

中華民國第 65 屆中小學科學展覽會

作品說明書

高級中等學校組 化學科

050204

$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 異質複合材料的製備、性質
及光催化水分解反應能力之研究

學校名稱： 臺北市立建國高級中學

作者： 高二 顏于喆	指導老師： 黃曉薇
-------------------	------------------

關鍵詞： MXene、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoplates、
photo-electrochemistry

摘要

本研究開發 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 二維奈米複合材料，探討其光電性質與應用潛力。以 Ti_3AlC_2 經含氟蝕刻法製備 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ ，並以溶劑熱法複合 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 。經 SEM、EDS、XRD 確認蝕刻成功，而複合材料中 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 隨比例呈現不同結核分布。XPS 顯示 Ti-C/O 鍵結及 Ti-Fe 協同作用。DRS 與電化學測試指出，複材能帶較原材上移，具更低電荷阻抗與可能的更大能隙。四點探針顯示 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 具類金屬導電性，複合材料面電阻則與質量呈指數關係，呼應能隙變化。於 KOH 與 NaOH 中，複材展現最低 OER 過電壓與最小電化學阻抗，顯示其具優異光電催化水分解性能。

壹、前言

一、研究動機

隨著全球對潔淨能源需求的增加，穩定且環保的能源解決方案成為主要的研究課題。氫能源具有潔淨、高能量轉換效率、應用廣泛的特性，為新世代工業、民生能源的寵兒。現今的氫燃料來源為油田或電解產氫，仍在生產過程中間接對環境造成傷害。目前研究著力於「光催化水解產氫」，嘗試以光能取代電能，使氫燃料成為真正的綠色能源。

近年來，二維材料 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ (MXene) 因其優越的導電性、高表面活性，在許多領域開啟了全新的可能性。因此，本組將 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 與 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 進行奈米複合，藉以觀察光催化水分解產氫反應的變化。

本研究旨在合成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 奈米複合材料，並探討其結構、成分與光催化性能之間的關聯性，期望為光催化技術的發展提供新的可能性。

二、研究目的

(一) 合成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 α - Fe_2O_3 nanoplates (NPS) 與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ / α - Fe_2O_3

(二) XRD 鑑定

1. 鑑定 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 α - Fe_2O_3 、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ / α - Fe_2O_3 之晶格結構

(三) SEM、EDS、TEM 鑑定

1. 觀察 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 α - Fe_2O_3 – nanoplates 與複合材料的結構與結合方式
2. 測量複合材料 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ / α - Fe_2O_3 的元素分布，並觀察不同前驅物質量比例下的不同結核分布情形

(四) XPS 鑑定

1. 測量 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ / α - Fe_2O_3 之電子組態，分析材料鍵結模式

(五) DRS 鑑定

1. 分析材料對各波段光源之吸收，並與論文比較
2. 計算材料能隙，與論文比較並分析能隙變化原因

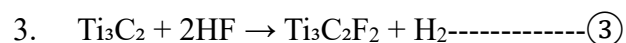
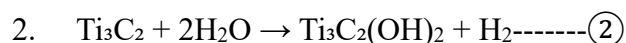
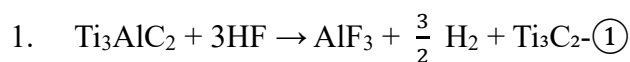
(六) 電化學測試

1. 以電化學阻抗頻譜 EIS 測量 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 α - Fe_2O_3 與奈米複合材料之交流阻抗
2. 以 EIS 數據計算材料之平帶電位，並判斷複合材料間的交互作用模式
3. 以線性掃描伏安法 LSV 模式分析 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 α - Fe_2O_3 與奈米複合材料在光照下之過電壓差異，並利用先前研究結果解釋其現象

三、文獻回顧

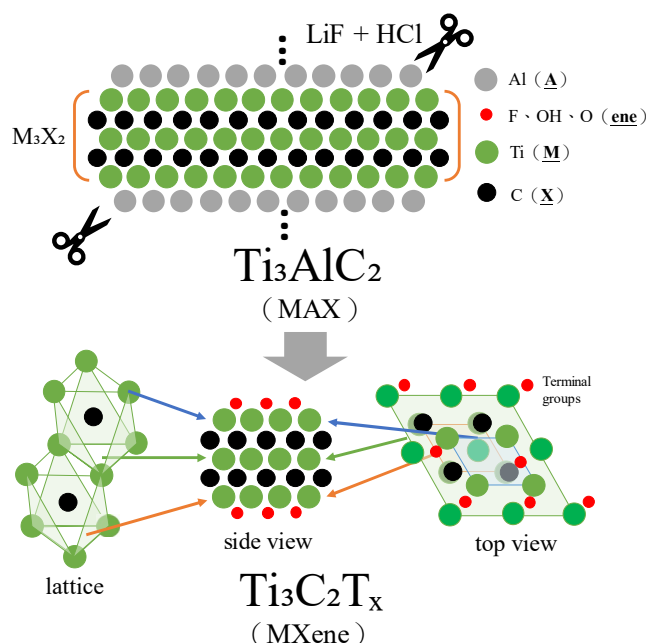
(一) $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 的合成

$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 於 2011 年首次被發現並證實，是為第一個被發現的 MXene。 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 是以 MAX 材料 Ti_3AlC_2 作為前驅物，以 50% HF 溶液蝕刻，並進行插層與剝蝕，獲得具單層結構之產物。 Ti_3AlC_2 蝕刻反應式如下：



MXene 家族為金屬碳/氮化合物的泛稱，說明其結構為金屬-碳/氮的層狀結構。 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 每片獨立結構是由三層鈦與二層碳結合而成（如下圖中所示）。透過去除前驅物 MAX 材料之金屬原子層，可將其中的 M_3X_2 片狀結構分別剝離，形成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 。

MAX 與 MXene 之結構差異、蝕刻原理、可參考圖一(a)、(b)。



圖一、MAX 材料之蝕刻與 MXene 材料之結構圖（晶格模式、側視圖、俯視圖）

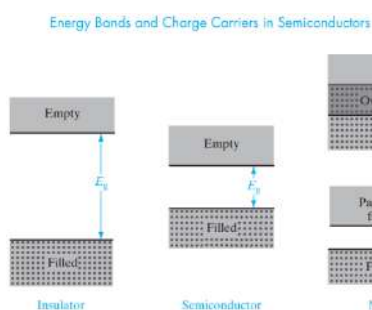
$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 屬於六邊形晶格堆積。晶格結構中 C 與鄰近的六個 Ti 原子形成三角柱狀排列，並在第一、第三 Ti 層上具有表面基團 (terminal groups)。氫氟酸蝕刻法不會破壞 MXene 結構，因此其晶格模式類似於 MAX 材料。 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 不具有 Al 層，結構較為鬆散，因此在 XRD 中，(002) 的峰值會向低角度偏移；此外，由於材料有序度降低，(002) 峰寬度變大，並較前驅物缺乏 MAX 材料常見的 (103)、(104)、(105) 峰。這是材料檢驗時最顯著的鑑定證據。

（二） 能帶理論與光譜能隙分析

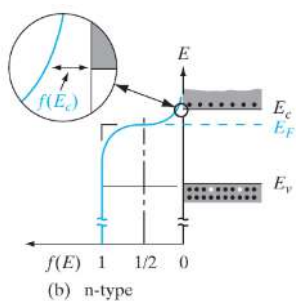
在單一原子中，電子以機率波形式存在於離散能階，這些能階可由費米能階 (Fermi level) 描述其分布。而當大量原子規則排列形成晶體，原本離散的能階會因軌域重疊而展成

連續的能帶結構 (band structure)。

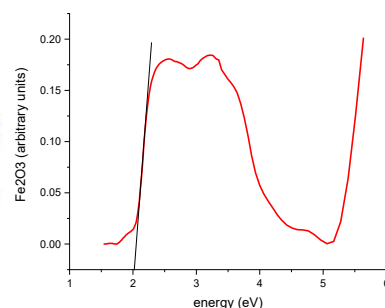
電子由低能向高能依序填滿，填滿的區域稱為價帶 (valence band, VB)，而未填滿的區域則稱為導帶 (conduction band, CB)。價帶與導帶之間的能量差距即為能隙 (bandgap)，其大小決定材料是否具導電性。當材料之導帶上具有電子 (即費米能級穿越導帶)，或價帶與導帶重合 (overlap)，材料便會展現出導電性。反之，如果費米能級之電子與導帶存在能隙，則材料不導電。半導體材料於一般情形不導電，但經參雜等處理便可有電子通路。教科書中，常以溫度為橫軸，而費米能階與導帶會在特定溫度相交產生導電現象者，便是能帶電子躍遷的範例之一。(圖二、圖三擷取自 Solid State Electronic Devices)



圖二、典型能隙分布情形



圖三、n 型半導體之費米能階分布



圖四、線性外推法範例

本研究核心在於探討材料的光電導效應，即透過光子激發電子，跨越能隙進入導帶，使材料產生導電與還原能力。當材料吸收一個能量高於其能隙的光子時，電子可從價帶躍遷至導帶，形成電子－電洞對。這一機制是驅動光催化反應的關鍵，因為導帶上的高能電子能參與還原反應，而價帶留下的電洞則可進行氧化反應。

由於電子能級與氧化還原反應的驅動力息息相關，研究中需掌握材料之能隙大小與光吸收範圍，才能判斷其是否適合用於光催化產氫。

以光電效應公式： $E = hf$ 為核心概念，我們以線性外推法找出能隙 (圖四)。根據公式： $(\alpha \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ 屬間接能隙材料, } n=1/2)$

$$(\alpha h\nu)^n = A(h\nu - E_g)$$

可知，當 K-M 圖與 tauc 圖中顯示出線性爬升的現象出現一線性上升區域，則表示光子能量已超過能隙而可激發電子。將該線性區段外推至 X 軸，所得交點即為材料的光學能隙 E_g 。由材料中的能隙值變化，可以指出材料的吸光範圍及潛在的電子耦合現象；與平帶電位

討論後，可以解讀該材料是否具有更加優異的光催化產氫能力。

(三) 蕭基特接觸與歐姆接觸

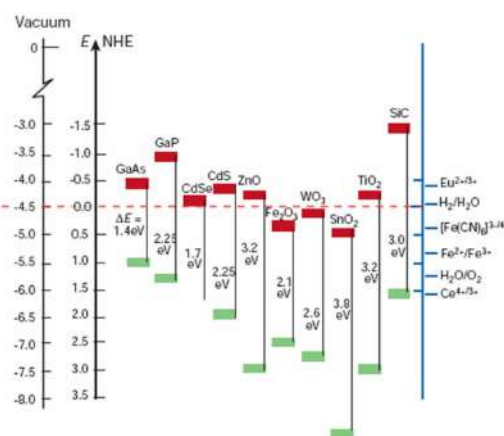
有鑑於電子電洞對的光電催化意義，防止電子電洞對復合便至關重要。金屬參雜型半導體利用歐姆接觸(ohmic contact)或電子匯效應避免電子電洞對復合，而複合半導體則利用不同的能帶，使電子以 Z 型跳躍方式，延長材料的電洞-電子對生命週期。歐姆接觸結構主要特性是其**近乎於零的能量壁壘**。由於其能障極小，複合材料的能帶變化相較於蕭基特接觸更加平緩，使電子能順利地在金屬、半導體間移動。

然而，在本研究中使用的類金屬－半導體異質複合材料系統中，卻可能屬於另一種模式：蕭基特接觸。由文獻[10]指出， $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 中， $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 具有較高的功函數，使得電子由 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 主動流向 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 。然而，複合材料性質探討於該論文中僅停留於真空能級狀態下，於水溶液反應中的交互作用模式仍未明。

本組旨在合成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ，並以各項儀器測量其性質，證實材料交互作用能力與光電催化水分解能力的同時，嘗試驗證本材料之優異特質是來源自高導電性帶來的類-歐姆接觸，又或者是良好的蕭基特接觸？又或者，並非兩者呢？

(四) OER / HER 反應

在水解反應中，於陽極表面發生的反應被稱為 OER (oxygen evolve reaction)，而於陰極發生的反應被稱為 HER (hydrogen evolve reaction)。右圖是常見半導體之導帶-價帶圖。紅色端對應導帶 CB 的位置，而綠色端對應價帶 VB 的位置。如果導帶之能階大於水的還原電位，則光電子具有水解產氫的潛力；如果價帶之能階小於水的氧化電位，則光生電洞具有水解產氧的潛力。由於 Fe_2O_3 之導帶位能不足以還原氫，原材作為 OER 材料，以直流電源提供一過電壓，進行光電產氧半反應；HER 反應則是透過鉑電極進行。透過數據繪製伏特－安培圖，並在同電流密度下比較其反應之過電壓(overpotential)。



圖五、常見半導體能帶能階圖

(參考自論文十)

貳、研究設備與器材

一、合成與鑑定器材與設備

1. 掃描式電子顯微鏡 (SEM)、能量色散 X 射線光譜 (EDS)
(JSM-7610F -Schottky Field Emission -Scanning Electron Microscope)

2. SEM 樣品鍍鉑機

(JEC-3000FC auto fine coater)

3. SEM 用樣品載台(sample holder)

4. 碳膠帶

5. X 光繞射儀 (XRD)

(PANalytical EMPYREAN)

6. 載玻片

7. 銅膠帶

8. 紫外線－可見光漫反射光譜儀 (DRS)

(JASCO *V-770 UV-Visible/NIR spectrophotometer*)

9. 紫外線－可見光漫反射光譜儀 固相檢測裝置

(JASCO ILN-925 150mm Integrating Sphere)

10. 固相粉末樣品槽（載具）

(PSH-001 Powder Sample Holder)

11. 標準參考樣品

(6916-H422A –

Spectralon Reference Standard with Case)

12. 離心機

13. 真空烘箱

(Vacuum Oven RVO-50)

14. 超音波震盪機



圖六、SEM、EDS 外觀（實驗室提供）



圖七、SEM 樣品載台操作圖
（圖中小碟）（作者攝影）



圖八、XRD 外觀（實驗室提供）



圖九、DRS 外觀（實驗室提供）



圖十、左：標準參考樣品；中、右：粉末樣品載具

15. ESCA 化學分析電子能譜儀 (XPS)

(JEOL - JPS-9030)

16. 穿透式顯微鏡 (TEM) (JEOL TEM-2100 PLUS)

17. 四點探針 (與編程電源供應器)

18. 鐵氟龍高壓容器

19. 鐵氟龍容器

20. 加熱磁力攪拌器

21. 烘箱

22. 金屬小勺

23. 塑膠滴管



圖十一、TEM 外觀 (作者拍攝)



圖十二、XPS 外觀 (實驗室提供)

二、電化學分析器材與設備

1. 可攜式微型電化學分析儀 (CH Instruments - CHI1211C)

2. 電化學分析儀 (Autolab PGSTAT128N)

3. LED 光源 (LED MR16 Spot Light - FZL-MR16-03)

4. 模擬太陽光源 (Enlitech ALS-300-G2)

5. 石英玻璃容器

6. ITO 導電玻璃 (RLA2K20013)

7. Ag / AgCl 標準電極

8. 微量滴管 (IKA PETTE fix 200 μ l)

9. 微量滴管吸管套

10. 乳膠手套

11. 活性碳口罩

12. 拭鏡紙

13. 鉑絲



圖十三、四點探針 (作者拍攝)



圖十四、左上：Ag / AgCl 標準電極；
右上：電化學裝置操作情形；下：可
攜式微型電化學分析儀 (作者拍攝)

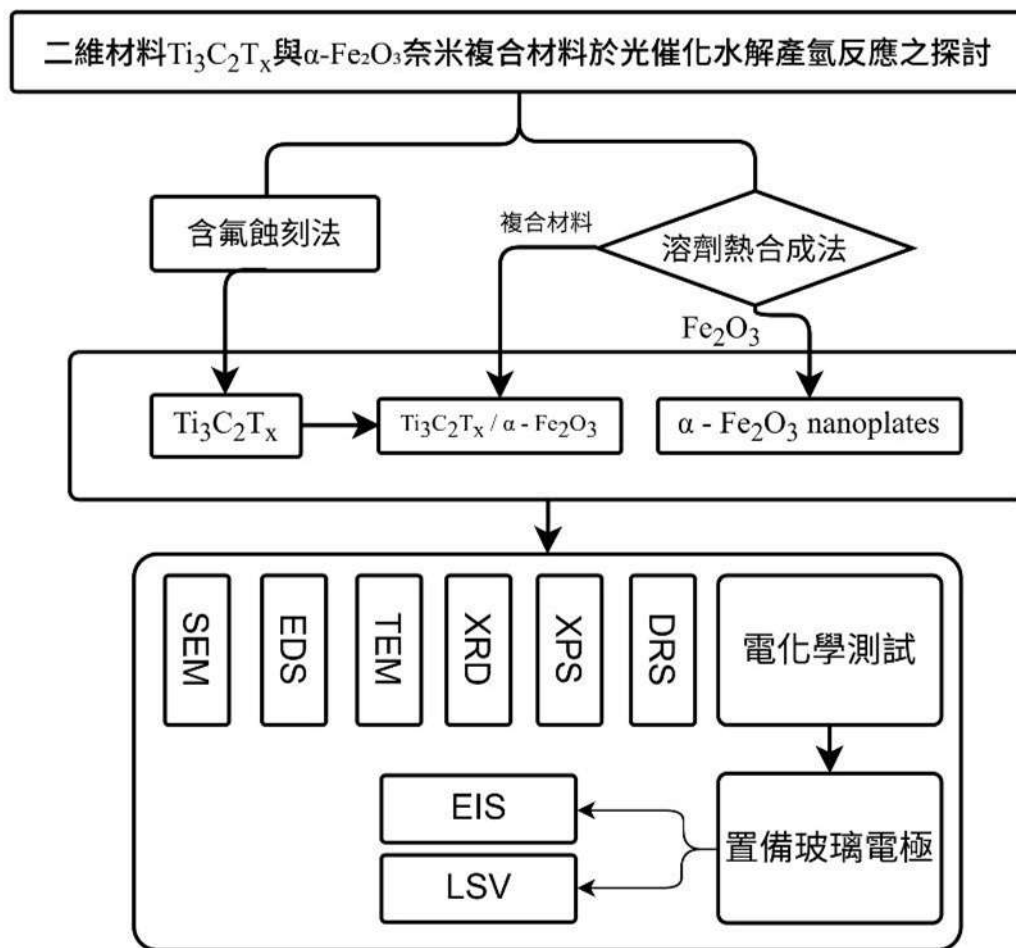
三、研究藥品

去離子水、異丙醇、乙醇、丙酮、Nafion（納菲薄膜分散液）、 Ti_3AlC_2 、 LiF 、 HCl 、 CH_3COONa 、 FeCl_3 、 DMSO 、 NaOH 、 KOH 、 Na_2SO_3

參、研究過程或方法

一、研究架構圖

以下是本組的研究架構圖：



圖十五、研究架構圖（作者自繪）

二、鑑定金屬碳化物 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 結構與性質

以下是 XRD、DRS、SEM、EDS 的儀器測量步驟。TEM、XPS 是透過委測的方式進行，詳細資訊紀錄於研究結果與討論中。

（一） 透過 X 光繞射儀 (XRD) 進行 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 結構鑑定

以小刮勺取約 0.1 立方公分的樣品，鋪平於載玻片上（背面黏貼銅膠帶）。

將樣品壓薄，使樣品完全遮住銅膠帶，並刮去銅膠帶以外區域的樣品。

在軟體中設定角度為 $5^\circ \sim 50^\circ$ (2θ)，每次角度增加量為 0.02° ，時間間隔為 1.5 秒。

（二） 透過 DRS 進行 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 光譜吸收鑑定

取出液相檢測裝置，將固相檢測裝置與儀器連接後，打開 DRS 軟體進行自動歸零。

設定光譜檢測波長範圍為 400~700 nm，以標準參考樣品設定背景後，將樣品放於其中檢測

（三） 透過 SEM、EDS 進行 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 成分、結構鑑定

樣品準備：

取一段銅膠帶以環狀反黏於樣品載台上，並取微量樣品散佈於膠帶上。

將樣品載台送入粒徑分散機，使粉末完全黏貼於膠帶上後，放入 SEM 中。

SEM：

於 SEM 軟體介面依序確認樣品載台規格、電壓與電流強度後，使用鍵盤轉盤與軌跡球在最大解析倍率與 100nm 解析度處尋找拍攝點並進行擷取。

EDS：

將電壓設定為 15kV，適當調整焦距使聚焦清晰後，開啟 EDS 軟體 (AZtec)

1. 於上方工具欄點選 Point&ID、Scan Image，進行影像擷取。
2. 設定光譜 channels、能量範圍、解析度、光譜收集時間後，進行元素分析。
3. 待一定時間後，即可取得元素含量曲線圖。

三、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 的合成方式

本組以 HF 蝕刻方式進行 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 合成。以下是合成的三個步驟：

（一） 蝕刻分層

1. 取 1 克 LiF 與 30 mL HCl (6 M) 於鐵氟龍容器中混和 (35°C)
2. 取 1 克 Ti_3AlC_2 緩慢加入上述混合物中
3. 將上述混合物攪拌 24 小時 (35°C)

- 離心並用去離子水洗滌，至 pH 值大於 6
- 在真空烘箱中於 70~80 °C 下乾燥，標示為 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x - \text{bulk}$ 。

(二) 插層

取產物 1g 與 30 mL DMSO 混和，攪拌 24 小時後洗滌並乾燥。標籤為 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x - \text{DMSO}$ 。

(三) 剝離

- 取 1g $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x - \text{bulk}$ 、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x - \text{DMSO}$ 分別與 100 mL 去離子水置於玻璃樣品罐中
- 將其置於超音波震盪機中，以 60 amplitude、每次震動間隔 3 秒，共震盪 12 小時。
- 結束後離心、洗滌並乾燥，貯存於陰暗乾燥處。分別標籤為 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x - \text{ultrasonication}$ 與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x - \text{DMSO} - \text{ultrasonication}$ 。

四、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ 與 $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{nanoplates}$ 的合成方式

- 取 0.324 克無水 FeCl_3 、1.2 克 CH_3COONa 與 0.32 克 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x - \text{ultrasonication}$ ，並加入 80 毫升乙醇與 5 毫升去離子水，混合均勻。
- 將溶液置於塑膠瓶中，以音波震盪機震盪約 1 小時，使顆粒均勻分散。
- 將震盪後的溶液轉移至鐵氟龍高壓容器中。
- 將容器置於 180°C 下，加熱 24 小時進行溶劑熱反應。
- 反應完成待容器冷卻後取出產物。以去離子水與乙醇多次洗滌產物，去除殘留雜質。
- 將洗滌後的樣品置於 60°C 真空烘箱中，並於後標示為 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ 。
- 不加入 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ ，以相同方法進行合成，標示 $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{nanoplates}$ 。
- 依不同比例加入前驅物，以相同方法合成，依配方標示為 $\frac{\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x \text{質量}}{\text{理論 } \alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3 * \text{產率}} \% \text{組}$

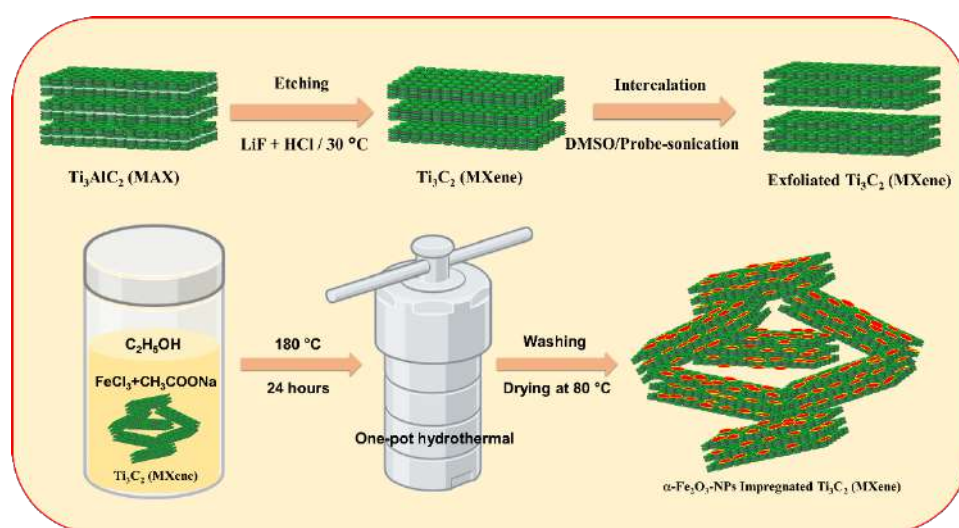
本組以含氟蝕刻法合成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ ，蒐集後，將 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 依適當比例分配於各複合材料配方中，希望做出最多組的不同質量比例之複合材料。本組先合成出一種複合材料，進行性質分析後，再合成第二批複合材料進行延伸觀察。配方可見表二。

表二、各質量比例複合材料之配方與命名

$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$	FeCl_3	醋酸鈉	命名： $\frac{\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x \text{質量}}{\text{理論 } \alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3 * \text{產率}}$	產量
-----------------------------------	-----------------	-----	--	----

0.3200 g	0.3240 g	1.2000g	複合材料（第一批）	
0.0148 g	0.3459 g	1.8069 g	10.85% （10%）	0.1595 g
0.0717 g	0.2005 g	0.6072 g	90.72% （90%）	0.1183 g
0.0200 g	0.1014 g	0.4800 g	50%	0.054 g
0.0500 g	0.0506g	0.1875 g	260%	0.0619 g

以下是 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ 合成步驟概要：



圖十六、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ 合成步驟概要（作者自繪）

五、導電玻璃電極的製備

1. 取一片長寬為 20 cm 的導電玻璃板，並切割為長 4cm 寬 1cm 的玻璃片。
2. 以寬 2cm 之耐熱膠帶貼於玻璃片中央，使兩側未黏貼處為寬 1cm 之正方形。
3. 取微量滴管，旋轉刻度至 100 μm ，並套上吸管套。
4. 取 200 μm 之異丙醇與 800 μm 之去離子水，加入 0.005 g 之樣品，放入音波震盪機中震盪 30 分鐘，用以進行 EIS 測試。
5. 取 200 μm 之異丙醇、10 μm 之 Nafion 與 800 μm 之去離子水，並加入 0.005g 之樣品，放入音波震盪機中震盪 30 分鐘，用以進行 LSV 水解產氫實驗。
6. 以微量滴管自 EIS 測試用樣品瓶取 100 μm 滴於玻璃片正方形區域之一端，並置入烤箱等待乾燥，即可得電化學阻抗頻譜測試用之玻璃電極；以微量滴管自 LSV 實驗用樣品

瓶取 100 μ m 滴於玻璃片正方形區域之一端，並置入烤箱等待乾燥，即可得水解產氫實驗之玻璃電極

六、電化學阻抗頻譜測試

1. 取玻璃電極、鉑絲、電解質水溶液(0.1M) 與 Ag-AgCl 標準電極（飽和 KCl 溶液）
2. 啟動電化學分析儀與光源，並打開 Nova 軟體，選擇 EIS 測試
3. 取石英玻璃容器，並加入 0.1M 之電解質水溶液裝至 9 分滿；蓋上上蓋
4. 取出微型電化學裝置，於工作電極(WE)連接玻璃電極、於對電極(CE)連接鉑絲、於參考電極連接 Ag-AgCl 標準電極，並置於玻璃容器上蓋孔洞處
5. 設定初頻率為 1000Hz、末頻率 1Hz、以 Sine 波測量，進行 FRA measurement

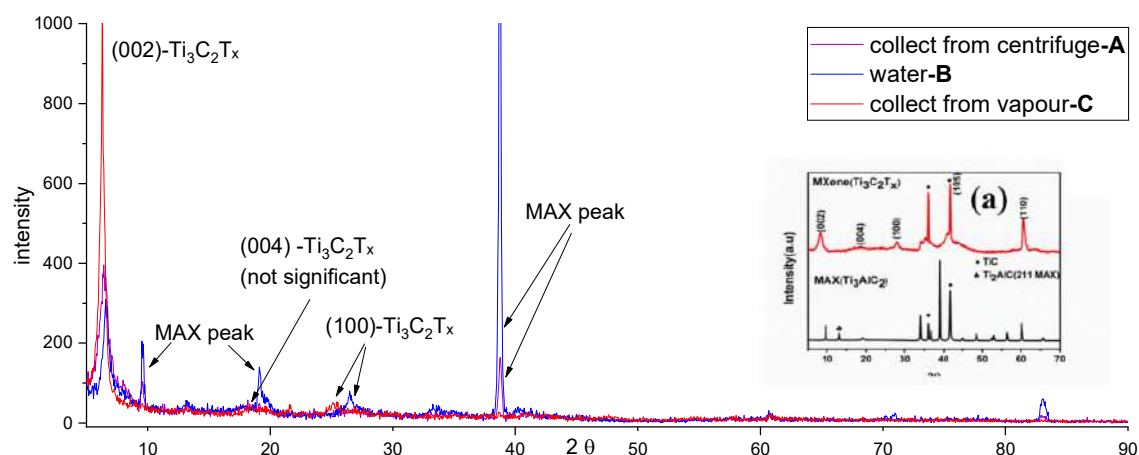
七、光水解實驗

6. 取事前製備之玻璃電極、鉑絲、電解質水溶液(0.1M) 與 Ag-AgCl 標準電極
7. 取石英玻璃容器，並加入 0.1M 之電解質水溶液裝至 9 分滿；蓋上上蓋
8. 取出微型電化學裝置，於工作電極(WE)連接玻璃電極、於對電極(CE)連接鉑絲、於參考電極連接 Ag-AgCl 標準電極（以飽和 KCl 溶液為電解質），置於玻璃容器上蓋孔洞處
9. 啟動儀器與對應軟體，選擇測量方式為 LSV，並設定測量電壓範圍與掃描速度。
10. 於黑暗中進行測量，獲得電解水之 OER、HER 電壓－電流圖
11. 開啟 LED 光源，並再度進行測量，獲得 OER、HER 電壓－電流圖

肆、研究結果與討論

一、Ti₃C₂T_x 粗產物的合成與鑑定

本組取 1 g 前驅物與 1 克 LiF 與 30 mL HCl (6 M) 於鐵氟龍容器中混和，經清洗後，發現部分產物難以收集。本組透過離心法過濾得 0.3265 g (A)，並將離心管中大量、無法離心之黑色液體部分置於真空烘箱中，得 0.2185 g (B)。另外一部分液體，本組嘗試以抽濾方式過濾於特殊濾紙，效果不佳，改以約 400 度加熱液體，獲得粉末 0.0488 g (C)。另一部分液體於加熱後成濃稠狀，放於真空烘箱中，獲得粉末 0.0430 g (C)。



圖十七、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 產物 XRD 鑑定結果（外：作者自繪；右下：參考論文數據）

以 XRD 對 A、B、C 進行鑑定，發現 A 具有 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 在 6.5° 的特徵峰，來源自(002)面，同時具有低強度的 MAX 峰，在 38° 側，推測為 MXene 的粗產物；B 具有中強度的(002)面 MXene 特徵峰，並具有論文[11]中（圖 17 之右下截圖）的大部分 MAX 特徵峰，由其在 38° 處的 MAX 特徵峰格外明顯。C 產物具有最高強度的(002)特徵峰，並在圖中觀察到了(004)、(100)面的特徵峰，分別位於 18° 及 26.5° ，且並未觀測到 MAX 峰。

本組由 XRD 結果證實 A、C 為本組合成之 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 。本組將其進行後續 sonication 步驟，並將最終產物 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ - sonication 與複合材料於後續章節進行鑑定說明。

二、複合材料與 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的合成與分析

（一） $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -nanoplates 的合成與產率分析

本組以溶劑熱合成法合成 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ，清洗烘乾收集後，將配方與樣品實重記錄於表一

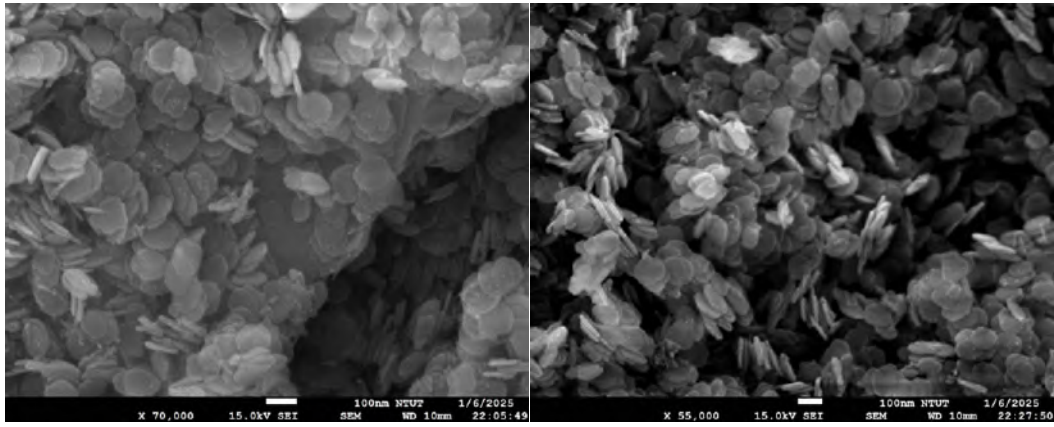
表一、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 產量與產率記錄表

FeCl ₃	醋酸鈉	產率	平均產率
0.3056 g	1.2030 g	81.9 %	80.25%
0.6484 g	2.4045 g	78.6 %	

平均產率為 80.25%，顯示溶劑熱合成法可以有效的合成 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 。

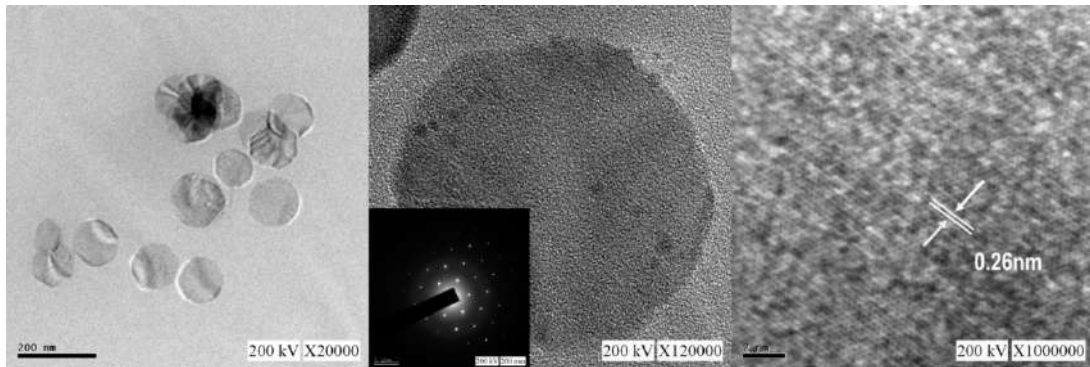
（二） $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoplates 之 SEM、TEM 結果

圖十八顯示了 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的奈米片狀結構，觀察到均勻分布的奈米片，平均直徑約為 100 nm，厚度為 10 奈米，說明 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 奈米結構在溶劑熱合成法中成功進行了成核與生長。



圖十八、 α -Fe₂O₃ nanoplates SEM 圖（儀器數據影像）

而同時，本組以 TEM 對材料進行結構與分析。TEM 圖片之明暗與材料的成分、厚度相關，可藉此分析樣品的結構。由圖十九，我們得知 α -Fe₂O₃ 在 TEM 下的結構與大小，測量出類圓形奈米碟片直徑為 80~140 nm。



圖十九、 α -Fe₂O₃ TEM 圖（儀器數據影像）

透過 SAED，本組獲得電子繞射圖片（圖十九 中央 黑底小圖）。晶體原子與高能電子進行繞射產生電子繞射圖形，而由其分析晶格類型，可找出晶格間距與結構。根據公式：

$$d = \frac{\lambda L}{R} \quad (\lambda: 0.0251 \text{ \AA}; L: 200\text{mm}; R \text{ 為環到中心的距離})$$

可知 SAED 繞射圖像來源自晶格間距為 0.25nm 之(100)面，且為整齊單晶結構（同心圓圖像）。而由右圖的 HRTEM 圖片，發現沿晶體表面的晶格間距為 0.26nm，來源於(104)面。

（三）複合材料的合成與結果分析

根據研究過程中說明的合成配方，我們以離心方式清洗並蒐集複合材料，並記錄質量。假設於合程過程與蒐集階段中，Ti₃C₂T_x結構及質量保持不變，則本組可計算出 α -Fe₂O₃ nanoplates 的產率與產量。結果紀錄可參考表三。

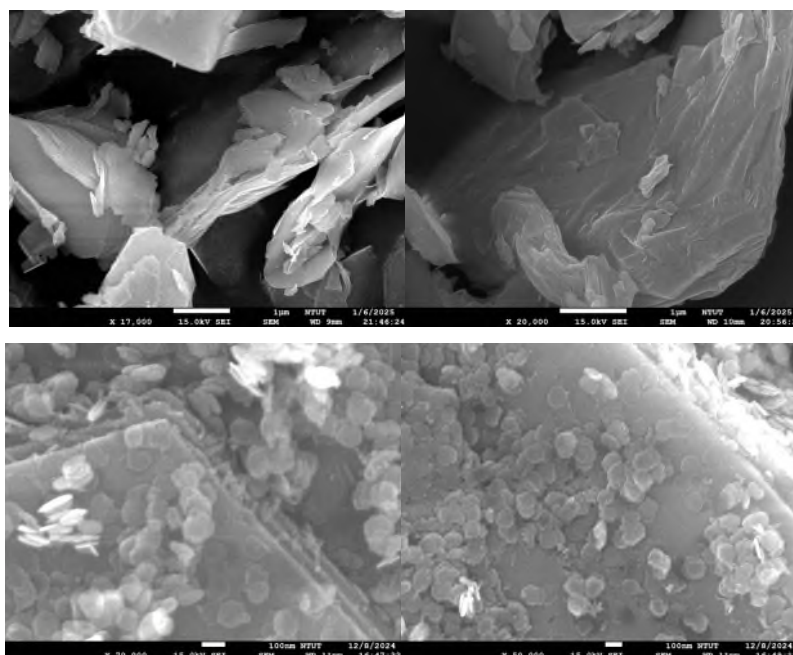
表三、第二批材料之成分比例比較表

命名： $\frac{\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x\text{質量}}{\text{理論 } \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{*產率}}$	複合材料產量	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 產量	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 產率	$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$
10.85% (10%)	0.1595 g	0.1447	0.85	0.1023
90.72% (90%)	0.1183 g	0.0466	0.472	1.5389
50%	0.054 g	0.034	0.681	0.5882
260%	0.0619 g	0.0119	0.478	4.2017

由上表發現，10%組產率與預期相近，達到 85%，而其他組別產率不如預期。若欲詳細討論表三結果，我們需結合 EDS 等元素分析手段，探究其在材料表面的質量百分比及分布模式，進而理解其成核方式與結果。本組將於第（四）章進行後續討論。

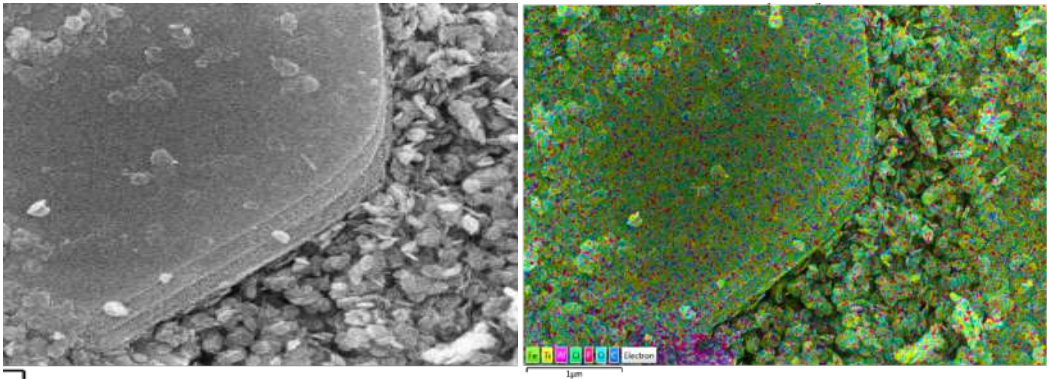
（四） $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 與複合材料之 SEM、EDS 鑑定結果

觀察圖二十二的材料結構，本組發現 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 樣品為片狀結構，具有 MXene 的二維象徵結構。此結構也證實蝕刻步驟成功移除前驅物 Ti_3AlC_2 層間的鋁原子。而觀察首批 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 奈米複合材料的結合情形，發現，由單步驟溶劑熱法， $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -nanoplates 成功地分佈於 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 的表面及層間。透過 SEM 影像，證明於溶劑熱合成法中，MXene 與 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 緊密地結合，形成了強烈的二維材料—半導體的混合系統。

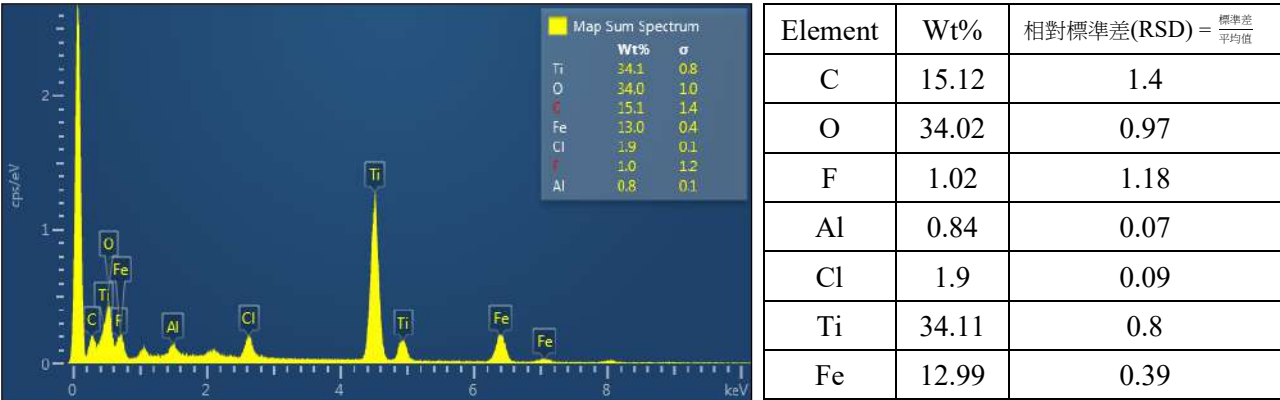


圖二十二、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ （上）與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ （下）之 SEM 圖（儀器數據影像）

EDS 是目前主要的元素分析儀器之一。當外層電子向下躍遷填充由 EDX 造成的電洞時，儀器蒐集 X 射線釋放之能量，並由此反映、推論特定元素的原子特徵、元素組成與含量。第一批材料 EDS 的分析樣品中元素及其對應的重量比例可見於下表。其中 Al 的含量占 0.84%，非常少，表示 Al 已經被蝕刻的蠻完全。主要的材料組成是 Ti 和 Fe 及 C 和 O。由於 H 的原子序很小，無法以 X 射線光譜測量而得。

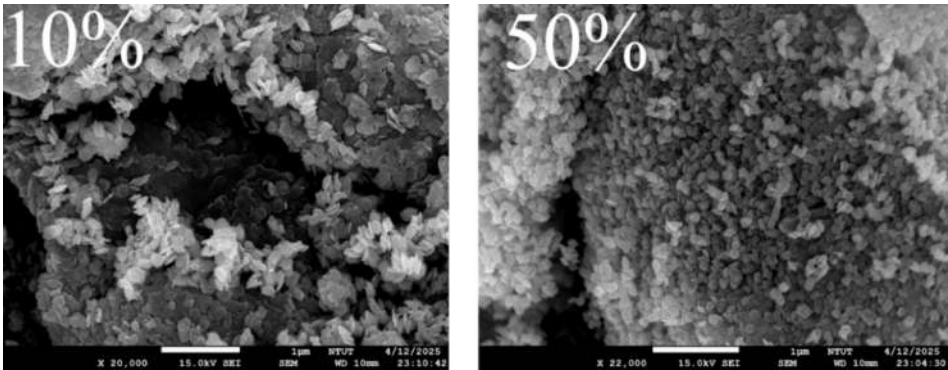


圖二十三 Ti₃C₂T_x / α - Fe₂O₃顯微影像與元素分布圖（儀器數據影像）

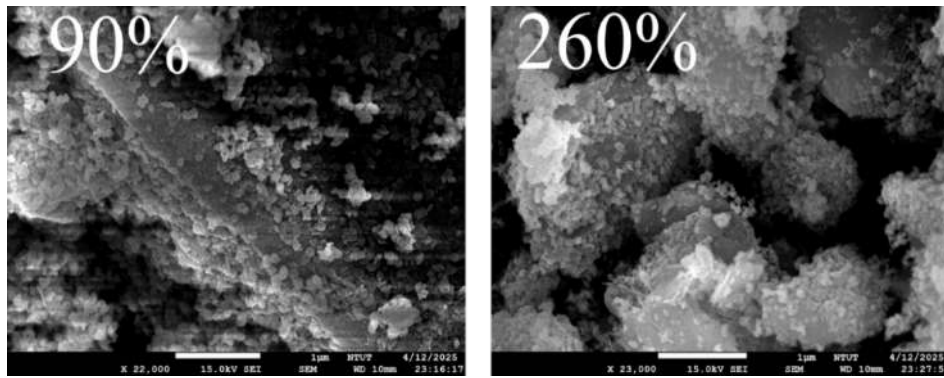


圖二十四、表四 Ti₃C₂T_x / α - Fe₂O₃元素質量含量圖與含量表（作者自行繪製）

而在第二批材料中，我們在 SEM 下觀察到了各式的奈米碟片排列方式：

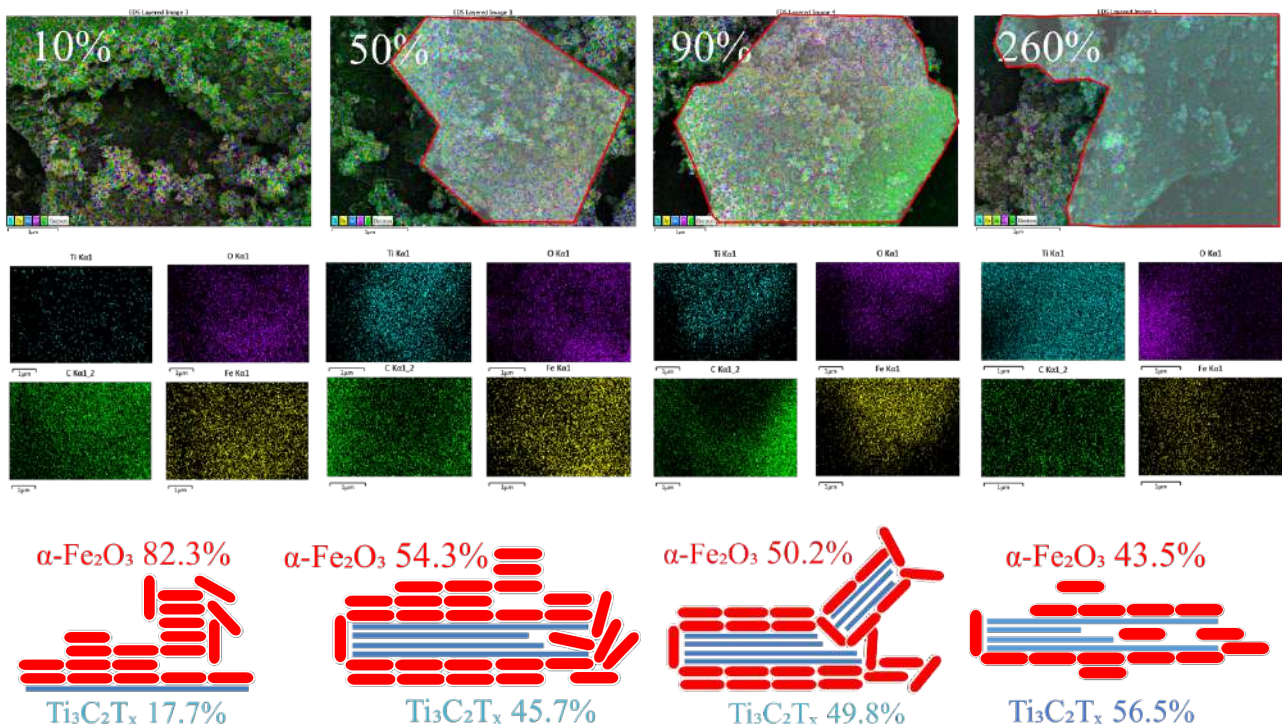


圖二十五、10%、50%組 SEM 圖（儀器數據影像）



圖二十六、90%、260%組之 SEM 圖（儀器數據影像）

由圖二十五、圖二十六，本組同樣觀察到類似於圖二十二之良好異質結合系統，而奈米碟片大小也與先前合成狀態相同。此外，本組發現，隨著 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 設計比例的增加，奈米碟片的排列也產生變化：由 10% 的多層重疊、結核分布，到 50% 的 1-3 層疊合分布，到 90%、260% 的單層、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 局部外露排列。本組好奇其排列規則，是否具有原理及原則？又是否與本組 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 產率相關？



圖二十七、上：元素分布圖；下：空間分布插圖（作者自行繪製）

上圖是本組因此測量之 EDS 資料。由圖二十七之元素分布圖，我們得知 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 於畫面中的空間定位，並對其進行繪圖與比對，繪製空間配置圖。我們也在圖中標示 $\text{Ti}+\text{C}+\text{F}+\text{Al}+\text{Cl}$ 、 $\text{Fe}+\text{O}$ 之質量比例，並將其認定為兩者在材料表面觀測到之質量。同時，我們將結果與表三

進行彙整，討論材料質量分布狀況：

表五、第二批複合材料質量比例表

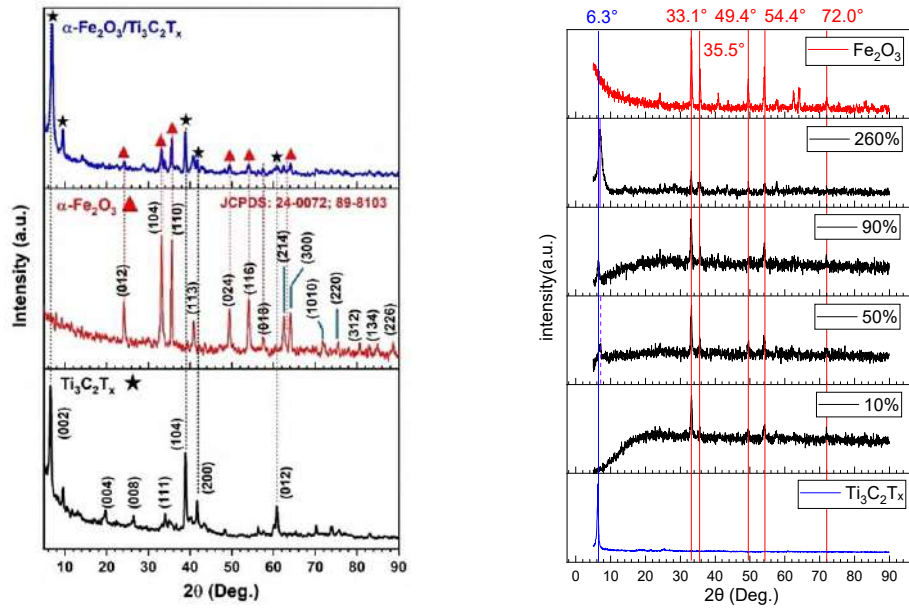
組別	複合材料產量	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 產率	$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	EDS 中 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$
10%	0.1595 g	0.85	0.1023	0.215
50%	0.054 g	0.681	0.5882	0.842
90%	0.1183 g	0.472	1.5389	0.992
260%	0.0619 g	0.478	4.2017	1.299

10%組產率與預期相近，達到 85%，而其他組別產率不如預期。根據 SEM、EDS 資料的佐證，我們可以說明 10%、50%、90%、260% 組具有不同模式、質量分布的異質複合結構，有利於後續實驗進行其性質不同之分析。本組將各組不同的產率進行以下幾點討論：

1. 綜合資料本組認為 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 成核反應主要受兩個部分影響：**濃度與空間隔離現象**。奈米碟片之大小數次合成中皆無變化，推測是由反應溫度或時間所決定；產率與分布則與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 添加量相關，推測是因其提供 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 良好的初始析出條件，誘導材料之結合。各質量比例之複合材料表面影像也證實“不同奈米碟片層數”的異質複合現象。未來可調控反應時間、質量比例、溫度與前驅物濃度，以優化成核與成長條件。
2. 於 10%組中，我們獲得了 85%的產率，與預期相符，推測與 FeCl_3 濃度高相關，結晶方式與單質合成相近。晶核首先在 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 表面生成，再沿著結構成長。EDS 顯示 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 略為偏高，可能反映部分 Fe_2O_3 沉積於內部或於局部有更厚的堆積。
3. 260% 組（產率 47.8%）雖較 50% 組添加較多 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ ，卻出現 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 生成受抑的現象。推測原因為 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 層狀結構堆疊後，造成反應體系中局部微空間阻隔，降低 FeCl_3 的擴散與脫水反應機率使晶核產率下降。EDS 數據中材料表面之元素比例未如預期劇烈變化則顯示複合材料組成模式趨於穩定，可能說明材料結合方式不僅受比例控制，也受到反應動力學與微觀空間結構影響，其機制較預期更為複雜。
4. 於 90%組的產率陡降，或許不只與 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的合成困難相關，可能也與材料蒐集過程造成的誤差相關。本組在合成結束時提早開啟鐵氟龍容器，使酒精產生些微沸騰現象，而部分固體流失。然而此影響量體可能不高，仍以反應條件為主要因素。

(五) $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、複合材料的 XRD 鑑定結果

對第一批材料進行 XRD 鑑定後，本組首先指出 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 在約位於 $\sim 9.1^\circ$ 的 MXene 結構特徵峰，並接續標示出 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 在 (002)、(004)、(008)、(111)、(104)、(200)、(012) 的特徵峰，其與論文大致相符。文獻中也指出了 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的特徵峰，本組也將其標示為 (012)、(104)、(110)、(113)、(024)、(116)、(214)。這些特徵峰指出了材料的菱形晶體結構，與赤鐵礦相符合，並與 JCPDS 的資料庫中 24-0072 和 89-8103 號資料完全匹配。觀察 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 之 XRD 數據時，發現了母材料兩者的特徵峰，表明複合材料的組成。同時本組發現 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 在 (002) 的特徵峰依然明顯，但較原先向右偏移並稍微展寬，可能是由於 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的嵌入改變了 MXene 的層間距。同時， $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -nanoplates 的衍射峰，如 (104)、(110)、(116) 和 (300) 等仍清晰可見，證實 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -nanoplates 在合成過程中結構保持完整。



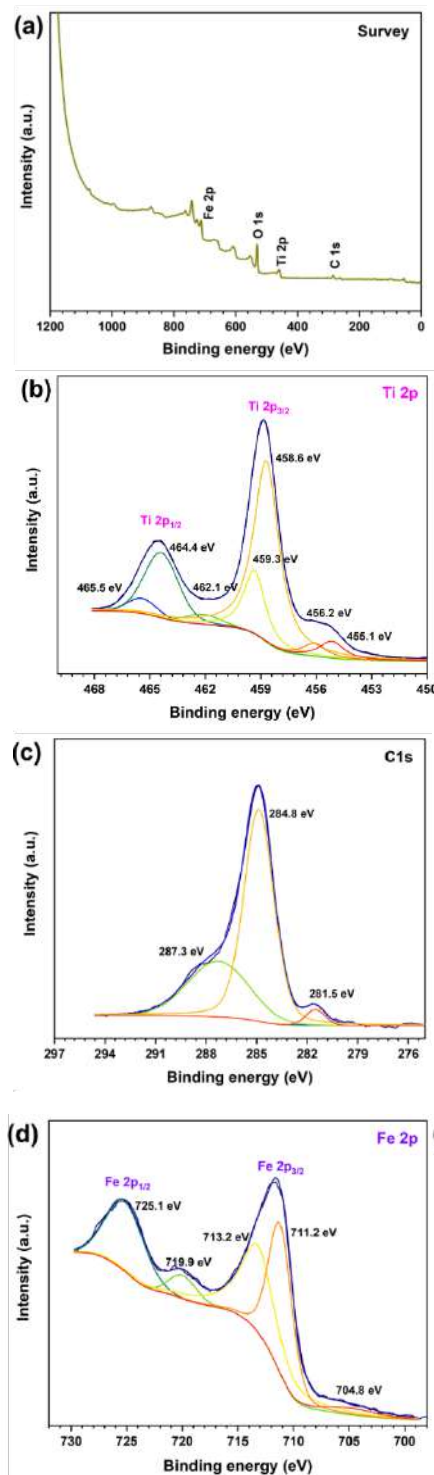
圖二十、第一批材料 XRD 數據 圖二十一、第二批材料 XRD 數據（作者自行繪製）

由圖二十一，我們可以確認第二批複合材料之成分與合成結果。由 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、50%、90%、260% 圖譜資料可知，MXene 結構特徵峰（ 6.3° 處，(002)面）成功的在複合材料保留，而於 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、10%、50%、90%、260% 組，觀察到了 33.1° 、 35.5° 、 49.4° 、 54.4° 、 72° 的特徵峰，對應到(104)、(110)、(024)、(116)、(214)面。特別可以注意到的是，10%組近乎沒有 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 峰，與 SEM 影像中的奈米碟片密集疊合於 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 之情形相互呼應。而在 50%、90%組中，相近的(002)峰強度也與 EDS 中兩者表面接近的元素分布情形相互呼應。

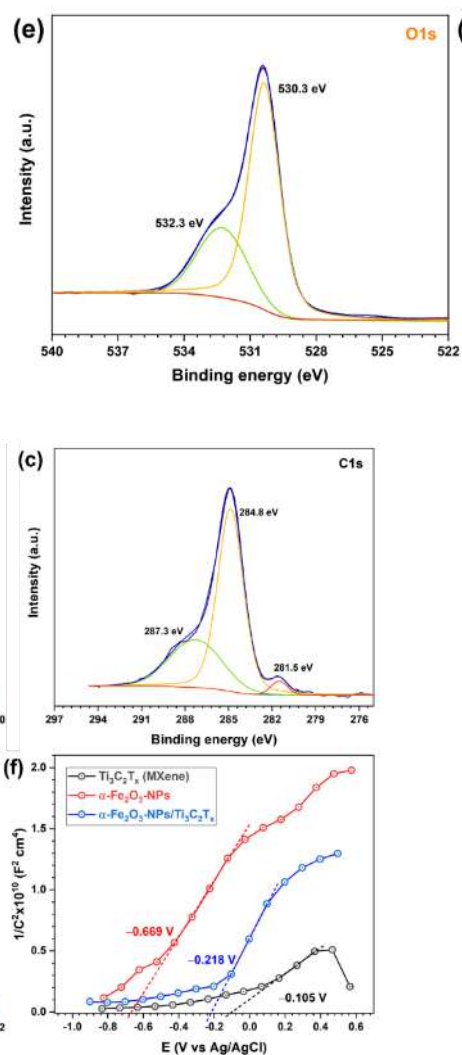
XPS 鑑定結果

XPS 是一種光電子能譜的測量技術。透過測量不同能量光電子的數目，即可做出光電子能譜圖。XPS 主要測量原子內層電子能級，可用於分析軌域與鍵結結構。由於 XPS 無法測量費米能級，改以電化學分析測量材料的平帶電位。本組以第一批之複合材料進行 XPS 分析。本組將 XPS 數據進行分析，於下方進行說明。

- 本組於樣品中分別發現了 Fe、O、Ti、C 的電子，說明 α -Fe₂O₃-nanoplates 成功嵌入 Ti₃C₂T_x 中，形成複合材料。此外，主要訊號為 Fe、O、Ti，說明材料表面為 α -Fe₂O₃-nanoplates 與 Ti。
- 在 Ti 之 2p 電子光譜中，本組發現了 455.1 eV 的 Ti-C bond (MXene 核心) 電子、456.2~459.9 eV 的 Ti-O bond 電子 (terminal groups)、Ti⁴⁺ 電子 (Ti 2p_{3/2}、Ti 2p_{1/2}，能量差距 (5.6 eV) 與文獻相符)。這指出材料的 MXene 結構與表面基團，改善 α -Fe₂O₃ 的親水性和界面電子轉移，也提供了額外的反應位。
- C 1s 光譜在 281.5 eV 處的 C-Ti 電子證實了 Ti 與 C 的結合，支持 MXene 碳化物結構的存在。而 284.8 eV 和 287.3 eV 的峰分別對應於石墨碳和含氧表面基團的電子能級。terminal groups 說明複合材料具有大量的反應位點，並其親水性應較其他材料有顯著的提升。
- 在 Fe 2p 光譜中，711.2 eV 和 725.1 eV 處的 Fe³⁺ 峰、713.2 eV 和 719.9 eV 處的衛星峰 Fe³⁺，證實了赤鐵礦 (α -Fe₂O₃-nanoplates) 的存在，而 704.8 eV 處的小峰值表明材料可能存在 Fe²⁺，推測是 Ti₃C₂T_x 與 α -Fe₂O₃ 交界處產生介面交互作用，使 Fe 產生混合價態



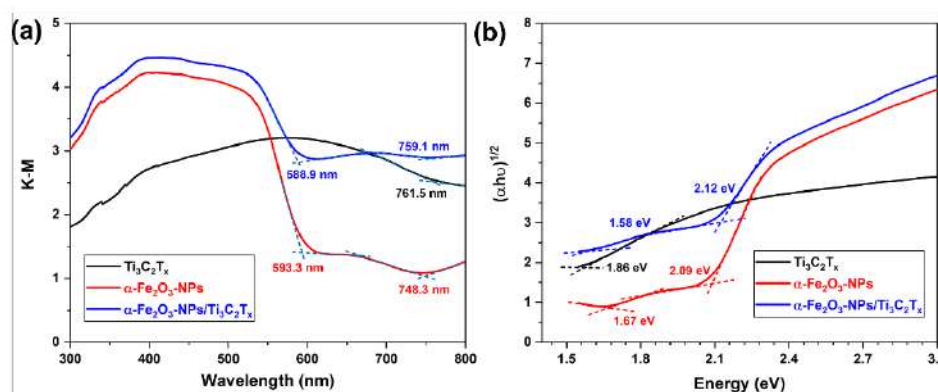
e. O 1s 光譜證明了材料結構中氧原子的存在。電子能級信號峰說明了 O-Ti 和 O-Fe bond 的存在 (530.3 eV) 與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ terminal groups 羥基的存在 (532.3 eV)。533.2 eV 處的水或氧的表面吸附，指出了材料的物理吸附性質。



圖三十三、XPS 綜合資料圖、平帶電位圖（由作者自行繪製）

三、DRS 與四點探針實驗結果

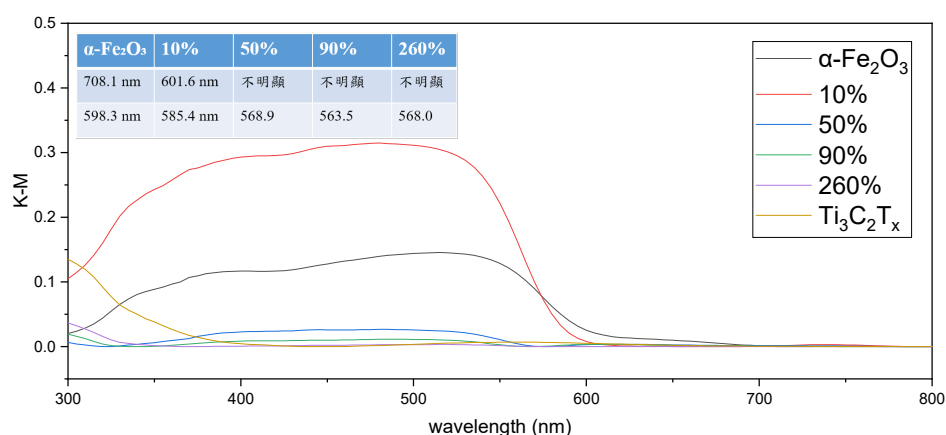
本組利用 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 α - Fe_2O_3 -nanoplates 及其複合材料 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha$ - Fe_2O_3 的 DRS 光譜數據與 Tauc 圖，說明其光吸收與電子能帶結構的關鍵特性。本組先以 absorbance 模式測量，並通過公式： $\alpha \approx F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R}$ 將數據轉換為 K-M 圖（圖二十 a）。在首次合成的材料中，DRS 光譜顯示 α - Fe_2O_3 -nanoplates 與複合材料在可見光區具有較強的吸收，吸收峰分別為 593.3 nm 與 588.9 nm，而 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 主要在近紅外區（759.1 nm）進行吸收。在複合材料中，吸收峰的輕微藍移暗示 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 與 α - Fe_2O_3 -nanoplates 間的相互作用擴展了光吸收範圍並增強了光學性能。由圖二十(b)， $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 α - Fe_2O_3 -nanoplates 及複合材料的能隙分別為 1.58 eV、2.09 eV 和 2.12 eV。



圖二十八、第一批材料之 DRS 光譜 (a) 與 Tauc 圖 (b) (作者自行繪製)

$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 為導電材料，具有金屬能帶 overlap 的現象，因此不進行討論。 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 的能隙(2.09 eV)與赤鐵礦的資料庫數值相符，並符合資料中所敘述的主要間接能隙段；此外也可從 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 另一個較小的能隙觀察到奈米材料所具有的缺陷或亞能隙。複合材料在主要能隙具有比 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 更大的能隙，說明了材料界面電子耦合與電荷傳輸性能的改善，這些性質也可以由後續 XPS 及 EIS 分析中獲得證實。

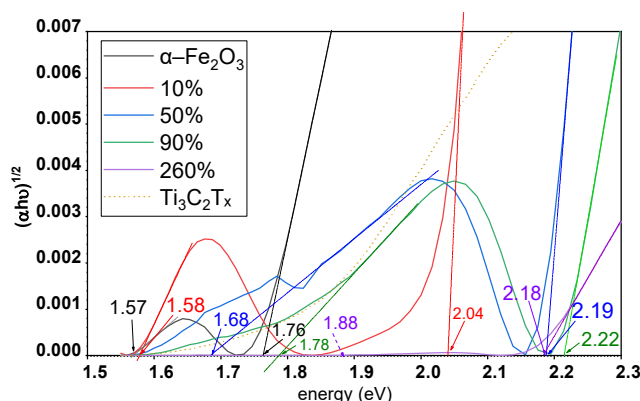
而在第二批材料中，本組發現了同樣的能帶藍移現象。本組先繪出 KM 圖，將各組吸收峰位置整理於圖二十九左上方，可發現隨著材料中 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 含量的增加，主要的吸光範圍也隨之藍移，並最後落在 560 奈米附近。這屬於黃-綠光的範圍，代表本組材料皆可於可見光環境下進行光電響應。



圖二十九 第二批材料之 K-M 數據圖 (作者自行繪製)

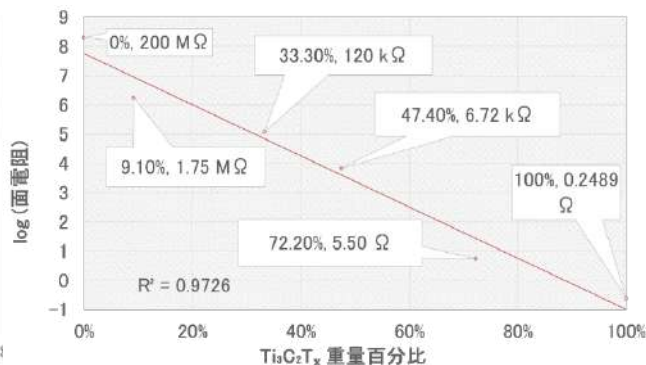
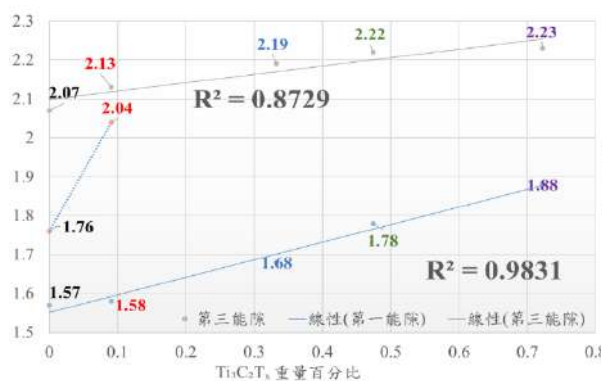
而本組將數據以 tauc 公式 (已於文獻探討提及) 進行轉換後，直接以線性延伸法與 X 軸求解，得圖三十。在製作過程中，本組發現各組之 tauc 曲線，似乎與 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的推移變形有關。觀察 10% 組，我們發現其外型、輪廓與 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 相近，但卻有明顯的藍移；此外，

10%組在 2.04 eV 的線性段，在較大尺度上具有較 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 退化的現象。因此，本組依母材料之趨勢，將能隙資料分為三區，整理為圖三十一，方便進行討論和原理思考。



圖三十、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 局部資料圖（由作者自行繪製）

本組將 10% 與 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 第一次抬升段獨立連線，而其他材料之第一抬升段則與 10% 與 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 第二次抬升段並列。與文獻對應，確認 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的真實能隙為 1.57、1.76、2.07。其中 1.57 及 1.76 為亞能隙或表面缺陷，2.07 為材料本徵之能隙結構。本組觀察到與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 重量百分比正相關的能隙增大。這說明複合材料之異質結合系統與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 含量相關，對亞能隙、間接能隙也出現了類線性調控的現象。



圖三十一、線性法能隙數據比較圖；圖三十二、四點探針數據圖（皆由作者繪製）

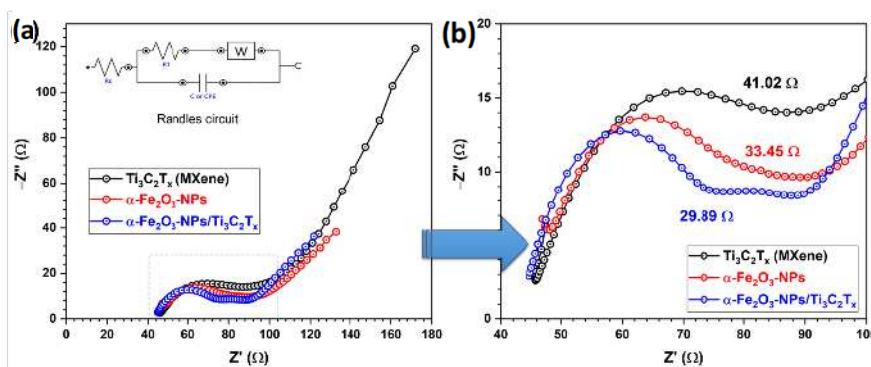
與四點探針數據圖進行比較，發現材料之面電阻與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 重量百分比具高度相關。材料之 \log 面電阻由 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 之絕緣，以近乎線性相關減少，減至 260%組的 5.50 歐姆平方、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 的 0.2489 歐姆平方，似乎與各材料第一能隙—1.57~1.88 趨勢類似。因此，本組認為能隙變化來源自電荷轉移能力的增強，而導電性的增強可減少材料表面電子移動缺陷，增強性能。

四、電化學分析

（一） EIS 分析

EIS 全名為電化學交流阻抗譜（Electrochemical Impedance Spectroscopy），用於研究材料的電化學特性。儀器通過施加小幅度的交流信號至樣品，並測量其對應的電流響應，從而獲得阻抗隨頻率變化的行為。本組對第一批材料進行分析。

本組在電化學軟體 Nova 中以 EIS 數據繪製擬似電路，對電極電路結構進行說明（圖二十二 (a) 上方小圖）。



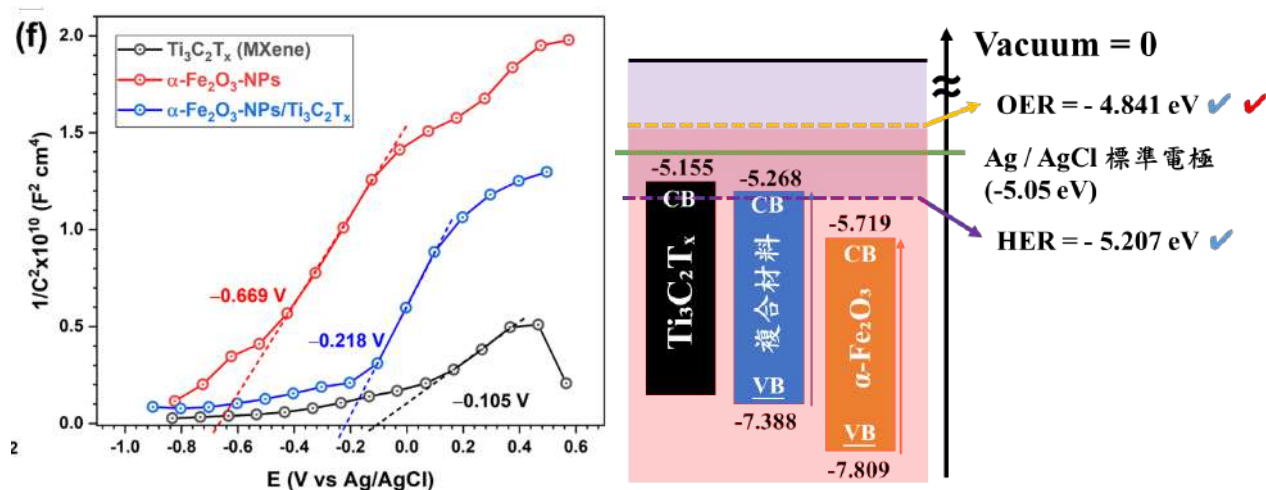
圖三十四 EIS 數據圖

b 圖為 a 圖之局部放大圖。觀察圖三十四 (b)，我們可以發現， $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 在 Nyquist 圖中數據點分布形成了最大的半圓，其電荷轉移電阻（擬似直徑，左方起點與右方數據最低點連線距離）為 41.02Ω 。 MXene 材料具有高導電性，但表面基團 **terminal groups** 阻礙材料在電極-電解質界面的電子傳輸，導致產生較高的阻抗。 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 具有比 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 更小的半圓，其電荷轉移電阻降低至 33.45Ω 。這表明材料的界面電荷轉移能力優於 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ ，這主要歸因於 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 的半導體特性。其獨立的奈米板狀結構為其提供了較大的比表面積，也對其在水溶液中電子傳輸有所影響。複合材料在 Nyquist 圖中的半圓進一步的縮小，具有最低的電荷轉移電阻 29.89Ω 。這歸因於兩種材料的協同作用。 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 提供了優異的電子導電通道，進一步降低 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的阻抗，而 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 則做為主要的活性氧化還原位，促進了電荷的有效分離與傳輸。

本組將 EIS 數據以 Mott-Schottly 公式： $\frac{1}{C^2} = \frac{2}{\epsilon\epsilon_0 e N} \left(E - E_{fb} - \frac{k_B T}{e} \right)$ 進行轉換，用以計算平帶電位。平帶電位為材料費米能級與外接電線費米能級相同時所須外加的電壓，當達到平帶電位（平帶電壓）時，材料的能帶不彎曲。

由右圖可得知 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 和複合材料的平帶電位分別為 -0.105 V 、 -0.669

V 和 -0.218 V (以 Ag/AgCl 作為標準電極)。與能隙資料、XPS 資料比較，本組認為 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 具有類金屬的能帶結構、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 具有 n 型半導體的能帶行為。複合材料平帶電位的正位移說明了電子耦合的改善、電荷轉移的增強及兩相間的交互作用。這強調著混合材料的優異界面性質。

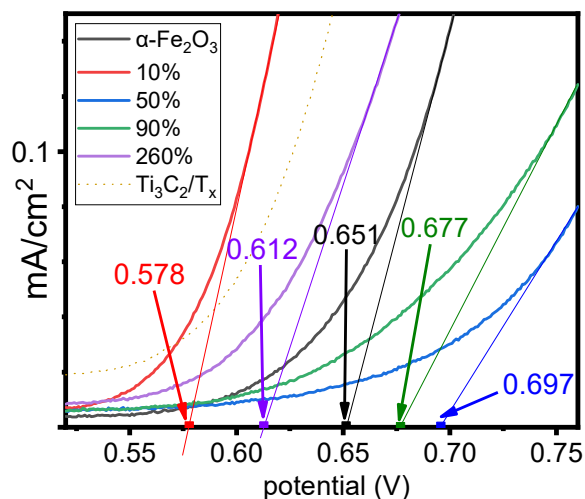
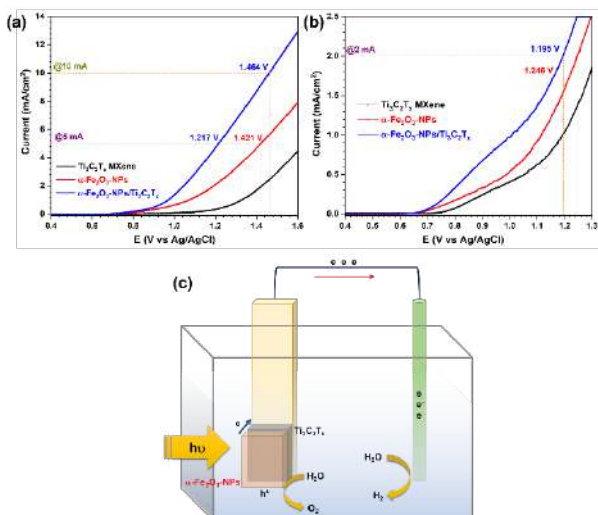


圖三十五、平帶電位數據圖；圖三十六、能帶結構整理圖（皆由作者自行繪製）

透過測量平帶電位 E_{fb} 與能隙 E_g ，本組將材料平帶電位與能隙整理於圖三十六。由於平帶電位提升，複合材料適合於 OER、HER 反應。然而在鹼性環境中，材料電極對產氫反應的助益不大。本組於是對 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 及複合材料 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 進行 LSV 之 OER 反應分析，給予一定偏壓，觀察材料光催化水解反應的行為。

(二) LSV 分析

我們首先分析第一組材料。在 KOH 中， $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 與複合材料於 5 mA/cm^2 的過電位分別為 1.421 V 和 1.217 V；複合材料在 10 mA/cm^2 時過電壓為 1.464 V。在 NaOH 中，於 2 mA/cm^2 的過電位則分別為 1.195 V 和 1.246 V。而 MXene 在同電流密度的過電壓皆大於 1.6 V。這些結果凸顯了複合材料具有三者中最低的過電位，並在同電壓下有最高的電流密度，表明其具備更高的催化效率與更低的能量需求。本組推測 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 作為複合材料基質，提供了有效的電子傳輸通路，降低了電荷傳輸阻抗，而因電荷分布造成的能隙增大也使光電反應更加順利。因此，本組推論，在光照下， $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 吸收可見光產生電子-空穴對，電子由 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 帶離，價帶中的空穴驅動水氧化完成 OER 過程。



圖三十七、(a) KOH 環境之 OER 反應數據、圖三十八、NaOH 環境下之 OER 起始電壓
(b) NaOH 環境之 OER 反應數據、
(c) 複合材料原理說明圖 (作者自行繪製)

然而，在第二組材料中，我們並未能成功觀察到完全一致的現象。參考圖三十八，我們發現 10%、260%組擁有較低的起始電壓，位於 0.578 及 0.612。然而，50%及 90%組並未有良好表現。探究原因，本組將此數據主要歸因於材料電極塗層方式的不穩定性，計畫於近期以新模式重新測量，希望重現材料電極的優異性，並比較各配方對產氧反應的能力差異。

伍、 結論

本研究旨在合成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ 奈米複合材料，並探討其結構、成分與光催化性能之間的關聯性。主要結果如下：

1. 以含氟蝕刻法蝕刻前驅物 Ti_3AlC_2 ，合成出 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ ，並以 XRD 證實其結構與文獻資料相符，且並無前驅物的 Al 峰。以 EDS 檢測發現 Al 的質量占比僅 0.84%，蝕刻十分完全。
2. 以溶劑熱合成法成功合成 $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ -nanoplates 與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ 。以 SEM、TEM 檢驗材料結構，發現 $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ -nanoplates 的直徑為 100 nm，晶格間距為 0.26 nm；且在複合材料中 $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ 成功附著於 MXene 基質表面。以 XRD、SAED 檢驗 $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ -nanoplates，證實本組合成之材料與文獻中之赤鐵礦相符，並證明其為單晶結構。以 XRD 檢驗 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ ，證實其組成為 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 與 $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ 。

3. 以 DRS 檢驗 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ，發現 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 與複合材料在可見光區具有較強的吸收，吸收峰分別為 593.3 nm 與 588.9 nm。在各複合材料中，吸收峰的輕微藍移暗示兩相間的電荷傳輸增強了光學性能，且在不同質量比例時皆有高度相關性，可由四點探針結果說明。 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 及複合材料的能隙分別為 1.58 eV、2.09 eV 和 2.12 eV。 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 的能隙與赤鐵礦的資料庫數值相符；複合材料略大的能隙則說明了界面電子耦合與電荷傳輸性能的改善。
4. 以 XPS 分析 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ，證實 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 的鍵結模式，證實了表面官能基的存在，並發現可能的 Ti-Fe 交互關係。
5. 以電化學分析儀測試 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ，發現：
 - a. 由 EIS 數據及 Mott-schotty 圖，本組發現 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 和複合材料的平帶電位分別為 - 0.105 V、- 0.669 V 和 - 0.218 V，並與材料能隙進行比較，認為其在 OER 反應具有發展潛力。
 - b. 在 KOH 中， $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-nanoplates}$ 與複合材料於 5 mA/cm² 的過電位分別為 1.421 V 和 1.217 V；複合材料在 10 mA/cm² 時過電壓為 1.464 V。在 NaOH 中，於 2 mA/cm² 的過電位則分別為 1.195 V 和 1.246 V。複合材料具有三者中最低的過電位，於同電壓有最高的電流密度，說明本組對材料應用的初步成果。
 - c. 10%組與 260%組可能適合進行產氧反應，然而仍需進一步實驗證實

本組藉由調控適當的偏壓，使備製的樣品可以在光照時進行水解反應，產生氫氣、氧氣；複合材料的設計可以有效減少內部電阻，並且提高光電轉換效率，促進產氫效率。本研究成果為光催化水分解技術的發展提供了一種創新且極具潛力的材料選項，對潔淨能源的開發具有重要意義。

陸、 參考文獻資料

1. Nadeem Hussain Solangi, Lakshmi Prasanna Lingamdinne, Rama Rao Karri, Nabisab Mujawar Mubarak, Shaukat Ali Mazari, Janardhan Reddy Koduru (2024). Emerging 2D MXene quantum dots for catalytic conversion of CO₂. Carbon 232 (2025), 119758.
2. Michael Naguib, Murat Kurtoglu, Volker Presser, Jun Lu, Junjie Niu, Min Heon, Lars Hultman, Yury Gogotsi, Michel W. Barsoum (2011). Two-Dimensional Nanocrystals Produced by Exfoliation of Ti₃AlC₂. Advanced Materials Volume 23, Issue 37 p. 4248-4253.
3. Xiaoxue Zhan, Chen Si, Jian Zhou, Zhimei Sun (2019). MXene and MXene-based composites: synthesis, properties and environment-related applications. Nanoscale Horiz,2020, 5,235
4. Ozkan, M (2024). MXenes vs MBenes: Demystifying the materials of tomorrow's carbon capture revolution. MRS Energy & Sustainability 11 (181), 190.
5. Mohammad Sadegh Jafari Zadehana, Samad Sabbaghia,b,* , Kamal Rasoulic, Roya Moosaeia, Mohammad Mahdi Zerafat (2024). Innovatively-synthesized α -Fe₂O₃/Ti₃C₂T_x MXene nanocomposite by dry-impregnation method: Photocatalyst characterization and influence of operational parameters on highly efficient tetracycline degradation. ElsevierB.V. ,1387-7003.
6. Vigneshwaran Shankar, ShanmugaPriya Dharani, Aswini Ravi, Arunachalam SaravanaVadivu* (2023). A concise review: MXene-based photo catalytic and photo electrochemical water splitting reactions for the production of hydrogen. International Journal of Hydrogen Energy, 48 (2023) 21654-21673.
7. Mohammad Sadegh Jafari Zadehana, Samad Sabbaghia,b,* , Kamal Rasoulic, Roya Moosaeia, Mohammad Mahdi Zerafat (2024). Innovatively-synthesized α -Fe₂O₃/Ti₃C₂T_x MXene nanocomposite by dry-impregnation method: Photocatalyst characterization and influence of operational parameters on highly efficient tetracycline degradation. ElsevierB.V. ,1387-7003.

8. Vigneshwaran Shankar, ShanmugaPriya Dharani, Aswini Ravi, Arunachalam SaravanaVadivu* (2023). A concise review: MXene-based photo catalytic and photo electrochemical water splitting reactions for the production of hydrogen. *International Journal of Hydrogen Energy*, 48 (2023) 21654-21673.
9. Xuelian Yu*, Tao Wang, Wenchao Yin, Yihe Zhang (2018). Ti₃C₂ MXene nanoparticles modified metal oxide composites for enhanced photoelectrochemical water splitting. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44 (2019) 2704-2710.
10. Feng Zhu, Jian Hu, Ilvydas Matulionis, Todd Deutsch, Nicolas Gaillard, Eric Miller, and Arun Madan (2010). Amorphous Silicon Carbide Photoelectrode for Hydrogen Production from Water using Sunlight. *InTech*. doi: 10.5772/8074
11. Das, P., Rosenkranz, A., & Ganguly, S. (Eds.). (2023). *MXene Nanocomposites: Design, Fabrication, and Shielding Applications* (1st ed.). CRC Press
12. Changhao Yao, Zihui Wang, Zhi Xu, Baojiang Jiang, Yang Yang, Shuai Wang, 2D/2D α -Fe₂O₃/single-layer MXene Schottky photocatalysis-PMS activation bidirectionally enhanced coupling system for environmental remediation, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 941, 2023, 168920.
13. Pragya Dixit, Tanmoy Maiti, A facile pot synthesis of (Ti₃AlC₂) MAX phase and its derived MXene (Ti₃C₂Tx), *Ceramics International*, Volume 48, Issue 24, 2022, Pages 36156-36165, ISSN 0272-8842, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.08.172>.
14. Ben G. Streetman, Sanjay Banerjee (2015). *Solid State Electronic Devices*. Pearson, Boston, 2015
15. 張宥涵 (2024) · 碳化鈦(MXene)和聚醯亞胺所製備之電磁 干擾 (EMI) 屏蔽複合薄膜及其性質研究 · 台北：國立台北科技大學化學工程與生物科技系

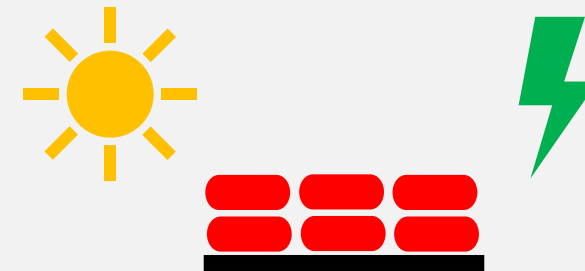
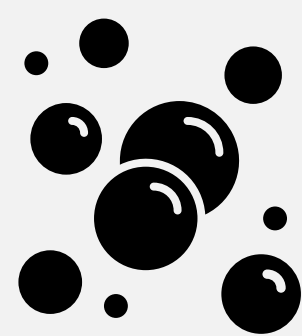
【評語】 050204

本研究開發 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ / $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 二維奈米複合材料，探討其光電性質與應用潛力。以 Ti_3AlC_2 經含氟蝕刻法製備 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ ，並以溶劑熱法複合 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 。經 SEM、EDS、XRD 確認蝕刻成功，而複合材料中 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 隨比例呈現不同結核分布。XPS 顯示 Ti-C/O 鍵結及 Ti-Fe 協同作用。DRS 與電化學測試指出，複材能帶較原材上移，具更低電荷阻抗與可能的更大能隙。四點探針顯示 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 具類金屬導電性，複合材料面電阻則與質量呈指數關係，呼應能隙變化。於 KOH 與 NaOH 中，複材展現最低 OER 過電壓與最小電化學阻抗，顯示其具優異光電催化水分解性能。這題目需要學習許多新的材料知識，顯示學生程度及積極性極高。

作品海報

$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 異質複合材料的製備、

性質及光催化水分解反應能力之研究



前言

一、摘要

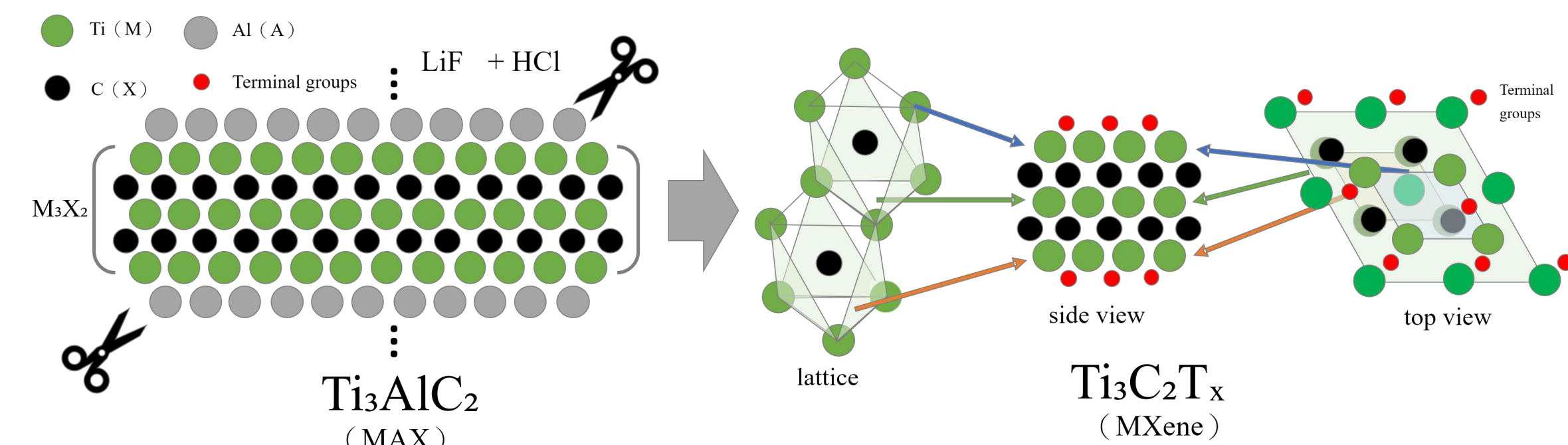
本研究將奈米**光觸媒材料 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$** 與新興**二維材料 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$** 結合，並將其鑑定後應用於光電化學反應中。 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 經SEM、EDS、XRD確認蝕刻成功，而複合材料中 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 隨比例呈現不同結核分布。XPS顯示Ti-C/O鍵結及Ti-Fe協同作用。DRS與電化學測試指出，複材具更低電荷阻抗與可能的更大能隙，而能帶也隨之上移。四點探針顯示 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 具高導電性，複合材料面電阻與質量呈指數關係。於KOH與NaOH中，特定複材組別展現最低OER過電壓，顯示其具優異光電催化水分解性能

二、研究動機

- 氫能源是新世代的潔淨燃料，但現今的氫來源多為**油田或高電壓水解產氫**，對環境造成傷害。同時高電壓不僅耗能，也容易傷害材料電極。
- $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 是十分常見的材料，成本也十分低廉。然而其能隙很小，不適合進行光催化反應。
- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 是新興的二維類金屬材料，具有在各方面未被探索的潛力。然而其非半導體材料，並不適合光催化反應。

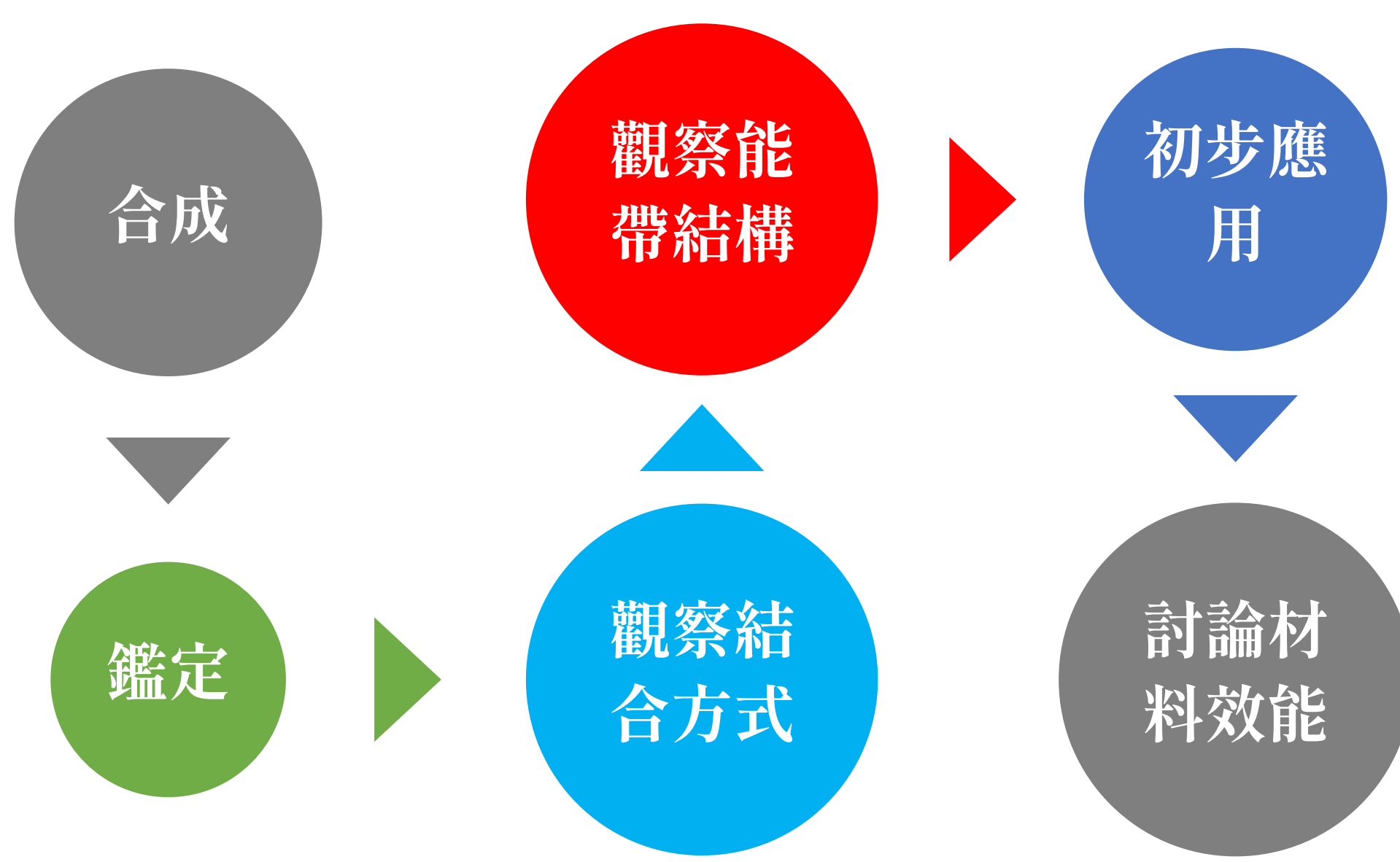
→ 二維材料 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ + **奈米碟片 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$** + **光電化學**

四、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 介紹



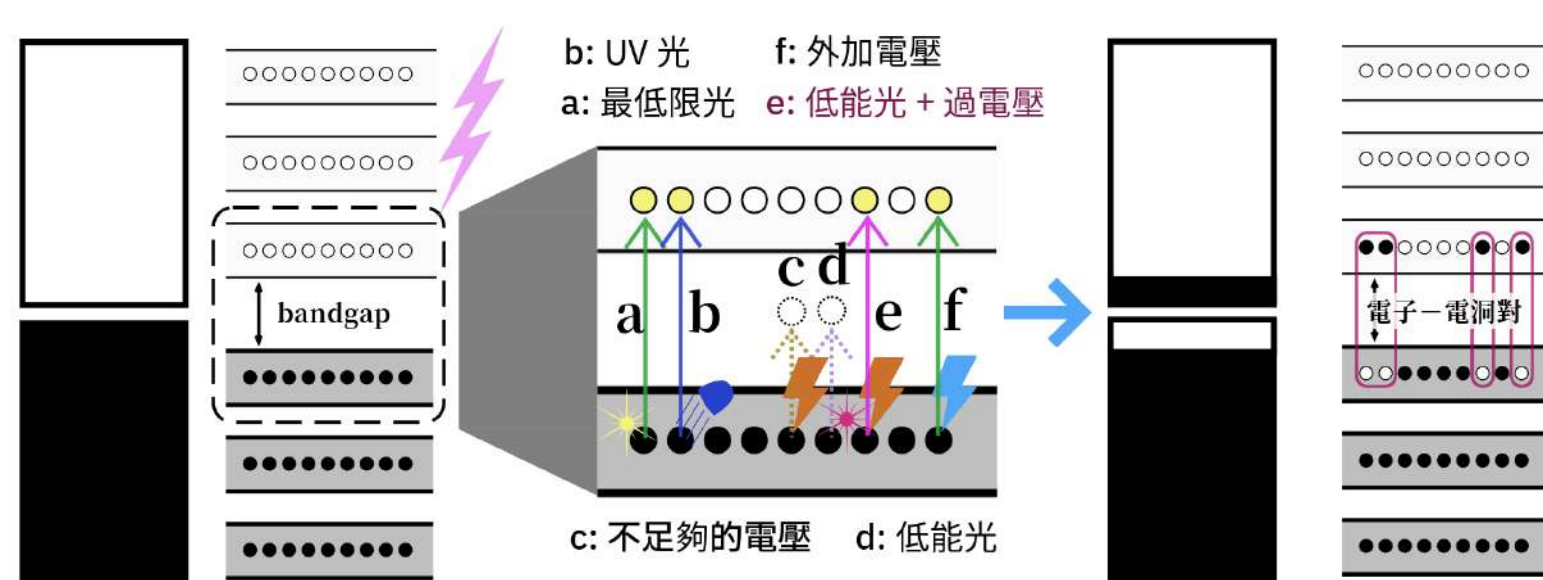
圖二、MXene 材料的合成與結構

三、研究目的

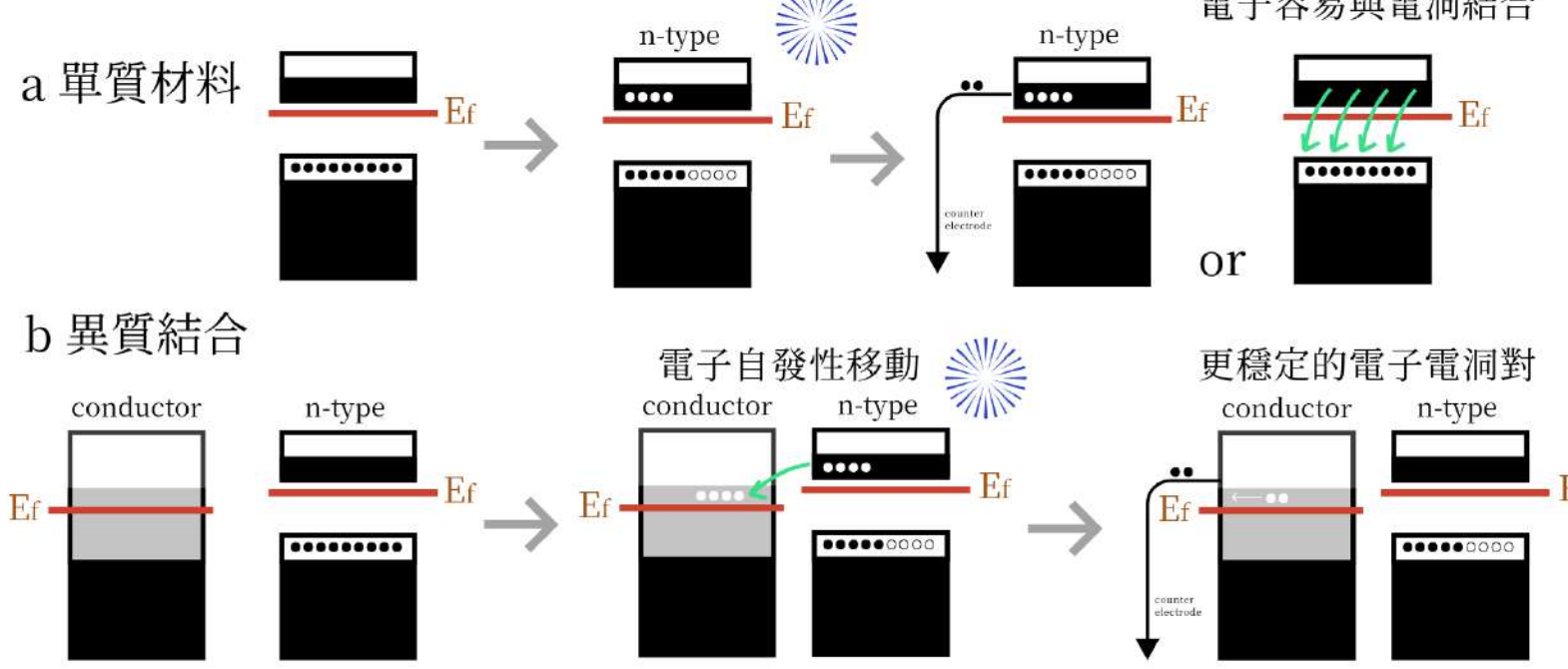


圖一、研究目的、流程圖

五、光催化原理說明



圖三、電子能帶跳躍示範圍



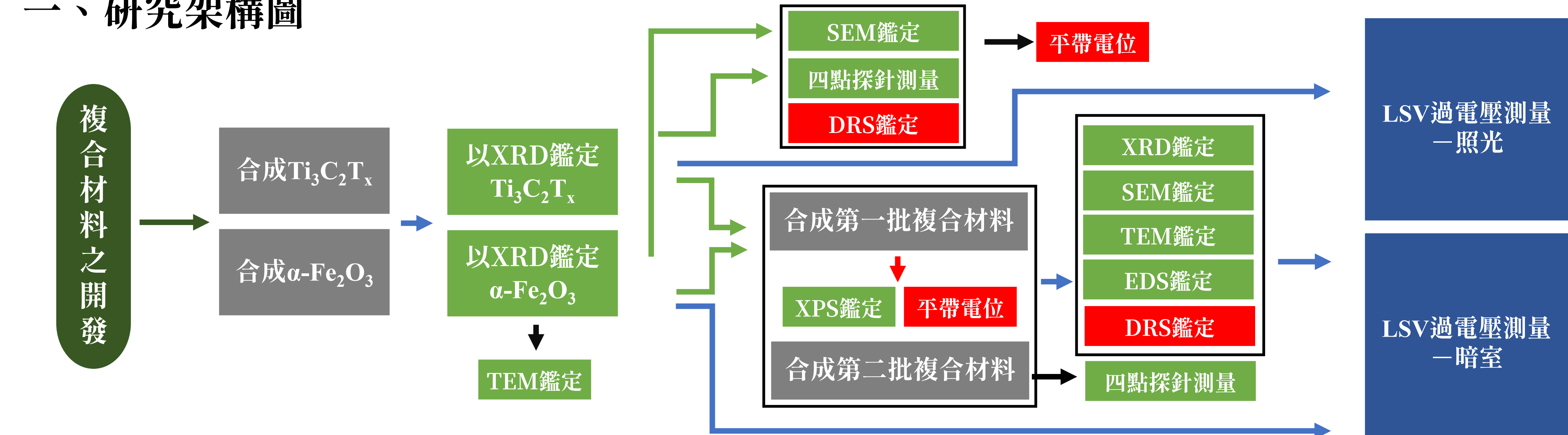
圖四、蕭基特接觸示意圖

●光觸媒要進行反應不僅需要給予適當的能量，還必須有相襯的能階允許電子進行躍遷。能階在大尺度材料中**形成能帶（導帶和價帶）**。透過給予能量，使高能電子橫跨能隙前往導帶，並送至介面進行還原反應，便是產氫反應；反之，若將電子送至鉑電極反應並**留下電洞吸引水分子氧化**，則是產氧反應。

●根據**參考文獻[7]**，該團隊透過精準測量真空狀態下的**費米能階**（50%電子的“理論”機率分布），**認為複合材料屬於蕭基特接觸**。蕭基特接觸模型具有吸引電子離開材料，**避免電子電洞對復合的效果**。然而，**真空環境與水溶液環境相差甚遠**，而本組的合成方式也與該團隊不同。因此，有關材料的廣泛性質研究是必要的。

研究過程及結果

一、研究架構圖



二、奈米材料與FTO電極的製備

合成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ ：
1g **LiF**、30 mL **HCl (6 M)** + 1 g Ti_3AlC_2 ，24hr / 35 °C, Centrifuge till pH > 6
合成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ：
80mL ethanol & 5 mL DI water + **前驅物**，在高溫釜 24hr/180°C
將溶液離心，以DI water、ethanol 清洗。
製備FTO玻璃電極：
0.0050 g 樣品 + 10 μL nafion + 異丙醇0.2 mL + DI water 0.8mL，音波震盪，在**正方形區域**以0.1 mL進行塗層

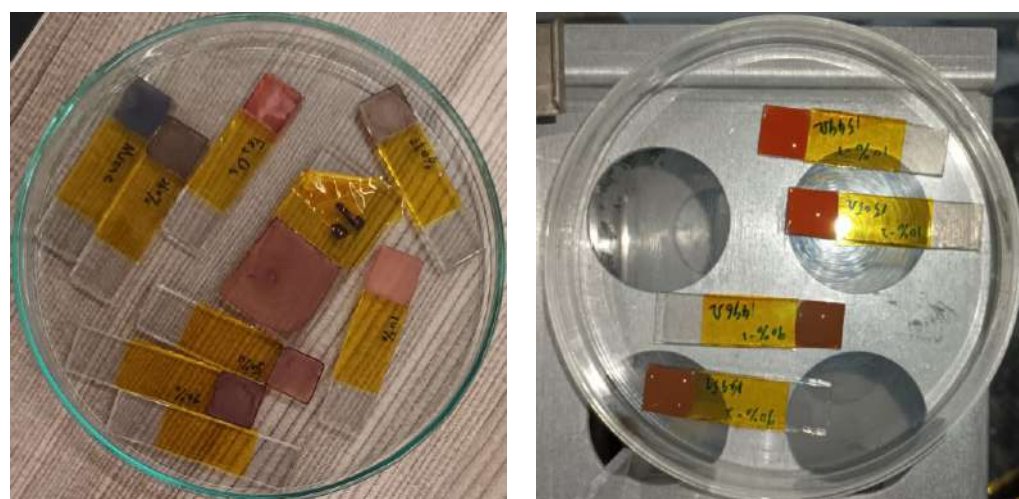
FTO電極寬度：10.21 ± 0.34 mm
三用電表：30.99 ± 1.64 Ω
四點探針：1.5~1.7 Ω/cm^2
樣本：72片（取大小接近者進行塗層）

FeCl_3	醋酸鈉	產率
0.3056 g	1.2030 g	81.9 %
0.6484 g	2.4045 g	78.6 %

$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$	FeCl_3	醋酸鈉	組別名稱
0.3200 g	0.3240 g	1.2000g	32 : 32
0.0148 g	0.3459 g	1.8069 g	1 : 23
0.0717 g	0.2005 g	0.6072 g	1 : 3
0.0200 g	0.4800 g	0.1014 g	1 : 5
0.0500 g	0.0506g	0.1875 g	1 : 1

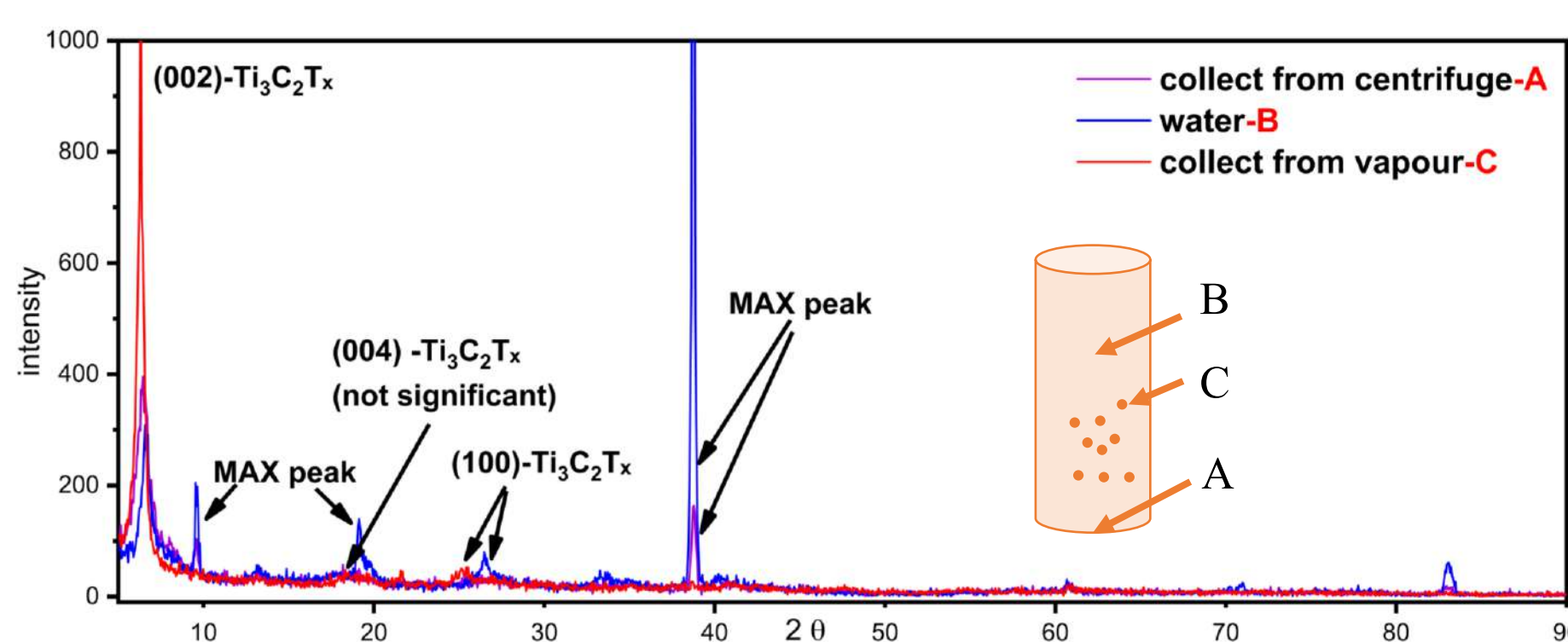


圖八、材料與分散液影像

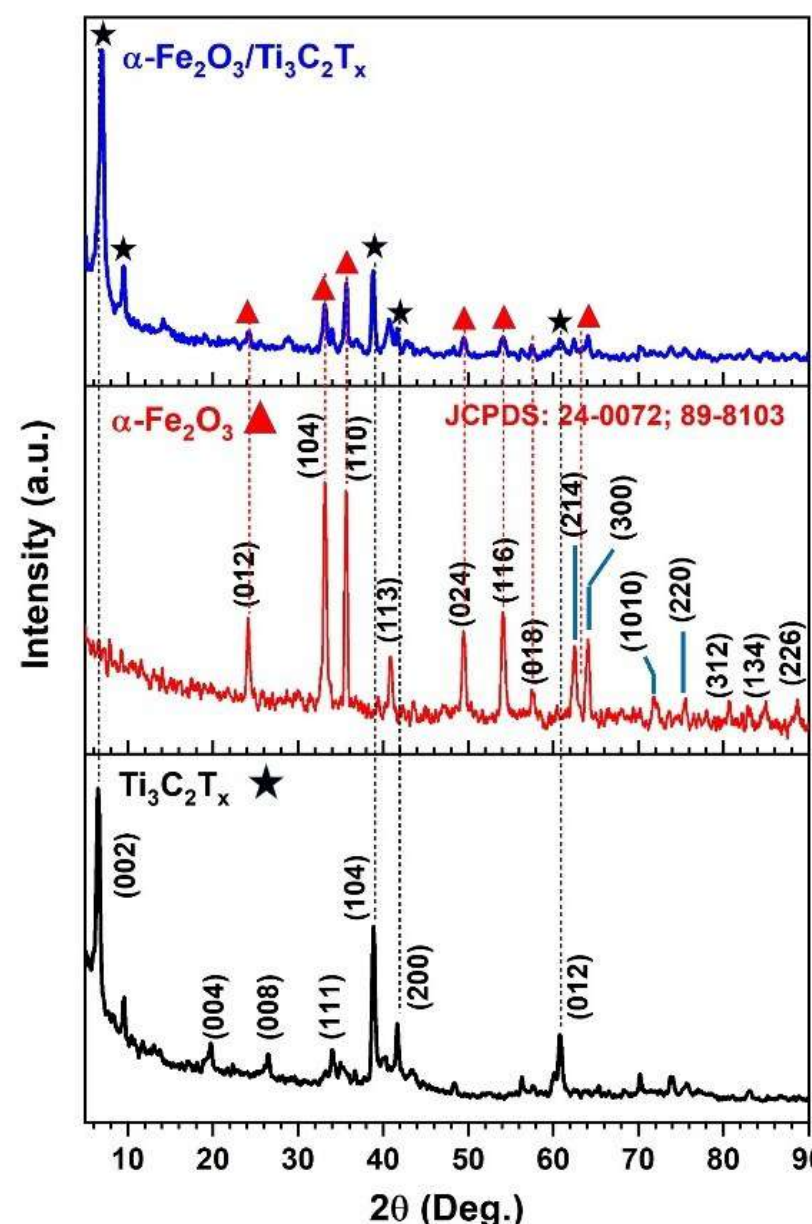


圖八、玻璃電極影像

三、XRD鑑定結果



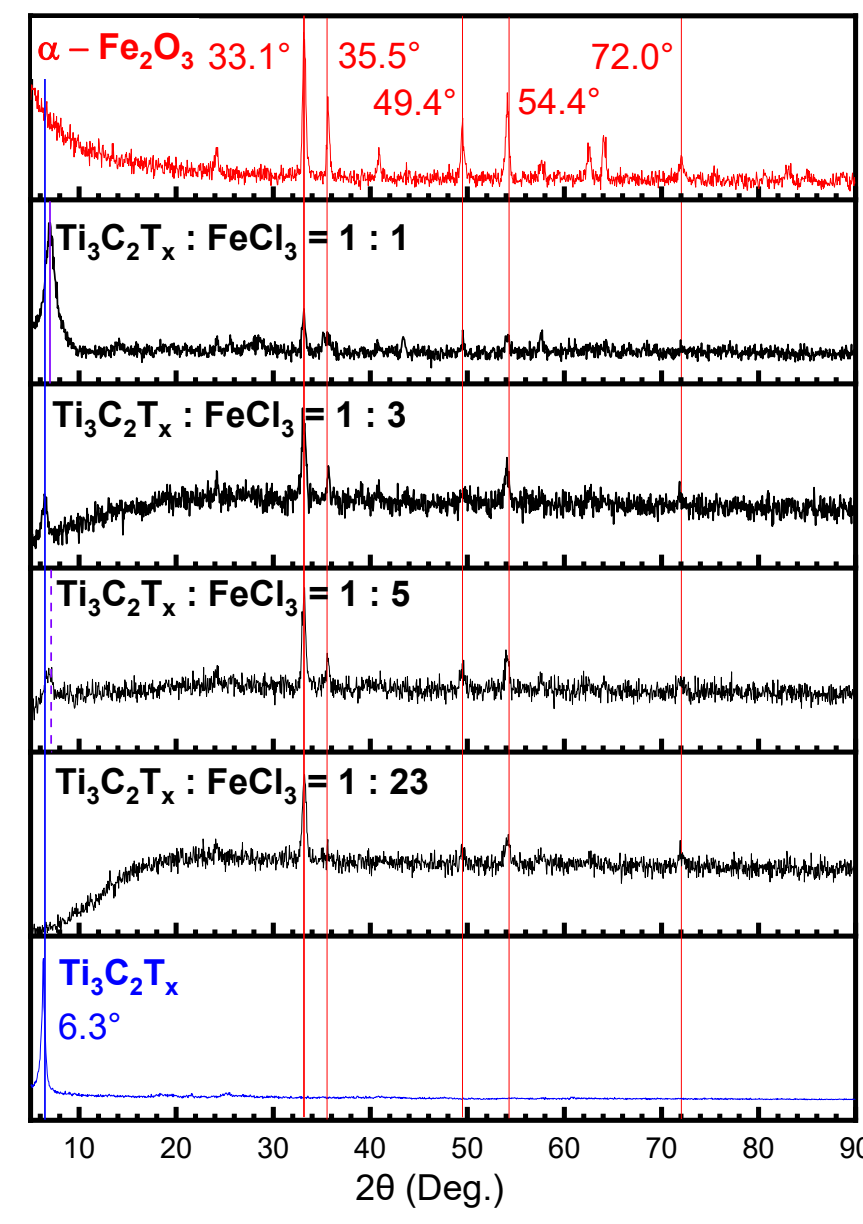
圖九、 Ti_3AlC_2 蝕刻後產物之XRD鑑定



圖十、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ ： $\text{FeCl}_3 = 32 : 32$ 組之XRD鑑定

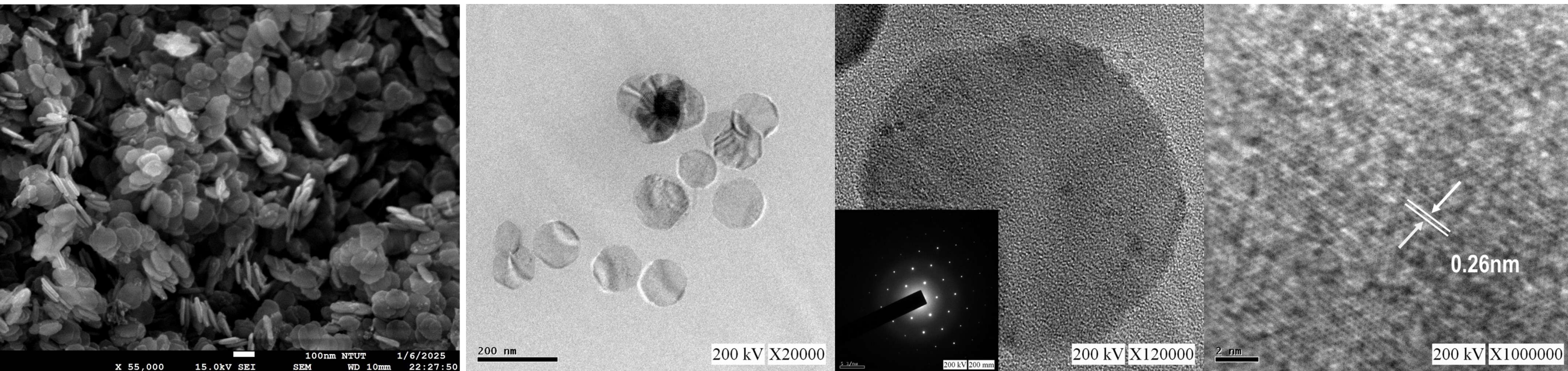
● $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x / \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 中同時發現了 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 和 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -nanoplates的特徵峰。 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 在(002) (6.5 °)的特徵峰依然明顯，但向右偏移並變寬

由各複合材料之6.5°特徵峰，證實MXene結構在複合材料中仍然存在。●

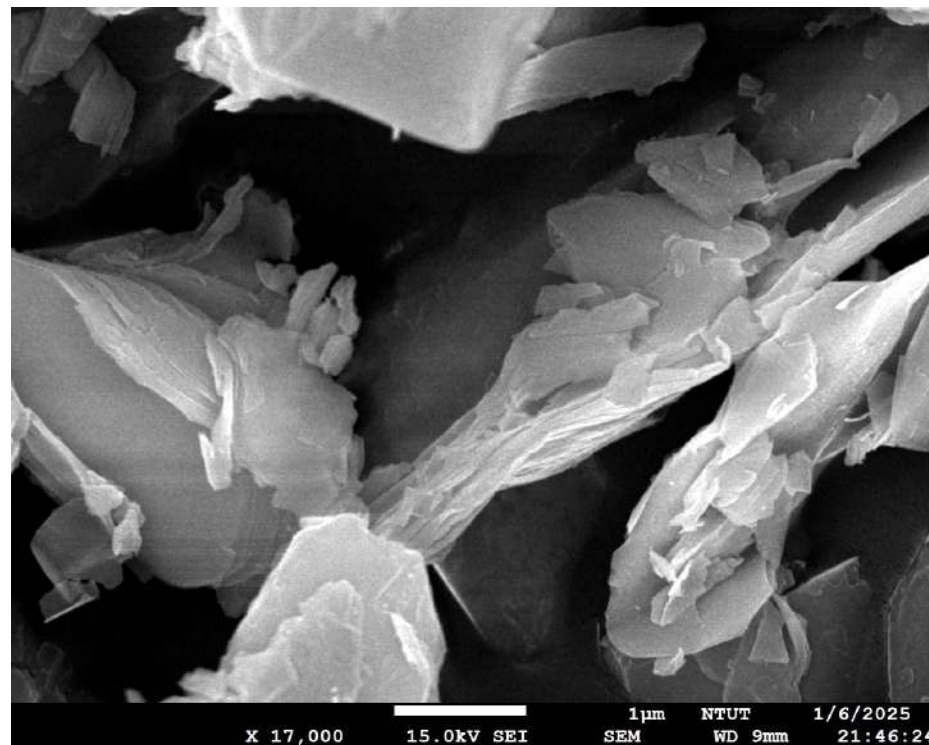


圖十一、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 與其他組複合材料之XRD鑑定

三、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 與 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ SEM 結果



圖十二、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 之SEM、TEM鑑定

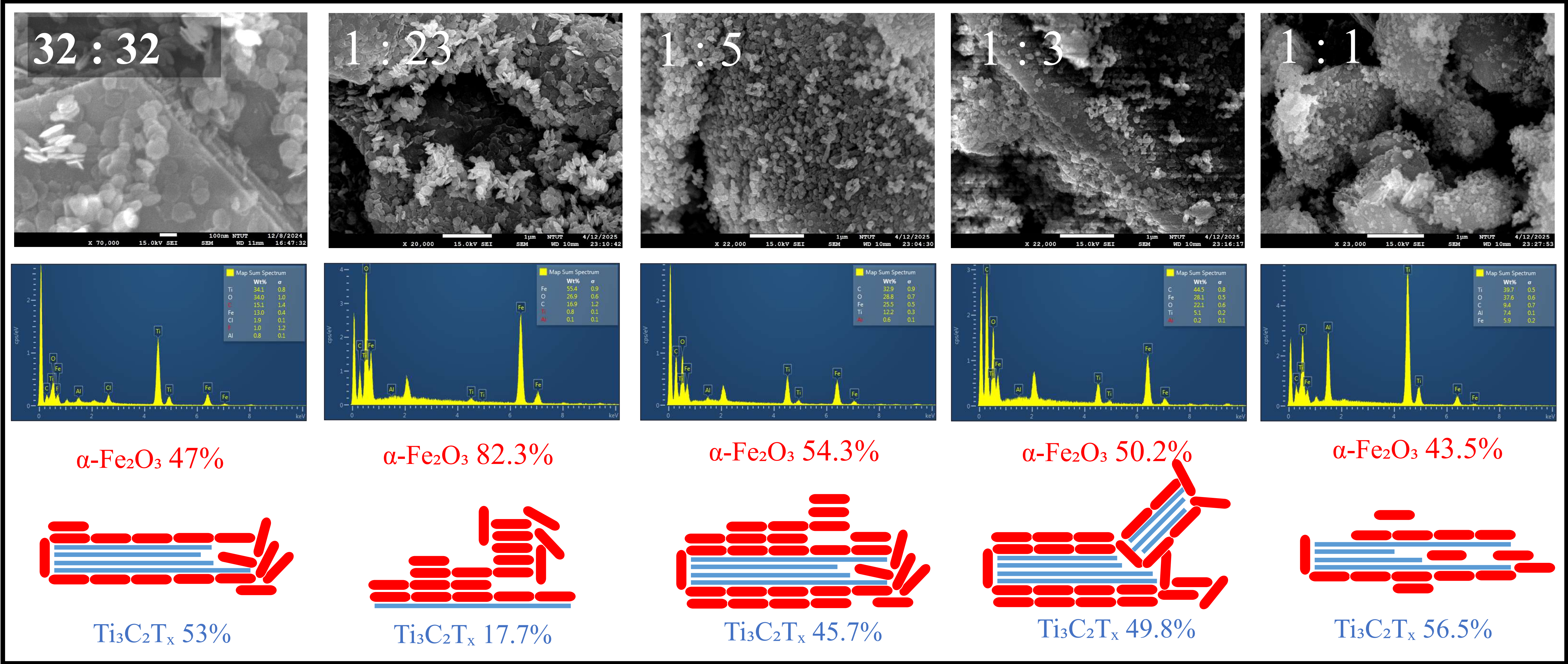


圖十三、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 之SEM鑑定與示意圖

- $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 平均直徑約為**100 nm**，厚度為**10奈米**
- $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 在TEM下為似圓形奈米碟片，直徑為80~140 nm。 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的單晶結構
- 由SAED的確證了 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的單晶結構
- 由TEM發現晶格間距為0.26 nm
- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 樣品為**片狀結構**，具MXene的二維結構。此也證實蝕刻步驟**成功移除前驅物 Ti_3AlC_2 層間的鋁原子**。

研究過程及結果

四、複合材料SEM、EDS鑑定結果



圖十四 各複合材料之SEM、EDS鑑定結果與示意圖

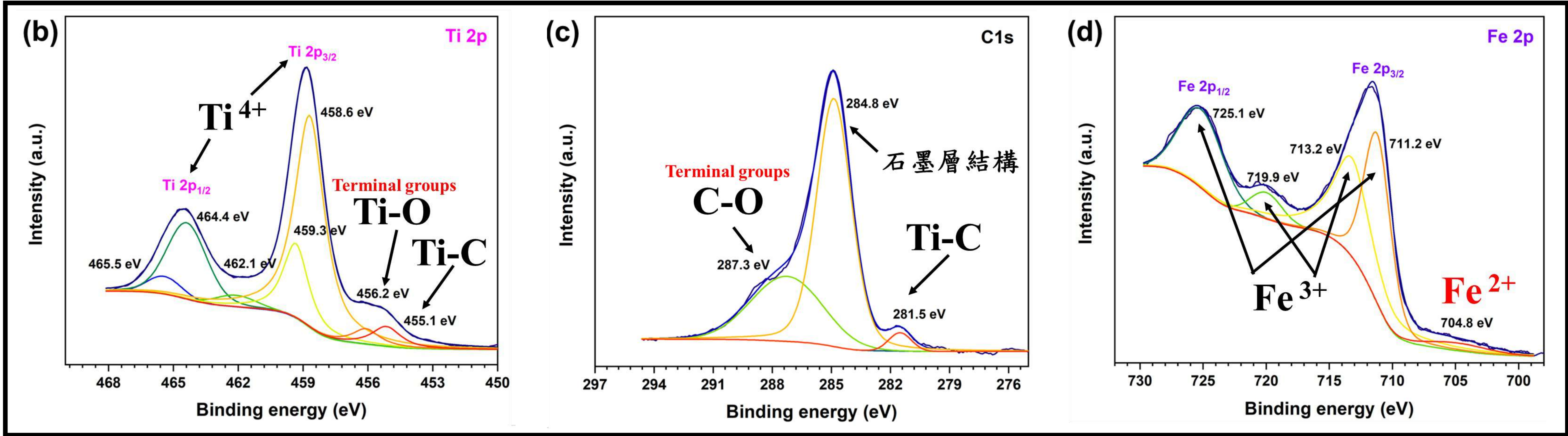
由EDS，本組發現各組複合材料之表面元素分布並不相同

，於1:23組表面兩者比例為0.215，MXene佔比高於設計與產量換算數據。SEM下僅能看見奈米碟片，然而EDS中MXene訊號明顯，代表碟片厚度應該為數層。1:5及1:3、1:1組比例分別為0.84、0.99、1.30，比設計之質量分布及產量換算數據0.58、1.54、4.20更為集中，且奈米碟片含量更高。本組預期這樣的表面態會使材料的性質更加相近。本組推測這個現象源於溶劑熱合成法的成核濃度瓶頸與二維材料的空間隔離效應，然而仍需更多實驗進行研究與證實假說。總而言之，本組合成之各式複合材料具有不同的表面形貌，有利於後續電化學研究。

組別	預期質量比例	複合材料產量	理論 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 產率 ($\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 不損耗)	理論 $\frac{\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x}{\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3}$	EDS中 $\frac{\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x}{\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3}$
1:23	9.10 %	0.1595 g	0.85	0.1023	0.215
1:5	33.30 %	0.054 g	0.681	0.5882	0.842
1:3	47.70 %	0.1183 g	0.472	1.5389	0.992
1:1	72.20 %	0.0619 g	0.478	4.2017	1.299

表一 各複合材料之質量分布表

四、複合材料（32:32）XPS鑑定結果



圖十五 複合材料XPS鑑定結果

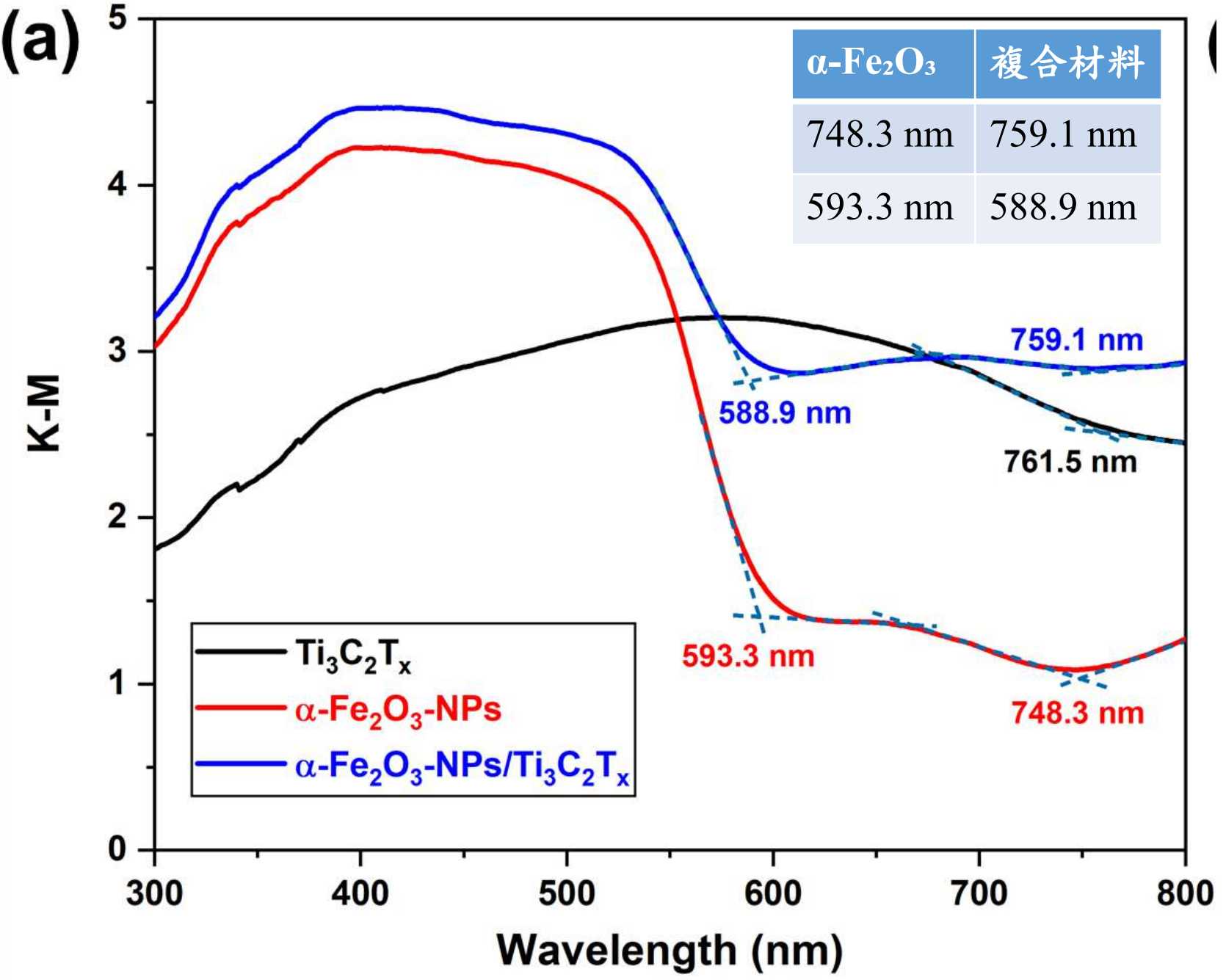
●455.1 eV的Ti-C bond電子說明材料的鍵結模式與MXene相同；456.2～459.9 eV的Ti-O bond電子來自MXene表面基團。

●不只Ti-C bond，284.8 eV和287.3 eV的峰分別指出石墨碳和含氧表面基團

●Fe³⁺ 峰證實了赤鐵礦的存在，而704.8 eV處的小峰值表明材料可能存在Fe²⁺

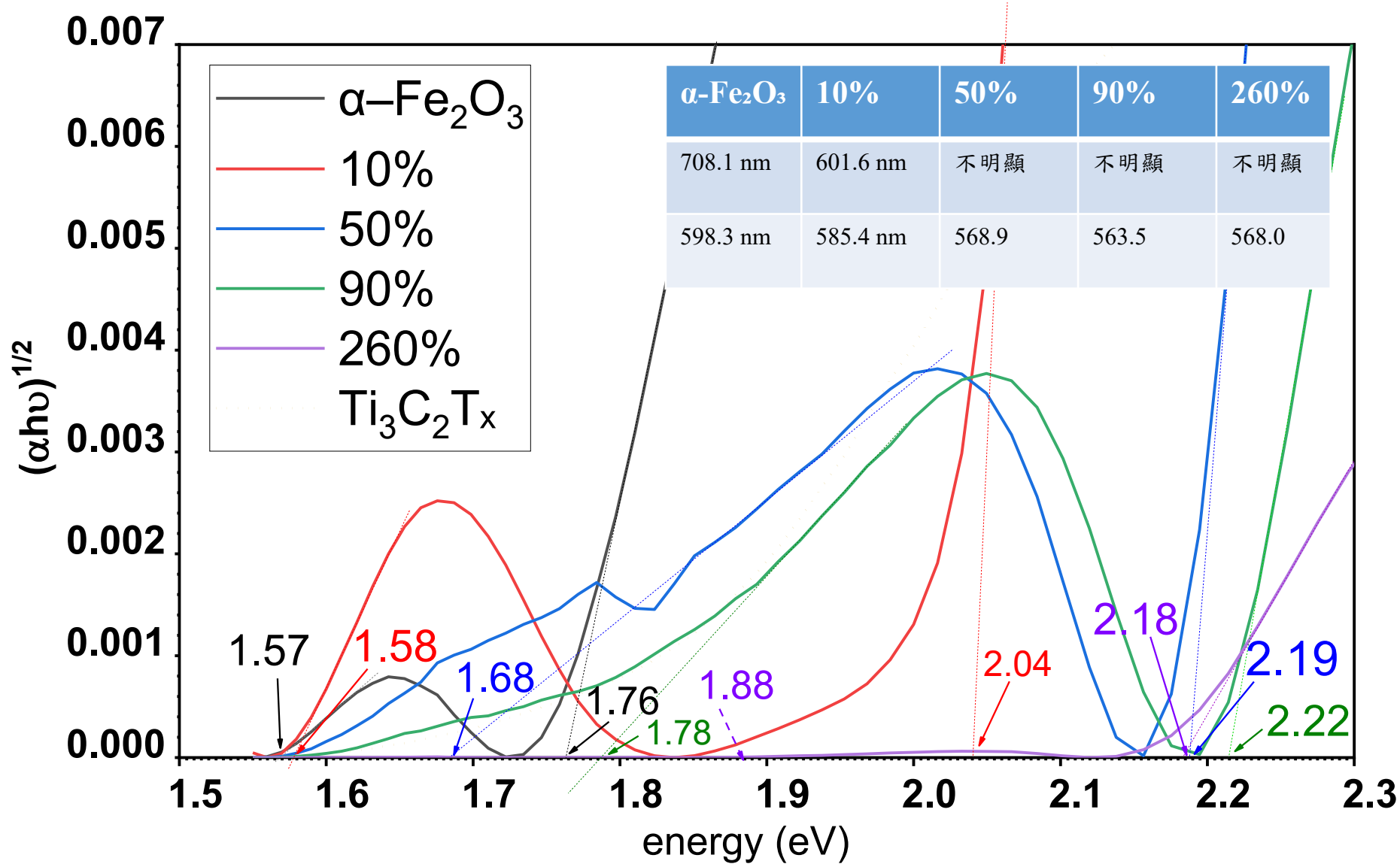
五、DRS鑑定結果

由圖十六，我們可以發現各材料吸收光譜（最低限度光波長）皆位於可見光，且在綠光之前，具有很高的實用價值。另外，DRS的數據也證明了材料可能的能隙變化，對於開發新材料目標之“能帶調控”有一定貢獻。能隙與能帶計算見圖十九

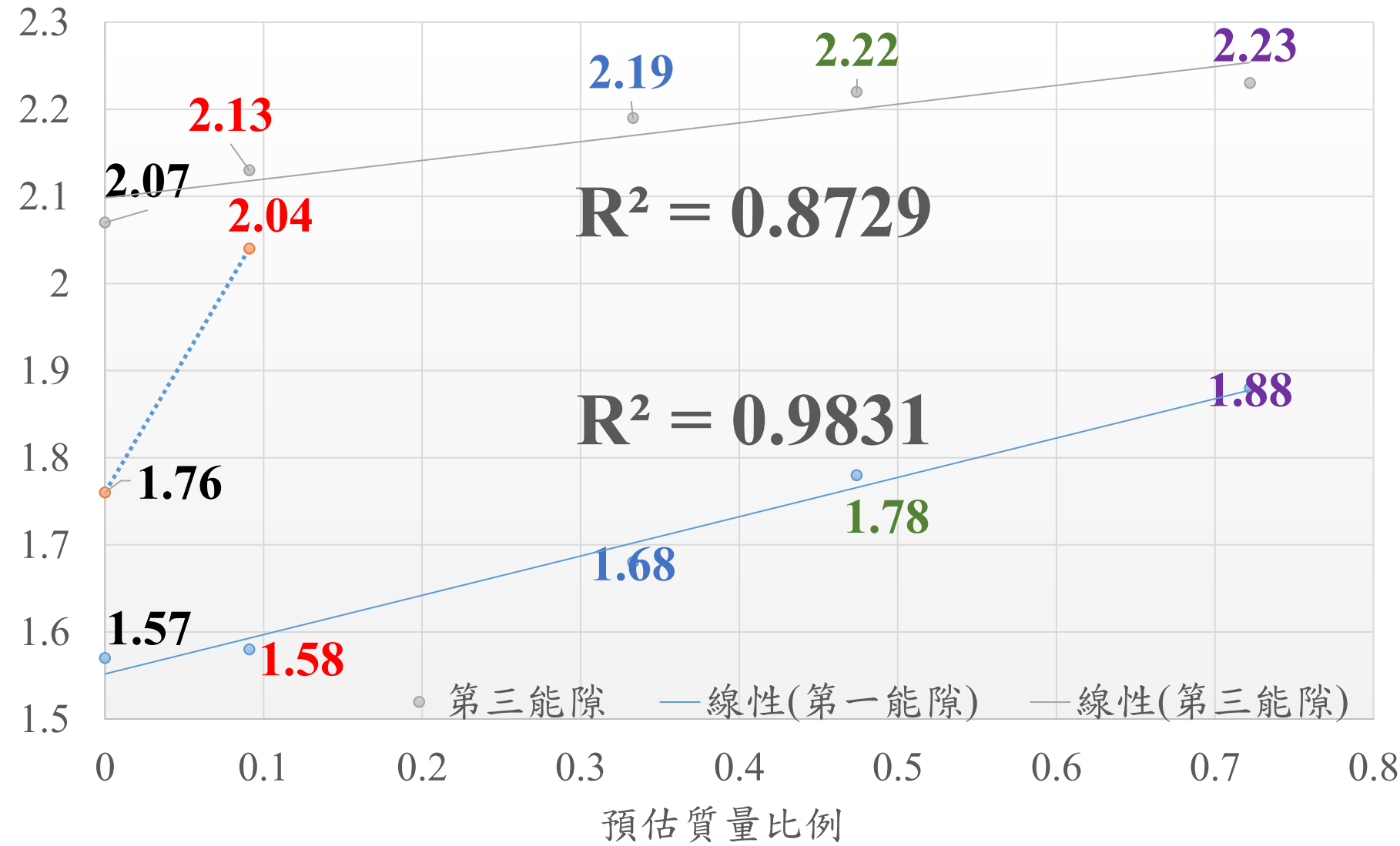


圖十六 材料DRS圖

在圖十七、十八中，各組複合材料的能隙變化甚至與設計之質量變化分布呈現正相關。尤其是1.57～1.88的亞能隙更具有高度相關（亞能隙與電子通路缺陷相關）。同時，材料的面電阻也與設計之MXene重量百分比呈現高度正相關，並也與材料配方成正相關。這說明了複合材料中MXene對導電性的重要增益定位。

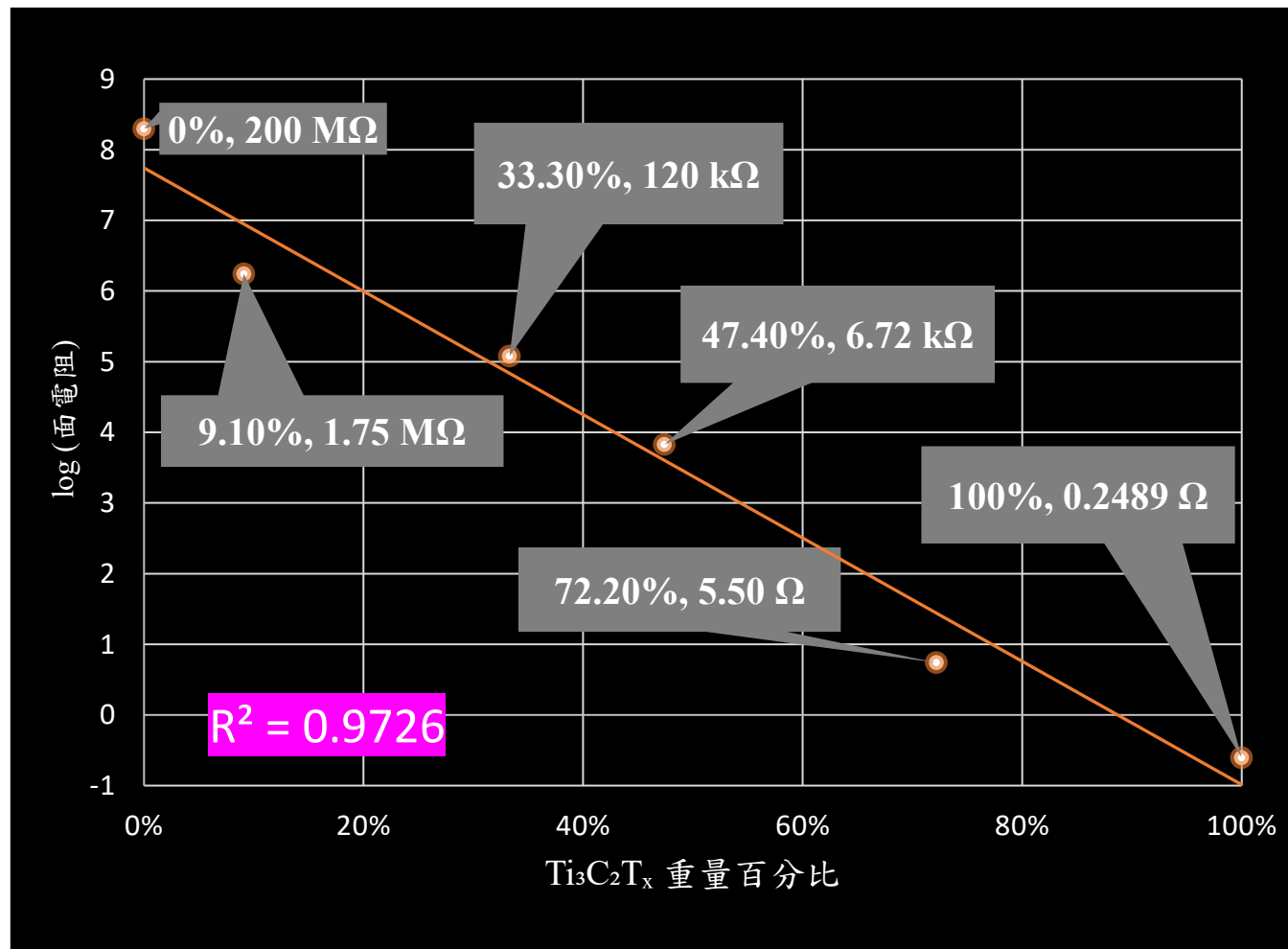
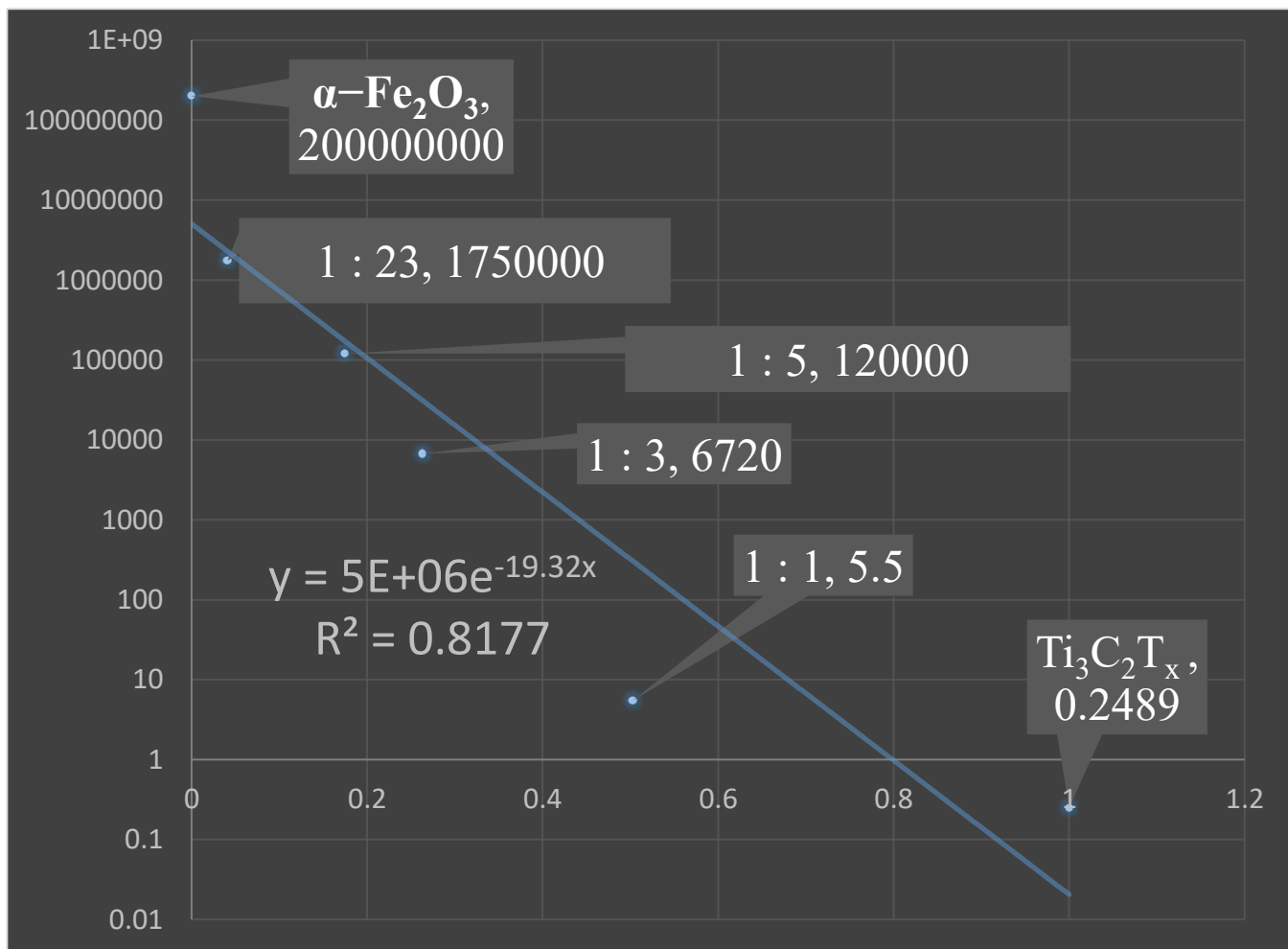


圖十七 各種材料DRS-tauc圖



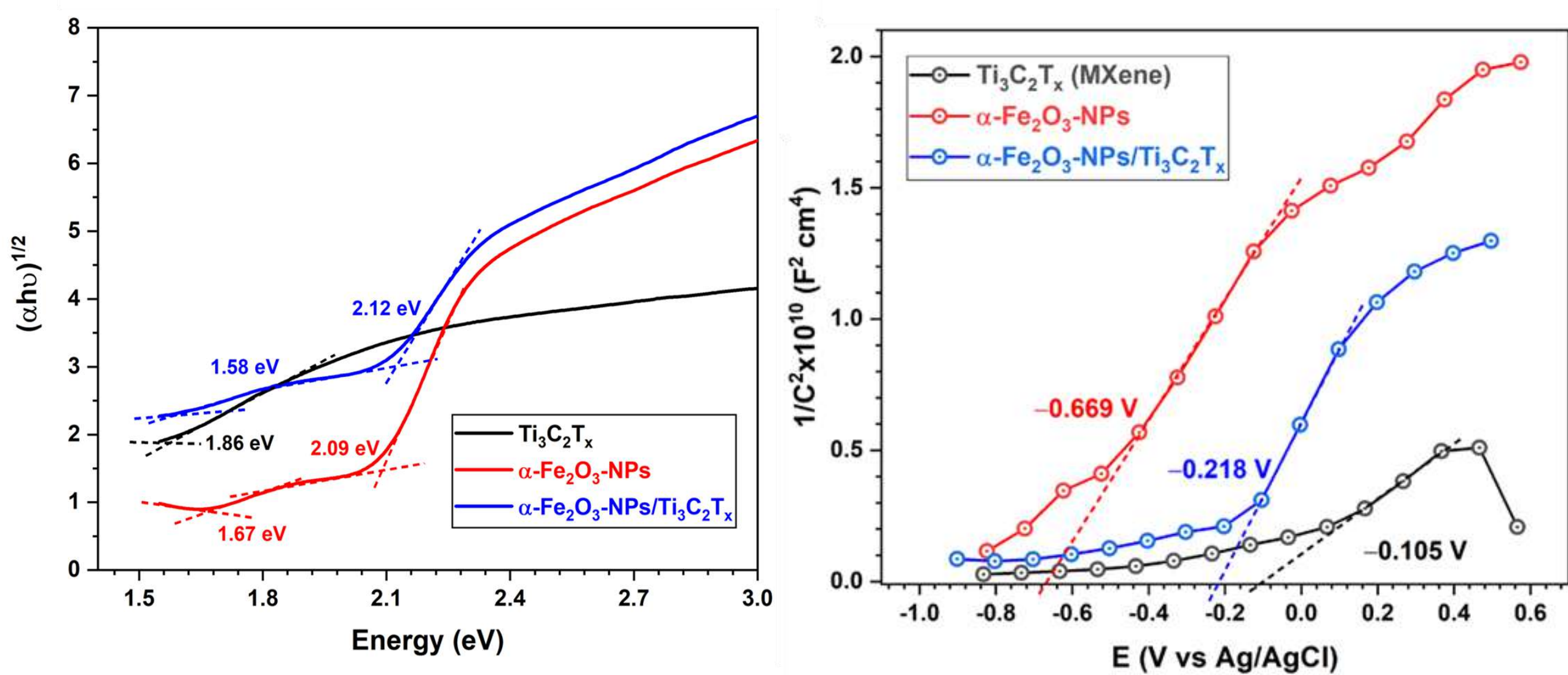
圖十八 能隙散布圖

六、四點探針結果

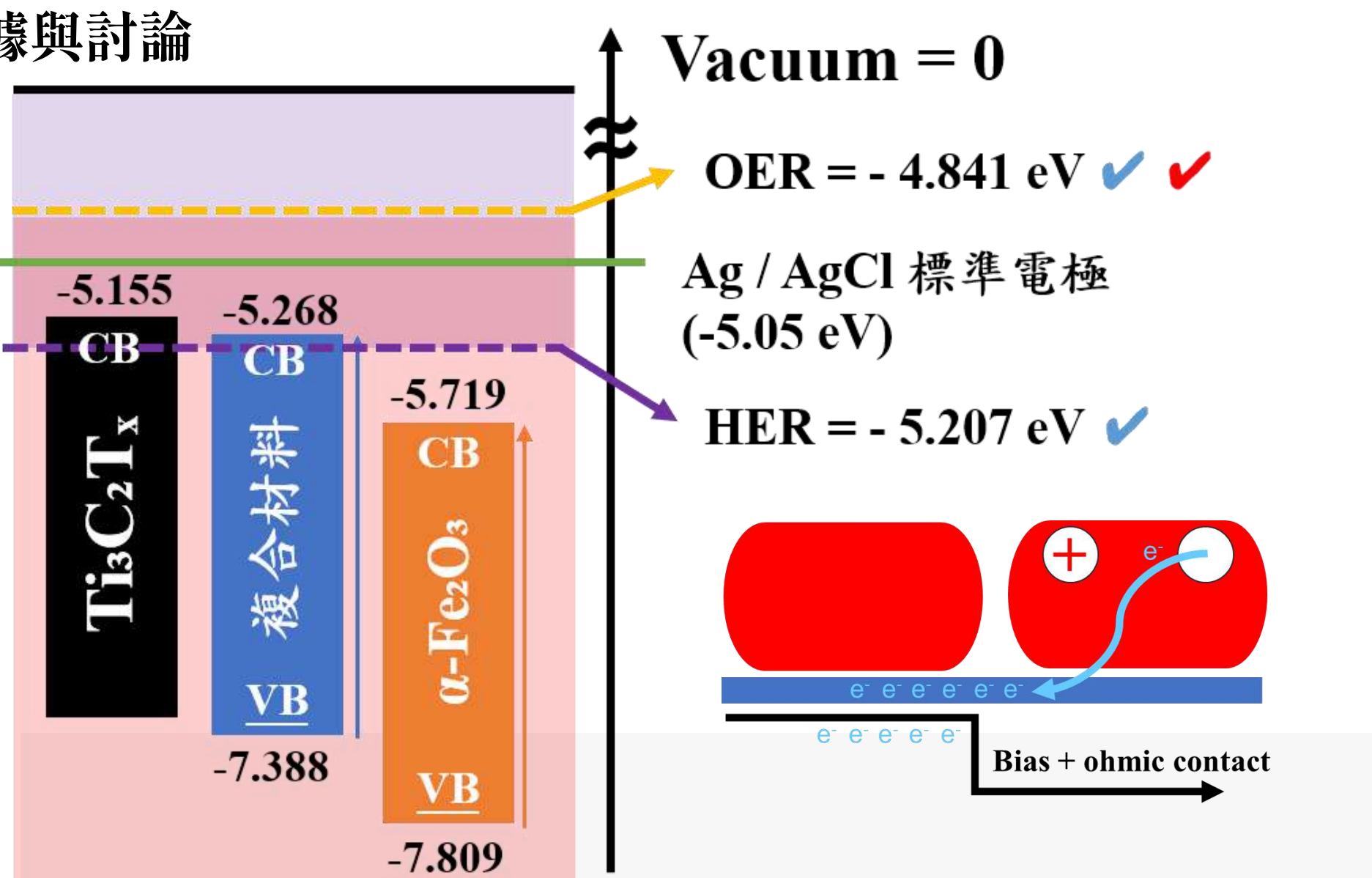


七、能帶與電化學分析數據

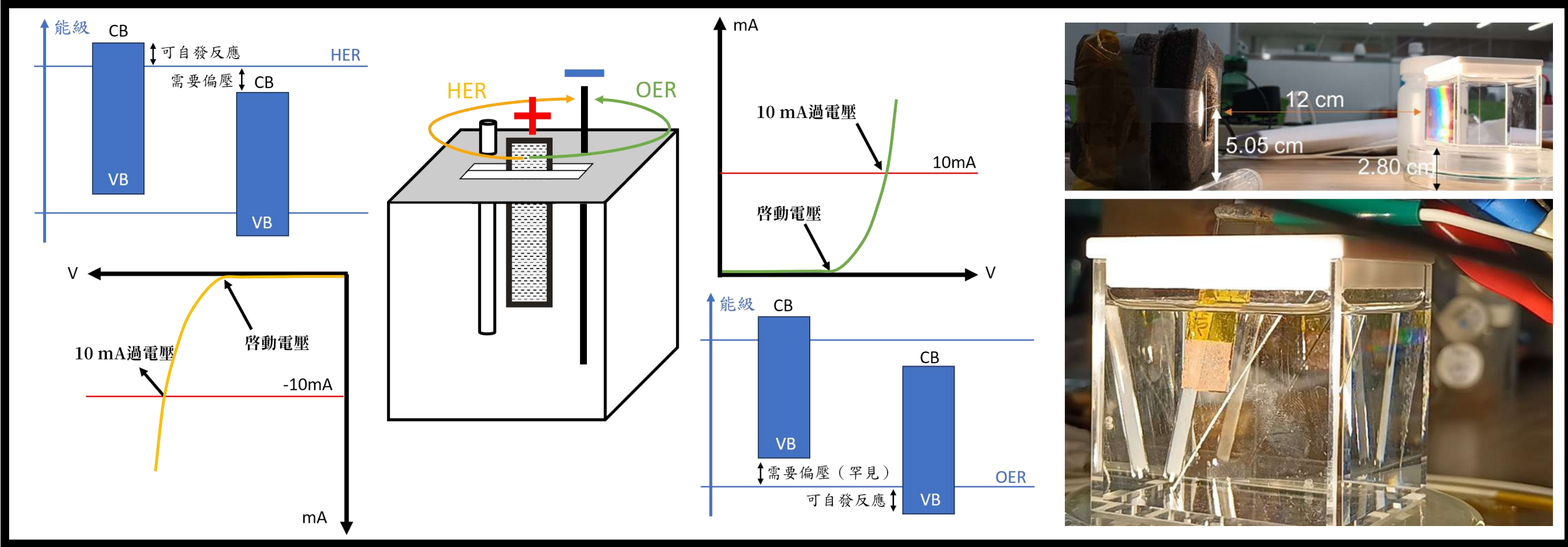
a. $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 與 32 : 32組之能帶圖數據與討論



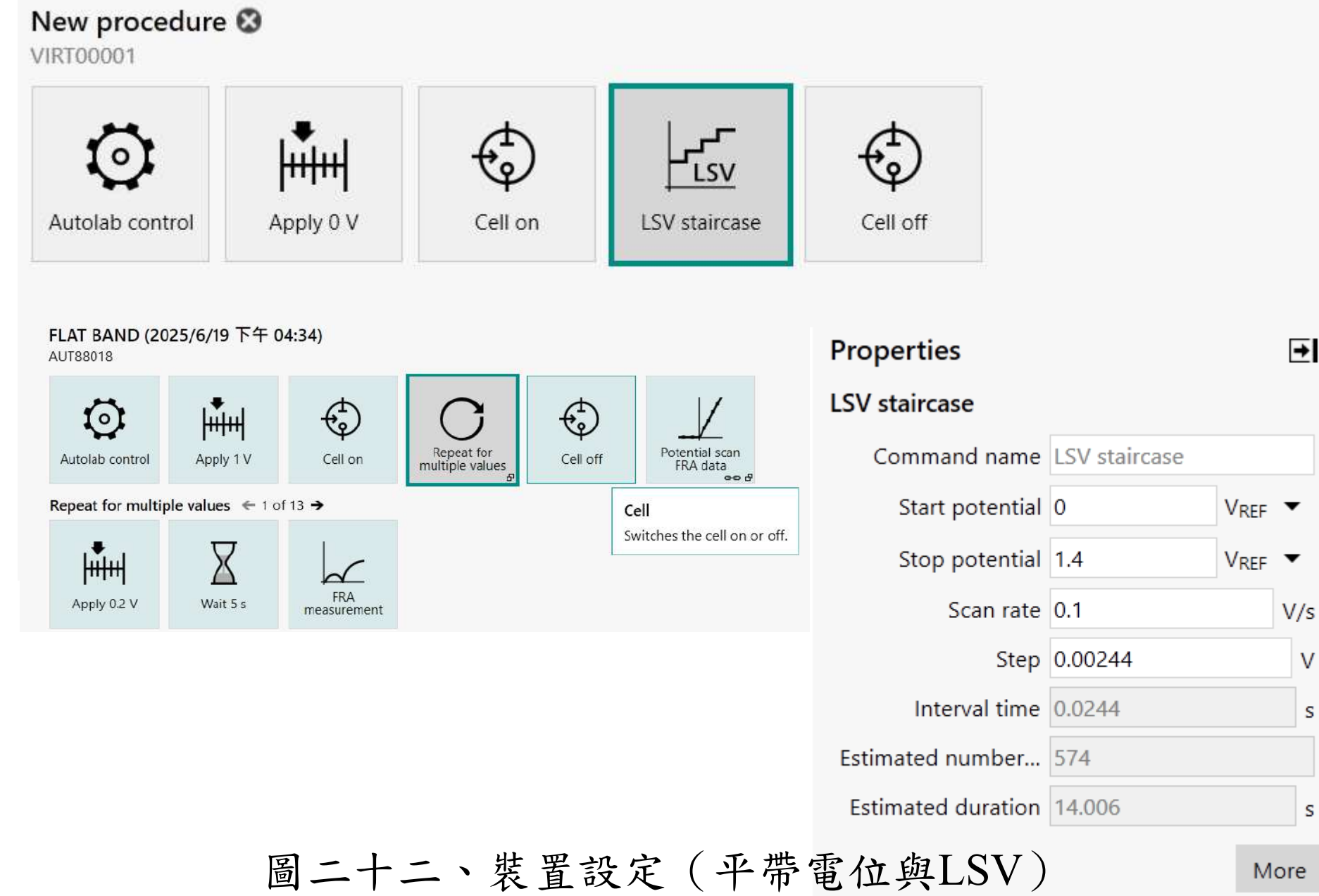
圖十九、tauc 圖與平帶電位



圖二十、能帶圖與歐姆接觸示意圖

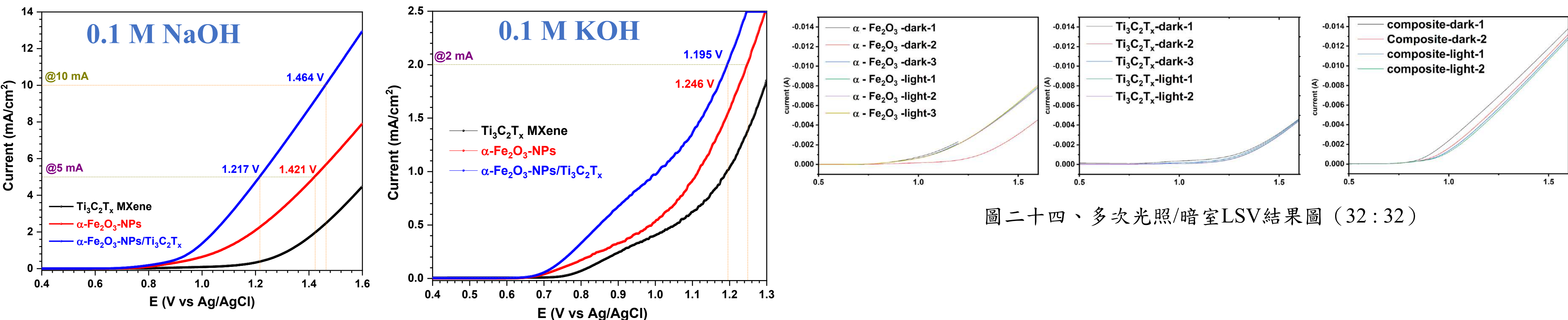


圖二十一、OER反應介紹與裝置工作情形



圖二十二、裝置設定（平帶電位與LSV）

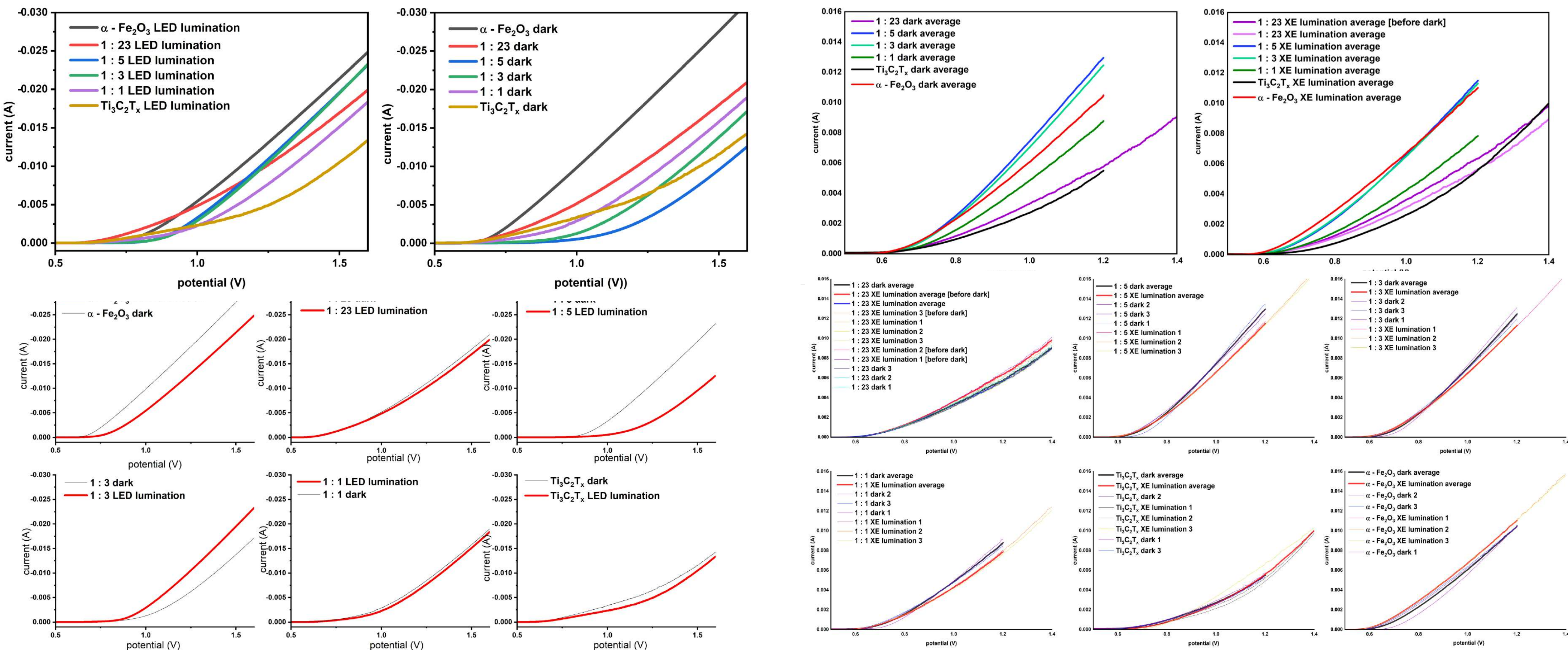
b. $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 與 32 : 32組之照光、暗室、多次測試LSV結果



圖二十三、光照LSV結果圖

圖二十四、多次光照/暗室LSV結果圖（32 : 32）

c. 各比例複合材料之照光、暗室、多次測試LSV結果



圖二十五、多次光照/暗室LSV結果圖（四種複合材料）

圖二十六、多次光照/暗室LSV結果圖（四種複合材料）（XE 燈）

結論與未來展望

1. 本組成功合成出 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ - nanoplates、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 與各比例之奈米複合材料，並證實其組成。
2. 本組合成之材料主要吸收峰皆位於紅光~綠光區，於可見光即可進行反應。本組也發現 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 之主要能隙為1.57~1.67、1.76、2.09 eV，與參考資料相符，且由奈米複合材料數據證實 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 可增大其能隙。本組亦觀察到能隙與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 重量百分比可能的線性關聯性，有待未來實驗進一步證實。
3. 本組由XPS指出材料間存在交互作用，並由SEM、EDS推論不同比例的複合材料的異質結合情形。
4. 本組以四點探針測量各合成產物，發現 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 面電阻為 $0.2489 \Omega/\text{cm}^2$ ，證實該材料優異的導電能力。此外本組推論材料 \log (面電阻) 與 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 重量百分比為線性相關，並由複合材料阻抗資料得知材料減小的阻抗與受調控的平帶電位，說明複合材料在光-電水解反應具有更佳的反應能力。
5. 本組在NaOH、KOH環境中發現複合材料具有比母材料更低的過電壓，並在0.1 M NaOH / 10mA 下過電壓為1.464V，具有商業化的價值。本組對各比例材料進行光-電化學實驗，證實1 : 3、1 : 5 組在小電壓下具有良好的光電性質，而1 : 1組次1 : 23最差但在高電壓下1 : 23組與奈米碟片穩定性較佳。

參考資料

1. Michael Naguib, Murat Kurtoglu, Volker Presser, Jun Lu, Junjie Niu, Min Heon, Lars Hultman, Yury Gogotsi, Michel W. Barsoum (2011). Two-Dimensional Nanocrystals Produced by Exfoliation of Ti_3AlC_2 . Advanced Materials Volume 23, Issue 37 p. 4248-4253.
2. Xiaoxue Zhan, Chen Si, Jian Zhou, Zhimei Sun (2019). MXene and MXene-based composites: synthesis, properties and environment-related applications. Nanoscale Horiz.2020, 5.235
3. Vigneshwaran Shankar, ShanmugaPriya Dharani, Aswini Ravi, Arunachalam SaravanaVadivu* (2023). A concise review: MXene-based photo catalytic and photo electrochemical water splitting reactions for the production of hydrogen. International Journal of Hydrogen Energy, 48 (2023) 21654-21673.
4. Xuelian Yu*, Tao Wang, Wenchao Yin, Yihe Zhang (2018). Ti_3C_2 MXene nanoparticles modified metal oxide composites for enhanced photoelectrochemical water splitting. International Journal of Hydrogen Energy, 44 (2019) 2704-2710.
5. Feng Zhu, Jian Hu, Ilvydas Matulionis, Todd Deutsch, Nicolas Gaillard, Eric Miller, and Arun Madan (2010). Amorphous Silicon Carbide Photoelectrode for Hydrogen Production from Water using Sunlight. InTech. doi: 10.5772/8074
6. Das, P., Rosenkranz, A., & Ganguly, S. (Eds.). (2023). MXene Nanocomposites: Design, Fabrication, and Shielding Applications (1st ed.). CRC Press.
7. Changhao Yao, Zhihui Wang, Zhi Xu, Baojiang Jiang, Yang Yang, Shuai Wang,2D/2D $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ /single-layer MXene Schottky photocatalysis-PMS activation bidirectionally enhanced coupling system for environmental remediation,Journal of Alloys and Compounds,Volume 941,2023,168920.
8. Pragya Dixit, Tanmoy Maiti, A facile pot synthesis of (Ti_3AlC_2) MAX phase and its derived MXene ($\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$), Ceramics International, Volume 48, Issue 24, 2022, Pages 36156-36165, ISSN 0272-8842, https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.08.172.
9. Ben G. Streetman, Sanjay Banerjee (2015). Solid State Electronic Devices. Pearson, Boston, 2015
10. 張宥涵（2024）· 碳化鈦(MXene)和聚鹽亞胺所製備之電磁 干擾 (EMI) 屏蔽複合薄膜及其性質研究 · 台北：國立台北科技大學化學工程與生物科技系

本組所有圖片皆作者自行繪製