

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第1区分

【発行日】平成18年7月20日(2006.7.20)

【公開番号】特開2004-59421(P2004-59421A)

【公開日】平成16年2月26日(2004.2.26)

【年通号数】公開・登録公報2004-008

【出願番号】特願2003-156476(P2003-156476)

【国際特許分類】

**C 0 1 G 9/02 (2006.01)**

**A 6 1 K 8/19 (2006.01)**

**C 0 8 K 9/02 (2006.01)**

**C 0 8 L 101/00 (2006.01)**

**C 0 9 C 1/04 (2006.01)**

**C 0 9 C 1/36 (2006.01)**

**C 0 9 C 3/06 (2006.01)**

**C 0 9 C 3/12 (2006.01)**

**C 0 9 K 3/00 (2006.01)**

【F I】

C 0 1 G 9/02 A

A 6 1 K 7/00 B

C 0 8 K 9/02

C 0 8 L 101/00

C 0 9 C 1/04

C 0 9 C 1/36

C 0 9 C 3/06

C 0 9 C 3/12

C 0 9 K 3/00 1 0 4 Z

【手続補正書】

【提出日】平成18年6月2日(2006.6.2)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】表面をシリカにより被覆されたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子を含有する粉末であって、5 $\mu$ m以上の粗粒が0.1質量%以下であるシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項2】表面をシリカにより被覆されたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子をさらに疎水性付与剤にて表面処理してなる表面疎水化されたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子を含有する粉末であって、5 $\mu$ m以上の粗粒が0.1質量%以下であるシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項3】疎水性付与剤が、シリコン油類、アルコキシシラン類、シランカップリング剤類及び、高級脂肪酸塩類からなる群から選ばれる1種又は2種以上の疎水性付与剤である請求項2に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項4】シリカ被覆酸化亜鉛微粒子のシリカ膜厚が0.5~100nmである、請求項1乃至3のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項5】シリカ被覆酸化亜鉛微粒子の一次粒子径が1~200nmである請求項1乃至4のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項6】表面疎水化されたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子の一次粒子径が5~120n

mであり、かつシリカ膜厚が0.5～25nmである請求項2または3に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項7】シリカ被覆酸化亜鉛微粒子のシリカ膜の $1150 \sim 1250 \text{ cm}^{-1}$ と $1000 \sim 1100 \text{ cm}^{-1}$ における赤外吸収スペクトルの吸収ピーク強度の比 $I$  ( $I = I_1 / I_2$  :  $I_1$ は $1150 \sim 1250 \text{ cm}^{-1}$ の吸収ピーク強度、 $I_2$ は $1000 \sim 1100 \text{ cm}^{-1}$ の吸収ピーク強度)が、0.2以上であり、且つシリカ膜の屈折率が1.435以上である請求項1乃至6のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項8】シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末のテトラリン自動酸化法により測定した光触媒活性度が60Pa/分以下である請求項1乃至7のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項9】シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末のサンセットイエロー法により測定される色素退色速度 ( $\text{ABS}_{490} / \text{時}$ ) が0.1以下である請求項1乃至8のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項10】シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末のパラソール法により測定される有機紫外線吸収剤分解速度 ( $\text{ABS}_{340} / \text{時}$ ) が0.02以下である請求項1乃至9のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項11】シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末のパラメトキシ桂皮酸エチルヘキシル法により測定される有機紫外線吸収剤分解率が5%以下である請求項1乃至10のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項12】シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末が、酸化チタンを含んでいることを特徴とする請求項1乃至11のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項13】酸化亜鉛10質量部に対して、2質量部～5質量部の酸化チタンを含んでいることを特徴とする請求項12に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項14】酸化チタンの少なくとも一部がシリカによって被覆されていることを特徴とする請求項12乃至13のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項15】酸化チタンが、一次粒子内にチタン 酸素 珪素結合が存在した混晶を含んでいることを特徴とする請求項12乃至14のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項16】酸化チタンが、BET比表面積を $\text{Am}^2 / \text{g}$ 、 $\text{SiO}_2$ 含量をB質量%としたときに、 $B / A = 0.02 \sim 0.5$ であることを特徴とする請求項15に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項17】酸化チタンが、BET比表面積が $10 \sim 200 \text{ m}^2 / \text{g}$ であることを特徴とする請求項15または16に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項18】酸化チタンの一次粒子径が $0.008 \mu\text{m} \sim 0.15 \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項15乃至17のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項19】酸化チタンが、コア(核)/シェル(殻)構造をとっており、コアに $\text{TiO}_2$ 相が、シェルに $\text{SiO}_2$ 相が富んだ構造であることを特徴とする請求項15乃至18のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

【請求項20】請求項1乃至19のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末と熱可塑性樹脂を含む有機重合体組成物。

【請求項21】請求項1乃至19のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末と熱可塑性樹脂からなる有機重合体組成物。

【請求項22】熱可塑性樹脂が、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリアミド、ポリエステル、ポリカーボネートから選ばれたものである請求項20または21に記載の有機重合体組成物。

【請求項23】請求項20乃至22のいずれか1項に記載の有機重合体組成物を成形してなる成形体。

【請求項24】成形体が、繊維、糸、フィルム、テープ、シート、中空体、多層構造体から選ばれた成形体である請求項23に記載の成形体。

【請求項25】内外装建材、機械、車両内外装材、ガラス製品、家電製品、農業資材、

電子機器、工具、食器、風呂用品、トイレ用品、家具、衣類、織布、不織布、布製品、革製品、紙製品、スポーツ用品、蒲団、容器、眼鏡、看板、配管、配線、金具、衛生資材、自動車用品、テント、アウトドア用品、ストッキング、靴下、手袋、マスク、肌着からなる群より選ばれた少なくとも1種の物品であって、請求項23または24に記載の成形体を具備した物品。

【請求項26】請求項1乃至19のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末を含む化粧品。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

即ち、本発明は、以下の発明からなる。

(1) 表面をシリカにより被覆されたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子を含有する粉末であって、 $5\mu\text{m}$ 以上の粗粒が0.1質量%以下であるシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(2) 表面をシリカにより被覆されたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子をさらに疎水性付与剤にて表面処理してなる表面疎水化されたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子を含有する粉末であって、 $5\mu\text{m}$ 以上の粗粒が0.1質量%以下であるシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(3) 疎水性付与剤が、シリコン油類、アルコキシシラン類、シランカップリング剤類及び、高級脂肪酸塩類からなる群から選ばれる1種又は2種以上の疎水性付与剤である(2)に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(4) シリカ被覆酸化亜鉛微粒子のシリカ膜厚が $0.5\sim 100\text{nm}$ である、(1)乃至(3)のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(5) シリカ被覆酸化亜鉛微粒子の一次粒子径が $1\sim 200\text{nm}$ である(1)乃至(4)のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(6) 表面疎水化されたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子の一次粒子径が $5\sim 120\text{nm}$ であり、かつシリカ膜厚が $0.5\sim 25\text{nm}$ である(2)または(3)に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(7) シリカ被覆酸化亜鉛微粒子のシリカ膜の $1150\sim 1250\text{cm}^{-1}$ と $1000\sim 1100\text{cm}^{-1}$ における赤外吸収スペクトルの吸収ピーク強度の比 $I$  ( $I = I_1 / I_2$  :  $I_1$ は $1150\sim 1250\text{cm}^{-1}$ の吸収ピーク強度、 $I_2$ は $1000\sim 1100\text{cm}^{-1}$ の吸収ピーク強度)が、0.2以上であり、且つシリカ膜の屈折率が1.435以上である(1)乃至(6)のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(8) シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末のテトラリン自動酸化法により測定した光触媒活性度が $60\text{Pa}/\text{分}$ 以下である(1)乃至(7)のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(9) シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末のサンセットイエロー法により測定される色素退色速度 ( $\text{ABS}_{490}/\text{時}$ ) が0.1以下である(1)乃至(8)のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(10) シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末のパラソール法により測定される有機紫外線吸収剤分解速度 ( $\text{ABS}_{340}/\text{時}$ ) が $0.02$ 以下である(1)乃至(9)のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(11) シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末のパラメトキシ桂皮酸エチルヘキシル法により測定される有機紫外線吸収剤分解率が5%以下である(1)乃至(10)のいずれか1項に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(12) シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末が、酸化チタンを含んでいることを特徴とする(1)~(11)のいずれか1つに記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(13) 酸化亜鉛10質量部に対して、2質量部~5質量部の酸化チタンを含んでいることを特徴とする(12)に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(14) 酸化チタンの少なくとも一部がシリカによって被覆されていることを特徴とする(12)または(13)に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(15) 酸化チタンが、一次粒子内にチタン 酸素 珪素結合が存在した混晶を含んでいることを特徴とする(12)～(14)のいずれか1つに記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(16) 酸化チタンが、BET比表面積を $A \text{ m}^2 / \text{g}$ 、 $\text{SiO}_2$ 含量をB質量%としたときに、 $B / A = 0.02 \sim 0.5$ であることを特徴とする(15)に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(17) 酸化チタンが、BET比表面積が $10 \sim 200 \text{ m}^2 / \text{g}$ であることを特徴とする(15)または(16)に記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(18) 酸化チタンの一次粒子径が $0.008 \mu\text{m} \sim 0.15 \mu\text{m}$ であることを特徴とする(15)～(17)のいずれか1つに記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(19) 酸化チタンが、コア(核)/シェル(殻)構造をとっており、コアに $\text{TiO}_2$ 相が、シェルに $\text{SiO}_2$ 相が富んだ構造であることを特徴とする(15)～(18)のいずれか1つに記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末。

(20)(1)乃至(19)のいずれか1つに記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末と熱可塑性樹脂を含む有機重合体組成物。

(21)(1)乃至(19)のいずれか1つに記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末と熱可塑性樹脂からなる有機重合体組成物。

(22) 熱可塑性樹脂が、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリアミド、ポリエステル、ポリカーボネートから選ばれたものである(20)または(21)に記載の有機重合体組成物。

(23)(20)乃至(22)のいずれか1つに記載の有機重合体組成物を成形してなる成形体。

(24) 成形体が、繊維、糸、フィルム、テープ、シート、中空体、多層構造体から選ばれた成形体である(23)に記載の成形体。

(25) 内外装建材、機械、車両内外装材、ガラス製品、家電製品、農業資材、電子機器、工具、食器、風呂用品、トイレ用品、家具、衣類、織布、不織布、布製品、革製品、紙製品、スポーツ用品、蒲団、容器、眼鏡、看板、配管、配線、金具、衛生資材、自動車用品、テントなどのアウトドア用品、ストッキング、靴下、手袋、マスク、肌着からなる群より選ばれた少なくとも1種の物品であって、(23)または(24)に記載の成形体を具備した物品。

(26)(1)～(19)のいずれか1つに記載のシリカ被覆酸化亜鉛含有粉末を含む化粧料。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0018】

本方法において、シリカ被膜形成用組成物に含有される珪酸とは、例えば化学大辞典(共立出版株式会社 昭和44年3月15日発行、第七刷)の『珪酸』の項に示される、オルト珪酸およびその重合体である、メタ珪酸、メソ珪酸、メソ三珪酸、メソ四珪酸等を示す。珪酸は有機基あるいはハロゲンを含まない。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

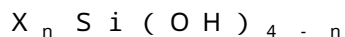
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0019】

本方法の珪酸は、例えばテトラアルコキシシラン ( $\text{Si}(\text{OR})_4$ 、式中Rは炭化水素基、特にC1～C6の脂肪族基)、具体的にはテトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラn-プロポキシシラン、テトライソプロポキシシラン、テトラn-ブトキシシラン等の珪酸を産生し得る前駆体に、水、アルカリ、有機溶媒を添加、攪拌し、加水分解反応を進めることにより得ることができる。この方法は取扱いあるいは操作が容易で実用的であり好ましい。中でもテトラエトキシシランは珪酸を産生し得る前駆体として好ましい材料である。

なお、下記式



(式中、Xは炭化水素基、ハロゲン、水素、nは1, 2又は3の整数である。)で表される炭化水素基、ハロゲン又は水素のような疎水性基を有する化合物は本方法で用いる珪酸を産生し得る前駆体とは異なる。従って、トリアルコキシアルキルシラン、ジアルコキシアルキルジアルキルシラン、トリアルコキシシラン、ジアルコキシシラン、などは前駆体として適当ではない。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0039】

シリカ被膜は酸化亜鉛粒子表面への選択的被覆により成長するので、成膜時間を長くすれば膜厚を厚くすることができる。むろん、被膜形成用組成物中の珪酸の原料が被膜の形成により大部分消費された場合には、成膜速度は低下するが、消費量に相当する珪酸の原料を順次追添加することにより、連続して実用的な成膜速度でシリカ被膜の形成を行うことができる。特に、所望のシリカ膜厚に相当する珪酸の原料を加えた被膜形成用組成物中に原料酸化亜鉛粒子を所定時間保持し、シリカ膜を形成させて珪酸の原料を消費せしめ、生成したシリカ被覆酸化亜鉛微粒子を系外に取り出した後、消費量に相当する珪酸の原料を追添加することにより、引き続いて該組成物を次の原料酸化亜鉛粒子への被膜形成に用いることができ、経済性、生産性の高い連続プロセスを構築できる。表2から、粒子状二酸化チタン表面のフッ素化含有率と二酸化チタンの光化学触媒作用の抑制効果には相関がみられる(実施例7～9)、フッ素化の反応時間を調整することにより光化学触媒作用を制御できることが分かる。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0047

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0047】

シリカ被覆酸化亜鉛を疎水性付与剤で表面処理する方法は、公知の方法が使用できる。本方法では、例えば、シリカ被覆酸化亜鉛粒子を乾式法あるいはスプレー法を用い直接疎水化することもできる。乾式法では、V型混合機、ヘンシェルミキサー等の混合機で攪拌されている前記のシリカ被覆酸化亜鉛微粒子に、疎水性付与剤あるいは疎水性付与剤の有機溶媒溶液をスプレー等の方法で添加し、さらに混合を続け、粉体の表面に均一に付着させ、乾燥し、さらに必要があれば、強固に付着させるために加熱する方法を用いることができる。また、スプレー法では、高温にしたシリカ被覆酸化亜鉛粒子に疎水性付与剤又はその溶液をスプレーし、表面を被覆する方法を用いることができる。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0048

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0048】

湿式法では、水又は有機溶媒又は混合溶媒にシリカ被覆酸化亜鉛微粒子を分散した液に疎水性付与剤、またはその溶液及び反応触媒等を加え、さらに攪拌した後、表面処理を行う方法を用いることができる。この場合、固・液分離後に乾燥を行うことにより、表面疎水化されたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子粉末を得ることができる。乾燥方法は自然乾燥、温風乾燥、真空乾燥、スプレードライ等の一般的な乾燥法を用いることができる。

## 【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0050】

本方法に用いられる疎水性付与剤は、特に限定されないが、例えば、ロウ、高級脂肪酸トリグリセライド、高級脂肪酸、高級脂肪酸多価金属塩、高級脂肪族硫酸化物の多価金属塩等の高級脂肪酸、高級アルコールまたはそれらの誘導体、パーフロロ化または部分フッ素化した高級脂肪酸及び高級アルコール等の有機フッ素化合物、シリコーン油類、有機アルコキシシラン類、有機クロロシラン類、及びシラザン類等の有機珪素化合物が使用できる。高級脂肪酸多価金属塩、シリコーン油、シランカップリング剤、アルコキシシラン類が好ましく用いられる。

## 【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0054

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0054】

本方法に用いられる有機アルコキシシラン類としては、特に制限はないが、例えば、ビニルトリクロロシラン、ビニルトリス(メトキシエトキシ)シラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、(メタクリロイルオキシプロピル)トリメトキシシラン、(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、グリシジルオキシプロピルトリメトキシシラン、グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、N-(アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(アミノエチル)アミノプロピルメチルジエトキシシラン、アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニルアミノプロピルトリメトキシシラン、メルカプトプロピルトリメトキシシラン及びクロロプロピルトリメトキシシランなどのシランカップリング剤及びメチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、トリメチルメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、トリメチルエトキシシラン、メチルジメトキシシラン、メチルジエトキシシラン、ジメチルエトキシシラン、ジメチルビニルメトキシシラン、ジメチルビニルエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン及びジフェニルジエトキシシランが挙げられる。また、パーフルオロ化あるいは部分フルオロ化されたアルキル基を有するアルコキシシランも用いることができる。

## 【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0056

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0056】

式；  $R^1 (R^2)_n SiX_{3-n}$

(式中  $R^1$  は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基またはフェニル基、 $R^2$  は水素基または炭素数 1

～ 4 のアルキル基またはフェニル基、X は炭素数 1 ～ 4 のアルコキシ基、n は 0 ～ 2 の整数である。）

疎水性付与剤の被覆量は、該疎水性付与剤が原料のシリカ被覆酸化亜鉛粒子の表面を完全に被覆できる最小被覆量以上であればよい。この量は、下式

最小被覆量 (g) = シリカ被覆酸化亜鉛微粒子の質量 (g) × 比表面積 (m<sup>2</sup> / g) / 疎水性付与剤の最小被覆面積 (m<sup>2</sup>)

によって算出することができる。疎水性付与剤の添加量が過多になるとシリカ被覆酸化亜鉛微粒子の表面以外に析出する分が増えるので、経済的でない。疎水性付与剤の分子量、シリカ被覆酸化亜鉛微粒子の比表面積に依存するので一概には決められないが、通常、シリカ被覆酸化亜鉛微粒子に対して 0.1 ～ 30 質量% 以下が好ましく、さらに好ましくは 1 ～ 20 質量% 以下である。0.1 質量% 以下では十分な疎水性が得られない点で好ましくない。また 30 質量% 以上では、十分な疎水性が得られるが、単位重量当たりの酸化亜鉛含有量の減少により紫外線遮蔽能の低下を来してしまうため好ましくない。

【手続補正 11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0079

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0079】

一次粒子内にチタン - 酸素 - 珪素結合が存在した混晶を含む超微粒子混晶酸化物は、BET 比表面積を A m<sup>2</sup> / g、SiO<sub>2</sub> 含量を B 質量% としたときに、B / A は一般に 0.02 ～ 0.5 であり、好ましくは 0.05 ～ 0.3 である。B / A が 0.02 より小さいと有機重合体組成物中における超微粒子混晶酸化物の分散性が悪く、かつ成形体の耐候性が悪くなるため好ましくない。0.5 より大きいと粒子表面における SiO<sub>2</sub> 相による被覆が多くなり、紫外線遮蔽能の向上効果が低下するため好ましくない。

【手続補正 12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0105

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0105】

以下の実施例、比較例において、下記の評価を行った。

(シリカ膜厚測定) シリカ被膜酸化亜鉛微粒子を透過型電子顕微鏡 (日本電子 (株) 製 JEM 2010、加速電圧 200V) により観察し、粒子表面のシリカ被膜 (基材に対して、基材を覆うように認められる、薄いコントラストを有する膜部) の厚み観察によって測定した。

(平均一次粒子径) シリカ被膜酸化亜鉛微粒子を透過型電子顕微鏡 (日本電子 (株) 製 JEM 2010、加速電圧 200V) により観察し、粒子 100 個を任意に抽出し、各粒子の粒子径を測定し、平均粒子径を算出した。

(IR スペクトル測定) シリカ被膜酸化亜鉛微粒子のシリカ膜の透過赤外吸収スペクトル (日本分光 (株) 製 FT-IR-8000) は、KBr 法 (シリカ被膜酸化亜鉛微粒子と KBr の各粉体の混合比は、シリカ被膜酸化亜鉛微粒子 / KBr 質量比が 1 / 32) を用いて測定した。1150 ～ 1250 cm<sup>-1</sup> と 1000 ～ 1100 cm<sup>-1</sup> における赤外吸収スペクトルの透過率より吸収ピークの吸光度を算出し、吸収ピーク強度の比 I (I = I<sub>1</sub> / I<sub>2</sub> : I<sub>1</sub> は 1150 ～ 1250 cm<sup>-1</sup> の吸収ピークの吸光度、I<sub>2</sub> は 1000 ～ 1100 cm<sup>-1</sup> の吸収ピークの吸光度) を求める。

(屈折率測定) シリカ被膜酸化亜鉛微粒子を合成する際に系内に浸漬したシリコンウエハ上に形成されるシリカ膜を用いて、エリプソメーター (ULVAC 社製 ; LASSERELLIPSOMETER ESM-1A) により測定した。

(テトラリン自動酸化法) 「清野学著、酸化チタン - 物性と応用技術、技報堂出版、p .

196 - 197、1991年」に記載されている。測定条件は、温度40℃、テトラリン20ml、酸化亜鉛0.02gである。

(色素退色速度の測定・サンセットイエロー法)得られたシリカ被覆酸化亜鉛微粒子と未被覆酸化亜鉛粒子(原料酸化亜鉛粒子)及び市販酸化亜鉛(ZnO350、住友大阪セメント(株)製)を被験物質としてサンセットイエロー法により色素退色速度を測定した。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0150

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0150】

比較例6：酸化亜鉛粒子(昭和タイタニウム株式会社製高純度酸化亜鉛UFZ-40；一次粒子径27nm)の水性懸濁液(ZnO濃度50g/L)を80℃に昇温し、攪拌下、酸化亜鉛に対して、SiO<sub>2</sub>として10重量%のケイ酸ナトリウムの水溶液を加えた。10分間、熟成した後、60分かけて攪拌下に硫酸を加え、pH6.5に中和した。30分間、熟成した後、得られた懸濁液を濾過、水洗した後、130℃で5時間、加熱乾燥した。このようにして得られた乾燥品をジェットミル粉碎して、シリカ被覆酸化亜鉛含有粉末を得た。これを、実施例1における疎水処理前のシリカ被膜酸化亜鉛微粒子に変えて用いた以外は実施例1と同じ操作を行い、有機重合体組成物マスターバッチを得た。