

公告本

申請日期	Ap. A. 16
案 號	Ap 116522
類 別	COI 7/00, B41J 2/01

A4
C4

572852

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	新穎氧化鋁水合物粒子，氧化鋁水合物粒子分散溶膠及墨水受容層形成用塗抹液以及附有墨水受容層之基材
	英 文	NOVEL ALUMINA HYDRATE PARTICLE, ALUMINA HYDRATE PARTICLE DISPERSING SOL, AND A COATING SOLUTION FOR INK RECEPTOR LAYER AND A SUBSTRATE CONTAINING THE INK RECEPTOR LAYER
二、發明 人	姓 名	1.西田廣泰(西田広泰) 2.榎本直幸 3.小松通郎
	國 籍	日本國
三、申請人	住、居所	1.2.3.地址同 日本國福岡縣北九州市若松區北湊町13番2號 觸媒化成工業股份有限公司若松工場內
	姓 名 (名稱)	觸媒化成工業股份有限公司
三、申請人	國 籍	日本國
	住、居所 (事務所)	日本國神奈川縣川崎市幸區堀川町580番地
三、申請人	代 表 人 姓 名	福田開作

裝
訂
線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6
B6

本案已向：

日本 國(地區) 申請專利, 申請日期: 案號: , 有 無主張優先權

1999年8月31日 特願平 11-245496 (主張優先權)

有關微生物已寄存於: , 寄存日期: , 寄存號碼:

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明乃氧化鋁水合物粒子和氧化鋁水合物粒子分散溶膠以及使用該粒子之墨水受容層形成用塗抹液有關者。更詳言之，本發明之氧化鋁水合物粒子係有極少量之鹼金屬氧化物和銨成分共存，做成水性分散體時其黏度低，透明性高之氧化鋁水合物粒子。本發明也有關於該粒子分散所成溶膠以及含有該粒子之墨水受容層形成用塗抹液，還有使用該塗抹液所得附有墨水受容層之基材者。

自古，氧化矽、氧化鋁、氧化鋁水合物等金屬氧化物微粒狀物，金屬氫氧化物微粒狀物或其分散於溶劑而成溶膠應用於各種用途。具體言之，例如催化劑、催化劑載體、膜形成材料，樹脂中之填料，各種黏合劑，滑性改良劑、潤滑劑、增黏劑，化粧品調配劑等多種用途。

最近，這些氧化鋁，氧化鋁水合物粒子被期待其在印刷記錄媒體用之受容層形成用途。例如日本專利之特公平3-24906號公報中記載含有陽離子性水合氧化鋁之受容層之記錄媒體適用於水溶性染料墨水之印刷用途。

另外，特公平4-115984號公報中，記載有由假貝麥特氧化鋁所構成層上設置由多孔性氧化矽所構成之記錄用片，透明性高且墨水之吸收性亦高。

又，特開平6-55829號公報中，記載具備由平均粒徑為2至50 μm ，平均細孔直徑為8至50nm，細孔容積在0.8至2.5cc/g之多孔性氧化矽粒子所構成層，其上層具有由乾燥氧化鋁溶膠所得假貝麥特多孔質層之記錄用片，其墨水吸收性高，色素安定性良好等。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(2)

除上述以外，本發明研究者曾經在特願平 10-206284 號中提示在氧化物粒子表面以含有特別是載持金屬氧離子為 Al^{3+} 之陽離子性水合金屬化合物而具有正之 zeta 電勢的氧化物粒子之墨水受容層形成用塗抹液所形成之附有墨水受容層記錄片，具有不浸滲，印刷鮮明，耐水性、耐候性、褪色性等皆優異之特性。

然而，使用已往之細孔徑小或細孔容積小之氧化鋁粒子時，其色素安定性雖佳，但是墨水之吸收速度遲緩且吸收容量小，因此會發生滲紙而不鮮明之缺點。

又，氧化鋁，氧化鋁水合物粒子之平均細孔徑，通常大約在 5 至 15nm 範圍，很難獲得細孔徑更大者，假使可得其細孔容積減低，或更需要第二次處理或特別方法處理等，在經濟上有不合算等問題存在。

另外，已往之氧化鋁或氧化鋁水合物粒子分散溶膠，其黏度增高或容易凝聚，所以很難調配氧化鋁(Al_2O_3)濃度在約 8 重量%以上之高濃度溶膠，所以得利用低濃度溶膠狀態下運輸而增加運輸費用，同時，上述用途使用之際，祇能調製成低濃度溶膠，所以形成膜時，由於濃度低不能製成厚膜，又為增加膜厚必須將塗抹液重複進行塗抹乾燥等存在很多問題。

同時，已往之氧化鋁或氧化鋁水合物粒子得以調製高濃度溶膠，其透明性降低，黏度過高等仍有缺失存在。

特別是多孔質氧化鋁，很難獲得透明性高且黏度低之溶膠。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

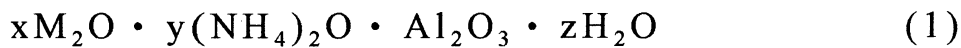
訂

五、發明說明 (3)

本發明有鑑於上述已往技術上之各種缺失，進行改良研究結果，發現細孔容積大且在特定細孔徑範圍之氧化鋁水合物粒子，以及在高濃度下黏度仍低且透明性高之氧化鋁水合物粒子分散溶膠可解決上述問題而完成本發明。

又，本發明之目的也提供使用上述氧化鋁水合物粒子之墨水受容層形成用塗抹液以及使用該塗抹液之附有墨水受容層之基材。

本發明有關之氧化鋁水合物粒子具有下列一般式(1)所示組成，



$$2 \times 10^{-4} \leq x \leq 25 \times 10^{-4}$$

$$0.1 \times 10^{-4} \leq y \leq 20 \times 10^{-4}$$

$$0.6 \leq z \leq 2.5$$

(上式中，M 示鹼金屬，x 示鹼金屬以 M_2O 表示時對於 1 莫耳之氧化鋁 (Al_2O_3) 之莫耳數，y 示氮以 $(NH_4)_2O$ 表示時對於 1 莫耳之氧化鋁 (Al_2O_3) 之莫耳數，z 示對於 1 莫耳之氧化鋁 (Al_2O_3) 之水合水 (H_2O) 之莫耳數)。

平均粒徑在 0.02 至 0.2 μm 範圍，

總細孔容積在 0.5 至 1.5ml/g 範圍，並且

細孔徑為 15 至 30nm 範圍之細孔之細孔容積在 0.3 至 1.0ml/g 範圍為其特徵。

本發明有關氧化鋁水合物之製造方法，乃係藉中和鋁酸鹼金屬鹽水溶液或鋁鹽水溶液，而調製得氧化鋁水凝膠，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(4)

再將氧化鋁水凝膠加以過濾，以水及/或氨水洗淨，將氧化鋁水凝膠之酸鹼值進行調整在 pH9 至 12 範圍，且調溫在 50 至 105°C 範圍，使氧化鋁水凝膠熟成，添加酸於氧化鋁水合物溶膠而解膠經調製得氧化鋁水溶膠之後，

再乾燥該氧化鋁水溶膠為其特徵。

本發明有關之氧化鋁水合物粒子分散溶膠係分散上述氧化鋁水合物粒子於水中而得。該氧化鋁水合物粒子分散溶膠，其氧化鋁(Al_2O_3)濃度為 20 重量%時，以黏度在 50 至 2000CP 範圍為宜。又，該氧化鋁水合物粒子分散溶膠在氧化鋁(Al_2O_3)濃度為 20 重量%時，其吸光度(ABS)在 0.6 以下為宜。

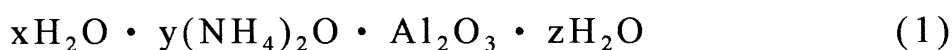
本發明有關之墨水受容層形成用塗抹液係由上述之氧化鋁水合物粒子和黏合劑，分散在水及/或有機溶劑中而成為其特徵。

本發明有關之附有墨水受容層之基材乃係基材片上由上述墨水受容層形成用塗抹液形成其墨水受容層而構成。

以下就實施本發明之最佳途徑說明之。茲就本發明有關之氧化鋁水合物粒子，氧化鋁水合物粒子分散溶膠以及墨水受容層形成用塗抹液具體說明如下：

氧化鋁水合物

本發明有關之氧化鋁水合物乃下列一般式(1)所示為其特徵，以特定比率含有鹼金屬和氨。



(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 ·

五、發明說明 (5)

(上式中，M 示鹼金屬，x 示鹼金屬以 M_2O 表示時，對於 1 莫耳之氧化鋁 (Al_2O_3) 之莫耳數，y 示氨以 $(NH_4)_2O$ 表示時，對於 1 莫耳之氧化鋁 (Al_2O_3) 之莫耳數，z 示水合水以 H_2O 表示時，對於 1 莫耳之氧化鋁 (Al_2O_3) 之莫耳數)。

氧化鋁水合物粒子中之鹼金屬以 M_2O 表示時之莫耳數 x，以對於 1 莫耳之氧化鋁 (Al_2O_3) 而言，通常在 2×10^{-4} 至 25×10^{-4} 莫耳範圍，其中以 3×10^{-4} 至 20×10^{-4} 莫耳量範圍為理想。鹼金屬氧化物 M_2O 量低於 2×10^{-4} 莫耳時，以氧化鋁水合物粒子形成之附有墨水受容層之記錄片當印刷時可能發生變色。這是鹼金屬氧化物量在 2×10^{-4} 莫耳以下時，氧化鋁水合物之表面活性變高，據此推測染料等有機質會發生變質所致。又，鹼金屬氧化物量超過 25×10^{-4} 莫耳量時，分散有氧化鋁粒子之溶膠之安定性降低，黏度可能增高而很難獲得高濃度之溶膠。

又，氧化鋁水合物粒子中之氨以 $(NH_4)_2O$ 表示時之莫耳數 y，通常對於 1 莫耳之氧化鋁 (Al_2O_3) 而言，在 0.1×10^{-4} 至 20×10^{-4} 莫耳之範圍。當 $(NH_4)_2O$ 量在 0.1×10^{-4} 莫耳以下時，使用氧化鋁水合物粒子形成之附有墨水受容層記錄片，當施加印刷時，可能發生印刷色彩之變色。相反地，當 $(NH_4)_2O$ 量超過 20×10^{-4} 莫耳時，分散有氧化鋁水合物粒子之溶膠的安定性降低，黏度增高而很難獲得高濃度之溶膠。

另外，對於 1 莫耳氧化鋁 (Al_2O_3) 之水合水 (H_2O) 之莫耳數 z 在 0.6 至 2.5 莫耳範圍。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(6)

當水合水量低於 0.6 莫耳時，粒子之分散性可能降低，又，粒子之荷電量變小，墨水之吸著性有下降趨勢，相反地，超過 2.5 莫耳量時，粒子之細孔容積變小，墨水之吸收性有下降之傾向。

上述水合水乃指氧化鋁水合物粒子以 100°C 乾燥 2 小時後，尚殘存之水分。這種水合水量藉經 100°C 乾燥 2 小時後之試料，在氮氣流中升溫至 600°C，所發生氣體中之水分利用卡爾·費歇爾法定量而得。

上述氧化鋁水合物粒子，其平均粒徑通常在 0.02 至 0.2 μm 範圍，其中以 0.03 至 0.15 μm 範圍為理想。

當氧化鋁水合物粒子之平均粒徑小於 0.02 μm 時，氧化鋁水合物粒子分散溶膠之黏度增高，使用此調製之墨水受容層形成用塗抹液之黏度也增高，其塗工性能可能會降低。相反地，當氧化鋁水合物粒子之平均粒徑大於 0.2 μm 時，分散溶膠之透明性可能降低，因此，所製得之墨水受容層之透明性，印刷畫像之鮮明度可能會降低。

又，上述氧化鋁水合物粒子之平均粒徑乃藉粒子分布測定製置(日本堀場製作所公司製品，CAPA-700 型)而測定之。

上述氧化鋁水合物粒子之總細孔容積，通常在 0.5 至 1.5 ml/g 範圍，其中以 0.6 至 1.4 ml/g 範圍為理想。當總細孔容積在 0.5 ml/g 以下時，使用該氧化鋁水合物粒子所得墨水受容層之墨水吸收量變小，可能無法得鮮明度良好之印刷。相反地，當超過 1.5 ml/g 時，墨水容易起浸滲之現

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂

五、發明說明(7)

象。

又，上述氧化鋁水合物粒子之細孔徑在 15 至 30nm 範圍之細孔之細孔容積，通常在 0.25 至 1.0ml/g 範圍，其中以 0.3 至 0.8ml/g 範圍為理想。細孔徑在 15 至 30nm 範圍之細孔容積在 0.25ml/g 以下時，使用氧化鋁水合物粒子所得墨水受容層之墨水吸收量變小，同時墨水吸收速度遲緩，因此會發生浸滲，印刷不鮮明之情形，相反地，超過 1.0ml/g 時，耐水性有下降之傾向。

又，氧化鋁水合物粒子之總細孔容積，乃藉水銀壓入式孔率計(阿姆可公司製品，2000 型)求得細孔徑在 600 Å 以上之細孔容積，利用氮吸著法求得細孔徑在 600 Å 以下之細孔容積，將上述兩種細孔容積之合計做為總細孔容積。又，細孔徑在 15 至 30nm 範圍之細孔之細孔容積，由測定上述總細孔容積之際，所得細孔徑在 15 至 30nm 範圍之細孔容積而求得。

上述氧化鋁水合物粒子，可按照例如下述製造方法而製成。

首先，將鋁酸鹼金屬鹽水溶液或鋁鹽水溶液加以中和而調製成氧化鋁水凝膠。

上述鋁酸金屬鹽水溶液，例如鋁酸鈉或鋁酸鉀等之水溶性鹽之水溶液，其中以使用鋁酸鈉水溶液為較適。

更具體言之，將鋁酸鹼金屬鹽水溶液和鋁鹽水溶液，視需要以鹼金屬之氫氧化物和/或氨水等之鹼或礦酸，有機酸等酸之存在下，進行中和而調製得氧化鋁水凝膠。另外，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

錄

五、發明說明(8)

將鋁酸鹼金屬鹽水溶液以礦酸、有機酸等酸性化合物加以中和，也能調製得氧化鋁水凝膠，又，鋁鹽水溶液以鹼金屬之氫氧化物和/或氨水加以中和，也能製成氧化鋁水凝膠。

上述鹼金屬之氫氧化物水溶液之例舉有氫氧化鋰、氫氧化鈉、氫氧化鉀、氫氧化鋇等之水溶液，其中以使用氫氧化鈉、氫氧化鉀水溶液為較適。又，氨成分也可以使用分解後能產生氨之尿素。

上述之礦酸之例舉有硫酸、鹽酸、硝酸等，有機酸之例舉有乙酸、草酸、枸橼酸等。

該時，視必要也可添加結晶成長抑制劑。上述結晶成長抑制劑之例舉有葡糖酸、門冬氨酸、己二酸等羧酸、葡糖酸鹽、門冬氨酸鹽、己二酸鹽等羧酸鹽類較為適用。

上述各種水溶液之濃度並無特別限制，祇要能產生氧化鋁水凝膠之量就可使用。所產生之氧化鋁(Al_2O_3)濃度以在 1 至 5 重量%範圍為理想。

所調製得氧化鋁水凝膠之 pH 值在約 9 至 12 為理想。

又，調製時之氧化鋁水凝膠之液溫在 10 至 50°C 範圍為理想。

按上述調製成之氧化鋁水凝膠過濾之後，以水及/或氨水洗淨而去除鹽類。該時，氧化鋁水合物粒子中之鹼金屬，以氧化物換算，洗淨成 2×10^{-4} 至 20×10^{-4} 莫耳/1 莫耳 Al_2O_3 範圍。

經洗淨之氧化鋁水凝膠，調整水份成為以 Al_2O_3 濃度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(9)

計約 1 至 7 重量%範圍，隨必要加入氨水調整 pH 在 9 至 12 範圍，繼之，在 50 至 105°C 之溫度，最好是在 80 至 105°C 範圍下，加熱 10 至 100 小時使氧化鋁水凝膠熟成。

又，所含有的氨儘量在熟成中或熟成後，使之揮散去為宜。因此，隨必要在熟成後，放置在減壓下去除氨也行。去除氨可進行到氧化鋁水凝膠淤漿之離子導電度到 10 至 1000 μ S/cm 為宜。在上述範圍之離子導電度下，最後所得粒子中之氨以 $(\text{NH}_4)_2\text{O}$ 表示時，可成為 0.1×10^{-4} 至 20×10^{-4} 莫耳/1 莫耳 Al_2O_3 以下之量。

其次，於洗淨過之氧化鋁水凝膠中添加酸解膠而得氧化鋁水溶膠。該時，所使用之酸有前述之鹽酸、硝酸等礦酸、乙酸等有機酸。

酸之添加量，以能解膠之量而言，愈少愈佳，大約對於 1 莫耳之 Al_2O_3 而言，以酸 0.2 莫耳以下為理想。

解膠而得氧化鋁水溶膠，經熱風中乾燥成為本發明有關之氧化鋁水合物粒子。又，所得氧化鋁水合物粒子經分散於水中而得本發明之氧化鋁水合物粒子分散溶膠。

上述之乾燥方法，祇要不影響所得氧化鋁水合物粒子之分散性，其方法並無特別限制，尤其以噴霧乾燥法其對分散性影響較少，特別適用。

噴霧乾燥之際，供應到噴霧乾燥處的熱風溫度以 150 至 400°C 範圍為宜，從乾燥處之排氣溫度在 60 至 150°C 範圍為宜。

供應至噴霧乾燥處之熱風溫度未達 150°C 時，無法使

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂

五、發明說明 (10)

前述氧化鋁水合物粒子中之含氮量以 $(\text{NH}_4)_2\text{O}$ 表示時之量達到 20×10^{-4} 莫耳/1莫耳氧化鋁(Al_2O_3)以下，就可能無法獲得本發明之高濃度而低黏度且高透明性之氧化鋁水合物粒子、氧化鋁水合物粒子溶膠。又，超過 400°C 時，以 $(\text{NH}_4)_2\text{O}$ 所表示之氮量，雖然會達到 0.1×10^{-4} 莫耳/1莫耳氧化鋁以下，但是對溶劑(水)之分散性降低，很難獲得均一而安定的溶膠或塗抹膜形成用之塗抹液。另外，也可能成為印刷色變色之原因。

氧化鋁水合物粒子分散溶膠

本發明有關之氧化鋁水合物粒子分散溶膠乃係分散上述氧化鋁水合物粒子於水中而成者。

這種氧化鋁水合物粒子分散溶膠，其黏度當氧化鋁(Al_2O_3)濃度為20重量%時，以50至2000CP為適，尤以在100至500CP範圍為理想。

黏度未滿50CP時，墨水受容層形成用塗抹液等塗工液之黏度也會降低，所以很難一次塗抹就能形成所需膜厚之塗膜。相反地，超過2000CP時，塗工液之黏度會變為過高，塗工液之處理操作會困難，而為降低黏度稀釋塗工液，也很難藉一次塗抹而形成所需膜厚之塗膜。

另外，以氧化鋁(Al_2O_3)計，其濃度調製成為20重量%之溶膠的吸光度(ABS)通常宜在2.0以下，尤以在1.5以下為理想。當吸光度超過2.0時，使用氧化鋁水合物粒子所得被膜之透明性會不足。

又，上述之黏度是藉黏度測定儀(Tokimec公司製品，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (11)

BM 型)測定，而吸光度是利用分光光度儀(日立製作所公司製品，U-2000 型)測定波長 550nm 處之吸光度而得之值。

本發明有關之氧化鋁水合物粒子分散溶膠由於分散有上述特定組成之氧化鋁水合物粒子，因此，以氧化鋁(Al_2O_3)計，其濃度可以提升到 40 重量%左右。又，當以氧化鋁(Al_2O_3)計之濃度超過 40 重量%時，塗工液之黏度過高，不易施行塗抹操作，很難形成膜厚均一之塗膜。

墨水受容層形成用塗抹液

本發明之墨水受容層形成用塗抹液，其特徵為分散有上述氧化鋁水合物粒子和黏合劑在水及/或有機溶劑中而構成。

黏合劑

本發明之墨水受容層形成用塗抹液所使用之黏合劑，主要為親水性聚合物，具體言之，例如聚乙烯醇、變性聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮等。上述尚可加以變性後使用。另外，也可以使用疏水性聚合物做為黏合劑用途。

上述黏合劑之用量隨其種類而異，通常對於氧化鋁水合物粒子計，使用 5 至 60 重量%，其中以使用 10 至 40 重量%範圍為較宜。

黏合劑用量不足 5 重量%時，墨水受容層和基材片間之黏合力不足，而墨水受容層容易剝離，又墨水受容層之強度也不充分，相反地，當其用量超過 60 重量%時，墨水受容量會降低或耐水性會降低。

又，本發明之墨水受容層形成用塗抹液以提升墨水受

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂

五、發明說明 (12)

容層和基材片間之黏合性，墨水受容層之強度，耐候性，或調整墨水受容層之細孔構造等為目的，除去上述氧化物粒子和黏合劑之外，尚可含有抗氧化劑、纖維素類之有機聚合物、生物性纖維、無機聚合物、無機性微粒狀物等。

本發明之墨水受容層形成有塗抹液中所使用之溶劑包括水及/或有機溶劑等。上述有機溶劑之例舉有異丙醇、乙醇、丁醇等。

這種墨水受容層形成用塗抹液可藉分散上述氧化鋁水合物粒子於水中，再混合上述各成分而調製之。

該時，塗抹液中之氧化鋁水合物粒子之濃度隨塗抹方法而適加選擇，通常以 2 至 40 重量%為宜，尤以在 5 至 30 重量%範圍為理想。

又，當該濃度未滿 2 重量%時，無法提高塗膜形成用之塗工液濃度，因此，不能獲得膜厚之塗膜，相反地，當濃度超過 40 重量%時，塗工液之黏度高，可能發生塗工液之操作困難或乾燥不均勻等，而無法形成均勻塗膜。

墨水受容層形成方法和墨水受容層

基材片上形成墨水受容層之方法可採用周知方法，視基材種類可以選擇適用方法。

具體言之，將前述墨水受容層形成用塗抹液藉噴霧法、輓塗抹法、刀片塗抹法、棒塗抹法、帷幕塗抹法等塗抹於基材片上之後，經乾燥而完成。

又，基材可先加以底漆處理。

本發明中所使用之基材片並無特別限制，例如可採用

五、發明說明 (13)

PET、氯乙烯等樹脂製膜片、各種紙張、鋼板、布等。

據上述方法形成之墨水受容層，其總細孔容積在 0.5 至 1.5ml/g 範圍，尤以在 0.7 至 1.3ml/g 範圍為理想。

當墨水受容層之總細孔容積低於 0.5ml/g 時，墨水之吸收容量小而發生浸滲現象，無法獲得鮮明而精度高之畫象。相反地，墨水受容層之總細孔容積大於 1.5ml/g 時，染料之固定性可能降低，或墨水受容層之強度降低。

基材片上所形成墨水受容層厚度，視片材厚度，印刷物之用途，印刷用墨水之種類而可以任意選定，通常以 5 至 100 μ m 範圍為理想。當墨水受容層厚度低於 5 μ m 時，墨水吸收容量不足而發生浸滲現象，又，減少墨水使用量時彩色會降低。相反地，墨水受容層厚度大於 100 μ m 時，很難一次塗抹完成，而施行數次塗抹在經濟觀點上有問題之外，塗工係乾燥時可能發生破裂或剝落。

本發明之氧化鋁水合物粉末含有特定量之鹼金屬氧化物和銨。因此，氧化鋁水合物之表面活性低，而抑制氧化鋁水合物之表面活性所造成染料等有機物之變質。因此，使用該氧化鋁水合物粒子所形成之附有墨水受容層記錄片在施加印刷時不會變色。這種氧化鋁水合物粉末以高濃度分散也不會降低溶膠之安定性，或黏度增高，因此，可形成膜厚之被膜。

這種氧化鋁水合物粉末，其細孔徑大，而且細孔容積也增加，所以使用在墨水受容層形成用途，可使色素安定性變佳，墨水吸收速度加快，吸收容量也變大，並且不會

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (14)

發生浸滲現象。

本發明藉實施例詳細說明如下，但本發明範圍不侷限在實施例範圍。

實施例 1

調製氧化鋁水合物粒子

將鋁酸鹼水溶液(以氧化鋁計之濃度為 3 重量%) 12.7kg 攪拌下，加入濃度為 26 重量%之葡糖酸鹼水溶液 7.3g，繼之，以 12 分鐘時間添加硫酸鋁水溶液(以氧化鋁計之濃度為 1.5 重量%)25kg 而調製得氧化鋁水凝膠。反應時之溫度為 30°C，酸鹼值為 pH10.2。

然後，停止攪拌，在 30°C 下熟成 90 分鐘。

繼之，用濾器過濾所產生之氧化鋁水凝膠，再用 1.5% 濃度之氨水洗淨之。該時之氧化鋁中之鹼和硫酸根之殘存量以 Na_2O 計，為 0.022 重量%， SO_4 計為 0.062 重量%(皆以乾燥過之氧化鋁粉末為準計算)。

洗淨好的氧化鋁水凝膠加水調整為以氧化鋁計為 5.0 重量%，再加入 15% 濃度之氨水，調整為 pH11.2，慢慢攪拌下在 95°C 中熟成 80 小時。又，熟成中加入濃度為 15% 之氨水維持在 pH11.2。

繼之，維持在 100 至 105°C 下，一面排出所蒸發之水蒸汽和氨氣，進行除氨操作大約 20 小時一直到氧化鋁水凝膠漿液之傳導度成為 $100 \mu \text{S}/\text{cm}$ 。

去氨操作之後，降低溫度為 95°C，然後對氧化鋁(Al_2O_3) 計算，加入 5.5 重量%之乙酸，攪拌 3 小時之後，冷卻至

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂

五、發明說明 (15)

35°C，加入純水，調製以氧化鋁計，濃度為 5.0 重量%之氧化鋁水溶膠。

其次，藉噴霧乾燥器，供應至噴霧乾燥處之熱風溫度調整在 250°C，由乾燥處排氣溫度調整在 100±10°C 範圍下，供應上述氧化鋁水溶膠進行噴霧乾燥而得由氧化鋁水合物粒子(A)所構成粉末。

所得氧化鋁水合物粒子(A)分析其鹼金屬含量，含氮量，平均粒徑和總細孔容積，其結果示於表 1。

水分散溶膠之調製

將氧化鋁水合物粒子(A)分散在水中，調製成以氧化鋁(Al_2O_3)濃度計為 20 重量%之水分散溶膠，並測定其黏度。又，將氧化鋁水合物粒子(A)調製成以氧化鋁(Al_2O_3)計，濃度為 20 重量%之水分散物，並測定其吸光度，其結果一併示於表 1。

墨水受容層形成用塗抹液之調製

將上述所得氧化鋁水合物粒子(A)分散在水中，調製成固形物濃度為 15 重量%之分散液，該分散液 100 重量份和濃度為 10 重量%之聚乙烯醇水溶液 37.5 重量份加以混合而調製得目的之塗抹液。

記錄用片之調製

繼之，將上述之塗抹液利用棒塗抹器塗布在 PET 薄膜上，乾燥後，經 140°C 加熱處理而得記錄用片。墨水受容層厚度為 30 μm 。

所得記錄用片施以下述印刷並行評估。其結果示於表

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂

五、發明說明 (16)

1。

印刷

所得記錄用片上，使用純正之染料墨水藉噴墨印表機 (Graphtec 公司製品：Masterjet 型) 印刷 2cm 正方形之全面塗工之 W 型。彩色採用品紅 (Magenta)、黑 (Black)、花青 (Cyan) 和黃 (Yellow) 等色，藉變化輸力而變更其色彩濃度施加印刷，然後按照下述方法進行評估。

濃度

濃度藉彩色反射測定儀 (日本電色工業公司製品：KRD-2200 型) 測定之。又，濃度祇要在 1.2 以上，使用上並無問題。

浸滲

用顯微鏡觀察每一個印刷點之形狀，據下列標準進行其評估。

- ◎ 示完全呈圓形而無浸滲現象。
- 示雖呈圓形，但稍有浸滲現象。
- △ 示呈圓形，有明顯之浸滲現象。

乾燥速度

藉顯微鏡觀察，就不同彩色之兩點重疊印刷者觀察其混合狀態，按照下列標準加以評估之。

- ◎ 示彩色明顯未混合者，
- 示彩色稍有混合者，
- △ 示彩色明顯有混合者。

耐水性

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂

五、發明說明 (17)

浸漬印刷片於水中，觀察色料和染料之溶出情形，按照下列標準進行評估。

◎ 示未有浸滲現象，

○ 示稍有浸滲現象，

△ 示明顯有浸滲現象，

x 示有色料或染料溶出者。

實施例 2

實施例 1 中之洗淨工程，替代濃度為 1.5% 之氨水而改用 0.5% 之氨水以外，全部按照實施例 1 所示相同方法調製得氧化鋁水合物粒子(B)。

又，以上述氨水洗淨後之氧化鋁水合物粒子(B)中之鹼和硫酸根之殘存量，對於氧化鋁(Al_2O_3)而言，以 Na_2O 計為 0.12 重量%(乾物計)， SO_4 計為 0.28 重量%(乾物計)。

又，去除氨之工程後，氧化鋁水凝膠淤漿之傳導度為 $250 \mu S/cm$ 。

就所得氧化鋁水合物粒子(B)分析其鹼金屬含量，含氮量，平均粒徑和總細孔容積，其結果示於表 1。

水分散溶膠之調製

分散氧化鋁水合物粒子(B)於水中，調製成以氧化鋁(Al_2O_3)濃度計 20 重量%之水分散溶膠，測定其黏度。同樣地，再將氧化鋁水合物粒子(B)以氧化鋁(Al_2O_3)濃度計 20 重量%加以分散而調製得水分散物，並測定其吸光度，其結果示於表 1 中。

墨水受容層形成用塗抹液之調製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明（18）

將上述所得氧化鋁水合物粒子(B)以固形物濃度計 15 重量%分散於水中，再以 100 重量份之該分散液和濃度為 10 重量%之聚乙烯醇水溶液 37.5 重量份混合，而調製成塗抹液。

記錄用片之調製

其次，將該塗抹液藉棒塗抹器塗布在 PET 膜片上，乾燥後以 140°C 加熱處理而製得記錄用片。墨水受容層之厚度為 30 μm 。

就所得記錄用片，按照實施例 1 所示相同方法施與印刷並進行評估。

其結果示於表 1 中。

實施例 3

實施例 1 之去除氯工程中，進行大約 80 小時之去氯操作，一直到氧化鋁水凝膠淤漿之傳導度成為 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 為止之外，其餘皆按照實施例 1 所示相同方法實施而得氧化鋁水合物粒子(C)之粉末。

就所得氧化鋁水合物粒子(C)分析其鹼金屬含量，含氯量，平均粒徑和總細孔容積。

其結果示於表 1。

水分散溶膠之調製

將氧化鋁水合物粒子(C)分散在水中，調製成以氧化鋁(Al_2O_3)濃度計 20 重量%之水分散溶膠，並測定其黏度。另外，也分散氧化鋁水合物粒子(C)於水中，調製成為以氧化鋁(Al_2O_3)計，濃度為 20 重量%之水分散物，並測定其吸光

五、發明說明（19）

度。

其結果示於表 1 中。

墨水受容層形成用塗抹液之調製

上述所得氧化鋁水合物粒子(C)以固形物濃度計分散於水中成為 15 重量%之後，將 100 重量份之該分散液和濃度為 10 重量%之聚乙烯醇水溶液 37.5 重量份加以混合調製成為塗抹液。

記錄用片之調製

繼之，藉棒塗抹機將上述塗抹液塗布在 PET 膜片上，乾燥後，在 140°C 下加熱處理而製得記錄用片。墨水受容層之厚度為 30 μ m。

就所得記錄用片，按照實施例 1 同樣方法施與印刷，並評估之。

其結果示於表 1 中。

實施例 4

實施例 1 之熟成工程中，代替 95°C 下熟成 80 小時，改為 100°C 下熟成 80 小時之外，其餘皆按照實施例 1 所示方法調製得氧化鋁水合物粒子(D)所構成之粉末。

就所得氧化鋁水合物粒子(D)分析其鹼金屬含量，含氮量，平均粒徑和總細孔容積。

其結果示於表 1 中。

水分散溶膠之調製

分散氧化鋁水合物粒子(D)於水中，調製得以氧化鋁(Al_2O_3)濃度計 20 重量%之水分散溶膠，並測定其黏度。另

裝

訂

五、發明說明 (20)

外，也將氧化鋁水合物粒子(D)以氧化鋁(Al_2O_3)計為 20 重量%濃度，分散於水中成為水分散物，並測定其吸光度。其結果示於表 1 中。

墨水受容層形成用塗抹液之調製

上述所得氧化鋁水合物粒子(D)以固形物濃度計，分散於水中成為 15 重量%之後，使用 100 重量份之該分散液和濃度為 10 重量%之聚乙炔醇水溶液 37.5 重量份混合調製得塗抹液。

記錄用片之調製

其次，藉棒塗抹機將上述塗抹液塗布在 PET 膜片上，乾燥後，在 $140^{\circ}C$ 下加熱處理而得記錄用片。墨水受容層之厚度為 $30 \mu m$ 。

就所得記錄用片，按照實施例 1 相同方法施與印刷並行評估。

其結果示於表 1 中。

比較例 1

氧化鋁水合物粒子

實施例 1 中之供應熱風到噴霧乾燥處之溫度改為 $450^{\circ}C$ ，由乾燥處所排氣之溫度改為 $180 \pm 10^{\circ}C$ 之外，其餘皆按照實施例 1 所示方法調製得氧化鋁水合物粒子(E)所構成之粉末。

就所得氧化鋁水合物粒子(E)分析其鹼金屬含量，含氮量，平均粒徑和總細孔容積。

其結果示於表 1。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (21)

另外，分散氧化鋁水合物粒子(E)於水中調製得氧化鋁(Al_2O_3)濃度為 20 重量%之水分散物，並測定其黏度。又，另將氧化鋁水合物粒子(E)調製成以氧化鋁(Al_2O_3)計，濃度為 20 重量%之水分散物，測定其吸光度。

其結果示於表 1。

墨水受容層形成用塗抹液之調製

將上述氧化鋁水合物粒子(E)以固形物濃度計成為 15 重量%之水分散液之後，取 100 重量份之該分散液和濃度為 10 重量%之聚乙烯醇水溶液 37.5 重量份混合調製成為塗抹液。

記錄用片之調製

繼之，藉棒塗抹機將該塗抹液塗布在 PET 膜片上，乾燥後，經 $140^{\circ}C$ 之加熱處理而製得記錄用片。受容層厚度同樣為 $30\mu m$ 。就所得記錄用片按照實施例 1 所示方法施與印刷，並行評估。

其結果示於表 1。

比較例 2

氧化鋁水合物粒子

按照實施例 1 所示相同方法調製氧化鋁水溶膠，在 $50^{\circ}C$ ，減壓下濃縮成為 15 重量%濃度之氧化鋁水溶膠。

風乾上述溶膠之一部分製成氧化鋁水合物粒子(F)之粉末。

就所得氧化鋁水合物粒子(F)分析其鹼金屬含量，含氮量，平均粒徑和總細孔容積。

五、發明說明 (22)

其結果示於表 1。

水分散溶膠之調製

分散上述氧化鋁水合物粒子(F)於水中，調製成氧化鋁(Al_2O_3)濃度為 20 重量%之水分散物，並測定其黏度。另外，分散氧化鋁水合物粒子(F)調製成以氧化鋁(Al_2O_3)計濃度為 20 重量%之水分散物，並測定其吸光度。

其結果示於表 1。

墨水受容層形成用塗抹液之調製

將分散上述氧化鋁水合物粒子(F)成為濃度 15 重量%之氧化鋁水溶膠 100 重量份和濃度為 10 重量%之聚乙炔醇水溶液 37.5 重量份加以混合調製成塗抹液。

記錄用片之調製

其次，藉棒塗抹機將上述塗抹液塗布在 PET 膜片上，乾燥後，在 $140^{\circ}C$ 下加熱處理而得記錄用片。受容層之厚度同樣為 $30\mu m$ 。就所得記錄用片按照實施例 1 所示同樣施以印刷並評估之。

其結果示於表 1。

比較例 3

氧化鋁水合物粒子之調製

鋁酸鹼水溶液(以氧化鋁計濃度為 3 重量%)12.7kg 在攪拌中，加入濃度為 26 重量%之葡糖酸鹼水溶液 7.3g，繼之，在 12 分鐘內加入硫酸鋁水溶液(以氧化鋁計濃度為 1.5 重量%)25kg 而調製得氧化鋁水凝膠。該過程中之溫度為 $30^{\circ}C$ ，酸鹼值為 pH10.2。然後，終止攪拌，在 $30^{\circ}C$ 下熟成

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂

五、發明說明 (23)

90 分鐘。

繼之，用濾器過濾之後，使用 1.5% 濃度之氨水充分洗淨之。該時，氧化鋁水凝膠中之鹼和硫酸根之殘存量對於氧化鋁 (Al_2O_3) 而言，以 Na_2O 計為 0.022 重量% (乾物計)， SO_4 計為 0.12 重量% (乾物計)。其次，經洗淨之氧化鋁水凝膠中加水而調整為以氧化鋁 (Al_2O_3) 濃度計為 5.0 重量%，再加入 15% 濃度之氨水調整為 pH11.2，慢慢攪拌中，在 60°C 下進行熟成 10 小時。

熟成中，加入 15% 濃度之氨水，維持其酸鹼值在 pH11.2。

然後，在 95°C 下，添加對氧化鋁重量計為 15.5 重量%之乙酸，攪拌 3 小時之後，冷卻至 35°C ，加入純水，調製得以氧化鋁 (Al_2O_3) 濃度計 5.0 重量%之氧化鋁水溶膠。

繼之，藉噴霧乾燥器，供應到噴霧乾燥處之熱風濃度為 250°C ，另由乾燥處排氣溫度調整在 $100 \pm 10^\circ\text{C}$ 範圍下，供應上述氧化鋁水溶膠進行噴霧乾燥，而得氧化鋁水合物粒子 (G) 之粉末。

就所得氧化鋁水合物粒子 (G) 分析其鹼金屬含量，含氮量，平均粒徑和總細孔容積。

其結果示於表 1。

水分散溶膠之調製

分散上述氧化鋁水合物粒子 (G) 於水中，調製成氧化鋁 (Al_2O_3) 濃度計為 20 重量%之水分散溶膠，並測定其黏度。

另外，也調製得分散氧化鋁水合物粒子 (G) 以氧化鋁濃度計

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (24)

為 5 重量 % 之水分散物，測定其吸光度。

其結果示於表 1。

墨水受容層形成用塗抹液之調製

將上述氧化鋁水合物粒子(G)以固形物濃度計分散於水中成為 15 重量 % 之分散液 100 重量份和濃度為 10 重量 % 之聚乙烯醇水溶液 37.5 重量份混合而調製得塗抹液。

記錄用片之調製

然後，藉棒塗抹機將上述塗抹液塗布在 PET 薄片上，乾燥後，以 140℃ 加熱處理而製得記錄用片。受容層厚度同樣為 30 μ m。就所得記錄用片，按照實施例 1 所示相同方法施與印刷，並行評估。

其結果示於表 1。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

表 1

	氧化鋁水合物粒子					水合物分散溶膠		墨水受容層			
	M ₂ O 含量 莫耳/莫耳 ⁴ Al ₂ O ₃ × 10 ⁻⁴	(NH ₄) ₂ O 含量 莫耳/莫耳 ⁴ Al ₂ O ₃ × 10 ⁻⁴	平均粒徑 (μm)	總細孔 容積 (ml/g)	細孔容積 (15至30nm) (ml/g)	黏度 20 重量%	吸光度 20 %濃度	反射度	浸滲	乾燥 速度	耐水性
實施例 1	3.5	2.8	0.05	0.91	0.50	100	0.82	1.4	◎	◎	◎
實施例 2	19.4	15.6	0.06	0.80	0.30	1490	1.18	1.3	○	◎	◎
實施例 3	10.0	0.5	0.06	0.82	0.41	135	0.95	1.3	◎	◎	◎
實施例 4	12.8	3.9	0.06	1.20	0.71	57	1.25	1.4	◎	◎	◎
比較例 1	4.6	3.0	0.30	0.45	0.20	4500	2.80	1.1	△	△	△
比較例 2	30.0	155.0	0.50	0.51	0.21	8400	3.10	1.0	△	△	△
比較例 3	3.5	25.0	0.03	0.31	0.10	6500	1.57	1.0	△	△	△

五、發明說明 (25)

四、中文發明摘要(發明之名稱：新穎氧化鋁水合物粒子，氧化鋁水合物粒子分散溶膠及墨水受容層形成用塗抹液以及附有墨水受容層之基材)

本發明提供一種細孔容積大而且在特定之細孔徑範圍，成為高濃度分散溶膠時之黏度低，同時具備高透明性之氧化鋁水合物粒子。

更具體言之，本發明之氧化鋁水合物粒子乃具有下式之 $xM_2O \cdot y(NH_4)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot zH_2O$ [式中， $2 \times 10^{-4} \leq x \leq 25 \times 10^{-4}$ ， $0.1 \times 10^{-4} \leq y \leq 20 \times 10^{-4}$ ， $0.6 \leq z \leq 2.5$ ，M 係鹼金屬，x 指鹼金屬以 M_2O 表示時，對於 1 莫耳之氧化鋁 (Al_2O_3) 之莫耳數，y 指氮以 $(NH_4)_2O$ 表示時，對於 1 莫耳之氧化鋁的莫耳數，z 示對於 1 莫耳之氧化鋁的水合水之莫耳數] 所示組成，其平均粒徑在 0.02 至 0.2 μm 範圍，總細孔容積在 0.5 至 1.5 ml/g 範圍，且細孔徑在 15 至 30 nm 範圍之細孔的細孔容積在 0.3 至 1.0 ml/g 範圍者。

英文發明摘要(發明之名稱：)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

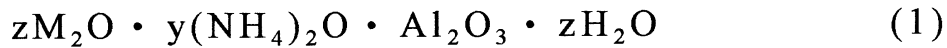
裝

訂

線

六、申請專利範圍

1. 一種氧化鋁水合物粒子，其特徵為具有下列一般式(1)所示組成，



$$2 \times 10^{-4} \leq z \leq 25 \times 10^{-4}$$

$$0.1 \times 10^{-4} \leq y \leq 20 \times 10^{-4}$$

$$0.6 \leq z \leq 2.5$$

(上式中，M 示鹼金屬，z 示鹼金屬以 M_2O 表示時，對於 1 莫耳氧化鋁 (Al_2O_3) 之莫耳數，y 示氨以 $(\text{NH}_4)_2\text{O}$ 表示時，對於 1 莫耳氧化鋁 (Al_2O_3) 之莫耳數，z 示對於 1 莫耳氧化鋁 (Al_2O_3) 之水合水 (H_2O) 之莫耳數)，

其平均粒徑在 0.02 至 0.2 μm 範圍，

總細孔容積在 0.5 至 1.5ml/g 範圍，且

細孔徑在 15 至 30nm 範圍之細孔之細孔容積在 0.3 至 1.0ml/g 範圍者。

2. 一種氧化鋁水合物粒子之製造方法，其特徵為將鋁酸鹼金屬鹽水溶液或鋁鹽水溶液加以中和而調製得氧化鋁水凝膠，

過濾氧化鋁水凝膠，以水及/或氨水加以洗淨，

調整氧化鋁水凝膠之酸鹼值為 pH9 至 12 範圍，且溫度在 50 至 150° 範圍下使氧化鋁水凝膠熟成，

加入酸於氧化鋁水凝膠而解膠，並調製成為氧化鋁水溶膠之後，乾燥該氧化鋁水溶膠而製造之方法。

3. 一種氧化鋁水合物粒子分散溶膠，其特徵為分散如申請專利範圍第 1 項之氧化鋁水合物粒子於水中而構成。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

4. 如申請專利範圍第3項之氧化鋁水合物粒子分散溶膠，其中以氧化鋁(Al_2O_3)濃度計20重量%時之黏度在50至2000CP範圍為其特徵者。
5. 如申請專利範圍第3項或第4項所記載之氧化鋁水合物粒子分散溶膠，其中以氧化鋁(Al_2O_3)計20重量%時之吸光度(ABS)在2.0以下為其特徵者。
6. 一種墨水受容層形成用塗抹液，其特徵為由如申請專利範圍第1項之氧化鋁水合物粒子和黏合劑分於水及/或有機溶劑而構成。
7. 一種附有墨水受容層之記錄用片，其特徵為基材片上形成有如申請專利範圍第6項之墨水受容層形成用塗抹液所構成之墨水受容層之記錄用片。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線