



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0028060  
(43) 공개일자 2019년03월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C08J 3/12 (2006.01) C08F 292/00 (2006.01)  
C08J 3/20 (2006.01) B82Y 40/00 (2017.01)  
(52) CPC특허분류  
C08J 3/126 (2013.01)  
C08F 292/00 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2017-0115039  
(22) 출원일자 2017년09월08일  
심사청구일자 2019년01월08일

(71) 출원인  
주식회사 엘지화학  
서울특별시 영등포구 여의대로 128 (여의도동)  
고려대학교 산학협력단  
서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암  
동5가)  
(72) 발명자  
김준형  
대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학기술연구원  
이재승  
서울특별시 동대문구 정릉천동로 36, 109동 1703  
호(용두동, 래미안허브리츠)  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
특허법인다나

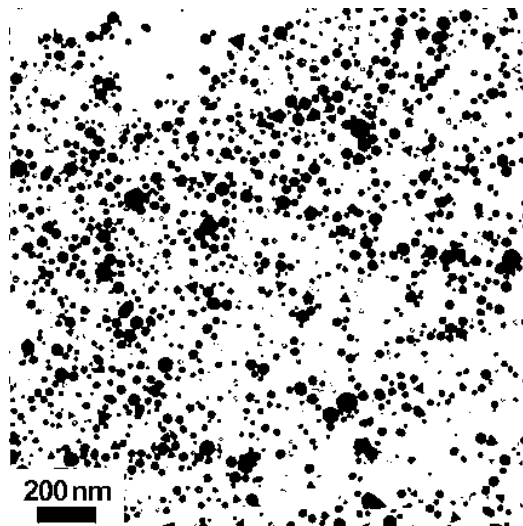
전체 청구항 수 : 총 21 항

(54) 발명의 명칭 나노 입자의 합성 방법

(57) 요약

본 출원은 나노 입자 합성 방법 및 나노 입자에 관한 것으로서, 입자 표면에 고분자층이 형성되어 물리적, 화학적으로 안정성이 뛰어난 나노 입자의 합성 방법이고, 상기 합성에서 공정을 간소화하면서도 나노 입자를 균일한 크기 분포로 대량 생산할 수 있는 합성 방법을 제공한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

*C08J 3/20* (2013.01)

*B82Y 40/00* (2013.01)

(72) 발명자

**오주환**

서울특별시 노원구 월계로45가길 94, 402동 503호  
(월계동, 월계청백4단지아파트)

---

**김윤희**

서울특별시 서대문구 독립문공원길 17, 111동 303호  
(현저동, 독립문극동아파트)

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

공용 혼합물, 나노 입자 전구체, 고분자 단량체 및 환원제를 혼합하여 고체 혼합물을 형성하는 단계를 포함하는 나노 입자의 합성 방법.

#### 청구항 2

제 1 항에 있어서, 고체 혼합물을 가열하는 단계를 추가로 포함하는 나노 입자의 합성 방법.

#### 청구항 3

제 2 항에 있어서, 가열하는 단계는 50℃ 내지 200℃ 범위의 온도에서 진행하는 나노 입자의 합성 방법.

#### 청구항 4

제 2 항에 있어서, 가열하는 단계는 50℃ 이상, 100℃ 미만의 온도에서 진행하는 제1단계 및 100℃ 내지 200℃의 온도에서 진행하는 제2단계를 포함하는 나노 입자의 합성 방법.

#### 청구항 5

제 1 항에 있어서, 나노 입자 전구체, 고분자 단량체 및 환원제가 공용 혼합물로부터 유도된 공용 용매에 분산되는 나노 입자의 합성 방법.

#### 청구항 6

제 1 항에 있어서, 나노 입자 전구체의 환원 반응 단계를 추가로 포함하는 나노 입자의 합성 방법.

#### 청구항 7

제 6 항에 있어서, 환원 반응 단계는 무수 반응인 나노 입자 합성 방법.

#### 청구항 8

제 6 항에 있어서, 고분자 단량체의 중합 반응 단계를 추가로 포함하는 나노 입자의 합성 방법.

#### 청구항 9

제 8 항에 있어서, 중합 반응 단계는 환원 반응 단계와 함께 진행되는 나노 입자의 합성 방법.

#### 청구항 10

제 1 항에 있어서, 공용 혼합물은 수소 결합 받개 및/또는 수소 결합 주개의 기능을 할 수 있는 물질을 포함하는 나노 입자의 합성 방법.

#### 청구항 11

제 10 항에 있어서, 수소 결합 받개의 기능을 할 수 있는 물질은 4차 암모늄염을 포함하는 나노 입자 합성 방법.

#### 청구항 12

제 10 항에 있어서, 수소 결합 주개의 기능을 할 수 있는 물질은 이중 결합, 카르복실기, 히드록시기 또는 아민기를 포함하는 물질인 나노 입자 합성 방법.

#### 청구항 13

제 1 항에 있어서, 나노 입자 전구체는 고분자 나노 입자 또는 금속 나노 입자의 전구체인 나노 입자 합성 방법.

#### 청구항 14

제 1 항에 있어서, 고분자 단량체는 아크릴계 화합물을 포함하는 나노 입자 합성 방법.

#### 청구항 15

제 1 항에 있어서, 고분자 단량체는 수소 결합 주개로서의 기능을 가지는 나노 입자 합성 방법.

#### 청구항 16

제 1 항에 있어서, 환원제는 100℃ 이상에서 환원력을 가지는 나노 입자 합성 방법.

#### 청구항 17

제 1 항에 있어서, 환원제는 수소 결합 주개로서의 기능을 가지는 나노 입자 합성 방법.

#### 청구항 18

제 1 항에 있어서, 환원제는 구연산 나트륨, 아스코르브산, 히드록실아민 또는 아인산나트륨(sodium phosphite)을 포함하는 나노 입자 합성 방법.

#### 청구항 19

나노 입자 표면에 고분자층이 존재하고, 변동계수가(coefficient of variation, C.V.)가 60% 이하인 나노 입자.

#### 청구항 20

제 19 항에 있어서, 5 내지 300nm의 평균 입경을 가지는 나노 입자.

#### 청구항 21

제 19 항에 있어서, 나노 입자는 공용 혼합물로부터 형성된 나노 입자.

### 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 출원은 나노 입자의 합성 방법 및 나노 입자에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 나노 입자의 대량 합성은 통상적으로 널리 쓰이는 회분식(batch) 공정 대신 미세유체 반응기(microfluidic reactor)를 사용하는 연속식(continuous) 공정으로 이루어 지고 있다. 회분식 공정의 경우, 대량 합성을 위하여 반응물의 농도 혹은 반응 용량을 증가시켜야 하는데, 이는 결과적으로 반응물의 확산과 열 전달에 영향을 미쳐 최종 합성물의 품질 조절에 어려움이 있다. 하지만, 미세유체 반응기를 쓸 경우, 대량 합성을 위하여 반응물의 농도를 올리거나 반응 용량을 늘릴 필요 없이 고정된 화학적 조건에서 일정한 형태의 나노 입자들을 지속적으로 생산할 수 있으며 간단히 미소유체 반응기의 숫자를 늘림으로써 그램(g) 단위의 합성 효율을 만들어 낼 수 있는 장점이 있다.

[0003] 그러나 이러한 미세유체 반응기는 좁은 유로로 인하여 나노 입자들에 의한 막힘(blockage) 현상이 발생하기 쉽고, 1 g에 준하는 나노 입자들을 수득하기 위하여 4시간 이상의 반응 시간을 요구하며, 복잡한 설치 과정 및 비싼 비용 등으로 아직 해결해야 할 부분들이 남아 있는 형편이다. 따라서, 나노 입자 대량합성 시, 높은 반복성과 단위시간당 생산 효율을 가지며 특별한 장비를 요구하지 않는 저 비용의 새로운 기술이 필요하다.

### 발명의 내용

## 해결하려는 과제

[0004] 본 출원은 입자 표면에 고분자층이 형성되어 물리적, 화학적으로 안정성이 뛰어난 나노 입자의 합성 방법이고, 상기 합성에서 공정을 간소화하면서도 나노 입자를 균일한 크기 분포로 대량 생산할 수 있는 합성 방법을 제공한다.

## 과제의 해결 수단

[0005] 본 출원은 나노 입자의 합성 방법에 관한 것이다. 본 명세서에서 나노 입자란 나노 크기를 가지는 입자를 의미할 수 있다. 예시적인 합성 방법은 공융 혼합물, 나노 입자 전구체, 고분자 단량체 및 환원제를 혼합하여 고체 혼합물을 형성하는 단계를 포함한다. 상기에서, 공융 혼합물은 수소 결합 받게 및/또는 수소 결합 주개의 기능을 할 수 있는 물질을 포함할 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 공융 혼합물은 수소 결합 받게 물질 및 수소 결합 주개 물질을 함께 포함할 수 있다. 본 출원은 상기 단계를 통해, 유기 용매에 의한 용해 공정 및 고분자 코팅 공정과 같은 추가적인 공정 없이 코어-셸 구조의 나노 입자(코어: 나노 입자, 셸: 고분자)를 균일한 크기 분포로 대량 생산하여 공정의 효율성 및 나노 입자 생산 품질을 향상시킬 수 있다.

[0006] 본 출원의 구체예에서, 상기 합성 방법은 고체 혼합물을 가열하는 단계를 추가로 포함할 수 있다. 상기 가열하는 단계는 50℃ 내지 200℃, 60℃ 내지 195℃, 72℃ 내지 188℃ 또는 76℃ 내지 182℃ 범위의 온도에서 진행할 수 있다. 본 출원의 합성 방법에서는 상기 가열에 의해 공융 혼합물이 액상으로 상변화되어 공융 용매가 형성될 수 있다. 상기 공융 혼합물은 상대적으로 낮은 온도, 예를 들면 100℃ 미만의 녹는점을 가질 수 있다.

[0007] 본 출원의 구체예에서, 나노 입자 전구체, 고분자 단량체 및 환원제는 상기 가열 단계를 통해 형성된 공융 용매에 분산되어 있을 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 나노 입자 전구체, 고분자 단량체 및 환원제는 상기 공융 용매에 용해되어 있을 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 본 출원은 상기 공융 용매를 형성함으로써, 유기 용매에 용해하는 종래의 공정 없이 공정의 효율성을 구현할 수 있다.

[0008] 하나의 예시에서, 상기 가열하는 단계는 50℃ 이상, 100℃ 미만, 57℃ 내지 97℃, 62℃ 내지 88℃, 68℃ 내지 85℃ 또는 73℃ 내지 82℃의 온도에서 진행하는 제1단계 및 100℃ 내지 200℃, 105℃ 내지 195℃, 110℃ 내지 190℃, 115℃ 내지 185℃, 120℃ 내지 180℃, 123℃ 내지 175℃, 또는 125℃ 내지 170℃ 또는 130℃ 내지 165℃의 온도에서 진행하는 제2단계를 포함할 수 있다. 전술한 바와 같이, 본 출원은 100℃ 미만에서 공융 혼합물은 공융 용매를 형성하고, 100℃ 이상의 온도에서 가열하는 단계를 추가로 포함할 수 있다. 상기 100℃ 이상의 온도에서는, 후술하는, 나노 입자 전구체의 환원 반응 및/또는 고분자 단량체의 중합 반응이 진행될 수 있다.

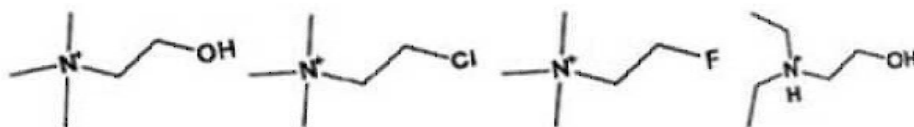
[0009] 하나의 예시에서, 본 출원은 나노 입자 전구체의 환원 반응 단계를 추가로 포함할 수 있다. 상기 합성 방법은 환원 반응을 통해 나노 입자 전구체를 환원시켜 나노 입자를 생성하는 단계를 포함할 수 있다. 본 출원은 상기 환원 반응을 통해 나노 입자가 생성될 수 있으며, 후술하는 바와 같이, 환원 반응과 동시에 나노 입자의 표면에 고분자 단량체가 중합되어 고분자층이 상기 입자를 둘러싸도록 나노 입자를 형성할 수 있다. 고분자가 둘러싸인 나노 입자는 코어-셸 구조를 형성할 수 있고, 코어인 나노 입자에 고분자가 셸을 형성하는 형태로 합성될 수 있다. 본 출원은 상기 환원 반응을 통해, 나노 입자의 생성과 동시에 나노입자-고분자의 코어-셸 구조를 형성하여 공정의 효율성 및 편의성을 도모할 수 있다.

[0010] 본 출원의 구체예에서, 상기 환원 반응은 무수 반응(reaction without water)일 수 있다. 본 출원은 상기 무수 반응을 진행함으로써, 나노 입자의 열적 안정성을 향상시킬 수 있다.

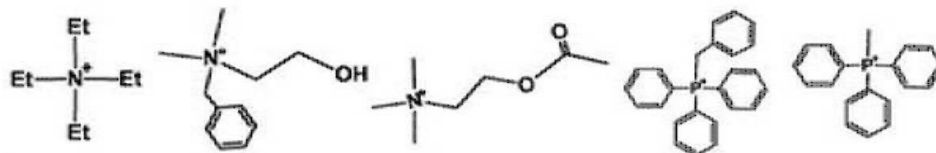
[0011] 하나의 예시에서, 본 출원은 고분자 단량체의 중합 반응 단계를 추가로 포함할 수 있다. 상기 중합 반응 단계는 전술한 가열 단계 중 100℃ 이상의 온도에서 진행될 수 있고, 상기 중합 반응이 진행되면 중합 반응은 발열 반응이기 때문에, 공융 용매 자체적으로 추가적인 열이 발생하면서, 나노 입자 전구체의 환원 반응 속도가 향상되어 더욱 균일한 크기 분포를 가지는 나노 입자가 형성될 수 있다. 또한, 중합 반응 단계는 환원 반응 단계와 함께 진행되기 때문에 공정의 효율성을 향상시킬 수 있다. 본 명세서에서 함께 진행된다는 것은, 적어도 한 시점에서 두 반응이 시간적으로 동일한 시점에 진행된 것을 의미할 수 있다.

[0012] 본 출원의 일 실시예에 있어서, 상기 수소 결합 받게의 기능을 할 수 있는 물질은 염화 콜린(choline chloride)과 같은 4차 암모늄 염을 포함할 수 있다. 상기 4차 암모늄의 예로는, 아래의 구조식들 1을 갖는 물질을 들 수 있다.

[0013] 구조식들 1



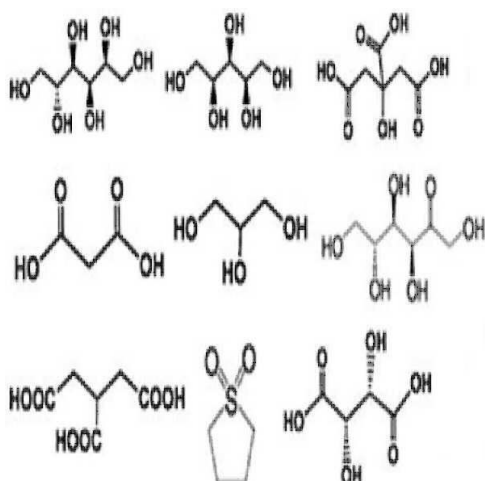
[0014]



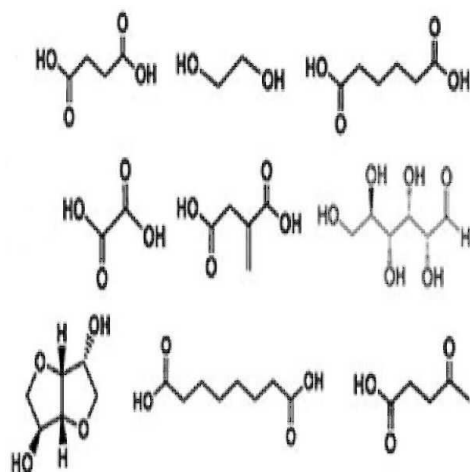
[0015]

[0016] 한편, 상기 수소 결합 주개의 기능을 할 수 있는 물질은, 이중 결합, 카르복실기, 히드록시기 또는 아민기를 포함하는 물질을 포함할 수 있다. 예를 들면, 상기 수소 결합 주개는, 아스코르브산, 아크릴아마이드, 자일리톨, 요소, 시트르산, 에틸렌글리콜 등을 포함할 수 있다. 상기 수소 결합 주개의 예로는, 하기의 구조식들 2를 갖는 물질을 들 수 있다.

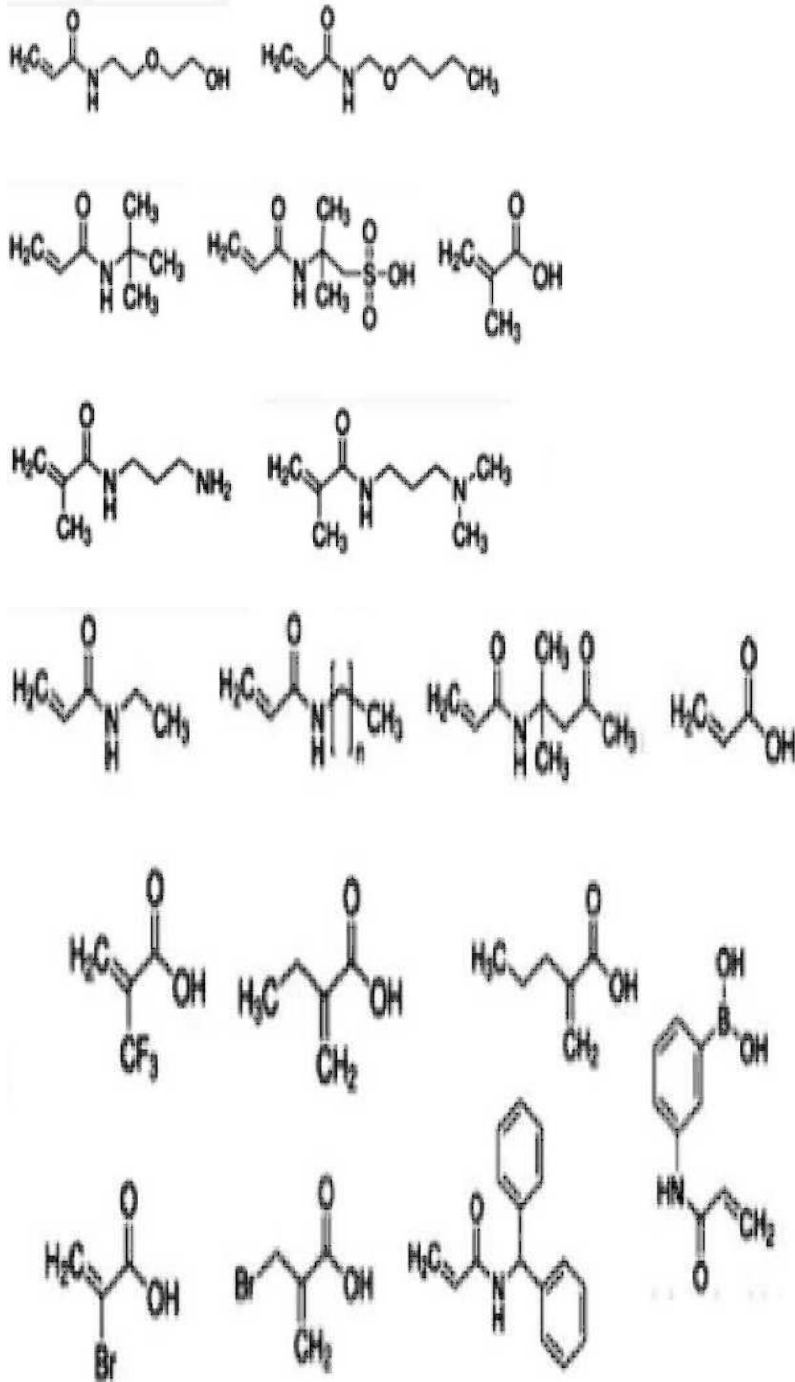
[0017] 구조식들 2



[0018]



[0019]



[0020]

[0021]

[0022]

본 출원의 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.

[0023]

본 출원의 구체예에서, 상기 수소 결합 받개 및 수소 결합 주개 사이에는 강한 수소 결합을 가지고, 따라서, 상대적으로 낮은 온도, 예를 들어, 100℃ 이하의 온도에서 액체상이 형성되어 공용 용매(deep eutectic solvent)로 전환된다.

[0024]

본 출원의 상기 공용 용매는 특히, 분말로부터 상대적으로 낮은 온도에서 액체화된 것이고, 따라서, 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. 상기 공용 용매는 나노 입자의 원료가 아니라, 합성 반응의 매개체로서 이용된다. 또한, 상기 공용 용매는 기존의 물 또는 유기 용매에 비하여 상기 나노 입자 전구체의 종류에 관계없이 보다 빠르게 용해시킬 수 있다.

- [0025] 하나의 예시에서, 상기 나노 입자 전구체는 분말 형태를 가질 수 있다. 상기 나노 입자 전구체는 고분자 나노 입자 또는 금속 나노 입자의 전구체일 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 나노 입자 전구체는 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 내에 서 효과적으로 용해될 수 있다. 따라서, 다양한 종류의 나노 입자가 상기 공융 용매를 이용하여 합성될 수 있다.
- [0026] 상기 나노 입자의 종류는 특별히 한정되지 않으나, 금, 백금, 은, 또는 팔라듐 나노 입자와 같이 예시되는 금속 나노 입자일 수 있다. 상기 나노 입자가 금 나노입자인 경우, 나노 입자 전구체는 염화 금산 삼수화물 ( $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )일 수 있다. 또한, 본 출원의 구체예에서, 상기 나노 입자의 형상은 특별히 한정되지 않으나, 구형, 막대 모양 또는 다면체의 형상을 가질 수 있다.
- [0027] 하나의 예시에서, 상기 고분자 단량체는 아크릴계 화합물을 포함할 수 있다. 상기 아크릴계 화합물은 (메타)아크릴산 에스테르계 단량체 및/또는 가교성 단량체를 포함할 수 있다.
- [0028] 상기 (메타)아크릴산 에스테르 단량체는, 예를 들어, 알킬(메타)아크릴레이트일 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 상기 알킬(메타)아크릴레이트의 알킬은 직쇄, 분지쇄 또는 고리형의 탄소수 1 내지 30의 알킬일 수 있고, 구체적으로 탄소수 2 내지 25, 4 내지 23 또는 6 내지 18의 알킬일 수 있다.
- [0029] 상기 (메타)아크릴산 에스테르 단량체는, 구체적으로, 메틸 (메타)아크릴레이트, 에틸 (메타)아크릴레이트, n-프로필 (메타)아크릴레이트, 이소프로필 (메타)아크릴레이트, n-부틸 (메타)아크릴레이트, t-부틸 (메타)아크릴레이트, sec-부틸 (메타)아크릴레이트, 펜틸 (메타)아크릴레이트, 2-에틸헥실 (메타)아크릴레이트, 2-에틸부틸 (메타)아크릴레이트, n-옥틸(메타)아크릴레이트, 이소옥틸 (메타)아크릴레이트, 이소보닐 (메타)아크릴레이트, 이소노닐 (메타)아크릴레이트 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나를 포함할 수 있다.
- [0030] 하나의 예시에서 상기 가교성 단량체는, 분자 구조 내에 공중합성 관능기 (예를 들어, 탄소-탄소 이중 결합)뿐만 아니라 기능성 관능기를 더 포함하는 단량체를 의미할 수 있다. 가교성 관능기는 예를 들어, 히드록시기, 카르복실기, 질소 함유 관능기 또는 에폭시기가 예시될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0031] 상기 가교성 단량체는 예를 들어, 히드록시프로필(메타)아크릴레이트, 히드록시부틸(메타)아크릴레이트, 2-이소시아네이트에틸 (메타)아크릴레이트, 3-이소시아네이트프로필 (메타)아크릴레이트, 4-이소시아네이트부틸 (메타)아크릴레이트, (메타)아크릴아마이드, N-비닐 피롤리돈 또는 N-비닐 카프로락탐 이거나, 이들의 조합을 포함할 수 있으나 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0032] 본 출원은 상기 고분자 단량체가 중합될 수 있도록, 당업계의 공지의 개시제 또는 가교제를 포함할 수 있다. 그러나, 본 출원은 상기에 한정되지 않고, 나노 입자 형성 시에 개시제 또는 가교제 없이 중합될 수 있으므로, 개시제 및/또는 가교제를 포함하지 않을 수 있다.
- [0033] 본 출원의 구체예에서, 상기 고분자 단량체는 수소 결합 주개로서의 기능을 가질 수 있다. 고분자 단량체가 수소 결합 주개로서의 기능을 가질 경우, 전술한 공융 혼합물에서 수소 결합 주개로서의 물질은 생략되고, 상기 고분자 단량체가 수소 결합 주개로서의 기능을 할 수 있다.
- [0034] 전술한 바와 같이, 본 출원의 합성 방법은 환원제를 추가로 포함할 수 있다. 상기 환원제는 100℃ 이상 또는 120℃ 이상에서 환원력을 가질 수 있다. 환원력을 갖는다는 것은 상기 온도 범위에서 환원 반응을 진행시키는 것을 의미할 수 있다. 따라서, 상기 환원제는 전술한 가열 단계 중 제2단계에서 목적하는 물질을 환원시킬 수 있다.
- [0035] 또한, 상기 환원제는 수소 결합 주개로서의 기능을 가질 수 있다. 이에 따라, 전술한 공융 혼합물의 수소 결합 주개로서의 기능을 가지는 물질로서 상기 환원제가 사용될 수 있다. 따라서, 공융 혼합물의 수소 결합 주개로서의 물질은 별도로 포함되지 않을 수 있다.
- [0036] 하나의 예시에서, 상기 환원제는, 상기 공융 용매 내에서 용해된 나노 입자 전구체와 반응하여 상기 나노 입자 전구체를 환원시킨다. 상기 환원 반응에 의해, 상기 나노 입자 전구체로부터 나노 입자가 형성될 수 있다. 상기 환원제는, 구연산 나트륨, 아스코르브산, 히드록실아민, 또는 아인산나트륨(sodium phosphite)을 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0037] 본 출원의 구체예에서, 상기 합성 방법은 나노 입자를 분리하는 단계를 추가로 포함할 수 있다. 상기 분리 단계는 당업계의 공지의 방법으로 수행될 수 있다. 하나의 예시에서, 나노 입자 합성 후 고상의 합성 결과물에

수용액에 투입한 후, 원심 분리를 통해서 목적하는 나노 입자를 수득할 수 있다.

[0038] 본 출원의 구체예에서, 상기 나노 입자의 합성방법은 하기의 함량 비율로 각 성분을 포함할 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 고분자 단량체는 나노 입자 전구체 100 중량부에 대하여 1000 내지 50000중량부 또는 2000 내지 45000중량부로 포함될 수 있다. 또한, 상기 환원제는 상기 나노 입자 전구체 100 중량부에 대하여 500 내지 5000 중량부 또는 800 내지 4500중량부로 포함될 수 있다. 또한, 상기 수소 결합 주개 및 수소 결합 받개는 각각 50 내지 90중량부 및 30 내지 50 중량부의 중량 비율로 포함될 수 있다. 본 출원의 합성 방법은 상기 함량 비율을 조절함으로써, 나노 입자 전구체가 나노 입자로 형성됨에 있어서, 목적하는 크기 및 크기 분포를 가지고, 상기 나노 입자의 크기에 따른 적정 두께의 고분자 막을 가지게 할 수 있다.

[0039] 하나의 예시에서, 전술한 나노 입자의 합성 방법은 회분식 공정으로 진행될 수 있다. 본 출원은 기존의 회분식 공정(Batch)에서의 반응물의 확산과 열 전달 문제가 없고, 미세유체 반응기(microfluidic reactor)에서 발생하는 반복성 문제와 단위시간당 생산 효율 문제를 보완할 수 있는 합성 방법을 제공한다. 하나의 예시에서, 본 출원의 나노 입자의 합성 방법은 50mL 내지 200mL 또는 80mL 내지 130mL의 Batch 용량 당 300mg 내지 2000mg, 400 mg 내지 1500 mg 또는 500 mg 내지 1000 mg의 나노 입자를 합성할 수 있다.

[0041] 본 출원은 또한, 나노 입자에 관한 것이다. 본 출원의 나노 입자는 나노 입자 표면에 고분자층이 존재하고, 변동계수가(coefficient of variation, C.V.)가 60% 이하인 나노 입자일 수 있다. 또한, 상기 나노 입자는 5 내지 300nm, 10nm 내지 250nm, 15nm 내지 200nm, 20nm 내지 150nm, 25nm 내지 100nm, 28nm 내지 80nm, 30nm 내지 70nm, 34nm 내지 60nm 또는 42nm 내지 55nm의 평균 입경을 가질 수 있다. 상기 평균 입경은 고분자층이 존재한 상태에서 측정된 입경일 수 있다. 본 출원의 나노 입자는 상대적으로 작은 크기 및 균일한 크기 분포를 가질 수 있다.

[0042] 본 출원에서, 상기 변동계수(coefficient of variation, C.V.)는 60% 이하, 예를 들어, 10% 내지 60%, 18% 내지 57%, 22% 내지 53%, 또는 26% 내지 48%일 수 있다. 상기에서 「변동계수」는 나노 입자의 표준편차를 나노 입자의 평균 입경으로 나눈 값의 백분율을 의미하며, 이를 통해 나노 입자의 크기와 관계 없이, 나노 입자의 입경이 나타내는 분산성을 비교할 수 있다. 즉, 상기 변동계수의 값이 클수록 각 나노 입자들의 상대적인 입경 차이가 크다는 것을 의미하며, 변동계수 값이 작을수록 나노 입자들의 상대적인 입경 차이가 작고, 나노 입자의 입경 분포가 고른 것을 의미한다. 상기 변동 계수가 작을수록 나노 입자의 입경의 분포가 고른 것이므로, 그 하한은 특별히 제한되는 것은 아니나, 제조 가능성 등을 고려하였을 때, 10% 이상 또는 20% 이상일 수 있다. 또한, 상기에서 나노 입자의 표준 편차는 30% 이하, 20% 이하 또는 15% 이하일 수 있고, 하한은 1% 이상 또는 5% 이상일 수 있다.

[0043] 하나의 예시에서, 상기 나노 입자는 공용 혼합물로부터 형성된 것일 수 있다. 또한, 상기 나노 입자는 전술한 합성 방법으로 제조된 것일 수 있다. 상기 방법으로 제조된 나노 입자는 표면에 고분자층이 존재함으로써, 코어-셸 구조로서 코어인 나노 입자 표면을 셸인 고분자가 둘러싸도록 형성되어 있을 수 있다.

[0044] 본 출원의 구체예에서, 상기 나노 입자는 반응 촉매로 사용될 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 나노 입자는 환원 반응 또는 산화 반응의 촉매로 사용될 수 있고, 구체예에서, 4-nitrophenol의 환원 반응 또는 2,2-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) (ABTS), o-phenylenediamine (OPD), o-dianisidine (ODA)와 같은 시약들의 산화 반응의 촉매 역할을 할 수 있다.

[0045] 또한, 상기 나노 입자의 표면에 유기물, DNA 또는 항체 등을 화학적/물리적 결합을 통하여 표면 기능화를 할 수 있다. 상기 나노 입자는 표면 플라즈몬 공명 (surface plasmon resonance; SPR) 현상 때문에 입자 자체가 모양과 크기에 따라 다양한 색을 띄게되는데 이를 통해 다양한 분야에 활용할 수 있다.

### 발명의 효과

[0046] 본 출원은 입자 표면에 고분자층이 형성되어 물리적, 화학적으로 안정성이 뛰어난 나노 입자의 합성 방법이고, 상기 합성에서 공정을 간소화하면서도 나노 입자를 균일한 크기 분포로 대량 생산할 수 있는 합성 방법을 제공한다.

### 도면의 간단한 설명

[0047] 도 1 및 2는 실시예 1에 따라 제조된 나노 입자들의 전자 현미경(TEM) 사진이다.

도 3 내지 7은 각각 실시예 2 내지 6에 따라 제조된 나노 입자들의 전자 현미경(TEM) 사진이다.

도 8은 실험예 1에 따른 흡광 스펙트럼을 나타내는 도면이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0048] 이하 본 발명에 따르는 실시예 및 본 발명에 따르지 않는 비교예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명하나, 본 발명의 범위가 하기 제시된 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.

#### [0050] 실시예 1

[0051] (1) 염화 콜린 4.89 g ( $3.5 \times 10^{-2}$  몰), 아크릴아마이드 4.98 g ( $7.0 \times 10^{-2}$  몰), 구연산 나트륨 0.997 g ( $4.0 \times 10^{-3}$  몰) 및 염화 금산 삼수화물 ( $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )  $2.36 \times 10^{-2}$  g ( $6 \times 10^{-5}$  몰)을 250 mL 비커에 순서에 관계없이 넣어준다.

[0052] (2) 비커에 담긴 반응물을 유리 막대로 조심스럽게 저어서 고체 분말 상태의 각 반응물을 최대한 고르게 혼합한다.

[0053] (3) 자석 교반막대를 넣고 교반 기능이 있는 hot plate를 이용하여 가열을 시작한다.

[0054] (4) 고체 분말 상태의 시료의 온도가 점점 오르면서 약 80℃에서 점성이 있는 투명한 노란색 액체 상태가 되면 (공용 용매 형성), RPM을 200 에 맞추고 교반을 시작한다.

[0055] (5) 시료의 온도가 100℃ 근방까지 도달하면 아크릴아마이드의 중합반응이 시작됨. 중합반응이 시작되면서 시료의 온도가 약 130℃~150℃ 사이로 급격하게 높아진다.

[0056] (6) 점성이 점점 높아지고 붉은 계열의 색이 나타나는 것으로 보아 아크릴아마이드의 중합반응과 금 나노입자의 합성이 동시에 시작 됨을 알 수 있다. 시료의 상이 액체 상에서 고체 상으로 변하는 동안 시료를 유리막대로 꾸준히 저어준다.

[0057] (7) 중합이 시작되고 3분 동안 가열한 후 상온에서 시료를 서서히 식힌다.

[0058] (8) 마이크로튜브에 적갈색을 띄는 고체상태의 시료 0.1 g 과  $\text{H}_2\text{O}$  900  $\mu\text{L}$ 를 섞는다.

[0059] (9) 해당 마이크로튜브를 13000 rpm에서 20분간 원심분리를 한다.

[0060] (10) 바닥에 가라앉은 나노입자를 확인하고, 상층액을 마이크로피펫으로 제거한다.

[0061] (11) (10)의 마이크로튜브에 1 mL 의  $\text{H}_2\text{O}$  를 넣어 바닥에 가라앉은 나노입자를 분산시킨다.

[0062] (12) 다시 (9)부터 (11)까지 4번 반복한다.

[0063] (13) 최종적으로 원하는 부피의  $\text{H}_2\text{O}$  에 분산시킨 나노입자 용액을 얻었다.

#### [0065] 실시예 2

[0066] (1) 염화 콜린 (choline chloride) 9.77 g ( $7.0 \times 10^{-2}$  몰), 자일리톨 (xylitol) 10.65 g ( $7.0 \times 10^{-2}$  몰), 아크릴아마이드 (acrylamide) 1.99 g ( $2.8 \times 10^{-2}$  몰), 구연산 나트륨 (sodium citrate) 0.516 g ( $2.0 \times 10^{-3}$  몰) 및 염화 금산 삼수화물 ( $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )  $4.73 \times 10^{-2}$  g ( $1.2 \times 10^{-4}$  몰)을 상온에서 250 mL 비커에 순서에 관계없이 넣어준다.

[0067] (2) 비커에 담긴 반응물을 유리 막대로 조심스럽게 저어서 고체 분말 상태의 각 반응물을 최대한 고르게 혼합한다.

[0068] (3) 자석 교반막대를 넣고 교반 기능이 있는 hot plate를 이용하여 가열 시작한다.

[0069] (4) 고체 분말 상태의 시료의 온도가 점점 오르면서 80℃ 쯤에서 점성이 있는 투명한 노란색 액체 상태가 되면

(공용 용매 형성), RPM을 200 에 맞추고 교반을 시작한다.

- [0070] (5) 시료의 온도가 100℃ 근방까지 도달하면 아크릴아마이드의 중합반응이 시작됨. 중합반응이 시작되면서 시료의 온도가 약 130℃~150℃ 사이로 급격하게 높아진다.
- [0071] (6) 점성이 점점 높아지고 붉은 계열의 색이 나타나는 것으로 보아 아크릴아마이드의 중합반응과 동시에 금 나노입자의 합성이 동시에 시작됨을 알 수 있다. 이 때 혼합물의 점성 때문에 자석 교반 막대로는 교반이 더이상 불가능하므로 가열을 지속하면서 시료를 유리막대로 꾸준히 저어준다.
- [0072] (7) 금 나노입자로부터 비롯되는 붉은 색이 용액 전체에 고르게 퍼졌다면, 3분 동안 추가로 더 가열한 후 상온에서 시료를 서서히 식힌다.
- [0073] (8) 상온 상태의 시료는 점성이 높기 때문에 spatula를 이용하여 0.1 g을 마이크로 튜브에 채취한 후 H<sub>2</sub>O 900 μL를 첨가하여 고르게 섞어준다.
- [0074] (9) 해당 마이크로튜브를 13000 rpm에서 20분간 원심분리를 한다.
- [0075] (10) 바닥에 가라앉은 나노입자를 확인하고, 상층액을 마이크로피펫으로 제거한다.
- [0076] (11) (10)의 마이크로튜브에 1 mL 의 H<sub>2</sub>O 를 넣어 바닥에 가라앉은 나노입자를 분산시킨다.
- [0077] (12) 다시 (9)부터 (11)까지 4번 반복한다.
- [0078] (13) 최종적으로 원하는 부피의 H<sub>2</sub>O 에 분산시킨 나노입자 용액을 얻었다. 상기 제조한 나노 입자들의 전자 현미경(TEM) 사진을 도 3에 나타내었다.

### [0080] 실시예 3

[0081] 염화 콜린 (choline chloride) 35mmol, 아크릴아마이드 (acrylamide) 70mmol, 구연산 나트륨 (sodium citrate) 10mmol, 염화 금산 삼수화물 (HAuCl<sub>4</sub> · 3H<sub>2</sub>O) 30 μmol 및 테트라클로로팔라듐산칼륨(K<sub>2</sub>PdCl<sub>4</sub>)를 6 μmol을 상온에서 250 mL 비커에 넣은 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 나노 입자를 형성하였다. 상기 제조한 나노 입자들의 전자 현미경(TEM) 사진을 도 4에 나타내었다.

### [0083] 실시예 4

[0084] 염화 콜린 (choline chloride) 35mmol, 아크릴아마이드 (acrylamide) 70mmol, 구연산 나트륨 (sodium citrate) 10mmol, 염화 금산 삼수화물 (HAuCl<sub>4</sub> · 3H<sub>2</sub>O) 30 μmol 및 포타슘 테트라클로로플레티네이트(K<sub>2</sub>PtCl<sub>4</sub>)를 30 μmol을 상온에서 250 mL 비커에 넣은 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 나노 입자를 형성하였다. 상기 제조한 나노 입자들의 전자 현미경 사진(TEM)을 도 5에 나타내었다.

### [0086] 실시예 5

[0087] 염화 콜린 (choline chloride) 35mmol, 아크릴아마이드 (acrylamide) 70mmol, 구연산 나트륨 (sodium citrate) 10mmol, 염화 금산 삼수화물 (HAuCl<sub>4</sub> · 3H<sub>2</sub>O) 30 μmol 및 질산은(AgNO<sub>3</sub>)을 30 mmol을 상온에서 250 mL 비커에 넣은 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 나노 입자를 형성하였다. 상기 제조한 나노 입자들의 전자 현미경 사진(TEM)을 도 6에 나타내었다.

### [0089] 실시예 6

[0090] 염화 콜린 (choline chloride) 35mmol, 아크릴아마이드 (acrylamide) 70mmol, 구연산 나트륨 (sodium citrate) 10mmol, 및 테트라클로로팔라듐산칼륨(K<sub>2</sub>PdCl<sub>4</sub>)를 60 mmol을 상온에서 250 mL 비커에 넣은 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 나노 입자를 형성하였다. 상기 제조한 나노 입자들의 전자 현미경 사진(TEM)을 도 7에 나타내었다.

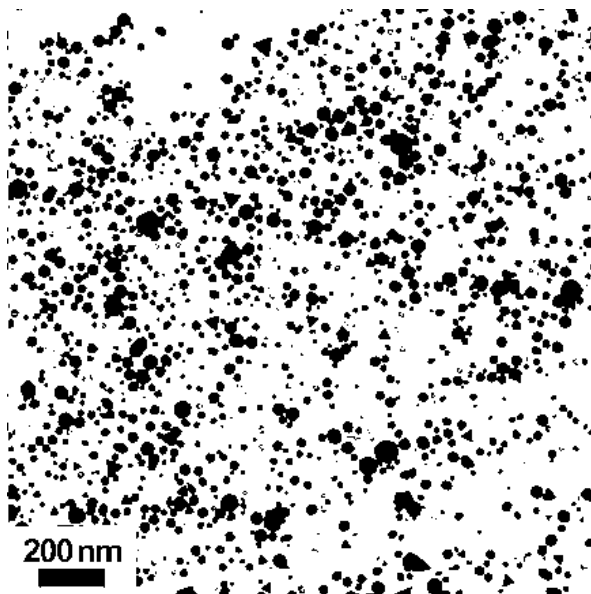
[0092] 실험예 1 - 나노 입자간 응집 여부 확인

[0093] 실시예 1에서 제조한 나노 입자 용액에, 나노입자 간의 응집현상을 유발하는 NaCl 1mol 및 dithiothreitol(DTT) 10mmol을 각각 첨가하고 나노 입자의 흡광 스펙트럼을 찍어 각각 도 8에 나타내었다. 왼쪽 그래프가 NaCl을 첨가하였을 때의 흡광 스펙트럼이고, 오른쪽 그래프가 dithiothreitol(DTT)을 첨가하였을 때의 흡광 스펙트럼이다. 각 그래프에서, 검정색 결과는 NaCl 또는 dithiothreitol(DTT)를 첨가하지 않았을 때의 흡광 스펙트럼이고, 빨간색 결과는 NaCl 및 dithiothreitol(DTT)를 첨가한 후의 흡광 스펙트럼이다.

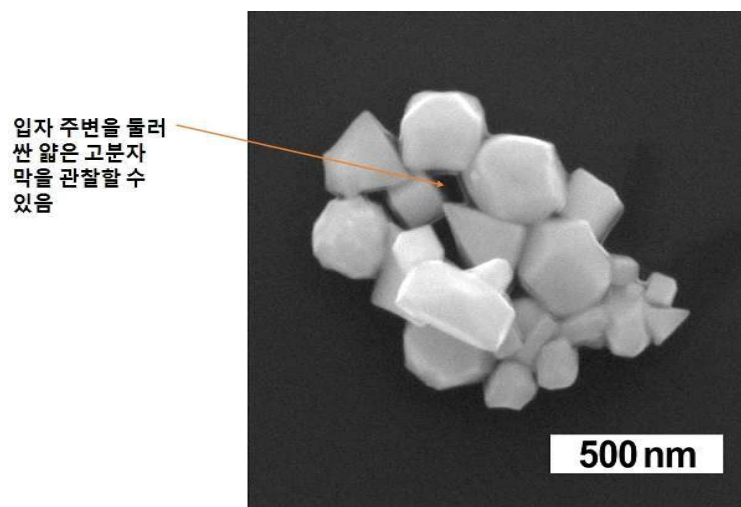
[0094] 도 8에 도시된 바와 같이, 흡광 스펙트럼이 거의 변하지 않은 것으로부터, 나노 입자의 표면이 보호 받고 있음을 알 수 있다.

## 도면

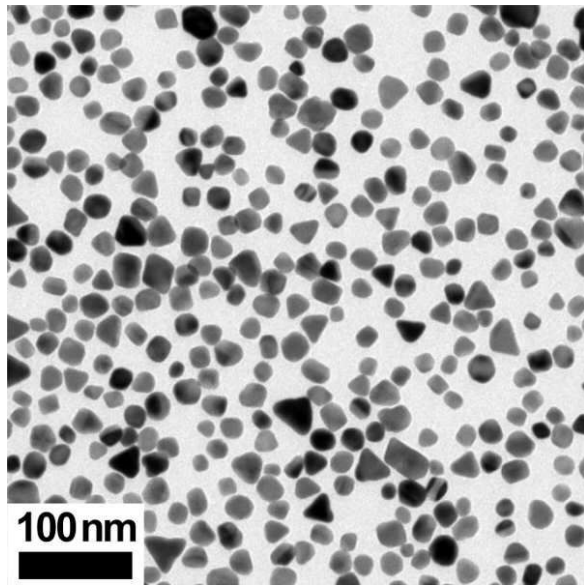
### 도면1



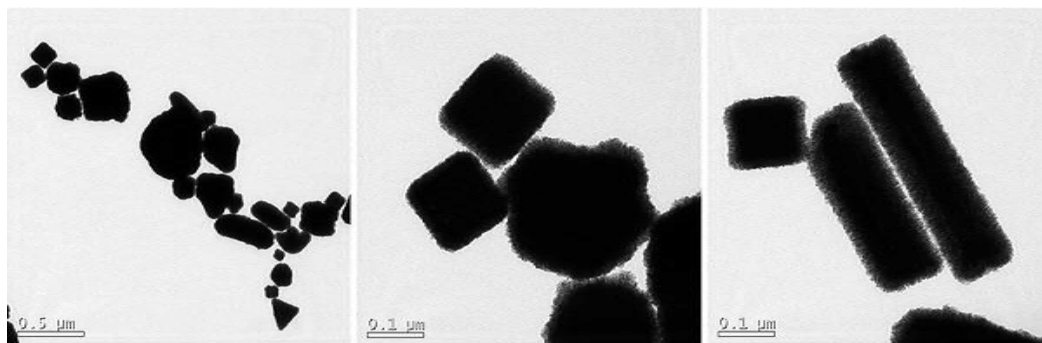
### 도면2



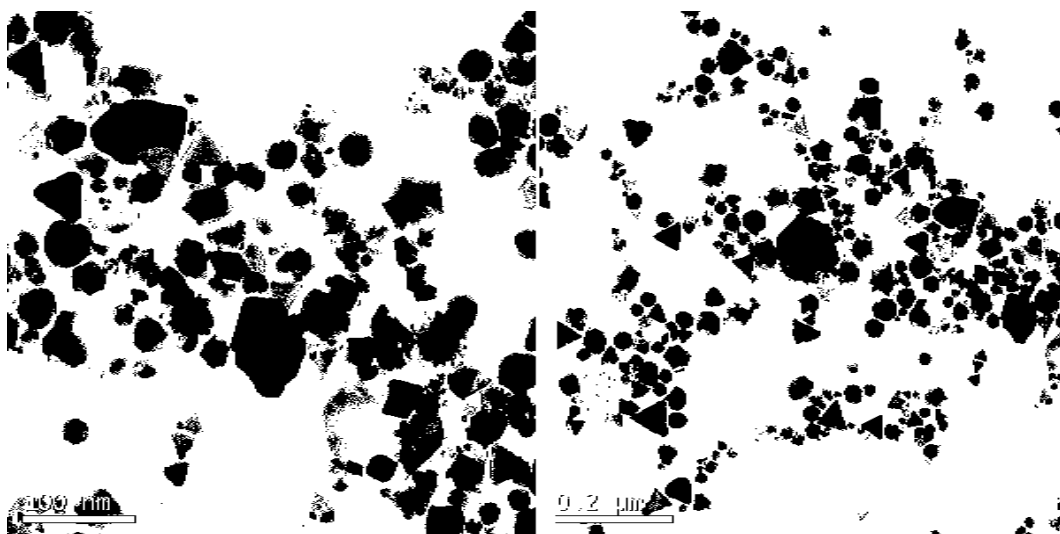
도면3



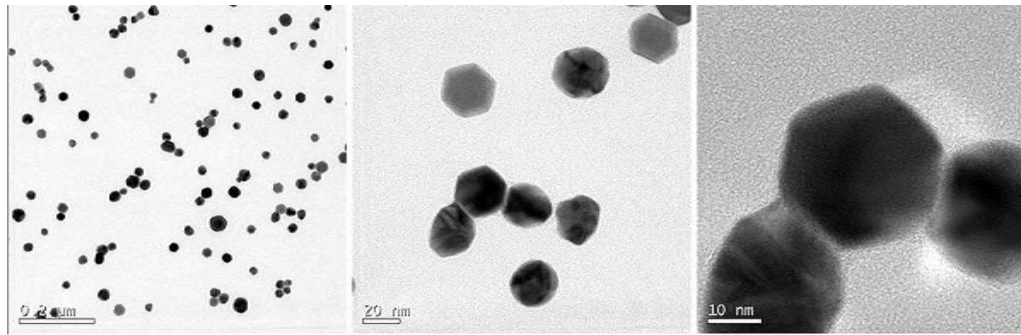
도면4



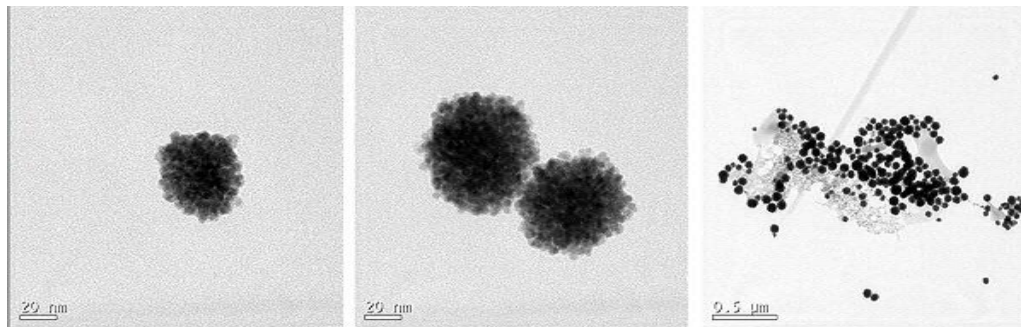
도면5



도면6



도면7



도면8

