

## 第二章 實驗部份

### 2.1 實驗試劑及其來源

◆ 乙醇	$C_2H_5OH$	Aldrich (99.99%)
◆ 氫氧化鈉	NaOH	Aldrich (pellets, 99.998%)
◆ 氬氣	Ar	三福化工 (99.99%)
◆ 乙炔	$C_2H_2$	三福化工 (99.99%)
◆ 氧化鋁船	$Al_2O_3$	立洋儀器行

### 2.2 分析儀器



- ◆ 傅立葉轉換紅外線光譜儀 (FT-IR PerkinElmer Spectrum One)

掃描範圍為  $450 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ 。

- ◆ 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  $0.5 - 30 \text{ keV}$ ，放大倍率為  $10 - 5 \times 10^5$ ，解析度為  $1.5 \text{ nm}$  (at  $15 \text{ keV}$ )， $5.0 \text{ nm}$  (at  $1 \text{ keV}$ )。

- ◆ 高解析穿透式電子顯微鏡 (HRTEM JEOL JEM-4000EX)

電子源為  $LaB_6$ ，加速電壓為  $400 \text{ keV}$ ，放大倍率為  $50 - 2 \times 10^6$ ，解析度  $0.18 \text{ nm}$ 。

◆ 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  $\mu\text{m}$  對於鈉元素的  $K\alpha$  X 光(1.041 keV) 來說，可以有 60% 的量穿過一 8  $\mu\text{m}$  厚的鈹窗；但氧元素的  $K\alpha$  X 光 (0.52 keV) 只有 1%能通過。

◆ X 光射線粉末繞射儀 (XRD BURKER AXS D8 ADVANCE)

以銅靶為光源，功率為 3 kW，銅 X 光  $K\alpha_1$  波長 0.15405 nm，操作電壓 40 kV，電流 40 mA， $2\theta$  繞射角掃描範圍 5-60 度，掃描速度 2 度/分。

◆ 拉曼光譜儀 (Raman JABIN-YVON T-64000)

拉曼入射波長為 514.5 nm，能量 30 mW，掃描範圍 200-4000  $\text{cm}^{-1}$ ，顯微鏡放大倍率 500 倍。



◆ 氣相層析儀 (CHINA CHROMATOGRAPHY 8900)

攜帶氣體為氫氣，偵測器為熱導偵測器(Thermal Conductivity Detector)，滯留時間為 10 分鐘。

◆ 氮氣吸脫附分析儀 (Micromeritics ASAP 2000 V2. 05)

分析氣體為氮氣，溫度為 77 K 下，偵測間隔為 5 秒。

## 2.3 化合物之製備

### 2.3.1 樣品 A 系列

將氫氧化鈉粉末 (12.5 mmole) 均勻鋪於氧化鋁船上 (2 cm×10 cm) 送入管狀高溫爐中 (實驗裝置如圖一)，在氫氣流速控制在 20 sccm (standard cubic centimeter per minute)，升溫至 523 K，升溫完成後，關掉氫氣改通入乙炔，控制乙炔的流量為 2.8 sccm，反應 1 小時，再關掉乙炔改通入氫氣，待其冷卻至室溫，可得到一黑色產物。將得到的產物浸泡去離子水 800 mL 一天，之後沖洗數次，在 373 K 下乾燥後便可得黑色粉末，為樣品 A1。改變反應溫度 (573 K–873 K) 可得到樣品 A2 - A7 (反應條件如表一所示)。

### 2.3.2 樣品 B 系列

將氫氧化鈉粉末 (12.5 mmole) 均勻鋪於氧化鋁船上 (2 cm×10 cm) 送入管狀高溫爐中 (實驗裝置如圖一)，在氫氣流速控制在 20 sccm (standard cubic centimeter per minute)，升溫至 573 K，升溫完成後，關掉氫氣改通入乙炔，控制乙炔的流量為 1.5 sccm，反應 1 小時，再關掉乙炔改通入氫氣，待其冷卻至室溫，可得到一黑色產物。將得到的產物浸泡去離子水 800 mL 一天，之後沖洗數次，在 373 K 下乾燥後便可得黑色粉末，為樣品 B1。改變乙炔流速 (2.8 sccm – 8.3 sccm) 可得到樣品 B2 - B5 (反應條件如表一所示)。

### 2.3.3 樣品 C、D 系列

將氫氧化鈉粉末 (12.5 mmole) 均勻鋪於氧化鋁船上 (2 cm×10 cm) 送入管狀高溫爐中 (實驗裝置如圖一)，在氫氣流速控制在 20 sccm (standard cubic centimeter per minute)，升溫至 573 K，升溫完成後，關掉氫氣改通入乙炔，控制乙炔的流量為 2.8 sccm，反應 1 小時，再關掉乙炔改通入氫氣，待其冷卻至室溫，可得到一黑色產物。將得到的產物浸泡去離子水 800 mL 一天，之後沖洗數次，在 373 K 下乾燥後便可得黑色粉末，為樣品 C1。改變反應時間 (2 h - 9 h) 可得到樣品 C2- C7 (反應條件如表一所示)。相同實驗方法，改變反應流速 (1.5 sccm)，反應時間為 1h-9h，可得樣品 D1 - D3。

### 2.3.4 樣品 E、F 系列

將氫氧化鈉粉末 (1.25 mmole) 均勻鋪於氧化鋁船上 (2 cm×10 cm) 送入管狀高溫爐中 (實驗裝置如圖一)，在氫氣流速控制在 20 sccm (standard cubic centimeter per minute)，升溫至 623 K，升溫完成後，關掉氫氣改通入乙炔，控制乙炔的流量為 2.8 sccm，反應 1 小時，再關掉乙炔改通入氫氣，待其冷卻至室溫，可得到一黑色產物。將得到的產物浸泡去離子水 800 mL 一天，之後沖洗數次，在 373 K 下乾燥後便可得黑色粉末，為樣品 E1。改變反應物氫氧化鈉重量 (2.5 mmole, 12.5 mmole) 可得到樣品 E2 - E3 (反應條件如表一所示)。相同實驗方法，改變反應溫度 (723 K)，氫氧化鈉重量 1.25 mmole - 12.5 mmole，得到樣品為 F1、F2、F3。

上述所有得到的樣品置於碳膠上，並濺鍍上一層鈀/鉑 (Pd/Pt) 或金 (Au) 的薄膜 (~5 nm)，再利用 SEM 來觀察其表面形貌，EDS 分析其組成元素。另外，將樣品以超音波震盪使之均勻分散在乙醇中，將此溶液滴於鍍有碳膜的銅網，經真空乾燥後可利用 TEM 及 HRTEM 來觀察細部結構，SAED 來得知其結晶情形。

