(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0112559
(43) 공개일자 2017년10월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B82B 3/00 (2017.01)
(52) CPC특허분류
B82B 3/0057 (2013.01)
B82B 3/0071 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0039727
(22) 출원일자 2016년03월31일
심사청구일자 없음

(71) 출원인
주식회사 엘지화학
서울특별시 영등포구 여의대로 128 (여의도동)
고려대학교 산학협력단
서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암동5가)
(72) 발명자
김준형
대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원
이재승
서울특별시 성북구 안암로 145 고려대학교안암캠퍼스(신소재공학부)
오주환
경기도 의왕시 내손중앙로 11, 1112동 2403호(내손동, 의왕내손이편한세상)
(74) 대리인
정순성

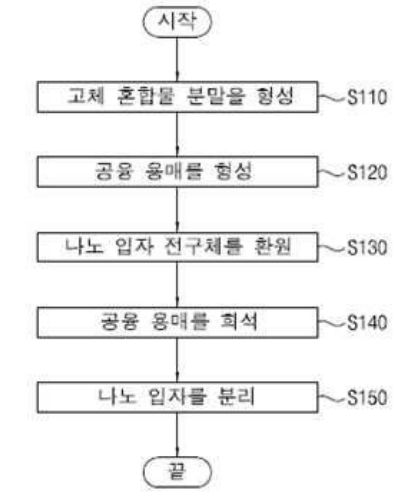
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **나노 입자의 합성 방법**

(57) 요 약

나노 입자의 합성 방법에 있어서, 수소 결합 받개 및 수소 결합 주개 로서 각각 기능할 수 있는 물질들로 혼합된 공융 혼합물 분말, 나노 입자 전구체 분말 및 환원제 분말을 혼합하여 고체 혼합물 분말을 형성한다. 상기 고체 혼합물 분말을 제1 온도로 가열하여 상기 공융 혼합물 분말을 액상으로 상변화시켜 상기 나노 입자 전구체 분말 및 상기 환원제 분말이 용해된 공융 용매를 형성한다. 이후, 상기 공융 용매 내에서 용해된 환원제를 이용하는 환원 반응을 통하여 나노 입자 전구체를 환원시켜 나노 입자를 생성한다.

대 표 도 - 도1



명 세 서

청구범위

청구항 1

수소 결합 받개 및 수소 결합 주개로서 각각 기능할 수 있는 물질들로 혼합된 공융 혼합물 분말, 나노 입자 전구체 분말 및 환원제 분말을 혼합하여 고체 혼합물 분말을 형성하는 단계; 상기 고체 혼합물 분말을 제1 온도로 가열하여 상기 공융 혼합물 분말을 액상으로 상변화 시켜 상기 나노 입자 전구체 분말 및 상기 환원제 분말이 용해된 공융 용매를 형성하는 단계; 및 상기 공융 용매 내에서 용해된 환원제를 이용하는 환원 반응을 통하여 나노 입자 전구체를 환원시켜 나노 입자를 생성하는 단계를 포함하는 나노 입자의 합성 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 환원 반응은 무수 반응(reaction without water)에 해당하는 것을 특징으로 하는 나노 입자의 합성 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 환원제 및 상기 수소결합주개로서 동시에 기능하는 물질을 이용하는 것을 특징으로 나노 입자의 합성 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 환원제 및 상기 수소결합주개로서 아스코르브산을 이용하는 것을 특징으로 하는 나노 입자의 합성 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 수소 결합 받개로서 4차 암모늄 염을 포함하는 것을 특징으로 하는 나노 입자의 합성 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 수소 결합 주개는, 아민 또는 카르복실기를 포함하는 것을 특징으로 하는 나노 입자의 합성 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 수소 결합 주개는 분자간 이중 결합을 포함하는 것을 특징으로 하는 나노 입자의 합성 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 제1 온도는 100° C 이하의 온도 범위를 갖는 것을 특징으로 하는 나노 입자의 합성 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 나노 입자가 분산된 공융 용매를 희석시키는 단계; 및 상기 희석된 공융 용매로부터 상기 나노 입자를 분리하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노 입자의 합성 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 나노 입자의 합성 방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 나노 크기의 입자를 균일한 크기 분포를 가지며 대량으로 생산할 수 있는 나노 입자의 합성 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 나노입자의 합성은 합성이 이루어지는 상(phase)에 따라 크게 기상(gas phase) 합성 또는 용액상(solution phase) 합성으로 구분할 수 다. 특히, 상기 용액상 합성 방법의 경우, 나노 입자의 품질과 직접적으로 관련된 균일한 분산도 및 모양 조절 용이성 등의 장점이 확인되고 있다.

[0003] 하지만, 용액상 합성 공정은 나노입자 합성의 전구체를 물, 또는 유기 용매에 균일하게 용해시키는 용해 공정이 요구된다. 상기 용해 공정의 경우, 공정 시간이 상당하고 대량으로 용해시키는 데 어려움이 있다. 또한 전구체가 용해되는 알맞은 용매를 사전에 선정해야 하며, 상기 용매로서 유기 용매가 이용될 경우, 상기 유기 용매의 휘발성 및 독성 등의 문제를 최소화하기 위한 설비가 추가적으로 요구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 본 발명의 일 목적은 나노 입자 전구체를 용매 내에서 용해시키는 별도의 용해 공정을 생략하면서 나노 입자 전구체의 종류에 무관하게 나노 입자를 합성할 수 있는 나노 입자의 합성 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0005] 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 입자의 합성 방법에 있어서, 수소 결합 받개 및 수소 결합 주개로서 각각 기능할 수 있는 물질들로 혼합된 공융 혼합물 분말, 나노 입자 전구체 분말 및 환원제 분말을 혼합하여 고체 혼합물 분말을 형성한다. 상기 고체 혼합물 분말을 제1 온도로 가열하여 상기 공융 혼합물 분말을 액상으로 상변화시켜 상기 나노 입자 전구체 분말 및 상기 환원제 분말이 용해된 공융 용매를 형성한다. 이후, 상기 공융 용매 내에서 용해된 환원제를 이용하는 환원 반응을 통하여 나노 입자 전구체를 환원시켜 나노 입자를 생성한다.

[0006] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 환원 반응은 무수 반응(reaction without water)에 해당할 수 있다.

[0007] 본 발명의 일 실시예, 상기 환원제 및 상기 수소 결합 주개로서 동시에 기능하는 물질이 이용될 수 있다.

[0008] 여기서, 상기 환원제 및 상기 수소 결합 주개로서 아스코르브 산이 이용될 수 있다.

[0009] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 수소 결합 받개로서 4차 암모늄염이 이용될 수 있다.

[0010] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 수소 결합 주개는, 아민 또는 카르복실기를 포함하는 물질이 이용될 수 있다.

[0011] 여기서, 상기 수소 결합 주개는 분자간 이중 결합을 포함할 수 있다.

[0012] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 제1 온도는 100 ℃ 이하의 온도 범위를 가질 수 있다.

[0013] 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 입자의 합성 방법에 있어서, 상기 나노 입자가 분산된 공융 용매를 희석한 후, 상기 희석된 공융 용매로부터 상기 나노 입자를 분리하는 공정이 추가적으로 수행될 수 있다.

발명의 효과

[0014] 본 발명에 따른 나노 입자의 합성 방법에 따르면, 공융 혼합물 분말, 나노 입자 전구체 분말 및 환원제 분말을 포함하는 고체 혼합물 분말로부터 공융 용매를 형성한 후, 상기 공융 용매에 용해된 나노 입자 전구체 및 환원제 분말 사이의 환원 반응을 통하여 나노 입자를 합성할 수 있다. 이때, 상기 공융 용매는 나노 입자의 원료가 아니라, 합성 반응의 매개체로서 이용된다. 이로써, 분말 별도의 액상 용매를 이용하여 나노 입자 전구체를 용해시키는 용해 공정이 생략되며, 상기 액상 용매를 취급하는 시설 또는 공정이 요구되지 않는다. 또한, 공융 용매 내에는 종류에 무관하게 나노 입자 전구체가 용이하게 용해될 수 있음에 따라 다양한 종류의 나노 입자가 합성될 수 있다. 예를 들면, 고분자 나노 입자, 금속 산화물 나노 입자 또는 금속 나노 입자 등이 간단한 공정을 통하여 용이하게 합성될 수 있다. 나아가, 표면에 고분자 물질이 코팅된 코어셸 구조의 복합체가 용이하게 형성될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 입자의 합성 방법을 설명하기 위한 순서도이다.

도 2는 도 1의 환원 공정의 시간 추이에 따른 나노 입자의 생성을 나타내는 사진들이다.

도 3은 도 1의 수소 결합 주개의 종류에 따라 생성된 나노 입자를 나타낸 사진들이다.

도 4는 실시예2 및 비교예에 따라 합성된 금 나노 입자를 나타낸 주사 전자 현미경 사진들이다.

도 5는 비교예에 따라 합성된 금 나노 입자를 건조할 때 응집 현상을 설명하기 위한 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명의 실시예들에 대해 상세히 설명한다. 본 발명은 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 형태를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 본문에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나, 이는 본 발명을 특정한 개시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 첨부된 도면에 있어서, 대상물들의 크기와 양은 본 발명의 명확성을 기하기 위하여 실제보다 확대 또는 축소하여 도시한 것이다.

[0017] 제1, 제2 등의 용어는 다양한 구성요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 상기 구성요소들은 상기 용어들에 의해 한정되어서는 안 된다. 상기 용어들은 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로만 사용된다. 예를 들어, 본 발명의 권리 범위를 벗어나지 않으면서 제1 구성요소는 제2 구성요소로 명명될 수 있고, 유사하게 제2 구성요소도 제1 구성요소로 명명될 수 있다.

[0018] 본 출원에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 출원에서, "포함하다" 또는 "구비하다" 등의 용어는 명세서 상에 기재된 특징, 단계, 기능, 구성요소 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 다른 특징들이나 단계, 기능, 구성요소 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0019] 한편, 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가지고 있다. 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련 기술의 문맥 상 가지는 의미와 일치하는 의미를 가지는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않는다.

[0020] **나노 분말의 합성 방법**

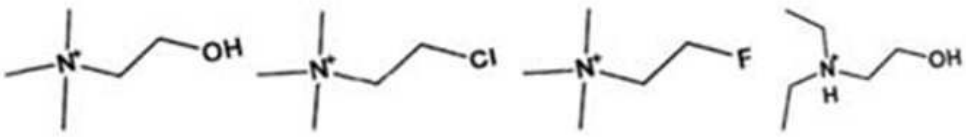
[0021] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 입자의 합성 방법을 설명하기 위한 순서도이다.

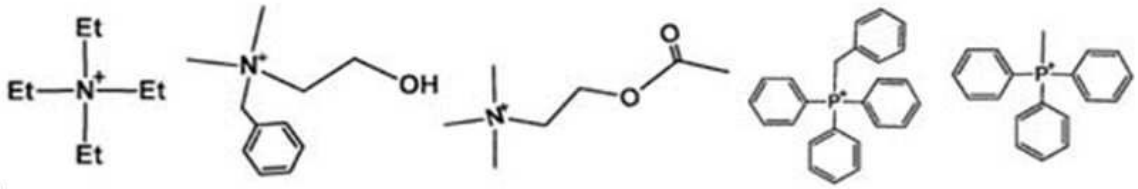
[0022] 도 1을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 입자의 합성 방법에 있어서, 먼저, 수소 결합 받개 및 수소 결합 주개로서 각각 기능할 수 있는 물질들로 혼합된 공융 혼합물 분말, 나노 입자 전구체 분말 및 환원제 분말을 혼합하여 고체 혼합물 분말을 형성한다(S110).

[0023] 상기 공융 혼합물 분말은 수소 결합 받개 및 수소 결합 주개를 모두 포함한다. 따라서, 상기 공융 혼합물 분말은 상대적으로 낮은 온도, 예를 들면 100° C 이하의 녹는점을 가진다. 이로써, 상기 공융 혼합물 분말은 상기 녹는점 이상의 온도에서 액체상을 형성한다.

[0024] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 수소 결합 받개로서 염화 콜린(choline chloride)과 같은 4차 암모늄 염을 포함할 수 있다. 상기 4차 암모늄의 예로는, 아래의 구조식들1을 갖는 물질을 들 수 있다.

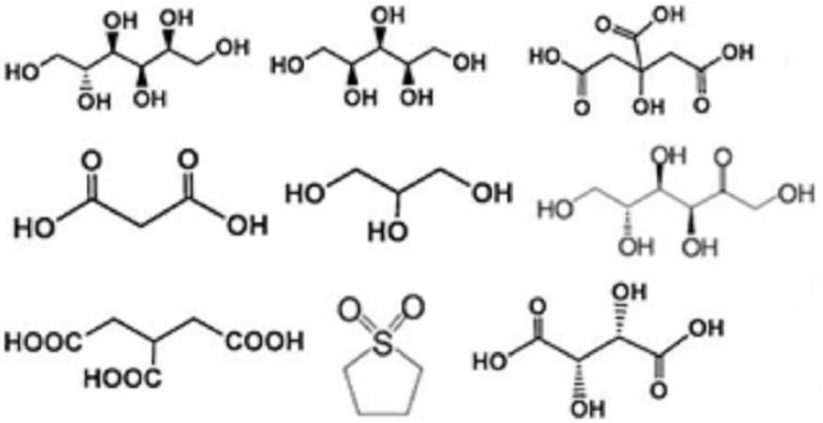
[0025] **구조식들1**

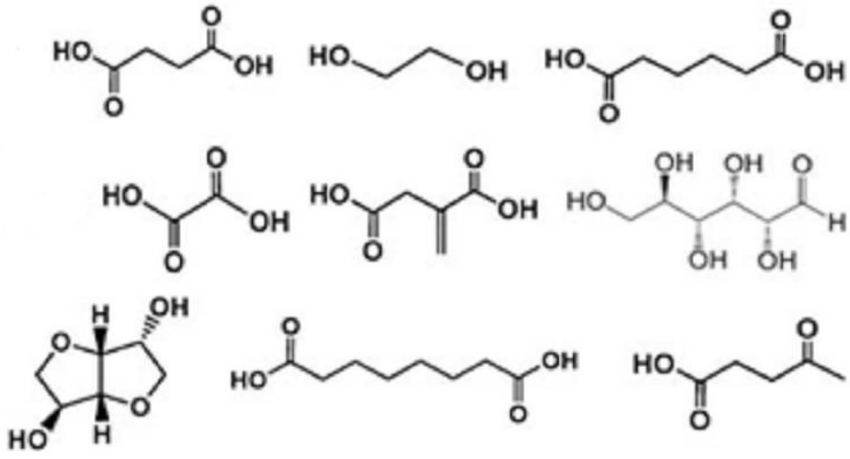
[0026] 

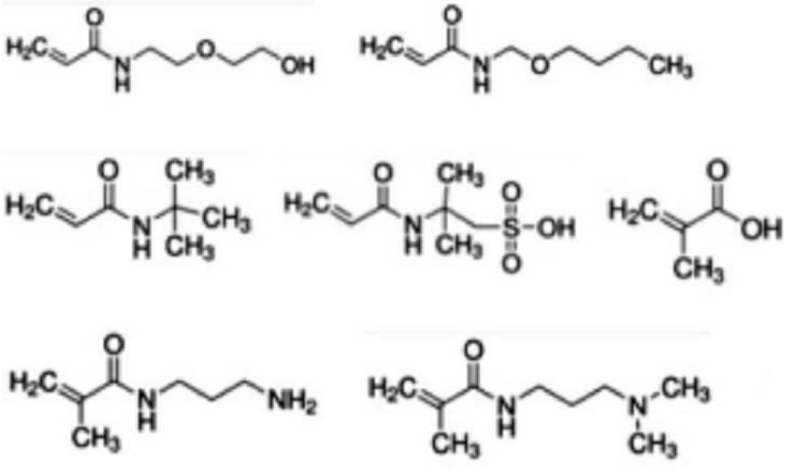
[0027] 

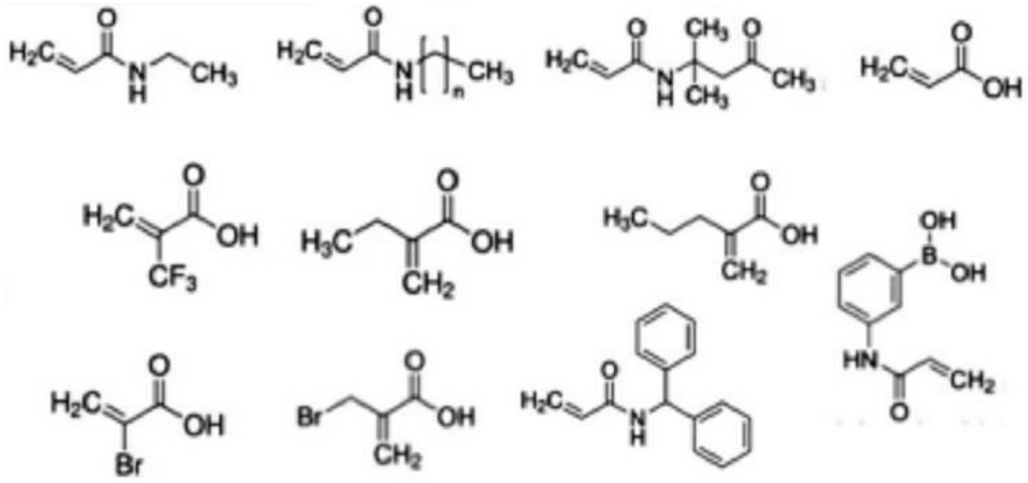
[0028] 한편, 상기 수소 결합 주개는, 아민 또는 카르복실기를 포함하는 분자를 포함할 수 있다. 예를 들면, 상기 수소 결합 주개는, 아스코르브산, 아크릴아마이드, 요소, 시트르산, 에틸렌글리콜 등을 포함할 수 있다. 상기 수소 결합 주개의 예로는, 하기의 구조식들2를 갖는 물질을 들 수 있다.

[0029] **구조식들2**

[0030] 

[0031] 

[0032] 



[0033]

[0034] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 수소 결합 주개는 분자간 이중 결합을 포함하는 물질, 예를 들면 아크릴아마이드를 포함할 수 있다. 이로써, 상기 수소 결합 주개는 이중 결합을 포함함에 따라 중합 반응을 통하여 고분자 나노 입자 또는 금속 나노 입자의 표면에 고분자 코팅을 기대할 수 있다.

[0035] 상기 수소 결합 받개 및 수소 결합 주개로서 각각 기능할 수 있는 물질들로 혼합된 공융 혼합물 분말들은 상기 수소 결합 받개 및 상기 수소 결합 주개 사이의 몰분율에 따라 급격히 감소되는 녹는점을 가질 수 있다. 예를 들면, 염화 콜린(choline chloride) 및 요소(Urea)를 1:2 의 몰분율로 혼합할 경우 약 60 ℃의 온도에서 투명한 액체상을 형성한다. 이는, 상기 수소 결합 받개 및 수소 결합 주개 사이의 강한 수소 결합에 의하여 액체상이 형성되어 공융 용매(deep eutectic solvent)로 전환되기 때문이다.

[0036] 특히, 분말로부터 상대적으로 낮은 온도에서 액체화된 공융 용매는 상대적으로 낮은 휘발성 및 낮은 독성을 가짐에 따라 기존의 나노 입자 전구체를 용해시키기 위하여 사용되는 일반적인 용매가 갖는 휘발성 또는 독성의 문제를 억제할 수 있다. 나아가, 상기 공융 용매는 기존의 용매에 비하여 상기 나노 입자 전구체의 종류에 관계없이 보다 빠르게 용해시킬 수 있다.

[0037] 또한, 고체상의 나노 입자 전구체 분말을 액상 용매에서 용해시키기 위한 별도의 용해 공정이 생략될 수 있다. 나아가, 기존의 방식과 같이 액상 용매의 휘발성/독성 등에 의한 상기 액상 용매의 취급에 어려움이 있었으나, 본 발명의 실시예에 따르면, 액상 용매를 이용하지 않고 그 대신에 공융 혼합물 분말 및 나노 입자 전구체 분말을 포함하는 고체 혼합물 분말을 가열하여 공융 용매를 형성할 뿐 액상 용매를 별도로 취급하지 않는 장점이 있다. 결과적으로 나노 입자를 수득하는 산업 공정화가 용이해 질 수 있다.

[0038] 상기 나노 입자 전구체는 분말 형태를 가진다. 상기 나노 입자 전구체 분말은 고분자 전구체 분말, 금속 전구체 분말 또는 금속 산화물 전구체 분말을 포함할 수 있다. 이와 같이 다양한 종류의 나노 입자 전구체 분말은 상기 공융 용매 내에서 효과적으로 용해될 수 있다. 따라서, 다양한 종류의 나노 입자가 상기 공융 용매를 이용하여 합성될 수 있다.

[0039] 상기 환원제 분말은, 상기 나노 입자 전구체 분말이 상기 공융 용매 내에서 용해된 나노 입자 전구체와 반응하여 상기 나노 입자 전구체를 환원시킨다. 이로써, 상기 나노 입자 전구체로부터 나노 입자가 형성될 수 있다. 상기 환원제 분말의 예로는, 아스코르브산, 히드록실아민, 아인산나트륨(sodium phosphite) 등을 들 수 있다.

[0040] 이어서, 상기 고체 혼합물 분말을 제1 온도로 가열함으로 상기 공융 혼합물 분말을 액상으로 상변화 시킨다. 이로써, 상기 나노 입자 전구체 분말 및 상기 환원제 분말이 용해된 공융 용매를 형성한다(S120).

[0041] 상기 고체 혼합물 분말은 제1 온도의 녹는점을 가진다. 또한, 상기 고체 혼합물 분말에 포함된 상기 수소 결합 받개 및 상기 수소 결합 주개 사이의 몰분율에 따라 상기 고체 혼합물 분말은 변화되는 녹는점을 가진다.

[0042] 예를 들면, 염화 콜린(choline chloride) 및 요소(Urea)를 1:2 의 몰분율로 혼합된 공융 혼합물 분말은 약 60 ℃의 온도의 녹는점을 가진다. 이로써, 상기 녹는점 이상의 온도에서, 상기 공융 혼합물 분말을 포함하는 고체 혼합물 분말은 액상으로 상변화 될 수 있다.

[0043] 따라서, 상기 고체 혼합물 분말이 제1 온도의 녹는점 이상으로 가열될 경우, 상기 고체 혼합물 분말에 포함된 공융 혼합물 분말이 고체에서 액체로 상변화 됨에 따라 공융 용매가 형성된다. 상기 공융 용매는 매우 우수한

용해 능력을 가짐에 따라, 상기 공융 용매 내에는 상기 나노 입자 전구체 분말 및 상기 환원제 분말이 효과적으로 용해될 수 있다.

[0044] 이어서, 상기 공융 용매 내에서 용해된 환원제를 이용하는 환원 반응을 통하여 나노 입자 전구체를 환원시켜 나노 입자를 생성한다(S140).

[0045] 보다 상세하게는, 상기 공융 용매 내에 나노 입자 전구체 분말 및 환원제 분말이 용해된 상태에서 상기 공융 용매를 추가적으로 가열함으로써, 상기 공융 용매 내에서 용해된 나노 입자 전구체 및 환원제 사이에 환원 반응이 발생한다. 이로써, 상기 환원제를 이용하는 환원 반응을 통하여 상기 나노 입자 전구체로부터 나노 입자가 생성될 수 있다.

[0046] 본 발명의 실시예에 따르면, 공융 혼합물 분말, 나노 입자 전구체 분말 및 환원제 분말을 포함하는 고체 혼합물 분말로부터 공융 용매를 형성한 후, 상기 공융 용매에 용해된 나노 입자 전구체 및 환원제 분말 사이의 환원 반응을 통하여 나노 입자를 합성할 수 있다. 이때, 상기 공융 용매는 나노 입자의 원료가 아니라, 합성 반응의 매개체로서 이용된다. 이로써, 분말 별도의 액상 용매를 이용하여 나노 입자 전구체를 용해시키는 용해 공정이 생략되며, 상기 액상 용매를 취급하는 시설 또는 공정이 요구되지 않는다.

[0047] 또한, 공융 용매 내에는 종류에 무관하게 나노 입자 전구체가 용이하게 용해될 수 있음에 따라 다양한 종류의 나노 입자가 합성될 수 있다. 예를 들면, 고분자 나노 입자, 금속 산화물 나노 입자 또는 금속 나노 입자 등이 간단한 공정을 통하여 용이하게 합성될 수 있다. 나아가, 표면에 고분자 물질이 코팅된 코어셸 구조의 복합체가 용이하게 형성될 수 있다.

[0048] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 환원제 및 상기 수소결합주개로서 동시에 기능하는 물질이 이용될 수 있다. 예를 들면, 상기 환원제 및 상기 수소결합주개로서 아스코르브 산이 이용될 수 있다. 이 경우 별도의 환원제가 추가적으로 요구되지 않는다.

[0049] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 환원 반응은 무수 반응(reaction without water)에 해당할 수 있다. 이로써, 상기 환원 반응에 물(예를 들면 아스코르브산 수용액)이 첨가될 경우, 불균일한 크기를 갖는 나노 입자의 생성이 억제되는 한편, 균일한 크기를 갖는 나노 입자의 합성이 가능하다. 또한, 상기 환원 반응에 물이 첨가될 경우 상기 환원 반응으로부터 생성된 나노 입자는 약 60 ℃의 온도에서 열적으로 불안정한 상태로 가짐에 따라 응집되는 문제가 발생할 수 있다. 반면에 본 발명은 무수 반응을 통하여 상기 나노 입자 전구체를 환원시킴에 따라, 나노 입자의 열적 안정성이 개선될 수 있다.

[0050] 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 입자의 합성 방법에 있어서, 상기 나노 입자가 분산된 공융 용매를 희석시킨다(S140). 이는, 상기 공융 용매에 물을 공급함으로써 수행될 수 있다.

[0051] 이후, 상기 희석된 공융 용매로부터 상기 나노 입자를 분리할 수 있다. 이 경우, 원심 분리 공정을 통하여 상기 희석된 공융 용매로부터 상기 나노 입자를 분리할 수 있다. 이로써, 상기 나노 입자가 상기 공융 용매로부터 수득된다.

[0052] **실시예1**

[0053] 염화 콜린 9.77 g(7.0×10^{-2}몰), 아스코르브 산 6.16 g(3.5×10^{-2}몰) 및 염화 금산 삼수화물($HAuCl_4 \cdot 3H_2O$) 2.36×10^{-2} g(6.0×10^{-5}몰)을 반응 용기에 골고루 섞어준 후 80 ℃에 도달할 때까지 교반하면서 가열하였다. 공융 용매 상에서 생성된 금 나노입자들은 0.01% tween20 수용액과 1:1의 부피 비로 혼합하여 원심분리를 거쳐 수득되었다.

[0054] **실시예2**

[0055] 염화 콜린 9.77 g(7.0×10^{-2}몰), 아스코르브 산 6.16 g(3.5 × 10-2몰), 아크릴아마이드 2.49 g(3.5×10^{-2}몰) 및 염화 금산 삼수화물($HAuCl_4 \cdot 3H_2O$) 2.36×10^{-2} g(6.0×10^{-5}몰)을 반응 용기에 골고루 섞어준 후 80 ℃에 도달할 때까지 교반하면서 가열하였다. 공융 용매 상에서 생성된 금 나노입자들은 0.01% tween20 수용액과 1:1의 부피 비로 혼합하여 원심분리를 거쳐 수득되었다.

[0056] **실시예3**

[0057] 염화 콜린 9.77 g(7.0×10^{-2}몰), 아스코르브 산 6.16 g(3.5×10^{-2}몰), 요소 2.10 g(3.5×10^{-2}몰) 및 염화

금산 삼수화물($HAuCl_4 \cdot 3H_2O$) 2.36 × 10^{-2} g(6.0 × 10^{-5}몰)을 반응 용기에 골고루 섞어준 후 80 ℃에 도달할 때까지 교반하면서 가열하였다. 공융 용매 상에서 생성된 금 나노입자들은 0.01% tween20 수용액과 1:1의 부피 비로 혼합하여 원심분리를 거쳐 수득되었다.

[0058] **실시예4**

[0059] 염화 콜린 9.77 g(7.0 × 10^{-2}몰), 아스코르브 산 6.16 g(3.5 × 10^{-2}몰), 시트르 산 3.36 g(1.75 × 10^{-2}몰) 및 염화 금산 삼수화물($HAuCl_4 \cdot 3H_2O$) 2.36 × 10^{-2} g(6.0 × 10^{-5}몰)을 반응 용기에 골고루 섞어준 후 100 ℃에 도달할 때까지 교반하면서 가열하였다. 공융 용매 상에서 생성된 금 나노입자들은 0.01% tween20 수용액과 1:1의 부피 비로 혼합하여 원심분리를 거쳐 수득되었다.

[0060] **실시예 5**

[0061] 염화 콜린 9.77 g(7.0 × 10^{-2}몰), 아스코르브 산 6.16 g(3.5 × 10^{-2}몰), 에틸렌 글리콜 2.17 g(3.5 × 10^{-2}몰) 및 염화 금산 삼수화물($HAuCl_4 \cdot 3H_2O$) 2.36 × 10^{-2} g(6.0 × 10^{-5}몰)을 반응 용기에 골고루 섞어준 후 90 ℃에 도달할 때까지 교반하면서 가열하였다. 공융 용매 상에서 생성된 금 나노입자들은 0.01% tween20 수용액과 1:1의 부피 비로 혼합하여 원심분리를 거쳐 수득되었다.

[0062] **실시예 6**

[0063] 염화 콜린 9.77 g(7.0 × 10^{-2}몰), 아스코르브 산 6.16 g (3.5 × 10^{-2}몰) 및 사염화팔라듐산산(II) 칼륨(K_2PdCl_4) 1.96 × 10^{-2} g (6.0 × 10^{-5}몰)을 반응 용기에 골고루 섞어준 후 90 ℃에 도달할 때까지 교반하면서 가열하였다. 공융 용매 상에서 생성된 금 나노입자들은 0.01% tween20 수용액과 1:1의 부피 비로 혼합하여 원심분리를 거쳐 수득되었다.

[0064] **비교예**

[0065] 염화 콜린 9.77 g(7.0 × 10^{-2}몰), 아크릴아마이드 2.49 g(3.5 × 10^{-2}몰) 및 염화 금산 삼수화물 ($HAuCl_4 \cdot 3H_2O$) 2.36 × 10^{-2} g(6.0 × 10^{-5}몰)의 고체 분말 혼합물에 아스코르브산 수용액(aqueous ascorbic acid)을 반응 용기에 골고루 섞어준 후 80 ℃에 도달할 때까지 교반하면서 가열하였다.

[0066] 공융 용매 상에서 생성된 금 나노입자들은 0.01% tween20 수용액과 1:1의 부피 비로 혼합하여 원심분리를 거쳐 수득되었다.

[0067] 도 2는 도 1의 환원 공정의 시간 추이에 따른 나노 입자의 생성을 나타내는 사진들이다.

[0068] 도 2를 참조하면, 상기 환원 공정을 통하여 나노 입자가 시간에 추이에 따라 합성됨을 확인할 수 있다.

[0069] 도 3은 도 1의 수소 결합 주개의 종류에 따라 생성된 나노 입자를 나타낸 사진들이다.

[0070] 도 3을 참조하면, 다양한 종류의 수소 결합 주개 및 수소 결합 받개로서 염화 콜린를 이용하여 나노 입자를 합성할 수 있음을 확인할 수 있다.

[0071] 예를 들면, 수소 결합 주개로서, 아스코르브산, 옥살산, 타르타르산, 디메틸요소, 메틸 요소, 시트르산, 아세트아마이드, 아크릴아마이드, 말론산 등을 이용하고, 금속 나노 입자 전구체로 염화 금산 삼수화물($HAuCl_4 \cdot 3H_2O$)을 이용하여 금 나노 입자를 합성할 수 있다.

[0072] 도 4는 실시예2 및 비교예에 따라 합성된 금 나노 입자를 나타낸 주사 전자 현미경 사진들이다.

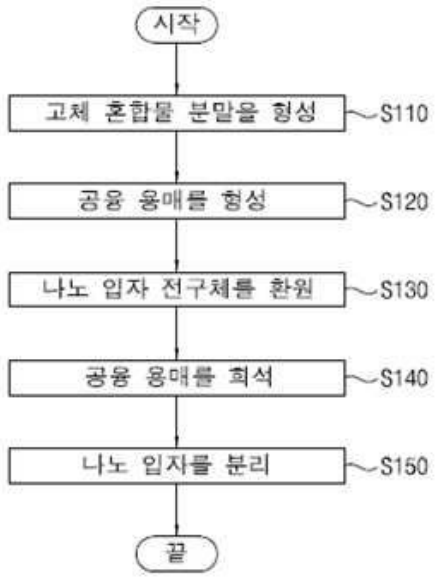
[0073] 왼쪽에 도시된 실시예2의 금 나노 입자는 570±124 nm 의 직경을 가짐에 따라 약 21.7 % 크기 분포를 가진다. 반면에, 오른쪽에 도시된 비교예로부터 합성된 금 나노 입자는 443±245 nm 의 직경을 가짐에 따라 약 55.3%의 크기 분포를 가짐을 확인할 수 있다. 결과적으로 비교예에 대비하여 무수 반응을 통하여 합성된 금 나노 입자가 균일한 크기를 가짐을 확인할 수 있다.

[0074] 도 5는 비교예에 따라 합성된 금 나노 입자를 건조할 때 응집 현상을 설명하기 위한 사진이다.

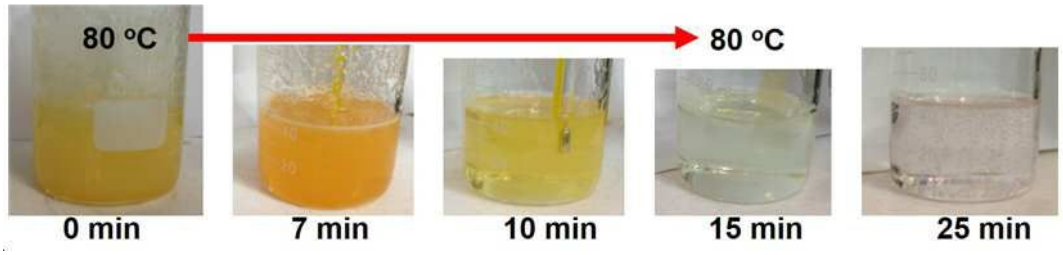
[0075] 도 5를 참조하면, 비교예에 따라 합성된 금 나노 입자가 열적으로 불안전한 상태를 가짐에 따라, 60 ℃의 온도에서 응집됨을 확인할 수 있다.

도면

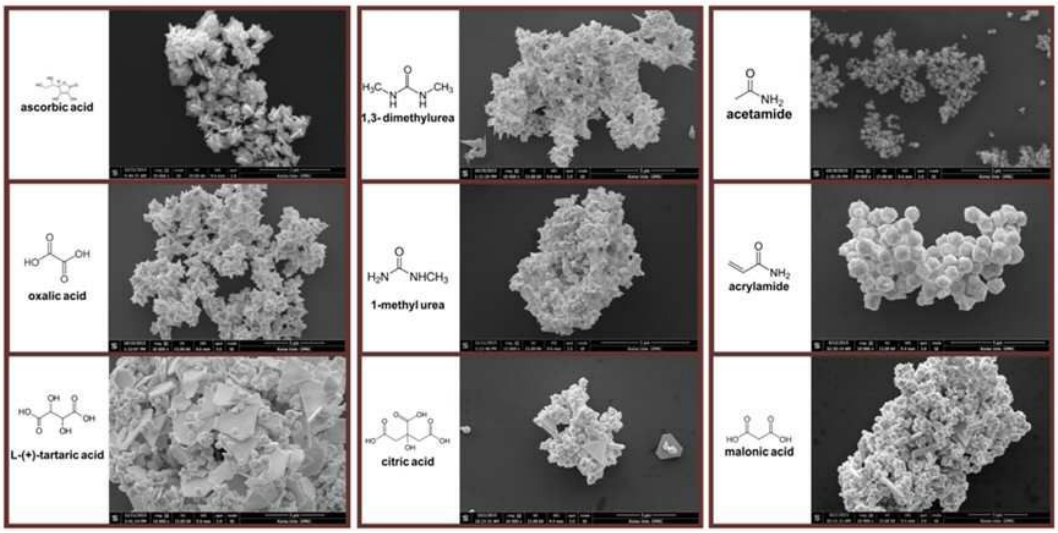
도면1



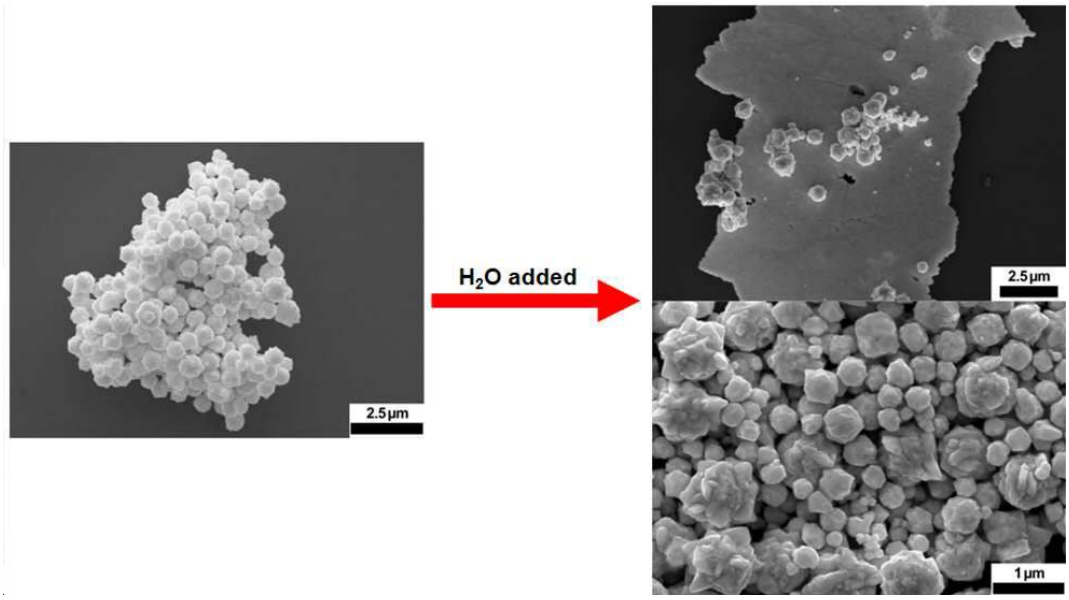
도면2



도면3


ascorbic acid
1,3-dimethylurea
acetamide
oxalic acid
1-methyl urea
acrylamide
L-(+)-tartaric acid
citric acid
malonic acid

도면4


H2O added
2.5μm
2.5μm
1μm

도면5

