



## PROJETS SCIENTIFIQUES EN ÉQUIPE

### Nanoparticules d'or en catalyse organique : Matériel et méthodes

Audrey CHU, Jean-Charles NIGRETTO, Nicolas GILLAIZEAU-SIMONIAN  
ESPCI ParisTech, 133<sup>e</sup> promotion

Juin 2016

#### Synthèse des nanoparticules

Pour toutes ces synthèses on utilise de la vaisselle préalablement lavée à l'eau régale.

#### Nanoparticule d'or avec le citrate

##### Matériels

- Erlenmeyer 250mL
- Agitateur magnétique
- Plaque chauffante
- Éprouvette
- Bécher
- $HAuCl_4$
- Trisodium citrate dihydrate
- eau milliQ

##### Méthodes

Dans deux béchers on prépare :

- Une solution de  $HAuCl_4$  à  $2,5 \cdot 10^{-2} mol.L^{-1}$
- Une solution de Citrate à 1%

Dans l'erenmeyer on ajoute 100mL d'eau milliQ avec 1mL de solution d'or. On porte cette solution à ébullition. On ajoute alors 5mL de la solution de citrate, toujours sous chauffage.

La solution devient rouge Rubis après quelques minutes.

#### Nanoparticule d'or avec le CTABr

##### Matériels

- Pululier 20mL

- Agitateur magnétique
- Plaque chauffante/bain marie
- Éprouvette
- Bécher
- Solution de  $HAuCl_4$  à  $25 mmol.L^{-1}$
- Solution de CTABr à  $0.1 mol.L^{-1}$
- Solution réductrice  $NaBH_4$  à  $10 mmol.L^{-1}$ . Cette solution doit être utilisé en moins de deux minutes
- eau milliQ

##### Méthodes

Dans le pilulier on introduit le barreau aimanté et 7.5mL de la solution de CTABr (Bromure d'hexadécyltriméthylammonium). On place le pilulier dans le bain marie chauffée à 25-30 C. On ajoute 100 $\mu$ L de la solution d'or. La solution devient orange. On additionne d'un coup 600 $\mu$ L de la solution réductrice.

La solution passe de orange à marron. Elle doit être utilisé dans les 5 heures après la synthèse.

#### Nanoparticule avec le THPC

##### Matériels

- Erlenmayer 20mL
- Agitateur magnétique
- Éprouvette
- Bécher
- Solution de  $HAuCl_4$  à  $25 mmol.L^{-1}$

- Solution réductrice de THPC (Tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium chloride)
- Solution d'hydroxyde de sodium à  $0.2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$
- eau milliQ

### Méthodes

On commence par préparer une solution de THPC. On dilue la solution commerciale dans  $100\text{mL}$  d'eau milliQ.

Dans un erlenmeyer on ajoute  $45.5\text{mL}$  d'eau milliQ avec  $1.5\text{mL}$  de la solution de  $\text{NaOH}$  et  $1\text{mL}$  de la solution de THPC préalablement diluée. On attend 2 minutes puis on ajoute  $2\text{mL}$  de la solution de d'or.

La solution devient immédiatement marron.

## Couplage de Suzuki

### Couplage avec $\text{PdCl}_2$

#### Matériels

- Tube à essai
- Agitateur magnétique
- Chauffage/bain de sable
- Erlenmeyer
- Éprouvette
- Ampoule à décanter
- Entonnoir
- Ballon
- Rotavap
- Bécher
- $\text{PdCl}_2$
- $\text{NaCl}$
- Bromoanisole
- Acide Boronique
- Eau
- Acétate d'éthyle
- Saumure
- $\text{Na}_2\text{SO}_4$

### Méthodes

Dans le tube à essai on met l'agitateur  $0.5\text{mol}$  de bromoanisole,  $0.55\text{mol}$  d'acide boronique,  $0.04\text{mol}$  de  $\text{NaCl}$ ,  $0.01\text{mol}$  de  $\text{PdCl}_2$  et  $4\text{mL}$  d'eau. On laisse réagir 24 heures sous chauffage dans un bain de sable à  $40\text{C}$ .

On extrait le produit 3 fois avec  $20\text{mL}$  d'acétate d'éthyle. on lave 2 fois avec  $20\text{mL}$  de la saumure. On rince avec de l'eau. On sèche la phase organique avec du  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . On évapore le solvant.

### Couplage avec les nanoparticules d'or

- Tube à essai
- Agitateur magnétique
- Chauffage/bain de sable
- Erlenmeyer
- Éprouvette
- Ampoule à décanter
- Entonnoir
- Ballon
- Rotavap
- Bécher
- Bromoanisole
- Acide Boronique
- Solution de nanoparticules d'or
- Eau
- Acétate d'éthyle
- Saumure
- $\text{Na}_2\text{SO}_4$

### Méthodes

Dans le tube à essai on met l'agitateur  $0.5\text{mol}$  de bromoanisole,  $0.55\text{mol}$  d'acide boronique et  $4\text{mL}$  de la solution de nanoparticules d'or. On laisse réagir 24 heures sous chauffage dans un bain de sable à  $40\text{C}$ .

On extrait le produit 3 fois avec  $20\text{mL}$  d'acétate d'éthyle. on lave 2 fois avec  $20\text{mL}$  de la saumure. On rince avec de l'eau. On sèche la phase organique avec du  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . On évapore le solvant.