(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0078470
(43) 공개일자 2019년07월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 9/14 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B22F 9/14 (2013.01)
B22F 2301/25 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0096816(분할)
(22) 출원일자 2018년08월20일
심사청구일자 2018년08월20일
(62) 원출원 특허 10-2017-0179717
원출원일자 2017년12월26일
심사청구일자 2017년12월26일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)
(72) 발명자
박수진
서울특별시 강남구 역삼로 307, 203동 604호(역삼동, 역삼 I'PARK)
이효인
인천광역시 남구 인하로 47, 50번지 104호(용현동)
(74) 대리인
이은철, 이수찬

전체 청구항 수 : 총 2 항

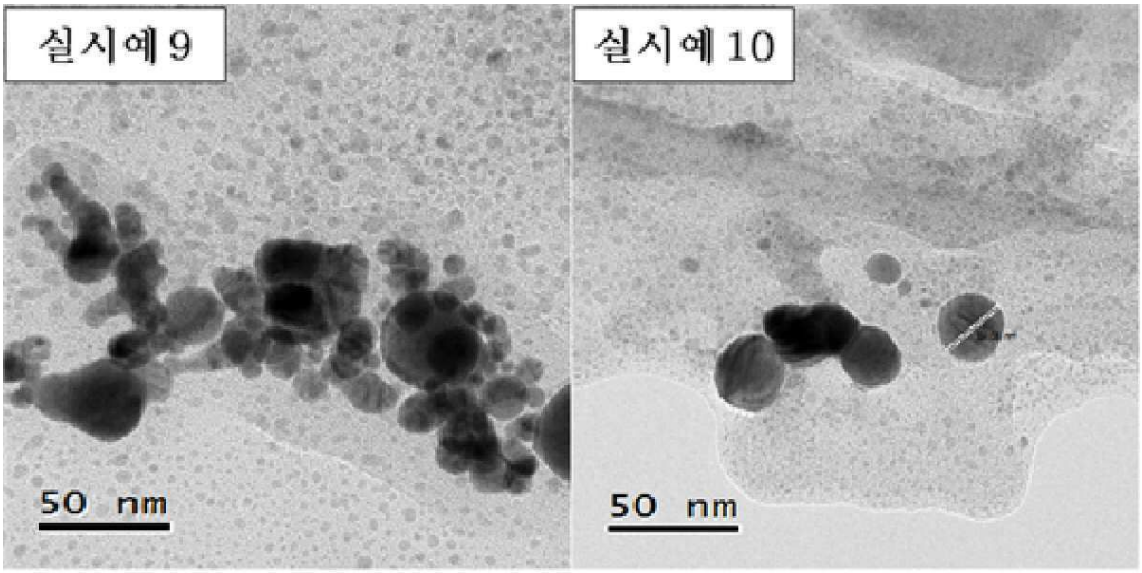
(54) 발명의 명칭 **기중전기폭발법을 통한 금나노입자의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 저전압 기중폭발법으로 금나노입자 제조가 가능한 금나노입자 제조 방법에 관한 것으로서, 1) 직경과 공급길이가 다른 금와이어를 준비하는 단계, 2) 전기폭발법을 수행할 아르곤 또는 질소 기체를 준비하는 단계, 3) 상기 와이어에 저전압을 전기를 공급하여 전기폭발법을 수행하는 단계를 포함한다.

상기와 같은 본 발명에 따르면, 기존의 금나노입자 제조방법에 비해 수득률이 높고, 보다 균일한 금나노입자를 수득할 수 있으며, 인체에 무해한 금나노입자를 제조함으로써, 질병치료 및 미생물 분석등 바이오 분야에 활용할 수 있는 금나노 입자를 제공하는 효과가 있다.

대 표 도 - 도2



이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 R201700510
부처명 (재)나노융합2020사업단
연구관리전문기관 (재)나노융합2020사업단
연구사업명 우수성과 사업화 지원 사업
연구과제명 나노입자 및 사포닌 복합 소재를 이용한 탈모방지 기능성화장품 및 마스크팩 개발
기 여 율 1/1
주관기관 (주)에스디생명공학
연구기간 2017.03.01 ~ 2019.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

저전압 기중폭발법으로 금나노입자 제조가 가능한 제조방법에 있어서,

1) 직경과 공급길이가 다른 금와이어를 준비하는 단계;.

2) 전기폭발법을 수행할 아르곤 또는 질소 기체를 준비하는 단계; 및

3) 상기 와이어에 저전압을 전기를 공급하여 전기폭발법을 수행하는 단계를 포함하고,

상기 1) 단계의 상기 금와이어의 직경은 0.3 내지 0.9 ㎜이고,

상기 1) 단계의 상기 금와이어의 공급길이는 10 내지 40 ㎜이고,

상기 1) 단계의 금와이어의 직경 및 공급길이로 부터 하기의 식1로 계산된 상기 금와이어의 체적 값은 2 내지 13 $㎜^3$ 이며,

상기 체적값으로 부터 계산된 상기 금와이어의 밀도는 0.0193 내지 0.020 $g/㎜^3$ 인 것을 특징으로 하는 금나노입자 제조 방법.

식 1: $V\ (㎜^3) = \pi r^2 \times h$

(V=체적 값, r = 직경/2, h = 공급길이)

식 2: $S\ (g/㎜^3) = M / V$

(S=밀도, M = 공급된 금와이어의 질량, V = 체적값)

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 3) 단계의 상기 저전압은 0.8 내지 1.5 kV 인 것을 특징으로 하는 저전압으로 고수득율 금나노입자 제조가 가능한 기중폭발 금나노 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 다양한 분야에 사용될 수 있는 균일한 금나노 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 전기폭발법을 활용함으로써 인체에 무해하고, 높은 수득률을 통해 제조원가를 낮추면서 균일한 입자크기를 보이는 금나노의 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 현재 산업분야에서 금은 반도체에서 활용되고 있으며, 최근 나노과학의 발전으로 인해 금의 다양한 형태의 나노크기로 제조, 가공되면서 금의 활용범위는 더욱 다양해졌다. 금나노입자는 표적효율, 표면가공성 측면에서 우수한 특성을 가지며, 특히 타 금속 또는 금속 산화물에 비해 우수한 생체적합성을 나타내어 바이오 분야에서 활용가능하다. 한편 금나노입자의 다양한 산업분야에서의 적용을 위해 입자크기의 균일성을 확보함과 더불어 저가합성이 필요한 실정이다. 현재 개발된 방법으로는 금 전구체로써 $HAuCl_4 \cdot 4H_2O$ 등을 사용하여 액상에서 환원반응

을 거쳐 제조하는 방법이 있는데, 이는 입자크기를 조절하는 데 있어 고도의 기술이 필요하고 용매로써 유기용매 사용은 필수이기 때문에 바이오 분야에서의 활용이 제한적이다. 다른 방법으로는 Polydimethylsiloxane(PDMS)을 사용한 증착법이 있는데, 이를 통해 제조된 금나노입자의 경우 순도가 높아 화장품 분야에 사용되고 있으나, 미량의 PDMS가 남아있어 체내에 흡수될 경우 유독물질로 작용할 수 있기 때문에 질병치료 및 미생물분석에 활용되기 어려운 실정이다.

[0004] 따라서 이에 본 발명자는 균일한 금나노입자를 제조하기 위해서 기중 전기폭발법을 적용하여 기존 제조기술을 통한 금나노보다 인체에 무해하고, 높은 수득률을 통해 제조원가를 낮추면서 균일한 입자크기를 보이는 금나노의 제조방법을 제공하고자 한다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제10-2016-0011792호 “기중 전기폭발법에 의한 금속 나노분말을 포함하는 에폭시 복합재의 제조방법”

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명의 목적은, 전기폭발법을 통해 금나노입자를 제조함으로써, 기존 제조방법인 액상법 또는 증착법보다 높은 수득률을 나타내며, 인체유해성이 없는 금나노 제조방법을 제공하기 위한 것이다. 더불어 여러 조건에서 전기폭발법을 통해 제조하여 그 중에서도 입자크기가 가장 균일한 금나노의 제조 방법을 제공함에 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 새로운 금나노입자를 제조하는 방법으로 1) 직경과 공급길이가 다른 금와이어를 준비하는 단계, 2) 전기폭발법을 수행할 비활성 기체를 준비하는 단계, 3) 상기 와이어에 전압을 공급하여 전기폭발법을 준비하는 단계, 4) 상기 전기폭발법의 전기폭발 횟수를 10 내지 100회 수행하는 단계를 포함하는 금나노입자 제조 방법을 포함한다.

[0010] 또한, 본 발명은 기존의 제조방법보다 수득률이 높으며 인체유해성이 낮은 파우더 형태의 금나노입자 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0012] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 전기폭발법을 통해 금나노입자를 제조함으로써, 균일한 입자크기를 갖는 새로운 금나노를 제조할 수 있는 효과가 있다.

[0013] 또한 본 발명에 따른 금나노를 제조함에 있어 조건을 달리하였을 때, 금나노의 크기를 조절할 수 있는 효과를 기대할 수 있으며 금나노 크기 및 균일성이 중요요인인 응용분야에 유용함을 나타내는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1 은 본 발명에서 사용되는 기중 전기폭발법 장치의 모식도이다.

도 2 는 본 발명의 기중 전기폭발법을 통해 제조된 금나노입자의 FE-TEM(Field-Emission Transmission Electron Microscope, JEM-2100F, JEOL Co., USA) 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0017] 본 발명의 일 형태에 따른 전기폭발법으로 금나노입자를 제조하는데 있어서, 보다 상세하게는, 1) 직경과 공급길이가 다른 금와이어를 준비하는 단계, 2) 전기폭발법을 수행할 비활성 기체를 준비하는 단계, 3) 상기 와이어에 전압을 공급하여 전기폭발법을 준비하는 단계, 4) 상기 전기폭발법의 전기폭발 횟수를 10 내지 100회 수행하는 단계를 포함하는 금나노입자 제조 방법을 포함한다.

[0018] 본 발명에 있어서 1) 직경과 공급길이가 다른 금와이어를 준비하는 단계에서 금와이어의 직경은 0.1 내지 1.0 ㎜로 하는 것이 바람직하다.

[0019] 또한, 상기 1) 직경과 공급길이가 다른 금와이어를 준비하는 단계에서 금와이어의 공급길이는 10 내지 50 ㎜로 하는 것이 바람직하다.

[0020] 또한, 상기 2) 전기폭발법을 수행할 비활성 기체를 준비하는 단계에서 비활성 기체의 종류는 질소 또는 아르곤을 사용하는 것이 바람직하다. 전기폭발장치의 특성상 폭발을 통해 제조됨으로써, 폭발에 반응성이 없고 인체에 무해한 비활성 기체를 사용해야 바람직하다.

[0021] 또한, 상기 3) 상기 와이어에 전압을 공급하여 전기폭발법을 준비하는 단계에서 전압은 0.5 내지 1.5 kV로 하는 것이 바람직하다.

[0022] 전압의 공급에 있어 경제적으로 제조 단가가 적으면서 높은 수득률을 얻기 위해서 0.5 내지 1.5kV로 하는 것이 바람직하다.

[0023] 또한 상기 4) 상기 전기폭발법의 전기폭발 횟수를 10 내지 100회 수행하며,바람직하게는 80 내지 100로 수행하는 것이 더욱 바람직하다.

[0024] 폭발횟수에 있어 10회 미만으로 하면 금나노입자 제조에 영향이 미비하고, 100회 이상으로 하여도 나노입자 크기에 특별하게 더 큰 효과가 없다. 경제적이면서도 수득률을 높은 수준으로 제조하기 위해서 100회 이하로 수행하는 것이 바람직하다.

[0025] 본 발명의 상기와 같은 제조방법은 비활성 기체가 들어있는 챔버안에서 제조가 진행되기 때문에 제조 후 원재료의 소실 없이 와이어로부터 생성된 거의 모든 나노입자의 수거가 가능하다. 하기 실시예 2의 경우 금와이어 0.2g을 사용하여 금나노입자를 제조시 0.18 g이상의 수득하였으며, 하기의 실시예 모두에서 90% 가량의 수득률을 보였다.

[0026] 또한 본원 발명의 제조방법으로 제조된 금나노입자는 평균입자크기가 10 내지 110 ㎚의 크기를 나타내고 있다. 금속입자의 경우 입자 크기에 따라 색, 에너지 흡수율, 밴드갭 변화에 따라 반응성이 변화하게 된다. 따라서 균일한 입자크기는 일정한 반응성을 갖게하는 매우 중요한 요소로 인식되고 있다. 따라서 상기와 같은 본원발명의 제조방법은 입자크기가 균일한 새로운 금나노입자를 제공한다.

[0028] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[0030] **실시예 1.**

[0031] 금나노입자 제조를 위해 기중 전기폭발법을 진행하였다. 직경은 0.1 ㎜이며, 공급길이는 50 ㎜인 금와이어를 사용하였다. 질소 가스하에서 공급전압을 0.5 kV로 하였으며, 10회 폭발하여 금나노입자를 제조하였다.

[0033] **실시예 2.**

[0034] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, 금와이어의 공급길이를 40 ㎜로 하며, 폭발 횟수를 20회로 하여 금나노입자를 제조하였다.

[0036] **실시예 3.**

[0037] 상기 실시예 2와 동일하게 과정을 실시하되, 금와이어의 직경을 0.3 ㎜로 하며, 아르곤 가스하에서 공급전압을 0.8 kV로 하여 금나노입자를 제조하였다.

[0039] **실시예 4.**

[0040] 상기 실시예 3과 동일하게 과정을 실시하되, 금와이어의 공급길이를 30 ㎜로 하고, 폭발 횟수를 40회로 하여 금나노입자를 제조하였다.

[0042] **실시예 5.**

[0043] 상기 실시예 4와 동일하게 과정을 실시하되, 공급전압을 1.0 kV로 하며, 폭발 횟수를 60회로 하여 금나노입자를 제조하였다.

[0045] **실시예 6.**

[0046] 상기 실시예 5와 동일하게 과정을 실시하되, 금와이어의 직경을 0.7㎜로 하며, 질소 가스하에서 금나노입자를 제조하였다.

[0048] **실시예 7.**

[0049] 상기 실시예 6과 동일하게 과정을 실시하되, 금와이어의 공급길이를 20 ㎜로 하며, 공급전압을 1.3 kV로 하여 금나노입자를 제조하였다.

[0051] **실시예 8.**

[0052] 상기 실시예 7과 동일하게 과정을 실시하되, 금와이어의 직경을 0.9 ㎜로 하며, 아르곤 가스하에서 폭발 횟수를 80회로 하여 금나노입자를 제조하였다.

[0054] **실시예 9.**

[0055] 상기 실시예 8과 동일하게 과정을 실시하되, 금와이어의 공급길이를 10 ㎜로 하며, 공급전압을 1.5 kV로 하고 폭발횟수를 100회로 하여 금나노입자를 제조하였다.

[0057] **실시예 10.**

[0058] 상기 실시예 9와 동일하게 과정을 실시하되, 금와이어의 직경을 1.0 ㎜로 하고, 질소 가스하에서 금나노 입자를 제조하였다.

[0059] 실시예 1 내지 10에 따른 금나노입자의 제조조건을 하기 표 1에 도시하였다.

표 1

[0060]

샘플명	금와이어의 직경 (㎜)	금와이어의 공급길이 (㎜)	전압 (kV)	비활성 가스 종류	폭발횟수
실시예 1	0.1	50	0.5	질소	10
실시예 2	0.1	40	0.5	질소	20
실시예 3	0.3	40	0.8	아르곤	20

실시예 4	0.3	30	0.8	아르곤	40
실시예 5	0.5	30	1.0	아르곤	60
실시예 6	0.7	30	1.0	질소	60
실시예 7	0.7	20	1.3	질소	80
실시예 8	0.9	20	1.3	아르곤	80
실시예 9	0.9	10	1.5	아르곤	100
실시예 10	1.0	10	1.5	질소	100

[0062] **측정예 1.**

[0063] 상기 실시예 1 내지 10에 따라 제조된 금나노입자를 FE-TEM(Field-Emission Transmission Electron Microscope, JEM-2100F, JEOL Co., USA) 현미경을 통해 평균입자크기를 측정하였다. 이때 각 실시예의 평균입자크기는 10 내지 110 nm 이며, 각 실시예의 측정범위는 ±10%이내이다. 결과는 표 2에 도시하였다.

[0065] **측정예 2.**

[0066] 상기 실시예 9 내지 10에 따라 제조된 금나노입자를 FE-TEM(Field-Emission Transmission Electron Microscope, JEM-2100F, JEOL Co., USA) 현미경을 통해 관찰하였다. 관찰 결과는 도 2에 도시하였다.

[0068] **측정예 3.**

[0069] 상기 실시예 1 내지 10에 따라 제조된 금나노입자의 수득률을 정리하여 표 3에 도시하였다.

표 2

[0071]

	평균 입자크기(nm)
실시예 1	110.0
실시예 2	105.7
실시예 3	78.3
실시예 4	76.2
실시예 5	39.9
실시예 6	40.8
실시예 7	27.1
실시예 8	27.7
실시예 9	18.7
실시예 10	20.4

표 3

[0073]

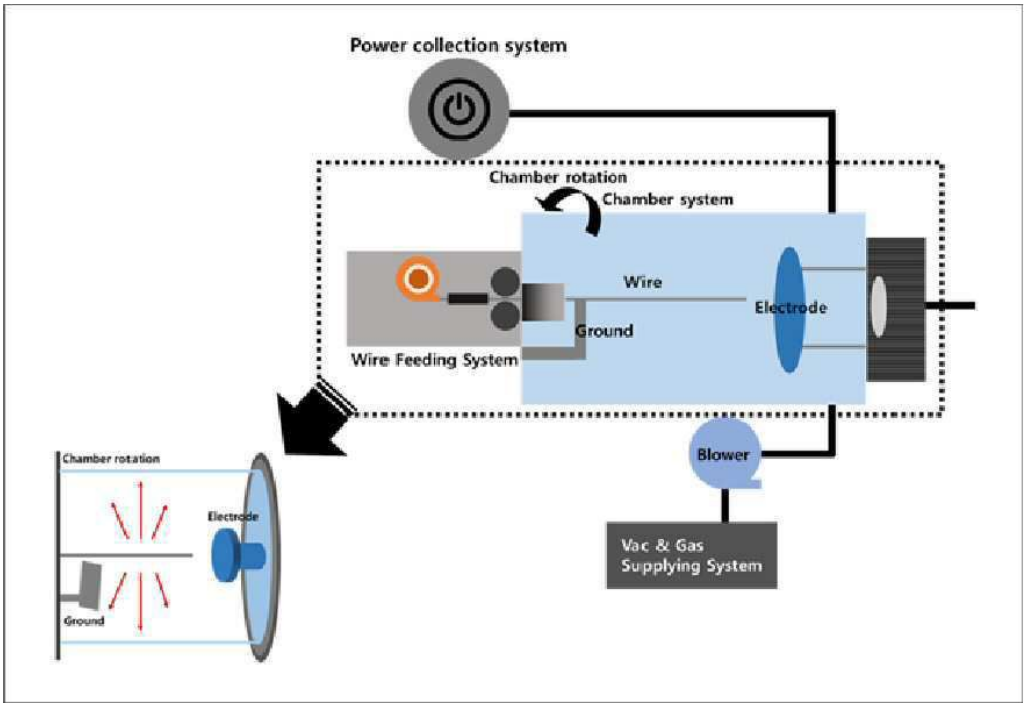
샘플명	공급된 금와이어 질량 (g)	제조된 금나노입자의 질량 (g)	수득률 (%)
실시예 1	0.008	0.007	87.5
실시예 2	0.006	0.005	83.3
실시예 3	0.055	0.051	92.7
실시예 4	0.041	0.038	92.7
실시예 5	0.114	0.107	93.9
실시예 6	0.223	0.207	92.8
실시예 7	0.148	0.132	89.2
실시예 8	0.246	0.226	92.9
실시예 9	0.123	0.114	92.7

실시예 10	0.152	0.134	88.2

[0075] 이상, 본 발명내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시양태일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 정의된다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2

