

的金奈米粒子大小是否符合其表面電漿子共振波帶。例如：本實驗所合成小粒徑（約 15 nm）及大粒徑（約 33 nm）之金奈米粒子，其表面電漿子共振吸收最大波長分別在 520 及 528 nm。二者經穿透式電子顯微鏡觀察及其粒徑分布分析分別如圖 1 及 2 之(A)、(B)所示。

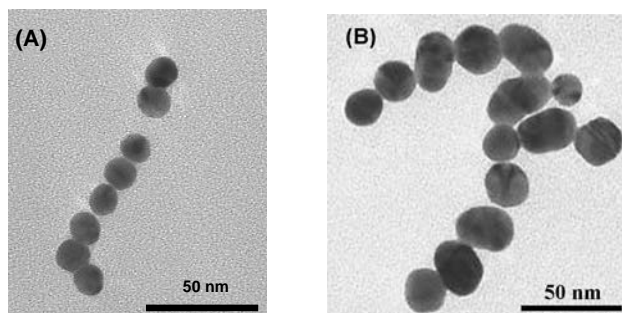


圖 1 穿透式電子顯微鏡觀察金奈米粒子
 (A) 1.8 mL之38.8 mM檸檬酸鈉與15 mL之1 mM四氯金酸反應產物
 (B) 1 mL之38.8 mM檸檬酸鈉與15 mL之1 mM四氯金酸反應產物

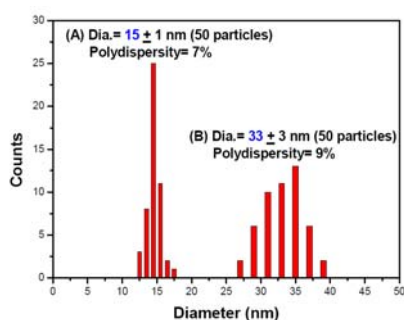
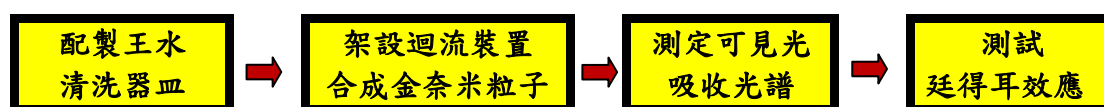


圖 2 金奈米粒子粒徑分析結果



四、儀器與材料：圓底瓶（50 mL）、冷凝管（含 2 條橡皮管）、漏斗、滴管、安全吸球、磁攪拌子、電磁加熱攪拌器、砂浴鋼杯、海砂、大小廣用夾各 1、計時器、分光光譜儀、容槽（2 支）、試管、樣品瓶（10 mL）、乳膠手套、刻度吸量管（2 mL，共用）、移液吸管（15 mL，共用）、雷射筆（共用）。





五、藥品：濃鹽酸（12 M HCl）、濃硝酸（15 M HNO₃）、1 mM 四氯金酸（HAuCl₄·3H₂O）、38.8 mM 檸檬酸鈉（Na₃C₆H₅O₇）、1 M 氯化鈉（NaCl）。


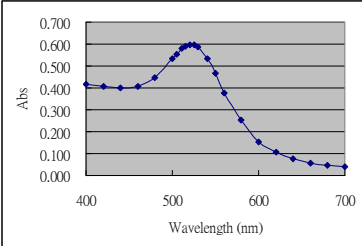

六、實驗流程



七、實驗步驟

步驟	圖示
(一) 金奈米粒子之合成	
<p>1</p> <p>清洗器皿</p> <p>(1) 於排氣櫃中取 5 mL 濃硝酸與 15 mL 濃鹽酸混合於 100 mL 燒杯中配製王水。</p> <p>(2) 將所需使用之圓底瓶、冷凝管、磁攪拌子、樣品瓶、2 支測光管等以王水浸潤內面清洗約 1 分鐘，將王水倒入回收燒杯中。</p> <p>(3) 以大量去離子水將所有器皿沖洗 4-5 次後，倒置滴乾。</p> <p>注意：王水因具強腐蝕性及刺激臭味，使用時需穿戴乳膠手套並在排氣櫃中操作。王水可 3-4 組輪流使用，用後回收。</p> <p>註：器皿內外殘餘王水必須完全沖洗乾淨，以免影響後續製備反應。</p>	
<p>2</p> <p>架設迴流裝置</p> <p>(1) 以吸量管量取 15 mL 之 1 mM 四氯金酸(HAuCl_4)溶液至 50 mL 圓底瓶中，加入磁攪拌子。</p> <p>(2) 以小廣用夾夾住圓底瓶瓶頸並固定於鐵支架上，再將圓底瓶置於加熱板上的空鋼杯中，調整至攪拌子能順利攪拌。</p> <p>(3) 續於圓底瓶上方裝接冷凝管，使磨砂口接合緊密，以廣用夾固定冷凝管；裝接冷凝管的橡皮管，讓冷卻水自下端流入、上方排出。</p> <p>(4) 在鋼杯中加入適量海砂作為砂浴均勻加熱系統。調整迴流加熱裝置使整個架設正直不歪斜，經由助教檢查後始可進行加熱。</p> <p>註 1：容器必須放在加熱攪拌器中心位置，確定攪拌子能順利攪拌。</p> <p>註 2：橡皮管應先沾水以便利裝接，裝接的深度應足夠以免脫落。冷凝管充滿水後，將冷卻水水量調小，以節省用水。</p>	

3	<p>加熱以進行反應</p> <p>在四氯金酸溶液劇烈沸騰與攪拌狀態下，使用 2 mL 吸量管量取 1.8 mL（單號組）或 1.0 mL（雙號組）38.8 mM 檸檬酸鈉溶液，自冷凝管上端垂直地快速加入瓶中，觀察記錄顏色變化與時間。</p> <p>注意：加入檸檬酸鈉溶液時，四氯金酸溶液需保持均勻攪拌，以使反應物混合均勻。</p>	
4	<p>冷卻溶液</p> <p>持續攪拌加熱至溶液沸騰 10 分鐘後，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。觀察、記錄並比較溶液之顏色。</p> <p>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，而此時加熱板也是在高溫狀態，要小心燙傷。</p>	
<p>(二) 金奈米粒子溶液之光譜鑑定</p>		
5	<p>準備待測溶液</p> <p>(1) 於 1 支乾淨試管加約 1 mL 金奈米溶液及 4 mL 蒸餾水，混勻作為試樣溶液。</p> <p>(2) 取 2 支乾淨容槽，一支裝入約 1/2 容積之蒸餾水為參考溶液，另一加入約 1/2 容積之奈米金試樣溶液，以測定光譜。</p> <p>注意：容槽不可用毛刷刷洗，以避免刮損表面，盡量手持容槽上方，以免手汗或污漬黏附器壁，不易擦拭乾淨。</p>	 <p style="text-align: center;">試樣溶液 參考溶液</p>
6	<p>儀器校正歸零</p> <p>分光光譜儀（矽新 SP830/SH-U830(S)）先開機預熱 20 分鐘。按壓『功能切換鍵』，切至 A 吸收度測定。</p> <p>(1) 空機校正 設定波長於 400 nm，按壓「BLANK」，至螢幕顯示吸收度「0.000 A」。</p> <p>(2) 空白溶液校正 將裝有參考溶液之容槽，放置於樣品槽，蓋上儀器蓋，再次按壓「BLANK」，</p>	

	<p>扣除空白液背景值，完成校正。</p> <p>註：每次測定均需以拭鏡紙擦拭容槽外壁再放置於樣品槽內，容槽上標記線應對準儀器上之標線，以固定每次測定之光徑。</p>	
7	<p>奈米金吸收光譜測定</p> <p>(1) 取出參考溶液，改為放置金奈米試樣溶液於樣品槽，測量讀記吸收度。</p> <p>(2) 改設波長為 420 nm，重新置入空白溶液進行校正後，再測試樣溶液之吸收度。</p> <p>(3) 每次增加 20 nm，量測試樣溶液在 400 ~ 700 nm 可見光波長範圍之吸收度。</p> <p>510~540 nm 之波長範圍內，以 5 nm 間隔變換波長。</p> <p>註：每改變一次波長，均要以參考溶液再校正儀器一次。</p>	
8	<p>以吸收度為 Y 軸，測定波長為 X 軸，製作金奈米溶液之吸收光譜圖，並決定其最大吸收波長。</p> <p>註：以 Excel 製作 XY 散佈圖。</p>	
<p>(三) 膠體溶液性質觀察</p>		
9	<p>裝盛約 1 mL 之 1 M NaCl 溶液於試管，以雷射筆為光源分別照金奈米溶液及 NaCl 溶液，觀察廷得耳效應。</p>	
10	<p>將 1 M 之 NaCl 溶液逐滴加入於試管內剩餘的金奈米試樣溶液中，觀察並記錄金奈米溶液之變化。</p>	
11	<p>實驗結束後，確定光譜儀中的容槽均已經取出，關閉儀器電源，蓋上防塵罩。</p> <p>王水與金奈米廢液應倒入指定回收桶，集中處理。</p> <p>所有領取之專用器皿均清洗乾淨並歸還。</p>	