

LABORATORIUM SYNTEZY NANOMATERIAŁÓW

Ćwiczenie 3 – Synteza nanocząstek Fe_3O_4 metodą strącania (v2.3)

Magnetyczne nanocząstki tlenku żelaza ($\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ inaczej Fe_3O_4) i materiały oparte na nich, są z powodzeniem wykorzystywane i stosowane w biologii i magnetoptyce. Fe_3O_4 wykazuje właściwości ferrimagnetyczne, czyli w temperaturze poniżej tzw. temperatury Néela pojawia się spontaniczne antyrównoległe uporządkowanie elementarnych momentów magnetycznych (pochodzących w tym przypadku od Fe^{2+} oraz Fe^{3+}), a w odróżnieniu od antyferromagnetyzmu momenty te nie kompensują się wzajemnie do zera.

1. Zagadnienia:

- Nanocząstki tlenków metali – właściwości fizyczne (optyczne) i chemiczne
- Zjawisko superparamagnetyzmu
- Metody syntezy nanocząstek magnetycznych – metoda strącania
- Hydrofilowość i hydrofobowość
- Wpływ ligandów na dyspergowalność nanocząstek koloidalnych

2. Cel ćwiczenia

- Synteza nanocząstek metodą strącania
- Obserwacja właściwości magnetycznych wytworzonych nanocząstek
- Przyłączenie ligandów hydrofilowych i hydrofobowych

3. Bezpieczeństwo

Przed przystąpieniem do wykonywania ćwiczenia:

- Upewnij się, że zapoznałeś się z zasadami bezpiecznej pracy w laboratorium
- Znasz zagrożenia wynikające z pracy z urządzeniami laboratoryjnymi oraz odczynnikami chemicznymi
- Skorzystaj ze środków ochrony indywidualnej:
 - fartuch laboratoryjny
 - okulary ochronne
 - rękawice nitrylowe
- Przedstaw prowadzącemu uzupełnioną Tabelę I (kolumny oznaczone na czerwono)

4. Odczynniki chemiczne

Tabela I. Lista odczynników

l.p.	Nazwa PL	Nazwa EN	skrót	Nr CAS	masa molowa (M _w)	Wzór sumaryczny	Zagrożenia
1	siedmiowodny siarczan żelaza (II)	Iron(II)Sulfate Heptahydrate		7782-63-0			UWAGA – Działa szkodliwie po połknięciu. – Działa drażniąco na skórę. – Działa drażniąco na oczy.
2	sześciowodny chlorek żelaza (III)	Iron(III)chloride hexahydrate		10025-77-1			NIEBEZPIECZENSTWO – Może powodować korozję metali. – Działa szkodliwie po połknięciu. – Działa drażniąco na skórę. – Powoduje poważne uszkodzenie oczu.
3	Woda amoniakalna	Ammonium hydroxide solution	NH ₄ OH	1336-21-6			NIEBEZPIECZENSTWO – Działa szkodliwie po połknięciu. – Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. – Może powodować podrażnienie dróg oddechowych. – Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne.
4	Woda dejonizowana	Water deionized	DI	7732-18-5			-
5	Cykloheksan	Cyclohexane	CHX	110-82-7			NIEBEZPIECZENSTWO – Wysoce łatwopalna ciecz i pary. – Połknięcie i dostanie się przez drogi oddechowe może grozić śmiercią. – Działa drażniąco na skórę. – Może wywoływać uczucie senności lub zawroty głowy. – Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
6	Kwas oleinowy	Oleic acid	OA	112-80-1			-

5. Materiały

- a. zlewki 50 ml, 500 ml
- b. dipol magnetyczny
- c. naczynko wagowe
- d. szpatułka jednorazowa x2
- e. Tryskawka z wodą destylowaną
- f. Pipeta automatycznych (1 ml) wraz z końcówkami
- g. Szklana pipeta Pasteura + smoczek
- h. Szalka Petriego
- i. Próbówki 2 ml typu Eppendorf x3

6. Aparatura

- a. waga analityczna
- b. mieszadło magnetyczne
- c. pH-metr / papierki lakmusowe
- d. magnes

7. Procedura syntezy

1. Używając jednorazowej szpatułki odważyć na naczynku wagowym 0,08 mmol $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Następnie przesypać do zlewki (50 ml).
2. Nową szpatułką odważyć 0,12 mmol $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, również przesypać do zlewki.
3. Dodać DI, ustawić na mieszadle magnetycznym, wrzucić do zlewki dipol i mieszać do całkowitego rozpuszczenia soli przez ok. 10 minut.
4. Używając papierków lakmusowych zmierzyć pH roztworu.
5. Następnie za pomocą pipety dodawać kroplami wodę amoniakalną (20 kropel).
6. Zmierzyć pH papierkiem lakmusowym na zakres zasadowy. Sprawdzić czy $\text{pH} \geq 10$, jeśli nie dodać ok 5 kropel wody amoniakalnej i sprawdzić ponownie
7. Wieko zlewki przykryć szalką Petriego i mieszać mieszadłem magnetycznym przez 45 minut.
8. Produkt zebrać przy pomocy magnesu zewnętrznego, supernatant (ciecz) zlać do kanistra na odpady.
9. Do zlewki dodać 3 ml DI i przelać po 1 ml do 3 próbek typu Eppendorf.
10. W trzech próbkach zebrać nanocząstki magnezem, a roztwór wylać.
11. Do pierwszej próbki dodać 1 ml DI
12. Do drugiej próbki dodać 1 ml CHX
13. Do trzeciej próbki dodać 0,1 ml OA, a następnie 1 ml CHX.
14. Wykonać zdjęcia próbek potrzebne do raportu.

Tabela II. Lista próbek wraz z ligandami i rozpuszczalnikami

Nr próbki	Nanocząstki	Ligand	Rozpuszczalnik	Dyspergowalność (TAK/NIE)
1	Fe ₃ O ₄	--	DI	
2	Fe ₃ O ₄	--	CHX	
3	Fe ₃ O ₄	OA	CHX	

8. Zakończenie pracy

Posprzątaj stanowisko pracy. Odpady i zlewki umieść w odpowiednim koszu/kanistrze. Upewnij się, że buteleczki z otrzymanymi próbkami są podpisane. Zapytaj prowadzącego gdzie należy je umieścić.

9. Raport z badań

Raport z badań powinien zawierać następujące elementy:

1. Wstęp teoretyczny – przedstawienie tematu koloidalnych nanocząstek magnetycznych (½–1 str.)
2. Cel eksperymentu.
3. Tabela użytych odczynników (Tabela II z instrukcji roboczej).
4. Wyniki:
 - a. Reakcja chemiczna – równanie i opis słowny.
 - b. Zdjęcia ukazujące oddziaływanie zsyntezowanych nanocząstek w roztworze reakcyjnym z magnesem.
 - c. Analiza rozpuszczalności nanocząstek w rozpuszczalniku polarnym (DI) oraz niepolarnym (CHX) - wpływ ligandów. Przedstawić zdjęcia obrazujące rozpuszczalność.
5. Wnioski

10. Literatura

1. Sulistyaningsih T., Santosa S.J., Siswanta D., Rusdiarso B., *Synthesis and Characterization of Magnetites Obtained from Mechanically and Sonochemically Assisted Co-precipitation and Reverse Co-precipitation Methods*, International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing, 5 (1), 2017.
2. Milichko V.A., Nechaev A.I., Valtsifer V.A., Strelnikov V.A., Kulchin Y.N., Dzyuba V.P., *Photo-induced electric polarizability of Fe₃O₄ nanoparticles in weak optical fields*, Nanoscale Research Letters, 8(317), 2013.
3. Hyeon T., *Chemical synthesis of magnetic nanoparticles*, The Royal Society of Chemistry, 927-934, 2003.