



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410011178.2

[43] 公开日 2005年6月8日

[11] 公开号 CN 1623707A

[22] 申请日 2004.10.26

[21] 申请号 200410011178.2

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 汪尔康 孙旭平 董绍俊

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称 一步法合成尺寸可控的树枝状化合物保护的纳米金

[57] 摘要

本发明公开了一种采用加热的合成方法，一步制备尺寸可控的带有树枝状化合物保护的纳米金。将聚胺类树枝状化合物与氯金酸的水溶液按照不同比例混合，在不需加入任何还原剂的情况下采用加热的方式，制备了一系列不同尺寸树枝状化合物保护的纳米金。该方法简便、经济，纳米金的成核生长动力学及尺寸可控，所得纳米金具有非常好的稳定性。

1、一步法合成尺寸可控的树枝状化合物保护的金纳米晶的制作过程为：将聚胺类树枝状化合物与氯金酸的水溶液按照摩尔比混合，混合比例范围为 1: 0.01~64，加热温度范围选择为 35~100℃，加热时间范围选择为 2 分钟~10 小时，生成不同尺寸树枝状化合物保护的金纳米晶。

2、据权利要求 1 所述的一步法合成尺寸可控的树枝状化合物保护的金纳米晶，其特征在于，用于合成金纳米晶的聚胺类树枝状化合物可以采用第 1 代至第 5 代聚丙烯亚胺树枝状化合物。

3、据权利要求 1 所述的一步法合成尺寸可控的树枝状化合物保护的金纳米晶，其特征在于，不需加入任何的还原剂加热就可以得到树枝状化合物保护的金纳米晶。

一步法合成尺寸可控的树枝状化合物保护的金纳米晶

技术领域

本发明涉及采用一步法合成尺寸可控的树枝状化合物保护的金纳米晶的制备方法。

背景技术

树枝状化合物(dendrimer)在结构上由于具有高度的几何对称性、精确的分子结构、大量的官能团等特点,而在材料领域广泛应用;同时,树枝状化合物又是很好的纳米粒子保护剂。Crooks 小组于1999年首次报道聚胺类树枝状化合物保护的金纳米晶的合成:先将聚胺类树枝状化合物和氯金酸的水溶液相混合,然后在剧烈搅拌的条件下加入用作还原剂的新配置的硼氢化钠水溶液,经过这两步操作他们获得了稳定的聚胺类树枝状化合物保护的金纳米晶,参见: Garcia et al., Anal. Chem., Vol. 71, 256 (1999)。其它小组通过用紫外光、激光或 X 射线照射聚胺类树枝状化合物-氯金酸混合水溶液也获得了聚胺类树枝状化合物保护的金纳米晶,参见: Esumi et al., Langmuir, Vol. 14, 3157 (1998); Mandal et al., Langmuir, Vol. 18, 7792 (2002); Hayakawa et al., Langmuir, Vol. 19, 5517 (2003)。目前聚胺类树枝状化合物是一种价格比较昂贵的化合物,在用上述所有方法制备金纳米晶时,所用的聚胺类树枝状化合物必须大大过量于所用的氯金酸,否则,所形成的金纳米晶很不稳定而

发生不可逆聚集。

发明内容

本发明的目的是提出一种一步合成尺寸可控的树枝状化合物保护的金纳米晶的新方法。

本发明公开了在不需加入任何的还原剂的情况下，采用一步法成功制备了聚胺类树枝状化合物保护的金纳米晶。在不需加入任何还原剂的情况下采用加热聚胺类树枝状化合物与氯金酸的混合水溶液的方式，我们制备了聚胺类树枝状化合物保护的金纳米晶。本方法中，所用的聚胺类树枝状化合物为第 1 代至第 5 代聚丙烯亚胺 [poly(propylenimine)] 树枝状化合物，聚胺类树枝状化合物与氯金酸的摩尔比范围可选择为 1: 0.01~64，加热温度范围可选择为：35~100℃，加热时间范围可选择为 2 分钟~10 小时。该方法简单、方便，金纳米晶的成核生长动力学及尺寸均可调控，所得金纳米晶具有非常好的稳定性，且在树枝状化合物占较小比例的情况下也可获得比较稳定的金纳米晶。

附图说明

附图 1 显示了在反应温度 80℃ 下，将第三代聚丙烯亚胺和氯金酸的水溶液按照不同比例混合，在不加入还原剂的情况下所获得的金纳米晶的透射电镜图和相应的粒径分布图，其中：(A) 为摩尔比 1:16，(B) 为摩尔比 3:16，(C) 为摩尔比 9:16。

具体实施方式

实施例 1:

将浓度为 0.046 M 第 1 代聚丙烯亚胺水溶液和 200 μL 浓度为 0.024 M 的氯金酸水溶液按 1:32 的摩尔比混合后放入小烧杯中，加入 20 mL 高纯水，在 35 $^{\circ}\text{C}$ 下反应 50 分钟，溶液颜色变为紫红色。

实施例 2:

将浓度为 0.046 M 第 3 代聚丙烯亚胺水溶液和 200 μL 浓度为 0.024 M 的氯金酸水溶液按 1:16 的摩尔比混合后放入小烧杯中，加入 20 mL 高纯水，在 35 $^{\circ}\text{C}$ 下反应 75 分钟，溶液颜色变为紫红色。

实施例 3:

将浓度为 0.046 M 第 5 代聚丙烯亚胺水溶液和 200 μL 浓度为 0.024 M 的氯金酸水溶液按 100:1 的摩尔比混合后放入小烧杯中，加入 20 mL 高纯水，在 35 $^{\circ}\text{C}$ 下反应 10 小时，溶液颜色变为红色。

实施例 4:

将浓度为 0.046 M 第 3 代聚丙烯亚胺水溶液和 200 μL 浓度为 0.024 M 的氯金酸水溶液按 9:16 的摩尔比混合后放入小烧杯中，加入 20 mL 高纯水，在 80 $^{\circ}\text{C}$ 下反应 65 分钟，溶液颜色变为红色。

实施例 5:

将浓度为 0.046 M 第 1 代聚丙烯亚胺水溶液和 200 μL 浓度为 0.024 M 的氯金酸水溶液按 1:16 的摩尔比混合后放入小烧杯中，加入 20 mL 高纯水，在 100 $^{\circ}\text{C}$ 下反应 2 分钟，溶液颜色变为紫红色。

实施例 6:

将浓度为 0.046 M 第 5 代聚丙烯亚胺水溶液和 200 μL 浓度为 0.024 M 的氯金酸水溶液按按 1:64 的摩尔比混合后放入小烧杯中, 加入 20 mL 高纯水, 在 100 $^{\circ}\text{C}$ 下反应 5 分钟, 溶液颜色变为紫红色。

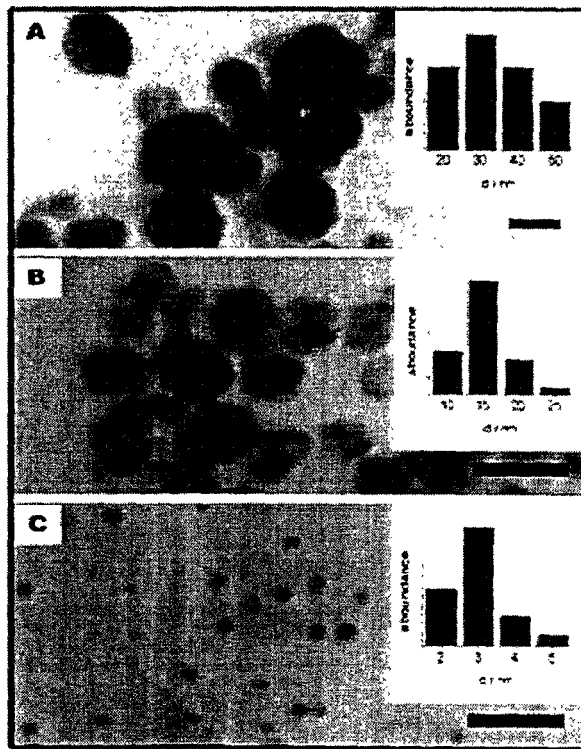


图 1