

行政院國家科學委員會專題研究計畫 成果報告

奈米無機粉體新型溶液法製備與特性分析

計畫類別：個別型計畫

計畫編號：NSC91-2622-E-002-005-CC3

執行期間：91年06月01日至92年07月15日

執行單位：國立臺灣大學化學工程學系暨研究所

計畫主持人：呂宗昕

計畫參與人員：吳偉宏

報告類型：完整報告

處理方式：本計畫為提升產業技術及人才培育研究計畫，不提供公開查詢

中 華 民 國 92 年 10 月 1 日

國科會補助提升產業技術及人才培育研究計畫成果精簡報告

學門領域：化工

計畫名稱：超微細無機陶瓷粉體製備與特性分析

計畫編號：NSC 91-2622-E002-005-CC3

執行期間：91 年 6 月 1 日至 92 年 7 月 15 日

執行單位：台大化工系

主 持 人：呂宗昕

參與學生：吳偉宏，黃任賢

姓 名	年 級 (大學部、碩士班、博士班)	已發表論文或已申請之專利 (含大學部專題研究論文、碩博士論文)	工作內容
吳偉宏	碩士班	奈米 TiO ₂ 光觸媒粉體與超親水性薄膜之低溫製備與特性分析	光觸媒製備與分析
黃任賢	碩士班		光觸媒製備與分析

合作企業簡介

合作企業名稱：皇友科技股份有限公司

計畫聯絡人：張立群總經理

資本額：4000 萬元

產品簡介：空氣清淨機、機能水製造設備、蔬果農藥清淨設備、植物染色保存技術

電話：2531-8279

研究摘要(500 字以內)：

本研究利用新型溶液反應法在低溫下合成出具備單一晶相銳鈦礦相的奈米級二氧化鈦光觸媒粉體。上述粉體經過能帶計算、BET 比表面積量測及光觸媒活性分析結果顯示，具奈米短柱狀結構的粉體具有最大能帶、比表面積及光催化活性。本研究進一步探討奈米結構

的二氧化鈦粉體，其內容包括反應溫度及反應時間對二氧化鈦光觸媒粉體的性質影響。結果顯示本研究製得光觸媒粉體比表面積高達 $260\text{m}^2/\text{g}$ ，其反應活性較日本石原商售粉體為高。

人才培育成果說明：本研究訓練光觸媒相關研發人才，使其由粉體製備、粉體分析、至光觸媒特性探討均獲得紮實基礎，可為我國栽培奈米材料相關人才。

技術研發成果說明：

日本 Fujishima 等人發現 TiO_2 在照射 UV 光後可分解水之後[1]，有關 TiO_2 之光觸媒特性便受到廣泛的研究[2-4]。 TiO_2 主要有兩種晶相，分別為銳鈦礦相（anatase）與金紅石相(rutile)，其中以 anatase 的光觸媒效果較佳，故光觸媒的研究方面以 anatase 為主[5, 6]。 TiO_2 光觸媒具有光學活性佳、物理化學性質穩定、價格便宜以及容易製備等優點[7, 8]。近年來因為奈米科技的發達，過去的研究顯示奈米級 TiO_2 光觸媒具有相當優良的光催化活性，故如何選擇適當的方法與條件來合成奈米級的光觸媒，並改善其結晶性、顯微形態、光學性質與比表面積等性質，進而提升 TiO_2 的光觸媒活性將是未來研究更重要的課題。

本研究使用特殊微乳膠水熱法合成奈米級的 anatase 相二氧化鈦。反應後生成白色的粉體懸浮物，經過反覆地清洗後過濾收集粉體產物，並置於 60°C 的乾燥箱中乾燥 6 小時，最後可得到白色的粉體產物。特性分析使用 X 光繞射（XRD）來分析粉體的晶相，而所得到的 X 光繞射圖譜經 Debye-Scherrer's equation 計算可以得到粉體的平均晶粒大小。粉體的紫外光-可見光光譜由 UV-vis 光譜儀分析而得，其結果經過吸收度的計算可以得到粉體能隙大小。粉體的形態與一次粒子大小則由穿透式電子顯微鏡（TEM）觀察而得。粉體的比表面積則由 Brunauer-Emmett-Teller (BET) 氮氣吸收法測得。二氧化鈦之光觸媒活性則經由亞甲基藍溶液降解反應而得，並使用穿透式的 UV-Vis 光譜儀量測亞甲基藍的 664nm 特性吸收峰強度，根據比爾定

律可推得亞甲基藍溶液的濃度變化情形，進而比較得知光觸媒活性之優劣。

本研究中使用不同酸鹼度溶液經過反應所得之粉體所做的 XRD 結果如圖一所示。所有經過反應後的粉體產物皆為單相的 anatase 二氧化鈦。所有的繞射峰皆符合 JCPDS 之結果。在 TEM 底下觀察粉體的顯微結構，pH 值等於 4~6 時，粉體形態呈現圓球狀且大小均一。圖二為 pH=7 時 TiO_2 之 TEM 結果。由圖中結果可發現，當 pH 值增加至 7 時，粉體有些微的凝團現象，而且其形態轉變成為短柱狀的結構。

為了探討不同 pH 值對粉體比表面積的變化情形，將所得到的粉體進行 BET 比表面積量測，所得結果如圖四所示。結果顯示在酸性溶液中所得到圓球狀粉體比表面積變化並不大，大約都在 $185 \text{ m}^2/\text{g}$ 左右。中性溶液所製備得的短柱狀二氧化鈦粉體具有最大的比表面積，約為 $260 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

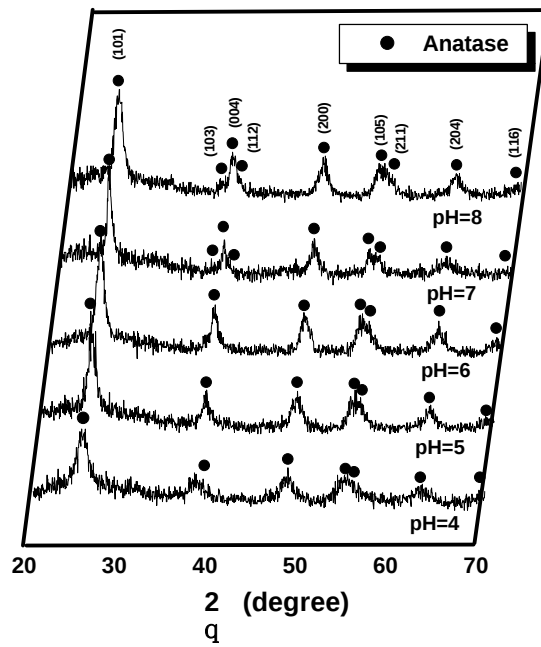
並探討不同大小與形態的 TiO_2 粉體對其光觸媒活性的影響，使用亞甲基藍作為光催化反應的反應物，圖四為亞甲基藍特性峰吸收強度對時間之變化圖。由圖中結果可知，pH=7 的短柱狀二氧化鈦粉體具有最佳的光觸媒活性。雖圓形粉體光觸媒活性較低，但是短柱狀粉體光觸媒活性優於 ST-01。圖五為改變反應時間所得之 TiO_2 粉體 TEM 照片。其光觸媒活性測試結果如圖六所示，其結果顯示持溫時間越短， TiO_2 粉體分解亞甲基藍溶液的速率就越高， TiO_2 光催化活性就越高，推測應與 TiO_2 粉體的粒徑及比表面積有關。

本研究順利以新型溶液反應法成功製備出單相銳鈦礦相 TiO_2 光觸媒粉體。當溶液為酸性時，經反應後可得到圓球狀的粉體，而當 pH 值增加時，則可得到特殊的短柱狀 TiO_2 粉體，其粉體比表面積與光觸媒活性相較於圓球狀粉體皆有明顯的提昇。且短柱狀 TiO_2 的光觸媒活性已優於日本石原商售粉體 ST-01。另外反應時間改變亦影響粉體比表面積，進而使 TiO_2 光觸媒活性提昇。

可利用之產業及可開發之產品：光觸媒製備及相關產品

推廣及運用的價值：本研究利用新型溶液反應法在低溫下合成出具備
單一品相銳鈦礦相的奈米級二氧化鈦光觸媒粉
體，可大幅減少反應時間，並提高反應活性，其
反應活性較日本石原商售粉體為高，可提高產品
競爭力。本研究已獲發明專利。

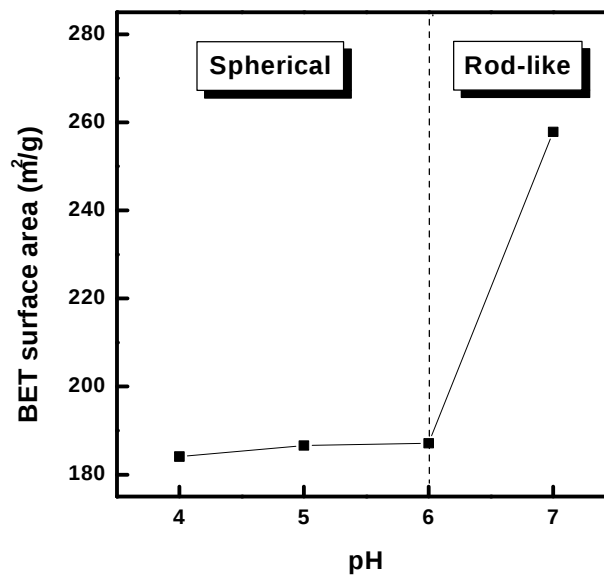
- [1] A. Fujishima and K. Honda, *Nature* 238, 37(1972).
- [2] S. Klosek and D. Raftery, *J. Phys. Chem. B* 105, 2815 (2001).
- [3] R. Asahi, T. Morikawa, K. Aoki, and Y. Taga, *Science* 293, 269 (2001).
- [4] X.Z. Li, F.B. Li, C.L. Yang, and W.K. Ge, *J. Photochem. Photobio. A* 141, 209 (2001).
- [5] Q.H. Zhang, L. Gao, and J.K. Guo, *Appl. Catal. B-Environ.* 26, 207 (2000).
- [6] Z. Ding, G.Q. Lu, and P. F. Greenfield, *J. Phys. Chem. B* 104, 4815 (2000).
- [7] M.O. Abou-Helal and W.T. Seeber, *Appl. Surf. Sci* 195, 53 (2002)



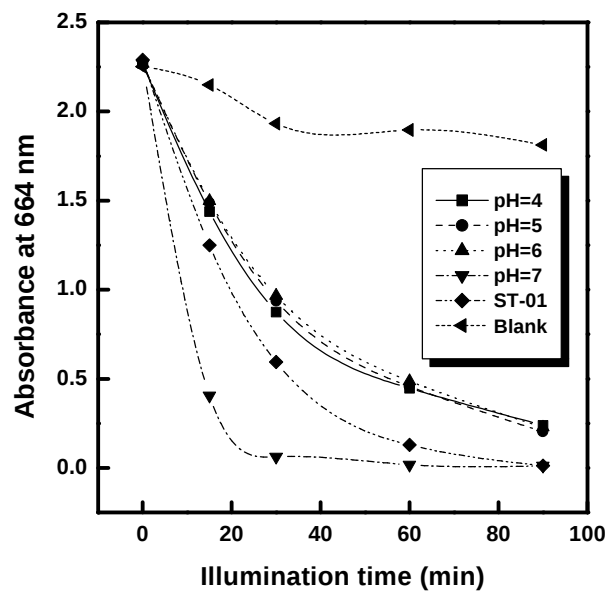
圖一 不同 pH 值的微乳膠溶液於 150°C 水熱反應 1h 後所得之 XRD 結果



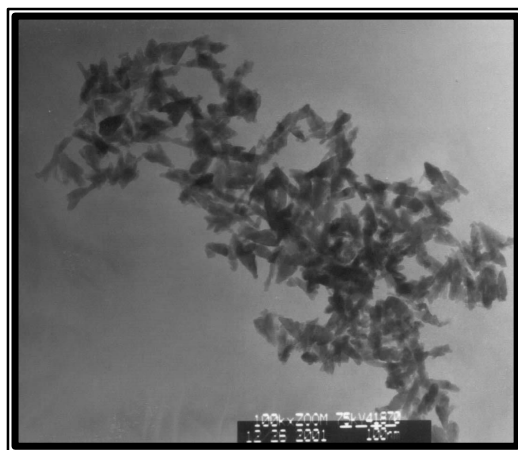
圖二 TiO₂ 粉體之 TEM 圖



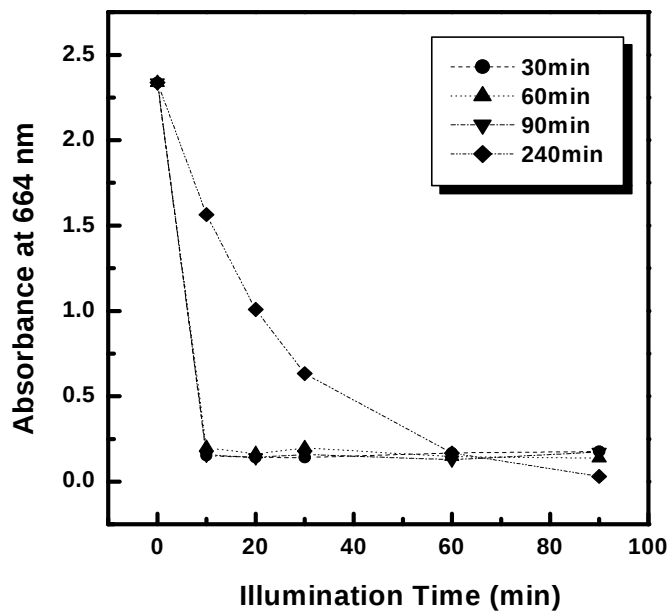
圖三 不同 pH 值的粉體 BET 比表面積變化



圖四 不同 pH 值所得的 TiO_2 粉體光觸媒活性測試



圖五 反應所得之 TiO_2 粉體 TEM 圖



圖六 不同反應時間之 TiO_2 光觸媒活性測試