(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2011-102203
(P2011-102203A)
(43)公開日　平成23年5月26日(2011.5.26)

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード（参考）
C01B 21/064 (2006.01)	C01B 21/064 M	

審査請求 未請求　請求項の数 6　ＯＬ　（全 10 頁）

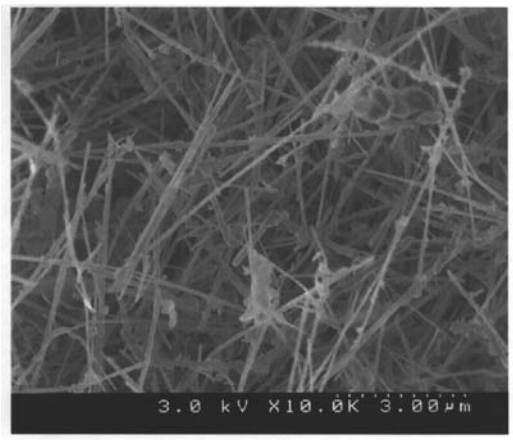
(21)出願番号　特願2009-257104 (P2009-257104)
(22)出願日　平成21年11月10日 (2009.11.10)

(71)出願人　000003001
帝人株式会社
大阪府大阪市中央区南本町１丁目６番７号
(71)出願人　301023238
独立行政法人物質・材料研究機構
茨城県つくば市千現一丁目２番地１
(74)代理人　100099678
弁理士　三原　秀子
(72)発明者　桑原　広明
山口県岩国市日の出町２番１号　帝人株式会社岩国研究センター内
(72)発明者　板東　義雄
茨城県つくば市千現一丁目２番地１　独立行政法人　物質・材料研究機構内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】窒化ホウ素ナノチューブ誘導体、その分散液、及び該窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の製造方法

(57)【要約】
【課題】溶媒への分散性が良好な窒化ホウ素ナノチューブ誘導体、その分散液、及びその簡便な製造方法を提供する。
【解決手段】表面元素組成の３原子%以上が酸素であることを特徴とする窒化ホウ素ナノチューブ誘導体。
【選択図】図１



【特許請求の範囲】
【請求項１】
表面元素組成の３原子％以上が酸素であることを特徴とする窒化ホウ素ナノチューブ誘導体。
【請求項２】
平均直径が０．４ｎｍ～１μｍであり、平均長さが１～１０μｍである、請求項１に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体。
【請求項３】
請求項１又は２に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体が溶媒中に分散している、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液。
【請求項４】
溶媒が、水、クロロホルム、Ｎ，Ｎ－ジメチルアセトアミド、テトラヒドロフラン、Ｎ，Ｎ－ジメチルホルムアミド、アセトン、トルエン及びエタノールよりなる群から選ばれる少なくとも１種である、請求項３に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液。
【請求項５】
窒化ホウ素ナノチューブを３～７０質量％の過酸化水素溶液、または過酸化水素を３～７０質量％、鉄（ＩＩ）イオンを１０～１０００質量ｐｐｍ含む混合組成物溶液にて処理することを特徴とする、請求項１又は２に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の製造方法。
【請求項６】
窒化ホウ素ナノチューブに対して、質量比で２倍を超える量の前記過酸化水素溶液、または質量比で２倍を超える量の前記混合組成物溶液を添加して該窒化ホウ素ナノチューブを処理する、請求項５に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、各種溶媒への分散性が良好で、樹脂組成物への利用などに好適な窒化ホウ素ナノチューブ誘導体、その分散液、及び該窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の製造方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
カーボンナノチューブをはじめとする多くのナノチューブ材料は、一般的な溶媒に不溶のため、その成形・加工方法が著しく制限されている。この問題が解決されれば、実用上非常に有用であるため、ナノチューブ材料を溶媒に均一分散させる方法が種々検討されている。
【０００３】
例えば非特許文献１においては、カーボンナノチューブの表面を鉱酸により酸化せしめ、水酸基やカルボキシル基を導入し溶媒に対する親和性を高め分散性を向上させることが報告されており、非特許文献２及び３においては、更にカーボンナノチューブの表面に存在するカルボキシル基を塩化チオニルで酸クロライドに変換した後、長鎖アルキル基を有するアルコールやアミンと反応させて、長鎖アルキル基が化学結合したカーボンナノチューブを製造することにより分散性を向上させることが報告されている。
【０００４】
ところで、カーボンナノチューブがその直径やキラリティが変化すると、それに伴って特性も変動するのに対して、窒化ホウ素ナノチューブは、その直径やキラリティが変化しても特性は変動せず、応用に当たって制御するパラメーターが少ないという利点がある。更に、窒化ホウ素ナノチューブは、優れた機械的性質、高い熱伝導性、優れた耐酸化性、及び広いバンドギャップエネルギーを有しているので、これらの特性が要求される分野、例えば、半導体材料、エミッタ材料、耐熱性充填材料、高強度材料、触媒等、特に酸化雰囲気や高温雰囲気中で作動するナノメートル（ｎｍ）サイズの半導体において有用である

と考えられている。また、窒化ホウ素ナノチューブを複合材料の強化材として利用することで、材料のマトリックス相（連続相とも呼ばれている）の機械的性質や熱伝導率の向上に役立つことができる。よって窒化ホウ素ナノチューブの溶媒への分散性を向上させることができれば、種々の成形・加工方法を適用することができ、優れた機能を有する半導体材料などを得ることができる。

【０００５】

窒化ホウ素ナノチューブの分散性を向上する技術に関しては、例えば非特許文献４において、窒化ホウ素ナノチューブとアミン末端ポリエチレングリコールオリゴマーとを、１００℃で３日間加熱を続けることにより、両者の間に非共有結合による付加体を形成させて、溶媒に対する溶解性（分散性）を向上させることが報告されている。しかし、この方法では、窒化ホウ素ナノチューブとアミン末端ポリエチレングリコールオリゴマーとの間に非共有結合による付加体を形成しているため、溶媒、特に有機溶媒への分散性が低く、しかも、製造に要する時間が長く収率が低いという問題がある。

【０００６】

また、特許文献１では、窒化ホウ素ナノチューブ、ポリ［ｍ－フェニレンビニレン－ｃｏ－（２，５－ジオクトキシ－ｐ－フェニレンビニレン）］（以下、ラッピングポリマーと称する）、及び有機溶媒からなる窒化ホウ素ナノチューブ分散液が均一かつ透明であることが示されている。しかし、この技術は、液中にラッピングポリマーの存在を必須としている上、このラッピングポリマーを除去するには、有機溶媒除去後に数百℃の温度でラッピングポリマーを熱分解することを必要としている。このため、例えば、ラッピングポリマーとは別の種類のポリマーと窒化ホウ素ナノチューブとの組成物のキャストフィルムを得たい場合に当該技術の分散液を用いることができるのは、ラッピングポリマーの残存が許容される場合に限られる。このように、特許文献１の分散液は、様々な分野で利用しようとしても、適用できる場合が極めて限定されるという問題がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００７】

【特許文献１】特開２００７－２３０８３０号公報

【非特許文献】

【０００８】

【非特許文献１】Jie Liu et al、Science、1998、280、p.1253

【非特許文献２】Jian Chen et al、Science、1998、282、p.95

【非特許文献３】Kefu Fu et al、Nano Letters、2001、1、p.439

【非特許文献４】Su-Yuan Xie et al、Chem. Commun.、2005、p.3670

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００９】

本発明は、溶媒への分散性が良好な窒化ホウ素ナノチューブ誘導体、その分散液、及びその簡便な製造方法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】

【００１０】

本発明者らは、前記課題に鑑み、窒化ホウ素ナノチューブの分散性改良について鋭意検討した結果、窒化ホウ素ナノチューブを酸化処理し、表面元素組成の３原子％以上が酸素である窒化ホウ素ナノチューブ誘導体が際立って良好な分散性を示すことを見出し、本発明を完成するに至った。本発明の要旨を以下に示す。

【００１１】

１．　表面元素組成の３原子％以上が酸素であることを特徴とする窒化ホウ素ナノチューブ誘導体。

２．　平均直径が０．４ｎｍ～１μｍであり、平均長さが１～１０μｍである、前記１項に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体。

３．　前記１又は２に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体が溶媒中に分散している、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液。
４．　溶媒が、水、クロロホルム、Ｎ，Ｎ－ジメチルアセトアミド、テトラヒドロフラン、Ｎ，Ｎ－ジメチルホルムアミド、アセトン、トルエン及びエタノールよりなる群から選ばれる少なくとも１種である、前記３項に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液。
５．　窒化ホウ素ナノチューブを３～７０質量％の過酸化水素溶液、または過酸化水素を３～７０質量％、鉄（ＩＩ）イオンを１０～１０００質量ｐｐｍ含む混合組成物溶液にて処理することを特徴とする、前記１項又は２項に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の製造方法。
６．　窒化ホウ素ナノチューブに対して、質量比で２倍を超える量の前記過酸化水素溶液、または質量比で２倍を超える量の前記混合組成物溶液を添加して該窒化ホウ素ナノチューブを処理する、前記５項に記載の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の製造方法。

【発明の効果】

【００１２】

本発明によれば、溶媒への分散性に優れた窒化ホウ素ナノチューブ誘導体を提供することができる。また、本発明の製造方法によれば、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体を高収率で得ることができる。本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の分散液を用いて種々の成形加工を行うことが可能になる。

【図面の簡単な説明】

【００１３】

【図１】実施例１にて得た窒化ホウ素ナノチューブ誘導体試料の透過型電子顕微鏡写真図である。
【図２】実施例２にて得た窒化ホウ素ナノチューブ誘導体試料の透過型電子顕微鏡写真図である。

【発明を実施するための形態】

【００１４】

本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体とは、窒化ホウ素ナノチューブを過酸化水素水によって処理すること等により得られる、表面元素組成の３原子％以上が酸素であることを特徴とする窒化ホウ素ナノチューブ誘導体である。窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の表面元素組成は窒化ホウ素ナノチューブ誘導体をＸ線光電子分光分析（ＸＰＳ）、オージェ電子分光分析（ＡＥＳ）などにより求めることができる。また、本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の表面元素組成における酸素の割合の上限としては、５０原子％以下が好ましく、３０原子％以下であるとより好ましく、１０原子％以下であるとより一層好ましい。

【００１５】

本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体は、平均直径が０．４ｎｍ～１μｍ（１０００ｎｍ）であると好ましく、０．６～５００ｎｍであるとより好ましく、０．８～２００ｎｍのものであると更に好ましい。

【００１６】

本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体は、平均長さが、１０μｍ以下であると好ましく、５μｍ以下であるとより好ましく、アスペクト比が５以上であると好ましく、１０以上であるとさらに好ましい。なお、本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の平均長さの下限については、２ｎｍ以上が好ましく、４ｎｍ以上がより好ましく、１００ｎｍ以上であるとより好ましく、１０００ｎｍ（１μｍ）以上であると極めて好ましい。前記の平均直径、平均長さなど、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の寸法は、原料である窒化ホウ素ナノチューブと同程度である。

【００１７】

本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の原料である窒化ホウ素ナノチューブとは、窒化ホウ素からなるチューブ状材料であり、理想的な構造としては６角網目の面がチューブ軸に平行に管を形成し、一重管もしくは多重管になっているものである。

【００１８】
前記の窒化ホウ素ナノチューブは、一般的にはアーク放電法、レーザー加熱法、化学的気相成長法を用いて合成できる。また、ホウ化ニッケルを触媒として使用し、ボラジンを原料として合成する方法も知られている。また、カーボンナノチューブを鋳型として利用して、酸化ホウ素と窒素を反応させて合成する方法も提案されている。本発明に用いられる窒化ホウ素ナノチューブは、特定の方法により製造されるものに限定されず、各種製法により作製されたものを用いることができる。特にホウ素、酸化鉄（ＩＩ）（ＦｅＯ）及び酸化マグネシウム（ＭｇＯ）の混合物を１１００～１７００℃に加熱して、酸化ホウ素の蒸気を発生させ、この発生した蒸気にアンモニアガスを作用させて合成したものを用いるのが、収量及び高純度の点から好ましい。これらの方法においては、条件によりナノチューブの表面組成の０～１％程度が酸化またはヒドロキシル化される場合があるが、反応の特性上、大部分は窒化ホウ素結合が優先して生成することにより、それ以上のヒドロキシル基の導入は起こらない。
【００１９】
前記の窒化ホウ素ナノチューブの寸法は前記のとおり、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体と同程度であり、窒化ホウ素ナノチューブの平均直径は、好ましくは０．４ｎｍ～１μｍ（１０００ｎｍ）、より好ましくは０．６～５００ｎｍ、さらにより好ましくは０．８～２００ｎｍである。ここでいう平均直径とは、一重管の場合、その平均外径を、多重管の場合はその最外側の管の平均外径を意味する。窒化ホウ素ナノチューブの平均長さは、好ましくは１０μｍ以下、より好ましくは５μｍ以下である。アスペクト比は、好ましくは５以上、さらに好ましくは１０以上である。アスペクト比の上限は、平均長さが１０μｍ以下であれば限定されるものではないが、上限は実質２５０００である。よって、窒化ホウ素ナノチューブは、平均直径が０．４ｎｍ～１μｍ、アスペクト比が５以上であることが好ましい。
【００２０】
本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体、及びその原料である窒化ホウ素ナノチューブの平均直径、平均長さ、およびアスペクト比は、電子顕微鏡による観察から求めることが出来る。例えばＴＥＭ（透過型電子顕微鏡）測定を行い、その画像から直接窒化ホウ素ナノチューブの直径および長手方向の長さを測定することが可能である。また組成物中の窒化ホウ素ナノチューブの形態は例えば繊維軸と平行に切断した繊維断面のＴＥＭ（透過型電子顕微鏡）測定により把握することが出来る。
【００２１】
本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体は、種々の溶媒への分散性が良好である。該窒化ホウ素ナノチューブ誘導体を溶媒に分散させたものである本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液は極めて安定で長期間、例えば１週間保存しても窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の凝集や相分離による沈殿を生じない。また、本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体は有機溶媒だけでなく水への分散性も良好であり、例えば窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の分散液から抄紙法により不織布状物を得る際に安価で不燃性の水を用いることができ有利である。この水溶媒使用時も含めた極めて良好な分散性、および分散液の安定性から考えると、窒化ホウ素ナノチューブを過酸化水素水等で処理し本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体とした場合の表面元素組成における酸素原子の増分は、当該処理時に、該誘導体の表面へのヒドロキシ基の導入に起因するものである。
【００２２】
次に本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液について説明する。
本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液は、前記の本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体を溶媒に分散させたものであり、分散濃度としては、溶媒１００質量部にていして窒化ホウ素ナノチューブ誘導体が０．１～４０質量部であると好ましく、０．３～２０質量部であるとより好ましく、０．５～１０質量部であると更に好ましく、０．８～５質量部であると極めて好ましい。
【００２３】

本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液の溶媒としては、水または有機溶媒が好ましく、有機溶媒としては、アルコール、アミド系溶媒、ハロゲン化炭化水素、エステル、ケトン、エーテル、芳香族炭化水素、脂肪族炭化水素など、一般的に使用されるものであれば特に制限は無い。該有機溶媒として具体的には、メタノール、エタノール、プロパノールおよびブタノール、Ｎ－メチル－２－ピロリドン、Ｎ，Ｎ－ジメチルアセトアミド、Ｎ，Ｎ－ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸ブチル、γ－ブチロラクトン、アセトン、２－ブタノン、テトラヒドロフラン、ジオキソラン、ジオキサン、アニソール、トルエン、キシレン及びベンゼンよりなる群から選ばれる１種類以上が挙げられる。前記の溶媒のうち、特に、水、クロロホルム、Ｎ，Ｎ－ジメチルアセトアミド、テトラヒドロフラン、Ｎ，Ｎ－ジメチルホルムアミド、アセトン、トルエン及びエタノールよりなる群から選ばれる１種類以上が好適である。

【００２４】

本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液を調製するにおいては、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体と溶媒との混合液を機械的に撹拌して分散させる方法や、該混合液を超音波処理して分散させる方法、該混合液を湿式ジェットミルやビーズミルなどの粉砕機により分散させる方法などが挙げられる。なかでも超音波処理により分散させる方法は、簡便であり好ましい。

【００２５】

本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液を用いれば、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体を材料とした成形・加工物を容易に得ることができる。例えば、基板やベルト状物の上に、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の分散液を流延し、加熱して溶媒を蒸発することにより、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体からなるフィルム状物を容易に且つ効率よく製造することができる。

【００２６】

次に本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の製造方法について説明する。

本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体は、前記の窒化ホウ素ナノチューブを３～７０質量％の過酸化水素溶液、または過酸化水素を３～７０質量％、鉄（ＩＩ）イオンを１０～１０００質量ｐｐｍ含む混合組成物溶液にて処理することにより得られる。

前記の過酸化水素の濃度としては５～６０質量％であると好ましく、３０～５５質量％であるとより好ましい。

【００２７】

過酸化水素と鉄（ＩＩ）イオンを含む前記混合組成物溶液中の鉄（ＩＩ）イオン濃度としては５０～５００質量ｐｐｍであるとより好ましく、１００～３００質量ｐｐｍであると特に好ましい。

【００２８】

本発明の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の製造方法においては、市販の過酸化水素水溶液を用いる他、これを水などで適当に希釈して用いることもできる。鉄（ＩＩ）イオンは硫酸鉄、塩化鉄、酢酸鉄、及び硝酸鉄、など、通常の鉄（ＩＩ）塩を過酸化水素溶液に添加することで好適に使用することができる。

【００２９】

本発明の製造方法において、前記の過酸化水素溶液、または過酸化水素と鉄（II）イオンとの前記の混合組成物溶液にて反応処理する際は、室温あるいは反応を加速するために適温（３０～１００℃以下）に加熱するほか、超音波を印加しながら処理することも好ましい。また、加圧下に高温（１００℃以上）反応にて処理するなど、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体表面の酸素原子量の程度や処理時間を制御するための各種処理条件を好適に適用することができる。

【００３０】

本発明の製造方法においては、原料である前記窒化ホウ素ナノチューブに対して、質量比で２倍を超える量の前記過酸化水素溶液、または質量比で２倍を超える量の前記混合組

成物溶液を添加して該窒化ホウ素ナノチューブを処理することが好ましい。この量よりも前記過酸化水素溶液、または前記混合組成物溶液の量が少ない場合は、窒化ホウ素ナノチューブへの酸素原子（ヒドロキシ基）の導入が進まず、得られた窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の溶媒への分散性が不十分となることがあり好ましくない。

【実施例】

【００３１】

以下に実施例を示し、本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれら実施例の記載に何ら限定されるものではない。

＜窒化ホウ素ナノチューブ及びその誘導体の平均直径、平均長さ、及び外観＞

透過型電子顕微鏡（ＴＥＭ）により５０点以上窒化ホウ素ナノチューブを観察し、その直径と長さの平均をとることで窒化ホウ素ナノチューブの平均直径および平均長さとした。また、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体についても同様に観察及び測定を行い、写真撮影も行った。

＜窒化ホウ素ナノチューブ及びその誘導体の表面元素組成＞

窒化ホウ素ナノチューブ及びその誘導体の試料を用いて、硬Ｘ線光電子分光スペクトル測定を行い、表面元素組成の分析を行った。

【００３２】

[参考例１　窒化ホウ素ナノチューブの製造]

窒化ホウ素製のるつぼに、１：１のモル比でホウ素と酸化マグネシウムを入れ、坩堝を高周波誘導加熱炉で１３００℃に加熱した。ホウ素と酸化マグネシウムは反応し、気体状の酸化ホウ素（B_2O_2）とマグネシウムの蒸気が生成した。この生成物をアルゴンガスにより反応室へ移送し、温度を１１００℃に維持してアンモニアガスを導入した。酸化ホウ素とアンモニアが反応し、窒化ホウ素が生成した。１．５５ｇの混合物を十分に加熱し、副生成物を蒸発させると、反応室の壁から３１０ｍｇの白色の固体が得られた。続いて得られた白色固体を濃塩酸で洗浄、イオン交換水で中性になるまで洗浄後、６０℃で減圧乾燥を行い窒化ホウ素ナノチューブ（以下、ＢＮＮＴと略すことがある）を得た。得られたＢＮＮＴは、平均直径が２７．６ｎｍ、平均長さが２４６０ｎｍ（２．４６μｍ）のチューブ状であった。表１に前記の窒化ホウ素ナノチューブの表面元素組成解析結果を示した。

【００３３】

［実施例１］

参考例１と同様の方法にて調製した窒化ホウ素ナノチューブ１ｇ及び５０％過酸化水素水溶液（アルドリッチ（株）製）５０ｍＬをフラスコに入れ、超音波照射下に５０℃で２４時間撹拌した。その後、この分散液を２０００ｒｐｍの条件で遠心分離し、得られた固体分をロ別、イオン交換水５００ｍＬおよびメタノール洗浄することで、白色粉末の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体１ｇを得た。図１に、該窒化ホウ素ナノチューブ誘導体試料の透過型電子顕微鏡写真図を示す。該窒化ホウ素ナノチューブ誘導体は、平均直径が２７．１ｎｍであり、平均長さが２４１０ｎｍ（２．４１μｍ）であった。これにより、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の一次元性、寸法およびアスペクト比は処理前の窒化ホウ素ナノチューブの構造が維持されていることが確認できた。また、表１に窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の表面元素組成解析結果を示した。表１から明らかなように、処理前後の窒化ホウ素ナノチューブ組成と比較して、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体では酸素原子由来の吸収ピークが増大しており、表面組成の約５原子％が酸素となったことが確認された。

【００３４】

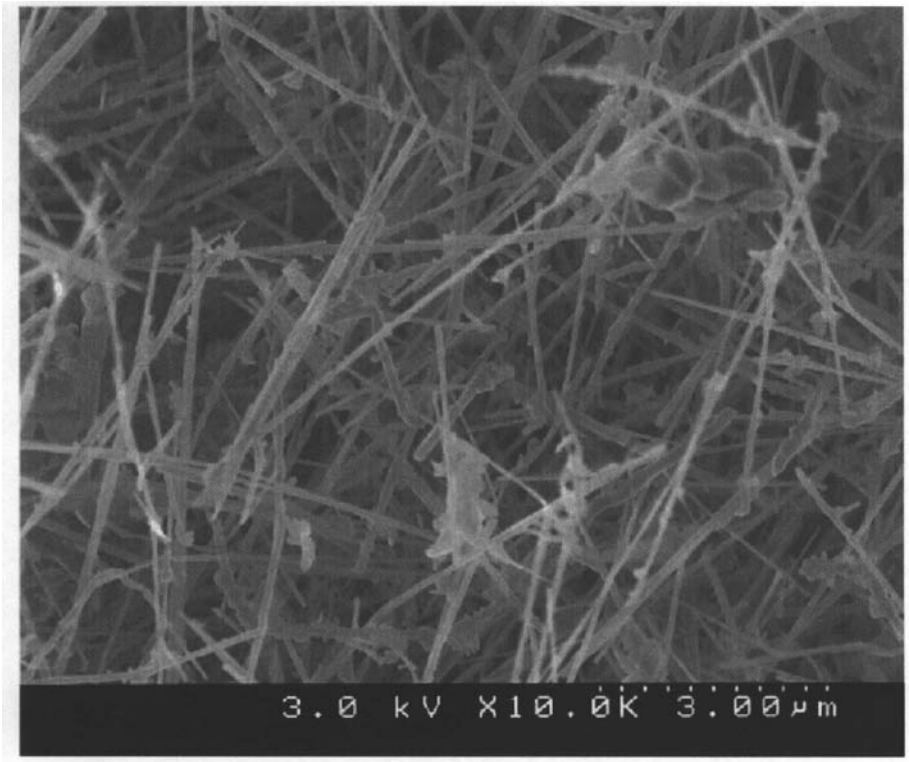
イオン交換水、エタノール、Ｎ，Ｎ－ジメチルアセトアミド、テトラヒドロフラン、クロロホルムの各溶媒（１０質量部ずつ）に対して、前記の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体０．１質量部を加え、バス型超音波分散機にて２０秒分散処理を行って、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液を調製した後、これを室温に静置して分散状態を観察評価した。得られた分散液は、何れの溶媒系でも安定に分散状態を保ち、一週間そのまま保存しても窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の凝集や相分離による沈殿を生じることはなかった。

【００３５】
［実施例２］
硫酸鉄（ＩＩ）七水和物４０ｍｇを３０ｍＬサンプル菅瓶に取り、これにイオン交換水を加え、全量が１０ｇになるよう調製した。これを、フラスコ中にて５０％過酸化水素水（アルドリッチ（株）製、密度１．２０ｇ／ｍＬ）５０ｍＬに氷浴上で滴下、混合してフェントン試薬を調製した（混合液中の鉄イオン濃度は１１５質量ｐｐｍ）。これに参考例１と同様の方法にて調製した窒化ホウ素ナノチューブ１ｇを加え、超音波照射下に５０℃で３時間撹拌した。その後、この分散液を２０００ｒｐｍの条件で遠心分離し、得られた固体分を口別、イオン交換水５００ｍＬおよびメタノール洗浄することで、白色粉末の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体１ｇを得た。図２に、該窒化ホウ素ナノチューブ誘導体試料の透過型電子顕微鏡写真図を示す。該窒化ホウ素ナノチューブ誘導体は、平均直径が２６．５ｎｍであり、その平均長さが２３８０ｎｍ（２．３８μｍ）であることが分かった。これにより、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の一次元性、寸法およびアスペクト比は処理前の窒化ホウ素ナノチューブの構造が維持されていることが確認できた。また、表１に該窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の表面元素組成を示した。
【００３６】
イオン交換水、エタノール、Ｎ，Ｎ－ジメチルアセトアミド、テトラヒドロフラン、クロロホルムの各溶媒（１０質量部ずつ）に対して、前記の窒化ホウ素ナノチューブ誘導体０．１質量部を加え、バス型超音波分散機にて２０秒分散処理を行って、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体分散液を調製した後、これを室温に静置して分散状態を観察評価した。得られた分散液は、何れの溶媒系でも安定に分散状態を保ち、一週間そのまま保存しても窒化ホウ素ナノチューブ誘導体の凝集や相分離による沈殿を生じることはなかった。
【００３７】
［比較例１］
イオン交換水、エタノール、Ｎ，Ｎ－ジメチルアセトアミド、テトラヒドロフラン、クロロホルムの各溶媒（１０質量部ずつ）に対して、参考例１と同様の方法にて調製した窒化ホウ素ナノチューブ０．１質量部を加え、バス型超音波分散機にて２０秒分散処理を行った処理液を室温に静置して分散状態を観察評価したが、いずれの溶媒においても１週間安定な分散状態を維持することはできず、窒化ホウ素ナノチューブの凝集や相分離による沈殿が起こり、安定な分散液にはならなかった。
【００３８】
【表１】

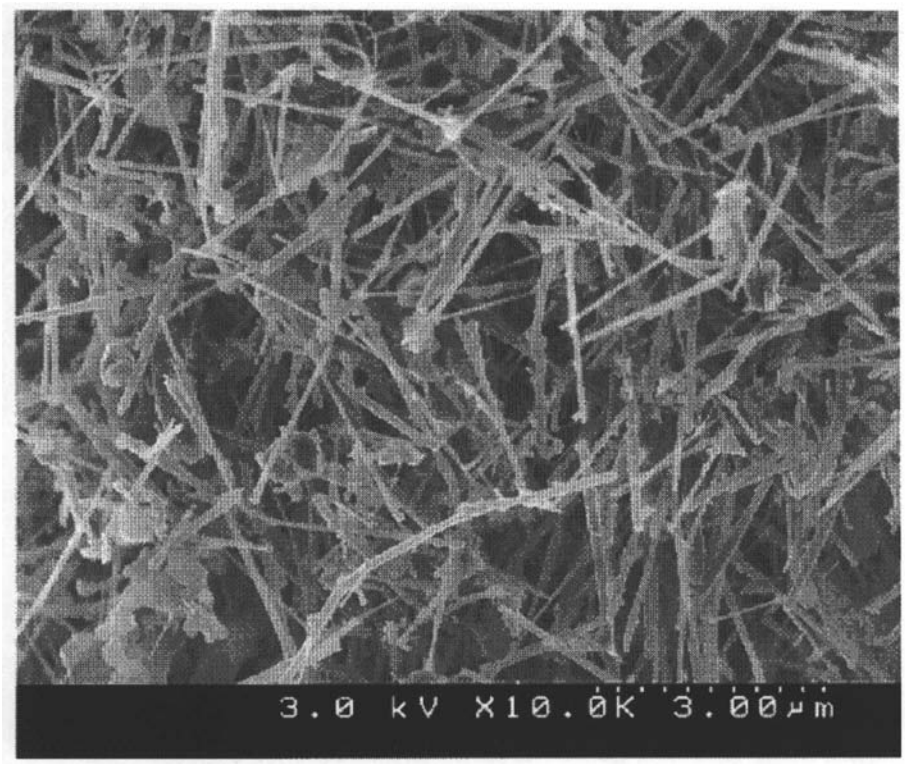
	試料	X線光電子分光分析による表面元素組成（原子％）		
		B	N	O
参考例１	窒化ホウ素ナノチューブ	４９．９５	４８．９３	１．１２
実施例１	窒化ホウ素ナノチューブ誘導体	４８．９６	４６．０５	４．９９
実施例２	窒化ホウ素ナノチューブ誘導体	４８．８５	４６．１５	５．００

【産業上の利用可能性】
【００３９】
本発明により、種々の溶媒への分散性が極めて良好な窒化ホウ素ナノチューブ誘導体を得ることができる。この窒化ホウ素ナノチューブ誘導体を用いて分散液を作製することができる。この分散液を用いれば、窒化ホウ素ナノチューブ誘導体を成形加工し、半導体材料など多くの分野で活用することが可能となる。

【図１】



【図２】



フロントページの続き

(72)発明者　チュンイ　ズィ
茨城県つくば市千現一丁目２番地１　独立行政法人　物質・材料研究機構内
(72)発明者　チェンチュン　タン
茨城県つくば市千現一丁目２番地１　独立行政法人　物質・材料研究機構内
(72)発明者　デミトリー　ゴルバーグ
茨城県つくば市千現一丁目２番地１　独立行政法人　物質・材料研究機構内