

Úloha 17. Solvotermální syntéza Ag nanočástic

Prof. RNDr. Jiří Pinkas, Ph.D.

Mgr. Vít Vykoukal, Ph.D.

Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta, MU Brno

Princip: Dusičnan stříbrný tvoří s dodecylaminem bílý komplex $[\text{Ag}(\text{DDA})_2]\text{NO}_3$. Tento komplex se v nadbytku dodecylaminu při teplotě asi 170 °C rozkládá za vzniku nanočástic Ag, které lze snadno izolovat. Dodecylamin zde figuruje jako rozpouštědlo, redukční činidlo a současně tvoří obal na povrchu vzniklých nanočástic, který zabraňuje agregaci.

Chemikálie, pomůcky:

Dusičnan stříbrný, acetonitril, dodecylamin (DDA), aceton, toluen;

Kádinka, lžička, Büchnerova nálevka, magnetická míchačka, olejová lázeň

Postup:

Příprava $[\text{Ag}(\text{DDA})_2]\text{NO}_3$

- 11,01 g (65 mmol) AgNO_3 je rozpuštěno ve 100 ml acetonitrilu, ve druhé kádince je rozpuštěno 24,10 g (130 mmol) dodecylaminu ve 200 ml acetonitrilu. AgNO_3 se velmi dobře rozpouští, DDA tvoří čirý roztok s bílým zákalem. Oba roztoky jsou poté slity dohromady, zbylými 50 ml acetonitrilu je propláchnuta kádinka k dokonalému převedení veškerého množství prekursoru a těchto 50 ml je přidáno do reakční směsi, která se 3 hodiny míchá za laboratorní teploty. Vzniklá bílá sraženina je přefiltrována na Büchnerově nálevce za nepřístupu světla, promyta acetonitrem a vysušena.

Nanočástice Ag

- 10 g připraveného komplexu $[\text{Ag}(\text{DDA})_2]\text{NO}_3$ je v kádince smícháno s 15,1 g dodecylaminu. Do reakční nádoby se umístí teploměr.
- Směs je míchána a zahřívána (při asi 30 °C pozorujeme tání DDA a vznik roztoku). Při 170 °C dochází ke změně barvy reakční směsi, na hladině se objevuje modré zrcátko, což indikuje začátek redukce stříbra.
- Teplota je dále udržována v teplotním intervalu 190–200 °C po dobu 10 minut. Poté je zahřívání ukončeno, reakční směs je zchlazena na vzduchu.
- Po asi 10 minutách je k reakční směsi přidáno 20 ml acetonu, dochází ke srážení nanočástic. Roztok je odstředěn na centrifuze rychlostí 6000 rpm po dobu 10 minut. Celý proces je ještě dvakrát opakován, nanočástice se vždy usadí na dně zkumavky a jsou promyty čistým acetonem. Po třetím odstředění je na místo acetonu použit toluen. Dochází k disperzi nanočástic v toluenu. Koloidní roztok Ag nanočástic v toluenu musí být tmavý (hnědo-černý) a hlavně bez zákalu.
- Roztok je poté přefiltrován stříkačkovým filtrem s 450 nm póry, který je předtím nutné promýt alespoň 10 ml čistého toluenu.
- Toluenný roztok je třeba analyzovat **pouze** ve skleněných kyvetách.
- Roztok lze analyzovat pomocí DLS a UV-VIS.

Použitá literatura:

D. Wakuda et al., *Scripta Materialia*, **2008**, 59, 649–652