



# (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106978170 A

(43)申请公布日 2017.07.25

(21)申请号 201710378821.2

(22)申请日 2017.05.25

(71)申请人 西安理工大学

地址 710048 陕西省西安市金花南路5号

(72)发明人 程有亮 白梦莎 方长青 杨曼楠

(74)专利代理机构 西安弘理专利事务所 61214

代理人 常娥

(51) Int. Cl.

C09K 11/65(2006.01)

B82Y 20/00(2011.01)

B82Y 40/00(2011.01)

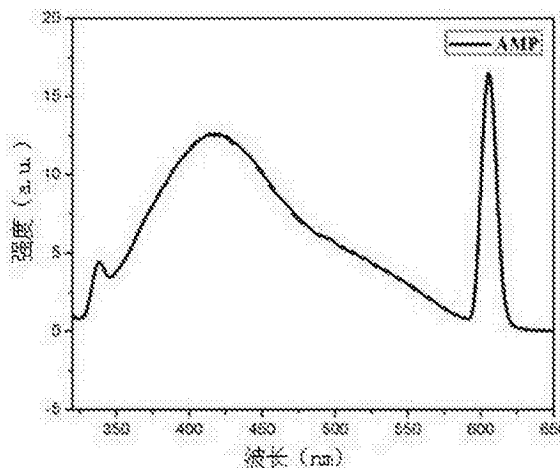
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

## (54)发明名称

一种水溶性荧光碳量子点的制备方法

## (57)摘要

本发明公开了一种水溶性荧光碳量子点的制备方法,将PEO<sub>106</sub>PP0<sub>70</sub>PEO<sub>106</sub>完全溶解于去离子水中,然后加入到水性中间相沥青水溶液中混合均匀后进行水热反应,产物离心后取上层清液,得到水溶性荧光碳量子点。本发明以水性中间相沥青为碳源,AMP是一种典型的碳质中间相原料,来源广泛、性能优异、价格低廉、有较高的碳产率;F127作为控制因素在反应过程与AMP作用,使得形成稳定、尺寸均匀的碳纳米颗粒,且本发明中所制备的碳量子点产率高,碳纳米颗粒尺寸较小,约为2nm,荧光性能良好且光学性能稳定。另外,本发明采用水热法,操作简便、成本低、速度快。



1. 一种水溶性荧光碳量子点的制备方法,其特征在于,将PEO<sub>106</sub>PP0<sub>70</sub>PEO<sub>106</sub>完全溶解于去离子水中,然后加入到水性中间相沥青水溶液中混合均匀后进行水热反应,产物离心后取上层清液,得到水溶性荧光碳量子点。

2. 根据权利要求1所述的水溶性荧光碳量子点的制备方法,其特征在于,PEO<sub>106</sub>PP0<sub>70</sub>PEO<sub>106</sub>的浓度为 $3.72 \times 10^{-4} \text{mol/L} \sim 1.49 \times 10^{-3} \text{mol/L}$ 。

3. 根据权利要求1或2所述的水溶性荧光碳量子点的制备方法,其特征在于,水性中间相沥青与F127的质量比为1:2~8。

4. 根据权利要求3所述的水溶性荧光碳量子点的制备方法,其特征在于,水热反应的温度为120℃~160℃,时间为18~24h。

## 一种水溶性荧光碳量子点的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于化学及纳米材料技术领域,具体涉及一种水溶性荧光碳量子点的制备方法。

### 背景技术

[0002] 荧光碳量子点是一种新型碳纳米材料,其具备良好的发光性能,生物兼容性及低毒性,能够在生物成像以及生物标记中得到良好的应用,并且可以催化降解有机染料,因此受到了国内外学者的广泛关注。

[0003] 目前,出现了电弧放电法、激光刻蚀法、电化学法、微波法、有机物碳化法、超声波法和水热法等制备碳量子点的主要方法。其中,水热法是最常用的方法之一,因为其制备过程相对简单且易于控制,并且在密闭的反应釜中可以有效地防止有毒物质挥发与对空气敏感的前驱体发生副反应,使制备过程更加环境友好,产物纯度更高。

[0004] 目前,在研究领域,制备碳量子点的前驱体受到了广泛的研究,可作为碳源的材料主要有:氧化石墨,柠檬酸,甘油,咖啡渣,叶酸,蜡烛灰,葡萄糖等。尽管使用这些材料制备碳量子点已经取得了很大的进展,但以它们作为碳源制备碳量子点的过程大都较为繁琐和危险,如需要对碳源进行表面钝化处理后制备碳量子点,再进一步处理,改善碳量子点的水溶性、光稳定性等,且反应过程所需温度较高,这可能会使碳量子点的进一步应用受到限制。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种水溶性荧光碳量子点的制备方法,解决了现有技术中制备碳量子点反应温度高和制备过程复杂等问题。

[0006] 本发明所采用的技术方案是一种水溶性荧光碳量子点的制备方法,将PEO<sub>106</sub>PP0<sub>70</sub>PEO<sub>106</sub> (F127)完全溶解于去离子水中,然后加入到水性中间相沥青水溶液中混合均匀后进行水热反应,产物离心后取上层清液,得到水溶性荧光碳量子点。

[0007] 本发明的特点还在于:

[0008] PEO<sub>106</sub>PP0<sub>70</sub>PEO<sub>106</sub> (F127)浓度为 $3.72 \times 10^{-4} \text{mol/L} \sim 1.49 \times 10^{-3} \text{mol/L}$ 。

[0009] 水性中间相沥青与F127的质量比为1:2~8。

[0010] 水热反应的温度为120C~160℃,时间为18~24h。

[0011] 本发明的有益效果是,本发明是一种水溶性荧光碳量子点的制备方法,以水性中间相沥青(AMP)为碳源。AMP是一种典型的碳质中间相原料,来源广泛、性能优异、价格低廉并有较高的碳产率;在反应过程中PEO<sub>106</sub>PP0<sub>70</sub>PEO<sub>106</sub> (F127)作为控制因素与AMP作用,使得形成稳定、尺寸均匀的碳纳米颗粒。此外,本发明采用一步水热法,不但操作简便、成本低、速度快,而且所制备的碳量子点产率高,碳纳米颗粒尺寸较小,约为2nm,荧光性能良好且光学性能稳定。

## 附图说明

[0012] 图1是实施例1制备的水溶性荧光碳量子点的荧光光谱图；

[0013] 图2是实施例1制备的水溶性荧光碳量子点的透射电镜图。

## 具体实施方式

[0014] 下面结合附图和具体实施方式对本发明进行详细说明。

[0015] 本发明水溶性荧光碳量子点的制备方法,将PEO<sub>106</sub>PP0<sub>70</sub>PEO<sub>106</sub> (F127) 完全溶解于去离子水中,使其浓度为 $3.72 \times 10^{-4} \text{mol/L} \sim 1.49 \times 10^{-3} \text{mol/L}$ ,然后加入到水性中间相沥青水溶液中混合均匀,在120℃~160℃下进行水热反应18~24h,产物离心后取上层清液,得到水溶性荧光碳量子点。其中加入的水性中间相沥青与F127质量比为1:2~8。

[0016] 实施例1

[0017] 称取0.469g F127,加入去离子水中,在磁力搅拌下使其完全溶解,使其浓度为 $3.72 \times 10^{-4} \text{mol/L}$ 。取0.059g水性中间相沥青配制成水溶液,将完全溶解的F127溶液加入其中,混合均匀;然后将其装入反应釜中,在120℃的温度下反应24h,反应结束后,将产物离心分离,取上层清液,得到水溶性荧光碳量子点。

[0018] 图1是实施例1制备的水溶性荧光碳量子点的荧光光谱图,当其激发光谱为300nm时,在340nm和420nm处有荧光光谱吸收峰,这证明了水溶性荧光碳量子点的形成。图2是实施例1制备的水溶性荧光碳量子点的透射电镜图,该图反映了合成的碳量子点的形貌,其粒径大约是2nm,分布较为均匀。

[0019] 实施例2

[0020] 称取0.469g F127,加入去离子水中,在磁力搅拌下使其完全溶解,使其浓度为 $8.51 \times 10^{-4} \text{mol/L}$ 。取0.117g水性中间相沥青配制成水溶液,将完全溶解的F127溶液加入其中,混合均匀;然后将其装入反应釜中,在140℃的温度下反应20h,反应结束后,将产物离心分离,取上层清液,得到水溶性荧光碳量子点。

[0021] 制备的碳量子点在340nm和420nm处的荧光光谱吸收峰强度比实施例1的碳量子点荧光强度低,但比使用叶酸、蜡烛灰等作为碳源制备的碳量子点的荧光强度要强很多;且碳量子点的粒子分布均匀,粒径相对较小。

[0022] 实施例3

[0023] 称取0.469g F127,加入去离子水中,在磁力搅拌下使其完全溶解,使其浓度为 $1.49 \times 10^{-3} \text{mol/L}$ 。取0.235g水性中间相沥青配制成水溶液,将完全溶解的F127溶液加入其中,混合均匀;然后将其装入反应釜中,在160℃的温度下反应18h,反应结束后,将产物离心分离,取上层清液,得到水溶性荧光碳量子点。

[0024] 制备的碳量子点在340nm和420nm处的荧光光谱吸收峰强度比实施例1、实施例2的荧光强度低,但依然比使用叶酸、蜡烛灰等作为碳源制备的碳量子点的荧光强度要强很多;且碳量子点的粒子分布较为均匀,粒径相对较小。

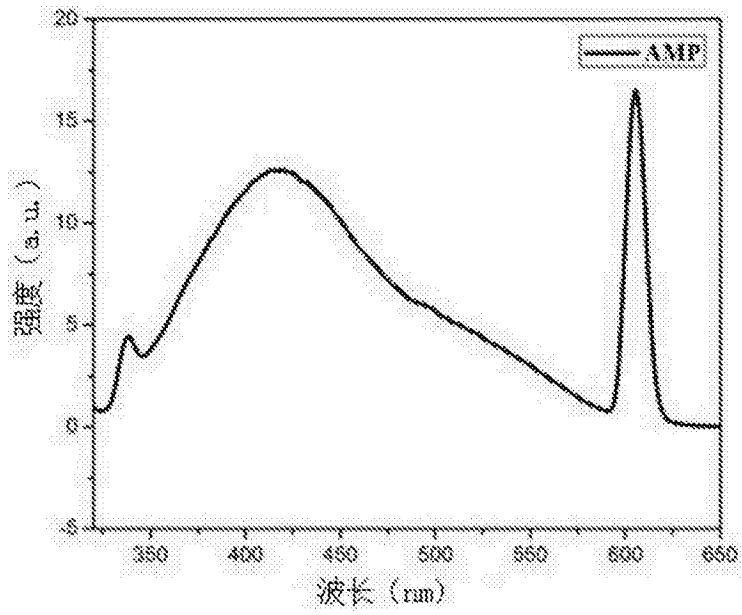


图1

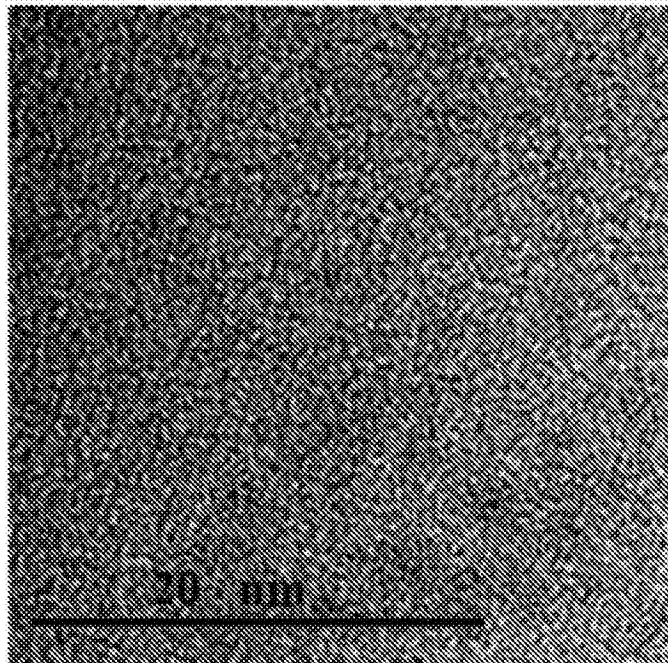


图2