

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C01G 49/08 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810051456.5

[43] 公开日 2009年4月29日

[11] 公开号 CN 101417822A

[22] 申请日 2008.11.24

[21] 申请号 200810051456.5

[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 郭少军

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公
司

代理人 马守忠

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

[54] 发明名称

超顺磁介孔四氧化三铁纳米粒子的制备方法

[57] 摘要

本发明提供了超顺磁介孔四氧化三铁纳米粒子的制备方法，其是单分散、亲水和适合生物应用的超顺磁纳米粒子的制备方法。采用普通化学试剂为原料，以乙二醇为包裹剂，避免使用其他的表面活性剂。通过控制乙二醇与三氯化铁的比例可以有效地大规模地制备单分散的超顺磁纳米粒子，克服现有合成四氧化三铁纳米粒子的缺点例如粒子大小不均一、高温和使用贵重的试剂，为生物医疗领域和生物分离提供了基础材料。得到的介孔超顺磁纳米粒子将在药物与基因的靶向输运与治疗、核磁共振成像、磁热治疗以及蛋白质的分离等领域具有重要的用途。

1、超顺磁介孔四氧化三铁纳米粒子的制备方法，其特征在于步骤和条件如下：

在搅拌下，把 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和醋酸钠加入到盛有乙二醇的反应器中，其中， $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的质量g：醋酸钠的质量g：乙二醇的体积mL的配比为1：3：20；或者，在搅拌下，把 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、醋酸钠和NaOH加入到盛有乙二醇的反应器中，其中， $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的质量g：醋酸钠的质量g：NaOH的质量g：乙二醇的体积mL的配比为1：3：0.4：20；搅拌5-15分钟后，再加入乙二胺，所用的乙二胺：乙二醇的体积比为1：2，搅拌10-30分钟直到溶液变澄清，然后将溶液转移到反应釜中，于 200°C 的条件下加热反应8-16小时，得到超顺磁介孔四氧化三铁纳米粒子。

超顺磁介孔四氧化三铁纳米粒子的制备方法

技术领域

本发明涉及超顺磁介孔四氧化三铁纳米粒子的制备方法。

背景技术

磁性纳米粒子由于其在磁流体、生物技术/生物医疗、磁共振成像、磁记录器件以及磁分离等方面的广泛应用引起了人们广泛的注意。特别是，四氧化三铁纳米粒子由于其在生物纳米技术方面例如作为传感和成像的标记物和作为活性试剂用作肿瘤的治疗等方面吸引了人们更多的兴趣。然而，四氧化三铁应用于生物领域必须满足一些条件：例如球形、生物相容性、超顺磁并有适当和均一的尺寸、高的结晶性、大的比表面积、高的磁饱和值以及在溶液中具有好的分散性。在过去几年，几个有代表性的方法例如共沉淀、热分解以及水热的路线被采用控制四氧化三铁纳米粒子的尺寸。然而，共沉淀方法得到粒子的尺寸不均一。尽管有机相的路线制备磁性纳米粒子具有好的单分散性（*Nat. Mater.* 2004, 3, 891），而在生物应用方面，往往需要额外的步骤将得到的疏水性纳米粒子转移到水相。此外，该方法得到的纳米粒子尺寸一般在10纳米以下，它的磁饱和值比较低，因此很难有效地用适当的磁场控制它在血液中的流动。更重要的是，该方法用了贵重的有机试剂和高温，这导致材料和能源的浪费。后来，李小组发展了溶剂热的方法制备出单分散的四氧化三铁微球（*Angew. Chem. Int. Ed.* 2005, 44, 2782），但是，得到微球的胶体稳定性差，而且大的微米尺寸并不适合生物应用。因此，发展有效、经济和简单的策略制备单分散、亲水和适合生物应用的超顺磁纳米粒子是目前一项巨大的挑战。

本发明的目的是提供超顺磁介孔四氧化三铁纳米粒子的制备方法。该制备方法的步骤和条件为：

在搅拌下，把 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和醋酸钠加入到盛有乙二醇的反应器中，其中， $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的质量g：醋酸钠的质量g：乙二醇的体积mL的配比为1：3：20；或者，在搅拌下，把 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、醋酸钠

和NaOH加入到盛有乙二醇的反应器中,其中, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的质量g: 醋酸钠的质量g: NaOH的质量g: 乙二醇的体积mL的配比为1: 3: 0.4: 20; 搅拌5-15分钟后, 再加入乙二胺, 所用的乙二胺: 乙二醇的体积比为1: 2, 搅拌10-30分钟直到溶液变澄清, 然后将溶液转移到反应釜中, 于 200°C 的条件下加热反应8-16小时, 得到超顺磁介孔四氧化三铁纳米粒子。

本发明有益效果: 本发明提供了超顺磁介孔四氧化三铁纳米粒子的制备方法, 其是单分散、亲水和适合生物应用的超顺磁纳米粒子的制备方法。采用普通化学试剂为原料, 以乙二胺为包裹剂, 避免使用其他的表面活性剂。通过控制乙二胺与三氯化铁的比例可以有效地大规模地制备单分散的超顺磁纳米粒子, 克服现有合成四氧化三铁纳米粒子的缺点例如粒子大小不均一、高温和使用贵重的试剂, 为生物医疗领域和生物分离提供了基础材料。得到的介孔超顺磁纳米粒子将在药物与基因的靶向输运与治疗、核磁共振成像、磁热治疗以及蛋白质的分离等领域具有重要的用途。

附图说明

图 1 为超顺磁纳米粒子在不同放大倍数的透射电子显微镜图片。

具体实施方式

实施例 1:

在搅拌下, 1 克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 3 克醋酸钠加入到盛有 20 毫升乙二醇的锥形瓶中, 搅拌 10 分钟后, 加入 10 毫升乙二胺, 再搅拌 20 分钟直到溶液变澄清。然后将溶液转移到反应釜中, 于 200°C 的条件下加热反应 8 小时制备超顺磁纳米粒子。

实施例 2:

在搅拌下, 1 克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 3 克醋酸钠加入到盛有 20 毫升乙二醇的锥形瓶中, 搅拌 10 分钟后, 加入 10 毫升乙二胺, 再搅拌 20 分钟直到溶液变澄清。然后将溶液转移到反应釜中, 于 200°C 的条件下加热反应 12 小时制备超顺磁纳米粒子。

实施例 3:

在搅拌下, 1 克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 3 克醋酸钠加入到盛有 20 毫升乙

二醇的锥形瓶中，搅拌 10 分钟后，加入 10 毫升乙二胺，再搅拌 20 分钟直到溶液变澄清。然后将溶液转移到反应釜中，于 200°C 的条件下加热反应 16 小时制备超顺磁纳米粒子。

实施例 4:

在搅拌下，1 克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，0.4 克氢氧化钠和 3 克醋酸钠加入到盛有 20 毫升乙二醇的锥形瓶中，搅拌 10 分钟后，再加入 10 毫升乙二胺，再搅拌 20 分钟直到溶液变澄清。然后将溶液转移到反应釜中，于 200°C 的条件下加热反应 8 小时制备超顺磁纳米粒子。

实施例 5:

在搅拌下，1 克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，0.4 克氢氧化钠和 3 克醋酸钠加入到盛有 20 毫升乙二醇的锥形瓶中，搅拌 10 分钟后，再加入 10 毫升乙二胺，搅拌 20 分钟直到溶液变澄清。然后将溶液转移到反应釜中，于 200°C 的条件下加热反应 12 小时制备超顺磁纳米粒子。

实施例 6:

在搅拌下，1 克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，0.4 克氢氧化钠和 3 克醋酸钠加入到盛有 20 毫升乙二醇的锥形瓶中，搅拌 10 分钟后，再加入 10 毫升乙二胺，搅拌 20 分钟直到溶液变澄清。然后将溶液转移到反应釜中，于 200°C 的条件下加热反应 16 小时制备超顺磁纳米粒子。

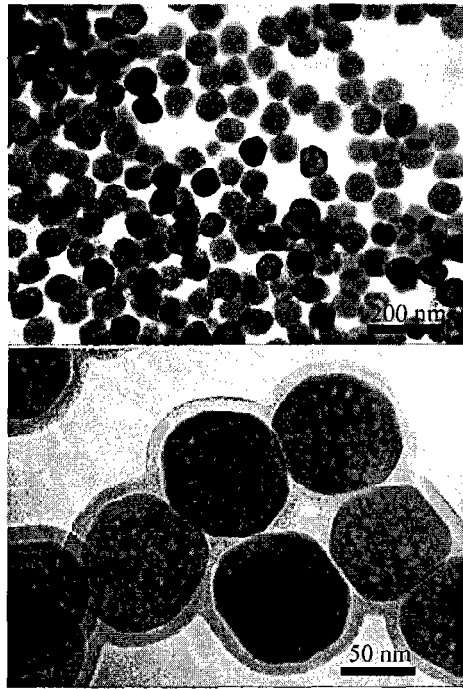


图 1