

8.4 真空冷凝制备纳米颗粒

刘梓航^{*}, 吴卫国[†]

南京大学 物理系, 南京 210093

【摘要】 本次实验内容为纳米微粒的制备, 是一节以样品制备为主的课程。在实验中, 我们在气压 0, 1.3, 3.9 KPa , 温度 1000°C 以上的环境下蒸发金属铜, 形成气相, 并在真空环境中凝结, 形成纳米颗粒, 完成收集。在实验中, 观察到随着气压升高, 冷凝生成的金属纳米颗粒粒径变大, 烧杯内的金属蒸汽变浓的现象, 并作出了解释。

【关键词】 真空冷凝, 纳米颗粒, 样品制备

Experiments of Modern Physics in Nanjing University

Liu Zihang, Prof. Wu

Department of Physics, Nanjing University, Nanjing 210093, China

Abstract: The content of this experiment is the preparation of nanoparticles, which is a course mainly focused on sample preparation. In the experiment, we evaporated metal copper at pressures of 0, 1.3, 3.9 KPa and temperatures above 1000 °C to form a gas phase, which then condensed in a vacuum environment to form nanoparticles and complete the collection. In the experiment, it was observed that as the air pressure increased, the particle size of metal nanoparticles generated by condensation increased, and the metal vapor in the beaker became thicker, which was explained.

Key Words: Vacuum condensation, nanoparticles, sample preparation

1 引言

本次实验内容为纳米微粒的制备, 是近代物理实验中唯一一节锻炼样品制备能力的课程。

实验原理: 蒸汽冷凝

实验目的: 学习和掌握利用蒸汽冷凝法制备金属纳米微粒的基本原理和实验方法, 研究微粒尺寸与惰性气体气压之间的关系。

应用场景: 纳米颗粒的可控制备、高纯度材料、催化剂等应用场景

2 实验内容

在实验中, 我们首先在低气压或真空环境下, 通过铜电极给螺旋状钨丝通电加热, 使其温度升至 1000°C 以上。高温的钨丝将蒸发金属 (本次实验选用铜), 形成气相。这些气相物质在真空环境中凝结, 形成纳米颗粒。纳米颗粒在真空环境中降落到玻璃烧杯中, 完成收集。

整个实验过程通过调节阀门 V1 和 V2 来控制真空室的气压, 并利用电磁阀 Ve 和气体压力传感器 E 来精确监控和调整系统的真空度。数字显示表 M1 和 M2 分别显示真空室内的气体压力和加热功率, 确保实验条件的稳定和可控。

实验仪器如图1所示。

实验时间: 2024-05-30

报告时间: 2024-06-04

[†] 指导教师

*学号: 211840339

*E-mail: 211840339@smail.nju.edu.cn

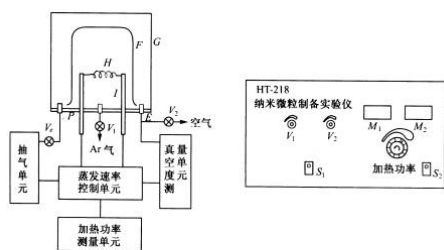


图 8.4-7 纳米微粒制备实验原理及面板图

E—气体压力传感器 F—微粒收集器 G—真空罩 H—钨丝
I—铜电极 P—真空室底座 V₁—惰性气体阀门 V₂—空气阀门
V₃—电磁阀 S₁—电源总开关 S₂—抽气单元开关 M₁—气体
压力表 M₂—加热功率表

图 1 实验仪器

3 实验结果与分析

共做 3 组实验：在气压 0, 1.3, 3.9KPa 环境下进行蒸汽冷凝。

3.1 0KPa

在气压 0KPa 环境下进行蒸汽冷凝。加热环境下形成金属蒸汽，如图2所示



图 2 气压 0KPa

冷凝形成金属纳米颗粒，如图3所示

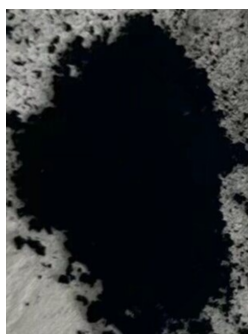


图 3 气压 0KPa

可以看到，纳米颗粒非常细密。

3.2 1.3KPa

在气压 1.3KPa 环境下进行蒸汽冷凝。如图4所示



图 4 气压 1.3KPa

相比真空环境，纳米颗粒更粗一点。

3.3 3.9KPa

在气压 3.9KPa 环境下进行蒸汽冷凝。加热环境下形成浓烈的金属蒸汽，如图5所示



图 5 气压 0KPa

冷凝形成粒径较大的金属纳米颗粒，如图6所示



图 6 气压 3.9KPa

接下来根据物理理论结合实验条件，分析实验中出现的特殊现象。

1. 随着气压升高, 冷凝生成的金属纳米颗粒粒径变大。

气压的增加会导致金属蒸汽分子的平均自由路径减小, 这意味着分子之间的碰撞次数增加。这样, 金属蒸汽分子在冷却过程中更容易相互碰撞并结合, 形成更大的纳米颗粒。

2. 随着气压升高, 烧杯内的金属蒸汽变浓。

在密闭条件中, 在一定温度下, 固体会在饱和蒸汽压下处于相平衡。对于铜金属, 饱和蒸汽压的计算式:

$$\lg P = -52.23B/T + C \quad (1)$$

其中, T 为温度, B 、 C 为常数。对于铜, $B = 468$, $C = 12.344$ 。可以看到饱和蒸汽压只主要受温度的影响。

一定温度下, 金属饱和蒸汽压一定, 而随着气压升高, 可以当作烧杯里有一个活塞在对蒸汽进行压缩, 蒸汽变浓。

因此, 随着气压升高, 烧杯内的金属蒸汽变浓。

4 思考题

1. 真空系统为什么应保持清洁?

确保纳米粒径: 如果真空环境的气体中存在杂质, 杂质会降低纳米铜颗粒的成核势垒, 使得大量的铜以杂质为中心成核并且形成大小不规则的颗粒;

保证样品清洁度: 防止生成的样品含有杂质, 保证产率和清洁度。

2. 为什么对真空系统的密封性有严格要求? 如果漏气, 会对实验有什么影响?

对真空系统的密封性有严格要求主要是因为:

保障实验条件: 确保实验过程中所需的准确低压环境。

防止气体泄漏, 避免污染: 密封性不好的系统可能会导致外部空气或杂质进入系统, 影响实验结果的准确性。

如果真空系统发生漏气, 可能会对实验产生以下影响:

样品纯度: 无法保证生成样品的粒径均匀、杂质影响纯度。

安全隐患: 气体泄漏可能会导致系统压力升高, 可

能损坏设备导致爆炸, 有安全隐患

3. 为什么使用的氩气或氮气纯度要求很高?

样品纯度: 纳米微粒样品制造中, 即使微量的杂质也可能对实验结果产生影响, 影响样品纯度。安全性: 纯度较高的氩气或氮气更稳定, 减少了可能的安全风险。

4. 为什么要利用纯净氩气或氮气对系统进行置换、清洗?

去除杂质: 将系统内部的空气和杂质排出, 确保系统内部的纯净度, 避免外部杂质对样品的影响。

保护设备: 清洁系统可以减少对设备的腐蚀和损坏。

5. 从成核和生长的机理出发, 分析不同保护气气压对微粒尺寸有何影响?

在上一节中已经分析过, 随着气压升高, 冷凝生成的金属纳米颗粒粒径变大; 随着气压升高, 烧杯内的金属蒸汽变浓。

6. 为什么是研制的铜微粒呈现黑色?

从几何光学的角度来说, 体块金属材料, 表面光滑, 从而可以对入射光进行平面反射。这样一来, 我们观察到的光强就与光源的位置和人眼的位置有关, 产生所谓的“光泽”。而对于微粒而言, 入射到微粒上面的光都被微粒漫反射, 因而无论从哪个角度上观察, 人眼接收到微粒反射的光强都较弱, 因而显现黑色。

7 实验制得的铜微粒的尺寸与气体压力之间呈何关系? 为什么?

在上一节中已经分析过, 随着气压升高, 冷凝生成的金属纳米颗粒粒径变大; 随着气压升高, 烧杯内的金属蒸汽变浓。

8 实验中在不同气压下蒸发时, 加热功率与气压之间呈何关系? 为什么?

气压越大, 所需要的加热功率越大。之前分析过, 相同温度下铜的饱和蒸汽压一定 (有偏差但不会相差太大)。气压越大, 蒸发也就越困难, 可以看作对一个活塞做功。因此气压越大, 加热功率应该越大。

9 不同气压下蒸发时, 观察到微粒“黑烟”的形成过程有何不同? 为什么?

低压下, 由于金属蒸汽分子的平均自由路径

大，蒸发的铜蒸汽与气体分子的碰撞概率低，成核速率低、数量少，因此“黑烟”不仅形成的慢，而且形成的少，大多数铜分子在碰到烧杯壁后凝结成纳米颗粒。高压下，蒸发的铜蒸汽与气体分子的碰撞概率高，成核速率高、数量多，此时可以观察到黑烟形成快，并且浓黑。