

2단계 마이크로에멀전 환원반응 공정을 이용한 Au 코팅 Fe 나노분말 합성 및 특성

Preparation and chracterization of Gold-coated Iron (Fe@Au) nanoparticles with two-step microemulsion reduction process

한국기계연구원 분말재료연구센터 김동현*, 이조림, 김진천, 김용진
안동대학교 재료공학과 안중호

1. 서론

나노분말이 벌크상태의 물질과 구별되는 특성을 나타내고 있는 가운데, 최근 나노분말(50nm 이하) 합성은 기상법과 습식법 등 여러 가지 방법으로 제조되고 있다. 그러나 산화성 금속분말(Fe, Ni, Co)인 경우, 나노입자의 표면 활성화로 인하여 대기 노출 시 산화물로 전이되는 경향을 나타내고 있다.

본 연구에서는 산화성 금속인 Fe의 입자에 비산화성 금속인 Au를 코팅시킴으로써 Core(Fe)-Shell(Au) 구조의 이중 금속합성을 마이크로에멀전(microemulsion)을 이용한 습식환원 공정을 기존의 방법(3단계 공정)이 아닌 새로운 방법으로 모색하였고, 이에 따른 합성 및 특성평가를 실시하였다.

2. 실험방법

마이크로에멀전(microemulsion)을 제조 하기위하여 출발물질로서 오일상으로는 n-Octane, 계면활성제는 CTAB, 보조계면활성제는 1-Butanol을 사용하였고, FeSO₄, NaBH₄, HAuCl₄을 적정 농도로 수용액으로 만들어 상기 열거한 물질들과 혼합하여 서로다른 마이크로에멀전(microemulsion; M1, M2, M3)을 제조하였다.

나노입자 및 코팅층을 형성하기 위하여 각각의 마이크로에멀전(microemulsion)을 차례로 주입(M1->M2->M3)하여 1시간 동안 반응시켰다. 이때 초기입자 생성물인 Fe입자의 산화를 막기 위하여 합성장치를 glove box내에 장치시켰고, 불활성 기체인 아르곤(Ar) 가스 분위기에서 실험을 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

Core(Fe)-Shell(Au) 나노입자 합성은 마이크로에멀전(microemulsions)내 존재하는 microdroplet 끼리의 접촉(contact) 및 충돌(collision)에 의해 환원제(NaBH₄)의 강력한 환원반응으로 Core(Fe) 및 Shell(Au)이 생성되었다.

XRD 측정결과, 2단계 마이크로에멀전(microemulsion) 환원반응 공정으로 제조된 나노입자의 회절패턴은 Au의 회절패턴과 일치하였다(Fig.1). 이는 Fe 입자에 Au가 코팅됨으로서 Fe 나노입자의 산화거동을 방지하는 결과로 사료된다. 합성된 나노분말의 형상을 관찰하기 위해 TEM으로 측정한 결과, core(Fe)-shell(Au)구조를 가지며 core크기는 25nm이하, shell 두께는 5nm크기를 가졌다(Fig.2). 본 연구의 마이크로에멀전 (microemulsion)시스템과 동일하게 제조된 Au 나노입자와 비교하여 UV-vis 측정한 결과, core(Fe)-shell(Au) 나노입자의 자외선 흡수 피크는 Au 나노입자와 같은 파장대(wavelength=520nm)에서 흡수됨을 알 수 있었다(Fig.3). 이는 Fe입자 주위에 Au 코팅층이 형성될 수 있는 근거를 광학적 측정을 통하여 알 수 있음을 나타내고 있다. VSM 측정결과, core(Fe)-shell(Au) 나노입자의 자기적 특성은 초상자성(superparamagnetic)형태를 보였다(Fig.4).

4. 결말

Microdroplet내에 출발물질의 농도를 조절함으로써, 기존의 마이크로에멀전(microemulsion)의 환원반응 공정을 줄였고, 산화성이 강한 Fe 나노입자에 비산화성 금속인 Au를 코팅시킴으로써, Fe 나노입자의 특성을 유지할 수 있었다.

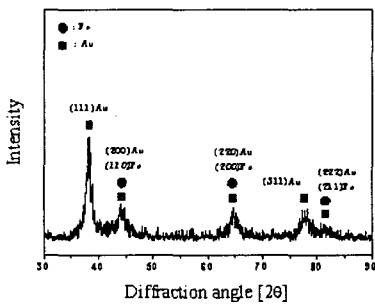


Fig. 1. XRD pattern of the Fe@Au NPs.

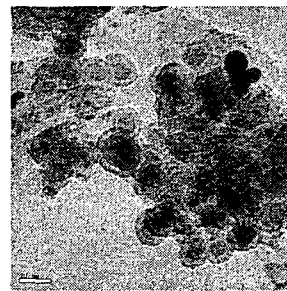


Fig. 2. TEM image of the Fe@Au NPs.

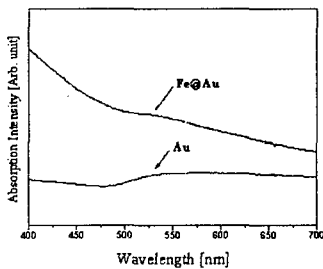


Fig. 3. Absorption spectra of the Fe@Au NPs.

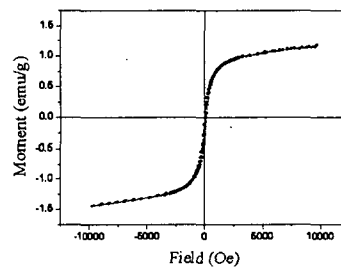


Fig. 4. VSM data of the Fe@Au NPs.