



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0066452

(43) 공개일자 2020년06월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01G 49/02 (2006.01) B01J 2/02 (2015.01)

(52) CPC특허분류

C01G 49/02 (2013.01)

B01J 2/02 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2018-0152550

(22) 출원일자 2018년11월30일

심사청구일자 2018년11월30일

(71) 출원인

서강대학교산학협력단

서울특별시 마포구 백범로 35 (신수동, 서강대학교)

(72) 발명자

정봉근

경기도 과천시 관문로 143 (중앙동, 래미안 에코팰리스아파트) 1110동 1004호

알버그 크리스티안 다니엘

서울특별시 마포구 백범로 35 RA관 405호 (신수동, 서강대학교)

최지욱

서울특별시 강서구 곰달래로 84-2 (화곡동)

(74) 대리인

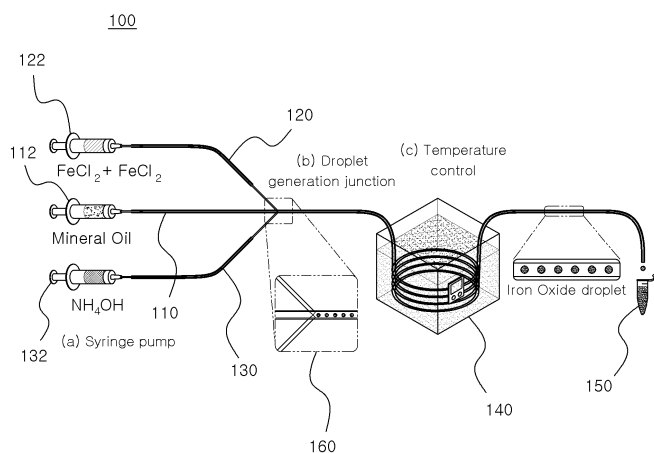
지현조

전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 자성산화철 나노입자 형성방법

(57) 요약

자성산화철 나노입자 형성방법은 오일을 중앙 유로에 통과시키는 단계, 중앙 유로에 연결되며 중앙 유로보다 작은 단면을 갖는 제1 미세 유로 및 제2 미세 유로를 이용하여 액적의 이동 경로 상에 염화철 용액 및 암모니아 용액을 공급하는 단계, 제1 미세 유로 및 제2 미세 유로가 만나는 중앙 유로 내의 접합 영역에서 다수의 액적을 생성하는 단계, 및 액적이 열 반응기를 통과하도록 하여 자성산화철 나노입자를 합성하는 단계를 포함한다.

대표도 - 도1

(52) CPC특허분류

C01P 2004/64 (2013.01)

C01P 2006/42 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2016M3A7B4910652
부처명 과학기술정보통신부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 나노소재원천기술개발
연구과제명 고풍이 검출을 위한 미세유체칩 개발
기 여 율 4/10
주관기관 서강대학교
연구기간 2018.03.01 ~ 2019.01.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2017R1C1B3012221
부처명 과학기술정보통신부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 신진연구지원사업
연구과제명 나노복합체와 3차원 브레인칩의 개발 및 유효성 평가
기 여 율 3/10
주관기관 서강대학교
연구기간 2018.03.01 ~ 2019.02.28

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2017H1D3A1A02013996
부처명 과학기술정보통신부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 해외우수신진연구자유치사업(KRF)
연구과제명 광열 암치료를 위한 액적 미세유체칩에서 자성나노입자의 합성기술 개발
기 여 율 3/10
주관기관 서강대학교
연구기간 2018.01.01 ~ 2018.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

오일이 통과하는 액적 반응기를 제공하는 단계;

상기 액적 반응기에 염화철 용액과 암모니아 용액을 공급하여 다수의 액적을 생성하는 단계; 및

생성된 상기 액적에 열 에너지를 공급하여 자성산화철 나노입자를 합성하는 단계;를 포함하는 자성산화철 나노입자 형성방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

5.2 내지 11.8nm 크기의 자성산화철 나노입자를 합성하는 것을 특징으로 하는 자성산화철 나노입자 형성방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 액적 반응기를 통과하는 상기 오일은 계면활성제가 첨가된 것을 특징으로 하는 자성산화철 나노입자 형성 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 액적 반응기는 열 발생기를 포함하는 것을 특징으로 하는 자성산화철 나노입자 형성방법.

청구항 5

오일을 중앙 유로에 통과시키는 단계;

상기 중앙 유로에 연결되며 상기 중앙 유로보다 작은 단면을 갖는 제1 미세 유로 및 제2 미세 유로를 이용하여 상기 액적의 이동 경로 상에 염화철 용액 및 암모니아 용액을 공급하는 단계;

상기 제1 미세 유로 및 상기 제2 미세 유로가 만나는 상기 중앙 유로 내의 접합 영역에서 다수의 액적을 생성하는 단계; 및

상기 액적이 상기 열 반응기를 통과하도록 하여 자성산화철 나노입자를 합성하는 단계;를 포함하는 자성산화철 나노입자 형성방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 중앙 유로로 공급되는 오일은 계면활성제를 포함하는 것을 특징으로 하는 자성산화철 나노입자 형성방법.

청구항 7

제5항에 있어서,

상기 중앙 유로로 공급되는 상기 오일의 유량을 조절하여 생성되는 상기 액적의 크기를 조절하는 것을 특징으로 하는 자성산화철 나노입자 형성방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 중앙 유로로 공급되는 상기 오일의 유량을 증가시켜 생성되는 상기 액적의 크기를 작게 조절하는 것을 특징으로 하는 자성산화철 나노입자 형성방법.

청구항 9

제5항에 있어서,

상기 열 반응기에 의한 상기 중앙 유로의 온도를 조절하여 생성되는 상기 자성산화철 나노입자의 크기를 선형적으로 조절하는 것을 특징으로 하는 자성산화철 나노입자 형성방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 중앙 유로의 온도를 증가시켜 생성되는 상기 자성산화철 나노입자의 크기를 감소시키는 것을 특징으로 하는 자성산화철 나노입자 형성방법.

청구항 11

무극성 용액이 통과하는 중앙 유로를 제공하는 단계;

상기 중앙 유로에 철 이온을 포함하는 제1 수용액과 수산화기를 포함하는 제2 수용액을 유입시켜 액적 단위로 혼합하는 단계; 및

상기 제1 수용액과 상기 제2 수용액이 혼합된 상기 액적에 열 에너지를 공급하여 산화철 입자를 합성하는 단계;를 포함하는 산화철 입자 형성방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 액적 단위로 혼합하는 단계에서 상기 제1 수용액과 상기 제2 수용액을 상기 무극성 용액의 흐름 내에서 가두는 것을 특징으로 하는 산화철 입자 형성방법.

청구항 13

제11항에 있어서,

상기 제1 수용액과 상기 제2 수용액의 유량을 조절하여 혼합비를 조절하는 것을 특징으로 하는 산화철 입자 형성방법.

청구항 14

제11항에 있어서,

상기 무극성 용액, 상기 제1 수용액 및 상기 제2 수용액 중 적어도 하나의 유량을 조절하여 상기 열 반응기 내에서의 반응 시간을 조절하며, 상기 반응 시간의 조절을 이용하여 생성되는 산화철 입자의 크기를 조절하는 것을 특징으로 하는 산화철 입자 형성방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 자성산화철 나노입자를 형성하는 방법에 관한 것으로서, 보다 자세하게는, 균일한 크기의 나노입자를 높은 재현성으로 구현할 수 있는 자성산화철 나노입자 형성방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 내부에 산화철 나노입자가 분산되어 있는 자성 고분자 입자는 초상자성(superparamagnetism)을 갖는다. 초상자성체는 강자성체에 비해 낮은 잔류자화와 보자력 값을 갖기 때문에 인가된 자장에 민감하게 반응하여 셀분리(cell separation), 셀 라벨링(cell labeling), 효소 면역분석(enzyme immunoassays), 약물 전달, 바이오 센서

등에 폭 넓게 사용되고 있다.

- [0003] 특히 자력을 이용한 자기분리 (magnetic separation) 기술은 고체 입자를 포함한 여러 가지 생물 물질들이 섞인 현탁액 내에서 온화한 조건으로 목적 물질을 분리해 낼 수 있다는 장점을 가지고 있다.
- [0004] 이외에도 스케일업이 가능하고, 효율성, 단순성, 자동화의 용이성, 비용의 저렴함 등으로 연구가 증가하고 있다. 바이오 기술 분야에서의 적용에서는 자성 고분자 입자의 크기가 일정하고, 자성 나노 입자가 내부에 균일하게 분포하며, 표면에 바이오 물질 또는 리간드와 결합 가능한 관능기가 많이 존재하는 것이 이상적이다. 표면의 관능기는 주로 공중합이나 표면 개질에 의해 도입될 수 있다.
- [0005] 자성 고분자 입자는 다양한 방법으로 제조될 수 있는데 가장 간단한 방법으로 초상자성을 갖는 산화철 나노입자를 고분자로 캡슐화하는 방법이 있다. Ferrofluid와 같이 안정화된 산화철 나노입자의 존재하에 단량체를 유화 중합시키면 산화철 나노입자가 캡슐화된 자성 고분자 입자를 얻을 수 있다. 이 경우에는 자성 고분자 입자의 크기가 불균일하고 산화철의 함량이 낮기 때문에 자기장에서의 특성이 일정하지 않고, 따라서 실제 응용에는 적합하지 못하다는 단점을 갖는다.
- [0006] Asher 등은 무유화제 유화중합법을 사용하여 보다 균일하고 산화철 나노입자의 함량이 증가된 자성 고분자 입자를 얻었다. 그러나 이 경우 역시 입자의 크기 분포가 넓고 산화철의 함유량은 3.3%로 매우 낮았다. Wormuth 등은 poly(ethylene oxide)/poly(methacrylic acid) 블록공중합체로 안정화된 산화철 나노입자를 사용하여 산화철의 함유량을 18%까지 증가시키기는 했으며, Deng 등은 acrylamide를 역유화중합시켜 친수성 자성 고분자 입자를 얻었다. 이때 산화철의 함유량은 23%까지 증가하였으나 입자 크기의 균일도는 향상되지 않았다.
- [0007] Ugelstad 등은 무유화제 유화 중합 또는 분산 중합으로 균일한 크기를 갖는 다공성 고분자 입자를 합성 후, 기공에 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 와 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 의 공침전에 의해 산화철 나노입자를 형성시키고 표면을 다시 고분자로 코팅하여 산화철을 보호하고 기공을 차단하였다. 이때 고분자 입자의 산화철 함유량은 약 30%까지 증가되었다. 이 방법은 상업화되어 현재 Dynabead라는 상품명으로 판매되고 있다. Dynabead는 약 1~30 μm 정도의 크기를 가지는 폴리스티렌(polystyrene) 입자로서 표면에 항체(antibody)를 결합시킬 수도 있다. Caruso 등은 고분자 입자에 고분자 전해질과 산화철 나노입자를 교대로 적층시켜 20% 정도의 산화철 나노입자를 갖는 자성 고분자 입자를 합성하였다. 이 방법에 의하면 산화철 나노입자의 양을 적절히 조절할 수 있고 생체 접합성이 우수한 전해질 층을 입자 표면에 형성시킬 수도 있다.
- [0008] [참고문헌]
- [0009] X. Xu, G. Friedman, K. D. Humfeld, S. A. Majetich, and S. A. Asher, Chem. Mater., 14, 1249 (2002)
- [0010] X. Xu, G. Friedman, K. D. Humfeld, S. A. Majetich, and S. A. Asher, Adv. Mater., 13, 1681 (2001)
- [0011] P. A. Dresco, V. S. Zaitsev, and R. J. Gambino, and B. Chu, Langmuir, 15, 1945 (1999)
- [0012] K. Wormuth, J. Colloid Interface Sci., 241, 366 (2001)
- [0013] Y. Deng, L. Wang, W. Yang, S. Fu, and A. Elaissari, J. Magn. Magn. Mater., 257, 69 (2003)
- [0014] J. Ugelstad, A. Berge, T. Ellingsen, R. Schmid, T. N. Nilsen, P. C. Mork, P. Stenstad, E. Hornes, and O. Olsvik, Prog. Polym. Sci., 17, 87 (1992)
- [0015] F. Caruso, R. A. Caruso, and H. Möhwald, Science, 282, 1111 (1998)

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0016] 본 발명은 자성산화철 나노입자의 크기가 균일하고, 산화철의 함량이 일정하여 자기장에서의 특성이 일정하고, 나노입자 합성의 높은 재현성을 가져 실제 응용에는 적합한 자성산화철 나노입자 형성방법을 제공한다.
- [0017] 본 발명은 자성산화철 나노입자를 합성 시 나노입자끼리 뭉치는 현상 뭉치는 현상을 방지할 수 있는 자성산화철 나노입자 형성방법을 제공한다.

과제의 해결 수단

- [0018] 상술한 본 발명의 목적들을 달성하기 위한 본 발명의 예시적인 일 실시예에 따르면, 자성산화철 나노입자 형성 방법은 오일을 중앙 유로에 통과시키는 단계, 중앙 유로에 연결되며 중앙 유로보다 작은 단면을 갖는 제1 미세 유로 및 제2 미세 유로를 이용하여 액적의 이동 경로 상에 염화철 용액 및 암모니아 용액을 공급하는 단계, 제1 미세 유로 및 제2 미세 유로가 만나는 중앙 유로 내의 집합 영역에서 다수의 액적을 생성하는 단계, 및 액적이 열 반응기를 통과하도록 하여 자성산화철 나노입자를 합성하는 단계를 포함한다.
- [0019] 중앙 유로를 통해서 오일이 통과하며, 수용액으로서의 염화철 용액 및 암모니아 용액은 각각 제1 미세 유로 및 제2 미세 유로를 통해 공급되어 오일 내에서 액적을 형성할 수 있다. 따라서, 염화철 용액과 암모니아 용액은 액적 단위로 중앙 유로를 통과할 수 있다. 중앙 유로는 열 반응기를 통과할 수 있으며, 액적 내의 염화철 용액 및 암모니아 용액이 서로 반응하여 산화철을 생성할 수 있다.
- [0020] 액적 반응기에서 염화철 용액과 암모니아 용액은 일정 비율 및 정해진 액적 부피만큼 혼합될 수 있으며, 오일에 의해서 고립된 상태로 반응하여 다수의 자성산화철 나노입자를 균일하게 형성할 수가 있다.
- [0021] 중앙 유로로 공급되는 오일은 계면활성제를 포함할 수 있다.
- [0022] 또한, 중앙 유로로 공급되는 오일의 유량을 조절하여 생성되는 상기 액적의 크기를 조절할 수 있는데, 본 발명의 일 실시예에 따르면 중앙 유로로 공급되는 오일의 유량을 증가시켜 생성되는 액적의 크기를 작게 조절할 수 있으며, 액적의 부피를 조절함으로써 생성되는 자성산화철 나노입자의 크기도 조절할 수 있다.
- [0023] 또한, 일 실시예에서는 열 반응기에 의한 중앙 유로의 온도를 조절하여 생성되는 자성산화철 나노입자의 크기를 선형적으로 조절할 수 있다. 일 예로, 중앙 유로의 온도를 증가시켜 생성되는 자성산화철 나노입자의 크기를 감소시키는 것도 가능하다.
- [0024] 상술한 본 발명의 목적들을 달성하기 위한 본 발명의 예시적인 일 실시예에 따르면, 자성산화철 나노입자 형성 방법은 오일을 중앙 유로에 통과시키는 단계, 중앙 유로에 연결되며 중앙 유로보다 작은 단면을 갖는 제1 미세 유로 및 제2 미세 유로를 이용하여 액적의 이동 경로 상에 염화철 용액 및 암모니아 용액을 공급하는 단계, 제1 미세 유로 및 제2 미세 유로가 만나는 중앙 유로 내의 집합 영역에서 다수의 액적을 생성하는 단계, 및 액적이 열 반응기를 통과하도록 하여 자성산화철 나노입자를 합성하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0025] 중앙 유로로 공급되는 오일은 계면활성제를 포함하여 액적의 생성을 개선할 수 있으며, 중앙 유로로 공급되는 오일의 유량을 조절하여 생성되는 액적의 크기를 조절할 수 있는데, 일 예로 중앙 유로로 공급되는 오일의 유량을 증가시켜 생성되는 액적의 크기를 작게 조절하는 것이 가능하고, 이는 열 반응기에서 합성되는 산화철 나노입자의 크기와도 연관될 수 있다.
- [0026] 산화철 나노입자의 크기를 조절하는 방법으로서, 열 반응기의 온도를 조절하는 방법도 있다. 일 예로, 열 반응기에 의한 중앙 유로의 온도를 조절하여 생성되는 자성산화철 나노입자의 크기가 선형적으로 변화하는 것을 확인할 수 있으며, 이를 이용하여 나노입자의 크기를 정밀하게 조절하는 것도 가능하다. 이러한 특징을 이용한다면, 중앙 유로의 온도를 증가시켜 생성되는 자성산화철 나노입자의 크기를 감소시키는 것도 가능하다.
- [0027] 상술한 본 발명의 목적들을 달성하기 위한 본 발명의 예시적인 일 실시예에 따르면, 산화철 입자 형성방법은 무극성 용액이 통과하는 중앙 유로를 제공하는 단계, 중앙 유로에 철 이온을 포함하는 제1 수용액과 수산화기를 포함하는 제2 수용액을 유입시켜 액적 단위로 혼합하는 단계, 및 제1 수용액과 제2 수용액이 혼합된 액적에 열 에너지를 공급하여 산화철 입자를 합성하는 단계를 포함한다.
- [0028] 일반적으로 무극성 용액은 오일이 될 수 있으며, 경우에 따라서는 계면 활성제를 포함할 수 있다. 제1 수용액은 철 이온을 포함하는 수용액으로서 염화철 이외의 철 이온을 포함하는 극성 용액일 수 있으며, 제2 수용액은 수산화기를 포함하는 수용액으로서 암모니아 수용액과 같은 극성 용액일 수 있다. 따라서, 중앙 유로로 제1 수용액 및 제2 수용액이 유입되면서 상호 혼합되며, 오일과 같은 무극성 용액 내에서 제1 수용액과 제2 수용액은 상호 혼합되면서 액적을 형성할 수 있다.
- [0029] 그리고 액적을 실질적으로 일정한 부피 및 일정한 혼합비로 혼합하는 것이 가능하기 때문에 산화철 입자를 일정한 크기 또는 일정한 조건으로 형성할 수 있다.
- [0030] 액적 단위로 혼합하는 단계에서 제1 수용액과 제2 수용액을 무극성 용액의 흐름 내에서 가두기 때문에, 추가로 반응이 되거나 반응 이후로 흐름을 제어하기가 용이하다.
- [0031] 또한, 제1 수용액과 제2 수용액의 유량을 조절하여 혼합비를 용이하게 조절할 수 있으며, 통과하는 유체의

유량, 즉 무극성 용액 또는 수용액들의 유량을 조절하여 전체 유량을 조절하고, 열 반응기를 통과하는 시간을 조절하여 산화철 합성이 진행되는 반응 시간을 조절할 수도 있다.

발명의 효과

- [0032] 본 발명의 자성산화철 나노입자 형성방법에 따르면, 액적의 부피를 균일하게 형성함으로써 자성산화철 나노입자의 크기를 균일하게 유지할 수 있으며, 염화철 용액 및 암모니아 용액의 유량도 조절이 용이하여 생성되는 산화철의 함량도 거의 일정하게 유지하게 할 수가 있다.
- [0033] 또한, 나노입자 합성의 높은 재현성을 가져 실제 응용에는 적합한 자성산화철 나노입자를 제공할 수 있다.
- [0034] 또한, 자성산화철 나노입자를 합성 시 나노입자끼리 뭉치는 현상 뭉치는 현상을 방지할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0035] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자 형성장비를 설명하기 위한 도면이다.
- 도 2 및 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자 형성방법 중 액적 형성과정을 설명하기 위한 도면이다.
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자의 형성방법에서 유량의 영향을 설명하기 위한 도면이다.
- 도 5 및 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자의 형성방법에 따른 자성산화철 나노입자의 크기와 다른 조건과의 관계를 설명하기 위한 도면이다.
- 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자의 형성방법에 따른 자성산화철 나노입자의 크기와 온도 또는 시간과의 관계를 설명하기 위한 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0036] 이하 첨부된 도면들을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예를 상세하게 설명하지만, 본 발명이 실시예에 의해 제한되거나 한정되는 것은 아니다. 참고로, 본 설명에서 동일한 번호는 실질적으로 동일한 요소를 지칭하며, 상기 규칙하에서 다른 도면에 기재된 내용은 인용하여 설명할 수 있고, 당업자에게 자명하다고 판단되거나 반복되는 내용은 생략될 수 있다.
- [0037] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자 형성장비를 설명하기 위한 도면이고, 도 2 및 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자 형성방법 중 액적 형성과정을 설명하기 위한 도면이다.
- [0038] 도 1 내지 도 3을 참조하면, 본 실시예에 따른 미세관 액적 반응기(100)는 균일성을 개선한 자성산화철 나노입자를 생성하기 위한 것으로서, 중앙 유로(110), 중앙 유로(110)와 연결된 제1 미세 유로(120) 및 제2 미세 유로(130), 유로에 각각 오일, 염화철 용액 또는 암모니아 용액을 공급하기 위한 시린지 펌프(112, 122, 132), 중앙 유로(110)를 부분적으로 수용하는 열 반응기(140), 그리고 생성된 자성산화철 나노입자를 수집하기 위한 바이알(150)을 포함한다.
- [0039] 미세관 액적 반응기(100)의 중앙 유로(110)는 약 100cm 길이의 타이콘 튜브(내경: 0.51mm, 외경: 1.52mm)을 이용하여 제작될 수 있다. 그리고 중앙 유로(110)를 형성하는 튜브의 말단으로부터 약 15cm 떨어진 부분에 약 1mL 주사기 바늘을 관통시켜 구멍을 만든 후 2개의 5cm 길이 실리카 미세관 튜브(내경 0.1mm, 외경: 0.36mm)를 삽입하여 제1 미세 유로(120) 및 제2 미세 유로(130)를 형성할 수 있다.
- [0040] 2개의 실리카 미세관 튜브로 제공되는 제1 미세 유로(120) 및 제2 미세 유로(130)는 중앙 유로(110)를 형성하는 타이콘 튜브 중간에서 약 90도 각도가 되도록 배열될 수 있으며, 소량의 접착제를 이용하여 밀봉할 수 있다.
- [0041] 중앙 유로(110), 제1 미세 유로(120) 및 제2 미세 유로(130)가 만나는 부분에서 접합 영역(160)이 형성될 수 있으며, 접합 영역(160) 이후의 중앙 유로(110)는 열 반응기(140)로서 특정 온도로 유지되는 수조 안에 있다.
- [0042] 그리고 중앙 유로(110)를 형성하는 튜브 채널의 타단은 샘플 수집을 위해 물이 담겨진 바이알(150)에 연결될 수 있다.

- [0043] 본 실시예에서는 자성산화철 나노입자 합성을 위해 세 가지 용액이 사용될 수 있다. 중앙 유로(110)를 통과하는 오일은 액적을 생성하고, 나노입자를 포함한 액적을 운반하기 위한 것으로서 미네랄 오일 기반에 계면활성제인 EM90를 약 1.75 vol%, Triton X-100을 약 0.075 vol%만큼 첨가하여 제공될 수 있다.
- [0044] 또한, 제1 미세 유로(120) 및 제2 미세 유로(130)를 통해 중앙 유로(110)로 유입되는 용액은 나노입자의 합성을 위한 것으로서, 수용액 등이 공급될 수 있다. 제1 미세 유로(120)를 통해서는 염화철($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.06 M, $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.03 M)을 물에 녹여 제공될 수 있으며, 제2 미세 유로(130)를 통해서는 암모니아(NH_3OH 4M)를 물에 혼합하여 제공될 수 있다.
- [0045] 도 2 및 도 3을 보면, 제1 미세 유로(120) 및 제2 미세 유로(130)를 통해서 염화철 용액 및 암모니아 용액이 지속적으로 공급될 수 있으며, 미네랄 오일에 둘러싸인 액적이 일정한 크기로 형성될 수 있다.
- [0046] 액적 내에는 염화철 용액과 암모니아 용액이 혼합되어 있으며, 오일의 유량 및 다른 두 용액의 유량에 따라 생성되는 액적의 크기 및 용액 비율을 거의 일정하게 유지할 수가 있다.
- [0047] 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자의 형성방법에서 유량의 영향을 설명하기 위한 도면이다.
- [0048] 도 4를 참조하면, 도 1에 도시된 미세관 액적 반응기(100)에서 생성되는 액적의 크기를 분석할 수 있다. 이를 위해서 본 실시예에서는 형광현미경이 사용될 수 있으며, 액적을 통한 나노입자 합성 시 사용된 계면활성제를 제거하기 위해 증류수를 사용할 수 있다. 최종적으로 수집된 자성산화철 나노입자의 크기와 분포를 분석하기 위하여 TEM 현미경을 사용할 수가 있다.
- [0049] 미세관 액적 반응기에서 주사 펌프(Syringe Pump)를 이용해 중앙 유로(110)에는 미네랄 오일을 주입하고, 제1 미세 유로(120)에는 염화철 용액을 주입하고, 제2 미세 유로(130)에는 암모니아 용액을 주입할 수 있다.
- [0050] 먼저 유량에 따른 액적의 크기를 분석하기 위해서, 염화철 용액과 암모니아 용액을 사용하지 않고, 수용액 대신 물만 사용하여 미네랄 오일 내에서 액적을 생성하였다.
- [0051] 일 예로, 물의 유량을 약 $10\mu\text{l}/\text{min}$ 으로 고정시킨 후 오일의 유량을 $10\mu\text{l}/\text{min}$ 부터 $50\mu\text{l}/\text{min}$ 까지 변화시켜 가며 액적의 부피를 분석하였다. 이때 오일의 유량이 증가함에 따라 생성되는 액적의 부피가 감소함을 알 수 있었다. 반면 오일의 유량을 $10\mu\text{l}/\text{min}$ 로 고정시킨 후 물의 유량을 $10\mu\text{l}/\text{min}$ 부터 $50\mu\text{l}/\text{min}$ 까지 변화시켰을 때 물의 유량이 증가함에 따라 액적의 크기가 증가함을 알 수 있었다.
- [0052] 도 5 및 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자의 형성방법에 따른 자성산화철 나노입자의 크기와 다른 조건과의 관계를 설명하기 위한 도면이다.
- [0053] 도 5를 참조하면, 자성산화철 나노입자의 크기 분포도를 비교하기 위해 먼저 미세관 액적 반응기를 사용하기 않고 기존의 방법대로 자성산화철 나노입자를 합성할 수 있다. 즉, EP tube에 동일한 양($300\mu\text{l}$)의 염화철 용액과 암모니아 용액을 함께 담고 섞은 후 5분간 70도의 분위기에서 자성산화철 나노입자를 합성할 수 있다.
- [0054] 이와 대조적으로 본 실시예의 미세관 액적 반응기(100)를 이용하여, 액적으로 용액을 혼합하고 동일한 온도(70도)와 동일 시간(5분)에서 자성산화철 나노입자를 합성시킬 수 있다. 합성시킨 나노입자를 TEM 현미경을 통해 관찰 후 분석한 결과 미세관 액적 반응기를 사용하였을 때, 나노입자의 크기($10.5 \pm 1.8\text{nm}$)는 기존의 방법으로 나노입자를 형성하였을 때의 결과($10.6 \pm 2.4\text{nm}$)보다 더 균일한 크기의 나노입자를 합성하는 것을 확인할 수 있다.
- [0055] 도 6을 참조하면, 자성산화철 나노입자 합성의 재현성을 비교하기 위해 기존의 방법과 미세관 액적 반응기를 통한 방법으로 3일에 걸쳐 각각 나노입자를 합성시켰다. 합성시킨 나노입자를 TEM 현미경을 통해 관찰 후 분석한 결과에 따르면, 본 실시예의 미세관 액적 반응기를 사용하였을 때 나노입자의 크기는 $10.6 \pm 0.2\text{nm}$ 정도로 그 오차가 약 0.2nm 범위에서 형성되었지만, 배치(Batch)를 이용한 기존의 방법으로 나노입자를 형성하였을 때에는 나노입자의 크기가 $9.9 \pm 0.61\text{nm}$ 정도로 그 오차가 약 0.61nm 로, 본 실시예에 따른 형성방법이 상당히 높은 재현성을 발휘하는 것을 확인하였다.
- [0056] 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 자성산화철 나노입자의 형성방법에 따른 자성산화철 나노입자의 크기와 온도 또는 시간과의 관계를 설명하기 위한 도면이다.
- [0057] 도 7을 참조하면, 미세관 액적 반응기를 통해 자성산화철 나노입자 합성 시 열 발생기의 온도와 이에 반응하는

시간에 따라 변화하는 나노입자의 크기를 분석하고자 실험을 진행하였다. 먼저 온도에 따른 나노입자의 크기를 분석하고자 열 발생기의 온도를 50도부터 90도까지 변화시켜가며 나노입자를 합성시켰다. 그 결과 합성된 나노입자의 크기는 열 발생기의 온도가 증가할 때 6.9nm부터 5.2nm까지 선형적으로 감소하는 것을 확인하였다.

[0058] 또한, 반응하는 시간에 따라 변화하는 나노입자의 크기를 분석하기 위해 유체의 유량을 10 μ l/min (18.5분)부터 50 μ l/min (2.2분)까지 증가시켰다. 그 결과 나노입자가 열에 반응하는 시간이 증가함에 따라 나노입자의 크기는 5.2nm부터 11.8nm까지 비선형적으로 증가하는 것을 확인하였다.

[0059] 즉, 나노입자의 크기는 열 반응기를 통과하는 시간 또는 온도에 의해서 조절될 수 있으며, 특히 온도에 대해서 선형적인 결과를 갖기 때문에 온도를 통해서 나노입자의 크기를 정밀하게 조절할 수 있다는 점을 확인할 수 있다.

[0060] 본 실시예에 따르면, 미세관 액적 반응기를 사용하여 자성산화철 나노입자를 합성하면 종래에 비해 반복적으로 균일한 자성산화철 나노입자를 합성할 수 있으며, 기존에 비해 재현성이 매우 높으며, 온도 및 시간 등을 조절하여 입자의 크기도 정밀하게 조절할 수 있다는 현저한 효과를 제공할 수 있다.

[0061] 또한, 액적 기반의 시스템을 통해 자성산화철 나노입자를 보다 더 안정적으로 생성하며, 열 발생기의 온도와 유체의 속도를 통해 나노입자의 크기를 제어할 수 있다. 결과적으로 기존의 방법보다 더욱 균일한 나노입자를 생성할 수 있었으며, 이를 통해 의학 분야에서 정밀하게 자성을 띄는 나노입자를 사용할 수 있게 되었다. 이 외에도 생명공학 분야에서 세포에 나노입자를 부착시켜 열을 발생시키는 등 폭 넓게 사용할 수 있다.

[0062] 상술한 바와 같이, 본 발명의 바람직한 실시예를 참조하여 설명하였지만 해당 기술분야의 숙련된 당업자라면 하기의 청구범위에 기재된 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

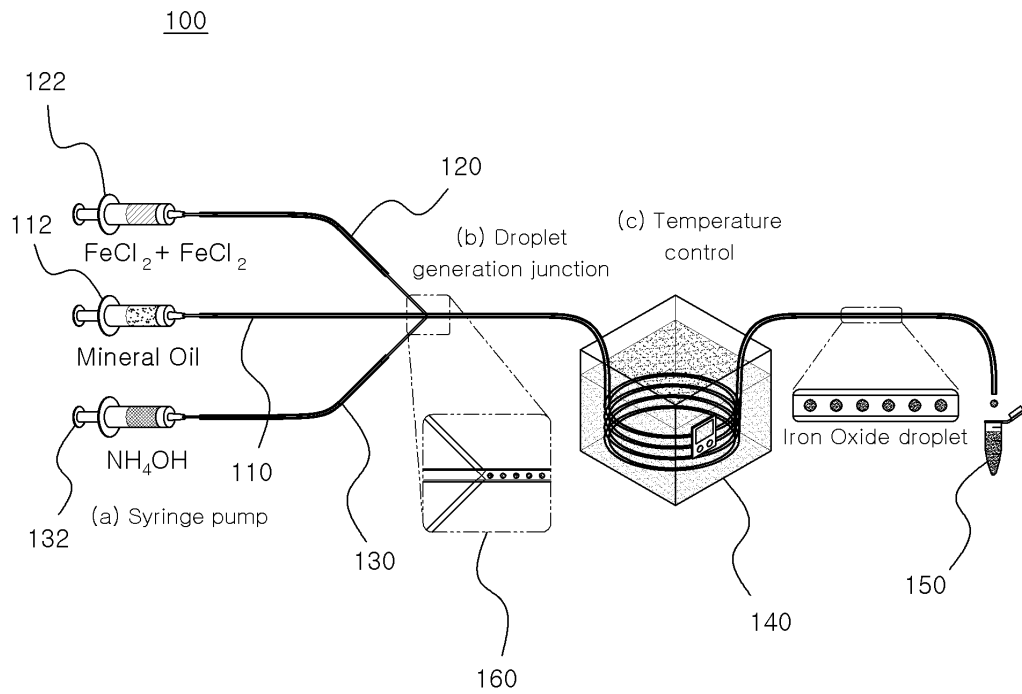
부호의 설명

[0063]

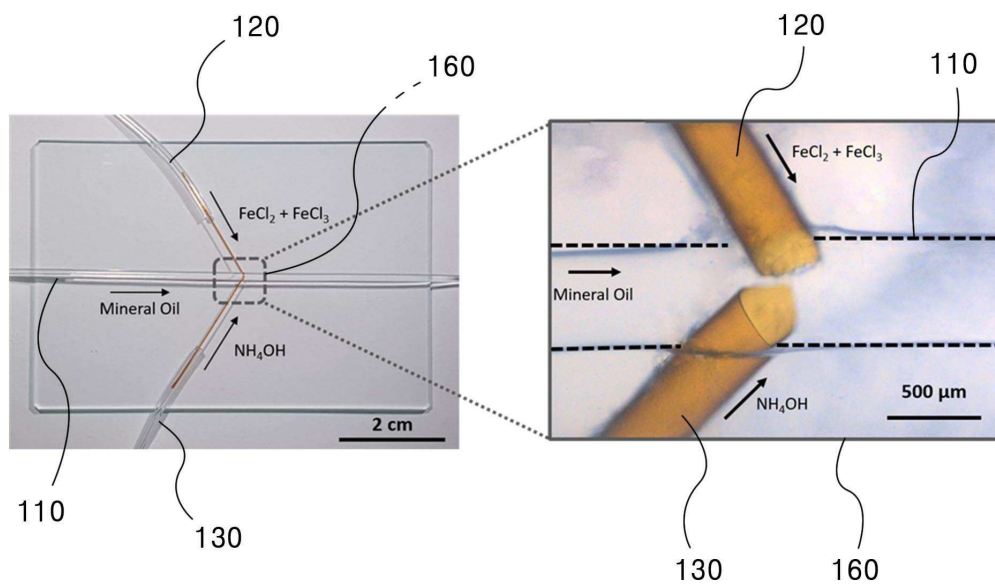
100 : 미세 액적 반응기	110 : 중앙 유로
120 : 제1 미세 유로	130 : 제2 미세 유로
140 : 열 반응기	150 : 바이알
160 : 집합 영역	

도면

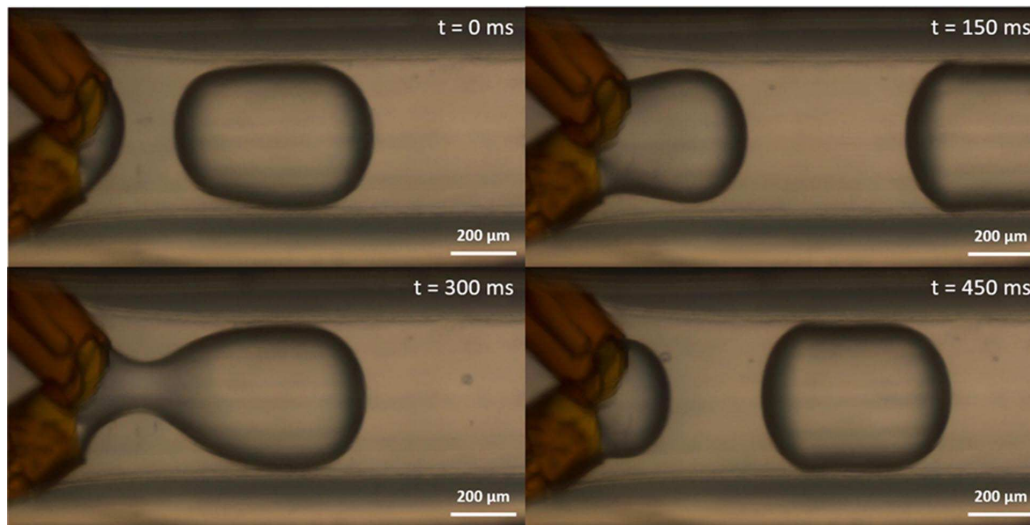
도면1



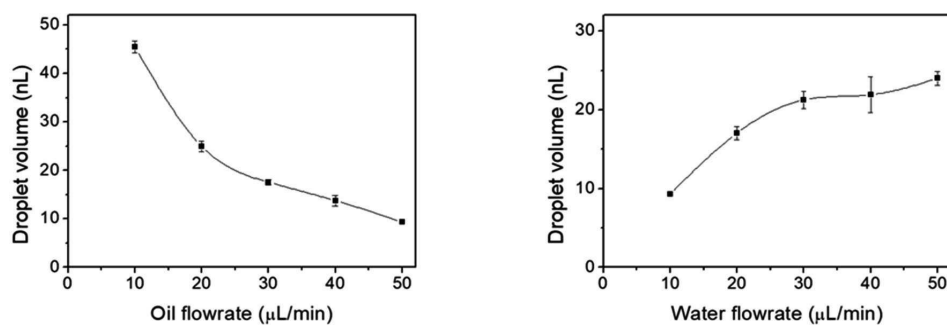
도면2



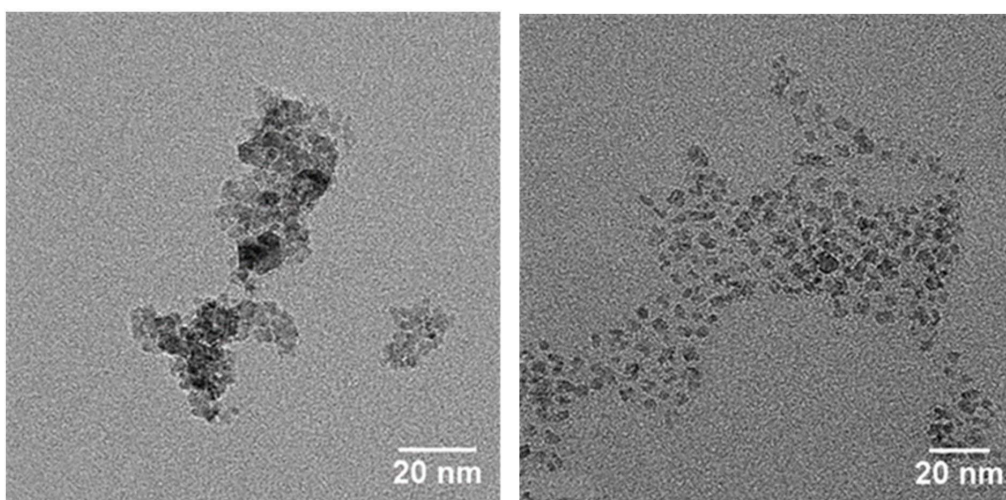
도면3



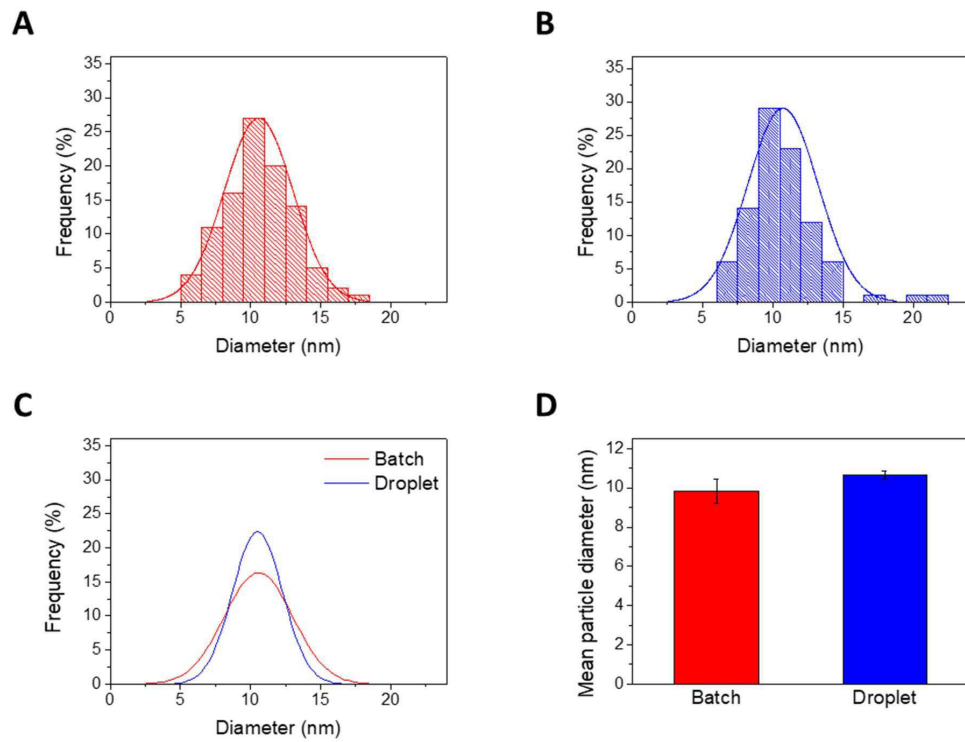
도면4



도면5



도면6



도면7

