

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-63809

(P2010-63809A)

(43) 公開日 平成22年3月25日(2010.3.25)

(51) Int.Cl. F 1 テーマコード (参考)  
**A 6 1 L 31/00 (2006.01)** A 6 1 L 31/00 Z 4 C 0 8 1

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

|           |                              |          |                                             |
|-----------|------------------------------|----------|---------------------------------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2008-235423 (P2008-235423) | (71) 出願人 | 802000020                                   |
| (22) 出願日  | 平成20年9月12日 (2008.9.12)       |          | 財団法人浜松科学技術研究振興会                             |
|           |                              |          | 静岡県浜松市中区城北3丁目5番1号 静岡大学浜松キャンパス内              |
|           |                              | (74) 代理人 | 100065226                                   |
|           |                              |          | 弁理士 朝日奈 宗太                                  |
|           |                              | (72) 発明者 | 山下 光司                                       |
|           |                              |          | 静岡県浜松市広沢1丁目31-3                             |
|           |                              | (72) 発明者 | 樫平 帆波                                       |
|           |                              |          | 静岡県浜松市城北3丁目5番1号 静岡大学 浜松キャンパス内               |
|           |                              | Fターム(参考) | 4C081 AC08 BB01 BB03 CF21 DA11<br>DB03 DC03 |

(54) 【発明の名称】 親水性多孔質粒状基材およびその製造方法、該親水性多孔質粒状基材を有する親水性コート剤

## (57) 【要約】

【課題】高い親水性を保持し、かつ、可視光の透過性にも優れた親水性基材およびその製造方法、該親水性多孔質粒状基材を有する親水性コート剤を提供する。

【解決手段】(1) 粒子径が0.01~30μmおよび比表面積が50~900m<sup>2</sup>/gである多孔質粒状担体を、該多孔質粒状担体の1~5倍の重量比でリン酸を含有する高濃度のリン酸水溶液に入れて分散させる工程と、(2) 分散後に150~200℃に加熱処理する工程と、(3) 加熱処理後に、アンモニウムで中和する工程とからなる、親水性多孔質粒状基材の製造方法、親水性多孔質粒状基材、該親水性多孔質粒状基材を有する親水性コート剤。

【選択図】なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

粒子径が  $0.01 \sim 30 \mu\text{m}$  および比表面積が  $50 \sim 900 \text{m}^2/\text{g}$  である多孔質粒状担体の表面に、該多孔質粒状担体の  $1 \sim 5$  倍の重量比でリン酸アンモニウム塩構造を有することを特徴とする親水性多孔質粒状基材。

## 【請求項 2】

(1) 粒子径が  $0.01 \sim 30 \mu\text{m}$  および比表面積が  $50 \sim 900 \text{m}^2/\text{g}$  である多孔質粒状担体を、該多孔質粒状担体の  $1 \sim 5$  倍の重量比でリン酸を含有する高濃度のリン酸水溶液に入れて分散させる工程と、

(2) 分散後に  $150 \sim 200^\circ\text{C}$  に加熱処理する工程と、

(3) 加熱処理後に、アンモニウムで中和する工程とからなる、  
親水性多孔質粒状基材の製造方法。

10

## 【請求項 3】

粒子径が  $0.01 \sim 30 \mu\text{m}$  および比表面積が  $50 \sim 900 \text{m}^2/\text{g}$  である多孔質粒状担体の表面に、該多孔質粒状担体の  $1 \sim 5$  倍の重量比でリン酸アンモニウム塩構造を有する親水性多孔質粒状基材を有する親水性コート剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、親水性多孔質粒状基材およびその製造方法、該親水性多孔質粒状基材を有する親水性コート剤に関する。詳しくは、特定の物性（粒子径、比表面積）である多孔質粒状担体の表面にリン酸アンモニウム塩構造を特定割合で有する親水性多孔質粒状担体であって、溶媒に分散させて親水性コート剤として患者の体内へ挿入される内視鏡などの光学レンズの親水性化などに用いることのできる親水性多硬質粒状基材およびその製造方法、該親水性多孔質粒状基材に関する。

20

## 【背景技術】

## 【0002】

医療現場で利用されている器具は、長期間の留置や手技に耐え得る持続性については不十分なものが多く、たとえば、体腔内部を観察する機器である内視鏡や腹腔鏡はさまざまな手技に用いられ、場合によっては  $30$  分以上も生体内に挿入されたまま使用される。しかし、体内が高温多湿であり、レーザーメスなどにより発生する様々な飛沫や油煙などにより、内視鏡や腹腔鏡のレンズは曇りやすく、あるいは、胃液などで汚れるために、手技を中断して体外に取り出すこともあり、医師や患者に負担が生じている。

30

## 【0003】

そこで、医療機器用などの材料に化学的な修飾を行なうことにより、材料の表面特性を向上させることがこれまでに提案されている。

## 【0004】

たとえば、特許文献 1～3 には、ガラス、シリカなどの基材の表面に、リン酸アンモニウム構造を形成して、親水性の基材を製造する方法、その親水性の基材を含有するコート剤についての技術が開示されている。

40

## 【0005】

【特許文献 1】特開 2005 - 80689 号公報

【特許文献 2】特開 2005 - 132876 号公報

【特許文献 3】特開 2005 - 132877 号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

しかし、これらの特許文献 1～3 に開示された技術は、親水性については一応の好ましい結果が得られたものの、可視光の透過性については必ずしも満足できるものではなく、依然として問題の解決には至っていない。

50

## 【 0 0 0 7 】

従って、本発明は、前述のような公知の親水性基材の問題点（特に可視光の透過性）を解消するため、リン酸アンモニウム塩構造を形成する基材として種々の担体について検討し、高い親水性を保持し、かつ、可視光の透過性にも優れた親水性基材およびその製造方法、該親水性多孔質粒状基材を有する親水性コート剤を提供することを目的とする。

## 【課題を解決するための手段】

## 【 0 0 0 8 】

本発明の親水性多孔質粒状基材は、粒子径が  $0.01 \sim 30 \mu\text{m}$  および比表面積が  $50 \sim 900 \text{m}^2/\text{g}$  である多孔質粒状担体の表面に、該多孔質粒状担体の  $1 \sim 5$  倍の重量比でリン酸アンモニウム塩構造を有する。

10

## 【 0 0 0 9 】

また、本発明の親水性多孔質粒状基材の製造方法は、

(1) 粒子径が  $0.01 \sim 30 \mu\text{m}$  および比表面積が  $50 \sim 900 \text{m}^2/\text{g}$  である多孔質粒状担体を、該多孔質粒状担体の  $1 \sim 5$  倍の重量比でリン酸を含有する高濃度のリン酸水溶液に入れて分散させる工程と、

(2) 分散後に  $150 \sim 200$  に加熱処理する工程と、

(3) 加熱処理後に、アンモニウムで中和する工程とからなる。

## 【 0 0 1 0 】

さらに、本発明の親水性コート剤は、粒子径が  $0.01 \sim 30 \mu\text{m}$  および比表面積が  $50 \sim 900 \text{m}^2/\text{g}$  である親水性多孔質粒状担体の表面に、該親水性多孔質粒状担体の  $1 \sim 5$  倍の重量比でリン酸アンモニウム塩構造を有する親水性多孔質粒状基材を有する。

20

## 【発明の効果】

## 【 0 0 1 1 】

本発明の親水性多孔質粒状基材およびその製造方法、該親水性多孔質粒状基材を有する親水性コート剤によれば、高い親水性を保持し、かつ、可視光の透過性にも優れた親水性基材およびその製造方法、該親水性基材を有する親水性コート剤を提供することができる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【 0 0 1 2 】

以下、本発明の親水性多孔質粒状基材およびその製造方法、該親水性多孔質粒状基材を有する親水性コート剤について説明する。

30

## 【 0 0 1 3 】

まず、本発明の多孔質粒状担体について説明する。

## 【 0 0 1 4 】

本発明の多孔質粒状基材は、粒子径が  $0.01 \sim 30 \mu\text{m}$  であり、比表面積が  $50 \sim 900 \text{m}^2/\text{g}$  である。粒子径が  $0.01 \mu\text{m}$  より小さい場合は原料のナノ材料が得られ難いあるいはナノ材料が凝集しやすい、粒子が凝集して、ガラス表面のコート剤が白濁するという問題があり、 $30 \mu\text{m}$  より大きい場合、粒子が大き過ぎて、ガラス表面のコート剤が白濁するという問題がある。また、比表面積が  $50 \text{m}^2/\text{g}$  より小さい場合は活性点が少なくなり、親水基の導入量が少なくなるという問題があり、 $900 \text{m}^2/\text{g}$  より大きい場合は、原料のナノ材料が得られ難いあるいはナノ材料が凝集しやすいという問題がある。

40

## 【 0 0 1 5 】

多孔質粒状担体の原料としては、シリカ（ナノシリカを含む）、アルミナ、ベントナイト、タルク、軽石が挙げられるが、その中でも吸湿性が非常に高いという理由から、モンモリロナイト、ナノシリカが好ましい。

## 【 0 0 1 6 】

次に、本発明のリン酸アンモニウム塩構造は、前記多孔質粒状担体の  $1 \sim 5$  倍の重量比で有することが好ましい。重量比が  $1$  より小さい場合、親水性を発揮しないという問題があり、 $5$  より大きい場合、未反応のリン酸が多くなるという問題がある。

50

## 【 0 0 1 7 】

また、リン酸アンモニウム塩構造を得るためのリン酸誘導体原料としては、オルトリン酸、ポリリン酸、メタリン酸、ピロリン酸が挙げられるが、その中でも、シリカの Si - O 基を部分的に切断し、かつ液体であるためシリカを均一に混合することができるという理由から、オルトリン酸が好ましい。

## 【 0 0 1 8 】

次に、本発明の親水性多孔質粒状基材の製造方法について説明する。

## 【 0 0 1 9 】

本発明の親水性多孔質粒状基材の製造方法では、前記多孔質粒状担体を、該多孔質粒状担体の 1 ~ 5 倍の重量比でリン酸を含有する高濃度のリン酸水溶液に入れて分散させ、分散後に 150 ~ 200 に加熱処理する。そして、加熱処理後にアンモニウムで中和することを特徴とする。

10

## 【 0 0 2 0 】

加熱温度が 150 より低い場合、シリカとリン酸の結合速度が遅いという問題があり、200 より高い場合、リン酸の沸点 213 であるから、リン酸が分解し親水性を発揮できないという問題がある。また、中和して生成する塩としてアンモニウム塩が最も親水性が良く好ましいが、その他の塩でも良いが親水性が劣るという問題がある。

## 【 0 0 2 1 】

次に、本発明の、親水性多孔質粒状基材を有する親水性コート剤について説明する。

## 【 0 0 2 2 】

本発明の親水性コート剤は、前述の多孔質粒状基材を、分散媒に分散させることによって得られる。分散媒としては、水、アルコール（エタノール、プロパノール、ブタノールなど）、グリコール誘導体（ジエチレングリコール、プロピレングリコールなど）が挙げられるが、その中でも、親水性でありコート剤が分散しやすいという理由から、水、ジエチレングリコール、プロピレングリコールが好ましい。

20

## 【 実施例 】

## 【 0 0 2 3 】

以下、本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明は、かかる実施例のみに限定されるものではない。

## 【 0 0 2 4 】

評価方法を以下に示す。

30

## 【 0 0 2 5 】

（水の接触角）

下記実施例 1 ~ 9、比較例 1 ~ 11 の親水性コート剤 20  $\mu$  l を、ガラス板（2 . 5 × 2 . 5 c m）の表面に滴下し、室温（夏：28、冬：19）にて 10 分間自然乾燥させて、ガラス板の表面にリン酸アンモニウム化多孔質粒状担体の薄層を形成する。

## 【 0 0 2 6 】

かかるガラス板表面に水を滴下し、水の接触角を測定する。

## 【 0 0 2 7 】

4 ~ 7 回（1 回の滴下量：12 ~ 13  $\mu$  l（マイクロ リットル））水滴を滴下し、最大、最小接触角を除いた平均接触角を算出する。結果を表 1 に示す。

40

## 【 0 0 2 8 】

（親水性の持久性）

前記ガラス板と同様の方法で、別途ガラス板を調製し、50 に加熱したホットプレートを用いて発生させた水蒸気に 10 分間さらし（水の発生源とガラスの距離は 8 c m とする）、10 分毎に取り出して、水分を拭き取り、その後、接触角を測定する。接触角の変化により、親水性の持久性を評価する。結果を表 1 に示す。

## 【 0 0 2 9 】

（ガラス板の透明性について）

下記実施例 1 ~ 9、比較例 1 ~ 11 の親水性コート剤を、ガラス表面に滴下し、短時間

50

で自然乾燥させる。

【0030】

この操作を2回行い、ガラス板の表面にリン酸アンモニウム化多孔質粒状担体または、比較例1のワコーゲルC-500HG(5~20 $\mu$ m)(シリカゲルの場合の担体)、比較例2のワコーゲルC-200(75~150 $\mu$ m)(シリカゲルの場合の担体)の薄層を形成する。

【0031】

未処理のスライドガラスを対照として、400~700nmの波長領域で測定する。結果を表1に示す。

【0032】

10

(リン酸アンモニウム化多孔質粒状担体の製造)

製造例1

多孔質粒状担体であるモンモリロナイト(粉末、粒子径:2 $\mu$ m以下、比表面積:800m<sup>2</sup>/g、モンモリロナイトとしてクニピアF(クニミネ工業(株)製)を使用)を、リン酸成分を含有するオルトリン酸水溶液(含有率:85%以上)に、モンモリロナイトとオルトリン酸との重量比が1:4となるように添加して、モンモリロナイトを分散させて、その分散液を175で1時間加熱処理し、次いで、その加熱処理液を常温(28)に冷却した後にアンモニアで中和して、リン酸アンモニウム化モンモリロナイトが生成した分散液を調製した。その分散液を洗浄、および、乾燥して、未反応のオルトリン酸、水分などがほとんど除去されたオルトリン酸アンモニウム化モンモリロナイトのスラリー状(水分含有率:約50~70重量%)であるリン酸アンモニウム化多孔質粒状担体を製造した。

20

【0033】

製造例2

多孔質粒状担体であるナノシリカを、リン酸成分を含有するオルトリン酸水溶液(含有率:85%以上)に、ナノシリカとオルトリン酸との重量比が1:4となるように添加して、ナノシリカを分散させて、その分散液を160で1時間加熱処理し、次いで、その加熱処理液を常温(27.5)に冷却した後にアンモニアで中和して、リン酸アンモニウム化ナノシリカが生成した分散液を調製した。その分散液を洗浄、および、乾燥して、未反応のオルトリン酸、水分などがほとんど除去されたオルトリン酸アンモニウム化ナノシリカのスラリー状(水分含有率:約50~70重量%)であるリン酸アンモニウム化多孔質粒状担体を製造した。

30

【0034】

(親水性コート剤の調製)

実施例1

製造例1で製造したリン酸アンモニウム化モンモリロナイトを、水を溶媒として、8重量%の濃度で分散し、親水性コート剤を調製した。

【0035】

実施例2

実施例1の親水性コート剤におけるリン酸アンモニウム化モンモリロナイトの濃度を16重量%となるよう調製したほかは、実施例1と同様に調製した。

40

【0036】

実施例3

実施例1の親水性コート剤におけるリン酸アンモニウム化モンモリロナイトの濃度を24重量%となるよう調製したほかは、実施例1と同様に調製した。

【0037】

実施例4

実施例1の溶媒を、エチレングリコールとしたほかは、実施例1と同様に調製した。

【0038】

実施例5

50

実施例 2 の溶媒を、エチレングリコールとしたほかは、実施例 2 と同様に調製した。

【 0 0 3 9 】

実施例 6

実施例 3 の溶媒を、エチレングリコールとしたほかは、実施例 3 と同様に調製した。

【 0 0 4 0 】

実施例 7

実施例 1 の溶媒を、プロピレングリコールとしたほかは、実施例 1 と同様に調製した。

【 0 0 4 1 】

実施例 8

実施例 2 の溶媒を、プロピレングリコールとしたほかは、実施例 2 と同様に調製した。

10

【 0 0 4 2 】

実施例 9

実施例 3 の溶媒を、プロピレングリコールとしたほかは、実施例 3 と同様に調製した。

【 0 0 4 3 】

実施例 1 0

製造例 2 で製造したリン酸アンモニウム化ナノシリカを、水を溶媒として、1 6 重量 % の濃度で分散し、親水性コート剤を調製した。

【 0 0 4 4 】

実施例 1 1

実施例 1 0 の親水性コート剤におけるリン酸アンモニウム化ナノシリカ濃度を 2 4 重量 % となるよう調製したほかは、比較例 1 と同様に調製した。

20

【 0 0 4 5 】

実施例 1 2

実施例 1 0 の溶媒を、エチレングリコールとして、8 重量 % となるよう調製したほかは、実施例 1 0 と同様に調製した。

【 0 0 4 6 】

実施例 1 3

実施例 1 0 の溶媒を、エチレングリコールとてしたほかは、実施例 1 0 と同様に調製した。

【 0 0 4 7 】

30

実施例 1 4

実施例 1 1 の溶媒を、エチレングリコールとしたほかは、実施例 1 1 と同様に調製した。

【 0 0 4 8 】

実施例 1 5

実施例 1 0 の溶媒を、プロピレングリコールとして、8 重量 % となるように調製したほかは、実施例 1 0 と同様に調製した。

【 0 0 4 9 】

実施例 1 6

実施例 1 1 の溶媒を、プロピレングリコールとしたほかは、実施例 1 1 と同様に調製した。

40

【 0 0 5 0 】

比較例 1

ワコーゲル C - 5 0 0 H G ( 5 ~ 2 0  $\mu$  m ) を、水を溶媒として、8 重量 % の濃度で分散し、親水性コート剤を調製した。

【 0 0 5 1 】

比較例 2

ワコーゲル C - 2 0 0 ( 7 5 ~ 1 5 0  $\mu$  m ) を、水を溶媒として、2 4 重量 % の濃度で分散し、親水性コート剤を調製した。

【 0 0 5 2 】

50

【表 1】

表 1

|       | 多孔質粒状担体                     |                  |                     | リン酸成分  |                             | 親水性多孔質粒状基材の製造      |                       |            |                             | 親水性コート剤の調製 |                              | 作用効果について                    |                       |                     |
|-------|-----------------------------|------------------|---------------------|--------|-----------------------------|--------------------|-----------------------|------------|-----------------------------|------------|------------------------------|-----------------------------|-----------------------|---------------------|
|       | 種類                          | 粒径<br>( $\mu$ m) | 比表面積<br>( $m^2/g$ ) | 種類     | リン酸<br>水溶液<br>の濃度<br>(wt.%) | 担体と<br>リン酸の<br>重量比 | 加熱処理                  |            | 中和<br>温度<br>( $^{\circ}C$ ) | 溶媒の<br>種類  | 親水性<br>コート剤の<br>濃度<br>(wt.%) | 親水性が<br>無くなる<br>操作回数<br>(回) | 接触角<br>( $^{\circ}$ ) | 透過性<br>(透過率)<br>(%) |
|       |                             |                  |                     |        |                             |                    | 温度<br>( $^{\circ}C$ ) | 時間<br>(hr) |                             |            |                              |                             |                       |                     |
| 実施例1  | モンモリロナイト                    | 2>               | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 175                   | 1          | 28                          | 水          | 8                            | 1                           | 3.9                   | 100                 |
| 実施例2  | モンモリロナイト                    | 2>               | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 175                   | 1          | 28                          | 水          | 16                           | 1                           | 1.6                   | 89                  |
| 実施例3  | モンモリロナイト                    | 2>               | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 175                   | 1          | 28                          | 水          | 24                           | 1                           | 2.5                   | 74                  |
| 実施例4  | モンモリロナイト                    | 2>               | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 175                   | 1          | 28                          | DG         | 8                            | 3                           | 3.0                   | 100                 |
| 実施例5  | モンモリロナイト                    | 2>               | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 175                   | 1          | 28                          | DG         | 16                           | 3                           | 2.4                   | 93                  |
| 実施例6  | モンモリロナイト                    | 2>               | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 175                   | 1          | 28                          | DG         | 24                           | 2                           | 3.3                   | 98                  |
| 実施例7  | モンモリロナイト                    | 2>               | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 175                   | 1          | 28                          | PG         | 8                            | 2                           | 1.9                   | 97                  |
| 実施例8  | モンモリロナイト                    | 2>               | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 175                   | 1          | 28                          | PG         | 16                           | 3                           | 1.7                   | 95                  |
| 実施例9  | モンモリロナイト                    | 2>               | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 175                   | 1          | 28                          | PG         | 24                           | 3                           | 2.8                   | 98                  |
| 実施例10 | ナノシリカ                       | 0.02             |                     | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 160                   | 1          | 27.5                        | 水          | 16                           | 3                           | 2.6                   | 90                  |
| 実施例11 | ナノシリカ                       | 0.02             |                     | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 160                   | 1          | 27.5                        | 水          | 24                           | 2                           | 2.0                   | 93                  |
| 実施例12 | ナノシリカ                       | 0.02             |                     | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 160                   | 1          | 27.5                        | DG         | 8                            | 2                           | 2.8                   | 100                 |
| 実施例13 | ナノシリカ                       | 0.02             |                     | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 160                   | 1          | 27.5                        | DG         | 16                           | 3                           | 1.5                   | 100                 |
| 実施例14 | ナノシリカ                       | 0.02             |                     | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 160                   | 1          | 27.5                        | DG         | 24                           | 3                           | 1.7                   | 100                 |
| 実施例15 | ナノシリカ                       | 0.02             |                     | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 160                   | 1          | 27.5                        | PG         | 8                            | 1                           | 2.5                   | 98                  |
| 実施例16 | ナノシリカ                       | 0.02             |                     | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 160                   | 1          | 27.5                        | PG         | 24                           | 2                           | 2.0                   | 95                  |
| 比較例1  | シリカゲル<br>(ワコーゲル<br>C-500HG) | 5~20             | 800                 | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 160                   | 1          | 25                          | 水          | 8                            | 2                           | 4.6                   | 100                 |
| 比較例2  | シリカゲル<br>(ワコーゲル<br>C-200)   | 75~150           |                     | オルトリン酸 | 85                          | 1/4                | 150                   | 6          | 室温<br>(25 $^{\circ}C$ )     | 水          | 24                           | 3                           | 1.5                   | 50                  |

実施例 1 ~ 9 と比べて、実施例 10 ~ 11 では、リン酸アンモニウム化ナノシリカは、親水性がなくなるまでの回数はリン酸アンモニウム化モンモリロナイトに優れており、接触角および透過性はリン酸アンモニウム化モンモリロナイトと同等の結果であった。また、実施例 12 ~ 14 ではリン酸アンモニウム化ナノシリカは、親水性がなくなるまでの回数はリン酸アンモニウム化モンモリロナイトと同等であり、接触角及び透過性共にリン酸アンモニウム化モンモリロナイトより優れていた。また、実施例 15 ~ 16 では、リン酸アンモニウム化ナノシリカは、親水性がなくなるまでの回数および接触角はリン酸アンモニウム化モンモリロナイトより劣り、透過性はリン酸アンモニウム化モンモリロナイトより優れていた。

【 0 0 5 4 】

10

実施例 1 ~ 16 と比べて、比較例 1 ( シリカゲル 5 ~ 20  $\mu\text{m}$  ) の場合、透過率は 100 % であり、リン酸アンモニウム化モンモリロナイトと同等であったが、接触角が 4 . 6 °、親水性がなくなる回数 2 回であり、リン酸アンモニウム化モンモリロナイトに劣ることがわかった。

【 0 0 5 5 】

実施例 16 と比べて、比較例 2 ( シリカゲル 75 ~ 150  $\mu\text{m}$  ) の場合、親水性がなくなるまでの回数は 3 回、接触角 1 . 5 ° と今回のリン酸アンモニウム化モンモリロナイトあるいはリン酸アンモニウム化ナノシリカと同等あるいは少し下回る性能であるが、透過率が 50 % と悪くなった。なお、この場合は、始めに塗布したコート剤をふき取るにより、透過性を良くできるが、ふき取りの作業を必要とする点で利便性が悪いことが判った。

20

【 0 0 5 6 】

以上より、本願発明のリン酸アンモニウム化モンモリロナイトおよびリン酸アンモニウム化ナノシリカは、リン酸アンモニウム化シリカよりも優れた耐久性、接触角、透過性を持つことが判った。また、リン酸アンモニウム化モンモリロナイトはリン酸アンモニウム化ナノシリカと耐久性、接触角、透過性等の機能では同等、あるいはどちらかと言えば、ナノシリカの方が超親水性コート剤としては総合的に優れていると言えることが判った。しかし、ナノシリカの価格あるいは凝集し易く取り扱い難い性質を機能に加味すると、両者とも総合的に同等に優れていると言える。