

## 實驗 26 金奈米粒子之合成及吸收光譜鑑定

### 一、實驗示範說明及注意事項：

- ※ 本實驗使用王水清洗玻璃器皿，學生應戴手套並在排氣櫃中進行。
- ※ 準備室備乳膠手套、麻線手套、攪拌子及計時器（助理助教發收點數）。
- ※ 四氯金酸（15 mL）及檸檬酸鈉（2 mL）均以公用吸量管準確取量。
- ※ 超純水置於公用洗瓶中（10 支）公用。
- ※ 增派助教一名協助指導王水清洗及架設迴流裝置（之後可先離開）。

1. 單數組製備 15 nm 金奈米粒子膠體溶液，雙數組 33 nm，互相比較結果。

#### 2. 步驟 1

- (1) 排氣櫃中進行，王水腐蝕性高須特別小心。
- (2) 王水清洗後，須再用大量去離子水將王水清除，而後以二次純水沖洗 2-3 次，倒置，水滴乾後使用。

#### 3. 步驟 2

量取溶液的吸量管，已由準備室洗淨，供學生輪流共同使用。

#### 4. 步驟 3-5，架設迴流加熱裝置：

- (1) 以小廣用夾夾住圓底瓶瓶口，坐放於鋼杯中。
- (2) **圓底瓶應位在攪拌器中心位置，讓攪拌子能順利持續攪拌。**
- (3) 以廣用夾固定冷凝管，保持裝置垂直桌面、不歪斜。
- (4) 冷卻水由下方進入上方流出，加熱前先打開冷卻水。
- (5) **注意：電源線及橡皮管勿接觸到加熱板。**
- (6) 架設好裝置後再加海砂，海砂與溶液面等高，海砂太多加熱過久。

#### 5. 步驟 7：

- (1) 加檸檬酸鈉時四氯金酸溶液需保持劇烈沸騰與**攪拌**。
- (2) 注意觀察溶液顏色之變化：黃色→無色→黑色→藍色→酒紅色，記錄變色時間（加發計時器）可做比較。
- (3) 移除高溫之砂浴系統時，使用抹布或戴麻布手套以免燙傷。

#### 6. 步驟 8,9：可移到最後實驗結束時處理。

金奈米溶液不攜回者，直接倒於指定回收桶，不需樣品瓶。

#### 7. 步驟 11：光譜鑑定

- (1) 使用 Spectronic 20D<sup>+</sup>光譜儀。
- (2) 儀器暖機後，先歸零，每換測定波長均需校正 100%透光率。
- (3) 開始測定時，先檢查儀器數值再現性，若有問題可能儀器故障。

8. 步驟 15：廷得耳效應  
直接以測光管中的金奈米溶液測試。
9. 步驟 16：膠體粒子聚集  
可用測光管中的金奈米溶液或取一部分剩餘金奈米溶液測試，觀察電解質對膠體溶液的影響。
10. 實驗後圓底瓶、攪拌子、測光管、樣品瓶以回收之王水略微浸洗。
11. 務必請值日生檢查每一組光譜儀內是否有測光管未收。
12. 廢液回收：金奈米溶液、王水分別倒入指定回收桶。

#### 黑板應書寫

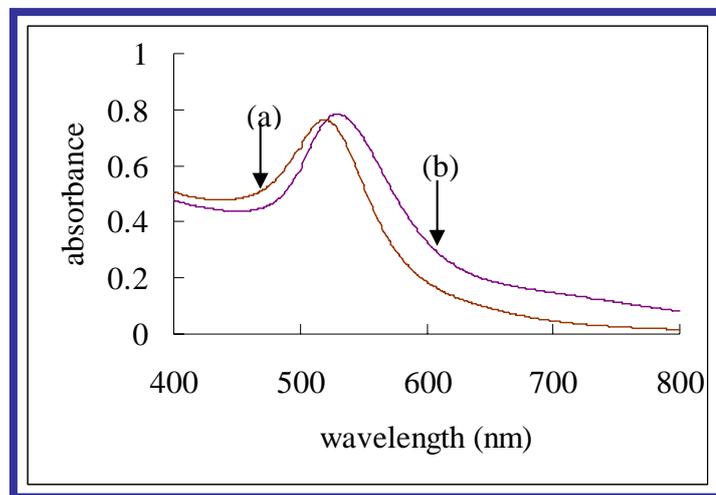
1. 於排氣櫃進行王水清洗操作
2. 器皿需用大量去離子水將王水沖洗乾淨
3. 裝置架設好助教檢查後才可加熱
4. 金奈米製備過程需均勻攪拌
5. 移除砂浴需戴麻布手套防燙傷
6. 光譜測定每變換一次波長均需校正儀器一次

#### 二、附記準備室藥品配製：

1. 若配 1 mM  $\text{HAuCl}_{4(\text{aq})}$  200 mL  
 $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 393.81 \text{ g/mol}$   
0.03938 g  $\rightarrow$  100 mL  
0.07876 g  $\rightarrow$  200 mL  
\*不可用鐵藥匙稱取四氯金酸 ( $\text{Fe} + \text{Au}^{3+}$ )，四氯金酸藥品極易潮解，需封口後置於乾燥器。  
\*可先配製成濃度較高之儲存液，用前稀釋。  
\*溶液需以茶色瓶裝盛，置於冰箱。
2. 38.8 mM sodium citrate  $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 294.07 \text{ g/mol}$   
0.1141 g  $\rightarrow$  10 mL  
0.2282 g  $\rightarrow$  20 mL  
實稱 0.2300 g  $\rightarrow$  20 mL

## 一、實驗數據：

1. 加入 1.8 mL 之 38.8 mM 檸檬酸鈉溶液，預定製得小粒徑（約 15 nm）金奈米粒子溶液，溶液外觀呈酒紅色。測定其可見光吸收光譜，表面電漿共振最大吸收波長約為 520 nm。以此條件製備金奈米粒子，反應較容易控制，吸收光譜數據之再現性較佳。
2. 加入 1 mL 之 38.8 mM 檸檬酸鈉溶液，預定製得大粒徑（約 33 nm）金奈米粒子溶液，溶液外觀呈紫紅色。表面電漿共振最大吸收波長約為 528 nm。粒徑分布較為分散，實驗數據的再現性較差。
3. 可見光吸收光譜：



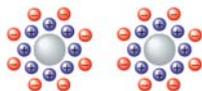
(a) 由 1.8 mL 之 38.8 mM 檸檬酸鈉與 15 mL 之 1 mM 四氯金酸溶液製得者； $\lambda_{\max}=520$  nm；

(b) 由 1.0 mL 之 38.8 mM 檸檬酸鈉與 15 mL 之 1 mM 四氯金酸溶液製得者， $\lambda_{\max}=528$  nm。

## 三、問題與討論：

1. 何謂膠體溶液？何謂廷得耳效應？加入 NaCl 溶液對金奈米溶液之影響。

答：膠體溶液（colloids）溶質的粒徑介於 1-1000 nm，均勻懸浮於溶液中。由於粒徑大小的關係，當照射可見光時，膠體粒子造成可見光之散射而可觀察到光線的路徑，稱為廷得耳效應。溶液中加入 NaCl 電解質，會中和膠體粒子外圍的電荷而讓膠體粒子聚集成為較大顆粒而可沈降。



（膠體粒子外吸附離子，同電荷粒子互斥而不沈降）

2. 查閱相關文獻資料舉例說明金奈米粒子之應用。

答（參考）：生化檢測等，視學生答案資料而定。

**【參考題】**

1. 試討論檸檬酸鈉用量可調控金奈米粒子粒徑大小之原因。

答：還原劑檸檬酸鈉加入量高，即檸檬酸鈉與四氯金酸比例高時，快速產生大量晶核，得到小粒徑之金奈米粒子，粒徑分布較為集中，數據的再現性佳。檸檬酸鈉用量少者，即檸檬酸鈉與四氯金酸比例低時，產生的晶核較少，得大粒徑之金奈米粒子，粒徑分布較為分散，實驗數據的再現性較差。