

LABORATORIUM SYNTEZY NANOMATERIAŁÓW

Ćwiczenie 4 – Synteza nanocząstek srebra metoda redukcji (v2.1)

1. Zagadnienia:

- Nanocząstki metali – właściwości fizyczne (optyczne) i chemiczne
- Plazmony, plazmony zlokalizowane na nanocząstkach
- Metody syntezy nanocząstek plazmonicznych

2. Cel ćwiczenia

- synteza nanocząstek metodą reakcji redukcji
- zbadanie wpływu stężenia KBr na wielkość nanocząstek srebra
- pomiar widma absorpcji wytworzonych nanocząstek
- określenie wpływu kształtu i wielkości nanocząstek plazmonicznych na widmo absorpcji (rezonans plazmonowy)

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	skrót	Nr CAS	masa molowa (M_w)	Wzór sumaryczny	Toksyczność / zagrożenia
1	cytrynian sodu, dwuwodny	CNa	6132-04-3			może wywoływać podrażnienia skóry, oczu i układu oddechowego
2	azotan srebra	AgN	7761-88-8			trujący, żrący, jest silnym utleniaczem
3	nadtlenek wodoru	H ₂ O ₂	7722-84-1			silny utleniacz żrący, wywołuje poparzenia skóry, oczu, układu oddechowego
4	bromek potasu	KBr	7758-02-3			niebezpieczny w przypadku połknięcia czy wdychania
5	borowodorek sodu*	NaBH ₄	16940-66-2			żrący, łatwopalny, niebezpieczny gdy jest mokry, może wydzielać gazowy wodór
6	woda dejonizowana	DI	7732-18-5			

UWAGA:

* Roztwory borowodorku nie powinny być przechowywane w szczelnie zamkniętych pojemnikach, aby zapobiec wybuchowi.

** Roztwory nanocząstek Ag po syntezie nie powinny być szczelnie zamknięte, aby pozwolić na uwolnienie nieprzereagowanego borowodorku i nadtlenku wodoru.

5. Materiały

- 4 buteleczki szklane 15 ml z zakrętkami – do reakcji
- Dipole magnetyczne
- Zlewka na lód 250 ml
- Kuwety do pomiarów absorbancji x 6
- Statyw na kuwety
- Folia aluminiowa
- cienkopis

6. Aparatura

- Pipeta automatyczna 1 ml wraz z końcówkami
- Mieszadło magnetyczne
- Spektrofotometr (pomiar absorpcji) – Jasco V-570

7. Obliczenia

Oblicz jaką objętość roztworów prekursorów należy użyć do syntezy

Tabela II. Odczynniki użyte w eksperymencie

L.p.	Odczynnik	Stężenie Stock Solution	Wymagana masa odczynnika (mg)		Wymagana ilość (mmol)	Objętość roztworu** (ul)	
1	dwuwodny cytrynian sodu	$1,25 \times 10^{-2}$ M	4,60				
2	azotan srebra	$3,75 \times 10^{-4}$ M	0,20				
3	nadtlenek wodoru	$5,0 \times 10^{-2}$ M	5,31				
4	borowodorek sodu*	$5,0 \times 10^{-3}$ M	0,30				
5	bromek potasu	$1,0 \times 10^{-3}$ M	Próbka 1	0			
			Próbka 2	0,0015			
			Próbka 3	0,0019			
			Próbka 4	0,0030			

* UWAGA: rozpuścić bezpośrednio przed dodaniem do roztworów w wodzie schłodzonej w lodzie (0°C)!

** Obliczoną objętość roztworów zaokrąglić do liczby całkowitej

8. Synteza

Do czterech buteleczek włoż po jednym dipolu magnetycznym i dodaj roztwory w następującej kolejności

- cytrynianu sodu
- azotanu srebra
- nadtlenku wodoru.

Następnie do każdej z buteleczek dodaj inną objętość roztworu KBr (Próbki 1-4). Dokładnie wymieszaj wszystkie roztwory umieszczając je na mieszadle magnetycznym.

By zredukować srebro dodaj **świeżo przygotowanego** borowodorku sodu.

Przykryj buteleczki zakrętkami. Bezpośrednio po zmieszaniu obserwuj zmiany koloru roztworów. Reakcja powinna zakończyć się po ok. 3 minutach.

Fiolki podpisać: **LSN18/gr/cw/para – 1-4** – zgodnie z informacją od prowadzącego.

9. Pomiary absorpcji

Korzystając ze spektrofotometru wykonaj pomiary absorbancji roztworów nanocząstek srebra używając kuwety z wodą (DI) jako referencji i mierząc jako linię bazową kuwetę z wodą (DI). Nanocząstki rozcieńcz 10 – krotnie.

UWAGA: Instrukcja do spektrofotometru znajduje się przy stanowisku pracy.

10. Zakończenie pracy

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

11. Raport z badań

Raport z badań powinien zawierać następujące elementy:

1. Wstęp teoretyczny (reakcja redukcji, nanocząstki metaliczne, plazmony zlokalizowane)
2. Cel eksperymentu
3. Tabele użytych odczynników (Tabela II. z instrukcji roboczej)
4. Wyniki eksperymentu
 - a. reakcja chemiczna – równanie i opis słowny
 - b. zdjęcia przygotowanych roztworów przed i po reakcji
 - c. widma absorpcyjne roztworów zawierających zsyntetyzowane nanocząstki Ag
 - d. analiza i interpretacja zaobserwowanych różnic w kolorze i w widmie absorpcji nanocząstek Ag
5. Wnioski

12. Literatura

1. J. Frank, N. Cathcart, K. E. Maly, V. Kitaev, Synthesis of Silver Nanoprisms with Variable Size and Investigation of Their Optical Properties: A First-Year Undergraduate Experiment Exploring Plasmonic Nanoparticles, *J. Chem. Educ.* 2010, 87, 1098–1101
2. G. Panzarasa, Just What Is It That Makes Silver Nanoprisms so Different, so Appealing? *J. Chem. Educ.* 2015, 92, 1918–1923
3. Kapoor, S. Preparation, Characterization, and Surface Modification of Silver Particles. *Langmuir* 1998, 14 (5), 1021–1025
4. I. Pastoriza-Santos, L. M. Liz-Marzán, Colloidal silver nanoplates. State of the art and future challenges *J. Mater. Chem.*, 2008, 18, 1724–1737