

## (19)대한민국특허청(KR) (12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.<sup>6</sup>

B22F 1/00

B01J 2/30

B22F 9/12

B23K 35/02

(45) 공고일자

2005년11월22일

(11) 등록번호

10-0508698

(24) 등록일자

2005년08월08일

(21) 출원번호 10-1998-0707140

(22) 출원일자 1998년09월10일

번역문 제출일자 1998년09월10일

(86) 국제출원번호 PCT/US1997/003337

국제출원일자 1997년03월03일

(65) 공개번호 10-1999-0087676

(43) 공개일자 1999년12월27일

(87) 국제공개번호 WO 1997/33713

국제공개일자 1997년09월18일

(81) 지정국

국내특허 : 아일랜드, 알바니아, 오스트레일리아, 보스니아 헤르체고비나, 바르바도스, 불가리아, 브라질, 캐나다, 중국, 쿠바, 체코, 에스토니아, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬랜드,

AP ARIPO특허 : 케냐, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 우간다, 가나,

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 오스트리아, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 핀란드, 영국,

(30) 우선권주장 08/614,020 1996년03월12일 미국(US)

(73) 특허권자 테클 버한  
미국 델라웨어 19802-1126 월밍튼 테리코트 30

(72) 발명자 테클 버한  
미국 델라웨어 19802-1126 월밍튼 테리코트 30

(74) 대리인 백남훈

심사관 : 김완수

(54) 초미세및미세입자의분리방법과결과된입자

### 요약

입자를 분리시켜 제조하는 방법은 고도로 분산된 콜로이드 현탁액에 캡슐화제와 함께 적어도 충분히 캡슐화하고자 하는 입자를 투입하는 과정과 이러한 현탁액으로부터 독립(independent) 및 분리(discrete)된 캡슐화된 입자를 분리하는 과정을 포함한다. 또한, 독립 및 분리된 입자는 적어도 충분히 캡슐화제와 함께 캡슐화된다.

## 명세서

### 기술분야

본 발명은 초미세 및 미세 입자와 이러한 입자의 제조 및 분리방법에 관한 것이다.

### 배경기술

초미세 입자는 직경이 대략 100nm 이하인 것으로 정의된다. 이러한 입자는 통상적인 분말보다 작으나, 전형적인 원자 집단보다는 크다. 초미세 입자는 세라믹과 금속 구조의 형성, 전도성 유로 및/또는 전자 장치와 촉매의 제조에서 전도성 층에 이용되는 것을 포함하여 이들의 수많은 적용들로 인해서 큰 관심을 불러일으켰다. 예를 들면, 세라믹과 금속 부품을 형성하는 초미세 입자의 사용은 작고 거칠은 크기가 결과된다. 따라서, 최적의 물리적인 고유성(예를 들면, 경도 및 연성)을 갖는 부품을 제공할 수 있다. 또한, 전자장치의 사용시 작은 입자는 더욱 미세한 전도성 유로를 제공한다. 초미세 입자를 생산하는데 사용된 과정에서의 변화는 보다 큰, 이른바 100 내지 1500nm의 직경을 갖는 "미세" 입자를 제공한다. 많은 적용에서 초미세 입자는 요구되고, 미세 입자 역시 동일하게 유용하다.

그러나, 보다 크고, 덜 유용한 입자들로 이루어진 실험적인 덩어리의 생성 없이 초미세 및 미세 입자 분말을 얻는다는 것은 어렵다. 따라서, 상기에서 설명한 기술에서는 상기와 같은 덩어리짐을 억제하기 위하여 액체 현탁액에서 초미세 및 미세 입자를 분리하여 왔다.

예를 들면, 미국특허 제 4,872,905 호에서는 스퍼터링 공정 및 액체 기질을 이용하여 입자를 얻는 방법이 개시되었다. 가열된 액체 오일의 목표전극충돌기체로부터 생성된 상기 금속 분말은 액체오일에 의해 덮인 다음, 포집된다. 적절한 최종 제품을 얻기 위해서 복합 재생공정이 요구된다. 상세하게는, 상기 액체는 케로젠 및 아세톤과 같은 두 개의 용매에 혼합되어 오일을 얇게하고 콜로이드 현탁액을 형성한다.

상기 아세톤(또는 그 외의 용매와 상기 오일보다 낮은 끓는점을 갖는 비교가능한 용매)는 용액을 가열하므로 제거되고, 그리고 나서 오일이 덮여진 입자들은 용액에 정착된다. 상기 분리 공정은 4회에 걸쳐서 수행될 수 있다. 더 나아가서, 상기 입자들을 사용하기에 앞서, 덮여진 오일은 예를 들면, 디옥산과 같은 용매에 상기 입자들을 세척함으로써, 제거되어야 한다. 일단 오일이 제거된 다음에는 상기 입자들은 덩어리화되는 소지가 있다. 따라서, 상기 기술의 방법을 수행하는 동안에는 덩어리짐 없이 초미세 및 미세 입자를 저장해야 할 필요가 있기 때문에 입자들의 실제적인 사용을 촉진하는 상태에서 입자들을 분리된 입자들을 제공하는 방법을 제공하지 못하는 문제가 있다.

또다른 초미세 및 미세 입자를 다루는 기술로 미국특허 제 4,877,647 호에서는 금속 입자의 콜로이드 현탁액을 얻는 방법을 개시하였다. 진공상에서 기화된 금속은 용매에 의하여 포집되어 가스 또는 액체상태로 존재한다. 통상적으로 외부 냉각기를 사용하고, 상기 외부 냉각기를 통해서 상기 포집된 금속 원자 및 원자 집단을 포함하는 상기 용매는 기화 용기의 내부에서 냉각된다. 상기 냉각된 매트릭스는 천천히 상기 용기에서 가열되어 용매안에서 금속 입자의 콜로이드 현탁액을 형성한다.

그러나, 현탁액을 얻는데 과량의 용매를 필요로 하나, 적어도 30 ~ 1,000 중량부의 용매를 필요로 한다. 바람직한 금속의 적정량은 0.02 ~ 0.09몰의 범위를 갖는다. 상기 범위에 있어서, 상기 금속 입자는 덩어리화되고 침전된다. 따라서, 미국특허 제 4,877,647 호에 따른 초미세 및 미세 입자는 많은 적용에서 사용하기가 어렵다. 그 이유는 요구되는 많은 양의 용매로부터 개별적, 그리고 명확히 이용될 수 없기 때문이고, 더 나아가서, 용매의 양 감소는 덩어리를 야기시켜서 바람직하지 않기 때문이다. 그 때문에 상기 입자의 상용성을 방해한다.

따라서, 취급을 편리하게하고, 잠재적인 사용을 최대화하는 상태에 있으면서 서로 분리된 초미세 및 미세 입자의 제조방법을 요구한다.

### 발명의 상세한 설명

본 발명은 입자를 분리하는 방법에 관한 것이다. 상기 방법은 캡슐화제를 함유하는 고도로 분산된 콜로이드 현탁액중에 존재하는 입자를 적어도 충분히 캡슐화하는 과정을 포함한다. 즉, 캡슐화된 입자는 현탁액으로부터 분리되어 독립(independent) 및 분리(discrete)되어 남는다.

본 발명은 또한 유기용매에 적어도 하나의 금속의 초미세 입자가 고도로 분산된 콜로이드 현탁액을 제조하고, 상기 현탁액에 캡슐화제에 의해 충분히 캡슐화하고자 하는 초미세 입자와 캡슐화제를 첨가하는 과정, 그리고 상기 현탁액으로부터 캡슐화된 입자를 분리하는 과정을 포함하는 초미세 입자를 분리하는 방법에 관한 것이다.

본 발명을 더욱 상세히 하면, 캡슐화제로 인하여 충분히 캡슐화된 독립 및 분리된 초미세 및 미세 입자에 관한 것이다. 여기서, 상기 캡슐화제는 아민, 에테르, 티올, 설파이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미늄에이트, 카르복실레이트, 설펜에이트, 설펜에이트, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 적어도 하나의 화합물이다. 상기 입자들은 독립적이고, 별개로 존재한다.

상기한 일반적인 설명과 다음의 상세한 설명은 실시예를 통해서 보다 자세히 설명될 수 있으며, 이는 특허청구범위와 같이 본 발명의 상세한 설명에 기인된다.

본 발명의 방법은 금속 원소, 비금속 원소, 무기 화합물 및 유기 화합물의 입자에 적용가능하고, 이들 입자는 고도로 분산된 콜로이드 현탁액을 형성할 수 있다.

고체 원소와 기체 상태에서 원자 및 집단종을 형성할 수 있는 예를 들면 붕소, 탄소, 실리콘 및 메인 그룹 금속(main group metals), 예를 들면 알루미늄, 베릴륨, 마그네슘 등은 콜로이드 현탁액을 형성하는 적절한 매체에서 조절된 방식으로 입자를 형성할 수 있다.

무기 고체 화합물, 예를 들면 메탈 옥사이드, 설파이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드 및 다른 할라이드 유도체는 적절한 매체에서 콜로이드 입자를 형성하는 것이 알려져 있다. 이와 마찬가지로, 다른 무기 화합물, 예를 들면 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드는 조절된 방식으로 초미세 입자를 형성한다. 2원, 3원 및 4원 금속 합금, 이와 유사한 것, 및 금속간 화합물 또한 적절한 방법 및 조건을 사용하여 초미세 입자를 형성한다. 다양한 방법에 의해 제조되는 유기 및 무기 안료는 적절한 매체에 잘 분산시키고 요구되는 입자 크기 및 크기 분포에서 제조하기 위해 다량의 물리적이고 혁신적인 노력을 요구한다. 분리된 입자와 같은 물질을 유지하는 능력은 이의 제조방법의 능력을 높이고 이들의 기능적인 물성을 향상시킨다.

본 발명의 구체화된 하나의 예에 따른 분리된 입자를 제조하는 초기 단계는 유기 용매에서 고도로 분산된 금속 입자의 콜로이드 현탁액의 형성이다. 이러한 현탁액을 제조하는 한 방법은 미국특허 제 4,877,647 호에 개시되어 있다.

현탁액은 금속 원자 및 원자 집단(cluster)를 얻기 위하여 금속 또는 금속화합물(metals)을 기화시켜 제조한다. 금속 또는 금속화합물(metals)은 바람직하게는 21 ~ 32, 39 ~ 50 및/또는 72 ~ 82의 원자번호를 갖는다. 금속 원자 및 원자 집단은 유기 용매 기체에서 기화된 상태로 포집된다. 용매 기체에 포함된 원자 및 원자 집단은 냉동되거나 또는 충분한 냉동에 의하여 매트릭스를 형성한다. 매트릭스는 포집된 금속 원자 및 원자 집단의 침전없이 실온으로 점진적으로 승온된다.

상기에서 나열된 모든 금속을 사용할 수 있고, 초미세 입자를 형성하는 보다 좋은 금속으로는 코발트, 니켈, 구리, 팔라듐, 은, 백금, 금, 주석, 납 및 이들의 혼합물이다.

이러한 방법에서, 금속(metal) 또는 금속화합물(metals)은 바람직하게는 냉동 및 충분히 냉동된 매트릭스를 제조하기 위하여 기체 또는 액체 상태의 유기 용매하에서 동시에 농축된 금속 원자 및 원자 집단의 결과물과 진공하에서 기화시킨다. 진공은  $10^{-2}$  torr 이하의, 바람직하기로는  $10^{-4}$  torr 이하로 사용된다. 금속 원자 및 금속 집단을 농축 및 냉동하는데 매우 차가운 표면이 필요하고, 용매는 고체 매트릭스를 형성해야 하기 때문에 냉각된 액체 질소를 사용하여 비어있는 챔버의 내부에서 매트릭스를 냉동한다. 바람직하기로는 금속 원자 및 원자 집단의 매트릭스와 용매 기체를 냉동시킨다. 이는 냉동된 또는 고체 매트릭스를 수반하는 과정은 조절하기 쉽고, 부분적으로 냉동된 매트릭스를 수반하는 과정에 비하여 더 나은 결과로 제조할 수 있기 때문이다.

고체 매트릭스를 바람직하게는 서서히 예를 들면, 1 ~ 4시간을 주기로하여 실온으로 승온하여 현탁액을 얻는다. 다른 방법으로는, 어는점의 15°C 이내로 냉각된 부가적인 용매를 냉동 매트릭스에 첨가하거나 또는 냉동 매트릭스를 용기에 포함된 냉각 용매와 유사하게 전환한다. 이러한 냉동 매트릭스를 전환하거나 또는 용매를 첨가하는 동안에 용매를 격렬하게 교반하는 것이 바람직하다. 이 교반은 냉동 매트릭스를 가운시키고 원자 집단화 과정을 조절하는데 도움을 준다. 그것에 의하여 얻고자 하는 크기의 입자를 얻을 수 있다. 이 교반은 또한 요구되는 용매의 함량을 최소화할 수 있다.

현탁액의 제조에 바람직한 장치는 진공 펌프와 연결된 로타리 또는 스테틱 반응장치를 포함한다. 반응장치는 금속(metal) 또는 금속화합물(metals)을 사용하여 기화시킬 수 있는 저항 열원이 구비된 플라스크로 구성된다. 전자총 또는 이와 유사한 것을 저항 열원 대신에 사용할 수 있다. 더욱이, 반응장치에는 하나 또는 그 이상의 기화원이 구비될 수도 있다. 플라스크내로 용매의 도입이 제공되는데, 바람직하기로는 용매를 플라스크 벽으로 직접 투입하여 매트릭스의 형성을 촉진시킨다. 외부의 냉각 장치는 바람직하기로 기화 금속 및 플라스크 벽의 용매를 냉동하고 농축하는데 제공된다.

용매의 최종적으로 금속의 적은 충전량에서 금속은 0가의 용해된 원자 또는 작은 원자 집단으로 존재한다. 용해 현상은 원자 또는 원자 집단과 용매와의 강한 상호작용에 기인됨을 특징으로 하고, 금속에서 용매 분자 또는 역으로의 전자 이동이 결과된다. 이 전자 이동은 전하가 현탁액에 안정화하는데 위치되도록 이루어진다.

고도의 충전량에서 일시적 용해된 금속 원자 또는 원자 집단은 형성된 큰 집단에 의하여 열역학적 평형을 찾고, 그럼으로써 경계면의 자유에너지를 최소화할 수 있다. 초미세 또는 미세 입자의 형성하도록 하는 것은 집단화하는 양에 의존한다. 이러한 현상은 금속-용매 결합, 용매 흐름율, 농도, 온도 및 금속의 기화율의 선택을 고도로 조절하는데 있다. 이러한 변수의 선택은 요구되는 크기의 입자의 형성에 최적의 결과를 가져올 수 있다. 입자는 고도의 안정화를 특징으로 하는 콜로이드 현탁액에 고도로 분산되는 방법에 의하여 제조된다. "안정한" 콜로이드 현탁액은 침전, 덩어리짐 또는 분리된 입자의 크기 변화가 없이 몇 일, 몇 주 또는 몇 달 동안에 매체에 고르게 분포되어 남아 있는 콜로이드 입자의 분산으로 정의된다. 용매는 금속 입자가 다른 입자와 상호작용 또는 결합하는 것을 방지하고, 현탁액에서 일부 한 쌍의 용매-금속은 대기 조건에서 매우 안정하게 남는다.

여기서 사용되는 "용매"는 통상적으로 종래에 용매로 사용되는 유기 액체를 포함하고, 상기에서 설명한 콜로이드 현탁액을 형성할 수 있는 것이다. 극성 유기 용매는 비극성 용매와 비교하여 금속 원자 또는 원자 집단의 더 좋은 결합성 또는 용해성을 기인하는데 좋으나, 어떠한 용매라도 요구되는 콜로이드 현탁액을 형성할 수 있으면 적절하다. 바람직하기로는 용매에 있어서 유전 상수의 범위는 약 10 ~ 55 정도가 좋다. 적절한 용매는 케톤, 알코올, 에테르 및 이와 유사한 것을 포함한다. 그 예로는 아세톤, 메틸 에틸 케톤, 에탄올, 프로판올, 디메틸포름아미드, 트리에틸아민, 벤즈알데히드, 아세트알데히드, 테트라하이드로푸란, 디메틸 설폭사이드 및 이와 유사한 것을 포함하나 이에 한정되는 것은 아니다. 금속 원자의 경우에, 용매는 반응기 챔버에서의 농축 조건, 예를 들면 용매의 어는점의 25℃ 이내로 원자와 충분히 비반응성을 갖는다.

용매에서 금속의 원자 집단 및 기화된 원자로부터 금속 입자의 콜로이드 현탁액을 제조하는 유사한 방법은 비금속 원소, 유기 화합물 및 무기 화합물 입자의 현탁액을 형성하는 모든 방법과 같이 본 발명에서 적절하게 사용되는 것과 동일하다. 이러한 현탁액의 예로는 하이드로졸, 유기 콜로이드 및 에어로졸을 포함하나 이에 한정되는 것은 아니다. 콜로이드 현탁액을 형성하는 이러한 모든 통상적인 방법은 과량의 용매를 필요로 하고, 상세하게는 하이드로졸 및 유기 콜로이드계에서 회수 가능하고 쓸 수 있는 입자의 양에 관련된다. 요구되는 대량의 용매는 실제 사용에서 입자의 유용을 제한하는지 불확실하다.

본 발명에 따르면, 캡슐화제는 입자가 고도로 분산된 콜로이드 현탁액에 첨가되고 입자와 이온 또는 공유 결합을 형성하거나 입자의 표면에 흡수되어서 입자를 캡슐화한다. 여기서 사용되는 "캡슐화제"는 캡슐화제의 분자가 입자를 코팅하거나 또는 커버하는 예를 들면, 캡슐화제의 분자는 적어도 입자의 일부분을 커버하거나 입자 주변의 외장 또는 단층 코팅을 형성하는 열역학적인 추진 과정을 의미한다. 바람직하게는 입자의 전체 표면은 캡슐화되는 것이다. 최적의 효과적인 코팅은 직접적인 입자-입자의 상호작용을 방지하고, 그럼으로써 입자의 덩어리를 방지할 수 있다. (a) 2개 또는 그 이상의 입자에 캡슐화제의 단일 분자의 흡수, 그리고 (b) 분리된 입자에 흡수된 캡슐화제와의 약한 상호작용에 따른 구체적인 예는 캡슐화된 입자의 대다수 사이에서 약한 연결에 기인한다. 결과되는 상호작용은 캡슐화된 입자가 성장하는 네트워크와 같은 3차원적인 네트워크를 창출하고, 네트워크된 입자는 응집되기 시작한다. 입자는 캡슐화에 기인되기는 하지만 이러한 응집 과정을 거쳐 독립(independent) 및 분리(discrete)되어 남는다. 바람직하게는 현탁액의 침전물이 가라앉음으로 재료의 회수가 쉬워진다. 현탁액의 침전물을 가라앉힌 다음, 재료는 간단한 흔들기에 의해서 쉽게 재분산된다. 현탁액에서의 분리에서 입자는 대기 조건에서 실제의 분리와 같이 캡슐화되어 남는다. 그러나, 좀더 농축되고 유용한 형태로 가능하게 된다.

캡슐화제는 아민, 에테르, 티올, 설파이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미늄에이트, 카르복실레이트, 설페이트, 설포네이트, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이러한 화합물의 유도체 중에서 선택된 하나 또는 그 이상이다. 이러한 재료중 아민, 에테르, 티올, 설파이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올 또는 이들의 유도체는 바람직하게는 금속 입자에 사용되고, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미늄에이트, 카르복실레이트, 설페이트, 설포네이트, 암모늄염 또는 이들의 유도체는 바람직하게는 비금속 입자에

사용되며, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 또는 이들의 유도체는 금속 및 일부 비금속에 적절하나 바람직하게는 금속이다. 적절한 캡슐화제는 입자와 용매의 특징을 기초로 하는 상기 기술에서 설명된 하나를 선택할 수 있다.

바람직하게는 금속 입자용 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸설폭사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸포름아미드, 1-(2-시아노에틸)피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토피린, 1-클로로벤조트리아졸, 2,4,6-트리알릴옥시-1,3,5-트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 하나 또는 그 이상이다. 상세하게는 금속 입자용 바람직한 화합물은 말론산, 올레산, 1,2,6-헥산트리올 및 트리에탄올아민이다.

알칸티올, 디알킬설퍼아이드, 디알킬디설퍼아이드, 알코올, 아민 및 카르복실산과 같이 스스로 모인 단층으로 알려진 단층 형성 화합물은 금속과 비금속 입자용 캡슐화제로 유용하다. 바람직하게는 이러한 그룹의 화합물은 운데칸티올 및 디운데실 디설퍼아이드이다.

하이드록시화된 표면을 갖는 실리카, 실리콘, 알루미나 및 이와 유사한 비금속 입자용 캡슐화제는 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트 및 지르코알루미네이트와 같은 커플링제를 포함한다. 바람직하게는 이러한 형의 캡슐화제는 트리메틸에톡시실란, 이소프로필트리이소스테아로일티타네이트 및 네오알콕시트리스네오데카노일 지르코네이트이다.

양극성형의 캡슐화제, 예를 들면 카르복실레이트, 설페이트, 설포네이트 및 암모늄염과 같은 표면활성제는 비금속용 캡슐화제로 유용하다. 바람직하기로는 양극성형 캡슐화제는 소듐 스테아레이트, 소듐 세틸 설페이트, 소듐 디이소프로필 나프탈렌 설포네이트 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드이다.

캡슐화제는 현탁액에 첨가되기 전에 용매와 혼합 또는 이와 유사하게 캡슐화제는 현탁액에 부가적인 용매와 함께 첨가될 수 있다.

일정한 현탁액에 첨가되는 캡슐화제의 함량은 약 4 내지 8개로 나누어진 현탁액의 샘플에 대한 "적정(titration)"에 의하여 결정된다. 각각의 현탁액 샘플에 함량이 점점 증가되는 캡슐화제를 단독이든지 용액 상태이든지 첨가한다. 1 ~ 6시간 후에, 분리된 캡슐화된 입자를 포함하는 첫 번째 "침전물" 층과 초기 현탁액의 맑은 상태에서 색조를 띠게 되는 범위를 갖는 두 번째 층이 형성된다. 가장 적은 함량의 캡슐화제가 첨가된 맑은 두 번째 층을 갖는 샘플은 현탁액에 캡슐화제가 어느 정도 첨가되었는지 결정하는데 사용된다. 이론적으로 이 함량은 현탁액의 모든 입자에 대해 표면 범위를 완료하는데 필요한 최소의 함량이다. 사실상 함량은 요구되고 더 나아가서 입자와 캡슐화되는 것 사이의 상호작용의 종류 및 현탁액에 존재하는 모든 입자의 모든 표면 영역에 의존한다. 에어로졸계에서 원래의 캡슐화는 조절하기 어렵고, 분리된 입자를 제조하고 유지하는데 충분히 효과적이지 않다.

분리되어 캡슐화된 입자를 포함하는 응집물은 맑은 용매층을 가만히 따르거나 분별 깔대기 또는 유사한 장치를 이용하여 입자를 포함하는 낮은 층을 분리하는 방법과 같은 통상적인 방법에 의하여 현탁액의 용매로부터 분리될 수 있다. 회수된 입자는 계속 캡슐화를 유지하고, 이와 함께 초과된 캡슐화제 및 잔여 용매가 소량으로 남는다. 회수된 입자는 "잉크" 상태를 가진다. "잉크"는 독립적 및 분리되어 남은 개별적인 입자가 초미세 또는 미세 입자의 형태로 보다 유용하도록 농축되어 구성된다. 이 "잉크" 형에서 입자는 밀폐된 공간의 대기 조건에서 매우 분리된 형태로 남고, 개방된 대기하에서 처리된다. "잉크"내의 과량의 캡슐화제 및 용매는 질소 가스를 흐르게 하거나 종래에 알려진 방법에 의한 용매의 증발에 따라서 감소될 수 있다.

본 발명에서는 좁은 입자 크기 분포를 갖는 입자가 결과되어 분리된 초미세 입자의 보다 농축되고 유용한 형태를 제공한다. 이는 조절된 원자 집산화 및 용해된 금속 원자 또는 원자 집단이 계면의 자유에너지를 최소화하도록 커다란 집단의 형성에 의한 열적 평형을 갖는 현상 뿐만 아니라 수반된 핵형성 과정에 기인된다. 안정도는 입자-입자의 상호작용을 최소화하는 캡슐화에 의하여 주어지고 그림으로써 덩어리진다. 일반적으로 본 발명에 따라 형성되는 초미세 입자는 평균 직경이 20 ~ 70nm의 범위를 가지며, 특정 금속 또는 금속들의 사용 및 주어진 조건에 의존한다. 조건의 조절에 의해 제조되는 커다란 "미세" 입자는 직경이 100 내지 1,500nm의 범위를 갖는다.

본 발명에 따라 제조된 농축되고, 캡슐화되고, 분리된 입자는 다양한 응용에 사용될 수 있다. 기질을 코팅하기 위하여 입자를 사용할 경우, 용제와 같은 첨가제 뿐만 아니라 표면처리기술의 변화는 기질에의 코팅 유지를 향상시킬 수 있다. 적절한 기질은 세라믹, 금속, 유리, 폴리머 필름 및 다양한 섬유를 포함한다. "잉크" 입자는 전자 성분의 부착과 같은 금속 접합물의 적용에 사용될 수 있다. "잉크"를 통상의 코팅 또는 금속 접합 조건에서 코팅하거나 금속 접합하는 경우, 캡슐화제는

일반적으로 입자에서 증발되거나 또는 씻겨 없어질 수 있는 액상을 형성하여 반응한 초미세 입자에서 제거되어 연속적인 층 또는 코팅을 형성한다. 또한, 섬유는 예를 들면 Kevlar™, Nylon™ 및 천연섬유를 본 발명의 금속 입자 "잉크"에 침지시켜 전도도를 분배한다. 그외에 금속 입자 "잉크"는 합금 페이스트와 합금 잉크 또는 다른 금속 잉크를 형성하는데 사용되기도 한다. 본 발명의 금속 입자는 요구되는 세라믹, 금속 및 금속/세라믹 복합물의 거칠은 구조를 얻는데 사용된다. 특히, 종래에서 설명된 알려진 하나의 기술에서 형성 및 처리 조건의 조작은 다양하고 강도 및 연성과 같은 물성을 최적화한 거칠은 구조를 얻는데 사용된다. 종래에서 이러한 기술로보아 다른 것의 사용도 분명하다.

본 발명은 전형적인 것을 의도하는 다음 실시예에 의하여 명백해질 것이다. 다음의 실시예에서 모든 부와 %는 중량부와 중량%를 의미한다. 알코올을 제외한 용매는 리튬 알루미늄 하이드라이드(예를 들면, 베이커 P404-05)에 의하여 건조된다. 낮은 수분을 함유하는 알코올은 리튬 하이드라이드(알드리치 20, 104-9)에 의하여 건조된다. 테트라하이드로푸란과 같은 퍼옥사이드를 함유하는 것으로 생각되는 용매는 제1염화구리로 처리하여 퍼옥사이드를 제거하고 리튬 알루미늄 하이드라이드로 건조한다. 건조 후, 용매는 감압증류하고 완전히 탈기하고 특정 용매 용기에 저장한다.

## 실시예

### 실시예 1 : 금속 입자 현탁액의 제조

매우 두껍고 그라운드가 평평한 플랜지와 함께 3ℓ 원통형 중벽 반응 플라스크와 5개구를 갖는 플라스크 마개로 구성되는 반응기 장치는 안전하게 클램프로 죄었다. 플라스크를 세 개의 그라운드 유리 조인트를 갖는 중간 조인트를 통하여 진공계에 연결하였다. 첫 번째 그라운드 조인트를 플라스크의 바닥에 있는 콜로이드 현탁액을 회수하는데 사용되는 모세관 로드와 함께 테플론(Teflon™) 니들 밸브를 갖는 제품 용기에 연결하는데 사용하였고, 세 번째 그라운드 조인트를 페니-헤드 조인트에 밀봉하였다. 남은 2개구에서 그라운드 조인트의 다른 쪽을 o-링 조인트에 설치하였다. 두 전극을 이러한 개구에 삽입하였고, 저항성을 갖는 알루미늄이 코팅된 가열 텅스텐 도가니(실바니아 GTE 에미시브 프로덕츠 038314)를 전극에 첨부하였다. 이 시스템에서 도가니에 충전된 금속을 기화시킨 다음, 이온 게이지로  $1.0 \times 10^{-6}$  torr로 읽어 얻어질 때까지 비웠다. 반응기 및 주 매니폴드(main manifold)를 분리시키고 용매 용기를 열어 용매를 기체 상태로 반응기로 주입하였다. 충분한 용매를 반응기의 벽에 침전시킨 다음, 도가니를 가열하여 금속 기체용으로 적절한 용매 매트릭스에서 제어할 수 있는 속도로 금속을 기화시켰다. 금속 원자 및 작은 원자 집단으로부터 제조되는 금속 기체는 이러한 형으로 매트릭스에 포집된다. 금속을 충분히 기화시킨 다음, 반응기를 분리하고 약 2시간동안 기화시킨 듀어(Dewar)에서 액체 질소로 냉동된 매트릭스를 서서히 승온하였다. 승온하는 중에, 입자는 원자 및 원자 집단으로부터 형성되기 시작하고, 결과된 생성물은 안정하고 고도로 분산된 콜로이드 현탁액이다. 금속이 기화되는 동안  $1.0 \times 10^{-6}$  torr에서 분리되고 반응기에서 비워진 현탁액을 모세관 로드를 통하여 제품 용기로 이송하였다. 니들 밸브를 열기 전에, 반응기를 건조 아르곤(0.5 ppm의 물과 0.2 ppm 미만의 산소)로 충전하였다.

테트라하이드로푸란 용매하에서 납, 주석 및 구리 금속을 사용한 실험을 수행하였다. 입자 크기 측정은 광자 상관 분광기에 의한 맬버른(Malvern) 4700 V4 입자 크기 분석기를 사용하여 수행하였다. 이러한 실험결과를 다음 표 1에 나타내었다.

[표 1]

실행	금속	용매	입자 크기 (nm)
1	납	테트라하이드로푸란	122
2	"	"	111
3	"	"	108
4	"	"	276
5	"	"	491
6	"	"	546
7	"	"	193
8	"	"	186
9	"	"	53
10	"	"	61
11	"	"	76
12	주석	테트라하이드로푸란	125
13	"	"	63
14	"	"	56
15	"	"	23
16	"	"	53
17	"	"	25
18	"	"	17
19	구리	테트라하이드로푸란	223
20	"	"	254
21	"	"	108
22	"	"	98
23	"	"	111
24	"	"	236

용매 상수의 흐름율을 유지하고 금속의 기화율을 전환함으로써 현탁액의 입자 크기는 조절될 수 있다. 유리제품의 물 또는 산소의 미량이 흡수된 미세한 노출조차 현탁액을 불안정하게 하는 것으로 발견되었다.

## 실시예 2 : 금속 입자 현탁액의 제조

로타리 반응기를 다시 사용하여 구리, 주석 및 납을 포함하는 이소프로판올 용매에 대하여 금속 충전 효과를 실험하였다. 그 외에, 주석-납 합금 입자를 다른 도가니에서 두 개와 기화된 금속을 교차시켜 제조하였다. 그 결과는 다음 표 2에 나타내었다.

[표 2]

실행번호	금속	금속 충전 (mg/ml)	입자 크기 (nm)
1	구리	6.40	464
2	구리	4 10	77
3	주석	6.68	62
4	주석	1.69	712
5	납	0.44	125
6	납	1.93	221
7	구리	21.75	252
8	주석-납	2.76/1.56	68

### 분리된 입자의 제조(실시예 3 ~ 5)

트리에탄올아민의 말론산 용액(용액 D)와 함께 주석, 납 및 주석/납 합금의 콜로이드 현탁액(각각 현탁액 A, B 및 C)을 제조하였다.

A. 이소프로판올에서 62nm의 입자 크기를 갖는 주석 입자 현탁액.

B. 이소프로판올에서 221nm의 입자 크기를 갖는 납 입자 현탁액.

C. 이소프로판올에서 68nm의 입자 크기를 갖는 주석/납 합금 입자 현탁액.

D. 비이커에서 300.00g의 트리에탄올아민(J. T. Baker 9468-01) 및 60.00g의 말론산(Aldrich M129-6)을 카우레스 블레이드(Cowles blade)로 4시간동안 85 ~ 90℃로 혼합하여 말론산을 트리에탄올아민에 용해시키고 캡슐화제를 형성하였다.

### 실시예 3

6개의 시험관을 아르곤이 채워진 건조 박스(0.5 ppm의 물 및 0.2 ppm 미만의 산소)로 옮기고 다음 현탁액과 용액을 함유시켰다.

A-1. 0.75ml의 이소프로판올에의 0.0315g의 용액 D. (캡슐화제)

B-1. 0.75ml의 이소프로판올에의 0.0310g의 용액 D. (캡슐화제)

C-1. 0.75ml의 이소프로판올에의 0.0330g의 트리에탄올아민. (캡슐화제)

D-1. 0.75ml의 이소프로판올에의 0.0322g의 트리에탄올아민. (캡슐화제)

E-1. 0.75ml의 이소프로판올에의 0.0074g의 말론산. (캡슐화제)

F-1. 0.75ml의 이소프로판올에의 0.0071g의 말론산. (캡슐화제)

세 개의 배양관에서 상기 샘플들의 양의 혼합에 의하여 다음 샘플을 제조하였다.

A-2. 5.0ml의 현탁액 C에 캡슐화제 C-1을 첨가하였다.

B-2. 5.0ml의 현탁액 C에 캡슐화제 E-1을 첨가하였다.

C-2. 5.0ml의 현탁액 C에 750ml의 이소프로판올안의 50ml의 올레산을 첨가하였다.

A-2, B-2 및 C-2의 함량을 밀봉된 배양관을 흔들어줌으로써 혼합하였다. 현탁액은 흐려진다. 흐림의 정도는 A-2 > B-2 > C-2 이다. 이는 트리에탄올아민이 현탁액에서 입자의 캡슐화 및 응집되는 능력이 말론산보다 크고, 말론산은 캡슐화 및 응집되는 능력이 올레산보다 크다는 것을 의미한다.

동일한 방법으로, 5.00ml의 현탁액 C에 A-1, D-1 및 F-1의 함량을 첨가하였을 경우, D-1을 함유하는 샘플은 큰 입자를 형성하고 다른 샘플이 흐려질동안 큰 덩어리가 된다. A-1은 말론산과 함께 트리에탄올아민에 함유되었더라도 트리에탄올아민의 함량은 캡슐화된 입자에서 임계이다. 이러한 결과에서 첨가된 캡슐화제의 함량은 나누어진 샘플의 적정(titrating)에 의하여 결정된다.

#### 실시예 4

다음 캡슐화제 용액을 아르곤이 채워진 건조 박스에서 제조하였다.

A-3. 0.75ml의 이소프로판올안의 6.8mg의 말론산.

B-3. 0.75ml의 이소프로판올안의 30 $\mu$ l의 올레산.

C-3. 0.75ml의 이소프로판올안의 35.0mg의 트리에탄올아민.

D-3. 0.75ml의 이소프로판올안의 30 $\mu$ l의 1,2,6-헥산트리올(증류되고 탈기된).

2.00ml의 현탁액 C를 5개의 작은 폴리에틸렌 벌브로 이송하였다. 4개의 폴리에틸렌 벌브에 300 $\mu$ l의 A-3, B-3, C-3 및 D-3 각각의 용액을 첨가하되, 현탁액을 자성 교반기와 테플론(Teflon™) 교반바를 사용하여 교반할동안 20 $\mu$ l씩을 1.5초의 간격으로 첨가하였다. 다섯 번째 폴리에틸렌 벌브는 대조군으로 사용했다.

입자 크기 분석용 시험관안의 2.00ml의 이소프로판올에 상기 다섯 개의 벌브로부터 채취된 한 방울을 첨가하였고, 현탁액에 첨가되는 캡슐화제의 효과를 결정하기 위한 입자 크기 분석용으로 제조하기 위하여 결과된 용액을 혼합하였다. 이 결과를 다음 표 3에 나타내었다.

캡슐화된 입자간의 상호작용은 예를 들면 하나 이상의 캡슐화된 입자의 응집과 같은 브릿지된 응집에 기인되고 그 결과된 외견상 입자 크기는 대조 샘플보다 크다. 따라서, 측정된 입자 크기는 실제로 응집된 입자(flocs)의 평균 크기이다. 이는 외견상의 커다란 크기가 대조용으로 얻어진 입자 크기의 복합이라는 사실을 반영한다. 이러한 샘플에서의 다분포는 더 나아가서 이 결론의 확정을 제공한다. 1,2,6-헥산트리올 및 올레산은 좋은 캡슐화제이지만 상대적으로 약한 응집제로 나타났다. 말론산 및 트리에탄올아민은 좋은 캡슐화제 뿐만 아니라 강한 응집제로 나타났다.

[표 3]

샘플	입자 크기 (nm)
대조군	68
D-3 캡슐화제	67
B-3 캡슐화제	68
A-3 캡슐화제	129
C-3 캡슐화제	680

#### 실시예 5

250ml의 플라스틱 비이커에 118ml의 현탁액 A와 58ml의 현탁액 B를 아르곤이 채워진 건조박스에서 섞었다. 상기 현탁액을 테플론(Teflon™) 교반바와 마그네틱 교반기를 사용하여 혼합하였다. 상기 현탁액의 약 5ml를 취하여 1.2ml의 1,2,6-헥산트리올(증류되고 탈기된) (캡슐화제)을 용해시켰다. 그리고 상기 용액을 비이커에 되담았다.

7.50ml의 이소프로판올에 0.50ml의 캡슐화제 D를 용해시켜서 용액을 얻었다. 상기 250ml 비이커안의 내용물을 30분 동안 교반시킨 후, 재료 D와 이소프로판올을 함유하는 용액 4.00ml를 교반하는 동안 천천히 상기 비이커에 첨가하였다. 10분 후에 상기 현탁액은 응집하기 시작하였다. 상기 비이커를 파라필름으로 덮고, 평온한 상태로 밤새도록 건조박스에 방치하였다. 두 층 - 맑은 용액층과 비이커의 바닥에 존재하는 어두운 색의 침전층 - 이 형성되었다. 상기 상등수를 따라내었다니, 약 2mm 두께의 농후한 층이 남았다. 건조박스에서 꺼내고, 젖은 테플론(Teflon™) 교반바를 비이커에서 제거하였다. 상기 테플론(Teflon™) 교반바가 건조된 후, 두꺼운 금속성 필름이 형성되었다. 상기 어두운 색의 침전층(이하, "잉크"라 함)으로부터 회수된 물질은 캡슐화된 금속 입자를 함유하였고, 다양한 적용에 있어서 대기 조건에서 다루어질 수 있다.

#### 실시예 6 : 분리된 입자의 제조 및 적용

본 발명의 농축되고 분리된 잉크는 코팅 구리 패드로 사용되고, 금속잉크로써 사용되었다.

상기 이소프로판올에서의 주석/납 입자들의 현탁액은 저항 가열기를 포함하는 회전 반응기를 사용함으로써 제조되었다. 상기 5개의 반복 샘플로의 현탁액에 포함된 입자는 광자 상관 분광기에 의하여 측정된 직경이 68nm였다. 상기 현탁액에 포함된 금속충전은 주석 2.76mg/ml과 납 1.56mg/ml였다.

이소프로판올에 포함된 25% 1,2,6-헥산트리올 용액 65ml를 아르곤이 채워진 건조박스안에 마그네틱 교반바로 교반하는 동안 상기 현탁액 325ml를 천천히 첨가하였다. 캡슐화제로서 이소프로판올에 포함된 트리에탄올아민과 말론산(5:1 비율)의 0.5% 용액을 전체용적이 6.5ml가 될 때까지 50ml/s의 비율로 첨가하였다. 상기 첨가는 금속 입자의 캡슐화, 점진적인 응집 및 침전을 유발시켰다.

결국 상등수는 투명해졌고, 젖은 침전물 즉, 분리된 캡슐화된 입자의 형성물은 투명한 상등수를 따라냄으로서 회수하였다.

캡슐화된 입자들을 함유하는 침전물의 대략 3분의 1은 건조박스에서 제거되었고, 즉 틸(II) 플루오라이드로 포화된 순수한 메탄올 6.75ml를 침전물에 첨가하여 교반하였다. 과량의 용매는 통상적인 조건에서 증발되었다. 상기 재료는 건조시켜 딱딱하게 하였다.

글리세롤 5방울을 상기 건조된 침전물에 첨가하고 상기 침전물을 약순가락으로 혼합하였다. 상기 혼합물을 유동화한 다음, 농축하기 위하여 순수한 메탄올로 세척하였다. 과량의 용매는 상기 혼합물이 거의 건조될때까지 증발시켰다. 적은량의 상기 재료를 좋은 환류가 이루어질 때까지 트리에탄올아민/말론산(5:1 비율)로 혼합하였다. 자동 액체 디스펜서를 사용할 때, 소량의 조각 등은 구리쿠폰위에 침전되었고, IR 오븐에 환류시켰을 때, 맑은 금속의 침전물로 전환되었다. 작은 조각들은 평평하고 맑은 코팅이 형성된 순회판이 인쇄된 수퍼 노바 표면의 패드에 약간 거친 금속 침전물로 위치되었다. 패드는 상기 조각들의 위치 이전에 트리에탄올아민/말론산 혼합물로 코팅되었을 때, 상기 침전물들은 부드러워졌다.

회수되고 분리되어 캡슐화된 입자들의 또다른 일부를 금속잉크로 사용하였다. 상기 잉크를 사용하여 유리조각위에 표기하였고, 잉크가 180℃까지 가열되어 상기 잉크의 유기물질이 제거되었을 때, 금속성 새김이 유리조각위에 생성되었다.

#### 실시예 7 : 분리된 입자의 적용

상기 실시예 6의 방법으로 제조된 진한 잉크 또는 페이스트는 회선 보드에 인쇄된 표면에 전자성분을 추가하는데 사용되었다. 상기 트리에탄올아민/말론산의 양을 환류테스트에서 환류제와 같은 기능을 갖는 캡슐화제가 전자성분을 추가하는데 적절한 양을 나타낼때까지 조절하였다. 자동 디스펜서와 페이스트 인쇄기를 가지고 조각 및 패드를 상기 보드의 패드위에 인쇄하였다. 상기 전자성분을 쿼이드 픽 N 플레이스(Quad Pick N Place) 단위로 위치시켰다. IR 환류후에 모든 성분들은 보드에 추가되었다.

상기 본 발명의 바람직한 구현예의 설명은 예증과 설명을 목적으로 제시되었다. 이는 완벽하게 구현되거나 본 발명에 개시된 정밀한 형을 제한하는 것에 기인되지는 않고, 작은 범위내에서 보완 또는 변화가 가능하고 본 발명의 실시예에 의하여

요구될 수 있다. 상기 구현예는 본 발명의 원리와 그 실제적인 적용을 설명하기 위해서 선택 및 설명되었으며, 아울러서 다양한 구현예들과 다양한 보완들로 면밀히 관찰된 특유의 사용을 적합화시키기 위하여 본 발명의 사용을 이 분야의 전문가들이 쉽게 적용할 수 있도록 설명되어졌다.

이는 본 발명의 범위가 다음에 첨부되는 청구범위에 의해 정의되고, 이와 동등한 것이다.

## (57) 청구의 범위

### 청구항 1.

유기 용매 내에 유기 화합물, 고체 비금속 원소, 메탈 옥사이드, 설페이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 고체입자가 고도로 분산된 콜로이드 현탁액을 제조하는 과정;

상기 현탁액에 아민, 에테르, 티올, 설페이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미네이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설펜이트, 설펜오네이트, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제를 첨가하고, 상기 첨가된 캡슐화제가 고체입자와 직접 접촉하도록 하여 고체입자의 표면을 코팅시켜 캡슐화된 입자를 제조하는 과정;

상기 캡슐화된 입자를 응집하여 현탁액 중에 침전시켜, 캡슐화된 입자 침전물 층과 유기용매 층으로 층분리하는 과정; 및

상기 유기용매 층으로부터 캡슐화된 입자 침전물 층을 분리해내어, 각각의 캡슐화된 입자를 독립적으로 분리하는 과정이 포함되어 이루어지는 것을 특징으로 하는 직경 100 nm 이하의 초미세 입자의 분리 방법.

### 청구항 2.

유기 용매 내에 유기 화합물, 고체 비금속 원소, 메탈 옥사이드, 설페이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 고체입자가 고도로 분산된 콜로이드 현탁액을 제조하는 과정;

상기 현탁액에 아민, 에테르, 티올, 설페이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미네이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설펜이트, 설펜오네이트, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제를 첨가하고, 상기 첨가된 캡슐화제가 고체입자와 직접 접촉하도록 하여 고체입자의 표면을 코팅시켜 캡슐화된 입자를 제조하는 과정;

상기 캡슐화된 입자를 응집하여 현탁액 중에 침전시켜, 캡슐화된 입자 침전물 층과 유기용매 층으로 층분리하는 과정; 및

상기 유기용매 층으로부터 캡슐화된 입자 침전물 층을 분리해내어, 각각의 캡슐화된 입자를 독립적으로 분리하는 과정이 포함되어 이루어지는 것을 특징으로 하는 직경 100 내지 1,500 nm의 미세 입자의 분리 방법.

### 청구항 3.

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 고체입자는 원자번호 범위가 21 ~ 32, 39 ~ 50 또는 72 ~ 82인 금속 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 입자의 분리 방법.

### 청구항 4.

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸 설펝사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸포름아미드, 1-(2-시아노에틸)피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토피린, 1-클로로벤조트리아졸, 2,4,6-트리알릴옥시-1,3,5-트리아진, 운데칸티올, 디운데실 디설파이드, 트리메틸에톡시실란, 이소프로필트리이소스테아로일티타네이트, 네오알콕시트리스네오데카노일지르코네이트, 소듐 스테아레이트, 소듐 세틸 설펝사이드, 소듐 디이소프로필나프탈렌 설펝사이드 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드 및 이들의 유도체 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 입자의 분리방법.

## 청구항 5.

제4항에 있어서, 상기 캡슐화제는 말론산, 올레산, 1,2,6-헥산트리올 및 트리에탄올아민 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 입자의 분리방법.

## 청구항 6.

유기 용매 내에 메탈 옥사이드, 설파이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 금속을 포함하는 금속고체입자가 고도로 분산된 콜로이드 현탁액을 제조하는 과정;

상기 현탁액에 아민, 에테르, 티올, 설파이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펝산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미네이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설펝사이드, 설펝사이드, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제를 첨가하고, 상기 첨가된 캡슐화제가 고체입자와 직접 접촉하도록 하여 고체입자의 표면을 코팅시켜 캡슐화된 입자를 제조하는 과정;

상기 캡슐화된 금속입자를 응집하여 현탁액 중에 침전시켜, 캡슐화된 금속입자 침전물 층과 유기용매 층으로 층분리하는 과정; 및

상기 유기용매 층으로부터 캡슐화된 금속입자 침전물 층을 분리해내어, 각각의 캡슐화된 금속 입자를 독립적으로 분리하는 과정이 포함되어 이루어지는 것을 특징으로 하는 직경 100 nm 이하의 초미세 금속 입자의 분리 방법.

## 청구항 7.

유기 용매 내에 메탈 옥사이드, 설파이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 금속을 포함하는 금속고체입자가 고도로 분산된 콜로이드 현탁액을 제조하는 과정;

상기 현탁액에 아민, 에테르, 티올, 설파이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펝산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미네이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설펝사이드, 설펝사이드, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제를 첨가하고, 상기 첨가된 캡슐화제가 고체입자와 직접 접촉하도록 하여 고체입자의 표면을 코팅시켜 캡슐화된 입자를 제조하는 과정;

상기 캡슐화된 금속입자를 응집하여 현탁액 중에 침전시켜, 캡슐화된 금속입자 침전물 층과 유기용매 층으로 층분리하는 과정; 및

상기 유기용매 층으로부터 캡슐화된 금속입자 침전물 층을 분리해내어, 각각의 캡슐화된 금속 입자를 독립적으로 분리하는 과정이 포함되어 이루어지는 것을 특징으로 하는 직경 100 내지 1,500 nm인 미세 금속 입자의 분리 방법.

## 청구항 8.

제6항 또는 제7항에 있어서, 상기 유기 용매는 극성 유기 액체인 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 9.

제8항에 있어서, 상기 유기용매는 아세톤, 메틸 에틸 케톤, 에탄올, 프로판올, 디메틸포름아미드, 트리에틸아민, 벤즈알데히드, 아세트알데히드, 테트라하이드로푸란 및 디메틸 설펍사이드 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 10.

제6항 또는 제7항에 있어서, 상기 입자는 원자번호 범위가 21 ~ 32, 39 ~ 50 또는 72 ~ 82인 금속 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 11.

제10항에 있어서, 상기 입자는 코발트, 니켈, 구리, 팔라듐, 은, 백금, 금, 주석, 납, 및 이들 금속의 합금 또는 혼합물 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 12.

제6항 또는 제7항에 있어서, 상기 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸 설펍사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸포름아미드, 1-(2-시아노에틸)피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토포린, 1-클로로벤조트리아졸, 2,4,6-트리알릴옥시-1,3,5-트리아진, 운데칸티올, 디운데실 디설파이드, 트리메틸에톡시실란, 이소프로필트리이소스테아로일티타네이트, 네오알콕시트리스네오데카노일지르코네이트, 소듐 스테아레이트, 소듐 세틸 설펍사이드, 소듐 디이소프로필나프탈렌 설펍사이드 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드 및 이들의 유도체 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 13.

제12항에 있어서, 상기 캡슐화제는 말론산과 트리에탄올아민의 혼합물인 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 14.

제6항 또는 제7항에 있어서, 상기 고도로 분산된 콜로이드 현탁액은

금속(metal) 또는 금속화합물(metals)의 원자 및 원자 집단을 얻기 위하여 금속(metal) 또는 금속화합물(metals)을 기화시키는 과정;

유기 용매 내에서 기화된 상태로 존재하는 금속 원자 및 원자 집단을 포집하는 과정;

고체 매트릭스를 형성하기 위하여 용매를 함유하는 원자 및 원자 집단을 냉동 또는 충분히 냉동하는 과정; 그리고

포집된 금속 원자 및 원자 집단에 의하여 형성된 결과 입자를 침전시키지 않고 고체 매트릭스를 실온까지 충분히 승온하는 과정으로부터 제조되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 15.

제14항에 있어서, 상기 고체 매트릭스는 용매를 흔들어주면서 어는점의 15℃ 이내로 냉각된 용매를 고체 매트릭스로의 첨가에 의하여 승온시킨 다음, 용매와 매트릭스를 실온까지 승온하는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 16.

제14항에 있어서, 상기 고체 매트릭스는 용매를 흔들어주는 동안에 어는점의 15℃ 이내로 냉각된 용매와 고체 매트릭스의 접촉에 의하여 승온시킨 다음, 용매와 매트릭스를 실온까지 승온하는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 17.

제14항에 있어서, 상기 입자는 원자번호 범위가 21 ~ 32, 39 ~ 50 또는 72 ~ 82인 금속 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 18.

제17항에 있어서, 상기 입자는 코발트, 니켈, 구리, 팔라듐, 은, 백금, 금, 주석, 납, 및 이들 금속의 합금 또는 혼합물 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 19.

제6항 또는 제7항에 있어서, 상기 캡슐화제는 아민, 에테르, 티올, 설파이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펡산, 폴리하이드록시알코올, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 20.

제19항에 있어서, 상기 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 운데칸티올, 디운데실 디설파이드, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸 설펡사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸 포름아미드, 1-(2-시아노에틸)피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토포린, 1-클로로벤조트리아졸, 2,4,6-트리알릴옥시-1,3,5-트리아진 및 이들의 유도체중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 21.

제20항에 있어서, 상기 캡슐화제는 말론산, 올레산, 1,2,6-헥산트리올 및 트리에탄올아민 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 금속 입자의 분리방법.

## 청구항 22.

제1항 기재의 방법에 의하여 형성된 것임을 특징으로 하는 분리된 초미세 입자.

## 청구항 23.

제2항 기재의 방법에 의하여 형성된 것임을 특징으로 하는 분리된 미세 입자.

## 청구항 24.

제6항 기재의 방법에 의하여 형성된 것임을 특징으로 하는 분리된 초미세 금속 입자.

## 청구항 25.

제7항 기재의 방법에 의하여 형성된 것임을 특징으로 하는 분리된 미세 금속 입자.

## 청구항 26.

유기 화합물, 고체 비금속 원소, 메탈 옥사이드, 셀파이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 입자가,

아민, 에테르, 티올, 셀파이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미늄에이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설페이트, 설포네이트, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제에 의하여 캡슐화되어 100 nm 이하의 직경을 가지는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

## 청구항 27.

유기 화합물, 고체 비금속 원소, 메탈 옥사이드, 셀파이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 입자가,

아민, 에테르, 티올, 셀파이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미늄에이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설페이트, 설포네이트, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제에 의하여 캡슐화되어 100 내지 1,500 nm의 직경을 가지는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 미세 입자.

## 청구항 28.

제26항에 있어서, 상기 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸 설펜사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸포름아미드, 1-(2-시아노에틸)-피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토피린, 1-클로로벤

조트리아졸, 2,4,6-트리알릴옥시-1,3,5-트리아진, 운데칸티올, 디운데실 디설파이드, 트리메틸에톡시실란, 이소프로필 트리아소스테아로일타네이트, 네오알콕시트리스네오데카노일지르코네이트, 소듐 스테아레이트, 소듐 세틸 설페이트, 소듐 디이소프로필나프탈렌 설페이트 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드 및 이들의 유도체 중에서 선택된 적어도 하나의 화합물임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

## 청구항 29.

제28항에 있어서, 상기 캡슐화제는 말론산, 올레산, 1,2,6-헥산트리올 및 트리에탄올아민 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

## 청구항 30.

제27항에 있어서, 상기 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸 설펡사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸포름아미드, 1-(2-시아노에틸)피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토피린, 1-클로로벤조트리아졸, 2,4,6-트리알릴옥시-1,3,5-트리아진, 운데칸티올, 디운데실 디설파이드, 트리메틸에톡시실란, 이소프로필 트리아소스테아로일타네이트, 네오알콕시트리스네오데카노일지르코네이트, 소듐 스테아레이트, 소듐 세틸 설페이트, 소듐 디이소프로필나프탈렌 설페이트 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드 및 이들의 유도체 중에서 선택된 적어도 하나의 화합물임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 미세 입자.

## 청구항 31.

제30항에 있어서, 상기 캡슐화제는 말론산, 올레산, 1,2,6-헥산트리올 및 트리에탄올아민 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 미세 입자.

## 청구항 32.

제26항에 있어서, 상기 초미세 입자는 원자번호 범위가 21 ~ 32, 39 ~ 50 또는 72 ~ 82인 금속 중에서 선택하여 함유하는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

## 청구항 33.

제27항에 있어서, 상기 미세 입자는 원자번호 범위가 21 ~ 32, 39 ~ 50 또는 72 ~ 82인 금속 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 미세 입자.

## 청구항 34.

제26항에 있어서, 상기 입자는 금속원소, 콜로이드 현탁액을 형성할 수 있는 유기 또는 무기화합물, 및 콜로이드 현탁액을 형성할 수 있는 고체 비금속 원소 중에서 선택하여 함유하는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

## 청구항 35.

메탈 옥사이드, 설파이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 금속을 포함하는 금속고체입자가

아민, 에테르, 티올, 설페이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미늄에이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설페이트, 설펜에이트, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제에 의하여 캡슐화되어 100 내지 1,500 nm의 직경을 가지는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 금속 입자.

### 청구항 36.

제35항에 있어서, 상기 금속 입자는 원자번호 범위가 21 ~ 32, 39 ~ 50 또는 72 ~ 82인 금속 중에서 선택하여 함유하는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 금속 입자.

### 청구항 37.

제35항에 있어서, 상기 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸 설펜사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸포름아미드, 1-(2-시아노에틸)피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토피린, 1-클로로벤조트리아졸, 2,4,6-트리알릴옥시-1,3,5-트리아진, 운데칸티올, 디운데실 디설페이드, 트리메틸에톡시실란, 이소프로필 트리아소스테아로일티타네이트, 네오알콕시트리스네오데카노일지르코네이트, 소듐 스테아레이트, 소듐 세틸 설페이트, 소듐 디이소프로필나프탈렌 설펜에이트 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드 및 이들의 유도체 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 금속 입자.

### 청구항 38.

제37항에 있어서, 상기 캡슐화제는 말론산과 트리에탄올아민의 혼합물인 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 금속 입자.

### 청구항 39.

제35항에 있어서, 상기 캡슐화제는 카르복실레이트, 스테아레이트, 설페이트, 설펜에이트 및 암모늄염 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 금속 입자.

### 청구항 40.

제26항에 있어서, 상기 캡슐화제는 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트 및 지르코알루미늄에이트 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

### 청구항 41.

제26항에 있어서, 상기 캡슐화제는 카르복실레이트, 스테아레이트, 설페이트, 설펜에이트 및 암모늄염 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

### 청구항 42.

제29항에 있어서, 상기 캡슐화제는 말론산과 트리에탄올아민의 혼합물인 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

#### 청구항 43.

제26항에 있어서, 상기 입자는 하이드록시화된 표면을 갖는 비금속 입자인 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

#### 청구항 44.

제43항에 있어서, 상기 입자는 실리카, 실리콘 및 알루미늄 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

#### 청구항 45.

제27항에 있어서, 상기 캡슐화제는 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트 및 지르코알루미늄네이트 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 미세 입자.

#### 청구항 46.

제27항에 있어서, 상기 캡슐화제는 카르복실레이트, 스테아레이트, 설페이트, 설포네이트 및 암모늄염 중에서 선택되는 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 미세 입자.

#### 청구항 47.

제31항에 있어서, 상기 캡슐화제는 말론산과 트리에탄올아민의 혼합물인 것임을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 미세 입자.

#### 청구항 48.

제26항에 있어서, 상기 캡슐화제는 각 입자의 표면에 직접 접촉하는 것을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 초미세 입자.

#### 청구항 49.

제27항에 있어서, 상기 캡슐화제는 각 입자의 표면에 직접 접촉하는 것을 특징으로 하는 독립적으로 분리된 미세 입자.

#### 청구항 50.

유기 화합물, 고체 비금속 원소, 메탈 옥사이드, 설파이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 입자가,

아민, 에테르, 티올, 설페이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미네이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설페이트, 설포네이트, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제에 의하여 코팅된 분리 초미세 또는 미세 입자를,

섬유에 적용하는 과정을 포함하는 것을 특징으로 하는 섬유의 코팅방법;

## 청구항 51.

제50항에 있어서, 상기 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸 설펜사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸포름아미드, 1-(2-시아노에틸)피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토피린, 1-클로로벤조트리아졸, 2,4,6-트리아릴옥시-1,3,5-트리아진, 운데칸티올, 디운데실 디설페이드, 트리메틸에톡시실란, 이소프로필 트리이소스테아로일티타네이트, 네오알콕시트리스네오데카노일지르코네이트, 소듐 스테아레이트, 소듐 세틸 설페이트, 소듐 디이소프로필나프탈렌 설포네이트 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드 및 이들의 유도체 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 섬유의 코팅방법.

## 청구항 52.

제50항에 있어서, 상기 입자는 원자번호 범위가 21 ~ 32, 39 ~ 50 또는 72 ~ 82인 금속 중에서 선택하여 함유하는 것을 특징으로 하는 섬유의 코팅방법.

## 청구항 53.

제50항에 있어서, 상기 캡슐화제는 각 초미세 또는 미세 입자의 표면에 직접 접촉하는 것을 특징으로 하는 섬유의 코팅방법.

## 청구항 54.

유기 화합물, 고체 비금속 원소, 메탈 옥사이드, 설페이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 입자가,

아민, 에테르, 티올, 설페이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미네이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설페이트, 설포네이트, 암모늄염, 피롤, 푸란, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제에 의하여 코팅된 분리 초미세 또는 미세 입자를 포함하는 조성물을,

기질에 적용하는 과정을 포함하는 것을 특징으로 하는 기질위의 코팅 형성방법.

## 청구항 55.

제54항에 있어서, 상기 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸 설펜사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸포름아미드, 1-(2-시아노에틸)피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토피린, 1-클로로벤

조트리아졸, 2,4,6-트리알릴옥시-1,3,5-트리아진, 운데칸티올, 디운데실 디설파이드, 트리메틸에톡시실란, 이소프로필 트리아소스테아로일티타네이트, 네오알콕시트리스네오데카노일지르코네이트, 소듐 스테아레이트, 소듐 세틸 설페이트, 소듐 디이소프로필나프탈렌 설포네이트 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드 및 이들의 유도체 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 기질위의 코팅 형성방법.

## 청구항 56.

제54항에 있어서, 상기 입자는 원자번호 범위가 21 ~ 32, 39 ~ 50 또는 72 ~ 82인 금속 중에서 선택하여 함유하는 것을 특징으로 하는 기질위의 코팅 형성방법.

## 청구항 57.

제54항에 있어서, 상기 캡슐화제는 각 초미세 또는 미세 입자의 표면에 직접 접촉하는 것을 특징으로 하는 기질위의 코팅 형성방법.

## 청구항 58.

메탈 옥사이드, 설파이드, 셀레나이드, 텔루라이드, 포스파이드, 안티모나이드, 플루오라이드, 보라이드, 카바이드, 나이트라이드 및 실리사이드 중에서 선택된 입자가,

아민, 에테르, 티올, 설파이드, 카르복실산, 하이드록시산, 설펜산, 폴리하이드록시 알코올, 유기 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 지르코알루미늄에이트, 카르복실레이트, 스테아레이트, 설페이트, 설포네이트, 암모늄염, 피롤, 푸랄, 티오펜, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 피라졸, 피롤린, 피롤리딘, 피리딘, 피리미딘, 퓨린, 트리아졸, 트리아진 및 이들의 유도체 중에서 선택된 캡슐화제에 의하여 코팅된 분리 초미세 또는 미세 입자를, 기질에 적용하는 과정; 그리고

분리된 초미세 또는 미세 입자가 접촉하는 위치에 상기 금속에 위치하는 과정을 포함하는 것을 특징으로 하는 기질과 금속의 결합방법.

## 청구항 59.

제58항에 있어서, 상기 캡슐화제는 트리에탄올아민, 에틸렌디아민, 올레산, 말론산, 하이드록시아세트산, 디메틸 설펜사이드, 프로필렌 글리콜, 헥산트리올, 디옥산, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디메틸포름아미드, 1-(2-시아노에틸)피롤, 3-(2-푸릴)아크릴로니트릴, 3-티오펜말론산, 머캅토벤즈이미다졸, 2-머캅토벤즈옥사졸, 6-아미노벤조티아졸, 3-(2-아미노에틸)피라졸, 1-피롤리딘부티로니트릴, 3-피리딘아크릴산, 4,6-디하이드록시피리미딘, 6-머캅토피린, 1-클로로벤조트리아졸, 2,4,6-트리알릴옥시-1,3,5-트리아진, 운데칸티올, 디운데실 디설파이드, 트리메틸에톡시실란, 이소프로필 트리아소스테아로일티타네이트, 네오알콕시트리스네오데카노일지르코네이트, 소듐 스테아레이트, 소듐 세틸 설페이트, 소듐 디이소프로필나프탈렌 설포네이트 및 세틸트리메틸암모늄 브로마이드 및 이들의 유도체 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 기질과 금속의 결합방법.

## 청구항 60.

제57항에 있어서, 상기 입자는 원자번호 범위가 21 ~ 32, 39 ~ 50 또는 72 ~ 82인 금속 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 기질과 금속의 결합방법,

## 청구항 61.

제57항에 있어서, 상기 캡슐화제는 각 초미세 또는 미세 입자의 표면에 직접 접촉하는 것을 특징으로 하는 기질과 금속의 결합방법.