【公報種別】特許法第１７条の２の規定による補正の掲載
【部門区分】第３部門第３区分
【発行日】平成18年6月1日(2006.6.1)

【公開番号】特開2000-7941(P2000-7941A)
【公開日】平成12年1月11日(2000.1.11)
【出願番号】特願平11-112126
【国際特許分類】
Ｃ０９Ｃ　3/06　(2006.01)
Ｃ０８Ｊ　3/22　(2006.01)
Ｃ０８Ｋ　3/22　(2006.01)
Ｃ０８Ｋ　9/02　(2006.01)
Ｃ０８Ｌ 101/00　(2006.01)
Ｃ０９Ｃ　1/28　(2006.01)
Ｃ０９Ｃ　1/36　(2006.01)
Ｃ０９Ｃ　1/40　(2006.01)
【ＦＩ】
Ｃ０９Ｃ　3/06
Ｃ０８Ｊ　3/22
Ｃ０８Ｋ　3/22
Ｃ０８Ｋ　9/02
Ｃ０８Ｌ 101/00
Ｃ０９Ｃ　1/28
Ｃ０９Ｃ　1/36
Ｃ０９Ｃ　1/40

【手続補正書】
【提出日】平成18年4月12日(2006.4.12)
【手続補正１】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】特許請求の範囲
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】 粒子状酸化金属にフッ素を反応させる表面フッ素化処理方法において、該粒子状酸化金属を流動させて表面処理することを特徴とする表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属の製造方法。
【請求項２】 フッ素を希釈したフッ素含有ガスを使用する請求項１に記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属の製造方法。
【請求項３】 希釈ガスが窒素またはアルゴンガスである請求項２に記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属の製造方法。
【請求項４】 反応時間及び／または原料フッ素ガス濃度及び／または反応温度を調整して表面フッ素化率が制御された表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属を得る請求項１乃至３のいずれかに記載の製造方法。
【請求項５】 酸化金属が酸化チタンである請求項１乃至４のいずれかに記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属の製造方法。
【請求項６】 酸化金属が酸化アルミニウムである請求項１乃至４のいずれかに記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属の製造方法。
【請求項７】 酸化金属が酸化珪素である請求項１乃至４のいずれかに記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属の製造方法。

【請求項８】 表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属。
【請求項９】 請求項１乃至７のいずれかに記載の方法によって得られる表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属。
【請求項１０】 酸化金属が酸化アルミニウムである請求項８または９記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属。
【請求項１１】 酸化金属が酸化珪素である請求項８または９記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属。
【請求項１２】 酸化金属が酸化チタンである請求項８または９記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属。
【請求項１３】 二酸化チタン顔料を含有する基体被覆用熱可塑性樹脂組成物において、請求項１２記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料を使用すること、及び前記組成物３ｇを６０℃、相対湿度６０％の雰囲気中にて４時間調湿後、絶対湿度が0.009ｋｇH_2O／ｋｇ乾き空気の空気流中において８０℃で４時間曝した後、当該組成物を３００℃にて３０分間脱気し、カールフィッシャー水分計で測定した水分量（ｇ）を当該組成物内に含まれる表面フッ素化した二酸化チタン含量（ｇ）で除した水分含量が１０～1400ｐｐｍであることを特徴とする表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料含有熱可塑性樹脂組成物。
【請求項１４】 表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料を２０～８０重量％含有する請求項１３記載の表面フッ素化粒子状酸化チタン顔料含有熱可塑性樹脂組成物。
【請求項１５】 酸化アルミニウム、酸化珪素及び／または酸化ジルコニウムを二酸化チタン１００重量部に対して0.001 重量部から0.2重量部含む二酸化チタンを、その表面のフッ素含有率が0.001～６１重量％にフッ素化した後、熱可塑性樹脂と混練してなる請求項１３または１４に記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料含有の熱可塑性樹脂組成物。
【請求項１６】 二酸化チタン顔料を高濃度に含有する基体被覆用熱可塑性樹脂組成物のマスターバッチにおいて、二酸化チタンとして請求項１２に記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料を使用すること、及び前記組成物３ｇを６０℃、相対湿度６０％の雰囲気中にて４時間調湿後、絶対湿度が0.009ｋｇH_2O／ｋｇ乾き空気の空気流中において８０℃で４時間曝した後、当該組成物を３００℃にて３０分間脱気し、カールフィッシャー水分計で測定した水分量（ｇ）を当該組成物内に含まれる表面フッ素化二酸化チタン含量（ｇ）で除した水分含量が１０～1400ｐｐｍであることを特徴とした表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料含有の熱可塑性樹脂組成物のマスターバッチ。
【請求項１７】 表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料を３０～８０重量％含有する請求項１６記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料含有の熱可塑性樹脂組成物のマスターバッチ。
【請求項１８】 酸化アルミニウム、酸化珪素及び／または酸化ジルコニウムを二酸化チタン１００重量部に対して0.001重量部から0.2重量部含む二酸化チタンを、その表面のフッ素含有率0.001～６１重量％の割合にフッ素化した後、熱可塑性樹脂と混練し押し出し成形してなる請求項１６または１７に記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料含有熱可塑性樹脂組成物のマスターバッチ。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００１１
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００１１】
８）表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属。
９）前項１乃至７のいずれかに記載の方法によって得られる表面が均一にフッ素化された

粒子状酸化金属。
１０）酸化金属が酸化アルミニウムである前項８または９記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属。
１１）酸化金属が酸化珪素である前項８または９記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属。
１２）酸化金属が酸化チタンである前項８または９記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属。
１３）二酸化チタン顔料を含有する基体被覆用熱可塑性樹脂組成物において、前項１２記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料を使用すること、及び前記組成物３ｇを６０℃、相対湿度６０％の雰囲気中にて４時間調湿後、絶対湿度が0.009ｋｇH_2O／ｋｇ乾き空気の空気流中において８０℃で４時間曝した後、当該組成物を３００℃にて３０分間脱気し、カールフィッシャー水分計で測定した水分量（ｇ）を当該組成物内に含まれる表面フッ素化した二酸化チタン含量（ｇ）で除した水分含量が１０～1400ｐｐｍであることを特徴とする表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料含有熱可塑性樹脂組成物。
１４）表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料を２０～８０重量％含有する前項１３記載の表面フッ素化粒子状酸化チタン顔料含有熱可塑性樹脂組成物。
１５）酸化アルミニウム、酸化珪素及び／または酸化ジルコニウムを二酸化チタン１００重量部に対して0.001重量部から0.2重量部含む二酸化チタンを、その表面のフッ素含有率が0.001～６１重量％にフッ素化した後、熱可塑性樹脂と混練してなる前項１３または１４に記載の表面が均一にフッ素化された粒子状酸化チタン顔料含有の熱可塑性樹脂組成物。
【手続補正３】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００１６
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００１６】
反応時間については、特に制限はないが、瞬時～５０時間、特に瞬時～２４時間が好ましい。当然のことながら、フッ素が十分存在する条件で反応時間を長くすることにより粒子状酸化金属の表面フッ素化率を均一に高めることができる。反応圧力は、通常は常圧で反応を行わせる方が好ましいが、加圧条件で反応を行わせてもよく特に制限はない。通常、フッ素ガス濃度、反応時間、反応温度の組み合わせ条件を調整することにより粒子表面のフッ素化率を容易に制御することができる。以上述べたように、本発明の製造方法で得られる表面が均一にフッ素化された粒子状酸化金属は、原料の粒子径及び高比表面積を維持している。平均一次粒子径が1000μｍ以下、好ましくは１００μｍ以下のものであり、好ましくは0.005～１μｍの微粒子状または超微粒子状のものである。また、比表面積が非常に大きいものであり、ＢＥＴ法による比表面積が0.01m^2／ｇ以上、好ましくは３～３００m^2／ｇのものである。
【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００３０
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００３０】
なお、ここでいう水分含量は樹脂組成物またはマスターバッチ３ｇを６０℃、相対湿度６０％の雰囲気中に４時間調湿後、絶対湿度が0.009ｋｇH_2O／ｋｇ乾操空気の空気流中において８０℃で４時間曝した後、当該組成物を３００℃にて３０分間脱気し、カールフィッシャー水分計で測定した水分量（ｇ）を当該樹脂組成物またはマスターバッチ内に含まれる二酸化チタン含量（ｇ）で除した値である。樹脂組成物またはマスターバッチにおい

て上記に規定した水分含量が1400ｐｐｍを超えると溶融ラミネーション法による成膜化の際、膜表面に種々の欠陥が増大し実用的に問題となる。一方、１０ｐｐｍ未満では二酸化チタン顔料の安定性に問題が出ると共に膜の光学特性、平滑性において劣るものとなる。より好ましい水分含量は１０～1000ｐｐｍである。

【手続補正５】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００５８
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００５８】
表２から、粒子状二酸化チタン表面のフッ素化含有率と二酸化チタンの光化学触媒作用の抑制効果には相関がみられる（実施例７～９）、フッ素化の反応時間を調整することにより光化学触媒作用を制御できることが分かる。