201625350

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 201625350 A

(43)公開日： 中華民國 105 (2016) 年 07 月 16 日

(21)申請案號：104100108 (22)申請日： 中華民國 104 (2015) 年 01 月 05 日

(51)Int. Cl.： *B01F3/12 (2006.01)*

(71)申請人：國立交通大學 (中華民國) NATIONAL CHIAO TUNG UNIVERSITY (TW)
新竹市大學路 1001 號

(72)發明人：陳方中 CHEN, FANGCHUNG (TW)；林渭澄 LIN, WAICHEN (TW)

(74)代理人：蔡坤財；李世章

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：10 項 圖式數：7 共 31 頁

(54)名稱

製備二維材料的方法

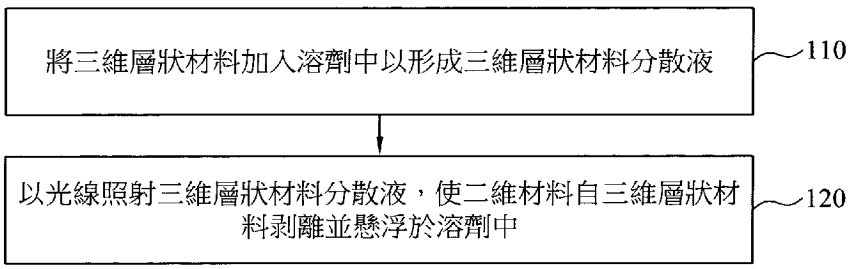
METHOD FOR PREPARING TWO-DIMENSIONAL MATERIAL

(57)摘要

製備二維材料的方法包含將三維層狀材料加入溶劑中以形成三維層狀材料分散液。接著，以光線照射三維層狀材料分散液，使二維材料自三維層狀材料剝離並懸浮於溶劑中，其中光線之波長為100~1500nm，且照射時間為 0.5~5 小時。

A method for preparing a two-dimensional material includes adding a three-dimensional layered material into a solvent to form a three-dimensional layered material dispersion. Then, the three-dimensional layered material dispersion is irradiated by light to exfoliate the three-dimensional layered material to produce the two-dimensional material suspending in the solvent. The light has a wavelength of 100-1500 nm, and the irradiation time is 0.5-5 hours.

指定代表圖：



符號簡單說明：

110、120・・・步驟

第 1 圖

201625350

201625350

104100108
104. 1. 05

【發明摘要】

IPC: B01F 3/12 (2006.01)

【中文發明名稱】製備二維材料的方法

【英文發明名稱】METHOD FOR PREPARING TWO-DIMENSIONAL MATERIAL

【中文】

製備二維材料的方法包含將三維層狀材料加入溶劑中以形成三維層狀材料分散液。接著，以光線照射三維層狀材料分散液，使二維材料自三維層狀材料剝離並懸浮於溶劑中，其中光線之波長爲 100~1500 nm，且照射時間爲 0.5~5 小時。

【英文】

A method for preparing a two-dimensional material includes adding a three-dimensional layered material into a solvent to form a three-dimensional layered material dispersion. Then, the three-dimensional layered material dispersion is irradiated by light to exfoliate the three-dimensional layered material to produce the two-dimensional material suspending in the solvent. The light has a wavelength of 100-1500 nm, and the irradiation time is 0.5-5 hours.

【指定代表圖】第1圖

【代表圖之符號簡單說明】

110、120：步驟

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】製備二維材料的方法

【英文發明名稱】METHOD FOR PREPARING TWO-DIMENSIONAL MATERIAL

【技術領域】

【0001】 本發明是有關於一種製備二維材料，特別是有關於一種由三維層狀材料製備二維材料。

【先前技術】

【0002】 二維材料(Two-dimensional materials)受到全世界的廣泛重視，此類材料的應用十分廣泛。舉例而言，二維材料可用以製作成透明導電基板、電晶體及光偵測器等元件，而這些元件係廣泛存在於現今的電子產品中，例如：電腦、手機及顯示器。二維材料亦可當成電極、催化劑等，且爲二次電池重要的基本零件。

【0003】 現今發展出多種二維材料的製備技術，例如：氣相沉積法(Chemical Vapor Depsotion)及磊晶成長(Epitaxial growth)。然而，這些方式雖然品質高，但均不利於大量生產，成本也因而較高。而一些溶液的剝除法(Liquid-phase exfoliation)雖然成本低，但效率仍然較低，且通常非常耗時。另，有研究提出以雷射照射亦可達到剝除二維材料之目的，然而此技術不但機台價格過於昂貴，雷射照射焦點也較小，因此仍然不利於大量生產。

【0004】 有鑑於此，目前需要一種製備二維材料的方法，其具有省時、製程簡便、成本低廉、可大量生產等優點。

【發明內容】

【0005】 本發明係提供一種製備二維材料的方法，包含將三維層狀材料加入溶劑中以形成三維層狀材料分散液。接著，以光線照射三維層狀材料分散液，使二維材料自三維層狀材料剝離並懸浮於溶劑中，其中光線之波長爲100~1500 nm，且照射時間爲0.5~5小時。

【0006】 在本發明之一實施方式中，三維層狀材料爲石墨、過渡金屬硫屬化合物、六方氮化硼、過渡金屬鹵化物、過渡金屬氧化物、III-VI族半導體、磷酸鋯、膦酸鋯、矽酸鹽、層狀雙氫氧化物、三元過渡金屬碳化物或三元過渡金屬氮化物。

【0007】 在本發明之一實施方式中，三維層狀材料爲石墨，且光線之波長爲100~400 nm。

【0008】 在本發明之一實施方式中，溶劑爲*N*-甲基吡咯烷酮、*N*,*N*-二甲基甲醯胺、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮、環己酮、苄胺、碳酸丙烯酯、γ-丁內酯或其組合。

【0009】 在本發明之一實施方式中，三維層狀材料分散液之濃度爲0.1~10 mg/mL。

【0010】 在本發明之一實施方式中，照射時間爲1~4小時。

【0011】 在本發明之一實施方式中，二維材料的厚度爲0.03~500 nm。

【0012】 在本發明之一實施方式中，製備二維材料的方法更包含添加介面活性劑以形成三維層狀材料分散劑。

【0013】 在本發明之一實施方式中，製備二維材料的方法更包含添加共溶劑以形成三維層狀材料分散劑。

【0014】 在本發明之一實施方式中，製備二維材料的方法更包含離心步驟以分離出二維材料。

【0015】 本發明之製備二維材料的方法係利用光線照射三維層狀材料，其將光線吸收，並將光能轉換爲各層層狀結構之分子振動的能量，使三維層狀材料之結構變爲鬆散，進而使二維材料自三維層狀材料剝離，形成較薄之二維材料奈米片。本發明之目的係提供一種簡單且高效率之自三維層狀材料剝離單層或數層二維材料的製備方法。

【圖式簡單說明】

【0016】 爲使本發明之特徵、優點與實施例能更明顯易懂，所附圖式之說明如下：

第1圖係繪示本發明一實施方式之製備二維材料的流程示意圖。

第2A及2B圖係顯示本發明實施例與比較例之二維材料的拉曼光譜圖。

第3A及3B圖係分別顯示本發明實施例與比較例之二維材料的原子力顯微鏡影像圖。

第3C及3D圖係分別顯示第3A及3B圖之厚度測量圖。

第4A及4B圖係顯示比較例之二維材料的穿透式電子顯微鏡影像圖。

第5A及5B圖係顯示本發明實施例之二維材料的穿透式電子顯微鏡影像圖。

第6A~6D圖係顯示本發明之三維層狀材料分散液以不同光線照射的結果影像圖。

第7A圖係顯示反式太陽能電池的結構示意圖。

第7B圖係顯示本發明實施例與比較例之二維材料作爲反式太陽能電池之陽極緩衝層的電流密度-電壓特性曲線圖。

【實施方式】

【0017】 爲了使本揭示內容的敘述更加詳盡與完備，下文將參照附隨圖式來描述本發明之實施態樣與具體實施例；但這並非實施或運用本發明具體實施例的唯一形式。以下所揭露的各實施例，在有益的情形下可相互組合或取代，也可在一實施例中附加其他的實施例，而無須進一步的記載或說明。在以下描述中，將詳細敘述許多特定細節以使讀者能夠充分理解以下的實施例。然而，可在無此等特定細節之情況下實踐本發明之實施例。

【0018】 請參照第1圖，其係繪示本發明一實施方式之製備二維材料的流程示意圖。首先，將三維層狀材料加入溶劑中以形成三維層狀材料分散液(步驟110)。接著，以光線照射三維層狀材料分散液，使二維材料自三維層狀材料剝離並

懸浮於溶劑中(步驟120)，其中光線之波長爲100~1500 nm，且照射時間爲0.5~5小時。照射之光線可爲紫外光(波長：100~400 nm)、可見光(波長：400~700 nm)或紅外光(波長：700~1500 nm)。

【0019】 三維層狀材料係指由多個原子層的二維材料所組成之塊材。本發明之三維層狀材料可爲石墨(Graphite)、過渡金屬硫屬化合物(Transition metal dichalcogenide或Transition metal trichalcogenide，TMD)、六方氮化硼(h-BN)、過渡金屬金屬鹵化物(Transition metal halide)、過渡金屬金屬氧化物(Transition metal oxide)、III-VI族半導體(III-VI layered semiconductor)、磷酸鋯(Zirconium phosphate)、膦酸鋯(Zirconium phosphonate)、矽酸鹽(Layered silicate)、層狀雙氫氧化物(Layered double hydroxide，LDH)、三元過渡金屬碳化物(Ternary transition metal carbide)或三元過渡金屬氮化物(Ternary transition metal nitride)。

【0020】 此處所指之石墨可爲石墨或其衍生物，石墨衍生物例如：鹵化石墨。過渡金屬硫屬化合物例如：MoS_2、AMo_3X_3、NbX_3、TiX_3及TaX_3，其中X=S、Se或Te。過渡金屬鹵化物例如：$MoCl_2$及$\alpha RuCl_3$。過渡金屬氧化物例如：氧化鈦、氧化鈮、氧化錳、水鈉錳礦(Birnessite)、三氧化物(如：MoO_3、TaO_3及水合WO_3)、鈣鈦礦(Perovskite)、過渡金屬鹵氧化物(Oxyhalides of transition metal，如：VOCl、CrOCl、FeOCl、NbO_2F、

WO_2Cl_2及$FeMoO_4Cl$)。III-VI族半導體例如：GaX及InX，其中X=S、Se或Te。三元過渡金屬碳化物及三元過渡金屬氮化物爲MAX相(MAX phase)的衍生物，其中M=過渡金屬；A=Al或Si；以及X=C或N。

【0021】 當三維層狀材料爲石墨時，由於石墨會吸收紫外光，故在步驟120中，三維層狀材料分散液所照射之光線爲紫外光，其波長係在100~400 nm的範圍內，例如可爲：230~280 nm、280~315 nm或315~400 nm。

【0022】 在本發明一實施方式中，溶劑爲*N*-甲基吡咯烷酮(*N*-Methyl-2-pyrrolidone，NMP)、*N*,*N*-二甲基甲醯胺(*N*,*N*-Dimethylformamide，DMF)、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮(1,3-Dimethyl-2-imidazolidinone，DMI)、環己酮(Cyclohexanone，CYC)、苄胺(Benzylamin，BA)、碳酸丙烯酯(Propylene carbonate，PC)或γ-丁內酯(γ-Butyrolactone，GBL)。

【0023】 在本發明之一實施方式中，三維層狀材料分散液之濃度爲0.1~10 mg/mL，例如可爲0.1、0.5、1、1.5、2、2.5、3、3.5、4、4.5、5、5.5、6、6.5、7、7.5、8、8.5、9、9.5或10 mg/mL。

【0024】 根據本發明一實施方式，在步驟110中，可另添加界面活性劑以形成三維層狀材料分散劑。在本發明之三維層狀材料分散液經光線照射的過程中，界面活性劑可進入三維層狀材料之各層結構之間，進而使二維材料較容易自三維層狀材料剝離。界面活性劑可爲1-丁基-3-甲基咪唑溴化鹽

(1-butyl-3-methylimidazolium bromide)、全氟辛酸銨(Ammonium perfluorooctanoate)等。

【0025】 根據本發明一實施方式，在步驟110中，可另添加共溶劑以形成三維層狀材料分散劑。共溶劑之作用係提高主溶劑在溶液中溶解度的輔助溶劑。在本發明之三維層狀材料分散液經光線照射的過程中，共溶劑可進入三維層狀材料之各層結構之間，進而使二維材料較容易自三維層狀材料剝離。共溶劑可爲*N*-甲基吡咯烷酮、甲苯、正己烷、乙醇、丙酮、乙醚等分子較小的溶劑。

【0026】 在步驟120中，以光線照射三維層狀材料分散液的時間與照射光源的瓦數有關。本發明所使用之照射光源的瓦數可爲100~10000瓦(Watt，W)，例如：100~1000、1000~2000、2000~3000、3000~4000、4000~5000、5000~6000、6000~7000、8000~9000或9000~10000 W。光源的瓦數越大，能量越高，故剝離出二維材料所需之照射時間越短。而光源的瓦數越小，能量越低，故剝離出二維材料所需之照射時間越長。在本發明之一實施方式中，照射時間爲0.5~5小時，較佳爲1~4小時，例如可爲0.5、1、1.5、2、2.5、3、3.5、4、4.5或5小時。

【0027】 值得注意的是，當以光線照射三維層狀材料分散液的同時，可攪拌三維層狀材料分散液，此舉係有助於二維材料自三維層狀材料剝離。在一實施方式中，攪拌的方式爲於三維層狀材料分散液加入轉子，其中轉子可爲磁石，並

以可產生磁力的裝置使磁石旋轉，進而攪拌三維層狀材料分散液。

【0028】 根據本發明之一實施方式，本發明之製備方法製得之二維材料爲單原子層之二維材料或數個原子層之二維材料，其厚度係位於0.03~500 nm的範圍內。單層二維材料的厚度爲0.03~1 nm，而數層二維材料的厚度爲1~500 nm。

【0029】 本發明之製備二維材料的方法於步驟120之後，可包含離心步驟以分離出二維材料。三維層狀材料分散液經光線照射後，可能會有部分未被剝離之三維層狀材料以及已剝離之二維材料懸浮於溶劑中。因此，於步驟120之後可將懸浮有未被剝離之三維層狀材料以及已剝離之二維材料的溶劑離心，利用重力將三維層狀材料與二維材料分開，二維材料會存在於上層懸浮液中。此外，含有二維材料之上層懸浮液可再經離心沉澱及清洗等步驟，並進行冷凍乾燥以除去殘留之溶劑，獲得之二維材料呈粉末狀。

【0030】 本發明之製備二維材料的方法係藉由光線提供三維層狀材料能量，將光能轉換爲各層層狀結構之分子振動的能量。三維層狀材料吸收光線後，其層狀結構膨脹，且分子的振動使溶劑得以進入各層層狀結構之間，使各層層狀結構之間的空間加大，三維層狀材料的結構變得較爲鬆散，進而使三維層狀材料產生剝落的現象，形成較薄之單層或數層的二維材料奈米片。由本發明之製備方法所形成之二維材料奈米片可應用於電子產品、顯示器、電池、電晶體、催化劑。

舉例而言，二維材料可作爲電子傳輸層的材料。相較於習知技術，本發明之製備二維材料的方法具有成本低廉、製程簡便快速、效率高且利於大量生產等優點。

【0031】 以下列舉數個實施例以更詳盡闡述本發明之方法，然其僅爲例示說明之用，並非用以限定本發明，本發明之保護範圍當以後附之申請專利範圍所界定者爲準。

【0032】 **二維材料的製備**

【0033】 本發明一實施方式之二維材料的製備方法係由氟化石墨(Fluorinated graphite)作爲三維層狀材料製得氟化石墨烯奈米片(fluorinated graphene)，其製備方法包含以下步驟：

1. 將氟化石墨粉末加入溶劑之中，配置成濃度爲1 mg/mL之氟化石墨分散液。在此實施方式中，溶劑爲N-甲基吡咯烷酮(N-Methyl-2-Pyrrolidone，NMP)。
2. 將步驟1之氟化石墨分散液持續攪拌，並同時以紫外光照射2小時。當氟化石墨分散液的顏色逐漸變深，表示氟化石墨烯奈米片已自氟化石墨表面剝離，並懸浮於溶劑中，形成氟化石墨烯奈米片懸浮液。此時，氟化石墨烯奈米片懸浮液中包含部分未被剝離之三維氟化石墨以及已剝離之二維氟化石墨烯片。在本實施方式中，照射光源的瓦數爲500 W。在一實施方式中，於氟化石墨分散液加入轉子以促進攪拌，其中轉子可爲磁石。

3. 進行離心步驟，將步驟2之氟化石墨烯奈米片分離出來。利用離心機以1000 rpm的轉速離心出多餘的雜質，以提升氟化石墨烯奈米片懸浮液的純度。

4. 取步驟3之上層懸浮液，並利用離心機以6000 rpm的轉速沉澱出氟化石墨烯片，並添加甲苯(Toluene)清洗。反覆離心與清洗三次後，進行凍乾除去殘留溶劑，以獲得本案實施例之氟化石墨烯粉末。

【0034】 比較例的製備方法係以同樣濃度的氟化石墨分散液，置於超音波震盪器持續振盪8小時。接著，以相同的方式純化氟化石墨烯粉末，藉以當作比較的樣本。

【0035】 **實驗例一：結構分析**

【0036】 本實驗例係將實施例與比較例之氟化石墨烯粉末加入NMP中，配置成氟化石墨烯溶液，並以拉曼光譜分析樣品的化學結構。

【0037】 請參照第2A及2B圖，其係顯示本發明實施例與比較例之二維氟化石墨烯的拉曼光譜圖，其中線條210及230代表比較例之拉曼光譜，線條220及240代表實施例之拉曼光譜。如第2A及2B圖所示，實施例與比較例之兩種氟化石墨烯樣品的拉曼光譜圖皆可以觀察到石墨烯之典型波數約在1350 cm^{-1} 的 D-band (disorder-induced) 與約在 1600 cm^{-1} 的 G-band (graphite-like)，且波數較長的區域也可發現約在 2700 cm^{-1}的2D-band。這些光譜特性代表本案之實施例確實具有石墨烯的結構，且實施例與比較例的化學結構類似代表本

發明之製備方法確實可自三維層狀結構的石墨剝離出二維結構的石墨烯。本發明之製備方法與習知技術之超音波震盪法具有類似的效果，但可大幅減少製備二維材料所需的時間。

【0038】 **實驗例二：厚度分析**

【0039】 首先，本實驗例將比較例與實施例之氟化石墨烯沉積在矽晶圓基板上，並利用原子力顯微鏡(Atomic Force Microscope，AFM)分析兩者的厚度。請參照第3A及3B圖，其係分別顯示本發明比較例與實施例之二維氟化石墨烯的原子力顯微鏡影像圖，第3C圖係顯示第3A圖沿A-A'線之厚度測量圖，且第3D圖係顯示第3B圖沿B-B'線之厚度測量圖。如圖所示，由超音波震盪製得之比較例氟化石墨烯的厚度約爲6.65 nm，而受紫外光照射製得之實施例氟化石墨烯的厚度約爲3.93 nm。透過AFM的分析可以觀察到本發明之利用光照的製備方法，比起習知之超音波震盪方法除了較快速之外，更可得到厚度較薄之氟化石墨烯。

【0040】 接著，本實驗例亦利用穿透式電子顯微鏡(Transmission electron microscope，TEM)觀察比較例與實施例之氟化石墨烯的型態。請參照第4A、4B、5A及5B圖，其中第4A圖係顯示比較例之氟化石墨烯的穿透式電子顯微鏡影像圖，而第4B圖係第4A圖之局部放大圖，且第5A圖係顯示本發明實施例之氟化石墨烯的穿透式電子顯微鏡影像圖，而第5B圖係第5A圖之局部放大圖。透過第4A及4B圖可以清楚觀察到比較例之氟化石墨烯的結構，並加以分析其厚度約爲5.80

nm，屬於多層(multilayer)結構。而第5A及5B圖爲受紫外光照射而獲得之實施例之氟化石墨烯的TEM影像，透過第5A及5B圖可以觀察到片狀結構，其厚度約爲2.83 nm，其亦屬於多層結構。實施例較比較例薄的厚度證明了本發明之利用光照的製備方法明顯有助於二維材料的剝除，因此在製備過程中能大幅降低剝離之二維材料的厚度。

【0041】 **實驗例三：光線之剝離效果分析**

【0042】 本實驗例係利用不同波段的光線照射氟化石墨分散液，以製備氟化石墨烯，藉由氟化石墨烯奈米片懸浮液中的顏色深淺可判斷出其反應效率。

【0043】 請參照第6A~6D圖，其係顯示本發明之氟化石墨分散液以不同光線照射的結果影像圖。第6A圖爲受紫外光(100~400 nm)照射的樣品，第6B圖爲可見光波段(400~700 nm)照射的樣品，第6C圖爲紅外光波段(長於700 nm)照射的樣品，而第6D圖爲未受光照射的樣品。如第6A圖所示，受紫外光照射的樣品懸浮液顏色明顯變深，被剝離的氟化石墨烯均勻分散於溶劑中。對照第6D圖，未受光照射的樣品顯然沒有明顯剝除的現象。另，透過第6B及6C圖可以觀察到受可見光及紅外光照射的樣品同樣也無明顯的剝除現象。因此，可以推論出此光剝除的現象與氟化石墨的吸收有關。氟化石墨會吸收紫外光，光能量被吸收後，其能量轉換成分子之振動等能量，而有助於剝除的反應。

【0044】 **實驗例四：電子傳輸效率分析**

【0045】 由本發明之製備二維材料的方法所製得之氟化石墨烯可作爲陽極緩衝層的材料，具有傳輸電子的功能。本實驗例係將實施例與比較例之氟化石墨烯可作爲反式太陽能電池之陽極緩衝層的材料，並分析反式太陽能電池的元件效率。請參照第7A圖，其係顯示反式太陽能電池300的結構示意圖。反式太陽能電池300包含第一電極310、陽極緩衝層320、有機主動層330、陰極緩衝層340以及第二電極350。在本實驗例中，第一電極310爲ITO電極；有機主動層330的材料爲聚(3-己基噻吩) (poly(3-hexylthiophene，P3HT)及[6,6]-苯基C61-丁酸甲酯([6,6]-phenyl C61-butyric acid methyl ester，PCBM)的混合物；陰極緩衝層340的材料爲三氧化鉬(MoO_3)；以及第二電極爲銀電極(Ag)。

【0046】 本實驗例之反式太陽能電池300的製備方法包含以下步驟：

1. 將實施例與比較例之氟化石墨烯分別旋轉塗佈於ITO電極310之上，於150°C加熱30分鐘，以形成陽極緩衝層320。
2. P3HT與PCBM的混合物塗佈於陽極緩衝層320上，經退火等步驟後，形成有機主動層330。
3. 於有機主動層330上製作陰極緩衝層340。
4. 於陰極緩衝層340上蒸鍍銀，形成第二電極350。

【0047】 請參照第7B圖，其係顯示本發明實施例與比較例之氟化石墨烯作爲反式太陽能電池300之陽極緩衝層320的電

流密度-電壓特性曲線圖，其中線條410代表比較例，線條420代表實施例。由第7B圖可以看出以實施例之以光照製備的氟化石墨烯作爲陽極緩衝層材料的反式太陽能電池具有較好的元件特性，與以比較例之氟化石墨烯作爲陽極緩衝層材料的反式太陽能電池相比，開路電壓(open-circuit voltage)從0.37 V上升到0.53 V，且短路電流(short-circuit current)從原先的9.72 mA/cm^{2}增加到10.22 mA/cm^2，填充因子(FF)也從48.1 %上升到53.7 %，並使得能量轉換效率(PCE)更從1.73%提升至2.91%。由此可見，利用本發明之利用光照的製備方法所獲得之氟化石墨烯具有較好的品質，而比較例之氟化石墨烯元件效率較低可能源於較大厚度的氟化石墨烯所致，使得比較例之氟化石墨烯奈米片本身的電阻過高，影響其作爲陽極緩衝層之電子傳輸的表現。

【0048】 綜上所述，本發明之製備二維材料的方法係使三維層狀材料剝落，藉以形成單層或數層二維材料。本發明之製備方法利用光線照射的方式，使三維層狀材料吸收光線，並將光能轉換爲三維層狀材料的各層層狀結構之分子振動的能量，使三維層狀材料的結構變爲鬆散，進而使二維材料自三維層狀材料剝離，可形成奈米等級的二維材料奈米片。相較於習知技術，由本發明之製備方法所形成之二維材料，其厚度較薄，且具有製程簡單方便、省時、效率高、成本低廉、利於大量生產等優點。

【0049】 雖然本發明已以實施方式揭露如上，然其並非用以限定本發明，任何熟習此技藝者，在不脫離本發明之精神和範圍內，當可作各種之更動與潤飾，因此本發明之保護範圍當視後附之申請專利範圍所界定者爲準。

【符號說明】

【0050】

110、120：步驟

210、220、230、240、410、420：線條

300：反式太陽能電池

310：第一電極

320：陽極緩衝層

330：有機主動層

340：陰極緩衝層

350：第二電極

【發明申請專利範圍】

【第 1 項】一種製備二維材料的方法，包含：

將一三維層狀材料加入一溶劑中以形成一三維層狀材料分散液；以及

以一光線照射該三維層狀材料分散液，使該二維材料自該三維層狀材料剝離並懸浮於該溶劑中，其中該光線之波長爲 100~1500 nm，且照射時間爲 0.5~5 小時。

【第 2 項】如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該三維層狀材料爲石墨、過渡金屬硫屬化合物、六方氮化硼、過渡金屬鹵化物、過渡金屬氧化物、III-VI 族半導體、磷酸鋯、膦酸鋯、矽酸鹽、層狀雙氫氧化物、三元過渡金屬碳化物或三元過渡金屬氮化物。

【第 3 項】如申請專利範圍第 2 項所述之方法，其中該三維層狀材料爲石墨，且該光線之波長爲 100~400 nm。

【第 4 項】如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該溶劑爲 *N*-甲基吡咯烷酮、*N*,*N*-二甲基甲醯胺、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮、環己酮、苄胺、碳酸丙烯酯、γ-丁內酯或其組合。

【第 5 項】如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該三維層狀材料分散液之濃度爲 0.1~10 mg/mL。

【第 6 項】如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該照射時間爲 1~4 小時。

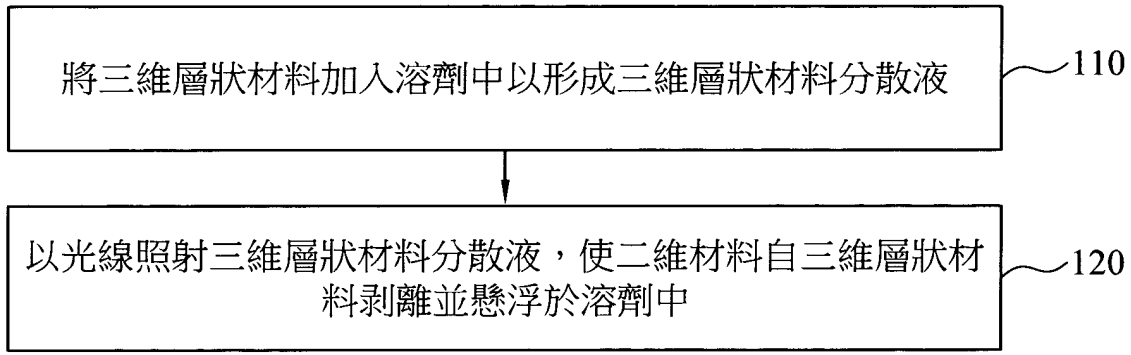
【第 7 項】如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該二維材料的厚度爲 0.03~500 nm。

【第 8 項】如申請專利範圍第 1 項所述之方法，更包含添加一介面活性劑以形成該三維層狀材料分散劑。

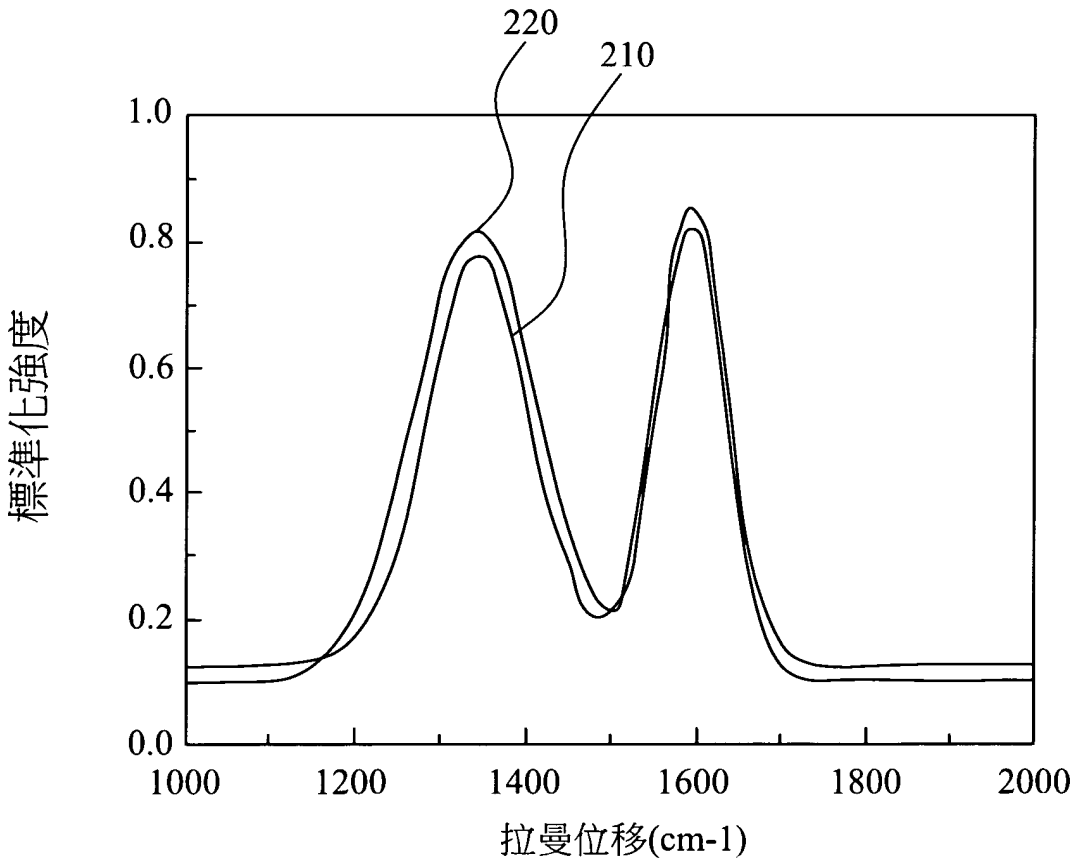
【第 9 項】如申請專利範圍第 1 項所述之方法，更包含添加一共溶劑以形成該三維層狀材料分散劑。

【第 10 項】如申請專利範圍第 1 項所述之方法，更包含一離心步驟以分離出該二維材料。

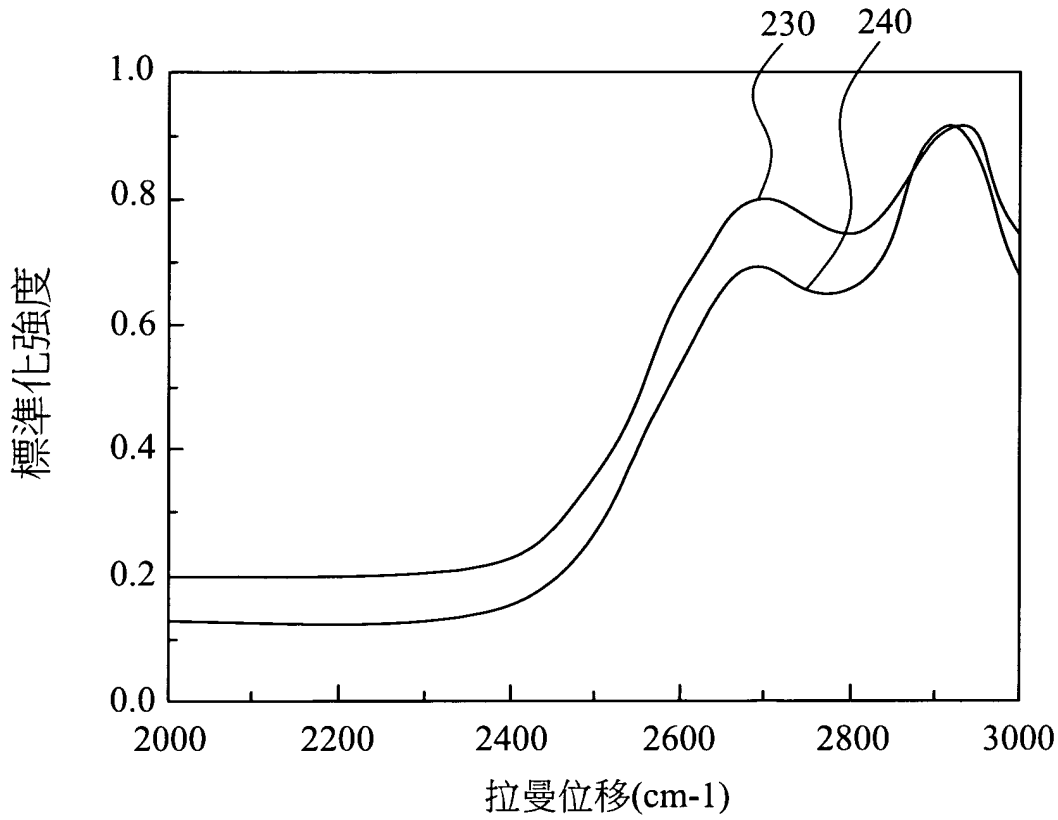
圖式


將三維層狀材料加入溶劑中以形成三維層狀材料分散液
110
以光線照射三維層狀材料分散液，使二維材料自三維層狀材料剝離並懸浮於溶劑中
120

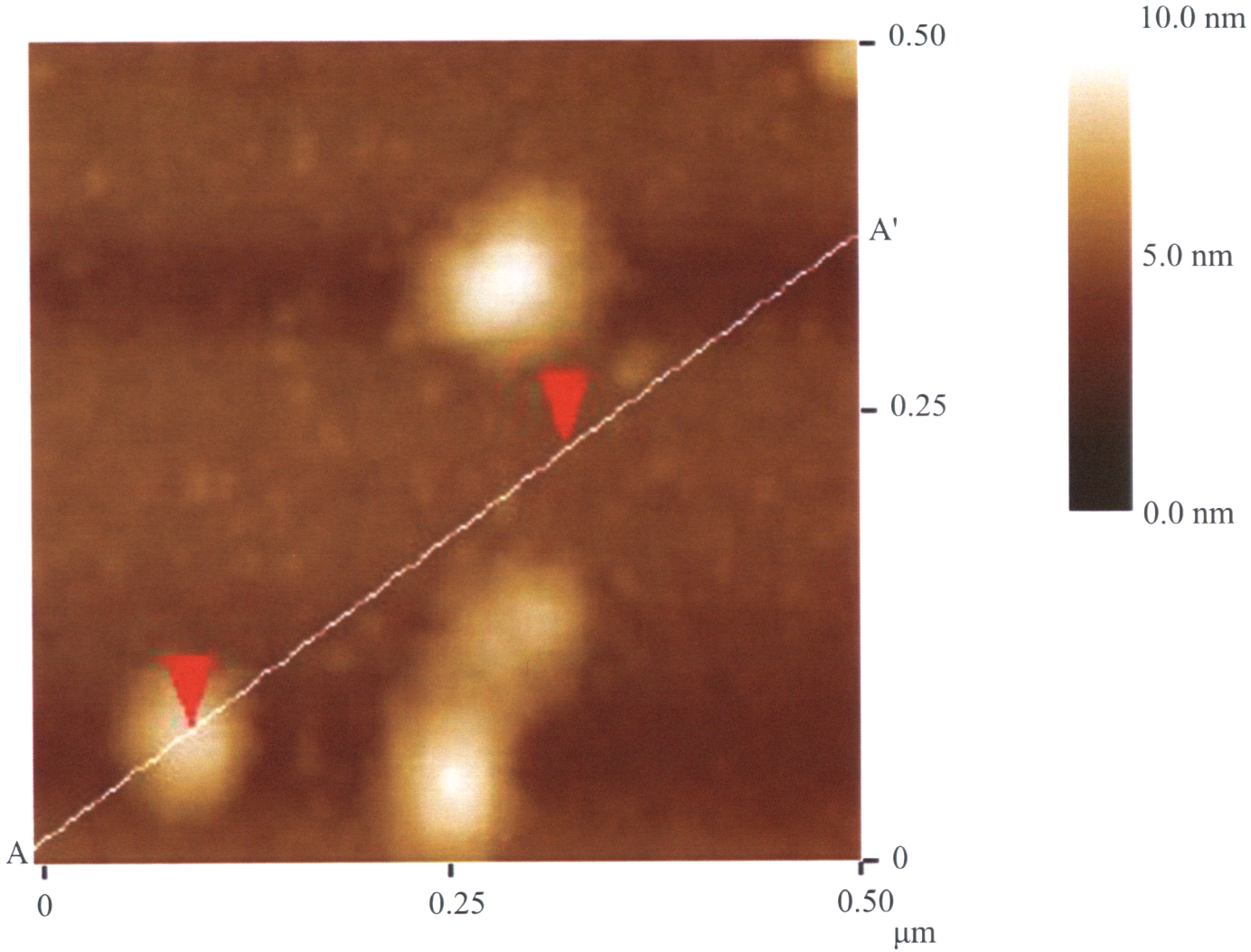
第 1 圖


220
210
1.0
0.8
0.6
0.4
0.2
0.0
標準化強度
1000
1200
1400
1600
1800
2000
拉曼位移(cm-1)

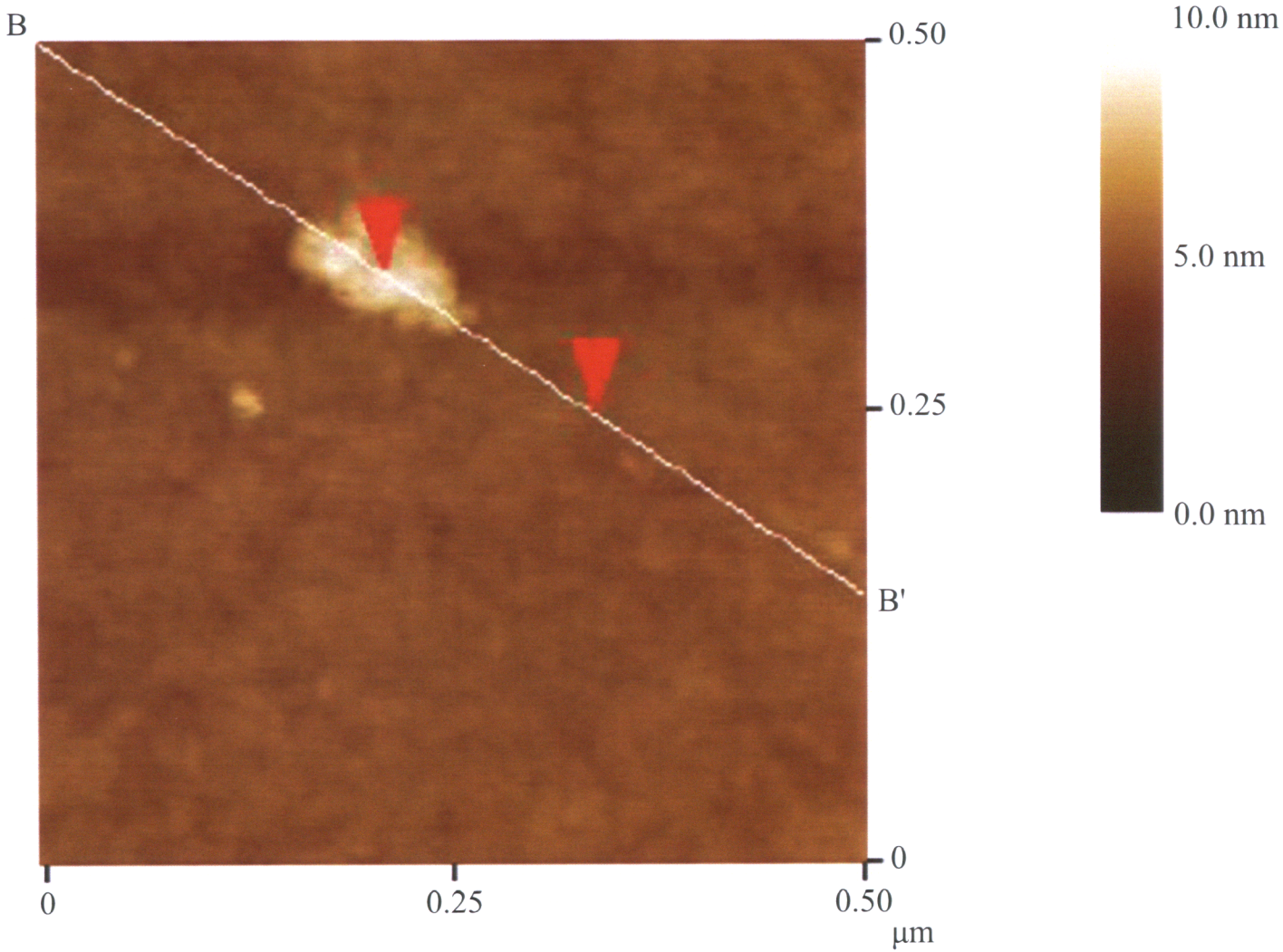
第 2A 圖


230
240
1.0
0.8
0.6
0.4
0.2
0.0
標準化強度
2000
2200
2400
2600
2800
3000
拉曼位移(cm-1)

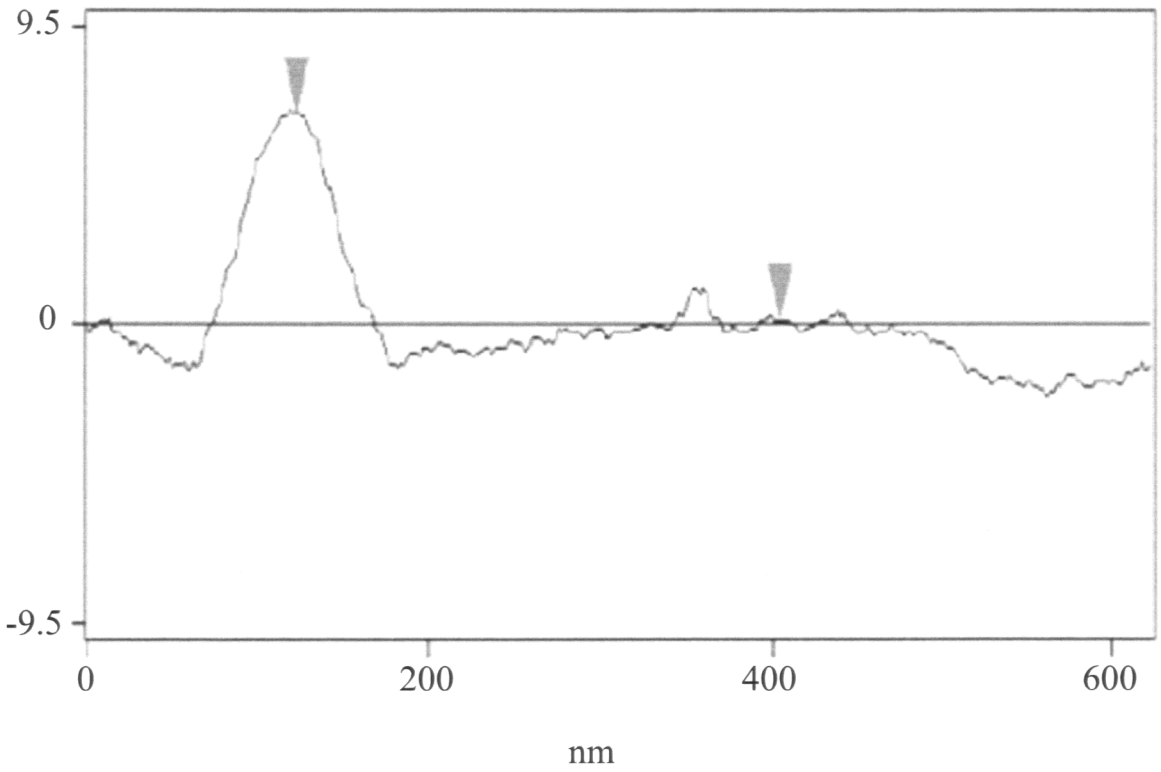
第 2B 圖



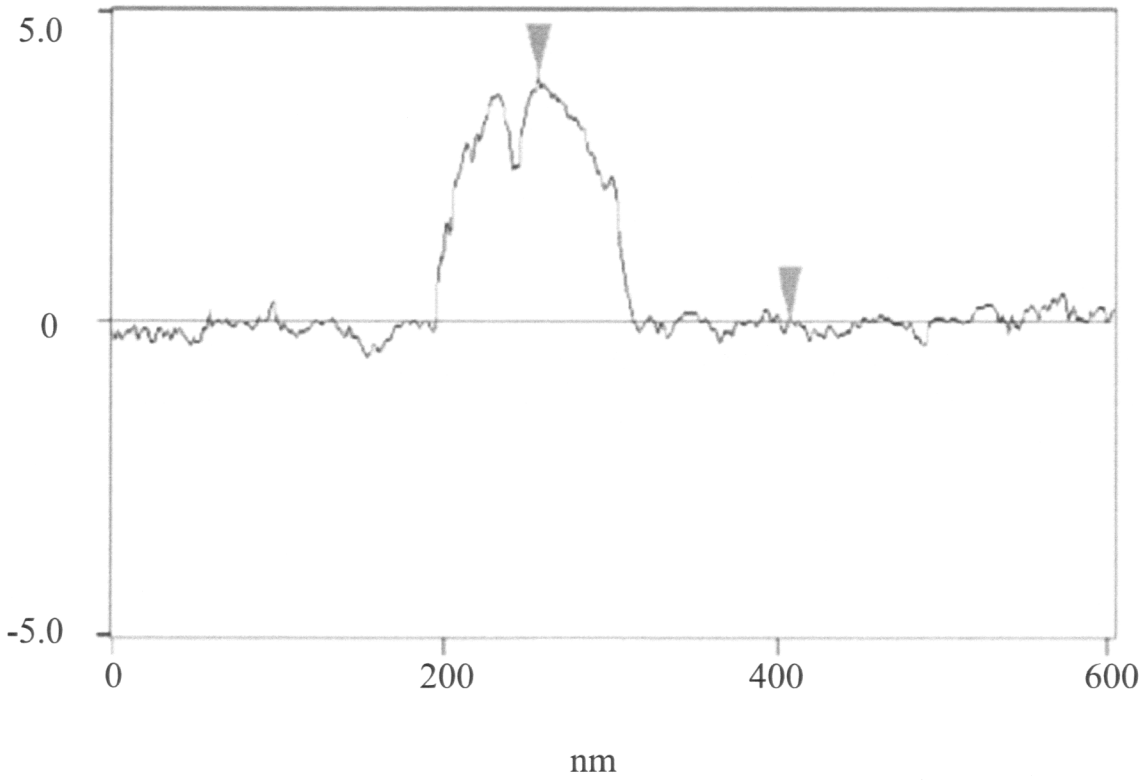
第 3A 圖



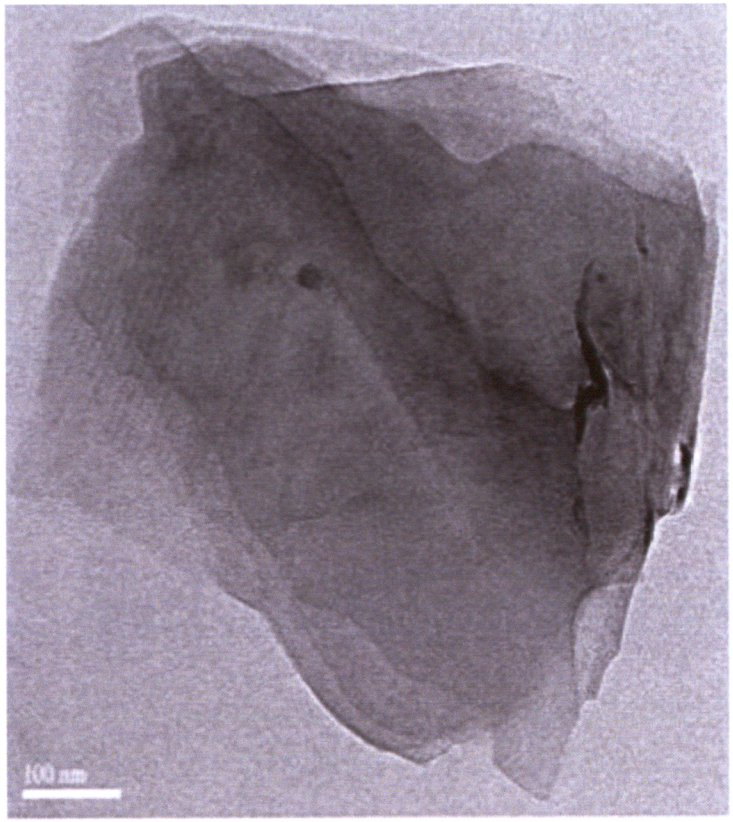
第 3B 圖



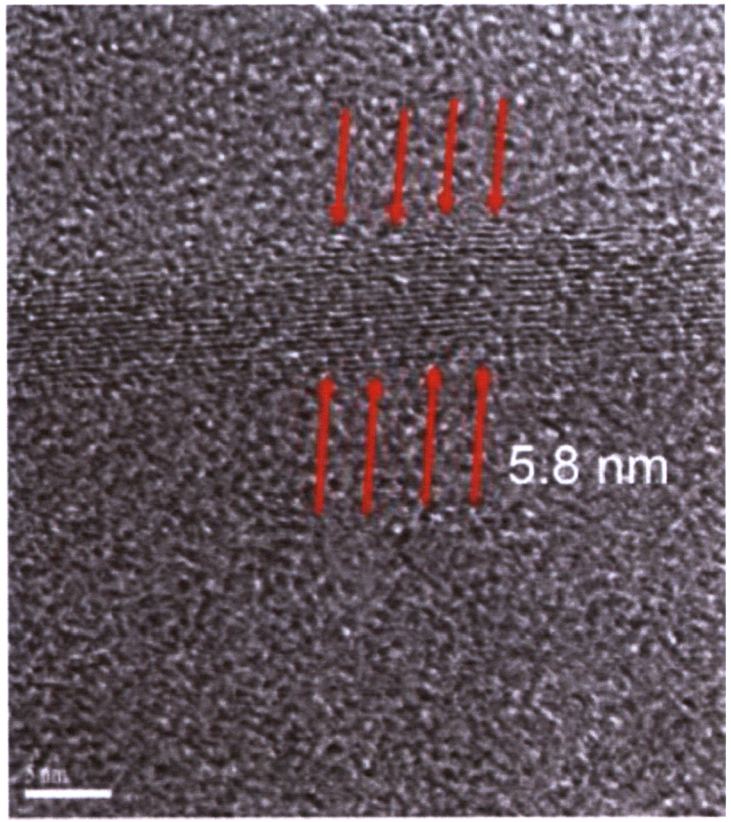
第 3C 圖



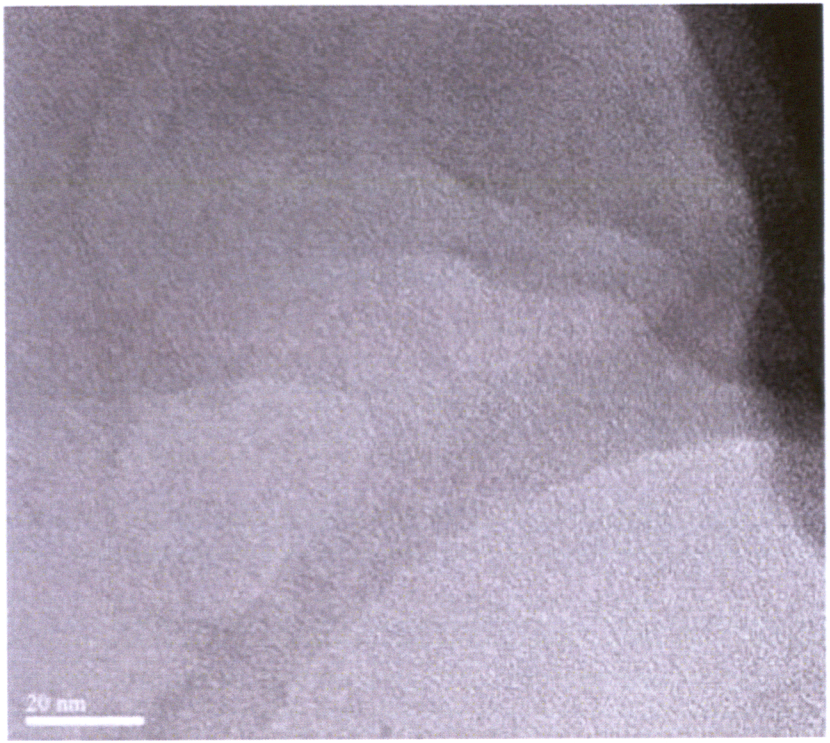
第 3D 圖



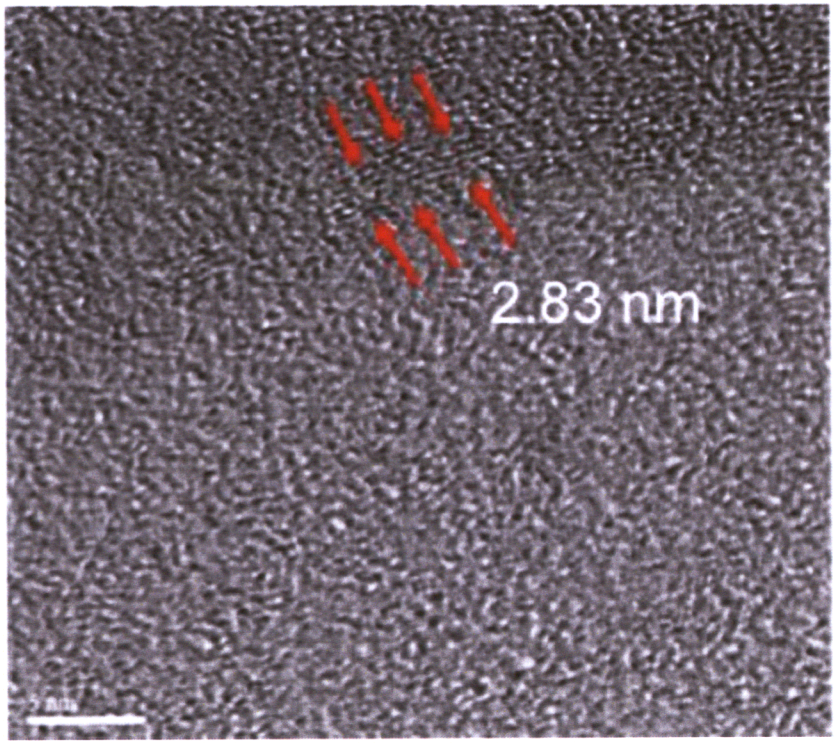
第 4A 圖



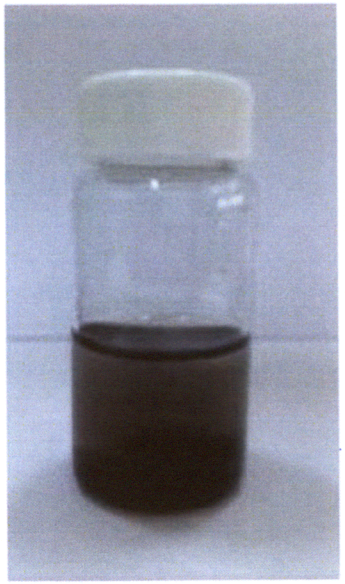
第 4B 圖



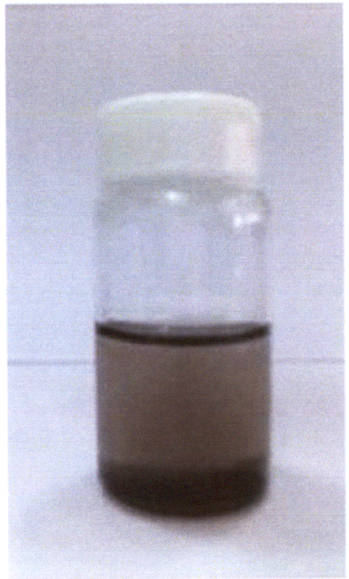
第 5A 圖



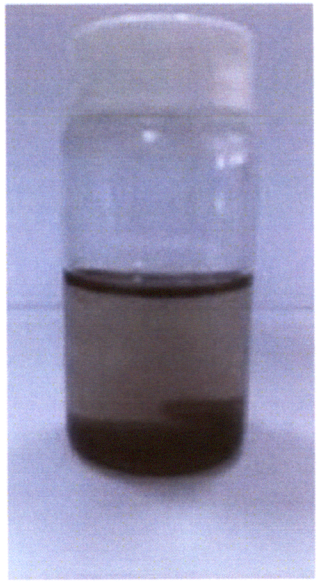
第 5B 圖



第 6A 圖

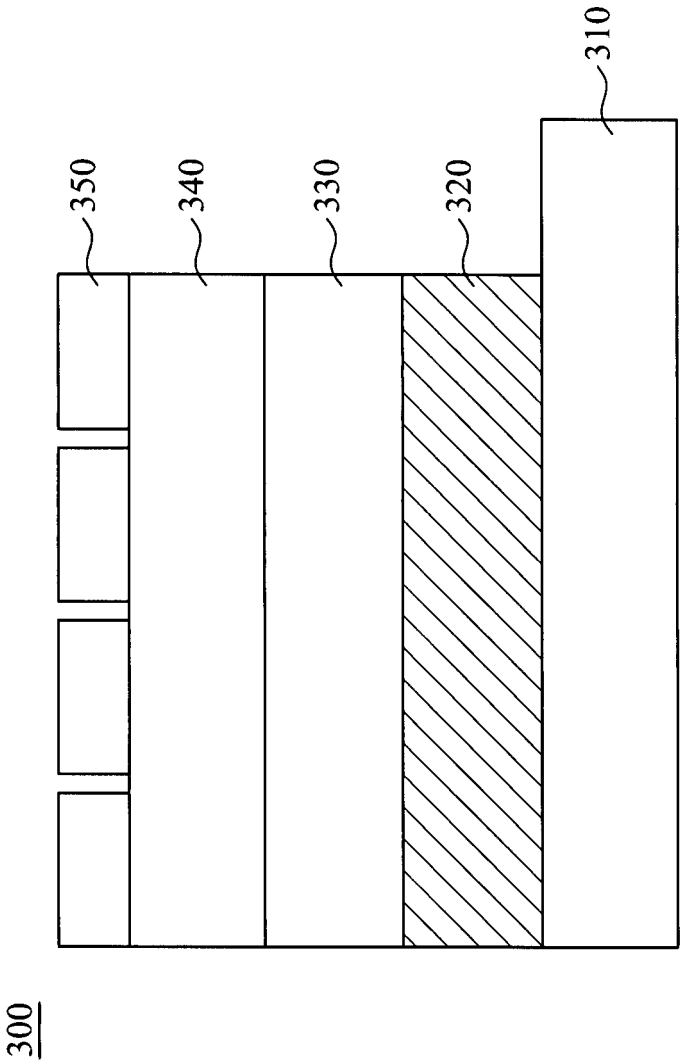


第 6B 圖

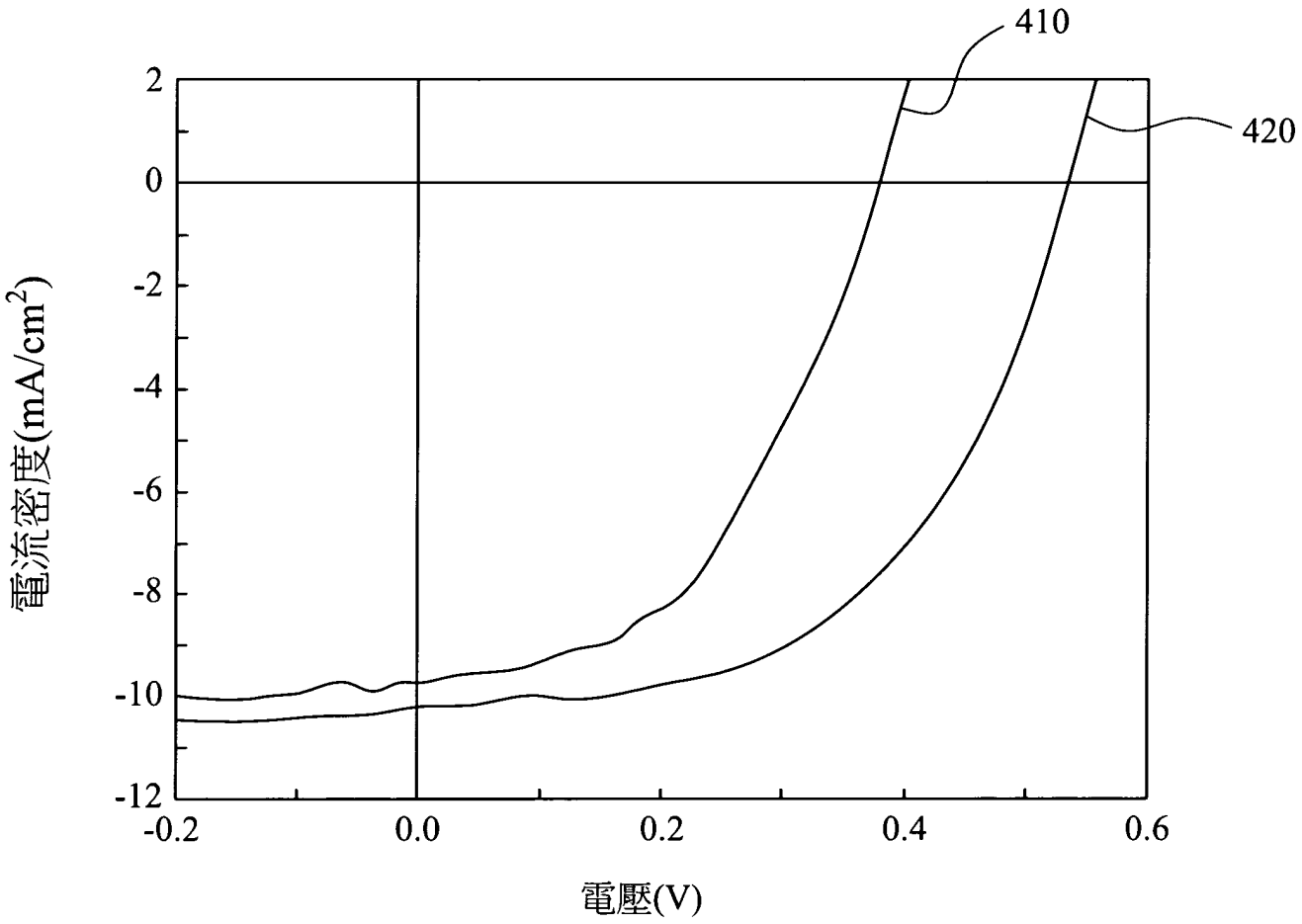


第 6C 圖

第 6D 圖



第 7A 圖



第 7B 圖