

Московский Государственный университет им. М.В. Ломоносова
Специализированный учебно-научный центр

Химическое отделение



Отчёт по проделанной работе по химии

Получение наночастиц золота различных размеров и исследование некоторых их физических свойств

Выполнили:

уч. 10 Л класса Володин Павел и Володин Дмитрий

Научные руководители:

д.ф-м.н., проф. Перов Н.С.

асп. Володина М.О.

Москва 2015

Введение

Существует множество различных экспериментальных методов синтеза наночастиц с использованием водорастворимых солей соответствующих благородных металлов и различных восстановителей, различающихся размером и формой.

Актуальность

Исследование петли гистерезиса позволяет оптимизировать размер наночастиц благородных металлов, при котором наиболее выражены их парамагнитные свойства.

Литературный обзор

История

- Китайские, индийские и арабские ученые получали и использовали золотые наночастицы, в том числе, в лечебных целях.
- В Средние века интерес к этому металлу возрос, сведения об его получении и применении содержатся в первой из дошедших до нас книг о коллоидном золоте, опубликованной философом и доктором медицины Франциском Антонием в 1618 г.
- Важным этапом в развитии наночастиц золота является 1857 год, когда М. Фарадей установил, что коллоиды золота обладают некоторыми оптическими и электрическими свойствами.

Литературный обзор

Применение наночастиц золота в наши дни

- Диагностика и лечение различных заболеваний на ранних стадиях, в том числе рака и СПИДа.
- Адресная доставка лекарственных препаратов.
- Иммунохимические маркеры.
- В противомикробных препаратах, где используются вместе с наночастицами серебра, продлевая их действие.
- Повышенная каталитическая активность по сравнению с кристаллическим золотом позволяет использовать их в качестве более выгодных катализаторов.
- В респираторах для предотвращения отравления оксидом углерода.
- Определение степени загрязнения воды и ее очистка.
- Эффективный абсорбент для выделения ртути из воды.

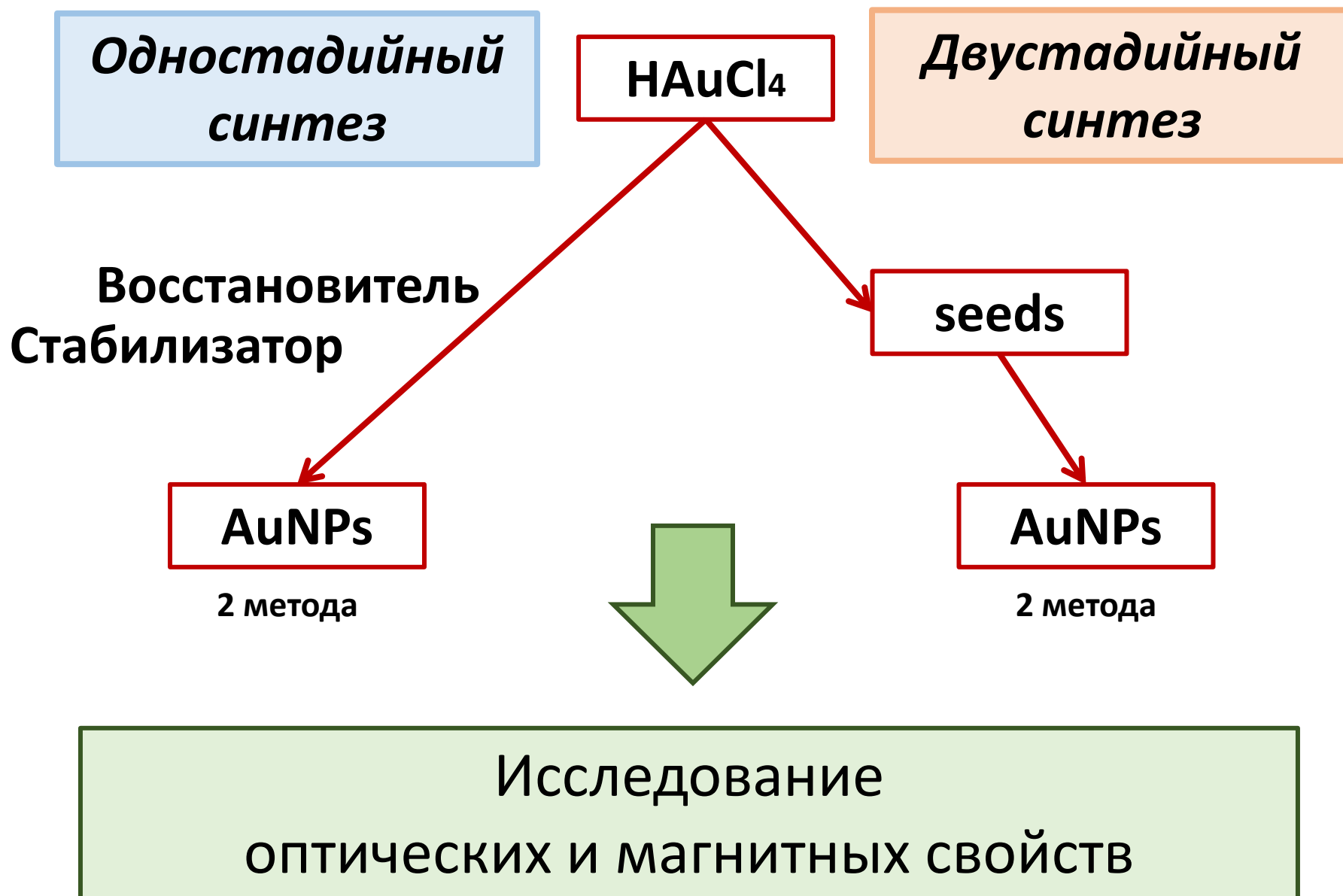
Цели и задачи

Цель работы: получение наночастиц золота химическими методами и исследование их физико-химических свойств.

Задачи:

- Поиск химических методов синтеза наночастиц золота различных размеров и формы
- Синтез коллоидных растворов золота
- Исследование оптических и магнитных свойств наночастиц
- Варьирование условий синтеза и исследование зависимости свойств полученных наночастиц от концентраций реагентов

План эксперимента



Методы исследования

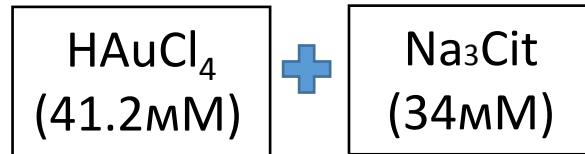
- Динамическое рассеяние света
- Оптическая спектроскопия
- Просвечивающая электронная микроскопия
- Вибрационный магнитометр



Экспериментальная часть

Одностадийные синтезы

Метод Туркевича

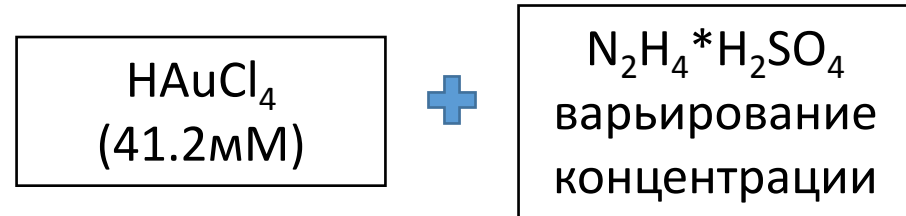


AuNPs
(винно-красный
цвет)



Коллоидный раствор золота, полученный при синтезе методом Туркевича

Метод с восстановителем
гидразин-сульфатом



AuNPs
(бледно-синий цвет)

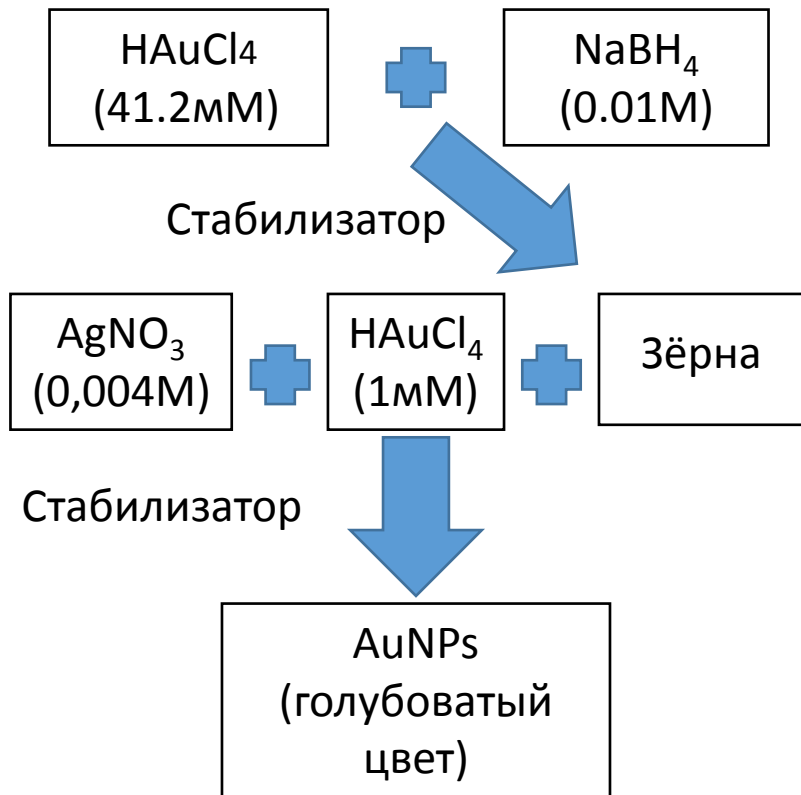


Коллоидный раствор золота, полученный при синтезе с использованием гидразин-сульфата

Экспериментальная часть

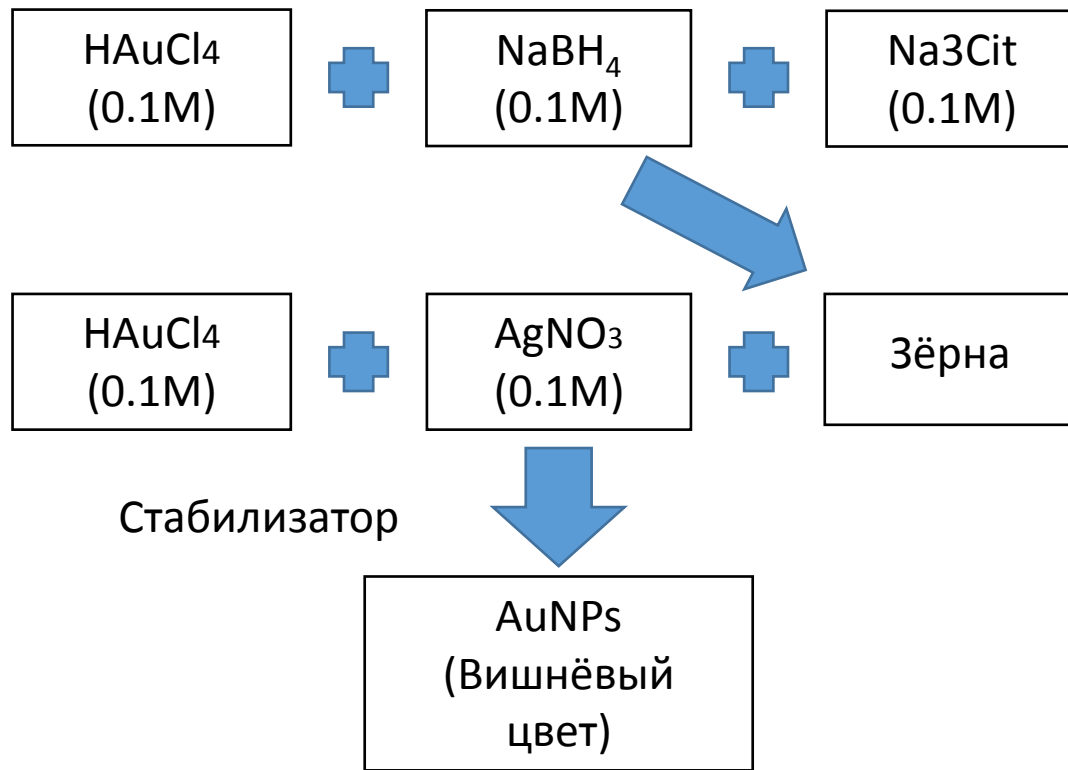
Двустадийные синтезы

Синтез со стабилизатором ОТАБ



Растворы семян

«Вишнёвый» синтез



Коллоидный раствор золота, полученный при «вишнёвом» синтезе

Оптическая спектроскопия

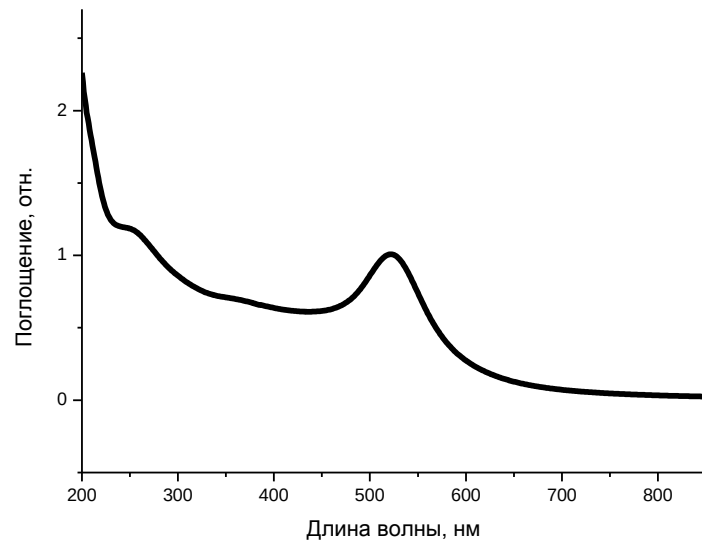
Измерение спектров поглощения проводились на спектрофотометре Lambda 950 UV/Vis Spectrometer при длинах волн в интервале 200-1000 нм.



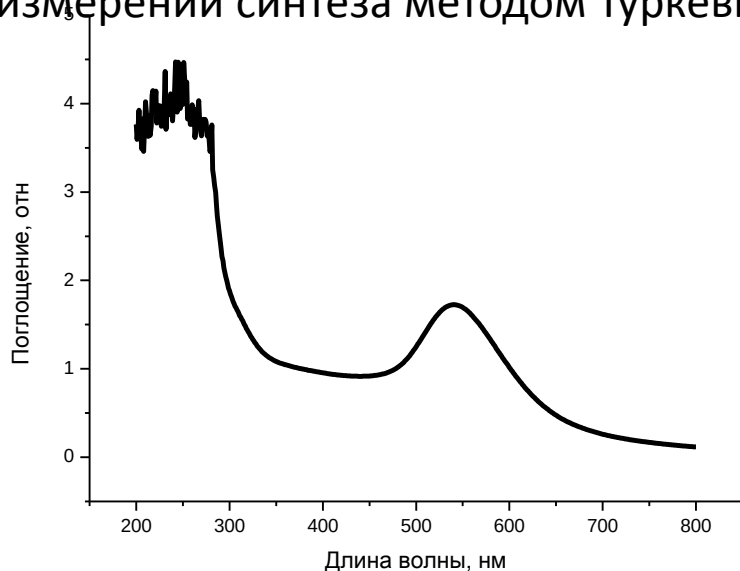
Параметры кюветы:

- Размер 10*15*50 мм
- Материал – кварц

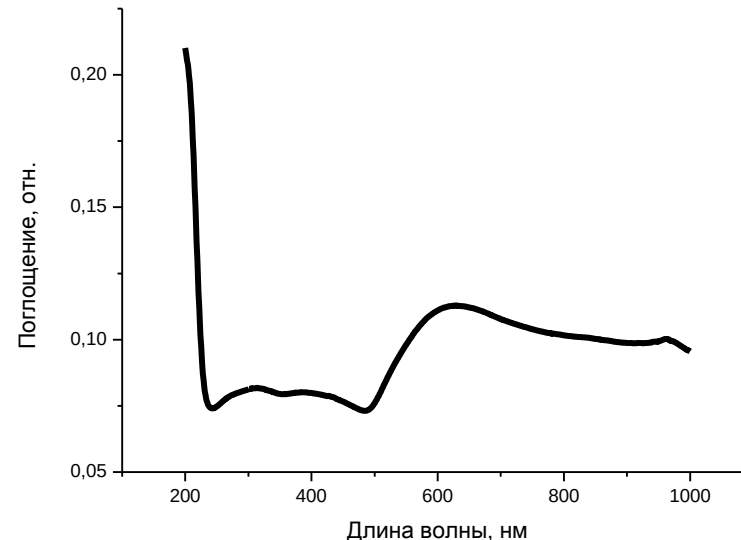
Оптическая спектроскопия



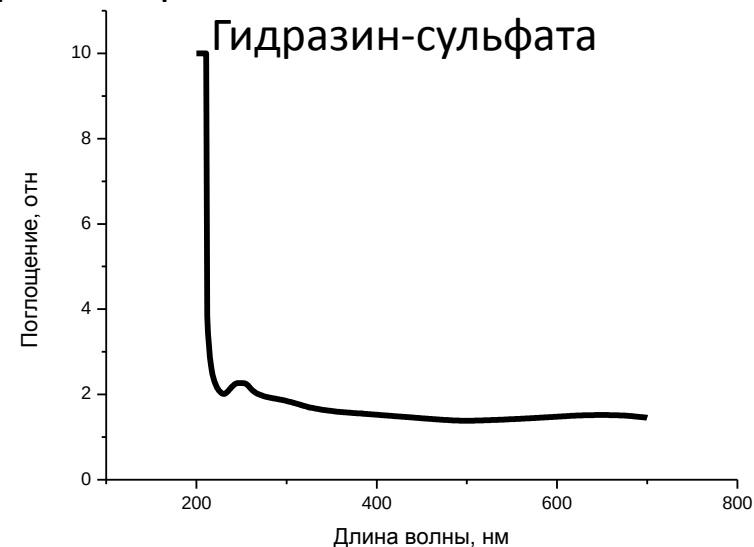
Спектр оптического поглощения, полученный при измерении синтеза методом Туркевича



Спектр оптического поглощения, полученный при измерении синтеза с использованием ОТАБ



Спектр оптического поглощения, полученный при измерении синтеза с использованием



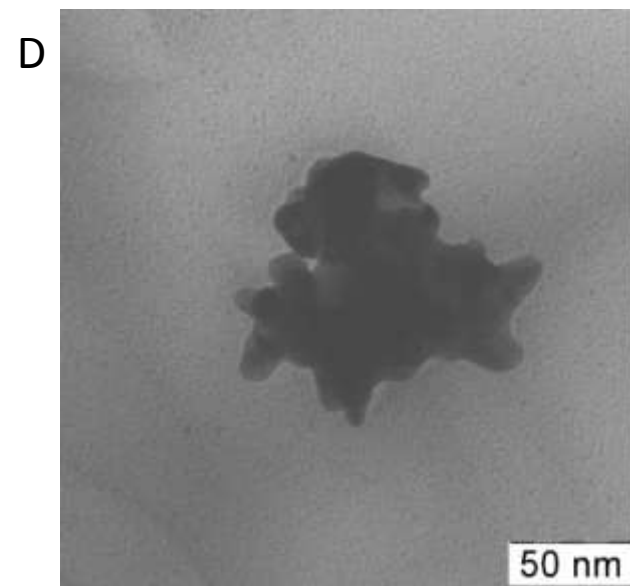
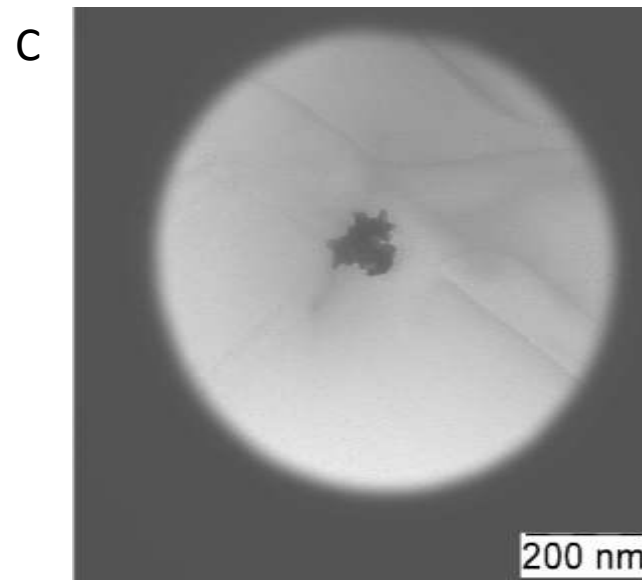
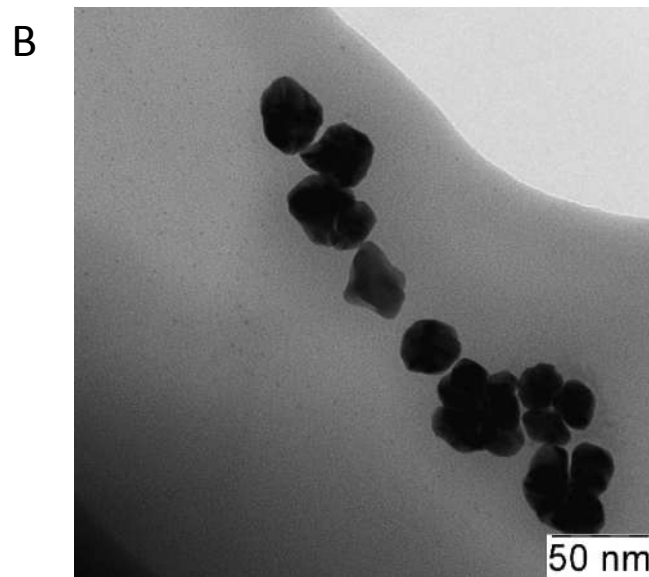
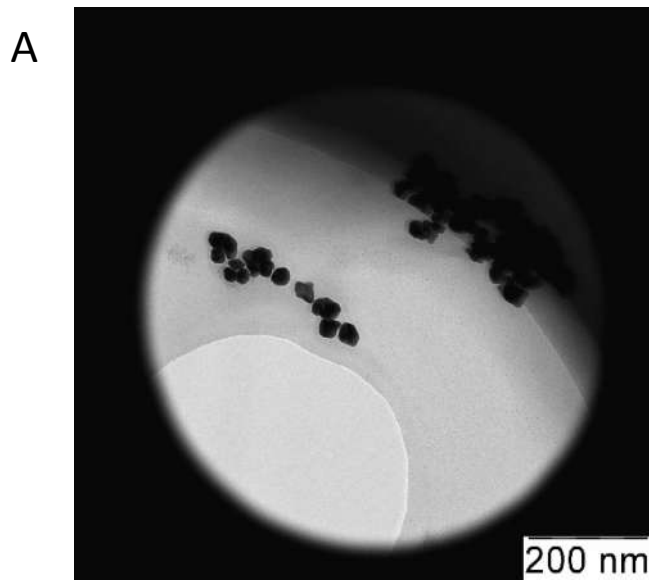
Спектр оптического поглощения, полученный при измерении «Вишнёвого» синтеза

Просвечивающая электронная микроскопия

Снимки наночастиц производились на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100



Микрофотографии ПЭМ



Фотографии коллоидного золота, полученного при «вишнёвом» синтезе

Фотографии коллоидного золота, полученного при синтезе с использованием ОТАБ

DLS - спектроскопия



Измерение DLS-спектров на приборе
CBT-90 NANO PARTICLE SIZE ANALYZER



Кювета

- Размер 10*15*50мм
- Состоит из полимера

DLS - спектроскопия

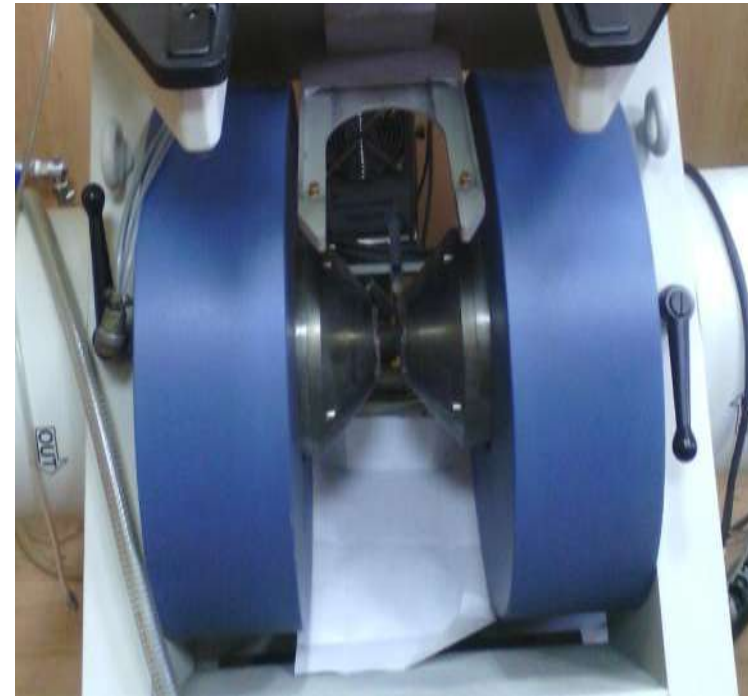
Метод	DLS	
	d, nm	%
Туркевич	45,35	90,6
	3,837	6,9
	4329	2,2
Гидразин-сульфат	382,5	93
	70,29	5,5
	5442	1,5
Вишнёвый	39,37	92,8
	2,382	7,2
ОТАБ	d, nm	C(ОТАБ), м
	15,68	0.2
	105,56	0.1
	3,97	0.05

Исследование магнитных свойств

Вибрационный магнитометр

- позволяет определить параметры гистерезисного цикла и абсолютное значение зависимости магнитного момента образца от силы поля.

Использовался магнитометр с вибрирующим образцом фирмы Lakeshore, модель 7407



Измерения на вибрационном магнитометре



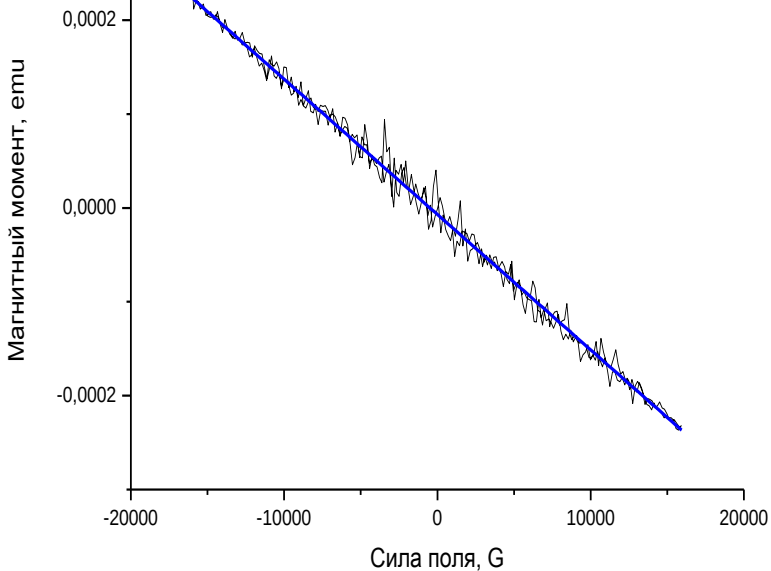
Параметры съемки:

- Продолжительность – 15 минут
- 400 точек
- Максимальное поле 16 кЭ
- Минимальное – -16 кЭ
- Измерения при комнатной температуре

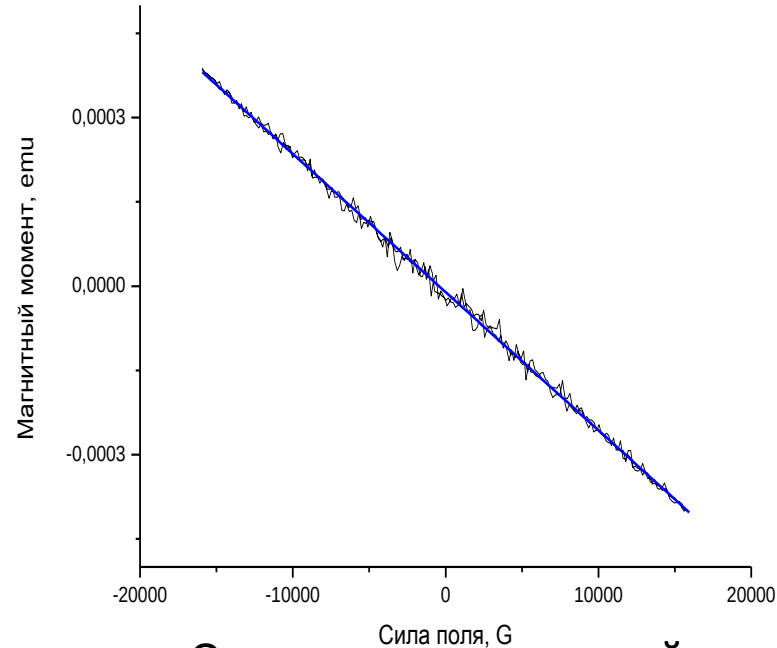
Общие параметры образца:

- Стеклоплатная подложка размером 5*5 мм
- Клей - Момент Универсальный

Образцы подложек с образцами



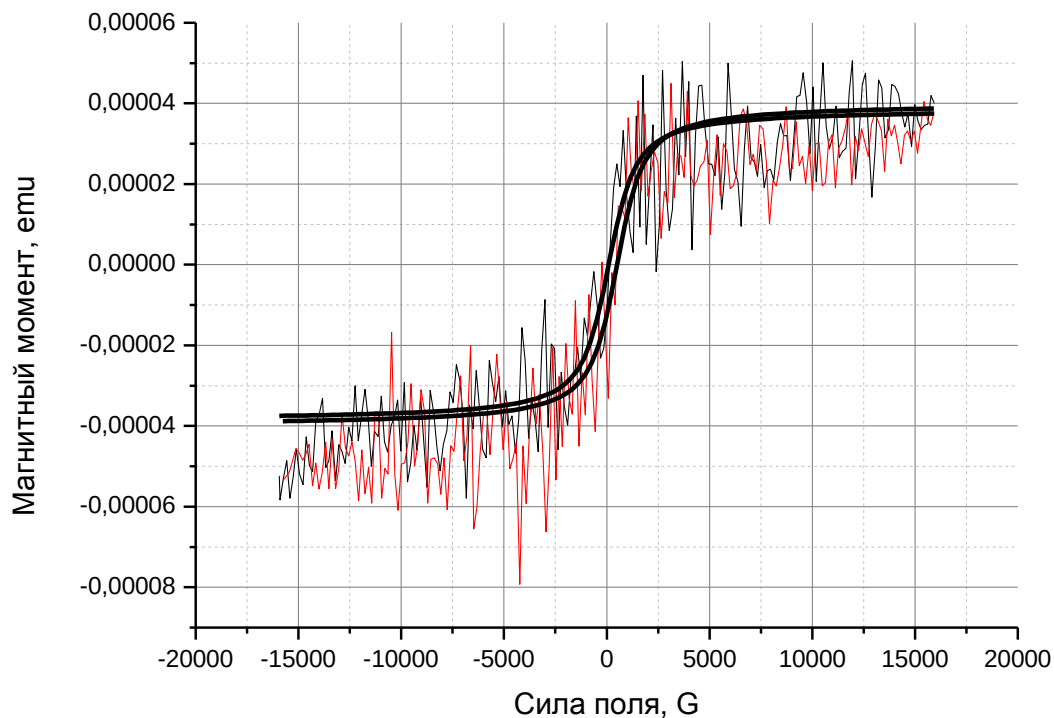
Шток с чистой подложкой



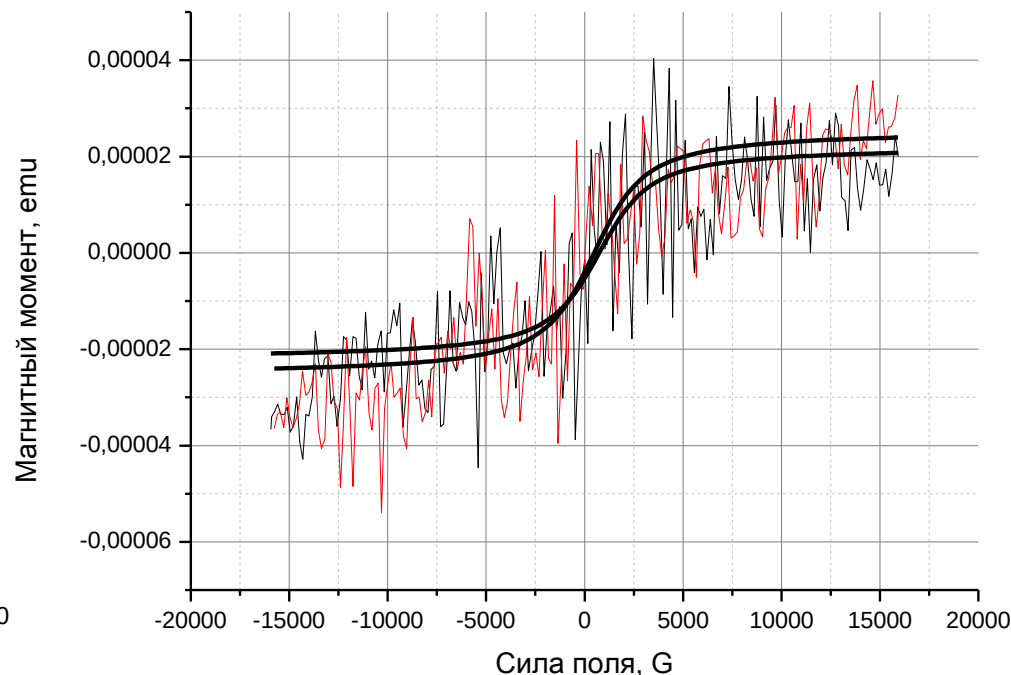
Одна капля, «вишневый»

Зависимость силы поля от магнитного момента, полученная при измерении «вишнёвого» синтеза при нанесении на подложку 3 и 4 капель раствора соответственно.

Графики были аппроксимированы с помощью функции Ланжевена, описывающей поведение магнитных моментов при изменении внешнего магнитного поля

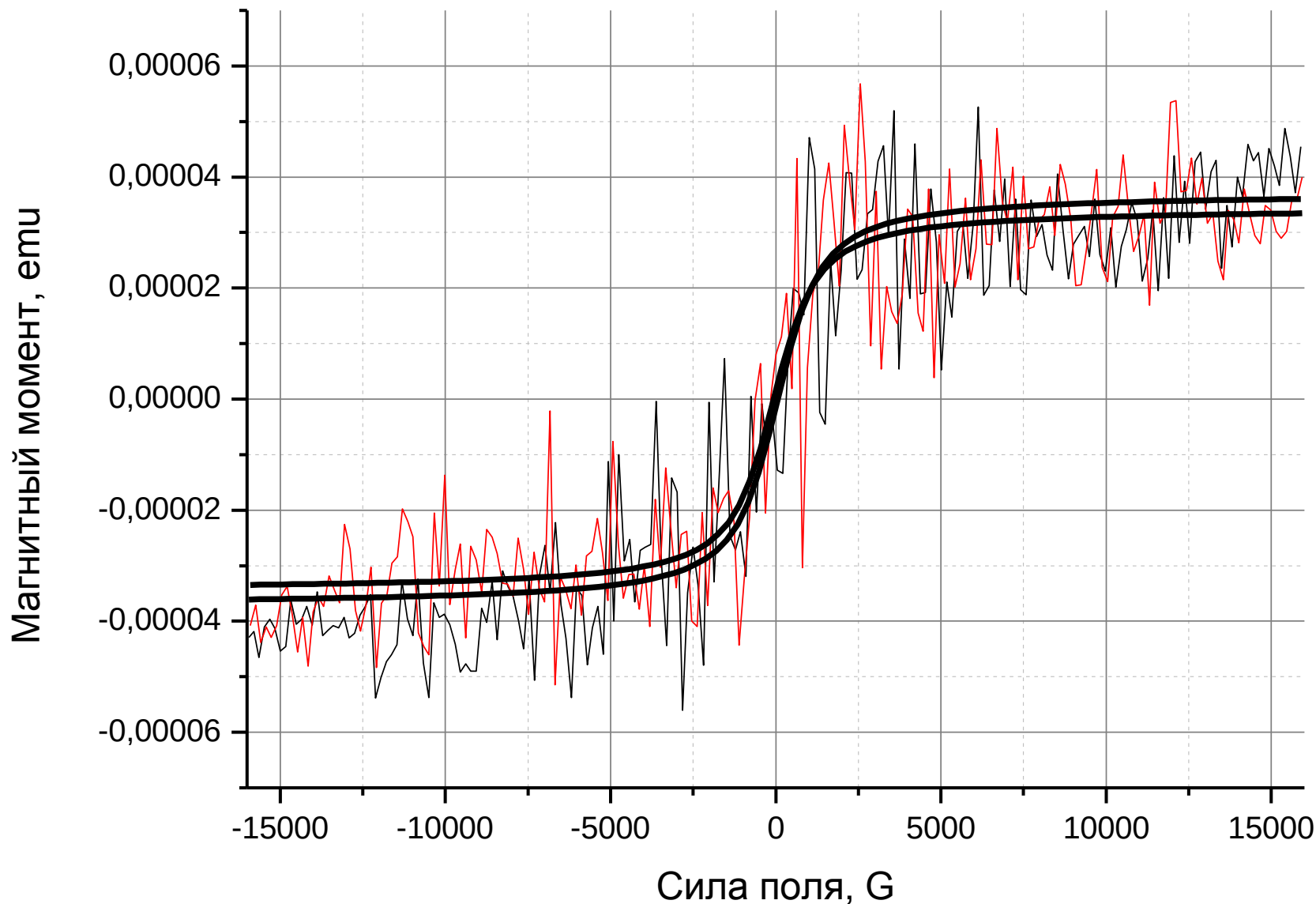


3 капли



4 капли

Зависимость силы поля от магнитного момента, полученная при измерении синтеза с использованием ОТАБ с концентрацией 0.2М при нанесении на подложку 6 капель раствора



Выводы

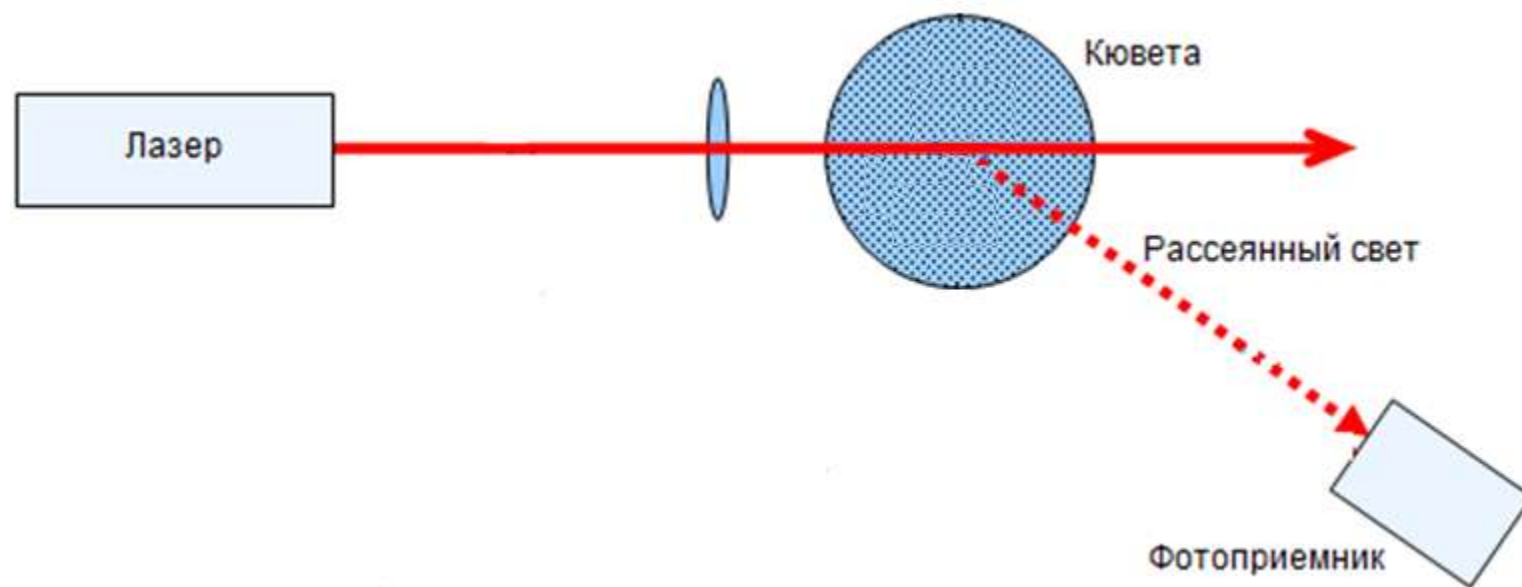
- Найдены химические методы синтеза наночастиц золота различных размеров и формы
- Синтезированы наночастицы золота
- Исследованы оптические и магнитные свойства синтезированных наночастиц
- Начато исследование зависимости свойств полученных наночастиц от концентраций реагентов

Благодарность

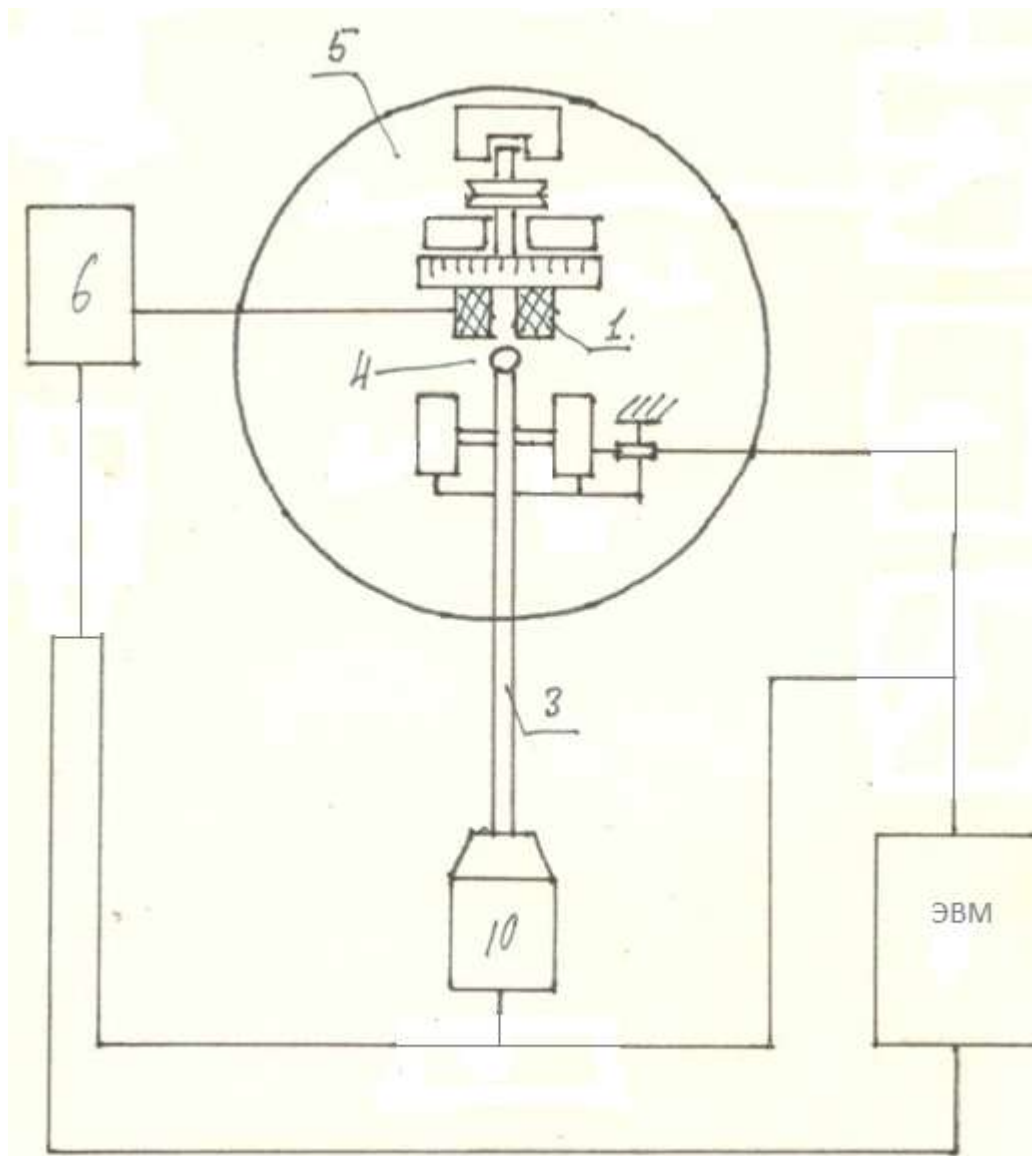
Выражаем благодарность Володиной Марии Олеговне за всестороннюю помощь при выполнении настоящей работы, а также Перову Николаю Сергеевичу за помощь в проведении измерений на вибрационном магнитометре

СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ!!!

DLS



Вибрационный магнитометр

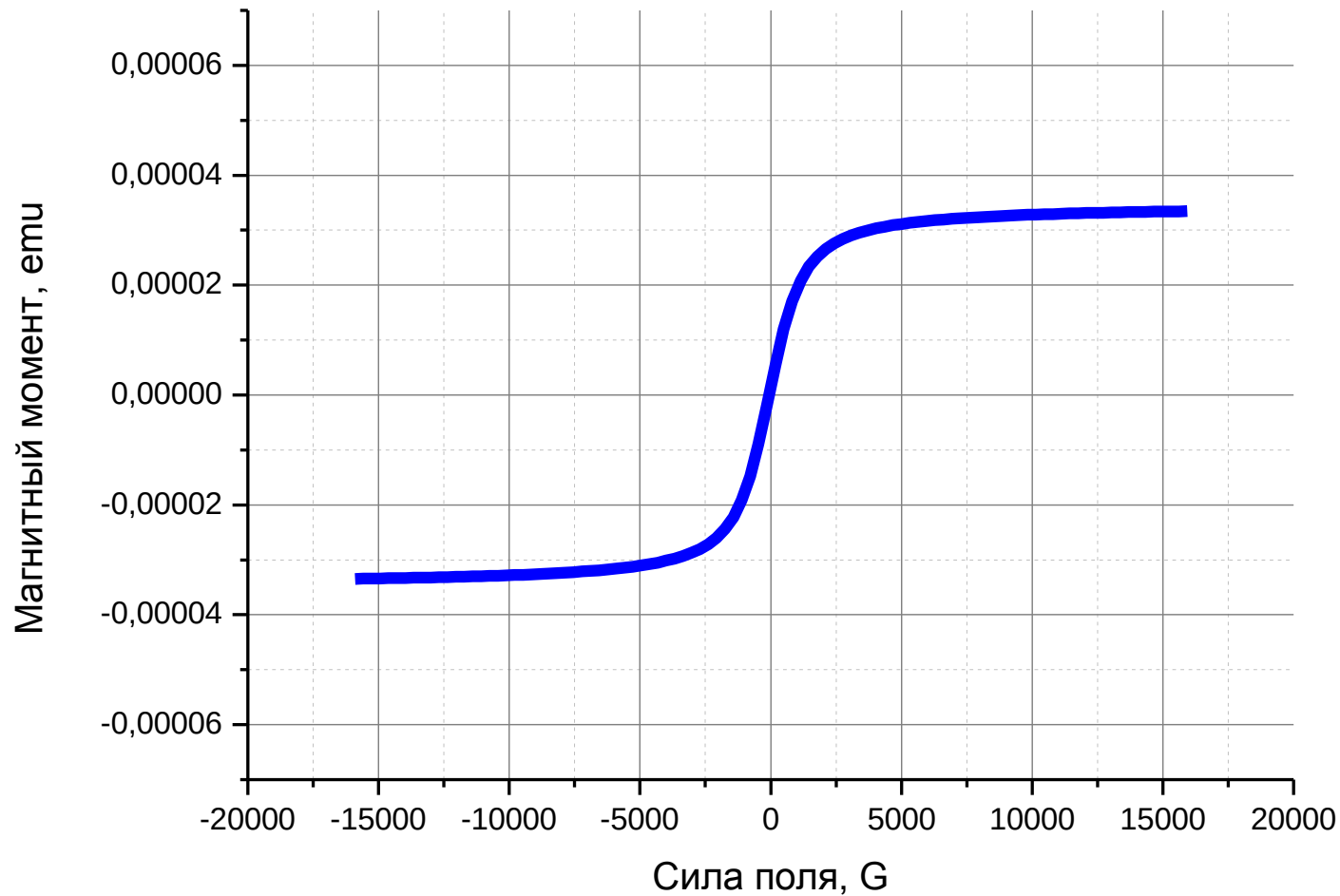


- 1 – приёмные катушки
- 3 – шток
- 4 – образец
- 5 – электромагнит
- 6 – приёмное устройство
- 10 – генератора механических колебаний

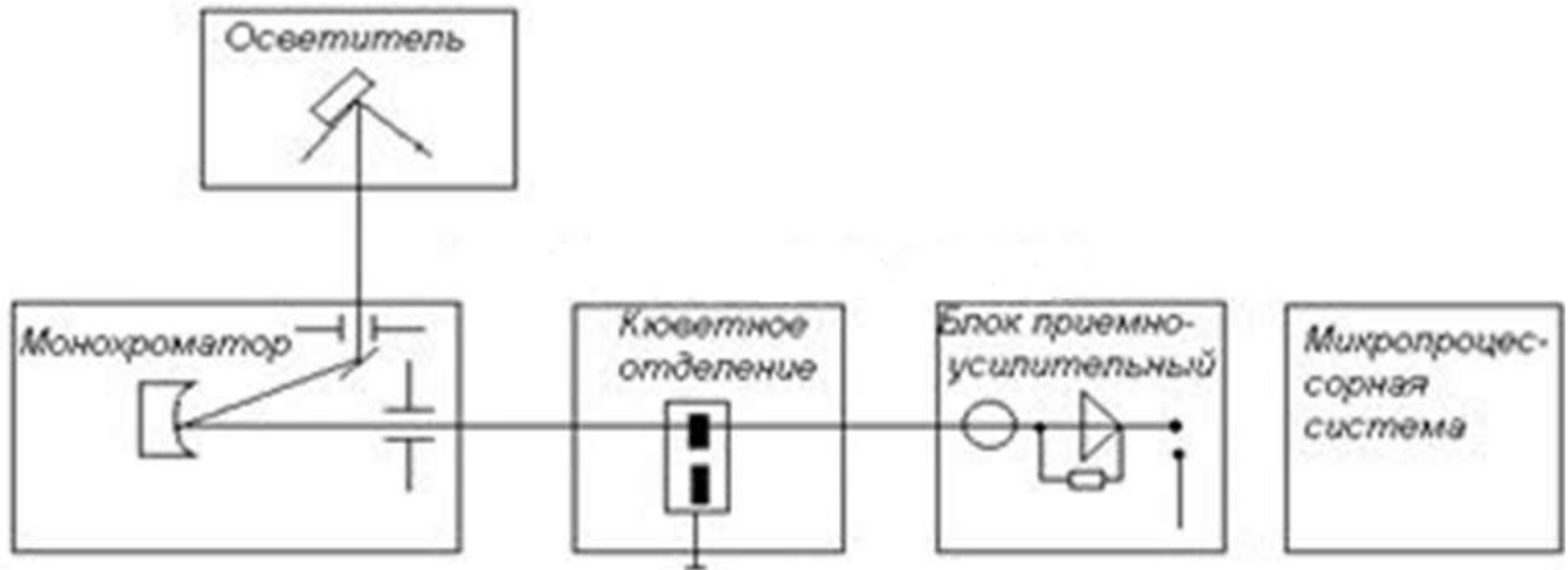
Функция Ланжевена

Задаётся уравнением:

$$F(x) = \frac{e^x + e^{-x}}{e^x - e^{-x}} - \frac{1}{x}$$



Спектрофотометр



Метод Туркевича

1. Помещаем в стакан 60 мл воды и 364 мкл HAuCl_4 с концентрацией 41.2 мМ, после чего ставим его на магнитную мешалку и, попутно перемешивая, доводим раствор до кипения.
2. После закипания раствора добавляем 2.0 мл цитрата натрия.
3. Продолжаем нагревание и перемешивание раствора до прекращения смены окраски (сначала фиолетовая, затем постепенно переходит в винно-красный).

Синтез с сульфатом гидразина

1. В один стакан наливаем 91 мкл HAuCl_4 с концентрацией 41.2 мМ и 25 мл H_2O .
2. В другой стакан помещаем 700 мкл $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ (сульфат гидразина) и 25 мл H_2O .
3. Третий стакан ставим на магнитную мешалку, после чего сливаем в него первые два стакана. Начинаем перемешивание при комнатной температуре.
4. Через 10 мин выключаем магнитную мешалку. Раствор имеет бледно-синий цвет.

Синтез с использованием ОТАБ

Синтез затравок

1. Сначала готовим растворы: HAuCl_4 ($C=41.2$ ммоль/л);

NaBH_4 ($C=0.01$ моль/л) свежеприготовленный, охлаждённый;

ОТАБ-делаем три раствора различной концентрации: $C_1=0.2$ моль/л, $C_2=0.1$ моль/л, $C_3=0.05$ моль/л;

2. Затем вносим в три стакана по 0.061 мл HAuCl_4 в каждый, после чего в первый добавляем 5 мл ОТАБ с концентрацией C_1 , во второй 5 мл ОТАБ с концентрацией C_2 и в третий 5 мл ОТАБ с концентрацией C_3 . Каждый раствор имеет светло-персиковую окраску.

3. Через полчаса ставим растворы в стаканах на магнитную мешалку и добавляем в каждый по 5 мл NaBH_4 .

4. Спустя 5 мин перемешивания при комнатной температуре снимаю растворы с магнитной мешалки. Они имеют цвета:

1 раствор – тёмно-персиковый;

2 раствор – светло-коричневый;

3 раствор – светло-коричневый.

5. Храним полученные растворы 2 ч при комнатной температуре.

Синтез с использованием ОТАБ

Раствор роста

1. В стакан наливаем 50 мл 0,2 моль/л раствора ОТАБ, 50 мл 1 ммоль/л раствора HAuCl_4 и 3 мл 0,004 моль/л AgNO_3 .
2. Далее перемешиваем раствор при комнатной температуре. Раствор оказался темно-желтым, а затем стал бесцветным при дальнейшем добавлении 0,7 мл 0,1 моль/л аскорбиновой кислоты.
- 3) Наконец, добавляем в 0,24 мл раствора затравок в раствор роста. Полученный раствор храним при комнатной температуре в течение 24 ч, чтобы убедиться, что рост полностью закончен.

Вишнёвый

Семена:

1. В стакан наливаем 50 мкл 0,1 М раствора HAuCl_4 , 50 мкл 0,1 М раствора цитрата натрия и добавляем 10,0 мл чистой воды.
2. Затем добавляем 0,6 мл холодного раствора NaBH_4 (0,1 М) и выдерживаем полученный раствор в течение 3 ч.

Раствор роста:

3. В стакан наливаем 250 мкл 0,1 М раствора HAuCl_4 , 10 мл 0,1 М СТАВ и 50 мкл 0,1 М раствора нитрата серебра.
4. Затем добавляем водный раствор аскорбиновой кислоты (40 мМ, 15 мм).
5. Наконец добавляем 1 мкл раствора семян и полученный раствор выдерживаем при комнатной температуре в течение суток.