

**EFFECT OF SURFACTANT STRUCTURES ON THE SEMICONDUCTING
MATERIAL PREPARED BY MICROEMULSION METHOD**

Thanayuth Kaweetirawatt

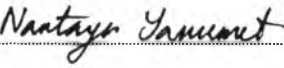
A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with
The University of Michigan, The University of Oklahoma,
Case Western Reserve University, and Institut Français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

2005

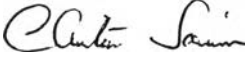
ISBN 974-9937-04-x

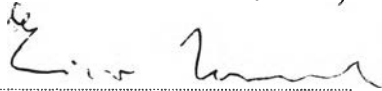
Thesis Title: Effect of Surfactant Structures on the Semiconducting
Material Prepared by Microemulsion Method
By: Thanayuth Kaweerirawatt
Program: Petrochemical Technology
Thesis Advisors: Assoc. Prof. Chintana Saiwan
Prof. Enrico Traversa

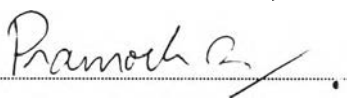
Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn
University, in partial fulfilment of the requirements for the Degree of Master of
Science.



..... College Director
(Assoc. Prof. Nantaya Yanumet)

Thesis Committee:


.....
(Assoc. Prof. Chintana Saiwan)


.....
(Prof. Enrico Traversa)


.....
(Assoc. Prof. Pramoch Rangsunvigit)


.....
(Dr. Hathaikarn Manuspiya)

ABSTRACT

4671021063: Petrochemical Technology Program
Thanayuth Kaweetirawatt: Effect of Surfactant Structure on the
Semiconducting Material Prepared by Microemulsion Method
Thesis Advisors: Assoc. Prof. Chintana Saiwan and
Prof. Enrico Traversa, 53. ISBN 974-9937-04-x
Keywords: Nonionic surfactant/ Microemulsion/ Tin Oxide/ Nanoparticles/
Gas sensor

Tin oxide (SnO_2) is one of the most widely used semiconductor oxides for gas sensors. For sensing applications, high sensitivity can be improved by increasing surface area contacting between the sensing material and the gases. In this study high surface area of SnO_2 was prepared by a non-ionic microemulsion method. The surface area of synthesized tin oxide was $45 \text{ m}^2/\text{g}$ while the commercial SnO_2 was $9 \text{ m}^2/\text{g}$. The effects of the structure of nonionic surfactants (polyethylene glycol dipolyhydroxystearate (AP-135) and polyoxyethylene tert-octylphenyl ether (TX-100)) temperature concentration of co-surfactant and concentration of metal salt precursor on size of reverse micelles and morphology of SnO_2 were studied. The results showed that TX-100, which has smaller polar head group, provides the smaller size of reverse micelle. An increasing of water content increase the micellar size of these two microemulsions while the concentration of metal salt precursor has slight effect on the size. An increase of temperature decreases the size of reverse micelle of the TX-100 system but increases for the system of AP-135. The co-surfactant (n-hexanol) reduced the size of reverse micelle. However, the addition of co-surfactant more than 20 % wt resulted in the size to increase. The XRD patterns and the SEM and TEM micrographs showed that the phase of particles is the cassiterite that unchanged with the calcination temperature. However, the particles were agglomeration at high temperature. This nanooxide was very small and uniform in size can be use as the sensing material and increase the sensitivity of the CO gas sensor.

บทคัดย่อ

ธนาอุทธร กวีธีระวัฒน์: การศึกษาผลกระทบของโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวต่อการเตรียมวัสดุกึ่งตัวนำไฟฟ้าโดยวิธีไมโครอิมัลชัน (Effect of Surfactant Structures on Semiconducting Material Prepared by Microemulsion Method) อ. ที่ปรึกษา: รศ. ดร. จินตนา สาขวรรณ และ ศ. ดร. เอนริโก ทราเวอร์ซา 53 หน้า ISBN 974-9937-04-x

ทินออกไซด์ เป็นสารกึ่งตัวนำไฟฟ้าที่นิยมนำมาประยุกต์ใช้เป็น ก๊าซเซนเซอร์ โดยความไวของการตรวจจับก๊าซแปรผันตรงกับพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างสารกึ่งตัวนำไฟฟ้าและก๊าซ ในงานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์ ทินออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวดูดซับวิธี ไมโครอิมัลชันของสารลดแรงตึงผิวที่ไม่มีประจุ ทิน ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิว 45 ตารางเมตรต่อกรัม เทียบกับสารเชิงพาณิชย์ที่มีพื้นที่ผิวประมาณ 9 ตารางเมตรต่อกรัม การศึกษาผลกระทบจากโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวชนิดที่ไม่มีประจุ (โพลีเอทิลีน ไกลคอล ไดโพลีไฮดรอกซีสเตอเรต หรือ เอพี-135 และ โพลีออกซีเอทิลีน เทอร์คอกทิวฟีนิล อีเทอร์ หรือ ทีเอ็กซ์-100) อุณหภูมิเข้มข้นของสารช่วยลดแรงตึงผิว และความเข้มข้นของเกลือของโลหะที่จะสังเคราะห์ ที่มีต่อขนาดของรีเวอร์สไมเซลและโครงสร้างผลึกของ ทินออกไซด์ พบว่า สารลดแรงตึงผิว ทีเอ็กซ์-100 มีกลุ่มโพลาร์ขนาดเล็กให้รีเวอร์สไมเซลที่มีขนาดเล็ก การเพิ่มปริมาณน้ำในระบบของไมโครอิมัลชันเพิ่มขนาดของรีเวอร์สไมเซลขณะที่การเพิ่มความเข้มข้นสารละลายเกลือของโลหะมีผลเพียงเล็กน้อยต่อขนาดของรีเวอร์สไมเซล การเพิ่มอุณหภูมิมีผลทำให้ขนาดของรีเวอร์สไมเซลของทีเอ็กซ์-100 ลดลง แต่เพิ่มขนาดของรีเวอร์สไมเซลในระบบของเอพี-135 การเติมสารช่วยลดแรงตึงผิวลงไปไมโครอิมัลชันเพียงเล็กน้อยสามารถขนาดของรีเวอร์สไมเซลได้ ในขณะที่ถ้าเติมมากเกินไป 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจะทำให้รีเวอร์สไมเซลขยายตัว ผลจากเอกซอาร์ดี เอสไอเอ็ม และทีไอเอ็ม แสดงว่า ทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เป็นคาร์ซีเทอไรท์ และไม่เปลี่ยนเฟสเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นแต่มีการรวมกันของอนุภาค ทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเดียวกันสามารถใช้ในก๊าซเซนเซอร์ตรวจจับก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ได้

ACKNOWLEDGEMENTS

The author is grateful 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).

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. Chintana Saiwan and Prof. Enrico Traversa, for providing useful recommendations, creative comments, and correction of this thesis.

The author would like to thank Mr.Theera Anukunprasert for his helping and kind advice.

Special thanks go to all of the Petroleum and Petrochemical College's staff who helped with typing various reports. This thesis work could not be completed if I did not have assistance from The Petroleum and Petrochemical College (PPC) for supporting the financial for this work.

Finally, the author would like to take this opportunity to thank PPC students for their friendly assistance, cheerfulness, creative suggestions, and encouragement. The author had the most enjoyable time working with all of them. Also, the author is greatly indebted to his parents and his family for their support, love and understanding.

TABLE OF CONTENTS

	PAGE
Title Page	i
Abstract (in English)	iii
Abstract (in Thai)	iv
Acknowledgements	v
Table of Contents	vi
List of Tables	viii
List of Figures	ix
 CHAPTER	
I INTRODUCTION	1
 II BACKGROUND AND LITERATURE SURVEY	 3
2.1 Background SnO ₂ Gas Sensors	3
2.2 Microemulsion Method	8
2.3 Literature Survey	11
 III METHODOLOGY	 24
3.1 Materials	24
3.2 Experimental Methods	24
3.3 Characterization	26
 IV RESULTS AND DISCUSSION	 30
4.1 Microemulsion	30
4.2 Precipitation and Calcination	33
4.3 Sensing Application	39
 V CONCLUSION	 42

CHAPTER	PAGE
REFERENCES	43
APPENDIX	46
CURRICULUM VITAE	53

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
3.1	The structures of surfactants	25

LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE	
2.1	Space-charge depth	4
2.2	Surface Schottky-barrier profile with pinned Fermi level	5
2.3	Schematic representation of a fused dimer after a two droplets collision showing the channel opened in between	9
4.1	Effect of temperature on micellar size of AP-135 and TX-100	31
4.2	Effect of co-surfactant on the micellar size of TX-100 and AP-135	32
4.3	Effect of metal salt concentration on the size of reverse micelle	33
4.4	XRD patterns of tin oxide	34
4.5	TEM of the synthesized tin oxide calcined at 550 °C	35
4.6	TEM of the synthesized tin oxide calcined at 900 °C	35
4.7	SEM of the commercial tin oxide	36
4.8	SEM of the synthesized tin oxide prepared by 0.1 M. of SnCl ₄	36
4.9	SEM of the synthesized tin oxide prepared by 0.7 M. of SnCl ₄	37
4.10	TEM of the commercial tin oxide	37
4.11	TEM of the synthesized tin oxide prepared by 0.1 M. of SnCl ₄	38
4.12	TEM of the synthesized tin oxide prepared by 0.7 M of SnCl ₄ calcined at 550 °C	38
4.13	Sensing signals of the synthesized SnO ₂ prepared by microemulsion	39
4.14	The sensitivity of the synthesized SnO ₂ at 400 °C	40
4.15	The sensing signal of the synthesized SnO ₂ at different sensing temperature	41

FIGURE	PAGE
4.16 The sensitivity of the synthesized SnO ₂ at different temperature	41