

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5167595号
(P5167595)

(45) 発行日 平成25年3月21日(2013.3.21)

(24) 登録日 平成25年1月11日(2013.1.11)

(51) Int. Cl. F I
CO8K 9/00 (2006.01) CO8K 9/00
CO8L 101/00 (2006.01) CO8L 101/00

請求項の数 7 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2006-89917 (P2006-89917)	(73) 特許権者	000183266
(22) 出願日	平成18年3月29日 (2006.3.29)		住友大阪セメント株式会社
(65) 公開番号	特開2007-262252 (P2007-262252A)		東京都千代田区六番町6番地28
(43) 公開日	平成19年10月11日 (2007.10.11)	(74) 代理人	100064908
審査請求日	平成20年7月29日 (2008.7.29)		弁理士 志賀 正武
		(74) 代理人	100108578
			弁理士 高橋 詔男
		(74) 代理人	100089037
			弁理士 渡邊 隆
		(74) 代理人	100101465
			弁理士 青山 正和
		(74) 代理人	100094400
			弁理士 鈴木 三義
		(74) 代理人	100107836
			弁理士 西 和哉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材及び複合プラスチック部材

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

厚みが $10\ \mu\text{m} \sim 5\ \text{mm}$ のフィルム状またはシート状の透明プラスチック部材であって

表面修飾剤により表面が修飾され、かつ、分散粒径が $1\ \text{nm}$ 以上かつ $20\ \text{nm}$ 以下のジルコニア微粒子を、透明なプラスチック中に分散してなることを特徴とするジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材。

【請求項 2】

前記ジルコニア微粒子の含有率は 10 重量% 以上かつ 80 重量% 以下であることを特徴とする請求項 1 記載のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材。

【請求項 3】

厚みを $30\ \mu\text{m}$ 以上かつ $300\ \mu\text{m}$ 以下とした場合の可視光透過率が 80% 以上であることを特徴とする請求項 2 記載のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材。

【請求項 4】

前記表面修飾剤は、アルコキシシラン、クロロシラン、アルキルアルコキシシラン、アルキルクロロシラン、シロキサン、界面活性剤の群から選択された 1 種または 2 種以上であることを特徴とする請求項 1、2 または 3 記載のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材。

【請求項 5】

前記アルコキシシランまたはクロロシランは、シランカップリング剤であることを特徴

とする請求項 4 記載のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材。

【請求項 6】

前記シロキサンは、変性シリコーンまたはシリコーンレジンであることを特徴とする請求項 4 記載のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材。

【請求項 7】

請求項 1 ないし 6 のいずれか 1 項記載のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材を備えていることを特徴とする複合プラスチック部材。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材及び複合プラスチック部材に関し、更に詳しくは、ジルコニア微粒子と各種プラスチック部材とを複合化することにより、高屈折率、高透明性の双方を実現すると同時に機械的特性の向上を図ることが可能なジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材及び複合プラスチック部材に関するものである。

10

【背景技術】

【0002】

従来より、シリカ等の無機酸化物をフィラーとして樹脂と複合化することにより、樹脂の機械的特性等を向上させる試みがなされている。このフィラーと樹脂とを複合化する方法としては、無機酸化物を水および/または有機溶媒中に分散させた分散液と樹脂とを混合する方法が一般的であり、分散液と樹脂を種々の方法により混合することにより、無機酸化物粒子が複合化された無機酸化物粒子複合プラスチックを作製することができる。

20

【0003】

一方、液晶ディスプレイ(LCD)、プラズマディスプレイ(PDP)、エレクトロルミネッセンスディスプレイ(EL)、表面電界ディスプレイ(SEI)等のフラットパネルディスプレイ(FPD)分野においては、近年、従来用いられてきたガラス基板に替わり、各種プラスチック材料を用いる試みが数多く行われるようになってきた。プラスチック材料を使用することで、ガラス基板における問題点である割れ易さ、加工性、重量等を改善することが可能になる。

また、このフラットパネルディスプレイの表面には、反射防止(AR)フィルム、防眩(AG)フィルム、ハードコート(HC)フィルム等の各種プラスチックフィルムを用いた機能性フィルムが貼付けられ、視認性の向上や表面のキズ防止等に役立っている。このようなプラスチックフィルムに求められる特性として重要なものには、透明性、屈折率、機械的特性等が挙げられる。特に、屈折率の向上を図る場合には、プラスチックフィルムと、それ自体屈折率の高い無機酸化物フィラー、例えば、ジルコニア(ZrO_2)やチタニア(TiO_2)等を複合化した複合プラスチックフィルムが使用されている。

30

【0004】

このような無機酸化物フィラーとプラスチックとを複合化する方法としては、大別して、次の二つの方法が挙げられる。

(1) 無機酸化物フィラーをプラスチック中に練り込む方法。

40

この方法としては、(a)樹脂モノマー中に無機酸化物フィラーを分散させ、この樹脂モノマーを重合または縮重合させて無機酸化物フィラー含有プラスチックフィルムとする方法、(b)液状の樹脂材料に無機酸化物フィラーを分散させ、次いで、フィルム状に成形し、その後、樹脂材料を硬化させて無機酸化物フィラー含有プラスチックフィルムとする方法、等がある。

この無機酸化物フィラー含有プラスチックフィルムの例としては、ポリエステル中に粒子径が $0.005\mu m \sim 0.3\mu m$ のジルコニア粒子を分散させることにより、表面の耐摩耗性を向上させたジルコニア粒子含有ポリエステルフィルムが提案されている(例えば、特許文献1参照)。

【0005】

50

(2) プラスチックフィルム上に無機酸化物フィラーを含む膜を形成する方法。

この方法は、プラスチックフィルム上に、無機酸化物フィラー及びバインダー成分を含む塗料を塗布し、次いで、このバインダー成分を硬化させて膜とする方法であり、バインダー成分としては、ゾルゲル法で作製したシリカ等の無機材料、ポリエステルやポリエーテル等の樹脂材料が用いられている。

この膜の例としては、粒径10～100nmのジルコニア粒子とプラスチックとを複合化することにより、高屈折率かつ高透明性の厚み数ミクロンのジルコニア粒子複合化プラスチック膜が提案されている(例えば、特許文献2参照)。

【特許文献1】特開平05-171012号公報

【特許文献2】特開2005-161111号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ところで、従来の無機酸化物フィラーをプラスチック中に練り込む方法では、0.005 μ m～0.3 μ mのジルコニア粒子を物理的処理のみで複合化しているために、プラスチックフィルムの厚みを数十 μ m以上とした場合、プラスチックフィルムの高屈折率を確保するためには、高屈折率を生じさせるに十分な量の無機酸化物フィラーを含有させる必要がある。しかしながら、無機酸化物フィラーの含有量を増加させると、プラスチックフィルムの透明性を確保することが困難になるという問題点があった。一方、プラスチックフィルムの透明性を確保するためには、無機酸化物フィラーの含有量を減らさざるを得ず、屈折率を向上させることが難しくなるという問題点があった。

このように、プラスチックフィルムに無機酸化物フィラーを含有させた場合、高屈折率と透明性との間にはトレードオフの関係があり、高屈折率と透明性の双方を満足することが困難であった。

【0007】

一方、プラスチックフィルム上に無機酸化物フィラーを含む膜を形成する方法では、確かに、プラスチックフィルムの表面に高屈折率の膜を形成することはできるものの、この高屈折率膜が基材と一体化していないために、プラスチックフィルムの折曲に完全に追従することは困難である。したがって、プラスチックフィルムの表面に高屈折率膜を形成した後に、プラスチックフィルムに曲げ加工を施そうとすると、高屈折率膜にクラックが生じたり、あるいは高屈折率膜が剥離してしまう虞があるという問題点があった。

【0008】

本発明は、上記の課題を解決するためになされたものであって、高屈折率、高透明性の双方を実現すると同時に機械的特性の向上を図ることが可能なジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材及び複合プラスチック部材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】

【0009】

本発明者等は、上記の課題を解決するために鋭意検討を行った結果、分散粒径が1nm以上かつ20nm以下のジルコニア微粒子の表面を表面修飾剤により修飾し、この表面修飾したジルコニア微粒子をフィルム状またはシート状の透明なプラスチック中に均一に分散させることにより、プラスチックにおけるジルコニア微粒子の分散性及び高充填率を実現することが可能であり、その結果、高透明性を確保したまま高屈折率化が可能であり、同時に機械的特性の向上をも図ることが可能であることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0010】

すなわち、本発明のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材は、厚みが10 μ m～5mmのフィルム状またはシート状の透明プラスチック部材であって、表面修飾剤により表面が修飾され、かつ、分散粒径が1nm以上かつ20nm以下のジルコニア微粒子を、透明なプラスチック中に分散してなることを特徴とする。

【0011】

10

20

30

40

50

前記ジルコニア微粒子の含有率は10重量%以上かつ80重量%以下であることが好ましい。

このジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材は、厚みを30 μ m以上かつ300 μ m以下とした場合の可視光透過率が80%以上であることが好ましい。

【0012】

前記表面修飾剤は、アルコキシシラン、クロロシラン、アルキルアルコキシシラン、アルキルクロロシラン、シロキサン、界面活性剤の群から選択された1種または2種以上であることが好ましい。

前記アルコキシシランまたはクロロシランは、シランカップリング剤であることが好ましい。

10

前記シロキサンは、変性シリコーンまたはシリコーンレジンであることが好ましい。

【0013】

本発明の複合プラスチック部材は、本発明のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材を備えていることを特徴とする。

【発明の効果】

【0014】

本発明のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材によれば、厚みが10 μ m~5mmのフィルム状またはシート状の透明プラスチック部材であって、表面修飾剤により表面が修飾され、かつ、分散粒径が1nm以上かつ20nm以下のジルコニア微粒子を、透明なプラスチック中に分散したので、プラスチック部材の透明性を維持したままで高屈折率

20

化することができ、しかも機械的特性を向上させることができる。

したがって、屈折率が高く、透明性も高く、しかも機械的特性が向上したプラスチック部材を提供することができる。

【0015】

本発明の複合プラスチック部材によれば、本発明のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材を備えたので、複合プラスチック部材の透明性を維持したままで高屈折率化することができ、しかも機械的特性を向上させることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

本発明のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材及び複合プラスチック部材を実施

30

するための最良の形態について説明する。

なお、この形態は、発明の趣旨をより良く理解させるために具体的に説明するものであり、特に指定のない限り、本発明を限定するものではない。

【0017】

「ジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材」

本発明のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材は、フィルム状またはシート状の透明プラスチック部材であって、表面修飾剤により表面が修飾され、かつ、分散粒径が1nm以上かつ20nm以下のジルコニア微粒子を含有した透明プラスチック部材である。

この透明プラスチック部材は、厚みが10 μ m~5mmのフィルム状またはシート状のもので、具体的には、透明プラスチックフィルム、透明プラスチックシート、薄厚の透明プラスチック基板等、様々な厚みや形状のものがあり、用途に応じて適宜選択することが可能である。

40

このジルコニア微粒子は、可視光線に対して透明性を有するプラスチック中に均一に分散していることが好ましい。

【0018】

ジルコニア微粒子の分散粒径は、1nm以上かつ20nm以下が好ましい。

ここで、ジルコニア粒子の分散粒径を1nm以上かつ20nm以下と限定した理由は、分散粒径が1nm未満であると、結晶性が乏しくなり、屈折率等の粒子特性を発現することが難しくなるからであり、一方、分散粒径が20nmを超えると、プラスチック部材の透明性が低下するからである。

50

このように、ジルコニア粒子はナノサイズの粒子であるから、このジルコニア粒子をプラスチック部材中に分散させた場合においても、光散乱が小さく、透明性を維持することが可能である。

【0019】

このジルコニア微粒子は、表面修飾剤により表面を修飾したものであり、表面修飾剤としては、親水性であるジルコニア粒子を疎水化し、かつ、複合化するプラスチックに対して分散性を確保することができるものであれば、特に限定する必要はないが、例えば、アルコキシシラン、クロロシラン、アルキルアルコキシシラン、アルキルクロロシラン、シロキサン、界面活性剤の群から選択された1種または2種以上が好ましい。

なかでも、より好ましいのは、耐熱性の点で優れているアルコキシシラン、クロロシラン、アルキルアルコキシシラン、アルキルクロロシラン、シロキサン等のシラン化合物である。

【0020】

アルコキシシラン、クロロシラン、アルキルアルコキシシラン、アルキルクロロシランとしては、構造式 SiX_mY_{4-m} であらわされる化合物で、X基およびY基がそれぞれ下記に示されるものの中の1種または2種以上を含むものが好ましい。

X基としては、ビニル基、アリル基、3-グリシドキシプロピル基、2-(3,4エポキシクロヘキシル)エチル基、3-アクリロキシプロピル基、3-メタクリロキシプロピル基、スチリル基、3-アミノプロピル基、N-2(アミノエチル)3-アミノプロピル基、N-フェニル-3-アミノプロピル基、3-メルカプトプロピル基、3-イソシアネートプロピル基、 C_nH_{2n+1} で現されるアルキル基のうちnが1~20の範囲のもの、フェニル基等が挙げられる。

また、Y基としては、塩素、ヒドロキシ基、 $C_nH_{2n+1}O$ で現されるアルコキシ基のうちnが1~20の範囲のもの、アセトキシ基等が挙げられる。

【0021】

アルコキシシランまたはクロロシランとしては、特にシランカップリング剤が好ましく、例えば、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、p-スチリルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリエトキシシラン等が挙げられる。

【0022】

アルキルクロロシランとしては、例えば、メチルトリクロロシラン、エチルトリクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、ジエチルジクロロシラン、トリメチルクロロシラン、トリエチルクロロシラン等が挙げられる。

【0023】

シロキサンとしては、変性シリコーンまたはシリコーンレジンが好ましく、変性シリコーンとしては、エポキシ変性シリコーン、エポキシ・ポリエーテル変性シリコーン、アルコール変性シリコーン、メタクリル変性シリコーン、メタクリレート変性シリコーン、フェノール変性シリコーン、メチルスチリル変性シリコーン、アクリル変性シリコーン、メルカプト変性シリコーン、アミノ変性シリコーン、メチルヒドロジェンシリコーン等が挙げられる。

また、シリコーンレジンとしては、メチルシリコーンレジン、メチルフェニルシリコーンレジン、ジフェニルシリコーンレジン等が挙げられる。

【0024】

界面活性剤としては、陰イオン系界面活性剤、陽イオン系界面活性剤、両性イオン界面活性剤等のイオン性界面活性剤、あるいは非イオン系界面活性剤が好適に用いられる。

陰イオン系界面活性剤としては、例えば、オレイン酸ナトリウム、ステアリン酸ナトリウム、ラウリン酸ナトリウム等の脂肪酸ナトリウム、脂肪酸カリウム、脂肪酸エステルスルホン酸ナトリウム等の脂肪酸系、アルキルリン酸エステルナトリウム等のリン酸系、アルファオレインスルホン酸ナトリウム等のオレフィン系、アルキル硫酸ナトリウム等

10

20

30

40

50

のアルコール系、アルキルベンゼン系等が挙げられる。

陽イオン系界面活性剤としては、例えば、塩化アルキルメチルアンモニウム、塩化アルキルジメチルアンモニウム、塩化アルキルトリメチルアンモニウム、塩化アルキルジメチルベンジルアンモニウム等が挙げられる。

【 0 0 2 5 】

両性イオン界面活性剤としては、例えば、アルキルアミノカルボン酸塩等のカルボン酸系、フォスフォベタイン等のリン酸エステル系が挙げられる。

非イオン系界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンラノリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル等の脂肪酸系、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、脂肪酸アルカノールアミド等が挙げられる。

10

【 0 0 2 6 】

上記の表面修飾剤を用いてジルコニア微粒子の表面を修飾する方法としては、湿式法、乾式法等が挙げられる。

湿式法とは、表面修飾剤とジルコニア微粒子を溶媒に投入し混合することにより、ジルコニア微粒子の表面を修飾する方法である。

乾式法とは、表面修飾剤と乾燥したジルコニア微粒子をミキサー等の乾式混合機に投入し混合することにより、ジルコニア微粒子の表面を修飾する方法である。

【 0 0 2 7 】

この表面が修飾されたジルコニア微粒子の修飾部分の重量比は、ジルコニア微粒子全重量の5重量%以上かつ200重量%以下であることが好ましく、より好ましくは10重量%以上かつ100重量%以下、さらに好ましくは20重量%以上かつ100重量%以下である。

20

ここで、ジルコニア微粒子の修飾部分の重量比を5重量%以上かつ200重量%以下と限定した理由は、修飾部分の重量比が5重量%未満であると、ジルコニア微粒子の樹脂への相溶が困難となり、樹脂との複合化の際に透明性が失われるからであり、一方、修飾部分の重量比が200重量%を超えると、表面処理剤が樹脂特性へ及ぼす影響が大きくなり、屈折率等の複合体特性が低下するからである。

【 0 0 2 8 】

プラスチックとしては、可視光線に対して透明性を有しかつ厚みが10 μ m～5mmのフィルム状またはシート状のものであればよく、フィルム、シート、厚みの極薄い薄板等、用途に応じて様々な形状のものが選択使用可能である。

30

【 0 0 2 9 】

このようなプラスチックとしては、例えば、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリカーボネート(PC)、ポリエーテルスルホン(PES)、ポリエチレンナフタレート(PEN)、ポリアリレート(PAR)、芳香族ポリエーテルケトン(PEEK)、ポリオレフィン、トリアセチルセルロース(TAC)、アクリロニトリル・スチレン共重合体(AS樹脂)、メチルメタクリレート・スチレン共重合体(MS樹脂)、ポリ-4-メチルペンテン(TPX)等が挙げられる。

また、これら以外にも、可視光線に対して透明性を有するポリエステル樹脂、ポリイミド樹脂、エポキシ樹脂、ノルボルネン系ポリマー等も用いることができる。

40

【 0 0 3 0 】

このジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材では、ジルコニア微粒子の含有率は、10重量%以上かつ80重量%以下が好ましく、より好ましくは20重量%以上かつ80重量%以下である。

ここで、ジルコニア微粒子の含有率を10重量%以上かつ80重量%以下と限定した理由は、下限値の10重量%はプラスチック部材の屈折率向上が有効となる含有率の最小値であり、10重量%を下回ると、プラスチック部材の高屈折率化ができなくなるからである。一方、上限値の80重量%はプラスチック部材自体の特性を維持することができる含有率の最大値であり、80重量%を越えると、プラスチック部材としての特性を失う虞があるからである。

50

【0031】

このジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材では、ジルコニア微粒子の含有率を25重量%とした場合、光路長を100 μ mとしたときの可視光透過率は80%以上が好ましく、より好ましくは82%以上である。

この可視光透過率は、透明プラスチック部材におけるジルコニア微粒子の含有率により異なり、ジルコニア微粒子の含有率が10重量%では85%以上、ジルコニア微粒子の含有率が40重量%では80%以上である。

【0032】

ジルコニア微粒子の屈折率は、結晶系により若干の違いがあるが2より大きい値であることから、このジルコニア微粒子をプラスチック中に分散させることにより、屈折率を向上させることが可能である。

10

また、ジルコニア微粒子は、ナノサイズの粒子であるから、プラスチックと複合化させた場合においても、光散乱が小さく、プラスチック部材の透明性を維持することが可能である。

【0033】

「ジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材の製造方法」

透明プラスチックフィルム、透明プラスチックシート等の薄厚状のものを製造する場合、表面修飾剤により表面が修飾されかつ分散粒径が1nm以上かつ20nm以下のジルコニア微粒子を、複合化したいプラスチックの原料に均一に分散させて混合物とし、この混合物を重合または縮重合させてジルコニア微粒子含有プラスチック組成物とし、このプラスチック組成物をフィルム状またはシート状に成形することにより得ることができる。

20

【0034】

また、表面修飾剤により表面が修飾されかつ分散粒径が1nm以上かつ20nm以下のジルコニア微粒子を有機溶媒中に分散してジルコニア微粒子含有分散液とし、この分散液に複合化したいプラスチックの原料を溶解してジルコニア微粒子含有プラスチック溶解液とし、このプラスチック溶解液を溶液キャスト法によりフィルム状またはシート状に成形することによっても得ることができる。

【0035】

「複合プラスチック部材」

上記のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材の表面に、反射防止(AR)膜、防眩(AG)膜、ハードコート(HC)膜等の各種機能膜を成膜するか、あるいは、反射防止(AR)フィルム、防眩(AG)フィルム、ハードコート(HC)フィルム等の各種プラスチックフィルムを貼り合わせることにより、反射防止(AR)機能、防眩(AG)機能、防傷機能等の各種機能を有する複合プラスチック部材を得ることができる。

30

この複合プラスチック部材の例としては、機能性フィルム、機能性シート等が挙げられる。

【実施例】

【0036】

以下、実施例及び比較例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。

40

「実施例1」

(ジルコニア微粒子の作製)

オキシ塩化ジルコニウム8水塩2615gを純水40L(リットル)に溶解させたジルコニウム塩溶液に、28%アンモニア水344gを純水20Lに溶解させた希アンモニア水を攪拌しながら加え、ジルコニア前駆体スラリーを調整した。

次いで、このスラリーに、硫酸ナトリウム300gを5Lの純水に溶解させた硫酸ナトリウム水溶液を攪拌しながら加えた。このときの硫酸ナトリウムの添加量は、ジルコニウム塩溶液中のジルコニウムイオンのジルコニア換算値に対して30重量%であった。

【0037】

次いで、この混合物を、乾燥器を用いて、大気中、130 $^{\circ}$ Cにて24時間、乾燥させ、

50

固形物を得た。

次いで、この固形物を自動乳鉢により粉碎した後、電気炉を用いて、大気中、500にて1時間焼成した。

次いで、この焼成物を純水中に投入し、攪拌してスラリー状とした後、遠心分離器を用いて洗浄を行い、添加した硫酸ナトリウムを十分に除去した後、乾燥器にて乾燥させ、ジルコニア微粒子を作製した。

このジルコニア微粒子の結晶系をX線回折装置を用いて調べたところ、図1に示すように、粉末X線回折図形(チャート)から、このジルコニア微粒子の結晶系が正方晶系であることが確認された。

【0038】

(ジルコニア微粒子含有ポリエチレンテレフタレートフィルムの作製)

次いで、このジルコニア微粒子45gに、分散媒としてエチレングリコールを50g、表面修飾剤としてジメチルジクロロシラン(信越化学(株)社製)を5g加えて混合し、その後分散処理を行い、ジルコニア透明分散液を作製した。

このジルコニア透明分散液のジルコニア微粒子の分散粒径を、動的光散乱式粒径分布測定装置(Malvern社製)を用いて測定したところ、10nmであった。

【0039】

次いで、この分散液100重量部に、ジメチルテレフタレート50重量部を加え、さらに触媒として酢酸マグネシウム0.05重量部を加えてエステル交換反応を行った。さらに重縮合触媒として酸化アンチモン0.02重量部、耐熱安定剤としてトリメチルホスフェート0.02重量部を加え、重縮合反応を行い、ジルコニア微粒子を含有したポリエチレンテレフタレート組成物を作製した。

次いで、このポリエチレンテレフタレート組成物を290で溶融押出しし、その後、90にて縦横それぞれを3倍に延伸し、さらにその後、220にて15秒加熱処理し、厚みが100 μ mの二軸延伸のジルコニア微粒子含有ポリエチレンテレフタレートフィルムを作製した。

【0040】

「実施例2」

実施例1に準じて粒子合成を行い、ジルコニア微粒子を作製した。

次いで、このジルコニア微粒子15gに、分散媒として塩化メチレンを80g、表面修飾剤としてフェニルトリクロロシラン(信越化学工業(株)製)を5g加え、ホモジナイザを用いて7000rpmの回転数で30分攪拌し、ジルコニア分散液を作製した。

このジルコニア透明分散液のジルコニア微粒子の分散粒径を、動的光散乱式粒径分布測定装置(Malvern社製)を用いて測定したところ、8nmであった。

【0041】

次いで、この分散液100重量部に、ポリカーボネート樹脂ベレット パンライトC-1400QJ(帝人化成(株)製)30重量部を加えて攪拌することにより、ジルコニア微粒子が分散したポリカーボネート樹脂溶液を作製した。

次いで、このポリカーボネート樹脂溶液を濾過して異物を除去した後、リップダイを用いて鏡面仕上げしたステンレスベルトに流延し、60の熱風を用いて30分間乾燥し、その後剥離し、厚みが100 μ mのジルコニア微粒子含有ポリカーボネートフィルムを作製した。

【0042】

「実施例3」

実施例2に準じてジルコニア分散液を作製した。

次いで、このジルコニア分散液100重量部に、ポリエーテルスルホン樹脂粉末 スミカエクセル5200G(住友化学(株)製)30重量部を加えて攪拌し、ジルコニア粒子が分散したポリエーテルスルホン樹脂溶液を作製した。次いで、このポリエーテルスルホン樹脂溶液を濾過して異物を除去した後、リップダイを用いて鏡面仕上げしたステンレスベルトに流延し、60の熱風を用いて30分間乾燥し、その後剥離し、厚みが100 μ

10

20

30

40

50

mのジルコニア含有ポリエーテルスルホン樹脂フィルムを作製した。

【0043】

「比較例1」

ジルコニア粒子としてRC-100（第一希元素（株）社製）を用いた以外は、実施例1に準じて分散処理を行い、ジルコニア分散液を作製した。この分散液のジルコニア粒子の分散粒径を測定したところ、100nmであった。

次いで、この分散液を用い、実施例1に準じて厚みが100μmの二軸延伸のジルコニア粒子含有ポリエチレンテレフタレートフィルムを作製した。

【0044】

「比較例2」

ジルコニア粒子としてRC-100（第一希元素（株）社製）を用いた以外は、実施例2に準じて分散処理を行い、ジルコニア分散液を作製した。この分散液のジルコニア粒子の分散粒径を測定したところ、100nmであった。

次いで、この分散液を用い、実施例2に準じて厚みが100μmのジルコニア粒子含有ポリカーボネートフィルムを作製した。

【0045】

「比較例3」

ジルコニア粒子としてRC-100（第一希元素（株）社製）を用いた以外は、実施例3に準じて分散処理を行い、ジルコニア分散液を作製した。この分散液のジルコニア粒子の分散粒径を測定したところ、100nmであった。

次いで、この分散液を用い、実施例3に準じて厚みが100μmのジルコニア粒子含有ポリエーテルスルホン樹脂フィルムを作製した。

【0046】

「比較例4」

比較例1のジルコニア分散液10重量部に、エチレングリコール90重量部を加えて攪拌し、これにジメチルテレフタレート50重量部を加え、さらに触媒として酢酸マグネシウム0.05重量部を加えてエステル交換反応を行った。さらに、重縮合触媒として酸化アンチモン0.02重量部、耐熱安定剤としてトリメチルホスフェート0.02重量部を加え、重縮合反応を行い、ジルコニア粒子含有ポリエチレンテレフタレート組成物を作製した。

次いで、このポリエチレンテレフタレート組成物を用い、実施例1に準じて厚みが100μmのジルコニア粒子含有ポリエチレンテレフタレートフィルムを作製した。

【0047】

「比較例5」

比較例2のジルコニア分散液10重量部に、塩化メチレン120重量部を加え、さらにポリカーボネート樹脂ペレット パンライトC-1400Q（帝人化成（株）製）28重量部を加えて攪拌することにより、ジルコニア粒子含有ポリカーボネート樹脂溶液を作製した。

次いで、このポリカーボネート樹脂溶液を用い、実施例2に準じて厚みが100μmのジルコニア粒子含有ポリエーテルスルホン樹脂フィルムを作製した。

【0048】

「比較例6」

比較例3のジルコニア分散液10重量部に、塩化メチレン120重量部を加え、これにポリエーテルスルホン樹脂粉末28重量部を溶解し、ジルコニア粒子含有ポリエーテルスルホン樹脂溶液を作製した。

次いで、ポリエーテルスルホン樹脂溶液を用い、実施例3に準じて厚みが100μmのジルコニア粒子含有ポリエーテルスルホン樹脂フィルムを作製した。

【0049】

「フィルムの評価」

実施例1～3及び比較例1～6それぞれのフィルムについて、可視光透過率、ヘーズ及

10

20

30

40

50

び屈折率の3点について、下記の装置または方法により評価を行った。

(1) 可視光透過率

分光光度計V-570(日本分光社製)を用い、波長350nm~800nmの範囲の可視光線の透過率を、空気を100%とした場合について測定した。

【0050】

(2) ヘーズ

日本工業規格: JIS K 7136「プラスチック-透明材料のヘーズの求め方」に準拠し、ヘーズメータNDH-2000(日本電色社製)を用いて空気を0%とした場合について測定した。

(3) 屈折率

日本工業規格: JIS K 7142「プラスチックの屈折率測定方法」に準拠し、アッペ屈折計により測定した。

ここでは、ジルコニアを添加していないフィルムを基準として、屈折率が0.05以上向上した場合を「○」、屈折率が0.05未満しか向上しなかった場合を「×」とした。

以上の評価結果を表1に示す。

【0051】

【表1】

	樹脂の種類	ジルコニアの含有率(重量%)	可視光透過率(%)	ヘーズ(%)	屈折率
実施例1	PET	30	87	0.5	○
実施例2	PC	30	89	0.5	○
実施例3	PES	30	89	0.5	○
比較例1	PET	30	3	70	○
比較例2	PC	30	5	70	○
比較例3	PES	30	5	70	○
比較例4	PET	3	85	1	×
比較例5	PC	5	85	1	×
比較例6	PES	5	85	1	×
参考例1	PET	無し	88	0.5	基準
参考例2	PC	無し	90	0.3	基準
参考例3	PES	無し	90	0.4	基準

(注) PET: ポリエチレンテレフタレート
 PC: ポリカーボネート
 PES: ポリエーテルスルホン

【0052】

これらの評価結果によれば、実施例1~3では、可視光透過率、ヘーズ、屈折率ともに良好であることが分かった。

一方、比較例1~6では、可視光透過率、ヘーズ、屈折率のいずれかの特性が実施例1~3と比べて劣っていた。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 5 3 】

本発明のジルコニア微粒子含有透明プラスチック部材は、表面修飾剤により表面が修飾され、かつ、分散粒径が1nm以上かつ20nm以下のジルコニア微粒子をフィルム状またはシート状のプラスチック中に分散したことにより、フィルム状またはシート状のプラスチック部材の屈折率および透明性を高めるとともに、機械的特性を向上させることができるものであるから、複合プラスチック部材を含めて、液晶ディスプレイ(LCD)、プラズマディスプレイ(PDP)、エレクトロルミネッセンスディスプレイ(EL)、表面電界ディスプレイ(SED)等のフラットパネルディスプレイ(FPD)の表示基板あるいは機能性フィルムはもちろんのこと、光学分野のマイクロアレイレンズシート、プリズムシート、フレネルレンズ、レンチキュラーレンズ等のレンズシート、導光板、拡散フィルム、ホログラフィック基板、調光フィルム等においても、その効果は大である。

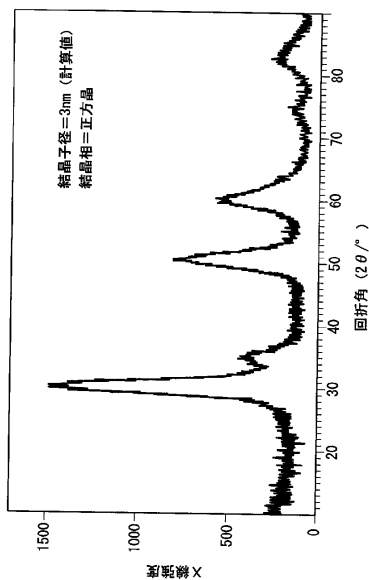
10

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 5 4 】

【 図 1 】 本発明の実施例1のジルコニア微粒子の粉末X線回折図形を示す図である。

【 図 1 】



フロントページの続き

- (74)代理人 100108453
弁理士 村山 靖彦
- (72)発明者 石川 佳澄
東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内
- (72)発明者 高宮 直樹
東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内
- (72)発明者 栗野 恭行
東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内
- (72)発明者 山本 良貴
東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内
- (72)発明者 川瀬 剛
東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内
- (72)発明者 佐藤 洋一
東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内
- (72)発明者 中村 亮輔
東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内
- (72)発明者 勝部 裕子
東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内

審査官 車谷 治樹

- (56)参考文献 特開2004-269644(JP,A)
特開2003-183537(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

IPC C08K 3/00 - 13/08
C08L 1/00 - 101/14