

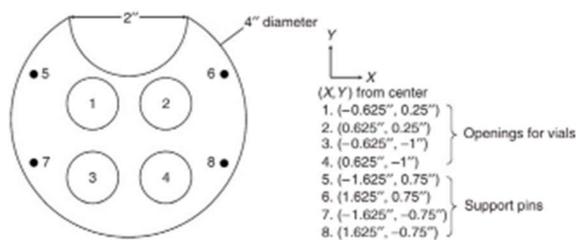
PROJET SCIENTIFIQUE EN EQUIPE
2022-2023

Caméléon Plasmonique

LABBE Rosalie
 LE BERRE Louis
 BARBERA PLUMEREAU Mathieu

▪ **Matériel**

- Plaque chauffante avec contrôle de température **(1)**
- Cristallisoir pour le bain d'huile, 100 mm ,50 mm. **(2)**
- Huile à chauffer **(3)**
- Support à fiole artisanal (Réalisé en collaboration avec Jean-Claude Mancner) **(4)**



- Fioles **(5)**
- Ronds en caoutchouc **(6)**
- Agitateur magnétique (VWR, cat. no. 58949-010) **(7)**
- Micropipettes P1000/P100 **(8)**
- Centrifugeur **(9)**

- Tubes à centrifugation 50mL (10)
- Tubes à centrifugation 1.5mL (11)
- Bain ultrasonique (12)
- Cuve de Langmuir (13)

- **Réactifs/Solvants/Catalyseur**

Les produits suivants ont été commandés sur Sigma-Aldrich ou était déjà présent dans les stocks de la salle de PSE.

- Ethylene glycol (14)
- AgNO₃ (15)
- Na₂S.9H₂O (16)
- Acetone (17)
- Ethanol (18)
- Sodium chloride (19)
- PVP (20)

- **Réaction**

Préparation du bain d'huile

Remplir le **crystalliseur (2)** d'**huile** et ajouter un **agitateur magnétique (3)**. Régler la rotation entre 260 et 350 rpm et la température à 150°C

Ajout de l'éthylène glycol et des barreaux

Ajouter **6 ml d'éthylène glycol (14)** dans 4 **fioles (5)** et ajouter un **barreau (7)** dans chaque fiole. Chaque barreau est préalablement lavé à l'aide d'un bain d'**acétone (17)** et est ensuite séché avec du sopalin.

Ajout des fioles dans le bain

Suspendre les fioles dans le bain à l'aide du **support (4)** et des **ronds en caoutchouc (6)** et poser les bouchons de travers. Chauffer pendant 1h.

Préparation de la solution de PVP

Ajouter **7 mL d'éthylène glycol** dans une fiole puis ajouter **0.14g de PVP (20)** à l'aide d'une pipette en verre dans celle-ci et boucher avant de laisser dissoudre.

Préparation de la solution catalysante

Prélever à l'aide d'une pipette en verre **0.01g de Na₂S (16)** à disposer dans une fiole propre. Ajouter ensuite la quantité nécessaire **d'éthylène glycol** pour avoir une solution de **30 mM (4.271 mL)**. Utiliser un vortex pour bien dissoudre. Prélever **100µL** de cette solution et l'ajouter dans une fiole propre avant d'y rajouter **900 µL d'éthylène glycol** et boucher pour obtenir une solution de **3 mM**. 5 min avant utilisation, agitez la solution avec un vortex. *Attention, ces solutions sont à utiliser dans la journée de leur préparation en raison d'une forte volatilité des réactifs en solution.*

Préparation de la solution d'AgNO₃

Prélever **2.5 mL d'éthylène glycol** à disposer dans une autre fiole. Prélever à l'aide d'une pipette en verre, **0.12g d'AgNO₃ (15)** et introduire cette quantité dans la fiole. Boucher la fiole et agiter au vortex pour dissoudre l'AgNO₃. **Entourer cette solution d'aluminium jusqu' à son utilisation.**

Ajout de la solution catalysante

Après avoir attendu l'heure de chauffage, introduire entre **70 et 100 µL** (réalisation de plusieurs tests en simultané) de **solution catalysante** dans les fioles chauffées, placer le bouchon de manière à laisser l'air passer et **attendre 8-9 min**.

Ajout de la solution de PVP et d'AgNO₃

Ajouter **1.5mL de la solution de PVP** dans chaque fiole. Immédiatement après, ajouter **0.5mL de la solution d'AgNO₃** dans chaque tube et laisser réagir pendant **15 min**. Laisser réagir pendant 20 min supplémentaire amène conduit à la création de nanocubes plus gros.

Arrêt de la réaction

Sortir les fioles du bain d'huile et les placer dans un bain d'eau à température ambiante. **La qualité des nanocubes n'est pas affectée par le temps de repos dans ce bain. Il est possible de terminer la séance là-dessus.**

▪ Traitement

Transfert des solutions et lavages

Transférer le contenu des fioles dans des **tubes de centrifugation de 50 mL (10)**. Laver les fioles à l'**acétone** et récupérer cette quantité. Centrifuger à 2000 g pendant **20-30 min** et enlever le surnageant et le jeter.

Transfert dans des tubes plus petits

Ajouter **2 mL** (environ) d'**eau** dans chacun des tubes et passer au **bain sonique (12)** pour disperser le produit. Prélever ensuite le contenu des tubes à la pipette pour les transférer dans des **tubes de 1.5mL (11)**. Centrifuger à 9000 g pendant **10 min**. Enlever et jeter le surnageant et transférer le reste de produit dans les tubes de 1.5 mL.

Purification

Remplir les tubes d'**eau distillée** et disperser au **bain sonique**. Centrifuger et enlever le surnageant. Répéter l'opération 3 fois.

▪ Stockage des nanocubes

Les cubes sont à isoler dans 6mL d'eau distillée sous atmosphère d'argon et enrobée d'aluminium.

▪ Cuve de Langmuir (13)

Nettoyage

Avant chaque utilisation, utiliser un papier microfibre imbibé de chloroforme afin de nettoyer la cuve et d'enlever toutes les poussières qui pourraient s'y trouver. Une fois cela réalisé, remplir la cuve d'eau distillée jusqu'à voir apparaître le ménisque, révélateur de la tension de surface.

Calibration

- Suspendre un morceau papier filtre au détecteur de tension de surface de sorte qu'il ne trempe pas dans l'eau mais en soit très proche.
- Le plonger dans l'eau pour l'humidifier par capillarité.
- Remonter le papier à l'air libre et utiliser la vis Calibration pour amener la valeur affichée à 72 mN/m (tension de surface de l'eau)
- Immerger le bas du papier filtre et utiliser la vis Offset pour amener la valeur à 0 mN/m.
- Répéter les deux dernières étapes plusieurs fois afin d'affiner la calibration.

Dépôt

Les nanocubes sont déposés dans une solution de chloroforme à l'aide d'une seringue en verre entre les deux bras mécaniques.