

Oleic Acid가 산화철 나노입자 생성에 미치는 영향 분석

김동영, 전성재*, 윤석수

안동대학교 물리학과, 경북 안동시 송천동 388번지, 760-749

1. 서론

자성나노입자는 NMR 이미지의 해상도 향상을 위한 agent, 자성 입자를 이용한 hyperthermia, 신약 전달, 조기 암진단을 위한 바이오 마커 등 바이오 제품에 응용하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다. 바이오 연구에 적용하기 위한 자성 나노입자는 크기가 동일하고(monodispersed), 재료의 구성 성분 및 구조가 균일한 특성을 가져야 한다. 이러한 자성 나노입자는 precursor의 열분해를 통한 입자 형성법, 주입에 의한 입자 생성법, sonochemical 방법, 침전법 등 다양한 방법들을 이용하여 합성되고 있으며, 계면활성제를 사용하여 나노 입자의 평균 크기 및 형상을 조절하고 있다. 본 연구에서는 나노입자를 합성하기 위하여 precursor 및 solvent로 Fe Oleate와 Trioctylamine을 사용하며, 열분해법으로 산화철 나노 입자의 생성시 계면활성제로 첨가된 Oleic Acid가 나노입자의 생성에 미치는 영향을 분석하였다.

2. 실험방법

산화철 나노입자의 합성을 위하여 15 g의 Trioctylamine 용액, 2 mmol의 Fe Oleate(FeOL) 및 Oleic Acid(OA, OA/FeOL = 0, 1, 2 mmol)를 200 ml의 플라스크에 넣고 진동기를 이용하여 고르게 섞었다. 전열기와 온도 조절기를 이용하여 플라스크용기의 온도를 조절하였다. 이때 온도 상승률은 3.3 °C/min으로 설정하여 온도를 상승시켰으며, 297 °C에서 4 시간 동안 aging 후 상온으로 온도를 낮추었다. Oleic Acid가 나노입자의 생성에 미치는 영향을 분석하기 위하여 온도상승 구간 및 온도 유지구간에서 시편 용액을 채취하였다. TEM 이미지를 이용하여 입자의 생성 상태 및 구조를 확인하였으며, 강자성공명 신호(FMR 신호)를 이용하여 자성상의 생성 정도 및 자성특성을 분석하였다. FMR 신호는 Bruker Xepr을 사용하여 9.84 GHz (X-band)의 주파수에서 측정하였다.

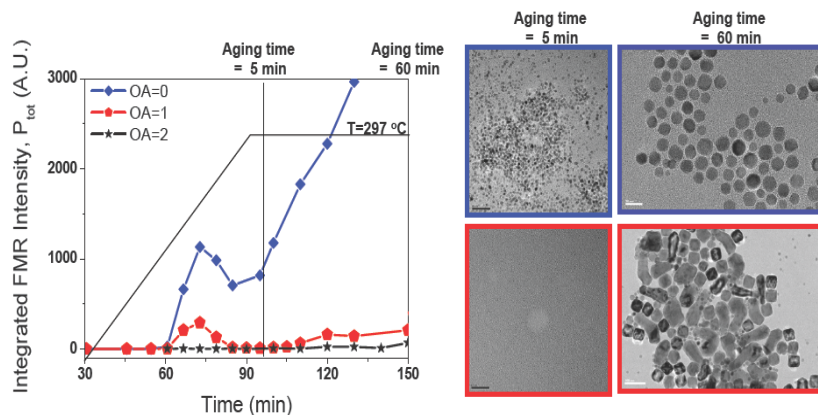


Fig. 1. (a) Integrated FMR intensity with time for OA=0, 1, 2 samples (b) TEM photography of OA=0, 1 samples for 5 min and 60 min of aging time.

3. 실험결과 및 고찰

FeOL은 고온에서 열분해에 의하여 active monomer를 발생시키고, 이들 active monomer가 자성 나노입자를 생성한다. 이들 나노입자의 생성과정은 Fig.1과 같이 산화철 나노 입자의 합성 과정 동안 시간에 따른 FMR 신호 특성 및 TEM사진으로부터 알 수 있다. Fig. 1(a)에서 OA=0 시료는 온도가 상승하는 구간의 약 60분(200 °C) 근처에서 자성 나노입자가 생성되기 시작하여 70분(250 °C) 근처에서 최대, 90분 근처에서 감소한 후 다시 증가하는 경향을 보인다. 한편 OA의 양이 증가할수록 70분 (250 °C) 근처에서의 FMR 신호가 급격히 감소하는 것을 볼 수 있으며, 이는 OA의 첨가에 의하여 FeOL의 구조가 안정화되어 열분해에 의한 active monomer의 생성이 감소되었음을 알 수 있다. 95분 (aging time=5 min)에서 관측한 TEM사진에서 OA=1시편은 자성 나노입자가 생성되지 않았음을 보인다. 한편 150분 (aging time=60 min)에서 OA=1시편의 FMR신호는 매우 조금 증가하였으며, 이는 적은 양의 자성 나노입자가 형성되었음을 의미하며, TEM 사진을 통하여 이를 확인할 수 있다. Fig. 2에서 AO=0시편의 FMR증가는 약 110분 근처에서 가장 급격하게 변화하지만, OA=1시편에서는 220분 근처에서 급격하게 증가한다. 즉 OA의 첨가에 의하여 안정화된 FeOL은 장시간의 aging에 의하여 열분해가 일어날 수 있으며, 이는 나노입자의 생성 과정이(nucleation process) 연기되는 것과 같은 현상으로 나타남을 알 수 있다.

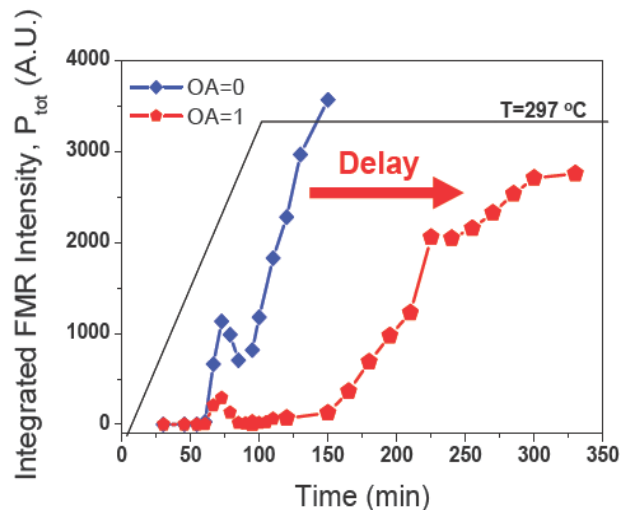


Fig. 2. Integrated FMR intensity with time for OA=0, 1 samples

4. 참고문헌

- [1] J. Park, et. al, *Nat. Mater.* **3**, 891 (2004)
- [2] L. M. Bronstein, et. al, *Chem. Mater.* **19**, 3624-3632 (2007)
- [3] M. F. Casula, et. al, *J. Am. Chem. Soc.* **124**, 3343. (2002)