

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5419460号

(P5419460)

(45) 発行日 平成26年2月19日(2014.2.19)

(24) 登録日 平成25年11月29日(2013.11.29)

(51) Int.Cl.		F I			
CO1F	7/02	(2006.01)	CO1F	7/02	J
CO9C	1/40	(2006.01)	CO9C	1/40	
CO9C	3/06	(2006.01)	CO9C	3/06	

請求項の数 33 (全 19 頁)

(21) 出願番号	特願2008-545729 (P2008-545729)	(73) 特許権者	590001706
(86) (22) 出願日	平成18年12月12日 (2006.12.12)		ダブリュー・アール・グレース・アンド・カンパニー・コーン
(65) 公表番号	特表2009-519203 (P2009-519203A)		W R GRACE & CO-CONN
(43) 公表日	平成21年5月14日 (2009.5.14)		アメリカ合衆国メリーランド州21044
(86) 国際出願番号	PCT/US2006/047340		, コロンビア, グレース・ドライブ 7500
(87) 国際公開番号	W02007/070498	(74) 代理人	100140109
(87) 国際公開日	平成19年6月21日 (2007.6.21)		弁理士 小野 新次郎
審査請求日	平成21年12月7日 (2009.12.7)	(74) 代理人	100089705
(31) 優先権主張番号	60/749,380		弁理士 社本 一夫
(32) 優先日	平成17年12月12日 (2005.12.12)	(74) 代理人	100075270
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 小林 泰
		(74) 代理人	100080137
			弁理士 千葉 昭男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミナ粒子及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(a) 第1の酸性溶液のpHが8.0以上になるまで、第1のアルミニウム含有化合物を第1の酸性溶液に加えて、pHを1.8pH単位/分未満の制御された速度で上昇させて、第1の塩基性溶液を形成し；

(b) 第1の塩基性溶液のpHを少なくとも1.0分間保持し；

(c) 第1の塩基性溶液のpHが5.0以下になるまで、酸を第1の塩基性溶液に加えて、第2の酸性溶液を形成し；

(d) 第2の酸性溶液のpHを少なくとも1.0分間保持し；

(e) 第2の酸性溶液のpHが8.0以上になるまで、第2のアルミニウム含有化合物を第2の酸性溶液に加えて、pHを1.8pH単位/分未満の制御された速度で上昇させて、第2の塩基性溶液を形成し；

(f) 第2の塩基性溶液のpHを少なくとも1.0分間保持し；そして

(g) 工程(c)～(f)を少なくとも5回繰り返す；

工程を含む、アルミナ粒子の製造方法であって、

当該アルミナ粒子が、解膠可能であり、非対称又は針状の粒子形状、並びに、120X線回折面に沿って測定した第1の寸法及び020X線回折面に沿って測定した第2の寸法を有し、第1の寸法に対する第2の寸法の結晶寸法比が少なくとも1.1である結晶構造を有する、上記アルミナ粒子の製造方法。

【請求項2】

10

20

該第 1 のアルミニウム含有化合物及び該第 2 のアルミニウム含有化合物がアルミン酸ナトリウムを含み、該酸が硝酸を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

アルミン酸ナトリウム及び硝酸が、該アルミナ粒子を形成するために用いる唯一の反応物質である、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

工程 (c) ~ (f) を 20 回繰り返す、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

第 2 の酸性溶液が 1.4 ~ 3.0 の pH を有し、第 2 の塩基性溶液が 9.0 ~ 10.6 の pH を有する、請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 6】

第 2 の酸性溶液が 1.6 の pH を有し、第 2 の塩基性溶液が 10.2 の pH を有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

該制御された速度が 1.7 pH 単位 / 分である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

工程 (d) において第 2 の酸性溶液の pH を 5.0 以下の pH に 2 ~ 5 分間保持し、工程 (f) において第 2 の塩基性溶液の pH を 8.0 以上の pH に 1 ~ 3 分間保持する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

20

工程 (d) において第 2 の酸性溶液の pH を 5.0 以下の pH に 3 分間保持し、工程 (f) において第 2 の塩基性溶液の pH を 8.0 以上の pH に 1 分間保持する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

工程 (c) において、pH を 8.0 pH 単位 / 分の制御された速度で低下させるように、第 1 の塩基性溶液に酸を加える、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

更に、
該第 2 の酸性溶液の pH が 10.0 以上である間に該第 2 の塩基性溶液を濾過し；
アルミナ粒子を脱イオン水で洗浄し；そして
アルミナ粒子を乾燥する；
工程を含む、請求項 1 に記載の方法。

30

【請求項 12】

請求項 1 に記載の方法で形成されたアルミナ粒子を水溶液に加えて混合物を形成し；そして
混合物の pH を 5.0 未満に調節する；
工程を含む、アルミナゾルの製造方法。

【請求項 13】

該アルミナゾルが、該アルミナゾルの全重量を基準として 40 重量 % 以下のアルミナ粒子の固体含量、及び 100 cps 未満の粘度を有する、請求項 12 に記載の方法。

40

【請求項 14】

第 1 の表面を有する基材を準備し；そして
請求項 12 に記載の方法によって形成されたアルミナゾルを該第 1 の表面上に被覆してその上に被覆層を形成する；
工程を含む、被覆基材の製造方法。

【請求項 15】

請求項 14 に記載の方法によって形成された被覆基材の被覆層の上に着色剤含有組成物を施す；
工程を含む、印刷基材の製造方法。

【請求項 16】

50

アルミン酸ナトリウム及び硝酸を含む 2 種類の反応物質のみを水に加えて、水中のアルミナ粒子の混合物を形成し；

8 . 0 以上の pH において該混合物を濾過し；

アルミナ粒子を脱イオン水で洗浄し；そして

アルミナ粒子を乾燥する；

工程を含む、アルミナ粒子の製造方法であって、

当該アルミナ粒子が、解膠可能であり、非対称又は針状の粒子形状、並びに、120 X 線回折面に沿って測定した第 1 の寸法及び 020 X 線回折面に沿って測定した第 2 の寸法を有し、第 1 の寸法に対する第 2 の寸法の結晶寸法比が少なくとも 1 . 1 である結晶構造を有する、上記アルミナ粒子の製造方法。

10

【請求項 17】

添加工程が、

(a) 水中の硝酸を含む第 1 の酸性溶液に、第 1 の酸性溶液の pH が 8 . 0 以上になるまで、アルミン酸ナトリウムを加えて第 1 の塩基性溶液を形成し；

(b) 第 1 の塩基性溶液の pH を少なくとも 1 分間保持し；

(c) 第 1 の塩基性溶液の pH が 5 . 0 以下になるまで、第 1 の塩基性溶液に硝酸を加えて第 2 の酸性溶液を形成し；

(d) 第 2 の酸性溶液の pH を少なくとも 3 . 0 分間保持し；

(e) 第 2 の酸性溶液の pH が 8 . 0 以上になるまで、第 2 の酸性溶液にアルミン酸ナトリウムを加えて第 2 の塩基性溶液を形成し；

20

(f) 第 2 の塩基性溶液の pH を少なくとも 1 分間保持し；

(g) 工程 (c) ~ (f) を少なくとも 5 回繰り返す；

ことを含む、請求項 16 に記載の方法。

【請求項 18】

pH を 1 . 7 pH 単位 / 分の制御された速度で上昇させるように、アルミン酸ナトリウムを、工程 (a) において第 1 の酸性溶液及び工程 (e) において第 2 の酸性溶液に加える、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 19】

非対称又は針状の粒子形状、並びに、120 X 線回折面に沿って測定した第 1 の寸法及び 020 X 線回折面に沿って測定した第 2 の寸法を有し、第 1 の寸法に対する第 2 の寸法の結晶寸法比が少なくとも 1 . 1 である結晶構造を有し、粒子が、120 X 線回折面に沿って測定して 10 ~ 50 オングストロームの第 1 の寸法、及び 020 X 線回折面に沿って測定して 30 ~ 100 オングストロームの第 2 の寸法を有する、解膠可能なアルミナ粒子

30

【請求項 20】

アスペクト比が少なくとも 1 . 1 である、請求項 19 に記載の解膠可能なアルミナ粒子

【請求項 21】

該アスペクト比が少なくとも 1 . 3 である、請求項 20 に記載の解膠可能なアルミナ粒子。

40

【請求項 22】

該アスペクト比が少なくとも 1 . 5 である、請求項 20 に記載の解膠可能なアルミナ粒子。

【請求項 23】

請求項 19 に記載の粒子から形成されるアルミナゾル。

【請求項 24】

解膠アルミナ粒子を含むアルミナゾル又は分散液であって、

該アルミナ粒子が、非対称又は針状の粒子形状、1 ミクロン未満の平均最大粒子寸法、及び 120 X 線回折面に沿って測定した第 1 の寸法及び 020 X 線回折面に沿って測定した第 2 の寸法を有し、第 1 の寸法に対する第 2 の寸法の結晶寸法比が少なくとも 1 . 1 である

50

ある結晶構造を有する、上記アルミナゾル又は分散液。

【請求項 2 5】

粒子が 8 0 ~ 6 0 0 n m の平均最大粒子寸法を有する、請求項 2 4 に記載のアルミナゾル又は分散液。

【請求項 2 6】

粒子が 1 0 0 ~ 1 5 0 n m の平均最大粒子寸法を有する、請求項 2 5 に記載のアルミナゾル又は分散液。

【請求項 2 7】

粒子が少なくとも 0 . 4 0 c c / g の孔容積を有する、請求項 2 4 に記載のアルミナゾル又は分散液。

【請求項 2 8】

粒子が 0 . 5 0 ~ 0 . 8 5 c c / g の孔容積を有する、請求項 2 4 に記載のアルミナゾル又は分散液。

【請求項 2 9】

粒子が 1 7 2 m² / g の B E T 表面積を有する、請求項 2 4 に記載のアルミナゾル又は分散液。

【請求項 3 0】

粒子が、1 2 0 X 線回折面に沿って測定して 1 0 ~ 5 0 オングストロームの第 1 の結晶寸法、及び 0 2 0 X 線回折面に沿って測定して 3 0 ~ 1 0 0 オングストロームの第 2 の結晶寸法を有する、請求項 2 4 に記載のアルミナゾル又は分散液。

【請求項 3 1】

分散液の全重量を基準として 4 0 重量% 以下の水中の請求項 2 4 に記載のアルミナ粒子を含み、4 . 0 未満の p H 及び 1 0 0 c p s 未満の粘度を有する分散液。

【請求項 3 2】

分散液の全重量を基準として 3 0 重量% の該アルミナ粒子を含み、4 . 0 の p H 及び 8 0 c p s の粘度を有する、請求項 3 1 に記載の分散液。

【請求項 3 3】

第 1 の表面を有する基材、及び該第 1 の表面の被覆を含み、該被覆が乾燥後の請求項 2 4 に記載の分散液を含む、被覆基材。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、アルミナ粒子、アルミナ粒子を含む組成物、アルミナ粒子の製造方法、及びアルミナ粒子の使用方法に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

当該技術においては、比較的小さい粒径、大きな孔容積、及び多くの被覆プロセスに好適な溶液粘度を有する安定な分散液を形成する能力を有するアルミナ粒子に対する必要性が存在する。また、当該技術においては、かかるアルミナ粒子を含む組成物に対する必要性も存在する。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 3】

本発明は、新規なアルミナ粒子及びかかるアルミナ粒子を含む組成物を見出すことによって上記に議論した幾つかの困難性及び問題点に対処するものである。アルミナ粒子は、非対称又は針状の形状を有し、このため、比較的低い粘度、望ましくは多くの被覆操作に好適な粘度を保持しながら、比較的大きな固体含量を有する水性分散液を形成することができる。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 4】

10

20

30

40

50

一つの典型的な態様においては、本発明のアルミナ粒子は、非対称又は針状の粒子形状、約1ミクロン未満の平均最大粒子寸法、少なくとも約0.40cc/gの孔容積、少なくとも約150m²/gのBET表面積、及び少なくとも1.1のアスペクト比を有する解膠アルミナ粒子を含む。このアルミナ粒子を用いて、分散液の全重量を基準として約40重量%以下のアルミナ粒子を含み、約4.0未満のpH及び約100cps未満の粘度を有する水性分散液を形成することができる。また、このアルミナ粒子を用いて、第1の表面を有する基材、及びアルミナ粒子を含む第1の表面の被覆を含む被覆基材を形成することができる。

【0005】

更なる典型的な態様においては、本発明のアルミナ粒子は、非対称又は針状の粒子形状、並びに、120X線回折面に沿って測定した第1の寸法及び020X線回折面に沿って測定した第2の寸法を有し、第1の寸法に対する第2の寸法の比が少なくとも1.1である結晶構造を有する。

【0006】

本発明は、また、アルミナ粒子の製造方法にも関する。一つの典型的な態様においては、アルミナ粒子を製造する方法は、(a)第1の酸性溶液のpHが約8.0以上になるまで、第1のアルミニウム含有化合物を第1の酸性溶液に加えて、pHを約1.8pH単位/分未満の制御された速度で上昇させて、第1の塩基性溶液を形成し；(b)第1の塩基性溶液のpHを少なくとも約1.0分間保持し；(c)第1の塩基性溶液のpHが約5.0以下になるまで酸を第1の塩基性溶液に加えて、第2の酸性溶液を形成し；(d)第2の酸性溶液のpHを少なくとも約1.0分間保持し；(e)第2の酸性溶液のpHが約8.0以上になるまで、第2のアルミニウム含有化合物を第2の酸性溶液に加えて、pHを約1.8pH単位/分未満の制御された速度で上昇させて、第2の塩基性溶液を形成し；(f)第2の塩基性溶液のpHを少なくとも約1.0分間保持し；そして(g)工程(c)~(f)を少なくとも5回繰り返す；工程を含む。この典型的な方法においては、工程(c)~(f)を所望のように複数回繰り返すことができる。幾つかの望ましい態様においては、工程(c)~(f)を約20回以下繰り返す。

【0007】

更なる典型的な方法においては、アルミナ粒子を製造する方法は、アルミン酸ナトリウム及び硝酸を含む2種類の反応物質のみを水に加えて、水中のアルミナ粒子の混合物を形成し；約8.0以上のpHにおいて混合物を濾過し；アルミナ粒子を脱イオン水で洗浄し；そして、アルミナ粒子を乾燥する；工程を含む。

【0008】

本発明は、更に、アルミナ粒子の使用方法にも関する。アルミナ粒子を用いる一つの典型的な方法においては、この方法は、分散液の全重量を基準として40重量%以下のアルミナ粒子を水に加え；そして、分散液のpHを約5.0未満、通常は約4.0以下に低下させるように酸を分散液に加える；工程を含む、水中のアルミナ粒子の分散液を形成する方法を含む。得られる分散液は、望ましくは、約100cps未満、望ましくは約80cps未満の粘度を有する。

【0009】

アルミナ粒子を用いる更なる典型的な方法においては、この方法は、第1の表面を有する基材を準備し；基材の第1の表面上にアルミナ粒子の水性懸濁液を被覆し；そして、被覆された基材を乾燥する；工程を含む被覆基材の製造方法を含む。得られる被覆基材は、インク組成物のような着色剤含有組成物用の印刷可能な基材として特に有用である。

【0010】

[1](a)第1の酸性溶液のpHが約8.0以上になるまで、第1のアルミニウム含有化合物を第1の酸性溶液に加えて、pHを約1.8pH単位/分未満の制御された速度で上昇させて、第1の塩基性溶液を形成し；
(b)第1の塩基性溶液のpHを少なくとも約1.0分間保持し；
(c)第1の塩基性溶液のpHが約5.0以下になるまで、酸を第1の塩基性溶液に加え

10

20

30

40

50

て、第2の酸性溶液を形成し；

(d) 第2の酸性溶液のpHを少なくとも1.0分間保持し；

(e) 第2の酸性溶液のpHが約8.0以上になるまで、第2のアルミニウム含有化合物を第2の酸性溶液に加えて、pHを約1.8 pH単位/分未満の制御された速度で上昇させて、第2の塩基性溶液を形成し；

(f) 第2の塩基性溶液のpHを少なくとも約1.0分間保持し；そして

(g) 工程(c)～(f)を少なくとも5回繰り返す；

工程を含む、アルミナ粒子の製造方法。

[2] 該第1のアルミニウム含有化合物及び該第2のアルミニウム含有化合物がアルミン酸ナトリウムを含み、該酸が硝酸を含む、[1]に記載の方法。

10

[3] アルミン酸ナトリウム及び硝酸が、該アルミナ粒子を形成するために用いる唯一の反応物質である、[2]に記載の方法。

[4] 工程(c)～(f)を約20回繰り返す、[1]に記載の方法。

[5] 第2の酸性溶液が約1.4～約3.0のpHを有し、第2の塩基性溶液が約9.0～約10.6のpHを有する、[1]に記載の方法。

[6] 第2の酸性溶液が約1.6のpHを有し、第2の塩基性溶液が約10.2のpHを有する、[1]に記載の方法。

[7] 該制御された速度が約1.7 pH単位/分である、[1]に記載の方法。

[8] 工程(d)において第2の酸性溶液のpHを約5.0以下のpHに約2～約5分間保持し、工程(f)において第2の塩基性溶液のpHを約8.0以上のpHに約1～約3分間保持する、[1]に記載の方法。

20

[9] 工程(d)において第2の酸性溶液のpHを約5.0以下のpHに約3分間保持し、工程(f)において第2の塩基性溶液のpHを約8.0以上のpHに約1分間保持する、[1]に記載の方法。

[10] 工程(c)において、pHを約8.0 pH単位/分の制御された速度で低下させるように、第1の塩基性溶液に酸を加える、[1]に記載の方法。

[11] 更に、

該第2の酸性溶液のpHが約10.0以上である間に該第2の塩基性溶液を濾過し；

アルミナ粒子を脱イオン水で洗浄し；そして

アルミナ粒子を乾燥する；

30

工程を含む、[1]に記載の方法。

[12] [1]に記載の方法で形成されたアルミナ粒子を水溶液に加えて混合物を形成し；そして

混合物のpHを約5.0未満に調節する；

工程を含む、アルミナゾルの製造方法。

[13] 該アルミナゾルが、該アルミナゾルの全重量を基準として約40重量%以下のアルミナ粒子の固体含量、及び約100 cps未満の粘度を有する、[12]に記載の方法。

[14] 第1の表面を有する基材を準備し；そして

[12]に記載の方法によって形成されたアルミナゾルを該第1の表面上に被覆してその上に被覆層を形成する；

40

工程を含む、被覆基材の製造方法。

[15] [14]に記載の方法によって形成された被覆基材の被覆層の上に着色剤含有組成物を施す；

工程を含む、印刷基材の製造方法。

[16] アルミン酸ナトリウム及び硝酸を含む2種類の反応物質のみを水に加えて、水中のアルミナ粒子の混合物を形成し；

約8.0以上のpHにおいて該混合物を濾過し；

アルミナ粒子を脱イオン水で洗浄し；そして

アルミナ粒子を乾燥する；

50

工程を含む、アルミナ粒子の製造方法。

[1 7] 添加工程が、

(a) 水中の硝酸を含む第 1 の酸性溶液に、第 1 の酸性溶液の p H が約 8 . 0 以上になるまで、アルミン酸ナトリウムを加えて第 1 の塩基性溶液を形成し；

(b) 第 1 の塩基性溶液の p H を少なくとも 1 分間保持し；

(c) 第 1 の塩基性溶液の p H が約 5 . 0 以下になるまで、第 1 の塩基性溶液に硝酸を加えて第 2 の酸性溶液を形成し；

(d) 第 2 の酸性溶液の p H を少なくとも 3 . 0 分間保持し；

(e) 第 2 の酸性溶液の p H が約 8 . 0 以上になるまで、第 2 の酸性溶液にアルミン酸ナトリウムを加えて第 2 の塩基性溶液を形成し；

(f) 第 2 の塩基性溶液の p H を少なくとも 1 分間保持し；

(g) 工程 (c) ~ (f) を少なくとも 5 回繰り返す；

ことを含む、[1 6] に記載の方法。

[1 8] p H を約 1 . 7 p H 単位 / 分の制御された速度で上昇させるように、アルミン酸ナトリウムを、工程 (a) において第 1 の酸性溶液及び工程 (e) において第 2 の酸性溶液に加える、[1 7] に記載の方法。

[1 9] [1] ~ [1 1] 及び [1 6] ~ [1 8] のいずれかに記載の方法によって形成されるアルミナ粒子。

[2 0] 非対称又は針状の粒子形状、並びに、1 2 0 X 線回折面に沿って測定した第 1 の寸法及び 0 2 0 X 線回折面に沿って測定した第 2 の寸法を有し、第 1 の寸法に対する第 2 の寸法の比が少なくとも 1 . 1 である結晶構造を有する、アルミナ粒子。

[2 1] 該比が少なくとも 1 . 2 である、[2 0] に記載のアルミナ粒子。

[2 2] 該比が少なくとも 1 . 3 である、[2 0] に記載のアルミナ粒子。

[2 3] 該比が少なくとも 1 . 5 である、[2 0] に記載のアルミナ粒子。

[2 4] 粒子が、1 2 0 X 線回折面に沿って測定して約 1 0 ~ 約 5 0 オングストロームの第 1 の寸法、及び 0 2 0 X 線回折面に沿って測定して約 3 0 ~ 約 1 0 0 オングストロームの第 2 の寸法を有する、[2 0] に記載のアルミナ粒子。

[2 5] [2 0] に記載の粒子から形成されるアルミナゾル。

[2 6] 非対称又は針状の粒子形状、約 1 ミクロン未満の平均最大粒子寸法、及び少なくとも 1 . 1 のアスペクト比を有するアルミナ粒子を含むアルミナゾル又は懸濁液。

[2 7] 粒子が約 8 0 ~ 約 6 0 0 n m の平均最大粒子寸法を有する、[2 6] に記載のアルミナ粒子。

[2 8] 粒子が約 1 0 0 ~ 約 1 5 0 n m の平均最大粒子寸法を有する、[2 7] に記載のアルミナ粒子。

[2 9] 粒子が少なくとも約 0 . 4 0 c c / g の孔容積を有する、[2 6] に記載のアルミナ粒子。

[3 0] 粒子が約 0 . 5 0 ~ 約 0 . 8 5 c c / g の孔容積を有する、[3 0] に記載のアルミナ粒子。

[3 1] 粒子が約 1 7 2 m ² / g の B E T 表面積を有する、[2 6] に記載のアルミナ粒子。

[3 2] 粒子が、1 2 0 X 線回折面に沿って測定して約 1 0 ~ 約 5 0 オングストロームの第 1 の結晶寸法、及び 0 2 0 X 線回折面に沿って測定して約 3 0 ~ 約 1 0 0 オングストロームの第 2 の結晶寸法を有する、[2 6] に記載のアルミナ粒子。

[3 3] 分散液の全重量を基準として約 4 0 重量 % 以下の水中の [2 6] に記載のアルミナ粒子を含み、約 4 . 0 未満の p H 及び約 1 0 0 c p s 未満の粘度を有する分散液。

[3 4] 分散液の全重量を基準として約 3 0 重量 % の該アルミナ粒子を含み、約 4 . 0 の p H 及び約 8 0 c p s の粘度を有する、[3 3] に記載の分散液。

[3 5] 第 1 の表面を有する基材、及び該第 1 の表面の被覆を含み、該被覆が乾燥後の [2 6] に記載の分散液を含む、被覆基材。

本発明のこれら及び他の特徴並びに有利性は、以下の開示された態様の詳細な説明及び

10

20

30

40

50

特許請求の範囲を検討すれば明らかとなる。

【0011】

発明の詳細な説明：

本発明の原理の理解を促進するために、以下において本発明の特定の態様を説明し、特定の用語を用いて特定の態様を説明する。しかしながら、特定の用語を使用することによって本発明の範囲を限定することは意図しないことが理解されるであろう。議論する本発明の本質の変更、更なる修正、及びかかる更なる適用は、本発明が属する技術分野の当業者が通常的に推考するものであると考えられる。

【0012】

本発明は、アルミナ粒子、及びアルミナ粒子を含む組成物に関する。本発明は、更に、アルミナ粒子の製造方法、並びにアルミナ粒子の使用方法に関する。典型的なアルミナ粒子、アルミナ粒子を含む組成物、並びに、アルミナ粒子及びアルミナ粒子を含む組成物の製造方法の説明を以下に与える。

【0013】

I. アルミナ粒子、及びそれを含む組成物：

本発明のアルミナ粒子は、公知のアルミナ粒子と比較して1以上の有利性をアルミナ粒子に与えることができる物理構造及び特性を有する。

【0014】

A. アルミナ粒子の物理構造：

本発明のアルミナ粒子は、球状の粒子形状を有する公知のアルミナ粒子とは異なり、非対称又は針状の粒子形状を有する。非対称又は針状の粒子形状は、通常、全ての他の粒子寸法（例えば平均最大粒子寸法に対して実質的に直角の横断面寸法）よりも大きな平均最大粒子寸法（即ち長さ寸法）を有する細長い粒子形状である。通常、本発明のアルミナ粒子は、約1ミクロン未満、より通常的には約500nm未満、更に通常的には300nm未満の平均最大粒子寸法を有する。本発明の一つの望ましい態様においては、アルミナ粒子は、約80～約600nm、より望ましくは約100～約150nmの平均最大粒子寸法を有する。

【0015】

本発明のアルミナ粒子は、通常、例えば透過電子顕微鏡（TEM）法を用いて測定して少なくとも約1.1のアスペクト比を有する。ここで用いる「アスペクト比」という用語は、(i)アルミナ粒子の平均最大粒子寸法と(ii)アルミナ粒子の平均最大横断面粒子寸法との間の比を表すように用いられる。ここで、横断面粒子寸法は、アルミナ粒子の最大粒子寸法に対して実質的に直角である。本発明の幾つかの態様においては、アルミナ粒子は、少なくとも約1.1（又は少なくとも約1.2、又は少なくとも約1.3、又は少なくとも約1.4、又は少なくとも約1.5、又は少なくとも約1.6）のアスペクト比を有する。通常、アルミナ粒子は、約1.1～約1.2、より通常的には約1.1～約3.0のアスペクト比を有する。

【0016】

本発明のアルミナ粒子（解膠及び非解膠の両方）は、1.54オングストロームの波長においてPANalytical MPD DW3040 PRO装置（PANalytical B.V.（オランダ）から商業的に入手できる）を用いるようなX線回折（XRD）法を用いて測定して通常は約100オングストローム以下の最大結晶寸法を有する結晶構造を有する。結晶寸法は、例えばScherrer式を用いて得られる。本発明の一つの典型的な態様においては、本発明のアルミナ粒子は、120XRD反射から測定して約10～約50オングストローム、通常は約30オングストロームの結晶寸法、及び020XRD反射から測定して約30～約100オングストローム、通常は約70オングストロームの結晶寸法を有する。120XRD反射に対する020XRD反射の結晶寸法比は、約1.1～約1.0、より通常的には約1.1～約3.0の範囲であってよい。

【0017】

本発明の解膠アルミナ粒子は、また、アルミナ粒子を被覆組成物のような組成物中の望

10

20

30

40

50

ましい成分にする孔容積を有する。通常、アルミナ粒子は、窒素ポロシメトリーによって測定して少なくとも約0.40 cc/g、より通常的には0.60 cc/gの孔容積を有する。本発明の一つの典型的な態様においては、解膠アルミナ粒子は、窒素ポロシメトリーによって測定して少なくとも約0.70 cc/gの孔容積を有する。望ましくは、解膠アルミナ粒子は、窒素ポロシメトリーによって測定して約0.70~約0.85 cc/gの孔容積を有する。

【0018】

本発明のアルミナ粒子は、また、BET法（即ち、Brunauer Emmet Teller法）によって測定して少なくとも約150 m²/gの表面積を有する。本発明の一つの典型的な態様においては、アルミナ粒子は、約150 m²/g~約190 m²/gのBET表面積を有する。本発明の更なる典型的な態様においては、アルミナ粒子は、約172 m²/gのBET表面積を有する。

10

【0019】

孔容積及び表面積は、例えば、Quantachrome Instruments (Boynton Beach, FL) から商業的に入手することのできるAutosorb 6-Bユニットを用いて測定することができる。通常、アルミナ粉末の孔容積及び表面積は、約150 において乾燥し、減圧下（例えば50ミリトル）、150 で約3時間脱気した後に測定する。

【0020】

B. アルミナ粒子及びそれを含む組成物の特性：

本発明のアルミナ粒子の上記記載の物理特性の結果、アルミナ粒子は、種々の液体及び固体の生成物において用いるのに非常に適している。本発明の一つの典型的な態様においては、解膠アルミナ粒子を用いて、アルミナ粒子の安定な分散液を形成する。分散液は、水中に、分散液の全重量を基準として約40重量%以下の本発明の解膠アルミナ粒子を含んでいてよい。約5.0（又は約4.5、通常は約4.0、又は約3.5、又は約3.0、又は約2.5、又は約2.0、又は約1.5）未満の分散液pHを得るように、硝酸のような酸を分散液に加えることができる。得られる分散液は、固形分30重量%及び4.0のpHにおいて、望ましくは、約100 cps未満、より望ましくは約80 cps未満の粘度を有する。

20

【0021】

本発明のアルミナ粒子の非対称又は針状の粒子形状によって、公知の球状形状のアルミナ粒子が互いに強く凝集する傾向を有するのとは異なり、溶液中でアルミナ粒子が緩く凝集している系が得られる。この緩く凝集している系の結果として、比較的低い溶液粘度を保持しながら、一定量の溶液中に比較的大きな量のアルミナ粒子を存在させることができる。例えば、本発明の一つの望ましい態様においては、分散液の全重量を基準として約20重量%のアルミナ粒子を含む約4.0のpHの分散液は、約20 cps以下の粘度を有する。更なる望ましい態様においては、分散液の全重量を基準として約30重量%のアルミナ粒子を含む約4.0のpHの分散液は、約80 cps以下の粘度を有し、分散液の全重量を基準として約40重量%のアルミナ粒子を含む約4.0のpHの分散液は、約100 cps以下の粘度を有する。

30

【0022】

上記記載の高い固体含量で低い粘度の分散液は、被覆組成物として特に有用である。分散液を用いて、紙基材、その上にポリエチレン層を有する紙基材、その上にインク受容層（例えば、アモルファスシリカのような顔料及び/又はポリビニルアルコールのような水溶性バインダーを含む被覆）を有する紙基材、ポリマーフィルム基材、金属基材、セラミックス基材、及びこれらの組み合わせなど（しかしながら、これらに限定されない）の種々の基材の表面を被覆することができる。得られる被覆基材は、印刷用途、触媒用途など（しかしながら、これらに限定されない）の数多くの用途において用いることができる。

40

【0023】

本発明の一つの典型的な態様においては、被覆基材は、その上に本発明のアルミナ粒子を含む被覆層を有する印刷可能な基材を含む。印刷可能な基材は、着色剤含有組成物（例

50

えば、染料及び／又は顔料含有組成物)を被覆層の外表面上に施すインクジェット印刷法のような任意の印刷法と共に用いることができる。この態様においては、被覆層内のアルミナ粒子がウィッキング剤として機能して、比較的速く着色剤含有組成物の液体部分を吸収する。典型的な被覆基材を図1に示す。

【0024】

図1に示すように、典型的な被覆基材10は、被覆層11、場合によって用いる受容層12、場合によって用いる支持層13、及び基層14を有する。被覆層11及び場合によって用いる可能性のある受容層12は、本発明のアルミナ粒子を含む。また、残りの層も本発明のアルミナ粒子を含んでいてもよいが、通常は、場合によって用いる支持層13及び基層14はアルミナ粒子を含まない。場合によって用いる受容層12を形成するのに好適な材料としては、ポリアクリレート；ビニルアルコール/アクリルアミドコポリマー；セルロースポリマー；スターチポリマー；イソブチレン/無水マレイン酸コポリマー；ビニルアルコール/アクリル酸コポリマー；ポリエチレンオキシド変性生成物；ジメチルアンモニウムポリジアリレート；及び第4級アンモニウムポリアクリレート；などのような水吸収性材料を挙げることができるが、これらに限定されない。場合によって用いる支持層13を形成するのに好適な材料としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、及び他のポリマー材料を挙げることができるが、これらに限定されない。基層14を形成するのに好適な材料としては、紙、布帛、ポリマーフィルム又はフォーム、ガラス、金属箔、セラミックス材料、及びこれらの組み合わせを挙げることができるが、これらに限定されない。

【0025】

図1に示す典型的な被覆基材10は、また、被覆層11、場合によって用いる受容層12の部分内に示される着色剤含有組成物16を含む。図1は、着色剤含有組成物16が、被覆層11の表面17上に施された際に、どのように被覆層11及び場合によって用いる受容層12中に浸潤して運ばれるかを示す。図1に示されるように、着色剤含有組成物16の着色剤部分15は被覆層11の上部部分内にとどまり、一方、着色剤含有組成物16の液体部分は、被覆層11を通過して場合によって用いる受容層12中に伸展する。

【0026】

II. アルミナ粒子及びアルミナ粒子を含む組成物の製造方法：

本発明は、また、アルミナ粒子、及びアルミナ粒子を含む組成物の製造方法にも関する。一つの典型的な方法においては、アルミナ粒子を製造する方法は、溶液のpHを約8.0より高いpH、次に約5.0より低いpH、次に再び約8.0より高いpHに調節するなどの操作を所望のpHスイングサイクル数行うようにして反応物質を水溶液に加えるpHスイング法を含む。かかる方法は、図2A~2Bを参照して説明することができる。

【0027】

図2Aに示すように、典型的な方法100は、ブロック101で開始して工程102に進み、ここで反応容器に水を加える。典型的な方法100は、工程102から工程103に進み、ここで、水を約85以上の温度に加熱する。通常、水を約85(又は約90、又は約95)の温度に加熱する。典型的な方法100は、工程103から工程104に進み、ここで、混合物のpHが約5.0以下になるまで、攪拌しながら加熱された水に1種以上の酸性成分を加える。通常、混合物のpHを、約5.0(又は約4.5、又は約4.0、又は約3.5、又は約3.0、又は約2.5、又は約2.0、又は約1.5)のpHに低下させる。

【0028】

工程104において、混合物に加える1種以上の酸性成分は、硝酸、硫酸、塩酸、硝酸アルミニウム、アルミニウムクロロヒドロール、硫酸アルミニウム、又はこれらの組み合わせなど(しかしながら、これらに限定されない)の1種以上の酸性成分を含んでいてもよい。一つの望ましい態様においては、1種以上の酸性成分は硝酸を含む。

【0029】

典型的な方法100は、工程104から工程105に進み、ここで、攪拌しながら混合

物に1種以上の塩基性成分を加えて、混合物のpHを約8.0以上のpHに上昇させる。通常、この工程において、混合物のpHを約8.0（又は約8.5、又は約9.0、又は約9.5、又は約10.0、又は約10.5、又は約11.0、又は約11.5）のpHに上昇させる。工程105においては、混合物のpHを約1.8pH単位/分未満の制御された速度で上昇させることが望ましい。かかる制御されたpH上昇速度によって、所望の形状及び孔容積を有するアルミナ粒子が生成することが見出された。通常、制御されたpH上昇速度は、約1.8pH単位/分（又は約1.7pH単位/分、又は約1.6pH単位/分、又は約1.5pH単位/分、又は約1.4pH単位/分）である。

【0030】

工程105において、混合物に加える1種以上の塩基性成分は、水酸化ナトリウム、アンモニア、アルミン酸ナトリウム、水酸化アルミニウム、又はこれらの組み合わせなど（しかしながら、これらに限定されない）の1種以上の塩基性成分を含んでいてよい。一つの望ましい態様においては、1種以上の塩基性成分はアルミン酸ナトリウムを含む。

10

【0031】

典型的な方法100は、工程105から工程106に進み、ここで、混合物への1種以上の塩基性成分の添加を停止し、約8.0（又は約8.5、又は約9.0、又は約9.5、又は約10.0、又は約10.5、又は約11.0、又は約11.5）以上のpHを有する混合物を、攪拌しながら少なくとも1.0分間熟成させる。この工程においては、混合物を通常は約1.0分間熟成させるが、任意の所定の時間の長さ（例えば、約1.0分間～約10分間、並びにこの間の任意の長さ）熟成することができる。典型的な方法100は、工程106において少なくとも1.0分間熟成した後、工程107に進み、ここで、攪拌しながら、混合物のpHが約5.0以下になるまで、混合物に1種以上の酸性成分を加える。通常、この工程において混合物のpHを約5.0（又は約4.5、又は約4.0、又は約3.5、又は約3.0、又は約2.5、又は約2.0、又は約1.5）のpHに低下させる。

20

【0032】

上記記載の工程104と同じく、工程107においては、任意の上記記載の酸性成分を用いて混合物のpHを低下させることができる。一つの望ましい態様においては、工程107において用いる1種以上の酸性成分は、硝酸を含む。工程107においては、1種以上の酸性成分を、所望の時間内で混合物のpHを低下させる制御された速度で混合物に加えることができる。一つの典型的な態様においては、pHを約8.0pH単位/分の制御された速度で低下させる。他の態様においては、pHを、約7.0pH単位/分（又は約6.0pH単位/分、又は約5.0pH単位/分、又は約4.0pH単位/分、又は約9.0pH単位/分）の制御された速度で低下させることができる。

30

【0033】

典型的な方法100は、工程107から工程108に進み、ここで、混合物への1種以上の酸性成分の添加を停止し、約5.0（又は約4.5、又は約4.0、又は約3.5、又は約3.0、又は約2.5、又は約2.0、又は約1.5）以下のpHを有する混合物を、攪拌しながら少なくとも1.0分間熟成させる。この工程においては、通常、混合物を約3.0分間熟成させるが、任意の所定の時間の長さ（例えば、約1.0分間～約10分間、並びにこの間の任意の長さ）熟成することができる。典型的な方法100は、工程108において少なくとも1.0分間熟成した後、工程109に進み、ここで、攪拌しながら混合物に1種以上の塩基性成分を加えて、混合物のpHを約8.0（又は約8.5、又は約9.0、又は約9.5、又は約10.0、又は約10.5、又は約11.0、又は約11.5）以上のpHに上昇させる。工程109においては、混合物のpHを約1.8pH単位/分未満の制御された速度で上昇させることが望ましい。通常、工程109における制御されたpH上昇速度は、約1.8pH単位/分（又は約1.7pH単位/分、又は約1.6pH単位/分、又は約1.5pH単位/分、又は約1.4pH単位/分）である。

40

【0034】

50

工程 109 において、混合物へ加える 1 種以上の塩基性成分は、任意の上記記載の塩基性成分であってよい。一つの望ましい態様においては、工程 109 において用いる 1 種以上の塩基性成分はアルミン酸ナトリウムを含む。

【0035】

典型的な方法 100 は、工程 109 から工程 110 に進み、ここで、混合物への 1 種以上の塩基性成分の添加を停止し、約 8.0 (又は約 8.5、又は約 9.0、又は約 9.5、又は約 10.0、又は約 10.5、又は約 11.0、又は約 11.5) 以上の pH を有する混合物を撈拌しながら少なくとも 1 分間熟成させる。この工程においては、通常、混合物を約 1.0 分間熟成させるが、任意の所定の時間の長さ (例えば、約 1.0 分間 ~ 約 10 分間、並びにこの間の任意の長さ) 熟成することができる。

10

【0036】

典型的な方法 100 は、工程 110 において少なくとも 1.0 分間熟成した後、判断ブロック 111 に進み、ここで、製造者によって上記記載の pH スイングサイクルを繰り返すかどうかの決定がなされる。判断ブロック 111 において上記記載の pH スイングサイクルを繰り返すという決定がなされた場合には、典型的な方法 100 は、工程 107 に戻り、上記に記載のように進行する。通常、典型的な方法 100 は、合計で少なくとも 5 回、工程 107 に戻って上記記載の pH スイングサイクルを繰り返す。本発明の幾つかの望ましい態様においては、典型的な方法 100 は、合計で約 5 回の pH スイングサイクル (又は約 5 回の pH スイングサイクル、又は約 10 回の pH スイングサイクル、又は約 20 回の pH スイングサイクル、又は約 20 回を超える pH スイングサイクル) を含む。

20

【0037】

判断ブロック 111 において上記記載の pH スイングサイクルを繰り返さないという決定がなされた場合には、典型的な方法 100 は工程 112 (図 2B に示す) に進み、ここで、混合物の pH が約 8.0 (又は約 8.5、又は約 9.0、又は約 9.5、又は約 10.0、又は約 10.5、又は約 11.0、又は約 11.5) 以上である間に混合物を濾過する。典型的な方法 100 は、工程 112 から工程 113 に進み、ここで、濾液を脱イオン水で洗浄して全ての共生成塩を除去する。別の態様においては、希釈アンモニア溶液又は炭酸アンモニウム溶液を用いて濾液を洗浄することができる。通常、濾液を約 5.0 分間洗浄するが、任意の洗浄時間の長さを用いることができる。

【0038】

30

典型的な方法 100 は、工程 113 から工程 114 に進み、ここで、洗浄した濾液を乾燥してアルミナ粉末を得る。典型的な方法 100 は、工程 114 から終了ブロック 115 に進み、ここで典型的な方法 100 が終了する。

【0039】

本発明の第 1 の望ましい態様においては、アルミナ粒子を製造する方法は、(a) 第 1 の酸性溶液の pH が約 8.0 (又は約 8.5、又は約 9.0、又は約 9.5、又は約 10.0、又は約 10.5、又は約 11.0、又は約 11.5) 以上になるまで、第 1 のアルミニウム含有化合物を第 1 の酸性溶液に加えて、pH を約 1.8 pH 単位 / 分未満の制御された速度で上昇させて、第 1 の塩基性溶液を形成し；(b) 第 1 の塩基性溶液の pH を少なくとも約 1.0 分間保持し；(c) 第 1 の塩基性溶液の pH が約 5.0 (又は約 4.5、又は約 4.0、又は約 3.5、又は約 3.0、又は約 2.5、又は約 2.0、又は約 1.5) 以下になるまで酸を第 1 の塩基性溶液に加えて、第 2 の酸性溶液を形成し；(d) 第 2 の酸性溶液の pH を少なくとも 1.0 分間保持し；(e) 第 2 の酸性溶液の pH が約 8.0 (又は約 8.5、又は約 9.0、又は約 9.5、又は約 10.0、又は約 10.5、又は約 11.0、又は約 11.5) 以上になるまで、第 2 のアルミニウム含有化合物を第 2 の酸性溶液に加えて、pH を約 1.8 pH 単位 / 分未満の制御された速度で上昇させて、第 2 の塩基性溶液を形成し；(f) 第 2 の塩基性溶液の pH を少なくとも約 1.0 分間保持し；そして (g) 工程 (c) ~ (f) を少なくとも 5 回繰り返す；工程を含む。この第 1 の望ましい態様においては、第 1 のアルミニウム含有化合物及び第 2 のアルミニウム含有化合物はアルミン酸ナトリウムを含み、酸は硝酸を含む。

40

50

【 0 0 4 0 】

幾つかの態様においては、上記記載のpHスイングサイクルにおいて、（例えば工程（c）及び（d）において）第2の酸性溶液が約1.4～約3.0のpHを有し、（例えば工程（e）及び（f）において）第2の塩基性溶液が約9.0～約10.6のpHを有することが望ましい。一つの望ましい態様においては、第2の酸性溶液は約1.6のpHを有し、第2の塩基性溶液は約10.2のpHを有する。更に、幾つかの態様においては、上記記載のpHスイングサイクルにおいて、（例えば工程（a）及び（e）において）制御されたpH上昇速度が約1.7pH単位/分であることが、望ましい。

【 0 0 4 1 】

幾つかの態様においては、上記記載のpHスイングサイクルにおいて、工程（d）において第2の酸性溶液のpHを約5.0以下のpHに約2～約5分間保持（即ち「熟成」）し、工程（f）において第2の塩基性溶液のpHを約8.0以上のpHに約1～約3分間保持（即ち「熟成」）することが望ましい。一つの望ましい態様においては、工程（d）において第2の酸性溶液のpHを約5.0（又は約4.5、又は約4.0、又は約3.5、又は約3.0、又は約2.5、又は約2.0、又は約1.5）以下のpHに約3分間保持し、工程（f）において第2の塩基性溶液のpHを約8.0（又は約8.5、又は約9.0、又は約9.5、又は約10.0、又は約10.5、又は約11.0、又は約11.5）以上のpHに約1分間保持する。

【 0 0 4 2 】

本発明に不可欠ではないが、本発明の幾つかの態様においては、工程（c）において、pHを約8.0pH単位/分の制御された速度で低下させるように第1の塩基性溶液に酸を加えることができる。

【 0 0 4 3 】

本発明の第2の望ましい態様においては、アルミナ粒子を製造する方法は、アルミン酸ナトリウム及び硝酸がアルミナ粒子を形成するのに用いる唯一の反応物質である方法を含む。この望ましい態様においては、アルミナ粒子を製造する方法は、アルミン酸ナトリウム及び硝酸を含む2種類の反応物質のみを水に加えて、水中のアルミナ粒子の混合物を形成する工程を含む。反応物質は、以下の典型的な工程を用いて加えることができる：（a）水中の硝酸を含む第1の酸性溶液に、第1の酸性溶液のpHが約8.0（又は約8.5、又は約9.0、又は約9.5、又は約10.0、又は約10.5、又は約11.0、又は約11.5）以上になるまでアルミン酸ナトリウムを加えて第1の塩基性溶液を形成し；（b）第1の塩基性溶液のpHを少なくとも1分間保持し；（c）第1の塩基性溶液のpHが約5.0（又は約4.5、又は約4.0、又は約3.5、又は約3.0、又は約2.5、又は約2.0、又は約1.5）以下になるまで第1の塩基性溶液に硝酸を加えて第2の酸性溶液を形成し；（d）第2の酸性溶液のpHを少なくとも3.0分間保持し；（e）第2の酸性溶液のpHが約8.0（又は約8.5、又は約9.0、又は約9.5、又は約10.0、又は約10.5、又は約11.0、又は約11.5）以上になるまで第2の酸性溶液にアルミン酸ナトリウムを加えて第2の塩基性溶液を形成し；（f）第2の塩基性溶液のpHを少なくとも1分間保持し；そして（g）工程（c）～（f）を少なくとも5回繰り返す。望ましくは、pHを約1.7pH単位/分の制御された速度で上昇させるように、工程（a）において第1の酸性溶液、及び工程（e）において第2の酸性溶液にアルミン酸ナトリウムを加える。

【 0 0 4 4 】

アルミナ粒子を製造する上記記載の第1及び第2の望ましい方法のいずれかにおいて、該方法は、更に、約8.0（又は約8.5、又は約9.0、又は約9.5、又は約10.0、又は約10.5、又は約11.0、又は約11.5）以上のpHにおいて混合物を濾過し；アルミナ粒子を脱イオン水で洗浄し；アルミナ粒子を乾燥する；工程を更に含むことができる。

【 0 0 4 5 】

本発明の幾つかの態様においては、典型的な方法100などの上記記載の方法において

形成されたアルミナ粉末を、更なる処理を行うことなく種々の用途においてアルミナ粉末として用いることができる。好適な用途としては、水素化処理用途及び流動接触分解（FCC）用途において用いるための触媒担体として；触媒、セラミックスなどにおいて用いるためのバインダーとして；ポリマー生成物において用いるための充填剤として；塗料、粉末被覆、UV硬化被覆、保護被覆などにおいて用いるための顔料として；絶対乾燥雰囲気において用いるためのデシカントとして；写真複写用途などのためのトナー成分として；などが挙げられるが、これらに限定されない。他の態様においては、典型的な方法100などの上記記載の方法において形成されたアルミナ粉末を更に処理し、これを用いて種々の固体及び/又は液体生成物を形成することができる。例えば、典型的な方法100において形成されたアルミナ粉末を用いて、アルミナゾル、インクジェットインク組成物、印刷可能な基材（即ち、その上に着色剤含有組成物を施すことのできる基材）のような基材のための被覆を形成することができる。本発明の一つの典型的な態様においては、典型的な方法100において形成されたアルミナ粉末を用いてアルミナゾルを形成する。アルミナゾルを製造する典型的な方法を図3に示す。

10

【0046】

図3に示すように、典型的な方法200は、ブロック201で開始し、工程202に進み、ここで反応容器に水を加える。典型的な方法200は、工程202から工程203に進み、ここで、攪拌しながら水にアルミナ粉末（又は粒子）を加える。水に加えるアルミナ粉末の量は、得られるアルミナゾルの最終用途に応じて変化させることができる。通常、アルミナゾルの全重量を基準として約40重量%以下のアルミナの固体含量を与えるようにアルミナ粉末を加える。

20

【0047】

典型的な方法200は、工程203から解膠工程204に進み、ここで、混合物のpHが約5.0以下になるまで攪拌しながら混合物に酸を加える。通常、混合物のpHを、約5.0（又は約4.5、より通常的には約4.0、又は約3.5、又は約3.0、又は約2.5、又は約2.0、又は約1.5）のpHに低下させる。工程204において、混合物に加える酸は、硝酸、硫酸、カルボン酸、又はこれらの組み合わせなど（しかしながら、これらに限定されない）の1種以上の酸を含んでいてよい。一つの望ましい態様においては、工程204において用いる酸は硝酸を含む。これらの粒子は、本明細書においては「解膠されたもの」と定義する。

30

【0048】

典型的な方法200は、工程204から判断ブロック205に進み、ここで、製造者によって、得られた混合物をそのまま用いるか、或いは更なる処理を続けるかの決定がなされる。判断ブロック205において、得られた混合物をそのまま用いるという決定がなされた場合には、典型的な方法200は判断ブロック206に進み、ここで、ユーザーによって、混合物を被覆組成物として用いるかどうかの決定がなされる。

【0049】

判断ブロック206において、混合物を被覆組成物として用いるという決定がなされた場合には、典型的な方法200は工程207に進み、ここで、混合物を基材の表面上に被覆する。典型的な方法200においては示されていないが、工程207において基材上に混合物を被覆する前に、1種以上の更なる成分を被覆組成物に加えることができる。好適な更なる成分としては、1種以上の着色剤（例えば、染料、顔料など）、1種以上の界面活性剤、1種以上の充填剤、又はこれらの任意の組み合わせを挙げることができるが、これらに限定されない。

40

【0050】

典型的な方法200は、工程207から工程208に進み、ここで、基材上の被覆組成物を乾燥して被覆基材を製造する。通常、被覆組成物は、基材のタイプ、プロセスのタイプ（例えば、バッチ法か連続法か）など（しかしながら、これらに限定されない）の数多くのファクターに応じて約100～約150の範囲の乾燥温度で乾燥する。典型的な方法200は、工程208から場合によって用いる工程209に進み、ここで、被覆基材

50

を、将来の使用のために包装し、保管する。他の態様においては、被覆基材を、包装の必要なしに直ちに用いることができる（例えば、アルミナ粒子含有被覆上に印刷被覆を施すインライン印刷プロセス）。典型的な方法 200 は、工程 209 から工程 212 に進み、ここで典型的な方法 200 は終了する。

【0051】

判断ブロック 206 に戻って、混合物を被覆組成物として用いないという決定がなされた場合には、典型的な方法 200 は判断ブロック 210 に進み、ここで、混合物を他の組成物（例えばインクジェットインク組成物）中の添加剤として用いるかどうかの決定がなされる。判断ブロック 210 において、混合物を他の組成物中の添加剤として用いるという決定がなされた場合には、典型的な方法 200 は工程 211 に進み、ここで混合物を他の組成物に加える。

10

【0052】

典型的な方法 200 は、工程 211 から上記記載の場合によって用いる工程 209 に進み、ここで添加剤としてアルミナゾルを含む得られた組成物を、将来の使用のために包装し、保管する。他の態様においては、添加剤としてアルミナゾルを含む得られた組成物を、包装の必要なしに直ちに用いることができる（例えば、インライン被覆プロセスにおける被覆組成物として）。典型的な方法 200 は、工程 209 から工程 212 に進み、ここで典型的な方法 200 は終了する。

【0053】

判断ブロック 205 に戻って、得られた混合物をそのまま用いないという決定がなされた場合には、典型的な方法 200 は工程 214 に進み、ここで、混合物を乾燥してアルミナ粉末を形成する。通常、混合物は、所望の乾燥速度、プロセスのタイプ（例えば、バッチ法か連続法か）など（しかしながら、これらに限定されない）の数多くのファクターに応じて約 100 ～ 約 150 の範囲の乾燥温度で乾燥する。典型的な方法 200 は、工程 214 から判断ブロック 215 に進む。

20

【0054】

判断ブロック 215 においては、ユーザーによって、得られたアルミナ粉末を他の組成物中の添加剤として用いるかどうかの決定がなされる。得られたアルミナ粉末を他の組成物中の添加剤として用いるという決定がなされた場合には、典型的な方法 200 は工程 216 に進み、ここで、得られたアルミナ粉末を他の組成物に加える。典型的な方法 200 は、工程 216 から上記記載の場合によって用いる工程 209 に進み、ここで、添加剤としてアルミナ粉末を含む得られた組成物を、将来の使用のために包装し、保管する。他の態様においては、添加剤としてアルミナ粉末を含む得られた組成物を、包装の必要なしに直ちに用いることができる（例えば、インライン被覆プロセスにおける被覆組成物として）。典型的な方法 200 は、工程 209 から工程 212 に進み、ここで典型的な方法 200 は終了する。

30

【0055】

判断ブロック 215 に戻って、得られたアルミナ粉末を他の組成物中の添加剤として用いないという決定がなされた場合には、典型的な方法 200 は上記記載の場合によって用いる工程 209 に直接進み、ここで、得られたアルミナ粉末を将来の使用のために包装し、保管する。他の態様においては、得られたアルミナ粉末を、包装の必要なしに直ちに用いることができる（例えば、インライン被覆プロセスにおける乾燥被覆として）。典型的な方法 200 は、工程 209 から工程 212 に進み、ここで典型的な方法 200 は終了する。

40

【0056】

III. アルミナ粒子の使用方法：

本発明は、更に、アルミナ粒子、及びアルミナ粒子を含む組成物を用いて、数多くの固体及び液体生成物を形成する方法に関する。上記で議論したように、アルミナ粒子は、アルミナゾルを製造する方法において用いることができる。一つの典型的な方法においては、アルミナゾルを製造する方法は、アルミナ粒子を水溶液に加えて混合物を形成し；混合

50

物のpHを、約5.0未満、通常は約4.0以下に調節する；工程を含む。望ましくは、得られるアルミナゾルは、アルミナゾルの全重量を基準として約40重量%以下のアルミナ粒子の固体含量、約4.0のpH、及び約100cps未満の粘度を有する。一つの典型的な態様においては、得られるアルミナゾルは、アルミナゾルの全重量を基準として約30重量%のアルミナ粒子の固体含量、約4.0のpH、及び約80cps未満の粘度を有する。

【0057】

本発明の更なる典型的な態様においては、被覆基材を製造する方法においてアルミナ粒子を用いることができる。一つの典型的な方法においては、被覆基材を製造する方法は、第1の表面を有する基材を準備し；そして、アルミナゾルを基材の第1の表面上に被覆してその上に被覆層を形成する；工程を含む。その後、被覆層を乾燥して被覆基材を形成することができる。被覆基材を用いて印刷基材を形成することができる。本発明の一つの典型的な方法においては、印刷基材を形成する方法は、上記記載の被覆基材の被覆層の上に着色剤含有組成物を施す工程を含む。

10

【0058】

以下の実施例によって本発明を更に説明するが、これらはいかなるようにも本発明の範囲に限定を加えるように解釈されない。それどころか、本明細書の記載を読んだ後は当業者であれば本発明の精神及び/又は特許請求の範囲から逸脱することなく彼らが自ら示唆することのできる種々の他の態様、変更、及びその均等範囲を実施することができることは明確に理解される。

20

【実施例】

【0059】

実施例1：

アルミナ粒子の製造：

11.4kgの水を容器に加え、次に95に加熱した。攪拌しながら、pHが2.0に達するまで、水の中に40重量%の硝酸を加えた。次に、5分間で混合物のpHが10.0に到達するように制御された速度でアルミン酸ナトリウム(23重量% Al_2O_3)を加えた。10.0のpHに到達したら、アルミン酸ナトリウムの添加を停止し、混合物を1分間熟成した。熟成後、混合物のpHが1分間で2.0に到達するような速度で、40重量%の硝酸を反応容器に加えた。2.0のpHに到達したら、硝酸の添加を停止し、混合物を3分間熟成した。この熟成時間の終了時において、pHを5分間で2.0から10.0に上昇させるようにアルミン酸ナトリウムを再び反応容器に加えた。

30

【0060】

上記のpHサイクル工程を合計で20回繰り返した。20回目のサイクルの終了時において、混合物のpHが10.0である間に、混合物を濾過して、形成されたアルミナを回収し、次に全ての共生成塩を除去するために洗浄した。次に、得られたフィルターケーキを噴霧乾燥して、アルミナ粉末を得た。

X線回折(XRD)法を用いて、アルミナ粉末の結晶寸法を測定した。アルミナ粉末は、[120]XRD反射から測定して30オングストローム及び[020]XRD反射から測定して70オングストロームの結晶寸法を有していた。

40

【0061】

実施例2：

アルミナゾルの製造：

上記の実施例1で形成されたアルミナ粉末を水中に分散して混合物を形成し、次に攪拌しながら硝酸を用いて混合物のpHを約4.0に調節した。得られた混合物は、Horiba Instruments, Inc. (Irvine, CA)から商業的に入手することのできるLA-900レーザー散乱粒径分布分析機を用いて測定して123nmの平均粒径を有する粒子の分散液を含んでいた。得られた混合物は、80cpsの粘度、及び混合物の全重量を基準として30重量%の固体含量を有していた。

【0062】

50

混合物を150 で乾燥して、 $172 \text{ m}^2 / \text{g}$ のBET表面積、及び窒素ポロシメトリーを用いて測定して $0.73 \text{ cc} / \text{g}$ の孔容積を有するアルミナ粉末を得た。

【0063】

実施例3：

被覆基材の製造：

実施例2で形成されたアルミナゾルを用いて種々の基材を被覆した。基材は、紙基材、その上にポリエチレン層を有する紙基材、及びその上に受容層（例えば、アモルファスシリカ及びポリビニルアルコールの形態の水溶性バインダーを含む被覆）を有する紙基材を含んでいた。約 $18 \sim 20 \text{ g} / \text{m}^2$ の範囲の被覆重量を有する被覆層を与えるように、ナイフ塗布法を用いてそれぞれの基材の上にアルミナゾルを被覆した。被覆基材を150 10
において乾燥した。

【0064】

それぞれの被覆基材の上にインク組成物を施した。全ての場合において、インク組成物は、アルミナ粒子被覆に速やかに浸透した。

【0065】

本明細書において本発明の特定の態様に関して詳細に説明したが、当業者であれば、上記の理解を得ることによって、これらの態様の変更、修正、及び均等範囲を容易に想到することができることが認められるであろう。したがって、本発明の範囲は、特許請求の範囲及びその均等範囲として評価すべきである。

【図面の簡単な説明】

20

【0066】

【図1】図1は、少なくとも1つのアルミナ粒子を含む層を含む本発明の典型的な物品の横断面図である。

【図2A】図2Aは、本発明のアルミナ粒子の典型的な製造方法のフロー図である。

【図2B】図2Bは、本発明のアルミナ粒子の典型的な製造方法のフロー図である。

【図3】図3は、本発明のアルミナゾルの典型的な製造方法のフロー図である。

【図1】

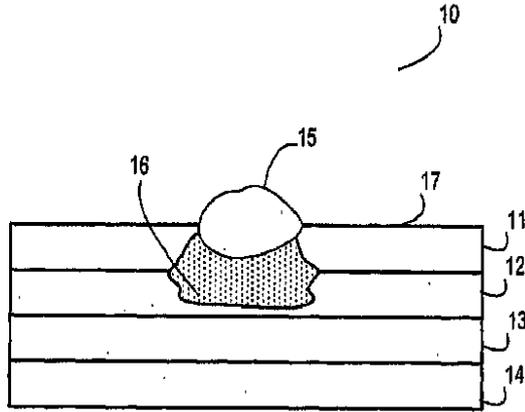
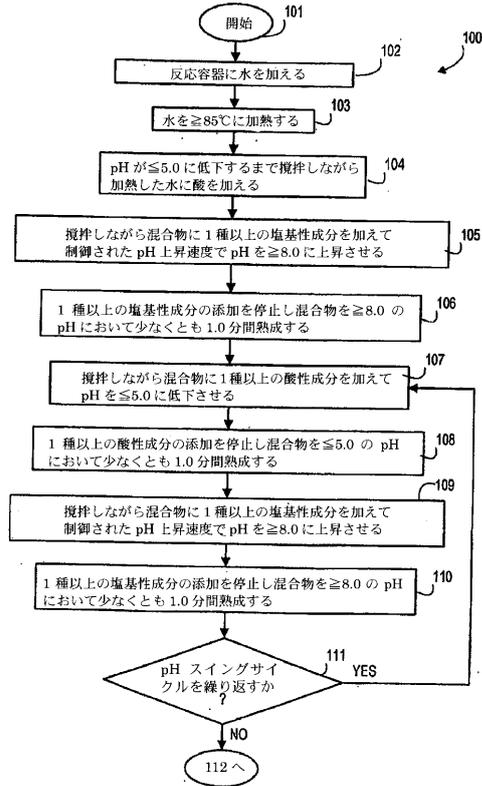
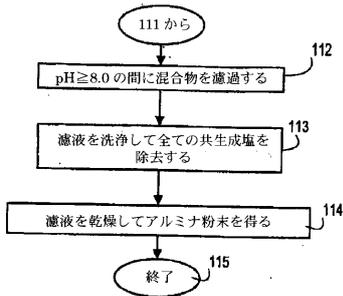


FIG. 1

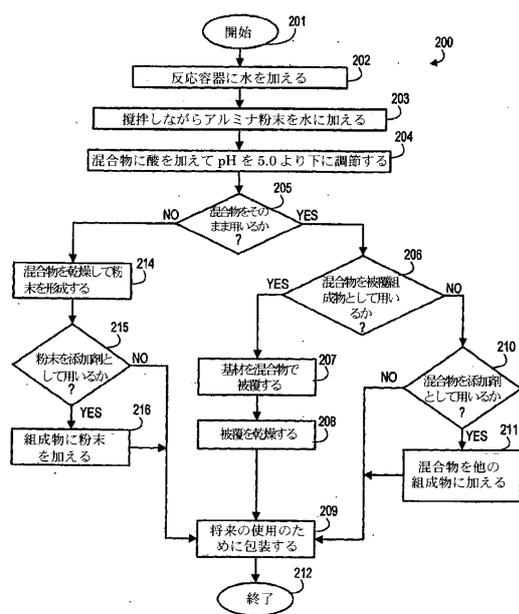
【図2A】



【図2B】



【図3】



フロントページの続き

(74)代理人 100096013

弁理士 富田 博行

(74)代理人 100114904

弁理士 小磯 貴子

(72)発明者 ミコス, ディミートリアス

アメリカ合衆国メリーランド州21029, クラークスビル, ハイランド・ロード 13649

審査官 横山 敏志

(56)参考文献 特表2002-522343(JP, A)

米国特許第04562059(US, A)

特開昭63-302944(JP, A)

特開昭53-119800(JP, A)

特開昭58-190823(JP, A)

特開昭64-033013(JP, A)

特開平10-231120(JP, A)

特開2003-292820(JP, A)

特表2003-503304(JP, A)

特開2000-158808(JP, A)

特開2004-051390(JP, A)

Yi-quan WU et al., Ceramics International, 2001, Vol.27, pp.265-268

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C01F1/00 - 17/00

C09C1/40

C09C3/06

Science Direct