

## マイクロ波オートクレーブ処理による L-システイン誘導カーボンドット蛍光体の水熱合成

Hydrothermal synthesis of fluorescent L-cysteine-derived carbon dots by microwave-assisted autoclave treatment

慶大理工 〇慶長 泰周, 磯 由樹, 磯部 徹彦

Keio Univ., 〇Taishu Yoshinaga, Yoshiki Iso, Tetsuhiko Isobe

E-mail: isobe@applc.keio.ac.jp

【目的】カーボンドットは、可視蛍光を示し、低毒性・親水性を有する低環境負荷材料であるため、重金属を含む化合物半導体量子ドットの代替材料として期待されている。カーボンドットの原料に B, N, S, P および Si などのヘテロ原子を含む分子を利用すると、カーボンドットの蛍光量子収率が向上すると報告されている[1]。そこで本研究では、分子中に N と S を含有し、かつ生体親和性が高い L-システイン

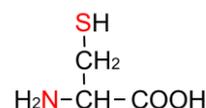


Fig. 1 Molecular structure of L-cysteine.

(Fig. 1) を原料としてカーボンドットを水熱合成した。L-システインの仕込み濃度が粒子径・元素組成および蛍光特性に影響を与える知見が得られたので、その結果を報告する。

【実験方法】17–133 mmol L<sup>-1</sup> の濃度で、L-システインを超純水に溶解させた。これを Ar ガスバブリングしたのち、テフロン製耐圧容器に投入し、マイクロ波オーブンによって 230 °C で 30 min 水熱処理を施した。得られたカーボンドット分散液を遠心分離とメンブレンフィルターによって精製した。さらに、凍結乾燥してカーボンドット粉末を得た。

【結果および考察】Fig. 2 に示すように、TEM 像から求めたカーボンドットの平均粒子径は、L-システイン濃度の増大に伴い減少した。元素分析の結果、Fig. 3 に示すように、L-システイン濃度の増大に伴い、N/C モル比は 0.32 から 0.54 に増大し、S/C モル比は 0.27 から 0.11 に減少した。FT-IR スペクトルには、C=N 結合と C-N 結合による吸収ピークがそれぞれ 1600 cm<sup>-1</sup> および 1401 cm<sup>-1</sup> に観測された。カーボンドット分散液の蛍光スペクトル(Fig. 4)には、波長 360 nm で励起すると波長 434 nm に蛍光ピークが観測され、その強度は L-システイン濃度の増大に伴って増大した。Fig. 4 の挿入図に示すように、L-システイン濃度の増大に伴い、蛍光量子収率は 0.33% から 4.5% へ増大した。この蛍光量子収率の向上は、カーボンドット中の窒素含有量の増大に起因すると推察される。また、カーボンドットの元素組成が L-システイン濃度によって異なる原因は、分子の分解反応や分子間の架橋反応などの反応プロセスが L-システイン濃度に依存して変化するためと推察される。

## 【参考文献】

[1] K. Jiang et al., *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **7**, 23231 (2015).

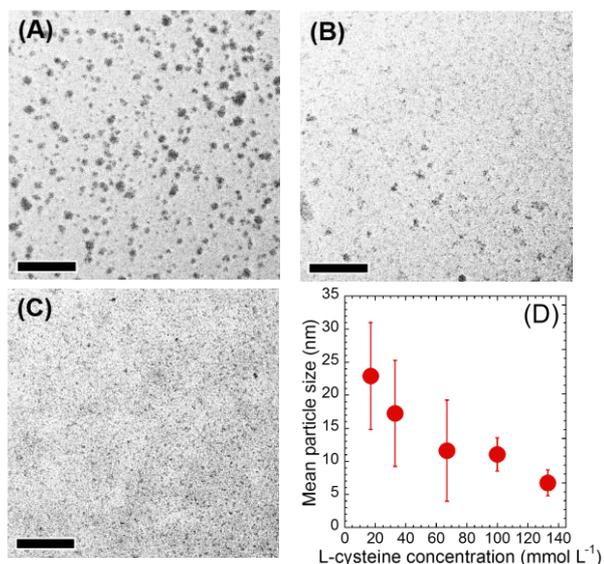


Fig. 2 (A-C) TEM images. L-cysteine concentration (mmol L<sup>-1</sup>): (A) 33, (B) 67, (C) 133. Scale bar: 200 nm. (D) Changes in mean particle size as a function of L-cysteine concentration.

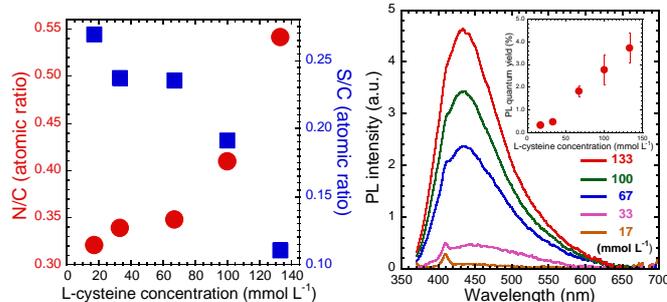


Fig. 3 Change in N/C and S/C ratio as a function of L-cysteine concentration.

Fig. 4 PL spectra of dispersions prepared at various concentrations of L-cysteine. Inset: change in PL quantum yield as a function of the concentration.  $\lambda_{\text{ex}} = 360$  nm.