

(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2004-352542  
(P2004-352542A)

(43) 公開日 平成16年12月16日(2004.12.16)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
CO1B 33/159	CO1B 33/159	2G054
B82B 1/00	B82B 1/00	4G072
B82B 3/00	B82B 3/00	
GO1N 21/78	GO1N 21/78	C
GO1N 33/533	GO1N 33/533	
審査請求 未請求 請求項の数 12 O L (全 10 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2003-150695 (P2003-150695)	(71) 出願人	301021533 独立行政法人産業技術総合研究所 東京都千代田区霞が関1-3-1
(22) 出願日	平成15年5月28日 (2003.5.28)	(72) 発明者	寺岡 啓 愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ケ洞2266番地の98 独立行政法人産業技術総合研究所中部センター内
		(72) 発明者	多井 豊 愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ケ洞2266番地の98 独立行政法人産業技術総合研究所中部センター内
		Fターム(参考)	2G054 AB04 CA22 4G072 AA38 AA41 BB05 CC10 GG02 GG03 HH19 HH30 JJ09 JJ26 JJ50 QQ09

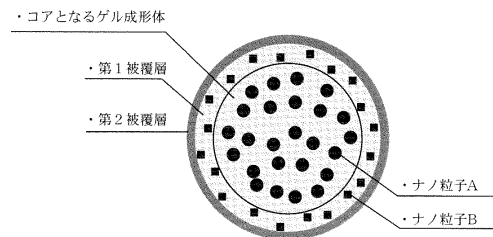
(54) 【発明の名称】 ナノ粒子で装飾された無機成形体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ナノ粒子で装飾された無機成形体及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 ナノ粒子を担持した成形体であって、(1) ナノ粒子が、直径0.1から20nmである、(2) 成形体が平均細孔径0.3~60nmである、(3) 成形体が表面に被覆層を持つ場合がある、(4) 上記ナノ粒子が成形体の細孔内もしくは表面に固定化されている、(5) 上記成形体の基底状態における色調が制御されている、ことを特徴とする成形体、及び上記の成形体を製造する方法であって、ナノ粒子を含む溶液もしくはスラリーと、ナノ粒子表面もしくはナノ粒子を被覆するサーファクタント末端と逆の表面電荷を持つ成形体を混合することにより、ナノ粒子を静電的に成形体の細孔内もしくは表面に固定化することを特徴とするナノ粒子を担持した成形体の製造方法。

【選択図】 図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

ナノ粒子を担持した成形体であって、

- (1) ナノ粒子が、直径 0.1 から 20 nm である、
  - (2) 成形体が平均細孔径 0.3 ~ 60 nm である、
  - (3) 成形体が表面に被覆層を持つ場合がある、
  - (4) 上記ナノ粒子が成形体の細孔内もしくは表面に固定化されている、
  - (5) 上記成形体の基底状態における色調が制御されている、
- ことを特徴とする成形体。

**【請求項 2】**

ナノ粒子が、酸化亜鉛、硫化亜鉛、二酸化珪素、CdS、CdSe、CdTe、TiO<sub>2</sub>、Au、Ag、Pt の群から選択された 1 種、あるいは 2 種以上の混合物である、請求項 1 記載の成形体。

10

**【請求項 3】**

成形体の成分の 50% 以上が、シリカゲル、チタニアゲルの群から選ばれた 1 種、あるいは 2 種以上の混合物である、請求項 1 記載の成形体。

**【請求項 4】**

シリコンアルコキシドもしくは金属アルコキシドの加水分解により生じるコロイドを、凝集、脱水重縮合させることにより成形体の表面に被覆層を 1 層以上形成した、請求項 1 記載の成形体。

20

**【請求項 5】**

1 層以上の被覆層にナノ粒子を固定化した請求項 4 記載の成形体。

**【請求項 6】**

固定化するナノ粒子の、粒径、濃度、種類、固定化部位の組合せによって、成形体の基底状態における色調が制御（コーディング）された、請求項 1 記載の成形体。

**【請求項 7】**

請求項 1 から 3 のいずれかに記載の成形体を製造する方法であって、ナノ粒子を含む溶液もしくはスラリーと、ナノ粒子表面もしくはナノ粒子を被覆するサーファクタント末端と逆の表面電荷を持つ成形体を混合することにより、ナノ粒子を静電的に成形体の細孔内もしくは表面に固定化することを特徴とするナノ粒子を担持した成形体の製造方法。

30

**【請求項 8】**

ナノ粒子を含む溶液もしくはスラリーと、上記成形体を混合することにより、成形体内にナノ粒子を毛管凝集現象的に固定化する、請求項 7 記載の方法。

**【請求項 9】**

成形体及び被覆層の細孔径、表面電位により、固定化するナノ粒子の粒径、濃度を制御する、請求項 7 記載の方法。

**【請求項 10】**

固定化するナノ粒子の、粒径、濃度、種類、固定化部位の組合せにより、成形体の色調を制御する、請求項 7 記載の方法。

**【請求項 11】**

請求項 1 から 6 のいずれかに記載の成形体を、90 ~ 500 で加熱することを特徴とする無孔質成形体の製造方法。

40

**【請求項 12】**

請求項 1 から 6 のいずれかに記載の成形体を用いた、免疫学的検定 (immunoassay) 用蛍光標識。

**【発明の詳細な説明】****【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、ナノテクノロジーの分野において、ナノ粒子の制御技術として重要な、ナノ粒子を固定化した無機成形体に関するものであり、更に詳しくは、ナノ粒子をホスト成形体

50

の細孔内もしくは表面に固定化して上記成形体の基底状態における色調を制御したことを特徴とするナノ粒子担持無機成形体及びその製造方法に関するものである。

本発明が対象とするナノ粒子の励起緩和時の粒径に応じた蛍光色は、有機系蛍光色素に比べて安定かつ高輝度であるため、本発明の成形体は、各種免疫学的検定用蛍光標識材として有用である。また、本発明の成形体の基底状態における色は、固定化するナノ粒子の種類、濃度により制御できるため、励起光源を必要としない標識材として有用である。

本発明によれば、色調制御された直径数十ナノから数十ミクロンのビーズを作製することができ、それらの表面を、例えば、抗体、DNA等で修飾することにより、各種免疫学的検定の標識材とすることができる。本発明による標識材は、発光安定性、操作性、色調自由度に関して、従来の標識材よりも優れているため、例えば、現在、国際的なスケールで研究されているゲノム及びプロテオーム解析のプラットフォーム技術として不可欠なフローサイトメトリー、遺伝子多型解析の感度、精度、効率を飛躍的に向上させることができる。また、本発明によれば、微量サンプル中の複数ターゲットの一次的標識、計測が可能である。更に、本発明による蛍光標識材で標識されたターゲットは、遠心分離等の簡便な方法で回収することができる。

10

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

近年、ゲノム情報科学が提案する新しい医薬と医療を実現するために、様々な生体関連情報を計測する技術が研究開発されている。例えば、個人の遺伝子レベルの差の解析（遺伝子多型解析）は、テーラーメイド医療の実現に大いに貢献する。また、遺伝子やその発現タンパクの機能の解析、及び上記に対する分子標的方法の開発は、癌やウイルス感染症の疾患のメカニズム解明、診断、治療法の開発に有用な指針を与える。しかるに、生体関連情報計測技術の多くは、特定の抗原、遺伝子やタンパク等を計測可能な状態にする標識技術に基づいており、計測精度は標識材の特性に影響を受ける。標識材は、適宜の蛍光色素を、ターゲットと特異的に結合する抗体や、遺伝子で修飾したものをを用いる。しかし、今日実用化されている有機系蛍光色素の発光は微弱であり、寿命が極めて短い。そのため、長期間安定に発光する標識材が求められている。

20

#### 【0003】

直径が数ナノメートルの半導体粒子や、直径がサブナノの金属粒子は、光励起により、粒径に応じた蛍光を発色することが知られているため、標識材として有望視されている。ナノ粒子は、個々の効果が微弱であったり、耐候性が乏しかったり、又はハンドリングの困難さ等の理由により、目的に応じた大きさに集積化される必要がある。上記問題を解決する方法として、ナノ粒子を酸化物やラテックスに固定化することが検討されている。

30

#### 【0004】

従来、所望の物質に酸化物を複合化する方法として、所望の物質の表面に酸化物を化学的に形成する方法が一般的に知られてる。例えば、塗布法、Sol-Gel法（例えば、非特許文献1参照）、化学的気相輸送法（例えば、非特許文献2参照）、自己組織化単分子膜法、ラングミュア・プロシエ法（例えば、非特許文献3参照）、スパッタ法（例えば、非特許文献4参照）、及びSol-Gel法とは別種の新しい化学反応による成膜法などが知られている。これらの内、まず塗布法は、非晶質あるいは結晶質の目的微粒子をバインダーと共に基体に塗布する方法である。Sol-Gel法は、金属アルコキシドのアルコール溶液を安定化剤を添加することにより部分的に加水分解した安定化金属酸化物ゾルを調製し、これをコーティング液としてディッピング、スピニングなどで基体表面に塗布し、乾燥により基体表面上で脱水重縮合反応を行わせ安定な非晶質皮膜を形成させる方法である。この方法では、必要に応じて、加熱焼成により上記非晶質膜を結晶質にする。

40

#### 【0005】

化学的気相輸送法は、反応容器内に固定した基体に対し、当該容器内に気化させた金属化合物を導入し、基体表面と当該基体との化学結合を利用して機体表面に金属酸化物膜を形成する方法である。このとき、基体を加熱することにより基体表面で結晶質層を形成する。自己組織化単分子膜法は、化学的気相輸送法に類似し、反応容器内に固定した基体に対

50

し、当該容器内に金属化合物を含む液層あるいは気相を導入し、基体表面に形成した単分子膜と金属との間の化学結合を利用して基体表面に金属酸化物膜を形成する方法である。ラングミュア・プロシエ法は、非晶質もしくは結晶質金属酸化物微粒子を懸濁した疎水性液体を静置した水上に展開し、その膜をディッピング等の手法により基体表面にすくい取ることによって膜を形成する方法である。

【0006】

スパッタ法は、高真空反応室内に整地した基体を加熱して基体表面の反応性を高めるとともに、反応室内にて加熱あるいはレーザー照射等の手法を用いて金属原子あるいは酸化金属錯体分子を蒸発させて、上記化学的気相輸送法と同様に、基体表面を非晶質酸化金属あるいは結晶質酸化金属により被覆する方法である。ラテックス中に固定化されたナノ粒子としては、Quantum Dot社の“Q bead (登録商標)”がよく知られている。

10

【0007】

しかし、上記塗布法により作製された膜の耐候性は、バインダーの耐候性に依存するという欠点がある。Sol-Gel法は、低温で比較的短時間に膜形成できる方法であるが、1)塗布用のゾル液の調整に時間がかかる、2)ゾル液の調製や塗布を大気中で行うことが難しい、及び、3)膜を形成する金属酸化物中に有機物が残存しやすい、等の問題がある。

【0008】

上記ラングミュア・プロシエ法は、基体表面が疎水性かつ平滑な表面であることが必要である。化学的気相輸送法、スパッタ法については、成膜の可能性が基体の耐熱性や表面特性に依存する。自己組織化単分子膜法は、基体の処理手順が煩雑であり、かつ汎用性に乏しい、という問題がある。ラテックスに固定化されたナノ粒子に関しては、耐候性や回収の容易さに関して問題が指摘されることがある。

20

【0009】

【非特許文献1】

J. Yu et al., Mater. Res. Bull. 36 (2001) 97-107

【非特許文献2】

G. A. Battiston et al., Tin Solid films 239 (1994) 186

30

【非特許文献3】

K. Ikegami et al., Jpn. J. Appl. Phys. 36 (1997) L883

【非特許文献4】

K. Takagi et al., J. Vac. Sci. Technol. A 19(6) (2001) 2931-2935

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

このような状況の中で、本発明者らは、上記従来技術に鑑みて、上記従来技術における諸問題を確実に解消することができる新しい酸化物とナノ粒子の複合化方法を、多角的な視点から検討し、開発することを目標として鋭意研究を積み重ねた結果、予め目的形状に成形したシリカもしくはチタニアゲルに、ナノ粒子を静電氣的、もしくは毛管凝集現象的に吸着、固定すること、更に、上記成形体表面にシリカもしくはチタニア被覆層を設けることにより所期の目的を達成し得ることを見出し、本発明を完成させるに至った。

40

すなわち、本発明は、ナノ粒子を固定化した酸化物成形体等の無機成形体及びその製造方法を提供することを目的とするものである。

また、本発明は、例えば、ナノ粒子を酸化物マトリックス及び外殻により、外界から遮断する方法を提供することを目的とするものである。

更に、本発明は、成形体及び被覆層の細孔径、表面電位、固定化するナノ粒子の種類、粒径、濃度及び固定化部位の組合せにより、成形体の色調を制御(コーディング)する方法

50

を提供することを目的とするものである。

【0011】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するための本発明は、以下の技術的手段から構成される。

(1) ナノ粒子を担持した成形体であって、

(a) ナノ粒子が、直径0.1から20nmである、

(b) 成形体が平均細孔径0.3~60nmである、

(c) 成形体が表面に被覆層を持つ場合がある、

(d) 上記ナノ粒子が成形体の細孔内もしくは表面に固定化されている、

(e) 上記成形体の基底状態における色調が制御されている、

ことを特徴とする成形体。

(2) ナノ粒子が、酸化亜鉛、硫化亜鉛、二酸化珪素、CdS、CdSe、CdTe、TiO<sub>2</sub>、Au、Ag、Ptの群から選択された1種、あるいは2種以上の混合物である、前記(1)記載の成形体。

(3) 成形体の成分の50%以上が、シリカゲル、チタニアゲルの群から選ばれた1種、あるいは2種以上の混合物である、前記(1)記載の成形体。

(4) シリコンアルコキシドもしくは金属アルコキシドの加水分解により生じるコロイドを、凝集、脱水重縮合させることにより成形体の表面に被覆層を1層以上形成した、前記(1)記載の成形体。

(5) 1層以上の被覆層にナノ粒子を固定化した前記(4)記載の成形体。

(6) 固定化するナノ粒子の、粒径、濃度、種類、固定化部位の組合せによって、成形体の基底状態における色調が制御(コーディング)された、前記(1)記載の成形体。

(7) 前記(1)から(3)のいずれかに記載の成形体を製造する方法であって、ナノ粒子を含む溶液もしくはスラリーと、ナノ粒子表面もしくはナノ粒子を被覆するサーファクタント末端と逆の表面電荷を持つ成形体を混合することにより、ナノ粒子を静電的に成形体の細孔内もしくは表面に固定化することを特徴とするナノ粒子を担持した成形体の製造方法。

(8) ナノ粒子を含む溶液もしくはスラリーと、上記成形体を混合することにより、成形体内にナノ粒子を毛管凝集現象的に固定化する、前記(7)記載の方法。

(9) 成形体及び被覆層の細孔径、表面電位により、固定化するナノ粒子の粒径、濃度を制御する、前記(7)記載の方法。

(10) 固定化するナノ粒子の、粒径、濃度、種類、固定化部位の組合せにより、成形体の色調を制御する、前記(7)記載の方法。

(11) 前記(1)から(6)のいずれかに記載の成形体を、90~500℃で加熱することを特徴とする無孔質成形体の製造方法。

(12) 前記(1)から(6)のいずれかに記載の成形体を用いた、免疫学的検定(immunoassay)用蛍光標識。

【0012】

【発明の実施の形態】

次に、本発明を更に詳細に説明する。

本発明者らは、上記従来技術の課題を解決するために、鋭意研究を重ねた結果、1)ゲル成形体の表面電位、細孔径に応じて吸着固定されるナノ粒子の種類、粒径及び濃度により、ゲル成形体の色調が制御できること、2)上記ナノ粒子固定化ゲル成形体を、ゲル被膜で被覆することにより、耐候性を改善することができること、3)上記被覆層を多層化し、その内1層以上にナノ粒子を固定化することにより、成形体の色調をコントロールできること、を見出した。本発明において、ゲル成形体とは、ゾル-ゲル法もしくはアルコキシド法により作製された、透明無機酸化物のことである。

【0013】

本発明は、ナノ粒子固定化により、酸化物、好ましくはシリカもしくはチタニアゲルの色調を制御するための方法であって、固定化されるナノ粒子が、直径0.1から20nmで

10

20

30

40

50

あることを特徴とするナノ粒子・酸化物複合体に係るものであり、更に、本発明は、耐候性に優れたナノ粒子集積体製造方法、に係るものである。

【0014】

本発明のゲル成形体は、例えば、チタンアルコキシドの加水分解により形成されたチタン酸コロイド粒子が、凝集、脱水重縮合することにより形成される。また、シリコンアルコキシドの加水分解により形成されたシリカのコロイド粒子が、凝集、脱水重縮合することにより形成される。上記ゲル成形体は、作製条件により、平均細孔径0.3~60nmの多孔体となるが、必要に応じて、90~500で加熱することにより、緻密体とすることができる。しかし、これらの製法は、これらの方法に制限されるものではない。

【0015】

上記ゲル成形体形状は、用途に応じて適宜の形状を持ちうる。球状成形体は、例えば、適宜の濃度に希釈されたシリコンアルコキシドを、純水中に滴下し、加水分解することにより得ることができる。また、板状成形体は、例えば、所望の大きさの容器に、目的板厚達成に必要なシリコンアルコキシドを充填し、緩徐に加水分解することによって得られる。しかし、これらの作製方法は、これらの方法に制限されるものではない。また、上記ゲル成形体として、市販のシリカゲル微粒子を使用することができる。このとき、平均細孔径10nm以下のものが、ナノ粒子吸着・固定の観点から好適であるが、適宜のシリカゲルを使用することができる。

【0016】

本発明においては、チタンアルコキシドとしては、チタンテトラメトキシド、チタンテトラエトキシド、チタンテトライソプロポキシド、及びチタンテトラブトキシドの群から選ばれた1種、あるいは2種以上の混合物が使用されるが、好ましくは、チタンテトラエトキシドあるいはチタンテトライソプロポキシドが使用される。また、シリコンアルコキシドとしては、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン(TEOS)、テトラブトキシシラン、テトラブトキシシランの群から選ばれた1種、あるいは2種以上の混合物が使用されるが、好ましくは、テトラエトキシシラン(TEOS)あるいはフェニルトリエトキシシラン(PTES)が使用される。

【0017】

溶媒としては、メタノール、エタノール、イソプロパノール、ブタノールの群から選ばれた1種、あるいは2種以上の混合物が使用されるが、好ましくは、エタノールあるいはイソプロパノールが使用される。その濃度範囲は、好適には、0.01~1.0mol/lであり、望ましくは、0.025~0.1mol/lである。上記金属アルコキシドを加水分解してコロイドを発生させるために、アルコキシドに対してモル比で1~100の範囲で水を溶媒に混合する。

【0018】

本発明において、ナノ粒子は、適宜の溶媒により溶液もしくはスラリーとして用いられる。溶媒は、好適には、トルエンもしくはエタノールを使用するが、適宜の溶媒を使用することができる。また、ナノ粒子の凝集を防ぐために、適宜のサーファクタントを用いることができる。サーファクタントとしては、好適には、アルカンチオールが例示されるが、適宜のサーファクタントを用いることができる。

【0019】

上記ナノ粒子溶液もしくはスラリーに、ゲル成形体を浸漬することによって、ナノ粒子がゲル成形体内部もしくは表面に吸着・固定化される。このとき、ゲル成形体とナノ粒子を、互いの表面電位が逆の関係になるように選択することによって、ナノ粒子を静電的にゲル成形体の内部もしくは表面に吸着固定することができる。また、ナノ粒子はゲル成形体の細孔が奏する毛管凝集現象によっても吸着される。ナノ粒子を固定化した成形体は帯色する。このときの色調は、成形体及び被覆層の細孔径、表面電位、複合化するナノ粒子の種類、粒径、濃度によって制御することができる。また、励起発光するナノ粒子が成形体に固定化されている場合、成形体はナノ粒子粒径に応じた励起発光色を呈する。

【0020】

10

20

30

40

50

上記成形体表面に、1層以上のゲル被覆層を設けることができる。ゲル被覆層は、アルコキシドの加水分解によるコロイド粒子が、上記成形体上に付着し、凝集、脱水重縮合することにより形成される。ゲル被覆層により、成形体に固定化されたナノ粒子を効果的に外界と遮断することができる。また、上記のように形成されたゲル被覆層は多孔質であるため、ゲル成形体の場合と同様に、ナノ粒子を吸着固定することができる。従って、コアとなるゲル成形体及び被覆層の細孔径、表面電位、固定化するナノ粒子の種類、粒径、濃度、及び励起発光特性を、それぞれ適宜組合せることにより、成形体の色調及び励起発光色を制御することができる(図1)。ナノ粒子で色調制御された成形体は、多孔質のままでもよいし、目的に応じて、加熱により緻密体としてもよい。

#### 【0021】

上記のとおり作製した成形体に光を照射すると、成形体からは、固定化したナノ粒子群の粒径、濃度を反映した色が混ざって観測される。上記の色調を、ナノ粒子の粒径、濃度により制御し、標識材とすることができる。また、上記成形体が発する光を分光すると、固定化したナノ粒子の粒径、濃度に応じたスペクトルが得られる(図2)。従って、上記成形体によれば、多くのターゲットを標識することが可能である(マルチカラー標識)。成形体表面を、例えば、ターゲットDNAと相補的配列のDNAで修飾することにより、多くのDNA配列を一次的に標識することができる(図3)。上記によれば、遺伝子多型解析を効率よく行うことができる。また、本発明の成形体表面を、特定細胞、タンパク等と結合する抗体で修飾したものは、例えば、マルチカラーフローサイトメトリーやセルソーター用の標識材として好適に用いることができる(図4)。

10

20

#### 【0022】

##### 【作用】

本発明は、ナノ粒子を成形体の細孔内もしくは表面に固定化したナノ粒子担持無機成形体及びその製造方法、であり、本発明により、ナノ粒子を酸化物成形体等の無機成形体中に固定化することができる。それにより、ナノ粒子を外界から遮断することができる。また、例えば、ナノ粒子を酸化物成形体に担持させることにより、酸化物成形体の色調及び励起発光色を制御することができる。それにより、それらの表面を、例えば、抗体、DNA等で修飾することにより、各種免疫学的検定用の標識として用いることができ、これらの技術分野へのナノテクノロジーの適用が可能となる。また、本発明によれば、溶液中に分散したナノ粒子を、例えば、酸化物との複合体として容易に回収することができる。

30

#### 【0023】

##### 【実施例】

次に、実施例に基づいて本発明を具体的に説明するが、本発明は、以下の実施例によって何ら限定されるものではない。

##### 実施例1

30mmolの塩化金酸水溶液30mlと臭化テトラオクチルアンモニウムのトルエン溶液(50mmol, 80ml)を混合し、攪拌することにより、塩化金酸イオンをトルエン相に抽出した。トルエン相を分離・抽出し、これにドデカンチオール0.201ml(0.842mmol)を加え、3時間攪拌した。この溶液にホウ酸水素ナトリウム水溶液(0.4mol/l, 25ml)を滴下し、3時間攪拌することにより金イオンを還元した。トルエン相を分離・抽出した後、溶液を約10mlまで濃縮し、エタノール400mlと混合した。この混合液を-18℃で保存することにより、金超微粒子を析出させた。生成した金超微粒子はトルエン-エタノール混合液から再結晶させることにより2回精製した。生成した粒子の金コアの直径は平均2.6nmであった。粒径分布の半値巾は約2nmであった。

40

#### 【0024】

上記金ナノ粒子結晶3mgを、50mlのトルエンに溶解し、金ナノ粒子溶液とした。TEOSとエタノールを1:8の割合で混合したものを、1N塩酸中に振動滴下し、7日間静置した。上記で得られたシリカ湿潤ゲルを100℃で乾燥することにより、平均粒径20µm、平均細孔径6.6nmのシリカ乾燥ゲルビーズとした(図5)。上記ビーズ5m

50

g を、金ナノ粒子溶液 10 ml に添加し、24 時間静置した (図 6)。その結果、金ナノ粒子をシリカゲルビーズ中に固定化することができた (図 7)。金ナノ粒子を固定化したシリカゲルビーズは、それぞれのビーズ固有の細孔径分布幅を反映した色調を呈した (図 8)。

#### 【0025】

##### 実施例 2

実施例 1 で作製した金ナノ粒子を固定化したシリカゲルビーズを、0.2 mol/l に調整した TEOS と混合し、12 時間 100 rpm で攪拌後、遠心分離により沈殿を回収した。上記沈殿を 60 で乾燥後、250 まで加熱することにより、シリカガラスで被覆された金ナノ粒子固定化シリカゲルビーズを得ることができた。

上記シリカガラス被覆部分は無色透明の多孔体であり、金ナノ粒子を固定化することができた。

#### 【0026】

##### 実施例 3

15 wt % の酸化亜鉛スラリー (媒質: エタノール、酸化亜鉛平均粒径 60 nm) 中に、ゾル-ゲル法により作製したシリカゲル板 (20 mm × 厚さ 5 mm、平均細孔径 150 nm) を 24 時間浸漬し、シリカゲル表面に酸化亜鉛ナノ粒子を固定化することができた。酸化亜鉛を固定化したシリカゲルは、酸化亜鉛濃度を反映した乳白色を呈した。

#### 【0027】

##### 【発明の効果】

以上詳述したように、本発明は、ナノ粒子を固定化した無機成形体及びその製造方法に係るものであり、本発明により、以下のような格別の作用効果が奏される。

(1) ナノ粒子を酸化物成形体等の無機成形体中に固定化することができる。

(2) ナノ粒子を外界から遮断することができる。

(3) ナノ粒子により、酸化物成形体等の無機成形体の色調及び励起発光色を制御することができる。

(4) それらの表面を、例えば、抗体、DNA 等で修飾することにより、各種免疫学的検定用の標識として用いることができる。

(5) 溶液中に分散したナノ粒子を、酸化物との複合体として容易に回収することができる。

(6) 本発明のナノテクノロジーを用いることにより、例えば、ゲノム及びプロテオーム解析のプラットフォーム技術として不可欠なフローサイトメトリー、遺伝子多型解析の感度、精度、効率を飛躍的に向上させることができる。

##### 【図面の簡単な説明】

【図 1】図 1 は、適宜の場所に異なるナノ粒子を固定化した、多重被覆層付きゲル成形体の模式図を示す。

【図 2】図 2 は、異なる粒径、濃度のナノ粒子群でコーティングされた成形体が呈するスペクトルの模式図を示す。

【図 3】図 3 は、本発明成形体により、多くの DNA 配列を一期的に標識した状態の模式図を示す。

【図 4】図 4 は、特定細胞と結合する抗体で修飾した成形体が、細胞表面の抗原と結合した状態の模式図を示す。

【図 5】図 5 は、平均細孔径が 6.6 nm である市販のシリカゲルビーズを示す。

【図 6】図 6 は、金ナノ粒子溶液と混合したシリカゲルビーズを示す。

【図 7】図 7 は、24 時間静置後の、金ナノ粒子溶液と混合したシリカゲルビーズを示す。

【図 8】図 8 は、金ナノ粒子を固定化したシリカゲルビーズが呈する色を示す。

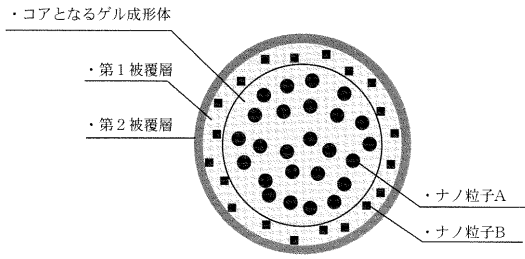
10

20

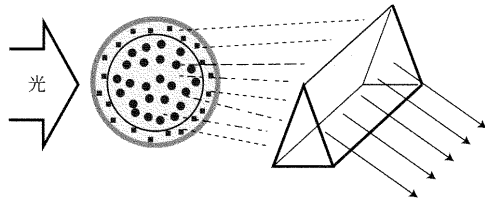
30

40

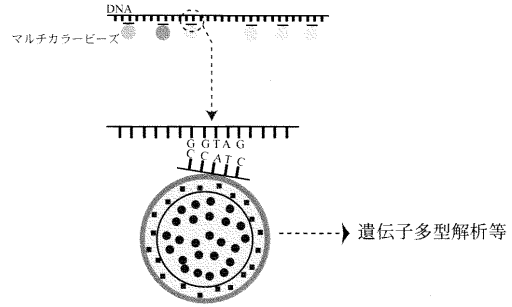
【 図 1 】



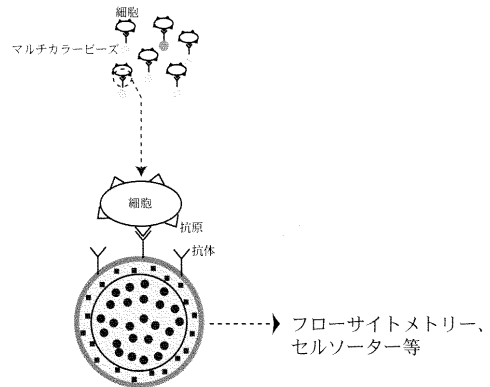
【 図 2 】



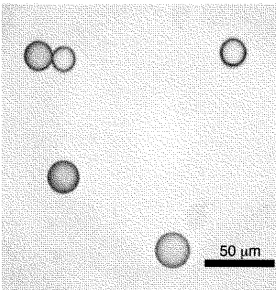
【 図 3 】



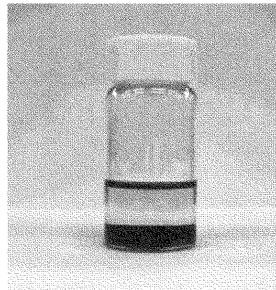
【 図 4 】



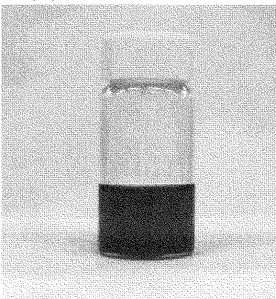
【 図 5 】



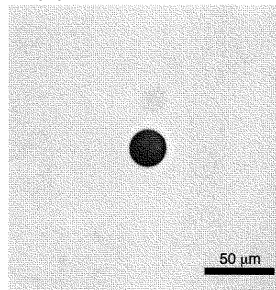
【 図 7 】



【 図 6 】



【 図 8 】



---

フロントページの続き

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

G 0 1 N 33/543

G 0 1 N 33/551

F I

G 0 1 N 33/543 5 2 5 C

G 0 1 N 33/543 5 2 5 U

G 0 1 N 33/551

テーマコード(参考)

专利名称(译)	用纳米颗粒修饰的无机模塑制品及其制备方法		
公开(公告)号	<a href="#">JP2004352542A</a>	公开(公告)日	2004-12-16
申请号	JP2003150695	申请日	2003-05-28
申请(专利权)人(译)	先进工业科学和技术研究院		
[标]发明人	寺岡啓 多井豊		
发明人	寺岡 啓 多井 豊		
IPC分类号	G01N33/533 B82B1/00 B82B3/00 C01B33/159 G01N21/78 G01N33/543 G01N33/551		
FI分类号	C01B33/159 B82B1/00 B82B3/00 G01N21/78.C G01N33/533 G01N33/543.525.C G01N33/543.525.U G01N33/551 B82Y15/00 B82Y30/00 B82Y40/00		
F-TERM分类号	2G054/AB04 2G054/CA22 4G072/AA38 4G072/AA41 4G072/BB05 4G072/CC10 4G072/GG02 4G072/GG03 4G072/HH19 4G072/HH30 4G072/JJ09 4G072/JJ26 4G072/JJ50 4G072/QQ09		
其他公开文献	JP4009722B2		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>		

摘要(译)

解决的问题：提供一种装饰有纳米粒子的无机成型品及其制造方法。 解决方案：带有纳米颗粒的模塑产品，（1）纳米颗粒的直径为0.1到20 nm，（2）模塑产品的平均孔径为0.3到60 nm，以及（3）模塑产品。表面上可能有涂层；（4）将纳米颗粒固定在模制体的孔或表面中；（5）控制处于基态的模制体的色调；以及一种用于制造上述模制品的方法，其包括含有纳米颗粒的溶液或浆液，以及具有与纳米颗粒的表面相反的表面电荷或表面活性剂端涂层纳米颗粒的模制品。一种制备携带纳米颗粒的模制体的方法，其中通过混合将纳米颗粒静电固定在模制体的孔中或表面上。 [选型图]图1

