



## E26 金奈米粒子之合成及吸收光譜鑑定

請自行領取

項目	數量	項目	數量
50 mL 圓底瓶	1	橡皮管	2條
冷凝管	1	測光管	2支
不鏽鋼砂浴鍋	1	攪拌子 (助教發收)	1
小廣用夾	1	碼錶 (助教發收)	1
大廣用夾	1	滴管	1
乳膠手套	2	刻度吸量管 (共用)	
麻布手套	1	超純水洗瓶 (共用)	10支

\*借用實驗衣、安全眼鏡

\*背包提袋置於書包櫃

\*先將電磁加熱攪拌器面板以濕抹布擦乾淨



# 97學年北市高中化學教師研習

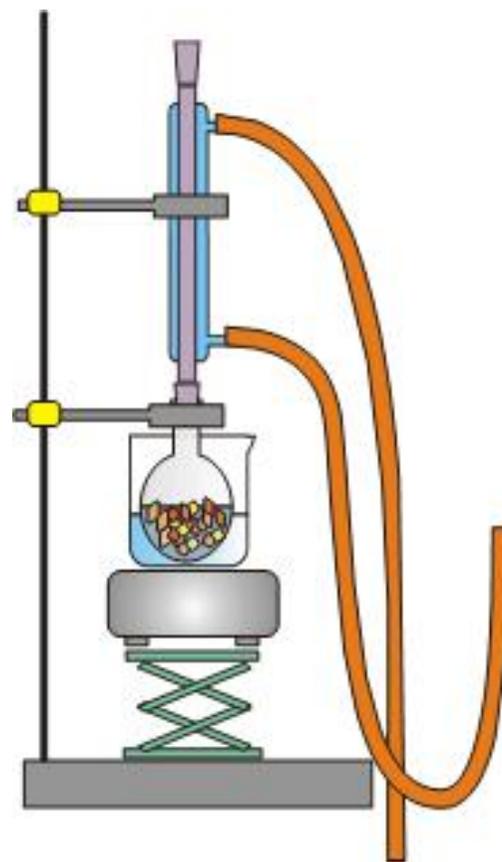
- 研習主題：金奈米粒子之合成及吸收光譜鑑定
- 研習地點：臺灣大學思亮館普化實驗室
- 研習日期：98年4月14日
- 籌備聯繫：和平高中
- 講者：佘瑞琳講師（33661163）
- 助教：李雁婷、廖畬柔（師培中心實習學生）
- 準備工作：林月美技正（33664196）





# 實驗學習技能

- 表面清洗—王水配製
- 吸量管及安全吸球
- 迴流 (reflux) 加熱
- 電磁加熱攪拌器
- 分光光譜儀



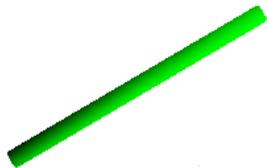


# 奈米材料定義與分類

奈米材料：物體長、寬、高，有任一維度為奈米尺寸（1~100 nm）者。



零維奈米材料：長、寬、高三維尺度都在奈米尺寸內，形狀是點狀，例如奈米粒子、量子點等。



一維奈米材料：長、寬、高三維中的寬與高二維都是奈米尺度，形狀是長條狀。

例如：奈米絲、奈米棒、奈米管、奈米帶等。



二維奈米材料：長、寬、高三維中僅有高度是奈米尺度，形狀是平面。

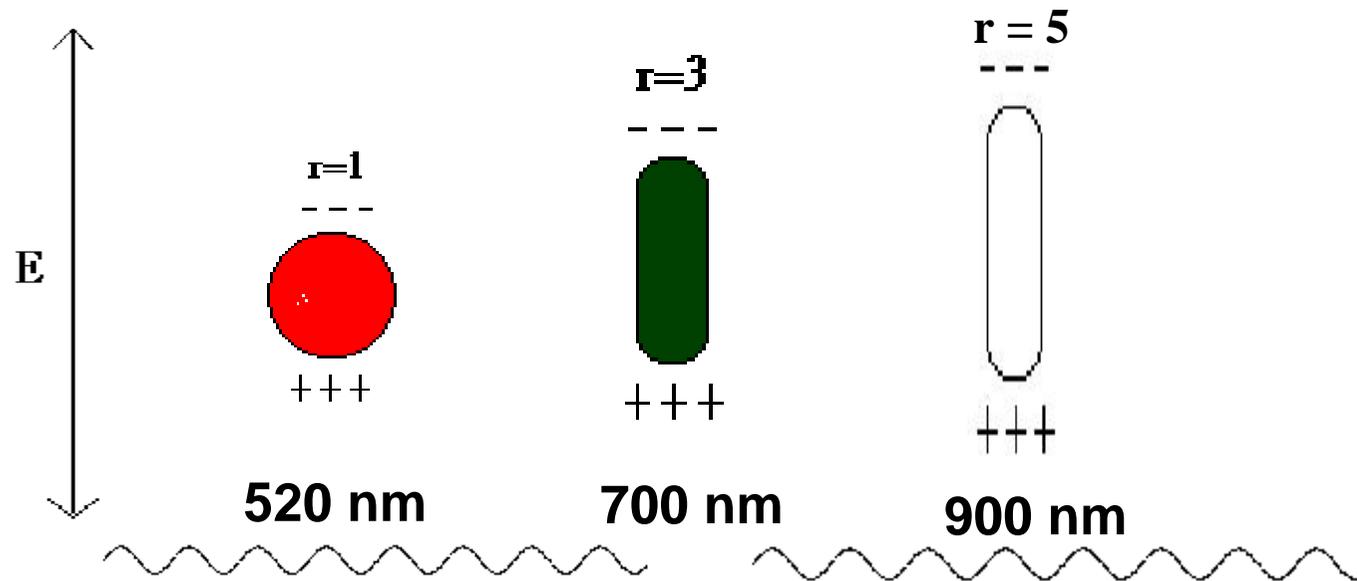
例如：奈米薄膜、超晶格等。

參考資料：

王崇人；神奇的奈米科學，*科學月刊*，2002，354，pp. 48-51.



# 原理—金奈米粒子表面電漿子共振



表面電漿子共振 Surface plasmon resonance, SPR :

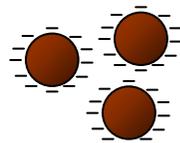
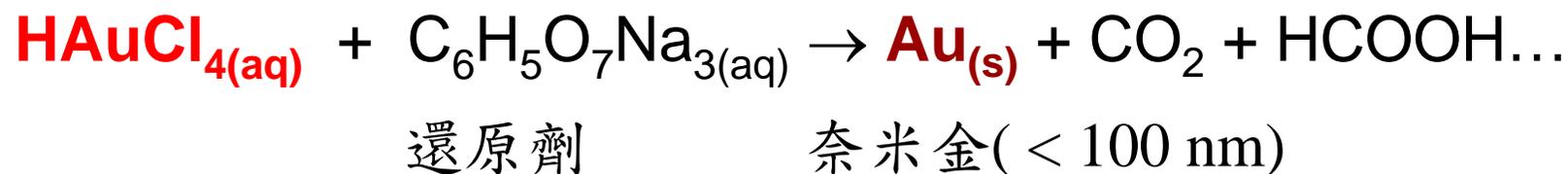
金屬奈米粒子的表面自由電子吸收特定頻率的電磁輻射，產生集體式的偶極震盪，而使得原本分布均勻的自由電子，瞬間生成誘導式偶極。

表面電漿子共振波帶：與金屬奈米粒子形狀、大小及外在的介電常數有關



# 原理—金奈米粒子之合成反應

- 利用檸檬酸鈉將四氯金(III)酸還原



- 調控檸檬酸鈉用量比例 ( 1.8 mL 或 1.0 mL )  
製備不同粒徑奈米金 ( 15 nm 或 33 nm )

參考資料：

- K. C. Grabar; R. G. Freeman; M. B. Hommer; M. J. Natan; *Anal. Chem.* **1995**, 67, 735-743.



# 實驗流程

## (I) 洗淨反應器材 (器具表面需清洗乾淨)

- 配製王水洗滌器皿
- 大量去離子水沖洗
- 超純水淋洗

## (II) 合成金奈米粒子 (需持續均勻攪拌)

- 迴流加熱攪拌四氯金酸至沸騰
- 自冷凝管加入檸檬酸鈉
- 加熱攪拌反應10分鐘

## (III) 測定表面電漿子共振吸收波帶

- 稀釋溶液，測400~700 nm 吸收光譜
- $\lambda_{\max}$

## (IV) 觀察膠體溶液性質





## 流程(I) 洗淨反應器材

- **排氣櫃**中配製王水  
5 mL濃 $\text{HNO}_3$ 、15 mL濃 $\text{HCl}$ 於燒杯
- 王水浸洗攪拌子、圓底瓶及冷凝管內壁
- **大量去離子水沖除王水**
- 超純水淋洗2次
- 倒置滴乾水

注意：

- 王水具強腐蝕性及刺激臭味
- **戴乳膠手套在排氣櫃中清洗**
- 王水可重複使用





## 流程(II) 合成金奈米粒子 — 架設迴流加熱裝置



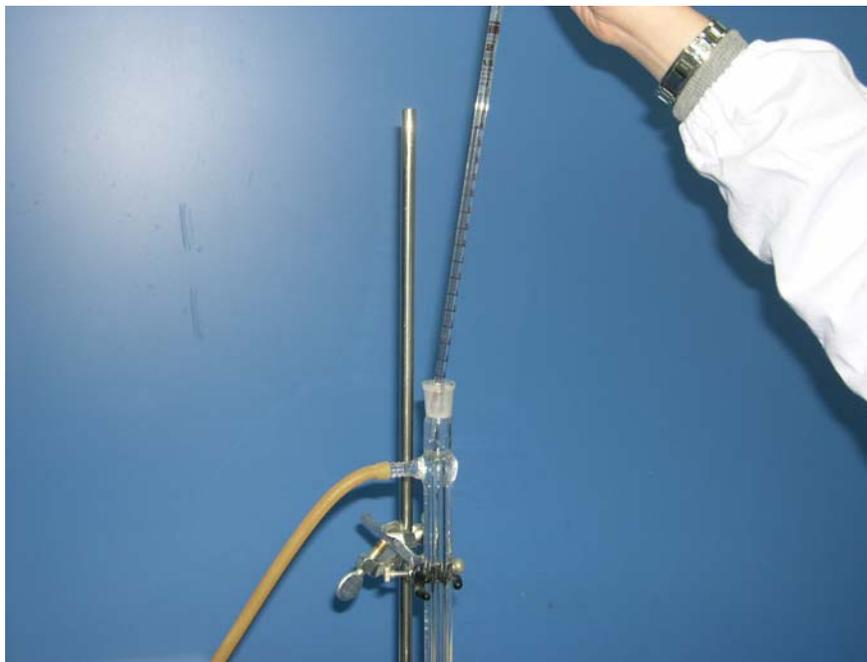
- 吸量管取**15 mL**四氯金酸於圓底瓶
- 小廣用夾固定圓底瓶瓶頸
- 圓底瓶坐在鋼杯中，調整至攪拌器中心位置
- 加入攪拌子，測試攪拌子能穩定快速持續攪拌
- 冷凝管以大廣用夾固定，不歪斜
- 冷卻水：
  - 橡皮管沾水後裝接，深度需夠
  - 冷卻水下方入、上方出
  - 加熱前先充滿水再調小水量
- 最後，鋼杯中加入適量海砂
- 經協助檢查後才進行加熱

### 注意：

- 先以濕抹布擦拭加熱板
- 電源線、橡皮管勿觸高溫板面



## 合成步驟—加入檸檬酸鈉

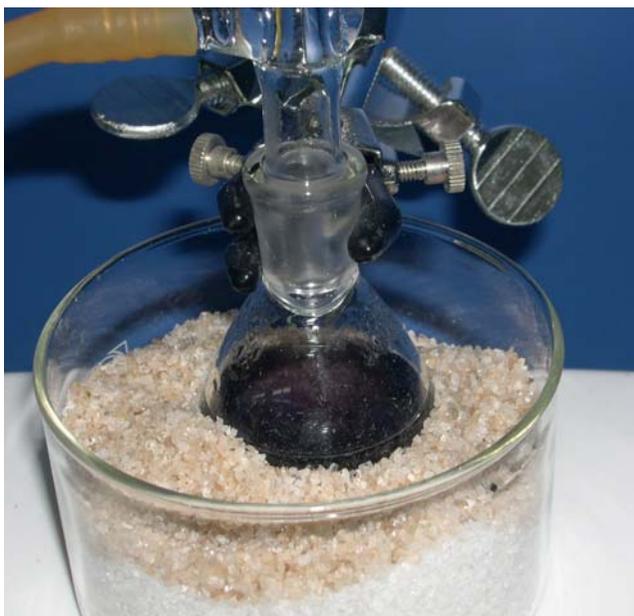


- 四氯金酸溶液劇烈沸騰時、**保持攪拌**
- 2 mL吸量管取1.8 mL(單組)或1.0 mL(雙組)檸檬酸鈉
- 自冷凝管上端快速加入瓶中
- 觀察記錄溶液顏色之變化及時間



## 合成步驟一加熱反應

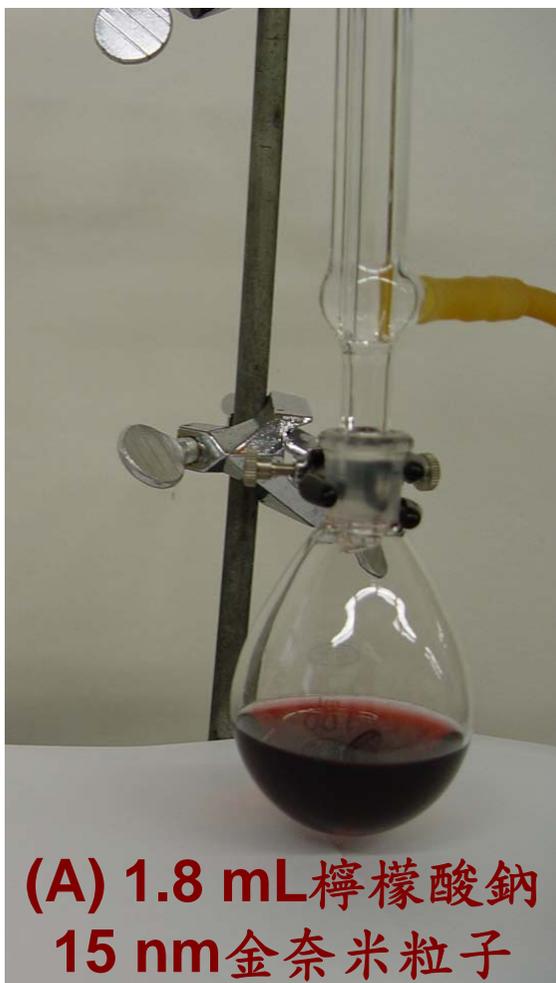
- 持續攪拌加熱至溶液沸騰10分鐘
- 關閉加熱電源，停止加熱
- 移除砂浴系統，再繼續攪拌冷卻15分鐘



**注意：**移除高溫之砂浴系統時應戴麻布手套或使用抹布包裹，以免燙傷，而此時加熱板也是在高溫狀態。

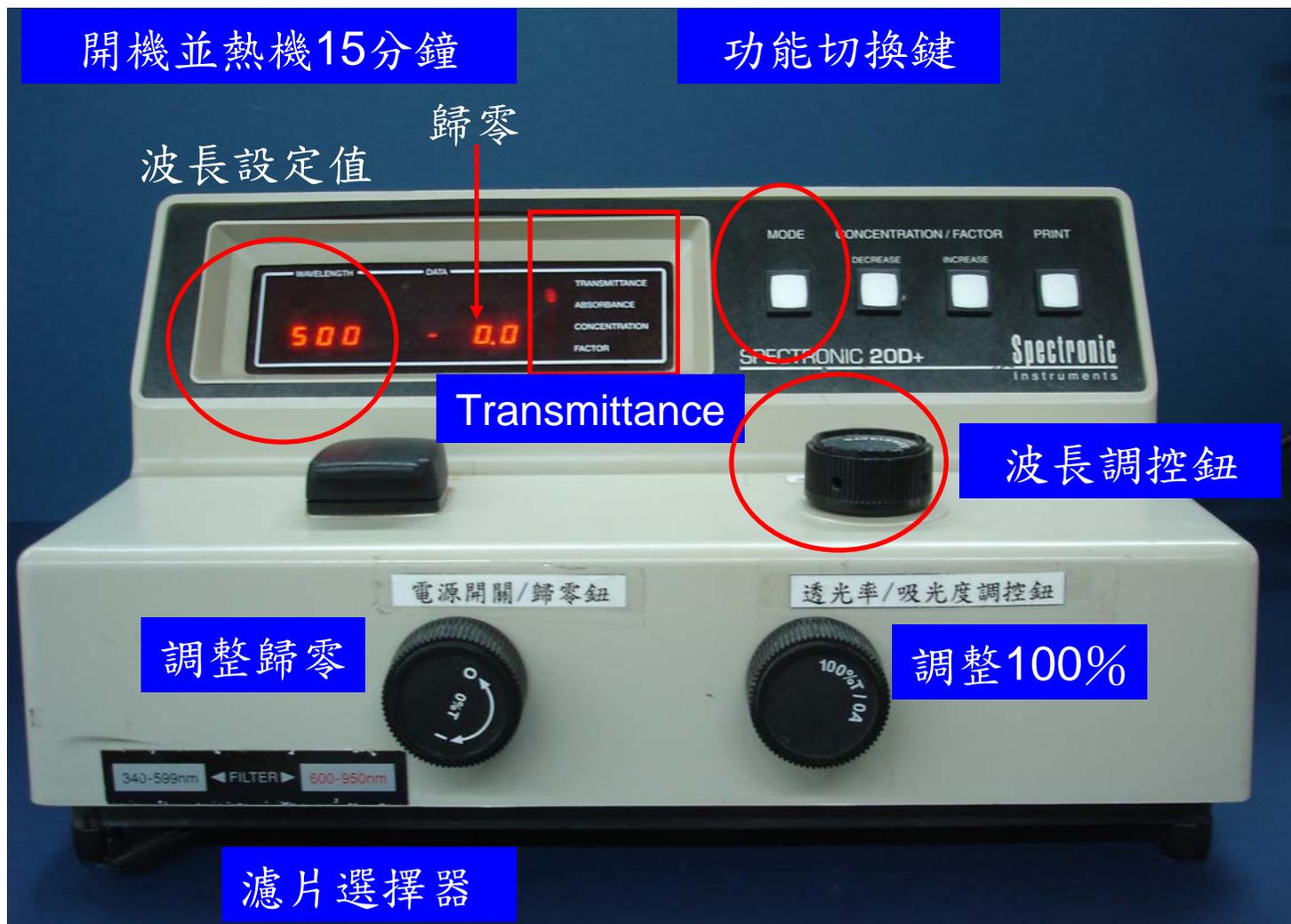


# 合成得不同粒徑金奈米粒子溶液





# 流程(III) 吸收光譜測定

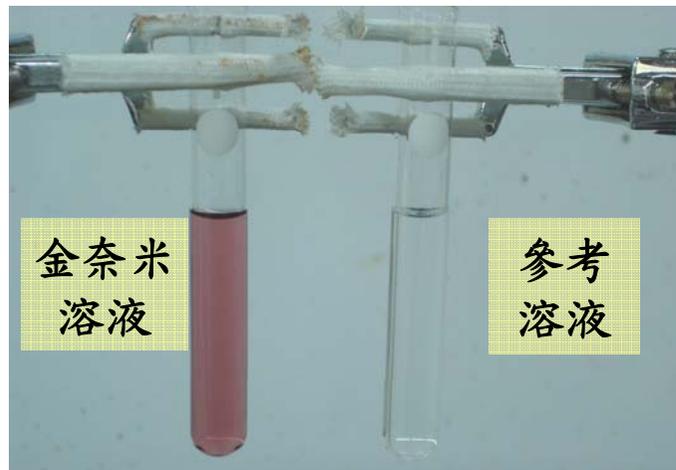


參考：分光光譜儀操作手冊



# 量測步驟—金奈米吸收光譜

- 二支容槽
- 參考溶液：容槽裝約2/3 之去離子水
- 試樣溶液：另一容槽裝1 mL金奈米溶液及4 mL去離子水**混勻**
- 容槽不可以毛刷刷洗
- 置入光譜儀之前均以拭鏡紙擦拭
- 保持標線朝固定方向





# 量測步驟－金奈米吸收光譜

## ■ 儀器校正及測定

① 切換濾片選擇器



② 設定400 nm波長



③ 調整儀器歸零 T : 0%



④ 置入參考溶液：調整透過率T為100%



⑤ 切換至吸收度測定功能 (Abs .000)



置入試樣溶液讀記吸收度

改變波長 (420 nm)



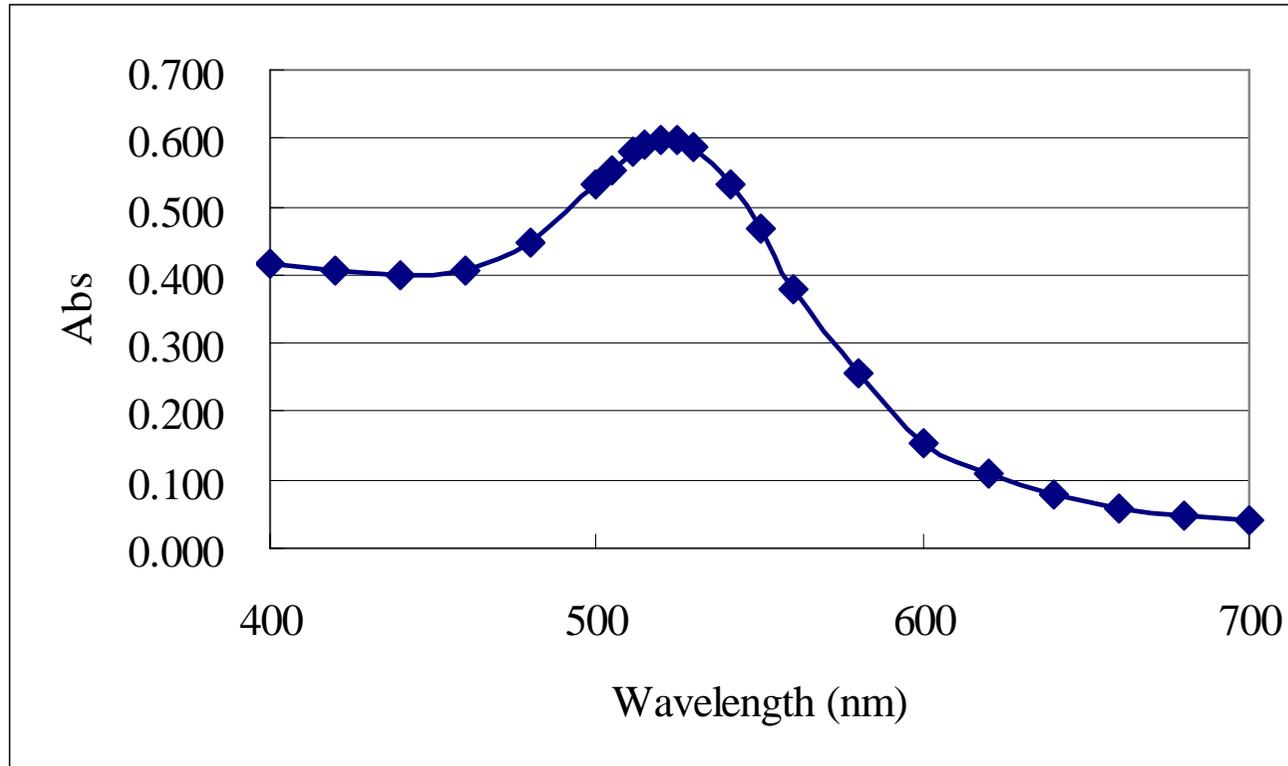
注意：

- 變換波長均需再次校正吸收度為「.000」
- 分析波長600 nm，需將濾片選擇器切換至「600-950 nm」

400 ~ 700 nm：以每20 nm 為間隔測吸收度  
510 ~ 540 nm：改為5 nm為間隔



# 作圖：吸收光譜



- 吸收度為縱軸，測定波長為橫軸
- 繪製金奈米粒子之吸收光譜圖
- 作圖：帶有平滑線的XY散佈圖
- 找出最大吸收波長



# 金奈米溶液之可見光吸收光譜

圖左

檸檬酸鈉：1.8 mL

$\lambda_{\max}$ ：520 nm

粒徑：15 nm

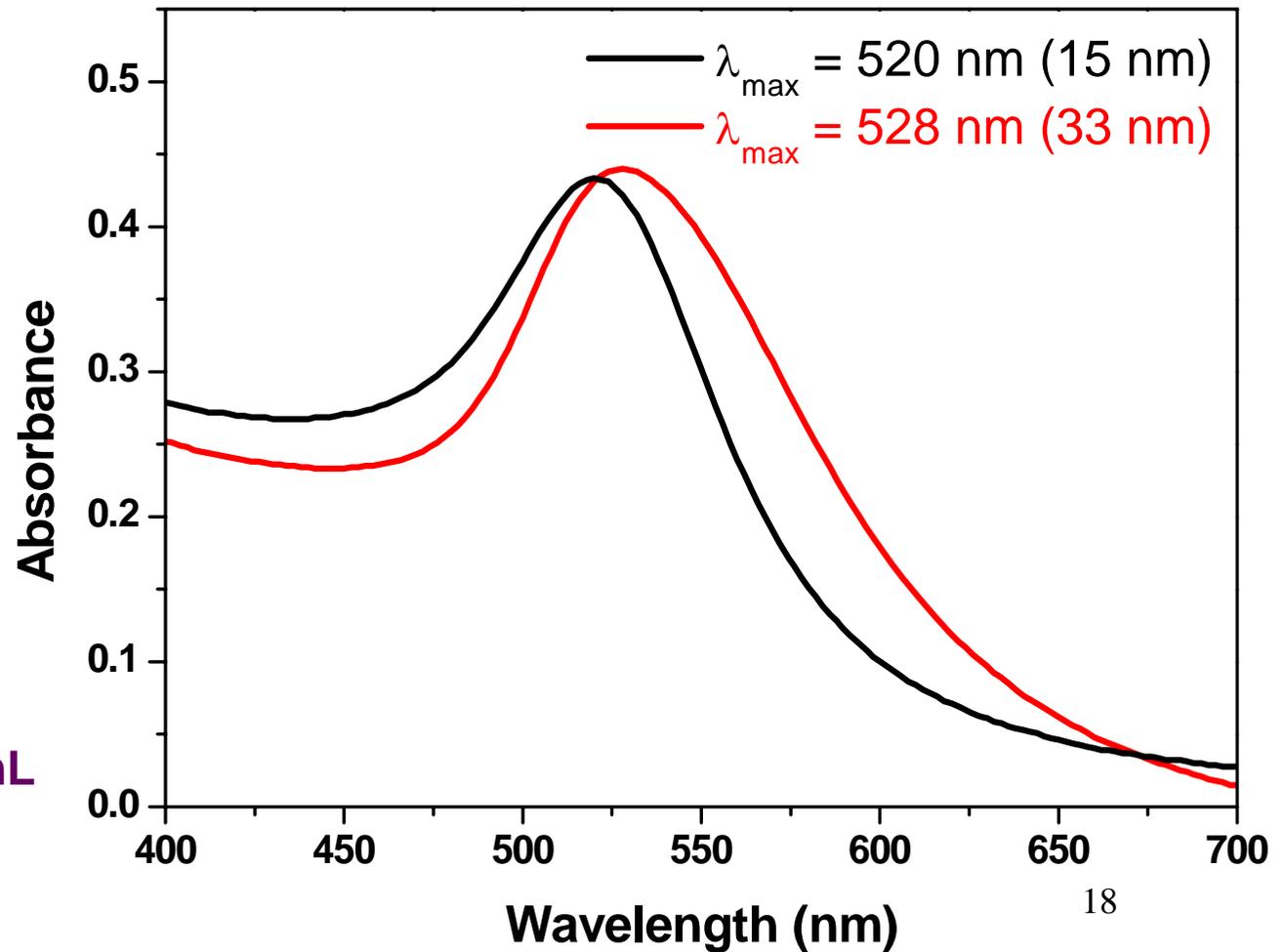


圖右：

檸檬酸鈉：1.0 mL

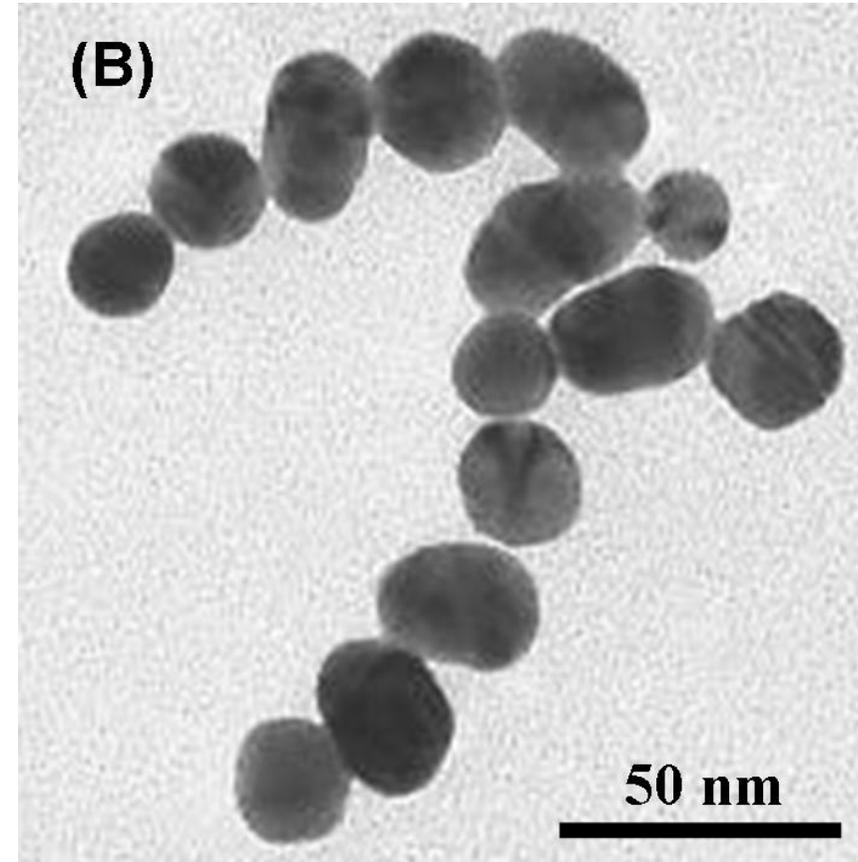
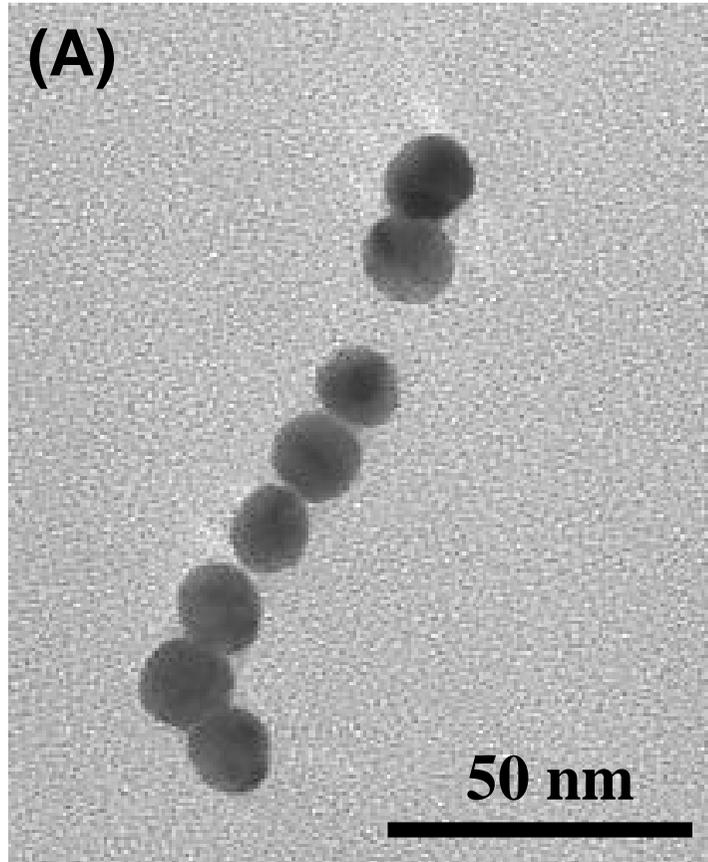
$\lambda_{\max}$ ：528 nm

粒徑：33 nm





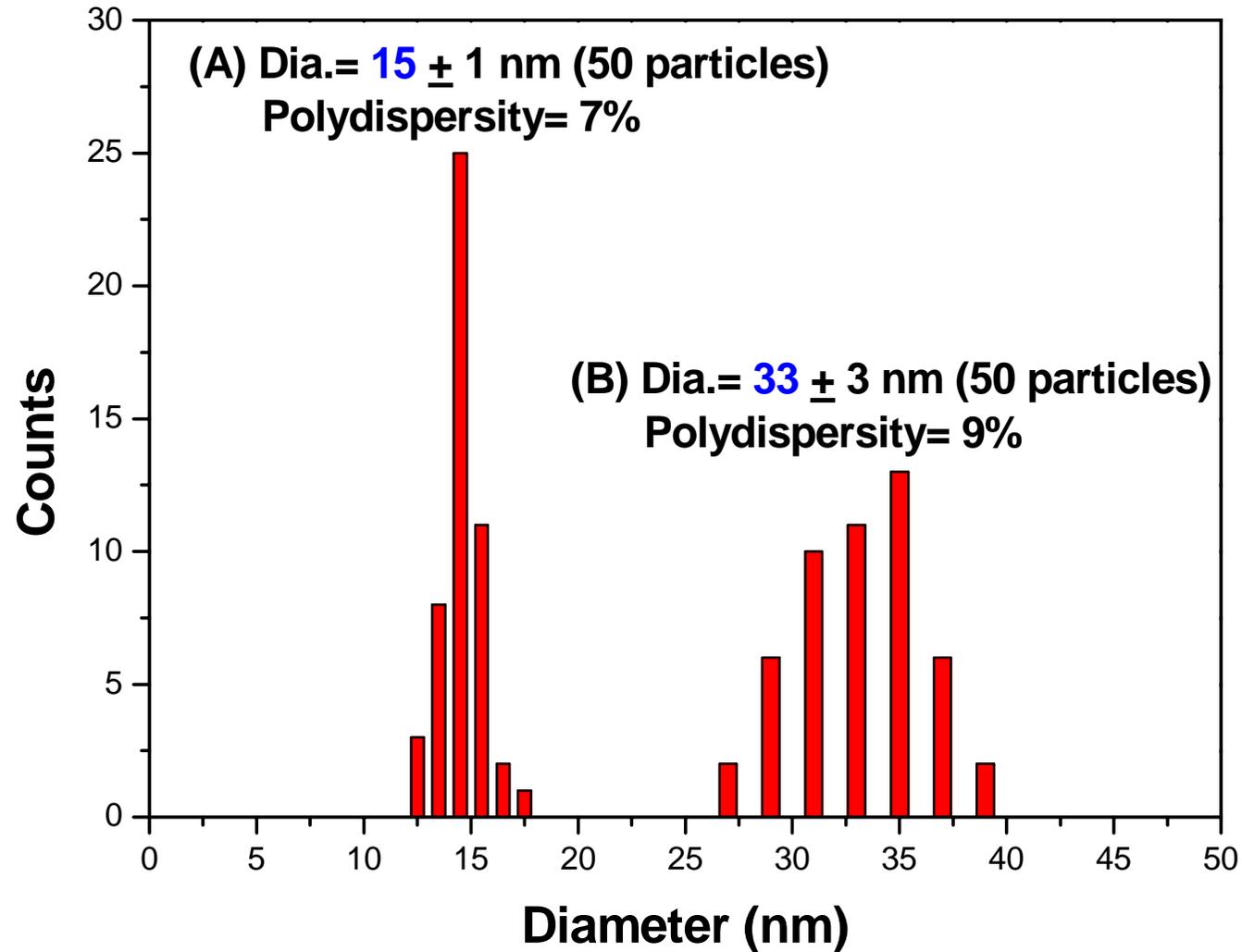
# 穿透式電子顯微鏡 (TEM) 粒徑觀察



A : 1.8 mL之38.8 mM檸檬酸鈉與15 mL之1 mM氯金酸反應產物，粒徑較均一  
B : 1.0 mL之38.8 mM檸檬酸鈉與15 mL之1 mM氯金酸反應產物，粒徑分布較寬



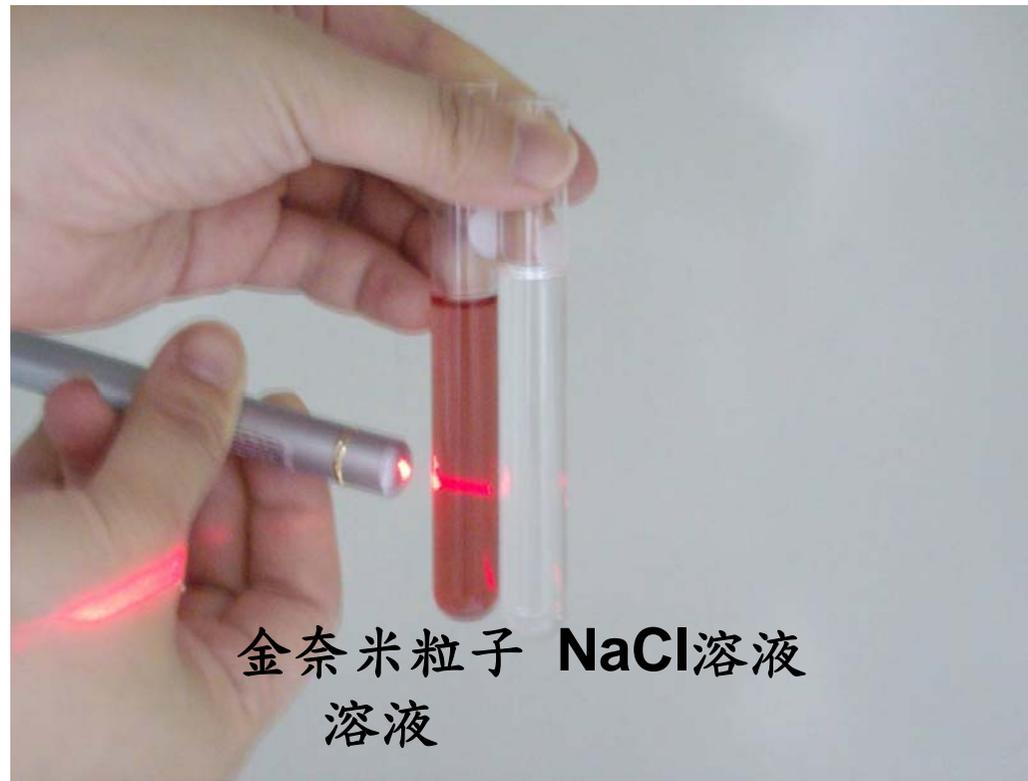
# 金奈米粒子之粒徑分析





# 膠體溶液性質觀察

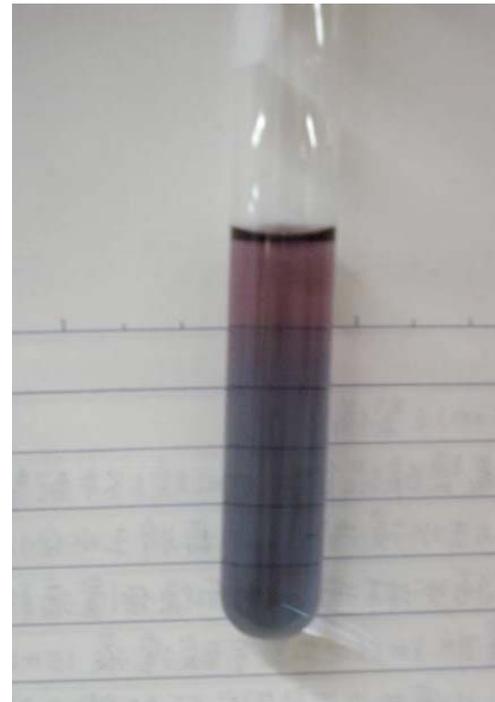
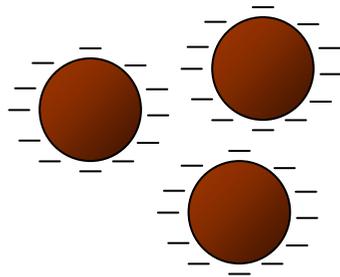
- 膠體溶液：溶質粒徑 1-1000 nm
- 廷得耳效應 (Tyndall effect)：光線散射





# 膠體溶液性質觀察

- 電解質對膠體溶液的影響
- 逐滴滴加 1 M NaCl 於金奈米溶液
- 觀察溶液顏色變化





# 實驗注意事項

- 使用王水需小心
  - 排氣櫃中戴手套操作
  - 王水可重複使用，結束後倒入王水回收桶
- 四氯金酸 ( $\text{HAuCl}_4$ ) 很貴
  - 四氯金酸 10,000元/4克 (適量節用)
- 器材準備不易
  - 超純水取得不易，儘量不重做
- 金奈米溶液可裝於樣品瓶，攜回為紀念
- 不攜回者，倒於金奈米指定回收瓶
- 反應器材以清水沖洗乾淨，交回指定回收盆
- 乳膠手套丟至實驗廢棄物垃圾桶



## 參考文獻

- 中國化學會，化學季刊
- 馬遠榮，低維奈米材料，*科學發展*，**2004**，382，72~75頁
- 王崇人；神奇的奈米科學，*科學月刊*，**2002**，354，pp. 48-51.