

# 中華民國第 55 屆中小學科學展覽會 作品說明書

---

高中組 化學科

040218

一「碳」究竟

學校名稱：國立臺灣師範大學附屬高級中學

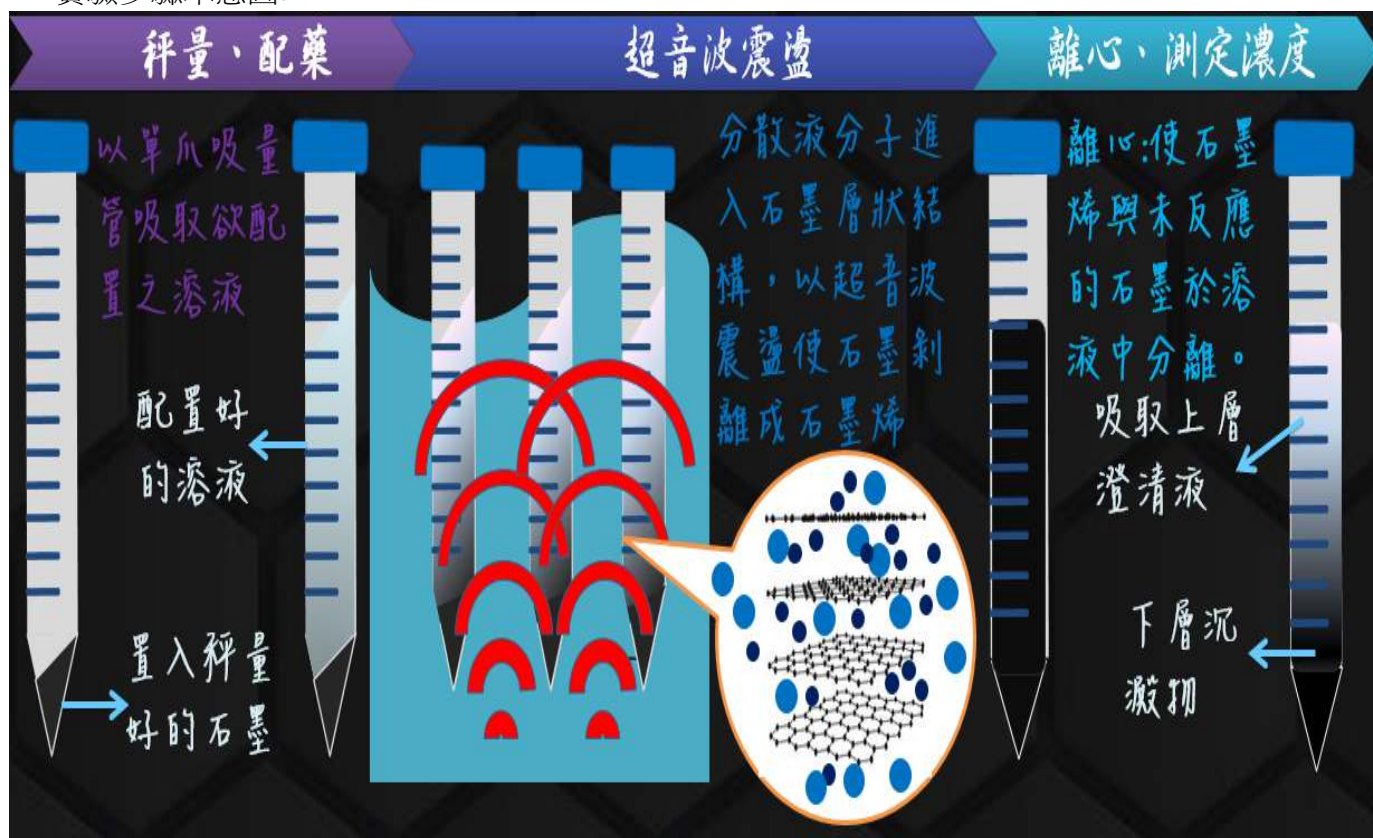
作者： 高二 王威傑	指導老師： 廖靜宜
---------------	--------------

關鍵詞：石墨烯、超音波震盪、分子嵌入剝離

## 摘要

石墨烯是新興的奈米材料，其導熱、導電性能極佳，在新一代電子原件的製造上極具發展潛力。若以傳統方式取得石墨烯十分不易，且在製成後又容易互相堆疊而回復成多層結構的石墨。經進行文獻回顧後發現：石墨烯可藉由化學方法，配置適當分散液，以超音波長時間震盪，直接由石墨原礦剝離進而取得，並均勻分散於溶液之中。此方式之製程較為簡單，且可避免其於生成後又再度相互堆疊。分散液在製程中是較易控制的反應物，適合進一步開發及應用。透過本研究之實驗，80% N-甲基吡咯烷酮配合 37000Hz 的震盪頻率，震盪 8 個小時，石墨烯分散液的濃度可達到 246.5665ppm，產率約為 5%，有助於未來工業上的實際應用。

實驗步驟示意圖：



## 壹、研究動機

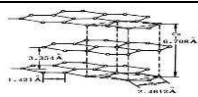
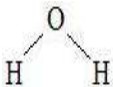
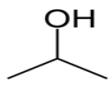
- 一、在《基礎化學〔二〕第一章第 4 小節》中，講述了網狀共價固體的相關內容，並以石墨做為實際的例子，詳細敘述其結構組成。「石墨是以共邊的六圓環互相連結形成的層狀構造，每一層內，每個碳原子都與其他三個碳原子以共價鍵結合，形成平面網狀結構。石墨的層與層之間並無共價鍵，引力小，易滑動，因此石墨容易斷裂。」
- 二、進一步查詢相關資料，發現單層的石墨稱為「石墨烯」，是一種由碳原子以  $sp^2$  混成軌域組成的結構，在《選修化學〔上冊〕第二章第 2 小節》中，介紹了  $sp^2$  混成軌道的概念，並提及之所以命名為石墨「烯」是因為烯類  $C=C$  鍵的 2 個碳原子各為  $sp^2$  混成軌域，鍵角  $120^\circ$ 。
- 三、在《選修化學〔上冊〕第二章第 4 小節》中，講述石墨的層與層之間以凡得瓦力相互連結，才得以維持其結構。石墨烯是新興的奈米材料，其導熱、導電性能極佳，同一層之間電阻率約只有  $10^{-6}\Omega\cdot\text{cm}$ ，比銅和銀更低，為目前世界上電阻率最小的材料，可用來發展更輕薄、導電速度更快、更好的新一代電子原件，例如：超薄螢幕顯示器下的導電薄膜、更高能源轉換率的太陽能電板、透明的觸控螢幕等。在本研究中，想要取得石墨烯，首先要克服的便是分子與分子間的凡得瓦力，使石墨層與層間能順利分離。
- 四、希望透過實驗，找出適合的分子進入石墨的結構之間，配合超音波震盪使石墨的層與層彼此剝離，順利取得石墨烯的均勻分散液，並進一步分析最具效益的震盪頻率與震盪時間，以改良其製程，有助於未來在工業上的實際應用。

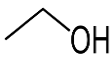

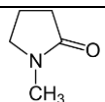
## 貳、研究目的

- 一、尋找適當的分子使石墨順利剝離成石墨烯。
- 二、尋找對於製程最適合的溶劑濃度。
- 三、尋找對於製程最有效率的震盪頻率。
- 四、尋找對於製程最有效益的震盪時間。
- 五、驗證產物確實為石墨烯。
- 六、綜合以上結果，找出最恰當的製程。

## 參、研究設備及器材

### 一、藥品:

名稱	石墨	水	異丙醇
化學式	C	H <sub>2</sub> O	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O
結構圖			

名稱	乙醇	丙酮	N-甲基吡咯烷酮(NMP)
化學式	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	C <sub>5</sub> H <sub>9</sub> NO
結構圖			

### 二、器材:

口罩、滴管、燒杯、刮勺、試管架、秤量紙、離心管、樣品瓶、測光管、乳膠手套、電腦、單爪吸量管、拉曼光譜儀、掃描式電子顯微鏡(SEM)、UV 光譜儀(JASCOV676)、離心機(EBA20)、電子秤(GR-200)、超音波震盪器(DC-200)等。

## 肆、研究過程及方法

### 一、尋找適當的分子使石墨順利剝離成石墨烯

#### (一)秤量石墨:

以電子秤秤量石墨，每份 10.0mg，將其放入離心管中。

#### (二)配置溶液:

以單爪吸量管吸取各藥品，置入離心管，配置以下待反應物。

##### 1.A 組:

名稱	A1	A2	A3	A4
N-甲基吡咯烷酮(ml)	6.0	7.0	8.0	9.0
水(ml)	4.0	3.0	2.0	1.0

##### 2.B 組:

名稱	B1	B2	B3	B4
異丙醇(ml)	6.0	7.0	8.0	9.0
水(ml)	4.0	3.0	2.0	1.0

##### 3.C 組:

名稱	C1	C2	C3	C4
乙醇(ml)	6.0	7.0	8.0	9.0
水(ml)	4.0	3.0	2.0	1.0

##### 4.D 組:

名稱	D1	D2	D3	D4
丙酮(ml)	6.0	7.0	8.0	9.0
水(ml)	4.0	3.0	2.0	1.0

#### (三)超音波震盪:

以超音波震盪器進行震盪，頻率 80000Hz，震盪 6 小時，每 30 分鐘換水一次，避免溫度過高使水分子間距過大而影響超音波震盪效果。

(四)離心:

利用離心機分離樣品與雜質，轉速 6000 轉/分，持續 30 分鐘。

(五)取出樣品:

以滴管吸出上層的澄清液，裝入樣品瓶中儲存。

(六)測定濃度:

先以目視觀察，如無明顯差異，再製作檢量線並測定濃度。

## 二、尋找最適合的溶劑濃度

(一)秤量石墨:

以電子秤秤量石墨，每份 50.0mg，將其放入離心管中。

(二)配置溶液:

以單爪吸量管吸取各藥品，置入離心管，配置以下待反應物。

名稱	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	A11
NMP (ml)	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0	9.0	10.0
水(ml)	10.0	9.0	8.0	7.0	6.0	5.0	4.0	3.0	2.0	1.0	0.0

(三)超音波震盪:

以超音波震盪器進行震盪，頻率 80000Hz，震盪 8 小時，每 30 分鐘換水一次，避免溫度過高使水分子間距過大而影響超音波震盪效果。

(四)離心:

利用離心機分離樣品與雜質，轉速 6000 轉/分，持續 30 分鐘。

(五)取出樣品:

以滴管吸出上層的澄清液，裝入樣品瓶中儲存。

(六)測定濃度:

先以目視觀察，如無明顯差異，再製作檢量線並測定濃度。

### 三、尋找最有效率的溶劑濃度、振盪頻率及時間

#### (一)製作 37000Hz 樣品

##### 1.秤量石墨:

以電子秤秤量石墨，每份 50.0mg，將其放入離心管中。

##### 2.配置溶液、施以超音波震盪:

以單爪吸量管吸取各藥品，置入離心管，並以 37000Hz 超音波依下表時間震盪樣品。

##### (1)A 組(70%NMP):

名稱	A1	A2	A3	A4	A5
NMP (ml)	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0
水(ml)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr

##### (2)B 組(80%NMP):

名稱	B1	B2	B3	B4	B5
NMP (ml)	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
水(ml)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr

##### (3)C 組(90%NMP):

名稱	C1	C2	C3	C4	C5
NMP (ml)	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0
水(ml)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr

##### (4)D 組(100%NMP):

名稱	D1	D2	D3	D4	D5
NMP (ml)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
水(ml)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr

(二)製作 80000Hz 樣品

1.秤量石墨:

以電子秤秤量石墨，每份 50.0mg，將其放入離心管中。

2. 配置溶液、施以超音波震盪:

以單爪吸量管吸取各藥品，置入離心管，並以 80000Hz 超音波依下表時間震盪樣品。

(1)A 組(70%NMP):

名稱	A'1	A'2	A'3	A'4	A'5
NMP (ml)	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0
水(ml)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr

(2)B 組(80%NMP):

名稱	B'1	B'2	B'3	B'4	B'5
NMP (ml)	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
水(ml)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr

(3)C 組(90%NMP):

名稱	C'1	C'2	C'3	C'4	C'5
NMP (ml)	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0
水(ml)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr

(4)D 組(100%NMP):

名稱	D'1	D'2	D'3	D'4	D'5
NMP (ml)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
水(ml)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr



### (三)離心

利用離心機分離已剝離的石墨烯與尚未剝離的石墨，轉速 6000 轉/分，持續 30 分鐘。

### (四)取出樣品

以滴管吸出上層的澄清液，裝入樣品瓶中儲存。

### (五)測定濃度

#### 1.配置分散母液:

以現成石墨烯依下表配製成分散母液。

名稱	M1	M2	M3	M4
NMP(ml)	35.0	40.0	45.0	50.0
水(ml)	15.0	10.0	5.0	0.0
NMP 濃度	70%	80%	90%	100%
石墨烯(mg)	2.5	2.5	2.5	2.5
石墨烯濃度(ppm)	50	50	50	50

#### 2.定量稀釋分散母液:

依下表調配並定量稀釋分散母液。

##### (1)M1 系列(70%NMP 為分散液):

名稱	M1-1	M1-2	M1-3	M1-4	M1-5
M1 (ml)	10.0	5.0	2.0	1.0	0.0
70%NMP (ml)	0.0	5.0	8.0	9.0	10.0
石墨烯濃度	50ppm	25ppm	10ppm	5ppm	0ppm

##### (2)M2 系列(80%NMP 為分散液):

名稱	M2-1	M2-2	M2-3	M2-4	M2-5
M2 (ml)	10.0	5.0	2.0	1.0	0.0
80%NMP (ml)	0.0	5.0	8.0	9.0	10.0
石墨烯濃度	50ppm	25ppm	10ppm	5ppm	0ppm

(3)M3 系列(90%NMP 為分散液):

名稱	M3-1	M3-2	M3-3	M3-4	M3-5
M3 (ml)	10.0	5.0	2.0	1.0	0.0
90%NMP (ml)	0.0	5.0	8.0	9.0	10.0
石墨烯濃度	50ppm	25ppm	10ppm	5ppm	0ppm

(4)M4 系列(100%NMP 為分散液):

名稱	M4-1	M4-2	M4-3	M4-4	M4-5
M4 (ml)	10.0	5.0	2.0	1.0	0.0
100%NMP (ml)	0.0	5.0	8.0	9.0	10.0
石墨烯濃度	50ppm	25ppm	10ppm	5ppm	0ppm

3.製作檢量線:

(1)以 UV 光譜儀測量 M1、M2、M3、M4 溶液的最大吸收峰值。

(2)依據步驟(1)測得的最大吸收峰值，分別測定 M1、M2、M3、M4 系列溶液的吸光度，與已知濃度作圖，畫出檢量線。

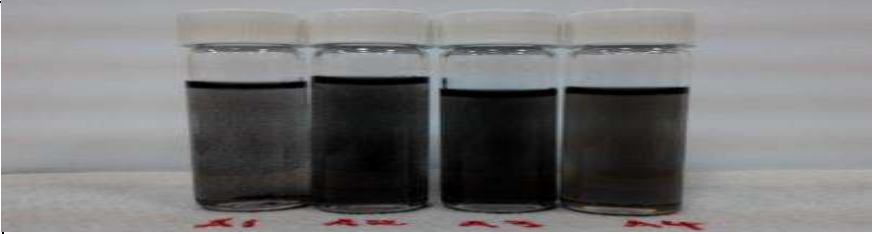
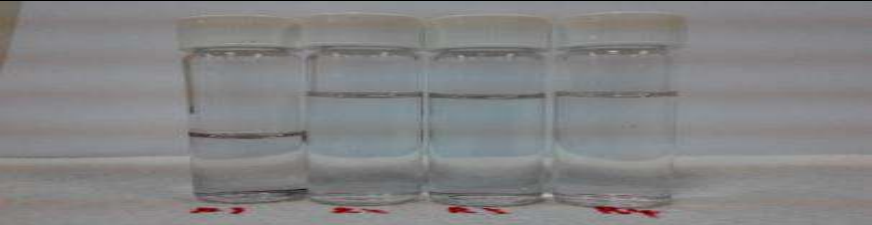
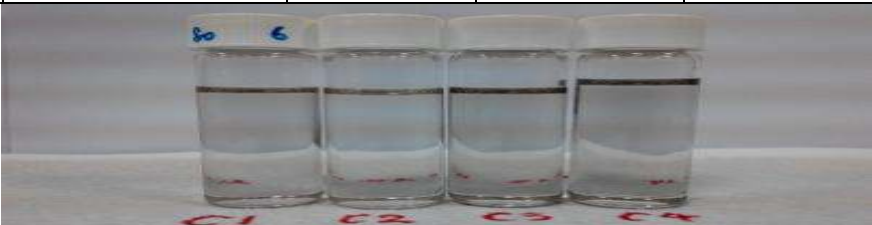

4.測定濃度:

依據步驟 4.所製得的檢量線，測定步驟(一)、(二)所製成的樣品濃度。

(六)分析結果、整理數據

## 伍、研究結果

### 一、尋找適當的分子使石墨順利剝離成石墨烯

名稱	A1	A2	A3	A4
N-甲基吡咯烷酮 (ml)	6.0	7.0	8.0	9.0
水(ml)	4.0	3.0	2.0	1.0
樣品圖片				
名稱	B1	B2	B3	B4
異丙醇(ml)	6.0	7.0	8.0	9.0
水(ml)	4.0	3.0	2.0	1.0
樣品圖片				
名稱	C1	C2	C3	C4
乙醇(ml)	6.0	7.0	8.0	9.0
水(ml)	4.0	3.0	2.0	1.0
樣品圖片				
名稱	D1	D2	D3	D4
丙酮(ml)	6.0	7.0	8.0	9.0
水(ml)	4.0	3.0	2.0	1.0
樣品圖片				

- (一) 由肉眼即可清楚看出，以 N-甲基吡咯烷酮+水為分散液，其分散效果較使用異丙醇、乙醇、丙酮做為分散液為佳。因此，我們決定以 N-甲基吡咯烷酮(NMP)為溶劑，進行不同濃度溶劑的進一步實驗。

## 二、尋找最適合的溶劑濃度

名稱	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	A11
NMP (ml)	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0	9.0	10.0
水 (ml)	10.0	9.0	8.0	7.0	6.0	5.0	4.0	3.0	2.0	1.0	0.0
樣品 圖片											

(一)由上圖可知，以 80%、90%、100% N-甲基吡咯烷酮(NMP)為溶劑，效果較佳。

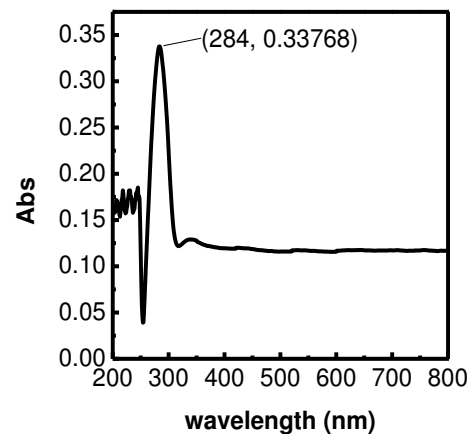
(二)以 80%、90%、100% N-甲基吡咯烷酮(NMP)為溶劑，進行震盪時間、震盪頻率關係的研究。

(三)並製作 70% N-甲基吡咯烷酮(NMP)分散液樣品，以確保實驗與討論的完整性。

## 三、石墨烯在不同濃度之 N-甲基吡咯烷酮中的吸收峰及檢量線

(一)石墨原礦吸收峰

- 1.溶質:石墨原礦
- 2.溶劑:80%N-甲基吡咯烷酮(NMP)
- 3.濃度:16.67ppm
- 4.最大吸收波長:284nm
- 5.Abs(Max):0.33768



## (二) 石墨烯吸收峰

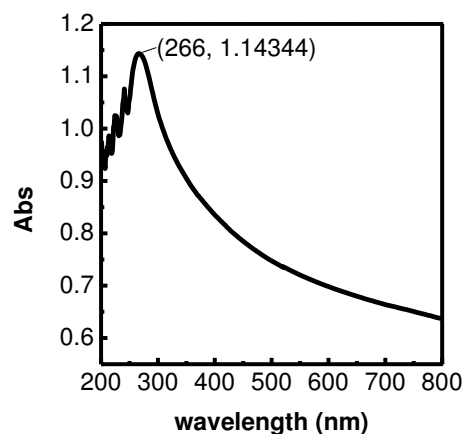
1. 70% N-甲基吡咯烷酮(NMP) 為溶劑

(1) 溶質: 石墨烯

(2) 濃度: 50ppm

(3) 最大吸收波長: 266nm

(4) Abs(Max): 1.14344



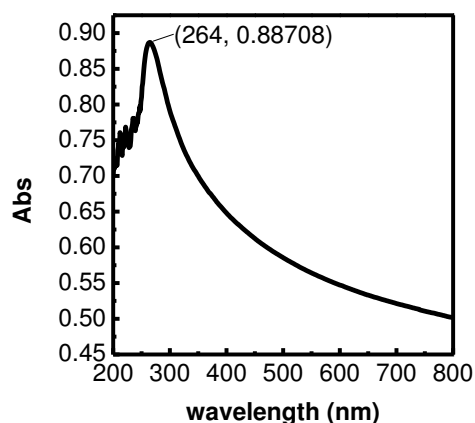
2. 80% N-甲基吡咯烷酮(NMP) 為溶劑

(1) 溶質: 石墨烯

(2) 濃度: 50ppm

(3) 最大吸收波長: 264nm

(4) Abs(Max): 0.88708



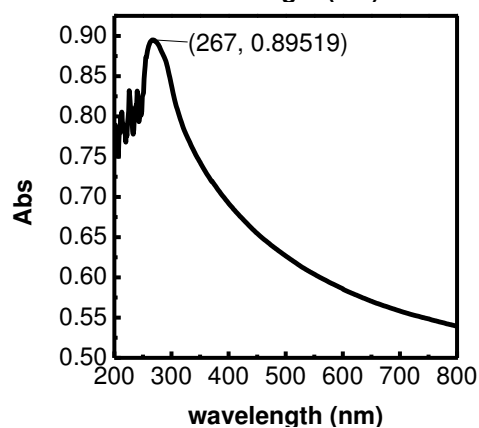
3. 90% N-甲基吡咯烷酮(NMP) 為溶劑

(1) 溶質: 石墨烯

(2) 濃度: 50ppm

(3) 最大吸收波長: 267nm

(4) Abs(Max): 0.89519



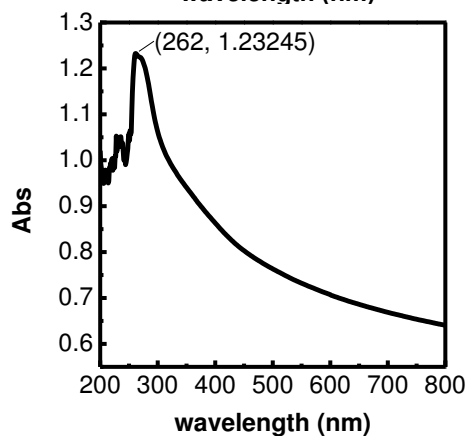
4. 100% N-甲基吡咯烷酮(NMP) 為溶劑

(1) 溶質: 石墨烯

(2) 濃度: 50ppm

(3) 最大吸收波長: 262nm

(4) Abs(Max): 0.89519



(三)不同比例的 N-甲基吡咯烷酮溶劑對應之石墨烯濃度檢量線

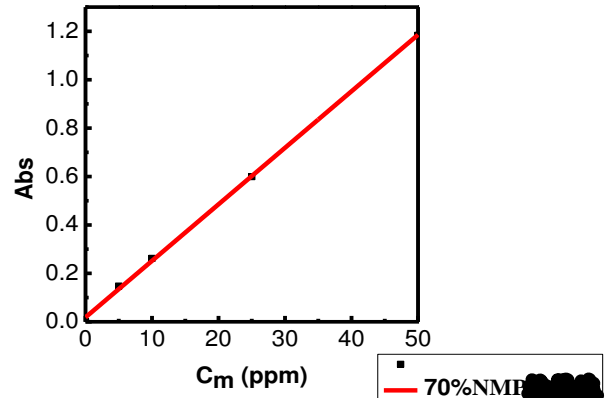
1.70% N-甲基吡咯烷酮(NMP)檢量線

(1) $Y=A \times X$

$A=0.0228556$

(2)Correlation coefficient=0.999958

(3)Standard error=0.255438



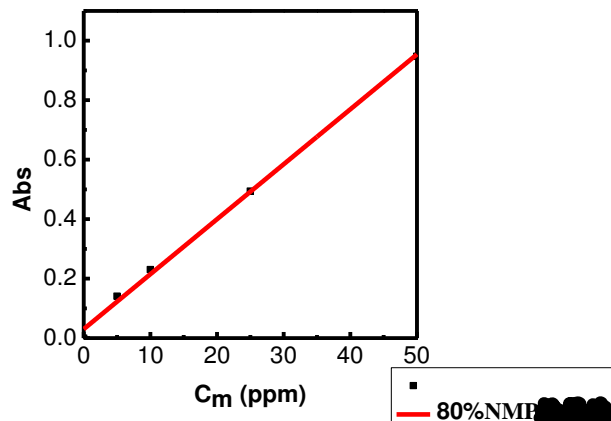
2.80% N-甲基吡咯烷酮(NMP)檢量線

(1) $Y=A \times X$

$A=0.0181761$

(2)Correlation coefficient=0.999973

(3)Standard error=0.384374



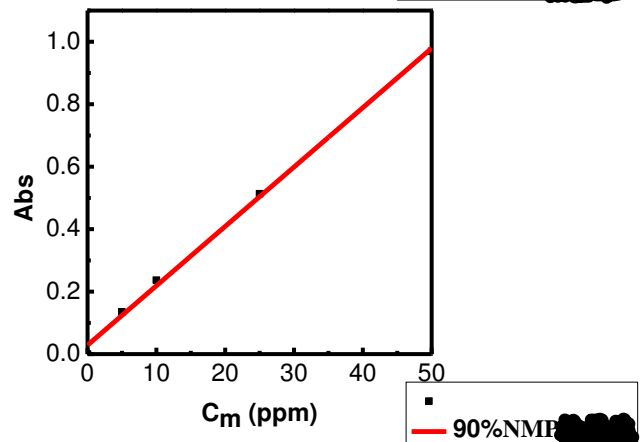
3.90% N-甲基吡咯烷酮(NMP)檢量線

(1) $Y=A \times X$

$A=0.0185767$

(2)Correlation coefficient=0.999921

(3)Standard error=0.284441



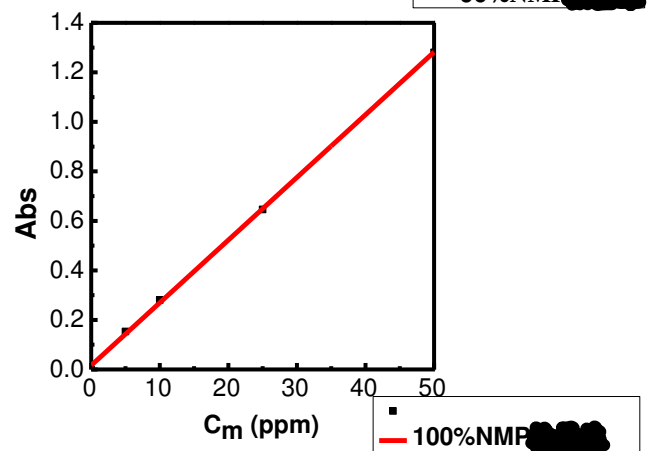
4.100% N-甲基吡咯烷酮(NMP)檢量線

(1) $Y=A \times X$

$A=0.0244577$

(2)Correlation coefficient=0.999962

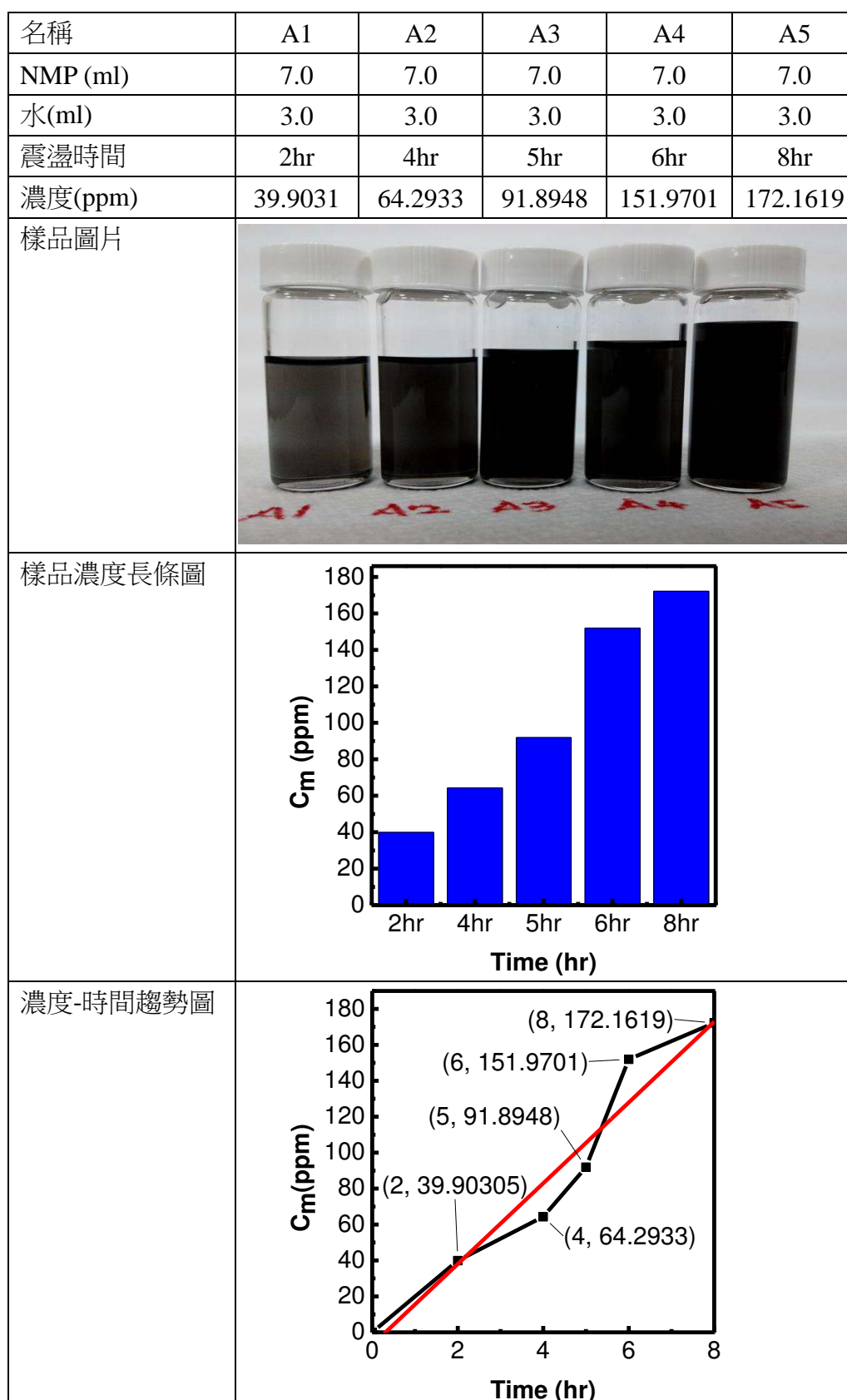
(3)Standard error= 0.607757




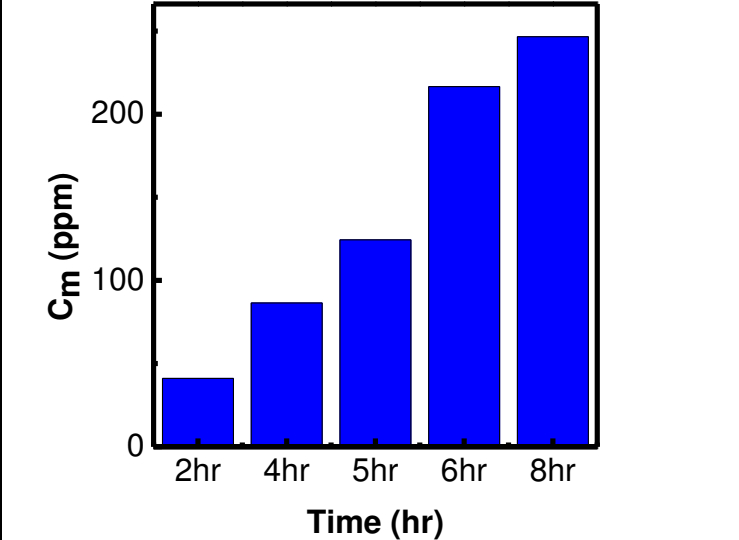
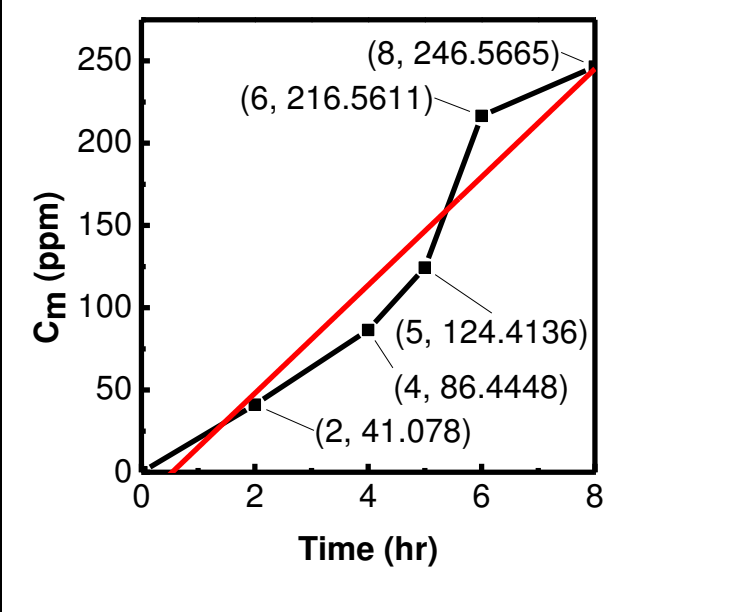
#### 四、尋找最有效率的溶劑濃度、振盪頻率及時間

##### (一)37000Hz 震盪

##### 1. 70% N-甲基吡咯烷酮(NMP)


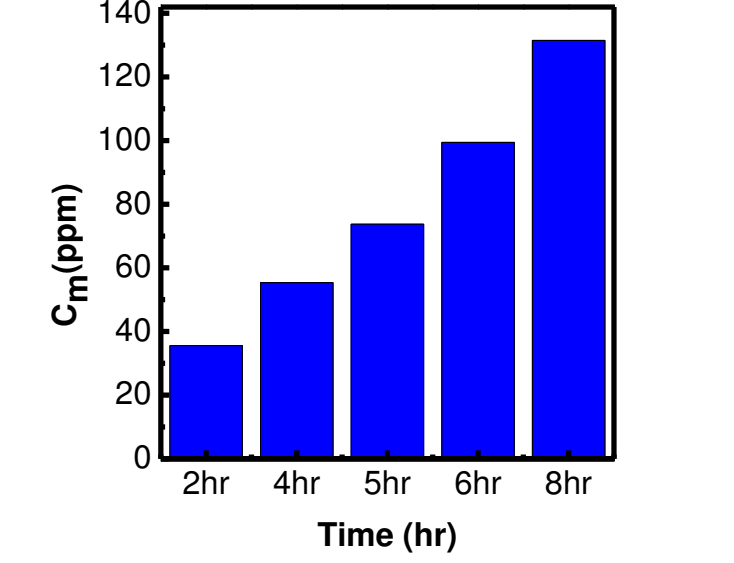
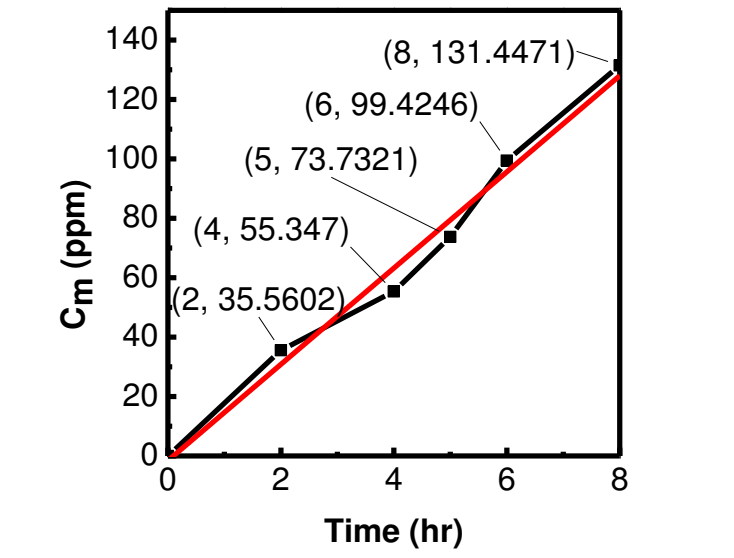


2. 80% N-甲基吡咯烷酮(NMP)

名稱	B1	B2	B3	B4	B5												
NMP (ml)	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0												
水(ml)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0												
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr												
濃度(ppm)	41.0780	86.4448	124.4136	216.5611	246.5665												
樣品圖片																	
樣品濃度長條圖	 <table border="1"> <caption>Bar Chart Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th>Concentration (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2hr</td> <td>41.0780</td> </tr> <tr> <td>4hr</td> <td>86.4448</td> </tr> <tr> <td>5hr</td> <td>124.4136</td> </tr> <tr> <td>6hr</td> <td>216.5611</td> </tr> <tr> <td>8hr</td> <td>246.5665</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	Concentration (ppm)	2hr	41.0780	4hr	86.4448	5hr	124.4136	6hr	216.5611	8hr	246.5665
Time (hr)	Concentration (ppm)																
2hr	41.0780																
4hr	86.4448																
5hr	124.4136																
6hr	216.5611																
8hr	246.5665																
濃度-時間趨勢圖	 <table border="1"> <caption>Line Graph Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th>Concentration (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2</td> <td>41.0780</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>86.4448</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>124.4136</td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>216.5611</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>246.5665</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	Concentration (ppm)	2	41.0780	4	86.4448	5	124.4136	6	216.5611	8	246.5665
Time (hr)	Concentration (ppm)																
2	41.0780																
4	86.4448																
5	124.4136																
6	216.5611																
8	246.5665																

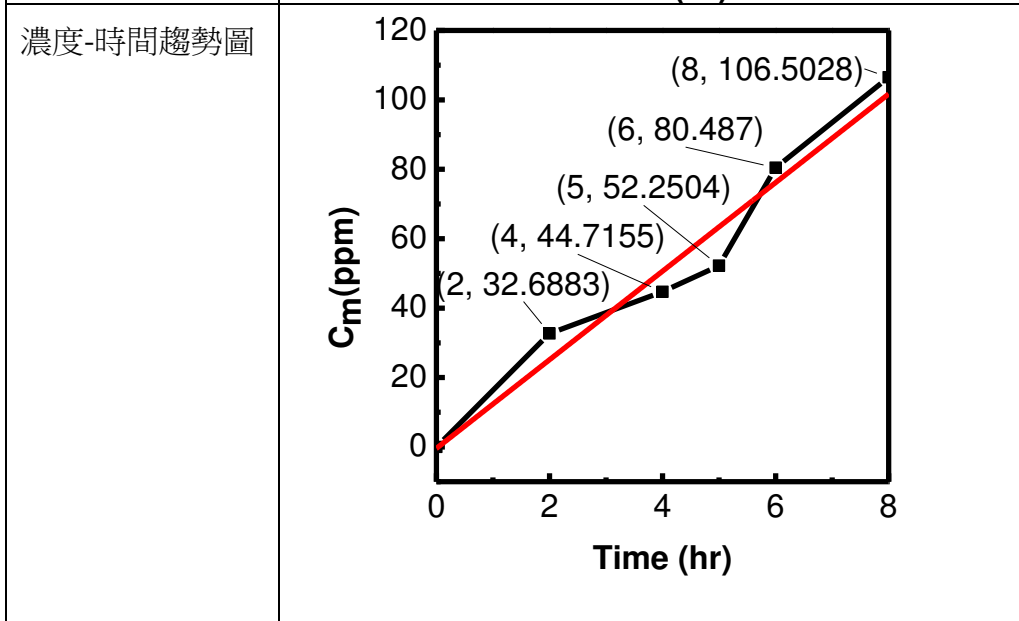
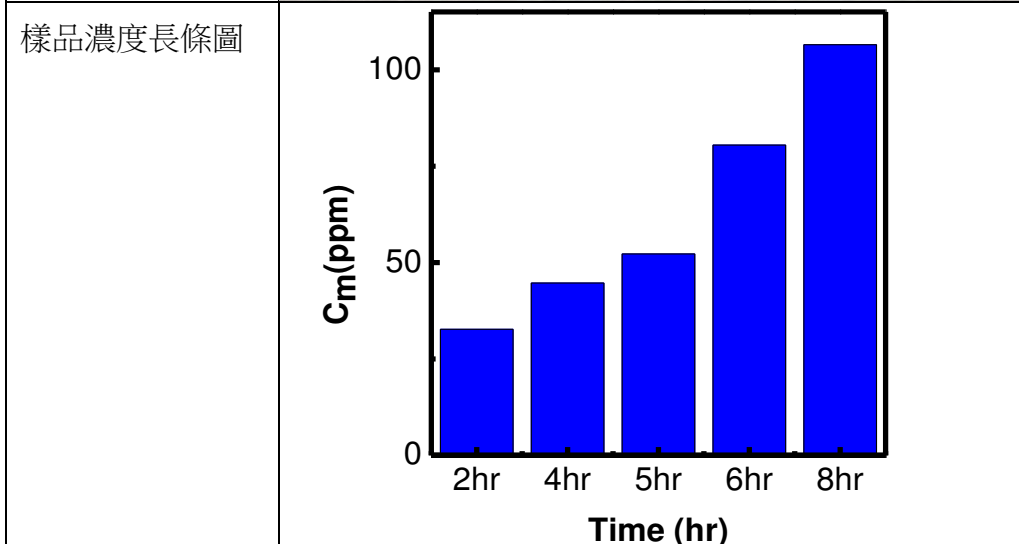
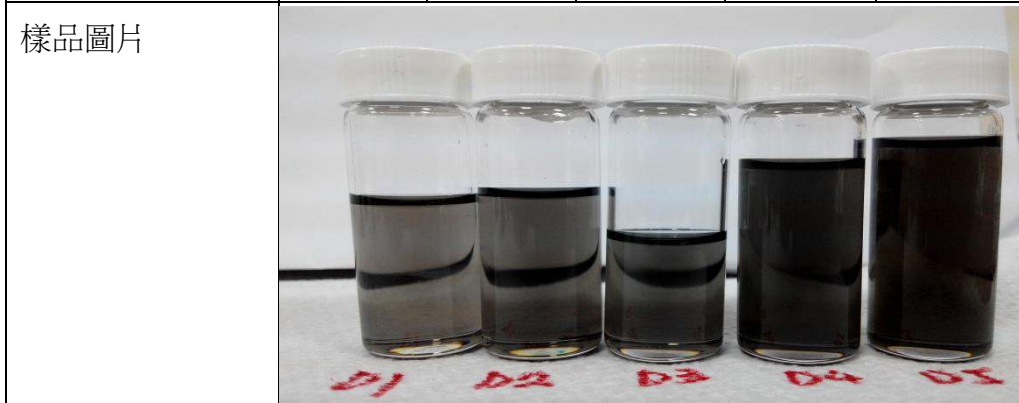


3.90% N-甲基吡咯烷酮(NMP)

名稱	C1	C2	C3	C4	C5														
NMP (ml)	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0														
水(ml)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0														
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr														
濃度(ppm)	35.5602	55.347	73.7321	99.4246	131.4471														
樣品圖片																			
樣品濃度長條圖	 <table border="1"> <caption>Bar Chart Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th><math>C_m</math> (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2hr</td> <td>35.5602</td> </tr> <tr> <td>4hr</td> <td>55.347</td> </tr> <tr> <td>5hr</td> <td>73.7321</td> </tr> <tr> <td>6hr</td> <td>99.4246</td> </tr> <tr> <td>8hr</td> <td>131.4471</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	$C_m$ (ppm)	2hr	35.5602	4hr	55.347	5hr	73.7321	6hr	99.4246	8hr	131.4471		
Time (hr)	$C_m$ (ppm)																		
2hr	35.5602																		
4hr	55.347																		
5hr	73.7321																		
6hr	99.4246																		
8hr	131.4471																		
濃度-時間趨勢圖	 <table border="1"> <caption>Line Graph Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th><math>C_m</math> (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>35.5602</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>55.347</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>73.7321</td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>99.4246</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>131.4471</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	$C_m$ (ppm)	0	0	2	35.5602	4	55.347	5	73.7321	6	99.4246	8	131.4471
Time (hr)	$C_m$ (ppm)																		
0	0																		
2	35.5602																		
4	55.347																		
5	73.7321																		
6	99.4246																		
8	131.4471																		

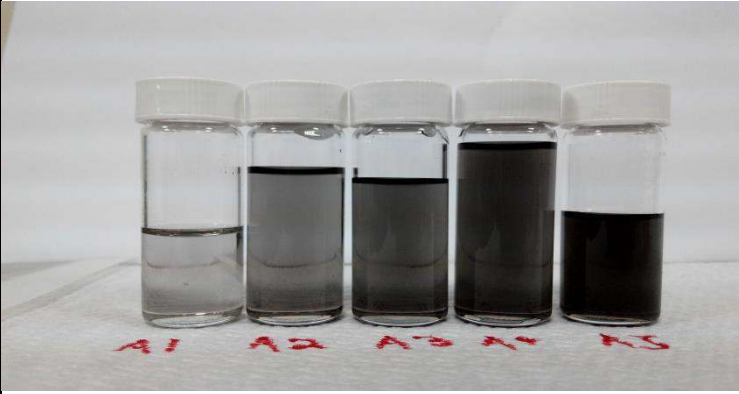
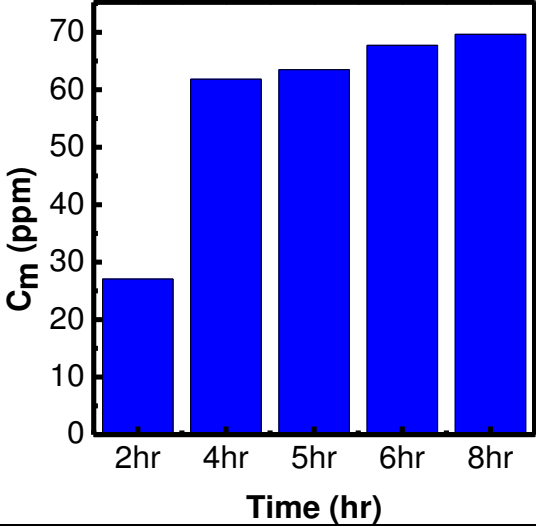
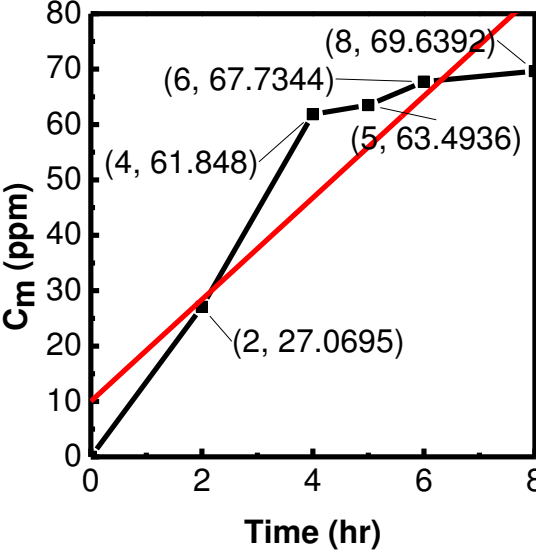
4.100% N-甲基吡咯烷酮(NMP)

名稱	D1	D2	D3	D4	D5
NMP (ml)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
水(ml)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr
濃度(ppm)	32.6883	44.7155	52.2504	80.487	106.5028


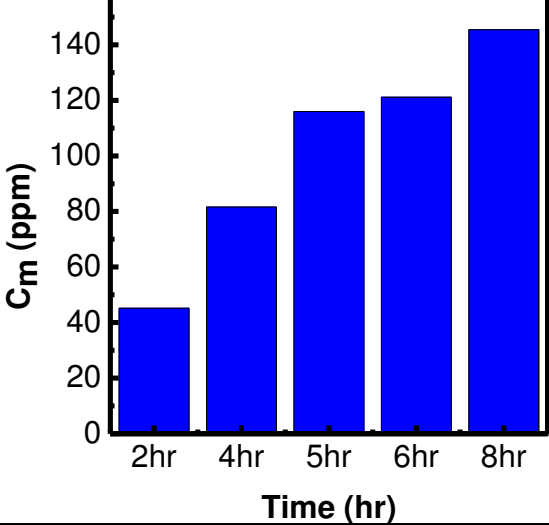
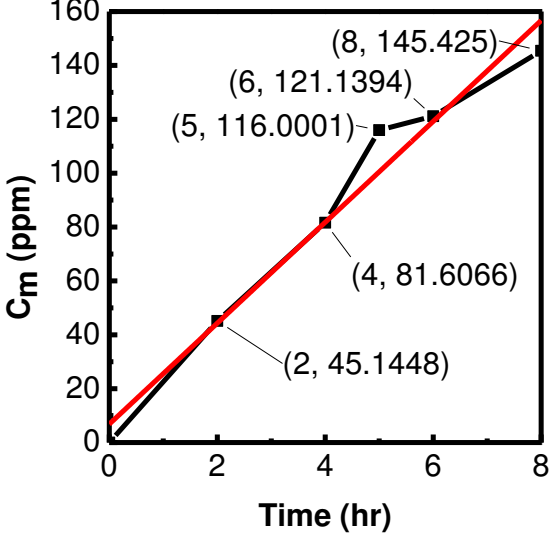


(二)80000 Hz 震盪

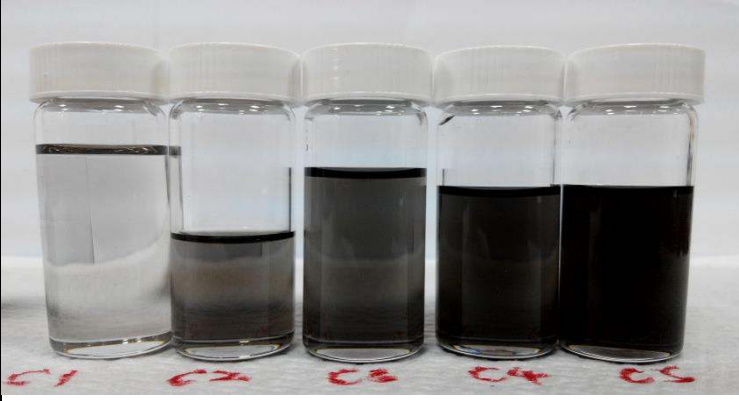
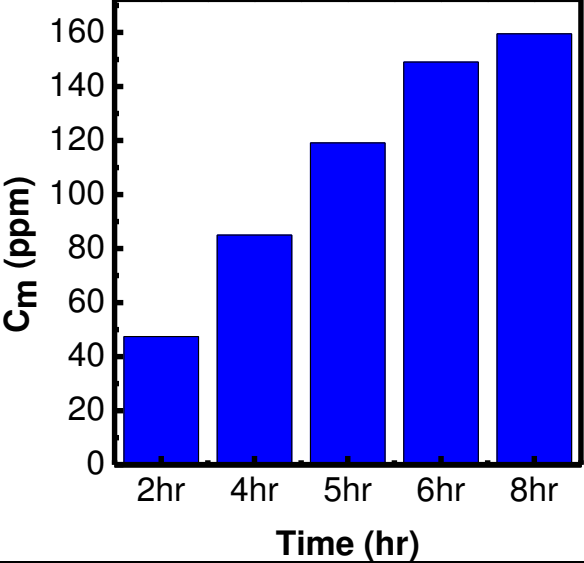
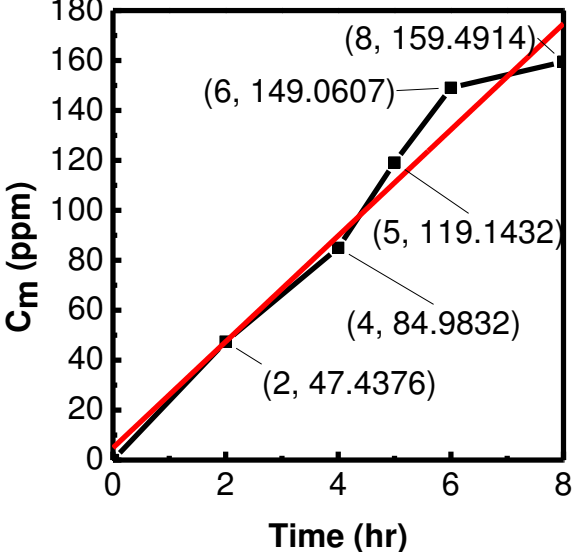
1.70% N-甲基吡咯烷酮(NMP)

名稱	A'1	A'2	A'3	A'4	A'5												
NMP (ml)	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0												
水(ml)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0												
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr												
濃度(ppm)	27.0695	61.8480	63.4936	67.7344	69.6392												
樣品圖片																	
樣品濃度長條圖	 <table border="1"><caption>Bar Chart Data</caption><thead><tr><th>Time (hr)</th><th>Cm (ppm)</th></tr></thead><tbody><tr><td>2hr</td><td>27.0695</td></tr><tr><td>4hr</td><td>61.8480</td></tr><tr><td>5hr</td><td>63.4936</td></tr><tr><td>6hr</td><td>67.7344</td></tr><tr><td>8hr</td><td>69.6392</td></tr></tbody></table>					Time (hr)	Cm (ppm)	2hr	27.0695	4hr	61.8480	5hr	63.4936	6hr	67.7344	8hr	69.6392
Time (hr)	Cm (ppm)																
2hr	27.0695																
4hr	61.8480																
5hr	63.4936																
6hr	67.7344																
8hr	69.6392																
濃度-時間趨勢圖	 <table border="1"><caption>Line Graph Data</caption><thead><tr><th>Time (hr)</th><th>Cm (ppm)</th></tr></thead><tbody><tr><td>2</td><td>27.0695</td></tr><tr><td>4</td><td>61.8480</td></tr><tr><td>5</td><td>63.4936</td></tr><tr><td>6</td><td>67.7344</td></tr><tr><td>8</td><td>69.6392</td></tr></tbody></table>					Time (hr)	Cm (ppm)	2	27.0695	4	61.8480	5	63.4936	6	67.7344	8	69.6392
Time (hr)	Cm (ppm)																
2	27.0695																
4	61.8480																
5	63.4936																
6	67.7344																
8	69.6392																


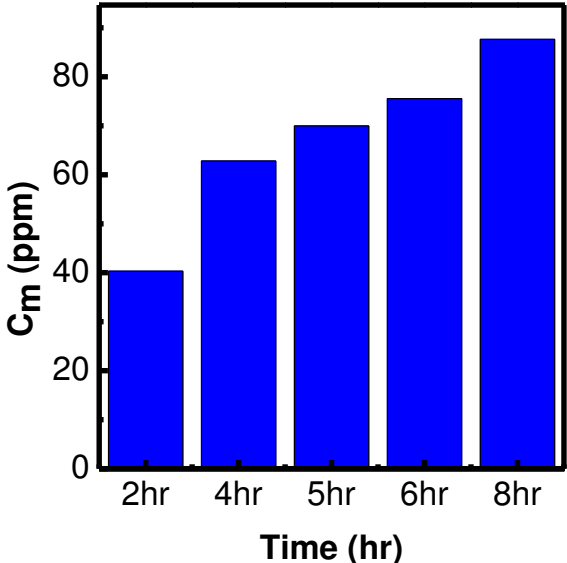
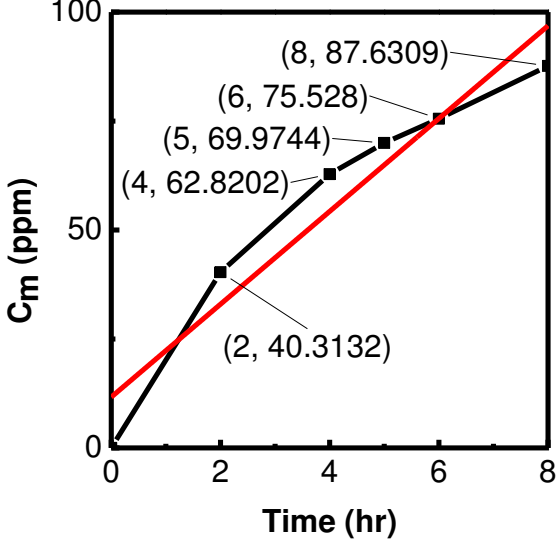
2.80% N-甲基吡咯烷酮(NMP)

名稱	B'1	B'2	B'3	B'4	B'5												
NMP (ml)	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0												
水(ml)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0												
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr												
濃度(ppm)	45.1448	81.6066	116.0001	121.1394	145.425												
樣品圖片																	
樣品濃度長條圖	 <table border="1"> <caption>Bar Chart Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th>C<sub>m</sub> (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2hr</td> <td>45.1448</td> </tr> <tr> <td>4hr</td> <td>81.6066</td> </tr> <tr> <td>5hr</td> <td>116.0001</td> </tr> <tr> <td>6hr</td> <td>121.1394</td> </tr> <tr> <td>8hr</td> <td>145.425</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	C <sub>m</sub> (ppm)	2hr	45.1448	4hr	81.6066	5hr	116.0001	6hr	121.1394	8hr	145.425
Time (hr)	C <sub>m</sub> (ppm)																
2hr	45.1448																
4hr	81.6066																
5hr	116.0001																
6hr	121.1394																
8hr	145.425																
濃度-時間趨勢圖	 <table border="1"> <caption>Line Graph Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th>C<sub>m</sub> (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2</td> <td>45.1448</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>81.6066</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>116.0001</td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>121.1394</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>145.425</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	C <sub>m</sub> (ppm)	2	45.1448	4	81.6066	5	116.0001	6	121.1394	8	145.425
Time (hr)	C <sub>m</sub> (ppm)																
2	45.1448																
4	81.6066																
5	116.0001																
6	121.1394																
8	145.425																

3.90% N-甲基吡咯烷酮(NMP)

名稱	C'1	C'2	C'3	C'4	C'5												
NMP (ml)	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0												
水(ml)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0												
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr												
濃度(ppm)	47.4376	84.9832	119.1432	149.0607	159.4914												
樣品圖片																	
樣品濃度長條圖	 <table border="1"> <caption>Bar Chart Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th>Cm (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2hr</td> <td>47.4376</td> </tr> <tr> <td>4hr</td> <td>84.9832</td> </tr> <tr> <td>5hr</td> <td>119.1432</td> </tr> <tr> <td>6hr</td> <td>149.0607</td> </tr> <tr> <td>8hr</td> <td>159.4914</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	Cm (ppm)	2hr	47.4376	4hr	84.9832	5hr	119.1432	6hr	149.0607	8hr	159.4914
Time (hr)	Cm (ppm)																
2hr	47.4376																
4hr	84.9832																
5hr	119.1432																
6hr	149.0607																
8hr	159.4914																
濃度-時間趨勢圖	 <table border="1"> <caption>Line Graph Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th>Cm (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2</td> <td>47.4376</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>84.9832</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>119.1432</td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>149.0607</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>159.4914</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	Cm (ppm)	2	47.4376	4	84.9832	5	119.1432	6	149.0607	8	159.4914
Time (hr)	Cm (ppm)																
2	47.4376																
4	84.9832																
5	119.1432																
6	149.0607																
8	159.4914																

4.100% N-甲基吡咯烷酮(NMP)

名稱	D'1	D'2	D'3	D'4	D'5												
NMP (ml)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0												
水(ml)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0												
震盪時間	2hr	4hr	5hr	6hr	8hr												
濃度(ppm)	40.3132	62.8202	69.9744	75.5280	87.6309												
樣品圖片																	
樣品濃度長條圖	 <table border="1"> <caption>Bar Chart Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th><math>C_m</math> (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2hr</td> <td>40.3132</td> </tr> <tr> <td>4hr</td> <td>62.8202</td> </tr> <tr> <td>5hr</td> <td>69.9744</td> </tr> <tr> <td>6hr</td> <td>75.5280</td> </tr> <tr> <td>8hr</td> <td>87.6309</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	$C_m$ (ppm)	2hr	40.3132	4hr	62.8202	5hr	69.9744	6hr	75.5280	8hr	87.6309
Time (hr)	$C_m$ (ppm)																
2hr	40.3132																
4hr	62.8202																
5hr	69.9744																
6hr	75.5280																
8hr	87.6309																
濃度-時間趨勢圖	 <table border="1"> <caption>Line Graph Data</caption> <thead> <tr> <th>Time (hr)</th> <th><math>C_m</math> (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2</td> <td>40.3132</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>62.8202</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>69.9744</td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>75.5280</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>87.6309</td> </tr> </tbody> </table>					Time (hr)	$C_m$ (ppm)	2	40.3132	4	62.8202	5	69.9744	6	75.5280	8	87.6309
Time (hr)	$C_m$ (ppm)																
2	40.3132																
4	62.8202																
5	69.9744																
6	75.5280																
8	87.6309																


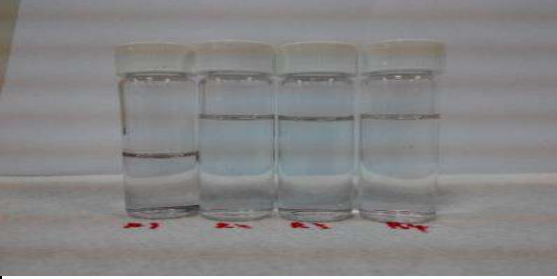
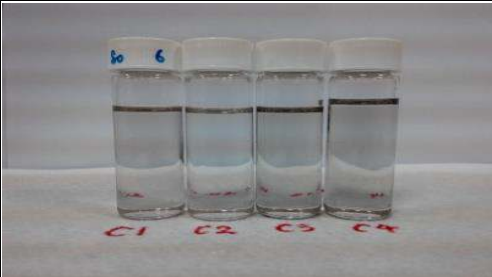
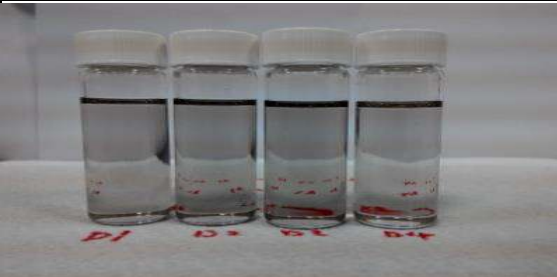
## 陸、討論

### 一、尋找適當的分子使石墨順利剝離成石墨烯

(一)簡單來說石墨烯便是層數極少的石墨，而石墨的層狀結構是靠分子與分子間的凡得瓦力來維持，可藉由大小適當、極性適中的其他分子進入其層與層之間，配合超音波震盪，使石墨層狀構造彼此分離，以取得石墨烯，這是此製程的基本原理。

(二)由肉眼即可清楚看出，以 N-甲基吡咯烷酮+水為分散液，其分散效果較使用異丙醇、乙醇、丙酮做為分散液為佳。

(三)推測可能原因，N-甲基吡咯烷酮的分子大小既不會因體積過大而無法進入石墨的層狀結構之間，也不會因體積過小，當其進入石墨層與層間震盪後卻無法與石墨產生交互作用，故適合用於此製程中。

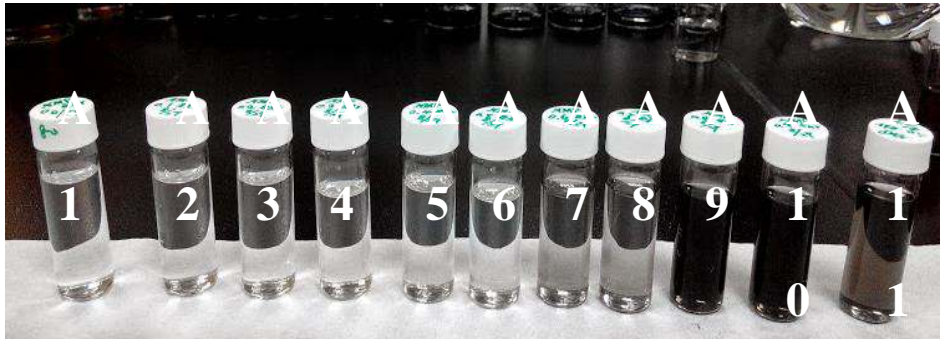
溶劑	N-甲基吡咯烷酮+水	異丙醇+水
圖片		
溶劑	乙醇+水	丙酮+水
圖片		



## 二、尋找最適合的溶劑濃度

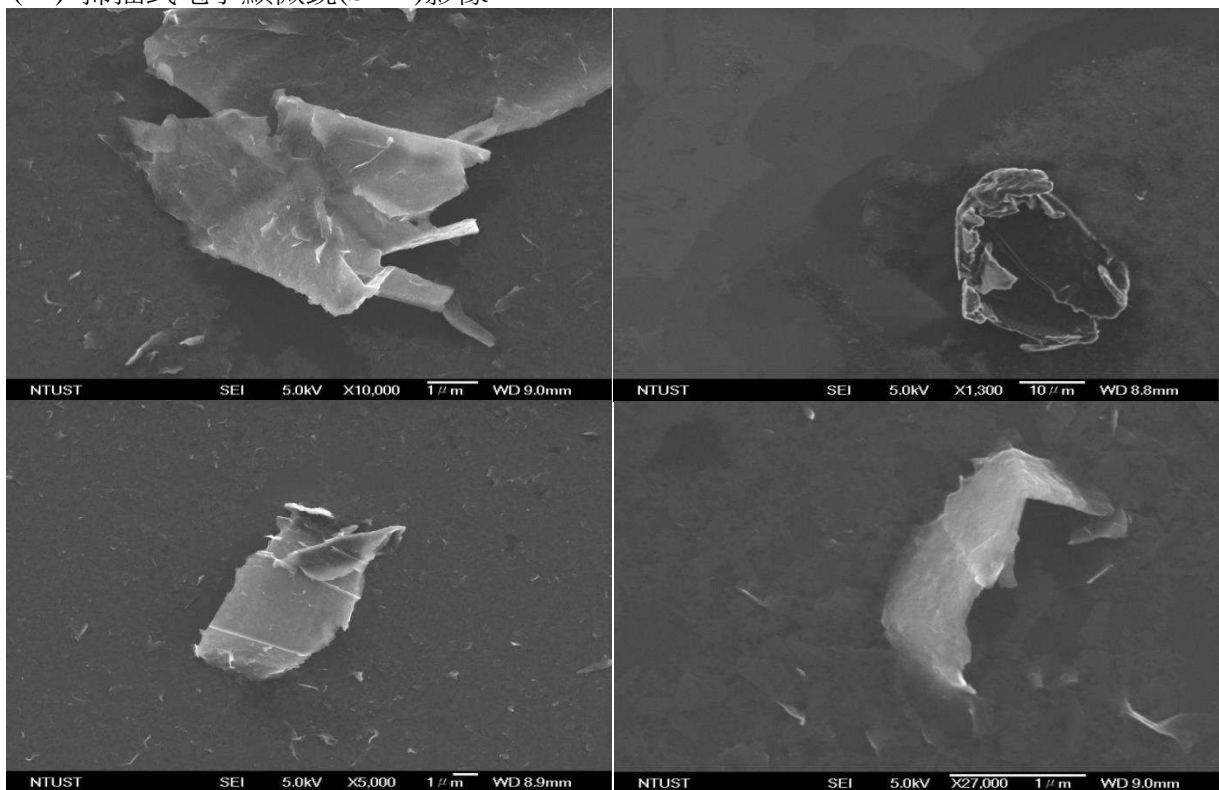
(一)此次所選用的溶劑都可與水產生氫鍵，推測與水分子產生氫鍵的 N-甲基吡咯烷酮分子，最後會形成較大的分子團，分子團會隨著 N-甲基吡咯烷酮與水的比例不同，而產生些微的變化，例如:分子團大小、與石墨表面的接觸角、共振的頻率等等，這些因素都會對於製程產生影響，故我們進一步探討其震盪頻率與溶劑濃度之對應關係。

(二)以 80%、90%、100% N-甲基吡咯烷酮(NMP)為溶劑，效果較佳。

名稱(單位)	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	A11
NMP (ml)	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0	9.0	10.0
水 (ml)	10.0	9.0	8.0	7.0	6.0	5.0	4.0	3.0	2.0	1.0	0.0
樣品圖片											

## 三、驗證產物確實為石墨烯

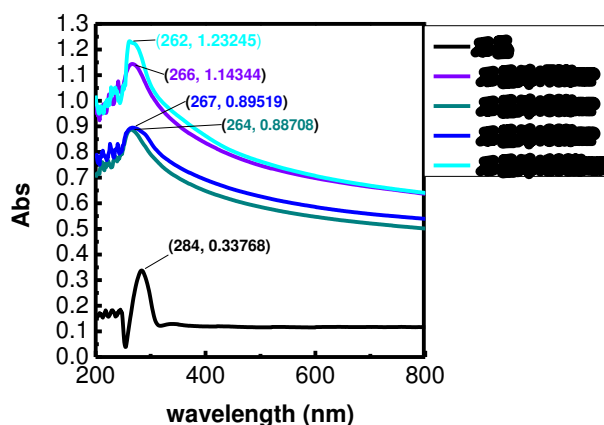
(一) 掃描式電子顯微鏡(SEM)影像





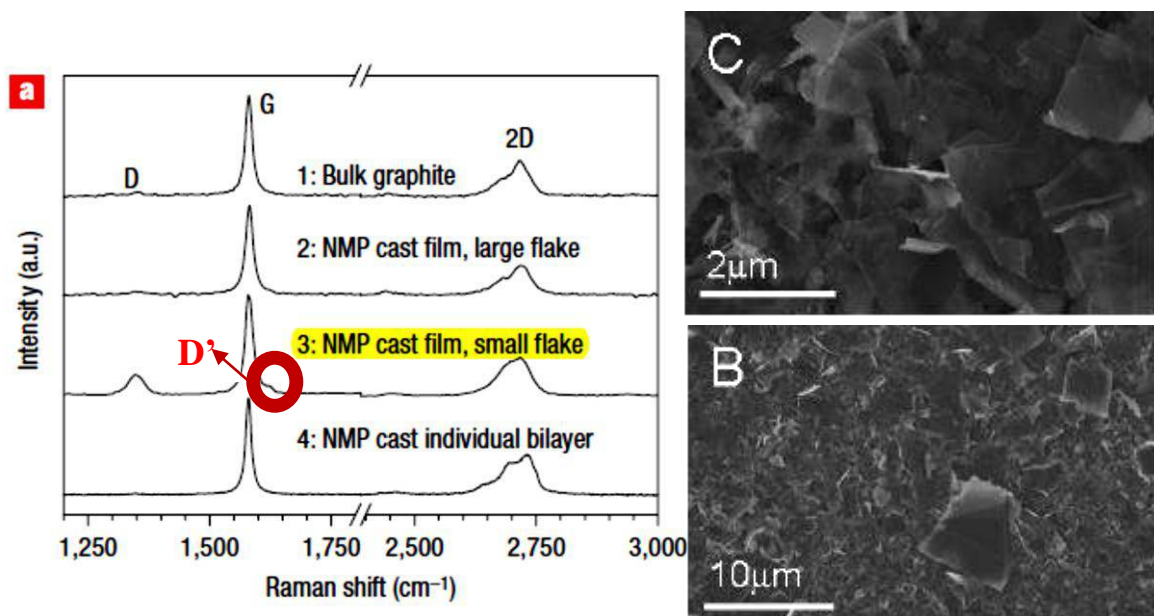
## (二)以 UV 光譜儀做波峰判定

1. 石墨的最大吸收峰在 284nm。
2. 本研究中，石墨烯的最大吸收峰分別在 267nm(90%NMP)、266nm(70%NMP)、264nm(100%NMP)、262nm(80%NMP)，之所以會有偏移的現象，可能是因為溶劑比例不同而造成的影響。
3. 最大吸收峰由 284nm 移動到 265nm(實驗平均值)，代表溶液中的分子確實改變。
4. 經由文獻查證，265nm 的分子確實為石墨烯碳材。

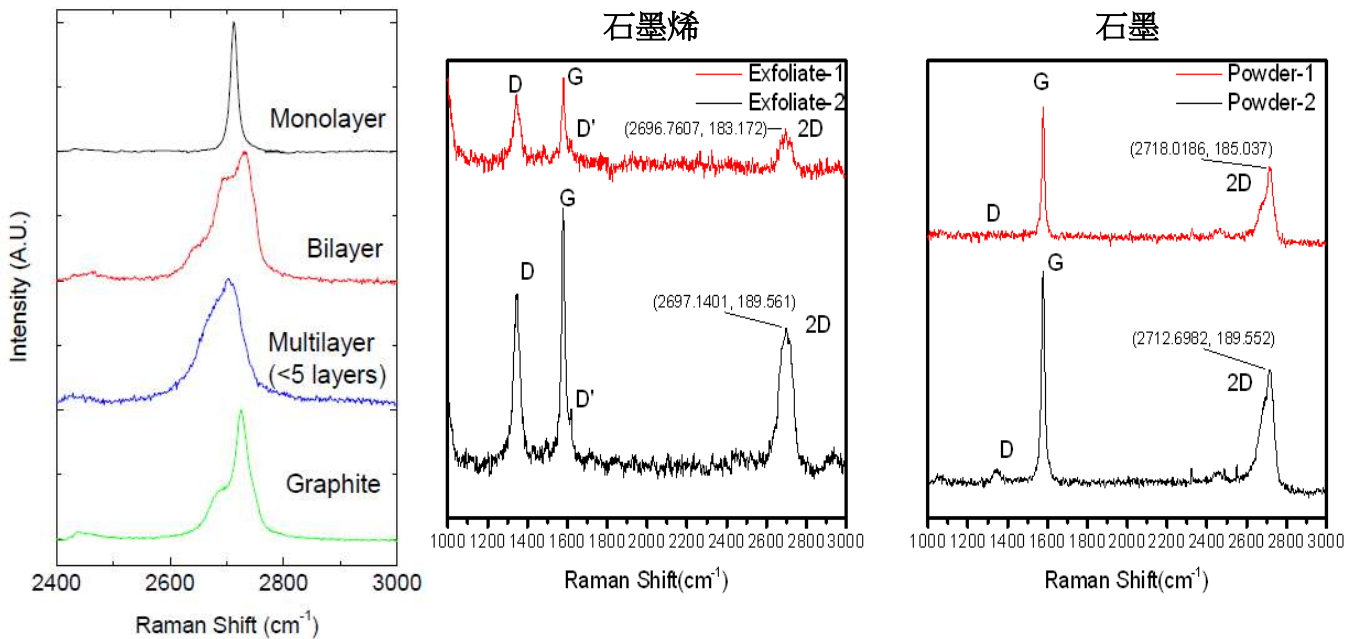


## (三)以拉曼光譜儀做檢測

1. 根據文獻，較小的石墨烯碎片會產生 D' band。
2. 根據文獻，2D band 可以用來判斷層數與結構，單層石墨烯的 2D band 寬度很窄且波數小於  $2700\text{cm}^{-1}$ ；而石墨結構則是主峰在  $2710\text{cm}^{-1}$  以上且在小於  $2700\text{cm}^{-1}$  處有小峰。以下列圖表佐證上述觀念(圖表引用自 Yenny Hernandez etl.(2008): High-yield production of graphene by liquid-phase exfoliation of graphite)。



3.我們的樣品波峰位於  $269X\text{ cm}^{-1}$ (見下右二圖)，由於底部寬度較寬，故可判斷石墨烯的層數非單層而是 2~3 層。以下圖左印證上述觀點(圖表引用自 Yenny Hernandez etl.(2008): High-yield production of graphene by liquid-phase exfoliation of graphite)。

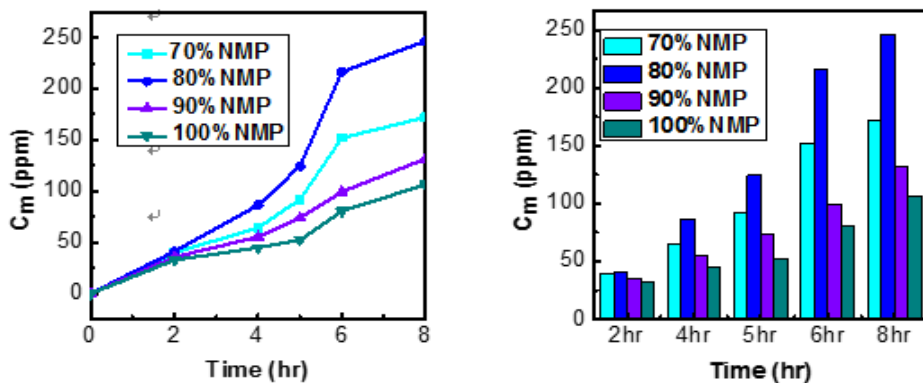


#### 四、尋找最有效率的溶劑濃度、振盪頻率及時間

##### (一)37000Hz 震盪-溶劑濃度分析

1.將 37000Hz 震盪頻率製程下的樣品濃度對震盪時間作圖，可以清楚的發現前 4 個小時，濃度的上升趨勢不大，而在 4 到 6 個小時間，濃度迅速上升，但到了 6 個小時之後，濃度上升的速度又再次趨緩，由此可知，在此震盪頻率條件下，6 個小時為效益最高的震盪時間。

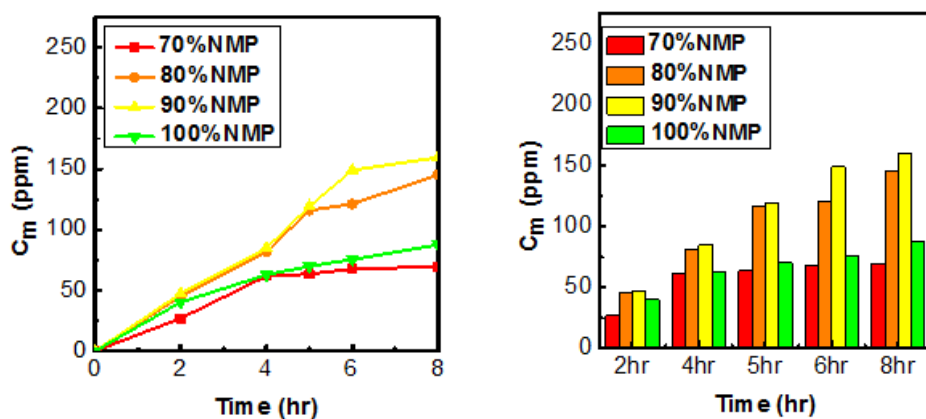
2.無論震盪時間長短，在 37000Hz 震盪頻率製程下，濃度 80% 的 N-甲基吡咯烷酮的產率最高，其次是 70% 的 N-甲基吡咯烷酮，第三是 90% 的 N-甲基吡咯烷酮，最差的是 100% 的 N-甲基吡咯烷酮，且彼此間的差距有隨時間擴大的趨勢。



## (二)80000Hz 震盪-溶劑濃度分析

1.將 80000Hz 震盪頻率製程下的樣品濃度對震盪時間作圖，可以發現前 4 個小時，濃度的上升較為顯著，而在 4 到 6 個小時期間，濃度上升趨勢則逐漸趨緩，到了 6 個小時之後，濃度幾乎已無明顯上升，由此可知，在此震盪頻率條件下，6 個小時仍為效益最高的震盪時間。

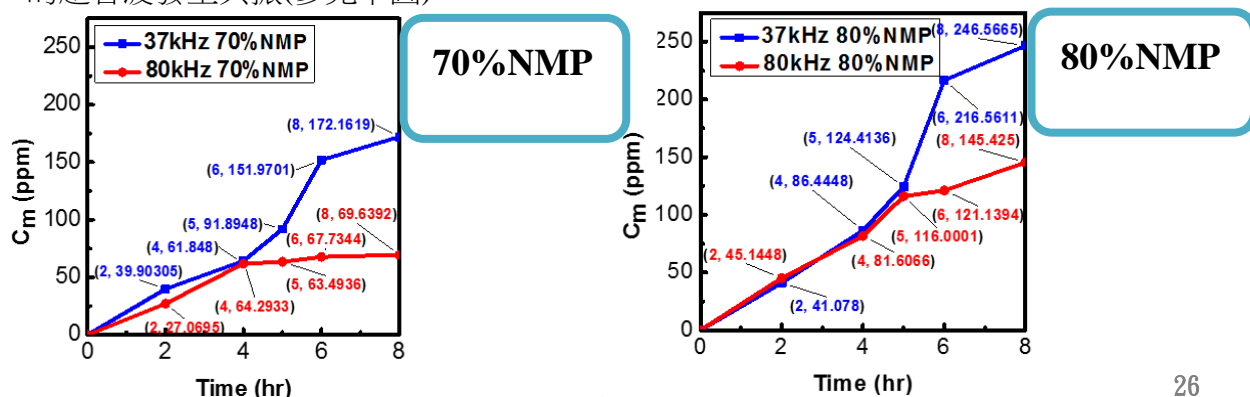
2.無論震盪時間長短，在 80000Hz 震盪頻率製程下，濃度 90%的 N-甲基吡咯烷酮的產率最高，其次是 80%的 N-甲基吡咯烷酮，第三是 100%的 N-甲基吡咯烷酮，最差的是 70%的 N-甲基吡咯烷酮，且隨震盪時間增長，彼此間的濃度差距有擴大的趨勢。



## (三)頻率-樣品濃度分析

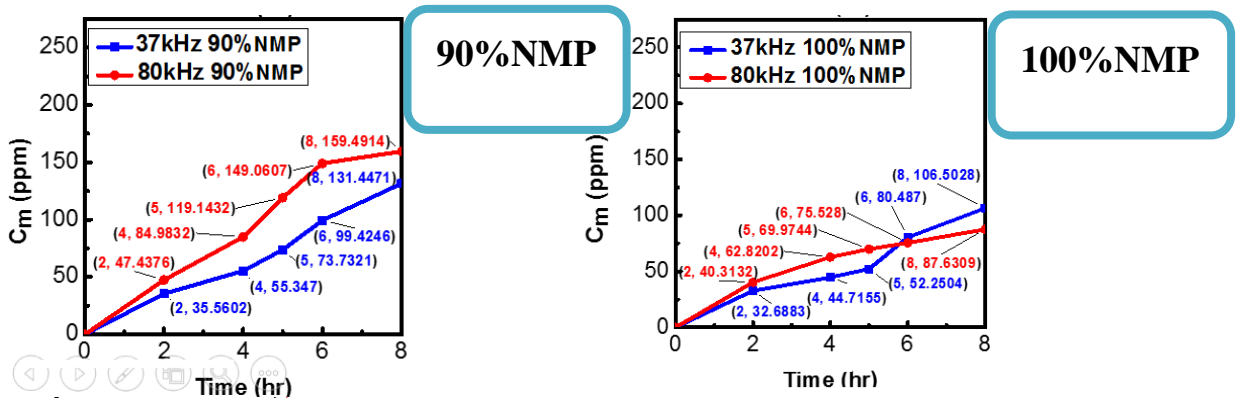
1.在 37000Hz 的震盪下，80% N-甲基吡咯烷酮分散液有最高的產率；而在 80000Hz 震盪頻率下，90%N-甲基吡咯烷酮分散液有最高的產率。

2.比較 37000Hz 與 80000Hz 震盪頻率下，在 70%和 80%比例的溶劑中，37000Hz 的產率都較 80000Hz 來的高，而且產物濃度差距有隨震盪時間增長而增加的趨勢，其原因可能是濃度較低的 N-甲基吡咯烷酮分子與水形成的分子團較容易與頻率較低的超音波發生共振(參見下圖)。



3.值得注意的是，比較在 80000Hz 與 37000Hz 震盪頻率下，同為 90%的分散溶劑中，不同震盪時間 80000Hz 的產率均較 37000Hz 來的高，而且產物濃度差距有隨震盪時間增長而增加的趨勢，是因為在 80000Hz 的震盪下，以 90%的 N-甲基吡咯烷酮 (NMP)做為分散液的產率最高(參見下圖左)。

4.觀察在 37000Hz 與 80000Hz 震盪頻率下，於 100%比例的溶劑中，起初，80000Hz 的產率較高，而在第 6 個小時時卻被 37000Hz 超越，可能是因為不同頻率下的個別趨勢所致。80000Hz 的震盪條件下，產物濃度的上升會在 4 到 6 個小時間趨緩，而 37000Hz 的震盪條件，產物濃度的上升則在第 6 個小時後才會趨緩，故在第 6 個小時時，37000Hz 震盪頻率下的產物濃度超越 80000Hz 震盪頻率下的產物濃度(參見下圖右)。



## 柒、結論

- 一、以 N-甲基吡咯烷酮作為分散液的溶劑，分散效果較使用異丙醇、乙醇、丙酮作溶劑為佳。
- 二、完成後樣品在 70%、80%、90%、100%N-甲基吡咯烷酮分散液的最大吸收峰分別在 266nm、264nm、267nm、262nm。最大吸收峰由 284nm 移動到 265nm(實驗平均值)，代表溶液中的石墨分子確實改變，經由文獻查證，265nm 的最大吸收峰確實為石墨烯分子之訊號。
- 三、經由拉曼光譜儀的檢測，確定我們的產物為層數 2~3 層知石墨烯。
- 四、在 37000Hz、80000Hz 震盪頻率下，6 個小時均為效益最高的震盪時間。
- 五、無論震盪時間長短，在 37000Hz 的震盪頻率製程下，濃度 80%的 N-甲基吡咯烷酮之產率最高，其次是 70%的 N-甲基吡咯烷酮，接下來是 90%的 N-甲基吡咯烷酮，最差的是 100%的 N-甲基吡咯烷酮且，隨震盪時間增長，不同濃度的分散液彼此間的產物濃度差距逐漸擴大。
- 六、無論震盪時間長短，在 80000Hz 的震盪頻率製程下，濃度 90%的 N-甲基吡咯烷酮之產率最高，其次是 80%的 N-甲基吡咯烷酮，接下來是 100%的 N-甲基吡咯烷酮，最差的是 70%的 N-甲基吡咯烷酮，且隨震盪時間增長，不同濃度的分散液彼此間的產物濃度差距逐漸擴大。
- 七、隨震盪時間增長，不同濃度的溶劑做為分散液其石墨烯濃度皆有增加的趨勢
- 八、比較 37000Hz 與 80000Hz 震盪頻率下，在 70%和 80%比例的 N-甲基吡咯烷酮溶劑中，37000Hz 的產率都較 80000Hz 來的高，而且產物濃度差距有隨振盪時間增長而有增加的趨勢。
- 九、比較 80000Hz 與 37000Hz 震盪頻率下，在 90%比例的 N-甲基吡咯烷酮溶劑中，80000Hz 的產率都較 37000Hz 來的高，而且產物濃度差距有隨振盪時間增長而有增加的趨勢。
- 十、觀察 37000Hz 與 80000Hz 震盪頻率下，在 100%比例的 N-甲基吡咯烷酮溶劑中，起初，80000Hz 的產率較高，而在第 6 個小時時卻被 37000Hz 超越，是不同頻率下的個別趨勢所致。
- 十一、目前產率最高的實驗結果，是以 80% N-甲基吡咯烷酮配合 37000Hz 的震盪頻率，震盪 8 個小時，石墨烯分散液的濃度可達到 246.5665ppm，產率約為 5%。

## 捌、參考資料及其他

### 一、參考資料

(一)葉名倉(2011)《基礎化學〔二〕》

(二) 葉名倉(2011)《選修化學〔上冊〕》

(三) Journal of Colloid and Interface Science 1 (2010):Anomalously stable dispersions of graphite in water/acetone mixtures, 96- 99

(四) Yenny Hernandez etl.(2008): High-yield production of graphene byliquid-phase exfoliation of graphite

### 二、未來展望

(一)可藉由測試其他震盪頻率，進一步探討頻率與產率的關係，並藉由改變震盪頻率與時間，讓產率提升至 10%。

(二)利用其他分子單獨或與 N-甲基吡咯烷酮(NMP)混合使用，探討是否有提高產率的可能。

(三)此分散液經抽氣過濾後，石墨烯可附著於濾紙之上，製成導電紙(見下圖)，有應用於實際材料上的潛力，是未來可以進一步研究的方向，目前測得面電阻為  $400\Omega/\square$ 。



## 【評語】 040218

研究動機有趣，建議多針對欲討論的變因加以研究。例如超音波震盪頻率改變的數據僅有兩組，此兩個數據無法說明最佳的頻率條件大致為何。此外，拉曼光譜圖的說明可再加強。