SYNTHESIS OF HIGH SURFACE AREA TIN OXIDE VIA SOL-GEL PORCESS USING TIN GLYCOLATE PRECURSOR

Chabaiporn Junin

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with
The University of Michigan, The University of Oklahoma,
Case Western Reserve University and Insitut Francais du Pétrole
2005

ISBN 974-993-712-0

Thesis Title:	Synthesis of High Surface Area Tin Oxide via Sol-gel Process Using Tin Glycolate Precursor
By:	Chabaiporn Junin
Program:	Polymer Science
Thesis Advisors:	Associate Professor Sujitra Wongkasemjit Professor Alexander Jamieson

---

Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfilment of the requirements for the Degree of Master of Science.

Nantaya Yanumet. College Director

(Assoc. Prof. Nantaya Yanumet)

Thesis Committee:

(Assoc. Prof. Sujitra Wongkasemjit)

(Prof. Alexander M. Jamieson)

(Assoc. Prof. Anuvat Sirivat)

(Assoc. Prof. Sumaeth Chavadej)

ABSTRACT

4672004063 : Polymer Science Program
Chabaiporn Junin: Synthesis of High Surface Area Tin Oxide via Sol-gel Process Using Tin Glycolate Precursor
Thesis Advisors: Asst. Prof. Sujitra Wongkasemjit
Prof. Alexander M. Jamieson, 49 pp. ISBN 974-993-712-0
Keywords : Sol-gel Process / Tin oxide and Tin Glycolate

High surface area tin oxide was prepared via sol-gel process from the moisture stable tin glycolate precursor, synthesized directly from commercially available tin oxide and ethylyene glycol via the oxide one-pot synthesis(OOPS) process using triethylenetetramine as base catalyst. The precursor was dissolved in 8 M HNO_3 at various HNO_3 /H_2O ratios To form gels at room temperature.The effect of calcinations time, calcinations temperature, HNO_3/H_2O ratios and calcinations heating rate were investigated. The structure of obtaining tin oxide was characterized using SEM, XRD and BET. The highest specific surface area tin oxide obtained was 510 m^2/g at the HNO_3:H_2O ratio of 0.4, the calcinations temperature and rate of 300°C and 0.5°C/min, respectively. Surface area of tin oxide products was decreased as increasing in the calcinations temperature and the HNO_3/H_2O ratios while the crystallinity was undoubtedly increased.

บทคัดย่อ

ชใบพร จันทร์อินทร์: การสังเคราะห์ดีบุกออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวสูงโดยใช้ดีบุกไกลโคเลต เป็นสารตั้งต้นโดยผ่านกระบวนการโซล-เจล (Synthesis of High Surface Area Tin Oxide via Sol-gel Process Using Tin Glycolate Precursor) อ. ที่ปรึกษา: ศาตราจารย์ อเล็กซานเดอร์ เอ็ม.เจมิสัน และ รศ. ดร. สุจิตรา วงศ์เกษมจิตต์ 49 หน้า ISBN 974-993-712-0

ดีบุกออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวมากถูกเตรียมผ่านกระบวนการโซลเจลจากสารตั้งต้นดีบุกไกลโคเลตที่มีความเสถียรต่อความชื้นซึ่งสังเคราะห์ขึ้นจากดีบุกออกไซด์และเอธิลีนไกลคอลโดยใช้ปฏิกิริยาขั้นตอนเดียวที่เรียกว่า Oxide One Pot Synthesis (OOPS) และใช้เบสไตรเอธิลีนเตตระมีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากการนำดีบุกไกลโคเลตที่เป็นสารตั้งต้นไปละลายด้วยกรดไนตริกที่สัดส่วนของกรดต่อน้ำต่างๆกันพบว่าสามารถเกิดเจลที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปศึกษาผลของเวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา อัตราส่วนของกรดต่อน้ำ และอัตราการให้ความร้อนที่ใช้ในการเผา

ดีบุกออกไซด์ที่ผลิตผ่านกระบวนการโซลเจลนี้มีพื้นที่สูงถึง 510 ตารางเมตรต่อกรัมที่สภาวะ อัตราส่วนของกรดต่อน้ำ 0.4 อุณหภมิที่ใช้ในการเผา 300 องศาเซลเซียสและอัตราการให้ความร้อน 0.5 องศาเซลเซียสต่อนาที จากการศึกษาพบว่าพื้นที่ผิวของดีบุกออกไซด์ที่ผลิตได้จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาและอัตราส่วนของกรดต่อน้ำในขณะที่ความเป็นผลึกจะเพิ่มขึ้น

ACKNOWLEDGEMENTS

This work would not have been possible without the assistance of the following individuals.

First of all, the author is deeply indebted to Assoc. Prof. Sujitra Wongkasemjit, her thesis advisor, for providing valuable recommendations, intensive suggestions, creative comments, and encouragement throughout the course of her work. She also would like to give a great appreciation to her U.S.advisor, Prof. Alexander M. Jamieson.

She would like to thank Assoc. Prof. Anuvat Sirivat and Assoc. Prof. Sumaeth Chavadej for their kind advice and for being her thesis committees.

I am greateful for the partial scholarship and partial funding of the thesis work provided by Postgraduate Education and Research Programs in Petroleum and Petrochemical Technology (PPT Consortium).

Special thanks go to all of the Petroleum and Petrochemical College's staff, who helped her for using instruments.

Furthermore, she would like to take this important opprtunity to thank all of her graduate friends for their unforgettable friendship.

Finally, the sincerest appreciation is to her family whose love, encouragement, support and understanding play the greatest role in her successs.

TABLE OF CONTENTS

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**