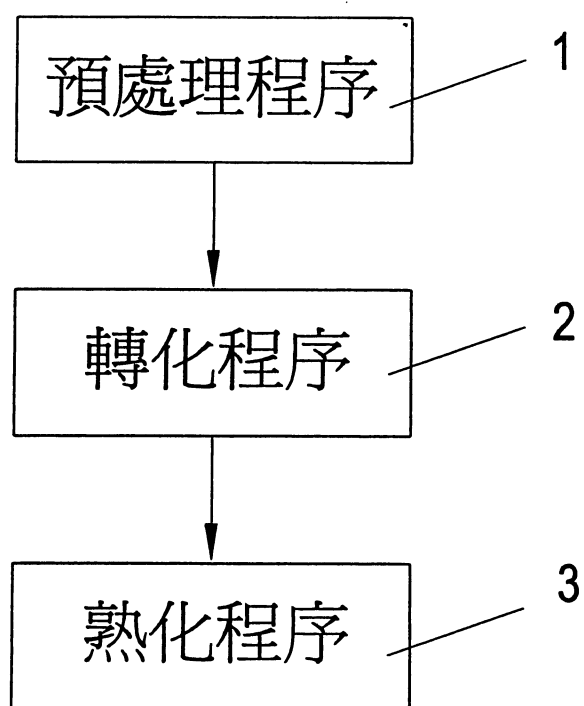




第一圖

公

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：94103129

※ 申請日期：94.2.1

※IPC 分類：C01F 7/02

一、發明名稱：(中文/英文)

中性氧化鋁 (Al_2O_3) 奈米粉體溶膠的製造方法

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：忠信科技顧問有限公司 (中文/英文)

代表人：陳忠詒 (中文/英文)

住居所或營業所地址：台北市和平西路 1 段 30 號 1 樓 (中文/英文)

國 籍：中華民國 (中文/英文)

三、發明人：(共 1 人)

姓 名：陳忠詒 (中文/英文)

國 籍：中華民國 (中文/英文)

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】

本發明一種中性氧化鋁(Al_2O_3)奈米粉體溶膠的製造方法，是將鋁的化合物在適當的酸液中經溶解（溶解程序）、pH 值調整（中和程序）及洗淨（洗淨程序），得到氫氧化鋁的洗淨固體，經沉澱後，再由製程設定、合成，使成奈米級（Nano-meter scale）氧化鋁溶膠水溶液，具有自淨（Self-cleaning：不易沾污、容易清洗）作用，其顆粒分佈在 2~100nm 範圍，其中氧化鋁含量為 0.1~20%，內容包括：預處理程序、轉化程序、熟化程序，熟化後的溶膠液，經過濾網過濾，分裝包裝等程序後即為成品。

【先前技術】

從二十世紀初開始，氧化鋁即大量運用於工業用途及民生用品，主要運用其某些物性，如：光滑性、吸濕性、凝聚性及色澤和硬度等，而這些特性均和合成方法存在極密切的相關性；

根據文獻及市場現況，目前氧化鋁的製造是以研磨粉碎法為主，但此方法所製造之氧化鋁粒子其顆粒大小不均(10~500nm 均有)且結晶型態不合，只可當作塗料/化妝品等的添加劑之用，雖然有些研磨過程略有修正，如導入超音波震盪的超音波研磨法或加入 pH 值調整的化學研磨法等，可以改善顆粒大小及均勻性，但其作用有限，對於結晶結構的型態則沒明顯作用，故其成效有限，而其成品的應用範圍不變；

至於化學合成法部分，由於氫氧化鋁($\text{Al}(\text{OH})_3$)容易在水中以

膠體型態析出，該膠體經脫水或乾燥，即轉化成氧化鋁(Al_2O_3)，故氧化鋁(Al_2O_3)的合成，多以水溶液法為優先，在水溶液合成方法中，由於鋁離子和陰離子(如氯離子、硫酸根離子)的結合力甚強，其形成的先期產物(precursors，多以錯離子型態存在)極為安定，造成後續形成溶膠反應進行的困難度，因此，一般多以鋁-烷氧化物(Al-alkyloxide)為原料，加入水中水解成氫氧化鋁($\text{Al}(\text{OH})_3$)，然後加熱至沸騰，使氫氧化鋁($\text{Al}(\text{OH})_3$)脫水形成氧化鋁(Al_2O_3)，此作法的鋁-烷氧化物(Al-alkyloxide)的物料單價甚高，成為應用推廣上的一大瓶頸；另外，形成的氧化鋁(Al_2O_3)溶膠粒子的粒徑大($\geq 70\text{nm}$)，也造成產品的競爭優勢不夠，在實際工業應用上並無具體實際應用案例；

中華民國專利第 219348 號，專利內容為將硝酸鋁鹽類溶在水中，在常溫下，經 pH 值調整、水解，形成氧化鋁的膠體，再加入鋁顆粒，於 $100\sim 110^\circ\text{C}$ 迴流 2~4 小時，形成飽和膠體，該膠體經過抽紡步驟，形成多孔性氧化鋁纖維，其原料、作法及標的物均和本發明不同；中華民國專利第 175369 號，專利內容重點為在形成氧化鋁膠體過程，加入有機銨以降低氧化鋁膠體的凝結速度，以避免膠體在冷卻、凝聚過程龜裂，並適度的加入二氧化鈦、氧化鎂等物質，以降低其 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 形成溫度，其以金屬鹽類的氧化鋁為原物料，以有機酸或無機酸調整 pH 值至 $\text{pH}=9\sim 12$ ，以形成多孔性氧化鋁膠體，其原料、作法及標的物亦均和本發明不同；中

華民國專利第 175369 號，專利內容重點為在鋁酸鹽水溶液中，通入二氧化碳，至 pH 值=10.5~11.2，然後在 110~250°C 迴流 2~24 小時，以形成矩形板狀多孔性氧化鋁粒子，其作法及標的物亦均和本發明不同；

日本有關氧化鋁的專利相當多，但多為水溶性墨水基材，其著眼點皆為多孔性氧化鋁粒子，如特公平 3-24906 號，以多孔性陽離子氧化鋁的開發為要點；特公平 4-115984 號，以多孔性陽離子氧化鋁基本，其上吸附二氧化矽以提高其吸水性；特開平 6-55829 號，則在多孔性陽離子氧化鋁吸附二氧化矽的前提下，控制氧化鋁粒子的粒徑，以確保其吸水性，但綜合而言，其作法及標的物亦均和本發明不同；

綜合上述專利內容，可以發現，所有氧化鋁膠體的合成專利均以其多孔性、吸水性為主要訴求，未以氧化鋁奈米溶膠（重點在其粒徑、物性及加工性）為技術開發的重點。

【發明內容】

本發明一種中性氧化鋁(Al_2O_3)奈米粉體溶膠的製造方法，是將鋁的化合物在適當的酸液中經溶解稀釋(稀釋程序)、pH 值調整(中和程序)及洗淨(洗淨程序)，得到氫氧化鋁的洗淨固體，經沉澱後，再由製程設定、合成奈米級(nano-meter scale)的結晶型氧化鋁溶膠水溶液，包括下列處理程序：預處理程序 1、轉化程序 2 及熟化程序 3 等三大程序(請參閱第一圖)；

預處理程序 1 係將含鋁的鹽類溶於水中，藉由 pH 值調整，使成氫氧化鋁固體(pH 值設定範圍 pH=4~9)，並依設定的固/液比予以洗淨、過濾，使酸根離子濃度低於 1000ppm，即得到洗淨的氫氧化鋁濾餅；

本發明預處理程序 1 中所用含鋁的鹽類，包括氯化鋁、硫酸鋁、硝酸鋁、醋酸鋁、草酸鋁等；在預處理程序 1 所用 pH 值調整劑為氨水、氫氧化鈉溶液、氫氧化鉀溶液等；而預處理程序 1 設定的固/液比為 1：5~1：20，依設備條件而定；

轉化程序 2 係將洗淨的氫氧化鋁濾餅置入去離子水中，經攪拌達分散均勻後（攪拌速度則保持在 30~1200rpm），依需要加入添加劑、改質劑及必要的界面活性劑，並予以加熱，待溫度升至適當溫度時加入氧化劑；本發明轉化程序 2 中可使用的氧化劑包括：過雙氧水、氯酸、過碘酸、高錳酸鉀、高錳酸鈉及硝酸等，其添加量自 1 克/升至 200 克/升，加入氧化劑的溫度以 50~110℃為適當溫度；

轉化程序 2 所使用的改質劑依處理對象不同，包括矽酸(Silicate)、有機矽化螯合劑(Silane)等；在轉化程序 2 使用之改質劑添加量為 0~75 毫升/升；其中轉化程序 2 中界面活性劑則視需要加入，種類以 PEG polyethylene /PPG polypropyleneglycol /NP Nonyl phenol 或天然醇為主，分子量在 200~1000 之間，添加量為 10~5000ppm 為宜；

在轉化程序 2 所用添加劑的種類包括鐵/銅/鋅/鎳/鈇/錫/金/銀/鉑/鈮等金屬的氧化物/氫氧化物/硝酸鹽/碳酸鹽/磷酸鹽/硫酸鹽及氯化物等，其添加量為 1 毫克/升~5 克/升；

熟化程序 3 係將轉化後的藥液溫度調至 50~110℃，持續加溫及攪拌 2 至 72 小時，攪拌速度則保持在 30~1200rpm，以進行熟化反應，使得到熟化後的溶膠液；

熟化後的溶膠液，經過濾網過濾，分裝包裝等程序後即為成品，可發揮易潔、耐磨、增硬、光滑、提高透光度及形成具光學特性的多層膜等多種功效。

【實施方式】

本發明一種中性氧化鋁(Al_2O_3)奈米粉體溶膠的製造方法，以下，舉出實施例二個，以說明本發明實施內容，但本發明中性氧化鋁(Al_2O_3)奈米粉體溶膠的製造方法之範圍並不只限於此等的例子：

實施例一：

在 20 升的反應槽中加入水 10 升，攪拌速度設定在 300 rpm，加入氯化鋁($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)2272 克，在持續攪拌 1 小時(至液體澄清透明)，然後以 20% 濃度的氨水以每分鐘 60 毫升的速度加入，攪拌速度則提高到 600rpm，並持續觀察 PH 值變化，當 PH 值達到 4.0 時，改以每分鐘 2~4 毫升速度加入氨水，使至 PH 值=5.5~8.5 之間，停止加入氨水；

將上述溶液以真空過濾機過濾後，將白色濾餅(含正鋁酸)置入 200 升的清洗槽中，槽內已先放入自來水或軟水 100 升，攪拌速度設定為 600rpm，時間設定為 1 小時(至混合均勻為止)，然後進行過濾，此一過濾重複三次後，即可將濾餅移入轉化、熟化槽中；

槽中先放入 20 升的去離子水，攪拌速度保持在 300rpm，濾餅加入後持續攪拌 1 小時以使混合均勻，然後加入 NP Nonyl phenol，在常溫下持續攪拌 30 分鐘，然後將溫度升高至 85~95℃，加入雙氧水 500ml，在持溫、攪拌狀態下持續 6 小時後，降溫經冷卻後分裝即為成品。

以本方法製備所得氧化鋁溶膠為淡黃褐色透明水溶液，其 PH 值在 4~8，氧化鋁含量為 2% 左右，顆粒分佈為 5~30nm，呈柱狀至片狀結晶，可直接用於浸泡、噴塗或滾鍍的處理程序，經後處理後成膜，皆可發揮易潔、耐磨、增硬、光滑、提高透光度及形成具光學特性的多層膜等多種功效。

實施例二：

處理步驟同上，但在轉化過程，以高錳酸鉀代替過氯酸(加入量 700 克)；加入二氧化矽為添加劑，添加量為 5 克；操作條件同實施例一，所得氧化鋁溶膠液呈無色至黃色透明水溶液，其 PH 值為 4~7，氧化鋁含量為 2% 左右，顆粒分佈在 5~20nm 左右，呈柱狀至片狀結晶，可直接用於浸泡、噴塗或滾鍍的處理程序，經

後處理後成膜，皆可發揮易潔、耐磨、增硬、光滑、提高透光度及形成具光學特性的多層膜等多種功效。

雖然本創作以二項實施例揭露如上，然其並非用以限定本創作，任何熟習此應用者，在不脫離本創作之精神和範圍內，當可作各種更動與應用，因此本創作之保護範圍當視後附之申請專利範圍所界定者為準。

【圖式簡單說明】

第一圖為本發明處理程序流程圖。

【主要元件符號說明】

預處理程序 1

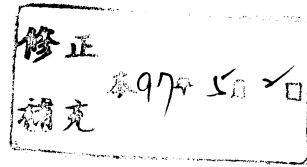
轉化程序 2

熟化程序 3

五、中文發明摘要：

本發明一種中性氧化鋁(Al_2O_3)奈米粉體溶膠的製造方法，是利用含鋁的結晶鹽經溶解後，以氨水(NH_3)調整至 PH 值=4.0~9.0 之間，產生氫氧化鋁($\text{Al}(\text{OH})_3$)，經水洗過濾後，加入適當的氧化劑及添加劑，配合操作條件，形成氧化鋁奈米級粉體溶膠水溶液，具有吸收及遮蔽紫外光的特性；其產品藉由加工程序，附著於被處理物表面，經烘烤或陰乾後形成吸附良好的薄膜，具有易淨、增硬、光滑、提高透光度及特定光學特性等作用，並可搭配其他無機膜，形成具特定光學特性的多層膜作用。

六、英文發明摘要：



十、申請專利範圍：

1、一種中性氧化鋁(Al_2O_3)奈米粉體溶膠的製造方法，是將鋁的化合物在適當的酸液中經溶解稀釋(稀釋程序)、pH 值調整(中和程序)及洗淨(洗淨程序)，得到氫氧化鋁的洗淨固體，經沉澱後，利用一系列的製程設定，合成奈米級(nano-meter scale)的結晶型氧化鋁溶膠水溶液，包括下列步驟：

(A)預處理程序：將含鋁鹽溶解於水中，經由 pH 值調整，形成氫氧化鋁，再經過一系列的設定洗淨程序，得到洗淨的氫氧化鋁固體，其中，所使用的鋁鹽包括氯化鋁、硫酸鋁、硝酸鋁、醋酸鋁、草酸鋁等；所用 pH 值調整劑為氨水、氫氧化鈉溶液、氫氧化鉀溶液等；調整的 pH 值設定範圍 $\text{pH}=4\sim 7$ ；洗淨設定的固/液比為 $1:5\sim 1:20$ ，依設備條件而定，洗淨次數為 $1\sim 5$ 次；洗淨的目的為使酸根離子濃度低於 1000ppm；

(B)轉化程序：將洗淨的氫氧化鋁濾餅置入純水(去離子水)中，經攪拌混合均勻後，加入選定的氧化劑，在特定條件下進行轉化；轉化程序所使用的氧化劑包括：過雙氧水、高錳酸鈉、高錳酸鉀等，氧化劑的添加量為 $1\sim 200$ 克/升；轉化時的攪拌速度為 $30\sim 1200\text{rpm}$ ；

(C)熟化程序：將經過轉化的藥液依設定的溫度、時間進行熟化；其中熟化時的攪拌速度為 $30\sim 300\text{rpm}$ ，其中熟化時的溫度為 $50\sim 110^\circ\text{C}$ ，其中熟化時間為 $2\sim 6$ 小時；

熟化完成的溶膠，經過過濾/分裝即為成品，可發揮易潔、耐磨、增硬、光滑、提高透光度及形成光學特性的多層膜等多種功效。

2、如申請專利範圍第 1 項所述之中性氧化鋁(Al_2O_3)奈米粉體溶膠的製造方法，其中轉化程序中洗淨過濾後的濾餅加入已定量的純水(去離子水)中攪拌混合均勻後，依需要加入改質劑，所使用的改質劑為矽酸(Silicate)、有機矽化螯合劑(Silane)等，依產品種類及需求不同而定，其添加量為 100~1500 毫升/升。

3、如申請專利範圍第 1 項所述之中性氧化鋁(Al_2O_3)奈米粉體溶膠的製造方法，其中轉化程序亦可依需要加入必要的界面活性劑，所使用的界面活性劑種類包括 PEG polyethylene/PPG polypropyleneglycol /NP Nonyl phenol 等，界面活性劑添加量為 2~10ppm。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 一 ）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

預處理程序 1

轉化程序 2

熟化程序 3

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：