

<b>Thesis Title</b>	Synthesis of Platinum-loaded Tungsten Oxide Nanoparticles and Their Applications	
<b>Author</b>	Miss Thanittha Samerjai	
<b>Degree</b>	Doctor of Philosophy (Nanoscience and Nanotechnology)	
<b>Thesis Advisory Committee</b>	Assoc. Prof. Dr. Sukon Phanichphant	Advisor
	Assoc. Prof. Dr. Udom Sriyotha	Co-advisor
	Dr. Chaikarn Liewhiran	Co-advisor

### ABSTRACT

Unloaded  $\text{WO}_3$  nanoparticles and 0.25–1.0 wt.%Pt-loaded  $\text{WO}_3$  nanoparticles were successfully synthesized by flame spray pyrolysis (FSP) and the hydrothermal method. The X-ray diffraction (XRD) characterizations showed that both of all samples synthesized by FSP and the hydrothermal method were highly crystalline and all peaks can match to the monoclinic structure of  $\text{WO}_3$ . The morphology and particle sizes were analyzed by surface area analysis (BET analysis), scanning electron microscopy (SEM), high resolution transmission electron microscopy (HRTEM). The results showed that particle size of nanoparticles synthesized by FSP was smaller than nanoparticles synthesized by the hydrothermal method. It was found that nanoparticles synthesized by FSP showed spherical morphology and nanoparticles synthesized by the hydrothermal method had platelet morphology. The crystallite

sizes of spherical particles were found to be ranging from 5–20 nm while platelet particles having the average size of  $80\pm 10$  nm in length and  $50\pm 5$  nm in thickness. For Pt-loaded  $\text{WO}_3$  nanoparticles, very small Pt nanoparticles were uniformly dispersed on the surface of larger  $\text{WO}_3$  particles. The size of Pt nanoparticles was small than 1 nm.

In the part of gas sensors, the sensing films were produced by mixing the nanoparticles into an organic paste composed of  $\alpha$ -terpineol and ethyl cellulose as a vehicle binder. The resulting paste was coated on  $\text{Al}_2\text{O}_3$  substrate interdigitated with gold electrodes to form films by spin coating technique. The gas sensing properties towards hydrogen ( $\text{H}_2$ ), ethanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), carbon monoxide ( $\text{CO}$ ), ethylene ( $\text{C}_2\text{H}_4$ ) and nitrogen dioxide ( $\text{NO}_2$ ) were investigated at the operating temperatures ranging from  $150^\circ\text{C}$  to  $350^\circ\text{C}$ . The results showed that the gas sensing properties of the Pt-loaded  $\text{WO}_3$  sensors were greater than the unloaded  $\text{WO}_3$ . Especially, both of 1.0 wt.% Pt-loaded  $\text{WO}_3$  synthesized by FSP and the hydrothermal method showed larger response, better selectivity and faster response/recovery time towards  $\text{H}_2$  than the other gases. In addition, 1.0 wt.% Pt-loaded  $\text{WO}_3$  synthesized by FSP exhibits the extremely high response of  $\sim 1.34 \times 10^5$  towards 1 vol.%  $\text{H}_2$  at  $150^\circ\text{C}$ , which was much higher than 1.0 wt.% Pt-loaded  $\text{WO}_3$  synthesized by the hydrothermal method ( $S = \sim 2.16 \times 10^4$  towards 1 vol.%  $\text{H}_2$  at  $250^\circ\text{C}$ ).

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนทังสเทนออกไซด์ที่เจือด้วย  
แพลทินัมและการประยุกต์

ผู้เขียน

นางสาวธนิษฐา เสมอใจ

ปริญญา

ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต

(วิทยาศาสตร์นาโนและเทคโนโลยีนาโน)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

รศ. ดร. สุคนธ์ พานิชพันธ์

อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก

รศ. ดร. อุดม ศรีโยธา

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ดร. ชัยกานต์ เลี้ยวหิรัญ

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

## บทคัดย่อ

อนุภาคนาโนทังสเทนไดรออกไซด์บริสุทธิ์และเจือด้วยแพลทินัมที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.25 ถึง 1.0 โดยน้ำหนักได้รับการสังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสและวิธีไฮโดรเทอร์มอล การวิเคราะห์หลักขณะเฉพาะ โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างทั้งหมดที่สังเคราะห์ด้วยทั้ง 2 วิธีคือวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสและวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นมีความเป็นผลึกสูง และทุกพิคเทียบได้กับโครงสร้างแบบโมโนคลินิกของทังสเทนไดรออกไซด์ ลักษณะสัณฐานวิทยา และขนาดของอนุภาคถูกวิเคราะห์ด้วยค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาค, กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านชนิดกำลังขยายสูง จากผลการทดลองพบว่าขนาดของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสมีขนาดเล็กกว่าของการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อนุภาคนาโนที่สังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสมีรูปร่างแบบกลมแต่อนุภาคนาโนที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นมีรูปร่างแบบแผ่น ขนาดความเป็นผลึกของอนุภาคที่มีรูปร่างแบบกลมจะมีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 5 ถึง 20 นาโนเมตร ในขณะที่ของอนุภาคที่มีรูปร่างแบบแผ่นนั้นมีขนาดอยู่ในช่วงความยาว  $80 \pm 10$  นาโนเมตรและความหนา  $50 \pm 5$  นาโนเมตร กรณีของอนุภาคนาโนทังสเทนไดรออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม, ขนาดอนุภาคนาโนของแพลทินัมจะกระจายตัวบนพื้นผิวของอนุภาคทังสเทนไดรออกไซด์ซึ่งมีขนาดใหญ่เมื่อเทียบ

กับแพลทินัม โดยที่ขนาดของอนุภาคนาโนแพลทินัมนั้นจะมีขนาดเล็กมากคือน้อยกว่า 1 นาโนเมตร

ในส่วนของแก๊สเซนเซอร์ ได้เตรียมแผ่นฟิล์มของเซนเซอร์โดยทำการผสมอนุภาคนาโนกับตัวยึดเหนี่ยวเอทิลเซลลูโลสและตัวทำละลายแอลฟาเทอไพน์ออลแล้วนำไปเคลือบบนพื้นผิวของอะลูมินาซับสเตรตที่ถูกต้องทำการเชื่อมต่อดัวยอิเล็กโทรดชนิดทองบริสุทธิ์โดยวิธีสปินโคตติง การศึกษาหาคุณสมบัติความไวต่อแก๊สไฮโดรเจน เอทานอล คาร์บอนมอนอกไซด์ เอทิลีนและไนโตรเจนไดออกไซด์ ในช่วงอุณหภูมิ 150 ถึง 350 องศาเซลเซียส จากผลการทดสอบพบว่าอนุภาคนาโนทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมเซนเซอร์นั้นแสดงคุณสมบัติของการเป็นเซนเซอร์ที่ดีกว่าอนุภาคนาโนทั้งสแตนไดรออกไซด์บริสุทธิ์เซนเซอร์ โดยเฉพาะอนุภาคนาโนทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทั้ง 2 คือวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสและวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นแสดงค่าการตอบสนองต่อความไวแก๊สที่ดี มีความจำเพาะเจาะจงสูงและใช้เวลาในการตอบสนองต่อแก๊สและเวลากลับสู่สภาพเดิมอย่างรวดเร็วต่อแก๊สไฮโดรเจนเมื่อเปรียบเทียบกับแก๊สอื่นๆ อนุภาคนาโนทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสมีค่าการตอบสนองต่อความไวของแก๊สสูงมากเท่ากับ  $1.34 \times 10^4$  ที่ความเข้มข้นของแก๊สไฮโดรเจนร้อยละหนึ่งหน่วยปริมาตร ณ อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ซึ่งจะสูงกว่าของอนุภาคนาโนทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (ค่าการตอบสนองต่อความไวของแก๊สเท่ากับ  $2.16 \times 10^4$  ที่ความเข้มข้นของแก๊สไฮโดรเจนร้อยละหนึ่งหน่วยปริมาตร ณ อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส)