(19)日本国特許庁(JP)

# (12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7539875号
(P7539875)

(45)発行日　令和6年8月26日(2024.8.26)

(24)登録日　令和6年8月16日(2024.8.16)

(51)国際特許分類

| | | | |
|---|---|---|---|
| *Ｃ０８Ｌ　67/00　(2006.01)* | | Ｃ０８Ｌ | 67/00 |
| *Ｃ０８Ｋ　3/04　(2006.01)* | | Ｃ０８Ｋ | 3/04 |
| *Ｃ０８Ｋ　9/06　(2006.01)* | | Ｃ０８Ｋ | 9/06 |

ＦＩ

請求項の数　9　（全28頁）

(21)出願番号　特願2021-522262(P2021-522262)
(86)(22)出願日　令和2年5月20日(2020.5.20)
(86)国際出願番号　PCT/JP2020/019893
(87)国際公開番号　WO2020/241404
(87)国際公開日　令和2年12月3日(2020.12.3)
審査請求日　令和5年4月20日(2023.4.20)
(31)優先権主張番号　特願2019-101168(P2019-101168)
(32)優先日　令和1年5月30日(2019.5.30)
(33)優先権主張国・地域又は機関
日本国(JP)

(73)特許権者　000002901
株式会社ダイセル
大阪府大阪市北区大深町３番１号
(74)代理人　110002239
弁理士法人Ｇ－ｃｈｅｍｉｃａｌ
(72)発明者　木本　訓弘
東京都港区港南２－１８－１　株式会社ダイセル内
(72)発明者　梅本　浩一
東京都港区港南２－１８－１　株式会社ダイセル内
(72)発明者　柏木　健
東京都港区港南２－１８－１　株式会社ダイセル内
審査官　藤原　研司

最終頁に続く

(54)【発明の名称】　ナノダイヤモンド分散組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

有機分散媒と、前記有機分散媒中に分散しているナノダイヤモンド粒子と、脂肪酸エステル系分散剤と、を含み、

溶媒の含有割合が９０～９９．９９９９質量％であり、溶媒の総量における前記有機分散媒の含有割合が６０質量％以上であり、

前記ナノダイヤモンド粒子の平均分散粒子径が２～８０ｎｍであり、

前記脂肪酸エステル系分散剤の平均分子量Ｍｐが３０００～１００００であるナノダイヤモンド分散組成物。

【請求項２】

前記脂肪酸エステル系分散剤の、温度２００℃の空気雰囲気下で１８０分間維持したときの質量減少率が２０％以下である請求項１に記載のナノダイヤモンド分散組成物。

【請求項３】

前記脂肪酸エステル系分散剤の酸価が４０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下である請求項１または２に記載のナノダイヤモンド分散組成物。

【請求項４】

ヘイズ値が５以下である請求項１～３のいずれか１項に記載のナノダイヤモンド分散組成物。

【請求項５】

前記有機分散媒のＳＰ値が６．０～１２．０（ｃａｌ／ｃｍ$^3$）$^{1/2}$である請求項１～４

のいずれか１項に記載のナノダイヤモンド分散組成物。
【請求項６】
２５℃における粘度が０．２～１２０ｍＰａ・ｓである請求項１～５のいずれか１項に記載のナノダイヤモンド分散組成物。
【請求項７】
ナノダイヤモンド粒子の含有割合が０．０１～５．０質量％である請求項１～６のいずれか１項に記載のナノダイヤモンド分散組成物。
【請求項８】
前記ナノダイヤモンド粒子が、下記式（Ｉ）で表される基がナノダイヤモンド粒子表面を修飾した表面修飾ナノダイヤモンドを含む、請求項１～７のいずれか１項に記載のナノダイヤモンド分散組成物。
－Ｘ－Ｒ　　（Ｉ）
［式（Ｉ）中、Ｘは、－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－、－Ｃ（＝Ｏ）－Ｏ－、－ＮＨ－Ｃ（＝Ｏ）－、－Ｃ（＝Ｏ）－ＮＨ－、または－Ｓ－を示し、Ｘから左に伸びる結合手はナノダイヤモンド粒子に結合する。Ｒは、一価の有機基を示し、Ｘと結合する原子が炭素原子である。］
【請求項９】
前記式（Ｉ）中、Ｘは、－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、または－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－を示す、請求項８に記載のナノダイヤモンド分散組成物。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本開示は、ナノダイヤモンド分散組成物に関する。より詳細には、本開示は、有機分散媒中にナノダイヤモンド粒子が分散した組成物に関する。本願は、２０１９年５月３０日に日本に出願した特願２０１９－１０１１６８号の優先権を主張し、その内容をここに援用する。
【背景技術】
【０００２】
ナノサイズの微細な物質は、バルク状態では発現し得ない新しい特性を有することが知られている。例えば、ナノダイヤモンド粒子（＝ナノサイズのダイヤモンド粒子）は、機械的強度、高屈折率、熱伝導性、絶縁性、酸化防止性、樹脂などの結晶化を促進する作用などを有する。そのようなナノダイヤモンドの製造に関する技術については、例えば下記の特許文献１～３に記載されている。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００３】
【文献】特開２００５－００１９８３号公報
【文献】特開２０１０－１２６６６９号公報
【文献】特許５３６４５８８号
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００４】
しかし、ナノダイヤモンド粒子は、一般に、表面原子の割合が大きいので、隣接粒子の表面原子間で作用し得るファンデルワールス力の総和が大きく、凝集（aggregation）しやすい。これに加えて、ナノダイヤモンド粒子の場合、隣接結晶子の結晶面間クーロン相互作用が寄与して非常に強固に集成する凝着（agglutination）という現象が生じ得る。そのため、ナノダイヤモンド粒子を一次粒子の状態で有機溶媒に分散させることは非常に困難であった。
【０００５】
また、特許文献３には、ビーズミリング法で湿式分散処理を行うことの記載があるが、

この方法ではＳＰ値が１１（ｃａｌ／ｃｍ$^3$）$^{1/2}$以上である有機分散媒に分散させることしかできず、ＳＰ値が例えば１１（ｃａｌ／ｃｍ$^3$）$^{1/2}$未満の低ＳＰ値の有機分散媒に分散させることは困難であった。

【０００６】

従って、本開示の目的は、ＳＰ値が低い有機分散媒にもナノダイヤモンド粒子の分散性に優れるナノダイヤモンド分散組成物を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【０００７】

本開示の発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討した結果、特定の分散剤を用いることにより、ＳＰ値が低い有機分散媒にもナノダイヤモンド粒子の分散性に優れるナノダイヤモンド分散組成物を得ることができることを見出した。本開示はこれらの知見に基づいて完成させたものに関する。

【０００８】

すなわち、本開示は、有機分散媒と、上記有機分散媒中に分散しているナノダイヤモンド粒子と、脂肪酸エステル系分散剤と、を含むナノダイヤモンド分散組成物を提供する。

【０００９】

上記脂肪酸エステル系分散剤は、温度２００℃の空気雰囲気下で１８０分間維持したときの質量減少率が２０％以下であることが好ましい。

【００１０】

上記脂肪酸エステル系分散剤の酸価は４０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下であることが好ましい。

【００１１】

上記ナノダイヤモンド分散組成物中の上記ナノダイヤモンド粒子の平均分散粒子径は２～２４０ｎｍであることが好ましい。

【００１２】

上記ナノダイヤモンド分散組成物はヘイズ値が５以下であることが好ましい。

【００１３】

上記有機分散媒のＳＰ値は６．０～１２．０（ｃａｌ／ｃｍ$^3$）$^{1/2}$であることが好ましい。

【００１４】

上記ナノダイヤモンド分散組成物は２５℃における粘度が０．２～１２０ｍＰａ・ｓであることが好ましい。

【００１５】

上記脂肪酸エステル系分散剤の平均分子量Ｍｐは３００以上であることが好ましい。

【００１６】

上記ナノダイヤモンド分散組成物はナノダイヤモンド粒子の含有割合が０．０１～５．０質量％であってもよい。

【００１７】

上記ナノダイヤモンド粒子は、下記式（Ｉ）で表される基がナノダイヤモンド粒子表面を修飾した表面修飾ナノダイヤモンドを含むことが好ましい。

－Ｘ－Ｒ　　（Ｉ）

［式（Ｉ）中、Ｘは、－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－、－Ｃ（＝Ｏ）－Ｏ－、－ＮＨ－Ｃ（＝Ｏ）－、－Ｃ（＝Ｏ）－ＮＨ－、または－Ｓ－を示し、Ｘから左に伸びる結合手はナノダイヤモンド粒子に結合する。Ｒは、一価の有機基を示し、Ｘと結合する原子が炭素原子である。］

【００１８】

上記式（Ｉ）中、Ｘは、－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、または－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－を示すことが好ましい。

【発明の効果】

【００１９】

本開示のナノダイヤモンド分散組成物は、ＳＰ値が高い有機分散媒に加え、ＳＰ値が低

い有機分散媒にもナノダイヤモンド粒子の分散性に優れる。また、脂肪酸エステル系分散剤は耐熱性が高く、本開示のナノダイヤモンド分散組成物は高温環境下における分散安定性にも優れる傾向がある。

【発明を実施するための形態】

【００２０】

本開示の一実施形態に係るナノダイヤモンド分散組成物（ＮＤ分散組成物）は、有機分散媒と、上記有機分散媒中に分散しているナノダイヤモンド粒子（ＮＤ粒子）と、脂肪酸エステル系分散剤と、を少なくとも含む。

【００２１】

上記ＮＤ分散組成物中におけるＮＤ粒子の平均分散粒子径（Ｄ５０、メディアン径）は、２～２４０ｎｍが好ましく、より好ましくは４～２００ｎｍ、より好ましくは１０～１８０ｎｍ、さらに好ましくは２０～１５０ｎｍ、特に好ましくは２５～８０ｎｍである。上記平均分散粒子径は、動的光散乱法によって測定することができる。上記ＮＤ分散組成物はＮＤ粒子の分散性に優れるため、上記範囲内の平均分散粒子径で有機分散媒中に分散することができる。

【００２２】

上記ＮＤ分散組成物中のＮＤ粒子の含有割合は、例えば０．０１～５．０質量％、好ましくは０．１～４．０質量％、より好ましくは０．２５～３．０質量％、さらに好ましくは０．５～２．０質量％である。含有割合が上記範囲内であると、ＮＤ粒子の分散性がより優れる。

【００２３】

上記ＮＤ分散組成物中の脂肪酸エステル系分散剤の含有量は、上記ＮＤ分散組成物中のＮＤ粒子の総量１００質量部に対して、例えば１０～１００００質量部、好ましくは５０～１０００質量部、より好ましくは７０～３００質量部である。脂肪酸エステル系分散剤の含有量が上記範囲内であると、上記ＮＤ分散組成物中のＮＤ粒子の分散性によりいっそう優れる。なお、上記ＮＤ分散組成物は、ＮＤ粒子の含有割合が低くなるよう（例えば０．１～２０００質量ｐｐｍ）使用時に希釈される濃縮液であってもよく、上記濃縮液における脂肪酸エステル系分散剤の含有量は、上記ＮＤ分散組成物中のＮＤ粒子の総量１００質量部に対して、１０００～１０００００質量部が好ましく、より好ましくは２０００～１０００００質量部、特に好ましくは３０００～５００００質量部である。

【００２４】

上記ＮＤ分散組成物中の溶媒の含有割合は、例えば９０～９９．９９９９質量％である。そして、溶媒の総量における有機分散媒の含有割合は、例えば６０質量％以上、好ましくは７０質量％以上、さら好ましくは８０質量％以上、特に好ましくは９０質量％以上である。

【００２５】

上記ＮＤ分散組成物は、ヘイズ値が５以下であることが好ましく、より好ましくは３以下、さらに好ましくは１以下、特に好ましくは０．５以下である。上記ＮＤ分散組成物はＮＤ粒子の分散性に優れるため、上記ヘイズ値のＮＤ分散組成物を得ることができる。上記ヘイズ値は、ＪＩＳ　Ｋ　７１３６に基づいて測定することができる。

【００２６】

上記ＮＤ分散組成物の２５℃における粘度は、０．２～１２０ｍＰａ・ｓが好ましく、より好ましくは１０～１００ｍＰａ・ｓ、さらに好ましくは２０～９０ｍＰａ・ｓである。上記ＮＤ分散組成物はＮＤ粒子の分散性に優れるため、上記粘度が上記範囲内においても有機分散媒中の分散性に優れる。上記粘度の測定の際の回転子および回転子の回転速度は、測定値に応じて適宜選択される。上記粘度は、例えば、ＥＭＳ粘度計（商品名「ＥＭＳ１０００」、京都電子工業株式会社製）を用いて測定することができる。

【００２７】

上記ＮＤ分散組成物は、ＮＤ粒子、脂肪酸エステル系分散剤、および有機分散媒のみからなるものであってもよく、その他の成分を含有していてもよい。その他の成分としては

、例えば、脂肪酸エステル系分散剤以外の分散剤、界面活性剤、増粘剤、カップリング剤、防錆剤、腐食防止剤、凝固点降下剤、消泡剤、耐摩耗添加剤、防腐剤、着色料などが挙げられる。なお、脂肪酸エステル系分散剤の含有割合は、上記ＮＤ分散組成物中の分散剤の総量に対して９０質量％以上が好ましく、より好ましくは９５質量％以上、さらに好ましくは９９質量％以上である。上記その他の成分の含有割合は、上記ＮＤ分散組成物総量に対して、例えば３０質量％以下、好ましくは２０質量％以下、さらに好ましくは１０質量％以下、さらに好ましくは５質量％以下、特に好ましくは１質量％以下である。従って、ＮＤ粒子、脂肪酸エステル系分散剤、および有機分散媒の合計の含有割合は、上記ＮＤ分散組成物総量に対して、例えば７０質量％以上、好ましくは８０質量％以上、より好ましくは９０質量％以上、さらに好ましくは９５質量％以上、特に好ましくは９９質量％以上である。

【００２８】

（ナノダイヤモンド粒子）

上記ＮＤ粒子は、特に限定されず、公知乃至慣用のナノダイヤモンド粒子を用いることができる。上記ＮＤ粒子は、表面修飾されたＮＤ（表面修飾ＮＤ）粒子であっていてもよいし、表面修飾されていないＮＤ粒子であってもよい。なお、表面修飾されていないＮＤ粒子は、表面にヒドロキシ基（－ＯＨ）やカルボキシ基（－ＣＯＯＨ）を有する。ＮＤ粒子は、一種のみを用いてもよいし二種以上を用いてもよい。

【００２９】

上記表面修飾ＮＤにおいてＮＤ粒子を表面修飾する化合物または官能基としては、例えば、シラン化合物、ホスホン酸イオン若しくはホスホン酸残基、末端にビニル基を有する表面修飾基、アミド基、カチオン界面活性剤のカチオン、ポリグリセリン鎖を含む基、ポリエチレングリコール鎖を含む基などが挙げられる。

【００３０】

上記表面修飾ＮＤにおいてＮＤ粒子を表面修飾する化合物または官能基は、有機基を含むことが好ましい。上記有機基は、より好ましくは炭素原子数４以上（例えば４～２５）の有機基、さらに好ましくは６以上（例えば６～２２）の有機基、特に好ましくは炭素数８以上（例えば８～２０）の有機基である。上記表面修飾する化合物または官能基が有機基（特に、炭素原子数４以上の有機基）を含むと、上記有機基と有機分散媒との疎水性相互作用により、有機分散媒中のＮＤ粒子の分散性がより良好となる。上記有機基としては、例えば、置換または無置換の炭化水素基、置換または無置換の複素環式基、上記炭化水素基および／または上記複素環式基が２以上結合した基などが挙げられる。上記有機基の具体例としては、後述の式（Ｉ）におけるＲとして例示および説明された一価の有機基における有機基が挙げられる。

【００３１】

上記表面修飾ＮＤにおいてＮＤ粒子を表面修飾する化合物または官能基としては、中でも、脂肪酸エステル系分散剤との組み合わせにより有機分散媒中の分散性により優れる観点から、下記式（Ｉ）で表される基が好ましい。すなわち、上記表面修飾ＮＤは、下記式（Ｉ）で表される基がナノダイヤモンド粒子表面を修飾した表面修飾ＮＤであることが好ましい。

－Ｘ－Ｒ　　（Ｉ）

［式（Ｉ）中、Ｘは、－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－、－Ｃ（＝Ｏ）－Ｏ－、－ＮＨ－Ｃ（＝Ｏ）－、－Ｃ（＝Ｏ）－ＮＨ－、または－Ｓ－を示し、Ｘから左に伸びる結合手はナノダイヤモンド粒子に結合する。Ｒは、一価の有機基を示し、Ｘと結合する原子が炭素原子である。］

【００３２】

上記Ｒにおける一価の有機基としては、例えば、置換または無置換の炭化水素基（一価の炭化水素基）、置換または無置換の複素環式基（一価の複素環式基）、上記一価の炭化水素基および／または上記一価の複素環式基が２以上結合した基などが挙げられる。上記結合した基は、直接結合していてもよいし、連結基を介して結合していてもよい。上記連

結基としては、例えば、アミノ基、エーテル結合、エステル結合、ホスフィン酸基、スルフィド結合、カルボニル基、有機基置換アミド基、有機基置換ウレタン結合、有機基置換イミド結合、チオカルボニル基、シロキサン結合、これらの２以上が結合した基などが挙げられる。

【００３３】

上記一価の有機基における炭化水素基としては、例えば、脂肪族炭化水素基、脂環式炭化水素基、芳香族炭化水素基、これらが２以上結合した基などが挙げられる。

【００３４】

上記脂肪族炭化水素基としては、例えば、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基などが挙げられる。アルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、ヘキシル基、オクチル基、イソオクチル基、デシル基、ドデシル基等の$C_{1-22}$アルキル基（好ましくは$C_{2-20}$アルキル基、より好ましくは$C_{3-18}$アルキル基）などが挙げられる。アルケニル基としては、例えば、ビニル基、アリル基、メタリル基、１－プロペニル基、イソプロペニル基、１－ブテニル基、２－ブテニル基、３－ブテニル基、１－ペンテニル基、２－ペンテニル基、３－ペンテニル基、４－ペンテニル基、５－ヘキセニル基等の$C_{2-22}$アルケニル基（好ましくは$C_{4-20}$アルケニル基、より好ましくは$C_{8-18}$アルケニル基）などが挙げられる。アルキニル基としては、例えば、エチニル基、プロピニル基等の$C_{2-22}$アルキニル基（好ましくは$C_{4-20}$アルキニル基、より好ましくは$C_{8-18}$アルキニル基）などが挙げられる。

【００３５】

上記脂環式炭化水素基としては、例えば、シクロプロピル基、シクロブチル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロドデシル基等の$C_{3-12}$シクロアルキル基；シクロヘキセニル基等の$C_{3-12}$シクロアルケニル基；ビシクロヘプタニル基、ビシクロヘプテニル基等の$C_{4-15}$架橋環式炭化水素基などが挙げられる。

【００３６】

上記芳香族炭化水素基としては、例えば、フェニル基、ナフチル基等の$C_{6-14}$アリール基（特に、$C_{6-10}$アリール基）などが挙げられる。

【００３７】

上記複素環式基を形成する複素環としては、芳香族性複素環、非芳香族性複素環が挙げられる。このような複素環としては、環を構成する原子に炭素原子と少なくとも一種のヘテロ原子（例えば、酸素原子、硫黄原子、窒素原子等）を有する３～１０員環（好ましくは４～６員環）、これらの縮合環が挙げられる。具体的には、ヘテロ原子として酸素原子を含む複素環（例えば、オキシラン環等の３員環；オキセタン環等の４員環；フラン環、テトラヒドロフラン環、オキサゾール環、イソオキサゾール環、γ－ブチロラクトン環等の５員環；４－オキソ－４Ｈ－ピラン環、テトラヒドロピラン環、モルホリン環等の６員環；ベンゾフラン環、イソベンゾフラン環、４－オキソ－４Ｈ－クロメン環、クロマン環、イソクロマン環等の縮合環；３－オキサトリシクロ［４．３．１．$1^{4,8}$］ウンデカン－２－オン環、３－オキサトリシクロ［４．２．１．$0^{4,8}$］ノナン－２－オン環等の橋かけ環）、ヘテロ原子として硫黄原子を含む複素環（例えば、チオフェン環、チアゾール環、イソチアゾール環、チアジアゾール環等の５員環；４－オキソ－４Ｈ－チオピラン環等の６員環；ベンゾチオフェン環等の縮合環等）、ヘテロ原子として窒素原子を含む複素環（例えば、ピロール環、ピロリジン環、ピラゾール環、イミダゾール環、トリアゾール環等の５員環；イソシアヌル環、ピリジン環、ピリダジン環、ピリミジン環、ピラジン環、ピペリジン環、ピペラジン環等の６員環；インドール環、インドリン環、キノリン環、アクリジン環、ナフチリジン環、キナゾリン環、プリン環等の縮合環等）などが挙げられる。

【００３８】

脂肪族炭化水素基と脂環式炭化水素基とが結合した基としては、例えば、シクロヘキシルメチル基、メチルシクロヘキシル基などが挙げられる。脂肪族炭化水素基と芳香族炭化水素基とが結合した基としては、例えば、ベンジル基、フェネチル基等の$C_{7-18}$アラルキル基（特に、$C_{7-10}$アラルキル基）、シンナミル基等の$C_{6-10}$アリール－$C_{2-6}$アルケニ

ル基、トリル基等のC1-4アルキル置換アリール基、スチリル基等のC2-4アルケニル置換アリール基などが挙げられる。

【００３９】

上記一価の炭化水素基および／または上記一価の複素環式基が連結基を介して２以上結合した基としては、例えば、上記一価の炭化水素基および／または上記一価の複素環式基と、アルコキシ基、アルケニルオキシ基、アルキニルオキシ基、アリールオキシ基、アラルキルオキシ基、アシルオキシ基、アルキルチオ基、アルケニルチオ基、アリールチオ基、アラルキルチオ基、アシル基、アルケニルカルボニル基、アリールカルボニル基、アラルキルカルボニル基、アルコキシカルボニル基、アルケニルオキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アラルキルオキシカルボニル基、ジアルキルアミノ基、アシルアミノ基、オキセタニル基含有基、カルバモイル基、またはこれらの２以上が結合した基とが結合した基などが挙げられる。

【００４０】

上記一価の有機基は置換基を有していてもよい。上記置換基としては、例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子等のハロゲン原子；シアノ基；イソシアナート基；イソチオシアナート基などが挙げられる。また、上記一価の有機基は、活性水素を含む官能基（ヒドロキシ基、カルボキシ基、アミノ基、モノ置換アミノ基、チオール基、リン酸基など）を有しないことが好ましい。

【００４１】

上記一価の有機基における炭素原子数は、４～２５であることが好ましく、より好ましくは６～２２、さらに好ましくは８～２０である。上記炭素原子数が４以上であると、表面修飾基同士の立体障害が充分となり分散媒中で分散しやすい。上記炭素原子数が２５以下であると、表面修飾基同士が絡まり合うのを抑制し、分散媒中で分散しやすい。

【００４２】

上記一価の有機基としては、中でも、一価の置換または無置換の炭化水素基、一価の置換または無置換の炭化水素基とアルコキシ基とが結合した基、一価の置換または無置換の炭化水素基とジアルキルアミノ基とが結合した基が好ましい。

【００４３】

上記Ｒは、直鎖状に炭素原子が４以上連続した炭化水素基を含むことが好ましい。このような炭化水素基としては、テトラメチレン基、ペンタメチレン基、ヘキサメチレン基、ヘプタメチレン基、オクタメチレン基、ノナメチレン基、デカメチレン基等の直鎖状アルキレン基；２－エチルヘキサメチレン基等の分岐鎖状アルキレン基；１－ブテニレン基、２－ブテニレン基、１－ペンテニレン基、２－ペンテニレン基、３－ペンテニレン基等の直鎖状アルケニレン基；２－メチル－２－ブテニレン基等の分岐鎖状アルケニレン基；シクロヘキシル基等の炭素数４以上の脂環式炭化水素基；フェニル基等の炭素数６以上の芳香族炭化水素基；ピペリジン環等の炭素原子が４以上連続した構造を含む複素環式基などが挙げられる。

【００４４】

式（Ｉ）中、窒素原子、酸素原子、硫黄原子、およびケイ素原子からなる群より選択されるヘテロ原子の総量に対する炭素原子のモル比は、４．５以上であることが好ましく、より好ましくは５以上、さらに好ましくは５．５以上である。上記モル比が４．５以上であるとにより、有機溶媒に対する分散性により優れる。上記モル比は、特に限定されないが、例えば、２２以下であってもよく、２０以下であってもよい。

【００４５】

特に、上記式（Ｉ）中、Ｘは、－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－、または－Ｃ（＝Ｏ）－Ｏ－であることが好ましく、より好ましくは－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、または－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－である。この場合、有機分散媒に対する分散性が優れる表面修飾ＮＤをより容易に作製することができる。

【００４６】

上記式（Ｉ）中、Ｘが－Ｏ－、－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－、または－Ｃ（＝Ｏ）－Ｏ－である

場合、Ｒは、一価の置換または無置換の炭化水素基であることが好ましく、炭素数８～２０の直鎖状または分岐鎖状炭化水素基であることがより好ましい。

【００４７】

上記式（Ｉ）中、Ｘが－ＮＨ－である場合、Ｒは、８～２０個の炭素原子を含む一価の有機基であることが好ましい。また、Ｘが－ＮＨ－である場合、Ｒは、直鎖状に炭素原子が４以上連続した炭化水素基を含む一価の有機基であることが好ましい。

【００４８】

上記式（Ｉ）中、Ｘが－Ｓｉ－である場合、当該ケイ素原子には、ナノダイヤモンド粒子に結合する結合手、および上記式（Ｉ）中のＲに結合する結合手以外に、さらに二つの結合手が存在する。上記二つの結合手は、同一または異なって、水素原子、炭素数１～３の脂肪族炭化水素基、他の上記式（Ｉ）で表される基におけるケイ素原子、後述のシラン化合物におけるケイ素原子、またはナノダイヤモンド粒子に、酸素原子を介して結合している。上記二つの結合手は、具体的には、同一または異なって、後述のＯＲ$^{1}$、ＯＲ$^{2}$、またはナノダイヤモンド粒子に結合する。

【００４９】

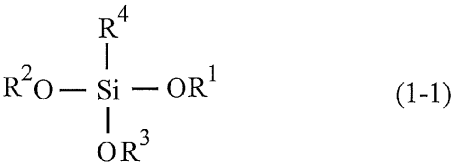
上記式（Ｉ）中、Ｘが－Ｓｉ－である場合の上記表面修飾ＮＤは、シラン化合物が表面に結合した表面修飾ＮＤであることが好ましい。上記シラン化合物としては、加水分解性基および脂肪族炭化水素基を有することが好ましい。ＮＤ粒子の表面修飾に用いるシラン化合物は、一種のみであってもよいし、二種以上であってもよい。

【００５０】

上記シラン化合物としては、中でも、下記式（１－１）で表される化合物を少なくとも含有することが好ましい。

【００５１】

【化１】



(1-1)

【００５２】

上記式（１－１）中、Ｒ$^{1}$、Ｒ$^{2}$、Ｒ$^{3}$は、同一または異なって、炭素数１～３の脂肪族炭化水素基を示す。Ｒ$^{4}$は炭素数１以上の脂肪族炭化水素基を示す。

【００５３】

上記Ｒ$^{1}$、Ｒ$^{2}$、Ｒ$^{3}$における炭素数１～３の脂肪族炭化水素基としては、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル基等の直鎖状または分岐鎖状アルキル基；ビニル、アリル基等の直鎖状または分岐鎖状アルケニル基；エチニル基、プロピニル基等のアルキニル基などが挙げられる。中でも、直鎖状または分岐鎖状アルキル基が好ましい。

【００５４】

上記Ｒ$^{4}$は、上記式（Ｉ）におけるＲに相当し、一価の有機基を示す。上記一価の有機基は、好ましくは炭素数１以上の脂肪族炭化水素基であり、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、ｓ－ブチル、ｔ－ブチル、ペンチル、ヘキシル、ｎ－オクチル、２－エチルヘキシル、ノニル、イソノニル、デシル、イソデシル、ラウリル、ミリスチル、イソミリスチル、ブチルオクチル、イソセチル、ヘキシルデシル、ステアリル、イソステアリル、オクチルデシル、オクチルドデシル、イソベヘニル基等の直鎖状または分岐鎖状アルキル基；ビニル、アリル、１－ブテニル、７－オクテニル、８－ノネニル、９－デセニル、１１－ドデセニル、オレイル基等の直鎖状または分岐鎖状アルケニル基；エチニル、プロピニル、デシニル、ペンタデシニル、オクタデシニル基等の直鎖状または分岐鎖状アルキニル基などが挙げられる。

【００５５】

Ｒ$^{4}$は、中でも、親油性がより高く、また、より大きな立体障害となり得ることから凝集抑制効果に優れ、より高度の分散性を付与することができる点で、炭素数４以上の脂肪族炭化水素基が好ましく、特に好ましくは炭素数６以上の脂肪族炭化水素基である。なお、脂肪族炭化水素基の炭素数の上限は、例えば２５、好ましくは２０、より好ましくは１２である。また、脂肪族炭化水素基としては、直鎖状または分岐鎖状のアルキル基若しくはアルケニル基が好ましく、特に好ましくは直鎖状または分岐鎖状アルキル基である。

【００５６】

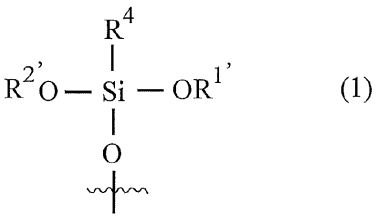
Ｒ$^{4}$は炭素数が４以上の脂肪族炭化水素基であると、有機分散媒に対する親和性を示し、また、より大きな立体障害となり得ることから凝集抑制効果に優れ、さらに、酸素原子を含む基（式（１）中のＯＲ$^{1}$’基とＯＲ$^{2}$’基）が有機分散媒に対する親和性を示すため、有機分散媒に対する親和性に優れ、有機分散媒中においてよりいっそう優れた分散性を発揮することができる。

【００５７】

従って、シラン化合物により表面修飾されたＮＤ粒子（シラン化合物表面修飾ＮＤ粒子）としては、例えば、下記式（１）で表される基で表面修飾された構造を有するＮＤ粒子が挙げられる。

【００５８】

【化２】



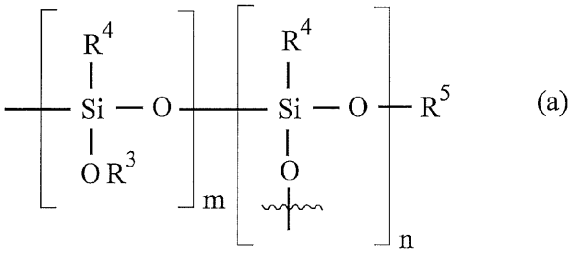
(1)

【００５９】

上記式（１）中、Ｒ$^{4}$は、上記式（１）で表される基におけるＲに相当し、一価の有機基を示す。Ｒ$^{1}$’、Ｒ$^{2}$’は同一または異なって、水素原子、炭素数１～３の脂肪族炭化水素基、または下記式（ａ）で表される基である。式中の波線が付された結合手がナノダイヤモンド粒子の表面に結合する。

【００６０】

【化３】



(a)

【００６１】

上記式（ａ）中、Ｒ$^{4}$は、上記式（１）で表される基におけるＲに相当し、一価の有機基を示す。Ｒ$^{3}$、Ｒ$^{5}$は同一または異なって、水素原子、または炭素数１～３の脂肪族炭化水素基を示す。ｍ、ｎは同一または異なって、０以上の整数を示す。なお、ケイ素原子から左にのびる結合手が酸素原子に結合する。また、波線が付された結合手はナノダイヤモンド粒子の表面に結合する。上記式（１）中のＲ$^{4}$は式（１－１）中のＲ$^{4}$に対応する。

【００６２】

上記式（１）中のＲ$^{1}$’、Ｒ$^{2}$’、Ｒ$^{3}$、Ｒ$^{5}$における炭素数１～３の脂肪族炭化水素基とし

ては、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル基等の直鎖状または分岐鎖状アルキル基；ビニル、アリル基等の直鎖状または分岐鎖状アルケニル基；エチニル基、プロピニル基等のアルキニル基などが挙げられる。中でも、直鎖状または分岐鎖状アルキル基が好ましい。

【００６３】

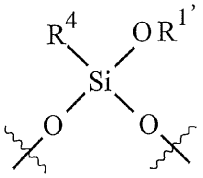
ｍ、ｎは括弧内に示される構成単位の数であり、同一または異なって０以上の整数を示す。ｍ、ｎが２以上である場合、２個以上の構成単位の結合方法としては、ランダム、交互、ブロックの何れであってもよい。

【００６４】

上記シラン化合物表面修飾ＮＤ粒子は、上記式（１）で表される基以外にも、例えば下記式（１’）で表される基、その他の表面官能基（例えば、アミノ基、水酸基、カルボキシ基等）などのその他の官能基を有していてもよい。上記その他の官能基は、一種のみであってもよく、二種以上であってもよい。

【００６５】

【化４】




(1')

【００６６】

上記式（１’）中、$R^{1'}$、$R^{4}$は上記に同じ。式中の波線が付された結合手がナノダイヤモンド粒子の表面に結合する。

【００６７】

表面処理を施す化合物としてシラン化合物（特に、上記式（１－１）で表される化合物）を使用した場合、上記化合物は、例えば上記式（１－１）中の$OR^{1}$基、$OR^{2}$基、$OR^{3}$基などの加水分解性アルコキシシリル基が容易に加水分解してシラノール基を形成するため、例えばシラノール基のうちの１個がＮＤ粒子の表面に存在する水酸基と脱水縮合して共有結合を形成すると共に、残りの２個のシラノール基に、他のシラン化合物のシラノール基が縮合してシロキサン結合（Ｓｉ－Ｏ－Ｓｉ）を形成することができ、ＮＤ粒子に有機分散媒に対する親和性を付与することができ、有機分散媒中において、よりいっそう優れた分散性を発揮することができる。

【００６８】

表面修飾ＮＤを構成するＮＤ粒子は、ナノダイヤモンドの一次粒子を含むことが好ましい。その他、上記一次粒子が複数個凝集（凝着）した二次粒子を含んでいてもよい。また、表面修飾ＮＤの表面には、上記表面修飾基以外にも、その他の表面官能基（例えば、アミノ基、ヒドロキシ基、カルボキシ基など）を一種または二種以上有していてもよい。

【００６９】

上記表面修飾ＮＤにおける、上記表面修飾基に対するＮＤの質量比［ＮＤ／表面修飾基］は、特に限定されないが、０．５以上であることが好ましく、より好ましくは２．５以上である。また、上記質量比は、１５．０以下であることが好ましく、より好ましくは１０．０以下、さらに好ましくは７．０以下、特に好ましくは５．０以下である。上記質量比が０．５以上であると、ナノダイヤモンド材料としての特性を損ないにくい。上記質量比が１５．０以下（特に、７．０以下）であると、上記表面修飾基の修飾度が充分となり、有機分散媒における分散性により優れる。上記質量比は、熱重量分析により測定される２００℃から４５０℃の重量減少率に基づき、減少した重量を表面修飾基の質量として求められる。

【００７０】

（有機分散媒）
上記有機分散媒としては、公知乃至慣用の有機溶媒を用いることができる。中でも、より低ＳＰ値の有機分散媒に対するＮＤ粒子の分散性に優れる観点から、ＳＰ値［ヒルデブラントによる溶解性パラメーター（δ）、２５℃における、単位：（ｃａｌ／ｃｍ$^3$）$^{1/2}$］が６．０～１２．０であることが好ましく、より好ましくは６．０以上１１．０未満である。特に、上記ＮＤ分散組成物は、脂肪酸エステル系分散剤を配合することでＮＤ粒子の分散性が低い有機溶媒を用いた場合であってもＮＤ粒子の分散性が優れることから、上記ＳＰ値が、好ましくは８．２以下（例えば６．０～８．２）または９．０以上（例えば９．０～１２．０）、より好ましくは８．０以下（例えば６．５～８．０）または９．２以上（例えば９．２～１２．０、好ましくは９．２以上１１．０未満）である有機分散媒であることが好ましい。上記有機分散媒は、一種のみを用いてもよいし、二種以上を用いてもよい。なお、二種以上の有機分散媒を用いる場合、二種以上の有機分散媒の混合物のＳＰ値が上記範囲であることが好ましく、それぞれの有機分散媒のＳＰ値は上記の範囲外であってもよい。
【００７１】
上記有機分散媒としては、例えば、ヘキサン（ＳＰ：７．０）等のアルカン；アセトン（ＳＰ：１０．０）、メチルエチルケトン（ＭＥＫ、ＳＰ：９．３）、メチルイソブチルケトン（ＭＩＢＫ、ＳＰ：８．４）等のケトン；ジオキサン（ＳＰ：９．８）、テトラヒドロフラン（ＳＰ：９．１）等のエーテル；ｎ－プロパノール（ＳＰ：１１．９）、イソプロパノール（ＩＰＡ、ＳＰ：１１．５）、ヘキサノール（ＳＰ：１０．７）、シクロヘキサノール（ＳＰ：１１．４）等のアルコール；酢酸エチル（ＳＰ：９．１）、ポリオールエステル（ＳＰ：９．６）等のエステル；トルエン（ＳＰ：８．８）、アルキルベンゼン（ＳＰ：７．６）等の芳香族化合物；クロロホルム（ＳＰ：９．３）、塩化メチレン（ＳＰ：９．７）、二塩化エチレン（ＳＰ：９．８）等のハロゲン化炭化水素；エチレンカーボネート／ジエチルカーボネート（ＥＣ／ＤＥＣ＝１／１：体積比）混合溶媒（ＳＰ：１１．７５）、エチレンカーボネート／ジエチルカーボネート／メチルエチルカーボネート（１／１／１：体積比）混合溶媒（ＳＰ：１０．９７）等のカーボネート化合物；ポリα－オレフィン（ＳＰ：６．０～８．０程度）等のポリオレフィン；鉱油（ＳＰ：６．０～８．０程度）、酢酸（ＳＰ：１２．４）、アセトニトリル（ＳＰ：１１．８）などが挙げられる。
【００７２】
また、上記ＮＤ分散組成物を後述の潤滑剤として用いる場合、上記有機分散媒は潤滑基剤であってもよい。上記潤滑基剤としては、潤滑基剤として用いられる公知乃至慣用の有機溶媒を用いることができ、例えば、ポリフェニルエーテル、アルキルベンゼン、アルキルナフタレン、エステル油、グリコール系合成油、ポリオレフィン系合成油、鉱油などが挙げられる。より具体的には、ポリα－オレフィン、エチレン－α－オレフィン共重合体、ポリブデン、アルキルベンゼン、アルキルナフタレン、ポリアルキレングリコール、ポリフェニルエーテル、アルキル置換ジフェニルエーテル、ポリオールエステル、二塩基酸エステル、炭酸エステル、リン酸エステル、シリコーン油、フッ素化油、ＧＴＬ（Gas to Liquids）、鉱油などが挙げられる。中でも、摺動部材の摩耗量低減効果により優れる観点から、ポリオールエステル、ポリα－オレフィン、鉱油、アルキルベンゼン、ポリアルキレングリコールが好ましい。
【００７３】
（脂肪酸エステル系分散剤）
上記ＮＤ分散組成物は、脂肪酸エステル系分散剤を用いることで、有機分散媒中のＮＤ粒子の分散性が特に優れる。また、脂肪酸エステル系分散剤は耐熱性が高いため、熱による分解が起こりにくい。このため、上記ＮＤ分散組成物が使用中に昇温した場合や、高温環境下で使用された場合にも、上記ＮＤ分散組成物は高温環境下における分散安定性にも優れ、また変色も起こりにくい。さらに、脂肪酸エステル系分散剤は市販されており入手も容易であるため、煩雑な製造工程を経て製造する必要はなく、製造容易性に優れる。脂

肪酸エステル系分散剤は、一種のみを用いてもよいし、二種以上を用いてもよい。

【００７４】

脂肪酸エステル系分散剤の酸価は、４０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下であることが好ましく、より好ましくは３５ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、さらに好ましくは３０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、さらに好ましくは２０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、特に好ましくは６ｍｇＫＯＨ／ｇ以下である。また、上記酸価は、例えば０．１ｍｇＫＯＨ／ｇ以上、０．３ｍｇＫＯＨ／ｇ以上、０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ以上であってもよい。上記酸価が４０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下（特に３０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下）であると、ＳＰ値の低い有機分散媒に対する分散性により優れる傾向がある。

【００７５】

脂肪酸エステル系分散剤のアミン価は、５ｍｇＫＯＨ／ｇ以下であることが好ましく、より好ましくは１ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、さらに好ましくは０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、さらに好ましくは０．１ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、特に好ましくは０ｍｇＫＯＨ／ｇである。

【００７６】

脂肪酸エステル系分散剤は、平均分子量Ｍｐが３００以上であることが好ましく、より好ましくは１０００以上（例えば、１０００～１００００）、さらに好ましくは３０００以上（例えば、３０００～１００００）である。上記平均分子量Ｍｐが３００以上であると、ＳＰ値の低い有機分散媒に対する分散性により優れる傾向がある。なお、上記平均分子量Ｍｐは、ゲル・パーミエーション・クロマトグラフィー（ＧＰＣ）により測定される標準ポリスチレン換算の分子量である。

【００７７】

脂肪酸エステル系分散剤は、温度２００℃の空気雰囲気下で１８０分間維持したときの質量減少率（「２００℃１８０分質量減少率」と称する場合がある）が２０％以下であることが好ましく、より好ましくは１５％以下である。上記質量減少率が２０％以下であると、上記ＮＤ分散組成物は耐熱性により優れ、高温環境下における分散安定性に優れる。上記質量減少率は、示差熱熱重量同時測定（ＴＧ－ＤＴＡ）により測定することができる。

【００７８】

脂肪酸エステル系分散剤は、酸性官能基を有していてもよい。上記酸性官能基としては、例えば、カルボン酸、スルホン酸、およびこれらの塩が挙げられる。

【００７９】

脂肪酸エステル系分散剤を構成する脂肪酸としては、例えば、カルボン酸、スルホン酸、およびこれらの塩が挙げられる。上記カルボン酸としては、例えば、酢酸、プロピオン酸、カプリル酸、ノナン酸、カプリン酸、オクチル酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、イソノナン酸、アラキン酸等の脂肪族モノカルボン酸；安息香酸、ｐ－（ｔ－ブチルブチル）安息香酸等の芳香族モノカルボン酸などが挙げられる。上記スルホン酸としては、例えば、ナフタレンスルホン酸などが挙げられる。上記脂肪酸は高級脂肪酸であることが好ましい。すなわち、脂肪酸エステル系分散剤は高級脂肪酸エステル分散剤であることが好ましい。上記脂肪酸は、一種のみを用いてもよいし、二種以上を用いてもよい。

【００８０】

脂肪酸エステル系分散剤のエステル成分を構成する化合物としては、例えば、プロピオラクトン、バレロラクトン、カプロラクトン等の環状エステル化合物；グリコールと二塩基酸の縮合物などが挙げられる。また、脂肪酸エステル系分散剤におけるポリエステルは、分子量が約３００～９０００であることが好ましく、より好ましくは４００～６０００である。

【００８１】

脂肪酸エステル系分散剤は、市販品を用いることもできる。脂肪酸エステル系分散剤の市販品としては、例えば、商品名「アジスパー　ＰＡ１１１」、商品名「アジスパー　ＰＮ４１１」（以上、味の素ファインテクノ株式会社製）などが挙げられる。

【００８２】

上記ＮＤ分散組成物は、ジルコニアを含んでいてもよいし、含んでいなくてもよい。ジルコニアを含む場合、ジルコニアは、上記ＮＤ粒子に付着していてもよいし、付着せずにＮＤ分散組成物中に分散していてもよい。ジルコニアの付着状態は、物理的付着（固着、接着など）であってもよいし、化学的付着（ＮＤ粒子または上記表面修飾基との共有結合、分子間力による結合、水素結合、イオン結合など）であってもよいし、これらの両方であってもよい。

【００８３】

上記ＮＤ分散組成物中のジルコニアの含有割合は、１００質量ｐｐｍ未満であることが好ましく、より好ましくは２０質量ｐｐｍ以下、さらに好ましくは２質量ｐｐｍ以下である。上記ジルコニアの含有割合が１００質量ｐｐｍ未満であると、上記ＮＤ分散組成物を潤滑剤（特に初期なじみ用潤滑剤）として用いた場合になじみ面の形成性に優れ、被摺動部材上に容易になじみ面を形成することができる。また、なじみ面中へのジルコニウムの混入が抑制され、薄膜でも優れた摩耗抑制効果および摩擦低減効果を奏する。上記ジルコニアの含有割合の下限は、例えば０．０２質量ｐｐｍ、０．１質量ｐｐｍであってもよい。

【００８４】

また、上記ＮＤ分散組成物中のジルコニアの含有割合は、０．０１～７．５質量％であってもよく、０．１～６．０質量％、０．２５～４．５質量％、または０．５～３．０質量％であってもよい。また、上記潤滑剤組成物中のジルコニアの含有割合は、例えば０．１～３０００質量ｐｐｍであってもよく、０．２～１５００質量ｐｐｍ、０．５～７５０質量ｐｐｍ、または１～１５０質量ｐｐｍであってもよい。上記ＮＤ分散組成物はＮＤ粒子の分散性に優れるため、このような二段階の含有割合においても有機分散媒（特に潤滑基剤）中の分散性に優れる。このため、例えば上記ＮＤ分散組成物中のジルコニアの含有割合について、流通時は０．０１～７．５質量％とし、使用時は０．１～３０００質量ｐｐｍとするなど、流通時と使用時とで異なるものとすることができる。

【００８５】

ジルコニアの含有割合は、高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法（ＩＣＰ発光分光分析法）によりＺｒを検出し、含有割合が既知である分散液を基準としてＺｒの検出量に基づき求めることができる。ジルコニアは、ＮＤ粒子の凝着体を解砕してＮＤ粒子をナノ分散させるために使用されるビーズミルに含まれるジルコニアビーズに由来してＮＤ分散組成物に混入することが多い。このため、ジルコニアビーズを用いたビーズミリングを行わない、あるいは、当該ビーズミリングを行う時間を最小限とすることで、ジルコニアの含有割合が低いＮＤ分散組成物を得ることができる。

【００８６】

上記ＮＤ分散組成物は、例えば、微細なＮＤ粒子が有する特性を樹脂など（例えば、熱若しくは光硬化性樹脂や熱可塑性樹脂など）に付与する添加剤として好ましく使用することができる。上記ＮＤ粒子が有する特性としては、例えば、機械的強度、高屈折率、熱伝導性、絶縁性、酸化防止性、結晶化促進作用、デンドライト抑制作用などが挙げられる。そして、上記ＮＤ分散組成物を樹脂に添加して得られる組成物は、例えば、機能性ハイブリッド材料、熱的機能（耐熱、蓄熱、熱電導、断熱等）材料、フォトニクス（有機ＥＬ素子、ＬＥＤ、液晶ディスプレイ、光ディスク等）材料、バイオ・生体適合性材料、コーティング材料、フィルム（タッチパネルや各種ディスプレイなどのハードコートフィルム、遮熱フィルム等）材料、シート材料、スクリーン（透過型透明スクリーン等）材料、フィラー（放熱用フィラー、機械特性向上用フィラー等）材料、耐熱性プラスチック基板（フレキシブルディスプレイ用基板等）材料、リチウムイオン電池等材料として好ましく使用することができる。また、上記ＮＤ分散組成物は、その他、機械部品（例えば、自動車や航空機等）の摺動部などに適用する減摩剤または潤滑剤（初期なじみ用途、本潤滑用途等）として好ましく使用できる。

【００８７】

上記初期なじみ用途の潤滑剤（初期なじみ用潤滑剤）は、摺動部材を有する機械の初期において、低摩擦面（なじみ面）を形成するために用いられるものである。初期なじみ用

潤滑剤を使用することにより、例えば摺動部材表面の凹凸をならして平滑化したり、あるいは改質面を形成する。なじみ面の形成後には、初期なじみ用潤滑剤は洗浄などにより取り除かれ、本潤滑を行う潤滑剤を用いた摺動が行われる。ここで、本潤滑を行う潤滑剤とは、通常摺動部材の稼働中（機械の使用中）において除去されず摺動部に存在し続ける潤滑剤をいう。なお、上記初期なじみ用潤滑剤は、なじみ面の形成後、除去せずにそのまま若しくは一旦除去した後再度摺動部に供給して、本潤滑を行う潤滑剤として使用することもできる。

【００８８】

（ナノダイヤモンド分散組成物の製造方法）

上記ＮＤ分散組成物は、例えば、上記有機分散媒中にＮＤ粒子および脂肪酸エステル系分散剤、さらに必要に応じてその他の成分を混合することで製造することができる。例えば、表面修飾ＮＤ粒子を用いた分散組成物は、有機分散媒中において、表面処理を施す化合物をＮＤ粒子に反応させる工程（修飾化工程）を経て製造することができる。この場合、修飾化工程に用いた溶媒をそのままＮＤ分散組成物における有機分散媒としてもよいし、修飾化工程の後に溶媒交換を行ってもよい。

【００８９】

上記修飾化工程において、ＮＤ粒子中にＮＤ粒子が凝着して二次粒子を形成したＮＤ粒子凝集体が含まれる場合には、表面修飾を施す化合物とＮＤ粒子との反応を、ＮＤ粒子を解砕若しくは分散化しつつ行ってもよい。これにより、ＮＤ粒子凝集体を一次粒子にまで解砕することができ、ＮＤ一次粒子の表面を修飾することができ、ＮＤ分散組成物中のナノダイヤモンド粒子の分散性を向上することが可能となるからである。

【００９０】

（１）修飾・分散化工程

まず、上記修飾化工程を、表面修飾を施す化合物とＮＤ粒子との反応を、ＮＤ粒子を解砕若しくは分散化しつつ行う場合（修飾・分散化工程）について説明する。修飾化工程における反応に供するＮＤ粒子と表面処理を施す化合物（特に、シラン化合物）との質量比（前者：後者）は、例えば２：１～１：２０である。また、表面処理を施す際の上記有機分散媒中のＮＤ粒子の濃度は、例えば０．５～１０質量％であり、上記化合物の濃度は、例えば５～４０質量％である。

【００９１】

表面処理のための反応時間は、例えば４～２０時間である。また、上記反応は、発生する熱を、氷水などを用いて冷却しながら行うことが好ましい。

【００９２】

ＮＤ粒子を解砕若しくは分散化する方法としては、例えば、高剪断ミキサー、ハイシアーミキサー、ホモミキサー、ボールミル、ビーズミル、高圧ホモジナイザー、超音波ホモジナイザー、コロイドミル、ジェットミルなどにより処理する方法が挙げられる。中でも、解砕メディア（例えば、ジルコニアビーズなど）の存在下で超音波処理を施すことが好ましい。

【００９３】

上記解砕メディア（例えば、ジルコニアビーズなど）の直径は、例えば１５～５００μｍ、好ましくは１５～３００μｍ、特に好ましくは１５～１００μｍである。

【００９４】

（２）修飾化工程

上記式（Ｉ）で表される基を含む表面修飾ＮＤを作製する修飾化工程は、ＮＤ分散組成物中へのジルコニアの混入を最小限とするために、ＮＤ粒子の解砕若しくは分散化とは別途行うことができる。上記表面修飾ＮＤは、表面にヒドロキシ基またはカルボキシ基を有すＮＤ粒子が水にナノ分散した状態で、酸触媒の存在下、ＮＤ粒子と下記式（II）で表される化合物とを反応させて表面修飾ＮＤ粒子を得る工程（「反応工程」と称する場合がある）を有する製造方法により製造することができる。

Ｒ－Ｘ－Ｈ　　（II）

［式（II）中、ＸおよびＲは、それぞれ、上記式（Ｉ）中におけるＲおよびＸに相当する。］

【００９５】

上記反応工程では、表面にヒドロキシ基および／またはカルボキシ基を有するＮＤ粒子が水にナノ分散した状態で、ＮＤ粒子と上記式（II）で表される化合物とを反応させ、ＮＤ粒子におけるヒドロキシ基および／またはカルボキシ基と上記式（II）で表される化合物における－Ｈと脱水縮合させることで表面修飾ＮＤ粒子を得る。

【００９６】

上記反応工程は、ＮＤ粒子が水にナノ分散した状態、すなわちＮＤ粒子の水分散組成物中で行われる。上記水分散組成物におけるＮＤ粒子のメディアン径（Ｄ５０）は、１～１００ｎｍであることが好ましく、より好ましくは１～５０ｎｍ、さらに好ましくは１～１０ｎｍである。上記メディアン径が上記範囲内であると、ＮＤ粒子表面のヒドロキシ基および／またはカルボキシ基の量が多く、上記式（II）で表される化合物との反応がより多く進行する。また、得られる表面修飾ＮＤ粒子の分散性に優れる。

【００９７】

上記酸触媒は、カルボン酸とアルコールのエステル化、アルコールとアミンの脱水縮合反応、アルコールとチオールの脱水縮合反応などに用いられる公知乃至慣用の酸触媒を用いることができる。上記酸触媒としては、例えば、スルホン酸基含有化合物、塩酸、硝酸、硫酸、無水硫酸、リン酸、ホウ酸、トリハロ酢酸（トリクロロ酢酸、トリフルオロ酢酸等）、これらの塩（アンモニウム塩等）、無機固体酸などが挙げられる。上記酸触媒は、一種のみを用いてもよいし、二種以上を用いてもよい。

【００９８】

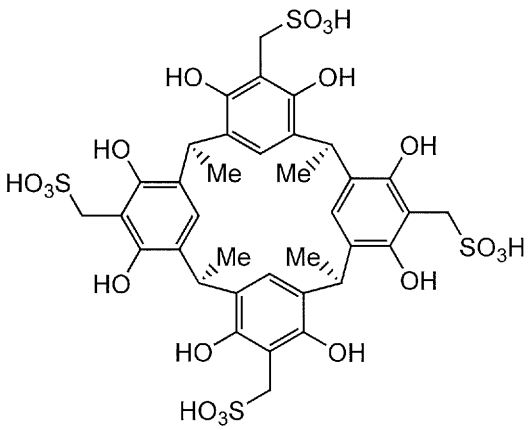
上記酸触媒は、反応時に溶媒や基質に溶解し得る均一系触媒、反応時に溶解しない不均一系触媒のいずれの形態であってもよい。不均一系触媒としては、例えば、酸成分が担体に担持された担持型触媒が挙げられる。

【００９９】

上記スルホン酸基含有化合物としては、例えば、メタンスルホン酸、エタンスルホン酸、プロパンスルホン酸、ブタンスルホン酸、ドデカンスルホン酸、ヘキサデカンスルホン酸、トリフルオロメタンスルホン酸、ヘプタデカフルオロオクタンスルホン酸等の脂肪族スルホン酸；１０－カンファースルホン酸等の脂環式スルホン酸；ベンゼンスルホン酸、ｐ－トルエンスルホン酸、２，４，６－トリメチルベンゼンスルホン酸、ヘキシルベンゼンスルホン酸、オクチルベンゼンスルホン酸、デシルベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸（ＤＢＳＡ）、オクタデシルベンゼンスルホン酸、１－ナフタレンスルホン酸、２－ナフタレンスルホン酸、ブチル－２－ナフタレンスルホン酸等の芳香族スルホン酸；スルホン酸型イオン交換樹脂、３－［トリオクチルアンモニオ］プロパン－１－スルホン酸－トリフルイミド、４－［トリオクチルアンモニオ］ブタン－１－スルホン酸－トリフルイミド、下記式（Ａ）で表される化合物などが挙げられる。

【０１００】

【化５】



(A)

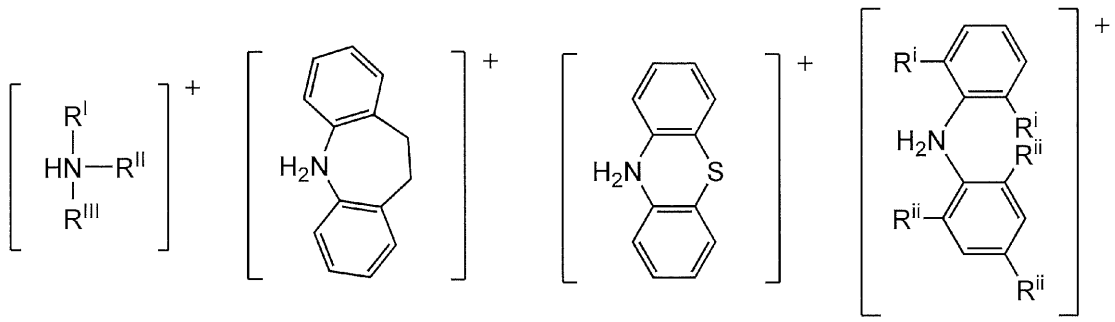
【０１０１】

上記無機固体酸としては、例えば、シリカ、シリカアルミナ、アルミナ、ゼオライト類、活性白土、モンモリロナイトなどが挙げられる。

【０１０２】

上記酸触媒としてのアンモニウム塩としては、例えば、下記式（Ｂ－１）で表されるアンモニウムイオンの塩、下記式（Ｂ－２）で表されるアンモニウムイオンの塩、下記式（Ｂ－３）で表されるアンモニウムイオンの塩、下記式（Ｂ－４）で表されるアンモニウムイオンの塩などが挙げられる。

【化６】



(B-1) (B-2) (B-3) (B-4)

【０１０３】

上記式（Ｂ－１）中、$R^{I}$～$R^{III}$は、同一または異なって、水素原子、脂肪族炭化水素基、または芳香族炭化水素基を含む基を示す。上記脂肪族炭化水素基は、直鎖状または分岐鎖状$C_{1-22}$炭化水素基が好ましい。上記芳香族炭化水素基を含む基としては、フェニル基等の芳香族炭化水素基；４－ｔ－ブチルフェニル基、メシチル基等の肪族炭化水素基と芳香族炭化水素基が結合した基などが挙げられる。中でも、上記$R^{I}$～$R^{III}$のうちの二以上が芳香族炭化水素基を含む基であることが好ましい。

【０１０４】

上記式（Ｂ－１）～（Ｂ－３）で表されるアンモニウムイオンのカウンターアニオンとなる酸アニオンとしては、スルホン酸イオンが好ましく、より好ましくは芳香族スルホン酸イオン、特に好ましくはｐ－ドデシルベンゼンスルホン酸イオンである。

【０１０５】

上記式（Ｂ－４）中、$R^{i}$および$R^{ii}$は、同一または異なって、水素原子、脂肪族炭化水素基、または芳香族炭化水素基を含む基を示す。上記脂肪族炭化水素基は、直鎖状または分岐鎖状$C_{1-4}$炭化水素基が好ましい。上記芳香族炭化水素基を含む基としては、フェニル

基等の芳香族炭化水素基、肪族炭化水素基と芳香族炭化水素基が結合した基などが挙げられる。中でも、水素原子、メチル基、イソプロピル基、フェニル基が好ましい。

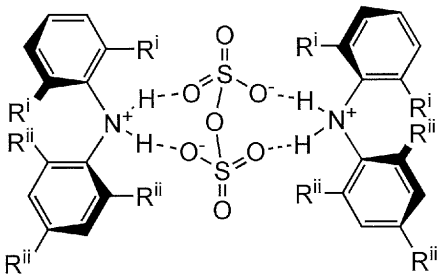
【０１０６】

上記式（Ｂ－４）で表されるアンモニウムイオンのカウンターアニオンとなる酸アニオンとしては、スルホン酸イオン、硫酸イオンが好ましく、特に好ましくはトリフルオロメタンスルホン酸イオン、１０－カンファースルホン酸イオン、ベンゼンスルホン酸イオン、硫酸イオンである。

【０１０７】

上記式（Ｂ－１）～（Ｂ－４）で表されるアンモニウムイオンのカウンターアニオンとなる酸アニオンは、酸基を形成する酸素原子と、上記式（Ｂ－１）～（Ｂ－４）中の窒素原子上の水素原子とで水素結合を形成して錯塩を形成していてもよい。上記錯塩は、アンモニウムカチオン１個と酸アニオン１個とで１つの塩を形成していてもよいし、アンモニウムカチオン２個と酸アニオン２個とで１つの塩を形成していてもよく、１つの塩を形成するアンモニウムカチオンと酸アニオンのそれぞれの個数は特に限定されない。また、１つの塩中において、酸アニオンは多量体を形成していてもよい。例えば、硫酸イオンを形成する硫酸は［$H_2SO_4(SO_3)_x$］で表される構造を形成していてもよい。酸アニオンと上記式（Ｂ－４）とで形成される錯塩としては、例えば下記式（Ｃ）で表される化合物が挙げられる。

【化７】



（Ｃ）

【０１０８】

上記式（Ｃ）中、$R^i$および$R^{ii}$は、上記式（Ｂ－４）におけるものと同様である。

【０１０９】

上記酸触媒としては、中でも、上記反応工程における反応がより促進される観点から、スルホン酸基含有化合物、スルホン酸基含有化合物のアンモニウム塩が好ましい。

【０１１０】

反応に供するＮＤ粒子と上記式（II）で表される化合物との比率（前者：後者、質量比）は、例えば１：１～１：２５である。また、水分散組成物中におけるＮＤ粒子の濃度は、例えば１～１０質量％であり、水分散組成物中における上記式（II）で表される化合物の濃度は、例えば１～６０質量％である。

【０１１１】

ＮＤ粒子と上記式（II）で表される化合物の反応条件は、例えば、温度０～１００℃、反応時間１～４８時間、圧力１～５ａｔｍの範囲内から適宜選択できる。

【０１１２】

以上のようにして、上記式（Ｉ）で表される基を含む表面修飾ＮＤの水分散組成物が得られる。

【０１１３】

なお、ＮＤ粒子の分散性が比較的低い有機分散媒を用いたＮＤ分散組成物を得た場合、または、ＮＤ分散組成物を水分散組成物として得た場合、ＮＤ分散組成物中の分散媒を交換してもよい。例えば、ＮＤ粒子の分散性が比較的高いＮＤ分散組成物に分散剤を添加・撹拌し、エバポレーターなどでＮＤ分散組成物中の有機分散媒を留去した後、新たに有機

分散媒を混合して撹拌することができる。ＮＤ粒子がナノ分散した分散組成物を一度得た後、ＮＤ粒子を乾燥粉体とすることなく有機分散媒を交換する方法を採用すること、また、交換前後の有機分散媒同士との濡れ性や溶解性を考慮して両有機分散媒を適宜選択することで、分散性が比較的低い有機分散媒中にＮＤ粒子がナノ分散しやすくなる。なお、分散剤の添加・撹拌は、分散媒の交換前後のいずれの段階で行ってもよい。また、分散媒の交換を行わない場合は得られたＮＤ分散組成物に添加して撹拌してもよい。

【０１１４】

以上のようにして、ＮＤ粒子が有機溶媒中に分散したＮＤ分散組成物が得られる。

【０１１５】

なお、上記ＮＤ粒子は、例えば爆轟法によって製造することができる。上記爆轟法には、空冷式爆轟法、水冷式爆轟法が挙げられる。中でも、空冷式爆轟法が水冷式爆轟法よりも一次粒子が小さいＮＤ粒子を得ることができる点で好ましい。

【０１１６】

爆轟は大気雰囲気下で行ってもよく、窒素雰囲気、アルゴン雰囲気、二酸化炭素雰囲気などの不活性ガス雰囲気下で行ってもよい。

【０１１７】

ＮＤ粒子の製造方法の一例を以下に説明するが、上記ＮＤ粒子は以下の製造方法によって得られるものに限定されない。

【０１１８】

（生成工程）

成形された爆薬に電気雷管が装着されたものを爆轟用の耐圧性容器の内部に設置し、容器内において大気組成の常圧の気体と使用爆薬とが共存する状態で、容器を密閉する。容器は例えば鉄製で、容器の容積は例えば０．５～４０$m^3$である。爆薬としては、トリニトロトルエン（ＴＮＴ）とシクロトリメチレントリニトロアミンすなわちヘキソーゲン（ＲＤＸ）との混合物を使用することができる。ＴＮＴとＲＤＸの質量比（ＴＮＴ／ＲＤＸ）は、例えば４０／６０～６０／４０の範囲である。

【０１１９】

生成工程では、次に、電気雷管を起爆させ、容器内で爆薬を爆轟させる。爆轟とは、化学反応に伴う爆発のうち反応の生じる火炎面が音速を超えた高速で移動するものをいう。爆轟の際、使用爆薬が部分的に不完全燃焼を起こして遊離した炭素を原料として、爆発で生じた衝撃波の圧力とエネルギーの作用によってＮＤ粒子が生成する。生成したＮＤ粒子は、隣接する一次粒子或いは結晶子の間がファンデルワールス力の作用に加えて結晶面間クーロン相互作用が寄与して非常に強固に集成し、凝着体を形成する。

【０１２０】

生成工程では、次に、室温において２４時間程度放置することにより放冷し、容器およびその内部を降温させる。この放冷の後、容器の内壁に付着しているＮＤ粒子粗生成物（上述のようにして生成したＮＤ粒子の凝着体および煤を含む）をヘラで掻き取る作業を行い、ＮＤ粒子粗生成物を回収する。以上のような方法によって、ＮＤ粒子の粗生成物を得ることができる。また、以上のようなナノダイヤモンド生成工程を必要回数行うことによって、所望量のナノダイヤモンド粗生成物を取得することが可能である。

【０１２１】

（酸処理工程）

酸処理工程では、原料であるナノダイヤモンド粗生成物に例えば水溶媒中で強酸を作用させて金属酸化物を除去する。爆轟法で得られるナノダイヤモンド粗生成物には金属酸化物が含まれやすく、この金属酸化物は、爆轟法に使用される容器などに由来するＦｅ、Ｃｏ、Ｎｉなどの酸化物である。例えば水溶媒中で強酸を作用させることにより、ナノダイヤモンド粗生成物から金属酸化物を溶解・除去することができる（酸処理）。この酸処理に用いられる強酸としては、鉱酸が好ましく、例えば、塩酸、フッ化水素酸、硫酸、硝酸、王水が挙げられる。上記強酸は、一種を用いてもよいし、二種以上を用いてもよい。酸処理で使用される強酸の濃度は例えば１～５０質量％である。酸処理温度は例えば７０～

１５０℃である。酸処理時間は例えば０．１～２４時間である。また、酸処理は、減圧下、常圧下、または加圧下で行うことが可能である。このような酸処理の後、例えばデカンテーションにより、固形分（ナノダイヤモンド凝着体を含む）の水洗を行う。沈殿液のｐＨが例えば２～３に至るまで、デカンテーションによる当該固形分の水洗を反復して行うのが好ましい。爆轟法で得られるナノダイヤモンド粗生成物における金属酸化物の含有量が少ない場合には、以上のような酸処理を省略してもよい。

【０１２２】

（酸化処理工程）

酸化処理工程は、酸化剤を用いてＮＤ粒子粗生成物からグラファイトを除去する工程である。爆轟法で得られるＮＤ粒子粗生成物にはグラファイト（黒鉛）が含まれるが、このグラファイトは、使用爆薬が部分的に不完全燃焼を起こして遊離した炭素のうちＮＤ粒子結晶を形成しなかった炭素に由来する。ＮＤ粒子粗生成物に、水溶媒中で酸化剤を作用させることにより、ＮＤ粒子粗生成物からグラファイトを除去することができる。また、酸化剤を作用させることにより、ＮＤ粒子表面にカルボキシ基やヒドロキシ基などの酸素含有基を導入することができる。

【０１２３】

この酸化処理に用いられる酸化剤としては、例えば、クロム酸、無水クロム酸、二クロム酸、過マンガン酸、過塩素酸、硝酸、これらの混合物や、これらから選択される少なくとも１種の酸と他の酸（例えば硫酸など）との混酸、これらの塩が挙げられる。中でも、混酸（特に、硫酸と硝酸との混酸）を使用することが、環境に優しく、且つグラファイトを酸化・除去する作用に優れる点で好ましい。

【０１２４】

上記混酸における硫酸と硝酸との混合割合（前者／後者；質量比）は、例えば６０／４０～９５／５であることが、常圧付近の圧力（例えば、０．５～２ａｔｍ）の下でも、例えば１３０℃以上（特に好ましくは１５０℃以上。なお、上限は、例えば２００℃）の温度で、効率よくグラファイトを酸化して除去することができる点で好ましい。下限は、好ましくは６５／３５、より好ましくは７０／３０である。また、上限は、好ましくは９０／１０、より好ましくは８５／１５、さらに好ましくは８０／２０である。上記混合割合が６０／４０以上であると、高沸点を有する硫酸の含有量が高いため、常圧付近の圧力下では、反応温度が例えば１２０℃以上となり、グラファイトの除去効率が向上する傾向がある。上記混合割合が９５／５以下であると、グラファイトの酸化に大きく貢献する硝酸の含有量が多くなるため、グラファイトの除去効率が向上する傾向がある。

【０１２５】

酸化剤（特に、上記混酸）の使用量は、ナノダイヤモンド粗生成物１質量部に対して例えば１０～５０質量部、好ましくは１５～４０質量部、より好ましくは２０～４０質量部である。また、上記混酸中の硫酸の使用量は、ナノダイヤモンド粗生成物１質量部に対して例えば５～４８質量部、好ましくは１０～３５質量部、より好ましくは１５～３０質量部である。また、上記混酸中の硝酸の使用量は、ナノダイヤモンド粗生成物１質量部に対して例えば２～２０質量部、好ましくは４～１０質量部、より好ましくは５～８質量部である。

【０１２６】

また、酸化剤として上記混酸を使用する場合、混酸と共に触媒を使用してもよい。触媒を使用することにより、グラファイトの除去効率を一層向上させることができる。上記触媒としては、例えば、炭酸銅（II）などが挙げられる。触媒の使用量は、ナノダイヤモンド粗生成物１００質量部に対して例えば０．０１～１０質量部程度である。

【０１２７】

酸化処理温度は例えば１００～２００℃である。酸化処理時間は例えば１～２４時間である。酸化処理は、減圧下、常圧下、または加圧下で行うことが可能である。

【０１２８】

（アルカリ過水処理工程）

上記酸処理工程を経た後であっても、ＮＤ粒子に除去しきれなかった金属酸化物が残存する場合は、一次粒子間が非常に強く相互作用して集成している凝着体（二次粒子）の形態をとる。このような場合には、ＮＤ粒子に対して水溶媒中でアルカリおよび過酸化水素を作用させてもよい。これにより、ＮＤ粒子に残存する金属酸化物を除去することができ、凝着体から一次粒子の分離を促進することができる。この処理に用いられるアルカリとしては、例えば、水酸化ナトリウム、アンモニア、水酸化カリウムなどが挙げられる。アルカリ過水処理において、アルカリの濃度は例えば０．１～１０質量％であり、過酸化水素の濃度は例えば１～１５質量％であり、処理温度は例えば４０～１００℃であり、処理時間は例えば０．５～５時間である。また、アルカリ過水処理は、減圧下、常圧下、または加圧下で行うことが可能である。

【０１２９】

上記酸化処理工程あるいは上記アルカリ過水処理工程の後、例えばデカンテーションにより上澄みを除去することが好ましい。また、デカンテーションの際には、固形分の水洗を行うことが好ましい。水洗当初の上澄み液は着色しているが、上澄み液が目視で透明になるまで、当該固形分の水洗を反復して行うことが好ましい。

【０１３０】

（解砕処理工程）

ＮＤ粒子には、必要に応じて、解砕処理を施してもよい。解砕処理には、例えば、高剪断ミキサー、ハイシアーミキサー、ホモミキサー、ボールミル、ビーズミル、高圧ホモジナイザー、超音波ホモジナイザー、コロイドミルなどを使用することができる。なお、解砕処理は湿式（例えば、水などに懸濁した状態での解砕処理）で行ってもよいし、乾式で行ってもよい。乾式で行う場合は、解砕処理前に乾燥工程を設けることが好ましい。

【０１３１】

（乾燥工程）

上記アルカリ過水処理工程の後、乾燥工程を設けることが好ましい。例えば、上記アルカリ過水処理工程を経て得られたＮＤ粒子含有溶液から噴霧乾燥装置やエバポレーターなどを使用して液分を蒸発させた後、これによって生じる残留固形分を乾燥用オーブン内での加熱乾燥によって乾燥させる。加熱乾燥温度は、例えば４０～１５０℃である。このような乾燥工程を経ることにより、ＮＤ粒子が得られる。

【０１３２】

また、ＮＤ粒子には、必要に応じて、気相にて酸化処理（例えば酸素酸化）や還元処理（例えば水素化処理）を施してもよい。気相にて酸化処理を施すことにより、表面にＣ＝Ｏ基を多く有するＮＤ粒子が得られる。また、気相にて還元処理を施すことにより、表面にＣ－Ｈ基を多く有するＮＤ粒子が得られる。

【０１３３】

本明細書に開示された各々の態様は、本明細書に開示された他のいかなる特徴とも組み合わせることができる。各実施形態における各構成およびそれらの組み合わせ等は、一例であって、本開示の趣旨から逸脱しない範囲内で、適宜、構成の付加、省略、置換、およびその他の変更が可能である。また、本開示に係る各発明は、実施形態や以下の実施例によって限定されることはなく、特許請求の範囲によってのみ限定される。

【実施例】

【０１３４】

以下に、実施例に基づいて本開示の一実施形態をより詳細に説明する。

【０１３５】

製造例１

（シラン化合物表面修飾ＮＤ粒子の作製）

まず、爆轟法によるナノダイヤモンドの生成工程を行った。本工程では、まず、成形された爆薬に電気雷管が装着されたものを爆轟用の耐圧性容器の内部に設置して容器を密閉した。容器は鉄製で、容器の容積は１５$m^3$である。爆薬としては、ＴＮＴとＲＤＸとの混合物０．５０ｋｇを使用した。この爆薬におけるＴＮＴとＲＤＸの質量比（ＴＮＴ／ＲＤ

Ｘ）は、５０／５０である。次に、電気雷管を起爆させ、容器内で爆薬を爆轟させた（爆轟法によるナノダイヤモンドの生成）。次に、室温での２４時間の放置により、容器およびその内部を降温させた。この放冷の後、容器の内壁に付着しているナノダイヤモンド粗生成物（上記爆轟法で生成したナノダイヤモンド粒子の凝着体と煤を含む）をヘラで掻き取る作業を行い、ナノダイヤモンド粗生成物を回収した。

【０１３６】

上述のような生成工程を複数回行うことによって取得されたナノダイヤモンド粗生成物に対し、次に、酸処理工程を行った。具体的には、当該ナノダイヤモンド粗生成物２００ｇに６Ｌの１０質量％塩酸を加えて得られたスラリーに対し、常圧条件での還流下で１時間の加熱処理を行った。この酸処理における加熱温度は８５～１００℃である。次に、冷却後、デカンテーションにより、固形分（ナノダイヤモンド凝着体と煤を含む）の水洗を行った。沈殿液のｐＨが低ｐＨ側から２に至るまで、デカンテーションによる当該固形分の水洗を反復して行った。

【０１３７】

次に、酸化処理工程を行った。具体的には、酸処理後のデカンテーションを経て得た沈殿液（ナノダイヤモンド凝着体を含む）に、６Ｌの９８質量％硫酸と１Ｌの６９質量％硝酸とを加えてスラリーとした後、このスラリーに対し、常圧条件での還流下で４８時間の加熱処理を行った。この酸化処理における加熱温度は１４０～１６０℃である。次に、冷却後、デカンテーションにより、固形分（ナノダイヤモンド凝着体を含む）の水洗を行った。水洗当初の上澄み液は着色しているところ、上澄み液が目視で透明になるまで、デカンテーションによる当該固形分の水洗を反復して行った。

【０１３８】

次に、上述の水洗処理を経て得られたナノダイヤモンド含有液１０００ｍＬを、噴霧乾燥装置（商品名「スプレードライヤー Ｂ－２９０」、日本ビュッヒ株式会社製）を使用して噴霧乾燥に付した（乾燥工程）。これにより、５０ｇのナノダイヤモンド粉体を得た。

【０１３９】

上記乾燥工程で得られたナノダイヤモンド粒子０．３ｇを反応容器に量り取り、ＭＩＢＫ１３．５ｇおよびシラン化合物としてヘキシルトリメトキシシラン１．２ｇを添加し１０分間撹拌した。

【０１４０】

撹拌後、ジルコニアビーズ（東ソー株式会社製、登録商標「ＹＴＺ」、直径３０μｍ）３６ｇを添加した。添加後、氷水中で冷やしながら超音波分散機（型式「ＵＰ－４００ｓ」、ヒールッシャー社製）を用い、超音波分散機の振動子の先端を反応容器内の溶液に浸けた状態で２０時間超音波処理して、ＮＤ粒子とシラン化合物を反応させた。最初は灰色であったが、徐々に小粒径化し分散状態もよくなり最後は均一で黒い液体となった。これは、ＮＤ粒子凝集体から順次にＮＤ粒子が解かれ（解砕）、解離状態にあるＮＤ粒子にシラン化合物が作用して結合し、シラン化合物により表面修飾されたＮＤ粒子がＭＩＢＫ中で分散安定化しているためであると考えられる。このようにしてシラン化合物表面修飾ＮＤ分散液（ＭＩＢＫ分散液）が得られた。

【０１４１】

製造例２

（オレイルアミノ基表面修飾ＮＤ粒子の作製）

製造例１と同様にして爆轟法により得られたナノダイヤモンド粗生成物について、製造例１と同様にして酸処理工程および酸化処理工程を行った後、デカンテーションにより、固形分（ナノダイヤモンド凝着体を含む）の水洗を行った。水洗当初の上澄み液は着色しているところ、上澄み液が目視で透明になるまで、デカンテーションによる当該固形分の水洗を反復して行った。その後、乾燥してＮＤ凝着体を粉体として得た。さらに、酸素約８体積％、窒素約９２体積％の気体を流速２０Ｌ／ｍｉｎで吹き込んだロータリーキルン中にて４００℃、６時間加熱した。

【０１４２】

次に、上記ＮＤ凝着体を含むスラリー約３０ｍｌに、アンモニア水を用いてｐＨを１０に調整した後に、ビーズミリング装置（商品名「並列四筒式サンドグラインダー　ＬＳＧ－４Ｕ－２Ｌ型」、アイメックス株式会社製）を使用してビーズミリングを行った。具体的には、１００ｍｌのミル容器であるベッセル（アイメックス株式会社製）に対して超音波照射後のスラリー３０ｍｌと直径３０μｍのジルコニアビーズとを投入して封入し、装置を駆動させてビーズミリングを実行した。このビーズミリングにおいて、ジルコニアビーズの投入量はミル容器の容積に対して例えば３３体積％であり、ミル容器の回転速度は２５７０ｒｐｍであり、ミリング時間は３時間である。

【０１４３】

次に、上述のような解砕工程を経たスラリーについて、遠心分離装置を使用して遠心分離処理を行った（分級操作）。この遠心分離処理における遠心力は２００００×ｇとし、遠心時間は３０分間とした。次に、当該遠心分離処理を経たＮＤ含有溶液の上清１０ｍｌを回収した。このようにして、ナノダイヤモンドが純水に分散するＮＤ水分散液を得た。このＮＤ水分散液について、固形分濃度は６．０質量％であり、ｐＨは９．０であった。上述のようにして得られたＮＤ水分散液のメディアン径（粒径Ｄ５０）は６．０ｎｍであった。

【０１４４】

次に、上述の解砕工程を経て得られたＮＤ水分散液１ｇに、酸触媒としてドデシルベンゼンスルホン酸０．５ｍｍｏｌ、オレイルアミン２ｍｍｏｌを添加し、撹拌しつつ、８０℃で８時間反応させた。反応終了後、トルエン１０ｍＬを添加し室温まで冷却した後、水および飽和食塩水による洗浄を行い、オレイルアミノ基で表面修飾されたＮＤ粒子のトルエン分散組成物を得た。

【０１４５】

製造例３

（オレイルオキシ基表面修飾ＮＤ粒子の作製）

製造例２と同様にして、解砕工程を経て得られたＮＤ水分散液１ｇに、酸触媒としてドデシルベンゼンスルホン酸０．５ｍｍｏｌ、オレイルアルコール２ｍｍｏｌを添加し、撹拌しつつ、８０℃で２４時間反応させた。反応終了後、トルエン１０ｍＬを添加し室温まで冷却した後、水及び飽和食塩水による洗浄を行い、オレイルオキシ基で表面修飾されたＮＤ粒子のトルエン分散組成物を得た。

【０１４６】

製造例４

（オレート基表面修飾ＮＤ粒子の作製）

製造例２と同様にして、解砕工程を経て得られたＮＤ水分散液１ｇに、酸触媒としてドデシルベンゼンスルホン酸０．５ｍｍｏｌ、オレイン酸２ｍｍｏｌを添加し、撹拌しつつ、１００℃で２４時間反応させた。反応終了後、トルエン１０ｍＬを添加し室温まで冷却した後、水及び飽和食塩水による洗浄を行い、オレート基で修飾された表面ＮＤ粒子のトルエン分散組成物を得た。

【０１４７】

実施例１～４

（ＮＤ分散組成物の作製）

上記製造例１で得られた表面修飾ＮＤ分散液１０ｇに、分散剤０．２ｇを加えて撹拌した後、ロータリーエバポレーターによりＭＩＢＫを留去し、分散媒を加えて総重量を１０ｇとした。このようにして、ＮＤ分散組成物を作製した。なお、ＮＤ分散組成物のナノダイヤモンド濃度は２質量％であった。ナノダイヤモンド濃度は、３５０ｎｍにおける吸光度より求めた。実施例１～４で用いた分散剤および分散媒は下記の通りである。

実施例１

分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価３５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ５２００、２００℃１８０分質量減少率１７．８％）

分散媒：ＰＯＥ

実施例２
分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価３５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ５２００、２００℃１８０分質量減少率１７．８％）
分散媒：ヘキサン
実施例３
分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ８１００、２００℃１８０分質量減少率１２．１％）
分散媒：ＰＯＥ
実施例４
分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ８１００、２００℃１８０分質量減少率１２．１％）、分散媒：ヘキサン

【０１４８】
実施例５～１０
（ＮＤ分散組成物の作製）
上記製造例２～４で得られた各種表面修飾ＮＤ分散液３ｇに、分散剤０．０６ｇを加えて撹拌した後、ロータリーエバポレーターによりトルエンを留去し、分散媒を加えて総重量を３ｇとした。このようにして、ＮＤ分散組成物を作製した。なお、ＮＤ分散組成物のナノダイヤモンド濃度は２質量％であった。ナノダイヤモンド濃度は、３５０ｎｍにおける吸光度より求めた。実施例５～１０で用いた表面修飾ＮＤ、分散剤、および分散媒は下記の通りである。
実施例５
表面修飾ＮＤ：製造例２で得られたオレイルアミノ基表面修飾ＮＤ
分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ８１００、２００℃１８０分質量減少率１２．１％）
分散媒：ＰＯＥ
実施例６
表面修飾ＮＤ：製造例２で得られたオレイルアミノ基表面修飾ＮＤ
分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ８１００、２００℃１８０分質量減少率１２．１％）
分散媒：ヘキサン
実施例７
表面修飾ＮＤ：製造例３で得られたオレイルオキシ基表面修飾ＮＤ
分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ８１００、２００℃１８０分質量減少率１２．１％）
分散媒：ＰＯＥ
実施例８
表面修飾ＮＤ：製造例３で得られたオレイルオキシ基表面修飾ＮＤ
分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ８１００、２００℃１８０分質量減少率１２．１％）
分散媒：ヘキサン
実施例９
表面修飾ＮＤ：製造例４で得られたオレート基表面修飾ＮＤ
分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ８１００、２００℃１８０分質量減少率１２．１％）
分散媒：ＰＯＥ
実施例１０
表面修飾ＮＤ：製造例４で得られたオレート基表面修飾ＮＤ
分散剤：高級脂肪酸エステル分散剤（酸価０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ、アミン価０ｍｇＫＯＨ／ｇ、平均分子量Ｍｐ８１００、２００℃１８０分質量減少率１２．１％）

分散媒：ヘキサン
【０１４９】
比較例１～５
分散剤および分散媒として下記のものを使用したこと以外は実施例１と同様にしてＮＤ分散組成物を作製した。なお、比較例１および２では分散剤を使用しなかった。
比較例１
分散媒：ヘキサン
比較例２
分散媒：ＰＯＥ
比較例３
分散剤：商品名「ＳＯＬＳＰＥＲＳＥ　２００００」（ルーブリゾール社製、ポリエーテル系分散剤、２００℃１８０分質量減少率：４９．２％）
分散媒：ＰＯＥ
比較例４
分散剤：商品名「ＳＮスパース　７０」（サンノプコ株式会社製、不飽和炭化水素・飽和脂肪酸系分散剤、２００℃１８０分質量減少率：３２．３％）
分散媒：ＰＯＥ
比較例５
分散剤：商品名「ＳＮスパース　７０」（サンノプコ株式会社製、不飽和炭化水素・飽和脂肪酸系分散剤、２００℃１８０分質量減少率：３２．３％）
分散媒：ヘキサン
【０１５０】
（評価）
実施例および比較例で得られた各ＮＤ分散組成物および使用した分散剤について以下の通り評価した。評価結果は表に記載した。
【０１５１】
（１）ヘイズ値
実施例および比較例で得られたＮＤ分散組成物について、ヘイズ測定装置（商品名「ヘーズメーター　３００Ａ」、日本電色工業株式会社製）を使用して測定した。測定に供された各試料液は、超音波洗浄機による１０分間の超音波洗浄を経たものである。試料液が充填されて測定に使用された測定用ガラスセルの厚さ（内寸）は１ｍｍであって、測定に係る試料内光路長は１ｍｍである。なお、表中の「－」は、測定を行わなかったことを示す。
【０１５２】
（２）Ｄ５０
実施例および比較例で得られたＮＤ分散組成物を、分散媒を加えて０．１質量％に希釈し、ＮＤ粒子の粒度分布を、Ｍａｌｖｅｒｎ社製の装置（商品名「ゼータサイザー　ナノＺＳ」）を使用して、動的光散乱法（非接触後方散乱法）により測定した。
【０１５３】
（３）分散性
実施例および比較例で得られたＮＤ分散組成物を、分散媒を加えて０．１質量％に希釈し、下記の評価基準に基づいて目視で分散性の評価を行った。
○：透明であり凝集が見られない。
△：少し濁っているが凝集は確認できなかった。
×：濁っており、明らかな凝集が確認できた。
【０１５４】
（４）粘度
実施例および比較例で得られたＮＤ分散組成物について、ＥＭＳ粘度計（商品名「ＥＭＳ１０００」、京都電子工業株式会社製）を使用して測定した。試験管にサンプル５００μＬとφ２ｍｍアルミボールを入れ、温度２５℃、回転数１０００ｒｐｍとして測定した。
【０１５５】

（５）２００℃１８０分質量減少率
実施例および比較例で使用した分散剤について、示差熱熱重量同時測定装置（商品名「ＴＧ－ＤＴＡ　６２００」、株式会社日立ハイテクサイエンス製）を用いて、下記の条件で２００℃１８０分の質量減少率を測定した。
雰囲気：空気
温度：３０℃より、昇温速度２０℃／ｍｉｎで２００℃まで昇温し、２００℃到達後１８０分間保持
サンプルパン：石英
【０１５６】
【表１】

（表1）

| | ヘイズ値 | D50 [nm] | 分散性 | 粘度 [mPa·s] |
|---|---|---|---|---|
| 実施例1 | − | 30 | ○ | 63.7 |
| 実施例2 | − | 30 | ○ | 0.29 |
| 実施例3 | 0.06 | 30 | ○ | 63.7 |
| 実施例4 | 0.06 | 30 | ○ | 0.29 |
| 実施例5 | 0.21 | 60 | ○ | 63.7 |
| 実施例6 | 0.06 | 30 | ○ | 0.29 |
| 実施例7 | 0.00 | 20 | ○ | 63.7 |
| 実施例8 | 0.03 | 25 | ○ | 0.29 |
| 実施例9 | 0.02 | 30 | ○ | 63.7 |
| 実施例10 | 0.00 | 25 | ○ | 0.29 |
| 比較例1 | − | 250 | × | 0.29 |
| 比較例2 | − | 250 | × | 63.7 |
| 比較例3 | − | − | △ | 63.7 |
| 比較例4 | − | − | × | 63.7 |
| 比較例5 | − | − | × | 0.29 |

【０１５７】
表１から分かるように、脂肪酸エステル系分散剤を用いたＮＤ分散組成物（実施例）は、ＳＰ値が低いヘキサンやＰＯＥ中において分散性が優れていた。一方、分散剤を使用しなかった場合（比較例１および２）、およびポリエーテル系分散剤（比較例３）や不飽和炭化水素・飽和脂肪酸系分散剤（比較例４および５）は、ＳＰ値が低いヘキサンやＰＯＥ中において分散性が劣っていた。
【０１５８】
また、実施例３で得られたＮＤ分散組成物４０ｇを、撹拌子および温度計を備え、空気充填された三ツ口フラスコに投入し、加熱温度２３０℃（液温１９０～２００℃）で１７時間撹拌し、加熱後について、目視による変色の程度および酸価を評価したところ、酸価は０．４３ｍｇＫＯＨ／ｇであり、変色は確認できなかった。なお、分散剤を使用しなかった比較例２についても同様の試験を行ったところ、酸価は０．４２ｍｇＫＯＨ／ｇであり変色は確認できなかった。したがって、実施例３で得られたＮＤ分散組成物は、分散剤を使用しない場合と同程度の耐熱性を有すると評価される。なお、実施例４～１０では実施例３と同じ分散剤を使用しており、また、実施例１および２で使用した分散剤の２００℃１８０分質量減少率が実施例３で使用した分散剤と同程度であるため、実施例１、２、および４～１０も実施例３と同程度の耐熱性を有するものと推測される。
【０１５９】
以下、本開示に係る発明のバリエーションを記載する。

［付記１］有機分散媒と、前記有機分散媒中に分散しているナノダイヤモンド粒子と、脂肪酸エステル系分散剤と、を含むナノダイヤモンド分散組成物。
［付記２］前記脂肪酸エステル系分散剤の、温度２００℃の空気雰囲気下で１８０分間維持したときの質量減少率が２０％以下（好ましくは１５％以下）である付記１に記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記３］前記脂肪酸エステル系分散剤の酸価が４０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下（好ましくは３５ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、より好ましくは３０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、さらに好ましくは２０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、特に好ましくは６ｍｇＫＯＨ／ｇ以下）である付記１または２に記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記４］前記脂肪酸エステル系分散剤の酸価が０．１ｍｇＫＯＨ／ｇ以上（好ましくは０．３ｍｇＫＯＨ／ｇ以上、より好ましくは０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ以上）である付記１～３のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記５］前記ナノダイヤモンド粒子の平均分散粒子径が２～２４０ｎｍ（好ましくは４～２００ｎｍ、より好ましくは１０～１８０ｎｍ、さらに好ましくは２０～１５０ｎｍ、特に好ましくは２５～８０ｎｍ）である付記１～４のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記６］ヘイズ値が５以下（好ましくは３以下、より好ましくは１以下、さらに好ましくは０．５以下）である付記１～５のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記７］前記有機分散媒のＳＰ値が６．０～１２．０（ｃａｌ／ｃｍ$^3$）$^{1/2}$（好ましくは６．０以上１１．０未満）である付記１～６のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記８］２５℃における粘度が０．２～１２０ｍＰａ・ｓ（好ましくは１０～１００ｍＰａ・ｓ、より好ましくは２０～９０ｍＰａ・ｓ）である付記１～７のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記９］前記脂肪酸エステル系分散剤の平均分子量Ｍｐが３００以上（好ましくは１０００以上（例えば、１０００～１０００００）、より好ましくは３０００以上（例えば、３０００～１００００））である付記１～８のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記１０］前記脂肪酸エステル系分散剤のアミン価が５ｍｇＫＯＨ／ｇ以下（好ましくは１ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、より好ましくは０．５ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、さらに好ましくは０．１ｍｇＫＯＨ／ｇ以下、特に好ましくは０ｍｇＫＯＨ／ｇ）である付記１～９のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記１１］ナノダイヤモンド粒子の含有割合が０．０１～５．０質量％（好ましくは０．１～４．０質量％、より好ましくは０．２５～３．０質量％、さらに好ましくは０．５～２．０質量％）である付記１～１０のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記１２］前記脂肪酸エステル系分散剤の含有量が、前記ナノダイヤモンド分散組成物中のナノダイヤモンド粒子の総量１００質量部に対して、１０～１００００質量部（好ましくは５０～１０００質量部、より好ましくは７０～３００質量部）である、付記１～１１のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記１３］前記脂肪酸エステル系分散剤の含有量が、前記ナノダイヤモンド分散組成物中のナノダイヤモンド粒子の総量１００質量部に対して、１０００～１０００００質量部（好ましくは２０００～１０００００質量部、より好ましくは３０００～５００００質量部）である、付記１～１２のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記１４］脂肪酸エステル系分散剤の含有割合は、前記ナノダイヤモンド分散組成物中の分散剤の総量に対して、９０質量％以上（好ましくは９５質量％以上、より好ましくは９９質量％以上）である、付記１～１３のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。
［付記１５］ナノダイヤモンド粒子、脂肪酸エステル系分散剤、および有機分散媒の合計の含有割合は、前記ナノダイヤモンド分散組成物総量に対して、７０質量％以上（好まし

くは８０質量％以上、より好ましくは９０質量％以上、さらに好ましくは９５質量％以上、特に好ましくは９９質量％以上）である、付記１～１４のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。

【０１６０】

［付記１６］前記ナノダイヤモンド粒子は有機基を含む化合物または官能基により表面修飾された表面修飾ナノダイヤモンド粒子を含む、付記１～１５のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。

［付記１７］前記有機基は、炭素原子数が４以上（例えば４～２５）（好ましくは６以上（例えば６～２２）、より好ましくは炭素数８以上（例えば８～２０））の有機基である、付記１６に記載のナノダイヤモンド分散組成物。

［付記１８］前記ナノダイヤモンド粒子が、下記式（Ｉ）で表される基がナノダイヤモンド粒子表面を修飾した表面修飾ナノダイヤモンドを含む、付記１～１７のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。

－Ｘ－Ｒ　　（Ｉ）

［式（Ｉ）中、Ｘは、－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－、－Ｃ（＝Ｏ）－Ｏ－、－ＮＨ－Ｃ（＝Ｏ）－、－Ｃ（＝Ｏ）－ＮＨ－、または－Ｓ－を示し、Ｘから左に伸びる結合手はナノダイヤモンド粒子に結合する。Ｒは、一価の有機基を示し、Ｘと結合する原子が炭素原子である。］

［付記１９］前記一価の有機基が、一価の置換または無置換の炭化水素基、一価の置換または無置換の炭化水素基とアルコキシ基とが結合した基、一価の置換または無置換の炭化水素基とジアルキルアミノ基とが結合した基である、付記１８に記載のナノダイヤモンド分散組成物。

［付記２０］前記一価の有機基中の炭素原子数が４～２５（好ましくは６～２２、より好ましくは８～２０）である、付記１８または１９に記載のナノダイヤモンド分散組成物。

［付記２１］前記式（Ｉ）中、Ｘは、－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－、または－Ｃ（＝Ｏ）－Ｏ－（好ましくは、－Ｓｉ－、－ＮＨ－、－Ｏ－、または－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－）を示す、付記１８～２０のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。

［付記２２］前記式（Ｉ）中、Ｘが－Ｏ－、－Ｏ－Ｃ（＝Ｏ）－、または－Ｃ（＝Ｏ）－Ｏ－であり、Ｒが、一価の置換または無置換の炭化水素基（好ましくは炭素数８～２０の直鎖状または分岐鎖状炭化水素基である）、付記１８～２１のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。

［付記２３］前記式（Ｉ）中、Ｘが－ＮＨ－であり、Ｒが、８～２０個の炭素原子を含む一価の有機基である、付記１８～２２のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。

［付記２４］前記式（Ｉ）中、Ｘが－ＮＨ－であり、Ｒが、直鎖状に炭素原子が４以上連続した炭化水素基を含む一価の有機基である、付記１８～２３のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。

［付記２５］前記式（Ｉ）中、Ｒは、直鎖状に炭素原子が４以上連続した炭化水素基を含む、付記１８～２４のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。

［付記２６］前記式（Ｉ）中、窒素原子、酸素原子、硫黄原子、およびケイ素原子からなる群より選択されるヘテロ原子の総量に対する炭素原子のモル比は４．５以上（好ましくは５以上、より好ましくは５．５以上）である、付記１８～２５のいずれか１つに記載のナノダイヤモンド分散組成物。

フロントページの続き

(56)参考文献 特開２００８－１７９７３８（ＪＰ，Ａ）
特開２０１３－１１７０１６（ＪＰ，Ａ）
国際公開第２００９／１２８２５８（WO，Ａ１）
特開２０１１－０８４６０９（ＪＰ，Ａ）
特開２０１７－１８６２３４（ＪＰ，Ａ）
国際公開第２０１８／２３５５９９（WO，Ａ１）
特開２０１６－０４４０９２（ＪＰ，Ａ）
特開２００５－００１９８３（ＪＰ，Ａ）
特開２０１０－１２６６６９（ＪＰ，Ａ）
特許第５３６４５８８（ＪＰ，Ｂ２）

(58)調査した分野 (Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ０８Ｋ
Ｃ０８Ｌ