

การเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงอินเดียมทินออกไซด์
โดยวิธีการตกตะกอนร่วม



T107777



น.ส. ณัฐวัลย์ แสงบุญ
น.ส. สุมิตรา เกษฎาคม

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....107777
วัน,เดือน,ปี...1.0.11.ค. 2553

b. 12210262
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์ ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2548

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Preparation and Characterization of Indium Tin Oxide powders
by co-precipitation method



A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Degree of
Bachelor of Science
Department of Chemistry
Faculty of Science
King Mongkut 's Institute of Technology Ladkrabang
Academic Year 2005

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ เรื่อง การเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงอินเดียมทินออกไซด์โดย
 วิธีการตกตะกอนร่วม
นักศึกษา น.ส. ณัฐวิทย์ แสงบุญ
 น.ส. สุมิตรา เจษฎากม
ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์
อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
 โครงสร้างพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

	คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ	รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย	
กรรมการ	ดร.นราธิป วิทยากร	
กรรมการ	ดร.สามารถ คงทวีเลิศ	


(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)

หัวหน้าภาควิชา

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ เรื่อง	การเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม
นักศึกษา	น.ส. ณัฐวัลย์ แสงบุญ น.ส. สุมิตรา เจษฎาคม
ภาควิชา	เคมี คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

บทคัดย่อ

การสังเคราะห์ผงของอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรนั้น สามารถเตรียมได้จากการไฮโดรลิซิสเกลือโลหะอินเดียมและทิน ในงานโครงการพิเศษนี้จะทำการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วมและวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนซึ่งจะใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่เจือจาง ทำปฏิกิริยากับสารละลายผสมของทินคลอไรด์ ไคไฮเดรตกับอินเดียมคลอไรด์ที่อุณหภูมิห้องซึ่งมีสัดส่วนโดยโมลของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9 : 1 8 : 2 7 : 3 และ 5 : 5 ตามลำดับ แล้วนำผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส แล้วจึงนำไปตรวจสอบคุณลักษณะที่ต้องการ โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X - ray diffraction , XRD) การวิเคราะห์ทางความร้อน(Thermal Analysis) ด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) นอกจากนี้ยังมีการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope , SEM) เพื่อศึกษาลักษณะของผงอินเดียมทินออกไซด์ จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงว่าอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีไทเทรตแบบตกตะกอนร่วมจะมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 22-133 นาโนเมตรและ 20-73 นาโนเมตร เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ส่วน ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนจะมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 18-57 นาโนเมตรและ 15-55 นาโนเมตร เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ดังนั้นจึงสามารถยืนยันได้ว่าผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้มีความเป็นผลึกและมีขนาดของอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร เทคนิคนี้มีข้อได้เปรียบมากกว่าเทคนิคอื่น ๆ คือสามารถทำการสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิและความดันต่ำ นอกจากนี้ยังเป็นเทคนิคที่ประหยัดค่าใช้จ่ายด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Preparation and Characterization of Indium Tin Oxide powders by Co-precipitation method
Name	Miss Nuttawan Sawangboon Miss Sumittra Jedsadakom
Department	Chemistry
Program	Industrial Chemistry - Analytical Instrument
Academic Year	2005
Special Project Advisor	Dr.Samart Kongtaweelert

ABSTRACT

Indium Tin Oxide (ITO) nano-particles were prepared by hydrolysis of Indium chloride (InCl_3) and Tin chloride dehydrate ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). In this special project, Indium Tin Oxide powders were synthesized by the treatment of aqueous NH_4OH with the Indium Tin Oxide sol solution (mixture of $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and InCl_3) at room temperature. The composition of the powders were 9:1 8:2 7:3 and 5:5 (In / Sn atomic ratio). The dried powders at various ratio were calcined at 700°C and 800°C . Then characterization via X-ray diffractometer (XRD), Thermal analysis by Thermogravimetric Analyzer (TGA) and Scanning electron microscopy (SEM) were investigated. X-ray diffraction (XRD) indicated the stabilization of cubic ITO. Particle size analysis showed a distribution of 22-133 nm. and 20-73 nm. range by co-precipitate titration and calcined at 700°C and 800°C respectively. When co-precipitation was used by cellophane bag and calcined at 700°C and 800°C , distribution of 18-57 nm. and 15-55 nm. range respectively, it was confirmed that the synthesized Indium Tin Oxide powder indicated crystallinity and nano particle range. This technique is more useful when compares to other techniques. It can be synthesized at low temperature and pressure. In addition, this technique is also low cost.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยความกรุณาของ ดร.สามารถ คงทวีเลิศ ที่กรุณา
สละเวลาอันมีค่าถ่ายทอดวิชาความรู้และให้โอกาสในการทำโครงการ สนับสนุนทุนที่ใช้ในการทำ
โครงการพิเศษ ให้คำปรึกษา ความคิดเห็นและข้อเสนอแนะ ตลอดเป็นตัวอย่างที่ดีในการดำเนินชีวิต
ทำให้ผลงานสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณ ดร.นราธิป วิทยากร ที่กรุณาให้ความอนุเคราะห์ในการจัดหาตำราวิชาการ
โปรแกรมต่าง ๆ ตลอดจนให้คำแนะนำการใช้ รวมถึงการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ผง
อินเดียมทินออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)
ในการศึกษาลักษณะของผงอินเดียมทินออกไซด์

ขอขอบคุณ นายบรรจง บุญชม สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
วิทยาเขตชุมพร ที่กรุณาให้ข้อเสนอแนะในการเขียนโครงการพิเศษ

ขอขอบคุณ รศ.อรุณี คงศักดิ์ไพศาล และเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเคมีทุกท่านที่ให้ความ
อนุเคราะห์ในการใช้เครื่อง TGA ยี่ห้อ Perkin-Elmer รุ่น Pyris 1 TGA และเตาเผา ที่ใช้ในการทำ
โครงการพิเศษ

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร
ลาดกระบังที่ให้ความอนุเคราะห์และคำแนะนำในการใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ รุ่น D8
Advance ของบริษัท Bruker AG ในการศึกษาโครงสร้างผลึกเชิงจุลภาค อีกทั้งยังให้ความอนุเคราะห์
ในเครื่อง TGA ยี่ห้อ Perkin-Elmer รุ่น Pyris 1 TGA รวมทั้งเตาเผา ตลอดการทำโครงการพิเศษ

ขอขอบคุณคณะกรรมการโครงการพิเศษที่กรุณาให้ข้อคิดเห็น และคำแนะนำที่เป็นประโยชน์
ซึ่งทำให้โครงการพิเศษนี้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดามารดาที่ให้การอุปการะสนับสนุนทุนและให้กำลังใจตลอด
การทำโครงการพิเศษ

นอกจากนี้ยังมีบุคคลอีกมากมายซึ่งมีส่วนช่วยเหลือให้โครงการพิเศษสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี
ซึ่งผู้จัดทำขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้ด้วย

น.ส. ณัฐวิทย์ แสงบุญ

น.ส. สุมิตรา เจษฎากม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
สารบัญ	ข
สารบัญตาราง	ค
สารบัญรูป	ง
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	2
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับอินเดียมทินออกไซด์	3
2.2 กระบวนการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีทางเคมี	7
2.3 การจัดเรียงตัวของอนุภาค	18
2.4 การวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์	23
2.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	28
2.6 การเกิดสีของผลึก	32
2.7 การวิเคราะห์ทางความร้อน	34
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	35
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	39
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	39
3.3 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม	40
3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้	47
บทที่ 4	
4.1 ผลการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน	48
4.2 ผลการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน	50
โดยใช้เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA)	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3 การวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	58
4.4 ขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยคำนวณจากสมการของ Debye-Sherrer	62
4.5 ผลการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของผงอินเดียมทินออกไซด์ โดยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	64
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการทดลอง	73
5.2 ข้อเสนอแนะ	75



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 การเปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ในแต่ละวิธี	17
ตารางที่ 2.2 ค่าความหนาแน่นของการแพคและเลข โคออดิเนชันของ โครงสร้างผลึกที่เกิดจากการจัดเรียงตัวกันในแบบต่าง ๆ	18
ตารางที่ 2.3 ค่าความหนาแน่นของการแพคและเลข โคออดิเนชันของ โครงสร้างผลึกที่เกิดจากการจัดเรียงตัวกันในแบบต่าง ๆ	20
ตารางที่ 3.1 น้ำหนักของอินเดียมคลอไรด์และทินคลอไรด์ไดไฮเดรตที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย โซลของอินเดียมทินออกไซด์ที่อัตราส่วนต่าง ๆ	40
ตารางที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้ และน้ำหนักของผงอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมได้จากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอน	48
ตารางที่ 4.2 ลักษณะทางกายภาพของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้ และน้ำหนักของผงอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมได้จากวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน	49
ตารางที่ 4.3 ขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่คำนวณได้จากสมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ โดยมีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน และใช้อุณหภูมิการเผา 700 °C	63
ตารางที่ 4.4 ขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่คำนวณได้จากสมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ โดยมีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน และใช้อุณหภูมิการเผา 800 °C	63
ตารางที่ 4.5 การเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จาก SEM และจากการคำนวณ โดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งเตรียมจากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	65
ตารางที่ 4.6 การเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จาก SEM และจากการคำนวณ โดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งเตรียมจากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 °C	67
ตารางที่ 4.7 การเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จาก SEM และจากการคำนวณ โดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งเตรียมจากวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	69
ตารางที่ 4.8 การเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จาก SEM และจากการคำนวณ โดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งเตรียมจากวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 °C	71

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของอินเดียมทินออกไซด์	3
รูปที่ 2.2 โครงสร้างทั่วไปของจอภาพ OLED	4
รูปที่ 2.3 ส่วนประกอบและโครงสร้างของจอ LCD	5
รูปที่ 2.4 ส่วนประกอบและโครงสร้างของจอ STN LCD	5
รูปที่ 2.5 ส่วนประกอบและโครงสร้างของจอ TFT LCD	6
รูปที่ 2.6 เซลล์แสงอาทิตย์	6
รูปที่ 2.7 ไดอะแกรมแสดงลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน	8
รูปที่ 2.8 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล	11
รูปที่ 2.9 ขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง	12
รูปที่ 2.10 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่าง ๆ ที่ได้จากเทคนิคโซล-เจล	13
รูปที่ 2.11 ขั้นตอนกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิค โซล-เจล แบบพอลิเมอร์และคอลลอยด์	15
รูปที่ 2.12 ลักษณะของการแตกของกลุ่มอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดเท่ากันแบบสม่ำเสมอแล้ว เกิดเป็นรูปแบบจัตุรัสและรวมบิก	19
รูปที่ 2.13 ลักษณะการจัดเรียงตัวของอนุภาคสามมิติที่แตกต่างกัน 4 รูปแบบ	20
รูปที่ 2.14 ลักษณะของการตรวจสอบเฟสและแบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์	24
รูปที่ 2.15 การวิเคราะห์วิฤภาคโครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน ของสารตัวอย่างที่เป็นแผ่นฟิล์มและสารตัวอย่างที่เป็นผงละเอียด	26
รูปที่ 2.16 การวิเคราะห์วิฤภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณของสารตัวอย่าง ที่เป็นแผ่นฟิล์มและสารตัวอย่างที่เป็นผงละเอียด	27
รูปที่ 2.17 การวิเคราะห์หาความเครียดระดับจุลภาค ซึ่งสามารถคำนวณจากความกว้างของพีค การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	27
รูปที่ 2.18 หน่วยควบคุมอุณหภูมิ HTK16 ซึ่งถูกใช้ร่วมกับเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์	28
รูปที่ 2.19 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐุมภูมิกับตัวอย่าง	30
รูปที่ 2.20 ส่วนประกอบพื้นฐานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	32
รูปที่ 2.21 ลักษณะของโครงสร้างแถบพลังงานแบบง่ายของสารชนิดต่าง ๆ	32
รูปที่ 2.22 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA)	34
รูปที่ 3.1 ชุดรีฟลักซ์	41
รูปที่ 3.2 แผนภูมิแสดงการเตรียมสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 3.3 แผนภูมิแสดงการเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1M	42
รูปที่ 3.4 ลักษณะการเตรียมอุปกรณ์ในการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีตกตะกอนร่วมแบบใช้ถุงเซลโลเฟน	43
รูปที่ 3.5 แผนภูมิแสดงการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน	44
รูปที่ 3.6 แผนภูมิแสดงการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม	46
รูปที่ 4.1 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	50
รูปที่ 4.2 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	50
รูปที่ 4.3 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 8:2 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	51
รูปที่ 4.4 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 7:3 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	51
รูปที่ 4.5 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	52
รูปที่ 4.6 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	53
รูปที่ 4.7 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 8:2 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	53
รูปที่ 4.8 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 7:3 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	54
รูปที่ 4.9 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C	55
รูปที่ 4.10 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C	55
รูปที่ 4.11 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C	56

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.12 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5 ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C	57
รูปที่ 4.13 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	58
รูปที่ 4.14 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C	59
รูปที่ 4.15 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C	60
รูปที่ 4.16 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C	61
รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายเทคนิค SEM ของผงอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบ ตกตะกอนร่วมแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ	66
รูปที่ 4.18 ภาพถ่ายเทคนิค SEM ของผงอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบ แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ	68
รูปที่ 4.19 ภาพถ่ายเทคนิค SEM ของผงอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม ผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ	70
รูปที่ 4.20 ภาพถ่ายเทคนิค SEM ของผงอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม ผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ	72

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ในปัจจุบันความเจริญทางวิทยาศาสตร์ก้าวหน้าไปอย่างรวดเร็วมากจนยากที่จะตามได้ทัน เมื่อพูดถึงนาโนเทคโนโลยีในอดีตนั้นอาจเหมือนเรื่องไกลตัว และสามารถพบเห็นได้เพียงแต่ในภาพยนตร์ต่างประเทศเท่านั้น แต่ถ้าย้อนกลับมามองถึงสิ่งต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นรอบ ๆ ตัวในช่วงสิบปีที่ผ่านมาจะพบว่า สิ่งที่เราไม่เคยนึกฝันมาก่อนได้เกิดขึ้นมามากมายและหนึ่งในนั้นก็คือ ฟิลึกนาโน (Nanocrystal) ซึ่งสามารถใช้ในการผลิตอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ อุปกรณ์ติดต่อสื่อสาร หน้าจอคอมพิวเตอร์ และสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานที่เกี่ยวข้องกับแสงได้ด้วย

ภาวะความต้องการพลังงานในปัจจุบันเพิ่มสูงขึ้นเรื่อย ๆ ดังนั้นจึงมีความพยายามที่จะหาพลังงานมาตอบสนองต่อความต้องการ โดยการค้นหาแหล่งพลังงานใหม่ ๆ มาทดแทนพลังงานจากน้ำมันและถ่านหิน ซึ่งกำลังจะหมดไป แหล่งพลังงานทางเลือกใหม่ในปัจจุบัน ได้แก่ พลังงานลม พลังงานน้ำ พลังงานนิวเคลียร์ และ พลังงานแสงอาทิตย์ ข้อจำกัดของการใช้พลังงานลมนั้นจะขึ้นอยู่กับฤดูกาล และตำแหน่งที่ตั้งต้องมีความสอดคล้องกับทิศทางลม ขณะที่พลังงานนิวเคลียร์จะมีปัญหาเรื่องขยะที่เป็นกากกัมมันตภาพ ส่วนพลังงานแสงอาทิตย์แม้จะขึ้นกับตำแหน่งที่ตั้งและฤดูกาลแต่ก็สามารถใช้ได้ทุกที่ทั่วโลก และไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม ดังนั้นพลังงานแสงอาทิตย์จึงเป็นทางเลือกที่ดีที่สุดสำหรับที่จะเป็นพลังงานทดแทนในอนาคต

พลังงานแสงอาทิตย์สามารถเปลี่ยนเป็นพลังงานไฟฟ้าได้โดยอาศัยเซลล์แสงอาทิตย์ซึ่งเป็นแหล่งกำเนิดแรงเคลื่อนไฟฟ้าจากปรากฏการณ์โฟโตโวลตาอิก (Photovoltaic effect) ฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide film, ITO film) นั้นสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการทำเซลล์แสงอาทิตย์ได้ โดยจะนำมาใช้ในส่วนของขั้วไฟฟ้าโปร่งแสง เนื่องจากคุณสมบัติการนำไฟฟ้าที่สูง และมีลักษณะที่โปร่งแสง ซึ่งฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์นั้นเป็นสารกึ่งตัวนำ โดยทั่วไปจะมีค่า Direct optical bandgap สูงกว่า 3.75 eV หรือ อยู่ในช่วง 3.50 – 4.06 eV การเตรียมฟิล์มบางของอินเดียมทินออกไซด์นั้นสามารถเตรียมได้หลายวิธี เช่น Sputtering Evaporation Chemical Vapour Deposition (CVD) และ Sol – gel method หรืออาจเตรียมได้จากผงอินเดียมทินออกไซด์ก็ได้ โดยผงอินเดียมทินออกไซด์ (ITO powders) นั้นจะเตรียมได้จากเทคนิคการตกตะกอนร่วมของอินเดียมคลอไรด์ กับทินคลอไรด์ไดไฮดรต ก็จะได้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสูตรโมเลกุลเป็น $\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$ ซึ่งเทคนิคการตกตะกอนร่วมนี้มีจุดเด่นคือ เป็นเทคนิคที่สามารถทำได้ง่าย สามารถทำได้ที่อุณหภูมิและความดันต่ำและยังสามารถให้ตะกอนที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มีขนาดใกล้เคียงกันมาก นอกจากนี้ยังเป็นเทคนิคที่มีค่าใช้จ่ายน้อย จึงมีความเหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อทำการเตรียมอินเดียมทินออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดโดยวิธีการตะกอนร่วม
2. เพื่อศึกษาการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ใช้สัดส่วนของอินเดียมและทิน ต่าง ๆ กัน
3. เพื่อศึกษาผลของวิธีการเตรียมและการเกิดวิฤภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์
4. เพื่อศึกษาสมบัติเฉพาะบางประการของผงอินเดียมทินออกไซด์

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาถึงการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงอินเดียมทินออกไซด์ ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีตะกอนร่วม
2. องค์ประกอบของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ถูกเตรียมขึ้นและนำมาวิเคราะห์สมบัตินั้นจะมีสัดส่วนโดยโมลของอินเดียม ต่อ ทิน 4 สัดส่วนด้วยกัน คือ 9:1 8:2 7:3 และ 5:5
3. ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้มาจะถูกนำมาเผาที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส
4. การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนและการเปลี่ยนวิฤภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จะถูกศึกษาโดยการวิเคราะห์ทางความร้อน(Thermal analysis)
5. โครงสร้างผลึกสัณฐานและการตรวจสอบองค์ประกอบของอินเดียมทินออกไซด์จะถูกตรวจสอบโดยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)
6. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จะใช้ในการศึกษาลักษณะของผงอินเดียมทินออกไซด์

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทราบถึงหลักการและวิธีการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีตะกอนร่วม
2. ทราบถึงอัตราส่วนที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์
3. ทราบถึงโครงสร้างผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้จากอัตราส่วนแตกต่างกัน
4. ทราบถึงปัจจัยและองค์ประกอบทางเคมีของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้
5. ได้ความรู้เพิ่มเติมในการศึกษาค้นคว้าทฤษฎีและเงื่อนไขการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ให้มีคุณภาพเหมาะที่จะนำไปประยุกต์ใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

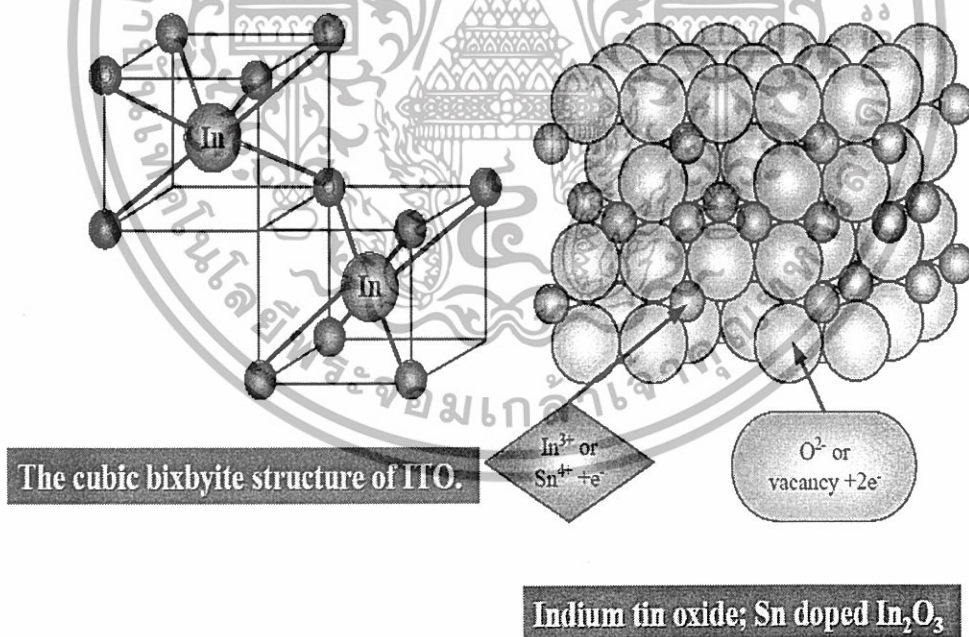
ทฤษฎีและหลักการ

ในบทนี้จะกล่าวถึงข้อมูลที่ได้จากการทบทวนเอกสารทางวิชาการ ในหัวข้อต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับอินเดียมทินออกไซด์

2.1.1 โครงสร้างของอินเดียมทินออกไซด์

โครงสร้างผลึกของอินเดียมทินออกไซด์จัดเป็นโครงสร้างแบบคิวบิก ชนิดคิวบิก บิกไบต์ (cubic bixbyite) หรืออาจเรียกว่า C-rare earth oxide type structure นั่นก็คือโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกที่มีลักษณะบิดเบี้ยว(distortion) เล็กน้อย ซึ่งในผลึกโครงสร้างอะตอมของอินเดียมจะจับกับอะตอมของออกซิเจนแบบออกเตดระฮีดรัล ซึ่งจะมีออกซิเจนอยู่ที่ตำแหน่ง 6 จาก 8 มุม อะตอมของออกซิเจนจะจับกันแบบเตตระฮีดรัล



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของอินเดียมทินออกไซด์ [1]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.2 สมบัติที่สำคัญของอินเดียมทินออกไซด์ [2]

1. มีสถานะเป็นของแข็ง
2. มีสีเหลืองซีดถึงสีเขียวปนเหลือง
3. n-type semiconductor
4. มี band-gap อยู่ระหว่าง 3.5-4.3 eV
5. มีจุดหลอมเหลวประมาณ 1900 องศาเซลเซียส
6. มีความหนาแน่น 7.14 g/cm³

2.1.3 การประยุกต์ใช้งานของอินเดียมทินออกไซด์ [3]

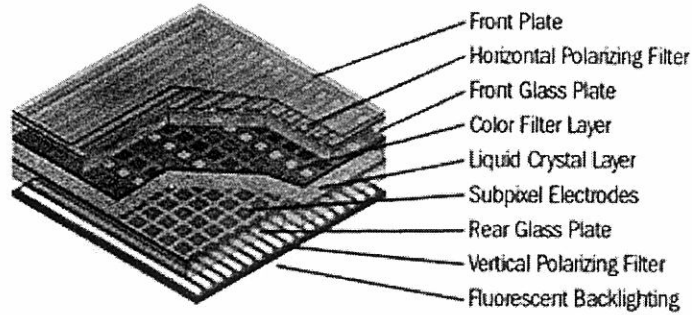
1. ใช้ในการทำจอภาพ OLED โดยอินเดียมทินออกไซด์จะทำหน้าที่เป็นแอโนด ซึ่งจะถูกละเลิมอยู่ที่ชั้นหน้าสุดของกระจก ถัดจากนั้นจะเป็นชั้นของสารอินทรีย์ซึ่งชั้นแรกจะทำจากอะโรมาติกไดเอมีน ส่วนชั้นที่สองจะเป็น metal chelate complex ซึ่งจะเป็นชั้นที่ทำการปลดปล่อยแสงออกมา และในชั้นสุดท้ายจะเป็นแคโทดที่ทำจากแมกนีเซียมและเงิน



รูปที่ 2.2 โครงสร้างทั่วไปของจอภาพ OLED [3]

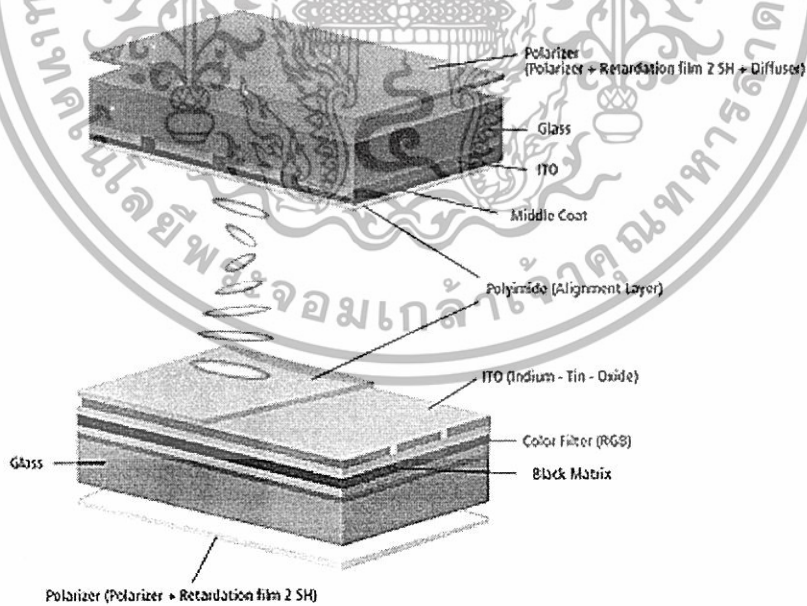
2. ใช้ในการทำจอภาพ LCD โดยอินเดียมทินออกไซด์จะทำหน้าที่เป็นตัวนำ ซึ่งจะถูกละเลิมไว้ระหว่างชั้นแต่ละชั้น แล้วถูกวางในตำแหน่งที่เหมาะสมระหว่างขั้วตัวนำ เพื่อสร้างหน้าสัมผัสของการเชื่อมต่อวงจรไฟฟ้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 ส่วนประกอบและโครงสร้างของจอ LCD [3]

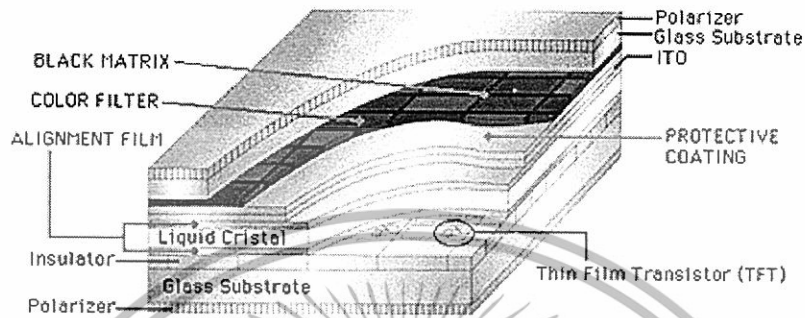
3. ใช้ในการทำจอภาพ STN LCD (Super Twisted Nematic) โดยเริ่มจากชั้นแก้ว 2 ชั้น ที่เรียกว่าซับสเตรท (Substrate) โดยชั้นหนึ่งจะเป็นการสร้างคอลัมน์ (Column) ส่วนอีกชั้นจะเป็นการสร้างแถว (Row) ซึ่งสร้างมาจากวัสดุนำไฟฟ้าที่โปร่งใสซึ่งมักจะเป็น Indium-Tin Oxide แถวกับคอลัมน์จะถูกเชื่อมต่อเข้ากับวงจรไฟฟ้า ที่ทำหน้าที่ควบคุมว่าเมื่อใดแรงดันไฟฟ้า จะถูกจ่ายให้กับแถวหรือคอลัมน์ใด คริสตัลเหลวก็จะถูกประกบเป็นแซนด์วิชกับชั้นซับสเตรท แล้วฟิล์มหักเหแสงก็จะถูกเพิ่มเข้าไปในแต่ละด้านของซับสเตรท เวลาที่จะให้พิกเซลใด ๆ ส่งแสงสว่างออกมา วงจรไฟฟ้าก็จะทำการจ่ายแรงดันไฟฟ้ามายังคอลัมน์ที่ต้องการ แล้วทำการเชื่อมกราวด์ (Ground) กับแถวที่ต้องการ ผลก็คือกระแสไฟฟ้าจะไหลได้ครบวงจรพอดี ส่งผลให้คริสตัลเหลว ณ จุดนั้นคล้ายการปิดตัว



รูปที่ 2.4 ส่วนประกอบและโครงสร้างของจอ STN LCD [3]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

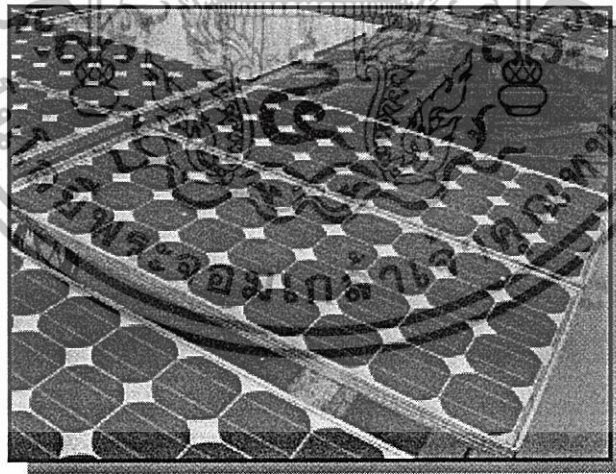
4. ใช้ในการทำจอภาพ TFT LCD จะใช้ทรานซิสเตอร์ชนิดฟิล์มบาง (Thin Film Transistor - TFT) โดยทำจากฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวสวิทช์ทรานซิสเตอร์ และตัวเก็บประจุ



รูปที่ 2.5 ส่วนประกอบและโครงสร้างของจอ TFT LCD [3]

5. ใช้ในการทำจอภาพ PDP (Plasma Display Panel)

6. ใช้ในการทำเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar cell) โดยทำหน้าที่เป็นอิเล็กทรอนิกส์



รูปที่ 2.6 เซลล์แสงอาทิตย์ (Solar cell) [4]

7. ประยุกต์ใช้ในทางด้านอิเล็กทรอนิกส์และงานด้านแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 กระบวนการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีทางเคมี [5]

การเตรียมผงให้ได้ขนาดที่เล็กมาก และ มีความบริสุทธิ์สูงนั้นสามารถกระทำได้ด้วยการอาศัยเทคนิควิธีการเชิงเคมีแบบต่าง ๆ ที่มีการพัฒนาและปรับปรุงไปในลักษณะต่าง ๆ มาเป็นเวลานาน โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายที่ประกอบด้วยแคทไอออน(Cation) ตามที่ต้องการ ละลายอยู่ในตัวทำละลายที่เป็นของเหลว จากนั้นจึงทำการแยกเอาวัฏภาคที่เป็นของแข็งออกมา โดยอาจจะอาศัยวิธีการตกตะกอน การระเหยของเหลวออกไป หรือการปล่อยให้ไหลผ่านแผ่นกรองเพื่อแยกของแข็งออกมา เป็นต้น

การเตรียมผงด้วยวิธีเชิงเคมีสามารถช่วยลดปัญหาเรื่องการไหลเทไปอยู่ทางใดทางหนึ่ง (Segregation) ของกลุ่มอนุภาคให้น้อยลงได้เป็นอย่างดี โดยอาจจะทำให้พวกไอออนเข้ามายึดเกาะกันอยู่ในรูปของตะกอน หรือในรูปของเหลวหรืออาจจะใช้วิธีกำจัดตัวทำละลายออกจากสารละลายหยดเล็ก ๆ ภายในเวลาอันรวดเร็ว เป็นต้น ซึ่งอนุภาคของแข็งที่เตรียมได้จากวิธีเชิงเคมีนั้นจะอยู่ในรูปของเกล็ดที่สามารถเกิดการสลายตัวได้ โดยไม่ต้องทำการหลอม หรืออาจจะใช้วิธีการเผาเคลือบด้วยอุณหภูมิต่ำ แล้วค่อยนำผงที่ได้มาบดให้ละเอียดให้มีขนาดอนุภาคที่ต้องการต่อไป

2.2.1 การเตรียมผงจากการตกตะกอน

การตกตะกอน (Precipitation) เป็นเทคนิคเชิงเคมีประเภท “ปริมาณวิเคราะห์” (Quantitative analysis) แบบเปียกประเภทหนึ่งที่มีมานานและถูกนำมาใช้ในการเตรียมสารประกอบของเกลืออนินทรีย์ชนิดต่าง ๆ ได้อย่างมากมาย

การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายแยกตัวออกมาจากสารละลายโดยอาศัยการเติมสารเคมีที่เหมาะสมที่เรียกว่า “ตัวทำให้เกิดตะกอน” (Precipitant) อย่างช้า ๆ ในปริมาณที่เหมาะสม หรือมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันเพื่อลดขีดความสามารถของสารละลายของระบบทำให้มีการตกตะกอนเกิดขึ้น

การตกตะกอนประกอบด้วยกลไกสำคัญคือการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลายโดยการเกาะแนบอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถที่จะทำให้อัตราการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงไปได้เสมอ นอกจากนี้การเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกันยังเป็นสาเหตุที่สำคัญที่ทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบแอนไอโซทรอปี (Anisotropy)

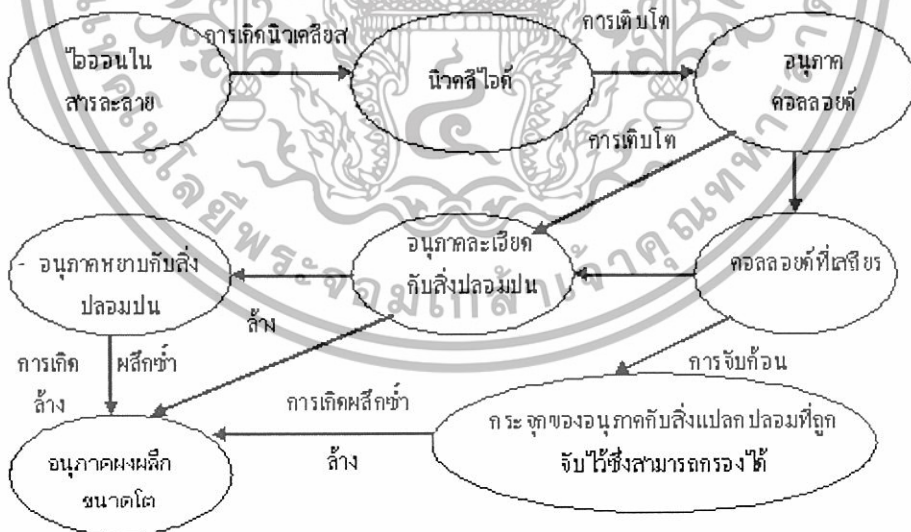
สารละลายที่มีระดับของความอึดอัดแบบยิ่งยวดเพิ่มสูงขึ้นอาจจะมีอัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นด้วยส่งผลให้ตะกอนที่ได้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง หรืออาจจะทำให้ไอออนทั้งหมดเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว การเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนลงในสารละลายด้วยปริมาณที่มากเกินไปอาจจะทำให้ตะกอนที่เกิดขึ้นละลายกลับคืนสู่สารละลายได้อีกในขณะที่ทำการเติมตัวช่วยเร่งการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตกตะกอนนั้นจะต้องคอยกวนสารละลายอย่างสม่ำเสมอเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างช้า ๆ และทั่วถึง จึงจะทำให้ตะกอนที่ได้มีขนาดโตและง่ายต่อการกรอง แต่ถ้าการตกตะกอนเกิดขึ้นเร็วเกินไปก็อาจจะทำให้มีโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมปะปนเข้าไปในเนื้อตะกอนแบบถาวรได้ซึ่งทำให้ตะกอนที่ได้ไม่บริสุทธิ์ บางครั้งจึงจำเป็นต้องมีการเพิ่มขึ้นขั้นตอนของการย่อยตะกอนเข้าไปอีก (Digestion) ซึ่งสามารถทำได้โดยการให้ความร้อนแก่สารละลายเพื่อให้ตะกอนที่มีขนาดเล็กละลายกลับคืนสู่สารละลายแล้วค่อยมีการตกตะกอนขึ้นมาใหม่ด้วยขนาดที่ใหญ่กว่าเดิม

การควบคุมการตกตะกอนสามารถกระทำได้โดยการควบคุมอัตราการผสมกันและอุณหภูมิของสารละลาย นอกจากนี้ยังมีตัวแปรที่สำคัญอื่น ๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย ค่าพีเอช (pH) อัตราการผสมกันและการกวนสารละลายให้เข้ากัน ในการตกตะกอนนั้นจำเป็นต้องมีการทิ้งสารละลายเอาไว้ช่วงเวลาหนึ่งเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างสมบูรณ์บางกรณีใช้เวลาเพียง 5 นาที แต่ในบางกรณีต้องใช้เวลาเกินกว่า 24 ชั่วโมงทั้งนี้แล้วแต่ชนิดของปฏิกิริยา หลังจากทำการตกตะกอนแล้วบางครั้งจะต้องมีการบวกร่อยตะกอน การล้างตะกอน หรือในบางครั้งก็ต้องมีการตกตะกอนซ้ำอีกครั้ง แล้วจึงกรอง

เทคนิคการตกตะกอนถูกนำมาใช้ในการเตรียมผงของพวกสารประกอบออกไซด์กันอย่างแพร่หลายเนื่องจากสามารถให้ผงที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดอนุภาคเล็กซึ่งในบางกรณีก็สามารถใช้ในการเตรียมผงที่มีขนาดอนุภาคเล็กเพียง 2 นาโนเมตรได้



รูปที่ 2.7 ไคอะแกรมแสดงลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน [5]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวอย่างการนำเทคนิคการตกตะกอนไปใช้งาน ได้แก่ การเตรียมผงอะลูมินา (Al_2O_3) ด้วยกระบวนการเบเยอร์ (Bayer) ในระดับ โรงงานอุตสาหกรรมที่เริ่มจากการนำวัตถุดิบแร่บอกไซต์ (Bauxite) มาบดย่อย ลดขนาด แล้วย่อยต่อใน NaOH ที่อุณหภูมิสูงขึ้น ในระหว่างที่มีการย่อยอะลูมินาที่ ถูกไฮดรอกไซด์จะเข้าไปอยู่ในสารละลายในรูปไฮดรอกไซด์อะลูมินา



ส่วนสิ่งเจือปนต่าง ๆ ที่ไม่สามารถละลายได้จะถูกทิ้งให้ตกตะกอนแล้วกรองออก จากนั้นจึงทำให้สารละลาย เย็นตัวลงช้า ๆ ก็จะได้อนุภาคผงละเอียดของกิปป์ไซด์ $\text{Al}(\text{OH})_3$ ซึ่งในกรณีนี้อนุภาคของ กิปป์ไซด์จะช่วยทำให้มีตำแหน่งที่มีการเกิดนิวเคลียสขึ้นทำการกัดแยกตะกอนที่ได้แล้วนำไปล้างเพื่อ ลดปริมาณของโซเดียม แล้วจึงทำการเผาแคลไซน์ต่อไป ผงของ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง ต่าง ๆ สามารถทำได้โดยการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $1100 - 1200^\circ\text{C}$ จากนั้นจึงนำไปบดและคัดแยก ขนาดต่อไป ส่วนพวกอะลูมินาแบบแท่ง (Tubular alumina) นั้นสามารถเตรียมได้โดยการเผาแคลไซน์ ที่สูงกว่า (ประมาณ 1650°C)

เมื่อแคลไฮดรอกไซด์ในสารละลายมีขนาดใกล้เคียงกัน และมีความคล้ายคลึงกันทางเคมี การ ตกตะกอนของเกลือที่มีแคลไฮดรอกไซด์อยู่ในสารละลายของแข็ง (Solid solution) ก็อาจเกิดขึ้นซึ่งเรียก กันว่าการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) ในการตกตะกอนที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันนั้นความเข้มข้นของ ไฮดรอกไซด์ในเกลือจะแตกต่างกันไปจากในสารละลาย และอาจทำให้องค์ประกอบของการตกตะกอนร่วมนั้น เกิดมีการเปลี่ยนแปลงไปในระหว่างที่กำลังมีการตกตะกอนได้ พวกที่มีโครงสร้างเหมือนกันแต่ สามารถละลายได้น้อยกว่ามักจะมารวมตัวกันอยู่ในส่วนของเกลือ การตกตะกอนร่วมแบ่งออกเป็น 3 แบบ คือ

ก. การตกตะกอนร่วมที่มีสารเจือปนแบบแทนที่ในแลตทิซผลึก

ในการเกิดผลึกของตะกอน เริ่มต้นด้วยไฮดรอกไซด์ในสารละลายเคลื่อนที่ไปสู่ผิวของอนุภาค ตะกอนที่เกิดขึ้นเป็นครั้งแรกเพื่อพอกพูนตะกอนให้มีขนาดใหญ่ขึ้น อัตราการเคลื่อนที่ของไฮดรอกไซด์ ขึ้นอยู่กับลักษณะของไฮดรอกไซด์ อุณหภูมิ และอัตราการคนสารละลาย หลังจากไฮดรอกไซด์มาถึงผิวของ ตะกอนก็จะขึ้นอยู่กับความพอดีที่ไฮดรอกไซด์นั้นจะเข้าไปอยู่ในแลตทิซผลึก ซึ่งจะขึ้นอยู่กับความเข้มข้น ของไฮดรอกไซด์ ลักษณะไฮดรอกไซด์ และสมบัติเฉพาะตัวของผิวผลึก ซึ่งจะเกี่ยวกับจำนวนประจุ ทั้งหมดบนผิวของผลึก

ข. การตกตะกอนร่วมแบบดูดซับ

การตกตะกอนร่วมแบบนี้สารที่เจือปนอยู่จะถูกดูดซับบนผิวของตะกอน เช่น การตกตะกอน ของ BaSO_4 โดยการเติมสารละลาย BaCl_2 เป็นรีเอเจนต์ที่ทำให้ตกตะกอน หลังตกตะกอนสมบูรณ์ แล้ว ผิวของอนุภาคตะกอน BaSO_4 มีแนวโน้มดูดซับเอา Ba^{2+} ที่เติมลงไปมากเกินไปในชั้นดูดซับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปฏิกิริยา ผลทำให้จำนวนประจุบนชั้นทั้งสองเท่ากัน ดังนั้นอนุภาคตะกอน $BaSO_4$ จึงมีแนวโน้มดูดซับเอา $BaCl_2$ ไว้บนผิวอนุภาคตะกอนการดูดซับแบบนี้สามารถแก้ไขได้โดยการล้างตะกอนหรือแทนที่ไอออนทั้งสองด้วยไอออนที่สามารถทำให้ระเหยออกไปได้ง่าย

ค. การตกตะกอนร่วมแบบอะคลูชัน (Occlusion)

การตกตะกอนร่วมแบบนี้เกิดจากสารเจือปนถูกดูดซับไว้ภายในผลึกของตะกอนในกระบวนการตกตะกอน ส่วนรอบ ๆ ผิวอนุภาคตะกอนจะเกิดชั้นดูดซับปฏิกิริยาขึ้นดังที่ได้กล่าวมาแล้ว

สำหรับการเตรียมผงของสารประกอบออกไซด์เชิงซ้อน (เช่น ไทเทเนต เฟร์ไรต์ และ อะลูมิเนียม) จะนิยมใช้เทคนิคการตกตะกอนร่วมจากสารละลาย หรือบางครั้งเรียกว่าเทคนิคการแยกสลายด้วยน้ำร่วม (Cohydrolysis) ที่มีการใช้สารละลายพวกแอลกอฮอล์ที่ผสมกัน เกลือที่ผสมกัน หรือการผสมร่วมกันระหว่างเกลือกับแอลกอฮอล์

ปัญหาพื้นฐานของการตกตะกอนร่วมก็คือตัวทำปฏิกิริยาที่ต่างชนิดกันในสารละลายมีอัตราการแยกสลายด้วยน้ำที่ต่างกัน ซึ่งจะทำให้เกิดการแยกห่างออกจากกันของสารที่ตกตะกอนไปกองอยู่ด้านใดด้านหนึ่ง ดังนั้นจึงต้องพยายามหาเงื่อนไขที่เหมาะสมเพื่อทำให้การตกตะกอนมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน

ปกติแล้วเทคนิคการตกตะกอนร่วมจะทำให้เกิดตะกอนผสมที่มีความใกล้เคียงกัน และในหลาย ๆ กรณีก็ต้องมีการนำของผสมที่ได้ไปเผาแคลไซน์เพื่อให้ได้องค์ประกอบทางเคมีและเฟสที่มีความเป็นผลึกตามที่ต้องการ แต่ก็ต้องระวังปัญหาเรื่องความจำเป็นต้องใช้การบดย่อยเพิ่มเติมซึ่งมักจะก่อให้เกิดปัญหาการปนเปื้อนของสิ่งแปลกปลอม ดังนั้นการเลือกใช้เทคนิคการตกตะกอนที่ไม่ต้องมีการเผาแคลไซน์ และการบดย่อยจะดีกว่ามาก

เทคนิคการตกตะกอนร่วมนั้นเริ่มจากการผสมสารละลายของพวกโลหะที่เป็นเกลือ (ซึ่งมักจะอยู่ในรูปของไนเตรต) กับสารช่วยให้เกิดการตกตะกอน (Precipitation agent) ได้แก่ กรดออกซาลิก (เรียกว่าเทคนิคออกซาลेट) กรดซิตริก (เรียกว่าเทคนิคซิตเรต) พวกแคททีคอล (เรียกว่าเทคนิคแคททีคอล) หรือพวกกรดอินทรีย์อื่น ๆ ซึ่งมีความสามารถในการละลายต่ำเป็นสมบัติที่สำคัญ

ในระหว่างที่ทำการตกตะกอนร่วมนั้นลักษณะของการตกตะกอนที่เป็นไปได้มีอยู่ด้วยกัน 2 แบบ คือ การตกตะกอนร่วมแท้ (True coprecipitation) ซึ่งเป็นการตกตะกอนของสารผสมระหว่างโลหะสารตั้งต้นที่มี Chemical stoichiometry จำเพาะ และการตกตะกอนร่วมที่มีการจับก้อนในเวลาเดียวกัน (Simultaneous precipitation and coaggregation) ซึ่งเป็นการตกตะกอนที่เกิดจากการจับก้อนของกระจุกตะกอนที่เกิดจากอนุภาคต่างกัน เช่น การจับก้อนของพวกคอลลอยด์ที่ไม่เสถียรกับพวกที่จับก้อนแบบไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (Hetero-coagulate) แล้วเกิดเป็นก้อนตะกอนตกลงมา

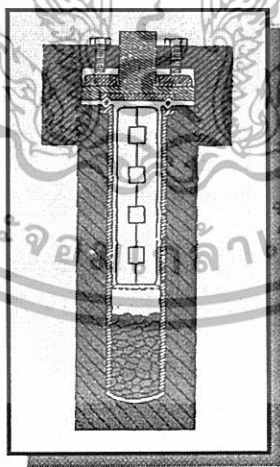
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนการเกิดตะกอนแบบใดจะเกิดขึ้นได้บ้างนั้นก็ขึ้นอยู่กับพฤติกรรมทางอุณหภูมิของสารละลาย ซึ่งจะเป็นตัวกำหนดการก่อเกิดของวัฏภาคที่เป็นของแข็งต่อไป และยังถ้าสามารถตรวจสอบชนิดของสารเชิงซ้อนที่ประกอบด้วยโลหะหลายชนิดผสมกันอยู่ที่เกิดขึ้นในระหว่างที่ทำการตกตะกอนร่วมได้ การทำนายชนิดของตะกอนที่จะได้ก็จะมีความสะดวกมากยิ่งขึ้น

2.2.3 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลเกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยาพวกเกลือของโลหะออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ หรือผงโลหะต่างๆที่อยู่ในรูปของสารละลาย หรือสารแขวนลอย ด้วยอุณหภูมิและความดันที่สูง ซึ่งการตกตะกอนด้วยภาวะดังกล่าวนี้จะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (anhydrous powders) ที่มีลักษณะเฉพาะค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อย ส่วนใหญ่เป็นพวกอนุภาคของผลึกเชิงเดี่ยว มีความบริสุทธิ์สูง และมีความเป็นเนื้อเดียวกันทางเคมีดี

การเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลจะอาศัยการเกิดผลึกของสารเคมีภายในน้ำที่ร้อนภายใต้แรงดันสูง ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้กันโดยทั่วไปจะอยู่ที่ประมาณ 100 ถึง 350 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันที่อาจสูงถึง 15 MPa จึงจำเป็นต้องทำการเตรียมในหม้ออึ่งอัดไอ (autoclave) ผงที่บริสุทธิ์และมีขนาดอนุภาคเล็กหลายชนิดสามารถเตรียมขึ้นมาได้โดยภาวะที่ใช้ อาจจะเป็นแบบที่เกิดการออกซิเดชันหรือรีดักชันก็ได้ และที่สำคัญผงที่เตรียมได้จะเป็นผลึกเชิงเดี่ยวที่ไม่จำเป็นต้องมีการเผาหรือการบดย่อยอีก

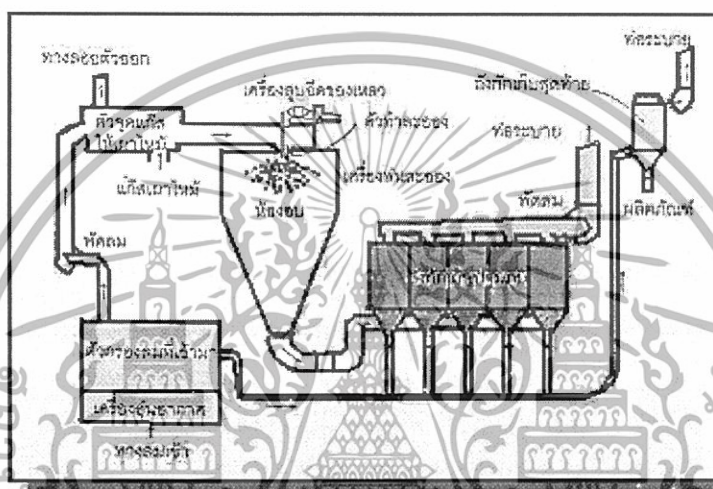


รูปที่ 2.8 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล [5]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.4 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray-drying method)

การเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง (spray-drying) จะอาศัยเครื่องทำละออง (atomizer) ซึ่งถือว่าเป็นอุปกรณ์ที่สำคัญตัวหนึ่งของเทคนิคนี้ เครื่องทำละอองนี้จะช่วยทำให้สารละลายแตกกระจายเป็นละอองหยดเล็กๆ พร้อมกับฉีดผ่านเข้าไปในห้องอบที่ร้อนจัดเพื่อทำให้ของเหลวภายในหยดละอองระเหยตัวออกไปอย่างรวดเร็วแล้วค่อยเก็บผงอนุภาคที่ได้ ซึ่งปกติจะเป็นกระดูกของอนุภาคที่มีขนาดประมาณ 30 ถึง 250 ไมโครเมตร ซึ่งประกอบด้วยอนุภาคปฐมภูมิขนาดประมาณ 0.1 ไมโครเมตรที่เกาะกันอยู่แบบหลวมๆ ซึ่งบางทีก็เรียกกันว่ากระดูกอนุภาคแบบอ่อน



รูปที่ 2.9 ขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง [5]

2.2.4 วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying method)

การเตรียมผงด้วยการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (freeze drying) หรือที่เรียกกันว่ากระบวนการเคมีแบบเยือกแข็ง (cryochemical processing) เป็นกระบวนการเตรียมที่มีศักยภาพในการผลิตอนุภาคผงของผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูงมากและมีขนาดเท่าๆกันอย่างสม่ำเสมอได้ดี ขั้นตอนดังนี้

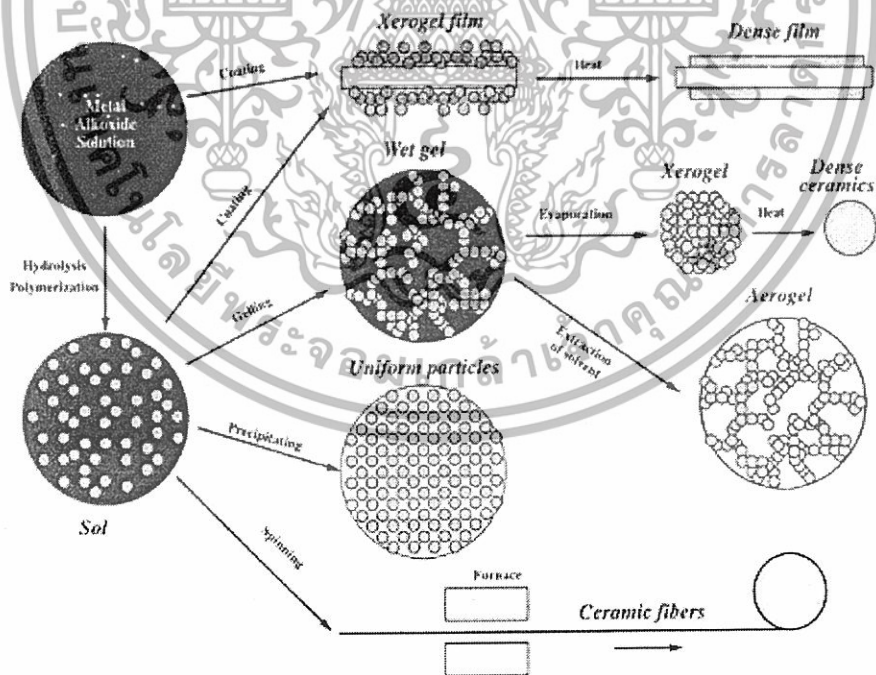
1. เตรียมสารผสมของพวกเกลือที่ละลายน้ำได้ดี โดยมีไอออนของโลหะตามอัตราส่วนที่ต้องการละลายอยู่ในน้ำกลั่น
2. ทำให้สารละลายกลายเป็นละอองหยดเล็กๆที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.1 ถึง 0.5 มิลลิเมตร โดยการใช้เครื่องทำละออง และในขณะเดียวกันก็ทำให้ละอองของสารละลายเกิดการเย็นตัวจนเยือกแข็งอย่างฉับพลันด้วยการฉีดพ่นละอองเหล่านี้เข้าไปในภาชนะที่เย็นจัด ขั้นตอนนี้จะช่วยป้องกันไม่ให้อุณหภูมิประกอบทางเคมีของละอองสารละลายเกิดการแยกออกไปจากกันได้ จึงสามารถเกิดเป็นผลึกที่มีนิวเคลียสเล็กมากๆขึ้นมาได้นั่นเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ปล่อยให้ละอองที่เยือกแข็งตกลงไปในห้องเย็นที่มีภาวะเป็นสุญญากาศ จะทำให้เกิดกระบวนการระเหิด (sublimation) โดยไม่มีวิฤภาคที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นทำให้องค์ประกอบไม่เกิดการเทไปกองอยู่ข้างใดข้างหนึ่ง (segregation) ซึ่งในบางกรณีก็ต้องมีการให้ความร้อนแก่ระบบเล็กน้อยเพื่อช่วยให้กระบวนการระเหิดสามารถเกิดได้ง่ายขึ้น
4. นำผงที่ได้ไปเผาเคลือบที่อุณหภูมิที่เพียงพอต่อการสลายตัวของผลึกเกลือ เพื่อให้กลายเป็นผลึกผลงละเอียดของสารประกอบออกไซด์

2.2.5 วิธีแบบ โซล-เจล (Sol-gel method)

กระบวนการเตรียมแบบ โซล-เจล (sol-gel) เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่ได้รับ ความนิยมอย่างสูง เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพและ นอกจากนี้ยังสามารถนำไปตัดแปลงประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตเป็น วัสดุเซรามิกโดยการทำให้กลายเป็นเจลและนำไปให้ความร้อน, การผลิตเป็นแผ่นฟิล์มบางเคลือบบนผิว วัสดุโดยการจุ่มวัสดุที่ต้องการเคลือบลงในโซล แล้วจึงนำไปให้ความร้อนจนกลายเป็นแผ่นฟิล์มที่มี ความหนาแน่นมากขึ้น (dense film), การผลิตเป็นเส้นใยเซรามิก (ceramic fibers) โดยการดึงยืดภายใต้ ภาวะที่มีอุณหภูมิสูง หรือ การผลิตเป็นผงขนาดเล็กและสม่ำเสมอ



รูปที่ 2.10 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆ ที่ได้จากเทคนิคโซล-เจล [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

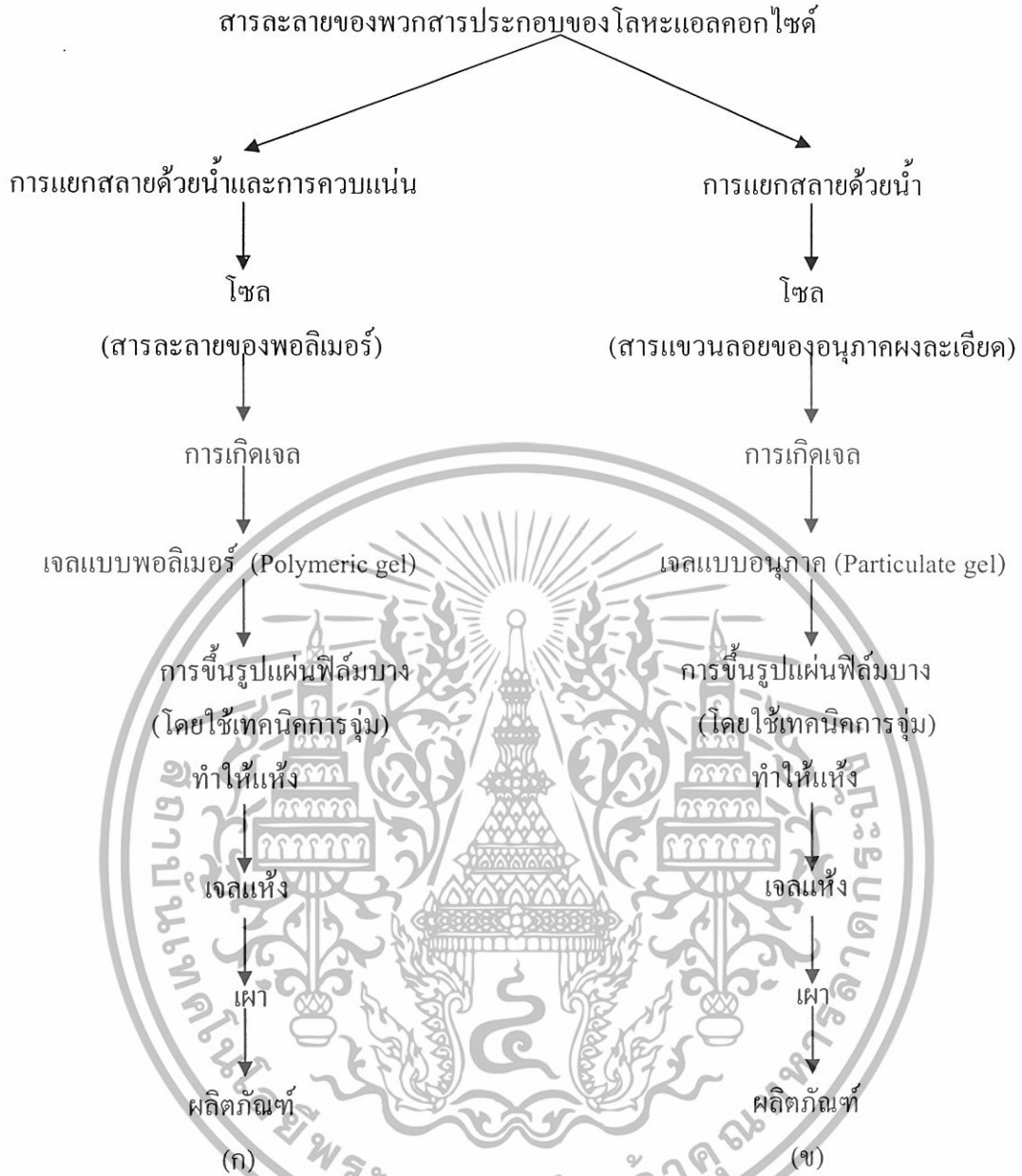
คำว่า “โซล-เจล” เป็นพจน์ที่มีลักษณะเฉพาะตัวและเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่าง ๆ มากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล ซึ่งการเตรียมผงละเอียดด้วยเทคนิคโซล-เจลนั้นจะต้องประกอบด้วยขั้นตอนหลักต่อไปนี้

1. เตรียม “โซล” จากการผสมสารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมโครเมตร ชนิดต่างๆ ในปริมาณที่เหมาะสมลงในของเหลวแล้วทำให้อนุภาคเหล่านี้มีการกระจายตัวไปทั่วของเหลวอย่างเสถียร (มีสภาพเป็นคอลลอยด์อย่างเสถียร)
2. ทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นด้วยการระเหยของเหลวบางส่วนออกไป หรือปล่อยให้แห้งเป็นเวลานาน หรือมีการเติมสารนำไฟฟ้า (electrolyte) ที่เหมาะสมลงไป เพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างพันธะเชื่อมต่อกันเป็นโครงข่ายต่อเนื่องในสามมิติคล้ายกับการเกิดพอลิเมอร์ (polymerization) ซึ่งจะทำให้ “โซล” มีความหนืดมากขึ้นเรื่อยๆ จนกลายเป็น “เจล” (มวลกึ่งแข็ง) กระบวนการที่คล้ายกับการเกิดพอลิเมอร์นี้จะเป็นกลไกสำคัญที่คอยควบคุมการยึดเกาะกันขององค์ประกอบทางเคมี และช่วยป้องกันไม่ให้เกิดมีการแยกออกไปกองอยู่ข้างใดข้างหนึ่งมากเกินไปอีกด้วย ในการเกิดเจล (gelation) นั้นจะอาศัยกลไกการแยกสลายด้วยด้วยน้ำ (hydrolysis) และกลไกการควบแน่น (condensation) เป็นสำคัญ
3. ทำการระเหยของเหลวที่อยู่ในตัวเจลออกไป (dehydraton) ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่งหรือหลุดแยกออกจากกัน ในระหว่างที่ทำให้เจลแห้ง จึงช่วยให้สามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ นอกจากนี้การกำจัดของเหลวออกจากเจลภายใต้ภาวะวิกฤตยวดยิ่ง (supercritical) หรือสภาวะวิกฤตเกิน (hypercritical) นั้นแทบจะไม่ทำให้การหดตัวเกิดขึ้นเลย เจลที่แห้งแล้วจึงไม่มีการแน่นตัวเกิดขึ้น ทำให้มีความเปราะจึงสามารถบดย่อยให้กลายเป็นผงละเอียดได้ง่าย
4. ทำการเผาเจลที่ปราศจากน้ำให้เปลี่ยนไปเป็นสารประกอบตามต้องการต่อไป

ผงที่เตรียมได้จากวิธีการ โซล-เจลจะมีขนาดอนุภาคเล็กมาก อยู่ในช่วงประมาณ 20 ถึง 50 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิวหน้ามาก การเผาผลึกให้เกิดการแน่นตัวจึงสามารถกระทำได้ด้วยการใช้อุณหภูมิที่ต่ำกว่าในกรณีของผงที่เตรียมได้จากวิธีการเตรียมเชิงกลแบบดั้งเดิม

การจัดแบ่งประเภทของวิธีการเตรียมแบบ โซล-เจลนั้นสามารถกระทำได้โดยพิจารณาจากการเลือกโซลหรือสารละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



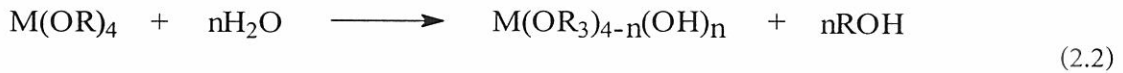
รูปที่ 2.11 ขั้นตอนกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิคโซล-เจล แบบ (ก) พอลิเมอร์ และ (ข) คอลลอยด์ [7]

ในการเลือกใช้สารละลายนั้นส่วนใหญ่มักจะเลือกพวกสารละลายของสารประกอบของพวกโลหะอินทรีย์ เช่น พวกโลหะแอลกอฮอล์ที่อยู่ในแอลกอฮอล์ที่เหมาะสม โดยที่พวกโลหะแอลกอฮอล์เหล่านี้จะมีสูตรทั่วไปว่า $M(OR)_x$ ซึ่งอาจจะได้มาจากพวกไฮดรอกไซด์ของโลหะ $M(OH)_x$ หรืออาจจะมาจากพวกแอลกอฮอล์ (ROH) ที่มี R เป็นสารในกลุ่มแอลคิลที่มีโลหะ M เข้าไปแทรกอยู่แทนที่ไฮดรอกซิลโปรตอน โดยอาศัยการกวนให้เข้ากันอย่างสม่ำเสมอภายใต้อุณหภูมิที่สูงกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุณหภูมิห้องเพียงเล็กน้อย และจะต้องมีความเข้มข้นของตัวทำปฏิกิริยาและค่าพีเอชของสารละลายที่เหมาะสม จึงจะทำให้เกิดปฏิกิริยาการแยกสลายด้วยน้ำ (hydrolysis) และการควบแน่น (condensation) แล้วได้สารละลายพอลิเมอร์ออกมา ยกตัวอย่าง เช่น ในกรณีของโลหะที่มีเวเลนซ์อ็อกซิเดชันเท่ากับสี่ (M^{4+}) จะเกิดปฏิกิริยาขึ้นดังนี้

การแยกสลายด้วยน้ำ :



การควบแน่น :



และ/หรือ :



การเกิดเป็นพอลิเมอร์โดยอาศัยกลไกการแยกสลายด้วยน้ำและการควบแน่นแล้วเกิดมีการเชื่อมข้าม สายจนเกิดการพันกันเป็นโครงข่ายสามมิติ จะทำให้สารผสมมีความหนืดสูงมากขึ้นเรื่อยๆจนเข้าสู่สภาพที่เรียกว่า เจล นั่นเอง

จากวิธีที่กล่าวมาทั้งหมดสามารถสรุปเปรียบเทียบได้ดังตารางที่ 2.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

ตารางที่ 2.1 การเปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ในแต่ละวิธี [5]

วิธีการเตรียม	ข้อดี	ข้อเสีย
1. วิธีการตกตะกอน	<ul style="list-style-type: none"> - ได้ผงละเอียด (ถ้าอัตราการตกตะกอนต่ำในสารละลายเจือจาง) 	<ul style="list-style-type: none"> - เกิด Segregation - อนุภาคเกาะกันเกิดการรวมตัวเป็นก้อน - อาจจะต้องบดเพื่อให้ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ
2. วิธีไฮโดรเทอร์มอล	<ul style="list-style-type: none"> - ได้ผงละเอียด ความบริสุทธิ์สูง - สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคได้ 	<ul style="list-style-type: none"> - ต้องควบคุม pH, อุณหภูมิ และความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยาใน reactor ที่มีเครื่องควบคุมอัตราการคน, อุณหภูมิ และความดัน ซึ่งมีราคาสูง
3. วิธีการทำให้แห้งแบบละออง	<ul style="list-style-type: none"> - การระเหยและการแคลไซน์รวมในขั้นตอนเดียวกัน 	<ul style="list-style-type: none"> - จะได้อนุภาคทรงกลมที่กวดภายใน (hollow spherical particles)
4. วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง	<ul style="list-style-type: none"> - ไม่มีของเหลวเหลืออยู่ขณะเกิดการระเหย - ไม่มีการตกตะกอนแบบเลือก (Selective precipitation) - ไม่เกิด Segregation (แยกออกจากส่วนรวม) 	<ul style="list-style-type: none"> - อนุภาคที่ได้มีความหนาแน่นต่ำ - mixed salts ก่อนการแคลไซน์จะลดความชื้น
5. วิธีแบบโซล-เจล	<ul style="list-style-type: none"> - ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ - ความบริสุทธิ์สูง 	<ul style="list-style-type: none"> - สารตั้งต้นราคาสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงแก้ไข และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

107777

2.3 การจัดเรียงตัวของอนุภาค [5]

การแพคกันของอนุภาคโดยทั่วไปสามารถจัดแบ่งออกได้เป็นสองแบบ คือ การแพคแบบสม่ำเสมอ (Regular packing) และการแพคแบบสุ่ม(Random packing) ซึ่งมีปัจจัยที่กำหนดลักษณะของการแพคหรือการจัดเรียงตัวของอนุภาคอยู่มากมาย แต่มีเพียงสองตัวแปรทั้งที่นิยมนำมาใช้ในการบ่งบอกถึงคุณภาพของการแพคกันกันของอนุภาค คือความหนาแน่นของการแพค (Packing density) หรือเศษส่วนของการแพค (Packing fraction) ซึ่งสามารถหาได้จากค่าอัตราส่วนระหว่างปริมาตรของแข็งกับปริมาตรของชิ้นงาน โดยที่ปริมาตรของชิ้นงานจะหมายถึงการรวมปริมาตรของแข็งเข้ากับปริมาตรของช่องว่างที่มีอยู่ในชิ้นงานนั้นเข้าด้วยกันทั้งหมด ส่วนอีกตัวแปรหนึ่งก็คือเลขโคออร์ดิเนชัน (Coordination number) ซึ่งหมายถึงจำนวนอนุภาคฝั่งทั้งหมดที่สัมผัสอยู่กับอนุภาคฝั่งที่กำลังพิจารณาอยู่

2.3.1 การแพคกันของอนุภาคทรงกลมขนาดเท่ากันอย่างสม่ำเสมอ

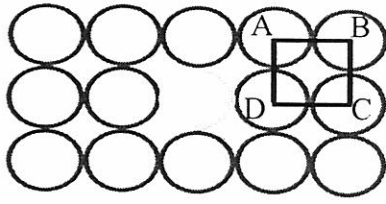
เมื่อพิจารณาถึงการแพคกันของอะตอมในผลึกที่เป็นของแข็งจากการอาศัยความรู้พื้นฐานด้านฟิสิกส์จะพบว่า มีรูปแบบการจัดเรียงอะตอมที่ซ้ำ ๆ กันไปในสามมิติอย่างสม่ำเสมอเกิดขึ้น เช่น การแพคกันแบบคิวบิกอย่างง่าย หรือแบบอื่น ๆ ซึ่งสามารถแสดงค่าความหนาแน่นของการแพคและเลขโคออร์ดิเนชันของโครงสร้างที่เกิดจากการจัดเรียงตัวกันในแบบต่าง ๆ ดังตาราง 2.2

ตารางที่ 2.2 ค่าความหนาแน่นของการแพคและเลขโคออร์ดิเนชันของโครงสร้างที่เกิดจากการจัดเรียงตัวกันในแบบต่าง ๆ [5]

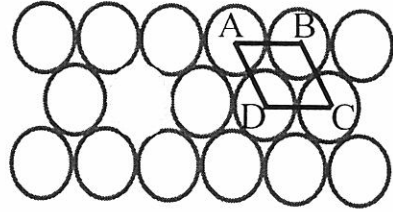
ชนิดของโครงสร้างผลึก	ความหนาแน่นของการแพค	เลขโคออร์ดิเนชัน
คิวบิกอย่างง่าย	0.524	6
บอดี – เซนเตอร์ – คิวบิก	0.680	8
เฟส – เซนเตอร์ – คิวบิก	0.740	12
เฮกซะกอนอล โคลอสแพค	0.740	12

การแพคกันของกลุ่มอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดเท่ากันในแนวสองมิติมีอยู่ด้วยกันสองแบบคือ การแพคกันแบบจัตุรัส (Square packing) ที่มีแถวของอะตอมในแต่ละแนวตัดกันเป็นมุมขนาด 90 องศาพอดีและการแพคกันแบบรอมบิก(Rhombic) หรือแบบสามเหลี่ยม (Triangular) ที่มีแถวของอะตอมในแต่ละแนวตัดกันเป็นมุมขนาด 60 องศา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ก)

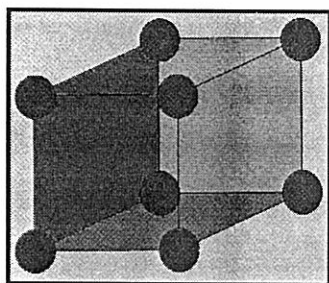


(ข)

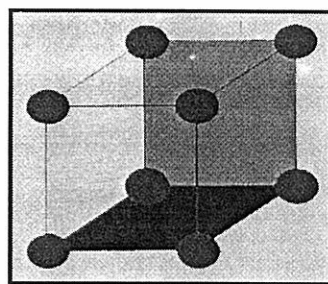
รูปที่ 2.12 ลักษณะของการแพคของกลุ่มอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดเท่ากันแบบสม่ำเสมอแล้วเกิดเป็นรูปแบบ (ก) จัตุรัส และ (ข) รอมบิก [5]

ในทางปฏิบัตินั้นการแพคกันของกลุ่มอนุภาคสามมิติที่จะเกิดมีการตัดกันของแถวอะตอมได้เป็นมุมค่าอื่น ๆ ที่อยู่ระหว่าง 60 องศาไปจนถึง 90 องศาได้เนื่องมาจากหลายสาเหตุด้วยกัน เช่น ขนาดของแต่ละอนุภาคไม่เท่ากัน เป็นต้น แต่ในที่นี้จะพิจารณาเฉพาะในกรณีการแพคกันของกลุ่มอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดเท่ากันแบบสม่ำเสมอเท่านั้น การสร้างรูปแบบการแพคกันของกลุ่มอนุภาคสามมิติสามารถกระทำได้โดยการนำชั้นที่เกิดจากการแพคกันของอนุภาคสองมิติมาเรียงซ้อนทับกันให้เกิดเป็นรูปทรงเรขาคณิตต่าง ๆ ที่มีปริมาตรขึ้นมาซึ่งจะได้ลักษณะของการแพคจัดเรียงตัวของอนุภาคหกแบบด้วยกัน และถ้าไม่คำนึงถึงเรื่องของความแตกต่างของแนวการวางตัว (Orientation) ของแต่ละชั้นก็จะทำให้การซ้อนทับกันของการแพคกันแบบจัตุรัสสองรูปแบบ เกิดการซ้ำกันกับการซ้อนทับกันของการแพคแบบรอมบิกสองรูปพอดี ทำให้มีลักษณะของการแพคตัวของอนุภาคที่แตกต่างกันเหลือเพียง 4 รูปแบบ (รูปที่ 2.13)

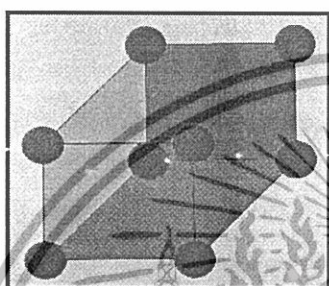
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



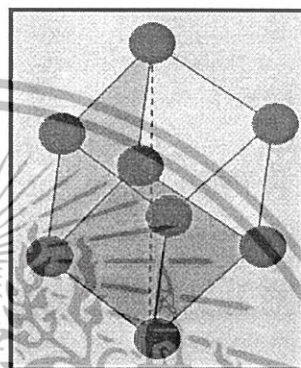
คิวบิก



ออร์โธโรมบิก



เตตระโกนัล



รอมโบฮีดรอล

รูปที่ 2.13 ลักษณะการจัดเรียงตัวของอนุภาคสามมิติที่แตกต่างกัน 4 รูปแบบ [7]

ตารางที่ 2.3 ค่าความหนาแน่นของการแพคและเลข โคออร์ดิเนชันของ โครงสร้างที่เกิดจากการจัดเรียงตัวกันในแบบต่าง ๆ [5]

ชนิดของโครงสร้างผลึก	ความหนาแน่นของการแพค	เลขโคออร์ดิเนชัน
คิวบิก	0.524	6
ออร์โธโรมบิก	0.605	8
เตตระโกนัล – สปีนอยดัล	0.680	10
รอมโบฮีดรอล	0.740	12

จากตาราง จะเห็นว่าการแพคจัดเรียงตัวของอนุภาคแบบรอมโบฮีดรอลจะมีความหนาแน่นของการแพคสูงสุดจึงมีความเสถียรมากที่สุด ซึ่งในการแพคอนุภาคผงในทางปฏิบัตินั้นจะมีการจัดเรียงตัวของอนุภาคแบบนี้ได้เพียงในช่วงบริเวณเล็ก ๆ ที่นิยมเรียกกันว่า โดเมน (Domains) ของผงที่ผ่านการอัดขึ้นรูปด้วยการใช้เทคนิคที่เฉพาะทางเท่านั้น และแต่ละโดเมนก็จะมีขอบ (Boundary) ที่เกิดจากเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความไม่สม่ำเสมอในการแพคล้อมรอบอยู่และเมื่อทำการเผาซินเตอร์จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีช่องว่างคล้ายกับรอยแตกร้าวปรากฏเด่นชัดขึ้นมาจากบริเวณขอบของโดเมนต์

2.3.2 การแพคกันของอนุภาคทรงกลมแบบสุ่ม

การแพคกันของอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดเท่ากันแบบสุ่มสามารถจำแนกออกได้เป็นสองประเภทคือ การแพคกันแบบสุ่มที่แน่น (Dense random on packing) ซึ่งสามารถเตรียมได้โดยการเทอนุภาคทรงกลมขนาดเท่ากันลงไปภาชนะที่กำลังสั่นอยู่ ทำให้อนุภาคทรงกลมเกิดการแพคกันจนแน่นและเสถียร ส่วนการแพคอีกประเภทหนึ่งคือการแพคแบบสุ่มที่หลวม (Loose random on packing) ซึ่งทำได้โดยการเทอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดเท่ากันลงไปภาชนะโดยพยายามทำให้อนุภาคไม่สามารถเกิดการจัดเรียงกันอย่างเสถียรได้

จากการทดลองใช้อนุภาคทรงกลมแข็ง (Hard sphere) ใสลงไปภาชนะที่มีการสั่นพบว่าความหนาแน่นสูงสุดที่ได้จากการแพคกันแบบสุ่มที่แน่นจะอยู่ในช่วงประมาณ 0.635 ถึง 0.640 ส่วนการใช้แบบจำลองจากคอมพิวเตอร์จะได้ค่าความหนาแน่นสูงสุดเป็น 0.637 จึงอาจกล่าวได้ว่าการแพคกันของอนุภาคทรงกลมขนาดเท่ากันแบบสุ่มที่ดีควรมีค่าความหนาแน่นของการแพคประมาณ 0.640 โดยจะไม่ใช่ขึ้นกับขนาดอนุภาคทรงกลม ส่วนกรณีของการแพคกันแบบสุ่มที่หลวมนั้นจะมีค่าความหนาแน่นสูงสุดทั้งที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎีและจากผลการทดลองจริงอยู่ในช่วงประมาณ 0.57 – 0.61

การแพคกันของอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดไม่เท่ากันแบบสุ่มสามารถทำให้ระบบมีค่าความหนาแน่นของการแพคเพิ่มสูงขึ้นได้ ถ้าอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดเล็กกว่านั้นสามารถเข้าไปแทรกอยู่ในโพรงหรือช่องว่างที่เกิดจากการแพคกันของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่าได้อย่างพอดี โดยที่ความหนาแน่นของการแพคกันในกรณีเช่นนี้จะขึ้นอยู่กับปัจจัยสำคัญสองประการคือ อัตราส่วนระหว่างขนาดของอนุภาคทรงกลมทั้งสองชนิดและอัตราส่วนระหว่างปริมาณของอนุภาคทรงกลมทั้งสองชนิดที่มีอยู่ในสารผสม

พฤติกรรมในการแพคกันของอนุภาคทรงกลมแบบทวิภาค (Binary packing) สามารถแสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของการแพคกับองค์ประกอบของสารผสมเมื่อมีการใส่อนุภาคทรงกลมที่มีขนาดเล็กกว่าลงไปในกระจุของอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดใหญ่กว่าจะทำให้ค่าความหนาแน่นของการแพคในสารผสมเพิ่มสูงขึ้นตามแนวเส้น CR จนกระทั่งมีค่าสูงที่สุดเมื่อช่องว่างที่เกิดจากการแพคกันของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่าถูกอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กกว่าเข้าไปแทรกอยู่จนเต็มพอดี แต่ถ้าหากการเติมอนุภาคทรงกลมมีขนาดเล็กกว่าลงไปเพิ่มอีกการแพคจัดเรียงกันของอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดใหญ่กว่าจะเกิดการขยายตัวออกส่งผลทำให้ค่าความหนาแน่นของการแพคของระบบลดต่ำลงทันที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.3 การแพคกันของผงในทางปฏิบัติ

อนุภาคผงที่เตรียมได้ด้วยวิธีการตกตะกอนจากสารละลายเชิงเคมี มีการแจกแจงขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วงแคบ ๆ ซึ่งก็ไม่ได้มีขนาดของอนุภาคอยู่เพียงขนาดเดียว และการแจกแจงของผงอนุภาคเหล่านี้ก็เป็นปัจจัยสำคัญที่มีอิทธิพลโดยตรงกับความหนาแน่นของการแพคกันในอนุภาคผงที่มีการอัดขึ้นรูปแล้ว ในกรณีของการแพคกันของอนุภาคผงที่เป็นทรงกลมที่ฟังก์ชันการแจกแจงแบบลอการิทึมปกติสามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการประมาณพฤติกรรมของการแจกแจงของขนาดอนุภาคของผงหลาย ๆ ชนิดได้เป็นอย่างดี การกระจายตัวของขนาดอนุภาคในการแจกแจงนั้นสามารถแสดงได้ด้วยค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation) หรือค่าเอส (S) จากการศึกษาเกี่ยวกับความหนาแน่นของการแพคของอนุภาคทรงกลมและการแจกแจงของขนาดอนุภาคแบบลอการิทึมปกติที่มีค่าเอสต่าง ๆ กันทั้งจากการคำนวณทางทฤษฎีและจากผลการทดลองพบว่าความหนาแน่นของการแพคกันจะเพิ่มขึ้นในกรณีของระบบที่มีค่าเอสเพิ่มขึ้นซึ่งเป็นกรณีของระบบที่มีการแจกแจงของขนาดอนุภาคกว้างขึ้นนั่นเอง

ในกรณีของการแพคกันแบบสุ่มที่แน่นจะมีค่าความหนาแน่นของการแพคที่ค่อนข้างสูง ถ้าระบบมีการแจกแจงของขนาดอนุภาคที่กว้างและถ้าอนุภาคผงมีรูปร่างเป็นทรงกลมก็จะสามารถทำการประมาณค่าได้โดยสมการ

$$\text{ความหนาแน่นของการแพค} = 0.96 - (0.2 / S) \quad (2.5)$$

ส่วนในกรณีของการแพคกันแบบสุ่มที่หลวมนั้นจะมีค่าความหนาแน่นของการแพคที่เพิ่มขึ้นตามค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของการแจกแจงเพียงแต่ว่ามีระดับของการเพิ่มขึ้นที่น้อยกว่าในกรณีของการแพคกันแบบสุ่มที่แน่นเป็นอย่างมาก และในอีกแง่หนึ่งนั้นการพยายามทำให้ระบบมีค่าความหนาแน่นของการแพคสูงขึ้นก็ไม่ใช่เรื่องที่สำคัญนักตราบใดที่ยังเกี่ยวข้องกับอนุภาคผงที่มีการแจกแจงของขนาดอนุภาคกว้างและผ่านการอัดขึ้นรูปแล้ว เช่น ผงผงที่มีการกระจายเป็นก้อน (Polydisperse powders)

แต่อย่างไรก็ตามค่าความหนาแน่นของการแพคกันก็เป็นตัวแปรหนึ่งที่มีจะนำไปสู่ความเข้าใจผิดในการทำนายพฤติกรรมการแน่นตัวและการพัฒนาโครงสร้างจุลภาคของวัสดุในระหว่างที่มีการเผา ในขณะที่ความสม่ำเสมอของการแพคกัน (Packing uniformity) หรือขนาดของบริเวณที่มีความหนาแน่นสม่ำเสมอที่เกิดขึ้นในผงที่ผ่านการอัดแล้วควรเป็นเรื่องที่นำมาพิจารณามากกว่า

สำหรับอนุภาคผงที่มีการจำหน่ายกันทั่วไปทางการค้า นั้นมักมีลักษณะการแจกแจงของขนาดอนุภาคที่กว้างจึงสามารถทำการจัดจำแนกแต่ละช่วงของขนาดอนุภาคผงออกมาให้เหมาะสมกับความต้องการที่จะนำไปใช้ได้ง่าย และยังมีหลายช่วงของขนาดอนุภาคให้เลือกอีกด้วย ซึ่งการนำผงที่มีช่วงขนาดของอนุภาคแตกต่างกันมาผสมเข้าด้วยกันสามารถช่วยเพิ่มความหนาแน่นของการแพคกันได้ แต่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากในทางปฏิบัติ อนุภาคฟองที่มีขนาดเล็กกว่าจะไม่นิ่งอยู่กับที่ในตำแหน่งทางอุดมคติที่สามารถทำให้ความหนาแน่นของการแพคมมีค่าสูงสุดได้เสมอไปจึงไม่ค่อยมีประโยชน์นัก ปัญหาสำคัญที่เกิดขึ้นในการปฏิบัติก็คือความสม่ำเสมอในการแพค การที่อนุภาคฟองจะแพคกันได้ดีมีความสม่ำเสมอตลอดทั่วทั้งวัสดุนั้นจะต้องอาศัยเงื่อนไขที่สำคัญสองประการคือ จะต้องมีการผสมผงให้เข้ากันเป็นอย่างดี มีความสม่ำเสมอด้วยวิธีทางเชิงกล หรือวิธีทางคอลลอยด์ และมีการอัดผงที่ผสมแล้วให้เกิดการแพคกันอย่างสม่ำเสมอทุกทิศทุกทางด้วย การเตรียมผงที่คั้นเมื่อผ่านกระบวนการอัดขึ้นรูปแล้วต้องไม่มีช่องว่างขนาดใหญ่ปรากฏอยู่เลยโดยมีแต่เพียงรูพรุนเล็ก ๆ ที่กระจายตัวไปทั่วชิ้นงานอย่างสม่ำเสมออยู่เท่านั้น

2.4 การวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ [8,9,10,11]

เมื่อปี ค.ศ.1895 W.C. Rontgen ได้ค้นพบรังสีเอกซ์ (X-rays) ซึ่งเป็นสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าช่วงหนึ่ง มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.1-100 อังสตรอม ($^{\circ}\text{A}$) หรือเท่ากับ 0.01-10 นาโนเมตร แต่ที่ใช้ในทางเคมีวิเคราะห์จะอยู่ในช่วง 0.07-0.2 นาโนเมตร รังสีเอกซ์จัดว่าเป็นแหล่งพลังงานที่สำคัญในการศึกษาทางวิทยาศาสตร์หลาย ๆ ด้าน การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น เกิดการเปล่งแสงบางชนิด (emission) การดูดกลืน (absorption) การกระเจิง (scattering) หรือเกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) เป็นต้น ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละสารที่สามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีได้ดังนี้ คือ

- ก) ใช้วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ
- ข) ใช้ศึกษาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี
- ค) ใช้ศึกษาเกี่ยวกับ โครงสร้างของผลึก หรือโมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์

2.4.1 หลักการทั่วไปของการเกิดรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์เกิดจากการระดมยิง (bombard) วัตถุ เช่น โลหะหรือสารประกอบ ด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เช่น ลำอิเล็กตรอน โปรตอน หรือ โฟตอน (รังสีเอกซ์หรือรังสีแกมมา) อิเล็กตรอนของอะตอมในวัตถุนั้น เมื่อถูกระดมยิงทำให้อิเล็กตรอนในชั้นภายในหลุดออกไป เมื่อเกิดที่ว่างขึ้น อิเล็กตรอนจากเซลล์นอกซึ่งมีพลังงานสูงกว่าจะเข้ามาแทนที่

2.4.2 สมบัติของรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์มีลักษณะคล้ายรังสีแกมมา ดังนั้นเมื่อรังสีเหล่านี้ผ่านเข้าไปในวัตถุจะเกิดปรากฏการณ์หลาย ๆ อย่าง เช่น การดูดกลืน การเลี้ยวเบน เกิดอันตรกิริยากับวัตถุ ทำให้วัตถุนั้นเกิดไอออไนเซชัน เป็นต้น

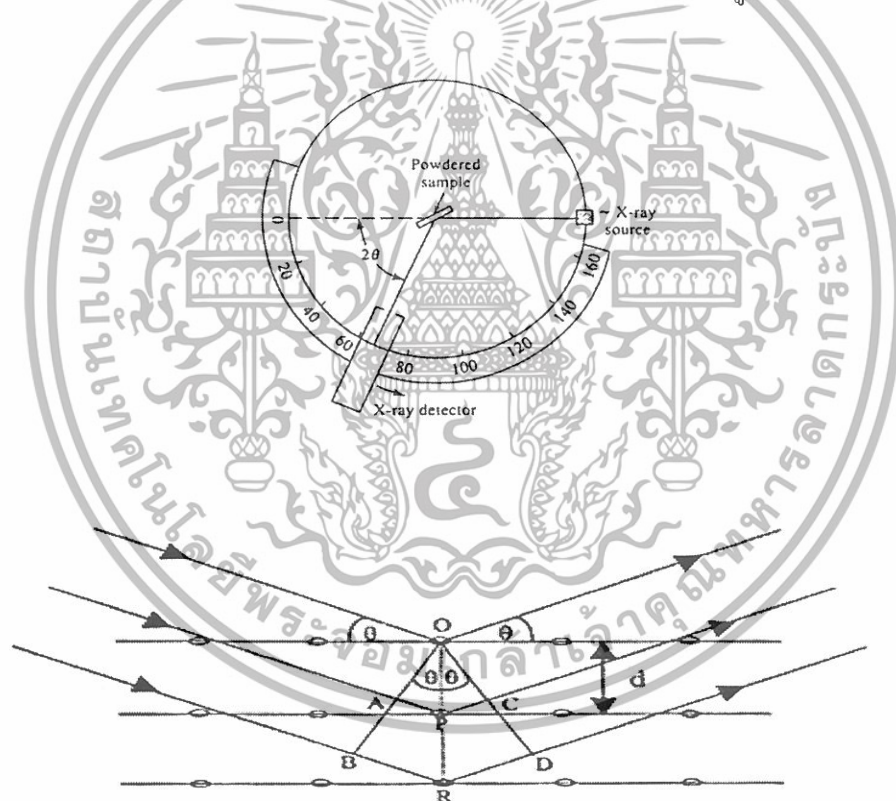
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2.1 การดูดกลืนรังสีเอกซ์

เมื่อให้ลำรังสีเอกซ์แคบ ๆ ผ่านวัตถุที่บาง ๆ ความเข้มหรือกำลังของรังสีเอกซ์จะลดลงเนื่องจากถูกดูดกลืนและเกิดการกระเจิง ผลที่เกิดจากการกระเจิงสำหรับธาตุเบา ๆ จะมีน้อยมาก การดูดกลืนรังสีเอกซ์จะเกิดขึ้นมากกว่า เช่น ในกรณีการศึกษาแอมซอร์พชันสเปกตรัมของเงินและตะกั่วพบว่า การทำให้อิเล็กตรอนในชั้น K ของเงินหลุดนั้นง่ายกว่าของตะกั่ว โดยที่ตะกั่วมีเลขอะตอมสูงกว่าเงิน ปรากฏการณ์จะเป็นเช่นนี้กับธาตุอื่น ๆ ด้วย นั่นคือ อิเล็กตรอนในชั้น K ของธาตุที่มีเลขอะตอมต่ำกว่าจะทำให้หลุดออกไปง่ายกว่าธาตุที่มีเลขอะตอมสูงกว่า

2.4.2.2 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เมื่อลำรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าผลึก โดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนก็เกิดการกระเจิงและส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม ดังแสดงในรูป



รูปที่ 2.14 ลักษณะของการตรวจสอบวัฏภาคและแบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์ [12]

ลำรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอม จะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นแบบเดียวกัน ถ้าอะตอมในผลึกอยู่กันอย่างเป็นระเบียบและห่างเท่า ๆ กัน การเลี้ยวเบนนี้ก็มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนด้วยเกรตติงแบบสะท้อน (reflection) สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- รังสีที่ตกกระทบ รังสีที่เลี้ยวเบนและเส้นตรงตั้งฉากกับผิวหน้าต้องอยู่ระนาบเดียวกัน
- ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

เมื่อปี ค.ศ. 1912 W.L.Bragg ได้ใช้ลำรังสีเอกซ์แคบ ๆ ให้กระทบผิวหน้าผลึกเป็นมุม θ เพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนและการกระเจิง เมื่อเกิดอันตรกิริยากับอะตอมที่ O , P และ R ถ้า

$$AP + PC = n\lambda \quad \text{เมื่อ } n = \text{ตัวเลขจำนวนเต็ม} \quad (2.6)$$

รังสีที่กระเจิงจะอยู่ในวิถีภาคที่ OCD ผลึกก็จะทำหน้าที่สะท้อนรังสีเอกซ์ จะเห็นว่า

$$AP = PC = d\sin\theta \quad (d = \text{ระยะระหว่างชั้นของผลึก}) \quad (2.7)$$

ดังนั้น อาจเขียนใหม่ได้ว่า เมื่อคลื่นแสงเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกัน (constructive interference) ที่มุม θ ได้เป็น

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (2.8)$$

สมการนี้เรียกว่า Bragg equation

รังสีเอกซ์จะเกิดการสะท้อนจากผลึกได้ ถ้ามุมตกกระทบเป็นแบบ

$$\sin\theta = n\lambda / 2d \quad (2.9)$$

ส่วนมุมอื่น ๆ จะเกิดการหักล้างกัน (destructive interference)

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผิววัตถุซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึกและมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างเป็นระเบียบที่มีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้น ๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกสอดเสริมกันได้เมื่อเป็นรังสีที่เลี้ยวเบนมาจากชุดระนาบเดียวกัน เมื่อนำเครื่องตรวจวัด (detector) มาวางที่ตำแหน่งมุมที่เกิดการเลี้ยวเบน ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับได้นั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารประกอบแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะโครงสร้าง

2.4.4 ขนาดของเม็ดผลึก (grain size)

จากสมการของ Sherrer's equation สามารถหาค่าขนาดของเม็ดผลึกได้ดังนี้

$$D = \frac{K\lambda}{\beta_{2\theta} \cos \theta} \quad (2.10)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก

K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก

$\beta_{2\theta}$ คือ full width at half-maximum of the diffraction peak

2.4.5 ความสามารถในการตรวจวิเคราะห์ของเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (x-ray diffractometer , XRD)

1. วิเคราะห์วัฏภาคโครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (Phase analysis)

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัฏภาคที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกันขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จึงสามารถใช้เป็นตัวชี้บอกได้ว่าสารตัวอย่างนั้นประกอบด้วยวัฏภาคที่เป็นผลึกชนิดใดบ้าง

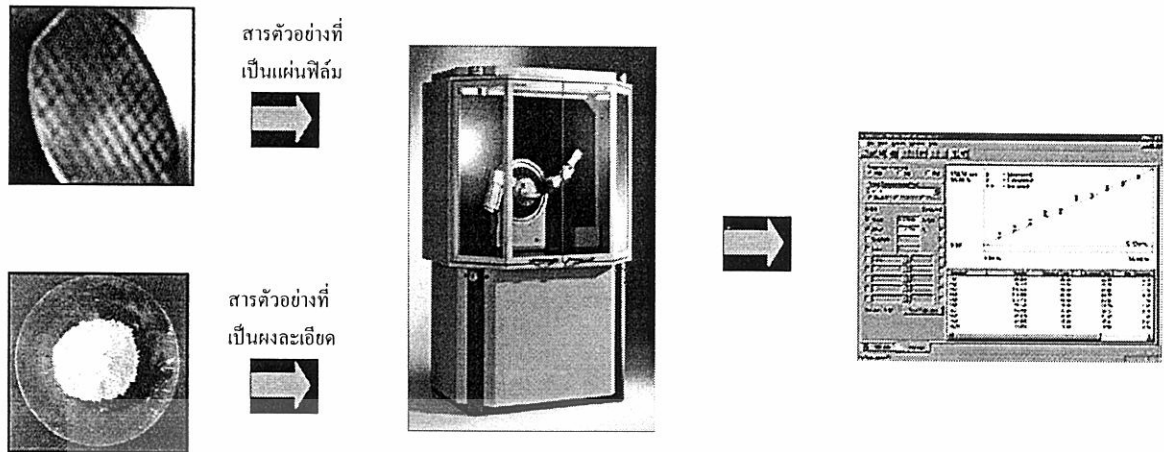


รูปที่ 2.15 การวิเคราะห์วัฏภาคโครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานของสารตัวอย่างที่เป็นแผ่นฟิล์มและสารตัวอย่างที่เป็นผงละเอียด [10]

2. วิเคราะห์วัฏภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ (Quantitative analysis)

เมื่อนำสารตัวอย่างที่เป็นมีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มหรือสารตัวอย่างที่เป็นผงละเอียดมาทำการวิเคราะห์วัฏภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ จะสามารถดูได้จากความเข้มของพีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ซึ่งจะเป็นค่าที่แปรผันตามปริมาณของวัฏภาคที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถใช้ค่าความเข้มของพีการคำนวณหาปริมาณของวัฏภาคองค์ประกอบต่าง ๆ ในสารตัวอย่างได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 การวิเคราะห์วิฤภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณของสารตัวอย่างที่เป็นแผ่นฟิล์มและสารตัวอย่างที่เป็นผงละเอียด [10]

3 วิเคราะห์ขนาดของผลึก (Crystalline size) และ ความเครียดระดับจุลภาค (Microstrain)

การวิเคราะห์ขนาดของผลึกและความเครียดระดับจุลภาคนั้นสามารถคำนวณจากความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ซึ่งความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือและลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของผลึก และขนาดของตัวอย่าง



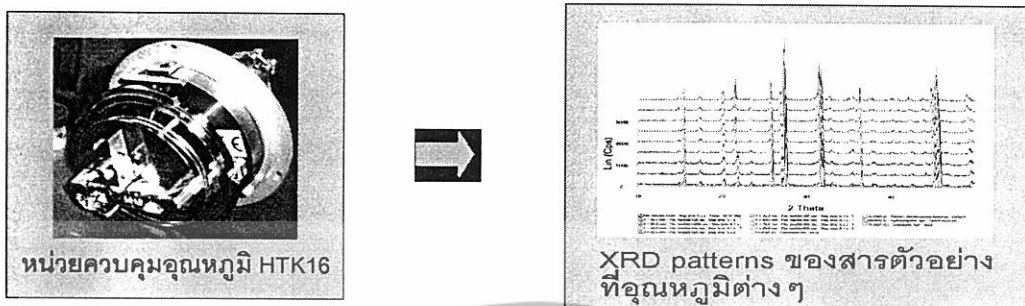
รูปที่ 2.17 การวิเคราะห์หาความเครียดระดับจุลภาค ซึ่งสามารถคำนวณจากความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ [10]

4. วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน

การวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน สามารถทำได้เมื่อมีการใช้หน่วยควบคุมอุณหภูมิ HTK16 ร่วมกับเครื่อง XRD จะทำให้สามารถ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ภายใต้ภาวะตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1600°C ทั้งในบรรยากาศปกติ สุญญากาศ หรือบรรยากาศของก๊าซเฉื่อยได้



รูปที่ 2.18 หน่วยควบคุมอุณหภูมิ HTK16 ซึ่งถูกใช้ร่วมกับเครื่องเอกซเรย์คิฟแฟรคโตมิเตอร์ [10]

2.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [11,13,14,15]

2.5.1 ทฤษฎี

อนุภาคอิเล็กตรอนถูกค้นพบโดย Sir J.J. Thomson ในปี 1897 หลังจากนั้นในปี 1924 Louis de Broglie พบว่าอิเล็กตรอนมีพฤติกรรมคล้ายคลื่น จึงทำให้เกิดแนวความคิดว่าน่าจะสามารถนำอิเล็กตรอนมาสร้างเป็นเลนส์ซึ่งจะได้ลักษณะคล้ายกับกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง แต่จะมีกำลังในการแจกแจงสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงเนื่องจากความยาวคลื่นของอิเล็กตรอนมีค่าสั้นกว่าความยาวคลื่นของแสง ถ้าใช้ศักย์ไฟฟ้าที่มีค่ามากพอ โดย Carl Stormer ได้เริ่มทำการศึกษาลักษณะการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็กที่มีลักษณะสมมาตร ปี 1927-8 ได้มีการสร้างเลนส์แม่เหล็กโดย Denis Gabor แต่ไม่ประสบความสำเร็จ เนื่องจากความรู้ในเรื่องระบบเลนส์แม่เหล็กยังไม่ดีพอ ต่อมา Max Knoll และ Ennst Ruska ได้สร้างและทดสอบเลนส์แม่เหล็ก ได้ผลเช่นกัน มีการนำแนวความคิดเรื่องระบบเลนส์ของ Carl Stormer มาใช้ในการออกแบบเลนส์แม่เหล็กและได้ปรับปรุงอยู่หลายครั้ง ในที่สุดก็ได้มีการสร้างกล้องแบบส่องกราดเป็นเครื่องแรกโดย Manfred Von Ardenne ในปี 1930 ซึ่งลักษณะการทำงานโดยทั่วไป คือ เมื่อแคโทดซึ่งเป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนได้รับพลังงานจะปลดปล่อยอิเล็กตรอนแล้วอิเล็กตรอนจะถูกเร่งโดยสนามไฟฟ้าผ่านมายังระบบเลนส์และจะถูกควบคุมการกราดบนผิวของตัวอย่างโดย scanning coils ซึ่งพื้นที่ในการกราดบนผิวตัวอย่างนี้เป็นสัดส่วนกับกำลังขยายที่ปรากฏบนจอรับภาพ ซึ่งจะทำให้ความสามารถในการแจกแจงรายละเอียดภาพ (image resolution) ของกล้องชนิดนี้มีมากกว่ากล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงมากมายหลายเท่า และไม่เพียงแต่สามารถมองเห็นภาพของตัวอย่างที่จะศึกษาเท่านั้น ยังสามารถนำสัญญาณอื่น ๆ ที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กับตัวอย่างมาใช้ศึกษาลักษณะอย่างอื่นของตัวอย่าง เช่น การวิเคราะห์หาธาตุในตัวอย่างที่สนใจและศึกษาการเรียงตัวของผลึกในตัวอย่าง เป็นต้น

ในกรณีที่เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุประกอบอยู่ด้วยเรียกว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนวิเคราะห์ (analytical electron microscope) โดยในการวิเคราะห์ธาตุจะเป็น การวิเคราะห์เฉพาะจุด (spot analysis) หรือพื้นที่เล็ก ๆ ที่อิเล็กตรอนเป็นหัววัดเรียกว่า อิเล็กตรอนโพรบ ไมโครอะนาไลซิส (electron probe microanalysis, EPMA) โดยใช้การวิเคราะห์ธาตุด้วยการวัดรังสีเอกซ์ เฉพาะตัว (characteristic x-ray) ซึ่งมีทั้งแบบเวฟเลงคัสเพอร์สปีเอกซ์เรย์สเปกโทรโฟโตเมทรี (wavelength dispersive x-ray spectrophotometry, WDS) และแบบเอนเนอร์ยีคัสเพอร์สปีเอกซ์เรย์ สเปกโทรโฟโตเมทรี (energy dispersive x-ray spectrophotometry, EDS)

2.5.2 หลักการเกิดภาพ (รูปที่ 2.19)

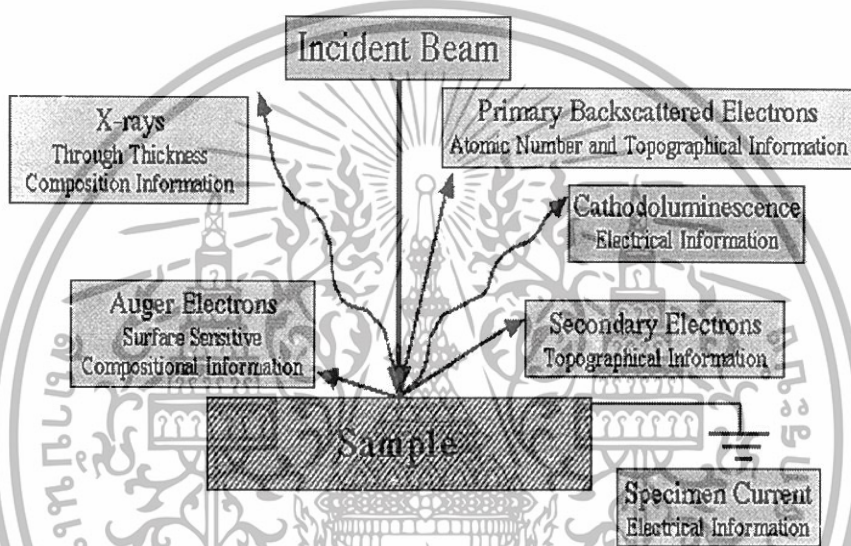
อิเล็กตรอนปฐมภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง (1000-3000 อิเล็กตรอนโวลต์ หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบื้องล่างโดยผ่านแผ่น แอโนด(anode plate) ภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} ทอร์ และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่ จะปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลง เพื่อที่จะเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำ อิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบื้องล่างโดยผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัส บนผิวตัวอย่างพอดี และอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5-200 นาโนเมตร โดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำ อิเล็กตรอนบนผิวตัวอย่าง ซึ่งผู้ใช้สามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุม ขณะที่ลำอิเล็กตรอน กระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างและ เกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ชั้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ สัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณ อิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิด คือ

1. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron image, SEI) หรือเป็นกลุ่ม อิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3-5 อิเล็กตรอน โวลต์ เกิดที่พื้นผิวระดับไม่ลึก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิด กับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวที่ผิวต่ำ
2. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (backscattered electron image, BEI) หรือเป็น กลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมา ซึ่งมี พลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลข อะตอมสูง
3. สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-ray image, XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่น แม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K, M, L,...) ถูกกระตุ้น หรือได้รับพลังงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มากพอจนหลุดออกจากวงโคจรออกมา ทำให้อะตอมต้องรักษาสมดุลของโครงสร้างรวมภายในอะตอม โดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ และต้องลดระดับพลังงานภายใน เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนที่มีระดับพลังงานสูงกว่า โดยปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่ไปแทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุ จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์กันในการวิเคราะห์ธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่าง



รูปที่ 2.19 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่าง [16]

สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพได้ โดยต้องเลือกใช้อุปกรณ์ในการตรวจวัดให้เหมาะสมกับสัญญาณแต่ละชนิด โดยทั่วไปสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิใช้ตัวตรวจวัดชนิดพลาสติกเรืองแสง (plastic scintillation detector) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับจะใช้ตัวตรวจวัดที่เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดพีเอ็นจังก์ชันหรือ ตัวตรวจวัดชนิดโรบินสัน (Robinson detector) และสัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ จะใช้หัววัดรังสีชนิดสารกึ่งตัวนำประเภทซิลิกอนลิเทียม (lithium drifted silicon, Si(Li)) ทำงานร่วมกับอุปกรณ์ในการวิเคราะห์พลังงานของรังสีเอกซ์เฉพาะตัว ซึ่งอุปกรณ์ในการวิเคราะห์นั้นมีแบบช่องเดี่ยว (Single channel analyzer, SCA) และอุปกรณ์วิเคราะห์แบบหลายช่อง (Multichannel analyzer, MCA)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดทั่วไปประกอบด้วยโครงสร้างที่คล้ายคลึงกัน โครงสร้างที่เห็นได้ชัดเจนแบ่งออกเป็น 2 ส่วนใหญ่ ๆ คือ ส่วนที่ลักษณะคล้ายปล่องภายในกลวง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เรียกว่า คอลัมน์ (column) และส่วนที่เป็นตู้ควบคุมระบบไฟฟ้าทั้งหมด เรียกว่า หน่วยคอนโซล (console unit) ทั้งสองส่วนนี้เป็นลักษณะภายนอกทั่วไปของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ไม่ว่าจะ เป็นรุ่นใด โดยคอลัมน์ประกอบด้วยส่วนประกอบพื้นฐานที่ให้กำเนิดอิเล็กตรอนแล้วรวบรวมให้ส่องไป ยังผิวของตัวอย่างที่วางอยู่ในช่องตัวอย่างบริเวณฐานคอลัมน์และอุปกรณ์ซึ่งรับสัญญาณที่เกิด ภายหลังอิเล็กตรอนกระทบกับตัวอย่างก็จะถูกจัดวางไว้ในบริเวณนี้เช่นกัน ส่วนหน่วยคอนโซลนั้น ภายในเป็นแผงควบคุมระบบไฟฟ้า ระบบสุญญากาศ และระบบถ่ายภาพ การควบคุมลำแสง อิเล็กตรอนภายในคอลัมน์ก็จำเป็นต้องใช้ปุ่มบังคับที่อยู่บนแผงควบคุมของหน่วยคอนโซล นอกเหนือจาก 2 ส่วน ซึ่งเป็นส่วนสำคัญของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แล้วยังมี ส่วนประกอบอื่น ๆ อีก คือ ระบบทำสุญญากาศ ระบบทำไฟฟ้าแรงสูง และระบบทำความเย็นโดยการ หมุนเวียนน้ำเย็น

2.5.3 ส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM (รูปที่ 2.20)

ก) แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนอยู่ด้านบนปลายบนสุดของคอลัมน์ประกอบด้วยหลอดโลหะทั้งสแตนท์ที่ บิดเป็นรูปตัววี เรียกว่า ฟิลาเมนต์ (Filament) มีรูอยู่ปลายกรวย เมื่อกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 100 โวลต์เข้า สู่ฟิลาเมนต์หลอดตัววีดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูงประจุอิเล็กตรอนซึ่งเป็นประจุลบก็จะกระจายออกมา และถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวกที่อยู่ด้านล่าง ผ่านรูของกรวยลงสู่สนามแม่เหล็กที่สามารถรวบรวมประจุ อิเล็กตรอนที่มีอยู่ให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นพอที่จะฉายลงบนสารตัวอย่าง

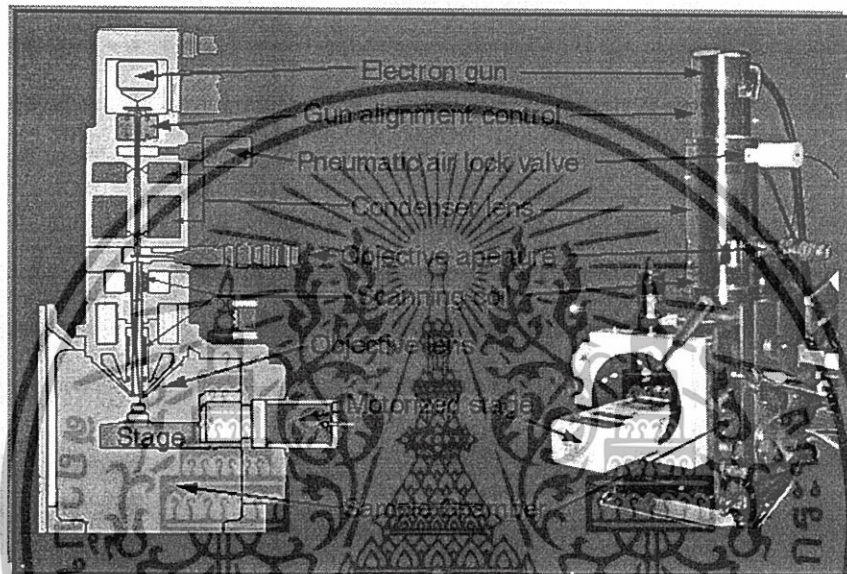
ข) เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนและขดลวดขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอน เป็นชุดอุปกรณ์ที่ ทำงานร่วมกัน เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนจะทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสง รูปกรวยที่เล็กที่สุดและสมมาตรที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ก่อนตกกระทบบนผิวตัวอย่าง พร้อมกับใช้ ขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งเรียกว่าสแกนคอยล์ (Scan coil) ขับหรือผลักให้ลำแสงอิเล็กตรอน ปฐมภูมิเคลื่อนที่กราดไปบนผิวของตัวอย่างในแนวที่ต้องการเป็นบริเวณรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส

ค) ช่องใส่ตัวอย่าง เป็นช่องสุญญากาศอยู่ใต้เลนส์ มีอุปกรณ์ตรวจสอบ หรือ รวบรวม สัญญาณต่าง ๆ ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับผิวตัวอย่าง ส่วนที่สำคัญที่สุด ของช่องใส่ตัวอย่าง คือ ฐานวางตัวอย่าง และ ปุ่มควบคุมเพื่อเลื่อนฐานนี้ให้เคลื่อนที่ไปมาภายในช่องใส่ ตัวอย่างได้อย่างน้อย 6 ทิศทาง คือ แนวนอน หรือ แนวราบ 4 ทิศทาง (X , Y direction) และแนวตั้ง ขึ้น - ลง พร้อมทั้งมีส่วนที่ควบคุมการเอียงและการหมุนของตัวอย่างได้รอบทิศทาง ช่องใส่ตัวอย่าง ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมัยใหม่ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนในซึ่งเป็นช่อง ใหญ่ อีกส่วนหนึ่งเป็นส่วนนอก ตัวอย่างที่ต้องการจะตรวจสอบต้องใส่ในช่องเล็กภายนอกแล้วดูด อากาศออกให้เป็นภาวะสุญญากาศ ก่อนจะเปิดประตูกั้นระหว่างช่องเล็กกับช่องใหญ่ภายในเพื่อสอด ใส่ตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

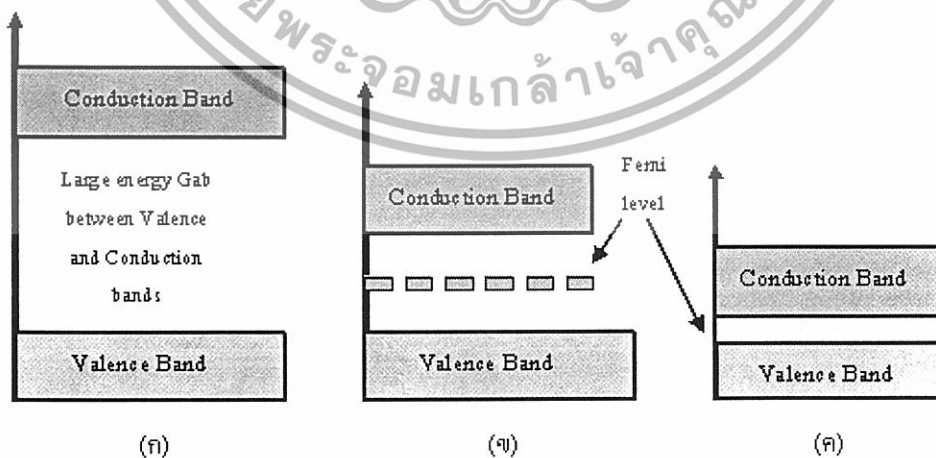
ง) อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ เป็นแท่งแก้วใสจากฟิวด้วยอะลูมิเนียม ส่วนปลายของแท่งนี้ ล้อมด้วยตาข่ายที่ต่อกับวงจรไฟฟ้าประจุบวกขนาด 30 – 250 โวลต์ เพื่อดึงดูดอิเล็กตรอนทุติยภูมิอันเกิด จากปฏิกิริยาระหว่างประจุอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับฟิวตัวอย่างให้มากที่สุดเท่าที่จะทำได้

จ) อุปกรณ์สร้างภาพ และ ถ่ายภาพ ทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับเป็นภาพ และภาพ ที่ปรากฏบนจอ CRT จะถูกบันทึกด้วยกล้องถ่ายรูปแบบง่าย ๆ อุปกรณ์สร้างภาพจะประกอบด้วยท่อ นำแสง และ เครื่องขยาย และเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นแสงไฟฟ้าปรากฏบนจอภาพ



รูปที่ 2.20 ส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM [17]

2.6 การเกิดสีของผลึก [18]



รูปที่ 2.21 ลักษณะของโครงสร้างแถบพลังงานแบบง่ายของสารชนิดต่าง ๆ [19]

(ก) ฉนวน (ข) สารกึ่งตัวนำ (ค) ตัวนำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยทั่วไปนิยมใช้ลักษณะของโครงสร้างแถบพลังงานในการแบ่งแยกชนิดของสารต่าง ๆ เป็นฉนวน สารกึ่งตัวนำ หรือตัวนำ เป็นต้น ลักษณะโครงสร้างแถบพลังงานแบบง่ายดังที่แสดงไว้ในรูป 2.17 ซึ่งจะประกอบไปด้วยแถบวาเลนซ์ (Valence band) สำหรับฉนวนที่อุณหภูมิห้อง และสารกึ่งตัวนำที่อุณหภูมิศูนย์องศาสัมบูรณ์จะมีอิเล็กตรอนอยู่เต็ม และ ยังมีแรงทางไฟฟ้าสถิตคูลอมบ์ยึดเหนี่ยวไว้ส่วนตัวนำจะยังคงมีที่ว่างอยู่เล็กน้อย และ แถบนำ (Conduction band) ซึ่งจะว่างสำหรับฉนวนที่อุณหภูมิห้อง และสารกึ่งตัวนำที่อุณหภูมิศูนย์องศาสัมบูรณ์ ส่วนตัวนำมีอิเล็กตรอนอิสระบางส่วนแล้วระหว่างแถบวาเลนซ์และแถบนำจะไม่มีอิเล็กตรอนอยู่เลย เรียกบริเวณนี้ว่า “ บริเวณต้องห้าม (Forbidden - region หรือ Forbidden gap) ” ซึ่งจะเรียกขนาดความกว้างของช่องว่างนั้นว่าช่องว่างแถบพลังงาน (Energy gap : E_g) ขนาดของ E_g นำมาใช้แบ่งแยกสารชนิดต่าง ๆ นั้นเอง เช่น ฉนวนจะมี $E_g > 3 \text{ eV}$ สารกึ่งตัวนำจะมี $E_g < 3 \text{ eV}$ และ ตัวนำมีแถบวาเลนซ์และแถบนำซ้อนเหลื่อมกันอยู่เป็นต้น ที่จุดสูงสุดของแถบวาเลนซ์จะเรียกว่าขอบของการดูดกลืนพื้นฐาน (Fundamental edge หรือ Band edge) ซึ่งบอกขนาดด้วยค่า E_g นั้นเอง นอกจากนี้ค่า E_g ยังเป็นตัวกำหนดสมบัติเชิงฟิสิกส์ต่าง ๆ ของสาร ตลอดจนการมีสีของผลึกด้วย การมีสีของผลึก อิเล็กตรอนไม่สามารถดูดกลืนพลังงานโฟตอนเพื่อที่จะย้ายสถานะพลังงานจากจุดสูงสุดของแถบวาเลนซ์ไปยังจุดต่ำสุดของแถบนำได้ หรืออิเล็กตรอนไม่ถูกกระตุ้นนั่นเอง ดังนั้นพลังงาน โฟตอนในย่านความยาวคลื่นนั้นจะถูกส่งผ่านออกจากผลึกทำให้สามารถมองเห็นผลึกมีสีตามย่านความยาวคลื่นนั้น

นอกจากนี้การทำให้ผลึกมีสียังสามารถทำได้อีกหลายวิธีทั้งนี้จะต้องอาศัยหลักการพื้นฐานดังกล่าวมาข้างต้น คือ การสร้างสถานะพื้นฐานที่ทำหน้าที่เป็นศูนย์กลางการเกิดสีของผลึก (Color center) ขึ้นมาภายในช่องว่างแถบพลังงานนั่นเอง คือ

1. การเจืออะตอมของธาตุบางชนิดเข้าไปในผลึก เช่น ผลึก Al_2O_3 เป็นผลึกที่ไม่มีสี เมื่อเจือด้วยอะตอม Cr^{3+} จะเข้าไปแทนที่ไอออน Al^{3+} ทำให้เกิดศูนย์กลางการเกิดสีทำให้ผลึกที่ได้มีสีแดงเข้มหรือที่เราเรียกว่าทับทิม (Ruby) แต่เมื่อเจือด้วยอะตอมของธาตุ Ti เพียงแค่ 0.5% ไอออน Ti^{3+} จะเข้าไปแทนที่ไอออน Al^{3+} ทำให้เกิดศูนย์กลางการเกิดสีทำให้ผลึกที่ได้มีสีน้ำเงินที่เราเรียกว่า แซฟไฟร์ ได้แก่ มรกต บุษราคัม นิล เป็นต้น

2. การระดมยิง (Bombard) ด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เช่น รังสีแกมมา รังสีอัลตราไวโอเล็ต จะทำให้เกิดสถานะพลังงานที่เป็นกับดัก (Trap state) ของอิเล็กตรอนหรือโฮลซึ่งทำหน้าที่เป็นศูนย์กลางการเกิดสี

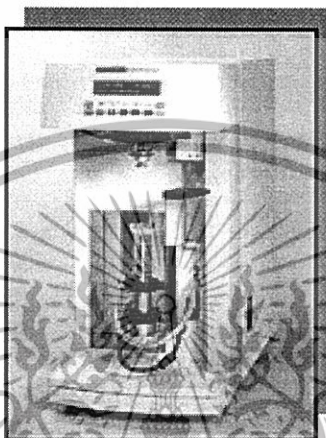
3. การทำให้เกิดการตกตะกอนสะสมของโลหะที่มีลักษณะเป็นผงอนุภาคละเอียดมากขึ้นบนผิวหน้าของผลึกจะทำหน้าที่เป็นศูนย์กลางการเกิดสีขึ้น คือ เมื่อมีแสงตกกระทบจะเกิดการกระเจิงกับอนุภาคเหล่านั้นจึงทำให้เห็นผลึกมีสีได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 Thermal Analysis (TA)

เป็นเทคนิคที่วัดการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางกายภาพ (Physical Properties) ของตัวอย่าง ภายใต้การเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิที่กำหนด (Temperature programme ซึ่งหมายถึงการให้ความร้อน (Heating) การทำให้เย็นลง (Cooling) หรือการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ค่าหนึ่ง)

Thermogravimetric Analyzer (TGA) [20,21,22]



รูปที่ 2.22 เครื่อง TGA [23]

วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัว เครื่อง TGA มีประโยชน์ต่อการวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ ระบบเครื่องซึ่งภายในเครื่องมีความละเอียดในการวิเคราะห์สูงถึง $0.1 \mu\text{g}$ มีความถูกต้องของน้ำหนักมากกว่า 0.1% ความแม่นยำของอุณหภูมิลู่ในช่วงบวกลบ 5°C แหล่งให้ความร้อนเป็นระบบเตาเผาสามารถควบคุมอุณหภูมิได้ตั้งแต่ $50-1500^\circ\text{C}$ มีอัตราการเพิ่มลดอุณหภูมิ $0.1-200^\circ\text{C}/\text{นาที}$ มีระบบทำให้เตาเผาเย็นอย่างรวดเร็วโดยใช้อากาศ ระบบการทำงานและการประมวลผลถูกควบคุมโดยระบบคอมพิวเตอร์

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุนี้จำเป็นสำหรับการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของวัสดุต่าง ๆ เช่น โพลีเมอร์ สารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ เซรามิกส์ โลหะ และวัสดุทั่วไปอื่น ๆ การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน เป็นการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพหรือทางเคมีของวัสดุที่ขึ้นกับอุณหภูมิและเวลา ผลการวิเคราะห์จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับ สมบัติทางความร้อน เสถียรภาพต่อความร้อน เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และลักษณะการผ่านกระบวนการทางความร้อนของวัสดุ โดยทำการศึกษาน้ำหนักที่หายไปเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ความร้อนที่วัสดุดูดหรือคาย เมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือเวลา และการเปลี่ยนแปลงขนาดของวัสดุ ชิ้นงานภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือเวลา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การประยุกต์ใช้

- การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ เช่น พอลิเมอร์ ยาง และตัวอย่างทางวัสดุศาสตร์ เช่น เซรามิกส์ เป็นต้น
- การวิเคราะห์เชิงปริมาณ เช่น การหาปริมาณของตัวทำละลาย ความชื้น สารเติมแต่ง คาร์บอนแบล็ก พลาสติกไซเซออร์
- การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของตัวอย่าง เช่น พอลิเมอร์ ยาง ซึ่งวิเคราะห์ตัวอย่างได้ ทั้งสถานะของแข็ง ผง แผ่นฟิล์ม และเส้นใย

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยของ Nimai Chand Pramanik and Prasanta kumar biswas [24] พงอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ถูกเตรียมได้โดยอาศัยเทคนิคการตกตะกอนโดยนำ NH_4OH มาทำปฏิกิริยากับของผสมของสารละลาย $\text{In}(\text{NO}_3)_3$ และ SnCl_4 ($\text{pH} = 8.4 - 8.7$) ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส สัดส่วนโดยโมลของพงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมขึ้นจะมีสัดส่วนของอินเดียม : ทิน เท่ากับ 9:1 , 8:2 , 7:3 และ 5:5 พงอินเดียมทินออกไซด์ที่นำมาอบแห้งแล้วจะถูกนำมาเผาที่อุณหภูมิและ สภาพที่แตกต่างกัน [อากาศ และ H_2 (5%) - Ar (95%)] พงอินเดียมทินออกไซด์จะถูกนำมาวิเคราะห์คุณลักษณะโดย FTIR สเปกโตรสโกปี , การวิเคราะห์ทางความร้อน และ ศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X - ray)

งานวิจัยของ Sujatha P. , Chatterjee M. & Ganguli D [25] อนุภาคระดับนาโนเมตรของ Spheroidal Indium tin oxide (ITO) ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์ของอินเดียม : ทิน เท่ากับ 85:15 ถูกเตรียมโดยเทคนิคอิมัลชัน จากการศึกษาการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะพบว่าโครงสร้างผลึกของอินเดียมทินออกไซด์เป็นแบบคิวบิก จากการศึกษาขนาดอนุภาคจะพบว่ามีการกระจายตัวของอนุภาคอยู่ในช่วงแคบ ๆ คืออยู่ในช่วง 20 – 58 นาโนเมตร ขนาดอนุภาคเฉลี่ยคือ 38 นาโนเมตร

งานวิจัยของ Hua-Rai Xu , Gui-Sheng Zhu , Huai-Ying Zhou and Ai-Bing Yu [26] พงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีการกระจายตัวอย่างเป็นเอกภาพ ซึ่งมีขนาดอนุภาค 70 ± 10 นาโนเมตร ถูกเตรียมโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ต่อจากนั้นจึงทำการแคลซิเนชันที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตั้งต้น การวิเคราะห์คุณลักษณะของพงอินเดียมทินออกไซด์จะทำได้โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ , กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และเลเซอร์พาร์ติเคิลอะนาไลเซอร์ (laser particle analyzer)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

งานวิจัยของ Ja Eun Song, Don Keun Lee, Hyun Woo Kim, Yeong Il Kim & Young Soo Kang [27] การศึกษาการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์ที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรทั้ง 2 วิธี ได้แก่ วิธีตกตะกอนร่วมในสารละลาย และวิธีการสลายตัวทางความร้อน (thermal degradation) ในสารละลาย แอลกอฮอล์ การเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมทำให้เกิดผลึกของอินเดียมทินออกไซด์ที่อุณหภูมิห้อง เมื่อผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 300 องศาเซลเซียส จะได้อินเดียมทินออกไซด์ที่อนุภาคระดับนาโนเมตรซึ่งมีโครงสร้างแบบคิวบิก และการเตรียมโดยวิธีการสลายตัวทางความร้อนจะได้โครงสร้างผลึกที่มี 2 วัฏภาคของอินเดียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์ (InOOH) และอินเดียมไฮดรอกไซด์ (In(OH)_3) โดยการอบอ่อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส อินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบรอมโบฮีดรัล (rhombohedral) การเปลี่ยนวัฏภาคของอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรสามารถตรวจสอบได้ด้วยเครื่องมือวัดปริมาณความร้อน (Differential Scanning Calorimeter) โครงสร้างผลึกพื้นฐานและตรวจสอบองค์ประกอบของอินเดียมทินออกไซด์จะถูกตรวจสอบโดยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM) และวัดสเปกตรัมการแจกแจงพลังงานย่านรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometer, EDS)

งานวิจัยของ Ja Eun Song, Young Hwan Kim and Young Soo Kang [28] ผงของอินเดียมทินออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนที่มีอัตราส่วนของ $\text{In}:\text{Sn} = 9:1$ สามารถสังเคราะห์ได้โดยการตกตะกอนร่วมทางเคมีที่อุณหภูมิห้องและสามารถแสดงโครงสร้างผลึกของอินเดียมออกไซด์ โดยใช้เอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน เมื่อทำการแอนนัลที่อุณหภูมิสูงกว่า 300 °C ภายใต้ความดันบรรยากาศ กระบวนการรีดักชันจะถูกนำมาใช้ในการปรับปรุงคุณสมบัติทางไฟฟ้าของผง ITO และจะทำให้ผง ITO มีการเปลี่ยนสีจากสีเขียวไปเป็นสีเขียวเข้ม ผง ITO ที่มีสีเขียวจะมีขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วง 15–30 nm จะสามารถกระจายตัวได้ดีในเอทานอล ความสามารถในการกระจายตัวของสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ตรวจวัดได้โดย zeta potential analyzer Near IR-reflective film นั้นสามารถเตรียมได้โดยเทคนิคสปินเคลือบโดยใช้สารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ นอกจากนี้ยังมีการนำ Transmission electron microscopy (TEM) และ energy dispersive X-ray spectrometer (EDS) มาใช้ในการศึกษาโครงสร้าง และองค์ประกอบของตัวอย่างด้วย Near-IR (NIR) spectrometer ใช้ตรวจสอบการสะท้อนของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ ในช่วง NIR-radiation

งานวิจัยของ Ki Young Kim and Seung Bin Park [29] ผงอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาค 20–30 nm สามารถทำการสังเคราะห์ได้จากการตกตะกอนร่วม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระหว่างอินเดียมคลอไรด์ กับทินคลอไรด์ ซึ่งขนาดและรูปร่างของอนุภาคจะถูกควบคุมโดยค่า pH ของสารละลายที่ทำการตกตะกอนร่วม, อุณหภูมิที่ใช้ และ ปริมาณของทิน การเตรียมผงอนุภาคโดยการทำเทอร์มัลรีดิวซ์ภายใต้สภาวะก๊าซไฮโดรเจน จะสามารถควบคุมสมบัติทางไฟฟ้าของผงอนุภาคได้ เมื่อสารละลายมีค่า pH เท่ากับ 6.75 ชนิดของผงที่มีขนาดอนุภาค 60 nm จะมีรูปร่างเป็นแบบ spherical อนุภาคที่มีขนาด 20 nm จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเฮกซะโกนอล เมื่อค่า pH เพิ่มขึ้นจะไม่พบ plate type ของอนุภาคปรากฏขึ้นเลย อนุภาคขนาด 20–30 nm ที่มีรูปร่างอนุภาคเป็นแบบ spherical เกิดขึ้นนั้น ขนาดอนุภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จะเพิ่มขึ้น และ ค่าความต้านทานของอนุภาคจะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาของอินเดียมทินไฮดรอกไซด์เป็น 400–700 °C ขนาดของอนุภาคจะลดลงเมื่อมีทินในองค์ประกอบมากขึ้นจาก 3.18 ไปเป็น 21.11 at.% Sn/In ในการตกตะกอนร่วม

งานวิจัยของ Sung-Min Kim , Kyung-Han Seo , Joon-Hyung Lee , Jeong-Joo Kim , Hee Young Lee and Jai-Sung Lee [30] ในงานวิจัยนี้จะศึกษาผลของปริมาณทินออกไซด์ ในการทำการเผาซินเทอร์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตร ซึ่งมีองค์ประกอบของทินออกไซด์ ต่าง ๆ กันจาก 0 ถึง 12 % ซึ่งจะเตรียมได้จากการตกตะกอนร่วม ขนาดของผงอินเดียมทินออกไซด์นั้นจะอยู่ในช่วง 20–26 nm ค่า maximum densification จะเพิ่มขึ้นเมื่อ องค์ประกอบของทินออกไซด์เพิ่มขึ้นขีดจำกัดของการละลายของทินออกไซด์ ในอินเดียมออกไซด์ จะอยู่ที่ประมาณ 6–8 %

งานวิจัยของ Shitao Li , Xueliang Qiao , Jianguo Chen , Hongshui Wang , Fang Jia and Xiaolin Qiu [31] อินเดียม (III) และ ทิน(IV) ไฮดรอกไซด์ (precursor) นั้นสามารถสังเคราะห์ได้จากการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันซึ่งทำใน water bath ผงของอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนที่มีรูปร่างเป็นแบบ spherical และแบบ rod จะได้จากการเผาแคลไซน์ การเปลี่ยนแปลงวิฤภาคในระหว่างการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสจนถึง 1100 °C นั้น สามารถทำการวิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค TG/DTA , X-ray diffraction และ transmission electron microscopy ของ $\text{In}(\text{OH})_3$, InOOH and $\text{Sn}_3\text{O}_2(\text{OH})_2$ จะทำให้ได้ $\text{In}(\text{OH})_3 \rightarrow \text{In}_2\text{O}_3$ ระหว่างการเผาแคลไซน์ในสภาวะของก๊าซอาร์กอน จะได้ผงที่มีโครงสร้างผลึกแบบรอมโบอีคัลและคิวบิกที่อุณหภูมิเผา 600 °C ซึ่งจะเกิดออกซิเจนวาร์เคนซีขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 400 °C โดยค่าความต้านทานจะลดลง และผงอินเดียมทินออกไซด์จะมีการเปลี่ยนแปลงสีด้วย การวิเคราะห์ลักษณะโดย TEM และ FESEM ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีรูปร่างแบบ spherical และ rod จะเตรียมขึ้นที่อุณหภูมิเท่ากับ 40 และ 100 °C ตามลำดับ

งานวิจัยของ Sutapa Roy Ramanan [22] ฟิล์มบางของอินเดียมทินออกไซด์จะเคลือบอยู่บนกระจกโซดาไลม์ซิลิเกต โดยใช้สารละลายโซลที่เตรียมจาก alcoholic solutions ของอินเดียมคลอไรด์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กับสแตนนิกคลอไรด์ ที่มีอัตราส่วนระหว่าง อินเดียม ต่อ ทิน เท่ากับ 95/5, 90/10, 85/15 และ 80/20. คุณสมบัติทางไฟฟ้า, โครงสร้าง และ โครงร่างผลึกของฟิล์มบางจะถูกนำมาศึกษาด้วย ความหนาของฟิล์มจะอยู่ในช่วง 10–490 นาโนเมตร เป็นพหุผลึกที่มีขนาดของเกรนอยู่ในช่วงระหว่าง 25–60 nm เฉพาะ อินเดียมออกไซด์ที่มีโครงร่างผลึกแบบคิวบิกเท่านั้นที่จะพบได้จากการวิเคราะห์โดย X-ray diffraction (XRD) และ transmission electron microscopy (TEM) ส่วน SnO และ SnO₂ จะไม่ถูกตรวจพบ ค่าความต้านทานจะมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มความหนาของการเคลือบชั้นฟิล์มบาง ค่าที่ต่ำที่สุดจะอยู่ที่ 11 ohms / square จะเกิดขึ้นหลังจากการแอนนัลฟิล์มที่มีความหนา 490 นาโนเมตร



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในโครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษาการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม พร้อมทั้งการศึกษาสมบัติของผงอินเดียมทินออกไซด์ เช่น ศึกษาลักษณะของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ทำการศึกษาถึงลักษณะของโครงสร้างผลึกเชิงจุลภาคโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และทำการวิเคราะห์ทางความร้อน (Thermal analysis) โดยใช้เครื่อง TGA

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. อินเดียมคลอไรด์ 98% (InCl_3) ของบริษัท Aldrich สหพันธ์เยอรมันนี
2. ทินคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ของบริษัทเมอร์ค (Merck) สหพันธ์เยอรมันนี
3. สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น (Conc. NH_3) ของบริษัท CARLO ERBA
4. อะซิetylอะซิโตน (Acetyl Acetone LR ; $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$) ของบริษัท S.D. fine-chem limited

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
2. อะลูมินาครุชีเบิล (Al_2O_3 Crucible)
3. Fisher stirring Hot plate ของ fisher scientific
4. เตาเผา รุ่น Furnace 6000 ของบริษัท Bastead / thermolyne
5. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง รุ่น TC-254 ของบริษัท Denver Instrument
6. เครื่อง pH-meter ของ บริษัท Agrilance
7. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) รุ่น D8 Advance ของบริษัท Bruker AG
8. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope , SEM) รุ่น JSM-840A ของบริษัท JEOL
9. เครื่อง TGA รุ่น Pyris 1 TGA ของบริษัท Perkin Elmer
10. ชุดรีฟลักซ์
11. ตู้อบ (สามารถตั้งอุณหภูมิคงที่ไว้ที่ 80°C) ของบริษัท Fisher Scientific
12. กระดาษเซลโลเฟน
13. เทอร์โมมิเตอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม

3.3.1 การเตรียมสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide Sol Solution)

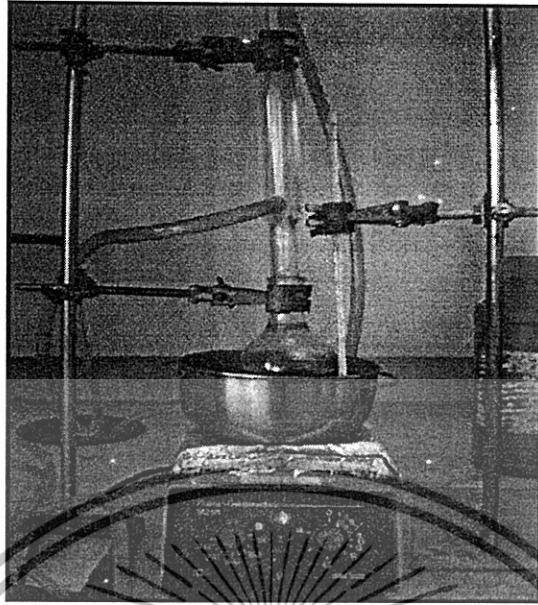
- นำอินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) และทินคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ใส่ลงในขวดก้นกลม และใส่แท่งแม่เหล็กลงไปตามอัตราส่วนในตารางที่ 3.1 (ในที่นี้มีการใช้อินเดียมคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น เนื่องจากราคาถูกและเกิดกลไกของปฏิกิริยาไม่ซับซ้อน)

ตารางที่ 3.1 น้ำหนักของอินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) และทินคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide Sol Solution) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ

อัตราส่วน	InCl_3 (g)	$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (g)
5:5	1.0845	1.1282
7:3	0.7591	0.3384
8:2	0.8675	0.2256
9:1	0.9760	0.1128

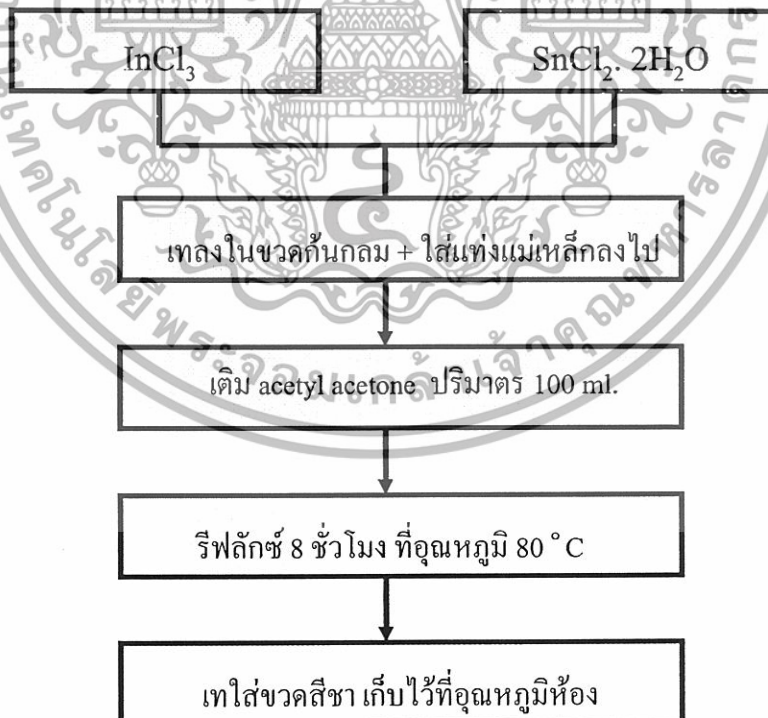
- เทอะซิโตนอะซีโตน (Acetyl Acetone, $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$) ซึ่งทำหน้าที่เป็นลิแกนด์ให้อินเดียมและทินมาเกาะและยึดให้อยู่ในระยะที่ใกล้กันมากที่สุด ปริมาตร 100 มิลลิลิตรลงไป
- ทำการรีฟลักซ์พร้อมกับปั่นกวนสารละลายที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ โดยให้อินเดียมคลอไรด์ ทินคลอไรด์ไดไฮเดรต และอะซิโตนอะซีโตน ผสมเป็นเนื้อเดียวกันตลอดทั้งขวดอย่างแท้จริง
- นำสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้ เทใส่ขวดสีชา เพื่อป้องกันไม่ให้ถูกแสง
- เก็บรักษาไว้ที่อุณหภูมิห้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 ชุดรีฟลักซ์

สรุปการเตรียมสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide Sol Solution) ได้ดังนี้



รูปที่ 3.2 แผนภูมิแสดงการเตรียมสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide Sol Solution)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ (1M NH₄OH)

- 1.) นำสารละลายแอมโมเนียมเข้มข้น ปริมาตร 8.33 ml. เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml.
- 2.) เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกระดับ
- 3.) เทใส่ขวดสีชาและเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง

สรุปการเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ (1M NH₄OH)

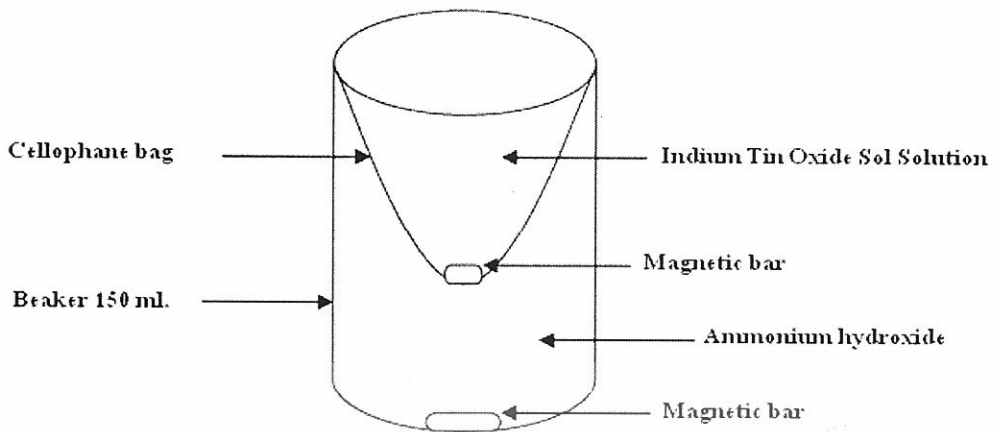


รูปที่ 3.3 แผนภูมิแสดงการเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ (1M NH₄OH)

3.3.3 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน

- 1.) นำสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 80 ml เทลงในบีกเกอร์ขนาด 150 ml ที่ตั้งอยู่บนเครื่องปั่นกวาน
- 2.) นำถุงเซลโลเฟนที่ภายในบรรจุด้วยสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ปริมาตร 20 ml และแท่งแม่เหล็ก จุ่มลงในบีกเกอร์
- 3.) ใช้ elastic rubber ช่วยในการยึดและพวงถุงเซลโลเฟนกับบีกเกอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 ลักษณะการเตรียมอุปกรณ์ในการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน

- 4.) เปิดเครื่องปั่นกวน และ ทิ้งไว้ให้เกิดการตกตะกอนนาน 24 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดการตกตะกอนอย่างสมบูรณ์ โดยจะทดสอบด้วยการดูดสารละลายโซลมาเล็กน้อยหยดด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจาง 2-3 หยดถ้าไม่มีตะกอนเกิดขึ้นแสดงว่าการตกตะกอนเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์แล้ว
- 5.) นำตะกอนที่ได้รวมทั้งสารละลายที่อยู่ในถุงเซลโลเฟนมาเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนทริฟิวจ์ ที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที
- 6.) เทชั้นสารละลายทิ้ง และทำการล้างตะกอนครั้งแรกด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจางครั้งที่ 2 ล้างด้วยน้ำกลั่น และครั้งสุดท้ายล้างตะกอนด้วยอะซิโตน แล้วนำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสจนตะกอนแห้ง
- 7.) นำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่อยู่ในวัฏภาคที่ต้องการ โดยมีกระบวนการบดจากอินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยาให้น้อยที่สุด

สรุปการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน ได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



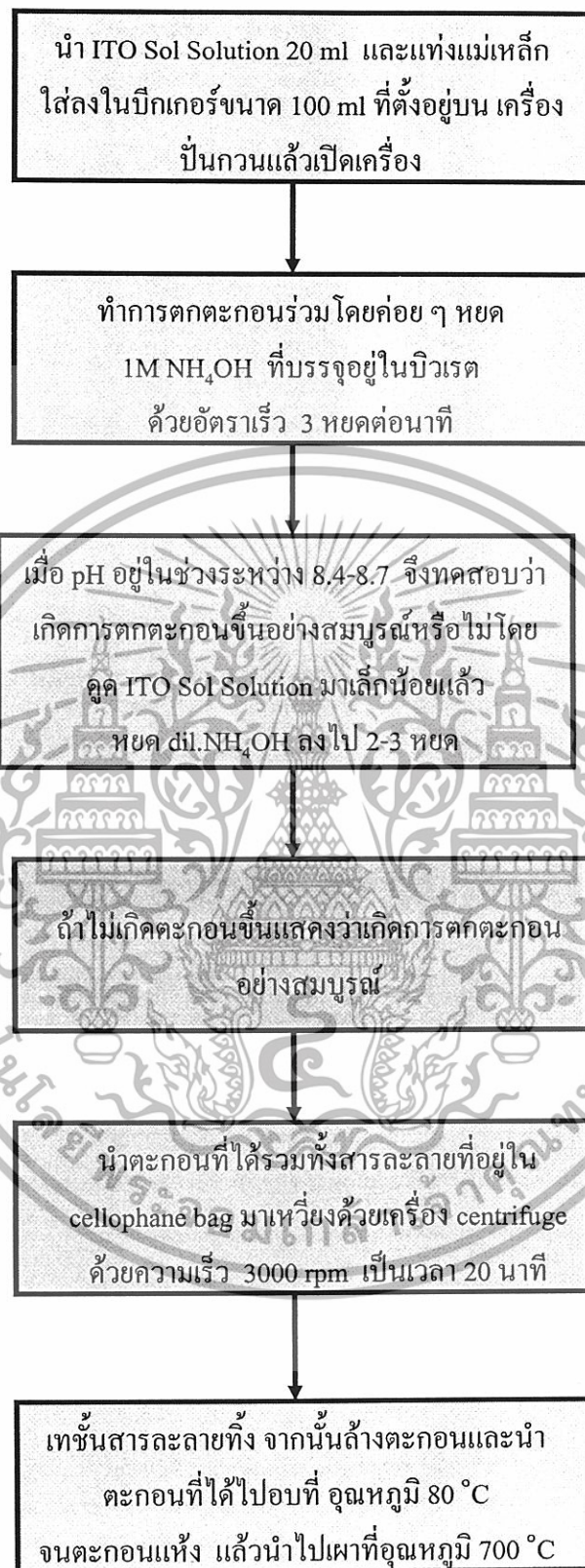
รูปที่ 3.5 แผนภูมิแสดงการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.3.4 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม (Co-precipitation titration)

- 1.) นำสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ และ magnetic stirrer bar ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ที่ตั้งอยู่บน stirrer แล้วปั่นกวน
- 2.) ทำการตกตะกอนร่วมโดยค่อย ๆ หยด 1M NH_4OH ที่บรรจุอยู่ในบิวเรต ด้วยอัตราเร็ว 3 หยดต่อนาที
- 3.) เมื่อค่า pH อยู่ในช่วงระหว่าง 8.4 – 8.7 ทดสอบการตกตะกอนว่าเป็นไปอย่างสมบูรณ์หรือไม่ (เพื่อให้ตะกอนที่เกิดขึ้นนั้นมีความเป็นเบสที่น้อยที่สุด) โดยการดูดสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์มาเล็กน้อย แล้วหยดสารละลายเจือจางของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไป 2–3 หยด
- 4.) ถ้าไม่เกิดการตกตะกอนขึ้นอีกแสดงว่าการตกตะกอนนั้นเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์แล้ว
- 5.) นำตะกอนที่ได้รวมทั้งสารละลายที่อยู่ในบีกเกอร์มาเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนตริฟิวจ์ที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที
- 6.) เทชั้นสารละลายทิ้ง และทำการล้างตะกอนครั้งแรกด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจางครั้งที่ 2 ล้างด้วยน้ำกลั่น และครั้งสุดท้ายล้างตะกอนด้วยอะซิโตน แล้วนำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสจนตะกอนแห้ง
- 7.) นำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส

สรุปการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม ได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.6 แผนภูมิแสดงการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การวิเคราะห์ลักษณะของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

นำผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ไปทำการวิเคราะห์ถึงลักษณะ โครงสร้างผลึกเชิง จุลภาคโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ศึกษาลักษณะของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จาก ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และทำการวิเคราะห์ทางความร้อน (Thermal Ananlysis) โดยใช้เครื่อง TGA



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมขึ้นได้จากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนและวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน จะถูกนำไปทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัวโดยใช้เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) การตรวจสอบโครงสร้างผลึกสัณฐานและองค์ประกอบของผงอินเดียมทินออกไซด์จะทำโดยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และมีการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) เพื่อศึกษาลักษณะทางกายภาพของผงอินเดียมทินออกไซด์

4.1 ผลการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน

4.1.1 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส และ 800 องศาเซลเซียส (อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเลือกจากงานวิจัยที่ศึกษา และผลจากเทอร์โมแกรมเพื่อให้สารอยู่ในเฟสที่ต้องการ) มีลักษณะทางกายภาพของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้ และน้ำหนักของผงอินเดียมทินออกไซด์ ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้ และน้ำหนักของผงอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมได้จากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอน

สัดส่วนของอินเดียมและทิน	ร้อยละของน้ำหนักสารที่เปลี่ยนแปลงเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (กรัม)			ร้อยละของน้ำหนักสารที่เปลี่ยนแปลงเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส (กรัม)		
	ก่อน	หลัง	ร้อยละ	ก่อน	หลัง	ร้อยละ
9:1	1.6768	0.6563	39.14	1.6189	0.6380	39.41
5:5	1.2765	0.5004	39.20	1.2570	0.4950	39.38
8:2	0.5527	0.2155	38.99	0.5472	0.2135	39.02
7:3	0.3070	0.1200	39.09	0.3044	0.1186	38.96
ลักษณะผงที่ได้หลังเผา	มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเหลืองเป็นเนื้อเดียวกัน			มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเหลืองเป็นเนื้อเดียวกัน		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส และ 800 องศาเซลเซียส (อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเลือกจากงานวิจัยที่ศึกษา และผลจากเทอร์โมแกรมเพื่อให้สารอยู่ในเฟสที่ต้องการ) มีลักษณะทางกายภาพของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้ และน้ำหนักของผงอินเดียมทินออกไซด์ ดังแสดงในตารางที่ 4.2

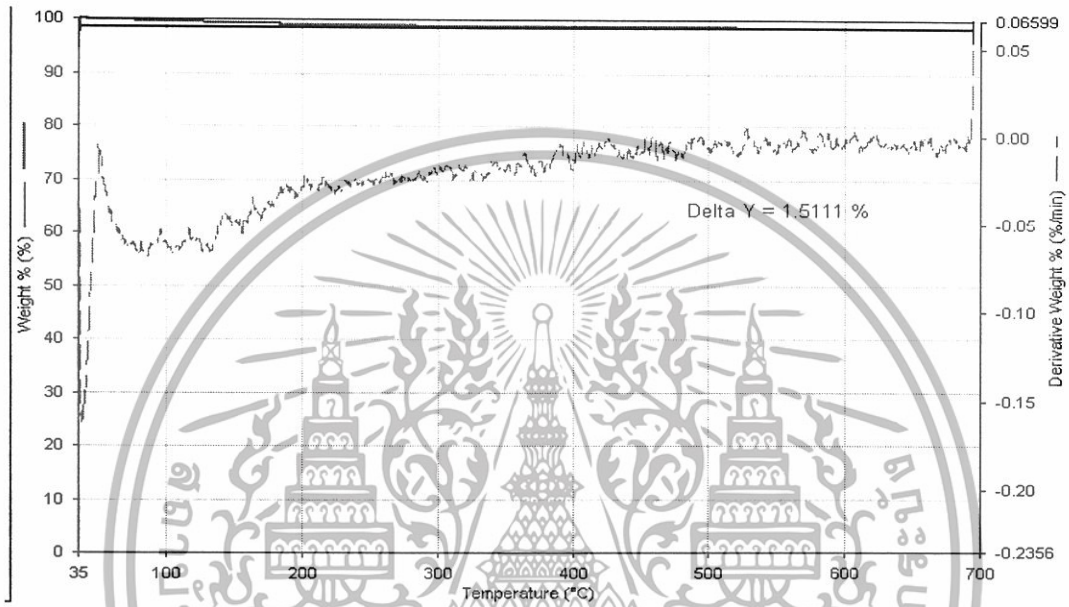
ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะทางกายภาพของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้ และน้ำหนักของผงอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมได้จากวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน

สัดส่วนของอินเดียมและทิน	ร้อยละของน้ำหนักสารที่เปลี่ยนแปลงเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (กรัม)			ร้อยละของน้ำหนักสารที่เปลี่ยนแปลงเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส (กรัม)		
	ก่อน	หลัง	ร้อยละ	ก่อน	หลัง	ร้อยละ
9:1	1.4353	0.5586	38.92	1.3941	0.5437	39.00
5:5	1.1259	0.4392	39.01	1.1113	0.4313	38.81
8:2	0.5471	0.2138	39.08	0.5157	0.2005	38.88
7:3	0.2997	0.1165	38.87	0.2802	0.1090	39.12
ลักษณะผงที่ได้หลังเผา	มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเหลืองเป็นเนื้อเดียวกัน			มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเหลืองเป็นเนื้อเดียวกัน		

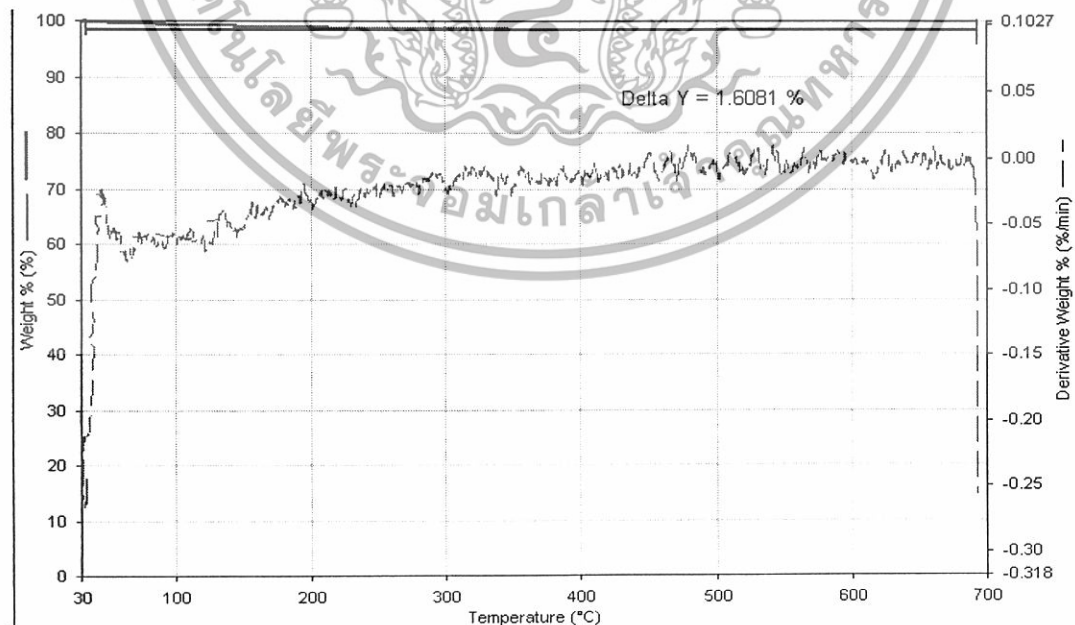
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 ผลการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยใช้เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) เพื่อศึกษาการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัว

4.2.1 ผลการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

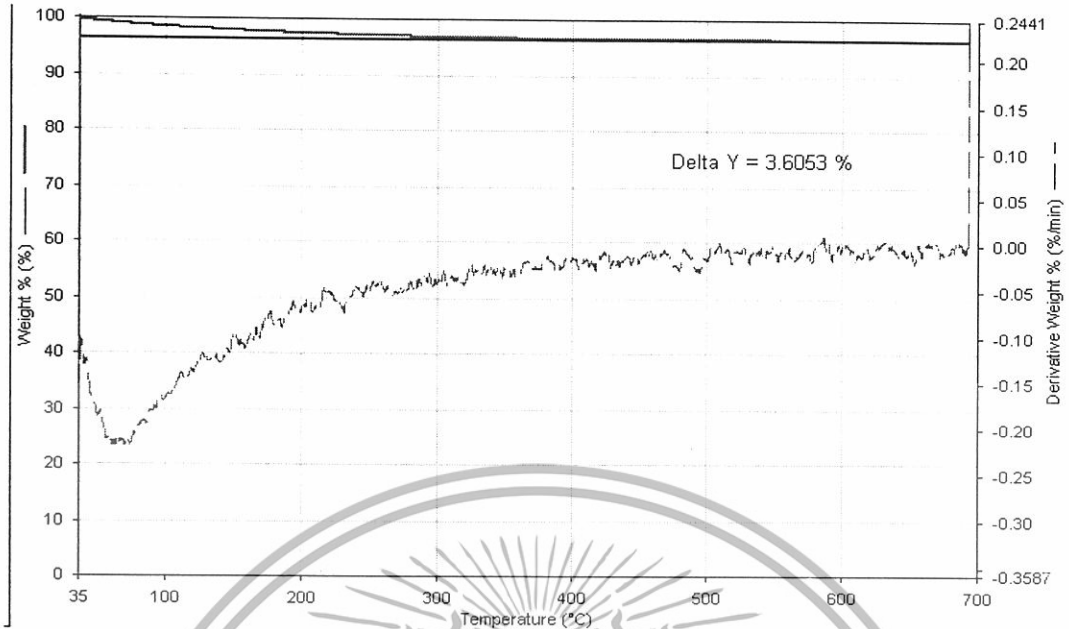


รูปที่ 4.1 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1

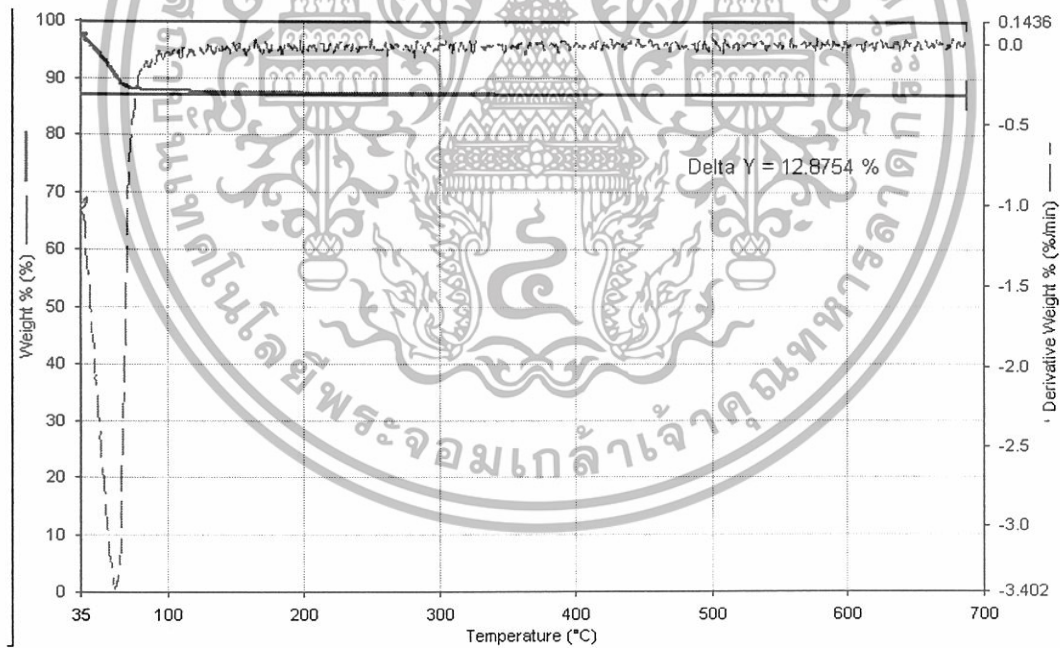


รูปที่ 4.2 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 8:2

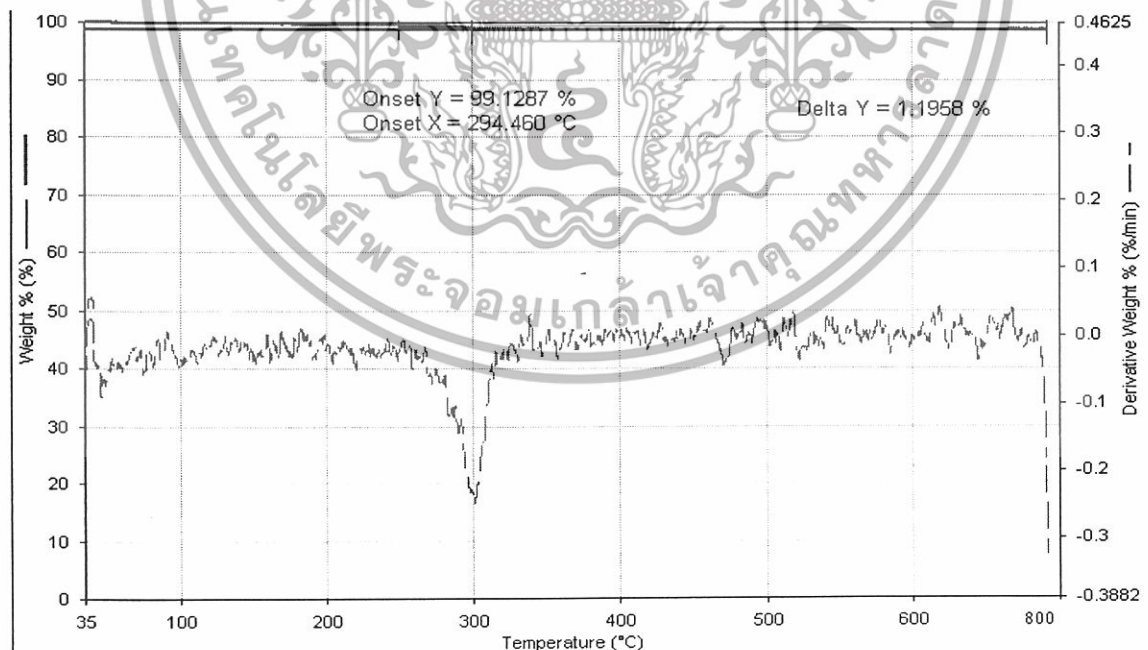


รูปที่ 4.4 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 7:3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

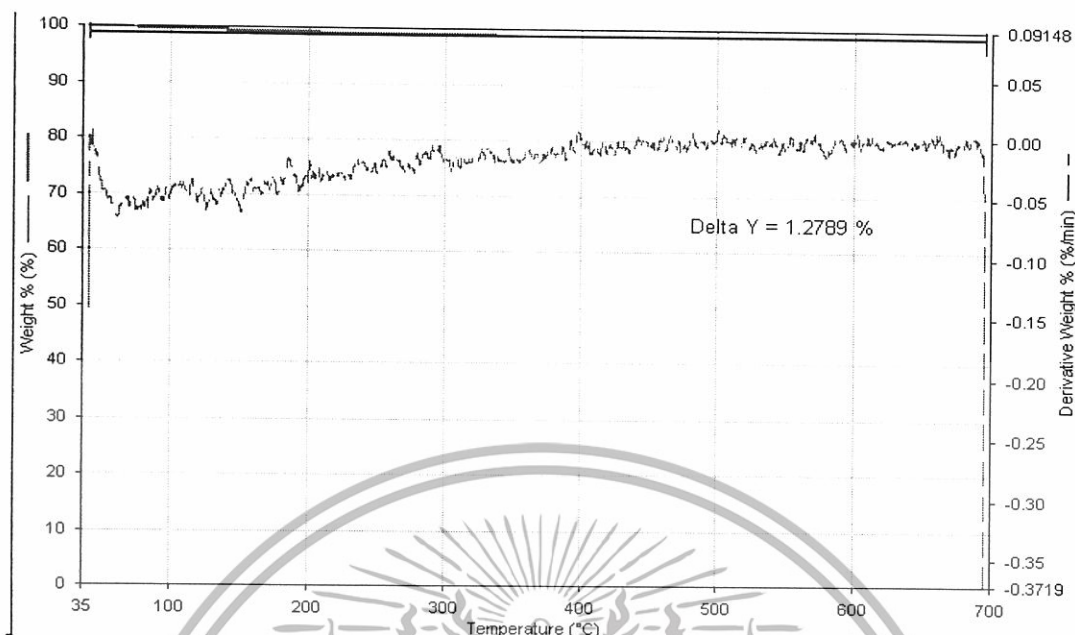
ในการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักผงอินเดียมทินออกไซด์ เมื่อผงอินเดียมทินออกไซด์ ได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัวโดยใช้เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) นั้น พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งน้ำที่สูญเสียไปนั้น คือน้ำจากการที่ผงอินเดียมทินออกไซด์ดูดความชื้นในบรรยากาศ โดยผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากการไทเทรตแบบตกตะกอนแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ที่สัดส่วนอินเดียมและทิน 9:1 5:5 8:2 และ 7:3 มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำเท่ากับ 1.51% 1.60% 3.60% และ 12.87% ตามลำดับ แสดงว่าผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีนี้มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี โดยที่สัดส่วนของอินเดียมและทิน 9:1 นั้นมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีที่สุทธรองลงมาเป็น 5:5 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ เพราะว่าถ้าผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดเล็กจะมี surface energy สูง ดังนั้นผงอินเดียมทินออกไซด์จะอยู่รวมกันเป็นก้อนซึ่งมีลักษณะแตกกันแน่น จะทำให้มีรูพรุนน้อย จึงได้รับอิทธิพลจากความชื้นน้อยกว่าอนุภาคใหญ่ ๆ ที่มีรูพรุนมาก ทำให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคเล็กมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำน้อยกว่าผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่

4.2.2 ผลการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

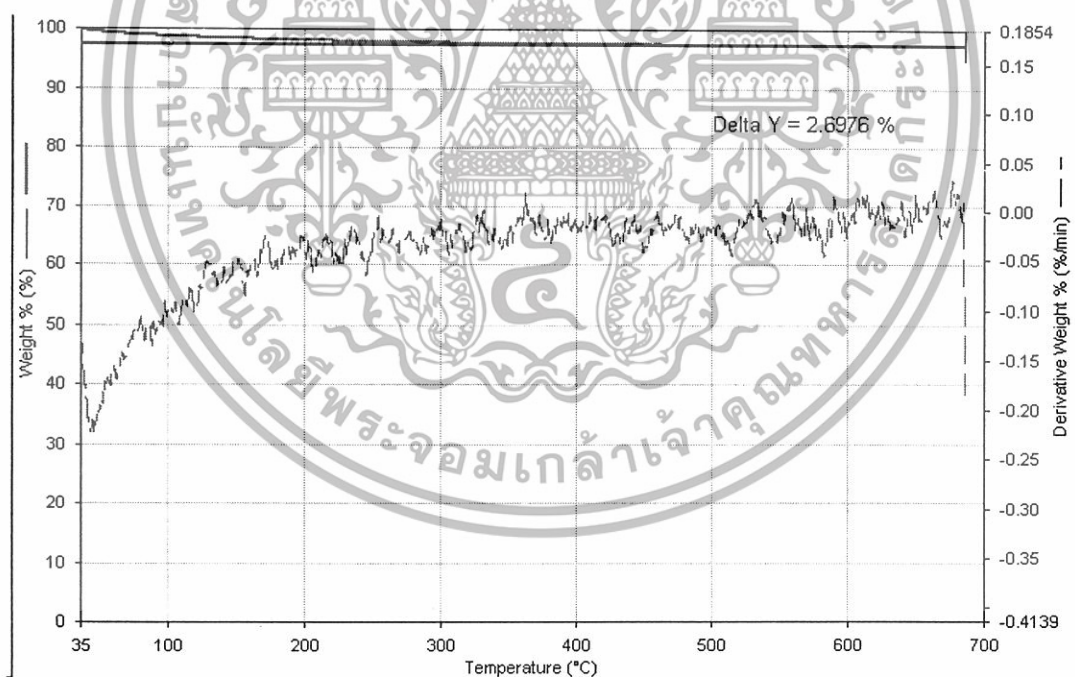


รูปที่ 4.5 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

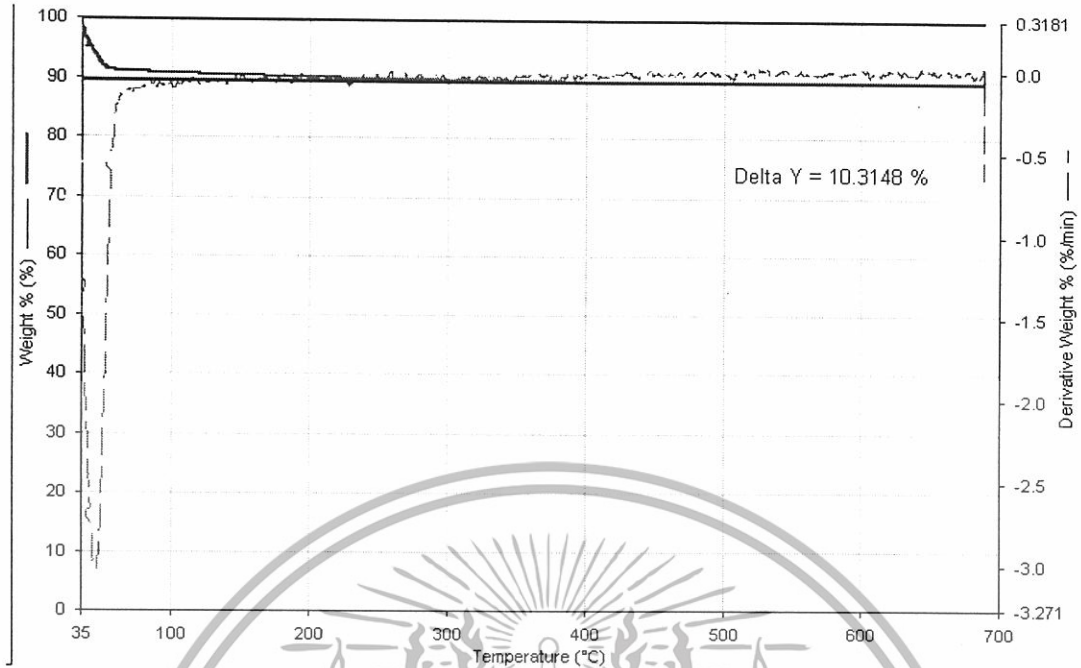


รูปที่ 4.6 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5



รูปที่ 4.7 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 8:2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

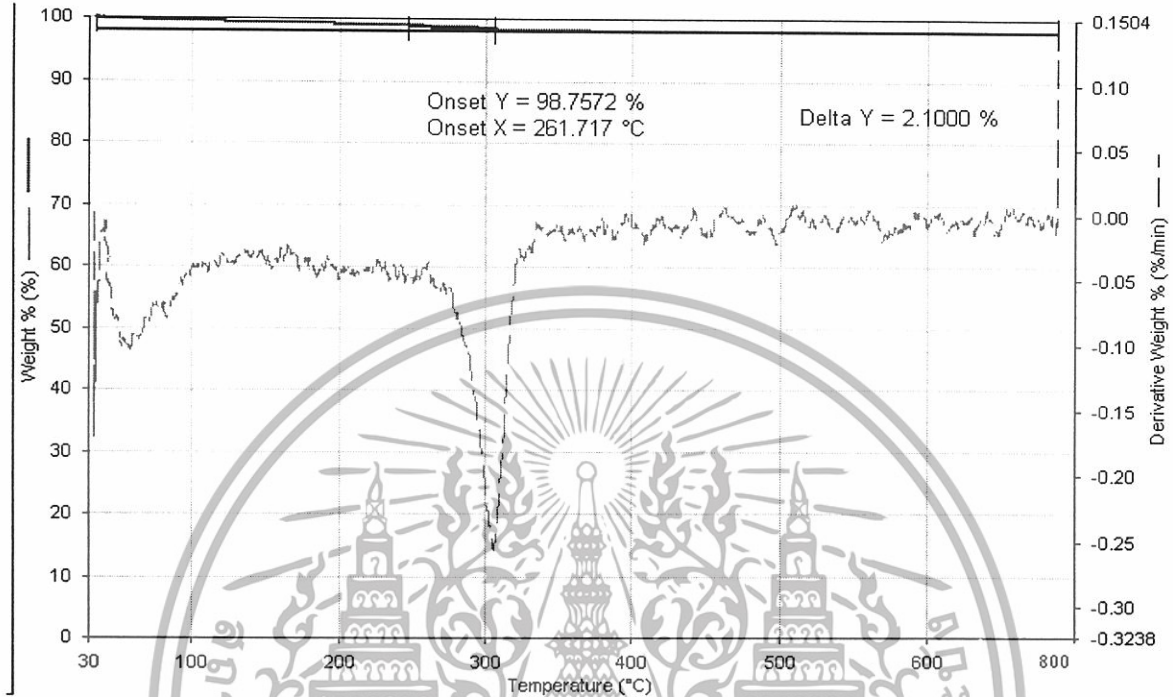


รูปที่ 4.8 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 7:3

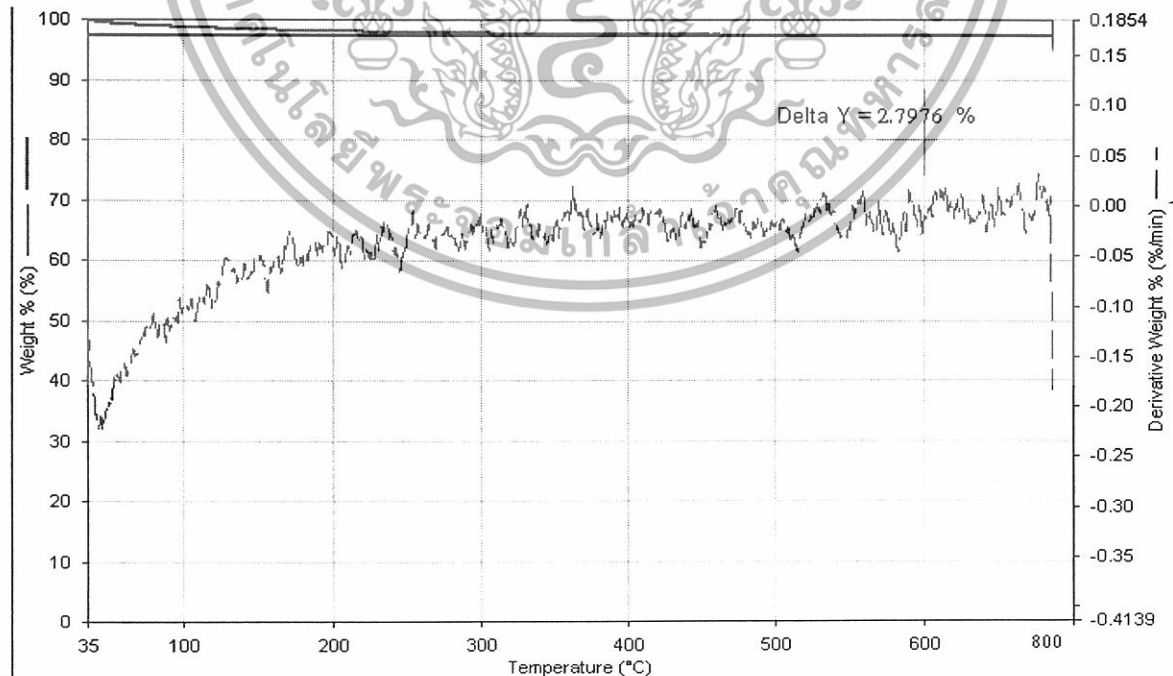
จากเทอร์โมแกรม พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้ โดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านลุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ซึ่งมีสัดส่วนของอินเดียมและทิน 9:1 5:5 8:2 และ 7:3 มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำเท่ากับ 1.19% 1.27% 2.69% และ 10.31% ตามลำดับ โดยผงอินเดียมทินออกไซด์นั้นจะมีการสูญเสียน้ำที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส จากเทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 พบว่า ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เกิด Endothermic peak ของการเกิด Phase Transformation ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีนี้มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี โดยที่สัดส่วนของอินเดียมและทิน 9:1 นั้นมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีที่สุด รองลงมาเป็น 5:5 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ เพราะว่าถ้าผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดเล็กจะมี surface energy สูง ดังนั้นผงอินเดียมทินออกไซด์จะอยู่รวมกันเป็นก้อนซึ่งมีลักษณะแตกกันแน่น จะทำให้มีรูพรุนน้อย จึงได้รับอิทธิพลจากความชื้นน้อยกว่าอนุภาคใหญ่ ๆ ที่มีรูพรุนมาก ทำให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคเล็กมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำน้อยกว่าผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 ผลการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.9 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1

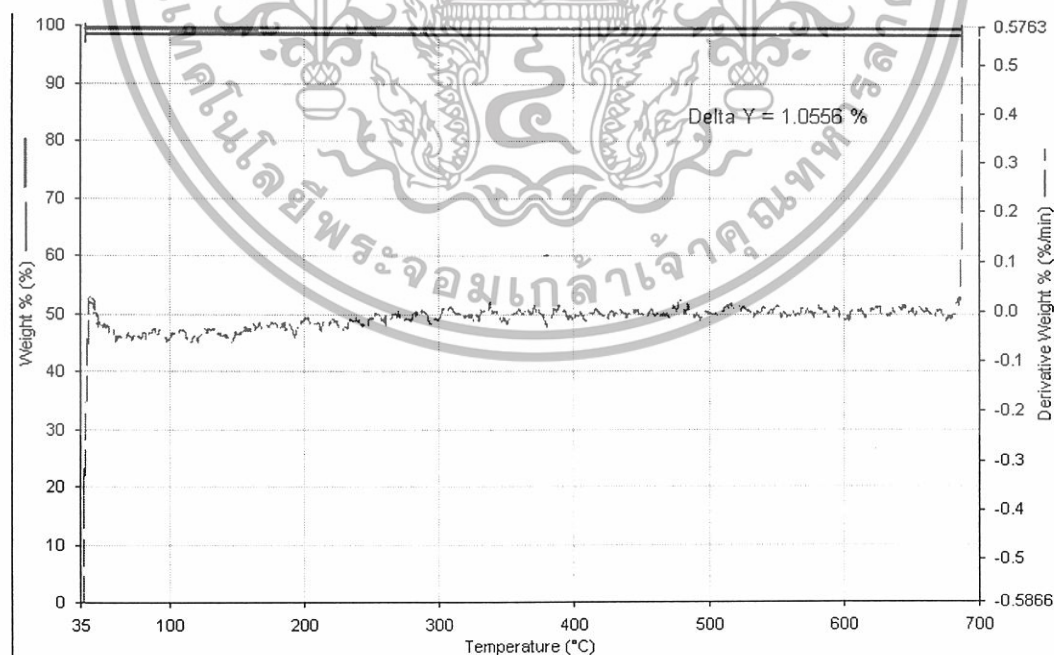


รูปที่ 4.10 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

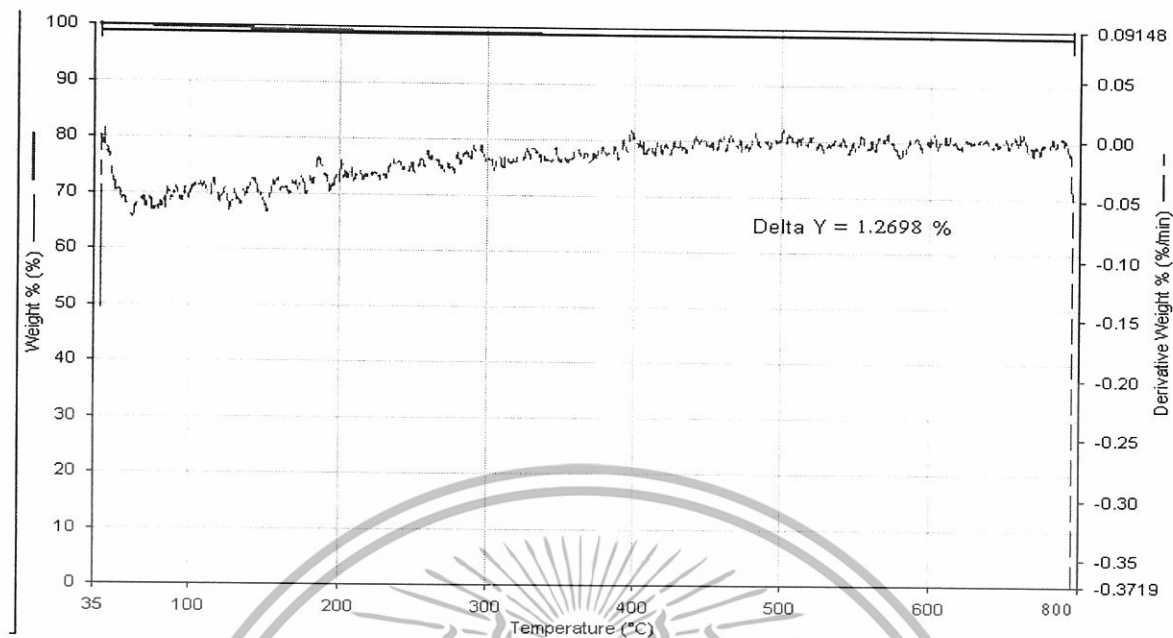
จากเทอร์โมแกรม พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ที่สัดส่วนของอินเดียมและทิน 9:1 และ 5:5 มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียเท่ากับ 2.10% และ 2.79% ตามลำดับ ซึ่งผงอินเดียมทินออกไซด์นั้นจะมีการสูญเสียที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส จากเทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 พบว่า ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เกิด Endothermic peak ของการเกิด Phase Transformation ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีนี้มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี โดยที่อัตราส่วนของอินเดียมและทิน 9:1 นั้นมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีที่สุด รองลงมาเป็น 5:5 ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอัตราส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 จะอยู่รวมกันเป็นก้อนซึ่งมีลักษณะแตกกันแน่น มีรูพรุนน้อย จึงได้รับอิทธิพลจากความชื้นน้อยกว่าอนุภาคผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอัตราส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5 ซึ่งมีอนุภาคใหญ่ มีรูพรุนมาก ทำให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอัตราส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้อยกว่าผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอัตราส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5

4.2.4 ผลการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านตุ้งเชลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.11 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.12 เทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5

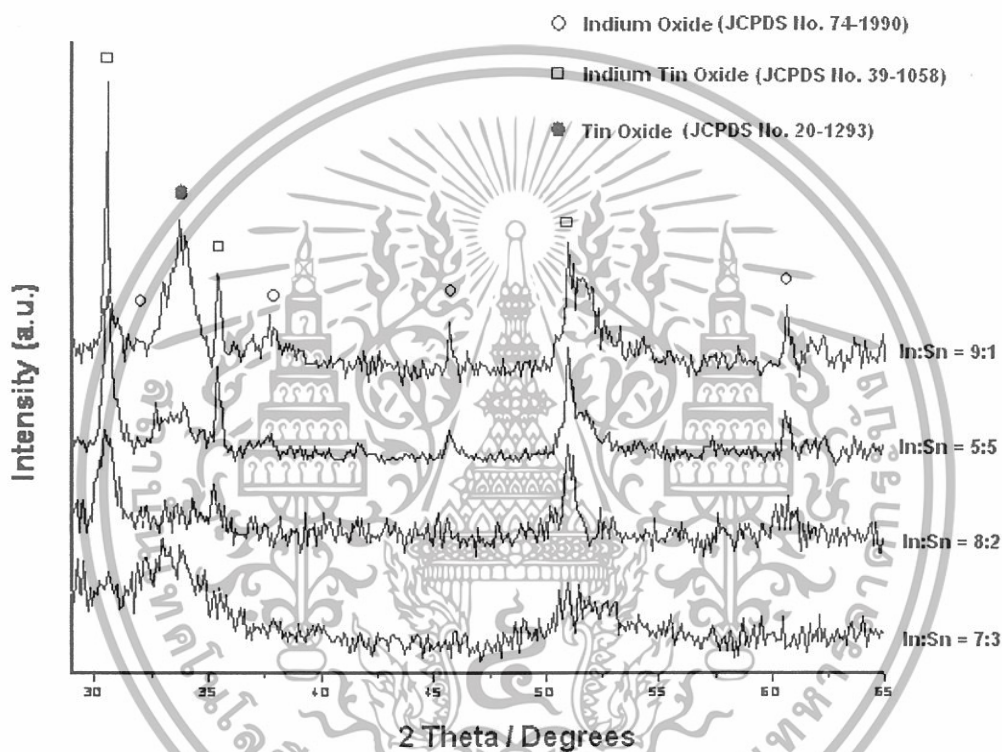
จากเทอร์โมแกรม พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้จากการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนแล้วเผาไปที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ที่สัดส่วนของอินเดียมและทิน 9:1 และ 5:5 มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักเท่ากับ 1.05% และ 1.26% ตามลำดับ ซึ่งผงอินเดียมทินออกไซด์นั้นมีการสูญเสียที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีนี้มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี โดยที่อัตราส่วนของอินเดียมและทิน 9:1 นั้นมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีที่สุด รองลงมาเป็น 5:5 เนื่องจากผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอัตราส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 จะอยู่รวมกันเป็นก้อนซึ่งมีลักษณะแตกกันแน่น มีรูพรุนน้อย จึงได้รับอิทธิพลจากความชื้นน้อยกว่าอนุภาคผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอัตราส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5 ซึ่งมีอนุภาคใหญ่ มีรูพรุนมาก ทำให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอัตราส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสีย น้ำน้อยกว่าผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอัตราส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5

เมื่อพิจารณาเทอร์โมแกรมของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้จากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วมและวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส ที่สัดส่วนของอินเดียมและทินที่แตกต่างกันนั้น จะพบว่า ตะกอนที่เตรียมได้จากวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งมีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 จะทำให้เกิดผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีเสถียรภาพทางความร้อนดีที่สุด ดังนั้นจึงควรเตรียมอินเดียมทินออกไซด์ที่สภาวะนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพื่อตรวจสอบโครงสร้างผลึกพื้นฐานและองค์ประกอบของผงอินเดียมทินออกไซด์

4.3.1 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส



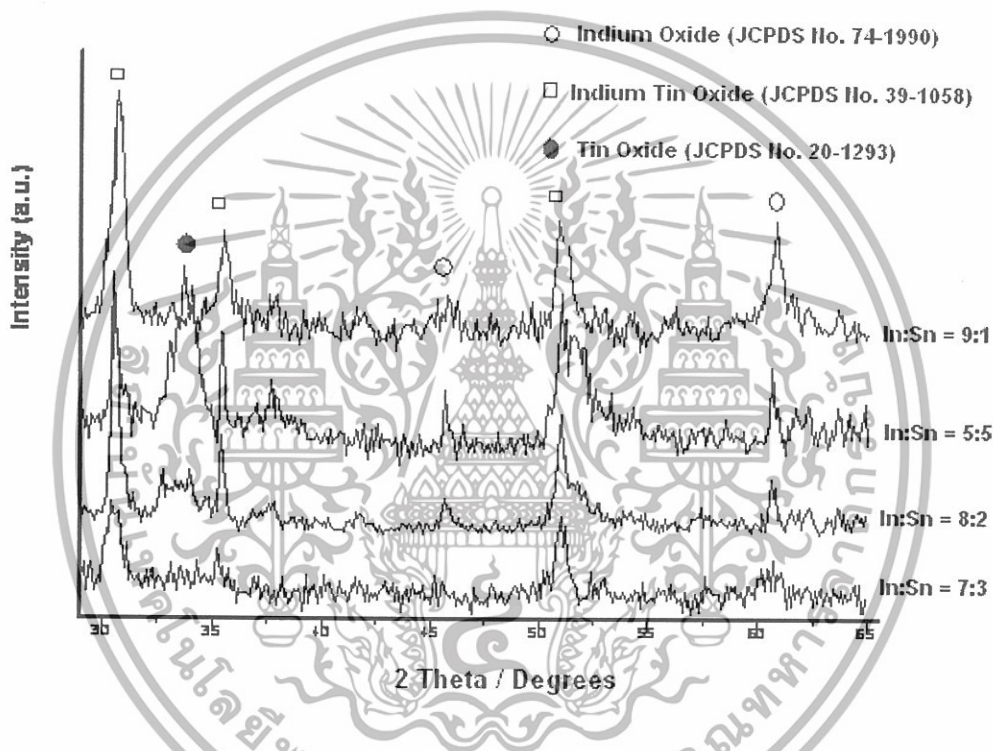
รูปที่ 4.13 เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยเตรียมจากเทคนิคการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำไปเผาที่ 700 องศาเซลเซียส

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะพบพีกหลักของอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นสารที่ต้องการสังเคราะห์ เกิดขึ้นที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 30.273 35.165 และ 50.978 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [JCPDS No. 39-1058] พีกหลักของอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) จะเกิดที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 33.094 35.452 45.675 และ 60.649 เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [JCPDS No. 74-1990] และพีกหลักของทินออกไซด์ (Sn_2O_4) จะเกิดขึ้นที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 32.890 เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [JCPDS No.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

20-1293] ซึ่งอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ คือ 9:1 เนื่องจากให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นเฟสที่ต้องการมากที่สุด และมีการรบกวนจาก อินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์น้อยที่สุด รองลงมาเป็น 5:5 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ

4.3.2 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส



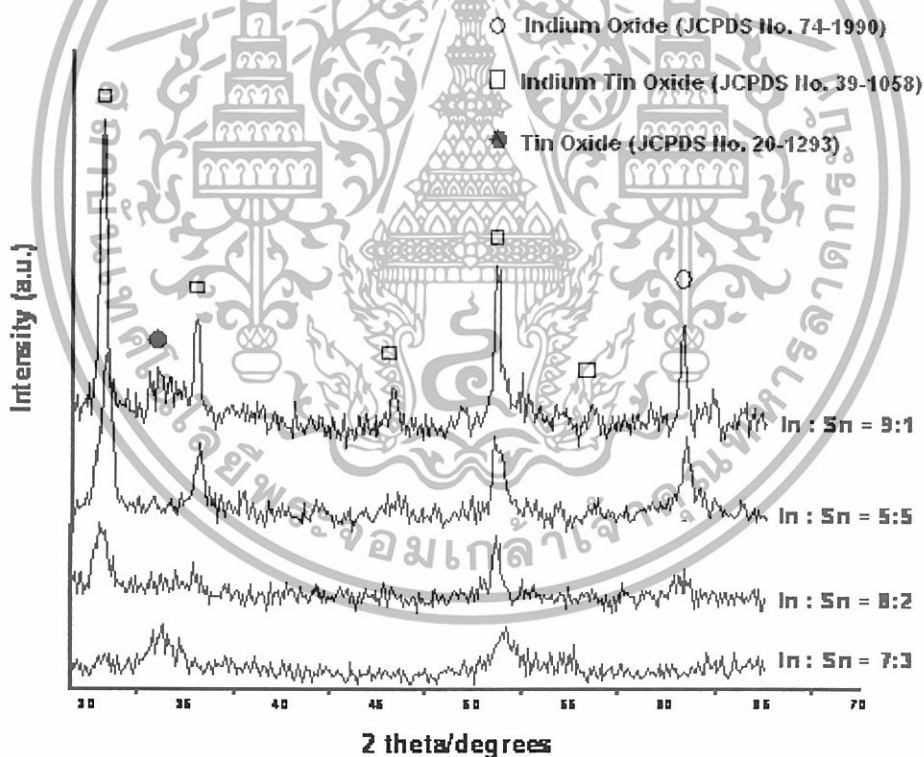
รูปที่ 4.14 เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยเตรียมจากเทคนิคการไทเทรตแบบตกตะกอน แล้วนำไปเผาที่ 800 องศาเซลเซียส

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะพบพีกหลักของอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นสารที่ต้องการสังเคราะห์ เกิดขึ้นที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 30.273 35.165 และ 50.978 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [JCPDS No. 39-1058] พีกหลักของอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) จะเกิดที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 45.675 และ 60.649 เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [JCPDS No. 74-1990] และพีกหลักของทินออกไซด์ (Sn_2O_4) จะเกิดขึ้นที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 32.890 เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน [JCPDS No. 20-1293] ซึ่งอัตราส่วนที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ คือ 9:1 เนื่องจากให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นเฟสที่ต้องการมากที่สุด และมีการรบกวนจาก อินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์น้อยที่สุด รองลงมาเป็น 5:5 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าการนำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส นั้นจะให้อินเดียมทินออกไซด์มากกว่าการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ดังนั้นที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จึงเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ เพราะว่าการการนำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จะทำให้ให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นเฟสที่ต้องการในปริมาณที่มากกว่าการนำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

4.3.3 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

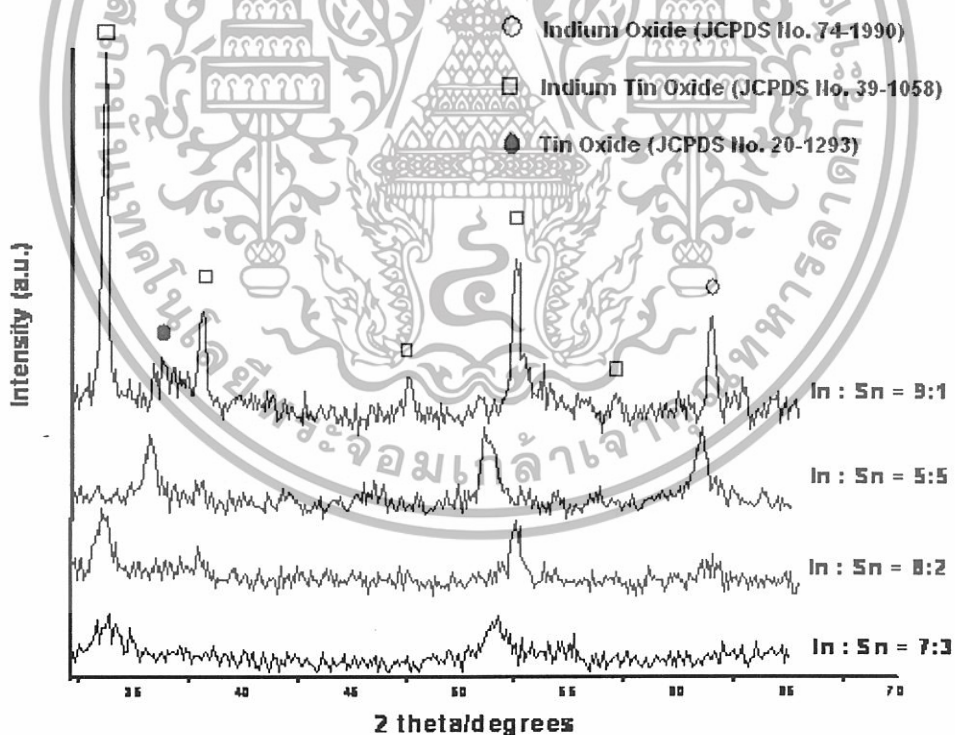


รูปที่ 4.15 เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่ 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะพบพีกหลักของอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นสารที่ต้องการสังเคราะห์ เกิดขึ้นที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 30, 273, 35.165, 46.459 และ 50.978 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [JCPDS No. 39-1058] พีกหลักของอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) จะเกิดที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 60.649 เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [JCPDS No. 74-1990] และพีกหลักของทินออกไซด์ (Sn_2O_3) จะเกิดขึ้นที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 32.890 เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน [JCPDS No. 20-1293] ซึ่งอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ คือ 9:1 เนื่องจากให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นเฟสที่ต้องการมากที่สุด และมีการรบกวนจาก อินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์น้อยที่สุด รองลงมาเป็น 5:5, 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ

4.3.4 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.16 เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่ 800 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะพบพีกหลักของอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นสารที่ต้องการสังเคราะห์ เกิดขึ้นที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 30.273 35.165 46.459 และ 50.978 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [JCPDS No. 39-1058] พีกหลักของอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) จะเกิดที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 60.649 เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [JCPDS No. 74-1990] และพีกหลักของทินออกไซด์ (Sn_2O_4) จะเกิดขึ้นที่ตำแหน่งมุม 2θ ที่ 32.890 เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน [JCPDS No. 20-1293] ซึ่งสัดส่วนที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ คือ 9:1 เนื่องจากให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นเฟสที่ต้องการมากที่สุด และมีการรบกวนจาก อินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์น้อยที่สุด รองลงมา เป็น 5:5 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่า การนำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส นั้นจะให้อินเดียมทินออกไซด์มากกว่าการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ดังนั้น ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จึงเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ เพราะว่าการการนำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จะให้ให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ซึ่งเป็นเฟสที่ต้องการในปริมาณที่มากกว่าการนำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์พบว่า ไม่สามารถเตรียม phase pure ITO ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ได้ เนื่องจากทิน (Sn^{4+}) เข้าไปแทนที่อินเดียม (In^{3+}) ได้ไม่สมบูรณ์ เพราะวาทินนั้นมีขนาดใหญ่กว่าอินเดียม

4.4 ขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยการคำนวณจากสมการของ Debye-Sherrer

จากสมการของเดอบาย-เชียร์เรอร์ (Debye-Sherrer) ทำให้หาค่าขนาดเม็ดผลึกได้ดังนี้

$$D = \frac{K\lambda}{\beta_{2\theta} \cos \theta} \quad (2.11)$$

เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก

K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก

$\beta_{2\theta}$ คือ full width at half-maximum of the diffraction peak

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 แสดงขนาดเม็ดผลึกโดยเฉลี่ยของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยเตรียมจากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วมและการตกตะกอนผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

วิธี	In:Sn = 9:1	In:Sn = 5:5	In:Sn = 8:2	In:Sn = 7:3
การไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม	30.45 nm	63.12 nm	86.67 nm	120.22 nm
การตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน	25.74 nm	30.06 nm	42.53 nm	50.17 nm

ตารางที่ 4.4 แสดงขนาดเม็ดผลึกโดยเฉลี่ยของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน โดยเตรียมจากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วมและการตกตะกอนผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

วิธี	In:Sn = 9:1	In:Sn = 5:5	In:Sn = 8:2	In:Sn = 7:3
การไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม	28.53 nm	59.26 nm	80.66 nm	113.78 nm
การตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน	21.15 nm	25.10 nm	29.84 nm	31.90 nm

จากการคำนวณขนาดเม็ดผลึกเฉลี่ยของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งเตรียมจากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วมและการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน โดยใช้สมการของเดอบาย-เชียร์เรอร์ พบว่า แนวโน้มของขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ใช้อุณหภูมิการเผา 800 องศาเซลเซียสนั้น มีขนาดที่เล็กกว่าขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ใช้อุณหภูมิการเผา 700 องศาเซลเซียส การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนนั้นจะทำให้ได้ขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดเล็กกว่าการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์จากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม เพราะว่าการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนนั้น จะเกิดการแพร่เข้าไปในถุงได้รอบ ๆ บริเวณผิวของถุงเซลโลเฟน ทำให้สามารถเกิดตะกอนได้อย่างทั่วถึง และสม่ำเสมอกว่า จึงให้ตะกอนที่มีขนาดเล็กกว่าการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์จากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม ซึ่งเกิดตะกอนขึ้นที่บริเวณรอบ ๆ หยอดของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ก่อน ดังนั้นการเกิดตะกอนจะมีขนาดใหญ่และไม่สม่ำเสมอ สัดส่วนของอินเดียมและทินที่ดีที่สุดในการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ คือ สัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 เนื่องจากให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีแนวโน้มของขนาดเม็ดผลึกเล็กที่สุด รองลงมาเป็นสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 5:5 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ

4.5 ผลการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของผงอินเดียมทินออกไซด์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.5.1 ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

เมื่อพิจารณาภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 (รูปที่ 4.17 ก) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.61 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 22 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 5:5 (รูปที่ 4.17 ข) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.74 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้นจะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 43 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 8:2 (รูปที่ 4.17 ค) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.90 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 71 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 7:3 (รูปที่ 4.17 ง) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 1.18 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้นจะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 133

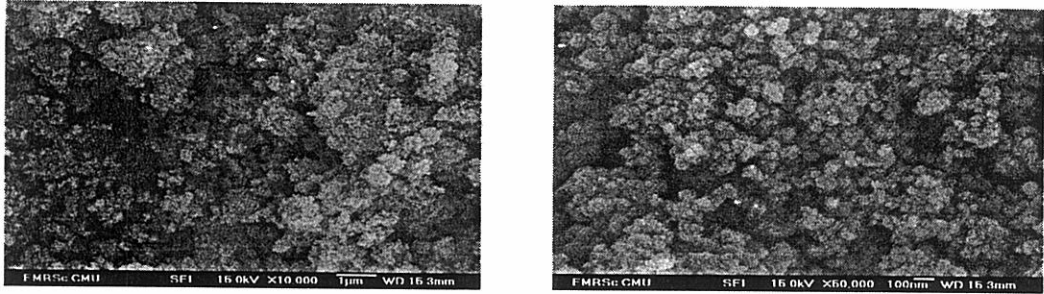
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นาโนเมตร ซึ่งพบว่าขนาดอนุภาคนั้นมีความสัมพันธ์กับการคำนวณแนวโน้มของขนาดเม็ดผลึกโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ เนื่องจากการคำนวณขนาดเม็ดผลึกโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ พบว่าแนวโน้มขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 นั้นมีขนาดเล็กที่สุด รองลงมา คือ 5:5 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ

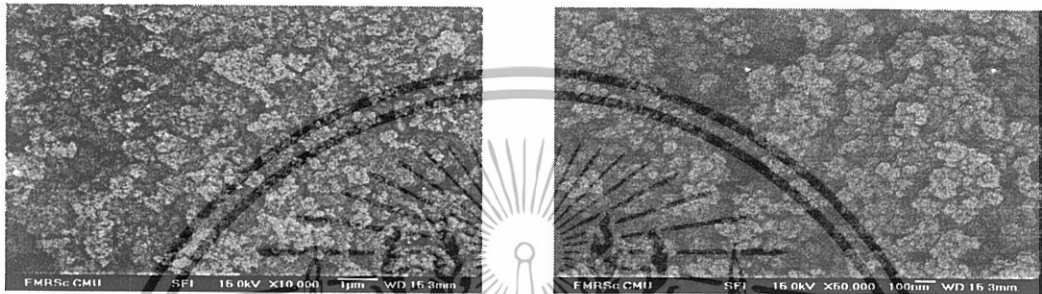
ตารางที่ 4.5 แสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จาก SEM และจากการคำนวณโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งเตรียมจากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

สัดส่วนของอินเดียมและทิน	ขนาดอนุภาคจาก SEM	ขนาดอนุภาคที่คำนวณจากสมการเดอบาย-เชียร์เรอร์
9:1	22 nm.	30.45 nm.
5:5	43 nm.	63.12 nm.
8:2	71 nm.	86.67 nm.
7:3	133 nm.	120.22 nm.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



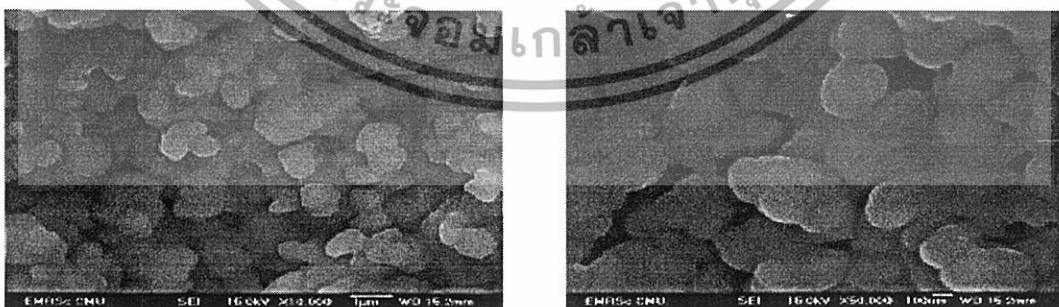
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของผงอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบ ตกตะกอนร่วม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส โดยมีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ (ก) 9:1 (ข) 5:5 (ค) 8:2 (ง) 7:3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

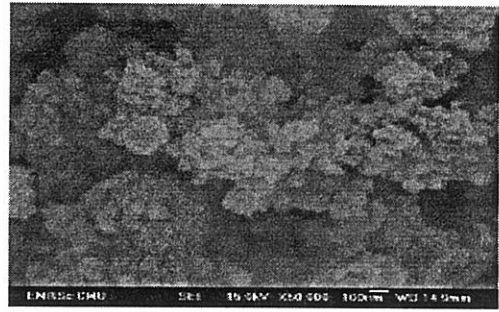
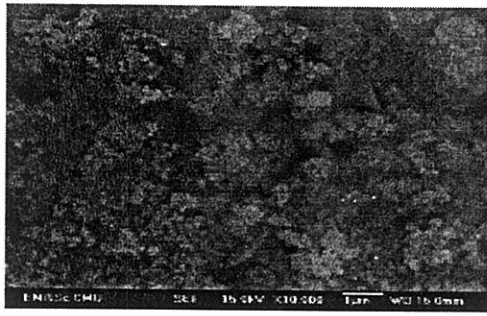
4.4.2 ผลการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

พิจารณาภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 9:1 (รูปที่ 4.18 ก) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.66 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 20 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 5:5 (รูปที่ 4.18 ข) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.78 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 31 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 8:2 (รูปที่ 4.18 ค) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 1.19 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 51 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 7:3 (รูปที่ 4.18 ง) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 1.23 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้นจะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 73 นาโนเมตร ซึ่งพบว่าขนาดอนุภาคนั้นมีความสัมพันธ์กับการคำนวณแนวโน้มของขนาดเม็ดผลึกโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ เนื่องจากการคำนวณขนาดเม็ดผลึกโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ พบว่าแนวโน้มขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 นั้นมีขนาดเล็กที่สุด รองลงมา คือ 5:5 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ

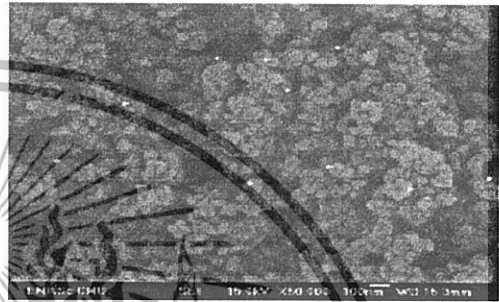
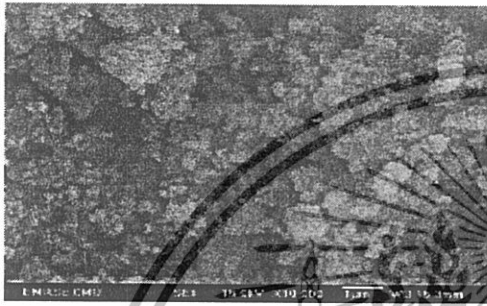
ตารางที่ 4.6 แสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จาก SEM และจากการคำนวณโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งเตรียมจากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

สัดส่วนของอินเดียมและทิน	ขนาดอนุภาคจาก SEM	ขนาดอนุภาคที่คำนวณจากสมการเดอบาย-เชียร์เรอร์
9:1	20 nm.	28.53 nm.
5:5	31 nm.	59.26 nm.
8:2	51 nm.	80.66 nm.
7:3	73 nm.	113.78 nm.

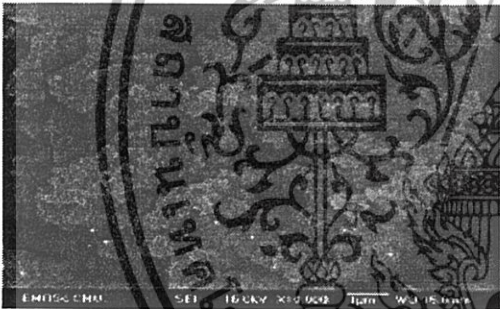
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



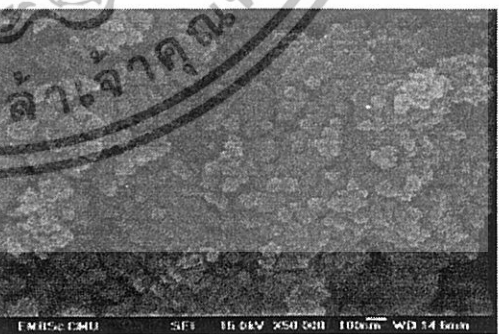
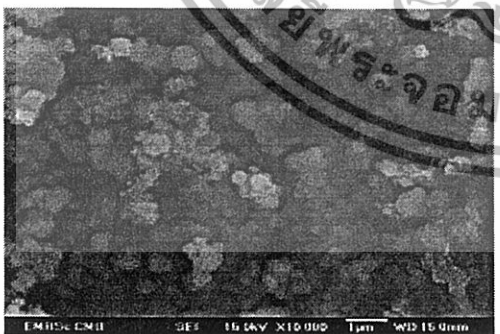
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

รูปที่ 4.18 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โดยมี สัดส่วนของอินเดียมและทิน (ก) 9:1 (ข) 5:5 (ค) 8:2 (ง) 7:3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

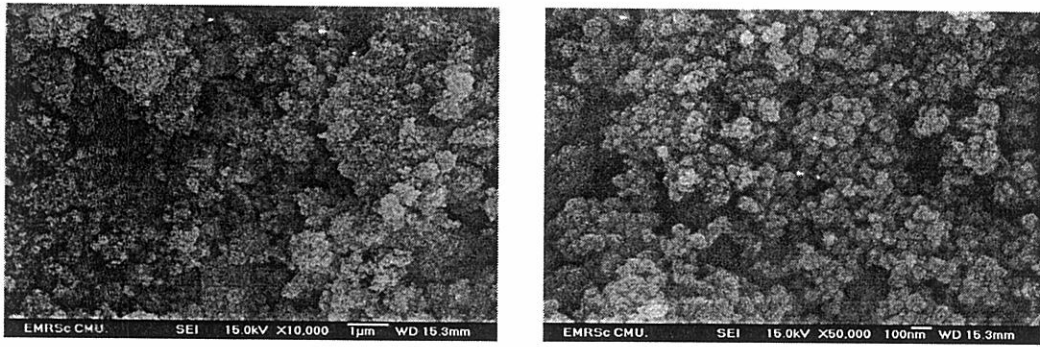
4.4.3 ผลการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

เมื่อพิจารณาภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 9:1 (รูปที่ 4.19 ก) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.53 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 18 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 5:5 (รูปที่ 4.19 ข) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.77 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 29 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 8:2 (รูปที่ 4.19 ค) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 1.14 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 42 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 7:3 (รูปที่ 4.19 ง) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.96 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 57 นาโนเมตร ซึ่งพบว่าขนาดอนุภาคนั้นมีความสัมพันธ์กับการคำนวณแนวโน้มของขนาดเม็ดผลึกโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ เนื่องจากการคำนวณขนาดเม็ดผลึกโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ พบว่าแนวโน้มขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 นั้นมีขนาดเล็กที่สุด รองลงมา คือ 5:5, 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ

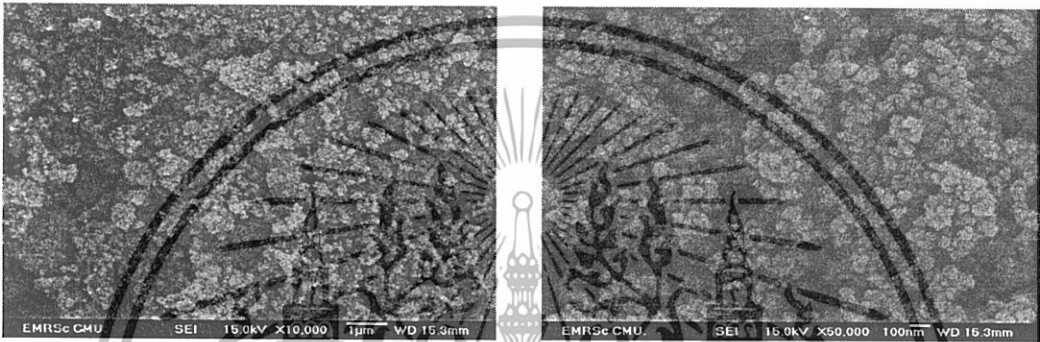
ตารางที่ 4.7 แสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จาก SEM และจากการคำนวณโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งเตรียมจากวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

สัดส่วนของอินเดียมและทิน	ขนาดอนุภาคจาก SEM	ขนาดอนุภาคที่คำนวณจากสมการเดอบาย-เชียร์เรอร์
9:1	18 nm.	25.74 nm.
5:5	29 nm.	30.06 nm.
8:2	42 nm.	42.53 nm.
7:3	57 nm.	50.17 nm.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



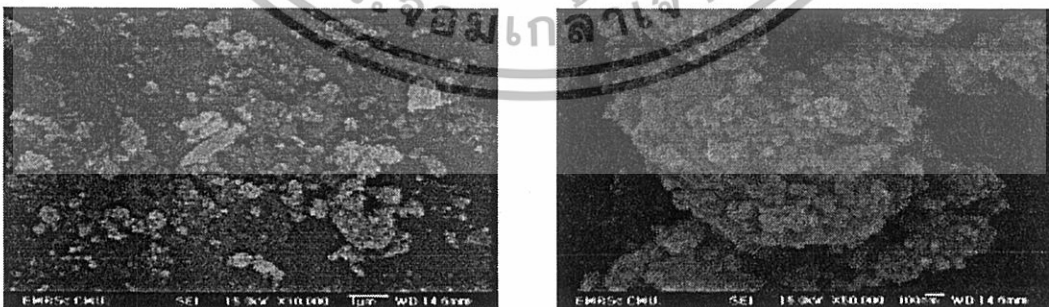
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

รูปที่ 4.19 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส โดยมีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ (ก) 9:1 (ข) 5:5 (ค) 8:2 (ง) 7:3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

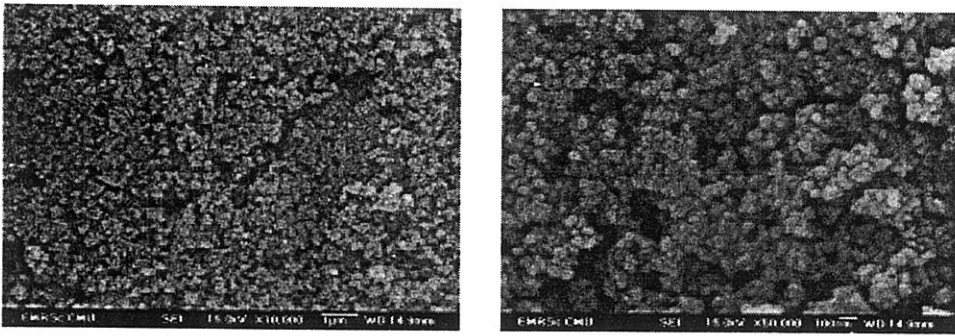
4.4.4 ผลการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

เมื่อพิจารณาภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 9:1 (รูปที่ 4.20 ก) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 1.28 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 15 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 5:5 (รูปที่ 4.20 ข) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.96 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 26 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 8:2 (รูปที่ 4.20 ค) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 1.31 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 39 นาโนเมตร อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ 7:3 (รูปที่ 4.20 ง) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์รวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 1.33 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้น จะพบว่า อนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์มีขนาดประมาณ 55 นาโนเมตร ซึ่งพบว่าขนาดอนุภาคนั้นมีความสัมพันธ์กับการคำนวณแนวโน้มของขนาดเม็ดผลึกโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ เนื่องจากการคำนวณขนาดเม็ดผลึกโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ พบว่าแนวโน้มขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทิน เท่ากับ 9:1 นั้นมีขนาดเล็กที่สุด รองลงมา คือ 5:5, 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ

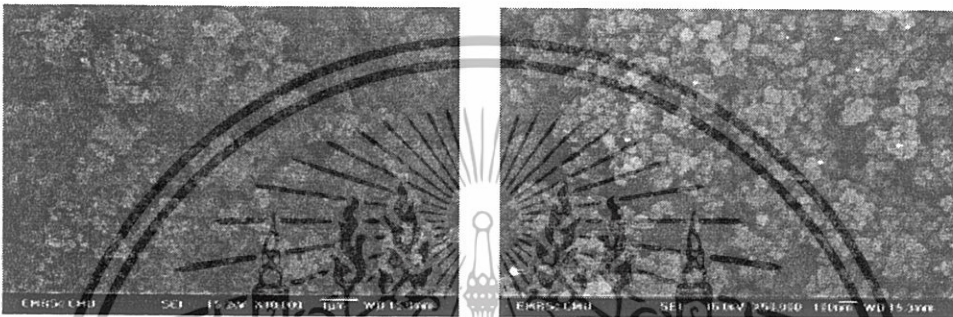
ตารางที่ 4.8 แสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์จาก SEM และจากการคำนวณโดยใช้สมการเดอบาย-เชียร์เรอร์ ที่มีสัดส่วนของอินเดียมและทินต่าง ๆ กัน ซึ่งเตรียมจากวิธีการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

สัดส่วนของอินเดียมและทิน	ขนาดอนุภาคจาก SEM	ขนาดอนุภาคที่คำนวณจากสมการเดอบาย-เชียร์เรอร์
9:1	15 nm.	21.15 nm.
5:5	26 nm.	25.10 nm.
8:2	39 nm.	29.84 nm.
7:3	55 nm.	31.90 nm.

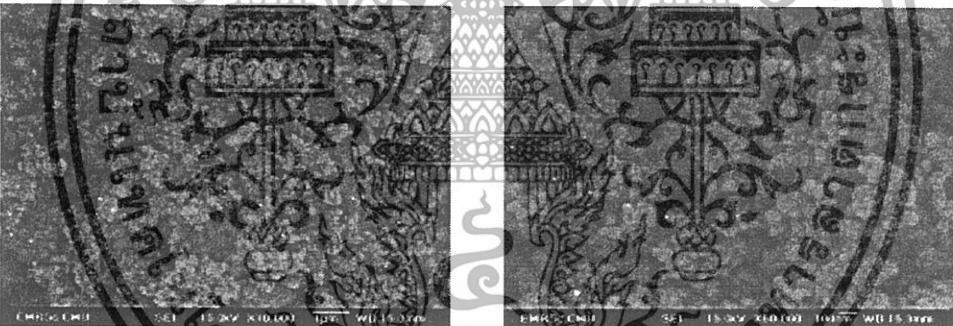
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



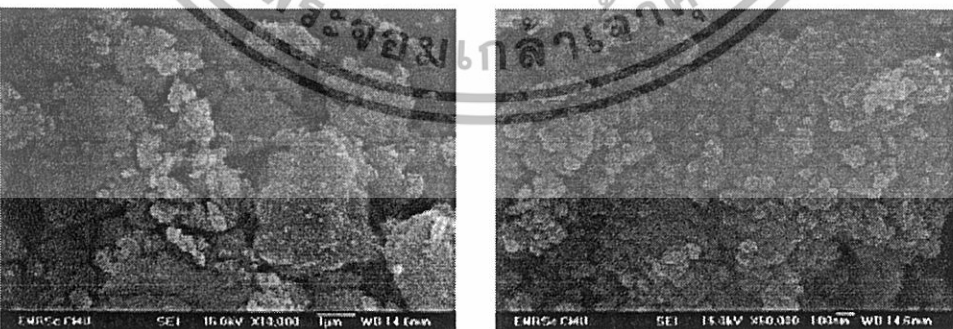
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

รูปที่ 4.20 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส โดยมีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ (ก) 9:1 (ข) 5:5 (ค) 8:2 (ง) 7:3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรได้ 2 วิธี คือ การสังเคราะห์โดยทำการไทเทรตแบบตกตะกอนและวิธีตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน โดยองค์ประกอบของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ถูกเตรียมขึ้นและนำมาวิเคราะห์สมบัตินั้นจะมีสัดส่วนโดยโมลของอินเดียม ต่อ ทิน 4 สัดส่วนด้วยกัน คือ 9:1 8:2 7:3 และ 5:5 ส่วนอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา นั้นจะทำที่ 2 อุณหภูมิด้วยกัน คือ ทำการเผาที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของผงอินเดียมทินออกไซด์จะถูกศึกษาโดยการวิเคราะห์ทางความร้อน ซึ่งจะมีการใช้เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) ในการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัว โครงสร้างผลึกพื้นฐานและการตรวจสอบองค์ประกอบของผงอินเดียมทินออกไซด์จะถูกตรวจสอบโดยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และมีการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ในการศึกษาลักษณะของผงอินเดียมทินออกไซด์

ในการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์โดยทำการไทเทรตแบบตกตะกอนนั้น พบว่า เมื่อนำตะกอนที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสนั้น ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 22-133 นาโนเมตร มีลักษณะอนุภาคใกล้เคียงกับทรงกลมและมีการเกาะตัวของอนุภาค เมื่อใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในการวิเคราะห์ เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จะได้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 20-73 นาโนเมตร ในการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรค โดมิตอร์ เพื่อศึกษาผลึกพื้นฐานและตรวจสอบองค์ประกอบของผงอินเดียมทินออกไซด์นั้น พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบคิวบิก ซึ่งในผลึกโครงสร้างอะตอมของอินเดียมจะจับกับอะตอมของออกซิเจนแบบออกตระฮีดรัล และอะตอมของออกซิเจนจะจับกันแบบเตตระฮีดรัล เมื่อพิจารณาจากเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสนั้นมีองค์ประกอบของ อินเดียมออกไซด์ ทินออกไซด์ และอินเดียมทินออกไซด์ปะปนกัน ส่วนผงอินเดียมที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสจะมีองค์ประกอบของอินเดียมทินออกไซด์ในปริมาณมาก และมีการรบกวนจาก อินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์น้อย ในการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักผงอินเดียมทินออกไซด์ เมื่อผงอินเดียมทินออกไซด์ได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัวโดยใช้เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) นั้น พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส โดยผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เซลเซียสนั้น มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำอยู่ในช่วง 1.51-12.87 % ส่วนผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส นั้นมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำอยู่ในช่วง 2.10-2.79 % แสดงว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์นั้นมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี

ในการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์โดยตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนนั้น พบว่า เมื่อนำตะกอนที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสนั้น ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 18-57 นาโนเมตร มีลักษณะอนุภาคใกล้เคียงกับทรงกลมและมีการเกาะตัวของอนุภาค เมื่อใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในการวิเคราะห์ เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จะได้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 15-55 นาโนเมตร ในการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยใช้เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ เพื่อศึกษาผลึกพื้นฐานและตรวจสอบองค์ประกอบของผงอินเดียมทินออกไซด์นั้น พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบคิวบิก ซึ่งในผลึกโครงสร้างอะตอมของอินเดียมจะจับกับอะตอมของออกซิเจนแบบออกตรงีคัล และอะตอมของออกซิเจนจะจับกับแบบเตตระฮีดรัล และเมื่อพิจารณาจากเอกซ์เรย์ดิฟแฟร็กชัน พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส มีองค์ประกอบของอินเดียมทินออกไซด์น้อยกว่าผงอินเดียมที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โดยผงอินเดียมที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสจะมีองค์ประกอบของอินเดียมทินออกไซด์มากที่สุด และมีการรบกวนจาก อินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์น้อย ในการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักผงอินเดียมทินออกไซด์ เมื่อผงอินเดียมทินออกไซด์ได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัวโดยใช้เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) นั้น พบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์มีการสูญเสียน้ำที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส โดยผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสนั้น มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำอยู่ในช่วง 1.19-10.31 % ส่วนผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส นั้นมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำอยู่ในช่วง 1.00-1.26 % แสดงว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์นั้นมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี

เมื่อทำการศึกษาผลที่ได้จากการวิเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ พบว่า สัดส่วนที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ คือ 9:1 เนื่องจากให้ผงอินเดียมทินออกไซด์มากที่สุด และมีการรบกวนจาก อินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์น้อยที่สุด รองลงมาเป็น 5:5 8:2 และ 7:3 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่า การนำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส นั้นจะให้อินเดียมทินออกไซด์มากกว่าการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ดังนั้น ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จึงเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ และเทคนิคที่เหมาะสมในการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ คือ เทคนิคการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟน เพราะว่าการตกตะกอนร่วมผ่านถุงเซลโลเฟนนั้น จะเกิดการแพร่เข้าไปในถุงได้รอบ ๆ บริเวณผิวของถุงเซลโลเฟน ทำให้สามารถเกิดตะกอนได้อย่างทั่วถึงและสม่ำเสมอกว่า จึงให้ตะกอนที่มีขนาดเล็กกว่า ส่วนการเตรียมผงอินเดียมทิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ออกไซด์จากวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วม ซึ่งเกิดตะกอนขึ้นที่บริเวณรอบ ๆ หยดของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ก่อน ดังนั้นการเกิดตะกอนจะมีขนาดใหญ่และไม่สม่ำเสมอ

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. การวิเคราะห์ทางความร้อนของผงอินเดียมทินออกไซด์ควรนำเทคนิคอื่น ๆ เพิ่มเติมด้วย นอกเหนือจาก TGA เช่น DSC DTA เพื่อให้ได้ผลการทดลองที่มีความน่าเชื่อถือ และ มีความครอบคลุมมากขึ้น โดยผลที่ได้จาก TGA จะบอกถึงการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพ หรือทางเคมีของสารในด้านสมบัติทางความร้อน เสถียรภาพต่อความร้อน เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และลักษณะการผ่านกระบวนการทางความร้อน ผลจาก DTA สามารถบอกชนิดของสาร สมบัติของสาร ปริมาณของสาร และการเปลี่ยนแปลงเอนทัลปี ส่วนผลที่ได้จาก DSC นั้นจะบอกถึงองศาความเป็นผลึก ความบริสุทธิ์ของสารตัวอย่าง จลนศาสตร์ของผลึก

2. ควรทำการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์จากหลาย ๆ เทคนิคเพื่อทำการเปรียบเทียบผลการทดลองว่าการเตรียมผงโดยวิธีใดจะให้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีลักษณะตรงตามที่ต้องการและเหมาะสมที่จะใช้ในงานวิจัยมากที่สุด ซึ่งเทคนิคที่นิยมใช้กัน ได้แก่ การตกตะกอน วิธีไฮโดรเทอร์มอล วิธีการทำให้แห้งแบบระเหย วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง ฯลฯ

3. ในขั้นตอนของการรีฟลักซ์ควรควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ ที่ 80 องศาเซลเซียส และต้องตั้งรีฟลักซ์ให้ครบเวลา 8 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ โดยอินเดียมคลอไรด์ไดไฮเดรต และอะซิติก อะซิโตนจะมีการผสมเป็นเนื้อเดียวกันอย่างแท้จริง จะได้สารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ที่ต้องการ โดยสภาวะนี้ได้มาจากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา

4. ในการตกตะกอนผงอินเดียมทินออกไซด์นั้น สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ควรมีความเข้มข้นต่ำ ๆ และ ค่าพี-เอช ของสารละลายหลังจากเกิดการตกตะกอนเสร็จสิ้นแล้วควรมีค่า 8.4-8.7 เนื่องจากผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ควรมีความเป็นเบสที่น้อยสุด

5. การหาปริมาณสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่จะใช้ในการตกตะกอนนั้นในการหาจุดยุติของการไทเทรตไม่สามารถใช้สารละลายอินดิเคเตอร์ได้เนื่องจากสารละลายโซลเป็นสารละลายที่มีสีซึ่งยากที่จะสังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงสี และอาจเกิดข้อผิดพลาดได้มากดังนั้นจึงควรที่จะใช้เครื่อง pH meter มาช่วยในการหาจุดยุติแทนซึ่งจะหาจุดยุติได้จากการสร้าง titration curve

6. สารละลายโซลที่เตรียมเสร็จควรนำมาใช้ทันทีไม่ควรเก็บไว้นานเกิน 3 วัน การเก็บรักษาจะต้องเก็บสารละลายโซลไว้ในขวดสีชาที่มีฝาปิดโดยจะต้องเก็บให้พ้นจากแสงสว่าง และความชื้นและควรเก็บรักษาไว้ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อเป็นการรักษาคุณภาพของสารละลายโซล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

7. การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยการไทเทรตแบบตกตะกอนร่วมนั้นควรควบคุมอัตราการหยดของสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ในบิวเรตให้ช้าที่สุดเพื่อให้การตกตะกอนเกิดขึ้นอย่างช้า ๆ และสมบูรณ์เพื่อให้ได้ตะกอนที่มีขนาดเล็กและมีขนาดที่สม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังสามารถช่วยการควบคุมค่า pH ให้ง่ายขึ้นด้วย
8. ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้นั้นควรนำไปทำการวิเคราะห์ลักษณะต่าง ๆ ตามที่ต้องการได้ทันทีและไม่ควรเก็บไว้นาน เนื่องจากถ้าเก็บไว้นานสารอาจมีการดูดความชื้นทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาดได้
9. ไม่ควรใช้กระดาษกรองในการกรองตะกอนเนื่องจากผงอินเดียมทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีอนุภาคขนาดนาโนเมตรอาจทำให้มีการหลุดรอดของตะกอนได้ ควรใช้เครื่องเหวี่ยงแยกตะกอนจะได้ผลที่ดีกว่า



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บรรณานุกรม

1. อรรถพร คล้าชื่น และคณะ. **ขั้วไฟฟ้าโปร่งใสสำหรับอินเดียมทินออกไซด์สำหรับจอแสดงผลไดโอดโปร่งแสงสารอินทรีย์บนพลาสติก**. ตีพิมพ์วารณั้วลัยลักษณ์ 1.
2. Xirocchaki C.(1999) . Structural and Chemical Characterization of As - Deposited Microcrystalline Indium Oxide Films Prepared by DC Reactive Magnetron Sputtering . **Journal of Electronic Materials** , 28
3. www.Theballball.com
4. http://www.leonics.co.th/html/th/aboutpower/solar_knowledge.php
5. สุพล อนันตา . [ม.ป.ป.]. **กระบวนการประดิษฐ์สำหรับเซรามิกชั้นสูง**. เชียงใหม่ : ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
6. <http://www.chemat.com/html/solgel.html>
7. ชัยวัฒน์ โชควัฒน์วิบูล . (2548) . **เอกสารประกอบการสัมมนาเรื่อง การเตรียมและการตรวจวิเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรของอินเดียมทินออกไซด์ที่มีการกระจายตัวอย่างมีเอกภาพ**. ตีพิมพ์วารณั้วลัยลักษณ์ 1.
8. ณรงค์ ไชยสุต . (2545) . **วิธีการวิเคราะห์โดยอุปกรณ์**. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง.
9. ศุภชัย ใช้เทียมวงศ์ . (2536) . **เคมีวิเคราะห์**. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
10. ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ . (2548) . **เอกสารประกอบปฏิบัติการวิเคราะห์สารเคมีในอุตสาหกรรม 2 เรื่อง การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์**. กรุงเทพฯ : ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง .
11. วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา & สุพจน์ หารหนองบัว. (2543) . **เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์ : ทฤษฎีและหลักการงานเบื้องต้น**. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย .
12. http://www.leonics.co.th/html/th/aboutpower/solar_knowledge.php
13. <http://em-outreach.sdsc.edu/web-course/toc.html>
14. <http://www.jeol.com/sem-gde/tbconrd.html>
15. <http://www.unl.edu/cmrAcfem/semoptic.htm>
16. <http://mse.iastate.edu/microscopy/beaminteractions.html>
17. <http://mse.iastate.edu/microscopy/path.html>
18. <http://www.chemat.com/html/solgel.html>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

19. บุญประเสริฐ เงินแท่ง. (2546) . การเตรียมฟิล์มบางทินออกไซด์เพื่อประยุกต์เป็นขั้วไฟฟ้าโปร่งแสง . กรุงเทพฯ : ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง .
20. คณิตา ตังคณานุรักษ์ . (2546). เอกสารประกอบปฏิบัติการเคมีเครื่องมือวิเคราะห์ **Thermogravimetric Analysis (TGA)** . กรุงเทพฯ : ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง .
21. คณิตา ตังคณานุรักษ์. (2548) . เอกสารประกอบการเรียนวิชาเครื่องมือวิเคราะห์ 2 เรื่อง **Thermal Analysis** . กรุงเทพฯ : ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง .
22. Bernhard W. (1990) . **Thermal Analysis** . Boston : Academic Press .
23. <http://www.kmitl.ac.th/sise/TGA/Tgamodel.htm>
24. Nimai Chand Pramanik and Prasanta kumar biswas . (2002) . The effect of Sn (IV) on transformation of co-precipitation hydrated In(III) and Sn(IV) hydroxides to indium tin oxide (ITO) powder , **Material Letters** , **56** , 671-679 .
25. Sujatha P. , Chatterjee M. & Ganguli D. (2002) . Indium tin oxide nano-particles through an emulsion technique . **Material Letters** , **55**, 205-210.
26. Hua-Rai Xu , Gui-Sheng Zhu , Huai-Ying Zhou and Ai-Bing Yu. (2005) . Preparation of monodispersed tin-doped indium oxide nanopowder under moderate condition , **Material Letters** , **59** , 19-21 .
27. Ja Eun Song, Don Keun Lee, Hyun Woo Kim, Yeong Il Kim & Young Soo Kang . Preparation and characterization of monodispersed indium-tin oxide nanoparticles , **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects** , 539 – 542 .
28. Ja Eun Song, Young Hwan Kim and Young Soo Kang . (2005) . Preparation of indium tin oxide nanoparticles and their application to near IR-reflective film . **Current Applied Physics** .
29. Ki Young Kim and Seung Bin Park . (2004) . Preparation and property control of nano-sized indium tin oxide particle . **Materials Chemistry and Physics** , **86** (1) , 210-221 .
30. Sung-Min Kim , Kyung-Han Seo , Joon-Hyung Lee , Jeong-Joo Kim , Hee Young Lee and Jai-Sung Lee . (2006) . Preparation and sintering of nanocrystalline ITO powders with different SnO₂ content . **Journal of the European Ceramic Society** , **26** (1-2) , 73-80 .

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

31. Shitao Li , Xueliang Qiao , Jianguo Chen , Hongshui Wang , Fang Jia and Xiaolin Qiu . (2006) . Effects of temperature on indium tin oxide particles synthesized by co-precipitation . **Journal of Crystal Growth** , 289(1) , 151-156 .
32. Sutapa Roy Ramanan . (2001) . Dip coated ITO thin-films through sol-gel process using metal salts . **Thin Solid Films** , 389 (1-2) , 207-212 .



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. การหาขนาดของเกรน

ขนาดของเกรนสามารถหาได้จากหลากหลายวิธีด้วยกันไม่ว่าจะเป็นเทคนิคจุดตัดแบบสุ่ม (random intercept) วงกลมสมดุค (equivalent circle) จุดตัดเส้นตรง (linear intercept) และวิธี ASTM เป็นวิธีหนึ่งที่ใช้ในการวัดขนาดของเกรนซึ่งแสดงไว้ดังสมการ

$$N = 2^{n-1}$$

เมื่อ $N =$ จำนวนเกรน / ตารางนิ้วของพื้นผิว
 $n =$ จำนวนเต็มซึ่งหมายถึง ASTM grain – size number

ค่า grain – size number พร้อมด้วยค่าจำนวนเกรนต่อตารางนิ้วที่กำลังขยาย 100 เท่า และค่าจำนวนเกรนต่อตารางมิลลิเมตรที่กำลังขยาย 1 เท่า แสดงไว้ดังตาราง

ตารางที่ 1 แสดง ASTM grain – size

ขนาดเกรน	ต่อตารางมิลลิเมตร ที่กำลังขยาย 1 เท่า	ต่อตารางนิ้ว ที่กำลังขยาย 100 เท่า
1	15.5	1.0
2	31.0	2.0
3	62.0	4.0
4	124	8.0
5	248	16.0
6	496	32.0
7	992	64.0
8	1980	128.0
9	3970	256.0
10	7940	512.0

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การหาขนาดเกรนด้วยวิธี Mean Linear intercept Method

วิธีการหาขนาดเกรนด้วย Mean Linear intercept หรือ Heynis technique นั้นเป็นมาตรฐานที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย โดยเส้นตรงเฉลี่ยนี้เกิดจากการลากเส้นตรงผ่านเกรนในรูปโดยจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับเส้นผ่าศูนย์กลางของเกรน

โดยสามารถหาได้โดยการลากเส้นตรงแบบสุ่มผ่านเกรนในรูปแล้วนับจำนวนขอบเกรนที่เส้นตรงนั้นตัดผ่าน และสามารถคำนวณหาได้จากสมการ

$$\bar{L} = (1/ \bar{N}_L) = (L_T/PM)$$

โดย N_L = จำนวนจุดตัดต่อระยะทางรวมของเส้นที่ขีดผ่าน (L_T)
 P = จำนวนของจุดที่ผ่านของเกรน
 M = กำลังขยาย

มาตรฐาน ASTM E 112-88

1. กำลังขยาย

เส้นตรงที่จะลากผ่านควรใช้กำลังขยายที่สามารถเกิดจุดตัดได้มากกว่า 50 จุดตัด หากไม่สามารถใช้กำลังขยายที่สามารถเกิดจุดตัด 50 จุดได้ให้เพิ่มจำนวนเส้นตรงที่ลากผ่านแทน

2. วิธีการนับจุดตัด

- จุดตัดคือ ส่วนของเส้นตรงที่ลากผ่าน 1 เกรน
- นับ 1 สำหรับจุดตัดแต่ละจุดและ ½ สำหรับเส้นตรงที่ตกพอดีเกรน
- นับ 1 สำหรับจุดตัดที่ผ่านขอบเกรนพอดี
- นับ 1 สำหรับจุดตัดที่ตัดแล้วทำมุม
- นับ ½ สำหรับจุดตัดที่ตกตรงขอบเกรนพอดี
- นับ 1½ สำหรับจุดตัดที่ตกตรงสามแยก (triple point)

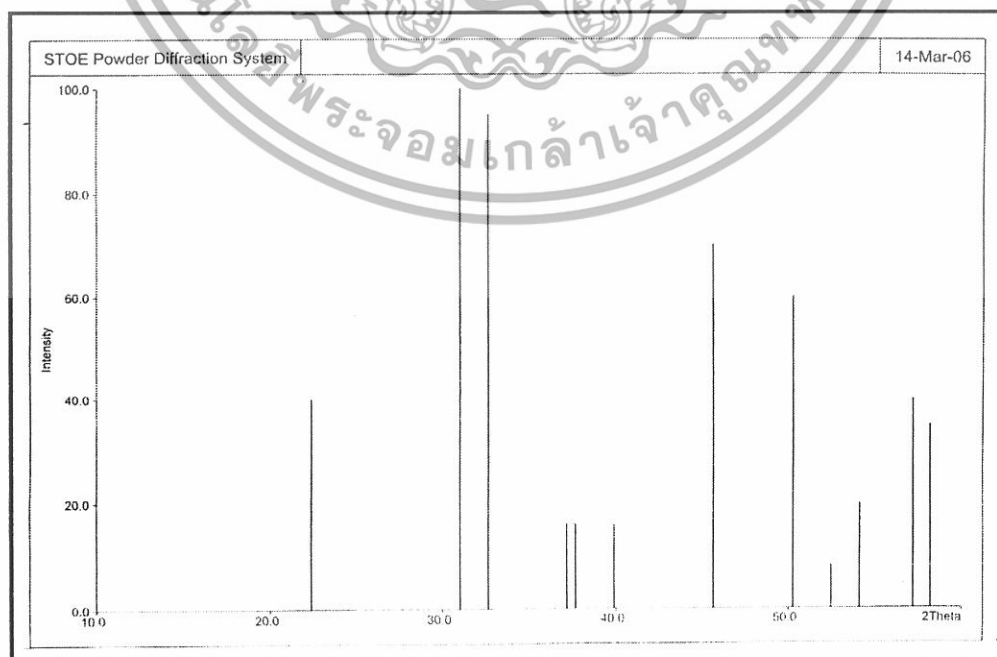
3. สำหรับการลากเส้นควรลากเส้นอย่างน้อย 8-12 เส้น เพื่อความแม่นยำและลดความคลาดเคลื่อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. รูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน (JCPDS)

2.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข 39-1058 (JCPDS No. 39-1058) ของ $\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$

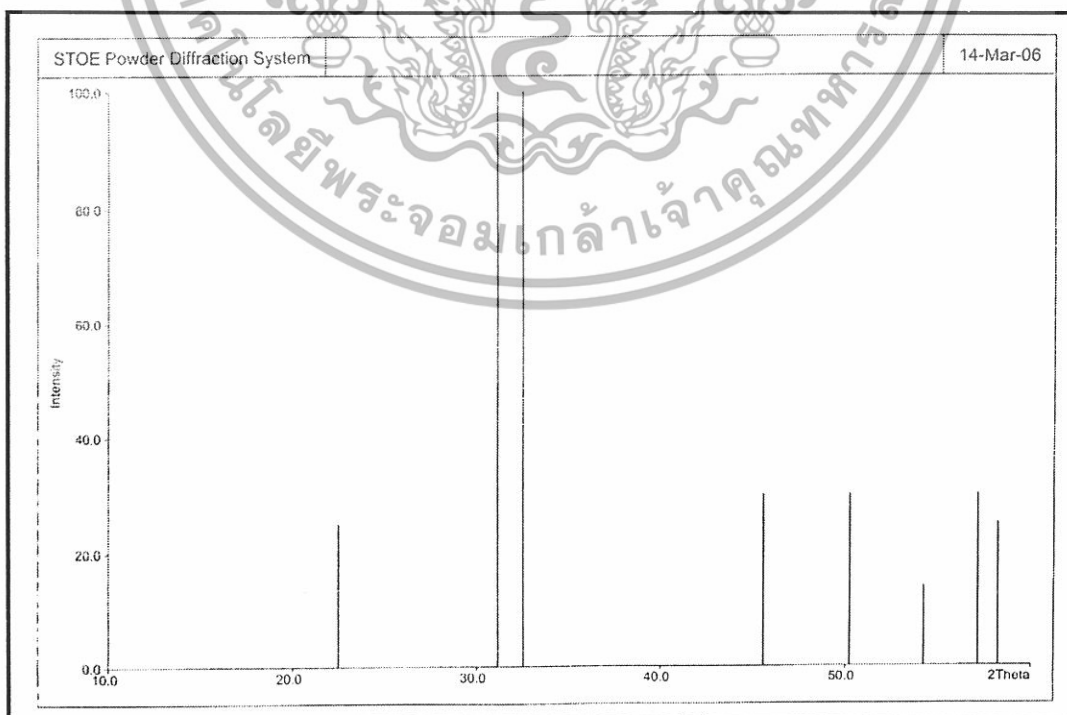
[39-1058]	PDF-2 Sets 1-86	Quality:	Wavelength: 1.540598				
Indium Tin Oxide In ₂ Sn ₂ O ₇ -x							
Rad.: CuKα (1.5418)	Filter:	d-sp: Diffractometer					
I/cor.:	Cutoff:	Int.: visual					
Ref.: Solov'eva, A., Zhdanov, V., Inorg. Mater. (Engl. Transl.), 21, (1985), 828							
Sys.: Cubic	S.G.:	V(relu): 1069.3					
a: 10.326	b:	c:					
A:	B:	C:	Z:				
Dx:	Dm:	SSV/OM: F 9= 1/0 (0.201, 41)					
ea:	nwB:	sw:	Sign: 2V:				
Isotypic with \Yb ₂ Sn ₂ O ₇ \ and \In ₂ Sn ₂ O ₇ \.							
Hanawalt: 2.95/X 2.55/X 1.79/X 2.81/5 1.54/5 2.33/2 1.95/2 1.47/2 0.00/1 0.00/1							
Max-d: 2.95/X 2.81/5 2.55/X 2.33/2 1.95/2 1.79/X 1.54/5 1.47/2 0.00/1 0.00/1							
d[A]	2Theta	Int.	h k l	d[A]	2Theta	Int.	h k l
2.9500	30.273	100	2 2 2	1.7900	50.979	100	4 4 1
2.8140	31.774	50	3 2 0	1.5420	59.940	50	6 2 2
2.5500	35.165	100	4 0 0	1.4650	63.444	20	7 0 0
2.3260	38.679	20	5 3 1				
1.9530	46.455	20	5 1 1				



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

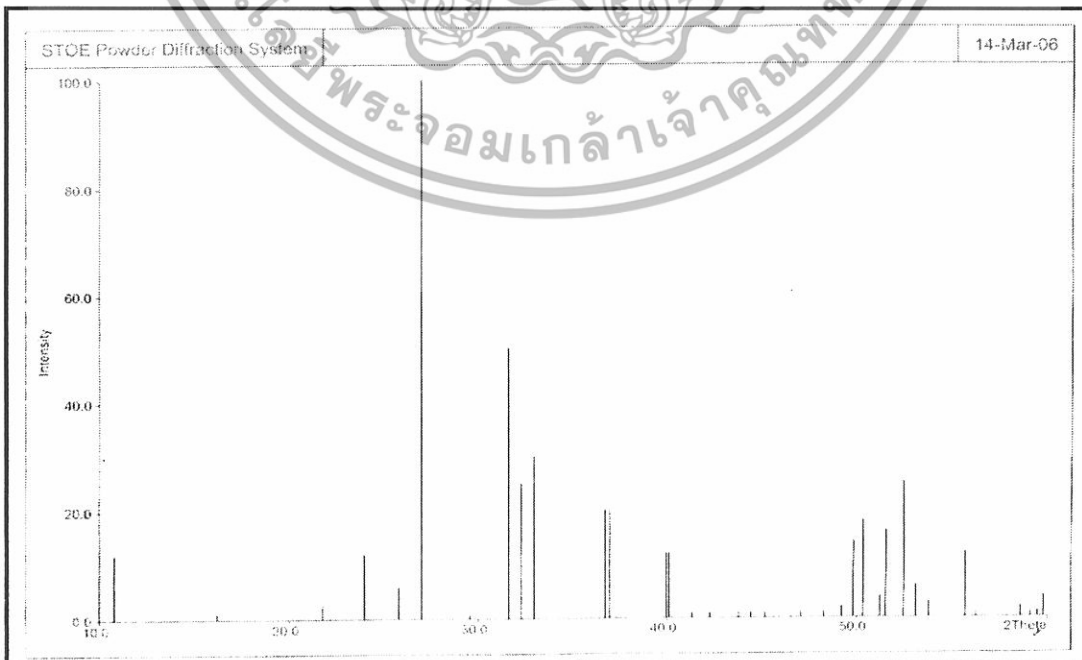
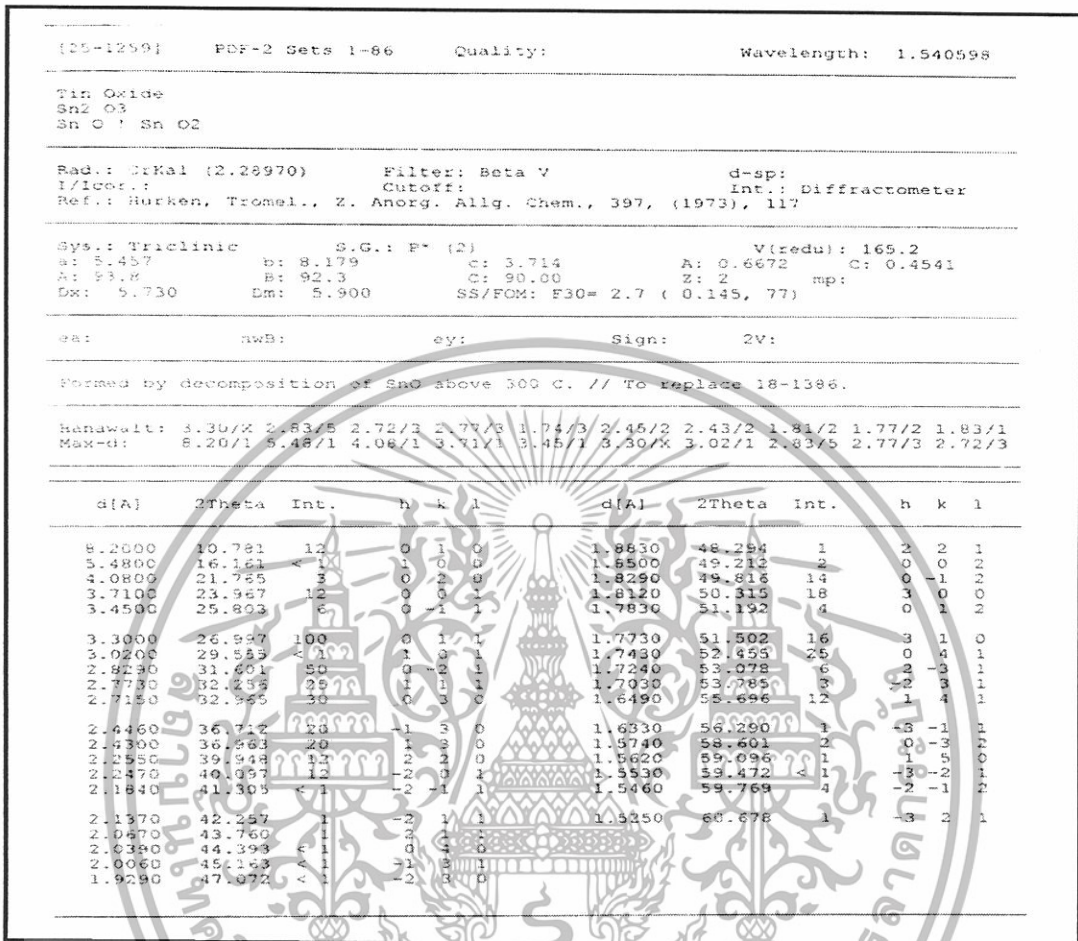
2.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข 32-458 (JCPDS No. 32-458) ของ In_2SnO_5

[32-458]	PDF-2 Sets 1-86	Quality:	Wavelength: 1.540598				
Indium Tin Oxide In ₂ SnO ₅							
Rad.: CuKα (1.5418)	Filter: Mono.	d-sp: Guinier					
Factor:	Cutoff:	Int.: Diffractometer					
Ref.: Varfolomeev, M. et al., Inorg. Mater. (Engl. Transl.), 11, (1975), 1926							
Sp. G:	B:	C:	V(redu):				
A:	B:	C:	Z:				
Dm:	Dm:		mp:				
#4:	nrB:	ey:	Sign: 2V:				
Reaction of In_2O_3 and SnO_2 when coprecipitated mixtures of In and Sn hydroxides were heated to 900 C and annealed at 600-700 C. // Decomposition into initial oxides at 1000 C.							
Hanawalt: 2.87/X 2.75/X 1.99/3 1.82/3 1.61/3 3.95/3 1.58/3 1.69/1 1.39/1 1.37/1 Max-d: 3.95/3 2.87/X 2.75/X 1.99/3 1.82/3 1.69/1 1.61/3 1.58/3 1.39/1 1.37/1							
d(A)	2Theta	Int.	h k l	d(A)	2Theta	Int.	h k l
3.9500	22.491	25		1.6900	54.233	14	
2.8700	31.138	100		1.6100	57.168	30	
2.7500	32.533	100		1.5800	58.256	25	
1.9900	45.546	30		1.3870	67.472	10	
1.8150	50.226	30		1.3720	68.311	10	



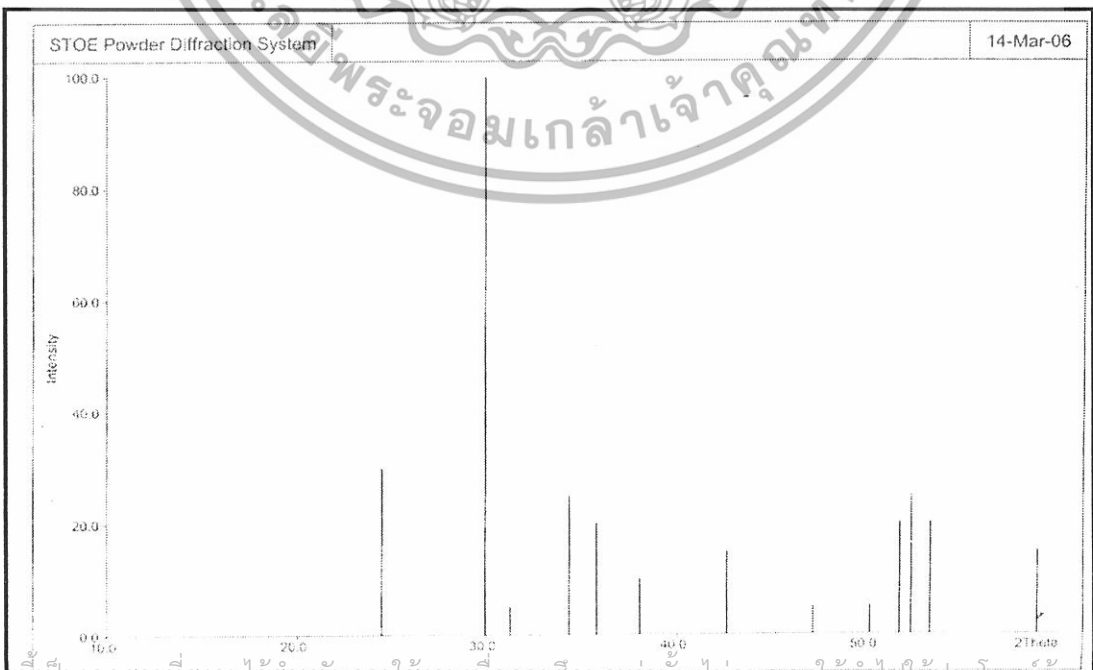
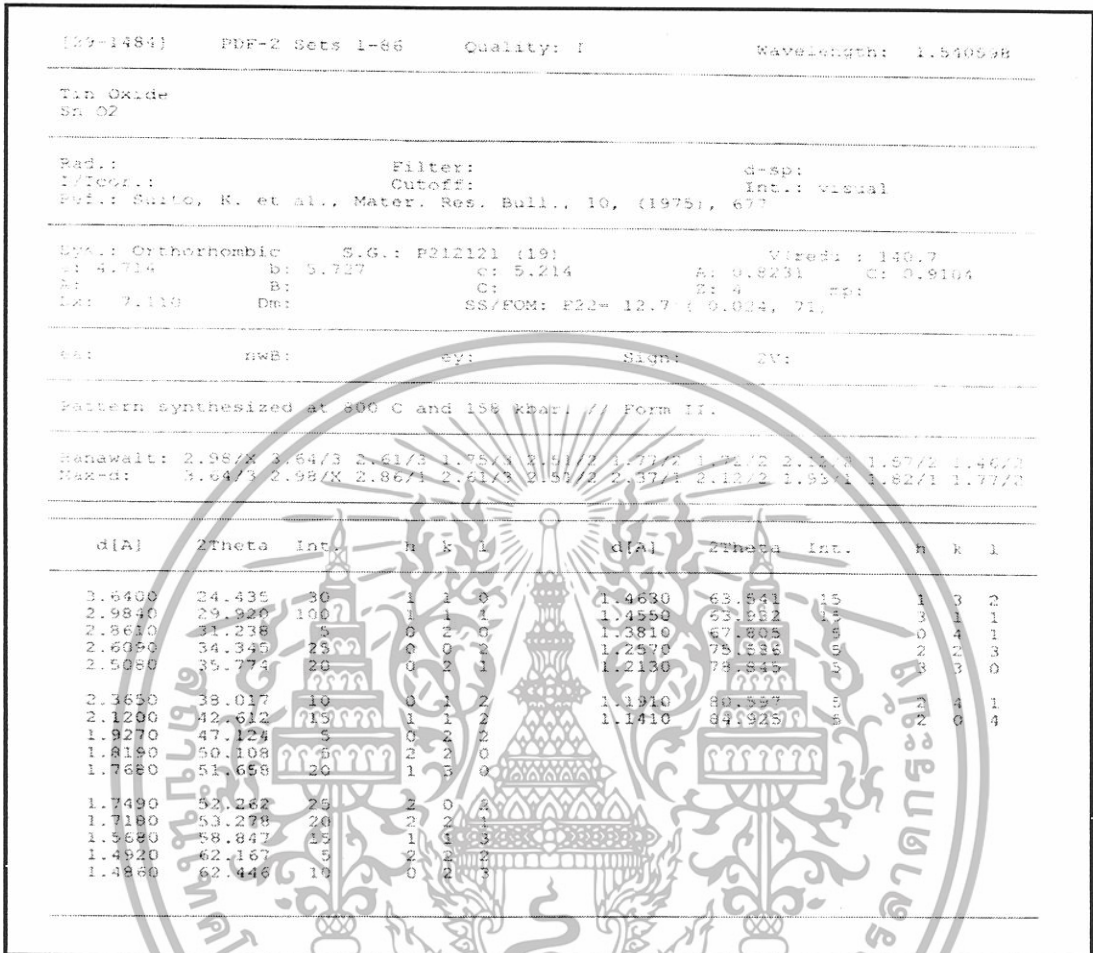
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข 25-1259 (JCPDS No. 25-1259) ของ Sn₂O₃



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

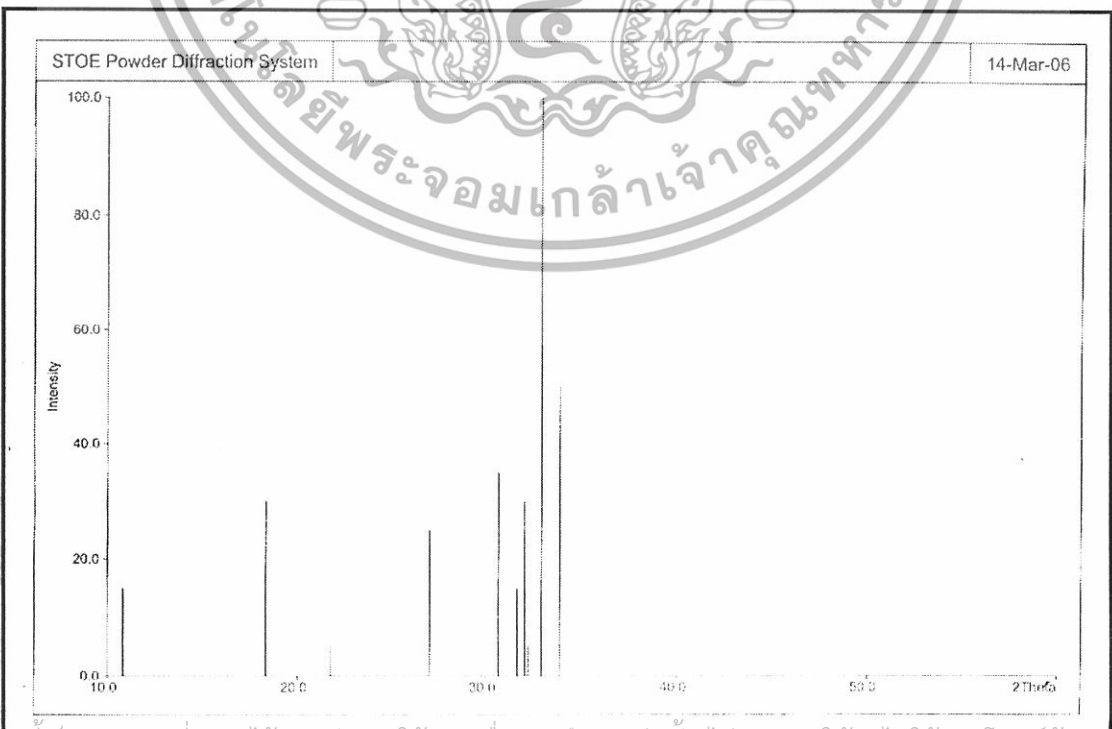
2.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข 29-1484 (JCPDS No. 29-1484) ของ SnO₂



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข 20-1293 (JCPDS No. 20-1293) ของ Sn_3O_4

Tin Oxide									
Sn ₃ O ₄									
Rad.:		Filter:		d-sp:					
I/Icor.:		Cutoff:		Int.: visual					
Ref.: Lawson., Nature (London), 215, (1967), 955									
Sys.: Triclinic			S.G.: P* (2)			V(redu): 233.5			
a: 4.86	b: 5.88	c: 8.20	A: 0.8265	C: 1.3946					
A: 93.00	B: 93.35	C: 91.00	Z: 2.16	mp:					
Dx:		Dm:		SS/FCM: F 9= 3.9 (0.088, 26)					
ea:	nwb:	ey:	Sign:	2V:					
Hanawalt: 2.72/X 2.65/5 2.92/4 4.84/3 2.79/3 3.30/3 8.17/2 2.83/2 4.08/1 2.78/1									
Max-d: 8.17/2 4.84/3 4.08/1 3.30/3 2.92/4 2.83/2 2.79/3 2.78/1 2.72/X 2.65/5									
d[Å]	2Theta	Int.	h	k	l	d[Å]	2Theta	Int.	h k l
8.1700	10.820	15	0	0	1	2.8270	31.824	15	0 -2 1
4.8400	18.315	30	1	0	0	2.7930	32.019	30	-1 1 2
4.0800	21.765	5	0	0	2	2.7780	32.197	5	
3.3000	26.997	25	1	1	1	2.7210	32.890	100	0 0 3
2.9160	30.634	35	0	2	0	2.6450	33.863	50	1 1 2



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้เพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้