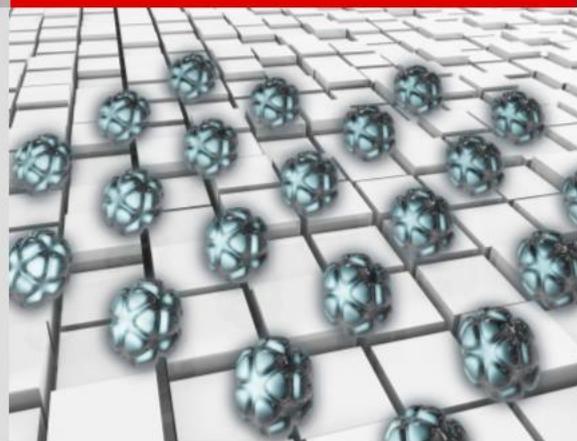


微波合成氮化碳量子点及其在测汞中的应用



量子点(quantum dot)是准零维的纳米材料，由少量的原子所构成。量子点三维度的尺寸都在 100nm 以下，其内部电子在各方向上的运动都受到局限。由于具有显著的量子效应，它们已在众多领域中引起广泛的关注。例如生物成像、生物传感器、金属离子检测光催化等。这里我们何成了氮化碳量子点并讨论了它在汞离子检测中的应用。

1 前言

量子点最大的优势就是对金属离子的吸收，因此近年来为了找出安全且具有荧光纳米材料同样效果的物质做了大量的研究。

氮化碳被认为是最有希望的材料。但是，它的合成过程中需要较高的温度。另外一个不利因素是，合成的产物容易团聚形成大颗粒，因而荧光性能较弱，并且水分散性很差。

我们描述了一个简单的合成氮化碳量子点的方法。由于微波辅助合成能够达到较高的温度，并且经过充分的搅拌，能够得到足够小的、均一的粒子。

2 仪器

安东帕 Monowave 300 微波合成仪，G30 反应管。

使用紫外-荧光分光光度计、透射电镜 (TEM)、FTIR、X 射线能谱、X 射线衍射、NMR 分析实验结果。

3 实验

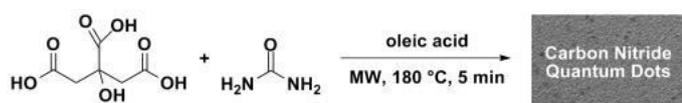


图 1 氮化碳量子点反应公式

实验中，0.5g 一水合柠檬酸、0.5g 尿素、10mL 油酸加入到反应管中，并运行如下程序：

待冷却结束后，分离黑色沉淀物，并用正己烷清洗。然后分散到去离子水中，并用 6000rpm 的离心机离得到产物。

No.	Step	Temp (°C)	Time (hh:mm:ss)	Stirrer Speed (rpm)
1	Heat as fast as possible	180 A		1200 A
2	Hold Time		00:05:00 A	1200 A
3	Cooling	55 A		1200 A

4 结果

由于充分的搅拌，得到的量子点展现出球型结构，并且分布在在 1-5nm 这个较窄的范围内 (图 2)。

更深层次的分析表明，量子点的结晶现象并不明显，这是由于纳米颗粒表面存在多种功能基团(-COOH、-OH、-NH₂) 做引起的。

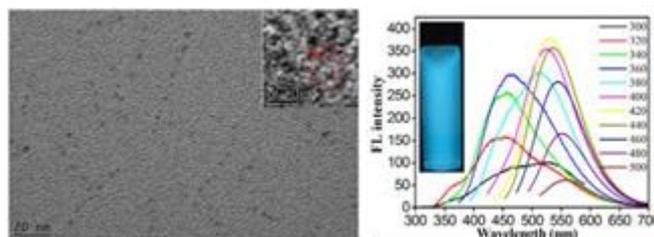


图 2 TEM 和 EDS 能谱。图片显示在 365nm 紫外光照射下有很强的荧光

我们做了 CNQDs 对金属离子选择性的测试。将溶液中加入不同的金属离子，然后在 423nm 下记录荧光光谱。

在图 3A 中我们可以看到，当加入 Hg^{2+} 后溶液的荧光强度明显下降。我们也研究了在不同浓度 Hg^{2+} 下 CNQDs 的发光强度，结果如图 3B 所示，随着 Hg^{2+} 浓度的增加，发光强度逐渐减小。

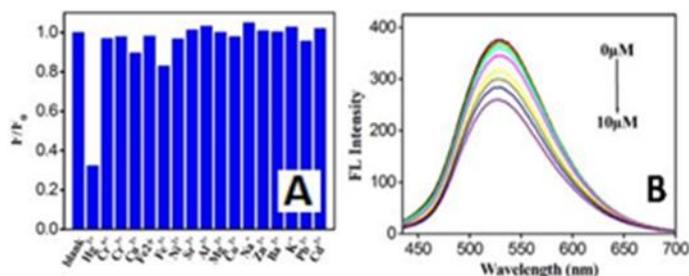


图 3 (A) 不同离子中的荧光强度；(B) 不同浓度的 Hg^{2+} 荧光强度

我们使用绿豆进行发光稳定性的实验。如图 4，分别为普通水和 0.3mg/mL CNQDs 下生长的绿豆。在 CNQDs 溶液中生长了 100h 的豆芽在 365nm 紫外照射下发出蓝色荧光。

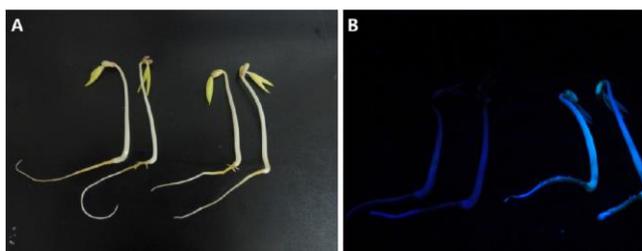


图 4 豆芽生长在普通水中（左，紫外光下）；豆芽在 CNQDs 溶液中生长 100h（365nm 紫外光下）

5 结论

微波辅助合成能够加热到 180°C 、5min，因此非常适合与氮化硅荧光量子点的合成。此外，充足的搅拌，精确的温度、压力控制；快速加热和冷却使得微波合成操作非常简便。

产物有着均一的球状外形，1-5nm 范围内的窄分散，27.1%的产率等优点。更重要的是 CNQDs 对 Hg^{2+} 有较高的选择性，并且，生物毒性非常低。

6 参考文献

[1] X. Cao et al. *Spectrochim. Acta Part A* **2015**, 151, 857