

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ



## รายงานการวิจัย

การเตรียมและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของอินเดียมทินออกไซด์โดยกระบวนการทางเคมี

**Preparation and Characterization of Indium Tin Oxide via Chemical Processes**

ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2551

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

b00251113

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ



249843

## รายงานการวิจัย

การเตรียมและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของอินเดียมทินออกไซด์โดยกระบวนการทางเคมี

**Preparation and Characterization of Indium Tin Oxide via Chemical Processes**



ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2551

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

## รายงานการวิจัย

การเตรียมและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของอินเดียมทินออกไซด์โดยกระบวนการทางเคมี

**Preparation and Characterization of Indium Tin Oxide via Chemical Processes**

ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2551

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

## บทคัดย่อ

ชื่อโครงการ การเตรียมและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของอินเดียมทินออกไซด์โดยกระบวนการทางเคมี

ชื่อโครงการ Preparation and Characterization of Indium Tin Oxide via Chemical Processes

เงินงบประมาณแผ่นดิน

ประจำปีงบประมาณแผ่นดิน.....

จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 200,000 บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย.....1 ปี

ตั้งแต่ปีงบประมาณ 2551

ดร.สามารถ กงทวีเลิศ สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ E-mail : samart75@hotmail.com

คำสำคัญ (Keywords) Preparation, Characterization, Indium, Tin Oxide, Chemical Processes

## บทคัดย่อ

249843

งานวิจัยนี้ ได้ทำการเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ที่เตรียมด้วยเทคนิคการตกตะกอนผ่านเยื่อเลือกผ่าน โดยกระบวนการ โซล เจล ให้ได้สัดส่วนโดยโมลของอินเดียมต่อทิน ที่เหมาะสมต่อการเกิดวัฏภาคเชิงเดี่ยวของ ผงอินเดียมทินออกไซด์ ( $\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7\text{-X}$ ) ศึกษาผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสของสารละลายผสม ทั้งนี้สารละลายผสมเตรียมได้จากการผสม อินเดียมคลอไรด์ ( $\text{InCl}_3$ ) และ ทินคลอไรด์ ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ในสารละลายอะซิติกอะซิโตนที่อุณหภูมิห้อง โดยมีสัดส่วนโดยโมลของ อินเดียมต่อทินเท่ากับ 1:1 7:3 8:2 และ 9:1 ตามลำดับ นำสารละลายผสมใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์แบบเยื่อเลือกผ่านจากนั้นทำการไฮโดรไลซิสเพื่อให้ตกตะกอนโดยใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่เข้มข้น 1 โมลาร์ ตะกอนที่ได้ถูกล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนและแยกออกด้วยเทคนิคการปั่นเหวี่ยงที่จำนวน 3000 รอบต่อนาที ผงที่ผ่านการตกตะกอนถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการสลายตัวทางความร้อน (Thermal Gravimetric Analysis: TGA) ผลดังกล่าวถูกนำมาใช้พิจารณาเงื่อนไขในกระบวนการเผาเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ ผงละเอียดที่ผ่านการเผาเคลือบแล้วถูกตรวจสอบโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction: XRD) และ เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy: FT-IR) เพื่อหาความบริสุทธิ์และความเป็นผลึกของผงละเอียด

In this reseach, Indium Tin Oxide (ITO) powders were prepared by selective membrane precipitation technique via sol gel process. The stiochiometry of In:Sn ratio for single phase Indium Tin Oxide( $\text{In}_2\text{Sn}_2\text{O}_7\text{-X}$ ) powder was studied by hydrolysis process of mixed solution. The mixed solution was prepared by mixing indium chloride ( $\text{InCl}_3$ ) and tin chloride( $\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) in acetylacetone at room temperature with indium to tin mole ratio 1:1, 7:3, 8:2, and 9:1 respectively. The mixed solutions were added into the membrane reactor then hydrolyzed to precipitate by 1 M  $\text{NH}_4\text{OH}$  solution. The precipitated powders were washed with deionized water and separated out by centrifuge at 3000 rpm. The precipitated powders were characterized by Thermogravimetric Analysis technique (TGA). The result are used to support the calcinations processes of ITO powders. The XRD technique and Fourier Transform Infarred Spectroscopy (FT-IR) are also used to investigate the purification and the crystallinity of powder.

## กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้การสนับสนุนการทำวิจัย ด้วยดีมาโดยตลอด

ดร. สามารถ คงทวีเลิศ

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	V
สารบัญตาราง.....	VI
สารบัญรูปภาพ.....	VII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของวิทยานิพนธ์.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 สมบัติทั่วไปของสารอินเดียมออกไซด์.....	4
2.2 อินเดียมทินออกไซด์.....	5
2.2.1 สมบัติทั่วไปของสารอินเดียมทินออกไซด์.....	5
2.2.2 สมบัติทางแสงของอินเดียมทินออกไซด์.....	6
2.2.3 สมบัติทางไฟฟ้าของอินเดียมทินออกไซด์.....	7
2.3 ทฤษฎีเกี่ยวกับสารกึ่งตัวนำ.....	8
2.4 การประยุกต์ใช้งาน.....	10
2.4.1 เซลล์แสงอาทิตย์.....	11
2.4.2 ไดโอดเปล่งแสงชนิดสารอินทรีย์(OLED).....	12
2.5.3 แก๊สเซนเซอร์.....	13
2.5.4 จอผลึกเหลว (LCD).....	13
2.5 กระบวนการสังเคราะห์อินเดียมทินออกไซด์.....	15
2.5.1 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method).....	15
2.5.2 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method).....	19
2.5.3 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray drying method).....	19
2.5.4 วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying method).....	20

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.5.5 วิธีแบบโซล เจล (Sol gel method).....	21
2.6 เยื่อเลือกผ่าน.....	26
2.6.1 การจำแนกกระบวนการผ่านเยื่อเลือกผ่าน.....	26
2.6.2 ข้อดีของกระบวนการแยกผ่านเยื่อเลือกผ่าน.....	28
2.6.3 แนวโน้มและการใช้งาน.....	28
2.7 เครื่องมือที่ใช้ทดสอบ.....	28
2.7.1 การวิเคราะห์ทางความร้อน (TA).....	28
2.7.1.1 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกอนาไลเซอร์.....	28
(Thermogravimetric Analyzer: TGA)	
2.7.1.2 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลเทอมอลอนาไลเซอร์.....	30
(Differential Thermal Analyzer: DTA)	
2.8.2 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์(X-ray diffractometer).....	30
2.8.3 ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.....	36
(Fourier Transform Infrared Spectrometer: FT-IR)	
2.7.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	37
(Scanning Electron Microscope: SEM)	
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	42
บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย.....	45
3.1 สารเคมี.....	45
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	45
3.3 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย.....	46
3.4 การทดลอง.....	46
3.4.1 การเตรียมเจลตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์.....	46
3.4.2 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์.....	48
3.4.3 การเตรียมผงอินเดียมทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอน.....	49
ผ่านเยื่อเลือกผ่าน	
3.5 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ของผงอินเดียมทินออกไซด์.....	50

# สารบัญ (ต่อ )

หน้า

3.5.1	สัดส่วนโดยโมลของอินเดียมต่อทิน.....	50
3.5.2	เวลาในการเกิดปฏิกิริยา.....	50
3.5.3	อุณหภูมิในการแคลไซน์.....	50
3.6	การพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์.....	52
3.6.1	การศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนและการเปลี่ยนแปลง..... วิฤภาคของผงอินเดียมทินออกไซด์	52
3.6.2	การศึกษาโครงสร้างผลึกของผงอินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่อง..... วัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)	52
3.6.2.1	การคำนวณหาแลตทิซพารามิเตอร์(Lattice parameter).....	53
3.6.2.1	การคำนวณหาขนาดอนุภาค(Particle size).....	53
3.6.3	การวิเคราะห์และตรวจสอบเกี่ยวกับ โมเลกุลของ..... อินเดียมทินออกไซด์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรด สเปกโทรมิเตอร์(FT-IR)	53
3.6.4	การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของผงละเอียดอินเดียม..... ทินออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)	54
บทที่ 4	การทดลองและอภิปรายผล.....	55
4.1	ลักษณะทางกายภาพของเจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ก่อนการแคลไซน์..... และหลังการแคลไซน์	55
4.2	ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของเจลดั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์..... ก่อนการแคลไซน์	56
4.3	ผลการวิเคราะห์และตรวจสอบผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์..... หลังการแคลไซน์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์	58
4.4	ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์..... ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(XRD)	59
4.4.1	การวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์..	59
4.4.2	การวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิในการแคลไซน์อินเดียมต่อทินที่มี..... ต่อขนาดอนุภาคของ ITO	69

# สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.4.3 การวิเคราะห์ผลของสัดส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทิน.....	73
และเวลาในการเกิดปฏิกิริยาที่มีต่อขนาดอนุภาคของ ITO	
4.4.4 การวิเคราะห์ผลของสัดส่วนโดยโมลอินเดียมต่อทินที่มีต่อ.....	74
ขนาดผลึกของผงละเอียดITO	
4.4.5 การวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิในการแคลไซน์ที่มีต่อระนาบ (222).....	77
และการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผงละเอียด ITO	
4.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์.....	80
ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)	
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	82
เอกสารอ้างอิง.....	84
ภาคผนวก ก ลักษณะทางกายภาพของเจลดั้งเดิม ITO ก่อนการเผาแคลไซน์.....	87
และหลังการเผาแคลไซน์	
ภาคผนวก ข ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ผงละเอียด ITO ด้วยเทคนิค FT-IR.....	89
ภาคผนวก ค สมการของอาร์เรเนียส (Arrhenius equation).....	91
ภาคผนวก ง ผลของอุณหภูมิในการแคลไซน์ที่มีต่อการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ระนาบ (222).....	92
ประวัติผู้เขียน.....	97

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 การเปรียบเทียบข้อดีและเสียของการเตรียมอินเดียมทินออกไซด์..... ด้วยวิธีต่าง ๆ	25
3.1 น้ำหนักของอินเดียมคลอไรด์ ( $\text{InCl}_3$ ) และทินคลอไรด์..... ไดไฮเดรต ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ที่ใช้ในการเตรียม โซล เจล ของ ITO ที่อัตราส่วนต่าง ๆ	47
4.1 อัตราส่วนของระนาบ (400)/(222) และ (622)/(222) ของผงอินเดียมทินออกไซด์..... ที่สกัดส่วน โดยโมลและสถานะต่าง ๆ	67
4.2 ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของระนาบ (222) ของผงอินเดียมทินออกไซด์.....	79

# สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างผลึกของ $\text{In}_2\text{O}_3$ กับตำแหน่งที่แตกต่างกัน 2 แบบของอินเดียม.....	4
2.2 โครงสร้างทรงลูกบาศก์แบบ Bixbyite ของอินเดียมทินออกไซด์.....	6
2.3 การเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอน จากแถบพลังงานวาเลนซ์..... ไปสู่แถบการนำ เมื่อได้รับพลังงานมากกว่าค่าช่องว่างพลังงาน( $E_g$ )	7
2.4 แถบพลังงานฉนวนและสารกึ่งตัวนำ.....	9
2.5 แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น.....	10
2.6 แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น และ พี.....	10
2.7 หลักการทำงานทั่วไปของเซลล์แสงอาทิตย์.....	12
2.8 โครงสร้างทั่วไปของ OLED.....	13
2.9 จอ LCD แบบ Passive matrix.....	14
2.10 Thin-Film-Transistor or active matrix displays.....	14
2.11 จอ LCD แบบ Active matrix.....	15
2.12 ลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน.....	17
2.13 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล.....	19
2.14 ขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง.....	20
2.15 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่าง ๆ ที่ได้จากเทคนิคโซล เจล.....	21
2.16 ขั้นตอนกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิคโซล เจล แบบ พอลิเมออร์..... และ คอลลอยด์	24
2.17 เครื่อง Thermogravimetric Analyser.....	29
2.18 ส่วนประกอบพื้นฐานของเครื่อง DTA.....	30
2.19 ลักษณะของการตรวจสอบวัฏภาคและแบบจำลองการพิสูจน์กฎของแบรกก์.....	32
2.20 การวิเคราะห์สารตัวอย่างเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน.....	34
2.21 การวิเคราะห์วัฏภาคสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ.....	35
2.22 การวิเคราะห์ขนาดผลึกและความเครียดระดับจุลภาค.....	35
2.23 โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงเมื่อได้รับความร้อน.....	36
2.24 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์.....	37
2.25 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับสารตัวอย่าง.....	39
2.26 ส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM.....	41

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.1 อุปกรณ์รีฟลักซ์.....	47
3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายโซล เจล ของอินเดียมทินออกไซด์.....	48
3.3 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายเอม โมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 M.....	48
3.4 การเตรียมอุปกรณ์ในการสังเคราะห์ผงอินเดียมทินออกไซด์.....	49
โดยวิธีตกตะกอนร่วม	
3.5 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์และวิธีการแคลไซน์.....	51
เจลตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์	
4.1 ลักษณะทางกายภาพของเจลตั้งต้นของ ITO ที่สัดส่วนโดยโมล In:Sn (7:3).....	55
ณ เวลาเกิดปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง	
4.2 แผนภาพ TGA/DTA ของเจลตั้งต้นอินเดียมทินออกไซด์ ที่สัดส่วนโดยโมล.....	56
อินเดียมต่อทิน 9:1 ณ เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง	
4.3 แสดงสเปกตรัม FT-IR ของผงละเอียดอินเดียมทินออกไซด์.....	59
4.4 กราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่อุณหภูมิการแคลไซน์.....	66
600 700 และ 800 °C	
4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคของ ITO เมื่อผ่านการแคลไซน์.....	71
ที่อุณหภูมิ 600 700 และ 800 °C	
4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคของผงละเอียด ITO.....	74
ที่สัดส่วนต่าง ๆ เทียบกับเวลาในการเกิดปฏิกิริยา	
4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a) เทียบกับความเข้มข้น.....	77
ของทิน เมื่อผ่านกระบวนการแคลไซน์	
4.8 ภาพแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของระนาบ (222) ที่สัดส่วนโดยโมล.....	78
อินเดียมต่อทิน 8:2 อุณหภูมิการแคลไซน์ 600-800 °C	
4.9 ภาพถ่าย SEM ของผงอินเดียมทินออกไซด์ เมื่อตกตะกอนด้วยเทคนิคไทเทรต .....	80
ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ณ เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง	
โดยมีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ (ก) 1:1 (ข) 7:3 (ค) 8:2 (ง) 9:1	
4.10 ภาพถ่าย SEM ของผงอินเดียมทินออกไซด์ เมื่อตกตะกอนผ่านเชื้อเลือกผ่าน.....	81
ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ณ เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง	

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่

หน้า

โดยมีสัดส่วนของอินเดียมและทินเท่ากับ (ก) 1:1 (ข) 7:3 (ค) 8:2 (ง) 9:1