

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2015 年 9 月 17 日(17.09.2015)



(10) 国際公開番号

WO 2015/137192 A1

- (51) 国際特許分類:
B01J 13/00 (2006.01) *B01F 17/30* (2006.01)
A23L 1/304 (2006.01) *C01B 31/02* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/056186
- (22) 国際出願日: 2015 年 3 月 3 日(03.03.2015)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2014-048158 2014 年 3 月 11 日(11.03.2014) JP
- (71) 出願人: 株式会社カネカ (KANEKA CORPORATION) [JP/JP]; 〒5308288 大阪府大阪市北区中之島二丁目 3 番 1 8 号 Osaka (JP).
- (72) 発明者: 長野 卓人 (NAGANO, Takuto); 〒5308288 大阪府大阪市北区中之島二丁目 3 番 1 8 号 株式会社カネカ内 Osaka (JP). 赤尾 信介 (AKAO, Shinsuke); 〒5660072 大阪府摂津市鳥飼西 5 丁目 1-1 株式会社カネカ内 Osaka (JP).
- (74) 代理人: 植木 久一, 外 (UEKI, Kyuichi et al.); 〒5300003 大阪府大阪市北区堂島 2 丁目 1 番 1 6 号 フジタ東洋紡ビル 9 階 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: INORGANIC NANOPARTICLE DISPERSION LIQUID AND METHOD FOR PRODUCING SAME

(54) 発明の名称: 無機ナノ粒子分散液およびその製造方法

(57) Abstract: The purpose of the present invention is provide: an inorganic nanoparticle dispersion liquid in which there is a reduced amount of surfactant, or in which inorganic nanoparticles are dispersed with good dispersion stability; and a method for producing said inorganic nanoparticle dispersion liquid. This method for producing the inorganic nanoparticle dispersion liquid is characterized by including: a step in which inorganic nanoparticles, a cyclic lipopeptide biosurfactant and a solvent are mixed; and a step in which the inorganic nanoparticles are dispersed in the solvent.

(57) 要約: 本発明は、界面活性剤の量が低減されているか或いは無機ナノ粒子が良好な分散安定性をもって分散している無機ナノ粒子分散液とその製造方法を提供することを目的とする。本発明に係る無機ナノ粒子分散液の製造方法は、無機ナノ粒子、環状リポペプチドバイオサーファクタントおよび溶媒を混合する工程、および、上記溶媒中に無機ナノ粒子を分散させる工程を含むことを特徴とする。



WO 2015/137192 A1

明 細 書

発明の名称：無機ナノ粒子分散液およびその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、界面活性剤の量が低減されているか或いは無機ナノ粒子が良好な分散安定性をもって分散している無機ナノ粒子分散液とその製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 無機微粒子を溶媒中に分散させたり、水と油など相溶しないものの一方を他方に分散させるには、一般的に界面活性剤が用いられる。しかし特に、固体である無機微粒子を溶媒中に分散させる場合には、保存中に無機微粒子が沈降してしまうことがある。よって、かかる界面活性剤としては、分散液の安定性を確保するためにも界面活性作用の高いものが好ましい。

[0003] 上記の目的で用いられる界面活性剤としては、その界面活性作用の高さや製造コストの面から、長鎖脂肪酸塩など天然由来の石鹼成分よりも、いわゆる合成界面活性剤が用いられている。

[0004] 例えば、特許文献1に記載の発明では、カーボンナノチューブを水中に分散させるために、水溶性高分子と共に陰イオン界面活性剤を用いている。特許文献2に記載の発明では、同じ目的で、尿素とアルキル硫酸エステル塩などの界面活性剤が併用されている。特許文献3に記載の発明では、同じ目的で、特定の置換基を有する陰イオン界面活性剤が用いられている。特許文献4に記載の発明では、同じ目的で、芳香族基を有する界面活性剤が用いられている。

[0005] しかし、合成界面活性剤には様々な問題がある。例えば、泡公害の原因として問題となった界面活性剤である分枝鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩（ABS）に代わって用いられるようになった直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩（LAS）は、人体や環境に与える悪影響が大きい。アルファオレフィンスルホン酸塩（AOS）は、界面活性剤の中でも魚毒性が最も高いといわ

れている。また、近年、湖などの富栄養化の原因であるとして一般的な使用が控えられるようになったリン酸塩系界面活性剤は、工業製品にはいまだに用いられている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2013-082610号公報

特許文献2：特開2012-218992号公報

特許文献3：特開2010-013312号公報

特許文献4：特開2005-263608号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 上述したように、無機微粒子の分散剤には、界面活性化作用の高い合成界面活性剤が主に用いられている。しかし合成界面活性剤は、生体や環境に悪影響を及ぼすので、その使用量はできる限り控えるべきである。

[0008] そこで本発明は、界面活性剤の量が低減されているか或いは無機ナノ粒子が良好な安定分散性をもって分散している無機ナノ粒子分散液とその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

[0009] 本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた。その結果、環状リポペプチドバイオサーファクタントが無機ナノ粒子の分散性を特に向上させることから、界面活性剤として環状リポペプチドバイオサーファクタントを用いることにより分散安定性の良好な無機ナノ粒子分散液が得られたり、或いは界面活性剤の使用量を低減できることを見出して、本発明を完成した。

[0010] 以下、本発明を示す。

[0011] [1] 無機ナノ粒子分散液を製造する方法であって、
無機ナノ粒子、環状リポペプチドバイオサーファクタントおよび溶媒を混

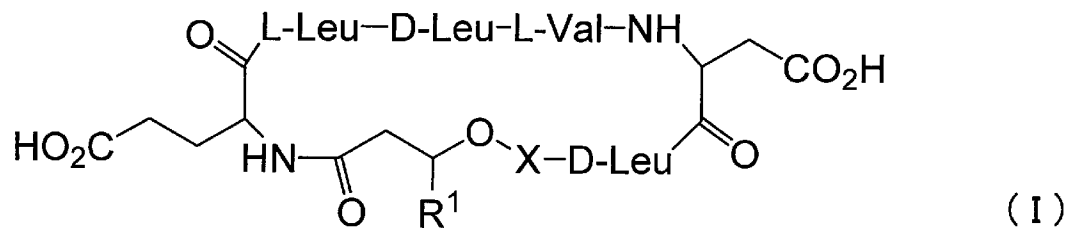
合する工程、および、

上記溶媒中に無機ナノ粒子を分散させる工程を含むことを特徴とする方法

。

[0012] [2] 上記環状リポペプチドバイオサーファクタントとして、下記式（１）で表されるサーファクチンまたはその塩を用いる上記〔１〕に記載の方法。

[0013] [化1]



[式中、

Xは、ロイシン、イソロイシンおよびバリンから選択されるアミノ酸残基を示し；

R¹はC₉₋₁₈アルキル基を示す]

[0014] [3] 上記無機ナノ粒子が、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバー、または金属酸化物ナノ粒子である上記〔１〕または〔２〕に記載の方法。

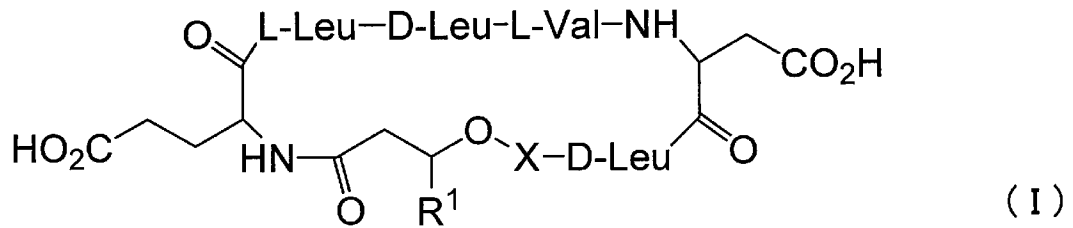
[0015] [4] 上記無機ナノ粒子分散液における上記環状リポペプチドバイオサーファクタントの濃度を0.0005質量%以上、1質量%以下とする上記〔１〕～〔３〕のいずれかに記載の方法。

[0016] [5] 無機ナノ粒子、環状リポペプチドバイオサーファクタントおよび溶媒を含み、当該無機ナノ粒子が当該溶媒中に分散していることを特徴とする無機ナノ粒子分散液。

[0017] [6] 上記環状リポペプチドバイオサーファクタントが、下記式（１）で表されるサーファクチンまたはその塩である上記〔５〕に記載の無機ナノ粒子分散液。

[0018]

[化2]



[式中、

Xは、ロイシン、イソロイシンおよびバリンから選択されるアミノ酸残基を示し；

R¹はC₉₋₁₈アルキル基を示す]

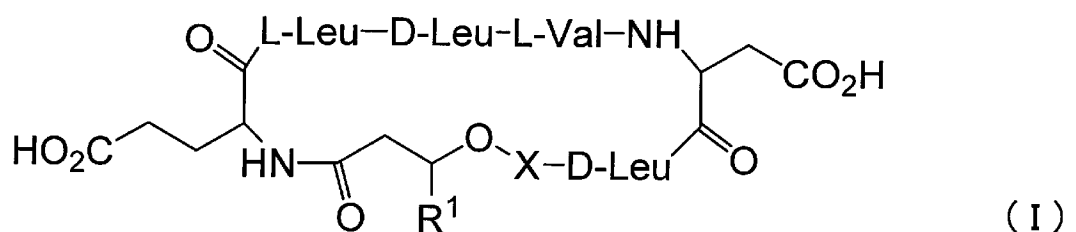
[0019] [7] 上記無機ナノ粒子が、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバー、または金属酸化物ナノ粒子である上記[5]または[6]に記載の無機ナノ粒子分散液。

[0020] [8] 上記無機ナノ粒子分散液における上記環状リポペプチドバイオサーファクタントの濃度が0.0005質量%以上、1質量%以下である上記[5]～[7]のいずれかに記載の無機ナノ粒子分散液。

[0021] [9] 無機ナノ粒子を溶媒中に分散させて無機ナノ粒子分散液を製造するための環状リポペプチドバイオサーファクタントの使用。

[0022] [10] 上記環状リポペプチドバイオサーファクタントが下記式(I)で表されるサーファクチンまたはその塩である上記[9]に記載の使用。

[0023] [化3]



[式中、

Xは、ロイシン、イソロイシンおよびバリンから選択されるアミノ酸残基を示し；

R¹はC₉₋₁₈アルキル基を示す]

[0024] [11] 上記無機ナノ粒子が、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバー、または金属酸化物ナノ粒子である上記[9]または[10]に記載の使用。

[0025] [12] 上記無機ナノ粒子分散液における上記環状リポペプチドバイオサーファクタントの濃度が0.0005質量%以上、1質量%以下である上記[9]～[11]のいずれかに記載の使用。

発明の効果

[0026] 本発明で用いる環状リポペプチドバイオサーファクタントは、無機ナノ粒子の分散安定性を顕著に向上させることができる。よって、無機ナノ粒子分散液に界面活性剤として配合することにより、分散安定性が極めて良好な無機ナノ粒子分散液が得られたり、或いは界面活性剤の使用量を低減することが可能になる。また、環状リポペプチドバイオサーファクタントは、ペプチド化合物であることから生体にも安全であり、また、生分解され易いことから環境に与える負荷も少ない。よって本発明は、分散安定性や安全性に優れた無機ナノ粒子分散液の提供を可能にするものとして、産業上非常に有用である。

発明を実施するための形態

[0027] 以下では、先ず、本発明方法を工程毎に説明する。

[0028] 1. 混合工程

本発明では、無機ナノ粒子の溶媒中の分散安定性を、環状ポリペプチドバイオサーファクタントにより改善する。よって、本発明方法では、まず、これらを混合する。

[0029] 無機ナノ粒子の材質は、溶媒に溶解しない無機物質であれば特に制限されない。例えば、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバー、グラフェン、フラーレン、ダイヤモンド、カーボンブラックなどのカーボン材料；Ag、Au、Si、SiC、TiCなどの金属；Al₂O₃、CuO、Cu₂O、Fe₂O₃、Co₃O₄、Ti₂O、ZnO、ZrO₂、CeO₂などの金属酸化物；Z

$n\text{O} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Au} \cdot \text{Co}_3\text{O}_4$ 、 $\text{In}_2\text{O}_3 \cdot \text{SnO}_2$ 、 $\text{Sb}_2\text{O}_3 \cdot \text{SnO}_2$ 、 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ などの複合金属酸化物を挙げることができる。

[0030] 無機ナノ粒子の「ナノ」は、粒子が何らかの手段により分散液を構成できるほど細かいといった意味であり、全ての粒子径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 未満でなければならないといった厳密な意味ではない。例えば、レーザ回折式粒度分布測定装置を使って通常の条件で粒子の粒度分布を測定し、得られたデータから求めた平均粒子径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 未満であればよく、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上の粒子が含まれていてもよい。但し、全粒子の径の測定値が $1\text{ }\mu\text{m}$ 未満であることが好ましい。また、上記方法で得られる平均粒子径としては、体積平均粒子径、個数平均粒子径、面積平均径などがあり、本発明では平均粒子径の種類は特に制限されないが、体積平均粒子径で平均粒子径を判断することが好ましい。

[0031] 無機ナノ粒子の混合割合は特に制限されず、適宜調整すればよいが、例えば、無機ナノ粒子、環状リポペプチドバイオサーファクタントおよび溶媒の合計量に対して 0.0001 質量%以上、 5 質量%以下とすることができる。当該割合が 0.0001 質量%以上であれば、得られる分散液において無機ナノ粒子の作用効果が十分に発揮され则认为られる。一方、当該割合が高過ぎると分散液中で無機ナノ粒子が沈降し易くなるおそれがあり得るため、当該割合としては 5 質量%以下が好ましい。当該割合としては、 0.0005 質量%以上が好ましく、 0.001 質量%以上がより好ましく、 0.005 質量%以上がさらに好ましく、 0.01 質量%以上が特に好ましく、また、 2 質量%以下が好ましく、 1 質量%以下がより好ましく、 0.5 質量%以下がさらに好ましく、 0.1 質量%以下が特に好ましい。

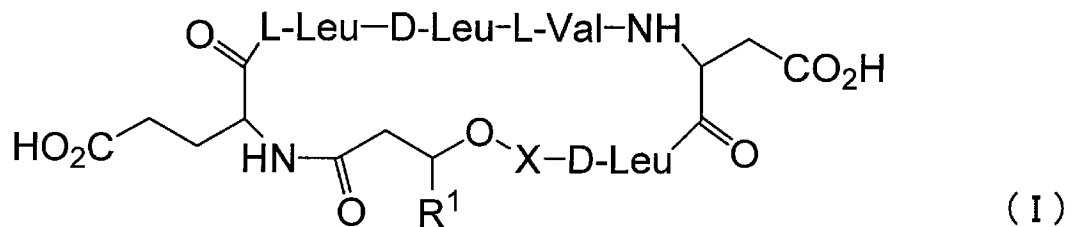
[0032] 環状リポペプチドバイオサーファクタントは、長鎖アルキル基などの親油性基を有し、界面活性作用を有する環状ペプチドである。本発明では、環状リポペプチドバイオサーファクタントは無機ナノ粒子の分散安定性を顕著に向上させるとの知見の下、環状リポペプチドバイオサーファクタントにより高い分散安定性を示す無機ナノ粒子分散液を提供する。或いは、従来と同程

度の分散安定性の無機ナノ粒子分散液を提供する場合には、界面活性剤である環状リポペプチドバイオサーファクタントの量を低減することができる。また、環状リポペプチドバイオサーファクタントは、ペプチド化合物であることから生分解性が極めて高く、生体や環境に与える影響も小さいという利点もある。

[0033] 環状リポペプチドバイオサーファクタントとしては、嵩高い環状構造を有し、且つ界面活性作用を示すペプチド化合物であれば特に制限されないが、例えば、サーファクチン、アルスロファクチン、イチユリン、セラウェッチン、ライケシン、ビスコシンを挙げることができる。

[0034] 本発明では環状リポペプチドバイオサーファクタントとして、サーファクチン（I）またはその塩を好適に使用することができる。

[0035] [化4]



[0036] [式中、

Xは、ロイシン、イソロイシンおよびバリンから選択されるアミノ酸残基を示し；

R¹はC₉₋₁₈アルキル基を示す]

Xとしてのアミノ酸残基は、L体でもD体でもよいが、L体が好ましい。

[0037] 「C₉₋₁₈アルキル基」は、炭素数が9以上、18以下の直鎖状または分枝鎖状の一価飽和炭化水素基をいう。例えば、n-ノニル基、6-メチルオクチル基、7-メチルオクチル基、n-デシル基、8-メチルノニル基、n-ウンデシル基、9-メチルデシル基、n-ドデシル基、10-メチルウンデシル基、n-トリデシル基、11-メチルドデシル基、n-テトラデシル基、n-ペンタデシル基、n-ヘキサデシル基、n-ヘプタデシル基、n-オクタデシル基などが挙げられる。

- [0038] 上記サーファクチン（１）は１種、または２種以上使用してもよい。例えば、 R^1 の C_{9-18} アルキル基が異なる複数のサーファクチン（１）を含むものであってもよい。
- [0039] サーファクチン（１）は、公知方法に従って、微生物、例えばバチルス・ズブチリスに属する菌株を培養し、その培養液から分離することができ、精製品であっても、未精製品、例えば培養液のまま使用することもできる。また、化学合成法によって得られるものでも同様に使用できる。
- [0040] サーファクチン（１）の塩を構成するカウンターカチオンは、特に制限されないが、例えばアルカリ金属イオンやアンモニウムイオンが挙げられる。
- [0041] サーファクチン（１）の塩に使用できるアルカリ金属イオンは特に限定されないが、リチウムイオン、ナトリウムイオン、カリウムイオンなどを表す。また、２つのアルカリ金属イオンは、互いに同一であってもよいし、異なってもよい。
- [0042] アンモニウムイオンの置換基としては、例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、*t*-ブチル基等のアルキル基；ベンジル基、メチルベンジル基、フェニルエチル基等のアラルキル基；フェニル基、トルイル基、キシリル基等のアリール基等の有機基が挙げられる。アンモニウムイオンとしては、例えば、テトラメチルアンモニウムイオン、テトラエチルアンモニウムイオン、ピリジニウムイオン等が挙げられる。
- [0043] なお、サーファクチン（１）の塩中、二つのカウンターカチオンは互いに同一であってもよいし、異なってもよいものとする。また、一方のカルボキシ基が $-COOH$ または $-COO^-$ の状態になっていてもよいものとする。
- [0044] 環状リポペプチドバイオサーファクタントの配合量は特に制限されず、得られる無機ナノ粒子分散液の分散性が確保される範囲で適宜調整すればよいが、例えば、無機ナノ粒子、環状リポペプチドバイオサーファクタントおよび溶媒の合計量に対して０．０００５質量％以上とすることができる。当該

割合が0.0005質量%以上であれば、得られる分散液において無機ナノ粒子の分散性を十分に向上せしめることができると考えられる。一方、当該割合の上限は特に制限されないが、例えば、当該割合が高過ぎると環状リポペプチドバイオサーファクタントの効果が飽和することから、1質量%以下とすることができる。当該割合としては、0.001質量%以上が好ましく、0.005質量%以上がより好ましく、0.01質量%以上がさらに好ましく、0.02質量%以上が特に好ましく、また0.5質量%以下が好ましく、0.1質量%以下がより好ましく、0.05質量%以下がさらに好ましい。

[0045] 本発明で使用する「溶媒」は、常温常圧で液体であって無機ナノ粒子の分散に用い得る溶媒であれば特に制限されない。例えば、水や有機溶媒を挙げることができる。有機溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、イソプロパノールなどのアルコール系溶媒；エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、グリセリンなどの多価アルコール系溶媒；ジエチルエーテルやテトラヒドロフランなどのエーテル系溶媒；アセトンなどのケトン系溶媒；アセトニトリルなどのニトリル系溶媒；ジメチルホルムアミドやジメチルアセトアミドなどのアミド系溶媒；ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド系溶媒；ギ酸や酢酸などのカルボン酸系溶媒；酢酸エチルなどのエステル系溶媒；ヘキサンなどの脂肪族炭化水素溶媒；ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素溶媒；ジクロロメタンやクロロホルムなどのハロゲン化脂肪族炭化水素溶媒；クロロベンゼンなどのハロゲン化芳香族炭化水素溶媒を挙げることができる。

[0046] 本発明で用いる溶媒としては、2以上の溶媒を混合した混合溶媒であってもよい。例えば、水とアルコール系溶媒との混合溶媒など、水と水混和性有機溶媒との混合溶媒であってもよい。ここで「水混和性有機溶媒」とは、水と任意の割合で混合可能な有機溶媒をいうものとする。

[0047] 2. 分散工程

無機ナノ粒子は、その粒子径が小さいほど表面積が大きくなり、粒子間のファンデルワールス力が大きくなって凝集する傾向がある。分散液中に配合される無機ナノ粒子は、このような凝集を阻害するために特別な処理をされている場合がある。例えばカーボンナノチューブでは、酸化することで極性をもたせ、粒子間の凝集を抑制している。

[0048] 本発明では、環状リポペプチドバイオサーファクタントの作用により再凝集を抑制できるが、凝集抑制処理された無機ナノ粒子でも固体状態ではある程度凝集するし、凝集抑制処理されていない場合にはなおさら凝集状態にある。よって本発明では、上記混合工程で得られた無機ナノ粒子、環状リポペプチドバイオサーファクタントおよび溶媒を含む混合物において、凝集状態にある無機ナノ粒子を解砕し、溶媒中に分散させる。なお、解砕され分散された無機ナノ粒子が環状リポペプチドバイオサーファクタントの作用により再凝集し難くなることは、上述したとおりである。

[0049] 無機ナノ粒子を溶媒中に分散させる手段としては、凝集粒子を解砕できるものであれば特に制限されないが、例えば、超音波処理、攪拌、高速攪拌、ボールミル、ホモジナイザー、高圧ホモジナイザー、ジェットミルなどを挙げることができる。

[0050] 超音波処理の場合、その詳細な条件は特に制限されず、無機ナノ粒子が十分に解砕される程度に適宜調整すればよいが、例えば、超音波発生装置から出力され混合物へ照射される超音波のエネルギーを30W以上、1000W以下、超音波の周波数を20kHz以上、100kHz以下、超音波の照射時間を10分間以上、5時間以下とすることができる。

[0051] 本発明に係る無機ナノ粒子分散液は、上記方法により製造されるものであり、環状リポペプチドバイオサーファクタントの作用により、無機ナノ粒子が高い分散安定性をもって溶媒中に分散しているか、或いは、無機ナノ粒子を安定的に分散させるための界面活性剤の量が低減されているものである。即ち、従来の界面活性剤と同量の環状リポペプチドバイオサーファクタントが配合された無機ナノ粒子分散液は、従来の無機ナノ粒子分散液よりも分散

安定性が高いし、従来の無機ナノ粒子分散液と同様の分散安定性を示す本発明の無機ナノ粒子分散液は、従来の無機ナノ粒子分散液に比べて界面活性剤の量が低減されており、且つ環状リポペプチドバイオサーファクタントは生体や環境に与える影響が小さいので、極めて安全なものである。

[0052] 本発明における「分散」の程度は特に制限されず、例えば、上記分散工程を経た直後、目視で容器中の上部と下部における濃度が同等であればよい。かかる濃度の比較は、無機ナノ粒子に応じた波長における吸光度測定によって正確に行うことができる。

[0053] また、本発明における「分散安定性」は、以下の条件により評価することができる。例えば、分散液を遠心分離して上清部と沈殿部に分離する。かかる上清部の吸光度を使用した無機ナノ粒子に応じた波長で測定し、その測定値が分散工程を経た直後の測定値に比べて25%以上であれば分散安定性は高いと判断することができる。

[0054] 本発明に係る無機ナノ粒子分散液は、無機ナノ粒子、環状リポペプチドバイオサーファクタントおよび溶媒以外の成分を含むものであってもよい。

[0055] 本発明に係る無機ナノ粒子分散液のその他の成分は、最終製品の形態などに応じて適宜選択すればよく特に制限されないが、例えば、グアーガムやキサンタンガムなどの増粘多糖類；ヒドロキシプロピルセルロースやカルボキシメチルセルロースなどのセルロース類；アクリル酸重合体やアクリル酸共重合体などのカルボキシビニルポリマー；シリコン化合物；着色剤；pH調整剤；植物エキス類；防腐剤；キレート剤；ビタミン剤；抗炎症剤などの薬効成分；香料；紫外線吸収剤；酸化防止剤などを挙げることができる。なお、これらの成分は、上記混合工程または分散工程と共に、或いは、混合工程または分散工程のいずれの工程の後でも添加混合することができる。

[0056] 本発明に係る無機ナノ粒子分散液の最終形態は特に制限されないが、例えば、塗料・インキ製品；環境保全用製品；サンスクリーン調合物、発汗抑制剤、クリーム、ジェル、ローション、シャンプー、シャワーバス用製品、デオドラント製品、装飾用化粧用物品、液体歯磨剤、洗口剤などの化粧製品や

トイレタリー製品；医療用や家庭用の手指などの消毒用の消毒液；繊維製品；ゴム・プラスチック関連製品；土木・建築製品；紙・パルプ製品；機械・金属製品；クリーニング製品；飲料や食品；農業・肥料製品；情報産業製品；その他工業用洗浄剤などを挙げることができる。

[0057] 本願は、2014年3月11日に出願された日本国特許出願第2014-48158号に基づく優先権の利益を主張するものである。2014年3月11日に出願された日本国特許出願第2014-48158号の明細書の全内容が、本願に参考のため援用される。

実施例

[0058] 以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも勿論可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に包含される。

[0059] 実施例1： カーボンナノチューブに対する分散性

酸化処理を行っていない多層カーボンナノチューブ（以下、「MWCNT」と略記する。；Cnano社製「FloTube9000」，平均直径：10～15nm，平均長さ：10nm）4.4gを1500gの蒸留水中に添加し、超音波反応装置（新科産業有限会社製「SR-1500」）で300Wの超音波を30分間照射して、MWCNTプレ分散液を作製した。続いて、当該MWCNTプレ分散液3.4gにサーファクチンナトリウム（カネカ社製「SFNa」）5mgを添加し、さらに蒸留水を加えて合計20gとした。超音波洗浄機（本多電子社製「WT-600-40」）の槽内を適量の水で満たし、上記希釈MWCNTプレ分散液20gの入ったスクリー管を浸して、480Wの超音波を40分間照射してMWCNT分散水溶液を得た。

[0060] 分散したMWCNTの濃度は、MWCNT分散液上清の700nmにおける吸光度から求めた。超音波照射直後では全量のMWCNTが良好に分散しており、MWCNTの濃度は522ppmであった。

[0061] 上記MWCNT分散液を9400Gで10分間遠心分離した後の上清の吸光度を測定したところ、上清中のMWCNTの分散保持率は29.0%であった。

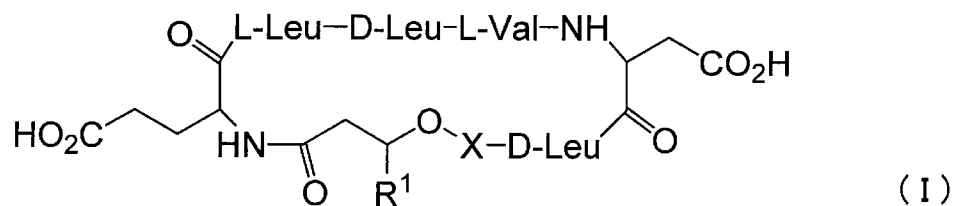
[0062] また、上記MWCNT分散液を室温で8日間静置したところ、見かけ上、上清部と沈殿部に分離していた。上清の吸光度を測定したところ、上清中のMWCNTの分散保持率は79.1%であった。

請求の範囲

[請求項1] 無機ナノ粒子分散液を製造する方法であって、
 無機ナノ粒子、環状リポペプチドバイオサーファクタントおよび溶媒を混合する工程、および、
 上記溶媒中に無機ナノ粒子を分散させる工程を含むことを特徴とする方法。

[請求項2] 上記環状リポペプチドバイオサーファクタントとして、下記式（I）で表されるサーファクチンまたはその塩を用いる請求項1に記載の方法。

[化1]



[式中、

Xは、ロイシン、イソロイシンおよびバリンから選択されるアミノ酸残基を示し；

R¹はC₉₋₁₈アルキル基を示す]

[請求項3] 上記無機ナノ粒子が、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバー、または金属酸化物ナノ粒子である請求項1または2に記載の方法。

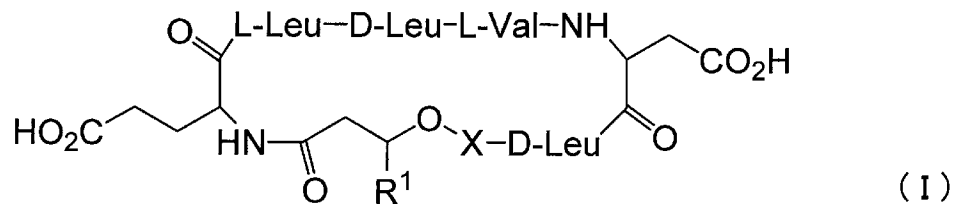
[請求項4] 上記無機ナノ粒子分散液における上記環状リポペプチドバイオサーファクタントの濃度を0.0005質量%以上、1質量%以下とする請求項1～3のいずれかに記載の方法。

[請求項5] 無機ナノ粒子、環状リポペプチドバイオサーファクタントおよび溶媒を含み、当該無機ナノ粒子が当該溶媒中に分散していることを特徴とする無機ナノ粒子分散液。

[請求項6] 上記環状リポペプチドバイオサーファクタントが、下記式（I）で

表されるサーファクチンまたはその塩である請求項5に記載の無機ナノ粒子分散液。

[化2]



[式中、

Xは、ロイシン、イソロイシンおよびバリンから選択されるアミノ酸残基を示し；

R¹はC₉₋₁₈アルキル基を示す]

[請求項7]

上記無機ナノ粒子が、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバー、または金属酸化物ナノ粒子である請求項5または6に記載の無機ナノ粒子分散液。

[請求項8]

上記無機ナノ粒子分散液における上記環状リポペプチドバイオサーファクタントの濃度が0.0005質量%以上、1質量%以下である請求項5～7のいずれかに記載の無機ナノ粒子分散液。

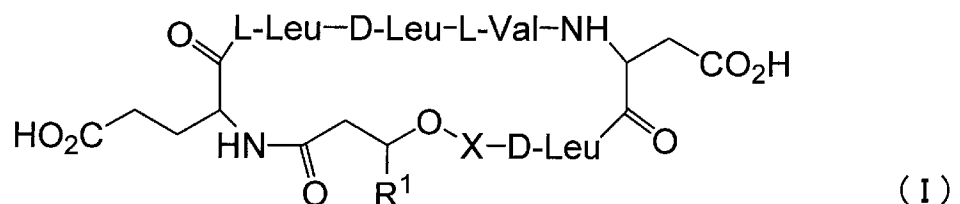
[請求項9]

無機ナノ粒子を溶媒中に分散させて無機ナノ粒子分散液を製造するための環状リポペプチドバイオサーファクタントの使用。

[請求項10]

上記環状リポペプチドバイオサーファクタントが下記式(I)で表されるサーファクチンまたはその塩である請求項9に記載の使用。

[化3]



[式中、

Xは、ロイシン、イソロイシンおよびバリンから選択されるアミノ

酸残基を示し；

R¹はC₉₋₁₈アルキル基を示す]

[請求項11] 上記無機ナノ粒子が、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバー、または金属酸化物ナノ粒子である請求項9または10に記載の使用。

[請求項12] 上記無機ナノ粒子分散液における上記環状リポペプチドバイオサーファクタントの濃度が0.0005質量%以上、1質量%以下である請求項9～11のいずれかに記載の使用。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/056186

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B01J13/00(2006.01)i, A23L1/304(2006.01)i, B01F17/30(2006.01)i, C01B31/02(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01J13/00, A23L1/304, B01F17/30, C01B31/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAPLUS/REGISTRY (STN), JSTPLUS/JMEDPLUS/JST7580 (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	Reddy, A. SATYANARAYANA et al., Synthesis of Gold Nanoparticles via an Environmentally Benign Route Using a Biosurfactant, Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 2009.11.01, vol.9, No.11, p.6693-6699	1, 2, 4-6, 8-10, 12
Y		1-12
X	US 2011/0171364 A1 (Caihong XING), 14 July 2011 (14.07.2011), claims; paragraphs [0037], [0038] & WO 2013/066593 A1	1-12
Y	Tadashi YONEDA et al., "Surfactin sodium salt: An excellent bio-surfactant for cosmetics", Fragrance Journal, 15 December 2001 (15.12.2001), vol.29, no.12, whole no.254, pages 93 to 97	1-12

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
02 June 2015 (02.06.15)

Date of mailing of the international search report
09 June 2015 (09.06.15)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/056186

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2012-166154 A (NOF Corp.), 06 September 2012 (06.09.2012), paragraph [0002] (Family: none)	1-12
Y	JP 2010-051952 A (Canon Inc.), 11 March 2010 (11.03.2010), paragraphs [0002], [0003], [0047] to [0049] & WO 2010/013822 A2 & US 2011/0144061 A1	1-12
Y	JP 2001-220521 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 14 August 2001 (14.08.2001), claims; paragraph [0026] (Family: none)	1-12
P,X	Diego Stefani T. MARTINEZ et al., Exploring the use of biosurfactants from Bacillus subtilis in bionanotechnology: A potential dispersing agent for carbon nanotube ecotoxicological studies, Process Biochemistry, 2014.04.18, Vol.49, p.1162-1168	1-12

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. B01J13/00(2006.01)i, A23L1/304(2006.01)i, B01F17/30(2006.01)i, C01B31/02(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. B01J13/00, A23L1/304, B01F17/30, C01B31/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 5 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 5 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 5 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

CAplus/REGISTRY (STN), JSTplus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	Reddy, A. SATYANARAYANA et al., Synthesis of Gold Nanoparticles via an Environmentally Benign Route Using a Biosurfactant, Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 2009.11.01, vol.9, No.11, p.6693-6699	1, 2, 4-6, 8-10, 12
Y		1-12
X	US 2011/0171364 A1 (Caihong XING) 2011.07.14, 特許請求の範囲、[0037]、[0038] & WO 2013/066593 A1	1-12

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 2 . 0 6 . 2 0 1 5

国際調査報告の発送日

0 9 . 0 6 . 2 0 1 5

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

今村 明子

4 D

3 8 4 7

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 2 1

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	米田正、外 2 名、サーファクチンナトリウム：新規機能性バイオサーファクタントの開発，フレグランスジャーナル，2001.12.15，第 29 巻、第 12 号通巻 254 号，p.93-97	1-12
Y	JP 2012-166154 A (日油株式会社) 2012.09.06，[0002] (ファミリーなし)	1-12
Y	JP 2010-051952 A (キヤノン株式会社) 2010.03.11，[0002]、[0003]、[0047] - [0049] & W02010/013822 A2 & US 2011/0144061 A1	1-12
Y	JP 2001-220521 A (昭和電工株式会社) 2001.08.14，特許請求の範囲、[0026] (ファミリーなし)	1-12
P, X	Diego Stefani T. MARTINEZ et al., Exploring the use of biosurfactants from Bacillus subtilis in bionanotechnology: A potential dispersing agent for carbon nanotube ecotoxicological studies, Process Biochemistry, 2014.04.18, Vol.49, p.1162-1168	1-12