

第二章 實驗部份

2.1 實驗試劑及其來源

- 氰尿酸氯..... $C_3N_3Cl_3$ Aldrich
- 氫化鈉 NaH Aldrich
- 陽極處理氧化鋁 Al_2O_3 Whatman Anodisc 13
(孔洞半徑 : 200 nm ; 厚度 60 μm)
- 氟化氫 HF Aldrich (48%)
- 氬氣 Ar 三福化工 (99.99%)
- 乙醇 C_2H_5OH Aldrich (99.99%)



2.2 分析儀器

- 霍式轉換紅外線光譜儀 (FT-IR Nicolet Avatar 360)
掃描範圍為 400 – 4000 cm^{-1} ，最大解析度為 0.5 cm^{-1} 。
- UV-VIS 光譜儀 (Hitachi U3010 double-beam UV/VIS spectrometer)
掃描範圍為 200–700 nm，掃描速度為 1200 nm/min。
- 元素分析儀 (EA HERAEUS CHN-OS RAPID)

可測量元素的種類有碳、氫、氮，其測量方法為將固態樣品通入氧氣在 1223 K 以電熱燃燒，並偵測其燃燒後所得氣體成分來反推元素含量。

● 場發射掃描式電子顯微鏡 (SEM HITACHI S-4000)

冷陰極場發射電子源，加速電壓為 0.5 – 30 keV，放大倍率為 20 – 3×10^5 ，解析度最高為 1.5 nm。

● 場發射掃描式電子顯微鏡 (FE-SEM JEOL JSM-6330F)

電子源為冷陰極場發射電子槍，加速電壓為 0.5 – 30 keV，放大倍率為 10 – 5×10^5 ，解析度為 1.5 nm (at 15 keV) ，5.0 nm (at 1 keV)。

● X 射線能量散佈分析儀 (EDX OXFORD Link Pentafet)

偵測器窗口為鈹窗，厚度為 7.8 – 8 μm 對於鈉元素的 $K\alpha$ X 光 (1.041 keV)來說，可以有 60% 的量穿過兒一 8 μm 厚的鈹窗；但氧元素的 $K\alpha$ X 光(0.52 keV)只有 1%能通過。

● 穿透式電子顯微鏡 (TEM JEOL JEM-2000)

電子源為 LaB_6 ，加速電壓為 80 – 200 keV，放大倍率為 50 – 1.2×10^6 ，解析度為 0.25 nm。

● 分析式穿透式電子顯微鏡 (AEM/EDS JEOL, JEM-2010)

加速電壓為 80-200 keV，放大倍率 $50-1.2 \times 10^6$ ，解像力 0.25 nm。

● 高解析穿透式電子顯微鏡 (HRTEM JEOL JEM-4000EX)

電子源為 LaB₆，加速電壓為 400 keV，放大倍率為 $50 - 2 \times 10^6$ ，解析度為 0.18 nm。

● X 光光電子光譜儀 (XPS Perkin PHI-1600)

X-ray 光源為 Al/Mg dual anode，最大能量 15kV，400 Watt，Al anode 能量為 1486.6eV，Mg anode 為 1253.6eV。能量分析儀採

10-360 型 spherical capacitor analyzer 加上 multichannel detector。

$\Delta E/E$ 為 0.1~0.8%。



● 拉曼光譜儀 (Raman JABIN-YVON T-64000)

所選用的拉曼入射波長為 514.5 nm，能量 30 mW，掃描範圍

$100-2000 \text{ cm}^{-1}$ ，顯微鏡放大倍率為 500 倍。

● 固態核磁共振光譜儀 (SSNMR BRUKER DSX400WB NMR)

偵測核種為 ¹³C，中心頻率為 100.58 MHz，旋轉速度為 6500 Hz。

偵測範圍為 -300 ppm – 550 ppm。

2.3 化合物的製備

2.3.1 利用 C₃N₃Cl₃ 為前驅物製備奈米氮化碳球及孔洞性奈米氮化碳

材料

將氫化鈉 (0.2g, 8.3 mmole) 均勻地鋪於石英船上，送進管狀爐中，常壓下氫氣流速控制在 30 sccm (standard cubic centimeter per minute)，溫度控制在 623 K 加熱 1 小時，使氫化鈉熱裂解為銀色的鈉顆粒。隨後將以 413 K 汽化 $C_3N_3Cl_3$ 通入溫度控制在 623 K，常壓下氫氣流速控制在 50 sccm 的管狀高溫爐中 (實驗裝置如圖一) 與鈉顆粒反應 12 小時會形成黑褐色的產物，然後用去離子水去除副產物氯化鈉，並利用真空乾燥後得到一黑褐色粉末，為樣品 A。另外，若將反應溫度上升到 673 K 反應 12 小時，隨後以高溫 973 K 熱處理 1 小時，可得一黑色產物，然後用去離子水去除副產物氯化鈉，並利用真空乾燥後得到一黑色粉末，為樣品 B。

所得到的樣品放置於碳膠上並濺鍍上一層鈀/鉑 (Pd/Pt) 或金 (Au) 薄膜 (~5 nm)，再利用 SEM 觀察其外在形貌，EDX 得知其組成元素種類。另外，將樣品以超音波震盪使其均勻地散佈在乙醇中，然後將此溶液滴於含有碳膜的銅網上，經真空乾燥後可利用 TEM 及 HRTEM 來觀察其細部結構，SAED 來得知其結晶情形。

2.3.2 利用 $C_3N_3Cl_3$ 為前驅物製備氮化碳奈米管

將氫化鈉 (0.2g, 8.3 mmole) 平均地鋪於陽極處理氧化鋁 (AAO，孔道直徑約 200 nm，孔道深度數 10 μ m) 上，送進管狀高溫爐中，常壓下氫氣流速控制在 30 sccm，溫度控制在 623 K 加熱一小時，使氫化鈉熱裂解為鈉。此時，鈉會順著 AAO 的孔道流入並在 AAO 的管壁上形成一層銀色的鈉膜。隨後將以 413 K 汽化 $C_3N_3Cl_3$ 通入溫度控制在 623 K，常壓下氫氣流速控制在 50 sccm 的管狀高溫爐中與鈉反應 12

小時，在AAO管壁形成黑褐色的產物，為樣品C，然後用去離子水去除副產物氯化鈉，並利用真空乾燥，在室溫下再利用 48% 氫氟酸溶液浸泡 30 分鐘以去除AAO，可得一黑褐色粉末，為樣品D。若將反應溫度升到 673 K時，經去除氯化鈉與AAO後可得到樣品E。

所得到的樣品放置於碳膠上並濺鍍上一層鈀/鉑(Pd/Pt)或金(Au)薄膜 (~5 nm)，再利用 SEM 觀察其外在形貌，EDX 得知其組成元素種類。另外，將樣品以超音波震盪使其均勻地散佈在乙醇中，然後將此溶液滴於含有碳膜的銅網上，經真空乾燥後可利用 TEM 及 HRTEM 來觀察其細部結構，SAED 來得知其結晶情形。

