



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公開本

(11) 公開編號：TW 201726552 A

(43) 公開日：中華民國 106 (2017) 年 08 月 01 日

(21) 申請案號：105131296

(22) 申請日：中華民國 105 (2016) 年 09 月 29 日

(51) Int. Cl. :

*C01G19/00 (2006.01)**C08K3/22 (2006.01)**C08L101/00 (2006.01)**C09K3/00 (2006.01)**C09D201/00 (2006.01)**C09D7/12 (2006.01)**G02B5/22 (2006.01)**C03C27/12 (2006.01)*

(30) 優先權：2015/09/30 日本

2015-194838

(71) 申請人：住友金屬礦山股份有限公司 (日本) SUMITOMO METAL MINING CO., LTD. (JP)  
日本

(72) 發明人：常松裕史 TSUNEMATSU, HIROFUMI (JP)；福田健二 FUKUDA, KENJI (JP)；藤田賢一 FUJITA, KENICHI (JP)

(74) 代理人：賴經臣；宿希成

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：21 項 圖式數：1 共 54 頁

(54) 名稱

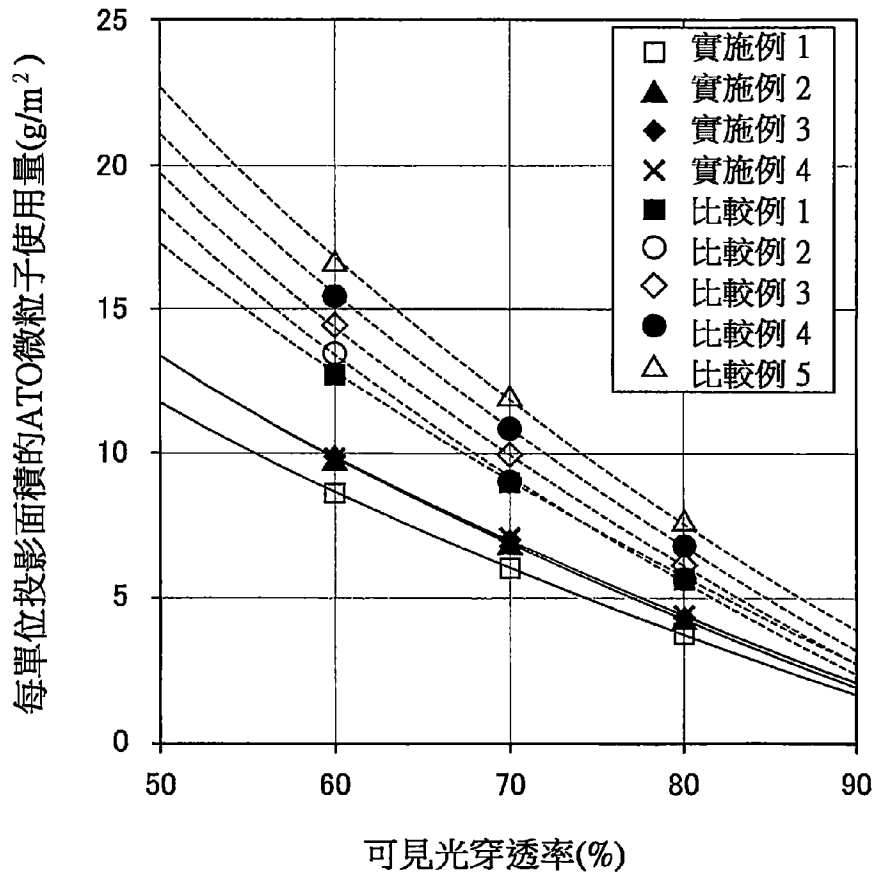
紅外線吸收微粒子及使用其之分散液、分散體、夾層透明基材、薄膜、玻璃暨其製造方法

(57) 摘要

本發明所提供的 ATO 紅外線吸收微粒子，係兼具優異的分散性與日照遮蔽特性，且能減少 ATO 紅外線吸收微粒子使用量，並具有高著色性(高吸光性)。本發明所提供的 ATO 紅外線吸收微粒子，係經 X 射線繞射測定結果所解析到的晶格常數 a 係  $4.736\text{\AA}$  以上且  $4.743\text{\AA}$  以下，晶格常數 c 係  $3.187\text{\AA}$  以上且  $3.192\text{\AA}$  以下，微晶尺寸係 5.5nm 以上且 10.0nm 以下。

指定代表圖：

圖 1



201726552

## 發明摘要

※ 申請案號：105131296

※ 申請日：105/09/29

※IPC 分類：

*G01B 19/00* (2006.01)*G08K 3/22* (2006.01)*G08L 101/00* (2006.01)*G09K 3/00* (2006.01)*G09D 201/00* (2006.01)*G09D 7/12* (2006.01)*G02B 5/22* (2006.01)*G03G 27/12* (2006.01)

## 【發明名稱】(中文/英文)

紅外線吸收微粒子及使用其之分散液、分散體、夾層透明基  
材、薄膜、玻璃暨其製造方法

## 【中文】

本發明所提供的 ATO 紅外線吸收微粒子，係兼具優異的分散  
性與日照遮蔽特性，且能減少 ATO 紅外線吸收微粒子使用量，並  
具有高著色性(高吸光性)。本發明所提供的 ATO 紅外線吸收微粒  
子，係經 X 射線繞射測定結果所解析到的晶格常數 a 係  $4.736\text{\AA}$  以  
上且  $4.743\text{\AA}$  以下，晶格常數 c 係  $3.187\text{\AA}$  以上且  $3.192\text{\AA}$  以下，微  
晶尺寸係  $5.5\text{nm}$  以上且  $10.0\text{nm}$  以下。

## 【英文】

**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】**：第（ 1 ）圖。

**【本代表圖之符號簡單說明】**：

無

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】**：

無

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

## 【發明名稱】(中文/英文)

紅外線吸收微粒子及使用其之分散液、分散體、夾層透明基材、薄膜、玻璃暨其製造方法

## 【技術領域】

### 【0001】

本發明係關於例如：車輛、大樓、辦公室、一般住宅、電話亭的窗戶、車棚的屋頂、櫥窗(show window)、照明用燈、透明箱等所使用，具有日照遮蔽機能的含銻之氧化錫紅外線吸收微粒子及使用其之分散液、分散體、夾層透明基材、薄膜、玻璃暨其製造方法。

## 【先前技術】

### 【0002】

自習知起，關於除去/減少太陽光中具較大熱效應的紅外線，且能使可見光穿透的日照遮蔽材料，已屬備受矚目的省能源材料。其中，導電性微粒子的分散體相較於其他日照遮蔽材料之下，具有日照遮蔽特性優異、低成本、具電波穿透性、且高耐候性等優點。其中，因為含銻之氧化錫(本發明有稱「ATO」的情況)紅外線吸收微粒子的可見光反射率較低，因而無法賦予透明基材明亮的外觀。又，因為該 ATO 紅外線吸收微粒子的分散體呈接近無色的色澤，因而被使用為需要設計性的車輛、大樓等的窗材。

### 【0003】

例如專利文獻 1 有提案：藉由將由 ATO 紅外線吸收微粒子分散於矽氮烷聚合體溶液中，而獲得的日照遮蔽塗佈液，塗佈並煅燒於玻璃上，而獲得日照遮蔽玻璃。

**【0004】**

再者，本案申請人在專利文獻 2 中所揭示的日照遮蔽用 ATO 紅外線吸收微粒子，係具有高可見光穿透率與低日照穿透率、且低霧度值等光學特性的日照遮蔽膜。

**【0005】**

另一方面，本案申請人在專利文獻 3 有揭示具有高可見光穿透率、低日照穿透率、及低霧度值的日照遮蔽材料之製造方法。

**【0006】**

再者，本案申請人在專利文獻 4 中所提案的 ATO 紅外線吸收微粒子之物理特性，係形成於透明基材上或基材中之時，能發揮高可見光穿透率、低日照穿透率、及低霧度值等光學特性。所以便揭示：具該物理特性的 ATO 紅外線吸收微粒子；含有該 ATO 紅外線吸收微粒子，且依簡便塗佈法或混練法便可形成日照遮蔽分散體的日照遮蔽體形成用分散液；以及含有具備該物理特性 ATO 紅外線吸收微粒子的日照遮蔽分散體。

**【0007】**

再者，本案申請人在專利文獻 5 有揭示：當欲使用 ATO 紅外線吸收微粒子，製造日照遮蔽分散體形成用日照遮蔽材料分散液時，將含有錫與銻之氫氧化物的過濾洗淨物，利用醇溶液施行濕潤處理，然後藉由施行乾燥而製造 ATO 紅外線吸收微粒子的前驅物，藉由對該前驅物施行煅燒，便可製造煅燒物非為塊狀強凝聚體，而是介質攪拌研磨機的粉碎性與分散性均良好的 ATO 紅外線吸收微粒子。

**【0008】**

藉由活用如上述先前技術，便可依低成本製造能發揮高可見光穿透率、低日照穿透率、低霧度等光學特性的 ATO 紅外線吸收微粒子。而，該 ATO 紅外線吸收微粒子的介質攪拌研磨機之粉碎性與分散性均良好。結果，日照遮蔽分散體形成用日照遮蔽材料分散液亦可低成本製造，又，使用該分散液依簡便的塗佈法、捏和入法便可形成日照遮蔽分散體。所以，可認為能削減使用 ATO 紅外線吸收微粒子的分散體、夾層透明基材、薄膜及玻璃的總製造成本。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

#### 【0009】

專利文獻 1：日本專利特開平 7-257922 號公報

專利文獻 2：日本專利特開 2003-176132 號公報

專利文獻 3：日本專利特開 2004-75510 號公報

專利文獻 4：日本專利特開 2004-83397 號公報

專利文獻 5：日本專利特開 2008-230954 號公報

#### 【發明內容】

(發明所欲解決之問題)

#### 【0010】

然而，根據本發明者等的檢討，上述文獻中的 ATO 紅外線吸收微粒子之光學特性，全部僅實施利用既定可見光穿透率規格化的日照穿透率(或日照遮蔽特性)施行評價，但卻未實施利用 ATO 紅外線吸收微粒子使用量規格化的評價。

所以，本發明者等就從該 ATO 紅外線吸收微粒子使用量的觀點，針對使用 ATO 紅外線吸收微粒子的分散體、夾層透明基材、

薄膜及玻璃的總製造成本進行檢討。

依此的話，習知技術為能製作可見光穿透率成為 70%的塗佈層時，必需每單位投影面積含有達  $9.0\text{g/m}^2$  以上量的 ATO 紅外線吸收微粒子，可想像到利用 ATO 紅外線吸收微粒子使用量規格化時的製造成本絕非可謂低成本。

#### 【0011】

即，本發明者等發現當 ATO 分散體使用於低穿透率區域、或大量生產的情況，ATO 紅外線吸收微粒子的必要使用量變多，導致分散體的製造成本提高。又，近年隨稀有金屬的稀少性而衍生價值上升，可預測 ATO 的原料費高漲，故降低製造成本便成為當前課題。

#### 【0012】

再者，當將 ATO 分散體塗佈於玻璃、薄膜上進行製造的情況，因為需要高濃度且高黏度的 ATO 分散液，因而 ATO 塗佈膜的膜厚控制較為困難。

#### 【0013】

本發明係有鑑於上述狀況而完成，所欲解決的課題在於提供：兼具優異分散性與日照遮蔽特性，且可減少 ATO 紅外線吸收微粒子使用量的 ATO 紅外線吸收微粒子；ATO 紅外線吸收微粒子分散液、及使用其之分散體、夾層透明基材、薄膜、玻璃，暨其製造方法。

(解決問題之技術手段)

#### 【0014】

為解決上述課題，本發明者等針對具優異分散性與日照遮蔽特

性，且可減少 ATO 紅外線吸收微粒子使用量的 ATO 紅外線吸收微粒子、及使用其之分散液、分散體、夾層透明基材、薄膜、玻璃、暨該等的製造方法進行研究。

#### 【0015】

所以，構思到日照遮蔽體含有之 ATO 紅外線吸收微粒子，係介存有：與入射光的干涉效應、因粉體粒子的電子狀態所造成光的吸收・釋放效果等，會與入射的可見光、紅外光產生相互作用，而引發穿透、吸收、反射等光學現象。

另一方面，構思到如 ATO 紅外線吸收微粒子之類的複合氧化物微粒子，依照製造時的條件，根據微粒子的表面狀態、電子狀態，能製備得具各種物理特性的微粒子。

本發明者等根據該等構思，針對具有各種物理特性的 ATO 紅外線吸收微粒子與日照遮蔽機能之關係進行研究。

#### 【0016】

結果，本發明者等若 ATO 的微粒子具有特定範圍的晶格常數、具有特定範圍的微晶尺寸，則發現該 ATO 紅外線吸收微粒子便具有優異的分散性、優異日照遮蔽特性，會有能極力降低為顯現所需日照遮蔽特性之 ATO 紅外線吸收微粒子必要使用量的現象。又，發現該 ATO 紅外線吸收微粒子的壓粉體具有既定範圍的體積電阻率。

再者，本發明中，亦有將為能顯現所需日照遮蔽特性的 ATO 紅外線吸收微粒子必要使用量多少，記載為「著色力高低」的情況。即，最好減少為能顯現所需日照遮蔽特性必要使用量的 ATO 紅外線吸收微粒子，係「高著色力 ATO 紅外線吸收微粒子。」(本發明

中亦有記載為「高著色力 ATO」的情況。)

再者，本發明者等發現藉由控制：屬於該 ATO 紅外線吸收微粒子煅燒前之前驅物的銻化合物-錫化合物混合物中之銻濃度、生成該前驅物時的溫度條件、以及該前驅物煅燒時的煅燒條件，便可獲得具有上述特定範圍晶格常數、具有特定範圍微晶尺寸、具有上述既定範圍體積電阻率的 ATO 紅外線吸收微粒子，遂完成本發明。

#### 【0017】

即，解決上述課題的第 1 發明之紅外線吸收微粒子，係

屬於 ATO 微粒子，且該 ATO 微粒子的晶格常數  $a$  係  $4.736\text{\AA}$  以上且  $4.743\text{\AA}$  以下，晶格常數  $c$  係  $3.187\text{\AA}$  以上且  $3.192\text{\AA}$  以下，微晶尺寸係  $5.5\text{nm}$  以上且  $10.0\text{nm}$  以下。

第 2 發明的紅外線吸收微粒子，其中，上述微晶尺寸係  $6.0\text{nm}$  以上且  $9.0\text{nm}$  以下。

第 3 發明的紅外線吸收微粒子，其中，上述 ATO 微粒子中，Sn 元素係含有  $66.0$  質量%以上且  $70.0$  質量%以下的濃度，Sb 元素係含有  $8.0$  質量%以上且  $9.0$  質量%以下的濃度。

第 4 發明的紅外線吸收微粒子，其中，上述 ATO 微粒子的壓粉體之體積電阻率測定值係  $0.05\Omega \cdot \text{cm}$  以上且  $0.35\Omega \cdot \text{cm}$  以下。

第 5 發明的紅外線吸收微粒子分散液，係由第 1 至第 4 發明中任一項所記載的紅外線吸收微粒子，分散地包含液狀介質而成的分散液；其中，上述液狀介質係選自水、有機溶劑、油脂、液狀樹脂、液狀塑膠用可塑劑、或該等的混合物。

第 6 發明的紅外線吸收微粒子分散液，其中，上述紅外線吸收微粒子分散液中，含有之紅外線吸收微粒子的分散粒徑係  $1\text{nm}$  以上

且 110nm 以下。

第 7 發明的紅外線吸收微粒子分散液，其中，上述紅外線吸收微粒子分散液中，含有之紅外線吸收微粒子的含有量係 1 質量%以上且 50 質量%以下。

第 8 發明的紅外線吸收微粒子分散液，其中，該紅外線吸收微粒子係將紅外線吸收微粒子分散液利用上述液狀介質稀釋、或利用除去上述液狀介質而濃縮，使可見光穿透率成為 70%時，日照穿透率係 40%以上且 50%以下，且每單位投影面積含有  $5.0\text{g}/\text{m}^2$  以上且  $7.0\text{g}/\text{m}^2$  以下的紅外線吸收微粒子。

第 9 發明的紅外線吸收微粒子分散體，其特徵為，係含有：第 1 至第 4 發明中任一項所記載的紅外線吸收微粒子、及熱可塑性樹脂。

第 10 發明的紅外線吸收微粒子分散體，其中，上述熱可塑性樹脂係下述中之任一者：從聚對苯二甲酸乙二酯樹脂、聚碳酸酯樹脂、丙烯酸樹脂、苯乙烯樹脂、聚醯胺樹脂、聚乙烯樹脂、氯乙烯樹脂、烯烴樹脂、環氧樹脂、聚醯亞胺樹脂、氟樹脂、乙烯·醋酸乙烯酯共聚合體、聚乙烯縮醛樹脂構成之樹脂群組之中選出之 1 種樹脂；或從上述樹脂群組之中選出之 2 種以上樹脂的混合物；或從上述樹脂群組之中選出之 2 種以上樹脂的共聚合體。

第 11 發明的紅外線吸收微粒子分散體，其中，上述紅外線吸收微粒子係含有 0.01 質量%以上且 25 質量%以下。

第 12 發明的紅外線吸收微粒子分散體，其中，上述紅外線吸收微粒子分散體係片形狀、板形狀或薄膜形狀。

第 13 發明的紅外線吸收微粒子分散體，係將上述紅外線吸收微粒子分散體的可見光穿透率設為 70%時，日照穿透率係 42%以上

且 52%以下、每單位投影面積含有  $5.0\text{g/m}^2$  以上且  $7.0\text{g/m}^2$  以下的紅外線吸收微粒子。

第 14 發明的紅外線吸收夾層透明基材，係在複數片透明基材間，存在有第 9 至第 13 發明中任一項所記載的紅外線吸收微粒子分散體。

第 15 發明的紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃，係在從透明薄膜基材或透明玻璃基材之中選出之透明基材之至少一面上，設有塗佈層，且上述塗佈層係含有第 1 至第 4 發明中任一項所記載紅外線吸收微粒子的黏結劑樹脂。

第 16 發明的紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃，其中，上述黏結劑樹脂係 UV 硬化性樹脂黏結劑。

第 17 發明的紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃，其中，上述塗佈層的厚度係  $1\mu\text{m}$  以上且  $10\mu\text{m}$  以下。

第 18 發明的紅外線吸收薄膜，其中，上述透明薄膜基材係聚酯薄膜。

第 19 發明係就第 15 至第 18 發明中任一項所記載的紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃，其中，上述塗佈層中含有之上述紅外線吸收微粒子每單位投影面積的含有量係  $5.0\text{g/m}^2$  以上且  $7.0\text{g/m}^2$  以下。

第 20 發明的紅外線吸收微粒子之製造方法，係包括有：

在液溫  $60^\circ\text{C}$  以上且未滿  $70^\circ\text{C}$  的錫化合物溶液中，並行滴下溶解有銻化合物的醇溶液、與鹼溶液，生成並沉澱含錫與銻之氫氧化物的步驟；

對上述沉澱物重複施行傾析，施行洗淨直到該傾析的洗淨液之

上澄液之導電率成為 1mS/cm 以下為止的步驟；

藉由將上述經洗淨的沉澱物投入於醇溶液中並攪拌而施行濕潤處理，形成濕潤處理物的步驟；

使上述濕潤處理物乾燥，而獲得 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物的步驟；以及

將上述 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物在大氣環境下，加熱至 700°C 以上且未滿 850°C，施行 1 小時以上且 5 小時以下煅燒，而獲得 ATO 紅外線吸收微粒子的步驟。

第 21 發明的紅外線吸收微粒子之製造方法，其中，生成並沉澱上述含錫與銻之氫氧化物的步驟中，在液溫 60°C 以上且未滿 70°C 的鹼溶液中，並行滴下依氧化錫(IV)換算計為 100 重量份的錫化合物溶液，以及依銻元素換算計溶解有 9.0 重量份以上且 11.0 重量份以下銻化合物的醇溶液。

(對照先前技術之功效)

#### 【0018】

根據本發明，可獲得兼具優異分散性與日照遮蔽特性、且能減少 ATO 紅外線吸收微粒子使用量、具高著色性(高吸光性)的 ATO 紅外線吸收微粒子，以及使用該 ATO 紅外線吸收微粒子的紅外線吸收微粒子分散液、紅外線吸收微粒子分散體、紅外線吸收夾層透明基材等。

#### 【圖式簡單說明】

#### 【0019】

圖 1 係每單位投影面積的 ATO 微粒子使用量與可見光穿透率的關係圖。

**【實施方式】****【0020】**

以下，關於本發明實施形態，依照：1.ATO 紅外線吸收微粒子、2.ATO 紅外線吸收微粒子之製造方法、3.ATO 紅外線吸收微粒子分散液、4.ATO 紅外線吸收微粒子分散體、5.薄片狀或薄膜狀 ATO 紅外線吸收微粒子分散體、6.紅外線吸收夾層透明基材、7.紅外線吸收薄膜・玻璃的順序進行詳細說明。

**【0021】**

## 1. ATO 紅外線吸收微粒子

本發明的 ATO 紅外線吸收微粒子係晶格常數  $a$ : $4.736\text{\AA}$  以上且  $4.743\text{\AA}$  以下、晶格常數  $c$ : $3.187\text{\AA}$  以上且  $3.192\text{\AA}$  以下，更佳係晶格常數  $a$ : $4.738\text{\AA}$  以上且  $4.742\text{\AA}$  以下、晶格常數  $c$ : $3.188\text{\AA}$  以上且  $3.191\text{\AA}$  以下，且微晶尺寸： $5.5\text{nm}$  以上且  $10.0\text{nm}$  以下(較佳係  $6.0\text{nm}$  以上且  $9.0\text{nm}$  以下)的 ATO 紅外線吸收微粒子。

再者，較佳 ATO 紅外線吸收微粒子中，Sn 元素係含有 66.0 質量%以上且 70.0 質量%以下的濃度，Sb 元素係含有 8.0 質量%以上且 9.0 質量%以下的濃度。

再者，較佳藉由將該 ATO 紅外線吸收微粒子依壓力  $37.5\text{Mpa}$  以上且  $39.0\text{Mpa}$  以下施行壓縮而形成壓粉體，利用直流四端子法測定體積電阻率時的值係  $0.05\Omega \cdot \text{cm}$  以上且  $0.35\Omega \cdot \text{cm}$  以下。

使用由該 ATO 紅外線吸收微粒子，在溶劑中分散呈分散粒徑  $1\sim 110\text{nm}$  的分散液，所形成 ATO 紅外線吸收微粒子分散體，便可發揮較佳的日照遮蔽特性。

**【0022】**

上述 ATO 紅外線吸收微粒子的晶格常數係利用在 ATO 紅外線吸收微粒子中，於氧化錫結晶中的銻摻雜量進行控制。具體而言，若減少銻的摻雜量，則晶格常數變小，若增加銻的摻雜量，則晶格常數會變大。即，若增減銻的摻雜量，便會對 ATO 紅外線吸收微粒子的光學特性構成影響。所以，藉由嚴格控制銻的摻雜量，便可嚴格控制晶格常數的參數。

本發明 ATO 紅外線吸收微粒子的晶格常數，係藉由設定在上述規定值範圍內，便可確保優異的日照遮蔽特性與著色力。

#### 【0023】

因為 ATO 紅外線微粒子的微晶尺寸係與粒子的電子密度具有密切關係，因而與上述晶格常數同樣地控制便屬重要。具體而言，當利用並行滴下而製作 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物時，依該前驅物的粒徑成為均勻的方式，必需將並行滴下時的液溫收束於 60℃ 以上且未滿 70℃ 範圍。又，該前驅物煅燒時的煅燒溫度亦必需收束於 700℃ 以上且未滿 850℃ 範圍。

藉由 ATO 紅外線吸收微粒子的微晶尺寸大於上述規定值範圍的下限，粒子的電子密度成為較佳狀態，能確保該微粒子的著色力。另一方面，藉由小於上述規定值範圍的上限，紅外線吸收特性成為較佳狀態，能確保日照遮蔽特性。

#### 【0024】

上述晶格常數及微晶尺寸的測定方法係有如：粉末 X 射線繞射法、單晶構造解析法、穿透電子束繞射法等。尤其如本發明的 ATO 紅外線吸收微粒子，當測定試料係粉體、且測定試料的微晶尺寸在 100nm 以下時，最好選擇較簡便測定方法的粉末 X 射線繞射法。例

如依粉末 XRD 裝置的  $\theta$ - $2\theta$  法，針對測定試料的 XRD 圖案進行測定，並利用 WPPF(Whole Powder Pattern Fitting，全譜擬合)法進行解析而求取晶格常數與微晶尺寸，便可高精度測定晶格常數與微晶尺寸。

#### 【0025】

依如上述，因為 ATO 紅外線吸收微粒子的元素濃度係與銻的摻雜量具有密切關係，因而與晶格常數同樣地控制參數係屬重要。含有元素濃度較佳係 Sn 元素：66.0~70.0 質量%、Sb 元素：8.0~9.0 質量%，更佳係 Sn 元素：67.0~69.0 質量%。

#### 【0026】

另一方面，ATO 紅外線吸收微粒子的壓粉體之體積電阻率值，係與該微粒子的電子密度具有密切關係。藉由將該微粒子依壓力 37.5~39.0Mpa 施行壓縮形成壓粉體，在對該壓粉體施加該壓力狀態下，利用直流四端子法測定體積電阻率時的值，較佳係 0.05~0.35 $\Omega \cdot \text{cm}$ 、更佳係 0.10~0.30 $\Omega \cdot \text{cm}$ 。其中，因為該壓粉體的體積電阻率值會依照壓粉體的成形壓力而有所變動，因而例如依如上述最好將壓力統一於 37.5~39.0Mpa 的範圍內，依照相同的測定方法施行樣品間的比較。

本發明中，將 ATO 紅外線吸收微粒子 2~3g 填塞於圓筒中，形成直徑 20.0mm、厚 2.5mm~4.0mm 的圓柱狀樣品，藉由針對該樣品從軸方向依荷重 11.8~12.2kN、壓力 37.5~39.0MPa 施行壓縮而形成壓粉體，在施加該壓力狀態下，利用直流四端子法測定 ATO 紅外線吸收微粒子壓粉體的體積電阻率。此時，該壓粉體的密度係 2.0~3.5g/cc。

**【0027】**

## 2. ATO 紅外線吸收微粒子之製造方法

本發明的日照遮蔽用 ATO 紅外線吸收微粒子之製造方法一例，說明如下。

首先，在液溫 60°C 以上且未滿 70°C 的錫化合物溶液中，並行滴下已溶解有銻化合物的醇溶液與鹼溶液。或者，在液溫 60°C 以上且未滿 70°C 的鹼溶液中，並行滴下錫化合物溶液、與已溶解有銻化合物的醇溶液。

所以，藉由該等任一種並行滴下，便使生成沉澱含有錫與銻之屬於微粒子前驅物的氫氧化物。另外，亦可在該錫化合物溶液中預先添加 HCl。

**【0028】**

在上述錫化合物溶液中的銻化合物添加量，從所需光學特性的觀點，依氧化錫(IV)換算計相對於 100 重量份，依銻元素換算計較佳係 9.0~11.0 重量份、更佳係 9.5~10.5 重量份。若屬於該添加量，便可製作 Sn 元素 66.0~70.0 質量%、Sb 元素 8.0~9.0 質量%的 ATO 紅外線吸收微粒子。又，所用的錫化合物、銻化合物並無特別的限定，可舉例如：氯化錫、硝酸錫、硫化錫、氯化銻、溴化銻等。

**【0029】**

使用為上述沉澱劑的鹼溶液係可舉例如：碳酸氫銨、氨水、氫氧化鈉、氫氧化鉀等各水溶液，特別較佳係碳酸氫銨、氨水。而，該鹼溶液的鹼濃度係只要錫化合物與銻化合物能成為氫氧化物的所必要化學當量以上便可，較佳係設為當量~當量的 3 倍。

**【0030】**

上述醇溶液與鹼溶液的並行滴下時間、或上述錫化合物溶液與醇溶液的並行滴下時間，就從所沉澱氫氧化物的粒徑與生產性之觀點，較佳係 0.5 分鐘以上且 60 分鐘以下、更佳係 30 分鐘以下。

待滴下結束後，為求系統內的均勻化，持續施行水溶液攪拌。此時的水溶液溫度係設定為與並行滴下時的溫度同溫，設為 60°C 以上且 70°C 以下。

#### 【0031】

水溶液持續攪拌時，將液溫設為 60°C 以上且未滿 70°C 的理由，係為能沉澱出錫與銻的比率呈均質、且粒徑較整合的氫氧化物。藉由將液溫設為 60°C 以上，所沉澱氫氧化物的組成便呈均質，之後再將上述氫氧化物前驅物施行煅燒時，可製造出銻摻雜量呈均質的 ATO 紅外線吸收微粒子。結果可確保 ATO 紅外線吸收微粒子的日照遮蔽特性與著色力。

再者，藉由將液溫設為未滿 70°C，便可抑制溶劑蒸發，且亦能抑制系統內的錫氧化物、銻化合物之濃度變化。結果所沉澱氫氧化物的粒徑便呈均勻，之後再將上述氫氧化物前驅物施行煅燒時，可製造出均勻微晶尺寸的 ATO 紅外線吸收微粒子，俾能確保 ATO 紅外線吸收微粒子的日照遮蔽特性與著色力。

再者，持續攪拌的時間並無特別的限定，就從生產性的觀點，較佳係 0.5 分鐘以上且 30 分鐘以下、更佳係 15 分鐘以下。

#### 【0032】

接著，對上述沉澱物重複施行傾析。充分洗淨、過濾該傾析的洗淨液，直到上澄液的導電率成為 1mS/cm 以下為止。若該沉澱物中殘留的氯離子、硫酸離子等雜質在 1.5 質量%以下，則在煅燒步

驟時不會有抑制銻對氧化錫的固溶，便可確保所需的光學特性。所以，最好充分洗淨、過濾該傾析的洗淨液，直到上澄液的導電率成為 1mS/cm 以下為止。若該上澄液的導電率在 1mS/cm 以下，便可將該沉澱物中殘留的雜質量設定在 1.5 質量%以下。

### 【0033】

其次，經洗淨過的沉澱物利用醇溶液施行濕潤處理而獲得濕潤處理物之後，施行乾燥。此處在該濕潤處理時所使用的醇溶液較佳係使用，依氧化物換算計含有從 Si、Al、Zr、Ti 之中選出之 1 種以上元素未滿 15 質量%的醇溶液。

理由係藉由採用該構成，從 Si、Al、Zr、Ti 之中選出之 1 種以上元素的氧化物，獨立存在於含銻之氧化錫的附近，當施行煨燒時會抑制含銻之氧化錫的微晶成長。又，若該元素依氧化物換算計的含有量未滿 15 質量%，則因為確保 ATO 紅外線吸收微粒子中的含銻之氧化錫之含有比例，故能確保日照遮蔽特性。

再者，將所獲得該前驅物施行煨燒，便可獲得本發明的含銻之氧化錫微粒子。此時，上述醇溶液的濃度較佳係達 50 質量%以上。理由係若醇溶液的濃度達 50 質量%以上，便可避免含銻之氧化錫微粒子成為塊狀強凝聚體。

### 【0034】

此處，該醇溶液所使用的醇並無特別的限定，較佳係對水的溶解性優異、且沸點 100°C 以下的醇。例如：甲醇、乙醇、丙醇、第三丁醇。

### 【0035】

該濕潤處理係只要將經過過濾洗淨過的沉澱物投入於醇溶液中

並攪拌便可，此時的時間、攪拌速度係只要配合處理量再行適當選擇便可。將沉澱物投入醇溶液中之時的醇溶液量，係只要能確保可輕易攪拌沉澱物之流動性的液量便可。攪拌時間、攪拌速度係適當選擇在過濾洗淨時含有部分凝聚部分的沉澱物，在醇溶液中能被均勻混合直到凝聚部消失為止的條件。

### 【0036】

再者，濕潤處理的溫度通常係只要在室溫下實施便可，視需要當然亦可在醇不會蒸發殆盡程度下加溫實施。較佳藉由依醇沸點以下的溫度加熱，便可迴避在濕潤處理中造成醇蒸發消失，導致濕潤處理的效果喪失。因為在濕潤處理中出現醇蒸發消失，導致濕潤處理的效果喪失之後，若乾燥該濕潤處理物便會成為強凝聚體，故屬不佳。

### 【0037】

經該濕潤處理後，在濕潤處理物被醇濕潤的狀態下進行加熱乾燥。該濕潤處理物的乾燥溫度、乾燥時間並無特別的限定。若經濕潤處理後，即便該濕潤處理物施行乾燥仍不會成為強凝聚體，故只要依照該濕潤處理物的處理量、處理裝置等條件，再行適當選擇乾燥溫度、乾燥時間便可。藉由該乾燥處理，便可獲得經濕潤處理過的 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物。

### 【0038】

再者，經施行該濕潤處理過的 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物，在大氣環境下加熱至 600°C 以上，施行 1 小時~5 小時(較佳 2 小時~5 小時)煅燒，便製得本發明的 ATO 紅外線吸收微粒子。施行該煅燒之際，最好藉由加熱至 700°C 以上，可使銻充分固溶於錫氧化物

中，能成為晶格常數  $a$ ：4.736~4.743Å、晶格常數  $c$ ：3.187~3.192Å。另一方面，藉由該煅燒依未超過 850°C 施行，便可迴避 ATO 紅外線吸收微粒子的微晶尺寸粗大化，便可獲得微晶尺寸 5.5~10.0nm(較佳 6.0~9.0nm)、如後述高著色力的 ATO 紅外線吸收微粒子分散液或分散體，故屬較佳。就從上述觀點，煅燒溫度的範圍最好設定為 700°C 以上且未滿 850°C。

### 【0039】

#### 3. ATO 紅外線吸收微粒子分散液

本發明的 ATO 紅外線吸收微粒子分散液係使依上述製造方法所獲得 ATO 紅外線吸收微粒子、以及從水、有機溶劑、油脂、液狀樹脂、液狀塑膠用可塑劑、或該等的混合物之中選出之混合漿料的液狀介質、及適量的分散劑、偶合劑、界面活性劑等，利用介質攪拌研磨機施行粉碎、分散者。又，該分散液中的該微粒子分散狀態良好，且分散粒徑係 1~110nm。又，該 ATO 紅外線吸收微粒子分散液中含有之 ATO 紅外線吸收微粒子的含有量，係 1 質量%以上且 50 質量%以下。又，當利用上述液狀介質稀釋、或藉由除去上述液狀介質而濃縮，使可見光穿透率成為 70%時，日照穿透率係 40%以上且 50%以下，且每單位投影面積可含有 5.0~7.0g/m<sup>2</sup> 的 ATO 紅外線吸收微粒子。

### 【0040】

ATO 紅外線吸收微粒子分散液所使用的溶劑並無特別的限定，只要配合 ATO 紅外線吸收微粒子分散液的塗佈條件、塗佈環境、及適當添加的無機黏結劑、樹脂黏結劑等再行適當選擇便可。例如：水、有機溶劑、油脂、液狀樹脂、液狀塑膠用可塑劑、或該

等的混合物等等。又，有機溶劑係可選自醇系、酮系、烴系、二醇系、水系等各種物之中。具體係可使用例如：甲醇、乙醇、1-丙醇、異丙醇、丁醇、戊醇、苶醇、二丙酮醇等醇系溶劑；丙酮、甲乙酮、甲基丙酮、甲基異丁酮、環己酮、異佛爾酮等酮系溶劑；3-甲氧基丙酸甲酯等酯系溶劑；乙二醇單甲醚、乙二醇單乙醚、乙二醇異丙醚、丙二醇單甲醚、丙二醇單乙醚、丙二醇甲醚醋酸酯、丙二醇乙醚醋酸酯等二醇衍生物；甲醯胺、N-甲基甲醯胺、二甲基甲醯胺、二甲基乙醯胺、N-甲基-2-吡咯啉酮等醯胺類；甲苯、二甲苯等芳香族烴類；1,2-二氯乙烷(ethylene chloride)、氯苯等。又，該等有機溶劑中，特較佳係例如：異丙醇、乙醇、1-甲氧基-2-丙醇、二甲基酮、甲乙酮、甲基異丁酮、甲苯、丙二醇單甲醚醋酸酯、醋酸正丁酯等。

油脂較佳係植物油脂、或源自植物的油脂。植物油較佳係使用例如：亞麻仁油、葵花油、桐油、紫蘇油等乾性油；胡麻油、棉籽油、菜籽油、大豆油、米糠油、芥子油等半乾性油；橄欖油、椰子油、棕櫚油、脫水蓖麻油等非乾性油。

源自植物油之化合物較佳係使用由植物油的脂肪酸、與單醇直接進行酯反應的脂肪酸單酯、醚類等。

再者，市售石油系溶劑亦可使用為油脂，較佳係可例如：ISOPER E、EXXSOL Hexane、EXXSOL Heptane、EXXSOL E、EXXSOL D30、EXXSOL D40、EXXSOL D60、EXXSOL D80、EXXSOL D95、EXXSOL D110、EXXSOL D130(以上均係 Exxon Mobil 製)等。

以上，所說明的溶劑係可單獨使用 1 種、或組合使用 2 種以上。

又，視需要亦可在該等溶劑中添加酸、鹼而調整 pH。

#### 【0041】

再者，為更加提升該 ATO 紅外線吸收微粒子分散液中的 ATO 紅外線吸收微粒子分散安定性，以及迴避因再凝聚造成分散粒徑粗大化，亦最好添加各種分散劑、界面活性劑、偶合劑等。該分散劑、偶合劑、界面活性劑係可配合用途選定，較佳係所具有官能基為含胺基、羥基、羧基、或環氧基者。該等官能基係吸附於 ATO 紅外線吸收微粒子的表面俾防止凝聚，即便在紅外線吸收膜中仍可具有使本發明 ATO 紅外線吸收微粒子均勻分散的效果。

#### 【0042】

藉由將該紅外線吸收微粒子分散液依照適當方法塗佈於透明基材上、或混練入基材中，便可形成具有高可見光穿透率與低日照穿透率、且具有低霧度值光學特性的 ATO 紅外線吸收微粒子分散體。

#### 【0043】

ATO 紅外線吸收微粒子在分散液中的分散方法，係在能使該微粒子不會凝聚地均勻分散於分散液中之前提下，其餘並無特別的限定。該分散方法係可例如使用球珠研磨機、球磨機、砂磨機、塗料振盪機、超音波均質機等裝置的粉碎、分散處理方法。其中，就使用媒介介質(球珠、麥芽、渥太華砂)的球珠研磨機、麥芽碾機(beer malt mill)、砂磨機、塗料振盪機等介質攪拌研磨機施行粉碎、分散，成為所需分散粒徑時所需要的時間較短，故屬較佳。藉由使用該等裝置施行的粉碎、分散處理，便在 ATO 紅外線吸收微粒子分散於分散液中之同時，亦有進行利用 ATO 紅外線吸收微粒子彼此間的

碰撞、媒介介質在該微粒子的碰撞等所造成微粒子化，便可使 ATO 紅外線吸收微粒子更微粒子化分散(即粉碎・分散處理)。

#### 【0044】

若分散粒徑係 1~110nm，便不會有因幾何學散射或米氏散射而造成波長 380nm~780nm 可見光線區域的光出現散射情形，能減少混濁(霧度)，達可見光穿透率增加，故屬較佳。又，因為在瑞利(Rayleigh)散射區域中，散射光會與粒徑的六次方成反比地減少，隨分散粒徑的減小，會降低散射而提升透明性。此處，若分散粒徑成為 110nm 以下，則散射光變為非常少，更能增加透明性，故屬較佳。

#### 【0045】

此處，針對 ATO 紅外線吸收微粒子分散液中，該 ATO 紅外線吸收微粒子的分散粒徑進行簡單說明。ATO 紅外線吸收微粒子的分散粒徑係指在溶劑中分散的 ATO 紅外線吸收微粒子之單體粒子、由該 ATO 紅外線吸收微粒子凝聚的凝聚粒子粒徑，可利用市售各種粒度分布計測定。例如可利用原理係採取該 ATO 紅外線吸收微粒子分散液的樣品，對該樣品照射雷射，再從由 ATO 紅外線吸收微粒子所散射的雷射散射光波動，求取斯托克徑(stokes diameter)(流體力學直徑)之動態光散射法的方法進行測定。利用該動態光散射法求得的斯托克徑便屬於本發明的分散粒徑。

#### 【0046】

再者，依上述製造方法所獲得 ATO 紅外線吸收微粒子含有量為 1 質量%以上且 50 質量%以下的 ATO 紅外線吸收微粒子分散液，係液安定性優異。當選擇適當液狀介質、分散劑、偶合劑、界面活

性劑的情況，即便放入溫度 40°C 恆溫槽時，經 6 個月以上仍不會發生分散液膠化、粒子沉澱，分散粒徑能維持於 1~110nm 範圍。

**【0047】**

再者，當利用上述製造方法製造 ATO 紅外線微粒子時，相較於其他 ATO 微粒子製造方法之下，可減少 ATO 紅外線吸收微粒子的含有量。即，將 ATO 紅外線吸收微粒子分散液利用上述液狀介質稀釋、或利用除去上述液狀介質而濃縮，俾使可見光穿透率成為 70% 時，日照穿透率係 40% 以上且 50% 以下，此時每單位投影面積的 ATO 紅外線吸收微粒子含有量成為 5.0~7.0g/m<sup>2</sup>。又，所謂「每單位投影面積的含有量」係指在本發明的紅外線吸收微粒子分散液中，光通過每單位面積(m<sup>2</sup>)在厚度方向含有之紅外線吸收微粒子的重量(g)。

**【0048】**

在該 ATO 紅外線吸收微粒子分散液中，可適當含有從無機黏結劑、樹脂黏結劑之中選出之 1 種以上。該 ATO 紅外線吸收微粒子分散液中含有之無機黏結劑、樹脂黏結劑的種類，並無特別的限定，就無機黏結劑係可使用例如：矽、鋯、鈦或鋁的金屬烷氧化物、或者該等的部分水解縮聚物、或有機矽氮烷(organosilazane)；而就樹脂黏結劑係可使用例如：丙烯酸樹脂等熱可塑性樹脂；環氧樹脂等熱硬化性樹脂等等。

**【0049】**

再者，為提升本發明的 ATO 紅外線吸收微粒子分散體之日照遮蔽特性，在本發明的分散液中，配合所需適當添加例如：一般式 XBm(其中，X 係從鹼土族元素、或包括釷在內的稀土族元素之中

選出之金屬元素； $4 \leq m \leq 6.3$ )所示硼化物粒子；一般式  $W_yO_z$ (其中，W 係鎢，O 係氧，且  $2.0 < z/y < 3.0$ )所示鎢氧化物的微粒子；及/或一般式  $M_xW_yO_z$ (其中，M 係從 H、He、鹼金屬、鹼土族金屬、稀土族元素、Mg、Zr、Cr、Mn、Fe、Ru、Co、Rh、Ir、Ni、Pd、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Al、Ga、In、Tl、Si、Ge、Sn、Pb、Sb、B、F、P、S、Se、Br、Te、Ti、Nb、V、Mo、Ta、Re 之中選出之 1 種以上的元素；W 係鎢，O 係氧，且  $0.001 \leq x/y \leq 1$ 、 $2.0 < z/y \leq 3.0$ )所示複合鎢氧化物的微粒，亦屬較佳構成。另外，此時的添加比例係只要配合所需的日照遮蔽特性再行適當選擇便可。

#### 【0050】

將該 ATO 紅外線吸收微粒子分散液在透明基材上施行被膜形成的 ATO 紅外線吸收微粒子分散體，係成為在基材上沉積 ATO 紅外線吸收微粒子的膜構造。該膜雖原狀便可呈現日照遮蔽效果，但在上述 ATO 紅外線吸收微粒子分散液的製造步驟中，於 ATO 紅外線吸收微粒子分散時，添加從無機黏結劑、樹脂黏結劑之中選出之 1 種以上者亦屬較佳構成。理由係藉由在 ATO 紅外線吸收微粒子分散液中添加該黏結劑，則所製造的 ATO 紅外線吸收微粒子分散體，可利用該黏結劑的添加量增減而控制導電性，且可提升經塗佈於基材上並使硬化後的 ATO 紅外線吸收微粒子對基材之密接性，更具有能提升膜硬度的效果。

#### 【0051】

上述無機黏結劑、樹脂黏結劑的種類並無特別的限定，就無機黏結劑係可使用例如：矽、鋯、鈦、或鋁的金屬烷氧化物、該等地部分水解縮聚物、或有機矽氮烷，而就樹脂黏結劑係可使用例如：

紫外線硬化樹脂、常溫硬化樹脂、丙烯酸樹脂等熱可塑性樹脂、環氧樹脂等熱硬化性樹脂等等。

#### 【0052】

再者，在該膜上塗佈含有：矽、鋯、鈦、鋁中之任一種以上的烷氧化物、及/或該烷氧化物的部分水解縮聚物之塗佈液後，經加熱，便在該膜上形成含有矽、鋯、鈦、鋁中之任一種以上的氧化物之塗佈膜，而形成多層膜，亦屬較佳構成。理由係藉由採取該構成，所塗佈的成分便埋藏第 1 層的 ATO 紅外線吸收微粒子沉積間隙並成膜，便可抑制可見光折射，所以可更加降低膜的霧度值而提升可見光穿透率，又提升 ATO 紅外線吸收微粒子對基材的黏結性。此處，在以 ATO 紅外線吸收微粒子單體或 ATO 紅外線吸收微粒子為主成分的膜上，形成由含矽、鋯、鈦、鋁中之任一種以上的烷氧化物、或該等的部分水解縮聚物所構成塗佈膜之方法，就從成膜操作容易度、成本的觀點，係屬較佳塗佈法。

#### 【0053】

上述塗佈法所使用的塗佈液係在水、醇等溶劑中，含有：含矽、鋯、鈦、鋁中之任一種以上的烷氧化物、該烷氧化物的部分水解縮聚物中之 1 種以上。含有量係經加熱後所獲得塗佈中，依氧化物換算計較佳在 40 質量%以下。又，視需要最好添加酸或鹼而調整 pH。將該塗佈液塗佈於以 ATO 紅外線吸收微粒子為主成分的膜上，經加熱而形成第 2 層，便可輕易形成矽、鋯、鈦、鋁等的氧化物被膜。又，此外本發明的塗佈液所使用黏結劑成分或塗佈液的成分，較佳係使用有機矽氫烷溶液。

#### 【0054】

本發明的 ATO 紅外線吸收微粒子分散液、及上述塗佈液的塗佈方法並無特別的限定。最好使用例如：旋塗法、棒塗法、噴塗法、浸塗法、網版印刷法、輥塗法、淋塗等，將處理液塗佈呈平坦且薄薄均勻狀態的方法。

#### 【0055】

再者，例如以樹脂為基材，在該樹脂中捏和入上述 ATO 紅外線吸收微粒子或 ATO 紅外線吸收微粒子分散液時，在該 ATO 紅外線吸收微粒子能均勻分散於樹脂中的方法前提下，可適當選擇公知方法。又，利用該樹脂熔點附近的溫度施行熔融混合後施行顆粒化，再利用公知各種方式便可成形為板狀、薄片狀或薄膜狀等各種形狀。該樹脂係可舉例如：PET 樹脂、丙烯酸樹脂、聚醯胺樹脂、氯乙烯樹脂、聚碳酸酯樹脂、烯烴樹脂、環氧樹脂、聚醯亞胺樹脂、氟樹脂等。

#### 【0056】

就無機黏結劑、塗佈膜而言，含有矽、鋯、鈦或鋁的金屬烷氧化物及其水解聚合物之 ATO 紅外線吸收微粒子分散液，經塗佈後的基材加熱溫度，較佳係 100°C 以上、更佳係依塗佈液中的溶劑沸點以上施行加熱。理由係若基材加熱溫度達 100°C 以上，塗膜中含有之金屬烷氧化物或該金屬烷氧化物的水解聚合物之聚合反應便可完成。又，若基材加熱溫度達 100°C 以上，屬於溶劑的水或有機溶劑便不會殘留於膜中，因而經加熱後的膜中，該等溶劑不會成為可見光穿透率降低的原因。

#### 【0057】

在 ATO 紅外線吸收微粒子分散液中有添加樹脂黏結劑時，只

要依照各樹脂的硬化方法施行硬化便可。例如若樹脂黏結劑係紫外線硬化樹脂，則只要適當照射紫外線便可，又若屬於常溫硬化樹脂，則經塗佈後只要原狀放置便可。若採用此構成，便可在現場塗佈於現有的窗玻璃等之上。

#### 【0058】

#### 4. ATO 紅外線吸收微粒子分散體

本發明 ATO 紅外線吸收微粒子分散體的特徵在於含有：依上述製造方法所獲得 ATO 紅外線吸收微粒子、及熱可塑性樹脂。又，上述熱可塑性樹脂較佳係從例如：聚對苯二甲酸乙二酯樹脂、聚碳酸酯樹脂、丙烯酸樹脂、苯乙烯樹脂、聚醯胺樹脂、聚乙烯樹脂、氯乙烯樹脂、烯烴樹脂、環氧樹脂、聚醯亞胺樹脂、氟樹脂、乙烯·醋酸乙烯酯共聚合體、聚乙烯縮醛樹脂構成之樹脂群組中選出之 1 種的樹脂、或從上述樹脂群組中選出之 2 種以上樹脂的混合物、或由上述樹脂群組中選出之 2 種以上樹脂的共聚合體中之任一者。

#### 【0059】

再者，本發明的 ATO 紅外線吸收微粒子分散體係含有依照上述製造方法所獲得 ATO 紅外線吸收微粒子 0.01 質量%以上且 25 質量%以下。又，上述 ATO 紅外線吸收微粒子分散體係可設為片形狀、板形狀或薄膜形狀。又，將上述 ATO 紅外線吸收微粒子分散體的可見光穿透率設為 70%時，日照穿透率係 42%以上且 52%以下，且每單位投影面積可含有  $5.0\sim 7.0\text{g/m}^2$  的 ATO 紅外線吸收微粒子。紅外線吸收微粒子分散體係藉由加工為片形狀、板形狀或薄膜形狀，便可使用於各種用途。

#### 【0060】

以下，針對 ATO 紅外線吸收微粒子分散體的製造方法進行說明。

將本發明的 ATO 紅外線吸收微粒子分散液與可塑劑施行混合後，藉由除去溶劑成分，便可獲得含有 ATO 紅外線吸收微粒子的分散粉或可塑劑分散液。從 ATO 紅外線吸收微粒子分散液中除去溶劑成分的方法，較佳係將該 ATO 紅外線吸收微粒子分散液施行減壓乾燥。具體而言，將 ATO 紅外線吸收微粒子分散液在攪拌下施行減壓乾燥，而分離出含 ATO 紅外線吸收微粒子的組成物、與溶劑成分。該減壓乾燥時所使用的裝置係可例如真空攪拌型乾燥機，只要具有上述機能的裝置便可，並無特別的限定。又，乾燥步驟中施行減壓時的壓力值係可適當選擇。

#### 【0061】

藉由使用該減壓乾燥法，將提升從 ATO 紅外線吸收微粒子分散液中除去溶劑的除去效率，且分散粉、可塑劑分散液不會長時間暴露於高溫，因而分散粉或可塑劑分散液中分散的 ATO 紅外線吸收微粒子不會發生凝聚，故屬較佳。又，亦會提升分散粉或可塑劑分散液的生產性，經蒸發的溶劑亦可輕易回收，就從環保觀點亦屬較佳。

#### 【0062】

在經該乾燥步驟後所獲得分散粉或可塑劑分散液中，殘留的溶劑較佳係 5 質量%以下。理由係若殘留溶劑在 5 質量%以下，將該分散粉或可塑劑分散液加工於例如夾層透明基材之時不會發生氣泡，外觀與光學特性均可保持良好狀態。

再者，使 ATO 紅外線吸收微粒子或分散粉分散於樹脂中，藉

由將該樹脂施行顆粒化，便可獲得母料。

**【0063】**

再者，將 ATO 紅外線吸收微粒子或上述分散粉、熱可塑性樹脂的粉粒體或顆粒、及視需要的其他添加劑均勻混合後，利用擠氣式單軸或雙軸擠出機施行混練，利用將一般熔融擠出的股條施行切割之方法，加工呈顆粒狀，亦可獲得母料。此情況的形狀係可例如圓柱狀或角柱狀。又，亦可採取將熔融擠出物直接施行切割之所謂熱切割法。一般此情況係形成接近球狀的形狀。

**【0064】**

5. 薄片狀或薄膜狀 ATO 紅外線吸收微粒子分散體

藉由將上述分散粉、可塑劑分散液、或母料均勻混合於透明樹脂中，便可製造本發明的薄片狀或薄膜狀 ATO 紅外線吸收微粒子分散體。

**【0065】**

在製造薄片狀或薄膜狀 ATO 紅外線吸收微粒子分散體時，構成該薄片或薄膜的樹脂係可使用多種熱可塑性樹脂。而，若考慮薄片狀或薄膜狀 ATO 紅外線吸收微粒子分散體使用於光學濾光片，則最好具充分透明性的熱可塑性樹脂。

具體係可從例如：聚對苯二甲酸乙二酯樹脂、聚碳酸酯樹脂、丙烯酸樹脂、苯乙烯樹脂、聚醯胺樹脂、聚乙烯樹脂、氯乙烯樹脂、烯烴樹脂、環氧樹脂、聚醯亞胺樹脂、氟樹脂、乙烯·醋酸乙烯酯共聚合體等樹脂群組中選出之樹脂、或從該樹脂群組中選出之 2 種以上樹脂的混合物、或從該樹脂群組中選出之 2 種以上樹脂的共聚合體之中，選擇較佳的樹脂。

**【0066】**

再者，將薄片狀或薄膜狀 ATO 紅外線吸收微粒子分散體使用為中間層的情況，若構成該薄片或薄膜的熱可塑性樹脂單獨並無法充分具有柔軟性、及與透明基材間之密接性時，例如熱可塑性樹脂係聚乙烯縮醛樹脂時，最好更進一步添加可塑劑。

可塑劑係可使用針對本發明熱可塑性樹脂可使用為可塑劑的物質。例如由聚乙烯縮醛樹脂所構成紅外線吸收薄膜能使用的可塑劑，係可舉例如：一元醇與有機酸酯之化合物的可塑劑、多元醇有機酸酯化合物等酯系可塑劑、有機磷酸系可塑劑等磷酸系可塑劑。任一可塑劑較佳係在室溫下呈液狀。其中，更佳係由多元醇與脂肪酸所合成酯化合物的可塑劑。

**【0067】**

將分散粉或可塑劑分散液或母料、熱可塑性樹脂、及視所需的可塑劑、其他添加劑進行混練後，再將該混練物利用擠出成形法、射出成形法等公知方法，便可製造成形為例如平面狀、曲面狀的薄片狀 ATO 紅外線吸收微粒子分散體。

薄片狀或薄膜狀 ATO 紅外線吸收微粒子分散體的形成方法係可使用公知方法。可使用例如軋延輥法、擠出法、澆鑄法、吹氣法等。

**【0068】****6. 紅外線吸收夾層透明基材**

針對使薄片狀或薄膜狀 ATO 紅外線吸收微粒子分散體，當作在由板玻璃或塑膠材質所構成複數片透明基材間，介存的中間層之紅外線吸收夾層透明基材進行說明。

紅外線吸收夾層透明基材係從二側使用透明基材挾置中間層。該透明基材係可使用在可見光區域呈透明的板玻璃、或板狀塑膠、或薄膜狀塑膠。塑膠的材質並無特別的限定，可配合用途再行選擇，可使用例如：聚碳酸酯樹脂、丙烯酸樹脂、聚對苯二甲酸乙二酯樹脂、PET 樹脂、聚醯胺樹脂、氯乙烯樹脂、烯烴樹脂、環氧樹脂、聚醯亞胺樹脂、氟樹脂等。

### 【0069】

本發明的紅外線吸收夾層透明基材，係藉由使夾入存在本發明薄片狀或薄膜狀紅外線吸收微粒子分散體的相對向複數片透明基材，利用公知方法貼合呈一體化便可獲得。

### 【0070】

#### 7. 紅外線吸收薄膜及紅外線吸收玻璃

使用上述紅外線吸收微粒子分散液，在從基板薄膜或基板玻璃之中選出之透明基板上，形成含有紅外線吸收微粒子的塗佈層，便可製造紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃。

### 【0071】

將前述紅外線吸收微粒子分散液與塑膠或單體進行混合而製得塗佈液，再利用公知方法於透明基材上形成塗佈膜，便可製得紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃。

例如紅外線吸收薄膜係可依如下述製作。

在上述紅外線吸收微粒子分散液中添加介質樹脂，而獲得塗佈液。將該塗佈液塗佈於薄膜基材表面上之後，使溶劑蒸發，再依既定方法使樹脂硬化，便可形成介質中分散該紅外線吸收微粒子的塗佈膜。

**【0072】**

上述塗佈膜的介質樹脂係可例如：UV 硬化樹脂、熱硬化樹脂、電子束硬化樹脂、常溫硬化樹脂、熱可塑樹脂等，可配合目的再行選定。具體係可舉例如：聚乙烯樹脂、聚氯乙烯樹脂、聚偏二氯乙烯樹脂、聚乙烯醇樹脂、聚苯乙烯樹脂、聚丙烯樹脂、乙烯-醋酸乙烯酯共聚合體、聚酯樹脂、聚對苯二甲酸乙二酯樹脂、氟樹脂、聚碳酸酯樹脂、丙烯酸樹脂、聚乙烯丁醛樹脂。

該等樹脂係可單獨使用、亦可混合使用。尤其係該塗佈層用介質中，就從生產性、裝置成本等觀點，較佳係使用 UV 硬化性樹脂黏結劑。

**【0073】**

再者，亦可採用使用金屬烷氧化物的黏結劑。該金屬烷氧化物代表係可例如 Si、Ti、Al、Zr 等的烷氧化物。使用該等金屬烷氧化物的黏結劑，利用加熱等使進行水解・縮聚，便可形成由氧化物膜構成的塗佈層。

除上述方法之外，亦可將紅外線吸收微粒子分散液塗佈於基板薄膜或基板玻璃上之後，更進一步塗佈使用介質樹脂或金屬烷氧化物的黏結劑而形成塗佈層。

**【0074】**

再者，上述薄膜基材並不僅侷限於薄膜形狀，例如可為板狀、亦可為薄片狀。該薄膜基材材料係可例如：PET、壓克力、胺基甲酸酯、聚碳酸酯、聚乙烯、乙烯-醋酸乙烯酯共聚合體、氯乙烯、氟樹脂等，可配合各種目的再行使用。其中，紅外線吸收薄膜較佳係聚酯薄膜、更佳係 PET 薄膜。

**【0075】**

再者，薄膜基板的表面為能實現塗佈層接著的容易度，最好施行表面處理。又，為提升玻璃基板或薄膜基板、與塗佈層間之接著性，最好在玻璃基板上或薄膜基板上形成中間層，更於中間層上形成塗佈層的構成。中間層的構成並無特別的限定，可由例如高分子薄膜、金屬層、無機層(例如二氧化矽、二氧化鈦、氧化鋅等無機氧化物層)、有機/無機複合層等構成。

在基板薄膜上或基板玻璃上設置塗佈層的方法，係只要能在該基材表面上均勻塗佈紅外線吸收微粒子分散液的方法便可，其餘並無特別的限定。例如：棒塗法、凹版塗佈法、旋塗法、浸塗法等。

**【0076】**

例如若依照使用 UV 硬化樹脂的棒塗法，則將經適當調整為具適度均塗性之液濃度與添加劑的塗佈液，使用能配合塗佈膜厚度及上述紅外線吸收微粒子含有量，滿足配合目的之塗棒編號的塗刷棒，便可在基板薄膜或基板玻璃上形成塗膜。然後，將塗佈液中含有之溶劑利用乾燥而除去後，藉由照射紫外線而使硬化，便可在基板薄膜或基板玻璃上形成塗佈層。此時，塗膜的乾燥條件亦是依照各成分、溶劑種類、使用比例而有所差異，通常係 60℃~140℃ 溫度、且 20 秒~10 分鐘程度。紫外線照射並無特別限制，最好可使用例如超高壓水銀燈等 UV 曝光機。

**【0077】**

其他，在形成塗佈層的前步驟或後步驟，亦可調整基板與塗佈層的密接性、塗佈時的塗膜平滑性、有機溶劑的乾燥性等。前步驟係可例如基板的表面處理步驟、預烘烤(基板的前加熱)步驟等，而

後步驟係可例如後烘烤(基板的後加熱)步驟等，可適當選擇。預烘烤步驟及/或後烘烤步驟時，加熱溫度較佳係 80°C~200°C，加熱時間較佳係 30 秒~240 秒。

#### 【0078】

基板薄膜上或基板玻璃上的塗佈層厚度並無特別的限定，實用上較佳係 10 $\mu$ m 以下、更佳係 6 $\mu$ m 以下。理由係若塗佈層厚度在 10 $\mu$ m 以下，便可發揮充分的鉛筆硬度，具有耐擦拭性，且當塗佈層的溶劑揮散及黏結劑硬化時，可迴避基板薄膜發生翹曲等步驟異常現象。

[實施例]

#### 【0079】

以下，參照實施例，針對本發明進行具體說明。

(實施例 1)

在 25°C 水 340g 中溶解 SnCl<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O(和光純藥工業製 和光特級 純度 98%以上)54.9g 而形成溶液。在該該溶液中並行滴下：已溶解 SbCl<sub>3</sub>(和光純藥工業製 JIS 特級 純度 98%以上)4.2g 的甲醇溶液 12.7ml(米山藥品工業製 特級試劑 純度 99.8%以上)，以及經稀釋為濃度 16%的 NH<sub>4</sub>OH 水溶液(和光純藥工業製 特級試劑 濃度 30%)。然後，藉由該並行滴下，使生成沉澱屬於 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物的含錫與銻之氫氧化物。

#### 【0080】

在上述錫化合物溶液中的銻化合物添加量，就從所需光學特性的觀點，相對於氧化錫(IV)100 重量份，依銻元素換算計設為 9.5 重量份。若該添加量，便可製作 Sn 元素約 68 質量%、Sb 元素約 8

質量%的 ATO 紅外線吸收微粒子。

**【0081】**

使用為上述沉澱劑的鹼溶液係採用氨水，鹼濃度係設定為錫化合物與銻化合物成為氫氧化物時所必要化學當量 1.6 倍當量的 16%。

**【0082】**

上述甲醇溶液與鹼溶液的並行滴下時間係設為 25 分鐘，施行並行滴下直到該溶液的 pH 成為 7.5 為止。待滴下結束後，亦是為達系統內的均勻化，持續攪拌該溶液 10 分鐘。此時的溶液溫度係設為與並行滴下時的溫度為相同溫度之 65°C。

**【0083】**

其次，對上述沉澱物重複施行傾析。充分施行洗淨、過濾直到該傾析洗淨液的上澄液導電率成為 1mS/cm 以下為止。

**【0084】**

其次，經洗淨的沉澱物利用無水乙醇溶液(和光純藥工業製 特級試劑 純度 99.5%以上)施行濕潤處理。該濕潤處理時，將[過濾沉澱物：無水乙醇溶液]的重量比設為 1：4 比例(相當於醇比例 80%)，藉由將過濾沉澱物與無水乙醇溶液在室溫下攪拌 1 小時而施行濕潤處理，便獲得前驅物。待該濕潤處理結束後，該前驅物依 90°C 乾燥 10 小時，便獲得乾燥物。

**【0085】**

然後，將經該濕潤處理過的 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物，在大氣環境下加熱至 700°C 而施行 2 小時煅燒，便製得實施例 1 的 ATO 紅外線吸收微粒子。

**【0086】**

所獲得實施例 1 的 ATO 紅外線吸收微粒子之結晶構造，經利用粉末 XRD 裝置(BRUKER 製 D2 Phaser)的  $\theta$ - $2\theta$  法進行測定，並利用 WPPF(Whole Powder Pattern Fitting)法進行解析，計算出晶格常數 a 與 c、及微晶尺寸。又，為調查該 ATO 紅外線吸收微粒子的組成，便利用 ICP 發光光譜分析法(島津製作所製 ICPE-9000)，施行 Sn 元素與 Sb 元素的定量分析。

然後，測定該 ATO 紅外線吸收微粒子的壓粉體之體積電阻率。將該 ATO 紅外線吸收微粒子 2~3g 填塞於圓筒中，形成直徑 20.0mm、厚度 2.5mm~4.0mm 的圓柱狀樣品，將該樣品從軸方向依荷重 11.8~12.2kN、壓力 37.5~39.0Mpa 施行壓縮而形成壓粉體，使用低電阻粉體測定系統(Mitsubishi Chemical Analytech 製 MCP-PD51)，在保持壓縮狀態下利用直流四端子法測定 ATO 紅外線吸收微粒子的壓粉體之體積電阻率值。此時，該壓粉體的密度係 2.8g/cc。

**【0087】**

實施例 1 的 ATO 紅外線吸收微粒子之晶格常數 a 係 4.740Å，晶格常數 c 係 3.190Å，微晶尺寸係 7.8nm。又，該 ATO 紅外線吸收微粒子的組成經利用 ICP 發光光譜分析法進行調查，結果 Sn 濃度 68.1 質量%、Sb 濃度 8.2 質量%。又，該 ATO 紅外線吸收微粒子的體積電阻率值係 0.152Ω·cm。該評價結果如表 1 所示。

**【0088】**

將所獲得實施例 1 的 ATO 紅外線吸收微粒子 25 重量份、甲苯(大伸化學製 特級 純度 99.5%以上)67.5 重量份、及具羧基官能基

的高分子分散劑 7.5 重量份進行混合，而製備得 30kg 漿料。將該漿料一起與球珠投入於介質攪拌研磨機中，使漿料循環而施行 5 小時粉碎分散處理。

再者，介質攪拌研磨機係使用臥式圓筒形環狀式(Ashizawa 股份有限公司製)，鍋內壁與轉子(旋轉攪拌部)的材質係  $ZrO_2$ 。又，球珠係使用直徑 0.1mm 的 YSZ(Yttria-Stabilized Zirconia: 氧化鈮穩定的氧化鋯)製球珠。

轉子的旋轉速度設為 13rpm/秒，依漿料流量 5kg/分施行粉碎分散處理，便獲得實施例 1 的分散液。

#### 【0089】

所獲得實施例 1 的分散液中，ATO 紅外線吸收微粒子的分散粒徑係使用原理為動態光散射法的粒徑測定裝置(大塚電子製 ELS-8000)進行測定。該測定中，將實施例 1 的分散液經利用甲苯稀釋，並裝入 1cm 四方的玻璃槽中，成為測定試料。經稀釋後，在裝置中安裝玻璃槽，確認光量測定時的光量成為 5000~16000cps，施行分散粒徑測定。該測定時，粒子折射率設為 2.00、粒子形狀設為球形、溶劑折射率設為 1.50。

該測定結果，實施例 1 的分散液中，ATO 紅外線吸收微粒子的分散粒徑係 105nm。

#### 【0090】

所獲得實施例 1 的分散液利用溶劑甲苯稀釋。此時，依在後述的穿透率測定中，分散液的可見光穿透率成為 60%、70%、80%的方式稀釋分散液。此時利用甲苯進行的稀釋倍率記載於表 2。

再者，經利用甲苯稀釋而進行濃度調整後，將該分散液裝入底

面 1cm 四方、高度 5cm 的玻璃槽中，針對該玻璃槽中的分散液之光穿透率，利用分光光度計(日立製作所製 U-4100)在波長 300nm~2600nm 範圍內，依 5nm 間隔測定。該測定時，分光光度計的光入射方向係設為玻璃槽側面的垂直方向。但，將該玻璃槽中僅裝入溶劑甲苯的空白液，設為光穿透率的基線。

#### 【0091】

針對經依可見光穿透率成為 70% 方式施行稀釋過的實施例 1 之分散液，經求取穿透率測定(即由穿透分佈形態求取日照穿透率)，結果係 48.1%。

#### 【0092】

玻璃槽中每單位投影面積的實施例 1 之 ATO 紅外線吸收微粒子含有量，在將可見光穿透率規格化為 60% 時係  $8.7\text{g/m}^2$ 。又，將可見光穿透率規格化為 70% 時係  $6.0\text{g/m}^2$ 。又，將可見光穿透率規格化為 80% 時係  $3.7\text{g/m}^2$ 。又，該 ATO 紅外線吸收微粒子的含有量係光所通過的每單位面積，就厚度方向含有之 ATO 紅外線吸收微粒子的重量。該評價結果如表 2、及圖 1 所示。

#### 【0093】

(實施例 2)

除將經施行濕潤處理的 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物，在大氣環境下加熱而施行 5 小時煨燒之外，其餘均依照與實施例 1 同樣的操作，製造實施例 2 的 ATO 紅外線吸收微粒子。該製造條件及評價結果係如表 1 所示。

#### 【0094】

使用實施例 2 的 ATO 紅外線吸收微粒子，依照與實施例 1 同

樣的操作獲得實施例 2 的分散液。

針對該實施例 2 的分散液實施與實施例 1 同樣的評價。該評價結果如表 2、及圖 1 所示。

#### 【0095】

##### (實施例 3)

除將在錫化合物溶液中的銻化合物添加量，相對於氧化錫(IV)100 重量份，依銻元素換算計設為 10.5 重量份之外，其餘均依照與實施例 1 同樣的操作，製造實施例 3 的 ATO 紅外線吸收微粒子。此時， $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的使用量係 49.7g， $\text{SbCl}_3$  的使用量係 4.2g。該製造條件及評價結果係如表 1 所示。

#### 【0096】

使用實施例 3 的 ATO 紅外線吸收微粒子，依照與實施例 1 同樣的操作獲得實施例 3 的分散液。

針對該實施例 3 的分散液實施與實施例 1 同樣的評價。該評價結果如表 2、及圖 1 所示。

#### 【0097】

##### (實施例 4)

除將經施行濕潤處理的 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物，在大氣環境下加熱至  $800^\circ\text{C}$  施行煅燒之外，其餘均依照與實施例 1 同樣的操作，製造實施例 4 的 ATO 紅外線吸收微粒子。該製造條件及評價結果係如表 1 所示。

#### 【0098】

使用實施例 4 的 ATO 紅外線吸收微粒子，依照與實施例 1 同樣的操作獲得實施例 4 的分散液。

針對該實施例 4 的分散液實施與實施例 1 同樣的評價。該評價結果如表 2、及圖 1 所示。

### 【0099】

(實施例 5)

將甲苯稀釋前的實施例 1 之分散液，依 ATO 紅外線吸收微粒子濃度成為 0.22 重量%方式添加於聚碳酸酯樹脂中之後，利用摻合機、雙軸擠出機施行均勻熔融混合。然後，將該熔融混合物使用 T 型模頭依厚度 2mm 施行擠出成形，獲得 ATO 紅外線吸收微粒子均勻分散於樹脂整體中的實施例 5 之紅外線吸收微粒子分散體。

### 【0100】

所獲得實施例 5 的紅外線吸收微粒子分散體之霧度，經使用測霾計(村上色彩技術研究所製 HM-150)，根據 JISK7105 進行測定，結果係 0.5%。又，所獲得實施例 5 的紅外線吸收微粒子分散體之穿透率，經利用分光光度計在波長 200nm~2600nm 範圍內依 5nm 間隔測定，求取可見光穿透率與日照穿透率，結果可見光穿透率係 70.4%、日照穿透率係 50.7%。又，由 ATO 紅外線吸收微粒子與聚碳酸酯樹脂的混合比例，預估所獲得紅外線吸收微粒子分散體每單位投影面積的 ATO 紅外線吸收微粒子含有量，結果係 5.3g/m<sup>2</sup>。該評價結果如表 3 所示。

### 【0101】

(實施例 6)

將甲苯稀釋前的實施例 1 之分散液添加於聚乙烯丁醛中，並在其中添加可塑劑之三乙二醇二(2-乙基丁酸酯)。此時，依所預定製作夾層透明基材的可見光穿透率成為 70%方式，調整 ATO 紅外線

吸收微粒子的濃度，並依 ATO 紅外線吸收微粒子的濃度成為 0.64 質量%、聚乙烯丁醛濃度成為 71 質量%的方式製備中間膜用組成物。所製備的該組成物利用滾筒施行混練，成形為厚 0.76mm 薄片狀，便製得實施例 6 的夾層透明基材用中間膜。將所製得夾層透明基材用中間膜，夾入於 2 片 100mm×100mm×厚約 2mm 的清玻璃基板間，加熱至 80℃ 而初步接著後，在裝填於溫度 140℃、壓力 14kg/cm<sup>2</sup> 的熱壓鍋中施行正式接著，便製得實施例 6 的夾層透明基材。

### 【0102】

針對所獲得實施例 6 的夾層透明基材之光學特性，依照與實施例 5 同樣的測定，結果霧度係 0.4%，可見光穿透率係 70.2%，日照穿透率係 50.6%。又，從 ATO 紅外線吸收微粒子、與聚乙烯丁醛樹脂或三乙二醇二(2-乙基丁酸酯)的混合比例，預估所獲得紅外線吸收微粒子分散體每單位投影面積的 ATO 紅外線吸收微粒子含有量，結果係 5.4g/m<sup>2</sup>。該評價結果如表 3 所示。

### 【0103】

#### (實施例 7)

將甲苯稀釋前的實施例 1 之分散液 75.0 重量%、與 UV 硬化樹脂 25.0 重量%充分混合，而製備得紅外線吸收薄膜形成用分散液。

此處，在膜厚 50μm 的 PET(聚對苯二甲酸乙二酯)薄膜上，使用棒塗機(井元製作所製 IMC-700)塗佈所製備的紅外線吸收薄膜形成用分散液，而形成塗佈膜。利用依 70℃ 加熱 1 分鐘，使溶劑從該塗佈膜中蒸發後，照射高壓水銀燈的紫外線，便獲得實施例 7 的紅外線吸收薄膜。

針對所獲得實施例 7 的紅外線吸收薄膜之光學特性，經依照與實施例 5 同樣的測定，結果霧度係 0.7%、可見光穿透率係 69.7%、日照穿透率係 49.3%。又，經使用高精度測微器(MITUTOYO 製 MDH-25M)，測定含 ATO 紅外線吸收微粒子的塗佈層膜厚，結果係 5.0 $\mu\text{m}$ 。此時，由 ATO 紅外線吸收微粒子與 UV 硬化樹脂的混合比例，預估所獲得紅外線吸收微粒子分散體每單位投影面積的 ATO 紅外線吸收微粒子含有量，結果係 5.5g/m<sup>2</sup>。該評價結果如表 3 所示。

#### 【0104】

(實施例 8)

除取代膜厚 50 $\mu\text{m}$  的 PET(聚對苯二甲酸乙二酯)薄膜，改為使用厚 3mm 清玻璃基板之外，其餘均施行與實施例 7 同樣的操作，獲得實施例 8 的紅外線吸收玻璃。

針對所獲得實施例 8 的紅外線吸收薄膜之光學特性，經依照與實施例 5 同樣的測定，結果霧度係 0.1%、可見光穿透率係 70.0%、日照穿透率係 48.8%。又，經使用高精度測微器(MITUTOYO 製 MDH-25M)，測定含 ATO 紅外線吸收微粒子的塗佈層膜厚，結果係 5.4 $\mu\text{m}$ 。此時，由 ATO 紅外線吸收微粒子與 UV 硬化樹脂的混合比例，預估所獲得紅外線吸收微粒子分散體每單位投影面積的 ATO 紅外線吸收微粒子含有量，結果係 5.9g/m<sup>2</sup>。該評價結果如表 3 所示。

#### 【0105】

(比較例 1)

除將錫化合物溶液中的銻化合物添加量，相對於氧化錫(IV)100

重量份，依銻元素換算計設為 8.5 重量份，且將經該濕潤處理過的 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物，在大氣環境下加熱至 900°C 而施行 1 小時煅燒之外，其餘均依照與實施例 1 同樣的操作，製造比較例 1 的 ATO 紅外線吸收微粒子。此時， $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的使用量係 61.3g， $\text{SbCl}_3$  的使用量係 4.2g。該製造條件及評價結果係如表 1 所示。

#### 【0106】

比較例 1 使用比較例 1 的 ATO 紅外線吸收微粒子，依照與實施例 1 同樣的操作獲得比較例 1 的分散液。

針對該比較例 1 的分散液實施與實施例 1 同樣的評價。該評價結果如表 2、及圖 1 所示。

#### 【0107】

(比較例 2)

除將錫化合物溶液中的銻化合物添加量，相對於氧化錫(IV)100 重量份，依銻元素換算計設為 8.5 重量份，且將經該濕潤處理過的 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物，在大氣環境下加熱至 600°C 之外，其餘均依照與實施例 1 同樣的操作，製造比較例 2 的 ATO 紅外線吸收微粒子。此時， $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的使用量係 61.3g， $\text{SbCl}_3$  的使用量係 4.2g。該製造條件及評價結果係如表 1 所示。

#### 【0108】

使用比較例 2 的 ATO 紅外線吸收微粒子，依照與實施例 1 同樣的操作獲得比較例 2 的分散液。

針對該比較例 2 的分散液實施與實施例 1 同樣的評價。該評價結果如表 2、及圖 1 所示。

#### 【0109】

## (比較例 3)

除將錫化合物溶液中的銻化合物添加量，相對於氧化錫(IV)100重量份，依銻元素換算計設為 13.7 重量份之外，其餘均依照與實施例 1 同樣的操作，製造比較例 3 的 ATO 紅外線吸收微粒子。此時， $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的使用量係 38.1g， $\text{SbCl}_3$  的使用量係 4.2g。該製造條件及評價結果係如表 1 所示。

**【0110】**

使用比較例 3 的 ATO 紅外線吸收微粒子，依照與實施例 1 同樣的操作獲得比較例 3 的分散液。

針對該比較例 3 的分散液實施與實施例 1 同樣的評價。該評價結果如表 2、及圖 1 所示。

**【0111】**

## (比較例 4)

除將錫化合物溶液中的銻化合物添加量，相對於氧化錫(IV)100重量份，依銻元素換算計設為 4.4 重量份之外，其餘均依照與實施例 1 同樣的操作，製造比較例 4 的 ATO 紅外線吸收微粒子。此時， $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的使用量係 59.3g， $\text{SbCl}_3$  的使用量係 2.1g。該製造條件及評價結果係如表 1 所示。

**【0112】**

使用比較例 4 的 ATO 紅外線吸收微粒子，依照與實施例 1 同樣的操作獲得比較例 4 的分散液。

針對該比較例 4 的分散液實施與實施例 1 同樣的評價。該評價結果如表 2、及圖 1 所示。

**【0113】**

## (比較例 5)

除將經施行濕潤處理過的 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物，在大氣環境下加熱至 1100°C 之外，其餘均依照與實施例 1 同樣的操作，製造比較例 5 的 ATO 紅外線吸收微粒子。該製造條件及評價結果係如表 1 所示。

**【0114】**

使用比較例 5 的 ATO 紅外線吸收微粒子，依照與實施例 1 同樣的操作獲得比較例 5 的分散液。

針對該比較例 5 的分散液實施與實施例 1 同樣的評價。該評價結果如表 2、及圖 1 所示。

**【0115】**

## (比較例 6)

除將與聚碳酸酯樹脂混合的甲苯稀釋前分散液，從實施例 1 的分散液變更為比較例 1 的分散液之外，其餘均依照與實施例 5 同樣的操作，獲得比較例 6 的紅外線吸收微粒子分散體。

針對該比較例 6 的分散體實施與實施例 5 同樣的評價。該評價結果如表 3 所示。

**【0116】**

## (比較例 7)

除將與聚乙炔丁醛樹脂、三乙二醇二(2-乙基丁酸酯)混合的甲苯稀釋前分散液，從實施例 1 的分散液變更為比較例 1 的分散液之外，其餘均施行與實施例 6 同樣的操作，便獲得比較例 7 的夾層透明基材用中間膜與夾層透明基材。

針對該比較例 7 的夾層透明基材用中間膜與夾層透明基材，實

施與實施例 6 同樣的評價。該評價結果如表 3 所示。

**【0117】**

(比較例 8)

除將與 UV 硬化樹脂混合的甲苯稀釋前分散液，從實施例 1 的分散液變更為比較例 1 的分散液之外，其餘均施行與實施例 7 同樣的操作，便獲得比較例 8 的紅外線吸收薄膜。

針對該比較例 8 的紅外線吸收薄膜實施與實施例 7 同樣的評價。該評價結果如表 3 所示。

**【0118】**

(比較例 9)

除將與 UV 硬化樹脂混合的甲苯稀釋前分散液，從實施例 1 的分散液變更為比較例 1 的分散液之外，其餘均施行與實施例 8 同樣的操作，便獲得比較例 9 的紅外線吸收玻璃。

針對該比較例 9 的紅外線吸收玻璃實施與實施例 8 同樣的評價。該評價結果如表 3 所示。

【0119】

[表 1]

	Sb 添加量 (重量份)	煅燒條件		晶格常數		微晶尺寸 (nm)	濃度		壓粉體		分散粒徑 (nm)	*日照穿透率 (%)
		時間 (小時)	溫度 (°C)	a (Å)	c (Å)		Sn (質量%)	Sb (質量%)	體積電阻率 ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )	密度 (g/cc)		
實施例1	9.5	2	700	4.740	3.190	7.8	68.1	8.2	0.152	2.8	105	48.1
實施例2	9.5	5	700	4.739	3.189	8.0	68.9	8.1	0.229	3.2	107	47.8
實施例3	10.5	2	700	4.738	3.189	6.3	67.8	8.9	0.259	3.2	104	48.5
實施例4	9.5	2	800	4.742	3.191	8.9	69.0	8.1	0.233	2.4	106	47.8
比較例1	8.5	1	900	4.739	3.188	10.5	69.8	7.6	1.128	3.0	105	47.2
比較例2	8.5	2	600	4.728	3.185	4.4	71.1	7.4	0.512	3.0	107	51.4
比較例3	13.7	2	700	4.731	3.185	5.1	65.5	11.5	0.487	2.9	105	48.8
比較例4	4.4	2	700	4.741	3.190	11.5	72.7	4.0	1.613	2.2	105	48.3
比較例5	9.5	2	1100	4.739	3.189	13.4	68.8	8.1	1.651	2.5	104	48.2

\*日照穿透率：可見光穿透率規格化為70%時的日照穿透率。

[表 2]

	可見光穿透率規格化為60%		可見光穿透率規格化為70%		可見光穿透率規格化為80%	
	稀釋倍率	*ATO使用量	稀釋倍率	*ATO使用量	稀釋倍率	*ATO使用量
	(倍)	(g/m <sup>2</sup> )	(倍)	(g/m <sup>2</sup> )	(倍)	(g/m <sup>2</sup> )
實施例1	250	8.7	360	6.0	580	3.7
實施例2	220	9.9	320	6.8	510	4.3
實施例3	220	9.9	310	7.0	500	4.3
實施例4	220	9.9	310	7.0	500	4.3
比較例1	170	12.8	240	9.0	380	5.7
比較例2	160	13.5	240	9.0	380	5.7
比較例3	150	14.5	220	9.9	350	6.2
比較例4	140	15.5	200	10.8	320	6.8
比較例5	130	16.7	180	12.0	290	7.5

\*ATO 使用量：每單位投影面積的 ATO 微粒子使用量。

[表 3]

	製造物	霧度	可見光穿透率	日照穿透率	*ATO 使用量
		(%)	(%)	(%)	(g/m <sup>2</sup> )
實施例 5	紅外線吸收微粒子分散體	0.5	70.4	50.7	5.3
實施例 6	夾層透明基材	0.4	70.2	50.6	5.4
實施例 7	紅外線吸收薄膜	0.7	69.7	49.3	5.5
實施例 8	紅外線吸收玻璃	0.1	70.0	48.8	5.9
比較例 6	紅外線吸收微粒子分散體	0.5	70.3	50.3	8.0
比較例 7	夾層透明基材	0.4	70.0	50.3	8.1
比較例 8	紅外線吸收薄膜	0.7	70.2	49.5	8.3
比較例 9	紅外線吸收玻璃	0.1	70.1	48.9	8.9

\*ATO 使用量：每單位投影面積的 ATO 微粒子使用量。

## 【0120】

### (總結)

由表 1~3 的結果得知，若使用實施例 1~4 的 ATO 紅外線微粒子，相較於習知技術的比較例 1~5 之 ATO 紅外線微粒子，可將同樣規格化可見光穿透率時的 ATO 使用量，減少達 20%以上。

即，得知本發明的 ATO 紅外線微粒子係具有優異日照遮蔽特性、及高著色力。

所以，可極力減少為顯現某期待值日照遮蔽特性時所需要的 ATO 紅外線吸收微粒子量，在產業上可謂較佳技術。

### 【符號說明】

【0121】

無

## 申請專利範圍

1. 一種紅外線吸收微粒子，係 ATO 微粒子，且該 ATO 微粒子的晶格常數  $a$  係  $4.736\text{\AA}$  以上且  $4.743\text{\AA}$  以下，晶格常數  $c$  係  $3.187\text{\AA}$  以上且  $3.192\text{\AA}$  以下，微晶尺寸係  $5.5\text{nm}$  以上且  $10.0\text{nm}$  以下。

2. 如請求項 1 之紅外線吸收微粒子，其中，上述微晶尺寸係  $6.0\text{nm}$  以上且  $9.0\text{nm}$  以下。

3. 如請求項 1 或 2 之紅外線吸收微粒子，其中，上述 ATO 微粒子中，Sn 元素係含有 66.0 質量%以上且 70.0 質量%以下的濃度，Sb 元素係含有 8.0 質量%以上且 9.0 質量%以下的濃度。

4. 如請求項 1 至 3 中任一項之紅外線吸收微粒子，其中，上述 ATO 微粒子的壓粉體之體積電阻率測定值係  $0.05\Omega \cdot \text{cm}$  以上且  $0.35\Omega \cdot \text{cm}$  以下。

5. 一種紅外線吸收微粒子分散液，係使請求項 1 至 4 中任一項之紅外線吸收微粒子，分散地包含於液狀介質而成的分散液；其中，上述液狀介質係選自水、有機溶劑、油脂、液狀樹脂、液狀塑膠用可塑劑、或該等的混合物。

6. 如請求項 5 之紅外線吸收微粒子分散液，其中，上述紅外線吸收微粒子分散液中，含有之紅外線吸收微粒子的分散粒徑係  $1\text{nm}$  以上且  $110\text{nm}$  以下。

7. 如請求項 5 或 6 之紅外線吸收微粒子分散液，其中，上述紅外線吸收微粒子分散液中，含有之紅外線吸收微粒子的含有量係 1 質量%以上且 50 質量%以下。

8. 如請求項 5 至 7 中任一項之紅外線吸收微粒子分散液，其中，將紅外線吸收微粒子分散液利用上述液狀介質稀釋、或利用除去上

述液狀介質而濃縮，使可見光穿透率成為 70%時，日照穿透率係 40%以上且 50%以下，且每單位投影面積含有  $5.0\text{g}/\text{m}^2$  以上且  $7.0\text{g}/\text{m}^2$  以下的紅外線吸收微粒子。

9. 一種紅外線吸收微粒子分散體，其特徵為，係含有：請求項 1 至 4 中任一項之紅外線吸收微粒子、及熱可塑性樹脂。

10. 如請求項 9 之紅外線吸收微粒子分散體，其中，上述熱可塑性樹脂係下述中之任一者：由聚對苯二甲酸乙二酯樹脂、聚碳酸酯樹脂、丙烯酸樹脂、苯乙烯樹脂、聚醯胺樹脂、聚乙烯樹脂、氯乙烯樹脂、烯烴樹脂、環氧樹脂、聚醯亞胺樹脂、氟樹脂、乙烯·醋酸乙烯酯共聚合體、聚乙烯縮醛樹脂構成之樹脂群組之中選出之 1 種樹脂；或從上述樹脂群組之中選出之 2 種以上樹脂的混合物；或從上述樹脂群組之中選出之 2 種以上樹脂的共聚合體。

11. 如請求項 9 或 10 之紅外線吸收微粒子分散體，其中，上述紅外線吸收微粒子係含有 0.01 質量%以上且 25 質量%以下。

12. 如請求項 9 至 11 中任一項之紅外線吸收微粒子分散體，其中，上述紅外線吸收微粒子分散體係片形狀、板形狀或薄膜形狀。

13. 如請求項 9 至 12 中任一項之紅外線吸收微粒子分散體，係將上述紅外線吸收微粒子分散體的可見光穿透率設為 70%時，日照穿透率係 42%以上且 52%以下、每單位投影面積含有  $5.0\text{g}/\text{m}^2$  以上且  $7.0\text{g}/\text{m}^2$  以下的紅外線吸收微粒子。

14. 一種紅外線吸收夾層透明基材，係在複數片透明基材間，存在有請求項 9 至 13 中任一項之紅外線吸收微粒子分散體。

15. 一種紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃，係在從透明薄膜基材或透明玻璃基材之中選出之透明基材之至少一面上，設有塗佈

層，且上述塗佈層係含有請求項 1 至 4 中任一項之紅外線吸收微粒子的黏結劑樹脂。

16. 如請求項 15 之紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃，其中，上述黏結劑樹脂係 UV 硬化性樹脂黏結劑。

17. 如請求項 15 或 16 之紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃，其中，上述塗佈層的厚度係  $1\mu\text{m}$  以上且  $10\mu\text{m}$  以下。

18. 如請求項 15 至 17 中任一項之紅外線吸收薄膜，其中，上述透明薄膜基材係聚酯薄膜。

19. 如請求項 15 至 18 中任一項之紅外線吸收薄膜或紅外線吸收玻璃，其中，上述塗佈層中含有之上述紅外線吸收微粒子之每單位投影面積的含有量係  $5.0\text{g}/\text{m}^2$  以上且  $7.0\text{g}/\text{m}^2$  以下。

20. 一種紅外線吸收微粒子之製造方法，係包括有：

在液溫  $60^\circ\text{C}$  以上且未滿  $70^\circ\text{C}$  的錫化合物溶液中，並行滴下溶解有銻化合物的醇溶液、與鹼溶液，生成並沉澱含錫與銻之氫氧化物的步驟；

對上述沉澱物重複施行傾析，施行洗淨直到該傾析的洗淨液之上澄液之導電率成為  $1\text{mS}/\text{cm}$  以下為止的步驟；

藉由將上述經洗淨的沉澱物投入於醇溶液中並攪拌而施行濕潤處理，形成濕潤處理物的步驟；

使上述濕潤處理物乾燥，而獲得 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物的步驟；以及

將上述 ATO 紅外線吸收微粒子前驅物在大氣環境下，加熱至  $700^\circ\text{C}$  以上且未滿  $850^\circ\text{C}$ ，施行 1 小時以上且 5 小時以下煅燒，而獲得 ATO 紅外線吸收微粒子的步驟。

21. 如請求項 20 之紅外線吸收微粒子之製造方法，其中，上述於生成並沉澱上述含錫與銻之氫氧化物的步驟中，在液溫 60°C 以上且未滿 70°C 的鹼溶液中，並行滴下依氧化錫(IV)換算計為 100 重量份的錫化合物溶液，以及依銻元素換算計溶解有 9.0 重量份以上且 11.0 重量份以下銻化合物的醇溶液。

# 圖式

圖 1

