

LABORATORIUM SYNTEZY NANOMATERIAŁÓW

Ćwiczenie 5 – Synteza organicznych mikrosfer metodą wytrącania na interfejsie (v2.0)

1. Zagadnienia

- Mikrosfery polimerowe – właściwości i zastosowanie
- Domieszkowanie polimeru nanocząstkami - wyzwania
- Reakcja na interfejsie
- Mikroskopia optyczna – transmisyjna i epifluorescencyjna
- Nanocząstki tlenków metali – właściwości fizyczne (optyczne) i chemiczne

2. Cel ćwiczenia

- synteza organicznych (polistyrenowych) sfer domieszkowanych optycznie aktywnymi barwnikami i/lub nanocząstkami
- przygotowanie próbek do obserwacji pod mikroskopem
- pomiary kształtu i rozmiaru z użyciem mikroskopu transmisyjnego
- obserwacja zlokalizowanej emisji mikroskopem epifluorescencyjnym

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	Polistyren M _w ~35 000	PS	9003-53-6			brak
2	Tetrahydrofuran	THF	109-99-9			duża zdolność penetracji i

						uszkodzenia tkanek miękkich, szkodliwy wpływ na oczy i układ oddechowy
3	etanol	EtOH	64-17-5			wysoce łatwopalna ciecz i pary. Działa drażniąco na oczy.
4	Woda demineralizowana	DI	7732-18-5			brak
5	Kumaryna 153	C-153	53518-18-6			brak
6	Kropki kwantowe CdSe	QDs	1306-24-7			toksyczne w wyniku inhalacji lub przez kontakt ze skórą

Tabela II. Odczynniki użyte w eksperymencie

l.p.	odczynnik	masa (mg)	objętość (ul)	stężenie (mg/ml)	oznaczenie
1	DI		800		A ₁
2	EtOH		600		
3	DI		800		A ₂
4	EtOH		600		
5	PS				
6	THF			5	PS/THF
7	THF		400		E ₁ z roztworem B
8	PS/THF		100		
9	C-153		100	XX	
10	THF		400		E ₂ z roztworem C
11	PS/THF		100		
12	QDs		100	XX	

T_r = 50°C – temperatura reakcji

5. Materiały

1. Stojak na fiołki
2. Próbkówki typu Falcon 15 ml x1
3. Łyzeczka stalowa

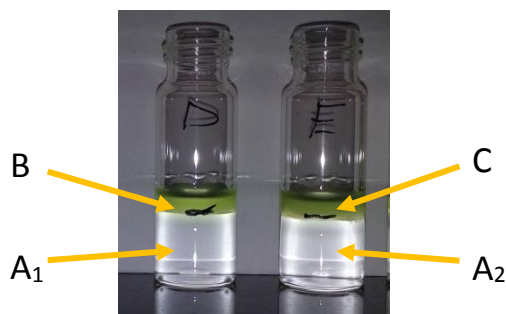
4. Fiolki 4 ml, x2
5. Próbkówki typu Eppendorf (pojemność 1,5 ml)
6. Pipeta Pasteura ze smoczkiem x2
7. Pipeta automatyczna 1 ml + końcówki
8. Szkiełka podstawkowe
9. Szkiełka nakrywkowe

6. Aparatura

1. Wyrząsarka typu Vorteks
2. Waga precyzyjna
3. Płyta grzejna + przystawka do fiolek
4. Mikroskop optyczny

7. Procedura syntezy

1. W dwóch fiolkach przygotować mieszaninę DI/EtOH – roztwory A_1 i A_2 .
2. Zaznaczyć cienkopisem poziom cieczy.
3. Korzystając z wagi precyzyjnej w próbkówce Falcon zważyć jedną porcję (kulkę) PS.
4. Używając szklanej pipety Pasteura i korzystając ze skali na próbkówce dodać odpowiednią ilość THF, aby uzyskać zadane stężenie PS w THF. W celu przyspieszenia rozpuszczania użyć wyrząsarkę typu vorteks – roztwór PS/THF.
5. W dwóch próbkówkach typu Eppendorf (E_1 i E_2) umieścić określoną ilość THF.
6. Do próbkówki E_1 dodać roztwór PS/THF oraz roztwór barwnika (C-153). Całość dokładnie wymieszać – roztwór B.
7. Do próbkówki E_2 dodać roztwór PS/THF oraz roztwór QDs. Całość dokładnie wymieszać – roztwór C.
8. Używając pipet Pasteura ostrożnie przenieść roztwory B i C do fiolek odpowiednio z roztworem A_1 i A_2 . Roztwory B i C nakrapiać po ściankach fiolki unikając mieszania, tak, aby powstała wyraźna granica faz (Zdjęcie 1). Wykonać zdjęcie fiolek.



Zdjęcie 1. Dwie fiolki, każda z dwoma rozdzielonymi fazami DI+EtOH (dół) / THF (góra).

9. Przenieść fiołki pod dygestorium i umieścić na płycie grzejnej wyposażonej w przystawkę do fiolek.
10. Nastawić temperaturę reakcji T_r i odczekać około godziny do całkowitego odparowania THF.
11. Wykonać zdjęcie fiolek z roztworem mikrosfer w DI.
12. Fiołki podpisać: **LSN18/gr/ćw/para – B i C** – zgodnie z informacją od prowadzącego.

8. Pomiary mikroskopowe

W celu przeprowadzenia obserwacji mikrosfer z użyciem mikroskopu optycznego należy nakropić 50 μl gotowego roztworu na szkiełko mikroskopowe. Z uwagi na uniknięcie zabrudzenia obiektywów utworzoną kroplę należy przykryć szkiełkiem nakrywkowym. Sfery znajdujące się w rozpuszczalniku przez cały czas poruszają się w polu widzenia mikroskopu.

Do pomiarów mikroskopowych używać obiektywu powiększeniu $\times 40$. Dla zdjęć wykonanych takim układem $1\text{ px} = 0,045\text{ }\mu\text{m}$.

Uwaga: Instrukcja obsługi mikroskopu znajduje się na stanowisku pomiarowym.

9. 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.

10. Raport z badań

Raport z badań powinien zawierać następujące elementy:

1. Wstęp teoretyczny (reakcja wytrącania na interfejsie, mikrosfery polimerowe)
2. Cel eksperymentu
3. Tabele użytych odczynników (Tabela II. z instrukcji roboczej)
4. Wyniki eksperymentu
 - a. reakcja chemiczna – opis słowny
 - b. zdjęcia przygotowanych roztworów przed i po reakcji
 - c. zdjęcia z mikroskopu transmisyjnego
 - d. zdjęcia z mikroskopu epifluorescencyjnego
 - e. analiza rozmiarów zsyntezowanych sfer (wykres dystrybucji rozmiarów)
 - f. porównanie wyników dla sfer domieszkowanych barwnikiem i QDs
5. Wnioski

11. Literatura

1. D. Okada, T. Nakamura, D. Braam, T. Duy Dao, S. Ishii, T. Nagao, A. Lorke, T. Nabeshima, Y. Yamamoto, *Color-Tunable Resonant Photoluminescence and Cavity-Mediated Multistep Energy Transfer Cascade*. ACS Nano **2016**, 10, 7058