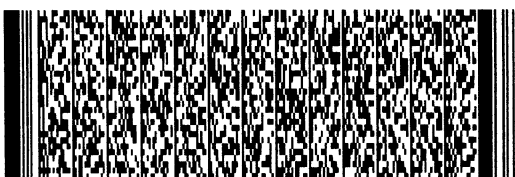
其中 T代表該陶瓷分散液之穿透光譜中波長 800奈米處之穿透率，T代表該穿透光譜中波長 400奈米處之穿透率，該穿透光譜係使用由該陶瓷分散液所製備成之固體含量係介於 0.1重量 %至 10重量 %之溶液進行測量。

14.如申請專利範圍第 1、2及 4項中任一項之陶瓷分散液，其中該陶瓷分散液具有 0.2或更小之 Y指數，Y指數係藉由方程式 (II)計算：

$$Y = A / B \quad (II)$$

其中 A代表沿著該氧化鈦之穿透光譜 400奈米至 420奈米波長範圍內之穿透率之積分值，而 B代表沿著該穿透光譜 780奈米至 800奈米波長範圍內之穿透率之積分值，該穿透光譜係使用由該陶瓷分散液所製備成之固體含量係介於 0.1重量 %至 10重量 %之溶液進行測量。

15.如申請專利範圍第 1項之陶瓷分散液，其中該陶瓷物在該陶瓷分散液穿透光譜之一次微分光譜中，於 400奈米至 760 奈米範圍內之一波長處具有最大強度，該穿透



六、申請專利範圍

光譜係使用由該陶瓷分散液所製備成之固體含量係介於 0.1 重量 % 至 10 重量 % 之溶液進行測量。

16. 一種陶瓷分散液之製造方法，該方法包括下列步驟：

將陶瓷物、分散介質及至少一種選自羧酸；羧酸銨；羧酸與選自第 Ia 族、IIa 族、IIIa 族、Va 族、VIa 族、VIIa 族、VIII 族、Ib 族、IIb 族、IIIb 族、IVb 族及鑰族之金屬所成之鹽類；以及草酸與選自 IVa 族之金屬所成之鹽類之化合物混合而獲得一混合物；以及

對該混合物進行分散處理。

17. 一種陶瓷分散液之製造方法，該方法包含下列步驟：

混合下列成分：

陶瓷物，

分散介質，以及

至少一種選自下列者之化合物：

羧酸、

羧酸之酸酐、

羧酸銨、

羧酸銨之水合物、

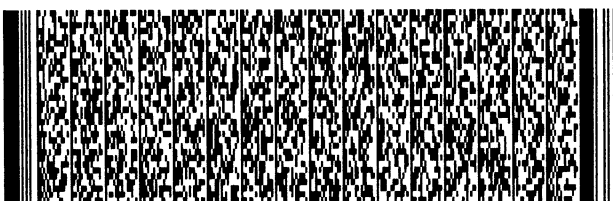
羧酸與選自 Ia 族、IIa 族、IIIa 族、Va 族、VIa 族、VIIa 族、VIII 族、Ib 族、IIb 族、IIIb 族、

IVb 族及鑰族之金屬所成之鹽、

上述羧酸鹽之水合物、

草酸與選自 IVa 族之金屬所成之鹽、及

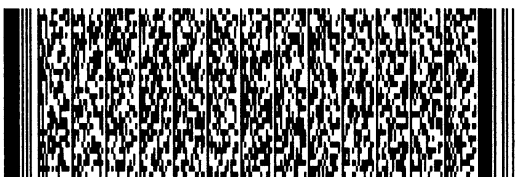
上述草酸鹽之水合物，



六、申請專利範圍

以獲得一混合物；以及
對該混合物進行分散處理。

18. 如申請專利範圍第 16 或 17 項之陶瓷分散液之製造方法，其中該陶瓷物係氧化鈦。
19. 如申請專利範圍第 16 或 17 項之陶瓷分散液之製造方法，其中該分散處理實質上係於該陶瓷物主要成分之結晶構造本質上不會被改變之條件下進行。
20. 一種親水性塗覆劑，其包括申請專利範圍第 1 項之陶瓷分散液。
21. 一種應用薄膜，係含有親水性塗覆劑，該親水性塗覆劑包括申請專利範圍第 1 項之陶瓷分散液。
22. 一種光催化官能性產物，係包括含有親水性塗覆劑之應用薄膜，該親水性塗覆劑包括申請專利範圍第 1 項之陶瓷分散液。
23. 如申請專利範圍第 21 項之應用薄膜，其中該應用薄膜具有不大於 45° 之水接觸角，該水接觸角係將含油酸之丙酮溶液施加於該應用薄膜之表面上並使之乾燥，然後將該薄膜於 25°C 之溫度下，在空氣中使用已濾除波長不大於 430 奈米之光線之 500 瓦氬氣燈，以可見光照射 24 小時之後進行測量。
24. 如申請專利範圍第 23 項之應用薄膜，其中該應用薄膜具有不大於 35° 之水接觸角。
25. 一種光催化官能性產物，係包括申請專利範圍第 23 或 24 項之應用薄膜。



六、申請專利範圍

- 26.如申請專利範圍第13項之陶瓷分散液，其中該穿透光譜係使用由該陶瓷分散液所製備成之固體含量係0.2重量%之溶液進行測量。
- 27.如申請專利範圍第14項之陶瓷分散液，其中該穿透光譜係使用由該陶瓷分散液所製備成之固體含量係0.2重量%之溶液進行測量。
- 28.如申請專利範圍第15項之陶瓷分散液，其中該穿透光譜係使用由該陶瓷分散液所製備成之固體含量係0.2重量%之溶液進行測量。

