

VII Jornades d'actualització científica

Àrea de Ciències

Dimecres 4 de febrer de 2009

Nanociència i Nanotecnologia

SINTESE DE NANOCRISTALLS DE PLATA

S.D. Solomon, M. Bahadory, A.V. Jeyarajasingam, S.A. Rutkowsky, C. Boritz, and L. Mulfinger, [*Journal of Chemical Education*, **84**, 322-325, \(2007\)](#).

Objectiu:

Obtenció d'una solució col·loïdal de plata mitjançant la reducció d'una sal de plata amb borohidrur de sodi.

Material:

Bureta de 25 ml

Erlenmeyer de 125 ml

Nitrat de plata

Borohidrur de sodi

Recipient per posar el gel

Agitador magnètic

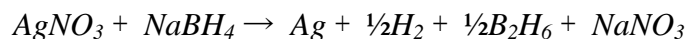
Balança

Procediment previ:

Es preparen 100 mL d'una dissolució 1,0 mM de AgNO_3 (PM 169,87) a partir de 0,17 g de AgNO_3 en 100 mL d'aigua destil·lada.

Es preparen 100 mL d'una dissolució 2,0 mM de NaBH_4 (PM 37,83) a partir de 0,08 g de NaBH_4 en 100 mL d'aigua a 0 °C. Aquesta dissolució s'ha d'utilitzar immediatament ja que descompon a temperatura ambient en pocs minuts.

Protocol de preparació dels nanocristalls



En un erlenmeyer de 125 mL s'afegeixen 30 mL de la dissolució de NaBH_4 anterior refredada amb un bany de gel. Mitjançant una bureta s'afegeix, gota a gota (1 gota/segon), 10 mL de la dissolució de AgNO_3 . La mescla de reacció es torna groc pàl·lid després d'afegir aproximadament 2 mL de la solució de Ag^+ i groc intens en afegir la totalitat del nitrat de plata. S'atura l'agitació i s'extreu la vareta magnètica.

La solució de nanocristalls (veure figura 1) es estable a temperatura ambient, guardada en un vial transparent durant varies setmanes o mesos.

Per agregació, la solució col·loïdal esdevé groc fosc i finalment grisa.



Resultats i discussió

Les condicions de reacció, incloent-hi el temps d'agitació i la quantitat relativa dels reactius deu ser cuidadosament controlat per tal d'obtenir una solució groga col·loidal de plata.

Si es continua agitant un cop acabada l'addició del nitrat de plata els nanocristalls començaran a agregar-se, observant-se un canvi de color, primer cap al groc fosc per finalment assolir un color violeta i finalment gris d'aquest últim es podrà observar, finalment, l'aparició d'un precipitat de plata metàl·lica.

Una observació similar pot veure's si es para l'agitació abans d'afegir tot el nitrat de plata.

S'ha determinat que la concentració de borohidruir de sodi ha de ser el doble de la concentració de plata. Petites variacions de les proporcions de borohidruir fan que les dispersions dels nanocristalls descomponguin en menys d'una hora.

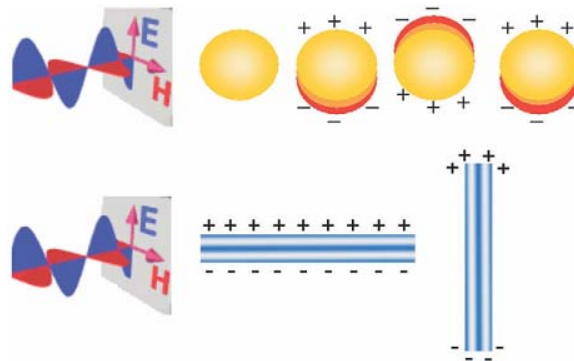
[NaBH ₄]/[AgNO ₃]	Estabilitat (temps, min)
2,0	Estable
2,1	~ 30
1,9	~ 20
1,8	~ 5

Caracterització dels nanocristalls de Ag.

Una manera senzilla de comprovar la presència de nanocristalls, es fer passar el feix d'un punter làser per totes les solucions preparades anteriorment. Les solucions de AgNO₃ i NaBH₄ deixen passar la llum sense interferir mentre que les dispersions col·loïdals de Ag mostren un el feix al seu traves. Això es degut a la dispersió de la llum en xocar contra els nanocristalls de plata a la dispersió.

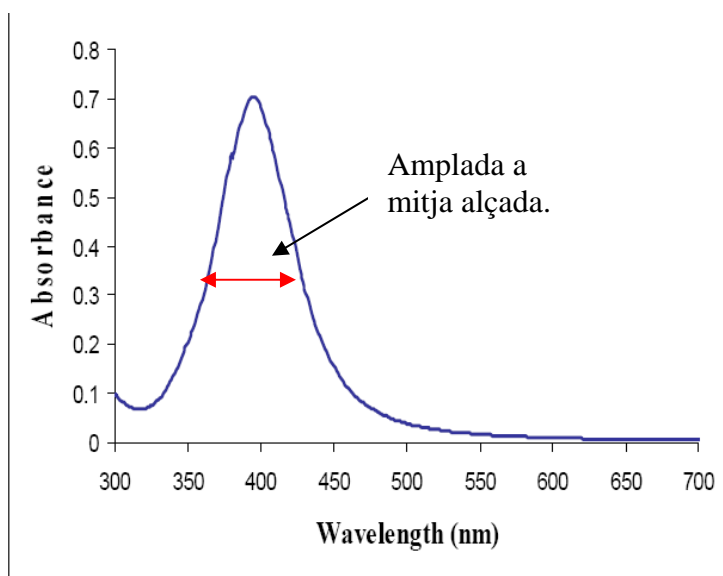
Les dispersions de nanocristalls es poden estudiar mitjançant espectroscòpia UV-VIS.

Els colors distintius de les dispersions de nanocristalls de Ag es degut a un fenomen anomenat absorptància de plasmó. La llum incident sobre un nanocristall crea una oscil·lació dels electrons de conducció a la superfície del nanocristall i per aquest motiu i ha una absorptància de la radiació electromagnètica.



L'espectre d'una dispersió col·loidal de nanocristalls de plata es mostra a la següent figura:

Com es pot observar, L'espectre d'absorció mostra un màxim a prop de 400 nm degut a l'absorció del plasmó.



Es pot determinar la mida dels nanocristall de Ag. Mesurant l'amplada de l'absorció de plasmó a mitja alçada (APMA). Per diferent preparacions o solucions de nanocristalls deixats envellir.

La següent taula mostra la relació de l'APMA, λ_{\max} i la mida dels nanocristalls.

Mida nanocristall, nm	λ_{\max} , nm	APMA, nm
10-15	395-405	50-70
35-50	420	100-110
60-80	438	140-150

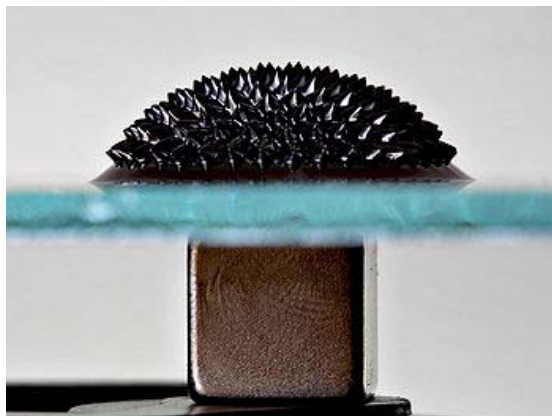
Estabilitat de les dispersions.

Es pot comprovar l'estabilitat de les dispersions de nanocristalls de Ag, amb els següents experiments.

- a) Afegir unes gotes d'una dissolució 0,1M de NaCl sobre 2 mL de la dispersió col·loïdal de Ag. En afegir la solució de NaCl es pot observar un canvi de color, enfosquin-se la solució fins obtenir-se, finalment, un precipitat de Ag.
- b) Afegir unes gotes d'una dissolució 0,1M de HCl sobre 2 mL de la dispersió col·loïdal de Ag. En afegir el HCl s'observa la desaparició del color groc i la formació d'una solució transparent i incolora que a mes a mes no mostra efecte Tindall amb la llum laser.

PREPARACIÓ I PROPIETATS D'UN FERROFLUÏD AQUÒS

Enzel, Patricia; Adelman, Nicholas B.; Beckman, Katie J.; Campbell, Dean J.; Ellis, Arthur B.; Lisensky, George C. *J. Chem. Educ.* **1999** 76 943.



Objectiu:

Preparació d'un ferrofluid a partir de solucions de Fe^{2+} i Fe^{3+} en medi amoniacal.

Material:

Bureta de 25 ml

Vas de precipitats de 250 ml

Kitasato de 250 mL

Trompa de vuit.

$\text{FeCl}_{3\text{anh}}$

$\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

NH_3 (conc)

HCl (conc)

Hidròxid de tetrametilammoni ($(\text{CH}_3)_3\text{NOH}$)

Agitador magnètic

Balança

Iman de neodimi.

Procediment previ:

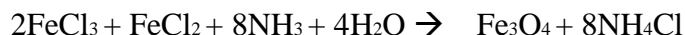
Es prepara 1 L d'una dissolució d'HCl 2M. Es dilueixen fins 1 L d'aigua, 176 ml d'HCl conc (35%).

Es preparen 100 mL d'una dissolució 2,0 M de FeCl_2 en HCl 2M. Es dissolen 39,76 g de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 100 mL d' HCl 2M.

Es preparen 100 mL d'una dissolució 1,0 M de FeCl_3 en HCl 2M. Es dissolen 16,21 g de $\text{FeCl}_3 \text{anh}$ en 100 mL d' HCl 2M.

Es preparen 1 L d'amoníac 0,7 M. Es dilueixen fins 1 L d'aigua, 48 mL d'amoníac concentrat.

Protocol de preparació del ferrofluid

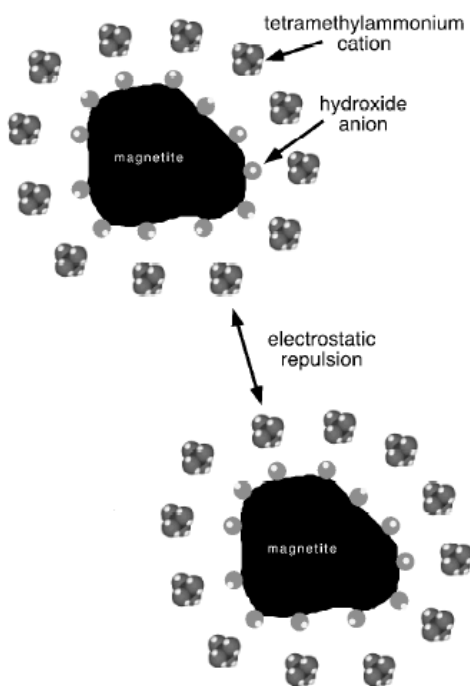


En un vas de precipitats de 100 mL, es combina 1,0 mL de la solució de FeCl_2 amb 4 mL de la solució de FeCl_3 . Es col·loca una vareta magnètica i s'agita vigorosament. S'afegeix lentament mitjançant una bureta 50 mL de la solució 0,7 M d'amoníac. En afegir l'amoníac s'observa l'aparició immediata d'un precipitat negre de magnetita (Fe_3O_4). En afegir la totalitat de l'amoníac es para l'agitació i es deixa reposar el precipitat durant 10 min. A continuació es decanta el líquid que sobreneda i el líquid resultant es centrifuga 1 min a 1000 rpm. Es decanta el sobrenedant després de la centrifugació. El producte sòlid obtingut es magnetita (Fe_3O_4).

Sobre aquest sòlid pastos s'afegeixen 8 mL de hidròxid de tetrametilamoni ($(\text{CH}_3)_3\text{NOH}$) i s'agita amb una vareta de vidre, fins que el sòlid quedi completament dispersat. El líquid resultant s'aboca sobre un kitasato de 250 mL, al que s'afegeix una vareta magnètica i un tap. La mescla s'agita magnèticament 30 min, mentre es fa el vuit amb una trompa per tal d'eliminar el NH_3 en excés de la solució.

El ferrofluid resultant es pot abocar sobre un vas de precipitats, tenint cura de extreure la vareta magnètica (ull! Aquest ferrofluid taca qualsevol tipus de teixit permanentment.)

Es pot comprovar el seu magnetisme amb un iman de neodimi.



Estabilització de les nanopartícules