

## บทที่ 3

### การดำเนินงานวิจัย

#### 3.1 สารเคมี

1. อินเดียมคลอไรด์ ( $\text{InCl}_3$ ) ของบริษัท Aldrich สหพันธ์รัฐเยอรมันนี ความบริสุทธิ์ 98%
2. ทินคลอไรด์ ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ของบริษัทเมอร์ค (Merck) สหพันธ์รัฐ เยอรมันนี ความบริสุทธิ์ 98%
3. สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 65% ( $\text{Conc.NH}_3$ ) ของบริษัท CARLO ERBA
4. แอซิติลแอซีโตน (Acetyl Acetone ( $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$ )) ผลิตโดยบริษัท Laboratory Rasayan
5. น้ำมันพาราฟิน (parafin oil)

#### 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. บริษัทเครื่องแก้ว
2. แท่งแม่เหล็กสำหรับกวน
3. เทอร์โมมิเตอร์
4. ครูซิเบิลชนิดพอสแตนและอะลูมินา
5. เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer: TGA) บริษัท Perkin Elmer รุ่น Pyris 1 TGA
6. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลเทอมอลอนาไลเซอร์ (Differential Thermal Analyzer: DTA) บริษัท Perkin Elmer รุ่น DTA 7
7. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer: XRD) บริษัท Bruker AXS GmbH รุ่น D8 Advance
8. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer: FT-IR) บริษัท Perkin Elmer รุ่น FTIR Spectrum GX
9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) รุ่น LEO 1455 VP บริษัท LEO Electron Microscope
10. เตาเผาสาร บริษัท Thermolyne รุ่น Furnace 6000
11. เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument รุ่น TC – 254
12. ตู้อบ บริษัท Fisher Scientific รุ่น Isotemp
13. ถุงเซลโลเฟน (cellophane bag)
14. เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot plate) บริษัท Fisher Scientific

### 3.3 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัย

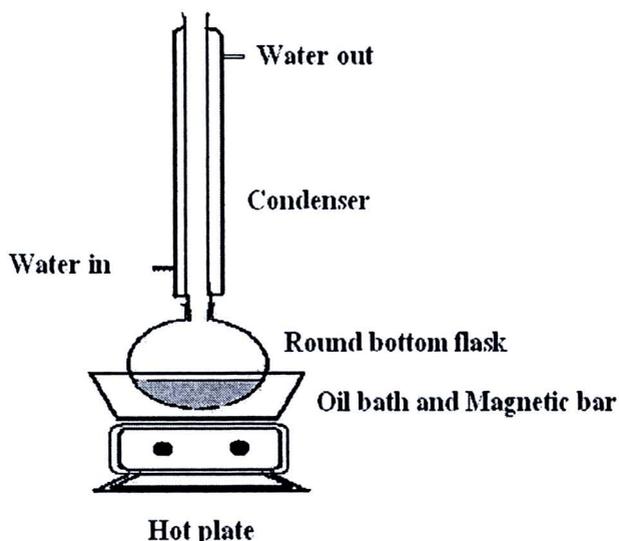
1. รวบรวมข้อมูลทางทฤษฎีและการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียม การพัฒนาผงอินเดียมทินออกไซด์ที่มีการศึกษาในปัจจุบันและในอดีตที่ผ่านมา
2. ศึกษาข้อมูลทางทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์
3. จัดเตรียมเครื่องมือ วัสดุคิบ และสารเคมี
4. ออกแบบกระบวนการและขั้นตอนการทดลองอย่างมีประสิทธิภาพ พร้อมทั้งการวิเคราะห์สมบัติของอินเดียมทินออกไซด์
5. เตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่สภาวะต่างๆ
6. วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนและการเปลี่ยนวัฏภาคของเจลตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์
7. วิเคราะห์และตรวจสอบเกี่ยวกับโมเลกุลของเจลตั้งต้นและผงอินเดียมทินออกไซด์
8. วิเคราะห์องค์ประกอบพื้นฐานและโครงสร้างของผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)
9. ตรวจสอบ วิเคราะห์ และศึกษาเกี่ยวโมเลกุลของผงอินเดียมทินออกไซด์
10. วิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้เบื้องต้นกับสภาวะต่างๆ ในการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์
11. สรุปผลการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์

### 3.4 การทดลอง

#### 3.4.1 การเตรียมโซลตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ที่อัตราส่วนต่างๆ

ทำการเตรียมสารละลายโซลตั้งต้นของอินเดียมทินออกไซด์ที่สัดส่วนโดยโมลของอินเดียมต่อทิน (In : Sn) เป็น 1:1 7:3 8:2 และ 9:1 ปริมาตร 100 มิลลิลิตรตามขั้นตอนดังนี้

1. ชั่งอินเดียมคลอไรด์ ( Indium chloride:  $\text{InCl}_3$  ) และทินคลอไรด์ (Tin chloride:  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ตามอัตราส่วนโดยโมลต่างๆ ( In : Sn = 9:1 7:3 8:2 และ 1:1 ) ตามตารางที่ 3.1
2. นำสารที่ชั่งไว้ในข้อ 1 ละลายในอะซิโตน ( Acetylacetone:  $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$  ) ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้อง
3. เทสารละลายที่ได้ในข้อ 2 ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร
4. ทำการรีฟลักซ์สารละลายที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ที่เวลาในการรีฟลักซ์ดังนี้ คือ 8 10 และ 12 ชั่วโมง

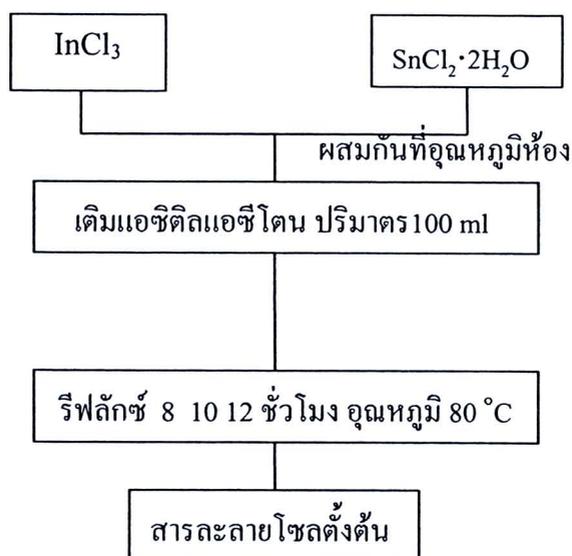


รูปที่ 3.1 อุปกรณ์รีฟลักซ์

สารละลายโซลตั้งต้นของอินเดียมทินออกไซด์ทุกความเข้มข้นที่เตรียมได้ จะถูกนำไปใช้เป็นสารละลายตั้งต้น (Precursor solution) ในการตกตะกอนด้วยถุงเซลโลเฟน เพื่อใช้ในการเตรียมผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ต่อไป

ตารางที่ 3.1 น้ำหนักของอินเดียมคลอไรด์ ( $\text{InCl}_3$ ) และ ทินคลอไรด์ ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide Sol Solution) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ

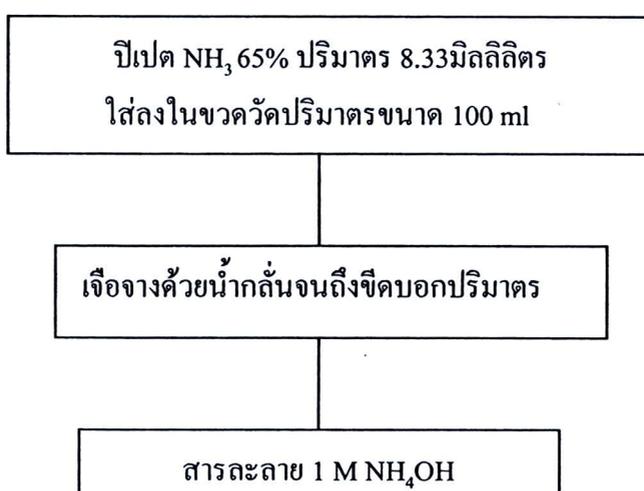
อัตราส่วน	น้ำหนัก (กรัม)	
	$\text{InCl}_3$	$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
1:1	1.0845	1.1282
7:3	0.7591	0.3384
8:2	0.8675	0.2256
9:1	0.9760	0.1128



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายโซลตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ [20-22]

#### 3.4.2 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ (1 M $\text{NH}_4\text{OH}$ )

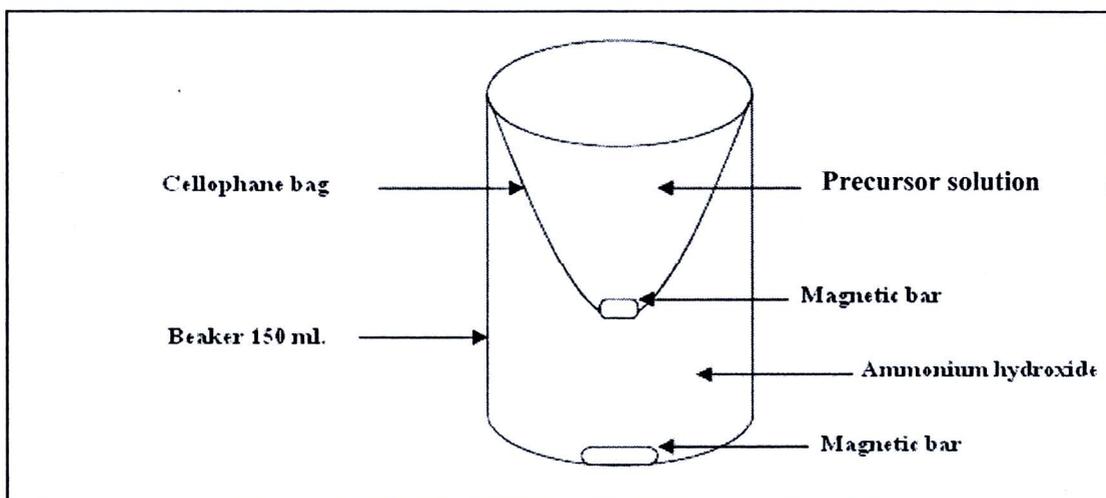
1. ปิเปตสารละลายแอมโมเนียเข้มข้นปริมาตร 8.33 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรสารละลายด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร
3. สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ ที่ได้จะถูกนำมาใช้ในการตกตะกอน



รูปที่ 3.3 แผนภาพขั้นตอนการเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ [19,21]

### 3.4.3 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนแบบใช้เยื่อเลือกผ่าน

1. ปิเปตสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 80 มิลลิลิตร ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร ที่ตั้งอยู่บนเครื่องปั่นกวน
2. นำถุงเซลโลเฟนที่ภายในบรรจุด้วยสารละลายโซลของอินเดียมทินออกไซด์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร และ แท่งแม่เหล็ก จุ่มลงในบีกเกอร์ที่มีสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 80 มิลลิลิตร
3. ใช้ elastic rubber ช่วยในการยึดและพวงถุงเซลโลเฟนกับบีกเกอร์ ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 การเตรียมอุปกรณ์ในการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีตกตะกอน

4. เปิดเครื่องปั่นกวน และ ทิ้งไว้ให้เกิดการตกตะกอนนาน 24 ชั่วโมงเพื่อให้เกิด การตกตะกอนอย่างสมบูรณ์ ทดสอบด้วยการหยดสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจาง 2-3 หยดถ้าไม่มีตะกอนเกิดขึ้นแสดงว่าการตกตะกอนเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์แล้ว
5. ตะกอนที่ได้รวมทั้งสารละลายที่อยู่ในถุงเซลโลเฟนมาเหวี่ยง ด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที
6. เทชั้นสารละลายทิ้ง และทำการล้างตะกอนครั้งแรกด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจางเข้มข้น 0.1 M จำนวน 3 ครั้ง
7. ล้างด้วยน้ำกลั่น จำนวน 5 ครั้ง
8. ล้างตะกอนด้วยอะซิโตน 1 ครั้ง เพื่อให้ตะกอนแห้งเร็วขึ้น แล้วนำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนตะกอนแห้ง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

7. นำตะกอนที่ได้ไปเผาแคลไซน์ 600 700 และ 800 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้ผงอินเดียมทินออกไซด์ที่อยู่ในวัฏภาคที่ต้องการ โดยมีการรบกวนจากอินเดียมออกไซด์ และทินออกไซด์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยาน้อยที่สุด

### 3.5 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์

#### 3.5.1 การศึกษาสัดส่วนโดยโมลของอินเดียมต่อทิน

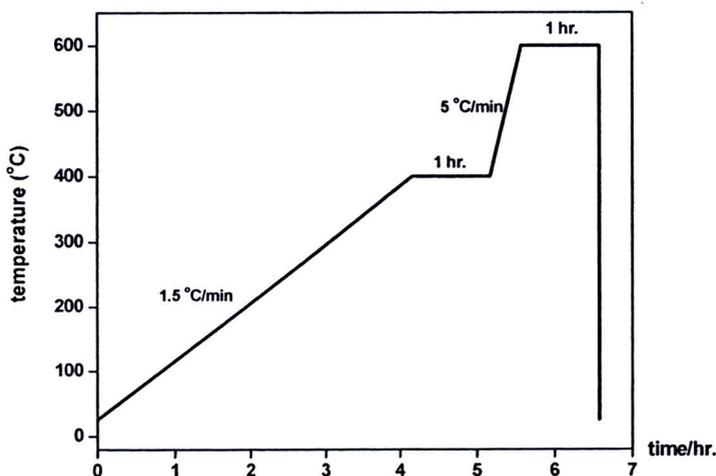
การศึกษาผลของสัดส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทินของเจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ จะทำการศึกษาทั้งหมด 4 สัดส่วน คือ 1:1 7:3 8:2 และ 9:1 ซึ่งอัตราส่วนโดยโมลดังกล่าวแสดงไว้ในตารางที่ 3.1

#### 3.5.2 การศึกษาเวลาในการเกิดปฏิกิริยา

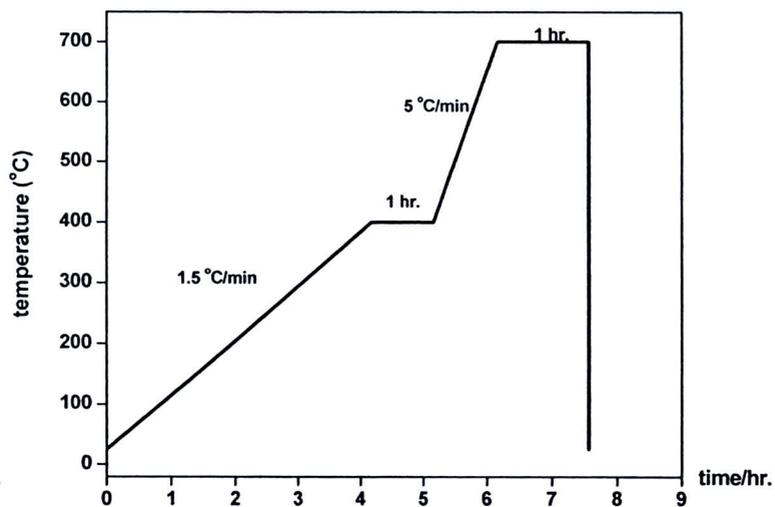
การศึกษาผลของเวลาในการเกิดปฏิกิริยา ของเจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ ทำการศึกษาเวลาในการเกิดปฏิกิริยาทั้งหมด 3 เวลา คือ 8 10 และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับ

#### 3.5.3 การศึกษาอุณหภูมิในการแคลไซน์

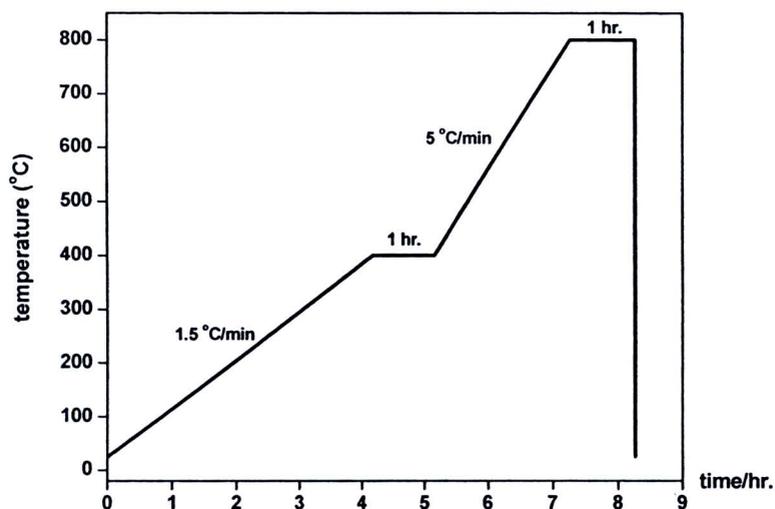
ทำการเผาแคลไซน์เจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 600 700 และ 800 องศาเซลเซียส โดยกำหนดอัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิ (Heating rate) เป็น  $1.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  จนถึงอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส แช่วไว้ในอุณหภูมิที่กำหนดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิ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



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 3.5 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการเผาและเวลาในการแคลไซน์เจลดั้งเดิมขึ้นเตียมหิน  
ออกไซด์ (ก) 600 °C (ข) 700 °C และ (ค) 800 °C

### 3.6 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์

#### 3.6.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนและการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์

ในกระบวนการเกิดปฏิกิริยาเคมีหรือการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างของสารนั้นจะมีการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนเกิดขึ้น โดยความร้อนที่เปลี่ยนแปลงไปนั้นสามารถตรวจวัดได้ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอนาไลซิส (Differential thermal analysis: DTA) ส่วนพฤติกรรมของการสลายตัวของสารเมื่อได้รับความร้อนสามารถวิเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอนาไลซิส (Thermogravimetric analysis: TGA) ข้อมูลที่จากวิเคราะห์ ทำให้ทราบถึงอุณหภูมิโดยประมาณในการเกิดปฏิกิริยาเคมีและการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างของสาร โดยช่วงอุณหภูมิดังกล่าวจะใช้เป็นตัวกำหนดช่วงอุณหภูมิในการแคลไซน์เจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษา การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนและการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของเจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่อง TGA/DTA ที่มีสภาวะการวิเคราะห์ดังนี้

ช่วงอุณหภูมิในการแคลไซน์	50 – 1200 °C
อัตราในการให้ความร้อน	10 °C /min
ปริมาณสารตัวอย่าง	20 – 30 mg
บรรยากาศที่ใช้ในการวิเคราะห์	ออกซิเจน

#### 3.6.2 การศึกษาโครงสร้างผลึกของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ ( XRD)

เจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์แล้ว จะนำมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เพื่อศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง ชนิดและปริมาณโครงสร้างที่เกิดขึ้น โดยทำการวิเคราะห์เพื่อดูการจัดเรียงตัวของระนาบผลึกของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ เนื่องจากผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่แสดงในรูปของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม (Intensity: I) กับค่ามุม 2 $\theta$  มีความเฉพาะเจาะจงต่อโครงสร้างของผลึกแต่ละชนิด

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

แหล่งกำเนิดรังสี	CuK $\alpha$
พลังงานที่ใช้ในการผลิตรังสีเอกซ์	30 kV
กระแส	30 mA

2 $\theta$ เริ่มต้น – สิ้นสุด	20° – 80°
อัตราการสแกน	0.1 deg/min
Time/ step	3 min

### 3.6.2.1 การคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter)

สำหรับค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ที่มีระบบผลึกเป็นแบบคิวบิก สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3.1)$$

เมื่อ hkl คือ ระนาบผลึก

a คือ แลตทิซพารามิเตอร์ ซึ่งอยู่ในระนาบผลึกแบบคิวบิก  
มีลักษณะของหน่วยเซลล์ (Unit cell) ดังนี้  $a = b = c$   $\alpha = \beta = \gamma$

$\lambda$  คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

$\theta$  คือ มุมของการเลี้ยวเบน

### 3.6.2.2 การคำนวณหาขนาดอนุภาค (Particle size)

การคำนวณหาขนาดอนุภาคของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) สามารถคำนวณหาได้จากสมการของเชิเยอร์ (Scherer equation) ดังสมการที่ 3.2

$$D = \frac{0.89\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.2)$$

เมื่อ D คือ ขนาดอนุภาค

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (1.5406 อังสตรอม)

$\beta$  คือ ความกว้างของพีคที่ความสูงครึ่งหนึ่งของความสูงของพีค  
(FWHM)

### 3.6.3 การวิเคราะห์และตรวจสอบเกี่ยวกับโมเลกุลของอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer: FT-IR)

ศึกษาและวิเคราะห์ประเภทของสาร และหมู่ฟังก์ชันซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละพันธะ โดยจะทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)

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

### 3.6.4 การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ จะนำศึกษาโครงสร้างในระดับจุลภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่มีกำลังขยาย 10,000 เท่า (Magnification = 10000x) และ 50,000 เท่า (Magnification = 50000x)

