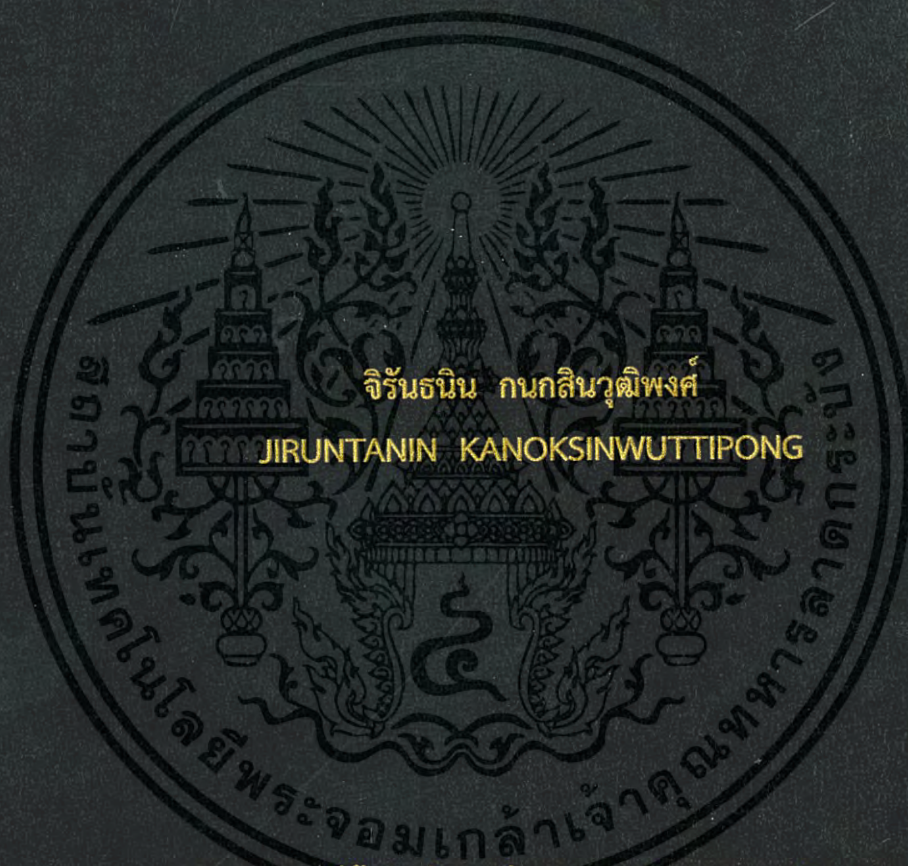


การสังเคราะห์อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีน
โดยวิธีตกตะกอนรวมเพื่อประยุกต์ใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใส

SYNTHESIS OF F-DOPED INDIUM-TIN OXIDE PARTICLES BY
CO-PRECIPIATION METHOD FOR TRANSPARENT ELECTRONICS
APPLICATIONS



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์
ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2559

KMITL-2016-SC-M-030-023

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การสังเคราะห์อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีน
โดยวิธีตกตะกอนร่วมเพื่อประยุกต์ใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใส

SYNTHESIS OF F-DOPED INDIUM TIN OXIDE PARTICLES BY
CO-PRECIPIATION METHOD FOR TRANSPARENT ELECTRONICS
APPLICATIONS



จිරันธนิน กนกสินวุฒิปงศ์
JIRUNTANIN KANOKSINWUTTIPONG

b.00267000
i.....

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 143988
ขึ้นเดือนปี 10 ต.ค. 2559

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์
ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS OF F-DOPED INDIUM TIN OXIDE PARTICLES BY
CO-PRECIPIATION METHOD FOR TRANSPARENT ELECTRONICS
APPLICATIONS



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT FOR THE
DEGREE OF MASTER OF SCIENCE IN APPLIED PHYSICS
DEPARTMENT OF APPLIED PHYSICS
FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2016
KMUTL-2016-SC-M-030-023

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2016

FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ใบรับรองวิทยานิพนธ์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ “การสังเคราะห์อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอน
ร่วมเพื่อประยุกต์ใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใส”
“SYNTHESIS OF F-DOPED INDIUM TIN OXIDE PARTICLES BY
CO-PRECIPIATION METHOD FOR TRANSPARENT ELECTRONICS
APPLICATIONS”

ชื่อนักศึกษา นายจิรันธนิน กนกสินวุฒิมงคล
รหัสประจำตัว 55650609
ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์)
ภาควิชา ฟิสิกส์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รศ.วิชาญ เตชิตธีระ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.เพชรฐา รัตนพันธ์ ประธานกรรมการ ดร.วรการ นียากร อาจารย์บัณฑิตประจำ (ในสาขาวิชาที่เกี่ยวข้อง) ผศ.ดร.รัชภาคย์ จิตต์อารี ผู้ทรงคุณวุฒิจากภายนอกสถาบันฯ รศ.วิชาญ เตชิตธีระ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	

วัน/เดือน/ปี ที่สอบ 28 มิถุนายน พ.ศ. 2559 เวลา 13.00-16.00 น.
สถานที่สอบ ณ ห้อง 307 อาคารจุฬารกรณ์วลัยลักษณ์ ชั้น 1

คณะวิทยาศาสตร์รับรองแล้ว

(รองศาสตราจารย์ ดร.ดุษณี ธนะบริพัฒน์)
คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.....

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สวจนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การสังเคราะห์อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอนร่วมเพื่อประยุกต์ใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์ โปร่งใส

ชื่อนักศึกษา

นายจิรันธนิ นกนสินวุฒิพงค์

รหัสประจำตัว

55650609

ปริญญา

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์

ภาควิชา

ฟิสิกส์ประยุกต์

พ.ศ.

2559

อาจารย์ที่ปรึกษา

รศ.วิชาญ เตชิตธีระ

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอนร่วมเพื่อประยุกต์ใช้งานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใสโดยใช้ อินเดียม(III)คลอไรด์(InCl_3) ทิน(IV)คลอไรด์เพนตะไฮเดรต($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) และ แอมโมเนียมฟลูออไรด์(NH_4F) เป็นสารตั้งต้น ที่อัตราส่วนโมลต่างๆของอินเดียมต่อทินและฟลูออรีน ซึ่งจะได้อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนออกมาภายหลังจากการเผาที่อุณหภูมิที่เหมาะสม และจะมีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นระหว่างกระบวนการเผา โดยจะทำการตรวจสอบโดย เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน(TGA) ศึกษาสมบัติทางโครงสร้างผลึกของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(XRD) ศึกษาขนาด รูปร่างและโครงสร้างขนาดเล็กด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(FE-SEM), และศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS) ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าโดยอาศัยปรากฏการณ์ของฮอลล์(Hall Effect) และ การวัดด้วยขั้วปลายแหลมสี่ขั้ว (Four-point probe) จากผล XRD บ่งบอกว่าผงที่ได้ภายหลังจากการเตรียมจะอยู่ในรูปของผงที่ไม่เป็นผลึก และจะได้ผงที่มีความเป็นผลึกภายหลังจากทำการเผาในอุณหภูมิที่เหมาะสม โดยจะพบว่า การเผาในอุณหภูมิสูงจะส่งผลต่อสมบัติทางฟิสิกส์และจะส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าเป็นอย่างมาก จากการวัดเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานจะพบว่า มีทินอยู่ในโครงสร้างของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในสัดส่วนที่เหมาะสม และการวิเคราะห์สมบัติทางพันธะเคมี ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์รามานสเปกโตรสโกปีปรากฏเส้นสเปกตรัมรามานของอินเดียมที่ลดลงจากการเจือทินเข้าไปในโครงสร้าง และนอกเหนือจากนี้ สีของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ภายหลังจากการเผาที่จะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีเหลืองเนื่องจากการแทนที่ของที่ว่างของออกซิเจน ซึ่งเป็นกุญแจสำคัญของการนำไฟฟ้า

คำสำคัญ : วิธีตกตะกอนร่วม, สมบัติทางไฟฟ้า, อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis Title	Synthesis of F-doped Indium Tin Oxide particles by Co-precipitation method for transparent electronics applications
Student Name	Jiruntanin Kanoksinwuttipong
Student ID	55650609
Degree	Master of Science Applied Physics
Department	Applied Physics
Year	2016
Thesis Advisor	Assoc. Prof. Wicharn Techitdheera
Thesis Co-advisor	Assoc. Prof. Dr. Wisanu Pecharapa

ABSTRACT

In this study, F-doped Indium tin oxide (ITO:F) particles were synthesized by co-precipitation method for transparent electronics applications using InCl_3 and $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ and NH_4F with different molar ratios of F:ITO as starting precursors for In, Sn and F sources, respectively followed by calcination method. The phase transformations of Indium oxide: Tin particles during calcination method were investigated by Thermogravimetry Analysis (TGA). Meanwhile, crystalline structure of F-doped Indium oxide: Tin particles were characterized by X-ray diffraction (XRD). The size, shape and microstructure of the particles were observed by Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) and chemical composition was investigated by Energy Dispersive X-ray Spectrophotometer (EDS). Their electrical properties were characterized with a Hall Effect and Four-point probe measurement. The XRD results showed that the as-prepared powders were initially formed in amorphous phase and the crystal structure of powders was obtained after calcination beyond specific temperature. It is noticed that calcination temperature highly affects to their relevant physical properties especially electrical properties. EDS shows Sn in respect to In and F in respect to O, respectively in In_2O_3 structure, which is consistent with the initial stoichiometric proportion. Raman results indicate that the Sn introduced into In_2O_3 lattice effected to crystalline growth to smaller average crystalline sizes. Moreover, the color of F-doped Indium tin oxide powders after calcination changed from white to yellow due to the substitution of oxygen vacancies playing a key role on their electrical conductivity.

Keywords : Co-precipitation method, Electrical properties, F-doped Indium tin oxide

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

สำหรับความสำเร็จของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ท่าน รศ.วิชาญ เตชิตธีระ ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และท่านอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ท่าน รศ.ดร.วิชฌ เพชรภา วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง ที่ท่านได้ให้คำปรึกษาทางด้านวิชาการ แนวทางในการดำเนินงานวิจัย การช่วยเหลือแก้ไขในส่วนที่ไม่เข้าใจและคอยผลักดันให้งานได้ดำเนินต่อไปจนสำเร็จลุล่วงไปได้

ขอขอบคุณสมาชิกห้องปฏิบัติการ Nano Material Research Laboratory ทุกท่านที่ให้คำปรึกษาและอำนวยความสะดวก รวมทั้งให้การสนับสนุนทั้งทางด้านความรู้ความเข้าใจและสนับสนุนอุปกรณ์ของการทำงานวิจัยในการทำวิทยานิพนธ์นี้

ขอขอบคุณผลงานวิจัยและเอกสารอ้างอิงต่างๆที่ข้าพเจ้าใช้เป็นเอกสารอ้างอิงในการสนับสนุนการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้สำเร็จได้

ขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังสำหรับการสนับสนุนการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรีที่ให้การสนับสนุนและอำนวยความสะดวกในการใช้อุปกรณ์วิเคราะห์ขั้นสูงสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อเป็นส่วนหนึ่งของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

สุดท้ายคุณงามความดีอันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอมอบให้แก่บิดา นายธนะพัฒน์ กนกสินวุฒิพงษ์ และมารดานางศรีณรัชต์ กนกสินวุฒิพงษ์ ที่รักและเคารพยิ่ง ตลอดจนคณาจารย์ที่เคารพทุกท่านที่ได้ถ่ายทอดและประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ ข้าพเจ้าขอระลึกในพระคุณและกราบขอบพระคุณมา ณ ที่นี้

นายจิรันธนิน กนกสินวุฒิพงษ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	IV
สารบัญ.....	V
สารบัญตาราง.....	IX
สารบัญรูป.....	X
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 สมบัติพื้นฐานของอินเดียมออกไซด์(Indium(III)oxide)	3
2.2 สมบัติพื้นฐานของทินออกไซด์(Tin dioxide)	4
2.3 การเจือ (Doping) ธาตุอินเดียมทินออกไซด์.....	5
2.3.1 สารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ (Intrinsic semiconductor).....	5
2.3.2 สารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์ (Extrinsic semiconductor).....	5
2.3.3 ผลกระทบของการเจือในอินเดียมออกไซด์.....	7
2.3.4 การนำไฟฟ้าของอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินและฟลูออรีน.....	8
2.4 สมบัติพื้นฐานของการนำไฟฟ้า.....	9
2.4.1 สภาพต้านทานไฟฟ้า.....	9
2.4.2 การวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าด้วยวิธีวัดฮอลล์ (Hall effect measurement).....	10
2.5 พลังงานแสง.....	12
2.6 เทคนิคการเตรียมอินเดียมออกไซด์.....	14
2.6.1 วิธีตกตะกอน (Precipitation method).....	14
2.6.2 วิธีโซล – เจล (Sol – gel method).....	15
2.6.3 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method).....	16

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง.....	17
2.7.1 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	17
2.7.2 การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด.....	20
2.7.3 การตรวจสอบชนิดและปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์.....	24
2.7.4 การวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermal analysis).....	25
2.7.5 รามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)	28
2.7.6 วิธีวัดด้วยขั้วปลายแหลมสี่ขั้ว (Four-point probe)	30
2.7.7 การวิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-VIS Spectrophotometer)	31
2.8 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	33
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	37
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	37
3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	37
3.1.2 อุปกรณ์.....	38
3.2 ขั้นตอนการทดลอง.....	40
3.2.1 การเตรียมสารอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินที่อัตราส่วนต่างๆ ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	40
3.2.2 การเตรียมสารอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินในอัตราส่วนที่เหมาะสม ที่อุณหภูมิการเผาต่างๆด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	40
3.2.3 การเตรียมสารอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินที่อัตราส่วน10% และเจือฟลูออรีนในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	42
3.2.4 การเตรียมเม็ดอินเดียมทินออกไซด์เพื่อนำไปวิเคราะห์ทางไฟฟ้า.....	43
3.2.5 การเตรียมต้นแบบฟิล์มโปร่งใสนำไฟฟ้าอินเดียมทินออกไซด์.....	44
3.3 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติของอินเดียมไดออกไซด์.....	45
3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction : XRD)	45
3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope : FE-SEM).....	46
3.3.3 การวิเคราะห์สมบัติทางแสง (UV – visible Spectrophotometer)	47
3.3.4 การตรวจสอบชนิดและปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy dispersive X-ray Spectrophotometer : EDS).....	48

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
3.3.5 การวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermal analysis).....	49
3.3.6 รามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy).....	50
3.3.7 เครื่องมือวิเคราะห์ทางไฟฟ้า Four-point probe.....	51
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปราย.....	52
4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติของอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม ที่เตรียมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ.....	52
4.1.1 ผลการวิเคราะห์ผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนของอินเดียมออกไซด์ บริสุทธิ์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	52
4.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ อินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	53
4.1.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีของอินเดียมทินออกไซด์ออกไซด์ ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	55
4.1.4 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสง รังสีเอ็กซ์ของอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	56
4.1.5 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราดอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	57
4.1.6 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางแสงของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม.....	59
4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม ที่เตรียมที่เงื่อนไขการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	61
4.2.1 ผลการวิเคราะห์ผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนของอินเดียมออกไซด์ บริสุทธิ์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	61
4.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ อินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	62
4.2.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราดอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	64
4.2.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม.....	65
4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติของ ITO:F ด้วยวิธีตกตะกอนที่ร่วมที่เตรียมที่ เงื่อนไขการเจือด้วยทินที่อัตราส่วน10% และเจือฟลูออรีนในอัตราส่วนต่างๆ.....	66
4.3.1 ผลการวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยวิธีตกตะกอนร่วม.....	66

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
4.3.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยวิธีตกตะกอนร่วม.....	68
4.3.3 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอกซ์ของ อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยวิธีตกตะกอนร่วม.....	69
4.3.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยวิธีตกตะกอนร่วม.....	70
4.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติของขั้วไฟฟ้าต้นแบบจากการนำผงตัวอย่างมาประยุกต์ใช้.....	71
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	72
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	72
5.2 ปัญหาและแนวทางการแก้ไข.....	74
5.3 ข้อเสนอแนะ.....	74
เอกสารอ้างอิง.....	75
ภาคผนวก.....	78
ประวัติผู้เขียน.....	91

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงโครงสร้างผลึกของอินเดียมออกไซด์เป็นแบบ cubic bixbyite.....	3
2.2 แสดงโครงสร้างแสดงโครงสร้างผลึกของ (ก) SnO และ (ข) SnO ₂	4
2.3 แสดงลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิด N.....	6
2.4 แสดงลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิด P.....	6
2.5 แสดงลักษณะการเจือเข้าไปแทนที่.....	7
2.6 แสดงลักษณะการเจือแทรกตัว.....	8
2.7 การวัดสภาพการนำไฟฟ้าของตัวอย่างที่มีพื้นที่ภาคตัดขวาง A.....	9
2.8 การวัดความหนาแน่นพาหะโดยอาศัยปรากฏการณ์ฮอลล์.....	11
2.9 แสดงวิธีตกตะกอน.....	14
2.10 แสดงแผนผังวิธีโซล - เจล.....	15
2.11 แสดงลักษณะของหม้อนึ่งอัดไอ (Autoclave).....	16
2.12 กฎของ Bragg.....	17
2.13 (ก) หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์และ (ข) รังสีเอ็กซ์.....	18
2.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	19
2.15 ภาพถ่ายเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น X'Pert PRO Panalytical.....	20
2.16 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่องSEM ที่เป็นจุดกำเนิดภาพ.....	21
2.17 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด.....	23
2.18 เครื่องวิเคราะห์ EDS.....	24
2.19 ส่วนประกอบหลักของเครื่อง DTA.....	25
2.20 ส่วนประกอบหลักของเครื่อง DSC.....	26
2.21 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC.....	26
2.22 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย TGA.....	27
2.23 แสดงเส้นสเปกตรัมทางทฤษฎี Stokes, Anti-Stokes และ Rayleigh lines.....	29
2.24 เครื่องมือวัดสภาพความต้านทานไฟฟ้า Four-point probe.....	30
2.25 ภาพถ่ายเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของบริษัท Thermo Electron Corporation รุ่น Helios α	32
2.26 สูตรเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างการเปลี่ยนสภาพทางความร้อนของ (ก) In ₂ O ₃ และ (ข) SnO ₂	33
2.27 การวิเคราะห์เชิงความร้อนของสารตัวอย่าง ITO ที่ In:Sn=90:10(at).....	34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.28 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของ ผงITO ในปริมาณการเจือ SnO ₂ ในอัตราส่วนที่ต่างกัน ที่อุณหภูมิการเผาที่ (ก) 700 และ (ข) 900 องศาเซลเซียส.....	35
2.29 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของผง ITO ในปริมาณการเจือ SnO ₂ ในอัตราส่วน 10% ที่อุณหภูมิการเผาต่างๆ.....	35
2.30 การส่งผ่านทางแสงของฟิล์ม PEDOT:PSS.....	36
2.31 การส่งผ่านทางแสงของฟิล์ม HC-PEDOT:PSS และ HC-PEDOT:PSS+AgNPs.....	36
3.1 แสดงตัวอย่างสารเคมีที่ใช้.....	37
3.2 แสดงตัวอย่างอุปกรณ์.....	38
3.3 แผนภาพการเตรียมผงของ Sn-doped In ₂ O ₃ ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ.....	41
3.4 แผนภาพการเตรียมผงของSn-doped In ₂ O ₃ ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	41
3.5 แผนภาพการเตรียมผงของ ITO:F ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ 10% และการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือ F ที่ %ต่างๆ.....	43
3.6 เม็ดอินเดียมทินออกไซด์ที่อัดเม็ดโดยใช้บล็อกอัดเม็ดสแตนเลส.....	43
3.7 รูปสารแขวงลอยภายหลังการปั่นกวนของปริมาณผงที่ (ก) 0% และ(ข) 15%	44
3.8 ฟิล์มบางที่เจือด้วยปริมาณผงที่ (ก) 0%, (ข) 5%, (ค) 10% และ(ง) 15%	44
3.9 ภาพถ่ายเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น X'Pert PRO Panalytical.....	45
3.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด.....	45
3.11 ภาพถ่ายเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของบริษัท Thermo Electron Corporation รุ่น Helios α	47
3.12 เครื่องวิเคราะห์EDS.....	48
3.13 เครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อน.....	49
3.14 เครื่องวิเคราะห์รามานสเปกโทรสโกปี.....	50
3.15 เครื่องวิเคราะห์ Four-point probe.....	51
4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเครื่อง TGAของผง pure In ₂ O ₃ หลังจกการตกตะกอน.....	52
4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคXRDของผงPure In ₂ O ₃ และที่การเจือที่ปริมาณต่างๆ (ก)ก่อนเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส (ข)หลังเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส....	53
4.3 การคำนวณขนาดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ภายหลังการเผาที่อัตราส่วนการเจือที่ปริมาณต่างๆ.....	54
4.4 รามานสเปกตรัมของผงอินเดียมทินออกไซด์ภายหลังการเผาที่อัตราส่วนการเจือที่ปริมาณต่างๆ.....	55

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า	
4.5	ภาพการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของผง Sn-doped In_2O_3 ที่อัตราส่วน 6% และ 10% ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมภายหลังการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส.....	56
4.6	ภาพการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FE-SEM ของผง In_2O_3 ก่อนเผาตั้งรูปและหลังเผา.....	57
4.7	(ก) ช่วงความยาวคลื่นการดูดกลืนทางแสง และ (ข) ช่วงกว้างแถบพลังงานทางแสงของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ที่อัตราส่วนการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ.....	59
4.8	ผลการวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเครื่อง TG ของผง อินเดียมทินออกไซด์ ภายหลังจากการตกตะกอนที่ปริมาณการเจือที่ 10%.....	61
4.9	การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD ของผง In_2O_3 ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	62
4.10	การคำนวณขนาดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ภายหลังการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	63
4.11	รูป FE-SEM ของ ITO nanoparticles ที่เผา (ก) 400, (ข) 700 และ (ค) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และที่กำลังขยายสูงดังแสดงในรูป (ง, จ และ ฉ).....	64
4.12	ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ออกไซด์ที่วัดโดย hall effect measurement ภายใ้การเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	65
4.13	การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD ของผง ITO:F (ก) ก่อนเผา, (ข) หลังเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ภายใ้การเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือ F.....	66
4.14	รูปกำลังขยายต่ำของภาพถ่าย SEM ของการเจือ ฟลูออรีนที่ 2%, 6% และ 10% ภายหลังจากการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	68
4.15	รูปถ่าย FE-SEM ของการเจือ ฟลูออรีนที่ 10% ภายหลังจากการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	68
4.16	EDS spectra ของการเจือ ฟลูออรีนที่ 10% ภายหลังจากการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	69
4.17	ค่าความนำไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าต้นแบบและค่าการส่องผ่านทางแสงที่การเจือ ITO:F ปริมาณต่างๆ.....	71

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

อินเดียมออกไซด์เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำชนิด N ที่มีช่องว่างแถบพลังงาน 3.55–3.75 eV ซึ่งเป็นหนึ่งในวัสดุออกไซด์นำไฟฟ้าโปร่งใสที่สำคัญของ TCO (transparent conductive oxide) เนื่องจากอินเดียมออกไซด์มีสมบัติเด่นทางด้าน การนำไฟฟ้าที่ดี มีความโปร่งใสที่สูง มีความเสถียรต่อสารเคมี จึงถูกนำมาใช้งานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใส ตัวตรวจวัดแก๊ส ตัวเร่งปฏิกิริยา และ OLED (organic light emitting diodes)[1]-[5] จะเห็นได้ว่าอินเดียมออกไซด์นั้นสามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้อย่างแพร่หลาย แต่สมบัติการนำไฟฟ้าที่ดีของอินเดียมนั้นจะเกิดจากการหายไปของออกซิเจน (oxygen vacancy) โดยการแทนที่อะตอมของทินลงในแลตทิซของอะตอมอินเดียม จะทำให้ปริมาณของการหายไปของออกซิเจนเพิ่มให้มากขึ้นและปริมาณของอิเล็กตรอนอิสระก็จะเพิ่มมากขึ้นด้วยซึ่งจะส่งผลให้การนำไฟฟ้าดีขึ้น และมีงานวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์ที่มีโครงสร้างทางนาโนในรูปแบบต่างๆเช่น แท่งนาโน (nano-rods) เส้นนาโน (nano-wires) ท่อนาโน(nano-tubes) และอนุภาคนาโน(nano-particle) ซึ่งรูปแบบต่างๆเหล่านี้จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพทางฟิสิกส์ การส่งผ่านทางแสง และการนำไฟฟ้า โดยการสังเคราะห์อินเดียมออกไซด์ ในรูปของแท่ง เส้น และท่อนาโนเหล่านี้จำเป็นต้องใช้เครื่องมือที่เตรียมภายใต้วิธีความดันและกำลังไฟฟ้าที่สูง ซึ่งจะต้องให้ต้นทุนการผลิตที่มากตามไปด้วย ดังนั้นการสังเคราะห์อินเดียมออกไซด์ในรูปแบบของอนุภาคนาโนจึงเป็นทางเลือกที่น่าสนใจ[6]-[10] และนอกจากนี้วิธีเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์เพื่อให้ได้อนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์นั้นจะมีหลายเทคนิคได้แก่ วิธีตกตะกอนร่วม(co-precipitation method) วิธีโซลเจล(sol-gel method) วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method) วิธีโซลเจลนั้นต้องใช้วัสดุหรือสารบางตัวที่มีราคาแพงโดยจะใช้เวลานานในการหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการต่อสายโซ่พอลิเมอร์ ในขณะที่วิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นต้องรักษาอุณหภูมิและความดันของสารให้อยู่ภายใต้สภาวะน้ำกึ่งวิกฤต (subcritical water) ซึ่งต้องมีอุณหภูมิและความดันต่ำกว่า 374 °C และ 22.1 MPa ตามลำดับ และมีความเสี่ยงที่อาจจะก่อให้เกิดการระเบิดได้ และจากวิธีทางเคมีที่กล่าวมาทั้งหมดนั้น เราจึงเลือกใช้วิธีตกตะกอนร่วมที่อาศัยวิธีแลกเปลี่ยนไอออน ซึ่งเป็นวิธีที่เหมาะสมที่จะนำมาสังเคราะห์อนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์เนื่องจากว่ามีข้อได้เปรียบกว่าวิธีการอื่นๆอย่างมากทั้งราคาในการสังเคราะห์ไม่แพง มีความบริสุทธิ์สูง มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และยังสามารถควบคุมรูปร่างและขนาดผลึกได้ อีกทั้งสามารถทำการสังเคราะห์สารในปริมาณมากๆได้[11],[15] และจากศึกษาวิจัยพบว่า การเจือฟลูออรีนลงในอินเดียมทินออกไซด์จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการนำไฟฟ้า โดยการเจือฟลูออรีนนั่นเข้าไปแทนที่ในส่วนของออกซิเจน ซึ่งจะส่งผลทำให้ความต้านทานลดลง อันเนื่องมาจาก การเกิดฟรีอิเล็กตรอนเกิดขึ้น ทำให้ช่วยในเรื่องของการเพิ่มประสิทธิภาพการนำไฟฟ้าเพื่อนำมาประยุกต์ใช้เป็นต้นแบบนำไฟฟ้าโปร่งใส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาหลักการและวิธีการสังเคราะห์อนุภาคอินทรีย์ที่เชื่อมด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอนร่วม
2. เพื่อศึกษาตัวแปรที่มีผลกระทบต่อสมบัติทางโครงสร้างและการนำไฟฟ้าของอนุภาคอินทรีย์ที่เชื่อมด้วยฟลูออรีนโดยวิธีตกตะกอนร่วม อาทิเช่น อุณหภูมิ และอัตราส่วนการเจือธาตุที่เหมาะสม
3. เพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใส

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1. ศึกษาค้นคว้าและทบทวนบทความวิจัยที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย
2. ศึกษาหลักการสังเคราะห์อนุภาคอินทรีย์ที่เชื่อมด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอนร่วม
3. ศึกษาอุณหภูมิและอัตราส่วนการเจือธาตุที่เหมาะสมที่มีผลต่อสมบัติทางโครงสร้าง ทางไฟฟ้าของอนุภาคนาโนอินทรีย์ที่เชื่อมด้วยฟลูออรีนภายใต้วิธีตกตะกอนร่วม
4. ศึกษาการนำมาประยุกต์ใช้ในงานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใส

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

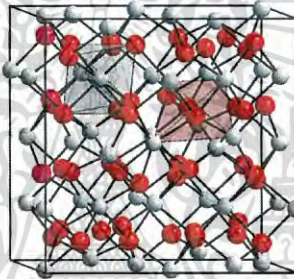
1. สามารถสังเคราะห์อนุภาคอินทรีย์ที่เชื่อมด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอนร่วมได้
2. สามารถทราบถึงเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมอนุภาคอินทรีย์ที่เชื่อมด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอนร่วมได้
3. สามารถทราบถึงวิธีการเพิ่มสมบัติทางไฟฟ้าของอนุภาคอินทรีย์ที่เชื่อมด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอนร่วมได้
4. ได้ต้นแบบของการอนุภาคอินทรีย์ที่เชื่อมด้วยฟลูออรีนไปประยุกต์ใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใสได้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 สมบัติพื้นฐานของอินเดียมออกไซด์(Indium(III)oxide)

อินเดียมออกไซด์(Indium(III)oxide) โครงสร้างของอินเดียมออกไซด์มีสูตรโมเลกุลทั่วไปคือ In_2O_3 ลักษณะโครงสร้างผลึกเป็นแบบ cubic bixbyite (C-type rare earth; I3a) อินเดียมออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นและมีความเสถียรทางเคมีสูงและทางกายภาพสูง จึงนิยมนำมาใช้กันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมและเทคโนโลยีต่างๆเช่น การใช้เป็นตัวนำโปร่งใสในเซลล์แสงอาทิตย์ การใช้เป็นกระจกสะท้อนความร้อน เนื่องจากมีแนวโน้มในการสะท้อนรังสีอินฟราเรด ซึ่งเป็นรังสีความร้อนได้ดี และมีการประยุกต์ใช้ในกระจกรถยนต์ หรืออาคาร เพื่อลดการส่องผ่านของรังสีอินฟราเรดซึ่งเป็นรังสีความร้อน



รูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างผลึกของอินเดียมออกไซด์เป็นแบบ cubic bixbyite

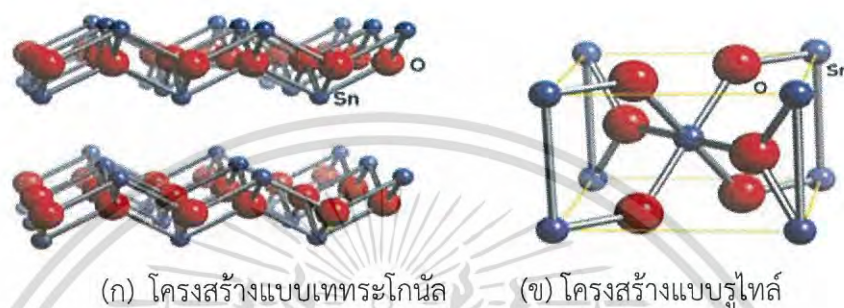
ตารางที่ 2.1 แสดงค่าพารามิเตอร์และสมบัติทางกายภาพที่สำคัญของอินเดียมออกไซด์

สูตรทางเคมี	In_2O_3
โครงสร้างผลึก	Cubic bixbyite
Lattice parameters (Å)	$a = 10.118$
ความหนาแน่น(g/cm^3)	7.179
Band gap(eV)	~3
ลักษณะ	ของแข็ง
สี	ขาว
มวลโมเลกุล	277.64 g/mol
จุดหลอมเหลว	1910 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 สมบัติพื้นฐานของทินออกไซด์ (Tin oxide)

โลหะดีบุก (Tin หรือ Stannum) เป็นธาตุที่เสถียร มีสัญลักษณ์เป็น Sn เกิดเป็นสารประกอบ Sn(II) และ Sn(IV) สารประกอบออกไซด์ของดีบุกมี 2 ชนิดคือ ทินมอนอกไซด์ (SnO) และทินไดออกไซด์ (SnO₂) โดยทินไดออกไซด์จะมีความเสถียรมากกว่า โดยมีคุณสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น เนื่องจากมีความเสถียรทางเคมีและทางกายภาพสูงจึงถูกนำมาใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวางเช่น ขั้วนำไฟฟ้าโปร่งใสในเซลล์แสงอาทิตย์และตัวเร่งปฏิกิริยาตัวตรวจวัดแก๊ส เป็นต้น



รูปที่ 2.2 แสดงโครงสร้างผลึกของ (ก) SnO และ (ข) SnO₂

ตารางที่ 2.2 แสดงค่าพารามิเตอร์และสมบัติทางกายภาพที่สำคัญของทินออกไซด์

สูตรทางเคมี	SnO ₂
โครงสร้างผลึก	Rutile
Lattice parameters (Å)	a = 4.7282 c = 3.1871
ความหนาแน่น(g/cm ³)	6.85
Band gap(eV)	~3.8
ลักษณะสี	ของแข็งขาว
มวลโมเลกุล	150.71 g/mol
จุดหลอมเหลว	1630 °C
จุดเดือด	1800 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 การเจือ (Doping) สารกึ่งตัวนำชนิดออกไซด์

เมื่อเติมสารเจือปนลงไปในสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ (Intrinsic semiconductor) เรียกว่าการเจือปนหรือการโดป ซึ่งสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ที่ผ่านการเจือปนแล้วนั้นจะถูกเรียกว่า สารกึ่งตัวนำเจือปนหรือสารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์ (Extrinsic semiconductor) จะทำให้สมบัติทางไฟฟ้าของสารกึ่งตัวนำนั้นเปลี่ยนแปลงไป ในกระบวนการของการเจือปนนั้นสารเจือจะทำหน้าที่เป็นผู้ให้ (Donor) หรือผู้รับ (Acceptor) เมื่อทำการเจืออะตอมผู้ให้จะเกิดอิเล็กตรอนอิสระขึ้นและระดับพลังงานของอิเล็กตรอนอิสระที่เกิดขึ้นจากการเจือจะอยู่ที่บริเวณส่วนบนของแถบช่องว่าง ทำให้อิเล็กตรอนดังกล่าวสามารถถูกกระตุ้นไปยังแถบนำได้ง่ายขึ้นการเจือสารแบบนี้จึงช่วยเพิ่มการนำไฟฟ้าของสารได้ สารกึ่งตัวนำที่เจือปนแบบนี้เรียกว่า สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type semiconductor) ในทางกลับกันสารกึ่งตัวนำที่เจือด้วยธาตุที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอนน้อยกว่าลงไปในสารกึ่งตัวนำ เรียกว่าสารกึ่งตัวนำที่เจือปนแบบนี้ว่า สารกึ่งตัวนำชนิดพี (P-type semiconductor) ซึ่งการเจือแบบนี้จะทำให้เกิดแถบพลังงานขึ้นที่บริเวณส่วนล่างของแถบช่องว่างที่ใกล้กับแถบวาเลนซ์อิเล็กตรอน

2.3.1 สารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ (Intrinsic semiconductor)

สารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์คือสารกึ่งตัวนำที่ไม่มีการเติมสารเจือปนหรือไม่มีการโดปสารเจือใดๆลงไปยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะโควาเลนต์ ที่อุณหภูมิ 0 K สารกึ่งตัวนำมีแถบวาเลนซ์ที่มีอิเล็กตรอนบรรจุอยู่เต็มแต่ที่แถบการนำจะว่างเปล่าไม่มีพาหะอยู่เลย เมื่อทำให้อุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้ผลึกเกิดการสั่นสะเทือนและเกิดการหลุดออกของวาเลนซ์อิเล็กตรอนแปรสภาพเป็นอิเล็กตรอนอิสระและสามารถเคลื่อนที่จากแถบวาเลนซ์ไปยังแถบการนำได้ เนื่องจากช่องว่างพลังงานในสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์มีความกว้างไม่มากนัก จึงไม่จำเป็นต้องใช้พลังงานที่สูงให้แก่อิเล็กตรอน อิเล็กตรอนก็สามารถเคลื่อนที่ไปยังแถบการนำได้ การเคลื่อนที่ของวาเลนซ์อิเล็กตรอนนั้นจะทำให้เกิดโฮล (Hole) เกิดขึ้นในแถบวาเลนซ์ซึ่งอิเล็กตรอนเป็นประจุลบและโฮลที่เกิดขึ้นเป็นประจุบวกเกิดเป็นคู่อิเล็กตรอน-โฮล (Electron-Hole pair) ธาตุกึ่งตัวนำที่นิยมอย่างแพร่หลายเพื่อใช้ทำเป็นสารกึ่งตัวนำในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์เช่น ซิลิกอน(Si) และเยอรมันเนียม(Ge)

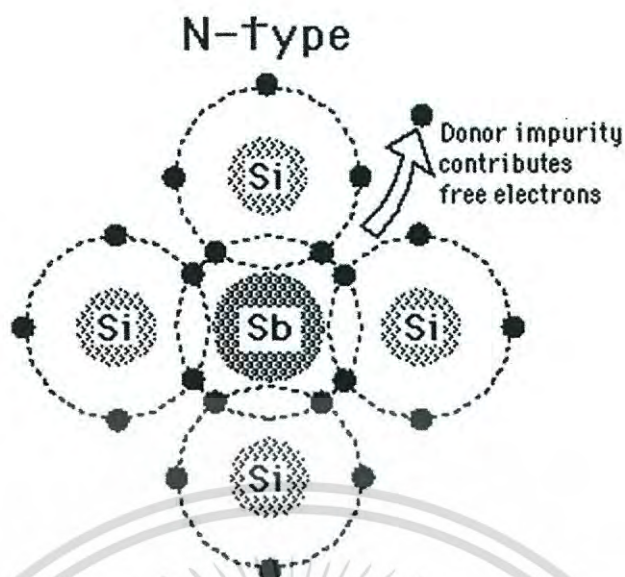
2.3.2 สารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์ (Extrinsic semiconductor)

สารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์เป็นสารที่เกิดขึ้นจากการเติมสารเจือปนหรือการโดปลงไปในสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ เช่น ซิลิกอน หรือเยอรมันเนียม เพื่อให้ได้สารกึ่งตัวนำที่มีสภาพการนำไฟฟ้าที่ดีขึ้น ซึ่งการเจือปนของสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์นั้นไม่เพียงแต่จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนที่เป็นประจุลบที่เป็นพาหะนำไฟฟ้าเท่านั้นแต่ภายในการกึ่งตัวนำยังเกิดโฮลที่เป็นประจุบวกขึ้นอีกด้วย สารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์นี้แบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือ สารกึ่งตัวนำประเภทเอ็นและสารกึ่งตัวนำประเภทพี

2.3.2.1 สารกึ่งตัวนำประเภทเอ็น (N-type semiconductor)

สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นเป็นสารกึ่งตัวนำที่เกิดจากการเติมสารเจือปนที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 5 ตัวของธาตุหมู่ V เช่น ฟอสฟอรัส(P), อาร์เซนิก(As) หรือแอนติโมนี(Sb) ลงในสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ ทำให้เกิดวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่ไม่มีพันธะขึ้นเมื่อได้รับพลังงานเพียงพอก็จะทำให้กลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระที่ทำให้เกิดการนำไฟฟ้าได้สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นจึงมีสภาพนำไฟฟ้าได้เป็นลบ (Negative) เนื่องจากมีอิเล็กตรอนเป็นพาหะข้างมาก

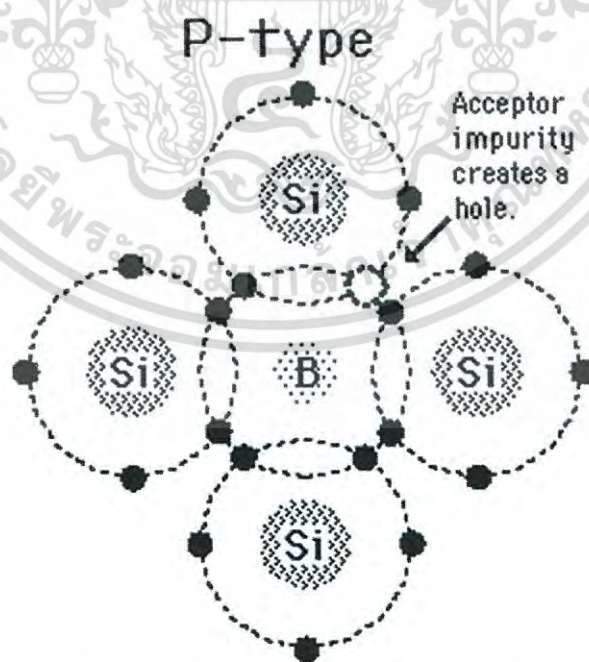
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับการใช้ในเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 แสดงลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น [17]

2.3.2.2 สารกึ่งตัวนำประเภทพี (P-type semiconductor)

สารกึ่งตัวนำชนิดพีเป็นสารกึ่งตัวนำที่เกิดจากการเติมสารเจือปนที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 3 ตัวของธาตุหมู่ III เช่น โบรอน(B), อินเดียม(In) หรือแกลเลียม(Ga) ลงในสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ เมื่ออะตอมของสารเจือที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 3 ตัว มีพันธะโควาเลนต์กับอะตอมที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 4 ตัว ทำให้เกิดโฮลอิสระขึ้น 1ตัว เป็นช่องว่างที่เกิดขึ้นในโครงสร้าง สารกึ่งตัวนำชนิดพีมีสภาพทางไฟฟ้าเป็นบวก (Positive) เนื่องจากมีโฮลเป็นพาหะข้างมาก



รูปที่ 2.4 แสดงลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดพี [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

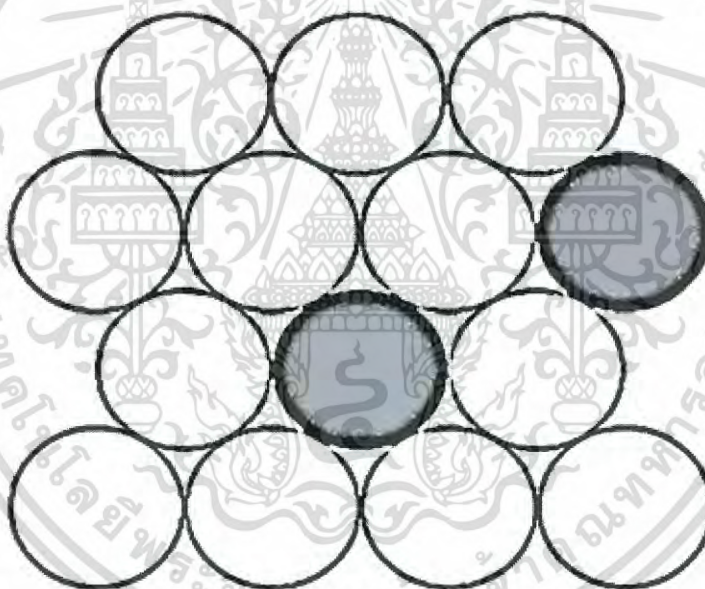
2.3.3 ผลกระทบของการเจือในอินเดียมออกไซด์

การเจือปนของสารจะทำให้สารที่ถูกเจือปนนั้นมีสมบัติที่เปลี่ยนไปเนื่องจากสารที่ใช้เจือแต่ละชนิดนั้นมีสมบัติและลักษณะที่เฉพาะตัวแตกต่างกันเช่น วาเลนซ์อิเล็กตรอน, ขนาดของไอออน, ขนาดของอะตอม หรือโครงสร้างของผลึก การเจือปนของสารจะทำให้ตำแหน่งที่อยู่ของสารเจือในโครงสร้างของสารกึ่งตัวนำแตกต่างกันขึ้นอยู่กับลักษณะของสารที่มีความเฉพาะตัว

2.3.3.1 การเจือเข้าไปแทนที่ (Substitution)[18]

อะตอมของสารเจือจะเข้าไปอยู่ในโครงสร้างผลึกโดยจะเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของอะตอมภายในโครงสร้างของสารกึ่งตัวนำ โดยที่มีข้อจำกัดของอะตอมของสารกึ่งตัวนำและอะตอมของสารเจือคืออะตอมที่เข้าไปแทนที่นั้นจะต้องมีสมบัติ

- มีความแตกต่างกันของค่าแรงดันไฟฟ้าเคมีน้อย
- มีขนาดของรัศมีอะตอมต่างกันไม่เกิน 14%
- มีค่าวาเลนซ์ (Valency) เท่ากัน



รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะการเจือเข้าไปแทนที่

2.3.3.2 การเจือแทรกตัว (Interstitial)[18]

อะตอมของสารเจือจะเข้าไปแทรกอยู่ในโครงสร้างของสารกึ่งตัวนำโดยที่ไม่ได้เข้าไปแทนที่ของอะตอม กล่าวคืออะตอมหรือไอออนของสารเจือปนนั้นจะต้องมีขนาดเล็กพอเพื่อที่จะเข้าไปแทรกอยู่ในระหว่างที่ว่างของอะตอมของสารกึ่งตัวนำ ทำให้โครงสร้างผลึกของสารกึ่งตัวนำนั้นไม่เกิดการผิดรูปหรือถูกทำลายไป การเจือสารในลักษณะนี้สามารถเกิดได้ในปริมาณที่น้อยมากๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 แสดงลักษณะการเจือแทรกตัว

2.3.4 การนำไฟฟ้าของอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยที่ทินและฟลูออรีน

คุณสมบัติทางไฟฟ้าของอินเดียมออกไซด์ จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของสารเจือในปริมาณน้อยๆและเงื่อนไขอุณหภูมิการเผา โดยเมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้น อินเดียมออกไซด์จะสูญเสียออกซิเจนไป ทำให้ไอเล็กตรอนของอินเดียมไม่มีพันธะกับออกซิเจน และเกิดเป็นไอเล็กตรอนอิสระ ซึ่งการเผานี้จะเป็นการเพิ่มจำนวนไอเล็กตรอนอิสระให้มากขึ้นและจากการเจือทินลงไปโครงสร้างของอินเดียมออกไซด์ในปริมาณที่เหมาะสม จะทำให้ อะตอมของทิน(Sn^{4+}) ซึ่งมีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 4 ตัวและมีขนาดเล็กกว่า($r = 0.71 \text{ \AA}$) จะเข้าไปแทนที่ในตำแหน่งของ อินเดียมอะตอม (In^{3+}) ที่มีขนาดใหญ่กว่า($r = 0.81 \text{ \AA}$) และเข้าไปทำพันธะกับออกซิเจนในโครงสร้าง แต่เนื่องจากทินมีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 4 ตัว และอินเดียมมีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 3 ตัว ทำให้เมื่อแทนที่ไปแล้วจะมีอิเล็กตรอนของทินเหลือ 1 ตัวที่ไม่ได้ทำพันธะกับอะตอมของออกซิเจน แต่จะเกาะอยู่กับนิวเคลียสของทินอย่างหลวมๆ และเมื่อได้รับพลังงานกระตุ้นเข้าไปในปริมาณเล็กน้อยก็จะทำให้อิเล็กตรอนนี้กลายเป็นไอเล็กตรอนอิสระ (Free electron) และสามารถนำไฟฟ้าได้ และในส่วนของ การเจือฟลูออรีนลงในโครงสร้างของอินเดียมออกไซด์นั้นจะทำให้อะตอมของฟลูออรีน(F^{-}) ซึ่งมีขนาดที่ใหญ่กว่า($r = 1.33 \text{ \AA}$) เข้าไปแทนที่ในตำแหน่งของ ออกซิเจนอะตอม(O^{2-}) ที่มีขนาดเล็กกว่า($r = 1.32 \text{ \AA}$) ส่งผลทำให้การทำพันธะระหว่างอินเดียมกับออกซิเจนนั้นหายไปและเกิดอิเล็กตรอนของอินเดียมเพิ่มขึ้นมา 1 ตัว

2.4 สมบัติพื้นฐานของการนำไฟฟ้า

2.4.1 สภาพต้านทานไฟฟ้า[19]

กระแสไฟฟ้าไหลในตัวนำที่เป็นของแข็งที่มีความต่างของศักย์ไฟฟ้า โดยปรกติความหนาแน่นกระแส J เป็นสัดส่วนกับสนามไฟฟ้า E ;

$$J = \frac{E}{\rho} = \sigma E \quad (2.1)$$

เมื่อ ρ คือ สภาพต้านทานไฟฟ้า และ σ คือ สภาพนำไฟฟ้า สมการ (2.1) เป็นสมการที่แสดงกฎของโอห์ม ในรูปที่ 2.7 แสดงการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้า โดยที่มีกระแส I ผ่านแท่งตัวนำที่มีภาคตัดขวางคงที่ A



รูปที่ 2.7 การวัดสภาพการนำไฟฟ้าของตัวอย่างที่มีพื้นที่ภาคตัดขวาง A [19]

และความแตกต่างของศักย์ไฟฟ้า $(V_2 - V_1)$ ซึ่งถูกวัดระหว่าง 2 จุด ความหนาแน่นกระแส J ในแท่งตัวนำเท่ากับ I/A และสนามไฟฟ้าเป็น $\frac{(V_2 - V_1)}{L}$

$$J = \frac{I}{A} = \frac{\sigma(V_2 - V_1)}{L} \quad (2.2)$$

กฎของโอห์มโดยทั่วไปเขียนสมการนำไฟฟ้าได้เป็น

$$\sigma = \frac{J}{E} = \frac{(I/A)}{(V_2 - V_1)/L} \quad (2.3)$$

เมื่อ $(V_2 - V_1) = IR$ เขียนสมการ (2.3) ได้เป็น

$$\sigma = \frac{(I/A)}{IR/L} \quad (2.4)$$

$$\sigma = \frac{L}{RA} \quad (2.5)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สมการความต้านทานไฟฟ้าของแท่งตัวนำยาว L ในภาพประกอบ 2.7 คือ

$$R = \frac{L}{\sigma A} = \frac{\rho L}{A} \quad (2.6)$$

เมื่อพื้นที่ภาคตัดขวาง A เท่ากับ wd และ $\rho = 1/\sigma$ จากสมการ (2.6) จึงเขียนสมการใหม่ได้เป็น

$$R = \frac{\rho L}{wd} = \frac{L}{wd} \frac{1}{\sigma} \quad (2.7)$$

เมื่อ R คือความต้านทานไฟฟ้า, L คือความยาว, w คือความกว้าง และ d คือความหนา ความต้านทานไฟฟ้าขึ้นอยู่กับรูปทรงของวัสดุและสภาพต้านทานไฟฟ้าของวัสดุชนิดเดียวกัน จะมีค่าเท่ากัน ความต้านทานไฟฟ้ามีหน่วย เป็นโอห์ม (Ω) สภาพต้านทานไฟฟ้า มีหน่วย เป็นโอห์มเซนติเมตร ($\Omega \cdot \text{cm}$) และสภาพนำไฟฟ้ามีหน่วยเป็นต่อโอห์มเซนติเมตร (Ω/cm)

2.4.2 การวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าด้วยวิธีการวัดฮอลล์ (Hall effect measurement)[20]

ในปี คศ.1874 ฮอลล์พบว่าหากนำสนามแม่เหล็กในทิศตั้งฉากกับทิศทางการไหลของกระแสในตัวนำแล้วจะเกิดสนามไฟฟ้าที่มีทิศตั้งฉากกับทิศทางของกระแส และทิศทางของสนามแม่เหล็กภายในตัวนำนั้น ซึ่งมีผลมาจากแรงลอเรนซ์ (Lorentz force) ที่ทำให้ทิศทางการไหล ของพาหะเบี่ยงเบนไปทำให้ไปกองอยู่ด้านใดด้านหนึ่งของแท่งตัวนำจนเกิดสนามไฟฟ้าขึ้นมาได้

การวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าสามารถกระทำได้โดยอาศัยปรากฏการณ์ฮอลล์แสดงดังรูปที่ 2.8 พิจารณาจากสารกึ่งตัวนำที่มีชนิดการนำไฟฟ้าเป็นแบบชนิดพี สนามแม่เหล็กที่ให้ตั้งฉากกับทิศการเคลื่อนที่ของโฮล โดยแรงรวมของ 1 โฮลมีค่าเท่ากับผลรวมของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กตั้งสมการ

$$\vec{F} = q(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}) \quad (2.8)$$

แรงในทิศแกน y คือ

$$F_y = q(E_y + v_x \times B_z) \quad (2.9)$$

เมื่อใส่สนามไฟฟ้า E_x ในแนวแกน x มีกระแสไฟฟ้าไหลในแนวแกน x และมีสนามแม่เหล็กความเข้ม B_z ในแนวแกน Z ดังรูปที่ 2.8 จะเกิดแรงลอเรนซ์ขึ้นซึ่งมีค่าเท่ากับ $qv_x B_z$ มีทิศในแกน $-y$ กระทำบนโฮลแล้วทำให้โฮลวิ่งลงมารวมกันอยู่ข้างล่างเกิดสนามไฟฟ้า E_y ในแนวแกน $+y$ เมื่อเกิดความสมดุลจะไม่มีการไหลในแนวแกน y คือ แรงเนื่องจากสนามไฟฟ้า E_y จะเท่ากับแรงลอเรนซ์ $qv_x B_z$ ดังสมการ

$$qE_y = qv_x B_z \quad (2.10)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะได้

$$E_y = v_x B_z \quad (2.11)$$

โดยกำหนดให้ $+q$ และ p_0 ใช้สำหรับโฮล จะได้ค่าสนามไฟฟ้าในทิศแกน y ดังสมการ

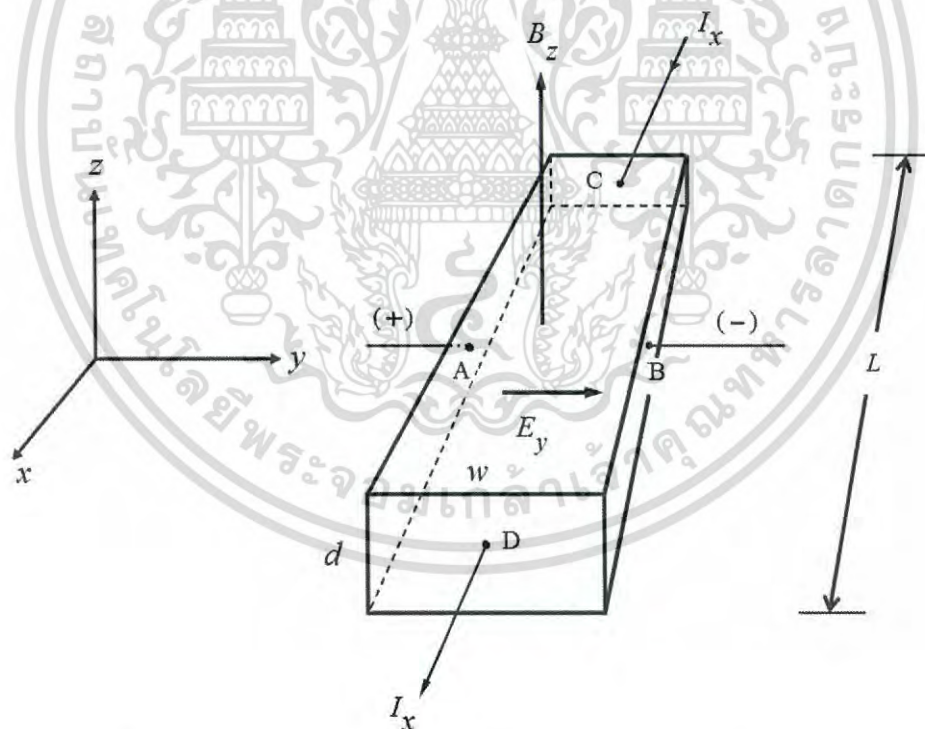
$$E_y = \frac{J_x}{qp_0} B_z = R_H J_x B_z \quad , \quad R_H \equiv \frac{1}{qp_0} \quad (2.25)$$

เมื่อ J_x คือ ความหนาแน่นของกระแส

R_H คือ สัมประสิทธิ์ของฮอลล์ (Hall coefficient)

สนามของฮอลล์ (Hall field) นั้น เป็นสัดส่วนของผลคูณของความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นพลักซ์แม่เหล็ก เมื่อทราบค่ากระแสและสนามแม่เหล็กที่ให้เข้าไป สามารถวัดค่าศักย์ไฟฟ้าฮอลล์ (Hall voltage) ได้ และสามารถคำนวณค่าความหนาแน่นของโฮล (p_0) ดังสมการ (2.12)

$$p_0 = \frac{1}{qR_H} = \frac{J_x B_z}{qE_y} = \frac{(I_x / wd) B_z}{q(V_{AB} / w)} = \frac{I_x B_z}{qdv_{AB}} \quad (2.12)$$



รูปที่ 2.8 การวัดความหนาแน่นพาหะโดยอาศัยปรากฏการณ์ฮอลล์[20]

เมื่อทำการวัดความต้านทาน (R) จะสามารถคำนวณค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า (ρ) ได้จากสมการ

$$\rho(\Omega\text{cm}) = \frac{Rwd}{L} = \frac{v_{CD} / I_x}{L/wd} \quad (2.13)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยสภาพนาไฟฟ้า (σ) มีค่าเท่ากับ

$$\sigma = \frac{1}{\rho} = q\mu_p p_0 \quad (2.14)$$

เมื่อ μ_p เป็นความคล่องตัวของพาหะโฮล

ค่าความคล่องตัวของพาหะโฮลคืออัตราส่วนระหว่างสัมประสิทธิ์ของฮอลล์และสภาพนาไฟฟ้า ดังสมการ

$$\mu_p = \frac{\sigma}{qp_0} = \frac{1/\rho}{q(lqR_H)} = \frac{R_H}{\rho} \quad (2.15)$$

2.5 พลังงานแสง[21]

แสงเป็นพลังงานช่วงหนึ่งของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งเดินทางด้วยอัตราเร็ว 300,000 กิโลเมตรต่อวินาที ในรูปของคลื่นตามขวางที่มีทิศทางการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับการสั่นโดยสามารถอธิบายได้จากสมการของแมกซ์เวลล์ สำหรับช่วงที่เรียกว่าแสงนั้นจะอยู่ในช่วงที่ตามองเห็น (Visible light) ซึ่งมีความยาวคลื่นประมาณ 400 ถึง 700 นาโนเมตรเท่านั้น หากนำแท่งปริซึม (Prism) มาหักเหแสงขาวที่มาจากดวงอาทิตย์ จะทำให้เกิดการหักเหออกเป็นช่วงสเปกตรัม (Spectrum) โดยแสงแต่ละสีจะมีความยาวคลื่น ความถี่ และพลังงานที่แตกต่างกัน และยังมีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดอื่นๆอีกนอกจากแสงที่ตามองเห็นดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 แสดงสเปกตรัมและพลังงานของแสง[21]

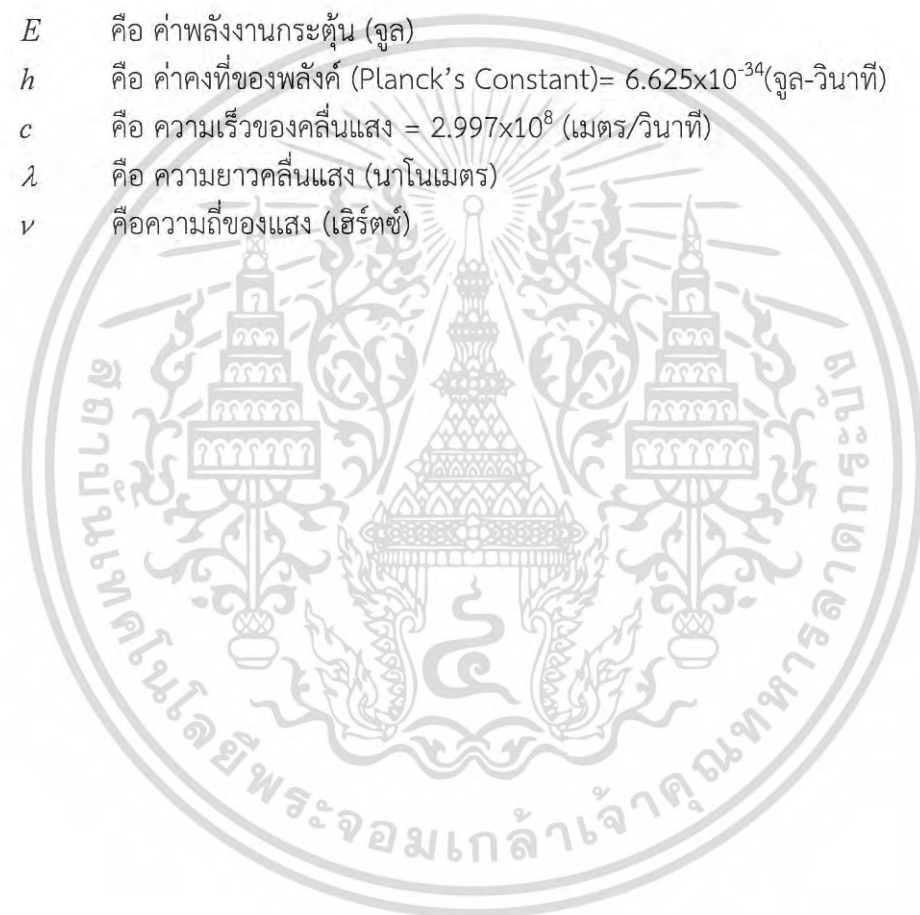
สี	ความยาวคลื่น λ (nm)	ความถี่ ν (Hz)	เลขคลื่น K (cm^{-1})	พลังงาน (J)	พลังงาน (eV)
Infrared, far	30,000	1.00×10^{13}	333	6.63×10^{-21}	0.041
Infrared, near	1,000	3.00×10^{14}	10,000	1.99×10^{-19}	1.24
แดงเข้ม	700	4.29×10^{14}	14,300	2.84×10^{-19}	1.77
แดงส้ม	650	4.62×10^{14}	15,400	3.06×10^{-19}	1.91
ส้ม	600	5.00×10^{14}	16,700	3.31×10^{-19}	2.06
เหลือง	580	5.17×10^{14}	17,240	3.43×10^{-19}	2.14
เขียวเหลือง	550	5.45×10^{14}	18,200	3.61×10^{-19}	2.25
เขียว	525	5.71×10^{14}	19,100	3.78×10^{-19}	2.36
เขียวน้ำเงิน	500	6.00×10^{14}	20,000	3.98×10^{-19}	2.48
น้ำเงิน	450	6.66×10^{14}	22,200	4.42×10^{-19}	2.75
ม่วง	400	7.50×10^{14}	25,000	4.97×10^{-19}	3.10
Ultraviolet, long wave	366	8.20×10^{14}	27,300	5.43×10^{-19}	3.39
Ultraviolet, short wave	254	1.18×10^{15}	39,400	7.82×10^{-19}	4.89

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พลังงานแสงที่เกิดขึ้นจะอยู่ในรูปของโฟตอน (Photon) โดยโฟตอนนั้นเป็นอนุภาคของแสง ซึ่งไม่มีมวล แต่เคลื่อนที่ด้วยความเร็ว 2.997×10^8 เมตรต่อวินาที และพลังงานของโฟตอนนั้นแปรผันตามความถี่ ในขณะที่แปรผกผันกับความยาวคลื่น เป็นไปตามกฎของพลังก์ (Planck's Law) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (2.16)

$$E = \frac{hc}{\lambda} = h\nu \quad (2.16)$$

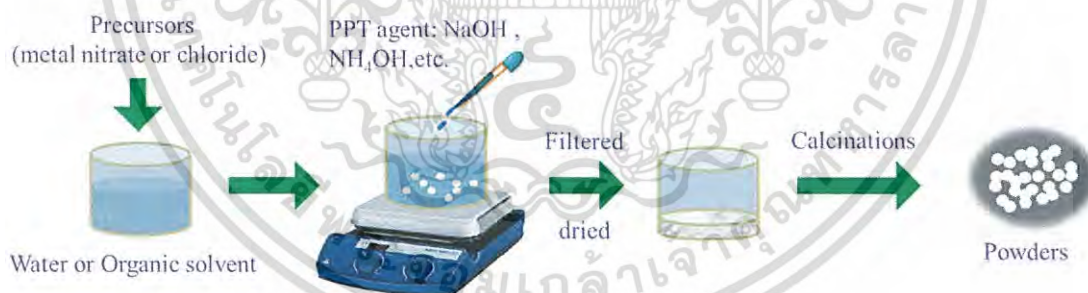
เมื่อ	E	คือ ค่าพลังงานกระตุ้น (จูล)
	h	คือ ค่าคงที่ของพลังก์ (Planck's Constant) = 6.625×10^{-34} (จูล-วินาที)
	c	คือ ความเร็วของคลื่นแสง = 2.997×10^8 (เมตร/วินาที)
	λ	คือ ความยาวคลื่นแสง (นาโนเมตร)
	ν	คือ ความถี่ของแสง (เฮิร์ตซ์)



2.6 เทคนิคการเตรียมอินเดียมทินออกไซด์

2.6.1 วิธีตกตะกอน (Precipitation method)

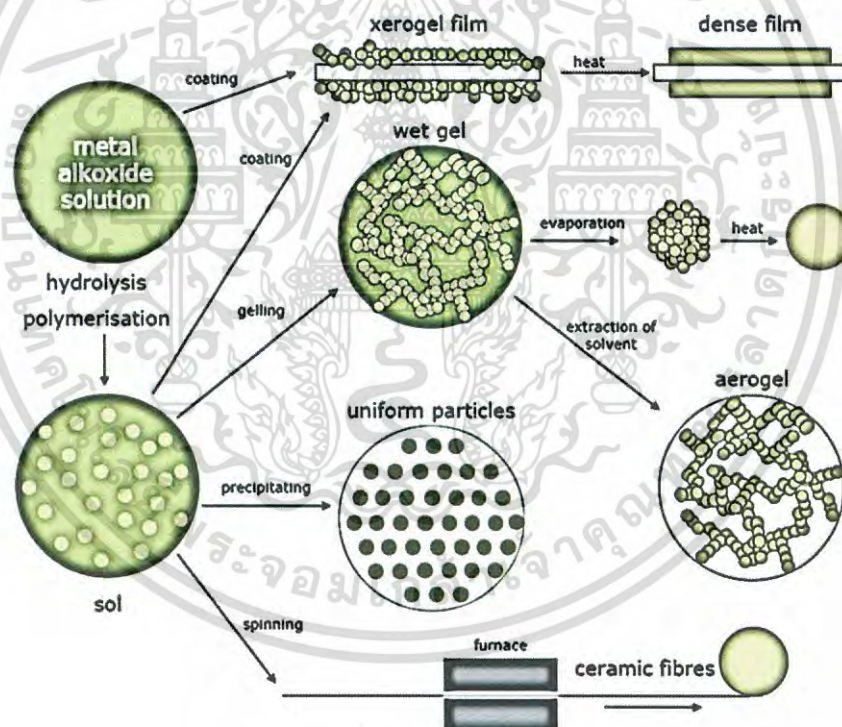
วิธีตกตะกอนคือการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายเกิดการแยกตัวออกมาจากสารละลายโดยอาศัยการเติมสารเคมีอย่างช้าๆ ในปริมาณที่เหมาะสม เปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันเพื่อลดอัตราการละลายของสารละลายทำให้เกิดการตกตะกอนขึ้น กลไกสำคัญในวิธีตกตะกอนเกิดจากการที่นิวเคลียส (Nucleus) และการเติบโตของโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมในสารละลายโดยการเกาะแนบอยู่บนพื้นผิวจะทำให้การเติบโตของอนุภาคเปลี่ยนแปลงไป และยังเกิดการเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกันทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบแอนไอโซทรอปี (Anisotropy) สารละลายที่มีระดับความอิ่มตัวแบบยิ่งยวดเพิ่มสูงขึ้นอาจมีอัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นด้วยส่งผลให้ไอออนทั้งหมดเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็วและขนาดของตะกอนที่ได้มีขนาดของอนุภาคที่เล็ก การเติมตัวช่วยเร่งให้เกิดการตกตะกอนเร็วขึ้นลงไป ในสารละลายอาจทำให้ตะกอนที่ได้ละลายกลับกลายเป็นสารละลายเดิมได้ถ้าเติมในปริมาณที่สูงเกินไป การเติมสารตัวช่วยนั้นจึงควรเติมให้ปริมาณที่เหมาะสมเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างช้าๆ ถ้าการตกตะกอนเกิดขึ้นเร็วเกินไปอาจทำให้โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมเข้าไปปะปนในเนื้อของตะกอนได้เป็นสาเหตุให้ตะกอนที่ได้เกิดความไม่บริสุทธิ์ ในบางครั้งจึงต้องเพิ่มขั้นตอนของการตกตะกอนย่อย (Digestion) เข้าไปอีกโดยการให้ความร้อนแก่สารละลายเพื่อให้ตะกอนกลับไปเป็นสารละลายดั้งเดิมแล้วเริ่มวิธีตกตะกอนใหม่ ในการตกตะกอนสามารถควบคุมอัตราการตกตะกอนได้โดยการควบคุมอุณหภูมิ, อัตราการผสมกันของสารละลาย, ความเข้มข้นของสารละลาย และค่า pH เทคนิคการตกตะกอนนิยมนำมาใช้อย่างแพร่หลายในการเตรียมสารประกอบออกไซด์เนื่องจากให้ความบริสุทธิ์สูงและขนาดอนุภาคที่ได้มีขนาดเล็ก



รูปที่ 2.9 แสดงวิธีตกตะกอน

2.6.2 วิธีโซล - เจล (Sol - gel method)

วิธีโซล - เจลนั้นเป็นวิธีที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายเนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถเตรียมได้สารที่มีความบริสุทธิ์สูง, สามารถเตรียมที่อุณหภูมิที่ต่ำ, ต้นทุนต่ำ และไม่ต้องทำภายใต้ระบบปิด สารละลายที่ใช้ก็สามารถหาได้ง่ายเช่น น้ำหรือแอลกอฮอล์ วิธีการโซล - เจลเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตและยังสามารถนำไปดัดแปลงเพื่อประยุกต์ใช้ในงานการผลิตวัสดุได้หลากหลาย เช่นการผลิตเป็นวัสดุเซรามิกโดยการให้ความร้อนกับเจล การผลิตแผ่นฟิล์มบางโดยนำเจลไปเคลือบบนวัสดุที่ต้องการแล้วนำไปให้ความร้อนจนกลายเป็นฟิล์มที่มีความหนาแน่นสูงชัน วิธีนี้สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล การสังเคราะห์ผงด้วยวิธีนี้ทำได้โดยการใช้สารตั้งต้นและสารละลายนำมาผสมกันในปริมาณที่เหมาะสม แล้วทำให้เกิดการกระจายตัวเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากสารละลายมีความเข้มข้นมากขึ้น หลังจากของเหลวบางส่วนระเหยไปจะเกิดการเหนียวน้ำให้เกิดการสร้างพันธะซึ่งสารละลายจะมีความหนืดขึ้นเรื่อยๆจนกลายเป็นเจล วิธีทั้งหมดนั้นจะเกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาการสลายด้วยน้ำ (Hydrolysis) และปฏิกิริยาควบแน่น (Condensation) เมื่อสารละลายที่ได้กลายเป็นเจลแล้วเมื่อนำไปให้ความร้อนในอุณหภูมิที่เหมาะสมจะเกิดเป็นผงของสารละลายที่ต้องการ



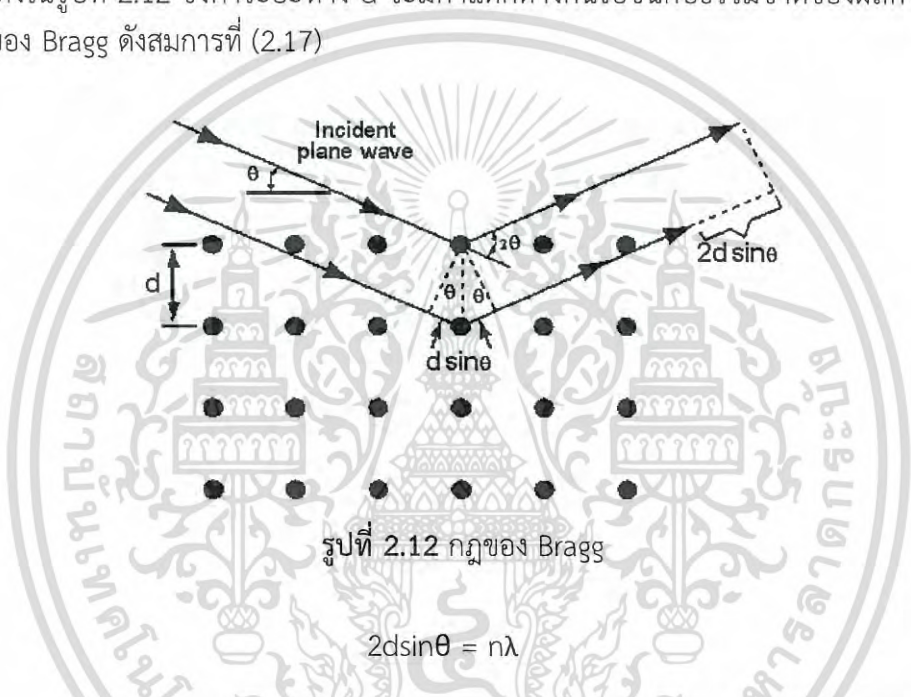
รูปที่ 2.10 แสดงแผนผังวิธีโซล - เจล [22]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

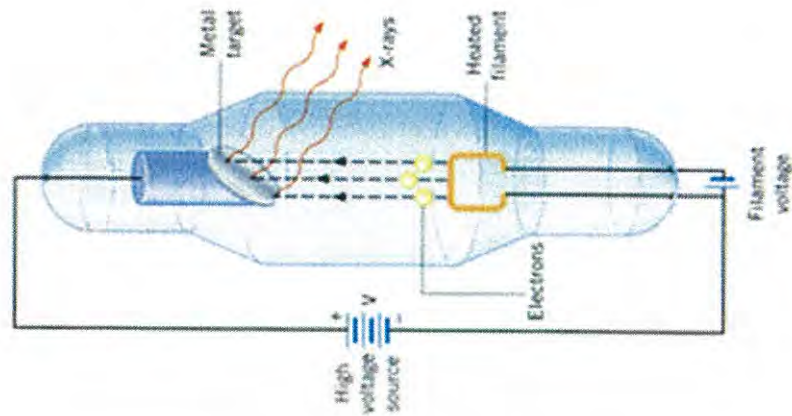
2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.7.1 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer : XRD)[24]

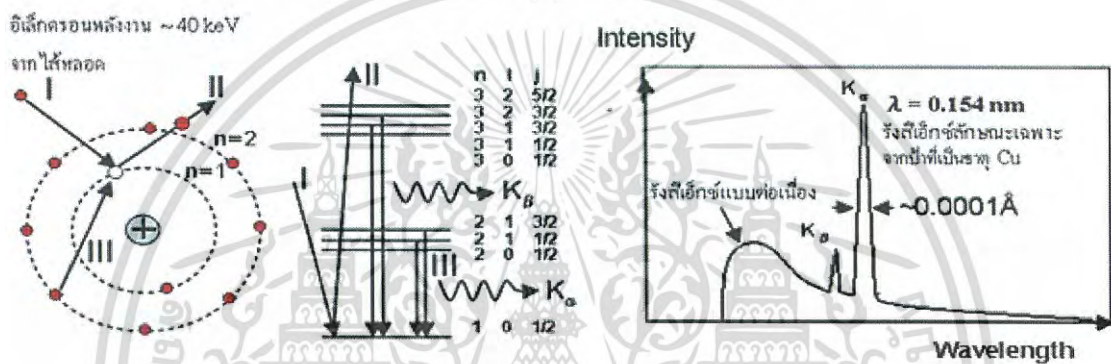
การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(XRD)เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง(Non - destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มีมุมต่างๆกันผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่างซึ่งวัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกันแต่ระยะนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.12 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติของผลึกจะเป็นไปตามกฎของ Bragg ดังสมการที่ (2.17)



ซึ่งการเกิดรังสีเอ็กซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศดังรูปที่ 2.13 (ก) โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ในหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวดอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงทำให้เคลื่อนที่เส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนดซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดงอิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้ไอเล็กตรอนวงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้นเป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L-shell และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้นโดยการคายรังสีเอ็กซ์ออกมาดังรูป 2.13 (ข) รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ไปยังสารตัวอย่างและรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอ็กซ์



(ก)



(ข)

รูปที่ 2.13 (ก) หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์และ (ข) รังสีเอ็กซ์

สมการที่ (2.18) เรียกว่า กฎของแบรกก์ ในทางผลึกวิทยา (Crystallography) สามารถมองผลึกว่าประกอบด้วยระนาบของอะตอมต่างๆ โดยการระบุระนาบจะใช้สัญลักษณ์ (h k l) ซึ่งค่า hkl เรียกว่า ดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices) เป็นเลขจำนวนเต็มตั้งแต่ 0,1,2,... ระยะห่างระหว่างระนาบในชุดเดียวกันขึ้นอยู่กับดัชนีมิลเลอร์ (h k l) และค่าคงที่ของโครงผลึก (a, b, c, α, β, γ) ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกจะมีค่าต่างกันไปตามระบบผลึกแบบต่างๆ ในกรณีอย่างง่าย เมื่อพิจารณาผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก (Cubic) ซึ่งมีค่าคงที่โครงผลึกดังนี้ $a = b = c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ จะได้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \tag{2.18}$$

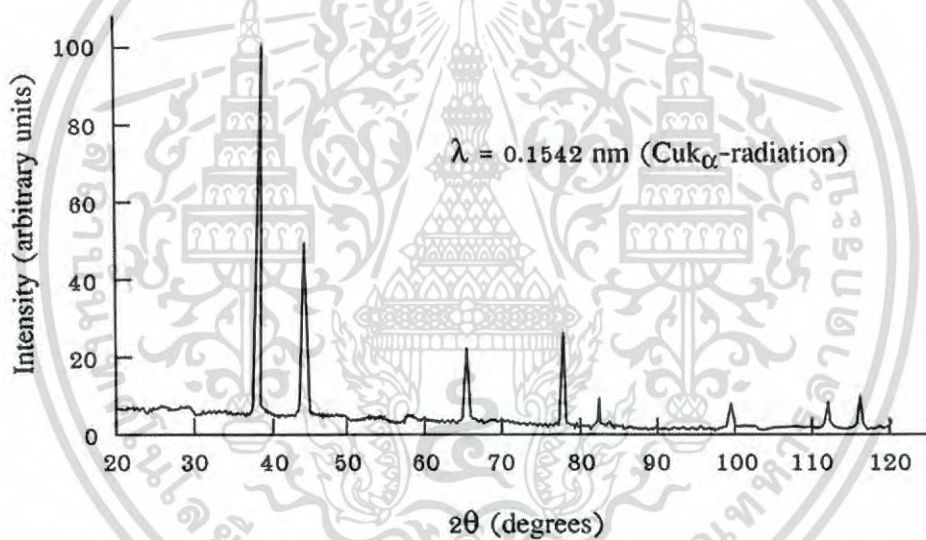
ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกดังสมการ

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \tag{2.19}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เมื่อ a คือ ค่าคงที่แลตทิซ
 λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์
 θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

ระนาบต่างๆในผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg plane) มุมที่รังสีสะท้อนทำกับระนาบที่ขนานกับรังสีตกกระทบ เรียกว่า มุมเลี้ยวเบน (Diffraction angle) ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของมุมสะท้อน เมื่อนำฟิล์มบางที่เตรียมขึ้นมาไปวัดด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆจะถูกตรวจหา ค่าทั้งสองจะนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้ เรียกว่า แบบอย่างการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ซึ่งจะมีลักษณะเฉพาะสำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน เมื่อได้ข้อมูลดังกล่าวมาแล้วก็จะสามารถคำนวณหาค่าคงที่ของโครงสร้างผลึกแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แสดงดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

จากสมการ Sherrer's equation สามารถหาค่าขนาดของเม็ดผลึกได้ดังนี้ (Grain size)

$$D = \frac{K\lambda_x}{\beta_{2\theta} \cos \theta} \quad (2.20)$$

- เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก
 K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก ($0.89 \leq K \leq 0.94$)
 θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน
 $\beta_{2\theta}$ คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน (Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak: FWHM)

λ_x คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



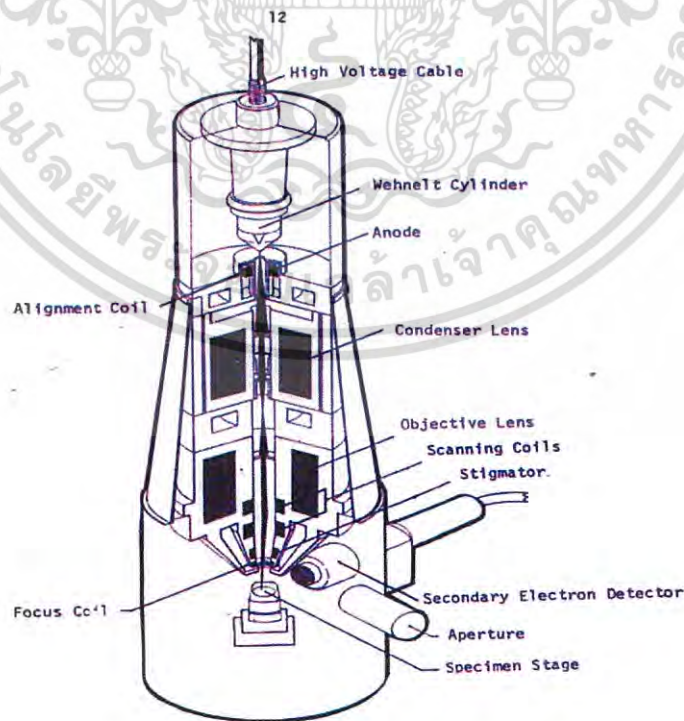
รูปที่ 2.15 ภาพถ่ายเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น X'Pert PRO Panalytical

2.7.2 การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope: FE-SEM)[25]

Field Emission Scanning Electron Microscope เรียกว่า FE-SEM หรือในภาษาไทยเรียกว่ากล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดใช้อิเล็กตรอนในการสร้างภาพขยายเช่นเดียวกับเครื่อง Transmission Electron Microscopy (TEM) แต่มีความแตกต่างในรายละเอียดของกระบวนการในการสร้างภาพอย่างมากโดยเครื่อง FE-SEM นั้นจะมีกำลังขยายที่สูงกว่าเครื่อง SEM โดยเครื่อง SEM เครื่องแรกประดิษฐ์ขึ้นในช่วงทศวรรษที่ 1960 จากนั้น เครื่อง SEM ก็ค่อยๆ กลายเป็นเครื่องมือที่นำไปประยุกต์ใช้แพร่หลายไปทั้งในด้านวิทยาศาสตร์เทคโนโลยี การแพทย์ อุตสาหกรรม นิติวิทยาศาสตร์ โบราณคดีและอื่นๆ อีกหลายด้านซึ่งอิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นโดยใช้ Electron Gun จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสให้เข้มข้นและเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงโดย Condenser Lens จากนั้นจะถูกโฟกัสให้ตกลงบนผิวตัวอย่าง โดย Objective Lens ซึ่ง ณ ตอนนี้อิเล็กตรอนที่ตกลงบนผิวตัวอย่างจะเป็นเพียงจุดที่เล็กมาก Scan Coil จะควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนให้กวาดจากซ้ายไปขวาเมื่อสุดก็เลื่อนลงอีกชั้นและกวาดจากซ้ายไปขวาอีกครั้ง เป็นเช่นนี้จนครบเฟรมการกวาดลำอิเล็กตรอนเช่นนี้เรียกว่า Raster scan และเมื่อครบเฟรม แล้วก็ไปเริ่มสแกนที่จุดแรกใหม่ในการกวาดลำอิเล็กตรอนในแต่ละเฟรม จะถูกกำหนดจำนวนจุดและแถวไว้แน่นอนโดยในภาพตัวอย่าง 1 เฟรม ตามเส้นตามแนวนอนจะประกอบด้วยจุด 1000 จุด และมีทั้งหมด 1000 เส้นที่ผิวตัวอย่างที่อิเล็กตรอนตกใส่จะเกิดสัญญาณอิเล็กตรอนขึ้นหลายรูปแบบซึ่งคล้ายกับการที่แสงตกกระทบวัตถุและสะท้อนออกจากผิววัตถุในที่นี้ถ้ากล่าวอย่างง่าย ๆ ว่าถ้าผิวตัวอย่างเรียบก็จะให้สัญญาณสะท้อนอิเล็กตรอนได้ดี แต่ถ้าผิวตัวอย่างเป็นหลุมลึกก็จะไม่ให้สัญญาณหรือให้ได้น้อยซึ่งเราสามารถรับสัญญาณได้โดยใช้ตัวตรวจจับที่เหมาะสมกับชนิดของสัญญาณ

เอกสารนี้เป็นทรัพย์สินทางปัญญาของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี การนำเอกสารนี้ไปใช้โดยไม่ผ่านการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สัญญาณที่ได้จะนำมาขยายให้มีความแรงที่เหมาะสมแล้วนำมาสร้างเป็นภาพ ถ้าเราใช้หลอดรังสีแคโทด (Cathod ray tube, CRT) เพื่อแสดงภาพในหลอดรังสีแคโทดจะมีการสร้างลำอิเล็กตรอนและถูกบีบให้เป็นลำเล็กๆแต่มีเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่าในกล้องของเครื่องSEMมาก กล่าวคือในเครื่องSEM ลำอิเล็กตรอนมีขนาดศูนย์กลางในระดับนาโนเมตรแต่ในจอภาพมีขนาดศูนย์กลางประมาณ 0.1 เซนติเมตรเมื่อพิจารณาอัตราส่วนของลำอิเล็กตรอนของเครื่องSEM ต่อ จอภาพจะพบว่าห่างกันถึง 20,000 เท่าทำให้เกิดเป็นอัตราส่วนของกำลังขยายที่จะให้ภาพที่มีรายละเอียดได้ดีซึ่งจะได้กล่าวต่อไป การสแกนในจอภาพจะถูกควบคุมให้มีการสแกนแบบ Raster scan พร้อมๆ กับการสแกนของลำอิเล็กตรอนในกล้องขณะเดียวกันความสว่างของจุดอิเล็กตรอนในจอภาพจะขึ้นอยู่กับความแรงของสัญญาณจาก Amplifier ที่ขยายสัญญาณจากตัวตรวจจับรับสัญญาณอิเล็กตรอนในกล้อง ถ้าสัญญาณแรงก็จะให้ความสว่างของลำอิเล็กตรอนมากเมื่อส่งลงบนจอภาพก็จะปรากฏเป็นจุดสว่างในทางกลับกันถ้าสัญญาณเบาาก็จะได้จุดที่มีความสว่างน้อยบนจอก็จะปรากฏเป็นจุดสว่างน้อยด้วยบนจอภาพจะทำการเรียงจุดของสัญญาณที่ได้นี้เป็นแถวจนครบเฟรมก็จะได้เป็นภาพออกมา ถ้าบนจอภาพมีขนาดกว้างและยาวเป็น 20 เซนติเมตร และเรากำหนดการกวาดลำอิเล็กตรอนในกล้อง ให้ 1 เฟรมมีพื้นที่ขนาดกว้างยาวเป็น 20 เซนติเมตรด้วย อัตราส่วนการขยายของภาพก็จะเป็น 1 เท่า แต่ถ้าเราให้การกวาดลำอิเล็กตรอนในกล้องเป็นพื้นที่ 1×1 เซนติเมตรก็จะขยายภาพเป็น 20 เท่า แต่ในความเป็นจริงขนาดของการสแกน 1 เฟรมในกล้องอาจควบคุมให้เล็กมากถึงระดับไมโครเมตรโดยที่การสแกนบนหน้าจอยังเท่าเดิมดังนั้นการขยายจึงได้ถึงระดับหมื่นเท่าอิเล็กตรอนจาก Column ของเครื่องSEM เราเรียกว่า Primary Electron เมื่อตกกระทบผิวตัวอย่างจะมีสัญญาณหลายอย่างเกิดขึ้น แต่พอจะแบ่งเป็นกลุ่มได้สองกลุ่มคือ Inelastic scattering และ Elastic scattering ซึ่งมีส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM ดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่องSEM ที่เป็นจุดกำเนิดภาพ[25]

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง การนำเอกสารนี้ไปใช้โดยไม่ผ่านการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.2.1 แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun)

อยู่ด้านปลายบนสุดของ Column ซึ่งต่อกับสายไฟฟ้าแรงสูงที่ต่อจากหม้อแปลงไฟฟ้าแรงสูงซึ่งแปลงจาก 110 โวลต์ หรือ 220 โวลต์ เป็นไฟฟ้าที่มีความดันไฟฟ้าสูงคือระหว่าง 1-30 กิโลโวลต์ ซึ่งเพียงพอสำหรับ SEM แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนประกอบด้วยลวดโลหะ Tungsten ที่บิดเป็นรูปตัววี เรียกว่า Filament และล้อมด้วยโลหะรูปกรวย (Wehnelt cylinder) มีรูอยู่ปลายกรวยเมื่อกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1000 โวลต์จะไปเข้ามาสู่ Filament ลวดตัววีดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูงประจุอิเล็กตรอนก็จะกระจายออกมาในสภาวะสุญญากาศภายใน Column ประจุอิเล็กตรอนซึ่งเป็นประจุลบจะถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวก (Anode plate) ที่อยู่ด้านล่างของ Electron gun ประจุอิเล็กตรอนส่วนใหญ่จะถูกดึงผ่านรูของกรวยไปยังทิศทางที่กำหนด คือ บริเวณสนามแม่เหล็กที่สามารถรวบรวมประจุอิเล็กตรอนที่มีอยู่ให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นเพียงพอสำหรับฉายลงบนตัวอย่าง Electron gun ซึ่งมี filament และ Wehnelt cylinder อยู่ภายในสามารถทำให้ขยับเขยื้อนได้ด้วยสกรูที่อยู่รอบๆ ด้านนอก Electron gun ทั้งนี้เพื่อปรับให้ Electron gun อยู่ในแนวตรงได้ศูนย์กลางหรือตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กของเลนส์สนามแม่เหล็กภายใน Column ใน SEM สมัยใหม่นอกจากจะมีปั๊มหรือสกรูที่ช่วยปรับ Electron gun ให้ได้ศูนย์แล้วยังมีขดลวดที่มีสนามแม่เหล็กไฟฟ้าบริเวณแผ่นขั้วบวกเพื่อจะช่วยปรับลำแสงอิเล็กตรอนให้อยู่ศูนย์กลางของสนามแม่เหล็กในเลนส์ชุดแรกขดลวดดังกล่าวเรียกว่า Alignment coil ซึ่งสามารถควบคุมและปรับได้ตามต้องการโดยหมุนและปรับปั๊ม (Alignment knobs) บนแผงของ Console Unit เหตุที่ต้องปรับ Electron gun ก็เพื่อจะให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นมีความสมบูรณ์เป็นรูปทรงกระบอกที่ไม่บิดเบี้ยวหรือเบี้ยวออกไปจากศูนย์กลาง หากมีการบิดของลำแสงอิเล็กตรอนออกนอกทิศทางอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electron) บางส่วนจะถูกกั้นออกไปซึ่งมีผลกระทบต่อปริมาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron)

2.7.2.2 เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนพร้อมขดลวดขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอน (Electromagnetic Lens & Scan coils)

เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกันทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงรูปกรวยที่เล็กที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ลำแสงดังกล่าวไปตกกระทบบนผิวตัวอย่างและจะใช้สนามแม่เหล็กขั้วหรือผลักให้ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อนไปบนผิวตัวอย่างในแนวที่ต้องการเป็นบริเวณรูสี่เหลี่ยมจัตุรัสเลนส์แต่ละชุดมี Aperture ซึ่งเป็นโลหะประเภททองขาวทองเหลืองมีรูขขนาดต่างๆกัน (50 – 400 μm) และสามารถเปลี่ยนได้ตามขนาดที่ต้องการ Aperture ดังกล่าวมักจะจัดไว้ในเลนส์แต่ละชุดภายในบริเวณที่ไร้สนามแม่เหล็กของเลนส์ Aperture เหล่านี้ทำหน้าที่กำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่ผ่านสนามแม่เหล็กของเลนส์แต่ละชุดให้มีรูปกรวยที่สมมาตร Aperture ของเลนส์ชุดสุดท้ายก่อนที่ลำแสงอิเล็กตรอนจะมาสัมผัสกับตัวอย่างเป็น Aperture พิเศษเรียกว่า Objective Aperture มีไว้เพื่อกรองลำแสงอิเล็กตรอนให้เป็นรูปกรวยขนาดเล็กที่มีความสมมาตรที่สุดและกำหนดขนาดและปริมาณของอิเล็กตรอนให้กระทบจุดต่างๆบนผิวตัวอย่างเพื่อให้ภาพที่มีความลึกมากกว่าปกติขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้กราดไปบนผิวของตัวอย่างขึ้นส่วนหรืออุปกรณ์นี้เรียกว่า Scan coils ซึ่งควบคุมโดยระบบไฟฟ้าและยังควบคุมการกราดของลำแสงที่เป็นเส้นในจอร์รับภาพให้เคลื่อนที่ไปในทิศทางและเวลาเดียวกันกับลำแสงอิเล็กตรอน

2.7.2.3 ช่องใส่ตัวอย่างของเครื่อง SEM (specimen chamber)

เป็นช่องว่างใต้เลนส์สุดท้ายส่วนที่สำคัญของช่องใส่ตัวอย่างคือฐานวางตัวอย่างและปั๊มควบคุมโดยใช้เฟืองขนาดต่างๆเพื่อเลื่อนฐานนี้ให้เลื่อนไปมาภายในช่องตัวอย่างได้อย่างน้อย 6 ทิศทาง ฐานวางตัวอย่างที่มีส่วนประกอบและคุณสมบัติเหล่านี้เรียกว่า Goniometer stage

2.7.2.4 อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (Collector & Scintillator)

เป็นแท่งแก้วใสมีปลายทำด้วยพลาสติกฉาบผิวด้วยอลูมิเนียมและส่วนปลายของแท่งนี้ล้อมด้วยตาข่ายโลหะที่ต่อกับวงจรไฟฟ้าประจุบวกขนาด 30-250 โวลต์ เพื่อดึงดูดประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิอันเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างประจุอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับผิวของตัวอย่าง

2.7.2.5 อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (Imaging & Photographic devices)

ทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับเป็นภาพและภาพที่ปรากฏบนจอภาพ ก็พร้อมที่จะทำการบันทึกอุปกรณ์สร้างภาพประกอบด้วยท่อนำแสงและเครื่องขยายและเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นแสงไฟทำการสร้างภาพเริ่มจากประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิซึ่งประจุอิเล็กตรอนชุดนี้จะถูกจับและรวบรวมไว้แล้วนำสู่แท่งแก้วใส่ประเภทท่อนำแสงในลักษณะของแสงแสงที่ผ่านท่อแท่งแก้วนี้จะเคลื่อนไปสู่เครื่องขยายแสง (Photomultiplier) ซึ่งจะเปลี่ยนแสงชนิดโฟตอน นี้ไปอิเล็กตรอนอีกครั้งหนึ่ง อิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะผ่านเครื่องขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าให้ปรากฏในจอภาพที่ติดตั้งไว้บน Console unit



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ **รูปที่ 2.17** ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเคลื่อนที่ [26] ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.3 การตรวจสอบชนิดและปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy dispersive X-ray Spectrophotometer : EDS)

การตรวจสอบชนิดและปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ เครื่องวิเคราะห์ชนิดนี้นั้นจะติดตั้งอยู่บนกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด อาศัยหลักการกระเจิงของอิเล็กตรอนภายในของสารตัวอย่างที่จะปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์ออกมาซึ่งรังสีเอ็กซ์ที่สารตัวอย่างปลดปล่อยออกมาจากแต่ละธาตุนั้นจะมีลักษณะเฉพาะที่ปล่อยออกมา ซึ่งในอะตอมนั้นประกอบด้วยนิวเคลียสที่เป็นประจุบวกและอิเล็กตรอนที่เป็นประจุลบทำให้เกิดความแตกต่างระหว่างประจุภายในอะตอมที่มีลักษณะเป็นวงอิเล็กตรอน (Electron shells) ระดับชั้นพลังงานของอิเล็กตรอนจะเรียงจากวงในออกไปวงนอกได้ดังนี้ K, L, M, N, O, P และ Q ตามลำดับ โดยที่อิเล็กตรอนชั้นในสุดจะมีพลังงานศักย์ต่ำที่สุดแต่มีพลังงานพันธะแข็งแรงที่สุด อิเล็กตรอนที่ชั้นนอกจะมีพลังงานศักย์สูงแต่มีพลังงานพันธะต่ำ การที่มีความแตกต่างระหว่างพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนรอบๆ นิวเคลียสทำให้อิเล็กตรอนตั้งต้น (Primary electron) ที่มีพลังงานศักย์มากกว่าจะเข้าไปแทนที่ในระดับพลังงานชั้น K มากกว่าชั้น L การชนกันของอิเล็กตรอนตั้งต้นนั้นจะทำให้อิเล็กตรอนภายในวงให้หลุดออกไปจากอะตอมจึงเกิดสภาวะที่ถูกกระตุ้นหรือไม่เสถียร อิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงานวงนอกจะเข้าไปแทนที่เพื่อให้เกิดความเสถียรขึ้นโดยการเข้าไปแทนที่ในช่องว่างของอิเล็กตรอนที่หลุดออกไปแล้วทำให้เกิดการปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอ็กซ์ที่มีพลังงานเท่ากับความแตกต่างของอิเล็กตรอนจากระดับชั้นพลังงานที่เข้ามาแทนที่ ซึ่งตัวรับสัญญาณจะรับเอารังสีเอ็กซ์ที่ถูกปลดปล่อยออกมานั้นมานับจำนวนและพลังงานที่ปล่อยออกมาแล้วนำเสนอในรูปของกราฟระหว่างจำนวนของธาตุที่ปลดปล่อยออกมากับระดับพลังงาน ซึ่งในแต่ละธาตุนั้นจะมีอิเล็กตรอนที่มีพลังงานแตกต่างกันซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะตัวของแต่ละธาตุ จึงทำให้สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ว่ามีองค์ประกอบของธาตุใดบ้างและมีปริมาณของธาตุเป็นสัดส่วนเท่าใด



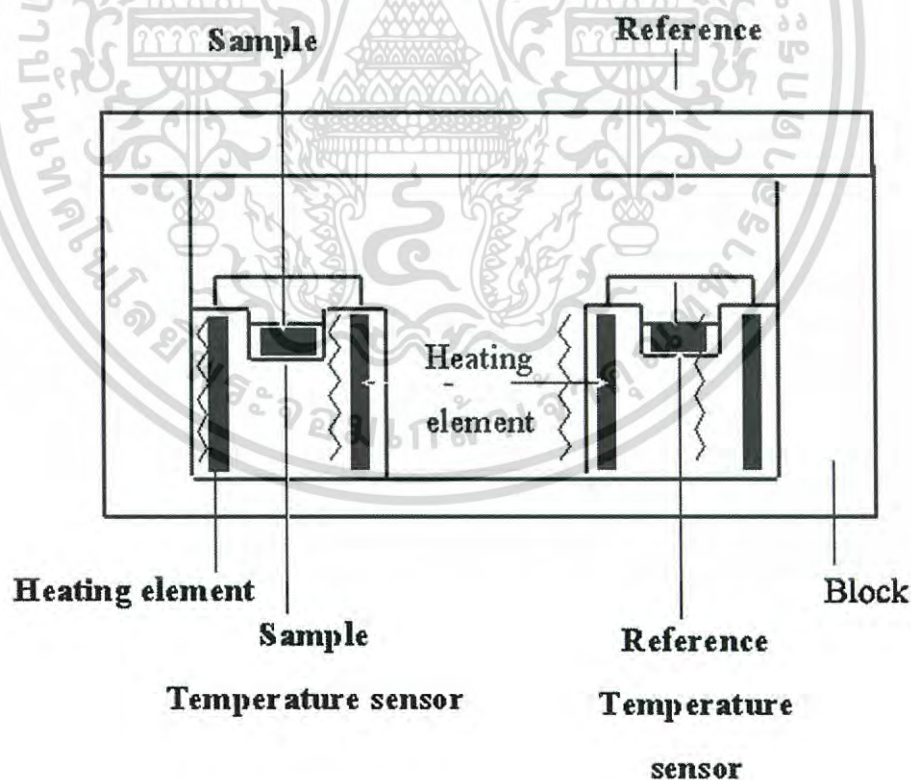
รูปที่ 2.18 เครื่องวิเคราะห์EDS[27]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.4 การวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermal analysis)

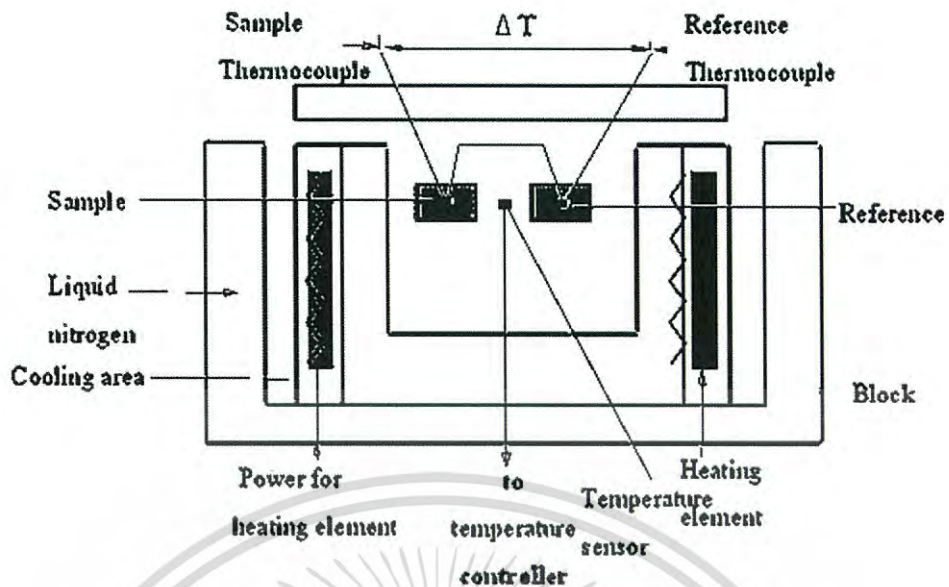
2.7.4.1 Differential Scanning Calorimetry (DSC) และ Differential Thermal Analysis (DTA)

การวิเคราะห์เชิงความร้อนแบบ DTA และ DSC เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาปริมาณความร้อนและการเปลี่ยนแปลงเชิงความร้อน โดย DSC เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมมากกว่า ซึ่ง DTA และ DSC จะมีวิธีและหลักการการทำงานที่คล้ายๆกัน คือ สารตัวอย่าง และ สารอ้างอิงที่เฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยา ที่บรรจุอยู่ในถ้วยภาชนะที่สามารถทนอุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสจะถูกให้ความร้อนในบรรยากาศปกติหรือบรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นสมบัติทางความร้อนของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงไปตามอุณหภูมิจะถูกวิเคราะห์ แต่อย่างไรก็ตามทั้งการวิเคราะห์ทั้งสองรูปแบบที่กล่าวมานั้นจะมีข้อมูลที่ได้คล้ายคลึงกันแต่ ก็มีข้อแตกต่างที่สำคัญอยู่เช่นกัน คือ ในการวิเคราะห์แบบ DTA สารตัวอย่างและสารที่นำมาอ้างอิงจะถูกให้ความร้อนจากแหล่งพลังงานเดียวกันดังรูปที่ 2.19 และที่ความต่างของอุณหภูมิ (ΔT) ระหว่างสารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะถูกบันทึกข้อมูล พอเมื่อเริ่มให้อุณหภูมิความร้อนถ้าหากว่าอุณหภูมิของสารตัวอย่างนั้นต่ำกว่าอุณหภูมิของสารอ้างอิงก็จะแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานแบบดูดความร้อน (endothermic) แต่ถ้าอุณหภูมิของสารตัวอย่างนั้นสูงกว่าอุณหภูมิของสารอ้างอิงก็จะแสดงว่ามีกาเปลี่ยนแปลงพลังงานแบบคายความร้อน (exothermic) และในการวิเคราะห์แบบ DSC ของสารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะถูกให้อุณหภูมิความร้อนจากแหล่งพลังงานสองแหล่งที่แยกจากกันดังรูปที่ 2.20 ค่าพลังงานความร้อน ($d\Delta Q/dt$) ที่ใช้ในการรักษาอุณหภูมิของตัวอย่างและสารอ้างอิงให้เท่ากันและถูกบันทึกไว้



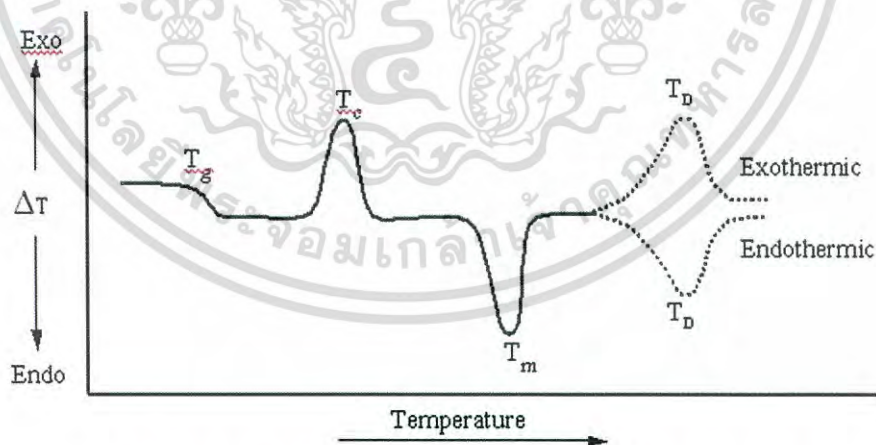
รูปที่ 2.19 ส่วนประกอบหลักของเครื่อง DTA [28]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.20 ส่วนประกอบหลักของเครื่อง DSC [28]

ในส่วนของคุณสมบัติที่ถูกนำมาพลอตกราฟกับอุณหภูมิ คือ ความต่างของอุณหภูมิ (ΔT) หรือ ค่าพลังงานความร้อน ($d\Delta Q/dt$) สำหรับ DTA และ DSC ตามลำดับ จากกราฟที่ได้เรียกว่า เทอร์โมแกรม (thermogram) โดยจะมีข้อดีของเทคนิค DSC คือ ในส่วนของพื้นที่ใต้พีคจะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับเอนทัลปี (enthalpy) หรือการเปลี่ยนแปลงความร้อนของตัวอย่าง ซึ่งมีความสัมพันธ์กับความจุความร้อน ความร้อนของการหลอมเหลว หรือ เอนทัลปีของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ตัวอย่างของเทอร์โมแกรมที่ได้จาก DSC แสดงดังรูปที่ 2.21

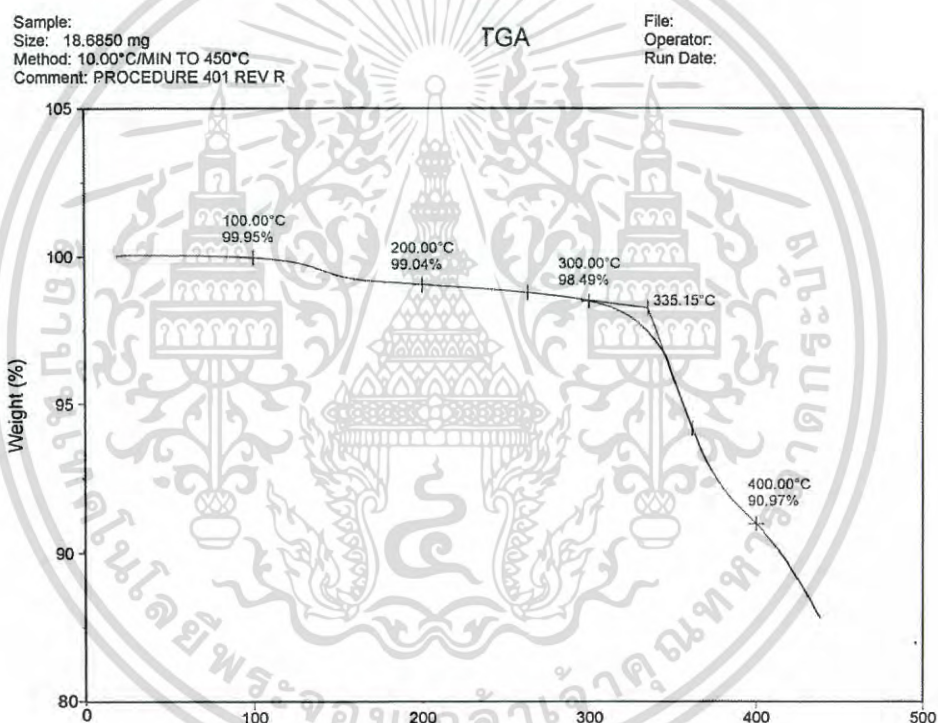


รูปที่ 2.21 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC [28]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.4.2 Thermogravimetric Analysis (TGA)

การวิเคราะห์แบบ TGA เป็นวิธีเบื้องต้นในการวิเคราะห์ความเสถียรของสารตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อน โดยใช้พื้นฐานการวัดน้ำหนักอย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง (thermobalance) และในระหว่างการวิเคราะห์ อุณหภูมิของตัวอย่างซึ่งอยู่ในบรรยากาศปกติ หรือ ก๊าซเฉื่อยจะถูกทำให้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ในส่วนของข้อมูลการวิเคราะห์จะถูกบันทึกเป็นเทอร์โมแกรมที่แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตัวอย่าง และอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป ดังรูปที่ 2.22 การสูญเสียน้ำหนักในช่วงแรกของการวิเคราะห์ หรือที่อุณหภูมิต่ำอาจเกิดจากการระเหยของน้ำหรือตัวทำละลาย แต่ที่อุณหภูมิสูงมักเกิดจากการสลายตัวของสารอินทรีย์ (organic) หรือสารอนินทรีย์ (inorganic) จากข้อมูลเหล่านี้ทำให้ทราบเกี่ยวกับความเสถียรต่ออุณหภูมิของพอลิเมอร์ เทคนิคนี้ยังมีประโยชน์อย่างมากในการวิเคราะห์หาสารที่ระเหย หรือสารเติมแต่งที่สลายไปในสารตัวอย่างได้อีกด้วย



รูปที่ 2.22 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย TGA [29]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.5 รามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)[30]

รามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy) เกิดในช่วงพลังงานเดียวกันกับอินฟราเรดสเปกตรัม (IR Spectrum) โดยอินฟราเรดสเปกตรัมได้จากการดูดกลืนแสงอินฟราเรด แต่รามานสเปกตรัม ได้จากการกระจัดกระจายของคลื่นแสงหลังจากการฟุ้งชนโมเลกุลที่กำลังหมุนและสั่นสะเทือน โมเลกุลที่ไม่ดูดกลืนคลื่นแสงอินฟราเรด เช่น โมเลกุลที่ประกอบด้วยอะตอมเหมือนกัน (Homonuclear diatomic molecules) เช่น โมเลกุลของออกซิเจน (O_2) โมเลกุลของไฮโดรเจน (H_2) และโมเลกุลของไนโตรเจน (N_2) ซึ่งโมเลกุลเหล่านี้จะไม่มี Permanent dipole moment จึงไม่สามารถเปล่งแสงแบบสั่นและหมุนได้ รวมถึงโหมดการสั่นของโมเลกุลจำพวก Polyatomic molecule ด้วย

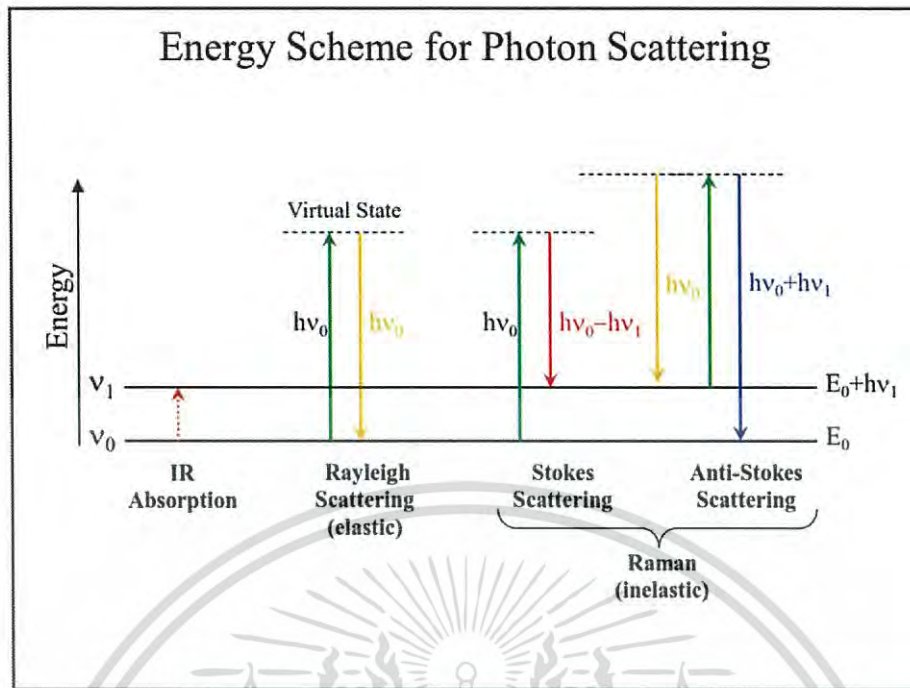
การเกิด Raman scattering อาจใช้อธิบายง่ายๆโดยใช้ quantum theory of radiation เมื่อพิจารณาการชนระหว่างคลื่นแสงความยาวคลื่นเดียวกับโมเลกุล อาจชนได้ 2 แบบ คือ

i. การชนแบบยืดหยุ่น (Elastic collision) เป็นการชนที่ไม่มีการสูญเสียพลังงาน คลื่นแสงที่กระจัดกระจายหลังจากการชนจะมีพลังงานเท่ากับคลื่นแสงที่ตกกระทบ การกระจัดกระจายแบบนี้เรียกว่า “การกระจัดกระจายแบบเรย์ลี (Rayleigh scattering)”

ii. การชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic collision) เป็นการชนที่มีการสูญเสียพลังงาน มีการเปลี่ยนแปลงพลังงานเกิดขึ้น ซึ่งคลื่นแสงที่มีการกระจัดกระจายหลังการชนอาจมีพลังงานสูงกว่า หรือต่ำกว่าคลื่นแสงที่ตกกระทบ การกระจัดกระจายแบบนี้เรียกว่า “การกระจัดกระจายแบบรามาน (Raman scattering)”

การที่เคลื่อนแสงที่กระจัดกระจายมีพลังงานสูงหรือต่ำกว่าคลื่นแสงที่ตกกระทบนั้น เนื่องจากปฏิกิริยาร่วมระหว่างโฟตอนกับโมเลกุล เส้นสเปกตรัมของพลังงานที่ได้ออกมานั้นจะเรียกชื่อต่างกันตามพลังงานที่ต่างกันดังนี้

- ถ้าโฟตอนให้พลังงานแก่โมเลกุลทำให้คลื่นแสงมีความถี่ลดลง และได้เส้นสเปกตรัมที่มีความถี่ต่ำกว่าคลื่นของแสงตกกระทบ เรียกเส้นสเปกตรัมนั้นว่า “เส้นสโตกส์ (Stokes lines)”
- ถ้าโฟตอนได้รับพลังงานจากโมเลกุลจะทำให้คลื่นแสงมีความถี่เพิ่มขึ้น จะได้เส้นสเปกตรัมที่มีความถี่สูงกว่าความถี่ของคลื่นตกกระทบ เรียกเส้นสเปกตรัมนั้นว่า “เส้นแอนติสโตกส์ (Anti-Stokes lines)”
- เส้นสเปกตรัมที่มีความถี่ของคลื่นแสงเท่ากับความถี่ของคลื่นแสงที่ตกกระทบเรียกเส้นสเปกตรัมนั้นว่า “เส้นเรย์ลี (Rayleigh lines)”



รูปที่ 2.23 แสดงเส้นสเปกตรัมทางทฤษฎี Stokes, Anti-Stokes และ Rayleigh lines[30]

จากรูปที่ 2.23 จะเห็นว่าเมื่อโมเลกุลถูกกระตุ้นจาก Ground state (v_0) ขึ้นไปยังระดับพลังงานของการสั่นสะเทือนที่สูงขึ้นไปอีกระดับหนึ่งด้วยคลื่นแสงความยาวคลื่นเดียว ถ้ากลับมาถึงระดับพลังงานของการสั่นสะเทือนอีกระดับหนึ่ง (ระดับใดๆที่ไม่ใช่ ground state) จะได้ Stokes lines แต่ถ้ากลับมาถึงสถานะพื้นเหมือนเดิมจะได้ Rayleigh lines ส่วนเส้น Anti-stokes lines เกิดได้โดยตอนแรกโมเลกุลจะถูกกระตุ้นไปยังระดับพลังงานของการสั่นสะเทือนระดับที่หนึ่ง (v_1) และต่อจากนั้นถูกกระตุ้นต่อไปยังระดับที่สูงกว่าแล้วจึงกลับมาถึง ground state

โดยทั่วไปความเข้มของคลื่นแสงที่กระจัดกระจายจะมีค่าประมาณ $10^{-3} - 10^{-5}$ เท่าของความเข้มของแสงที่ตกกระทบเท่านั้น และคลื่นแสงที่กระจัดกระจายนี้ส่วนใหญ่จะมีความถี่เท่ากับความถี่ของแสงที่ตกกระทบ ดังนั้นเราจะพบว่าเส้น Rayleigh จะมีความเข้มสูงกว่าเส้น Stokes มากและเส้น Stokes จะมีความเข้มมากกว่า Anti-stokes มาก และเส้น Anti-stokes จะเกิดตรงตำแหน่งที่มีความถี่หรือจำนวนคลื่นค่าเดียวกันของเส้น Stokes แต่ความเข้มของเส้นจะต่ำกว่ามาก ดังนั้น Raman spectrum โดยทั่วไปจะแสงเฉพาะเส้น Stokes ส่วน Exciting line ที่อยู่ตรงกลาง Spectrum แสดงถึงการกระจัดกระจายแบบ Rayleigh

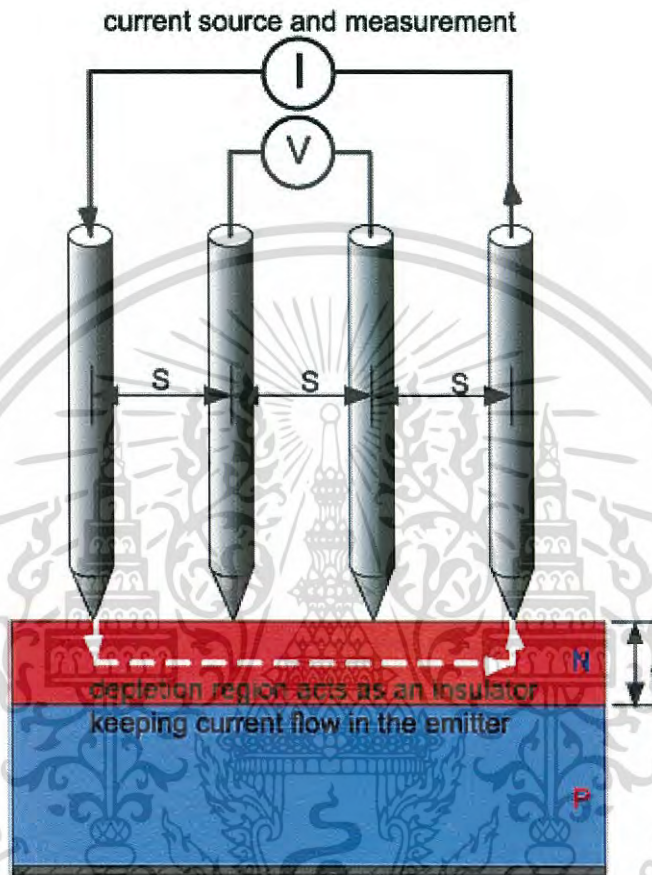
ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานเกิดจากการสั่นแบบไม่ยืดหยุ่นทำให้สภาพขั้ว (Polarizability) ของโมเลกุลเปลี่ยนแปลงไปในระหว่างการสั่น ซึ่งจะมีผลต่อการเกิด Raman Shifted ของโฟตอนจากการเกิดอันตรกิริยาด้วยพลังงานจากลำแสงโมโนโครมาติกที่มีความเข้มสูง ซึ่งเป็นเงื่อนไขสำคัญที่จำเป็นในการเกิดฟิสิกส์รามาน

เนื่องจากปรากฏการณ์รามานนั้นเป็นกระบวนการกระเจิงของแสง ดังนั้นสารตัวอย่างที่ใช้ อาจจะมีรูปทรงหรือขนาดใดก็ได้ โดยสามารถวัดสารตัวอย่างที่มีความเข้มข้นหรือปริมาณที่น้อยได้ ซึ่งสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างที่ละลายน้ำได้ เนื่องจากโมเลกุลน้ำซึ่งมีสภาพขั้วสูงจึงไม่เกิดสัญญาณรบกวนสเปกตรัมรามาน และสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

เอกสารบักวนสเปกตรัมรามาน และสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.6 การวัดด้วยขั้วปลายแหลมสี่ขั้ว (Four-point probe)[31]

การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าที่โดยการวัดสภาพความต้านทานไฟฟ้าเนื่องจากเป็นวิธีที่ไม่ทำลายชิ้นงานจึงเป็นวิธีที่ใช้กันอย่างกว้างขวางในการวัดวัสดุสารกึ่งตัวนำ โดยเข็มโลหะปลายแหลมสี่อันจะถูกวางสัมผัสชิ้นงานในแนวเดียวกันดังรูปที่ 2.24



รูปที่ 2.24 เครื่องมือวัดสภาพความต้านทานไฟฟ้า Four-point probe [31]

แหล่งจ่ายกระแสไฟฟ้าป้อนกระแสให้แก่เข็มคู่นอกและจะวัดความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างเข็มคู่กลางโดยโวลต์มิเตอร์ความละเอียดสูง โดยเข็มวัดแต่ละอันจะห่างกันระยะ S เท่าๆกัน โดยชิ้นงานมีความหนา t จะสามารถคำนวณค่า สภาพความต้านทานไฟฟ้า ρ ได้ดังสมการ (2.21)

$$\rho = \frac{\pi V}{\ln 2 I} \quad (2.21)$$

- เมื่อ V คือ ความต่างศักย์ไฟฟ้า (V)
 I คือ กระแสไฟฟ้า (A)
 ρ คือ สภาพความต้านทานไฟฟ้าของแผ่น (Ω/\square)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.7 การวิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่องยูวีวิซิเบิลสเปกโตรสโกปี (UV-Vis Spectrophotometer)[32]

การวิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่องยูวีวิซิเบิลสเปกโตรสโกปี(UV-Vis Spectrophotometer) การวิเคราะห์สมบัติทางแสงโดยใช้เทคนิคการทะลุผ่านของแสง ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer จะเป็นการวิเคราะห์เชิงปริมาณของสารอินทรีย์ ในปัจจุบันเป็นเทคนิคที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายและได้กลายมาเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่สำคัญในปัจจุบัน เป็นเทคนิคที่ง่าย มีความรวดเร็ว มีความแม่นยำสูง และใช้ค่าใช้จ่ายไม่สูงอีกด้วย

เทคนิคนี้เลือกใช้แสงในช่วงอัลตราไวโอเล็ต (ความยาวคลื่น 200 - 400 nm) และ ช่วงแสงที่ตามองเห็น (ความยาวคลื่น 400 - 700 nm) อาศัยกระบวนการดูดกลืนและการส่งผ่านของแสง โดยเมื่อแสงผ่านไปยังตัวอย่าง ตัวอย่างจะมีการดูดกลืนแสงบางส่วนไว้และแสงที่ไม่ถูกดูดกลืนก็จะสามารถผ่านตัวอย่างออกไปได้ ซึ่งช่วงแสงที่ถูกตัวอย่างดูดกลืนไว้จะเป็นการแสดงถึงสมบัติทางแสงของตัวอย่างนั้น กล่าวคือตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีความสามารถในการดูดกลืนแสงในช่วงที่ไม่เท่ากัน ดังนั้นข้อมูลที่ได้ออกมาที่แสดงถึงสมบัติเฉพาะตัวของตัวอย่างนั้นด้วย เทคนิคก็สามารถใช้ยืนยันตัวอย่างได้เบื้องต้นเท่านั้นองค์ประกอบสำคัญของเครื่อง UV - vis Spectrometer แบ่งออกได้เป็น

- 1) Source หรือแหล่งกำเนิดแสงซึ่งให้กำเนิดแสงในช่วง UV และ visible โดยแหล่งกำเนิดแสงในช่วง UV ได้แก่ deuterium หรือ hydrogen lamps ซึ่งจะให้แสงในช่วง 160 - 375nm ส่วนแหล่งกำเนิดแสงในช่วง visible จะนิยมใช้ tungsten filament lamp หรือ tungsten/halogen lamp ซึ่งจะให้แสงในช่วง 350 - 2500 nm
- 2) Monochromator (Wavelength Selector) ทำหน้าที่แยกลำแสงจากแหล่งกำเนิดแสง โดยแสงจะผ่านเข้าที่ entrance slit และจะถูกแยกด้วย grating หรือ prism จากนั้นแสงที่ความยาวคลื่นหนึ่ง ๆ เท่านั้นจะออกจาก Monochromator โดยผ่านทาง exit slit
- 3) Detector เป็นอุปกรณ์สำหรับตรวจวัดแสงที่ผ่านสารตัวอย่างออกมา โดย detector ที่ใช้มีหลายชนิดได้แก่
 - a. Photomultiplier tube เป็น detector ที่ไวต่อแสงทั้งในช่วง UV และ visible โดยสามารถตรวจวัดได้อย่างรวดเร็ว และตรวจวัดสารที่มีปริมาณต่ำ ๆ ได้ดี ในช่วงความยาวคลื่น 190 - 900 nm
 - b. Photodiode array detector เป็น detector ที่สามารถตรวจวัดในทุกความยาวคลื่นของแสงได้ในเวลาเดียวกัน โดยมีราคาถูกและตรวจวัดได้ตั้งแต่ช่วง 190 - 1100 nm

นอกจากการวิเคราะห์ในรูปสารละลายแล้ว เทคนิคนี้ก็ยังสามารถประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างในรูปของแข็งได้อีกด้วย เช่น การตรวจสอบวัสดุพอลิเมอร์ เช่น พลาสติก กระดาษ แก้ว ผ้า การตรวจสอบเพชร พลอย การวิเคราะห์ทางด้านโปรตีน DNA, RNA การวิเคราะห์ด้านสี ด้านอาหาร และด้านสิ่งแวดล้อม เป็นต้น



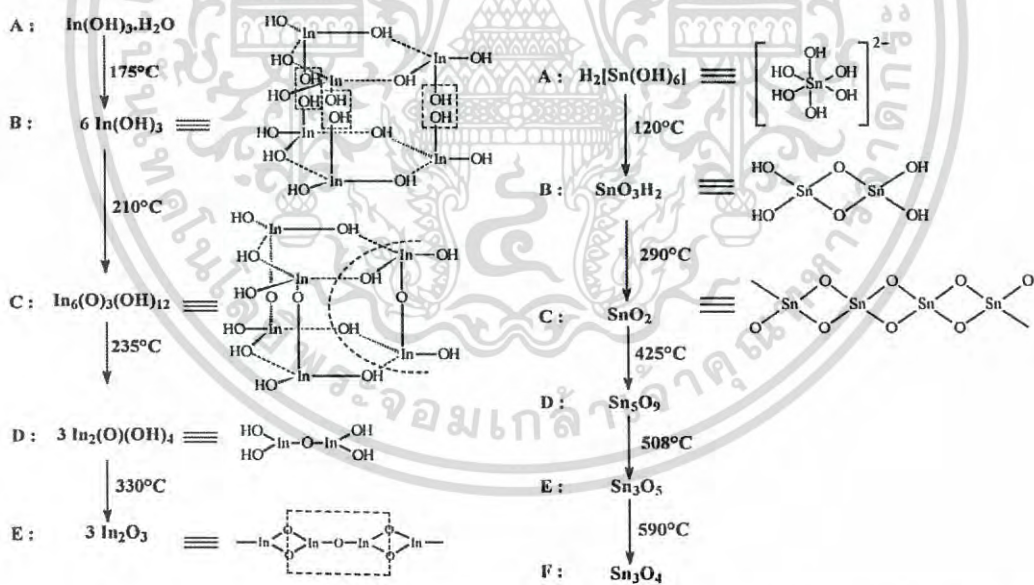
รูปที่ 2.25 ภาพถ่ายเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของบริษัท Thermo Electron Corporation รุ่น Helios α [32]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.8 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การสังเคราะห์และการเตรียมอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินนั้นในปัจจุบันสามารถสังเคราะห์และเตรียมได้หลากหลายวิธี การนำไปประยุกต์ใช้ก็มีความหลากหลายเช่นกันซึ่งมีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์, การเตรียม และการนำอินเดียมทिनออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ในงานด้านต่างๆดังนี้

N.C. Pramanik[33] และคณะได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนอินเดียมทिनออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม ซึ่งใช้ $\text{In}(\text{NO}_3)_3$ ที่ได้จากการนำแท่งอินเดียมไปละลายโดยใช้กรดไนตริก(HNO_3) และ $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ผง ITO และใช้ สารละลายแอมโมเนีย ($\text{NH}_3/\text{H}_2\text{O}$, 1:3) เป็นตัวครอบทำให้ตกตะกอนและภายหลังการตกตะกอนเค้าได้ล้างน้ำออกโดยใช้กระดาษกรองและปั๊มสุญญากาศ และได้สารแขวงลอยอินเดียมทินไฮดรอกไซด์ออกมา หลังจากนั้นนำสารที่ได้มาทำการศึกษาการการเปลี่ยนแปลงเฟสจากอินเดียมในรูปของไฮดรอกไซด์เป็นออกไซด์ของอินเดียมและทินในรูปของไฮดรอกไซด์เป็นออกไซด์ของทินตามรูปที่ 2.26 พบว่าในปริมาณสารที่ผสมกันที่อัตราส่วนต่างๆของ In/Sn ก่อนทำการเผาจะอยู่ในรูปของ $\text{In}(\text{OH})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{H}_2[\text{Sn}(\text{OH})_6]$ และเมื่อทำการเผาจนถึงอุณหภูมิประมาณ 175 องศาเซลเซียส จะมีสูตรเคมีเป็น $\text{In}(\text{OH})_3 \cdot \text{SnO}_3\text{H}_2$ และจะเกิดการเปลี่ยนสภาพจาก $\text{In}(\text{OH})_3 \cdot \text{SnO}_3\text{H}_2$ เป็น $\text{In}_2\text{O}_3 \cdot \text{SnO}_2$ เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิถึง 330 องศาเซลเซียส จึงสรุปได้ว่าอุณหภูมิช่วงประมาณ 330 องศาเซลเซียสเป็นช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาเพื่อให้ได้ อนุภาคนาโนอินเดียมทिनออกไซด์

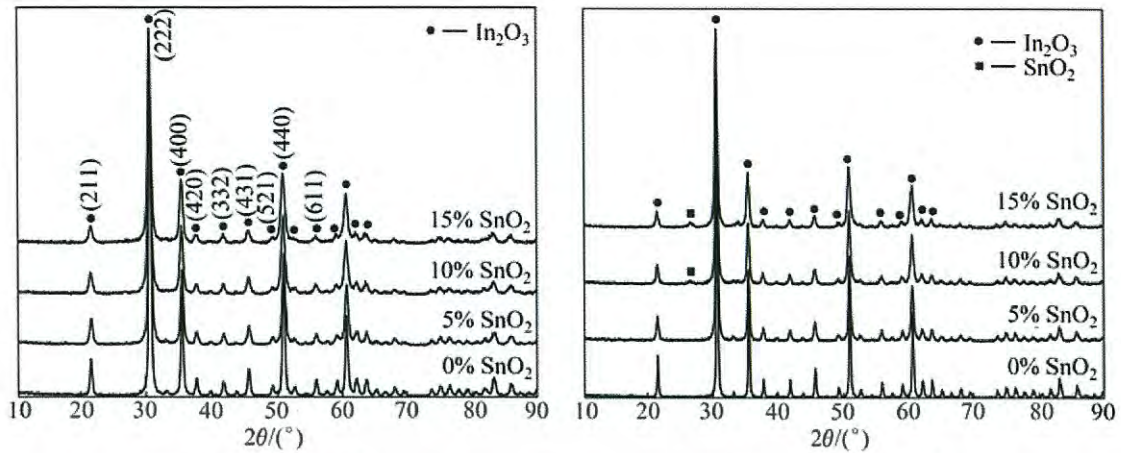


(ก) pure In(III) hydroxide to In_2O_3

(ข) pure Sn(IV) hydroxide to SnO_2

รูปที่ 2.26 สูตรเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างการเปลี่ยนสภาพทางความร้อนของ(ก) In_2O_3 และ(ข) SnO_2 [33]

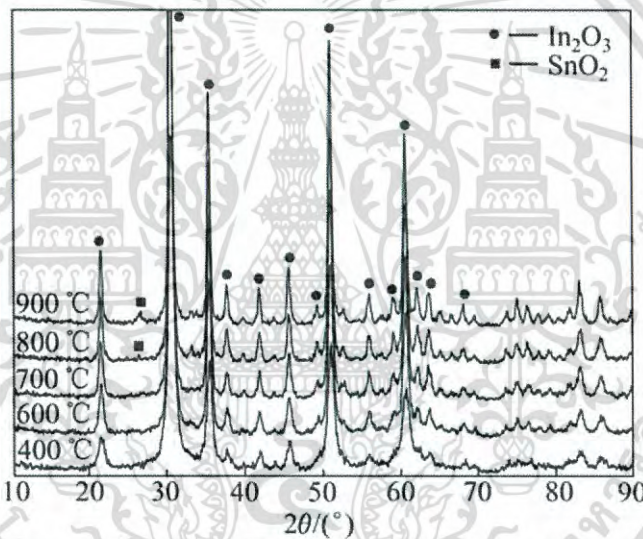
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ก) 700 องศาเซลเซียส

(ข) 900 องศาเซลเซียส

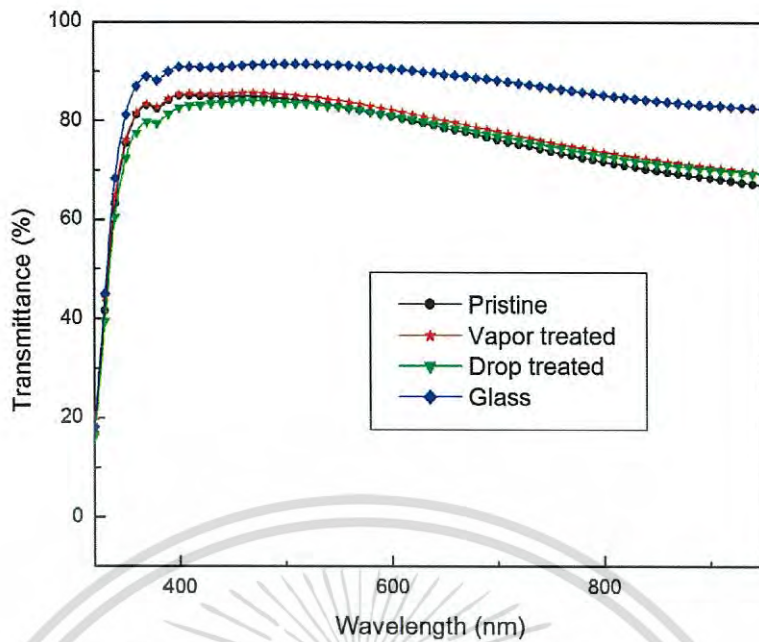
รูปที่ 2.28 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของ ผงITO ในปริมาณการเจือ SnO₂ ในอัตราส่วนที่ต่างกัน ที่อุณหภูมิการเผาที่ (ก) 700 และ (ข) 900 องศาเซลเซียส[7]



รูปที่ 2.29 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของ ผง ITO ในปริมาณการเจือ SnO₂ ในอัตราส่วน 10% ที่อุณหภูมิการเผาต่างๆ[7]

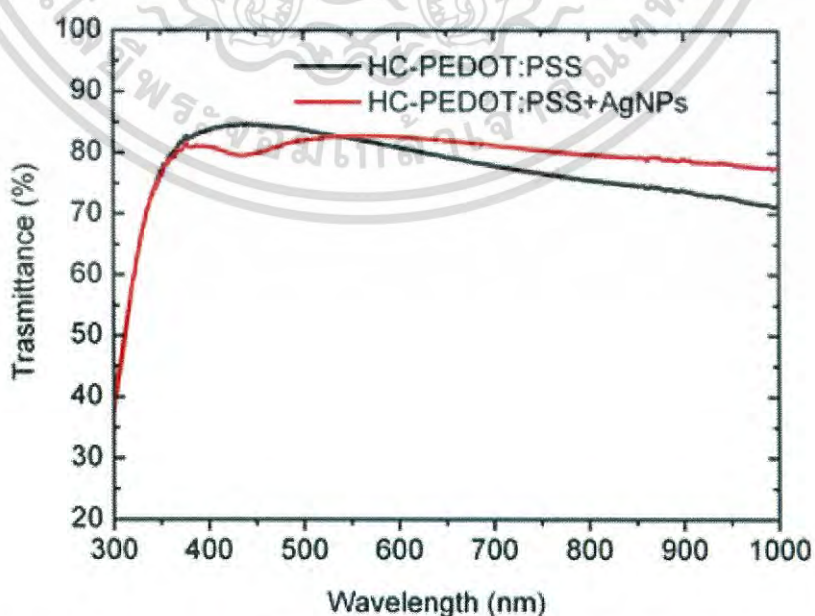
J. Saghaei[34] และคณะได้ทำการศึกษาการเตรียม organic solar cells ซึ่งมีวิธีการเพิ่มประสิทธิภาพการนำไฟฟ้า โดยใช้ Phenol-treated PEDOT:PSS anodes โดยใช้ Phenol เป็น ซึ่งเป็นหนึ่งในชนิดของสารละลายมีขี้เพิ่มเพิ่มประสิทธิภาพการนำไฟฟ้าของแผ่นฟิล์ม โดยจากการทดลองพบว่า ค่าความนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเป็น 1,193 S/cm หลังจากใช้วิธีการระเหย Phenol และในส่วนขอวิธีการหยุด Phenol นั้นจะทำให้ได้ ค่าการนำไฟฟ้าที่ลดลงเป็น 1,054 S/cm โดยทั้งสองวิธีที่กล่าวมาจะได้ฟิล์มที่มีความโปร่งใส อยู่ที่ 75% ดังรูปที่ 2.30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.30 การส่งผ่านทางแสงของฟิล์ม PEDOT:PSS[34]

P. Morvillo[35] และคณะได้ทำการศึกษา Polymer Solar Cells (PSCs) โดยการเจืออนุภาคนาโนซิลเวอร์ (AgNPs) ลงใน Highly Conductive (HC) PEDOT:PSS anode โดยที่ อนุภาคนาโนซิลเวอร์จะถูกเจือเข้าไปเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของ Solar Cells ให้สูงขึ้น ด้วยวิธีการหมวนเคลือบลงบนกระจกและเผาภายใต้อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยพบว่าค่าความนำไฟฟ้าของฟิล์มที่เจือด้วยอนุภาคนาโนซิลเวอร์นั้นจะมีความนำอยู่ที่ 770 S/cm ในขณะที่ฟิล์มบางที่ไม่ได้เจืออนุภาคนาโนซิลเวอร์นั้นจะมี ค่าความนำที่น้อยกว่าคือ 714 S/cm โดยที่ฟิล์มที่เตรียมทั้งสองแบบนี้จะมีค่าความโปร่งใสในย่านที่ตามองเห็นอยู่ที่ 80% ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ดังรูปที่ 2.31



รูปที่ 2.31 การส่งผ่านทางแสงของฟิล์ม HC-PEDOT:PSS และ HC-PEDOT:PSS+AgNPs[35]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมอนุภาคนาโนอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุทินโดยกระบวนการตกตะกอนร่วม (co-precipitation process) ที่ใช้เครื่องกวนสารละลายช่วยในการแตกตัวของสารตั้งต้นให้อยู่ในระดับนาโน เนื่องจากมีขั้นตอนที่ไม่ยุ่งยาก ค่าใช้จ่ายไม่สูง สารที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และยังสามารถควบคุมรูปร่างและขนาดผลึกได้ อีกทั้งสามารถทำการสังเคราะห์สารในปริมาณมากๆได้

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- อินเดียม(III)คลอไรด์ (Indium(III) chloride : InCl_3) จากบริษัท Sigma-Aldrich
- ทิน(IV)คลอไรด์ เพนตะไฮเดรต (Tin(IV) chloride pentahydrate : $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) จากบริษัท Sigma-Aldrich
- แอมโมเนียมฟลูออไรด์ (NH_4F)
- เอทานอล 95% (Ethanol : $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
- แอมโมเนีย (Ammonia : NH_3)
- โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ 5% (Poly(vinyl alcohol) 5% : PVA5%)
- น้ำปอดประจุ (De – ionization water)
- PEDOT:PSS (Poly(3,4-ethylenedioxythiophene)-poly(styrenesulfonate))



(ก)



(ข)

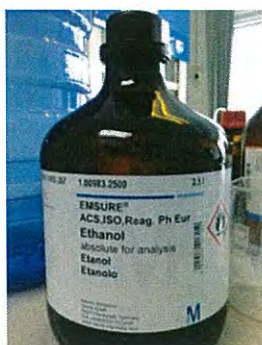


(ค)

รูปที่ 3.1 แสดงตัวอย่างสารเคมีที่ใช้ (ก)อินเดียม(III)คลอไรด์, (ข)ทิน(IV)คลอไรด์เพนตะไฮเดรต, (ค)แอมโมเนียมฟลูออไรด์ (NH_4F)



(ง)



(จ)



(ฉ)



(ช)

รูปที่ 3.1 (ต่อ)แสดงตัวอย่างสารเคมีที่ใช้ (ง)แอมโมเนีย, (จ)เอทานอล 95%,
(ฉ)โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ 5%, (ช)PEDOT:PSS

3.1.2 อุปกรณ์

- เครื่องแก้ว
- เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง
- เตาเผาอุณหภูมิสูง
- เตาอบความร้อน
- เครื่องกวนสารโดยใช้แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer)
- เครื่องปั่นเหวี่ยง
- ครกบดสาร
- บล็อกสแตนเลสสำหรับอัดเม็ด
- คูชิเบลสำหรับเผาอุณหภูมิสูง



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 3.2 แสดงตัวอย่างอุปกรณ์ (ก)เครื่องแก้ว, (ข)เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง,
(ค)เตาเผาอุณหภูมิสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ง)



(จ)



(ฉ)

(ช)

(ซ)

(ฅ)

(ญ)

รูปที่ 3.2 (ต่อ) แสดงตัวอย่างอุปกรณ์ (ง)เตาอบความร้อน, (จ)เครื่องกวนสารโดยใช้แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer), (ฉ)เครื่องปั่นเหวี่ยง, (ช)เครื่องปั่นเหวี่ยง, (ซ)ครกบดสาร, (ฅ)บล็อกสแตนเลสสำหรับอัดเม็ด, (ญ)คูชิเบลสำหรับเผาอุณหภูมิสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 ขั้นตอนการเตรียมสาร

โดยในการทดลองขั้นต้นได้ทำการเตรียมสารอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินในอัตราส่วนต่างๆ ที่มีผลทำให้ได้อนุภาคขนาดนาโนที่มีความเป็นผลึกดีที่สุดในกระบวนการตกตะกอน ภายใต้อุณหภูมิการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แผนภาพการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.3

3.2.1 การเตรียมสารอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินในอัตราส่วนต่างๆ ด้วย

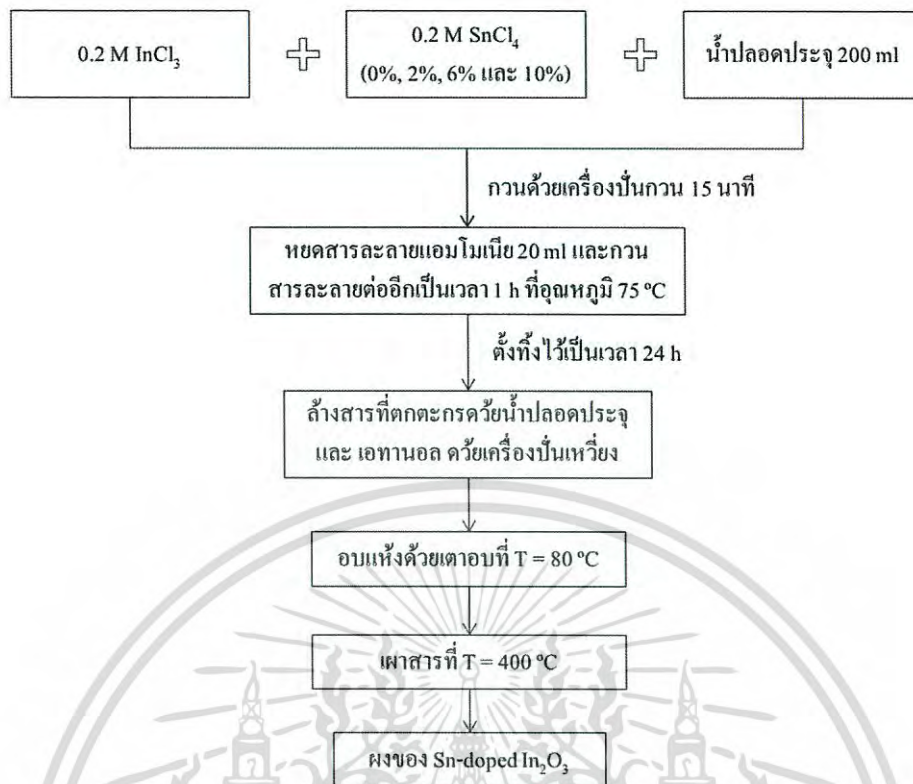
กระบวนการตกตะกอนร่วม

- 1) เตรียมสาร อินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) และ ทินคลอไรด์ ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ที่ความเข้มข้น 0.2M
- 2) เปลี่ยนปริมาณการเจือสารทินที่เจือ 0% 2% 6% และ 10% (mol%)
- 3) นำสารตั้งต้นละลายในน้ำปอดประจุ และทำให้เข้ากันด้วยกวนสารละลาย ที่ 1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส
- 4) หยดสารละลายแอมโมเนียมความเข้มข้น 30% ปริมาณ 20 มิลลิลิตร และกวนสารละลายต่ออีกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส
- 5) ตั้งสารที่ตกตะกอนทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และล้างด้วยน้ำปอดประจุกับเอทานอล ด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง
- 6) นำสารที่ผ่านการล้างด้วยน้ำปอดประจุและเอทานอลไปอบให้แห้งด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส
- 7) นำสารเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนสารให้อยู่ในเฟสของ In_2O_3
- 8) นำผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้วิเคราะห์ลักษณะทางโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD, TG, FE-SEM, Raman spectroscopy และ EDS

และในขั้นตอนต่อมาได้นำผงอนุภาคขนาดนาโน ในอัตราส่วนการเจือทินที่มีความเหมาะสม ในสมบัติทางฟิสิกส์และทางไฟฟ้ามาทำการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพทางไฟฟ้า แสดงดังรูปที่ 3.4

3.2.2 การเตรียมสารอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินในอัตราส่วนที่เหมาะสม ที่อุณหภูมิการเผาต่างๆ ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วม

- 1) นำผงที่ได้จากการเตรียมสารในการทดลองขั้นต้น ที่มีเงื่อนไขอัตราส่วนที่เหมาะสม มาทำการแบ่งเผา ที่อุณหภูมิต่างๆ 400, 700 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนสารให้อยู่ในเฟสของ In_2O_3 ซึ่งส่งผลต่อสภาพการนำไฟฟ้า
- 2) นำผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้วิเคราะห์ลักษณะทางโครงสร้างและทางไฟฟ้า ด้วยเครื่อง XRD, TG, FE-SEM และ Hall measurements



รูปที่ 3.3 แผนภาพการเตรียมผงของ Sn-doped In_2O_3 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ

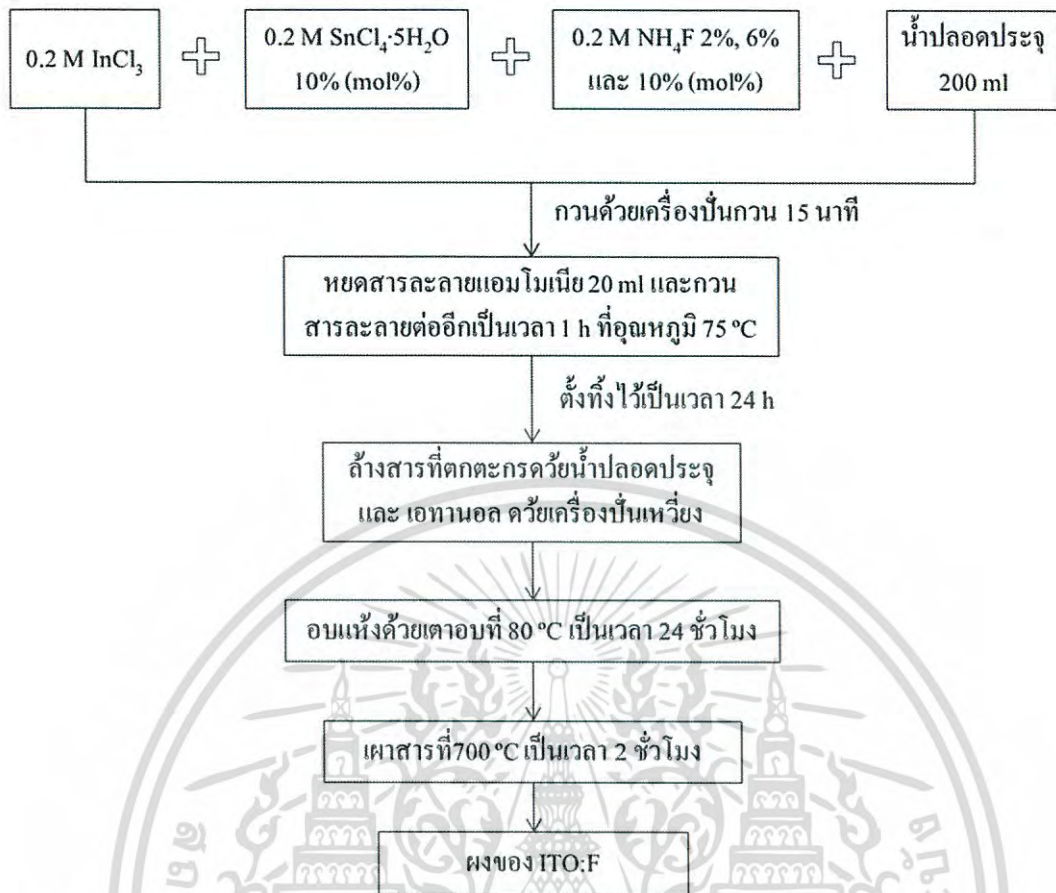


รูปที่ 3.4 แผนภาพการเตรียมผงของ Sn-doped In_2O_3 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่เผาที่อุณหภูมิเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และขั้นตอนถัดไปได้ทำการศึกษาการเจือร่วม โดยในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมสารอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินในอัตราส่วน 10% และเจือฟลูออรีนในอัตราส่วนต่างๆที่มีผลทำให้ได้อนุภาคขนาดนาโนที่มีความนำไฟฟ้าที่ดีที่สุด ในกระบวนการตกตะกอน ภายใต้อุณหภูมิการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แผนภาพการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.5

3.2.3 การเตรียมสารอินเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยทินที่อัตราส่วน 10% และเจือฟลูออรีนในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วม

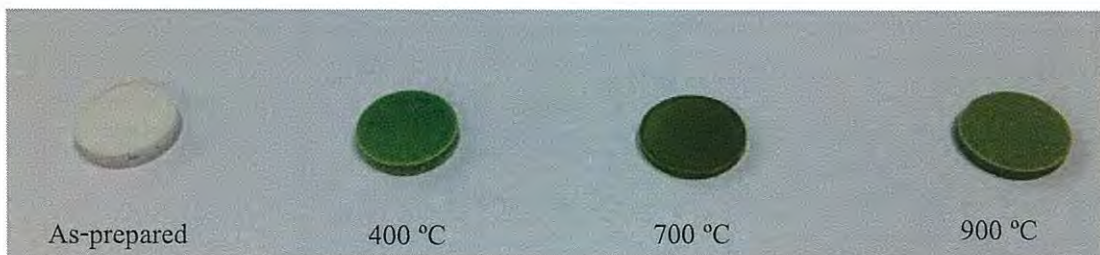
- 1) เตรียมสาร อินเดียมคลอไรด์ (InCl_3) ทินคลอไรด์แพนตะไฮดรายด์ ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) และ แอมโมเนียมฟลูไรด์ (NH_4F) ที่ความเข้มข้น 0.2 โมล
- 2) เปลี่ยนปริมาณการเจือสารฟลูออรีนที่เจือไนซ์ 2% 6% และ 10% (mol%) โดยทุกๆ เจือไนซ์กำหนดให้ปริมาณการเจือสารทินอยู่ที่ 10% (mol%)
- 3) นำสารตั้งต้นละลายในน้ำปลอดประจุ และทำให้เข้ากันด้วยกวนสารละลาย ที่ 1000 รอบ/นาที เป็นเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส
- 4) หยดสารละลายแอมโมเนียมความเข้มข้น 30 % ปริมาณ 20 มิลลิลิตร และกวนสารละลายต่ออีกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส
- 5) ตั้งสารที่ตกตะกอนทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และล้างด้วยน้ำปลอดประจุกับเอทานอล ด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง
- 6) นำสารที่ผ่านการล้างด้วยน้ำปลอดประจุและเอทานอลไปอบให้แห้งด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส
- 7) นำสารเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อสลายพอลิเมอร์อินทรีย์ และเพิ่มความนำให้แก่ผลึกของอนุภาค
- 8) นำผงอินเดียมทินออกไซด์:ฟลูออรีน ที่เตรียมได้วิเคราะห์ลักษณะทางโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD, SEM, FE-SEM, EDS และ Hall measurements
- 9) นำผงอินเดียมทินออกไซด์:ฟลูออรีน ไปอัดเม็ดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร ซึ่งผสม PVA 5% เป็นสารยึดเหนี่ยวระหว่างอนุภาค โดยใช้แรงกดที่ 2 ตัน เป็นเวลา 2 นาที และเพิ่มแรงอัดเข้าไปเป็น 2.5 ตัน เป็นเวลา 2 นาที



รูปที่ 3.5 แผนภาพการเตรียมผงของ ITO:F ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ 10% และการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือ F ที่ %ต่างๆ

3.2.4 การเตรียมเม็ดอินเดียมทินออกไซด์เพื่อนำไปวิเคราะห์ทางไฟฟ้า

- 1) นำผงที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่เผาที่อุณหภูมิต่างปริมาณ 0.6 กรัม มาบดโดยครกบดสารเป็นเวลา 10 นาที
- 2) ใส่ PVA5% ลงในครกบดจำนวนสองหยดและบดต่อเป็นเวลา 25 นาทีจนผงแห้งเป็นเนื้อเดียวกัน
- 3) เทผงที่บดเสร็จแล้วลงบนลือคสแตนเลสสำหรับอัดเม็ดและใช้แรงกด 1.5 ตันเป็นเวลา 2 นาทีและเพิ่มแรงอัดเป็น 2 ตันเป็นเวลา 2 นาที
- 4) นำเม็ดเซรามิกที่อัดเสร็จแล้วออกมาจากบล็อกอัดตั้งรูปที่ 3.6



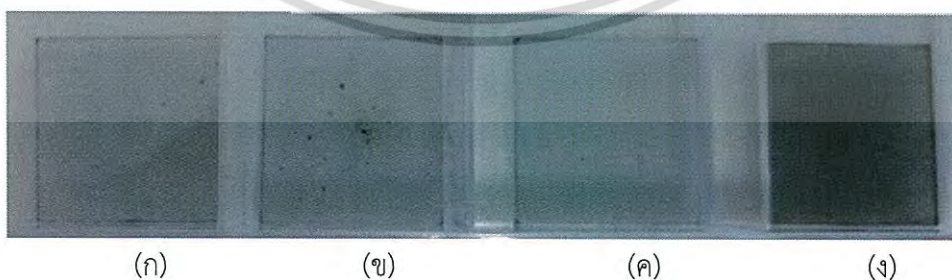
รูปที่ 3.6 เม็ดอินเดียมทินออกไซด์ที่อัดเม็ดโดยใช้บล็อกอัดเม็ดสแตนเลส เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2.5 การเตรียมต้นแบบฟิล์มโปร่งใสนำไฟฟ้าอินเดียมทินออกไซด์

- 1) เตรียม สาร PEDOT:PSS ที่ปริมาตร 2 ml และนำผงที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีตกตะกอนที่เผาที่อุณหภูมิที่เหมาะสมมาละลายผสมให้เข้ากันด้วยปริมาณผงที่ 0% 5% 10% และ 15% (wt%)
- 2) อัลตราโซนิกให้ผงแตกตัวเข้ากันเป็นเวลา 20 นาทีจนได้สารแขวงลอยและนำไปปั่นจนให้เข้ากัน ที่ 2500 รอบ/นาที เป็นเวลา 30 min ที่อุณหภูมิห้อง จะได้สารดังรูปที่ 3.7
- 3) นำสารที่เตรียมได้จากวิธีการข้างต้นมาทำการหมุนเคลือบด้วยเครื่อง spincoating โดยใช้ความเร็วรอบการหมุนที่ 2000 rpm เป็นเวลา 30 วินาที จำนวน 3 ชั้น โดยใช้ อุณหภูมิ pre-heating ที่ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที
- 4) นำฟิล์มที่เตรียมได้ดังรูปที่ 3.8 ไปอบที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 3.7 รูปสารแขวงลอยหลังการปั่นกวนของปริมาณผงที่ (ก) 0% และ(ข) 15%



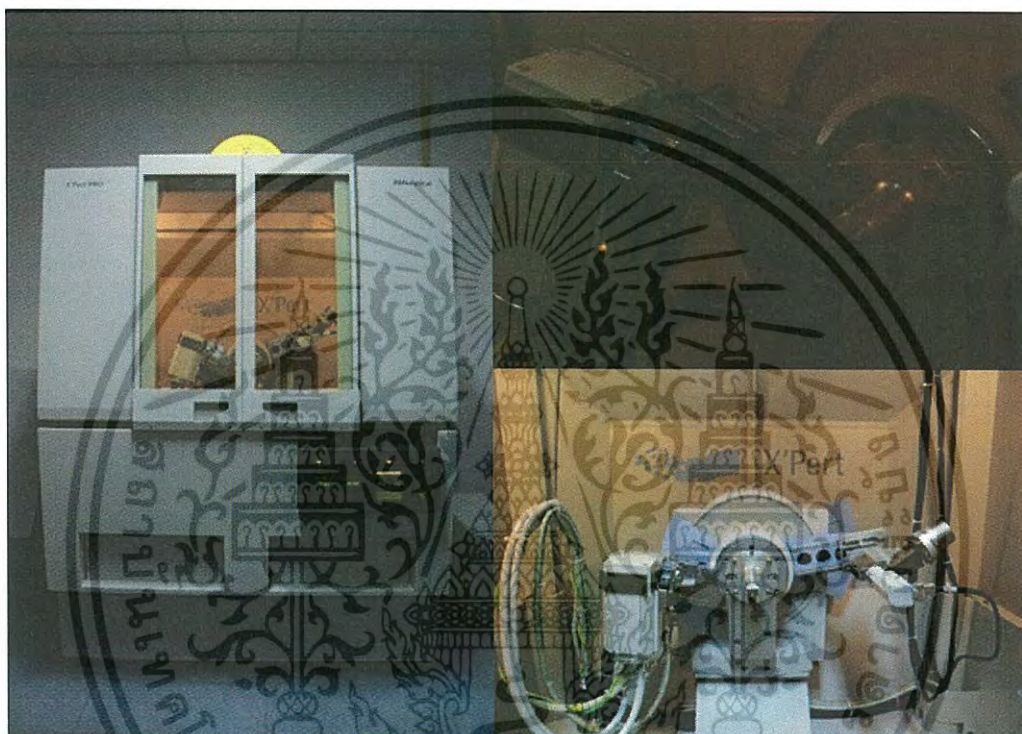
รูปที่ 3.8 ฟิล์มบางที่เจือด้วยปริมาณผงที่ (ก) 0%, (ข) 5%, (ค) 10% และ(ง) 15%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติของอินเดียมไดออกไซด์

3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง โดยรังสีเอ็กซ์จะเลี้ยวเบนไปตามช่องว่างระหว่างอะตอมภายในผลึกและจะถูกบันทึกค่า แล้วทำการวิเคราะห์ธรรมชาติของโครงสร้างผลึกนั้นๆ โดยระยะห่างระหว่างอะตอมนั้นสามารถคำนวณได้จากสมการของ Bragg's law ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของอินเดียมไดออกไซด์ด้วยเครื่อง XRD รุ่น X'Pert PRO Panalytical



รูปที่ 3.9 ภาพถ่ายเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น X'Pert PRO Panalytical

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดอาศัยลำแสงอิเล็กตรอนฉายหรือส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบ ใช้ในการส่องดูลักษณะพื้นผิวของตัวอย่างได้จากการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแล้วแสดงผลบนจอ cathode ray tube (CRT) มีลักษณะของภาพเป็นภาพขาวดำ มีกำลังขยาย 10 – 200,000 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่างและการเตรียม หลักการทำงาน คือ อันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่างทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron : SE) และจับสัญญาณโดยตัวตรวจจับสัญญาณ (Detector) นำสัญญาณที่ได้ไปขยายและสร้างภาพบนจอ cathode ray- tube (CRT) ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องของบริษัท JOEL รุ่น JEM-6340J ในการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว



รูปที่ 3.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.3 การวิเคราะห์สมบัติทางแสง

การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy เป็นเทคนิคการวิเคราะห์สาร โดยใช้หลักการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ต และช่วงที่ตามองเห็น ช่วงความยาวคลื่นที่สามารถวิเคราะห์ประมาณ 300-900 นาโนเมตร โดยนำสารตัวอย่างวางในบริเวณใกล้แหล่งกำเนิดแสง สารตัวอย่างจะดูดกลืนรังสี หรือแสงบางส่วนไว้ แสงที่ไม่ดูดกลืนจะผ่านออกมาถึงเครื่องวัดแสง (Photodetector) เครื่องวัดแสงจะทำการวัดปริมาณแสงที่ออกมา โดยการหักล้างกับปริมาณของแสงก่อนดูดกลืน จากนั้นจะทำการประมวลผลภาพเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืน (Absorbance) กับค่าความยาวคลื่น (Wavelength) ในงานวิจัยนี้วิเคราะห์การดูดกลืนของแสงด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของบริษัท Thermo Electron Corporation รุ่น Helios α

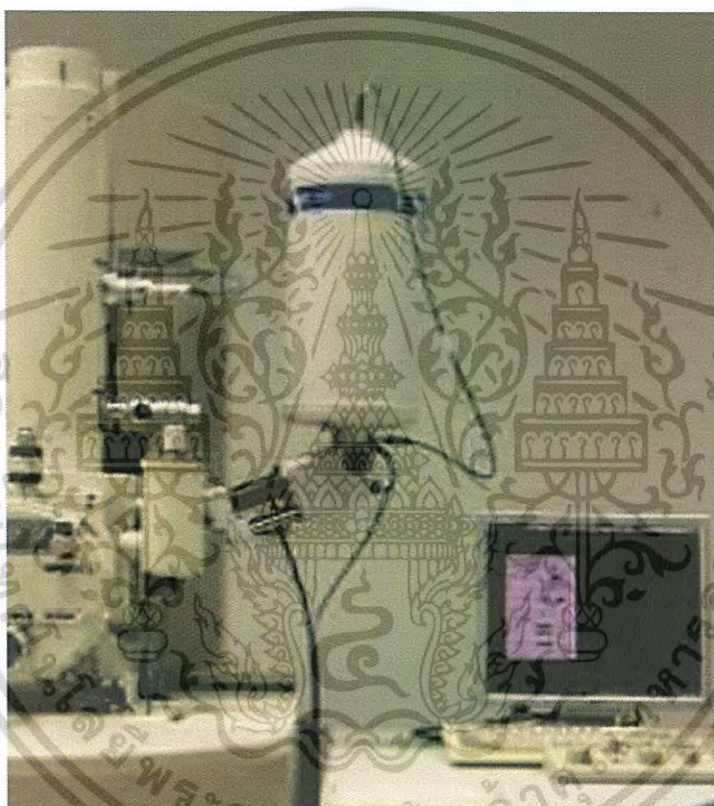


รูปที่ 3.11 ภาพถ่ายเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของบริษัท Thermo Electron Corporation รุ่น Helios α

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 การตรวจสอบชนิดและปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์

การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ เครื่องวิเคราะห์ชนิดนี้นั้นจะติดตั้งอยู่บนกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดหรือกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน โดยอาศัยหลักการกระเจิงของอิเล็กตรอนภายในของวัสดุตัวอย่างที่จะปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์ออกมาซึ่งรังสีเอ็กซ์ที่สารตัวอย่างปลดปล่อยออกมาจากแต่ละธาตุนั้นจะมีลักษณะเฉพาะที่ปล่อยออกมา ซึ่งในแต่ละธาตุนั้นจะมีอิเล็กตรอนที่มีพลังงานแตกต่างกันซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะตัวของแต่ละธาตุ จึงทำให้สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ว่ามีองค์ประกอบของธาตุใดบ้าง และมีปริมาณของธาตุเป็นสัดส่วนเท่าใดได้ โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องวิเคราะห์ยี่ห้อ Oxford Instrument รุ่น Link ISIS300 ในการวิเคราะห์

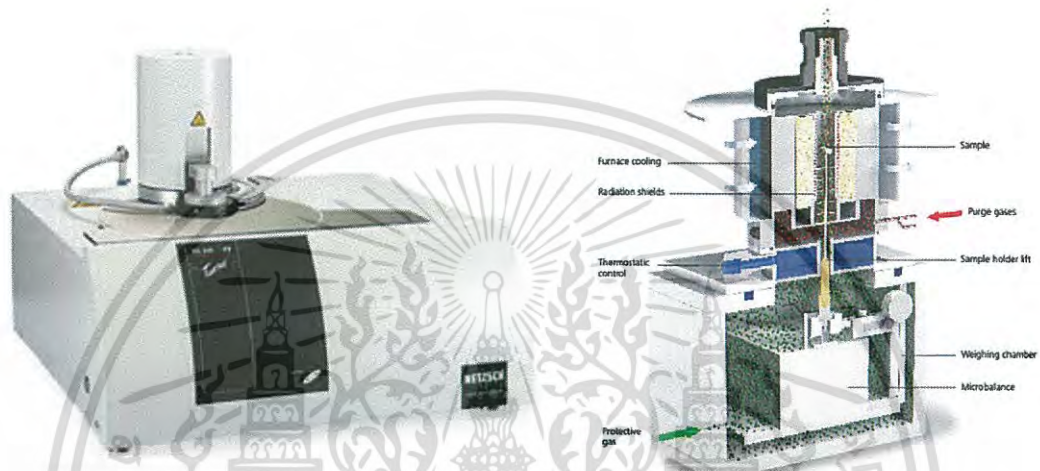


รูปที่ 3.12 เครื่องวิเคราะห์EDS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.5 การวิเคราะห์เชิงความร้อน

โดยในงานวิจัยนี้จะใช้เทคนิคการวิเคราะห์แบบ TGA เป็นวิธีเบื้องต้นในการวิเคราะห์ความเสถียรของสารตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อน โดยใช้พื้นฐานการวัดน้ำหนักอย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง (thermobalance) และในระหว่างการวิเคราะห์ อุณหภูมิของตัวอย่างซึ่งอยู่ในบรรยากาศปกติ หรือก๊าซเฉื่อยจะถูกทำให้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ในส่วนของข้อมูลการวิเคราะห์จะถูกบันทึกเป็นเทอร์โมแกรมที่แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตัวอย่าง และอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องวิเคราะห์ยี่ห้อ NETZSCH รุ่น TG 209F3

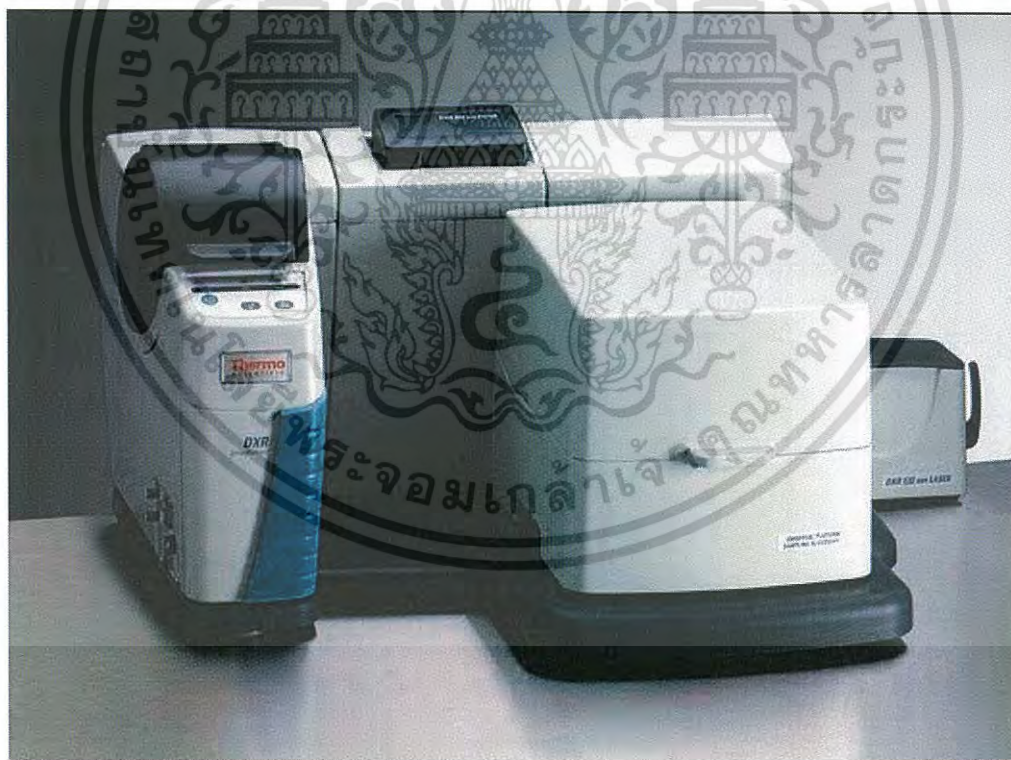


รูปที่ 3.13 เครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.6 รามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)

การวิเคราะห์โดยใช้เทคนิครามานสเปกโทรสโกปีจะอาศัยกระบวนการกระเจิงของแสงที่เกิดขึ้นโดยลำแสงโมโนโครมาติกที่มีความเข้มสูงยิงผ่านเข้าไปยังตัวกลางโปร่งแสงโดยแสงส่วนใหญ่ทะลุไปได้ แต่ก็จะมีแสงส่วนน้อยที่เกิดการกระเจิงออกไปทุกทิศทางด้วยการชนแบบยืดหยุ่น (Elastic collision) แต่มีการชนส่วนน้อยอีกส่วนหนึ่งคือการชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงความถี่ไปเล็กน้อยเรียกว่า การกระเจิงแบบรามาน (Raman scattering) ทำให้ polarizability ของโมเลกุลเปลี่ยนไปในระหว่างการสั่นของโมเลกุล จะมีผลต่อการเกิด raman shifted ดังนั้น โมเลกุลที่ทำให้แสงโมโนโครมาติกเกิดการกระเจิงแล้วเกิด Raman shifted ได้ โมเลกุลนั้นจะต้องเกิดการสั่นแล้วทำให้ polarizability ของสารนั้นเปลี่ยนไป โดยจะนำเทคนิคนี้ไปใช้ในเชิงวิเคราะห์ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ วิเคราะห์สารต่างๆ ทั้งสารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์ ซึ่งการวิเคราะห์นี้จะ ได้ผลออกมาคล้ายกับเทคนิคทางอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี ดังนั้น เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์จึงสามารถ ทำได้ในทำนองเดียวกัน คือ ใช้หลักการเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานเพื่อการพิสูจน์ตรวจสอบชนิดของสาร โดยสเปกตรัมจะต้องเหมือนกันถ้าเป็นสารเดียวกัน แต่ถ้าลักษณะของสเปกตรัมไม่เหมือนกัน ก็อาจใช้หา พิกัดฟังก์ชันนัลกรุปของโมเลกุลได้โดยเทียบตำแหน่งของแบนด์ในสารตัวอย่างกับ correlation chart หรือ ตำแหน่งของฟังก์ชันนัลกรุป โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องวิเคราะห์หี้อ Thermo Scientific DXR

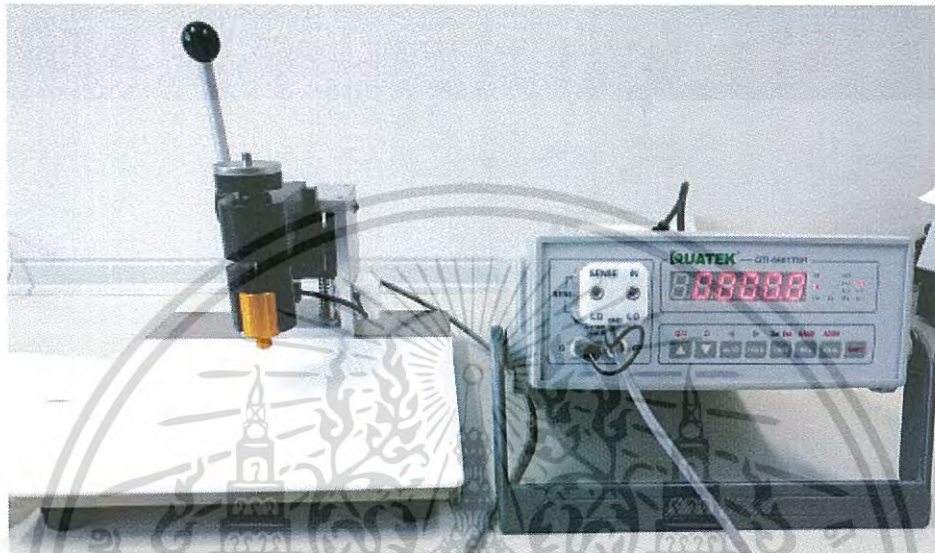


รูปที่ 3.14 เครื่องวิเคราะห์รามานสเปกโทรสโกปี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.7 เครื่องมือวิเคราะห์ทางไฟฟ้า Four-point probe

การวิเคราะห์โดย Four-point probe จะเป็นวิธีการวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของวัสดุ เนื่องจากเป็นวิธีที่ไม่ทำลายชิ้นงานจึงใช้กันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมสารกึ่งตัวนำโดยจะใช้เข็มปลายแหลมทั้งสองสัมผัสกับชิ้นงานในแนวราบ โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องวิเคราะห์ที่ชื่อ QUATEK INC. รุ่น QTI-5601TSR ซึ่งมีช่วงการวัดค่าความต้านทานสูงสุดที่ $30 \text{ M}\Omega/\square$



รูปที่ 3.15 เครื่องวิเคราะห์ Four-point probe

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

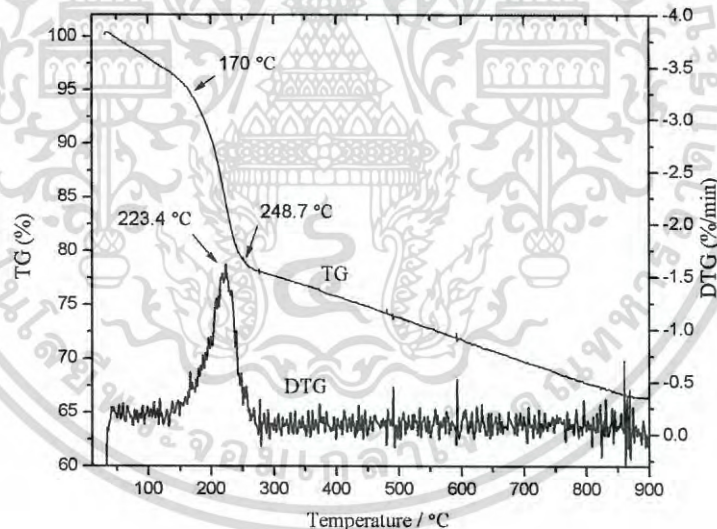
บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติของอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนที่ร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ

4.1.1 ผลการวิเคราะห์ผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนของอินเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ

การวิเคราะห์เชิงความร้อนของผงอินเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ จากตกตะกอนร่วมแสดงดังรูปที่ 4.1 จากการวิเคราะห์ TG/DTAของผงตัวอย่างตั้งแต่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ไปจนถึง 900 องศาเซลเซียส พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงเฟสจาก In(III)hydroxide ไปเป็น In₂O₃ ที่อุณหภูมิความร้อนที่เหมาะสมที่ทำให้มีการสลายพันธะIn(III) hydroxide และก่อตัวขึ้นใหม่เป็นIn₂O₃ โดยมีสมการที่เป็นไปได้คือ

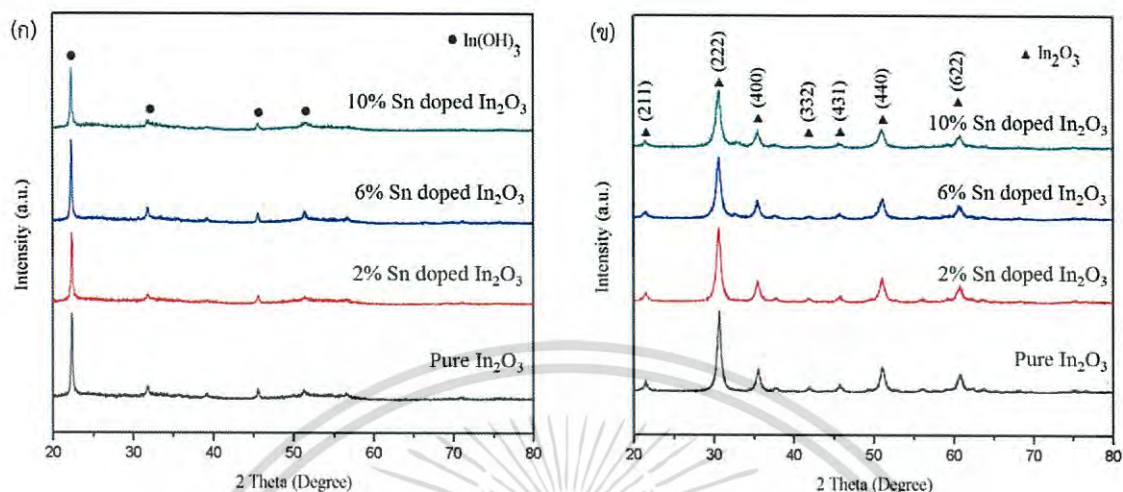


รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเครื่อง TGAของผง pure In₂O₃ หลังจากตกตะกอน

จากการทดลองนี้จะสังเกตเห็นได้ว่า มีการเปลี่ยนแปลงของมวลเกิดขึ้น ที่ 50 องศาเซลเซียส ถึง 170 องศาเซลเซียส นั้นตรงกับการสูญเสียน้ำที่เกิดขึ้นหรือการสลายตัวของน้ำของ In(OH)₃ และนอกจากนี้ พีคของการสลายตัวของน้ำของ In(OH)₃ ก็ตรงกับพีคการสลายตัวที่ 223.4 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิวิกฤติที่เกิดขึ้นมาอย่างกะทันหันบนกราฟ DTG และพบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเปลี่ยนแปลงเฟสจาก In(OH)₃ ไปเป็น In₂O₃ นั้นจะเกิดขึ้นตั้งแต่ทำการเผาอุณหภูมิ 248.7 องศาเซลเซียส ขึ้นไปซึ่งเป็นที่มาของงานวิจัยของ S. Li[17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของงานวิจัยของภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

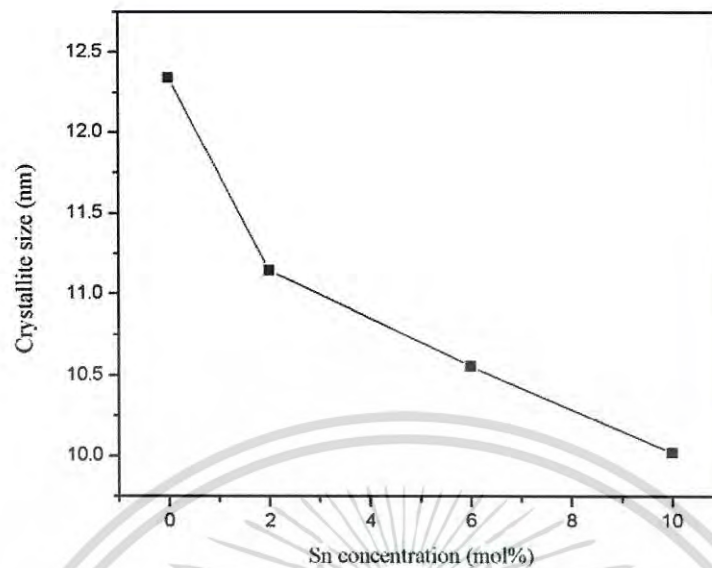
4.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอินเดียมทินออกไซด์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ



รูปที่ 4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD ของผง Pure In_2O_3 และที่การเจือที่ปริมาณต่างๆ (ก) ก่อนเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส (ข) หลังเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

การวิเคราะห์โครงสร้างของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้จากตกตะกอนก่อนและหลังเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.2(ก) และ (ข) ลักษณะกราฟของสารก่อนเผามีพิกัดขึ้นที่มุมการเลี้ยวเบนที่ $2\theta = 22.3^\circ$ ตรงกับ ข้อมูลจากการวัด 16-0161 ในข้อมูลของ JCPDF ที่แสดงถึง คิวบิก $\text{In}(\text{OH})_3$ อย่างไรก็ตาม รูปแบบพิกัด XRD ที่เกิดขึ้นนั้นแสดงให้เห็นแต่เฟสของ $\text{In}(\text{OH})_3$ โดยไม่ปรากฏพิกัดของเฟสอื่นให้เห็น ซึ่งบ่งบอกว่า Sn^{4+} นั้นได้แทนที่ลงไปโครงสร้างแลคทิสของ $\text{In}(\text{OH})_3$ และในกรณีของภายหลังการเผาที่อุณหภูมิที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า รูปแบบของกราฟ XRD นั้นมีพิกัดโดดเด่นที่เห็นได้ชัด ที่กับระนาบ (222), (400), (440) และ (622) และสอดคล้องกับงานวิจัยของ S. Li[17] ซึ่งตรงกับโครงสร้างผลึกคิวบิก In_2O_3 จากข้อมูลการวิเคราะห์ด้วย XRD สามารถนำมาคำนวณหาขนาดโครงสร้างผลึก (crystallite size) โดยใช้ผลการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ที่ระนาบ (222) จากสมการ Scherrer's equation ดังสมการที่ (4) และแสดงได้ดังรูปที่ 4.3

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4)$$

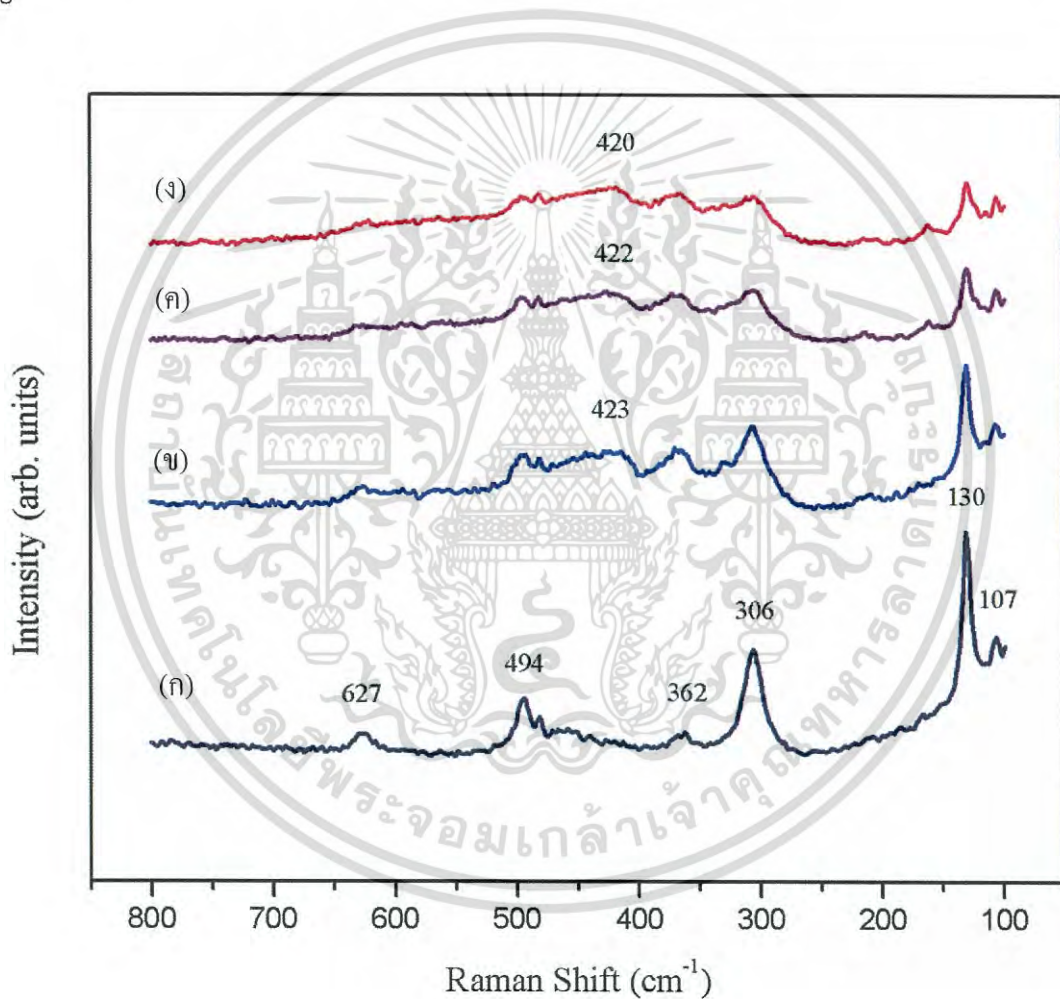


รูปที่ 4.3 การคำนวณขนาดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ภายหลังการเผาที่อัตราส่วนการเจือที่ปริมาณต่างๆ

จากผลการทดลองนี้พบว่าขนาดเม็ดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงจะมีขนาดเม็ดผลึกของอินเดียมบริสุทธิ์ โดยประมาณ 12.3 นาโนเมตร และจะเล็กลงเมื่อปริมาณการเจือเพิ่มมากขึ้นจนถึง 2, 6 และ 10 เปอร์เซ็นต์ เป็น 11.1, 10.6 และ 10.0 นาโนเมตร ตามลำดับ และเป็นที่น่าสังเกตว่าความสูงของพีคนั้นจะมีแนวโน้มลดลงและกว้างขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเจือทินเข้าไป และนอกจากนี้สีของผงนั้นจะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีเหลืองภายหลังจากได้รับความร้อนในอุณหภูมิที่สูงเนื่องจากการสูญหายไปของออกซิเจนเกิดขึ้น

4.1.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีของอินเดียมทินออกไซด์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ

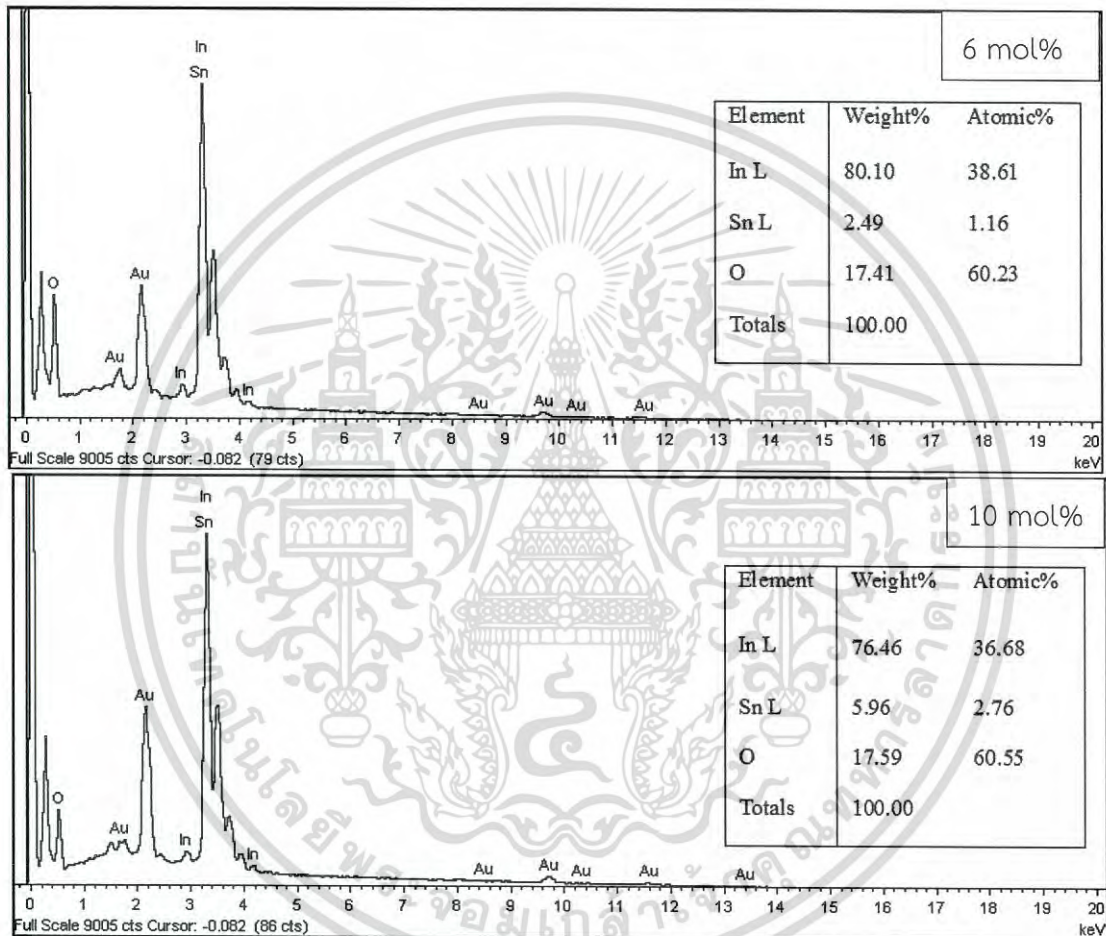
จากการวิเคราะห์ด้วยรามานสเปกตรัมของผงนาโนอินเดียมทินออกไซด์ที่เผาที่ 400 องศาเซลเซียส ที่แสดงในรูปที่ 4.4(ก) ปรากฏรามานพีคของอินเดียมออกไซด์ที่ 107, 130, 306, 362 และ 627 cm^{-1} ซึ่งเป็นตัวบ่งบอกว่าเป็น In_2O_3 และเมื่อทำการเจือทินเข้าไปที่ปริมาณต่างๆดังรูป 4.4(ข,ค และ ง) พบว่า มีรามานพีคปรากฏขึ้นที่ 422 cm^{-1} โดยเป็นไปตามงานวิจัยของ N. Gupta[36] ซึ่งบ่งบอกว่าการแทนที่ของทินอะตอมลงในแลตทิซของอินเดียมออกไซด์ จากปริมาณการเจือที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ความชันพีคลดลงและกว้างออก จากการศึกษานี้สามารถยืนยันผล XRD และความเป็นผลึกของ In_2O_3 ในโครงสร้างแบบคิวบิก ซึ่งไม่มีเฟสอื่นปรากฏให้เห็นในผล XRD เนื่องจากการเจือทินเข้าไป



รูปที่ 4.4 รามานสเปกตรัมของผงอินเดียมทินออกไซด์อัตราในส่วนการเจือทินที่ (ก) 0, (ข) 2, (ค) 6 และ (ง) 10 เปอร์เซ็นต์ภายใต้การเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.1.4 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ของอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ

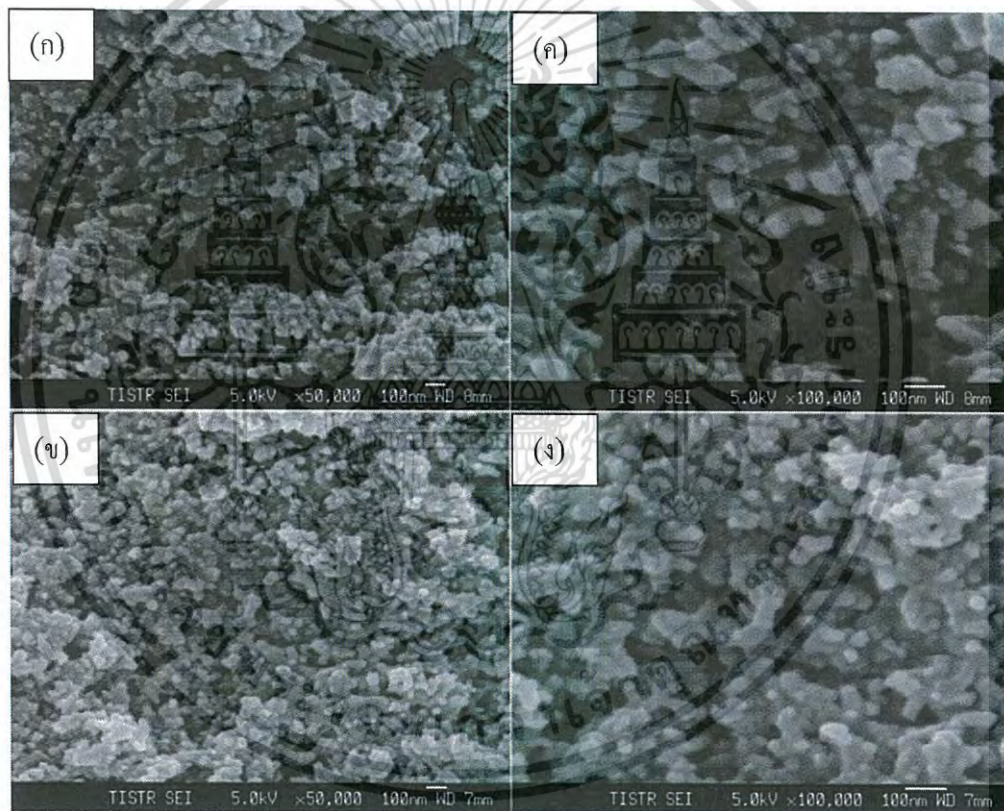
ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพของอินเดียมทินออกไซด์ที่ผ่านวิธีตกตะกอนร่วมของการเจือทินที่ปริมาณ 6% และ 10% ซึ่งจากการตรวจสอบผลการเจือทินได้ด้วยการวิเคราะห์ด้วย EDS แสดงดังรูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์เป็นไปตามการเตรียมสาร คือ พบสัญญาณของทินเมื่อทำการเจือ จึงเป็นการยืนยันได้ว่ามีทินอยู่ในสารตัวอย่างที่ทำการเจือ โดยมีแนวโน้มการพบปริมาณทินเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเจือลงไป (6 mol% หรือ 2.49 wt% และ 10 mol% หรือ 5.96 wt%ตามลำดับ)



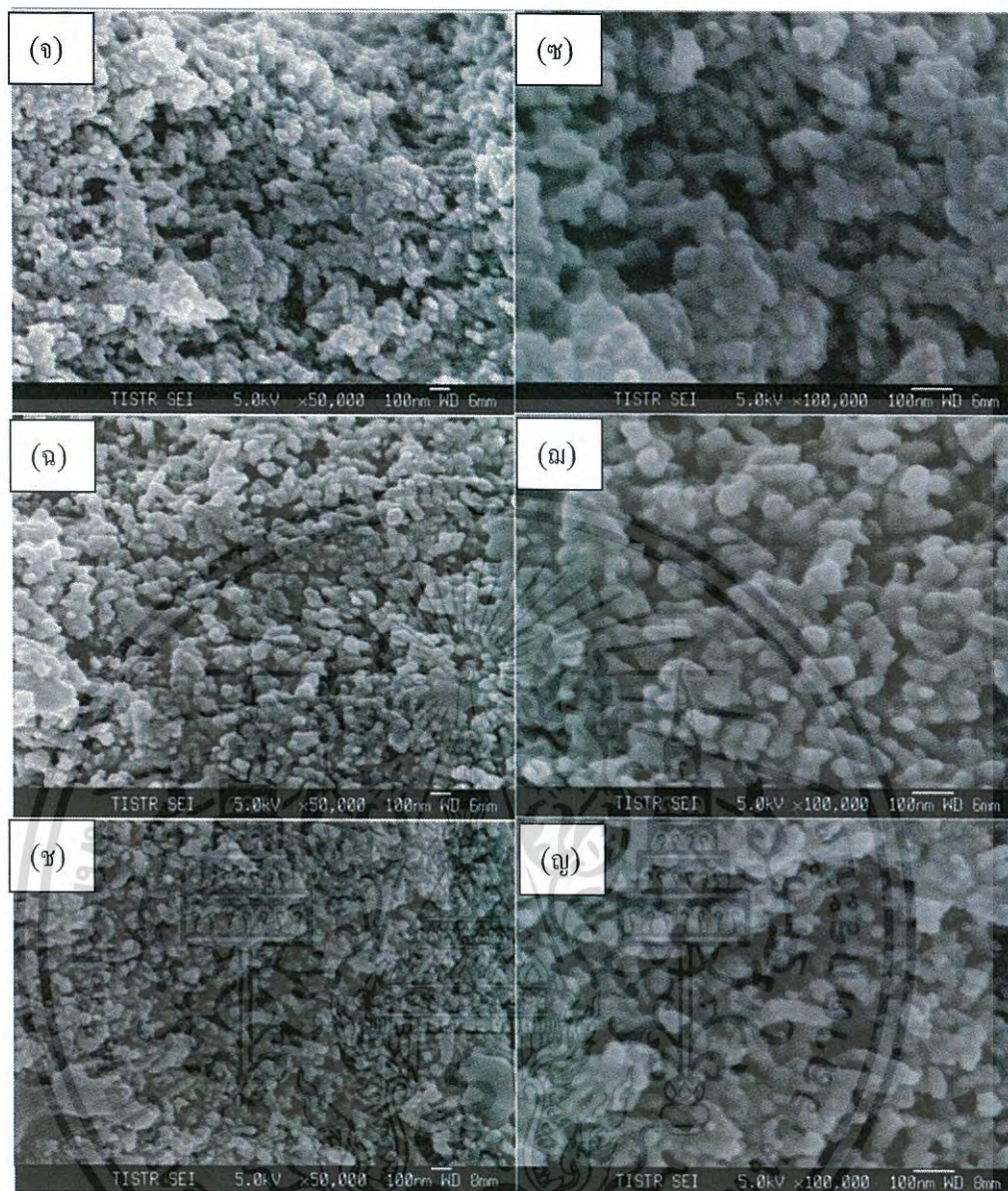
รูปที่ 4.5 ภาพการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของผง Sn-doped In_2O_3 ที่อัตราส่วน 6% และ 10% ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมภายหลังการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

4.1.5 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ

จากผล FE-SEM ดังรูปที่ 4.6(ก, ข, ค และ ง) แสดงภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของอินเดียมออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมก่อนเผาและหลังเผา ซึ่งจากการทดลองพบว่าขนาดผลึกจะลดลงเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง บ่งบอกว่าการเปลี่ยนแปลงเฟส จากอินเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นอินเดียมออกไซด์เกิดขึ้น และในรูปที่ 4.6(ค, ง, จ, ช, ฉ และ ญ) คือรูป FE-SEM ของอินเดียมทินออกไซด์หลังการเผาที่เงื่อนไขปริมาณการเจือที่อัตราส่วน 2, 6 และ 10 mol% ตามลำดับ ซึ่งจากภาพถ่ายที่ปรากฏก็ยังไม่สามารถบ่งบอกได้ว่าภายหลังการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงนั้นส่งผลทำให้ขนาดผลึกเล็กลงหรือไม่ เนื่องจากอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์มีการจับตัวเป็นกลุ่มก้อน แต่ก็สามารถบอกได้ว่า มีการกระจายของขนาดเม็ดเฉลี่ยอยู่ที่ 15-30 นาโนเมตร



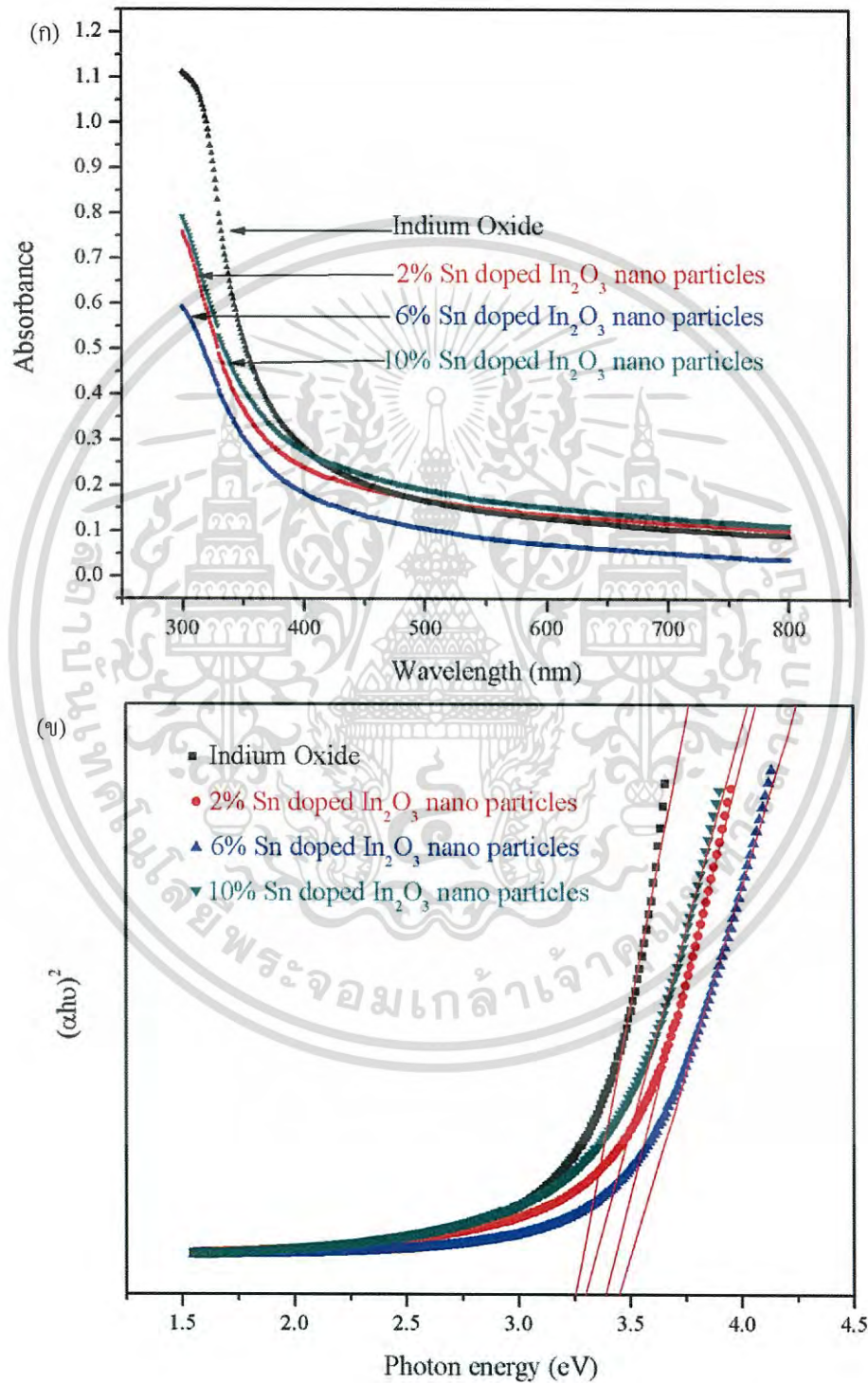
รูปที่ 4.6 ภาพการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FE-SEM ของผง In_2O_3 ก่อนเผาดังรูป(ก)และ หลังเผาดังรูป(ข) และรูปขยายที่ (ค และ ง)



รูปที่ 4.6 (ต่อ) ภาพการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FE-SEM ของผง In_2O_3 หลังการเผาที่อัตราส่วนการเจือทินที่ (จ) 2mol%, (ฉ) 6mol% and (ช) 10 mol%. และรูปขยายที่ (ข, ฅ และ ฌ)

4.1.6 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางแสงของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมที่เงื่อนไขการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ

ผลการวิเคราะห์สมบัติการดูดกลืนทางแสงของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่กระจายตัวในสารละลายเอทานอล ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer ที่เตรียมโดยการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ



รูปที่ 4.7 (ก) ช่วงความยาวคลื่นการดูดกลืนทางแสง และ (ข) ช่วงกว้างแถบพลังงานทางแสง เอกสารนี้เป็นเอกสารของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ที่อัตราส่วนการเจือทินที่ปริมาณต่างๆ ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากงานวิจัยพบว่าช่วงความยาวคลื่นการดูดกลืนทางแสงของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ที่อัตราส่วนการเจือทินที่ปริมาณ 2, 6 และ 10 เปอร์เซ็นต์ แสดงในรูป 4.7(ก) และ ช่วงกว้างแถบพลังงานทางแสงที่อยู่ในช่วง 300-400 nm ในรูป 4.7(ข) บ่งบอกว่ามีช่วงกว้างแถบพลังงานในลักษณะของสารกึ่งตัวนำซึ่งจะสามารถหาช่วงกว้างแถบพลังงานได้โดยการ สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ กับ $h\nu$ โดยใช้ Tauc's relation

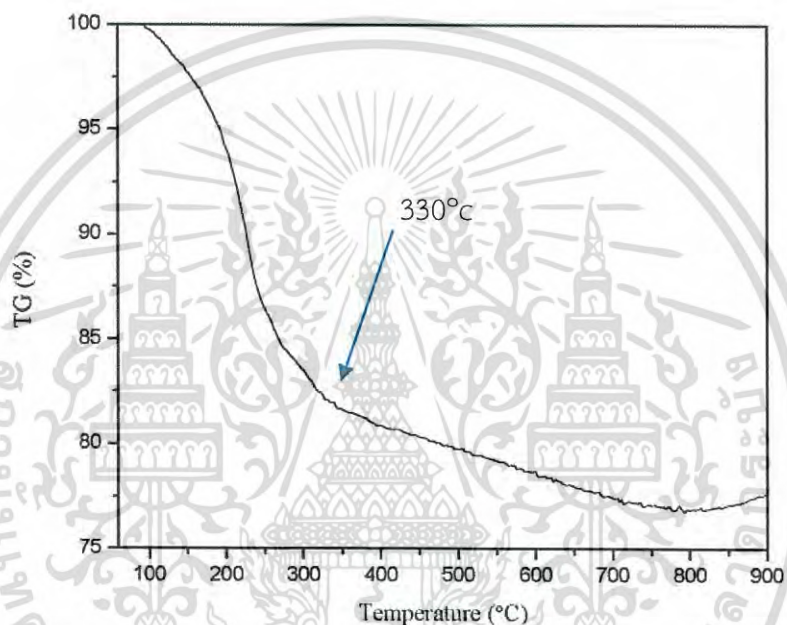
$$(\alpha h\nu)^2 = A(h\nu - E_g),$$

เมื่อ E_g คือช่วงกว้างแถบพลังงาน $h\nu$ คือพลังงานโฟตอน และ A คือค่าคงที่ โดย α คือสัมประสิทธิ์การดูดกลืนที่หาได้จาก Beer-Lambert's law โดย $\alpha = 2.303 \times Abs(\lambda) / d$ เมื่อ d คือความหนา และ $Abs(\lambda)$ คือการดูดกลืนทางแสงของสารตัวอย่าง ซึ่งจากข้อมูลที่ได้นั้นได้แสดงให้เห็นถึงช่วงกว้างการดูดกลืนที่เพิ่มขึ้นจาก 3.25 eV ถึง 3.48 eV จากการเจือ Sn ที่เพิ่มขึ้นถึง 6% อันเนื่องมาจากปริมาณการเจือที่เพิ่มขึ้น จะทำให้มีพาหะอิเล็กตรอนมากขึ้นซึ่งรู้จักกันในชื่อปรากฏการณ์ Burstein-Moss shift effect [37] แต่ช่วงกว้างการดูดกลืนจะลดลงอีกครั้งเมื่อทำการเจือสูงกว่า 6% ซึ่งอาจเกิดจากการฟอร์มตัวของอัลลอยอื่นที่ไม่ใช่อินเดียมทินออกไซด์และไปลดพาหะอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นในชั้นคอนดักชันแบนให้ลดลงและอาจจะส่งผลทำให้การนำไฟฟ้าลดลงได้

4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

4.2.1 ผลการวิเคราะห์ผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนของอินเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

จากการเตรียมผงอนุภาคอินเดียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมที่ผ่านมาทำให้ทราบว่า การเตรียมอินเดียมทินออกไซด์โดยการเจือทินที่ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ จะทำให้มีสมบัติทางโครงสร้างผลึกที่ดี ผลึกขนาดเล็กและมีความเป็นผลึกเดี่ยวโดยไม่มีเฟสของทินปรากฏขึ้นมาให้เห็น และเมื่อทำการวิเคราะห์เชิงความร้อนดังแสดงในรูปที่ 4.8

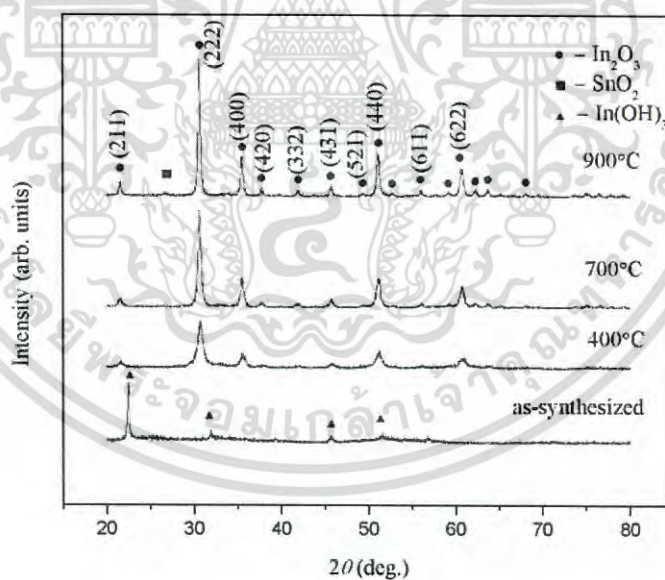


รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเครื่อง TG ของผง อินเดียมทินออกไซด์ หลังจากตกตะกอนที่ปริมาณการเจือที่ 10%

จากการทดลองนี้พบว่า มีการสูญเสียน้ำหนักที่เกิดขึ้นที่ 60 องศาเซลเซียส ไปจนถึง 330 องศาเซลเซียส ซึ่งตรงกับการระเหยหรือการสลายตัวของน้ำที่เกิดขึ้น และการสูญเสียน้ำหนักบริเวณ 330 ถึง 800 องศาเซลเซียส บนกราฟ TG แสดงให้เห็นถึง การหายไปของออกซิเจน โดยจะมีการฟอร์มเฟสของอินเดียมออกไซด์เกิดขึ้นที่อุณหภูมิการเผาที่ 300 จนถึง 800 องศาเซลเซียส และจะมีการเพิ่มขึ้นของมวลที่เห็นได้ชัดที่บริเวณ 900 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ X. Bao-qiang[7] ที่อาจเกิดจากการทำพันธะกับออกซิเจนในอากาศที่ทำการเผาแล้วทำให้มีการก่อตัวของเฟสของ SnO_2 เกิดขึ้น ดังนั้นในการทดลองนี้จะเลือกที่จะใช้อุณหภูมิการเผาในช่วง 400 ถึง 700 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงที่เกิดการฟอร์มตัวของโครงสร้างอินเดียมออกไซด์ที่สมบูรณ์ แต่ก็ทำการเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสด้วย เพื่อทำการศึกษาต่อไป

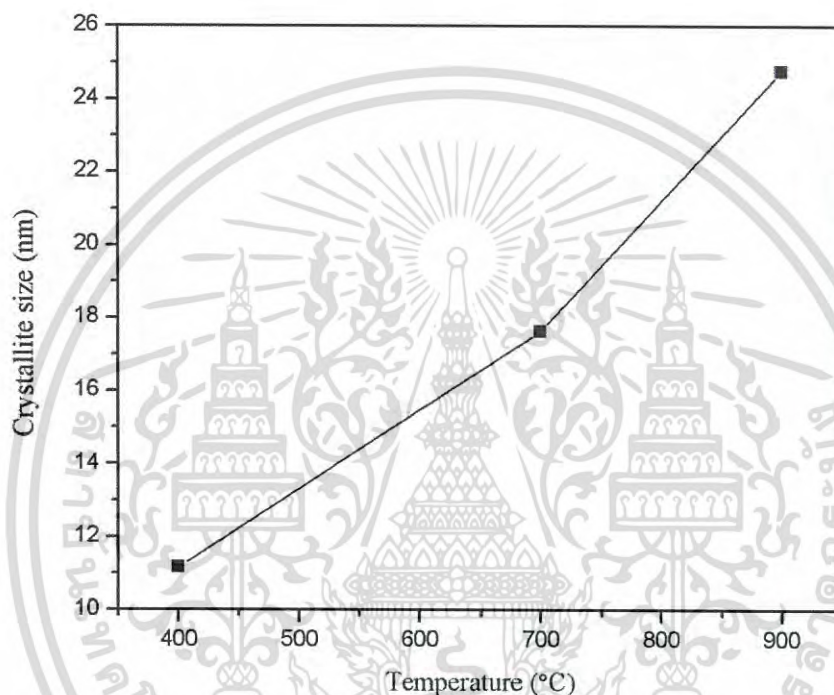
4.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอินเดียมทินออกไซด์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

จากการทดลองที่ผ่านมาทำให้เลือกที่จะใช้ปริมาณการเจือทินที่ 10 เปอร์เซ็นต์ และอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองจะอยู่ในช่วง 400 ถึง 900 องศาเซลเซียส โดยในการทดลองนี้พบว่าพีคการเลี้ยวเบนของผงอินเดียมที่เจือด้วยทิน 10% ของก่อนเผาและหลังเผาดังแสดงในรูปที่ 4.9 นั้นพบว่าที่ก่อนเผาจะยังไม่มีความเป็นผลึกที่สมบูรณ์โดยมีโครงสร้างเป็นแบบ คิวบิกอินเดียมไฮดรอกไซด์ แต่ภายหลังการเผาที่อุณหภูมิต่างๆที่ 400, 700 และ 900 องศาเซลเซียส จะปรากฏพีคเด่นๆเกิดขึ้นและมีความเป็นผลึกมากขึ้นซึ่งพีคที่เกิดขึ้นตรงกับระนาบ (222), (400), (440) และ (622) ของโครงสร้างผลึกคิวบิกอินเดียมออกไซด์ โดยพีคหลักๆความเข้มจะมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาเพิ่มขึ้นที่ขั้นตอนการเผาที่ 400 และ 700 องศาเซลเซียส จะสังเกตเห็นว่าจะมีความเป็นผลึกเดี่ยวที่ดีโดยมีแต่พีคของอินเดียมออกไซด์เท่านั้น แต่ที่ขั้นตอนการเผาที่ 900 องศาเซลเซียส จะมีเฟสของทินออกไซด์ปรากฏให้เห็นอันเนื่องมาจากทินเกิดการทำพันธะกับออกซิเจนในอากาศและก่อนตัวทำให้เกิดทินออกไซด์เกิดขึ้น[7] นอกจากนี้จะมีการเปลี่ยนสีของผงเกิดขึ้น ซึ่งเมื่ออุณหภูมิมากขึ้นก็จะมีสีเหลืองเข้มมากขึ้นซึ่งเนื่องมาจากการหายไปของออกซิเจนในผงตัวอย่าง ซึ่งจะสอดคล้องกับ ผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนที่ได้รับการเผาที่ 900 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.9 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD ของผง In_2O_3 ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ

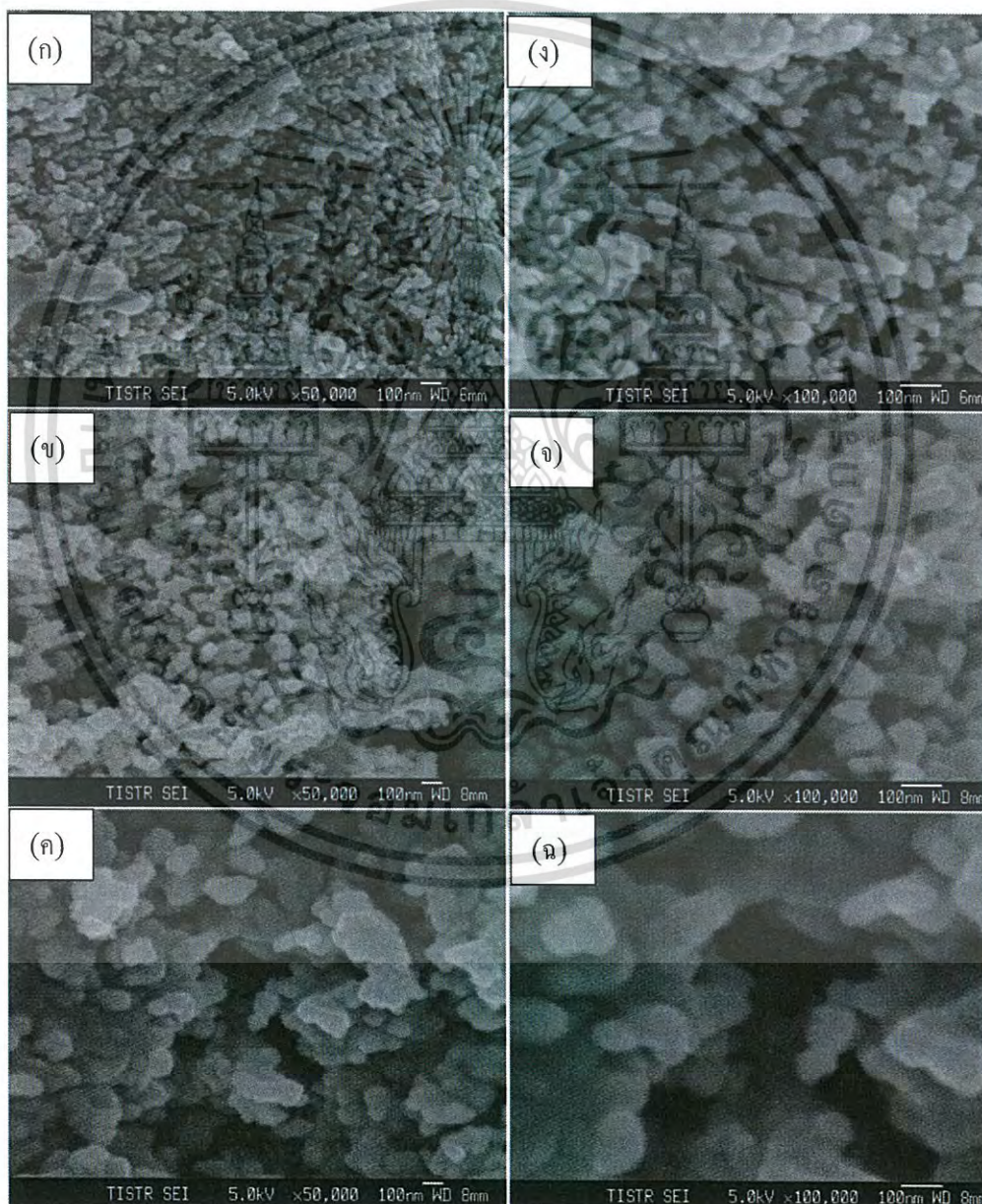
จากระนาบการเลี้ยวเบนของ XRD นำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยสมการ Scherrer's equation ดังสมการที่ (4) มาคำนวณหาขนาดโครงสร้างผลึก (crystallite size) ดังรูปที่ 4.10 พบว่าผลึกมีขนาด 11.2, 17.6 และ 24.8 เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 400, 700 และ 900 องศาเซลเซียสตามลำดับ โดยจากการคำนวณจะพบว่าขนาดผลึกจะเพิ่มขึ้นเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น และจากงานวิจัยของ G. Korotcenkov[38] พบว่าอุณหภูมิการเผามีผลโดยตรงกับการเปลี่ยนแปลงขนาดผลึกที่จะส่งผลต่อรอยต่อระหว่างผลึกให้เล็กลงจนสามารถส่งผ่านอิเล็กตรอนได้ดีขึ้น



รูปที่ 4.10 การคำนวณขนาดผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ภายหลังจากการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

4.2.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

จากผลการคำนวณขนาดผลึกโดยใช้ข้อมูลจากพีคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ทำให้ทราบว่า ผลึกจะมีขนาดเพิ่มมากขึ้นเมื่อทำการเผาในอุณหภูมิที่สูงขึ้น ซึ่งจะสอดคล้องกับรูปที่ได้จากการวิเคราะห์ โดย FE-SEM ดังรูปที่ 4.11 ที่ช่วยยืนยันว่ามีการเพิ่มขึ้นของขนาดผลึกเกิดขึ้นจาก 15 เป็น 45 nm และทำให้ทราบว่าการเพิ่มอุณหภูมินั้นจะส่งผลต่อการจัดเรียงตัวเป็นผลึกของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ดีขึ้น ซึ่งในกรณีนี้จะแสดงให้เห็นว่าวิธีการเผาอาจทำให้อะตอมมีการกระจายตัวและเกาะตัวกันเป็นเกรนขนาดใหญ่เมื่อขนาดเกรน (grain size) เพิ่มขึ้นขอบของเกรน (grain boundary) จะลดลง



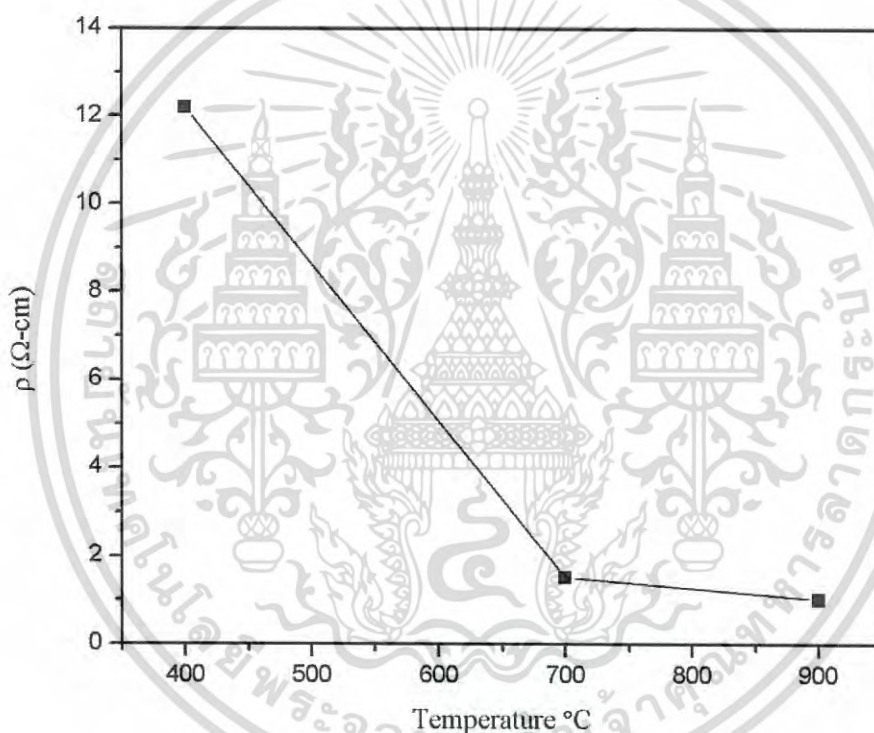
รูปที่ 4.11 รูป FE-SEM ของ ITO nanoparticles ที่เผา (ก) 400, (ข) 700 และ (ค) 900

องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และที่กำลังขยายสูงดังแสดงในรูป (ง, จ และ ฉ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมที่เตรียมที่เงื่อนไขการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

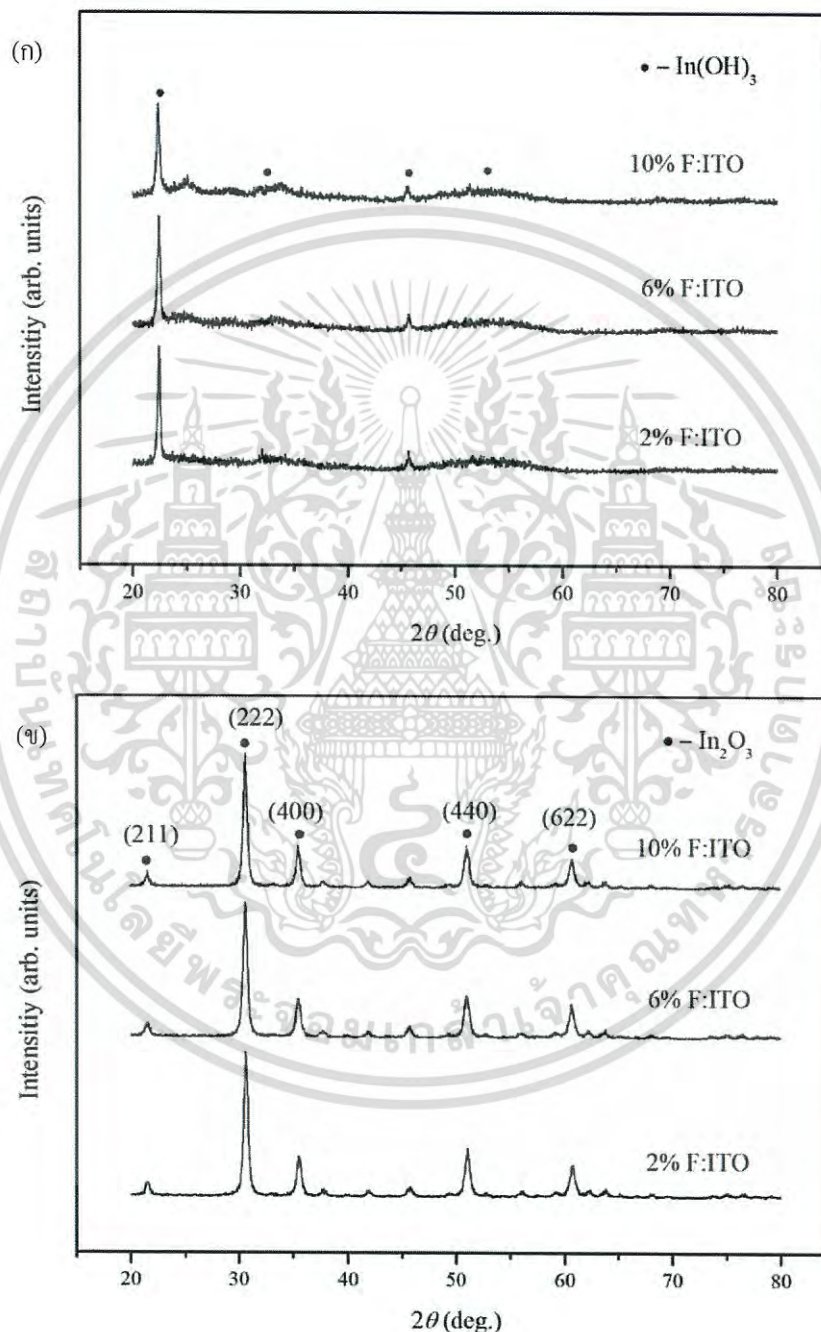
การวัดสมบัติทางไฟฟ้าโดยอาศัยปรากฏการณ์ของฮอลล์ (hall effect measurement) ซึ่งได้แสดงถึงสภาพต้านทานไฟฟ้าของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ออกไซด์ภายใต้การเผาที่อุณหภูมิ 400, 700 และ 900 องศาเซลเซียสพบว่ามีค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าอยู่ที่ 12.86, 1.82 และ 1.36 โอห์ม-เซนติเมตร ดังรูปที่ 4.12 โดยจากการทดลองพบว่าค่าสภาพต้านทานมีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผา เนื่องจากการแทนที่ของทินอะตอมในโครงสร้างของอินเดียมออกไซด์ ทำให้ลดความหนาแน่นของบริเวณข้อบกพร่อง(defect density) และ ขอบของเกรน(grain boundary) ที่อุณหภูมิการเผาที่สูง ซึ่งจากผลทั้งหมดนี้นั้นพหะจํานวนน้อยที่ถูกจับอยู่ที่ขอบของเกรนจะเป็นผลทำให้ปริมาณพหะอิสระให้เพิ่มมากขึ้นแล้วจะลดความต้านทานลงเพื่อเพิ่มความสามารถในการนำไฟฟ้า[39]



รูปที่ 4.12 ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ออกไซด์ที่วัดโดย Hall Effect measurement ภายใต้การเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

4.3 อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยวิธีตกตะกอนร่วม

4.3.1 ผลการวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยวิธีตกตะกอนร่วม



รูปที่ 4.13 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD ของผง ITO:F (ก) ก่อนเผา (ข) หลังเผาที่อุณหภูมิ 700 °C ภายใต้การเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือ F

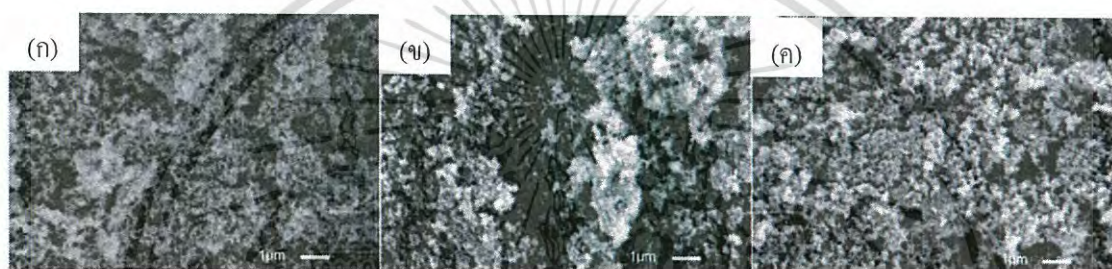
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการศึกษาที่ผ่านมาทำให้ทราบว่าอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เหมาะสมต่อการฟอร์มตัวเป็นผลึกที่สมบูรณ์และมีการนำไฟฟ้าที่ดีของอินเดียมทินออกไซด์จะอยู่ในช่วง 700 องศาเซลเซียส และในการทดลองนี้จะเลือกใช้การเจือทินที่ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ โดยทำการเจือฟลูออรีน ที่ปริมาณต่างๆ ซึ่งจากการวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนที่ได้จากตกตะกอนก่อนและหลังเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.13 (ก) และ (ข) ลักษณะกราฟของสารก่อนเผามีพีคเกิดขึ้นตรงกับ ข้อมูลจากการวัด 16-0161 ในข้อมูลของ JCPDF ที่แสดงถึง คิวบิก $\text{In}(\text{OH})_3$ อย่างไรก็ตาม รูปแบบพีค XRD ที่เกิดขึ้นนั้นแสดงให้เห็นแต่เฟสของ $\text{In}(\text{OH})_3$ โดยไม่มีปรากฏพีคของเฟสอื่นให้เห็น ซึ่งบ่งบอกว่า Sn^{4+} นั้นได้แทนที่ลงไปโครงสร้างแลตทิซของ $\text{In}(\text{OH})_3$ โดยไม่มีปรากฏเฟสอื่นให้เห็น และในกรณีของภายหลังการเผาที่อุณหภูมิที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า รูปแบบของกราฟ XRD นั้นมีพีคเด่นๆ ที่เห็นได้ชัด ที่กับระนาบ (222), (400), (440) และ (622) ซึ่งตรงกับโครงสร้างผลึกคิวบิก In_2O_3 และเป็นที่น่าสนใจว่าความสูงของพีคนั้นไม่มีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเจือฟลูออรีนเข้าไป แต่จะมีการเลื่อนไปทางขวาของระนาบ (222) เพียงเล็กน้อยเท่านั้น ซึ่งน่าจะเกิดจากการแทนที่ของ ของ ไอออน F^- ลงไปใน O^{2-} และนอกจากนี้สีของผงนั้นจะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีเหลืองภายหลังจากได้รับความร้อนในอุณหภูมิที่สูงเนื่องจากมีการสูญหายไปของออกซิเจนเกิดขึ้น และจากข้อมูลการวิเคราะห์ด้วย XRD นำ สามารถนำมาคำนวณหาขนาดของโครงสร้างผลึก (crystallite size) จากสมการ Scherrer's equation ดังสมการที่(4)และแสดงได้ดังตารางที่ 4.1 โดยจะมีค่าขนาดผลึกที่ใกล้เคียงกันอันเนื่องมาจากการเจือฟลูออรีนลงไปแลตทิซของอินเดียมทินออกไซด์นั้นจะไปแทนที่ในส่วนของออกซิเจนอะตอมโดยที่ไม่ส่งผลกระทบต่อการจัดเรียงตัวของอะตอมของอินเดียมแต่อย่างใด

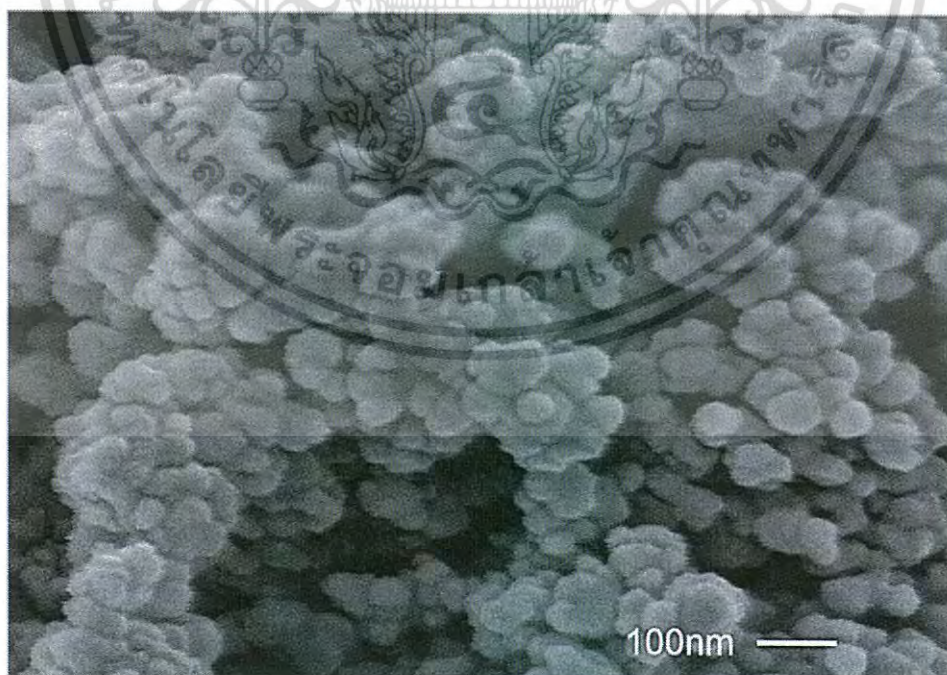
ตารางที่ 4.1 ขนาดผลึกของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนภายหลังการเผาที่อัตราส่วนการเจือที่ปริมาณต่างๆ

F doping content (%)	2	6	10
Crystalline size (nm)	33.54	31.67	34.43

4.3.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยวิธีตกตะกอนร่วมอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณ 2, 6 และ 10 เปอร์เซ็นต์ และทำการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส ได้แสดงให้เห็นถึงภาพกำลังขยายต่ำที่ได้จาก ภาพถ่าย SEM ดังรูปที่ 4.14 (ก), (ข) และ (ค) ตามลำดับ และจากรูปเหล่านี้จะเห็นว่าขนาดของอนุภาคมีการเกาะกลุ่มเป็นก้อนซึ่งก็ยังไม่สามารถบ่งบอกได้ว่าการเจือฟลูออรีนนั่นมันจะส่งผลอย่างไรต่อขนาดของผลึก ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD ที่กล่าวมาข้างต้น และเนื่องจากมีขนาดผลึกที่ใกล้เคียงกันจึงได้ทำการศึกษาอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ซึ่งพบว่าอนุภาคนั้นมีการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนโดยมีการกระจายขนาดผลึกอยู่ที่ 20 ถึง 40 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.15 โดยจากการศึกษาภาพถ่ายกำลังขยายสูงนี้สามารถยืนยันผล XRD และความเป็นผลึกของ In_2O_3 ในโครงสร้างแบบคิวบิก ซึ่งไม่มีเฟสอื่นปรากฏให้เห็นในผล XRD เนื่องจากการเจือทินเข้าไป



รูปที่ 4.14 รูปกำลังขยายต่ำของภาพถ่าย FE-SEM ของการเจือ ฟลูออรีนที่ 2%, 6% และ 10% ภายหลังการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



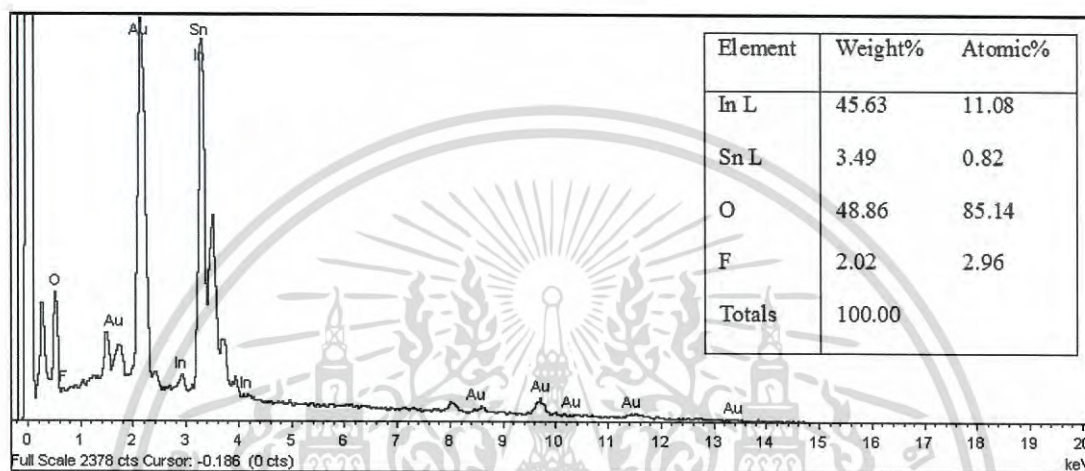
รูปที่ 4.15 รูปปล้งขยายสูงของภาพถ่าย FE-SEM ของการเจือ ฟลูออรีนที่ 10% ภายหลังการเผาที่

700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.3 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคอินทรีย์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยวิธีตกตะกอนร่วม

ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพของอินทรีย์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ ที่ผ่านวิธีตกตะกอนร่วมด้วยการวิเคราะห์ด้วย EDS แสดงดังรูปที่ 4.16 ซึ่งผลการวิเคราะห์ได้บ่งบอกถึงการมีอยู่ของ ธาตุ In, Sn, O และ F ในสารตัวอย่าง และการตรวจจับ ธาตุ Au นั้นก็เกิดมาจากการ เคลือบเพื่อใช้สำหรับการวัด FE-SEM และจากผลดังกล่าวนี้จะช่วยยืนยันผลของ XRD และ FE-SEM ได้เป็นอย่างดี



รูปที่ 4.16 EDS spectra ของการเจือ ฟลูออรีนที่ 10% ภายหลังจากเผาที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.3.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยวิธีตกตะกอนร่วม

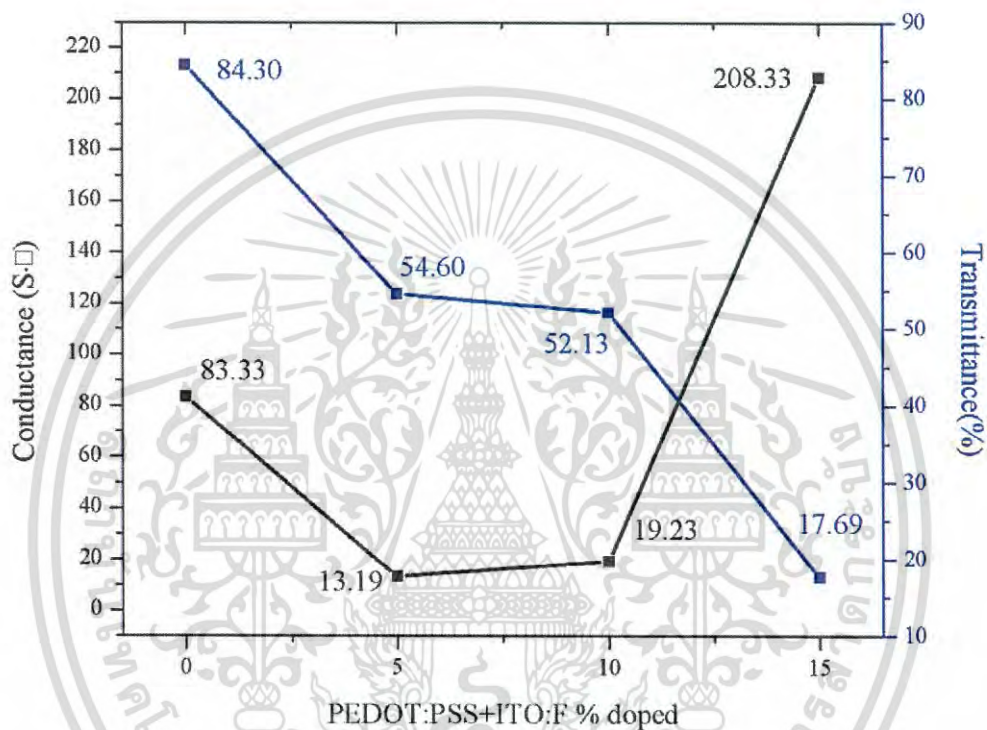
ในการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนในปริมาณต่างๆ โดยอาศัยปรากฏการณ์ของฮอลล์ (hall effect measurement) ของปริมาณการเจือฟลูออรีนที่ปริมาณ 2, 6 และ 10 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในตารางที่ 4.2 แสดงถึงค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า (ρ) และค่าความนำไฟฟ้าของ ผงนาโน ITO:F ที่เผาที่ 700 องศาเซลเซียส โดยในการทดลองนี้จะได้อ่าความต้านทานที่ต่ำกว่าอินเดียมทินออกไซด์ที่ไม่ได้เจือฟลูออรีน ซึ่งจะเห็นว่าค่าความต้านทานจะมีแนวโน้มลดลงจนถึง 1.11×10^{-2} ($\Omega \cdot \text{cm}$) เมื่อเพิ่มปริมาณการเจือฟลูออรีนจนถึง 6% และการเจือที่มากขึ้นจนถึง 10% ค่าความต้านทานจะเพิ่มขึ้นเป็น 1.58×10^{-2} ($\Omega \cdot \text{cm}$) ซึ่งมันส่งผลทำให้ความนำไฟฟ้าลดลง จากสมบัติเฉพาะที่กล่าวมานี้ แสดงให้เห็นว่า การเพิ่มประสิทธิภาพในการนำไฟฟ้าขึ้นสามารถทำได้โดยการแทนที่ของฟลูออรีนที่เจือเข้าไปในปริมาณที่เหมาะสม โดยการแทนที่ของทินและฟลูออรีนอะตอมในโครงสร้างของอินเดียมออกไซด์ ทำให้ลดความหนาแน่นของบริเวณข้อบกพร่อง (defect density) และ ขอบของเกรน (grain boundary) ที่อุณหภูมิการเผาที่สูง ซึ่งจากผลทั้งหมดนั้นพาหะจำนวนน้อยที่ถูกจับอยู่ที่ขอบของเกรนจะเป็นผลทำให้ปริมาณพาหะอิสระให้เพิ่มมากขึ้นแล้วจะลดความต้านทานลง

ตารางที่ 4.2 สมบัติทางไฟฟ้าของ ITO:F ที่เจือ F ที่ปริมาณต่างๆ ที่เผาที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

F doping content (%)	2	6	10
Resistivity ($\Omega \cdot \text{cm}$)	1.22×10^{-2}	1.11×10^{-2}	1.58×10^{-2}
Conductivity (S/cm)	81.9	90.2	63.4

4.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติของขั้วไฟฟ้าต้นแบบจากการนำผงตัวอย่างมาประยุกต์ใช้

ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าจากการวัดฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนที่ 6 เปอร์เซ็นต์ โดยใช้เครื่อง Four-points probe และการส่องผ่านทางแสงในช่วงความยาวคลื่นที่ 600 นาโนเมตร ของขั้วไฟฟ้าต้นแบบที่การเจือ ITO:F ลงใน PEDOT:PSS ที่ปริมาณต่างๆ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการหมุนเคลือบ



รูปที่ 4.17 ค่าความนำไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าต้นแบบและค่าการส่องผ่านทางแสงที่การเจือ ITO:F ปริมาณต่างๆ

จากรูปที่ 4.17 ค่าความนำไฟฟ้าคุณพื้นที่ ($S \cdot \square$) ของขั้วไฟฟ้าต้นแบบ ของผงนาโน ITO:F ที่ปริมาณความเข้มข้นต่างๆ จะเห็นว่าค่าความนำไฟฟ้าคุณพื้นที่ของขั้วไฟฟ้าต้นแบบที่ยังไม่ได้เจือ ITO:F ลงไปจะมีค่าความนำไฟฟ้าคุณพื้นที่อยู่ที่ $83.33 S \cdot \square$ ในขณะที่เริ่มต้นเจือ ITO:F ลงไปที่ 5% จะมีค่าความนำต่อพื้นที่ลดลงอยู่ที่ $13.19 S \cdot \square$ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณการเจือจนถึง 15% ค่าความนำไฟฟ้าคุณพื้นที่จะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจนถึง $208.33 S \cdot \square$ ซึ่งมันส่งผลทำให้ความนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ซึ่งจากผลดังกล่าวการนำไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากปริมาณการเจือสารที่เป็นผงลงในสารละลายจะทำให้เกิดสารแขวงลอยที่ส่งผลทำให้ความโปร่งใสลดลงจนถึง 17.69% ตามปริมาณการเจือที่เพิ่มขึ้นเช่นกัน โดยค่าที่เหมาะสม จะอยู่บนจุดตัดระหว่างความนำไฟฟ้าคุณพื้นที่และการส่องผ่านทางแสง ที่ปริมาณการเจือ ITO:F ที่ 11.65% ซึ่งมีค่าเป็น $82.47 S \cdot \square$ และ 40.8% ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับใช้ในวงวิชาการเท่านั้น มิใช่เพื่อให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอนร่วมเพื่อประยุกต์ใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใส ซึ่งจะเลือกวิธีตกตะกอนร่วม เนื่องจากเป็นกระบวนการไม่ซับซ้อนมาก ต้นทุนต่ำ และเตรียมได้ปริมาณมากต่อครั้ง โดยในการวิจัยนี้จะแบ่งออกเป็น 3 ช่วง โดยในช่วงแรกศึกษาการสังเคราะห์อินเดียมที่เจือด้วยทินที่ปริมาณต่างๆโดยวิธีตกตะกอนร่วมเพื่อหาปริมาณการเจือทินที่เหมาะสมที่ส่งผลต่อสมบัติทางโครงสร้าง ทางเคมี ทางพื้นผิว และทางแสง และในขั้นตอนที่สองจะทำการศึกษาวิจัยคุณสมบัติในการเผาอินเดียมทินออกไซด์ โดยวิธีตกตะกอนร่วมเพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ส่งผลต่อการฟอร์มตัวเป็นผลึกของอินเดียมทินออกไซด์ สมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิว และการนำไฟฟ้า ซึ่งอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นั้น ภายหลังจากเผาจะมีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นระหว่างกระบวนการเผาโดยทำการตรวจสอบได้ด้วย เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน(TGA) ศึกษาสมบัติทางโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ศึกษาขนาด รูปร่างและโครงสร้างขนาดเล็กด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(FE-SEM) ศึกษาสมบัติทางพื้นผิวเคมีด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS) ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าโดยอาศัยปรากฏการณ์ของฮอลล์(Hall Effect) และวิเคราะห์สมบัติการดูดกลืนทางแสงโดยใช้เครื่อง UV-Vis ซึ่งจากการวิจัยที่กล่าวมานั้นพบว่าเมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนจะมีการเปลี่ยนแปลงเฟสจาก In(III)hydroxide ไปเป็น In₂O₃ ที่อุณหภูมิความร้อนที่ 300 องศาเซลเซียส ที่ทำให้มีการสลายพันธะIn(III) hydroxide และก่อตัวขึ้นใหม่เป็น In₂O₃ จากผล XRD บ่งบอกว่าผงที่ได้หลังจากการเตรียมจะอยู่ในรูปของผงที่ไม่เป็นผลึก และจะได้ผงที่มีความเป็นผลึกภายหลังจากทำการเผาในอุณหภูมิที่ 700 องศาเซลเซียส โดยจะพบว่า การเผาในอุณหภูมิสูงจะส่งผลต่อสมบัติทางโครงสร้างและจะส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าเป็นอย่างมาก จากการคำนวณขนาดผลึกโดยใช้ข้อมูลจาก XRD ทำให้ทราบว่า ผลึกจะมีขนาดเพิ่มมากขึ้นเมื่อทำการเผาในอุณหภูมิที่สูงขึ้น ซึ่งจะสอดคล้องกับรูปที่ได้จากการวิเคราะห์ โดย FE-SEM ที่ช่วยยืนยันว่ามีการเพิ่มขึ้นของขนาดผลึกเกิดขึ้นจาก 15 เป็น 45 nm ซึ่งในกรณีนี้จะแสดงให้เห็นว่ากระบวนการเผาอาจทำให้อะตอมมีการกระจายตัวและเกาะตัวกันเป็นเกรนขนาดใหญ่เมื่อขนาดเกรน (grain size) เพิ่มขึ้นขอบของเกรน (grain boundary) จะลดลง ผลการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีด้วยรามานสเปกตรัมของอนุภาคอินเดียมทินออกไซด์พบว่าปรากฏรามานพีคที่ 422 cm⁻¹ ซึ่งบ่งบอกว่าการแทนที่ของทินอะตอมลงในแลคทิสของอินเดียมออกไซด์เพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเจือทินไปจนถึง 10 เปอร์เซ็นต์ ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพของอินเดียมทินออกไซด์ที่ผ่านวิธีตกตะกอนร่วมของการเจือทินที่ปริมาณ 6% และ 10% ซึ่งจากการตรวจสอบผลการเจือทินได้ด้วยการวิเคราะห์ด้วย EDS พบสัญญาณของทินเมื่อทำการเจือ จึงเป็นการยืนยันได้ว่ามีทินอยู่ในสารตัวอย่างที่ทำการเจือ โดยมีแนวโน้มการพบปริมาณทินเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเจือลงไป (6 mol% หรือ 2.49 wt% และ 10 mol% หรือ 5.96 wt%ตามลำดับ) และนอกเหนือจากนี้ สีของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์

ภายหลังการเผาที่จะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีเหลืองเนื่องจากการแทนที่ของออกซิเจนวาแคนซี่ ซึ่งนั่นจะเป็นกุญแจสำคัญของการนำไฟฟ้า จากการวัดการส่องผ่านทางแสง ด้วยเครื่อง UV-vis ทำให้ทราบว่าช่วงความยาวคลื่นการดูดกลืนทางแสงของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์จะอยู่ในช่วง 300-400 nm และเผยให้เห็นถึงช่วงกว้างการดูดกลืนที่เพิ่มขึ้นจาก 3.25 eV ถึง 3.48 eV จากการเจือ Sn ที่เพิ่มขึ้นถึง 6% อันเนื่องมาจากปริมาณการเจือที่เพิ่มขึ้น จะทำให้มีพาหะอิเล็กตรอนมากขึ้นส่งผลให้ระดับพลังงานเฟอร์มิเพิ่มขึ้นในชั้นแถบการนำและมีการนำไฟฟ้าที่ดีขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับ Burstein-Moss shift effect แต่ช่วงกว้างการดูดกลืนจะลดลงอีกครั้งเมื่อทำการเจือสูงกว่า 6% ซึ่งอาจเกิดจากการพอร์มตัวของอัลลอยอื่นที่ไม่ใช่อินเดียมทินออกไซด์และไปลดพาหะอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นในชั้นคอนดักชันแบนให้ลดลงและอาจจะส่งผลทำให้การนำไฟฟ้าลดลงได้ และเมื่อทราบถึงปริมาณการเจือทินและอุณหภูมิที่เหมาะสมแล้ว จะเข้าสู่ขั้นตอนที่สาม โดยทำการเพิ่มประสิทธิภาพการนำไฟฟ้าโดยเตรียมอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนที่ปริมาณการเจือต่างๆโดยวิธีตกตะกอนร่วมเพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใสซึ่งเมื่อเราทำการเจือ ฟลูออรีนลงไปปริมาณที่เหมาะสมที่ 6 เปอร์เซ็นต์ค่าความต้านทานจะมีแนวโน้มลดลงจนถึง $1.11 \times 10^{-2} (\Omega\text{-cm})$ และเมื่อทำการเจือที่มากขึ้นจนถึง 10 เปอร์เซ็นต์ ค่าความต้านทานจะเพิ่มขึ้นเป็น $1.58 \times 10^{-2} (\Omega\text{-cm})$ ซึ่งมันส่งผลทำให้ความนำไฟฟ้าลดลง จากสมบัติเฉพาะที่กล่าวมานี้ แสดงให้เห็นว่า การเพิ่มประสิทธิภาพในการนำไฟฟ้านั้นสามารถทำได้โดยการแทนที่ของฟลูออรีนที่เจือเข้าไปในปริมาณที่เหมาะสม โดยการแทนที่ของทินและฟลูออรีนอะตอมในโครงสร้างของอินเดียมออกไซด์ ทำให้ลดความหนาแน่นของบริเวณข้อบกพร่อง(defect density) และ ขอบของเกรน (grain boundary) ที่อุณหภูมิการเผาที่สูงซึ่งจากผลทั้งหมดนั้นพาหะจำนวนน้อยที่ถูกจับอยู่ที่ขอบของเกรนจะเป็นผลทำให้ปริมาณพาหะอิสระให้เพิ่มมากขึ้นแล้วจะลดความต้านทานลง และในส่วนของ การนำไฟฟ้าประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าต้นแบบของอนุภาคนาโนอินเดียมทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีน โดยวิธีตกตะกอนร่วมที่ปริมาณความเข้มข้นต่างๆ จะเห็นว่าค่าความนำไฟฟ้าคุณพื้นที่ของขั้วไฟฟ้าต้นแบบที่ $13.19 S \cdot \square$ ที่การเจือที่ 5 เปอร์เซ็นต์ จะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจนถึง $208.33 S \cdot \square$ เมื่อเพิ่มปริมาณการเจือจนถึง 15 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมันส่งผลทำให้ความนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ซึ่งจากผลดังกล่าวการนำไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากปริมาณการเจือสารที่เป็นผลลงในสารละลายจะทำให้เกิดสารแขวงลอยที่ส่งผลทำให้ความโปร่งใสลดลงตามปริมาณการเจือที่เพิ่มขึ้นเช่นกัน ดังนั้นการเจือด้วยธาตุต่างๆจึงควรเจือในปริมาณที่เหมาะสมเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพในการนำไฟฟ้าที่ดีและเหมาะสมในการนำไปประยุกต์ใช้งานในย่านที่ตามองเห็นบนวัสดุที่มีความยืดหยุ่นได้เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่ไม่สูงมากซึ่งจะไม่ทำลายวัสดุชิ้นงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.2 ปัญหาและแนวทางการแก้ไข

1. ศึกษาสมบัติของสารเคมีที่ใช้ในการทำการทดลองให้เข้าใจเสียก่อนที่จะเริ่มทำการทดลองเพื่อลดขั้นตอนและความผิดพลาดที่อาจเกิดขึ้นในการทดลอง
2. ศึกษาวิธีการที่ใช้ในการทดลองให้เข้าใจก่อนเริ่มทำการทดลองเพื่อลดความผิดพลาดของผลการทดลอง
3. ศึกษาการวิเคราะห์ตัวอย่างที่เตรียมได้ด้วยเครื่องมือต่างๆที่ต้องทำการใช้ในการทดลองให้เข้าใจเสียก่อนเพื่อลดระยะเวลาในการวิเคราะห์และป้องกันความผิดพลาดที่เกิดจากการวิเคราะห์ข้อมูล
4. วิธีตกตะกอนใช้เวลาค่อนข้างนานในกระบวนการจึงควรจัดสรรเวลาให้การทดลองให้ดี
5. อินดิเคียมทินออกไซด์ที่ใช้ในการทดลองเมื่อทิ้งไว้ในอากาศปกติจะเกิดการออกซิไดซ์เนื่องจากมีความชื้นสูงจึงควรนำไปอบให้แห้งสนิทก่อนนำไปทำการทดลอง
6. ควรเลือกใช้ค่าตัวแปรต่างๆในวิธีตกตะกอนให้เหมาะสมเพื่อลดเวลาและความยุ่งยากในการทดลอง

5.3 ข้อเสนอแนะ

1. ไม่ควรใช้อุปกรณ์ร่วมกับการทดลองอื่นๆที่อาจทำให้เกิดการปนเปื้อนของสารเคมีได้
2. ทุกครั้งที่ทำการทดลองควรมีการใส่อุปกรณ์ป้องกันทุกครั้งเพื่อลดอันตรายจากสารเคมีที่ใช้
3. สารตั้งต้นที่ใช้ในการทดลองควรมีความบริสุทธิ์สูงและมีคุณภาพเพื่อนำมาใช้ในการทดลอง

เอกสารอ้างอิง

- [1] Seetha, M. Bharathi, S. Dhayal, A. Mangalaraj, D. and Nataraj, D. 2009. "Optical investigations on indium oxide nano-particles prepared through precipitation method." *Mater Charact.* 60 : 1578-1582.
- [2] Yamaguchi, A. Imura, T. Hotta, K. and Teramae, N. 2011. "Transparent nanoporous tin-oxide film electrode fabricated by anodization.", *Thin Solid Films.* 519 : 2415-2420.
- [3] Xu, P. Cheng, Z. Pan, Xu, Q. J. Xiang, Q. Yu, W. and Chu, Y. 2008. "High aspect ratio In_2O_3 nanowires: Synthesis, mechanism and NO_2 gas-sensing properties." *Sensors and Actuators B.* 130 : 802-808.
- [4] Chhina, H. Campbell, S. and Kester, O. An 2006 "oxidation-resistant indium tin oxide catalyst support for proton exchange membrane fuel cells." *J Power Source.* 161 : 893-900.
- [5] Vaufrey, D. Khalifa, M.B. Besland, M.P. Tardy, J. Sandu, C. Blanchin, M.G. and Roger, J. A. 2002. "Electrical and optical characteristics of indium tin oxide thin films deposited by cathodic sputtering for top emitting organic electroluminescent devices." *Materials Science and Engineering C.* 21 : 265-271.
- [6] Kim, K.Y. Park, S.B. 2010. "Preparation and property control of nano-sized indium tin oxide particle." *Material Chemistry and Physics.* 86 : 210-221.
- [7] Qiang, X.B. Kang, F.R. Bin, Y. and Yong, D. 2010. "Effect of Sn^{4+} content on properties of indium tin oxide nanopowders." *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* 20 : 643-648.
- [8] Huang, J. Hsu, M. and Hsiao, Y. 2012. "Performance of chromophore-type electrochromic devices employing indium tin oxide nanorod optical amplification." *Solar Energy Materials & Solar Cells.* 98 : 191-197.
- [9] Yong, H. Tan, S. Nee, C. and Yap, S. 2010. "Pulsed laser deposition of indium tin oxide nanowires in argon and helium." *Materials Letters.* 66 : 280-281.
- [10] Zhang, H. Ye, F. and Liu, L. 2010. "Synthesis of indium tin oxide nanotubes using 2-methoxyethanol as solvent via simple template method." *Journal of Alloys and Compounds.* 504 : 171-176.
- [11] Senthilkumar, V. Senthil, K. and Vickraman, P. 2012. "Microstructural, electrical and optical properties of indium tin oxide (ITO) nanoparticles synthesized by co-precipitation method." *Mater. Res. Bull.* 47 : 1051-1056.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [12] Hua, L.Z. Peng, K.Y and yan, R.D. 2008. "Effects of heat treatment on morphological, optical and electrical properties of ITO films by sol-gel technique." *Nonferr, T Metal. Soc.* 18 : 366-371.
- [13] Delacy, B.G Lacey, S. Zhang, D. Valder, E. and Hoang, K. 2014. "Controlling the morphology of indium tin oxide using PEG-assisted hydrothermal synthesis." *Mater. Lett.* 117 : 108-111.
- [14] Zhang, H. Ye, F. Liu, L. Liu, L. Xu, H. and Sun, C. 2010. *J. Alloy. Compd.* 504 : 171-176.
- [15] Sarhaddi, R. Shahtahmasebi, N. Rezaee Rokn-Abadi, M. and Bagheri-Mohagheghi, M.M. 2010. "Effect of post-annealing temperature on nano-structure and energy band gap of indium tin oxide (ITO) nano-particles synthesized by polymerizing-complexing sol-gel method." *Physica E.* 43 : 452-457.
- [16] Li, S. Qiao, X. Chen, J. Wang, H. Jia, F. and Qiu, X. 2006. "Effects of temperature on indium tin oxide particles synthesized by co-precipitation." *Journal of Crystal Growth* 289 : 151-156.
- [17] การได้ปสารกึ่งตัวนำ [Online]. Available : http://www.elecnet.chandra.ac.th/courses/ELEC1201/chaptor_5/extrin/doping.html
- [18] [Online]. Available : <http://www.pharmainfo.net/reviews/solid-dispersions-overview>
- [19] Robert, M.R. 1966. "The Structure and Properties of Materials". New York : John Wiley & Son.
- [20] Streetman, Ben G. (1995). *Solid State Electronic Devices*. New jersey: Prentice-Hall international.
- [21] [Online]. Available : <http://www.solarlightaustralia.com.au/2013/02/20/visible-light/>
- [22] [Online]. Available : <http://www.centexbel.be/solgel-treatment>
- [23] [Online]. Available : <http://www.intechopen.com/books/nanowires-fundamental-research/the-anisotropic-growth-of-perovskite-oxide-nanowires>
- [24] ศันสนีย์ รักไทยเจริญชีพ. 2557. การวัดขนาดอนุภาคนาโนเมตรด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction. *วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ.* 62(194) : 34-35.
- [25] ดนัย กิจชัยนุกูล. 2547. เรื่องนำรู้ของกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM). *โครงการฟิสิกส์และวิศวกรรม.*
- [26] [Online]. Available : http://www.vub.ac.be/META/toestellen_FE_SEM.php?m=xpand&d=menu7
- [27] [Online]. Available : http://www.vub.ac.be/META/toestellen_sem-edx.php?m=xpand&d=menu7
- [28] [Online]. Available : http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry/image_files/chapter5_2.html

- [29] [Online].Available : <http://beslakmal1.blogspot.com/p/thermogravimetric-analysis.html>
- [30] การวิเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี [Online].Available : <http://www.seem.kmutt.ac.th/research/pentec/download/MTT656-Chapter%202%20Polymer%20Spectroscopy.pdf>
- [31] Four point probe resistivity measurements [Online].Available : <http://www.pveducation.org/pvcdrom/characterisation/four-point-probe-resistivity-measurements>
- [32] F.M. Sanda, W.E. Victor, T.A. Monica, C. Alina, 2012. "Base Theory For UV-Vis Spectrophotometric Measurements."
- [33] Pramanik, N.C. Das, S. Biswas, P.K. 2002. "The effect of Sn(IV) on transformation of co-precipitated hydrated In(III) and Sn(IV) hydroxides to indium tin oxide (ITO) powder." *Materials Letters*. 56 : 671-679.
- [34] Saghaei, J. Fallahzadeh, A. and Saghaei. T. 2015 "ITO-free organic solar cells using highly conductive phenol-treated PEDOT:PSS anodes." *Organic Electronics*. 24 : 188-194
- [35] Morvillo, P. De Girolamo Del Mauro, A. and Nenna, G. 2014. "ITO-free anode with plasmonic silver nanoparticles for high efficient polymer solar cells." *Energy Procedia*. 60 : 13-22
- [36] Gupta, N. Sasikala, S. Mahadik, D.B. Rao, A.V. and Barshilia, H.C. 2012. "Dual-scale rough multifunctional superhydrophobic ITO coatings prepared by air annealing of sputtered indium-tin alloy thin films." *Applied Surface Science*. 258 : 9723-9731.
- [37] Sarhaddi, R. Shahtahmasebi, N. Rezaee Rokn-Abadi, M. and Bagheri-Mohagheghi, M.M. 2010. "Effect of post-annealing temperature on nano-structure and energy band gap of indium tin oxide (ITO) nano-particles synthesized by polymerizing-complexing sol-gel method." *Physica E*. 43 : 452-457
- [38] Korotcenkov, G. Brinzari, V. Ivanov, M. Cerneavschi, A. Rodriguez, J. Cirera, A. Cornet, A. and Morante, J. 2015. "Structural stability of indium oxide films deposited by spray pyrolysis during thermal annealing." *Thin Solid Films*. 479 : 38-51.
- [39] Yang, C.H. Lee, S.C. Lin, T.C. and Zhuang, W.Y. 2007. "Effect of tin doping on the properties of indium-tin-oxide films deposited by radio frequency magnetron sputtering." *Materials Science and Engineering B*. 138 : 271-276.



ภาคผนวก
ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ITO:F nanoparticles synthesized by co-precipitation method

J. Kanoksinwuttipong^{1,a*}, W. Pecharapa^{2,3,b}, R. Noonuruk² and W. Techitdheera¹

¹School of Physics, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

² College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

³ ThEP Center, CHE, 328 Si Ayutthaya Rd., Bangkok 10400, Thailand

^anewrxzero@gmail.com, ^bkpewisan@gmail.com

Keywords: co-precipitation, Indium Tin Oxide:Fluoride nanoparticles, Electrical properties, calcination temperature.

Abstract.

Indium Tin Oxide:Fluoride nanoparticles were synthesized by co-precipitation method using InCl_3 and $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ and ammonium fluoride (NH_4F) with different molar ratios of F:ITO as starting precursors for In, Sn and F sources, respectively followed by calcination method. The crystalline structure of Indium Tin oxide:Fluoride nanoparticles were characterized by X-ray diffraction (XRD). The size, shape and microstructure structure of the particles were observed by Field Emission Scanning Electron Microscope and chemical composition was investigated by Energy Dispersive X-ray Spectrophotometer (EDS). The XRD results showed that the as-prepared powders were initially formed in amorphous phase and the crystal structure of powders were obtained after certain calcination temperature. It can be noticed that the substitution of fluoride into the oxygen site of ITO highly affects to their relevant physical properties especially electrical properties of Indium Tin Oxide:Fluoride. Moreover, the color of Indium Tin Oxide:Fluoride powder after calcination changed from white to yellow due to the substitution of oxygen vacancies in the sample.

Introduction

Indium oxide (In_2O_3) is a wide band gap transparent n-type semiconductor material, as a kind of important transparent conducting oxides (TCOs) materials, has been widely studied and applied as transparent conducting electrodes in various optoelectronic devices due to high stability, excellent electrical conductivity and highly optical transmittance in the visible light [1-2]. The high electrical conductivity property of Indium oxide is caused by the creation of a conducting carrier-oxygen vacancy with the extrinsic dopant. In particular, the mixed substitution of both tin ions at the indium cation sites and fluoride ions at oxygen anion sites in the lattice can be creating extra electron carriers [3-5]. In addition, the different wet chemical methods have been used for the synthesis of indium tin oxide (ITO) nanoparticles which include co-precipitation method [6], sol-gel process [7], hydrothermal process [8] and template method [9]. The sol-gel method has a long flow sheet and needs some expensive raw materials [10], while the hydrothermal process was kept controlling under in subcritical water as solvent (temperatures and pressures lower than 374°C and 22.1 MPa respectively) [11]. Meanwhile, the template method is still difficult to be applied on a large scale production. Among wet chemistry synthesis, co-precipitation method one of appropriate method due to considerable advantages including cost effectiveness, high purity, homogeneity and ability of

shape and size control. In this work ITO:F nanoparticles with 10% Sn concentration and different F concentration were synthesized by co-precipitation method. The effects of F doped into indium tin oxide on physical structures and electrical properties were investigated by X-ray diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), Energy Dispersive X-ray Spectrophotometer (EDS), Raman spectroscopy and Hall measurements.

Experimental

Indium tin oxide:fluoride nanoparticles were synthesized via co-precipitation method. In experiment, tin (IV) chloride pentahydrate ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), indium (III) chloride (InCl_3) and ammonium fluoride (NH_4F) were used as a Sn^{4+} , In^{3+} and F^- source, while ammonia (NH_3) were used as precipitation agents. The 0.2 M indium (III) chloride, tin (IV) chloride pentahydrate and ammonium fluoride with 10% Sn concentration and different F concentration was dissolved in 200 ml deionized water and mixed by magnetic stirrer at 75°C with 1000 rpm for 15 min. The ammonia was dropped into the mixed solution to maintain the pH at 7.0 under continuous stirring for 1 h and then aged at room temperature for 4 h. The precipitates were washed several times with deionized water and ethanol to remove both ammonia and chlorine ions by centrifugation until all chloride ions were removed. After chloride removal, the product was dried slowly at 80°C for 24 h to remove moisture and then calcined at 700°C for 2 h to ensure the complete decomposition of the organic polymer and conduct the crystallization of particles. The indium tin oxide:fluoride nanoparticles were obtained. The crystallinity of powders were characterized by XRD (PANalytical X'Pert Pro) operated at 40 kV and 30 mA using $\text{Cu-K}\alpha$ radiation over a 2θ from 20° to 80° with steps at $0.02^\circ/\text{sec}$. The size, shape and microstructure of the particles were observed by field emission scanning electron microscope and scanning electron microscope. The samples for the FE-SEM and SEM were prepared by ultrasonically dispersing the product in acetone, and then droplets were placed on carbon tape coated Au film. Chemical composition was investigated by energy-dispersive X-ray spectrophotometer (EDS, Inca, Oxford, English). Their resistivities were measured at room temperature with the Hall measurements using by pellets of ITO:F. The ITO:F nanoparticles were pelletized at 2 ton for 2 min and more 2.5 ton for 2 min with the 1 cm pellets's diameter by using 5% PVA as a binder.

Results and Discussion

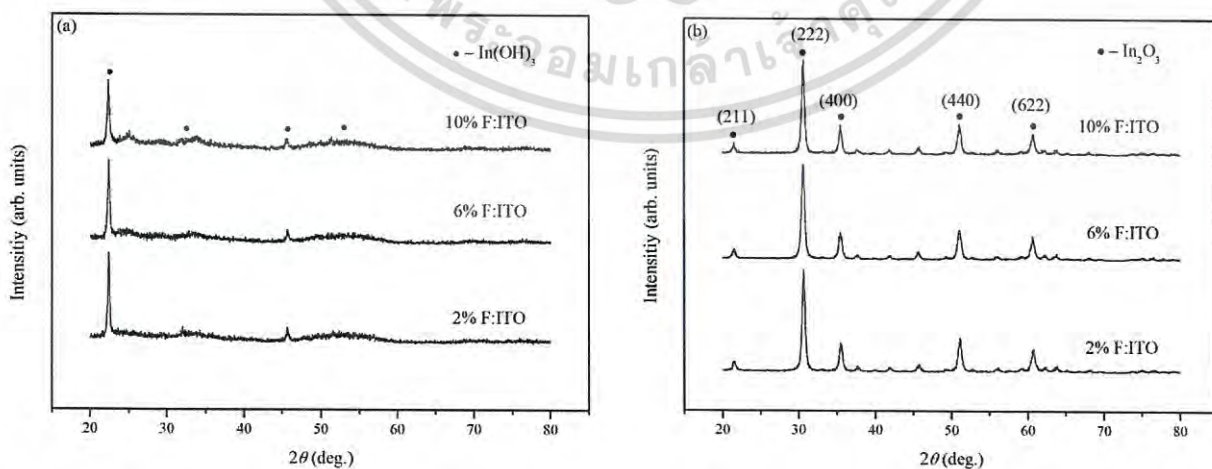


Figure 1 XRD patterns of (a) as-precipitated and (b) after-calcined ITO:F nanoparticles with various F ratio contents.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Table 1 Crystalline sizes of (222) diffraction peak on ITO:F nanoparticles with different F contents calcined at 700 °C for 4 h

F doping content (%)	2	6	10
Crystalline size (nm)	33.54	31.67	34.43

Figure 1 exhibits the X-ray diffraction peaks of (a) as-precipitated product and (b) after-calcined powders. In Figure 1 (a), the XRD peaks of as-precipitated product are nicely matched with the data of card 16-0161 in the JCPDS file of pure cubic $\text{In}(\text{OH})_3$. Moreover, the XRD patterns only show $\text{In}(\text{OH})_3$ phase without other peaks, which implies that the Sn^{4+} can properly substitute into the $\text{In}(\text{OH})_3$ structure [4]. In the case of after-calcination at 700 °C for 2 h, the XRD patterns are shown in the Figure 1 (b). It is observed that prominent diffraction peaks of the orientations in the (222), (400), (440) and (622) planes ascribe to In_2O_3 cubic crystal structure [6]. The major peak intensities remain unchangeably with increasing of F content. It can be further noticed that the peak position of the (222) shifts slightly toward to higher angle, which may be due to the substitution of O^{2-} by F^- ions [12]. Furthermore, the color of the powder turned from white to light yellow after heat treatment due to the substitution of oxygen vacancies in the sample [13].

For XRD results of ITO:F samples, The average crystallite size of Indium tin oxide:fluoride nanoparticles can be evaluated from the line broadening of (222) diffraction peak by Scherrer's equation expressed as follows:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

Where D is the crystallite size of the samples collected at different temperatures, constant K is the shape factor (0.9), λ is the X-ray wavelength of $\text{Cu K}\alpha$ (0.154 nm), β is the full-width at half maximum (FWHM) and θ is the Bragg angle. The corresponding results are given in Table 1. The calculated average sizes are in the range of 15-17 nm. From the results obtained, it can be obviously seen that the crystallite size insignificantly changes with varying F doping concentration due to relatively small content of F dopant. The ionic radius of fluorine ion (1.33 Å) is close to oxygen ion (1.32 Å), therefore oxygen site can be replaced by fluorine ion. Similarly, the incorporation of tin ion which has a smaller ionic radius ($r = 0.71$ Å) than that of indium ion ($r = 0.81$ Å) can suitably substitute at indium ion site [14].

SEM micrographs of 2%, 6% and 10% F-doped ITO nanopowders in lowmagnification are represented in Figure 2(a), (b) and (c), respectively. From all images, the synthesized product possess fine granular structure with less agglomeration and insignificant variation in their particle size with F doping content that is in good accordance with the interpretation from the XRD results.

High resolution FE-SEM image of Indium tin oxide:fluoride nanoparticles with 10% F-doping content is illustrated in Figure 3. It can be clearly noticed that the powder is in the form of cluster of uniform quasi-spherical particles with average size distribution ranging from 20 nm to 40 nm.

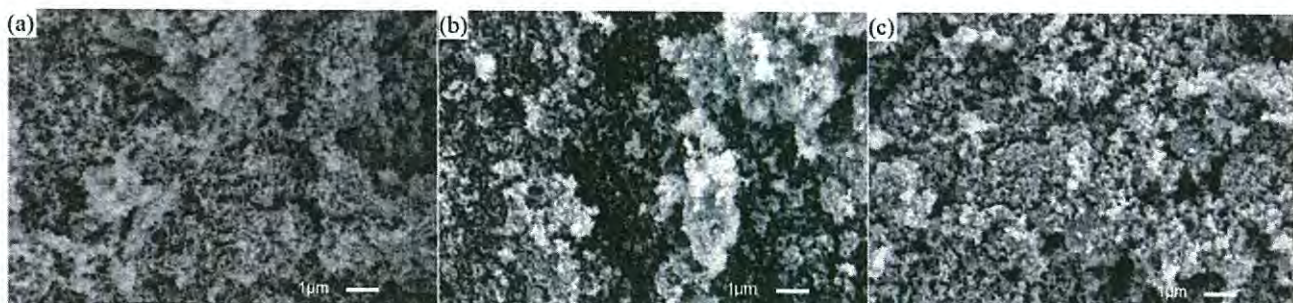


Figure 2 SEM micrograph in low magnification of (a) 2%, (b) 6% and (c) 10% F-doped indium tin oxide calcined at 700 °C for 2 h

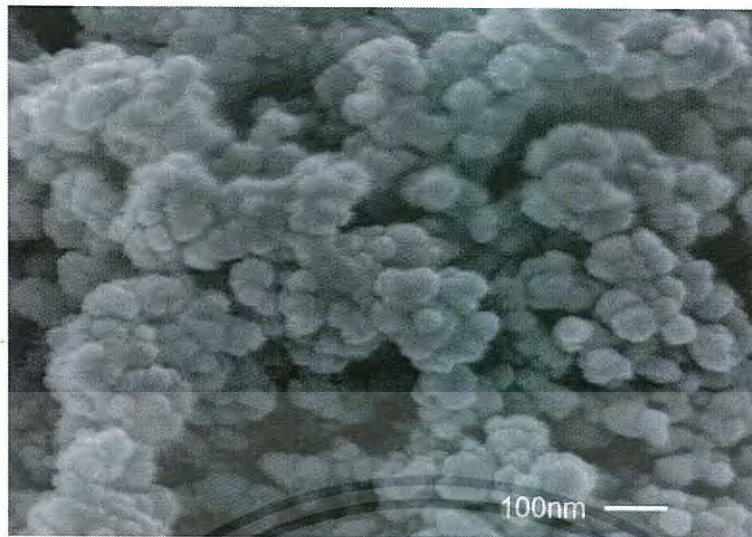


Figure 3 FE-SEM micrograph of 10% F-doped indium tin oxide nanoparticles calcined at 700 °C for 2 h

The EDS spectra of 10% F-doped indium tin oxide nanoparticles are presented in Figure 4. The spectra indicate the existence of In, Sn, O and F element in the samples. The appearance of Au element in the spectra originates from the Au coating for SEM measurement.

Table 2 shows the electrical resistivity (ρ) and electrical conductivity of ITO:F nanoparticles calcined at 700 °C. The resistivity tends to decrease to 1.11×10^{-2} ($\Omega\text{-cm}$) with the increase of F doping content up to 6%. As the doping content elevates to 10%, the resistivity increases to 1.58×10^{-2} ($\Omega\text{-cm}$) as a consequence to the conductivity decreases. This characteristic feature suggests that the enhancement in its conductivity can be achieved by the incorporation of F dopant with certain small doping content due to appropriate substitution by tin and fluoride atoms into In_2O_3 matrix leading to the decrease of defect density and the grain boundary and greater generated free electron with substitution by F^- into O^{2-} ions [15]. Further increase of F dopant beyond specific content may lead to the saturation of substitution at oxygen site and the defect at the boundary that can hinder the charge transport between grains.

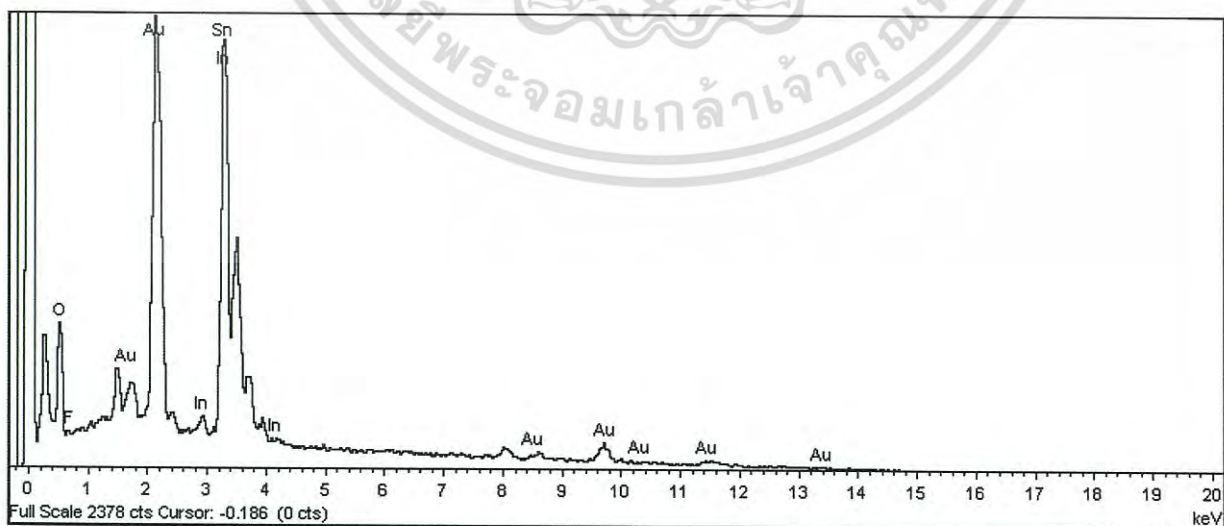


Figure 4 EDS spectra of 10% F-doped indium tin oxide after calcination at 700 °C for 2 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Table 2 Electrical properties of ITO:F nanoparticles with different F doping contents calcined at 700 °C for 4 h

F doping content (%)	2	6	10
Resistivity (Ω -cm)	1.22×10^{-2}	1.11×10^{-2}	1.58×10^{-2}
Conductivity (S/cm)	81.9	90.2	63.4

Conclusion

In this paper, Indium tin oxide:fluoride nanoparticles whose size in the range of 20-40 nm with spherical morphology have been synthesized successfully via co-precipitation process. The $\text{In}(\text{OH})_3$ phase of as-precipitated powders was transformed into a crystalline phase of In_2O_3 by calcination at 700 °C. The experimental results indicate that F doping content at 6% into ITO can provide good electrical properties with high conductivity of 90.2 S/cm and low resistivity of $1.11 \times 10^{-2} \Omega$ -cm with crystalline size of about 37 nm. It is implied that F dopant has such good substitution into In_2O_3 matrix but insignificantly affects to the alternation in the crystallinity of In_2O_3 due to close ionic radius of fluorine ion to oxygen.

References

- [1] M. Seetha, S. Bharathi, A. Dhayal, D. Mangalaraj, D. Nataraj, *Mater. Charact.* 60 (2009) 1578-1582.
- [2] A. Yamaguchi, T. Jimura, K. Hotta, N. Teramae, *Thin Solid Films.* 519 (2011) 2415-2420.
- [3] K.Y. Kim, S.B. Park, *Mater. Chem. Phys.* 86 (2004) 210-221.
- [4] X. Bao-qiang, F. Rui-kang, Y. Bin, D. yong, T. Nonferr. Metal. Soc. 20 (2010) 643-648.
- [5] H. Kim, R.C.Y. Auyeung, A. Piqué, *Thin Solid Films.* 516 (2008) 5052-5056.
- [6] V. Senthilkumar, K. Senthil, P. Vickraman, *Mater. Res. Bull.* 47 (2012) 1051-1056.
- [7] L. Zhi-hua, K. Yu-peng, R. Dong-yan, T. Nonferr. Metal. Soc. 18 (2008) 366-371.
- [8] B.G. Delacy, S. Lacey, D. Zhang, E. Valder, K. Hoang, *Mater. Lett.* 117 (2014) 108-111.
- [9] H. Zhang, F. Ye, L. Liu, L. Liu, H. Xu, C. Sun, *J. Alloy. Compd.* 504 (2010) 171-176.
- [10] R. Sarhaddi, N. Shahtahmasebi, M. Rezaee Rokn-Abadi, M.M. Bagheri-Mohagheghi, *Physica E.* 43 (2010) 452-457.
- [11] L. Diamandescu, D. Tarabasanu-Mihaila, M. Feder, M. Enculescu, V.S. Teodorescu, S. Constantinescu, T. Popescu, C. Bartha, Z. Pap, *Mater. Chem. Phys.* 143 (2014) 1540-1549.
- [12] S. Wu, S. Yuan, L. Shi, Y. Zhao, J. Fang, *J. Colloid. Interf. Sci.* 346 (2010) 12-16.
- [13] S.G. Chen, C.H. Li, W.H. Xiong, L.M. Liu, H. Wang, *Mater. Lett.* 58 (2004) 294-298.
- [14] X. Zhu, T. Jiang, G. Qiu, B. Huang, *Mater. Chem. Phys.* 112 (2008) 342-345.
- [15] C.H. Yang, S.C. Lee, T.C. Lin, W.Y. Zhuang, *Mater. Sci. Eng. B-Adv.* 138 (2007) 271-276.

Physical and optical properties of indium oxide:tin nanoparticles synthesized by co-precipitation method

Jiruntanin Kanoksinwuttipong^{1, a*}, Wisanu Pecharapa^{2,3,b},

Russameeruk Noonuruk² and Wicharn Techitdheera¹

¹School of Physics, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

²College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

³ThEP Center, CHE, 328 Si Ayutthaya Rd., Bangkok 10400, Thailand

^anewrxzero@gmail.com, ^bkpewisan@gmail.com

Keywords: ITO nanoparticle, co-precipitation, optical absorbance.

Abstract. Indium oxide:tin nanoparticles were synthesized by co-precipitation method using InCl_3 and $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ as starting precursor with different molar ratios of Sn:In. The crystalline structure, optical properties, chemical bonding and morphologies of all samples were characterized by X-ray diffraction (XRD), UV-vis spectrometer, Raman spectroscopy and field emission scanning electron microscope, respectively. The XRD results show that the crystallinity of as-synthesized powders was initially amorphous phase. After calcination at 400 °C for 2 h, a single phase ITO powder with 10% (mol%) SnO_2 was obtained. The particle size of each sample is approximately 20-25 nm. The color of indium oxide:tin nanopowders after heat treatment changed from white to yellow due to the substitution of oxygen vacancies in the sample. After calcination, the intensity of Raman peak significantly decreased with increasing amount of Sn loading. This phenomenon indicates that ion substitution may occur during the synthesis process. Moreover, it is noticed that the optical absorbance of obviously changed with increasing Sn loading.

Introduction

Indium oxide (In_2O_3) is a well-known n-type semiconductor with a wide direct band gap (3.55-3.75 eV) and a kind of transparent conductive oxide (TCO) materials with good chemical stability including excellent thermal properties [1]. It has been widely used in many fields such as transparent conducting electrodes [2], gas sensors [3] and organic light emitting diodes (OLED) [4]. The high electrical conductivity property of indium oxide is related to the creation of a conducting carrier-oxygen vacancy with the addition of dopant (Sn) within the In_2O_3 -based matrix. The extrinsic dopant that can provide oxygen vacancies creating free electrons to provide higher electrical conductivity [5, 6]. Recently, indium oxide:tin (In_2O_3 :Sn) nanoparticles with uniform and lower dimensional structure such as aciculae, nanotubes, nanospheres, nanorods and nanowires can evidently improve its physical, optical, catalytic and electric properties. This material have been prepared by different wet chemical methods including co-precipitation process [7], sol-gel process [8], hydrothermal process [9] and template method [10]. Sol-gel method required some expensive raw materials [11] while hydrothermal process was kept controlling under in subcritical water as solvent [12]. Among these methods, co-precipitation method is cost effective and also able to control particle shape and size properties. In this study, In_2O_3 :Sn nanopowders with different Sn content was synthesized by co-precipitation method using indium(III) chloride and tin(IV) chloride pentahydrate. In addition, effects of In dopant on many interesting properties were investigated.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Experiment

$\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ nanoparticles were synthesized by co-precipitation method. Tin (IV) chloride pentahydrate ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) and indium chloride (InCl_3) were used as starting precursors meanwhile, ammonia (NH_3) was used to adjust the pH in the precipitation process. Firstly, the 0.2 M indium(III) chloride and tin(IV) chloride pentahydrate with different Sn loading contents (0, 2, 6 and 10 mol%) were dissolved in 50 ml of deionized water and mixed by magnetic stirrer at 75°C for 15 min. The ammonia was dropped into the mixed solution and continually stirred for 1 h. After the mixtures were kept at room temperature for 4 h the precipitated substances were obtained. The obtained products were washed several times with deionized water and ethanol to remove both ammonia and chlorine ions followed by centrifugation until all chloride ions were completely removed. Finally, it was dried at 80°C for 24 h to remove moisture and calcined at 400°C for 2 h to ensure the complete decomposition of the organic polymer and induce crystallization of particles.

The crystal structure of all samples were characterized by XRD (PANalytical X'Pert Pro) operated at 40 kV and 30 mA using Cu- $K\alpha$ radiation in the 2θ range from 20 to 80° . The morphologies and microstructure structure were observed by FE-SEM operated at 5 kV with 100,000x magnification. Chemical bonding was characterized by Raman spectroscopy (Thermo Scientific DXR) conducted in the range of $100\text{--}800\text{ cm}^{-1}$. In addition, the optical absorbance were recorded in a wavelength of 300-800 nm using UV-Vis spectrophotometer.

Results and Discussion

The X-ray diffraction patterns of as-synthesized powders with various Sn contents are shown in Fig 1 (a). All diffraction peaks are matched with the data of card 16-0161 in the JCPDS file of pure cubic $\text{In}(\text{OH})_3$ structure [6]. Moreover, the XRD patterns of all samples only show the $\text{In}(\text{OH})_3$ phase without any secondary phase, which indicates that Sn substituted into the $\text{In}(\text{OH})_3$ structure. After-calcination at 400°C for 2 h, the corresponding XRD patterns are shown in Fig 1 (b). It can be clearly seen that diffraction peaks of the orientations in the (222), (400), (440) and (622) planes corresponding to In_2O_3 cubic crystal structure are emerged [7]. The major peak intensities tend to decrease and broaden with increasing of Sn content, indicating that Sn contents has significant effect on crystallite growth. Furthermore, the color of powder changed from white to yellow (picture is not shown) after heat treatment due to the substitution of oxygen vacancies [13].

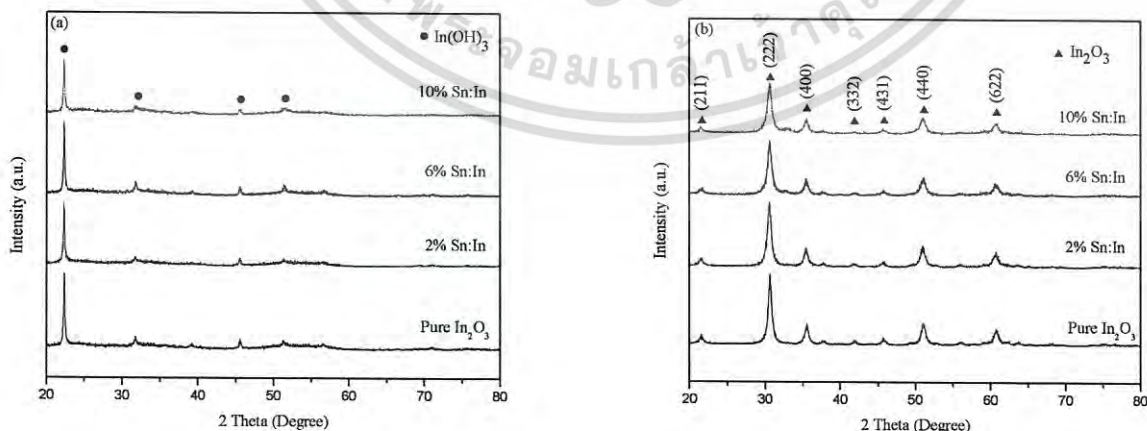


Figure 1 XRD patterns of (a) as-prepared and (b) after-calcined $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ nanoparticles with various Sn contents.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Table 1 Calculated crystallite size of after-calcined $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ nanoparticles with different Sn contents.

Sn concentration (mol%)	0	2	6	10
Crystallite size (nm)	12.3	11.1	10.6	10.0

The average crystallite size of $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ nanoparticles can be calculated from the broadening of (222) diffraction peak by Scherrer's equation expressed as follows:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

Where D is crystallite sizes, K is the shape factor (0.9), λ is the X-ray wavelength of $\text{Cu } K_\alpha$ (0.154 nm), β is the full-width at half maximum (FWHM) and θ is the Bragg's angle. The average crystallite size of $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ are exhibited in Table 1, which indicates that Sn introduced into Indium oxide affects to the reduction in crystalline size from 12.3 nm to 10.0 nm.

Raman spectra of In_2O_3 nanoparticles calcined at 400 °C are shown in Fig 2(a). Characteristic Raman peaks of In_2O_3 appeared at 107, 130, 306, and 627 cm^{-1} , respectively, which are most likely attributable to the existence of In_2O_3 structure [14, 15]. The influence of Sn dopant incorporated into In_2O_3 particles was also investigated. In Fig 2(b-d), the Raman peaks at 422 cm^{-1} appeared with the loading of Sn due to the presence of Sn atom in the In_2O_3 lattice [15]. In addition, the peak intensity of In_2O_3 particles continually decreased and broadened with increasing Sn content. The Raman results of $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ coincidentally affirm the effect of Sn introduced into In_2O_3 lattice resulting in interruption in its crystallite growth, which is in good agreement to XRD results.

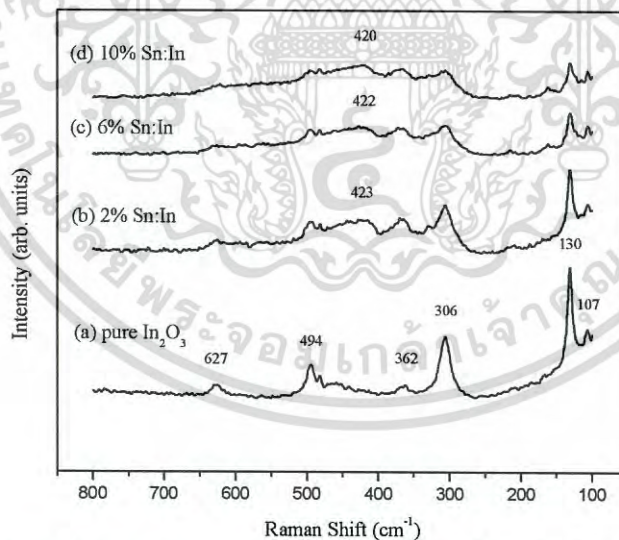


Figure 2 Room temperature Raman spectra of pure In_2O_3 and $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ nanoparticles with various Sn contents after calcination at 400 °C.



Figure 3 FE-SEM micrograph of (a) as-precipitated powder, after-calcined $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ with different Sn contents: (b) 0%, (c) 2%, (d) 6% and (e) 10 %.

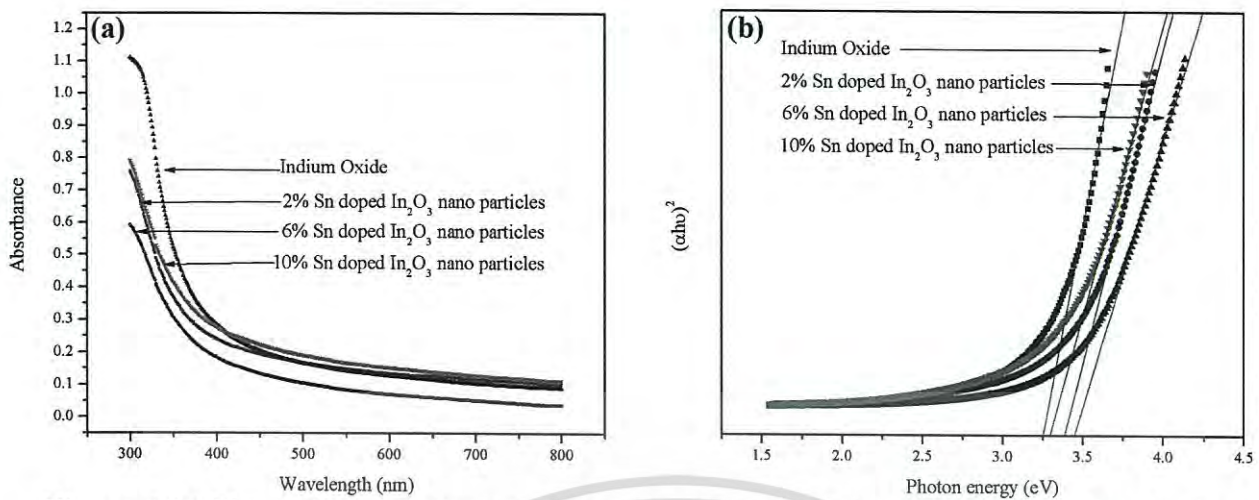


Figure 4 (a) The optical absorbance spectra and (b) The optical direct band gap of In₂O₃:Sn nanoparticles at different Sn contents.

FE-SEM images of as-precipitated powder and after-calcined In₂O₃ powders are shown in Fig. 3. The grain sizes of each sample are estimatedly 30-55 nm with noticeable agglomeration of the powders. From these results, it indicates that the thermal energy at temperature of 400 °C and Sn introduced into In₂O₃ lattice has insignificant effect on the morphologies of samples.

The optical absorbance spectra of In₂O₃:Sn nanoparticles at different Sn contents are shown in Fig. 4 (a). The optical absorbance spectra of all samples are distinct in range of 300-400 nm indicating the wide direct band gap semiconductor feature. The optical direct band gap values of all samples estimated from the plot of $(\alpha h\nu)^2$ versus $h\nu$ using Tauc's relation (Eq. 2) are shown in Fig. 4 (b) [11]:

$$(\alpha h\nu)^2 = A(h\nu - E_g), \quad (2)$$

where E_g is optical band gap, $h\nu$ is photon energy and A is constant; α is the absorption coefficient defined by the Beer-Lambert's law as $\alpha = 2.303 \times Abs(\lambda)/d$ where d is the sample thickness and $Abs(\lambda)$ is sample absorbance. It was revealed that the band gap values increased from 3.25 eV to 3.48 eV as the Sn loading increased up to 6% Sn thereafter slightly decreased.

Summary

In this work, In₂O₃:Sn nanoparticles were synthesized by co-precipitation method. The amorphous phase of as-synthesized powders was transformed into a crystalline phase by annealing process at 400 °C for 2 h. The XRD and Raman results indicate that the Sn completely introduced into In₂O₃ lattice and significant influenced on crystalline growth. Moreover, the optical band tends to increase with increasing Sn loading up to 6% and found to be 3.48 eV.

Acknowledgements

Authors gratefully acknowledge the support from College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMUTL) and Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT) for XRD measurement. This work was financially supported by KMUTL research fund.

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

References

- [1] X. Xu, D. Wang, W. Wang, P. Sun, J. Ma, X. Liang, Y. Sun, Y. Ma, and G. Lu, Porous hierarchical In_2O_3 nanostructures: Hydrothermal preparation and gas sensing properties, *Sensors and Actuators B* 171-172, 2012, pp 1066-1072.
- [2] A. Yamaguchi, T. Iimura, K. Hotta and N. Teramae, Transparent nanoporous tin-oxide film electrode fabricated by anodization, *Thin Solid Films* 519, 2011, pp 2415-2420.
- [3] P. Xu, Z. Cheng, Q. Pan, J. Xu, Q. Xiang, W. Yu and Y. Chu, High aspect ratio In_2O_3 nanowires: Synthesis, mechanism and NO_2 gas-sensing properties, *Sensors and Actuators B* 130, 2008, pp 802-808.
- [4] D. Vaufrey, M.B. Khalifa, M.P. Besland, J. Tardy, C. Sandu, M.G. Blanchin and J.A. Roger, Electrical and optical characteristics of indium tin oxide thin films deposited by cathodic sputtering for top emitting organic electroluminescent devices, *Materials Science and Engineering C* 21, 2002, pp 265-271.
- [5] K.Y. Kim and S.B. Park, Preparation and property control of nano-sized indium tin oxide particle, *Material Chemistry and Physics* 86, 2004, pp 210-221.
- [6] B.Q. XU, R.K. FENG, B. YANG and Y. DENG, Effect of Sn^{4+} content on properties of indium tin oxide nanopowders, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 20, 2010, pp 643-648.
- [7] V. Senthilkumar, Karuppanan Senthil, P. Vickraman, Microstructural, electrical and optical properties of indium tin oxide (ITO) nanoparticles synthesized by co-precipitation method, *Materials Research Bulletin* 47, 2012, pp 1051-1056.
- [8] Z.H. LI, Y.P. KE and D.Y. REN, Effects of heat treatment on morphological, optical and electrical properties of ITO films by sol-gel technique, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 18, 2008, pp 366-371.
- [9] B.G. DeLacy, S. Lacey, D. Zhang, E. Valdes and K. Hoang, Controlling the morphology of indium tin oxide using PEG-assisted hydrothermal synthesis, *Materials Letters* 117, 2014, pp 108-111.
- [10] H. Zhang, F. Ye, L. Liu, H. Xu and C. Sun, Synthesis of indium tin oxide nanotubes using 2-methoxyethanol as solvent via simple template method, *Journal of Alloys and Compounds* 504, 2010, pp 171-176.
- [11] R. Sarhaddi, N. Shahtahmasebi, M. RezaeeRokn-Abadi and M.M. Bagheri-Mohagheghi, Effect of post-annealing temperature on nano-structure and energy band gap of indium tin oxide (ITO) nano-particles synthesized by polymerizing-complexing sol-gel method, *Physica E* 43, 2010, pp 452-457.
- [12] L. Diamandescu, D. Tarabasanu-Mihaila, M. Feder, M. Enculescu, V.S. Teodorescu, S. Constantinescu, T. Popescu, C. Bartha and Zs. Pap, Indiumtin nanoscaled oxides synthesized under hydrothermal supercritical and postannealing pathway: Phase dynamics and characterization, *Materials Chemistry and Physics* 143, 2014, pp 1540-1549.
- [13] S.G. Chen, C.H. Li, W.H. Xiong, L.M. Liu and H. Wang, Preparation of indium-tin oxide (ITO) aciculae by a novel concentration-precipitation and post-calcination method, *Materials Letters* 58, 2004, pp 294-298.
- [14] G. Korotcenkov, V. Brinzari, M. Ivanov, A. Cerneavski, J. Rodriguez, A. Cirera, A. Cornet and J. Morante, Structural stability of indium oxide films deposited by spray pyrolysis during thermal annealing, *Thin Solid Films* 479, 2005, pp 38-51.
- [15] N. Gupta, S. Sasikala, D.B. Mahadik, A.V. Rao and H.C. Barshilia, Dual-scale rough multifunctional superhydrophobic ITO coatings prepared by air annealing of sputtered indium-tin alloy thin films, *Applied Surface Science* 258, 2012, pp 9723-9731.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Physical and Optical Properties of Indium Oxide: Tin Nanoparticles Synthesized by Co-Precipitation Method

10.4028/www.scientific.net/KEM.659.604

DOI References

[1] X. Xu, D. Wang, W. Wang, P. Sun, J. Ma, X. Liang, Y. Sun, Y. Ma, and G. Lu, Porous hierarchical In₂O₃ nanostructures: Hydrothermal preparation and gas sensing properties, *Sensors and Actuators B* 171-172, 2012, pp.1066-1072.

10.1016/j.snb.2012.06.035

[2] A. Yamaguchi, T. Iimura, K. Hotta and N. Teramae, Transparent nanoporous tin-oxide film electrode fabricated by anodization, *Thin Solid Films* 519, 2011, pp.2415-2420.

10.1016/j.tsf.2010.11.049

[3] P. Xu, Z. Cheng, Q. Pan, J. Xu, Q. Xiang, W. Yu and Y. Chu, High aspect ratio In₂O₃ nanowires: Synthesis, mechanism and NO₂ gas-sensing properties, *Sensors and Actuators B* 130, 2008, pp.802-808.

10.1016/j.snb.2007.10.044

[4] D. Vaufrey, M.B. Khalifa, M.P. Besland, J. Tardy, C. Sandu, M.G. Blanchin and J.A. Roger, Electrical and optical characteristics of indium tin oxide thin films deposited by cathodic sputtering for top emitting organic electroluminescent devices, *Materials Science and Engineering C* 21, 2002, pp.265-271.

10.1016/S0928-4931(02)00078-4

[5] K.Y. Kim and S.B. Park, Preparation and property control of nano-sized indium tin oxide particle, *Material Chemistry and Physics* 86, 2004, pp.210-221.

10.1016/j.matchemphys.2004.03.012

[6] B.Q. XU, R.K. FENG, B. YANG and Y. DENG, Effect of Sn⁴⁺ content on properties of indium tin oxide nanopowders, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 20, 2010, pp.643-648.

10.1016/S1003-6326(09)60192-8

[7] V. Senthilkumar, Karuppanan Senthil, P. Vickraman, Microstructural, electrical and optical properties of indium tin oxide (ITO) nanoparticles synthesized by co-precipitation method, *Materials Research Bulletin* 47, 2012, pp.1051-1056.

10.1016/j.materresbull.2011.12.040

[8] Z.H. LI, Y.P. KE and D.Y. REN, Effects of heat treatment on morphological, optical and electrical properties of ITO films by sol-gel technique, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 18, 2008, pp.366-371.

10.1016/S1003-6326(08)60064-3

[9] B.G. DeLacy, S. Lacey, D. Zhang, E. Valdes and K. Hoang, Controlling the morphology of indium tin oxide using PEG-assisted hydrothermal synthesis, *Materials Letters* 117, 2014, pp.108-111.

10.1016/j.matlet.2013.11.114

[10] H. Zhang, F. Ye, L. Liu, H. Xu and C. Sun, Synthesis of indium tin oxide nanotubes using 2-methoxyethanol as solvent via simple template method, *Journal of Alloys and Compounds* 504, 2010, pp.171-176.

10.1016/j.jallcom.2010.05.079

[11] R. Sarhaddi, N. Shahtahmasebi, M. RezaeeRokn-Abadi and M.M. Bagheri-Mohagheghi, Effect of post-annealing temperature on nano-structure and energy band gap of indium tin oxide (ITO) nano-particles synthesized by polymerizing-complexing sol-gel method, *Physica E* 43, 2010, pp.452-457.

10.1016/j.physe.2010.08.028

[12] L. Diamandescu, D. Tarabasanu-Mihaila, M. Feder, M. Enculescu, V.S. Teodorescu, S. Constantinescu, T. Popescu, C. Bartha and Zs. Pap, Indiumtin nanoscaled oxides synthesized under hydrothermal supercritical and postannealing pathway: Phase dynamics and characterization, *Materials Chemistry and Physics* 143, 2014, pp.1540-1549.

10.1016/j.matchemphys.2013.11.064

[13] S.G. Chen, C.H. Li, W.H. Xiong, L.M. Liu and H. Wang, Preparation of indium-tin oxide (ITO) aciculae by a novel concentration-precipitation and post-calcination method, *Materials Letters* 58, 2004, pp.294-298.

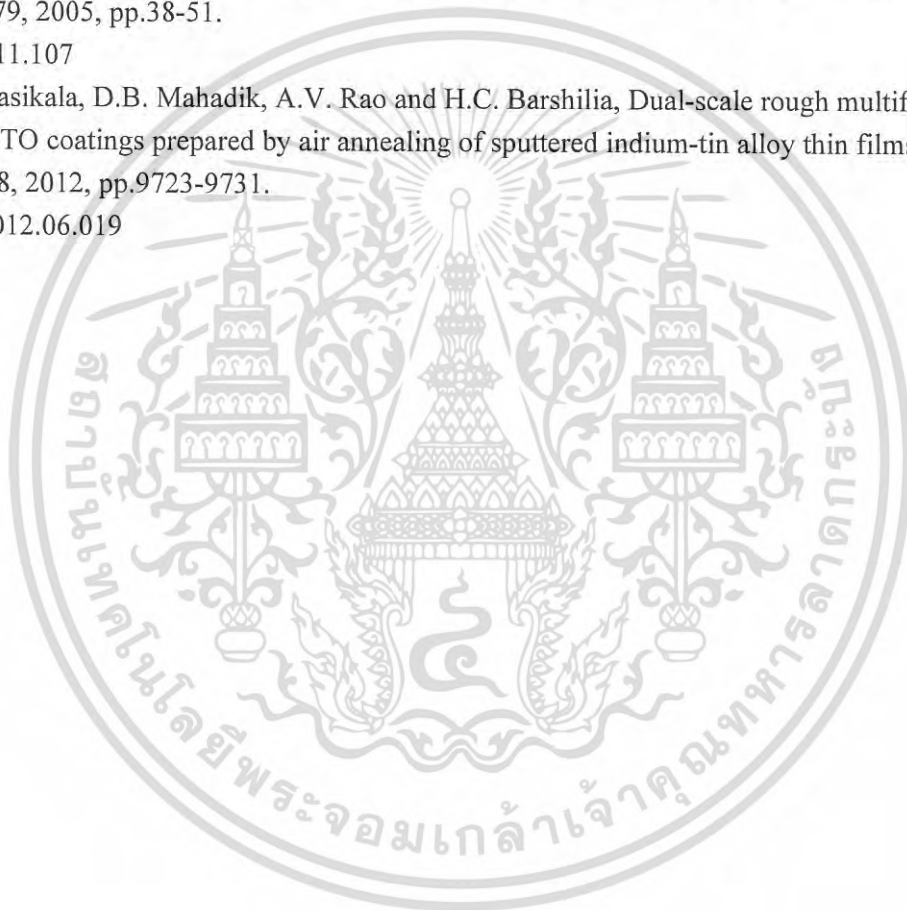
10.1016/S0167-577X(03)00472-5

[14] G. Korotcenkov, V. Brinzari, M. Ivanov, A. Cerneavski, J. Rodriguez, A. Cirera, A. Cornet and J. Morante, Structural stability of indium oxide films deposited by spray pyrolysis during thermal annealing, *Thin Solid Films* 479, 2005, pp.38-51.

10.1016/j.tsf.2004.11.107

[15] N. Gupta, S. Sasikala, D.B. Mahadik, A.V. Rao and H.C. Barshilia, Dual-scale rough multifunctional superhydrophobic ITO coatings prepared by air annealing of sputtered indium-tin alloy thin films, *Applied Surface Science* 258, 2012, pp.9723-9731.

10.1016/j.apsusc.2012.06.019



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล ที่อยู่ปัจจุบัน	นายจิรันธนิน กนกสินวุฒิมงคล 610 ถ.ชุมทองลำต้อยติง แขวงชุมทอง เขตลาดกระบัง กรุงเทพฯ 10250
วัน/เดือน/ปีเกิด	1 มกราคม 2533
ประวัติการศึกษา	-ระดับชั้นประถมศึกษาถึงมัธยมศึกษา โรงเรียนมาเรียลัย -ระดับอุดมศึกษา ปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต(ฟิสิกส์) สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยี พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง -ปัจจุบัน ศึกษาต่อระดับปริญญาโท วิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะ วิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้