

絹雲母奈米級製程開發

謝文展、彭元興

E-mail: 9608196@mail.dyu.edu.tw

摘要

台東縣向陽地區蘊藏豐富的絹雲母礦產(Sericite)，為台灣工業礦物中最具有經濟價值的礦產之一。由於絹雲母之層間具有鉀離子(Potassium Ion)，層與層間之鍵結為強離子鍵，故不易進行剝層處理。假如能減少鉀離子量或以其他離子置換鉀離子，降低層間離子鍵強度，則有助於插層(Intercalation)或剝層(Exfoliation)的進行。本研究主要目的為利用熔融插層法將絹雲母插層或剝層，期能製備成奈米等級原料。實驗設計為利用油浴加熱法(100-200)進行氫氧化鈉(0, 10, 20, 30, 45 g/5 g絹雲母)或草酸(0, 2, 5, 8, 10 g/5 g絹雲母)等對於絹雲母層間離子的置換或插層。經插層的絹雲母再利用硝酸(pH < 3)來膨化處理。處理前後的絹雲母利用X光繞射儀分析儀(XRD)、掃描式電子顯微鏡(SEM)、掃描式電子顯微鏡附設的能量散布光譜儀(EDS)來觀察晶面間距是否產生變異，利用比表面積測定儀(BET)及次甲基藍法來觀察表面積的變化。處理後的溶液利用感應耦合電漿質譜分析儀(ICP)來觀察鉀離子是否溶出。實驗結果顯示絹雲母原礦經油浴加熱至100、150及200的熱處理樣品，XRD圖顯示其晶面間距沒有改變，SEM圖顯示其結構沒有產生變化。在NaOH條件下(0, 10, 20, 30, 45 g)，XRD圖顯示葉臘石的繞射峰隨著NaOH的添加量與溫度的升高而減少。當添加20 g NaOH及200時，晶格開始產生變化，添加45 g NaOH及200之酸化後絹雲母の間距，由原樣的3.95 Å與6.43 Å移至4.36 Å與7.9 Å，層間距離已有明顯增加。在200條件下，比表面積隨著NaOH的添加量，由0 g的23.682 m²/g增加至45 g的77.98 m²/g。從晶格間距及表面積實驗結果顯示，顯示經油浴加熱反應後絹雲母結晶性降低，層間間距有被撐開的現象。在加熱至200的條件下，陽離子交換能力(CEC)值已由添加0 g NaOH的4.98 meq/100 g增加至45 g NaOH的46.8 meq/100 g。在草酸的條件下(0, 2, 5, 8, 10 g)，XRD圖顯示繞射峰近乎相似，強度也無太大的變化，表示加草酸並無達到剝層或改變層間距離的效果。其比表面積隨著草酸的添加量增加而減少，所以添加草酸之絹雲母並沒有達成高比表面積的效果。

關鍵詞：絹雲母；熔融插層法；奈米等級；剝層；次甲基藍

目錄

中文摘要.....	iv	英文摘要.....	vi	誌謝.....	viii	目錄.....	ix
圖目錄.....	xii	表目錄.....	xv	第一章、前言.....	1	1.1研究起源.....	1
1.1.1研究起源.....	1	1.2研究目的.....	3	1.3研究內容.....	4	第二章、背景資料.....	6
2.1奈米材料的介紹.....	6	2.1.1奈米的緣起與定義.....	6	2.1.2奈米材料的特性.....	7	2.1.3奈米科技.....	8
2.1.4奈米技術領域.....	9	2.1.5奈米複合材料.....	10	2.2絹雲母礦.....	11	2.2.1絹雲母.....	11
2.2.2絹雲母結構.....	12	2.2.3絹雲母礦之特性.....	16	2.3絹雲母陽離子交換能力值.....	17	2.4插層法概念.....	19
第三章、文獻回顧.....	21	3.1離子交換試驗研究.....	21	3.2研磨研究.....	30	第四章、實驗設計與方法.....	34
4.1實驗目的.....	34	4.2實驗材料與儀器.....	34	4.2.1材料.....	34	4.2.2儀器.....	37
4.3實驗設計.....	38	4.3.1晶格離子置換實驗.....	38	4.4性質分析.....	41	第五章、實驗結果與討論.....	47
5.1預備實驗.....	47	5.2添加NaOH之分析.....	47	5.2.1 X光繞射分析圖.....	47	5.2.2 SEM檢測分析結果.....	58
5.2.3比表面積測定.....	64	5.2.4 BET與次甲基藍的比較.....	69	5.2.5成分分析.....	71	5.2.6利用硝酸(63%)來進行酸膨化.....	73
5.3以草酸改質之絹雲母.....	74	5.3.1 X光繞射分析圖.....	74	5.3.2 SEM檢測分析結果.....	76	5.3.3以草酸改質的絹雲母測比表面積.....	78
5.4綜合討論.....	79	第六章、結論與建議.....	81	6.1結論.....	81	6.2建議.....	83
參考文獻.....	84	附錄A.....	88	附錄B.....	93	附錄C.....	96
附錄D.....	99						

參考文獻

- 1.石大鑫，1992，中國大陸之雲母與石綿，礦業技術，中國大陸，30:2-19。
- 2.李宗銘，1998，半導體封裝材料發展趨勢，工業材料，139:108-116。
- 3.若生周一，1967，黏土，技報堂出版，日本東京。
- 4.吳景雅，2000，向陽絹雲母之離子性質交換研究，碩士論文，國

立成功大學礦冶及材料科學系。5.周錦焯, 2001, 絹雲母之超細粉碎研究, 碩士論文, 國立台北科技大學材料及資源工程系。6.武英傑, 2003, 導電雲母奈米複合材料之製備, 碩士論文, 國立東華大學材料科學與工程系。7.施育仁, 2003, 以水熱程序進行向陽絹雲母剝層改質之研究, 碩士論文, 國立成功大學資源工程學系。8.馬振基, 2003年3月, 奈米材料科技原理與應用, 全華科技圖書, 台北市。9.郭魁士, 1997, 土壤學, 中國書局, 台北縣。10.陳仕宏及雷大同, 2001年12月, 向陽絹雲母之粒徑縮減研究, 資源與環境研討會論文集, 大漢技術學院, 花蓮。11.逢甲大學奈米科技研究中心, 2002, <http://www.nano.fcu.edu.tw/nm.scopes.html> 12.森田修二, 1962, 土壤學汎論, 養賢堂, 日本東京。13.張志誠, 2002, 奈米技術全面報到, 就業情報, 319:42-54。14.張立德, 牟季美, 2002年6月, 奈米材料和奈米結構, 滄海書局, 台中市。15.張立德, 2003年2月, 第四次浪潮-奈米衝擊波, 中國經濟出版社, 北京。16.張振輝, 2005, 向陽絹雲母礦中絹雲母及葉臘石水熱改質研究, 碩士論文, 國立成功大學資源工程學系。17.經濟部礦業司, 1995, 台灣地區雲母之利用需與流向調查, 台灣礦業, 47(4):451-467。18.經濟部礦業司, 1995, 向陽絹雲母專業區規劃開發計畫, 經濟部委託研究報告。19.溫紹炳, 雷大同, 黃紀嚴, 2000, 台灣片狀矽酸鹽礦之利用開發計畫報告, 經濟部礦業司。20.趙杏媛、張有瑜, 1990, 黏土礦物與黏土礦物分析, 海洋出版社, 北京。21.葉瑞銘, 2004, 奈米科技導論, 高立圖書出版, 台北縣。22.蔡宗燕, 1998, 奈米級無機材料的發展與應用, 化工資訊, 1998(2):28-42。23.劉玉梅及雷大同, 2003, 向陽絹雲母晶格離子置換研究, 資源與環境學術研討會, 主辦單位, 花蓮。24.盧希鵬, 馬振基, 2003, 奈米材料技術地圖, 國科會科學技術資料中心。25.賴仁堯, 2005, 奈米級絹雲母顏料之研製與其塗布紙之應用, 碩士論文, 國立屏東科技大學木材工業系。26.蕭朝光, 2003, 向陽絹雲母粒徑縮減及晶格離子置換研究, 碩士論文, 國立成功大學資源工程學系。27.譚立平及魏稽生編著, 1997, 台灣非金屬經濟礦物, 經濟部中央地質調查所。28. Alexandre M, Dubois P. 2000. Polymer-layered silicate nanocomposites: preparation, properties and uses of a new class of materials. Mater Sci Eng 28:1-63. 29. Becker M, Schwedes J. 1999. Comminution of ceramics in stirred media mills and wear of grinding beads. Powder Technol 105:374-381. 30. Caseri WR, Shelden RA, Suter UW. 1992. Preparation of muscovite with ultrahigh specific surface area by chemical cleavage. Colloid Polym Sci 270: 292-298. 31. Cho JW, Paul DJ. 2001. Nylon 6 nanocomposites by melt compounding. Polymer 42: 1083-1094. 32. Cho H, Waters MA, Hogg R. 1996. Investigation of the grind limit in stirred-media milling. Int J Miner Process 44-45:607-615. 33. Ikazaki F, Uchida K, Kamiya K, Kawai A, Gotoh A, Akiba E. 1996. Chemically assisted dry comminution of sericite- dry comminution method accompanied by ion-exchange. Int J Miner Process 44-45:93-100. 34. Kojima Y, Usuki A, Kawasumi M, Okada A, Kurauchi T, Kamigaito O. 1993. Sorption of water in nylon 6-clay hybrid. J Appl Polym Sci 49:1259-1264. 35. Osman MA, Christoph M, Walter R, Ulrich W. 1999. Alkali metals ion exchange on muscovite mica. J Colloid Interface Sci 209:232-239. 36. Rajamani K, Songfack P, Mishra BK. 2000. Impact energy spectra of tumbling mills. Powder Technol 108(2-3):116-121. 37. Tomita K and Toshio S. 1971. Transformation of sericite into an interstratified mineral. Clays Clay Miner 19:263-270. 38. Tomita K. 1977. Experimental transformation of 2M sericite into a rectorite-type mixed-layer mineral by treatment with various salts. Clays Clay Miner 25: 302-308. 39. Usuki A, Kojima Y, Kawasumi M, Okada A, Fukushima Y, Kurauchi T, Kamigaito O. 1993. Synthesis of nylon 6-clay hybrid. J Mater Res 8(5):1179-1184.