

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5120112号  
(P5120112)

(45) 発行日 平成25年1月16日(2013.1.16)

(24) 登録日 平成24年11月2日(2012.11.2)

(51) Int.Cl. F I  
C O I G 9/02 (2006.01) C O I G 9/02 B

請求項の数 17 (全 18 頁)

|              |                              |           |                                     |
|--------------|------------------------------|-----------|-------------------------------------|
| (21) 出願番号    | 特願2008-173065 (P2008-173065) | (73) 特許権者 | 000006264                           |
| (22) 出願日     | 平成20年7月2日(2008.7.2)          |           | 三菱マテリアル株式会社                         |
| (65) 公開番号    | 特開2009-29699 (P2009-29699A)  |           | 東京都千代田区大手町一丁目3番2号                   |
| (43) 公開日     | 平成21年2月12日(2009.2.12)        | (74) 代理人  | 100085372                           |
| 審査請求日        | 平成23年3月30日(2011.3.30)        |           | 弁理士 須田 正義                           |
| (31) 優先権主張番号 | 特願2007-177401 (P2007-177401) | (72) 発明者  | 泉 礼子                                |
| (32) 優先日     | 平成19年7月5日(2007.7.5)          |           | 茨城県那珂市向山1002番地14 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 |
| (33) 優先権主張国  | 日本国(JP)                      | (72) 発明者  | 林 年治                                |
|              |                              |           | 茨城県那珂市向山1002番地14 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 |
|              |                              | 審査官       | 田澤 俊樹                               |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 酸化亜鉛微粒子の製造方法及び該方法により得られた酸化亜鉛微粒子を用いた分散体の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

亜鉛化合物と酢酸とグリコールとを混合して混合液を調製し、前記調製した混合液にマイクロ波を照射して50～200の温度で保持することにより、平均粒径が200nm以下であり、X線回折により測定したとき、測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークの半値幅が0.5度以下の酸化亜鉛微粒子を生成させることを特徴とする酸化亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項2】

原料として使用する亜鉛化合物が、粒径がサブミクロン以上50μm以下の酸化亜鉛の粗粒子である請求項1記載の酸化亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項3】

原料として使用する亜鉛化合物が、酢酸亜鉛である請求項1記載の酸化亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項4】

原料として使用するグリコールが、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、ジエチレングリコール、1,3-ブタンジオール又はトリエチレングリコールである請求項1記載の酸化亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項5】

マイクロ波の周波数が、890～940MHz、2400～2500MHz又は5725～5875MHzの範囲内の周波数である請求項1ないし4いずれか1項に記載の酸化

亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項 6】

マイクロ波照射による加熱の保持温度までの昇温時間が 0.5 ~ 20 分である請求項 1 ないし 5 いずれか 1 項に記載の酸化亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項 7】

マイクロ波照射による加熱保持時間が、1 ~ 60 分である請求項 1 ないし 6 いずれか 1 項に記載の酸化亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項 8】

生成させた酸化亜鉛微粒子が、球状、針状、板状、多角形状、多角錐状、多角体状及び棒状からなる群より選ばれた少なくとも 1 つの形状を有する粒子である請求項 1 ないし 7 10  
いづれか 1 項に記載の酸化亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項 9】

生成させた酸化亜鉛微粒子が、球状粒子の他に、板状、多角形状、多角錐状、多角体状及び棒状からなる群より選ばれた少なくとも 1 つの形状を有する粒子を含む、2 種類以上の粒子形状から構成される請求項 1 ないし 7 10  
いづれか 1 項に記載の酸化亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項 10】

前記混合液にマイクロ波を照射した後、得られた反応液を遠心分離して前記反応液から白色沈殿物を分離する工程と、

前記分離した白色沈殿物を溶媒に再分散させ、この分散液を遠心分離することにより行う、前記白色沈殿物の洗浄を複数回繰り返す工程と、 20

前記洗浄した白色沈殿物を 25 ~ 60 で真空乾燥する工程と

を含む請求項 1 ないし 9 10  
いづれか 1 項に記載の酸化亜鉛微粒子の製造方法。

【請求項 11】

請求項 1 ないし 10 10  
いづれか 1 項に記載の製造方法により酸化亜鉛微粒子を生成させる工程と、

前記酸化亜鉛微粒子を分散媒に分散させる工程と

を含む分散体の製造方法。

【請求項 12】

酸化亜鉛微粒子が少なくとも三角錐状と球状の双方の形状を含み、 30  
前記微粒子を構成する全ての形状を 100% とするとき、前記三角錐状の形状が含まれる割合が 10 ~ 40% の範囲である請求項 11 記載の分散体の製造方法。

【請求項 13】

酸化亜鉛微粒子が少なくともアスペクト比が 3 ~ 10 の棒状の形状を含み、  
前記微粒子を構成する全ての形状を 100% とするとき、前記棒状の形状が含まれる割合が 80 ~ 99% の範囲である請求項 11 記載の分散体の製造方法。

【請求項 14】

請求項 11 ないし 13 10  
いづれか 1 項に記載の製造方法により分散体を得る工程と、

前記分散体を用いて成膜する工程と

を含む酸化亜鉛膜の製造方法。 40

【請求項 15】

請求項 14 記載の製造方法により酸化亜鉛膜を得る工程を含む蛍光体の製造方法。

【請求項 16】

請求項 11 ないし 13 10  
いづれか 1 項に記載の製造方法により酸化亜鉛微粒子分散体を得る工程と、

前記酸化亜鉛微粒子分散体を紫外線発光体材料として用いて紫外線光源を得る工程と

を含む紫外線光源の製造方法。

【請求項 17】

請求項 11 ないし 13 10  
いづれか 1 項に記載の製造方法により酸化亜鉛微粒子分散体を得る工程と、 50

前記酸化亜鉛微粒子分散体を紫外線発光体材料として用いて紫外線レーザーを得る工程と

を含む紫外線レーザーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、高い生産性で結晶性が高く、優れた分散性を有する酸化亜鉛微粒子を製造する方法並びに該方法により得られた酸化亜鉛微粒子を用いた分散体の製造方法等に関するものである。

【背景技術】

10

【0002】

通常、湿式法で得られる酸化亜鉛微粒子は結晶性が低く、欠陥が多いことから、緑色発光体材料として用いられてきた。

【0003】

一方で、緑色の発光を消失させた紫外線光源や紫外線レーザーなどに応用できる、紫外領域に優勢な発光波長を持ち、結晶性の高い酸化亜鉛微粒子やこの結晶性の高い酸化亜鉛微粒子が分散した分散体が求められている。現在、分散性に優れた酸化亜鉛微粒子の製造方法としては、以下の技術が知られている。

【0004】

酸化亜鉛の水性スラリーに炭酸アルカリ塩を反応させて塩基性炭酸亜鉛を得る工程、該塩基性炭酸亜鉛を加熱熟成する工程、得られる熟成液に、I I I B族元素、I V B族元素及びF eよりなる群から選択される少なくとも1種の元素の水溶液塩を混合して再熟成する工程、該熟成物を脱水し乾燥する工程、得られる乾燥物を焼成する工程、該焼成物を解砕する工程を順次実施することを特徴とする導電性酸化亜鉛粉末の製法が開示されている（例えば、特許文献1参照。）。この特許文献1では、焼成を300以上、600以下の温度で行うことが記載され、具体的な実施例では、400で焼成を行っている。上記製造方法により、優れた分散性と導電性付与特性を備えた導電性酸化亜鉛粉末を提供することができる。

20

【0005】

また、少なくとも1種のアルコール又はアルコール/水混合物中での塩基性加水分解による酸化亜鉛ゲルの製造方法であって、加水分解中に最初に生成する沈殿を、酸化亜鉛が完全に綿状の塊になるまで熟成させ、次いでこの沈殿を濃縮してゲルとし、そして上澄み相から分離することを特徴とする方法が開示されている（例えば、特許文献2参照。）。この特許文献2では、塩基性加水分解に使用する塩基として、水酸化ナトリウムや水酸化カリウムが挙げられている。上記方法により、UV-A領域においても強いUV吸収を示し、散乱が最小になる優れた分散特性をも合わせて持つナノサイズ酸化亜鉛を提供することができる。

30

【特許文献1】国際公開第2004/058645号パンフレット（請求の範囲2、第3頁24～25行目、第16頁11～14行目、第23頁14行目～第26頁3行目）

【特許文献2】特表2002-537219号公報（請求項3、[0015]、[0025]）

40

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、上記特許文献1に示される方法では、多段階工程を経なければならず、また、400のような高温で焼成する必要があった。更に、高温焼成で焼結した粉体の分散性を向上させるために、焼成物を解砕する工程が必要となるため、生産性が低い問題があった。

【0007】

また、上記特許文献2に示される方法では、アルコール中で塩基によって加水分解する

50

ことによって酸化亜鉛微粒子を得るため、酸化亜鉛微粒子を得る際に焼成工程を省略することはできるが、塩基による加水分解の段階で、アルカリ金属が混入してしまうため、より多くの洗浄工程が必要となり、また、最終的に得られた酸化亜鉛微粒子中にアルカリ金属が不純物として混入する原因となっていた。また、この方法により得られる酸化亜鉛ナノ粒子の結晶性は比較的低いものであった。

【0008】

本発明の第1の目的は、多段階工程を経ることなく、高い生産性でアルカリフリーの酸化亜鉛微粒子を得ることができる、酸化亜鉛微粒子の製造方法を提供することにある。

【0009】

本発明の第2の目的は、結晶性が高く、紫外領域に優勢な発光波長を持ち、優れた分散性を有する酸化亜鉛微粒子を得ることができる、酸化亜鉛微粒子の製造方法を提供することにある。

10

【0010】

本発明の第3の目的は、微粒子の形状を所望の形状に制御することが可能な酸化亜鉛微粒子の製造方法を提供することにある。

【0011】

本発明の第4の目的は、結晶性が高く、紫外領域に優勢な発光波長を持ち、分散性に優れた酸化亜鉛微粒子、分散体、紫外線光源、紫外線レーザーの製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

20

【0012】

請求項1に係る発明は、亜鉛化合物と酢酸とグリコールとを混合して混合液を調製し、調製した混合液にマイクロ波を照射し50～200の温度で保持することにより、平均粒径が200nm以下であり、X線回折により測定したとき、測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークの半値幅が0.5度以下の酸化亜鉛微粒子を生成させることを特徴とする酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

【0013】

請求項1に係る発明では、製造原料としてグリコールを使用することによって、調製した混合物を1ポットでマイクロ波を照射するのみで、多段階工程を経ることなく、非常に高い生産性で酸化亜鉛微粒子を生成することができる。また、マイクロ波を照射して加熱保持するため、オイルバス等の熱伝導による外部加熱方法に比べて短時間で効率よく反応を進めることができる。製造原料にはアルカリ金属を使用していないため、アルカリフリーの酸化亜鉛微粒子を得ることができる。また、X線回折パターンにおける最大ピークの半値幅が0.5度以下であれば、結晶性が高く、紫外領域に優勢な発光波長を持ち、優れた分散性を有する微粒子が得られていることが確認できる。

30

【0014】

請求項2に係る発明は、請求項1に係る発明であって、原料として使用する亜鉛化合物が、粒径がサブミクロン以上50μm以下の酸化亜鉛の粗粒子である酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

【0015】

請求項2に係る発明では、粒径がサブミクロン以上50μm以下の酸化亜鉛の粗粒子は、安価に入手できるため、原料として使用する亜鉛化合物として好適である。

40

【0016】

請求項3に係る発明は、請求項1に係る発明であって、原料として使用する亜鉛化合物が、酢酸亜鉛である酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

【0017】

請求項3に係る発明では、酢酸亜鉛は、安価に入手でき、取扱いが容易な点で、原料として使用する亜鉛化合物として好適である。

【0018】

請求項4に係る発明は、請求項1に係る発明であって、原料として使用するグリコール

50

が、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、ジエチレングリコール、1,3-ブタンジオール又はトリエチレングリコールである酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

【0019】

請求項4に係る発明では、上記種類のグリコール化合物は、得られる酸化亜鉛微粒子の形状を粒状、鱗片状、棒状、多角形状など様々な形状に制御できるため、原料として使用するグリコールとして好適である。

【0020】

請求項5に係る発明は、請求項1ないし4いずれか1項に係る発明であって、マイクロ波の周波数が、890～940MHz、2400～2500MHz又は5725～5875MHzの範囲内の周波数である酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

10

【0021】

請求項6に係る発明は、請求項1ないし5いずれか1項に係る発明であって、マイクロ波照射による加熱の保持温度までの昇温時間が0.5～20分である酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

【0022】

請求項7に係る発明は、請求項1ないし6いずれか1項に係る発明であって、マイクロ波照射による加熱保持時間が、1～60分である酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

【0025】

請求項8に係る発明は、請求項1ないし7いずれか1項に係る発明であって、生成させた酸化亜鉛微粒子が球状、針状、板状、多角形状、多角錐状、多角体状及び棒状からなる群より選ばれた少なくとも一つの形状を有する粒子である酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

20

【0026】

請求項9に係る発明は、請求項1ないし7いずれか1項に係る発明であって、生成させた酸化亜鉛微粒子が球状粒子の他に、針状、板状、多角形状、多角錐状、多角体状及び棒状からなる群より選ばれた少なくとも一つの形状を有する粒子を含む、2種類以上の粒子形状から構成される酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

請求項10に係る発明は、請求項1ないし9いずれか1項に係る発明であって、上記混合液にマイクロ波を照射した後、得られた反応液を遠心分離して上記反応液から白色沈殿物を分離する工程と、上記分離した白色沈殿物を溶媒に再分散させ、この分散液を遠心分離することにより行う、上記白色沈殿物の洗浄を複数回繰り返す工程と、上記洗浄した白色沈殿物を25～60℃で真空乾燥する工程とを含む酸化亜鉛微粒子の製造方法である。

30

【0027】

請求項11に係る発明は、請求項1ないし10いずれか1項に記載の製造方法により酸化亜鉛微粒子を生成させる工程と、この酸化亜鉛微粒子を分散媒に分散させる工程とを含む分散体の製造方法である。

【0028】

請求項11に係る発明では、上記製造方法により得られた酸化亜鉛微粒子を用いることにより、優れた分散性を有する分散体を得ることができる。

40

【0029】

請求項12に係る発明は、請求項11に係る発明であって、酸化亜鉛微粒子が少なくとも三角錐状と球状の双方の形状を含み、微粒子を構成する全ての形状を100%とするとき、三角錐状の形状が含まれる割合が10～40%の範囲である分散体の製造方法である。

【0030】

請求項13に係る発明は、請求項11に係る発明であって、酸化亜鉛微粒子が少なくともアスペクト比が3～10の棒状の形状を含み、微粒子を構成する全ての形状を100%とするとき、棒状の形状が含まれる割合が80～99%の範囲である分散体の製造方法である。

50

## 【0031】

請求項14に係る発明は、請求項11ないし13いずれか1項に記載の製造方法により分散体を得る工程と、この分散体を用いて成膜する工程とを含む酸化亜鉛膜の製造方法である。

## 【0032】

請求項15に係る発明は、請求項14に記載の製造方法により酸化亜鉛膜を得る工程を含む蛍光体の製造方法である。

## 【0033】

請求項16に係る発明は、請求項11ないし13いずれか1項に記載の製造方法により酸化亜鉛微粒子分散体を得る工程と、この酸化亜鉛微粒子分散体を紫外線蛍光体材料として用いて紫外線光源を得る工程とを含む紫外線光源の製造方法である。

10

## 【0034】

請求項17に係る発明は、請求項11ないし13いずれか1項に記載の製造方法により酸化亜鉛微粒子分散体を得る工程と、この酸化亜鉛微粒子分散体を紫外線蛍光体材料として用いて紫外線レーザーを得る工程とを含む紫外線レーザーの製造方法である。

## 【発明の効果】

## 【0035】

本発明の酸化亜鉛微粒子の製造方法は、製造原料としてグリコールを使用することによって、調製した混合物を1ポットでマイクロ波を照射することのみで、多段階工程を経ることなく、非常に高い生産性で酸化亜鉛微粒子を得ることができる。また、マイクロ波を照射して加熱保持するため、オイルバス等の熱伝導による外部加熱方法に比べて短時間で効率よく反応を進めることができるので、非常に生産性が高く、かつ小粒径化が可能で、しかも結晶性が高く、紫外領域に優勢な発光波長を持ち、優れた分散性を有する酸化亜鉛微粒子が得られる。また、製造原料にアルカリ金属を使用していないため、アルカリフリーの酸化亜鉛微粒子を得ることができる。

20

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0036】

次に本発明を実施するための最良の形態を説明する。

## 【0037】

本発明の酸化亜鉛微粒子の製造方法は、亜鉛化合物と酢酸とグリコールとを混合して混合液を調製し、調製した混合液にマイクロ波を照射して50～200の温度で保持することにより、平均粒径が200nm以下であり、X線回折により測定したとき、測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークの半値幅が0.5度以下の酸化亜鉛微粒子を生成させることを特徴とする。

30

## 【0038】

製造原料としてグリコールを使用することによって、調製した混合物を1ポットでマイクロ波を照射することのみで、多段階工程を経ることなく、非常に高い生産性で酸化亜鉛微粒子を得ることができる。オイルバス等の熱伝導による外部加熱方法では、保持温度まで昇温させるのに30～60分程の時間が掛かっていたのに比べて、本発明ではマイクロ波を照射して加熱するため、0.5～20分と非常に短時間で効率良く保持温度まで昇温させることが可能である。そのため、外部加熱方法から得られる微粒子と比較して小粒径のものが得られる。また、冷却に要する時間も外部加熱方法と比較して大幅に短く、副生成物の生成を抑えたり、また反応制御、つまり粒径を制御することにおいても好適である。更に、マイクロ波を照射して加熱保持するため、オイルバス等の熱伝導による外部加熱方法に比べて短時間で効率よく反応を進めることができるので、非常に生産性が高く、しかも結晶性が高く、紫外領域に優勢な発光波長を持ち、優れた分散性を有する酸化亜鉛微粒子が得られる。また、製造原料にアルカリ金属を使用していないため、アルカリフリーの酸化亜鉛微粒子を得ることができる。

40

## 【0039】

製造原料としては、更に水を添加しても良く、添加量を多くすることで生成する酸化亜

50

鉛微粒子の粒径を大きくすることができる等、粒径の制御が水の添加量によって可能である。

【0040】

亜鉛化合物と酢酸とグリコールとを混合して得られた混合液を加熱保持して酸化亜鉛微粒子を生成させる場合、反応液中においては酸化亜鉛微粒子の表面に酢酸やグリコールが吸着し、酸化亜鉛微粒子同士が凝集しない状態が維持されていると考えられる。その際、グリコールのように、1分子中に2つの水酸基を持つ化合物は、2箇所酢酸やグリコールが吸着するため、吸着状態が非常に安定しているものと予想される。そのため、酸化亜鉛微粒子の結晶成長は、微粒子表面に安定して吸着している酢酸やグリコールによって阻害され、非常に遅い速度で結晶成長が進むこととなるため、結果として、結晶性の高い酸化亜鉛微粒子が生成することになると考えられる。

10

【0041】

また、生成させた平均粒径が200nm以下の酸化亜鉛微粒子表面には、酢酸やグリコールが安定して表面に吸着しているため、結果的に酸化亜鉛微粒子を溶媒に分散させる際も、非常に安定な分散体になり得る。

【0042】

また、生成する酸化亜鉛微粒子表面を修飾する添加剤を加えると、更に安定な分散体になり得る。添加剤としては、酸化亜鉛表面を修飾するようなものであれば特に限定されないが、高分子分散剤やSi、Ti、Al系カップリング剤等が特に好ましい。

【0043】

原料として使用する亜鉛化合物としては、粒径がサブミクロン以上50 $\mu$ m以下の酸化亜鉛の粗粒子が安価に入手できるため、好適である。また、原料として使用する亜鉛化合物としては、酢酸亜鉛が、安価に入手でき、取扱いが容易な点で、好適である。

20

【0044】

原料として酢酸を使用することとしたのは、酢酸以外の他の有機酸では加熱しても酸化亜鉛微粒子が生成せず、その有機酸からなる亜鉛錯体のままで反応が進まないからである。

【0045】

原料として使用するグリコールとしては、エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,8-オクタンジオール、1,10-デカンジオール、ピナコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール等のアルキレングリコールや、シクロペンタン-1,2-ジオール、シクロヘキサン-1,2-ジオール、シクロヘキサン-1,4-ジオール等の脂環式グリコール類や、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル、3-メチル-3-メトキシブタノール、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノアセテート等のグリコール類のモノエーテル及びモノエステル等の誘導体等が挙げられる。このうち、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、ジエチレングリコール、1,3-ブタンジオール又はトリエチレングリコールが特に好ましい。上記種類のグリコール化合物を使用することで、得られる酸化亜鉛微粒子の形状を粒状、鱗片状、棒状、多角形状など様々な形状に制御できる。

30

40

【0046】

亜鉛化合物と酢酸とグリコールと水との混合割合は、混合物全体を100質量%とするとき、亜鉛化合物の割合が0.1~20質量%、酢酸の割合が1~30質量%、グリコールの割合が60~95質量%及び水の割合が0.1~5質量%の範囲内となるように調製することが好適である。このうち、混合物全体を100質量%とするとき、亜鉛化合物の割合が0.1~10質量%、酢酸の割合が5~20質量%、グリコールの割合が75~9

50

5質量%及び水の割合が0.1~5質量%の範囲内となるように調製することが特に好ましい。亜鉛化合物の割合を上記0.1~20質量%の範囲内としたのは、下限値未満であると生産性が悪く、上限値を越えると溶媒であるグリコールに亜鉛化合物が溶解し難くなり、生産性が悪くなるからである。また、酢酸の割合を上記5~30質量%の範囲内としたのは、下限値未満であると、亜鉛化合物が溶解し難く、上限値を越えると混合液のpHが低くなりすぎて酸化亜鉛が溶けやすくなり、収率が悪くなるからである。更に、水の割合を上記0.1~5質量%の範囲内としたのは、下限値未満であると、亜鉛化合物が溶解し難くなり生産性が悪く、上限値を越えると生成する酸化亜鉛の粒径が大きくなり過ぎるか或いは反応が進み難くなるからである。

#### 【0047】

亜鉛化合物と酢酸とグリコールと水を混合して得られた混合液の加熱保持温度を50~200としたのは、50未満では反応が進行せず、200を越えると、多量の副生成物が生じるためである。このうち、好ましい加熱保持温度は100~180である。マイクロ波照射による加熱保持時間は、1~60分であることが好ましい。マイクロ波照射による加熱保持時間が1分未満では反応が進行し難く、60分を越えると多量の副生成物が発生するか或いは生産性が悪くなるからである。また、このとき照射するマイクロ波は、その周波数が890~940MHz、2400~2500MHz又は5725~5875MHzの範囲内にあることが好ましい。マイクロ波の照射強度は、0.005~20W/cm<sup>3</sup>の範囲内であることが好ましい。マイクロ波の照射強度が0.005W/cm<sup>3</sup>未満では保持温度まで昇温させるのに時間が掛かり過ぎ、20W/cm<sup>3</sup>を越えると温度が上がりすぎてしまい突沸が起こる等、温度制御が難しくなるからである。

#### 【0048】

本発明の酸化亜鉛微粒子の製造方法について説明する。

#### 【0049】

先ず、フラスコにグリコール、亜鉛化合物を順に投入し、更に酢酸と必要であれば水を添加し、混合して混合液を調製する。また、生成する酸化亜鉛微粒子表面を修飾する添加剤を加えると、更に安定な分散体得られる。添加剤としては酸化亜鉛表面を修飾するようなものなら特に限定されないが、特に高分子分散剤やSi、Ti、Al系カップリング剤等が好ましい。次いで、調製した混合液を、マグネチックスターラで攪拌し、還流しながらマイクロ波を照射して、0.5~20分かけて50~200の温度まで昇温させた後、この50~200の温度を保持するように1~60分間マイクロ波を照射し続ける。50~200に達した時点でフラスコ中の混合液が反応し、反応液中に白色の粒子が析出する。その後は自然放冷する。

#### 【0050】

得られた白色反応液はそのままで非常に安定した酸化亜鉛微粒子分散体として用いることができるが、酸化亜鉛微粒子のみを分取する場合には次のような方法にて分取することができる。先ず、得られた白色反応液を500~1500Gにて1~5時間遠心分離することで、反応液から白色沈殿物を分離する。この分離した白色沈殿物には、グリコールや副生成物等が含まれているので、白色沈殿物をエタノール、アセトン又は水等の溶媒に再分散させ、この分散液を遠心分離して、分散液から白色沈殿物を分離する工程を複数回繰り返すことにより、白色沈殿物を洗浄する。次いで、洗浄した白色沈殿物を25~60で真空乾燥することにより、所望の酸化亜鉛微粒子が得られる。このように、多段階工程を経ることがないため、高い生産性で酸化亜鉛微粒子を得ることができる。また、製造原料にアルカリ金属を使用していないため、アルカリフリーの酸化亜鉛微粒子を得ることができる。

#### 【0051】

本発明の製造方法により、生成させた酸化亜鉛微粒子をX線回折により測定したとき、測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークの半値幅が0.5度以下であれば、結晶性が高く、緑色の発光を消失させた紫外線光源や紫外線レーザーなどに応用可能な酸化亜鉛微粒子が得られていることを確認できるが、更に酢酸やグリコール又はそれら添加

10

20

30

40

50

剤が酸化亜鉛微粒子表面に修飾し、酸化亜鉛微粒子表面の欠陥を補うことで、より欠陥由来の緑色発光を消失させることができる。

【0052】

本発明の製造方法により、生成させた平均粒径が200nm以下の酸化亜鉛微粒子は、球状、針状、板状、多角形状、多角錐状、多角体状及び棒状からなる群より選ばれた少なくとも一つの形状を有することができる。このうち、生成させた酸化亜鉛微粒子が球状粒子の他に、針状、板状、多角形状、多角錐状、多角体状及び棒状からなる群より選ばれた少なくとも一つの形状を有する粒子を含む、2種類以上の粒子形状から構成される。

【0053】

本発明の製造方法により生成させた酸化亜鉛微粒子は、前述した本発明の製造方法により得られた平均粒径が200nm以下の微粒子であって、微粒子をX線回折により測定したとき、測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークの半値幅が0.5度以下であることを特徴とする。上記製造方法により得られた平均粒径が200nm以下の微粒子であって、X線回折パターンにおける最大ピークの半値幅が0.5度以下であれば、結晶性が高く、紫外領域に優勢な発光波長を持ち、優れた分散性を有する。

【0054】

本発明の分散体の製造方法は、前述した本発明の製造方法により酸化亜鉛微粒子を得る工程と、この酸化亜鉛微粒子を分散媒に分散させる工程とを含む。本発明の製造方法により得られた分散体は、優れた分散性を有する。分散媒にはアルコールが使用される。前記アルコールとしては、特に限定されないが、例えば、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、n-ブタノール、t-ブチルアルコール、ステアリルアルコール等の脂肪族1価アルコールや、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、トリメチレングリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,8-オクタンジオール、1,10-デカンジオール、ピナコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール等のアルキレングリコールや、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル、3-メチル-3-メトキシブタノール、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノアセテート等の上記グリコール類のモノエーテル及びモノエステル等の誘導体等が挙げられる。これらアルコールを1種のみ用いても良いし、2種以上を混合して用いても良い。また、この分散体は、分散体を用いてなる酸化亜鉛膜の膜厚や、塗料にした場合の酸化亜鉛含有率を十分に確保するため、酸化亜鉛微粒子の濃度が0.1~50質量%の範囲内となるように調製することが好ましい。

特に、酸化亜鉛微粒子が少なくとも三角錐状と球状の双方の形状を含み、微粒子を構成する全ての形状を100%とするとき、三角錐状の形状が含まれる割合が10~40%の範囲である分散体は、欠陥由来の緑色発光がより少なく、紫外領域での発光強度がより強い分散体となる。更に、この分散体は、酸化亜鉛微粒子が少なくともアスペクト比が3~10の棒状の形状を含み、微粒子を構成する全ての形状を100%とするとき、棒状の形状が含まれる割合が80~99%の範囲であることが好ましい。

【0055】

上記本発明の製造方法により得られた分散体は、欠陥由来の緑色発光が消失され、紫外線領域での発光強度が強いという優れた効果を奏するため、紫外線光源や紫外線レーザーを作製する際の紫外線発光体材料として用いることができる。

【0056】

また、本発明の製造方法により得られた酸化亜鉛微粒子は高い生産性で得ることができ、この酸化亜鉛微粒子を分散させた分散体を紫外線発光体材料として用いることで、製造コストを低減した紫外線光源や紫外線レーザーとすることができる。

## 【実施例】

## 【0057】

次に本発明の実施例を比較例とともに詳しく説明する。

## &lt;実施例1&gt;

## 【0058】

先ず、以下の表1に示すように、亜鉛化合物として平均粒径が $0.5\ \mu\text{m}$ の酸化亜鉛粗粒子を、溶媒としてエチレングリコールをそれぞれ用意した。また、酢酸と水を用意した。次いで、フラスコにエチレングリコール $300\ \text{g}$ 、酸化亜鉛粗粒子 $15\ \text{g}$ を順に投入し、更に酢酸と水を添加し、混合して混合液を調製した。続いて、調製した混合液をオイルバス中で、マグネチックスターラで攪拌し、還流しながら、周波数 $2.45\ \text{GHz}$ 、照射強度 $5\ \text{W}/\text{cm}^3$ のマイクロ波を照射し、約5分かけて $150^\circ\text{C}$ まで昇温させた。この加熱の際、 $145^\circ\text{C}$ に達した時点でフラスコ中に白色の粒子が析出した。その後、 $150^\circ\text{C}$ の温度を保持するように照射強度が $5\ \text{W}/\text{cm}^3$ のマイクロ波を照射し続け、20分間保持した後、自然放冷した。次に、得られた白色反応液を $1000\ \text{G}$ にて5時間遠心分離することで、反応液から白色沈殿物を分離した。更に、分離した白色沈殿物をエタノールに再分散させ、この分散液を遠心分離して、分散液から白色沈殿物を分離する工程を3回繰り返すことにより、白色沈殿物を洗浄した。最後に、洗浄した白色沈殿物を $50^\circ\text{C}$ で真空乾燥して所望の白色粉末を得た。

10

## 【0059】

得られた白色粉末をXRD(X線回折)測定した。得られたX線回折パターンを図1に示す。図1から、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。また、この測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークである(101)面による回折ピークの半値幅は $0.27^\circ$ と非常に狭く、結晶性の高い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末のTEM(透過電子顕微鏡)観察を行ったところ、粒径が $40\ \text{nm}$ の球状の粒子の中に、一部、一辺が約 $90\ \text{nm}$ の三角形の粒子が見られた。また、同様に得られた白色粉末のSEM(走査電子顕微鏡)観察を行ったところ、TEM観察で見られた三角形の粒子は、三角錐状の粒子であることが確認された。その結果を次の表2に示す。

20

## 【0060】

## &lt;実施例2&gt;

以下の表1に示すように、溶媒としてエチレングリコールの代わりにプロピレングリコールを用いた以外は実施例1と同様の方法により白色粉末を得た。

30

## 【0061】

得られた白色粉末をXRD測定したところ、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。また、この測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークである(101)面による回折ピークの半値幅は $0.32^\circ$ と非常に狭く、結晶性の高い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末のTEM観察及びSEM観察を行ったところ、粒径が $20\ \text{nm}$ の球状の粒子の中に、一部、一辺が約 $40\ \text{nm}$ の鱗片形状の粒子が見られた。その結果を次の表2に示す。

40

## 【0062】

## &lt;実施例3&gt;

以下の表1に示すように、溶媒としてエチレングリコールの代わりに1,3-プロパンジオールを用いた以外は実施例1と同様の方法により白色粉末を得た。

## 【0063】

得られた白色粉末をXRD測定したところ、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。また、この測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークである(101)面による回折ピークの半値幅は $0.23^\circ$ と非常に狭く、結晶性の高い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末のTEM観察及びSEM観察を行ったところ、粒径が $30\ \text{nm}$ の球状の粒

50

子が確認された。その結果を次の表 2 に示す。

【 0 0 6 4 】

< 実施例 4 >

以下の表 1 に示すように、溶媒としてエチレングリコールの代わりにジエチレングリコールを用いた以外は実施例 1 と同様の方法により白色粉末を得た。

【 0 0 6 5 】

得られた白色粉末を X R D 測定したところ、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。また、この測定で得られた X 線回折パターンにおける最大ピークである ( 1 0 1 ) 面による回折ピークの半値幅は 0 . 2 5 度と非常に狭く、結晶性の高い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末の T E M 観察及び S E M 観察を行ったところ、長軸が 8 0 n m、短軸が 3 0 n m の棒状の粒子が確認された。その結果を次の表 2 に示す。

< 実施例 5 >

【 0 0 6 6 】

以下の表 1 に示すように、溶媒としてエチレングリコールの代わりに 1 , 3 - ブタンジオールを用いた以外は実施例 1 と同様の方法により白色粉末を得た。

【 0 0 6 7 】

得られた白色粉末を X R D 測定したところ、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。また、この測定で得られた X 線回折パターンにおける最大ピークである ( 1 0 1 ) 面による回折ピークの半値幅は 0 . 2 2 度と非常に狭く、結晶性の高い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末の T E M 観察及び S E M 観察を行ったところ、粒径が 3 0 n m の球状の粒子が確認された。その結果を次の表 2 に示す。

【 0 0 6 8 】

< 実施例 6 >

以下の表 1 に示すように、溶媒としてエチレングリコールの代わりに 1 , 3 - プロパンジオール を用いたこと及びマイクロ波照射による加熱保持時間を 5 分としたこと以外は実施例 1 と同様の方法により白色粉末を得た。

【 0 0 6 9 】

得られた白色粉末を X R D 測定したところ、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。また、この測定で得られた X 線回折パターンにおける最大ピークである ( 1 0 1 ) 面による回折ピークの半値幅は 0 . 2 5 度と非常に狭く、結晶性の高い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末の T E M 観察及び S E M 観察を行ったところ、粒径が 4 0 n m の球状の粒子が確認された。その結果を次の表 2 に示す。

【 0 0 7 0 】

< 実施例 7 >

以下の表 1 に示すように、溶媒としてエチレングリコールの代わりに 1 , 3 - プロパンジオール を用いたこと及びマイクロ波照射による加熱保持時間を 4 0 分としたこと以外は実施例 1 と同様の方法により白色粉末を得た。

【 0 0 7 1 】

得られた白色粉末を X R D 測定したところ、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。また、この測定で得られた X 線回折パターンにおける最大ピークである ( 1 0 1 ) 面による回折ピークの半値幅は 0 . 2 1 度と非常に狭く、結晶性の高い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末の T E M 観察及び S E M 観察を行ったところ、粒径が 2 5 n m の球状の粒子が確認された。その結果を次の表 2 に示す。

【 0 0 7 2 】

< 実施例 8 >

以下の表 1 に示すように、溶媒としてエチレングリコールの代わりに 1 , 3 - プロパン

10

20

30

40

50

ジオールを用いたこと及びマイクロ波照射による加熱保持時間を60分としたこと以外は実施例1と同様の方法により白色粉末を得た。

【0073】

得られた白色粉末をXRD測定したところ、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。また、この測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークである(101)面による回折ピークの半値幅は0.20度と非常に狭く、結晶性の高い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末のTEM観察及びSEM観察を行ったところ、粒径が25nmの球状の粒子が確認された。その結果を次の表2に示す。

【0074】

<比較例1>

先ず、以下の表1に示すように、亜鉛化合物として平均粒径が0.5µmの酸化亜鉛粗粒子を、溶媒としてメタノールを、アルカリとして水酸化カリウムをそれぞれ用意した。また、酢酸と水を用意した。次いで、フラスコにメタノール及び酢酸を順に適量投入し、更にイオン交換水5gと酸化亜鉛粗粒子21.5gとを添加し還流しながら60分まで加熱し、その後、23%水酸化カリウムメタノール溶液をあらかじめ60分まで加熱していたフラスコ中の酸化亜鉛メタノール溶液に滴下した。滴下直後に反応液は白濁した。次に、得られた白色反応液を500Gにて30分間遠心分離することで、反応液から白色沈殿物を分離した。更に、分離した白色沈殿物をエタノールに再分散させ、この分散液を遠心分離して、分散液から白色沈殿物を分離する工程を3回繰り返すことにより、白色沈殿物を洗淨した。最後に、洗淨した白色沈殿物を50°Cで真空乾燥して所望の白色粉末を得た。

【0075】

得られた白色粉末をXRD測定した。得られたX線回折パターンを図2に示す。図2から、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。しかしながら、ピークは実施例1のピークと比較するとブロードであった。この測定で得られたX線回折パターンにおける最大ピークである(101)面による回折ピークの半値幅は1.1度と非常に広く、結晶性の低い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末のTEM観察及びSEM観察を行ったところ、粒径が10nmの球状の粒子が確認された。その結果を次の表2に示す。

【0076】

<比較例2>

以下の表1に示すように、酢酸の代わりにギ酸を用いた以外は実施例3と同様の方法により酸化亜鉛微粒子の合成を試みたが、加熱を継続してもギ酸と亜鉛との化合物のみで存在し、酸化亜鉛微粒子は発生しなかった。その結果を次の表2に示す。

【0077】

<比較例3>

以下の表1に示すように、酢酸の代わりに2-エチルヘキサン酸を用いた以外は実施例3と同様の方法により酸化亜鉛微粒子の合成を試みたが、加熱を継続しても2-エチルヘキサン酸と亜鉛との化合物のみで存在し、酸化亜鉛微粒子は発生しなかった。その結果を次の表2に示す。

【0078】

<比較例4>

以下の表1に示すように、酢酸の代わりにプロピオン酸を用いた以外は実施例3と同様の方法により酸化亜鉛微粒子の合成を試みたが、加熱を継続してもプロピオン酸と亜鉛との化合物のみで存在し、酸化亜鉛微粒子は発生しなかった。その結果を次の表2に示す。

【0079】

<比較例5>

以下の表1に示すように、溶媒としてグリコールの代わりに2-n-ブトキシエタノールを用いた以外は実施例1と同様の方法により白色粉末を得た。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 8 0 】

得られた白色粉末を X R D 測定した。得られた X 線回折パターンを図 3 に示す。図 3 から、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。しかしながら、この測定で得られた X 線回折パターンにおける最大ピークである ( 1 0 1 ) 面による回折ピークの半値幅は 0 . 5 9 度と広く、結晶性に劣る酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末の T E M 観察及び S E M 観察を行ったところ、粒径が 5 n m の球状の粒子が確認された。その結果を次の表 2 に示す。

## 【 0 0 8 1 】

< 比較例 6 >

以下の表 1 に示すように、溶媒としてグリコールの代わりにエタノールを用いた以外は実施例 1 と同様の方法により白色粉末を得た。

## 【 0 0 8 2 】

得られた白色粉末を X R D 測定した。得られた X 線回折パターンを図 4 に示す。図 4 から、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。しかしながら、この測定で得られた X 線回折パターンにおける最大ピークである ( 1 0 1 ) 面による回折ピークの半値幅は 0 . 7 2 度と広く、結晶性に劣る酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末の T E M 観察及び S E M 観察を行ったところ、粒径が 1 5 n m の球状の粒子が確認された。その結果を次の表 2 に示す。

## 【 0 0 8 3 】

< 比較例 7 >

以下の表 1 に示すように、溶媒としてエチレングリコールの代わりに 1 , 3 - プロパンジオールを用いたこと及びマイクロ波照射による加熱保持時間を 1 2 0 分としたこと以外は実施例 1 と同様の方法により白色粉末を得た。

## 【 0 0 8 4 】

得られた白色粉末を X R D 測定したところ、その測定ピーク位置は六方晶酸化亜鉛と完全に一致し、得られた粉末が酸化亜鉛粉末であることが確認された。また、この測定で得られた X 線回折パターンにおける最大ピークである ( 1 0 1 ) 面による回折ピークの半値幅は 0 . 2 0 度と非常に狭く、結晶性の高い酸化亜鉛粒子であることが判った。また、得られた白色粉末の T E M 観察及び S E M 観察を行ったところ、粒径が 2 5 n m の球状の粒子が確認された。その結果を次の表 2 に示す。

## 【 0 0 8 5 】

10

20

30

【表 1】

|       | 亜鉛化合物          | 有機酸        | 溶媒               | マイクロ波       |          |                          |
|-------|----------------|------------|------------------|-------------|----------|--------------------------|
|       |                |            |                  | 加熱保持時間[min] | 周波数[GHz] | 照射強度[W/cm <sup>3</sup> ] |
| 実施例 1 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | エチレングリコール        | 20          | 2.45     | 5                        |
| 実施例 2 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | プロピレングリコール       | 20          | 2.45     | 5                        |
| 実施例 3 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | 1,3-プロパンジオール     | 20          | 2.45     | 5                        |
| 実施例 4 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | ジエチレングリコール       | 20          | 2.45     | 5                        |
| 実施例 5 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | 1,3-ブタンジオール      | 20          | 2.45     | 5                        |
| 実施例 6 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | 1,3-プロパンジオール     | 5           | 2.45     | 5                        |
| 実施例 7 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | 1,3-プロパンジオール     | 40          | 2.45     | 5                        |
| 実施例 8 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | 1,3-プロパンジオール     | 60          | 2.45     | 5                        |
| 比較例 1 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | メタノール<br>水酸化カリウム | 照射せず        | 照射せず     | 照射せず                     |
| 比較例 2 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | ギ酸         | 1,3-プロパンジオール     | 20          | 2.45     | 5                        |
| 比較例 3 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 2-エチルヘキサン酸 | 1,3-プロパンジオール     | 20          | 2.45     | 5                        |
| 比較例 4 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | プロピオン酸     | 1,3-プロパンジオール     | 20          | 2.45     | 5                        |
| 比較例 5 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | 2-n-ブトキシエタノール    | 20          | 2.45     | 5                        |
| 比較例 6 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | エタノール            | 20          | 2.45     | 5                        |
| 比較例 7 | 0.5 μm 酸化亜鉛粗粒子 | 酢酸         | 1,3-プロパンジオール     | 120         | 2.45     | 5                        |

【 0 0 8 6 】

10

20

30

【表 2】

|       | 酸化亜鉛微粒子    |                |               |
|-------|------------|----------------|---------------|
|       | 粒子形状       | 粒径[nm]         | (101)値ピークの半値幅 |
| 実施例 1 | 球状<br>三角錐状 | 40<br>90       | 0.27          |
| 実施例 2 | 球状<br>鱗片状  | 20<br>40       | 0.32          |
| 実施例 3 | 球状         | 30             | 0.23          |
| 実施例 4 | 棒状         | 長軸 80<br>短軸 30 | 0.25          |
| 実施例 5 | 球状         | 30             | 0.22          |
| 実施例 6 | 球状         | 40             | 0.25          |
| 実施例 7 | 球状         | 25             | 0.21          |
| 実施例 8 | 球状         | 25             | 0.20          |
| 比較例 1 | 球状         | 10             | 1.1           |
| 比較例 2 | 結晶発生せず     |                | —             |
| 比較例 3 | 結晶発生せず     |                | —             |
| 比較例 4 | 結晶発生せず     |                | —             |
| 比較例 5 | 球状         | 5              | 0.59          |
| 比較例 6 | 球状         | 15             | 0.72          |
| 比較例 7 | 球状         | 25             | 0.20          |

## &lt; 実施例 9 &gt;

実施例 1 で得られた酸化亜鉛微粒子を濃度が 1 質量%となるようにエタノールに添加し、この添加液に超音波を約 20 分ほどかけて微粒子を分散させることにより、酸化亜鉛微粒子分散液を得た。

## 【0087】

## &lt; 比較試験 1 &gt;

実施例 9 で得られた酸化亜鉛微粒子分散液を静置し、その際に分散液に生じる沈降物の有無によって分散液の分散性を評価したところ、2 週間後でも分散液中には沈降物がなく、非常に分散性に優れた分散液であることが確認された。

## 【0088】

## &lt; 比較試験 2 &gt;

実施例 9 で得られた酸化亜鉛微粒子分散液を用いて蛍光測定を行った。その結果を図 5 に示す。

## 【0089】

図 5 より明らかのように、発光及び吸収スペクトルにおいては、波長 400 ~ 600 nm 間の緑色発光ピークは見られず、発光ピーク波長は 380 nm 付近の紫外線発光のみであった。

10

20

30

40

50

## 【図面の簡単な説明】

【0090】

【図1】実施例1で得られた酸化亜鉛微粒子のX線回折パターンを示す図。

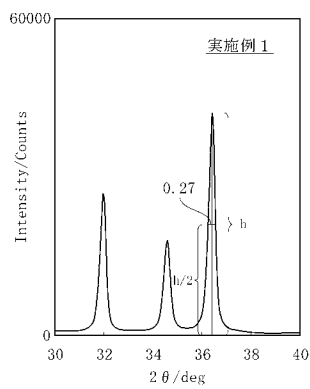
【図2】比較例1で得られた酸化亜鉛微粒子のX線回折パターンを示す図。

【図3】比較例5で得られた酸化亜鉛微粒子のX線回折パターンを示す図。

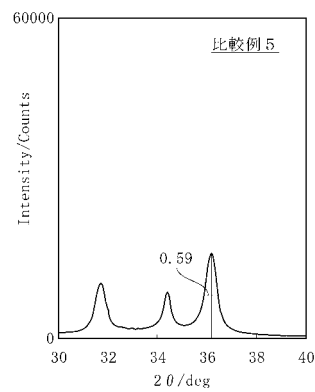
【図4】比較例6で得られた酸化亜鉛微粒子のX線回折パターンを示す図。

【図5】実施例9の酸化亜鉛微粒子分散液における発光及び吸収スペクトル図。

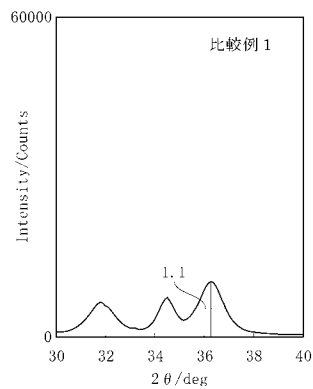
【図1】



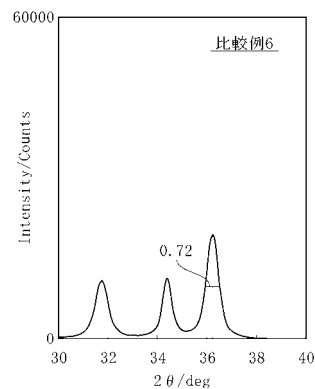
【図3】



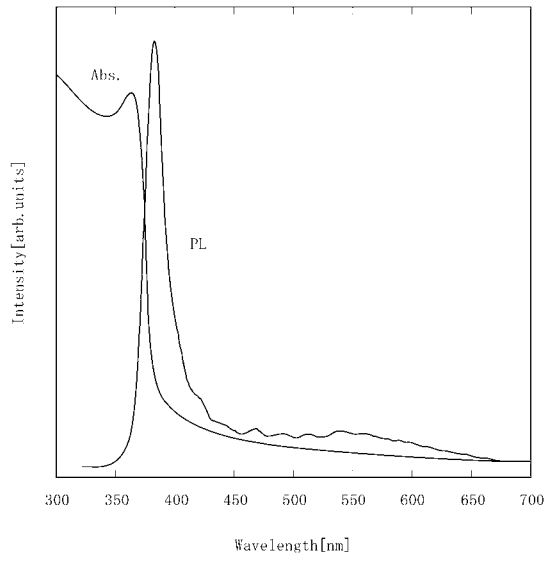
【図2】



【図4】



【 5 】



---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平07 - 232919 (JP, A)  
特開2005 - 298282 (JP, A)  
特開2004 - 075511 (JP, A)  
特開2005 - 264089 (JP, A)  
特開平07 - 328421 (JP, A)  
特開2003 - 268368 (JP, A)  
国際公開第2004 / 058645 (WO, A1)  
特表2002 - 537219 (JP, A)  
特開2006 - 224099 (JP, A)  
特開2006 - 248920 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C01G 1/00 - 99/00