



Nanoparticelle - 1. Sintesi di nanoparticelle d'oro

Versione: 22/08/2013



I materiali di NANOLAB, inclusa la presente guida, sono proprietà degli autori di NANOLAB (www.nanolab.unimore.it) e distribuiti con [licenza](#) Creative Commons 3.0

Finalità

- Verificare che il colore di un materiale alla nano-scala si modifica
- Richiamare ed applicare concetti di ottica relativi alla percezione del colore: distinzione tra assorbimento e riflessione della luce, la diffusione luminosa
- Approfondire l'interazione luce – materia alla nano-scala introducendo il concetto di risonanza plasmonica
- Richiamare ed applicare concetti di riduzione ed ossidazione

Caratteristiche



Può essere svolto con mezzi semplici, per una dimostrazione immediata del fenomeno analizzato, con un alto impatto spettacolare. Si presta perciò a dimostrazioni d'aula e a contesti esterni al laboratorio scolastico, quali dimostrazioni pubbliche.



Dal sito www.nanolab.unimore.it, nella corrispondente sezione, è possibile scaricare **la Guida didattica completa** in cui sono raccolti e descritti in modo integrato tutti gli esperimenti dell'area tematica **"nanoparticelle"**. Al suo interno troverete suggerimenti e commenti didattici, istruzioni di montaggio dettagliate, allestimenti o procedure alternativi, indicazioni esaurienti per l'acquisto dei materiali necessari, in aggiunta alle normali attrezzature di laboratorio, e l'eventuale software di simulazione e di elaborazione dati. Sono inoltre offerte proposte di diversi contesti didattici in cui l'esperimento può essere inserito e rimandi ai materiali di approfondimento (link esterni e background reading).



Cosa osservare

L'esperimento mostra come sia possibile sintetizzare nanoparticelle d'oro tramite riduzione da citrato di sodio partendo da una soluzione di HAuCl_4 e successivamente testare la formazione del colloide d'oro tramite effetto Tyndall. L'osservazione del cambiamento di colore durante il processo di sintesi permette di monitorare lo stato di aggregazione delle particelle e dedurre informazioni sul corrispondente spettro di assorbimento.

Materiale occorrente (per una singola postazione)

Reagenti chimici

(N.B. Le dosi sotto indicate servono a circa 12 gruppi: ogni gruppo utilizza circa 20 mL di soluzione diluita, che a sua volta si ottiene da 2 mL di soluzione concentrata)

- $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ Tetracloroaurato triidrato (Sigma Aldrich #G4022)
- $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Citrato di sodio (Sigma Aldrich #S4641)
- acqua distillata

Per la soluzione concentrata*

- occhiali di protezione
- guanti in lattice
- vetrino da orologio
- bottiglia scura con tappo (50 mL)
- cilindro graduato (50 mL)
- 0,5 g $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
- bilancia ($\pm 0,01$)¹
- spatola in vetro
- imbuto in vetro
- pellicola d'alluminio
- acqua distillata 50 mL

Per la soluzione diluita**

- 2mL di soluzione concentrata*
- pipetta graduata (2mL)
- bottiglia scura con tappo (300 mL)
- cilindro graduato (100 mL)
- acqua distillata 98 mL
- pellicola d'alluminio

Per la soluzione di sodio citrato

- becker 50 mL
- cilindro graduato 50 mL
- 0,5 gr di citrato di sodio
- bacchetta di vetro
- bilancia ($\pm 0,1$ gr)
- acqua distillata

Per la sintesi del colloide d'oro

- piastra scaldante con agitatore magnetico²

¹ Se non si ha a disposizione una bilancia con tale sensibilità ($\pm 0,1$) è sufficiente. Eventualmente prendete tutto il grammo di $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ e trasformatelo in soluz concentrata raddoppiando la dose di acqua distillata: 100mL. Si conserva anche meglio!

² in alternativa si può usare anche solo una piastra scaldante/fornello a gas con un becker contenente 100 mL di acqua



- 1 magnete a barra per mescolare
- 1 guanto da forno o pinze di legno
- 2 pipette graduate (2mL, 25 mL)
- sonda di temperatura
- 2 mL di soluzione di sodio citrato
- beuta (50 ml)
- 3 pipette pasteur
- 20 mL di soluzione diluita**
- puntatore laser
- becker o provetta trasparente

Per il test sui colloidi

- puntatore laser
- pipetta Pasteur
- sale fino (opzionale)
- becker o provette trasparenti (min 3)
- latte (alcune gocce)
- acqua distillata
- gelatina (opzionale)



Prima di usare tutte le sostanze leggere le schede MSDS.

Utilizzare i prodotti con le normali precauzioni che si adottano per i materiali chimici rispettando le indicazioni sulle schede !

Indossare guanti e occhiali di protezione.

Le sostanze solide non devono essere inalate ed il contatto con pelle, occhi o vestiti dovrebbe essere evitato. Lavarsi accuratamente le mani dopo l'uso.

L'HAuCl₄ * 3H₂O è corrosivo e va maneggiato con cautela.

Una volta diluito se dovesse inavvertitamente venire a contatto con la pelle è sufficiente sciacquarsi con acqua.

Nell'esperimento si fa uso di piastre scaldanti o fornelli: attenzione a non scottarsi.

Protocollo sperimentale

A - I materiali



E' consigliabile preparare con largo anticipo la soluzione di HAuCl₄. La soluzione di sodio citrato si prepara invece il giorno stesso. Per risparmiare tempo, può essere preparata durante la fase di riscaldamento della soluzione di oro.

B - Preparazione della soluzione concentrata



Una volta acquistato il prodotto in forma solida, conviene preparare una soluzione concentrata di HAuCl₄. Opportunamente riposta in una bottiglia scura ben tappata, può durare anni. Con una spatola prendete 0,5 g di HAuCl₄*3H₂O pesandoli su di un vetrino da orologio. Misurate 50 mL di acqua distillata in un cilindro graduato. Aiutatandovi con un imbuto versate l'acqua dal cilindro graduato nella bottiglia facendola scorrere sul vetrino in modo da non perdere neanche un po' del solido (a contatto con l'aria l'HAuCl₄ tende a sciogliersi e ad appiccicarsi al vetrino). Tappate la bottiglia ed agitate a lungo. La soluzione apparirà color giallo pallido.



Attenzione: la sostanza è corrosiva! Non usate spatole di metallo per estrarre il solido dalla boccetta e porlo sul vetrino per pesarlo ! Meglio utilizzare una bacchetta o spatola di vetro. Non appoggiate la polvere direttamente sul piattello della bilancia!



C - Preparazione della soluzione diluita



Con una pipetta graduata aspirate 2 mL della soluzione concentrata e versateli in una bottiglia scura (circa 300 mL di capienza). Con un cilindro graduato misurate e 98 ml di acqua distillata e versateli nella bottiglia (meglio ancora: aggiungete ai 2ml di soluzione acqua distillata in un matraccio fino a raggiungere i 100 ml). Tappate, agitate ed avvolgete in carta d'alluminio.

D - Preparazione della soluzione di citrato di sodio



Preparate una soluzione 1% di trisodio citrato. In un becker da 50 mL pesate 0.5 g di $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Misurate con un cilindro graduato 50mL di acqua distillata. Versate nel becker e mescolate fino alla completa dissoluzione. La soluzione di citrato di sodio va preferibilmente preparata al momento, ma può durare qualche giorno.

E - Riscaldamento



Aspirate con una pipetta graduata 20 mL della soluzione diluita di HAuCl_4 e versateli in una beuta da 50 mL posta su di una piastra scaldante (spenta) dotata di agitatore magnetico. Inserite la barra magnetica per rimescolare all'interno della beuta. Azionate sia l'agitatore magnetico (inizialmente a bassa o media velocità se no rischiate di far schizzare via beuta e contenuto!) che la piastra scaldante (circa 150-180°C). Portate la soluzione ad ebollizione. Eventualmente monitorate la temperatura con una termocoppia (NON utilizzate un termometro di vetro: verrebbe triturato!)

F - Aggiunta del sodio citrato



Quando si cominciano a vedere i primi segni di bollore (80-85°C circa) si aggiungono tutti in una volta 2mL della soluzione all'1% del citrato trisodico diidrato ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Subito dopo si abbassa il termostato a circa 100°C in modo da ridurre la perdita di volume per evaporazione.



G - Riduzione e stabilizzazione



Il cambio di colore inizia quasi immediatamente e si conclude in breve tempo (circa 10'). Inizialmente il colore è grigio violetto, poi virerà gradualmente al rosso. Il colloide d'oro si forma gradualmente man mano che il citrato riduce l'oro. Una volta che la soluzione ha raggiunto un bel rosso rubino, lasciate passare ancora qualche minuto e spegnete. Rimuovete la beuta dalla piastra. Fate raffreddare prima di utilizzare per gli esperimenti successivi.



H – Procedura di sintesi per chi è senza agitatore magnetico.



Se non possedete un agitatore magnetico potete distribuire la soluzione d'oro in più provette: dai 2 ai 3 mL di soluzione per ogni provetta (una parte evapora durante il processo di sintesi). Ponete poi le provette in un becker colmo a metà di acqua e di dimensioni tali da permettere alle provette di essere immerse almeno fino al livello raggiunto dalla soluzione.

Scaldate con un fornello e, raggiunta l'ebollizione dell'acqua del bagno termico, aggiungete in ogni provetta 5-6 gocce di soluzione di citrato di sodio. Lasciate ancora bollire l'acqua. Dopo un po' di minuti il liquido nelle provette cambierà colore diventando rosso rubino. Lasciate ancora scaldare per circa 10 '.

L – Test sul colloide: effetto Tyndall



Per provare se quello sintetizzato è effettivamente oro colloidale è possibile servirsi di un puntatore laser. Le particelle di un colloide sono infatti sufficientemente piccole per rimanere in sospensione ma abbastanza grandi per produrre una diffusione del raggio di luce incidente (effetto Tyndall). Inviare un raggio luminoso attraverso provette contenenti rispettivamente la soluzione iniziale (giallo paglierino), il liquido rosso rubino ottenuto (colloide d'oro) e semplice acqua distillata. Nel caso del colloide sarà possibile osservare lateralmente la traccia luminosa del raggio laser, mentre questa non sarà visibile in una soluzione. L'effetto risulterà particolarmente evidente se interporrete tra laser ed oro colloidale la soluzione d'oro: il raggio invisibile nella prima provetta "ricomparirà" quasi magicamente nella seconda!

Può essere interessante testare l'effetto Tyndall : a) ai vari stadi di sintesi, ovvero ai diversi colori della soluzione corrispondenti a diversi gradi di aggregazione delle particelle;

b) su soluzioni ottenute con diverse concentrazioni di sodio citrato o tetracoloroaurato. Ad es. 2 ml di soluzione concentrata in 250 ml di acqua distillata producono un colore lilla-violetto in cui l'effetto Tyndall risulta ancora più evidente.

Reperimento materiali

I reagenti chimici si possono comprare da Sigma Aldrich www.sigmaaldrich.com/italy.html

- $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ Tetracloroaurato triidrato (Sigma Aldrich #G4022); quantitativo minimo: 1 gr - costo circa 130 euro
- $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Citrato di sodio (Sigma Aldrich #S4641, 25g); quantitativo minimo 25 gr costo 26,60 euro

Credits

Le attività proposte sono state parzialmente adattata da:

- a) PROCEDURA DI SINTESI PER GLI STUDENTI- ESPERIMENTO C: <http://nanoyou.eu/> ;
- b) <http://mrsec.wisc.edu/Edetc/nanolab/index.html> e
- c) https://nano-cemms.illinois.edu/materials/gold_and_silver_nanoparticles_full