



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0067320
(43) 공개일자 2016년06월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B22F 9/24 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-0172477

(22) 출원일자 2014년12월03일

심사청구일자 2014년12월03일

(71) 출원인

서강대학교산학협력단

서울특별시 마포구 백범로 35 (신수동, 서강대학교)

(72) 발명자

구기갑

서울특별시 영등포구 의사당대로 110, C동 909호

김재경

서울특별시 송파구 석촌동 1 ~59

이세은

충청북도 청주시 흥덕구 강내면 사인1길 44

(74) 대리인

한라특허법인(유한)

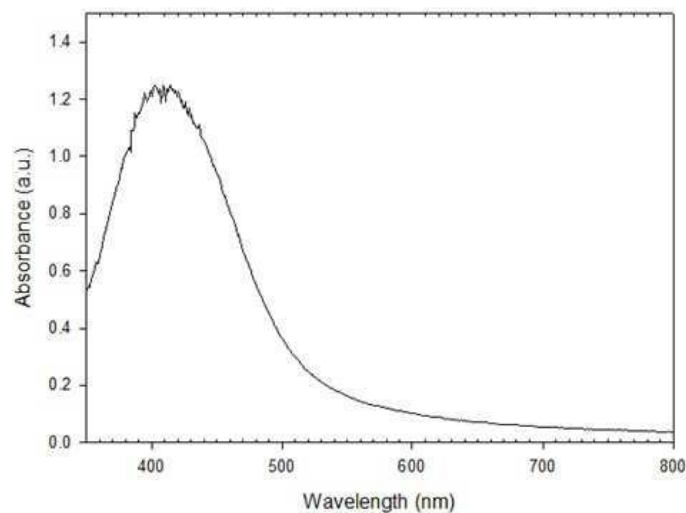
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 은 콜로이드의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 은 콜로이드의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 본 발명의 은 콜로이드의 제조방법은 은염을 유기 용매에 용해시켜 혼합용액을 제조하는 단계; 및 상기 혼합용액에 비닐계 고분자를 용해시켜 은 콜로이드를 제조하는 단계;를 포함하고, 상기 은 콜로이드를 제조하는 단계는 환원제 및 안정화제를 첨가하지 않고, 나노 크기의 은 콜로이드 입자를 형성하는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

은염을 유기 용매에 용해시켜 혼합용액을 제조하는 단계; 및

상기 혼합용액에 비닐계 고분자를 용해시켜 은 콜로이드를 제조하는 단계;를 포함하고,

상기 은 콜로이드를 제조하는 단계는 환원제 및 안정화제를 첨가하지 않고, 나노 크기의 은 콜로이드 입자를 형성하는 것을 특징으로 하는 은 콜로이드의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 은염은 질산은, 초산은, 황산은 및 요오드화은으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상인 것을 특징으로 하는 은 콜로이드의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 은염의 함량은 전체 조성물 대비 0.005 내지 0.04 중량%인 것을 특징으로 하는 은 콜로이드의 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 유기 용매는 에탄올, 메탄올, N-메틸-2-피롤리돈, 테트라하이드로퓨란, 디메틸 설펍사이드 및 N,N-디메틸 아세트아마이드로 이루어진 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상인 것을 특징으로 하는 은 콜로이드의 제조방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 비닐계 고분자는 폴리비닐포르말, 폴리(N-비닐카바졸) 또는 이 둘의 혼합물인 것을 특징으로 하는 은 콜로이드의 제조방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 비닐계 고분자의 함량은 전체 조성물 대비 0.0005 내지 0.02 중량%인 것을 특징으로 하는 은 콜로이드의 제조방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 각 단계는 25 내지 100 ℃의 온도에서 수행되는 것을 특징으로 하는 은 콜로이드의 제조방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 은 콜로이드는 입자 크기가 0.1 내지 100 nm인 것을 특징으로 하는 은 콜로이드의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 은 콜로이드의 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 안정화제, 분산제, 착화합물제 등의 별도의 첨가제를 필요로 하지 않으며, 나노 입자 크기의 고순도 은 콜로이드 입자를 제조할 수 있으며, 이를 이용하여 전도성 접착제, 전자파 차단제, 도료, 표면 증강 라만 산란용 증강제, 잉크 첨가제, 향균제, 항생제 등 다양한 산업분야에 활용할 수 있는 은 콜로이드의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

나노 크기의 구리(Cu), 아연(Zn), 백금(Pt), 은(Ag) 등의 금속 입자들은 예로부터 향균제로 많이 이용되어 왔다. 그 중에서도 콜로이드 상태의 은(colloidal silver)은 저가이고 비교적 낮은 인체 독성으로 인해 향균제 및 항바이러스 재료로 널리 이용되어 왔다. 특히, 1 ~ 100 nm 크기의 은 나노입자는 쉽게 세포 내부로 침투하여 대사 과정을 저해하기 때문에 세균 또는 바이러스의 사멸에 매우 유용한 것으로 알려져 있다. 콜로이드 상태의 은 입자에 대한 연구가 활발하게 진행된 것은 표면 플라즈몬 공명(surface plasmonic resonance, SPR) 현상의 발견과 밀접한 관련이 있다.

[0003]

플라즈몬 공명은 특정한 파수를 가지며 외부 입사된 전자기파와 음의 유전 함수를 갖는 금속 표면 자유 전자의 고유 파수가 일치됨에 따라 입사된 전자기파가 흡수되는 현상이다. 전자기파 흡수에 의해 금속과 유전체 계면에 존재하는 표면 전자는 집단적으로 진동하게 되며, 여기된 전자로부터 계면을 따라 진행하는 표면 전자기파(surface plasmonic wave)가 발생된다. 이러한 현상은 금, 은, 구리, 알루미늄 등과 같이 외부 자극에 의해 전자의 방출이 쉽고 음의 유전상수를 갖는 금속에서 주로 관측된다.

[0004]

금속 상태의 은 입자가 균질하게 분산되어 있는 은 콜로이드의 제조 방법은 화학적 환원에 의해 제조할 수 있는데, 기본적으로 환원 대상이 되는 은 염(전구체), 은 이온을 금속으로 환원시킬 수 있는 환원제, 나노 크기의 은 입자의 성장과 응집을 억제하기 위한 안정화제 또는 계면활성제 및 은이 분산되는 유기 용매를 필요로 한다.

[0005]

다음 표 1은 화학적 환원법에 주로 활용되는 구성 성분을 나타낸 것이다.

표 1

[0006]

구성 성분	화합물
은염	AgNO ₃ , AgSO ₄ , CH ₃ COOAg, AgCl
환원제	NaBH ₄ , hydrazine, hydrazine 염, HCHO, citrate, ascorbic acid, H ₂ O ₂ , glucose
계면활성제 및 안정화제	oleylamine, gelatin, chitosan, heparin, polysaccharide, arabic gum, polyvinyl alcohol, starch, cellulose, oleic acid, polyvinyl pyrrolidone, poly(amido amine), dodecanthiol, polyaniline, lignosulfonate, CTAB, triphenylphosphine
분산 매질	H ₂ O, DMA, DMF, DEG, EG, ethanol, acetone, methanol, NMP
pH 조절	HCl, KOH, NaOH

[0007]

상기 표 1에서 알 수 있듯이 화학적 환원법에는 여러 가지 은염, 환원제, 계면활성제, 분산 매질, pH 조절 등 다양한 화합물이 소요되며 비교적 단순한 제조 방법에도 불구하고 미반응되는 은염과 은 이온 환원 과정에서 발생하는 pH 변화, 하이드라진(hydrazine), HCHO, NaBH₄와 같은 강력한 환원제의 사용을 필요로 한다. 그러나 이

러한 첨가제들로 인해 폭발적인 환원 반응, pH 조절로 인한 금속 은으로부터 수산화물 생성과 응집, 과도한 농도의 계면활성제 및 안정화제로 인한 금속 표면의 불활성화와 정제 문제가 제기되었다.

- [0008] 이에 최근 입자의 성장 억제와 분산 안정성을 위한 계면활성제 또는 안정화제 역할과 동시에 은 이온에 대한 환원제 역할을 하는 피롤(pyrrole), 아닐린(aniline), 키토산(chitosan), 가용성 녹말(soluble starch), 폴리펩타이드(polypeptide), 헤파린(heparin), 히알루로난(hyaluronan), 알긴산 나트륨(sodium alginate), 리그노술포산염(lignosulfonate), 폴리아미도아민(polyamidoamine) 등의 화합물에 의한 은 콜로이드 제조 방법이 차례로 보고되고 있다.
- [0009] 종래 이러한 화학적 환원에 의한 은 콜로이드의 제조 방법에 관해 한국공개특허 제2003-75231호에서는 질산 수용액에 은괴를 용해시켜 은 이온 수용액을 제조하는 단계; 및 상기 용액에 환원제 및 계면활성제를 첨가하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 입자크기 및 입자분포의 제어가 가능한 고농도의 은 콜로이드 제조방법에 관해 개시되어 있다.
- [0010] 또한 한국등록특허 477,912에서는 질산 수용액과 은 덩어리를 혼합한 후 가열하여 얻은 질산은 수용액과 알칼리성 물질을 반응시켜 은 침전물을 형성하고, 상기 은 침전물을 여과 및 건조한 다음 물에 분산하고, 계면활성제와 수산화암모늄을 가한 후 환원제를 첨가하여 은 콜로이드를 형성하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 은 콜로이드의 제조방법에 관해 개시되어 있다.
- [0011] 또한 한국공개특허 제2005-40226호에서는 아크릴산 유도체 및 무수말레산의 공중합체로 이루어진 킬레이트 분산제, 수용성 알코올류 및 티오글리콜, 티오글리콜릭산 및 티오우레아로부터 선택되는 환원제를 포함하는 것을 특징으로 하는 금속 및 귀금속의 무전해 도금용액에 관해 개시되어 있다.
- [0012] 또한 일본등록특허 4,872,083에서는 분산제를 사용하지 않고 마이크로파 조사와 분산 매질 자체의 환원력을 활용한 금속 콜로이드 제조 방법이 개발되고 있다. 이런 식으로 과도한 화합물 사용과 공정 단계 단축을 통하여 비교적 저렴한 은 콜로이드의 제조가 시도되고 있다.
- [0013] 그러나 상기의 제조 방법들은 버터플라이(butterfly) 형태와 응집으로 인해 일정한 입자 형상을 얻기 어렵고, 마이크로파 조사와 함께 환원제 및 안정화제 역할을 하는 화합물을 이용함에도 pH 조절과 착화합물 형성제가 필요한 점, 아닐린과 피롤의 경우 환원제 및 안정화제 역할을 위해서는 메타설펜산(methanesulfonic acid) 또는 과황산 암모늄(ammonium peroxyulfate)과 같은 강산화 용매와 중합 개시제를 필요로 하는 문제가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0014] (특허문헌 0001) KR 2003-75231 A
(특허문헌 0002) KR 10-477912 B1
(특허문헌 0003) KR 2005-40226 A
(특허문헌 0004) JP 10-4872083 B2

비특허문헌

- [0015] (비특허문헌 0001) Droddowicz-Tomsia, Krystyna, Goldys, Ewa. M., Gold and Silver Nanowires for Fluorescence Enhancement, Nanowires - Fundamental Research, Abbass Hashim (Ed.), 2011, ISBN: 978-953-307-327-9, 309-313쪽
(비특허문헌 0002) 김동하, 표면 플라즈몬 공명의 응용, 고분자과학과 기술, 제 19권, 4호, 2008, 318-324 쪽
(비특허문헌 0003) Daghestani, H. N., Day, B. N., Theory and Applications of Surface Plasmon Resonance, Resonant Mirror, Resonant Waveguide Grating, and Dual Polarization Interferometry Biosensors, Sensors, 10, 9630-9646, 2010
(비특허문헌 0004) Milczarek, G., Rebis, T., Fabianska, J., One-step synthesis of lignosulfonate-

stabilized silver nanoparticles, Colloids and Surface B: Biointerfaces, 105, 335-341, 2013

(비특허문헌 0005) Bober, P., Stejskal, J., Prokes, T. J., In-Situ prepared polyaniline-silver composites: Singla and Two-step strategies, 122, 259-266, 2014

(비특허문헌 0006) Omastova, M., Bober, P., Moravkova, Z., Perinka, N., Kaplanaova, M., Syrovy, T., Hromadkova, J., Trchova, M., Stejskal, J., Towards conducting inks: Polypyrrole-silver colloids, Electrochimica Acta, 122, 296-302. 2014

(비특허문헌 0007) Zhao, M., Xia, Y., Li, Q., Ma, X., Quan, F., Geng, C., Han, Z., Microwave-assisted synthesis of silver nanoparticles using sodium alginate and their antibacterial activity, Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects, 444, 180-188, 2014

(비특허문헌 0008) Khan, Z., Singh, T., Hussain, J. I., Obaid, A. Y., Al-Thabaiti, S. A., El-Mossalamy, E. H., Starch-directed Green Synthesis, Characterization and Morphology of Silver Nanoparticles, Colloids Surface B: Biointerfaces, 102, 578-584, 2013

(비특허문헌 0009) Baset, S., Akbari, H., Zeynali, H., Shafie, M., Size Measurement of Metal and Semiconductor Nanoparticles via UV-VIS Absorption Spectra, Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures, 6(2), 709-716, 2011

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0016] 이에, 본 발명은 은 콜로이드의 제조 방법상의 문제점을 해결하기 위하여 노력한 결과, 은염에 유기용매와 비닐계 고분자를 적용함으로써 안정화제, 분산제, 중합 개시제 및 착화합물제 등과 같은 별도의 첨가제를 필요로 하지 않아 공정 단계를 감축할 수 있으며, 균일한 나노 크기의 은 콜로이드 입자를 형성하는 동시에 불필요한 이물질의 혼입을 방지하여 고순도의 은 콜로이드를 제조할 수 있다는 사실을 알게 되어 발명을 완성하였다.
- [0017] 본 발명의 목적은 환원제 및 안정화제의 첨가 없이 불필요한 이물질의 혼입을 방지하여 고순도의 은 콜로이드를 제조하는 방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

- [0018] 본 발명의 은 콜로이드의 제조방법은 은염을 유기 용매에 용해시켜 혼합용액을 제조하는 단계; 및 상기 혼합용액에 비닐계 고분자를 용해시켜 은 콜로이드를 제조하는 단계;를 포함하고, 상기 은 콜로이드를 제조하는 단계는 환원제 및 안정화제를 첨가하지 않고, 나노 크기의 은 콜로이드 입자를 형성하는 것을 특징으로 한다.
- [0019] 상기 은염은 질산은, 초산은, 황산은 및 요오드화은으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상인 것일 수 있다.
- [0020] 상기 은염의 함량은 전체 조성물 대비 0.005 내지 0.04 중량%인 것일 수 있다.
- [0021] 상기 유기 용매는 에탄올, 메탄올, N-메틸-2-피롤리돈, 테트라하이드로퓨란, 디메틸 설펍사이드 및 N,N-디메틸아세트아마이드로 이루어진 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상인 것일 수 있다.
- [0022] 상기 비닐계 고분자는 폴리비닐포르말, 폴리(N-비닐카바졸) 또는 이 둘의 혼합물인 것일 수 있다.
- [0023] 상기 비닐계 고분자의 함량은 전체 조성물 대비 0.0005 내지 0.02 중량%인 것일 수 있다.
- [0024] 상기 각 단계는 25 내지 100 °C의 온도에서 수행되는 것일 수 있다.
- [0025] 상기 은 콜로이드는 입자 크기가 0.1 내지 100 nm인 것일 수 있다.

발명의 효과

[0026] 본 발명의 은 콜로이드의 제조방법은 비닐계 고분자를 첨가함으로써 안정화제, 분산제, 중합 개시제 및 착화합 물제 등과 같은 별도의 첨가제를 필요로 하지 않아 공정 단계 감축 및 공정 비용을 절감할 수 있으며, 불필요한 이물질의 혼입을 방지하여 고순도의 은 콜로이드를 제조할 수 있다.

[0027] 또한 본 발명의 은 콜로이드는 균일한 나노 크기의 은 콜로이드 입자를 형성할 수 있으며, 이를 이용하여 전도 성 접착제, 전자파 차단제, 도료, 표면 증강 라만 산란용 증강제, 잉크 첨가제, 항균제, 항생제 등 다양한 산업 분야에 활용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0028] 도 1은 본 발명의 실시예 1에서 제조된 은 콜로이드 용액의 UV-VIS 스펙트럼이다.

도 2는 본 발명의 실시예 2에서 제조된 은 콜로이드 용액의 UV-VIS 스펙트럼이다.

도 3은 본 발명의 실시예 3에서 제조된 은 콜로이드 용액의 UV-VIS 스펙트럼이다.

도 4는 본 발명의 비교예에서 제조된 은 콜로이드 용액의 UV-VIS 스펙트럼이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] 이하에서는 본 발명을 실시예 등을 통하여 더욱 상세하게 설명한다.

[0030] 본 발명의 은 콜로이드의 제조방법은 은염을 유기 용매에 용해시켜 혼합용액을 제조하는 단계; 및 상기 혼합용 액에 비닐계 고분자를 용해시켜 은 콜로이드를 제조하는 단계;를 포함하고, 상기 은 콜로이드를 제조하는 단계 는 환원제 및 안정화제를 첨가하지 않고, 나노 크기의 은 콜로이드 입자를 형성하는 것을 특징으로 한다.

[0031] 상기 은염은 질산은, 초산은, 황산은 및 요오드화은으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상인 것일 수 있다. 바람직하게는 질산은 또는 황산은을 사용하는 것이 좋다.

[0032] 상기 은염의 함량은 전체 조성물 대비 0.005 내지 0.04 중량%인 것일 수 있다. 이때 상기 은염의 함량이 0.005 중량% 보다 낮은 경우 제조되는 은 콜로이드의 농도가 매우 낮을 수 있고, 반대로 0.04 중량% 보다 높은 경우 유기 용매에서 은염의 불용해가 일어나 불규칙한 은 입자를 생성할 수 있고, 침전, 환원 반응에 소요되는 시간 이 길어지는 문제가 있을 수 있다. 바람직하게는 상기 은염의 함량이 0.01 내지 0.02 중량%인 것이 좋다.

[0033] 상기 유기 용매는 에탄올(ethanol), 메탄올(methanol), N-메틸-2-피롤리돈(N-Methyl-2-pyrrolidone, NMP), 테 트라하이드로퓨란(tetrahydrofuran, THF), 디메틸 설펡사이드(dimethyl sulfoxide, DMSO) 및 N,N-디메틸아세트 아마이드(N,N-dimethylacetamide, DMA)로 이루어진 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상인 것일 수 있다. 상기 유기 용매는 기존의 유기 용매에 비해 이온화 경향이 높고 전자가 풍부한 루이스 산 특성으로 인하여 나노 크기 의 은 콜로이드 입자를 형성하는데 유리하다. 또한 상기 유기 용매는 비닐계 고분자와 은염에 대한 용해력이 높 은 특징이 있다.

[0034] 상기 비닐계 고분자는 폴리비닐포르말(poly(vinylformal), PVF), 폴리(N-비닐카바졸)(poly(N-vinylcarbazole), PNVC) 또는 이 둘의 혼합물인 것일 수 있다. 상기 비닐계 고분자는 비닐기에 결합되어 있는 아세탈(acetal)기와 카바졸(carbazole)기에서 기인되는 산소(O) 및 질소(N) 원자에 의해 은 이온을 착화하여(complexing) 환원시키 고 동시에 생성된 은 입자를 분산시키는 분산제 역할을 하여 별도의 첨가제를 사용하지 않고 균일한 나노 크기 의 은 콜로이드입자를 형성할 수 있다.

[0035] 상기 비닐계 고분자의 함량은 전체 조성물 대비 0.0005 내지 0.02 중량%인 것일 수 있다. 이때 상기 비닐계 고 분자의 함량이 0.0005 중량% 보다 낮은 경우 유기 용매에 용해되지 않을 수 있고, 반대로 0.02 중량% 보다 높은 경우 급속한 환원으로 인해 급속 입자의 침적 현상이 발생하는 문제가 있을 수 있다.

[0036] 상기 각 단계는 25 내지 100 ℃의 온도에서 수행되는 것일 수 있다. 특히 상기 비닐계 고분자를 용해시킬 경우, 용해 온도가 25 ℃ 보다 낮으면 고분자에 대한 유기용매의 용해도가 낮을 수 있고, 반대로 100 ℃ 보다 높으면 분산 매질로 활용되는 유기 용매가 증발되는 문제가 있을 수 있다. 바람직하게는 50 내지 80 ℃의 온도에서 수 행되는 것이 좋다.

[0037] 본 발명에서 제조된 은 콜로이드는 입자 크기가 0.1 내지 100 nm인 것일 수 있다. 이때 상기 입자 크기가 0.1 nm 보다 작으면 표면 플라즈몬 효과가 미미하여 라만 효과를 이용하는 증폭에 적합하지 않거나 양자 수율

(quantum yield)이 낮아지는 문제가 있을 수 있고, 반대로 100 nm 보다 크면 입자 간 응집이 발생되어 분산이 제대로 이루어지지 않는 문제가 있을 수 있다.

[0038] 상기 은 콜로이드 입자의 평균 입경은 하기 수학적식에 의해 계산되었다.

$$R = \frac{AV_f}{\gamma - \gamma_0}$$

[0039] [수학적식]

[0040] 상기 수학적식에서 g 는 표면 플라즈몬 피크(surface plasmonic peak)에서 계산된 반치폭값(Full Width at Half Maximum, FWHM)이고, g_0 는 벌크 산란 속도(velocity of bulk scattering)이며 그 값은 $5 \times 10^{12} \text{ s}^{-1}$ 이고, A 는 은 입자에 대해 0.75이고, v_f 는 페르미 속도(Fermi velocity)이며 그 값은 $1.39 \times 10^6 \text{ m/s}$ 이다. 반치폭값(FWHM)은 표면 플라즈몬(surface Plasmon)이 일어나는 피크를 로렌츠(Lorentz) 곡선으로 근사했을 때 계산되는 값을 의미한다.

[0041] 본 발명의 은 콜로이드는 수분산 폴리우레탄, 수분산 아크릴 등의 수용성 고분자 기질에 분산시킨 향균, 살균성, 대전 방지성, 전자파 차단성, 방충성, 감광성, 탈취성을 갖는 필름에 적용할 수 있다. 또한 기능성이 부여된 유리, 금속, 세라믹, 표면 증강 라만 산란용(Surface Enhanced Raman Scattering Spectroscopy, SERS) 증강제, 잉크 활성 첨가제, 전기 제품에 이용될 수 있는 전도성 접착제 등 다양한 산업분야에 활용할 수 있다.

[0042] 이하 본 발명을 실시예에 의거하여 더욱 구체적으로 설명하겠는 바, 본 발명이 다음 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0043] [실시예 1]

[0044] 50 °C에서 질산은 0.1 g을 25 ml 용량의 유리병에 넣은 후 DMA(N,N-dimethylacetamide) 10 g을 채워 질산은을 완전히 용해시켰다. 상기 용액에 PVF 0.1 g을 가하여 완전히 용해된 용액을 얻었다. 5 시간 경과 후, 용액에서 노란색이 나타났으며, 이는 은 이온의 환원에 의해 0.4 nm 크기의 은 입자가 생성된 것을 알 수 있었다.

[0045] 상기 은 콜로이드의 환원 여부를 관측하기 위해서 UV-VIS 분광법을 활용하여 은 입자의 생성을 관측하였다. 나노 크기의 은 입자는 약 390 ~ 420 nm의 파장 범위에서 표면 플라즈몬 공명에 의한 피크를 나타내었으며, 이를 통해 은 이온의 환원 반응에 대한 진행여부를 확인할 수 있었다.

[0046] 도 1은 실시예 2에서 얻어진 은 콜로이드 용액의 UV-VIS 스펙트럼이다. 상기 도1에서 확인할 수 있듯이, 410 nm의 파장에서 은 입자의 표면 플라즈몬 공명에 의한 피크가 관측되었다. 5 시간 이후 표면 플라즈몬 공명 피크의 강도는 더 이상 커지지 않는 것으로 보아, 은 이온의 환원 반응이 종결되었음을 확인할 수 있었다.

[0047] [실시예 2]

[0048] 25 °C에서 질산은 0.1 g을 25 ml 용량의 유리병에 넣은 후 NMP 10 g을 채워 질산은을 완전히 용해시켰다. 상기 용액에 PVF 0.1 g을 가하여 완전히 용해된 용액을 얻었다. 1 시간 경과 후, 용액에서 노란색이 나타났으며, 이는 은 이온의 환원에 의해 0.2 nm 크기의 은 입자가 생성된 것을 알 수 있었다.

[0049] 도 2는 실시예 2에서 얻어진 은 콜로이드 용액의 UV-VIS 스펙트럼이다. 상기 도 2에서 확인할 수 있듯이, 400 nm의 파장에서 은 입자의 표면 플라즈몬 공명에 의한 피크가 관측되었다. 1 시간 이후 표면 플라즈몬 공명 피크의 강도는 더 이상 커지지 않는 것으로 보아, 은 이온의 환원 반응이 종결되었음을 확인할 수 있었다.

[0050] [실시예 3]

[0051] 70 °C에서 질산은 0.1 g을 25 ml 용량의 유리병에 넣은 후 DMA 10 g을 채워 질산은을 완전히 용해시켰다. 상기 용액에 PVF 0.1 g을 가하여 완전히 용해된 용액을 얻었다. 2 시간 경과 후, 용액에서 노란색이 나타났으며, 이

는 은 이온의 환원에 의해 0.2 nm 크기의 은 입자가 생성된 것을 알 수 있었다.

[0052] 도 3은 실시예 3에서 얻어진 은 콜로이드 용액의 UV-VIS 스펙트럼이다. 상기 도 3에서 확인할 수 있듯이, 400 nm의 파장에서 은 입자의 표면 플라즈몬 공명에 의한 피크가 관측되었다. 2 시간 이후 표면 플라즈몬 공명 피크의 강도는 더 이상 커지지 않는 것으로 보아, 은 이온의 환원 반응이 종결되었음을 확인할 수 있었다.

[0053] [비교예]

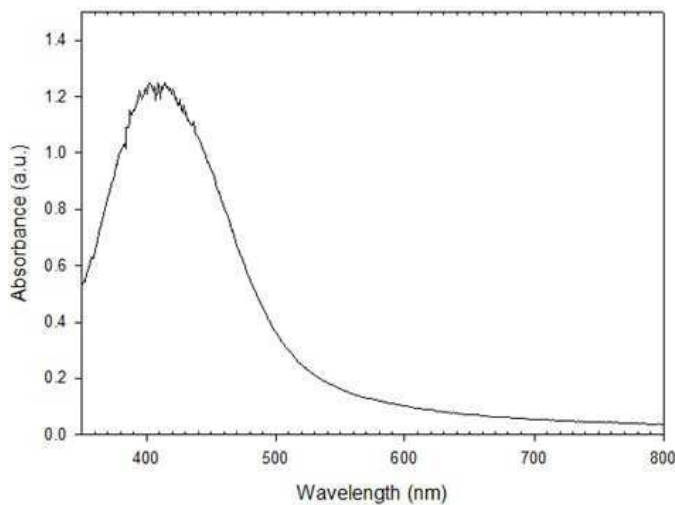
[0054] 25 °C에서 질산은 0.1g을 25 ml 용량의 유리병에 넣은 후 1,4-dioxane 10 g을 채워 질산은을 완전히 용해시켰다. 상기 용액에 PVF 0.01 g을 가하여 완전히 용해된 용액을 얻었다. 1 일 경과 후, 용액에서 노란색이 나타나지 않았다.

[0055] 도 4는 비교예에서 얻어진 은 콜로이드 용액의 UV-VIS 스펙트럼이다. 상기 도 4에서 확인할 수 있듯이, 420 nm의 파장에서 은 입자의 표면 플라즈몬 공명에 의한 피크가 관측되지 않았다. 이는 상기 실시예 1, 2 및 3과 대비하여 1,4-Dioxane의 유기 용매를 사용한 비교예의 경우 전자가 충분한 화합물임에도 매우 느린 속도로 환원 반응이 진행됨을 알 수 있었다.

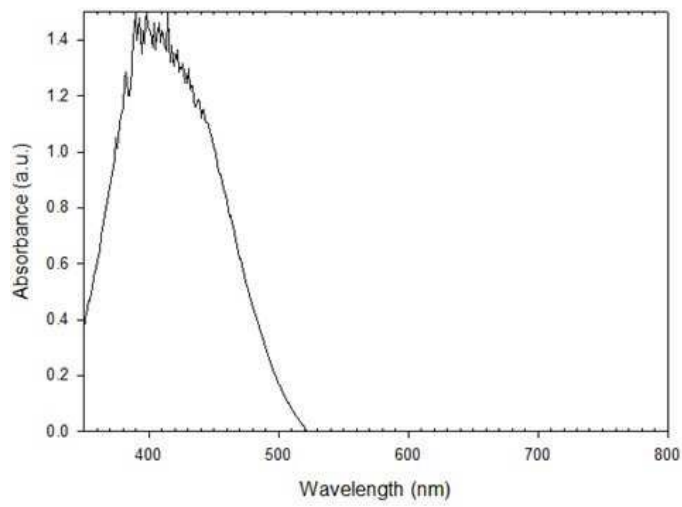
[0056] 따라서 본 발명의 은 콜로이드의 제조방법은 은염을 NMP 및 DMA 등의 유기 용매에 용해시킨 후 PVF 또는 PNVC의 비닐계 고분자를 첨가하여 은 콜로이드를 제조함으로써, 별도의 안정화제, 분산제, 중합 개시제 및 착화합물제와 같은 첨가제를 필요로 하지 않아 공정 단계의 감축 및 공정 비용을 절감할 수 있으며, 불필요한 이물질의 혼입을 방지하여 고순도의 은 콜로이드를 제조할 수 있다.

도면

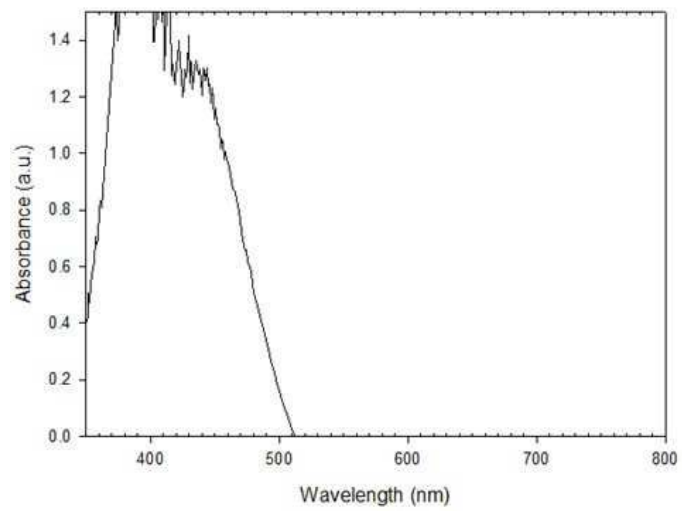
도면1



도면2



도면3



도면4

