

合成石墨包裹奈米金屬顆粒製程初期熔融金屬

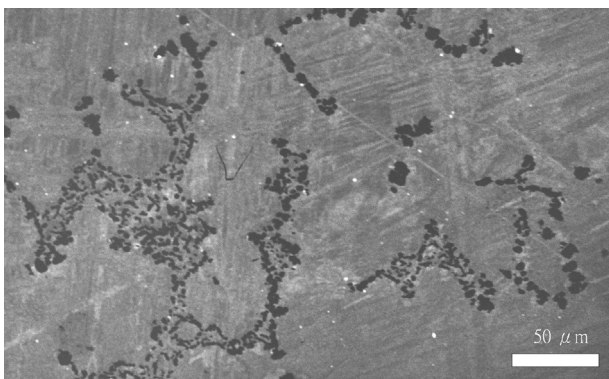
內部發現之球狀碳顆粒產狀

蕭淵隆、蕭崇毅、鄧茂華
國立台灣大學地質科學所

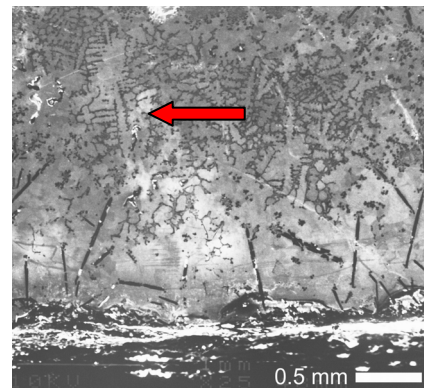
摘要

石墨包裹奈米金屬顆粒(GEM, Graphite Encapsulated Metal Nanoparticles)是一種複合材料，顆粒粒徑介於 5-100 nm，外部為石墨層，內部為金屬核心，由於其特殊的結構使之能抗酸、抗氧化、耐高溫、抗水解，因此能保持奈米金屬顆粒在奈米尺度下的性質與特性。雖然目前對於合成 GEM 的「二步驟機制」(包含了第一步驟「相分離」和第二步「核心金屬催化」)已有相當了解，但對其中的細節尚不完全清楚。本研究從坩堝中熔融金屬內碳原料的分布與狀態著手，以增進對合成機制的了解。實驗用人造鑽石作為碳源，將 GEM 之回收良率提升了近 100%。這些鑽石粉末在實驗初期表面都有石墨化的現象；因為鑽石是亞穩定相的碳，與熔融金屬接觸很容易被催化成一片片的小石墨，而這些更細微的石墨表面積更大，因此更容易溶解入金屬內。

本研究設計一序列實驗，包括正常 2 小時與短時間(5-10 分鐘)兩部分，電弧實驗的原料採用人造鑽石(130-140 mesh)。在十分鐘電弧實驗的金屬塊縱切面雖然可以發現黑色片狀石墨，但數量較少且石墨粒徑較小；在兩小時的金屬塊縱切面內部則大都是片狀石墨且石墨數量多。仔細觀察 10 分鐘實驗形成之金屬塊切面，還可以發現許多黑色球狀碳顆粒分布在晶界上(圖一)。由於實驗的原料只有鎳與人造鑽石，從這點可知石墨的來源即為鑽石，石墨的外型常為片狀結構但在圖一看到的卻是球狀顆粒並沿著晶界排列，為何碳顆粒會沿著晶體的邊界排列？推論造成碳沿邊界排列的原因可能是碳顆粒析出受到金屬顆粒與顆粒間的推擠而造成，圖二可以發現黑色球型碳顆粒呈現樹枝狀排列(圖二箭號所示)，而顆粒本身大小約 5-10 μm 。再將此產狀放大觀察(圖一)，發現在金屬顆粒外圍分佈著球狀的碳可能是反應未完成的鑽石產生，但是由於切割的關係在剖面看到的石墨形狀為圓形。綜合以上觀察，發現鑽石溶進金屬的時間相當迅速，至少在 10 分鐘的電弧實驗裡即已轉變成球狀石墨，此轉變機制之細節有待後續的研究。預期此發現對我們了解電弧系統與 GEM 之生成的過程很有幫助。



(圖一)、切面放大圖



(圖二)、十分鐘電弧實驗金屬塊切面

參考文獻

- [1]蕭崇毅 (2006) 合成石墨包裹奈米金屬晶粒製程中熔融金屬內碳原料變化之初步研究。台灣大學地質科學系碩士論文，共 87 頁。
- [2] Leila Bjerrgaard (2003) 金相指導手冊。金達科技發行，共 126 頁。
- [3] Host, J. J., Dravid, V. P., Teng, M. H., (1998) systematic study of graphite encapsulated nickel nanocrystal synthesis with formation mechanism implication. *J. Mater. Res.*, 13, 2547-2555.
- [4] Host, J. J. (1997) Arc synthesis and magnetic properties of graphite encapsulated nanocrystals. Northwestern University, 84-127
- [5] Seraphin, S., Zhou, D., Jiao, J., Withers, J. C., Loutfy, R. (1993) Selective encapsulation of the carbides of yttrium and titanium into carbon nanoclusters. *Appl. Phys. Lett.*, 63, 2073-2075
- [6] Seraphin, S., Zhou, D., Jiao, J., Minke, M., Wang, S. (1994) Catalytic role of nickel, palladium, and platinum in the formation of carbon nanocluster. *Chem. Phys. Lett.*, 217-191.
- [7] Tomita, M., Saito, Y., Hayashi, T. (1993) LaC₂ encapsulated in graphite nanoparticles. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 32, L280-282
- [11] Tomita, M., Saito, Y., Hayashi, T. (1993) LaC₂ encapsulated in graphite nanoparticles. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 32, L280-282.
- [12] Ruoff, R. S., Lorents, D. C., Chan, B., Malhotra, M., Subramoney, S. (1993) Single crystal metals encapsulated in carbon nanoparticles. *Science*, 259, 346-348.
- [13] Buehler Dialog, Microstructural analysis reference manual (1992)
- [14] 鄭啓輝 (2002) 用電弧法在甲烷與氮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。
- [15] B.D. Cullity and S.R. Stojc (2001) Elements of X-ray diffraction. third edition.
- [16] 柯以侃, 儀器分析, 新文京開發出版股份有限公司, 2003
- [17] 汪建民, 材料分析, 中國材料科學學會, 1998