

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2013-203862

(P2013-203862A)

(43) 公開日 平成25年10月7日(2013.10.7)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09K 3/00 (2006.01)	C09K 3/00 I04C	4F006
C08J 7/04 (2006.01)	C08J 7/04 CFDZ	4J038
C09D 5/32 (2006.01)	C09D 5/32	
C09D 7/12 (2006.01)	C09D 7/12	
C09D 201/00 (2006.01)	C09D 201/00	

審査請求 未請求 請求項の数 20 O L (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2012-73834 (P2012-73834)
 (22) 出願日 平成24年3月28日 (2012.3.28)

(71) 出願人 306037311
 富士フイルム株式会社
 東京都港区西麻布2丁目26番30号
 (74) 代理人 100083116
 弁理士 松浦 憲三
 (72) 発明者 小池 誠
 神奈川県足柄上郡開成町牛島577番地
 富士フイルム株式会社内
 Fターム(参考) 4F006 AA35 AB12 AB20 AB24 AB39
 AB62 AB64 AB65 AB69 BA03
 CA04 CA05 CA08 EA00
 4J038 CE021 CK031 JB36 KA12 KA20
 NA01 NA03 PC08

(54) 【発明の名称】 紫外線吸収剤分散液の製造方法、その方法で製造される紫外線吸収剤分散液、紫外線吸収塗料の製造方法、その方法で製造される紫外線吸収塗料、紫外線吸収フィルムの製造方法、及びその方

(57) 【要約】

【課題】 粒径が小さく透明性に優れた紫外線吸収剤分散液、紫外線吸収塗料、及び紫外線吸収フィルムを得ることができる製法を提供することを目的とする。

【解決手段】

紫外線吸収剤分散液の製造方法は、紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸収剤の貧溶媒とをそれぞれ別々に送液する工程と、紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸収剤の貧溶媒とを合流流路で連続的に混合する工程と、を有する。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸収剤の貧溶媒とをそれぞれ別々に送液する工程と、前記紫外線吸収剤の溶液と前記紫外線吸収剤の貧溶媒とを合流流路で連続的に混合する工程と、を有する紫外線吸収剤分散液の製造方法。

【請求項 2】

前記合流流路がマイクロリアクタである請求項 1 に記載の紫外線吸収剤分散液の製造方法。

【請求項 3】

前記紫外線吸収剤の溶液が有機系溶媒の溶液であり、前記紫外線吸収剤の貧溶媒が水系の溶媒である請求項 1 又は 2 に記載の紫外線吸収剤分散液の製造方法。

10

【請求項 4】

前記紫外線吸収剤がベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、トリアジン系、シアノアクリレート系、サリシレート系、及びオギザニリド系の群から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載の紫外線吸収剤分散液の製造方法。

【請求項 5】

前記紫外線吸収剤が、前記紫外線吸収剤の溶液の全重量に対し 0.01 ~ 50 重量%の量で存在し、前記紫外線吸収剤の溶液の流量と前記紫外線吸収剤の貧溶媒の流量との比が、1 : 0.1 から 1 : 500 である請求項 1 から 4 のいずれか 1 項に記載の紫外線吸収剤分散液の製造方法。

20

【請求項 6】

請求項 1 から 5 のいずれか 1 項に記載の製造方法で製造される紫外線吸収剤分散液。

【請求項 7】

前記紫外線吸収剤が 40 nm 以下の平均粒径を有する請求項 6 記載の紫外線吸収剤分散液。

【請求項 8】

前記紫外線吸収剤が 20 nm 以下の平均粒径を有する請求項 6 記載の紫外線吸収剤分散液。

【請求項 9】

請求項 1 から 5 のいずれか 1 項に記載の製造方法により得られた紫外線吸収剤分散液とバインダとを混合する工程を含む紫外線吸収塗料の製造方法。

30

【請求項 10】

請求項 9 の製造方法により製造される紫外線吸収塗料。

【請求項 11】

波長 450 ~ 800 nm の光に対する透過率が 95% 以上であり、波長 300 ~ 350 nm の光に対する透過率が 5% 以下である請求項 10 記載の紫外線吸収塗料。

【請求項 12】

波長 430 ~ 800 nm の光に対する透過率が 95% 以上であり、波長 300 ~ 380 nm の光に対する透過率が 5% 以下である請求項 10 記載の紫外線吸収塗料。

【請求項 13】

波長 450 ~ 800 nm の光に対する透過率が 98% 以上であり、波長 300 ~ 350 nm の光に対する透過率が 2% 以下である請求項 10 記載の紫外線吸収塗料。

40

【請求項 14】

前記紫外線吸収剤が、紫外線吸収塗料の全重量に対し 0.1 ~ 50 重量%の量で存在する請求項 10 から 13 のいずれか 1 項に記載の紫外線吸収塗料。

【請求項 15】

請求項 9 の製造方法により得られた紫外線吸収塗料を基材に塗布する工程を含む紫外線吸収フィルムの製造方法。

【請求項 16】

請求項 15 の製造方法により製造された紫外線吸収フィルム。

50

【請求項 17】

波長 450 ~ 800 nm の光に対する透過率が 95 % 以上であり、波長 300 ~ 350 nm の光に対する透過率が 5 % 以下である請求項 16 記載の紫外線吸収フィルム。

【請求項 18】

波長 430 ~ 800 nm の光に対する透過率が 95 % 以上であり、波長 300 ~ 380 nm の光に対する透過率が 5 % 以下である請求項 16 記載の紫外線吸収フィルム。

【請求項 19】

波長 450 ~ 800 nm の光に対する透過率が 98 % 以上であり、波長 300 ~ 350 nm の光に対する透過率が 2 % 以下である請求項 16 記載の紫外線吸収フィルム。

【請求項 20】

前記基材が PET、PEN 又は PC であり、かつ 0.01 ~ 1 mm の厚さを有し、前記紫外線吸収塗料が 0.1 ~ 10 g/m² で塗布される請求項 16 から 19 のいずれか 1 項に記載の紫外線吸収フィルム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、紫外線吸収剤分散液の製造方法、その方法で製造される紫外線吸収剤分散液、紫外線吸収塗料の製造方法、その方法で製造される紫外線吸収塗料、紫外線吸収フィルムの製造方法、及びその方法で製造される紫外線吸収フィルムに関し、特に、粒径が微小な紫外線吸収剤に関する技術である。

【背景技術】

【0002】

成型品や塗料中の樹脂は、波長 100 ~ 400 nm の電磁波である紫外線によって劣化し、脆化や変色を起こす。この紫外線を吸収することで、樹脂の劣化を防止する化合物として、紫外線吸収剤が知られている。紫外線吸収剤は粉体形態の樹脂添加剤であり、紫外線吸収剤は樹脂内部に混練されて使用される。

【0003】

しかし、紫外線吸収剤を樹脂表面に塗布して使用したほうが、紫外線の樹脂内部への侵入防止効果を高くでき、より樹脂の耐光性を上げられる。又は紫外線吸収剤の使用量をより下げることができる。

【0004】

これを実現するものとして、粉体形態の紫外線吸収剤ではなく、液体形態の紫外線吸収剤がある。液体形態の紫外線吸収剤として、紫外線吸収剤分散液と紫外線吸収剤溶解液とがあり、紫外線吸収剤を溶解して分子状態で存在させるよりも、分散して固体状態で存在させるほうが、紫外線吸収剤自体の耐光性も上げられるから、紫外線吸収剤分散液が有利である。

【0005】

紫外線吸収剤にはベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、トリアジン系等がある。これらは、いずれも有機系化合物であり、水系溶媒の分散液が好適である。分散液とすることで、塗料形態にもフィルム形態にも加工でき、適用製品対象を広げることができる。特に、透明な分散液とすることで、塗料、建材、太陽電池材料、自動車外板/窓等、耐光性が必要かつ透明性が重視される製品への幅広い適用が期待できる。

【0006】

また塗料においては、揮発性有機系溶媒の環境、人体への影響懸念、対策重視から、有機系溶媒から水系溶媒への転換が急速に進んでおり、水系溶媒の分散液が好適である。

【0007】

透明な分散液とするためには、紫外線吸収剤粒子のサイズを可視光領域下限波長の 1/10 以下とする必要がある。粒径をおおよそ 40 nm 以下とする必要がある。これ以上の粒径では、紫外線吸収剤粒子による光散乱が生じ、透明性が低下してしまう。

【0008】

10

20

30

40

50

分散液の製造方法には、ブレイクダウン法とビルドアップ法があるが、ブレイクダウン法では粒径を50nm以下にするのは困難である。一方、ビルドアップ法について、特許文献1はマイクロジェットリアクターによる、水系溶媒の顔料分散液の製造方法について、特許文献2は顔料と分散剤の混合による、水系溶媒の分散剤の製造方法について、特許文献3は有機系溶媒への無機系粒子の分散を、マイクロリアクタで実施する方法を、それぞれ記述する。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【特許文献1】特開2002-146222号公報

10

【特許文献2】特開2006-193654号公報

【特許文献3】特表2008-522934号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

特許文献1～3はビルドアップ法について開示しているが、ビルドアップ法を紫外線吸収剤粒子に適用することについては開示していない。

【0011】

本発明はこのような事情に鑑みてなされたもので、粒径が小さく透明性に優れた紫外線吸収剤分散液、紫外線吸収塗料、及び紫外線吸収フィルムを提供することを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明の一態様によると、紫外線吸収剤分散液の製造方法は、紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸収剤の貧溶媒とをそれぞれ別々に送液する工程と、前記紫外線吸収剤の溶液と前記紫外線吸収剤の貧溶媒とを合流流路で連続的に混合する工程と、を備える。

【0013】

好ましくは、合流流路がマイクロリアクタである。

【0014】

好ましくは、紫外線吸収剤の溶液が有機系溶媒の溶液であり、紫外線吸収剤の貧溶媒が水系の溶媒である。

30

【0015】

好ましくは、紫外線吸収剤がベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、トリアジン系、シアノアクリレート系、サリシレート系、及びオギザニリド系の群から選ばれる少なくとも1種である。

【0016】

好ましくは、紫外線吸収剤が、紫外線吸収剤の溶液の全重量に対し0.01～50重量%の量で存在し、紫外線吸収剤の溶液の流量と紫外線吸収剤の貧溶媒の流量との比が、1:0.1から1:500である。

【0017】

本発明の別の態様によると、紫外線吸収剤分散液は上述の方法により製造される。

40

【0018】

好ましくは、紫外線吸収剤が40nm以下の平均粒径を有する。

【0019】

好ましくは、紫外線吸収剤が20nm以下の平均粒径を有する。

【0020】

本発明の別の態様によると、紫外線吸収塗料の製造方法は、上述の製造方法により得られた紫外線吸収剤分散液とバインダとを混合する工程を含む。

【0021】

本発明の別の態様によると、紫外線吸収塗料は上述の方法により製造される。

【0022】

50

好ましくは、紫外線吸収塗料は、波長450～800nmの光に対する透過率が95%以上であり、波長300～350nmの光に対する透過率が5%以下である。

【0023】

好ましくは、紫外線吸収塗料は、波長430～800nmの光に対する透過率が95%以上であり、波長300～380nmの光に対する透過率が5%以下である。

【0024】

好ましくは、紫外線吸収塗料は、波長450～800nmの光に対する透過率が98%以上であり、波長300～350nmの光に対する透過率が2%以下である。

【0025】

好ましくは、紫外線吸収塗料は、紫外線吸収剤が、紫外線吸収塗料の全重量に対し0.1～50重量%の量で存在する。

10

【0026】

本発明の別の態様によると、紫外線吸収フィルムの製造方法は、上述の方法により得られた紫外線吸収塗料を基材に塗布する工程を含む。

【0027】

本発明の別の態様によると、紫外線吸収フィルムは上述の方法により製造される。

【0028】

好ましくは、紫外線吸収フィルムは、波長450～800nmの光に対する透過率が95%以上であり、波長300～350nmの光に対する透過率が5%以下である。

【0029】

好ましくは、紫外線吸収フィルムは、波長430～800nmの光に対する透過率が95%以上であり、波長300～380nmの光に対する透過率が5%以下である。

20

【0030】

好ましくは、紫外線吸収フィルムは、波長450～800nmの光に対する透過率が98%以上であり、波長300～350nmの光に対する透過率が2%以下である。

【0031】

好ましくは、紫外線吸収フィルムは、基材がPET、PEN又はPCであり、かつ0.01～1mmの厚さを有し、紫外線吸収塗料が0.1～10g/m²で塗布される。

【発明の効果】

【0032】

本発明によれば、粒径が小さく透明性に優れた紫外線吸収剤分散液、紫外線吸収塗料、及び紫外線吸収フィルムを得ることができる。

30

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1】フロー混合装置の概略を示す説明図。

【図2】T字型のフロー混合装置の概略を示す説明図。

【図3】Y字型のフロー混合装置の概略を示す説明図。

【図4】別のフロー混合装置の概略を示す分解斜視図。

【図5】本形態における混合工程の製造フローの概略構成図。

【発明を実施するための形態】

40

【0034】

以下添付図面に従って本発明の好ましい実施の形態について説明する。本発明は以下の好ましい実施の形態により説明されるが、本発明の範囲を逸脱することなく、多くの手法により変更を行なうことができ、本実施の形態以外の他の実施の形態を利用することができる。従って、本発明の範囲内における全ての変更が特許請求の範囲に含まれる。また、本明細書において「～」を用いて表される数値範囲は、「～」の前後に記載される数値を含む範囲を意味する。

【0035】

(紫外線吸収剤分散液の製造方法)

本態様による紫外線吸収剤分散液の製造方法は、(1)紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸

50

収剤の貧溶媒とをそれぞれ別々に送液する工程と、(2)紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸収剤の貧溶媒とを合流流路で連続的に混合する工程と、を備える。

【0036】

[紫外線吸収剤]

紫外線吸収剤として、ベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、トリアジン系、シアノアクリレート系、サリシレート系、又はオギザニリド系等、有機系の紫外線吸収剤を用いることができる。

【0037】

特に、紫外線吸収性能、耐光性を考慮すれば、ベンゾトリアゾール系、トリアジン系の紫外線吸収剤が好ましい。

10

【0038】

[紫外線吸収剤の溶液]

有機系の紫外線吸収剤が有機系溶媒に溶解され、紫外線吸収剤の溶液が調整される。有機系溶媒としては、THF(テトラヒドロフラン)、MEK(メチルエチルケトン)、アセトン等を使用することができる。但し、これらに限定されるものではない。

【0039】

[紫外線吸収剤の貧溶媒]

貧溶媒として、水、酸性水溶液、アルカリ性水溶液、又はアルコール水溶液を使用することができる。但し、これらに限定されるものではない。

【0040】

[分散剤]

紫外線吸収剤の溶液、又は紫外線吸収剤の貧溶媒に分散剤を含ませることができる。分散剤として、PVA、PVP等を使用することができる。但し、これらに限定されるものではない。分散剤は紫外線吸収剤に吸着し、分散剤は紫外線吸収剤が成長するのを抑制する。

20

【0041】

[添加剤]

紫外線吸収剤の溶液、又は紫外線吸収剤の貧溶媒に添加剤を含ませることができる。添加剤として、界面活性剤、消泡剤等を使用することができる。但し、これらに限定されるものではない。添加剤は、例えば、表面張力の低下、気泡の消失等の働きを有する。

【0042】

[混合工程]

紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸収剤の貧溶媒との混合工程について記載する。マイクロリアクタを使用したビルドアップ法により、粒径が小さく透明性に優れた紫外線吸収剤分散液を調製する。紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸収剤の貧溶媒とをそれぞれ別々に送液し、合流流路で連続的に混合することで、紫外線吸収剤分散液を調製する。合流流路がマイクロリアクタで構成される。マイクロリアクタの内径は1mm前後である。合流流路を細径とすることで、紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸収剤の貧溶媒とが迅速均一に混合される。瞬時に紫外線吸収剤が高過飽和状態となり、瞬時に多量の紫外線吸収剤粒子が析出される。更に瞬時に紫外線吸収剤が飽和濃度を下回るので、析出した紫外線吸収剤粒子の成長が抑制される。その結果として、粒径の小さな紫外線吸収剤粒子が得られる。40nm以下の粒径、更には20nm以下の粒径の紫外線吸収剤粒子を得ることができる。ここで、粒径は、メジアン径を意味する。

30

40

【0043】

また、紫外線吸収剤の溶液、又は紫外線吸収剤の貧溶媒に分散剤が添加されている場合、紫外線吸収剤粒子の析出直後に、分散剤が紫外線吸収剤粒子の表面に吸着する。その結果、析出した紫外線吸収剤粒子の成長が抑制され、より効果的に、粒径の小さな紫外線吸収剤粒子を得ることができる。

【0044】

このようにして調製された紫外線吸収剤分散液中の紫外線吸収剤の粒径は40nm以下となる。紫外線吸収剤の粒径が可視光領域下限波長の1/10以下である40nm以下

50

となるので、紫外線吸収剤分散液は透明となる。

【0045】

更に、紫外線吸収剤分散液の調製手順を説明する。図5は紫外線吸収剤分散液の製造フローの概略説明図である。

【0046】

紫外線吸収剤の溶液を貯留するタンク201と、紫外線吸収剤の貧溶媒を貯留するタンク202と、分散液を貯留するタンク203と、タンク201から溶液を送出するポンプ211と、タンク202から貧溶媒を送出するポンプ212と、送出された溶液と貧溶媒が合流するマイクロリアクタ221と、及びこれらを連結する配管から装置が構成される。

10

【0047】

有機系溶媒に紫外線吸収剤と分散剤とを溶解して溶液が調製され、その溶液がタンク201に貯留される。貧溶媒がタンク202に貯留される。タンク201からポンプ211によって紫外線吸収剤の溶液が送出される。タンク202からポンプ212によって紫外線吸収剤の貧溶媒が送出される。紫外線吸収剤の溶液と紫外線吸収剤の貧溶媒とをマイクロリアクタ221で合流することで、紫外線吸収剤粒子を析出させる。これにより分散液が調製される。分散液がタンク203に貯留される。分散液中の紫外線吸収剤の粒径が粒径測定器（不図示）で測定される。ポンプ211, 212としてシリンジポンプ、ダイヤフラムポンプ等を使用することができる。但し、これらに限定されるものではない。

【0048】

紫外線吸収剤の濃度に関して、紫外線吸収剤の溶液の全重量に対して、紫外線吸収剤は、0.01~50重量%の量で存在することが好ましく、0.1~10重量%存在することが更に好ましく、0.5~5重量%の量で存在することが最も好ましい。0.01重量%より低いと、紫外線吸収剤粒子の濃度が低くなり、生産性が落ちる場合があるからであり、50重量%より高いと、混合時に瞬時に紫外線吸収剤が高過飽和状態とならず、粒径の小さな紫外線吸収剤粒子が得られない場合がある。

20

【0049】

紫外線吸収剤の溶液の流量と紫外線吸収剤の貧溶媒の流量との比は、1:0.1から1:500であることが好ましく、1:1から1:100であることが更に好ましく、1:2から1:10であることが最も更に好ましい。1:0.1より低いと、混合時に瞬時に紫外線吸収剤が高過飽和状態とならず、粒径の小さな紫外線吸収剤粒子が得られない場合があり、また、1:500より高いと、紫外線吸収剤粒子の濃度が低くなりすぎて、生産性が悪くなる場合がある。

30

【0050】

[マイクロリアクタ]

混合を行なうための合流流路としマイクロリアクタが使用される。マイクロリアクタとしてT字型、Y字型、十字型等を使用することができ、形状が制限されることはない。マイクロリアクタ内径に関して、0.01~5mmが好ましく、0.05~2mmが更に好ましく、0.1~1mmが最も好ましい。内径が細すぎると、圧力損失が大きくなる。閉塞が起こりやすくなる等、製造適性上の問題が生じる。内径が太すぎると、迅速均一な混合が起こらなくなり、粒径が大きくなる。

40

【0051】

図1は、少なくとも2種類の流体を混合するために適用される合流流路の一つであるフロー混合装置の一例である。図1に示すように、フロー混合装置10は、第1の流体Aを供給する1本の供給流路12の途中から分岐して第1の流体Aを2つに分割できるようにした2本の分割供給流路12A, 12Bと、第2の流体Bを供給する分割していない1本の供給流路14と、第1の流体Aと第2の流体Bとの反応・流通を行なう流路16とが、1つの混合領域18で連通するように形成される。また、これら分割供給流路12A, 12B、供給流路14、及び流路16は、実質的に同一の平面内で混合領域18の周りに90°の等間隔で配置される。即ち、各流路12A, 12B, 14, 16の中心軸（一点鎖

50

線)は混合領域18において十文字状(交差角度 = 90°)に交差する。なお、図1では第1の流体Aの供給流路12のみを分割したが、第2の流体Bの供給流路14も複数に分割してもよい。また、混合領域18の周りに配置する各流路12A, 12B, 14、16の交差角度は、90°に限らず適宜設定できる。また、供給流路12、14の分割数は、特に限定されるものではないが、数が多すぎるとフロー混合装置10の構造が複雑になるので、2~10が好ましく、2~5がより好ましい。

【0052】

図2は、T字型のフロー混合装置60の一態様の構造を示した概念図である。図2(A)のT字型のフロー混合装置60は、第1の流体Aを供給する供給流路62と、第2の流体Bを供給する供給流路66と、第1の流体Aと第2の流体Bとの反応を行なう流路68とが、1つの混合領域64で連通するように構成される。

10

【0053】

T字型のフロー混合装置60の混合領域の体積は、以下のようにして求めることができる。図2(B)は、T字型のフロー混合装置60の混合領域を示す概念図である。このフロー混合装置60では、供給流路62、供給流路66及び流路68は同じ径を有している。この場合、供給流路62と供給流路66との交わる点又は線(流路が円筒形の場合は点、流路が矩形の場合は線)から、供給流路62と供給流路66の延長線が流路68と交わる点又は線を結んだ斜線で示す領域が混合領域64となる。

【0054】

図3は、Y字型のフロー混合装置70の一態様の構造を示した概念図である。

20

【0055】

図3(A)のY字型のフロー混合装置70は、第1の流体Aを供給する供給流路72と、第2の流体Bを供給する供給流路76と、第1の流体Aと第2の流体Bとの反応を行なう流路78とが、1つの混合領域74で連通するように構成される。

【0056】

Y字型のフロー混合装置70に関して、混合領域の体積は、以下のようにして求めることができる。

【0057】

図3(B)は、Y字型のフロー混合装置70の混合領域を示す概念図である。このフロー混合装置70では、供給流路72、供給流路76及び流路78は同じ径を有している。この場合、供給流路72と供給流路76との交わる点又は線(流路が円筒形の場合は点、流路が矩形の場合は線)から、供給流路72と供給流路76の延長線が流路78と交わる点又は線を結んだ斜線で示す領域が混合領域74となる。

30

【0058】

図4は、別の乱流型のフロー混合装置の一例を示す斜視図である。図示した態様では、フロー混合装置100を構成する3つのパーツを分解した様子を斜視図にて示す。混合装置は、それぞれが円柱状の形態の供給要素132、合流要素104及び排出要素106により構成されている。フロー混合装置を構成するに際しては、これらの要素が円柱状となるように一体に締結して組み立てる。この組み立てには、例えば、各要素の周辺部に円柱を貫通するボア(または、穴、図示せず)を等間隔に設けてボルト/ナットでこれらの要素を一体に締結すればよい。

40

【0059】

供給要素132の合流要素104に対向する面には、断面が矩形の環状チャンネル108及び110が同心状に形成されている。図示した態様では、供給要素132をその厚さ(又は高さ)方向に貫通してそれぞれの環状チャンネルに到るボア134及び114が形成されている。

【0060】

合流要素104は、その厚さ方向に貫通するボア116が形成されている。このボア116は、混合装置を構成するために要素を締結した場合、供給要素に対向する合流要素の面に位置するボア116の端部120が環状チャンネル108に開口するようになってい

50

る。図示した態様では、ボア 116 は 4 つ形成され、これらが環状チャンネル 108 の周方向で等間隔に配置されている。

【0061】

合流要素 104 には、ボア 116 と同様にボア 118 が貫通して形成されている。ボア 118 も、ボア 116 と同様に、環状チャンネル 110 に開口するように形成されている。図示した態様では、ボア 118 も環状チャンネル 110 の周方向で等間隔に配置され、かつ、ボア 116 とボア 118 が交互に位置するように配置されている。

【0062】

合流要素 104 の排出要素 106 に対向する面 122 には、チャンネル 124 及び 126 が形成されている。このチャンネル 124 又は 126 の一端はボア 116 又は 118 の開口部であり、他方の端部は、面 122 の中心 128 であり、全てのチャンネルはこの中心 128 に向かってボアから延在し、中心で合流している。チャンネルの断面は、例えば矩形であってよい。

【0063】

排出要素 106 は、その中心を通過して厚さ方向に貫通するボア 130 が形成されている。従って、このボアは、一端にて合流要素 104 の中心 128 に開口し、他端にて混合装置の外部に開口している。

【0064】

容易に理解できるように、環状チャンネル 108 及び 110 が、混合装置の供給チャンネルに対応し、ボア 134 及び 114 の端部にて混合装置の外部から供給される流体 A 及び B は、それぞれボア 134 及び 114 を経由して環状チャンネル 108 及び 110 に流入する。

【0065】

環状チャンネル 108 とボア 116 が連通し、環状チャンネル 108 に流入した流体 A は、ボア 116 を経由してチャンネル 124 に入る。また、環状チャンネル 110 とボア 118 が連通し、環状チャンネル 110 に流入した流体 B は、ボア 118 を経由してチャンネル 126 に入る。明らかなように、流体 A 及び B は、合流領域において 4 つに分割され、それぞれチャンネル 124 及び 126 に流入し、その後、中心 128 に向かって流れる。

【0066】

容易に理解できるように、ボア 116 又は 118 及びチャンネル 124 又は 126 が、フロー混合装置のサブチャンネルに対応し、合流要素の中心 128 が、合流領域に対応する。そして、チャンネル 124 の中心軸とチャンネル 126 の中心軸は、中心 128 にて交差する。合流した流体は、ボア 130 を経由して混合装置の外部にストリーム C として排出される。従って、ボア 130 は、本発明の混合装置の排出チャンネルに対応する。

【0067】

なお、図示するフロー混合装置、特に各要素の製造には、半導体加工技術、特にエッチング（例えばフォトリソエッチング）加工、超微細放電加工、光造型法、鏡面仕上げ加工技術、拡散接合技術等の精密機械加工技術を利用でき、また、汎用的な旋盤、ボール盤を用いる機械加工技術も利用でき、当業者であれば容易に製造できる。

【0068】

フロー混合装置に使用する材料は、特に限定されるものではなく、上述の加工技術を適用できる材料であって、合流させるべき流体によって影響を受けないものであればよい。具体的には、金属材料（鉄、アルミニウム、ステンレススチール、チタン、各種の合金等）、樹脂材料（フッ素樹脂、アクリル樹脂等）、ガラス（シリコン、石英等）を用いることができる。

【0069】

（紫外線吸収塗料の製造方法）

紫外線吸収塗料の製造方法は、上述の製造方法で得られた紫外線吸収剤分散液とバインダとを混合する工程を含む。

10

20

30

40

50

【 0 0 7 0 】

[バインダ]

紫外線吸収剤分散液と混合されるバインダとしてはPVA（ポリビニルアルコール）、PVP（ポリビニルピロリドン）、アクリルシリコン等を使用することができる。但し、これらに、限定されるものではない。

【 0 0 7 1 】

[製造フロー]

上述の製造方法で得られた紫外線吸収剤分散液が精製、濃縮される。濃縮された紫外線吸収剤分散液とバインダとが混合され、紫外線吸収塗料が製造される。製造された塗料の透過率スペクトルが分光光度計で測定される。必要に応じて添加剤等を混合することができる。紫外線吸収剤分散液とバインダとの混合は、プロペラ攪拌機、パドル攪拌機等で実施される。添加剤として、界面活性剤、増粘剤等を使用することができる。

10

【 0 0 7 2 】

[紫外線吸収塗料]

紫外線吸収塗料の全重量に対して、紫外線吸収剤は0.1～50重量%の量で存在することが好ましく、0.5～20重量%の量で存在することが更に好ましく、1～10重量%の量で存在することが最も好ましい。0.1重量%より低いと紫外線の透過が起こる場合があり、50重量%より高いと、可視光の低下が起こる場合がある。

【 0 0 7 3 】

紫外線吸収塗料は、波長450～800nmの光に対する透過率が95%以上であり、波長300～350nmの光に対する透過率が5%以下であることが好ましい。

20

【 0 0 7 4 】

紫外線吸収塗料は、波長430～800nmの光に対する透過率が95%以上であり、波長300～380nmの光に対する透過率が5%以下であることが好ましい。

【 0 0 7 5 】

紫外線吸収塗料は、波長450～800nmの光に対する透過率が98%以上であり、波長300～350nmの光に対する透過率が2%以下であることが好ましい。

【 0 0 7 6 】

波長400nm以上の光に対する透過率が高いため、透明性が高く、波長400nm以下の光に対する透過率が低いため、紫外線を防げるから。

30

【 0 0 7 7 】

(紫外線吸収フィルムの製造方法)

紫外線吸収フィルムの製造方法は、上述の製造方法により得られた紫外線吸収塗料を基材に塗布する工程を含む。

【 0 0 7 8 】

[基材]

基材としてPET（ポリエチレンテレフタレート）、PEN（ポリエチレンナフタレート）、PC（ポリカーボネイト）等を使用することができる。但し、これらに限定されるものではない。基材は、0.01～1mmの厚さを有するのが好ましく、0.02～0.5mm厚さを有するのが更に好ましく、0.05～0.2mmの厚さを有するのが最も好ましい。0.01mmより薄いと、剛性が弱すぎて取り扱いが難しくなる場合があり、1mmより厚いと、剛性が強すぎて加工が難しくなる場合がある。

40

【 0 0 7 9 】

[製造フロー]

上述の製造方法で得られた紫外線吸収塗料が基材上に塗布され、乾燥され紫外線吸収フィルムが製造される。基材上に紫外線吸収塗料を塗布する方法として、パーコート、ダイコート、グラビアコート等を採用することができる。但し、これらの塗布方法に限定されない。また、基材上に塗布された紫外線吸収塗料の乾燥方法として、加熱乾燥、減圧乾燥等を採用することができる。但し、これらの乾燥方法に限定されない。

【 0 0 8 0 】

50

(紫外線吸収フィルム)

紫外線吸収フィルムにおける紫外線吸収剤の塗布量は、 $0.1 \sim 10 \text{ g/m}^2$ であることが好ましく、 $0.3 \sim 7 \text{ g/m}^2$ であることが更に好ましく、 $0.5 \sim 5 \text{ g/m}^2$ であることが最も好ましい。 0.1 g/m^2 より少ないと、紫外線の透過が起こる場合があり、 10 g/m^2 より多いと、可視光の低下が起こる場合がある。

【0081】

紫外線吸収フィルムは、波長 $450 \sim 800 \text{ nm}$ の光に対する透過率が 95% 以上であり、波長 $300 \sim 350 \text{ nm}$ の光に対する透過率が 5% 以下であることが好ましい。

【0082】

紫外線吸収フィルムは、波長 $430 \sim 800 \text{ nm}$ の光に対する透過率が 95% 以上であり、波長 $300 \sim 380 \text{ nm}$ の光に対する透過率が 5% 以下であることが好ましい。

【0083】

紫外線吸収フィルムは、波長 $450 \sim 800 \text{ nm}$ の光に対する透過率が 98% 以上であり、波長 $300 \sim 350 \text{ nm}$ の光に対する透過率が 2% 以下であることが好ましい。

【0084】

波長 400 nm 以上の光に対する透過率が高いため、透明性が高く、波長 400 nm 以下の光に対する透過率が低いため、紫外線を防げるから。

【実施例】

【0085】

以下、実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明する。以下の実施例に示す材料、使用量、割合、処理内容、処理手順等は、本発明の趣旨を逸脱しない限り、適宜、変更することができる。従って、本発明の範囲は以下に示す具体例に限定されるものではない。

【0086】

(分散液1の調製)

紫外線吸収剤の溶液を貯留し送出する溶液用シリンジポンプと、貧溶媒を貯留し送出する貧溶媒用シリンジポンプと、分散液を貯留するタンクと、 0.5 mm の内径を有するT字型マイクロリアクタと、これらを連結する配管からなる装置を準備した。

【0087】

10 g のトリアジン系紫外線吸収剤と 20 g の分散剤(第一工業製薬 アクアロンKH-10)とを 70 g のTHFに溶解して紫外線吸収剤の溶液を調製し、紫外線吸収剤の溶液を溶液用シリンジポンプに貯留した。貧溶媒用シリンジポンプに水を貯留した。溶液用シリンジポンプから溶液を 10 mL/min で 1 min 間送出した。貧溶媒用シリンジポンプから水を 100 mL/min で 1 min 間送出した。溶液と水とをマイクロリアクタで合流し、紫外線吸収剤粒子を析出させ、分散液を調製した。分散液を分散液用の貯留タンクに貯留した。分散液の粒径を粒径測定器(日機装 マイクロトラック)で測定し、 20 nm のメジアン径の結果を得た。分散液を目視観察したところ、透明であった。

【0088】

(分散液2の調製)

溶液を貯留し送出するシリンジポンプと、貧溶媒を貯留するタンクと、これらを連結する配管からなる装置を準備した。

【0089】

10 g のトリアジン系紫外線吸収剤と 20 g の分散剤(第一工業製薬 アクアロンKH-10)とを 70 g のTHFに溶解して紫外線吸収剤の溶液を調製し、紫外線吸収剤の溶液を溶液用シリンジポンプに貯留した。 100 g の水をタンクに貯留した。タンク内の水中に、シリンジポンプから溶液を 10 mL/min で 1 min 間送出した。タンク内の水中で紫外線吸収剤粒子を析出させ、分散液を調製した。分散液の粒径を粒径測定器(日機装 マイクロトラック)で測定し、 200 nm のメジアン径の結果を得た。分散液を目視観察したところ、白濁しており透明ではなかった。

【0090】

(分散液3～8の調製)

10

20

30

40

50

紫外線吸収剤の溶液の濃度、紫外線吸収剤の溶液の流量、紫外線吸収剤の貧溶媒の流量を変えた以外は、分散液1と同様の方法で分散液の調製、評価を行い、表1に示す結果を得た。透明性に関して、目視観察を行い、非常に良い場合をAとし、問題ない場合をBとし、透明だが濁りがある場合をCとし、濁りが強く透明でない場合をDとした。

【0091】

【表1】

	UV剤溶液中の UV剤濃度(wt%)	流量		分散液中のUV 剤の粒径(nm)	透明性
		UV剤溶液 (mL/min)	貧溶媒 (mL/min)		
分散液1	10	10	100	20	A
分散液2	10	10	タンク中	200	D
分散液3	0.01	1	500	10	A
分散液4	0.01	500	50	30	B
分散液5	0.01	600	50	50	C
分散液6	50	1	500	20	A
分散液7	50	500	50	40	B
分散液8	60	500	50	60	C

10

20

【0092】

(紫外線吸収塗料1の調整)

分散液1について110mLを分画分子量10000の限外濾過膜で10mLに濃縮し、100mLの水を添加した。これを5回繰り返して精製した後、10mLに濃縮した。濃縮した分散液にバインダ(DICセラネートWSA-1070)を混合し、5重量%の紫外線吸収剤を含む塗料とした。塗料の透過率スペクトルを分光光度計で測定し、紫外線領域での透過率がほぼ0%、可視光領域での透過率がほぼ100%の結果を得た。

30

【0093】

(紫外線吸収塗料2の調整)

分散液2について110mLを分画分子量10000の限外濾過膜で10mLに濃縮し、100mLの水を添加した。これを5回繰り返して精製した後、10mLに濃縮した。濃縮した分散液にバインダ(DICセラネートWSA-1070)を混合し、5重量%の紫外線吸収剤を含む塗料とした。塗料の透過率スペクトルを分光光度計で測定し、紫外線領域での透過率はほぼ0%であるが、可視光領域での透過率が100%を大きく下回る結果を得た。

40

【0094】

(紫外線吸収塗料3~6の調整)

紫外線吸収塗料中の紫外線吸収剤濃度を変えた以外は、紫外線吸収塗料1と同様の方法で塗料の調製、評価を行い、表2に示す結果を得た。

【0095】

なお、表中のMin、Maxはそれぞれの波長範囲(300~350nm、又は450~850nm)における、透過率の最小値、最大値を表す。

【0096】

【表 2】

	使用した分散液	UV 塗料中の UV 剤濃度(wt%)	透過率	
			$\lambda=300-350\text{nm}$ (%)	$\lambda=450-850\text{nm}$ (%)
紫外線吸収塗料1	分散液1	5	Max. 1	Min. 1
紫外線吸収塗料2	分散液2	5	0	Max. 65
紫外線吸収塗料3	分散液1	0.1	Max. 4	100
紫外線吸収塗料4	分散液1	50	0	Min. 96
紫外線吸収塗料5	分散液1	0.05	Min. 10	100
紫外線吸収塗料6	分散液1	60	0	Max. 90

10

【0097】

(紫外線吸収フィルム1の作製)

20

紫外線吸収塗料1を100 μm の厚みを有するPETフィルムにワイヤーバーで塗布し、オープンで乾燥させて、0.9 g/m^2 の紫外線吸収剤のフィルムを得た。紫外線吸収フィルムの透過率スペクトルを分光光度計で測定し、紫外線領域での透過率がほぼ0%、可視光領域での透過率がほぼ100%の結果を得た。紫外線吸収フィルムのUV光照射前後の黄色度変化を分光光度計で測定し、PETフィルムが40以上と顕著に黄変したのに対し、紫外線吸収フィルムは5以下と黄変を抑制できる結果を得た。

【0098】

(紫外線吸収フィルム2の作製)

紫外線吸収塗料2を100 μm の厚みを有するPETフィルムにワイヤーバーで塗布し、オープンで乾燥させて、0.9 g/m^2 の紫外線吸収剤のフィルムを得た。紫外線吸収フィルムの透過率スペクトルを分光光度計で測定し、紫外線領域での透過率はほぼ0%であるが、可視光領域での透過率が100%を大きく下回る結果を得た。

30

【0099】

(紫外線吸収フィルム3~6の作製)

紫外線吸収フィルムにおける紫外線吸収塗料の塗布量を変えた以外は、実施例1と同様の方法でフィルムの作製、評価を行い、表3に示す結果を得た。

【0100】

黄色度変化について以下の方法で測定した。まずUV光を照射する前のサンプルの黄色度(Y.I.1)を分光光度計で測定する。続いてサンプルをUV照射装置中にセットし、UV光を照射する。そしてUV光を照射した後のサンプルの黄色度(Y.I.2)を分光光度計で測定する。この差(Y.I.=Y.I.2-Y.I.1)を黄色度変化とした。なお、Y.I.はイエローインデックスを意味する。

40

【0101】

【表 3】

	使用した 塗料	UV 剤フィルムの UV 剤塗布量(g/m ²)	透過率		黄色度 変化
			λ =300-350nm (%)	λ =450-850nm (%)	
紫外線吸収フ ィルム 1	紫外線吸 収塗料1	0.9	Max. 1	Min. 99	1
紫外線吸収フ ィルム 2	紫外線吸 収塗料2	0.9	0	Max. 65	-
紫外線吸収フ ィルム 3	紫外線吸 収塗料1	0.1	Max. 4	100	2
紫外線吸収フ ィルム 4	紫外線吸 収塗料1	10	0	Min. 96	0.5
紫外線吸収フ ィルム 5	紫外線吸 収塗料1	0.05	Min. 10	100	-
紫外線吸収フ ィルム 6	紫外線吸 収塗料1	15	0	Max. 90	-

10

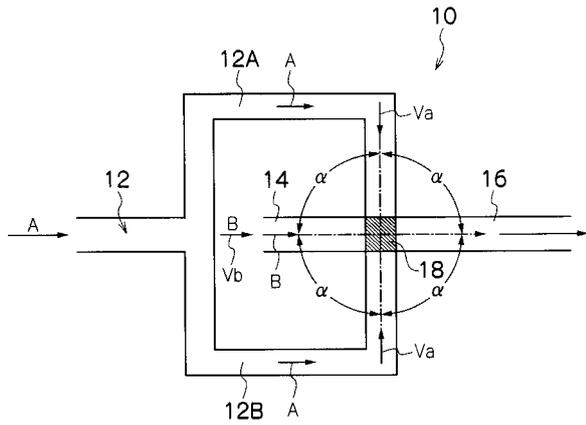
20

【符号の説明】

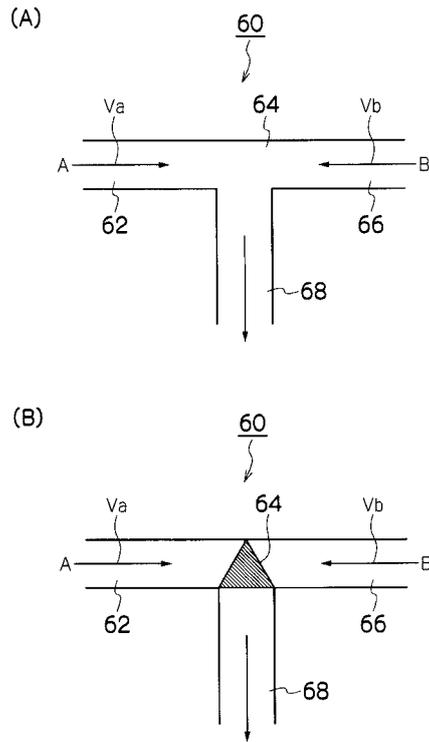
【 0 1 0 2 】

1 0、6 0、7 0、1 0 0 ... フロー混合装置、2 0 1、2 0 2、2 0 3 ... タンク、2 1
1、2 1 2 ポンプ、2 2 1 ... マイクロリアクタ

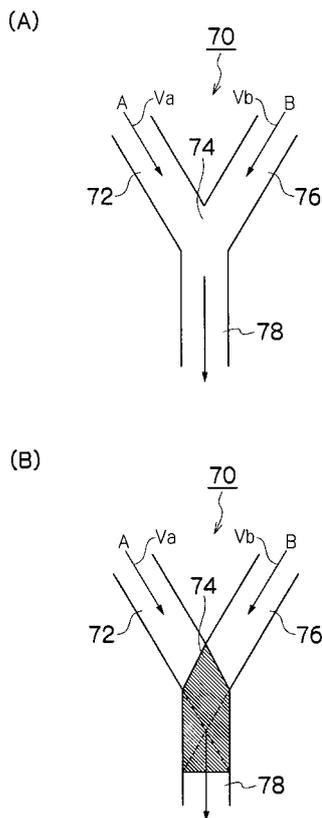
【 図 1 】



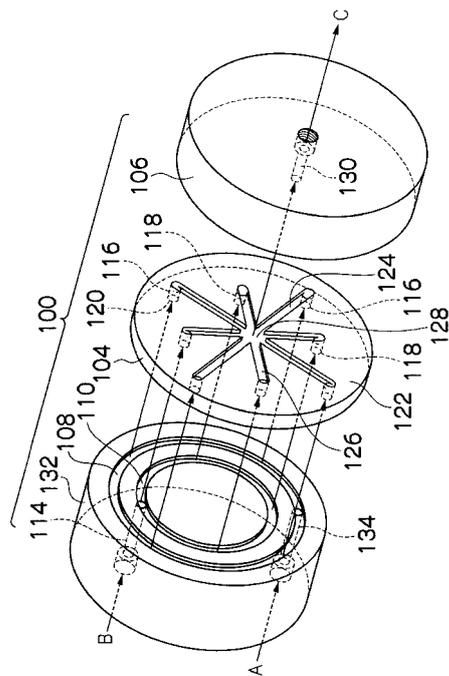
【 図 2 】



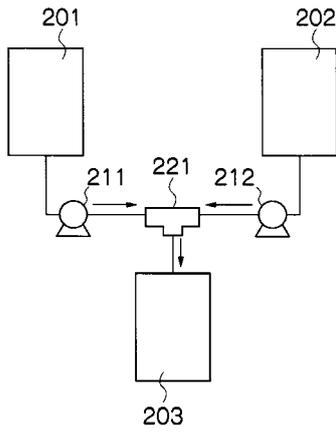
【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 5 】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
	C 0 9 K 3/00	1 0 4 A
	C 0 9 K 3/00	1 0 4 E
	C 0 9 K 3/00	1 0 4 F
	C 0 9 K 3/00	1 0 4 B

(54) 【発明の名称】紫外線吸収剤分散液の製造方法、その方法で製造される紫外線吸収剤分散液、紫外線吸収塗料の製造方法、その方法で製造される紫外線吸収塗料、紫外線吸収フィルムの製造方法、及びその方法で製造される紫外線吸収フィルム