

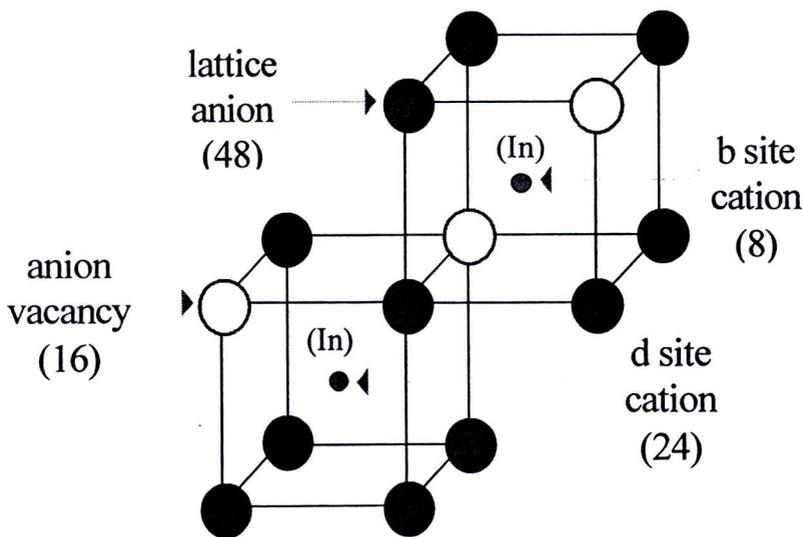
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้จะกล่าวถึง ทฤษฎี และหลักการเบื้องต้นที่สำคัญที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ ได้แก่ สมบัติทั่วไปของอินเดียมทินออกไซด์ หลักการเบื้องต้นในการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมี การประยุกต์ใช้งานของอินเดียมทินออกไซด์ และรวมถึงงานวิจัยต่างๆ ที่ผ่านมา

2.1 สมบัติทั่วไปของอินเดียมออกไซด์

โครงสร้างผลึกอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) อยู่ในกลุ่มโครงสร้างผลึก(crystallographic phase) ของคิวบิก (space group Ia-3) และ รอมโบฮีดรัล (space group R-3c) โดยจัดอยู่ในพวกแรร์เอิร์ทออกไซด์ มีสูตรทั่วไปเป็น X_2O_3 เมื่อ X เป็นโลหะแรร์เอิร์ท โครงสร้างของอินเดียมออกไซด์ที่ความดันปกติและอุณหภูมิห้องเป็นคิวบิกบิกไบท์ ที่มี 80 อะตอมในหนึ่งหน่วยเซลล์ (unit cell) โครงสร้างแบบนี้พบว่าหนึ่งในสี่ของตำแหน่งแอนไอออน (anion) มีการหายไปแล้วมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) คือ 10.118 Å [1] ดังรูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างผลึกของอินเดียมออกไซด์ที่มีโครงสร้างที่แตกต่างกัน 2 แบบ โดยตำแหน่งของไอออน In^{3+} มีสมมาตรแบบ six-fold ส่วนไอออน O^{2-} ถูกจัดอยู่ในสมมาตรแบบ four-fold [2-3, 29-31]



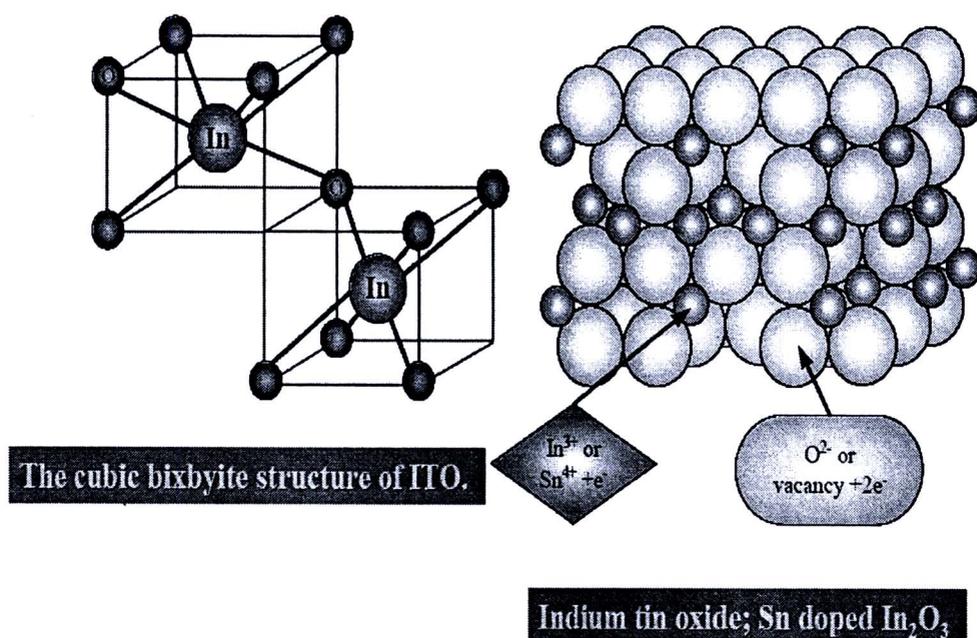
รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของ In_2O_3 กับตำแหน่งที่แตกต่างกัน 2 แบบของอินเดียม [2]

ในการเจือของสารอินเดียมออกไซด์มีอยู่ 2 แบบ คือ แบบแรกอินเดียมออกไซด์ถูกเจือโดยตัวเองซึ่งเป็นการเจือโดยการทำให้เกิดตำแหน่งว่างของออกซิเจน (oxygen vacancies) ในแลตทิซเขียนสัญลักษณ์เป็น V_{O}^{**} แต่ละตำแหน่งของช่องว่างออกซิเจนจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระ 2 ตัว ขึ้นไปยังแถบการนำ (conduction band) โดยได้มีการให้สัญลักษณ์สำหรับการเจือและโครงสร้างของอินเดียมออกไซด์ที่เจือลงในช่องว่างออกซิเจน เขียนได้ว่า $In_2O_{3-x}(V_{O}^{**})_{e_{2x}}$ ซึ่ง e คือ อิเล็กตรอนอิสระพบว่าการเจือแบบนี้สามารถเพิ่มปริมาณความหนาแน่นของประจุอิสระได้ แบบที่สอง คือ การเจือสากภายนอกเข้าไป เช่น อินเดียมออกไซด์ถูกเจือด้วยดีบุก จะทำให้อะตอมของดีบุกเข้าไปแทนที่ในแลตทิซของอินเดียมออกไซด์ โดย Sn^{4+} จะไปแทนที่ In^{3+} ในตำแหน่งแคตไอออน (cation) การเจือแบบนี้เขียนสัญลักษณ์เป็น $In_{2-y}Sn_yO_3e_y$ การเจือจึงเป็นแนวทางในการเพิ่มค่าการนำไฟฟ้าที่ดีแต่จะส่งผลต่อความหนาแน่นของประจุอิสระและค่าโมบิลิตี ลักษณะทั่วไปพบว่าปริมาณของดีบุกควรจะอยู่ในช่วงระดับ 4-6% ซึ่งถ้าอยู่ในระดับที่สูงกว่านี้การเจือจะมีแนวโน้มไปลดปริมาณความหนาแน่นของประจุอิสระ เนื่องจากอาจมีการรวมตัวของสารประกอบทินออกไซด์เกิดขึ้นได้ [2]

2.2 อินเดียมทินออกไซด์

2.2.1 สมบัติทั่วไปของอินเดียมทินออกไซด์

สารอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ที่มาจากการเจือดีบุก (Sn) ลงไปในอินเดียมออกไซด์ โดยดีบุก (Sn) จะเข้าไปแทนที่อินเดียมไอออน (In^{3+}) ในโครงสร้างของอินเดียมออกไซด์และอะตอมของดีบุกนี้จะทำหน้าที่สองอย่างคือ เป็นตัวให้กำเนิดพลาสมาของอิเล็กตรอน และเป็นศูนย์กลางการเกิดไอออนไนซ์ซึ่งจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระ นั่นคืออะตอมของดีบุกจะรวมตัวกับ ออกซิเจน เกิดเป็นดีบุกออกไซด์ (SnO หรือ SnO_2) ขึ้นแล้วจะให้อิเล็กตรอนอิสระ +2 หรือ +4 อิเล็กตรอนอิสระเหล่านี้จะเป็นตัวช่วยในการนำไฟฟ้าของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ มีโครงสร้างผลึกทรงลูกบาศก์แบบ Bixbyite ดังรูปที่ 2.2 เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) ประเภทที่มีช่องว่างแถบพลังงานกว้าง (wide band gap) มีค่าประมาณ 3.5-4.3 อิเล็กตรอนโวลต์ มีค่าการผ่านแสงสูงในช่วงความยาวคลื่นที่ตามองเห็นและค่าการสะท้อนสูงในช่วงความยาวคลื่นอินฟราเรด มีค่าการนำไฟฟ้าที่สูง ($2500-5000 \Omega^{-1}cm^{-1}$) ดังนั้นจึงถูกนำมาใช้ทำการเคลือบเป็นตัวนำไฟฟ้าโปร่งใส ขั้วไฟฟ้า แก๊สเซนเซอร์ เป็นต้น



รูปที่ 2.2 โครงสร้างทรงลูกบาศก์แบบ Bixbyite ของอินเดียมทินออกไซด์ [3]

2.2.2 สมบัติทางแสงของอินเดียมทินออกไซด์

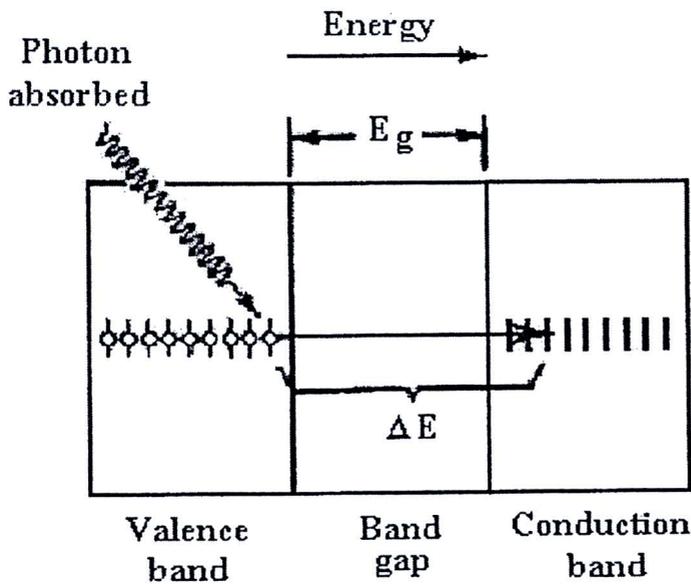
สมบัติทางแสงของฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ เกิดจากการที่อิเล็กตรอน หรือ ไอออนของอินเดียมทินออกไซด์ไปปฏิสัมพันธ์กับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า แล้วเกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานจากแถบพลังงานหนึ่งไปสู่แถบพลังงานหนึ่ง ซึ่งจะทำให้เกิดสมบัติต่างๆ ในวัสดุอันประกอบด้วยสมบัติการดูดกลืนแสง (Absorption) สมบัติการสะท้อนแสง (Reflection) และสมบัติการผ่านแสง (Transmission) โดยสมบัติการดูดกลืนและสมบัติการส่องผ่านแสงของวัสดุใดๆ จะสัมพันธ์กับช่องว่างพลังงาน (Energy Gap: E_g) ของวัสดุนั้นๆ โดยวัสดุจะมีการเปลี่ยนสภาพของตัวเองจากสภาพการส่องผ่านมาเป็นสภาพการดูดกลืนเมื่ออิเล็กตรอนได้รับพลังงานมากกว่าค่าช่องว่างพลังงานอันเป็นผลมาจากการเปลี่ยนระดับพลังงาน ของอิเล็กตรอนจากแถบพลังงานวาเลนซ์ (Valence Band) ไปสู่แถบการนำพลังงาน (Conduction Band) ดังรูปที่ 2.3 ในกรณีนี้วัสดุจะมีค่าการผ่านแสงน้อยแต่มีการดูดกลืนมาก แต่ถ้าอิเล็กตรอนได้รับพลังงานน้อยกว่าค่าช่องว่างพลังงาน จะทำให้อิเล็กตรอนไม่สามารถเปลี่ยนระดับพลังงานจากแถบวาเลนซ์ไปสู่แถบการนำได้ จะส่งผลให้วัสดุดูดกลืนแสงและยอมให้แสงส่องผ่านไปได้จึงทำให้วัสดุมีการผ่านแสงมากและค่าการดูดกลืนน้อย นอกจากนี้ค่าพลังงานที่ให้แก่อิเล็กตรอนจะสัมพันธ์กับค่าความยาวคลื่นแสง โดยจะสามารถหาค่าความยาวคลื่นแสงของจุดเปลี่ยนสภาวะ ได้จากสมการ 2.1

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

เมื่อ

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

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



รูปที่ 2.3 การเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอน จากแถบพลังงานวาเลนซ์ไปสู่แถบการนำเมื่อได้รับพลังงานมากกว่าค่าช่องว่างพลังงาน (E_g) [4]

2.2.3 สมบัติทางไฟฟ้าของอินเดียมทินออกไซด์

สมบัติที่สำคัญของอินเดียมทินออกไซด์ที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าโปร่งใสในจอแสดงผลแบบจอสัมผัสคือ สมบัติทางไฟฟ้าที่ต้องการให้ฟิล์มมีค่าความต้านทาน (Resistivity) ต่ำ เพื่อให้ใช้พลังงานน้อยลงมีการนำไฟฟ้าที่ดีขึ้น สำหรับการนำไฟฟ้าของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์นั้น มาจาก 2 ปัจจัยคือ ผลของพาหะอิสระ และผลของความสามารถในการเคลื่อนตัว (Mobility: μ) ของพาหะอิสระดังนี้

ก. พาหะอิสระ (free carrier) แบ่งได้เป็น 2 แบบ คือ พาหะที่ได้จากสารเจือ (dopant) คือบวกที่ให้ อิเล็กตรอนอิสระ 1 ตัว เมื่อเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของอินเดียมใน โครงผลึก และพาหะที่เกิดจากการ ขาดออกซิเจน (oxygen deficiency) ที่จะให้อิเล็กตรอนอิสระ 2 ตัวต่อ 1 ตำแหน่งที่ขาดออกซิเจน

ข. ความสามารถในการเคลื่อนตัวของพาหะอิสระ ที่เกิดจากการกระเจิงของอิเล็กตรอน ซึ่ง ปัจจัยที่มีผลต่อการเคลื่อนตัวของอิเล็กตรอน คือ ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มที่เกิดจาก กระบวนการเตรียมฟิล์มด้วยสถานะต่างๆ กัน เช่น ปริมาณความบกพร่องของเนื้อฟิล์ม การปรับปรุง การจัดเรียงอะตอมในทิศทางที่ชอบ เป็นต้น โดยความสัมพันธ์ดังกล่าวอธิบายได้ด้วย สมการที่ 2.3 [4]

$$\mu = \frac{e\tau}{m^*c} \quad (2.3)$$

โดยที่

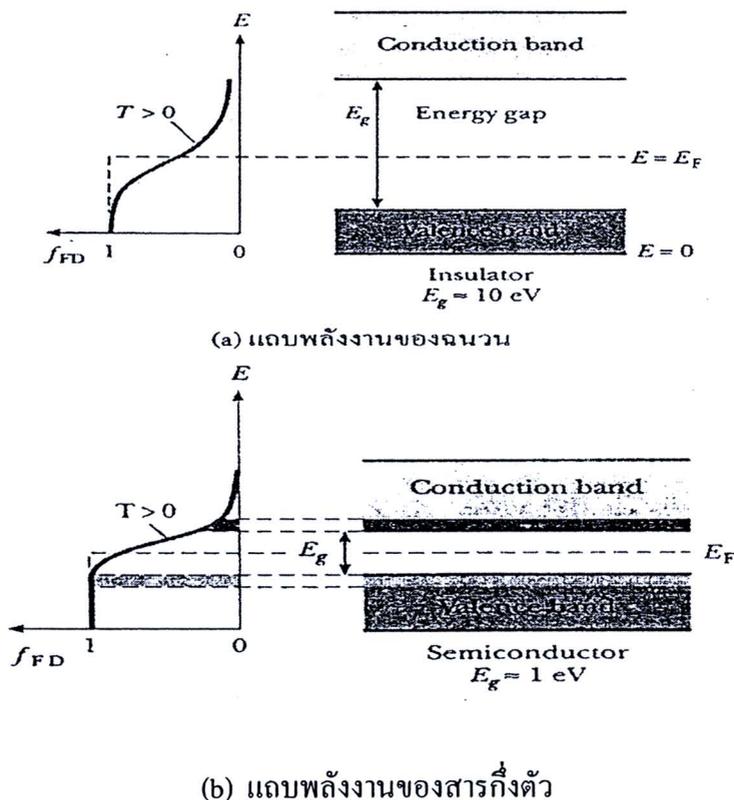
τ คือ Relaxation time ขึ้นอยู่กับวิธีและสถานะในการเตรียมฟิล์ม

m^*c คือ มวลประสิทธิผล (Effective mass) ขึ้นอยู่กับชนิดของสารกึ่งตัวนำ

วิธีและการเตรียมฟิล์มที่ดี จะให้ฟิล์มที่มีปริมาณเกรนและความบกพร่องน้อย ทำให้ค่า Relaxation time สูง นั่นคือฟิล์มจะมีการนำไฟฟ้าที่ดี สำหรับมวลประสิทธิผลนั้น ถ้ามีค่าต่ำจะทำให้ ฟิล์มนำไฟฟ้าดี ซึ่งการที่จะได้ค่า m^*c ต่ำกว่าสารที่มีอยู่ในปัจจุบันนั้น จะต้องทำการสังเคราะห์สาร กึ่งตัวนำใหม่ขึ้นมา จัดว่าเป็นวิธีที่ยากกว่าวิธีการปรับสถานะการเคลื่อนมา

2.3 ทฤษฎีเกี่ยวกับสารกึ่งตัวนำ

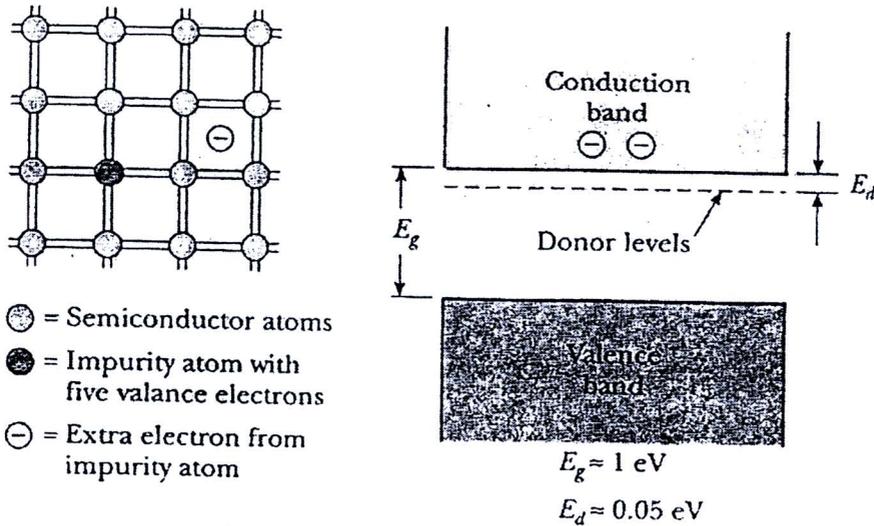
สารกึ่งตัวนำ (semiconductor) มีค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า (resistivity) อยู่ในระดับปานกลาง ระหว่างตัวนำไฟฟ้า (conductor) ที่ดี และฉนวนไฟฟ้า (insulator) ที่ดีเมื่อพิจารณาโครงสร้างของ แถบพลังงาน (band structure) ของสารกึ่งตัวนำจะมีลักษณะคล้ายกับฉนวนดังรูปที่ 2.4



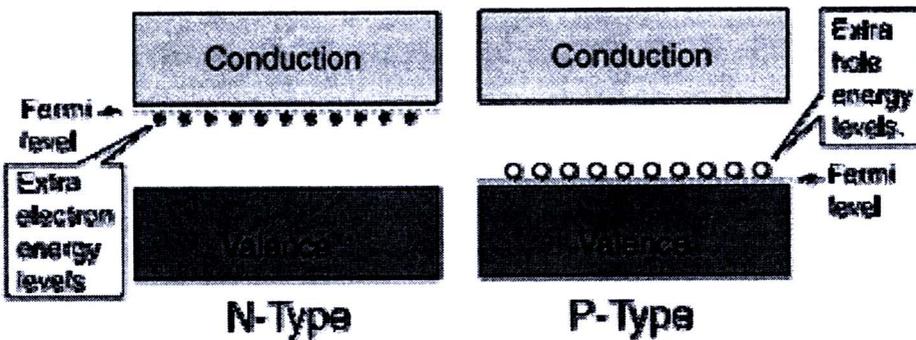
(a) แถบพลังงานของฉนวน
 (b) แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำ
 รูปที่ 2.4 แถบพลังงานฉนวนและสารกึ่งตัวนำ [5]

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

“สารกึ่งตัวนำชนิดพี” (p-type semiconductor) โดยอะตอมของสารที่เจือที่ใส่เข้าไปทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงชั้นเรียกว่าผู้รับ (acceptor) การเติมสารลงผู้รับจะทำให้เกิดโฮล (hole) ขึ้นที่อยู่ใกล้ชั้นวาเลนซ์ในช่องว่างสารกึ่งตัวนำ ทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นในชั้นวาเลนซ์ไปยังชั้นที่ เกิดขึ้นได้ง่าย เมื่อได้รับพลังงานอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากชั้นวาเลนซ์ไปยังโฮล ในแถบช่องว่าง



รูปที่ 2.5 พลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น [5]



(a) แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (b) แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดพี

รูปที่ 2.6 แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น และ พี [6]

2.4 การประยุกต์ใช้งาน

ฟิล์มบางตัวนำโปร่งใส คือ ฟิล์มที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดีและมีการส่องผ่านแสงในช่วงที่ตามองเห็นที่ดี ซึ่งสมบัติทั้งสองนี้รวมอยู่ด้วยกันในฟิล์มเดียว งานวิจัยส่วนใหญ่มีการพัฒนาฟิล์มบางให้มีความโปร่งใสและมีการนำไฟฟ้าที่สูงโดยมีการให้ความสนใจไปที่สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-

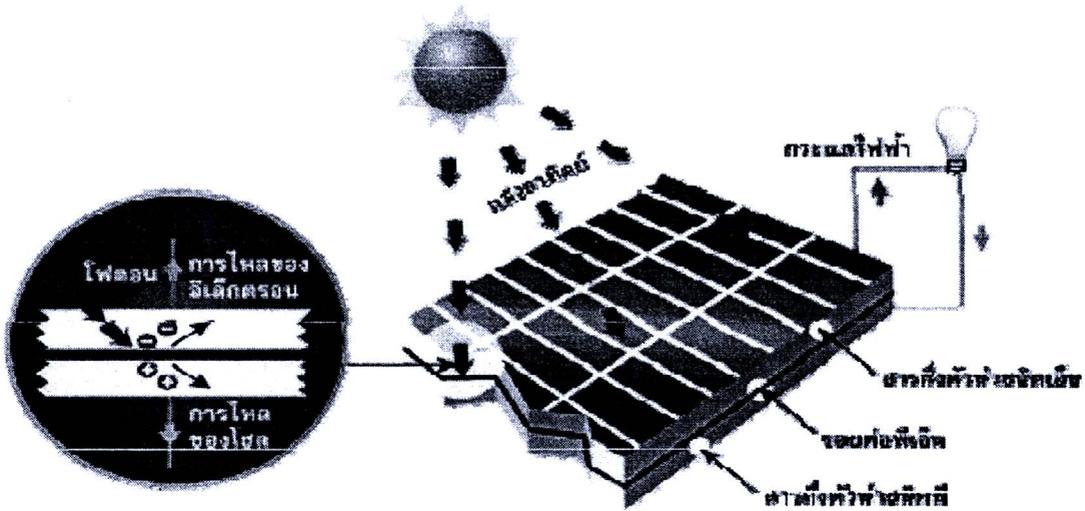
type) ที่ประกอบด้วยโลหะออกไซด์ ในอดีตที่ผ่านมาฟิล์มบางนำไฟฟ้าโปร่งใสออกไซด์ (TCO, transparent conducting oxide) ประกอบด้วยสารประกอบ 2 ชนิด เช่น SnO_2 และ In_2O_3 โดยถูกพัฒนาด้วยกระบวนการเคลือบทางเคมีและทางฟิสิกส์ ต่อมาก็มีการเจือสารเจือปน (impurity dope) เข้าไปเพื่อนำไปใช้งาน เช่น ทินออกไซด์ (SnO_2)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

2.4.1 เซลล์แสงอาทิตย์

ใช้ในการทำเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar Cell) โดยใช้เป็นขั้วลบของเซลล์แสงอาทิตย์

หลักการทำงานทั่วไปของเซลล์แสงอาทิตย์

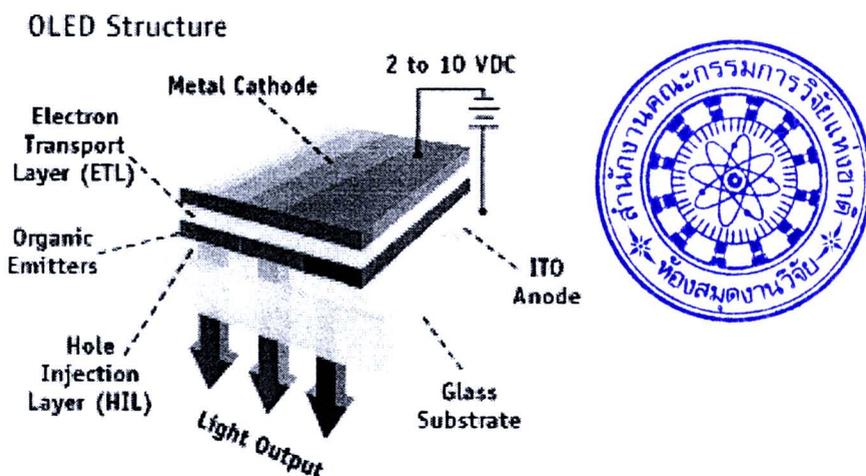
ผิวหน้าของเซลล์แสงอาทิตย์ถูกปกคลุมด้วยขั้วไฟฟ้าโปร่งใส กรณีที่เป็นเซลล์แสงอาทิตย์แบบฟิล์มจะใช้วัสดุตัวนำไฟฟ้าโปร่งใสเป็นขั้วอิเล็กโทรดที่ผิวหน้า เมื่อมีแสงอาทิตย์ตกกระทบเซลล์แสงอาทิตย์จะเกิดการสร้างพาหะนำไฟฟ้าประจุลบและบวกขึ้น ได้แก่ อิเล็กตรอน และ โฮล โครงสร้างรอยต่อพีเอ็นจะทำหน้าที่สร้างสนามไฟฟ้าภายในเซลล์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



รูปที่ 2.7 หลักการทำงานทั่วไปของเซลล์แสงอาทิตย์ [7]

2.4.2 ไดโอดเปล่งแสงชนิดสารอินทรีย์ (Organic light emitting diode: OLED)

ฟิล์มบางอินทรีย์บางชนิดนั้นจะทำหน้าที่เป็นแอโนด โดยถูกเคลือบอยู่ที่ชั้นหน้าสุดของกระจก โครงสร้างพื้นฐานของ OLED จะประกอบด้วย ชั้นสารอินทรีย์บาง (thin organic layers) จำนวนมาก ที่ซ้อนทับกันอยู่ระหว่างขั้วแอโนดโปร่งแสง (transparent anode) และขั้วโลหะแคโทด (metallic cathode) สำหรับชั้นของสารอินทรีย์ ประกอบด้วย hole-injection layer , hole-transport layer, an emissive layer, and an electron-transport layer เมื่อได้รับพลังงานศักย์ที่เหมาะสม (ประมาณ 2-10 โวลต์) จะกลายเป็นเซลล์ของประจุบวกและประจุลบ รวมกันอยู่ใน emissive layer เพื่อปลดปล่อยแสงออกมา (electro luminescence)



รูปที่ 2.8 โครงสร้างทั่วไปของ OLED [8]

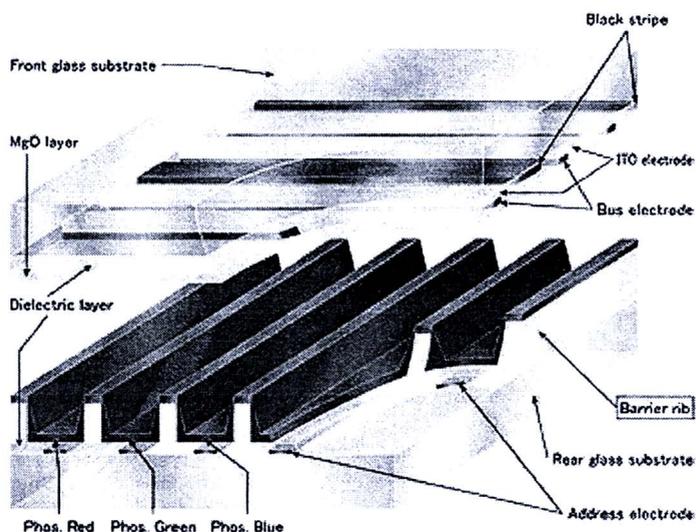
2.4.3 แก๊สเซนเซอร์ (gas sensor)

ความสนใจในการควบคุมมลพิษที่เพิ่มขึ้น เช่น การตรวจวัดแก๊สพิษ และตรวจวัดของกระบวนการเผาไหม้ ซึ่งนำไปสู่การผลิตอุปกรณ์แก๊สเซนเซอร์ ฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ถูกนำมาใช้เป็นอุปกรณ์แก๊สเซนเซอร์ เพื่อนำไปตรวจวัดก๊าซ คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) คาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) ก๊าซไฮโดรเจน (H₂) แอลกอฮอล์ และสารประกอบไฮโดรคาร์บอน โดยอุปกรณ์จะประกอบด้วยฟิล์มโลหะออกไซด์ และวัสดุรองรับที่เป็นฉนวน ที่มี โลหะอิเล็กโทรดของออกไซด์ 2 ชนิด

2.4.4 จอผลึกเหลว (Liquid Crystal Display: LCD)

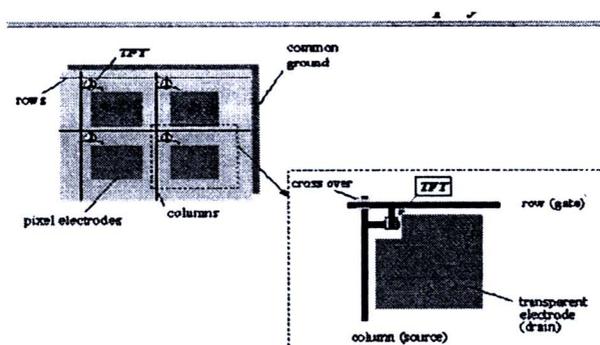
โดยเริ่มจากชั้นแก้ว 2 ชั้น ที่เรียกว่าตัวรองรับ (Substrate) โดยชั้นหนึ่งจะเป็นการสร้างคอลัมน์ (Column) ส่วนอีกชั้นจะเป็นการสร้างแถว (Row) สร้างมาจากวัสดุนำไฟฟ้าที่โปร่งใสซึ่งโดยปกติใช้ Indium Tin Oxide แถวกับคอลัมน์จะถูกเชื่อมต่อเข้ากับวงจรไฟฟ้า ที่ทำหน้าที่ควบคุมว่า เมื่อใดแรงดันไฟฟ้า จะถูกจ่ายให้กับแถว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





รูปที่ 2.9 จอผลึกเหลว แบบ Passive matrix [9]

ส่วนการใช้ทำมอนิเตอร์จอผลึกเหลว แบบ Active matrix (TFT LCD Monitor) จะใช้ทรานซิสเตอร์ชนิดฟิล์มบาง (Thin Film Transistor: TFT) โดยทำจากฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวสวิตช์ซึ่งทรานซิสเตอร์และตัวเก็บประจุ (รูปที่ 2.10 และ 2.11)



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

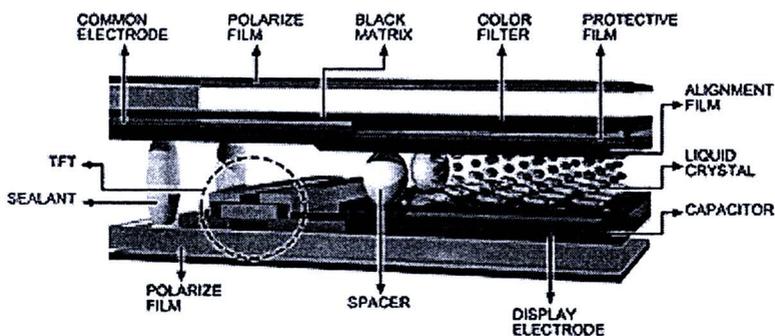


Figure A

รูปที่ 2.11 จอ LCD แบบ Active matrix [9]

2.5 กระบวนการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์

การเตรียมผงให้ได้ขนาดที่เล็กมาก และ มีความบริสุทธิ์สูงนั้นสามารถทำได้โดยอาศัยเทคนิควิธีการเชิงเคมีแบบต่าง ๆ ที่มีการพัฒนาและปรับปรุงไปในลักษณะต่าง ๆ มาเป็นเวลานาน โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายที่ประกอบด้วยแคทไอออน (Cation) ตามที่ต้องการละลายในตัวทำละลายที่เป็นของเหลว จากนั้นจึงทำการแยกเอาเฟสที่เป็นของแข็งออกมา โดยอาจจะอาศัยวิธีการตกตะกอน การระเหยของเหลวออกไป หรือการปล่อยให้ไหลผ่านแผ่นกรองเพื่อแยกของแข็งออกมา เป็นต้น

การเตรียมผงด้วยวิธีเชิงเคมีสามารถช่วยลดปัญหาเรื่องการไหลเทไปอยู่ทางใดทางหนึ่ง (Segregation) ของกลุ่มอนุภาคให้น้อยลงได้เป็นอย่างดี โดยอาจจะทำให้พวกไอออนเข้ามายึดเกาะกันอยู่ในรูปของตะกอน หรือในรูปของเหลวหรืออาจจะใช้วิธีกำจัดตัวทำละลายออกจากละอองสารละลายหยดเล็ก ๆ ภายในเวลาอันรวดเร็ว เป็นต้น ซึ่งอนุภาคของแข็งที่เตรียมได้จากวิธีเชิงเคมีนั้นจะอยู่ในรูปของเกล็ดที่สามารถเกิดการสลายตัวได้ โดยไม่ต้องทำการหลอม หรืออาจจะใช้วิธีการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิต่ำ แล้วค่อยนำผงที่ได้มาบดให้ละเอียดให้มีขนาดอนุภาคที่ต้องการต่อไป

2.5.1 การเตรียมผงจากการตกตะกอน [10]

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

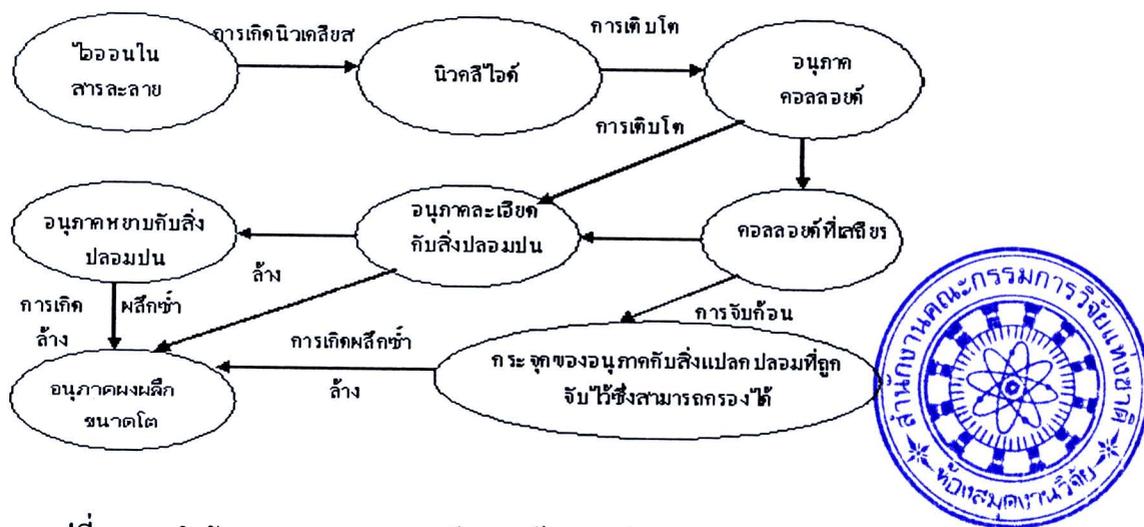
การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายแยกตัวออกมาจากสารละลายโดยอาศัยการเติมสารเคมีที่เหมาะสมที่เรียกว่า “ตัวทำให้เกิดตะกอน” (Precipitant) อย่างช้า ๆ ในปริมาณที่เหมาะสม หรือทำโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ความดัน ความเข้มข้น และค่าความเป็นกรด่างของสาร เพื่อลดขีดความสามารถของการละลายของระบบทำให้มีการตกตะกอนเกิดขึ้น

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

สารละลายที่มีระดับของความอิ่มตัวแบบยิ่งยวดเพิ่มสูงขึ้นอาจจะมีอัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นด้วยส่งผลให้ตะกอนที่ได้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง หรืออาจจะทำให้ไอออนทั้งหมดเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว การเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนลงไปโดยสารละลายด้วยปริมาณที่มากเกินไปอาจจะทำให้ตะกอนที่เกิดขึ้นละลายกลับคืนสู่สารละลายได้อีกในขณะที่ทำการเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนนั้นจะต้องคอยกวนสารละลายอย่างสม่ำเสมอเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างช้า ๆ และทั่วถึง จึงจะทำให้ตะกอนที่ได้มีขนาดโตและง่ายต่อการกรอง แต่ถ้าการตกตะกอนเกิดขึ้นเร็วเกินไปก็อาจจะทำให้มีโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมปะปนเข้าไปในเนื้อตะกอนแบบถาวรได้ซึ่งทำให้ตะกอนที่ได้ไม่บริสุทธิ์ บางครั้งจึงจำเป็นต้องมีการเพิ่มขึ้นตอนของการย่อยตะกอนเข้าไปอีก (Digestion) ซึ่งสามารถทำได้โดยการให้ความร้อนแก่สารละลายเพื่อให้ตะกอนที่มีขนาดเล็กละลายกลับคืนสู่สารละลายแล้วค่อยมีการตกตะกอนขึ้นมาใหม่ด้วยขนาดที่ใหญ่กว่าเดิม

การควบคุมการตกตะกอนสามารถกระทำได้โดยการควบคุมอัตราการผสมกันและอุณหภูมิของสารละลาย นอกจากนี้ยังมีตัวแปรที่สำคัญอื่น ๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย ค่าพีเอช (pH) อัตราการผสมกันและการกวนสารละลายให้เข้ากัน ในการตกตะกอนนั้นจำเป็นต้องมีการทิ้งสารละลายเอาไว้ช่วงเวลานึงเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างสมบูรณ์บางกรณีใช้เวลาเพียง 5 นาที แต่ในบางกรณีต้องใช้เวลาเกินกว่า 24 ชั่วโมงทั้งนี้แล้วแต่ชนิดของปฏิกิริยา หลังจากทำการตกตะกอนแล้วบางครั้งจะต้องมีการย่อยตะกอน การล้างตะกอน หรือในบางครั้งก็ต้องการตกตะกอนซ้ำอีกครั้ง แล้วจึงกรอง

เทคนิคการตกตะกอนถูกนำมาใช้ในการเตรียมผงของพวกสารประกอบออกไซด์กันอย่างแพร่หลายเนื่องจากสามารถให้ผงที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดอนุภาคเล็กซึ่งในบางกรณีก็สามารถใช้ในการเตรียมผงที่มีขนาดอนุภาคเล็กเพียง 2 นาโนเมตรได้



รูปที่ 2.12 ลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน [10]

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

ก. การตกตะกอนร่วมที่มีสารเจือปนแบบแทนที่ในแลตทิซผลึก

ในการเกิดผลึกของตะกอน เริ่มต้นด้วยไอออนในสารละลายเคลื่อนที่ไปสู่ผิวของอนุภาคตะกอนที่เกิดขึ้นเป็นครั้งแรกเพื่อพอกพูนตะกอนให้มีขนาดใหญ่ขึ้น อัตราการเคลื่อนที่ของไอออนจะขึ้นอยู่กับลักษณะของไอออน อุณหภูมิ และอัตราการคนสารละลาย หลังจากไอออนมาถึงผิวของตะกอนจะขึ้นอยู่กับความพอดีที่ไอออนนั้นจะเข้าไปอยู่ในแลตทิซผลึก โดยมีปัจจัยด้านความเข้มข้นของไอออน ลักษณะไอออน และสมบัติเฉพาะตัวทางเคมีของผิวผลึก ซึ่งจะเกี่ยวกับจำนวนประจุทั้งหมดบนผิวของผลึกเข้ามาเกี่ยวข้อง

ข. การตกตะกอนร่วมแบบดูดซับ

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

ค. การตกตะกอนร่วมแบบออกคลูชัน (Occlusion)

การตกตะกอนร่วมแบบนี้เกิดจากสารเจือปนถูกดูดซับไว้ภายในผลึกของตะกอนในกระบวนการตกตะกอน ส่วนรอบ ๆ ผิวอนุภาคตะกอนจะเกิดชั้นดูดซับปฐมภูมิขึ้นดังที่ได้กล่าวมาแล้ว

สำหรับการเตรียมผงของสารประกอบออกไซด์เชิงซ้อน (เช่น ไทเทเนตเฟร์ไรต์ และ อะลูมิเนียม) นิยมใช้เทคนิคการตกตะกอนร่วมจากสารละลาย หรือบางครั้งเรียกว่าเทคนิคการแยกสลายด้วยน้ำร่วม (Cohydrolysis) ที่มีการใช้สารละลายพวกแอลคอกไซด์ที่ผสมกัน เกลือที่ผสมกัน หรือการผสมร่วมกันระหว่างเกลือกับแอลคอกไซด์

ปัญหาพื้นฐานของการตกตะกอนร่วม คือ ตัวทำปฏิกิริยาต่างชนิดกันในสารละลายมีอัตราการแยกสลายด้วยน้ำที่ต่างกัน ส่งผลให้เกิดการแยกห่างออกจากกันของสารที่ตกตะกอนไปกองอยู่ด้านใดด้านหนึ่ง ดังนั้นจึงต้องพยายามหาเงื่อนไขที่เหมาะสมเพื่อทำให้การตกตะกอนมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน

ปกติแล้วเทคนิคการตกตะกอนร่วมทำให้เกิดตะกอนผสมที่มีความใกล้เคียงกัน และในหลาย ๆ กรณีต้องมีการนำของผสมที่ได้ไปเผาแคลไซน์เพื่อให้ได้องค์ประกอบทางเคมีและวัฏภาคที่มีความเป็นผลึกตามที่ต้องการ แต่ก็ต้องระวังปัญหาเรื่องความจำเป็นต้องใช้การบดย่อยเพิ่มเติมซึ่งจะก่อให้เกิดปัญหาการปนเปื้อนของสิ่งแปลกปลอม ดังนั้นการเลือกใช้เทคนิคการตกตะกอนที่ไม่ต้องมีการเผาแคลไซน์ และการบดย่อยจะดีกว่ามาก

เทคนิคการตกตะกอนร่วมนั้นเริ่มจากการผสมสารละลายของพวกโลหะที่เป็นเกลือ (ซึ่งมักจะอยู่ในรูปของไนเตรท) กับสารช่วยให้เกิดการตกตะกอน (Precipitation agent) ได้แก่ กรดออกซาลิก (เรียกว่าเทคนิคออกซาลेट) กรดซิตริก (เรียกว่าเทคนิคซิเตรท) พวกแคททิคอล (เรียกว่าเทคนิคแคททิคอล) หรือพวกกรดอินทรีย์อื่น ๆ ซึ่งมีความสามารถในการละลายต่ำเป็นสมบัติที่สำคัญ

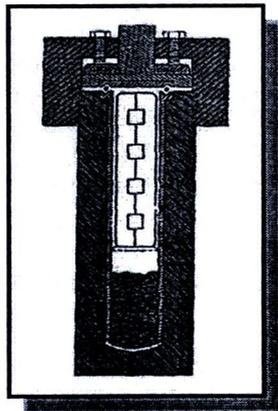
ในระหว่างที่ทำการตกตะกอนร่วมนั้นลักษณะของการตกตะกอนที่เป็นไปได้มีอยู่ด้วยกัน 2 แบบ คือ การตกตะกอนร่วมแท้ (True coprecipitation) ซึ่งเป็นการตกตะกอนของสารผสมระหว่างโลหะสารตั้งต้นที่มี Chemical stoichiometry จำเพาะ และการตกตะกอนร่วมที่มีการจับก้อนในเวลาเดียวกัน (Simultaneous precipitation and coaggregation)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

ส่วนการเกิดตะกอนแบบใดจะเกิดขึ้นได้บ้างนั้นขึ้นอยู่กับพฤติกรรมทางอุณหภูมิของสารละลาย ซึ่งจะเป็นตัวกำหนดการก่อเกิดของวัฏภาคที่เป็นของแข็งต่อไป และยังถ้าสามารถตรวจสอบชนิดของสารเชิงซ้อนที่ประกอบด้วยโลหะหลายชนิดผสมกันอยู่ที่เกิดขึ้นในระหว่างที่ทำการตกตะกอนร่วมได้ การทำนายชนิดของตะกอนที่จะได้จะมีความสะดวกมากยิ่งขึ้น

2.5.2 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method) [10]

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

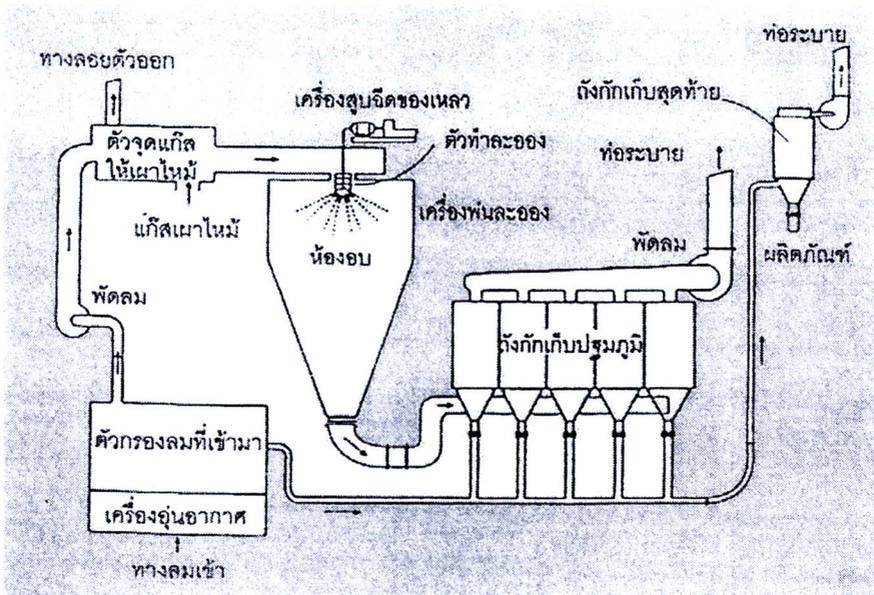
การเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลจะอาศัยการเกิดผลึกของสารเคมีภายในน้ำที่ร้อนภายใต้แรงดันสูง ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้กันโดยทั่วไปจะอยู่ที่ประมาณ 100 ถึง 350 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันที่อาจสูงถึง 15 MPa จึงจำเป็นต้องทำการเตรียมในหม้อนึ่งอัดไอ (autoclave) ผงที่บริสุทธิ์และมีขนาดอนุภาคเล็กหลายชนิดสามารถเตรียมขึ้นมาได้โดยภาวะที่ใช้ อาจจะเป็นแบบที่เกิดการออกซิเดชันหรือรีดักชันก็ได้ และที่สำคัญผงที่เตรียมได้จะเป็นผลึกเชิงเดี่ยวที่ไม่จำเป็นต้องมีการเผาหรือการบดย่อยอีก (รูปที่ 2.13)



รูปที่ 2.13 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล [10]

2.5.3 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray-drying method) [10]

การเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง (spray-drying) จะอาศัยเครื่องทำละออง (atomizer) ซึ่งถือว่าเป็นอุปกรณ์ที่สำคัญตัวหนึ่งของเทคนิคนี้ เครื่องทำละอองนี้จะช่วยทำให้สารละลายแตกกระจายเป็นละอองหยดเล็กๆ พร้อมกับฉีดผ่านเข้าไปในห้องอบที่ร้อนจัดเพื่อทำให้ของเหลวภายในหยดละอองระเหยตัวออกไปอย่างรวดเร็วแล้วค่อยเก็บผงอนุภาคที่ได้ ซึ่งปกติจะเป็นกระจุกของอนุภาคที่มีขนาดประมาณ 30 ถึง 250 ไมโครเมตร ซึ่งประกอบด้วยอนุภาคปฐมภูมิขนาดประมาณ 0.1 ไมโครเมตรที่เกาะกันอยู่แบบหลวมๆ ซึ่งบางทีก็เรียกกันว่ากระจุกอนุภาคแบบอ่อน (รูปที่ 2.14)



รูปที่ 2.14 ขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง [10]

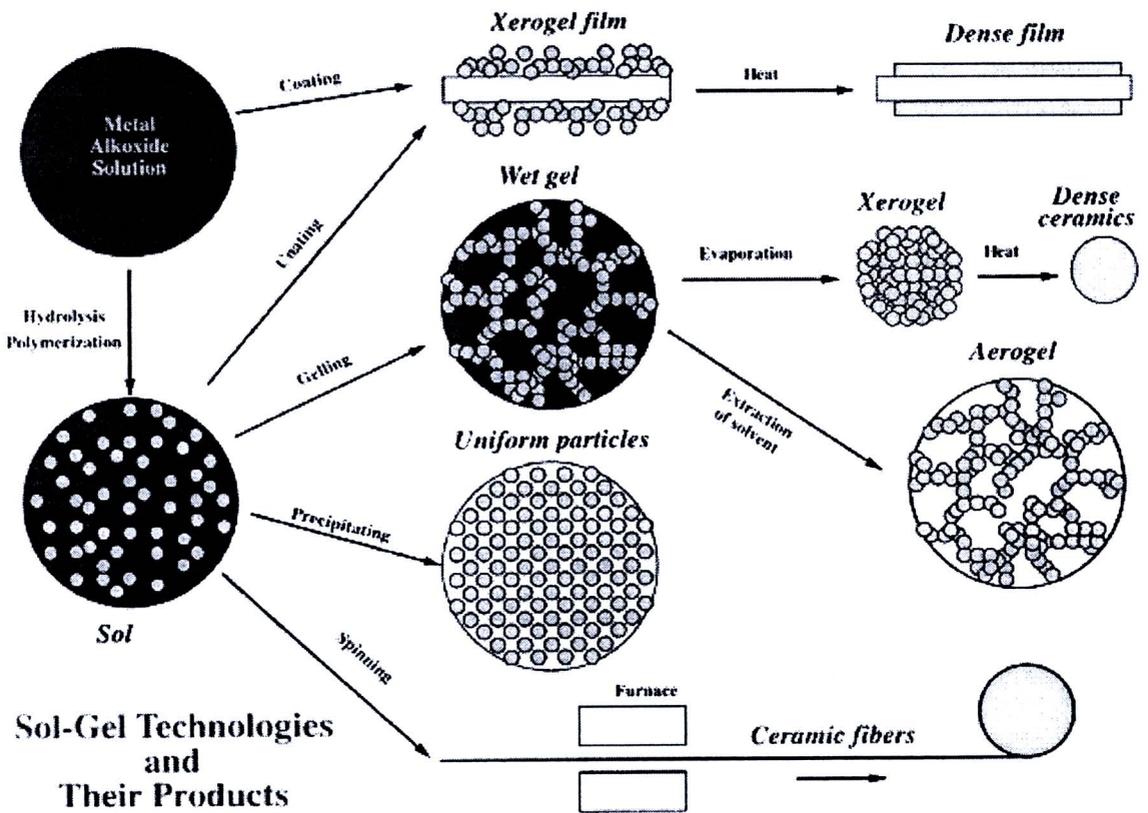
2.5.4 วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying method) [10]

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

1. เตรียมสารผสมของพวกเกลือที่ละลายน้ำได้ดี โดยมีไอออนของโลหะตามอัตราส่วนที่ต้องการละลายอยู่ในน้ำกลั่น
2. ทำให้สารละลายกลายเป็นละอองหยดเล็กๆ ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.1 ถึง 0.5 มิลลิเมตร โดยการใช้เครื่องทำละออง และในขณะเดียวกันทำให้ละอองของสารละลายเกิดการเย็นตัวจนเยือกแข็งอย่างฉับพลันด้วยการฉีดพ่นละอองเหล่านี้เข้าไปในภาชนะที่เย็นจัด ขั้นตอนนี้จะช่วยป้องกันไม่ให้ห้องประกอบทางเคมีของละอองสารละลายเกิดการแยกออกไปจากกันได้ จึงสามารถเกิดเป็นผลึกที่มีนิวเคลียสเล็กๆขึ้นมาได้นั่นเอง
3. ปล่อยให้ละอองที่เยือกแข็งตกลงไปในห้องเย็นที่มีภาวะเป็นสุญญากาศ จะทำให้เกิดกระบวนการระเหิด (sublimation) โดยไม่มีวิวัฒนาการที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นทำให้ห้องประกอบไม่เกิดการเทไปกองอยู่ข้างใดข้างหนึ่ง (segregation) ซึ่งในบางกรณีต้องมีการให้ความร้อนแก่ระบบเล็กน้อยเพื่อช่วยให้กระบวนการระเหิดสามารถเกิดได้ง่ายขึ้น
4. นำผงที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิที่เพียงพอต่อการสลายตัวของผลึกเกลือ เพื่อให้กลายเป็นผลึกผงละเอียดของสารประกอบออกไซด์

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

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



รูปที่ 2.15 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆ ที่ได้จากเทคนิคโซล เจล [12]

โดยทั่วไปกระบวนการเกิดโซล เจล คือ การสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งอยู่ในรูปของคอลลอยด์ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมโครเมตร ไปเป็นสารที่จับตัวกันแข็งเป็นวุ้นมีความหนืดสูง ซึ่งเรียกว่า “เจล”

กระบวนการเกิดโซล เจล ประกอบด้วยขั้นตอนหลัก ๆ ดังนี้ คือ

1. ชั้นเตรียมโซล

การเตรียมโซลสามารถทำได้โดยการผสมสารตั้งต้นชนิดต่าง ๆ ที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมโครเมตร ในปริมาณที่เหมาะสมลงในสารละลายที่เหมาะสม แล้วทำให้อนุภาคเหล่านี้กระจายตัวอยู่ในสารละลายมีสภาพคอลลอยด์อย่างเสถียร

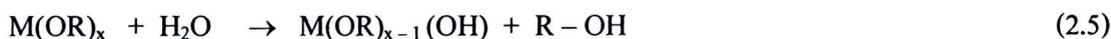
สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซล เจล เป็นสารประกอบโลหะหรือกึ่งโลหะที่ถูกล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา เช่น โลหะอัลคอกไซด์ที่อยู่ในแอลกอฮอล์ที่เหมาะสม โลหะอัลคอกไซด์เหล่านี้มีสูตรทั่วไปว่า $M(OR)_4$ ซึ่งอาจได้มาจากพวกไฮดรอกไซด์ของโลหะ $M(OH)_4$ หรืออาจได้มาจากแอลกอฮอล์ (ROH) ที่มี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

2. ขั้นตอนการเกิดเจล

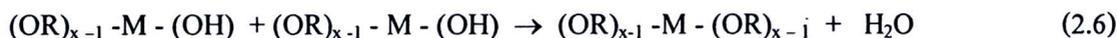
การเกิดเจลเป็นขั้นตอนของการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลาย โดยการระเหยของเหลวออกไปบางส่วน หรือปล่อยให้ทิ้งไว้เป็นเวลานานเพื่อให้เกิดโครงสร้างโครงข่ายของอัลคอกไซด์ต่อเนื่องในสามมิติ โดยมีลักษณะคล้ายกับกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ (polymerization) จากกระบวนการนี้ส่งผลให้โซลมีความหนืดขึ้นเรื่อย ๆ เกิดเป็นลักษณะมวลกึ่งแข็ง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

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

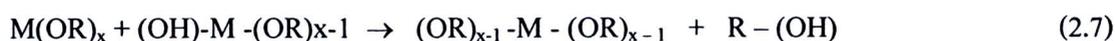
Hydrolysis :



Water condensation :



Alcohol condensation :



เมื่อ M คือ โลหะที่มีเวเลนซ์อิเล็กตรอนเท่ากับ x

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

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเป็นปฏิกิริยาที่โลหะอัลคอกไซด์สายสั้น ๆ ถูกแยกสลายด้วยน้ำ ซึ่งโลหะอัลคอกไซด์ส่วนใหญ่มีความว่องไวต่อน้ำ ดังนั้นปฏิกิริยาอาจเกิดขึ้นอย่างรุนแรงเนื่องจากการคายความร้อนออกมามากเกินไปจึงต้องควบคุมให้มีการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำ โดยการควบคุมความเข้มข้นของตัวทำปฏิกิริยาและค่า pH ของสารละลายให้เหมาะสม บางกรณีอาจเติมสารประกอบประเภทคีเลต (Chelating agent) ลงไปเพื่อลดความว่องไวของการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยารวมตัว เนื่องจากลิแกนด์ที่เป็นสารคีเลต (Chelating ligand) จะสร้างพันธะกับอะตอมโลหะได้แข็งแรงจึงทำให้เกิดการแทนที่ได้ยากส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาได้ช้าลง สารประกอบคีเลตที่นิยมใช้ได้แก่ กรดอะซิติก (Acetic acid) อะซิetylอะซิโตน (Acetylacetone) หรือเอมีน (Amine)

ปฏิกิริยาต่อมาเป็นการต่อสายโซ่โดยการเกิดผ่านปฏิกิริยาการควบแน่น ซึ่งปฏิกิริยานี้จะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ทำให้เกิดเป็นสารที่มีโมเลกุลใหญ่ขึ้นกลายเป็นเจล เมื่อเกิดเป็นพอลิเมอร์โดยอาศัยการแยกสลายด้วยน้ำและการควบแน่นเกิดขึ้น และมีการเชื่อมต่อข้ามสายจนเกิดการพันกันเป็นโครงข่ายสามมิติ จะทำให้สารผสมมีความหนืดสูงขึ้นเรื่อย ๆ จนเข้าสู่สภาพเป็นเจล

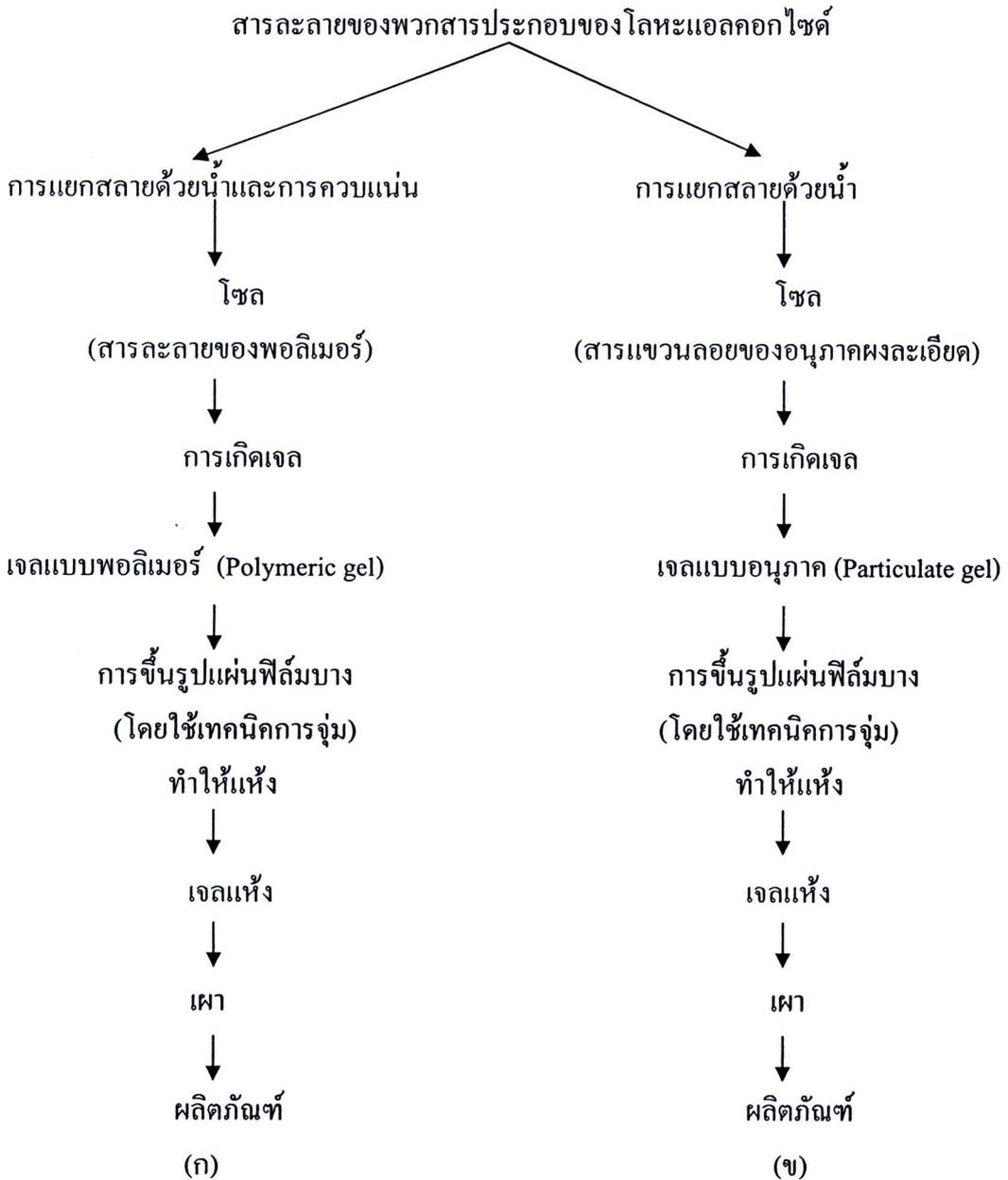
3. ขั้นตอนการระเหยของเหลว

กระบวนการต่อมา คือ การระเหยของเหลวที่อยู่ในตัวเจล (dehydration) ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่งหรือหลุดแยกออกจากกันในช่วงที่ทำให้เจลแห้ง จึงช่วยให้สามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ นอกจากนี้การกำจัดของเหลวออกจากเจลภายใต้ภาวะวิกฤตยวดยิ่ง (supercritical) หรือสภาวะวิกฤตเกิน (hypercritical) นั้นแทบจะไม่ทำให้การหดตัวเกิดขึ้นเลย เจลที่แห้งแล้วจึงไม่มีการแน่นตัวเกิดขึ้น ทำให้มีความเปราะจึงสามารถบดย่อยให้กลายเป็นผงละเอียดได้ง่าย

4. ขั้นตอนการเผาเจล

ขั้นตอนสุดท้ายเป็นการเผาเจลที่ปราศจากน้ำให้กลายเป็นสารประกอบที่ต้องการ การจัดแบ่งประเภทของของวิธีการเตรียมแบบโซล เจล นั้น สามารถกระทำได้โดยพิจารณาจากการเลือกโซลหรือ สารละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้น ดังแสดงใน (รูปที่ 2.16)

ข้อดีของเทคนิคโซล เจล คือ มีการรวมกันของทุกโมเลกุลเป็นเนื้อเดียวกัน สารประกอบที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคเล็กมาก อยู่ในช่วงประมาณ 20 ถึง 50 นาโนเมตร ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวหน้ามาก การเผาผลึกให้เกิดการแน่นตัวจึงสามารถกระทำได้ด้วยการใช้ อุณหภูมิที่ต่ำกว่าในกรณีของผงที่เตรียมได้จากวิธีการเตรียมเชิงกลแบบดั้งเดิม การจัดแบ่งประเภทของวิธีการเตรียมแบบโซล เจลนั้นสามารถกระทำได้โดยพิจารณาจากการเลือกโซลหรือสารละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้น



รูปที่ 2.16 ขั้นตอนกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิคโซล เจล แบบ (ก) พอลิเมอร์ และ (ข) คอลลอยด์

การเกิดเป็นพอลิเมอร์โดยอาศัยกลไกการแยกสลายด้วยน้ำและการควบแน่นแล้วเกิดมีการเชื่อมข้าม สายจนเกิดการพันกันเป็นโครงข่ายสามมิติจะทำให้สารผสมมีความหนืดสูงมากขึ้นเรื่อยๆ จนเข้าสู่สภาพที่เรียกว่า เจล จากวิธีที่กล่าวมาทั้งหมดสามารถสรุปเปรียบเทียบได้ดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 การเปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ในแต่ละวิธี

| วิธีการเตรียม | ข้อดี | ข้อเสีย |
|---------------------------------|---|--|
| 1. วิธีการตกตะกอน | - ได้ผงละเอียด ถ้าอัตราการตกตะกอนต่ำในสารละลายเจือจาง | - อนุภาคเกาะกันเกิดการรวมตัวเป็นก้อน - อาจจะต้องบดเพื่อให้ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ |
| 2. วิธีไฮโดรเทอร์มอล | - ได้ผงละเอียด ความบริสุทธิ์สูง - สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคได้ | - ต้องควบคุม pH อุณหภูมิ และความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยาใน reactor ที่มีเครื่องควบคุมอัตราการคน อุณหภูมิ และความดัน ซึ่งมีราคาสูง |
| 3. วิธีการทำให้แห้งแบบละออง | - การระเหยและการแคลไซน์รวมในขั้นตอนเดียวกัน | - จะได้อนุภาคทรงกลมที่กลวงภายใน (hollow spherical particles) |
| 4. วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง | - ไม่มีของเหลวเหลืออยู่ขณะเกิดการระเหย - ไม่มีการตกตะกอนแบบเลือก (Selective precipitation) - ไม่เกิด Segregation (แยกออกจากส่วนรวม) | - อนุภาคที่ได้มีความหนาแน่นต่ำ - mixed salts ก่อนการแคลไซน์จะดูความชื้น |
| 5. วิธีแบบโซล เจล | - ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ - ความบริสุทธิ์สูง | - ต้องทิ้งไว้ให้เกิดปฏิกิริยา |

2.6 กระบวนการแยกด้วยเยื่อเลือกผ่าน [13]

2.6.1 การจำแนกกระบวนการแยกผ่านเยื่อผ่าน

กระบวนการแยกผ่านเยื่อผ่าน เป็นกระบวนการที่ใช้เพื่อแยกสาร หรือเพิ่มความเข้มข้น หรือทำให้สารบริสุทธิ์ขึ้น สำหรับสารละลายหรือแก๊สผสม กระบวนการเยื่อผ่านสังเคราะห์ถูกค้นพบมานานกว่า 30 ปีแล้ว และมีการพัฒนาขึ้นมาเป็นลำดับ จนปัจจุบันนี้มีการใช้กระบวนการเยื่อผ่านหลายกระบวนการในอุตสาหกรรมต่าง ๆ โดยอาจนำไปใช้แทนกระบวนการอื่น ๆ หรือใช้เสริมในกระบวนการเดิม

หลักการสำคัญของกระบวนการเยื่อผ่าน คือ จะต้องมีความเข้มข้นที่ทำให้ของผสมหรือสารละลายไหลผ่านเยื่อเลือกผ่านและเกิดการแยก เช่น ผลต่างของความเข้มข้นหรือผลต่างของความดัน เป็นต้น โดยสามารถจำแนกเยื่อเลือกผ่านได้ตามหลักการของแรงขับเคลื่อน (เช่น ความเข้มข้น ความดัน ความต่างศักย์) ได้ดังนี้

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

กระบวนการอิเล็กโตรไดอะไลซิส (Electrodialysis process) เป็นกระบวนการแยกองค์ประกอบที่มีประจุ (ไอออน) จากสารละลายอิเล็กโทรไลต์ โดยใช้ เยื่อเลือกผ่านแลกเปลี่ยนไอออนมาต่ออนุกรมกันและอยู่ระหว่างขั้วบวก (anode) และขั้วลบ (cathode) มีความต่างศักย์ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดเป็นแรงขับเคลื่อนร่วมกับการเลือกผ่าน ไอออนของเยื่อเลือกผ่านจะแลกเปลี่ยนไอออนลบเท่านั้น เป็นผลให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้นของไอออนสูง และสารละลายเจือจาง การใช้งานที่สำคัญของกระบวนการอิเล็กโตรไดอะไลซิส คือ การผลิตน้ำดื่มจากน้ำกร่อย หรือน้ำทะเล การเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเกลือ การบำบัดน้ำเสีย เช่น การแยกโลหะไอออนกลับคืนสู่อุตสาหกรรมการชุบเคลือบโลหะ

ออสโมซิสผันทกลับ (Reverse osmosis) เป็นกระบวนการแยกสารละลายโดยใช้ผลต่างความดันระหว่างเยื่อเลือกผ่านเป็นแรงขับเคลื่อนเยื่อแผ่นออสโมซิสผันทกลับ มีความสามารถในการกักกันโมเลกุลขนาดเล็ก เช่น เกลือ น้ำตาล (น้ำหนักโมเลกุล < 500 หรือมีขนาดประมาณ 0.1-1 nm) แต่ยอมให้น้ำผ่านได้ และเป็นเยื่อเลือกผ่านที่มีโครงสร้างแน่นหรือไม่มีรูพรุน การผ่านเยื่อเลือกผ่าน

ของสารเกิดจากความสามารถในการละลายและการแพร่ (solution diffusion) ในเยื่อเลือกผ่านและเนื่องจากสารละลายของตัวถูกละลายโมเลกุลเล็กมีความดันออสโมติกสูง ทำให้ความดันที่ใช้ในการป้อนสารละลายต้องมีค่าสูง คือ อยู่ระหว่าง 1-10 MPa หรือ 10-100 atm

การประยุกต์ใช้ที่แพร่หลายของกระบวนการออสโมซิสผันกลับ คือ การแยกเกลือออกจากน้ำกร่อย น้ำทะเล เพื่อผลิตน้ำจืด การเพิ่มความเข้มข้นของน้ำผลไม้ การผลิตน้ำที่มีความบริสุทธิ์สูง ตลอดจนการบำบัดน้ำทิ้งที่มีโลหะหนักเจือปน เช่น จากอุตสาหกรรมชุบเคลือบโลหะ

นาโนฟิลเตรชัน (Nanofiltration) เป็นกระบวนการที่ใกล้เคียงกับออสโมซิสผันกลับมาก คือ มีผลต่างของความดันเป็นแรงขับในการแยกตัวถูกละลายที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่า 1000 ออกจากสารละลาย ตัวอย่างเช่น น้ำตาล สารอินทรีย์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ความดันที่ใช้ป้อนสารละลายอยู่ระหว่าง 10-20 atm หรือ 1-2 MPa เยื่อแผ่นนาโนฟิลเตรชัน ส่วนมากเป็นเยื่อแผ่นเชิงประกอบคือประกอบด้วยชั้นผิวที่มีโครงสร้างหนาแน่น อยู่บนชั้นรองรับที่มีรูพรุนใหญ่กว่า ความสามารถในการกักกันเกลือประจุเดี่ยว เช่น NaCl ต่ำกว่าเยื่อแผ่นออกออสโมซิสผันกลับ คือ อยู่ระหว่าง 40-80%

อัลตราฟิลเตรชัน (Ultrafiltration) เป็นกระบวนการที่ใช้เยื่อแผ่นที่มีรูพรุนขนาดเล็ก (microporous) สำหรับแยกโมเลกุลใหญ่ คอลลอยด์ (colloid) ออกจากน้ำและสาร โมเลกุลเล็ก เยื่อผ่านอัลตราฟิลเตรชัน มีขนาดรูพรุนประมาณ 2-20 นาโนเมตร แรงขับดันที่ใช้คือในการแยกต่ำกว่าออสโมซิสผันกลับ การใช้งานหลัก ๆ คือ การแยกหรือเพิ่มความเข้มข้นของโปรตีน คอลลอยด์ การบำบัดน้ำทิ้ง การทำให้น้ำบริสุทธิ์ การทำน้ำผลไม้ให้ใส เป็นต้น

ไมโครฟิลเตรชัน (Microfiltration) เป็นกระบวนการแยกที่ใช้เยื่อเลือกผ่านที่มีรูพรุนขนาดค่อนข้างใหญ่ 0.1-10 ไมโครเมตร สำหรับแยกโมเลกุลใหญ่ ๆ สารแขวนลอย หรือ อนุภาคเล็ก ๆ ออกจากของเหลว โดยช่วงความดันหรือแรงขับดันในการป้อนสารละลายต่ำกว่าออสโมซิสแบบผันกลับและอัลตราฟิลเตรชัน จะทำให้เกิดการสะสมของเล็กเกิดบนผิวเยื่อแผ่น การใช้งานที่แพร่หลายคือ การบำบัดน้ำทิ้ง ใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องคั้ม ใช้ในเทคโนโลยีชีวภาพร่วมกับกระบวนการหมักเพื่อแยกเซลล์จากผลิตภัณฑ์

เพอร์แวกพอเรชัน (Pervaporation) เป็นการแยกองค์ประกอบหนึ่ง ๆ ออกจากสารละลายผ่านเยื่อแบบแน่น ด้วยกลไกการละลาย และการแพร่ องค์ประกอบที่ผ่านเยื่อแผ่นแล้วจะอยู่ในรูปของไอ ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากควบคุมความดันด้านพอมิเอทโดยการลดอุณหภูมิให้สารนั้นกลั่นตัวเป็นของเหลว หรือ อาจใช้ในโตรเจน เป็นแก๊สตัวพา พาไอของสารผลิตภัณฑ์ การประยุกต์ใช้งานจึงเป็นการแยกน้ำ เพื่อผลิตสารอินทรีย์ เช่น แอลกอฮอล์ความเข้มข้นสูงเป็นหลัก หรือการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายอินทรีย์เจือจาง

2.6.2 ข้อดีของกระบวนการเยื่อผ่าน

กระบวนการเยื่อมีข้อผ่านได้เปรียบกระบวนการแยกสารอื่น ๆ ดังนี้

1. เป็นการแยกสารตามขนาดโมเลกุล (หรือรูปร่าง หรือชนิดของประจุ) จึงเหมาะสำหรับแยกสารที่อาจเสื่อมสภาพเพราะความร้อนได้
2. กระบวนการเยื่อผ่านส่วนใหญ่ใช้พลังงานในการแยกค่อนข้างต่ำ เพราะสามารถแยกได้โดยไม่ต้องเปลี่ยนวัฏภาค ตัวอย่างเช่น สำหรับกระบวนการแยกเกลือออกจากน้ำทะเล ถ้าใช้ออสโมซิสแบบผันกลับ หรืออิเล็กโทรไดอะไลซิส จะมีข้อได้เปรียบทางด้านพลังงานมากกว่าการกลั่นหรือการระเหย
3. ไม่ก่อให้เกิดของเหลือทิ้ง เพราะกระบวนการเยื่อผ่านทำให้สามารถแยกผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้
4. สามารถขยายขนาดจากระดับต้น ไปสู่ระดับอุตสาหกรรมได้ไม่ยาก
5. มีขนาดกะทัดรัดไม่เปลืองเนื้อที่

2.6.3 แนวโน้มและการใช้งาน

สำหรับประเทศไทยยังมีการประยุกต์ใช้กระบวนการเยื่อผ่านไม่มากนัก ส่วนมากใช้ออสโมซิสแบบผันกลับในการผลิตน้ำสะอาดจากน้ำบาดาลเพื่อใช้ในอุตสาหกรรม

กระบวนการเยื่อผ่านค่อนข้างจะมีลักษณะที่ต้องใช้แทนกระบวนการเดิมในบางขั้นตอน หรือร่วมกับกระบวนการอื่น คือ อาจไม่ใช่กระบวนการที่สำเร็จในตัวเอง ปัจจุบันเยื่อผ่านมีราคาถูกลงคุณภาพดีขึ้น อย่างไรก็ตามการนำไปใช้ยังเหมาะกับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง ในอนาคตกระบวนการเยื่อผ่านน่าจะมีบทบาทที่สำคัญด้านสิ่งแวดล้อม เพราะนอกจากจะสามารถบำบัดมลพิษและยังมีศักยภาพสำหรับการนำกลับมาใช้ใหม่ที่น่าสนใจ

2.7 เครื่องมือที่ใช้ทดสอบ

2.7.1 เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน (Thermal Analyzer: TA) [14]

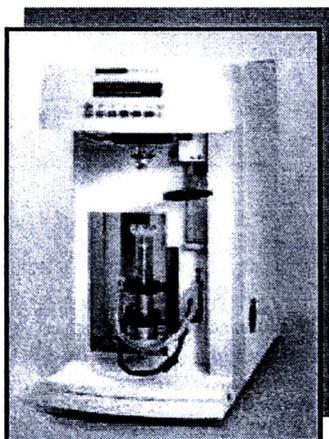
เป็นเทคนิคที่วัดการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพ (Physical Properties) ของตัวอย่างภายใต้การเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิที่กำหนด (Temperature programme) ซึ่งหมายถึงการให้ความร้อน (Heating) การทำให้เย็นลง (Cooling) หรือการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ค่าหนึ่ง

2.7.1.1 เทอร์โมกราวิเมตริกอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer: TGA)

วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัว เครื่อง TGA มีประโยชน์ต่อการวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ ระบบเครื่องซึ่งภายในเครื่องมีความละเอียดในการวิเคราะห์สูงถึง 0.1 μg มีความถูกต้องของน้ำหนักมากกว่า 0.1% ความ

แผ่นยี่ห้อของอุณหภูมิอยู่ในช่วงบวกลบ 5 องศาเซลเซียส แหล่งให้ความร้อนเป็นระบบเตาเผา สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 50-1500 องศาเซลเซียส มีอัตราการเพิ่มลดอุณหภูมิ 0.1-200 องศาเซลเซียสต่อนาที มีระบบทำให้เตาเผาเย็นอย่างรวดเร็วโดยใช้อากาศ ระบบการทำงานและการประมวลผลถูกควบคุมโดยระบบคอมพิวเตอร์

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุนี้จำเป็นสำหรับการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของวัสดุต่าง ๆ เช่น โพลิเมอร์ สารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ เซรามิกส์ โลหะ และวัสดุทั่วไปอื่น ๆ การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน เป็นการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพหรือทางเคมีของวัสดุที่ขึ้นกับอุณหภูมิและเวลา ผลการวิเคราะห์จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับ สมบัติทางความร้อน เสถียรภาพต่อความร้อน เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และลักษณะการผ่านกระบวนการทางความร้อนของวัสดุ โดยทำการศึกษาน้ำหนักที่หายไปเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิความร้อนที่วัสดุคูดหรือคาย เมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือเวลา และการเปลี่ยนแปลงขนาดของวัสดุ ขึ้นงานภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือเวลา

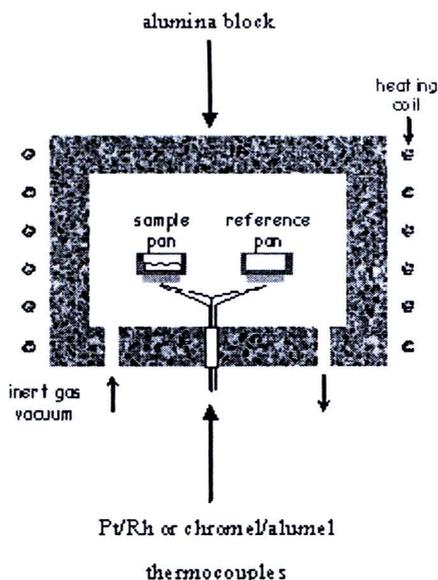


รูปที่ 2.17 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer [14]

การประยุกต์ใช้

- การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ เช่น พอลิเมอร์ ยาง และตัวอย่างทางวัสดุศาสตร์ เช่น เซรามิกส์ เป็นต้น
- การวิเคราะห์เชิงปริมาณ เช่น การหาปริมาณของตัวทำละลาย ความชื้น สารเติมแต่งคาร์บอนแบล็ก พลาสติกไซเซอร์
- การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของตัวอย่าง เช่น พอลิเมอร์ ยาง ซึ่งวิเคราะห์ตัวอย่างได้ ทั้งสถานะของแข็ง ผง แผ่นฟิล์ม และเส้นใย

2.7.1.2 ดีฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอนาไลเซอร์ (Differential Thermal Analyzer: DTA)



รูปที่ 2.18 ส่วนประกอบพื้นฐานของเครื่อง [14]

วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างตัวอย่างกับสารอ้างอิง โดยสารที่เอามาวิเคราะห์จะมีการเปลี่ยนแปลงมวลหรือไม่ก็ได้ แต่จะต้องมีการเปลี่ยนแปลงความร้อนเพื่อหาความแตกต่างของอุณหภูมิตัวอย่างกับสารอ้างอิงซึ่งอาจจะเกิดในลักษณะที่เป็นการดูดความร้อน (Endothermic) หรือ การคายความร้อน (Exothermic) เครื่อง DTA มีประโยชน์ต่อการวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ด้วย

การประยุกต์ใช้

การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ข้อมูลจาก DTA curve ได้แก่ รูปร่างของพีก ตำแหน่งของพีก จำนวนพีก สามารถที่จะบอกชนิดของสาร สมบัติของสาร หรือการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นได้

การวิเคราะห์เชิงปริมาณ ใช้พื้นที่ของพีกเพื่อคำนวณหาปริมาณของสารและคำนวณความร้อนที่เกิดในปฏิกิริยาหรือเอนทัลปีที่เปลี่ยนแปลง อีกทั้งยังสามารถหาพลังงานกระตุ้นของปฏิกิริยาและอันดับของปฏิกิริยาได้อีกด้วย

2.7.2 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟกโตรมิเตอร์ (X-ray diffractometer: XRD)[15]

เมื่อปี ค.ศ.1895 W.C. Rontgen ได้ค้นพบรังสีเอกซ์ (X-rays) ซึ่งเป็นสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าช่วงหนึ่ง มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.1-100 อังสตรอม (Å) หรือเท่ากับ 0.01-10 นาโนเมตร แต่ที่ใช้ในทางเคมีวิเคราะห์จะอยู่ในช่วง 0.07-0.2 นาโนเมตร รังสีเอกซ์จัดว่าเป็นแหล่ง

พลังงานที่สำคัญในการศึกษาทางวิทยาศาสตร์หลาย ๆ ด้าน การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น เกิดการเปล่งแสงบางชนิด (emission) การดูดกลืน (absorption) การกระเจิง (scattering) หรือเกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) เป็นต้น ซึ่งเป็ลักษณะเฉพาะของแต่ละสารที่สามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีได้ดังนี้ คือ

- ก) ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ
- ข) ใช้ศึกษาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี
- ค) ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก หรือ โมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์

2.7.2.1 หลักการทั่วไปของการเกิดรังสีเอกซ์

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

2.7.2.3 สมบัติของรังสีเอกซ์

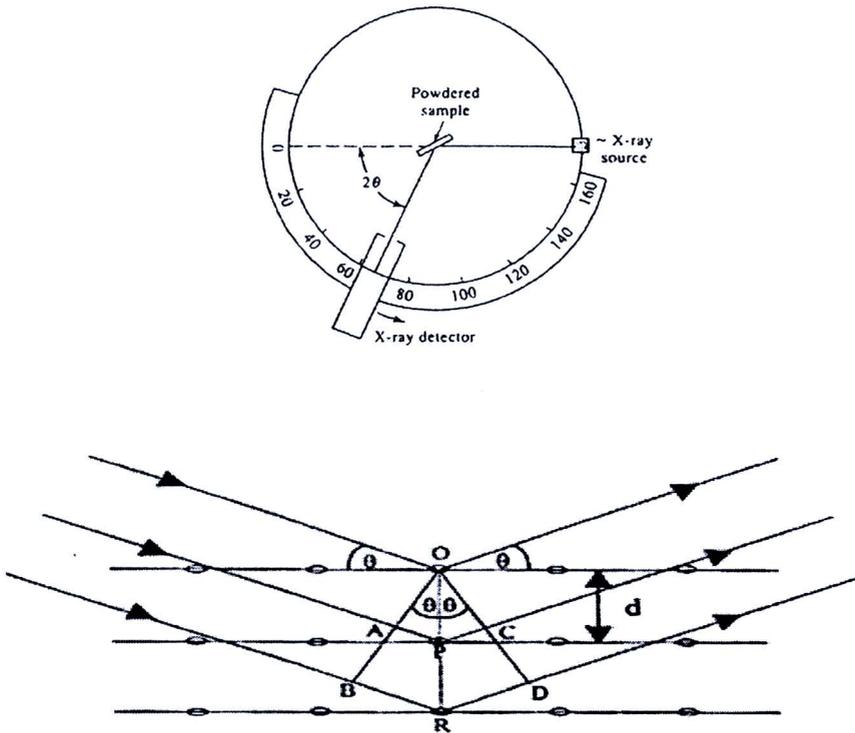
รังสีเอกซ์มีลักษณะคล้ายรังสีแกมมา ดังนั้นเมื่อรังสีเหล่านี้ผ่านเข้าไปในวัตถุจะเกิดปรากฏการณ์หลาย ๆ อย่าง เช่น การดูดกลืน การเลี้ยวเบน เกิดอันตรกิริยากับวัตถุ ทำให้วัตถุนั้นเกิดไอออไนเซชัน เป็นต้น

2.7.2.4 การดูดกลืนรังสีเอกซ์

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

2.7.2.5 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เมื่อลำรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าผลึก โดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนก็เกิดการกระเจิงและส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม



รูปที่ 2.19 ลักษณะของการตรวจสอบวัฏภาคและแบบจำลองการพิสูจน์กฎของแบรกก์ [15-16]

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

- รังสีที่ตกกระทบ รังสีที่เลี้ยวเบนและเส้นตรงตั้งฉากกับผิวหน้าต้องอยู่ระนาบเดียวกัน
- ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

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

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

รังสีที่กระเจิงจะอยู่ในวัฏภาคที่ OCD ผลึกก็จะทำหน้าที่สะท้อนรังสีเอกซ์ จะเห็นว่า

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

ดังนั้น อาจเขียนใหม่ได้ว่า เมื่อคลื่นแสงเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกัน (constructive interference) ที่มุม θ ได้เป็น

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

สมการนี้เรียกว่า Bragg equation

รังสีเอกซ์จะเกิดการสะท้อนจากผลึกได้ ถ้ามุมตกกระทบเป็นแบบ

$$\sin\theta = n\lambda / 2d \quad (2.11)$$

ส่วนมุมอื่น ๆ จะเกิดการหักล้างกัน (destructive interference)

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผลึกที่มีโครงสร้างเป็นรูปผลึกและมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างเป็นระเบียบที่มีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้น ๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกเสริมกันได้เมื่อเป็นรังสีที่เลี้ยวเบนมาจากชุดระนาบเดียวกัน เมื่อนำเครื่องตรวจวัด (detector) มาวางที่ตำแหน่งมุมที่เกิดการเลี้ยวเบน ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับได้นั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารประกอบแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะโครงสร้าง

2.7.2.6 ค่าคงที่แลตทิซ (lattice constant)

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สามารถหาค่าตัวแปรต่าง ๆ จากยอด (peak) ของการเลี้ยวเบน ซึ่งค่าคงที่แลตทิซจะสามารถหาได้จากสมการ

$$a = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (2.12)$$

- เมื่อ a คือ แลตทิซพารามิเตอร์ ซึ่งอยู่ในระนาบผลึกแบบคิวบิก
มีลักษณะของหน่วยเซลล์ (Unit cell) ดังนี้ $a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma$
- λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์
- θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

h, k, l คือ ระนาบของการเลี้ยวเบน

2.7.2.8 ขนาดของอนุภาค (particle size)

จากสมการของ Sherrer's equation สามารถหาค่าขนาดของเม็ดผลึกได้ดังนี้

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.13)$$

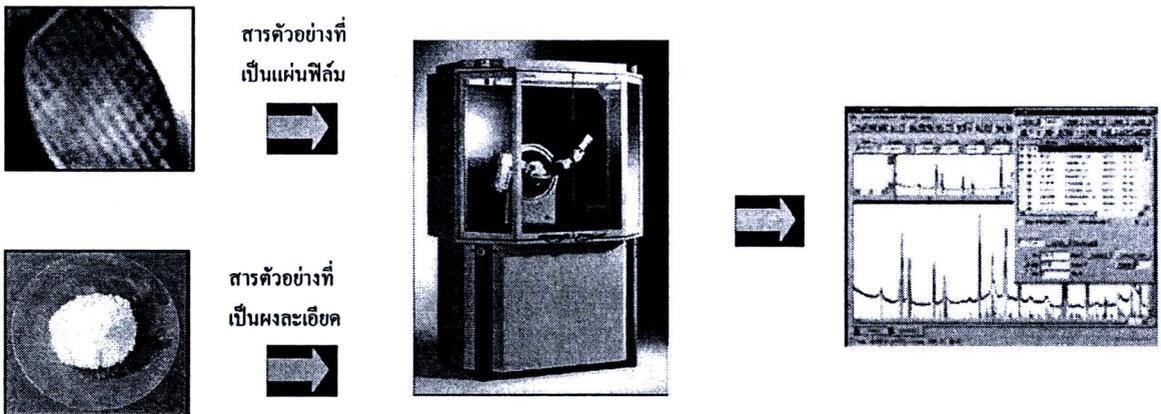
เมื่อ D คือ ขนาดอนุภาค

K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก

β คือ ความกว้างของพีกที่ความสูงครึ่งหนึ่งของความสูงของพีก (FWHM)

2.7.2.9 ความสามารถในการตรวจวิเคราะห์ของเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (x-ray diffractometer: XRD)

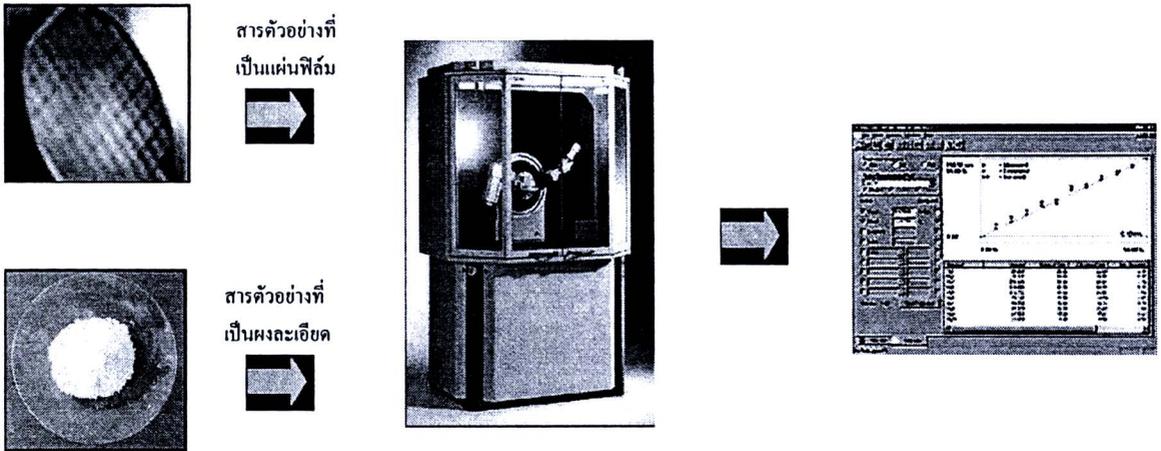
1. วิเคราะห์วัฏภาคโครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (Phase analysis)



รูปที่ 2.20 การวิเคราะห์สารตัวอย่างเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน [15-16]

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัฏภาคที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกันขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จึงสามารถใช้เป็นตัวชี้บอกได้ว่าสารตัวอย่างนั้นประกอบด้วยวัฏภาคที่เป็นผลึกชนิดใดบ้าง

2. วิเคราะห์วัฏภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ (Quantitative analysis)

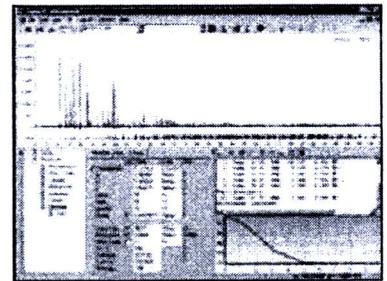


รูปที่ 2.21 การวิเคราะห์วิฤภาคสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ [15-16]

ความเข้มของพีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะเป็นค่าที่แปรผันตามปริมาณของวิฤภาคที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถใช้ค่าความเข้มของพีการคำนวณหาปริมาณของวิฤภาคองค์ประกอบต่าง ๆ ในสารตัวอย่างได้

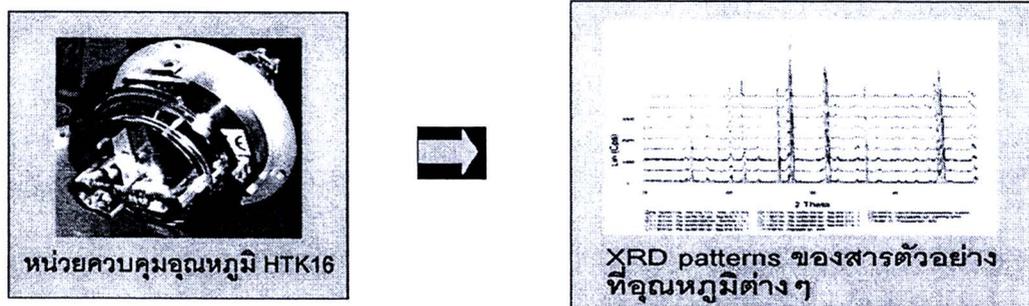
3. วิเคราะห์ขนาดของผลึก (Crystalline size) และ ความเครียดระดับจุลภาค (Microstrain)

ความกว้างของพีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือและลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของผลึก และขนาดของตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถคำนวณหาขนาดผลึกและความเครียดจุลภาคจากความกว้างของพีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ได้



รูปที่ 2.22 การวิเคราะห์ขนาดผลึกและความเครียดระดับจุลภาค [15-16]

4. วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน



รูปที่ 2.23 โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงเมื่อได้รับความร้อน [15-16]

เมื่อใช้หน่วยควบคุมอุณหภูมิ HTK16 ร่วมกับเครื่อง XRD จะทำให้สามารถวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของรังสีเอกซ์ภายใต้ภาวะตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1600 องศาเซลเซียส ทั้งในบรรยากาศปกติ สูญญากาศ หรือบรรยากาศของก๊าซเฉื่อยได้

2.7.3 พูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared

Spectrometer: FT-IR)

เป็นเทคนิคหนึ่งในเทคนิค สเปกโทรสโคปี ใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีอินทรีย์ อนินทรีย์ โดยทำการตรวจวัดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารตัวอย่างที่ความถี่ต่าง ๆ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละพันธะ หรืออาจเรียกได้ว่าเป็นลายพิมพ์โมเลกุล

การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด

ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิศูนย์องศาสัมบูรณ์ อะตอมทุกตัวใน โมเลกุลจะมีการสั่นอยู่ตลอดเวลา เมื่อความถี่ของการสั่นมีค่าเท่ากับความถี่ของรังสีอินฟราเรดที่ฉายมาใน โมเลกุล โมเลกุลจะดูดกลืนรังสี จำนวนแถบในการดูดกลืนทั้งหมดที่สังเกตได้จะมีค่าไม่เท่ากับการสั่นมูลฐานของ โมเลกุลทั้งหมด โดยจะมีค่าลดลง ทั้งนี้เพราะจะมีบางแถบพลังงานที่ไม่มีการตอบสนองต่อพลังงานในช่วงอินฟราเรด

การทำงาน

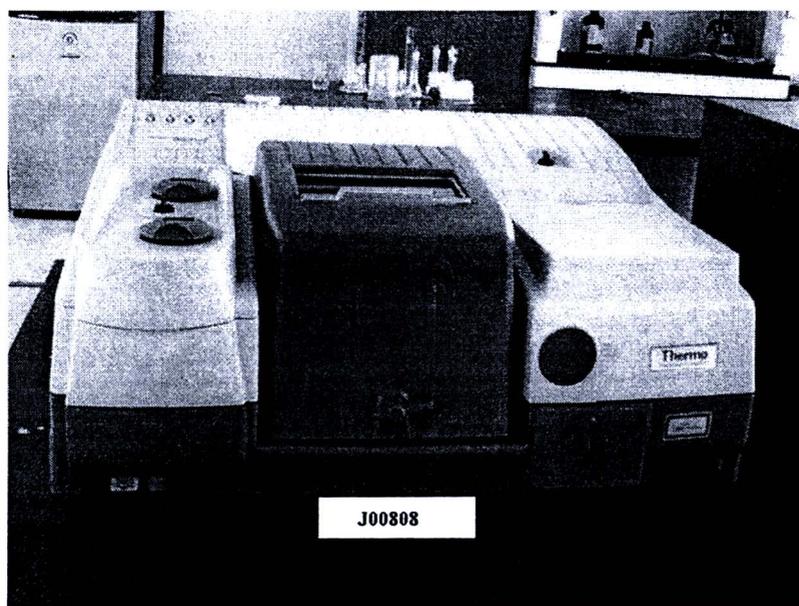
โดยทั่วไปรังสีจากแหล่งกำเนิดจะผ่านสารตัวอย่างและถูกกระจายออกในช่วงความถี่ต่าง ๆ ด้วยโมโนโครเมเตอร์ หลังจากนั้นลำรังสีจะตกลงบนเครื่องตรวจวัดซึ่งจะทำให้เกิดเป็นสัญญาณไฟฟ้า แล้วทำการบันทึกสัญญาณ

การประยุกต์ใช้งาน

โดยทั่วไป FT-IR นั้นจะใช้ในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์ทุกประเภท และสารประกอบอนินทรีย์บางชนิด รวมถึงหมู่ฟังก์ชันในสารตัวอย่าง โดยทำการจับคู่สเปกตรัมของสารประกอบที่ต้องการเข้ากับสเปกตรัมอ้างอิง FT-IR ยังใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างและสถานะของไอโซเมอร์ ใช้ในการบ่งบอกองค์ประกอบของสารที่เป็นตัวเกิดปฏิกิริยาหรือใช้ในการศึกษา

การเคลื่อนไหวของปฏิกิริยา นอกจากนี้ยังใช้ในการตรวจสอบปริมาณของสารผสม สารที่ไม่บริสุทธิ์หรือสารที่เติมเข้าไปในปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์ และในบางกรณีนั้นสามารถตรวจสอบได้ต่ำถึง 0.01 เปอร์เซ็นต์

ข้อดีของเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ ที่เห็นชัดเจน คือ ช่วยให้การวิเคราะห์หรือการวัดสเปกตรัมของสารตัวอย่างทำได้เร็วกว่าเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ธรรมดาหลายเท่า เพราะการวัดด้วยเครื่องธรรมดาจะเป็นแบบวัดทีละความถี่ แต่ฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ วัดที่ความถี่ต่าง ๆ อย่างต่อเนื่อง ทำให้ได้กำลังแสงสูงขึ้น และยังช่วยให้การแยกและความถูกต้องดีขึ้น



รูปที่ 2.24 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

(Fourier Transform Infrared Spectrometer: FT-IR) [17]

2.7.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

2.7.4.1 ทฤษฎี

อนุภาคอิเล็กตรอนถูกค้นพบโดย Sir J.J. Thomson ในปี ค.ศ. 1897 หลังจากนั้นในปี ค.ศ. 1924. Louis de Broglie พบว่าอิเล็กตรอนมีพฤติกรรมคล้ายคลื่น จึงทำให้เกิดแนวความคิดว่าน่าจะสามารถนำอิเล็กตรอนมาสร้างเป็นเลนส์ซึ่งจะได้ลักษณะคล้ายกับกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง แต่จะมีกำลังในการแจกแจงสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงเนื่องจากความยาวคลื่นของอิเล็กตรอนมีค่าสั้นกว่าความยาวคลื่นของแสง ถ้าใช้ศักย์ไฟฟ้ามีค่ามากพอ โดย Carl Stormer ได้เริ่มทำการศึกษาลักษณะการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็กที่มีลักษณะสมมาตร ในปี ค.ศ.

1927-1928 ได้มีการสร้างเลนส์แม่เหล็กโดย Denis Gabor แต่ไม่ประสบความสำเร็จ เนื่องจากความรู้ในเรื่องระบบเลนส์แม่เหล็กยังไม่ดีพอ ต่อมา Max Knoll และ Ennst Ruska ได้สร้างและทดสอบเลนส์แม่เหล็กได้ผลเช่นกัน มีการนำแนวความคิดเรื่องระบบเลนส์ของ Carl Stormer มาใช้ในการออกแบบเลนส์แม่เหล็กและได้ปรับปรุงอยู่หลายครั้ง ในที่สุดก็ได้มีการสร้างกล้องแบบส่องกราดเป็นเครื่องแรกโดย Manfred Von Ardenne ในปี ค.ศ. 1930 ซึ่งลักษณะการทำงานโดยทั่วไปคือ เมื่อแคโทดซึ่งเป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนได้รับพลังงานจะปลดปล่อยอิเล็กตรอนแล้วอิเล็กตรอนจะถูกเร่งโดยสนามไฟฟ้าผ่านมายังระบบเลนส์และจะถูกควบคุมการกราดบนผิวของตัวอย่างโดย scanning coils ซึ่งพื้นที่ในการกราดบนผิวดังนี้เป็นส่วนสำคัญกับกำลังขยายที่ปรากฏบนจอรับภาพ ซึ่งจะทำให้ความสามารถในการแจกแจงรายละเอียดภาพ (image resolution) ของกล้องชนิดนี้มีมากกว่ากล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงมากมายหลายเท่า และไม่เพียงแต่สามารถมองเห็นภาพของตัวอย่างที่จะศึกษาเท่านั้น ยังสามารถนำสัญญาณอื่น ๆ ที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับตัวอย่างมาใช้ศึกษาลักษณะอย่างอื่นของตัวอย่าง เช่น การวิเคราะห์หาธาตุในตัวอย่างที่สนใจและ ศึกษาการเรียงตัวของผลึกในตัวอย่าง เป็นต้น

ในกรณีที่เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุประกอบอยู่ด้วยเรียกว่ากล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนวิเคราะห์ (analytical electron microscope) โดยในการวิเคราะห์ธาตุจะเป็นการวิเคราะห์เฉพาะจุด (spot analysis) หรือพื้นที่เล็ก ๆ ที่อิเล็กตรอนเป็นหัววัดเรียกว่าอิเล็กตรอนโพรบไมโครอะนาไลซิส (electron probe microanalysis: EPMA) โดยใช้การวิเคราะห์ธาตุด้วยการวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัว (characteristic x-ray) ซึ่งมีทั้งแบบเวฟเลงคดิสเพอร์ซีฟเอกซ์เรย์สเปกโทรโฟโตเมทรี (wavelength dispersive x-ray spectrophotometry: WDS) และแบบเอนเนอร์ยีดิสเพอร์ซีฟเอกซ์เรย์สเปกโทรโฟโตเมทรี (energy dispersive x-ray spectrophotometry: EDS)

2.7.4.2 หลักการเกิดภาพ

อิเล็กตรอนปฐมภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง (1000-3000 อิเล็กตรอนโวลต์ หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงตกลงสู่เบื้องล่างโดยผ่านแผ่นแอโนด (anode plate) ภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} ทอร์ และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่จะปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลง เพื่อที่จะเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบื้องล่างโดยผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวดตัวอย่างพอดี และอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5-200 นาโนเมตร โดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิวดตัวอย่าง ซึ่งผู้ใช้งานสามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุมขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวดตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมธาตุ

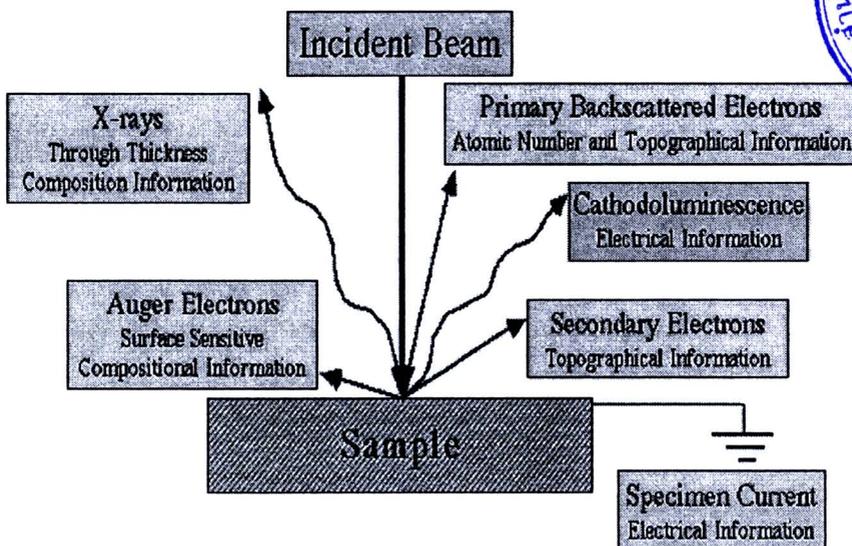
ในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ชั้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ สัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิด คือ

1. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron image: SEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3-5 อิเล็กตรอน โวลต์ เกิดที่พื้นผิวระดับไม้มิก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวที่ผิวต่ำ

2. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (backscattered electron image: BEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมา ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้กับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

3. สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-ray image: XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K, M, L,...) ถูกกระตุ้น หรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจรออกมา ทำให้อะตอมต้องรักษาสถิตของโครงสร้างรวมภายในอะตอมโดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ และต้องลดระดับพลังงานภายใน เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนที่มีระดับพลังงานสูงกว่า โดยปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่ไปแทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุ จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์กันในการวิเคราะห์ธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่าง



รูปที่ 2.25 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่าง [18]

สัญญาณภาพจากอิเล็กทรอนิกส์เหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพได้ โดยต้องเลือกใช้อุปกรณ์ในการตรวจวัดให้เหมาะสมกับสัญญาณแต่ละชนิด โดยทั่วไปสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ภูมิใช้ตัวตรวจวัดชนิดพลาสติกเรืองแสง (plastic scintillation detector) สัญญาณภาพจากอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับจะใช้ตัวตรวจวัดที่เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดพีเอ็นจังก์ชันหรือ ตัวตรวจวัดชนิดโรบินสัน (Robinson detector) และสัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ จะใช้หัววัดรังสีชนิดสารกึ่งตัวนำประเภทซิลิกอนลิเทียม (lithium drifted silicon: Si(Li)) ทำงานร่วมกับอุปกรณ์ในการวิเคราะห์พลังงานของรังสีเอกซ์เฉพาะตัว ซึ่งอุปกรณ์ในการวิเคราะห์นั้นมีแบบช่องเดี่ยว (Single channel analyzer, SCA) และอุปกรณ์วิเคราะห์แบบหลายช่อง (Multichannel analyzer: MCA)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดทั่วไปประกอบด้วยโครงสร้างที่คล้ายคลึงกัน โครงสร้างที่เห็นได้ชัดเจนแบ่งออกเป็น 2 ส่วนใหญ่ ๆ คือ ส่วนที่ลักษณะคล้ายปล่องภายในกวาง เรียกว่า คอลัมน์ (column) และส่วนที่เป็นตู้ควบคุมระบบไฟฟ้าทั้งหมด เรียกว่า หน่วยคอนโซล (console unit) ทั้งสองส่วนนี้เป็นลักษณะภายนอกทั่วไปของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ไม่ว่าจะเป็นรุ่นใด โดยคอลัมน์ประกอบด้วยส่วนประกอบพื้นฐานที่ให้กำเนิดอิเล็กตรอนแล้วรวบรวมให้ส่องไปยังผิวของตัวอย่างที่วางอยู่ในช่องตัวอย่างบริเวณฐานคอลัมน์และอุปกรณ์ซึ่งรับสัญญาณที่เกิดภายหลังอิเล็กตรอนกระทบกับตัวอย่างก็จะถูกจัดวางไว้ในบริเวณนี้เช่นกัน ส่วนหน่วยคอนโซลนั้นภายในเป็นแผงควบคุมระบบไฟฟ้า ระบบสุญญากาศ และระบบถ่ายภาพ การควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนภายในคอลัมน์ก็จำเป็นต้องใช้ปุ่มบังคับที่อยู่บนแผงควบคุมของหน่วยคอนโซลนอกเหนือจาก 2 ส่วน ซึ่งเป็นส่วนสำคัญของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแล้วยังมีส่วนประกอบอื่น ๆ อีก คือ ระบบทำสุญญากาศ ระบบทำไฟฟ้าแรงสูง และระบบทำความเย็น โดยการหมุนเวียนน้ำเย็น

2.7.4.3 ส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM

ก) แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนอยู่ด้านปลายบนสุดของคอลัมน์ประกอบด้วยลวดโลหะทังสเตนที่บิดเป็นรูปตัววี เรียกว่า ฟิลาเมนต์ (Filament) มีรูอยู่ปลายกรวย เมื่อกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 100 โวลต์ เข้าสู่ฟิลาเมนต์ลวดตัวดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูงประจุอิเล็กตรอนซึ่งเป็นประจุลบก็จะกระจายออกมาและถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวกที่อยู่ด้านล่าง ผ่านรูของกรวยลงสู่สนามแม่เหล็กที่สามารถรวบรวมประจุอิเล็กตรอนที่มีอยู่ให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นพอที่จะฉายลงบนสารตัวอย่าง

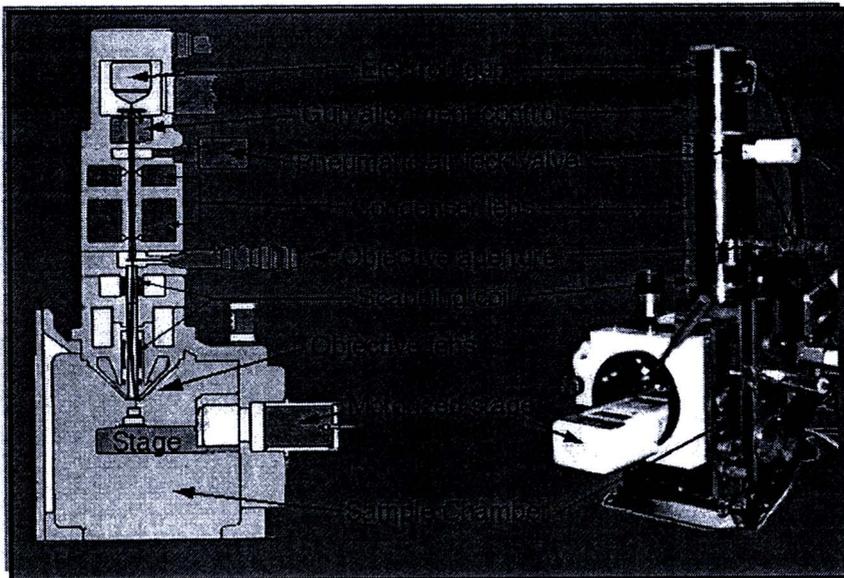
ข) เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนและขดลวดขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอน เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกัน เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนจะทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงรูปกรวยที่เล็กที่สุดและสมมาตรที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ก่อนตกกระทบบนผิวตัวอย่าง พร้อมกับใช้ขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งเรียกว่าสแกนคอยล์ (Scan coil) ขับหรือผลักให้ลำแสง

อิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อนที่กราดไปบนผิวของตัวอย่างในแนวที่ต้องการเป็นบริเวณรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส

ค) ช่องใส่ตัวอย่าง เป็นช่องสุญญากาศอยู่ใต้เลนส์ มีอุปกรณ์ตรวจสอบ หรือ รวบรวมสัญญาณต่าง ๆ ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับผิวตัวอย่าง ส่วนที่สำคัญที่สุดของช่องใส่ตัวอย่าง คือ ฐานวางตัวอย่าง และ ปุ่มควบคุมเพื่อเลื่อนฐานนี้ให้เคลื่อนที่ไปมาภายในช่องใส่ตัวอย่างได้อย่างน้อย 6 ทิศทาง คือ แนวนอน หรือ แนวราบ 4 ทิศทาง (X, Y direction) และแนวตั้งขึ้น-ลง พร้อมทั้งมีส่วนที่ควบคุมการเอียงและการหมุนของตัวอย่างได้รอบทิศทาง ช่องใส่ตัวอย่างของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมัยใหม่ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนในซึ่งเป็นช่องใหญ่ อีกส่วนหนึ่งเป็นส่วนนอก ตัวอย่างที่ต้องการจะตรวจสอบต้องใส่ในช่องเล็กภายนอกแล้วดูดอากาศออกให้เป็นภาวะสุญญากาศ ก่อนจะเปิดประตูกันระหว่างช่องเล็กกับช่องใหญ่ภายในเพื่อสอดใส่ตัวอย่าง

ง) อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ เป็นแท่งแก้วใสฉาบผิวด้วยอะลูมิเนียม ส่วนปลายของแท่งนี้ล้อมด้วยตาข่ายที่ต่อกับวงจรไฟฟ้าประจุบวกขนาด 30-250 โวลต์ เพื่อดึงดูดอิเล็กตรอนทุติยภูมิอันเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างประจุอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับผิวตัวอย่างให้มากที่สุดเท่าที่จะทำได้

จ) อุปกรณ์สร้างภาพ และ ถ่ายภาพทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับเป็นภาพ และภาพที่ปรากฏบนจอ CRT จะถูกบันทึกด้วยกล้องถ่ายรูปแบบง่าย ๆ อุปกรณ์สร้างภาพจะประกอบด้วยท่อนำแสง และ เครื่องขยาย และเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นแสงไฟฟ้าปรากฏบนจอภาพ



รูปที่ 2.26 ส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM [18]

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Shitao L. และคณะ [19] ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์และอุณหภูมิในการแคลไซน์ผงอินเดียมทินออกไซด์ โดยศึกษาที่อุณหภูมิ 40 ถึง 100 องศาเซลเซียส และ 85 ถึง 1000 องศาเซลเซียสตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ด้วย TG/DTA พบว่าเกิดการสลายตัวของ อินเดียมไฮดรอกไซด์ ($\text{In}(\text{OH})_3$) เป็น In_2O_3 ที่อุณหภูมิสูงกว่า 315 องศาเซลเซียส และ ทิน(IV)ไฮดรอกไซด์ สลายตัวเป็น SnO_2 ที่อุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าพีก XRD และ d-spacing ที่ระนาบ (222) จะเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อเปลี่ยนอุณหภูมิในการแคลไซน์ โดยตำแหน่งของพีก 2 θ จะเลื่อนตำแหน่งไปทางมุมที่มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผามากขึ้น

Chi H.H. และคณะ [20] ได้เสนอวิธีการใหม่ที่เรียกว่า โซล เจล คอมบัสชัน สำหรับเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) และฟลูออไรด์ทินออกไซด์ (FTO) ให้มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร โดยใช้อะเซททิลีนแบค (Acetylene back) เป็นเชื้อเพลิง การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์เตรียมจากการละลายอินเดียมไนเตรท เพนตะไฮเดรต ($\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) และทิน(IV)คลอไรด์ (SnCl_4) ในน้ำปอลอปรระจุ ที่อัตราส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทิน ($\text{In}:\text{Sn}$) เป็น 90 :10 อะเซททิลีนแบค จะนำมาเติมลงไปในการละลายผสมอินเดียม ทิน ก่อนที่จะค่อยๆ หยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ลงไป แล้วจึงทำการปั่นกวนด้วยอัตราการปั่นกวนที่จนเกิดเป็น โซลเจลเกิดขึ้น โซลเจลที่ได้จะถูกนำไปอบให้แห้งที่ 120 องศาเซลเซียส ก่อนที่จะนำผง ITO ที่ได้ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย TG/DTA พบว่า จะเกิดพีกกว้าง เป็นปฏิกิริยาคายความร้อนที่อุณหภูมิ 636 องศาเซลเซียส โดยมีการสูญหายของน้ำหนัก (weight loss) ตั้งแต่อุณหภูมิ 550 ถึง 700 องศาเซลเซียส และเมื่อพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRD และ SEM พบว่า อุณหภูมิในการเผา 750 องศาเซลเซียส นั้นจะเกิดวัฏภาคอินเดียมทินออกไซด์เพียงอย่างเดียว (เป็นโครงสร้าง In_2O_3 และ SnO_2) โดยมีขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 16 ถึง 38 นาโนเมตร

Nimai C.P. และคณะ [21] ทำการศึกษาผลของสัดส่วนโดยโมลของอินเดียม ต่อ ทิน (ที่ $\text{In}:\text{Sn}$ เป็น 90:10 70:30 และ 50:50) ที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลง (transformation) วัฏภาคอินเดียมไฮเดรต และทิน(IV)ไฮดรอกไซด์ เป็นอินเดียมทินออกไซด์ และทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ดังนี้ 60, 120, 300, 450 และ 675 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะบรรยากาศแก๊สออกซิเจน จากการพิสูจน์เอกลักษณ์พบว่า อินเดียม(III)ไฮดรอกไซด์ และทิน(IV) ไฮดรอกไซด์ เกิดการเปลี่ยนแปลงเป็น In_2O_3 และ SnO_2 ที่อุณหภูมิ 330 และ 590 ตามลำดับ

Jin S.L. และ Sung C.C. [22] ศึกษาผลของตัวทำละลายที่มีต่อการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์ระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิคที่เรียกว่า โซลโวเทอร์มอล (Solvothermal process) โดยใช้ อินเดียม(III)ไนเตรท nไฮเดรต ($\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) และ ทิน(IV)คลอไรด์ เพนตะไฮเดรต ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ที่มีสัดส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทิน เป็น 92:8 แล้วตกตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ตะกอนที่ได้จะไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10

ชั่วโมง แล้วแบ่งผงอินเดียมทินออกไซด์แห้ง ไปทำการปั่นกวนกับตัวทำละลายอินทรีย์ (เอทิลีนไกลคอล และเอทานอล) จากนั้นจึงนำไปเผาที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียสด้วยอัตราการให้ความร้อนในการเผา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ผลการศึกษาพบว่า ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่ได้เป็นสีน้ำเงินและพบ โครงสร้างคิวบิกของอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) เท่านั้น ความหนืดของตัวทำละลายมีผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าและทางแสงของอินเดียมออกไซด์ ขนาดอนุภาคจะเพิ่มขึ้นเมื่อความหนืดของตัวทำละลายเพิ่มขึ้น โดยพบว่าโพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG) ให้ขนาดผลึกใหญ่ที่สุด คือ 25.02 นาโนเมตร

Sutapa R.R. [23] ได้ศึกษาเรื่องกระบวนการผลิตฟิล์มบาง ITO ใช้ในกระบวนการจุ่มเคลือบ โดยใช้เกลือของโลหะ ซึ่ง เตรียมจากสารละลายแอลกอฮอล์ และทิน(IV)คลอไรด์ แล้วนำไปเคลือบบนแก้วอ่อน ที่มี อัตราส่วนของ In:Sn เป็น 95:5 90:10 85:15 และ 80:20 มีความหนา ในช่วง 10 ถึง 490 นาโนเมตร จากการศึกษา การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งกราดพบว่าฟิล์มที่ได้มีลักษณะเป็นพหุผลึกซึ่งมี ขนาดของเกรนในช่วง 20 ถึง 60 นาโนเมตร โดยมีวัฏภาคเป็น In_2O_3 เท่านั้น จากการศึกษาการส่องผ่านของฟิล์มด้วย UV-Spectrometer พบว่าค่าเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านจะลดลง เมื่อความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น

Tang. S และคณะ [25] ทำการศึกษาการเตรียมอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ที่มีโครงสร้างเป็นวัฏภาคเชิงเดี่ยว ด้วยสารละลายตั้งต้น อินเดียมไนเตรท ($\text{In}(\text{NO}_3)_3$) และ ทินคลอไรด์ (SnCl_4) ที่ สัดส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทินเป็น 10:1 ณ อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา 95 องศาเซลเซียส และ ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA/DTA แล้วตรวจสอบความเป็นผลึกและ โครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค XRD และ SEM ตามลำดับ พบว่า พบวัฏภาคเชิงเดี่ยวของอินเดียมทินออกไซด์เท่านั้น โดยอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมได้มีความโปร่งแสงสูงในช่วง Uv-visible และมีสภาพการนำไฟฟ้าที่ดีเมื่อนำไปใช้งานในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ทางด้านแสง

Stotica T.F. และคณะ [29] ทำการเตรียมและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ด้วยกระบวนการ โซล เจล และทำการขึ้นรูปฟิล์มโดยเทคนิคการปั่นเคลือบ โดยการละลายตั้งต้น ทินโพรพอกไซด์ ($\text{Sn}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) และ อินเดียมโพรพอกไซด์ ($\text{In}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$) ในสารละลายไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์และเอทานอล ที่สัดส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทิน (In:Sn) เป็น 9:1 ทำการขึ้นรูปฟิล์มบนวัสดุรองรับซิลิคอน ความเร็วในการปั่นเคลือบ 1000 รอบต่อวินาที ด้วยจำนวนรอบ 3 รอบ และ 5 รอบ ฟิล์มบางที่ได้จะนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ก่อนที่จะนำไปทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะพบว่า อินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_2\text{Sn}_x\text{O}_3$) มีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิก ที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันสูง และยึดจับกับวัสดุรองรับได้ดี เมื่อทำการวัดสภาพความต้านทานทางไฟฟ้าด้วยเทคนิค four-probe ที่อุณหภูมิห้อง ฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ที่ทำการปั่นเคลือบจำนวน 3 รอบ มีสภาพความ

ต้านทาน $34 \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ ในขณะที่ฟิล์มบางที่ทำการปั่นเคลือบจำนวน 5 รอบมีสภาพความต้านทานเป็น $33 \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$

Nadaud N. และคณะ [31] ทำการศึกษาโครงสร้างอินเดียมทินออกไซด์ ($\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$) ที่เกิดจากผสมผงละเอียดอินเดียมออกไซด์และทินออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือทิน 0.5-9 เปอร์เซ็นต์ โดยทำการเผาที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมงภายใต้สภาวะบรรยากาศ การศึกษาผลของปริมาณ Sn ที่เติมลงไปอินเดียมออกไซด์ ที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ศึกษาโดยใช้เทคนิค neutron powder diffraction และ เทคนิค Mössbauer spectroscopy พบว่าสภาพการนำไฟฟ้ามีค่าลดลงเมื่อปริมาณการเจือทินและความดัน oxygen partial มีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งเกิดจากการบิดเบี้ยวของพันธะ Sn-O และระยะทางของความยาวพันธะที่สั้นลง ที่ปริมาณการเจือทินร้อยละ 6 พบว่าเกิดวัฏภาคของ $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ ที่มีโครงสร้างเป็นแบบรอมโบฮีดรอล โดยพบว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์มีค่าสูงขึ้น (10.1247 Å) เนื่องจากการแทนที่ของทินในตำแหน่งอินเดียมในช่องว่างออกตะฮีดรอล

Yingying G. และ Liping Q. [37] ทำการศึกษาการเจือทินลงในอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเทคนิคโซลโวเทอร์มอล จากการผสมสารละลายตั้งต้นอินเดียมซัลเฟต ($\text{In}(\text{SO}_4)_3$) กับ สารละลายทินคลอไรด์ (SnCl_4) ที่อัตราส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทินเป็น 9:1 โดยหยดสารละลายแอมโมเนีย (NH_3) ลงไปในสารละลายผสมตั้งต้นขณะทำการปั่นกวนที่ความเร็วรอบในการปั่นกวนเป็น 300 รอบต่อนาที เป็นเวลา 40 นาที เพื่อทำการตกตะกอน ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาเคลือบ และค่า pH ของสารละลายขณะตกตะกอน ผลการศึกษา พบว่า พบการปะปนกันระหว่างวัฏภาคของ ITO และ Sn_3O_4 ที่ pH เท่ากับ 6 และเมื่อ pH ของสารละลาย เท่ากับ 9 จะพบวัฏภาคของ ITO เท่านั้น โดยเมื่อทำการเผาเคลือบที่อุณหภูมิต่ำกว่า 250 องศาเซลเซียส ผงละเอียดที่ได้มีสีเหลืองอ่อนและเกิดวัฏภาคของ InOOH ปะปนกับ ITO แต่เมื่อทำการเผาเคลือบที่อุณหภูมิสูงกว่า 250 องศาเซลเซียส ผงละเอียดเปลี่ยนไปเป็นสีน้ำเงิน และไม่พบการวัฏภาคของ InOOH เกิดขึ้น มีเพียงวัฏภาค ITO ที่มีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิกเท่านั้น

Ki. Y.M. และคณะ [39] ศึกษาวิธีการเตรียมและควบคุมขนาดอนุภาค ITO จากสารละลายตั้งต้น $\text{InCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยเทคนิคการตกตะกอนร่วมด้วยสารละลายแอมโมเนีย (NH_3) แล้วทำการศึกษาผลของอุณหภูมิการเคลือบ (ทำการเผาเคลือบในช่วง 400-700 องศาเซลเซียส) และ ค่า pH ของสารละลาย (pH = 6.75-10.13) พบว่า อินเดียมทินออกไซด์มีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเคลือบเพิ่มขึ้น ในขณะที่ จะมีขนาดอนุภาคเล็กลงเมื่อ pH ของสารละลายลดลง โดยที่ pH ของสารละลายเท่ากับ 6.75 อินเดียมทินออกไซด์จะมีขนาดอนุภาค 20 นาโนเมตร และมีโครงสร้างเป็นเฮกซะโกนอล เมื่อเพิ่ม pH ของสารละลายเป็น 9.75 พบว่า อินเดียมทินออกไซด์มีขนาดอนุภาค 60 นาโนเมตร และมีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิก