

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. C09C 1/04 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2006년06월26일 10-0592832 2006년06월16일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2003-7014820	(65) 공개번호	10-2004-0010643
(22) 출원일자	2003년11월14일	(43) 공개일자	2004년01월31일
번역문 제출일자	2003년11월14일		
(86) 국제출원번호	PCT/JP2002/004848	(87) 국제공개번호	WO 2002/94946
국제출원일자	2002년05월20일	국제공개일자	2002년11월28일

(30) 우선권주장	JP-P-2001-00148940	2001년05월18일	일본(JP)
	60/292,923	2001년05월24일	미국(US)

(73) 특허권자           쇼와 덴코 가부시카가이샤  
                          일본국 도쿄도 미나토구 시바다이몬 1초메 13반 9고

(72) 발명자            하기하라, 히로유키  
                          일본467-0043아이찌나고와시미쯔호구다께미쵸4-89-1-2

                          다나카, 준  
                          일본931-8577도야마도야마시니시노미야마쵸3-1쇼와티타늄코., 엘티  
                          디.내

                          고고이, 히사오  
                          일본931-8577도야마도야마시니시노미야마쵸3-1쇼와티타늄코., 엘티  
                          디.내

(74) 대리인            주성민  
                          위혜숙

심사관 : 이동욱

(54) 코팅된 산화 아연 입자, 및 그의 제조 방법 및 용도

요약

산화 아연 입자의 표면이 금속 비누로 코팅된, 코팅된 산화 아연 입자는 수지내에서 뛰어난 분산성을 나타낸다. 상기 입자를 함유하는 열가소성 수지 조성물 및 상기 조성물로부터 제조된 성형품은 뛰어난 가시광 투광 특성 및 자외선 차광 특성을 나타낸다.

색인어

산화 아연 입자, 금속 비누, 열가소성 수지 조성물, 성형품, 분산성

## 명세서

### 기술분야

본 출원은 35 U. S. C. 섹션 119 (e) (1) 하에서 2001년 5월 24일에 출원된 미국 가특허출원 제60/292923호의 이익을 주장한다.

본 발명은 수지 제품, 고무 제품, 종이 제품, 화장품, 의약품, 페인트, 인쇄용 잉크, 세라믹 제품, 전자 부품 등에서 사용되는 산화 아연에 관한 것이며, 더욱 구체적으로는 수지내에서 뛰어난 분산성을 나타내는 코팅된 산화 아연 입자; 뛰어난 가시광 투광 특성 및 자외선 차광 특성을 갖는 상기 입자를 함유하는 열가소성 수지 조성물; 상기 조성물로부터 형성된 성형품; 및 상기 입자, 조성물 및 성형품의 제조 방법에 관한 것이다.

### 배경기술

산화 아연 (아연화 (亞鉛華))은 오랫동안 백색 안료로 알려져 있었다. 이러한 산화 아연은 하기 광학 특성을 나타낸다. 산화 아연은 직경이 가시광 파장의 약 절반인 미립자로 형성되는 경우에 이산화 아연 입자의 산란 효과가 상당히 감소되기 때문에 입자가 가시광은 통과시키며, 자외선은 산화 아연의 뛰어난 자외선 흡수 효과로 인하여 선택적으로 흡수한다.

통상적으로 공지된 자외선 흡수제는 유기 자외선 흡수제, 예를 들어 벤조페논계 흡수제, 벤조트리아졸계 흡수제, 살리실레이트계 흡수제 및 치환된-아크릴로니트릴계 흡수제를 포함한다. 그러나, 안전성의 면에서 이러한 자외선 흡수제의 사용이 제한된다. 한편, 이러한 자외선 흡수제를 열가소성 수지 또는 유사한 물질에 첨가하여 얻어진 혼합물을 성형하는 경우, 흡수제는 불량한 내열성으로 인해 성형시에 분해되거나 블리드아웃 (bleedout)된다. 따라서, 뛰어난 안전성 및 고내열성을 나타내는 산화 아연 입자는 유기 자외선 흡수제의 대체품으로서 주목받고 있다.

이러한 산화 아연 입자를 함유하는 자외선 흡수제에 대해서는, 일본 특허 출원 공개 제5-171130호에는 0.1  $\mu\text{m}$  이하의 입도를 갖는 산화 아연 미세 분말을 투명 수지에 첨가한 수지 성형품이 개시되어 있다. 일본 특허 출원 공개 제5-295141호 및 제11-302015호에는 광촉매 효과에 의한 미립자의 내후성의 손상을 감소시키고 수지내에 미립자의 분산성을 개선하기 위해 규소 화합물로 코팅된 산화 아연 입자가 개시되어 있다.

또한, 일본 특허 제2501663호 (국제 특허 공개 WO 제90/06974호)에서는 조성물을 수불용성 금속 비누의 침착물로 코팅함으로써 산화 아연 안료 조성물을 캡슐화하는 방법을 제안하고 있다. 이러한 방법에서, 탄소수 7 내지 22의 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 수용성 알칼리 금속 염, 및 금속 양이온 및 무기 음이온 부분으로 구성된 수용성 금속염을 안료 산화 아연 조성물을 포함하는 슬러리에 첨가한다. 금속 양이온은 원소 주기율표의 IB, II, III, IV, V, VIB, VIIB 또는 VIII 족으로부터 선택되고, 무기 음이온 부분은 질산 이온, 황산 이온, 및 할로젠 이온으로 구성된 군으로부터 선택되므로, 포화 및 불포화 모노카르복실산의 수용성 금속 비누가 형성되고 침착된다.

그러나, 상기 문헌에 개시된 기술을 통해 제조된 통상적인 산화 아연 입자는 상당히 응집성이며 수지내에 균일하게 분산시키기 어렵다. 따라서, 얻어진 수지 조성물은 혼탁해지므로 충분한 투명성을 반드시 나타내지는 못한다.

또한, 표면 처리에서 물 또는 유기 용매와 같은 용매를 사용하는 방법은 용매의 여과 및 건조 단계를 필요로 하고, 분말의 건조 및 응집으로 인해 침착된 표면 처리제의 불균일한 분포를 야기하는 경향이 있다. 따라서, 이러한 방법은 코팅된 산화 아연 입자의 뛰어난 분산성을 얻기 어렵다는 단점을 갖는다.

### 발명의 상세한 설명

본 발명은 수지내에서 뛰어난 분산성을 나타내는 코팅된 산화 아연 입자; 뛰어난 가시광 투광 특성 및 자외선 차광 특성을 갖는 상기 입자를 함유하는 열가소성 수지 조성물; 상기 조성물로부터 형성된 성형품; 및 상기 입자, 조성물 및 성형품의 제조 방법을 제공하는 것을 포함한다.

본 발명자들은 광범위한 연구를 수행하여, 산화 아연 입자를 금속 비누로 코팅함으로써 상기 목적을 달성하였다.

따라서, 본 발명은 하기를 제공한다.

- (1) 산화 아연 입자를 금속 비누와 금속 비누의 용점 이상의 온도에서 혼합하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는, 금속 비누로 코팅된 산화 아연 입자를 제조하는 방법.
- (2) 상기 (1)에 따른 방법을 통해 제조된, 금속 비누로 코팅된 산화 아연 입자.
- (3) 산화 아연이 0.005 내지 0.1  $\mu\text{m}$ 의 평균 1차 입도를 갖는, 상기 (2)에 따른 코팅된 산화 아연 입자.
- (4) 금속 비누가 마그네슘, 아연, 바륨, 칼슘 및 알루미늄으로 구성된 군으로부터 선택되는 1종 이상의 금속의 지방산 염인, 상기 (2) 또는 (3)에 따른 코팅된 산화 아연 입자.
- (5) 금속 비누가 라우르산, 미리스트산, 팔미트산, 스테아르산, 이소스테아르산, 올레산, 베헨산, 몬탄산, 및 이들의 유도체로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상의 지방산의 금속 염인, 상기 (2) 내지 (4) 중 어느 하나에 따른 코팅된 산화 아연 입자.
- (6) 금속 비누가 스테아르산 아연, 스테아르산 마그네슘, 및 스테아르산 칼슘으로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상인, 상기 (2) 또는 (3)에 따른 코팅된 산화 아연 입자.
- (7) 산화 아연 입자가 그의 표면에 실록산 결합을 갖는, 상기 (2) 내지 (6) 중 어느 하나에 따른 코팅된 산화 아연 입자.
- (8) 1종 이상의 열가소성 수지 및 상기 (2) 내지 (7) 중 어느 하나에 따른 코팅된 산화 아연 입자를 포함하는 열가소성 수지 조성물.
- (9) 배합물 또는 마스터배치의 형태인, 상기 (8)에 따른 열가소성 수지 조성물.
- (10) 산화 아연 입자의 양이 조성물 전체를 기준으로 0.01 내지 80 질량% 범위인, 상기 (8)에 따른 열가소성 수지 조성물.
- (11) 상기 (8) 내지 (10) 중 어느 하나에 따른 열가소성 수지 조성물의 성형을 통해 형성되는 성형품.
- (12) 섬유, 필름 및 플라스틱 성형품으로부터 선택되는 1종 이상인, 상기 (11)에 따른 성형품.
- (13) 상기 (2) 내지 (7) 중 어느 하나에 따른 코팅된 산화 아연 입자를 첨가하는 단계를 포함하는, 상기 (8) 내지 (10) 중 어느 하나에 따른 열가소성 수지 조성물을 제조하는 방법.
- (14) 상기 (8) 내지 (10) 중 어느 하나에 따른 열가소성 수지 조성물을 성형하는 단계를 포함하는, 상기 (11) 또는 (12)에 따른 성형품을 제조하는 방법.

<발명의 실시하기 위한 최선의 형태>

본 명세서에 사용된 바와 같이, "금속 비누"란 용어는 금속-함유 지방산 염 중에서 탄소수 10 이상의 지방산의 염을 의미한다. 금속 비누의 예에는 라우르산, 미리스트산, 팔미트산, 스테아르산, 이소스테아르산, 올레산, 베헨산, 몬탄산, 및 이들의 유도체 등의 금속 염이 포함된다. 금속 염을 구성하는 원소의 예에는 마그네슘, 아연, 바륨, 칼슘 및 알루미늄이 포함된다. 이러한 금속 비누 중 예를 들어 스테아르산 아연, 스테아르산 마그네슘 또는 스테아르산 칼슘은 산업상 입수가 용이하며 수지내에서 산화 아연 입자의 분산성을 개선하는 뛰어난 효과를 발휘하기 때문에 바람직하다. 이러한 금속 비누는 바람직하게는 본 발명에서 사용될 수 있다.

본 발명에서 사용되는 산화 아연 입자는 입자가 주로 산화 아연을 포함하며 상기 언급된 광학 특성을 나타내기만 한다면 특별히 한정되지 않는다. 본 발명에서 원료로 사용되는 산화 아연을 제조하기 위한 방법은 특별히 한정되지 않으며, 산화 아연은 프렌치 방법, 아메리칸 방법, 및 습윤 방법 중 임의의 것에 의해 제조될 수 있다. 산화 아연 입자는 바람직하게는 0.001 내지 0.2  $\mu\text{m}$ , 더욱 바람직하게는 0.005 내지 0.1  $\mu\text{m}$ 의 평균 1차 입도를 갖는다. 평균 1차 입도가 0.001  $\mu\text{m}$ 미만인 경우에는 입자의 효율적인 제조가 어려워지는 반면, 평균 1차 입도가 0.2  $\mu\text{m}$ 를 초과하는 경우에는 입자를 구성하는 코팅된 산화 아연 입자를 함유하는 수지가 충분한 투명성을 나타내지 못할 수 있다.

본 발명에서 산화 아연 입자를 함유하는 수지에 내후성 및 전기 전도성과 같은 특성을 부여하기 위해, 표면 처리를 수행한 산화 아연 입자를 원료로 사용할 수 있다. 예를 들어, 코팅된 산화 아연 입자를 함유하는 수지의 내후성을 개선하기 위해 그의 표면에 실록산 결합을 갖는 산화 아연 입자를 사용할 수 있다. 실록산 결합을 갖는 산화 아연 입자의 예에는 실리카, 실리콘, 알콕시실란 등으로 코팅된 산화 아연 입자가 포함된다. 코팅 방법의 예에는 이에 제한되지는 않지만 산화 아연 입자를 실리콘 또는 알콕시실란과 건식-혼합하는 방법; 산화 아연 입자를 소듐 실리케이트 수용액에 첨가하여 얻어진 용액을 염산 또는 황산으로 중화시킨 후, 여과, 세척 및 건조시키는 방법이 포함된다.

본 발명의 코팅된 산화 아연 입자는 예를 들어 고속 혼합기를 사용하여 금속 비누의 용점 이상의 온도에서 산화 아연 입자를 금속 비누와 혼합함으로써 제조된다. 이렇게, 금속 비누의 용점 이상의 온도에서 산화 아연 입자를 금속 비누와 혼합하는 경우, 산화 아연 입자는 금속 비누로 균일하게 코팅된다.

산화 아연 입자를 금속 비누와 금속 비누의 용점 미만의 온도에서 혼합하는 경우, 입자를 금속 비누로 균일하게 코팅하기 어렵고 수지내에서 입자의 분산성이 개선되지 못할 수 있다. 코팅된 산화 아연 입자를 후술하는 수지에 첨가하는 경우, 금속 비누의 양은 산화 아연 입자 전체를 기준으로 바람직하게 0.1 내지 50 질량%, 더욱 바람직하게는 1 내지 20 질량%이다. 상기량이 0.1 질량% 미만인 경우 산화 아연 입자는 수지내에서 양호한 분산성을 나타내지 못하는 반면, 상기량이 50 질량%를 초과하는 경우 성형 동안 블리드아웃의 발생 및 매연(soot)의 생성과 같은 문제점이 발생한다.

코팅된 산화 아연 입자 및 열가소성 수지를 용융-혼련시켜 이축 혼련 압출기중에서 펠렛화하는 경우, 압출 압력의 증가가 적을수록 코팅된 산화 아연 입자가 수지내에서 더욱 뛰어난 분산성을 갖는다고 여겨진다. 예를 들어, 크기가 15 mm인 소형 이축 혼련 압출기 (KZW15-30MG, 테크노블 코포레이션 (Technovel Corporation)의 제품)를 사용하는 경우, 코팅된 산화 아연 입자 (22 질량부) 및 저밀도 폴리에틸렌 (Jrex JH607C, 제펜 폴리올레핀스 코., 엘티디. (Japan Polyolefins Co., Ltd.)의 제품)(78 질량부)를 150 °C에서 용융-혼련시키고, 1 kg/시간의 압출 속도에서 펠렛화함으로써, 직경이 1 mm이고 길이가 3 내지 5 mm이고 중량이 0.003 내지 0.01 g인 산화 아연 입자 함유 저밀도 폴리에틸렌 원주형 배합물 (1 kg)을 제조한다. 배합물 (1 kg)이 제조되는 경우, 45 μm의 스테인레스강 메쉬를 이축 혼련 압출기의 브레이커 플레이트상에 장치한다. 이와 같이 코팅된 산화 아연 입자를 사용하여 배합물 (1 kg)을 제조하는 경우, 압출 압력의 증가가 5 MPa 이하, 바람직하게는 2 MPa 이하이다.

본 발명의 산화 아연 입자를 열가소성 수지에 첨가함으로써 열가소성 수지 조성물을 제조할 수 있다. 열가소성 수지의 구체적인 예에는 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리스티렌, 폴리에틸렌 테레프탈레이트, AS 수지, ABS 수지, AES 수지, 폴리비닐리덴 클로라이드, 메타크릴계 수지, 폴리비닐 클로라이드, 폴리아미드, 폴리카르보네이트, 폴리알릴 에스테르, 폴리이미드, 폴리아세탈, 폴리에테르 케톤, 폴리에테르 술폰, 폴리페닐 옥시드 및 폴리페닐렌 술퍼드가 포함된다.

본 발명의 산화 아연 입자를 함유하는 열가소성 수지 조성물은 배합물, 마스터배치 등의 형태로 사용될 수 있다. 열가소성 수지 조성물내 산화 아연 입자의 양은 조성물 전체를 기준으로 0.01 내지 80 질량%, 바람직하게는 1 내지 50 질량%이다. 열가소성 수지 조성물은 산화제 및 대전방지제와 같은 첨가제를 함유할 수 있다.

본 발명에서, 상기 언급된 열가소성 수지 조성물을 성형하여 자외선 차단 특성을 나타내는 성형품을 제조할 수 있다. 성형품의 예에는 섬유, 필름 및 플라스틱 성형품이 포함된다.

또한, 본 발명의 성형품은 구조체의 일부에 포함될 수 있다. 이러한 구조체는 특별히 한정되지는 않지만 예를 들어 무기 화합물, 예를 들어 금속, 콘크리트, 유리, 세라믹 등; 또는 유기 화합물, 예를 들어 종이, 플라스틱, 목재, 가죽 등으로 구성될 수 있다. 다르게는, 이러한 화합물의 혼합물을 사용할 수 있다. 구조체의 예에는 포장재, 건축재, 기계, 차량, 유리제품, 전기제품, 농업자재, 전자 기기, 공구, 식기류, 목욕용품, 세면용구, 가구, 의류, 옷감, 섬유, 가죽제품, 종이제품, 운동용품, 이불, 용기, 안경, 간판, 배판, 배선, 금속제품, 위생용품, 자동차 부품, 텐트, 스타킹, 양말, 장갑, 마스크 등이 포함된다.

### 실시예

본 발명을 실시예에 의해 하기에 더욱 상세하게 설명할 것이며, 상기 실시예가 본 발명을 한정하는 것으로 여겨서는 안 된다.

#### <실시예 1>

산화 아연 입자 (1차 입자의 크기:  $0.03 \mu\text{m}$ )(UFZ-40, 쇼와 티타늄 코., 엘티디. (Showa Titanium Co., Ltd.)(20 kg) 및 스테아르산 아연 (징크 스테아레이트 S, 융점:  $120 \text{ }^\circ\text{C}$ , NOF 코포레이션 (NOF Corporation)의 제품)(2 kg)을 300-리터 고속 교반 혼합기 (수퍼 믹서 (Super Mixer) SMG-300, 가와타 엠에프지 코., 엘티디. (KAWATA MGF Co., Ltd.)의 제품)에 넣었다. 그 후, 얻어진 혼합물을 얻어진 분말의 온도가  $140 \text{ }^\circ\text{C}$ 가 될 때까지 증기를 사용하여 외부로부터 가열하면서  $20 \text{ m/s}$ 의 임펠러 선단 속도에서 혼합하였다. 이어서, 분말을 냉각시켜 스테아르산 아연으로 코팅된 산화 아연 입자를 수득하였다.

그 후, 스테아르산 아연으로 코팅된 산화 아연 (22 질량부) 및 저밀도 폴리에틸렌 (Jrex JH607C, 제펜 폴리올레핀스 코., 엘티디.의 제품)(78 질량부)를 크기가  $15 \text{ mm}$ 인 소형 이축 혼련 압출기 (KZW15-30MG, 테크노블 코포레이션)를 사용하여  $150 \text{ }^\circ\text{C}$ 에서 용융-혼련시키고,  $1 \text{ kg/시간}$ 의 압출 속도에서 펠렛화함으로써, 직경이  $1 \text{ mm}$ 이고 길이가 3 내지  $5 \text{ mm}$ 이고 중량이  $0.003$  내지  $0.01 \text{ g}$ 인 산화 아연 입자를 함유하는 저밀도 폴리에틸렌 원주형 배합물 ( $1 \text{ kg}$ )을 제조하였다. 배합물 ( $1 \text{ kg}$ )이 제조되었을 때, 이축 혼련 압출기의 브레이커 플레이트상에  $45 \mu\text{m}$ 의 스테인레스강 메쉬를 장치하고, 압력 상승을 측정하였다. 그 결과, 압력은  $0.5 \text{ MPa}$ 만이 상승되었고, 스테아르산 아연으로 코팅된 산화 아연 입자가 저밀도 폴리에틸렌에서 균일하게 분산되어 있음을 알게되었다.

이어서, 산화 아연 입자를 함유하는 상기 제조된 저밀도 폴리에틸렌 화합물 ( $200 \text{ g}$ )과 저밀도 폴리에틸렌 (Jrex JH607C, 제펜 폴리올레핀스 코., 엘티디.의 제품)( $1,800 \text{ g}$ )을 V-형 블렌더 (RKI-40, 이케모토 사이언티픽 테크놀로지 코., 엘티디. (Ikemoto Scientific Technology Co., Ltd.)의 제품)를 사용하여 10 분 동안 함께 혼합하여 펠렛 혼합물을 제조하였다.

이어서, 얻어진 펠렛 혼합물을  $200 \text{ mm}$ 의 T 다이가 있는 소형 이축 혼련 압출기 (KZW15-30MG, 테크노블 코포레이션)를 사용하여  $250 \text{ }^\circ\text{C}$ 의 다이 온도에서 압출하여 두께가  $80 \mu\text{m}$ 인 필름을 형성하였다. 분광광도계 (UV-2400PC, 시마즈 코포레이션 (Shimadzu Corporation)의 제품)를 사용하여 얻어진 저밀도 폴리에틸렌 필름의 투광도를 측정하였다.  $360 \text{ nm}$ 에서의 투광도가  $0 \%$ 인 것으로 밝혀졌으며,  $550 \text{ nm}$ 에서의 투광도는  $90 \%$ 인 것으로 밝혀졌다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다. 폴리에틸렌 필름이 혼탁해져서 그의 투명성이 저하되는 경우, 필름의 가시적인 투광도가 저하된다. 따라서,  $550 \text{ nm}$ 에서 필름의 투광도를 투광도 지수로 사용한다.

#### <실시예 2>

스테아르산 아연을 스테아르산 칼슘 (칼슘 스테아레이트 S, 융점:  $152 \text{ }^\circ\text{C}$ , NOF 코포레이션의 제품)으로 대체하고 혼합을 고속 교반 혼합기를 사용하여  $160 \text{ }^\circ\text{C}$ 의 가열하에서 수행한 것을 제외하고는, 실시예 1의 공정을 반복하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

#### <실시예 3>

스테아르산 아연을 스테아르산 마그네슘 (마그네슘 스테아레이트 S, 융점:  $123 \text{ }^\circ\text{C}$ , NOF 코포레이션의 제품)으로 대체한 것을 제외하고는, 실시예 1의 공정을 반복하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

#### <실시예 4>

스테아르산 아연을 베헨산 마그네슘 (MS-7, 융점:  $116 \text{ }^\circ\text{C}$ , 에이신 케미칼 코., 엘티디. (Eisin Chemical Co., Ltd.)의 제품)으로 대체한 것을 제외하고는, 실시예 1의 공정을 반복하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

#### <실시예 5>

스테아르산 아연을 라우르산 아연 (Z3-3, 융점:  $130 \text{ }^\circ\text{C}$ , NOF 코포레이션의 제품)으로 대체한 것을 제외하고는, 실시예 1의 공정을 반복하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

#### <실시예 6>

산화 아연 입자 (1차 입자의 크기:  $0.03 \mu\text{m}$ )(UFZ-40, 쇼와 티타늄 코., 엘티디.의 제품)( $20 \text{ kg}$ )를 300-리터 고속 교반 혼합기 (수퍼 믹서 SMG-300, 가와타 엠에프지 코., 엘티디.의 제품)에 넣은 후,  $10 \text{ m/s}$ 의 임펠러 선단 속도에서 혼합하였다. 이어서, 실록산 결합을 갖는 실리콘 (AFP-1, 신에쯔 케미칼 코., 엘티디. (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)( $600 \text{ g}$ )을 2개

의 유체 노즐을 통해 혼합기 내의 산화 아연 입자 위에 분무하였다. 그 후, 얻어진 산화 아연 입자를 얻어진 분말의 온도가 140 °C가 될 때까지 증기를 사용하여 외부로부터 가열하면서 20 m/s의 임펠러 선단 속도에서 혼합하였다. 이어서, 분말을 냉각시켜 실리콘으로 코팅된 산화 아연 입자를 수득하였다.

얻어진 실리콘-코팅된 산화 아연 입자를 실시예 1과 유사한 방법으로 스테아르산 아연으로 코팅한 후, 산화 아연 입자를 함유하는 저밀도 폴리에틸렌 필름을 실시예 1과 유사한 방법으로 제조하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<비교예 1>

산화 아연 입자 (1차 입자의 크기: 0.03  $\mu\text{m}$ )(UFZ-40, 쇼와 티타늄 코., 엘티디.의 제품)을 스테아르산 아연으로 코팅하지 않은 것을 제외하고는 실시예 1의 공정을 반복하여, 산화 아연 입자를 함유하는 저밀도 폴리에틸렌 필름을 제조하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<비교예 2>

실시예 4에서 얻어진 실리콘-코팅된 산화 아연 입자를 스테아르산 아연으로 코팅하지 않았고, 산화 아연 입자를 함유하는 저밀도 폴리에틸렌 필름을 실시예 1과 유사한 방법으로 제조하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<비교예 3>

혼합을 고속 교반 혼합기를 사용하여 100 °C의 가열하에서 수행한 것을 제외하고는 실시예 1의 공정을 반복하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<비교예 4>

산화 아연 입자 (1차 입자의 크기: 0.03  $\mu\text{m}$ )(UFZ-40, 쇼와 티타늄 코., 엘티디.의 제품)(400 g), 스테아르산 아연 (징크 스테아레이트 S, 융점: 120 °C, NOF 코포레이션의 제품)(40 g) 및 저밀도 폴리에틸렌 (Jrex JH607C, 제펜 폴리올레핀스 코., 엘티디.의 제품)(1,560 g)을 V-형 블렌더 (RKI-40, 이께모또 사이언티픽 테크놀러지 코., 엘티디.의 제품)를 사용하여 10 분 동안 함께 혼합하였다. 얻어진 혼합물을 실시예 1과 유사한 방법으로 소형 이축 압출기를 이용하여 혼련시킨 후, 실시예 1과 유사한 방법으로 산화 아연 입자를 함유하는 저밀도 폴리에틸렌 필름을 제조하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<비교예 5>

저밀도 폴리에틸렌 (Jrex JH607C, 제펜 폴리올레핀스 코., 엘티디.의 제품)을 150 °C 및 1 kg/시간의 압출 속도에서 크기가 15 mm인 소형 이축 혼련 압출기 (KZW15-30MG, 테크노블 코포레이션)를 이용하여 용융-압출시켜, 직경이 1 mm이고 길이가 3 내지 5 mm이고 중량이 0.003 내지 0.01 g인 산화 아연 입자를 함유하는 저밀도 폴리에틸렌 원주형 배합물 (1 kg)을 제조하였다. 실시예 1과 유사한 방법으로 펠렛화하는 동안, 이축 혼련 압출기의 브레이크 플레이트상에 45  $\mu\text{m}$ 의 스테인레스강 메쉬를 장치하고, 압력 상승을 측정하였다.

그 후, 상기 제조된 저밀도 폴리에틸렌 펠렛을 200 mm의 T 다이가 있는 소형 이축 혼련 압출기 (KZW15-30MG, 테크노블 코포레이션)를 이용하여 250 °C의 다이 온도에서 압출하여 두께가 80  $\mu\text{m}$ 인 필름을 형성하였다. 분광광도계 (UV-2400PC, 시마즈 코포레이션의 제품)를 이용하여 얻어진 저밀도 폴리에틸렌 필름의 투광도를 측정하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<비교예 6>

85 °C에서 스테아르산 나트륨 (2 kg)을 함유하는 수용액 (80 l)을 산화 아연 입자 (1차 입자의 크기: 0.03  $\mu\text{m}$ )(UFZ-40, 쇼와 티타늄 코., 엘티디.의 제품)(20 kg) 및 물 (180 kg)을 함유하는 슬러리에 첨가하였다. 그 후, 질산아연 (1.2 kg)을 함유하는 수용액 (40 l)을 슬러리에 첨가하고, 5 N NaOH 용액을 사용하여 슬러리의 pH 값을 7로 조절하였다. 그 후, 슬러리를 여과 및 세척한 후, 슬러리를 105 °C에서 밤새 건조시키고 분쇄하였다. 얻어진 분말은 10 질량%의 스테아르산 아연을 함유하였다. 이어서, 상기 분말을 사용하여, 산화 아연 입자를 포함하는 저밀도 폴리에틸렌 필름을 실시예 1과 유사한 방법으로 제조하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<비교예 7>

스테아르산 아연 (징크 스테아레이트 S, 용점: 120 °C, NOF 코포레이션의 제품)(2 kg)을 벤젠 (200 l)에 용해하고, 여기에 산화 아연 입자 (1차 입자의 크기: 0.03 μm)(UFZ-40, 쇼와 티타늄 코., 엘티디.의 제품)(2 kg)를 첨가하였다. 이어서, 슬러리를 분무-건조기 (DCDA28-50N, 사카모토 엔지니어링 코., 엘티디. (SAKAMOTO ENGINEERING CO., LTD.)의 제품)에 의해 건조시켜 분쇄하였다. 그 후, 상기 분말을 사용하여, 산화 아연 입자를 포함하는 저밀도 폴리에틸렌 필름을 실시예 1과 유사한 방법으로 제조하였다. 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

[표 1]

	산화아연 미립자의 실용적 결합	금속 비누		코팅 방법	가열-혼합 온도	용융-혼합시의 압력상승	필름의 광투과율	
		종류	용점				파장 360 nm	파장 550 nm
실시예 1	무	스테아르산 아연	120°C	건식	140°C	0.5 Mpa	0%	90%
실시예 2	무	스테아르산 칼슘	152°C	건식	160°C	1.5 Mpa	1%	82%
실시예 3	무	스테아르산 마그네슘	123°C	건식	140°C	1.0 Mpa	1%	86%
실시예 4	무	베렌산 마그네슘	116°C	건식	140°C	0.8 Mpa	0%	91%
실시예 5	무	라우르산 아연	130°C	건식	140°C	0.7 Mpa	0%	90%
실시예 6	유	스테아르산 아연	120°C	건식	140°C	0.3 Mpa	0%	92%
비교예 1	무	없음	-		-	28 Mpa	15%	70%
비교예 2	유	없음	-		-	14 Mpa	5%	74%
비교예 3	무	스테아르산 아연	120°C	건식	100°C	8.0 Mpa	3%	77%
비교예 4	무	스테아르산 아연	120°C	건식	가열하지 않음	10 Mpa	3%	75%
비교예 5	-	-	-		-	0 Mpa	94%	95%
비교예 6	무	스테아르산 아연	120°C	습식	-	17 Mpa	4%	70%
비교예 7	무	스테아르산 아연	120°C	습식	-	12 Mpa	4%	76%

산업상 이용 가능성

본 발명은 수지내에서 뛰어난 분산성을 나타내는 금속 비누로 코팅된 산화 아연 입자; 뛰어난 가시광 투과 특성 및 자외선 차광 특성을 갖는 상기 입자를 함유하는 열가소성 수지 조성물 (예, 배합물, 매스티배치 등); 상기 열가소성 수지 조성물로부터 형성된 성형품 (예, 섬유, 필름, 플라스틱 등); 및 상기 입자, 조성물 및 성형품의 제조 방법을 제공한다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

산화 아연으로 구성된 산화 아연 입자를 금속 비누와 금속 비누의 용점 이상의 온도에서 혼합하는 단계를 포함하는, 금속 비누로 직접 코팅된 산화 아연 입자를 제조하는 방법.

청구항 2.

산화 아연으로 구성된 산화 아연 입자 및 상기 산화 아연 입자 상에 직접 코팅된 금속 비누를 포함하며, 상기 금속 비누가 용융된 상태에서 상기 산화 아연 입자 상에 코팅되는 것인, 제1항에 따른 방법을 통해 제조되는 코팅된 산화 아연 입자.

**청구항 3.**

제2항에 있어서, 상기 산화 아연 입자가 0.005 내지 0.1  $\mu\text{m}$ 의 평균 1차 입도를 갖는 코팅된 산화 아연 입자.

**청구항 4.**

제2항 또는 제3항에 있어서, 금속 비누가 마그네슘, 아연, 바륨, 칼슘 및 알루미늄으로 구성된 군으로부터 선택되는 1종 이상의 금속의 지방산 염인 코팅된 산화 아연 입자.

**청구항 5.**

제2항 또는 제3항에 있어서, 금속 비누가 라우르산, 미리스트산, 팔미트산, 스테아르산, 이소스테아르산, 올레산, 베헨산, 몬탄산, 및 이들의 유도체로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상의 지방산의 금속 염인 코팅된 산화 아연 입자.

**청구항 6.**

제2항 또는 제3항에 있어서, 금속 비누가 스테아르산 아연, 스테아르산 마그네슘, 및 스테아르산 칼슘으로 구성된 군으로부터 선택된 1종 이상인 코팅된 산화 아연 입자.

**청구항 7.**

삭제

**청구항 8.**

1종 이상의 열가소성 수지 및 제2항에 따른 코팅된 산화 아연 입자를 포함하는 열가소성 수지 조성물.

**청구항 9.**

제8항에 있어서, 배합물 또는 마스터배치의 형태인 열가소성 수지 조성물.

**청구항 10.**

제8항에 있어서, 열가소성 수지 조성물 전체를 기준으로 산화 아연 입자의 양이 0.01 내지 80 질량% 범위인 열가소성 수지 조성물.

**청구항 11.**

제8항에 따른 열가소성 수지 조성물의 성형을 통해 형성되는 성형품.

**청구항 12.**

제11항에 있어서, 섬유, 필름 및 플라스틱 성형품으로부터 선택되는 1종 이상의 형태를 갖는 성형품.



**청구항 13.**

제2항에 따른 코팅된 산화 아연 입자를 열가소성 수지에 첨가하는 단계를 포함하는, 열가소성 수지 조성물을 제조하는 방법.

**청구항 14.**

제8항에 따른 열가소성 수지 조성물을 성형하는 단계를 포함하는, 성형품을 제조하는 방법.