

Ćwiczenie 2 – Synteza nanocząstek ZnO - zol

(v3.0)

1. Wstęp teoretyczny

Tlenek cynku (ZnO) występuje w skorupie ziemskiej jako mineralny cynkit, natomiast ten używany komercyjnie jest produkowany metodami syntetycznymi. ZnO jest nietoksyczny i kompatybilny z ludzką skórą, może tworzyć dodatek do tekstyliów i powierzchni, które mają kontakt z ludzkim ciałem. Półprzewodnikowe nanocząstki ZnO (ZnO-NPs) cieszą się ogromnym zainteresowaniem naukowym i technologicznym ze względu na charakterystyczne właściwości optyczne i elektryczne. Uważa się, że jest to materiał mający możliwość zastosowania w optoelektronice: do działania w widzialnym i bliskim ultrafioletowym rejonie widmowym. ZnO-NPs są szeroko stosowane w wielu obszarach przemysłowych, takich jak urządzenia emitujące światło UV, czujniki gazów etanolowych czy fotokatalizatory farmaceutyczne i kosmetyczne. Ponadto, dzięki nietoksyczności, kompatybilności i właściwościom przeciwdrobnoustrojowym, ZnO-NPs znalazły zastosowanie w wielu specjalistycznych środkach dermatologicznych.

2. Zagadnienia

- Nanocząstki ZnO – właściwości fizyczne (optyczne) i chemiczne.
- Metody syntezy nanocząstek ZnO.
- Zasada pomiaru widm absorbancji za pomocą spektrofotometru UV-vis.

3. Cel ćwiczenia

- Synteza nanocząstek ZnO w obecności jonów OH⁻.
- Obserwacja wzrostu nanokryształów, poprzez pomiar i interpretacje widm absorbancji.

4. Bezpieczeństwo

Przed przystąpieniem do wykonywania ćwiczenia:

- Upewnij się, że zapoznałeś się z zasadami bezpiecznej pracy w laboratorium
- Znasz zagrożenia wynikające z pracy z urządzeniami laboratoryjnymi oraz odczynnikami chemicznymi
- Przedstaw prowadzącemu uzupełnioną Tabelę I z podpunktu **5. Odczynniki chemiczne**
- Ubierz:
 - fartuch laboratoryjny
 - okulary ochronne
 - rękawice nitrylowe

5. Odczynniki chemiczne

Tabela I. Lista odczynników

Lp.	Nazwa PL	Nr CAS	masa molowa (M _w)	Wzór sumaryczny	Zagrożenia
1	Alkohol etylowy (etanol) bezwodny	64-17-5			NIEBEZPIECZEŃSTWO – Wysoce łatwopalna ciecz i pary. – Działa drażniąco na oczy.
2	NaOH roztwór 0,5 M w etanolu bezwodnym	1310-73-2			NIEBEZPIECZEŃSTWO – Wysoce łatwopalna ciecz i pary. – Działa drażniąco na oczy. – Może powodować korozję metali. – Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu.
3	Dimetylosulfotlenek DMSO	67-68-5			Szybko wchłania się przez skórę. Inhibitor acetylocholinoesterazy oraz powoduje rozpad czerwonych ciałek krwi. Substancja nie jest klasyfikowana jako niebezpieczna według kryteriów GHS. LD ₅₀ wynosi 10–20 g/kg masy ciała
4	Octan cynku bezwodny Zn(OAc) ₂	5970-45-6			NIEBEZPIECZEŃSTWO – Działa szkodliwie po połknięciu. – Powoduje poważne uszkodzenia oczu. – Działa toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
5	Tlenek cynku ZnO	1314-13-2			UWAGA – Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.

6. Materiały

- Kwarcowa kuweta fluorymetryczna
- Pipeta automatyczna 1 ml wraz z końcówkami
- Woda DI

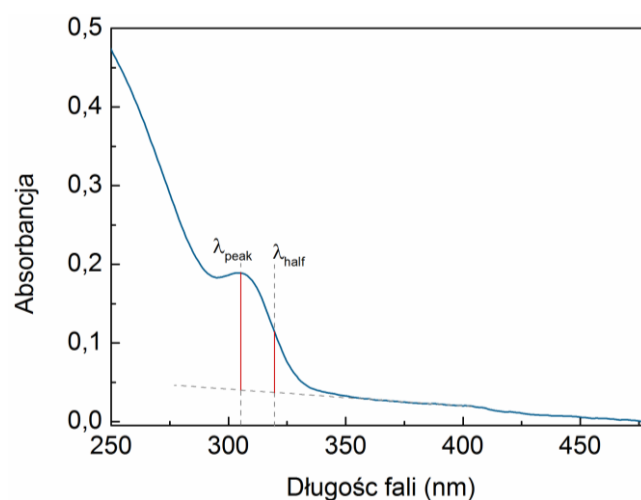
7. Stanowisko aparaturowe

- Spektrofotometr

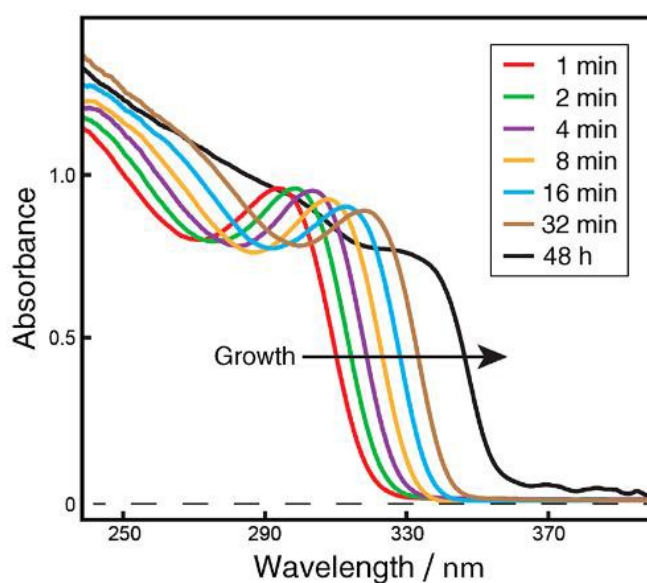
8. Instrukcja do wykonania ćwiczenia

- a. Do fiołki 4 ml naważyć 10,3 mg Zn(Ac)₂ (0,056 mmol)

- b. Do fiolki włożyć dipol magnetyczny.
- c. Dodać 2,25 ml DMSO.
- d. Fiolkę umieścić na mieszadle magnetycznym.
- e. Odczekać 10 minut.
- f. Cały czas mieszając rozpocząć dodawanie kroplami ~0,187 ml NaOH 0,5M
- g. Następnie dodać również kroplami 1,312 ml Etanolu.
- h. Roztwór reakcyjny pozostawić na mieszadle przez godzinę.
- i. W odstępach czasu (np. 0, 1, 2, 5, 10, 20, 30 minut) pobierz pipeta 0,2 ml roztworu reakcyjnego i umieść go w 2 ml DI w kuwecie pomiarowej.
- j. Wykonaj pomiar widm absorpcyjności roztworu reakcyjnego w funkcji czasu trwania syntezy.



Rysunek 1. Przykładowe widmo absorpcyjności nanokryształów ZnO z oznaczeniem położenia maksimum pierwszego pasma absorpcyjnego (λ_{peak}) oraz położenia połowy wysokości piku (λ_{half}).



Rysunek 2. Przykładowy zestaw widm absorpcyjności ukazujący zmniejszanie przerwy energetycznej nanocząstek ZnO w czasie ich wzrostu.[1]

9. Zakończenie pracy

Plastikowe kuwetę wyrzucić do pojemnika na odpady chemiczne.

Posprzątaj stanowisko pracy.

10. Raport z badań

Raport z badań powinien zawierać następujące elementy:

1. Wstęp teoretyczny
2. Cel eksperymentu
3. Wyniki:
 - a. Reakcja chemiczna (może być schematyczna)
 - b. Jeden wykres przedstawiający wszystkie widma nanocząstek ZnO
 - c. Wykres pokazujący oznaczenie λ_{half} i λ_{peak}
 - d. Przykładowe obliczenie średnicy nanocząstek zgodnie z równaniem

$$\frac{1240}{\lambda_{\text{half}}} = A + \frac{B}{d^2} - \frac{C}{d}$$

gdzie : $A = 3.301$, $B = 294.0$, $C = -1.09$, λ_{half} w nm, d jest średnicą nanocząstki (Å)

Uwaga:

model działa tylko dla nanocząstek z absorpcją w zakresie $330 \text{ nm} < \lambda_{\text{half}} < 370 \text{ nm}$

4. Wnioski

11. Literatura

1. Reid P.J, Fujimoto B., Gamelin D.R. (2014), "A Simple ZnO Nanocrystal Synthesis Illustrating Three-Dimensional Quantum Confinement", *J. Chem. Educ.*, 91, 280–282.
2. Schwartz D.A., Norberg N.S., Nguyen Q.P., Parker J.M., Gamelin D.R. (2003), "Magnetic Quantum Dots: Synthesis, Spectroscopy, and Magnetism of Co^{2+} - and Ni^{2+} -Doped ZnO Nanocrystals", *J. Am. Chem. Soc.*, 125, 13205-13218.
3. Mirzaeia H., Majid Darroudic M. (2017), "Zinc oxide nanoparticles: Biological synthesis and biomedical applications", *Ceramics International*, 43, 907–914.