

# 石墨包裹奈米鎳顆粒分散於 NP-9 膠體系統之粒徑影響研究

\*連維帆、李尚實、鄧茂華  
國立台灣大學地質科學系

## 摘要

石墨包裹奈米鎳金屬顆粒(Graphite Encapsulated Metal nanoparticles, GEM)之粒徑介於 1-100nm 間，可分為內核的金屬顆粒及外覆數層的包覆石墨（石墨層間間距為 0.35nm），石墨層可以保護內部的金屬，使其抗氧化並抵抗酸鹼的侵蝕（圖一）。因具有鐵磁性的鎳顆粒核心，因此在磁力作用下，其團聚現象比起一般奈米粉末更加嚴重，使得 GEM 無法保有奈米尺度下的優點。本研究針對 GEM 顆粒的分散進行一系列的相關實驗：使用球磨機與超音波震盪破壞 GEM 的團聚及利用介面活性劑的化學機制阻止 GEM 再次團聚，進而在膠體溶液中穩定懸浮。

為探討降低顆粒粒徑對於顆粒間磁性吸附力的影響，本研究利用改變真空艙艙壓的方式（300 torr 和 50 torr），降低顆粒間碰撞機率使團聚體粒徑變小，生產之粉末再經酸溶及磁選，藉以得到平均粒徑分別為 14 nm 和 23 nm 的 GEM。

為了解不同粒徑對磁性的影響，將此兩種粒徑的 GEM 經由振動樣品磁力計（Vibrating Sample Magnetometer, VSM）進行磁性分析，在相同的磁場環境，觀察不同粒徑的 GEM 之磁滯曲線。在正負 10000 Oe 磁場下，23 nm GEM 之飽和磁化強度平均為 30~40 emu/g；14 nm GEM 則降低至 11emu/g。表一顯示不同粒徑的飽和磁化強度，小粒徑 GEM 的磁性吸附力確實較低，表示縮小 GEM 顆粒粒徑可以降低飽和磁化強度及減少顆粒間的磁力吸引。

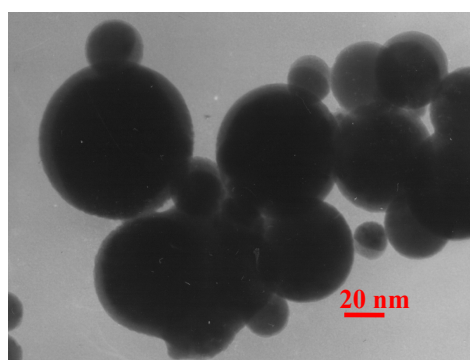


圖 1、石墨包裹奈米鎳晶粒的 TEM 相片

表一、不同艙壓生產出不同粒徑大小的 GEM，利用 VSM 檢測 GEM 的飽和磁化強度。

顆粒平均粒徑 (nm)	23.3	14
飽和磁化強度		
Ms (emu)	0.887	0.113
emu/g	41.5	11.6

為探討界面活性劑的濃度與不同粒徑因素對 GEM 分散程度的影響，將兩種不同粒徑的 GEM 粉末，以固定重量 0.01g 搭配重量百分濃度 20%~50% 等的 NP-9 水溶液，於超音波震盪器中平均震盪數小時，形成黑色不透光的膠體溶液，再利用流變儀暫態與動態方式進行檢測。在暫態流變檢測中，低濃度樣本（20% 與 30%）在高剪變率的條件下，黏度保持定值，但在低剪變率條件下的曲線不吻合，因此低濃度樣本在外加剪應力移除後，會有部分顆粒產生沉澱，而重量百分濃度 40% 的 NP-9 膠體溶液顯示的黏度最高，表示膠體溶液內部分散的 GEM 所形成的微胞構造已達到飽和，如果濃度繼續升高，因界面活性劑 NP-9 產生相反轉，反而會造成分散效果下降，故此 NP-9 在重量百分濃度 40% 以下的分散效果較佳。

除了分析不同濃度之界面活性劑 NP-9 的流變曲線外，再針對顆粒粒徑來評估，分別為 23 nm、14 nm 和不加入粉末的對照組，三種膠體溶液之 NP-9 重量百分濃度皆為 40%，進行暫態與動態流變檢測。經由暫態檢測後發現，未加入粉末的對照組，來回曲線的差異性很大，而有添加 GEM 顆粒的膠體系統，不論粒徑大小，黏度均小於對照組，來回曲線吻合度也較好，表示加入顆粒的膠體溶液中，界面活性劑有效的吸附在顆粒表面，有規則的形成微胞構造（micelle）。至於在動態流變檢測中，可以觀察到 23 nm 的 GEM 在穩定後黏度逐漸降低，此現象代表顆粒在靜置的過程中開始產生沉澱。相較之下 14 nm 的 GEM，黏度較高，黏度保持穩定，顆粒沒有過多的沉澱或是不穩定的團聚現象。所以在分散實驗中，小顆粒 GEM 的分散效果比大顆粒 GEM 要來的穩定，證實縮小 GEM 顆粒粒徑，有助於膠體溶液中 GEM 顆粒的分散。

## 參考資料

- [1] Saito, Y., Yoshikawa, T., Okuda, M., Fujimoto, M., Sumiyama, K., Suzuki, K., Kasuya, A. and Nishina, Y. (1993) "Carbon nanocapsules encaging metals and carbides," *J. Phys. Chem. Solids.*, Vol. 54, p. 1849.
- [2] Seraphin, S., Zhou, D., Jiao, J., Minke, M. and Wang, S. (1994) "Catalytic role of nickel, palladium, and platinum in the formation of carbon nanoclusters," *Chem. Phys. Lett.*, Vol. 217, p. 191.
- [3] Seraphin, S., Zhou, D. and Jiao, J. (1996) "Filling the carbon nanocages," *J. Appl. Phys.*, Vol. 40, p. 2097-2104.
- [4] Teng, M. H., Host, J. J., Hwang, J. H., Elliott, B. R., Weertman, J. R., Mason, T. O. and Dravid, V. O. (1995) "Nanophase Ni particles produced by a blown are method," *J. Mater. Res.*, Vol. 10, No. 2, p. 233-236.
- [5] 鄭啓輝 (2002) 用電弧法在甲烷與氬氣混合氣體中合成石墨包裹奈米鎳晶粒的初步結果。台灣大學地質科學系碩士論文，共 69 頁。
- [6] Zaman, A. A., Singh, P. and Moudgil, B. M. (2002) "Impact of self-assembled surfactant structure on rheology of concentrated nanoparticle dispersions," *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 251, p. 381-387.