

## 明 細 書

## 酸化ジルコニウム分散液とその製造方法とそれを含む樹脂組成物

## 5 技術分野

本発明は、酸化ジルコニウム分散液とその製造方法とそれを含む樹脂組成物に関し、詳しくは、高濃度でありながら、低粘度を有し、しかも、高い透明性を有する酸化ジルコニウム分散液とその製造方法とそれを含む樹脂組成物に関する。本発明による酸化ジルコニウム分散液は、上記特性を有するので、例えば、特に、LED封止樹脂や反射防止膜等の光学用の複合樹脂の材料として有用である。

## 背景技術

近年、その高い屈折率を利用して、酸化ジルコニウムを透明な樹脂やフィルムと複合化し、その屈折率を向上させてなる高機能性樹脂やフィルムが種々、提案されている。

例えば、LEDを覆う封止樹脂に屈折率の高い酸化ジルコニウムを加えることによって、封止樹脂の屈折率が高められて、発光体の放つ光をより効率的に取り出すことが可能となり、LEDの輝度が向上することが知られている。

同様に、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)等のフラットパネルディスプレイ(FPD)の表示面の反射防止膜にも、酸化ジルコニウムが用いられている。この反射防止膜は低屈折率層と高屈折率層を積層してなる積層膜であり、この高屈折率層に酸化ジルコニウムを分散させた複合樹脂材料が用いられている。

上述した用途においては、酸化ジルコニウムの一次粒子径と樹脂中での二次凝集粒子径が可視光線の波長(380~800nm)よりも十分に小さくないときは、酸化ジルコニウム粒子による散乱の影響によって、封止樹脂や反射防止膜が白濁するので、必要とされる透明性が得られない。従って、酸化ジルコニウム粒子を樹脂に微粒子として分散させた透明性の高い酸化ジルコニウム分散液の開発が強く要望されている。

このような要望に応えるべく、近年、酸化ジルコニウム微粒子やその分散液を得る方法が種々、提案されている。酸化ジルコニウム分散液を得るための代表的な方法は、ジルコ

ニウム塩のアルカリ中和によって生成する水酸化ジルコニウムを利用するものであって、例えば、水酸化ジルコニウムのスラリーに塩酸を所定の濃度で加え、煮沸温度で加熱して、酸化ジルコニウム分散液を得る方法が知られている（特許文献1）。しかし、この方法によれば、得られる酸化ジルコニウムの平均粒子径が50 nm以上であるので、分散液は、

5 十分な透明性をもち難い。

60℃以上に加熱したアルカリ金属の水酸化物水溶液にジルコニウム塩を含む水溶液を加え、中和した後、即ち、逆中和した後、濾過し、洗浄し、水を加えて、攪拌した後、酸を加え、80～100℃の温度で加熱攪拌して、ジルコニア分散液を得る方法も知られている（特許文献2）。しかし、この方法によれば、長い加熱処理時間を必要とするので、

10 ジルコニア分散液の工業的な製造には採用し難い。

また、リンゴ酸、クエン酸、酒石酸等のカルボン酸の存在下、ジルコニウム塩を含む水溶液にアルカリ水溶液を加えて、水酸化ジルコニウムゲルを得、これを洗浄し、超音波照射等によって十分に分散させた後、上記カルボン酸の存在下に水熱処理することによって酸化ジルコニウム分散液を得る方法が知られている（特許文献3）。しかし、この方法に

15 おいては、得られるジルコニアゾルの粒子径が不均一とならないように、上記ジルコニウム塩水溶液の濃度をジルコニア換算にて5重量%までとしており、従って、得られるジルコニア分散液の濃度も著しく小さい。更に、水熱処理前に超音波照射等による分散処理を十分に行うことが必要不可欠であるので、ジルコニアの工業的な製造には採用し難い。

特許文献1：特開平5-24844号公報

20 特許文献2：特開2008-31023号公報

特許文献3：特開2006-143535号公報

## 発明の開示

### 25 発明が解決しようとする課題

本発明者らは、従来の酸化ジルコニウム分散液における上述した問題を解決するために鋭意、研究した結果、ジルコニウム塩を水中にてアルカリと反応させて、酸化ジルコニウム粒子のスラリーを得、次いで、このスラリーを濾過し、洗浄し、リパルプして、得られたスラリーにこのスラリー中のジルコニウム1モル部に対して有機酸1モル部以上を加え、

170℃以上の温度にて水熱処理することによって、透明性にすぐれた酸化ジルコニウム水分散液を得ることができ、これを更に洗浄し、濃縮することによって、20重量%以上の高濃度でありながら、高透明性と低粘度を有する酸化ジルコニウム水分散液を得ることができることを見出し、更に、このようにして得られた酸化ジルコニウム水分散液における分散媒である水を有機溶媒と置換することによって、そのような有機溶媒を分散媒とし、同様に、酸化ジルコニウム粒子含有率20重量%以上でありながら、高透明性と低粘度を有する酸化ジルコニウム分散液を得ることができることを見出して、本発明を完成したものである。

従って、本発明は、20重量%以上の高濃度でありながら、低粘度であり、しかも、高い透明性を有する酸化ジルコニウム分散液と、そのような酸化ジルコニウム分散液の製造方法を提供することを目的とする。更に、本発明は、そのような酸化ジルコニウム分散液を含む樹脂組成物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

本発明によれば、波長400nmにおける透過率が35%以上であり、波長800nmにおける透過率が95%以上であり、温度25℃における粘度が20mPa・s以下である酸化ジルコニウム粒子含有率20重量%以上の酸化ジルコニウム分散液が提供される。

ここに、上記酸化ジルコニウム分散液における分散媒は、水又は有機溶媒又はこれらの混合物である。

本発明によれば、ジルコニウム塩を水中にてアルカリと反応させて、酸化ジルコニウム粒子のスラリーを得、次いで、このスラリーを濾過し、洗浄し、リパルプして、得られたスラリーにこのスラリー中のジルコニウム1モル部に対して有機酸1モル部以上を加え、170℃以上の温度にて水熱処理することによって酸化ジルコニウム粒子水分散液を得、これを洗浄し、濃縮することによって、上記特性、即ち、波長400nmにおける透過率が35%以上であり、波長800nmにおける透過率が95%以上であり、温度25℃における粘度が20mPa・s以下である酸化ジルコニウム粒子含有率20重量%以上の酸化ジルコニウム水分散液を得ることができる。

また、本発明によれば、ジルコニウム塩とアルミニウム、マグネシウム、チタン及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種の安定化元素の塩を水中にてアルカリと反応させて、

酸化ジルコニウムと上記安定化元素との共沈物の粒子のスラリーを得、次いで、このスラリーを濾過し、洗浄し、リパルプして、得られたスラリーにこのスラリー中のジルコニウムと上記安定化元素の合計量の1モル部に対して有機酸1モル部以上を加え、170℃以上の温度にて水熱処理した後、得られた上記安定化元素を含む固溶体である酸化ジルコニウム水分散液を洗浄し、濃縮することによって、上記特性を有し、上記安定化元素を含む固溶体である酸化ジルコニウム水分散液を得ることができる。

以下、本発明において、酸化ジルコニウムと安定化元素との共沈物とは、ジルコニウム塩と安定化元素の塩を水中にてアルカリと反応させて得られる酸化ジルコニウムと安定化元素の塩の中和物の共沈物を意味する。

更に、本発明によれば、このような酸化ジルコニウム水分散液における分散媒である水を有機溶媒と置換することによって、そのような有機溶媒を分散媒とする上記特性を有する酸化ジルコニウム分散液を得ることができる。

#### 発明の効果

本発明による酸化ジルコニウム分散液は、高濃度でありながら、低粘度を有し、しかも、高い透明性を有する。従って、例えば、特に、LED封止材や反射防止膜等の光学用途において、高濃度のまま、樹脂に加えて、複合化することができ、従って、酸化ジルコニウムを高充填して、屈折率が高く、透明性にすぐれた複合樹脂を容易に得ることができる。

また、本発明の方法によれば、上述したように、高濃度でありながら、低粘度を有し、しかも、高い透明性を有する酸化ジルコニウム分散液を容易に得ることができる。

#### 発明を実施するための最良の形態

本発明による酸化ジルコニウム分散液は、波長400nmにおける透過率が35%以上であり、波長800nmにおける透過率が95%以上であり、温度25℃における粘度が20mPa・s以下であり、好ましくは、10mPa・s以下である。

このような本発明による酸化ジルコニウム分散液において、酸化ジルコニウムは、熱に対する結晶安定性を有するように、アルミニウム、マグネシウム、チタン及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種の安定化元素を含む固溶体である酸化ジルコニウム、即ち、所謂安定化酸化ジルコニウムであってもよい。上記希土類元素の具体例として、例えば、

イットリウムを挙げることができる。

先ず、本発明による酸化ジルコニウム水分散液の製造方法について説明する。

本発明の酸化ジルコニウム水分散液の製造方法は、ジルコニウム塩を水中にてアルカリと反応させて、酸化ジルコニウム粒子のスラリーを得、次いで、このスラリーを濾過し、  
5 洗浄し、リバルプして、得られたスラリーにこのスラリー中のジルコニウム 1 モル部に対して有機酸を 1 モル部以上加え、170℃以上の温度にて水熱処理した後、得られた酸化ジルコニウム水分散液を洗浄し、濃縮するものである。

本発明によるアルミニウム、マグネシウム、チタン及び希土類元素から選ばれる少なくとも 1 種の安定化元素を含む固溶体である酸化ジルコニウム水分散液の製造方法は、ジル  
10 コニウム塩と上記安定化元素の塩をアルカリと反応させて、酸化ジルコニウムと上記安定化元素との共沈物の粒子のスラリーを得、次いで、このスラリーを濾過し、洗浄し、リバルプして、得られたスラリーにこのスラリー中のジルコニウムと上記安定化元素の合計量 1 モル部に対して有機酸 1 モル部以上加え、170℃以上の温度にて水熱処理した後、得られた水分散液を洗浄し、濃縮するものである。

15 本発明において、ジルコニウム塩としては、特に、限定されるものではないが、硝酸塩、酢酸塩、塩化物等の水溶性塩が用いられる。しかし、ジルコニウム塩としては、なかでも、オキシ塩化ジルコニウムが好ましく用いられる。また、アルカリとしては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アンモニア等が好ましく用いられるが、これら例示に限定されるものではない。

20 上記安定化元素の塩も、特に限定されるものではなく、通常、塩化物や硝酸塩等の水溶性塩が用いられる。例えば、安定化元素がアルミニウムであるときは、塩化アルミニウムが好ましく用いられ、また、安定化元素がイットリウムであるときは、塩化イットリウムが好ましく用いられる。上記安定化元素は、通常、ジルコニウム元素に対して、1～20 モル%の範囲で用いられる。

25 本発明において、ジルコニウム塩又はジルコニウム塩と安定化元素の塩を水中にてアルカリと反応させる際の温度も、特に限定されるものではないが、通常、10～50℃の範囲であり、好ましくは、15～40℃の範囲である。更に、ジルコニウム塩又はジルコニウム塩と安定化元素の塩をアルカリと水中にて反応させる方法についても、例えば、ジルコニウム塩水溶液又はジルコニウム塩と安定化元素の塩の混合水溶液にアルカリ水溶液を

添加する方法、アルカリ水溶液にジルコニウム塩又はジルコニウム塩と安定化元素の塩の混合水溶液を添加する方法、ジルコニウム塩水溶液又はジルコニウム塩と安定化元素の塩の混合水溶液とアルカリ水溶液を同時に張り込み液（沈殿反応器に予め、入れている水）に添加する方法等、いずれであってもよいが、なかでも、ジルコニウム塩水溶液又はジルコニウム塩と安定化元素の塩の混合水溶液とアルカリ水溶液を同時に張り込み液に添加する同時中和法が好ましい。

本発明によれば、ジルコニウム塩水溶液、例えば、オキシ塩化ジルコニウム水溶液についていえば、その濃度は、2.4モル/L以下であることが好ましく、また、アルカリ水溶液は、その濃度が10モル/L以下であることが好ましい。

本発明においては、このように、ジルコニウム塩か、又はジルコニウム塩と安定化元素の塩を水中にてアルカリと反応させて、それぞれ酸化ジルコニウム粒子のスラリー又は酸化ジルコニウムと安定化元素との共沈物の粒子のスラリーを得、次いで、このスラリーを濾過し、洗浄し、水にリパルプして、再度、スラリーとするに際して、このスラリーは500 $\mu$ S/cm以下の電気伝導度を有することが好ましい。一般に、ジルコニウム塩、例えば、オキシ塩化ジルコニウムを水中にて、例えば、水酸化ナトリウムで中和するとき、塩化ナトリウムが副生する。そこで、ジルコニウム塩を水中にてアルカリと反応させて得られたスラリー中に含まれる上記副生塩、即ち、塩化ナトリウムが十分に除去されていないときは、そのようなスラリーに有機酸を加え、水熱処理しても、十分な分散効果が得難く、透明性の高い酸化ジルコニウム分散液を得ることができない。

更に、本発明によれば、得られたスラリーを濾過し、洗浄し、得られたケーキを水中にリパルプして、再度、スラリーとするために、上記ケーキを水中に投入し、攪拌機にて攪拌して、スラリーとしてもよいが、必要に応じて、ビーズミル等の湿式メディア分散のほか、超音波照射、高圧ホモジナイザー等の手段を用いて、上記ケーキを水中にリパルプしてもよい。

本発明によれば、このようにして、通常、酸化ジルコニウム粒子含有率又は酸化ジルコニウムと安定化元素との共沈物の粒子の合計量の含有率1～20重量%の水スラリーを得る。水スラリーの酸化ジルコニウム粒子含有率又は酸化ジルコニウムと安定化元素との共沈物の粒子の合計量の含有率が20重量%を超えるとときは、スラリーの粘度が高く、その攪拌が困難であり、その結果、洗浄が不十分となって、このようなスラリーを用いること

によつては、目的とする高透明性、低粘度の酸化ジルコニウム分散液を得ることができない。特に、本発明によれば、水スラリーの酸化ジルコニウム粒子含有率又は酸化ジルコニウムと安定化元素の共沈物の粒子の合計量の含有率は、1～10重量%の範囲とすることが好ましい。

- 5      本発明によれば、このようにして、ジルコニウム塩を水中にてアルカリと反応させて、酸化ジルコニウム粒子の水スラリーを得、又はジルコニウム塩と安定化元素の塩を水中にてアルカリと反応させて、酸化ジルコニウムと安定化元素との共沈物の粒子の水スラリーを得、次いで、得られたスラリーを濾過し、洗浄し、水にリバルプして、得られたスラリーにこのスラリー中のジルコニウム又はジルコニウムと安定化元素の合計量の1モル部に  
10    対して有機酸1モル部以上を加え、170℃以上の温度にて水熱処理する。

- 本発明によれば、水熱処理に供するスラリーについても、酸化ジルコニウム粒子含有率又は酸化ジルコニウムと安定化元素との共沈物の粒子の合計量の含有率は、通常、1～20重量%の範囲であり、好ましくは、1～10重量%の範囲である。水スラリーの酸化ジルコニウム粒子含有率又は酸化ジルコニウムと安定化元素との共沈物の合計量の含有率が  
15    20重量%を超えるときは、スラリーの粘度が高く、水熱処理に困難を生じる。特に、本発明によれば、水スラリーの酸化ジルコニウム粒子含有率又は酸化ジルコニウムと安定化元素との共沈物の粒子の含有率は、1～10重量%の範囲とすることが好ましい。

- 有機酸は、スラリー中の酸化ジルコニウム粒子又は酸化ジルコニウムと前記安定化元素との共沈物の粒子を相互に電荷的に反発させることによって分散させる、所謂酸解膠させるために用いられる。特に、本発明によれば、スラリーを過酷な条件下に水熱処理するので、酸化ジルコニウム粒子又は上記酸化ジルコニウムと前記安定化元素との共沈物の粒子は、より効果的に解膠される。
- 20

- 上記有機酸としては、好ましくは、カルボン酸やヒドロキシカルボン酸が用いられ、これらカルボン酸やヒドロキシカルボン酸は塩であってもよい。そのような有機酸の具体例  
25    としては、例えば、ギ酸、酢酸、プロピオン酸等のモノカルボン酸とその塩、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、フマル酸、マレイン酸等の多塩基酸とその塩、乳酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸、グルコン酸等のヒドロキシカルボン酸とその塩を挙げることができる。上記カルボン酸塩やヒドロキシカルボン酸塩としては、例えば、ナトリウム塩やカリウム塩のようなアルカリ金属塩が好ましく用いられる。

また、これらの有機酸は、上述したように、水熱処理に供するスラリー中のジルコニウム又はジルコニウムと安定化元素の合計量 1 モル部に対して、通常、1 モル部以上の範囲で用いられるが、好ましくは、1 ～ 5 モル部の範囲で用いられ、最も好ましくは、1 ～ 3 モル部の範囲で用いられる。スラリー中のジルコニウム又はジルコニウムと安定化元素の合計量 1 モル部に対して有機酸の量が 1 モル部よりも少ないときは、得られる酸化ジルコニウム水分散液がその透明性において不十分であるのみならず、粘度も高くなることがある。他方、スラリー中のジルコニウム又はジルコニウムと安定化元素の合計量 1 モル部に対して有機酸の量が 5 モル部を超えても、それに見合う効果も特になく、経済的でもない。

次に、本発明によれば、このように、上記有機酸を含む酸化ジルコニウム粒子か、又は酸化ジルコニウムと前記安定化元素との共沈物の粒子の水スラリーを水熱処理する。この水熱処理の温度は、通常、170℃以上であり、好ましくは、170℃～230℃の温度である。水熱処理の温度が170℃よりも低いときは、得られる酸化ジルコニウム水分散液が十分な透明性をもたないのみならず、沈降性の粗大な凝集粒子を含み、また、高い粘度を有することがある。

水熱処理の時間は、通常、1時間以上であり、好ましくは、3時間以上である。水熱処理の温度が1時間よりも短いときは、得られる酸化ジルコニウム水分散液が十分な透明性をもたないのみならず、沈降性の粗大な凝集粒子が生成して、目的とする透明性の高い酸化ジルコニウム微粒子の水分散液を得ることができない。この水熱処理を幾ら長くしてもよいが、それに見合う効果も特に得られないので、通常、10時間以下で十分である。

このようにして得られた酸化ジルコニウム水分散液を洗浄するには、イオン交換樹脂によるイオン交換、半透膜を用いる拡散透析、電気透析、限外濾過膜を用いる限外濾過等の手段によることができる。本発明においては、特に限定されるものではないが、これらのなかでは、限外濾過膜を用いる限外濾過による洗浄が好ましい。

また、このように洗浄した酸化ジルコニウム水分散液を濃縮するには、ロータリーエバポレーターによる蒸発濃縮、限外濾過膜を用いる限外濾過による濃縮等の手段によることができる。本発明においては、この濃縮手段についても、特に限定されるものではないが、限外濾過膜を用いる限外濾過による濃縮が好ましい。

特に、本発明によれば、上記水熱処理によって得られた酸化ジルコニウム水分散液を限外濾過膜を用いて濃縮すると同時に洗浄することが好ましい。即ち、水分散液を限外濾過

して濃縮し、得られた濃縮液に水を加えて希釈し、洗浄し、得られたスラリーを再度、限外濾過し、このようにして、水分散液を限外濾過して、その濃縮と希釈を繰り返すことによって、水熱処理によって得られた酸化ジルコニウム水分散液を濃縮しつつ、残存副生塩類を水と共に繰り返して除いて、かくして、酸化ジルコニウム含有率20重量%以上であ

5 った、しかも、高透明性と低粘度を有する酸化ジルコニウム水分散液を得ることができる。

しかし、本発明によれば、酸化ジルコニウム水分散液の酸化ジルコニウム含有率の上限は50重量%であり、好ましくは、40重量%である。酸化ジルコニウム含有率が50重量%を超える水分散液は粘度が高く、最終的には、流動性を失って、ゲル化するからである。

本発明によれば、このようにして、分散媒が水である酸化ジルコニウム水分散液を得る

10 ことができるが、この水分散液における分散媒を有機溶媒と置換することによって、その有機溶媒を分散媒とし、前記特性、即ち、波長400nmにおける透過率が35%以上であり、波長800nmにおける透過率が95%以上であり、温度25℃における粘度が20mPa・s以下である酸化ジルコニウム分散液を得ることができる。

従って、本発明において、酸化ジルコニウム分散液における分散媒は、水又は有機溶媒

15 又はこれらの混合物である。

本発明において、上記有機溶媒は、特に限定されるものではないが、好ましくは、水混和性有機溶媒である。このような水混和性有機溶媒は、特に限定されるものではないが、例えば、メタノール、エタノール、2-プロパノール等の脂肪族アルコール類、酢酸エチル、ギ酸メチル等の脂肪族カルボン酸エステル類、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等の脂肪族ケトン類、エチレングリコール、グリセリン等の多価アルコール類や、これらの2種以上の混合物であるが、特に、好ましくは、メタノール、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン又はこれらの混合物である。

20

本発明によれば、酸化ジルコニウム水分散液における分散媒である水を有機溶媒と置換するには、水分散液をロータリーエバポレーターで処理して、水を除いた後、新たに有機

25 溶媒を加えたり、また、水分散液を限外濾過して、分散媒である水を除去してスラリーを得、これに有機溶媒を加えて希釈し、再度、限外濾過し、このようにして、濾過と希釈を繰り返すことによって、当初の分散媒である水を有機溶媒に置換して、分散媒がその有機溶媒である酸化ジルコニウム分散液を得ることができる。

また、例えば、酸化ジルコニウム水分散液における分散媒である水を水混和性有機溶媒

と置換して、その水混和性有機溶媒を分散媒とする酸化ジルコニウム分散液を得た後、その水混和性有機溶媒を更に別の有機溶媒と置換して、その別の有機溶媒を分散媒とする酸化ジルコニウム分散液を得ることもできる。

本発明によれば、このようにして得られた酸化ジルコニウム分散液は、必要に応じて、

- 5 更に、ビーズミル等の湿式メディア分散、超音波照射、高圧ホモジナイザー等による分散処理を行ってもよい。

本発明による樹脂組成物は、上述した本発明による酸化ジルコニウム分散液を樹脂に均一に分散させることによって得ることができる。酸化ジルコニウムの樹脂に対する割合は、得られる樹脂組成物の用途や要求特性にもよるが、通常、樹脂 100 重量部に対して、酸化ジルコニウム 5 ～ 350 重量部の範囲である。

- 本発明において、上記樹脂は特に限定されるものではなく、得られる樹脂組成物の用途や要求特性に応じて適宜に選ばれよい。具体例として、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-プロピレン共重合体、エチレン-プロピレン-ジエンモノマー三元共重合体、エチレン-ブテン共重合体、エチレン-アクリル酸エステル（例えば、アクリル酸エチル）共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-メタクリル酸メチル共重合体等のオレフィンの単独又は共重合体であるポリオレフィン樹脂、スチレンのような芳香族ビニルモノマーの単独重合体やABS樹脂等のような共重合体、ポリ（メタ）アクリル系樹脂、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアリレート等のポリエステル、6-ナイロン、6,6-ナイロン、12-ナイロン、4,6-ナイロン、芳香族ポリアミド等のポリアミド、ポリフェニレンエーテル、変性ポリフェニレンエーテル、ポリオキシメチレン等のポリエーテル、ポリカーボネート、スチレン-共役ジエン共重合体、ポリブタジエン、ポリイソプレン、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、ポリクロロプレン等のエラストマー、ポリ塩化ビニル、多官能（メタ）アクリレート又はそれを含む架橋性組成物を重合、架橋させてなる架橋重合体等を挙げることができる。また、必要に応じて、樹脂として、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル、ポリウレタン等の熱硬化性樹脂やシリコーン樹脂も用いられる。これらの樹脂は、単独で、又は2種以上の混合物として用いられる。
- 25

本発明による酸化ジルコニウム含有樹脂組成物は、上述した酸化ジルコニウムに加えて、必要に応じて、それぞれの樹脂に応じて、他の添加剤を適宜に配合することができる。そ

のような添加剤として、例えば、可塑剤、潤滑剤、充填剤、酸化防止剤、熱安定化剤、核剤、架橋剤、架橋助剤、カップリング剤、帯電防止剤、相溶化剤、耐光剤、顔料、発泡剤、防カビ剤等を挙げることができる。

このような樹脂組成物は、例えば、攪拌混合や、一軸押出機、二軸押出機、ロール混練機、ニーダ混練機、バンバリーミキサー、ボールミル、ビーズミル等の適宜手段にて上述した酸化ジルコニウム粒子を樹脂に混合し、混練することによって得ることができる。また、このようにして得られる本発明による樹脂組成物は、用途や目的に応じて、例えば、射出成形、押出成形、ブロー成形、プレス成形、真空成形、カレンダー成形、トランスファー成形、積層成形、金型を用いた成形、溶液製膜法等、適宜の手段によって種々の成形品の製造に好適に用いることができる。

#### 実施例

以下に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれら実施例によって何ら限定されるものではない。

以下において、限外濾過には旭化成ケミカルズ（株）製「マイクロザ」（型式ACP-0013）、分画分子量13000）を用いた。

酸化ジルコニウム分散液の分散径は動的光散乱法（日機装（株）製UPA-UT）によって測定した。ここに、分散径とは、分散液中に分散している粒子の大きさ（直径）である。また、酸化ジルコニウム分散液の透過率は、光路長が10mmのセルに分散液を充填して、可視紫外分光光度計（日本分光（株）製V-570）にて測定した。酸化ジルコニウム分散液の粘度は、音叉型振動式SV型粘度計（エー・アンド・デイ（株）製SV-1A）にて測定した。

樹脂組成物の塗膜の全光線透過率及びヘイズ値は、ヘイズメーター（日本電色（株）製NDH2000）にて測定し、引っかかり硬度は、JISK5600-5-4（1999）記載の引っかかり硬度（鉛筆法）によって測定した。

#### 実施例1

（酸化ジルコニウム分散液A）

0.6モル/L濃度のオキシ塩化ジルコニウムと0.03モル/L濃度の塩化イットリ

ウムの混合水溶液 0.76 L と 1.9 モル/L 濃度の水酸化ナトリウム水溶液 0.53 L を調製した。予め、純水 0.74 L を入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとイットリウムとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリーの固形分含有率が酸化ジルコニウムと酸化イットリウム換算にて 5.6 重量%となるように純水にリパルプして、スラリー 1 L を得た。このスラリーの電気伝導度は  $235 \mu\text{S}/\text{cm}$  であった。

酢酸 86.3 g (上記スラリー中のジルコニウムとイットリウムの合計量 1 モル部に対して 3 モル部) を上記スラリーに加え、 $200^{\circ}\text{C}$  で 3 時間水熱処理して半透明の分散液を得た。この半透明の分散液を限外濾過膜にて洗浄し、濃縮し、イットリウムを含む固溶体である酸化ジルコニウム含有率 30 重量%の酸化ジルコニウム分散液 A を得た。

(酸化ジルコニウム分散液 B)

0.6 モル/L 濃度のオキシ塩化ジルコニウムと 0.03 モル/L 濃度の塩化イットリウムの混合水溶液 0.76 L と 1.9 モル/L 濃度の水酸化ナトリウム水溶液 0.53 L を調製した。予め、純水 0.74 L を入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとイットリウムとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリーの固形分含有率が酸化ジルコニウムと酸化イットリウム換算にて 5.6 重量%となるように純水にリパルプして、スラリー 1 L を得た。このスラリーの電気伝導度は  $235 \mu\text{S}/\text{cm}$  であった。

酢酸 86.3 g (上記スラリー中のジルコニウムとイットリウムの合計量 1 モル部に対して 3 モル部) を上記スラリーに加え、 $230^{\circ}\text{C}$  で 3 時間水熱処理して半透明の分散液を得た。この半透明の分散液を限外濾過膜にて洗浄し、濃縮し、イットリウムを含む固溶体である酸化ジルコニウム含有率 30 重量%の酸化ジルコニウム分散液 B を得た。

(酸化ジルコニウム分散液 C)

0.6 モル/L 濃度のオキシ塩化ジルコニウム水溶液 0.76 L と 1.7 モル/L 濃度の水酸化ナトリウム水溶液 0.53 L を調製した。予め、純水 0.74 L を入れた沈殿反

応器に上記オキシ塩化ジルコニウム水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムを中和して、酸化ジルコニウム粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリーの酸化ジルコニウム含有率が5.6重量%となるように純水にリパルプして、スラリー1Lを得た。このスラリーの電気伝導度は $258\mu\text{S}/\text{cm}$ であった。

酢酸 82.2g（上記スラリー中のジルコニウム1モル部に対して3モル部）を上記スラリーに加え、 $200^{\circ}\text{C}$ で3時間水熱処理して半透明の分散液を得た。この半透明の分散液を限外濾過膜にて洗浄し、濃縮し、酸化ジルコニウム含有率30重量%の酸化ジルコニウム分散液Cを得た。

#### 10 （酸化ジルコニウム分散液D）

0.6モル/L濃度のオキシ塩化ジルコニウムと0.03モル/L濃度の塩化アルミニウムの混合水溶液0.76Lと1.9モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.53Lを調製した。予め、純水0.74Lを入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと塩化アルミニウムの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと塩化アルミニウムを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとアルミニウムとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリーの固形分含有率が酸化ジルコニウムと酸化アルミニウム換算にて5.5重量%となるように純水にリパルプして、スラリー1Lを得た。このスラリーの電気伝導度は $173\mu\text{S}/\text{cm}$ であった。

20 酢酸 86.3g（上記スラリー中のジルコニウムとアルミニウムの合計量1モル部に対して3モル部）を上記スラリーに加え、 $200^{\circ}\text{C}$ で3時間水熱処理して半透明の分散液を得た。この半透明の分散液を限外濾過膜にて洗浄し、濃縮し、アルミニウムを含む固溶体である酸化ジルコニウム含有率30重量%の酸化ジルコニウム分散液を得た。この分散液を更に湿式メディア分散処理して、アルミニウムを含む固溶体である酸化ジルコニウム含有率30重量%の酸化ジルコニウム分散液Dを得た。

#### 25 （酸化ジルコニウム分散液E）

0.6モル/L濃度のオキシ塩化ジルコニウムと0.03モル/L濃度の塩化マグネシウムの混合水溶液0.76Lと1.8モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.53Lを調製した。予め、純水0.74Lを入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと

塩化マグネシウムの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと塩化マグネシウムを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとマグネシウムとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過、洗浄し、スラリーの固形分含有率が酸化ジルコニウムと酸化マグネシウム換算にて5.5重量%となるように  
5 純水にリパルプして、スラリー1 Lを得た。このスラリーの電気伝導度は $156 \mu S/cm$ であった。

酢酸 86.3 g (上記スラリー中のジルコニウムとマグネシウムの合計量1モル部に対して3モル部) を上記スラリーに加え、200℃で3時間水熱処理して白濁した分散液を得た。この白濁した分散液を限外濾過膜にて洗浄し、濃縮し、マグネシウムを含む固溶体  
10 である酸化ジルコニウム含有率30重量%の酸化ジルコニウム分散液を得た。この分散液を更に湿式メディア分散処理して、酸化ジルコニウム含有率30重量%の酸化ジルコニウム分散液Eを得た。

(酸化ジルコニウム分散液F)

0.6モル/L濃度のオキシ塩化ジルコニウムと0.03モル/L濃度の四塩化チタンの混合水溶液0.76 Lと1.9モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.53 Lを調製した。予め、純水0.74 Lを入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと四塩化チタンの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと四塩化チタンを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとチタンとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリーの固形分含有率が酸化  
20 化ジルコニウムと酸化チタン換算にて5.5重量%となるように純水にリパルプして、スラリー1 Lを得た。このスラリーの電気伝導度は $392 \mu S/cm$ であった。

酢酸 86.3 g (上記スラリー中のジルコニウムとチタンの合計量1モル部に対して3モル部) を上記スラリーに加え、200℃で3時間水熱処理して白濁した分散液を得た。この白濁した分散液を限外濾過膜にて洗浄し、濃縮し、チタンを含む固溶体である酸化ジルコニウム含有率30重量%の酸化ジルコニウム分散液を得た。この分散液を更に湿式メディア分散処理して、酸化ジルコニウム含有率30重量%の酸化ジルコニウム分散液Fを得た。  
25

(酸化ジルコニウム分散液G)

0.6モル/L濃度のオキシ塩化ジルコニウムと0.03モル/L濃度の塩化イットリ

ウムの混合水溶液 0.76 L と 1.9 モル/L 濃度の水酸化ナトリウム水溶液 0.53 L を調製した。予め、純水 0.74 L を入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとイットリウムとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリーの固形分含有率が酸化ジルコニウムと酸化イットリウム換算にて 5.6 重量%となるように純水にリパブルして、スラリー 1 L を得た。このスラリーの電気伝導度は  $235 \mu\text{S}/\text{cm}$  であった。

クエン酸ナトリウム 2 水和物 140.8 g (上記スラリー中のジルコニウムとイットリウムの合計量 1 モル部に対して 1 モル部) を上記スラリーに加え、 $200^{\circ}\text{C}$  で 3 時間水熱処理して半透明の分散液を得た。この半透明の分散液を限外濾過膜にて洗浄し、濃縮して、イットリウムを含む固溶体である酸化ジルコニウム含有率 30 重量%の酸化ジルコニウム分散液 G を得た。

(酸化ジルコニウム分散液 H)

前記酸化ジルコニウム含有率 30 重量%の酸化ジルコニウム分散液 A を酸化ジルコニウム含有率が 15 重量%となるまでメタノールにて希釈した後、限外濾過膜にて再び 30 重量%まで濃縮した。この希釈、濃縮の操作を 5 回繰り返して、分散媒がメタノールである酸化ジルコニウム含有率 30 重量%の酸化ジルコニウム分散液 H を得た。

(酸化ジルコニウム分散液 I)

前記酸化ジルコニウム含有率 30 重量%の酸化ジルコニウム分散液 H を酸化ジルコニウム含有率が 15 重量%となるまでメチルエチルケトンにて希釈した後、ロータリーエバポレーターにて再び 30 重量%まで濃縮した。この希釈、濃縮の操作を 5 回繰り返した後、得られた分散液を湿式メディア分散処理して、分散媒がメチルエチルケトンである酸化ジルコニウム含有率 30 重量%の酸化ジルコニウム分散液 I を得た。

25

比較例 1

(酸化ジルコニウム分散液 I)

0.6 モル/L 濃度のオキシ塩化ジルコニウムと 0.03 モル/L 濃度の塩化イットリウムの混合水溶液 0.76 L と 1.9 モル/L 濃度の水酸化ナトリウム水溶液 0.53 L

を調製した。予め、純水 0.74 L を入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとイットリウムとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリー

5 の固形分含有率が酸化ジルコニウムと酸化イットリウム換算にて 5.6 重量%となるように純水にリパルプして、スラリー 1 L を得た。このスラリーの電気伝導度は  $235 \mu S/cm$  であった。

酢酸 86.3 g (上記スラリー中のジルコニウムとイットリウムの合計量 1 モル部に対して 3 モル部) を上記スラリーに加え、150℃で 3 時間水熱処理して半透明の分散液を得た。この半透明の分散液を限外濾過膜を用いて 30 重量%まで洗浄し、濃縮することを試みたが、イットリウムを含む固溶体である酸化ジルコニウム含有率 20 重量%にてゲル化した。

(酸化ジルコニウム分散液 II)

0.6 モル/L 濃度のオキシ塩化ジルコニウムと 0.03 モル/L 濃度の塩化イットリウムの混合水溶液 0.76 L と 1.9 モル/L 濃度の水酸化ナトリウム水溶液 0.53 L を調製した。予め、純水 0.74 L を入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとイットリウムとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリー

15 の固形分含有率が酸化ジルコニウムと酸化イットリウム換算にて 5.6 重量%となるように純水にリパルプして、スラリー 1 L を得た。このスラリーの電気伝導度は  $235 \mu S/cm$  であった。

酢酸 14.4 g (上記スラリー中のジルコニウムとイットリウムの合計量 1 モル部に対して 0.5 モル部) を上記スラリーに加え、200℃で 3 時間水熱処理して白濁した分散液を得た。この白濁した分散液を限外濾過膜にて洗浄、濃縮して、イットリウムを含む固溶体である酸化ジルコニウム含有率 13 重量%の酸化ジルコニウム分散液を得た。この分散液を更に湿式メディア分散処理して、酸化ジルコニウム含有率 13 重量%の酸化ジルコニウム分散液 II を得た。

(酸化ジルコニウム分散液 III)

0.6モル/L濃度のオキシ塩化ジルコニウムと0.03モル/L濃度の塩化イットリウムの混合水溶液0.76Lと1.9モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.53Lを調製した。予め、純水0.74Lを入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとイットリウムとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリーの固形分含有率が酸化ジルコニウムと酸化イットリウム換算にて5.6重量%となるように純水にリパルプして、スラリー1Lを得た。このスラリーの電気伝導度は $235\mu\text{S}/\text{cm}$ であった。

- 10 クエン酸ナトリウム2水和物140.8g（上記スラリー中のジルコニウムとイットリウムの合計量1モル部に対して1モル部）を上記スラリーに加え、150℃で3時間水熱処理して白濁した沈降性のスラリーを得た。このスラリーを限外濾過膜にて洗浄し、濃縮して、イットリウムを含む固溶体である酸化ジルコニウムの含有率10重量%とし、これを更に湿式メディア分散処理して、酸化ジルコニウムの含有率10重量%の酸化ジルコニウム分散液IIIを得た。

(酸化ジルコニウム分散液IV)

- 20 0.6モル/L濃度のオキシ塩化ジルコニウムと0.03モル/L濃度の塩化イットリウムの混合水溶液0.76Lと1.9モル/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液0.53Lを調製した。予め、純水0.74Lを入れた沈殿反応器に上記オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムの混合水溶液と水酸化ナトリウム水溶液とを同時に注ぎ、オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムを同時中和にて共沈させて、酸化ジルコニウムとイットリウムとの共沈物の粒子のスラリーを得た。得られたスラリーを濾過し、洗浄し、スラリーの固形分含有率が酸化ジルコニウムと酸化イットリウム換算にて5.6重量%となるように純水にリパルプして、スラリー1Lを得た。このスラリーの電気伝導度は $235\mu\text{S}/\text{cm}$ であった。

25 クエン酸ナトリウム2水和物70.4g（上記スラリー中のジルコニウムとイットリウムの合計量1モル部に対して0.5モル部）を上記スラリーに加え、200℃で3時間水熱処理して白濁した分散液を得た。この白濁した分散液を限外濾過膜にて洗浄し、濃縮して、イットリウムを含む固溶体である酸化ジルコニウム含有率30重量%とし、これを更

に湿式メディア分散処理して、酸化ジルコニウム含有率30重量%の酸化ジルコニウム分散液IVを得た。

本発明による酸化ジルコニウム分散液A～Iの透過率と粘度を第1表に示し、比較例による酸化ジルコニウム分散液I～IVの透過率と粘度を第2表に示す。

- 5 第1表及び第2表において、粒度分布D<sub>50</sub>は体積基準での累積粒度分布の小粒子側から50体積%の粒子径を表し、粒度分布D<sub>max</sub>は体積基準で得られる粒度分布の最大粒子径を表す。

第1表

|                         | 実施例 1 |      |      |      |      |      |           |       |           |
|-------------------------|-------|------|------|------|------|------|-----------|-------|-----------|
|                         | A     | B    | C    | D    | E    | F    | G         | H     | I         |
| 分散液の製造                  | Y     | Y    | なし   | Al   | Mg   | Ti   | Y         | Y     | Y         |
| 安定化元素                   | 水     | 水    | 水    | 水    | 水    | 水    | 水         | メタノール | メチルエチルケトン |
| 分散媒                     | 酢酸    | 酢酸   | 酢酸   | 酢酸   | 酢酸   | 酢酸   | クエン酸ナトリウム | 酢酸    | 酢酸        |
| 有機酸                     | 3     | 3    | 3    | 3    | 3    | 3    | 1         | 3     | 3         |
| 有機酸量(モル部) <sup>1)</sup> | 200   | 230  | 200  | 200  | 200  | 200  | 200       | 200   | 200       |
| 水熱処理温度(°C)              |       |      |      |      |      |      |           |       |           |
| 分散液の物性                  |       |      |      |      |      |      |           |       |           |
| 酸化ジルコニウム含有率(重量%)        | 30    | 30   | 30   | 30   | 30   | 30   | 30        | 30    | 30        |
| 粒度分布 D50 (nm)           | 8.4   | 7.4  | 5.2  | 2.9  | 4.4  | 3.2  | 5.4       | 3.1   | 8.6       |
| 粒度分布 Dmax (nm)          | 21.5  | 25.6 | 21.5 | 25.6 | 30.4 | 30.4 | 21.5      | 25.6  | 36.1      |
| 波長 800 nm における透過率(%)    | 98.2  | 97.1 | 95.8 | 96.9 | 96.3 | 95.5 | 96.1      | 96.8  | 95.3      |
| 波長 400 nm における透過率(%)    | 44.3  | 43.6 | 42.8 | 43.6 | 43.0 | 41.7 | 43.3      | 42.7  | 39.2      |
| 25 °C における粘度 (mPa・s)    | 8.0   | 9.4  | 5.3  | 8.0  | 9.2  | 9.5  | 3.9       | 4.8   | 15.7      |

(注) 1) ジルコニウム(と安定化元素の合計量)の1モル部に対するモル部数

第2表

|                         | 比較例 1 |       |           |           |
|-------------------------|-------|-------|-----------|-----------|
|                         | I     | II    | III       | IV        |
| 分散液の製造                  |       |       |           |           |
| 安定化元素                   | Y     | Y     | Y         | Y         |
| 分散媒                     | 水     | 水     | 水         | 水         |
| 有機酸                     | 酢酸    | 酢酸    | クエン酸ナトリウム | クエン酸ナトリウム |
| 有機酸量(モル部) <sup>1)</sup> | 3     | 0.5   | 1         | 0.5       |
| 水熱処理温度(°C)              | 150   | 200   | 150       | 200       |
| 分散液の物性                  |       |       |           |           |
| 酸化ジルコニウム含有率(重量%)        | 20    | 13    | 10        | 30        |
| 粒度分布 D50 (nm)           | a     | 143.3 | b         | 15.4      |
| 粒度分布 Dmax (nm)          | a     | 179.5 | b         | 60.8      |
| 波長 800 nm における透過率(%)    | 54.8  | 5.6   | 0.0       | 68.6      |
| 波長 400 nm における透過率(%)    | 2.2   | 0.0   | 0.0       | 0.1       |
| 25 °C における粘度 (mPa・s)    | ゲル化   | 5.8   | 4.5       | 8.0       |

(注) 1) ジルコニウム(と安定化元素の合計量)の1モル部に対するモル部数

2) a は分散液がゲル化したために測定できなかったことを示し、b は分散液における分散径が大きすぎて測定できなかったことを示す。

## 実施例 2

(酸化ジルコニウム含有樹脂組成物の調製とその物性の評価)

酸化ジルコニウム含有量 30 重量%の酸化ジルコニウム分散液 H 4 g、ジペンタエリス  
 5 リトールヘキサアクリレート（ダイセルサイテック（株）製 DPHA）2.5 g、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン（チバ・スペシャルティ・ケミカルズ（株）製イルガキュア 184）0.175 g 及びメチルイソブチルケトン 0.12 g を混合してコーティング液を調製した。

このコーティング液をガラス基板上にパーコーター # 5 にて塗布した後、紫外線を 30  
 10 0 mJ / cm<sup>2</sup> の割合にて照射し、硬化させて、基板上的乾燥塗膜の厚みを 5 μm に調整した。この塗膜の全光線透過率は 90.52%、ヘイズ値は 0.27、引っかかり硬度は 9 H であった。

## 比較例 2

(酸化ジルコニウムを含有しない樹脂組成物の調製とその評価)

ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート (ダイセルサイテック (株) 製 DPHA)

2.5 g、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン (チバ・スペシャルティ・ケミカルズ (株) 製、商品名「イルガキュア 184」) 0.175 g 及びメチルイソブチルケトン 2.5 g を混合してコーティング液を調製した。このコーティング液をガラス基板上にバーコーター #5 にて塗布した後、紫外線を  $300 \text{ mJ} / \text{cm}^2$  の割合にて照射し、硬化させて、基板上的乾燥塗膜の厚みを  $5 \mu\text{m}$  に調整した。この塗膜の全光線透過率は 91.17%、ヘイズ値は 0.06、引っかかり硬度は 5H であった。

## 請 求 の 範 囲

1. 波長400nmにおける透過率が35%以上であり、波長800nmにおける透過率が95%以上であり、温度25℃における粘度が20mPa・s以下である酸化ジルコニウム粒子含有率20重量%以上の酸化ジルコニウム分散液。

2. 酸化ジルコニウムがアルミニウム、マグネシウム、チタン及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種の安定化元素を含む固溶体である請求項1に記載の酸化ジルコニウム分散液。

3. 酸化ジルコニウム分散液における分散媒が水である請求項1又は2に記載の酸化ジルコニウム分散液。

4. 酸化ジルコニウム分散液における分散媒が脂肪族アルコール類、脂肪族カルボン酸エステル類、脂肪族ケトン類、多価アルコール類又はこれらの2種以上の混合物である請求項1又は2に記載の酸化ジルコニウム分散液。

5. ジルコニウム塩を水中にてアルカリと反応させて、酸化ジルコニウム粒子のスラリーを得、次いで、このスラリーを濾過、洗浄し、リパルプして、得られたスラリーにこのスラリー中のジルコニウム1モル部に対して有機酸1モル部以上を加え、170℃以上の温度にて水熱処理した後、得られた酸化ジルコニウム粒子水分散液を洗浄、濃縮することの特徴とする、波長400nmにおける透過率が35%以上であり、波長800nmにおける透過率が95%以上であり、温度25℃における粘度が20mPa・s以下である酸化ジルコニウム粒子含有率20重量%以上の酸化ジルコニウム水分散液の製造方法。

6. ジルコニウム塩とアルミニウム、マグネシウム、チタン及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種の安定化元素の塩を水中にてアルカリと反応させて、酸化ジルコニウムと上記安定化元素との共沈物の粒子のスラリーを得、次いで、このスラリーを濾過し、洗浄し、リパルプして、得られたスラリーにこのスラリー中のジルコニウムと安定化元素の

合計量の 1 モル部に対して有機酸 1 モル部以上を加え、170℃以上の温度にて水熱処理した後、得られた上記安定化元素を含む固溶体である酸化ジルコニウム粒子水分散液を洗浄し、濃縮することを特徴とする、波長 400 nm における透過率が 35 % 以上であり、波長 800 nm における透過率が 95 % 以上であり、温度 25℃における粘度が 20 mPa・s 以下である酸化ジルコニウム粒子含有率 20 重量%以上の酸化ジルコニウム水分散液の製造方法。

7. 水熱処理によって得られた酸化ジルコニウム水分散液を洗浄し、濃縮し、得られた酸化ジルコニウム水分散液を更に分散処理する請求項 5 に記載の酸化ジルコニウム水分散液の製造方法。

8. 水熱処理によって得られた酸化ジルコニウム水分散液を洗浄し、濃縮し、得られた酸化ジルコニウム水分散液を更に分散処理する請求項 6 に記載の酸化ジルコニウム水分散液の製造方法。

9. 請求項 5 又は 6 に記載の方法において、ジルコニウム塩か、又はジルコニウム塩とアルミニウム、マグネシウム、チタン及び希土類元素から選ばれる少なくとも 1 種の安定化元素の塩を水中にてアルカリと反応させるために、ジルコニウム塩水溶液か、又はジルコニウム塩とアルミニウム、マグネシウム、チタン及び希土類元素から選ばれる少なくとも 1 種の安定化元素の塩の混合水溶液とアルカリ水溶液を同時に張り込み液に加えて反応させる酸化ジルコニウム水分散液の製造方法。

10. 請求項 5 から 8 のいずれかに記載の方法において、水熱処理によって得られた酸化ジルコニウム水分散液を限外濾過膜を用いて、洗浄し、濃縮する酸化ジルコニウム水分散液の製造方法。

11. 請求項 7 又は 8 に記載の方法において、分散処理が湿式メディア分散処理である酸化ジルコニウム水分散液の製造方法。

12. 請求項5～10のいずれかに記載の方法において得られた酸化ジルコニウム水分散液の分散媒である水を有機溶媒と置換して、分散媒がその有機溶媒である酸化ジルコニウム分散液を得る酸化ジルコニウム分散液の製造方法。

- 5 13. 請求項1から4のいずれかに記載の酸化ジルコニウム分散液を樹脂に配合してなる樹脂組成物。