



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0022480
(43) 공개일자 2010년03월02일

- | | |
|---|--|
| <p>(51) Int. Cl.
<i>C01F 7/14</i> (2006.01) <i>D21H 19/38</i> (2006.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2009-7026731</p> <p>(22) 출원일자 2008년05월22일
심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2009년12월22일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/US2008/006564</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2008/147519
국제공개일자 2008년12월04일</p> <p>(30) 우선권주장
60/931,242 2007년05월22일 미국(US)</p> | <p>(71) 출원인
더블유.알. 그레이스 앤드 캄파니-콘.
미합중국 21044 메릴랜드 콜럼비아 그레이스 드라
이브 7500</p> <p>(72) 발명자
미코스 디메트리어스
미국 메릴랜드주 21029 클라크스빌 하이랜드 로드
13649</p> <p>(74) 대리인
김창세</p> |
|---|--|

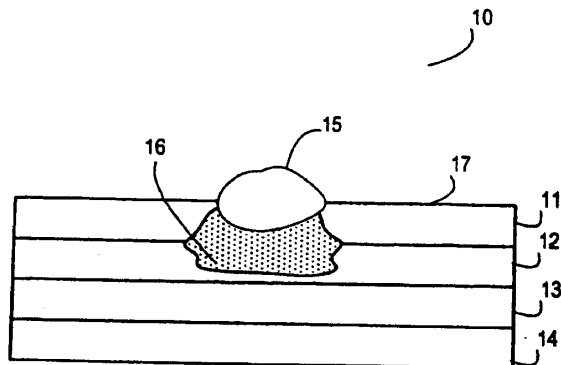
전체 청구항 수 : 총 37 항

(54) 알루미나 입자 및 이의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 알루미나 입자 및 알루미나 입자를 함유하는 조성물에 관한 것이다. 본 발명은 또한 알루미나 입자의 제조 방법 및 알루미나 입자의 사용 방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 제 1 산성 용액에, 상기 제 1 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상이 될 때까지 약 1.8 pH 단위/분 미만의 조절 속도로 제 1 알루미늄-함유 화합물을 첨가하여, 제 1 염기성 용액을 형성하는 단계;
 - (b) 상기 제 1 염기성 용액의 pH를 약 1.0분 이상 유지하는 단계;
 - (c) 상기 제 1 염기성 용액에, 상기 제 1 염기성 용액의 pH가 약 5.0 이하가 될 때까지 산을 첨가하여, 제 2 산성 용액을 형성하는 단계;
 - (d) 상기 제 2 산성 용액의 pH를 1.0분 이상 유지하는 단계;
 - (e) 상기 제 2 산성 용액에, 상기 제 2 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상이 될 때까지 약 1.8 pH 단위/분 미만의 조절 속도로 제 2 알루미늄-함유 화합물을 첨가하여, 제 2 염기성 용액을 형성하는 단계;
 - (f) 상기 제 2 염기성 용액의 pH를 약 1.0분 이상 유지하는 단계; 및
 - (g) 상기 단계 (c) 내지 (f)를 5회 이상 반복하는 단계
- 를 포함하는 알루미늄 입자의 제조 방법.

청구항 2

- 제 1 항에 있어서,
제 1 알루미늄-함유 화합물 및 제 2 알루미늄-함유 화합물이 나트륨 알루미늄네이트를 포함하고, 산이 질산을 포함하는 제조 방법.

청구항 3

- 제 2 항에 있어서,
나트륨 알루미늄네이트 및 질산이 알루미늄 입자 형성에 사용된 유일한 반응물인 제조 방법.

청구항 4

- 제 1 항에 있어서,
단계 (c) 내지 (f)를 약 20회 반복하는 제조 방법.

청구항 5

- 제 1 항에 있어서,
제 2 산성 용액이 약 1.4 내지 약 3.0의 pH를 갖고, 제 2 염기성 용액이 약 9.0 내지 약 10.6의 pH를 갖는 제조 방법.

청구항 6

- 제 1 항에 있어서,
제 2 산성 용액이 약 1.6의 pH를 갖고, 제 2 염기성 용액이 약 10.2의 pH를 갖는 제조 방법.

청구항 7

- 제 1 항에 있어서,
조절 속도가 약 1.7 pH 단위/분인 제조 방법.

청구항 8

- 제 1 항에 있어서,

단계 (d)에서 제 2 산성 용액의 pH가 약 5.0 이하의 pH에서 약 2 내지 약 5분 동안 유지되고, 단계 (f)에서 제 2 염기성 용액의 pH가 약 8.0 이상의 pH에서 약 1 내지 약 3분 동안 유지되는 제조 방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

단계 (d)에서 제 2 산성 용액의 pH가 약 5.0 이하의 pH에서 약 3분 동안 유지되고, 단계 (f)에서 제 2 염기성 용액의 pH가 약 8.0 이상의 pH에서 약 1분 동안 유지되는 제조 방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

단계 (c)에서 약 8.0 pH 단위/분의 조절 속도로 pH가 감소되도록 제 1 염기성 용액에 산을 첨가하는 제조 방법.

청구항 11

제 1 항에 있어서,

제 2 염기성 용액의 pH를 약 10.0 이상으로 유지하면서 제 2 염기성 용액을 여과하는 단계;

알루미나 입자를 탈이온수로 세척하는 단계; 및

알루미나 입자를 건조하는 단계

를 추가로 포함하는 제조 방법.

청구항 12

제 1 항에 따른 제조 방법으로 제조된 알루미나 입자를 수성 용액에 첨가하여 혼합물을 형성하는 단계; 및

상기 혼합물의 pH를 약 5.0 미만으로 조정하는 단계

를 포함하는 알루미나 졸의 제조 방법.

청구항 13

제 12 항에 있어서,

알루미나 졸이 상기 알루미나 졸의 총 중량을 기준으로 약 40중량% 이하의 알루미나 입자 고형분 함량을 갖고, 약 100cps 미만의 점도를 갖는 제조 방법.

청구항 14

제 1 표면을 갖는 기재를 제공하는 단계; 및

상기 제 1 표면에, 제 12 항에 따른 제조 방법으로 제조된 알루미나 졸을 코팅하여, 그 표면에 코팅 층을 형성하는 단계

를 포함하는, 코팅된 기재의 제조 방법.

청구항 15

제 14 항에 따른 제조 방법으로 제조된 코팅된 기재의 코팅 층상에 색소-함유 조성물을 적용하는 단계를 포함하는 인쇄된 기재의 제조 방법.

청구항 16

나트륨 알루미늄에이트 및 질산을 포함하는 두 가지의 반응물만을 물에 첨가하여 물중에서 알루미나 입자의 혼합물을 형성하는 단계;

약 8.0 이상의 pH에서 상기 혼합물을 여과하는 단계;

상기 알루미나 입자를 탈이온수로 세척하는 단계; 및

상기 알루미늄 입자를 건조하는 단계
를 포함하는 알루미늄 입자의 제조 방법.

청구항 17

제 16 항에 있어서,

첨가 단계가,

(a) 물중에 질산을 포함하는 제 1 산성 용액에, 상기 제 1 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상이 될 때까지 나트륨 알루미늄에이트를 첨가하여, 제 1 염기성 용액을 형성하는 단계;

(b) 상기 제 1 염기성 용액의 pH를 1분 이상 유지하는 단계;

(c) 상기 제 1 염기성 용액에, 상기 제 1 염기성 용액의 pH가 약 5.0 이하가 될 때까지 질산을 첨가하여, 제 2 산성 용액을 형성하는 단계;

(d) 상기 제 2 산성 용액의 pH를 3.0분 이상 유지하는 단계;

(e) 상기 제 2 산성 용액에, 상기 제 2 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상이 될 때까지 나트륨 알루미늄에이트를 첨가하여, 제 2 염기성 용액을 형성하는 단계;

(f) 상기 제 2 염기성 용액의 pH를 1분 이상 유지하는 단계; 및

(g) 상기 단계 (c) 내지 (f)를 5회 이상 반복하는 단계

를 포함하는 제조 방법.

청구항 18

제 17 항에 있어서,

나트륨 알루미늄에이트를 약 1.7 pH 단위/분의 조절 속도로 pH가 증가되도록, 단계 (a)에서 제 1 산성 용액에 첨가하고, 단계 (e)에서 제 2 산성 용액에 첨가하는 제조 방법.

청구항 19

제 1 항 내지 제 11 항 및 제 16 항 내지 제 18 항 중 어느 한 항에 따른 제조 방법으로 제조된 알루미늄 입자.

청구항 20

비대칭 라스(lath) 입자 형태를 갖고, 120 x-선 회절면(diffraction plane)을 따라 측정된 제 1 치수 및 020 x-선 회절면을 따라 측정된 제 2 치수를 갖고, 이때 상기 제 1 치수에 대한 상기 제 2 치수의 비가 1.1 이상인 결정 구조를 갖는 알루미늄 입자.

청구항 21

제 20 항에 있어서,

비가 1.2 이상인 알루미늄 입자.

청구항 22

제 20 항에 있어서,

비가 1.3 이상인 알루미늄 입자.

청구항 23

제 20 항에 있어서,

비가 1.5 이상인 알루미늄 입자.

청구항 24

제 20 항에 있어서,

입자가 120 x-선 회절면을 따라 측정된 약 10 내지 약 50Å의 제 1 치수 및 020 x-선 회절면을 따라 측정된 약 30 내지 약 100Å의 제 2 치수를 갖는 알루미늄 입자.

청구항 25

제 20 항에 따른 입자로부터 제조된 알루미늄 졸.

청구항 26

비대칭 라스 입자 형태를 갖고, 평균 최대 입자 치수가 약 1 μm 미만이고, 종횡비가 1.1 이상인 알루미늄 입자를 포함하는 알루미늄 졸 또는 분산액.

청구항 27

입자가 약 80 내지 약 600 nm의 평균 최대 입자 치수를 갖는 제 26 항에 정의된 알루미늄 입자.

청구항 28

제 27 항에 있어서,

입자가 약 100 내지 약 150 nm의 평균 최대 입자 치수를 갖는 알루미늄 입자.

청구항 29

입자가 약 0.40 cc/g 이상의 공극 체적을 갖는 제 26 항에 정의된 알루미늄 입자.

청구항 30

제 30 항에 있어서,

입자가 약 0.50 내지 약 0.85 cc/g의 공극 체적을 갖는 알루미늄 입자.

청구항 31

입자가 약 172 m²/g의 BET 표면적을 갖는 제 26 항에 정의된 알루미늄 입자.

청구항 32

입자가 120 x-선 회절면을 따라 측정된 약 10 내지 약 50Å의 제 1 치수 및 020 x-선 회절면을 따라 측정된 약 30 내지 약 100Å의 제 2 치수를 갖는 제 26 항에 정의된 알루미늄 입자.

청구항 33

분산액의 총 중량을 기준으로 약 40중량% 이하의 제 26 항에 정의된 알루미늄 입자를 물중에 포함하고, 약 4.0 미만의 pH 및 약 100cps 미만의 점도를 갖는 분산액.

청구항 34

제 33 항에 있어서,

분산액의 총 중량을 기준으로 약 30중량%의 알루미늄 입자를 포함하고, 약 4.0의 pH 및 약 80cps의 점도를 갖는 분산액.

청구항 35

제 1 표면을 갖는 기재, 및 상기 제 1 표면상의 코팅으로서, 건조 후의 제 26 항에 따른 분산액을 포함하는 코팅을 포함하는 코팅된 기재.

청구항 36

비대칭 입자 형태, 약 1 μm 미만의 평균 최대 입자 치수, 및 1.1 이상의 종횡비를 갖는 알루미늄 입자로서, 분

산액의 총 중량을 기준으로 약 40중량% 이하의 알루미늄 입자를 포함하고, 약 4.0 미만의 pH 및 약 100cps 미만의 점도를 갖는 알루미늄 분산액.

청구항 37

제 36 항에 있어서,

분산액의 총 중량을 기준으로 약 30중량%의 알루미늄 입자를 포함하고, 약 4.0의 pH 및 약 80cps의 점도를 갖는 알루미늄 분산액.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 알루미늄 입자, 알루미늄 입자를 함유하는 조성물, 알루미늄 입자의 제조 방법 및 알루미늄 입자의 사용 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 비교적 작은 입자 크기, 높은 공극 체적 및 여러 코팅 공정에 적합한 용액 점도를 갖는 안정한 분산액을 형성할 수 있는 능력을 갖는 알루미늄 입자가 당해 분야에 필요하다. 이러한 알루미늄 입자를 함유하는 조성물 역시 당해 분야에 필요하다.

발명의 개요

[0004] 본 발명은 신규의 알루미늄 입자 및 이러한 알루미늄 입자를 함유하는 조성물의 발견에 의해 위에서 논의된 난제들을 일부 해결한다. 이러한 알루미늄 입자는, 비교적 낮은 점도, 바람직하게는 여러 코팅 조각에 적합한 점도를 유지하면서 비교적 높은 고형분 함량을 갖는 수성 분산액을 형성할 수 있도록 비대칭 라스(lath) 형태를 갖는다.

[0005] 하나의 예시적 실시양태에서, 본 발명의 알루미늄 입자는 비대칭 라스 입자 형태, 약 1 μm 미만의 평균 최대 입자 치수, 약 0.40 cc/g 이상의 공극 체적, 약 150 m²/g 이상의 BET 표면적 및 1.1 이상의 중형비(aspect ratio)를 갖는 해교된(peptized) 알루미늄 입자를 포함한다. 이러한 알루미늄 입자를 사용하여, 분산액의 총 중량을 기준으로 약 40중량% 이하의 알루미늄 입자를 포함하며 약 4.0 미만의 pH 및 약 100cps 미만의 점도를 갖는 분산액을 형성할 수 있다. 이러한 알루미늄 입자는 또한 제 1 표면을 갖는 기재 및 상기 제 1 표면상의 알루미늄 입자 포함 코팅을 포함하는 코팅된 기재를 형성하는 데 사용될 수도 있다.

[0006] 추가의 예시적 실시양태에서, 본 발명의 알루미늄 입자는 비대칭 라스 입자 형태를 가지며, 120 x-선 회절면을 따라 측정된 제 1 치수 및 020 x-선 회절면을 따라 측정된 제 2 치수를 갖고, 이때 상기 제 1 치수에 대한 상기 제 2 치수의 비가 1.1 이상인 결정 구조를 갖는다.

[0007] 본 발명은 또한 상기 알루미늄 입자의 제조 방법에 관한 것이다. 하나의 예시적 방법에서, 알루미늄 입자의 제조 방법은, (a) 제 1 산성 용액에, 상기 제 1 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상이 될 때까지 상기 pH를 약 1.8 pH 단위/분 미만의 조절 속도로 제 1 알루미늄-함유 화합물을 첨가하여, 제 1 염기성 용액을 형성하는 단계; (b) 상기 제 1 염기성 용액의 pH를 약 1.0분 이상 유지하는 단계; (c) 상기 제 1 염기성 용액에, 상기 제 1 염기성 용액의 pH가 약 5.0 이하가 될 때까지 산을 첨가하여, 제 2 산성 용액을 형성하는 단계; (d) 상기 제 2 산성 용액의 pH를 1.0분 이상 유지하는 단계; (e) 상기 제 2 산성 용액에, 상기 제 2 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상이 될 때까지 상기 pH를 약 1.8 pH 단위/분 미만의 조절 속도로 제 2 알루미늄-함유 화합물을 첨가하여, 제 2 염기성 용액을 형성하는 단계; (f) 상기 제 2 염기성 용액의 pH를 약 1.0분 이상 유지하는 단계; 및 (g) 상기 단계 (c) 내지 (f)를 5회 이상 반복하는 단계를 포함한다. 이러한 예시적 방법에서, 상기 단계 (c) 내지 (f)는 원하는 한 여러 번 반복될 수 있다. 몇몇 바람직한 실시양태에서, 상기 단계 (c) 내지 (f)는 약 20회까지 반복된다.

[0008] 추가의 예시적 방법에서, 상기 알루미늄 입자의 제조 방법은 나트륨 알루미늄네이트 및 질산을 포함하는 두 가지의 반응물만을 물에 첨가하여 물중에서 알루미늄 입자의 혼합물을 형성하는 단계; 약 8.0 이상의 pH에서 상기 혼합물을 여과하는 단계; 상기 알루미늄 입자를 탈이온수로 세척하는 단계; 및 상기 알루미늄 입자를 건조하는 단계를 포함한다.

- [0009] 본 발명은 또한 상기 알루미늄 입자의 사용 방법에 관한 것이다. 하나의 예시적인 알루미늄 입자 사용 방법에서, 상기 방법은, 물에 분산액의 총 중량을 기준으로 약 40중량% 이하의 알루미늄 입자를 첨가하는 단계 및 상기 분산액에 산을 첨가하여 상기 분산액의 pH를 약 5.0 미만, 전형적으로 약 4.0 이하로 감소시키는 단계를 포함하는, 알루미늄 입자의 물중 분산액을 형성하는 방법을 포함한다. 형성된 분산액은 바람직하게는 약 100cps 미만, 더욱 바람직하게는 약 80cps 미만의 점도를 갖는다.
- [0010] 추가의 예시적인 알루미늄 입자 사용 방법에서, 상기 방법은 제 1 표면을 갖는 기재를 제공하는 단계, 상기 기체의 제 1 표면에 알루미늄 입자의 수성 분산액을 코팅하는 단계 및 상기 코팅된 기체를 건조하는 단계를 포함하는, 코팅된 기체의 제조 방법을 포함한다. 생성되는 코팅된 기체는 잉크 조성물과 같은 색소-함유 조성물에 대한 인쇄가능한 기재로서 특히 유용하다.
- [0011] 본 발명의 상기 및 기타 특징 및 이점들은 하기 개시된 실시양태 및 첨부된 청구범위에 대한 상세한 설명의 검토 후에 분명해질 것이다.

발명의 상세한 설명

- [0016] 본 발명의 원리의 이해를 도모하기 위해서, 후술되는 본 발명의 구체적인 실시양태에 대한 설명 및 구체적인 용어를 사용하여 특징의 실시양태를 설명할 것이다. 그러나, 특정 용어의 사용으로 본 발명의 범위를 한정하고자 하는 것이 아님을 이해해야 할 것이다. 논의된 본 발명의 변종, 추가의 개조 및 본 발명의 원리의 부가적인 적용은, 본 발명이 속하는 당해 분야 숙련자들에게 일반적으로 떠오르는 것으로 간주될 것이다.
- [0017] 본 발명은 알루미늄 입자 및 알루미늄 입자-함유 조성물에 관한 것이다. 추가로, 본 발명은 알루미늄 입자의 제조 방법 및 알루미늄 입자의 사용 방법에 관한 것이다. 예시적인 알루미늄 입자, 알루미늄 입자-함유 조성물, 및 알루미늄 입자 및 알루미늄 입자-함유 조성물의 제조 방법에 대한 설명이 이하에 제공된다.
- [0018] *I. 알루미늄 입자 및 이를 함유하는 조성물*
- [0019] 본 발명의 알루미늄 입자는 공지된 알루미늄 입자와 비교시 하나 이상의 이점을 제공할 수 있는 물리적 구조 및 특성을 지닌다.
- [0020] *A. 알루미늄 입자의 물리적 구조*
- [0021] 본 발명의 알루미늄 입자는, 구형 입자 형태를 갖는 공지된 알루미늄 입자와는 달리, 비대칭 라스 입자 형태를 갖는다. 비대칭 라스 입자 형태는 전형적으로 임의의 다른 입자 치수(예를 들어, 평균 최대 입자 치수에 실질적으로 수직인 단면 치수)보다 큰 평균 최대 입자 치수(즉, 길이 치수)를 갖는 긴 입자 형태이다. 본원에 정의된 "라스"이란 그 단면이 본질적으로 직사각형이며, 대칭 단면의 봉 또는 바늘 형태로 구별될 수 있는 형태를 의미한다. 전형적으로, 본 발명의 알루미늄 입자는 약 1 μm 미만, 더욱 전형적으로 약 500 nm 미만, 더욱더 전형적으로 300 nm 미만의 평균 최대 입자 치수를 갖는다. 본 발명의 하나의 바람직한 실시양태에서, 알루미늄 입자는 약 50 내지 약 600 nm, 더욱 바람직하게는 약 70 내지 약 150 nm의 평균 최대 입자 치수를 갖는다.
- [0022] 본 발명의 알루미늄 입자는 전형적으로 예를 들어 투과 전자 현미경(TEM) 기법을 사용하여 측정시, 약 1.1 이상의 중형비를 갖는다. 본원에 사용된 "중형비"란 용어는 (i) 알루미늄 입자의 평균 최대 입자 치수와 (ii) 알루미늄 입자의 평균 최대 단면 입자 치수 간의 비를 기술하기 위해 사용되며, 여기서 단면 입자 치수란 알루미늄 입자의 최대 입자 치수에 실질적으로 수직인 치수이다. 상기 입자의 최소 치수인 라스의 제 3 면은 약 3 nm 내지 약 15 nm, 전형적으로 약 5 nm 내지 약 12 nm, 더욱 전형적으로 약 6 nm 내지 약 10 nm일 수 있다. 본 발명의 일부 실시양태에서, 알루미늄 입자는 약 1.1 이상(또는 약 1.2 이상, 또는 약 1.3 이상, 또는 약 1.4 이상, 또는 약 1.5 이상, 또는 약 1.6 이상)의 중형비를 갖는다. 전형적으로, 알루미늄 입자는 약 1.1 내지 약 12, 보다 전형적으로 약 1.1 내지 약 3.0의 중형비를 갖는다. 도 4에서의 TEM은 입자의 폭이 그 길이보다 큰 본 발명의 입자의 라스 형태를 나타낸 것이다.
- [0023] 본 발명의 알루미늄 입자(해교 및 비-해교된 입자 둘 다)는, 1.54Å에 상응하는 파장에서 패나리티칼(PANalytical) MPD DW3040 PRO 기기(네덜란드 소재의 패나리티칼 비. 브이.(PANalytical B.V.)에서 시판중임)와 같은 X-선 회절(XRD) 기법을 사용하여 측정시, 전형적으로 약 100Å 이하의 최대 결정 치수를 갖는 결정 구조를 갖는다. 결정 크기는, 예를 들어 쉬러(Scherrer) 식을 사용하여 얻는다. 본 발명의 하나의 예시적인 실시양태에서, 본 발명의 알루미늄 입자는 120 XRD 반사로부터 측정시 약 10 내지 약 50Å, 전형적으로 약 30Å의 결정 크기를 갖고 020 XRD 반사로부터 측정시 약 30 내지 약 100Å, 전형적으로 약 70Å의 결정 크기를 갖는다. 020 XRD 반사 대 120 XRD 반사의 결정 크기 비는 약 1.1 내지 약 10.0, 더욱 전형적으로 약 1.1 내지 약 3.0

범위일 수 있다.

- [0024] 본 발명의 해교된 알루미늄 입자는 또한 코팅 조성물과 같은 조성물에서 알루미늄 입자를 바람직한 성분으로 만드는 공극 체적을 갖는다. 전형적으로, 알루미늄 입자는 질소 공극측정법(nitrogen porosimetry)에 의해 측정시 약 0.40 cc/g 이상, 더욱 전형적으로 0.60 cc/g 이상의 공극 체적을 갖는다. 본 발명의 하나의 예시적인 실시양태에서, 해교된 알루미늄 입자는, 질소 공극측정법에 의해 측정시 약 0.70 cc/g 이상의 공극 체적을 갖는다. 바람직하게는, 해교된 알루미늄 입자는, 질소 공극측정법에 의해 측정시 약 0.70 내지 약 0.85 cc/g의 공극 체적을 갖는다.
- [0025] 본 발명의 알루미늄 입자는 또한 BET 방법(즉, Brunauer Emmet Teller Method)에 의해 측정시, 약 150 m²/g 이상의 표면적을 갖는다. 본 발명의 하나의 예시적인 실시양태에서, 알루미늄 입자는 약 150 m²/g 내지 약 190 m²/g의 BET 표면적을 갖는다. 본 발명의 추가의 예시적인 실시양태에서, 알루미늄 입자는 약 172 m²/g의 BET 표면적을 갖는다.
- [0026] 공극 체적 및 표면적은, 예를 들어 퀀타크롬 인스트루먼트(Quantachrome Instruments; 미국 플로리다주 보이톤 비치 소재)에서 시판중인 오토소브(Autosorb) 6-B 장치를 사용하여 측정할 수 있다. 전형적으로, 알루미늄 분말의 공극 체적 및 표면적은 약 150℃에서 건조하고 진공(예를 들어, 50 밀리토르) 하에 150℃에서 약 3시간 동안 탈기한 후 측정된다.
- [0027] *B. 알루미늄 입자 및 이를 함유하는 조성물의 성질*
- [0028] 본 발명의 알루미늄 입자의 상술한 물성의 결과로 인해, 알루미늄 입자는 각종 액체 및 고체 생성물에 사용하는 데 적합하다. 본 발명의 하나의 실시양태에 있어서, 해교된 알루미늄 입자는 알루미늄 입자의 안정한 분산액을 형성하는 데 사용된다. 상기 분산액은 분산액의 총 중량을 기준으로 본 발명의 해교된 알루미늄 입자를 물중에 약 40중량% 이하로 포함할 수 있다. 산, 예를 들어 질산을 상기 분산액에 첨가하여 pH가 약 5.0(또는 약 4.5, 전형적으로는 약 4.0, 또는 약 3.5, 또는 약 3.0, 또는 약 2.5, 또는 약 2.0, 또는 약 1.5)인 분산액을 수득할 수 있다. 생성되는 분산액은 30중량%의 고형분 및 4.0의 pH에서 바람직하게는 약 100cps 미만, 더욱 바람직하게는 약 80cps 미만의 점도를 갖는다.
- [0029] 본 발명의 알루미늄 입자의 비대칭 라스 입자 형태는 서로 강하게 응집하는 경향을 갖는 공지된 구형 알루미늄 입자들과는 달리 용액중에서 약하게 응집되는 알루미늄 입자 시스템을 초래한다. 이러한 약한 응집 시스템의 결과로 인해, 비교적 다량의 알루미늄 입자들은 비교적 낮은 용액 점도를 유지하면서 주어진 용액중에 존재할 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 하나의 바람직한 실시양태에서, pH가 약 4.0인 분산액의 총 중량을 기준으로 약 20중량%의 알루미늄 입자를 함유하는 분산액은 약 20cps 이하의 점도를 갖는다. 더욱 바람직한 실시양태에서, pH가 약 4.0인 분산액의 총 중량을 기준으로 약 30중량%의 알루미늄 입자를 함유하는 분산액은 약 80cps 이하의 점도를 가지며, pH가 약 4.0인 분산액의 총 중량을 기준으로 약 40중량%의 알루미늄 입자를 함유하는 분산액은 약 100cps 이하의 점도를 갖는다.
- [0030] 상술된 높은 고형분 함량 및 낮은 점도의 분산액은 코팅 조성물로서 특히 유용하다. 상기 분산액은 예를 들어 종이 기재, 상부에 폴리에틸렌 층을 갖는 종이 기재, 상부에 잉크-수용 층을 갖는 종이 기재(예를 들어, 비정질 실리카와 같은 안료 및/또는 폴리비닐 알콜과 같은 수용성 결합체를 함유하는 코팅), 중합체성 필름 기재, 금속 기재, 세라믹 기재 및 이들의 조합을 비롯한 여러 가지 기재의 표면을 코팅하는데 사용될 수 있다. 생성되는 코팅 기재는 예를 들어 인쇄 용도, 촉매 용도 등을 비롯한 다수의 용도에 사용될 수 있다.
- [0031] 본 발명의 하나의 예시적인 실시양태에서, 코팅 기재는 상부에 본 발명의 알루미늄 입자를 포함하는 코팅 층을 갖는 인쇄가능한 기재를 포함한다. 상기 인쇄가능한 기재는 임의의 인쇄 공정, 예를 들어 잉크젯 인쇄 공정에 사용될 수 있으며, 이때 착색제-함유 조성물(예를 들어, 염료 및/또는 안료 함유 조성물)이 상기 코팅 층의 외 표면에 적용된다. 본 실시양태에서, 코팅 층 내의 알루미늄 입자는 비교적 신속하게 착색제-함유 조성물의 액체 부분을 흡수하는 심지제(wicking agent)로서 작용한다. 예시적인 코팅 기재를 도 1에 나타내었다.
- [0032] 도 1에 도시된 바와 같이, 예시적인 코팅 기재(10)는 코팅 층(11), 선택적인 수용 층(12), 선택적인 지지 층(13) 및 기저 층(14)을 포함한다. 코팅 층(11) 및 선택적일 수 있는 수용 층(12)은 본 발명의 알루미늄 입자를 포함한다. 전형적으로, 선택적인 지지 층(13) 및 기저 층(14)은 알루미늄 입자를 함유하지 않지만, 나머지 층들은 본 발명의 알루미늄 입자를 포함할 수도 있다. 선택적인 수용 층(12)을 형성하기 위한 적합한 재료로는 물 흡수성 재료, 예를 들어 폴리아크릴레이트; 비닐 알콜/아크릴아마이드 공중합체; 셀룰로스 중합체; 전분 중

합체; 이소부틸렌/말레산 무수물 공중합체; 비닐 알콜/아크릴산 공중합체; 폴리에틸렌 옥사이드 개질된 생성물; 다이메틸 암모늄 폴리다이알릴레이트; 및 4급 암모늄 폴리아크릴레이트 등이 포함될 수 있으나, 이들로 제한되지 않는다. 선택적인 지지 층(13)을 형성하기 위한 적합한 재료로는 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리에스터 및 기타 중합체성 재료들이 포함될 수 있으나, 이들로 제한되지 않는다. 기저 층(14)을 형성하기 위한 적합한 재료로는 종이, 섬유, 중합체성 필름 또는 발포체, 유리, 금속 호일, 세라믹체 및 이들의 조합이 포함될 수 있으나, 이들로 제한되지 않는다.

[0033] 도 1에 도시된 예시적인 코팅 기재(10) 또한 코팅 층(11), 선택적인 수용 층(12) 부분 내부에 보이는 착색제-함유 조성물(16)을 포함한다. 도 1은 착색제-함유 조성물(16)이 코팅 층(11)의 표면상으로 적용될 때 코팅 층(11) 및 선택적인 수용 층(12) 내로 스며드는 방식을 보여주기 위해 사용된다. 도 1에 도시된 바와 같이, 착색제-함유 조성물(16)의 착색제 부분(15)은 코팅 층(11)의 상부 내부에 존재하지만, 착색제-함유 조성물(16)의 액체 부분은 코팅 층(11)을 통해 선택적인 수용 층(12)으로 연장된다.

[0034] II. 알루미늄나 입자의 제조 방법 및 알루미늄나 입자를 함유하는 조성물

[0035] 본 발명은 또한 알루미늄나 입자의 제조 방법 및 알루미늄나 입자를 함유하는 조성물에 관한 것이다. 하나의 예시적인 방법에서, 알루미늄나 입자의 제조 방법은, 목적하는 pH 스윙(swing) 사이클 횟수 동안 반응물을 수용액에 첨가하여 상기 용액의 pH가 약 8.0을 초과하게 한 다음, 약 5.0 미만으로, 그 다음 약 8.0 초과와 pH로 복귀하게 하는 등의 방식으로 pH를 조절하는 pH 스윙 공정을 포함한다. 이러한 공정은 도 2A 및 2B를 참고하여 설명될 수 있다.

[0036] 도 2A에 도시된 바와 같이, 예시적인 방법(100)은 블록(101)에서 시작하여 단계(102)로 진행되고, 이때 물이 반응 용기에 첨가된다. 단계(102)로부터, 예시적인 방법(100)은 단계(103)로 진행되고, 이때 물은 약 85°C 이상의 온도로 가열된다. 전형적으로, 물은 약 85°C(또는 약 90°C, 또는 약 95°C)의 온도로 가열된다. 단계(103)로부터, 예시적인 방법(100)은 단계(104)로 진행되고, 이때 하나 이상의 산성 성분이 혼합물의 pH가 약 5.0 이하로 될 때까지 상기 가열된 물에 교반중에 첨가된다. 전형적으로, 혼합물의 pH는 약 5.0(또는 약 4.5, 또는 약 4.0, 또는 약 3.5, 또는 약 3.0, 또는 약 2.5, 또는 약 2.0, 또는 약 1.5)으로 감소된다.

[0037] 단계(104)에서, 혼합물에 첨가된 하나 이상의 산성 성분은 비제한적으로 질산, 황산, 염산, 알루미늄 나이트레이트, 알루미늄 클로로하이드를, 알루미늄 설페이트 또는 이들의 조합을 비롯한 하나 이상의 산성 성분을 포함할 수 있다. 하나의 바람직한 실시양태에서, 하나 이상의 산성 성분은 질산을 포함한다.

[0038] 단계(104)에서, 예시적인 방법(100)은 단계(105)로 진행되고, 이때 교반하면서 하나 이상의 염기성 성분을 혼합물에 첨가하여 혼합물의 pH를 약 8.0 이상의 pH로 증가시킨다. 전형적으로, 이 단계에서의 혼합물의 pH는 약 8.0(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5)의 pH로 증가된다. 단계(105)에서, 혼합물의 pH를 약 1.8 pH 단위/분 미만의 조절 속도로 증가시키는 것이 바람직하다. 상기 조절된 pH 증가 속도는 바람직한 형태 및 공극 체적을 갖는 알루미늄나 입자를 생성하는 것으로 밝혀졌다. 전형적으로, 조절된 pH 증가 속도는 약 1.8 pH 단위/분(또는 약 1.7 pH 단위/분, 또는 약 1.6 pH 단위/분, 또는 약 1.5 pH 단위/분, 또는 약 1.4 pH 단위/분)이다.

[0039] 단계(105)에서, 혼합물에 첨가된 하나 이상의 염기성 성분은 비제한적으로 나트륨 하이드록사이드, 암모니아, 나트륨 알루미늄네이트, 알루미늄 하이드록사이드 또는 이들의 조합을 비롯한 하나 이상의 염기성 성분을 포함할 수 있다. 하나의 바람직한 실시양태에서, 하나 이상의 염기성 성분은 나트륨 알루미늄네이트를 포함한다.

[0040] 단계(105)에서, 예시적인 방법(100)은 단계(106)로 진행되고, 이때 하나 이상의 염기성 성분을 혼합물에 첨가하는 것을 멈추고, 약 8.0(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5) 이상의 pH를 갖는 혼합물을 교반하면서 1.0분 이상 시효(aging) 처리한다. 이 단계에서, 혼합물을 전형적으로 약 1.0분 동안 시효 처리하지만, 임의의 소정 길이의 시간(예를 들어, 약 1.0분 내지 약 10분, 및 이 사이의 임의의 길이의 시간) 동안 시효 처리할 수 있다. 단계(106)에서 1.0분 이상 시효 처리한 후, 예시적인 방법(100)은 단계(107)로 진행되고, 이때 혼합물의 pH가 약 5.0 이하가 될 때까지 교반하면서 하나 이상의 산성 성분을 혼합물에 첨가한다. 전형적으로, 이 단계에서의 혼합물의 pH는 약 5.0(또는 약 4.5, 또는 약 4.0, 또는 약 3.5, 또는 약 3.0, 또는 약 2.5, 또는 약 2.0, 또는 약 1.5)의 pH로 감소된다.

[0041] 단계(104)에 기술된 바와 같이, 단계(107)에서, 임의의 상기 산성 성분이 혼합물의 pH를 감소시키는 데 사용될 수 있다. 하나의 바람직한 실시양태에서, 단계(107)에 사용된 하나 이상의 산성 성분은 질산을 포함한다. 단계(107)에서, 하나 이상의 산성 성분은 바람직한 시간 내에 혼합물의 pH를 감소시키도록 조절된 속도로 혼합물

에 첨가될 수 있다. 하나의 예시적인 실시양태에서, pH는 약 8.0 pH 단위/분의 조절 속도로 낮아진다. 다른 실시양태에서, pH는 약 7.0 pH 단위/분(또는 약 6.0 pH 단위/분, 또는 약 5.0 pH 단위/분, 또는 약 4.0 pH 단위/분, 또는 약 9.0 pH 단위/분)의 조절 속도로 낮아질 수 있다.

[0042] 단계(107)로부터, 예시적인 방법(100)은 단계(108)로 진행되고, 이때 하나 이상의 산성 성분을 혼합물에 첨가하는 것을 멈추고, 약 5.0(또는 약 4.5, 또는 약 4.0, 또는 약 3.5, 또는 약 3.0, 또는 약 2.5, 또는 약 2.0, 또는 약 1.5) 이하의 pH를 갖는 혼합물을 교반하면서 약 1.0분 이상 시효 처리한다. 이 단계에서, 혼합물을 전형적으로 약 3.0분 동안 시효 처리하지만, 임의의 소정 길이의 시간(예를 들어, 약 1.0분 내지 약 10분, 및 이 사이의 임의의 길이의 시간) 동안 시효 처리할 수 있다. 단계(108)에서 1.0분 이상 시효 처리한 후, 예시적인 방법(100)은 단계(109)로 진행되고, 이때 교반하면서 하나 이상의 염기성 성분을 혼합물에 첨가하여 혼합물의 pH를 약 8.0(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5) 이상의 pH로 증가시킨다. 단계(109)에서, 혼합물의 pH를 약 1.8 pH 단위/분 미만의 조절 속도로 증가시키는 것이 바람직하다. 전형적으로, 단계(109)에서의 조절된 pH 증가 속도는 약 1.8 pH 단위/분(또는 약 1.7 pH 단위/분, 또는 약 1.6 pH 단위/분, 또는 약 1.5 pH 단위/분, 또는 약 1.4 pH 단위/분)이다.

[0043] 단계(109)에서, 혼합물에 첨가된 하나 이상의 염기성 성분은 임의의 상기 염기성 성분일 수 있다. 하나의 바람직한 실시양태에서, 단계(109)에 사용된 하나 이상의 염기성 성분은 나트륨 알루미늄에이트를 포함한다.

[0044] 단계(109)에서, 예시적인 방법(100)은 단계(110)로 진행되고, 이때 하나 이상의 염기성 성분을 혼합물에 첨가하는 것을 멈추고, 약 8.0(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5) 이상의 pH를 갖는 혼합물을 교반하면서 1.0분 이상 시효 처리한다. 이 단계에서, 혼합물을 전형적으로 약 1.0분 동안 시효 처리하지만, 임의의 소정 길이의 시간(예를 들어, 약 1.0분 내지 약 10분, 및 이 사이의 임의의 길이의 시간) 동안 시효 처리할 수 있다.

[0045] 단계(110)에서 1.0분 이상 시효 처리한 후, 예시적인 방법(100)은 결정 블록(decision block)(111)으로 진행되고, 이때 제조자는 상기 pH 스윙 사이클을 반복할 것인지 여부를 결정한다. 결정 블록(111)에서 상기 pH 스윙 사이클을 반복하기로 결정한 경우, 예시적인 방법(100)은 단계(107)로 돌아가 상기한 바와 같은 과정을 진행한다. 전형적으로, 예시적인 방법(100)은 단계(107)로 돌아가고 총 5회 이상의 pH 스윙 사이클 동안 상기 pH 스윙 사이클을 반복한다. 본 발명의 일부 바람직한 실시양태에서, 예시적인 방법(100)은 총 약 5회의 pH 스윙 사이클(또는 약 5회의 pH 스윙 사이클, 또는 약 10회의 pH 스윙 사이클, 또는 약 20회의 pH 스윙 사이클, 또는 약 20회 초과 pH 스윙 사이클)을 포함한다.

[0046] 결정 블록(111)에서 상기 pH 스윙 사이클을 반복하지 않기로 결정한 경우, 예시적인 방법(100)은 단계(112)로 진행되고(도 2B에 도시됨), 이때 혼합물의 pH를 약 8.0(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5) 이상으로 하면서 혼합물을 여과한다. 단계(112)로부터 예시적인 방법(100)은 단계(113)로 진행되고, 이때 여과물을 탈이온수로 세척하여 공-생성된 임의의 염을 제거한다. 다른 실시양태에서, 묽은 암모니아 용액 또는 암모늄 카보네이트 용액을 여과물을 세척하는 데 사용할 수 있다. 전형적으로, 여과물을 약 5.0분 동안 세척하지만, 임의의 길이의 세척 시간이 사용될 수 있다.

[0047] 단계(113)로부터 예시적인 방법(100)은 단계(114)로 진행되고, 이때 세척된 여과물을 건조하여 알루미나 분말을 수득한다. 단계(114)로부터 예시적인 방법(100)은 종결 블록(115)으로 진행되고, 이때 예시적인 방법(100)이 종결된다.

[0048] 본 발명의 제 1 바람직한 실시양태에서, 알루미나 입자의 제조 방법은 (a) 제 1 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5)이 될 때까지 제 1 알루미늄-함유 화합물을 제 1 산성 용액에 첨가하여 제 1 염기성 용액을 형성하는 단계(이때, pH는 약 1.8 pH 단위/분 미만의 조절 속도로 증가된다), (b) 제 1 염기성 용액의 pH를 약 1.0분 이상 유지하는 단계, (c) 제 1 염기성 용액의 pH가 약 5.0 이하(또는 약 4.5, 또는 약 4.0, 또는 약 3.5, 또는 약 3.0, 또는 약 2.5, 또는 약 2.0, 또는 약 1.5)가 될 때까지 제 1 염기성 용액에 산을 첨가하여 제 2 산성 용액을 형성하는 단계, (d) 제 2 산성 용액의 pH를 1.0분 이상 유지하는 단계, (e) 제 2 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5)이 될 때까지 제 2 산성 용액에 제 2 알루미늄-함유 화합물을 첨가하여 제 2 염기성 용액을 형성하는 단계(이때, pH는 약 1.8 pH 단위/분 미만의 조절 속도로 증가된다), (f) 제 2 염기성 용액의 pH를 약 1.0분 이상 유지하는 단계, 및 (g) 단계 (c) 내지 (f)를 5회 이상 반복하는 단계를 포함한다. 상기 제 1 바람직한 실시양태에서, 제 1 알루미늄-함유 화합물 및 제 2 알루미늄-함유 화합물은 나트륨 알루미늄에이트를 포함하고, 산은 질산을 포함한다.

- [0049] 상기 기재된 pH 스윙 사이클에서, 제 2 산성 용액의 pH가 일부 실시양태에서 약 1.4 내지 약 3.0이고(예컨대, 단계 (c) 및 (d)에서), 제 2 염기성 용액의 pH가 약 9.0 내지 약 10.6인 것(예컨대, 단계 (e) 및 (f)에서)이 바람직하다. 하나의 바람직한 실시양태에서, 제 2 산성 용액의 pH는 약 1.6이고, 제 2 염기성 용액의 pH는 약 10.2이다. 또한, 상기 기재된 pH 스윙 사이클에서, pH 증가의 조절 속도는 일부 실시양태에서 약 1.7 pH 단위/분인 것(예컨대, 단계 (a) 및 (e)에서)이 바람직하다.
- [0050] 상기 기재된 pH 스윙 사이클에서, 제 2 산성 용액의 pH는 일부 실시양태에서 단계 (d)에서 약 2 내지 약 5분 동안 약 5.0 이하의 pH에서 유지되고(즉, 시효되고), 제 2 염기성 용액의 pH는 단계 (f)에서 약 1 내지 약 3분 동안 약 8.0 이상의 pH에서 유지되는(즉, 시효되는) 것이 바람직하다. 하나의 바람직한 실시양태에서, 제 2 산성 용액의 pH는 단계 (d)에서 약 3분 동안 약 5.0 이하(또는 약 4.5, 또는 약 4.0, 또는 약 3.5, 또는 약 3.0, 또는 약 2.5, 또는 약 2.0, 또는 약 1.5)의 pH에서 유지되고, 제 2 염기성 용액의 pH는 단계 (f)에서 약 1분 동안 약 8.0 이상(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5)의 pH에서 유지된다.
- [0051] 본 발명에 중요하진 않지만, 본 발명의 일부 실시양태에서, 단계 (c)에서 제 1 염기성 용액에 첨가되는 산은 약 8.0 pH 단위/분의 조절 속도로 pH가 감소하도록 첨가될 수 있다.
- [0052] 본 발명의 제 2 바람직한 실시양태에서, 알루미늄 입자의 제조 방법은 나트륨 알루미늄에이트 및 질산이 알루미늄 입자를 형성하기 위해 사용되는 유일한 반응물인 방법을 포함한다. 이러한 바람직한 실시양태에서, 알루미늄 입자의 제조 방법은 나트륨 알루미늄에이트 및 질산을 포함하는 단지 두 가지 반응물을 물에 첨가하여 물중의 알루미늄 입자들의 혼합물을 형성하는 단계를 포함한다. 반응물은 다음과 같은 예시적인 단계를 사용하여 첨가될 수 있다: (a) 물중의 질산을 포함하는 제 1 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5)이 될 때까지 제 1 산성 용액에 나트륨 알루미늄에이트를 첨가하여 제 1 염기성 용액을 형성하는 단계, (b) 제 1 염기성 용액의 pH를 1.0분 이상 유지하는 단계, (c) 제 1 염기성 용액의 pH가 약 5.0 이하(또는 약 4.5, 또는 약 4.0, 또는 약 3.5, 또는 약 3.0, 또는 약 2.5, 또는 약 2.0, 또는 약 1.5)가 될 때까지 질산을 제 1 염기성 용액에 첨가하여 제 2 산성 용액을 형성하는 단계, (d) 제 2 산성 용액의 pH를 3.0분 이상 유지하는 단계, (e) 제 2 산성 용액의 pH가 약 8.0 이상(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5)이 될 때까지 제 2 산성 용액에 나트륨 알루미늄에이트를 첨가하여 제 2 염기성 용액을 형성하는 단계, (f) 제 2 염기성 용액의 pH를 1분 이상 유지하는 단계, 및 (g) 단계 (c) 내지 (f)를 5회 이상 반복하는 단계. 바람직하게는, 약 1.7 pH 단위/분의 조절 속도로 pH가 증가하도록 나트륨 알루미늄에이트를 단계 (a)에서의 제 1 산성 용액 및 단계 (e)에서의 제 2 산성 용액에 첨가한다.
- [0053] 상기 기재된 제 1 및 제 2의 바람직한 알루미늄 입자 제조 방법 중 어느 하나에서, 상기 방법은 약 8.0 이상(또는 약 8.5, 또는 약 9.0, 또는 약 9.5, 또는 약 10.0, 또는 약 10.5, 또는 약 11.0, 또는 약 11.5)의 pH에서 혼합물을 여과하는 단계; 상기 알루미늄 입자를 탈이온수로 세척하는 단계; 및 상기 알루미늄 입자를 건조하는 단계를 추가로 포함할 수 있다.
- [0054] 본 발명의 일부 실시양태에서, 예시적인 방법(100)을 포함한 상기 기재된 방법으로 형성되는 알루미늄 분말은 추가의 가공없이 다양한 용도에서 알루미늄 분말로서 사용될 수 있다. 적합한 용도는 수소화처리 용도 및 유동상 접촉 분해(FCC) 용도에서 사용하기 위한 촉매 지지체로서; 촉매에서 사용하기 위한 결합제, 세라믹 등으로서; 중합체 생성물에서 사용하기 위한 충전제로서; 도료에서 사용하기 위한 안료, 분말 코팅, 자외선 경화된 코팅, 보호 코팅 등으로서; 습기 비함유 환경에서 사용하기 위한 건조제로서; 사진복사 용도에서 사용하기 위한 토너 성분으로서 등의 용도를 포함하지만 이에 제한되지 않는다. 다른 실시양태에서, 예시적인 방법(100)을 포함한 상기 기재된 방법으로 형성되는 알루미늄 분말은 추가로 가공되어 다양한 고체 및/또는 액체 생성물을 형성하는데 사용될 수 있다. 예를 들면, 예시적인 방법(100)으로 형성되는 알루미늄 분말을 사용하여 알루미늄 줄, 잉크젯 잉크 조성물, 인쇄가능한 기재(즉, 색-함유 조성물이 적용될 수 있는 기재)와 같은 기재용 코팅을 형성할 수 있다. 본 발명의 하나의 예시적인 실시양태에서, 예시적인 방법(100)으로 형성되는 알루미늄 분말을 사용하여 알루미늄 줄을 형성한다. 알루미늄 줄의 예시적인 제조 방법은 도 3에 제시되어 있다.
- [0055] 도 3에 도시된 바와 같이, 예시적인 방법(200)은 블록(201)에서 시작하여 단계(202)로 진행되고, 이때 물이 반응 용기에 첨가된다. 단계(202)로부터, 예시적인 방법(200)은 단계(203)로 진행되고, 이때 알루미늄 분말(또는 입자)이 물에 첨가되면서, 동시에 교반된다. 물에 첨가되는 알루미늄 분말의 양은 생성된 알루미늄 줄의 최종 용도에 따라 달라질 수 있다. 전형적으로, 알루미늄 분말은 알루미늄 줄의 총 중량을 기준으로 약 40중량% 이

하의 알루미늄의 고형분 함량을 생성하도록 첨가된다.

- [0056] 단계(203)로부터, 예시적인 방법(200)은 해교 단계(204)로 진행되고, 여기서는 혼합물의 pH가 약 5.0 이하가 될 때까지 교반되는 동안 산이 혼합물에 첨가된다. 전형적으로 혼합물의 pH는 약 5.0(또는 약 4.5, 보다 전형적으로 약 4.0, 또는 약 3.5, 또는 약 3.0, 또는 약 2.5, 또는 약 2.0, 또는 약 1.5)로 감소된다. 단계(204)에서, 혼합물에 첨가되는 산은 질산, 황산, 카복실산 또는 이의 조합을 포함하지만, 이로 한정되지 않는 하나 이상의 산을 포함할 수 있다. 바람직한 실시양태에서, 단계 (204)에 사용되는 산은 질산을 포함한다. 이들 입자는 이후에 "해교된"으로 정의된다.
- [0057] 단계 (204)에서, 예시적인 방법(200)은 결정 블록(205)으로 진행되고, 여기서는 생성된 혼합물을 그대로 이용할 것인지 추가의 가공을 계속할 것인지를 제조자가 결정한다. 결정 블록(205)에서 생성된 혼합물을 그대로 이용하는 것으로 결정되는 경우, 예시적인 방법(200)은 결정 블록(206)으로 진행되고, 여기서, 혼합물을 코팅 조성물로 이용할 것인지를 사용자가 결정한다.
- [0058] 결정 블록(206)에서 혼합물을 코팅 조성물로서 이용하는 것으로 결정되면, 예시적인 방법(200)은 단계(207)로 진행되고, 여기서 혼합물은 기재의 표면상으로 코팅된다. 비록 예시적인 방법(200)에 도시되어 있지 않지만, 단계(207)에서 혼합물을 기재상으로 코팅하기 전에, 하나 이상의 추가의 성분이 코팅 조성물에 첨가될 수 있다. 적합한 추가 성분은 하나 이상의 착색제(예를 들면 염료, 안료 등), 하나 이상의 계면활성제, 하나 이상의 충전제, 또는 이의 임의의 조합을 포함하지만, 이로 한정되지는 않는다.
- [0059] 단계(207)로부터, 예시적인 방법(200)은 단계(208)로 진행되고, 여기서 기재상의 코팅 조성물이 건조되어 코팅된 기재가 생성된다. 전형적으로 코팅 조성물은 기재의 유형, 공정 유형(예를 들면 회분식 대 연속식) 등을 포함하는 다수의 인자에 따라 약 100°C 내지 약 150°C의 건조 온도에서 건조된다. 단계(208)로부터, 예시적인 방법(200)은 선택적인 단계(209)로 진행되고, 여기서 코팅된 기재는 추가 이용을 위해 포장되어 저장된다. 다른 실시양태에서, 코팅된 기재는 포장될 필요없이 즉시 사용될 수 있다(예를 들면 인쇄 코팅이 알루미늄 입자를 함유하는 코팅상으로 적용되는 인-라인 인쇄 공정). 단계(209)로부터, 예시적인 방법(200)은 단계(212)로 진행되고, 여기서 예시적인 방법(200)이 종결된다.
- [0060] 결정 블록(206)으로 다시 돌아오면, 혼합물을 코팅 조성물로 사용하지 않는 것으로 결정되는 경우, 예시적인 방법(200)은 결정 블록(210)으로 진행되고, 여기서 혼합물을 다른 조성물(예를 들면 잉크젯 잉크 조성물)중의 첨가제로서 이용할 것인지를 결정한다. 결정 블록(210)에서 혼합물을 다른 조성물중의 첨가제로서 이용하는 것으로 결정되는 경우, 예시적인 방법(200)은 단계(211)로 진행되고, 여기서 혼합물은 다른 조성물로 첨가된다.
- [0061] 단계(211)로부터, 예시적인 방법(200)은 상기 개시된 바와 같은 선택적인 단계(209)로 진행되고, 여기서 첨가제로서 알루미늄을 함유하는 생성된 조성물이 추가 이용을 위해 포장되어 저장된다. 다른 실시양태에서, 첨가제로서 알루미늄을 함유하는 생성된 조성물은 포장될 필요없이 즉시 사용될 수 있다(예를 들면 인-라인 코팅 공정중의 코팅 조성물로서). 단계(209)로부터, 예시적인 방법(200)은 단계(212)로 진행되고, 여기서 예시적인 방법(200)이 종결된다.
- [0062] 결정 블록(205)으로 돌아와서, 생성된 혼합물을 그대로 사용하지 않는 것으로 결정되면, 예시적인 방법(200)은 단계(214)로 진행되고, 여기서, 혼합물이 건조되어 알루미늄 분말을 형성한다. 전형적으로 혼합물은 바람직한 건조 속도, 공정 유형(예를 들면 회분식 대 연속식) 등을 포함하지만 이로 한정되지 않는 다수의 인자에 따라 약 100°C 내지 약 150°C의 건조 온도에서 건조된다. 단계(214)로부터, 예시적인 방법(200)이 결정 블록(215)으로 진행된다.
- [0063] 결정 블록(215)에서, 생성된 알루미늄 분말을 다른 조성물중의 첨가제로서 이용할 것인지를 사용자가 결정한다. 생성된 알루미늄 분말을 다른 조성물중의 첨가제로서 사용할 것으로 결정되면, 예시적인 방법(200)은 단계(216)로 진행되고, 여기서, 생성된 알루미늄 분말은 다른 조성물로 첨가된다. 단계(216)으로부터, 예시적인 방법(200)은 상기 개시된 바와 같은 선택적인 단계(209)로 진행되고, 여기서 첨가제로서 알루미늄 분말을 함유하는 생성된 조성물을 추가 이용을 위해 포장하여 저장한다. 다른 실시양태에서, 알루미늄 분말을 첨가제로서 함유하는 생성된 조성물은 포장될 필요없이 즉시 사용될 수 있다(예를 들면 인-라인 코팅 공정중의 코팅 조성물). 단계(209)로부터, 예시적인 방법(200)이 단계(212)로 진행되고, 여기서 예시적인 방법(200)이 종결된다.
- [0064] 결정 블록(215)으로 돌아가서, 생성된 알루미늄 분말을 다른 조성물중의 첨가제로서 이용하지 않는 것으로 결정되면, 예시적인 방법(200)은 상기 개시된 바와 같은 선택적인 단계(209)로 직접 진행되고, 여기서, 생성된 알루미늄 분말을 추가 이용을 위해 포장하여 저장한다. 다른 실시양태에서, 생성된 알루미늄 분말은 포장될 필요없

이 즉시 이용될 수 있다(예를 들면 인-라인 코팅 공정중의 건조 코팅으로). 단계 (209)로부터, 예시적인 방법 (200)은 단계(212)로 진행되고, 여기서, 예시적인 방법(200)이 종결된다.

[0065] *III. 알루미늄 입자의 사용 방법*

[0066] 본 발명은 또한 알루미늄 입자 및 알루미늄 입자를 함유하는 조성물을 이용하여 다수의 고체 및 액체 제품을 형성하는 방법에 관한 것이다. 상기 논의된 바와 같이, 알루미늄 입자는 알루미늄 졸을 제조하는 방법에 사용될 수 있다. 한 예시적인 방법에서, 알루미늄 졸을 제조하는 방법은 알루미늄 입자를 수용액에 첨가하여 혼합물을 형성하는 단계; 및 혼합물의 pH를 약 5.0 미만, 전형적으로 약 4.0 이하로 조절하는 단계를 포함한다. 바람직하게는, 생성된 알루미늄 졸은 알루미늄 졸의 총 중량을 기준으로 약 40중량% 이하의 알루미늄 입자의 고형분 함량, 약 4.0의 pH, 및 약 100cps 미만의 점도를 갖는다. 한 예시적인 실시양태에서, 생성된 알루미늄 졸은 알루미늄 졸의 총 중량을 기준으로 약 30중량% 이하의 알루미늄 입자의 고형분 함량, 약 4.0의 pH, 및 약 80cps 미만의 점도를 갖는다.

[0067] 본 발명의 추가의 예시적인 실시양태에서, 알루미늄 입자는 코팅된 기재의 제조 방법에 이용될 수 있다. 한 예시적인 방법에서, 코팅된 기재를 제조하는 방법은 제 1 표면을 갖는 기재를 제공하는 단계; 및 기재의 제 1 표면에 알루미늄 졸을 코팅하여 그 위에 코팅 층을 형성하는 단계를 포함한다. 후속적으로 코팅 층을 건조시켜 코팅된 기재를 형성할 수 있다. 코팅된 기재를 이용하여 인쇄된 기재를 형성할 수 있다. 본 발명의 한 예시적인 방법에서는, 인쇄된 기재를 형성하는 방법이 색소-함유 조성물을 상기 개시된 코팅된 기재의 코팅 층상에 적용하는 단계를 포함한다.

[0068] 본 발명의 하기 실시예에 의해 추가로 예시되지만, 이는 본 발명의 범위를 어떤 방식으로든 제한하고자 함이 아니다. 오히려, 본원의 상세한 설명을 잘 읽은 후 본 발명의 사상 및/또는 첨부된 청구범위의 범위를 벗어나지 않고 이의 다양한 실시양태, 개질 및 등가물이 당해 분야의 숙련자에게 제안될 수 있음을 명확하게 이해되어야 할 것이다.

실시예

[0069] **실시예 1**

[0070] *알루미늄 입자의 제조*

[0071] 11.4 kg의 물을 용기에 첨가하고, 이어서 상기 용기를 95°C까지 가열하였다. 교반하면서, pH가 2.0에 도달할 때까지 상기 물에 40중량%의 질산을 첨가하였다. 이어서, 나트륨 알루미늄네이트(23중량% Al₂O₃)를 혼합물의 pH가 5분 내에 10.0에 도달하도록 조절된 속도로 첨가하였다. pH가 10.0에 도달하면, 나트륨 알루미늄네이트의 첨가를 중지하고 화합물을 1분 동안 시효하였다. 시효 후, 40중량%의 질산을 혼합물의 pH가 1분 내에 2.0에 도달하도록 하는 속도로 반응 용기에 첨가하였다. pH가 2.0에 도달하면, 질산의 첨가를 중지하고 혼합물을 3분 동안 시효하였다. 시효 기간이 끝날 무렵에, pH를 5분 내에 2.0에서 10.0으로 증가시키기 위해 나트륨 알루미늄네이트를 반응 용기에 다시 첨가하였다.

[0072] 상기 pH 사이클 단계를 총 20회 반복하였다. 20회 사이클이 끝날 무렵에 혼합물의 pH가 10.0인 상태에서, 상기 혼합물을 여과하여 형성된 알루미늄을 회수하고, 이어서 임의의 공-생성된 염을 제거하기 위해 세척하였다. 이어서 수득된 필터 케이크를 분무 건조하여 알루미늄 분말을 수득하였다.

[0073] 알루미늄 분말의 결정 크기를 X-선 회절(XRD) 기술을 사용하여 측정하였다. 알루미늄 분말은, [120] XRD 반사로부터 측정했을 때 30Å 및 [020] XRD 반사로부터 측정했을 때 70Å의 결정 크기를 가졌다.

[0074] **실시예 2**

[0075] *알루미늄 졸의 제조*

[0076] 상기 실시예 1에서 형성된 알루미늄 분말을 물에 분산시켜 혼합물을 형성하고, 이어서 교반하면서 질산을 사용하여 상기 혼합물의 pH를 약 4.0으로 조정하였다. 호리바 인스트루먼트즈 인코포레이티드(Horiba Instruments, Inc., 캐나다 엘바인 소재)로부터 시판되는 LA-900 레이저 산란 입자 크기 분포 분석기를 사용하여 측정했을 때, 생성된 혼합물은 123 nm의 평균 입자 크기를 갖는 입자의 분산액을 함유했다. 생성된 혼합물은 80cps의 점도 및 상기 혼합물의 총 중량을 기준으로 30중량%의 고형분 함량을 가졌다.

[0077] 상기 혼합물을 150°C에서 건조하여, 질소 공극측정법을 사용하여 측정하였을 때 172 m²/g의 BET 표면적 및 0.73

cc/g의 공극 체적을 갖는 알루미늄나 분말을 생성하였다.

[0078] **실시예 3**

[0079] *코팅된 기재의 제조*

[0080] 실시예 2에서 형성된 알루미늄나 졸을 사용하여 다양한 기재를 코팅하였다. 상기 기재는 종이 기재, 상부에 폴리에틸렌 층을 갖는 종이 기재, 상부에 수용 층(예컨대 비정질 실리카 및 폴리비닐 알콜 형태의 수용성 결합제를 함유하는 코팅)을 갖는 종이 기재를 포함한다. 알루미늄나 졸을 나이프 코팅 공정을 이용하여 각각의 기재상에 코팅하여, 약 18 내지 20 g/m²의 코팅 중량을 갖는 코팅 층을 제공하였다. 상기 코팅된 기재를 150℃에서 건조하였다.

[0081] 잉크 조성물을 각각의 코팅된 기재상에 적용하였다. 모든 경우에, 잉크 조성물은 알루미늄나 입자 코팅으로 신속히 침투되었다.

[0082] 비록 명세서가 이의 특정 실시양태와 관련하여 상세히 기술되었지만, 당업자가 전술한 바를 이해하면서 상기 실시양태에 대한 대체, 변형 및 등가물을 용이하게 생각해 낼 수 있는 것으로 이해될 수 있다. 따라서, 본 발명의 범위는 첨부된 청구의 범위 및 이의 임의의 등가물의 범위로서 평가되어야만 한다.

도면의 간단한 설명

[0012] 도 1은 알루미늄나 입자-함유 층을 하나 이상 포함하는 본 발명의 예시적인 제품의 단면도이다.

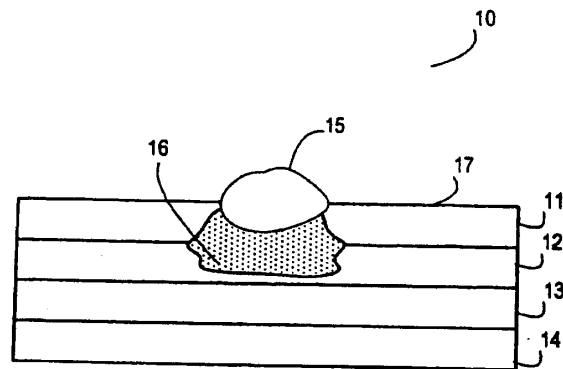
[0013] 도 2A 및 2B는 본 발명의 알루미늄나 입자의 예시적인 제조 방법의 흐름도이다.

[0014] 도 3은 본 발명의 알루미늄나 졸의 예시적인 제조 방법의 흐름도이다.

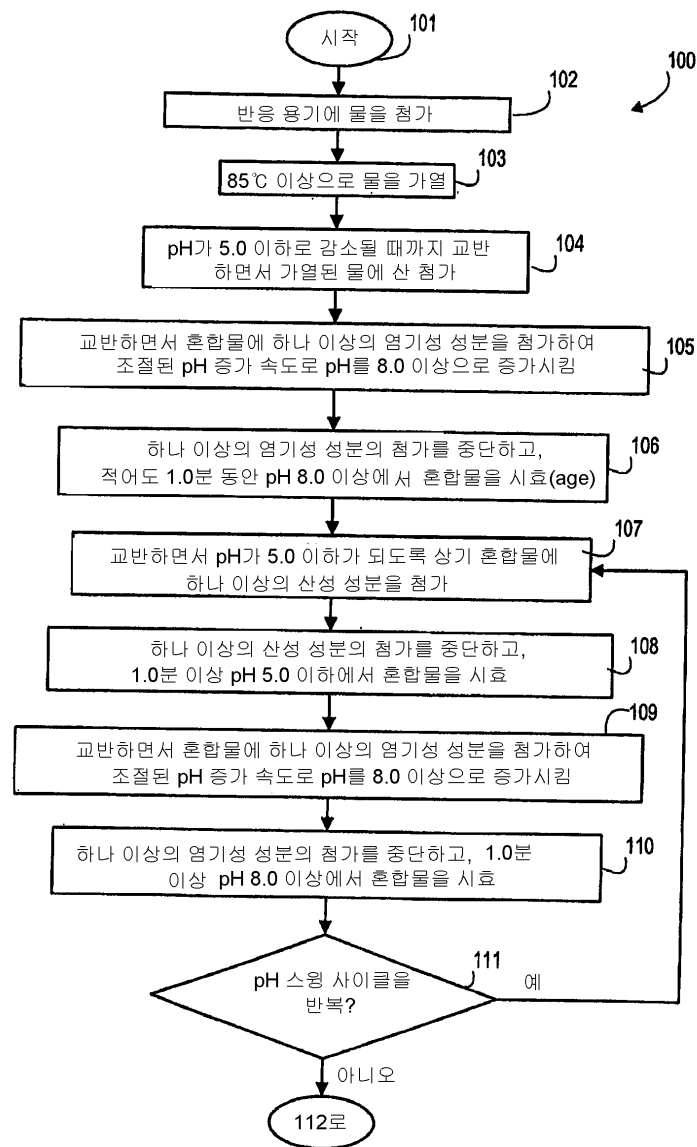
[0015] 도 4는 본 발명에 따른 입자의 투과 전자 현미경(TEM)을 도시한다.

도면

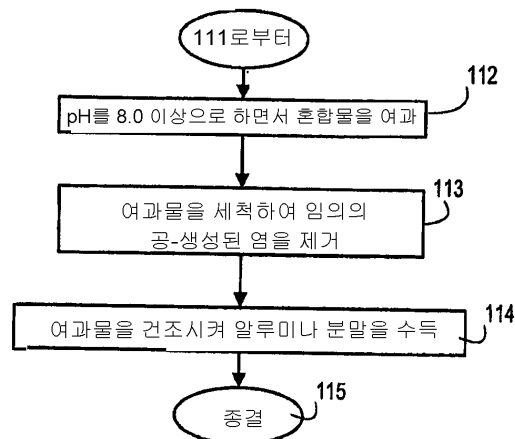
도면1



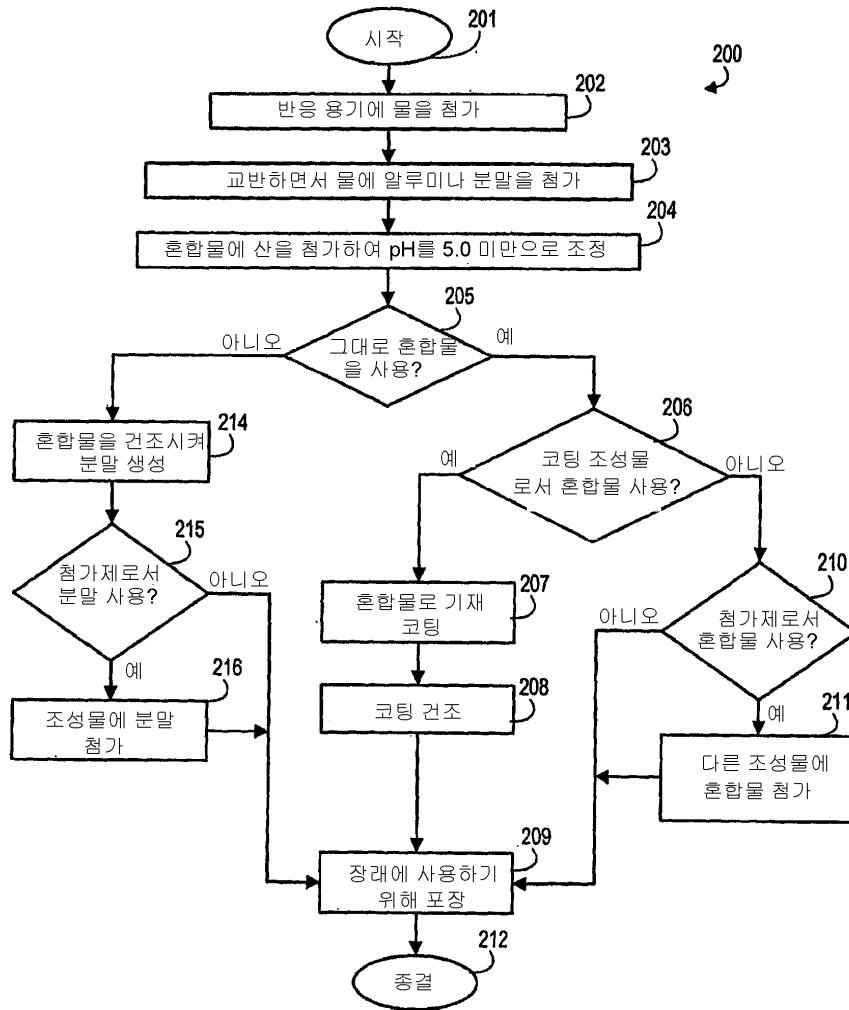
도면2A



도면2B



도면3



도면4

