Thesis Title	Synthesis of Metal-loaded Titanium Dioxide Nanoparticles by Flame Spray Pyrolysis Method and Application as Gas Sensors
Author	Mr. Weerasak Chomkitichai
Degree	Doctor of Philosophy (Chemistry)
Thesis Advisory Committee	Assoc. Prof. Dr. Sukon Phanichphant — Advisor Asst. Prof. Dr. Chaikarn Liewhiran — Co-advisor Dr. Saengrawee Sriwichai — Co-advisor

ABSTRACT

Unloaded TiO_2, 0.25, 0.50, 0.75, 1.0, 2.0 and 3.0 mol% metal (Au, Pt and Ag)-loaded TiO_2 nanoparticles were successfully synthesized by flame spray pyrolysis (FSP) technique. The morphologies and particle sizes were analyzed by using scanning electron microscopy (SEM) and showed surface morphology of unloaded TiO_2 and metal-loaded TiO_2 nanoparticles. The energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) was used to confirm the presence of titanium, oxygen, and metal elements in nanoparticles. The X-ray diffraction (XRD) showed the anatase and rutile phases of TiO_2. The high resolution transmission electron microscopy (HRTEM) showed that metal nanoparticles deposited on TiO_2 support. It was found that the nanoparticles

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

synthesized by FSP showed spherical and platelet morphologies. For metal-loaded TiO_2 nanoparticles, very small metal nanoparticles were uniformly dispersed on the surface of larger TiO_2 particles.

In the preparation of sensing films, they were produced by mixing the nanoparticles into an organic paste composted of ethyl cellulose (binder) and α-terpineol (solvent). The sensing films were prepared by spin coating above Al_2O_3 substrates equipped with Au interdigitated electrodes. The film morphology was analyzed by SEM technique. The aim of this work was to apply FSP for the production of unloaded TiO_2 and metal-loaded TiO_2 nanoparticles for use as gas sensors.

The gas sensing properties towards hydrogen (H_2), acetone ($(CH_3)_2CO$), carbon monoxide (CO), ethanol (C_2H_5OH), and sulfur dioxide (SO_2) were investigated at the operating temperatures ranging from 300°C to 400°C in dry air. The H_2, $(CH_3)_2CO$ and C_2H_5OH gases showed the low sensor response for unloaded TiO_2. The results showed that the response of metal-loaded TiO_2 nanoparticles were greater than that of unloaded TiO_2 nanoparticles for H_2, $(CH_3)_2CO$, CO and C_2H_5OH gases. The Pt-loaded TiO_2 sensor enhanced response for $(CH_3)_2CO$, CO and H_2 gases. The Au-loaded TiO_2 sensor enhanced response for $(CH_3)_2CO$, CO, C_2H_5OH and H_2 gases. The Ag-loaded TiO_2 sensor enhanced response for $(CH_3)_2CO$ and H_2 gases. The best responses in this work were 0.50, 2.0 mol% Pt, 0.50 and 0.75mol% Au-loaded TiO_2 for $(CH_3)_2CO$, H_2, CO and C_2H_5OH gas, respectively.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วยโลหะโดยเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสและการประยุกต์เป็นแก๊สเซนเซอร์	
ผู้เขียน	นายวีรศักดิ์ จอมกิติชัย	
ปริญญา	ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รศ. ดร. สุคนธ์ พานิชพันธ์	อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
	ผศ. ดร. ชัยกานต์ เลียวหิรัญ	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
	ดร. แสงรวี ศรีวิชัย	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

บทคัดย่อ

อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วยโลหะ (ทองคำ, แพลทินัม และ เงิน) ที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.25, 0.50, 0.75, 1.0, 2.0 และ 3.0 โดยโมล ได้สังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส ตามลำดับ ทำการวิเคราะห์คุณลักษณะเฉพาะและขนาดอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ซึ่งแสดงให้เห็นพื้นผิวของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วยโลหะ การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์สามารถยืนยันธาตุ ไทเทเนียม ออกซิเจน และ โลหะ (ทองคำ, แพลทินัม และ เงิน) ในอนุภาคผงนาโน การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงให้เห็นโครงสร้าง อะนาเทสและรูไทล์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านชนิดกำลังขยายสูงแสดงให้เห็นโลหะกระจายตัวอยู่บนอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ อนุภาคนาโนที่สังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสมีรูปร่างแบบกลม สำหรับขนาดโลหะที่เติมในไทเทเนียมไดออกไซด์มีขนาดเล็กเมื่อเทียบกับขนาดไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ในส่วนฟิล์มของเซนเซอร์ ได้เตรียมแผ่นฟิล์มโดยทำการผสมอนุภาคนาโนกับสารอินทรีย์ยึดเหนี่ยวได้แก่เอทิลเซลลูโลสและตัวทำละลายของสารเหนียวนำได้แก่แอลฟาเทอไพนีออล ทำการเตรียมแผ่นฟิล์มของเซนเซอร์ด้วยวิธีสปินโคตติงบนพื้นผิวของอะลูมินาซับสเตรตที่ถูกพิมพ์ลวดลายด้วยอิเล็กโทรดชนิดทองคำบริสุทธิ์ ทำการวิเคราะห์คุณสมบัติของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในงานวิจัยนี้จึงสนใจในการใช้เฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสเพื่อทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วยโลหะสำหรับใช้ในตัวตรวจวัดแก๊ส

การศึกษาคุณสมบัติการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจน อะซิโตน คาร์บอนมอนอกไซด์ เอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ที่ความเข้มข้นของแก๊สต่างๆ กัน อุณหภูมิดำเนินการในช่วง 300–400 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะอากาศแห้ง แก๊สไฮโดรเจน อะซิโตนและเอทานอลได้แสดงการตอบสนองที่ต่ำสำหรับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เติมด้วยโลหะ จากผลการทดสอบพบว่าเซ็นเซอร์ที่เตรียมด้วยอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วยโลหะนั้น แสดงคุณสมบัติของการเป็นเซนเซอร์ที่ดีกว่าอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เติมโลหะต่อแก๊สไฮโดรเจน อะซิโตน คาร์บอนมอนอกไซด์และเอทานอล ซึ่งเซ็นเซอร์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์เติมด้วยแพลทินัมปรับปรุงประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตน คาร์บอนมอนอกไซด์และไฮโดรเจน เซ็นเซอร์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์เติมด้วยทองคำปรับปรุงประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแก๊ส คาร์บอนมอนอกไซด์ อะซิโตน เอทานอลและไฮโดรเจน เซนเซอร์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์เติมด้วยเงินปรับปรุงประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตนและไฮโดรเจน ค่าการตอบสนองความไวต่อแก๊สที่สูงที่สุดในงานวิจัยนี้คือร้อยละ 0.50, 2.0 โมล ของแพลทินัม 0.50 และ 0.75 โมล ของทองคำที่เติมในไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อแก๊สอะซิโตน ไฮโดรเจน คาร์บอนมอนอกไซด์ และเอทานอล ตามลำดับ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved