

계면활성제를 이용한 은 나노입자의 제조 및 특성

서원식, 한승창, 송기창
건양대학교 화학공학과

Preparation and Characteristics of Silver Nanoparticles using Surfactant

Won-Sik Seo, Seung-Chang Han, Ki-Chang Song
Department of Chemical Engineering, Konyang University

서론

Ag 분말은 우수한 항균, 살균 효과, 높은 순도 및 열전도성을 지니고 있기 때문에 항균타일, 화상치료제, 정수기 시스템, 대기 환경 오염물질 제거제, thick film conductor 등 산업적으로 많은 분야에 사용되고 있으며 최근에는 피부미용제로도 많이 응용되고 있다.

현재 Ag 분말은 분쇄에 의한 물리적 방법, 열분해에 의한 화학적 합성법, 전기화학적 방법 등에 의해 제조되고 있고 최근에는 화학환원법에 의해서도 제조되고 있다. 화학환원법은 금속염을 출발물질로 환원제를 사용하여 강력한 환원반응에 의해서 침전물을 생성하는 반응이다[1]. 여기에 쓰이는 환원제로는 γ -radiation[2], hydrazine[3], sodium borohydride[4]가 주로 사용되고 있다. 본 실험에서는 화학환원법에 의해 Ag 분말을 제조하고자 하였으며 이때 Ag 입자의 크기를 좀더 작고 입도분포를 좁게 하기 위하여 계면활성제를 이용하였다. 이때 계면활성제의 첨가가 생성되는 분말의 특성에 미치는 영향을 조사하였다.

실험

본 실험에서는 출발물질로 AgNO₃ (Junsei chemical, 99.8%)를 사용하였고 환원제로서 Hydrazine (Aldrich, 98%), 계면활성제로서 Tween20 (Aldrich)을 사용하였다. 일정량의 AgNO₃와 Hydrazine에 각각 증류수를 가하여 0.005M과 0.1M의 수용액을 제조하였다. 또한 Hydrazine이 첨가된 수용액에 일정량의 Tween20을 첨가하여 용해시켰다. AgNO₃ 수용액에 Hydrazine과 Tween20이 용해된 수용액을 서서히 첨가시키면 수용액 내에서 환원반응이 진행되면서 Ag 입자가 생성되며, 제조된 수용액은 Colloid상태가 된다. 얻어진 Ag 분말은 표면에 흡착된 계면활성제 때문에 용액 내에서 안정된 분산 상태로 존재하며, 용액 중의 Ag 분말을 수거하기 위해서 일정량의 Acetone (동양화학, 99.5%)을 용액 내에 첨가하여 계면활성제를 제거하였다. 이 용액을 7500rpm에서 20분간 원심분리를 시켜서 Ag 침전물을 얻었으며, 이 침전물을 100°C의 건조오븐에서 1day동안 건조시킨 후 막자사발로 분쇄하여 미분말을 제조하였다.

AgNO₃ 수용액에 환원제를 가함에 의해 화학반응에 의해 Ag 분말이 합성되는 과정을 pH 곡선을 이용하여 살펴보고, 건조된 분말의 화학적 특성을 보기 위해서 FT-IR을 사용하였다. 또한 입자의 형상과 분포상태를 Scanning electron microscopy (SEM)을 사용하여 관찰하였다.

결과 및 토론

AgNO₃ 수용액에 환원제인 Hydrazine (N₂H₄)를 첨가시 다음과 같은 환원반응에 의해 Ag 입자가 생성되게 된다.



Fig.1은 AgNO₃ 수용액에 Hydrazine과 Tween20의 혼합 수용액을 5ml단위로 첨가시 첨가량의 증가에 따른 AgNO₃ 수용액의 pH변화를 나타낸 것으로 반응이 진행되면서 용액의 pH는 5에서 3으로 떨어지다가 혼합 수용액의 양이 60ml이상 첨가될 때부터 용액의 pH는 빠른 속도로 7까지 증가하였고 이후 다시 pH는 7에서부터 8까지 서서히 증가해 평형을 이루는 것을 알 수 있다. 본 연구에서는 합성 시의 pH 변화가 분말의 특성에 미치는 영향을 보기 위해서 pH 변화가 급속히 일어나는 부분인 첨가량이 60ml일때와 중간 상태인 100ml인 경우 그리고 환원반응이 끝나 평형을 이룬 200ml의 세 조건에서 분말을 각각 제조하였다. Fig.2는 Fig.1의 세 조건에서 각각 제조된 분말의 형상 및 크기를 나타내는 SEM사진이다. 혼합용액의 첨가량이 60ml인 경우에는 입자의 크기가 크며 불규칙하고, 응집이 심하게 나타났으며 입자사이에 기공이 발달한 것을 볼 수 있고, 100ml인 경우에는 입자들의 크기가 작고 입도분포가 좁은 것을 알 수 있다. 또한 200ml인 경우에는 기공의 분포는 찾아 볼 수 없고 작고 균일한 입자들로 구성되어 있는 것을 알 수 있다. Fig.3은 계면활성제인 Tween20이 첨가되지 않은 상태로 제조된 Ag 분말의 SEM사진으로 분말의 크기가 0.2~2 μ m로 Tween20이 첨가된 경우보다 크며, 넓은 입도분포를 가진 것을 알 수 있다. Fig.4는 Tween20이 첨가된 Ag 분말과 첨가되지 않은 분말의 FT-IR 측정 결과로 분말은 거의 동일한 피크를 보여주고 있다. 이것은 화학환원법에서 계면활성제의 첨가는 화학적 변화 없이 분말의 크기를 작게 하며 입도분포를 좁게 함을 의미한다.

참고문헌

1. Kan-Sen Chou, Materials Chemistry and Physics, 64, 241 (2000).
2. Y. Zhu, Y. Qian, M. Zhang, Z. Chen, Mater. Lett. 17, 314 (1993).
3. Z. Zhang, B. Zhao, L. Hu, J. Solid State Chem. 121, 105 (1996).
4. K. Torigoe, Y. Nakajima, K. Esumi, J. Phys. Chem. 97, 8304 (1993).

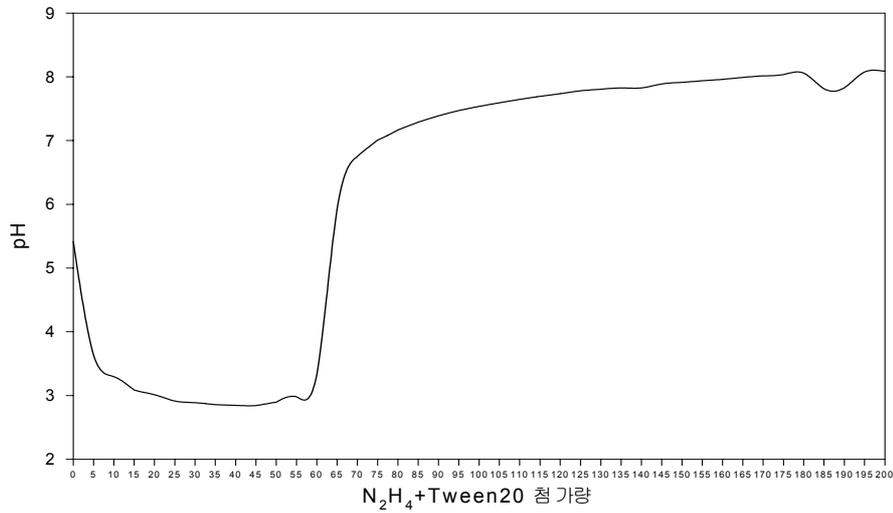


Fig.1 Variation of pH curve of the AgNO_3 solution as a function of the volume of mixed solution of N_2H_4 and Tween20.

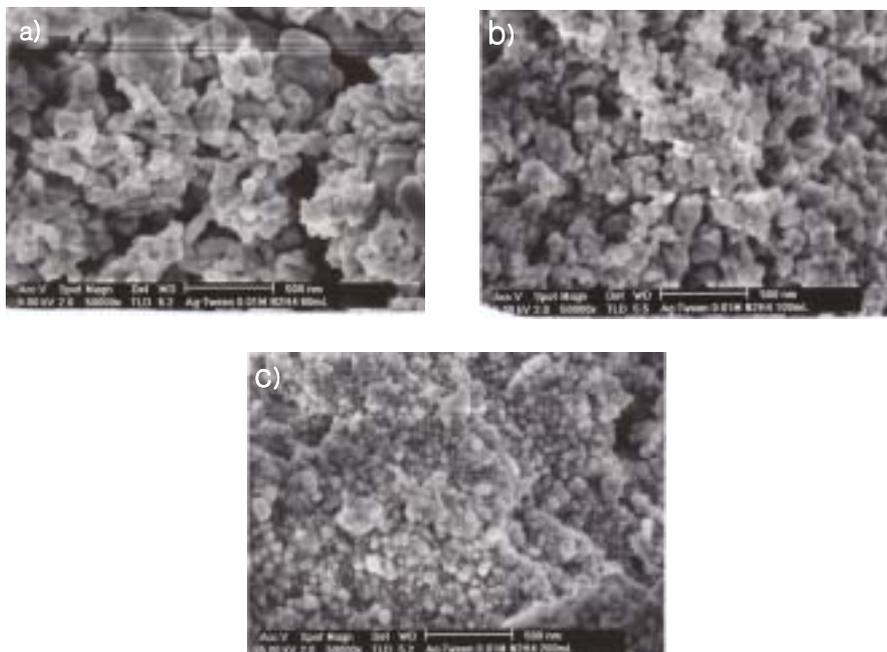


Fig.2 SEM images of silver powders prepared with different volumes of mixed solution of N_2H_4 and Tween20.
a)60ml, b)100ml, c)200ml

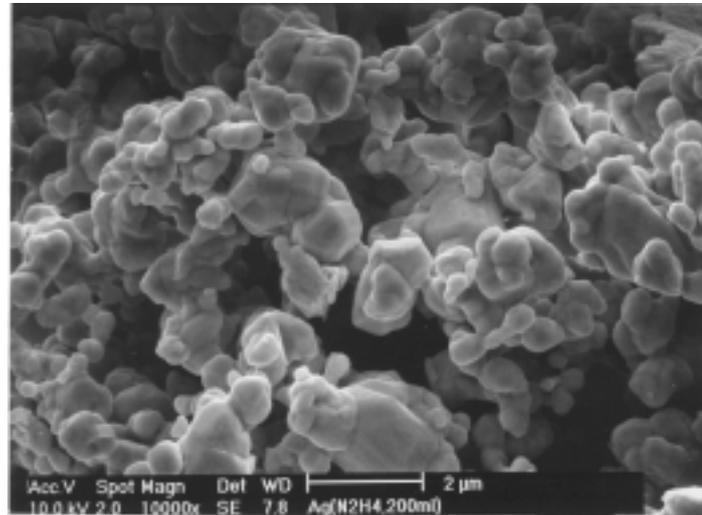


Fig.3 SEM image of silver powders prepared without surfactant.

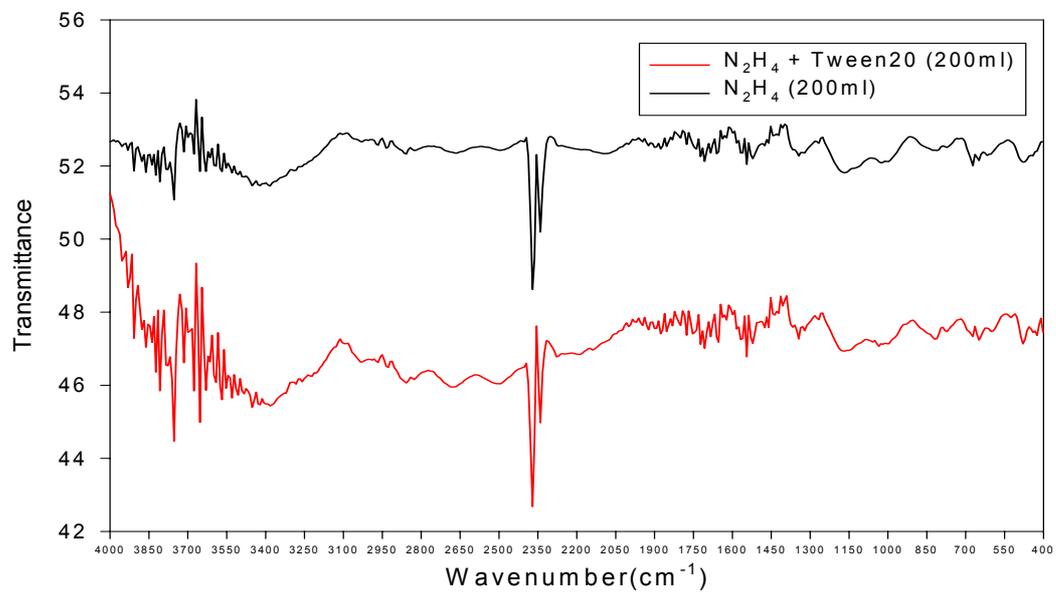


Fig.4 FT-IR spectra of silver powders prepared with surfactant (Tween20) and without surfactant.