

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2018年10月25日(25.10.2018)



(10) 国际公布号
WO 2018/192540 A1

- (51) 国际专利分类号:
C09K 11/88 (2006.01) B01J 4/00 (2006.01)
B01J 19/24 (2006.01) B82Y 40/00 (2011.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2018/083631
- (22) 国际申请日: 2018年4月19日(19.04.2018)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201710266969.7 2017年4月21日(21.04.2017) CN
201710266387.9 2017年4月21日(21.04.2017) CN
- (71) 申请人: 东莞市睿泰涂布科技有限公司
(DONGGUAN RETECK COATING TECHNOLOGY CO., LTD.) [CN/CN]; 中国广东省东莞市桥头镇大洲社区东新路12号A栋陈绍楷, Guangdong 523000 (CN)。
- (72) 发明人: 陈绍楷 (CHEN, Shaokai); 中国广东省东莞市桥头镇大洲社区东新路12号A栋, Guangdong 523000 (CN)。
- (74) 代理人: 东莞市兴邦知识产权代理事务所(特殊普通合伙) (DONGGUAN XING BANG INTELLECTUAL PROPERTY FIRM (SPECIAL GENERAL PARTNERSHIP)); 中国广东省东莞市南城街道新城元美东路第一国际财富中心D座1801牛翔, Guangdong 523000 (CN)。
- (81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,

(54) Title: QUANTUM DOT CORE-SHELL SYNTHESIS DEVICE AND QUANTUM DOT CORE-SHELL SYNTHESIS METHOD

(54) 发明名称: 量子点核壳合成装置及量子点核壳合成方法

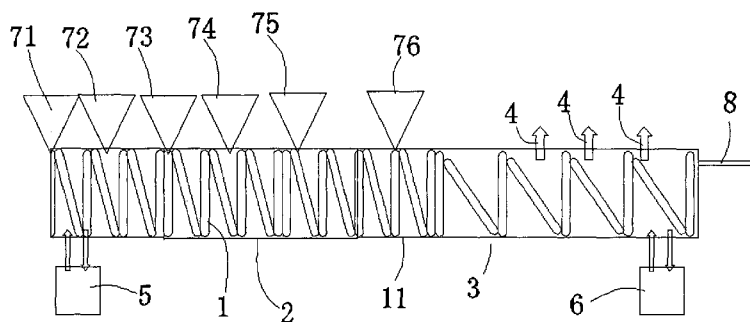


图1

(57) Abstract: Disclosed is a quantum dot core-shell synthesis device, comprising a core/shell reaction region, which is used for performing a core/shell reaction and comprises at least one spiral reaction tube. A path groove which extends in a direction opposite to the spiral shape and enables reactants injected into the reaction tube to generate a bubbling effect through friction is formed on the inner wall of the spiral reaction tube; a heating region covers a front section of the core/shell reaction region; a cooling region covers a rear section of the core/shell reaction region; a plurality of injection openings are formed at the front end of the core/shell reaction region; a plurality of sestion discharging openings are formed at the rear end of the core/shell reaction region; the front end of the core/shell reaction region is connected with a pressurization device. Also disclosed is a quantum dot core-shell synthesis method. The quantum dot core-shell synthesis device in the present invention is able to improve stability and particle size uniformity of quantum dots and makes the quantum dots free of defects and quantum efficiency maximized, so as to synthesize quantum dots with higher light-emitting efficiency and sharpness.

SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

- (84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

- 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

(57) 摘要: 本发明公开了一种量子点核壳合成装置, 其包括用于进行核/壳反应的核/壳反应区, 该反应区包括至少一个螺旋状反应管, 所述螺旋状反应管内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽, 所述核/壳反应区的前段包覆有加热区, 所述核/壳反应区的后段包覆有冷却区, 于所述核/壳反应区的前端设有若干个注入口, 于该核/壳反应区的后端设有若干个浮游物排出口, 所述核/壳反应区的前端连接有加压装置。本发明还公开了一种量子点核壳合成方法。本发明的量子点核壳合成装置能提高量子点的稳定性及粒子大小的均匀, 同时能使其没有缺陷, 因此能使量子效率最大化, 从而合成出提升了发光效率及鲜明度的量子点。

量子点核壳合成装置及量子点核壳合成方法

技术领域

[0001] 本发明涉及量子点合成领域，具体涉及一种量子点核壳合成装置及通过该量子点核壳合成装置实施的量子点核壳合成方法。

背景技术

[0002] 现有技术中，量子点的合成方法为溶液法工艺，主要由围绕着加热套的烧瓶、能使烧瓶内部溶液均匀的磁力搅拌器、以及控制溶液温度的温度调节器和温度计组成。另外，添加了维持稳定浓度的电容器和能转换真空/氮气氛围的多支管组成。

[0003] 合成方法为利用前驱体（precursor）的有机化合物合成核（core），为了使合成的核和稳定剂在混合搅拌的反应器中形成适当的壳，反复注入前驱体形成结构稳定的核/壳结构，最近还开发出了one-pot工艺，将所有反应物质一次性放入反应器中再添加壳工序的方法。

发明概述

技术问题

[0004] 如此，溶液工艺合成方法变成大容量化时，为了反应物质内的均匀性，有时也会用叶轮代替磁力搅拌器，但是因为不均匀的温差、不均匀的环境导致反应物内浓度的差异以及组合的差异。量子点合成是奥斯特瓦尔德熟化（Ostwald ripening），也是温度和时间的函数，据悉此技术是小的粒子与相对大的颗粒合体之后生长，当形成所需大小的纳米粒子时停止粒子生长的技术。但是目前的方法是通过冷却控制粒子生长时，会产生温度差，很难合成出大小均匀的粒子。因此，这些因素还会影响量子点纳米粒子的发光特性和散布大小均匀的粒子。

[0005] 为了得到一定大小的纳米粒子，进行急速冷却。此反应物中也存有反应的副产物、有机物，所以通过离心过滤除去有机物。纳米粒子分离可通过丙酮或乙醇等强极性溶剂，利用离心过滤区分粒子的大小。各个反应过程中通过磁棒或搅

拌机进行强制搅拌，虽然这是众所周知能达到比较均匀搅拌的方法，但是根据反应物的量，反应搅拌速度会有所不同，这会影响粒子的大小和稳定纳米粒子的形成。

[0006] 这种现有的合成方法还另外需要前驱体反应器、核反应器、核/壳反应器等，因为是在各自反应后重新进行计量、测量，然后进行合成，所以存在无法连续作业的缺点。而且因为反应时间、粒子分离等差异，有可能无法得到具有均匀的特点的纳米粒子。

[0007] 量子点核壳合成是量子点合成中的一个重要环节，如何能够通过简单合理的合成装置使核壳合成工艺简化，并且能够生产出优质的符合使用条件的量子点成为了业界需求。

问题的解决方案

技术解决方案

[0008] 为了解决上述问题，本发明公开了一种量子点核壳合成装置。

[0009] 本发明还公开了一种通过该量子点核壳合成装置实施的量子点核壳合成方法。

[0010] 本发明为实现上述目的所采用的技术方案是：

[0011] 一种量子点核壳合成装置，其包括用于进行核/壳反应的核/壳反应区，该反应区包括至少一个螺旋状反应管，所述螺旋状反应管内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽，所述核/壳反应区的前段包覆有加热区，所述核/壳反应区的后段包覆有冷却区，于所述核/壳反应区的前端设有若干个注入口，于该核/壳反应区的后端设有若干个浮游物排出口，所述核/壳反应区的前端连接有加压装置。

[0012] 所述加热区、冷却区分别包括缠绕于该螺旋状反应管上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区、冷却区的温度控制管分别与加热装置、外部冷却器连接。

[0013] 所述核/壳反应区的后段设有急速旋转区域和浮游物排出区域，所述浮游物排出口设于该浮游物排出区域。

[0014] 该急速旋转区域中螺旋状反应管的管间距离小于核/壳反应区前段的螺旋状反应管的管间距离，该浮游物排出区域的管间距离大于核/壳反应区前段的螺旋状

反应管的管间距离。

- [0015] 该急速旋转区域的直径为核/壳反应区前段的螺旋状反应管直径的三倍；该急速旋转区域的弯曲度比核/壳反应区前段的螺旋状反应管减少50%。
- [0016] 于所述核/壳反应区的前端按间隔距离设有第一至第五注入口，相邻两注入口之间距离为100cm，于该核/壳反应区的后端对应所述急速旋转区域设有第六注入口，于该核/壳反应区的后端设有三个浮游物排出口。
- [0017] 一种通过前述量子点核壳合成装置实施的量子点核壳合成方法，其包括以下步骤：将核/壳反应区进行真空排气后转换为氮气环境，将CdSe核、1-十八碳烯和油胺注入核/壳反应区的螺旋状反应管，通过加热区将螺旋状反应管加热到设定温度，使CdSe核、1-十八碳烯和油胺反应，按间隔时间依次加入Cd前驱体与Zn前驱体，S前驱体、Zn前驱体与Cd前驱体，S前驱体、Zn前驱体与Cd前驱体，和Zn前驱体与S前驱体，从而在CdSe核上积累多层壳，合成CdSe/CdZnS/ZnS量子点。
- [0018] 所述核/壳反应区的后段设有急速旋转区域和浮游物排出区域，所述浮游物排出口设于该浮游物排出区域；
- [0019] 于所述核/壳反应区的前端按间隔距离设有第一至第五注入口，相邻两注入口之间距离为100cm，于该核/壳反应区的后端对应所述急速旋转区域设有第六注入口，于该核/壳反应区的后端设有三个浮游物排出口。
- [0020] 在第一注入口中计量注入CdSe核、1-十八碳烯和油胺，真空排气后转换为氮气环境，加热区的温度控制为220~250摄氏度，反应物因氮气压力随着螺旋状反应管移动进行加热反应，相邻两注入口之间的反应时间为10分钟，在第二注入口中注入Cd前驱体和Zn前驱体，继续由氮气压力推动反应物前行，反应形成第一层壳；在第三注入口注入Cd前驱体、Zn前驱体和S前驱体，反应形成第二层壳；在第四注入口注入Cd前驱体、Zn前驱体和S前驱体，反应形成第三层壳；在第五注入口注入Zn前驱体和S前驱体，反应形成第四层壳，从而得到CdSe/CdZnS/ZnS量子点。
- [0021] 为了分离合成的量子点和杂质，反应物进入急速旋转区域，于第六注入口注入极性强的乙醇、丙酮，冷却区的温度维持到0~4摄氏度，反应物在氮气压力推动

下用5分钟通过长度为150~200cm的反应管，随着反应管的弧度变得柔和，重量轻的杂质浮游在反应物上流过，此时通过浮游物排出口将浮游物清除到外部，去除杂质后的CdSe/CdZnS/ZnS量子点通过输送管道输送至保管用容器进行保存。

发明的有益效果

有益效果

[0022] 本发明的有益效果为：本发明的量子点核壳合成装置能提高量子点的稳定性及粒子大小的均匀，同时能使其没有缺陷，因此能使量子效率最大化，从而合成出提升了发光效率及鲜明度的量子点，装置结构简单简单，设计巧妙，能够根据需要在核上合成多层壳体，从而得到符合尺寸要求的优质量子点。

对附图的简要说明

附图说明

[0023] 下面结合附图与具体实施方式，对本发明进一步说明。

[0024] 图1是本发明的结构示意图。

实施该发明的最佳实施例

本发明的最佳实施方式

[0025] 实施例，参见图1，本实施例公开了一种量子点核壳合成装置，其包括用于进行核/壳反应的核/壳反应区，该反应区包括至少一个螺旋状反应管1，所述螺旋状反应管1内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽，所述核/壳反应区的前段包覆有加热区2，所述核/壳反应区的后段包覆有冷却区3，于所述核/壳反应区的前端设有若干个注入口，于该核/壳反应区的后端设有若干个浮游物排出口4，所述核/壳反应区的前端连接有加压装置。

[0026] 所述加热区2、冷却区3分别包括缠绕于该螺旋状反应管1上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区2、冷却区3的温度控制管分别与加热装置5、外部冷却器6连接。

[0027] 所述核/壳反应区的后段设有急速旋转区域11和浮游物排出区域，所述浮游物

排出口4设于该浮游物排出区域。

- [0028] 该急速旋转区域11中螺旋状反应管1的管间距离小于核/壳反应区前段的螺旋状反应管1的管间距离，该浮游物排出区域的管间距离大于核/壳反应区前段的螺旋状反应管1的管间距离。
- [0029] 该急速旋转区域11的直径为核/壳反应区前段的螺旋状反应管1直径的三倍；该急速旋转区域11的弯曲度比核/壳反应区前段的螺旋状反应管1减少50%。
- [0030] 于所述核/壳反应区的前端按间隔距离设有第一至第五注入口75，相邻两注入口之间距离为100cm，于该核/壳反应区的后端对应所述急速旋转区域11设有第六注入口76，于该核/壳反应区的后端设有三个浮游物排出口4。
- [0031] 一种通过前述量子点核壳合成装置实施的量子点核壳合成方法，其包括以下步骤：将核/壳反应区进行真空排气后转换为氮气环境，将CdSe核、1-十八碳烯和油胺注入核/壳反应区的螺旋状反应管1，通过加热区2将螺旋状反应管1加热到设定温度，使CdSe核、1-十八碳烯和油胺反应，按间隔时间依次加入Cd前驱体与Zn前驱体，S前驱体、Zn前驱体与Cd前驱体，S前驱体、Zn前驱体与Cd前驱体，和Zn前驱体与S前驱体，从而在CdSe核上积累多层壳，合成CdSe/CdZnS/ZnS量子点。
- [0032] 所述核/壳反应区的后段设有急速旋转区域11和浮游物排出区域，所述浮游物排出口4设于该浮游物排出区域；
- [0033] 于所述核/壳反应区的前端按间隔距离设有第一至第五注入口75，相邻两注入口之间距离为100cm，于该核/壳反应区的后端对应所述急速旋转区域11设有第六注入口76，于该核/壳反应区的后端设有三个浮游物排出口4。
- [0034] 在第一注入口71中计量注入CdSe核、1-十八碳烯和油胺，真空排气后转换为氮气环境，加热区2的温度控制为220~250摄氏度，反应物因氮气压力随着螺旋状反应管1移动进行加热反应，相邻两注入口之间的反应时间为10分钟，在第二注入口72中注入Cd前驱体和Zn前驱体，继续由氮气压力推动反应物前行，反应形成第一层壳；在第三注入口73注入Cd前驱体、Zn前驱体和S前驱体，反应形成第二层壳；在第四注入口74注入Cd前驱体、Zn前驱体和S前驱体，反应形成第三层壳；在第五注入口75注入Zn前驱体和S前驱体，反应形成第四层壳，从而得到Cd

Se/CdZnS/ZnS量子点。

[0035] 为了分离合成的量子点和杂质，反应物进入急速旋转区域11，于第六注入口76注入极性强的乙醇、丙酮，冷却区3的温度维持到0~4摄氏度，反应物在氮气压推动下用5分钟通过长度为150~200cm的反应管，随着反应管的弧度变得柔和，重量轻的杂质浮游在反应物上流过，此时通过浮游物排出口4将浮游物清除到外部，去除杂质后的CdSe/CdZnS/ZnS量子点通过输送管道8输送至保管用容器进行保存。

[0036] 量子点的大小及发光波长会根据核的波长、壳的数量而定，为了使量子点变大，会积累相对较多的壳，但这样会降低发光特性，因此推荐的壳体层数为4~6层。

[0037] 在其他实施例中，核及核、壳可以由ZnS、ZnSe、ZnTe、CdS、CdSe、CdTe、HgS、HgSe、HgTe、MgS、MgSe、MgTe、CaS、CaSe、CaTe、SrS、SrSe、SrTe、BaS、BaSe、BaTe、GaN、GaP、GaAs、GaSb、InN、InP、InSb、Ge、Si以及这些组合组成的群中做出选择，而且根据需要，在核壳反应区的量子点核和量子点壳之间可以再合成一个以上的这些组合或晶格常数由类似元素组成的量子点缓冲层。

发明实施例

本发明的实施方式

[0038] 实施例，参见图1，本实施例公开了一种量子点核壳合成装置，其包括用于进行核/壳反应的核/壳反应区，该反应区包括至少一个螺旋状反应管1，所述螺旋状反应管1内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽，所述核/壳反应区的前段包覆有加热区2，所述核/壳反应区的后段包覆有冷却区3，于所述核/壳反应区的前端设有若干个注入口，于该核/壳反应区的后端设有若干个浮游物排出口4，所述核/壳反应区的前端连接有加压装置。

[0039] 所述加热区2、冷却区3分别包括缠绕于该螺旋状反应管1上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区2、冷却区3的温度控制管分别与加热装置5、外部冷却器6连接。

- [0040] 所述核/壳反应区的后段设有急速旋转区域11和浮游物排出区域，所述浮游物排出口4设于该浮游物排出区域。
- [0041] 该急速旋转区域11中螺旋状反应管1的管间距离小于核/壳反应区前段的螺旋状反应管1的管间距离，该浮游物排出区域的管间距离大于核/壳反应区前段的螺旋状反应管1的管间距离。
- [0042] 该急速旋转区域11的直径为核/壳反应区前段的螺旋状反应管1直径的三倍；该急速旋转区域11的弯曲度比核/壳反应区前段的螺旋状反应管1减少50%。
- [0043] 于所述核/壳反应区的前端按间隔距离设有第一至第五注入口75，相邻两注入口之间距离为100cm，于该核/壳反应区的后端对应所述急速旋转区域11设有第六注入口76，于该核/壳反应区的后端设有三个浮游物排出口4。
- [0044] 一种通过前述量子点核壳合成装置实施的量子点核壳合成方法，其包括以下步骤：将核/壳反应区进行真空排气后转换为氮气环境，将CdSe核、1-十八碳烯和油胺注入核/壳反应区的螺旋状反应管1，通过加热区2将螺旋状反应管1加热到设定温度，使CdSe核、1-十八碳烯和油胺反应，按间隔时间依次加入Cd前驱体与Zn前驱体，S前驱体、Zn前驱体与Cd前驱体，S前驱体、Zn前驱体与Cd前驱体，和Zn前驱体与S前驱体，从而在CdSe核上积累多层壳，合成CdSe/CdZnS/ZnS量子点。
- [0045] 所述核/壳反应区的后段设有急速旋转区域11和浮游物排出区域，所述浮游物排出口4设于该浮游物排出区域；
- [0046] 于所述核/壳反应区的前端按间隔距离设有第一至第五注入口75，相邻两注入口之间距离为100cm，于该核/壳反应区的后端对应所述急速旋转区域11设有第六注入口76，于该核/壳反应区的后端设有三个浮游物排出口4。
- [0047] 在第一注入口71中计量注入CdSe核、1-十八碳烯和油胺，真空排气后转换为氮气环境，加热区2的温度控制为220~250摄氏度，反应物因氮气压力随着螺旋状反应管1移动进行加热反应，相邻两注入口之间的反应时间为10分钟，在第二注入口72中注入Cd前驱体和Zn前驱体，继续由氮气压力推动反应物前行，反应形成第一层壳；在第三注入口73注入Cd前驱体、Zn前驱体和S前驱体，反应形成第二层壳；在第四注入口74注入Cd前驱体、Zn前驱体和S前驱体，反应形成第三层

壳；在第五注入口75注入Zn前驱体和S前驱体，反应形成第四层壳，从而得到CdSe/CdZnS/ZnS量子点。

[0048] 为了分离合成的量子点和杂质，反应物进入急速旋转区域11，于第六注入口76注入极性强的乙醇、丙酮，冷却区3的温度维持到0~4摄氏度，反应物在氮气压力的推动下用5分钟通过长度为150~200cm的反应管，随着反应管的弧度变得柔和，重量轻的杂质浮游在反应物上流过，此时通过浮游物排出口4将浮游物清除到外部，去除杂质后的CdSe/CdZnS/ZnS量子点通过输送管道8输送至保管用容器进行保存。

[0049] 量子点的大小及发光波长会根据核的波长、壳的数量而定，为了使量子点变大，会积累相对较多的壳，但这样会降低发光特性，因此推荐的壳体层数为4~6层。

[0050] 在其他实施例中，核及核、壳可以由ZnS、ZnSe、ZnTe、CdS、CdSe、CdTe、HgS、HgSe、HgTe、MgS、MgSe、MgTe、CaS、CaSe、CaTe、SrS、SrSe、SrTe、BaS、BaSe、BaTe、GaN、GaP、GaAs、GaSb、InN、InP、InSb、Ge、Si以及这些组合组成的群中做出选择，而且根据需要，在核壳反应区的量子点核和量子点壳之间可以再合成一个以上的这些组合或晶格常数由类似元素组成的量子点缓冲层。

工业实用性

[0051] 本发明的量子点核壳合成装置能提高量子点的稳定性及粒子大小的均匀，同时能使其没有缺陷，因此能使量子效率最大化，从而合成出提升了发光效率及鲜明度的量子点，装置结构简单，设计巧妙，能够根据需要在核上合成多层壳体，从而得到符合尺寸要求的优质量子点。

权利要求书

- [权利要求 1] 一种量子点核壳合成装置，其特征在于：其包括用于进行核/壳反应的核/壳反应区，该反应区包括至少一个螺旋状反应管，所述螺旋状反应管内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽，所述核/壳反应区的前段包覆有加热区，所述核/壳反应区的后段包覆有冷却区，于所述核/壳反应区的前端设有若干个注入口，于该核/壳反应区的后端设有若干个浮游物排出口，所述核/壳反应区的前端连接有加压装置；
所述加热区、冷却区分别包括缠绕于该螺旋状反应管上的温度控制管，所述温度控制管中充满用于控制温度的液态水或油，该加热区、冷却区的温度控制管分别与加热装置、外部冷却器连接。
- [权利要求 2] 根据权利要求1所述的量子点核壳合成装置，其特征在于，所述核/壳反应区的后段设有急速旋转区域和浮游物排出区域，所述浮游物排出口设于该浮游物排出区域。
- [权利要求 3] 根据权利要求2所述的量子点核壳合成装置，其特征在于，该急速旋转区域中螺旋状反应管的管间距离小于核/壳反应区前段的螺旋状反应管的管间距离，该浮游物排出区域的管间距离大于核/壳反应区前段的螺旋状反应管的管间距离。
- [权利要求 4] 根据权利要求2所述的量子点核壳合成装置，其特征在于，该急速旋转区域的直径为核/壳反应区前段的螺旋状反应管直径的三倍；该急速旋转区域的弯曲度比核/壳反应区前段的螺旋状反应管减少50%。
- [权利要求 5] 根据权利要求2所述的量子点核壳合成装置，其特征在于，于所述核/壳反应区的前端按间隔距离设有第一至第五注入口，于该核/壳反应区的后端对应所述急速旋转区域设有第六注入口，于该核/壳反应区的后端设有三个浮游物排出口。
- [权利要求 6] 一种通过权利要求1所述量子点核壳合成装置实施的量子点核壳合成方法，其特征在于，其包括以下步骤：将核/壳反应区进行真空排气后转换为氮气环境，将CdSe核、1-十八碳烯和油胺注入核/壳反应区

的螺旋状反应管，通过加热区将螺旋状反应管加热到设定温度，使CdSe核、1-十八碳烯和油胺反应，按间隔时间依次加入Cd前驱体与Zn前驱体，S前驱体、Zn前驱体与Cd前驱体，S前驱体、Zn前驱体与Cd前驱体，和Zn前驱体与S前驱体，从而在CdSe核上积累多层壳，合成CdSe/CdZnS/ZnS量子点。

[权利要求 7] 根据权利要求6所述的量子点核壳合成方法，其特征在于，所述核/壳反应区的后段设有急速旋转区域和浮游物排出区域，所述浮游物排出口设于该浮游物排出区域；
于所述核/壳反应区的前端按间隔距离设有第一至第五注入口，相邻两注入口之间距离为100cm，于该核/壳反应区的后端对应所述急速旋转区域设有第六注入口，于该核/壳反应区的后端设有三个浮游物排出口。

[权利要求 8] 根据权利要求6所述的量子点核壳合成方法，其特征在于，在第一注入口中计量注入CdSe核、1-十八碳烯和油胺，真空排气后转换为氮气环境，加热区的温度控制为220~250摄氏度，反应物因氮气压力随着螺旋状反应管移动进行加热反应，相邻两注入口之间的反应时间为10分钟，在第二注入口中注入Cd前驱体和Zn前驱体，继续由氮气压力推动反应物前行，反应形成第一层壳；在第三注入口注入Cd前驱体、Zn前驱体和S前驱体，反应形成第二层壳；在第四注入口注入Cd前驱体、Zn前驱体和S前驱体，反应形成第三层壳；在第五注入口注入Zn前驱体和S前驱体，反应形成第四层壳，从而得到CdSe/CdZnS/ZnS量子点。

[权利要求 9] 根据权利要求8所述的量子点核壳合成方法，其特征在于，为了分离合成的量子点和杂质，反应物进入急速旋转区域，于第六注入口注入极性强的乙醇、丙酮，冷却区的温度维持到0~4摄氏度，反应物在氮气压力推动下用5分钟通过长度为150~200cm的反应管，随着反应管的弧度变得柔和，重量轻的杂质浮游在反应物上流过，此时通过浮游物排出口将浮游物清除到外部，去除杂质后的CdSe/CdZnS/ZnS量子

点通过输送管道输送至保管用容器进行保存。

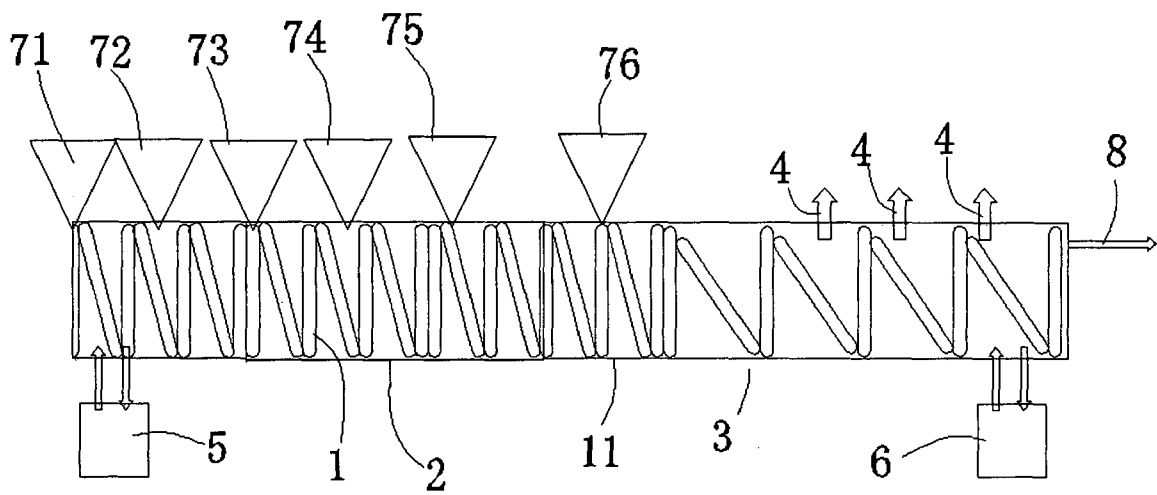


图 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2018/083631

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09K 11/88 (2006.01) i; B01J 19/24 (2006.01) i; B01J 4/00 (2006.01) i; B82Y 40/00 (2011.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09K 11/-; B01J 19/-; B01J 4/-; B82Y 40/-; B82Y 30/-

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNXTX, CNABS, CNKI, VEN, STN(CAplus), ISI: 睿泰涂布, 陈绍凯, 量子点, 纳米, 核, 壳, 螺旋, 旋转, 槽, 沟, 管, 摩擦, 冒泡, 加热, 冷却, 除杂, 浮游物, 杂质, 排杂, 除杂, 分离, 压力, 加压, CdSe, 硒化镉, Cd, Se, ZnS, 硫化锌, quantum dots, QDs, nano, core, shell, screw, helix, whirl, spiral, slot, pipe, tube, heat, hot, cool, refrigerate, float, impurities, pressure, selenium, cadmium, zinc, sulfur

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 206828441 U (DONGGUAN RETECK COATING TECHNOLOGY CO., LTD.) 02 January 2018 (02.01.2018), description, paragraphs [0010]-[0021], and figure 1	1-9
PX	CN 206828440 U (DONGGUAN RETECK COATING TECHNOLOGY CO., LTD.) 02 January 2018 (02.01.2018), description, paragraphs [0009]-[0024], and figure 4	1-9
A	CN 105080448 A (GUANGZHOU INSTITUTE OF ENERGY CONVERSION, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES; GUANGDONG UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 25 November 2015 (25.11.2015), entire document	1-9
A	CN 101565175 A (EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 28 October 2009 (28.10.2009), entire document	1-9

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>“&” document member of the same patent family</p>
---	---

<p>Date of the actual completion of the international search</p> <p style="text-align: center;">03 July 2018</p>	<p>Date of mailing of the international search report</p> <p style="text-align: center;">23 July 2018</p>
--	---

<p>Name and mailing address of the ISA State Intellectual Property Office of the P. R. China No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing 100088, China Facsimile No. (86-10) 62019451</p>	<p>Authorized officer</p> <p style="text-align: center;">CAO, Xuejiao</p> <p>Telephone No. (86-10) 62089657</p>
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORTInternational application No.
PCT/CN2018/083631

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 106433636 A (SOUTH CHINA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 22 February 2017 (22.02.2017), entire document	1-9
A	CN 102232056 A (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS) 02 November 2011 (02.11.2011), entire document	1-9
A	CN 102232057 A (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS) 02 November 2011 (02.11.2011), entire document	1-9
A	US 2002144644 A1 (QUANTUM DOT CORP.) 10 October 2002 (10.10.2002), entire document	1-9
A	US 2010031774 A1 (SAMSUNG ELECTRO-MECHANICS CO., LTD.) 11 February 2010 (11.02.2010), entire document	1-9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2018/083631

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 206828441 U	02 January 2018	None	
CN 206828440 U	02 January 2018	None	
CN 105080448 A	25 November 2015	CN 105080448 B	24 May 2017
CN 101565175 A	28 October 2009	None	
CN 106433636 A	22 February 2017	None	
CN 102232056 A	02 November 2011	EP 2351702 A4	22 May 2013
		CN 102232056 B	25 December 2013
		WO 2010050727 A2	06 May 2010
		EP 2351702 B1	21 February 2018
		WO 2010050727 A3	29 July 2010
		TW I60324 B	11 November 2014
		US 2011223097 A1	15 September 2011
		KR 20100046508 A	07 May 2010
		US 8354090 B2	15 January 2013
		KR 101078050 B1	31 October 2011
		EP 2351702 A2	03 August 2011
		TW 201028504 A	01 August 2010
		CN 102232057 A	02 November 2011
EP 2351701 B1	21 February 2018		
WO 2010050726 A3	29 July 2010		
TW I91557 B	11 July 2015		
KR 101147840 B1	21 May 2012		
US 9085459 B2	21 July 2015		
TW 201029917 A	16 August 2010		
CN 102232057 B	25 June 2014		
EP 2351701 A2	03 August 2011		
EP 2351701 A4	29 May 2013		
KR 20100046507 A	07 May 2010		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2018/083631

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
		US 2011253032 A1	20 October 2011
US 2002144644 A1	10 October 2002	US 6682596 B2	27 January 2004
		WO 02053810 A1	11 July 2002
		US 7144458 B2	05 December 2006
		US 2002083888 A1	04 July 2002
		US 2004247517 A1	09 December 2004
US 2010031774 A1	11 February 2010	KR 20080100935 A	21 November 2008
		JP 2008285749 A	27 November 2008
		US 7935169 B2	03 May 2011
		US 8388725 B2	05 March 2013
		KR 100877522 B1	09 January 2009
		US 2010319489 A1	23 December 2010

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2018/083631

<p>A. 主题的分类</p> <p>C09K 11/88(2006.01)i; B01J 19/24(2006.01)i; B01J 4/00(2006.01)i; B82Y 40/00(2011.01)i</p> <p>按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类</p>																										
<p>B. 检索领域</p> <p>检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)</p> <p>C09K11/-; B01J19/-; B01J4/-; B82Y40/-; B82Y30/-</p> <p>包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献</p> <p>在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))</p> <p>CNXTX, CNABS, CNKI, VEN, STN(CAplus), ISI: 睿泰涂布, 陈绍凯, 量子点, 纳米, 核, 壳, 螺旋, 旋转, 槽, 沟, 管, 摩擦, 冒泡, 加热, 冷却, 除杂, 浮游物, 杂质, 排杂, 除杂, 分离, 压力, 加压, CdSe, 硒化镉, Cd, Se, ZnS, 硫化锌, quantum dots, QDs, nano, core, shell, screw, helix, whirl, spiral, slot, pipe, tube, heat, hot, cool, refrigerate, float, impurities, pressure, selenium, cadmium, zinc, sulfur</p>																										
<p>C. 相关文件</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>类型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>PX</td> <td>CN 206828441 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第10-21段, 图1</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>PX</td> <td>CN 206828440 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第9-24段, 图4</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 105080448 A (中国科学院广州能源研究所 广东工业大学) 2015年 11月 25日 (2015 - 11 - 25) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 101565175 A (华东理工大学) 2009年 10月 28日 (2009 - 10 - 28) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 106433636 A (华南理工大学) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 102232056 A (韩国机械研究院) 2011年 11月 2日 (2011 - 11 - 02) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 102232057 A (韩国机械研究院) 2011年 11月 2日 (2011 - 11 - 02) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> </tbody> </table> <p><input checked="" type="checkbox"/> 其余文件在C栏的续页中列出。 <input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。</p> <p>* 引用文件的具体类型: “A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件 “E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利 “L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的) “O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件 “P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件 “T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件 “X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性 “Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性 “&” 同族专利的文件</p>			类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求	PX	CN 206828441 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第10-21段, 图1	1-9	PX	CN 206828440 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第9-24段, 图4	1-9	A	CN 105080448 A (中国科学院广州能源研究所 广东工业大学) 2015年 11月 25日 (2015 - 11 - 25) 全文	1-9	A	CN 101565175 A (华东理工大学) 2009年 10月 28日 (2009 - 10 - 28) 全文	1-9	A	CN 106433636 A (华南理工大学) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 全文	1-9	A	CN 102232056 A (韩国机械研究院) 2011年 11月 2日 (2011 - 11 - 02) 全文	1-9	A	CN 102232057 A (韩国机械研究院) 2011年 11月 2日 (2011 - 11 - 02) 全文	1-9
类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求																								
PX	CN 206828441 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第10-21段, 图1	1-9																								
PX	CN 206828440 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第9-24段, 图4	1-9																								
A	CN 105080448 A (中国科学院广州能源研究所 广东工业大学) 2015年 11月 25日 (2015 - 11 - 25) 全文	1-9																								
A	CN 101565175 A (华东理工大学) 2009年 10月 28日 (2009 - 10 - 28) 全文	1-9																								
A	CN 106433636 A (华南理工大学) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 全文	1-9																								
A	CN 102232056 A (韩国机械研究院) 2011年 11月 2日 (2011 - 11 - 02) 全文	1-9																								
A	CN 102232057 A (韩国机械研究院) 2011年 11月 2日 (2011 - 11 - 02) 全文	1-9																								
国际检索实际完成的日期	国际检索报告邮寄日期																									
2018年 7月 3日	2018年 7月 23日																									
ISA/CN的名称和邮寄地址	授权官员																									
中华人民共和国国家知识产权局 (ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088	曹雪娇																									
传真号 (86-10) 62019451	电话号码 (86-10) 62089657																									

C. 相关文件		
类型*	引用文件，必要时，指明相关段落	相关的权利要求
A	US 2002144644 A1 (QUANTUM DOT CORP) 2002年 10月 10日 (2002 - 10 - 10) 全文	1-9
A	US 2010031774 A1 (SAMSUNG ELECTRO MECH) 2010年 2月 11日 (2010 - 02 - 11) 全文	1-9

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2018/083631

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	206828441	U	2018年 1月 2日	无			
CN	206828440	U	2018年 1月 2日	无			
CN	105080448	A	2015年 11月 25日	CN	105080448	B	2017年 5月 24日
CN	101565175	A	2009年 10月 28日	无			
CN	106433636	A	2017年 2月 22日	无			
CN	102232056	A	2011年 11月 2日	EP	2351702	A4	2013年 5月 22日
				CN	102232056	B	2013年 12月 25日
				WO	2010050727	A2	2010年 5月 6日
				EP	2351702	B1	2018年 2月 21日
				WO	2010050727	A3	2010年 7月 29日
				TW	I460324	B	2014年 11月 11日
				US	2011223097	A1	2011年 9月 15日
				KR	20100046508	A	2010年 5月 7日
				US	8354090	B2	2013年 1月 15日
				KR	101078050	B1	2011年 10月 31日
				EP	2351702	A2	2011年 8月 3日
				TW	201028504	A	2010年 8月 1日
CN	102232057	A	2011年 11月 2日	WO	2010050726	A2	2010年 5月 6日
				EP	2351701	B1	2018年 2月 21日
				WO	2010050726	A3	2010年 7月 29日
				TW	I491557	B	2015年 7月 11日
				KR	101147840	B1	2012年 5月 21日
				US	9085459	B2	2015年 7月 21日
				TW	201029917	A	2010年 8月 16日
				CN	102232057	B	2014年 6月 25日
				EP	2351701	A2	2011年 8月 3日
				EP	2351701	A4	2013年 5月 29日
				KR	20100046507	A	2010年 5月 7日
				US	2011253032	A1	2011年 10月 20日
US	2002144644	A1	2002年 10月 10日	US	6682596	B2	2004年 1月 27日
				WO	02053810	A1	2002年 7月 11日
				US	7144458	B2	2006年 12月 5日
				US	2002083888	A1	2002年 7月 4日
				US	2004247517	A1	2004年 12月 9日
US	2010031774	A1	2010年 2月 11日	KR	20080100935	A	2008年 11月 21日
				JP	2008285749	A	2008年 11月 27日
				US	7935169	B2	2011年 5月 3日
				US	8388725	B2	2013年 3月 5日
				KR	100877522	B1	2009年 1月 9日
				US	2010319489	A1	2010年 12月 23日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2015年1月)