



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0014188

(43) 공개일자 2016년02월11일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C09K 11/02 (2006.01) C09K 11/06 (2006.01)

C09K 11/08 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-0095910

(22) 출원일자 2014년07월28일

심사청구일자 2014년07월28일

(71) 출원인

건양대학교산학협력단

충청남도 논산시 대학로 121 (내동)

(72) 발명자

김도경

대전 서구 관저북로 87, 106동 809호 (관저동, 원양마을1단지아파트)

(74) 대리인

김대영

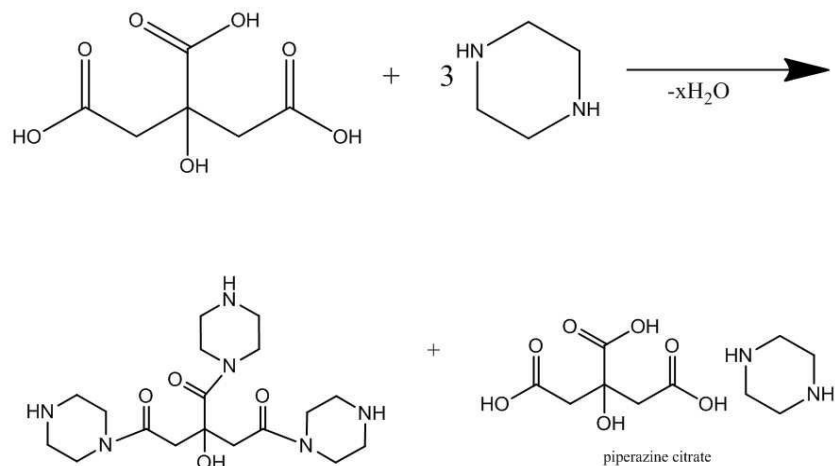
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 열반응에 의한 고효율 탄소 양자점 제조방법

(57) 요약

본 발명은 a)탄소 입자 1 내지 10개 카르복실기를 포함하는 수용성 유기물을 함유한 탄화물 전구체로 이루어진 코어; b) 아민기를 2개 이상을 포함하는 방향족 화합물로 이루어진 셸; 및 c)수용액과 유기용매 중 선택되는 어느 하나 이상;을 포함하는 탄소 양자점 및 이의 제조방법을 제공한다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 NRF-2014R1A1A4A03005726

부처명 교육부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 지역대학 우수과학자 후속연구

연구과제명 나노캡슐을 이용한 암치료용 지능형 테라그노시스 약물전달체 개발

기 여 율 1/1

주관기관 건양대학교

연구기간 2014.06.01 ~ 2015.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

- a) 탄소 입자 1 내지 10개 카르복실기를 포함하는 수용성 유기물을 함유한 탄화물 전구체로 이루어진 코어;
- b) 아민기를 2개 이상을 포함하는 방향족 화합물로 이루어진 셀; 및
- c) 수용액과 유기용매 중 선택되는 어느 하나 이상;을 포함하는 탄소 양자점.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 탄화물 전구체는 아미노산계열의 알라닌, 시스테인, 아스파르트산, 글루탐산, 페닐알라닌, 글라리신, 히스티딘, 아이소류신, 아리신, 류신, 메티오닌, 아스파라긴, 파롤라이신, 프롤린, 글루타민, 아르기닌, 세린, 트레오닌, 셀레노시스테인, 발린, 트립토햄, 타이로신, 소듐 시트레이트, 트리소듐 시트레이트와 카르복실산 계열의 메타노익 에시드, 에타노익 에시스, 프로파노익 에시드, 부타노익 에시드, 펜타노익 에시드, 헥사노익 에스트, 아스퍼린, 시트릭 에시드, 탄탈릭 에시드, 비타민 씨, 그리고 소듐 시트레이트, 트리소듐 시트레이트 및 카르복실기에 양이온과 음이온이 결합된 물질 중 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소 양자점.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물은 치환 또는 비치환된 탄소수 4 내지 30의 피페라진 화합물, 아민기를 2개 이상 포함하는 탄소수 3 내지 30의 방향족 화합물중 선택되는 어느 하나 이상인 것을 특징으로 하는 탄소 양자점.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 피페라진 화합물은 피페라진, 피페라진 하이드레이트, 피페라진 헥사하이드레이트, 피페라진 디하이드로클로라이드 하이드레이트, (R) 피페라진-2-카르복실릭 에시드, 피페라진 안하이드로스, 피페라진 2,6-다이온, 1-(2-아미노에틸) 피페라진, 피페라진 시트레이트, 피페라진-2-카르복실릭 에시드 디하이드로클로라이드, 피페라진 아디페이트, 피페라진-2-카복사마이드, 1-(2-피리미딜) 피페라진, 1-(6-피리다지닐) 피페라진 중 선택되는 어느 하나 일 수 있고,

상기 방향족 화합물은 o-페닐렌디아민, m-페닐렌디아민, p-페닐렌디아민, 2,5-디아미노톨루엔, 디메틸-4-페닐에틸렌디아민, 벤지딘, 1,8-디아미노나프탈렌, 디페닐에틸렌디아민 중 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 탄소 양자점.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 유기용매는 증류수, 에탄올, 2-프로판올, 디메틸포름아미드, 테트라하이드로퓨란, 디메틸설폭사이드 중 선택되는 어느 하나 이상인 것을 특징으로 하는 탄소 양자점.

청구항 6

- 1) 탄화물 전구체, 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물을 준비하는 단계;
- 2) 물 또는 유기용매에 상기 1)에서 준비된 물질을 혼합하여 용해하는 단계;
- 3) 상기 2)의 용해된 물질을 수열 합성 용기 내 120 내지 300 ℃의 온도에서 2 내지 24시간 가열하는 단계;를 포함하는 탄소 양자점 제조방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 2) 단계에서 물 또는 용매에 질소가스를 30 ~ 60 분 동안 흘려주는 것을 특징으로 하는 탄소 양자점 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물을 사용하여 탄소 양자점을 제조하는 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 피페라진을 포함하는 방향족 유기 물질을 이용하여 고효율 형광특성을 갖는 탄소 양자점을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 양자점은 3차원적으로 제한된 크기를 가지는 반도체성 나노크기 입자로서, 벌크 상태에서 반도체성 물질이 가지고 있지 않은 우수한 광학적, 전기적 특성을 나타낸다.

[0003] 양자점은 같은 물질로 만들어지더라도 입자의 크기에 따라서 방출하는 빛의 색상이 달라질 수 있다. 입자의 크기가 작을수록 짧은 파장의 형광을 내며 입자의 크기가 커지면 장파장 영역으로 파장이 이동한다. 반도체 기반 양자점의 경우 일반적인 유기 형광물질에 비해 흡광계수가 100 ~ 1000배 크고 양자 효율이 높아 매우 강한 형광을 발생한다. 이와 같은 특성에 의하여, 양자점은 차세대 고효율 발광 다이오드, 바이오 센서, 레이저, 태양 전지 나노 소재 등으로 주목을 받고 있다.

[0004] 반도체 양자점의 경우 장시간 모니터링이 가능하고 발광파장이 일정하기 때문에 바이오 이미징 분야에서 아주 많이 사용되고 있으나, 대부분이 독성을 띠는 중금속 물질을 코어 물질로 사용하므로 우수한 특성에도 불구하고 사용에 제한적이다.

[0005] 반도체 양자점의 경우 독성물질인 카드뮴, 납, 인듐, 셀레늄, 텔루리움 등의 중금속 배출로 환경문제 및 건강에 치명적인 문제가 발생할 수 있다. 그 중 카드뮴은 잘 알려진 발암물질로 산화스트레스를 유발하여 DNA 를 파괴하여 세포사멸을 유도한다. 이러한 잠재적인 독성 때문에 양자점의 물리 화학적 우수성에도 불구하고 치료 목적으로의 사용이 제한적일 수 밖에 없다. 이러한 독성을 줄이기 위한 시도로 양자점 코어를 안정적인 ZnS층이나 독성이 없는 유기물질 등으로 코팅하는 기술이 연구되고 있으나 코어에 들어있는 중금속으로 인해 사용에 제한적인 문제점이 있다.

[0006] 반도체 양자점의 문제점을 해결하기 위한 연구로 비유기물 무독성 형광물질의 연구가 시도되고 있으며, 일 예로 수용액 분산가능, 화학적 불활성, 적은 광표백특성 등과 같은 우수한 물성을 갖는 탄소 양자점의 연구가 시도되고 있다.

[0007] 기존의 일반적인 탄소 양자점은 흑연 나노입자를 기반으로 하고, 표면에 에폭사이드, 하이드록실기, 카르복실기 등 화학기가 결합되어 있는 구조로 알려져 있으며, 탄소나노입자, 그래핀옥사이드 나노입자로 불리운다. 탄소 양자점의 주성분은 탄소(흑연나노입자)이며, 양자점의 특성을 가지고 있으므로 탄소양자점이라 한다.

[0008] 탄소 기반 양자점은 수용액 분산가능, 화학적 불활성, 적은 광표백특성 등과 같은 우수한 물성들을 가지며 합성 방법으로는 마이크로파를 이용한 핵생성, 전기화학법, 불완전 산화법, 레이저 증발법, 플라즈마 처리법, 수열합성법등이 연구되고 있다. 또한, 탄소 양자점의 형광특성을 증진 시키기 위하여 여러 가지 방법들이 연구되고 있는데 질산을 사용하여 하여 표면을 산화하는 방법, 포타슘 망가네이트와 같은 강산화제 사용하는 방법 및 표면 보호막 처리 방법등이 있다.

[0009] 한편, 탄소 양자점의 양자효율에 영향을 미치는 요인으로는 이온 도핑, 호스트 물질, 나노입자의 크기와 모양, 표면 결함, 외부 환경 등을 들 수 있다. 이러한 이유로 탄소 양자점의 효율을 개선하기 위한 연구가 시도되고 있지만 현재로는 양자효율이 낮은 문제점이 있다.

[0010] 또한, 탄소 양자점은 많은 분야에 응용가능성이 있음에도 불구하고 대량으로 생산할 수 있는 화학적 합성방법이 잘 알려져 있지 않으며, 탄소 양자점을 제작하는 방법에 있어서 생산효율이 낮고, 입자의 크기, 표면상태 등을

인위적으로 조절하는 것에 어려운 문제점이 있다.

- [0011] 양자점에 대한 종래 기술로, 등록특허 제10-1403534호(2014.05.28.)에서는 석탄과 흑연이 생성되는 자연적인 환경과 비슷한 조건을 조성하여 탄소 양자점을 합성하는 방법 및 촉진제를 사용함으로써 모든 종류의 유기물을 분해하여 탄소 양자점을 합성하는 것에 관해 기재되어 있으나, 형광 효율이 낮으며 양자 효율 증대를 위한 연구가 기재되어 있지 않다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0012] (특허문헌 0001) 등록특허 제10-1403534호(2014.05.28.)

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0013] 본 발명의 첫 번째 목적은 저분자의 탄화물 전구체와 아민기를 2개 이상을 포함하는 방향족 화합물로 3차원 매트릭스 구조를 형성하는 탄소 양자점 및 이의 제조방법을 제공한다.

- [0014] 본 발명의 두 번째 목적은 형광 효율을 조절하여 탄소 양자점을 제조함으로써 탄소 양자점의 발광 효율을 증진시키며, 저온합성 및 대량합성이 가능한 탄소 양자점 제조방법을 제공한다.

과제의 해결 수단

- [0015] 본 발명은 a)탄소 입자 1 내지 10개 카르복실기를 포함하는 수용성 유기물을 함유한 탄화물 전구체로 이루어진 코어; b) 아민기를 2개 이상을 포함하는 방향족 화합물로 이루어진 셸; 및 c)수용액과 유기용매 중 선택되는 어느 하나 이상;을 포함하는 탄소 양자점을 제공한다.

- [0016] 일 실시예로, 상기 탄화물 전구체는 아미노산계열의 알라닌, 시스테인, 아스파르트산, 글루탐산, 페닐알라닌, 글라리신, 히스티딘, 아이소류신, 아리신, 류신, 메티오닌, 아스파라긴, 파롤라이신, 프롤린, 글루타민, 아르기닌, 세린, 트레오닌, 셀레노시스테인, 발린, 트립토햄, 타이로신, 소듐 시트레이트, 트리소듐 시트레이트와 카르복실산 계열의 메타노익 에시드, 에타노익 에시스, 프로파노익 에시드, 부타노익 에시드, 펜타노익 에시드, 헥사노익 에시드, 아스피린, 시트릭 에시드, 탄탈릭 에시드, 비타민 씨, 그리고 소듐 시트레이트, 트리소듐 시트레이트 및 카르복실기에 양이온과 음이온이 결합된 물질 중 선택되는 어느 하나 이상일 수 있다.

- [0017] 일 실시예로, 상기 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물은 치환 또는 비치환된 탄소수 4 내지 30의 피페라진 화합물, 아민기를 2개 이상 포함하는 탄소수 3 내지 30의 방향족 화합물 중 선택되는 어느 하나 이상일 수 있다.

- [0018] 일 실시예로, 상기 상기 피페라진 화합물은 피페라진, 피페라진 하이드레이트, 피페라진 헥사하이드레이트, 피페라진 디하이드로 클로라이드 하이드레이트, (R) 피페라진-2-카르복실릭 에시드, 피페라진 안하이드로스, 피페라진 2,6-다이온, 1-(2-아미노에틸) 피페라진, 피페라진 시트레이트, 피페라진-2-카르복실릭 에시드 디하이드로 클로라이드, 피페라진 아디페이트, 피페라진-2-카복사마이드, 1-(2-피리미딜) 피페라진, 1-(6-피리다지닐) 피페라진 중 선택되는 어느 하나 일 수 있고, 또한 상기 방향족 화합물은 o-페닐렌디아민, m-페닐렌디아민, p-페닐렌디아민, 2,5-디아미노톨루엔, 디메틸-4-페닐에틸렌디아민, 벤지딘, 1,8-디아미노나프탈렌, 디페닐에틸렌디아민 중 선택되는 어느 하나일 수 있다.

- [0019] 일 실시예로, 유기용매는 증류수, 에탄올, 2-프로판올, 디메틸포름아미드, 테트라하이드로퓨란, 디메틸설폭사이드 중 선택되는 어느 하나 이상일 수 있다.

- [0020] 본 발명은 1) 탄화물 전구체, 아민기를 2개 이상을 포함하는 방향족 화합물을 준비하는 단계; 2) 물 또는 유기용매에 상기 1)에서 준비된 물질을 혼합하여 용해하는 단계; 3) 상기 2)의 용해된 물질을 수열 합성 용기 내 120 내지 300 °C의 온도에서 2 내지 24시간 가열하는 단계;로 이루어지는 탄소 양자점 제조방법을 제공한다.

- [0021] 일 실시예로, 상기 2) 단계에서 물 또는 용매에 질소가스를 30 ~ 60 분 동안 흘려줄 수 있다.

발명의 효과

- [0022] 본 발명에 의하면, 본 발명은 탄화물 전구체, 아민기를 2개 이상을 포함하는 방향족 화합물을 사용하여 보다 간단한 공정을 통해 균질한 탄소 양자점을 대량으로 생산할 수 있다.
- [0023] 또한 본 발명은 질소 도핑효과로 90 % 이상의 높은 양자효율을 갖으며, 탄소 양자점의 수용액 분산성 증진효과 및 형광특성이 장시간 지속되는 효과를 나타낸다.
- [0024] 또한 본 발명의 탄소 양자점은 무독성으로 광표백 현상이 극미하여 바이오 이미징 에이전트로 사용가능하다.

도면의 간단한 설명

- [0025] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점의 합성 반응의 모식도를 도시한 것이다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점의 여기과장 변화에 따른 발광과장의 변화를 도시한 것이다.
- 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점의 여기과장 변화에 따른 발광색의 변화를 일반화하여 도시한 것이다.
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점의 여기 과장의 변화에 따른 발광과장의 변화를 도시한 것이다.
- 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점의 고과장 여기시의 발광과장 변화를 도시한 것이다.
- 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점의 pH 변화에 따른 발광과장의 변화를 도시한 것이다.
- 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점의 pH 변화에 따른 형광강도의 변화를 도시한 것이다.
- 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점의 양이온에 따른 형광강도의 변화를 도시한 것이다.
- 도 9는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점의 음이온에 따른 형광강도의 변화를 도시한 것이다.
- 도 10은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 탄소 양자점을 세포 배양 후 공침현미경으로 관찰한 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명을 용이하게 실시할 수 있는 바람직한 실시예를 포함한 발명의 구성을 상세히 설명한다. 본 발명의 각 도면에 있어서, 구조물들의 사이즈나 치수는 본 발명의 명확성을 기하기 위하여 실제보다 확대하거나 축소하여 도시한 것이고, 특징적 구성이 드러나도록 공지의 구성들은 생략하여 도시하였으므로 도면으로 한정하지는 아니한다. 본 발명의 바람직한 실시예에 대한 원리를 상세하게 설명함에 있어 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략한다.
- [0027] 본 발명의 탄소 양자점은 a)탄소 입자 1 내지 10개 카르복실기를 포함하는 수용성 유기물을 함유한 탄화물 전구체로 이루어진 코어; b) 아민기를 2개 이상을 포함하는 방향족 화합물로 이루어진 셸; 및 c)수용액과 유기용매 중 선택되는 어느 하나 이상;을 포함한다.
- [0028] 본 발명에서 상기 탄화물 전구체는 아미노산 계열, 카르복실산 계열 및 카르복실기에 양이온과 음이온이 결합된 물질 중 선택되는 어느 하나 이상일 수 있다.
- [0029] 보다 자세하게 상기 아미노산계열은 알라닌, 시스테인, 아스파르트산, 글루탐산, 페닐알라닌, 글라리신, 히스티딘, 아이소류신, 아린신, 류신, 메티오닌, 아스파라긴, 파롤라이신, 프롤린, 글루타민, 아르기닌, 세린, 트레오닌, 셀레노시스테인, 발린, 트립토판, 타이로신 소듐 시트레이트, 트리소듐 시트레이트이다. 상기 카르복실산 계열은 메타노익 에시드, 에타노익 에시스, 프로파노익 에시드, 부타노익 에시드, 펜타노익 에시드, 헥사노익 에스트, 아스피린, 시트릭 에시드, 탄탈릭 에시드, 비타민 씨, 그리고 소듐 시트레이트, 트리소듐 시트레이트이다. 또한, 암모늄 시트레이트 등과 같은 카르복실기에 양이온과 음이온이 결합된 물질을 사용할 수 있다.

- [0030] 보다 바람직하게는 코어를 형성할 탄화물 전구체로 탄소 입자 3 내지 6의 수용성 카르복실기를 함유하거나 그 이온 결합 형태로 이루어진 화합물일 수 있다.
- [0031] 본 발명에서 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물은 치환 또는 비치환된 탄소수 4 내지 30의 피페라진 화합물, 아민기를 2개 이상 포함하는 탄소수 3 내지 30의 방향족 화합물중 선택되는 어느 하나 이상일 수 있다.
- [0032] 보다 자세하게는 피페라진 화합물은 피페라진, 피페라진 하이드레이트, 피페라진 헥사하이드레이트, 피페라진 디하이드로 클로라이드 하이드레이트, (R) 피페라진-2-카르복실릭 에시드, 피페라진 안하이드로스, 피페라진 2,6-다이온, 1-(2-아미노에틸) 피페라진, 피페라진 시트레이트, 피페라진-2-카르복실릭 에시드 디하이드로클로라이드, 피페라진 아디페이트, 피페라진-2-카복사마이드, 1-(2-피리미딜) 피페라진, 1-(6-피리다지닐) 피페라진 일 수 있다.
- [0033] 상기 방향족 화합물은 o-페닐렌디아민, m-페닐렌디아민, p-페닐렌디아민, 2,5-디아미노톨루엔, 디메틸-4-페닐에틸렌디아민, 벤지딘, 1,8-디아미노나프탈렌, 디페닐에틸렌디아민 일 수 있다.
- [0034] 또한, 아민기를 포함하는 방향족 화합물의 특성에 따라 수용 특성이 없어지는 경우 수용액, 에탄올, 메탄올, 2-프로판올, 테트라하이드로퓨란, 디메틸설폭사이드 등과 혼합하여 사용할 수 있다.
- [0035] 본 발명에서 상기 유기용매는 증류수, 에탄올, 2-프로판올, 디메틸포름아미드, 테트라하이드로퓨란, 디메틸설폭사이드 중 선택되는 어느 하나 이상일 수 있다. 상기 유기용매로 극성이 큰 용매인 증류수를 사용하면 낮은 농도의 탄소 양자점을 합성할 수 있으며, 용매의 극성이 낮으면 높은 농도의 탄소 양자점을 합성할 수 있어 합성의 효율을 높일 수 있다.
- [0036] 본 발명의 탄소 양자점 제조방법은 1) 탄화물 전구체, 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물을 준비하는 단계, 2) 물 또는 유기용매에 상기 1)에서 준비된 물질을 혼합하여 용해하는 단계, 3) 상기 2)의 용해된 물질을 수열 합성 용기 내 120 내지 300 °C의 온도에서 2 내지 24시간 가열하는 단계로 이루어진다.
- [0037] 본 발명의 도 1에서 알 수 있듯이 상기 탄소 양자점은 탄화물 전구체와 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물로 제조될 수 있으며, 수열합성을 통해 탄소 양자점이 제조될 수 있다.
- [0038] 또한, 상기 1) 단계에서 환원제를 추가적으로 투입할 수 있으며, 환원제로는 수용성의 아민기를 포함하는 유기 화합물을 사용할 수 있으며, 일 예로 에틸렌 디아민, 에탄올 아민, 트리에틸아민 등을 사용할 수 있고, 바람직하게는 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물을 환원제로 사용할 수 있다. 여기서, 상기 환원제를 사용함으로써 반응을 촉진하여 탄소 양자점의 합성을 용이하게 할 수 있다.
- [0039] 여기서, 상기 탄화물 전구체와 질소를 포함하는 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물은 1:1 ~ 1:1.5의 중량비로 혼합될 수 있으며, 사용되는 탄화물 전구체의 양에 따라 형광 효율에 영향을 줄 수 있으므로, 상기의 범위 내에서 제조하는 것이 바람직하다.
- [0040] 본 발명의 상기 2) 단계에서는 물 또는 유기용매에 탄화물 전구체, 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물을 혼합하여 용해할 수 있으며, 상기 물 또는 유기용매는 탄화물 전구체와 아민기를 2개 이상 포함하는 방향족 화합물의 총 질량대비 5 ~ 30배를 사용할 수 있다.
- [0041] 또한, 본 발명의 상기 2) 단계에서 물 또는 용매에 질소가스를 30 ~ 60 분 동안 흘려줌으로써 용매내의 산소를 질소로 치환할 수 있다.
- [0042] 본 발명에서 상기 3) 단계를 통해 탄소 양자점을 제조할 수 있다. 바람직하게는 160 °C 온도에서 5시간 동안 제조할 수 있으며, 반응이 종료되면 상온에서 방치한 후 정제할 수 있다.
- [0043] 여기서, 상기 3) 단계를 통해 얻어진 탄소 양자점에는 용매, 탄소 양자점, 침전물 등 유기물이 포함되어 있기 때문에 정제과정을 통해 추후 탄소 양자점의 물리·화학적 특성을 평가할 수 있다. 상기 정제는 침전물을 제거한 후, 친수성의 종이필터를 통해 1차 여과 및 친수성 멤브레인 필터를 사용하여 2차 여과하여 순수한 탄소 양자점 용액을 얻을 수 있으며, 바람직하게는 삼투압 백을 이용하여 정제할 수 있다.
- [0044] 이하, 실시예를 통해 보다 자세하게 설명한다.

- [0045] (실시예)
- [0046] 실시예 1.
- [0047] 증류수 20 mL에 질소가스를 30 분 동안 흘려주어 산소를 제거한 후, 시트릭 에시드 0.42 g, 피페라진 0.517 g을 혼합 후 테프론 용기에 투입하였다.
- [0048] 테프론 용기를 스테인레스 압력 용기에 넣고, 압력용기를 오븐에 넣은 후 160 °C에서 5시간 반응한다.
- [0049] 5시간 후 상온에서 스테인레스 압력 용기를 방치한 후 분자량 3500이하 삼투압 백을 이용하여 정제하여 순수한 탄소 양자점을 얻는다.
- [0050] 실시예 2 내지 11.
- [0051] 상기 실시예 1과 동일하게 실시하되, 하기 표 1에 표기된 조건으로 탄소 양자점을 얻었다.
- [0052] 비교예 1.
- [0053] 퀴닌 설페이트만을 사용하여 양자효율을 측정하였다.

표 1

조건	시트릭산 (g)	피페라진 (g)	증류수 (mL)	질소 처리	반응온도 (°C)	반응시간 (hrs)	양자효율 (%)
실시예 1	0.42	0.517	10	X	160	5	43.8
실시예 2	0.42	0.517	10	X	180	5	63
실시예 3	0.42	0.517	10	X	200	5	51.6
실시예 4	0.42	0.517	10	X	220	5	58.9
실시예 5	0.42	0.517	20	X	160	5	80
실시예 6	0.21	0.2585	20	X	160	5	79.7
실시예 7	0.21	0.2585	10	X	160	5	61
실시예 8	0.42	0.517	20	X	150	5	79.8
실시예 9	0.042	0.0517	20	X	150	5	57.5
실시예 10	0.042	0.0517	20	O	150	5	61.6
실시예 11	0.42	0.517	20	O	150	5	83.6
비교예 1	-	-	-	X	-	-	58

- [0055] 상기 표 1을 통해 질소가 함유된 방향족 화합물의 농도, 반응 용매의 양, 반응 온도 및 질소가스를 사용하여 산소 제거 여부에 따라 양자효율이 변화되는 것을 확인 할 수 있다. 또한, 실시예 5, 8, 11의 경우 탄소 양자점이 80% 이상인 것을 확인 할 수 있다.

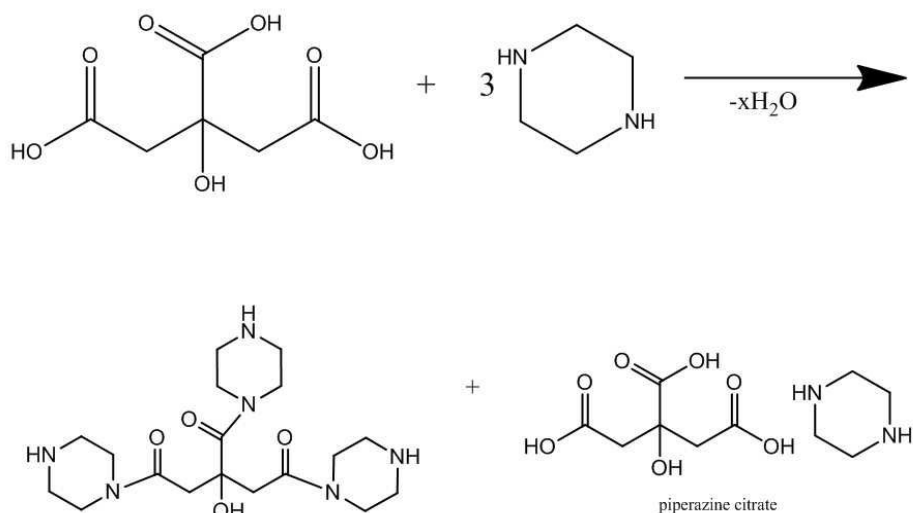
- [0056] (실험예)
- [0057] 탄소 양자점의 평가.
- [0058] 일반적으로 탄소 양자점에 대한 평가는 XRD 패턴, FT-IR 흡수스펙트럼, TEM에 의한 입도 측정, 형광 특성, 광흡수 특성 등의 다양한 방법을 통해 확인할 수 있다. 본 발명에서는 UV-Vis를 통해 흡광도 및 발광도 분석을 통해 탄소 양자점의 형광 특성을 확인하였다.

- [0059] 도 2 내지 4는 실시예 1의 탄소 양자점 여기과장에 따른 발광과장, 발광색 등의 변화를 나타냈다. 도 2의 여기 스펙트럼에는 350 nm를 중심으로 하는 피크 및 발광 스펙트럼에서는 450 nm를 중심으로 하는 피크가 나타나는 것을 확인할 수 있다.

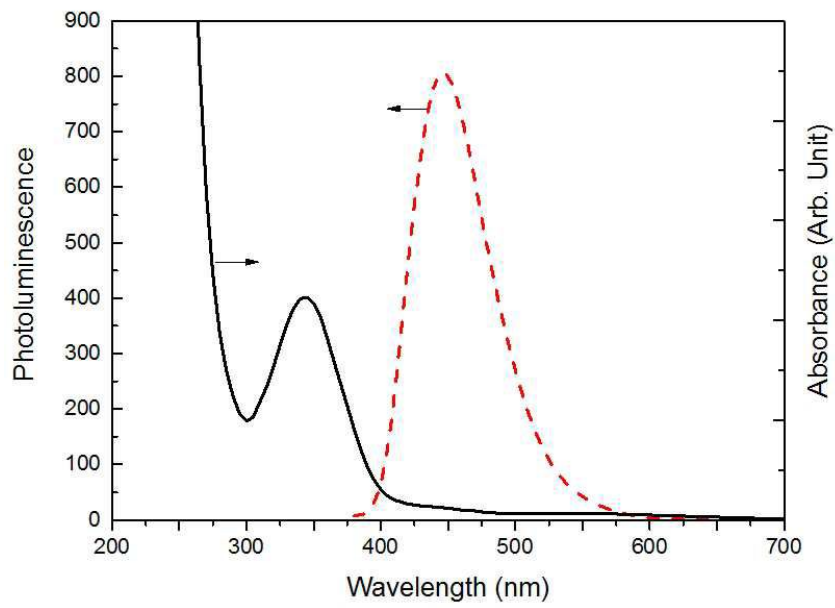
- [0060] 도 3에 320 ~ 460 nm에 블루, 480 ~ 560 nm에 그린, 580 ~ 600 nm에 레드의 각각의 발광 색상을 확인할 수 있으며, 이 발광색상을 통해 바이오 레벨링과 바이오 이미징을 실시할 수 있다.
- [0061] 도 4에 여기 파장의 변화에 따른 발광파장의 변화를 나타냈으며, 300 ~ 420 nm의 여기파장으로부터 447 nm에서의 강한 피크를 확인할 수 있으며, 입자 크기에 따라 피크의 크기가 다른 것을 알 수 있다.
- [0062] 도 5는 탄소 양자점의 700 ~ 780 nm 범위의 고파장 여기시의 발광파장을 나타낸 것으로, 450 nm 범위에서 발광 특성이 나타나는 것을 확인할 수 있다.
- [0063] 도 6 내지 7은 탄소 양자점의 pH 변화에 따른 발광파장 및 형광강도의 변화를 나타냈다. 도 6을 통해 pH 3 ~ 13의 범위는 450 nm 영역에서 발광특성을 확인할 수 있고, pH 4 내지 11의 범위에서 높은 발광특성을 알 수 있다.
- [0064] 도 8은 탄소 양자점의 양이온에 따른 형광 강도의 변화를 나타냈으며, 도 9는 탄소 양자점의 음이온에 따른 형광강도의 변화를 통해 양이온 음이온 안정성을 확인하였다.
- [0065] 또한, 도 10은 탄소 양자점을 세포 배양 후 공침현미경으로 관찰한 것으로 블루, 그린, 레드 색상을 확인할 수 있었으며, 이를 통해 독성 테스트 및 다 컬러 바이오 이미징 응용결과를 확인할 수 있다.

도면

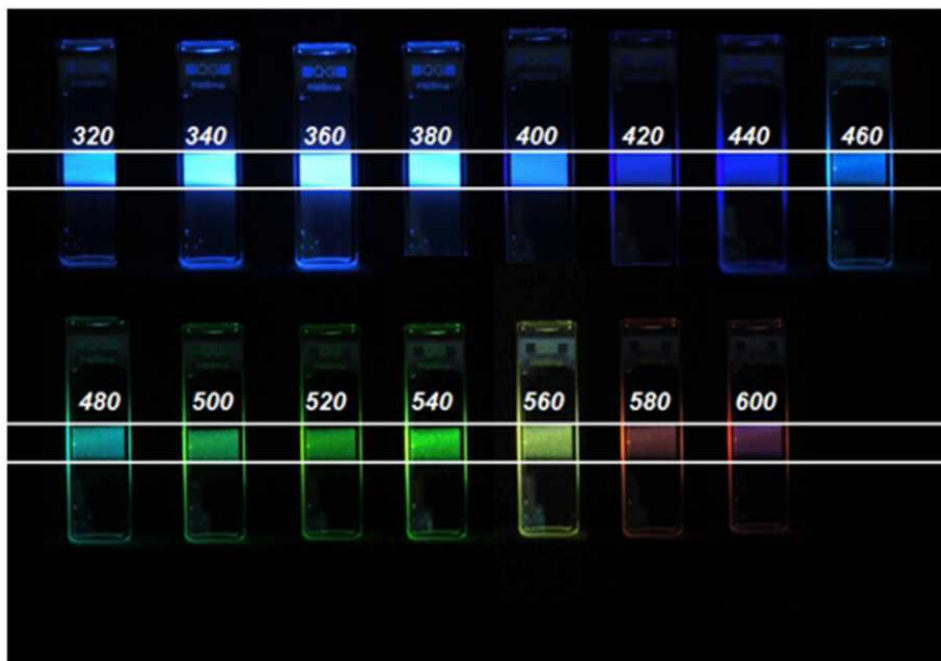
도면1



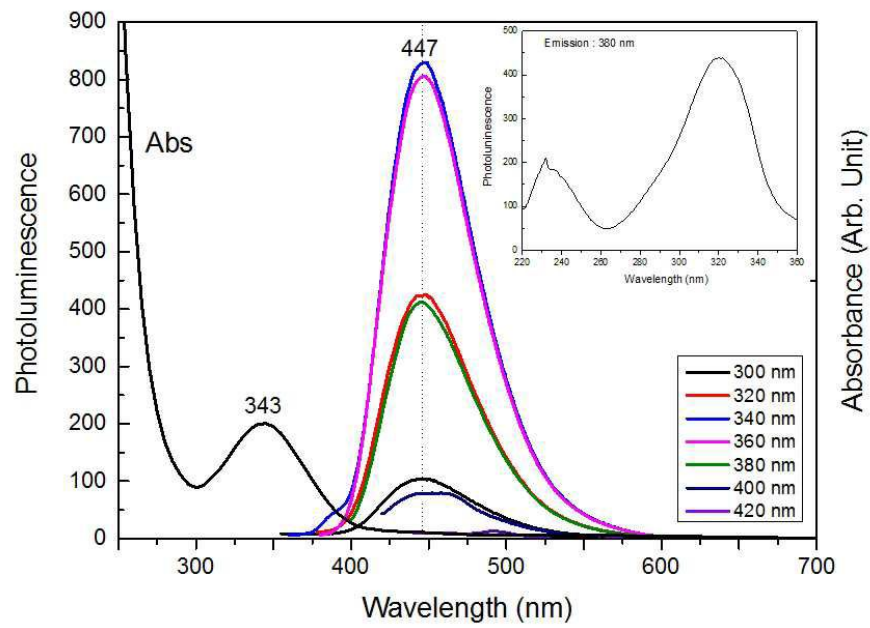
도면2



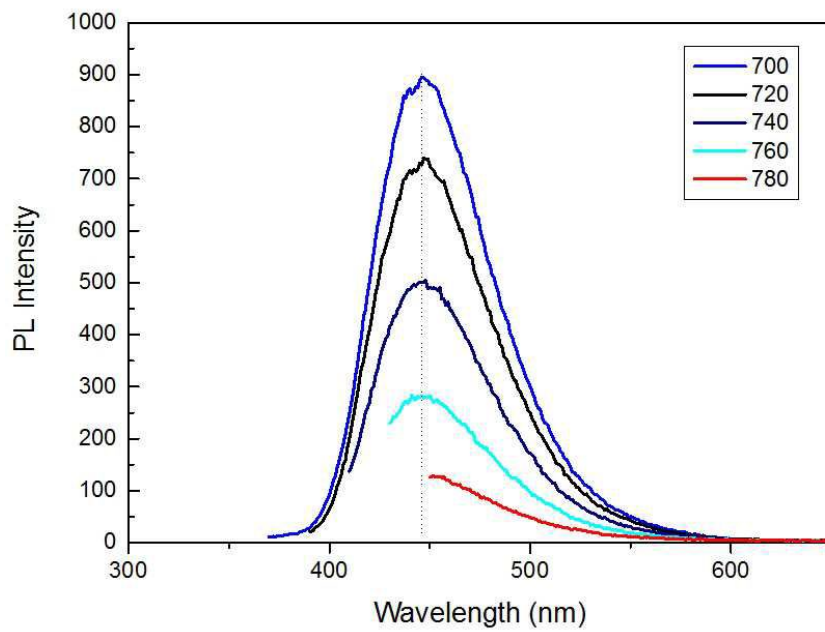
도면3



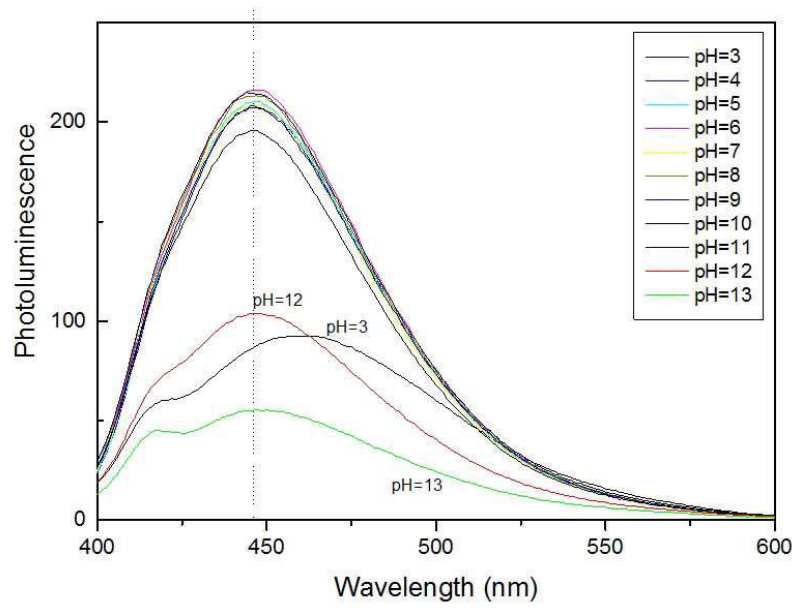
도면4



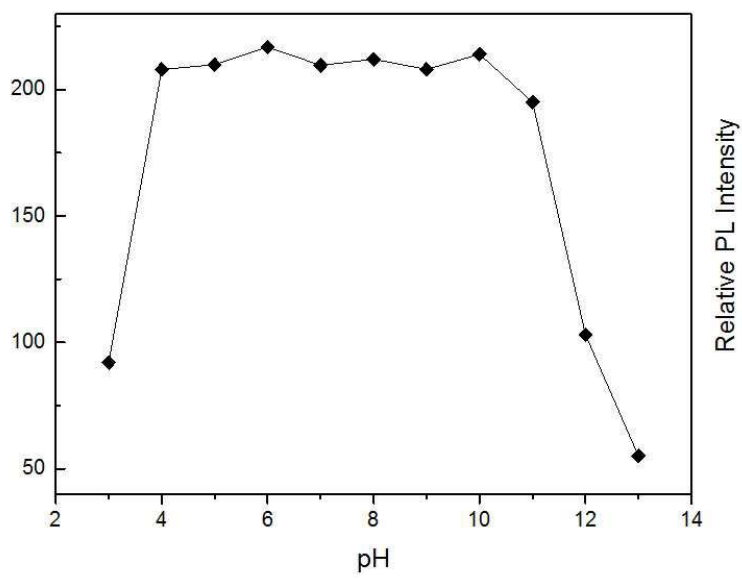
도면5



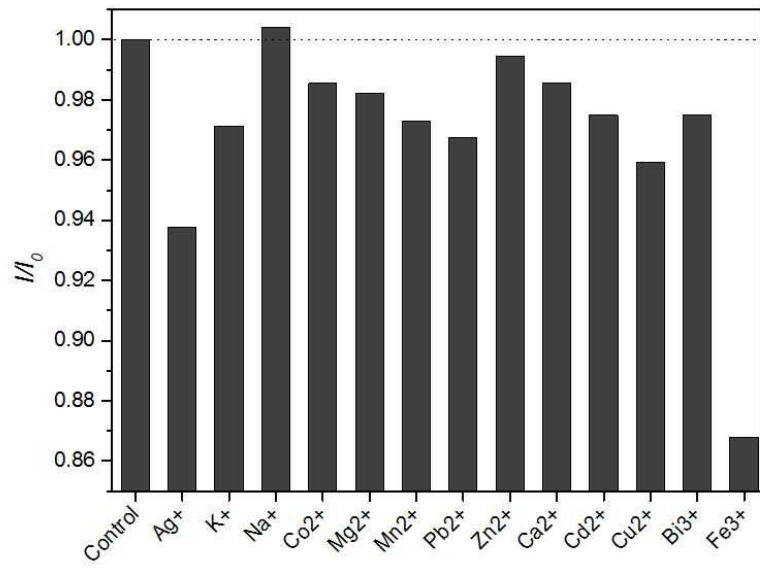
도면6



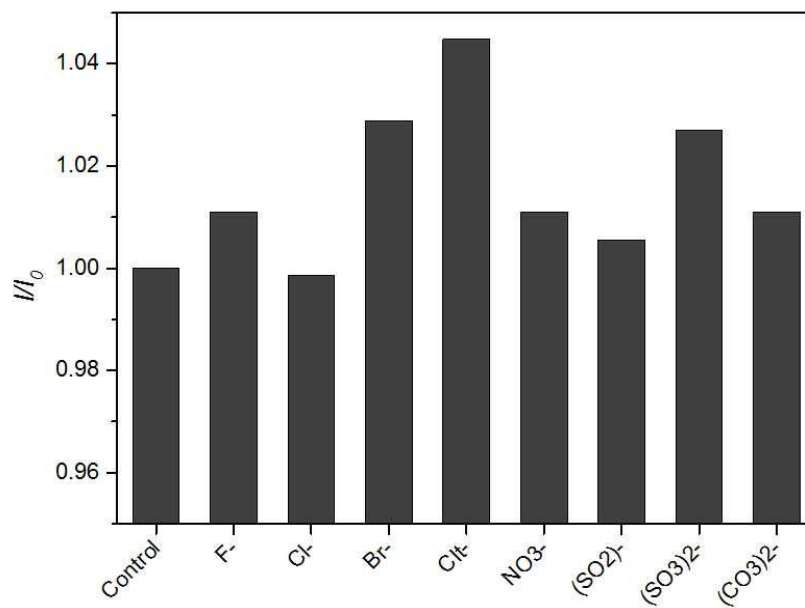
도면7



도면8



도면9



도면10

