



Sintesi di Nanoparticelle d'Oro



I materiali di NANOLAB, inclusa la presente scheda, sono proprietà degli autori di NANOLAB (www.nanolab.unimore.it) e distribuiti con [licenza](https://creativecommons.org/licenses/by/3.0/) Creative Commons 3.0 **Versione: 31/07/2012**

Materiale occorrente

N.B. Dal momento che le varie fasi possono essere eseguite in momenti successivi, il materiale necessario a ciascun punto è riportato subito dopo l'intestazione.

Procedimento

Preparazione della soluzione di citrato di sodio (soluzione all'1%)¹

- Citrato di sodio
- Bilancia ($\pm 0,1$ gr)
- Cilindro graduato (50 ml)
- Becher (50 ml)
- Spatola
- Acqua distillata

1. Ponete un becher da 50 ml sulla bilancia e azzerate la tara.
2. Pesate 0,5 gr di citrato di sodio direttamente nel becher.
3. Misurate 50 ml di acqua distillata in un cilindro graduato.
4. Aggiungete l'acqua al citrato di sodio e mescolate fino ad ottenere la soluzione.

Preparazione della soluzione diluita di HAuCl_4

- Occhiali protettivi
- Guanti in lattice
- Carta assorbente o tipo scottex
- Cilindro graduato (250 ml)
- Pipetta graduata (2ml)
- Bottiglia scura (>250 ml)
- Soluz. concentrata di HAuCl_4 (2ml)
- Acqua distillata



Attenzione! Per quanto diluito l' HAuCl_4 è sempre un acido!

1. Con una pipetta graduata prendete 2ml^2 di soluzione concentrata di HAuCl_4 .

¹ Quantitativo sufficiente per 5-6 gruppi.



2. Versateli in una bottiglia scura (capienza circa 300 ml).
3. Misurate 250 ml di acqua distillata in un cilindro graduato.
4. Versateli nella bottiglia assieme alla soluz. concentrata
5. Tappate ed agitate.
6. Quello che non utilizzerete al passo successivo può essere riposto avvolgendolo la bottiglia ben tappata in un foglio di alluminio.

Sintesi delle nanoparticelle d'oro

- Occhiali protettivi
- Guanti in lattice
- Carta assorbente o tipo scottex
- Piastra scaldante con agitatore magnetico + barretta magnetica
- Sonda di temperatura (opzionale)
- Pipetta graduata (25ml)
- Bottiglia scura (>250 ml)
- Soluz. diluita di HAuCl_4 (20 ml)
- Sonda di temperatura
- Pinze di legno o presina

1. Prendete 20 ml di soluzione d'oro diluita e versateli in una beuta.
2. Ponete la beuta sulla piastra di un agitatore magnetico dopo aver inserito nel recipiente l'apposita barretta magnetica e la sonda di temperatura.
3. Impostate una velocità medio bassa e una temperatura sui 150/180°C.



Attenzione! Non impostate una velocità troppo alta o la beuta schizzerà via con tutto il suo contenuto!

4. Portate fin quasi all'ebollizione. Quando appaiono le prime bollicine e la temperatura della soluzione ha oltrepassato gli 80/85° C, versate nella soluzione d'oro 2 ml di soluzione di citrato di sodio con una pipetta pasteur.
5. Abbassate la temperatura della piastra attorno ai 100°C e attendete qualche minuto. La soluzione virerà dal colore giallo pallido iniziale fino al rosso, passando attraverso il grigio ed il violetto. Annotate le vostre osservazioni man mano che la sintesi procede nella tabella sottostante **segnando colore e tempo intercorso.**

²Le dosi si riferiscono ad una soluzione concentrata ottenuta con 0,5 gr di $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in 50 ml di acqua distillata. La quantità di soluzione diluita che così si ottiene serve per 11-12 gruppi e quella inutilizzata può essere riposta per uso futuro.



6. **A fine sintesi** date una stima approssimativa delle lunghezze d'onda (nm) corrispondenti al colore riflesso e a quello assorbito. Aiutatevi con uno schema della radiazione visibile che potete trovare sul vostro libro di testo o in rete.

	Colore della soluzione di H _{Au} Cl ₄ (prima della reazione)	Colore immediata mente dopo l'aggiunta del citrato	Colore intermedio	Colore intermedio	Colore finale
Colore					
λ assorbito(nm)					
λ riflesso (nm)					
T (sec) intercorso dopo l'aggiunta del citrato					

- Spiegate per quale motivo si possono notare colori intermedi durante la reazione.
.....
.....
- Cosa potete dire delle dimensioni delle diverse nanoparticelle e nanoclusters basandovi sul solo colore?
.....
.....

Test per provare la formazione del colloide - effetto Tyndall.

- Latte intero (poche gocce)
- Sale fino
- 2-3 bicchieri trasparenti
- Gelatina
- Acqua distillata
- Puntatore laser

Per confermare la presenza di nanoparticelle d'oro nel campione precedentemente sintetizzato



potete utilizzare un puntatore laser. A differenza delle soluzioni infatti i colloidi sono costituiti da particelle sufficientemente piccole per rimanere in sospensione ma abbastanza grandi da produrre la dispersione di un raggio luminoso (effetto Tyndall).

Confrontate cosa accade al raggio laser quando attraversa la soluzione d'oro (giallo paglierino) ed il nano oro (rosso). Osservate la provetta lateralmente: come vi appare il fascio? Provate a cambiare punto di vista e osservate attentamente.

Potrete poi testare tale metodo su diverse altre sostanze (vedi tabella). Registrate le vostre osservazioni nella tabella sottostante individuando i colloidi.



Attenzione! Il raggio laser non deve MAI colpire gli occhi, neanche di riflesso!

Campione	Effetto osservato	Ulteriori commenti	E' un colloide?
Acqua distillata			
Oro iniziale (colore paglierino)			
Oro sintetizzato in classe (col rubino)			
Latte diluito con acqua ³			
Sale disciolto in acqua ⁴			
Gelatina			

1) Riassumete le principali differenze tra colloide, soluzione e sospensione.

.....

2) Spiegate in modo dettagliato perché la presenza di nano particelle può essere confermata usando una penna laser.

.....

³ Usate due gocce di latte in 150 mL di acqua distillata. Provate ad aggiungere nuove gocce: che accade?

⁴ Dopo aver mescolato e disciolto il sale lasciate riposare in modo che non vi siano bolle d'aria



3) Elencate alcuni colloidi naturali

.....
.....

4) Individuate nuovi esempi da aggiungere alla lista e proporre ai vostri compagni per il test.

.....
.....

5) Avete consigli su come migliorare la procedura sperimentale?

.....
.....

Smaltimento

A fine esperimento, se non lo utilizzate per successivi esperimenti, riponete il colloide d'oro in una bottiglia scura.

Crediti: Questa esercitazione è stata parzialmente adattata dall'esperimento **PROCEDURA DI SINTESI PER GLI STUDENTI- ESPERIMENTO C: SENSORE COLORIMETRICO D'ORO** <http://nanoyou.eu/>

Esercizi

Esercizio 1

Nell'immagine sottostante sono riportate soluzioni colloidali di nano gusci sferici d'argento con interno d'oro. Tali soluzioni (le otto provette a destra) a seconda delle dimensioni delle nanoparticelle assorbono diverse lunghezze d'onda della luce visibile. All'estrema sinistra viene utilizzato come termine di paragone il colloide d'oro (rosato). Stimare la lunghezza d'onda assorbita e le dimensioni medie dei gusci. Motivate dettagliatamente il vostro risultato.



(Fonte: K.-T. Yong et al. / Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 290 (2006) 89–105)