

LABORATORIUM SYNTEZY NANOMATERIAŁÓW

Ćwiczenie 2 – Wymiana kationów w strukturze kropek kwantowych (v1.0)

~~Absorpcja i emisja światła nanokryształów (NCs) selenku kadmu (CdSe) zależy od rozmiarów nanocząsteczki. Nagłe wstrzyknięcie roztworu prekursorów selenu do uprzednio podgrzanego roztworu prekursorów kadmu (metoda tzw. *hot injection*) powoduje wytworzenie warunków sprzyjających gwałtownemu zarodkowaniu, a następnie wzrostowi nanokryształów. Roztwór reakcyjny jest próbkowany poprzez pobieranie małej objętości roztworu w celu przygotowania serii roztworów nanokryształów CdSe o różnym rozmiarze.~~

1. Zagadnienia

- kropki kwantowe
- struktury typu rdzeń-płaszcz, gradientowe oraz stopy
- proces wymiany kationów

2. Cel ćwiczenia

- wymiana kationów w półprzewodnikowych kropkach kwantowych prowadząca do uzyskania struktury typu rdzeń-płaszcz
- wyznaczenie zmiany wydajności fotoluminescencji

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
- Upewnij się, że pracujesz pod włączonym i sprawnym wyciągiem
- Przedstaw prowadzącemu uzupełnioną Tabelę I (kolumny oznaczone na czerwono)

4. Odczynniki chemiczne

Tabela I. Lista odczynników

l.p.	Nazwa PL	skrót	Nr CAS	Zagrożenia
1	Nanokryształy PbS	PbS NCs	1314-87-0	NIEBEZPIECZEŃSTWO – 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. – Może działać szkodliwie na dziecko w łonie matki. Podejrzewa się, że działa szkodliwie na płodność. – Może powodować uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub narażenie powtarzane. – Działa toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
2	oleinian kadmu	Cd(OL) ₂	10468-30-1	NIEBEZPIECZEŃSTWO – Działa szkodliwie po połknięciu. – Działa szkodliwie w kontakcie ze skórą. – Działa szkodliwie w następstwie wdychania. – Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
3	oktadeken	ODE	112-88-9	NIEBEZPIECZEŃSTWO – Połknięcie i dostanie się przez drogi oddechowe może grozić śmiercią.
4	toluen	TOL	108-88-3	NIEBEZPIECZEŃSTWO – 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. – Podejrzewa się, że działa szkodliwie na dziecko w łonie matki. – Może powodować uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub narażenie powtarzane.

Tabela II. Odczynniki użyte do syntezy

PRÓBKKA 1		PbS NCs	Cd(OL) ₂	ODE	TOL
	Stężenie (M)				
	mmol				
	mmol/m				
	mol				
	ml				
	ml/ml				

PRÓBKKA 2		PbS NCs	Cd(OL) ₂	ODE	TOL
	Stężenie (M)				
	mmol				
	mmol/m				
	mol				
	ml				
	ml/ml				

Tabela III. Parametry syntezy

Temperatura	120	°C
Czas reakcji	60	min
Czas próbkowania	5, 10, 20, 30, 45, 60	min

5. Procedura wymiany kationów (CE)

Krok 1. Uruchomienie reakcji

Przygotuj:

- fiolki 4 ml z zakrętkami x2
- ~~mały dipol magnetyczny x2~~
- pipeta automatyczna 1 ml wraz z końcówkami
- płyta grzejna z blokiem aluminiowym i mieszadłem magnetycznym

Ustaw temperaturę bloku grzejnego na zadaną temperaturę. Uruchom grzanie.

Wrzuć do fiolek dipole magnetyczne.

Dodaj pipetą automatyczną odpowiednią objętość:

- ODE
- TOL
- NCs PbS
- Cd(OL)₂.

Zakręć szczelnie fiolki i umieść je w bloku grzejnym. Rozpocznij pomiar czasu.

Krok 2. Monitorowanie reakcji

Z pomocą prowadzącego uruchomić układ pomiarowy fotoluminescencji (PL).

W określonych chwilach trwania syntezy wyjmij ostrożnie fiolkę z roztworem reakcyjnym z bloku grzejnego i umieść ją w układzie pomiarowym.

Dokonaj pomiaru widma PL w różnym czasie trwania reakcji.

Po pomiarze umieść fiolkę z powrotem w bloku grzejnym.

~~6. Pomiary widm absorbancji (ABS) i fotoluminescencji (PL)~~

~~Pomiary przeprowadzić zgodnie z informacjami uzyskanymi od prowadzącego zajęcia. Instrukcja do spektrofotometru znajduje się przy stanowisku pracy.~~

7. Opracowanie wyników – zadania

1. Uzupełnić tabelę II użytych odczynników i tabelę III parametrów syntezy.
2. Opisać zachodzący proces wymiany kationów.
3. Na podstawie zmierzonych widm fotoluminescencji skomentować zmiany i zachodzące w nanokryształach w trakcie trwania procesu wymiany kationów.

8. Literatura

1. Luca De Trizio, Liberato Manna “Forging Colloidal Nanostructures via Cation Exchange Reactions”, *Chem. Rev.*, **116**, 10852 (2016)

Opracował: dr inż. Mateusz Bański, 2019.03.06