

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4765079号  
(P4765079)

(45) 発行日 平成23年9月7日(2011.9.7)

(24) 登録日 平成23年6月24日(2011.6.24)

(51) Int. Cl.		F I		
<b>B 3 2 B</b> 9/00 (2006.01)		B 3 2 B	9/00	A
C O 1 G 17/02 (2006.01)		C O 1 G	17/02	

請求項の数 9 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2006-528845 (P2006-528845)	(73) 特許権者	504132272 国立大学法人京都大学 京都府京都市左京区吉田本町36番地1
(86) (22) 出願日	平成17年7月1日(2005.7.1)	(74) 代理人	100098969 弁理士 矢野 正行
(86) 国際出願番号	PCT/JP2005/012183	(72) 発明者	足立 基齊 兵庫県神戸市東灘区住吉台38-1
(87) 国際公開番号	W02006/006425	(72) 発明者	中川 敬三 大阪府茨木市西福井3-5-3
(87) 国際公開日	平成18年1月19日(2006.1.19)	(72) 発明者	村田 雄輔 富山県富山市牧田280
審査請求日	平成19年1月25日(2007.1.25)	(72) 発明者	佐郷 賢亮 奈良県生駒市東松ヶ丘3-2
(31) 優先権主張番号	特願2004-202533 (P2004-202533)		
(32) 優先日	平成16年7月9日(2004.7.9)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 複合ナノシート及びその製造方法、並びに金属酸化物ナノシートの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

有機相と水相との界面に形成された複合ナノシートであって、当該複合ナノシートが、界面活性剤からなりラメラ構造を有する分子膜と、この分子膜の面方向に沿って形成された金属酸化物ナノシートとを備えることを特徴とする液液界面上の複合ナノシート。

【請求項2】

前記界面活性剤の分子膜と金属酸化物ナノシートとの合計厚さが5nm以下である請求項1に記載の複合ナノシート。

【請求項3】

界面活性剤からなりラメラ構造を有する分子膜と、この分子膜の面方向に沿って形成された金属酸化物ナノシートとを備え、前記金属酸化物ナノシートが、ゲルマニウム酸化物ナノシートであって平面視で一辺1000nm以下のほぼ方形をなすことを特徴とする複合ナノシート。

【請求項4】

界面活性剤及び金属アルコキシドを含む混合溶液を水と接触させることにより、界面活性剤からなりラメラ構造を有する分子膜と、この分子膜の面方向に沿って形成された金属酸化物ナノシートとを備える複合ナノシートを得ることを特徴とする複合ナノシートの製造方法。

【請求項5】

前記接触は、水表面に前記混合溶液を流すことによりなされる請求項4に記載の製造方

10

20

法。

【請求項 6】

前記界面活性剤がカチオン系界面活性剤である請求項 4 又は 5 に記載の製造方法。

【請求項 7】

前記界面活性剤がラウリルアミン、金属アルコキシドが  $Ge(OR)_4$  (R は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基) であって、モル濃度比  $[Ge(OR)_4] / [ラウリルアミン]$  が 0.01 以上 0.5 以下となるように前記混合溶液がこれらの 2 成分を含有する請求項 4 又は 5 に記載の製造方法。

【請求項 8】

前記界面活性剤がラウリルアミン、金属アルコキシドが  $Si(OR)_4$  (R は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基) であって、モル濃度比  $[Si(OR)_4] / [ラウリルアミン]$  が 0.01 以上 0.5 以下となるように前記混合溶液がこれらの 2 成分を含有する請求項 4 又は 5 に記載の製造方法。

10

【請求項 9】

請求項 4 ~ 8 のいずれかに記載の方法で製造された複合ナノシートを乾燥した後、前記界面活性剤が溶解しうる溶剤に浸けることにより、前記金属酸化物ナノシートを前記分子膜から分離することを特徴とする金属酸化物ナノシートの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

20

この発明は、金属酸化物ナノシート、及びそれと界面活性剤のラメラ分子膜からなる複合ナノシート、並びにそれらの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ナノサイズ of 材料、例えばセラミックナノシートは、バルク相では期待できない興味深い性質を示すことがある。このため製造方法として種々の技術が検討されてきた。従来のセラミックナノシートの製造方法としては、ゾル-ゲル法、電解酸化法、CVD法などが知られている。

また、近年、層状マンガン酸化物(特許文献1)、層状チタン酸塩(非特許文献1)、層状ペロブスカイト(非特許文献2)、層状ニオブ酸塩(非特許文献3)などの層状化合物を剥離することによって、製造する方法も提案されている。これらの層状化合物の出発原料は、後工程の酸処理のために 800 ~ 1300 という高温で 10 ~ 40 時間という長時間焼成することを必要とする。

30

【0003】

【特許文献1】特開2003-335522

【非特許文献1】Sasaki, T., M. Watanabe, H. Hashizume, H. Yamada, and H. Nakazawa "Macromolecule-like aspects for a colloidal suspension of an exfoliated titanate. Pairwise association of nanosheets and dynamic reassembling process initiated from it" Journal of The American Chemical Society, 125, 3568-3575 (2003)

【非特許文献2】Schaak, R. E. and T. E. Mallouk "Prying apart Ruddlesden-Popper phases: Exfoliation into sheets and nanotubes for assembly of perovskite thin films" Chemistry of Materials, 12, 3427-3434 (2000b)

40

【非特許文献3】Saupe, G., C. C. Waraksa, H.-N. Kim, Y. J. Han, D. M. Kaschak, D. M. Skinner and T. E. Mallouk Chemistry of Materials, 12, 1556-1562 (2000)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかし、ゾル-ゲル法や電解酸化法では膜厚を均一にすることが難しい。CVD法は高価なCVD装置が必要であり、生産的でない。

一方、特許文献1及び非特許文献1~3に記載の方法は、出発原料を得るために上記の

50

通り高温でしかも長時間焼成する工程が必要である。従って、コストが高くなるうえ、低温でしか存在し得ない他の物質、例えば酵素や有機化合物などと原料段階から組み合わせることができない。また、製造可能なナノシートが層状構造をなすものに限定される。更にまた、アミンなどの剥離剤を除去する操作も必要である。

それ故、この発明の課題は、穏和な条件で、しかも短時間で膜厚の均一な種々の金属酸化物ナノシートを提供することにある。また、そのようなナノシートの前駆体として、界面活性剤と金属酸化物ナノシートとの複合ナノシートを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0005】

その課題を解決するために、この発明の複合ナノシートは、

界面活性剤からなりラメラ構造を有する分子膜と、この分子膜の面方向に沿って形成された金属酸化物ナノシートとを備えることを特徴とする。

この複合ナノシートは、ナノサイズ即ち厚みが10nm以下の金属酸化物ナノシートが、ラメラ構造を有する分子膜に沿って形成されているので、そのまま保存してナノサイズの均一な厚さを維持することができ、必要なときに金属酸化物ナノシートを分離して取り出すことができる。

【0006】

上記複合ナノシートから金属酸化物ナノシートを取り出す適切な方法は、複合ナノシートを乾燥した後、前記界面活性剤が溶解しうる溶剤に浸けることにより、前記金属酸化物ナノシートを前記分子膜から分離することを特徴とする。

この方法によれば、界面活性剤が溶解しうる溶剤、例えばアルコール等であれば格別特殊なものでも金属酸化物ナノシートを容易に分子膜から分離して取り出すことができる。そして、アルコール等の一般的な溶剤であるから、乾燥させて精製しやすい。

上記の複合ナノシートは、界面活性剤及び金属アルコキシドを含む混合溶液を水と接触させることを特徴とする方法により、製造可能である。

【0007】

界面活性剤としては、ラメラ構造を形成するものであればよく、特に限定されない。好ましいのはカチオン系界面活性剤及び非イオン系界面活性剤であり、特に好ましいのはアミン類などのカチオン系界面活性剤である。この製造方法のメカニズムは定かでないが、次のように推測できる。界面活性剤と金属アルコキシドを混合すると、図1に示すように加水分解前の金属アルコキシド1は疎水性を有することから、界面活性剤2の疎水性基2aに囲まれている。この混合溶液を静かに水3と接触させると、界面活性剤2の性質により界面活性剤2がラメラ構造を形成するとともに、液(有機相)-液(水相)界面iに移動した金属アルコキシド(移動方向:矢印A)が水3と反応し、あるいは親水性基2b間に侵入してきた水3(侵入方向:矢印B)と金属アルコキシド1とが反応して金属アルコキシドが加水分解される。その結果、界面活性剤のラメラ分子膜に沿って金属酸化物ナノシート4が形成される。

【0008】

この方法によれば、金属酸化物の出発原料は金属アルコキシドであればよく、金属の種類やアルコキシ基の種類は限定されない。従って、多種多様な金属酸化物ナノシートを得ることができる。また、金属アルコキシドの加水分解に要する時間は、金属アルコキシドの種類にもよるが、通常は瞬時的ないし長くても1時間以内であり、しかも100以下という穏和な条件でよい。更に、得られる金属酸化物ナノシートの膜厚は、ラメラ分子膜によって規制されているので、均一である。

【発明の効果】

【0009】

以上の通り、この発明は金属アルコキシドの加水分解とラメラ分子膜を利用して金属酸化物ナノシートを製造しているので、穏和な条件で且つ短時間で多種多様な金属酸化物ナノシートを安価に得ることができる。

【図面の簡単な説明】

10

20

30

40

50

## 【 0 0 1 0 】

【図 1】この発明の複合ナノシート製造方法における原料の挙動を示す図である。

【図 2】ラウリルアミン ( L A ) を水面に流してから各時間経過後の液 ( 有機相 ) - 液 ( 水相 ) 界面における S A X S パターンである。

【図 3】1 2 0 秒後に液 - 液界面から取りだされて乾燥された L A の S A X S パターンである。

【図 4】ゲルマニウムアルコキシドと L A との混合溶液 ( 混合比 = 0 . 2 ) を水面に流してから 2 5 秒経過後、及び 1 2 5 秒経過後の液 - 液界面における S A X S パターンである。

【図 5】各経過時間における上記 S A X S 強度の対数値のパターンである。 10

【図 6】上記混合溶液を水面に流してから 3 分経過後の液 - 液界面における生成物の T E M 画像である。

【図 7】上記混合溶液を水面に流してから 5 分経過後の液 - 液界面における生成物の S E M 画像である。

【図 8】上記混合溶液の液 - 液界面における生成物の電子線回折図である。

【図 9】上記混合溶液の液 - 液界面における生成物の H R T E M 画像である。

【図 1 0】ガウス関数とロレンツ関数とを混合したフィッティング関数に、図 5 の各パターンを照合させた図である。

【図 1 1】L A 分子膜に挟まれた層状の G e O <sub>2</sub> ナノシートをシート面に対して斜めから撮影した T E M 画像である。 20

【図 1 2】ゲルマニウムアルコキシドと L A との混合溶液 ( 混合比 = 0 . 0 3 ) を水面に流してから各時間経過後の液 - 液界面における S A X S 強度の対数値のパターンである。

【図 1 3】T E O S と L A との混合溶液 ( 混合比 = 0 . 1 ) を水面に流してから各時間経過後の液 - 液界面における S A X S 強度の対数値のパターンである。

【図 1 4】上記混合溶液を水面に流してから 3 0 分経過後の液 - 液界面における生成物の T E M 画像である。

【図 1 5】T E O S と L A との混合溶液 ( 混合比 = 0 . 5 ) を水面に流してから 3 0 分経過後の液 - 液界面における生成物の T E M 画像である。

## 【符号の説明】

## 【 0 0 1 1 】 30

1 金属アルコキシド

2 界面活性剤

2 a 疎水性基

2 b 親水性基

3 水

4 金属酸化物ナノシート

i 液 - 液界面

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【 0 0 1 2 】

この発明によれば前記複合ナノシートにおける金属酸化物ナノシートとしては、例えば平面視で一辺 1 0 0 0 n m 以下のほぼ方形をなすゲルマニウム酸化物ナノシートが得られる。また、前記界面活性剤の分子膜と金属酸化物ナノシートとの合計厚さは、当初の分子膜の厚さにも依存するが 5 n m 以下のものが可能である。従って、例えば酸化ゲルマニウムからなるナノシートであれば、P E T 樹脂の製造又は分解工程における触媒としての利用も可能である。 40

## 【 0 0 1 3 】

複合ナノシートの製造方法において、界面活性剤と金属アルコキシドとの混合溶液と水との接触は、好ましくは水表面に前記混合溶液を流すことによりなされる。水表面に形成されたラメラ分子膜の親水性基に水が浸透し、分子膜の面方向に沿って金属アルコキシドが加水分解されるからである。金属アルコキシドと界面活性剤との混合比については、各 50

々の化学種によって好ましい範囲が異なるが、例えば前記界面活性剤がラウリルアミン、金属アルコキシドが  $\text{Ge}(\text{OR})_4$  (Rは炭素数1~4のアルキル基、好ましくはエトキシ基)であるならモル濃度比  $[\text{Ge}(\text{OR})_4] / [\text{ラウリルアミン}]$  が0.01以上0.5以下が好ましく、0.03以上0.2以下が特に好ましい。金属アルコキシドが  $\text{Si}(\text{OR})_4$  (Rは炭素数1~4のアルキル基、好ましくはエトキシ基)ならモル濃度比  $[\text{Si}(\text{OR})_4] / [\text{ラウリルアミン}]$  が0.01以上0.5以下が好ましい。金属アルコキシドが界面活性剤に比べて多すぎても少なすぎてもシートになりにくいからである。

【実施例】

【0014】

- 実施例1 -

この発明によって酸化ゲルマニウムナノシートを製造する一つの例を示す。

純度95%以上のラウリルアミン  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NH}_2$  (東京化成工業株式会社製。以下、「LA」と略記する。)、アセチルアセトン(ナカライテスク株式会社製)及び純度99.9%以上のゲルマニウムエトキシド  $\text{Ge}(\text{OEt})_4$  (和光純薬工業株式会社製)を準備した。

【0015】

そして、アセチルアセトンと  $\text{Ge}(\text{OEt})_4$  をモル比1:1で混合し、これを更に  $[\text{Ge}(\text{OEt})_4] / [\text{LA}] = 0.2$  (モル比)になるようにLAと混合した。この混合溶液を静かに水面に流すことによって、酸化ゲルマニウムナノシートとLA分子膜とからなる複合ナノシートを得た。

別途、対照としてLAのみを同様に水面に流すことによって、LA分子膜を得た。

【0016】

分析及び同定の方法は、以下の通りである。

小角X線散乱(SAXS)測定については、財団法人高輝度光科学研究センターのSPRing-8のビームラインBL45XUを用いた。そして、高さ60mm、奥行き3mm、幅5mmのセルの下半分に純水を満たし、X線ビームの照射位置が水面になるように調整した。ビーム強度は  $10^{13}$  photon/secで、ビームの断面は幅及び高さともに200µm以下であった。そして、上記のようにLA溶液もしくはLAとアルコキシドとの混合溶液を水面に流し、反応開始直後からSAXS強度を秒間隔でCCD検知器にて測定した。

【0017】

透過型電子顕微鏡(TEM)については、日本電子株式会社製JEM-200CXを用い、加速電圧を200kVに設定した。走査型電子顕微鏡(SEM)については、日本電子株式会社製JEOL JSM-5510を用い、加速電圧5~20KV、130mAで測定した。そして、複合ナノシートの乾燥粉末を攪拌し、2-プロパノール中に分散させることによって試料溶液を調製し、これをTEM格子に注いで、これを観察した。また、TEM画像中の酸化ゲルマニウムナノシートの結晶構造を電子線回折(SAED)によって分析した。尚、これらの測定の校正は、金蒸着膜を用いて行った。粉末X線回折については、理学電機株式会社製RAD-IICを用いてCuK $\alpha$ 、35kV、20mAの条件で行った。

【0018】

次に分析及び同定の結果を図面とともに示す。図2は、対照として作成したLA分子膜にシンクロトロン放射光を照射することによって得られたSAXS強度の測定データ(横軸は散乱ベクトル)である。図2に見られるように、水面に流してから12秒で電子密度の周期間隔  $d = 4.2$  nmの位置にピークが認められ、36秒で  $d = 3.9$  nm及び  $d = 3.6$  nmの位置に鋭いピーク、 $d = 3.0$  nmの位置に幅広のピークが認められた。このうち鋭いピークは、得られた層の周期間隔がほとんど同じであること、即ち整列したラメラ構造を有していることを示す。他方、幅広のピークは、少し崩れたラメラ構造であることを示す。時間の経過とともに  $d = 3.9$  nmのピークは低くなり、やがて消えるとともに、 $d = 3.6$  nmのピークが高くなった。

【0019】

図3は、120秒後の試料を40℃で乾燥して粉末化したもののSAXSデータである

10

20

30

40

50

。  $d = 3.7 \text{ nm}$  の鋭いピークと矢印で示す二次、三次ピークは、乾燥したラメラ層においては周期間隔  $d$  が  $3.7 \text{ nm}$  になっていることを明らかに示している。図 2 及び図 3 の結果から、水面に流してから初期の段階で認められた  $d = 4.2 \text{ nm}$  のラメラ層は、多量の水を含んでいること、そして時間の経過に伴ってラメラ層が成長し、液（有機相）- 液（水相）界面（図 1 の  $i$  の位置）から遠くて水をあまり含まない上方のラメラ層のピークが顕著に表れることが認められる。

#### 【 0 0 2 0 】

図 4 は、ゲルマニウムアルコキシドを含む混合溶液を水面に流して得られたラメラ構造の SAXS データであり、左が流し始めて 25 秒、右が同じく 125 秒経過したときの状態を示す。  $d = 3.4 \text{ nm}$  又は  $3.5 \text{ nm}$  の鋭いピークと二次、三次ピークが 125 秒経過時ですえ認められ、この図 4 の 125 秒経過時と図 2 の 120 秒経過時とを比較することにより、アルコキシドを添加することにより安定して整列したラメラ構造が形成されることが明らかである。図 2 よりも図 4 の方がピークが鋭くなっており、ラメラ層の層間隔がきれいに揃っていることを示しているからである。

#### 【 0 0 2 1 】

図 5 は、上記混合溶液を水面に流し始めてからの経過時間をパラメータとする SAXS 強度の対数値である。周期間隔  $d$  が、時間の経過に係わらずほとんど一定であり、LA 分子膜とゲルマニウム酸化物ナノシートとの合計厚さに等しい  $3.7 \text{ nm}$  となっていることが認められる。

#### 【 0 0 2 2 】

図 6 は、上記混合溶液が水と接触して 3 分後の液（有機相）- 液（水相）界面（図 1 の  $i$  の位置）の反応生成物を撮影した TEM 画像である。ゲルマニウム酸化物と認められる一辺が  $30 - 100 \text{ nm}$  程度の多数の方形ナノシートが見える。図 7 は、同じく 5 分後の反応生成物を撮影した SEM 画像である。一辺が  $300 - 700 \text{ nm}$  程度の多数の立方体が見える。図 6 及び図 7 より、図 7 の立方体は、LA ラメラ分子膜で挟まれた  $\text{GeO}_2$  ナノシートの積層体であると認められる。また、図 6 でシートによって色の濃淡が生じているのは、濃い色の部分は多数枚の積層体、淡い色の部分は 1 枚乃至少数枚の積層体を示していると推定される。

#### 【 0 0 2 3 】

図 8 は、上記混合溶液が水と接触して 3 分後の試料をアルコールで洗浄して界面活性剤を取り除き、 $80^\circ\text{C}$  で乾燥することによって得られた  $\text{GeO}_2$  ナノシートの電子線回折図（SAED）を示す。結晶格子に対応する多数のスポットが明確に現れていることから、非常に結晶性が優れていると認められる。図 9 は、この  $\text{GeO}_2$  ナノシートの HRTEM 画像である。格子像がはっきりと写っていることから、ナノシートが高い結晶性を有することをこの図 9 から確認することができる。

#### 【 0 0 2 4 】

図 10 は、ガウス関数とロレンツ関数を組み合わせたフィッティング関数と図 5 の SAXS データを照合した図である。即ち、ガウス関数は物質が非晶質の場合に適合し、ロレンツ関数は物質の結晶性が高い場合に適合することから、フィッティング関数 =  $\alpha$  × ガウス関数 +  $\beta$  × ロレンツ関数（但し、 $\alpha + \beta = 1$ ）とし、適合するフィッティング関数の  $\alpha$  及び  $\beta$  の値から結晶性を判断したのである。図 10 中、実線のグラフは図 5 の SAXS データを転記したものであり、ドットがフィッティング関数計算値である。図 10 に見られるように、混合溶液と水との接触開始後 2.5 秒経過時には  $\alpha = 0.84$ 、 $\beta = 0.16$  即ちガウス分布 84%、ロレンツ分布 16% であったが、3 分経過時にはもう  $\alpha = 1$  即ちロレンツ分布 100% となっており、結晶性が向上していることがわかる。

図 11 は、LA 分子膜に挟まれた層状の  $\text{GeO}_2$  ナノシートをシート面に対して斜めから撮影した TEM 画像である。図中、多層の黒い部分が  $\text{GeO}_2$ 、その間の白い部分が LA 分子膜を示す。この画像から各  $\text{GeO}_2$  シートの厚さが数 nm であることが認められる。

従って、この実施例から、非常に結晶性に優れた  $\text{GeO}_2$  ナノシートの積層体が数分と

10

20

30

40

50

いう短時間で得られることが明らかである。

【 0 0 2 5 】

- 実施例 2 -

[  $\text{Ge}(\text{OEt})_4$  ] / [ LA ] = 0 . 0 3 (モル比) になるように LA と混合して混合溶液を調製した以外は、実施例 1 と同一条件で混合溶液を水面に流した。そして、実施例 1 と同様に経時的に SAXS パターンを測定した。測定結果を図 1 2 に示す。図 1 2 に見られるように、3 秒経過時のピークが図 5 における 2 . 5 秒経過時のピークよりも低くて幅広であり、5 分経過時のピークが図 5 における 3 分経過時のピークと類似していることから、実施例 1 と比べて反応速度が遅くなっていると認められる。但し、非常に結晶性に優れた  $\text{GeO}_2$  ナノシートの積層体が数分という短時間で得られる点では実施例 1 と同

10

【 0 0 2 6 】

- 実施例 3 -

本例は、 $\text{SiO}_2$  ナノシートを製造する例である。実施例 1 の  $\text{Ge}(\text{OEt})_4$  に代えて純度 99 . 5 % ( 関東化学株式会社 ) のテトラエトキシシラン  $\text{Si}(\text{OEt})_4$  ( 以下、「TEOS」と略記する。 ) を出発原料として用いた。そして、アセチルアセトンで希釈することなく TEOS と LA とを [ TEOS ] / [ LA ] = 0 . 0 1、0 . 0 3、0 . 1、0 . 2、0 . 5、1 及び 4 という種々の比率で混合して混合溶液を調製した。

【 0 0 2 7 】

混合溶液を水面に流し、実施例 1 と同様に経時的に SAXS パターンを測定した。その結果、[ TEOS ] / [ LA ] = 0 . 0 1 ~ 0 . 5 の濃度範囲では時間の経過と共にアモルファス  $\text{SiO}_2$  ナノシートと認められる鋭いピークが観察された。例として [ TEOS ] / [ LA ] = 0 . 1 の場合の SAXS パターンを図 1 3 に示す。図中の 6 つのグラフのうち、一番下が 6 秒経過時、その上が順に 7 2 秒経過時、5 分経過時、9 分経過時、1 3 分経過時、2 0 分経過時のパターンである。5 分以下では P 部のように幅広のピークで未だラメラ分子膜が未完成であると認められるが、9 分以上で Q 部のように鋭いピークとなっており、ラメラ分子膜ができ、その親水性基間に  $\text{SiO}_2$  ナノシートが形成されていると推定される。

20

【 0 0 2 8 】

図 1 4 に水と接触してから 3 0 分経過後の [ TEOS ] / [ LA ] = 0 . 1 の試料をアルコールで洗浄して界面活性剤を取り除き、8 0 °C で乾燥することによって得られたナノシートの TEM 画像、図 1 5 に [ TEOS ] / [ LA ] = 0 . 5 で経過時間 3 0 分の場合の TEM 画像を示す。図 1 4 に見られるように TEOS の低濃度領域では直径数十 nm の  $\text{SiO}_2$  ナノシートが形成され、図 1 5 に見られるように中濃度領域では直径数  $\mu\text{m}$  の  $\text{SiO}_2$  ナノシートが形成された。いずれも透けて見えることから、厚さは数 nm 程度であると推定される。

30

尚、[ TEOS ] / [ LA ] = 1 及び 4 の高濃度領域では 1 0 分経過時でさえ SAXS パターンにおいてラメラ分子膜とは全く異なると認められる幅広のピークが観察された。

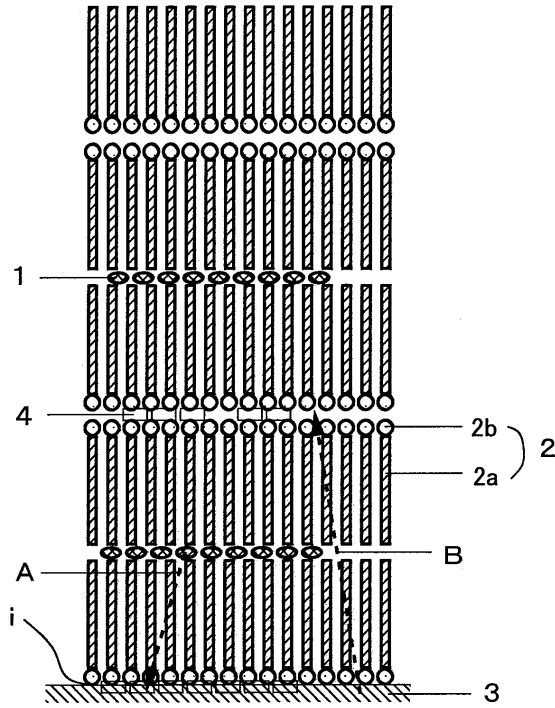
【 産業上の利用可能性 】

【 0 0 2 9 】

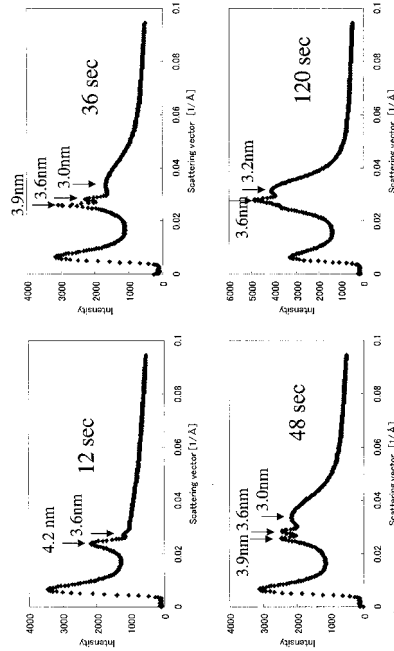
穏和な条件で且つ短時間で多種多様な金属酸化物ナノシートを安価に得ることができるので、センサ材料、電池用材料、各種触媒、有機材料とのコンポジットなどの広範な分野で好適に利用可能である。

40

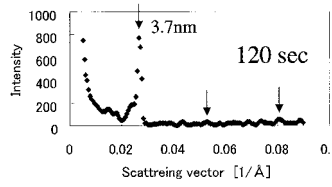
【 図 1 】



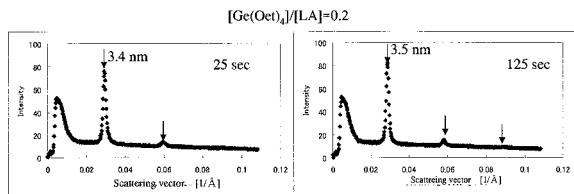
【 図 2 】



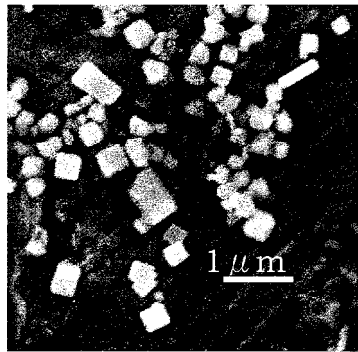
【 図 3 】



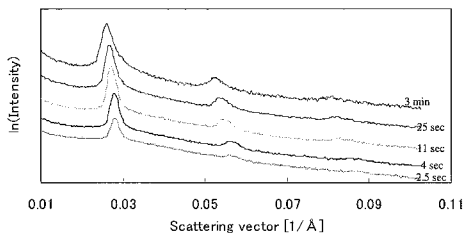
【 図 4 】



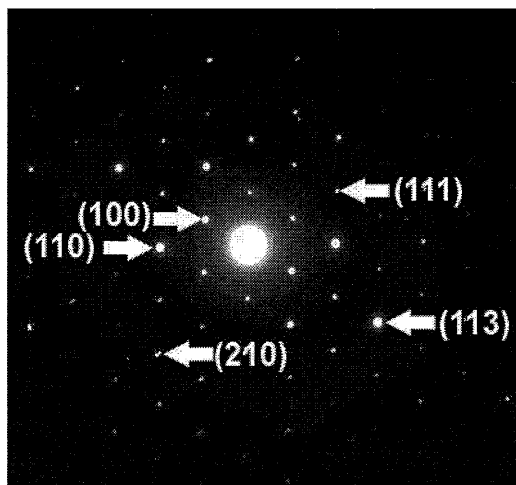
【 図 7 】



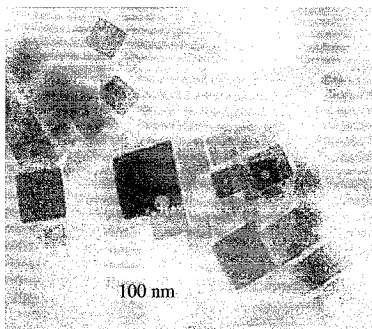
【 図 5 】



【 図 8 】

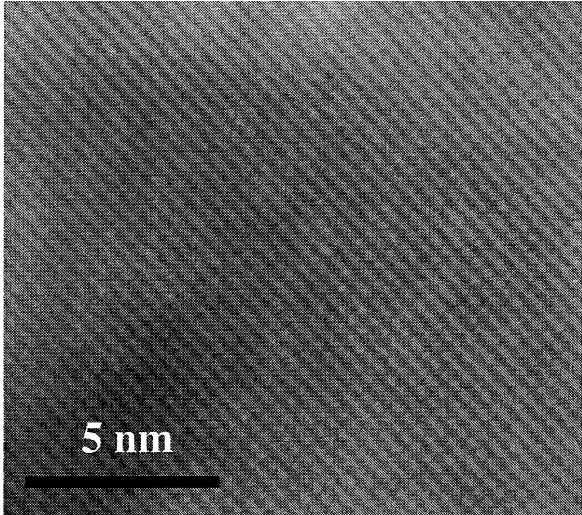


【 図 6 】

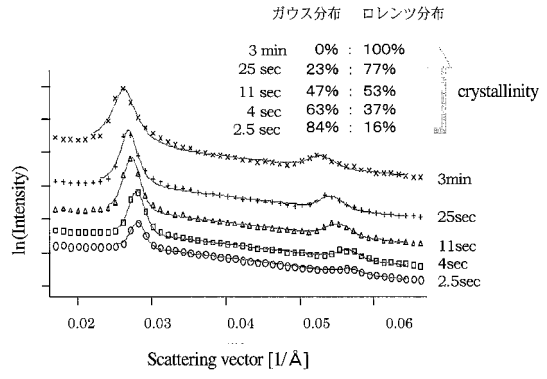




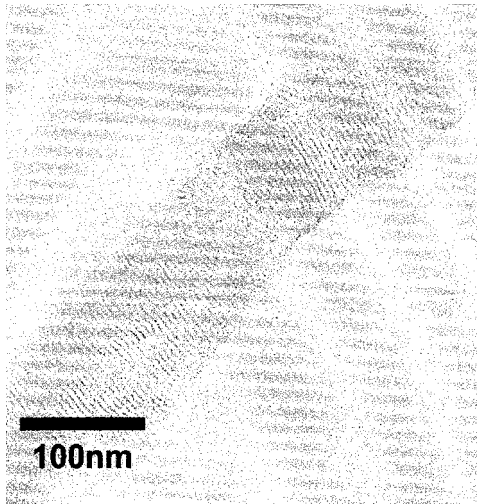
【 図 9 】



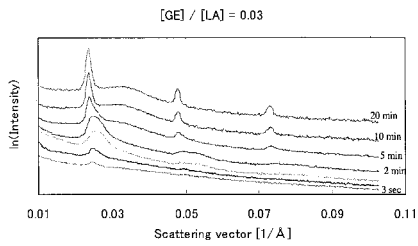
【 図 10 】



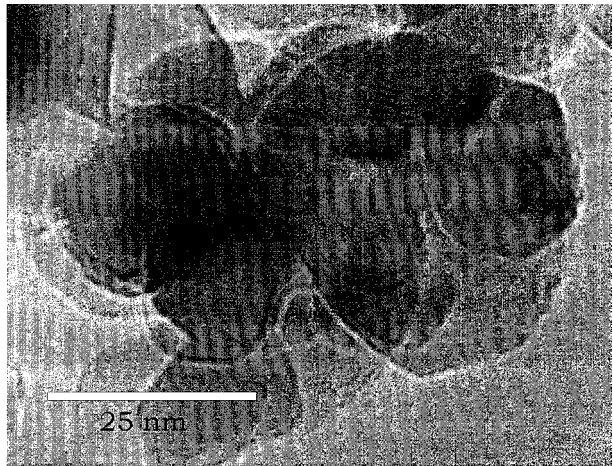
【 図 11 】



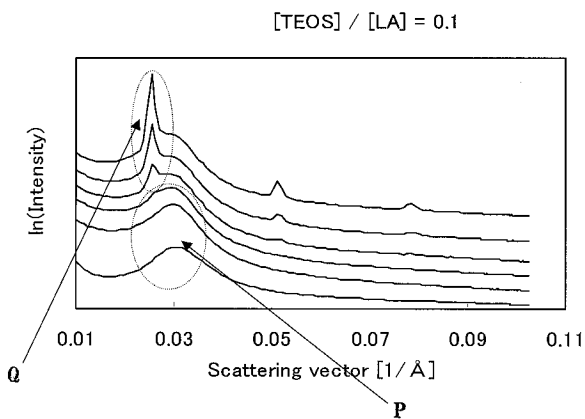
【 図 12 】



【 図 14 】



【 図 13 】



【 図 15 】



---

フロントページの続き

(72)発明者 西川 幸宏  
京都府京都市伏見区深草池ノ内町 藤森合同宿舎532号

審査官 大工原 大二

(56)参考文献 特開2001-270022(JP,A)  
特開2002-225172(JP,A)  
特開平04-280802(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C01G 1/00-99/00  
C01B 33/00-33/193  
C01B 13/00-13/36