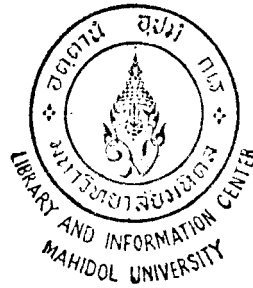


24 JUL 2000



**SOL-EMULSION-GEL PREPARATION AND PHYSICAL
CHARACTERIZATION FOR ZrO_2 AND V/ZrO_2**

TANAKORN RATANA

๒

อภินันท์นาการ

จาก

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยมหิดล

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY**

2000

ISBN 974-664-318-5

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

๗๗
๗๑๖๑๓
๒๐๐๐
๕-๒
๔๕๐๒๐ ๕.๒

4036374 SCAI/M : MAJOR : APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC
CHEMISTRY; M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND
INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : SOL-EMULSION-GEL/ ZIRCONIA/ VANADIUM/ THAI
ZIRCON SAND

TANAKORN RATANA: SOL-EMULSION-GEL PREPARATION AND
PHYSICAL CHARACTERIZATION FOR ZrO_2 AND V/ZrO_2 . THESIS ADVISORS:
WARET VEERASAI Dr.rer.nat., LADDAWAN PDUNGSAP Ph.D., 117 p. ISBN
974-664-318-5

The ultrafine zirconia powders were prepared from Thai zircon sand by using a sol-emulsion-gel (SEG) method. This SEG method is a combination of the sol-gel and emulsion processes. Zirconyl nitrate prepared from Thai zircon sand was a precursor in this process. The powder characterization was investigated by using X-ray diffraction (XRD), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Fourier Transform Infrared spectrophotometer (FT-IR) and Electron Microscopic techniques (TEM and SEM). The as-prepared zirconia powders are amorphous, then crystallize into the metastable tetragonal structure at higher temperature. The monoclinic state appears completely at 1350 °C. The crystal size obtained by means of XRD increased corresponding with the higher calcine temperatures. The morphology of the aggregate particles were composed of nanometre-size crystals in loose form. The influence of an ultrasonic agitator demonstrates less formation of agglomerate, but it induces the thermal instability of zirconia powder.

Zirconia-supported vanadium oxide was successfully obtained also by the SEG method. The various vanadium contents and calcine temperatures were investigated. Phase transition of zirconia support shifts to lower temperature due to the effect of the interaction between vanadium and zirconia. The surface morphology of V/ZrO_2 exhibits a needle form of V_2O_5 crystals at high calcine temperature. This result was confirmed by infrared spectra when vanadium content exceeds monolayer on zirconia surface.

4036374 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์;
วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

ชนากร รัตนะ : การเตรียมและศึกษาคุณสมบัติทางฟิสิกส์ของเซอร์โคเนียและวานาเดียม
เปลี่ยนในเซอร์โคเนีย (SOL-EMULSION-GEL PREPARATION AND PHYSICAL
CHARACTERIZATION FOR ZrO_2 AND V/ZrO_2). คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : วรศ วีระ
ชัย Dr.rer.nat., ถัดดาวัลย์ ผดุงทรัพย์ Ph.D., 117 หน้า. ISBN 974-664-318-5

ในงานวิจัยชิ้นนี้ได้ทำการเตรียมผงเซอร์โคเนีย ด้วยวิธี ซอลอิมัลชันเจล โดยมีเซอร์โคเนีย
ในเตรค ที่เตรียมมาจากแร่เซอร์คอนที่พบในประเทศไทยเป็นสารตั้งต้น สมบัติทางฟิสิกส์ของสารที่
เตรียมได้ถูกนำมาศึกษาสมบัติต่างๆ คือ สมบัติการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD), สมบัติทางความร้อน
(DSC), สมบัติการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FTIR) และ รูปร่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน
(Electron Microscopic techniques) ผลการศึกษาแสดงให้เห็นว่า อนุภาคของเซอร์โคเนียที่เตรียมได้
เป็นรูปอสัณฐานที่อุณหภูมิต่ำ แต่เมื่อนำมาเผาที่อุณหภูมิสูง พบว่าจะเปลี่ยนเป็น รูปทรงเตตระ-
โกนอล และ โมโนครีนิทตามลำดับ ขนาดของผลึกสามารถวัดได้จากวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบ
ว่าผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาสูงขึ้น การใช้อัลตราซาวด์ ซึ่งเป็นวิธีที่จะช่วยลด
การรวมตัวกันของอนุภาค แต่อย่างไรก็ตามมีผลทำให้ลดความเสถียรของเซอร์โคเนียลงด้วย

ได้ประสบความสำเร็จในการเจือวานาเดียมบนเซอร์โคเนีย โดยการเตรียมขึ้นด้วยวิธีซอล
อิมัลชันเจลเช่นกัน ศึกษาผลของการเผาที่อุณหภูมิต่างๆและปริมาณวานาเดียมที่เจือลงไป พบว่ามี
การเปลี่ยนเฟสเร็วขึ้นเมื่อปริมาณวานาเดียมเพิ่มมากขึ้น น่าจะเป็นผลมาจากอันตรกิริยาระหว่างวานา-
เดียมกับเซอร์โคเนีย นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาให้สูงขึ้นจะส่งผลให้วานาเดียม
ละลายในเซอร์โคเนียได้น้อยลงอีกด้วย