



การสังเคราะห์ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับ
ไนโอเบียมเพนทอกไซด์

Synthesis of Tungsten Trioxide Films Co-doping with Molybdenum
Trioxide and Niobium Pentoxide

สุรัชัย ไชยชนะ

Surachai Chaichana

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Master of Engineering in Materials Engineering
Prince of Songkla University

2561

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์



การสังเคราะห์ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไตรออกไซด์ร่วมกับ
ไนโอเบียมเพนทอกไซด์

Synthesis of Tungsten Trioxide Films Co-doping with Molybdenum
Trioxide and Niobium Pentoxide

สุรัชัย ไชยชนะ

Surachai Chaichana

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Master of Engineering in Materials Engineering
Prince of Songkla University

2561

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์ฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโพลิบดีนัมไดรอกไซด์ร่วมกับ
 ไนโอเปียมเพนทอกไซด์
 ผู้เขียน ว่าที่ร้อยตรีสุรัชย์ ไชยชนะ
 สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

คณะกรรมการสอบ

.....

.....ประธานกรรมการ

(รองศาสตราจารย์ กัลยาณี คุปตานนท์)

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วีระชัย แสงฉาย)

.....กรรมการ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

(รองศาสตราจารย์ กัลยาณี คุปตานนท์)

.....

.....กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ คณดิถ เจษฎ์พัฒนานนท์)

(รองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีคง)

.....กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ คณดิถ เจษฎ์พัฒนานนท์)

.....กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์. ดร.วิษณุ ราชเพชร)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ เป็นส่วน
 หนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

.....
 (ศาสตราจารย์ ดร.ดำรงศักดิ์ ฟ้ารุ่งแสง)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ขอรับรองว่า ผลงานการวิจัยนี้มาจากการศึกษาวิจัยของนักศึกษาเอง และได้แสดงความขอบคุณบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลือเป็นที่เรียบร้อยแล้ว

ลงชื่อ.....

(รองศาสตราจารย์ กัลยาณี คุปตานนท์)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ลงชื่อ.....

(รองศาสตราจารย์ คณดิถ เจษฎ์พัฒนานนท์)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

ลงชื่อ.....

(ว่าที่ร้อยตรีสุรัชย์ ไชยชนะ)

นักศึกษา

ข้าพเจ้าขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้ไม่เคยเป็นส่วนหนึ่งในการอนุมัติปริญญาในระดับใดมาก่อน และ
ไม่ได้ถูกใช้ในการยื่นขออนุมัติปริญญาในขณะนี้

ลงชื่อ.....

(ว่าที่ร้อยตรีสุรชัย ไชยชนะ)

นักศึกษา

ชื่อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์
ผู้เขียน	ว่าที่ร้อยตรีสุรัชย์ ไชยชนะ
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ
ปีการศึกษา	2560

บทคัดย่อ

วิทยานิพนธ์นี้มีจุดมุ่งหมายในการสังเคราะห์ฟิล์มของทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ เพื่อการประยุกต์ใช้งานเกี่ยวกับด้านวัสดุอิเล็กทรอนิกส์ ด้วยวิธีโซล-เจล ขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO พัฒนาคุณภาพของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ด้วยสารเจือ โดยแบ่งการศึกษาเป็นสองส่วน ส่วนแรกศึกษาฟิล์มของทังสเตนไตรออกไซด์ที่มีการเจือด้วยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 15, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ ตรวจสอบโครงสร้างและสัณฐานวิทยาด้วยวิธี XRD, XPS, SEM, EDX และ AFM เพื่อวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบ ผลการศึกษาพบว่า ฟิล์มมีโครงสร้างแบบโมโนคลินิกเมื่อมีการเจือด้วยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ จากนั้นศึกษาสมบัติการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มด้วยเทคนิคไซคลิกโวลเทมเมทรีค่าความต่างศักย์ระหว่าง -1 ถึง 1 โวลต์ พบว่า ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ฟิล์มแสดงค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เท่ากับ 1.24×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที และผลต่างการส่องผ่านแสงก่อนและหลังเปลี่ยนสีประมาณ 44 เปอร์เซ็นต์

ในส่วนที่สอง ศึกษาฟิล์มของทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ โดยใช้โซลทังสเตนไตรออกไซด์เจือด้วยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลเจือร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือระหว่าง 0.1 ถึง 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ พบว่า ไม่ปรากฏโครงสร้างผลึกของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับการเจือไนโอเบียมที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ฟิล์มมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ เท่ากับ 1.93×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที สูงกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ไม่ได้เติมไนโอเบียมเพนทอกไซด์ แต่ให้ค่าผลต่างการส่องผ่านแสงก่อนและหลังเปลี่ยนสีน้อยลงเหลือประมาณ 33 เปอร์เซ็นต์

Thesis Title	Synthesis of Tungsten Trioxide films Co-doping with Molybdenum Trioxide and Niobium Pentoxide
Author	Surachai Chaichana
Major Program	Materials Engineering
Academic Year	2017

Abstract

This research aims to synthesize tungsten trioxide films co-doping with molybdenum trioxide and niobium pentoxide applied for the electrochromic materials. Films were prepared by dip-coating method and then deposited onto indium-doped tin oxide glass substrate. The study composed of two parts. First, the synthesized molybdenum trioxide was doped into tungsten trioxide sol with the doping concentrations of 15, 30 and 50 %mol. The synthesized films were characterized using XRD, XPS, SEM, EDX, and AFM. The films structure was monoclinic. Color change of films was determined by using cyclic voltammetry and UV-Vis spectrophotometer. It was found that the 30 %mol molybdenum trioxide doped tungsten trioxide film exhibited the optimum diffusion coefficient of $1.24 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{s}$ and showed about 44% transmittance modulation. Second, the films co-doped with molybdenum trioxide and niobium pentoxide were prepared and examined. Tungsten trioxide film with molybdenum trioxide at 30% mol doping with niobium pentoxide 0.1 to 0.9 %mol were synthesized. The result indicated that the tungsten trioxide film co-doping with molybdenum trioxide at 30 %mol together with niobium pentoxide 0.5 %mol showed the best diffusion coefficient of $1.93 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{s}$, but the transmittance modulation was reduced to 33%.

กิตติกรรมประกาศ

การศึกษางานวิจัยในครั้งนี้จะสำเร็จลุล่วงไม่ได้ หากขาดความช่วยเหลือจากผู้ทรงคุณวุฒิทุกท่าน ข้าพเจ้าในนามของผู้เขียน ขอขอบคุณผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้องทั้งที่กล่าวและไม่ได้กล่าวนามเป็นอย่างสูง ที่สละเวลาและมีความกรุณาให้คำปรึกษาแก่ข้าพเจ้าในทุก ๆ ด้าน จนทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จบรรลุเป้าหมายได้อย่างสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ กัลยาณี คุปตานนท์ และรองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีกง ที่ให้คำปรึกษาและคำแนะนำที่มีประโยชน์สำหรับการทำวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้เป็นอย่างดี และรองศาสตราจารย์ คุณดิถ เจษฎ์พัฒนานนท์ สำหรับคำปรึกษาและความช่วยเหลือในการทำวิจัย จนทำให้การศึกษางานวิจัยในครั้งนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วีระชัย แสงฉาย ประธานกรรมการในการสอบป้องกันวิทยานิพนธ์ ที่ได้เสียสละเวลาอันมีค่า เป็นประธานกรรมการในการสอบครั้งนี้

ขอขอบพระคุณกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิษณุ ราชเพชร ที่กรุณาให้คำแนะนำเพิ่มเติม เพื่อความถูกต้องและสมบูรณ์ของวิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณ คณาจารย์และบุคลากร ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ให้คำปรึกษาการปฏิบัติงาน ความช่วยเหลือเกี่ยวกับการดำเนินงานทางด้านเอกสารต่าง ๆ ขอขอบคุณสถานวิจัยความเป็นเลิศนาโนเทคโนโลยีเพื่อพลังงาน มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พิพัฒน์ ชูโต อาจารย์ประจำภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ สำหรับการให้ความเอื้อเฟื้อ เครื่องมือในการทดสอบประสิทธิภาพ และบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่สนับสนุนงบประมาณบางส่วนในการทำวิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณนักศึกษาปริญญาโทและเอก เพื่อน ๆ พี่ ๆ และน้อง ๆ ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ รวมทั้งบุคคลอื่น ๆ ที่มีได้เอ่ยนามไว้ ณ ที่นี้ ที่ได้สละเวลา กำลังกายและกำลังใจช่วยเหลือ แนะนำและให้คำปรึกษาที่ดีเสมอมา คุณประโยชน์ซึ่งมีจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้วิจัยขอมอบอุทิศแด่บุพการีและผู้มีพระคุณทุกท่าน ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่างานวิจัยฉบับนี้จะเป็นประโยชน์ต่อส่วนรวม ผู้ที่สนใจทั่วไปไม่มากนักน้อย ซึ่งหากมีข้อความผิดพลาดใด ๆ ผู้วิจัยขออภัยไว้ ณ ที่นี้ด้วย

สุรชัย ไชยชนะ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(5)
Abstract	(6)
กิตติกรรมประกาศ	(7)
สารบัญ	(8)
รายการตาราง	(12)
รายการรูป	(13)
สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ	(18)
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 บทนำ	1
1.2 วัตถุประสงค์โครงการวิจัย	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
1.4 ขอบเขตของงานวิจัย	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 ปრაกฏการณ์อิเล็กทรอนิกส์	4
2.1.1 รูปแบบของกระบวนการเปลี่ยนสี	4
2.1.2 การเปลี่ยนแปลงสีในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์	4
2.2 อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์	7
2.2.1 ขั้วไฟฟ้าโปร่งแสง	7
2.2.2 วัสดุอิเล็กทรอนิกส์	7
2.2.3 สารอิเล็กทรอนิกส์	8
2.2.4 เคาน์เตอร์อิเล็กทรอนิกส์	8
2.3 โครงสร้างวัสดุอิเล็กทรอนิกส์	8
2.3.1 ทังสเตนไตรออกไซด์	8
2.3.2 กลไกของการเปลี่ยนแปลงสีของทังสเตนไตรออกไซด์	10
2.3.3 โมลิบดีนัมไตรออกไซด์	13
2.3.4 ไนโอเบียมเพนทอกไซด์	13

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.4 เทคนิคของกระบวนการขึ้นรูปฟิล์ม	13
2.4.1 ปฏิกริยาโซล - เจล	13
2.4.2 การจุ่มเคลือบ	14
2.5 เครื่องมือสำหรับการตรวจสอบลักษณะของฟิล์มในงานวิจัย	15
2.5.1 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี	15
2.5.1.1 ขั้วไฟฟ้า	18
2.5.1.2 สารละลายอิเล็กโทรไลต์	19
2.5.2 การวิเคราะห์โครงสร้างตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	19
2.5.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด .	20
2.5.4 การวิเคราะห์ลักษณะการกระจายตัวของธาตุดังกล่าวประกอบ	20
2.5.5 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคเอกซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปก โทรสโคปี	21
2.5.6 การศึกษาสัณฐานวิทยาและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	21
2.5.7 การวิเคราะห์และทดสอบค่าการส่องผ่านแสงด้วยเทคนิคอัลตราไวโอเลตและ วิธีเป็ลสเปกโทรสโคปี	21
2.6 เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	22
2.6.1 การสังเคราะห์และสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ของสารประกอบ	22
2.6.1.1 การสังเคราะห์ทังสเตนไดรอกไซด์	22
2.6.1.2 การสังเคราะห์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์	22
2.6.1.3 การสังเคราะห์ไนโอเบียมเพนทอกไซด์	23
2.6.2 งานวิจัยอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้อง	24
บทที่ 3 วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการดำเนินงานวิจัย	28
3.1 วิธีการวิจัย	28
3.2 สารเคมีและอุปกรณ์	29
3.2.1 สารเคมี	29
3.2.2 อุปกรณ์	29

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุรองรับ	29
3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์	31
3.4.1 การสังเคราะห์ทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล และการเคลือบฟิล์มทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์	31
3.4.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์เจือโพลิบดีนัมไดรอกไซด์ร่วมกับไนโอเปียมเพนทอกไซด์	31
3.4.2.1 การสังเคราะห์ทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์เจือโพลิบดีนัมไดรอกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล	32
3.4.2.2 การสังเคราะห์ทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์เจือโพลิบดีนัมไดรอกไซด์ร่วมกับไนโอเปียมเพนทอกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล	35
3.5 ขั้นตอนกระบวนการขึ้นรูปฟิล์มด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	37
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปรายผล	38
4.1 ผลการสังเคราะห์ฟิล์มทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์เจือโพลิบดีนัมไดรอกไซด์และไนโอเปียมเพนทอกไซด์	38
4.1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างหรือลักษณะเฟสของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD	38
4.1.2 การศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค XPS	40
4.1.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของพื้นผิวฟิล์มด้วยเทคนิค SEM	43
4.1.4 ผลการศึกษาการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบของฟิล์มด้วยเทคนิค EDX ..	47
4.1.5 ผลการวิเคราะห์ลักษณะความขรุขระของฟิล์มด้วยเทคนิค AFM	53
4.2 สมบัติอิเล็กทรอนิกส์ของฟิล์มทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์เจือโพลิบดีนัมไดรอกไซด์และไนโอเปียมเพนทอกไซด์	54
4.2.1 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของสีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลเทมเมทรีแบบรอบ ..	54
4.2.2 การวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านของแสงด้วยเทคนิค UV-Vis	62
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	70
5.1 บทสรุป	70
5.2 ข้อเสนอแนะ	70

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง	71
ภาคผนวก	77
เอกสารการเผยแพร่ผลงานในการประชุมทางวิชาการ	78
เอกสารการตีพิมพ์ผลงานวิจัย	79
ประวัติผู้เขียน	80

รายการตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 ตัวอย่างปฏิกิริยาและการเปลี่ยนแปลงของสีที่เกิดขึ้นในระบบอิเล็กทรอนิกส์โครโครมิกที่มีชั้นอิเล็กทรอนิกส์เคลือบด้วยสารประกอบอนินทรีย์	5
ตารางที่ 2.2 ตัวอย่างสารอิเล็กทรอนิกส์โครโครมิกที่เป็นสารประกอบอนินทรีย์	6
ตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายทั่วไปของทั้งสแตนไดรออกไซด์	9
ตารางที่ 3.1 สัดส่วนระหว่างปริมาณทั้งสแตนไดรออกไซด์ต่อปริมาณการเจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์	32
ตารางที่ 3.2 สัดส่วนระหว่างปริมาณทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ต่อปริมาณการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์	35
ตารางที่ 4.1 ปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบจากบริเวณที่ทำการสุมวิเคราะห์ในฟิล์มชนิดต่าง ๆ	47
ตารางที่ 4.2 ปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบจากบริเวณที่ทำการสุมวิเคราะห์ในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน	50
ตารางที่ 4.3 สัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน	57
ตารางที่ 4.4 สัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน	61
ตารางที่ 4.5 ค่าความแตกต่างเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านของแสงในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์และฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน	63
ตารางที่ 4.6 ค่าความแตกต่างเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านของแสงในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน	65

รายการรูป

หน้า

รูปที่ 1.1	ปรากฏการณ์อิเล็กโตรโครมิกของกระจก ซึ่งเปลี่ยนจากโปร่งแสงเป็นทึบแสง	1
รูปที่ 2.1	ภาพแสดงโครงสร้างหลักภายในอุปกรณ์อิเล็กโตรโครมิก	7
รูปที่ 2.2	โครงสร้างผลึกแบบออกตะฮีดรอล (Octahedral) ที่มีลักษณะรูปทรงแปดด้าน	9
รูปที่ 2.3	โครงสร้างผลึกของทั้งสแตนไดรออกไซด์แบบ (ก) โมโนคลินิก (ข) ออร์โธรอมบิก และ (ค) เฮกซะโกนอล	9
รูปที่ 2.4	การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและไฮโดรเจนไอออนจากสารละลายกรดซัลฟิวริก ที่มีการจ่ายกระแสไฟฟ้าให้กับระบบฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์	10
รูปที่ 2.5	การแทรกตัวของไฮโดรเจนไอออนในโครงสร้างผลึกของทั้งสแตนไดรออกไซด์แบบโมโนคลินิก	11
รูปที่ 2.6	อันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนและการสั่นของโครงสร้างผลึก ทำให้ทั้งสแตนไดรออกไซด์เกิดการเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำเงิน	11
รูปที่ 2.7	ความบกพร่องของผลึกจากการหายไปของออกซิเจน ทำให้ทั้งสแตนไดรออกไซด์เปลี่ยนสี	12
รูปที่ 2.8	โครงสร้างผลึกของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ (ก) โมโนคลินิก (ข) ออร์โธรอมบิก และ (ค) ซูดเฮกซะโกนอล	13
รูปที่ 2.9	ขั้นตอนของกระบวนการขึ้นรูปฟิล์มด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	14
รูปที่ 2.10	กราฟไซคลิกโวลเทมโมแกรมแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าและกระแส	16
รูปที่ 2.11	ลักษณะรูปแบบปฏิกิริยาการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลเทมโมแกรม	16
รูปที่ 2.12	ไซคลิกโวลเทมโมแกรมฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (ผลการทดลองที่ได้จากงานวิจัย)	17
รูปที่ 2.13	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	20
รูปที่ 2.14	ภาพถ่าย SEM ของฟิล์มไนโอเบียมเพนทอกไซด์ : (ก) Nb ₂ O ₅ (02) (ข) 0.2 % mol TiO ₂ (ค) 1.0 % mol TiO ₂ และ (ง) 10.0 % mol ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า	26
รูปที่ 3.1	แผนภูมิแสดงขั้นตอนการทำความสะอาดกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO (การเตรียมวัสดุรองรับ)	30
รูปที่ 3.2	แผนภูมิแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์สารละลายกรดเพอรอกโซซิงค์	30
รูปที่ 3.3	แผนภูมิแสดงขั้นตอนการเตรียมฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์	33
รูปที่ 3.4	แผนภูมิแสดงขั้นตอนการเตรียมฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์	34

รายการรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 3.5 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการเตรียมฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีบิตินัมไดรออกไซด์ร่วมกับ ไนโอเบียมเพนทอกไซด์	36
รูปที่ 4.1 XRD สเปกตรัมของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ และทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีบิตินัมไดร ออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 15, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ.....	39
รูปที่ 4.2 XRD สเปกตรัมของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีบิตินัมไดรออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดย โมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1, 0.3, 0.5 และ 0.7 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ	40
รูปที่ 4.3 XPS สเปกตรัมของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีบิตินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล	41
รูปที่ 4.4 XPS สเปกตรัมความละเอียดสูงของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีบิตินัมไดรออกไซด์ที่ ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (ก) สเปกตรัมของธาตุทั้งสแตนในระดับชั้น W4f (ข) สเปกตรัมของธาตุโพลีบิตินัมในระดับชั้น Mo3d	41
รูปที่ 4.5 XPS สเปกตรัมของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีบิตินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล	42
รูปที่ 4.6 XPS สเปกตรัมความละเอียดสูงของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีบิตินัมไดรออกไซด์ที่ ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณ การเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (ก) สเปกตรัมของธาตุทั้งสแตน W4f (ข) สเปกตรัมของ ธาตุโพลีบิตินัม Mo3d	42
รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5,000 และ 50,000 เท่าของ (ก, ข) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ (ค, ง) ฟิล์มโพลีบิตินัมไดรออกไซด์ และ (จ, ฉ) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีบิตินัม ไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล	44
รูปที่ 4.8 ภาพตัดขวาง กำลังขยาย 50,000 เท่าของ (ก) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ (ข) ฟิล์ม โพลีบิตินัมไดรออกไซด์ และ (ค) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีบิตินัมไดรออกไซด์ที่ ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล	45

รายการรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 50,000 เท่าของ ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลิบดีนัม ไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล	46
รูปที่ 4.10 การวิเคราะห์ EDX - mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบ ที่ตรวจพบของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์	48
รูปที่ 4.11 การวิเคราะห์ EDX - mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบ ที่ตรวจพบของฟิล์มโพลิบดีนัมไตรออกไซด์	49
รูปที่ 4.12 การวิเคราะห์ EDX - mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวขององค์ประกอบที่ ตรวจพบของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล	50
รูปที่ 4.13 การวิเคราะห์ EDX - mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบ ที่ตรวจพบของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยโมล	51
รูปที่ 4.14 การวิเคราะห์ EDX - mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบ ที่ตรวจพบของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล	52
รูปที่ 4.15 ภาพถ่าย AFM ในรูปแบบ (ขวา) 2 มิติ และ (ซ้าย) 3 มิติ ของ (ก, ข) ฟิล์มทั้งสแตนไดร ออกไซด์, (ค, ง) ฟิล์มโพลิบดีนัมไตรออกไซด์ และ (จ, ฉ) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือ โพลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ	53

รายการรูป (ต่อ)

หน้า

- รูปที่ 4.16 ไชคลิกโวลเทมโมแกรมของฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์เจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ (ก) ฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์ แสดงผลการเจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ ที่ปริมาณการเจือ (ข) 15 (ค) 30 และ (ง) 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ และ (จ) ไชคลิกโวลเทมโมแกรมเปรียบเทียบผลของปริมาณโวลิตินัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์เจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ 55
- รูปที่ 4.17 ไชคลิกโวลเทมโมแกรมในจำนวน 5 รอบการเปลี่ยนสีกลับไปกลับมา แสดงระหว่าง (ก) ฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์และ (ข) ฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์เจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล 58
- รูปที่ 4.18 ไชคลิกโวลเทมโมแกรมของฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์เจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือด้วยไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ (ก) 0.1, (ข) 0.3, (ค) 0.5, (ง) 0.7, และ (จ) 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ และ (ฉ) ไชคลิกโวลเทมโมแกรมเปรียบเทียบของปริมาณโวลิตินัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณ 0 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์เจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ 59
- รูปที่ 4.19 ไชคลิกโวลเทมโมแกรมเปรียบเทียบผลของปริมาณไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 ถึง 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์เจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล 60
- รูปที่ 4.20 ค่าการส่องผ่านของแสงในฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์เจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ (ก) ฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์ แสดงผลการเจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ ที่ปริมาณการเจือ (ข) 15 (ค) 30 และ (ง) 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมลตามลำดับ 63
- รูปที่ 4.21 ค่าการส่องผ่านของแสงเปรียบเทียบระหว่างผลของปริมาณโวลิตินัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์เจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ 64
- รูปที่ 4.22 ค่าการส่องผ่านของแสงในฟิล์มทั้งสแตนด์เอโลนไดรอกไซด์เจือโวลิตินัมไดรอกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือด้วยไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ที่ปริมาณการเจือ (ก) 0.1 (ข) 0.3 (ค) 0.5 (ง) 0.7 และ (จ) 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ 66

รายการรูป (ต่อ)

หน้า

- รูปที่ 4.23 ค่าการส่องผ่านของแสงเปรียบเทียบผลของปริมาณไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการ
เจือ 0.1 ถึง 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์
ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล 67
- รูปที่ 4.24 ภาพเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์
ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณ
การเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เมื่ออยู่ในสภาวะต่าง ๆ (ก) ก่อนเปลี่ยนสี (ข) ขณะเกิดการ
เปลี่ยนสี และ (ค) ขณะจางสี ตามลำดับ 68

สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ

AFM	Atomic Force Microscope
CV	Cyclic voltammetry
eV	Electronvolt
EC	Electrochromic
EDX	Energy Dispersive X-ray spectrometer
h -MoO ₃	โครงสร้างของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่มีลักษณะแบบเฮกซะโกนอล
ITO	ฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์
nm	นาโนเมตร
SEM	Scanning Electron Microscope
T _{bleached}	ค่าการส่องผ่านของแสงขณะฟิล์มเกิดภาวะจางสี
T _{colored}	ค่าการส่องผ่านของแสงขณะฟิล์มเกิดภาวะเปลี่ยนสี
UV-Vis	Ultraviolet-Visible spectroscopy
μm	ไมโครเมตร
XPS	X-ray photoelectron spectroscopy
XRD	X-Ray Diffraction
%T	เปอร์เซ็นต์การส่องผ่านของแสง
ΔT	ผลต่างการส่องผ่านของแสงที่เปลี่ยนแปลง
γ-WO ₃	โครงสร้างของทังสเตนไตรออกไซด์ที่มีลักษณะแบบโมนอกlinik
β-WO ₃	โครงสร้างของทังสเตนไตรออกไซด์ที่มีลักษณะแบบบอโรโทรมบิก
h -WO ₃	โครงสร้างของทังสเตนไตรออกไซด์ที่มีลักษณะแบบเฮกซะโกนอล
σ-WO ₃	โครงสร้างของทังสเตนไตรออกไซด์ที่มีลักษณะแบบบอัสฐาน
%mol	เปอร์เซ็นต์โดยโมล

บทที่ 1

บทนำ

1.1 บทนำ

ปัจจุบันเทคโนโลยีในการป้องกันคลื่นความร้อนที่ผ่านกระจกเข้ามาพร้อมความสว่าง โดยส่วนใหญ่จะมีการเคลือบฟิล์มบางหลายชั้นบนพื้นผิวกระจก เพื่อเพิ่มความสามารถในการสะท้อนคลื่นอินฟราเรดที่ผ่านเข้ามาแต่ยอมให้แสงสว่างยังคงส่งผ่านได้เพียงในระดับหนึ่ง กระจกลักษณะนี้จะถูกประกอบด้วยชั้นฟิล์มซึ่งประกบขึ้นจากชั้นโลหะออกไซด์ ส่งผลทำให้คลื่นความร้อนถูกสะท้อนกลับออกสู่ภายนอกได้ไม่มากนัก และลักษณะโดดเด่นพิเศษกว่ากระจกทั่วไปที่ไม่มีการเคลือบชั้นฟิล์มคือ ความสามารถในการปรับเปลี่ยนสมบัติทางแสงได้ด้วยการจ่ายกระแสไฟฟ้าให้แก่ระบบฟิล์ม ทำให้ฟิล์มสามารถเปลี่ยนจากกระจกโปร่งแสงกลายเป็นกระจกที่มีสีเข้มหรือทึบแสงมากขึ้นและคืนกลับมาใสได้ดั้งเดิมเมื่อปราศจากการจ่ายกระแสไฟฟ้า ซึ่งสามารถควบคุมปริมาณแสงที่ส่งผ่านได้ ลดการสะสมความร้อนที่จะเข้าสู่ภายใน ส่งผลต่อการใช้งานเครื่องปรับอากาศหรือเครื่องทำความเย็นลดลง ซึ่งเป็นการประหยัดพลังงาน และลดค่าใช้จ่ายในการติดตั้งอุปกรณ์เสริม

กระจกที่ถูกเคลือบด้วยฟิล์มลักษณะนี้จะถูกเรียกว่า กระจกอัจฉริยะ (Smart glass) หรือหน้าต่างอัจฉริยะ (Smart window) (รูปที่ 1.1) ซึ่งปรากฏการณ์ที่กระจกเปลี่ยนภาวะได้นั้นเรียกว่าปรากฏการณ์อิเล็กโทรโครมิก (Electrochromic effect)



รูปที่ 1.1 ปรากฏการณ์อิเล็กโทรโครมิกของกระจก ซึ่งเปลี่ยนจากโปร่งแสงเป็นทึบแสง [52]

วัสดุที่มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์โครมิกมีหลายชนิด ทั้งสารประกอบอินทรีย์และสารประกอบอนินทรีย์ ซึ่งให้สมบัติที่แตกต่างกันออกไป โดยทั่วไปสารประกอบอนินทรีย์จะมีประสิทธิภาพในการทนต่อสารเคมีเสถียรเมื่อกระทบต่ออุณหภูมิสูงและมีการประยุกต์ใช้งานนำไปขึ้นรูปที่ค่อนข้างหลากหลายกว่าเมื่อเทียบกับสารประกอบอินทรีย์ [1, 2]

สารกึ่งตัวนำประเภทโลหะออกไซด์ที่ได้รับความนิยมนำมาใช้ เช่น ทังสเตนไดรอกไซด์ (WO_3), โมลิบดินัมไดรอกไซด์ (MoO_3) และไนโอเบียมเพนทอกไซด์ (Nb_2O_5) ในงานวิจัยนี้ ได้ศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มทังสเตนออกไซด์เจือด้วยโมลิบดินัมไดรอกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ซึ่งทังสเตนไดรอกไซด์เป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่มีเสถียรภาพที่ดีในระบบอิเล็กทรอนิกส์โครมิก เนื่องจากเป็นสารกึ่งตัวนำ สามารถเปลี่ยนแปลงสีได้ทั้งโครงสร้างแบบอสัณฐานและแบบพหุผลึก เกิดจากการเปลี่ยนแปลงเลขออกซิเดชันในปฏิกิริยารีดอกซ์ [3] และเพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพในการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มให้ดีขึ้น จึงได้เจือโมลิบดินัมไดรอกไซด์เข้าไปในระบบของทังสเตนไดรอกไซด์ เนื่องจาก การเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มที่มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์โครมิกต้องอาศัยกระแสไฟฟ้าจากภายนอกเป็นตัวกระตุ้นในปฏิกิริยาทำให้อิเล็กตรอนเกิดจากการเปลี่ยนแปลง ซึ่งโมลิบดินัมไดรอกไซด์มีสมบัติเป็นตัวเก็บประจุและเป็นสารกึ่งตัวนำที่ดี [4] ส่งผลให้อิเล็กตรอนหรือไอออนมีการเคลื่อนที่ได้ดี และเจือร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ [5] เพื่อทำให้ฟิล์มมีสมบัติในการเปลี่ยนแปลงสีสลับกลับไปกลับมาได้โดยใช้พลังงานกระตุ้นที่ต่ำลง [6] คือ เมื่อไม่มีกระแสไฟฟ้าเข้าสู่ระบบกระจกจะมีลักษณะโปร่งใส เมื่อจ่ายกระแสไฟฟ้าเข้าสู่ระบบจะเกิดการเปลี่ยนแปลงส่งผลให้กระจกทึบแสงลักษณะมีสีฟ้าหรือสีน้ำเงินเข้ม และทำให้ฟิล์มสามารถเปลี่ยนสีสลับกลับไปกลับมาในจำนวนรอบที่มากขึ้น [7, 8]

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์ฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรอกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล เคลือบบนแผ่นกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO
2. ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการสังเคราะห์และเตรียมฟิล์ม ซึ่งมีตัวแปรที่เกี่ยวข้อง ได้แก่ ปริมาณของสารเจือ ขนาดของอนุภาคหลังผ่านกระบวนการการจุ่มเคลือบและการแคลไซน์
3. ทดสอบสมบัติอิเล็กทรอนิกส์โครมิกและลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้จากการสังเคราะห์ในรูปแบบการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์ม

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถสังเคราะห์ฟิล์มของทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล เคลือบบนแผ่นกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO
2. ทราบถึงภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์และการเตรียมฟิล์ม ซึ่งส่งผลดีต่อสมบัติอิเล็กทรอนิกส์โครมิก โดยฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงสีที่ดีในภาวะจางสีและเกิดสี
3. สร้างองค์ความรู้ใหม่ที่เป็นประโยชน์ต่อการพัฒนาวัสดุ เพื่อเป็นแนวทางในการพัฒนาเกี่ยวกับการสังเคราะห์สารในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์โครมิกที่มีประสิทธิภาพของการเปลี่ยนสี นำไปสู่การประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมทั่วไปในอนาคตได้
4. เผยแพร่ข้อมูลในวารสารนานาชาติเกี่ยวกับการพัฒนาวัสดุอิเล็กทรอนิกส์โครมิกในอีกรูปแบบหนึ่ง และเป็นข้อมูลให้กับนักวิจัยรุ่นใหม่ในการพัฒนาต่อไป

1.4 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ศึกษาฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ขึ้นรูปด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนแผ่นกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO
2. ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มอิเล็กทรอนิกส์โครมิกของสารประกอบ เช่น ปริมาณของสารตั้งต้นและสารเจือ
3. วิเคราะห์โครงสร้างและสัณฐานวิทยาของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, XPS, AFM, SEM และ EDX-mapping
4. ศึกษาประสิทธิภาพการเปลี่ยนแปลงสีกลับไปกลับมทาของฟิล์ม ทดสอบสมบัติอิเล็กทรอนิกส์โครมิกของฟิล์มด้วยกระบวนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-Vis และไซคลิกโวลเทมเมทรี

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ปรากฏการณ์อิเล็กโทรโครมิก

2.1.1 รูปแบบของกระบวนการเปลี่ยนสี [9]

โครมิซึม (Chromism) ปรากฏการณ์หรือกระบวนการที่สารเกิดการเปลี่ยนแปลงของสีจากภาวะไม่มีสีจนเข้าสู่ภาวะมีสีหรือเปลี่ยนแปลงจากสีเดิมกลายเป็นสีหนึ่ง ๆ ภายหลังจากกระตุ้นด้วยสิ่งเร้าในลักษณะประเภทต่าง ๆ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงสีนี้มักจะเกิดขึ้นแบบช่วงหนึ่งอย่างไม่ถาวรและสามารถผันกลับสู่ภาวะเดิม สารที่มีสมบัติโครมิกในปัจจุบันพบได้มากทั้งลักษณะที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติหรือถูกสังเคราะห์ขึ้นเพื่อให้มีสมบัติได้ตามที่ต้องการ สารดังกล่าวอาจอยู่ในรูป สารประกอบอินทรีย์ สารประกอบอนินทรีย์ หรือจำพวกสารประกอบโมเลกุลที่มีขนาดเล็ก แต่เมื่อมีการกระตุ้นได้จากภายนอกจะส่งผลทำให้โครงรูปหรือโครงสร้างภายในผลึกของโมเลกุลเปลี่ยนแปลงไปจะมีความสามารถดูดกลืนหรือสะท้อนแสงในช่วงความยาวคลื่นที่ต่างจากโมเลกุลก่อนถูกกระตุ้นได้ จึงทำให้สารโครมิกมีการเปลี่ยนแปลงสีที่มองเห็นแตกต่างจากเดิม

โดยทั่วไปปรากฏการณ์โครมิซึม มักจำแนกตามประเภทของสิ่งเร้าภายนอกที่มากระตุ้น ได้แก่ เทอร์โมโครมิก (Thermochromic) โฟโตโครมิก (Photochromic) ฮาโลโครมิก (Halochromic) ไอโอโนโครมิก (Ionochromic) และอิเล็กโทรโครมิก (Electrochromic) เป็นต้น ซึ่งงานวิจัยและการศึกษาเกี่ยวกับวัสดุโครมิกเป็นการสังเคราะห์วัสดุโครมิกชนิดใหม่หรือการพัฒนาโครงสร้างเดิมให้มีสมบัติการเปลี่ยนแปลงสีที่ดีขึ้นด้วยกระบวนการทางเคมีหรือกายภาพ จุดประสงค์เพื่อตอบสนองความต้องการในการนำไปประยุกต์ใช้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการความแปลกใหม่หรือสำหรับการใช้งานเฉพาะทาง ซึ่งสมบัติเหล่านี้สามารถถูกควบคุมหรือปรับแต่งโดยการดัดแปลงระดับโมเลกุลหรือการเจือระหว่างสารอื่น ๆ กระทั่งเทคนิคของการขึ้นรูปขึ้นงาน

2.1.2 การเปลี่ยนแปลงสีในกระบวนการอิเล็กโทรโครมิก [9]

ปรากฏการณ์ที่สารเกิดการเปลี่ยนแปลงสี ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน เรียกว่า ปฏิกิริยารีดอกซ์ (Oxidation-reduction or redox reaction) โดยที่ปฏิกิริยาจะถูกเหนี่ยวนำให้เกิดด้วยกระแสไฟฟ้า เป็นผลจากสารที่อยู่ในรูปออกซิไดซ์และรูปรีดิวซ์มีสมบัติดูดกลืนหรือสะท้อนแสงในช่วงความยาวคลื่นที่เปลี่ยนไปจึงส่งผลให้สารทั้งสองรูปนี้มีสีแตกต่างกัน โดยการเปลี่ยนแปลงสีที่เกิดขึ้นเป็นได้ทั้งการเปลี่ยนสีระหว่างโปร่งใสหรือฟอกจาง (Transparent or bleached) ให้กลายเป็น

มาเป็นภาวะมีสี หรือเปลี่ยนจากสีหนึ่งให้กลายเป็นอีกสีหนึ่งก็ได้ และเราเรียกสารอิเล็กโทรโครมิกที่มีการเปลี่ยนสีเมื่อเกิดปฏิกิริยารีดักชันว่า วัสดุแคโทดิกคอลลีคัลเลอริง (Cathodically coloring materials) และเรียกสารอิเล็กโทรโครมิกที่มีการเปลี่ยนสีเมื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันว่า วัสดุแอโนดิกคอลลีคัลเลอริง (Anodically coloring materials) ซึ่งสารแต่ละชนิดมีปฏิกิริยาและเกิดการแปลงเปลี่ยนสีที่แตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ตัวอย่างปฏิกิริยาและการเปลี่ยนแปลงของสีที่เกิดขึ้นในระบบอิเล็กโทรโครมิกที่มีชั้นอิเล็กโทรโครมิกเคลือบด้วยสารประกอบอนินทรีย์ [53]

Metal Oxide	Reaction	Colour Change
Cobalt Oxide	$3\text{CoO} + 2\text{OH} \rightarrow \text{Co}_3\text{O}_4 + \text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^-$	green \rightarrow brown
Indium Tin Oxide	$\text{In}_2\text{O}_3 + 2\text{x}(\text{Li}^+ + \text{e}^-) \rightarrow \text{Li}_{2\text{x}}\text{In}^{\text{III}}_{(1-\text{x})}\text{In}^{\text{I}}_{\text{x}}\text{O}_3$	colourless \rightarrow pale blue
Iridium Oxide	$\text{Ir}(\text{OH})_3 \rightarrow \text{IrO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{H}^+ + \text{e}^-$	colourless \rightarrow blue/grey
Molybdenum Trioxide	$\text{MoO}_3 + \text{x}(\text{Li}^+ + \text{e}^-) \rightarrow \text{Li}_\text{x}\text{Mo}^{\text{VI}}_{(1-\text{x})}\text{Mo}^{\text{V}}_\text{x}\text{O}_3$	colour \rightarrow blue
Nickel Oxide	$\text{NiO}_\text{x}\text{H}_\text{y} \rightarrow [\text{Ni}^{\text{II}}_{(1-\text{z})}\text{Ni}^{\text{III}}_\text{z}]\text{O}_\text{x}\text{H}_{(y-\text{z})} + \text{zH}^+ + \text{ze}^-$	colourless \rightarrow brown/black
Tungsten Trioxide	$\text{WO}_3 + \text{x}(\text{Li}^+ + \text{e}^-) \rightarrow \text{Li}_\text{x}\text{W}^{\text{VI}}_{(1-\text{x})}\text{W}^{\text{V}}_\text{x}\text{O}_3$	very pale blue \rightarrow blue
Vanadium Pentoxide	$\text{Li}_\text{x}\text{V}_2\text{O}_5 \rightarrow \text{V}_2\text{O}_5 + \text{x}(\text{Li}^+ + \text{e}^-)$	very pale blue \rightarrow (brown/yellow)
Cerium Oxide	$\text{CeO}_2 + \text{x}(\text{Li}^+ + \text{e}^-) \rightarrow \text{Li}_\text{x}\text{CeO}_2$	yellow \rightarrow very pale
Manganese Oxide	$\text{MnO}_2 + \text{ze}^- + \text{zH}^+ \rightarrow \text{MnO}_{(2-\text{z})}(\text{OH})$	yellow \rightarrow brown
Niobium Pentoxide	$\text{Nb}_2\text{O}_5 + \text{x}(\text{Li}^+ + \text{e}^-) \rightarrow \text{Li}_\text{x}\text{Nb}_2\text{O}_5$	colourless \rightarrow pale blue

หลักการงานพื้นฐานเปลี่ยนสีของวัสดุอิเล็กโทรโครมิก เกิดจากปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี เกิดขึ้นเมื่อมีการให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเข้าไปในระบบ ส่งผลทำให้เกิดการแทรกตัวของไอออนบวก (M^+) และอิเล็กตรอน (e^-) เข้าสู่ไปภายในโครงสร้างของวัสดุอิเล็กโทรโครมิก ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นนี้ถูกเรียกว่า การแทรกแบบคู่ (Double injection) เนื่องจากไอออนบวกซึ่งเป็นโลหะอัลคาไลน์ หรือธาตุหมู่ I เคลื่อนที่เข้าหาขั้วแคโทด และอิเล็กตรอนเคลื่อนที่เข้าหาขั้วแอโนด ซึ่งการเกิดสีอาศัยกระบวนการเปลี่ยนแปลงทางปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีหรือเกิดได้ในปฏิกิริยาแบบแคโทดิก (Cathodic) และแอโนดิก (Anodic) ลักษณะของการรับประจุบวกและประจุลบ ดังแสดงในสมการที่ 2.1 และ 2.2 ตามลำดับ [10]



โดยที่ M^+ ได้แก่ H^+ , Na^+ , Li^+ หรือ K^+ และ R คือ ธาตุโลหะกลุ่มทรานซิชัน



โดยที่ M^- ได้แก่ H^- หรือ OH^- และ R คือ ธาตุโลหะกลุ่มทรานซิชัน

ตัวอย่างของสารประกอบอินทรีย์ที่นิยมนำมาใช้งานกันอย่างแพร่หลายในปัจจุบันที่ตอบสนองต่อสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ได้ดี ดังแสดงในตารางที่ 2.2

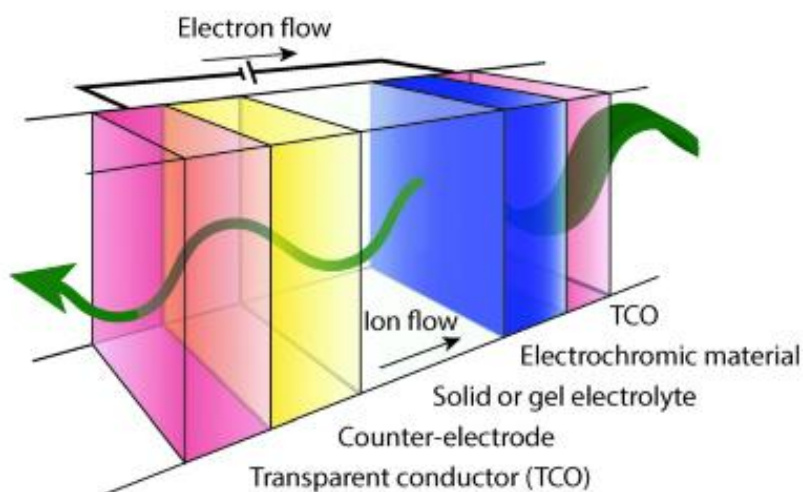
การประยุกต์ใช้งานของกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์นั้น นอกจากจะใช้ในการทำชั้นฟิล์มเคลือบลงบนกระจก เพื่อให้มีสมบัติเป็นกระจกอัจฉริยะสำหรับอาคาร ที่อยู่อาศัยและยานพาหนะแล้ว ยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้เคลือบเป็นชั้นฟิล์มเพื่อทำอุปกรณ์ชนิดอื่นได้อีก เช่น กระจกส่องหลังรถยนต์ หน้าจอแสดงข้อมูล อุปกรณ์กระดาศอิเล็กทรอนิกส์ หมึกที่ใช้สำหรับการพิมพ์หรือสีย้อม และอุปกรณ์ชนิดอื่น ๆ เป็นต้น

ตารางที่ 2.2 ตัวอย่างสารอิเล็กทรอนิกส์ที่เป็นสารประกอบอินทรีย์ [54]

สารประกอบ	ปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนสี	ลักษณะรูปแบบสี	
		รูปออกไซด์	รูปรีดิวซ์
$\text{Ir}(\text{OH})_3$	ออกซิเดชัน (วัสดุแอนติคอลลีคัลเลอร์)	น้ำเงิน-ดำ	โปร่งใส
$\text{Ni}(\text{OH})_2$		น้ำตาล-บรอนซ์	โปร่งใส หรือ เขียวอ่อน
WO_3	รีดักชัน (วัสดุแคโทดิกคอลลีคัลเลอร์)	โปร่งใส	น้ำเงิน
V_2O_5		เหลือง	น้ำเงิน-ดำ
MoO_3		โปร่งใส	น้ำเงิน
Nb_2O_5		เหลือง	น้ำเงิน
ปรัสเซียนบลู (Prussian blue, $[\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3]$)		น้ำเงิน	โปร่งใส

2.2 อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์โครมิก [11]

โครงสร้างพื้นฐานของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์โครมิก (รูปที่ 2.1) ประกอบด้วยชั้นฟิล์มชนิดต่าง ๆ และสารอิเล็กทรอนิกส์โครมิก ที่ทำให้เกิดกระบวนการเปลี่ยนสี โดยโครงสร้างหลักทั่วไปจะมีส่วนประกอบสำคัญหลัก ๆ 3 ส่วน ดังนี้



รูปที่ 2.1 ภาพแสดงโครงสร้างหลักภายในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์โครมิก [12]

2.2.1 ขั้วไฟฟ้าโปร่งแสง (Transparent conductive oxide, TCO) [11] เป็นฟิล์มบางของสารกึ่งตัวนำโปร่งใสที่นำไฟฟ้าได้ ซึ่งสารที่นิยมใช้ทำเป็นขั้วไฟฟ้า ได้แก่ อินเดียมทินออกไซด์ (Indium tin oxide, ITO) ซึ่งเป็นสารกึ่งตัวนำชนิด (N-type semiconductor) โดยมีส่วนผสมอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) ปริมาณ 90 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ผสมกับทินออกไซด์ (SnO_2) ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก สารนี้ทำหน้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้าโปร่งแสงให้กับระบบอิเล็กทรอนิกส์โครมิก ซึ่งจะใช้ชั้นตัวไฟฟ้าโปร่งใส 2 ชั้นต่อเข้ากับขั้วบวกและขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้าภายนอก

2.2.2 วัสดุอิเล็กทรอนิกส์โครมิก (Electrochromic material) [11] วัสดุนี้มีความสามารถในการเปลี่ยนสีได้ เมื่อรับสนามไฟฟ้าจากภายนอกโดยเกิดปฏิกิริยาเคมีขึ้นหลังการแทรกตัวของโปรตอนและอิเล็กตรอนในชั้นวัสดุที่ใช้ ซึ่งมีทั้งชนิดที่เป็นสารอินทรีย์ (Organic) ได้แก่ ไวโอลोजิน (Viologens) ปรัสเซียนบลู (Prussian blue) แลนทาไนด์ฟาทาโลไซยานีน (Lanthanide phthalocyanine) และไพลาโซลีน (Pyrazoline) เป็นต้น และชนิดที่เป็นสารอนินทรีย์ (Inorganic) ซึ่งส่วนมากนิยมใช้ออกไซด์ของธาตุโลหะในหมู่ทรานซิชัน ได้แก่ ทังสเตนไดรอกไซด์ โมลิบดีนัมไดรอกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ ไนโอเบียมเพนทอกไซด์ และวานาเดียมเพนทอกไซด์ เป็นต้น

ออกไซด์ของโลหะทรานซิชันเป็นวัสดุที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายที่สุด เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการเกิดสีสูงโดยใช้พลังงานไฟฟ้าต่ำและให้ความสบายตาต่อผู้ที่มองเห็น

2.2.3 สารอิเล็กโทรไลต์ (Solid or gel electrolyte) [11] เป็นส่วนประกอบที่เกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีและเป็นทางผ่านของไอออนอยู่ในสถานะของเหลวหรือของเหลวกึ่งแข็ง ได้แก่ สารละลายโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) สารละลายลิเทียมเปอร์คลอเรต (LiClO_4) หรือสารละลายกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เป็นต้น โดยจะต้องมีไอออนบวกแทรกตัวและกีดกันตัวอยู่ในโครงสร้างระบบฟิล์ม ไอออนส่วนใหญ่ที่นิยมใช้ คือ H^+ , Na^+ , Li^+ หรือ K^+ เป็นต้น

ซึ่งส่วนประกอบทั้ง 3 ส่วนนี้ เป็นส่วนประกอบที่สำคัญของอุปกรณ์อิเล็กโทรโครมิก แต่สามารถเปลี่ยนแปลงรูปแบบของระบบฟิล์มให้มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้นได้ โดยการเพิ่มชั้นเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด

2.2.4 เคาน์เตอร์อิเล็กโทรด (Counter-electrode) [55] เป็นชั้นที่ทำหน้าที่ตรวจสอบการไหลของกระแสไฟฟ้า บังคับการไหลของกระแสหรือถ่ายโอนอิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่จากภายนอกคืนสู่สารละลายอิเล็กโทรไลต์ โดยที่เคาน์เตอร์อิเล็กโทรดต้อง มีค่าการนำไฟฟ้าดี พื้นผิวลักษณะเป็นรูพรุนสูง และมีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วัสดุที่นิยมทำเป็นเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด คือ โลหะแพลทินัม (Pt) บางครั้งชั้นนี้อาจเป็นชั้นอิเล็กโทรโครมิก แต่ลักษณะการเกิดปฏิกิริยาตรงข้ามกับชั้นอิเล็กโทรโครมิกหลัก

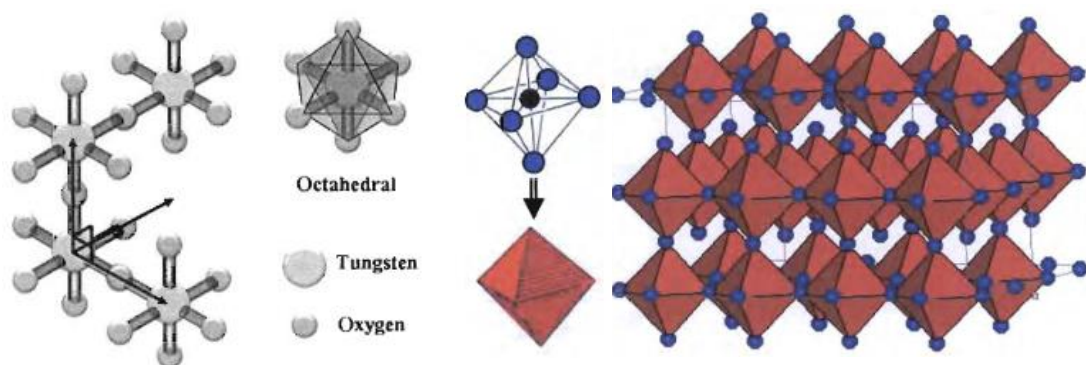
2.3 โครงสร้างวัสดุอิเล็กโทรโครมิก

2.3.1. ทังสเตนไดรอกไซด์

ทังสเตนไดรอกไซด์ เป็นสารประกอบของโลหะทรานซิชัน หมู่ VI B ที่มีสมบัติอิเล็กโทรโครมิก เนื่องจากโลหะทรานซิชันส่วนใหญ่จะมีเลขออกซิเดชันหลายค่า สารประกอบส่วนมากจะมีสีที่แตกต่างกัน และสารประกอบอยู่ในรูปของพันธะโควาเลนต์ที่มีอิเล็กตรอนร่วมกันระหว่างทังสเตนกับออกซิเจน โดยเลขออกซิเดชันเท่ากับ $6+$ และ $2-$ ตามลำดับ [10] สมบัติทางกายภาพทั่วไปของทังสเตนไดรอกไซด์ ดังแสดงค่าในตารางที่ 2.3 ซึ่งโครงสร้างพันธะของทังสเตนออกไซด์มียูนิทเซลล์พื้นฐานเป็นแบบ ReO_3 หรือ Perovskite structure เกิดการจับพันธะเดียวกับออกซิเจนบริเวณมุมภายในโครงสร้างของผลึกที่มีทังสเตนอยู่ตรงกลาง (O-W-O) ทำให้รูปแบบของโครงสร้างผลึกเป็น WO_6 หรือ ออกตะฮีดรอล (Octahedral) คือ ลักษณะผลึกรูปทรงแปดด้าน (รูปที่ 2.2) [18]

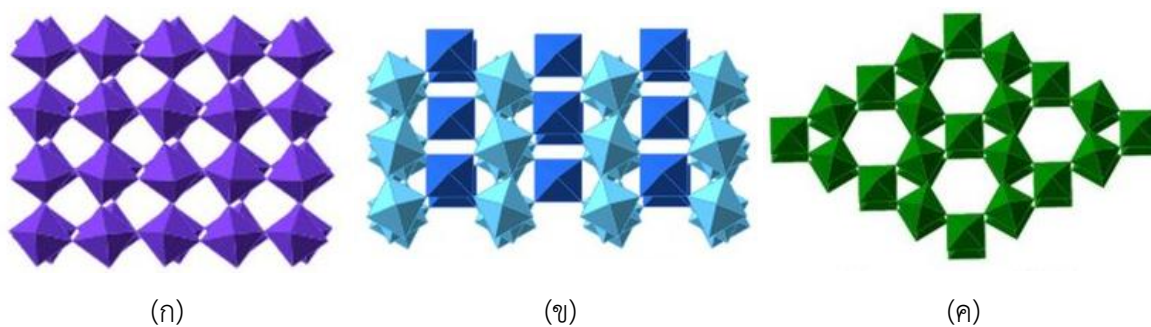
ตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายภาพทั่วไปของทังสเตนไตรออกไซด์ [56]

สมบัติทางกายภาพของทังสเตนไตรออกไซด์	
สูตรโมเลกุล	WO ₃
น้ำหนักโมเลกุล (Molar mass)	231.84 กรัมต่อโมล
ลักษณะกายภาพ (Appearance)	ของแข็งสีเหลือง
ความหนาแน่น (Density)	7.16 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
จุดหลอมเหลว (Melting point)	1,473 °C; 2,683 °F; 1,746 K
จุดเดือด (Boiling point)	1,700 °C; 3,090 °F; 1,970 K (Approximation)



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกแบบ ออกตะฮีดรอล (Octahedral) ที่มีลักษณะรูปทรงแปดด้าน [18, 21]

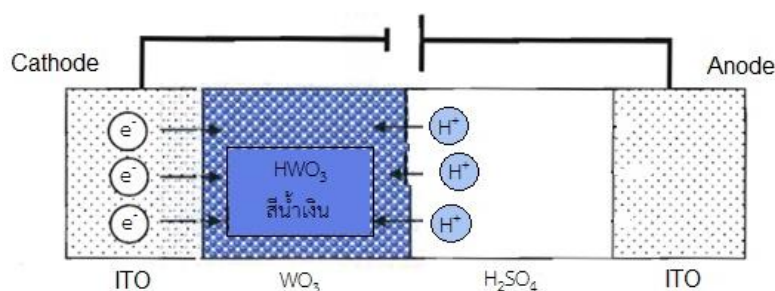
หากโครงสร้างผลึกซึ่งขึ้นอยู่กับความเสถียรทางเทอร์โมไดนามิกถูกทำให้เสียรูปจากเดิม เช่น ผลของอุณหภูมิที่ก่อให้เกิดการบิดเบี้ยวทางโครงสร้าง จะส่งผลทำให้ผลึกมีการจัดเรียงโครงสร้างผลึกรูปแบบใหม่ เช่น โครงสร้างผลึกแบบโมนอคลินิก (Monoclinic, γ -WO₃) ออร์โธโรมบิก (Orthorhombic, β -WO₃) และเฮกซะโกนอล (Hexagonal, h -WO₃) เป็นต้น [18] (รูปที่ 2.3)



รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกของทังสเตนไตรออกไซด์ (ก) โมนอคลินิก (ข) ออร์โธโรมบิก และ (ค) เฮกซะโกนอล [57]

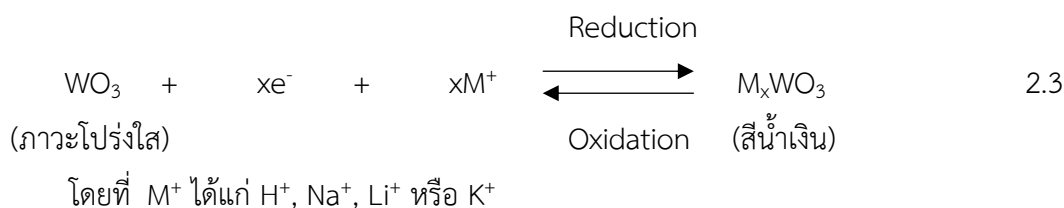
2.3.2 กลไกของการเปลี่ยนแปลงสีของทังสเตนไดรอกไซด์

ถ้าอะตอมโครงสร้างมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและเหมือนกันทั้งระบบจะถือว่าเป็นการจัดเรียงตัวโครงสร้างเป็นผลึกอย่างสมบูรณ์ ซึ่งโดยทั่วไปวัสดุย่อมมีความบกพร่องแฝงอยู่ภายในเสมอ และความบกพร่องที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะที่แตกต่างกัน ส่งผลให้วัสดุมีสมบัติที่เปลี่ยนแปลง เช่น สภาพการนำไฟฟ้า ความแข็งแรงของเนื้อวัสดุ การแพร่กระจายของอะตอมในวัสดุ หรือทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสีได้ [21]

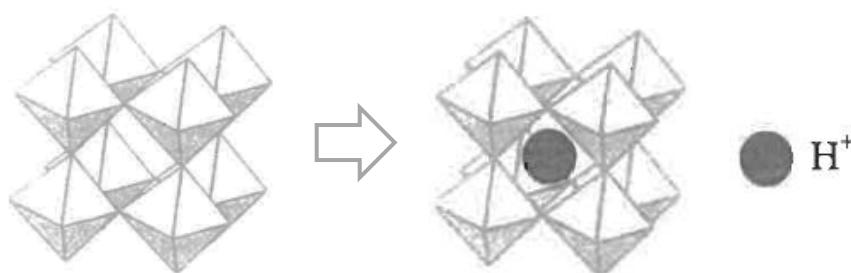


รูปที่ 2.4 การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและไฮโดรเจนไอออนจากสารละลายกรดซัลฟิวริก ที่มีการจ่ายกระแสไฟฟ้าให้กับระบบฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์ [21]

จากรูปที่ 2.4 ไฮโดรเจนไอออน (H^+) ซึ่งเกิดจากการแตกตัวของสารละลายกรดซัลฟิวริก เคลื่อนที่ไปยังชั้นอิเล็กโทรโครมิก เกิดการแทรกตัวและจัดรูปแบบใหม่ จากทังสเตนไดรอกไซด์ กลายเป็นทังสเตนบรอนซ์ (Tungsten bronze) พร้อมด้วยอิเล็กตรอน (e^-) จากขั้วแคโทดจะเคลื่อนที่เข้าไปยังชั้นอิเล็กโทรโครมิก เกิดเป็นปฏิกิริยารีดอกซ์ในกระบวนการอิเล็กโทรโครมิกสามารถเขียนได้ ดังสมการที่ 2.3 [21] ซึ่งหากปฏิกิริยาเกิดจากซ้ายไปขวา เรียกว่า ปฏิกิริยารีดักชัน เนื่องจาก ปฏิกิริยาที่บริเวณขั้วไฟฟ้า ITO/ WO_3 ทำหน้าที่เป็นขั้วแคโทดโดยการจ่ายอิเล็กตรอนพร้อมกับเกิดการแทรกตัวของไอออนบวกเข้าสู่โครงสร้าง ส่งผลให้ทังสเตนที่มีเลขออกซิเดชัน W^{6+} เปลี่ยนค่าเป็น W^{5+} สารอิเล็กโทรโครมิกจึงเกิดการเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำเงิน (สภาวะเกิดสี) และเมื่อมีการกลับขั้วไฟฟ้าจะส่งผลให้มีการดึงไอออนและอิเล็กตรอนออกจากชั้นอิเล็กโทรโครมิกเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ทำให้ทังสเตนเปลี่ยนจาก W^{5+} กลับไปเป็น W^{6+} เปลี่ยนสีกลับมาใส (สภาวะจางสี) เช่นเดิม แสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาเคมีของปรากฏการณ์อิเล็กโทรโครมิกสามารถเปลี่ยนสีกลับไปกลับมาภายใต้สนามไฟฟ้าได้ [22]

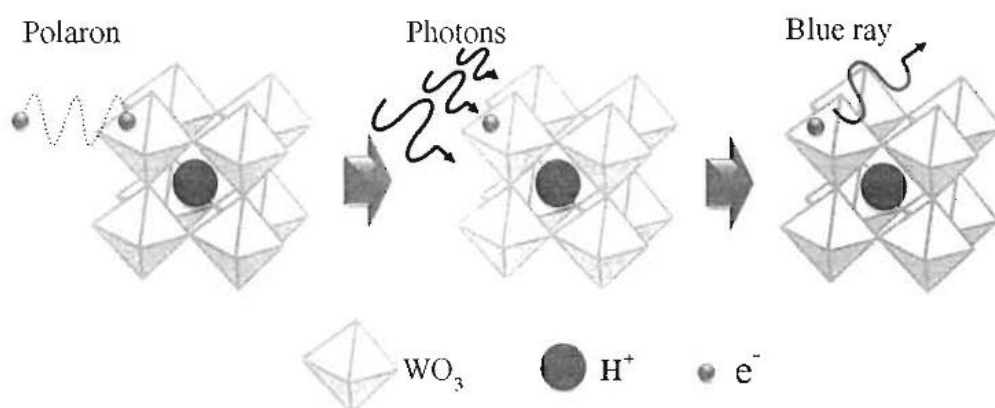


จากปรากฏการณ์การแทรกแบบคู่ สามารถเขียนสูตรโมเลกุลใหม่ได้เป็น HWO_3 เมื่อพิจารณาโครงสร้างใหม่ พบการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นแบบเพอโรสกี (Perovskite) โดยประจุบวกจะแทรกตัวเข้าไปอยู่ตรงกลางของโครงสร้างแบบโมโนคลินิก ดังแสดงในรูปที่ 2.5 จึงเรียกทั้งสแตนด์ทรอออกไซด์ที่ถูกแทรกประจุบวกในลักษณะนี้ว่า ทั้งสแตนด์บรอนซ์ [19]



รูปที่ 2.5 การแทรกตัวของไฮโดรเจนไอออนในโครงสร้างผลึกของทั้งสแตนด์ทรอออกไซด์แบบโมโนคลินิก [18]

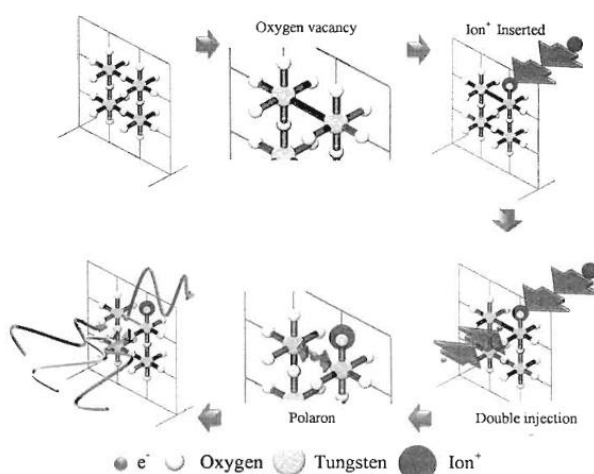
จากการแทรกตัวของประจุบวกในโครงสร้างผลึกของทั้งสแตนด์ทรอออกไซด์ ส่งผลให้เกิดการเหนี่ยวนำของอิเล็กตรอนที่บริเวณขั้วแคโทดเข้าสู่โครงสร้างของผลึก และถูกบังคับหรือโพลาไรซ์ (Polarization) จากการสั่นของโครงร่างผลึก (Lattice vibration) เป็นผลทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เข้ามาอยู่ในอะตอมของทั้งสแตนด์ อันตรกิริยาระหว่างการสั่นของโครงร่างผลึกหรือโฟนอน (Phonon) กับอิเล็กตรอนนี้ เรียกว่า โพลารอน (Polaron) หากโฟตอนจากภายนอกมาตกกระทบจะทำให้เกิดการดูดกลืนและคายพลังงานจากโพลารอนขึ้น พลังงานที่ถูกดูดกลืนขึ้นอยู่กับจำนวนโพลารอนในโครงสร้างผลึกและพลังงานโฟตอนที่คายออกมาจะตรงกับช่วงแสงสีน้ำเงิน [12] ดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 อันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนและการสั่นของโครงร่างผลึก ทำให้ทั้งสแตนด์ทรอออกไซด์เกิดการเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำเงิน [18]

นอกจากปริมาณของไอออนและอิเล็กตรอนที่มีการแทรกเข้าไปในโครงสร้างของฟิล์มบาง ทั้งสแตนไดรออกไซด์จะทำให้เกิดปรากฏการณ์ทั้งสแตนบรอนซ์แล้ว ยังส่งผลต่อสัมประสิทธิ์การแพร่ (Diffusion coefficient) ของไอออนในวัสดุที่มีสมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ โดยสัมประสิทธิ์การแพร่ของไอออนในวัสดุที่มีโครงสร้างอสัณฐานจะมีการแพร่ของไอออนที่เร็วกว่าวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นผลึก เนื่องจากวัสดุที่มีโครงสร้างอสัณฐานนั้นมีความหนาแน่นของโครงสร้างต่ำกว่า ทำให้ไอออนเกิดการแทรกตัว (Intercalation) และการถอนตัว (Deintercalation) รวดเร็ว ส่งผลให้ฟิล์มเกิดการเปลี่ยนแปลงของสีได้ง่าย หากวัสดุที่มีสมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ถูกทำให้เกิดการเปลี่ยนโครงสร้างจากความหนาแน่นต่ำลง ความเร็วในการตอบสนองต่อการเปลี่ยนสีก็จะมีค่าสูงขึ้น อย่างไรก็ตาม กลไกการเกิดสีจากโพลารอนไม่สามารถอธิบายได้ครบถ้วน เกี่ยวกับอิเล็กตรอนที่แทรกตัวอยู่ในอะตอมทั้งสแตน จึงมีการอธิบายด้วยลักษณะความบกพร่องของผลึกเพิ่มเติม

การเกิดสีของทั้งสแตนไดรออกไซด์ ยังถูกอธิบายโดยใช้ความบกพร่องของผลึกที่เกิดจากการหายไปของอะตอมออกซิเจน (Oxygen vacancy) ที่อยู่ภายในโครงสร้างทั้งสแตนไดรออกไซด์แบบอสัณฐาน (Amorphous) เขียนสูตรโครงสร้างทางเคมี $a\text{-WO}_{3-y}$ (เมื่อ y คือ ค่าความบกพร่องเกิดจากการสูญเสียออกซิเจน) เมื่อมีสนามไฟฟ้าภายนอกเป็นตัวกระตุ้น ทำให้ประจุบวกแทรกตัวเข้าสู่ภายในโครงสร้าง และเหนี่ยวนำอิเล็กตรอนที่บริเวณขั้วแคโทดเข้ามาสู่โครงสร้างซึ่งอยู่ในภาวะขาดออกซิเจน ทำให้อิเล็กตรอนที่เข้ามาจะถูกดักจับโดยทั้งสแตนด้วยการโพลารไรซ์จากการสั่นของโครงร่างผลึกเข้ามาอยู่ในวงโคจรของอะตอมทั้งสแตนแทนที่ออกซิเจนที่ขาดหายไป ทำให้เลขออกซิเดชันของทั้งสแตนจาก $6+$ เปลี่ยนค่าเป็น $5+$ และอิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ระหว่างอะตอมทั้งสแตน (บริเวณที่ออกซิเจนหายไป) โดยรัศมีวงโคจรอิเล็กตรอนจะขึ้นอยู่กับระดับพลังงานที่มีอิเล็กตรอนเข้าไปโคจรอยู่ด้วย ดังแสดงในรูปที่ 2.7 [18, 21]



รูปที่ 2.7 ความบกพร่องของผลึกจากการหายไปของออกซิเจน ทำให้ทั้งสแตนไดรออกไซด์เปลี่ยนสี [18]

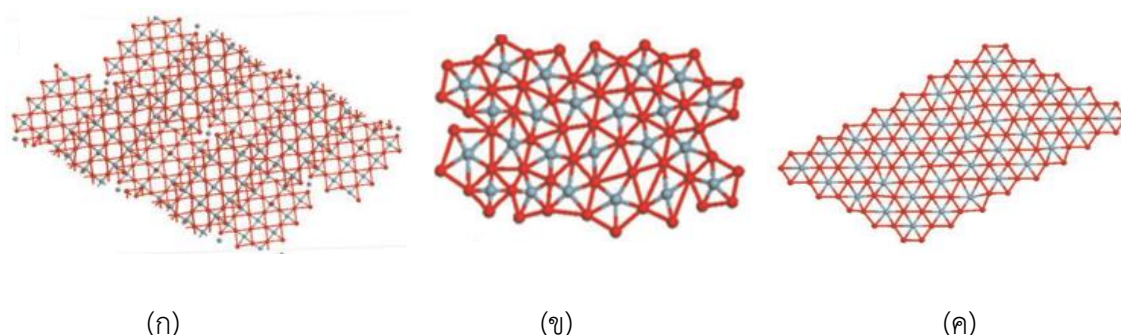
ทำให้ทั้งสแตนไดรอกไซด์เป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่ได้รับความสนใจในการนำมาใช้ในสร้างวัสดุอิเล็กทรอนิกส์มากที่สุด เนื่องจากตอบสนองต่อการเกิดการเปลี่ยนแปลงของสีเมื่อได้รับความต่างศักย์ไฟฟ้าได้ดี จึงนิยมนำไปทำเป็นชั้นอิเล็กทรอนิกส์

2.3.3. โมลิบดีนัมไดรอกไซด์

โมลิบดีนัมไดรอกไซด์เป็นโลหะทรานซิชันออกไซด์ ที่มีลักษณะเป็นผงสีขาวหรือสีฟ้าอ่อน มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type semiconductor) ซึ่งมีค่าของช่องว่างแถบพลังงาน (Band gap energy) เท่ากับ 2.90-3.15 อิเล็กตรอนโวลต์ [23] โครงสร้างผลึกเป็น MoO_6 หรือ ออกตะฮีดรอล [24] ซึ่งโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก เป็นโครงสร้างผลึกที่มีความเสถียรทางเทอร์โมไดนามิกตอบสนองต่อสมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ [25]

2.3.4 ไนโอเบียมเพนทอกไซด์

ไนโอเบียมเพนทอกไซด์เป็นสารประกอบอนินทรีย์ของโลหะทรานซิชัน หมู่ V B ลักษณะทางกายภาพเป็นผงสีขาว ไม่ละลายในน้ำ มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น ค่าของช่องว่างแถบพลังงานเท่ากับ 3.4 ถึง 4.0 อิเล็กตรอนโวลต์ เกิดการจับพันธะกับออกซิเจน (Nb-O-Nb-O) ซึ่งมีหน่วยเซลล์พื้นฐานเป็น NbO_6 ลักษณะโครงสร้างผลึกส่วนใหญ่ของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ได้แก่ โครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก ออร์โธโรมบิก และซูโด-เฮกซะโกนอล (Pseudo-hexagonal, $\text{TT-Nb}_2\text{O}_5$) เป็นต้น ซึ่งโครงสร้างแบบโมโนคลินิกจะแสดงสมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ [5] (รูปที่ 2.8)



รูปที่ 2.8 โครงสร้างผลึกของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ (ก) โมโนคลินิก (ข) ออร์โธโรมบิก และ (ค) ซูโดเฮกซะโกนอล [5]

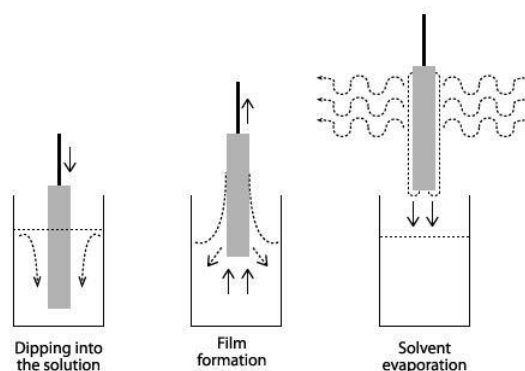
2.4 เทคนิคของกระบวนการขึ้นรูปฟิล์ม

2.4.1. โซล-เจล [13] สำหรับการเคลือบฟิล์มใช้เทคนิคโซล-เจลและวิธีการจุ่มเคลือบ เนื่องจากเทคนิคโซล-เจล เกิดจากปฏิกิริยาทางเคมีของสารในระดับโมเลกุลเป็นกระบวนการเปลี่ยน

สถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” โดยลักษณะทั่วไปจะอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1 ถึง 1 ไมครอน จนเป็นของแข็งที่เรียกว่า “เจล” โดยสารที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูง องค์ประกอบสำคัญที่ส่งผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ อัตราส่วนโมลของน้ำ ตัวเร่งปฏิกิริยา และอุณหภูมิ ในภาวะที่ต่างกันเป็นปัจจัยที่ต้องควบคุม เนื่องจากปัจจัยเหล่านี้จะส่งผลให้โซลและเจลที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติโครงสร้างต่างกันด้วย

ข้อดีของวิธี โซล-เจล คือ ทำให้เกิดพันธะบาง ๆ ระหว่างวัสดุรองรับ (Substrate) กับตัวสารเคลือบ สามารถเคลือบให้มีความหนาเพื่อป้องกันการกัดกร่อนได้ สามารถเคลือบได้ทั้งวัสดุที่มีรูปร่างง่าย ๆ และที่มีรูปร่างซับซ้อน ทำได้ง่าย ราคาถูก และเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพในการเคลือบ มีความบริสุทธิ์ ความเป็นเนื้อเดียวกันสูง และเตรียมได้ที่อุณหภูมิต่ำ จากข้อดีและความสะดวกในการสังเคราะห์ กระบวนการโซล-เจล จึงเป็นกระบวนการที่ได้รับความนิยมเป็นอย่างมากในการผลิตโลหะออกไซด์ในระดับนาโน [14]

2.4.2. การจุ่มเคลือบ [15] สำหรับกระบวนการจุ่มเคลือบ เป็นเทคนิคที่ใช้ในการเคลือบผิววัสดุอีกวิธีหนึ่ง ซึ่งเป็นกระบวนการที่ทำได้ง่าย ขั้นตอนไม่ยุ่งยาก ราคาถูก และเคลือบวัสดุรองรับที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ โดยกระบวนการจุ่มเคลือบประกอบด้วย 3 ขั้นตอน หลัก ๆ ได้แก่ 1.การจุ่มเคลือบวัสดุรองรับในของเหลวหรือสารละลายที่ได้จากการสังเคราะห์ 2. การดึงวัสดุรองรับขึ้นจากสารละลายอย่างช้า ๆ และลมำเสมอ และ 3.การเคลือบฟิล์ม ซึ่งเกิดจากการไหลตัวของสารละลายออกจากวัสดุรองรับและเกิดการระเหยตัวของสารละลาย ทำให้เกิดการเรียงตัวของอนุภาคบนพื้นผิวของตัวกลางที่ต้องการ จากนั้นจึงนำฟิล์มที่ได้จากกระบวนการจุ่มเคลือบไปอบให้แห้ง และปรับปรุงสมบัติของฟิล์มด้วยความร้อน (Heat treatment) ดังแสดงในรูปที่ 2.9 เพื่อให้ฟิล์มสามารถยึดติดบนผิวของแผ่นรองรับได้ดี



รูปที่ 2.9 ขั้นตอนของกระบวนการขึ้นรูปฟิล์มด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ [58]

โดยความหนาของฟิล์มที่เคลือบในแต่ละครั้ง ขึ้นอยู่กับอัตราเร็วในการดึงวัสดุรองรับ แรงดึงผิว ความหนืดของสารละลาย ความดันไอ เป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อการไหลตัวของสารละลายออกจากวัสดุรองรับ ดังแสดงในสมการที่ 2.4

$$D \approx kv^{2/3} \quad 2.4$$

โดยที่ D คือ ค่าความหนาของชั้นฟิล์มบนวัสดุรองรับ

V คือ อัตราเร็วในการดึงวัสดุรองรับจากของเหลว

K คือ ค่าคงที่

(สมบัติที่มีผลต่อความหนาของฟิล์ม ความหนืด แรงดึงผิว และความดันไอ)

2.5 เครื่องมือสำหรับการตรวจสอบลักษณะของฟิล์มในงานวิจัย

2.5.1 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic voltammetry, CV)

การวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemical) สามารถทำการศึกษาได้หลายวิธี จากงานวิจัยเลือกศึกษาด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี ซึ่งเป็นเทคนิคของการวิเคราะห์ทางด้านสาขาเคมีที่ทำได้ง่ายและ รวดเร็ว จึงนิยมนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในการศึกษาเกี่ยวกับกระบวนการรีดอกซ์ หรือการเกิดปฏิกิริยารีดักชันและปฏิกิริยาออกซิเดชันของวัสดุตัวอย่าง [16] โดยการประเมินประสิทธิภาพของฟิล์มในกระบวนการอิเล็กโทรโครมิก ทำการวัดค่ากระแสที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี เมื่อมีการจ่ายค่าศักย์ไฟฟ้าในช่วงที่เหมาะสมให้แก่เซลล์ไฟฟ้าเคมี แล้วจึงแสดงค่าความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าและกระแสออกมาในรูปแบบของโวลแทมโมแกรม (Voltammogram) เพื่อนำไปคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (Diffusion coefficient, D) ดังแสดงในสมการที่ 2.5 [17]

$$i_p = 2.69 \times 10^5 n^{3/2} AD^{1/2}Cv^{1/2} \quad 2.5$$

โดยที่ i_p คือ กระแสไฟฟ้าที่จุดสูงสุด (แอมแปร์)

n คือ จำนวนอิเล็กตรอนที่เปลี่ยนแปลงในปฏิกิริยา

A คือ พื้นที่หน้าตัดของขั้วไฟฟ้าทำงาน (ตารางเซนติเมตร)

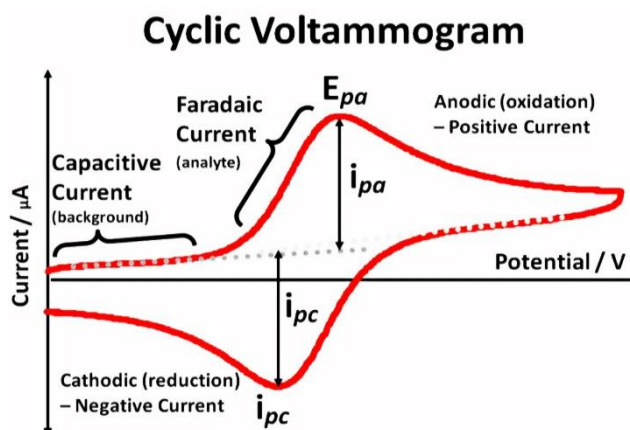
D คือ ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (ตารางเซนติเมตรต่อวินาที)

C คือ ความเข้มข้นของอิเล็กโทรไลต์ (โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

v คือ อัตราการเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าในการวิเคราะห์ (โวลต์ต่อวินาที)

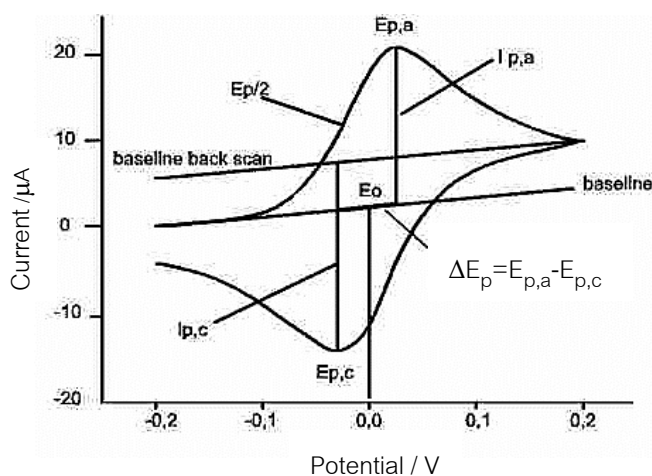
ไซคลิกโวลแทมโมแกรม (Cyclic voltammogram) วัดจากกระแสขณะขั้วไฟฟ้ากำลังทำงาน ในระหว่างการสแกนศักย์ไฟฟ้า แสดงค่าออกมาในรูปแบบความสัมพันธ์ระหว่าง กระแส (แกน X) กับ ศักย์ไฟฟ้า (แกน Y) [16, 17] และหากพิจารณาลักษณะของกราฟ เมื่อลากเส้นตัดแกนศักย์ไฟฟ้าจาก

ตำแหน่งจุดยอดของกราฟด้านบน ความสูงที่ได้ คือ กระแสพีกแอโนดิก (Anodic peak current, i_{pa}) ตำแหน่งศักย์ทางด้าน พีกแอโนดิก (Anodic peak potential, E_{pa}) แสดงค่าบวก ในทางตรงกันข้าม ตำแหน่งจุดยอดของกราฟด้านล่าง ความสูงที่ได้ คือ กระแสของพีกแคโทดิก (Cathodic Peak current, i_{pc}) ตำแหน่งศักย์ทางด้าน พีกแคโทดิก (Cathodic Peak potential, E_{pc}) กลับแสดงค่าออกมา เป็นลบ ดังแสดงในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 กราฟไซคลิกโวลเทมโมแกรมแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าและค่ากระแส [59]

ซึ่งกระแสของพีกสูงมากหรือน้อยจะเปลี่ยนผันตามความเข้มข้นของสาร และตำแหน่งศักย์ก็เป็นค่าเฉพาะของสารแต่ละชนิดที่มีสมบัติที่แตกต่างกันออกไป โดยค่าศักย์ไฟฟ้าสูงสุด (E_{pa} , E_{pc}) และกระแสสูงสุด (i_{pc} , i_{pa}) เป็นค่าพารามิเตอร์ที่สำคัญของสัญญาณแคโทดิกและแอโนดิกที่แสดงออกมาจากกราฟไซคลิกโวลเทมโมแกรม หากปฏิกิริยาที่สารออกซิเดชันหรือรีดักชัน (ปฏิกิริยารีดักชัน) มีอัตราเร็วเท่ากับสารรีดิวซ์ง่ายหรือรีดักชัน (ปฏิกิริยาออกซิเดชัน) เรียกการเกิดปฏิกิริยาลักษณะนี้ว่า “ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีแบบย้อนกลับ”



รูปที่ 2.11 ลักษณะรูปแบบปฏิกิริยาการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลเทมโมแกรม [60]

จากรูปที่ 2.11 ในกรณีที่สารสามารถเกิดปฏิกิริยาแบบย้อนกลับ (Electrochemically reversible reaction) ได้นั้น ค่ากระแสไฟฟ้าของปฏิกิริยาออกซิเดชันจะต้องมีค่าเท่ากับค่ากระแสไฟฟ้าปฏิกิริยารีดักชัน ทำให้ค่าความแตกต่างของศักย์ไฟฟ้าระหว่างปฏิกิริยาของ 2 ปฏิกิริยา (ΔE_p) จะสามารถเป็นตัวบ่งชี้จำนวนของอิเล็กตรอนที่เกี่ยวข้องในปฏิกิริยาได้ [17] ดังแสดงในสมการที่ 2.6

$$\Delta E_p = [E_{pa} - E_{pc}] = 0.059/n \quad 2.6$$

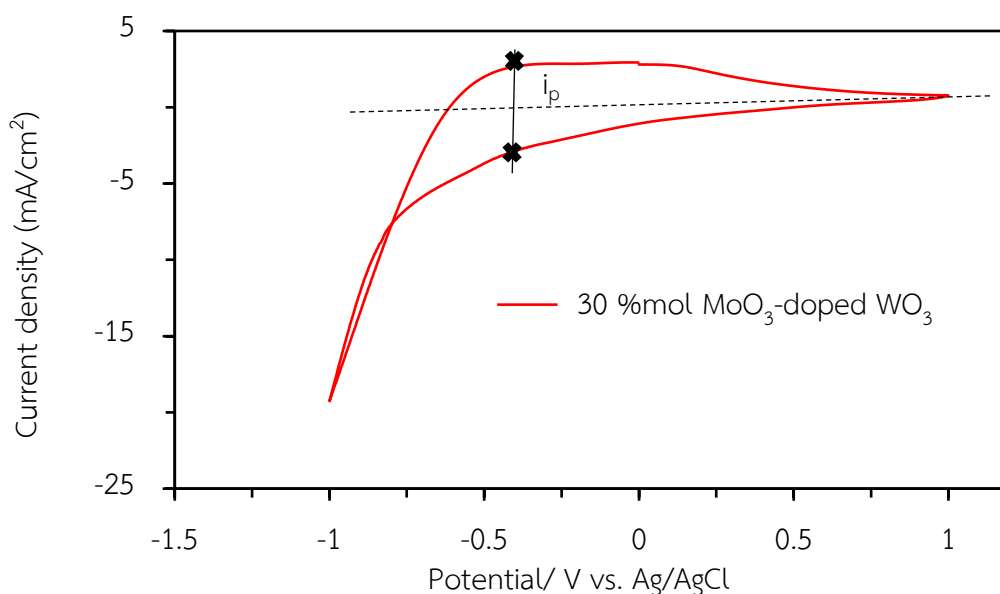
โดยที่ n คือ จำนวนอิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่ในปฏิกิริยา

ถึงแม้ว่าวิธีการวิเคราะห์โดยเทคนิคไซคลิกโวลเทมเมทรีจะเป็นวิธีทางไฟฟ้าเคมีอย่างง่าย แต่ก็มีข้อควรระวัง เช่น การเลือกใช้ขั้วไฟฟ้าให้เหมาะสม และการทำความสะอาดขั้วไฟฟ้าทำงาน ซึ่งจัดว่าเป็นสิ่งสำคัญ

จากงานวิจัยทำการศึกษการเปลี่ยนสีของฟิล์มด้วยเครื่องไซคลิกโวลเทมเมทรีแบบรอบ โดยมีเงื่อนไขของการศึกษา ดังนี้

Potential	: -1 V to 1 V	Counter electrode	: Pt (Platinum)
Scan rate	: 100 mV/s	Reference electrode	: Ag/AgCl
Electrolyte	: H ₂ SO ₄ 0.5 M	Working electrode	: WO ₃ film

ตัวอย่างการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์ม



รูปที่ 2.12 ไซคลิกโวลเทมโมแกรมของฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (ผลการทดลองที่ได้จากงานวิจัย)

การคำนวณสัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์ม จากสมการของ Randles Servcik ในสมการที่ 2.5 [17, 49] จากตัวอย่างฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (รูปที่ 2.12)

$$\begin{aligned} \text{เมื่อ} \quad i_p &= 2.69 \times 10^5 n^{3/2} AD^{1/2} C v^{1/2} \\ D &= \left(\frac{i_p}{2.69 \times 10^5 n^{3/2} A C v^{1/2}} \right)^{1/2} \\ &= \left(\frac{6.002 \times 10^{-3}}{(2.69 \times 10^5)(1)^{3/2} (2 \times 2)(0.5 \times 10^{-3})(0.1)^{1/2}} \right)^2 \\ &= 1.24 \times 10^{-9} \text{ ตารางเซนติเมตรต่อวินาที} \end{aligned}$$

โดยที่ i_p คือ กระแสไฟฟ้าที่จุดสูงสุด 6.002 มิลลิแอมแปร์
 n คือ จำนวนอิเล็กตรอนที่เปลี่ยนแปลงในปฏิกิริยา
 A คือ พื้นที่หน้าตัด 2×2 ตารางเซนติเมตร
 D คือ ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (ตารางเซนติเมตรต่อวินาที)
 C คือ ความเข้มข้นของอิเล็กโทรไลต์ 0.5 โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
 v คือ ช่วงของการสแกน 100 มิลลิโวลต์ต่อวินาที

2.5.1.1 ขั้วไฟฟ้า [21]

ขั้วไฟฟ้า (Electrodes) ของเซลล์ไฟฟ้าเคมีเป็นส่วนประกอบสำคัญที่ทำให้เกิดปฏิกิริยา มีหน้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้าให้เชื่อมระหว่างอุปกรณ์ที่ใช้ทำการวัดสัญญาณไฟฟ้าและสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เพราะฉะนั้นเทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้การวิเคราะห์เชิงไฟฟ้าเคมี จะประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 3 ขั้ว คือ

1. ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode, RE) เป็นขั้วไฟฟ้าที่มีค่าศักย์ไฟฟ้าคงที่ ไม่เปลี่ยนแปลงตามกระแสที่ไหลอยู่ภายในวงจร ไม่เปลี่ยนแปลงตามค่าของอุณหภูมิและไม่แปรเปลี่ยนกับส่วนประกอบของสารตัวอย่างมักต่อพ่วงบริเวณขั้วแอโนด ซึ่งในการวิเคราะห์เชิงไฟฟ้าจะต้องมีขั้วไฟฟ้าอ้างอิงประกอบเพื่อช่วยให้เซลล์ไฟฟ้าเคมีครบระบบวงจร หากในวงจรมีขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่ทราบค่าศักย์ไฟฟ้าที่แน่นอนจะทำให้หาค่าศักย์ไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าที่ต่อในวงจรอีกขั้วหนึ่งได้ หรือทำให้ทราบผลการเปลี่ยนแปลงทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นกับขั้วไฟฟ้าใช้งานในปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นได้ ปัจจุบันขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่ใช้ แบ่งเป็น 2 ประเภท คือ

1.1 ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงปฐมภูมิ เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงมาตรฐานที่มีค่าเป็นศูนย์ทุกอุณหภูมิ โดยที่ขั้วไฟฟ้าประเภทนี้มีเพียงชนิดเดียว คือ ขั้วไฟฟ้าไฮโดรเจน (Standard hydrogen electrode, SHE)

1.2 ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงทุติยภูมิ เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่มีค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ มีประมาณ 3 ขั้วไฟฟ้า ปัจจุบันจะนิยมใช้กันมาก คือ ขั้วไฟฟ้าคาโลเมล (Saturated calomel electrode, SCE) ขั้วไฟฟ้าเมอร์คิวรี-เมอร์คิวรีซัลเฟต และขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์

2. ขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode, WE) หรือขั้วแคโทดของเซลล์ ซึ่งขั้วไฟฟ้าใช้งานจะมีการเปลี่ยนแปลงค่าศักย์ไฟฟ้าเมื่อปฏิกิริยาเกิดการเปลี่ยนแปลง และค่าศักย์ไฟฟ้าจะแปรเปลี่ยนตามตามปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้น

3. ขั้วไฟฟ้าช่วยหรือขั้วไฟฟาร่วม (Auxiliary electrode or Counter electrode) ทำหน้าที่เป็นตัวช่วยในการถ่ายเทอิเล็กตรอนหรือกระแสไฟฟ้าส่งผ่านไปบริเวณขั้วไฟฟ้าใช้งานได้โดยตรงไม่ต้องไหลผ่านขั้วไฟฟ้าอ้างอิง

2.5.1.2 สารละลายอิเล็กโทรไลต์ [18]

สารละลายอิเล็กโทรไลต์ เป็นสารละลายที่สมบัติในการนำไฟฟ้าได้ เมื่อสารละลายอยู่ภายใต้ค่าศักย์ไฟฟ้าเหนี่ยวนำซึ่งก่อให้เกิดการแตกตัว เกิดเป็นอนุภาคที่มีลักษณะแสดงค่าประจุไฟฟ้าหรือไอออน โดยไอออนที่มีประจุเป็นบวกจะเดินทางเข้าสู่ขั้วแคโทด เรียกว่า แคทไอออน และไอออนที่มีประจุเป็นลบจะเดินทางเข้าสู่ขั้วแอโนด เรียกว่า แอนไอออน ลักษณะทั่วไปของสารละลายอิเล็กโทรไลต์สามารถแบ่งย่อยได้ 4 ประเภท คือ

1. สารละลายกรด เช่น กรดไฮโดรคลอริก กรดไฮโดรฟลูออริก และกรดซัลฟิวริก เป็นต้น
2. สารละลายเบส เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ และ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เป็นต้น
3. สารละลายเกลือ เช่น โซเดียมคลอไรด์ และโพแทสเซียมไอโอไดด์ เป็นต้น
4. สารละลายอินทรีย์ เช่น เมทานอล เป็นต้น

2.5.2 การวิเคราะห์โครงสร้างตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray diffractometer, XRD)

เทคนิคการวิเคราะห์โครงสร้างและขนาดผลึกของวัสดุ ซึ่งอาศัยหลักการทำงานเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ซึ่งมีความยาวคลื่นจากแหล่งกำเนิดเดี่ยวส่องกระทบทำมุมต่าง ๆ กับวัสดุขณะที่แหล่งกำเนิดรังสีและวัสดุกำลังหมุน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีสะท้อนออก ความเข้มของรังสีและมุมที่เกิดการเลี้ยวเบนถูกตรวจจับและบันทึก โดยวัสดุที่มีโครงสร้างผลึกแบบหนึ่ง ๆ จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนเป็นลักษณะเฉพาะตัว ใช้บ่งบอกถึงโครงสร้างผลึกของวัสดุชนิดนั้นได้ จากงานวิจัยใช้วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของทั้งสแตนไดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ เมื่อเทียบกับกราฟ

มาตรฐาน JCPDS หมายเลข: 83-0950 ลักษณะโครงสร้างผลึกแบบโมนอคลินิก และยืนยันผลึกของ โมลิบดีนัมไดรอกไซด์ ที่มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล กับกราฟมาตรฐาน JCPDS หมายเลข: 21-0569 ตัวอย่างมีลักษณะเป็นฟิล์มเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO วิเคราะห์ด้วย เครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray diffractometer รุ่น JEOL, JDX-3530, 2kW แบบ theta-2 θ)

2.5.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

การศึกษาลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของวัสดุด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด มีกำลังขยายสูง สามารถระบุถึงรายละเอียดลักษณะของภาพ ทำได้โดยการวิเคราะห์การตรวจจับ อิเล็กตรอนบนผิวตัวอย่าง ทำให้ได้ภาพลักษณะแบบ 3 มิติ โดยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนถูกปรับขนาด ลำแสงให้ใหญ่หรือเล็กได้ ที่ถูกตรวจจับด้วยเครื่อง ทำการแปลสัญญาณออกมาในลักษณะรูปภาพ ทั้ง สามารถวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบภายในวัสดุได้ เรียกว่า Energy-dispersive x-ray measurements (EDX) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยการยิงลำแสงอิเล็กตรอน เกิดเป็นหลุม อิเล็กตรอนผลจากการที่อิเล็กตรอนบนผิววัสดุหลุดออก ข้อมูลที่ได้จะแปลผลในรูปการกระจายตัวของ ธาตุในวัสดุนั้น ๆ จากการศึกษางานวิจัยวิเคราะห์วัสดุด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM รุ่น FEI Quanta 400) ดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [61]

2.5.4 การวิเคราะห์ลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบ (Energy dispersive x-ray spectrometer, EDX)

EDX หรือ EDS mapping เป็นการวิเคราะห์ลักษณะของการกระจายตัวธาตุองค์ประกอบ สามารถวิเคราะห์หาธาตุเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ ซึ่งเป็นองค์ประกอบภายในวัสดุตัวอย่าง อุปกรณ์ การวิเคราะห์ชนิดนี้ มักติดตั้งควบคู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อตรวจสอบลักษณะ รูปร่างพร้อมทั้งตรวจสอบการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบในชั้นตอนเดียว จากการใช้ EDX file imission ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น FEI Quanta 400 (EDX, ISIS 300, Oxford)

2.5.5 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (X-Ray Photoelectron spectroscopy, XPS)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS เป็นวิธีวิเคราะห์ส่วนประกอบธาตุ พันธะระหว่างโมเลกุล รวมถึงสถานะทางเคมีและอิเล็กตรอน ซึ่งในงานวิจัยได้ใช้เพื่อการคำนวณหาอัตราส่วนของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจจับได้ วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี จำนวนและชนิดของธาตุ เครื่องจะทำการตรวจวัดจำนวนอิเล็กตรอนและระดับพลังงานทำให้ระบุอิเล็กตรอนหลุดออกมา ซึ่งธาตุหรือพันธะที่ต่างกันจะใช้พลังงานที่ทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกมาต่างกัน วัสดุตัวอย่างวิเคราะห์สำหรับงานวิจัยนี้คือ พิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ (XPS รุ่น AXIS ULTRA^{DL} ยี่ห้อ Kratos analytical, England)

2.5.6 การศึกษาสัณฐานวิทยาและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscope, AFM)

เทคนิควิเคราะห์พื้นผิววัสดุที่มีขนาดนาโนเมตรหรือถ่ายภาพอะตอมของสสาร [19] วิเคราะห์ความขรุขระบริเวณผิวฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ การทำงานจะใช้หัวอ่านลักษณะคล้ายคาน เรียกว่า คาร์ติลิวเวอร์ และส่วนปลายมีหัวเข็มขนาดเล็ก ตรวจจอบริเวณบนพื้นผิวของวัสดุเกิดเป็นแรงดูดและแรงผลัก แรงที่เกิดขึ้นจะทำให้เกิดการโค้งงอของก้านหัวอ่านและหัวอ่านเอียงทำมุมต่าง ๆ กับความสมำเสมอของพื้นผิวชิ้นงาน แปลงสัญญาณด้วยคอมพิวเตอร์เป็นภาพของพื้นผิวของวัสดุแต่ละชนิด จากงานวิจัยวิเคราะห์พื้นผิววัสดุด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมชิ้นงานมีขนาดไม่เกิน 2 x 2 เซนติเมตร หนาไม่เกิน 1 เซนติเมตร ความขรุขระไม่เกิน 5 ไมโครเมตร ขนาดภาพนำเสนอในรูปแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ (AFM รุ่น Nano Scope IIIa บริษัท Digital instruments, England)

2.5.7 การวิเคราะห์และทดสอบค่าการส่องผ่านแสงด้วยเทคนิคอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิลสเปกโตรสโคปี (Ultraviolet-Visible spectroscopy, UV-Vis)

ในงานวิจัยได้ทำการศึกษาและทดสอบค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่เคลือบลงบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ แล้วทำการตรวจวัดความเข้มของแสงที่ผ่านจากกระจกตัวอย่างเปรียบเทียบกับความเข้มของแสงจากแหล่งกำเนิด พิจารณาในช่วงความยาวคลื่น 380 ถึง 730 นาโนเมตร ใช้กระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO เป็นตัวเปรียบเทียบ นำมาวิเคราะห์ผลต่างการส่องผ่านแสงของฟิล์มที่เปลี่ยนแปลงไป (Optical modulation, ΔT) ซึ่งเป็นการประเมินประสิทธิภาพของฟิล์มในการ

เปลี่ยนสีกลับไปกลับมาในกระบวนการอิเล็กโทรโครมิก ดังแสดงในสมการที่ 2.7 [20] ใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer (Thermo science GENESYS™)

$$\Delta T = T_{\text{bleached}} - T_{\text{colored}} \quad 2.7$$

โดยที่ T_{bleached} คือ ค่าการส่องผ่านของแสงขณะฟิล์มเกิดภาวะจางสี
 T_{colored} คือ ค่าการส่องผ่านของแสงขณะฟิล์มเกิดภาวะเปลี่ยนสี

2.6 เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.6.1 การสังเคราะห์และสมบัติอิเล็กโทรโครมิกของสารประกอบ

2.6.1.1 การสังเคราะห์ฟิล์มทังสเทนไดรออกไซด์

สามารถสังเคราะห์โดยเทคนิคโซล-เจล เนื่องจาก เป็นกระบวนการที่ง่าย ต้นทุนการขึ้นรูปต่ำ ทำให้เป็นกระบวนการที่ได้รับความนิยม เช่น การสังเคราะห์ทังสเทนไดรออกไซด์ที่มีสมบัติเป็นสารอิเล็กโทรโครมิกด้วยเทคนิคโซล-เจลของ Biswas และคณะ [26] โดยใช้สารตั้งต้นเป็นผงกรดทังสติก แล้วจึงขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ เพาที่อุณหภูมิ 200 ถึง 300 องศาเซลเซียส ศึกษาสมบัติอิเล็กโทรโครมิกของฟิล์มด้วยไซคลิกโวลเทมเมทรี โดยมีลิเทียมเปอร์คลอเรตในโพรพิลีนคาร์บอนเนต เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ ช่วงในการสแกน +1.5 โวลต์ ถึง -1.8 โวลต์ พบว่า ฟิล์มเกิดการเปลี่ยนแปลงของสีเป็นสีน้ำเงินเข้มที่ -1.8 โวลต์ และที่ +1.0 โวลต์ ฟิล์มกลับมาใสได้เหมือนเดิม หรือ การศึกษาวัสดุอิเล็กโทรโครมิกของ Patra และคณะ [27] ทำการสังเคราะห์ฟิล์มทังสเทนไดรออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล-เจล ใช้สารตั้งต้นเป็นผงโลหะทังสเทน ขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ ศึกษาความแตกต่างของอุณหภูมิในการอบฟิล์ม ที่อุณหภูมิ 60 ถึง 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ศึกษาสมบัติอิเล็กโทรโครมิกของฟิล์มที่ได้จากไซคลิกโวลเทมโมแกรม ช่วงความถี่ 0.01 ถึง 0.05 โวลต์ต่อวินาที โดยใช้กรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ฟิล์มที่นำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 200 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นถึงสมบัติการเป็นสารอิเล็กโทรโครมิกจากการทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลเทมเมทรี ฟิล์มสามารถเปลี่ยนสีกลับไปกลับมาซ้ำได้จำนวนรอบของการเปลี่ยนสีมากกว่า 500 รอบ

2.6.1.2 การสังเคราะห์ฟิล์มโพลีดีนัมไดรออกไซด์

การสังเคราะห์โพลีดีนัมไดรออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล-เจลของ S. Jiebing และคณะ [28] โดยใช้สารตั้งต้นเป็นผงโพลีดีนัมไดรออกไซด์ ละลายในสารละลายอะซิโตนอะซิโตน ($\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$) แล้วจึงขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการหมุนเหวี่ยง (Spin coating) ซึ่งกระบวนการ

เคลือบต้องอยู่ภายใต้ระบบสุญญากาศ พบว่า พิล์มโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ มีโครงสร้างผลึกเกิดขึ้น อนุภาคมีขนาด 1 ไมโครเมตร ถึง 5 ไมโครเมตร อนุภาคนิวส์ตรองรับมีการกระจายสม่ำเสมอ เช่นเดียวกับ Q Fu และคณะ [29] สังเคราะห์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล-เจล โดยใช้สารตั้งต้นเป็นผงโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ละลายในสารละลายแอมโมเนียม (NH_4OH) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ได้สารละลายใสไม่มีสี และหากใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เป็นตัวทำละลาย ได้สารละลายที่มีสีเหลืองใส ให้สารละลายเย็นตัวที่อุณหภูมิห้องแล้วค่อยนำสารละลายเก็บไปไว้ ซึ่งความหนืดและความเข้มข้นของถูกปรับด้วยการเติมโพลีเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene glycol) และ เอทิลีนไกลคอลโมโนเอทิลอีเทอร์ (2-ethoxyethanol) ลงไป สารละลายโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ จากนั้นทำการรูปฟิล์มด้วยกระบวนการหมุนเหวี่ยง โดยใช้กระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO เป็นนิวส์ตรองรับ พบว่า พิล์มที่ได้มีโครงสร้างออสถุฐาน เหมาะแก่การนำไปใช้เป็นชั้นไดโอดที่ทำจากสารกึ่งตัวนำในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ นอกจากนี้ S. S. Mahajan และคณะ [7] ได้ทำสังเคราะห์ฟิล์มบางของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือด้วยไนโอเบียมที่มีสมบัติเป็นสารอิเล็กทรอนิกส์ แล้วจึงขึ้นรูปฟิล์มลงบนแผ่นกระจกนำไฟฟ้าชนิด FTO ด้วยวิธีสเปรย์ไพโรไลซิส มีวิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้นในอัตราส่วนที่เหมาะสมออกเป็น 2 ส่วน ดังนี้

1. สารละลาย A : นำผงโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ละลายในแอมโมเนีย
2. สารละลาย B : นำผงไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ใช้โพแทสเซียมไพโรซิลเฟตเป็นตัวทำละลาย ใช้อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และละลายต่อในกรดทาร์ทาริก

ผสมสารละลาย A และ B ตามสัดส่วนความเข้มข้นที่ต่างกัน แล้วพ่นบนผิวของแผ่นกระจก FTO ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส พบว่า พิล์มโมลิบดีนัมไตรออกไซด์มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก เมื่อทำการเจือไนโอเบียมจะส่งผลทำให้โครงสร้างผลึกเปลี่ยนเป็นแบบออสถุฐาน ลักษณะพื้นผิวเกิดรูพรุนเพิ่มขึ้น มีสมบัติการเป็นสารอิเล็กทรอนิกส์ที่ดีจากการทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี พิล์มสามารถเปลี่ยนสีซ้ำได้จำนวนรอบของการเปลี่ยนสี 1000 รอบ

2.6.1.3 การสังเคราะห์ไนโอเบียมเพนทอกไซด์

E. D. Costa และคณะ [31] สังเคราะห์ฟิล์มบางของไนโอเบียมเพนทอกไซด์เจือด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ เป็นการเตรียมฟิล์มเปรียบเทียบอัตราส่วนผสมระหว่างไนโอเบียมต่อไทเทเนียมด้วยเทคนิคโซล-เจล สารตั้งต้นเตรียมด้วย ไนโอเบียมเพนตะคลอไรด์ (NbCl_5) และ ไทเทเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ ($\text{Ti}(\text{O}i\text{Pr})_4$) ใช้ไอโซโพรพานอล (Isopropanol) เป็นสารละลาย แล้วจึงเติมกรดอะซิติกลงไป กวนผสมสารทั้งหมดเข้าด้วยกันด้วย เคลือบลงบนกระจกนำ

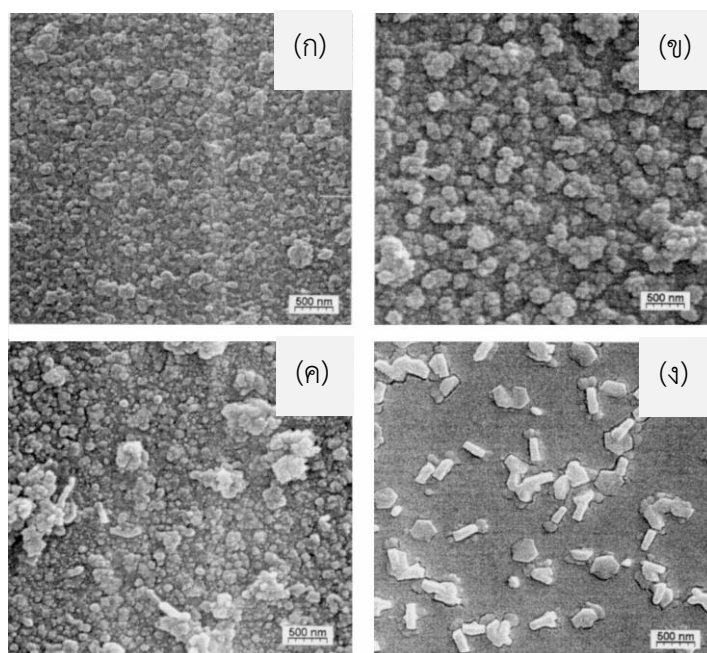
ไฟฟ้าชนิด ITO เเผที่อุณหภูมิ 560 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นทำการทดสอบ เมื่อทำการแทรกประจุลิเทียมเข้าไปในระบบ เกิดการเปลี่ยนสีของชั้นฟิล์มเป็นสีน้ำเงินเทา จากฟิล์มโปร่งใส ในช่วงของคลื่นรังสีอินฟราเรดระหว่าง ประมาณ 80 ถึง 90 เปอร์เซ็นต์ และเปลี่ยนสีในช่วง 20 ถึง 40 เปอร์เซ็นต์ นอกจากการสังเคราะห์ฟิล์มบางของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล จะเป็นวิธีที่ได้ความนิยมน้อยอย่างแพร่หลายในงานวิจัยปัจจุบัน N. Ozer และคณะ [33] , M. Ristic และคณะ [34] , L. Melo และคณะ [35] การปรับองค์ประกอบอื่น ๆ ก็มีความสำคัญต่อระบบฟิล์มอิเล็กโทรโครมิก ทั้งการเติมสารเจือหรือการใช้ตัวกระตุ้นสำหรับกระบวนการเปลี่ยนสีภายในระบบที่แตกต่างกันระหว่างประจุลิเทียมและประจุไฮโดรเจน

2.6.2 งานวิจัยอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้อง

การศึกษาสมบัติของฟิล์มบางหลังทำการขึ้นรูปโดยไม่มีสารเจือของ K. Yoshimura และคณะ [36] สังเคราะห์ฟิล์มบางของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ พบว่า ฟิล์มมีโครงสร้างเป็นผลึกและออสัญฐาน และหากภายในโครงสร้างมีความเป็นผลึกสูงจะมีค่าแถบพลังงานในการเปลี่ยนแปลงของสีจะต่ำกว่าโครงสร้างออสัญฐาน และ N. Ozer และคณะ [33] พบว่า ฟิล์มของไนโอเบียมเพนทอกไซด์จะมีช่วงการเปลี่ยนแปลงสีกว้าง 230 นาโนเมตร ถึง 870 นาโนเมตร ภายใต้การกระตุ้นของประจุลิเทียมเหมาะสมในระบบของอิเล็กโทรโครมิก ขณะที่ M. Ristic และคณะ [34] รายงานอุณหภูมิที่ 300 องศาเซลเซียส โครงสร้างผลึกของไนโอเบียมเพนทอกไซด์เป็นออสัญฐานและอุณหภูมิที่ 600 องศาเซลเซียส โครงสร้างภายในเกิดความเป็นผลึกมากขึ้น โดยงานวิจัยของ Avellaneda และคณะ [37] รายงานว่าไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบซูโด-เฮกซะโกนอล จากการเผาฟิล์มที่อุณหภูมิ ที่ 560 และ 600 องศาเซลเซียส ทำให้ได้ฟิล์มมีลักษณะโปร่งใสและเมื่อฟิล์มเกิดการเปลี่ยนแปลงของสีจะได้ฟิล์มเป็นสีน้ำเงิน จากนั้นฟิล์มเปลี่ยนสีกลับมาโปร่งใสอีกครั้งแต่ฟิล์มยังคงมีสีเหลืองอยู่เล็กน้อย ซึ่งขนาดอนุภาคที่ได้จากการวิเคราะห์มีขนาดเล็ก โครงสร้างมีความเป็นผลึก ความหนาแน่นที่ได้ใกล้เคียงกัน ฟิล์มตอบสนองต่อการเปลี่ยนสีในระบบอิเล็กโทรโครมิก S. Papaefthimiou และคณะ [38] ศึกษาฟิล์มโพลีไดนิมไตรออกไซด์ ทั้งระบบสารเดี่ยวและระบบสารเจือร่วมกับทั้งสแตนไดรออกไซด์ ผลที่ได้จากการสังเคราะห์มีลักษณะเช่นเดียวกับระบบของฟิล์มไนโอเบียมเพนทอกไซด์ กล่าวได้ว่า อุณหภูมิที่สูงจะส่งผลต่อการเกิดผลึกของฟิล์มโพลีไดนิมไตรออกไซด์ ทำให้กระทบต่อการตอบสนองการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์ม โดยสีฟิล์มจะเข้มขึ้นแสดงค่าผลต่างการส่องผ่านแสงถึง 74 เปอร์เซ็นต์ หากสารละลายโพลีไดนิมไตรออกไซด์ที่มีการเจือด้วยทั้งสแตนไดรออกไซด์ ฟิล์มที่ได้จากการสังเคราะห์แสดงค่าประสิทธิภาพการทำงานดีกว่า เนื่องจากมีช่วงของการเปลี่ยนสีที่กว้างกว่าเมื่อ

เทียบกับฟิล์มโมลิบดีนัมไตรออกไซด์หรือฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เพียงอย่างเดียว การศึกษาเพิ่มเติมเป็นการนำสารตัวเติมหรือสารเจือที่มีสมบัติเฉพาะต่าง ๆ เข้ามาในระบบเพื่อปรับปรุงโครงสร้างเดิมทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงที่ดีขึ้น เช่น การเจือสารเพื่อลดอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนโครงสร้าง เพื่อให้ได้อนุภาคมีขนาดที่เล็กลง หรือเพื่อทำให้กระบวนการเปลี่ยนแปลงสักลับไปกลับมาในระบบอเล็กโทรโครมิกสามารถทำงานได้มีประสิทธิภาพเพิ่มมากขึ้น M. Schmitt และคณะ [39] ศึกษาฟิล์มบางของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่มีการเจือด้วยสารเจืออัตราส่วน ดังนี้ ดีบุก (Sn) 15 เปอร์เซ็นต์ เซอร์โคเนียม (Zr) 15 เปอร์เซ็นต์ ลิเทียม (Li) 15 เปอร์เซ็นต์ ไทเทเนียม (Ti) 30 เปอร์เซ็นต์ และ โมลิบดีนัม 30 เปอร์เซ็นต์ พบว่า สารเจือส่งผลให้โครงสร้างมีความเป็นผลึกเพิ่มมากขึ้น เกิดการเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิต่ำ ช่วงของการเปลี่ยนสักลับไปกลับมาตอบสนองได้ดีเมื่อเปรียบเทียบกับสารสังเคราะห์ไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปราศจากสารเจือ ภายหลังการแทรกตัวของลิเทียมไอออนโครงสร้างผลึกทั้งหมดของฟิล์มเป็นแบบออสถุฐาน ลักษณะของฟิล์มเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำตาล แต่เมื่อโครงสร้างเกิดการเปลี่ยนแปลงลักษณะผลึกแบบเฮกซะโกนอลลักษณะของฟิล์มเปลี่ยนเป็นสีฟ้าเข้ม และเปลี่ยนเป็นสีเทาเมื่อโครงสร้างผลึกอยู่ในรูปออร์โธโรมบิก (ผลจากสารเจือโมลิบดีนัมและไทเทเนียม) ขณะที่ L. Noerochim และ คณะ [40] ทำการสังเคราะห์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือด้วยกราฟีนในลักษณะของวัสดุผสม พบว่า อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดในระดับไมครอน (5 ถึง 10 ไมโครเมตร) การตอบสนองต่อระบบไฟฟ้ามีการทำงานที่มีประสิทธิภาพ K. Sheng และคณะ [41] อธิบายถึงจำนวนรอบในกระบวนการจุ่มขึ้นรูป โดยกล่าวว่า ยิ่งชั้นฟิล์มหนามีผลให้ประสิทธิภาพอเล็กโทรโครมิกลดลงจากการทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลเทมเมทรี เนื่องจากการแทรกตัวของไอออนเคลื่อนที่ได้ยากภายในปฏิกิริยารีดอกซ์ แม้ว่าในระบบจะเป็นการใช้วัสดุผสมที่มีการเจือด้วยกราฟีนก็ตาม Y. Zhang และคณะ [42] ศึกษาฟิล์มของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือด้วยลิเทียมไอออนเตรียมด้วยวิธีโซล-เจล พบว่า ฟิล์มโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่มีการเจือด้วยลิเทียม 10 เปอร์เซ็นต์ ฟิล์มมีเสถียรภาพการตอบสนองต่อระบบไฟฟ้าที่ดี แสดงช่วงของการเปลี่ยนสีที่โดดเด่นค่าการส่องผ่านแสงเท่ากับ 32.2 เปอร์เซ็นต์ A. V. Rosario และคณะ [32, 43] เตรียมฟิล์มไนโอเบียมเพนทอกไซด์เจือด้วยไทเทเนียมไตรออกไซด์ ความเข้มข้น 0.1–10 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับลิเทียม ขึ้นรูปฟิล์มด้วยวิธีพอลิเมอร์แบบซ้อน (Pechini method) แล้วตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติอเล็กโทรโครมิกด้วยเทคนิคโวลเทมเมทรี และตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม เปรียบเทียบจากการวัดความหนาของแผ่นฟิล์มก่อนทำการเติมสารเจือ พบว่า ฟิล์มมีความหนาอยู่ที่ 620 นาโนเมตร แต่เมื่อทำการเติมสารเจือลงไปในระบบ ส่งผลให้ความหนาของแผ่นฟิล์มลดลงเป็น 440 ถึง 550 นาโนเมตร (รูปที่ 2.14) และการเติมสารตัวเจือไทเทเนียมไตรออกไซด์เข้าไปในปริมาณที่พอดี 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ทำให้ความ

หนาแน่นบริเวณขั้วแคโทดเพิ่มขึ้น พิล์มแสดงค่าผลต่างการส่องผ่านแสงเท่ากับ 84 เปอร์เซ็นต์ ประสิทธิภาพการตอบสนองต่อสมบัติไฟฟ้าเคมีและสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ แต่เมื่อเติมตัวเจือที่ค่าความเข้มข้นมากขึ้น 10 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ทำให้ระบบเกิดค่าความแปรปรวน เกิดจากการแทรกตัวของอะตอมไทเทเนียมในโครงสร้างของไนโอเบียม



รูปที่ 2.14 ภาพถ่าย SEM ของฟิล์มไนโอเบียมเพนทอกไซด์ : (ก) Nb_2O_5 , (ข) 0.2 %mol TiO_2 , (ค) 1.0 %mol TiO_2 และ (ง) 10.0 %mol ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า [43]

C. Wang และคณะ [44] ศึกษาฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือไนโอเบียม ขึ้นรูปฟิล์มโดยใช้วิธี E-beam co-evaporation พบว่า ฟิล์มที่เตรียมมีลักษณะการเปลี่ยนแปลงของสีจากฟิล์มใสเป็นสีน้ำตาลเมื่อโครงสร้างของทังสเตนเป็นแบบอสัณฐาน R. Romero และคณะ [45] ศึกษาเกี่ยวกับพฤติกรรมเปลี่ยนแปลงของฟิล์มไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ใช้เป็นวัสดุในระบบอิเล็กทรอนิกส์ ขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยกระบวนการพ่นเคลือบ ทำลงบนพื้นผิวของกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO แล้วผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 350 และ 500 องศาเซลเซียส พบว่า ที่อุณหภูมิสูง (500 องศาเซลเซียส) ค่าการเปลี่ยนแปลงจากการทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลเทมเมทรีจะตอบสนองได้ดีกว่าที่อุณหภูมิต่ำ (350 องศาเซลเซียส) นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยของ C. L. Wu และ คณะ [46] สังเคราะห์ฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์ อบอ่อนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส โดยการเจือด้วยสารลดแรงตึงผิว (F-127 , $\text{EO}_{106}\text{PO}_{70}\text{EO}_{106}$) เพื่อให้ฟิล์มมีลักษณะเป็นรูพรุนเพิ่มขึ้น จากการศึกษาพื้นผิวของฟิล์ม พบว่า การ

เติมสารเจือเพื่อลดแรงตึงผิว ทำให้ฟิล์มมีรูพรุนขนาด 10 นาโนเมตร โครงสร้างผลึกของฟิล์มเป็นอสัณฐาน มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ที่ดีขึ้นและสัมประสิทธิ์การแพร่ดีกว่าฟิล์มที่ไม่ได้เจือสารลดแรงตึงผิว K. Paipitak และ คณะ [47] ศึกษาฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือด้วยไทเทเนียม (Ti) และ สังกะสี (Zn) ที่ปริมาณการเจือ 0 ถึง 20 เปอร์เซ็นต์ ขึ้นรูปฟิล์มด้วยวิธีโซล-เจล ศึกษาสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ของฟิล์ม พบว่า เมื่อปริมาณสารเจือเพิ่มขึ้น ผลึกของทั้งสแตนไดรออกไซด์มีความเป็นผลึกลดลงจากโครงสร้างแบบโมนอคลินิก เป็นผลจากการแทนที่อะตอมของสังกะสีในบริเวณของทั้งสแตน

ฉะนั้น งานวิจัยครั้งนี้ ศึกษาและสังเคราะห์ฟิล์มที่มีสมบัติในระบบอิเล็กทรอนิกส์ จากการสังเคราะห์สารตั้งต้นจนได้ทั้งสแตนไดรออกไซด์อยู่ในสถานะสารละลาย แล้วจึงสังเคราะห์สารเจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์อยู่ในสถานะของสารละลายผสมรวมกัน ศึกษาอัตราส่วนเปอร์เซ็นต์โดยโมลที่ตอบสนองต่อการเกิดสีที่สุด เตรียมฟิล์มด้วยวิธีโซล-เจล ขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ เมาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จากนั้นศึกษาและทดสอบสมบัติของสารที่สังเคราะห์ร่วมกัน เนื่องจากงานวิจัยที่กล่าวถึงนั้น พบว่า ไนโอเบียมเพนทอกไซด์ทำหน้าที่เป็นสารเจือที่ดี เกิดการเปลี่ยนแปลงของสีไปในทิศทางเดียวกันกับทั้งสแตนไดรออกไซด์และโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ คือ การกระตุ้นทำให้ระบบเกิดการเปลี่ยนสีจากฟิล์มที่ใสเป็นสีฟ้าน้ำเงิน และยังส่งผลต่อการเปลี่ยนโครงสร้างการเกิดผลึกของสารประกอบในระบบภายใต้การใช้อุณหภูมิที่ลดน้อยลงเช่นเดียวกัน อย่างไรก็ตามระบบอิเล็กทรอนิกส์ยังคงเป็นระบบที่มีการอาศัยกระแสไฟฟ้าจากภายนอกเป็นตัวกระตุ้นเข้าสู่ภายใน จึงปรับปรุงประสิทธิภาพของฟิล์มด้วยการเจือสารประกอบออกไซด์โลหะทรานซิชันที่มีสมบัติต่อการใช้เป็นสารกึ่งตัวนำไฟฟ้าที่ดี

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 วิธีการวิจัย

งานวิจัยประกอบด้วยการศึกษาและพัฒนาวัสดุที่มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ด้วยระบบ 3 สาร คือ ทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของฟิล์มให้มีสมบัติในการการเปลี่ยนแปลงสีกลับไปกลับมาได้ โดยในงานวิจัยได้ทำการแบ่งการศึกษาการทดลองและสังเคราะห์ออกเป็น 3 ขั้นตอนหลัก ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 การศึกษาและสังเคราะห์ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ ด้วยวิธีโซล-เจล โดยใช้สารตั้งต้นโลหะทังสเตนที่มีลักษณะเป็นผงในการสังเคราะห์ จากนั้นได้ทำการขึ้นรูปด้วยวิธีการจุ่มเคลือบลงบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO เพื่อให้ได้ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ แล้วนำไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสีโดยการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV และเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงในการเปลี่ยนสีของฟิล์มด้วยเทคนิค UV-vis จากนั้นจึงนำฟิล์มมาตรวจสอบโครงสร้างและสัณฐานวิทยาด้วยวิธี XRD, XPS, SEM, EDX และ AFM ตามลำดับ

ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาอิทธิพลของสารเจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ส่งผลต่อความสามารถในการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ โดยหาปริมาณของสารเจือที่เหมาะสม ซึ่งทำให้ความสามารถในการเปลี่ยนสีของฟิล์มมีประสิทธิภาพดีขึ้น โดยการนำฟิล์มไปศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสีโดยการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV และเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงในการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มด้วยเทคนิค UV-vis จากนั้นจึงนำฟิล์มมาตรวจสอบโครงสร้างและสัณฐานวิทยาด้วยวิธี XRD, XPS, SEM, EDX และ AFM ตามลำดับ

ขั้นตอนที่ 3 ศึกษาอิทธิพลของสารเจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่มีส่งผลต่อความสามารถในการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ โดยการนำฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ที่มีการเจือด้วยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ในสัดส่วนที่เหมาะสม หาปริมาณการเจือของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ในสัดส่วนที่เหมาะสม ซึ่งส่งผลทำให้ความสามารถในการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มมีประสิทธิภาพที่ดีขึ้น จากนั้นนำฟิล์มไปศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสีโดยการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV และเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงในการเปลี่ยนสีของฟิล์มด้วยเทคนิค UV-vis จากนั้นจึงนำฟิล์มมาตรวจสอบโครงสร้างและสัณฐานวิทยาด้วยวิธี XRD, XPS, SEM และ EDX ตามลำดับ

ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ที่เจือด้วยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ในปริมาณสัดส่วนที่ต่างกัน และการเจือร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ในปริมาณสัดส่วนที่ต่างกัน ถูกเตรียมขึ้นเพื่อเลือกสัดส่วนของ

สารเจือที่ผสมที่มีผลต่อสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ โครงสร้างของฟิล์มด้วยเทคนิคต่าง ๆ เพื่ออธิบายปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้น

3.2 สารเคมีและอุปกรณ์

3.2.1 สารเคมี

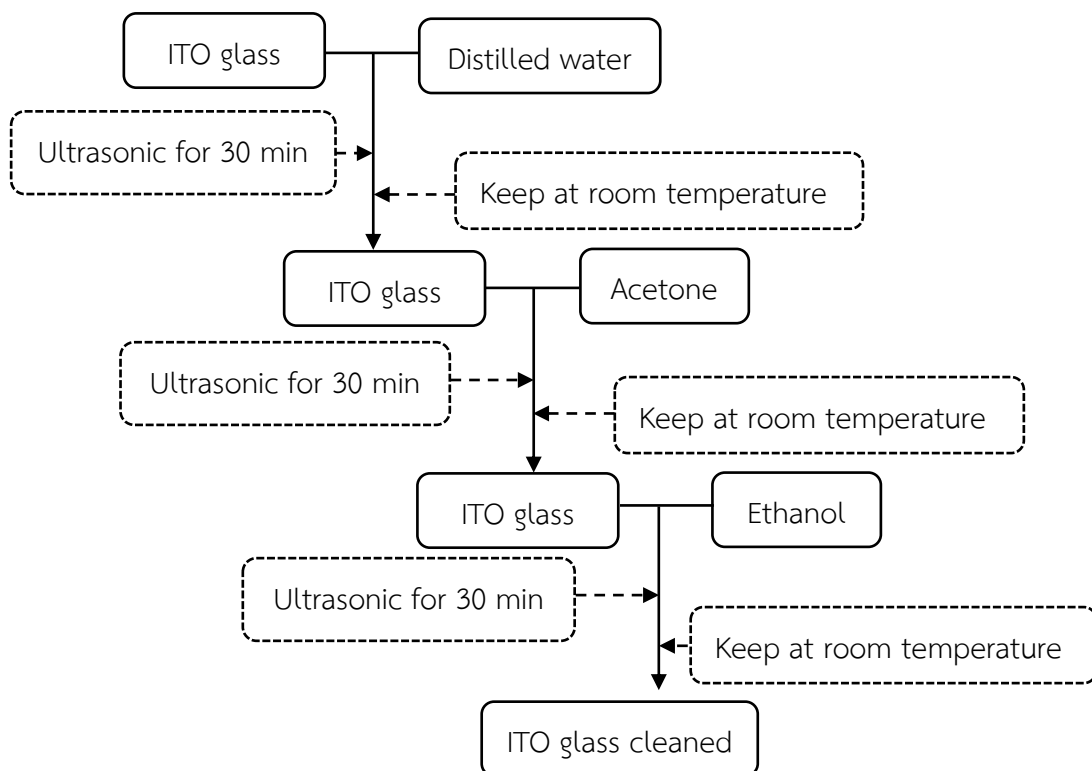
1. Tungsten powder (W) ความบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ บริษัท Sigma Aldrich
2. Ammonium heptamolybdate tetrahydrate $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ ความบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ บริษัท Ajax Finechem
3. Niobium (V) oxide (Nb_2O_5) ความบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ บริษัท BDH Chemical,
4. Hydrogen Peroxide (H_2O_2) ความเข้มข้น 35 เปอร์เซ็นต์ บริษัท Merck
5. Ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ความเข้มข้น 99.9 เปอร์เซ็นต์ บริษัท J.T. Baker
6. Acetone ($\text{CH}_3)_2\text{CO}$ ความเข้มข้น 99.5 เปอร์เซ็นต์ บริษัท J.T. Baker

3.2.2 อุปกรณ์

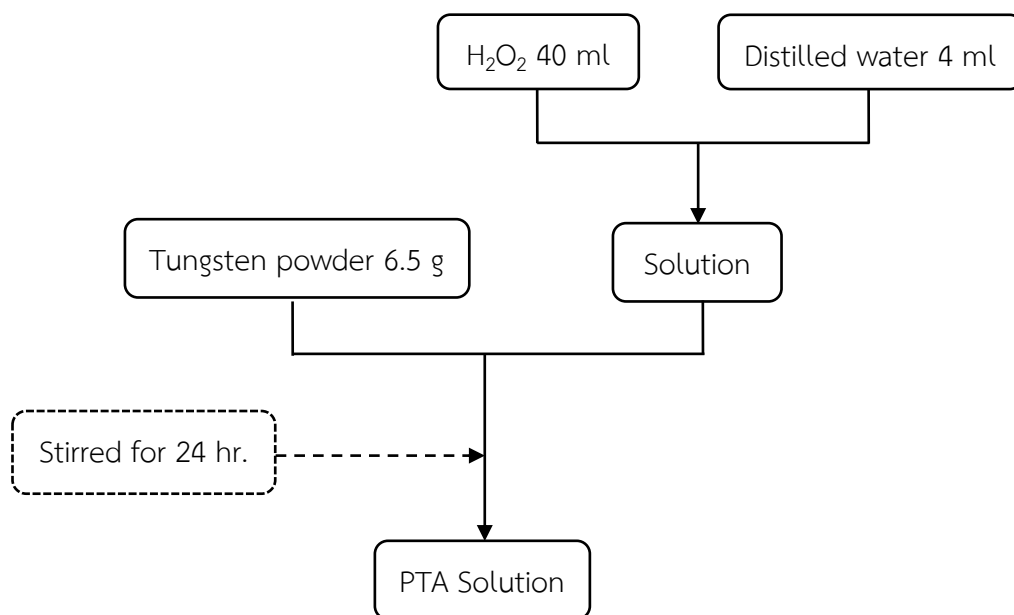
1. กระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO บริษัท Zhuhai Kaivo ค่าความต้านทาน $<7 \Omega/\text{cm}^2$
2. ปีกเกอร์
3. แท่งแม่เหล็กกวนสาร
4. เครื่องกวนสาร
5. ขวดแก้ว (สำหรับเตรียมโซล)
6. ปากคืบ
7. โวลต์มิเตอร์
8. อุปกรณ์สำหรับจ่ายกระแสไฟฟ้า
9. เครื่องอัลตราโซนิก
10. เตอบ่ออน
11. เตาเผาสาร

3.3 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุรองรับ

กระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ที่ใช้เป็นวัสดุรองรับในกระบวนการจุ่มเคลือบ ต้องผ่านขั้นตอนของการล้างทำความสะอาดในน้ำกลั่น อะซิโตน และเอทานอล ตามลำดับ ซึ่งการล้างทำความสะอาดกระจกในแต่ละครั้ง จะใช้เวลาประมาณ 30 นาที ด้วยเครื่องอัลตราโซนิก และมีการนำมาเก็บไว้ให้แห้งก่อนจะทำการล้างในสารละลายอื่นถัดไป นำไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง (รูปที่ 3.1) ทำให้ได้กระจกสะอาด พร้อมนำไปใช้ในกระบวนการขึ้นรูปฟิล์มด้วยวิธีการจุ่มเคลือบฟิล์มต่อไป



รูปที่ 3.1 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการทำความสะอาดกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO (การเตรียมวัสดุรองรับ)



รูปที่ 3.2 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์สารละลายกรดเพอรอกโซทังสเตน

3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์

3.4.1 การสังเคราะห์ทังสเทนไตรออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล และการเคลือบฟิล์มทังสเทนไตรออกไซด์

การสังเคราะห์ทังสเทนไตรออกไซด์ เตรียมผงโลหะทังสเทนปริมาณ 6.5 กรัม เติมนลงในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 40 มิลลิลิตรผสมด้วยน้ำกลั่น 4 มิลลิลิตร แล้วทำการกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้ได้สารละลายที่มีลักษณะใสเป็นกรดเพอร์ออกโซทังสติก (Peroxtungstic acid, PTA) ดังแสดงในรูปที่ 3.2 นำเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทำการแบ่ง PTA ที่สังเคราะห์ได้ในปริมาตร 8.8 มิลลิลิตร ผสมกับเอทานอลปริมาตร 8.8 มิลลิลิตร กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วจึงนำสารละลายที่ได้ไปเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องอีกครั้ง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้ได้โซลทังสเทนไตรออกไซด์ที่พร้อมจะนำมาเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ เพื่อให้เกิดเป็นฟิล์มทังสเทนไตรออกไซด์ ซึ่งกระจกที่นำมาใช้เป็นวัสดุรองรับ ต้องผ่านกระบวนการล้างทำความสะอาด ดังที่กล่าวในหัวข้อที่ 3.3 ทำการขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ แล้วนำไปทดสอบสมบัติการเปลี่ยนแปลงของสี พร้อมตรวจคุณลักษณะต่าง ๆ ของฟิล์มทังสเทนไตรออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.3

3.4.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ทังสเทนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์

เมื่อสังเคราะห์ได้โซลทังสเทนไตรออกไซด์จากขั้นตอนที่ 3.4.1 นำโซลที่ทำการสังเคราะห์ได้ขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ เพื่อเตรียมฟิล์มนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ จากนั้นจึงปรับปรุงสมบัติการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มที่เคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ให้มีประสิทธิภาพที่ดีขึ้น ด้วยการเจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ จากงานวิจัยทำการทดลองเพื่อหาปริมาณของสารเจือเพื่อเลือกสัดส่วนที่เหมาะสมที่จะทำให้ฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงสีที่ดีขึ้น ซึ่งแบ่งการทดลองออกเป็น 2 ขั้นตอนย่อย ๆ ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาผลและปริมาณการเจือที่เหมาะสมของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ จากนั้นได้ทำการขึ้นรูปด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ แล้วจึงนำฟิล์มที่ได้ไปทดสอบสมบัติการเปลี่ยนแปลงของสี พร้อมตรวจลักษณะต่าง ๆ ของฟิล์มทังสเทนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์

ขั้นตอนที่ 2 นำโซลของทังสเทนไตรออกไซด์ที่มีการเจือด้วยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ในสัดส่วนที่เหมาะสม เจือร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์เพื่อปรับปรุงสมบัติการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มให้ดีขึ้น โดยการศึกษาหาปริมาณการเจือที่เหมาะสมของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ จากนั้นทำการขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ แล้วจึงนำฟิล์มที่ได้ไปทดสอบสมบัติการเปลี่ยนแปลงของสี พร้อมตรวจ

ลักษณะต่าง ๆ ของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์

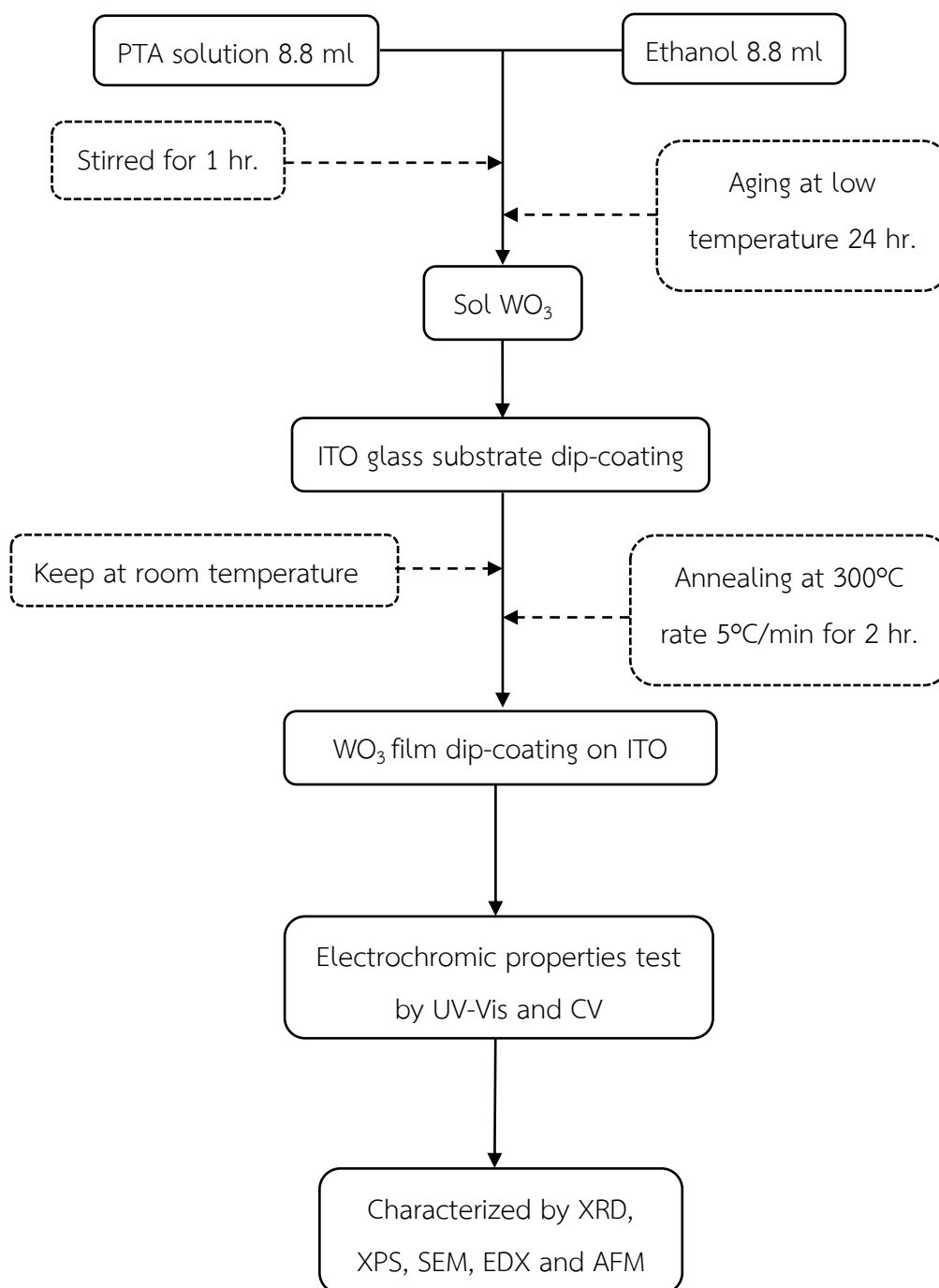
3.4.2.1 การสังเคราะห์ทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล

1. การสังเคราะห์โมลิบดีนัมไดรออกไซด์ นำผงแอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดตเตตระไฮเดรตที่สัดส่วนทั้งสแตนไดรออกไซด์ต่อโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ตามปริมาณการเจือแตกต่างกัน คือ 15, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เติมนลงในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ปริมาตร 8.8 มิลลิลิตร แล้วทำการกวนเพื่อให้ละลายเข้ากันด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กโดยใช้อุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้ได้สารละลายที่มีลักษณะใส (ปริมาณการเจือของโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ ดังแสดงในตารางที่ 3.1)

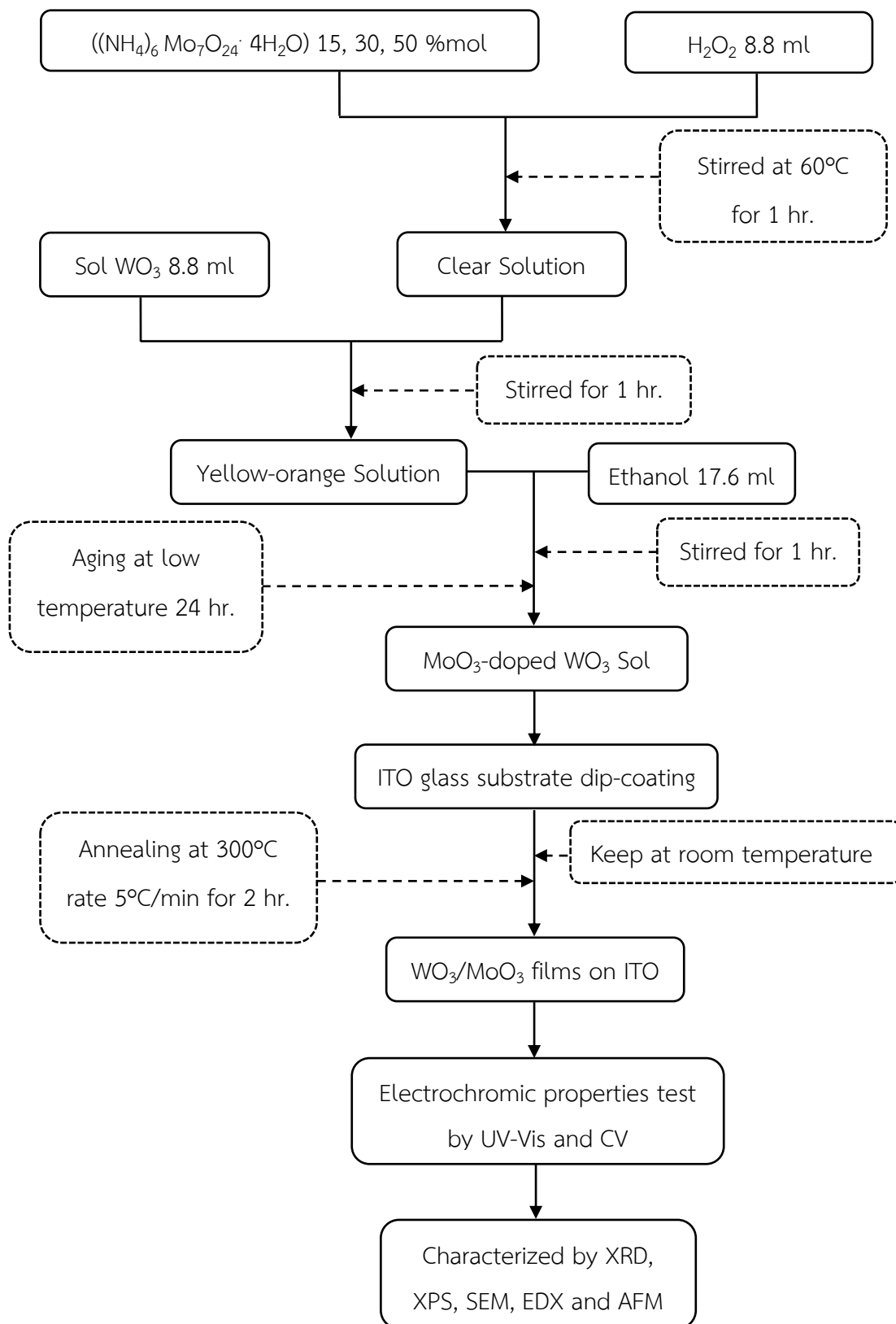
2. การสังเคราะห์ทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ ทำการเตรียมโซลของทั้งสแตนไดรออกไซด์ปริมาตร 8.8 มิลลิลิตร จำนวน 3 ขวด แล้วจึงค่อย ๆ เติมนสารละลายแอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดตเตตระไฮเดรต ตามปริมาณการเจือที่แตกต่างกัน คือ 15, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ใส่ลงไปสัดส่วนละ 1 ขวดโซลของทั้งสแตนไดรออกไซด์จนหมด เกิดเป็นสารละลายใสสีเหลืองอมส้ม กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายเข้ากัน แล้วจึงผสมเอทานอลปริมาตร 17.6 มิลลิลิตร กวนผสมให้เข้ากัน เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้ได้โซลทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่พร้อมจะนำมาเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ จากนั้นทำการขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ แล้วนำไปทดสอบสมบัติการเปลี่ยนแปลงของสี พร้อมตรวจคุณลักษณะต่าง ๆ ของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.4

ตารางที่ 3.1 สัดส่วนระหว่างปริมาณทั้งสแตนไดรออกไซด์ต่อปริมาณการเจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์

ตัวอย่าง	ทั้งสแตน (กรัม)	โมลิบดีนัมไดรออกไซด์ เปอร์เซ็นต์โดยโมล	แอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดตเตตระไฮเดรต (กรัม)
WO ₃ (0 %mol MoO ₃)	1.3	0	0
15 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	1.3	15	0.1485
30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	1.3	30	0.2971
50 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	1.3	50	0.4952



รูปที่ 3.3 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการเตรียมฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์



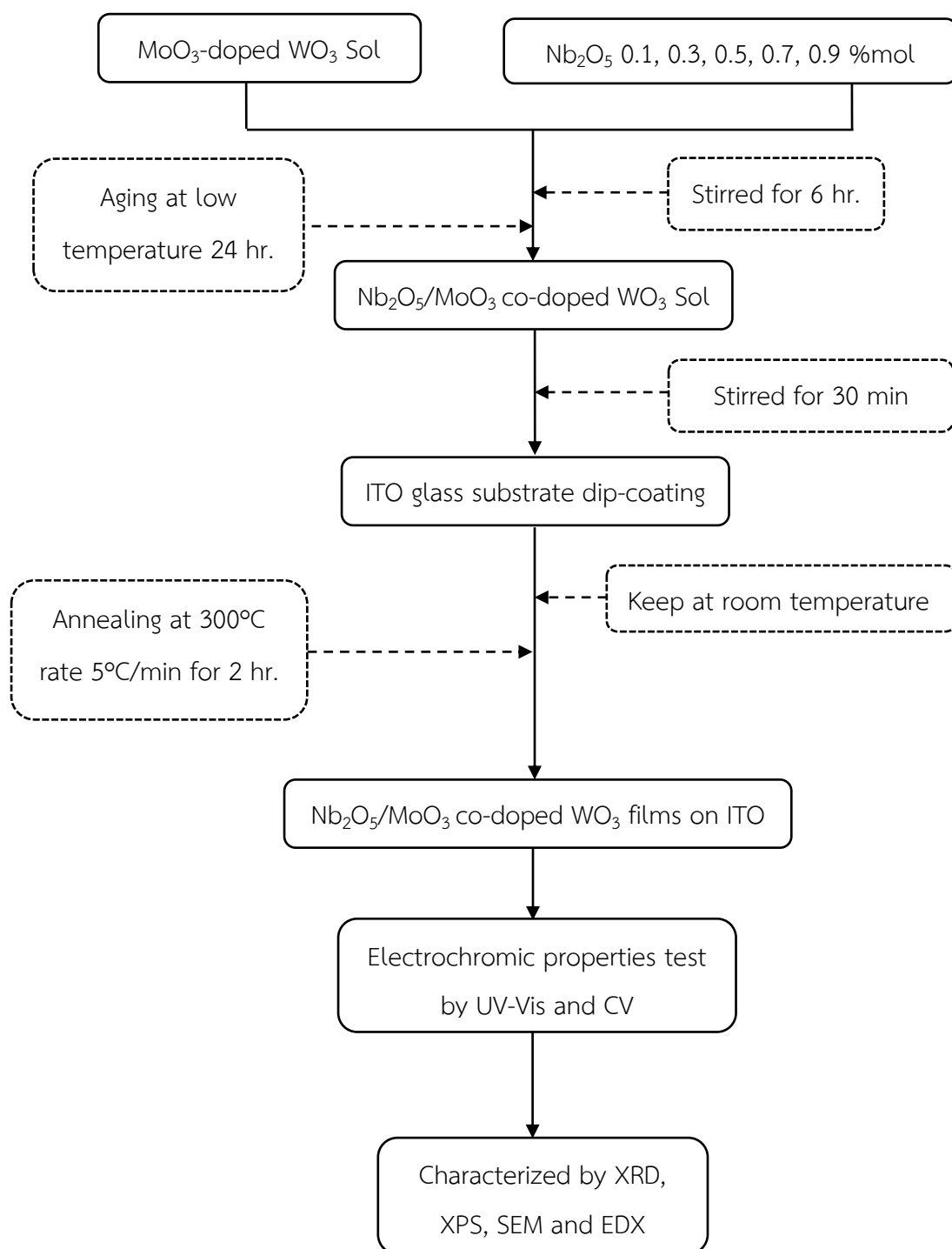
รูปที่ 3.4 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการเตรียมฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์

3.4.2.2 การสังเคราะห์ทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล

ทำการเตรียมโซลของทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่มีการเจือด้วยโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล จำนวน 5 ขวด แล้วจึงค่อย ๆ เติมผงไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนทั้งสแตนไดรออกไซด์ต่อไนโอเบียมเพนทอกไซด์ตามปริมาณการเจือแตกต่างกัน คือ 0.1, 0.3, 0.5, 0.7 และ 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (ปริมาณการเจือของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ดังแสดงในตารางที่ 3.2) ใส่ลงไปสัดส่วนละ 1 ขวดโซลของทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ทั้งหมด เกิดเป็นสารละลายค่อนข้างมีลักษณะขุ่นสีเหลืองอ่อน กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายเข้ากัน จากนั้นนำไปเก็บไว้ที่อุณหภูมิต่ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้ได้โซลทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ที่พร้อมจะนำมาเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ ก่อนทำการขึ้นรูปฟิล์ม นำโซลทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ไปกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นทำการขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ แล้วนำไปทดสอบสมบัติการเปลี่ยนแปลงของสี พร้อมทั้งตรวจลักษณะต่าง ๆ ของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.5

ตารางที่ 3.2 สัดส่วนระหว่างปริมาณทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ต่อปริมาณการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์

ตัวอย่าง 30% MoO ₃ -doped WO ₃	ทั้งสแตน (กรัม)	แอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดต เตตระไฮเดรต (กรัม)	ไนโอเบียม เพนทอกไซด์ (กรัม)
0.1 %mol Nb ₂ O ₅ / MoO ₃ -doped WO ₃	1.3	0.2971	0.0015
0.3 %mol Nb ₂ O ₅ / MoO ₃ -doped WO ₃	1.3	0.2971	0.0045
0.5 %mol Nb ₂ O ₅ / MoO ₃ -doped WO ₃	1.3	0.2971	0.0075
0.7 %mol Nb ₂ O ₅ / MoO ₃ -doped WO ₃	1.3	0.2971	0.0104
0.9 %mol Nb ₂ O ₅ / MoO ₃ -doped WO ₃	1.3	0.2971	0.0134



รูปที่ 3.5 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการเตรียมฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์

3.5 ขั้นตอนกระบวนการขึ้นรูปฟิล์มด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

การขึ้นรูปฟิล์มด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ ทำโดยการนำกระจก ITO จุ่มลงในสารละลาย แล้วแช่ทิ้งไว้ในสารละลายเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นค่อย ๆ ทำการดึงกระจกขึ้นจากสารละลาย ช้า ๆ อย่างต่อเนื่อง นำกระจกที่ผ่านกระบวนการจุ่มเคลือบมาวางทิ้งไว้ให้ฟิล์มแห้งที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อฟิล์มแห้งแล้วค่อยนำฟิล์มไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง รอให้กระจกเย็นตัวจนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วนำกระจกออกจากเตา แล้วนำกระจกที่ผ่านกระบวนการเคลือบฟิล์มไปศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสีโดยการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV และ คำนวณเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงในการเปลี่ยนสีของฟิล์มด้วยเทคนิค UV-Vis พร้อมทั้งวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธี XRD ตรวจสอบลักษณะพันธะเคมีด้วยเทคนิค XPS ตรวจสอบสภาพพื้นผิวของฟิล์มบนกระจกด้วยเทคนิค SEM และการกระจายตัวของธาตุที่เป็นองค์ประกอบด้วยวิธี EDX รวมถึงวัดความขรุขระของฟิล์มด้วยเทคนิค AFM

บทที่ 4

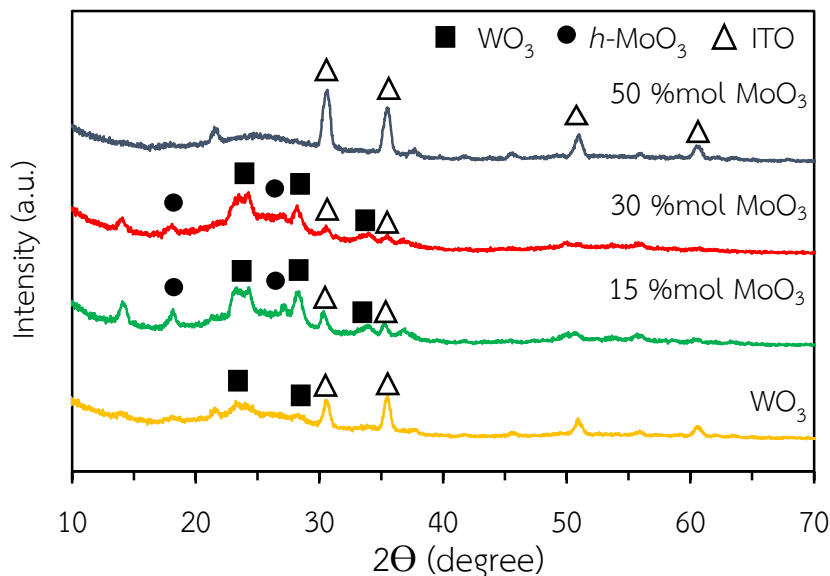
ผลการทดลองและการอภิปรายผล

4.1 ผลการสังเคราะห์ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไคนิมไดรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์

จากผลการสังเคราะห์ทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไคนิมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 15 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ด้วยวิธีโซล-เจล ขึ้นรูปด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบฟิล์ม 1 ชั้นบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO อบอุ่นที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำฟิล์มที่ได้มาศึกษาลักษณะการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มที่มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ ผลจากการทดลองที่แสดงออกมาคือ ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไคนิมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เป็นฟิล์มที่มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ดีที่สุด เมื่อเทียบกับการเจือโพลีไคนิมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 15 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างความเป็นผลึก และความขรุขระบนผิวฟิล์มเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเจือโพลีไคนิมไดรออกไซด์ จากนั้นเพิ่มประสิทธิภาพการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มด้วยการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 ถึง 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ผลจากการทดลองที่แสดงออกมาคือ ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไคนิมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เป็นฟิล์มที่มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ที่ดีที่สุดเมื่อเทียบกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1, 0.3, 0.7 และ 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล จึงนำฟิล์มมาทดสอบโครงสร้างและสัญญาณวิทยาเพิ่มเติม เพื่อต้องการทราบว่า การเจือโพลีไคนิมไดรออกไซด์และการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์มีผลทำให้สมบัติอิเล็กทรอนิกส์ขึ้นได้อย่างไร ซึ่งผลการทดสอบสมบัติของฟิล์มได้แสดงผลออกมา ดังนี้

4.1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างหรือลักษณะเฟสของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD

จากการศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์และทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไคนิมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 15, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ลักษณะ XRD สเปกตรัมของฟิล์ม แสดงดังรูปที่ 4.1 จากการวิเคราะห์เบื้องต้น พบว่า ลักษณะของกราฟที่ได้จากการวิเคราะห์เกิดพีคที่คล้ายกัน โดยตำแหน่งพีคสูงในช่วงมุม 2θ เท่ากับ 23.2, 24.3 และ 28.3 องศา อยู่ในช่วงเดียวกันกับ XRD สเปกตรัมมาตรฐานของทั้งสแตนไดรออกไซด์ (ทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก JCPDS หมายเลข: 83-0950) เมื่อมีการเจือโพลีไคนิมไดรออกไซด์ที่ปริมาณ 15 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล พบว่า เกิดตำแหน่งพีคขึ้นในช่วงมุม 2θ เท่ากับ 16.9 องศา และ 25.8 องศา อยู่ในช่วงเดียวกันกับ XRD สเปกตรัมมาตรฐานของโพลีไคนิมไดรออกไซด์ (โพลีไคนิมไดรออกไซด์ที่มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล JCPDS หมายเลข: 21-0569)

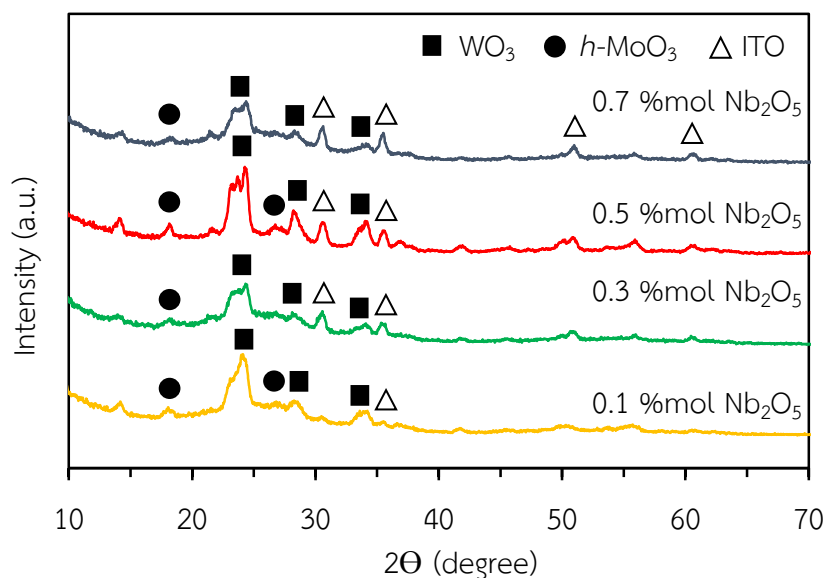


รูปที่ 4.1 XRD สเปกตรัมของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์และทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 15, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ

เมื่อทดลองเจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เพิ่มขึ้นที่ปริมาณ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตำแหน่งพิกในช่วงมุม 2θ พบเฉพาะพิกของกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO เท่านั้น หรือกล่าวได้ว่า เมื่อเพิ่มปริมาณของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์จนถึงปริมาณการเจือ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ความเป็นผลึกของทังสเตนไตรออกไซด์ลดลงอย่างเห็นได้ชัดเจน [46, 47] ส่งผลทำให้ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ที่เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล มีลักษณะโครงสร้างอสัณฐาน

จากนั้น ศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 ถึง 0.7 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ดังแสดงในรูปที่ 4.2 พบว่า ลักษณะของกราฟที่ได้จากการวิเคราะห์เกิดพิกที่คล้ายกันทั้งหมด โดยตำแหน่งพิกสูงในช่วงมุม 2θ เท่ากับ 23 องศา และ 28 องศา อยู่ในช่วงเดียวกันกับ XRD สเปกตรัมมาตรฐานของทังสเตนไตรออกไซด์และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ลักษณะที่ได้จากการวิเคราะห์คล้ายคลึงกับรูปที่ 4.1 พิกทังสเตนไตรออกไซด์ค่อนข้างสูงมากกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล [44] จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD กลับไม่ปรากฏพิกของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ เนื่องจากไม่สามารถทำการระบุลักษณะโครงสร้างของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ทำการเจือได้ จึงต้องนำฟิล์มไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS เพื่อตรวจสอบธาตุองค์ประกอบของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์

ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX เพื่อสังเกตการณ์กระจายตัวขององค์ประกอบธาตุที่เกิดขึ้น

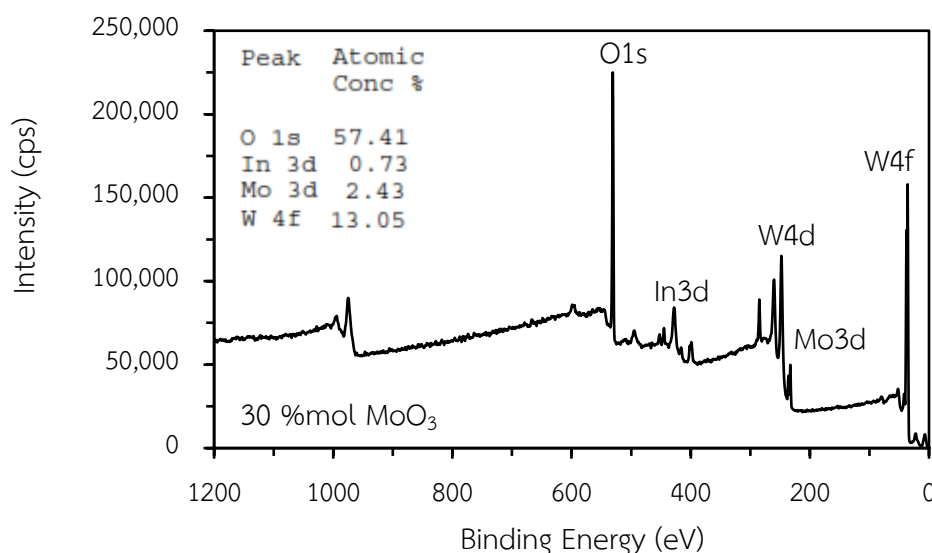


รูปที่ 4.2 XRD สเปกตรัมของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1, 0.3, 0.5 และ 0.7 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ

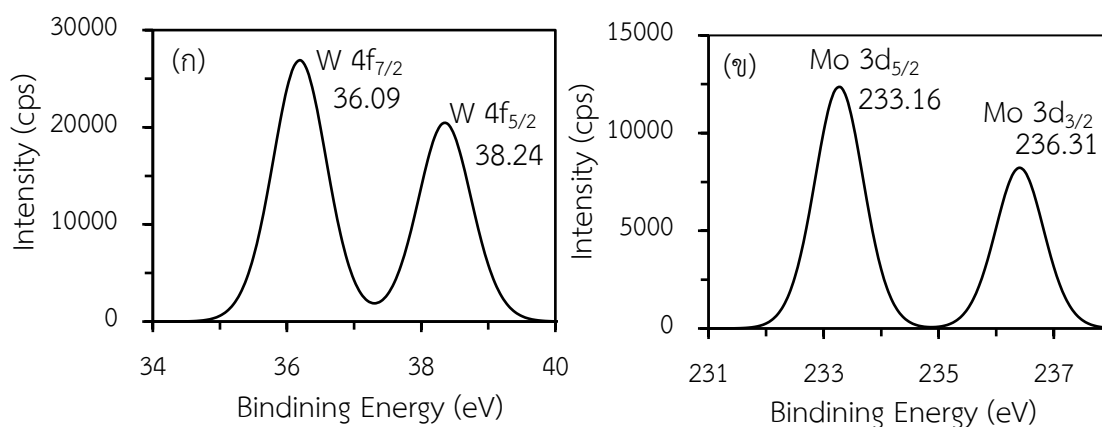
4.1.2 การศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค XPS

ผลจากการวิเคราะห์องค์ประกอบและโครงสร้างเคมีของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ช่วงค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 0 ถึง 1,200 อิเล็กตรอนโวลต์ แสดงดังรูปที่ 4.3 ปรากฏสเปกตรัมของธาตุทั้งสแตน โมลิบดีนัม ออกซิเจน และอินเดียมในปริมาณ 13.05, 2.43, 57.41 และ 0.73 เปอร์เซ็นต์อะตอม ตามลำดับ และจากรูปที่ 4.4 ปรากฏสเปกตรัมความละเอียดสูงของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตรวจสอบสเปกตรัมของธาตุทั้งสแตนในระดับชั้น W 4f_{7/2} และ W 4f_{5/2} ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 36.09 และ 38.04 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.4 ก ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS เป็นค่าที่แสดงให้เห็นว่า ทั้งสแตนที่ตรวจสอบ อยู่ในรูปสารประกอบทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่มีเลขออกซิเดชันเป็น W⁶⁺ [48] นอกจากนี้ ยังตรวจสอบสเปกตรัมของธาตุโมลิบดีนัมในระดับชั้น Mo 3d_{5/2} และ Mo 3d_{3/2} ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 233.16 และ 236.31 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.4 ข ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์เป็นค่าที่แสดงให้เห็น

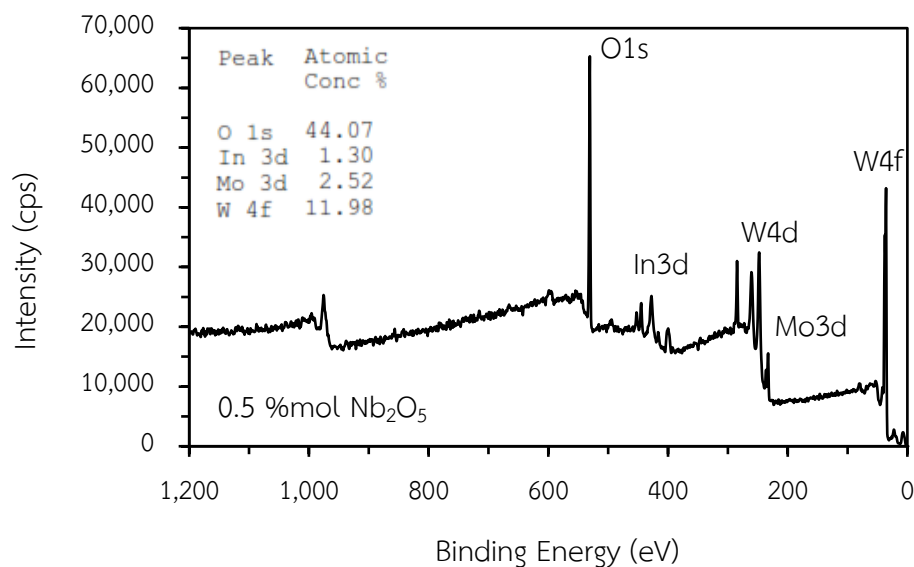
ทราบว่า โมลิบดีนัมที่ตรวจพบ อยู่ในรูปสารประกอบโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่มีเลขออกซิเดชันเป็น Mo^{6+} [51] มีค่าพลังงานยึดเหนี่ยวตรงกับค่ามาตรฐานของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ พลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 233.1 อิเล็กตรอนโวลต์



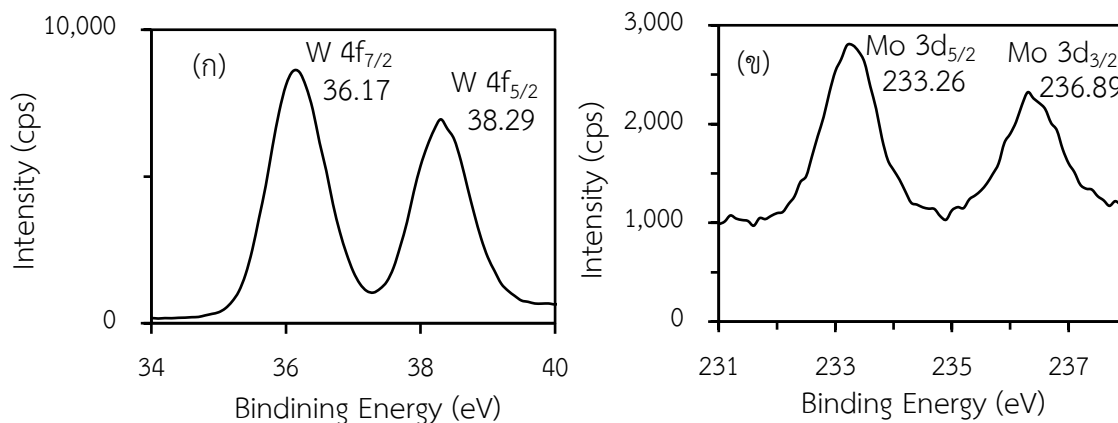
รูปที่ 4.3 XPS สเปกตรัมของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล



รูปที่ 4.4 XPS สเปกตรัมความละเอียดสูงของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (ก) สเปกตรัมของธาตุทังสเตนในระดับชั้น W4f (ข) สเปกตรัมของธาตุโมลิบดีนัมในระดับชั้น Mo3d



รูปที่ 4.5 XPS สเปกตรัมของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล



รูปที่ 4.6 XPS สเปกตรัมความละเอียดสูงของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (ก) สเปกตรัมของธาตุทั้งสแตน W4f (ข) สเปกตรัมของธาตุโมลิบดินัม Mo3d

ผลจากการวิเคราะห์องค์ประกอบและโครงสร้างเคมีของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล แสดงดังรูปที่ 4.5 ปรากฏสเปกตรัมของธาตุทั้งสแตน

โมลิบดีนัม ออกซิเจน และอินเดียม ในปริมาณ 11.98, 2.52, 44.07 และ 1.30 เปอร์เซ็นต์อะตอมตามลำดับ เนื่องจาก อินเดียมเป็นธาตุองค์ประกอบของกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ผลจากการวิเคราะห์สเปกตรัมของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล พบว่า ไม่ปรากฏสเปกตรัมของธาตุไนโอเบียมที่เป็นองค์ประกอบของสารประกอบไนโอเบียมเพนทอกไซด์ เนื่องจากการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ในปริมาณที่น้อยกว่าเครื่องมือจำวิเคราะห์ได้

เมื่อวิเคราะห์สเปกตรัมจากความละเอียดสูงของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตรวจพบสเปกตรัมของธาตุทั้งสแตนที่ $W 4f_{7/2}$ และ $W 4f_{5/2}$ ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 36.17 และ 38.29 อิเล็กตรอนโวลต์ตามลำดับ (รูปที่ 4.6 ก) ซึ่งค่าที่ได้จากการวิเคราะห์เป็นค่าที่แสดงให้ทราบว่า ทั้งสแตนที่ตรวจพบอยู่ในรูปสารประกอบทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่มีเลขออกซิเดชันเป็น W^{6+} เหมือนเดิม [48]

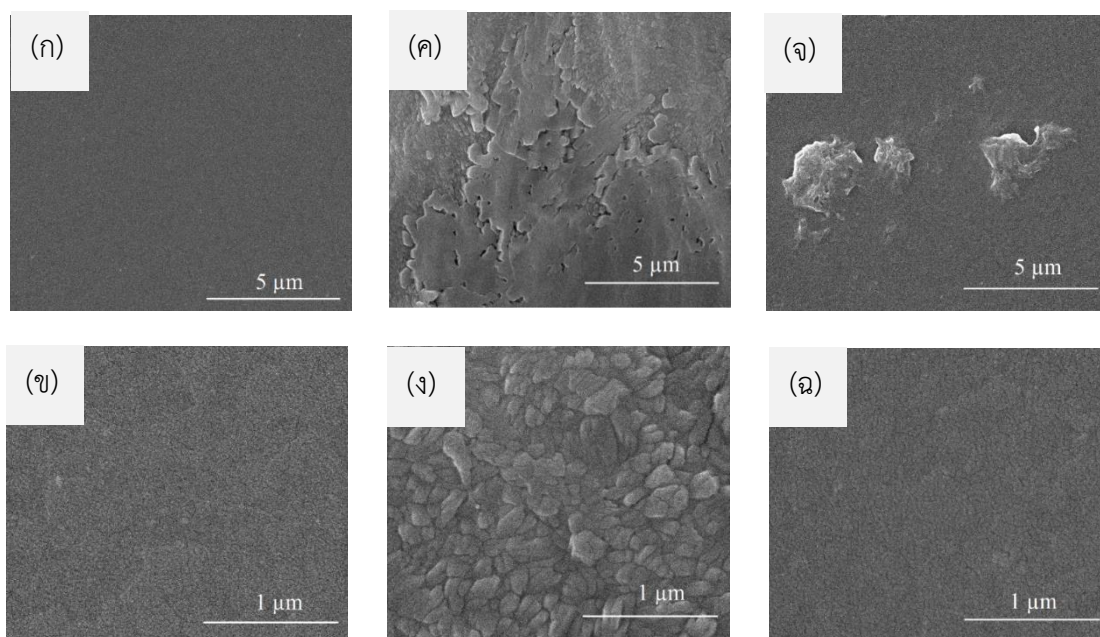
นอกจากนี้ ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ยังตรวจพบสเปกตรัมของธาตุโมลิบดีนัมที่ $Mo 3d_{5/2}$ และ $Mo 3d_{3/2}$ ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 233.26 และ 236.89 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ (รูปที่ 4.6 ข) ซึ่งค่าที่ได้จากการวิเคราะห์เป็นค่าที่แสดงให้ทราบว่าโมลิบดีนัมที่ตรวจพบ อยู่ในรูปสารประกอบโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่มีเลขออกซิเดชันเป็น Mo^{6+} [8] ลักษณะการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS ของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล พบธาตุที่เป็นองค์ประกอบทั้งทั้งสแตนและโมลิบดีนัมเช่นเดียวกับฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

จึงต้องนำฟิล์มไปสังเกตการกระจายตัวของอนุภาค ด้วยการศึกษาระยะวิเคราะห์ผลลักษณะสัณฐานวิทยาของผิวฟิล์มด้วยเทคนิค SEM รวมทั้งศึกษาองค์ประกอบธาตุที่มีด้วยเทคนิค EDX

4.1.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของพื้นผิวฟิล์มด้วยเทคนิค SEM

จากการศึกษาลักษณะรูปร่าง ขนาด และพื้นที่ผิวจำเพาะของฟิล์ม รูปที่ 4.7 แสดงให้เห็นลักษณะภาพพื้นผิวของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ ฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ และฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เมื่อเปรียบเทียบภาพถ่ายกำลังขยาย 5,000 เท่า และ 50,000 เท่า ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.7 ก ถึง รูป 4.7 ฉ พบว่า ลักษณะ

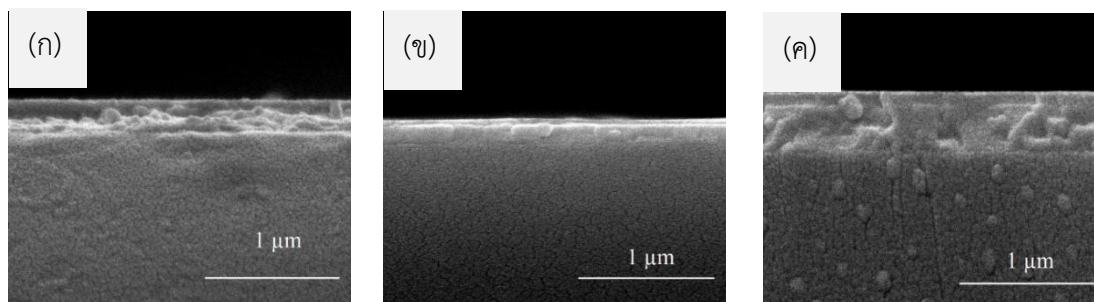
รูปร่าง ขนาด และการกระจายตัวของอนุภาคฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารอื่น (รูปที่ 4.7 ก และ 4.7 ข) เมื่อเทียบกับฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ (รูปที่ 4.7 ค และ 4.7 ง) จะเห็นได้ว่าพื้นผิวฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์จะมีลักษณะขรุขระ ขนาดของอนุภาคไม่สม่ำเสมอ เรียงตัวกันหนาแน่นทั่วบริเวณที่ทำการส่องตรวจมากกว่าพื้นผิวฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์



รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5,000 และ 50,000 เท่าของ (ก, ข) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ (ค, ง) ฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ และ (จ, ฉ) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

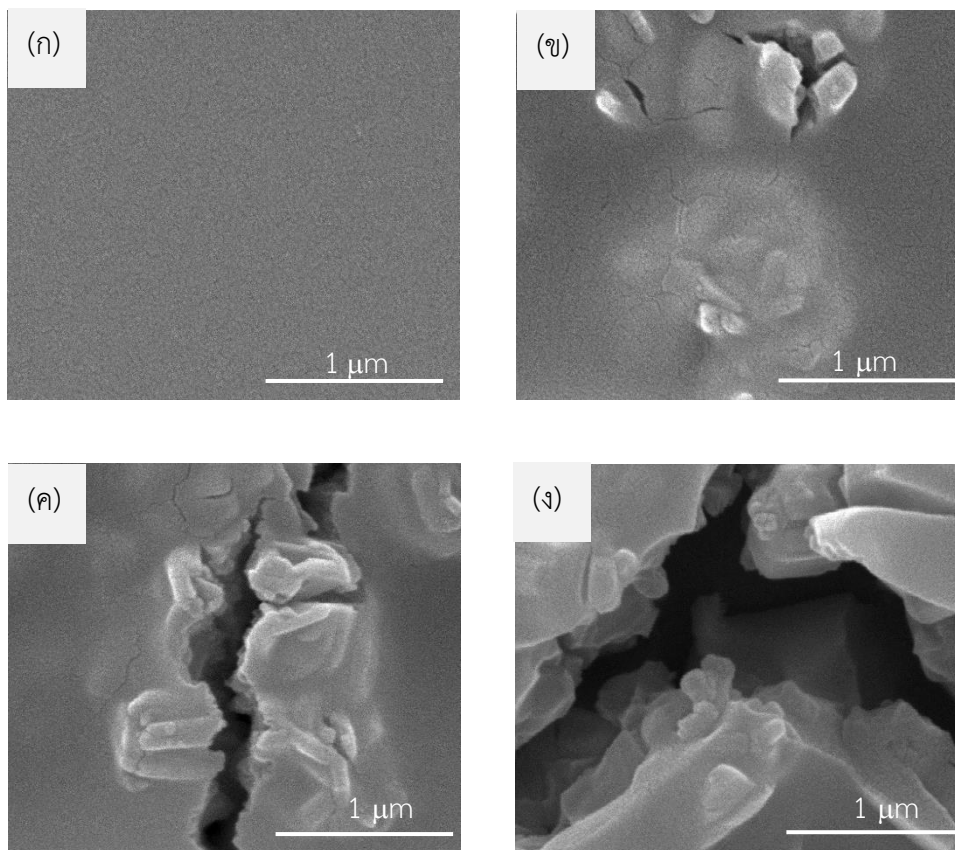
ภาพพื้นผิวของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (รูปที่ 4.7 จ และ 4.7 ฉ) พบว่า บนพื้นผิวของฟิล์มมีอนุภาคสีขาวเกาะตัวกันเป็นอนุภาคใหญ่ ซึ่งเกิดจากการที่อนุภาคบางส่วนของทั้งสแตนไดรออกไซด์และโมลิบดีนัมไดรออกไซด์เกาะรวมตัวกันเป็นอนุภาคเดี่ยว ขณะที่อนุภาคบางส่วนเพียงแค่อัดติดกัน อิทธิพลของโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่เจือเข้าไปมีผลต่อลักษณะฟิล์ม คือ ทำให้ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์มีลักษณะอนุภาคที่จับตัวกันเป็นก้อนมากขึ้น ส่งผลต่อความบกพร่องของโครงสร้าง ทำให้โครงสร้างเปลี่ยนแปลงแบบ งานวิจัยของ S. Papaefthimiou และคณะ [38] กล่าวว่า โครงสร้างของฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่มีการเจือด้วยทั้งสแตนไดรออกไซด์ ฟิล์มที่ได้จะแสดงค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนแปลงสีที่ดีกว่า เนื่องจากโครงสร้างมีการเปลี่ยนแปลงทำให้ช่วงของการเปลี่ยนสีกว้างกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์มโมลิบดีนัมที่ไม่มีการเจือสารอื่น และจากผล XRD ในหัวข้อที่ 4.1.1 การเจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์เข้าไปใน

ระบบของทั้งสแตนไดรออกไซด์ ส่งผลให้โครงสร้างผลึกของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์มีการเปลี่ยนแปลง นอกจากนี้ลักษณะพื้นผิวฟิล์มที่กำลังขยาย 50,000 เท่า แสดงให้เห็นว่า อนุภาคเหล่านี้ ยังคงมีการกระจายตัวไปทั่วบริเวณบนพื้นผิวฟิล์ม



รูปที่ 4.8 ภาพตัดขวางกำลังขยาย 50,000 เท่าของ (ก) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ (ข) ฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ และ (ค) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยมวล

จากการศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มได้ทำการถ่ายภาพภาพตัดขวางของฟิล์มถ่ายที่ กำลังขยาย 50,000 เท่า (รูปที่ 4.8) เพื่อแสดงให้เห็นถึงลักษณะของความหนาชั้นฟิล์มที่แตกต่างกัน ของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ (รูปที่ 4.8 ก) ฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ (รูปที่ 4.8 ข) และ ฟิล์ม ทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยมวล (รูปที่ 4.8 ค) (ฟิล์ม 1 ชั้น) ตามลำดับ ที่เคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO



รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 50,000 เท่าของ ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลรวมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

จากรูปที่ 4.9 ก ถึงรูปที่ 4.9 ง แสดงภาพถ่ายลักษณะพื้นผิวของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมลที่กำลังขยายเดียวกัน 50,000 เท่า จากภาพถ่ายพื้นผิวของฟิล์มที่ได้สั่มวิเคราะห์บริเวณต่างกัน สังเกตได้ว่าบางบริเวณพื้นผิวของฟิล์มราบเรียบ ไม่มีความเป็นผลึก (รูปที่ 4.9 ก) แต่ในบางบริเวณที่สั่มวิเคราะห์กลับพบว่าบางพื้นผิวของฟิล์มมีความขรุขระ ไม่สม่ำเสมอ เมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 4.9 ข ถึงรูปที่ 4.9 ง พบว่า พื้นผิวของฟิล์มมีลักษณะแตกกร้าว อนุภาคคล้ายคลึงกันเกาะรวมตัวกันเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ อาจเกิดจากการจับตัวกันเป็นก้อนของโซลที่เคลือบบนแผ่นกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ส่งผลให้ฟิล์มมีความหนาไม่เท่ากัน เกิดการเกาะตัวกันเป็นหย่อมๆ ลักษณะที่ปรากฏเกิดจากการตกตะกอนของโซล เมื่อมีการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ลงไปก่อนนำมาเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้า

ชนิด ITO อย่างไรก็ตาม การเกิดรอยแตกของฟิล์ม ทำให้พื้นผิวบริเวณฟิล์มเพิ่มขึ้นมีผลดีต่อปฏิกิริยาอิเล็กทรอนิกส์ แต่ส่งผลให้ฟิล์มเกิดการหลุดลอกง่าย มีเสถียรภาพต่ำกว่าฟิล์มที่ไม่ได้เจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ที่ไม่มีการรอยแตกเกิดขึ้นบนผิวของฟิล์ม คล้ายกับงานวิจัยของ A. V. Rosario และคณะ [43] ศึกษาฟิล์มไนโอเบียมเพนทอกไซด์ การเจือไทเทเนียมในปริมาณมากขึ้น ฟิล์มที่ได้จากการวิเคราะห์มีลักษณะอนุภาคเกาะรวมตัวกัน พื้นผิวมีความขรุขระ ฟิล์มมีความผลึกเกิดขึ้นเป็นกลุ่มก้อน และฟิล์มไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่มีการเติมสารเจือทำให้ความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น (รูปที่ 2.14) จึงสามารถระบุได้ว่าอนุภาคที่สุ่มวิเคราะห์เป็นอนุภาคไนโอเบียมเพนทอกไซด์มีการเกาะรวมตัวกัน ซึ่งอนุภาคของทั้งสแตนไดรอกไซด์และโมลิบดีนัมได้ทำการแทรกตัวอยู่ปะปนอยู่ แสดงให้เห็นอนุภาคที่มีลักษณะเป็นก้อนภายในฟิล์ม จากนั้นวิเคราะห์บริเวณรอยแตกที่มีอนุภาคขนาดเล็ก ๆ เกาะอยู่ทั่วบริเวณ โดยทำการศึกษาและวิเคราะห์ผลการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDX (รูปที่ 4.13 และ รูปที่ 4.14) เพื่อตรวจสอบและยืนยันว่าอนุภาคที่พบในรูปที่ 4.9 ว่าเป็นอนุภาคของไนโอเบียมเพนทอกไซด์เกาะรวมตัวปะปนกับอนุภาคของทั้งสแตนไดรอกไซด์และโมลิบดีนัมไดรอกไซด์

4.1.4 ผลการศึกษาการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบของฟิล์มด้วยเทคนิค EDX

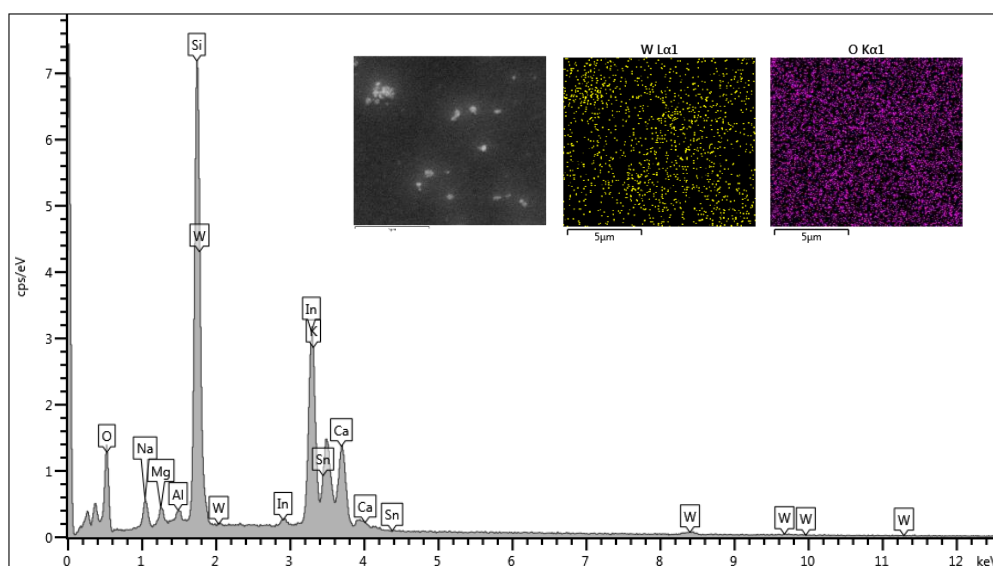
การศึกษาค่าการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบภายในฟิล์มทั้งสแตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์และไนโอเบียมเพนทอกไซด์ จากรูปที่ 4.10 โดยทำการศึกษาสุ่มวิเคราะห์บริเวณที่มีการกระจายตัวของอนุภาคบนพื้นผิวของฟิล์ม ทำให้ได้ปริมาณของธาตุที่อยู่ในบริเวณสุ่มตรวจ ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบจากบริเวณที่ทำการสุ่มวิเคราะห์ในฟิล์มชนิดต่าง ๆ

ตัวอย่าง	ธาตุองค์ประกอบ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)					
	ทั้งสแตน	โมลิบดีนัม	ออกซิเจน	อินเดียม	ดีบุก	ซิลิกอน
WO ₃ film *	3.3	-	22.6	37.2	3.8	23.3
MoO ₃ film *	-	10.4	27.1	34.2	3.9	17.2
30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃ film	50.1	23.7	26.2	-	-	-

* หมายเหตุ ธาตุองค์ประกอบแสดงค่าไม่ครบ 100 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เนื่องจาก ผลจากการวิเคราะห์ มีธาตุองค์ประกอบอื่น ๆ ซึ่งเป็นธาตุองค์ประกอบของวัสดุรองรับร่วมด้วย จึงไม่นำธาตุองค์ประกอบของวัสดุรองรับมาใช้ในการพิจารณา

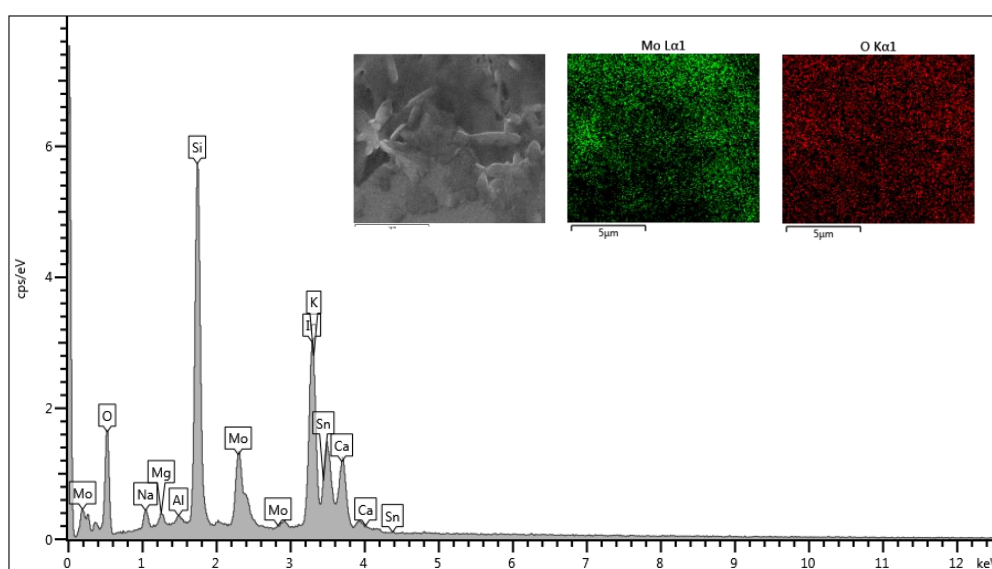
รูปที่ 4.10 ภาพแสดงผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบภายในฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ ทำการเลือกวิเคราะห์เฉพาะจุดที่สนใจโดยการสุ่มตรวจสอบบริเวณพื้นผิวที่มีความราบเรียบและบริเวณมีการจับรวมตัวกันของอนุภาค พบว่า จุดที่มีลักษณะเป็นสีขาว คือ การกระจายตัวของทังสเตนไตรออกไซด์มีปริมาณทังสเตน 3.3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และจากการวิเคราะห์ EDX-mapping เฉพาะจุด พบว่า ตำแหน่งพิกของซิลิกอนเกิดขึ้นชัดเจนที่สุด ซึ่งพิกถัดมา คือ พิกของอินเดียม และทิน โดยอินเดียมและทินที่ตรวจพบนั้น เป็นธาตุองค์ประกอบที่อยู่ในชั้นของกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO จึงไม่นำธาตุองค์ประกอบเหล่านี้มาใช้ในการพิจารณา จึงสนใจเพียงธาตุที่เป็นองค์ประกอบสำคัญสำหรับการวิเคราะห์ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ ได้แก่ ทังสเตน และออกซิเจน



รูปที่ 4.10 การวิเคราะห์ EDX-mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์

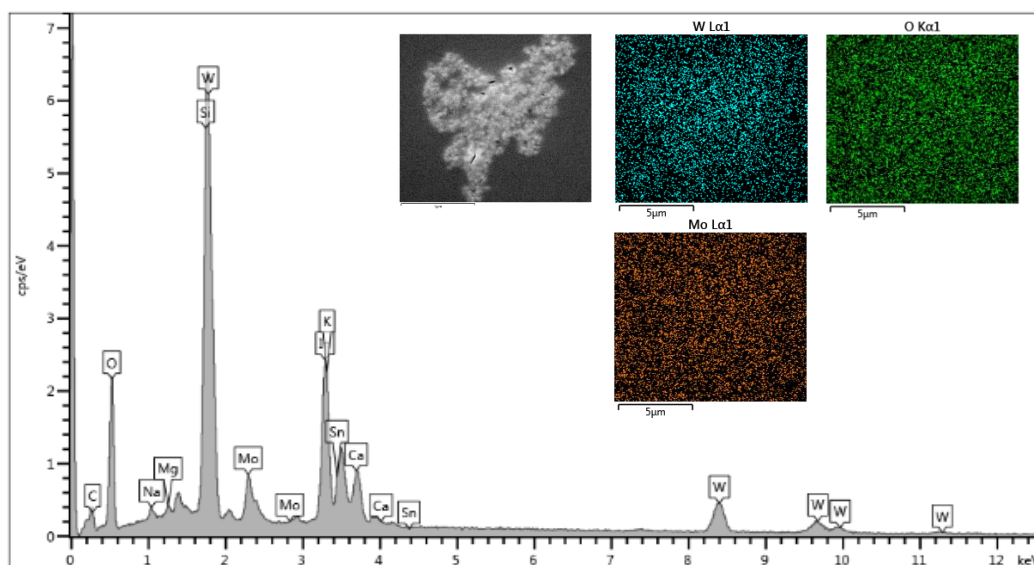
รูปที่ 4.11 ภาพแสดงผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบภายในฟิล์มโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ได้ทำการเลือกวิเคราะห์เฉพาะจุดที่สนใจ พบว่า อนุภาคที่มีความขรุขระลักษณะเป็นกลุ่มสีขาว คือ การจับตัวกันของโมลิบดีนัมปะปนกับออกซิเจน มีปริมาณโมลิบดีนัม 10.4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตำแหน่งพิกที่เกิดขึ้นชัดเจนที่สุด เป็นตำแหน่งพิกของซิลิกอน อินเดียมและทิน เช่นเดียวกันกับฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ที่ไม่ได้เจือสารใด ซึ่งเมื่อมีการนำโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เข้าร่วมภายในระบบของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ พบว่า บริเวณที่ทำการสุ่มวิเคราะห์อนุภาคสีขาวที่ตรวจพบนั้นมีการเกาะรวมตัวกันของอนุภาคเป็นขนาดใหญ่ขึ้น (รูปที่ 4.12) สามารถอธิบายได้ว่าการจับตัวกันของทังสเตนไตรออกไซด์และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ จึงได้

วิเคราะห์ EDX mapping เฉพาะจุดของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เพื่อตรวจดูการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบบริเวณการรวมตัวกันของอนุภาคบนผิวฟิล์ม เนื่องจากฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลมีความสามารถในการเปลี่ยนสีกลับไปกลับมาได้ดีเมื่อเทียบกับฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่ไม่ได้เจือสารใด คล้ายกับงานวิจัยของ S. Papaefthimiou และคณะ [38] กล่าวว่า ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่มีอัตราส่วนผสมของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงของสีน้ำเงินเข้มขึ้นเมื่อเทียบกับฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด



รูปที่ 4.11 การวิเคราะห์ EDX-mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบของฟิล์มโมลิบดีนัมไตรออกไซด์

จากการสุ่มวิเคราะห์บริเวณพื้นผิวของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลครั้งนี้ ศึกษาเพียงธาตุที่เป็นองค์ประกอบสำคัญเท่านั้น ไม่พิจารณาตำแหน่งพีคของธาตุองค์ประกอบในกระจกนาไฟฟ้าชนิด ITO ที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ คือ ธาตุซิลิกอน อินเดียม และทิน ทำให้ได้เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักธาตุของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล คือ ธาตุทั้งสแตน โมลิบดีนัม และออกซิเจน เท่ากับ 50.1, 23.7 และ 26.2 ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 การวิเคราะห์ EDX-mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบของฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

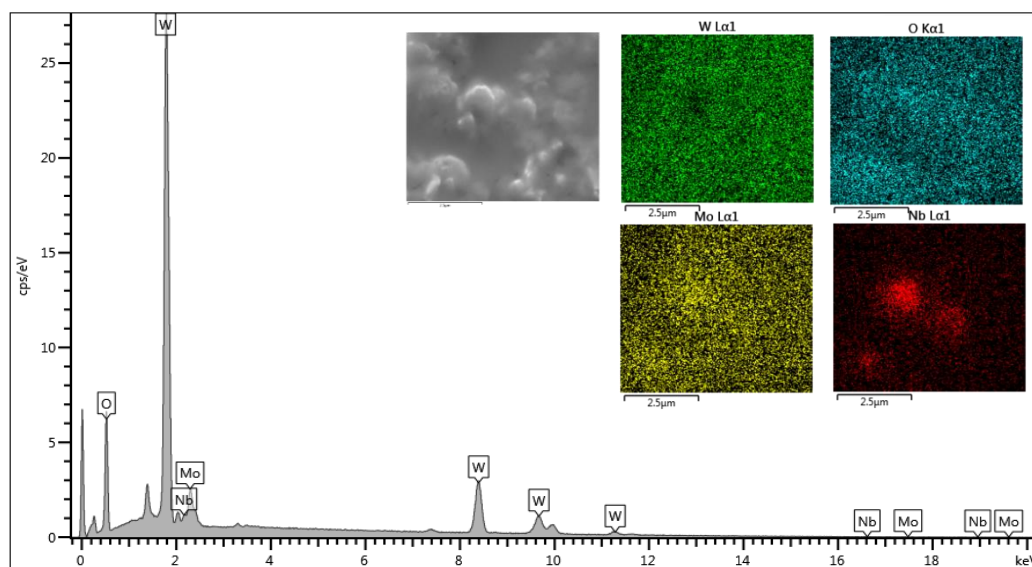
ตารางที่ 4.2 ปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบจากบริเวณที่ทำการสั่มวิเคราะห์ในฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน

ตัวอย่าง	ธาตุองค์ประกอบ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)			
	ทังสเตน (W)	โมลิบดีนัม (Mo)	ไนโอเบียม (Nb)	ออกซิเจน (O)
30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃				
0.1 %mol Nb ₂ O ₅	69.3	6.9	2.0	21.7
0.5 %mol Nb ₂ O ₅	70.2	5.3	4.0	20.5

หมายเหตุ เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักธาตุองค์ประกอบอาจมีความแปรปรวน เนื่องจากการสั่มตรวจบริเวณที่มีการกระจายตัวธาตุองค์ประกอบ บริเวณที่ตรวจพบธาตุไนโอเบียมเท่านั้น

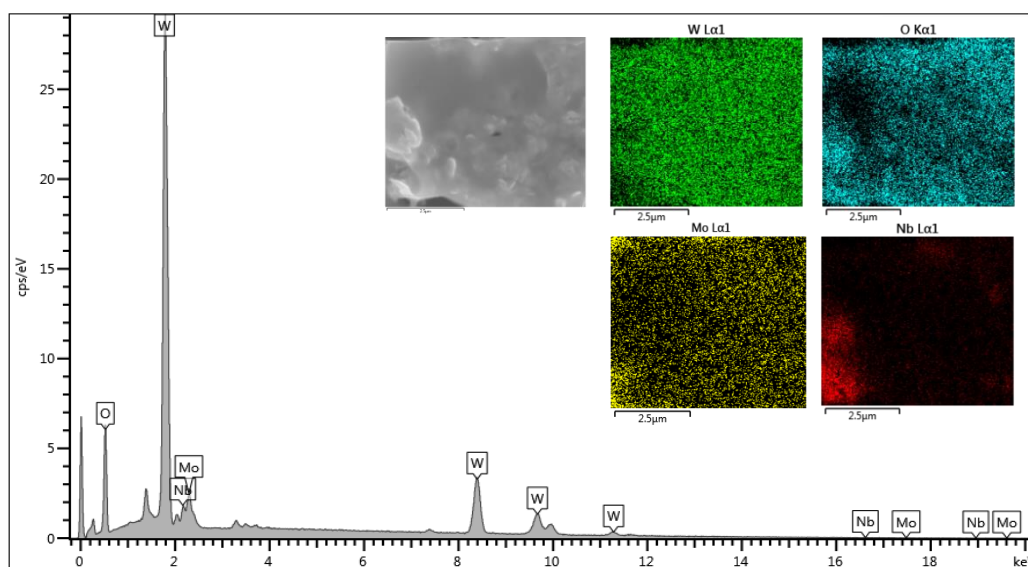
ผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบภายในฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์บริเวณที่สนใจเพื่อทำการสั่มตรวจการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบ โดยทำการศึกษาระบบที่มีการเกาะตัวของอนุภาคสีขาวขนาดใหญ่ที่คาดว่าจะเป็นการเกาะรวมตัวกัน

ของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่มีการปะปนกับทั้งสแตนไดรอกไซด์และโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ และการกระจายตัวของอนุภาคที่มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนบริเวณรอยแตกของแผ่นฟิล์ม ซึ่งทำให้เกิดการจับตัวกันของธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวของฟิล์มทั้งสแตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ได้ปริมาณของธาตุที่อยู่ในบริเวณสุมวิเคราะห์ ดังตารางที่ 4.2 ปรากฏว่าพบธาตุไนโอเบียมที่เป็นธาตุองค์ประกอบสำคัญของการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์



รูปที่ 4.13 การวิเคราะห์ EDX-mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบของฟิล์มทั้งสแตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

รูปที่ 4.13 และ รูปที่ 4.14 ภาพบริเวณที่มีการสุมวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบภายในฟิล์มทั้งสแตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 และ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ แสดงให้เห็นถึงการกระจายตัวของอนุภาคในบริเวณที่สุมวิเคราะห์พบธาตุไนโอเบียมเท่านั้น เป็นผลจากการเจือไนโอเบียมปริมาณน้อย เมื่อพิจารณาการกระจายตัวของอนุภาค ปรากฏว่า ผลจากการวิเคราะห์ในบริเวณที่เป็นอนุภาคและบริเวณรอยแตกของฟิล์ม จะมีปริมาณของธาตุทั้งสแตน โมลิบดีนัม และไนโอเบียมที่มากกว่าบริเวณที่เป็นผิวเรียบ เนื่องจากอนุภาคบางส่วนมีการเกาะตัวกันสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์พื้นผิวฟิล์มด้วยเทคนิค SEM ที่ให้ผลจากการวิเคราะห์ว่าอนุภาคสีขาวเกาะรวมกันทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่บริเวณรอยแตก ซึ่งเกิดจากการรวมตัวกันของทั้งสแตนไดรอกไซด์และโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์

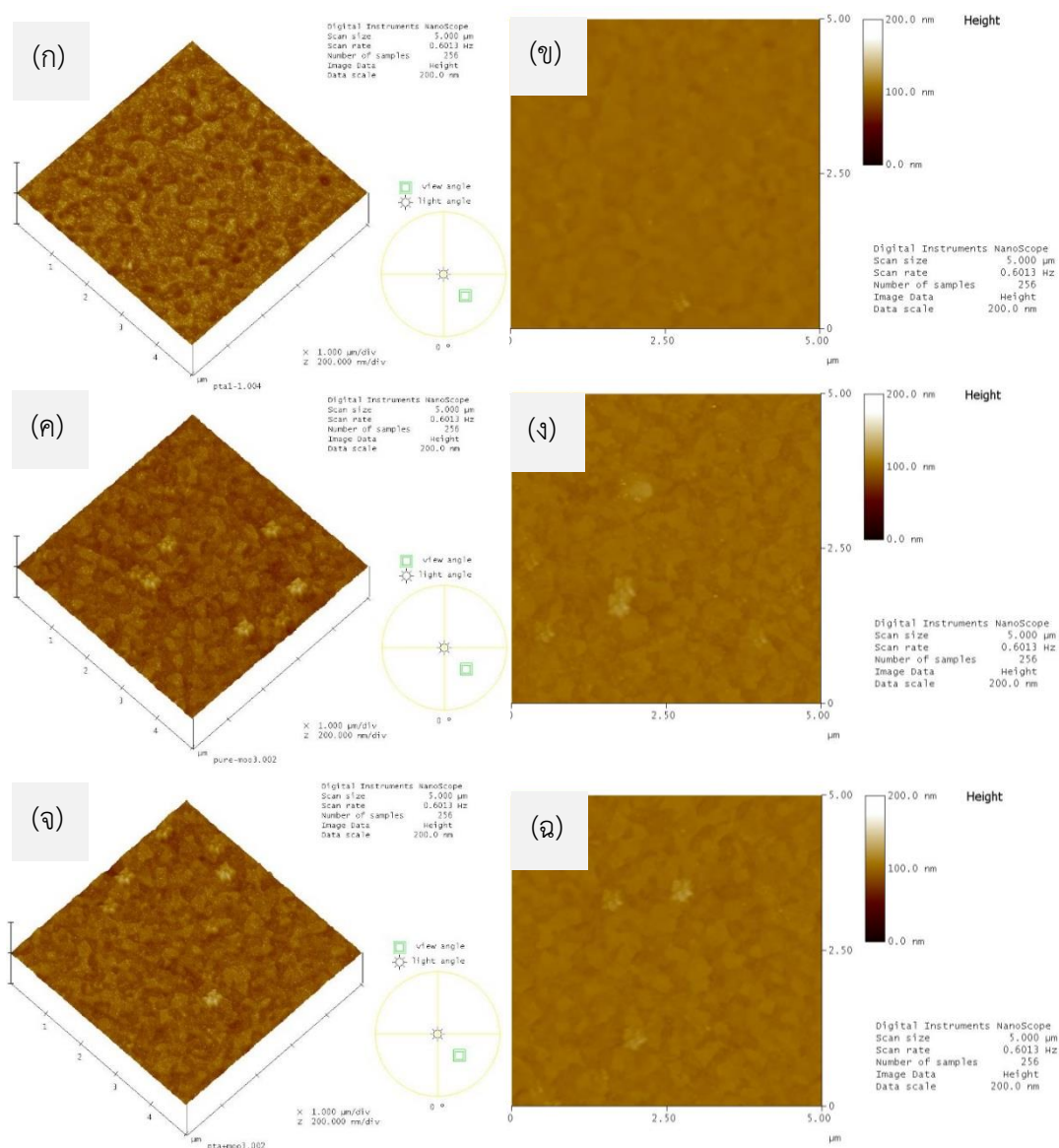


รูปที่ 4.14 การวิเคราะห์ EDX-mapping เฉพาะจุดและลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์ โดยโมลร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

จากการวิเคราะห์ EDX mapping เฉพาะจุด แสดงดังรูปที่ 4.13 ถึง รูปที่ 4.14 การกระจายตัวของธาตุทั้งสแตน โมลิบดีนัม ออกซิเจน และไนโอเบียม ในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ 0.1 และ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ พบว่า ฟิล์มมีความขรุขระ ลักษณะผลึกเป็นก้อนเกาะอยู่บนผิวฟิล์ม เมื่อทำการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุ พบว่า มีการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ สามารถสรุปได้ว่าเป็นอนุภาคของไนโอเบียมที่มีการกระจายตัวบางบริเวณ และมีการเกาะรวมตัวของทั้งสแตนและโมลิบดีนัมอยู่ภายใน และเมื่อทำการพิจารณาจากรูปที่ 4.14 พบว่า อนุภาคของธาตุไนโอเบียมบนฟิล์มกระจายตัวไม่สม่ำเสมอลักษณะเป็นกลุ่มก้อนจับตัวกันหนาแน่นเพียงบริเวณหนึ่งเท่านั้น คล้ายกับงานวิจัยของ A. V. Rosario และ คณะ [32] เมื่ออนุภาคของไนโอเบียมเพนทอกไซด์บนผิวฟิล์มมีการเจือสารตัวเติม ทำให้ความขรุขระเพิ่มขึ้น เกิดการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX-mapping สรุปได้ว่าอนุภาคขนาดใหญ่บริเวณรอยแตกฟิล์ม คือ อนุภาคของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ โดยอนุภาคเหล่านี้กระจายตัวห่างกัน ไม่สม่ำเสมอ จากการทดสอบการเปลี่ยนแปลงของสีที่มีผลต่อสมบัติอิเล็กทรอนิกส์การเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์แสดงค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ดี แต่เนื่องจากฟิล์มไม่ได้เกิดการเชื่อมกันเป็นโครงข่าย ทำให้การเปลี่ยนสีกลับไปกลับมาของฟิล์มมีอายุการใช้งานที่ไม่ดีนั่นเอง

4.1.5 ผลการวิเคราะห์ลักษณะความขรุขระของฟิล์มด้วยเทคนิค AFM

ผลจากการศึกษาโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม ในเบื้องต้นทำให้ทราบผลเกี่ยวกับบริเวณผิวของฟิล์ม เมื่อมีการเจือสารเข้าไปสู่ภายในระบบลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม มีอนุภาคสีขาวเกิดขึ้น ความขรุขระเพิ่มขึ้น และเพื่อวิเคราะห์สภาพพื้นผิวฟิล์มที่มีการเจือที่ละเอียดขึ้น จึงได้ทดสอบด้วยเทคนิค AFM เพื่อตรวจดูความขรุขระของผิวฟิล์ม (รูปที่ 4.15) แสดงภาพในแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ



รูปที่ 4.15 ภาพถ่าย AFM ในรูปแบบ (ขวา) 2 มิติ และ (ซ้าย) 3 มิติ ของ (ก, ข) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ (ค, ง) ฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ และ (จ, ฉ) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ

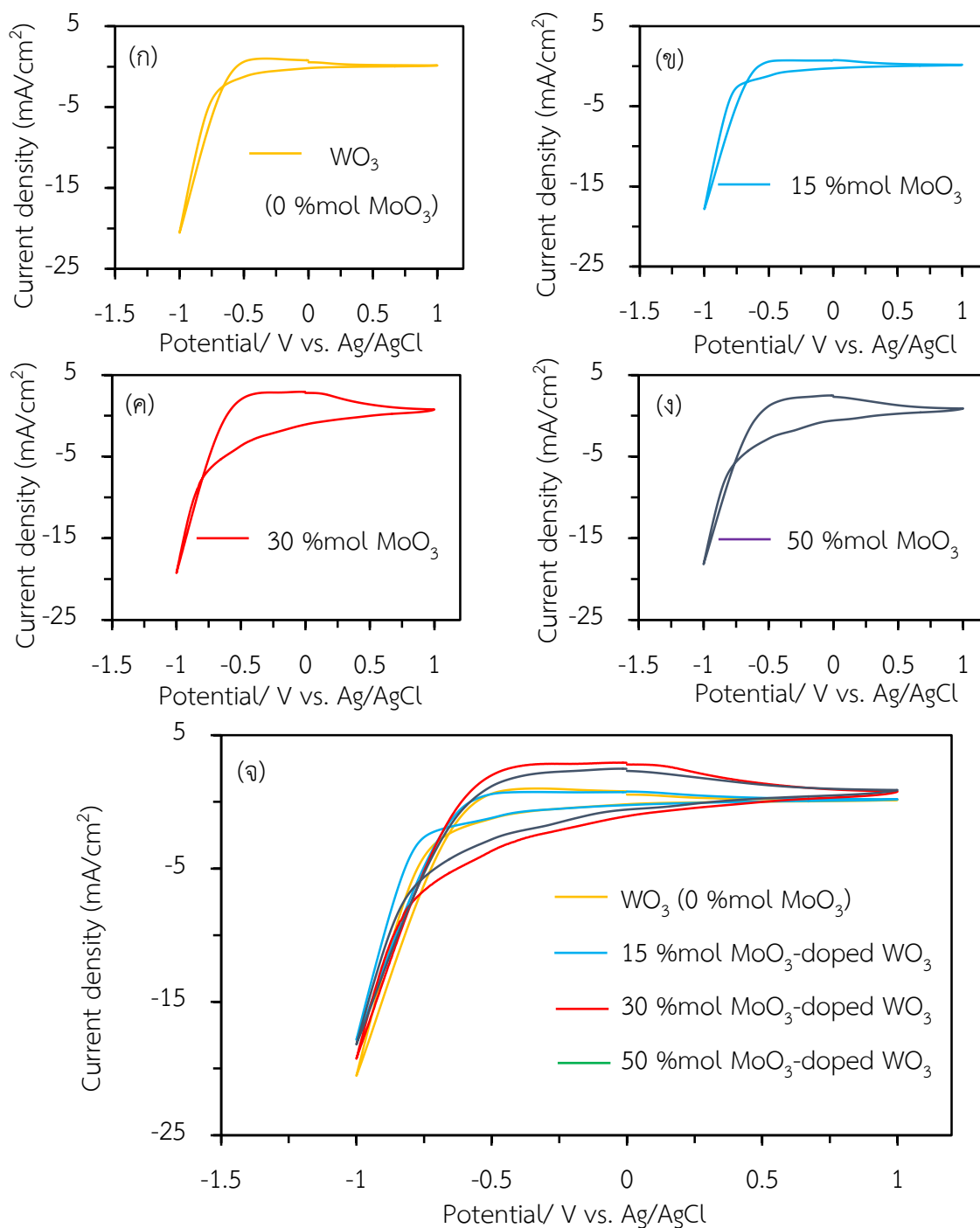
รูปที่ 4.15 แสดงภาพของผิวฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ ฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์และฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยมวล พบว่า พื้นผิวของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่ไม่ได้เจือสารใด (รูปที่ 4.15 ก และ รูปที่ 4.15 ข) จะมีสภาพพื้นผิวค่อนข้างเรียบ เมื่อเทียบกับฟิล์มโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ (รูปที่ 4.15 ค และ รูปที่ 4.15 ง) แต่เมื่อเจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์เข้าไป ส่งผลให้ผิวของฟิล์มเกิดความขรุขระขึ้น สังเกตได้จากอนุภาคสีขาวที่เกาะบนผิวฟิล์มอย่างชัดเจน สภาพพื้นผิวมีความขรุขระ (รูปที่ 4.15 จ และ รูปที่ 4.15 ฉ) ทำให้ฟิล์มมีพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้นเป็นผลดีต่อสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจาก การที่ฟิล์มมีผิวที่พื้นในการทำปฏิกิริยามาก ทำให้อิเล็กโทรไลต์สามารถสัมผัสกับผิวของฟิล์มได้ดี ส่งต่อการเกิดปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มได้ดี

เนื่องจากฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยมวลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยมวล จากการศึกษาผลของโครงสร้าง รูปร่าง ขนาดและลักษณะพื้นผิว (หัวข้อที่ 4.1.3 และ หัวข้อที่ 4.1.4) พบว่า อนุภาคของธาตุนิโอเบียมมีการจับตัวกัน อัดแน่นจนอนุภาคมีขนาดใหญ่เกาะอยู่บนผิวฟิล์ม ทำให้การวิเคราะห์ความขรุขระด้วยเทคนิค AFM ไม่สามารถทำการวิเคราะห์ค่าได้ เมื่อทดสอบในบริเวณพื้นผิวเรียกกลับพบเพียงความขรุขระของผิววัสดุรองรับกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO เท่านั้นเอง

4.2 สมบัติอิเล็กทรอนิกส์ของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์และไนโอเบียมเพนทอกไซด์

4.2.1 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของสีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลเทมเมทรีแบบรอบ

สมบัติอิเล็กทรอนิกส์ของฟิล์มสามารถวัดได้จากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของสีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลเทมเมทรี ซึ่งผลที่แสดงค่าออกมาสามารถเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีของฟิล์มที่เกิดขึ้นได้ โดยการนำค่ากระแสที่วัดได้มาคำนวณหาสัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์ม อีกทั้งสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ของฟิล์มนั้นยังสามารถวัดได้จากสมบัติการส่องผ่านแสงของฟิล์ม จากการศึกษาค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงของฟิล์มในช่วงแสงที่ตาสามารถมองเห็นได้ (380 ถึง 730 นาโนเมตร) ฟิล์มที่มีค่าความแตกต่างของการส่องผ่านแสงมากที่สุด แสดงว่าเป็นฟิล์มที่สามารถเปลี่ยนสีกลับไปมาได้ดีที่สุด โดยการเปลี่ยนสีของฟิล์มจำนวน 1 รอบของปฏิกิริยาที่ทำการศึกษานั้น ใช้เวลาโดยประมาณ 40 วินาที ฟิล์มเปลี่ยนสีจากฟิล์มใสไม่มีสีจนกระทั่งกลายเป็นฟิล์มที่มีสีน้ำเงินเข้ม และสู่สถานะฟิล์มจางสีได้ โดยใช้เวลาประมาณ 20 วินาที (จากการวิเคราะห์ด้วยไซคลิกโวลเทมเมทรีแบบรอบ)



รูปที่ 4.16 ไชคลิกโวลเทมโมแกรมของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ (ก) ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ แสดงผลการเจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือ (ข) 15 (ค) 30 และ (ง) 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ และ (จ) ไชคลิกโวลเทมโมแกรมเปรียบเทียบผลของปริมาณโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์

จากรูปที่ 4.16 ก ถึง รูปที่ 4.16 ง แสดงไซคลิกโวลเทมโมแกรมแบบรอบของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ และฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไบนีไมด์ไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 15, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (ฟิล์ม 1 ชั้น) ตามลำดับ และรูปที่ 4.16 จ แสดงไซคลิกโวลเทมโมแกรมเปรียบเทียบระหว่างผลของปริมาณโพลีไบนีไมด์ไดรออกไซด์ต่อความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไบนีไมด์ไดรออกไซด์ โดยที่จุดที่มีค่าความต่างศักย์ -1 โวลต์จะเป็นตำแหน่งที่ฟิล์มเกิดการเปลี่ยนสถานะเป็นสีน้ำเงินชัดเจนที่สุด และเมื่อค่าความต่างศักย์เปลี่ยนแปลงจาก -1 จนถึง 1 โวลต์ ฟิล์มได้เกิดการถอนจำนวนของอิเล็กตรอนออกจากโครงสร้างของฟิล์ม ทำให้เมื่อถึงจุดที่ค่าความต่างศักย์มีค่าเท่ากับ 1 โวลต์ ฟิล์มจะเกิดการกลับสีที่สมบูรณ์ คือ ฟิล์มจะอยู่ในภาวะจางสี ต่อจากนั้นเมื่อความต่างศักย์เกิดการเปลี่ยนแปลงจาก 1 ถึง -1 โวลต์ เป็นช่วงที่ฟิล์มมีการแทรกตัวของอิเล็กตรอนเข้าไปสู่ภายใน ทำให้ฟิล์มเกิดการเปลี่ยนแปลงไปในภาวะมีสีอีกครั้ง โดยพิจารณาจากรูปที่ 4.16 จ ทำให้เห็นความแตกต่างของตำแหน่งพิกแอนดิกของฟิล์มที่แตกต่างกันชัดเจน โดยพิกจะเปลี่ยนตำแหน่งพิกในเป็นช่วงปฏิกิริยาเกิดการสูญเสียอิเล็กตรอน แล้วทำให้ฟิล์มเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเข้มกลับมาสู่ภาวะที่ฟิล์มสีใส พบว่า พิกแอนดิกของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไบนีไมด์ไดรออกไซด์ 15 เปอร์เซ็นต์โดยโมล มีพิกสูงสุดซึ่งแสดงว่าฟิล์มมีการกลับสีที่ดีที่สุดนั่นเอง โดยเมื่อนำค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากกราฟไปคำนวณสัมประสิทธิ์การแพร่ (Diffusion coefficient, D) ค่า D สามารถคำนวณได้จากสมการของ Randles Servcik ในสมการที่ 4.1 [17, 49] ค่าที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.3

$$i_p = 2.69 \times 10^5 n^{3/2} AD^{1/2}Cv^{1/2} \quad 4.1$$

โดยที่ i_p คือ กระแสไฟฟ้าที่จุดสูงสุด (แอมแปร์)

n คือ จำนวนอิเล็กตรอนที่เปลี่ยนแปลงในปฏิกิริยา

A คือ พื้นที่หน้าตัดของขั้วไฟฟ้าทำงาน (ตารางเซนติเมตร)

D คือ ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (ตารางเซนติเมตรต่อวินาที)

C คือ ความเข้มข้นของอิเล็กโทรไลต์ (โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

V คือ อัตราการเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าในการวิเคราะห์ (โวลต์ต่อวินาที)

จากตารางที่ 4.3 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของอิเล็กตรอนฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์และฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไบนีไมด์ไดรออกไซด์ พบว่า ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโพลีไบนีไมด์ไดรออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่สูงสุด คือ 1.24×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์ที่ไม่ได้เจือโพลีไบนีไมด์ไดรออกไซด์ พบว่า มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เพียง 0.126×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที โดยเมื่อทำการเจือ

โมลิบดีนัมไดออกไซด์เพิ่มขึ้นเป็น 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล พบว่า มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ลดลง เท่ากับ 0.589×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที (ตัวอย่างการคำนวณแสดงในรูปที่ 2.13)

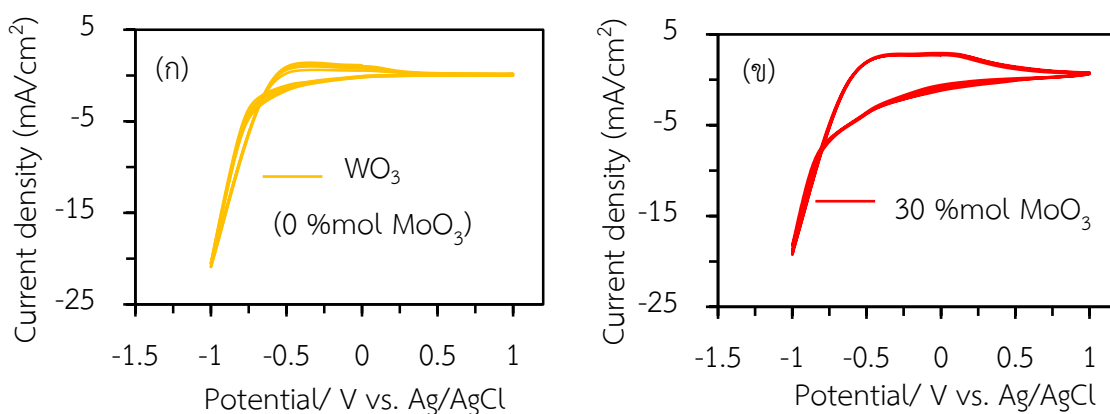
ตารางที่ 4.3 สัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์มทังสเตนไดออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดออกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน

ตัวอย่าง	ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (ตารางเซนติเมตรต่อวินาที)
WO ₃ (0 %mol MoO ₃)	0.126×10^{-9}
15 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	0.181×10^{-9}
30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	1.24×10^{-9}
50 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	0.589×10^{-9}

จากการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ สามารถอธิบายได้ว่า การที่ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ลดลงนั้น เกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่อยู่ภายในโครงสร้างของฟิล์มมีการเคลื่อนที่ได้ลำบาก ซึ่งส่งผลมาจากอนุภาคของทังสเตนไดออกไซด์และโมลิบดีนัมไดออกไซด์จับตัวกันอย่างหนาแน่น เป็นผลทำให้ฟิล์มมีการกระจายตัวของอนุภาคอย่างไม่สม่ำเสมอ (จากหัวข้อที่ 4.1.1 ถึงหัวข้อที่ 4.1.5) และเมื่อทำการทดสอบสมบัติการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มที่สังเคราะห์ได้ แสดงให้เห็นว่าปริมาณการเจือโมลิบดีนัมไดออกไซด์ที่เหมาะสมที่สุด คือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (จากตารางที่ 4.3) ปริมาณของสารเจือโมลิบดีนัมไดออกไซด์ ทำให้ฟิล์มทังสเตนไดออกไซด์ที่มีการเจือโมลิบดีนัมไดออกไซด์เกิดพื้นที่ผิวและความขรุขระของฟิล์มมาก และมีการสัมผัสกับอิเล็กโทรไลต์อย่างทั่วถึงกัน จึงทำให้สามารถปรับปรุงประสิทธิภาพของฟิล์มทังสเตนไดออกไซด์ได้ดีที่สุด เมื่อเทียบกับฟิล์มทังสเตนไดออกไซด์ที่ไม่ได้เจือสารใดเลย

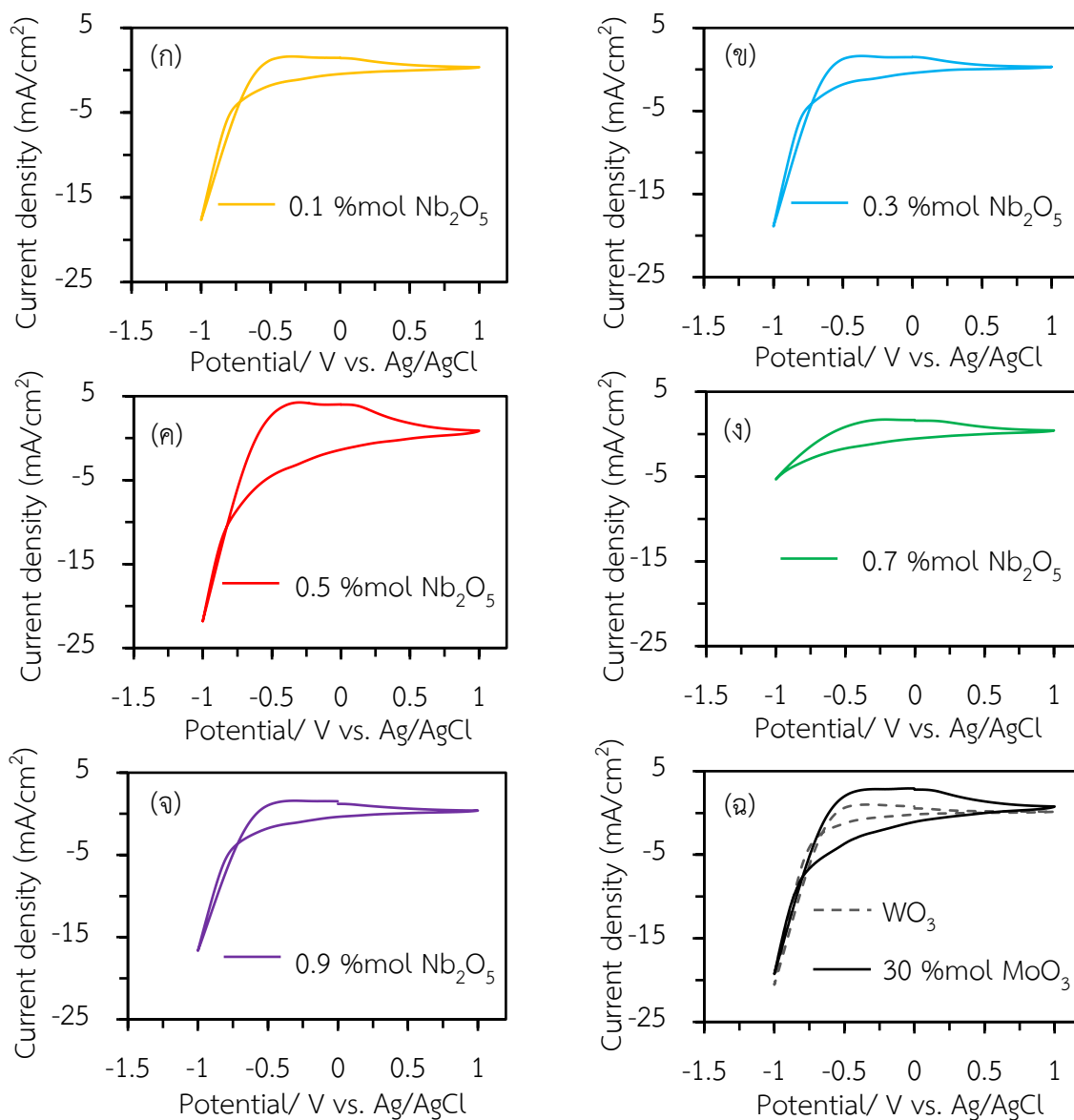
จากนั้น จึงได้ทำการศึกษาสมบัติการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มในจำนวนรอบที่เพิ่มขึ้น โดยเพิ่มจำนวนรอบเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มเป็นจำนวน 5 รอบ เพื่อศึกษาแนวโน้มอายุการใช้งานของฟิล์มทังสเตนไดออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (รูปที่ 4.17) พบว่า การเปลี่ยนสีของฟิล์มทังสเตนไดออกไซด์ที่ไม่ได้เจือสารใดมีความเสถียรของรอบการเปลี่ยนสีที่มากกว่าฟิล์มที่เจือโมลิบดีนัมไดออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล และส่งผลทำให้ความกว้างของพีคมีแนวโน้มลดลงเรื่อย ๆ เมื่อเพิ่มจำนวนรอบให้สูงขึ้น อย่างไรก็ตามฟิล์มทังสเตนไดออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล กลับพบว่าการลดลงของ

ฟิล์มมีแนวโน้มที่น้อยกว่าและยังคงความกว้างของพีคที่สูงกว่าฟิล์มที่ไม่ได้เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ทำให้การเปลี่ยนสีของฟิล์มมีประสิทธิภาพที่ดีกว่าฟิล์มทั้งสแตนไดรอกไซด์ที่ไม่ได้เจือสารใดเลย เนื่องจากพื้นที่ผิวของฟิล์มมีความขรุขระเพิ่มขึ้น เมื่อมีการเจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เข้าไป (จากหัวข้อที่ 4.1.3 ถึงหัวข้อที่ 4.1.5)

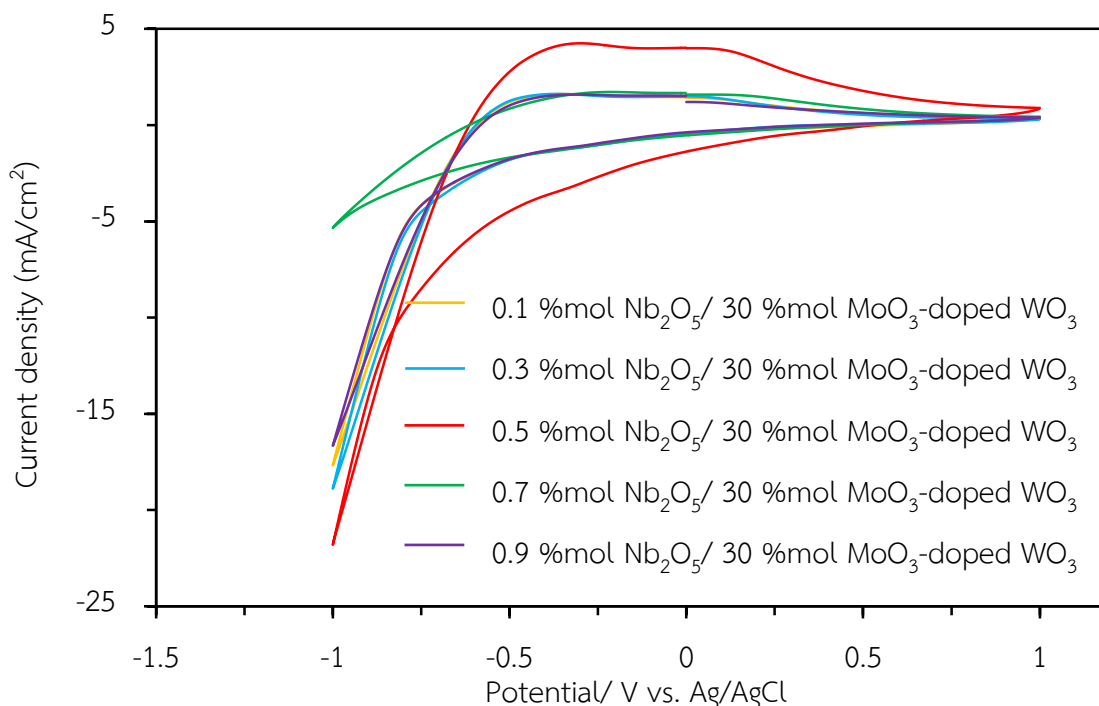


รูปที่ 4.17 ไชคคลิกโวลเทมโมแกรมในจำนวน 5 รอบการเปลี่ยนสีกลับไปกลับมา แสดงระหว่าง (ก) ฟิล์มทั้งสแตนไดรอกไซด์ และ (ข) ฟิล์มทั้งสแตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

ซึ่งเมื่อได้ผลจากการศึกษาฟิล์มทั้งสแตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลแล้ว จึงได้ทำการศึกษาเพิ่มเติมโดยการนำทั้งสแตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เจือร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณสัดส่วนการเจือ 0.1 ถึง 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เพื่อปรับปรุงโครงสร้างและความสามารถของสมบัติการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มให้ดีขึ้น โดยศึกษาผลของฟิล์มที่มีปริมาณสารเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน จุดมุ่งหมายในการศึกษา ต้องการให้ฟิล์มที่มีการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ร่วมอยู่นั้น ส่งผลให้ฟิล์มมีการเปลี่ยนสีเข้มขึ้น จากผลทดสอบสมบัติการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มทั้งสแตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ แสดงดังรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 ไชคลิกโวลเทมโมแกรมของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือด้วยไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ (ก) 0.1 (ข) 0.3 (ค) 0.5 (ง) 0.7 และ (จ) 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ และ (ฉ) ไชคลิกโวลเทมโมแกรมเปรียบเทียบของปริมาณโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณ 0 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์



รูปที่ 4.19 ไชคลิกโวลเทมโมแกรมเปรียบเทียบผลของปริมาณไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 ถึง 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

จาก รูปที่ 4.18 ก ถึงรูปที่ 4.18 จ พบว่า ฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตำแหน่งพิกของกราฟที่กว้างกว่าฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ 0.1 และ 0.3 เปอร์เซ็นต์โดยโมล จากนั้นทำการพิจารณาฟิล์มที่เจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์เพิ่มมากขึ้นเป็น 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล พิกของกราฟกลับเพิ่มสูงขึ้นกว่าเดิม มากกว่าความกว้างของพิกฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล จากนั้น ทดลองเพิ่มปริมาณการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ให้มากขึ้นอีก 0.7 และ 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ กลับพบว่า พิกของกราฟที่ได้มีความกว้างที่ลดน้อยลงเรื่อย ๆ แสดงว่าความสามารถในการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มนั้นด้อยลง ซึ่งเมื่อนำค่ากระแสที่วัดได้จากกราฟมาคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ สามารถส่งผล ทำให้เห็นความแตกต่างที่ได้ชัดเจนมากขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 สัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน

ตัวอย่าง	ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (ตารางเซนติเมตรต่อวินาที)
0.1 %mol Nb ₂ O ₅ /30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	0.317×10^{-9}
0.3 %mol Nb ₂ O ₅ /30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	0.351×10^{-9}
0.5 %mol Nb ₂ O ₅ /30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	1.93×10^{-9}
0.7 %mol Nb ₂ O ₅ /30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	0.309×10^{-9}
0.9 %mol Nb ₂ O ₅ /30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	0.294×10^{-9}

จากตารางที่ 4.4 สัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนปริมาณการเจือ 0.1, 0.3, 0.5, 0.7 และ 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ พบว่า เมื่อมีการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์เข้าไปในระบบ ส่งผลทำให้ความสามารถในการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มค่อย ๆ เพิ่มขึ้น

ซึ่งฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่สูงที่สุด คือ 1.93×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มของฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนปริมาณการเจือ 0.1 และ 0.3 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เพียง 0.317×10^{-9} และ 0.351×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที ตามลำดับ โดยเมื่อทำการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์เพิ่มขึ้นเป็น 0.7 และ 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล พบว่า มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ลดลง เท่ากับ 0.309×10^{-9} และ 0.294×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที ตามลำดับ เนื่องจากไนโอเบียมเพนทอกไซด์มีช่องว่างของวงแถบพลังงานเท่ากับ 3.4 ถึง 4.0 อิเล็กตรอนโวลต์ [50] ส่งผลต่อการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่อยู่ภายในโครงสร้างของฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์มีการเคลื่อนที่ได้คล่องตัวขึ้น จากงานวิจัยของ M. Schmitt และ คณะ [50] รายงานว่า ไนโอเบียมเพนทอกไซด์มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ที่ส่งเสริมการเปลี่ยนแปลงของสีกลับไปกลับมาได้จำนวน 5,000 รอบ ถึงความหนาของฟิล์มจะมีขนาด 180 นาโนเมตร จากงานวิจัยเมื่อทำการทดสอบสมบัติการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มที่สังเคราะห์ได้ เมื่อมีการเจือไนโอเบียมในสัดส่วนที่เพิ่มขึ้น การเปลี่ยนสีของฟิล์มแสดงค่าการส่งผ่านแสงได้น้อยลง (จากหัวข้อที่ 4.2.2) เนื่องจากอนุภาคไนโอเบียมมีการเกาะตัวเป็นกลุ่มก้อน การกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ ส่งผลให้เกิดการจับกลุ่มกันบางบริเวณในทังสเตนไดร

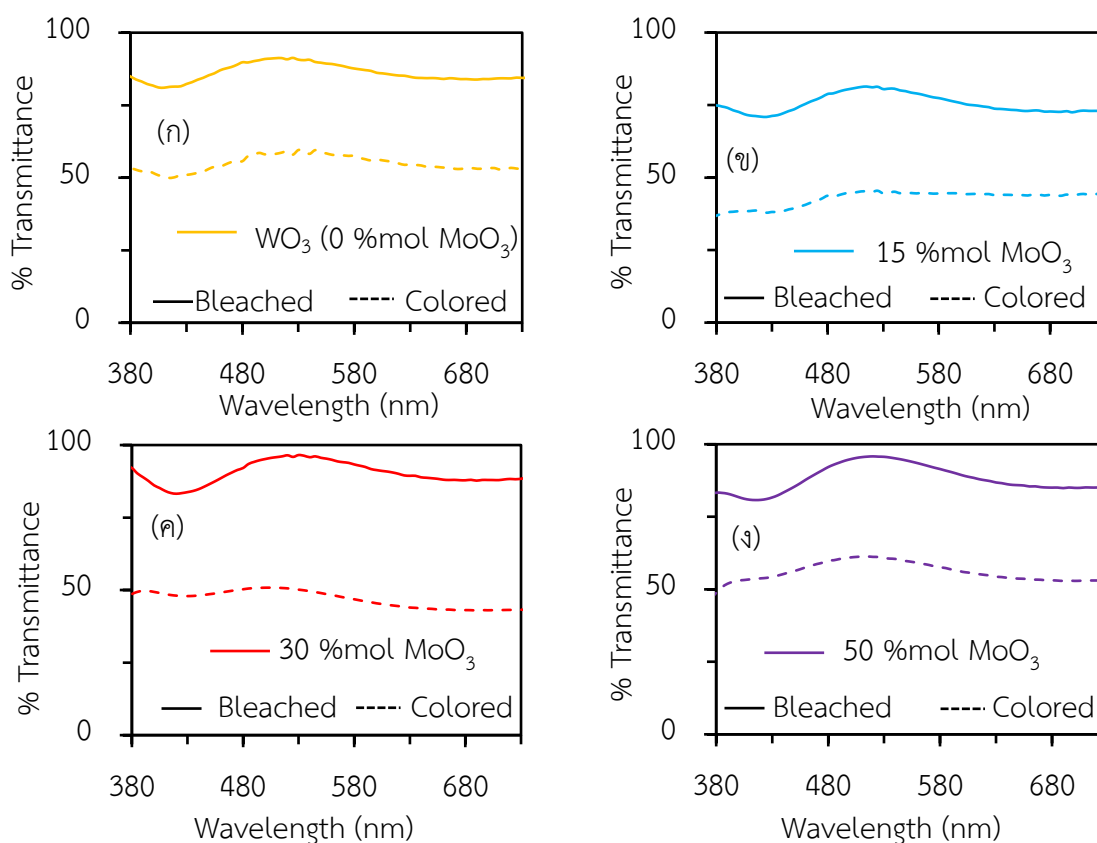
ออกไซด์ที่เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ อนุภาคที่ตรวจพบจับตัวกัน ลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเพิ่มขึ้น ทำให้ฟิล์มมีความขรุขระ เกิดพื้นผิวฟิล์มเพิ่มขึ้น (จากหัวข้อที่ 4.1.3 ถึงหัวข้อที่ 4.1.5) ส่งผลต่อการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนสัมผัสกับอิเล็กโทรไลต์อย่างทั่วถึงกันในระบบดีขึ้น อย่างไรก็ตามการเจือด้วยไนโอเบียมเพนทอกไซด์แสดงให้เห็นว่าปริมาณการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่เหมาะสมที่สุด คือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (จากตารางที่ 4.2) แต่เมื่อเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์มากขึ้น 0.7 และ 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมลทำให้ระบบเกิดความแปรปรวนจากการรวมเกาะตัวของอะตอมทั้งสแตนและโมลิบดีนัม [43] (จากหัวข้อที่ 4.1.3) ซึ่งการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ สามารถปรับปรุงประสิทธิภาพของฟิล์มทั้งสแตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ได้ เมื่อเทียบกับฟิล์มทั้งสแตนไตรออกไซด์ที่เจือด้วยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เพียงอย่างเดียว แต่การเกาะติดของฟิล์มจะต้องมีการปรับปรุงเทคนิคการขึ้นรูปฟิล์มเพื่อให้ฟิล์มติดแน่นขึ้นต่อไป

4.2.2 การวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านแสงด้วยเทคนิค UV-Vis

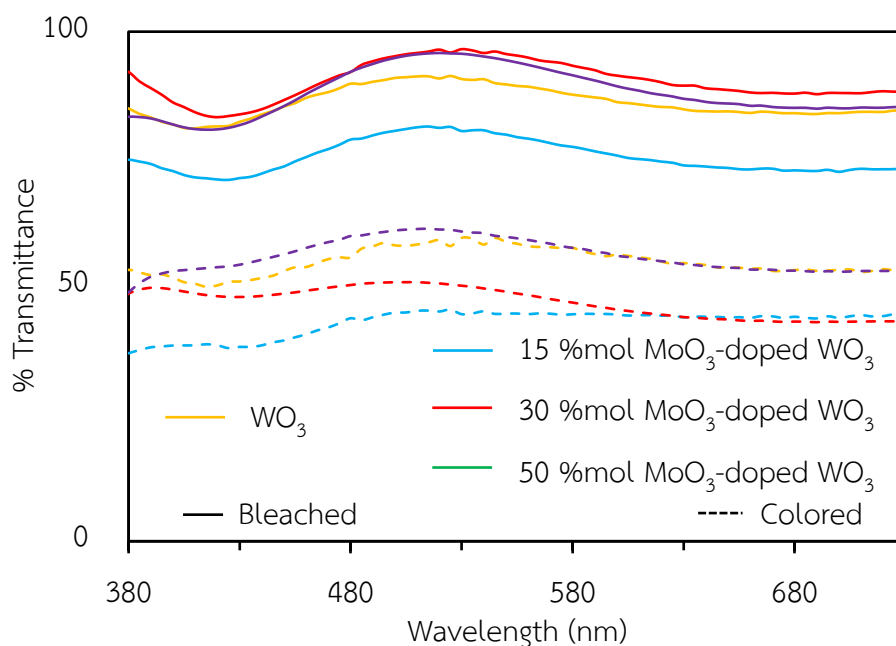
จากผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ค่าการส่องผ่านของแสงที่ได้จากฟิล์มทั้งสแตนไตรออกไซด์และฟิล์มทั้งสแตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สัดส่วนการเจือต่างกันนั้น สามารถทำได้โดยใช้เทคนิค UV-Vis โดยเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงของสีฟิล์ม คือ ทดสอบฟิล์มขณะเปลี่ยนสีจากภาวะใสไม่มีสีเป็นฟิล์มที่มีสีน้ำเงิน และวัดค่าหลังฟิล์มจางสีกลับภายหลังการเกิดสี ในช่วงความยาวคลื่นของแสงที่ตาของมนุษย์ทั่วไปสามารถมองเห็นได้ (Visible light) ระหว่างความยาวคลื่น 380 ถึง 730 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.20 พบว่า ฟิล์มทั้งสแตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลนั้น เมื่อทำการวัดค่าความแตกต่างการส่องผ่านของแสงที่ได้จากฟิล์ม ขณะที่ฟิล์มเกิดการเปลี่ยนสี จากภาวะไม่มีสีเป็นสีน้ำเงินและจางกลับสี ให้ค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงเฉลี่ยมากที่สุด คือ 44.04 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มทั้งสแตนไตรออกไซด์และฟิล์มทั้งสแตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ 15 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล แสดงในตารางที่ 4.5 กลับให้ค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงเฉลี่ย เท่ากับ 31.57, 32.88 และ 32.63 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ

ตารางที่ 4.5 ค่าความแตกต่างเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงเฉลี่ยของฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์และฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน

ตัวอย่าง	การส่องผ่านแสง (เปอร์เซ็นต์)		
	สถานะจางสี	สถานะเกิดสี	ผลต่างการส่องผ่านของแสง
WO ₃ (0 %mol MoO ₃)	85.83	54.26	31.57
15 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	74.79	41.91	32.88
30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	90.25	46.21	44.04
50 %mol MoO ₃ -doped WO ₃	86.94	54.31	32.63



รูปที่ 4.20 ค่าการส่องผ่านแสงในฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (ก) ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์ แสดงผลการเจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือ (ข) 15 (ค) 30 และ (ง) 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ



รูปที่ 4.21 ค่าการส่องผ่านแสงเปรียบเทียบระหว่างผลของปริมาณโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทั้งสแตนด์ตรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์

จากตารางที่ 4.5 แสดงค่าความแตกต่างเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงในฟิล์มทั้งสแตนด์ตรอกไซด์และฟิล์มทั้งสแตนด์ตรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน พบว่า ค่าความแตกต่างเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงที่ได้จากฟิล์มเพิ่มขึ้น เมื่อเจือด้วยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เพิ่มขึ้น และกลับลดค่าลงในลำดับต่อมา เป็นผลจากฟิล์มขณะทำการเริ่มต้นทดสอบการเปลี่ยนสีนั้น ฟิล์มที่เคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO พื้นผิวของฟิล์มเป็นมีอนุภาคลักษณะขาวขุ่นกระจายอยู่ทั่วบริเวณ เกิดจากการเกาะตัวกันของอนุภาคทั้งสแตนด์ตรอกไซด์และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ทำให้ฟิล์มที่ได้มีลักษณะเรียบไม่สม่ำเสมอ ส่งผลกระทบต่อความเข้มของสีขณะการเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินและความขุ่นของฟิล์มขณะจางสี ทำให้ปริมาณแสงสามารถส่องผ่านกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ได้น้อย (หัวข้อที่ 4.1.3 ถึง หัวข้อที่ 4.1.5)

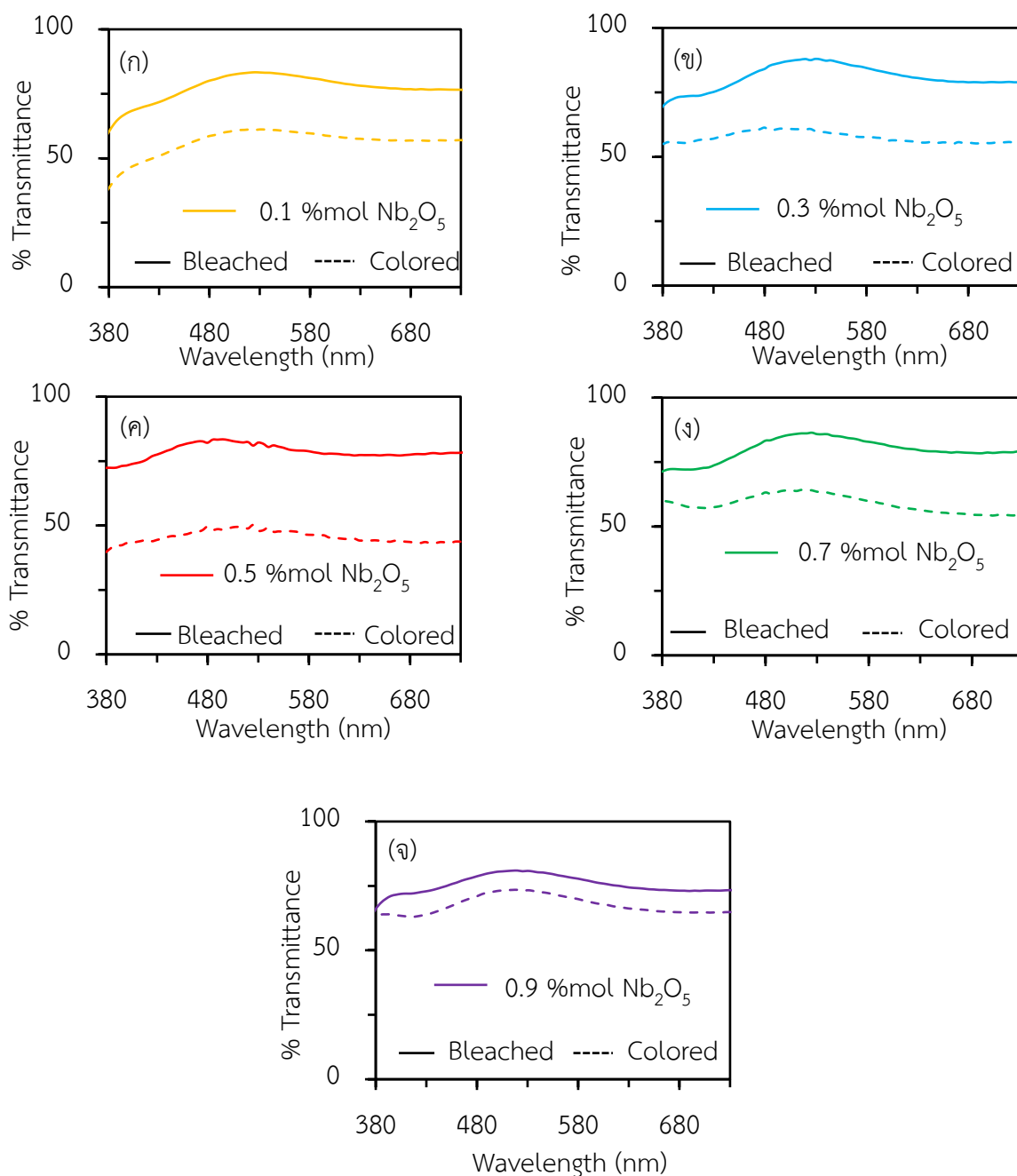
จากนั้น ได้ทำการนำฟิล์มทั้งสแตนด์ตรอกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกัน วัดค่าการส่องผ่านแสงเพื่อสังเกตค่าความแตกต่างของแสงที่ส่องผ่านฟิล์มเปรียบเทียบระหว่างฟิล์มที่อยู่ในสภาวะการเกิดสีโดยฟิล์มเปลี่ยนสีจากสภาวะไม่มีสีเป็นฟิล์มที่มีสีน้ำเงิน และฟิล์มสภาวะจางสีกลับภายหลังการเกิดสี ในช่วงความยาวคลื่นของแสง ระหว่างความยาวคลื่น 380 ถึง 730 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.22

พบว่า พิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกันั้น เมื่อทำการวัดค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงที่ได้จากฟิล์ม ขณะที่ฟิล์มเกิดการเปลี่ยนสี จากสภาวะไม่มีสีเป็นสีน้ำเงินและจางกลับสีให้ค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงมากที่สุดเท่ากับ 33.58 เปอร์เซ็นต์ นั้นคือ พิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล แสดงในตารางที่ 4.6 และเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 และ 0.3 เปอร์เซ็นต์โดยโมล กลับให้ค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงเท่ากับ 20.81 และ 21.69 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ จากนั้นค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงในฟิล์มลดลงเรื่อย ๆ เท่ากับ 20.18 และ 7.04 เปอร์เซ็นต์ เมื่อทำการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์เพิ่มขึ้น 0.7 และ 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

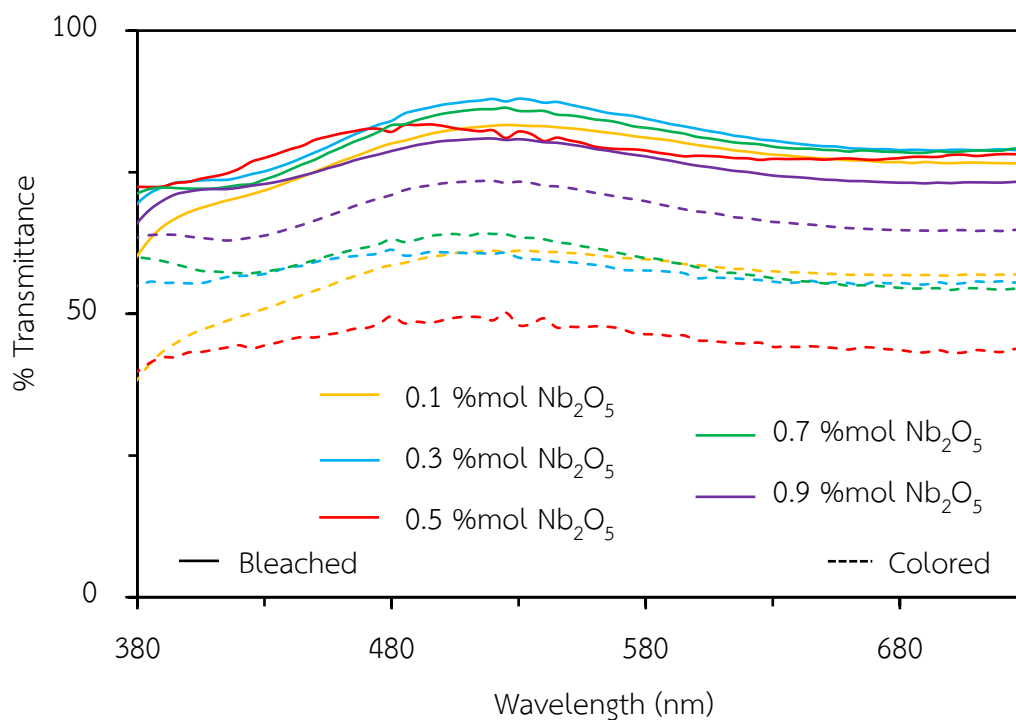
ตารางที่ 4.6 ค่าความแตกต่างเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงเฉลี่ยของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกันั้น

ตัวอย่าง	การส่องผ่านแสง (เปอร์เซ็นต์)		
	ภาวะจางสี	ภาวะเกิดสี	ผลต่างการส่องผ่านของแสง
30 %mol MoO ₃ -doped WO ₃			
0.1 %mol Nb ₂ O ₅	74.76	53.95	20.81
0.3 %mol Nb ₂ O ₅	78.76	57.07	21.69
0.5 %mol Nb ₂ O ₅	78.01	44.43	33.58
0.7 %mol Nb ₂ O ₅	78.48	58.30	20.18
0.9 %mol Nb ₂ O ₅	73.51	66.47	7.04

รูปที่ 4.22 ก ถึง รูปที่ 4.22 จ แสดงผลการวิเคราะห์ค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับการเจือด้วยไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ (ก) 0.1 (ข) 0.3 (ค) 0.5 (ง) 0.7 และ (จ) 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ และรูปที่ 4.23 แสดงผลการวิเคราะห์ค่าการส่องผ่านแสงเปรียบเทียบระหว่างผลของปริมาณไนโอเบียมเพนทอกไซด์ในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดินัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่สัดส่วนต่างกันั้น



รูปที่ 4.22 ค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์มทังสแตนไตรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือด้วยไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ที่ปริมาณการเจือ (ก) 0.1 (ข) 0.3 (ค) 0.5 (ง) 0.7 และ (จ) 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามลำดับ

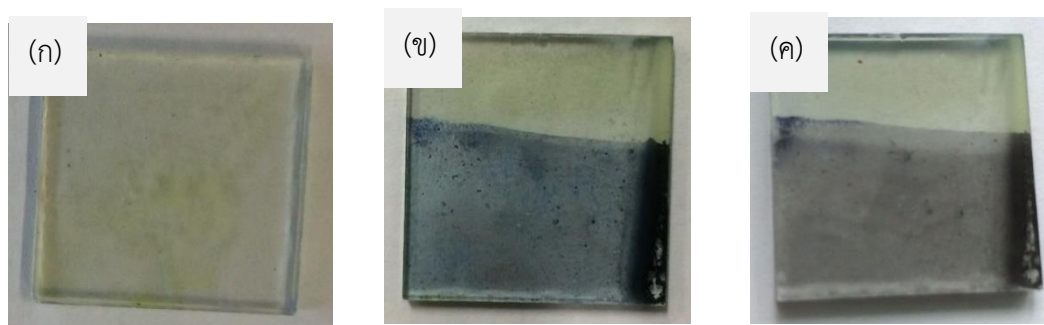


รูปที่ 4.23 ค่าการส่องผ่านแสงเปรียบเทียบผลของปริมาณไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 ถึง 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล

พบว่า ค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงในฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมลร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์นั้น มีค่าแตกต่างกันเพียงเล็กน้อยแต่เมื่อเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์เพิ่มขึ้นที่ปริมาณการเจือ 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมลพบว่า ค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์มมีค่าที่เท่ากับ 7.04 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO นั้น มีลักษณะขุ่นเกิดการเกาะรวมตัวของอนุภาคบนกระจกที่สามารถสังเกตเห็นได้อย่างชัดเจน ทำให้ภาวะเริ่มต้นของการวิเคราะห์ค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์มมีค่าค่อนข้างต่ำ จากคำนวณค่าความแตกต่างของเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-Vis ดังแสดงในตารางที่ 4.6

จากการวิเคราะห์ค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล มีค่ามากที่สุดคือ 44.04 เปอร์เซ็นต์ แต่เมื่อทำการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ร่วมด้วยในปริมาณที่แตกต่างกัน ทำให้ค่าการส่องผ่านของแสงในฟิล์มมีค่าสูงสุดเพียง 33.58 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมิต่ำลงจากเดิม เนื่องจากการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ไม่สามารถละลายในโซลทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ได้หมด ทำให้เกิดการเกาะตัวกัน

เป็นกลุ่มก้อน และการจับตัวกันระหว่าง ทั้งสแตนไดรออกไซด์ โมลิบดีนัมไดรออกไซด์ และไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ส่งผลทำให้เกิดเป็นอนุภาคขนาดใหญ่เกิดการกระจายตัวอยู่บนฟิล์ม (จากหัวข้อที่ 4.1.3 ถึงหัวข้อที่ 4.1.4) ส่งผลให้ฟิล์มที่ได้มีลักษณะขาวขุ่น โดยเมื่อเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์มากขึ้นการจับตัวเป็นอนุภาคนั้นเกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก ทำให้ฟิล์มมีลักษณะขุ่นเพิ่มขึ้น แสงจึงส่องผ่านได้น้อย แม้ว่าฟิล์มจะอยู่ในภาวะจางสี เป็นผลจากสีที่ค้ำเปลี่ยนคืนสภาวะเดิมได้ไม่หมดและความขุ่นของฟิล์มเริ่มต้น เมื่อมีการจางสีจึงทำให้เห็นความแตกต่างของสีที่เกิดขึ้นน้อยลงซึ่งเป็นผลมาจากการที่เกิดสีตกค้างในบริเวณที่มีอนุภาคเกาะรวมตัวกันอยู่เป็นจำนวนมาก ทำให้การกลับสีไม่สมบูรณ์ ซึ่งลักษณะการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบสามารถศึกษาจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และ EDX (จากหัวข้อที่ 4.1.3 ถึงหัวข้อที่ 4.1.4)



รูปที่ 4.24 ภาพเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงของสีฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เมื่ออยู่ในสภาวะต่าง ๆ (ก) ก่อนเปลี่ยนสี (ข) ขณะเกิดการเปลี่ยนสี และ (ค) ขณะจางสี ตามลำดับ

จากการศึกษาลักษณะสีของฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เมื่ออยู่ในสภาวะต่าง ๆ คือ ก่อนเปลี่ยนสี ขณะเกิดการเปลี่ยนสี และขณะจางสี (รูปที่ 4.24) พบว่า ก่อนเปลี่ยนสีฟิล์มจะมีลักษณะขาวขุ่นเล็กน้อย เมื่อมีการให้ความต่างศักย์ -1 โวลต์ พบว่า ฟิล์มเปลี่ยนสีกระฉกเป็นสภาวะเกิดสีน้ำเงินซึ่งสังเกตได้อย่างชัดเจน และเมื่อกลับค่าความต่างศักย์เป็น 1 โวลต์ ซึ่งเป็นค่าที่ทำให้ฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงกลับเป็นสีใสเหมือนเดิม แต่พบว่าฟิล์มมีการตกค้างของสีไม่สามารถกลับสีให้ใสได้เช่นเดิม เมื่อพิจารณาค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์ม (ตารางที่ 4.4) และค่าเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านของแสง (ตารางที่ 4.6) จะเห็นว่า ฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์เจือโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เป็นฟิล์มที่ดีที่สุดเมื่อเทียบกับการเจือด้วยไนโอเบียมเพนทอกไซด์ในสัดส่วน

ต่างกัน และการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มทั้งสแตนด์บายไดโอดและไดโอดร่วมด้วย โนโอเบียมเพนทอกไซด์ในสัดส่วนอื่น มีลักษณะการเปลี่ยนสีที่คล้าย ๆ กัน

จากการวิเคราะห์สมบัติอิเล็กทรอนิกส์ของฟิล์มทั้งสแตนด์บายไดโอดและไดโอดร่วมด้วย โนโอเบียมเพนทอกไซด์ไดโอด ผลการทดลองอธิบายได้ว่า ฟิล์มทั้งสแตนด์บายไดโอดและไดโอดร่วมด้วย โนโอเบียมเพนทอกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ส่งผลให้ฟิล์มมีประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสีที่ดีที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มไดโอดและไดโอดร่วมด้วย โนโอเบียมเพนทอกไซด์ในสัดส่วน 15 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล จากการพิจารณากราฟที่แสดงผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของสีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ซึ่งค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่วัดได้สามารถนำไปคำนวณหาสัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์ม ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่มากที่สุด เท่ากับ 1.24×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที เนื่องจาก การเจือ โนโอเบียมเพนทอกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ทำให้เพิ่มความเป็นผลึกและความขรุขระของฟิล์มทั้งสแตนด์บายไดโอดและไดโอดร่วมด้วย โนโอเบียมเพนทอกไซด์ โดยการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสสารอิเล็กทรอนิกส์ เมื่อนำเอาสัดส่วนของการเจือ โนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่เหมาะสมที่สุดไปทำการศึกษาเพิ่มเติม จากการศึกษาผลของการเจือ โนโอเบียมเพนทอกไซด์ร่วมด้วยเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของฟิล์มนั้น พบว่า การเจือโนโอเบียมเพนทอกไซด์เข้าไป ส่งผลทำให้ประสิทธิภาพของฟิล์มมีค่าที่เพิ่มขึ้นแสดงค่าเท่ากับ 1.93×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที แต่หากพิจารณาเสถียรภาพของฟิล์มเมื่อมีการเจือโนโอเบียมเพนทอกไซด์เข้าไป จากการวิเคราะห์การกระจายตัว อนุภาคเกิดการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน เกิดรอยแตกร้าวบนแผ่นฟิล์ม ส่งผลให้ฟิล์มหลุดลอกออกง่ายกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์มที่ไม่มีการเจือโนโอเบียมเพนทอกไซด์เข้าไปในระบบ

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 บทสรุป

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ฟิล์มทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์เจือโพลีไคโตนไดรอกไซด์ ด้วยวิธีโซล-เจล ขึ้นรูปด้วยวิธีการจุ่มเคลือบฟิล์ม 1 ชั้นบนกระจกนำไฟฟ้าชนิด ITO ซึ่งแปรค่าโพลีไคโตนไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 15 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เลือกค่าเปอร์เซ็นต์การเจือโพลีไคโตนที่ดีที่สุด โดยพิจารณาจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-Vis และทดสอบการเปลี่ยนแปลงสีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีแบบรอบ จากนั้นจึงศึกษาการทดลองเพิ่มประสิทธิภาพของฟิล์มที่มีสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ โดยการเจือไนโอเบียมเพนทอกไซด์ซึ่งแปรค่าไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 0.1 ถึง 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยโมล พบว่า ฟิล์มทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์ที่มีการเจือด้วยโพลีไคโตนไดรอกไซด์ที่ปริมาณการเจือ 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เป็นฟิล์มที่มีการเปลี่ยนสีและจางสีดีที่สุดจากค่าสัมประสิทธิ์การแพร่สูงที่สุด เท่ากับ 1.24×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที และค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงอยู่ที่ 44 เปอร์เซ็นต์ ฟิล์มมีโครงสร้างเป็นผลึก ซึ่งทั้งสแตนท์ไดรอกไซด์มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบโมนอกลิค และโพลีไคโตนไดรอกไซด์มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล พิจารณาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม มีความขรุขระใกล้เคียงกัน จากนั้นได้นำสัดส่วนการเจือด้วยโพลีไคโตนที่ดีที่สุดเจือร่วมกับไนโอเบียมเพนทอกไซด์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีของฟิล์ม พบว่า จากการวิเคราะห์โครงสร้างกลับไม่ปรากฏโครงสร้างผลึกของไนโอเบียมเพนทอกไซด์ การเจือด้วยไนโอเบียมเพนทอกไซด์ที่ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เป็นปริมาณที่มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่สูงที่สุดเท่ากับ 1.93×10^{-9} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที แต่การเจือด้วยไนโอเบียมเพนทอกไซด์ ทำให้ค่าความแตกต่างการส่องผ่านแสงลดลงเหลือประมาณ 33 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจาก อนุภาคไนโอเบียมเพนทอกไซด์เกิดการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อน การกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ และทำให้ฟิล์มมีลักษณะทึบแสงมากขึ้น และฟิล์มมีรอยแตกมาก เกาะติดผิวกระจกไม่แน่น

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. หาภาวะที่เหมาะสมของการเตรียมโซลและการควบคุมกระบวนการขึ้นรูปฟิล์มด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ ส่งผลให้ฟิล์มที่ได้มีความเรียบสม่ำเสมอ และมีเสถียรภาพ
2. ควรศึกษาจำนวนรอบในการทดสอบประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีกลับไปมาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีแบบรอบ
3. ควรศึกษาอิทธิพลของความหนาของฟิล์ม ที่มีผลต่อสมบัติอิเล็กทรอนิกส์

เอกสารอ้างอิง

- [1] B. Kattou, Y. E. Eli, A. Siegman and G. L. Frey, "Hybrid mesostructured electrodes for fast-switching proton-based solid state electrochromic devices," *Journal of materials Chemistry*, vol. 1, pp. 151-159, 2013.
- [2] T. He and J. Yao, "Photochromism in composite and hybrid materials based on transition-metal oxides and polyoxometalates," *Progress in Materials Science*, vol. 51 (6), pp. 810-879, 2006.
- [3] P. Jittiarporn, L. Sikong, K. Kooptarnond, W. Taweepreda, S. Stoenescu, S. Badilescu and V. V. Truong, "Electrochromic properties of MoO₃-WO₃ thin films prepared by a sol-gel method, in the presence of a triblock copolymer template," *Surface and Coatings Technology*, vol. 327, pp. 66-74, 2017.
- [4] W. Tang, L. Liu, S. Tian, L. Li, Y. Yue and Y. Wu, "Aqueous supercapacitors of high energy density based on MoO₃ nanoplates as anode material," *Chemical communications*, vol. 47 (36), pp. 10058-10060, 2011.
- [5] Y. Zhao, X. Zhou, L. Ye and S. C. Edman, "Nanostructured Nb₂O₅ Catalysts," *Nano Reviews & Experiments*, vol. 3 (1), pp. 1-11, 2012.
- [6] E. Pehlivan, F. Z. Tepehan and G. G. Tepehan, "Electrochromic properties of undoped and doped Nb₂O₅ thin films," *Electrochromic Materials and Applications*, vol. 17, pp. 49-55, 2003.
- [7] S. S. Mahajan, S. H. Mujawar, P. S. Shinde, A. I. Inamdar, P. S. Patil, "Structural, optical and electrochromic properties of Nb-doped MoO₃ thin films," *Applied Surface Science*, vol. 254, pp. 5895-5898, 2008.
- [8] L. Zheng, Y. Xu, D. Jin and Y. Xie, "Novel metastable hexagonal MoO₃ nanobelts synthesis photochromic and electrochromic properties," *Chemistry of Materials*, vol. 21 (23), pp. 5681-5690, 2009.
- [9] P. Bamfield and M. G. Hutching, "Chromic Phenomena Technological Applications of Colour Chemistry," *The Royal Society of Chemistry*, vol. 2, pp. 9-125, 2010.

- [10] P. Bunpean, "study of electrochromism of WO_3 film prepared by magnetron sputtering," Master degree, Physics King Mongkut's Institute of Technology Thonburi, 2005.
- [11] กมล เอี่ยมพนากิจ, "การทบทวนสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ของฟิล์มทังสเตนไดรอกไซด์สำหรับการประยุกต์ใช้เป็นหน้าต่างอัจฉริยะ," วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี, ฉบับ 2, หน้า 178-185. 2555.
- [12] P. Yang, P. Sun and W. Mai, "Electrochromic energy storage devices," *Materials today*, vol. 19 (7), pp. 394-402, 2016.
- [13] S. Suwanboon, "Synthesis and properties of nano-materials" Prince of Songkla University, 2013.
- [14] B. Samiey, C. H. Cheng and J. Wu, "Organic-inorganic hybrid polymer as adsorbents for removal of heavy metal ions from solution: A review," *Material*, vol. 7 (2), pp. 673-726, 2014.
- [15] B. Kim, J. Portier, N. Park and G. Campet, "Synthesis of hybrid electrochromic material based on tungsten oxide," *Active and Passive Electronic Component*, vol. 22 (2), pp. 133-146, 1999.
- [16] C. Chanthad, "Preparation of tungsten oxide thin film by sol-gel technique," Master degree, Materials Technology, King Mongkut's University of technology Thonburi, 2003.
- [17] ธนศาสตร์ สุขศรีเมือง, "การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีไฟฟ้าไซคลิกโวลแทมเมตรี," Materials characterization, ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, หน้า. 76-79, 2548.
- [18] P. Thawaisub, "Fabrication of tungsten oxide thin film towards smart window application," Master degree, Physics King Mongkut's University of Technology Thonburi, 2011.
- [19] H. J. Butt, B. Cappella and M. Kappl, "Force measurements with the atomic force microscope: Technique, interpretation and applications," *Surface Science Reports*, vol. 59, pp. 1-152, 2005.
- [20] J. Zhang, J. P. Tu, D. Zhang, Y. Q. Qiao, X. H. Xia and X. L. Wang, "Multicolor electrochromic polyaniline- WO_3 hybrid thin films: One-pot molecular assembling synthesis," *Journal of Materials Chemistry*, vol. 201 (43), pp. 17316-17324, 2011.

- [21] S. Rojebuathong, "Study of electrochromic effect of tungsten oxide prepared by electron-beam evaporation," Master degree, Physics King Mongkut's University of Technology Thonburi, 2004.
- [22] C. G. Granqvist, "Electrochromic tungsten oxide films: review of progress 1993-1998," *Solar Energy Materials and Solar Cell*, vol. 60, pp. 201-262, 2000.
- [23] S. Deb and J. Choorian, "Optical properties and color-center formation in thin films of molybdenum trioxide," *Journal of Applied Physics*, vol. 37, pp. 4818-4825, 1966.
- [24] T. He and J. Yao, "Photochromism of molybdenum oxide," *Journal of Photochemistry and Photobiology: Photochemistry Reviews*, vol. 4 (2), pp. 125-143, 2003.
- [25] T. Ivanova, K. A. Gesheva and A. Szekeres, "Structure and optical properties of CVD molybdenum oxide films for electrochromic application," *Journal of Electrochem*, vol. 7 (1), pp. 21-24, 2002.
- [26] P. K. Biswas, N. C. Pramanik, M. K. Mahapatra, D. Ganguli and J. Livage, "Optical and electrochromic properties of sol-gel WO_3 films on conducting glass," *Materials Letters*, vol. 57 (28), pp. 4429-4432, 2003.
- [27] A. Patra, K. Auddy, D. Ganguil, J. Livage and P. K. Biswas, "Sol-gel electrochromic WO_3 coatings on glass," *Materials Letters*, vol. 58 (6), pp. 1059-1063, 2004.
- [28] S. Jiebing and X. Rui, "Preparation and characterization of molybdenum oxide thin films by sol-gel process," *Journal of Sol-Gel and Technology*, vol. 27 (3), pp. 315-319, 2003.
- [29] Q. Fu, J. Chen, C. Shi and D. Ma, "Room-Temperature Sol-Gel Derived Molybdenum Oxide Thin Films for Efficient and Stable Solution-Processed Organic Light-Emitting Diodes," *Applied Materials and Interfaces*, vol. 5 (13), pp. 6024-6029, 2013.
- [30] D. V. Ahire, S. D. Shinde, G. E. Patil, K. K. Thakur, V. B. Gaikwad, V. G. Wagh and G. H. Jain, "Preparation of MoO_3 thin films by spray pyrolysis and ITS gas sensing performance," *International Journal on Smart Sensing and Intelligent systems*, vol. 5 (3), pp. 592-605, 2012.

- [31] E. D. Costa, C. O. Avellaneda and A. Pawlicka, "Alternative Nb₂O₅-TiO₂ thin films for electrochromic devices," *Journal of Materials Science*, vol. 36 (6), pp. 1407-1410, 2001.
- [32] A. V. Rosario and E. C. Pereira, "Optimisation of the electrochromic properties of Nb₂O₅ thin films produced by sol-gel route using factorial design," *Solar Energy Materials & Cells*, vol. 71, pp. 41-50, 2002.
- [33] N. Ozer, T. Barreto, T. Buyuklimanli and C. M. Lampert, "Characterization of sol-gel deposited niobium pentoxide films for electrochromic devices," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 36, pp. 433-443, 1995.
- [34] M. Ristic, S. Popovic and S. Music, "Sol-gel synthesis and characterization of Nb₂O₅ powders," *Materials Letter*, vol. 58 (21), pp. 2658-2663, 2004.
- [35] L. Melo, C. O. Avellaneda, R. Caram, E. Sichieri and A. Pawlicka, "Electrochromic properties of sol-gel coating of Nb₂O₅ and Nb₂O₅:Li⁺," *Materials Research*, vol. 5, pp. 43-46, 2002.
- [36] K. Yoshimur, T. Miki, S. Iwama and S. Tanemura, "Characterization of niobium oxide electrochromic thin films prepared by reactive d.c. magnetron sputtering," *Thin Solid Films*, vol. 281-282, pp. 235-238, 1996.
- [37] C. O. Avellaneda and A. Pawlicka, "Two methods of obtaining sol-gel Nb₂O₅ thin films for electrochromic devices," *Journal of materials science*, vol. 33 (8), pp. 2181-2185, 1998.
- [38] S. Papaefthimiou, G. Leftheriotis and P. Yianoulis, "Study of electrochromic cells incorporating WO₃, MoO₃, WO₃-MoO₃ and V₂O₅ coatings," *Thin Solid Films*, vol. 343, pp. 183-186, 1999.
- [39] M. Schmitt and M. A. Aegerter, "Electrochromic properties of Nb₂O₅ and Nb₂O₅:X sol-gel coatings (X=Sn,Zr,Li,Ti,Mo)," *Materials Research*, vol. 3788, pp. 93-102, 1999.
- [40] L. Noerochim, J. Wang, D. Wexler, Z. Chao and H. Liu, "Rapid synthesis of free-standing MoO₃/graphene films by the microwave hydrothermal method as cathode for bendable lithium batteries," *Journal of Power Sources*, vol. 228, pp. 198-205, 2013.

- [41] K. Sheng, H. Bai, Y. Sun, C. Li and G. Shi, "Layer-by-layer assembly of graphene/polyaniline multilayer films and their application for electrochromic devices," *Polymer*, vol. 52 (24), pp. 5567-5572, 2011.
- [42] Y. Zhang, S. Kuai, Z. Wang and X. Hu, "Preparation and electrochromic properties of Li-doped MoO₃ films fabricated by the peroxy sol-gel process," *Applied Surface Science*, vol. 165 (1), pp. 56-59, 2000.
- [43] A. V. Rosario and E. C. Pereira, "Lithium insertion in TiO₂ doped Nb₂O₅ electrochromic thin films," *Electrochimica Acta*, vol. 46 (12), pp. 1905-1910, 2001.
- [44] C. Wang, D. Sahu, S. Wang and J. Huang, "Electrochromic Nb-doped WO₃ films: Effects of post annealing," *Ceramics International*, vol. 38 (4), pp. 2829-2833, 2012.
- [45] R. Romero, E. A. Dalchiele, F. Martin, D. Leinen and J. R. Ramos-Barrado, "Electrochromic behaviour of Nb₂O₅ thin films with different morphologies obtained by spray pyrolysis," *Solar Energy Cells*, vol. 93 (2), pp. 222-229, 2009.
- [46] C. L. Wu, C. K. Wang, C. K. Lin, S. C. Wang and J. L. Huang, "Electrochromic properties of nanostructured tungsten oxide films prepared by surfactant-assisted sol-gel process," *Surface and Coatings Technology*, vol. 231, pp. 403-407, 2013.
- [47] K. Paipitak, W. Techitdheera, S. Porntheeraphat and W. Pecharapa, "Influence of Ti and Zn dopants on structural properties electrochromic performance of sol-gel derived WO₃ thin films," *Energy Procedia*, vol. 34, pp. 689-696, 2013.
- [48] L. Bertus, C. Faure, A. Danine, C. Labrugere, G. Campet and A. Rougier, "Synthesis and characterization of WO₃ thin films by surfactant assisted spray pyrolysis for electrochromic applications," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 140 (1), pp. 49-59, 2013.
- [49] H. Soliman, A. Kashyout, M. S. E. Nouby and A. Abosehly, "Effect of hydrogen peroxide and oxalic acid on electrochromic nanostructured tungsten oxide thin film," *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 7, pp. 258-271, 2012
- [50] M. Schmitt and M. A. Aegerter, "Electrochromic properties of pure and doped Nb₂O₅ coatings and devices," *Electrochimica Acta*, vol. 46 (13-14), pp. 2105-2111, 2001

- [51] L. Zheng, Y. Xu, D. Jin and Y. Xie, “Novel metastable hexagonal MoO₃ nanobelts synthesis protochromic and electrochromic properties,” *Chemistry of Materials*, vol. 21 (23), pp. 5681-5690, 2009
- [52] <http://www.siding-windows.com/uncategorized/smart-windows> สืบค้นเมื่อ 23/10/2016
- [53] <https://www.scribd.com/document/100482497/Chromism> สืบค้นเมื่อ 16/09/2017
- [54] <http://www.kmutt.ac.th/hynae/วัสดุเปลี่ยนสีได้> สืบค้นเมื่อ 05/12/2016
- [55] <http://dyesolarcells-kku.blogspot.com/2009/04/dye-sensitized-solar-cells.html> สืบค้นเมื่อ 19/06/2018
- [56] http://en.wikipedia.org/wiki/Tungsten_trioxide สืบค้นเมื่อ 24/01/2016
- [57] <https://www.nature.com/articles/srep09910> สืบค้นเมื่อ 18/02/2018
- [58] <http://www.kmutt.ac.th/hynae/ความรู้พื้นฐานในการเตรียมวัสดุนาโน> สืบค้นเมื่อ 26/08/2017
- [59] <http://urrjaa.blogspot.com/2013/08/cyclic-voltammetry-urrjaa-p0110-2013.html> สืบค้นเมื่อ 12/07/2018
- [60] http://www.bank-ic.de/encms/knowhow/1_cvundsquarewavevoltammetrie สืบค้นเมื่อ 21/05/2018
- [61] <http://www.sec.psu.ac.th/facilities.php> สืบค้นเมื่อ 22/05/2018 สืบค้นเมื่อ 29/05/ 2018

ภาคผนวก

เอกสารการเผยแพร่ผลงานในการประชุมทางวิชาการ

ชื่อเรื่องผลงานที่นำเสนอ	The electrochromic property of MoO ₃ /WO ₃ nanocomposite films
ชื่อหน่วยงานที่จัดงานประชุม	2018 the 2 nd International Conference on Materials Engineering and Nano Sciences
ระยะเวลา และสถานที่จัดการประชุม	Think Tank, The Jockey Club Innovation Tower School of Design, The Hong Kong Polytechnic University, Hong Kong during 11-13 January 2018.

PAPER • OPEN ACCESS

The electrochromic property of MoO₃/WO₃ nanocomposite films

To cite this article: Surachai Chaichana *et al* 2018 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **378** 012002

View the [article online](#) for updates and enhancements.

Related content

- [Electrochromic Absorption Spectra of Mo-W-O_x Films](#)
Shoji Yamada, Yoichi Hiruta, Nobuyuki Suzuki *et al.*
- [Peroxybenzoic Acid Coated Films for Electrochromic Display Devices](#)
Kazusuke Yamanaka, Hiroshi Oakamoto, Hirokazu Kidou *et al.*
- [The Electrochromic Properties of Thermally Decomposed Films of an Organic Tungsten Compound](#)
Kazusuke Yamanaka

**IOP ebooks™**

Bringing you innovative digital publishing with leading voices to create your essential collection of books in STEM research.

Start exploring the collection - download the first chapter of every title for free.

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ สกุล ว่าที่ร้อยตรีสุรชัย ไชยชนะ

รหัสประจำตัวนักศึกษา 5610120079

วุฒิการศึกษา

วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2554

ทุนการศึกษา (ที่ได้รับระหว่างการการศึกษา)

- ทุนศิษย์ก้นกุฏิ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
- ทุนอุดหนุนวิจัยเพื่อวิทยานิพนธ์ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เอกสารการตีพิมพ์เผยแพร่ผลงานวิจัย

- S. Chaichana, L. Sikong, K. Kooptarnond and K. Chetpattananondh, “The electrochromic property of MoO₃/WO₃ nanocomposite films”, *Materials Science and Engineering*, Vol. 378, pp. 1-7, 2018.