



金奈米粒子之合成及光譜鑑定

2025/02/09 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
25 mL 圓底瓶	1	攪拌子 (助教點發)	1
不鏽鋼杯	2	計時器 (助教點發)	1
橡皮管	2	棉布手套	2
小三叉夾	1	NBR手套	2
大三叉夾	1	10 mL刻度吸量管取 $\text{HAuCl}_4(\text{aq})$	共用
滴管與乳帽	1	2 mL刻度吸量取 $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7(\text{aq})$	

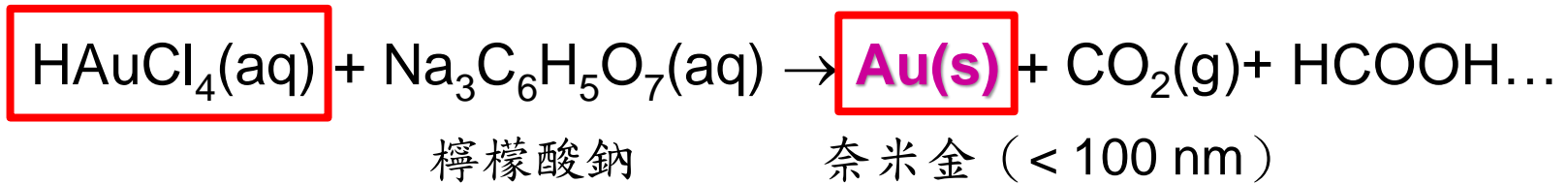
✓ 先將加熱攪拌器板面以濕抹布擦乾淨



實驗目的與技能

■ 實驗目的

I. 合成不同粒徑金奈米粒子 (gold nanoparticles, Au-NP)

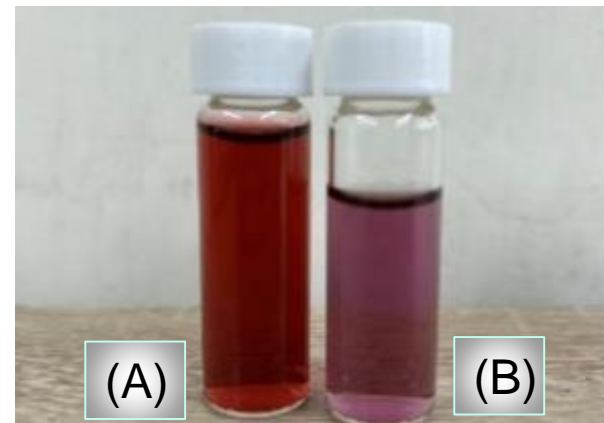


II. 測定表面電漿子共振 (surface plasmon resonance, SPR) 光譜

III. 觀察膠體溶液性質

■ 實驗技能

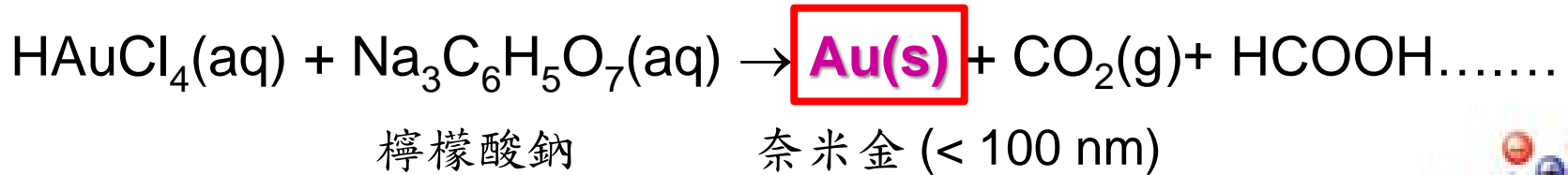
- 回流加熱裝置
- 加熱攪拌器
- 光譜儀
- 吸量管



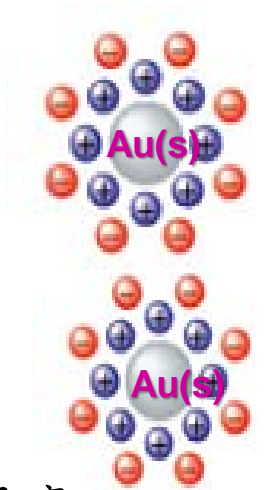


實驗原理

- 調控還原劑檸檬酸鈉濃度，合成不同粒徑金奈米粒子



	(A) 單數組	(B) 雙數組
檸檬酸鈉濃度 (mM)	38.8	19.4
金奈米粒子粒徑 (nm)	13	24



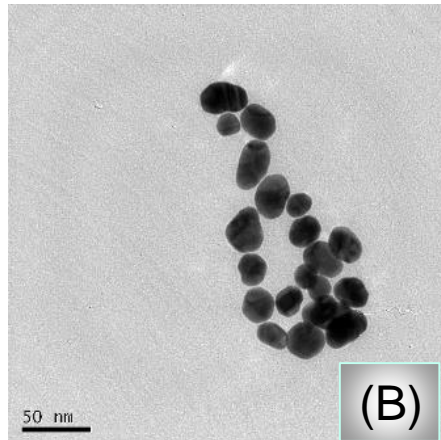
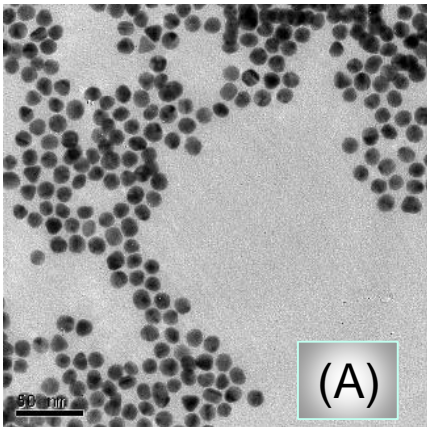
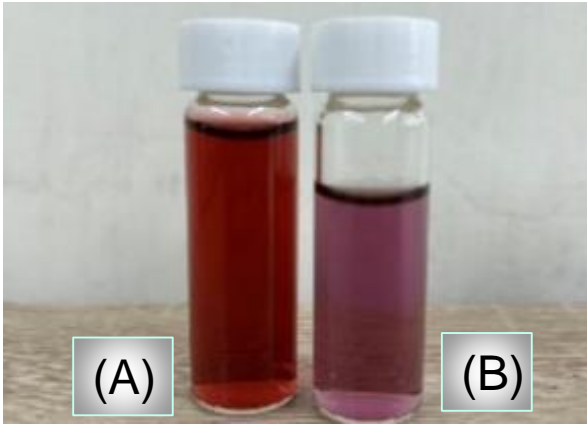
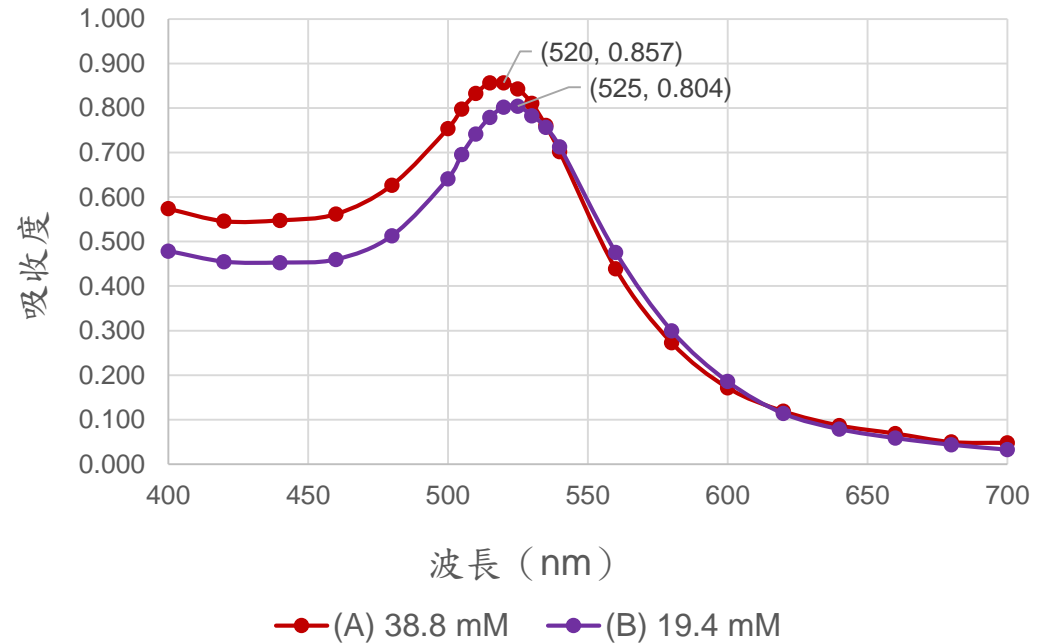
* 8.0 mL 之 1 mM HAuCl₄(aq) 與 1.0 mL 之 Na₃C₆H₅O₇(aq) 反應

- 金奈米粒子粒徑大小、形狀等，影響表面電漿子共振光譜
- 金奈米粒子具膠體溶液（溶質粒徑1-1000 nm）特性
 - 廷得耳效應：膠體粒子散射光線
 - 電解質或加熱可讓膠體粒子凝聚成大顆粒而沉降，破壞膠體



預期光譜及TEM粒徑分析

金奈米之吸收光譜



(A) 38.8 mM 檸檬酸鈉
 λ_{\max} : 520 nm
粒徑 : 13 nm (酒紅色)

(B) 19.4 mM 檸檬酸鈉
 λ_{\max} : 525 nm
粒徑 : 24 nm (紫紅色)



實驗流程

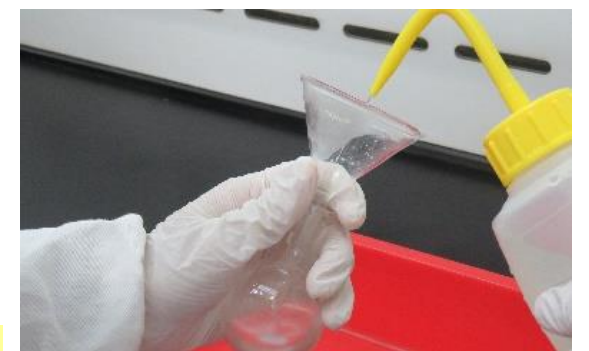
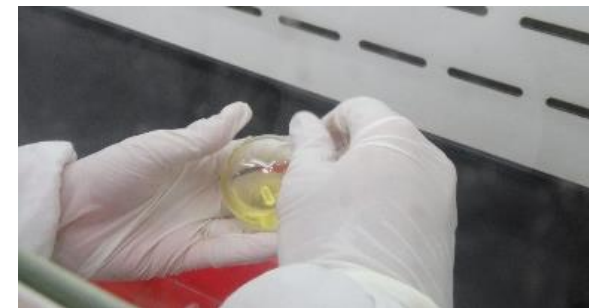


- I. 以王水洗淨反應器材
- II. 回流加熱合成金奈米粒子
- III. 測定金奈米粒子吸收光譜 (λ_{\max})
- IV. 觀察膠體溶液性質
 - 廷得耳效應
 - 電解質效應



步驟1：王水洗淨反應器材

- 以塑膠盆裝待洗器材至排煙櫃
 - 於100 mL燒杯配製王水中：
5 mL濃 HNO_3 + 15 mL濃 HCl
 - 將王水經漏斗依序倒入圓底瓶、冷凝管、2支測光管，浸洗內壁及攪拌子
 - 去離子水淋洗器材一次初步沖除王水（冒酸煙）
 - 帶清洗器材回實驗桌
-
- 用大燒杯裝去離子水，充分清洗整組器材數次，避免王水殘留
 - 倒置器材以滴乾水分

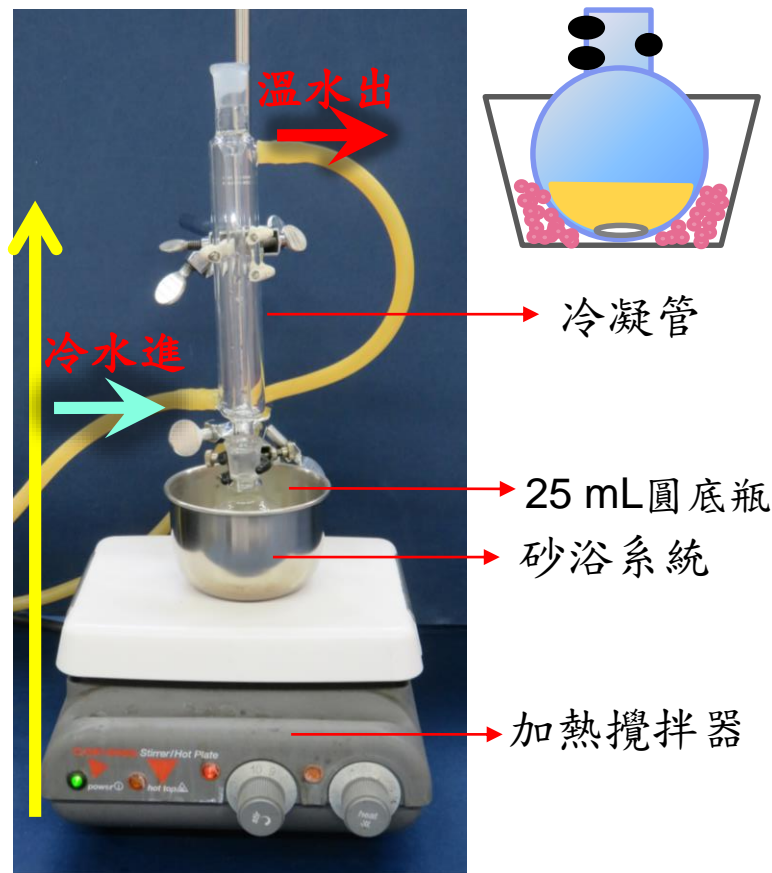


✓ 王水腐蝕性強，戴NBR手套於排煙櫃操作

初步沖洗



步驟2.1：架設回流加熱裝置



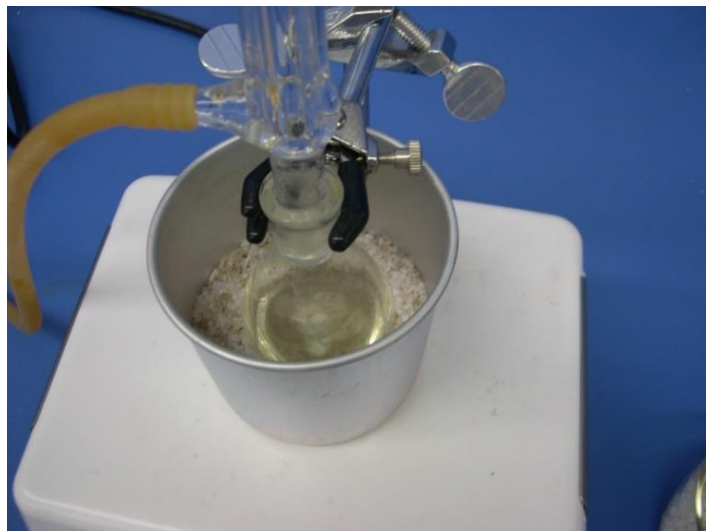
- 吸量管取8.0 mL $\text{HAuCl}_4(\text{aq})$ 於圓底瓶
- 以小三叉夾固定圓底瓶瓶頸
- 圓底瓶放進空的鋼杯，貼至杯底部
- 加入攪拌子，調整圓底瓶位置與轉速以順利攪拌
- 加裝冷凝管並以大三叉夾固定
- 冷凝管：
 - 橡皮管沾水，深接到螺紋底部
 - 冷卻水下進上出
 - 讓冷凝管充滿水，再調小水量
- 鋼杯中加入適量海砂至與液面等高
- 檢查電源線及橡皮管勿觸及加熱板

- ✓ 加熱板先以濕抹布擦拭
- ✓ 由下往上架設
- ✓ 橡皮管及電線不要觸及加熱板

經助教檢查後再進行加熱！



步驟2.2：加入還原劑進行反應



加熱至沸騰



加入檸檬酸鈉



觀察顏色變化

- 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1.0 mL檸檬酸鈉（38.8或19.4 mM）
- 自冷凝管上端快速加入
- 觀察記錄溶液顏色隨時間之變化，至顏色不再變化再歸還吸量管



步驟2.3：加熱完成反應



加熱反應



移除砂浴



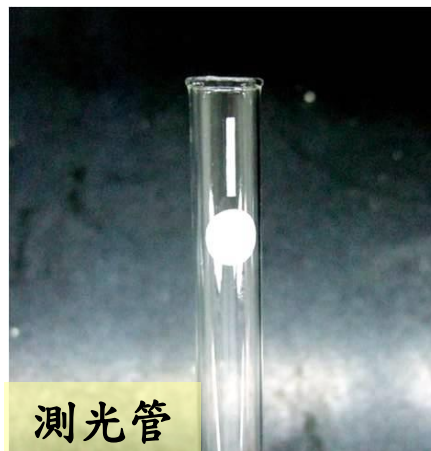
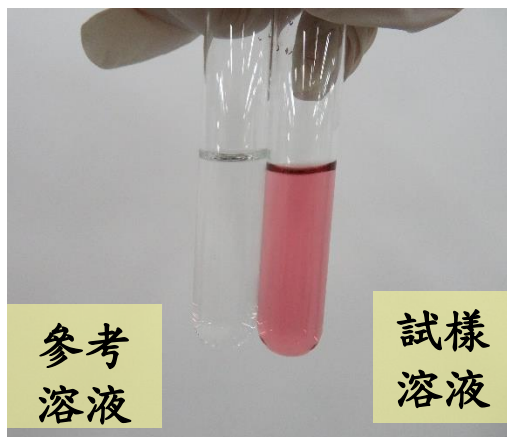
可水浴降溫

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

✓ 加熱系統溫度高，移除砂浴時應戴棉布手套，以免燙傷



步驟3.1：準備吸收光譜待測溶液



- 在試管內加入約 2 mL 金奈米溶液及 8 mL 去離子水混合均勻
 - 測光管內裝約 1/3 高度稀釋試樣溶液
 - 試管內剩餘溶液留作膠體性質測試
- 另取一支測光管裝 1/3 高度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



步驟3.2：吸收光譜測定

儀器校正及吸收度測定

- (1) 開機熱機15分鐘
- (2) 清空樣品槽
- (3) 設定波長為 400 nm
- (4) 功能設A模式
- (5) 按壓「BLANK」，完成設定



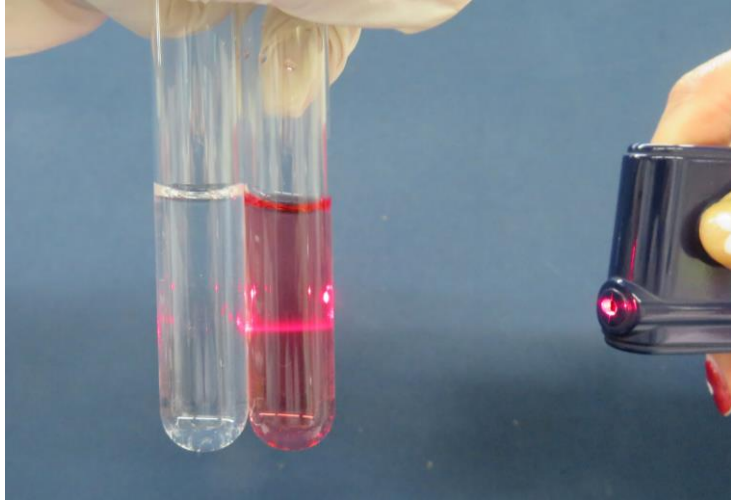
-
- (6) 置入參考溶液，按壓「BLANK」，扣除背景值
 - (7) 置入試樣溶液，讀記吸收度 (Abs)
 - (8) 改變分析波長 (420 nm)，重複(6)~(7)

變換波長均需按壓「BLANK」，扣除背景值

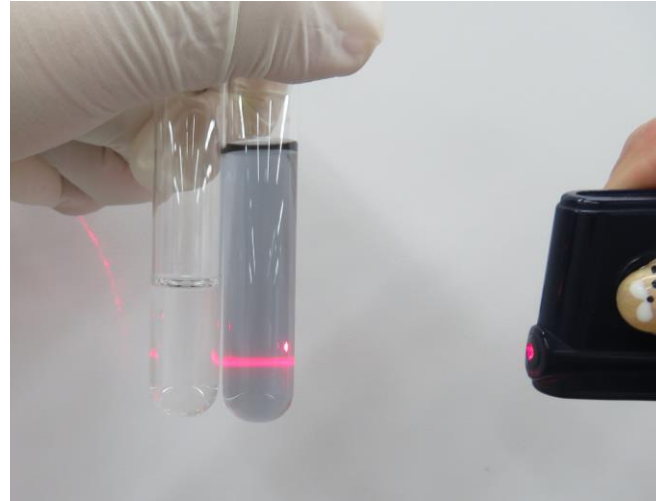
- ✓ 400 ~ 700 nm：以每20 nm 間隔，測吸收度
- ✓ 500 ~ 540 nm：改為5 nm間隔



步驟4：膠體溶液性質觀察



左管：
NaCl(aq) 右管：
稀釋之金奈米



滴加NaCl(aq)至金奈米溶液



金奈米溶液

- 取半試管NaCl(aq)，以紅光照射奈米金及NaCl溶液觀察廷得耳效應
- 逐滴加入NaCl(aq)至試管中稀釋之金奈米溶液，觀察溶液顏色變化



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
- 含金廢液及王水分別倒入指定回收瓶
- 圓底瓶、攪拌子、測光管、冷凝管以清水沖洗乾淨即可
- 測光管交還於講桌試管架上，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，捲收電源線
- 確實清點齊器材，椅凳收於實驗桌下

實驗報告

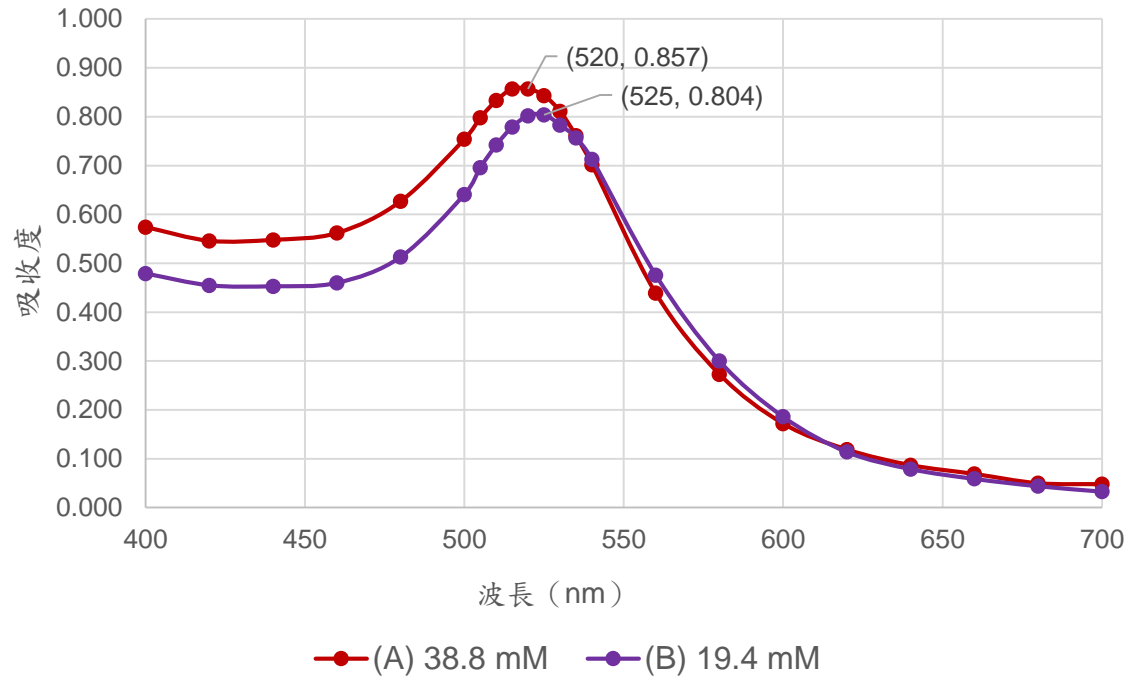
- 實驗紀錄與數據經助教簽核後，下週繳交實驗報告
- 實驗結果報告
 - 預習報告、觀察紀錄、數據紀錄
 - 數據分析與作圖
 - 具體結論與誤差討論



實驗數據分析與作圖

λ (nm)	(A) 38.8 mM	(B) 19.4 mM
400	0.574	0.479
420	0.546	0.455
440	0.548	0.453
460	0.562	0.46
480	0.627	0.513
500	0.754	0.641
505	0.798	0.696
510	0.833	0.742
515	0.857	0.779
520	0.857	0.802
525	0.843	0.804
530	0.811	0.783
535	0.761	0.757
540	0.702	0.713
560	0.439	0.476
580	0.273	0.300
600	0.172	0.186
620	0.119	0.114
640	0.087	0.079
660	0.069	0.059
680	0.050	0.044
700	0.048	0.033

金奈米之吸收光譜



- 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
- 選擇帶有平滑線的XY散佈圖作圖
- 標示最大吸收波長
- 附Excel數據表及作圖於實驗報告