



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116550255 A

(43) 申请公布日 2023.08.08

(21) 申请号 202310815877.5

(22) 申请日 2023.07.05

(71) 申请人 广东省大湾区华南理工大学聚集诱导发光高等研究院

地址 510700 广东省广州市黄埔区开源大道11号科技企业加速器C3栋401室

(72) 发明人 唐本忠 班新超 范莞钟 王志明
刘勇 龚晚君

(74) 专利代理机构 广州三环专利商标代理有限公司 44202

专利代理师 刘志敏

(51) Int. Cl.

B01J 19/10 (2006.01)

B01J 4/02 (2006.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

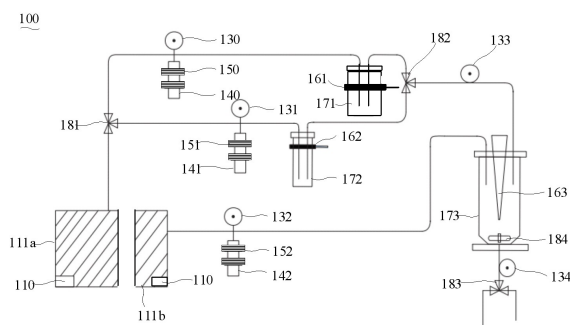
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种纳米颗粒制备系统

(57) 摘要

本申请提出一种纳米颗粒制备系统,包括第一储液罐和第二储液罐、第一反应容器、第二反应容器、第三反应容器,所述第一反应容器、所述第二反应容器外套设有超声波换能器,所述第三反应容器内设置有超声波探头;第三反应容器还设置有磁力搅拌装置,其中,第一反应容器的容积大于第二反应容器的容积;连通管组件,连通管组件连通储液罐组件、反应容器组件,以形成第一流路、第二流路、第三流路,其中,第一流路依次连通第一储液罐、第一反应容器、第三反应容器,第二流路依次连通第一储液罐、第二反应容器、第三反应容器;第三流路依次连通第二储液罐、第三反应容器。如此,本申请解决了纳米颗粒生产中精度难以控制和自动化生产的问题。



1. 一种纳米颗粒制备系统,其特征在于,包括:

储液罐组件,包括第一储液罐和第二储液罐;

反应容器组件,包括第一反应容器、第二反应容器、第三反应容器,所述第一反应容器、所述第二反应容器外套设有超声波换能器,所述第三反应容器内设置有超声波探头;所述第三反应容器还设置有磁力搅拌装置,其中,所述第一反应容器的容积大于所述第二反应容器的容积;

连通管组件,所述连通管组件连通所述储液罐组件、所述反应容器组件,以形成第一流路、第二流路、第三流路,其中,所述第一流路依次连通所述第一储液罐、所述第一反应容器、所述第三反应容器,所述第二流路依次连通所述第一储液罐、所述第二反应容器、所述第三反应容器;所述第三流路依次连通所述第二储液罐、所述第三反应容器。

2. 如权利要求1所述的纳米颗粒制备系统,其特征在于,所述纳米颗粒制备系统还包括产物收集容器和废液收集容器,所述连通管组件形成第四流路和第五流路,所述第四流路连通所述第三反应容器和所述产物收集容器,所述第五流路连通所述第三反应容器和所述废液收集容器。

3. 如权利要求2所述的纳米颗粒制备系统,其特征在于,所述连通管组件包括三通阀组件和多个输液管,所述输液管用于连通各个组件以形成流路,所述三通阀组件包括第一三通阀、第二三通阀、第三三通阀、所述第一三通阀的三个通孔分别连通所述第一储液罐、所述第一反应容器、所述第二反应容器,所述第二三通阀的三个通孔分别连通所述第一反应容器、所述第二反应容器、所述第三反应容器,所述第三三通阀的三个通孔分别连通所述第三反应容器、所述产物收集容器、所述废液收集容器。

4. 如权利要求3所述的纳米颗粒制备系统,其特征在于,所述纳米颗粒制备系统还包括定量管组件,所述定量管组件包括第一定量管、第二定量管、第三定量管,所述第一定量管设置于所述第一三通阀和所述第一反应容器之间,所述第二定量管设置于所述第二三通阀和所述第二反应容器之间,所述第三定量管设置于所述第二储液罐和所述第三反应容器之间。

5. 如权利要求4所述的纳米颗粒制备系统,其特征在于,所述第一定量管、所述第二定量管、所述第三定量管均设置有光电开关。

6. 如权利要求3所述的纳米颗粒制备系统,其特征在于,所述第二三通阀和所述第三反应容器之间还设置有蠕动泵。

7. 如权利要求3所述的纳米颗粒制备系统,其特征在于,组成所述第一流路、所述第二流路的输液管的材料为聚四氟乙烯。

8. 如权利要求1所述的纳米颗粒制备系统,其特征在于,所述第一反应容器的容积为a, $0.5\text{ml} \leq a \leq 50\text{ml}$, 且所述第二反应容器的容积为b, $0.5\text{ml} \leq b \leq 50\text{ml}$ 。

9. 如权利要求1所述的纳米颗粒制备系统,其特征在于,所述第一反应容器、所述第二反应容器均包括上半壳和下半壳,所述上半壳上设置有用以接入各个流路的连通孔,所述上半壳和所述下半壳可拆卸连接。

10. 如权利要求1所述的纳米颗粒制备系统,其特征在于,所述第一储液罐、所述第二储液罐均设置有液位传感器。

一种纳米颗粒制备系统

技术领域

[0001] 本发明涉及纳米材料技术领域,特别是涉及一种纳米颗粒制备系统。

背景技术

[0002] 聚集诱导发光(AIE)荧光纳米颗粒在光电、细胞成像、血管成像、细菌甄别、指纹识别等领域具有重要的应用价值。然而简单高效大规模制备AIE荧光纳米颗粒仍然是工业化生产面临的重要挑战。精细的高分子原料、传统的手工操作方法精度难以控制,会导致产品质量不稳定和较低的产量,最终导致生产的AIE荧光纳米颗粒成本比较高昂。因此,现有技术中的纳米颗粒生产过程存在精度难以控制和自动化生产的问题。

发明内容

[0003] 本发明提出一种纳米颗粒制备系统,旨在解决现有纳米颗粒生产过程精度难以控制和自动化生产的问题。

[0004] 为实现上述目的,本发明提出了一种纳米颗粒制备系统,包括:储液罐组件,包括第一储液罐和第二储液罐;反应容器组件,包括第一反应容器、第二反应容器、第三反应容器,所述第一反应容器、所述第二反应容器外套设有超声波换能器,所述第三反应容器内设置有超声波探头;所述第三反应容器还设置有磁力搅拌装置,其中,所述第一反应容器的容积大于所述第二反应容器的容积;连通管组件,所述连通管组件连通所述储液罐组件、所述反应容器组件,以形成第一流路、第二流路、第三流路,其中,所述第一流路依次连通所述第一储液罐、所述第一反应容器、所述第三反应容器,所述第二流路依次连通所述第一储液罐、所述第二反应容器、所述第三反应容器;所述第三流路依次连通所述第二储液罐、所述第三反应容器。

[0005] 在一实施例中,所述纳米颗粒制备系统还包括产物收集容器和废液收集容器,所述连通管组件形成第四流路和第五流路,所述第四流路连通所述第三反应容器和所述产物收集容器,所述第五流路连通所述第三反应容器和所述废液收集容器。

[0006] 在一实施例中,所述连通管组件包括三通阀组件和多个输液管,所述输液管用于连通各个组件以形成流路,所述三通阀组件包括第一三通阀、第二三通阀、第三三通阀、所述第一三通阀的三个通孔分别连通所述第一储液罐、所述第一反应容器、所述第二反应容器,所述第二三通阀的三个通孔分别连通所述第一反应容器、所述第二反应容器、所述第三反应容器,所述第三三通阀的三个通孔分别连通所述第三反应容器、所述产物收集容器、所述废液收集容器。

[0007] 在一实施例中,所述纳米颗粒制备系统还包括定量管组件,所述定量管组件包括第一定量管、所述第二定量管、所述第三定量管,所述第一定量管设置于所述第一三通阀和所述第一反应容器之间,所述第二定量管设置于所述第一三通阀和所述第二反应容器之间,所述第三定量管设置于所述第二储液罐和所述第三反应容器之间。

[0008] 在一实施例中,所述第一定量管、所述第二定量管、所述第三定量管均设置有光电

开关。

[0009] 在一实施例中,所述第二三通阀和所述第三反应容器之间还设置有蠕动泵。

[0010] 在一实施例中,组成所述第一流路、所述第二流路的输液管的材料为聚四氟乙烯。

[0011] 在一实施例中,所述第一反应容器的容积为 a , $0.5\text{ml} \leq a \leq 50\text{ml}$,且所述第二反应容器的容积为 b , $0.5\text{ml} \leq b \leq 50\text{ml}$ 。

[0012] 在一实施例中,所述第一反应容器、所述第二反应容器均包括上半壳和下半壳,所述上半壳上设置有用以接入各个流路的连通孔,所述上半壳和所述下半壳可拆卸连接。

[0013] 在一实施例中,所述第一储液罐、所述第二储液罐均设置有液位传感器。

[0014] 本申请通过提出一种纳米颗粒制备系统,所述纳米颗粒生产系统具有第一流路、第二流路、第三流路,且第一流路和第二流路中第一反应容器和第二反应容器的容积不同,则可根据需要制备的量不同,选择第一流路或者第二流路与第三流路组合,进而减小误差,完成纳米颗粒的制备,从而提高纳米颗粒制备的精度,如此,本申请解决了现有的纳米颗粒生产过程存在的精度难以控制和自动化生产的问题。

附图说明

[0015] 图1是本发明实施例纳米颗粒制备系统的结构示意图。

[0016] 图2是本发明实施例纳米颗粒制备系统的第一反应容器的结构示意图。

[0017] 图中,111a、第一储液罐;111b、第二储液罐;110、液位传感器;130、第一蠕动泵;131、第二蠕动泵;132、第三蠕动泵;133、第四蠕动泵;134、第五蠕动泵;140、第一定量管;141、第二定量管;142、第三定量管;150、第一光电开关;151、第二光电开关;152、第三光电开关;161、第一超声波换能器;162、第二超声波换能器;163、超声波探头;171、第一反应容器;172、第二反应容器;173、第三反应容器;171a、上半壳;171b、下半壳;181、第一三通阀;182、第二三通阀;183、第三三通阀;184、磁力搅拌装置;100、纳米颗粒制备系统。

具体实施方式

[0018] 下面结合附图和实施例,对本发明的具体实施方式作进一步详细描述。以下实施例用于说明本发明,但不用来限制本发明的范围。

[0019] 聚集诱导发光(AIE)荧光纳米颗粒在光电、细胞成像、血管成像、细菌甄别、指纹识别等领域具有重要的应用价值。

[0020] 然而简单高效大规模制备AIE荧光纳米颗粒仍然是工业化生产面临的重要挑战。精细的高分子原料、传统的手工操作方法精度难以控制,会导致产品质量不稳定和较低的产量,现有技术中的纳米颗粒生产过程中存在精度难以控制的问题,因此迫切需要生产一种简单高效低成本的系统来解决工业化生产前的最后一步。纳米沉淀法是制备AIE荧光纳米颗粒常用的方法,特定的制备工艺可以制备粒径均一的纳米颗粒。这里我们基于纳米沉淀法研制了一种大批量生产且低成本的荧光纳米颗粒自动化设备。

[0021] 请参阅图1和图2,本发明提出了一种纳米颗粒制备系统100,包括:储液罐组件,包括第一储液罐111a和第二储液罐111b;反应容器组件,包括第一反应容器171、第二反应容器172、第三反应容器173,所述第一反应容器171、所述第二反应容器172的外壁分别套设有

设置有第一超声波换能器161、第二超声波换能器162,所述第三反应容器173内设置有超声波探头163,所述第三反应容器173还设置有磁力搅拌装置184,其中,所述第一反应容器171的容积大于所述第二反应容器172的容积;连通管组件,所述连通管组件连通所述储液罐组件、所述反应容器组件,以形成第一流路、第二流路、第三流路,其中,所述第一流路依次连通所述第一储液罐111a、所述第一反应容器171、所述第三反应容器173,所述第二流路依次连通所述第一储液罐111a、所述第二反应容器172、所述第三反应容器173;所述第三流路依次连通所述第二储液罐111b、所述第三反应容器173。值得注意的是,除了第一储液罐111a、第二储液罐111b之外,所述纳米颗粒制备系统100还另外包括多个备用储液罐。备用储液罐用于容置不同的反应溶剂或者清洗剂,用于在需要更换反应溶剂时接入流路,以满足不同的需求。

[0022] 与传统的手动方法相比,该装置可自动化制备荧光纳米颗粒。同时,第一流路和第三流路组成了一套完整的大批量纳米颗粒制备线路,第二流路和第三流路组成了一套完整的小批量纳米颗粒制备线路。可预先根据实际需要制备的纳米颗粒的量,确定选用大批量或者小批量的制备线路,减少制备过程中的误差,提高纳米颗粒制备的效率。该方案适用性强,储液罐可储存多种有机溶剂,满足不同制备需求。该方案可分别大量或小量制备荧光纳米颗粒,具有规模化生产的能力,且具有较高的精度。

[0023] 在一实施例中,所述纳米颗粒制备系统100还包括产物收集容器和废液收集容器,所述连通管组件形成第四流路和第五流路,所述第四流路连通所述第三反应容器173和所述产物收集容器,所述第五流路连通所述第三反应容器173和所述废液收集容器。制备过程中,产物由第四流路排到产物收集容器。在制备完成后,需要对装置进行清洗。清洗后的废液经由第五流路由废液收集容器排出。值得注意的是,这两个过程是发生在不同的时间段,不会相互干扰。

[0024] 在一实施例中,所述连通管组件包括三通阀组件和多个输液管,所述输液管用于连通各个组件以形成流路,所述三通阀组件包括第一三通阀181、第二三通阀182、第三三通阀183、所述第一三通阀181的三个通孔分别连通所述第一储液罐111a、所述第一反应容器171、所述第二反应容器172,所述第二三通阀182的三个通孔分别连通所述第一反应容器171、所述第二反应容器172、所述第三反应容器173,所述第三三通阀183的三个通孔分别连通所述第三反应容器173、所述产物收集容器、所述废液收集容器。三通阀的设置减少了输液孔和输液管设置的数量,简化了纳米颗粒生产系统的结构,使得多个流路可以共用一部分输液管,减小了该制备系统的体积。在另一实施例中,第一储液罐111a和第二储液罐111b也可以并排设置,或者设置为一大储液罐中的两个腔体。

[0025] 在一实施例中,所述纳米颗粒制备系统100还包括定量管组件,所述定量管组件包括第一定量管140、所述第二定量管141、所述第三定量管142,所述第一定量管140设置于所述第一三通阀181和所述第一反应容器171之间,所述第二定量管141设置于所述第一三通阀181和所述第二反应容器172之间,所述第三定量管142设置于所述第二储液罐111b和所述第三反应容器173之间。在一实施例中,所述第二三通阀182和所述第三反应容器173之间还设置有蠕动泵。可选的,所述第一三通阀181和所述第一反应容器171之间间隔设置有多个第一定量管140。

[0026] 在另一实施例中,所述纳米颗粒制备系统100包括蠕动泵组件,蠕动泵组件包括第

一蠕动泵130、第二蠕动泵131、第三蠕动泵132、第四蠕动泵133、第五蠕动泵134。其中,第一蠕动泵130、第二蠕动泵131、第三蠕动泵132分别设置于所述第一定量管140、第二定量管141、第三定量管142处,用于将液体泵入/泵出定量管。第四蠕动泵133,即设置于所述第二三通阀182和所述第三反应容器173之间的蠕动泵,用于将液体泵入第三反应容器173,并控制液体进入第三反应容器173的流速。在一实施例中,液体进入第三反应容器173时,流速为 c ,其中,流速 c 的范围为 0.5ml/s 至 1.5ml/s 。可选的,流速为 1.0ml/s 。第五蠕动泵134设置于所述第三反应容器173和所述第三三通阀183之间,用于泵出废液或者产品。如此,本申请各输液管结构平直不弯曲,溶剂流通阻力小。各阶段注入溶液的流速可控且溶液可定量,所制备的荧光纳米颗粒粒径可控、大小均一。

[0027] 在一实施例中,所述第一定量管140、所述第二定量管141、所述第三定量管142均设置有光电开关。具体的,所述第一定量管140、所述第二定量管141、所述第三定量管142分别设置有第一光电开关150、第二光电开关151、第三光电开关152。以精准定量输液管出口端的流出的液体量。光电开关是一种可以测量液体量的开关。光电开关的检测部分不与液体接触,它主要由发射器、接收器和信号处理电路组成。当有液体时,发射器发出的光线经液体反射后进入接收器,此时接收器将液体反射回来的光信号转换为电信号,经过信号处理电路处理后输出。因此,光电开关可以通过测量光线从发射到接收的时间来确定液体的量。如此,光电开关的设置提高了定量管的精度,进一步的提高了纳米颗粒制造的精度。

[0028] 在一实施例中,组成所述第一流路、所述第二流路的输液管的材料为聚四氟乙烯。聚四氟乙烯,一般称作“不粘涂层”或“易清洁物料”。这种材料具有抗酸抗碱、抗各种有机溶剂的特点,几乎不溶于所有的溶剂。而第一流路、第二流路的输液管用于输送有机溶剂,如四氢呋喃、二甲基亚砜等。因此,组成所述第一流路、所述第二流路的输液管的材料应采用耐有机溶剂腐蚀的材料。

[0029] 在一实施例中,所述第一反应容器171的容积为 a , $0.5\text{ml} \leq a \leq 50\text{ml}$,且所述第二反应容器172的容积为 b , $0.5\text{ml} \leq b \leq 50\text{ml}$ 。在一实施例中,所述第一反应容器171的容积为 10ml ,第二反应容器172的容积为 1ml ,第一反应容器171、第二反应容器172分别适应两个不同数量级的纳米颗粒的制备,从而提高纳米颗粒制备的精度。避免出现大容器制备少量纳米颗粒误差太大,精度不足,以及小容器需要多次制备大量纳米颗粒的情况。

[0030] 请参阅图2,所述第二反应容器172的结构和第一反应容器171相似。在一实施例中,所述第一反应容器171、所述第二反应容器172均包括下半壳171b和上半壳171a,所述上半壳171a上设置有用以接入各个流路的连通孔,所述下半壳171b和所述上半壳171a可拆卸连接。在一实施例中,第一反应容器171、第二反应容器172的各个部件的材料为金属,为方便加工和装卸,所述上半壳171a和所述下半壳171b螺纹连接。这一设置方便了原料的添加,不需要将各个反应容器整体从流路中拆开,需要添加原料时,只需将下半壳拧下,进行原料的添加,且在添加完成后装回原位。

[0031] 在一实施例中,所述第一储液罐111a、所述第二储液罐111b均设置有液位传感器110。液位传感器110在检测液位方面具有显著的技术效果。它能够精确地检测液体液位,避免了因液位误差而导致的不必要浪费和损失。进一步的,液位传感器110用于检测第一储液罐111a或者第二储液罐111b的液位,当液位低于预设值时,发出指示信号,提醒工作人员添加有机溶剂或者去离子水。

[0032] 具体的,本申请还提出了一种采用该纳米颗粒制备系统100制备纳米颗粒的方法,包括如下步骤:第一步骤,添加溶液:第一储液罐111a内储存有四氢呋喃溶液、第二储液罐111b中储存去离子水溶液。

[0033] 第二步骤,选择反应容器:根据制备量,选择在第一反应容器171或者第二反应容器172放入称量完成的AIE小分子和高分子化合物的混合物,打开第一蠕动泵130或第二蠕动泵131将第一储液罐111a的四氢呋喃溶液注入的第一反应容器171或第二反应容器172中,使其发生反应,反应时间30min。

[0034] 值得注意的是,在第一反应阶段:第一反应容器171的第一超声波换能器161,或者第二反应容器172的第二超声波换能器162进行超声清洗工作30min,让四氢呋喃、AIE小分子和聚合物高分子反应更充分。值得主义的是,第一、二反应器工作期间,注入去离子水:打开第三蠕动泵132,将第二储液罐111b的去离子水提前注入第三反应容器173。在第二反应阶段:待第一超声波换能器161和第二超声波换能器162工作30min后,打开第三反应容器173中的磁力搅拌子和超声波探头163,通过第四蠕动泵133分别将第一反应容器171或第二反应容器172中的溶液在超声条件下按照一定的速率注入去离子水中,超声工作时间为2min,使纳米颗粒分散性更好。

[0035] 随后,进行收集产品、初步清洗、再次清洗步骤。收集产品:待上一步骤的超声工作结束后,将制备好的荧光纳米颗粒通过第五蠕动泵134输出至产品收集容器,收集AIE荧光纳米颗粒。初步清洗:待装置停止工作后,第一蠕动泵130或者第二蠕动泵131分别经输液管将四氢呋喃注入第一反应容器171或第二反应容器172进行清洗,而后经过第四蠕动泵133分别将第一反应容器171或第二反应容器172中的四氢呋喃注入第三反应容器173进行清洗,最后将四氢呋喃排出至废液收集容器。再次清洗:将有机溶剂四氢呋喃更换为无水乙醇,重复上一步骤,再次清洗设备。

[0036] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明技术原理的前提下,还可以做出若干改进和替换,这些改进和替换也应视为本发明的保护范围。

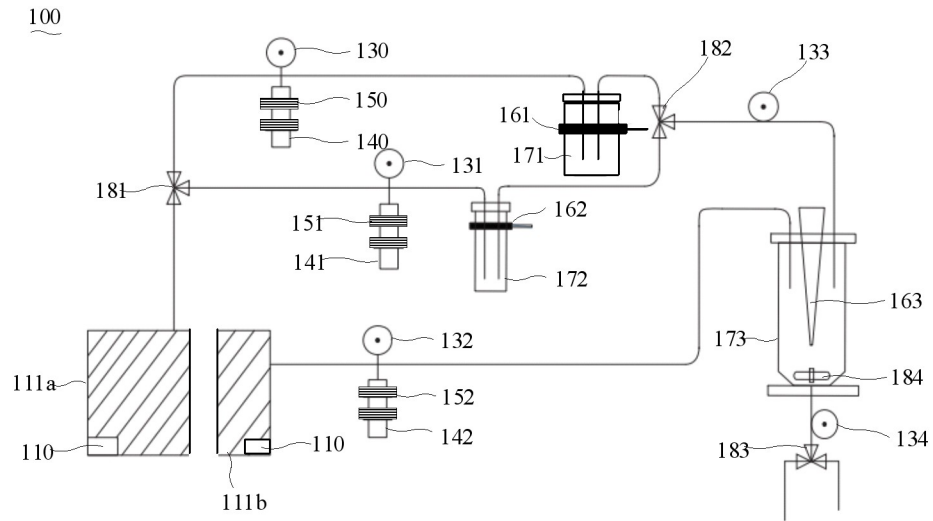


图1

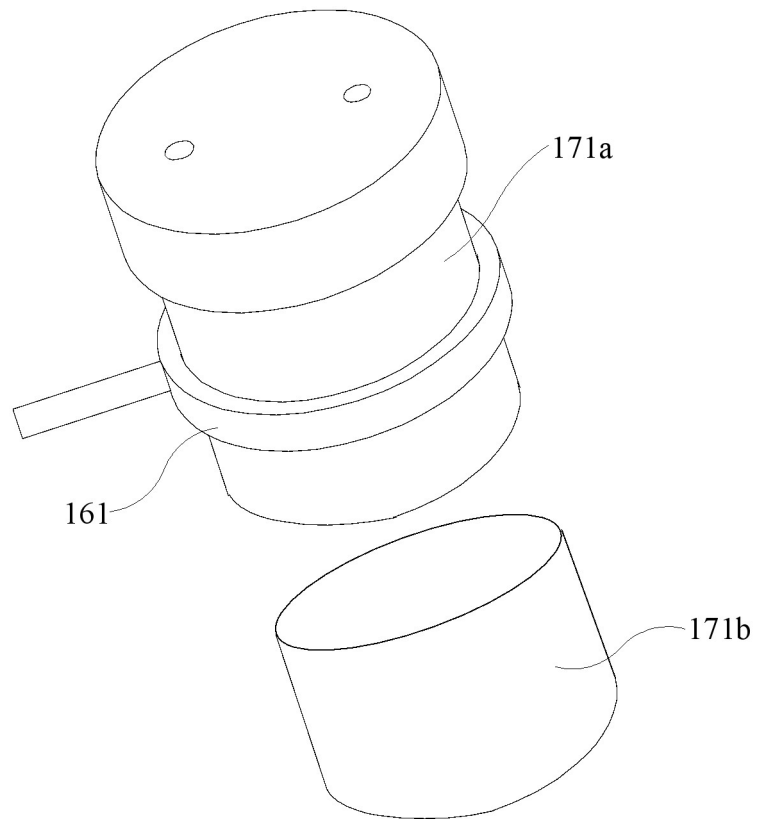


图2