

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การเตรียมและการวิเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมี

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF INDIUM TIN OXIDE BY
CHEMICAL PROCESSES



T117150

นายนที หงษ์ทอง

สาขา.....
เลขทะเบียน.....117150
วันเดือนปี.....19 ก.ค. 2554

b.....12312622
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2553

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF INDIUM TIN OXIDE BY
CHEMICAL PROCESSES**



**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY – ANALYTICAL INSTRUMENTATION**

FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ACADEMIC YEAR 2010
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การเตรียมและการวิเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมี
 Preparation and Characterization of Indium Tin Oxide by Chemical
 Processes


นักศึกษา นาย นที หงษ์ทอง

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้นับ
 โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
 อุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์ ประจำปีการศึกษา 2553

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร	
ดร.ปานไพลิน สีหาราช	
ดร.สามารถ คงทวีเลิศ	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงการพิเศษ	การเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วย กระบวนการทางเคมี
ชื่อนักศึกษา	นาย นที หงษ์ทอง
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์
ปีการศึกษา	2553
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการวิเคราะห์สมบัติเฉพาะของผงอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ที่เตรียมด้วยเทคนิคการตกตะกอนผ่านเยื่อเลือกผ่าน โดยกระบวนการ โพลเจลให้ได้สัดส่วนโดยโมลของอินเดียมต่อทินที่เหมาะสมต่อการเกิดวัฏภาคเชิงเดี่ยวของผงอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) ศึกษาผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสของสารละลายผสม ทั้งนี้สารละลายผสมเตรียมได้จากการผสม อินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) และ ทินคลอไรด์ ($\text{SnCl}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ในสารละลายเอเซททิลแอซิโตนที่อุณหภูมิห้อง โดยมีสัดส่วนโดยโมลของ อินเดียมต่อทินเท่ากับ 9.25 : 0.75 นำสารละลายผสมใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์แบบเยื่อเลือกผ่านจากนั้นทำการไฮโดรไลซิสเพื่อให้ตกตะกอนโดยใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่เข้มข้น 1 โมลาร์ ตะกอนที่ได้ถูกล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนและแยกออกด้วยเทคนิคการปั่นเหวี่ยงที่ 3000 รอบต่อนาที ผงละเอียดที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) และเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Infrared Spectroscopy) และเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอนาไลซิส (TGA) และเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลเทอมอลอนาไลซิส (DTA) เพื่อหาความบริสุทธิ์และความเป็นผลึกของผงละเอียดพบว่าได้ผลึก $\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$ ภายหลังจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสก็จะสามารถพบ พีคของ ITO ได้ที่อุณหภูมินี้ และเมื่อทำการเผาแคลไซน์ไปจนถึงอุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จะพบว่า การเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสมีความบริสุทธิ์ที่สูง

คำสำคัญ : อินเดียมทินออกไซด์ (ITO) / โพล – เจล / ตกตะกอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Preparation and Characterization of Indium Tin Oxide by Chemical Processes
Student	Mr. Natee Hongtong
Degree	Bachelor of Science
Major	Industrial Chemical-Analytical Instrumentation
Academic Year	2010
Advisor	Dr. Samart Kongtaweelert

ABSTRACT

In special project, Indium Tin Oxide (ITO) powders were prepared by selective membrane precipitation technique via sol gel process. The stiochiometry of In:Sn ratio for single phase Indium Tin Oxide($\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_{7-x}$) powder was studied by hydrolysis process of mixed solution. The mixed solution was prepared by mixing indium chloride (InCl_3) and tin chloride($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) in acetylacetone at room temperature with indium to tin mole ratio 9.25 : 0.75. The mixed solutions were added into the membrane reactor then hydrolyzed to precipitate by 1 M NH_4OH solution. The precipitated powders were washed with deionized water and separated out by centrifuge at 3000 rpm. The results are used to support the calcinations processes of ITO powders. The XRD (X-ray Diffraction) technique Infrared Spectroscopy technique Thermogravimetric Analysis technique Differential Thermal Analysis technique are used to investigate the purification and the crystallinity of powder. the ITO peak will be shown after calcinations at 600C° . When the temperature is up to 800C° . It was found that the high puriticchion of $\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$ crystals.

Keyword: Indium Tin Oxide (ITO) / Sol gel / precipitation

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี ผู้วิจัยต้องขอขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษอันประกอบด้วย ดร.สามารถ คงทวีเลิศ ที่ได้กรุณาถ่ายทอดความรู้ ให้แนวคิด คำแนะนำ คำปรึกษา และเอาใจใส่ในการดำเนินงานวิจัย ตลอดจนความปรารถนาดี ที่มีต่อศิษย์เสมอมา

ขอขอบพระคุณ ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร และ ดร.ปานไพลิน สีหาราช ที่กรุณาเป็นกรรมการสอบโครงการพิเศษ และให้คำแนะนำ ตรวจสอบ แก้ไขโครงการพิเศษ ให้ถูกต้องสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ประสิทธิประสาทวิชาความรู้ และแนวคิดในการทำโครงการพิเศษ

ขอขอบพระคุณนักวิทยาศาสตร์ เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมี และเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือคณะวิทยาศาสตร์ทุกๆ ท่าน ที่เอื้อเฟื้อ ให้ความอนุเคราะห์และช่วยเหลือให้โครงการพิเศษ นี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณ พี่ๆ เพื่อนๆ น้องๆ ทุกท่าน สำหรับความปรารถนาดี คำลั้งใจ และความช่วยเหลืออันดี จนทำให้โครงการพิเศษ สำเร็จลุล่วงด้วยดี ต้องขออภัยที่ไม่ได้เยี่ยมยามมา ณ ที่นี้

สำหรับคุณงามความดีอันใดซึ่งเกิดจากโครงการพิเศษ นี้ผู้เขียนขอมอบให้ครอบครัว อันประกอบด้วย บิดา มารดา น้องสาว ที่ให้กำลังใจ อยู่เคียงข้างด้วยความหวังดีตลอดมา

นาย นที หงษ์ทอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญรูป.....	VIII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มา.....	1
1.2 จุดประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 สมบัติทั่วไปของสารอินเดียมออกไซด์.....	3
2.2 อินเดียมทินออกไซด์.....	4
2.2.1 สมบัติทั่วไปของสารอินเดียมออกไซด์.....	4
2.2.2 สมบัติทางแสงของอินเดียมทินออกไซด์.....	5
2.2.3 สมบัติทางไฟฟ้าของอินเดียมทินออกไซด์.....	6
2.3 ทฤษฎีเกี่ยวกับสารกึ่งตัวนำ.....	7
2.4 การประยุกต์ใช้งาน.....	10
2.4.1 เซลล์แสงอาทิตย์.....	10
2.4.2 ไดโอดเปล่งแสงชนิดสารอินทรีย์(OLED).....	11
2.4.3 แก๊สเซนเซอร์.....	12
2.4.4 จอผลึกเหลว (LCD).....	12
2.5 กระบวนการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์.....	13
2.5.1 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method).....	14
2.5.2 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray-drying method).....	17
2.5.3 วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying method).....	18
2.5.4 วิธีแบบโซล-เจล (Sol-gel method).....	19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่หรือใช้
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

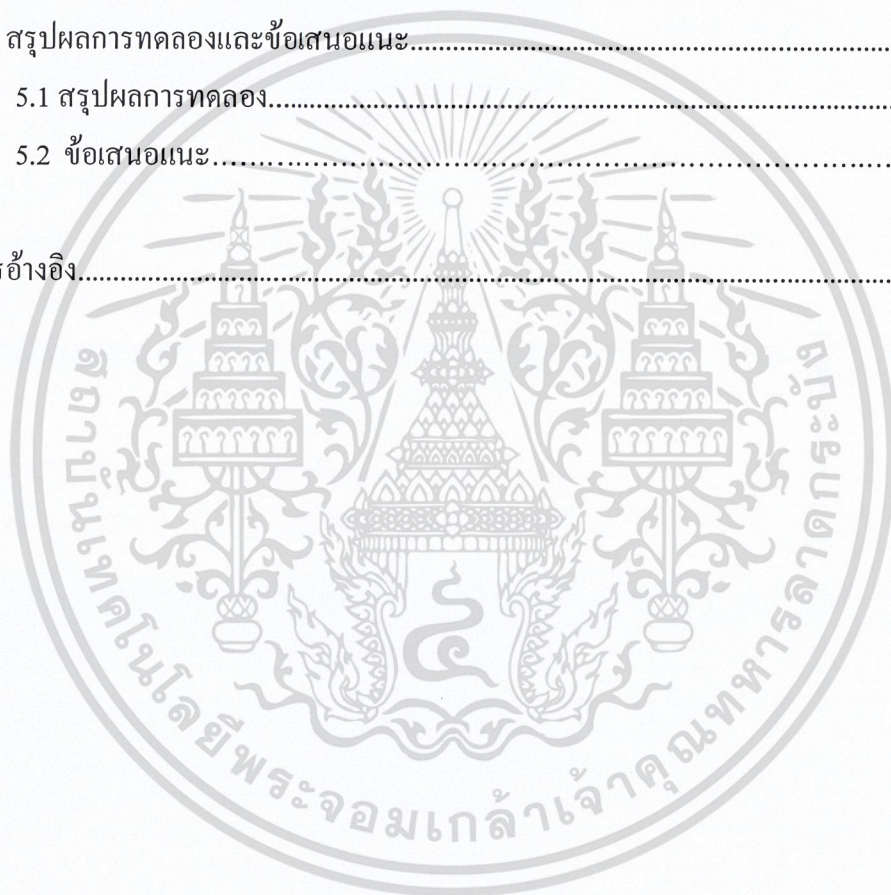
สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.6 กระบวนการแยกด้วยเยื่อเลือกผ่าน.....	25
2.6.1 การจำแนกกระบวนการแยกผ่านเยื่อเลือกผ่าน.....	25
2.6.2 ข้อดีของกระบวนการแยกผ่านเยื่อเลือกผ่าน.....	27
2.6.3 แนวโน้มและการใช้งาน.....	27
2.7 เครื่องมือที่ใช้ทดสอบ.....	27
2.7.1 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์(X-ray diffractometer).....	27
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	32
บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย.....	35
3.1 สารเคมี.....	35
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	35
3.3 การทดลอง.....	36
3.3.1 การเตรียม โซลตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ที่อัตราส่วนต่างๆ.....	36
3.3.2 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์.....	38
3.3.3 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนแบบผ่านเยื่อเลือกผ่าน.....	38
3.4 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์.....	40
3.5 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์.....	41
3.5.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์(X-ray Diffractometer, XRD).....	41
3.5.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบเกี่ยวกับโมเลกุลของอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer: FT-IR).....	42
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	43
4.1 ลักษณะทางกายภาพของเจลดั้งต้น ITO ก่อนการเผาเคลือบและหลังการเผาเคลือบ.....	43
4.2 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของเจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ก่อนการเคลือบ.....	44

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่หรือใช้
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3 การวิเคราะห์และตรวจสอบเกี่ยวกับหมู่ฟังก์ชันของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์หลังการแคลไซน์.....	47
4.4 ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD).....	49
4.4.1 การวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์.....	49
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	52
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	52
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	52
เอกสารอ้างอิง.....	53



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 การเปรียบเทียบข้อดีและเสียของการเตรียม	
อินเดียมทินออกไซด์ ด้วยวิธีต่างๆ.....	24
ตารางที่ 3.1 น้ำหนักของอินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) และทินคลอไรด์	
ไดไฮเดรต ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ที่ใช้ในการเตรียม โพล เจล	
ของ ITO ที่อัตราส่วน 9.25 : 0.75	36
ตารางที่ 3.2 น้ำหนักของอินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) และทินคลอไรด์ไดไฮเดรต	
($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เพิ่มเป็น 2.5 เท่าที่อัตราส่วน 9.25 : 0.75	36



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.1	โครงสร้างผลึกของ In_2O_3 กับตำแหน่งที่แตกต่างกัน 2 แบบ.....	3
รูปที่ 2.2	โครงสร้างทรงลูกบาศก์แบบ Bixbyite ของอินเดียมทินออกไซด์.....	5
รูปที่ 2.3	การเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอน จากแถบพลังงานวาเลนซ์ ไปสู่แถบการนำ เมื่อได้รับพลังงานมากกว่าค่าช่องว่างพลังงาน(E_g).....	6
รูปที่ 2.4	แถบพลังงานฉนวนและสารกึ่งตัวนำ.....	8
รูปที่ 2.5	แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น.....	9
รูปที่ 2.6	แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น และ พี.....	9
รูปที่ 2.7	หลักการการทำงานทั่วไปของเซลล์แสงอาทิตย์.....	11
รูปที่ 2.8	โครงสร้างทั่วไปของ OLED.....	11
รูปที่ 2.9	จอ LCD แบบPassive matrix.....	12
รูปที่ 2.10	Thin-Film-Transistor or active matrix displays.....	13
รูปที่ 2.11	จอ LCD แบบ Active matrix.....	13
รูปที่ 2.12	ลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน.....	15
รูปที่ 2.13	ขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง.....	18
รูปที่ 2.14	ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่าง ๆ ที่ได้จากเทคนิค โซล-เจล.....	19
รูปที่ 2.15	แสดงปฏิกิริยาของAcetylacetoneกับIndiumchloride และAcetylacetoneกับTinchloride.....	21
รูปที่ 2.16	แสดงการเกิดปฏิกิริยาการต่อสายโซ่โดยการเกิดผ่านปฏิกิริยาการควบแน่น.....	22
รูปที่ 2.17	ขั้นตอนกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิค โซล-เจล แบบ พอลิเมอร์ และ คอลลอยด์.....	23
รูปที่ 2.18	ลักษณะของการตรวจสอบวิฤภาคและแบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎ ของแบรกก์.....	29
รูปที่ 2.19	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวิฤภาคที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกัน.....	30
รูปที่ 2.20	การวิเคราะห์วิฤภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ.....	31
รูปที่ 2.21	การวิเคราะห์ขนาดของผลึก.....	31
รูปที่ 2.22	พีก XRD ระนาบ (222) เมื่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ.....	32
รูปที่ 3.1	แผนภาพอุปกรณ์รีฟลักซ์.....	37
รูปที่ 3.2	แผนภาพขั้นตอนการเตรียมสารละลายเจลาตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์.....	37

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 3.3	แผนภาพขั้นตอนการเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 1 โมลาร์.....	38
รูปที่ 3.4	การเตรียมอุปกรณ์ในการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์ โดยวิธีตกตะกอน.....	39
รูปที่ 3.5	ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการเผาและเวลาในการแคลไซน์เจตตั้งต้น อินเดียมทินออกไซด์ ภายใต้สภาวะบรรยากาศ (ก) 600 °C (ข) 700 °C และ (ค) 800 °C.....	40
รูปที่ 4.1	ลักษณะทางกายภาพของเจตตั้งต้นของ ITO ที่สัดส่วนโดยโมล In:Sn (9:1) ณ เวลาเกิดปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง (ก) ก่อนการเผาแคลไซน์ และ (ข-ง) หลังการเผาแคลไซน์.....	43
รูปที่ 4.2	แผนภาพ TGA/DTA ของเจตตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ ที่สัดส่วนโดยโมล อินเดียมต่อทิน 9:1 ณ เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง.....	44
รูปที่ 4.3	แสดงสเปกตรัม FT-IR ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ที่สัดส่วนโดยโมล In:Sn เป็น 9:1 ก่อนการแคลไซน์.....	46
รูปที่ 4.4	แสดงสเปกตรัม FT-IR ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ที่สัดส่วนโดยโมล In:Sn เป็น 9:1 ณ อุณหภูมิการแคลไซน์ 600 °C	47
รูปที่ 4.5	แสดงสเปกตรัม FT-IR ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ที่สัดส่วนโดยโมล In:Sn เป็น 9:1 ณ อุณหภูมิการแคลไซน์ 700 °C.....	48
รูปที่ 4.6	แสดงสเปกตรัม FT-IR ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ที่สัดส่วนโดยโมล In:Sn เป็น 9:1 ณ อุณหภูมิการแคลไซน์ 800 °C.....	48
รูปที่ 4.7	กราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่อุณหภูมิการแคลไซน์ 600 700 และ 800°C ที่สัดส่วน 9.25 : 0.75	50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มา

ในปัจจุบันเทคโนโลยีทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ที่เกี่ยวข้องกับวัสดุนำไฟฟ้าโปร่งใสได้มีการพัฒนาอย่างรวดเร็วดังจะเห็นได้ว่าการนำวัสดุนำไฟฟ้าโปร่งใสมาใช้อย่างกว้างขวางเช่น ในกลุ่มเทคโนโลยีจอแสดงผลแบบจอแบน (Flat panel displays, FPDs) จอผลึกเหลว (Liquid crystal displays, LCDs) จอพลาสมาและจอไดโอดเปล่งแสงชนิดอินทรีย์ (Organic light emitting diodes, OLED) เป็นต้นเนื่องจากจอภาพเหล่านี้ใช้พลังงานต่ำ มีขนาดจอที่บางลงทำให้ใช้พื้นที่ติดตั้งน้อย นอกจากนี้ยังนำไปใช้งานทางด้านโซลาร์เซลล์รวมถึงงานทางด้านอณูรัศมีพลังงาน เช่น กระจกฉนวนป้องกันความร้อน ที่มีการนำไปติดตั้งบนรถยนต์หรือกระจกอาคารเพื่อประหยัดพลังงานจากการใช้เครื่องปรับอากาศ อุปกรณ์ที่กล่าวมานี้ต้องการสัปดาห์อินเดียมต่อทินที่เหมาะสมเพื่อนำมาผลิตเป็นฟิล์มบางนำไฟฟ้าโปร่งใส (Transparent conducting thin film) ที่มีทั้งการนำไฟฟ้าที่ดีและการส่องผ่านแสงในช่วงตามองเห็นที่สูง เพื่อนำไปใช้งานเป็นขั้วไฟฟ้าโปร่งใสในอุปกรณ์ต่าง ๆ เหล่านี้ วัสดุที่มีทั้งสมบัติการนำไฟฟ้าและความโปร่งใสอยู่ด้วยกันมีหลายชนิด แบ่งเป็น 2 กลุ่มใหญ่ ๆ คือ กลุ่มฟิล์มบางของโลหะ เช่น ทอง (Au) ทองแดง (Cu) และเงิน (Ag) เป็นต้น และกลุ่มสารกึ่งตัวนำออกไซด์ที่มีช่องว่างพลังงานที่กว้าง [1] ซึ่งเป็นกลุ่มที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย วัสดุกึ่งตัวนำโปร่งใสที่ได้รับความสนใจ คือ อินเดียมทินออกไซด์ (Indium tin oxide, ITO)

อินเดียมทินออกไซด์ (ITO) นั้นสามารถนำมาประยุกต์ใช้งานในส่วนของขั้วไฟฟ้าโปร่งใส เนื่องจากมีสมบัติการนำไฟฟ้าที่สูง และมีลักษณะที่โปร่งแสง ซึ่งฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำที่มีค่าช่องว่างพลังงาน สูงกว่า 3.75 eV หรือ อยู่ในช่วง 3.50 – 4.06 eV [1] การเตรียมผงละเอียดและฟิล์มบางของอินเดียมทินออกไซด์นั้นสามารถเตรียมได้หลายวิธี เช่น กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) กระบวนการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying) กระบวนการทำให้แห้งแบบละออง (Spray drying) ซึ่งเป็นวิธีที่ทำให้ได้ผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดสม่ำเสมอ แต่กระบวนการเหล่านี้ยังต้องใช้พลังงานสูงและมีวิธีการเตรียมที่ยุ่งยาก

ดังนั้น โรงงานพิเศษนี้จึงเลือกที่จะศึกษาวิธีการเตรียมเจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยกระบวนการโซลเจล (Sol-gel) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ให้ขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตร มีความบริสุทธิ์ และความเป็นเนื้อเดียวกันสูง (Homogenous) โดยมีขั้นตอนในการเตรียมที่ไม่ยุ่งยาก

เครื่องมือที่ใช้มีราคาถูก ร่วมกับเทคนิคการตกตะกอน (Precipitation Technique) ในการเปลี่ยนจากไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารละลายเจลดั้งเดิมให้ได้เป็นผงละเอียดระดับนาโนเมตร วิธีการนี้เป็นวิธีที่ง่ายและใช้สารตั้งต้นที่อยู่ในรูปเกลือที่มีราคาถูก และผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงละเอียดสม่ำเสมอมีความบริสุทธิ์สูง โดยทำการศึกษานอกจากศึกษาปัจจัยต่างๆ เช่น ผลของสัดส่วนระหว่างทินต่ออินเดียม และผลของอุณหภูมิในการแคลไซน์ ที่มีต่อความบริสุทธิ์และโครงสร้างผลึก ขนาดของผลึก ขนาดอนุภาคของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้อีกด้วย

1.2 จุดประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผา ที่มีต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึกและการเปลี่ยนวัฏภาค ของอินเดียมทินออกไซด์ โดยวิธี โซล-เจล (Sol-gel)
2. เพื่อทำการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดโดยวิธีการตกตะกอนผ่านเยื่อเลือกผ่าน
3. เพื่อศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของการเกิดผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์
4. เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกและการเปลี่ยนวัฏภาค ของอินเดียมทินออกไซด์

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาวิธีการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์
2. เตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์จากสัดส่วนโดยโมล อินเดียมต่อทินตามสัดส่วน คือ 9.25 : 0.75
3. ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของอินเดียมทินออกไซด์โดยเครื่องมือวิเคราะห์ทางความร้อน คือ TGA DTA
4. ศึกษาหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์
5. ศึกษาและวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้
6. ศึกษาและวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคของอินเดียมทินออกไซด์ที่คำนวณได้จากการตรวจสอบโดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเตรียมผงละเอียดในระดับนาโนของอินเดียมทินออกไซด์ได้
2. เข้าใจถึงหลักการวิธีการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีตกตะกอนโดยผ่านเยื่อเลือกผ่านด้วยวิธีโซล เจล
3. เข้าใจพฤติกรรมทางความร้อนของอินเดียมทินออกไซด์ที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการเผาแคลไซน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ความลับไว้ซึ่งการใช้ประโยชน์เป็นของหน่วยงานนั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ในการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

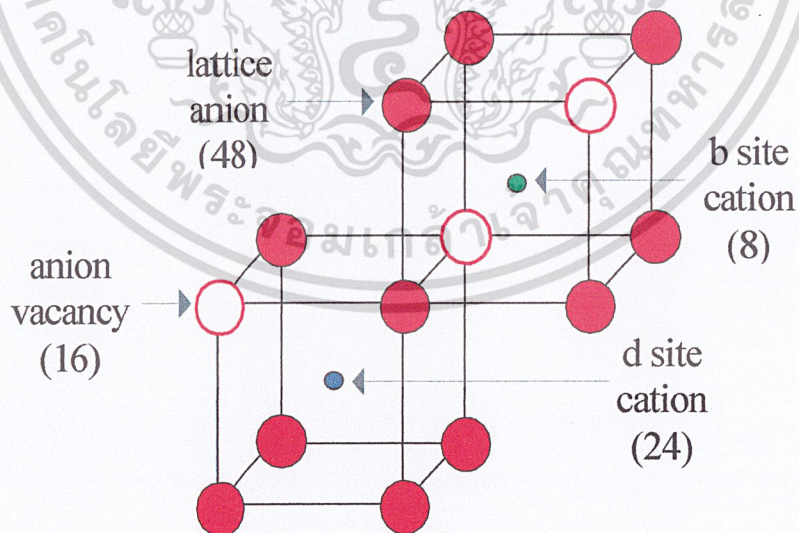
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้จะกล่าวถึง ทฤษฎี และหลักการเบื้องต้นที่สำคัญที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ ได้แก่ สมบัติทั่วไปของอินเดียมทินออกไซด์ หลักการเบื้องต้นในการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมี การประยุกต์ใช้งานของอินเดียมทินออกไซด์ และรวมถึงงานวิจัยต่างๆ ที่ผ่านมา

2.1 สมบัติทั่วไปของอินเดียมออกไซด์

โครงสร้างผลึกอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) อยู่ในกลุ่มโครงสร้างผลึก (crystallographic phase) ของคิวบิก (space group Ia-3) และ รอมโบฮีดรัล (space group R-3c) โดยจัดอยู่ในพวก rare earth oxide มีสูตรทั่วไปเป็น X_2O_3 เมื่อ X เป็น โลหะ rare earth โครงสร้างของอินเดียมออกไซด์ที่มีความดันปกติและอุณหภูมิห้องเป็น cubic bixbyite ที่มี 80 อะตอมในหนึ่งหน่วยเซลล์ (unit cell) โครงสร้างแบบนี้พบว่าหนึ่งในสี่ของตำแหน่งแอนไอออน (anion) มีการหายไปแล้วมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) คือ 10.118 Å [1] ดังรูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างผลึกของอินเดียมออกไซด์ที่มีโครงสร้างที่แตกต่างกัน 2 แบบ โดยตำแหน่งของไอออน In^{3+} มีสมมาตรแบบ six-fold ส่วนไอออน O^{2-} ถูกจัดอยู่ในสมมาตรแบบ four-fold



รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของ In_2O_3 กับตำแหน่งที่แตกต่างกัน 2 แบบของอินเดียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

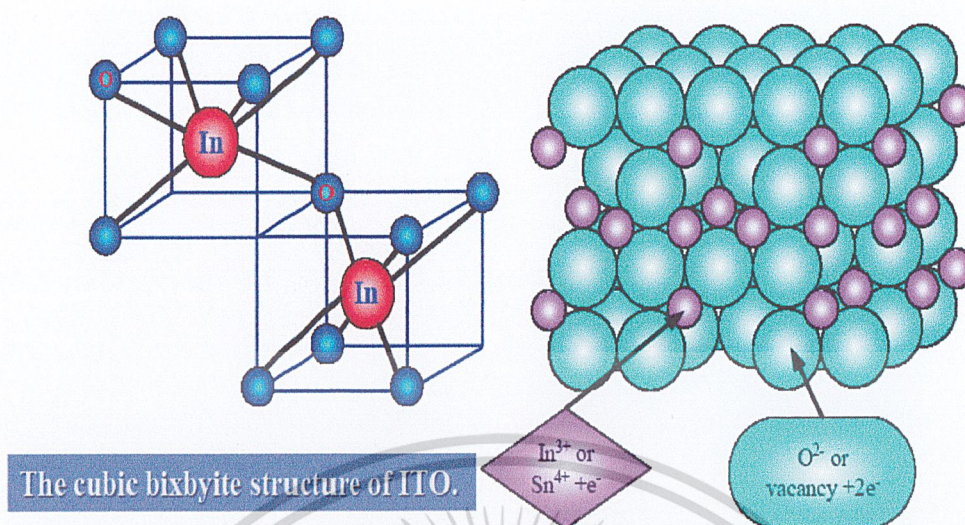
ในการเจือของสารอินเดียมออกไซด์มีอยู่ 2 แบบ คือ แบบแรกอินเดียมออกไซด์ถูกเจือโดยตัวเองซึ่งเป็นการเจือโดยการทำให้เกิดตำแหน่งว่างของออกซิเจน (oxygen vacancies) ในแลตทิซเขียนสัญลักษณ์เป็น $V_{O}^{\bullet\bullet}$ แต่ละตำแหน่งของช่องว่างออกซิเจนจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระ 2 ตัว ขึ้นไปยังแถบการนำ (conduction band) โดยได้มีการให้สัญลักษณ์สำหรับการเจือและโครงสร้างของอินเดียมออกไซด์ที่เจือลงในช่องว่างออกซิเจน เขียนได้ว่า $In_2O_3 \cdot (V_{O}^{\bullet\bullet})_{e_{2x}}$ ซึ่ง e คืออิเล็กตรอนอิสระพบว่าการเจือแบบนี้สามารถเพิ่มปริมาณความหนาแน่นของประจุอิสระได้ แบบที่สองคือ การเจือสารภายนอกเข้าไป เช่น อินเดียมออกไซด์ถูกเจือด้วยดีบุก จะทำให้อะตอมของดีบุกเข้าไปแทนที่ในแลตทิซของอินเดียมออกไซด์ โดย Sn^{4+} จะไปแทนที่ In^{3+} ในตำแหน่งแคตไอออน (cation) การเจือแบบนี้เขียนสัญลักษณ์เป็น $In_{2-y}Sn_yO_3e_y$ การเจือจึงเป็นแนวทางในการเพิ่มค่าการนำไฟฟ้าที่ดีแต่จะส่งผลกระทบต่อความหนาแน่นของประจุอิสระและค่าโมบิลิตี ลักษณะทั่วไปพบว่าปริมาณของดีบุกควรอยู่ในช่วงระดับ 4-6% ซึ่งถ้าอยู่ในระดับที่สูงกว่านี้การเจือจะมีแนวโน้มไปลดปริมาณความหนาแน่นของประจุอิสระ เนื่องจากอาจมีการรวมตัวของสารประกอบทินออกไซด์เกิดขึ้นได้ [2]

2.2 อินเดียมทินออกไซด์

2.2.1 สมบัติทั่วไปของอินเดียมทินออกไซด์

สารอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ที่มาจากการเจือดีบุก (Sn) ลงไปในอินเดียมออกไซด์ โดยดีบุก (Sn) จะเข้าไปแทนที่อินเดียมไอออน (In^{3+}) ในโครงสร้างของอินเดียมออกไซด์และอะตอมของดีบุกนี้จะทำหน้าที่สองอย่างคือ เป็นตัวให้กำเนิดพลาสมาของอิเล็กตรอน และเป็นศูนย์กลางการเกิด ไอออนไนซ์ซึ่งจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระ นั่นคืออะตอมของดีบุกจะรวมตัวกับออกซิเจน เกิดเป็นดีบุกออกไซด์ (SnO หรือ SnO_2) ขึ้นแล้วจะให้อิเล็กตรอนอิสระ +2 หรือ +4 อิเล็กตรอนอิสระเหล่านี้จะเป็นตัวช่วยในการนำไฟฟ้าของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ ($In_{2-x}Sn_xO_3$) มีโครงสร้างผลึกทรงลูกบาศก์แบบ Bixbyite ดังรูปที่ 2.2 เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) ประเภทที่มีช่องว่างแถบพลังงานกว้าง (wide band gap) มีค่าประมาณ 3.5-4.3 อิเล็กตรอน โวลต์ มีค่าการส่องผ่านแสงสูงในช่วงความยาวคลื่นที่ตามองเห็นและค่าการสะท้อนสูงในช่วงความยาวคลื่นอินฟราเรด มีค่าการนำไฟฟ้าที่สูง ($2500-5000 \Omega^{-1}cm^{-1}$) ดังนั้นจึงถูกนำมาใช้ทำการเคลือบเป็นตัวนำไฟฟ้าโปร่งใส ขั้วไฟฟ้า แก๊สเซนเซอร์ เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



Indium tin oxide; Sn doped In_2O_3

รูปที่ 2.2 โครงสร้างทรงลูกบาศก์แบบ Bixbyite ของอินเดียมทินออกไซด์ [3]

2.2.2 สมบัติทางแสงของอินเดียมทินออกไซด์

สมบัติทางแสงของฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ เกิดจากการที่อิเล็กตรอน หรือ ไอออนของอินเดียมทินออกไซด์ ไปถูกสัมพัทธ์กับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า แล้วเกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานจากแถบพลังงานหนึ่ง ไปสู่แถบพลังงานหนึ่ง ซึ่งจะทำให้เกิดสมบัติต่างๆ ในวัสดุอันประกอบด้วย สมบัติการดูดกลืนแสง (Absorption) สมบัติการสะท้อนแสง (Reflection) และสมบัติการส่องผ่านแสง (Transmission) โดยสมบัติการดูดกลืนและสมบัติการส่องผ่านแสงของวัสดุใดๆ จะสัมพันธ์กับช่องว่างพลังงาน (Energy Gap, E_g) ของวัสดุนั้นๆ โดยวัสดุจะมีการเปลี่ยนสภาพของตัวเองจากสภาพการส่องผ่านมาเป็นสภาพการดูดกลืนเมื่ออิเล็กตรอนได้รับพลังงานมากกว่าค่าช่องว่างพลังงานอันเป็นผลมาจากการเปลี่ยนระดับพลังงาน ของอิเล็กตรอนจากแถบพลังงานวาเลนซ์ (Valence Band) ไปสู่แถบการนำพลังงาน (Conduction Band) ดังรูปที่ 2.3 ในกรณีนี้วัสดุจะมีค่าการส่องผ่านน้อยแต่มีการดูดกลืนมาก แต่ถ้าอิเล็กตรอนได้รับพลังงานน้อยกว่าค่าช่องว่างพลังงาน จะทำให้อิเล็กตรอนไม่สามารถเปลี่ยนระดับพลังงานจากแถบวาเลนซ์ ไปสู่แถบการนำได้ จะส่งผลให้วัสดุดูดกลืนแสงและยอมให้แสงส่องผ่านไปได้จึงทำให้วัสดุมีการส่องผ่านแสงมากและค่าการดูดกลืนน้อย นอกจากนี้ค่าพลังงานที่ให้แก่อิเล็กตรอนจะสัมพันธ์กับค่าความยาวคลื่นแสง โดยจะสามารถหาค่าความยาวคลื่นแสงของจุดเปลี่ยนสถานะ ได้จากสมการ 2.1

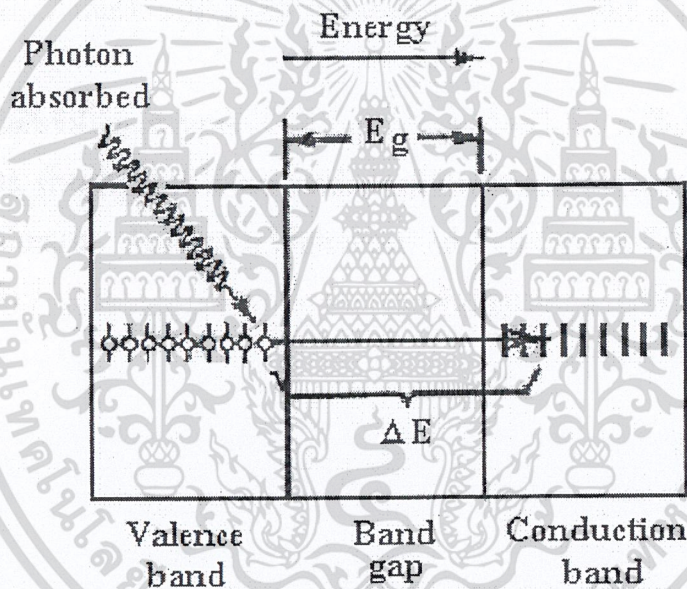
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$E_g = \frac{hc}{\lambda_g} = hv \quad 2.1$$

เมื่อ

$$v = c/\lambda \quad 2.2$$

- โดย λ_g เป็นค่าความยาวคลื่นแสงของจุดเปลี่ยนสถานะ(m)
 h เป็นค่าคงที่ของพลังค์ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 6.63×10^{-34} J.s
 c เป็นอัตราเร็วของแสง มีค่าเท่ากับ 3×10^8 m/s
 v เป็นความถี่ของคลื่นแสง(s^{-1})



รูปที่ 2.3 การเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอน จากแถบพลังงานวาเลนซ์ ไปสู่แถบ การนำเมื่อได้รับพลังงานมากกว่าค่าช่องว่างพลังงาน (E_g) [4]

2.2.3 สมบัติทางไฟฟ้าของอินเดียมทินออกไซด์

สมบัติที่สำคัญของอินเดียมทินออกไซด์ที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าโปร่งใสในจอแสดงผลแบบจอสัมผัส คือ สมบัติทางไฟฟ้าที่ต้องการให้ฟิล์มมีความต้านทาน (Resistivity) ต่ำ เพื่อให้ใช้พลังงานน้อยลงมีการนำไฟฟ้าที่ดีขึ้น สำหรับการนำไฟฟ้าของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์นั้น มาจาก 2 ปัจจัย คือ ผลของพาหะอิสระ และผลของความสามารถในการเคลื่อนตัว (Mobility, μ) ของพาหะอิสระ

เอกสารดังนี้ เอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก. พาหะอิสระ (free carrier) แบ่งได้เป็น 2 แบบ คือ พาหะที่ได้จากสารเจือ (dopant) คือถูกที่ให้อิเล็กตรอนอิสระ 1 ตัว เมื่อเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของอินเดียมในโครงผลึก และพาหะที่เกิดจากการขาดออกซิเจน (oxygen deficiency) ที่จะให้อิเล็กตรอนอิสระ 2 ตัวต่อ 1 ตำแหน่งที่ขาดออกซิเจน

ข. ความสามารถในการเคลื่อนตัวของพาหะอิสระ ที่เกิดจากการกระเจิงของอิเล็กตรอน ซึ่งปัจจัยที่มีผลต่อการเคลื่อนตัวของอิเล็กตรอน คือ ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มที่เกิดจากกระบวนการเตรียมฟิล์มด้วยสถานะต่างๆ กัน เช่น ปริมาณความบกพร่องของเนื้อฟิล์ม การปรับปรุงการจัดเรียงอะตอมในทิศทางที่ชอบ เป็นต้น โดยความสัมพันธ์ดังกล่าวอธิบายได้ด้วยสมการที่ 2.3 [4]

$$\mu = \frac{e\tau}{m^*_c}$$

2.3

โดยที่

τ คือ Relaxation time ขึ้นอยู่กับวิธีและสถานะในการเตรียมฟิล์ม

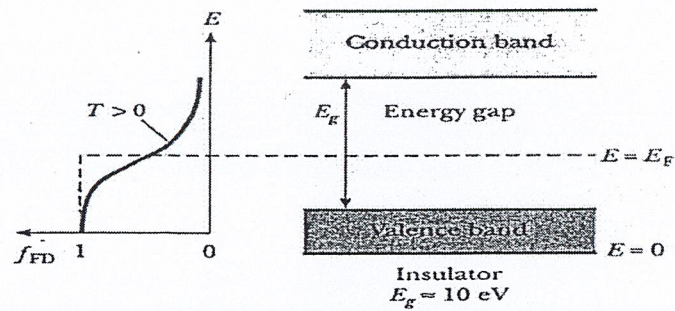
m^*_c คือ มวลประสิทธิผล (Effective mass) ขึ้นอยู่กับชนิดของสารกึ่งตัวนำ

e คือ electron charged

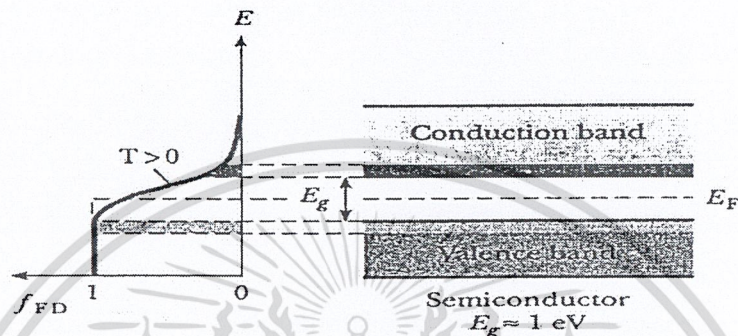
วิธีและการเตรียมฟิล์มที่ดี จะให้ฟิล์มที่มีปริมาณเกรนและความบกพร่องน้อย ทำให้ค่า Relaxation time สูง นั่นคือฟิล์มจะมีการนำไฟฟ้าที่ดี สำหรับมวลประสิทธิผลนั้น ถ้ามีค่าต่ำจะทำให้ฟิล์มนำไฟฟ้าดี ซึ่งการที่จะได้ค่า m^*_c ต่ำกว่าสารที่มีอยู่ในปัจจุบันนั้น จะต้องทำการสังเคราะห์สารกึ่งตัวนำใหม่ขึ้นมา จัดว่าเป็นวิธีที่ยากกว่าวิธีการปรับสถานะการเคลื่อนมา

2.3 ทฤษฎีเกี่ยวกับสารกึ่งตัวนำ

สารกึ่งตัวนำ (semiconductor) มีค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า (resistivity) อยู่ในระดับปานกลางระหว่างตัวนำไฟฟ้า (conductor) ที่ดี และฉนวนไฟฟ้า (insulator) ที่ดีเมื่อพิจารณาโครงสร้างของแถบพลังงาน (band structure) ของสารกึ่งตัวนำจะมีลักษณะคล้ายกับฉนวนดังรูป 2.4



(a) แถบพลังงานของฉนวน

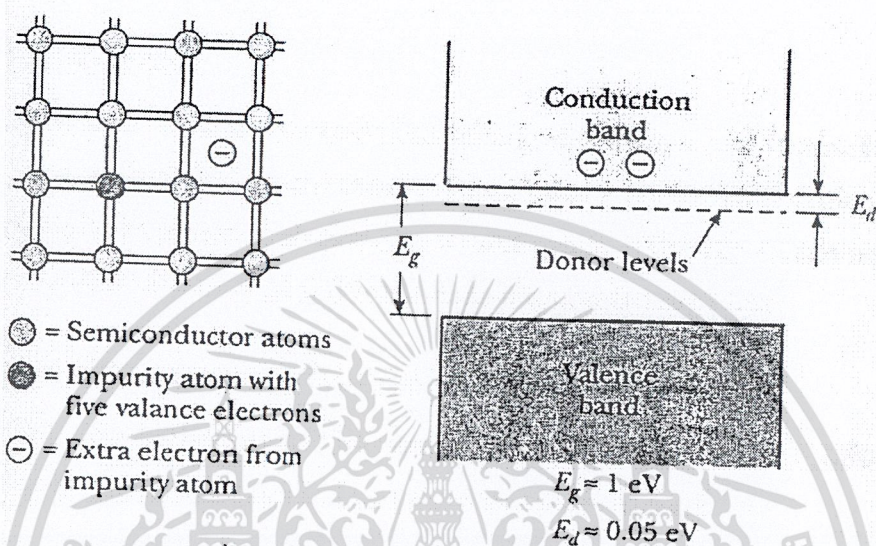


(b) แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำ

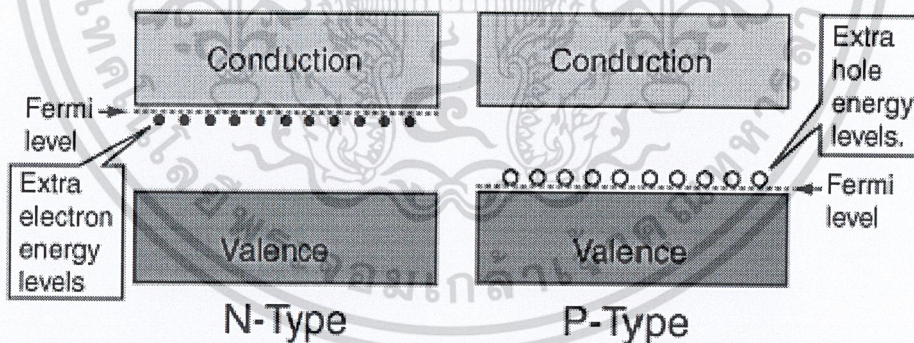
รูปที่ 2.4 แถบพลังงานฉนวนและสารกึ่งตัวนำ [5]

ความแตกต่างที่ชัดเจนของสารกึ่งตัวนำ คือ มีค่าช่องว่างพลังงาน (energy gap) หรือ E_g ที่น้อยกว่าฉนวนมาก ซึ่งค่านี้เป็นค่าระหว่างชั้นวาเลนซ์ (valence band) กับชั้นแถบการนำ (conduction band) สำหรับสารที่เป็นฉนวนพบว่าชั้นวาเลนซ์จะมีอิเล็กตรอนอยู่เต็ม โดยที่ชั้นแถบการนำไม่มีอิเล็กตรอนอยู่ทำให้มีค่าของ E_g ประมาณ 2-10 eV ในสารที่เป็นฉนวนจะไม่มีอิเล็กตรอนอิสระทำให้มีการนำไฟฟ้าที่ต่ำมากๆ ส่วนพวกสารกึ่งตัวนำจะมีอิเล็กตรอนอยู่เต็มชั้นวาเลนซ์ โดยในชั้นแถบการนำจะมีอิเล็กตรอนเหมือนกันแต่ถ้ามีการกระตุ้น (excite) ก็สามารถทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระขึ้นไปสู่ชั้นแถบนำได้ เนื่องจากค่า E_g มีค่าต่ำประมาณ < 1 eV การกระตุ้นเช่น อุณหภูมิ ทำให้สามารถนำไฟฟ้าได้ ในบางครั้งมีการเติมสารเจือ (impurity element) เข้าไปในสารกึ่งตัวนำ เรียกกระบวนการนี้ว่า โด๊ป (doping) การเจือสามารถเติมสารที่ทำให้ระดับชั้นต่ำสุดของชั้นแถบตัวนำต่ำลงมาเป็น E_d เรียกระดับนี้ว่า ระดับผู้ให้ (donor level) แสดงในรูปที่ 2.5 โดยอะตอมของสารเจือที่ใส่เข้าไปทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงขึ้นเรียกว่าธาตุผู้ให้ (donor) ในกรณีนี้ค่าการนำไฟฟ้ามาจากประจุลบเคลื่อนที่ จึงเรียกวัดคุณสมบัติว่า “สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น” (n-type semiconductor) วัสดุที่เป็นสารกึ่งตัวนำชนิด n-type เมื่อถูกเติมจะทำให้มีระดับอิเล็กตรอนสูงขึ้นใน semiconductor band gap ดังนั้นจึงสามารถที่จะถูกกระตุ้นให้ขึ้นไปยังชั้นแถบการนำ (conduction band) ได้ง่าย เมื่อเกิดการเคลื่อนที่ที่จะส่งผลต่อ Fermi level โดยจะทำให้เกิด hole ขึ้นระหว่างชั้นผู้ให้ กับชั้นแถบการนำ ซึ่งค่าไม่ว่าอิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนไปอยู่ในชั้นแถบการนำได้ เมื่อได้รับพลังงานมากกว่าระดับนี้ก็ยังมิ

“สารกึ่งตัวนำชนิดพี” (p-type semiconductor) โดยอะตอมของสารที่เจือที่ใส่เข้าไปทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงขึ้นเรียกว่าผู้รับ (acceptor) การเติมสารลงผู้รับจะทำให้เกิดโฮล (hole) ขึ้นที่อยู่ใกล้ชั้นวาเลนซ์ในช่องว่างสารกึ่งตัวนำ ทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นในชั้นวาเลนซ์ไปยังชั้นที่สร้างขึ้นได้ง่ายเมื่อได้รับพลังงานอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากชั้นวาเลนซ์ไปยังโฮล ในแถบช่องว่าง



รูปที่ 2.5 แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น [5]



(a) แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (b) แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดพี

รูปที่ 2.6 แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น และ พี [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 การประยุกต์ใช้งาน

ฟิล์มบางตัวนำโปร่งใส คือ ฟิล์มที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดีและมีการส่องผ่านแสงในช่วงที่ตามองเห็นที่ดี ซึ่งสมบัติทั้งสองนี้รวมอยู่ด้วยกันในฟิล์มเดียว งานวิจัยส่วนใหญ่มีการพัฒนาฟิล์มบางให้มีความโปร่งใสและมีการนำไฟฟ้าที่สูงโดยมีการให้ความสนใจไปที่สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type) ที่ประกอบด้วยโลหะออกไซด์ ในอดีตที่ผ่านมาฟิล์มบางนำไฟฟ้าโปร่งใสออกไซด์ (TCO, transparent conducting oxide) ประกอบด้วยสารประกอบ 2 ชนิด เช่น SnO_2 และ In_2O_3 โดยถูกพัฒนาด้วยกระบวนการเคลือบทางเคมีและทางฟิสิกส์ ต่อมาก็มีการเจือสารเจือปน (impurity dope) เข้าไปเพื่อนำไปใช้งาน เช่น ทินออกไซด์ (SnO_2) มีการเติม Sb หรือ F เข้าไปกลายเป็น $\text{SnO}_2:\text{Sb}$ หรือ $\text{SnO}_2:\text{F}$ นอกจากนี้ฟิล์มนำไฟฟ้าโปร่งใสสามารถเตรียมได้จากวัสดุหลากหลายได้แก่ ออกไซด์ของสังกะสี แคดเมียมและสำหรับอินเดียมออกไซด์มีการเจือติบุกเข้าไปกลายเป็น $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ (indium tin oxide, ITO) ในการเลือกวัสดุนำไฟฟ้าโปร่งใสมาใช้งานแต่ละประเภทนั้น มีปัจจัยมากมายที่ต้องพิจารณา เช่น ความคงทนทางกายภาพ ทางเคมี ทางความร้อน การนำไฟฟ้า เป็นต้น รวมถึงต้องพิจารณาลักษณะและสมบัติเฉพาะของฟิล์ม ให้เหมาะสมทั้งด้านการใช้งานและการเตรียมฟิล์มด้วย ซึ่งได้แสดงตัวอย่างการนำฟิล์มมาใช้งานดังนี้

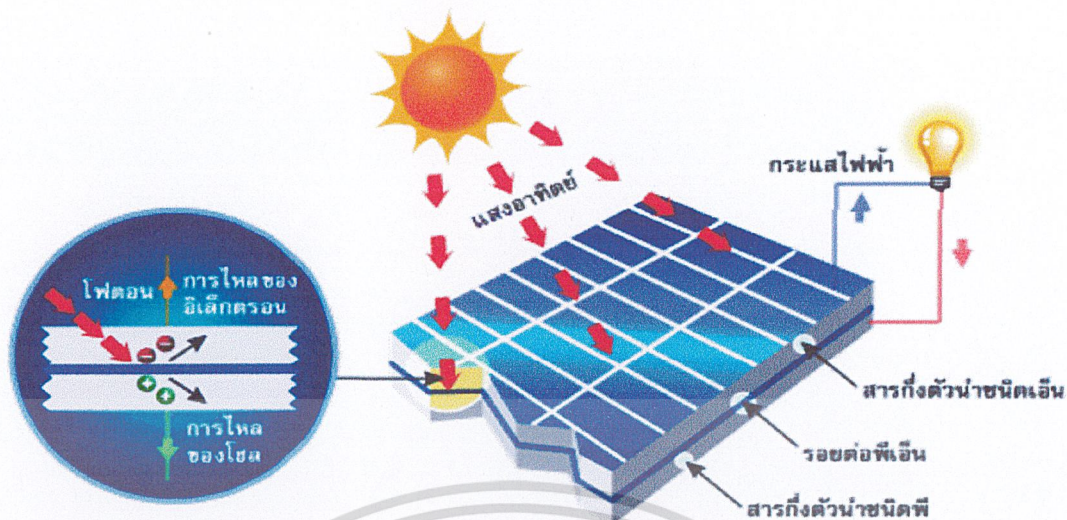
2.4.1 เซลล์แสงอาทิตย์

ใช้ในการทำเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar Cell) โดยใช้เป็นขั้วลบของเซลล์แสงอาทิตย์

หลักการทางานทั่วไปของเซลล์แสงอาทิตย์

ผิวหน้าของเซลล์แสงอาทิตย์ถูกปกคลุมด้วยขั้วไฟฟ้าโปร่งใส กรณีที่เป็นเซลล์แสงอาทิตย์แบบฟิล์มจะใช้วัสดุตัวนำไฟฟ้าโปร่งใสเป็นขั้วอิเล็กโทรดที่ผิวหน้า เมื่อมีแสงอาทิตย์ตกกระทบเซลล์แสงอาทิตย์จะเกิดการสร้างพาหะนำไฟฟ้าประจุลบและบวกขึ้น ได้แก่ อิเล็กตรอน และ โฮล โครงสร้างรอยต่อพีเอ็นจะทำหน้าที่สร้างสนามไฟฟ้าภายในเซลล์ เพื่อแยกพาหะนำไฟฟ้าชนิดอิเล็กตรอนไปที่ขั้วลบ และพาหะนำไฟฟ้าชนิดโฮลไปที่ขั้วบวก (ปกติพื้นฐานจะใช้สารกึ่งตัวนำชนิดพี ขั้วไฟฟ้าด้านหลังจึงเป็นขั้วบวก ส่วนด้านรับแสงใช้สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นขั้วไฟฟ้าจึงเป็นขั้วลบ) ทำให้เกิดแรงดันไฟฟ้าแบบกระแสตรงที่ขั้วไฟฟ้าทั้งสองเมื่อต่อให้ครบวงจรไฟฟ้า จะเกิดกระแสไฟฟ้าไหลขึ้น (รูปที่ 2.7)

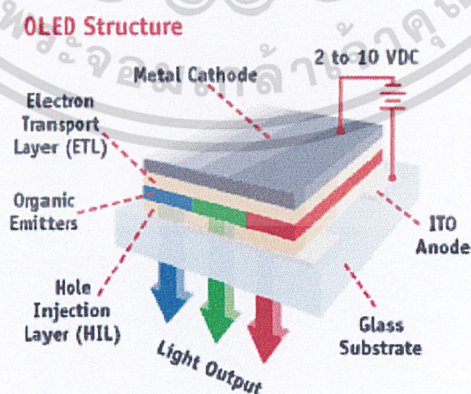
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 หลักการทำงานทั่วไปของเซลล์แสงอาทิตย์ [7]

2.4.2 ไดโอดเปล่งแสงชนิดสารอินทรีย์ (Organic light emitting diode ,OLED)

ฟิล์มบางอินทรีย์ที่ออกไซด์นั้นจะทำหน้าที่เป็นแอนโนด โดยถูกเคลือบอยู่ที่ชั้นหน้าสุดของกระจก โครงสร้างพื้นฐานของ OLED จะประกอบด้วย ชั้นสารอินทรีย์บาง (thin organic layers) จำนวนมาก ที่ซ้อนทับกันอยู่ระหว่างขั้วแอนโนดโปร่งแสง (transparent anode) และขั้วโลหะแคโทด (metallic cathode) สำหรับชั้นของสารอินทรีย์ ประกอบด้วย hole-injection layer , hole-transport layer, an emissive layer, and an electron-transport layer เมื่อได้รับพลังงานศักย์ที่พอเหมาะ (ประมาณ 2 – 10 โวลต์) จะกลายเป็นเซลล์ของประจุบวกและประจุลบ รวมกันอยู่ใน emissive layer เพื่อปลดปล่อยแสงออกมา (electroluminescence)



รูปที่ 2.8 โครงสร้างทั่วไปของ OLED [8]

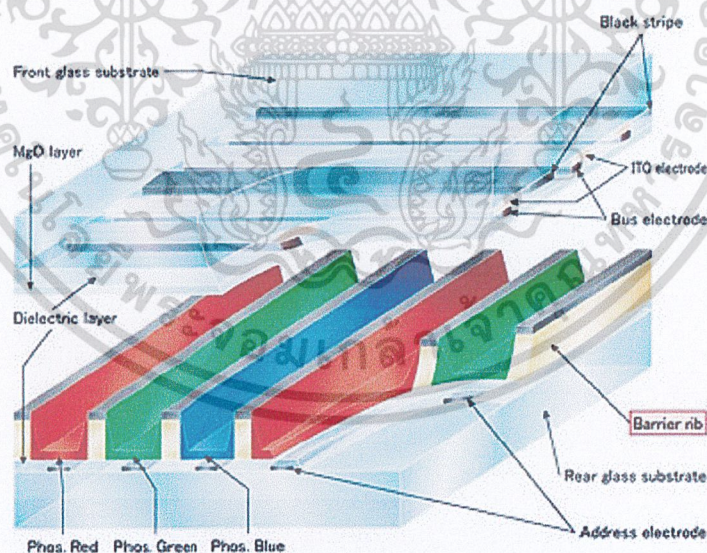
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 แก๊สเซนเซอร์ (gas sensor)

ความสนใจในการควบคุมมลพิษที่เพิ่มขึ้น เช่น การตรวจวัดแก๊สพิษ และตรวจวัดของกระบวนการเผาไหม้ ซึ่งนำไปสู่การผลิตอุปกรณ์แก๊สเซนเซอร์ฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ถูกนำมาใช้เป็นอุปกรณ์แก๊สเซนเซอร์ เพื่อนำไปตรวจวัดก๊าซ CO, CO₂, H₂, H₂S แอลกอฮอล์ และสารประกอบไฮโดรคาร์บอน โดยอุปกรณ์จะประกอบด้วยฟิล์มโลหะออกไซด์ และ วัสดุรองรับที่เป็นฉนวน ที่มี โลหะอิเล็กโทรด ของออกไซด์ 2 ชนิด

2.4.4 จอผลึกเหลว (Liquid Crystal Display, LCD)

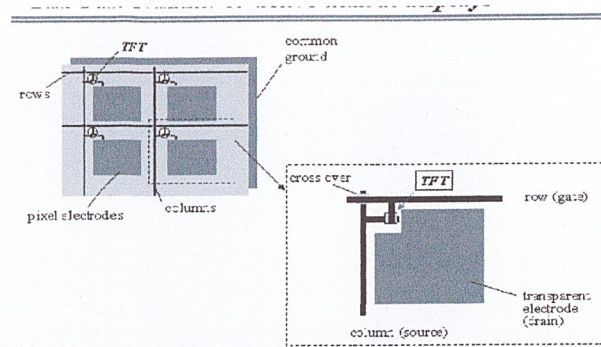
โดยเริ่มจากชั้นแก้ว 2 ชั้น ที่เรียกว่าตัวรองรับ (Substrate) โดยชั้นหนึ่งจะเป็นการสร้างคอลัมน์ (Column) ส่วนอีกชั้นหนึ่งจะเป็นการสร้างแถว (Row) สร้างมาจากวัสดุนำไฟฟ้าที่โปร่งใสซึ่งโดยปกติใช้ Indium Tin Oxide แลกับคอลัมน์จะถูกเชื่อมต่อเข้ากับวงจรไฟฟ้า ที่ทำหน้าที่ควบคุมว่า เมื่อใดแรงดันไฟฟ้า จะถูกจ่ายให้กับแถว หรือคอลัมน์ใด คริสตัลเหลวจะถูกประกบเป็นแซนด์วิชกับชั้นตัวรองรับ แล้วฟิล์มหักเหแสงจะถูกเพิ่มเข้าไปในแต่ละด้านของตัวรองรับ เวลาที่จะให้พิกเซลใด ๆ ส่องแสงสว่างออกมา วงจรไฟฟ้าจะทำการจ่ายแรงดันไฟฟ้ามายังคอลัมน์ที่ต้องการ แล้วทำการเชื่อมกราวด์ (Ground) กับแถวที่ต้องการ ผลที่ได้คือกระแสไฟฟ้าจะไหลได้ครบวงจรพอดี ส่งผลให้คริสตัลเหลว ณ จุดนั้นเกิดการบิดตัว (รูปที่ 2.9)



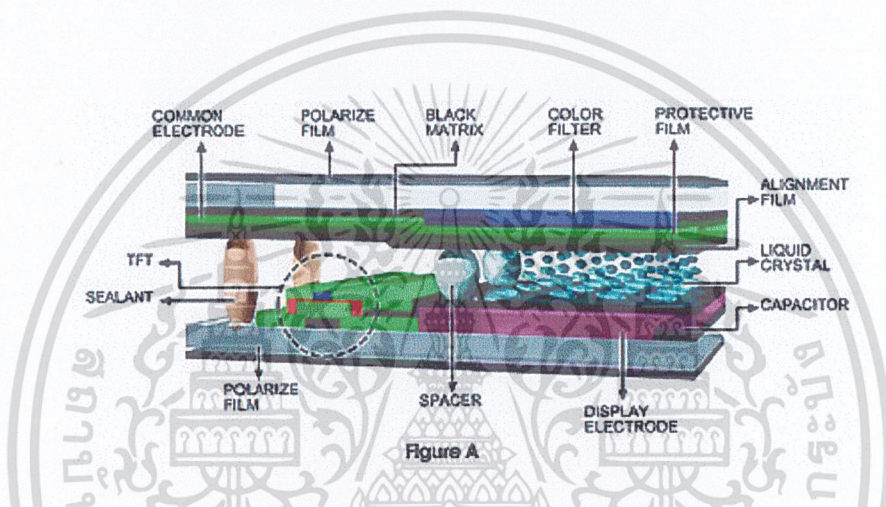
รูปที่ 2.9 จอLCD แบบPassive matrix [9]

ส่วนการทำอนิเตอร์จอผลึกเหลว แบบ Active matrix (TFT LCD Monitor) จะใช้ทรานซิสเตอร์ชนิดฟิล์มบาง (Thin Film Transistor - TFT) โดยทำจากฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวสวิทช์ซึ่งทรานซิสเตอร์และตัวเก็บประจุ (รูปที่ 2.10 และ 2.11)

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.10 Thin-Film-Transistor or active matrix displays [9]



รูปที่ 2.11 จอ LCD แบบ Active matrix [9]

2.5 กระบวนการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์ [10]

การเตรียมผงให้ได้ขนาดที่เล็กมาก และ มีความบริสุทธิ์สูงนั้นสามารถกระทำได้โดยอาศัยเทคนิควิธีการเชิงเคมีแบบต่าง ๆ ที่มีการพัฒนาและปรับปรุงไปในลักษณะต่าง ๆ มาเป็นเวลาอันยาวนาน โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายที่ประกอบด้วยแคทไอออน (Cation) ตามที่ความต้องการละลายในตัวทำละลายที่เป็นของเหลว จากนั้นจึงทำการแยกเอาเฟสที่เป็นของแข็งออกมา โดยอาจจะอาศัยวิธีการตกตะกอน การระเหยของเหลวออกไป หรือการปล่อยให้ไหลผ่านแผ่นกรองเพื่อแยกของแข็งออกมา เป็นต้น

การเตรียมผงด้วยวิธีเชิงเคมีสามารถช่วยลดปัญหาเรื่องการไหลเทไปอยู่ทางใดทางหนึ่ง (Segregation) ของกลุ่มอนุภาคให้น้อยลงได้เป็นอย่างดี โดยอาจจะทำให้พวกไอออนเข้ามายึดเกาะกันอยู่ในรูปของตะกอน หรือในรูปของเหลวหรืออาจจะใช้วิธีกำจัดตัวทำละลายออกจากของสารละลายหยดเล็ก ๆ ภายในเวลาอันรวดเร็ว เป็นต้น ซึ่งอนุภาคของแข็งที่เตรียมได้จากวิธีเชิงเคมีนั้นจะอยู่ในรูปของเกล็ดที่สามารถเกิดการสลายตัวได้ โดยไม่ต้องทำการหลอม หรืออาจจะใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์ที่ขอสงวนไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น มิใช่ผู้ใดเห็นชอบหรือเห็นผิดในการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิธีการเผาแคลไซต์ด้วยอุณหภูมิต่ำ แล้วค่อยนำผงที่ได้มาบดให้ละเอียดให้มีขนาดอนุภาคที่ต้องการต่อไป

2.5.1 วิธีการตกตะกอน

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

การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายแยกตัวออกมาจากสารละลายโดยอาศัยการเติมสารเคมีที่เหมาะสมที่เรียกว่า “ตัวทำให้ตกตะกอน” (Precipitant) อย่างช้า ๆ ในปริมาณที่เหมาะสม หรือทำโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ความดัน ความเข้มข้น และค่าความเป็นกรด-ด่างของสาร เพื่อลดขีดความสามารถของการละลายของระบบทำให้มีการตกตะกอนเกิดขึ้น

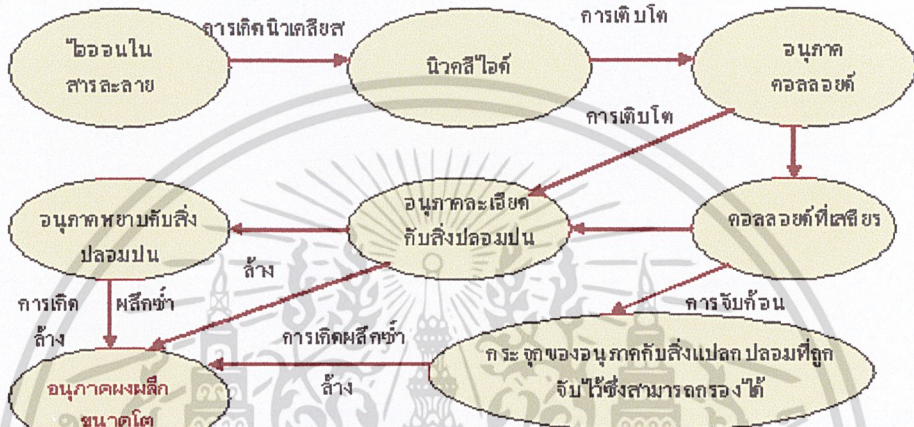
การตกตะกอนประกอบด้วยกลไกสำคัญคือการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลายโดยการเกาะแนบอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถที่จะทำให้อัตราการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงไปได้เสมอ นอกจากนี้การเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกันยังเป็นสาเหตุที่สำคัญที่ทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่าง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

สารละลายที่มีระดับของความอิ่มตัวแบบยิ่งยวดเพิ่มสูงขึ้นอาจจะมีอัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นด้วยส่งผลให้ตะกอนที่ได้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง หรืออาจจะทำให้ไอออนทั้งหมดเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว การเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนลงไปในสารละลายด้วยปริมาณที่มากเกินไปอาจจะทำให้ตะกอนที่เกิดขึ้นละลายกลับคืนสู่สารละลายได้อีก ในขณะที่ทำการเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนนั้นจะต้องคอยกวนสารละลายอย่างสม่ำเสมอเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างช้า ๆ และทั่วถึง จึงจะทำให้ตะกอนที่ได้มีขนาดโตและง่ายต่อการกรอง แต่ถ้าการตกตะกอนเกิดขึ้นเร็วเกินไปก็อาจจะทำให้มีโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมปะปนเข้าไปในเนื้อตะกอนแบบถาวรได้ซึ่งทำให้ตะกอนที่ได้ไม่บริสุทธิ์ บางครั้งจึงจำเป็นต้องมีการเพิ่มขึ้นตอนของการย่อยตะกอนเข้าไปอีก (Digestion) ซึ่งสามารถทำได้โดยการให้ความร้อนแก่สารละลายเพื่อให้ตะกอนที่มีขนาดเล็กละลายกลับคืนสู่สารละลายแล้วค่อยมีการตกตะกอนขึ้นมาใหม่ด้วยขนาดใหญ่กว่าเดิม

การควบคุมการตกตะกอนสามารถกระทำได้โดยการควบคุมอัตราการผสมกันและอุณหภูมิของสารละลาย นอกจากนี้ยังมีตัวแปรที่สำคัญอื่น ๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย ค่าพีเอช (pH) อัตราการผสมกันและการกวนสารละลายให้เข้ากัน ในการตกตะกอนนั้นจำเป็นต้องมีการทิ้งสารละลายเอาไว้ช่วงเวลาหนึ่งเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างสมบูรณ์บางกรณีใช้เวลา

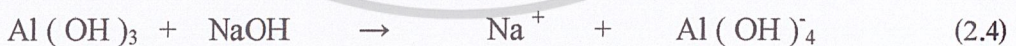
เพียง 5 นาที แต่ในบางกรณีต้องใช้เวลาานกว่า 24 ชั่วโมงทั้งนี้แล้วแต่ชนิดของปฏิกิริยา หลังจากทำการตกตะกอนแล้วบางครั้งจะต้องมีกระบวนการย่อยตะกอน การล้างตะกอน หรือในบางครั้งก็ ต้องมีการตกตะกอนซ้ำอีกครั้ง แล้วจึงกรอง

เทคนิคการตกตะกอนถูกนำมาใช้ในการเตรียมผงของพวกสารประกอบออกไซด์กันอย่างแพร่หลายเนื่องจากสามารถให้ผงที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดอนุภาคเล็กซึ่งในบางกรณีก็สามารถใช้ในการเตรียมผงที่มีขนาดอนุภาคเล็กเพียง 2 นาโนเมตรได้



รูปที่ 2.12 ลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน [10]

ตัวอย่างการนำเทคนิคการตกตะกอนไปใช้งานได้แก่การเตรียมผงอะลูมินา (Al₂O₃) ด้วยกระบวนการเบเยอร์ (Bayer) ในระดับ โรงงานอุตสาหกรรมที่เริ่มจากการนำวัตถุดิบแร่บอกไซต์ (Bauxite) มาบดย่อย ลดขนาด แล้วย่อยต่อใน NaOH ที่อุณหภูมิสูงขึ้น ในระหว่างที่มีการย่อยอะลูมินาที่ถูกไฮดรอกไซด์จะเข้าไปอยู่ในสารละลายในรูปโซเดียมอะลูมิเนต



ส่วนสิ่งเจือปนต่างๆ ที่ไม่สามารถละลายได้จะถูกทิ้งให้ตกตะกอนแล้วกรองออก จากนั้นจึงทำให้สารละลาย เย็นตัวลงช้า ๆ ก็จะได้อนุภาคผงละเอียดของกิปซีโซต์แบบภาษาอังกฤษด้วย Al(OH)₃ ซึ่งในกรณีนี้อนุภาคของกิปซีจะช่วยให้มีตำแหน่งที่มีการเกิดนิวเคลียสขึ้นทำการคัดแยกตะกอนที่ได้แล้วนำไปล้างเพื่อลดปริมาณของโซเดียม แล้วจึงทำการเผาแคลไซน์ต่อไป ผงของ α-Al₂O₃ ที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงต่าง ๆ สามารถทำได้โดยการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1100 – 1200°C จากนั้นจึงนำไปบดและคัดแยกขนาดต่อไป ส่วนพวกอะลูมินาแบบแท่ง (Tubular alumina) นั้นสามารถเตรียมได้โดยการเผาแคลไซต์ที่สูงกว่า (ประมาณ 1650 °C)

เมื่อแคทไอออนในสารละลายมีขนาดใกล้เคียงกัน และมีความคล้ายคลึงกันทางเคมี การตกตะกอนของเกลือที่มีแคทไอออนอยู่ในสารละลายของแข็ง (Solid solution) ก็อาจจะเกิดขึ้นซึ่งเรียกกันว่าการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation) ในการตกตะกอนที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันนั้นความเข้มข้นของไอออนในเกลือจะแตกต่างกันไปจากในสารละลาย และอาจทำให้องค์ประกอบของการตกตะกอนร่วมนั้นเกิดการเปลี่ยนแปลงไปในระหว่างที่กำลังมีการตกตะกอนได้ พวกที่มีโครงสร้างเหมือนกันแต่สามารถละลายได้น้อยกว่าจะมารวมตัวกันอยู่ในส่วนของเกลือ การตกตะกอนร่วมแบ่งออกเป็น 3 แบบ คือ

ก. การตกตะกอนร่วมที่มีสารเจือปนแบบแทนที่ในแลตทิซผลึก

ในการเกิดผลึกของตะกอน เริ่มต้นด้วยไอออนในสารละลายเคลื่อนที่ไปสู่ผิวของอนุภาคตะกอนที่เกิดขึ้นเป็นครั้งแรกเพื่อพอกพูนตะกอนให้มีขนาดใหญ่ขึ้น อัตราการเคลื่อนที่ของไอออนจะขึ้นอยู่กับลักษณะของไอออน อุณหภูมิ และอัตราการคนสารละลาย หลังจากไอออนมาถึงผิวของตะกอนจะขึ้นอยู่กับความพอดีที่ไอออนนั้นจะเข้าไปอยู่ในแลตทิซผลึก โดยมีปัจจัยด้านความเข้มข้นของไอออน ลักษณะไอออน และสมบัติเฉพาะตัวของผิวผลึก ซึ่งจะเกี่ยวกับจำนวนประจุทั้งหมดบนผิวของผลึกเข้ามาเกี่ยวข้อง

ข. การตกตะกอนร่วมแบบดูดซับ

การตกตะกอนร่วมแบบนี้สารที่เจือปนอยู่จะถูกดูดซับบนผิวของตะกอน เช่น การตกตะกอนของ BaSO_4 โดยการเติมสารละลาย BaCl_2 เป็นรีเอเจนต์ที่ทำให้ตกตะกอน หลังตกตะกอนสมบูรณ์แล้ว ผิวของอนุภาคตะกอน BaSO_4 มีแนวโน้มดูดซับเอา Ba^{2+} ที่เติมลงไปมากเกินไปในชั้นดูดซับปฐมภูมิ ผลทำให้จำนวนประจุบนชั้นทั้งสองเท่ากัน ดังนั้นอนุภาคตะกอน BaSO_4 จึงมีแนวโน้มดูดซับเอา BaCl_2 ไว้บนผิวอนุภาค ตะกอนการดูดซับแบบนี้สามารถแก้ไขได้โดยการล้างตะกอนหรือแทนที่ไอออนทั้งสองด้วยไอออนที่สามารถทำให้ระเหยออกไปได้ง่าย

ค. การตกตะกอนร่วมแบบออกclusion (Occlusion)

การตกตะกอนร่วมแบบนี้เกิดจากสารเจือปนถูกดูดซับไว้ภายในผลึกของตะกอนในกระบวนการตกตะกอน ส่วนรอบ ๆ ผิวอนุภาคตะกอนจะเกิดขึ้นดูดซับปฐมภูมิขึ้นดังที่ได้กล่าวมาแล้ว

สำหรับการเตรียมผงของสารประกอบออกไซด์เชิงซ้อน (เช่น ไทเทเนต เฟอร์ไรต์ และอะลูมินา) นิยมใช้เทคนิคการตกตะกอนร่วมจากสารละลาย หรือบางครั้งเรียกว่าเทคนิคการแยกสลายด้วยน้ำร่วม (Cohydrolysis) ที่มีการใช้สารละลายพวกแอลกอฮอล์ที่ผสมกัน เกลือที่ผสมกัน หรือการผสมร่วมกันระหว่างเกลือกับแอลกอฮอล์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือการสงวนเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปัญหาพื้นฐานของการตกตะกอนร่วม คือ ตัวทำปฏิกิริยาต่างชนิดกันในสารละลายมีอัตราการแยกสลายด้วยน้ำที่ต่างกัน ส่งผลให้เกิดการแยกห่างออกจากกันของสารที่ตกตะกอนไปกองอยู่ด้านใดด้านหนึ่ง ดังนั้นจึงต้องพยายามหาเงื่อนไขที่เหมาะสมเพื่อให้การตกตะกอนมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน

ปกติแล้วเทคนิคการตกตะกอนร่วมทำให้เกิดตะกอนผสมที่มีความใกล้เคียงกัน และในหลายกรณีต้องมีการนำของผสมที่ได้ไปเผาแคลไซน์เพื่อให้ได้องค์ประกอบทางเคมีและเฟสที่มีความเป็นผลึกตามที่ต้องการ แต่ก็ต้องระวังปัญหาเรื่องความจำเป็นต้องใช้การบดย่อยเพิ่มเติมซึ่งจะก่อให้เกิดปัญหาการปนเปื้อนของสิ่งแปลกปลอม ดังนั้นการเลือกใช้เทคนิคการตกตะกอนที่ไม่ต้องมีการเผาแคลไซน์ และการบดย่อยจะดีกว่ามาก

เทคนิคการตกตะกอนร่วมนั้นเริ่มจากการผสมสารละลายของพวกโลหะที่เป็นเกลือ (ซึ่งมักจะอยู่ในรูปของไนเตรท) กับสารช่วยให้เกิดการตกตะกอน (Precipitation agent) ได้แก่ กรดออกซาลิก (เรียกว่าเทคนิคออกซาลेट) กรดซิตริก (เรียกว่าเทคนิคซิเตรท) พวกแคททีคอล (เรียกว่าเทคนิคแคททีคอลเลต) หรือพวกกรดอินทรีย์อื่น ๆ ซึ่งมีความสามารถในการละลายต่ำเป็นสมบัติที่สำคัญ

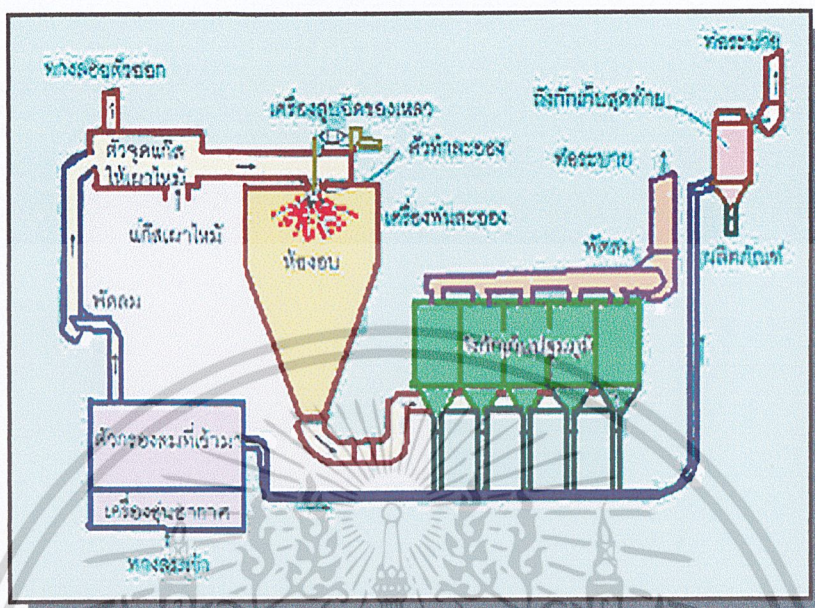
ในระหว่างที่ทำการตกตะกอนร่วมนั้นลักษณะของการตกตะกอนที่เป็นไปได้มีอยู่ด้วยกัน 2 แบบ คือ การตกตะกอนร่วมแท้ (True coprecipitation) ซึ่งเป็นการตกตะกอนของสารผสมระหว่างโลหะสารตั้งต้นที่มี Chemical stoichiometry จำเพาะ และการตกตะกอนร่วมที่มีการจับก้อนในเวลาเดียวกัน (Simultaneous precipitation and coaggregation)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

ส่วนการเกิดตะกอนแบบใดจะเกิดขึ้นได้บ้างนั้นขึ้นอยู่กับพฤติกรรมทางอุณหพลวัตของสารละลาย ซึ่งจะเป็นตัวกำหนดการก่อเกิดของวัฏภาคที่เป็นของแข็งต่อไป และยังถ้าสามารถตรวจสอบชนิดของสารเชิงซ้อนที่ประกอบด้วยโลหะหลายชนิดผสมกันอยู่ที่เกิดขึ้นในระหว่างที่ทำการตกตะกอนร่วมได้ การทำนายชนิดของตะกอนที่จะได้จะมีความสะดวกมากยิ่งขึ้น

2.5.2 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray-drying method) [10]

การเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง (spray-drying) จะอาศัยเครื่องทำละออง (atomizer) ซึ่งถือว่าเป็นอุปกรณ์ที่สำคัญตัวหนึ่งของเทคนิคนี้ เครื่องทำละอองนี้จะช่วยทำให้สารละลายแตกกระจายเป็นละอองหยดเล็กๆ พร้อมกับฉีดผ่านเข้าไปในห้องอบที่ร้อนจัดเพื่อทำให้ของเหลวภายในหยดละอองระเหยตัวออกไปอย่างรวดเร็วแล้วค่อยเก็บผงอนุภาคที่ได้ ซึ่งปกติจะเป็นกระจุกของอนุภาคที่มีขนาดประมาณ 30 ถึง 250 ไมโครเมตร ซึ่งประกอบด้วยอนุภาคปฐมภูมิ

ขนาดประมาณ 0.1 ไมโครเมตรที่เกาะกันอยู่แบบหลวมๆ ซึ่งบางทีก็เรียกกันว่ากระจุกอนุภาคแบบอ่อน (รูปที่ 2.14)



รูปที่ 2.13 ขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง [10]

2.5.3 วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying method) [10]

การเตรียมผงด้วยการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (freeze drying) หรือที่เรียกกันว่ากระบวนการเคมีแบบเยือกแข็ง (cryochemical processing) เป็นกระบวนการเตรียมที่มีศักยภาพในการผลิตอนุภาคผงของผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงมากและมีขนาดเท่าๆกันอย่างสม่ำเสมอได้ดี

1. เตรียมสารผสมของพวกเกลือที่ละลายน้ำได้ดี โดยมีไอออนของโลหะตามอัตราส่วนที่ต้องการละลายอยู่ในน้ำกลั่น
2. ทำให้สารละลายกลายเป็นละอองหยดเล็กๆที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.1 ถึง 0.5 มิลลิเมตร โดยการใช้เครื่องทำละออง และในขณะเดียวกันทำให้ละอองของสารละลายเกิดการเย็นตัวจนเยือกแข็งอย่างฉับพลันด้วยการฉีดพ่นละอองเหล่านี้เข้าไปในภาชนะที่เย็นจัด

ขั้นตอนนี้จะช่วยป้องกันไม่ให้องค์ประกอบทางเคมีของละอองสารละลายเกิดการแยกออกไปจากกันได้ จึงสามารถเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีนิวเคลียสเล็กมากๆขึ้นมาได้นั่นเอง

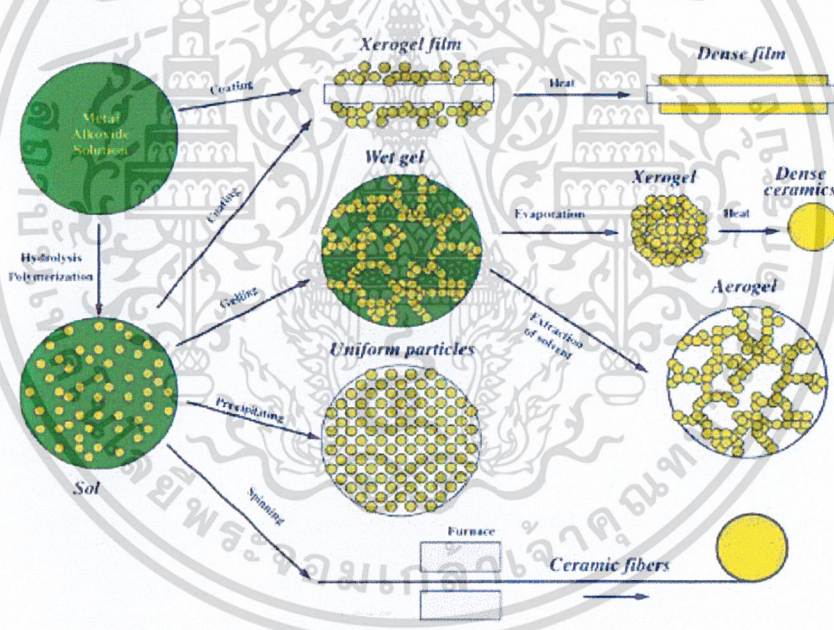
3. ปลอ่ยให้ละอองที่เยือกแข็งตกลงไปในห้องเย็นที่มีภาวะเป็นสุญญากาศ จะทำให้เกิดกระบวนการระเหิด (sublimation) โดยไม่มีวัฏภาคที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นทำให้องค์ประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์เพื่อการเรียนการสอนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์อื่นใด
 ไม่ว่าการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4. นำผงที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิที่เพียงพอต่อการสลายตัวของผลิตภัณฑ์ เพื่อให้กลายเป็นผลิตภัณฑ์ผงละเอียดของสารประกอบออกไซด์

2.5.4 วิธีแบบโซล-เจล (Sol-gel method) [10, 11]

กระบวนการเตรียมแบบ โซล-เจล (sol-gel) เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีแบบเปียก (Wet process) ได้รับความนิยมเป็นอย่างมาก เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพและนอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลงประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตเป็นวัสดุเซรามิกโดยการทำให้กลายเป็นเจลและนำไปให้ความร้อน การผลิตเป็นแผ่นฟิล์มบางเคลือบบนผิววัสดุ โดยการจุ่มวัสดุที่ต้องการเคลือบลงในโซล แล้วจึงนำไปให้ความร้อนจนกลายเป็นแผ่นฟิล์มที่มีความหนาแน่นมากขึ้น(dense film) การผลิตเป็นเส้นใยเซรามิก (ceramic fibers) โดยการดึงยึดภายใต้ภาวะที่มีอุณหภูมิสูง หรือ การผลิตเป็นผงขนาดเล็กและสม่ำเสมอ (รูปที่ 2.15)



รูปที่ 2.14 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่าง ๆ ที่ได้จากเทคนิค โซล-เจล [12]

โดยทั่วไปกระบวนการเกิดโซล เจล คือ การเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งอยู่ในรูปของคอลลอยด์ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1 – 1 ไมโครเมตร ไปเป็นสารที่จับตัวกันแข็งเป็นวุ้นที่มีความหนืดสูง ซึ่งเรียกว่า “เจล”

กระบวนการเกิด โซล เจล ประกอบด้วยขั้นตอนหลัก ๆ ดังนี้คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. ขั้นเตรียมโซล

การเตรียมโซลสามารถทำได้โดยการผสมสารตั้งต้นชนิดต่าง ๆ ที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมโครเมตร ในปริมาณที่เหมาะสมลงในสารละลายที่เหมาะสม แล้วทำให้อนุภาคเหล่านี้กระจายตัวอยู่ในสารละลายมีสภาพคอลลอยด์อย่างเสถียร

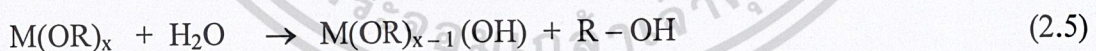
สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซล เจล เป็นสารประกอบโลหะหรือกึ่งโลหะที่ถูกล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา เช่น โลหะอัลคอกไซด์ที่อยู่ในแอลกอฮอล์ที่เหมาะสม โลหะอัลคอกไซด์เหล่านี้มีสูตรทั่วไปว่า $M(OR)_4$ ซึ่งอาจได้มาจากพอกไฮดรอกไซด์ของโลหะ $M(OH)_4$ หรืออาจได้มาจากแอลกอฮอล์ (ROH) ที่มี R เป็นสารในกลุ่มแอลคิลที่มีโลหะ M เข้าไปแทรกอยู่ที่ไฮดรอกซิลโปรตรอน

2. ขั้นตอนการเกิดเจล

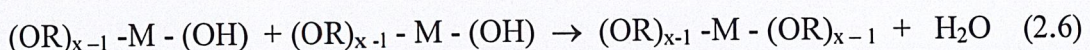
การเกิดเจลเป็นขั้นตอนของการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลาย โดยการระเหยของเหลวออกไปบางส่วน หรือปล่อยให้ทิ้งไว้เป็นเวลานานเพื่อให้เกิดโครงสร้างโครงข่ายของอัลคอกไซด์ต่อเนื่องในสามมิติ โดยมีลักษณะคล้ายกับกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ (polymerization) จากกระบวนการนี้ส่งผลให้โซลมีความหนืดขึ้นเรื่อย ๆ เกิดเป็นลักษณะมวลกึ่งแข็ง หรือ เจล สำหรับกระบวนการที่คล้ายการเกิดพอลิเมอร์นี้ เป็นกระบวนการที่สำคัญที่คอยควบคุมการยึดเกาะกันขององค์ประกอบทางเคมี และช่วยป้องกันการแยกออกไปกองอยู่ที่ข้างใดข้างหนึ่งมากเกินไปด้วย

เมื่อพิจารณาการเกิดเจล (Gelation) พบว่า ในการเกิดเจลนั้นจะอาศัยกลไกที่สำคัญ 2 กลไก คือ การแยกสลายด้วยน้ำ (Hydrolysis) และกลไกการควบแน่น (Condensation) โดยมีปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นดังนี้

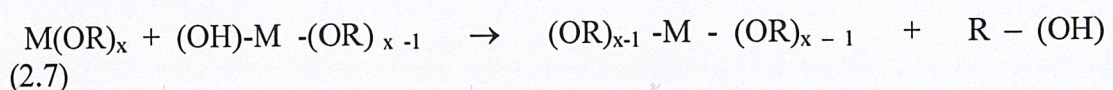
Hydrolysis :



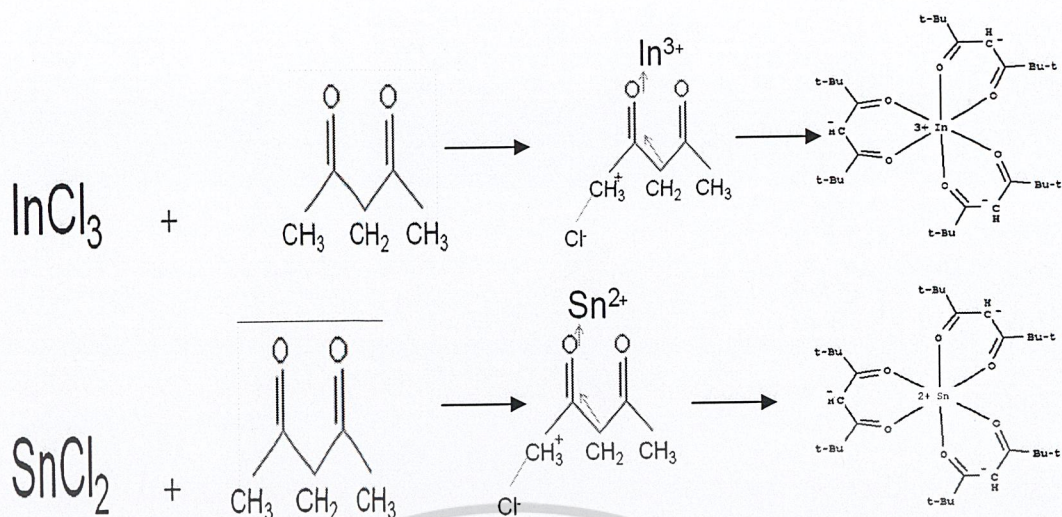
Water condensation :



Alcohol condensation :



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.15 แสดงปฏิกิริยาของAcetylacetonewith Indiumchloride และ Acetylacetonewith Tinchloride

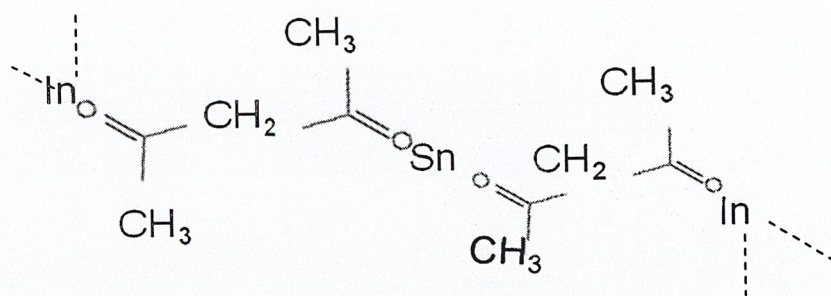
เมื่อ M คือ โลหะที่มีเวเลนซ์อิเล็กตรอนเท่ากับ x

R คือ หมู่อัลคิล(Alkyl group) หรือ หมู่เอริล(Aryl group)

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเป็นปฏิกิริยาที่โลหะอัลคอกไซด์สายสั้น ๆ ถูกแยกสลายด้วยน้ำ ซึ่งโลหะอัลคอกไซด์ส่วนใหญ่มีความว่องไวต่อน้ำ ดังนั้นปฏิกิริยาอาจเกิดขึ้นอย่างรุนแรงเนื่องจากการคายความร้อนออกมามากเกินไปจึงต้องควบคุมให้มีการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำ โดยการควบคุมความเข้มข้นของตัวทำปฏิกิริยาและค่า pH ของสารละลายให้เหมาะสม บางกรณีอาจเติมสารประกอบประเภทคีเลต (Chelating agent) ลงไปเพื่อลดความว่องไวของการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยารวมตัว เนื่องจากลิแกนด์ที่เป็นสารคีเลต (Chelating ligand) จะสร้างพันธะกับอะตอมโลหะได้แข็งแรงจึงทำให้เกิดการแทนที่ได้ยากส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาได้ช้าลง สารประกอบคีเลตที่นิยมใช้ได้แก่ กรดอะซิติก (Acetic acid) อะซิติกอะซิโตน (Acetylaceton) หรือ เอมีน (Amine)

ปฏิกิริยาต่อมาเป็นการต่อสายโซ่โดยการเกิดผ่านปฏิกิริยาการควบแน่น ซึ่งปฏิกิริยานี้จะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ทำให้เกิดเป็นสารที่มีโมเลกุลใหญ่ขึ้นกลายเป็นเจล เมื่อเกิดเป็นพอลิเมอร์โดยอาศัยการแยกสลายด้วยน้ำและการควบแน่นเกิดขึ้น และมีการเชื่อมต่อข้ามสายจนเกิดการพันกันเป็นโครงข่ายสามมิติ จะทำให้สารผสมมีความหนืดสูงขึ้นเรื่อย ๆ จนเข้าสู่สภาพเป็นเจล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 แสดงการเกิดปฏิกิริยาการต่อสายโซ่โดยการเกิดผ่านปฏิกิริยาการควมแน่น

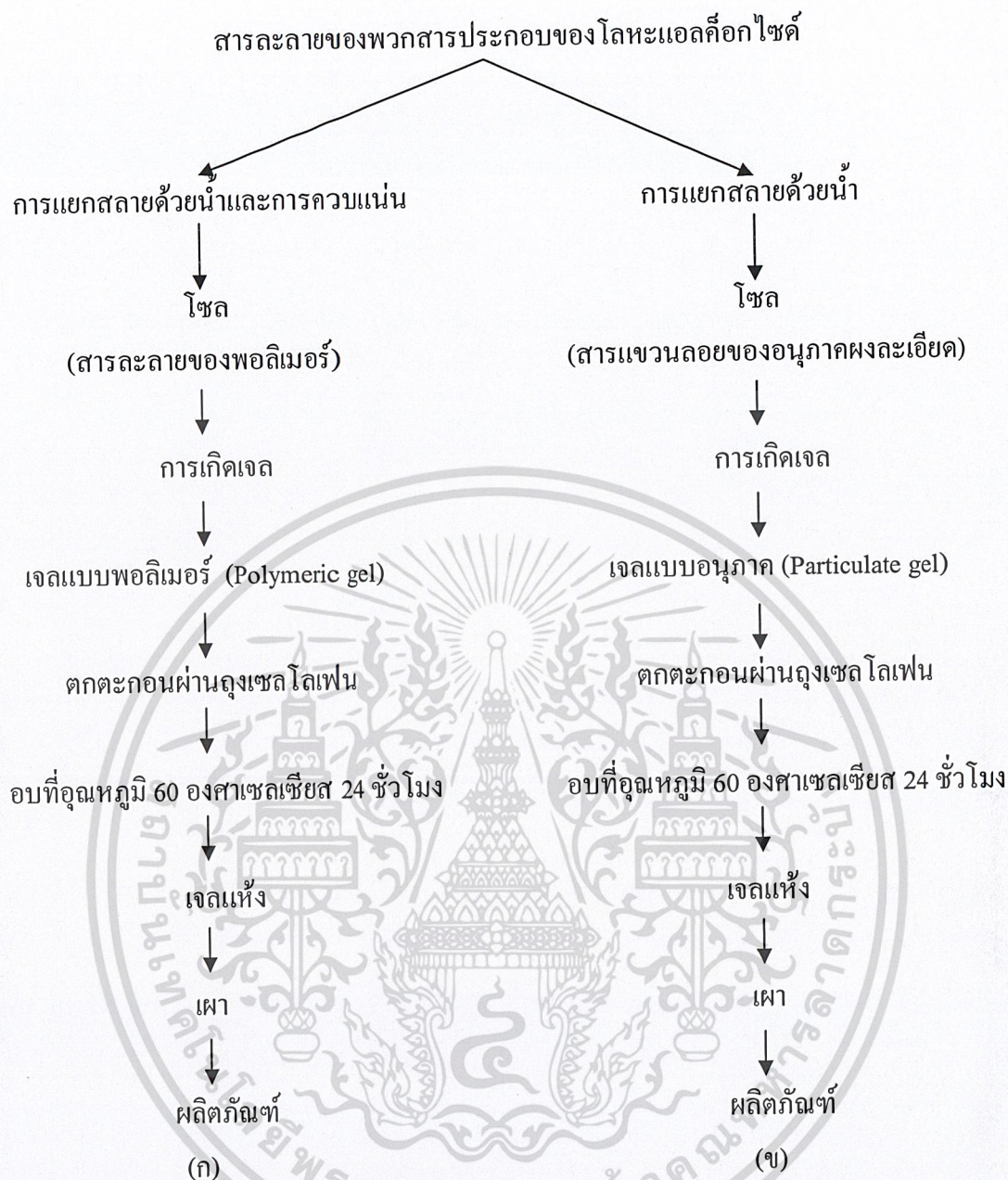
3. ขั้นตอนการระเหยของเหลว

กระบวนการต่อมา คือ การระเหยของเหลวที่อยู่ในตัวเจล (dehydration) ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่งหรือหลุดแยกออกจากกันในระหว่างที่ทำให้เจลแห้ง จึงช่วยให้สามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ นอกจากนี้ การกำจัดของเหลวออกจากเจลภายใต้ภาวะวิกฤตยวดยิ่ง (supercritical) หรือสภาวะวิกฤตเกิน (hypercritical) นั้นแทบจะไม่ทำให้การหดตัวเกิดขึ้นเลย เจลที่แห้งแล้วจึงไม่มีการแน่นตัวเกิดขึ้น ทำให้มีความเปราะจึงสามารถบดย่อยให้กลายเป็นผงละเอียดได้ง่าย

4. ขั้นตอนการเผาเจล

ขั้นตอนสุดท้ายเป็นการเผาเจลที่ปราศจากน้ำให้กลายเป็นสารประกอบที่ต้องการ การจัดแบ่งประเภทของของวิธีการเตรียมแบบโซล เจล นั้น สามารถกระทำได้โดยพิจารณาจากการเลือกโซล หรือ สารละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้น ดังแสดงใน (รูปที่ 2.16)

ข้อดีของเทคนิคโซล เจล คือ มีการรวมกันของทุกโมเลกุลเป็นเนื้อเดียวกัน สารประกอบที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคเล็กมาก อยู่ในช่วงประมาณ 20 ถึง 50 นาโนเมตร ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวหน้ามาก การเผาผลิให้เกิดการแน่นตัวจึงสามารถกระทำได้ด้วยการใช้ อุณหภูมิที่ต่ำกว่า ในกรณีของผงที่เตรียมได้จากวิธีการเตรียมเชิงกลแบบดั้งเดิม การจัดแบ่งประเภทของวิธีการเตรียมแบบโซล เจลนั้นสามารถกระทำได้โดยพิจารณาจากการเลือกโซลหรือสารละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้น



รูปที่ 2.17 ขั้นตอนกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิค โซล-เจล แบบ (ก) พอลิเมอร์ และ (ข) คอลลอยด์

การเกิดเป็นพอลิเมอร์โดยอาศัยกลไกการแยกสลายด้วยน้ำและการควบแน่นแล้วเกิดมีการเชื่อมข้าม สายจนเกิดการพันกันเป็นโครงข่ายสามมิติจะทำให้สารผสมมีความหนืดสูงมากขึ้นเรื่อยๆ จนเข้าสู่สภาพที่เรียกว่า เจล จากวิธีที่กล่าวมาทั้งหมดสามารถสรุปเปรียบเทียบได้ดังตารางที่ 2.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 การเปรียบเทียบข้อดีและเสียของการเตรียมอินเดียมทินออกไซด์ ด้วยวิธีต่างๆ

วิธีการเตรียม	ข้อดี	ข้อเสีย
1. วิธีการตกตะกอน	- ได้ผงละเอียด (ถ้าอัตรา การตกตะกอนต่ำใน สารละลายเจือจาง)	- เกิด Segregation - อนุภาคเกาะกันเกิดการ รวมตัวเป็นก้อน - อาจจะต้องบดเพื่อให้ได้ ผงละเอียดสม่ำเสมอ
2. วิธีไฮโดรเทอร์มอล	- ได้ผงละเอียด ความ บริสุทธิ์สูง - สามารถควบคุมขนาด ของอนุภาคได้	- ต้องควบคุม pH, อุณหภูมิ และความ เข้มข้นของสารที่เข้าทำ ปฏิกิริยาใน reactor ที่มี เครื่องควบคุมอัตราการ คน, อุณหภูมิ และความ ดัน ซึ่งมีราคาสูง
3. วิธีการทำให้แห้งแบบ ละออง	- การระเหยและการเคลด ไซน์รวมในขั้นตอน เดียวกัน	- จะได้อนุภาคทรงกลมที่ กลวงภายใน (hollow spherical particles)
4. วิธีการทำให้แห้งแบบ เยือกแข็ง	- ไม่มีของเหลวเหลืออยู่ ขณะเกิดการระเหย - ไม่มีการตกตะกอนแบบ เลือก(Selective precipitation) - ไม่เกิด Segregation (แยก ออกจากส่วนรวม)	- อนุภาคที่ได้มีความ หนาแน่นต่ำ - mixed salts ก่อนการ เคลดไซน์จะดูความชื้น
5. วิธีแบบโซล-เจล	- ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ - ความบริสุทธิ์สูง	- วิธีการยุ่งยาก - ใช้เวลานาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 กระบวนการแยกด้วยเยื่อเลือกผ่าน [13]

2.6.1 การจำแนกกระบวนการแยกผ่านเยื่อแผ่น

กระบวนการแยกผ่านเยื่อแผ่น เป็นกระบวนการที่ใช้เพื่อแยกสาร หรือเพิ่มความเข้มข้น หรือทำให้สารบริสุทธิ์ขึ้น สำหรับสารละลายหรือแก๊สผสม กระบวนการเยื่อแผ่นสังเคราะห์ถูกค้นพบมานานกว่า 30 ปี แล้ว และมีการพัฒนาขึ้นมาเป็นลำดับ จนปัจจุบันนี้มีการใช้กระบวนการเยื่อแผ่นหลายกระบวนการในอุตสาหกรรมต่าง ๆ โดยอาจนำไปใช้แทนกระบวนการอื่น ๆ หรือใช้เสริมในกระบวนการเดิม

หลักการสำคัญของกระบวนการเยื่อแผ่น คือ จะต้องมีความเข้มข้นที่ทำให้ของผสมหรือสารละลายไหลผ่านเยื่อเลือกผ่านและเกิดการแยก เช่น ผลต่างของความเข้มข้นหรือผลต่างของความดัน เป็นต้น โดยสามารถจำแนกเยื่อเลือกผ่านได้ตามหลักการของความเข้มข้น (เช่น ความเข้มข้น ความดัน ความต่างศักย์) ได้ดังนี้

กระบวนการไดอะไลซิส (Dialysis process) ใช้ผลต่างความเข้มข้นของตัวถูกละลายระหว่างสองด้านของเยื่อเลือกผ่านเป็นแรงขับเคลื่อนให้สารถ่ายเทผ่านเยื่อเลือกผ่าน ตัวถูกละลายขนาดเล็กจะถ่ายเทโดยการแพร่ผ่านเยื่อแผ่น จากด้านที่มีความเข้มข้นสูง ไปสู่ด้านที่มีความเข้มข้นของตัวถูกละลายต่ำ ดังนั้น จึงสามารถใช้ในการแยกเกลือและตัวถูกละลายที่มีขนาดเล็กออกจากตัวถูกละลายขนาดใหญ่ การประยุกต์ใช้ที่สำคัญอันดับแรก คือ ใช้เยื่อแผ่นเซลโลเฟน (cellophane) เพื่อแยกเกลือและตัวถูกละลายขนาดเล็กออกจากตัวถูกละลายขนาดใหญ่ เช่น โปรตีน และวัคซีนระหว่างการใช้งานทางการแพทย์ คือ การทำเลือดให้บริสุทธิ์ (ไตเทียม) โดยแยกยูเรีย กรดยูริกและสารอื่นออกจากเลือด แต่การประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมยังไม่มากนัก

กระบวนการอิเล็กโตรไดอะไลซิส (Electrodialysis process) เป็นกระบวนการแยกองค์ประกอบที่มีประจุ (ไอออน) จากสารละลายอิเล็กโตรไลต์ โดยใช้ เยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนไอออนมาต่ออนุกรมกันและอยู่ระหว่างขั้วบวก (anode) และขั้วลบ (cathode) มีความต่างศักย์ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดเป็นแรงขับเคลื่อนร่วมกับการเลือกผ่าน ไอออนของเยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนไอออนลบเท่านั้นเป็นผลให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้นของไอออนสูง และสารละลายเจือจาง การใช้งานที่สำคัญของกระบวนการอิเล็กโตรไดอะไลซิส คือ การผลิตน้ำดื่มจากรอยหรือน้ำทะเล การเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเกลือ การบำบัดน้ำเสีย เช่น การแยกโลหะไอออนกลับคืนสู่อุตสาหกรรมการชุบเคลือบโลหะ

ออสโมซิสผันทกลับ (Reverse osmosis) เป็นกระบวนการแยกสารละลายโดยใช้ผลต่างความดันระหว่างเยื่อแผ่นเป็นแรงขับเคลื่อนเยื่อแผ่นออสโมซิสผันทกลับ มีความสามารถในการกักกัน

โมเลกุลขนาดเล็ก เช่น เกลือ น้ำตาล(น้ำหนักโมเลกุล < 500 หรือมีขนาดประมาณ 0.1 – 1 nm) แต่ยอมให้น้ำผ่านได้ และเป็นเยื่อแผ่นที่มีโครงสร้างแน่นหรือไม่มีรูพรุน การผ่านแผ่นของสารเกิด

จากความสามารถในการละลายและการแพร่ (solution diffusion) ในเยื่อแผ่นและเนื่องจาก สารละลายของตัวถูกละลายโมเลกุลเล็กมีความดันออสโมติกสูง ทำให้ความดันที่ใช้ในการป้อน สารละลายต้องมีค่าสูง คือ อยู่ระหว่าง 1 – 10 MPa หรือ 10 – 100 atm

การประยุกต์ใช้ที่แพร่หลายของกระบวนการออสโมซิสผันกลับ คือ การแยกเกลือออกจาก น้ำกร่อย น้ำทะเล เพื่อผลิตน้ำจืด การเพิ่มความเข้มข้นของน้ำผลไม้ การผลิตน้ำที่มีความบริสุทธิ์ สูง ตลอดจนการบำบัดน้ำทิ้งที่มีโลหะหนักเจือปน เช่น จากอุตสาหกรรมชุบเคลือบโลหะ

นาโนฟิลเตรชัน (Nanofiltration) เป็นกระบวนการที่ใกล้เคียงกับออสโมซิสผันกลับมาก คือ มีผลต่างของความดันเป็นแรงขับในการแยกตัวถูกละลายที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่า 1000 ออก จากสารละลาย ตัวอย่างเช่น น้ำตาล สารอินทรีย์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ความดันที่ใช้ป้อน สารละลายอยู่ระหว่าง 10 – 20 atm หรือ 1 – 2 MPa เยื่อแผ่นนาโนฟิลเตรชัน ส่วนมากเป็นเยื่อแผ่น เริงประกอบคือประกอบด้วยชั้นผิวที่มีโครงสร้างหนาแน่น อยู่บนชั้นรองรับที่มีรูพรุนใหญ่กว่า ความสามารถในการกักกันเกลือประจุเดี่ยว เช่น NaCl ต่ำกว่าเยื่อแผ่นออสโมซิสผันกลับ คือ อยู่ ระหว่าง 40 – 80%

อัลตราฟิลเตรชัน (Ultrafiltration) เป็นกระบวนการที่ใช้เยื่อแผ่นที่มีรูพรุนขนาดเล็ก (microporous) สำหรับแยกโมเลกุลใหญ่ คอลลอยด์ (colloid) ออกจากน้ำและสารโมเลกุลเล็ก เยื่อ แผ่นอัลตราฟิลเตรชัน มีขนาดรูพรุนประมาณ 2 – 20 นาโนเมตร แรงขับดันที่ใช้คือในการแยกค่า กว่าออสโมซิสผันกลับ การใช้งานหลัก ๆ คือ การแยกหรือเพิ่มความเข้มข้นของ โปรตีน คอลลอยด์ การบำบัดน้ำทิ้ง การทำให้น้ำบริสุทธิ์ การทำน้ำผลไม้ให้ใส เป็นต้น

ไมโครฟิลเตรชัน (Microfiltration) เป็นกระบวนการแยกที่ใช้เยื่อแผ่นที่มีรูพรุนขนาด ก่อนข้างใหญ่ 0.1 – 10 ไมโครเมตร สำหรับแยกโมเลกุลใหญ่ ๆ สารแขวนลอย หรืออนุภาคเล็ก ๆ ออกจากของเหลว โดยช่วงความดันหรือแรงขับดันในการป้อนสารละลายต่ำกว่าออสโมซิส แบบผันกลับและอัลตราฟิลเตรชัน จะทำให้เกิดการสะสมของตะกอนบนผิวเยื่อแผ่น การใช้งานที่ แพร่หลาย คือ การบำบัดน้ำทิ้ง ใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องดื่ม ใช้ในเทคโนโลยีชีวภาพร่วมกับ กระบวนการหมักเพื่อแยกเซลล์จากผลิตภัณฑ์

เพอร์แวกพอเรชัน (Pervaporation) เป็นการแยกองค์ประกอบหนึ่ง ๆ ออกจากสารละลาย ผ่านแผ่นเยื่อแบบแน่น ด้วยกลไกการละลาย และ การแพร่ องค์ประกอบที่ผ่านเยื่อแผ่นแล้วจะอยู่ ในรูปของไอ ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากควบคุมความดันด้านพอมิเอทโดยการลดอุณหภูมิให้สารนั้นกลั่น ตัวเป็นของเหลว หรือ อาจใช้ในโครเจน เป็นแก๊สตัวพา พาไอของสารผลิตภัณฑ์ การประยุกต์ใช้ งานจึงเป็นการแยกน้ำ เพื่อผลิตสารอินทรีย์ เช่น แอลกอฮอล์ความเข้มข้นสูงเป็นหลัก หรือการเพิ่ม ความเข้มข้นของสารละลายอินทรีย์เจือจาง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.2 ข้อดีของกระบวนการแยกผ่านเยื่อแผ่น

กระบวนการเยื่อแผ่นมีข้อได้เปรียบกระบวนการแยกสารอื่น ๆ ดังนี้

2.6.2.1 เป็นการแยกสารตามขนาดโมเลกุล (หรือรูปร่าง หรือชนิดของประจุ) จึงเหมาะสำหรับแยกสารที่อาจเสื่อมสภาพเพราะความร้อนได้

2.6.2.2 กระบวนการเยื่อแผ่นส่วนใหญ่ใช้พลังงานในการแยกค่อนข้างต่ำ เพราะสามารถแยกได้โดยไม่ต้องเปลี่ยนเฟส ตัวอย่างเช่น สำหรับกระบวนการแยกเกลือออกจากน้ำทะเล ถ้าใช้ออสโมซิสแบบผันกลับ หรืออิเล็กโตรไดอะไลซิส จะมีข้อได้เปรียบทางด้านพลังงานมากกว่าการกลั่นหรือการระเหย

2.6.2.3 ไม่ก่อให้เกิดของเหลือทิ้ง เพราะกระบวนการเยื่อแผ่นทำให้สามารถแยกผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้

2.6.2.4 สามารถขยายขนาดจากระดับต้น ไปสู่ระดับอุตสาหกรรมได้ไม่ยาก

2.6.2.5 มีขนาดกะทัดรัดไม่เปลืองเนื้อที่

2.6.3 แนวโน้มและการใช้งาน

สำหรับประเทศไทยยังมีการประยุกต์ใช้กระบวนการเยื่อแผ่นไม่มากนัก ส่วนมากใช้ออสโมซิสแบบผันกลับในการผลิตน้ำสะอาดจากน้ำบาดาลเพื่อใช้ในอุตสาหกรรม

กระบวนการเยื่อแผ่นค่อนข้างจะมีลักษณะที่ต้องใช้แทนกระบวนการเดิมในบางขั้นตอน หรือร่วมกับกระบวนการอื่น คือ อาจไม่ใช่กระบวนการที่สำเร็จในตัวเอง ปัจจุบันเยื่อแผ่นมีราคาถูกลงคุณภาพดีขึ้น อย่งไรก็ตามการนำไปใช้ยังเหมาะกับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง ในอนาคตกระบวนการเยื่อแผ่นน่าจะมียุทธศาสตร์ที่สำคัญด้านสิ่งแวดล้อม เพราะนอกจากจะสามารถบำบัดมลพิษและยังมีศักยภาพสำหรับการนำกลับมาใช้ใหม่ที่น่าสนใจ

2.7 เครื่องมือที่ใช้ทดสอบ

เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) [14]

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 การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น เกิดการเปล่งแสงบางชนิด (emission) การดูดกลืน (absorption) การกระเจิง (scattering) หรือเกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) เป็นต้น ซึ่งเป็น

ลักษณะเฉพาะของแต่ละสารที่สามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีได้ดังนี้ คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ก) ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ
ไม่วารณัติใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามเผยแพร่ต่อแบ่สงเนื่อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ข) ใช้ศึกษาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี
- ค) ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก หรือ โมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์

2.7.1 หลักการทั่วไปของการเกิดรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์เกิดจากการระดมยิง (bombard) วัตถุ เช่น โลหะหรือสารประกอบ ด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เช่น ลำอิเล็กตรอน โปตรอน หรือ โฟตอน (รังสีเอกซ์หรือรังสีแกมมา) อิเล็กตรอนของอะตอมในวัตถุนั้น เมื่อถูกระดมยิงทำให้อิเล็กตรอนในชั้นภายในหลุดออกไป เมื่อเกิดที่ว่างขึ้น อิเล็กตรอนจากเชลล์นอกซึ่งมีพลังงานสูงกว่าจะเข้ามาแทนที่

2.7.2 สมบัติของรังสีเอกซ์

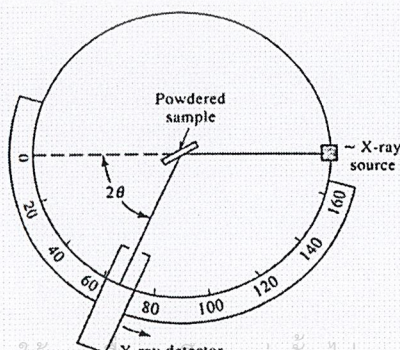
รังสีเอกซ์มีลักษณะคล้ายรังสีแกมมา ดังนั้นเมื่อรังสีเหล่านี้ผ่านเข้าไปในวัตถุจะเกิดปรากฏการณ์หลาย ๆ อย่าง เช่น การดูดกลืน การเลี้ยวเบน เกิดอันตรกิริยากับวัตถุ ทำให้วัตถุนั้นเกิดไอออไนเซชัน เป็นต้น

2.7.3 การดูดกลืนรังสีเอกซ์

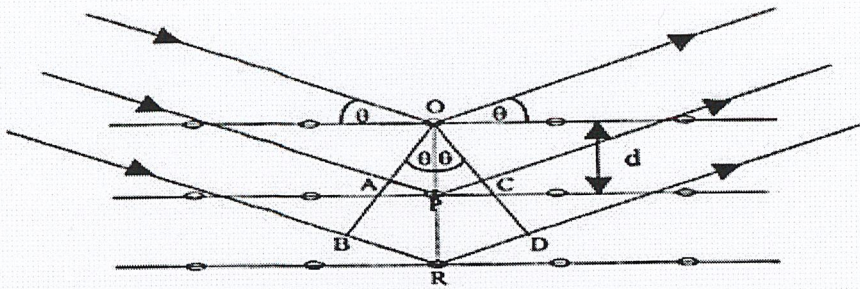
เมื่อให้ลำรังสีเอกซ์แคบ ๆ ผ่านวัตถุที่บาง ๆ ความเข้มหรือกำลังของรังสีเอกซ์จะลดลงเนื่องจากถูกดูดกลืนและเกิดการกระเจิง ผลที่เกิดจากการกระเจิงสำหรับธาตุเบา ๆ จะมีน้อยมาก การดูดกลืนรังสีเอกซ์จะเกิดขึ้นมากกว่า เช่น ในกรณีการศึกษาแอมซอร์พชันสเปกตรัมของเงินและตะกั่ว พบว่า การทำให้อิเล็กตรอนในชั้น K ของเงินหลุดนั้นง่ายกว่าของตะกั่ว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

2.7.4 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เมื่อลำรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าผลึก โดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนก็เกิดการกระเจิงและส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม ดังแสดงในรูป



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.18 ลักษณะของการตรวจสอบวัฏภาคและแบบจำลองการพิงูจน์กฎของแบรกก์ [14-15]

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

- รังสีที่ตกกระทบ รังสีที่เลี้ยวเบนและเส้นตรงตั้งฉากกับผิวหน้าต้องอยู่ระนาบเดียวกัน
- ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

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

$$AP + PC = n\lambda \quad \text{เมื่อ } n = \text{ตัวเลขจำนวนเต็ม} \quad (2.8)$$

รังสีที่กระเจิงจะอยู่ในวัฏภาคที่ OCD ผลึกก็จะทำหน้าที่สะท้อนรังสีเอกซ์ จะเห็นว่า

$$AP = PC = d \sin \theta \quad (d = \text{ระยะระหว่างชั้นของผลึก}) \quad (2.9)$$

ดังนั้น อาจเขียนใหม่ได้ว่า เมื่อคลื่นแสงเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกัน (constructive interference) ที่มุม θ ได้เป็น

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.10)$$

สมการนี้เรียกว่า Bragg equation

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รังสีเอกซ์จะเกิดการสะท้อนจากผลึกได้ ถ้ามุมตกกระทบเป็นแบบ

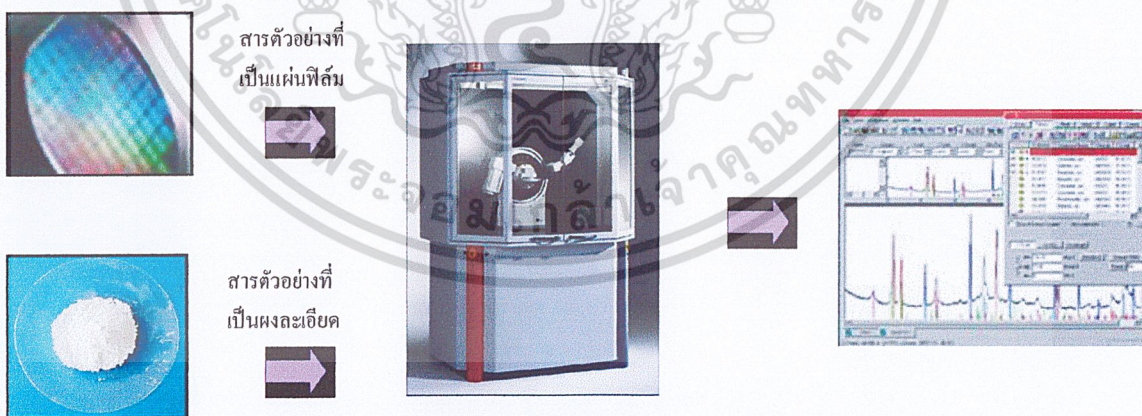
$$\sin\theta = n\lambda / 2d \tag{2.11}$$

ส่วนมุมอื่น ๆ จะเกิดการหักล้างกัน (destructive interference)

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผิววัตถุซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึกและมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างเป็นระเบียบที่มีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้น ๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกเสริมกัน ได้เมื่อเป็นรังสีที่เลี้ยวเบนมาจากชุดระนาบเดียวกัน เมื่อนำเครื่องตรวจวัด (detector) มาวางที่ตำแหน่งมุมที่เกิดการเลี้ยวเบน ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับได้นั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารประกอบแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะ โครงสร้าง

1.7 ความสามารถในการตรวจวิเคราะห์ของเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (x-ray diffractometer , XRD)

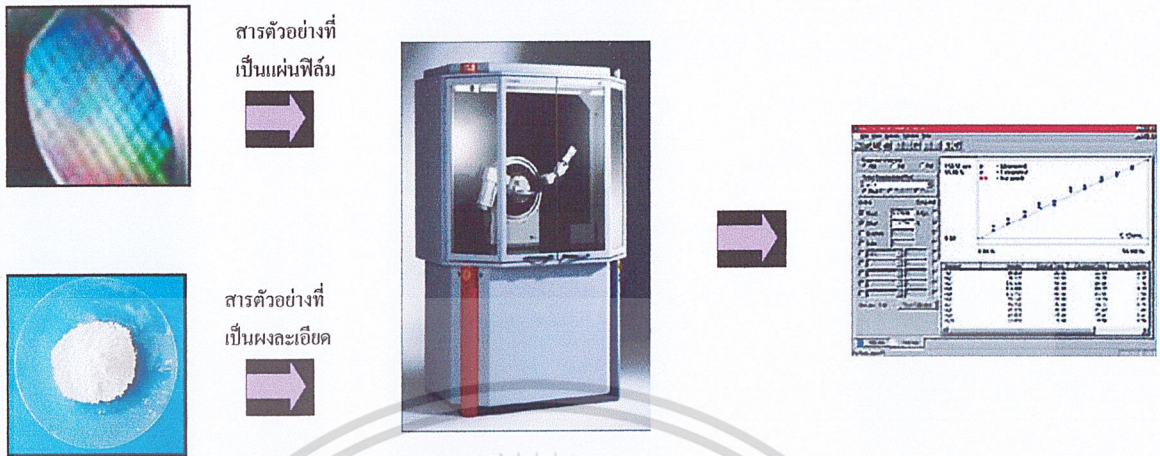
1. วิเคราะห์วัฏภาค โครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (Phase analysis)



รูปที่ 2.19 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัฏภาคที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกัน [14, 15] ขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จึงสามารถใช้เป็นตัวชี้บอได้ว่าสารตัวอย่างนั้นประกอบด้วยวัฏภาคที่เป็นผลึกชนิดใดบ้าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

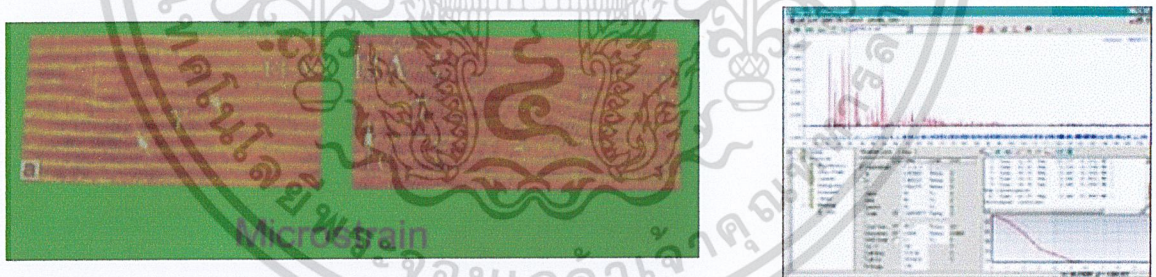
2. วิเคราะห์วัฏภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ (Quantitative analysis)



รูปที่ 2.20 การวิเคราะห์วัฏภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ [14, 15]

ความเข้มของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะเป็นค่าที่แปรผันตามปริมาณของวัฏภาคที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถใช้ค่าความเข้มของพีคคำนวณหาปริมาณของวัฏภาคองค์ประกอบต่างๆ ในสารตัวอย่างได้

3 วิเคราะห์ขนาดของผลึก (Crystalline size) และ ความเครียดระดับจุลภาค (Microstrain)

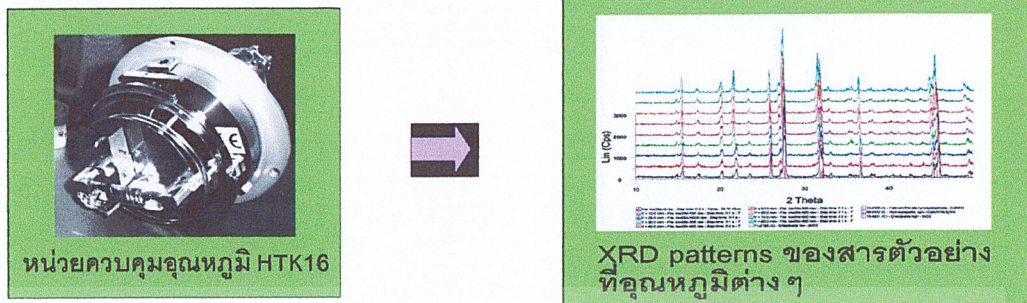


รูปที่ 2.21 การวิเคราะห์ขนาดของผลึก [14, 15]

ความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือและลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของผลึก และขนาดของตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถคำนวณหาขนาดผลึกและความเครียดจุลภาคจากความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

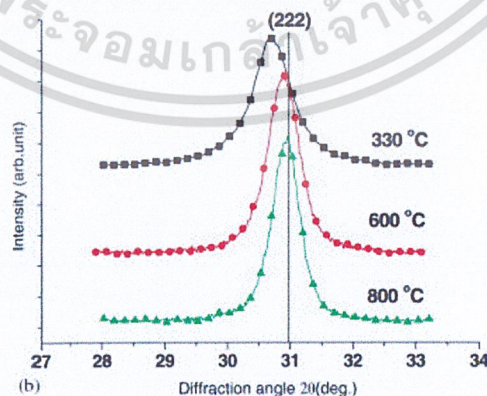
4. วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ กัน



เมื่อใช้หน่วยควบคุมอุณหภูมิ HTK16 ร่วมกับเครื่อง XRD จะทำให้สามารถวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ กัน

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Shitao L. และคณะ[16] ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์และอุณหภูมิในการแคลไซต์ผงอินเดียมทินออกไซด์ โดยศึกษาที่อุณหภูมิ 40 ถึง 100 องศาเซลเซียส และ 85 ถึง 1000 องศาเซลเซียสตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ด้วย TG/DTA พบว่าเกิดการสลายตัวของ อินเดียมไฮดรอกไซด์ ($\text{In}(\text{OH})_3$) เป็น In_2O_3 ที่อุณหภูมิสูงกว่า 315 องศาเซลเซียส และ ทิน(IV)ไฮดรอกไซด์ สลายตัวเป็น SnO_2 ที่อุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าพีค XRD และ d-spacing ที่ระนาบ (222) จะเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อเปลี่ยนอุณหภูมิในการแคลไซน์ โดยตำแหน่งของพีค 2θ จะเลื่อนตำแหน่งไปทางมุมที่มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผามากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.22



รูปที่ 2.22 พีค XRD ระนาบ (222) เมื่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Chi H.H. และคณะ[17] ได้เสนอวิธีการใหม่ที่เรียกว่า โซล เจล คอมบัสชัน สำหรับเตรียม ผงอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) และฟลูออไรด์ทินออกไซด์ (FTO) ให้มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร โดยใช้อะเซททิลีนแบ็ก (Acetylene back) เป็นเชื้อเพลิง การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์เตรียม จาก การละลายอินเดียมไนเตรท เพนตะไฮเดรต ($\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) และทิน(IV)คลอไรด์ (SnCl_4) ใน น้ำปลอดประจุ ที่อัตราส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทิน (In:Sn) เป็น 90 :10 อะเซททิลีนแบ็ก จะนำมา เติมลงไปในการละลายผสมอินเดียม ทิน ก่อนที่จะค่อยๆ หยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ลงไป แล้วจึงทำการปั่นกวนด้วยอัตราการปั่นคงที่จนเกิดเป็นโซลเกิดขึ้น โซลที่ได้จะถูก นำไปอบให้แห้งที่ 120 องศาเซลเซียส ก่อนที่จะนำผง ITO ที่ได้ไปเคลือบที่อุณหภูมิ 750 องศา เซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย TG/DTA พบว่า จะเกิดฟีกกว้าง เป็นปฏิกิริยา คายความร้อนที่อุณหภูมิ 636 องศาเซลเซียส โดยมีการสูญหายของน้ำหนัก (weight loss) ตั้งแต่ อุณหภูมิ 550 ถึง 700 องศาเซลเซียส และเมื่อพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRD และ SEM พบว่า อุณหภูมิ ในการเผา 750 องศาเซลเซียส นั้นจะเกิดวัฏภาคอินเดียมทินออกไซด์เพียงอย่างเดียว (เป็น โครงสร้าง In_2O_3 และ SnO_2) โดยมีขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 16 ถึง 38 นาโนเมตร

Nimai C.P. และคณะ [18] ทำการศึกษาผลของสัดส่วนโดยโมลของอินเดียม ต่อ ทิน (ที่ In:Sn เป็น 90:10, 70:30 และ 50:50) ที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลง (transformation) วัฏภาค อินเดียมไฮเดรต และทิน(IV)ไฮดรอกไซด์ เป็นอินเดียมทินออกไซด์ และทำการเคลือบที่อุณหภูมิ ต่าง ๆ ดังนี้ 60, 120, 300, 450 และ 675 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะบรรยากาศแก๊สออกซิเจน จาก การพิสูจน์เอกลักษณ์พบว่า อินเดียม(III)ไฮดรอกไซด์ และทิน(IV) ไฮดรอกไซด์ เกิดการ เปลี่ยนแปลงเป็น In_2O_3 และ SnO_2 ที่อุณหภูมิ 330 และ 590 ตามลำดับ

Jin S.L. และ Sung C.C. [19] ศึกษาผลของตัวทำละลายที่มีต่อการสังเคราะห์ผงอินเดียมทิน ออกไซด์ระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิคที่เรียกว่า โซลโวเทอร์มอล (Solvothermal process) โดยใช้ อินเดียม(III)ไนเตรต n-ไฮเดรต ($\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) และ ทิน(IV)คลอไรด์ เพนตะไฮเดรต ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ที่มีสัดส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทิน เป็น 92:8 แล้วตกตะกอนด้วย สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ตะกอนที่ได้จะไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็น เวลา 10 ชั่วโมง แล้วแบ่งผงอินเดียมทินออกไซด์แห้ง ไปทำการปั่นกวนกับตัวทำละลายอินทรีย์ (เอ ทิลีน ไกลคอล และเอทานอล) จากนั้นจึงนำไปเผาที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียสด้วยอัตราทำให้ ความร้อนในการเผา $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ผลการศึกษาพบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้เป็นสีน้ำเงินและ พบโครงสร้างคิวบิกของอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) เท่านั้น ความหนืดของตัวทำละลายมีผลต่อ สมบัติทางไฟฟ้าและทางแสงของอินเดียมออกไซด์ ขนาดอนุภาคจะเพิ่มขึ้นเมื่อความหนืดของตัวทำ ละลายเพิ่มขึ้น โดยพบว่า โพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG) ให้ขนาดผลึกใหญ่ที่สุด คือ 25.02 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

P. Sujatha [20] ได้ศึกษาเรื่องกระบวนการผลิตฟิล์มบาง ITO ใช้ในกระบวนการจุ่มเคลือบ โดยใช้เกลือของโลหะ ซึ่ง เตรียมจากสารละลายแอลกอฮอล์ และทิน(IV)คลอไรด์ แล้วนำไปเคลือบบนแก้วอ่อน ที่มี อัตราส่วนของ In:Sn เป็น 9.5:0.5, 9:1, 8.5:1.5 และ 8:2 มีความหนา ในช่วง 10-490 นาโนเมตร จากการศึกษา การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งกราดพบว่าฟิล์มที่ได้มีลักษณะเป็นพหุผลึกซึ่งมี ขนาดของเกรนในช่วง 20-60 nm โดยมีวัฏภาคเป็น In_2O_3 เท่านั้น จากการศึกษาการส่องผ่านของฟิล์มด้วย UV – Spectrometer พบว่าค่าเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านจะลดลง เมื่อความหนาของ ฟิล์มเพิ่มขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

1. อินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) ของบริษัท Aldrich สหพันธ์รัฐเยอรมันนี
2. ทินคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ของบริษัทเมอร์ค (Merck) สหพันธ์รัฐเยอรมันนี
3. สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 65% (Conc. NH_3) ของบริษัท CARLO ERBA
4. แอซิติลเอซีโตน (Acethyl Acetone ($\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$)) ผลิตโดยบริษัท Laboratory Rasayan
5. น้ำมันพาราฟิน (parafin oil)

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. บริษัทเครื่องแก้ว
2. แท่งแม่เหล็กสำหรับกวน
3. เทอร์โมมิเตอร์
4. ครุฑเปิดชนิดพอสแตนและอะลูมินา
5. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer, XRD) บริษัท Brucker AXS GmbH รุ่น D8 Advance
6. เตาเผาสาร บริษัท Thermolyne รุ่น Furnace 6000
7. เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument รุ่น TC – 254
8. ตู้อบ บริษัท Fisher Scientific รุ่น Isotemp
9. ถุงเซลโลเฟน (cellophane bag) ขนาดรูพรุน 10^{-7} เมตร
10. เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot plate) บริษัท Fisher Scientific

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 การทดลอง

3.3.1 การเตรียมโซลตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ที่อัตราส่วนต่าง ๆ

ทำการเตรียมสารละลายโซลตั้งต้นของอินเดียมทินออกไซด์ที่สัดส่วนโดยโมลของอินเดียมต่อทิน (In : Sn) เป็น 9.25 : 0.75 ปริมาตร 100 มิลลิลิตรตามขั้นตอนดังนี้

1. ชั่งอินเดียมคลอไรด์ (Indium chloride , InCl_3) และทินคลอไรด์ไดไฮเดรต (Tin chloride , $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ตามอัตราส่วนโดย โมลดังนี้ (In : Sn = 9.25 : 0.75) ตามตารางที่ 3.1
2. นำสารที่ชั่งไว้ในข้อ 1 ละลายลงในแอซิติลแอซีโตน (Acetylacetone , $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้อง
3. เทสารละลายที่ได้ในข้อ 2 ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร
4. ทำการรีฟลักซ์สารละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ที่เวลาในการรีฟลักซ์ดังนี้คือ 10 ชั่วโมง

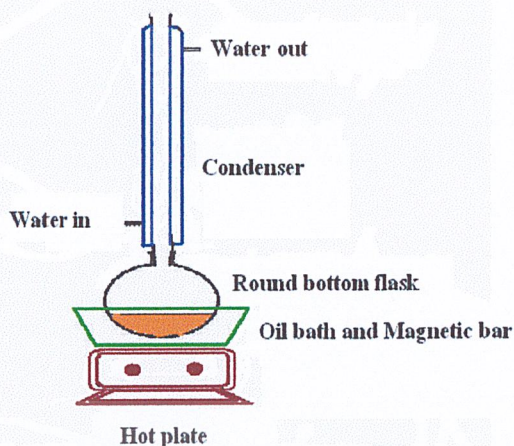
ตารางที่ 3.1 น้ำหนักของอินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) และทินคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

อัตราส่วนโดยโมล In : Sn	InCl_3 (g)	$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (g)
9.25 : 0.75	0.9975	0.0825

ตารางที่ 3.2 น้ำหนักของอินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) และทินคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เพิ่มเป็น 2.5 เท่าเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เพิ่ม

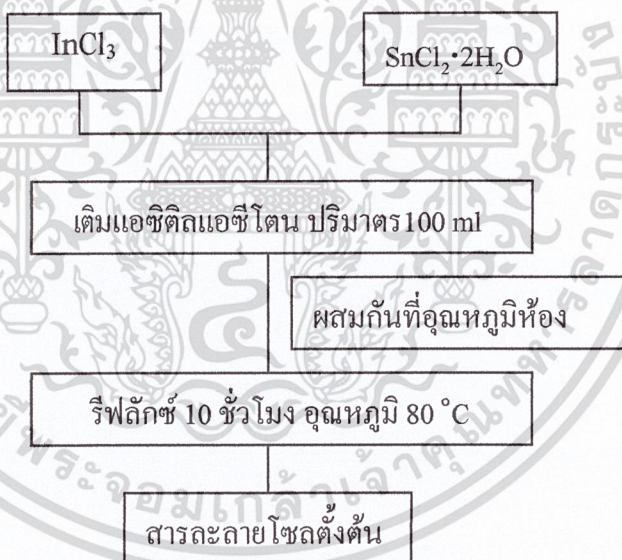
อัตราส่วนโดยโมล In : Sn	InCl_3 (g)	$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (g)
9.25 : 0.75	2.4937	0.2062

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 แผนภาพอุปกรณ์รีฟลักซ์

สารละลายไซลิตั้งต้นของอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้ จะถูกนำไปใช้เป็นสารละลายตั้งต้น (Precursor solution) ในการตกตะกอนด้วยวงเซลโลเฟน ในการเตรียมผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์

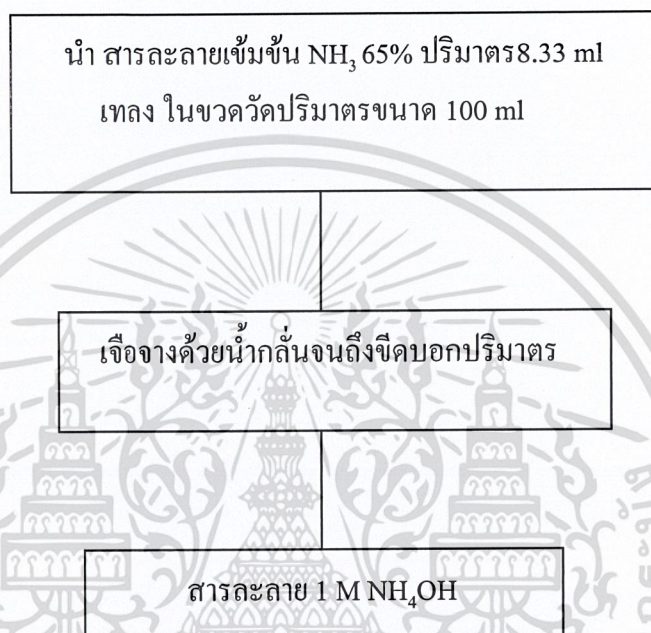


รูปที่ 3.2 แผนภาพขั้นตอนการเตรียมสารละลายเจตตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ (1 M NH_4OH)

1. นำสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 65% ปริมาตร 8.33 มิลลิลิตร เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร
3. สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์

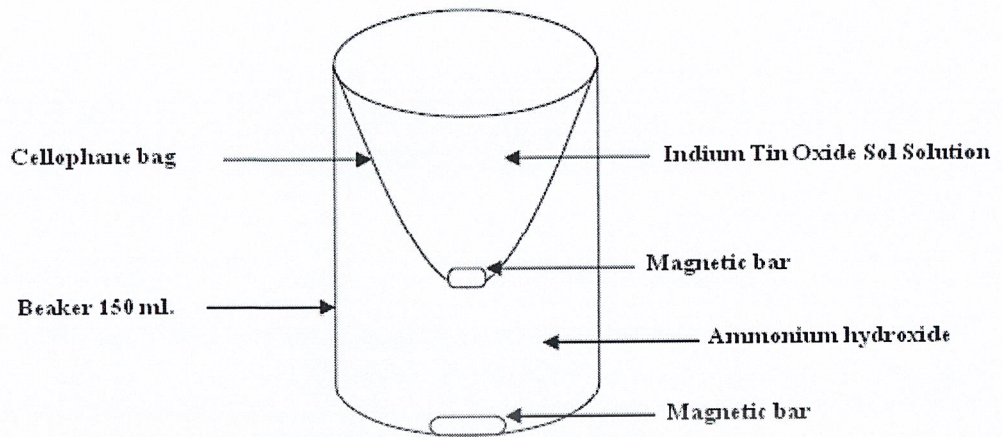


รูปที่ 3.3 แผนภาพขั้นตอนการเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์

3.3.3 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนแบบผ่านเยื่อเลือกผ่าน

1. นำสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 80 มิลลิลิตร เทลงในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร ที่ตั้งอยู่บนเครื่องปั่นกวาน
2. นำถุงเซลโลเฟนที่ภายในบรรจุด้วยสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร และแท่งแม่เหล็ก จุ่มลงในบีกเกอร์
3. ใช้ elastic rubber ช่วยในการยึดและพวงถุงเซลโลเฟนกับบีกเกอร์ ดังรูปที่ 3.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 การเตรียมอุปกรณ์ในการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีตกตะกอน

4. เปิดเครื่องปั่นกววน และ ทิ้งไว้ให้เกิดการตกตะกอนนาน 24 ชั่วโมงเพื่อให้เกิด การตกตะกอนอย่างสมบูรณ์ โดยจะทดสอบด้วยการดูดสารละลายโซลมา เล็กน้อยหยดด้วยสารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์เจือจาง 2-3 หยดถ้าไม่มีตะกอนเกิดขึ้นแสดงว่าการตกตะกอนเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์แล้ว

5. นำตะกอนที่ได้รวมทั้งสารละลายที่อยู่ในถุงโซลเฟนมาเหวี่ยง ด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที

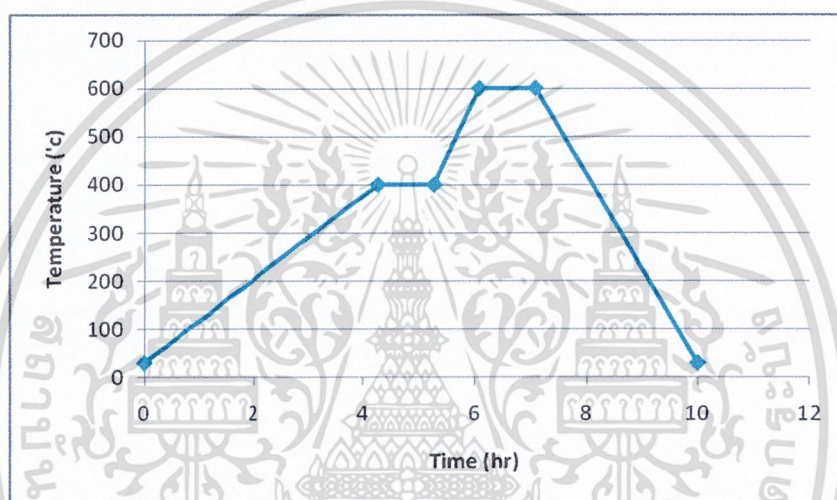
6. เทขึ้นสารละลายทิ้ง และทำการล้างตะกอนครั้งแรกด้วยแอมโมเนียไฮดรอกไซด์เจือจาง ครั้งที่ 2 ล้างด้วยน้ำกลั่น และครั้งสุดท้ายล้างตะกอนด้วยอะซิโตนแล้วนำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนตะกอนแห้ง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

7. นำตะกอนที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 700 และ 800 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่อยู่ในวัฏภาคที่ต้องการ โดยมีการรบกวนจากอินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยาให้น้อยที่สุด

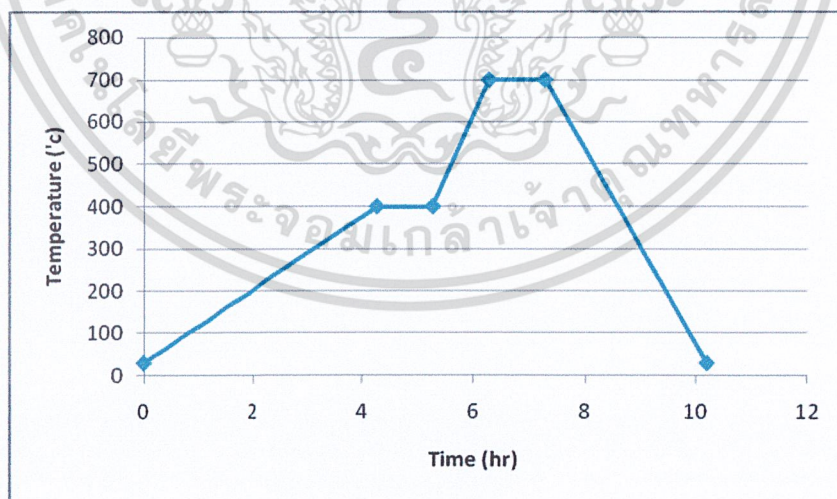
3.3 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์

การศึกษาอุณหภูมิในการแคลไซน์

ทำการเผาแคลไซน์เจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 600 700 และ 800 องศาเซลเซียส โดยกำหนดอัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิ(Heating rate) เป็น $1.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ จนถึงอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส แช่วไว้ในอุณหภูมิที่กำหนดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิ (Heating rate) เป็น $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ จนถึงอุณหภูมิที่ทำการศึกษาคือ 600 700 และ 800 องศาเซลเซียส จากนั้นแช่วไว้ในอุณหภูมิที่กำหนดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จึงปล่อยให้เย็นตัวลงด้วยอัตราของเตาเผาจนถึงอุณหภูมิห้องดังแสดงไว้ในรูปที่ 3.5

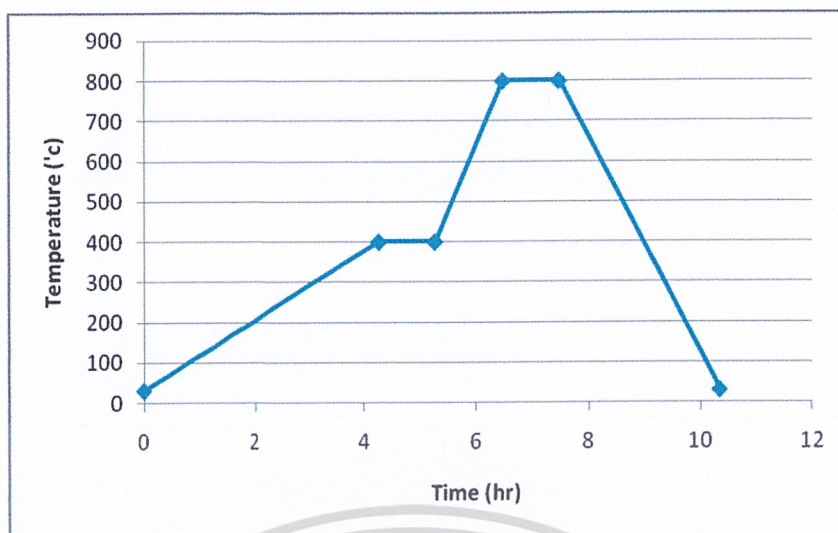


(ก)



(ข)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ค)

รูปที่ 3.5 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการเผาและเวลาในการเคลือบชั้นเจลาตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ ภายใต้สภาวะบรรยากาศ (ก) 600 °C (ข) 700 °C และ (ค) 800 °C

3.5 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์

3.5.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD)

เจลาตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว จะนำมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เพื่อศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง ชนิดและปริมาณโครงสร้างที่เกิดขึ้น โดยทำการวิเคราะห์เพื่อดูการจัดเรียงตัวของระนาบผลึกของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ เนื่องจากผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่แสดงในรูปของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม(Intensity:I) กับค่ามุม 2θ มีความเฉพาะเจาะจงต่อโครงสร้างของผลึกแต่ละชนิด

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง ชนิดและปริมาณโครงสร้างที่เกิดขึ้น โดยทำการวิเคราะห์เพื่อดูการจัดเรียงตัวของระนาบผลึกของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer: XRD) ที่มีสภาวะการวิเคราะห์ดังนี้

แหล่งกำเนิดรังสี	CuK α
พลังงานที่ใช้ในการผลิตรังสีเอกซ์	30 kV
กระแส	30 mA
2θ เริ่มต้น – สิ้นสุด	20° – 80°
อัตราการสแกน	0.05 deg/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
Time/ step 3 min
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.5.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบเกี่ยวกับโมเลกุลของอินเดียมทिनออกไซด์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer: FT-IR)

ศึกษาและวิเคราะห์ประเภทของสาร และหมู่ฟังก์ชันซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละพันธะ โดยจะทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์(FT-IR) ด้วยการอัดสารตัวอย่างผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) และอัดลงบนแผ่น transparent disk ที่ความดันสูง สเปกตรัมที่ได้จากเทคนิคนี้จะอยู่ในช่วงระหว่าง $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$

เครื่องที่ใช้เป็นเครื่องจากบริษัท Perkin Elmer LTd. รุ่น Spectrum GX Serial number

60237



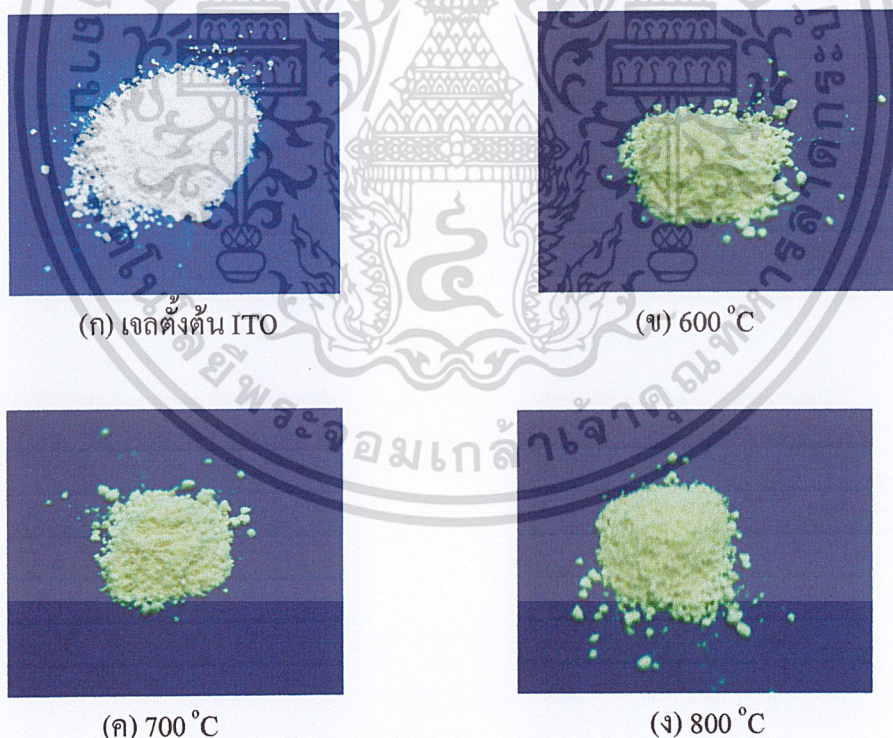
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้จะเสนอผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลองที่ได้จากการเตรียมผงละเอียดของอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) โดยเจดตั้งต้นของ ITO จะนำมาตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนเพื่อให้ทราบช่วงอุณหภูมิโดยประมาณสำหรับการเผาแคลไซน์ รวมทั้งศึกษาและวิเคราะห์ประเภทของสาร และหมู่ฟังก์ชันซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของเจดตั้งต้น ITO ผงละเอียด ITO ที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์แล้วจะนำมาศึกษาและวิเคราะห์ประเภทของสาร และหมู่ฟังก์ชันของสารอีกครั้งหนึ่งเพื่อนำมาศึกษาการเปลี่ยนแปลงวิฤภาคของ ITO ก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ร่วมกับตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์

4.1 ลักษณะทางกายภาพของเจดตั้งต้น ITO ก่อนการเผาแคลไซน์และหลังการเผาแคลไซน์



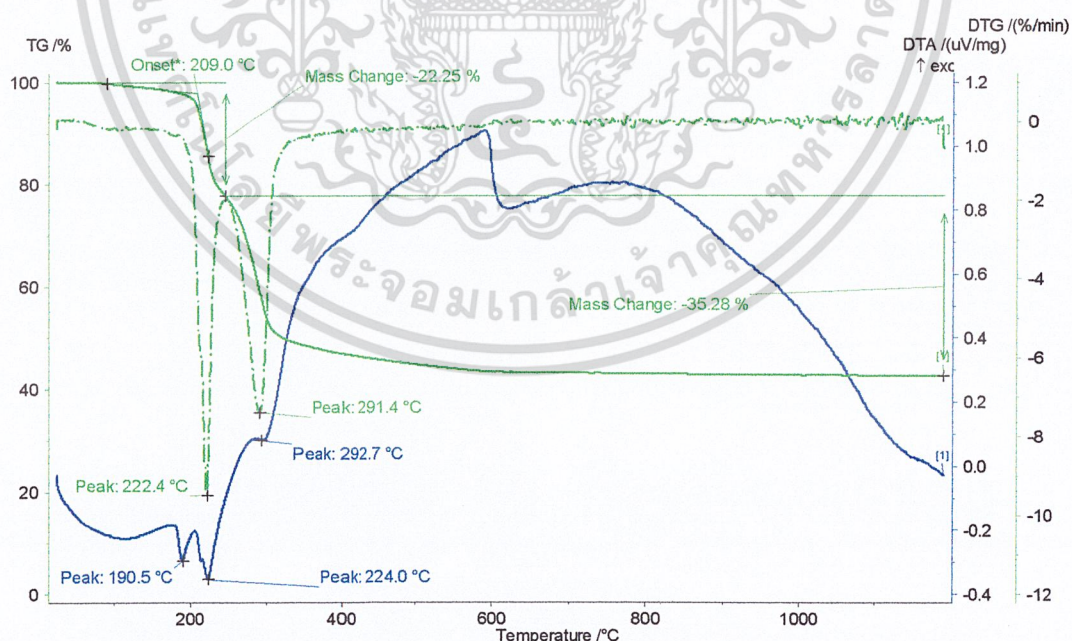
รูปที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพของเจดตั้งต้นของ ITO ที่สัดส่วนโดยโมล In:Sn (9:1)

ณ เวลาเกิดปฏิกิริยา 10 ชั่วโมงจากการรีฟลักซ์ (ก) ก่อนการเผาแคลไซน์ และเอกสารนี้เป็นเอก(ข-ง) หลังการเผาแคลไซน์ใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เจลดั้งเดิมของ ITO ที่เตรียมได้จากกระบวนการโซลเจล และตกตะกอนด้วยเทคนิคการตกตะกอนผ่านเยื่อเลือกผ่าน ในที่นี้คืออุณหภูมิของเซลล์โพลีเมอร์มีลักษณะทางกายภาพเป็นผงสีเหลืองอ่อน ดังรูปที่ 4.1 (ก) แต่เมื่อนำเจลดั้งเดิมไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 700 และ 800 องศาเซลเซียส พบว่าผงหลังการเผาแคลไซน์มีสีเหลืองเข้มขึ้น แต่ลักษณะทางกายภาพทั่วไปยังคงคล้ายกับของเจลดั้งเดิม ITO ดังรูปที่ 4.1 (ข-ง) ทั้งนี้เนื่องจากในกระบวนการเผาแคลไซน์จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของเจลดั้งเดิมในสองรูปแบบ แบบแรกคือเกิดการสลายตัวทางความร้อนของสารประกอบอินทรีย์ และแบบที่สองคือการที่สารตั้งต้น อินเดียมและทินเกิดการแพร่เข้าหากันและทำปฏิกิริยาทางความร้อนเกิดเป็นสารประกอบออกไซด์ ลักษณะทางกายภาพของเจลดั้งเดิม ITO ก่อนการเผาแคลไซน์และหลังการเผาแคลไซน์ที่สัดส่วนอื่น ๆ ให้ผลสอดคล้องกัน

4.2 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของเจลดั้งเดิมอินเดียมทินออกไซด์ ก่อนการแคลไซน์

การศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอนาไลซิส (TGA) และเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์โมแอนาไลซิส (DTA) จะทำให้ทราบข้อมูลการสลายตัวทางความร้อนในการเกิดปฏิกิริยาและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสาร โดยข้อมูลการศึกษาดังกล่าวจะนำมาใช้ในการกำหนดช่วงอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ของเจลดั้งเดิมอินเดียมทินออกไซด์



รูปที่ 4.2 แผนภาพ TGA/DTA ของเจลดั้งเดิมอินเดียมทินออกไซด์ ที่สัดส่วนโดยโมล

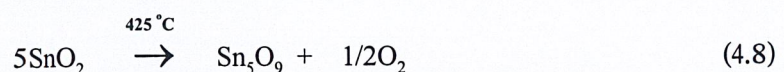
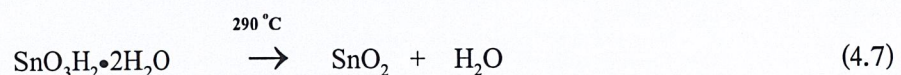
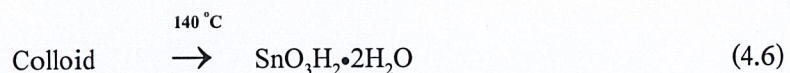
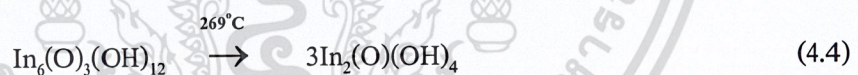
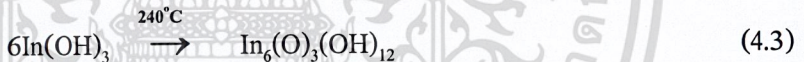
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
อินเดียมต่อทิน 9:1 ณ เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 10 ชั่วโมงจากการรีฟลักซ์

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์เจดตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ที่สกัดส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทิน 9:1 ณ เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 10 ชั่วโมงจากการรีฟลักซ์ พบว่า มีการสูญเสียน้ำหนักและการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนที่ 2 ช่วงอุณหภูมิ

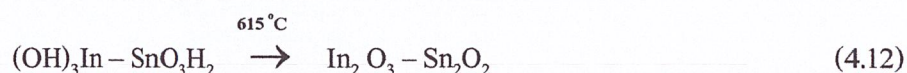
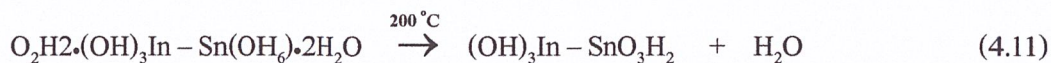
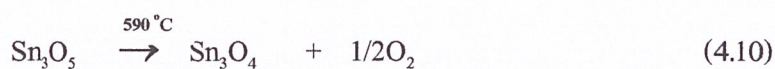
ช่วงที่ 1 อุณหภูมิห้อง - 209 องศาเซลเซียส เป็นการเปลี่ยนแปลงแบบดูดกลืนพลังงานจากการสูญเสียน้ำในเจดตั้งต้นและน้ำผลึกของ $\text{In}(\text{OH})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (สมการที่ 4.2) และยังพบ พบการเปลี่ยนแปลงแบบดูดกลืนพลังงานเนื่องจากเกิดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของ $\text{In}(\text{OH})_3$ กลายเป็น $\text{In}_6(\text{O})_3(\text{OH})_{12}$ (สมการที่ 4.1-4.5) และมีการสลายตัวทางความร้อนของสารประกอบอินทรีย์บางส่วนจึงทำให้พบการสูญเสียน้ำหนักถึงร้อยละ 22.25

ช่วงที่ 2 อุณหภูมิ 272-298 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนแปลงแบบดูดกลืนพลังงานเนื่องจากเกิดการสูญเสียน้ำ และการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของ SnO_3H_2 กลายเป็น SnO_2 และ $\text{O}_2\text{H} \cdot (\text{OH})_3\text{In} - \text{Sn}(\text{OH})_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ กลายเป็น $(\text{OH})_3\text{In} - \text{SnO}_3\text{H}_2$ (สมการที่ 4.6-4.10, 4.11) โดยมีการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 35.28

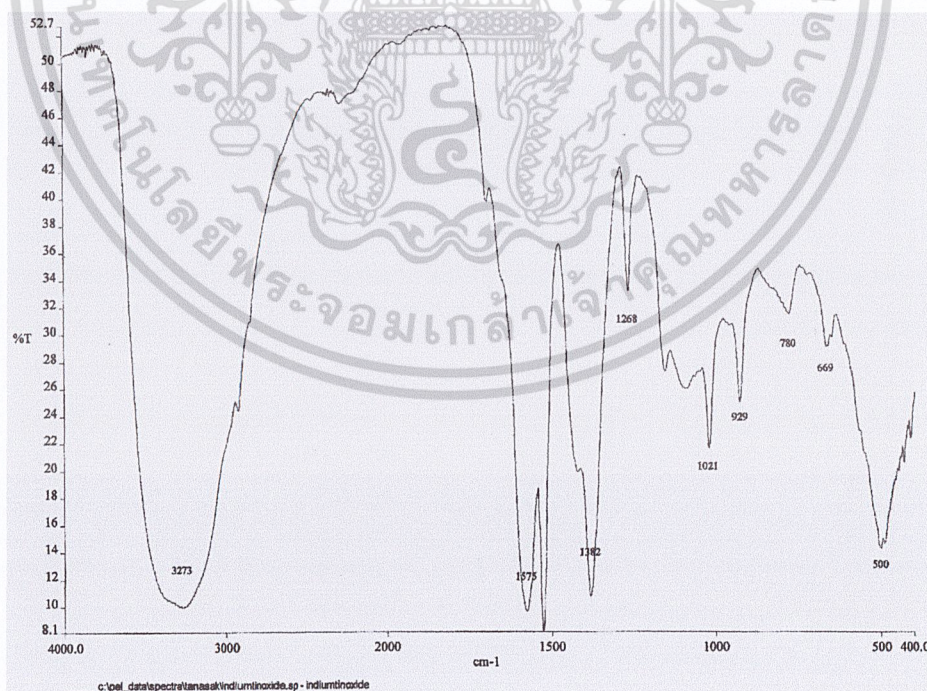


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า





หลังจากอุณหภูมิสูงขึ้นถึง 600 องศาเซลเซียส ไม่พบการสูญเสียน้ำหนักของเจลดั้งเดิม แต่จะพบการเปลี่ยนแปลงพลังงานแบบคายความร้อนเกิดขึ้นอย่างชัดเจนในช่วงอุณหภูมิ 586-620 องศาเซลเซียส เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างในระดับจุลภาคของสารประกอบออกไซด์ สมการที่ 4.12 ดังนั้น จึงเลือกช่วงอุณหภูมิ 600-800 องศาเซลเซียส ในการเผาแคลไซน์เพื่อสังเกตและติดตามการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางจุลภาคและรูปแบบผลึกของผงละเอียด โดยการนำผงละเอียดที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีเพื่อศึกษาตรวจหาหมู่ฟังก์ชันจากการสลายตัวทางความร้อน และเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เพื่อศึกษาความบริสุทธิ์ การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก



รูปที่ 4.3 แสดงสเปกตรัม FT-IR ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ที่สกัดส่วนโดยโมล เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์และห้ามเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อิ In:Sn เป็น 9:1 ก่อนการแคลไซน์ ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

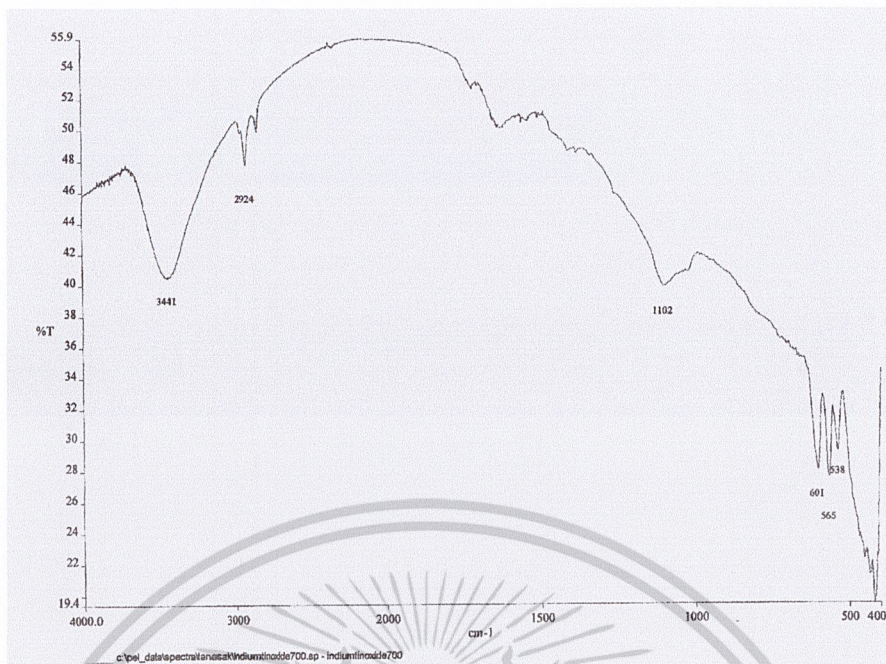
4.3 การวิเคราะห์และตรวจสอบเกี่ยวกับหมู่ฟังก์ชันของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ หลังการเผาแคลไซน์

เมื่อทำการเผาแคลไซน์เจดตั้งต้น ITO ที่ช่วงอุณหภูมิต่างๆ และภายใต้สภาวะที่กำหนด (ทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-800 องศาเซลเซียส) ผงละเอียด ITO ที่ได้จากการเผาแคลไซน์เจดตั้งต้น จะถูกนำมาวิเคราะห์และตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน ในการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ทำโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี โดยวิธีเตรียมเป็น KBr disc กับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ได้สเปกตรัมดังแสดงในรูปที่ 4.3 ซึ่งมีตำแหน่งของแถบการดูดกลืนแสงที่สำคัญดังนี้

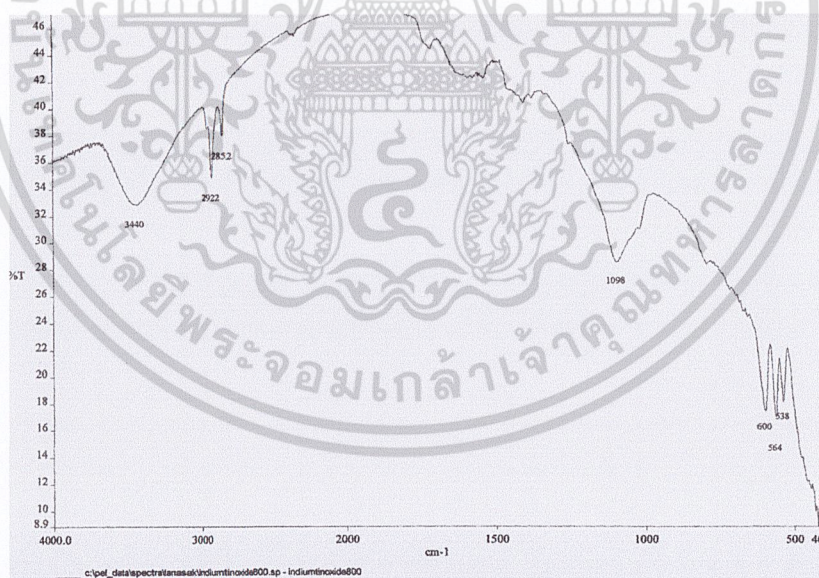


รูปที่ 4.4 แสดงสเปกตรัม FT-IR ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ที่สัดส่วนโดยโมล In:Sn เป็น 9:1 ณ อุณหภูมิการแคลไซน์ 600 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 แสดงสเปกตรัม FT-IR ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ที่สกัดส่วนโดยโมล In:Sn เป็น 9:1 ณ อุณหภูมิการเคลือบ 700 °C



รูปที่ 4.6 แสดงสเปกตรัม FT-IR ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ ที่สกัดส่วนโดยโมล In:Sn เป็น 9:1 ณ อุณหภูมิการเคลือบ 800 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตำแหน่งเลขคลื่น 3440 เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ O – H

ตำแหน่งเลขคลื่น 1630 เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn – H

ตำแหน่งเลขคลื่น 490 เกิดจากการสั่นแบบยืดของ Sn – O

ตำแหน่งเลขคลื่น 539 เกิดจากการสั่นแบบยืดของ In – O

ตำแหน่งเลขคลื่น 567 เกิดจากการสั่นแบบงอของ In – O – In

ตำแหน่งเลขคลื่น 606 เกิดจากการสั่นแบบงอของพันธะ Sn – O – Sn

ตำแหน่งเลขคลื่น 740 เกิดจากการสั่นแบบงอของพันธะ Sn – O – Sn

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผงละเอียดอินเดียมออกไซด์ ด้วยเทคนิค FT-IR พบว่า ผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นสารประกอบออกไซด์ของ In_2O_3 และ SnO_2 แต่ยังคงพบแถบดูดกลืนที่แสดงการสั่นแบบยืดของพันธะ O – H ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3400 เกิดขึ้น เนื่องจากการที่สารตัวอย่างดูดความชื้นได้ดี

4.4 ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

4.4.1 การวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์

เจลดั้งเดิมที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ ภายใต้ช่วงอุณหภูมิและสภาวะเงื่อนไขที่กำหนด (ทำการแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 600-800 องศาเซลเซียส) จะถูกนำมาพิสูจน์เอกลักษณ์และการเปลี่ยนแปลงวิฤภาคของสาร ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ได้จากการวิเคราะห์แสดงในรูปที่ 4.4

ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ผงละเอียด ITO ทุกความเข้มข้น ที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ที่สภาวะต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.4 พบว่าสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน (JCPDS) สามรูปแบบดังนี้

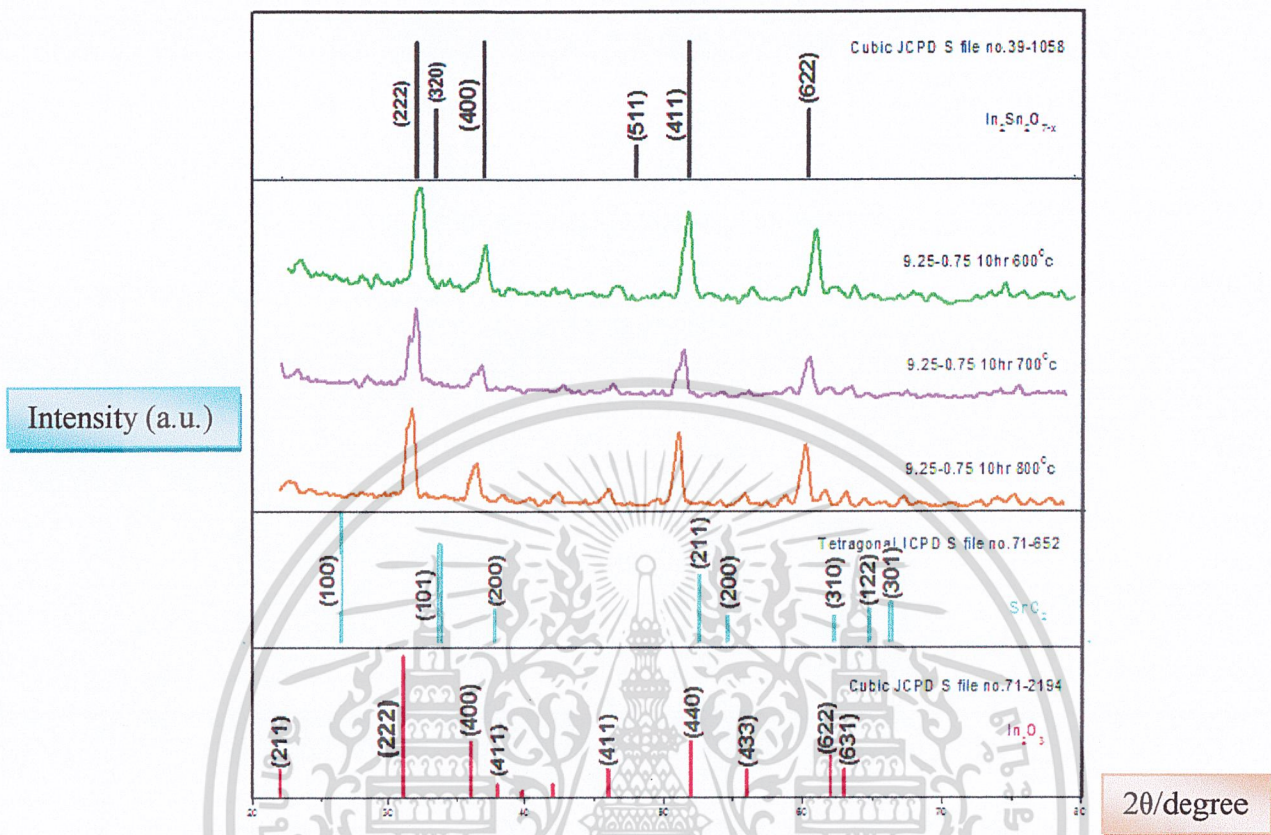
รูปแบบที่ 1 JCPDS หมายเลข 71-2194 ที่แสดงโครงสร้างแบบคิวบิกของ In_2O_3 ซึ่งสอดคล้องกับสมการสลายตัวทางความร้อนของเจลดั้งเดิม ($\text{In}(\text{OH})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) กลายเป็น In_2O_3 ดังแสดงในสมการที่ 4.1-4.5

รูปแบบที่ 2 JCPDS หมายเลข 71-652 ที่แสดงโครงสร้างแบบ เตตระโกนอล ของ SnO_2 ซึ่งสอดคล้องกับสมการสลายตัวทางความร้อนของเจลดั้งเดิม (SnO_3H_2) กลายเป็น SnO_2 ดังแสดงในสมการที่ 4.6

รูปแบบที่ 3 JCPDS หมายเลข 39-1058 ที่แสดงโครงสร้างแบบคิวบิกของ $\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_{7-x}$ ซึ่งสอดคล้องกับสมการสลายตัวทางความร้อนของเจลดั้งเดิม ($\text{O}_2\text{H} \cdot (\text{OH})_3\text{In} - \text{Sn}(\text{OH})_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$) กลายเป็น $\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_{7-x}$ ดังแสดงในสมการที่ 4.10 และ 4.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ยกเว้นที่มิมีเหตุแห่งข้อยกเว้นและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขนาดและตำแหน่งของพีก มีความต่างกันอย่างสังเกตเห็นได้ซึ่งจะกล่าวถึงในหัวข้อต่อไป



รูปที่ 4.7 กราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่อุณหภูมิการเคลือบ 600 700 และ 800°C ที่สัดส่วน 9.25 : 0.75

จากงานวิจัยที่ผ่านมาและผลการคำนวณอัตราส่วนความเข้มพีกในระนาบหลักของผลึก ITO ที่ได้พบว่า เมื่อเกิดโครงสร้างที่บริสุทธิ์ของ In_2O_3 (JCPDS หมายเลข 71-2194) อัตราส่วนระนาบของพีกหลักรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน ((400)/(222), (622)/(222)) จะมีค่าเท่ากับ 0.292 และ 0.228 ตามลำดับ ในขณะที่ ถ้าเป็นโครงสร้างบริสุทธิ์ของ $In_2Sn_2O_{7-x}$ (JCPDS หมายเลข 39-1058) อัตราส่วนระนาบของพีกหลักรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน ((400)/(222), (622)/(222)) จะมีค่าเท่ากับ 1.0 และ 0.5 ตามลำดับ โดยพบว่าเมื่อมีการเจือไอออนของทินเข้าไปในโครงสร้างหลักของอินเดียมจะทำให้อัตราส่วนของพีก ((400)/(222), (622)/(222)) มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจาก 0.292 และ 0.228 ไปเป็น 1.0 และ 0.5 โดยจะไม่ปรากฏพีก (320) ของ $In_2Sn_2O_{7-x}$ แต่ถ้าปรากฏพีก (320) แสดงว่าการเกิดเจลและการสลายตัวทางความร้อนเป็นไปตามสมการที่ 4.10 และ 4.11 ซึ่งจากผลการตรวจสอบและวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ให้ผลดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการที่ความเข้มข้นต่ำๆจะพบฟีกของ In_2O_3 ได้ชัด และไม่พบฟีกของ SnO_2 เนื่องจากมีอยู่ปริมาณน้อย แต่จะเห็นฟีกของ $\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_{7-x}$ ได้ชัดมีสัดส่วนการเจือ 9.25 : 0.75 พบว่าอัตราส่วน (222)/(411) มีความใกล้เคียงกันมาก ทำให้รู้ว่า ณ สัดส่วนนี้เกิดเป็นสารประกอบที่ต้องการ แต่จะพบว่าที่มุม 2 θ ต่ำฟีกจะมีลักษณะที่ไม่เรียบอาจเกิดจากปรากฏการ bremsstrahlung รังสีเอกซ์จากการถูกหน่วง รังสีเอกซ์ชนิดนี้เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนพลังงานสูง วิ่งด้วยความเร็วเข้าใกล้นิวเคลียส ซึ่งมีประจุบวกทำให้อิเล็กตรอนเปลี่ยนทิศทางหรือมีการเปลี่ยนแปลงความเร็วในลักษณะที่พลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนลดลง เป็นเหตุให้มีการแผ่พลังงานออกมาในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือโฟตอนเป็นรังสีเอกซ์จากการถูกหน่วง(Bremsstrahlung)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

1. ผลการตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงละเอียด ITO พบว่าที่สัดส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทินเป็น 9.25 : 0.75 (7.5%) ณ เวลาการเกิดปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง ภายหลังจากการรีฟลักซ์ ที่อุณหภูมิเคลไซน์ 600 องศาเซลเซียส มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่สอดคล้องกับการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผง ITO มาตรฐาน
2. อุณหภูมิมีผลต่อการเปลี่ยนแปลง โครงสร้างของ ITO ยิ่งอุณหภูมิในการเคลไซน์เพิ่มขึ้น จาก 600 ถึง 800 องศาเซลเซียส โครงสร้างของ ITO จะยิ่งซับซ้อน
3. จากการตรวจสอบผง ITO ที่สัดส่วน Indium: Tin 9.25:0.75 ที่อุณหภูมิเคลไซน์ 600 700 800 ด้วย FT-IR พบว่ามีหมู่ฟังก์ชันของ metal oxide เกิดขึ้น นั่นคือ In_2O_3 และ Sn_2O_2

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรทำการศึกษาเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่มีต่อสมบัติทางแสงและสมบัติทางไฟฟ้าเพื่อจะทราบถึงผลข้อบกพร่องของ โครงสร้างที่มีต่อสมบัติทางแสงและสมบัติทางไฟฟ้า
2. ควรวิเคราะห์ ระนาบผลึก (101), (110) เทียบกับระนาบ (111) เพื่อดูการขยายตัวของขนาดผลึก
3. ควรทำการตรวจวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในช่วงมุม 2θ จาก 0 - 40 ให้ละเอียดขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] K.L. Chopra, S. Major, D.K. Panaya. 1983. "Transparent conductors a status review" . **Thin Solid Films**. Volume 102, 1-46
- [2] K.Y. Kim and S.B. Park. 2004. "Defect structure studies on indium tin oxide using X-ray and neutron diffraction". **Current Applied Physics**. Volume 86, 210-211.
- [3] ภรต บุรพจิตร. 2546. การศึกษาการเคลือบและควบคุมสมบัติของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีการระเหยสารแบบใช้ไอออนช่วย. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต คณะเทคโนโลยีวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
- [4] พิรินทร พลายเวช. 2547. การเคลือบฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอริงเพื่อใช้ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต คณะเทคโนโลยีวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
- [5] ชานู โพรพิทักษ์. 2545. การเตรียมฟิล์มสะท้อนความร้อนอินเดียมทินออกไซด์บนแผ่นฟิล์มโพลีเมอร์โดยวิธีการระเหยสารด้วยลำอิเล็กตรอน. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต คณะเทคโนโลยีวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
- [6] **Bands for Doped Semiconductors**. [online] Available: http://www.hyperphysics.phy_astr.gsu.edu/.../dsem.html.
- [7] solar cell. [online] Available: <http://www.freesolaronline.com/solar-cell.html>
- [8] Organic light emitting diodes. [online] Available: http://www.ud.co.th/ud_web/http/eng/news/screen.html.
- [9] Liquid Crystal Displays. [online] Available: <http://www.vcharkarn.com/varticle/303/4>
- [10] สุกพล อนันตา. 2543. กระบวนการประดิษฐ์สำหรับเซรามิกชั้นสูง. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- [11] นราธิป วิทยากร. 2549. การเตรียมผงเซรามิกด้วยวิธีการ โซล-เจล. LAB TODAY, 38(ธ.ค.): 47-51
- [12] **Sol-Gel Technology**. [Online] Available: <http://www.chemat.com/html/ลิติลิตร/solgel.html>.
- [13] M.I. Vazque, C. Milano, R.D. Lara, O. Guerrero, C. Herrera, J. Benavente. 2006. "Effect of cellulose content on structure and transport parameters across dense cellophane membranes". **Desalination**. Volume 200, 15-17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับใช้ในงานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ที่เห็น อักษรที่พิมพ์และข้อความที่ปรากฏในเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[14] XRD [online]. Available: <http://www.forensic2.go.th/fpd21/XRD.htm>

- [15] ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์. (2548) . เอกสารประกอบปฏิบัติการวิเคราะห์สารเคมีในอุตสาหกรรม 2 เรื่อง การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ . ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [16] S. Li, X. Qiao, J. Chen, H. Wang, F. Jia, X. Qui. 2006. "Effect of temperature on indium tin oxide particles synthesized by co-precipitation". **Journal of Crystal Growth**. Volume.289, 151-156.
- [17] C.H. Han, S.D. Han, J. Gwak, S.P. Khatkar. 2007. "Synthesis of indium tin oxide (ITO) and fluoride doped tin oxide (FTO) nano-powders by sol gel combustion hybride method" **Materials Letters**. Volume 61, 1701-1703.
- [18] N.C. Pramanik, S. Das, P.K. Biswas. 2002. "The effect of Sn(IV) on transformation of co-precipitated hydrated In(III) and Sn(IV) hydroxides to indium tin oxide(ITO) powder". **Journal of Crystal Growth**. Volume 56, 671-679.
- [19] J. S. Lee, S.C. Choi. 2005. "Solvent effect on synthesis of indium tin oxide nano-powders by a solvothermal process" **Journal of European Ceramic Society**. Volume 25, 3307-3314.
- [20] P. Sujatha, M. Chatterjee, D. Gangui. 2002. "Indium tin oxide nano-particles through an emulsion technique" **Materials Letters**. Volume 55, 205-210.

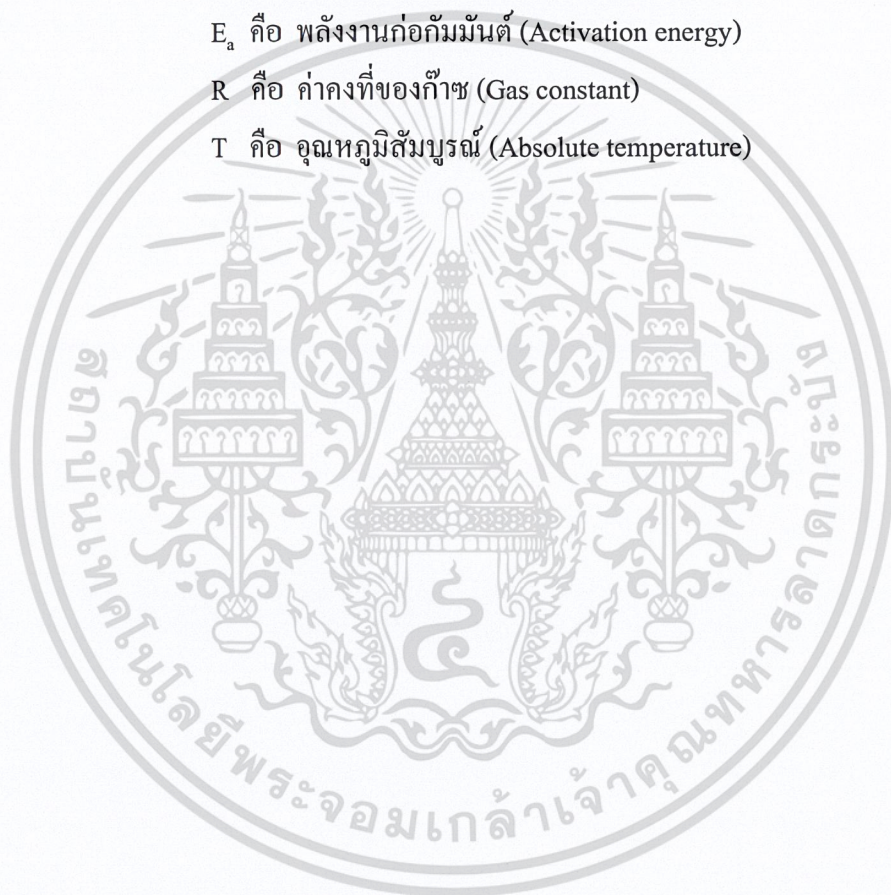
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

สมการของอาร์เรเนียส (Arrhenius equation)

$$k = Ae^{-E_a/RT}$$

- เมื่อ
- k คือ ค่าคงที่อัตรา (Rate constant)
 - A คือ แฟกเตอร์ความถี่ (Frequency factor)
 - E_a คือ พลังงานก่อกัมมันต์ (Activation energy)
 - R คือ ค่าคงที่ของก๊าซ (Gas constant)
 - T คือ อุณหภูมิสัมบูรณ์ (Absolute temperature)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	นายนที หงษ์ทอง
ภูมิลำเนา	ฉะเชิงเทรา
ที่อยู่	19 หมู่ 4 ตำบล คลองจุกกระเฉด อำเภอ เมือง จังหวัดฉะเชิงเทรา 24000
การศึกษา	- ระดับประถมศึกษา โรงเรียนวัดคอนทอง (สุวรรณศรี ตันทิกุล ราษฎร์ศึกษาลัย) - ระดับมัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนเบญจมราชรังสฤษฎ์ 2 ฉะเชิงเทรา - ระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนเบญจมราชรังสฤษฎ์ ฉะเชิงเทรา



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้