



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111433152 A

(43)申请公布日 2020.07.17

(21)申请号 201880078434.X

(22)申请日 2018.12.05

(30)优先权数据

2017-245604 2017.12.21 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2020.06.04

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2018/044752 2018.12.05

(87)PCT国际申请的公布数据

W02019/124078 JA 2019.06.27

(71)申请人 三井金属矿业株式会社

地址 日本东京

(72)发明人 米田佳弘 加藤和彦

(74)专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002

代理人 张楠

(51)Int.Cl.

G01B 25/45(2006.01)

G08K 3/32(2006.01)

G08L 101/00(2006.01)

G02B 5/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书10页 附图2页

(54)发明名称

稀土类磷酸盐粒子、使用了其的光散射性提高方法、以及包含其的光散射构件及光学设备

(57)摘要

稀土类磷酸盐粒子包含稀土类元素A(A表示Sc、Y、La、Eu、Gd、Dy、Yb或Lu。)和与该元素A不同的稀土类元素B(B表示Sc、Y、La、Eu、Gd、Dy、Yb或Lu。)。上述元素A的磷酸盐为结晶质、并且上述元素B的至少一部分固溶于上述元素A的磷酸盐中是适宜的。上述元素A的磷酸盐的晶体结构为磷钇矿结构或独居石结构也是适宜的。

1. 一种稀土类磷酸盐粒子,其包含稀土类元素A和与该元素A不同的稀土类元素B,其中,A表示Sc、Y、La、Eu、Gd、Dy、Yb或Lu,B表示Sc、Y、La、Eu、Gd、Dy、Yb或Lu。

2. 根据权利要求1所述的稀土类磷酸盐粒子,其中,所述元素A的磷酸盐为结晶质,并且所述元素B的至少一部分固溶于所述元素A的磷酸盐中。

3. 根据权利要求2所述的稀土类磷酸盐粒子,其中,所述元素A的磷酸盐的晶体结构为磷钇矿结构或独居石结构。

4. 根据权利要求3所述的稀土类磷酸盐粒子,其中,在通过XRD测定的衍射图案中,所述稀土类磷酸盐粒子的来源于其的最高强度的峰位置(2 θ)以来源于仅包含所述元素A的磷酸盐的最高强度的峰位置(2 θ)为基准,在0.01度以上且0.70度以下的范围内位移至低角度侧或高角度侧。

5. 根据权利要求1~4中任一项所述的稀土类磷酸盐粒子,其中,所述元素B的含量相对于所述元素A与所述元素B的摩尔数的合计为0.1摩尔%以上且50摩尔%以下。

6. 根据权利要求1~5中任一项所述的稀土类磷酸盐粒子,其中,所述元素A为Y、Gd或La。

7. 根据权利要求1~6中任一项所述的稀土类磷酸盐粒子,其是为了配置于基材的内部或表面而产生光散射所使用的。

8. 一种光散射性提高方法,其将权利要求1~7中任一项所述的稀土类磷酸盐粒子添加到基材中,使该基材的光散射性提高。

9. 一种光散射性提高方法,其将权利要求1~7中任一项所述的稀土类磷酸盐粒子配置于基材的表面,使该基材的光散射性提高。

10. 一种分散液,其包含权利要求1~7中任一项所述的稀土类磷酸盐粒子及有机溶剂。

11. 一种树脂组合物,其包含权利要求1~7中任一项所述的稀土类磷酸盐粒子及树脂。

12. 一种光散射构件,其由权利要求11所述的树脂组合物构成。

13. 根据权利要求12所述的光散射构件,其特征在于,所述光散射构件包含由权利要求11所述的树脂组合物构成的光散射层,在将所述光散射层的厚度设定为T(μm)、将所述光散射层中的稀土类磷酸盐粒子的浓度设定为C(质量%)时,T与C满足下述数学式(I),

$$5 \leq (T \times C) \leq 500 \quad (\text{I})。$$

14. 一种光学设备,其具备权利要求12或13所述的光散射构件。

稀土类磷酸盐粒子、使用了其的光散射性提高方法、以及包含其的光散射构件及光学设备

技术领域

[0001] 本发明涉及稀土类磷酸盐粒子。另外,本发明还涉及使用了稀土类磷酸盐粒子的光散射性提高方法、以及包含稀土类磷酸盐粒子的光散射构件及光学设备。

背景技术

[0002] 使透明的树脂中含有光散射粒子而成的光散射片材在电视机或智能手机中使用的液晶显示装置的背光源模块、投影电视等图像显示装置的屏幕、通过平视显示器或投影仪而被投影的透明屏幕、作为密封材料等使用的LED元件及 μ LED元件、作为罩等使用的照明器具等各种光学设备中被使用。对于这样的光散射片材,要求确保透明性并且光散射性优异的特性。另外,还要求视角宽。基于此,使用作为光散射粒子的二氧化钛、二氧化硅、氧化锆、钛酸钡、氧化锌及树脂粒子等。例如在专利文献1中,作为光散射粒子,提出了氧化锌。

[0003] 现有技术文献

[0004] 专利文献

[0005] 专利文献1:日本特开2010-138270号公报

发明内容

[0006] 然而,使用了专利文献1中记载的光散射粒子的光散射片材虽然是具有透明性及光散射性的片材,但是在显示装置中实际使用该光散射片材的情况下,由于光散射性不能说是充分的,所以难以得到鲜明的图像,有改善的余地。另外,从视角窄的方面出发也有改善的余地。

[0007] 于是,本发明的课题在于提供在配置于基材的内部或表面的情况下,能够确保该基材的透明性并且提高光散射性、而且能够确保宽视角的粒子。

[0008] 本发明通过提供一种稀土类磷酸盐粒子来解决上述的课题,其包含稀土类元素A(A表示Sc、Y、La、Eu、Gd、Dy、Yb或Lu。)和与该元素A不同的稀土类元素B(B表示Sc、Y、La、Eu、Gd、Dy、Yb或Lu。)

[0009] 另外,本发明提供一种光散射性提高方法,其将上述的稀土类磷酸盐粒子添加到基材中、或配置于基材的表面,使该基材的光散射性提高。

[0010] 进而,本发明提供由包含上述的稀土类磷酸盐粒子及树脂的树脂组合体构成的光散射构件及具备该光散射构件的光学设备。

附图说明

[0011] 图1(a)是表示测定光散射片材的亮度的方法的概略侧面图,图1(b)是概略俯视图。

[0012] 图2是表示实施例1~6中得到的稀土类磷酸盐粒子的粉末X射线衍射的测定结果的图。

具体实施方式

[0013] 以下,基于其优选的实施方式对本发明进行说明。本发明的稀土类磷酸盐粒子是为了配置于透明的基材的内部或表面而产生光散射所使用的粒子。详细而言,本发明的稀土类磷酸盐粒子是为了以均匀地分散的状态配置在基材的内部、或者以不均匀的状态配置于基材的内部中的基材的单侧表面侧、或者以均匀地分散的状态配置在设置于基材的表面的涂层的内部而使入射至该基材的光产生散射而使用的。对于入射的光的散射,一般有前向散射和后向散射。关于使光散射,本发明的稀土类磷酸盐粒子被用于前向散射及后向散射中的任一者或两者。在以下的说明中,在简称为“散射”时,包含前向散射及后向散射这两者。另外,在以下的说明中,在称为“光”时,是指包含可见光的波长区域的光。

[0014] 本发明的稀土类磷酸盐粒子是由包含稀土类元素A和与该元素A不同的稀土类元素B的稀土类磷酸盐构成的粒子的集合体。稀土类元素A及B分别独立地表示Sc、Y、La、Eu、Gd、Dy、Yb或Lu,两者不同时成为同一元素。在以下的说明中,在称为“粒子”时,根据上下文,有指粒子的集合体即粉末的情况和指构成该粉末的各个粒子的情况。另外,本发明的稀土类磷酸盐粒子例如为具有粉末状或分散于液体介质中的浆料状的形态的粒子。

[0015] 本发明中使用的稀土类磷酸盐除了包含稀土类元素A及稀土类元素B以外,还可以包含与这些元素A及B不同的1种或2种以上的稀土类元素(该稀土类元素为Sc、Y、La、Eu、Gd、Dy、Yb或Lu)。另外,在无损无本发明的效果的程度内,还可以包含稀土类元素(该稀土类元素为Sc、Y、La、Eu、Gd、Dy、Yb或Lu)以外的元素。

[0016] 稀土类磷酸盐为具有高折射率的材料。起因于此,若使本发明的稀土类磷酸盐粒子分散地配置于基材的内部或表面,则会产生光的较大的散射。

[0017] 稀土类磷酸盐一般而言也是具有高阿贝数的材料。关于稀土类磷酸盐,本发明人进行了各种研究,结果判明了,稀土类磷酸盐与其他高阿贝数材料、例如氧化锆相比,折射率的波长依赖性小。即,判明了,在包含各种波长的光入射的情况下,折射的程度的不均匀小。其结果是,通过使用本发明的稀土类磷酸盐粒子,能够得到色再现性优异的散射光。

[0018] 而且,本发明的稀土类磷酸盐粒子通过包含彼此不同的2种以上的稀土类元素A及B,与包含单一的稀土类元素的稀土类磷酸盐粒子相比,还具有用于光散射构件时的该光散射构件的视角变宽的优点。像这样本发明的稀土类磷酸盐粒子为发挥高的光透射性及光散射性、并且也发挥宽视角的极其优异的材料。

[0019] 本发明中使用的稀土类磷酸盐可以是结晶质的盐,或者也可以是无定型(非晶质)的盐。一般而言,若通过后述的方法来制造稀土类磷酸盐粒子,则可得到结晶质的稀土类磷酸盐。稀土类磷酸盐为结晶质的盐的情况从折射率变高的方面出发优选。

[0020] 本发明中使用的稀土类磷酸盐为结晶质的盐的情况下,对于该稀土类磷酸盐,稀土类元素B的至少一部分固溶于为结晶质的稀土类元素A的磷酸盐中从发挥宽视角的观点出发是优选的。稀土类元素B的至少一部分是否固溶于为结晶质的稀土类元素A的磷酸盐中可以通过稀土类磷酸盐的XRD测定来判断。详细而言,通过包含稀土类元素A及B的磷酸盐的XRD测定,在观察到仅稀土类元素A的磷酸盐的衍射峰的情况下,判断为稀土类元素B的至少一部分固溶于稀土类元素A的磷酸盐中,另外,在通过包含稀土类元素A及B的磷酸盐的XRD测定而得到的峰位置(2 θ)以仅包含稀土类元素A的磷酸盐的衍射峰(例如,最高强度的峰)为基准位移至低角度侧或高角度侧的情况下,也判断为稀土类元素B的至少一部分固溶于

稀土类元素A的磷酸盐中。两种稀土类元素中,哪一种为稀土类元素A、哪一种为稀土类元素B由稀土类磷酸盐的X射线衍射测定的结果进行判断。详细而言,在通过X射线衍射测定而得到的衍射峰中的显示最高强度的衍射峰为来源于稀土类元素A的磷酸盐的峰的情况下,判断稀土类磷酸盐的稀土类元素B固溶于稀土类元素A的磷酸盐中。相反,在显示最高强度的衍射峰为来源于稀土类元素B的磷酸盐的峰的情况下,判断为稀土类磷酸盐的稀土类元素A固溶于稀土类元素B的磷酸盐中。

[0021] 在本发明中使用的稀土类磷酸盐为稀土类元素B的一部分固溶于稀土类元素A的磷酸盐中的盐的情况下,没有固溶的剩余部分的稀土类元素B也可以以结晶质的状态或无定型(非晶质)的状态存在于稀土类磷酸盐粒子的内部或表面部等。

[0022] 在本发明中使用的稀土类磷酸盐为上述的固溶体的情况下,稀土类元素A的磷酸盐的晶体结构为磷钇矿结构或独居石结构从发挥宽视角的观点出发优选。这样的稀土类磷酸盐例如可以通过后述的方法来适宜地制造。

[0023] 在本发明中使用的稀土类磷酸盐为上述的晶体结构的情况下,在通过XRD测定的衍射图案中,该稀土类磷酸盐优选来源于其的最高强度的峰位置(2θ)以来源于仅包含稀土类元素A的磷酸盐(即不为固溶体的磷酸盐)的最高强度的峰位置(2θ)为基准,在 0.01° 以上且 0.70° 以下的范围内位移至低角度侧或高角度侧。通过显示该范围内的峰位移,能够容易地发挥宽视角。从该观点出发,峰位移的范围更优选为 0.03° 以上且 0.70° 以下,进一步优选为 0.05° 以上且 0.70° 以下。

[0024] 不管本发明中使用的稀土类磷酸盐是结晶质,还是非晶质,从容易地发挥宽视角的观点出发,稀土类元素B的含量相对于稀土类元素A与稀土类元素B的摩尔数的合计均优选为 0.1% 以上且 50% 以下,更优选为 5% 以上且 50% 以下,进一步优选为 10% 以上且 50% 以下。特别是在本发明中使用的稀土类磷酸盐为稀土类元素B的至少一部分固溶于稀土类元素A的磷酸盐中的上述的固溶体的情况下,若稀土类元素B的含量为上述的范围内,则能够进一步容易地发挥宽视角。

[0025] 本发明中使用的稀土类磷酸盐中的稀土类元素A优选为Y、Gd或La。特别是本发明中使用的稀土类磷酸盐中的稀土类元素A为Gd、稀土类元素B为Y从除了折射率的波长依赖性小以外、而且能够容易地发挥宽视角的方面出发优选。

[0026] 本发明的稀土类磷酸盐粒子的利用激光衍射散射式粒度分布测定法得到的累积体积 50% 下的体积累积粒径 D_{50} 为 $0.1\mu\text{m}$ 以上且 $20\mu\text{m}$ 以下是有利的。本发明人的研究的结果判明,通过将稀土类磷酸盐粒子的 D_{50} 设定为该范围,在将该稀土类磷酸盐粒子配置于基材的内部或表面而产生光散射的情况下,可维持基材的透明性,并且提高光散射的程度。从维持基材的透明性、并且进一步增大光散射的程度的观点出发,稀土类磷酸盐粒子的 D_{50} 更优选为 $0.1\mu\text{m}$ 以上且 $20\mu\text{m}$ 以下,更优选为 $0.1\mu\text{m}$ 以上且 $10\mu\text{m}$ 以下,进一步优选为 $0.1\mu\text{m}$ 以上且 $3\mu\text{m}$ 以下。具有这样的粒径的稀土类磷酸盐粒子例如可以通过后述的方法来适宜地制造。

[0027] 体积累积粒径 D_{50} 例如通过以下的方法来测定。将稀土类磷酸盐粒子与水混合,使用一般的超声波浴进行1分钟分散处理。装置使用Beckman Coulter公司制的装置LS13 320进行测定。

[0028] 稀土类磷酸盐粒子只要体积累积粒径 D_{50} 满足上述的范围,则其形状在本发明中并不是临界的。例如,稀土类磷酸盐粒子的形状越接近球状则存在各向同性的光散射性变得

越高、另外构成基材的树脂组合物中及构成基材的表面涂层的树脂组合物中的分散性变得越良好的倾向。另一方面,若稀土类磷酸盐粒子的形状成为棒状等具有各向异性的形状,则存在光散射片材成为具备光散射性并且透明性优异的片材的倾向。

[0029] 本发明人的研究的结果判明了,稀土类磷酸盐粒子的粒度分布越尖锐则光散射性进一步变得越高。稀土类磷酸盐粒子的粒度分布可以以 D_{99}/D_{50} 的值为尺度进行评价。 D_{99} 表示利用激光衍射散射式粒度分布测定法得到的累积体积99容量%下的体积累积粒径。 D_{99}/D_{50} 的值越接近1,则稀土类磷酸盐粒子的粒度分布变得越尖锐。在本发明中, D_{99}/D_{50} 的值优选为10以下,更优选为5以下,进一步优选为2.5以下。 D_{99} 可以通过与 D_{50} 同样的方法进行测定。

[0030] 本发明的稀土类磷酸盐粒子从上述的粒径控制的方面出发,其BET比表面积优选为 $1\text{m}^2/\text{g}$ 以上且 $100\text{m}^2/\text{g}$ 以下,更优选为 $3\text{m}^2/\text{g}$ 以上且 $50\text{m}^2/\text{g}$ 以下,进一步优选为 $5\text{m}^2/\text{g}$ 以上且 $30\text{m}^2/\text{g}$ 以下。BET比表面积的测定例如可以使用岛津制作所社制的“Flowsorb 2300”,通过氮吸附法进行测定。测定粉末的量设定为0.3g,预脱气条件设定为大气压下、 120°C 下10分钟。

[0031] 另外,本发明的稀土类磷酸盐粒子在无损本发明的效果的程度内,出于使构成树脂制的基材的树脂组合物中及构成基材的表面涂层的树脂组合物中的分散性变得良好的目的,可以对其表面进行亲油性处理。作为亲油性处理,可列举出例如利用各种偶联剂的处理、利用羧酸或磺酸等有机酸的处理等。作为偶联剂,可列举出例如有机金属化合物。具体而言,可以使用硅烷偶联剂、锆偶联剂、钛偶联剂、铝偶联剂等。

[0032] 以上的各种偶联剂可以单独使用1种或将2种以上组合使用。在使用硅烷偶联剂作为偶联剂的情况下,稀土类磷酸盐粒子的表面被硅烷化合物覆盖。该硅烷化合物优选具有亲油基、例如烷基或取代烷基。烷基可以是直链的烷基,或者也可以是支链的烷基。在任一情况下烷基的碳原子数为1~20从与树脂的亲油性变得良好的方面出发均优选。在烷基被取代的情况下,作为取代基,可以使用氨基、乙烯基、环氧基、苯乙烯基、甲基丙烯酸基、丙烯酸基、脲基、巯基、硫醚基、异氰酸酯基等。将稀土类磷酸盐粒子的表面覆盖的硅烷化合物的量相对于稀土类磷酸盐粒子的质量为0.01~200质量%、特别是为0.1~100质量%从与树脂的亲油性变得良好的方面出发优选。

[0033] 利用有机酸的处理中使用的羧酸优选具有烷基或取代烷基。烷基可以是直链的烷基,或者也可以是支链的烷基。在任一情况下烷基的碳原子数为1~20从与树脂的亲油性变得良好的方面出发均优选。作为羧酸,可以使用例如丁酸、戊酸、己酸、庚酸、辛酸、壬酸、癸酸、十二烷酸、十四烷酸、十五烷酸、十六烷酸、十七烷酸、顺式-9-十八碳烯酸、顺式,顺式-9,12-十八碳二烯酸等。

[0034] 本发明的稀土类磷酸盐粒子通过将其例如添加到树脂中、或分散到有机溶剂中而制成分散液后添加树脂而构成树脂组合物,可以为了提高该树脂组合物光散射性而使用。

[0035] 对于树脂组合物的形态没有特别限制,可列举出片材(薄膜)、膜、粉末、颗粒(母料)、涂布液(涂料)等,但若为片材的形态,则由于可容易地进行在光散射片材中的应用,所以是有利的。

[0036] 对于成为本发明的稀土类磷酸盐粒子的添加对象的树脂的种类没有特别限制,可

以使用能够成形的热塑性树脂、热固性树脂及电离性射线固化性树脂。特别是从向片材的形态的成形成容易的方面出发,优选使用热塑性树脂。

[0037] 作为热塑性树脂,可列举出聚乙烯或聚丙烯等聚烯烃系树脂、聚对苯二甲酸乙二醇酯或聚对苯二甲酸丁二醇酯等聚酯系树脂、聚碳酸酯系树脂、聚丙烯酸或其酯或聚甲基丙烯酸或其酯等聚丙烯酸系树脂、聚苯乙烯或聚氯乙烯等聚乙烯系树脂、三乙酰纤维素等纤维素系树脂、聚氨酯等氨基甲酸酯系树脂等。

[0038] 作为热固性树脂,可列举出有机硅系树脂、酚系树脂、尿素系树脂、三聚氰胺系树脂、呋喃系树脂、不饱和聚酯系树脂、环氧系树脂、邻苯二甲酸二烯丙酯系树脂、胍胺系树脂、酮系树脂、氨基醇酸系树脂、氨基甲酸酯系树脂、丙烯酸系树脂、聚碳酸酯系树脂等。

[0039] 作为电离性射线固化性树脂,可以使用可通过电离性射线(紫外线或电子射线)的照射而进行交联固化的光聚合性预聚物,作为该光聚合性预聚物,特别优选使用1分子中具有2个以上的丙烯酰基、且通过交联固化而成为三维网眼结构的丙烯酸系预聚物。作为该丙烯酸系预聚物,可以使用氨基甲酸酯丙烯酸酯、聚酯丙烯酸酯、环氧丙烯酸酯、三聚氰胺丙烯酸酯、聚氟烷基丙烯酸酯、有机硅丙烯酸酯等。进而这些丙烯酸系预聚物也可以单独使用,但为了提高交联固化性而进一步提高制成光散射层时的硬度,优选添加光聚合性单体。

[0040] 作为光聚合性单体,可使用丙烯酸2-乙基己酯、丙烯酸2-羟基乙酯、丙烯酸2-羟基丙酯、丙烯酸丁氧基乙酯等单官能丙烯酸单体、1,6-己二醇二丙烯酸酯、新戊二醇二丙烯酸酯、二乙二醇二丙烯酸酯、聚乙二醇二丙烯酸酯、羟基新戊酸酯新戊二醇二丙烯酸酯等2官能丙烯酸单体、二季戊四醇六丙烯酸酯、三甲基丙烷三丙烯酸酯、季戊四醇三丙烯酸酯等多官能丙烯酸单体等中的1种或2种以上。

[0041] 除了上述的光聚合性预聚物及光聚合性单体以外,在通过紫外线照射而使其固化的情况下,优选使用光聚合引发剂或光聚合促进剂等添加剂。

[0042] 作为光聚合引发剂,可列举出苯乙酮、二苯甲酮、米蚩酮、苯偶姻、苯偶酰甲基缩酮、苯甲酰苯甲酸酯、 α -酰基肟酯、噻吨酮类等。

[0043] 另外,光聚合促进剂是能够减轻固化时的由空气带来的聚合障碍而加快固化速度的物质,可列举出例如对二甲基氨基苯甲酸异戊酯、对二甲基氨基苯甲酸乙酯等。

[0044] 在由包含本发明的稀土类磷酸盐粒子及树脂的树脂组合物构成的光散射构件中,关于稀土类磷酸盐粒子的比例,考虑透射性与光散射性的平衡,在将光散射层的厚度设定为 $T(\mu\text{m})$ 、将光散射层中的稀土类磷酸盐粒子的浓度设定为 $C(\text{质量}\%)$ 时, T 与 C 优选满足下述数学式(I)。

$$[0045] \quad 5 \leq (T \times C) \leq 500 \quad (\text{I})$$

[0046] 需要说明的是,所谓光散射层的厚度,在由上述树脂组合物构成的光散射片材(片材状的光散射构件)的情况下,是指片材的厚度,在包含基材和由上述树脂组合物构成的表面涂层的光散射构件的情况下,是指表面涂层的厚度。 T 与 C 更优选满足下述数学式(II)。

$$[0047] \quad 50 \leq (T \times C) \leq 200 \quad (\text{II})$$

[0048] 在由包含本发明的稀土类磷酸盐粒子及树脂的树脂组合物构成的光散射构件中,若考虑光散射性或处理性等,则光散射层的厚度优选设定为 $2\mu\text{m}$ 以上且 $10000\mu\text{m}$ 以下。

[0049] 为了得到由包含本发明的稀土类磷酸盐粒子和透明的树脂的树脂组合物构成的光散射片材等,只要在例如在熔融状态的树脂中掺入本发明的稀土类磷酸盐粒子后,通过

吹塑法、T型模法、溶液流延法、压延法等公知的片材成形方法来成形即可。另外,为了得到使本发明的稀土类磷酸盐粒子配置于透明的片材状的基材的表面而得到的光散射片材等光散射构件,例如只要将有机溶剂与粘合剂树脂与本发明的稀土类磷酸盐粒子混合而制作涂敷液,将该涂敷液使用棒、刮刀、辊或喷枪等涂装或喷雾于基材的表面即可。也可以使用溅射等,使本发明的稀土类磷酸盐粒子直接配置于树脂片材的表面。所谓“透明的树脂”是指具有可见光透射性的树脂。以这样的方法得到的光散射片材例如可以作为显示器、照明用构件、窗户用构件、电饰构件、导光板构件、投影仪的屏幕、平视显示器等中使用的透明屏幕、作为密封材料等使用的LED元件及 μ LED元件、塑料大棚等农业用物资等而适宜地制造。另外,也可以将光散射片材插入光学设备中来使用。作为那样的光学设备,可列举出例如液晶TV、个人电脑、平板电脑、智能手机等移动设备、照明器具等。

[0050] 对本发明的稀土类磷酸盐粒子的适宜的制造方法进行说明。为了制造本发明的稀土类磷酸盐粒子,首先,将包含彼此不同的2种或3种以上的稀土类元素源的水溶液与包含磷酸根的水溶液混合,产生2种或3种以上的稀土类磷酸盐的沉淀。例如通过在包含彼此不同的2种或3种以上的稀土类元素源的水溶液中添加包含磷酸根的水溶液而产生稀土类磷酸盐的沉淀。接着,能够在将进行固液分离而得到的沉淀物干燥后,通过烧成来合成稀土类磷酸盐粒子。作为适于本发明的制造方法的一个例子,可以在将上述的沉淀物通过喷雾干燥等进行干燥后,通过烧成来合成所期望的形状的粒子。

[0051] 优选在加热状态下实施上述的得到稀土类磷酸盐的沉淀的工序。在该情况下,包含稀土类元素源的水溶液的加热的程度优选设定为 50°C 以上且 100°C 以下,更优选设定为 70°C 以上且 95°C 以下。通过在以该温度范围进行加热的状态下进行反应,可得到具有有所期望的 D_{50} 或比表面积的粒子。

[0052] 作为包含彼此不同的2种或3种以上的稀土类元素源的水溶液,优选使用该水溶液中的稀土类元素的浓度以合计量计为 $0.01\sim 2.0\text{mol}/\text{升}$ 、特别是 $0.01\sim 1.5\text{mol}/\text{升}$ 、尤其是 $0.01\sim 1.0\text{mol}/\text{升}$ 的溶液。在该水溶液中,各稀土类元素优选成为三价的离子的状态、或成为在三价的离子上配位有配位基的络离子的状态。为了制备包含彼此不同的2种或3种以上的稀土类元素源的水溶液,例如只要在硝酸水溶液中添加稀土类氧化物(例如 Ln_2O_3 等)并使其溶解即可。

[0053] 在包含磷酸根的水溶液中,优选将该水溶液中的磷酸化学种(chemical species)的合计的浓度设定为 $0.01\sim 5\text{mol}/\text{升}$ 、特别是 $0.01\sim 3\text{mol}/\text{升}$ 、尤其是 $0.01\sim 1\text{mol}/\text{升}$ 。为了调整pH,也可以添加碱种(alkali species)。作为碱种,可以使用例如氨、碳酸氢铵、碳酸铵、碳酸氢钠、碳酸钠、乙基胺、丙基胺、氢氧化钠、氢氧化钾等碱性化合物。

[0054] 包含彼此不同的2种或3种以上的稀土类元素源的水溶液与包含磷酸根的水溶液按照(磷酸根离子)/(稀土类元素离子的合计量)的摩尔比成为 $0.5\sim 10$ 、特别是 $1\sim 10$ 、尤其是 $1\sim 5$ 的方式进行混合从可高效地得到沉淀产物的方面出发优选。

[0055] 一旦如以上那样操作而得到稀土类磷酸盐粒子,就将其按照常规方法进行固液分离,然后进行1次或多次水洗。水洗优选进行至溶液的导电率成为例如 $2000\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下。

[0056] 在上述的将稀土类磷酸盐的沉淀物进行烧成的工序中,烧成可以在大气等含氧气氛下进行。关于该情况的烧成条件,烧成温度优选为 $80^{\circ}\text{C}\sim 1500^{\circ}\text{C}$,更优选为 $400^{\circ}\text{C}\sim 1300^{\circ}\text{C}$ 。通过采用该温度范围,能够容易地得到具有目标晶体结构或比表面积的稀土类磷酸盐

粉末。若烧成温度变得过高,则存在烧结进行而粒子的结晶性提高、并且比表面积下降的倾向。烧成时间以烧成温度为该范围内作为条件,优选为1小时~20小时,更优选为1小时~10小时。

[0057] 实施例

[0058] 以下,通过实施例对本发明进一步进行详细说明。然而,本发明的范围并不限于所述实施例。只要没有特别说明,则“%”是指“质量%”。

[0059] (实施例1)

[0060] 计量水600g到玻璃容器1中,添加60%硝酸(和光纯药工业公司制)61.7g、 Y_2O_3 (Nippon Yttrium公司制)16.6g及 Gd_2O_3 (Nippon Yttrium公司制)3.0g,加温至80℃使其溶解。Y与Gd的摩尔比为Y:Gd=4:1。计量水600g到另一玻璃容器2中,添加85%磷酸18.8g。

[0061] 向玻璃容器1中添加玻璃容器2的内容物,进行1小时老化。将所得到的沉淀物通过倾析洗涤进行洗涤至上清液的导电率成为100 μ S/cm以下。在洗涤后,通过减压过滤进行固液分离,在大气中进行120℃ \times 5小时干燥后,在大气中进行900℃ \times 3小时烧成,得到稀土类磷酸盐粒子。

[0062] (实施例2及3)

[0063] 除了将Y与Gd的摩尔比设定为表1中所示的值以外,与实施例1同样地操作而得到稀土类磷酸盐粒子。

[0064] (实施例4~9)

[0065] 在实施例1中,作为稀土类元素A及稀土类元素B,使用表1中所示的稀土类元素。另外,将元素A与元素B的摩尔比设定为该表中所示的值。除了这些以外,与实施例1同样地操作而得到稀土类磷酸盐粒子。

[0066] (参考例1)

[0067] 在实施例1中,不使用 Gd_2O_3 ,使用了26.6g的 Y_2O_3 。另外,将烧成设定为450℃ \times 3小时。除了这些以外,与实施例1同样地操作而得到稀土类磷酸盐粒子。

[0068] (评价)

[0069] 对于实施例及参考例中得到的稀土类磷酸盐粒子,测定晶体结构、BET比表面积、 D_{50} 及 D_{99} 、以及以稀土类元素A的磷酸盐作为基准的最高强度的峰位置的位移量。另外,通过以下的方法制造光散射片材,测定其总光线透射率、雾度及亮度。将它们的结果示于以下的表1中。另外,将对实施例1~6的稀土类磷酸盐粒子测定而得到的粉末X射线衍射测定的结果示于图2中。在X射线衍射测定中使用了以下说明的设备。

[0070] (晶体结构及以稀土类元素A的磷酸盐作为基准的最高强度的峰位置的位移量)

[0071] 将实施例及参考例中得到的稀土类磷酸盐粒子安装于保持器上,使用RINT-TTRIII(Rigaku公司制),在下述条件下测定衍射线的角度和强度,得到衍射图案。

[0072] (管球) CuK α 射线

[0073] (管电压) 50kV

[0074] (管电流) 300mA

[0075] (取样间隔) 0.02°

[0076] (扫描速度) 4.0°/min

[0077] (开始角度) 20°

[0078] (结束角度) 80°

[0079] 在测定位移量时成为基准的峰位置 (2θ) 使用了收录于 ICSD (International Crystal Structure Database) 中的 YPO_4 、 GdPO_4 及 LaPO_4 的数据。

[0080] (总光线透射率及雾度的测定)

[0081] 使用聚碳酸酯树脂作为树脂。将该树脂与稀土类磷酸盐粒子预混合后,通过挤出成形而制造了 $100\text{mm} \times 100\text{mm} \times$ 厚度 1mm 的光散射片材。按照所得到的光散射片材的雾度值成为大致恒定的方式,适当调整稀土类磷酸盐粒子相对于树脂的配合比例。其配合比例如表1中所示的那样设定。用雾度计(日本电色工业株式会社制、NDH2000)测定所得到的光散射片材的总光线透射率及雾度值。

[0082] (视角的评价)

[0083] 如图1(a)中所示的那样,将总光线透射率的测定中使用的光散射片材10配置于垂直面V内。将短焦点投影仪用于光源12,对光散射片材10照射光。光从光散射片材10的下方朝向上方,相对于垂直面V以45度的角度照射。在光散射片材10中的与光的照射面相反侧的投影面11侧设置亮度计13,测定光散射片材10发光的亮度。亮度计13如图1(b)中所示的那样,设置于将光散射片材10横切、并且相对于与水平面平行的线H成45度的角度的位置。而且,通过将使用了各实施例的稀土类磷酸盐粒子的光散射片材的亮度的值除以使用了参考例1的稀土类磷酸盐粒子的光散射片材的亮度的值,算出亮度比((使用了各实施例的稀土类磷酸盐粒子的光散射片材的亮度)/(使用了参考例1的稀土类磷酸盐粒子的光散射片材的亮度))。

[0084]

[表1]

| | 稀土类磷酸盐粒子 | | | | | | | | | | 光散射片材 (1mm厚) | | | |
|------|----------|-----|--------------|----------------------|------------------------------------|-------------------------|-------------------------|------------|--------------------------|----------------------------|----------------------------------|-------------------|-----------|-----------------------|
| | 元素A | 元素B | A:B (摩尔比) | 元素A的 磷酸盐的 晶体结构 | BET 比表面积 (m ² /g) | D ₅₀ (μm) | D ₁₀ (μm) | 峰位移 (°) | 峰位移量 元素A的磷酸盐 的基准组成 | 峰位移量的测定的基准 基准峰位置 (°) | 稀土类磷酸 盐粒子的 配合比例 (mass%) | 总光线 透射率 (%) | 雾度 (%) | 亮度比 (以参考例 1为基准) |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| 实施例1 | Y | Gd | 4:1 | 磷钇矿 | 11.5 | 0.2 | 1.9 | 0.07(低角度侧) | YPO ₄ | 25.9 | 0.05 | 88.8 | 10.7 | 2.4 |
| 实施例2 | Y | Gd | 3:1 | 磷钇矿 | 11.8 | 0.2 | 2.0 | 0.09(低角度侧) | YPO ₄ | 25.9 | 0.05 | 88.4 | 10.1 | 3.3 |
| 实施例3 | Y | Gd | 1:1 | 磷钇矿 | 12.3 | 0.2 | 1.7 | 0.16(低角度侧) | YPO ₄ | 25.9 | 0.07 | 88.7 | 10.2 | 6.3 |
| 实施例4 | Gd | Y | 9:1 | 独居石 | 8.3 | 0.2 | 2.1 | 0.01(低角度侧) | GdPO ₄ | 29.6 | 0.15 | 84.1 | 10.3 | 11.6 |
| 实施例5 | Gd | Y | 4:1 | 独居石 | 7.6 | 0.2 | 2.2 | 0.02(低角度侧) | GdPO ₄ | 29.6 | 0.11 | 85.3 | 10.0 | 9.5 |
| 实施例6 | Gd | Y | 3:1 | 独居石 | 7.1 | 0.3 | 2.1 | 0.04(低角度侧) | GdPO ₄ | 29.6 | 0.11 | 85.1 | 10.1 | 9.4 |
| 实施例7 | La | Y | 1:1 | 独居石 | 8.4 | 0.4 | 1.3 | 0.66(高角度侧) | LaPO ₄ | 28.6 | 0.06 | 88.5 | 9.7 | 6.0 |
| 实施例8 | Y | Lu | 1:1 | 磷钇矿 | 27.9 | 0.3 | 1.7 | 0.20(高角度侧) | YPO ₄ | 25.9 | 0.20 | 84.2 | 10.4 | 3.2 |
| 实施例9 | Y | Yb | 1:1 | 磷钇矿 | 16.7 | 0.5 | 1.2 | 0.17(高角度侧) | YPO ₄ | 25.9 | 0.13 | 86.8 | 9.9 | 7.8 |
| 参考例1 | Y | - | - | 磷钇矿 | 10.0 | 1.5 | 6.8 | - | - | - | 0.05 | 89.3 | 10.9 | - |

[0085] 如由表1中所示的结果表明的那样,若使用各实施例的稀土类磷酸盐粒子,则得到与使用参考例1的稀土类磷酸盐粒子的情况同样的总光线透射率及雾度。由于这些值是在用于透明屏幕等的情况下充分地满足性能的值,所以判断使用了各实施例及参考例1的稀土类磷酸盐粒子的光散射片材为具有高的光透射性及光散射性的片材。另外,若使用各

实施例的稀土类磷酸盐粒子,则与使用了参考例1的稀土类磷酸盐粒子的情况相比,即使亮度的测定位置的角度相对于光源的正面方向大也可得到高的亮度。由该结果判断,使用了各实施例中得到的稀土类磷酸盐粒子的光散射片材在用于透明屏幕等的情况下,与使用了参考例1的稀土类磷酸盐粒子的光散射片材相比为宽视角的片材。

[0086] 产业上的可利用性

[0087] 根据本发明的稀土类磷酸盐粒子,通过将该粒子配置于基材的内部或表面,能够确保该基材的透明性及宽视角并且提高光散射性。

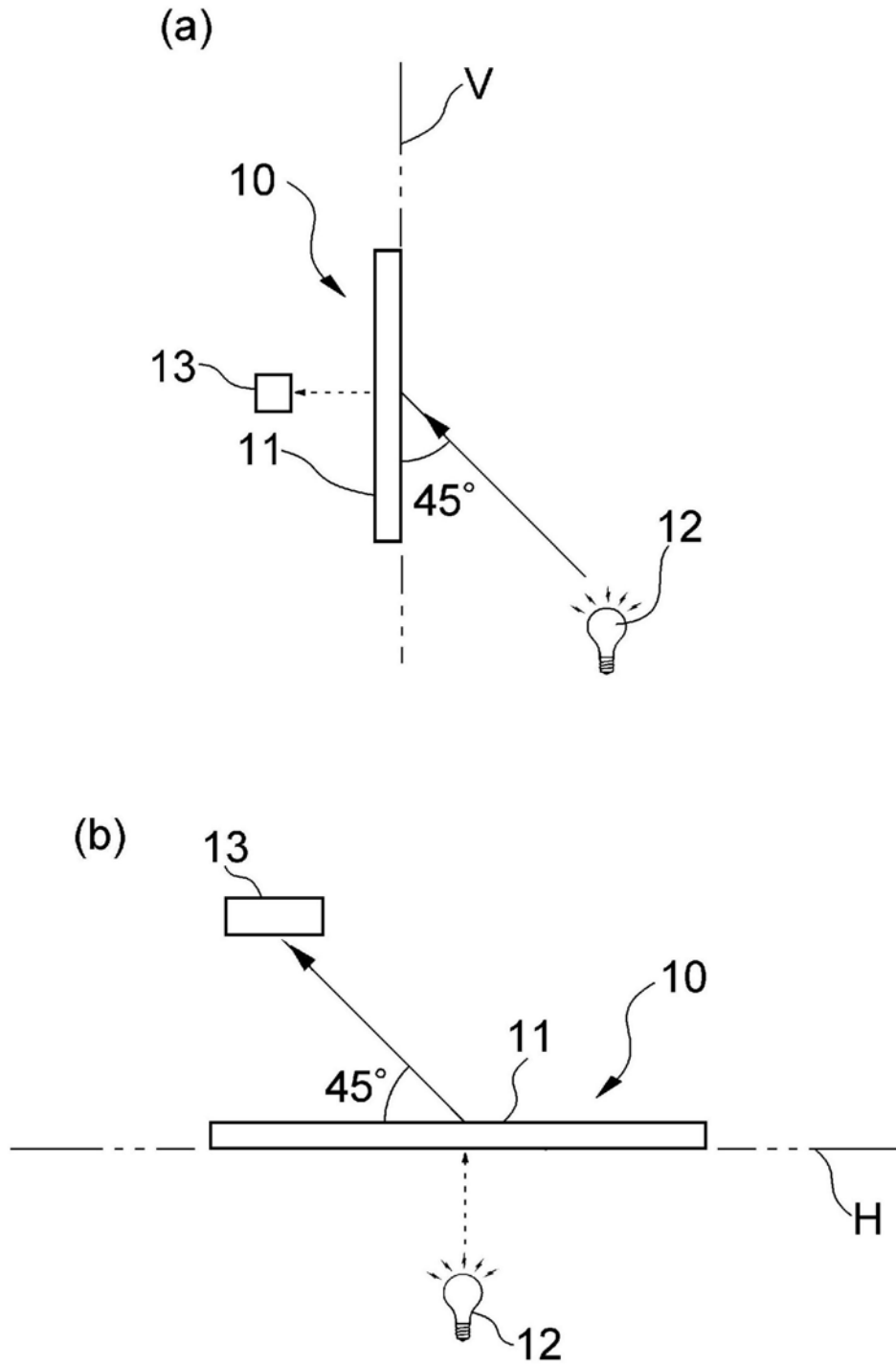


图1

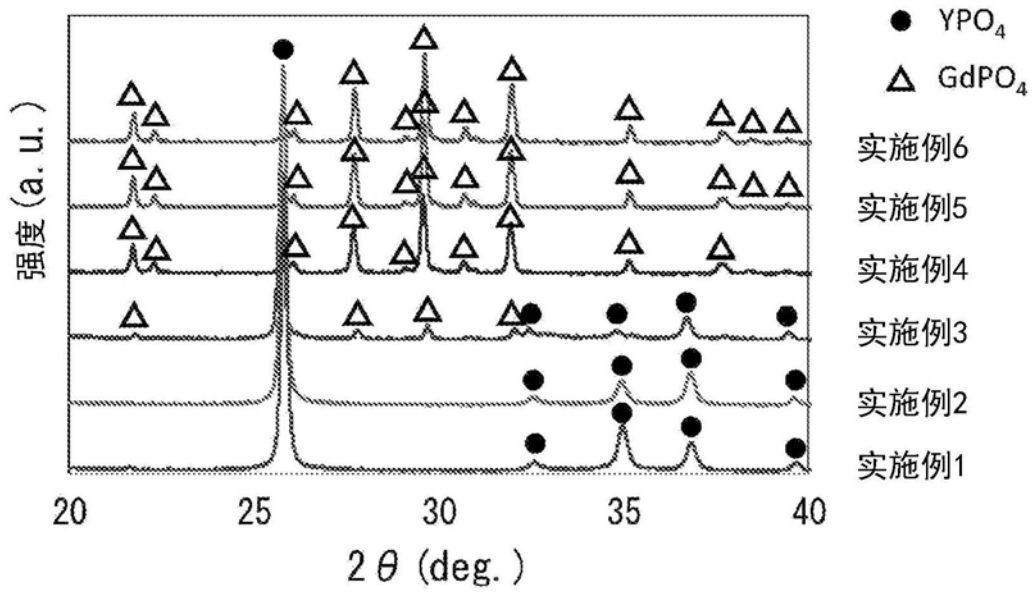


图2