การสังเคราะห์นาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีโซลเจลเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

นางสาวกรรณิการ์ จึงสุวัฒนานนท์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2548

ISBN 974-14-1846-9

SYNTHESIS OF NANO-TITANIUM DIOXIDE BY SOL-GEL METHOD FOR PHOTOCATALYSIS APPLICATION

Miss Kannikar Juengsuwattananon

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Ceramic Technology
Department of Materials Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2005

ISBN 974-14-1846-9

Thesis Title	Synthesis of nano-titanium dioxide by sol-gel method for photocatalysis application
By	Miss Kannikar Juengsuwattananon
Field of study	Ceramic Technology
Thesis Advisor	Associate Professor Supatra Jinawat, Ph.D.
Thesis Co-advisor	Sitthisuntorn Supothina, Ph.D.

Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

..... Dean of the Faculty of Science

(Professor Piamsak Menasveta, Ph.D.)

THESIS COMMITTEE

..... Chairman

(Associate Professor Saowaroj Chuayjuljit)

..... Thesis Advisor

(Associate Professor Supatra Jinawath, Ph.D.)

..... Thesis Co-advisor

(Sitthisuntorn Supothina, Ph.D.)

..... Member

(Dujreutai Pongkao Kashima, D. Eng.)

..... Member

(Pornapa Sujaridworakun, D. Eng.)

กรรณิการ์ จึงสุวัฒนานนท์ : การสังเคราะห์นาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีโซลเจลเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง. (SYNTHESIS OF NANO-TITANIUM DIOXIDE BY SOL-GEL METHOD FOR PHOTOCATALYSIS APPLICATION) อ. ที่ปรึกษา: รศ.ดร.สุพัตรา จินาวัฒน์, อ. ที่ปรึกษาร่วม : ดร.สิทธิสุนทร สุโพธิณะ, 101 หน้า. ISBN 974-14-1846-9.

งานวิจัยนี้เป็นการพัฒนานาโนไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง นาโนไทเทเนียมไดออกไซด์สังเคราะห์ขึ้นด้วยกรรมวิธีโซลเจลจากสารละลายตั้งต้นเตตระบิวทิลออร์โทไททาเนต โดยมีกรดไฮโดรคลอริกหรือกรดไนตริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในกระบวนการสังเคราะห์ได้มีการควบคุมตัวแปรต่างๆ เช่น ความเข้มข้นของเตตระบิวทิลออร์โทไททาเนต ปริมาณน้ำ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ตลอดจนเวลาในการเกิดปฏิกิริยา ให้มีความเหมาะสมเพื่อให้ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างและสมบัติที่เหมาะสมในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่ดี จากการศึกษาพบว่าการเพิ่มความเข้มข้นของเตตระบิวทิลออร์โทไททาเนตมีผลทำให้เกิดอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์เร็วขึ้นและมีปริมาณมากขึ้น ในขณะที่การมีปริมาณน้ำในสารละลายตั้งต้นมากขึ้นและการเพิ่มเวลาในการเกิดปฏิกิริยามีผลทำให้เกิดไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์มากขึ้น ผลึกที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าการใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยส่งเสริมให้เกิดเฟสที่เป็นรูไทล์ ในขณะที่การใช้กรดไนตริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลให้เกิดเฟสที่เป็นอะนาเทสมากขึ้น การเผาไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 300-700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4-10 ชั่วโมง นอกจากจะเป็นการไล่สารอินทรีย์ที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาแล้ว ยังเป็นการเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกที่สมบูรณ์ โดยอุณหภูมิและเวลาในการเผามีผลต่อโครงสร้างและสมบัติต่างๆ ของไทเทเนียมไดออกไซด์ กล่าวคือมีขนาดผลึกใหญ่ขึ้น มีพื้นที่ผิวจำเพาะลดลง และมีการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากอะนาเทสเป็นรูไทล์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ยังมีการนำไปเคลือบบนเม็ดอะลูมินาและท่อแก้วเพื่อเป็นการลดปริมาณการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ อีกทั้งสามารถลดขั้นตอนการกรองหรือแยกสารที่ผ่านการใช้งานแล้ว ผลการทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยากับสีย้อมซิบราครอนเรดที่ได้จากโรงงานย้อมผ้า พบว่ามีประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมที่ดี ซึ่งประสิทธิภาพนี้สัมพันธ์กับองค์ประกอบของเฟส ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา การเติมวาเนเดียมลงไปในไทเทเนียมไดออกไซด์ช่วยยับยั้งการเปลี่ยนเฟสแต่ไม่ได้เพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อม

ภาควิชา.....วัสดุศาสตร์.....ลายมือชื่อนิสิต.....กรรณิการ์ จึงสุวัฒนานนท์.....

สาขาวิชา.....เทคโนโลยีเซรามิก.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....Supatra.....

ปีการศึกษา.....2548.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....S. Supothina.....

4672204223 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEY WORD: SOL GEL/ TIO_2 / PHOTOCATALYST / ANATASE / RUTILE

KANNIKAR JUENGSUWATTANANON : SYNTHESIS OF NANO-TITANIUM DIOXIDE BY SOL-GEL METHOD FOR PHOTOCATALYSIS APPLICATION. THESIS ADVISOR: SUPATRA JINAWATH, Ph.D. THESIS COADVISOR : SITTHISUNTORN SUPOTHINA, Ph.D. 101 pp. ISBN 974-14-1846-9.

The purpose of this research was to develop nano-titanium dioxide (TiO_2) for photocatalytic application. The TiO_2 was synthesized by a sol-gel method from tetrabutyl orthotitanate solution in the presence of hydrochloric or nitric acid. Synthesis parameters such as concentration, water content, aging time, as well as the type and amount of hydrolysis catalyst were manipulated to optimum value in order to obtain desired phase structure and properties of the TiO_2 photocatalyst. It was found that higher concentration of Ti precursor led to faster sol formation and greater yield of the TiO_2 particles. Increasing water content and prolong aging time resulted to rapid anatase-to-rutile phase transformation and caused the crystal growth. Hydrochloric catalyst was found to promote the formation of rutile phase while nitric catalyst promoted the formation of the anatase phase. The as-synthesized TiO_2 powders were calcined at 300 - 700°C for 4-10 h to induce the crystallization as well as to burn out any residual organic matters. The TiO_2 sol was then coated on Al_2O_3 beads and glass tubes to reduce the amount of the TiO_2 catalyst and for easy recovery. The resulting photocatalyst had good efficiency for Cibracron Red dye removal. The photocatalytic efficiency was found to relate with phase composition, crystallite size, as well as specific surface area. Incorporation of vanadium into the TiO_2 retarded anatase-to-rutile phase transformation but did not improve photocatalytic efficiency.

Department of.....Materials Science.....Student's signature กรณิการ์ จึงสุวัฒนานนท์

Field of study.....Ceramic Technology.....Advisor's signature Supatra

Academic year.....2005.....Co-advisor's signature S. Supothina

ACKNOWLEDGEMENTS

First of all I would like to express my sincere thanks to my advisors, Dr.Sitthisuntorn Supothina and Dr. Supatra Jinawath, for their guidance and encouragement. They taught me how to deal with research problems, accomplish any goal and write academic papers. Especially, they believed in me when I doubted myself.

I would also like to thank Dr. Angkhana Jaroenworaluck and Dr. Thammarat Panyathanmaporn for their useful comments and discussion. They always asked the good questions and brought out several new ideas from me.

I also gratefully appreciate the financial support of the Thailand Graduate Institute of Science and Technology (TGIST) for tuition fee, monthly allowance and travel expenses for paper presentation, and the National Metal and Materials Technology Center (MTEC) for research grant (MT-B-47-CER-07-169-I). In addition, I would like to thank all of the MTEC technical staffs for their technical assistant.

Finally, I would like to express the special thanks to my family. Thank you to Papa and Mama for giving life and supporting everything. Thank you to my brothers and sisters for being patient listening to any complaints and frustrations.

CONTENTS

Page

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

Page

Page

Page

Page

Page

Page