



金奈米粒子之合成及吸收光譜鑑定

2024/03/30 修訂

■ 領取器材

王水清洗

項目	數量	項目	數量
冷凝管	1	測光管	2
50 mL 圓底瓶	1	攪拌子 (ATA點發)	1
不鏽鋼砂浴鍋	2	計時器 (ATA點發)	1
橡皮管	2	棉布手套	2
小三叉夾	1	NBR手套	2
大三叉夾	1	15 mL移液管, $\text{HAuCl}_4(\text{aq})$	共用
滴管與乳帽	1	2 mL刻度吸量, $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3(\text{aq})$	

✓ 先將電磁加熱攪拌器板面以濕抹布擦乾淨



步驟修訂

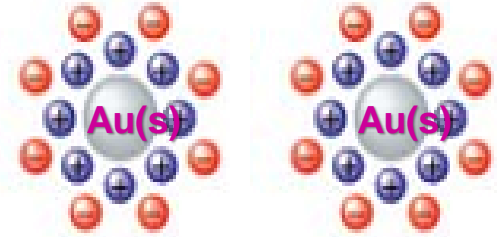
- 步驟7：使用滴管取約2 mL金奈米溶液及8 mL去離子水加入於試管中混合均勻。取約3 mL稀釋溶液裝入測光管，其餘留於試管中
- 步驟9：光譜分析波長在500~540 nm以5 nm間隔



實驗目的與技能

■ 實驗目的

I. 合成不同粒徑金奈米粒子



四氯金酸

檸檬酸鈉



15 mL

還原劑

奈米金 (< 100 nm)

調控檸檬酸鈉用量

單數組 1.8 mL 或 雙數組 1.0 mL

製備不同粒徑奈米金

15 nm 或 33 nm

II. 測定表面電漿子共振吸收波帶 (光譜)

III. 觀察膠體溶液性質 (廷得耳效應)

■ 實驗技能

- 回流加熱裝置、光譜儀、加熱攪拌器、吸量管

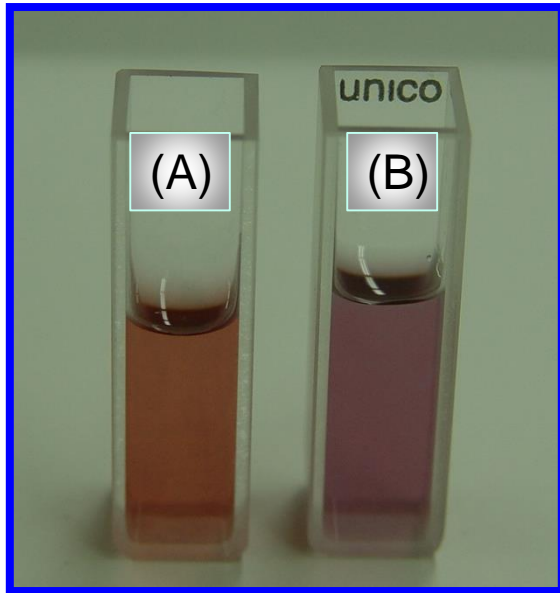


吸收光譜測定－預期光譜

(A) 檸檬酸鈉：1.8 mL

λ_{\max} ：520 nm

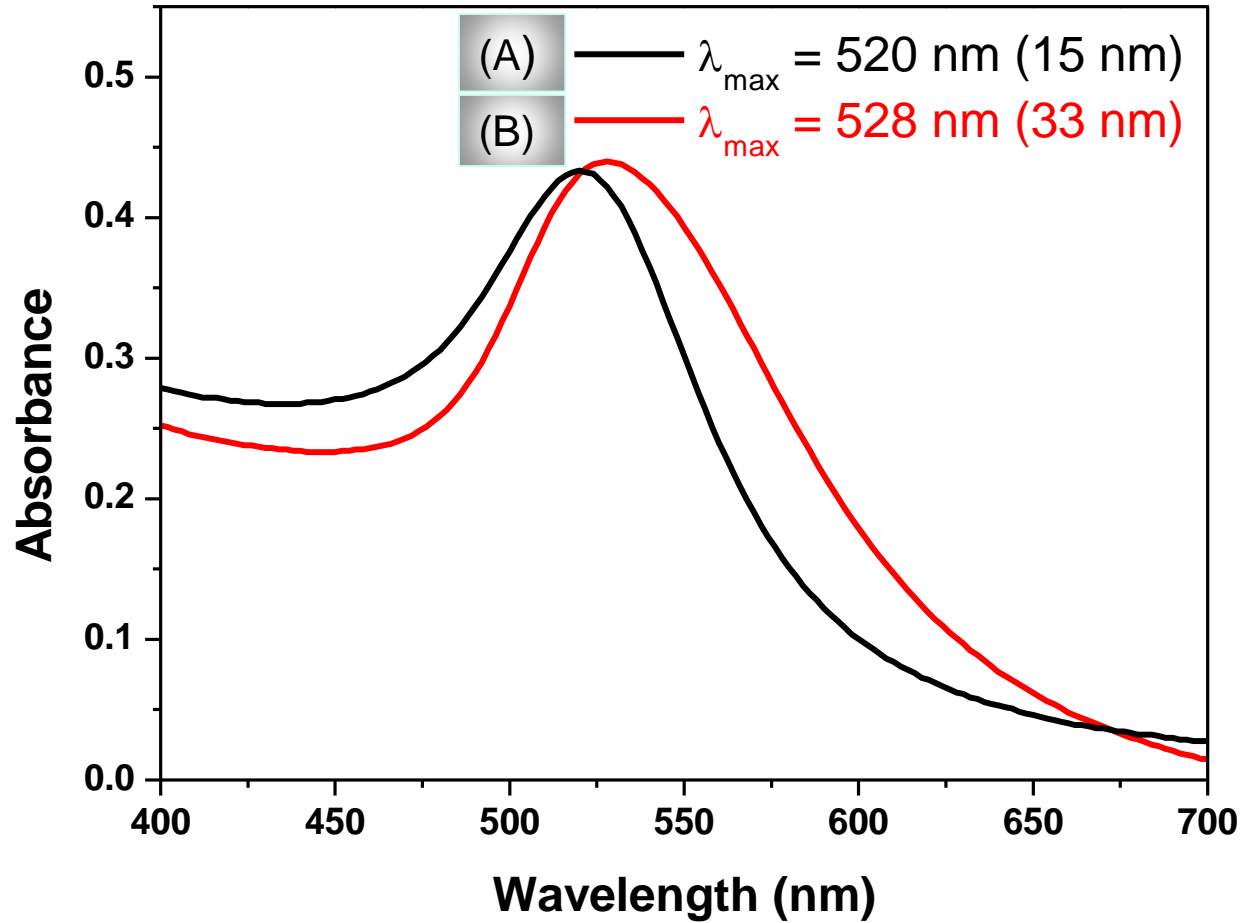
粒徑：15 nm (酒紅色)



(B) 檸檬酸鈉：1.0 mL

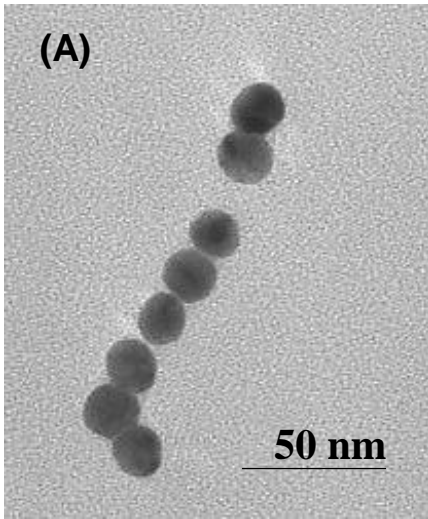
λ_{\max} ：528 nm

粒徑：33 nm (紫紅色)

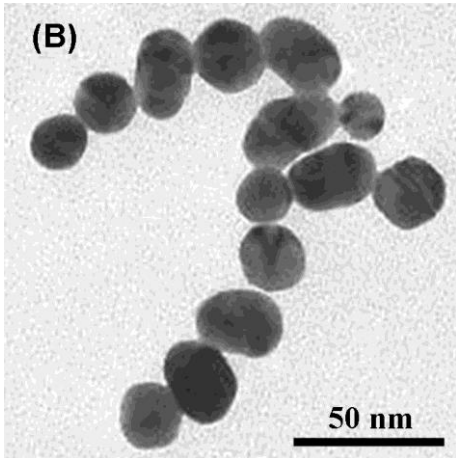




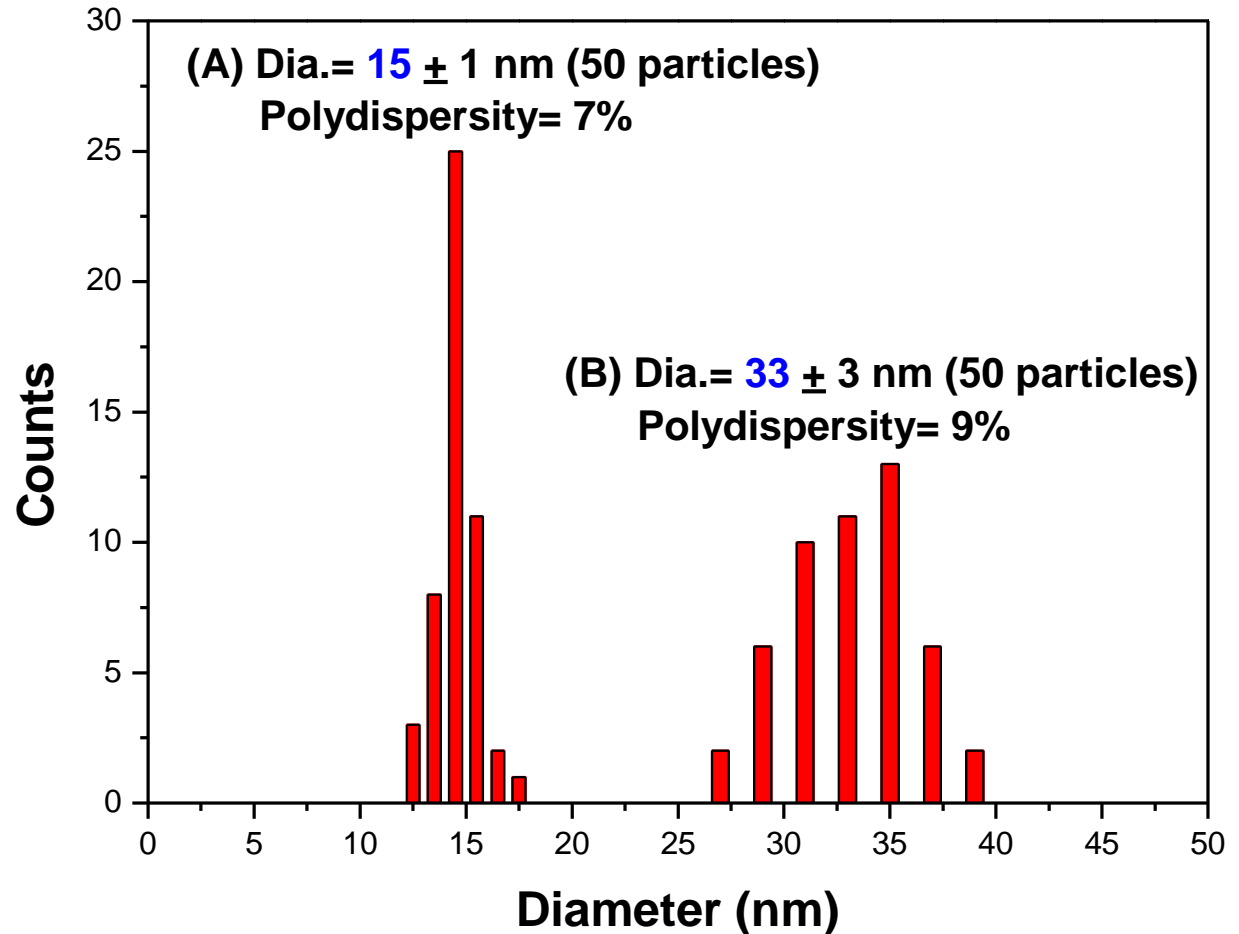
穿透式電子顯微鏡(TEM)觀察粒徑



粒徑較均一



粒徑分布較寬



(A) 檸檬酸鈉：1.8 mL

λ_{\max} ：520 nm

粒徑：15 nm (酒紅色)

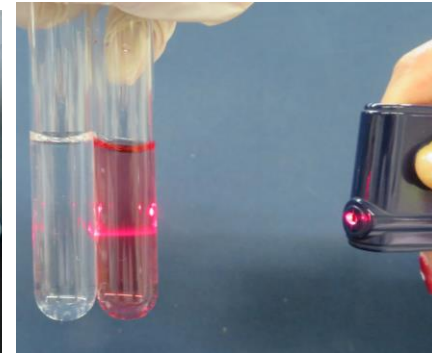
(B) 檸檬酸鈉：1.0 mL

λ_{\max} ：528 nm

粒徑：33 nm (紫紅色)



實驗流程



- I. 以王水洗淨反應器材
- II. 合成金奈米粒子（回流加熱裝置）
- III. 測定金奈米粒子可見光吸收光譜（ λ_{\max} ）
- IV. 觀察膠體溶液性質
 - 廷得耳效應
 - 電解質效應



流程I：王水洗淨反應器材

===以塑膠盆裝待洗器材至排煙=====

- 公用100 mL燒杯配製王水：
5 mL濃 HNO_3 + 15 mL濃 HCl （輪流使用）
- 將王水經共用漏斗分別倒入圓底瓶、冷凝管、2支測光管浸洗內壁及攪拌子
- 去離子水淋洗器材沖除王水一次（冒酸煙）

===出排煙櫃=====

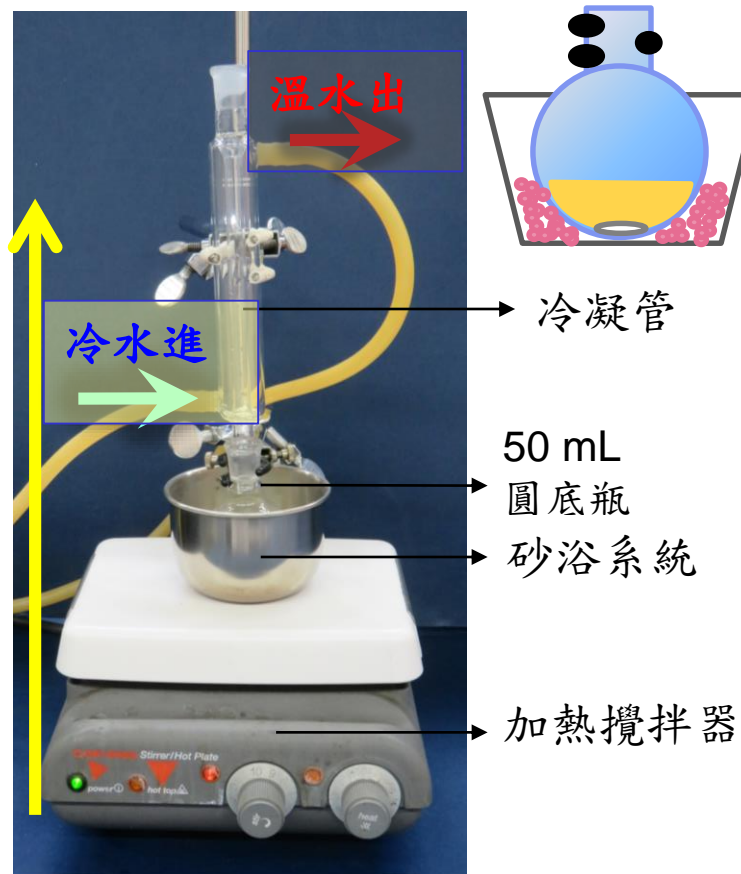
- 用1 L燒杯裝大量去離子水，清洗整組器材5次，避免王水殘留
- 倒置器材以滴乾水分



✓ 王水腐蝕性強，戴NBR手套於排煙櫃操作



流程 II：架設回流加熱裝置



- 移液管取15 mL $\text{HAuCl}_4(\text{aq})$ 於圓底瓶
- 以小三叉夾固定圓底瓶瓶頸
- 圓底瓶放進空的鋼杯，貼至底部
- 加入攪拌子，調整位置與轉速以順利攪拌
- 加裝冷凝管並以大三叉夾固定不歪斜
- 冷卻水：
 - 橡皮管沾水，深接到螺紋底
 - 冷卻水下進上出
 - 加熱前先充滿水，再調小水量
- 鋼杯中加入適量海砂至與液面等高
- 檢查電源線及橡皮管勿觸加熱板

- ✓ 加熱板先以濕抹布擦拭
- ✓ 由下往上架設
- ✓ 橡皮管及電線不要碰觸到加熱板

經助教檢查後再進行加熱！



流程 II：加入還原劑進行反應



- 當溶液劇烈沸騰時，保持快速均勻攪拌
- 以2 mL公用吸量管取檸檬酸鈉1.8 mL（單）或1.0 mL（雙）自冷凝管上端垂直插入深處置中快速加入（吸球E閥）
- 觀察記錄溶液顏色隨時間之變化（觀察至少2分鐘後再歸還公用吸量管）



流程II-3：加熱反應並冷卻

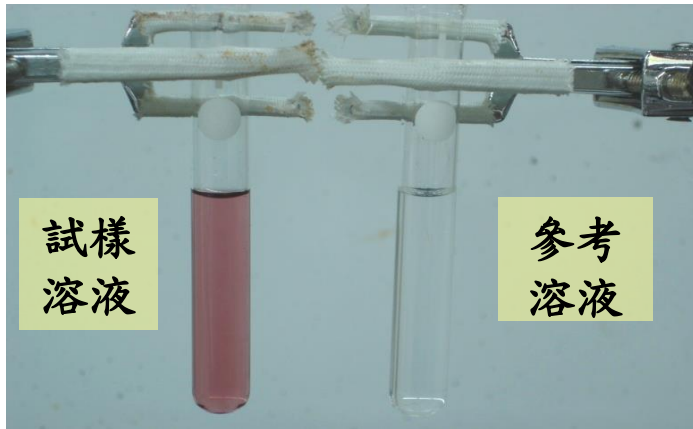


- 持續加熱及攪拌10分鐘
- 關閉加熱電源，停止加熱
- 移除砂浴系統，再繼續攪拌冷卻15分鐘（可用水浴降溫）

✓ 此時加熱板極高溫，移除砂浴系統時應戴兩層棉布手套，以免燙傷



流程III：吸收光譜待測溶液



- 在試管內稀釋，加入約 2 mL 金奈米溶液及 8 mL 去離子水
 - 取約 3 mL 裝入測光管作為光譜測定的試樣溶液
 - 其餘溶液留在試管內作為觀察膠體溶液性質的試樣溶液
- 另取一支測光管裝相似高度的去離子水作為光譜測定的空白溶液

- ✓ 測光管不可以毛刷刷洗
- ✓ 測定前以拭鏡紙擦拭測光管外壁，保持標線朝固定方向



流程III：吸收光譜測定

■ 儀器校正及測定

- (1) 熱機15分鐘、選在A模式
- (2) 設定波長至400 nm
- (3) 按【BLANK】，完成設定



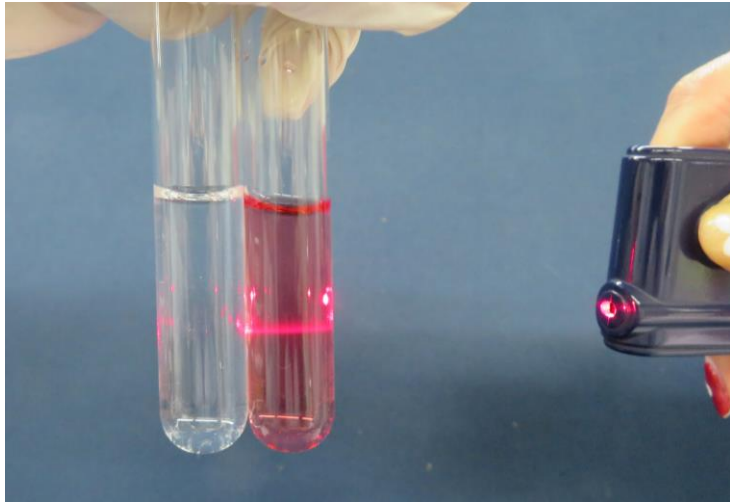
- (4) 置入參考溶液，按【BLANK】扣除背景值
- (5) 置入試樣溶液讀記吸收度 (Abs)
- (6) 改變分析波長 (420 nm)

每次變換波長均需按BLANK扣除背景值

- 400 ~ 700 nm：以每20 nm 為間隔測吸收度
- 500 ~ 540 nm：改為5 nm為間隔



流程IV：膠體溶液性質觀察



左：
NaCl(aq) 右：
稀釋之金奈米

NaCl(aq)滴加至金奈米溶液

- 廷得耳效應：膠體粒子造成光線散射
- 電解質
逐滴加入 1 M NaCl 至稀釋之金奈米溶液，觀察溶液因金奈米粒子凝聚過程之顏色變化



實驗注意事項 (完整報告)

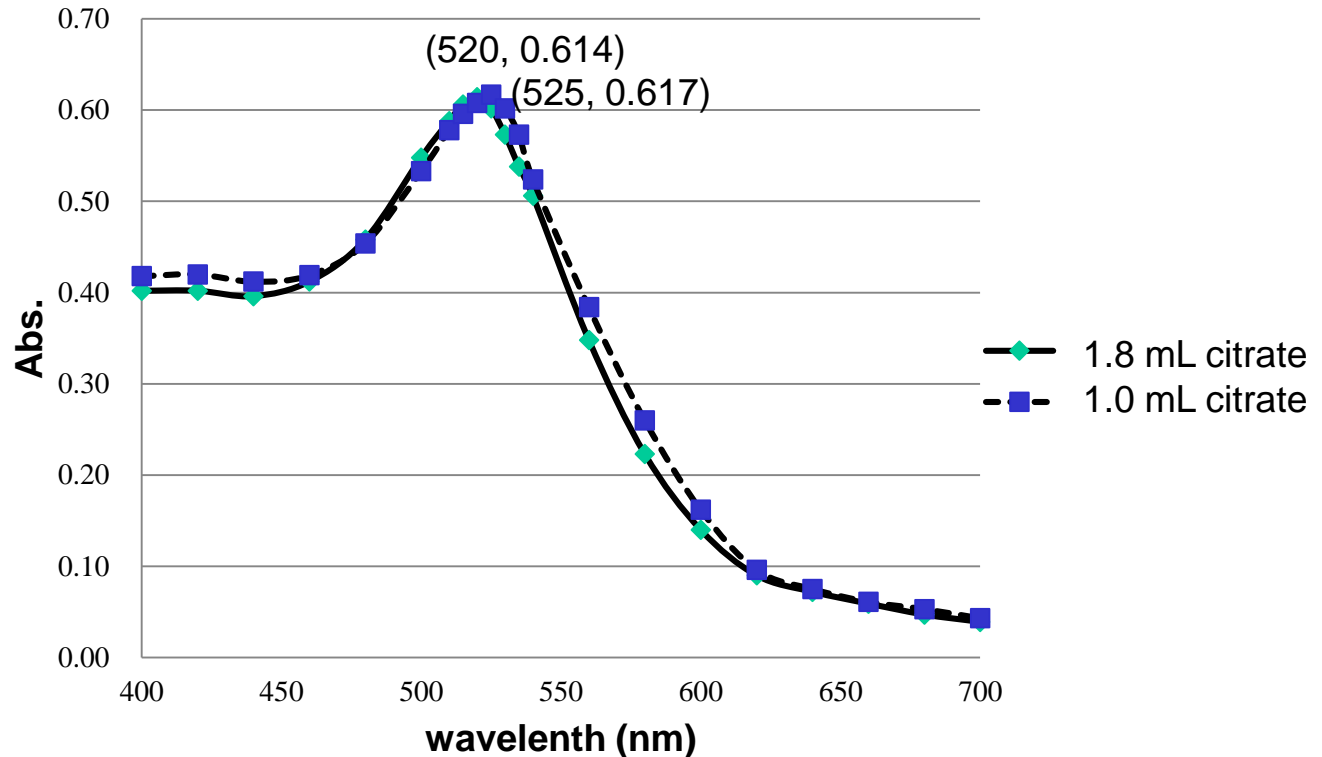
- 可裝部分金奈米原液於樣品瓶，攜回做紀念
- 含金廢液倒於金奈米指定回收瓶
- 實驗後圓底瓶、攪拌子、測光管、冷凝管以清水沖洗乾淨即可，留給下一實驗班以王水清洗
- 測光管交還置於講桌試管架勿遺留於光譜儀內
- 攪拌子及計時器交給助教點還
- 加熱攪拌器擦拭乾淨，確實清點齊器材，椅凳收於實驗桌下



實驗報告數據表與作圖

λ (nm)	1.8 mL	1.0 mL
400	0.402	0.418
420	0.402	0.420
440	0.396	0.412
460	0.412	0.419
480	0.458	0.454
500	0.548	0.533
510	0.588	0.578
515	0.606	0.596
520	0.614	0.608
525	0.602	0.617
530	0.573	0.602
535	0.538	0.573
540	0.506	0.524
560	0.348	0.384
580	0.223	0.260
600	0.140	0.162
620	0.090	0.096
640	0.072	0.075
660	0.059	0.061
680	0.047	0.053
700	0.039	0.043

不同粒徑金奈米粒子吸收光譜圖



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



探索實驗

