



ฟิล์มเทอร์โมโครมิกของวานาเดียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า
Thermochromic Film of Vanadium Dioxide Having
Heat Reflection and Anti-Glare Properties

ลดาวรรณ โชติรัตน์
Ladawan Chotirat

วิทยานิพนธ์นี้สำหรับการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา
ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

A Thesis Submitted in Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Doctor of Philosophy in Materials Engineering
Prince of Songkla University

2565

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์



ฟิล์มเทอร์โมโครมิกของวานาเดียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า
Thermochromic Film of Vanadium Dioxide Having
Heat Reflection and Anti-Glare Properties

ลดาวรรณ โชติรัตน์
Ladawan Chotirat

วิทยานิพนธ์นี้สำหรับการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา
ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

A Thesis Submitted in Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Doctor of Philosophy in Materials Engineering
Prince of Songkla University

2565

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

(3)

ขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้มาจากการศึกษาวิจัยของนักศึกษาเอง และได้แสดงความขอบคุณบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลือแล้ว

ลงชื่อ.....

(รองศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมवास)
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ลงชื่อ.....

(นางสาวลดาพรรณ โชติรัตน์)
นักศึกษา

ข้าพเจ้าขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้ไม่เคยเป็นส่วนหนึ่งในการอนุมัติปริญญาในระดับใดมาก่อน และ
ไม่ได้ถูกใช้ในการยื่นขออนุมัติปริญญาในขณะนี้

ลงชื่อ.....

(นางสาวลดาพรรณ โชติรัตน์)

นักศึกษา

ชื่อวิทยานิพนธ์	ฟิล์มเทอร์โมโครมิกของวาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า
ผู้เขียน	นางสาวลดาพรรณ โชติรัตน์
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ
ปีการศึกษา	2565

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ต้องการศึกษาและพัฒนาฟิล์มให้มีสองหน้าที่หลักคือ สามารถสะท้อนความร้อนจากรังสีอินฟราเรดและลดแสงจ้าจากแสงขาวได้ โดยการสังเคราะห์ฟิล์มโมโนคลินิกวาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติสะท้อนความร้อนด้วยวิธีการจุ่มเคลือบสารที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจลบนกระจกสไลด์โดยใช้การเผาผนึก 2 รอบ ด้วยความดันสุญญากาศก่อนเผา 2×10^{-3} มิลลิบาร์ และอุณหภูมิเผา 500 องศาเซลเซียส ได้ฟิล์มที่มีขนาดอนุภาคมีรูปร่างแตกต่างกันอยู่ในช่วงประมาณ 220-380 นาโนเมตรและความหนาของฟิล์มประมาณ 69-74 นาโนเมตร ค่าวาเลนซ์อิเล็กตรอนของวาเนเดียมไดออกไซด์ซึ่งเป็นเฟสหลักประกอบด้วยวาเลนซ์อิเล็กตรอน $V^{4+}_{2p3/2}$ และ $V^{4+}_{2p1/2}$ โดยมีเฟสของวาเนเดียมเพนทอกไซด์และวาเนเดียมไตรออกไซด์เพียงเล็กน้อย สำหรับสมบัติทางไฟฟ้าของวาเนเดียมไดออกไซด์ทำให้สามารถหาค่าอุณหภูมิทรานซิชันได้ประมาณ 68 องศาเซลเซียส และสมบัติทางแสงเมื่อมีการเปลี่ยนอุณหภูมิจาก 25 เป็น 80 องศาเซลเซียสทำให้มีการส่องผ่านแสงในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ประมาณ 40-50 เปอร์เซ็นต์ ช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรดการส่องผ่านแสงที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสมีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น และมีค่ามากกว่าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสที่มีแนวโน้มลดลงเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น ส่วนการขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้าสังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบเป็นฟิล์ม 3 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂/TiO₂) ความหนาของฟิล์มชั้นแรกติดกระจกสไลด์ (TiO₂) ประมาณ 41 นาโนเมตร ชั้นที่ 2 (SiO₂) ประมาณ 11 นาโนเมตร และชั้นที่ 3 (TiO₂) ประมาณ 45 นาโนเมตร สมบัติทางแสงของฟิล์มในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นมีการส่องผ่านแสงประมาณ 70-85 เปอร์เซ็นต์ และในช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรดการส่องผ่านแสงมีแนวโน้มคงที่ที่ประมาณ 90 เปอร์เซ็นต์ สำหรับการขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า เลือกฟิล์ม 4 ชั้นที่มีชั้นฟิล์มวาเนเดียมไตรออกไซด์อยู่ด้านบนเดียวกับฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้า (Glass/TiO₂/SiO₂/TiO₂/V₂O₃) ปรากฏว่าความหนาของฟิล์มชั้นแรกติดกระจกสไลด์ (TiO₂) ประมาณ 42 นาโนเมตร ชั้นที่ 2 (SiO₂) ประมาณ 49 นาโนเมตร ชั้นที่ 3 (TiO₂) ประมาณ 42 นาโนเมตร และชั้นที่ 4 (V₂O₃) ประมาณ 82 นาโนเมตร ซึ่งการส่องผ่านแสงในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ประมาณ 40-50 เปอร์เซ็นต์ และในช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรดการส่องผ่านแสงมีแนวโน้มคงที่ที่ประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ ผลการศึกษานี้สามารถพัฒนาต่อยอดให้มีเฟสของโมโนคลินิกวาเนเดียมไดออกไซด์แทนเฟสวาเนเดียมไตรออกไซด์เพื่อให้มีสมบัติการสะท้อนแสงต่อไป

Thesis Title Thermo-chromic Film of Vanadium Dioxide Having Heat Reflection and Anti-Glare Properties
Author Miss Ladawan Chotirat
Major Program Materials Engineering
Academic Year 2022

ABSTRACT

This research aims to study and develop films to exhibit two main functions which are heat reflection of infrared radiation and glare reduction. The heat-reflecting monoclinic vanadium dioxide film was synthesized by a sol-gel dip coating on glass slides followed by a 2-step heat treatment at vacuum base pressure before sintering of 2×10^{-3} mbar, a furnace temperature of 500°C . The resulting film comprises of particles of irregular shape with size range of approximately 220-380 nm and thickness of 69-74 nm. The vanadium dioxide, which is the main constituent, contains valence electrons $V^{4+}_{2p_{3/2}}$ and $V^{4+}_{2p_{1/2}}$. Vanadium pentoxide and vanadium trioxide are also present in small quantities. The electrical property of the vanadium dioxide, determined by the transition temperature, is about 68°C . The optical property, tested when the film temperature is changed from 25°C to 80°C , results in light transmittance in the visible wavelength of 40-50%. At a near-infrared region, the transmittance at 25°C tends to increase as the wavelength increase and is higher than that at 80°C which tends to decrease as the wavelength increases. For the dip-coating fabrication of glare-reduced multilayer films, the three-layer film (Glass/ TiO_2 / SiO_2 / TiO_2) comprises of the first layer (TiO_2) next to glass slide with thickness of about 41 nm in thickness, the second layer (SiO_2) of about 11 nm and the third layer (TiO_2) of about 45 nm. The film's transmittance in the visible light wavelength is about 70-85%, and in the near-infrared wavelength tends to be constant at 90%. For the fabrication of a multilayer film with both heat-reflecting and glare-reducing properties, the one with the vanadium trioxide and anti-glare multilayer on the same side (Glass/ TiO_2 / SiO_2 / TiO_2 / V_2O_3) is selected. The thickness of the first layer next to glass slide (TiO_2) is about 42 nm, the second layer (SiO_2) is about 49 nm, the third layer (TiO_2) is about 42 nm and the fourth layer (V_2O_3) is about 82 nm. Light transmittance is approximately 40-50% in the visible light wavelength, and the transmittance in the near-infrared wavelength tends to be constant at about 50%. The findings of this study can be further developed to contain the monoclinic vanadium dioxide phase rather than the vanadium trioxide phase so as to improve reflection property.

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมवास อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก สำหรับคำแนะนำ ให้กำลังใจและการสนับสนุนในด้านต่างๆ จนทำให้งานสำเร็จจุล่งตามเป้าหมาย และรองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีคง สำหรับข้อเสนอแนะและแก้ไขปัญหาที่พบในการวิจัย

ขอขอบพระคุณ ดร.สิทธิสุนทร สุโพธิณะ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์และนักวิจัยอาวุโส) คุณวิฑูรย์ วงศ์พิศาล คุณนุจรินทร์ แสงวงศ์ และคุณกীরติ วารี จากศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.) ที่ให้คำแนะนำ อำนวยความสะดวกทั้งเรื่องสถานที่ เครื่องมือ และอื่นๆ เป็นอย่างดีมาโดยตลอด

ขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ตุลา จุฑะรสก หัวหน้าภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เตาเผาสุญญากาศเพื่อเผาฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ และดร.รุ่งโรจน์ ทวยเจริญ สำหรับความช่วยเหลือตลอดงานวิจัย ณ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

ขอบคุณสาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ และศูนย์ความเป็นเลิศด้านโลหะและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ ทั้งนี้ขอขอบคุณสถานวิจัยความเป็นเลิศด้านนาโนเทคโนโลยีเพื่อการพลังงาน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ นอกจากนี้ขอขอบคุณโครงการทุนสถาบันบัณฑิตวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีไทย สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ ที่อนุเคราะห์สถานที่ เครื่องมือ เงินทุนสนับสนุน ค่าเทอม และค่าครองชีพตลอดจนโอกาสต่างๆ ที่มอบให้ในการทำวิจัยนี้

ขอบคุณสามี คุณไพศาล สุขด้วง และลูกสาว ด.ญ.ณชริญา สุขด้วง ที่คอยช่วยเหลือทั้งร่างกาย และคอยเติมแรงใจ ให้ข้อคิดดีๆ ยามที่ต้องการพลังสำหรับการเดินทางเพื่อสู้กับอุปสรรค

ขอบคุณ สิ่งศักดิ์สิทธิ์ทั้งหลาย บรรพบุรุษ ที่คอยอำนวยความสะดวกให้งานวิจัยนี้สำเร็จจุล่งไปได้ด้วยดี และขอบคุณกัลยาณมิตรทุกท่านที่ผ่านเข้ามาในชีวิตปริญญานี้

สุดท้ายผู้เขียน ขอกราบขอบพระคุณพ่อและแม่ นายจำลองและนางประดับ โชติรัตน์ ที่เป็นทุกอย่างในชีวิตลูก ทำให้ลูกได้ทำงานสำเร็จจุล่งด้วยร่างกายและใจที่พ่อแม่มอบไว้ให้เป็นของขวัญ

ลดาพรรณ โชติรัตน์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	(5)
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	(6)
กิตติกรรมประกาศ	(7)
สารบัญ	(8)
สารบัญตาราง	(12)
สารบัญรูป	(13)
บทที่	
1. บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
2. ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 สมบัติของแสง	4
2.1.1 การสะท้อนแสง	5
2.1.2 การหักเหของแสง	5
2.1.3 การแทรกสอด	6
2.1.4 การเตรียมฟิล์มที่มีสมบัติลดแสงจ้า	7
2.2 สมบัติเทอร์โมโครมิกของวาเนเดียมไดออกไซด์	10
2.2.1 วาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติเทอร์โมโครมิก	10
2.2.2 การสังเคราะห์วาเนเดียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยสารอื่น	11
2.2.3 เทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์วาเนเดียมไดออกไซด์	15
2.3 ซิลิกอนไดออกไซด์	17
2.3.1 ซิลิกาผลึก	18
2.3.2 ซิลิกาอสัณฐาน	19
2.4 ไททานเนียมไดออกไซด์	20
2.4.1 กระจกทำความสะอาดตัวเอง	20
2.4.2 การทำความสะอาดโดยตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงด้วย TiO ₂	23
2.4.3 กลไกการเกิดปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำ	23

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.5 เทคนิคการเคลือบฟิล์มบนกระจก	25
2.5.1 กระบวนการสปัตเตอริง	25
2.5.2 กระบวนการจุ่ม	25
2.5.3 กระบวนการปั่น	26
2.6 การตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติของฟิล์ม	26
2.6.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	26
2.6.2 เทคนิคการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อิมิสชัน	26
2.6.3 เทคนิคสเปกโตรสโกปีรังสีเอกซ์กระจายพลังงาน	27
2.6.4 เทคนิคสเปกโตรสโกปีโฟโตอิเล็กตรอนด้วยรังสีเอกซ์	27
2.6.5 เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี	27
2.6.6 เทคนิคการวัดสภาพนำไฟฟ้าชนิด 4 ขั้วที่ใช้ร่วมกับอุปกรณ์ ควบคุมอุณหภูมิ	27
2.7 การสืบค้นจากข้อมูลสิทธิบัตร	28
3. การออกแบบและวิธีการทดลอง	29
3.1 สารเคมี วัสดุ และอุปกรณ์หลักที่ใช้ในงานวิจัย	29
3.1.1 โลหะวานาเดียม	29
3.1.2 กระจกสไลด์	29
3.1.3 ผงวานาเดียมเพนทอกไซด์	30
3.1.4 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	31
3.1.5 สารละลายซิลิกอนไดออกไซด์หรือซิลิกา	31
3.1.6 สารละลายไททานเนียมไดออกไซด์	31
3.2 การออกแบบการทดลอง	32
3.2.1 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มวานาเดียมไดออกไซด์ที่มี สมบัติสะท้อนความร้อน	32
3.2.2 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้า	38
3.2.3 การศึกษากระบวนการขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อน และลดแสงจ้า	41
3.3 วิธีการทดลอง	42

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.1 ผลของอุณหภูมิฐานรองกระจกสไลด์ที่สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	42
3.3.2 ผลของอัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนที่สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	48
3.3.3 ผลของความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	49
3.3.4 ผลของอุณหภูมิของเตาเผาต่อการเคลือบฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล	49
3.3.5 ผลของความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงานต่อการเคลือบฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	52
3.3.6 ผลของขั้นตอนการเผาผนึกต่อการเคลือบฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	53
3.3.7 ผลของจำนวนชั้นของฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์	54
3.3.8 ผลของลำดับชั้นของฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ ฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์ และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์	55
3.4 ปัญหาและแนวทางแก้ไขปัญหาในงานวิจัย	57
3.4.1 ปัญหาและแนวทางแก้ไขในการหาค่าอุณหภูมิทรานซิชันของฟิล์ม	57
3.4.2 ปัญหาและแนวทางแก้ไขในการหาค่าอุณหภูมิทรานซิชันด้วยเทคนิค Four Point Probe ทั่วไป	57
3.4.3 ปัญหาและแนวทางแก้ไขในการวิเคราะห์การส่องผ่านแสงที่อุณหภูมิสูง	58
4. ผลการทดลองและอภิปรายผล	59
4.1 การสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติสะท้อนความร้อน	59
4.1.1 การสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	59
4.1.2 การสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล	65
4.1.3 เปรียบเทียบฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงและจุ่มเคลือบต่อสมบัติของฟิล์ม	72
4.2 การสังเคราะห์และขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้า	75

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.1 การสังเคราะห์ฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์	75
4.2.2 การสังเคราะห์ฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์	78
4.2.3 การขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นของฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์	81
4.2.4 สมบัติทางแสงของฟิล์มหลายชั้นระหว่างฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์	83
4.3 การขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า	84
4.3.1 การจัดลำดับชั้นของฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ ฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์	85
4.3.2 สมบัติทางแสงของฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า	86
5. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	88
5.1 สรุปผลการทดลอง	88
5.2 ข้อเสนอแนะ	89
บรรณานุกรม	90
ประวัติผู้เขียน	96

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ผลของการเจือสารต่างๆ ต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิทรานซิชัน	13
2.2 ระบบผลึกและความหนาแน่นของซิลิกาชนิดต่างๆ	19
3.1 ปริมาณและองค์ประกอบทางเคมีของกระจกโซดาไลม์	30
3.2 สมบัติทางกายภาพของกระจกโซดาไลม์	30
4.1 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์ฟิล์ม V_2O_5 และ VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	60
4.2 ส่วนประกอบของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์	64
4.3 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	66
4.4 ส่วนประกอบของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนกระจกสไลด์	70
4.5 ส่วนประกอบของฟิล์ม SiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนกระจกสไลด์	77
4.6 ส่วนประกอบของฟิล์ม TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนกระจกสไลด์	80

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	ความยาวคลื่นของแสงอาทิตย์ในช่วงต่างๆ	5
2.2	การหักเหแสงผ่านจากอากาศไปยังน้ำ	6
2.3	การแทรกสอดของแสงในชั้นฟิล์มบางเคลือบกันสะท้อน	7
2.4	ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นเมื่อเคลือบชั้นลดการสะท้อนแสง	7
2.5	สเปกตรัมของแสงที่ส่องผ่านฟิล์ม 3 ชั้นเทียบกับฟิล์มวานาเดียมไดออกไซด์ชั้นเดียว	8
2.6	สเปกตรัมของแสงที่ส่องผ่านฟิล์ม 5 ชั้นเทียบกับฟิล์มวานาเดียมไดออกไซด์ชั้นเดียว	9
2.7	สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มเคลือบกันสะท้อนแสงจำ 4 และ 5 ชั้น	9
2.8	โครงสร้างผลึกของ VO ₂ (a) Monoclinic และ (b) Tetragonal Rutile	11
2.9	VO ₂ ที่มีการเจือทั้งสแตนที่ปริมาณต่างกัน (a) 0, (b) 0.75, (c) 1.79 และ (d) 2.83 เปอร์เซ็นต์ จากเทคนิค DSC	13
2.10	VO ₂ ที่มีการเจือทั้งสแตนที่ปริมาณโมลต่างกัน (a) 0, (b) 0.71, (c) 1.32 และ (d) 1.58 เปอร์เซ็นต์โมล จากเทคนิค DSC	14
2.11	VO ₂ ที่มีการเจือทั้งสแตนที่ปริมาณต่างกัน (a) Cooling และ (b) Heating Cycles จากเทคนิค DSC	14
2.12	ฟิล์ม VO ₂ (M)/SnO ₂ และ VO ₂ (M) (a) กราฟ DSC ของฟิล์ม และ (b) Hysteresis Loop การส่องผ่านแสงของฟิล์มที่ความยาวคลื่น 2,000 นาโนเมตร	15
2.13	ลักษณะผลึกของควอตซ์ SiO ₂	19
2.14	โครงสร้างผลึกของ TiO ₂	20
2.15	การเปียกและมุมสัมผัสค่าต่างๆ	21
2.16	กลไกการทำความสะอาดตัวเองของกระจกแบบชอบน้ำ	22
2.17	การทำความสะอาดตัวเองของกระจกแบบไม่ชอบน้ำ	22
2.18	การเปรียบเทียบโฟโตคาตาลีซิสต์กับคลอโรฟิล	23
2.19	กลไกการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส	24
2.20	การป้องกันการเกิดหยดน้ำและคราบเขม่าด้วย TiO ₂	24
2.21	ระบบการเคลือบแบบสปีดเทอริง	25
2.22	อุปกรณ์ทดสอบค่าการนำไฟฟ้าที่ใช้ร่วมกับเครื่อง Four Point Probe	28
3.1	เป้าทรงกลมของวานาเดียม	29
3.2	กระจกสไลด์	30
3.3	ผงวานาเดียมเพนทอกไซด์	30
3.4	ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	31

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.5 สารละลายซิลิกอนไดออกไซด์	31
3.6 สารละลายไททาเนียมไดออกไซด์	32
3.7 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของอุณหภูมิฐานรองกระจกสไลด์ที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO ₂ ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	33
3.8 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของอัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO ₂ ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	34
3.9 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO ₂ ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	35
3.10 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของอุณหภูมิของเตาเผาต่อการเคลือบฟิล์ม VO ₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	36
3.11 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาชิ้นงานต่อการเคลือบฟิล์ม VO ₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	37
3.12 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของขั้นตอนการเผาผนึกต่อการเคลือบฟิล์ม VO ₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	38
3.13 แผนผังการขึ้นรูปฟิล์ม SiO ₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	39
3.14 แผนผังการขึ้นรูปฟิล์ม TiO ₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	40
3.15 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของจำนวนชั้นของฟิล์ม SiO ₂ และฟิล์ม TiO ₂	40
3.16 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของลำดับชั้นของฟิล์ม VO ₂ ฟิล์ม SiO ₂ และฟิล์ม TiO ₂	41
3.17 ส่วนประกอบต่างๆ ของเครื่องสปัตเตอร์ริง	43
3.18 ส่วนประกอบต่างๆ ภายในห้องเคลือบสปัตเตอร์ริง	43
3.19 ชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบด้วยเทคนิคสปัตเตอร์ริง	43
3.20 เครื่อง Rigaku TTRAX III	44
3.21 ชิ้นงานทดสอบด้วยเทคนิค FE-SEM (a) ผิวฟิล์ม และ (b) ความหนาฟิล์ม	45
3.22 เครื่อง FE-SEM SU8030	45
3.23 เครื่อง XPS รุ่น AXIS Ultra DLD	46
3.24 เครื่องทดสอบการนำไฟฟ้าแบบ Four Point Probe ใช้ร่วมกับ (a) อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ และ (b) หัว Probe ที่ใช้กดบนผิวฟิล์ม	47
3.25 เครื่อง UV-VIS-NIR รุ่น Cary5000 ใช้ร่วมกับเครื่อง Power Supply	48

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.26 การทำความสะอาดกระจกสไลด์ (a) กระจกสไลด์ในสารละลายต่างๆ และ (b) เครื่อง Ultrasonic Cleaner Sonicator	50
3.27 กระจกสไลด์ที่ทำทำความสะอาดแล้ววางเรียงกันแบบสลับ	50
3.28 สารละลาย V_2O_5 (a) โซล V_2O_5 ที่มีสีเหลืองเข้มและ (b) เจล V_2O_5	50
3.29 เครื่อง Dip Coater รุ่น Model DC-150	51
3.30 ชิ้นงานที่เตรียมได้จากการจุ่มเคลือบก่อนนำไปเผาผนึก	51
3.31 เตาเผาสุญญากาศความดันใช้งานต่ำสุด 1×10^{-2} มิลลิบาร์	52
3.32 อุปกรณ์เผาผนึกฟิล์ม VO_2 (a) เทอร์โมสแตทปรับตั้งอุณหภูมิและ (b) เตาเผาสุญญากาศความดันใช้งานต่ำสุด 1×10^{-3} มิลลิบาร์	53
3.33 กระจกสไลด์บนที่วางเซรามิกส์ (a) ฟิล์มบนกระจกสไลด์ก่อนเผาผนึกและ (b) หลังเผาผนึก	53
3.34 กระจกสไลด์ก่อนเผาผนึกที่จุ่มเคลือบด้วย SiO_2 และ TiO_2	55
3.35 กระจกสไลด์หลังเผาผนึกที่จุ่มเคลือบด้วย SiO_2 และ TiO_2 ภายในเตาเผา	55
3.36 กระจกสไลด์ก่อนเผาผนึกที่เคลือบด้วยฟิล์ม 4 ชั้น (Glass/ TiO_2 / SiO_2 / TiO_2 / VO_2)	56
3.37 เทคนิคการวิเคราะห์โดยใช้ผลต่างทางความร้อน (DSC) ของฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนกระจก	57
3.38 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Four Point Probe โดยใช้ตัวทำความร้อนจากเตารีด	58
3.39 ตัวยึดฟิล์มกระจกสไลด์ที่ใช้กับเทคนิคการส่องผ่านแสง (a) ด้านหน้า และ (b) ด้านหลังที่อาร์คเชื่อมด้วยโลหะเงิน	58
4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์ม V_2O_5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงโดยให้อุณหภูมิฐานรองกระจกที่อุณหภูมิห้อง, 200, 400 และ 500 องศาเซลเซียส	61
4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์ม V_2O_5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงโดยใช้อัตราส่วนระหว่างอาร์กก่อนต่อออกซิเจน 20:5, 20:8, 20:15 และ 15:20 sccm	62
4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงโดยใช้ความดันก่อนการเคลือบที่ 1 และ 5×10^{-6} มิลลิบาร์	62
4.4 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงที่ (a) กำลังขยาย 20,000 (b) 100,000 เท่า และ (c) ความหนาฟิล์มที่กำลังขยาย 100,000 เท่า	63

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.5	EDS สเปกตรัมองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์ม VO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคลือบแบบสปัตเตอริง	64
4.6	XPS สเปกตรัมของฟิล์ม VO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอริง (a) ชนิดของธาตุองค์ประกอบ (b) สถานะออกซิเดชันของวาเนเดียม และ (c) ชนิดพันธะทางเคมี	65
4.7	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม VO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบโดยใช้อุณหภูมิเตาเผาที่อุณหภูมิห้อง 400, 450 และ 500 องศาเซลเซียส (ความดันก่อนเผาที่ 2x10 ⁻² มิลลิบาร์ และเผาผนึก 1 รอบ)	67
4.8	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม VO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบโดยใช้ความดันสุญญากาศก่อนเผาที่ 2x10 ⁻² และ 2x10 ⁻³ มิลลิบาร์ (อุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียส และเผาผนึก 1 รอบ)	68
4.9	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม VO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบโดยเผาผนึก 1 และ 2 รอบ (ความดัน 2x10 ⁻³ มิลลิบาร์และอุณหภูมิเตา 500 องศาเซลเซียส)	68
4.10	โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม VO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบที่ (a) กำลังขยาย 10,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c) ความหนาฟิล์มที่กำลังขยาย 100,000 เท่า	69
4.11	EDS สเปกตรัมของฟิล์ม VO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ (a) องค์ประกอบธาตุทางเคมี (b) แสกนเฉพาะธาตุซิลิกอน และ (c) แสกนเฉพาะธาตุวาเนเดียม	70
4.12	XPS สเปกตรัมของฟิล์ม VO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ (a) ชนิดของธาตุองค์ประกอบ (b) สถานะออกซิเดชันของวาเนเดียม และ (c) ชนิดพันธะทางเคมี	71
4.13	เปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้าต่ออุณหภูมิของฟิล์ม VO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วย (a) วิธีการเคลือบแบบสปัตเตอริงและ (b) วิธีการจุ่มเคลือบ	73
4.14	เปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์ม VO ₂ ที่อุณหภูมิ 25 และ 80 องศาเซลเซียสด้วย (a) วิธีการเคลือบแบบสปัตเตอริงและ (b) วิธีการจุ่มเคลือบ	74
4.15	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม SiO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	76
4.16	โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม SiO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบที่	76
4.17	EDS สเปกตรัมขององค์ประกอบธาตุทางเคมีฟิล์ม SiO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	77
4.18	ความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์ม SiO ₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	78

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.19 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	79
4.20 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	79
4.21 EDS สเปกตรัมขององค์ประกอบธาตุทางเคมีฟิล์ม TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	80
4.22 ความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์ม TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	81
4.23 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 และ TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	82
4.24 โครงสร้างจุลภาคฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 และ TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	83
4.25 ความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 และ TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	84
4.26 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 , TiO_2 และ V_2O_3 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	85
4.27 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 , TiO_2 และ V_2O_3 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	86
4.28 ความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 , TiO_2 และ V_2O_3 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	87

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย

เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของประชากรโลกอย่างรวดเร็ว ทำให้อัตราการใช้พลังงานและการทำลายธรรมชาติมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามไปด้วยอย่างหลีกเลี่ยงไม่ได้ การตัดไม้ทำลายป่าเพื่อสร้างที่อยู่อาศัย การอุปโภคบริโภค และการคมนาคมส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อมอย่างมากมาย ภาวะโลกร้อนจัดเป็นปัญหาที่เกิดขึ้นโดยตรงจากการกระทำดังกล่าว โดยการเปลี่ยนแปลงภูมิอากาศที่เกิดจากการกระทำของมนุษย์ทำให้อุณหภูมิเฉลี่ยของโลกเพิ่มสูงขึ้นในช่วง 100 ปีที่ผ่านมา อุณหภูมิเฉลี่ยของโลกสูงขึ้นถึง 0.74 องศาเซลเซียส และจากแบบจำลองการคาดคะเนภูมิอากาศพบว่าในปี พ.ศ. 2544-2643 อุณหภูมิเฉลี่ยของโลกจะเพิ่มขึ้นถึง 1.1-6.4 องศาเซลเซียส ซึ่งสาเหตุที่ทำให้เกิดภาวะโลกร้อนนี้เพราะแก๊สเรือนกระจกที่เพิ่มขึ้นจากการทำกิจกรรมต่างๆ ของมนุษย์ เช่น การเผาถ่านหินและเชื้อเพลิง การใช้สารเคมีที่มีส่วนผสมของแก๊สเรือนกระจก เป็นต้น แก๊สเรือนกระจกเหล่านี้ลอยขึ้นไปรวมตัวกันอยู่บนชั้นบรรยากาศของโลก ทำให้รังสีของดวงอาทิตย์ที่ควรจะสะท้อนกลับออกไปในปริมาณที่เหมาะสมกลับถูกแก๊สเรือนกระจกเหล่านี้กักเก็บไว้ ทำให้อุณหภูมิของโลกค่อยๆ สูงขึ้นจากเดิม [1] ผลกระทบของภาวะโลกร้อนทำให้สภาพลมฟ้าอากาศผิดแปลกไปจากเดิม เกิดภัยธรรมชาติที่รุนแรงมากขึ้น น้ำท่วม แผ่นดินไหว พายุที่รุนแรง และอากาศที่ร้อนผิดปกติจนมีคนเสียชีวิต อากาศที่ร้อนจัดส่งผลให้ภายในบ้านที่อยู่อาศัยจำเป็นต้องใช้อุปกรณ์คลายร้อนทั้งพัดลมและเครื่องปรับอากาศเพิ่มมากขึ้น จากข้อมูลของการไฟฟ้าภูมิภาคพบว่าอัตราการใช้ไฟฟ้ามีแนวโน้มสูงขึ้นทุกๆ ปี [2] การเพิ่มประสิทธิภาพการใช้พลังงานในอาคารจึงถือเป็นแนวทางที่สำคัญประการหนึ่งในการอนุรักษ์พลังงาน ข้อมูลจากการรายงานพบว่าพลังงานที่ใช้ในการให้ความร้อนและระบบปรับอากาศ (HVAC) ในอาคารสำหรับประเทศอเมริกา อังกฤษ และสเปน มีปริมาณสูงถึง 48, 55 และ 52 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ [3] ตัวเลขดังกล่าวส่งผลให้เกิดความสนใจในการพัฒนากระจกหน้าต่างที่ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการใช้พลังงานในอาคารหรือกระจกอัจฉริยะ (Smart Windows) ที่นอกจากจะช่วยประหยัดพลังงานแล้ว ยังสามารถแสดงสมบัติด้านอื่นๆ ได้ เช่น เปลี่ยนสีหรือความเข้มตามสภาวะการใช้งาน (Chromic Glass) สามารถกำจัดมลพิษจากโอโซนหรือสารอินทรีย์ในห้องทำงานในอาคารได้ และสามารถกำจัดมลพิษภายนอกตัวอาคารที่เกิดจากแก๊สที่ปล่อยออกมาจากท่อไอเสียรถหรือจากโรงงานอุตสาหกรรม นอกจากนี้การเพิ่มความสว่างภายในตัวอาคารจัดเป็นการประหยัดพลังงานได้อีกทางหนึ่ง ปัจจุบันอาคารสูงๆ ส่วนใหญ่มักทำด้วยกระจกจึงมีกฎหมายเกี่ยวกับแสงสะท้อนจากกระจกออกมาควบคุมการก่อสร้างตัวอาคารประเภทนี้ ทำให้มีข้อจำกัดการใช้งานกระจกของตัวอาคารสูงๆ

งานวิจัยนี้จึงสนใจศึกษาพัฒนาฟิล์มให้มีสองหน้าที่หลัก คือ หน้าที่แรกสามารถสะท้อนความร้อนออกจากตัวอาคารได้ โดยต้องการทำเป็นฟิล์มเทอร์โมโครมิกของวานาเดียมไดออกไซด์ (VO_2) ซึ่ง VO_2 มีสมบัติพิเศษคือ สามารถเปลี่ยนเฟสจากโมนอกลิโนควาเนเดียมไดออกไซด์ ($\text{VO}_2(\text{M})$) ที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำเปลี่ยนเป็นเฟสเตตระกอนอล (รูไทล์) ที่มีสมบัติเป็นโลหะเมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิเปลี่ยนเฟสหรืออุณหภูมิทรานซิชัน (Transition Temperature) ที่ประมาณ 68 องศาเซลเซียส เฟสโลหะทำให้สามารถช่วยสะท้อนความร้อนออกไปจากตัวอาคารได้เป็นอย่างดี และอีกหน้าที่คือ ลดแสงจ้าไม่ให้สะท้อนออกไปสู่ภายนอกได้ การทำฟิล์มเพิ่มสมบัติที่สามารถลดแสงจ้าหรือสามารถเพิ่มการหักเหของแสงให้เข้าไปในตัวอาคารได้มากกว่าการสะท้อนออกมานั้น ทำให้ภายในอาคารมีแสงสว่างที่เพียงพอ ลดการใช้พลังงานจากหลอดไฟ กระจกไม่สะท้อนแสงรบกวนตึกข้างเคียงหรือผู้คนที่ผ่านไปมาในบริเวณนั้น และส่งผลให้ทัศนียภาพรอบๆ ตัวอาคารน่ามองขึ้น สำหรับการเคลือบฟิล์มบนกระจกเลือกใช้เทคโนโลยีเคลือบผิวฟิล์มบางด้วยวิธีทางฟิสิกส์ (PVD) คือ การเคลือบแบบสปัตเตอร์ซึ่งเป็นเทคโนโลยีที่สามารถเพิ่มคุณภาพของผิวเคลือบได้สูง จึงสามารถเพิ่มมูลค่าให้กับผลิตภัณฑ์ได้มาก แต่เนื่องจากข้อจำกัดเกี่ยวกับราคาและข้อจำกัดในขีดความสามารถในการประยุกต์ใช้ที่เหมาะสมต่องานเฉพาะด้าน ทำให้ไม่สามารถเพิ่มมูลค่าได้อย่างที่ควรจะเป็น การข้ามข้อจำกัดด้านราคาทำได้โดยการเลือกประยุกต์ใช้เทคโนโลยีกับผลิตภัณฑ์ที่มีมูลค่าและคุณภาพสูง เช่น การประยุกต์ใช้ฟิล์มบางดังกล่าวในงานทางการแพทย์ งานแม่พิมพ์ และงานประยุกต์ใช้เพื่อการประหยัดพลังงาน เป็นต้น และเลือกใช้เทคโนโลยีเคลือบผิวฟิล์มบางด้วยวิธีการจุ่มเคลือบที่เตรียมสารเคลือบด้วยวิธีโซล-เจลเป็นการเคลือบที่นิยมใช้อย่างกว้างขวาง ราคาถูก สามารถขยายสเกลงานได้หลายอย่าง เช่น เลนส์ฟิล์มกันแดด ฟิล์มอัจฉริยะ งานเคลือบด้านชีวการแพทย์ เป็นต้น

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 ศึกษาวิธีการสังเคราะห์ฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้าหรือลดการสะท้อนแสงที่มองเห็นได้

1.2.2 ศึกษาเทคนิคการขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติลดแสงจ้าและสะท้อนความร้อน

1.2.3 ศึกษาสมบัติและประสิทธิภาพของฟิล์มที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์ฟิล์มวานาเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ ใช้อุณหภูมิของฐานรองกระจกที่อุณหภูมิห้อง 200, 400 และ 500 องศาเซลเซียส อัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจน ($\text{Ar}:\text{O}_2$) ใช้ในอัตราส่วน 20:5, 20:8, 20:15 และ 15:20 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที และความดันก่อนทำการเคลือบกระจกใช้ 1 และ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ ตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) โครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิคการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมรรถนะสูงชนิดฟิลด์อีมิสชัน (FE-SEM) องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคสเปกโตรส

โกปป์ริงส์อิเล็กซ์กระจายพลังงาน (EDS) วาเลนซ์อิเล็กตรอนด้วยเทคนิคสเปกโตรสโกปีโฟโตอิเล็กตรอนด้วยรังสีเอกซ์ (XPS) นำไปทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าโดยควบคุมอุณหภูมิในช่วงอุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ถึง 100 องศาเซลเซียส และทดสอบสมบัติทางแสงใช้อุณหภูมิทดสอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และ 80 องศาเซลเซียส

1.3.2 สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล ใช้อุณหภูมิของเตาเผาที่อุณหภูมิห้อง 400, 450 และ 500 องศาเซลเซียส ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงานใช้ 2×10^{-2} และ 2×10^{-3} มิลลิบาร์ และขั้นตอนการเผาขึ้นงานใช้ 1 และ 2 ขั้นตอน ตรวจสอบเฟส โครงสร้างทางจุลภาค องค์ประกอบของธาตุ วาเลนซ์อิเล็กตรอนทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า และทดสอบสมบัติทางแสงเช่นเดียวกับข้อ 1.3.1

1.3.3 สังเคราะห์และขึ้นรูปฟิล์มที่มีสมบัติลดแสงจ้าด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ ใช้ซิลิกอนไดออกไซด์เป็นตัวแทนของฟิล์มชั้นที่มีการหักเหต่ำ และไททานเนียมไดออกไซด์เป็นตัวแทนของฟิล์มชั้นที่มีการหักเหสูง ตรวจสอบเฟส โครงสร้างทางจุลภาค องค์ประกอบของธาตุ และทดสอบสมบัติทางแสงเช่นเดียวกับข้อ 1.3.1

1.3.4 สังเคราะห์และขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้าด้วยวิธีการจุ่มเคลือบเป็นชั้นฟิล์มที่ทำการเคลือบ 2 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂) และเคลือบ 3 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂/TiO₂) ตรวจสอบเฟส โครงสร้างทางจุลภาค และทดสอบสมบัติทางแสงเช่นเดียวกับข้อ 1.3.1

1.3.5 สังเคราะห์และขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้าด้วยวิธีการจุ่มเคลือบเป็นฟิล์มที่ทำการเคลือบ 4 ชั้นโดยเลือกศึกษา 2 แบบด้วยกันคือ แบบที่มีฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์อยู่ด้านเดียวกับฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้า (Glass/TiO₂/SiO₂/TiO₂/VO₂) และอีกแบบเป็นฟิล์มที่มีฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์อยู่คนละด้านกับฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้า (TiO₂/SiO₂/TiO₂/Glass/VO₂) ตรวจสอบเฟส โครงสร้างทางจุลภาค และทดสอบสมบัติทางแสงเช่นเดียวกับข้อ 1.3.1

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ระดับนาโนที่สะท้อนความร้อนได้
- 1.4.2 สามารถสังเคราะห์ฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้าหรือลดการสะท้อนแสงที่มองเห็นได้
- 1.4.3 ทราบเทคนิคการขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติลดแสงจ้าและสะท้อนความร้อนได้
- 1.4.4 สามารถนำความรู้ที่ได้ไปถ่ายทอดให้แก่ภาคอุตสาหกรรมที่มีความสนใจ
- 1.4.5 นำองค์ความรู้ที่ได้ไปเผยแพร่ในวารสารวิชาการและงานประชุมระดับนานาชาติได้

บทที่ 2

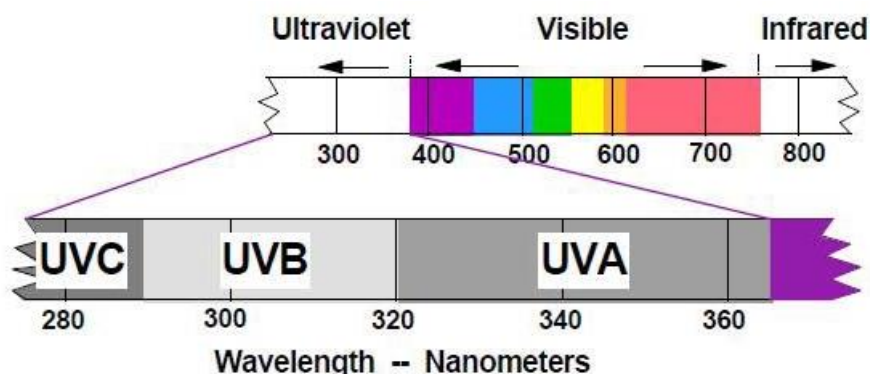
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื้อหาในบทนี้ ประกอบด้วย การนำเสนอหัวข้อต่าง ๆ ที่มีความสำคัญและเกี่ยวข้องกับฟิล์มเทอร์โมโครมิกและฟิล์มลดแสงจ้า การสังเคราะห์ การขึ้นรูป และสมบัติของฟิล์ม ดังนี้

2.1 สมบัติของแสง

แสงอาทิตย์ คือพลังงานชนิดหนึ่งที่เกิดจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าทำให้เกิดความสว่าง และทำให้เรามองเห็นสิ่งต่างๆ ได้ โดยแสงอาทิตย์ที่ตกกระทบพื้นโลกนั้น ประกอบด้วยรังสีต่างๆ 3 ช่วงด้วยกัน แสดงดังรูปที่ 2.1 คือ [4]

- 1) รังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet; UV) ในพลังงานแสงอาทิตย์มีอยู่ประมาณ 3 เปอร์เซ็นต์ ช่วงความยาวคลื่นระหว่าง 100-400 นาโนเมตร แบ่งออกเป็น
 - UVC มีความยาวคลื่นระหว่าง 100-250 นาโนเมตร ถูกดูดกลืนไว้โดยชั้นโอโซนในบรรยากาศทั้งหมด
 - UVB มีความยาวคลื่นระหว่าง 250-300 นาโนเมตร ถูกดูดกลืนไว้โดยชั้นโอโซน และมีเพียงบางส่วนส่องถึงพื้นโลก เมื่อได้รับในระยะเวลาดสั้นๆ จะทำให้ผิวหนังสร้างวิตามินดี แต่ถ้าได้รับเป็นเวลานานๆ จะทำให้เป็นมะเร็งผิวหนังได้และเป็นสาเหตุหนึ่งของโรคต่อกระจก
 - UVA มีความยาวคลื่นระหว่าง 300-380 นาโนเมตร บางส่วนถูกดูดกลืนไว้โดยชั้นโอโซน และเกือบทั้งหมดส่องถึงพื้นโลกซึ่งป้องกันได้โดยฟิล์มกรองแสง
- 2) แสงที่สามารถมองเห็นได้หรือแสงขาว (Visible Light) มีความยาวคลื่นระหว่าง 380-780 นาโนเมตรเป็นความยาวคลื่นที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า ช่วยให้เกิดการมองเห็นวัตถุโดยจะเห็นเป็นแสงสีขาว แต่จริงๆ แล้วประกอบไปด้วยสี 7 สีหรือสีรุ้งนั่นเอง ในพลังงานแสงอาทิตย์จะมีแสงที่สามารถมองเห็นได้อยู่ประกอบ 44 เปอร์เซ็นต์
- 3) แสงที่ไม่สามารถมองเห็นได้หรือที่เรียกว่าอินฟราเรด (Near Infrared; NIR) ไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่าและมีความยาวคลื่นมากกว่า 780 นาโนเมตร ในพลังงานแสงอาทิตย์จะมีแสงที่ไม่สามารถมองเห็นได้อยู่ประกอบ 53 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 2.1 ความยาวคลื่นของแสงอาทิตย์ในช่วงต่างๆ [4]

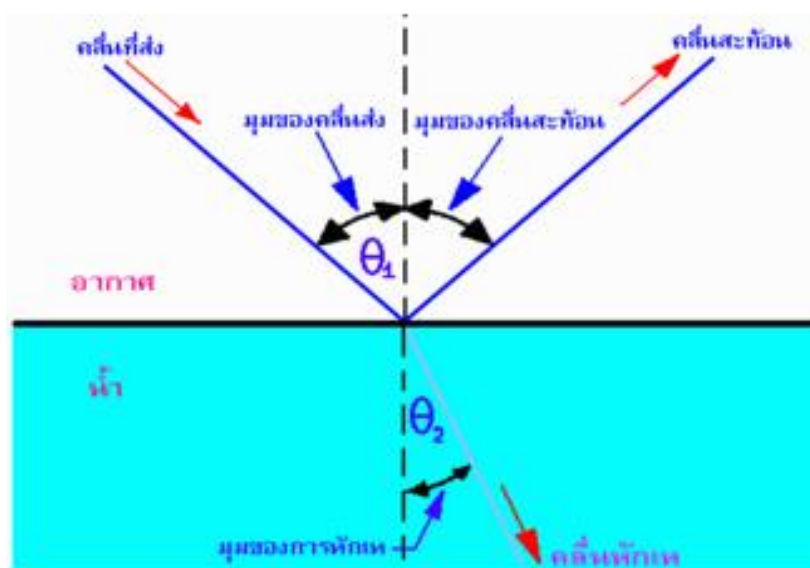
เนื่องจากช่วงของแสงที่ส่งผลกระทบต่อการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิตนั้นมีด้วยกันทั้ง 3 ช่วง คือ ช่วงของแสงที่ตามองเห็นได้เป็นแสงที่ให้แสงสว่างแก่อาคารบ้านเรือนและช่วยให้การมองเห็นชัดเจนขึ้น โดยช่วงของแสงอินฟราเรดและช่วงของรังสีอัลตราไวโอเล็ตเป็นแสงที่ตาไม่สามารถมองเห็นได้ แต่เป็นแสงที่ให้พลังงานความร้อนสูง ดังนั้นเมื่อความร้อนส่องผ่านเข้าไปในตัวอาคารจะทำให้ภายในอาคารมีความร้อนเพิ่มขึ้นมาก ในงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะทำฟิล์มที่มีสมบัติทั้งสามารถรับแสงที่ตามองเห็น และสะท้อนความร้อนจากแสงอินฟราเรดและรังสีอัลตราไวโอเล็ตได้ เพื่อทำให้ฟิล์มที่ได้เมื่อนำไปติดกระจกอาคารสามารถช่วยประหยัดพลังงานไฟฟ้าในตัวอาคารได้เป็นอย่างดี

2.1.1 การสะท้อนแสง (Reflection) [5]

การสะท้อนแสง หมายถึง การที่แสงไปกระทบกับตัวกลางแล้วสะท้อนไปในทิศทางอื่นหรือสะท้อนกลับมาทิศทางเดิม การสะท้อนของแสงนั้นขึ้นอยู่กับพื้นผิวของวัตถุด้วยว่าเรียบหรือหยาบ โดยทั่วไปพื้นผิวที่เรียบและมันจะทำให้มุมของแสงที่ตกกระทบมีค่าเท่ากับมุมสะท้อน ตำแหน่งที่แสงตกกระทบกับแสงสะท้อนบนพื้นผิวจะเป็นตำแหน่งเดียวกัน โดยจากข้อมูลข้างต้นทราบว่าแสงที่ต้องการให้สะท้อนเป็นช่วงแสงอินฟราเรดและรังสีอัลตราไวโอเล็ต ทำให้งานวิจัยนี้สนใจศึกษาการทำฟิล์มวานิเดียมไดออกไซด์ผสมซึ่งเป็นวัสดุเทอร์โมโครมิก สามารถเปลี่ยนเฟสจากโมโนคลินิกที่ทำให้มีสมบัติเป็นฉนวนความร้อนไปเป็นเฟสเตตระกอนอลที่มีสมบัติเป็นโลหะ และพื้นผิวมันวาวทำให้สามารถสะท้อนความร้อนได้ดี ดังนั้นเมื่อติดฟิล์มวานิเดียมไดออกไซด์แล้วตัวอาคารสามารถสะท้อนความร้อนหรือระบายความร้อนออกไปได้ทำให้รู้สึกเย็นสบายเมื่ออยู่ภายในอาคาร

2.1.2 การหักเหของแสง (Refraction)

การหักเห หมายถึง การที่แสงเคลื่อนที่ผ่านตัวกลางหนึ่งไปยังอีกตัวกลางหนึ่งทำให้ แนวนำแสงเกิดการเบี่ยงเบนไปจากแนวเดิม เช่น แสงผ่านจากอากาศไปยังน้ำ หรือแสงผ่านตัวกลางสองชนิดที่แต่ละชนิดมีค่าดัชนีการหักเหแสงต่างกัน แสดงดังรูปที่ 2.2



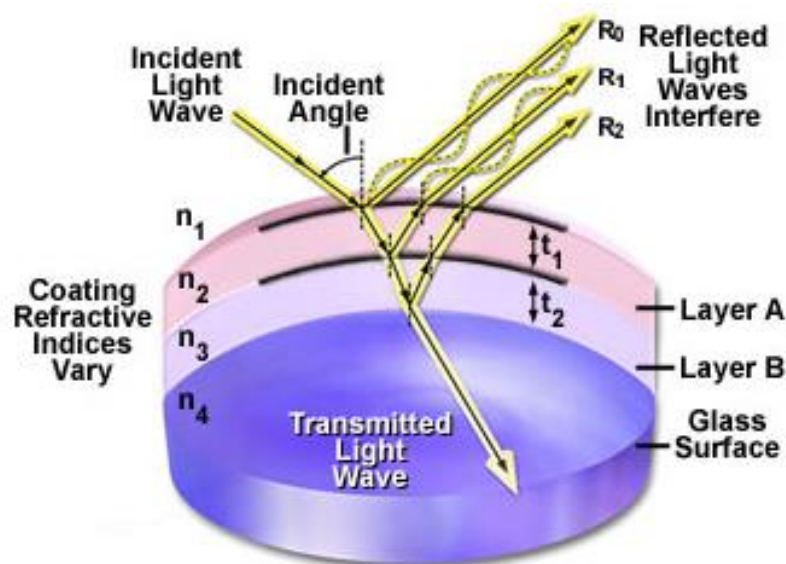
รูปที่ 2.2 การหักเหแสงผ่านจากอากาศไปยังน้ำ [5]

2.1.3 การแทรกสอด (Interference)

การแทรกสอด หมายถึง การที่แนวแสงจำนวน 2 เส้นรวมตัวกันในทิศทางเดียวกันหรือหักล้างกัน หากเป็นการรวมกันของแสงที่มีทิศทางเดียวกันก็จะทำให้แสงมีความสว่างมากขึ้น แต่ในทางตรงกันข้ามถ้าหักล้างกันแสงก็จะสว่างน้อยลง การใช้ประโยชน์จากการแทรกสอดของแสง เช่น กล้องถ่ายรูป เครื่องฉายภาพต่างๆ และคอนเทคเลนส์ เป็นต้น ในงานวิจัยนี้ต้องการทำฟิล์มที่มีสมบัติสำคัญประการหนึ่ง คือ สามารถลดแสงจ้าจากแสงขาวหรือแสงที่มองเห็นได้ให้สะท้อนออกจากตัวอาคาร นั่นคือ ต้องการให้แสงที่มองเห็นได้หักเหเข้าเพิ่มขึ้นและแสงที่สะท้อนออกลดลง โดยใช้หลักการการแทรกสอดของแสงแบบหักล้างกันเช่นเดียวกับวิธีการทำคอนเทคเลนส์ที่ประกอบด้วยชั้นเลนส์หลายชั้น โดยแต่ละชั้นมีการสลับกันด้วยชั้นที่มีค่าดัชนีหักเหแสงต่ำสลับสูง แสดงดังรูปที่ 2.3 เนื่องจากแสงที่ส่องผ่านอยู่ในรูปคลื่น เมื่อคลื่นกระทบผิวของเลนส์จึงทำให้แสงบางส่วนส่องผ่านเลนส์ และอีกส่วนสะท้อนออกมาที่ผิวเลนส์ แต่เมื่อมีการเคลือบชั้นลดการสะท้อนแสง (Anti-Reflective Coating) ทำให้การสะท้อนแสงที่มองเห็นได้จากผิวด้านหน้าและหลังผิวสัมผัสของชั้นเคลือบออกมาได้น้อย ในขณะที่แสงผ่านเลนส์ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น แสดงดังรูปที่ 2.4 ทำให้การมองเห็นชัดขึ้นทั้งในตอนกลางวันและกลางคืน ก่อให้เกิดบรรยากาศแห่งความรื่นรมย์และสบายตาแก่ผู้อยู่อาศัย นอกจากนี้ในปัจจุบันได้มีกฎหมายควบคุมค่าแสงสะท้อนของกระจกอาคารทำให้เกิดข้อจำกัดในการเลือกใช้กระจกติดอาคารมากขึ้น จึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งในการนำฟิล์มลดแสงจ้ามาใช้ติดกระจกอาคาร

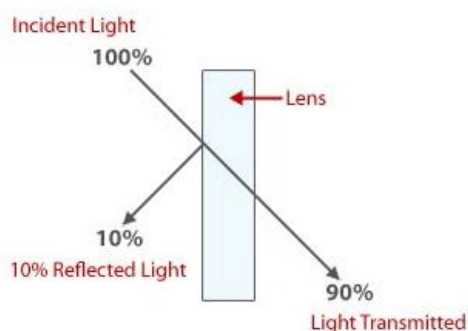
หลักการทำงานของเคลือบกันสะท้อน [6] อาศัยการแทรกสอดของแสง (Interference) ของระบบฟิล์มหลายชั้นสลับกันระหว่างฟิล์มที่ดัชนีหักเหสูงและดัชนีหักเหต่ำ 3-5 ชั้น ความหนาของฟิล์ม

ทุกชั้นรวมกันประมาณ 200 นาโนเมตร โดยสารที่มีดัชนีหักเหต่ำ เช่น SiO_2 และ MgF_2 และสารที่มีดัชนีหักเหสูง เช่น ZrO_2 , TiO_2 และ Ta_2O_5

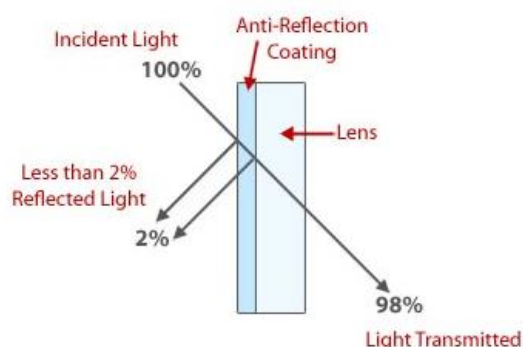


รูปที่ 2.3 การแทรกสอดของแสงในชั้นฟิล์มบางเคลือบกันสะท้อน [6]

Lens Without Anti-Reflection Coating



Lens With Anti-Reflection Coating



รูปที่ 2.4 ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นเมื่อเคลือบชั้นลดการสะท้อนแสง [7]

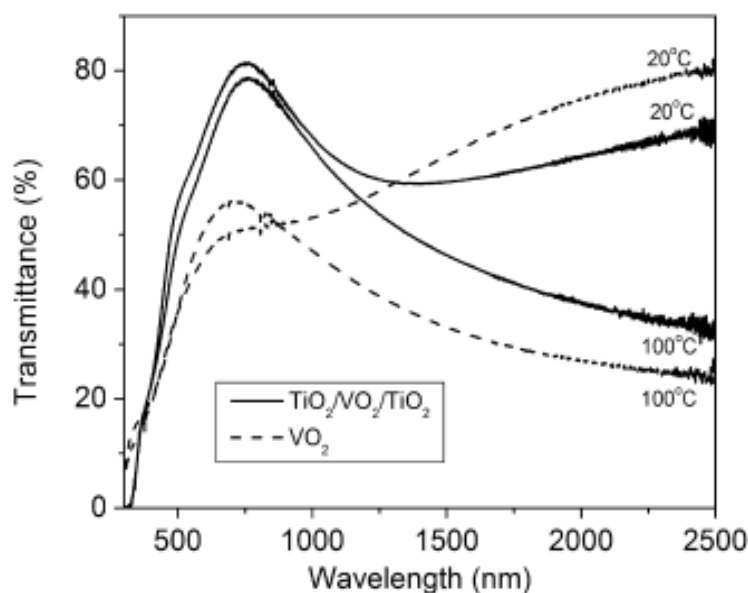
2.1.4 การเตรียมฟิล์มที่มีสมบัติลดแสงจ้า

ในปัจจุบันการติดกระจกของอาคารสูงมีกฎหมายควบคุมการใช้งานในเรื่องการสะท้อนแสงจ้าของกระจกที่ห้ามสะท้อนออกไปเกินกำหนดจนไปรบกวนตึกใกล้ๆ หรือผู้คนที่อาศัยอยู่ใกล้เคียง การใช้กระจกลดแสงจ้าจึงมีความจำเป็นอย่างมากในปัจจุบันคือ ยอมให้แสงที่ตามองเห็นสามารถส่องผ่านเข้าไปในตัวอาคารได้ ทำให้แสงไม่สะท้อนออกมาสร้างความรำคาญให้อาคารใกล้เคียง นอกจากนี้จะทำ

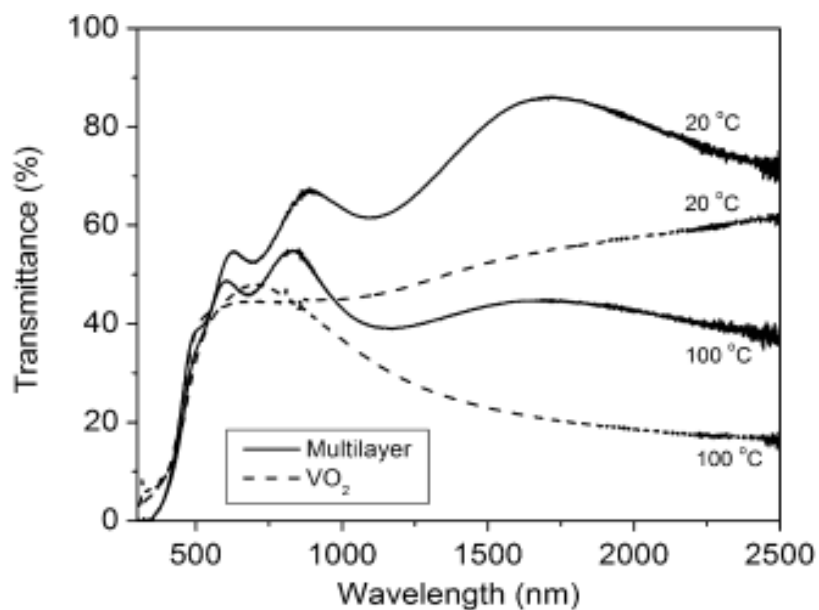
ให้ทัศนียภาพน่ารื่นรมย์แล้ว ยังช่วยในการประหยัดพลังงานแสงสว่างที่ใช้ในตัวอาคารได้อีกด้วย โดยมีงานวิจัยจากหลายงานที่สนใจทำการศึกษาในด้านนี้ ได้แก่

- N.R. Mlyuka และคณะ (2009) [8] ได้ศึกษาเกี่ยวกับฟิล์มเทอร์โมโครมิกของวาเนเดียมไดออกไซด์ที่ทำเป็นฟิล์มหลายชั้นของวาเนเดียมไดออกไซด์ (VO_2) และไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โดยใช้กระบวนการสปัตเตอร์ริงในการขึ้นรูปฟิล์มพบว่าการใช้ฟิล์มหลายชั้น เช่น ฟิล์ม $\text{TiO}_2/\text{VO}_2/\text{TiO}_2$ ทำให้แสงที่เรามองเห็นส่องผ่านได้มากกว่าฟิล์มแบบชั้นเดียวของวาเนเดียมไดออกไซด์และฟิล์ม 5 ชั้นคือ ฟิล์ม $\text{TiO}_2/\text{VO}_2/\text{TiO}_2/\text{VO}_2/\text{TiO}_2$ สามารถทำให้การส่องผ่านแสงได้ปริมาณที่มากกว่าฟิล์มชั้นเดียวของไททาเนียมไดออกไซด์ โดยการศึกษาสามารถใช้ในการพัฒนาเป็นกระจกประหยัดพลังงานได้แสดงดังรูปที่ 2.5 และ 2.6

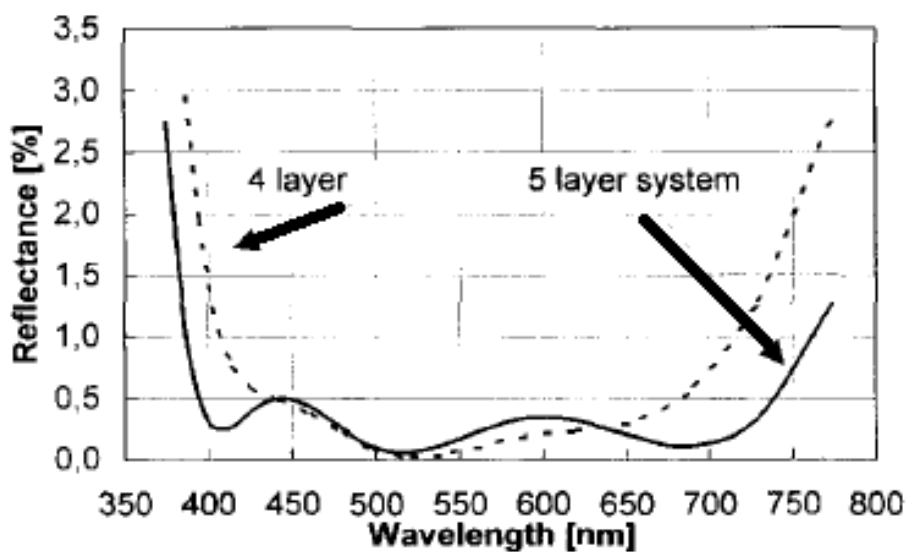
- J. Szczyrbowski และคณะ (1997) [9] ศึกษาการเคลือบฟิล์มเพื่อลดแสงจ้าด้วยกระบวนการ Twin-Magnetron Sputtering โดยการเคลือบฟิล์มแบบสลับระหว่างชั้นฟิล์มที่มีการหักเหของแสงสูง คือ ไททาเนียมไดออกไซด์และฟิล์มที่มีการหักเหของแสงต่ำ คือ ซิลิกา (SiO_2) พบว่าระบบที่มี 4 ชั้นประกอบด้วย $\text{Glass-TiO}_2\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$ และระบบที่มี 5 ชั้นประกอบด้วย $\text{Glass-TiO}_2\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2$ ค่าการสะท้อนแสงที่น้อยที่สุดมีด้วยกัน 3 จุด และค่าดัชนีการหักเหแสงที่เหมาะสมที่สุดคือ การเคลือบฟิล์ม 5 ชั้น แสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.5 สเปกตรัมของแสงที่ส่องผ่านฟิล์ม 3 ชั้นเทียบกับฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ชั้นเดียว [8]



รูปที่ 2.6 สเปกตรัมของแสงที่ส่องผ่านฟิล์ม 5 ชั้นเทียบกับฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ชั้นเดียว [8]



รูปที่ 2.7 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มเคลือบกันสะท้อนแสงจำ 4 และ 5 ชั้น [9]

- S. Xiaoyu และคณะ (2018) [10] ศึกษาการเตรียมฟิล์ม TiO_2 เพียงชั้นเดียว ฟิล์ม 2 ชั้นของ $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ และ 3 ชั้นของ $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2\text{-TiO}_2/\text{TiO}_2$ ด้วยวิธีการเคลือบแบบหมุน (Spin Coating) พบว่าการสะท้อนแสงของฟิล์มทั้ง 3 แบบในช่วงความยาวคลื่น 400-1,000 นาโนเมตร คือ 9.3, 6.2 และ 3.2 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ การเคลือบฟิล์ม 3 ชั้น เพื่อเคลือบป้องกันแสงสะท้อนทำให้มีประสิทธิภาพที่ดีที่สุด

- A. Adeel และคณะ (2021) [11] ศึกษาการเคลือบฟิล์ม 2 ชั้นของ $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ และ 3 ชั้นของ $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2\text{-TiO}_2/\text{TiO}_2$ พบว่า สามารถช่วยลดการสะท้อนแสงได้เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับการเคลือบฟิล์ม TiO_2 เพียงชั้นเดียว และการเคลือบฟิล์ม 3 ชั้นของ $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2\text{-TiO}_2/\text{TiO}_2$ ด้วยกระบวนการโซล-เจล ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการส่องผ่านแสงได้ถึง 39.5 เปอร์เซ็นต์

2.2 สมบัติเทอร์โมโครมิกของวาเนเดียมไดออกไซด์

เทอร์โมโครมิก เป็นสารที่มีสมบัติพิเศษสามารถเปลี่ยนสีหรือเปลี่ยนเฟสได้ เมื่ออุณหภูมิของสารเปลี่ยนไป และเรียกปรากฏการณ์ที่สีหรือเฟสของสารเปลี่ยนแปลงกลับไปกลับมาเมื่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิว่า เทอร์โมโครมิซึม (Thermochromism) เช่น วาเนเดียมไดออกไซด์ โดยเมื่ออุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสหรืออุณหภูมิทรานซิชัน (T_c) จะมีเฟสเป็นโมโนคลินิกซึ่งมีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ แต่เมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสจะมีโครงสร้างเป็นเตตระกอนอล (รูไทล์) จะมีสมบัติคล้ายโลหะและสะท้อนความร้อนได้ดี สารเทอร์โมโครมิกที่เป็นสารประกอบอินทรีย์มี 2 ประเภทคือ ผลึกเหลว (Liquid Crystal) และสีย้อมลูโค (Leuco Dye) การเกิดปรากฏการณ์เทอร์โมโครมิก เกิดขึ้นเมื่ออุณหภูมิของผลึกเหลวเปลี่ยนไปจะทำให้โมเลกุลมีการจัดเรียงตัวต่างไปจากเดิม ทำให้ช่องว่างระหว่างชั้นในโครงสร้างผลึกเหลวเกิดการเปลี่ยนแปลง ส่งผลต่อความยาวคลื่นแสงที่ถูกสะท้อนเปลี่ยนไป ทั้งนี้การเปลี่ยนแปลงสีของผลึกเหลวสามารถเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องจากสีดำ (ไม่มีการสะท้อนของแสง) ไปเป็นสีต่างๆ ตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป โดยทั่วไปแล้วผลึกเหลวที่สภาวะอุณหภูมิสูงจะสะท้อนแสงที่มีความยาวคลื่นในช่วงแสงสีน้ำเงิน-ม่วง ในขณะที่ผลึกเหลวที่สภาวะอุณหภูมิต่ำจะสะท้อนแสงที่มีความยาวคลื่นในช่วงแสงสีแดง-ส้ม การที่แสงสีน้ำเงินมีความยาวคลื่นสั้นกว่าแสงสีแดงนั้น แสดงให้เห็นว่าระยะช่องว่างระหว่างชั้นจะแคบลงเมื่อมีการให้ความร้อนแก่ผลึกเหลว ส่วนการเปลี่ยนแปลงสีของสีย้อมลูโคนั้นปกติแล้วเกิดจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของโมเลกุลจากโครงสร้างที่ไม่มีสี (Leuco Form) เป็นโครงสร้างที่มีสี (Colored Form) อันเนื่องจากการทำปฏิกิริยากับสารเคมีที่เหมาะสม ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนั้นขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ตัวอย่างของสีย้อมลูโคที่เป็นที่รู้จักกันดี ได้แก่ คริสตัลไวโอเลตแลกโตน (Crystal Violet Lactone) การที่สีของผลึกเหลวมีการเปลี่ยนแปลงในช่วงความแตกต่างของอุณหภูมิที่แคบ (ประมาณ 0.2-1.0 องศาเซลเซียส) เมื่อเทียบกับสีย้อมลูโคซึ่งจะเปลี่ยนสีเมื่ออุณหภูมิต่างกันประมาณ 3-5 องศาเซลเซียส รวมทั้งมีราคาสูงกว่า ทำให้การนำผลึกเหลวไปใช้งานในวงที่แคบกว่าซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นงานเฉพาะด้านโดยเฉพาะงานที่ต้องการความแม่นยำในการตอบสนองต่ออุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป [12, 13]

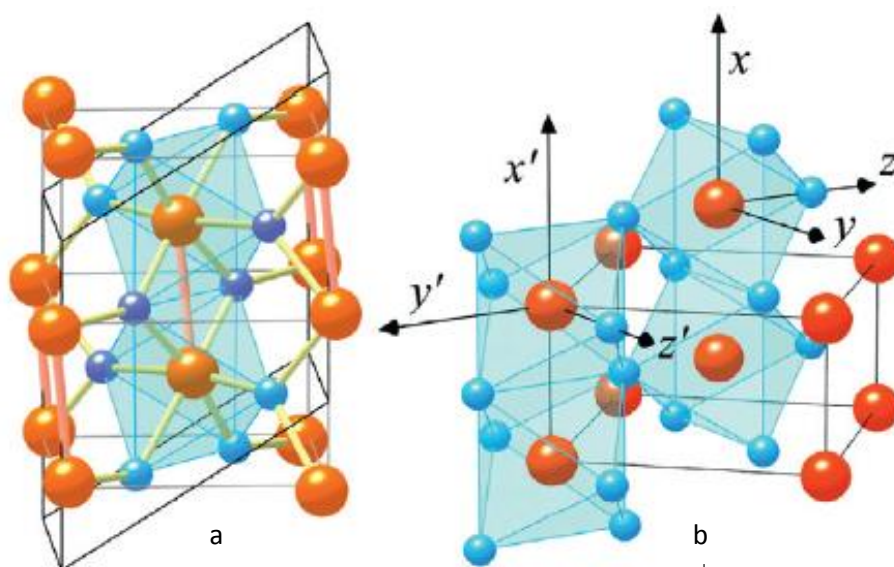
2.2.1 วาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติเทอร์โมโครมิก [14]

โมโนคลินิกวาเนเดียมไดออกไซด์ ($\text{VO}_2(\text{M})$) ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส จะมีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำและยอมให้รังสีอินฟราเรดส่องผ่านได้มาก แต่เมื่อได้รับความร้อนถึงอุณหภูมิวิกฤติหรืออุณหภูมิทรานซิชันจะเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นเตตระกอนอลรูไทล์ ($\text{VO}_2(\text{R})$) กลายเป็นโลหะนำไฟฟ้าได้แสดงดังรูปที่ 2.8 ซึ่งทำให้สมบัติทางแสงเกิดการเปลี่ยนแปลง VO_2 เป็นสารอนินทรีย์ที่มีความน่าสนใจ

มาก เนื่องจากเมื่อเกิดการเปลี่ยนสีมีแนวโน้มเกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางแสงในช่วงของ รังสีอินฟราเรด ทำให้สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้มากขึ้นและอุณหภูมิที่กระตุ้นให้เกิดการเปลี่ยนแปลงประมาณ 68 องศาเซลเซียส ซึ่งถือว่าไม่ต่างจากอุณหภูมิห้องมากนักเมื่อเทียบกับสารอื่น อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาถึงอุณหภูมิการใช้งานกระจกหน้าต่างของอาคารที่มีอุณหภูมิต่ำกว่า 46 องศาเซลเซียส ทำให้ต้องลดอุณหภูมิวิกฤติของ VO_2 ลงเหลือประมาณ 40 องศาเซลเซียส หรือต่ำกว่า จึงจำเป็นต้องมีการเจือสารอื่นลงไปใน VO_2 เพื่อให้ได้อุณหภูมิใกล้เคียงกับอุณหภูมิใช้งานจริง โดยมีงานวิจัยจากหลายงานที่สนใจทำการศึกษาในด้านนี้ ได้แก่

- D. Vidyasagar และ L. Sangwook (2020) [15] ศึกษาวัสดุ VO_2 ที่มีพฤติกรรมเปลี่ยนเฟสของโลหะและฉนวน (MIT) ร่วมกับการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมี ทำให้มีสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางแสงที่เปลี่ยนแปลงไปมาก และได้สรุปแนวทางการสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2

- W. Chuanbao และคณะ (2021) [16] ศึกษาการปรับปรุงคุณสมบัติของฟิล์ม VO_2 ที่เตรียมจาก Vanadyl Acetylacetonate และเมทานอลบริสุทธิ์ที่ปราศจากน้ำเป็นตัวทำละลายด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสในบรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เหมาะสำหรับใช้เป็นอุปกรณ์ออฟติก อิเล็กทรอนิกส์ และแม่เหล็ก



รูปที่ 2.8 โครงสร้างผลึกของ VO_2 (a) Monoclinic และ (b) Tetragonal Rutile [17]

2.2.2 การสังเคราะห์วาเนเดียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยสารอื่น

จากการศึกษาพบว่า VO_2 มีสมบัติเทอร์โมโครมิกที่อุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิห้องมากที่สุดเมื่อเทียบกับสารอื่น คือ ที่อุณหภูมิประมาณ 68 องศาเซลเซียส นั้นหมายความว่า ที่อุณหภูมิสูงกว่า 68 องศาเซลเซียส ทำให้ VO_2 สามารถเปลี่ยนเฟสจากโมโนคลินิกเป็นเตตระกอนอลได้ ดังนั้นหากมีการติดกระจกที่มีสมบัติเทอร์โมโครมิกดังกล่าว ทำให้สามารถรู้สึกเย็นสบาย ไม้ร้อน เนื่องจากวาเนเดียมที่

มีเฟสตรงระกอนอลจะแสดงตัวเป็นโลหะ ทำให้สามารถระบายความร้อนได้ดี แต่อย่างไรก็ตามการลดอุณหภูมิทรานซิชันของ VO_2 ลงให้เข้าใกล้อุณหภูมิห้องมากกว่านี้ จึงมีความจำเป็นมากเพื่อทำให้การระบายความร้อนมีประสิทธิภาพมากที่สุด ดังนั้นการเลือกเจือสารอื่นๆ ลงไปใน VO_2 เพื่อลดอุณหภูมิทรานซิชันลงถือเป็นวิธีที่นิยมกระทำกันมาก เพื่อทำให้อุณหภูมิของ VO_2 ใกล้เคียงกับอุณหภูมิห้องมากขึ้น จึงเลือกเจือด้วยทั้งสแตนเพราะมีช่วงอุณหภูมิทรานซิชันที่ต่ำสุด แสดงดังตารางที่ 2.1 และการเจือสารต่างๆ มีการศึกษาจากนักวิจัยหลายท่านดังนี้

- S. Jianqiu และคณะ (2007) [18] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาค VO_2 ที่เจือด้วยทั้งสแตนจากวานาเดิลซัลเฟต ($VOSO_4$) ที่ผสมกับโซเดียมทั้งสแตนดีไฮเดรต ($Na_2O_4W \cdot 2H_2O$) ด้วยวิธีการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) หลังจากนั้นนำตะกอนที่ได้ไปเผาพบว่า เมื่อมีการเจือด้วยทั้งสแตนเพิ่มขึ้น จะทำให้อุณหภูมิทรานซิชัน (T_C) มีค่าลดลงจาก 66.0 องศาเซลเซียสเหลือเพียง -4.1 องศาเซลเซียสที่ปริมาณทั้งสแตน 2.83 เปอร์เซ็นต์ แสดงดังรูปที่ 2.9

- Y. Junwei และคณะ (2010) [19] ได้ศึกษาการเตรียม VO_2 ที่เจือด้วยทั้งสแตนจากวานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5) และกรดทั้งสแตน (Tungsten Acid) ด้วยวิธีโซล-เจลพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณโมลของทั้งสแตน ทำให้อุณหภูมิทรานซิชันมีค่าลดลงจากอุณหภูมิ 69.5 องศาเซลเซียส เหลือเพียง 37.8 องศาเซลเซียส ที่ปริมาณทั้งสแตน 1.58 เปอร์เซ็นต์โมล แสดงดังรูปที่ 2.10

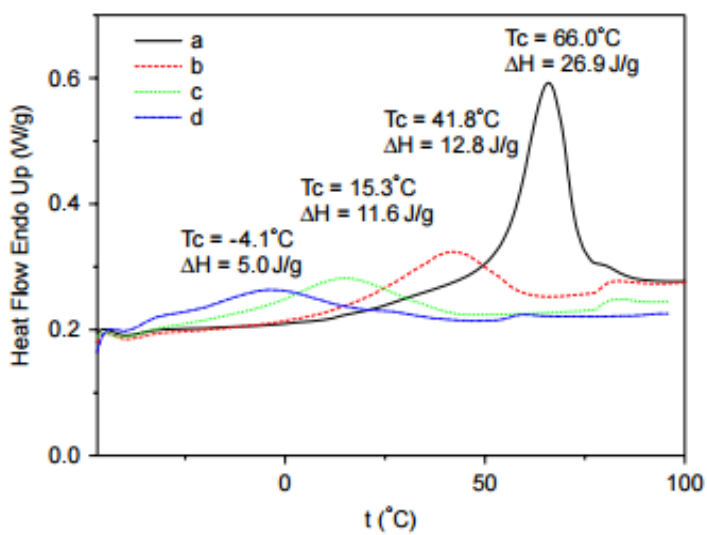
- S. Qiang และคณะ (2015) [20] ศึกษาการลดอุณหภูมิทรานซิชันของ VO_2 ด้วยการเจือทั้งสแตน เพื่อให้สามารถนำไปใช้งานได้ที่อุณหภูมิห้องหรือต่ำกว่าด้วยวิธีการเผาฟิสิกที่อุณหภูมิสูง (High-Temperature Annealing) ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส โดยใช้สารตั้งต้นเป็น V_2O_5 และทั้งสแตนออกไซด์ (WO_3) ทำให้อุณหภูมิลดลงจาก 53.2 องศาเซลเซียส เหลือเพียง 4.5 องศาเซลเซียส ที่ปริมาณทั้งสแตน 3.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (%W) แสดงดังรูปที่ 2.11

- L. Wenjing และคณะ (2015) [21] ศึกษาการเตรียม VO_2 ที่เจือด้วยทินออกไซด์ (SnO_2) ด้วยวิธีผสมระหว่างไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) กับกระบวนการอบ (Post Annealing) สำหรับใช้ประยุกต์เป็นกระจกอัจฉริยะพบว่า อุณหภูมิทรานซิชันของ $VO_2(M)$ มีค่า 73.7 องศาเซลเซียสสูงกว่า $VO_2(M)/SnO_2$ ซึ่งมีอุณหภูมิ 69.8 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 2.12 (a) เนื่องจากความเค้นและความเครียดภายในเกรนของ $VO_2(M)$ และลูฟของฟิล์ม $VO_2(M)/SnO_2$ แคบกว่าลูฟของ $VO_2(M)$ การเจือ SnO_2 ทำให้มีการรบกวนต่อเฟสทรานซิชันที่ตอบสนองต่ออุณหภูมิ แสดงดังรูปที่ 2.12 (b)

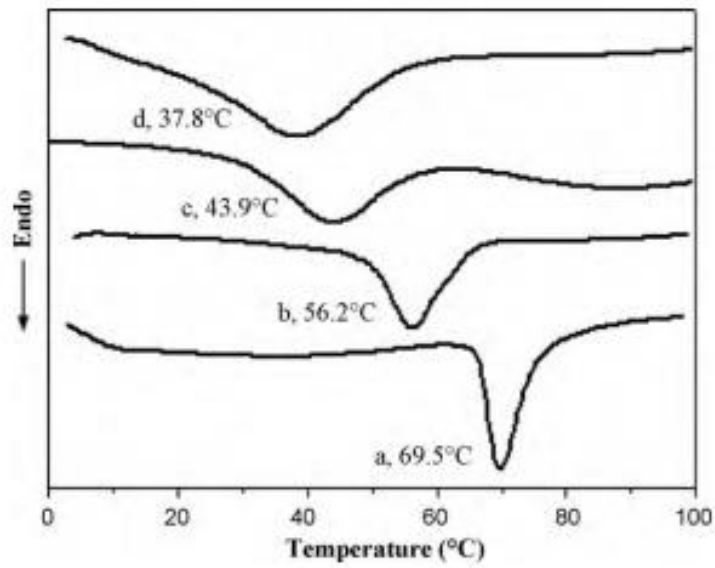
- Z. Zhouzhou และคณะ (2022) [22] ศึกษาสาร $VO_2(M)$ เป็นวัสดุเทอร์โมโครมิกชนิดหนึ่งที่สามารถเปลี่ยนเฟสได้เนื่องจากความร้อน สำหรับการใช้งานในหน้าต่างอัจฉริยะ โดยสนใจศึกษาการปรับปรุงความสามารถในการส่องผ่านแสงและความทนทานของฟิล์ม VO_2 โดยเตรียมฟิล์ม 3 ชนิดคือ $VO_2(M)$, VO_2 เจือทั้งสแตน และ VO_2 เจือทั้งสแตนที่เคลือบด้วย SiO_2 พบว่า ฟิล์มที่เจือทั้งสแตนสามารถเพิ่มการปรับแสงและความทนทานได้ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์ม $VO_2(M)$ บริสุทธิ์

ตารางที่ 2.1 ผลของการเจือสารต่างๆ ต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแทรนซิชัน [17]

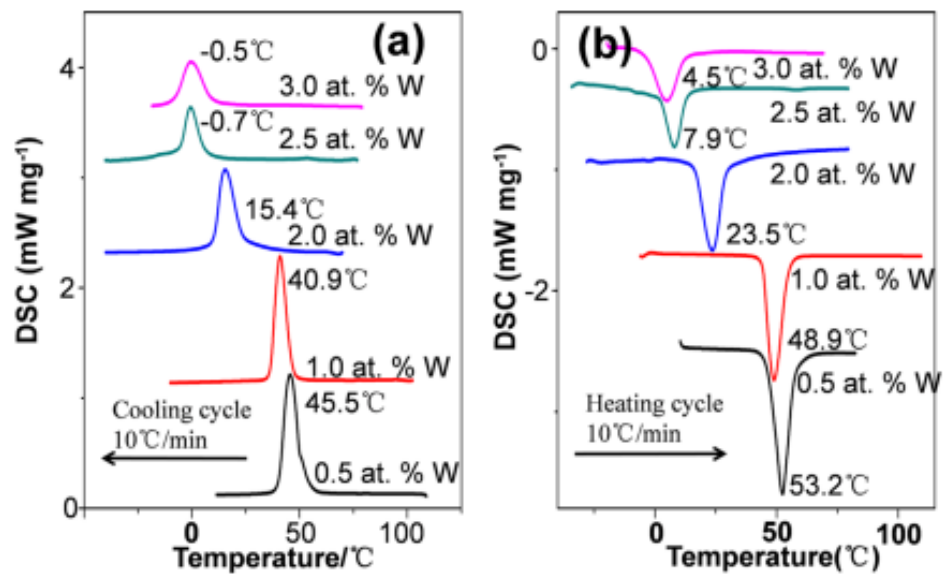
Dopant	Change In T_{trans} ($^{\circ}\text{C/at.}\%$)	Dopant	Change In T_{trans} ($^{\circ}\text{C/at.}\%$)
F	-35	Os	-7
Cr	+3	Ru	-10
Fe	+3	Ge	+5
Ga	+6.5	Nb	-7.8
Al	+9.0	Ta	-5 to -10
Ti	-0.5 to -0.7	Mo	-5 to -10
Re	-4	W	-23 and -28
Ir	-4	Ce	-4.5
		Au	-6.4



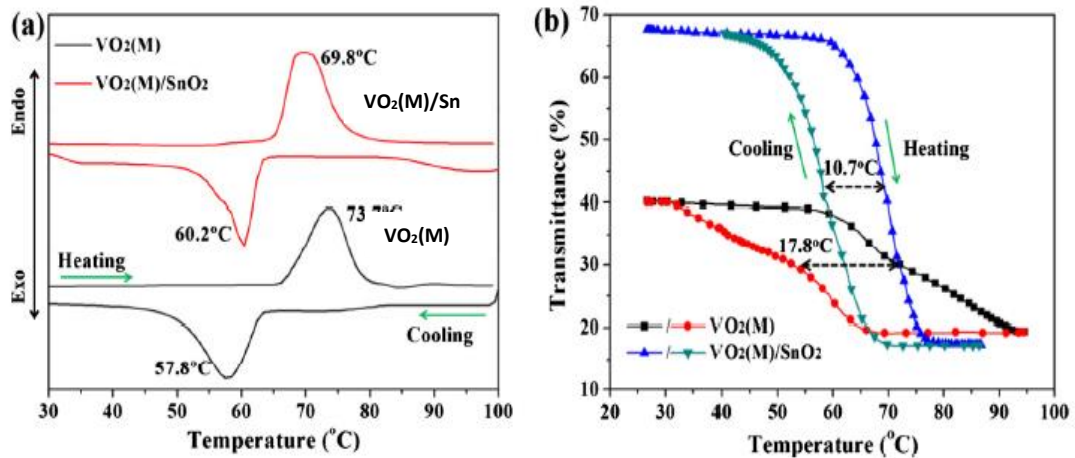
รูปที่ 2.9 VO_2 ที่มีการเจือทั้งสแตนที่ปริมาณต่างกัน (a) 0, (b) 0.75, (c) 1.79 และ (d) 2.83 เปอร์เซ็นต์ จากเทคนิค DSC [18]



รูปที่ 2.10 VO₂ ที่มีการเจือทังสเทนที่ปริมาณโมลต่างกัน (a) 0, (b) 0.71, (c) 1.32 และ (d) 1.58 เปอร์เซ็นต์โมล จากเทคนิค DSC [19]



รูปที่ 2.11 VO₂ (VO₂) ที่มีการเจือทังสเทนที่ปริมาณต่างกัน (a) Cooling และ (b) Heating Cycles จากเทคนิค DSC [20]



รูปที่ 2.12 ฟิล์ม $\text{VO}_2(\text{M})/\text{SnO}_2$ และ $\text{VO}_2(\text{M})$ (a) กราฟ DSC ของฟิล์ม และ (b) Hysteresis Loop การส่องผ่านแสงของฟิล์มที่มีความยาวคลื่น 2,000 นาโนเมตร [21]

2.2.3 เทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์วาเนเดียมไดออกไซด์ [23]

1) วิธีแบบดั้งเดิม (Traditional Thermal-Reaction Process) เป็นวิธีการโดยทั่วไปในการเตรียมผง VO_2 จากการให้ความร้อนกับสารผสมระหว่าง V_2O_3 และ V_2O_5 แล้วนำไปบรรจุในหลอดซิลิกาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน หรือลดออกไซด์ของ V_2O_5 ในเบ้าหลอมโลหะแพลทินัมภายใต้บรรยากาศคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ที่อุณหภูมิ 1,227 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 วัน หรือลดออกไซด์ของ V_2O_5 ในเบ้าหลอมโลหะแพลทินัมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 1,350 องศาเซลเซียส เพื่อให้กลายเป็น VO_2 และการทำงานที่ใช้อุณหภูมิสูงเป็นระยะเวลานาน เพื่อกำจัดเฟสเจือปนที่ไม่ต้องการออก ผลผลิตที่ได้จากกระบวนการนี้จะมีขนาดค่อนข้างใหญ่ จึงจำเป็นต้องนำไปบดเพื่อลดขนาดต่อไป

2) ไพโรจีเนชัน (Pyrogenation) เป็นวิธีผลิตผงโลหะออกไซด์ที่มีขนาดเล็ก โดยการทำให้สารละลายเกลือโลหะเกิดการสลายตัวโดยตรงด้วยความร้อน ผงที่ได้จึงไม่จำเป็นต้องล้างและบด ถ้ามีระบบการเผาที่มีประสิทธิภาพ จะทำให้ผงที่ได้ละเอียดมีการกระจายตัวของอนุภาคที่แคบหรือมีอนุภาคที่มีขนาดเท่าๆ กันเป็นจำนวนมาก กระบวนการไพโรจีเนชันเป็นกระบวนการที่ง่าย สามารถผลิตได้อย่างต่อเนื่อง เหมาะกับการใช้ผลิตผง VO_2 ในอุตสาหกรรม โดยมีขั้นตอนคือ ให้ความร้อนกับแอมโมเนียมเมทาทวานาเดต (NH_4VO_3) เพื่อให้เกิดการสลายตัว โดยอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการสลายตัวอยู่ในช่วง 200-537 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีแอมโมเนียมากเกินพอ และมีการสังเคราะห์ผง VO_2 โดยการระเหยและสลายตัวของสารละลายวาเนดิวซัลเฟต ($\text{VOSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ที่อุณหภูมิ 740 องศาเซลเซียส ภายใต้การไหลของก๊าซไฮโดรเจน 10 เปอร์เซ็นต์ผสมกับก๊าซไนโตรเจนใน Spray-Pyrolysis Reaction แบบธรรมดา ข้อเสียของวิธีการนี้คือ ปริมาณกำมะถันที่เหลือในผงที่สังเคราะห์ได้นั้นมีมากกว่า 1 เปอร์เซ็นต์อะตอม แต่ข้อดีของวิธีการนี้คือ สามารถเจือสารลงไปได้ใน

การผสมสารละลายวาเนเดียม (IV) ซัลเฟต (VOSO_4) กับทั้งสแตนไดคลอไรด์ไดออกไซด์ (WO_2Cl_2) หรือโมลิบดีนัมไดคลอไรด์ไดออกไซด์ (MoO_2Cl_2) ได้ นอกจากนี้สามารถสังเคราะห์ VO_2 จากแอมโมเนียมเมทาวานาเดต โดยการให้ความร้อนภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 560 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

3) วิธีการทางเคมี (Soft (Wet)-Chemical) เป็นวิธีการที่นิยมในการสังเคราะห์สารกลุ่มโลหะและผงเซรามิกส์ เนื่องจากง่ายต่อการควบคุมความบริสุทธิ์ โครงสร้าง ขนาด ความเป็นเนื้อเดียวกัน และผลึกของสารที่ได้ มีการเตรียมผง VO_2 ในระดับนาโนเมตรจากวาเนเดียม (IV) ซัลเฟต (VOSO_4) ด้วยวิธีการไฮโดรไลซิสแบบของเหลว และมีการผลิตผง VO_2 ขนาด 2 ไมโครเมตรด้วยการลดสารละลายโพแทสเซียมวาเนเดียมออกไซด์ (K_3VO_4) โดยการใช้โพแทสเซียมบอโรไฮไดรด์ (KBH_4) เป็นตัวรีดักชัน เพื่อให้ $\text{VO}_2(\text{M})$ แบบเสถียรเปลี่ยนรูปให้ผันกลับไม่ได้เป็น $\text{VO}_2(\text{R})$ แบบเสถียรที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส และเปลี่ยนรูปแบบอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิประมาณ 500 องศาเซลเซียส แต่โพแทสเซียมบอโรไฮไดรด์ที่ใช้ในนั้นมีความเป็นพิษสูงและราคาแพง ซึ่งรบกวนกระบวนการผลิต นอกจากนี้มีการเตรียมผง VO_2 ด้วยกระบวนการทางเคมีจาก V_2O_5 และใช้ฟอร์มัลดีไฮด์เป็นตัวรีดิวซ์

4) ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เป็นกระบวนการสังเคราะห์ที่ใช้สารละลายหรือไอน้ำที่มีความดันสูง เพื่อให้ได้สารที่มีลักษณะเป็นอนุภาคขนาดเล็กมีขนาดใกล้เคียงกันระดับนาโนเมตร สารที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงและไม่จำเป็นต้องเผา ตัวแปรที่สำคัญสำหรับกระบวนการนี้คือ อัตราส่วนและความบริสุทธิ์ของสารตั้งต้น เช่น ในงานวิจัยที่ใช้ VO_2 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระกอนอล (รูไทล์) ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการนี้ ทำได้โดยให้ความร้อนสารแขวนลอย $\text{VO}(\text{OH})_2$ ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 48 ชั่วโมง และการให้ความร้อนสารแขวนลอยวาเนดิลซัลเฟตและวาเนเดียมเพนทอกไซด์ระหว่างอุณหภูมิ 220-330 องศาเซลเซียส ระบบการสังเคราะห์ที่คล้ายๆ กันอีกระบบคือ การสังเคราะห์ VO_2 โครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิกด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลจากการให้ความร้อนสารแขวนลอยวาเนดิลซัลเฟตและวาเนเดียมเพนทอกไซด์ ที่อุณหภูมิประมาณ 150 องศาเซลเซียส นอกจากนี้มีวิธีการใหม่ในการสังเคราะห์ VO_2 เฟสเสถียร $\text{VO}(\text{OH})_2$ ด้วยการทำไฮโดรเทอร์มอลเป็นระยะเวลา 15 วัน ที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส โดยใช้แอมโมเนียมเมทาวาเนต (NH_4VO_3) และไฮดราซีน (N_2H_4) เป็นสารตั้งต้น ซึ่งไฮดราซีนทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ และใช้ไฮดราซีนเป็นตัวควบคุมขนาดอนุภาคและโครงสร้างของสาร จึงเป็นวิธีที่ใช้เวลานานในการสังเคราะห์

5) โซล-เจล (Sol-Gel) เป็นกระบวนการที่ใช้ในการเตรียมพวกของแข็งออกไซด์หรือสารประกอบอื่นๆ ในกระบวนการโซล-เจล สารตั้งต้นจะทำการละลายธาตุที่ต้องการสังเคราะห์ในตัวทำละลาย จากนั้นทำการไฮโดรไลทอย่างต่อเนื่องจนเป็นเจล นำเจลที่ได้ไปอบแห้ง เผาและบดตามลำดับ ข้อดีของกระบวนการโซล-เจลคือ สามารถประยุกต์ใช้ได้หลากหลาย สังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำ การกระจายตัวของขนาดอนุภาคแคบและสารที่ได้เป็นเนื้อเดียวกัน เช่น เมื่อให้ความร้อนผง V_2O_5 ที่อุณหภูมิ 800-900 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 10-15 นาที ในเบ้าหลอมเซรามิกส์อะลูมินา จากนั้นเทลงในน้ำปราศจากไอออน จะได้โซลสีเหลือง นำโซลที่ได้อบที่อุณหภูมิ 100-200 องศา

เซลเซียส เป็นระยะเวลา 10-20 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนเป็นเจล นำเจลที่ได้ไปบดให้เป็นผงด้วยอัลตราโซนิกภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 10-30 ชั่วโมง หรือนำผง VO_2 สีดำเทาที่ได้จากการให้ความร้อนผงเจล V_2O_5 ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้สภาวะสุญญากาศ การสังเคราะห์ VO_2 โดยการรีดิวซ์แอมโมเนียมเมทตาวาเดต (NH_4VO_3) ด้วยไฮดรอกซิลามีนไฮโดรคลอไรด์ ($\text{H}_2\text{NOH}\cdot\text{HCl}$) ที่ให้ความร้อน 500 องศาเซลเซียส พบ VO_2 เฟสรูโพลีมีสิ่งเจือปนเล็กน้อย นอกจากนี้การสังเคราะห์แห้ง VO_2 ระดับนาโนเมตรประสบความสำเร็จจากการใช้ V_2O_5 และ Cetyltrimethyl Ammonium Bromine ($\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{N}(\text{CH}_3)^3\text{Br}$) จากกระบวนการโซล-เจล แล้วตามด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 7 วัน สารที่สังเคราะห์ได้เป็นแห้ง VO_2 โครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิกขนาดนาโนเมตร CTAB ไม่ได้เพียงแต่เป็นตัวสร้างบรรยากาศรีดิวซ์ แต่ยังมีส่วนสำคัญในการทำให้ผงที่ได้มีรูปร่างแบบแห้ง

กระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการที่เปลี่ยนสถานะของสารจากของเหลวในรูปของสารแขวนลอยที่เรียกว่า “โซล” ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1.0 ไมโครเมตร เปลี่ยนไปเป็นของแข็งที่เรียกว่า “เจล” ซึ่งสามารถเตรียมได้จากสารจำพวกออกไซด์หรือไฮดรอกไซด์ชนิดต่างๆ ของสารตั้งต้นผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่นของน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซล-เจลเป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา โดยปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล-เจลมี 3 ปฏิกิริยา คือ ไฮโดรไลซิส การควบแน่นของน้ำและการควบแน่นของแอลกอฮอล์ ดังสมการที่ 2.1-2.3 มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ ค่า pH ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลของน้ำและโลหะ และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา จะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น ผงละเอียด ฟิล์มบาง เส้นใย และวัสดุก้อน เป็นต้น ซึ่งเป็นสารตั้งต้นสำหรับการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆ ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์มากมาย เนื่องจากกระบวนการโซล-เจลเป็นเทคโนโลยีการผลิตที่ทำให้ง่ายสามารถขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ได้ที่อุณหภูมิห้องในระดับห้องปฏิบัติการจนถึงระดับอุตสาหกรรม งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้วิธีโซล-เจลในการสังเคราะห์ VO_2 [24]



เมื่อ M แทน โลหะ และ OR แทน หมู่แอลคอกซี (Alkoxy Group)

2.3 ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2)

ซิลิกอนไดออกไซด์หรือซิลิกา มีลักษณะเป็นผลึกของแข็งสีขาวหรือสีใสไม่มีสี ไม่มีกลิ่นและรส เกิดจากสารประกอบทางเคมี ระหว่างธาตุซิลิกอนและธาตุออกซิเจนมีสูตรทางเคมีคือ SiO_2 เกิดขึ้นในหลายลักษณะ เช่น ควอตซ์ (Quartz) ทราย (Sand) หินเหล็กไฟ (Flint) และเป็นธาตุที่มีมากเป็นอันดับ 2 บนเปลือกโลกรองจากออกซิเจน มีสมบัติเป็นกรด ลักษณะโครงสร้างของซิลิกามีการจัดเรียง

ตัวแบบเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) แบบตาข่าย 3 มิติแบบไม่รู้จบ ยึดเกาะกันระหว่างซิลิกอน 1 อะตอมตรงกลางกับออกซิเจน 4 อะตอมด้านข้างด้วยพันธะโควาเลนต์ สังเคราะห์เป็นวัสดุนาโนได้ด้วยกระบวนการทางเคมีหลายกระบวนการ เช่น กระบวนการโซล-เจล กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล กระบวนการไพโลไลซิส และกระบวนการตกตะกอน โดยกระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการที่สามารถควบคุมอนุภาคและกลไกการเกิดปฏิกิริยาได้ และสามารถแบ่งซิลิกาออกเป็น 2 รูปแบบคือ ซิลิกาผลึก (Crystalline Silica) และซิลิกาอสัณฐาน (Amorphous Silica) [25]

2.3.1 ซิลิกาผลึก เป็นซิลิกาที่มีการจัดเรียงอะตอมต่อเนื่องอย่างเป็นระเบียบ พบมากในรูปแบบสินแร่ และภายใต้ความดันปกติมีรูปร่างเป็นผลึก 3 รูปแบบ ดังนี้

- 1) ควอตซ์ เป็นลักษณะผลึกของซิลิกาที่พบมากที่สุด อุณหภูมิเสถียรน้อยกว่า 870 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 2.13
- 2) ไทรติไมท์ เสถียรที่อุณหภูมิ 870-1,470 องศาเซลเซียส
- 3) คริสโตบาไลต์ เสถียรที่อุณหภูมิ 1,470 องศาเซลเซียสและหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1,713 องศาเซลเซียส

ผลึกทั้ง 3 แบบนี้ สามารถจะเปลี่ยนกลับไป-กลับมาระหว่างกันได้โดยการให้ความร้อนหรือลดอุณหภูมิ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้มี 2 รูปแบบ คือ แบบที่จะมีการจัดเรียงอะตอมภายในโครงสร้างใหม่ ส่วนอีกแบบเป็นการเปลี่ยนแปลงแบบรวดเร็ว พันธะเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย แต่สามารถกลับคืนสภาพเดิมได้อย่างรวดเร็ว โดยเฟส α -Quartz จะเปลี่ยนเป็นเฟส β -Quartz ได้อย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิ 573 องศาเซลเซียส ส่วนควอตซ์ที่มีความบริสุทธิ์จะสามารถเปลี่ยนเป็นคริสโตบาไลต์ได้ที่อุณหภูมิ 870 องศาเซลเซียส แต่หากมีสิ่งเจือปนสูงจะสามารถเปลี่ยนเป็น α -Tridymite ที่อุณหภูมิ 870 องศาเซลเซียสและค่อยๆ เปลี่ยนแปลงเป็น α -Cristobalite ที่อุณหภูมิ 1,470 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิสูงถึงประมาณ 1,713 องศาเซลเซียสจะเกิดการหลอมเหลวของผลึก ส่วนในระหว่างการทำให้เย็นตัวลงพบว่า ไทรติไมท์และคริสโตบาไลต์จะไม่เปลี่ยนมาเป็นควอตซ์ตามเงื่อนไขปกติ แต่จะมีการเปลี่ยนมาเป็น γ -Tridymite และเปลี่ยนเป็น β -Cristobalite อย่างรวดเร็ว ดังสมการ 2.4-2.7 ด้านล่าง และระบบผลึกแสดงดังตารางที่ 2.2 [26]



ตารางที่ 2.2 ระบบผลึกและความหนาแน่นของซิลิกาชนิดต่างๆ [26]

ชนิดซิลิกา	ระบบผลึก	ความหนาแน่น (g/cm ³)
β -quartz	ไตรกอนอล	2.65
α -quartz	เฮกซะกอนอล	2.53
γ -tridymite	ออโรรมบิค	2.26
β -tridymite	เฮกซะกอนอล	-
α -tridymite	เฮกซะกอนอล	2.22
β -cristobalite	เตตระกอนอล	2.32
α -cristobalite	ลูกบาศก์	2.20

รูปที่ 2.13 ลักษณะผลึกของควอตซ์ SiO₂ [26]

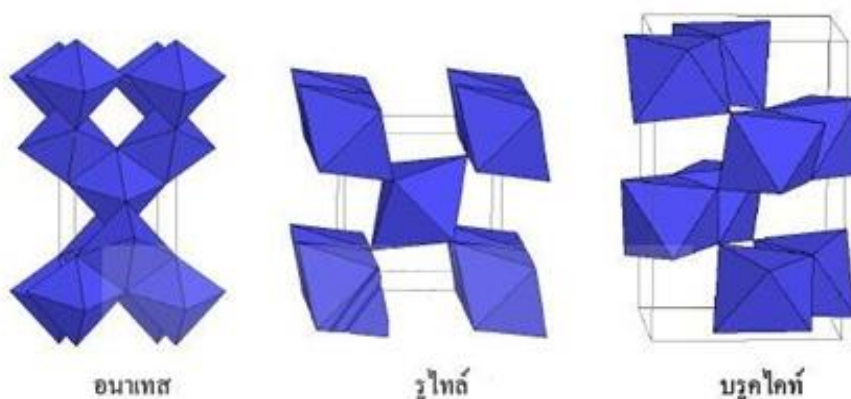
2.3.2 ซิลิกาอสัณฐาน เป็นซิลิกาที่มีการจัดเรียงอะตอมภายในโครงสร้างไม่เป็นระเบียบ เกิดจากสิ่งมีชีวิตและสามารถสังเคราะห์ขึ้นได้ มีลักษณะเป็นของแข็ง มีรูปร่างไม่แน่นอน ไม่เป็นผลึก อยู่ในรูปของไฮเดรต (Hydrate) หรือแอนไฮเดรต (Anhydrate) การสังเคราะห์จะสามารถสังเคราะห์ได้จากการให้ความร้อนจนมีสถานะเป็นไอ พันธะที่เกิดขึ้นเป็นพันธะซิลอกเซน (Siloxane; Si-O-Si) ซิลานอล (Silanol; Si-OH) ซิลเลน (Silane; Si-H) และซิลิกอนอินทรีย์ (Organic Silicon; Si-OR หรือ

Si-R) ซึ่งลักษณะผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ แบ่งเป็น 3 ประเภท คือ วิเทรียสซิลิกา (Vitreous Silica) หรือซิลิกาแก้ว (Silica Glass), ซิลิกาเจล (Silica Gel) และซิลิกาผง (Powder Silica)

ประโยชน์ของซิลิกอนไดออกไซด์ ใช้เป็นวัตถุดิบส่วนผสมในวัสดุก่อสร้าง ผลิตเป็นแก้ว กระจก คริสตัล เจล แอโรเจล สายใยแก้วที่ใช้ในการโทรคมนาคม เป็นสารตั้งต้นในผลิตภัณฑ์จำพวกเซรามิกส์ ตัวเร่งปฏิกิริยา สารดูดความชื้น ตัวควบคุมการไหลของสี สารเพิ่มความแข็งแรงและความหนาแน่นในผลิตภัณฑ์ยาง พลาสติก และพอลิเมอร์ สารเพิ่มการยึดติดในกาว สารช่วยเพิ่มแรงตึงผิว และสารเพิ่มความเงา [27]

2.4 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)

ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นโลหะที่มีความแข็งแรง ทนต่อการกัดกร่อน และมีน้ำหนักเบา แบ่งตามโครงสร้างของผลึกได้ [28] คือ รูไทล์มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระกอนอลเป็นชนิดที่พบมากที่สุด ในธรรมชาติมีความคงทนและเสถียรต่อการเปลี่ยนแปลงต่ออุณหภูมิที่สูง อะนาทาส (Anatase) มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระกอนอล เป็นชนิดที่พบในธรรมชาติปานกลาง หากให้ความร้อนสูงกว่า 915 องศาเซลเซียสจะเปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นแบบรูไทล์ และบรูคไคท์ (brookite) มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (orthorhombic) เป็นชนิดที่พบน้อยในธรรมชาติมีความเสถียรต่ออุณหภูมิต่ำ หากได้รับความร้อนมากกว่า 750 องศาเซลเซียสจะเปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นแบบรูไทล์ แสดงดังรูปที่ 2.14 และในการผลิตกระจกที่ต้องการสมบัติทำความสะอาดตัวเองได้นั้น วิธีหนึ่งที่เป็นที่นิยมและได้รับความสนใจในปัจจุบันเป็นอย่างยิ่งคือ TiO_2 เข้าไปในชั้นนอกสุดของฟิล์มติดกระจกนั่นเอง

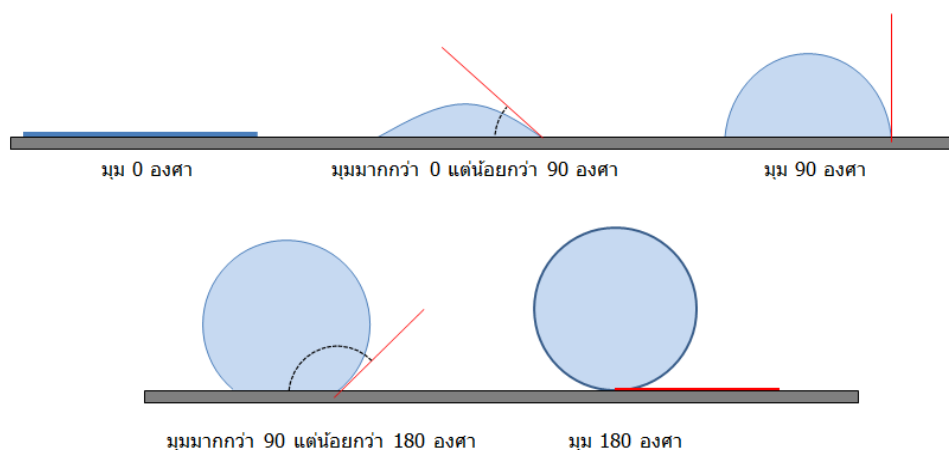


รูปที่ 2.14 โครงสร้างผลึกของ TiO_2 [29]

2.4.1 กระจกทำความสะอาดตัวเอง (Self-Cleaning Glass) [30]

กระจกทำความสะอาดตัวเอง หมายถึง กระจกที่ไม่ยอมให้สิ่งสกปรกหรือฝุ่นมาเกาะติดแน่น และสามารถกำจัดความสกปรกดังกล่าวได้เอง โดยใช้หลักการเรื่องการเปียกบนพื้นผิว การใช้กระจกทำความสะอาดตัวเองได้ทำให้ไม่ต้องใช้คนงานขึ้นไปเช็ดทำความสะอาดกระจก จึงสามารถลดความเสี่ยงต่อชีวิตในการขึ้นไปเช็ดกระจกและลดค่าใช้จ่ายในการจ้างบริษัทเช็ดกระจกอีกด้วย

การเปียก (Wetting) คือ ลักษณะของของเหลวที่จะยึดเกาะอยู่บนผิวของของแข็ง การที่ของเหลวจะเปียกบนของแข็งได้ดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับ 2 แรงหลักๆ คือแรงเชื่อมแน่น (Cohesive Force) เป็นแรงยึดเหนี่ยวระหว่างสารชนิดเดียวกันที่พยายามทำให้โมเลกุลของของเหลวเกาะกลุ่มกันเองเป็นหยด และแรงยึดติด (Adhesive Force) คือแรงยึดเหนี่ยวระหว่างสารต่างชนิดกัน หมายถึงแรงระหว่างโมเลกุลของเหลวและของแข็ง ซึ่งเป็นแรงที่ตรงข้ามกับแรงเชื่อมแน่นเป็นแรงยึดติดที่พยายามทำให้หยดของของเหลวแตกออกจากกันและกระจายแนบไปกับผิวของของแข็ง ถ้าพิจารณา น้ำกับวัสดุชนิดหนึ่ง ขณะที่น้ำเกาะอยู่บนผิวของของแข็งจะเกิดสภาพสมดุลของแรงยึดติดและแรงเชื่อมแน่น น้ำจะกระจายแนบติดบนผิวของของแข็งเมื่อแรงยึดติดมีค่ามากกว่าแรงเชื่อมแน่นอย่างมาก และน้ำจะไม่เกาะแต่จะรวมกันเป็นหยดกลิ้งไปมาได้บนผิวของของแข็ง เหมือนกับหยดน้ำบนใบบัว เมื่อแรงยึดติดมีค่าน้อยกว่าแรงเชื่อมแน่นมากๆ ในการพิจารณาการเปียกของของเหลวบนผิวของของแข็งนิยมใช้วัดความเปียกเรียกว่า มุมสัมผัส (Contact Angle) คือมุมระหว่างหยดของของเหลววัดเทียบกับผิววัสดุ ณ จุดที่ผิวทั้งสองเกาะติดกัน แสดงดังรูปที่ 2.15

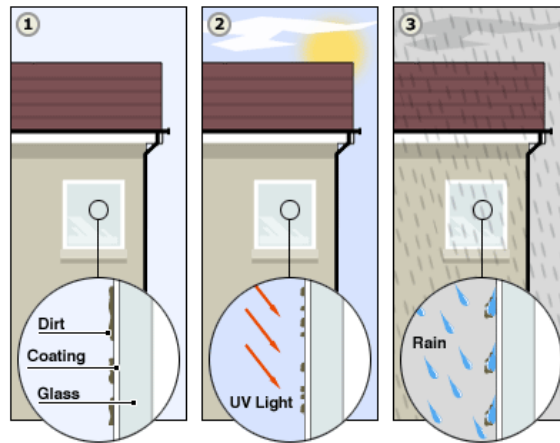


รูปที่ 2.15 การเปียกและมุมสัมผัสค่าต่างๆ [30]

ชนิดของกระจกทำความสะอาดตัวเอง สามารถแบ่งตามหลักการทำงานที่แตกต่างกันได้ 2 แบบ คือ

1) กระจกทำความสะอาดตัวเอง โดยวิธีการคือ การสร้างพื้นผิวของกระจกให้ชอบน้ำ (Hydrophilic) เมื่อมีน้ำตกมาที่กระจกก็จะเกิดเป็นชั้นน้ำบางๆ อยู่บนผิวของกระจก และทำหน้าที่ชะล้างเศษฝุ่นที่เกาะอยู่ที่ผิวออกไป สามารถย่อยสลายคราบอินทรีย์ต่างๆ โดยกระบวนการย่อยสลายจะเกิดขึ้นเมื่อแสงแดดส่องมากระทบกับกระจกทำให้โมเลกุลของสารอินทรีย์สลายเล็กลง เมื่อมีน้ำฝนมาเกาะบนกระจกทำให้น้ำสามารถกระจายบนผิวเนื่องจากความชอบน้ำ ชะล้างทั้งฝุ่นและสารอินทรีย์โมเลกุลเล็กออกไปจากผิวกระจก ซึ่งแบ่งการทำความสะอาดตัวเองเป็น 3 ขั้นตอน คือ มีสิ่งสกปรกมา

เกาะ เมื่อกระจกได้รับรังสี UV จากแสงแดดสลายให้สิ่งสกปรกเล็กลง และเมื่อฝนตกน้ำฝนกลายเป็นแผ่นน้ำชะล้างสิ่งสกปรกออกไปในที่สุด แสดงดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 กลไกการทำความสะอาดตัวเองของกระจกแบบชอบน้ำ [30]

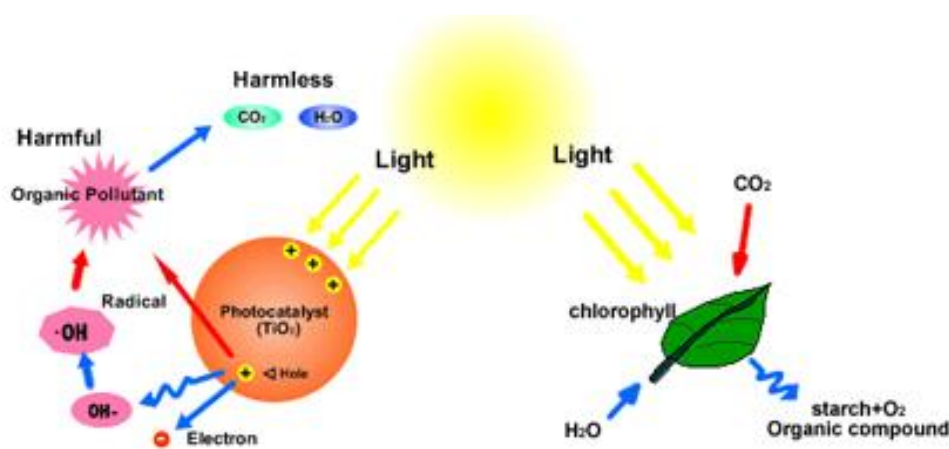
2) กระจกที่ทำงานโดยหลักการไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) น้ำที่ตกลงมาที่ผิวกระจกชนิดนี้จะรวมกันเป็นหยดทำหน้าที่กั้นสิ่งชะล้าง ลากฝุ่นที่ติดบนผิวกระจกให้กั้นออกไปพร้อมกับหยดน้ำ และน้ำจะไม่เปียกบนผิวกระจก ถ้าอยากจะให้กระจกชนิดนี้ป้องกันได้ทั้งน้ำและไขมันนั้น ต้องออกแบบให้มุมสัมผัสระหว่างหยดไขมันกับกระจกมีค่าเข้าใกล้ 180 องศาด้วย ซึ่งไม่สามารถทำได้ทำให้กระจกในกลุ่มนี้ไม่เป็นกระจกที่ทำความสะอาดตัวเองได้อย่างแท้จริง แต่เป็นกระจกที่ผู้ใช้ทำความสะอาดได้ง่ายเท่านั้น แสดงดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 การทำความสะอาดตัวเองของกระจกแบบไม่ชอบน้ำ [30]

2.4.2 การทำความสะอาดโดยตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงด้วยไททาเนียมไดออกไซด์

TiO₂ เป็นสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ที่สามารถเร่งปฏิกิริยาทางแสงได้ ซึ่งปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสง (Photocatalyst) ทำให้สารที่ได้รับการกระตุ้นด้วยแสงเกิดปฏิกิริยาทางเคมี โดยที่สารจะไม่สลายหรือหายไปเมื่อปฏิกิริยานั้นเสร็จสิ้นลง การทำงานในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของ TiO₂ เกิดในลักษณะตรงกันข้ามกับปฏิกิริยาสังเคราะห์แสง ในปฏิกิริยาสังเคราะห์แสงนั้นคลอโรฟิลล์ทำหน้าที่เปลี่ยนคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำให้กลายเป็นออกซิเจนและกลูโคส แต่ TiO₂ จะทำหน้าที่ย่อยสลายสารอินทรีย์ให้กลายเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ [31, 32] แสดงดังรูปที่ 2.18

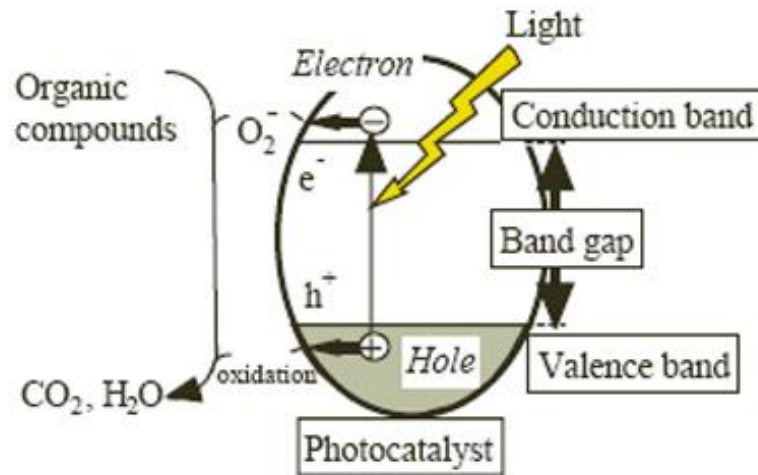


รูปที่ 2.18 การเปรียบเทียบโฟโตคาตาลิสต์กับคลอโรฟิลล์ [31]

2.4.3 กลไกการเกิดปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำ

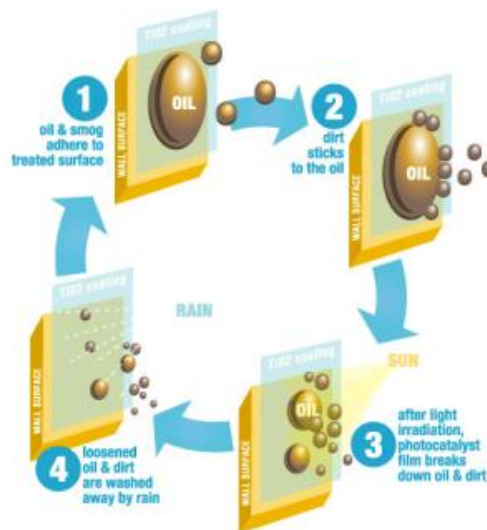
กลไกการเกิดปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำ จะมีแถบพลังงานที่น่าสนใจอยู่สองแถบ คือ แถบวาเลนซ์ (Valence band) และแถบการนำไฟฟ้า (Conduction Band) แถบพลังงานทั้งสองนี้จะถูกแยกจากกันโดยมีแถบช่องว่างพลังงาน (Band Gap) ซึ่งมีความกว้าง E_g กั้นอยู่ กระบวนการโฟโตคะตะไลซิสในเอควีเอสเฟส (Aqueous Phase) คือ กระบวนการการโฟโตออกซิเดชัน (Photo-Oxidation) ของอนุภาคสารกึ่งตัวนำที่ถูกอนุภาคของแสง (Photo) ซึ่งมีพลังงานเท่ากับหรือสูงกว่าช่องว่างพลังงาน E_g ตกกระทบผิวหน้าอนุภาคสารกึ่งตัวนำ ทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นเปลี่ยนที่อยู่จากแถบวาเลนซ์ไปยังแถบการนำไฟฟ้า ทำให้เกิดสถานะขาดอิเล็กตรอนที่แถบวาเลนซ์ เรียกว่า โฮล (Hole) แทนด้วยสัญลักษณ์ h^+vb ส่วนอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นไปอยู่ในแถบการนำไฟฟ้าแทนด้วยสัญลักษณ์ e^-cb ซึ่ง h^+vb และ e^-cb สามารถที่จะกลับมาอยู่ในสถานะเดิมอีกได้ เรียกว่า รีคอมบิเนชัน (Recombination) ซึ่งเป็นปัญหาที่สำคัญของกระบวนการโฟโตออกซิเดชัน และที่ผิวหน้าระหว่างของแข็งและของเหลว (Solid-Liquid Interface) อิเล็กตรอนสามารถที่จะเคลื่อนย้ายจากแถบการนำไฟฟ้าไปสู่ตัวรับอิเล็กตรอน (Acceptor) ในสารละลาย เรียกว่า รีดักชัน (Reduction) หรืออิเล็กตรอนจากผู้ให้ (Donor) ในสารละลายไปสู่โฮลในแถบวาเลนซ์ เรียกว่า ออกซิเดชัน

(Oxidation) ซึ่งโพลที่เกิดขึ้นในแถบวาเลนซ์เป็นตัวรับอิเล็กตรอนที่ดี (Strong Oxidation) แสดงดังรูปที่ 2.19



รูปที่ 2.19 กลไกการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส [32]

TiO₂ มีสมบัติการทำความสะอาดตัวเอง สามารถทำความสะอาดผนังด้านนอกของอาคารที่ถูกปกคลุมด้วยคราบเขม่าจากการเผาไหม้ของเครื่องยนต์ที่มีส่วนประกอบเป็นน้ำมันและจากฝุ่นละอองได้ โดย TiO₂ จะทำลายสารประกอบไฮโดรคาร์บอนรวมทั้งฝุ่นผงต่างๆ ที่เกาะติดอยู่กับผนังจากปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงและจะถูกชะล้างออกจากผนังอย่างง่ายได้เมื่อฝนตกลงมาทำให้ผนังตึกดูสะอาดและใหม่อยู่เสมอ แสดงดังรูปที่ 2.20



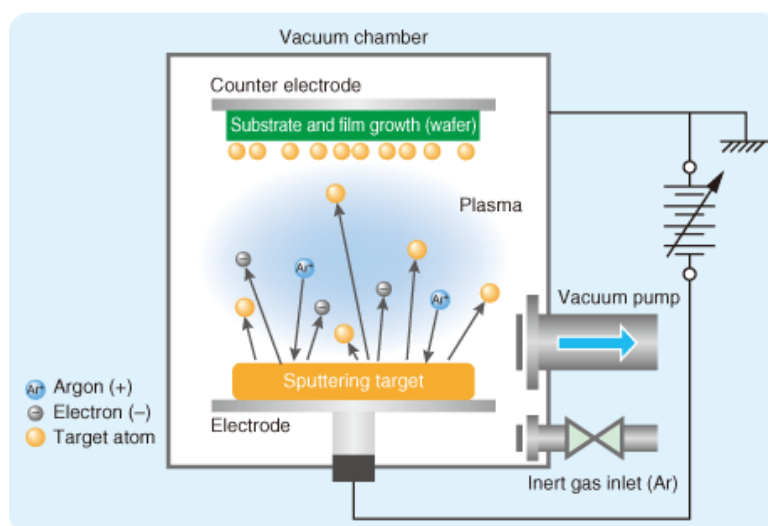
รูปที่ 2.20 การป้องกันการเกิดหยดน้ำและคราบเขม่าด้วย TiO₂ [28]

นอกจากนี้ TiO_2 มีสมบัติในการฆ่าเชื้อโรคโดยกระบวนการใช้แสงอัลตราไวโอเล็ต สามารถใช้กำจัดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่ปนเปื้อนในน้ำหรืออากาศที่สัมผัสกับพื้นผิวของ TiO_2 ที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้ TiO_2 เมื่อได้รับแสงและความร้อน จะแตกตัวให้สารและรังสีที่มีสมบัติหลายประการที่สามารถกำจัดของเสียหรือมลพิษในน้ำและอากาศ สำหรับการบำบัดมลพิษทางอากาศ เช่น การกำจัดก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO_2), ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) และสารอินทรีย์ระเหยง่าย (VOCs) ด้วยการผ่านแสงอัลตราไวโอเล็ตในช่วงคลื่น 300-400 นาโนเมตร จะทำให้เกิดอนุภาคข้างต้นเข้าทำปฏิกิริยากับสารมลพิษดังกล่าวทำให้กลายเป็นกรดไนตริกและกรดซัลฟูริก ส่วนสารอินทรีย์ระเหยง่ายจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างกลายเป็นสารอื่นที่มีความเป็นอันตรายน้อยลง

2.5 เทคนิคการเคลือบฟิล์มบนกระจก

2.5.1 กระบวนการสปัตเตอริง (Sputtering) [33]

กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่ทำให้ผิวของแข็งถูกระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เช่น ไอออนของอาร์กอน ไอออนที่มีความแรงทำให้อะตอมที่ผิวของแข็งกระเจิงออกมา เนื่องจากการชนระหว่างอะตอมที่ผิวและอนุภาคพลังงานสูง โดยอะตอมที่หลุดออกมาจากผิวของแข็งนี้ จะไปก่อตัวบนชิ้นงานเกิดเป็นฟิล์มบางขึ้นบนแผ่นฐานรอง ถือเป็นวิธีการเคลือบที่มีประสิทธิภาพมาก แสดงดังรูปที่ 2.21



รูปที่ 2.21 ระบบการเคลือบแบบสปัตเตอริง [33]

2.5.2 กระบวนการจุ่ม (Dipping) [34]

กระบวนการจุ่ม เป็นกระบวนการที่ใช้วิธีการจุ่มกระจกลงในสารละลายแล้วค่อยๆ ดึงกระจกขึ้นจากสารละลาย แล้วนำไปอบเพื่อให้สารละลายแห้งเคลือบติดบนผิวกระจก โดยใช้ความเร็วในการจุ่มต่ำ (น้อยกว่า 30 เซนติเมตรต่อนาที) เพื่อให้อากาศที่กักเก็บระหว่างผิวสัมผัสน้อยที่สุด และอัตรา

การดึงขึ้นจากสารละลายต่ำเช่นกันเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่สุด และจะต้องจุ่มกระจกในแนวตั้งเสมอจึงถือเป็นวิธีที่สะดวก ท่าง่าย และราคาไม่แพง

2.5.3 กระบวนการปั่น (Spinning) [35]

กระบวนการปั่น เป็นกระบวนการที่ประกอบด้วยขั้นตอนดังนี้ คือ เริ่มจากหยดสารละลายลงบนแผ่นรองรับ เปิดเครื่องให้มอเตอร์หมุนด้วยความเร็วสม่ำเสมอ ต่อมาจะได้ฟิล์มบางเคลือบบนแผ่นรองรับ โดยความบางของฟิล์มขึ้นอยู่กับความเร็วในการหมุนของเครื่องและความหนืดของสารละลาย ให้ความร้อนจนสารละลายระเหยกลายเป็นไอ สุดท้ายจะได้ฟิล์มบางที่เคลือบแน่นบนแผ่นรองรับ

2.6 การตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติของฟิล์ม [36]

2.6.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometry; XRD)

เทคนิค XRD เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาวิเคราะห์หาชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง สามารถใช้หารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของเฟส และคำนวณหาขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้นในผงที่สังเคราะห์ได้ โดยการใช้สมการ Scherer ดังสมการที่ 2.8

$$t = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2.8)$$

เมื่อ t คือ ขนาดผลึก (นาโนเมตร)

λ คือ ความยาวของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 0.15406$ นาโนเมตร)

β คือ Line Width at Half Maximum Height (เรเดียน)

θ คือ มุมสะท้อน (องศา)

2.6.2 เทคนิคการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมรรถนะสูงชนิดฟิลด์อีมิสชัน (Field Emission Scanning Electron Microscope; FE-SEM)

เทคนิค FE-SEM ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมรรถนะสูงชนิดฟิลด์อีมิสชัน สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้าง ลักษณะรูปร่าง ขนาด และพื้นผิวของตัวอย่าง ภาพที่ได้จากเทคนิค FE-SEM มีความละเอียดสูงถึงขนาด 2-5 นาโนเมตร และมีกำลังขยายมากถึง 100,000 เท่ารวมทั้งภาพที่ได้จะมีมิติและความชัดลึกสูง จึงมีความละเอียดและชัดเจนกว่าภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดาที่ให้ภาพเป็นแบบ 2 มิติ และมีกำลังขยายสูงสุดเพียง 1,000 เท่า

2.6.3 เทคนิคสเปกโตรสโกปีรังสีเอกซ์กระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-ray Spectrometer; EDS)

เทคนิค EDS โดยส่วนใหญ่จะใช้คู่กับเครื่อง FE-SEM สามารถดูลักษณะรูปร่างพร้อมกับตรวจสอบธาตุได้ในขั้นตอนเดียว เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่างซึ่งหาค่าได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

2.6.4 เทคนิคสเปกโตรสโกปีโฟโตอิเล็กตรอนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy; XPS)

เทคนิค XPS เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ สามารถให้ข้อมูลสมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุในหลายแง่มุม เช่น ชนิดและจำนวนธาตุองค์ประกอบ โครงสร้างทางเคมี ชนิดพันธะทางเคมี และสถานะออกซิเดชันของอะตอม เป็นต้น

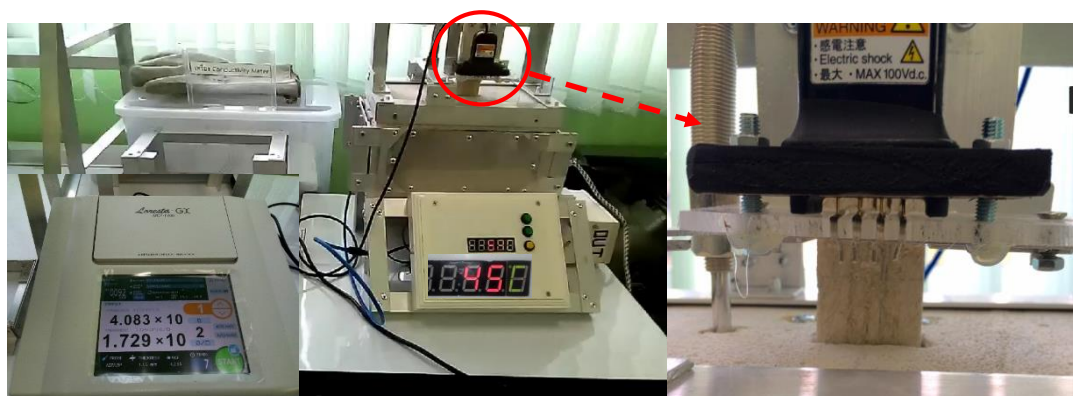
2.6.5 เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (UV-VIS-NIR Spectroscopy)

เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี ใช้เครื่อง UV-VIS-NIR Spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงและค่าความเข้มแสงในช่วงรังสียูวี ช่วงแสงขาว และช่วงอินฟราเรดที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่าง ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อนและสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ สมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงในช่วงรังสียูวี ช่วงแสงขาว และช่วงอินฟราเรดที่มีพลังงานเหมาะสม จะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่ความยาวคลื่นค่าต่างๆ ตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ของสารจะแปรผันตรงกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง และวัดค่าการสะท้อนของแสงในชั้นตัวอย่างฟิล์มและการเคลือบบนพื้นผิวต่างๆ เช่น ผ้า ผงโลหะ ผงออกไซด์ของโลหะ ผงสี พลาสติก และเซรามิกส์ เป็นต้น

2.6.6 เทคนิคการวัดสภาพนำไฟฟ้าชนิด 4 ขั้วที่ใช้ร่วมกับอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ

เทคนิคการวัดสภาพนำไฟฟ้าชนิด 4 ขั้ว (Four Point Probe) ที่ใช้ร่วมกับอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ ใช้หาค่าอุณหภูมิทรานซิชันหา แสดงดังรูปที่ 2.22 เป็นการสร้างอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิโดยใช้อิฐทนความร้อนเป็นฉนวนบุในห้องควบคุมอุณหภูมิ และให้ความร้อนด้วยแผ่นให้ความร้อนที่ประยุกต์มาจากการให้ความร้อนของเตารีดผ้า โดยมีตัวเทอร์โมสตัคคอยควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วงที่ต้องการ และสามารถควบคุมความร้อนให้เพิ่มขึ้นอย่างช้าๆ ได้ในอัตรา 5 องศาเซลเซียส และหัว Probe ทั้ง 4 จะเชื่อมต่อกับอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิที่ตำแหน่งลวดเงิน ซึ่งลวดเงินนี้จะไปกดที่ผิวของฟิล์มและมีเทอร์โมคอบเบิลคอยตรวจอุณหภูมิอยู่ใกล้ๆ ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ได้จากเครื่อง Four

Point Probe ที่อุณหภูมิต่างๆ ค่อนข้างแม่นยำ เมื่อให้ความร้อนแก่ฟิล์มและปล่อยให้เย็นตัวลงค่าที่ได้เป็นค่าความต้านทานไฟฟ้าในช่วงอุณหภูมิที่ต้องการในรูปแบบของ Hysteresis Loop และสามารถนำไปคำนวณหาค่าอุณหภูมิทรานซิชันได้จากค่ากลางของกราฟทั้งสอง (Full Width of Half Maximum; FWHM)



รูปที่ 2.22 อุปกรณ์ทดสอบค่าการนำไฟฟ้าที่ใช้ร่วมกับเครื่อง Four Point Probe

2.7 การสืบค้นจากข้อมูลสิทธิบัตร

สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับวัสดุเทอร์โมโครมิกซึ่งประยุกต์ใช้เป็นหน้าต่างฉลาด (Smart Window) ซึ่งประกอบด้วยVO₂บนชั้นของกระจกนำไฟฟ้าซึ่งคือออกไซด์เจือด้วยอลูมิเนียมหรือแกลเลียม [37] และฟิล์มพอลิเมอร์สำหรับกรองแสงเทอร์โมโครมิกที่สะท้อนความร้อนของรังสีอินฟราเรดและผลึกเหลว [38] ส่วนที่เกี่ยวข้องกับการลดแสงจํามีการพัฒนาฟิล์มพอลิเมอร์ที่มีชั้นของอนุภาคนาโนซิลิกาที่ขนาดอนุภาคต่างกันหรือรูปร่างไม่แน่นอน [39] หรือซิลิกาขนาดระดับนาโนรูปร่างกลวงใช้สำหรับแผ่นโพลารไรซ์หรือจอแสดงผลแอลซีดี [40] หรือประยุกต์สำหรับแผ่นลดแสงจํารถยนต์ที่วิ่งสวนมา [41] หรืออาจผลิตจาเรซินที่มีส่วนผสมของฟลูออไรด์ [42] นอกจากนี้ ยังมีการจดสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับการเคลือบวัสดุฐานที่มีสมบัติโพโตแคตะไลติกประยุกต์ในด้านต่างๆ [43, 44]

บทที่ 3

การออกแบบและวิธีการทดลอง

เนื้อหาในบทนี้กล่าวถึงการดำเนินงานวิจัย แบ่งเป็น 3 ตอนหลักคือ งานวิจัยตอนที่ 1 เป็นการสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ที่มีสมบัติสะท้อนความร้อนได้ด้วยวิธีการเคลือบฟิล์มแบบสเปตเตอร์ริงและแบบจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล ส่วนงานวิจัยตอนที่ 2 เป็นการสังเคราะห์ฟิล์มหลายชั้นจาก SiO_2 และ TiO_2 ที่มีสมบัติลดแสงจ้า และงานวิจัยตอนที่ 3 เป็นการสังเคราะห์และขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้าได้

3.1 สารเคมี วัสดุ และอุปกรณ์หลักที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 โลหะวานาเดียม (V)

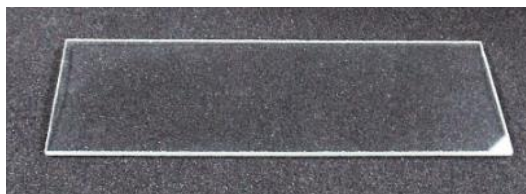
โลหะวานาเดียม ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นวานาเดียมบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ ลักษณะเป็นของแข็งสีเงินวาวๆ ใช้เป็นเป้ายิงในเครื่องสเปตเตอร์ริง โดยเป้าที่ใช้เป็นทรงกลมมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว จากบริษัทไทย แอดแวนเทค จำกัด (ประเทศไทย) แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 เป้าทรงกลมของวานาเดียม

3.1.2 กระจกสไลด์

กระจกสไลด์ เป็นแผ่นกระจกใสคุณภาพสูง มีความสะอาดมาก ขอบเรียบมน ขนาดกว้าง 1 นิ้ว ยาว 3 นิ้ว (25.4 x 76.2 มิลลิเมตร) หนา 1-1.2 มิลลิเมตร จากบริษัท SAIL BRAND เกรด Microscope Glass ได้รับมาตรฐาน CE และ ISO9001-2000 ผลิตในประเทศจีน แสดงดังรูปที่ 3.2 ทำจากกระจกโซดาไลม์ (Soda Lime Glass) มีปริมาณและองค์ประกอบทางเคมี แสดงดังตารางที่ 3.1 และสมบัติทางกายภาพ แสดงดังตารางที่ 3.2



รูปที่ 3.2 กระจกสไลด์

ตารางที่ 3.1 ปริมาณและองค์ประกอบทางเคมีของกระจกโซดาไลม์

Composition	Content (%)
SiO ₂	73
Na ₂ O	14
CaO	7
MgO	4
Al ₂ O ₃	2

ตารางที่ 3.2 สมบัติทางกายภาพของกระจกโซดาไลม์

Physical Properties	Value
Coeff. Of Exp.	$89 \times 10^{-7} \text{ cm/cm}^{\circ}\text{C}$
Strain Point	511 °C
Anneal Point	545 °C
Soften Point	724 °C
Density	2.40 g/cm ³
Refract Index	1.515

3.1.3 ผงวานาเดียมเพนทอกไซด์ (V₂O₅)

ผง V₂O₅ ของบริษัทซิกม่า-อัลดริช (ประเทศไทย) จำกัด ความบริสุทธิ์ 99.6 เปอร์เซ็นต์ ลักษณะเป็นผงละเอียดสีส้ม มีจุดหลอมเหลวที่ 690 องศาเซลเซียส และความหนาแน่น 3.35 กรัมต่อมิลลิลิตรที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ผงวานาเดียมเพนทอกไซด์

3.1.4 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ มีลักษณะใสไม่มีสี ความเข้มข้น 35 เปอร์เซ็นต์ ของบริษัทเคม-ซีฟพราย จำกัด เกรด LR และน้ำหนักโมเลกุล 34.02 แสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

3.1.5 สารละลายซิลิกอนไดออกไซด์หรือซิลิกา (SiO_2)

สำหรับขั้นตอนการเตรียมซิลิกา เริ่มจากใช้เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl Orthosilicate; TEOS) ของบริษัท Sigma-Aldrich มีลักษณะเป็นของเหลวใส มีความเข้มข้น 98 เปอร์เซ็นต์ และหยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ ปรับจนได้ค่า pH ประมาณ 8-9 จะได้โซลของซิลิกา แสดงดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 สารละลายซิลิกอนไดออกไซด์

3.1.6 สารละลายไททานเนียมไดออกไซด์

สำหรับขั้นตอนการเตรียมสารละลายไททานเนียมไดออกไซด์เริ่มจากนำ Titanium (IV) isopropoxide (TTIP) 99.95 เปอร์เซ็นต์ ของบริษัท Fluka Sigma-Aldrich ผสมกับเอทานอล

(C₂H₅OH) สกัดส่วนโดยโมลของ TTIP:C₂H₅OH คือ 1:82 และหยดกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์ (M) ลงไปจนกระทั่ง pH=3.5 จะได้โซลของไททาเนียมไดออกไซด์ แสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 สารละลายไททาเนียมไดออกไซด์

3.2 การออกแบบการทดลอง

3.2.1 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติสะท้อนความร้อน

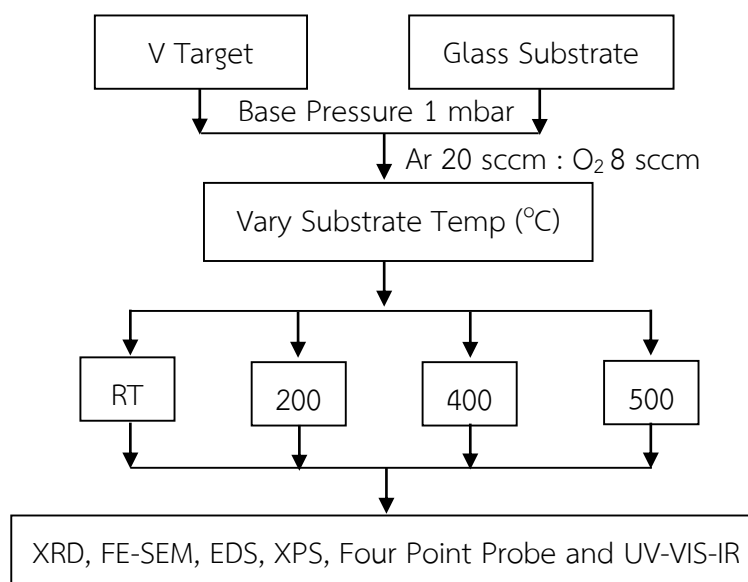
งานวิจัยนี้เลือกใช้เทคโนโลยีเคลือบผิวฟิล์มบางด้วยวิธีการทางฟิสิกส์ (Physical Vapour Deposition; PVD) ซึ่งเป็นเทคโนโลยีที่นิยมใช้กันมากเพื่อสามารถเพิ่มคุณภาพของผิวเคลือบได้สูง มักใช้กับฟิล์มที่มีสมบัติพิเศษ กระบวนการเคลือบฟิล์มแบบสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นวิธีการทางฟิสิกส์วิธีหนึ่งที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวาง และเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับกระบวนการจุ่มเคลือบ (Dipping) ด้วยสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล (Sol-Gel) ซึ่งเป็นอีกวิธีการหนึ่งที่เป็นที่นิยมในปัจจุบัน สามารถควบคุมการเกิดปฏิกิริยาได้ง่าย ราคาถูก เคลือบบนชิ้นงานที่มีความซับซ้อน ขนาดใหญ่ และขยายสเกลในการผลิตจริงได้ง่าย จึงทำให้สองเทคนิคนี้เป็นที่น่าสนใจในงานวิจัยนี้

3.2.1.1 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง

การสังเคราะห์ฟิล์ม VO₂ ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์นั้น ใช้โลหะวาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ แสดงดังรูปที่ 3.1 วางไว้บนเป้ายิงในเครื่องสปัตเตอร์ริง ใช้ความดันสุญญากาศขณะทำการเคลือบกระจก 3 มิลลิทอร์ ใช้กำลังไฟฟ้าที่ทำให้อาร์กอนเกิดการแตกตัวเป็นอาร์กอนไอออน 150 วัตต์ ใช้เวลาก่อนการเคลือบเพื่อทำความสะอาดผิวกระจกสไลด์ 5 นาที และใช้เวลาในการเคลือบ 15 นาที สำหรับปัจจัยของสภาวะการทดลองที่ส่งผลต่อกระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มVO₂ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง มีตัวแปรในการสังเคราะห์ 3 ค่าด้วยกันคือ

- 1) อุณหภูมิของฐานรองกระจก (Substrate Temp) ใช้อุณหภูมิห้อง (Room Temp; RT) 200, 400 และ 500 องศาเซลเซียส ($^{\circ}\text{C}$)
 - 2) อัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจน ($\text{Ar}:\text{O}_2$) ใช้ในอัตราส่วน 20:5, 20:8, 20:15 และ 15:20 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (sccm)
 - 3) ความดันก่อนทำการเคลือบกระจก (Base Pressure) ใช้ 1 และ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ (mbar)
- จากนั้นนำตัวอย่างชิ้นงานไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR

3.2.1.1.1 การศึกษาผลของอุณหภูมิฐานรองกระจกสไลด์ที่สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง

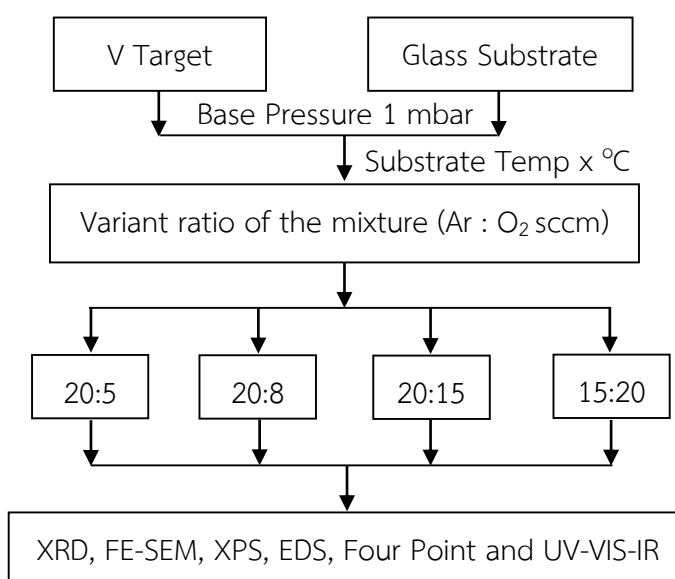


รูปที่ 3.7 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของอุณหภูมิฐานรองกระจกสไลด์ที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง

จากรูปที่ 3.7 เป็นแผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของอุณหภูมิฐานรองกระจกสไลด์ที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง โดยเริ่มจากใช้ความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่ 1 มิลลิบาร์ เป็นเวลา 5 นาที ใช้กำลังไฟฟ้า 150 วัตต์ อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจนที่ 20:8 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที และใช้อุณหภูมิของฐานรองกระจกที่อุณหภูมิห้อง 200 400 และ 500 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการเคลือบ 15 นาที หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม คือ ตรวจสอบเฟสของฟิล์ม VO_2 ด้วยเทคนิค XRD ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค FE-SEM ปริมาณธาตุต่างๆ ด้วยเทคนิค EDS วิเคราะห์วาเลนซ์อิเล็กตรอนของฟิล์มด้วยเทคนิค XPS นำไปทดสอบสมบัติความต้านทานไฟฟ้าเพื่อหาอุณหภูมิทรานซิชัน

ชั้นด้วยเทคนิค Four Point Probe มีการควบคุมอุณหภูมิด้วยเทอร์โมสตัทในช่วงอุณหภูมิห้อง (35 องศาเซลเซียส) ถึง 100 องศาเซลเซียส และทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงด้วยเทคนิค UV-VIS-NIR มีการทดสอบที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และ 80 องศาเซลเซียส เพื่อเลือกอุณหภูมิของฐานรองกระจกที่ทำให้เกิดผลึกวาเนเดียมออกไซด์สูงที่สุด (x °C)

3.2.1.1.2 การศึกษาผลของอัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนที่สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง

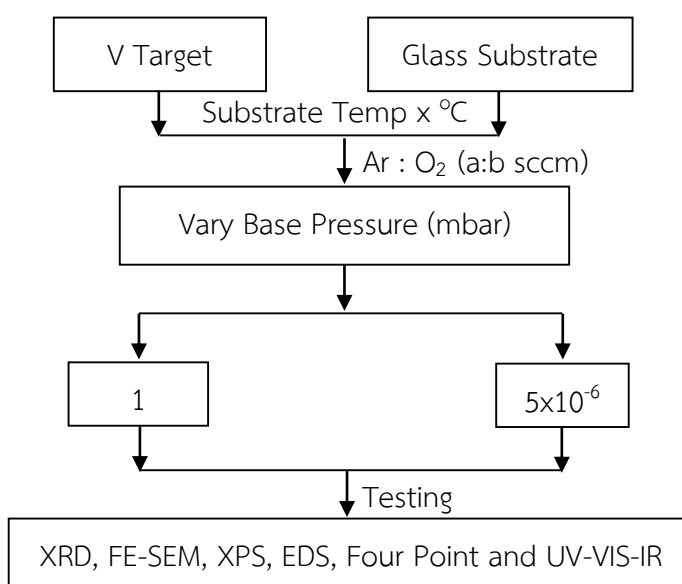


รูปที่ 3.8 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของอัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง

จากรูปที่ 3.8 เป็นแผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของอัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง โดยเริ่มจากใช้ความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่ 1 มิลลิบาร์ เป็นเวลา 5 นาที ใช้กำลังไฟฟ้า 150 วัตต์ ใช้อุณหภูมิของฐานรองกระจกที่อุณหภูมิ x องศาเซลเซียสจากข้อ 3.2.1.1.1 ใช้อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจนที่ 20:5, 20:8, 20:15 และ 15:20 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที และใช้เวลาในการเคลือบ 15 นาที หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1.1 เพื่อเลือกอัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนที่ทำให้เกิดผลึกวาเนเดียมออกไซด์สูงที่สุด (a:b ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที)

3.2.1.1.3 การศึกษาผลของความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง

รูปที่ 3.9 เป็นแผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง โดยเริ่มจากใช้ความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่ 1 และ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ เป็นเวลา 5 นาที ใช้กำลังไฟฟ้า 150 วัตต์ ใช้อุณหภูมิของฐานรองกระจกที่อุณหภูมิ x องศาเซลเซียสจากข้อ 3.2.1.1.1 ใช้อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจนที่ a:b ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีจากข้อ 3.2.1.1.2 และใช้เวลาในการเคลือบ 15 นาที หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1.1 เพื่อเลือกความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่ทำให้เกิดผลึก VO_2 สูงที่สุด



รูปที่ 3.9 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง

3.2.1.2 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล

การสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจลบนกระจกสไลด์ที่ถูกทำความสะอาดก่อนนำไปจุ่มเคลือบ โดยเริ่มจากใช้น้ำกลั่นปราศจากไอออน (Deionized Water) อะซิโตน (Acetone) ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ ไอโซโพรพานอล (Iso-Propanol) ความเข้มข้น 70 เปอร์เซ็นต์ และเอทานอล (Ethanol) ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งเตรียมสารเคลือบตั้งต้นโดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่นำไปเจือจางความเข้มข้นลงเป็น 30 เปอร์เซ็นต์ ใช้ปริมาตร 30 มิลลิลิตร หลังจากนั้นนำผง V_2O_5 ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณ 0.3 กรัม จะได้สารเคลือบโซล-เจลวาเนเดียมออกไซด์ เช่นเดียวกับการสังเคราะห์

VO₂ ของ Miyazaki, H. และคณะ [45] และนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้วมาทำการจุ่มเคลือบต่อไป สำหรับปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบประกอบด้วย 3 ปัจจัยหลักคือ

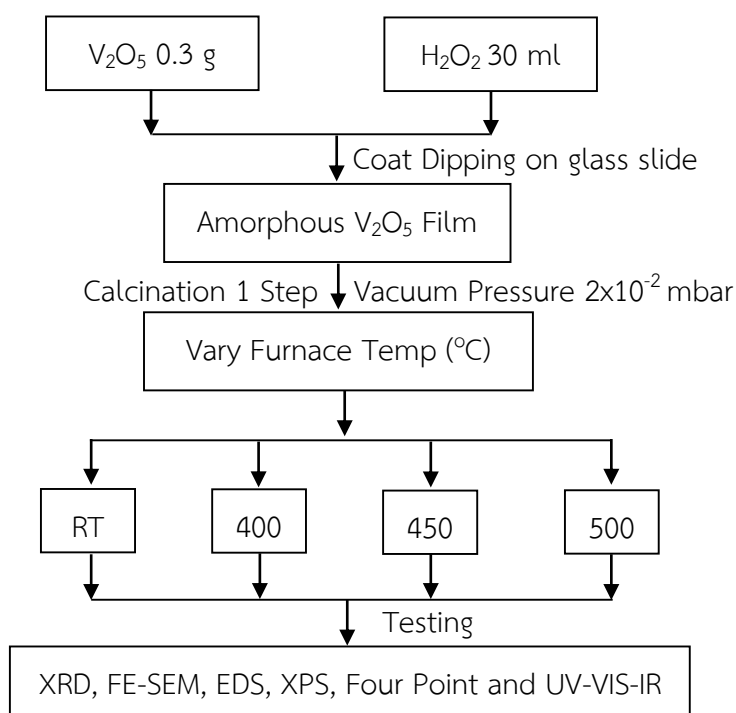
1) อุณหภูมิของเตาเผา (Furnace Temperature) ใช้อุณหภูมิห้อง (Room Temp; RT) 400, 450 และ 500 องศา เซลเซียส (°C)

2) ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงาน (Vacuum Pressure) ใช้ 2×10^{-2} และ 2×10^{-3} มิลลิบาร์ (mbar)

3) ขั้นตอนการเผาผนึก (Calcination) ใช้ 1 และ 2 ขั้นตอน (Step)

จากนั้นนำตัวอย่างขึ้นงานไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR

3.2.1.2.1 การศึกษาผลของอุณหภูมิของเตาเผาต่อการเคลือบฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

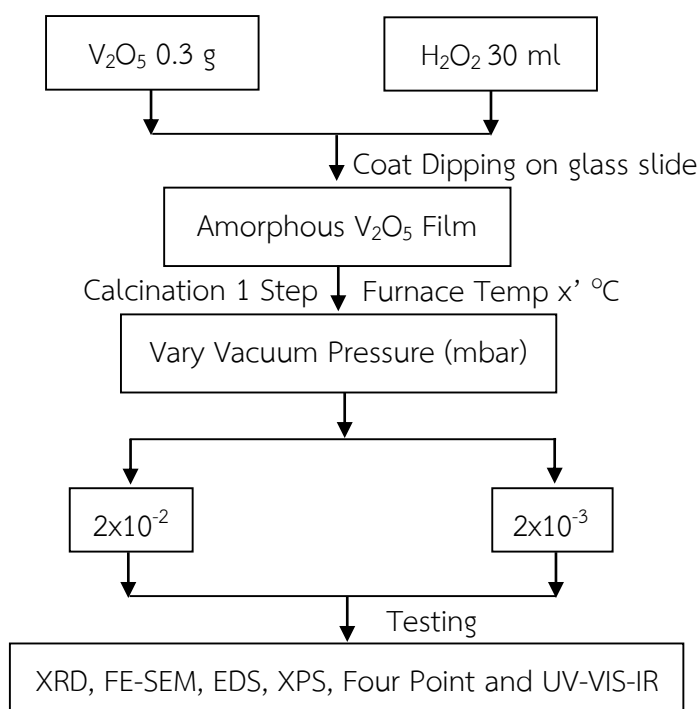


รูปที่ 3.10 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของอุณหภูมิของเตาเผาต่อการเคลือบฟิล์ม VO₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

จากรูปที่ 3.10 เป็นแผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของอุณหภูมิของเตาเผาต่อการเคลือบฟิล์ม VO₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนกระจกสไลด์ โดยเริ่มจากนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้วมาทำการจุ่มเคลือบ และเผาผนึกโดยใช้ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงาน 2×10^{-2}

มิลลิบาร์ ขั้นตอนการเผาผนึกใช้ 1 ขั้นตอน และใช้อุณหภูมิของเตาเผาที่อุณหภูมิห้อง 400, 450 และ 500 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1.1 เพื่อเลือกอุณหภูมิของเตาเผาที่ทำให้เกิดผลึกวาเนเดียมออกไซด์สูงที่สุด ($x' \text{ }^{\circ}\text{C}$)

3.2.1.2.2 การศึกษาผลของความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงานต่อการเคลือบฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

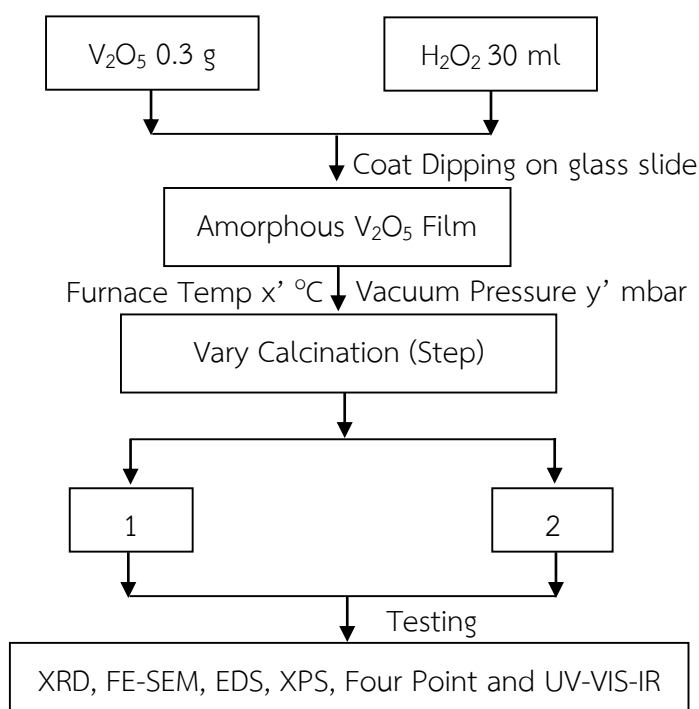


รูปที่ 3.11 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงานต่อการเคลือบฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

จากรูปที่ 3.11 เป็นแผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงานต่อการเคลือบฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนกระจกสไลด์ โดยเริ่มจากนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้วมาทำการจุ่มเคลือบ และเผาผนึกโดยใช้อุณหภูมิของเตาเผาที่อุณหภูมิ x' องศาเซลเซียสจากข้อ 3.2.1.2.1 ขั้นตอนการเผาผนึกใช้ 1 ขั้นตอน และใช้ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงาน 2×10^{-2} และ 2×10^{-3} มิลลิบาร์ หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1.1 เพื่อเลือกความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงานที่ทำให้เกิดผลึกวาเนเดียมออกไซด์สูงที่สุด ($y' \text{ mbar}$)

3.2.1.2.3 การศึกษาผลของขั้นตอนการเผาผนึกต่อการเคลือบฟิล์มวานาเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

รูปที่ 3.12 เป็นแผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของขั้นตอนการเผาผนึกต่อการเคลือบฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนกระจกสไลด์ โดยเริ่มจากนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้วมาทำการจุ่มเคลือบ และเผาผนึกโดยใช้อุณหภูมิของเตาเผาที่อุณหภูมิ x' องศาเซลเซียสจากข้อ 3.2.1.2.1 ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงาน y' มิลลิบาร์จากข้อ 3.2.1.2.2 และใช้ขั้นตอนการเผาผนึก 1 และ 2 ขั้นตอน หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1.1 เพื่อเลือกขั้นตอนการเผาผนึกที่ทำให้เกิดผลึก VO_2 สูงที่สุด



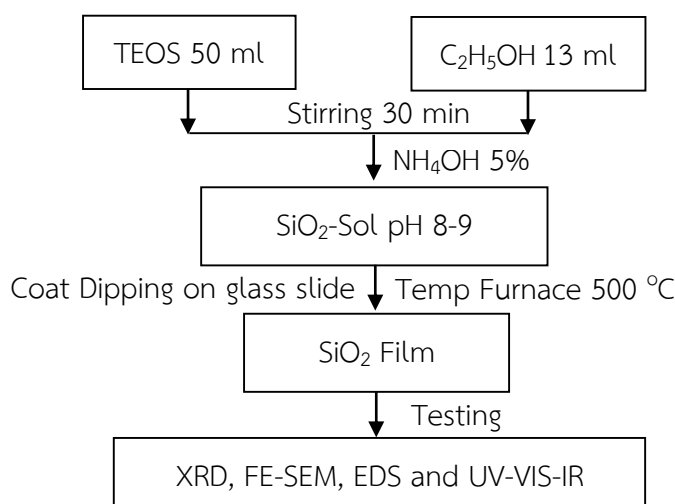
รูปที่ 3.12 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของขั้นตอนการเผาผนึกต่อการเคลือบฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

3.2.2 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้า

การทดลองในส่วนที่ 2 นี้เป็นการขึ้นรูปฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) และซิลิกา (SiO_2) ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล และทำการเคลือบฟิล์มบนกระจกด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ โดยฟิล์มทั้งสองจะถูกรวบรวมไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที และเผาในบรรยากาศทั่วไปที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.2.2.1 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์

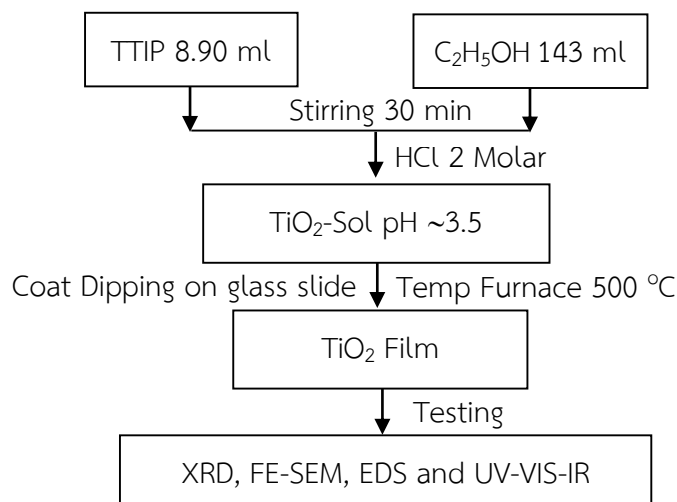
สำหรับขั้นตอนการขึ้นรูปฟิล์ม SiO_2 เริ่มจากใช้ Tetraethyl Orthosilicate (TEOS) ปริมาตร 50 มิลลิลิตร จากนั้นใส่เอทานอล 13 มิลลิลิตร กวนผสมด้วยเครื่องกวนแท่งแม่เหล็กความเร็ว 800 รอบ/นาที จนครบเวลา 30 นาที และหยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ ปรับจนได้ค่า pH ประมาณ 8-9 เช่นเดียวกับการสังเคราะห์ซิลิกาของ เสาวลักษณ์ บุญยอด และ วีรวรรณ สุทธิศรีปภ [46] กวนสารละลายต่อไปที่อุณหภูมิห้องต่อเนื่องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงนำโซลที่เตรียมได้เก็บไว้ในตู้เย็นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้วมาทำการจุ่มเคลือบแล้วเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1.1 แสดงดังรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 แผนผังการขึ้นรูปฟิล์ม SiO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

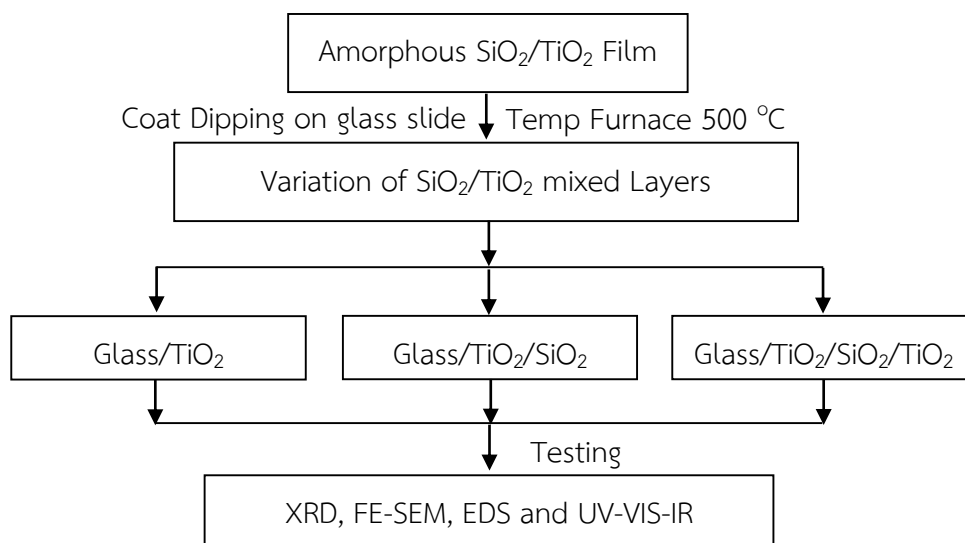
3.2.2.2 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

สำหรับขั้นตอนการขึ้นรูปฟิล์ม TiO_2 เริ่มจากนำไททาเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium (IV) Isopropoxide; TTIP) ความเข้มข้น 99.95 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณ 8.9 มิลลิลิตร ผสมกับเอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 143 มิลลิลิตร (สัดส่วนโดยโมลของ TTIP: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ คือ 1:82) กวนผสมด้วยเครื่องกวนแท่งแม่เหล็กความเร็ว 800 รอบ/นาที จนครบเวลา 30 นาที และหยดกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์ (M) ลงไปจนกระทั่ง pH ประมาณ 3.5 เช่นเดียวกับการสังเคราะห์ TiO_2 ของ Peerawas, K. และคณะ [47] กวนสารละลายต่อไปที่อุณหภูมิห้องต่อเนื่องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำโซลที่เตรียมได้เก็บไว้ในตู้เย็นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้วมาทำการจุ่มเคลือบต่อไปแล้วเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1.1 แสดงดังรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 แผนผังการขึ้นรูปฟิล์ม TiO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

3.2.2.3 การศึกษากระบวนการขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นของฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์



รูปที่ 3.15 แผนผังการดำเนินงานของการศึกษาผลของจำนวนชั้นของฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2

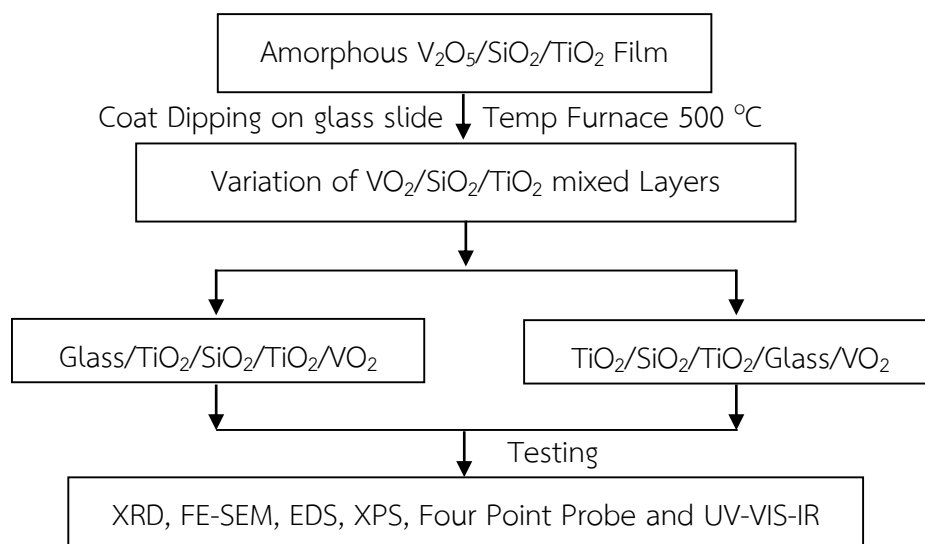
งานวิจัยนี้ต้องการค่าการสะท้อนแสงจํานวนที่น้อยที่สุด นั่นคือ ถ้าต้องการเลือกชั้นฟิล์มที่ทำการเคลือบเพียง 2 ชั้น ($\text{Glass/TiO}_2/\text{SiO}_2$) ควรเลือกกรณีที่มีชั้น TiO_2 อยู่ชั้นในติดกับผิวกระจกสไลด์ และต่อมาเป็นชั้น SiO_2 เพื่อให้มีค่าการสะท้อนแสงจํานวนที่น้อยที่สุดและค่าการส่องผ่านแสงในช่วงคลื่นที่เรามองเห็นได้มากที่สุดด้วย เนื่องจากค่าดัชนีหักเหแสงของชั้น TiO_2 มีค่าสูงสลับกับชั้น SiO_2 ที่มีค่าต่ำ และสำหรับฟิล์ม 3 ชั้นจะเพิ่มชั้น TiO_2 ต่อจากชั้น SiO_2 ($\text{Glass/TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$) จึงเริ่มจากนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้ว ไปจุ่มเคลือบในโซลของ TiO_2 แล้วนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500

องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำไปจุ่มเคลือบในโซลของ SiO_2 แล้วนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเช่นกัน ทำสลับกันเช่นนี้ตามจำนวนชั้นที่ต้องการศึกษา และนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1.1 แสดงดังรูปที่ 3.15

3.2.3 การศึกษากระบวนการขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า

งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยที่ต้องการศึกษาและพัฒนาฟิล์มให้มีสองหน้าที่หลัก โดยการทำเป็นฟิล์มเทอร์โมโครมิกของโมโนคลินิก VO_2 สามารถช่วยสะท้อนความร้อนอันเนื่องมาจากรังสีอินฟราเรดได้ และสามารถลดแสงจ้าอันเนื่องมาจากแสงขาวที่เรามองเห็นได้ในช่วงคลื่นที่มองเห็นได้ ทำให้แสงสะท้อนออกไปได้น้อยลงหรือสามารถเพิ่มการหักเหของแสงให้เข้าไปข้างในได้นั้น โดยฟิล์มที่สามารถลดแสงจ้านี้เลือกทำเป็นฟิล์มหลายชั้นให้แต่ละชั้นมีค่าดัชนีหักเหของแสงที่ต่างกันคือ ฟิล์ม TiO_2 ที่มีดัชนีหักเหสูงสลับกับฟิล์ม SiO_2 ที่มีดัชนีหักเหแสงต่ำเพื่อเป็นการทำให้แสงเกิดการหักล้างกันจนมีแสงที่สะท้อนออกมาน้อยที่สุดนั่นเอง โดยแต่ละส่วนเลือกใช้การขึ้นรูปฟิล์มแบบการจุ่มเคลือบ และการจัดเรียงลำดับชั้นในการเคลือบมีความสำคัญมากต่อสมบัติทั้งสองอย่างนี้

3.2.3.1 การศึกษากระบวนการขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นของฟิล์มวานาเดียมไดออกไซด์ ฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์ และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์



รูปที่ 3.16 แผนผังดำเนินงานของการศึกษาผลของลำดับชั้นของฟิล์ม VO_2 , ฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2

สำหรับฟิล์ม 4 ชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้าได้นั้น เลือกศึกษาการเรียงลำดับชั้นในการจุ่มเคลือบ 2 แบบด้วยกันคือ แบบที่มีฟิล์ม VO_2 อยู่ด้านเดียวกับฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2 ($\text{Glass/TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{VO}_2$) อีกแบบเป็นแบบที่มีฟิล์ม VO_2 อยู่คนละด้านกับฟิล์ม SiO_2

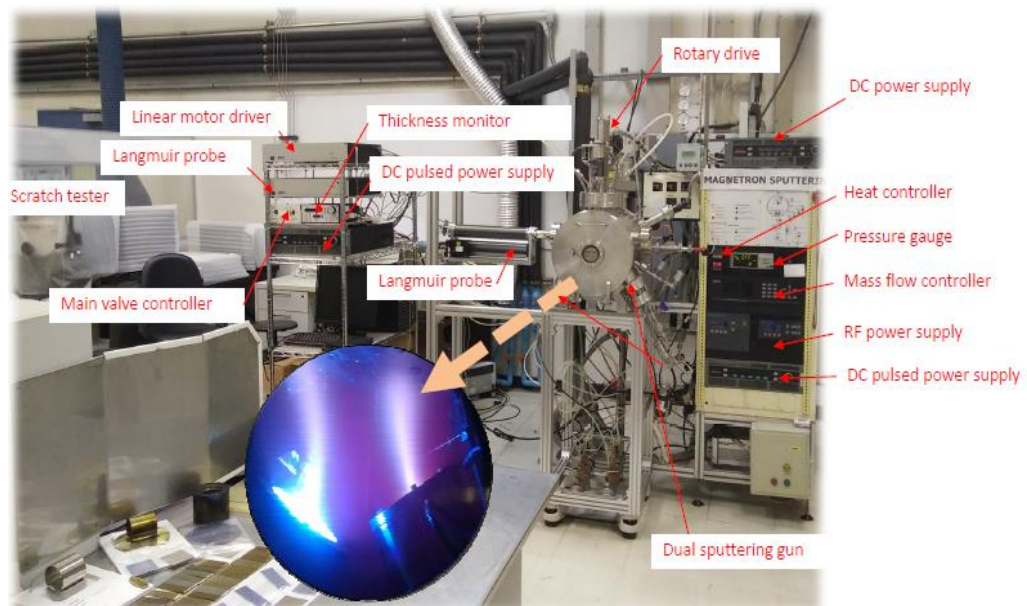
และฟิล์ม TiO_2 ($\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{Glass}/\text{VO}_2$) เริ่มจากนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้วไปจุ่มเคลือบในโซลของ TiO_2 แล้วนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำไปจุ่มเคลือบในโซลของ SiO_2 แล้วนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเช่นกัน ทำสลับกันเช่นนี้ตามจำนวนชั้นที่ต้องการศึกษาจากข้อ 3.2.2.3 หลังจากนั้นนำไปจุ่มเคลือบในโซลของ V_2O_5 ตามลำดับข้างต้น และนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1.1 แสดงดังรูปที่ 3.16

3.3 วิธีการทดลอง

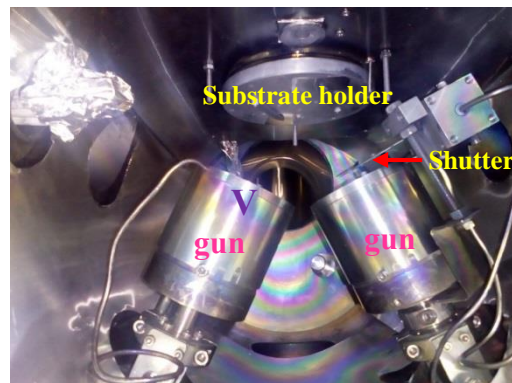
3.3.1 ผลของอุณหภูมิฐานรองกระจกสไลด์ที่สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอริง

3.3.1.1 การสังเคราะห์และขึ้นรูปฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอริง

การสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอริงบนกระจกสไลด์นั้น ใช้เครื่องสปัตเตอริงในการสังเคราะห์และขึ้นรูปฟิล์ม แสดงดังรูปที่ 3.17 เริ่มจากนำโลหะวาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ เป็นเป้า (Target) ทรงกลมมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว แสดงดังรูปที่ 3.1 วางบนปืน นำกระจกสไลด์แสดงดังรูปที่ 3.2 เป็นฐานรองรับฟิล์มวางด้านบนภายในห้องเคลือบของเครื่องสปัตเตอริง (Substrate Holder) แสดงดังรูปที่ 3.18 ใช้ความดันสุญญากาศขณะทำการเคลือบกระจก 3 มิลลิทอร์ กำลังไฟฟ้า 150 วัตต์ และเวลาในการเคลือบ 15 นาที อัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนใช้ในอัตราส่วน 20:8 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที โดยอนุภาคที่มีประจุไฟฟ้าที่ใช้ส่วนใหญ่มักเป็นไอออนของแก๊สอาร์กอน (Ar) เนื่องจากมีคุณสมบัติเป็นแก๊สเฉื่อยที่ไม่ทำปฏิกิริยากับอะตอมของเป้าสารเคลือบ และเป็นธาตุที่มีน้ำหนักอะตอมค่อนข้างมากจึงเหมาะแก่การระดมยิงเป้าสารเคลือบ การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการสปัตเตอริงในงานวิจัยนี้เป็นวิธีดีซีสปัตเตอริง (DC Sputtering) จะใช้ไฟฟ้ากระแสตรงในการเคลือบฟิล์มซึ่งเหมาะกับสารเคลือบที่เป็นตัวนำไฟฟ้า ความดันก่อนทำการเคลือบกระจกใช้ 1 มิลลิบาร์ และอุณหภูมิของฐานรองกระจก (Substrate Temp) ใช้ อุณหภูมิห้อง 200, 400 และ 500 องศาเซลเซียส จะได้ชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบด้วยเทคนิคสปัตเตอริง แสดงดังรูปที่ 3.19 หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม คือ ตรวจสอบเฟสของฟิล์ม VO_2 ด้วยเทคนิค XRD ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค FE-SEM ปริมาณธาตุต่างๆ ด้วยเทคนิค EDS วิเคราะห์วาเลนซ์อิเล็กตรอนของฟิล์มด้วยเทคนิค XPS นำไปทดสอบสมบัติความต้านทานไฟฟ้าเพื่อหาอุณหภูมิทรานซิชันด้วยเทคนิค Four Point Probe มีการควบคุมอุณหภูมิด้วยเทอร์โมสตัทในช่วงอุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ถึง 100 องศาเซลเซียส และทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงด้วยเทคนิค UV-VIS-NIR มีการทดสอบที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และ 80 องศาเซลเซียส เพื่อเลือกอุณหภูมิของฐานรองกระจกที่ทำให้เกิดผลึก VO_2 สูงที่สุด ($^\circ\text{C}$)



รูปที่ 3.17 ส่วนประกอบต่างๆ ของเครื่องสปัตเตอร์ริง



รูปที่ 3.18 ส่วนประกอบต่างๆ ภายในห้องเคลือบสปัตเตอร์ริง



รูปที่ 3.19 ชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบด้วยเทคนิคสปัตเตอร์ริง

3.3.1.2 การตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม

3.3.1.2.1 ตรวจสอบเฟสของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD

ในการศึกษาโครงสร้างของสสารและวัสดุโดยอาศัยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction; XRD) ข้อมูลจากเทคนิคนี้ทำให้ทราบโครงสร้างผลึก แนวโน้มการเรียงตัวของผลึก ค่าเฉลี่ยขนาดผลึก ดิกรีความเป็นผลึก ความเครียด ความเค้นตกค้าง และความสมบูรณ์ของผลึก จึงทำการตรวจสอบเฟสของฟิล์มด้วยเครื่อง Rigaku TTRAX III มีกำลังไฟฟ้า 50 กิโลโวลต์ (kV) กระแสไฟฟ้า 300 มิลลิแอมแปร์ (mA) สำหรับรายละเอียดในการทดสอบ คือ ใช้โหมด Asymmetric Thin film (2 Theta) ใช้มุม 10 – 80 องศา Step Size 0.02 Speed/Count Time 2 องศาต่ออนาที DS 3.0 มิลลิเมตร SS 1.0 มิลลิเมตร RS 1.00 มิลลิเมตร Origin Omega 0.4 หัววัดรับความเข้มรังสีได้ไม่เกิน 1,000,000 ครั้ง แสดงดังรูปที่ 3.20 ใช้โปรแกรม Jade Version 9.7 ในการวิเคราะห์ผล ซึ่งมีฐานข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนของวัสดุอยู่ในฐานข้อมูล ICDD

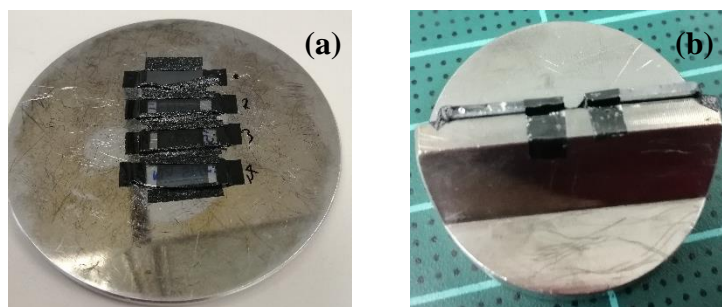


รูปที่ 3.20 เครื่อง Rigaku TTRAX III

3.3.1.2.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค FE-SEM

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน เป็นเทคนิคที่ใช้ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม โดยชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบจะเป็นฟิล์มที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เพื่อวิเคราะห์ถึงการกระจายตัวของอนุภาคสาร ซึ่งชิ้นงานเตรียมได้โดยการใช้มีดตัดกระจกค่อยๆ กรีดและใช้การเคาะให้กระจกแตกตามรอยกรีด เพื่อไม่ให้ผิวหน้าฟิล์มได้รับความเสียหาย และนำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปติดบนแท่นรองแล้วติดทับด้วยเทปคาร์บอน แสดงดังรูปที่ 3.21 (a) นอกจากนี้สามารถใช้วิเคราะห์ถึงความหนาของฟิล์ม โดยจะใช้แท่นรองอีกแบบหนึ่งเพื่อดูด้านข้างของฟิล์ม แสดงดังรูปที่ 3.21 (b) หลังจากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ทั้งสองแบบไปเคลือบทองด้วยเครื่องเคลือบทองแบบสุญญากาศ ใช้กระแสไฟฟ้าในการเคลือบ 15 มิลลิแอมแปร์ เป็นเวลา 60 วินาที และ

สามารถใช้กำลังขยายได้ในช่วง 20 เท่า ถึง 800,000 เท่า ด้วยเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope รุ่น SU8030 ของบริษัท Hitachi จำกัด (ประเทศไทยญี่ปุ่น) แสดงดังรูปที่ 3.22



รูปที่ 3.21 ชิ้นงานทดสอบด้วยเทคนิค FE-SEM (a) ผิวฟิล์ม และ (b) ความหนาฟิล์ม



รูปที่ 3.22 เครื่อง FE-SEM SU8030

3.3.1.2.3 ตรวจสอบปริมาณธาตุต่างๆ ด้วยเทคนิค EDS

เทคนิค EDS หรือ EDX ใช้วิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ (Qualitative Element Analysis) สามารถวิเคราะห์ได้ว่าตัวอย่างที่ต้องการศึกษามีธาตุชนิดใดประกอบอยู่บ้าง และวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative Element Analysis) ซึ่งสามารถบอกปริมาณของธาตุที่วิเคราะห์ที่มีอยู่ได้เช่นกัน โดยด้วยวิเคราะห์ดังกล่าวมักจะนิยมใช้และติดตั้งบนเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังรูปที่ 3.22 เป็นเครื่องประเภทการวิเคราะห์ระดับไมครอน สำหรับการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDS ในงานวิจัยนี้ใช้แบบวิเคราะห์เส้น (Line Scan Analysis) เป็นการวิเคราะห์ที่ให้ค่าแสงของอิเล็กตรอนส่องกราดตามแนวบนตัวอย่างตรงตำแหน่งที่สนใจ ซึ่งใช้หาเฟสของโครงสร้างฟิล์ม และใช้

โหมด Mapping Analysis ซึ่งเป็นการวิเคราะห์โดยใช้ลำอิเล็กตรอนส่องกราดบนพื้นผิวตัวอย่าง ภาพที่ได้จากการวิเคราะห์จะเป็นภาพแสดงลักษณะการกระจายของธาตุนบนพื้นผิวนั้นๆ

3.3.1.2.4 ตรวจสอบวาเลนซ์อิเล็กตรอนของฟิล์มด้วยเทคนิค XPS

เทคนิค XPS สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบและพันธะเคมีของชั้นฟิล์มบางมากๆ ที่ผิวโดยไม่ทำลายสารตัวอย่าง วิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ เพื่อวิเคราะห์สถานะเลขออกซิเดชันของอะตอมหรือเลขวาเลนซ์อิเล็กตรอนของฟิล์ม โดยเตรียมผิวฟิล์มบางไม่ให้ผิวหน้าของตัวอย่างสัมผัสกับวัสดุใดๆ จึงทำการเตรียมฟิล์มที่เคลือบบนกระจกสไลด์ให้มีขนาดกว้างและยาวไม่เกิน 2 เซนติเมตร และหนาไม่เกิน 2 มิลลิเมตร แล้วบรรจุด้วยการติดตัวอย่างลงบนเทปกาวสองหน้าแบบบางที่สามารถแกะตัวอย่างออกได้ง่ายไว้ภายในกล่องที่มีฝาปิดมิดชิด จากนั้นก็จะห่อด้วยซองกันกระแทกต่อไป เพื่อส่งไปทดสอบที่มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ด้วยเครื่อง XPS รุ่น AXIS Ultra DLD ของบริษัท Kratos Analytical จำกัด (ประเทศอังกฤษ) แสดงดังรูปที่ 3.23

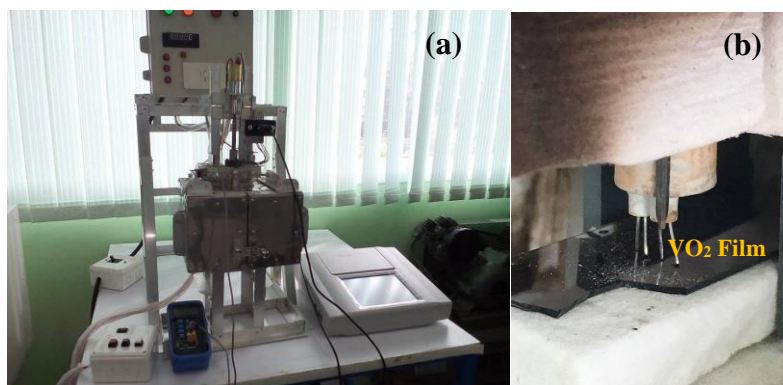


รูปที่ 3.23 เครื่อง XPS รุ่น AXIS Ultra DLD

3.3.1.2.5 ทดสอบสมบัติความต้านทานไฟฟ้าด้วยเทคนิค Four Point Probe ที่ใช้ร่วมกับอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ

รูปที่ 3.24 (a) เป็นการหาค่าอุณหภูมิทรานซิชันหาด้วยเทคนิค Four Point Probe ที่ใช้ร่วมกับอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ โดยการสร้างอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิใช้อิฐทนความร้อนเป็นฉนวนบุในห้องควบคุมอุณหภูมิ และให้ความร้อนด้วยแผ่นให้ความร้อนที่ประยุกต์มาจากการให้ความร้อนของเตารีดผ้า โดยมีตัวเทอร์โมสแตสคอยควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วงอุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ถึง 100 องศาเซลเซียส และสามารถควบคุมความร้อนให้เพิ่มขึ้นอย่างช้าๆ ได้ในอัตรา 5 องศาเซลเซียส และหัว Probe ทั้ง 4 จะเชื่อมต่อกับเครื่อง Loresta-GX รุ่น MCP-T700 ของบริษัท NH-Instruments

จำกัด (ประเทศอังกฤษ) ที่มีช่วงการวัดที่ 10^{-4} - 10^7 โอห์ม จะเชื่อมต่อกับอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิที่ตำแหน่งลวดเงิน ซึ่งลวดเงินนี้จะไปกดที่ผิวของฟิล์มและมีเทอร์โมคอบเบิลคอยตรวจอุณหภูมิอยู่ใกล้ๆ แสดงดังรูปที่ 3.24 (b)

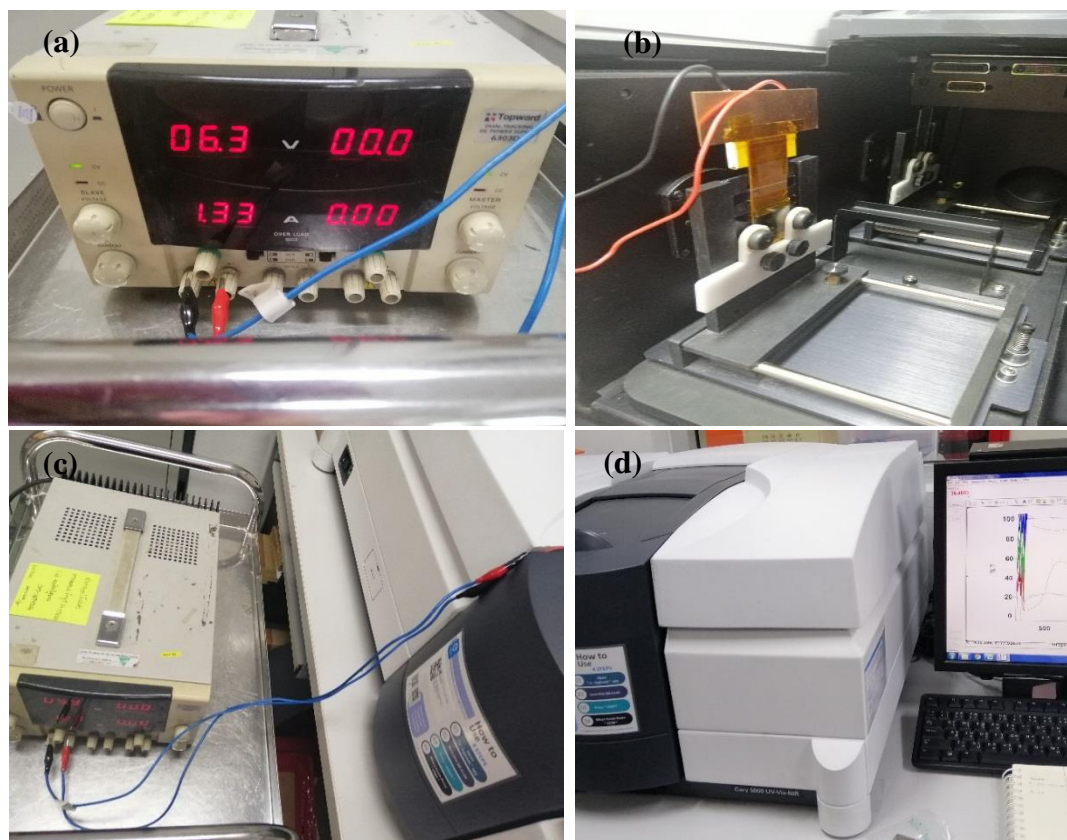


รูปที่ 3.24 เครื่องทดสอบการนำไฟฟ้าแบบ Four Point Probe ใช้ร่วมกับ
(a) อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ และ (b) หัว Probe ที่ใช้กดบนผิวฟิล์ม

3.3.1.2.6 ทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงด้วยเทคนิค UV-VIS-NIR

Spectroscopy

การทดสอบสมบัติทางแสงใช้อุณหภูมิทดสอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ซึ่งใช้เครื่องแปลงพลังงานไฟฟ้า (Power Supply) ในการทำความร้อน แสดงดังรูปที่ 3.25 (a) โดยนำไปประยุกต์ใช้ในงานวิจัยนี้ด้วยการต่อสายไฟจากเครื่อง Power Supply ไปยังชิ้นงานที่ติดอยู่บนแผ่นทองเหลืองที่เจาะรูเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสกว้างด้านละ 2 เซนติเมตร โดยนำชิ้นงานนี้มาติดบนช่องว่างที่เจาะไว้ด้วยแผ่นเทพทนความร้อนสูงเพื่อให้ลำแสงจากเครื่อง UV-VIS-NIR ส่องผ่านได้ และแผ่นทองเหลืองดังกล่าวนี้จะได้รับความร้อนจากแผ่นเพลเทียร์ (Peltier Refrigerator Plate) ซึ่งเป็นตัวให้ความร้อน-เย็นในตู้เย็นที่ติดไว้ด้านหลังของแผ่นทองเหลือง แสดงดังรูปที่ 3.25 (b) โดยแผ่นเพลเทียร์นี้จะมีสายไฟอยู่และนำไปต่อกับสายไฟจากเครื่อง Power Supply แสดงดังรูปที่ 3.25 (c) สำหรับเครื่อง UV-VIS-NIR ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นรุ่น Cary5000 ของบริษัท Shimadzu จำกัด (ประเทศญี่ปุ่น) เมื่อควบคุมอุณหภูมิให้ได้ 80 องศาเซลเซียสแล้ว จึงทำการวิเคราะห์ผลและแสดงออกมาเป็นกราฟ แสดงดังรูปที่ 3.25 (d) โดยมีการเทียบค่าการส่องผ่านแสงมาตรฐานด้วยกระจกสไลด์ชนิดเดียวกันกับกระจกที่ใช้เคลือบฟิล์มที่ต้องการวิเคราะห์



รูปที่ 3.25 เครื่อง UV-VIS-NIR รุ่น Cary5000 ใช้ร่วมกับเครื่อง Power Supply

- (a) เครื่อง Power Supply
- (b) ตำแหน่งใส่ชิ้นงานกระจกบนแท่นทองเหลือง
- (c) จุดเชื่อมต่อระหว่างชิ้นงานกับ Power Supply
- (d) จอแสดงผลการประมวลผลของเครื่อง

3.3.2 ผลของอัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนที่สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง

การสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์นั้น ใช้เครื่องสปัตเตอร์ริงในการสังเคราะห์และขึ้นรูปฟิล์ม โดยเริ่มจากใช้ความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่ 1 มิลลิบาร์ เป็นเวลา 5 นาที ใช้กำลังไฟฟ้า 150 วัตต์ ใช้อุณหภูมิของฐานรองกระจกที่อุณหภูมิ \times องศาเซลเซียสจากข้อ 3.3.1.1 ใช้อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจนที่ 20:5, 20:8, 20:15 และ 15:20 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที และใช้เวลาในการเคลือบ 15 นาที หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.2 เพื่อเลือกอัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนที่ทำให้เกิดผลึก VO_2 สูงที่สุด (a:b ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที)

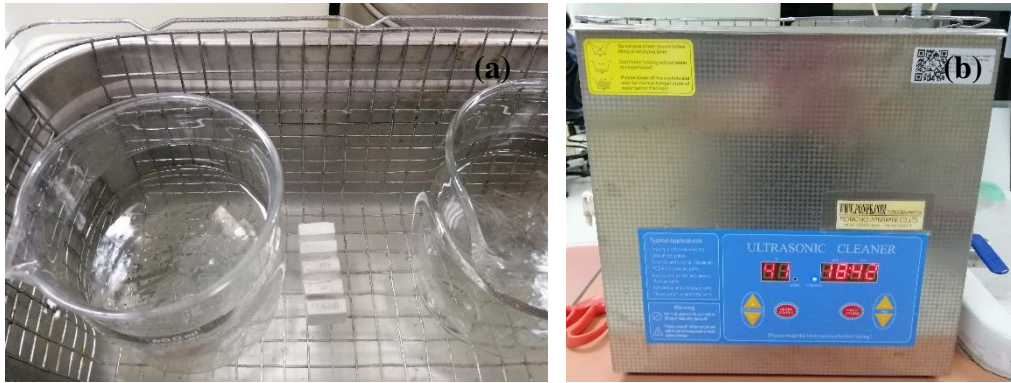
3.3.3 ผลของความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่สังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปีดเทอริง

การศึกษาผลของความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่สังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปีดเทอริง โดยเริ่มจากใช้ความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่ 1 และ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ เป็นเวลา 5 นาที ใช้กำลังไฟฟ้า 150 วัตต์ ใช้อุณหภูมิของฐานรองกระจกที่อุณหภูมิ \times องศาเซลเซียสจากข้อ 3.3.1.1 ใช้อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจนที่ a:b ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีจากข้อ 3.3.2 และใช้เวลาในการเคลือบ 15 นาที หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.2 เพื่อเลือกความดันก่อนทำการเคลือบกระจกที่ทำให้เกิดผลึก VO_2 สูงที่สุด

3.3.4 ผลของอุณหภูมิของเตาเผาต่อการเคลือบฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล

3.3.4.1 การสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล

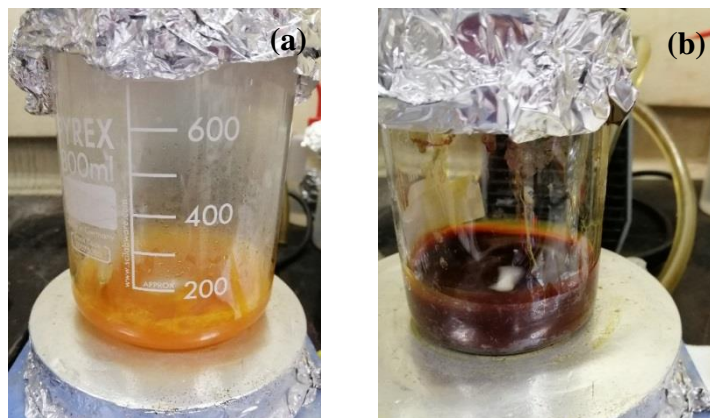
การสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจลบนกระจกสไลด์ที่ถูกทำความสะอาดก่อนนำไปจุ่มเคลือบ โดยเริ่มจากทำความสะอาดกระจกสไลด์ด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน อะซิโตน ไอโซโพรพานอล และเอทานอล ตามลำดับ ใส่สารละลายทีละชนิดลงในบีกเกอร์แล้วค่อยๆ หย่อนกระจกสไลด์ลงไปทีละแผ่น แสดงดังรูปที่ 3.26 (a) ซึ่งการล้างกระจกสไลด์ในสารละลายแต่ละชนิดใช้เวลา 30 นาที ทำบนเครื่องทำความสะอาดความถี่สูง (Ultrasonic Cleaner Sonicator) ของบริษัท Protronics Intertrade (ประเทศไทย) จำกัด แสดงดังรูปที่ 3.26 (b) หลังจากนั้นนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้ววางเรียงกันแบบสลับ แสดงดังรูปที่ 3.27 และนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาทำการจุ่มเคลือบด้วยโซลวาเนเดียมเพนทอกไซด์ ซึ่งเตรียมสารเคลือบตั้งต้นโดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่นำไปเจือจางความเข้มข้นลงเป็น 30 เปอร์เซ็นต์ ใช้ปริมาตร 30 มิลลิลิตรเทลงไปในบีกเกอร์ที่อยู่บนเครื่องปั่นผสมด้วยแท่งแม่เหล็ก จากนั้นนำผงวาเนเดียมเพนทอกไซด์ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณ 0.3 กรัม ค่อยๆ เทลงในบีกเกอร์ดังกล่าวโดยปั่นผสมต่อไปประมาณ 30 นาที จะได้โซลที่มีสีเหลืองเข้ม แสดงดังรูปที่ 3.28 (a) และเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเข้ม แสดงดังรูปที่ 3.28 (b) ปั่นผสมต่อไปอีก 24 ชั่วโมง จะได้สารเคลือบโซล-เจลวาเนเดียมเพนทอกไซด์ และวางไว้ที่อุณหภูมิห้องอีก 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการจุ่มเคลือบกระจกสไลด์ลงในสารเคลือบดังกล่าว ด้วยเครื่อง Dip Coater รุ่น Model DC-150 โดยใช้เวลาในการจุ่มลงไปในสารเคลือบ 2 นาที แล้วจึงค่อยๆ ดึงกระจกสไลด์ขึ้นด้วยความเร็ว 6 มิลลิเมตรต่อนาที หลังจากนั้นใช้กระดาษเช็ดเลนส์ที่ชุ่มด้วยเอทานอลเช็ดฟิล์มที่จุ่มเคลือบแล้วออกจากกระจกสไลด์ด้านหนึ่ง เหลือฟิล์มที่จะนำไปเผาผนึกเพียงด้านเดียวเท่านั้น แสดงดังรูปที่ 3.29



รูปที่ 3.26 การทำความสะอาดกระจกสไลด์ (a) กระจกสไลด์ในสารละลายต่างๆ และ (b) เครื่อง Ultrasonic Cleaner Sonicator



รูปที่ 3.27 กระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้ววางเรียงกันแบบสลับ



รูปที่ 3.28 สารละลาย V_2O_5 (a) โซล V_2O_5 ที่มีสีเหลืองเข้มและ (b) เจล V_2O_5

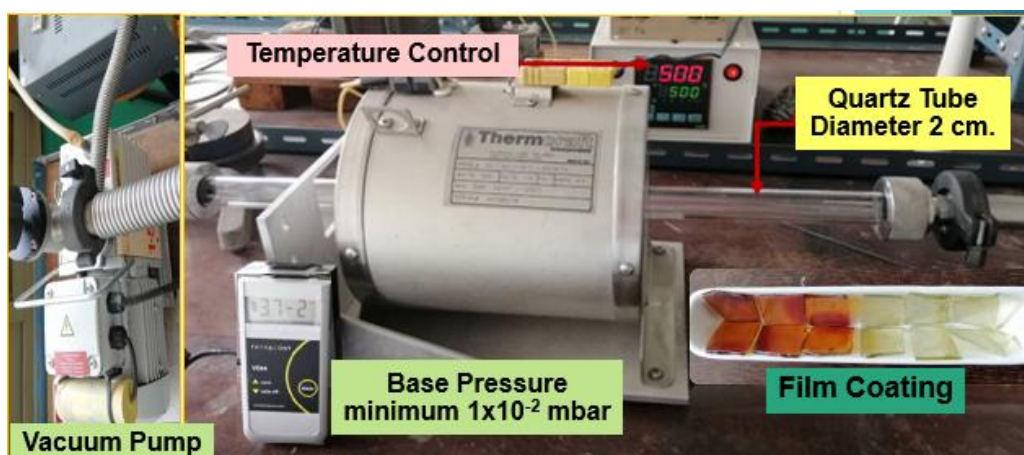


รูปที่ 3.29 เครื่อง Dip Coater รุ่น Model DC-150



รูปที่ 3.30 ชิ้นงานที่เตรียมได้จากการจุ่มเคลือบก่อนนำไปเผาผนึก

นำชิ้นงานที่เตรียมได้จากการจุ่มเคลือบไปเผาผนึก แสดงดังรูปที่ 3.30 โดยใช้ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาชิ้นงาน 2×10^{-2} มิลลิบาร์ ขั้นตอนการเผาผนึกใช้ 1 ขั้นตอน และใช้อุณหภูมิของเตาเผาที่อุณหภูมิห้อง 400, 450 และ 500 องศาเซลเซียส โดยมีเทอร์โมสตัทส์ไว้ปรับตั้งอุณหภูมิ และส่วนประกอบต่างๆ ของเตาเผาสุญญากาศที่ใช้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อควอตซ์ 2 เซนติเมตร แสดงดังรูปที่ 3.30 หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.1 เพื่อเลือกอุณหภูมิของเตาเผาที่ทำให้เกิดผลึกวาเนเดียมออกไซด์สูงที่สุด ($x' \text{ } ^\circ\text{C}$)



รูปที่ 3.31 เตาเผาสุญญากาศความดันใช้งานต่ำสุด 1×10^{-2} มิลลิบาร์

3.3.4.2 การตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม

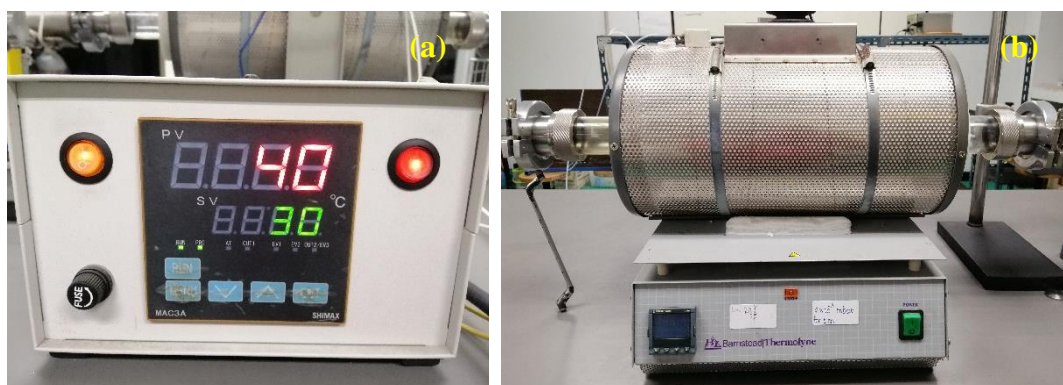
นำฟิล์มที่ได้ในข้อ 3.3.4.1 ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.2 ที่เลือกใช้ อุนทงภูมิของเตาเผา x' อองศาเซลเซียส

3.3.5 ผลของความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงานต่อการเคลือบฟิล์มวานเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

การสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจลบนกระจกสไลด์ที่ถูกทำความสะอาดก่อนนำไปจุ่มเคลือบ โดยเริ่มจากทำความสะอาดกระจกสไลด์ หลังจากนั้นนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้ววางเรียงกันแบบสลับ และนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาทำการจุ่มเคลือบด้วยโซลวานเนเดียมเพนทอกไซด์ ซึ่งเตรียมสารเคลือบตั้งต้นโดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่นำไปเจือจางความเข้มข้นลงเป็น 30 เปอร์เซ็นต์ ใช้ปริมาตร 30 มิลลิลิตร เทลงไปในบีกเกอร์ที่อยู่บนเครื่องปั่นผสมด้วยแท่งแม่เหล็ก จากนั้นนำผงวานเนเดียมเพนทอกไซด์ ปริมาณ 0.3 กรัม ค่อยๆ เทลงในบีกเกอร์ดังกล่าวโดยปั่นผสมต่อไปประมาณ 30 นาที จะได้โซลที่มีสีเหลืองเข้ม และเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเข้ม ปั่นผสมต่อไปอีก 24 ชั่วโมง จะได้สารเคลือบโซล-เจล V_2O_5 และวางไว้ในตู้อบที่อุณหภูมิห้องอีก 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการจุ่มเคลือบกระจกสไลด์ลงในสารเคลือบดังกล่าว ด้วยเครื่อง Dip Coater รุ่น Model DC-150 โดยใช้เวลาในการจุ่มลงไปนสารเคลือบ 2 นาที แล้วจึงค่อยๆ ดึงกระจกสไลด์ขึ้นด้วยความเร็ว 6 มิลลิเมตร ต่อนาที หลังจากนั้นใช้กระดาษเช็ดเลนส์ที่ชุ่มด้วยเอทานอลเช็ดฟิล์มที่จุ่มเคลือบแล้วออกจากกระจกสไลด์ด้านหนึ่ง เหลือฟิล์มที่จะนำไปเผาผนึกเพียงด้านเดียวเท่านั้น เช่นเดียวกับข้อ 3.3.4.1 ขั้นตอนสุดท้ายนำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปเผาผนึกโดยใช้อุณหภูมิของเตาเผาที่อุณหภูมิ x' อองศาเซลเซียส จากข้อ 3.3.4.1 ขั้นตอนการเผาผนึกใช้ 1 ขั้นตอน และใช้ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงาน 2×10^{-2} และ 2×10^{-3} มิลลิบาร์ โดยใช้เทอร์โมสแตตตั้งอุณหภูมิ แสดงดังรูปที่ 3.32 (a) และ

เตาเผาสุญญากาศความดันใช้งานต่ำสุด 1×10^{-3} มิลลิบาร์ แสดงดังรูปที่ 3.32 (b) นำชิ้นงานที่เตรียมได้จากการจุ่มเคลือบไปเผาผนึกแสดงดังรูปที่ 3.33 (a) และชิ้นงานหลังการเผาผนึกแสดงดังรูปที่ 3.33 (b)

นำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.2 เพื่อเลือกความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาชิ้นงานที่ทำให้เกิดผลึก VO_2 สูงที่สุด (y' mbar)



รูปที่ 3.32 อุปกรณ์เผาผนึกฟิล์ม VO_2 (a) เทอร์โมสแตสปรับตั้งอุณหภูมิ และ (b) เตาเผาสุญญากาศความดันใช้งานต่ำสุด 1×10^{-3} มิลลิบาร์



รูปที่ 3.33 กระจกสไลด์บนที่วางเซรามิกส์ (a) กระจกสไลด์ก่อนเผาผนึก และ (b) หลังเผาผนึกแล้ว

3.3.6 ผลของขั้นตอนการเผาผนึกต่อการเคลือบฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

การสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจลบนกระจกสไลด์ที่ถูกทำความสะอาดก่อนนำไปจุ่มเคลือบ โดยเริ่มจากทำความสะอาดกระจกสไลด์ หลังจากนั้นนำมาทำการจุ่มเคลือบด้วยโซลวาเนเดียมเพนทอกไซด์ จะได้สารเคลือบโซล-เจลวาเนเดียมเพนท

ออกไซด์ และทำการจุ่มเคลือบกระจกสไลด์ลงในสารเคลือบดังกล่าว ด้วยเครื่อง Dip Coater รุ่น Model DC-150 โดยใช้เวลาในการจุ่มลงไปนสารเคลือบ 2 นาที แล้วจึงค่อยๆ ดึงกระจกสไลด์ขึ้นด้วยความเร็ว 6 มิลลิเมตรต่อนาที หลังจากนั้นใช้กระดาษเช็ดเลนส์ที่ชุ่มด้วยเอทานอลเช็ดฟิล์มที่จุ่มเคลือบแล้วออกจากกระจกสไลด์ด้านหนึ่ง เหลือฟิล์มที่จะนำไปเผาผนึกเพียงด้านเดียวเท่านั้น เช่นเดียวกับข้อ 3.3.4.1 ขั้นตอนสุดท้ายนำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปเผาผนึกโดยใช้อุณหภูมิของเตาเผาที่อุณหภูมิ x' องศาเซลเซียสจากข้อ 3.3.4.1 ขั้นตอนการเผาผนึกใช้ 1 และ 2 ขั้นตอน และใช้ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงาน y' มิลลิบาร์จากข้อ 3.3.5 นำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.2 เพื่อเลือกขั้นตอนการเผาผนึกของชิ้นงานที่ทำให้เกิดผลึก VO_2 สูงที่สุด

3.3.7 ผลของจำนวนชั้นของฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์

สำหรับขั้นตอนการเตรียม SiO_2 เริ่มจากใช้เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกตของบริษัท Sigma-Aldrich มีลักษณะเป็นของเหลวใส มีความเข้มข้น 98 เปอร์เซ็นต์ และหยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ ปรับจนได้ค่า pH ประมาณ 8-9 จะได้โซลของ SiO_2 แสดงดังรูปที่ 3.5 ในข้อ 3.1.5 ในส่วนของการเตรียมสารละลาย TiO_2 เริ่มจากนำ Titanium (IV) isopropoxide (TTIP) 99.95 เปอร์เซ็นต์ ของบริษัท Fluka Sigma-Aldrich ผสมกับเอทานอล (C_2H_5OH) สัดส่วนโดยโมลของ TTIP: C_2H_5OH คือ 1:82 และหยดกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์ (M) ลงไปจนกระทั่ง pH=3.5 จะได้โซลของ TiO_2 แสดงดังรูปที่ 3.6 ในข้อ 3.1.6

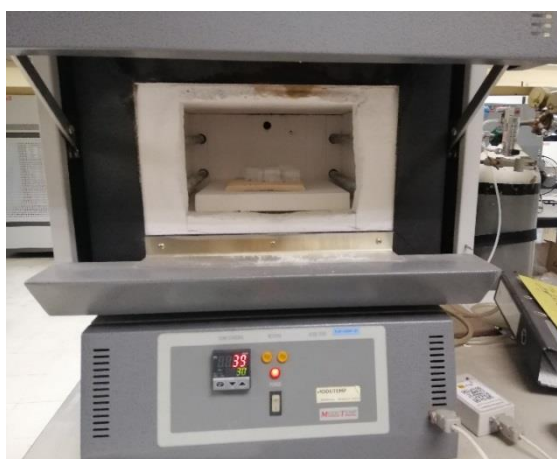
3.3.7.1 การสังเคราะห์ฟิล์มหลายชั้นของฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์

งานวิจัยนี้เริ่มจากนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้ว ไปจุ่มเคลือบในโซลของ TiO_2 แล้วนำไปเผาผนึกด้วยอัตราการให้ความร้อน 2 องศาเซลเซียสต่อนาทีจนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และเผาผนึกที่อุณหภูมินี้ต่อเป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปจุ่มเคลือบในโซลของ SiO_2 แสดงดังรูปที่ 3.34 แล้วนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเช่นเดิม ทำสลับกันเช่นนี้ตามจำนวนชั้นที่ต้องการศึกษา แสดงดังรูปที่ 3.35 ซึ่งทุกๆ ครั้งที่มีการจุ่มเคลือบจะใช้กระดาษเช็ดเลนส์ที่ชุ่มด้วยเอทานอลเช็ดฟิล์มที่จุ่มเคลือบแล้วออกจากกระจกสไลด์ด้านหนึ่ง เหลือฟิล์มที่จะนำไปเผาผนึกเพียงด้านเดียวและเมื่อมีการจุ่มเคลือบซ้ำจะเคลือบซ้ำด้านเดิมส่วนอีกด้านจะเช็ดออก โดยเลือกชั้นฟิล์มที่ทำการเคลือบเพียง 2 ชั้น ($Glass/TiO_2/SiO_2$) โดยเลือกกรณีที่มีชั้น TiO_2 อยู่ชั้นในติดกับผิวกระจกสไลด์ เนื่องจากค่าดัชนีหักเหแสงของ TiO_2 สูงกว่ากระจกสไลด์เกิดการหักล้างของแสงสะท้อนทำให้ลดแสงจ้าได้ และต่อมาเป็นชั้น SiO_2 เพื่อให้มีค่าการสะท้อนแสงจ้าน้อยที่สุดและค่าการส่องผ่านแสงในช่วงคลื่นที่เรามองเห็นได้มากที่สุดด้วย เนื่องจากค่าดัชนีหักเหแสงของชั้น TiO_2 มีค่าสูงสลับกับชั้น SiO_2 ที่มีค่าต่ำ และสำหรับฟิล์ม 3 ชั้นจะเพิ่มชั้น TiO_2 ต่อจากชั้น SiO_2 ($Glass/TiO_2/SiO_2/TiO_2$) และนำ

ฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.2



รูปที่ 3.34 กระจกสไลด์ก่อนเผาผนึกที่จุ่มเคลือบด้วย SiO_2 และ TiO_2



รูปที่ 3.35 กระจกสไลด์หลังเผาผนึกที่จุ่มเคลือบด้วย SiO_2 และ TiO_2 ภายในเตาเผา

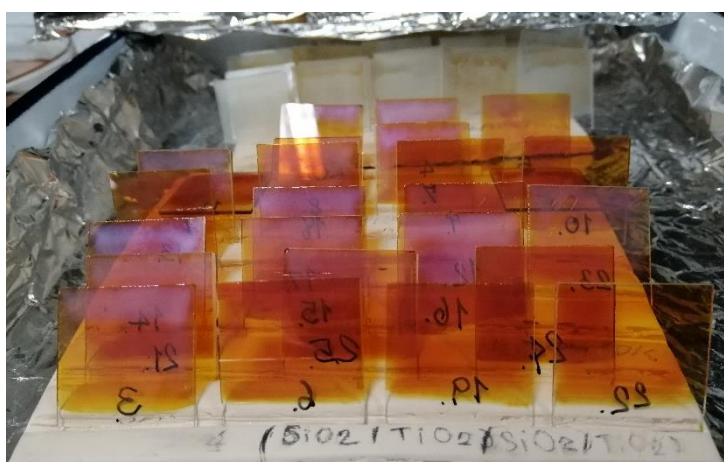
3.3.7.2 การตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม

นำฟิล์มที่ได้ในข้อ 3.3.6 ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.2 โดยเลือกใช้จำนวนชั้นที่ทำให้ค่าการส่องผ่านแสงในช่วงการมองเห็นได้หรือแสงสีขาวมีค่าสูงที่สุด

3.3.8 ผลของลำดับชั้นของฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ ฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์ และฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์

งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยที่ต้องการศึกษาและพัฒนาฟิล์มให้มีสองหน้าที่หลักคือ หน้าที่แรกฟิล์มสามารถสะท้อนความร้อน และอีกหน้าที่หนึ่งคือ สามารถลดแสงจ้าหรือยอมให้แสงที่เรามองเห็นได้หักเหเข้าไปได้ด้วย โดยแต่ละส่วนเลือกใช้การขึ้นรูปฟิล์มแบบการจุ่มเคลือบเรียงลำดับชั้นในการจุ่ม

เคลือบ 2 แบบด้วยกันคือ แบบที่มีฟิล์ม VO_2 อยู่ด้านเดียวกับฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2 ($\text{Glass}/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{VO}_2$) โดยเริ่มจากนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้ว ไปจุ่มเคลือบในโซลของ TiO_2 แล้วนำไปเผาผนึกด้วยอัตราการให้ความร้อน 2 องศาเซลเซียสต่อนาทีจนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสและเผาผนึกที่อุณหภูมินี้ต่อเป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปจุ่มเคลือบในโซลของ SiO_2 และโซลของ TiO_2 ตามลำดับ โดยแต่ละชั้นนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเช่นเดิม ขั้นตอนสุดท้ายจุ่มเคลือบในโซลของ V_2O_5 โดยเผาผนึก 2 รอบ ความดันก่อนเผา 2×10^{-3} มิลลิบาร์ และอุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียส ซึ่งทุกๆ ครั้งที่มีการจุ่มเคลือบจะใช้กระดาษเช็ดเลนส์ที่ชุ่มด้วยเอทานอลเช็ดฟิล์มที่จุ่มเคลือบแล้วออกจากกระจกสไลด์ด้านหนึ่ง เหลือฟิล์มที่จะนำไปเผาผนึกเพียงด้านเดียวและเมื่อมีการจุ่มเคลือบซ้ำจะเคลือบซ้ำด้านเดิมส่วนอีกด้านจะเช็ดออก อีกแบบเป็นแบบที่ฟิล์ม VO_2 คนละด้านกับฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2 ($\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{Glass}/\text{VO}_2$) เริ่มจากนำกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้ว ไปจุ่มเคลือบในโซลของ TiO_2 แล้วนำไปเผาผนึกด้วยอัตราการให้ความร้อน 2 องศาเซลเซียสต่อนาทีจนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสและเผาผนึกที่อุณหภูมินี้ต่อเป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปจุ่มเคลือบในโซลของ SiO_2 และโซลของ TiO_2 ตามลำดับ ซึ่งทุกๆ ครั้งที่มีการจุ่มเคลือบจะใช้กระดาษเช็ดเลนส์ที่ชุ่มด้วยเอทานอลเช็ดฟิล์มที่จุ่มเคลือบแล้วออกจากกระจกสไลด์ด้านหนึ่ง เหลือฟิล์มที่จะนำไปเผาผนึกเพียงด้านเดียวและเมื่อมีการจุ่มเคลือบซ้ำจะเคลือบซ้ำด้านเดิมส่วนอีกด้านจะเช็ดออก โดยแต่ละชั้นนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเช่นเดิม หลังจากนั้นนำไปจุ่มเคลือบในโซลของ V_2O_5 ตามลำดับข้างต้น ใช้กระดาษเช็ดเลนส์ที่ชุ่มด้วยเอทานอลเช็ดฟิล์ม V_2O_5 ด้านที่มีการจุ่มเคลือบฟิล์ม 3 ชั้นของ TiO_2 , SiO_2 และ TiO_2 ตามลำดับออก เหลือฟิล์ม V_2O_5 ที่อยู่คนละด้านกับฟิล์ม 3 ชั้นดังกล่าว นำไปเผาผนึกเพียงด้านเดียว โดยเผาผนึก 2 รอบ ความดันก่อนเผา 2×10^{-3} มิลลิบาร์ และอุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 3.36 จากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, EDS, XPS, Four Point Probe และ UV-VIS-NIR เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.2

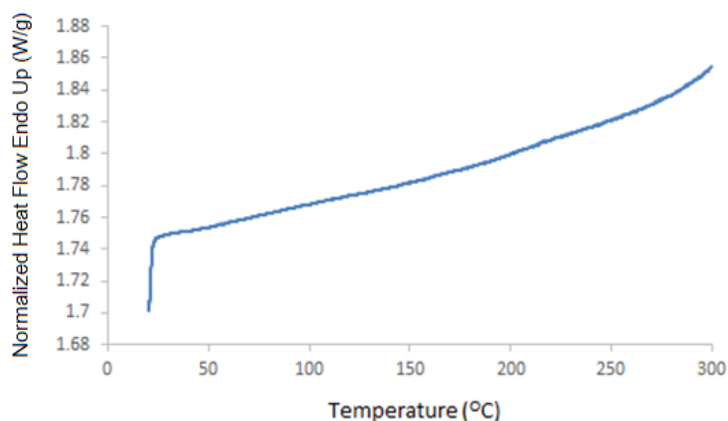


รูปที่ 3.36 กระจกสไลด์ก่อนเผาผนึกที่เคลือบด้วยฟิล์ม 4 ชั้น ($\text{Glass}/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{VO}_2$)

3.4 ปัญหาและแนวทางแก้ไขปัญหาในงานวิจัย

3.4.1 ปัญหาและแนวทางแก้ไขในการหาค่าอุณหภูมิทรานซิชันของฟิล์ม

การทดสอบหาค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสหรืออุณหภูมิทรานซิชัน โดยส่วนใหญ่แล้วหาด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ที่ใช้ผลต่างทางความร้อน (DSC) เมื่อนำฟิล์มไปทดสอบด้วยเทคนิคนี้จะไม่สามารถวิเคราะห์ได้ แสดงดังรูปที่ 3.37 ซึ่งสำหรับในงานวิจัยนี้เป็นฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจก จึงไม่สามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ได้ เนื่องจากปริมาณสารที่เคลือบมีน้อยเกินไป ทำให้ต้องหาวิธีอื่นในการหาค่าอุณหภูมิทรานซิชัน นั่นคือ การหาค่าความต้านทานไฟฟ้า โดยทำการทดสอบด้วยเทคนิค Four Point Probe แสดงดังรูปที่ 3.24 (a) และลักษณะของหัว Probe เป็นลวดเงินที่ใช้กดบนผิวฟิล์ม แสดงดังรูปที่ 3.24 (b) โดยมีการควบคุมอุณหภูมิในช่วงอุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ถึง 100 องศาเซลเซียส เพื่อหาอุณหภูมิทรานซิชันของฟิล์ม VO₂ ที่เคลือบด้วยเทคนิคสปีดเทอริง ซึ่งมีหลักการทำงานคือ ทำการเพิ่มอุณหภูมิให้กับผิวฟิล์มที่เคลือบบนกระจกด้วย VO₂ จนถึงอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสและลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิต่ำ โดยทำการเก็บข้อมูลทุกๆ 5 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.37 เทคนิคการวิเคราะห์ที่ใช้ผลต่างทางความร้อน (DSC) ของฟิล์ม VO₂ ที่เคลือบบนกระจกสไลด์

3.4.2 ปัญหาและแนวทางแก้ไขในการหาค่าอุณหภูมิทรานซิชันด้วยเทคนิค Four Point Probe ทัวไป

โดยทั่วไปการใช้เครื่องทดสอบ Four Point Probe ที่มีการควบคุมอุณหภูมิในช่วงอุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ถึง 100 องศาเซลเซียส เพื่อหาอุณหภูมิทรานซิชันของฟิล์ม VO₂ ซึ่งมีหลักการทำงานคือ ทำการเพิ่มอุณหภูมิให้กับผิวฟิล์มที่เคลือบบนกระจกด้วย VO₂ จนถึงอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส และลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิต่ำ โดยทำการเก็บข้อมูลทุกๆ 5 องศาเซลเซียสด้วยเครื่องทดสอบเดิมที่มีช่วงอุณหภูมิการทดสอบสูง จากอุณหภูมิต่ำ ถึง 1,000 องศาเซลเซียส ทำให้ในการทดสอบอุณหภูมิจะวิ่งขึ้นและลงอย่างรวดเร็วจนทำให้ไม่สามารถกดบันทึกได้ทัน ทำให้ต้องแก้ปัญหาด้วยการหาตัวทำอุณหภูมิที่มีช่วงอุณหภูมิต่ำๆ จึงเลือกตัวทำความร้อนจากเตารีด แสดงดังรูปที่ 3.38 ที่มี

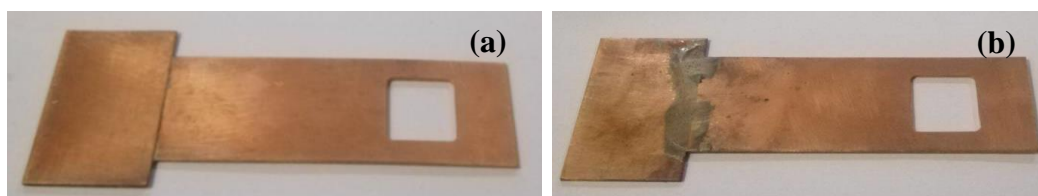
ช่วงอุณหภูมิการทดสอบต่ำจากอุณหภูมิห้อง ถึง 150 องศาเซลเซียส ทำให้สามารถเก็บข้อมูลทุกๆ 5 องศาเซลเซียสได้



รูปที่ 3.38 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Four Point Probe โดยใช้ตัวทำความร้อนจากเตารีด

3.4.3 ปัญหาและแนวทางแก้ไขในวิเคราะห์การส่องผ่านแสงที่อุณหภูมิสูง

งานวิจัยนี้มีการประยุกต์การหาค่าการส่องผ่านแสงที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสด้วยการต่อสายไฟจากเครื่อง Power Supply ไปยังชิ้นงานที่ติดอยู่บนแผ่นทองเหลือง 2 แผ่น ซึ่งเชื่อมติดกันด้วยเทปทนความร้อน แต่การใช้เทปติดจะมีช่องว่างระหว่างแผ่นทองเหลือง 2 แผ่นอยู่ จึงแก้ไขปัญหาดังกล่าวด้วยการนำแผ่นทองเหลืองทั้งสองไปอาร์คติดกันด้วยโลหะเงิน แสดงดังรูปที่ 3.39 และแผ่นทองเหลืองนี้การเจาะรูเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสกว้างด้านละ 2 เซนติเมตร โดยนำชิ้นงานนี้มาติดบนช่องว่างที่เจาะไว้ด้วยแผ่นเทปทนความร้อนสูงเพื่อให้ลำแสงจากเครื่อง UV-VIS-NIR ส่องผ่านได้ และแผ่นทองเหลืองดังกล่าวนี้จะได้รับความร้อนจากแผ่นเพลเทียร์ (Peltier Refrigerator Plate) ซึ่งเป็นตัวให้ความร้อน-เย็นในตู้เย็นที่ติดไว้ด้านหลังของแผ่นทองเหลือง โดยแผ่นเพลเทียร์นี้จะมีสายไฟอยู่และนำไปต่อกับสายไฟจากเครื่อง Power Supply



รูปที่ 3.39 ตัวยึดฟิล์มกระจกสไลด์ที่ใช้กับเทคนิคการส่องผ่านแสง
(a) ด้านหน้า และ (b) ด้านหลังที่อาร์คเชื่อมด้วยโลหะเงิน

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยที่ต้องการศึกษาและพัฒนาฟิล์มให้มีสองหน้าที่หลักคือ หน้าที่แรกฟิล์มสามารถสะท้อนความร้อนจากรังสีอินฟราเรด (Infrared Radiation; IR) ออกไปได้ และอีกหน้าที่หนึ่งคือ ในขณะที่เดียวกันฟิล์มดังกล่าวนี้สามารถลดแสงจ้าหรือลดแสงสะท้อนในช่วงความยาวแสงที่เรามองเห็นได้ (Visible Light) ให้หักเหเข้าไปด้านในฟิล์ม

4.1 การสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติสะท้อนความร้อน

สำหรับกระบวนการเคลือบฟิล์มบนกระจกเลือกใช้เทคโนโลยีเคลือบผิวฟิล์มบางด้วยวิธีการทางฟิสิกส์ (Physical Vapour Deposition; PVD) นั่นคือ กระบวนการเคลือบฟิล์มแบบสปัตเตอร์ริง (Sputtering) ซึ่งเป็นเทคโนโลยีที่นิยมใช้กันมากเพื่อสามารถเพิ่มคุณภาพของผิวเคลือบได้สูง มักใช้กับฟิล์มที่มีสมบัติพิเศษ เช่น ฟิล์มอัญริยะ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับกระบวนการจุ่มเคลือบด้วยสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้กันอย่างกว้างขวาง ควบคุมการเกิดปฏิกิริยาได้ง่าย ราคาถูกสามารถเคลือบบนชิ้นงานที่มีความซับซ้อน ขนาดใหญ่ และขยายสเกลในการผลิตจริงได้ง่าย จึงทำให้สองเทคนิคนี้เป็นที่น่าสนใจในงานวิจัยนี้

4.1.1 การสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง

การสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์นั้น ใช้โลหะวาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ เป็นเป้าทรงกลมมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว ความดันสุญญากาศขณะทำการเคลือบกระจก 3 มิลลิทอร์ กำลังไฟฟ้า 150 วัตต์ และเวลาในการเคลือบ 15 นาที สำหรับปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการสังเคราะห์ฟิล์ม V_2O_5 และ VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง แสดงดังตารางที่ 4.1 โดยประกอบด้วย 3 ปัจจัยหลักคือ

- 1) อุณหภูมิของฐานรองกระจก (Substrate Temp) ใช้อุณหภูมิห้อง 200, 400 และ 500 องศาเซลเซียส ($^{\circ}\text{C}$)
- 2) อัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจน ($\text{Ar}:\text{O}_2$) ใช้ในอัตราส่วน 20:5, 20:8, 20:15 และ 15:20 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (SCCM)
- 3) ความดันก่อนทำการเคลือบกระจก (Base Pressure) ใช้ 1 และ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ (mbar)

โดยตารางที่ 4.1 พบว่า ฟิล์ม $\text{VO}_2(\text{M})$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงเกิดขึ้นได้เมื่อใช้อุณหภูมิของฐานรองกระจกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราส่วนในการปล่อยแก๊สอาร์กอนต่อออกซิเจนใช้อัตราส่วน 20:5 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ความดันขณะทำการเคลือบกระจกใช้ 3

มิลลิทอร์ และความดันสูญญากาศก่อนทำการเคลือบกระจกที่ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ นอกเหนือจากสภาวะดังกล่าวนี้จะเกิดเป็นฟิล์ม V_2O_5 ซึ่งเป็นเฟสที่มีความเสถียรมากกว่าเฟส $VO_2(M)$ จึงทำให้เกิดเป็นเฟส V_2O_5 ได้ง่ายกว่า โดยการเกิดเป็นฟิล์มเฟสได้นั้นสามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แสดงดังรูปที่ 4.1-4.3

ตารางที่ 4.1 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์ฟิล์ม V_2O_5 และ VO_2 ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง [48]

Phase	Substrate temperature (°C)	Ar flow (sccm*)	O ₂ flow (sccm)	Base pressure (mbar)
V ₂ O ₅	Room Temp (RT)	20	8	1
V ₂ O ₅	200	20	8	1
V ₂ O ₅	400	20	8	1
V ₂ O ₅	500	20	8	1
V ₂ O ₅	500	20	5	1
V ₂ O ₅	500	20	15	1
V ₂ O ₅	500	15	20	1
VO ₂ (M)	500	20	5	5×10^{-6}

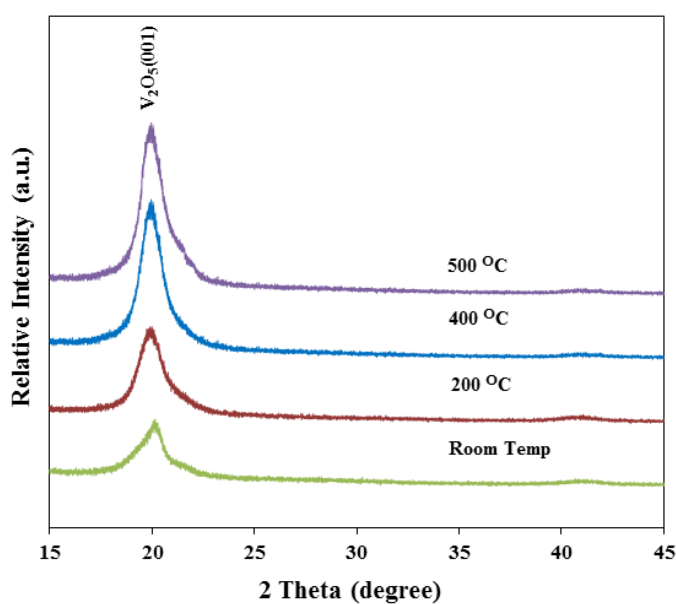
* sccm denotes standard cubic centimeter per minute

รูปที่ 4.1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์ม V_2O_5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงโดยให้อุณหภูมิฐานรองกระจกที่อุณหภูมิห้อง 200, 400 และ 500 องศาเซลเซียส (อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจน 20:5 และความดันก่อนการเคลือบ 1 มิลลิบาร์) พบว่า เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นมีผลทำให้ความเป็นผลึกของฟิล์ม VO_2 มีแนวโน้มสูงขึ้นเช่นกัน โดยฟิล์มที่ต้องการคือ VO_2 แต่เนื่องจากเฟสดังกล่าวมีความเสถียรต่ำ ทำให้สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ค่อนข้างเฉพาะ จึงทำให้เกิดเป็นเฟสอื่นที่เกิได้ง่ายกว่า เช่น เฟสของ V_2O_3 และ V_2O_5 โดยในระบบของการเกิดพันธะระหว่างวาเนเดียมและออกซิเจน (V-O) มักเกิดเป็นเฟสของ V_2O_5 เนื่องจากมีความเสถียรสูงที่สุด [49] และความเป็นผลึกมีแนวโน้มสูงขึ้นสังเกตจากกราฟพลีกเดี่ยวของ V_2O_5 ที่ยอดกราฟที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 20 องศา บนระนาบ (001) ของผลึก [50] มีความแหลมของยอดกราฟเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ดังนั้นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสมีความเป็นผลึกของฟิล์ม V_2O_5 สูงที่สุด แต่ฟิล์มที่ใช้เคลือบบนกระจกสไลด์มีข้อจำกัดของกระจกสไลด์ที่มีจุดอ่อนตัวประมาณ 545 องศาเซลเซียส แสดงดังตารางที่ 3.2 จึงทำให้เลือกใช้อุณหภูมิสูงสุดได้ประมาณ 500 องศาเซลเซียสเพื่อให้มีความเป็นผลึกของฟิล์มสูงที่สุด

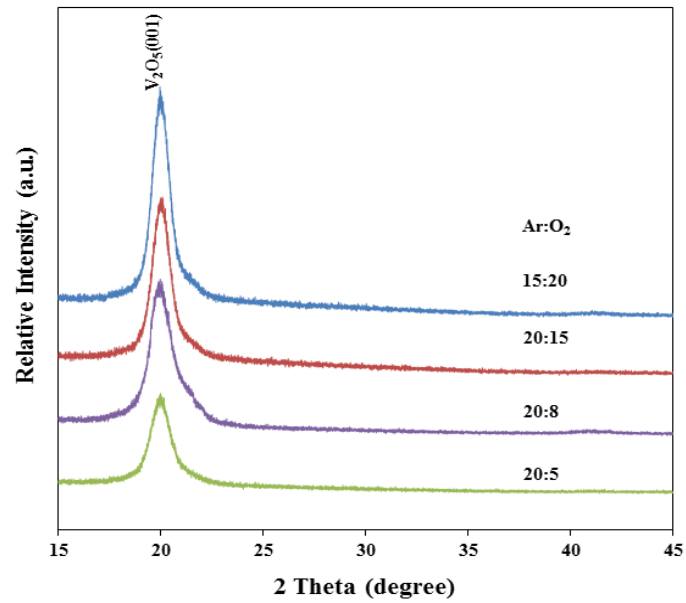
รูปที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์ม V_2O_5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงโดยใช้อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจนที่ปล่อยเข้ามาในห้องเคลือบเป็น 20:5, 20:8, 20:15 และ 15:20 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (อุณหภูมิฐานรองกระจก 500 องศา

เซลเซียส และความดันก่อนการเคลือบ 1 มิลลิบาร์) พบว่า เมื่อปริมาณออกซิเจนเพิ่มขึ้นตามลำดับ จาก 5, 8, 15 และ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ทำให้ความเป็นผลึกของ V_2O_5 มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นด้วย สังเกตจากยอดกราฟที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 20 องศา บนระนาบ (001) มีความแหลมเพิ่มขึ้น จึงเลือกอัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจน เป็น 20:5 เพื่อให้ออกซิเจนในการเข้าทำปฏิกิริยากับวานาเดียมน้อยที่สุด ทำให้มีโอกาสเกิดเฟส VO_2 ได้ดีขึ้น

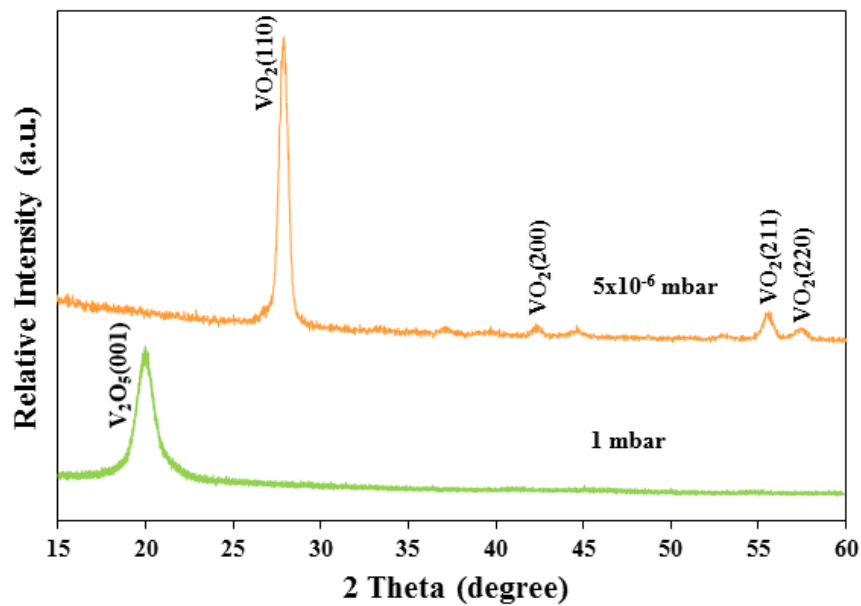
รูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์โดยใช้ความดันก่อนการเคลือบที่ 1 และ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ (อุณหภูมิฐานรองกระจก 500 องศาเซลเซียส และอัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจน 20:5) พบว่า เมื่อใช้ความดันก่อนการเคลือบที่ทำให้ภายในห้องเคลือบเป็นสุญญากาศมีความดันต่ำถึง 5×10^{-6} มิลลิบาร์สามารถเกิดเฟสโมโนคลินิก VO_2 ได้ เนื่องจากเมื่อภายในห้องเคลือบมีความเป็นสุญญากาศมากขึ้น หรือมีความดันต่ำมากขึ้นภายในห้องจะมีออกซิเจนน้อยลง จึงทำให้เมื่อเป่าวานาเดียมที่โดนยิงด้วยอาร์กอนไอออนแตกตัวเป็นวานาเดียมไอออน วานาเดียมไอออนดังกล่าวมีโอกาสจับกับออกซิเจนที่ปล่อยเข้าไปในห้องเคลือบได้โดยตรง โดยมีออกซิเจนเจือปนจากภายในห้องเคลือบน้อยมาก เนื่องจากระบบสุญญากาศที่มีความดันต่ำมากถึง 5×10^{-6} มิลลิบาร์หรือสามารถดูดออกซิเจนออกจากห้องเคลือบได้สูงนั่นเอง ส่งผลให้เฟส $VO_2(M)$ ที่มีความเสถียรต่ำเกิดขึ้นได้ที่ตำแหน่งหลักของยอดกราฟ $2\theta = 27.9$ องศา และที่ตำแหน่งยอดกราฟเล็กๆ $2\theta = 55.7$ และ 57.4 องศา จากการอ้างอิงฐานข้อมูลตาม ICDD 01-073-2362 บนระนาบ (011), (211) และ (022) ตามลำดับ [51, 52] และที่ความดันก่อนการเคลือบที่ 1 มิลลิบาร์ เกิดเฟส V_2O_5 ที่ยอดกราฟตำแหน่ง 2θ ประมาณ 20 องศา บนระนาบ (001)



รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์ม V_2O_5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์โดยใช้อุณหภูมิฐานรองกระจกที่อุณหภูมิห้อง 200, 400 และ 500 องศาเซลเซียส [48]



รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์ม V₂O₅ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์โดยใช้อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจน 20:5, 20:8, 20:15 และ 15:20 sccm [48]

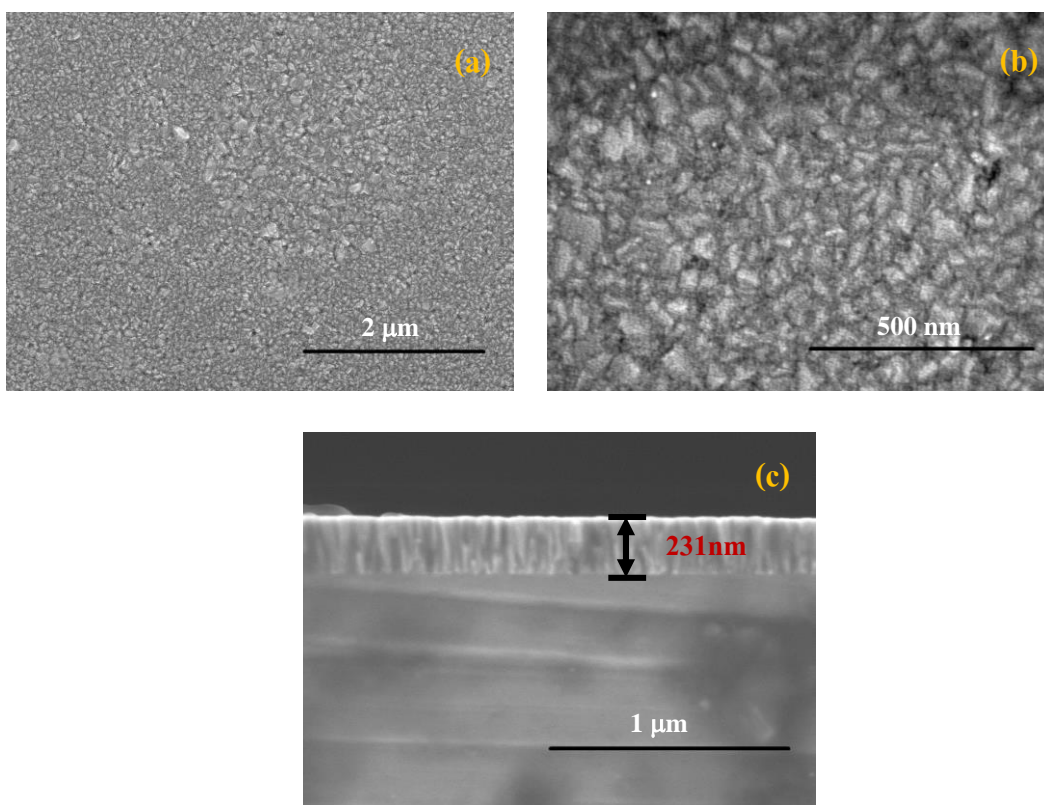


รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์ม VO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์โดยใช้ความดันก่อนการเคลือบที่ 1 และ 5x10⁻⁶ มิลลิบาร์ [48]

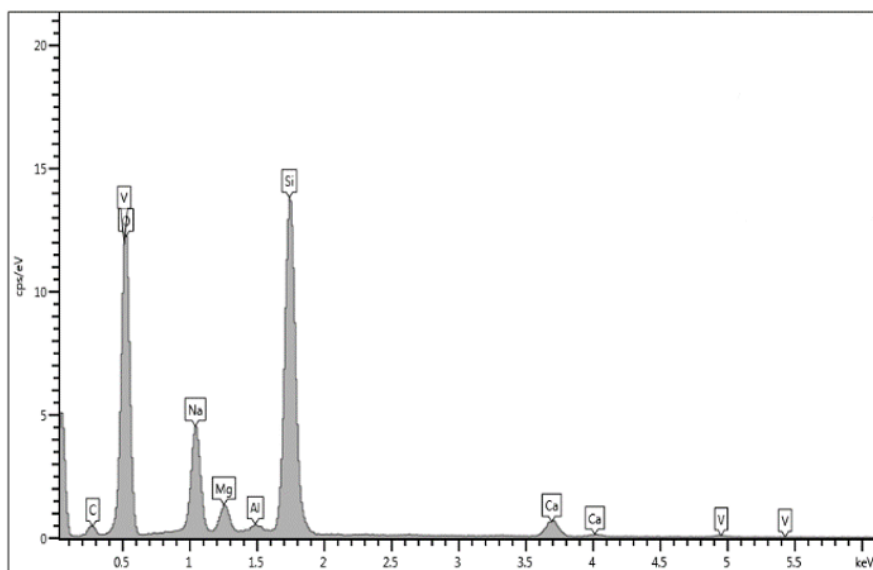
เมื่อนำฟิล์มที่สังเคราะห์ได้เฟส VO₂(M) ในรูปที่ 4.3 ไปตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค พบว่าอนุภาค VO₂ บนกระจกสไลด์มีการกระจายตัวสม่ำเสมอเรียงต่อกันอย่างหนาแน่น ขนาดอนุภาคเล็ก

มากอยู่ในช่วงประมาณ 50-100 นาโนเมตร และมีรูปร่างแตกต่างกันแสดงดังรูปที่ 4.4 (a) และ 4.4 (b) โดยมีความหนาของฟิล์ม 231 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.4 (c)

รูปที่ 4.5 สำหรับ EDS สเปกตรัมขององค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์ ใช้อุณหภูมิจาก 500 องศาเซลเซียส อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจน 20:5 และความดันก่อนการเคลือบ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ ซึ่งปริมาณของธาตุต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.2 พบว่า ฟิล์ม VO_2 ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ประกอบด้วยธาตุออกซิเจน ซิลิกอน โซเดียม คาร์บอน แมกนีเซียม แคลเซียม อลูมิเนียม และวาเนเดียม ปริมาณ 12.5, 33.6, 18.6, 28.3, 4.1, 2.0, 0.4 และ 0.5 เปอร์เซ็นต์อะตอม ตามลำดับ แสดงดังตารางที่ 4.2 โดยธาตุที่อยู่บนฟิล์ม VO_2 มีเพียงธาตุออกซิเจนและวาเนเดียมเท่านั้น สำหรับธาตุทางเคมีอื่นๆ มาจากองค์ประกอบของกระจกสไลด์ที่แสดงในตารางที่ 3.1 เนื่องจากข้อจำกัดของการทดสอบด้วยเทคนิค EDS การวิเคราะห์หลังไปถึงผิวกระจกสไลด์เพราะฟิล์มที่เคลือบเป็นฟิล์มบางมาก จึงทำให้ทราบเพียงว่าฟิล์มที่เคลือบอยู่เป็นฟิล์ม VO_2 เนื่องจากพบธาตุวาเนเดียมปริมาณ 0.5 เปอร์เซ็นต์อะตอม



รูปที่ 4.4 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงที่ (a) กำลังขยาย 20,000 (b) 100,000 เท่า และ (c) ความหนาฟิล์มที่กำลังขยาย 100,000 เท่า [48]



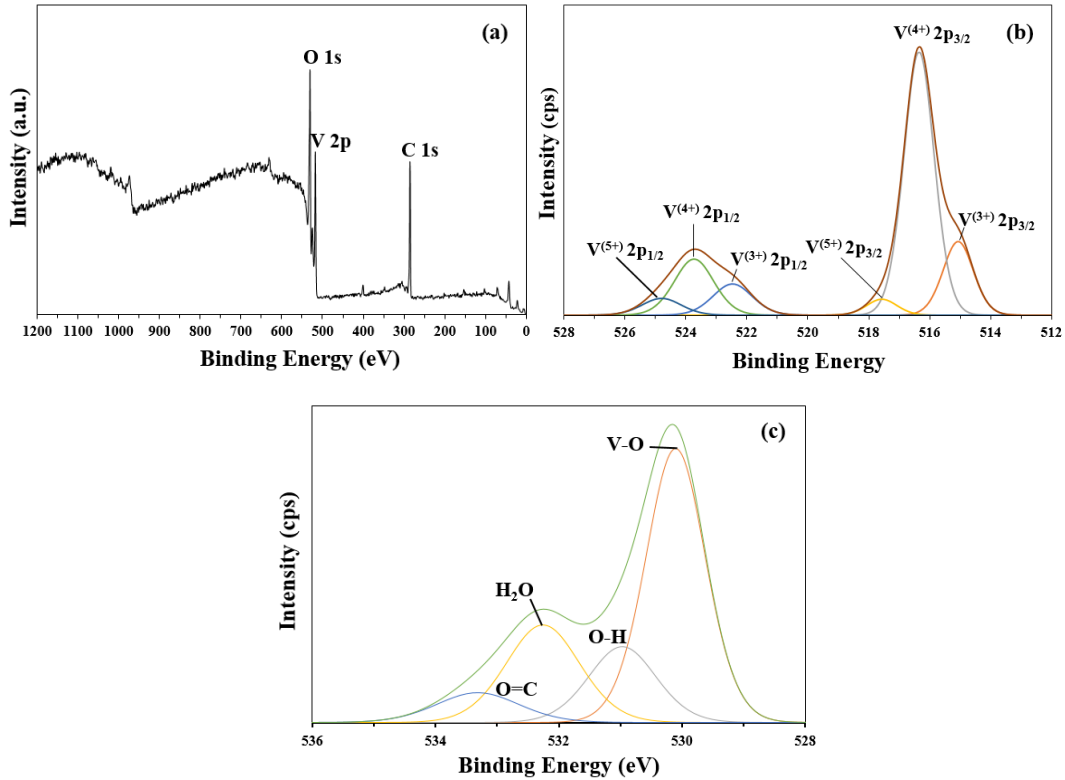
รูปที่ 4.5 EDS สเปกตรัมขององค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มVO₂ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปีดเทอริง

ตารางที่ 4.2 ส่วนประกอบของฟิล์ม VO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปีดเทอริงบนกระจกสไลด์

Element	Content (%At)
O	12.5
Si	33.6
Na	18.6
C	28.3
Mg	4.1
Ca	2.0
Al	0.4
V	0.5

รูปที่ 4.6 แสดง XPS สเปกตรัมของฟิล์ม VO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปีดเทอริง เพื่อตรวจสอบค่าวาเลนซ์อิเล็กตรอนของวาเนเดียม และการเกิดพันธะกับออกซิเจน ซึ่งกราฟโดยรวมของฟิล์ม VO₂ พบว่ามี 3 ธาตุที่ปรากฏในกราฟ คือ วาเนเดียม ออกซิเจน และคาร์บอน แสดงดังรูปที่ 4.6(a) โดย VO₂ ซึ่งเป็นส่วนประกอบหลัก ประกอบด้วยวาเลนซ์อิเล็กตรอน V⁴⁺_{2p3/2} และ V⁴⁺_{2p1/2} ตามค่ามาตรฐานของพลังงานการยึดเกาะที่ 516.7 และ 524.9 eV ตามลำดับ และ V₂O₃ ประกอบด้วยวาเลนซ์อิเล็กตรอน V³⁺_{2p3/2} และ V³⁺_{2p1/2} ตามค่ามาตรฐานของพลังงานการยึดเกาะที่ 514.2 และ 522.4 eV ตามลำดับ นอกจากนี้ยังมี V₂O₅ ในปริมาณที่น้อยประกอบด้วยวาเลนซ์อิเล็กตรอน V⁵⁺_{2p3/2} และ V⁵⁺_{2p1/2} ตามค่ามาตรฐานของพลังงานการยึดเกาะที่ 517.5 และ 525.7 eV

ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.6 (a) สำหรับรูปที่ 4.6 (b) เป็นกราฟแสดงพันธะทางเคมีที่จับกับออกซิเจน ได้แก่พันธะ V-O, O-H, H₂O และ O=C ในช่วงพลังงานพันธะ 528-536 eV



รูปที่ 4.6 XPS สเปกตรัมของฟิล์มVO₂ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปีดเทอริง (a) ชนิดของธาตุองค์ประกอบ (b) สถานะออกซิเดชันของวาเนเดียม และ (c) ชนิดพันธะทางเคมี [48]

4.1.2 การสังเคราะห์ฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล

การสังเคราะห์ฟิล์ม VO₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจลบนกระจกสไลด์นั้น ซึ่งเตรียมสารเคลือบตั้งต้นโดยใช้ผง V₂O₅ ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณ 0.3 กรัม นำไปละลายในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้น 35 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 30 มิลลิลิตร สำหรับปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการสังเคราะห์ฟิล์ม VO₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ แสดงดังตารางที่ 4.3 โดยประกอบด้วย 3 ปัจจัยหลักคือ

- 1) อุณหภูมิของเตาเผา (Furnace Temperature) ใช้อุณหภูมิห้อง 400, 450 และ 500 องศาเซลเซียส (°C)
- 2) ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาชิ้นงาน (Vacuum Pressure) ใช้ 2×10^{-2} และ 2×10^{-3} มิลลิบาร์ (mbar)
- 3) ขั้นตอนการเผาผนึก (Calcination) ใช้ 1 และ 2 ขั้นตอน (Step)

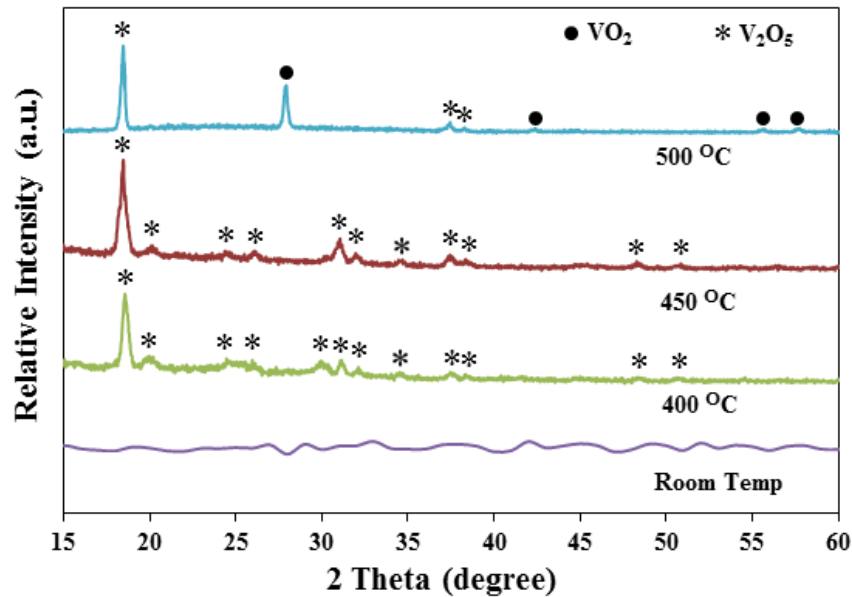
ตารางที่ 4.3 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์ฟิล์ม VO₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ [53]

Phase	Furnace temperature (°C)	Vacuum pressure (mbar)	Calcination (step)
Amorphous	Room temperature	2x10 ⁻²	1
V ₂ O ₅	400	2x10 ⁻²	1
V ₂ O ₅	450	2x10 ⁻²	1
VO ₂ +V ₂ O ₅	500	2x10 ⁻²	1
VO ₂ +V ₂ O ₅ +V ₆ O ₁₃	500	2x10 ⁻³	1
VO ₂ (M)	500	2x10 ⁻³	2

จากตารางที่ 4.3 พบว่า ฟิล์ม VO₂(M) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบเกิดขึ้นได้ เมื่อใช้อุณหภูมิของเตาเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ความดันสุญญากาศภายในเตาก่อนการเผาขึ้นงานใช้ 2x10⁻³ มิลลิบาร์ และขั้นตอนการเผาหนักใช้ 2 ขั้นตอนเป็นการให้ความร้อนที่อุณหภูมิเดิม 2 รอบ นั่นคือใช้อุณหภูมิของเตาเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสแล้วปล่อยให้เย็นตัวลงมาถึงอุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นให้ความร้อนขึ้นไปถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสแล้วปล่อยให้เย็นตัวอีกรอบ นอกเหนือจากสภาวะดังกล่าวนี้จะเกิดเป็นฟิล์ม V₂O₅ และฟิล์มผสมระหว่าง VO₂, V₂O₅ และ V₆O₁₃ โดยการเกิดเป็นฟิล์มเฟสใดนั้นสามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แสดงดังรูปที่ 4.7-4.9

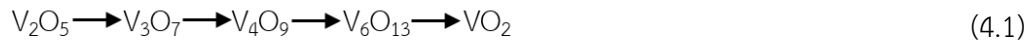
รูปที่ 4.7 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบโดยใช้อุณหภูมิเตาเผาที่อุณหภูมิห้อง 400, 450, และ 500 องศาเซลเซียส (ความดันก่อนเผาที่ 2x10⁻² มิลลิบาร์ และเผาหนัก 1 รอบ) พบว่า ฟิล์มที่ทำให้แห้ง ณ อุณหภูมิห้องและยังไม่ได้นำเข้าเตาเผาหนักจะไม่ปรากฏเฟสของผลึกบนกราฟ นั่นคือ ฟิล์มที่ได้มีลักษณะเป็นอสัณฐาน และเมื่อนำฟิล์มเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 400 และ 450 องศาเซลเซียส พบว่า เกิดเป็นเฟสของฟิล์ม V₂O₅ เท่านั้น โดยเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นมีผลทำให้ความเป็นผลึกของฟิล์มมีแนวโน้มสูงขึ้น แต่เนื่องจากเฟสของฟิล์ม VO₂ ที่ต้องการมีความเสถียรต่ำ ทำให้สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ฟิล์มดังกล่าวค่อนข้างเฉพาะ จึงทำให้เกิดเป็นเฟสอื่นที่เกิได้ง่ายกว่า เช่น เฟสของ V₂O₅ และ V₆O₁₃ โดยในระบบของการเกิดพันธะระหว่างวาเนเดียมและออกซิเจน (V-O) มักเกิดเป็นเฟสของ V₂O₅ ที่มีความเสถียรสูง [54, 55] และความเป็นผลึกมีแนวโน้มสูงขึ้นสังเกตจากกราฟของ V₂O₅ ที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 18.7, 20.1, 24.7, 26.2, 30.1, 31.3, 32.4, 34.8, 37.6, 38.6, 48.6 และ 51.1 องศา บนระนาบ (001), (101), (201), (110), (301), (400), (111), (211), (401), (311), (302) และ (012) ตามลำดับ จากการอ้างอิงฐานข้อมูลตาม ICDD 04-015-2250 มีความแหลมของยอดกราฟเพิ่มสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ดังนั้นที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียสจึงมีความเป็นผลึกของฟิล์ม V₂O₅ สูงกว่าที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส สำหรับที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสมีเฟสผสมระหว่าง VO₂ และ V₂O₅ โดยเฟสของ VO₂ปรากฏที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 27.7, 42.5, 55.7 และ 57.8 องศา บนระนาบ (011), (201), (220) และ (211) ตามลำดับ จากการอ้างอิงฐานข้อมูลตาม ICDD 00-043-1051 และเฟสของ V₂O₅

ปรากฏที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 18.7, 37.6, และ 38.6 องศา บนระนาบ (001), (401) และ (311) ตามลำดับ จากการอ้างอิงฐานข้อมูลตาม ICDD 04-015-2250 เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นมีโอกาสเกิดเฟส VO_2 ได้มากขึ้นด้วย แต่ฟิล์มที่ใช้เคลือบบนกระจกสไลด์มีข้อจำกัดของกระจกมีจุดอ่อนตัวประมาณ 545 องศาเซลเซียส ทำให้ใช้อุณหภูมิสูงสุดได้ประมาณ 500 องศาเซลเซียสเพื่อให้ได้ VO_2

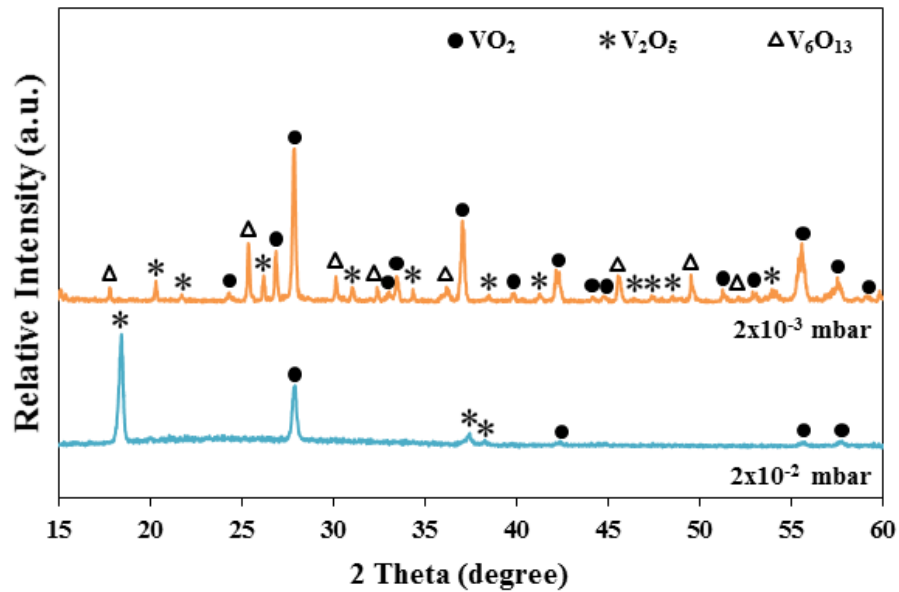


รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ โดยใช้อุณหภูมิเตาเผาที่อุณหภูมิห้อง 400 450 และ 500 องศาเซลเซียส (ความดันก่อนเผาที่ 2×10^{-2} มิลลิบาร์ และเผาผนึก 1 รอบ) [53]

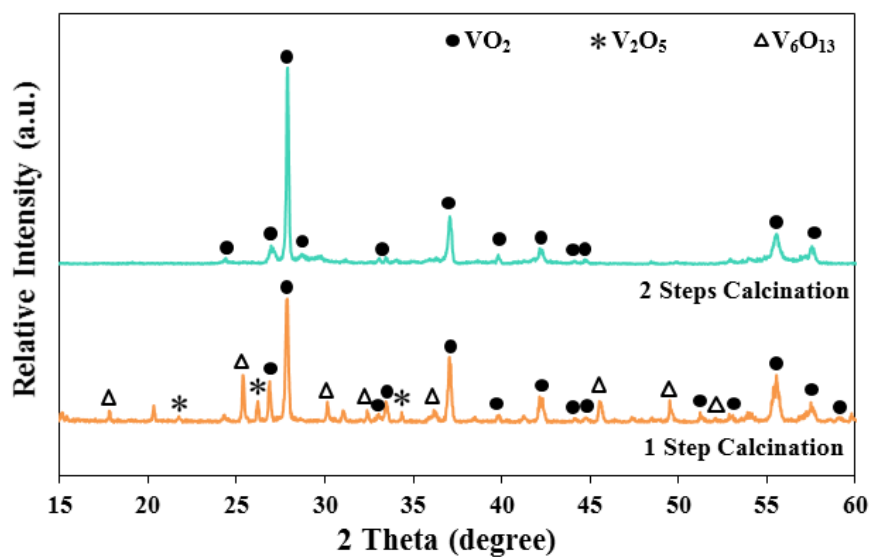
รูปที่ 4.8 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบโดยใช้ความดันสุญญากาศก่อนเผาที่ 2×10^{-2} และ 2×10^{-3} มิลลิบาร์ (อุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียส และเผาผนึก 1 รอบ) พบว่า เมื่อลดความดันสุญญากาศก่อนเผาจาก 2×10^{-2} มิลลิบาร์เป็น 2×10^{-3} มิลลิบาร์ เฟสของ V_2O_5 ลดลง ในขณะที่เฟสของ VO_2 เพิ่มขึ้น และมีเฟสของ V_6O_{13} ปรากฏที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 17.9, 25.7, 30.3, 32.6, 36.3, 45.8, 50.1 และ 52.3 องศา บนระนาบ (002), (110), (400), (-402), (-113), (005), (020) และ (220) ตามลำดับ จากการอ้างอิงฐานข้อมูลตาม ICDD 04-008-4854 เนื่องจากเมื่อลดความดันสุญญากาศลงส่งผลให้ปริมาณออกซิเจนในเตาเผาตกลงด้วย จึงทำให้เกิดเฟสของ VO_2 เพิ่มขึ้นและมีเฟสของ V_6O_{13} ผสมมาเล็กน้อย เนื่องจากปฏิกิริยารีดักชันที่อุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส และความดันสุญญากาศต่ำกว่า 2 ปาสคาล (2×10^{-2} มิลลิบาร์) จะเกิดการเปลี่ยนเฟสจาก V_2O_5 เป็น VO_2 นั้น เป็นไปเช่นเดียวกับงานวิจัยของ Ningyi และคณะ [50] โดยจะเปลี่ยนเฟสดังสมการที่ 4.1 จากเฟสที่มีสูตรทางเคมี $\text{V}_n\text{O}_{2n+1}$ (เมื่อ $n = 2-4$ และ 6) เป็นเฟส VO_2



ดังนั้นที่ความดันสุญญากาศต่ำกว่าคือ ที่ 2×10^{-3} มิลลิบาร์ มีโอกาสเกิดเฟส VO_2 ได้ดีกว่า เพราะมีออกซิเจนที่เข้าทำปฏิกิริยากับวาเนเดียมภายในเตาน้อยกว่า [55, 56]



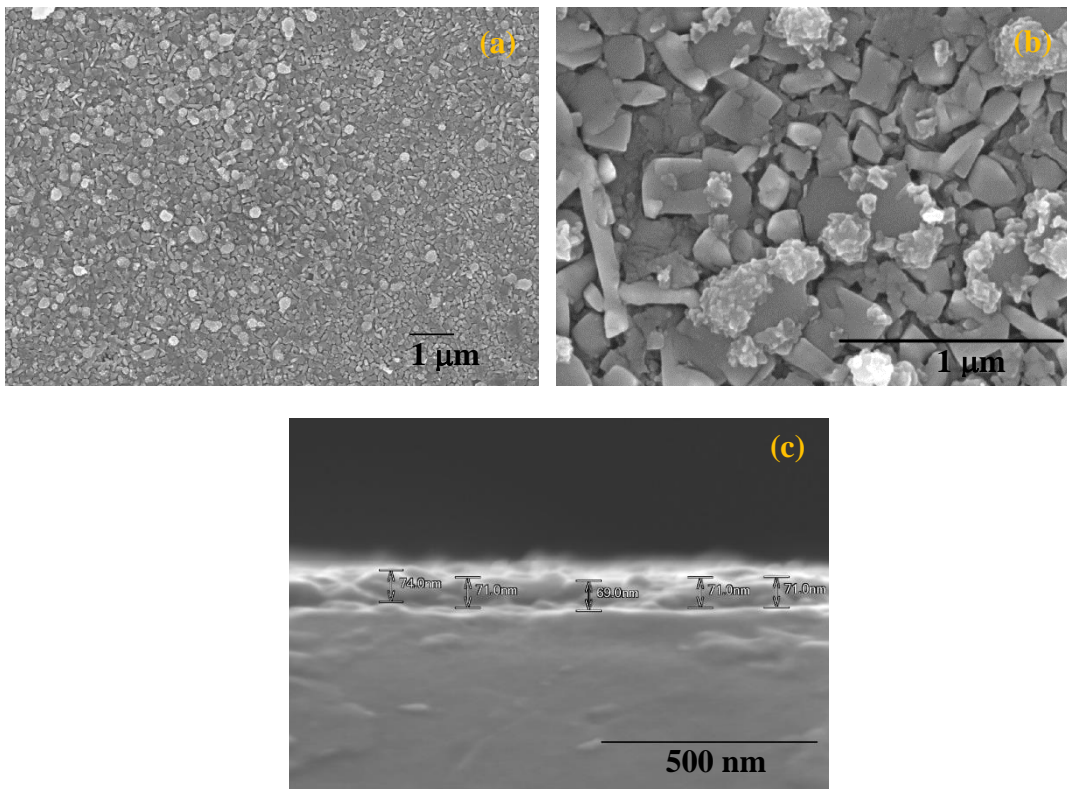
รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ โดยใช้ความดันสุญญากาศก่อนเผาที่ 2×10^{-2} และ 2×10^{-3} มิลลิบาร์ (อุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียส และเผาหนึ่ง 1 รอบ) [53]



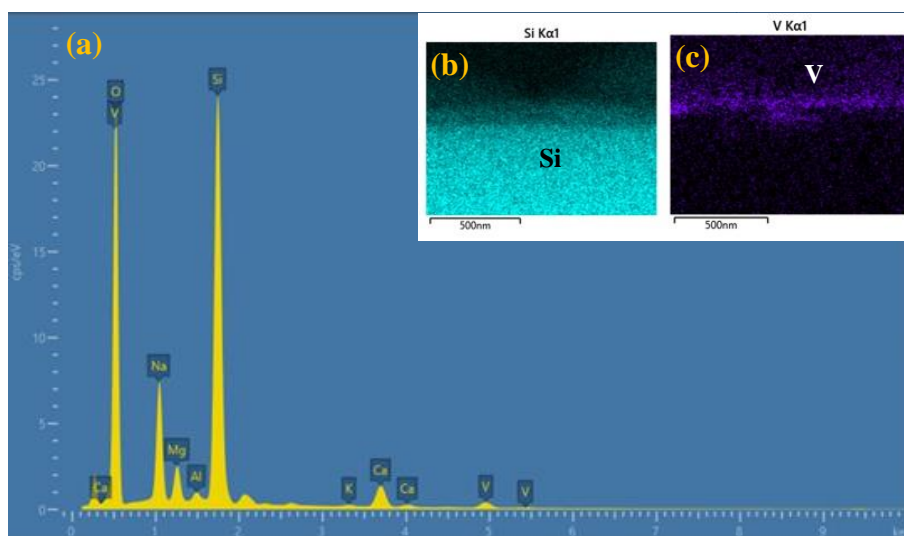
รูปที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ โดยเผาหนึ่ง 1 และ 2 รอบ (ความดัน 2×10^{-3} มิลลิบาร์และอุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียส) [53]

จากรูปที่ 4.9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบโดยเฉพาผนึก 1 และ 2 รอบ (ความดัน 2×10^{-3} มิลลิบาร์ และอุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียส) พบว่า การเฉพาผนึก 1 รอบ จะได้เฟสโมโนคลินิก VO_2 เป็นเฟสหลัก มีเฟสของ V_2O_5 และ V_6O_{13} ผสมอยู่ด้วย เมื่อเฉพาผนึกรอบที่ 2 จะมีการดูดเอาอากาศออกอีกรอบด้วยปั๊มความดันต่ำ (ความดัน 2×10^{-3} มิลลิบาร์) ก่อนการเฉพาผนึกที่สภาวะเดียวกับรอบแรก พบว่า เกิดเฟสโมโนคลินิก VO_2 เพียงเฟสเดียว เนื่องจากเมื่อให้ความร้อนเป็นรอบที่ 2 เกิดปฏิกิริยารีดักชันอีกรอบของเฟส V_2O_5 และ V_6O_{13} เปลี่ยนเป็นเฟสโมโนคลินิก VO_2 ทั้งหมด

เมื่อนำฟิล์มที่สังเคราะห์ได้เฟสโมโนคลินิก VO_2 เพียงเฟสเดียว โดยการเฉพาผนึก 2 รอบ ใช้ความดันสูญญากาศก่อนเผา 2×10^{-3} มิลลิบาร์ และอุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.9 ไปตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค พบว่า อนุภาค VO_2 บนกระจกสไลด์มีการกระจายตัวสม่ำเสมอเรียงต่อกันอย่างหนาแน่น ขนาดอนุภาคเล็กมากอยู่ในช่วงประมาณ 220-380 นาโนเมตร และมีรูปร่างแตกต่างกัน โดยมีบางส่วนถูกปกคลุมด้วยเฟส อสัณฐานที่เกิดจากแอนไฮดรัสวาเนเดียมออกไซด์ในกระบวนการเกิดเจล [57] แสดงดังรูปที่ 4.10 (a) และ 4.10 (b) และมีความหนาของฟิล์มประมาณ 69-74 นาโนเมตรแสดงดังรูปที่ 4.10 (c)



รูปที่ 4.10 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบที่ (a) กำลังขยาย 10,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c) ความหนาฟิล์มที่กำลังขยาย 100,000 เท่า [53]



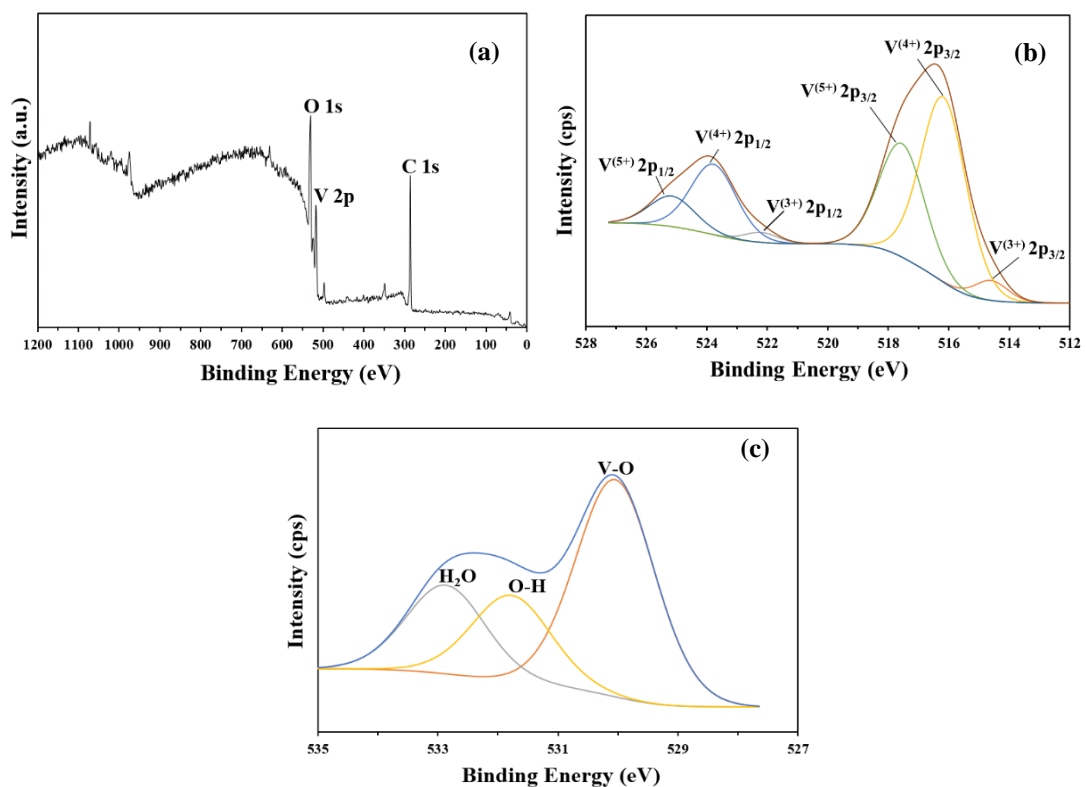
รูปที่ 4.11 EDS สเปกตรัมของฟิล์มVO₂ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ (a) องค์ประกอบธาตุทางเคมี (b) แสกนเฉพาะธาตุซิลิกอน และ (c) แสกนเฉพาะธาตุวานาเดียม [53]

ตารางที่ 4.4 ส่วนประกอบของฟิล์ม VO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนกระจกสไลด์

Element	Content (%At)
O	50.9
Si	30.2
Na	8.5
K	0.2
Mg	2.6
Ca	5.7
Al	0.6
V	1.3

สำหรับEDS สเปกตรัมขององค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์ม VO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบแสดงดังรูปที่ 4.11 (a) แต่เนื่องจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (FE-SEM) จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบแสดงดังรูปที่ 4.10(c) ปรากฏขอบเขตระหว่างฟิล์มและกระจกสไลด์ไม่เด่นชัดนัก เพื่อความถูกต้องและแม่นยำของข้อมูลในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบธาตุต่างๆ ทางเคมี จึงทำการแสกนหาเฉพาะธาตุซิลิกอนบนพื้นผิวภาคตัดขวางของชิ้นงาน พบว่า ส่วนล่างที่มีซิลิกอนจะรวมตัวกับออกซิเจนเป็นขอบเขตของกระจกสไลด์แสดงดังรูปที่ 4.11 (b) และเมื่อแสกนหาเฉพาะธาตุวานาเดียมบนพื้นผิวภาคตัดขวางของชิ้นงาน พบว่า ส่วนบนสุดที่มีวานาเดียมจะรวมตัวกับออกซิเจนเป็นชั้นของฟิล์ม VO₂ แสดงดังรูปที่ 4.11 (c) และปริมาณของธาตุต่างๆ แสดงดังตาราง

ที่ 4.4 พบว่า ฟิล์ม VO_2 ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ประกอบด้วย ธาตุออกซิเจน ซิลิกอน โซเดียม โพแทสเซียม แมกนีเซียม แคลเซียม อลูมิเนียม และวาเนเดียม ปริมาณ 50.9, 30.2, 8.5, 0.2, 2.6, 5.7, 0.6 และ 1.3 เปอร์เซ็นต์อะตอม ตามลำดับ โดยธาตุที่อยู่บนฟิล์ม VO_2 มีเพียงธาตุออกซิเจนและวาเนเดียมเท่านั้น สำหรับธาตุทางเคมีอื่นๆ มาจากองค์ประกอบของกระจกสไลด์ที่แสดงในตารางที่ 3.1 เนื่องจากข้อจำกัดของการทดสอบด้วยเทคนิค EDS การวิเคราะห์ลงไปถึงผิวกระจกสไลด์เพราะฟิล์มที่เคลือบเป็นฟิล์มบางมาก จึงทำให้ทราบเพียงว่าฟิล์มที่เคลือบอยู่เป็นฟิล์ม VO_2 เนื่องจากพบธาตุวาเนเดียมปริมาณ 1.3 เปอร์เซ็นต์อะตอม



รูปที่ 4.12 XPS สเปกตรัมของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ (a) ชนิดของธาตุองค์ประกอบ (b) สถานะออกซิเดชันของวาเนเดียม และ (c) ชนิดพันธะทางเคมี [53]

จากรูปที่ 4.12 แสดง XPS สเปกตรัมของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ เพื่อตรวจสอบค่าวาเลนซ์อิเล็กตรอนของวาเนเดียมและการเกิดพันธะกับออกซิเจน ซึ่งกราฟโดยรวมของฟิล์ม VO_2 พบว่า มี 3 ธาตุที่ปรากฏในกราฟ คือ วาเนเดียม ออกซิเจน และคาร์บอน แสดงดังรูปที่ 4.12 (a) โดย VO_2 ซึ่งเป็นส่วนประกอบหลักประกอบด้วยวาเลนซ์อิเล็กตรอน $\text{V}^{4+}_{2p_{3/2}}$ และ $\text{V}^{4+}_{2p_{1/2}}$ ตามค่ามาตรฐานของพลังงานการยึดเกาะที่ 516.1 และ 523.8 eV ตามลำดับ และ V_2O_5 ในปริมาณที่น้อยประกอบด้วยวาเลนซ์อิเล็กตรอน $\text{V}^{5+}_{2p_{3/2}}$ และ $\text{V}^{5+}_{2p_{1/2}}$ ตามค่ามาตรฐานของพลังงานการยึดเกาะที่ 517.6 และ 525.2 eV ตามลำดับ นอกจากนี้ยังมี V_2O_3 เพียงเล็กน้อยประกอบด้วยวาเลนซ์

อิเล็กตรอน $V^{3+}_{2p3/2}$ และ $V^{3+}_{2p1/2}$ ตามค่ามาตรฐานของพลังงานการยึดเกาะที่ 514.5 และ 522.2 eV ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.12 (b) สำหรับรูปที่ 4.12 (c) เป็นกราฟแสดงพันธะทางเคมีที่จับกับออกซิเจน ได้แก่พันธะ V-O, O-H และ H₂O ที่พลังงานพันธะ 530.0, 531.8 และ 532.8 eV โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS ปรากฏเฟส VO₂ เด่นชัดที่สุด ส่วนเฟสของ V₂O₅ และ V₂O₃ มีปริมาณเพียงเล็กน้อย เช่นเดียวกับงานวิจัยของ Li และคณะ [58] และ Mukherjee และคณะ [59]

4.1.3 เปรียบเทียบฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปีดเทอริงและจุ่มเคลือบต่อสมบัติของฟิล์ม

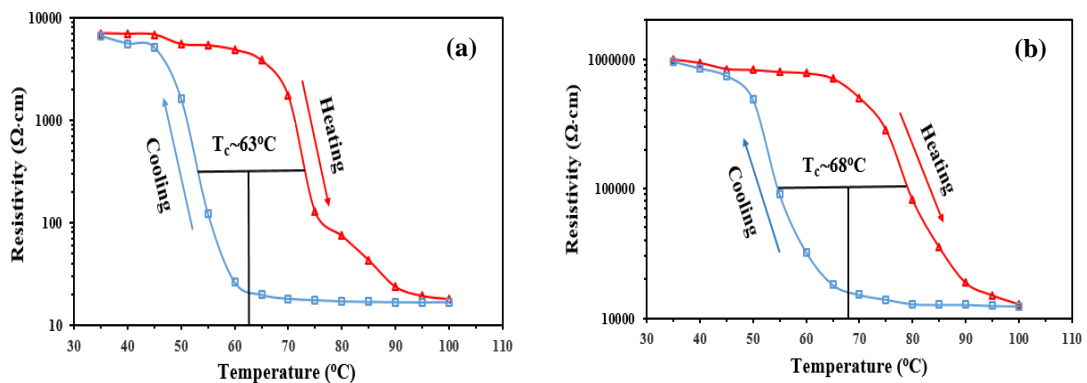
4.1.3.1 สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์

เมื่อนำฟิล์มที่สังเคราะห์ได้เฟสโมโนคลินิก VO₂ เพียงเฟสเดียว โดยวิธีการเคลือบแบบสปีดเทอริงใช้อุณหภูมิฐานรองกระจก 500 องศาเซลเซียส อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจน 20:5 และความดันก่อนการเคลือบ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ และวิธีการจุ่มเคลือบใช้อุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียส ความดันสุญญากาศก่อนเผา 2×10^{-3} มิลลิบาร์ และเผาผนึก 2 รอบ จากข้อมูล Hysteresis Loops ที่เกิดจากสมบัติเทอร์โมโครมิกของฟิล์ม คือ เกิดการเปลี่ยนเฟสกลับไปกลับมาระหว่างเฟสโลหะ (Metal) และสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ของฟิล์มเมื่อได้รับความร้อน เนื่องจากการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของเฟสโมโนคลินิก VO₂ ที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำเปลี่ยนเป็นเฟสเตตระกอนนอล (รูไทล์) ที่มีสมบัติเป็นโลหะ ณ อุณหภูมิทรานซิชันของฟิล์มดังกล่าว (Transition Temperature; T_c) ซึ่งในการหาอุณหภูมิทรานซิชันของงานวิจัยนี้มีการทดลองโดยควบคุมอุณหภูมิในช่วงอุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ถึง 100 องศาเซลเซียส ซึ่งมีหลักการทำงานคือ ทำการเพิ่มอุณหภูมิให้กับผิวฟิล์มที่เคลือบบนกระจกด้วย VO₂ จนถึงอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสและลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิห้อง ค่าความต้านทานของพื้นผิวฟิล์มลดลงขณะให้ความร้อนเพิ่มขึ้น (Heating) และค่าความต้านทานของพื้นผิวฟิล์มเพิ่มขึ้นระหว่างลดอุณหภูมิลง (Cooling) โดยอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสของฟิล์มสามารถหาได้จากสมการที่ 4.2 [60]

$$T_c = [T_c(\text{heat}) + T_c(\text{cool})]/2 \quad (4.2)$$

เมื่อเปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้าต่ออุณหภูมิของฟิล์ม VO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคลือบแบบสปีดเทอริงแสดงดังรูปที่ 4.13 (a) พบว่า ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้อง (เฟสสารกึ่งตัวนำ) กราฟการนำไฟฟ้ามีแนวโน้มคงที่ และการนำไฟฟ้ามีแนวโน้มเพิ่มขึ้นหรือความต้านทานลดลงที่อุณหภูมิทรานซิชันประมาณ 63 องศาเซลเซียส นั่นคือ VO₂ มีการเปลี่ยนเฟสจากโมโนคลินิกที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำไปเป็นเฟสเตตระกอนนอล (รูไทล์) ที่มีสมบัติเป็นโลหะได้ที่อุณหภูมิประมาณ 63 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิสูงกว่า 70 องศาเซลเซียส (เฟสโลหะ) กราฟการนำไฟฟ้ามีแนวโน้มคงที่เช่นกัน [61, 62] และโดยวิธีการจุ่มเคลือบแสดงดังรูปที่ 4.13 (b) พบว่า ที่

อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้อง (เฟสสารกึ่งตัวนำ) กราฟการนำไฟฟ้ามีแนวโน้มคงที่ และการนำไฟฟ้ามีแนวโน้มเพิ่มขึ้นหรือความต้านทานลดลงที่อุณหภูมิทรานซิชันประมาณ 68 องศาเซลเซียส นั่นคือ VO_2 มีการเปลี่ยนเฟสจากโมโนคลินิกที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำไปเป็นเฟสเตตระกอนอล (รูไทล์) ที่มีสมบัติเป็นโลหะได้ที่อุณหภูมิประมาณ 68 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิสูงกว่า 80 องศาเซลเซียส (เฟสโลหะ) กราฟการนำไฟฟ้ามีแนวโน้มคงที่เช่นกัน [61, 62] เมื่อเปรียบเทียบค่าอุณหภูมิทรานซิชันของทั้งสองเทคนิค พบว่า วิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงมีค่าประมาณ 63 องศาเซลเซียส ซึ่งน้อยกว่าวิธีการจุ่มเคลือบประมาณ 5 องศาเซลเซียส นั่นคือฟิล์ม VO_2 ที่เกิดจากวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงมีการนำไฟฟ้าที่ดีกว่าฟิล์ม VO_2 ที่เกิดจากวิธีการจุ่มเคลือบจึงทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสก่อนเนื่องจากเทคนิคการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงชั้นฟิล์มเกิดจากการเรียงตัวของอะตอมวาเนเดียมที่จับกับออกซิเจนจึงทำให้ชั้นฟิล์มมีความหนาแน่นของ VO_2 มากกว่าเทคนิคการจุ่มเคลือบที่เกิดจากการเคลือบด้วยโซล-เจลของสารประกอบ V_2O_5 แล้วเผาผนึกจนได้เฟส VO_2 ทำให้สมบัติการนำไฟฟ้าสามารถเกิดขึ้นได้ดีกว่าในฟิล์มที่มีความหนาแน่นของ VO_2 มากกว่านั่นเอง

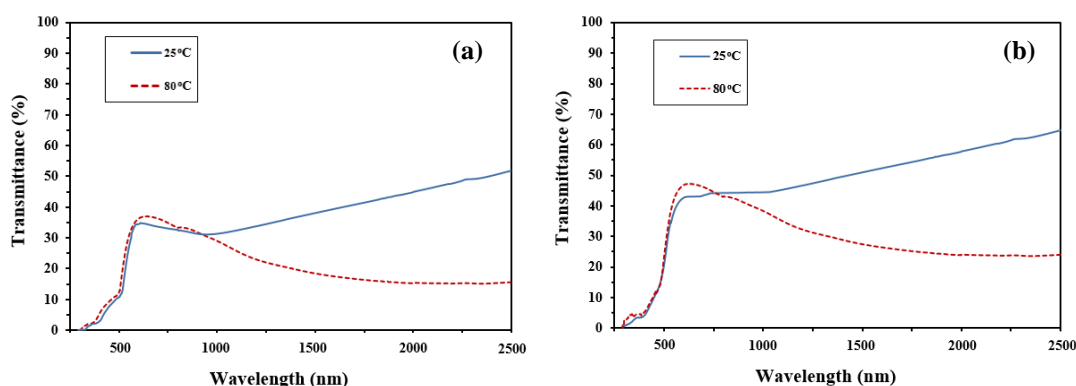


รูปที่ 4.13 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้าต่ออุณหภูมิของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ด้วย (a) วิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง และ (b) วิธีการจุ่มเคลือบ [48, 53]

4.1.3.2 สมบัติทางแสงของฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์

สำหรับสมบัติทางแสงใช้อุณหภูมิทดสอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และ 80 องศาเซลเซียส เพื่อเปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์ม VO_2 ที่สังเคราะห์ได้เฟสโมโนคลินิก VO_2 เพียงเฟส โดยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงใช้อุณหภูมิฐานรองกระจก 500 องศาเซลเซียส อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจน 20:5 และความดันก่อนการเคลือบ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ แสดงดังรูปที่ 4.14 (a) เมื่ออุณหภูมิของฟิล์มเปลี่ยนจาก 25 องศาเซลเซียส เป็น 80 องศาเซลเซียส ทำให้มีการส่องผ่านแสงในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ (ประมาณ 380-800 นาโนเมตร) ประมาณ 30-40 เปอร์เซ็นต์ และในช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรด (NIR) ที่ความยาวคลื่น 800-2500 นาโนเมตร การส่องผ่านแสงที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสมากกว่าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสการส่องผ่านแสงมีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อ

ความยาวคลื่นมากขึ้น แต่ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสการส่องผ่านแสงมีแนวโน้มลดลงเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น เนื่องจากสมบัติเทอร์โมโครมิกของฟิล์ม $\text{VO}_2(\text{M})$ ที่เกิดการเปลี่ยนเฟสจากเฟสกึ่งตัวนำเป็นเฟสของโลหะเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจาก 25 องศาเซลเซียสเป็น 80 องศาเซลเซียส [63-65] และวิธีการจุ่มเคลือบใช้อุณหภูมิเตาเผา 500 องศาเซลเซียส ความดันสุญญากาศก่อนเผา 2×10^{-3} มิลลิบาร์ และเผาผนึก 2 รอบ แสดงดังรูปที่ 4.14 (b) พบว่า เมื่ออุณหภูมิของฟิล์มเปลี่ยนจาก 25 องศาเซลเซียส เป็น 80 องศาเซลเซียส ทำให้มีการส่องผ่านแสงในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ประมาณ 40-50 เปอร์เซ็นต์ และในช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรดที่ความยาวคลื่น 800-2500 นาโนเมตร การส่องผ่านแสงที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสมากกว่าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสการส่องผ่านแสงมีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น แต่ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสการส่องผ่านแสงมีแนวโน้มลดลงเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น เนื่องจากสมบัติเทอร์โมโครมิกเช่นกัน [63-65]



รูปที่ 4.14 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์ม VO_2 ที่อุณหภูมิห้องและ 80 องศาเซลเซียส ด้วย (a) วิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง และ (b) วิธีการจุ่มเคลือบ [53]

โดยจากกราฟทั้งสองแสดงดังรูปที่ 4.14 พบว่า การส่องผ่านแสงจากวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงมีการส่องผ่านแสงที่น้อยกว่าวิธีการจุ่มเคลือบทุกช่วงความยาวคลื่น เนื่องจากเทคนิคการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงชั้นฟิล์มเกิดจากการเรียงตัวของอะตอมวาเนเดียมที่จับกับออกซิเจนจึงทำให้ชั้นฟิล์มมีความหนาแน่นของ VO_2 มากกว่าเทคนิคการจุ่มเคลือบที่เกิดจากการเคลือบด้วยโซล-เจลของสารประกอบ V_2O_5 แล้วเผาผนึกจนได้เฟส VO_2 เช่นเดียวกับหัวข้อ 4.1.3.1 ทำให้สมบัติการส่องผ่านแสงสามารถเกิดขึ้นได้ดีกว่าในฟิล์มที่มีความหนาแน่นของ VO_2 น้อยกว่านั่นเอง แต่ช่วงการส่องผ่านแสงที่ต้องการนำไปศึกษาต่อสนใจช่วงคลื่นแสงที่มองเห็นได้ในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 380-800 นาโนเมตรมีค่าการส่องผ่านแสงที่สูง จึงเลือกวิธีการจุ่มเคลือบไปศึกษาต่อเพราะช่วงการส่องผ่านแสงดังกล่าวมีค่าการส่องผ่านแสงที่สูงกว่าวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงถึงประมาณ 10 เปอร์เซ็นต์

4.2 การสังเคราะห์และขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้า

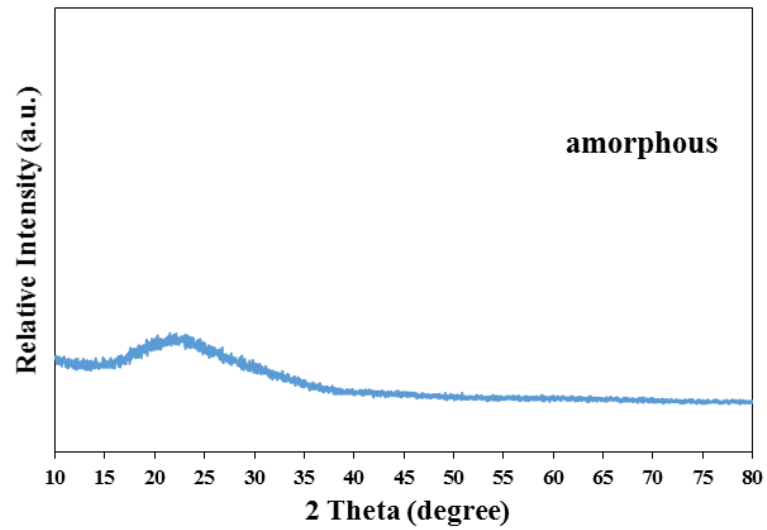
ฟิล์มที่สามารถลดแสงจ้าได้ ทำได้ด้วยการขึ้นรูปฟิล์มเป็นฟิล์มหลายชั้นให้แต่ละชั้นมีค่าดัชนีหักเหของแสงที่ต่างกันคือ ดัชนีหักเหสูงสลับกับต่ำเพื่อเป็นการทำให้แสงเกิดการหักล้างกันจนมีแสงที่สะท้อนออกมาน้อยที่สุดหรือลดแสงจ้านั่นเอง สามารถลดแสงจ้าอันเนื่องมาจากแสงขาวที่เรามองเห็นได้ให้สะท้อนออกไปได้น้อยลงหรือสามารถเพิ่มการหักเหของแสงให้เข้าไปด้านในฟิล์มได้นั้น ช่วยทำให้แสงสว่างเพิ่มขึ้น และสามารถลดการใช้พลังงานจากหลอดไฟได้ด้วยในงานวิจัยนี้เลือกใช้ซิลิกอนไดออกไซด์เป็นตัวแทนของฟิล์มชั้นที่มีการหักเหต่ำ ($n=1.46$) และไททาเนียมไดออกไซด์เป็นตัวแทนของฟิล์มชั้นที่มีการหักเหสูง ($n=2.70$) โดยการทดลองในส่วนนี้ไม่มีการทดสอบการนำไฟฟ้าของฟิล์ม เนื่องจากฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และไททาเนียมไดออกไซด์มีความเป็นฉนวนไฟฟ้า จึงไม่สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสที่อุณหภูมิสูงได้ (100 องศาเซลเซียส) ซึ่งต่างจากฟิล์ม VO_2 ที่มีสมบัติดังกล่าว และการทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงของฟิล์มทดสอบที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เนื่องจากสมบัติความเป็นฉนวนไฟฟ้าของฟิล์มจึงไม่สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสที่อุณหภูมิสูงได้ (80 องศาเซลเซียส)

4.2.1 การสังเคราะห์ฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์

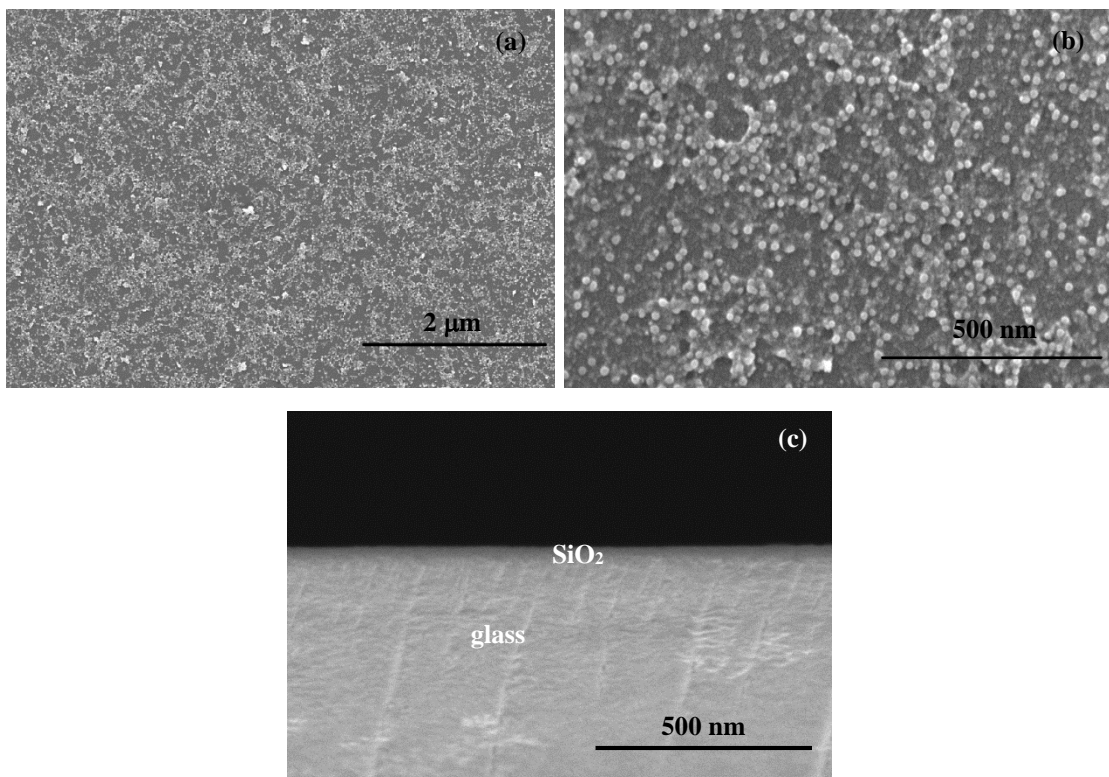
การสังเคราะห์ฟิล์ม SiO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล บนกระจกสไลด์นั้น เตรียมจากสารเคลือบตั้งต้นโดยใช้เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethyl Orthosilicate; TEOS) กับเอทานอล (C_2H_5OH) และหยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ที่มีความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ เพื่อปรับค่า pH ให้ได้ประมาณ 8-9 หลังจากนั้นนำไปจุ่มเคลือบและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เมื่อนำฟิล์มดังกล่าวไปตรวจสอบหาเฟสที่เกิดขึ้นหลังการเผาผนึกด้วยเทคนิค XRD พบว่า ฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบจะไม่ปรากฏเฟสของผลึกบนกราฟ นั่นคือ ฟิล์มที่ได้มีลักษณะเป็นอสัณฐาน (Amorphous) แสดงดังรูปที่ 4.15

เมื่อนำฟิล์ม SiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบไปตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค พบว่าอนุภาค SiO_2 บนกระจกสไลด์มีการกระจายตัวสม่ำเสมอเรียงต่อกันเป็นกลุ่ม ขนาดอนุภาคเล็กมากมีรูปร่างค่อนข้างกลมอยู่ในช่วงประมาณ 5-25 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.16 (a) และ 4.16 (b) และความหนาของฟิล์มไม่สามารถวัดได้ เนื่องจากโครงสร้างของ SiO_2 และกระจกมีโครงสร้างเป็นซิลิเกตเหมือนกัน แสดงดังรูปที่ 4.16 (c) แต่ในการทดลองถัดไปในหัวข้อ 4.2.3 สามารถบอกได้ว่าฟิล์ม SiO_2 มีความหนาประมาณ 11-16 นาโนเมตร และรูปที่ 4.17 แสดง EDS สเปกตรัมขององค์ประกอบธาตุทางเคมีฟิล์ม SiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ และปริมาณของธาตุต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.5 พบว่า ฟิล์ม SiO_2 ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ประกอบด้วย ธาตุออกซิเจน ซิลิกอน โซเดียม คาร์บอน แมกนีเซียม แคลเซียม อลูมิเนียม และคลอรีน ปริมาณ 43.5, 43.3, 5.7, 5.3, 1.0, 0.5, 0.3 และ 0.4 เปอร์เซ็นต์อะตอม ตามลำดับ โดยธาตุที่อยู่บนฟิล์ม SiO_2 มีเพียงธาตุออกซิเจนและซิลิกอนเท่านั้นสำหรับธาตุทางเคมีอื่นๆ มาจากองค์ประกอบของกระจกสไลด์ที่แสดงในตารางที่ 3.1 เนื่องจาก

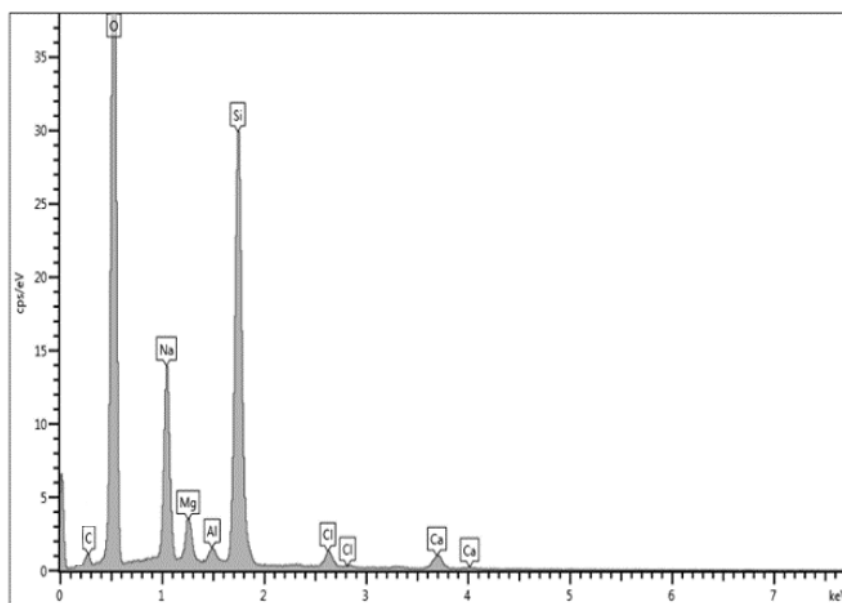
ข้อจำกัดของการทดสอบด้วยเทคนิค EDS การวิเคราะห์หลังไปถึงผิวกระจกสไลด์เพราะฟิล์มที่เคลือบเป็นฟิล์มบางมาก จึงทำให้ทราบเพียงว่าฟิล์มที่เคลือบอยู่เป็นฟิล์ม SiO_2



รูปที่ 4.15 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม SiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ



รูปที่ 4.16 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม SiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบที่ (a) กำลังขยาย 20,000 เท่า (b) 100,000 เท่า และ (c) ความหนาฟิล์มที่กำลังขยาย 100,000 เท่า



รูปที่ 4.17 EDS สเปกตรัมขององค์ประกอบธาตุทางเคมีฟิล์ม SiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

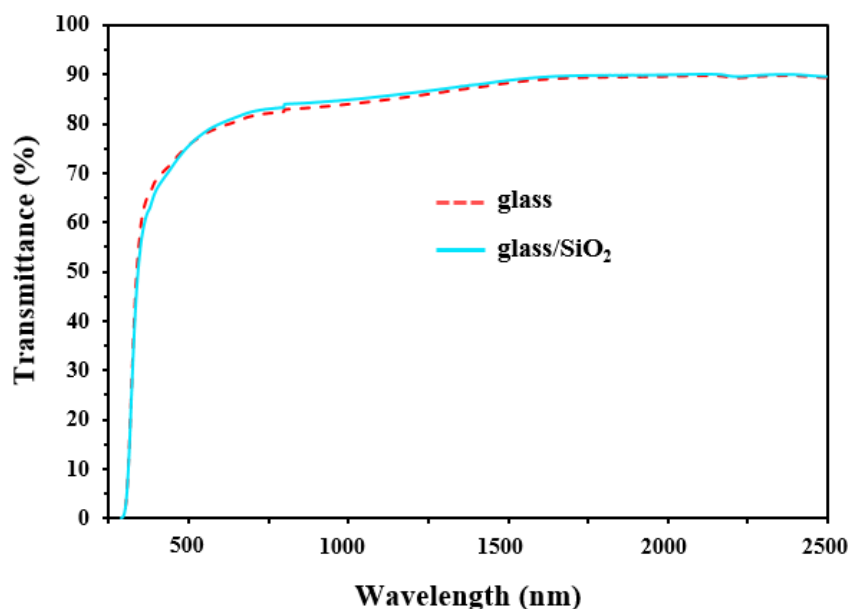
ตารางที่ 4.5 ส่วนประกอบของฟิล์ม SiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนกระจกสไลด์

Element	Content (%wt)
O	43.5
Si	43.3
Na	5.7
C	5.3
Mg	1.0
Ca	0.5
Al	0.3
Cl	0.4

4.2.1.1 สมบัติทางแสงของฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์

สำหรับสมบัติทางแสงของฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบใช้อุณหภูมิทดสอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.18 ซึ่งเป็นการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์ม พบว่า การส่องผ่านแสงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น และมีการส่องผ่านแสงประมาณ 70-80 เปอร์เซ็นต์ ในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ที่ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 380-800 นาโนเมตร และที่ช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้

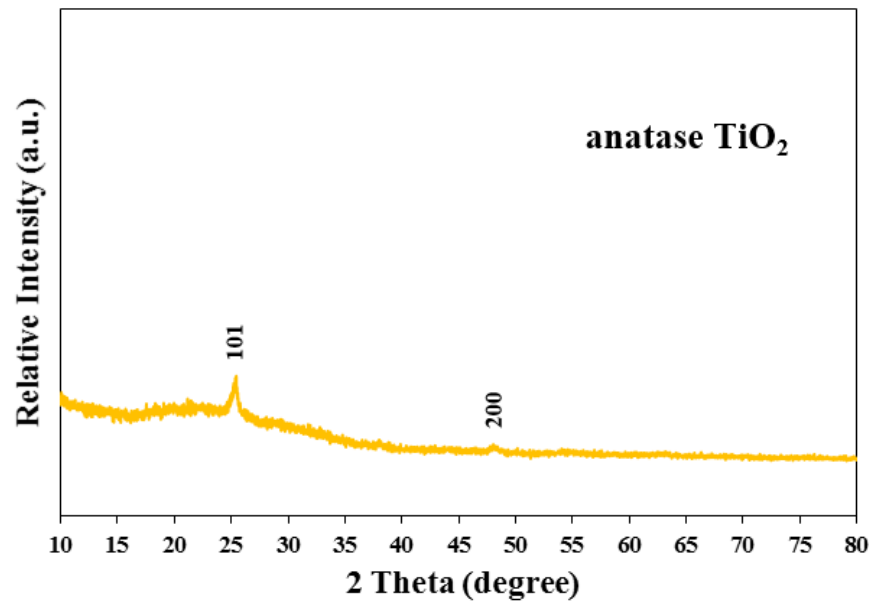
อินฟราเรดที่ความยาวคลื่น 800-2500 นาโนเมตร การส่องผ่านแสงมีแนวโน้มคงที่ ณ อุณหภูมิประมาณ 90 องศาเซลเซียส ซึ่งค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์มที่เคลือบบนกระจกสูงกว่าค่าการส่องผ่านแสงของกระจกเปล่าเพียงเล็กน้อยมากหรือแทบไม่ต่างกันเลย



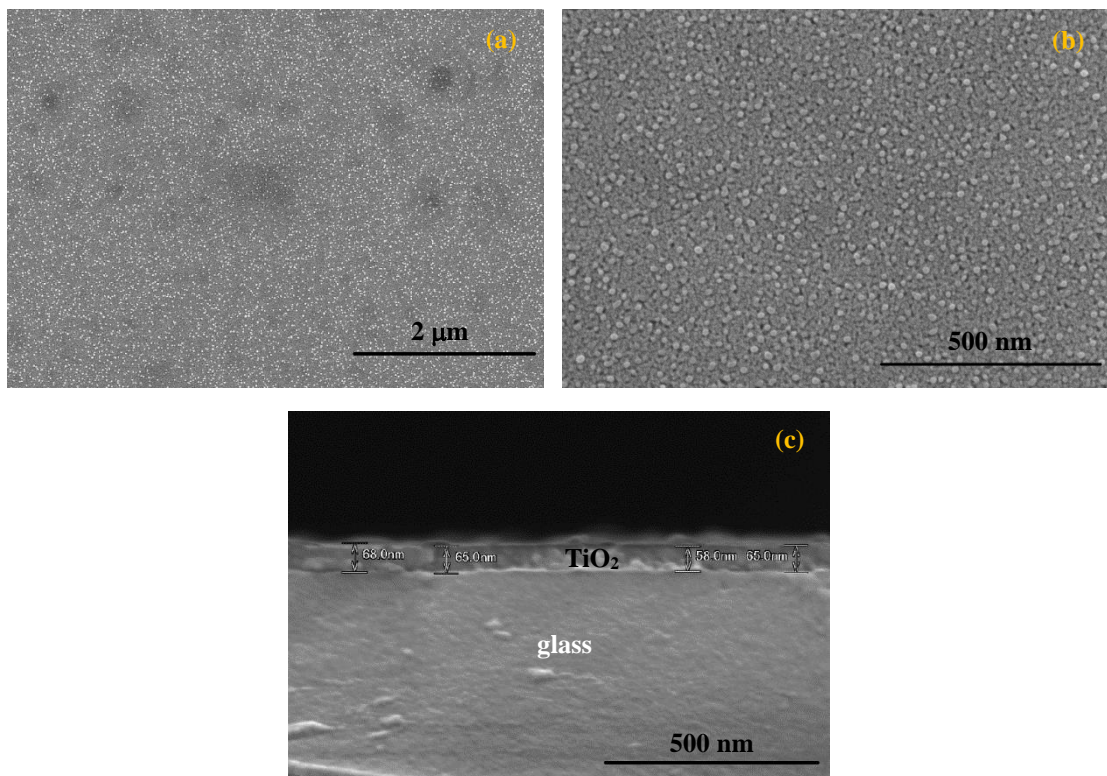
รูปที่ 4.18 ความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์ม SiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

4.2.2 การสังเคราะห์ฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

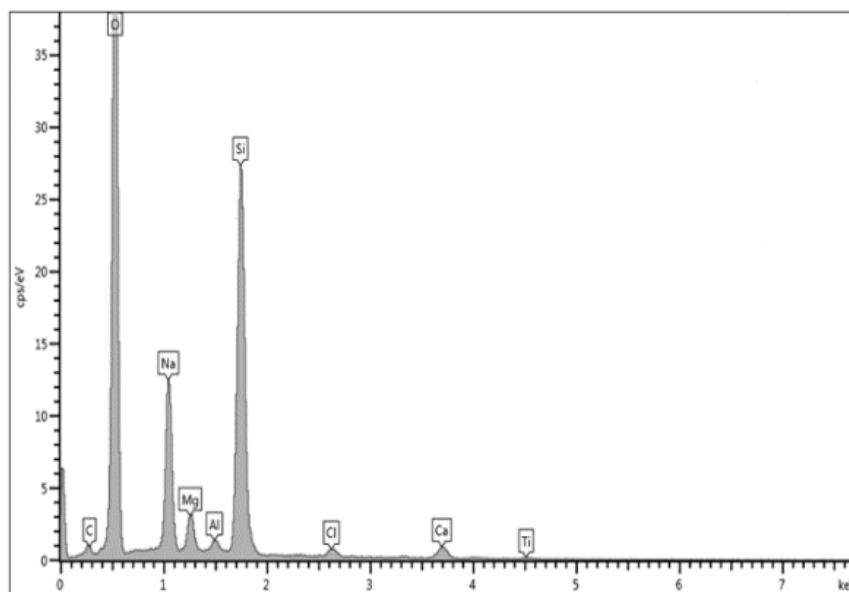
การสังเคราะห์ฟิล์ม TiO₂ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจลบนกระจกสไลด์นั้น สำหรับขั้นตอนการขึ้นรูปฟิล์ม TiO₂ เริ่มจากนำไททาเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium (IV) isopropoxide; TTIP) ผสมกับเอทานอล (C₂H₅OH) สัดส่วนโดยโมลของ TTIP:C₂H₅OH คือ 1:82 และหยดกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 2 โมลาร์ (M) ลงไปจนกระทั่ง pH=3.5 เมื่อนำฟิล์มดังกล่าวไปตรวจสอบหาเฟสที่เกิดขึ้นหลังการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสด้วยเทคนิค XRD พบว่า ฟิล์ม TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบจะปรากฏที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 25.5 และ 47.8 องศา บนระนาบ (101) และ (200) ตามลำดับ ทำให้ทราบว่าเป็น TiO₂ เฟสอนาเทสตามต้องการ เนื่องจากฟิล์ม TiO₂ เฟสอนาเทสจะเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์และความเป็นซูเปอร์ไฮโดรฟิลิกหรือมีสมบัติทำความสะอาดตัวเองได้ดี [66] แสดงดังรูปที่ 4.19 เมื่อนำฟิล์ม TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบไปตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค พบว่า อนุภาค TiO₂ บนกระจกสไลด์มีการกระจายตัวสม่ำเสมอเรียงต่อกันเป็นกลุ่ม ขนาดอนุภาคเล็กมากมีรูปร่างค่อนข้างกลมอยู่ในช่วงประมาณ 5-20 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.20 (a) และ 4.20 (b) และความหนาของฟิล์ม TiO₂ อยู่ในช่วง 58-68 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.20 (c)



รูปที่ 4.19 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ



รูปที่ 4.20 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบที่ (a) กำลังขยาย 20,000 เท่า (b) 100,000 เท่า และ (c) ความหนาฟิล์มที่กำลังขยาย 100,000 เท่า



รูปที่ 4.21 EDS สเปกตรัมขององค์ประกอบธาตุทางเคมีฟิล์ม TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

ตารางที่ 4.6 ส่วนประกอบของฟิล์ม TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบบนกระจกสไลด์

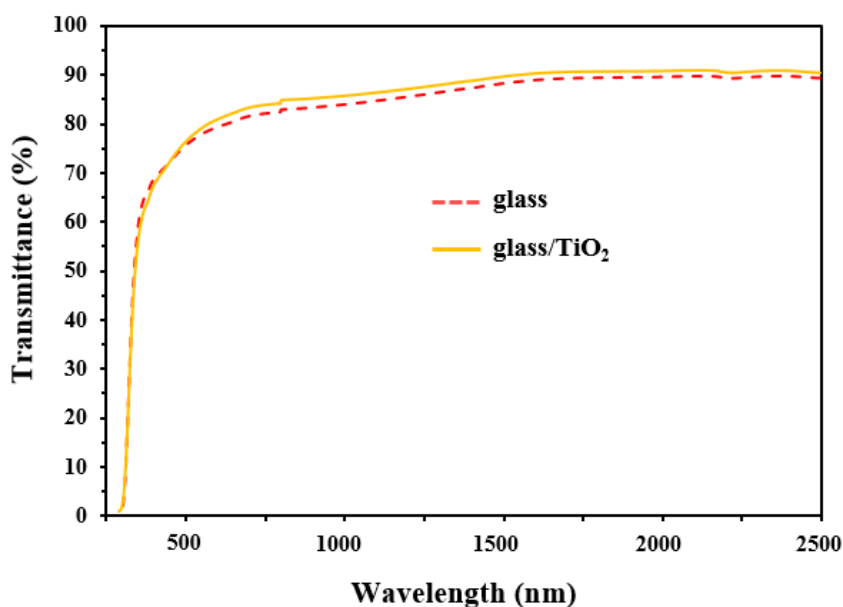
Element	Content (%wt)
O	60.5
Si	18.6
Na	12.0
C	4.6
Mg	2.3
Ca	0.9
Al	0.5
Cl	0.4
Ti	0.2

จากรูปที่ 4.21 แสดง EDS สเปกตรัมขององค์ประกอบธาตุของฟิล์ม TiO₂ และปริมาณของธาตุต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.6 พบว่า ฟิล์ม TiO₂ ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ประกอบด้วย ธาตุออกซิเจน ซิลิกอน โซเดียม คาร์บอน แมกนีเซียม แคลเซียม อลูมิเนียม คลอรีน และไททาเนียม ปริมาณ 60.5, 18.6, 12.0, 4.6, 2.3, 0.9, 0.5, 0.4 และ 0.2 เปอร์เซ็นต์อะตอม ตามลำดับ โดยธาตุที่อยู่บนฟิล์ม TiO₂ มีเพียงธาตุออกซิเจนและซิลิกอนเท่านั้น สำหรับธาตุทางเคมีอื่นๆ มาจากองค์ประกอบของกระจกสไลด์ที่แสดงในตารางที่ 3.1 เนื่องจากข้อจำกัดของการทดสอบด้วยเทคนิค EDS การวิเคราะห์

ลงไปถึงผิวกระจกสไลด์เพราะฟิล์มที่เคลือบเป็นฟิล์มบางมาก จึงทำให้ทราบเพียงว่าฟิล์มที่เคลือบอยู่เป็นฟิล์ม TiO_2 เนื่องจากพบธาตุไททาเนียมปริมาณ 0.2 เปอร์เซ็นต์อะตอม

4.2.2.1 สมบัติทางแสงของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

สำหรับสมบัติทางแสงของฟิล์ม TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบใช้อุณหภูมิทดสอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.22 ซึ่งเป็นการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์ม พบว่า การส่องผ่านแสงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น และมีการส่องผ่านแสงประมาณ 70-80 เปอร์เซ็นต์ ในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ที่ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 380-800 นาโนเมตร และในช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรดที่ความยาวคลื่น 800-2500 นาโนเมตร การส่องผ่านแสงมีแนวโน้มคงที่ ณ อุณหภูมิประมาณ 90 องศาเซลเซียส ซึ่งค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์ม TiO_2 ที่เคลือบบนกระจกสูงกว่าค่าการส่องผ่านแสงของกระจกเปล่าเพียงเล็กน้อยมากหรือแทบไม่ต่างกันเลย



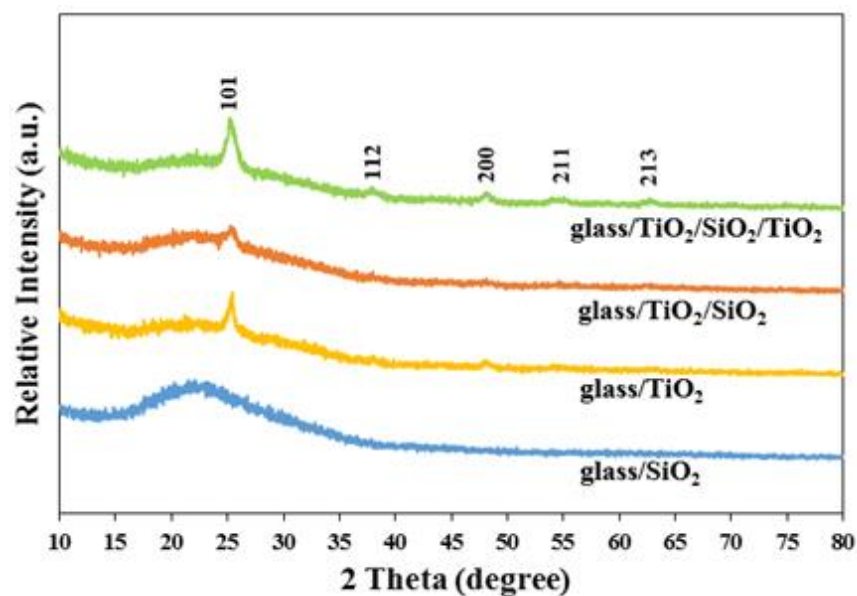
รูปที่ 4.22 ความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์ม TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

4.2.3 การขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นของฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

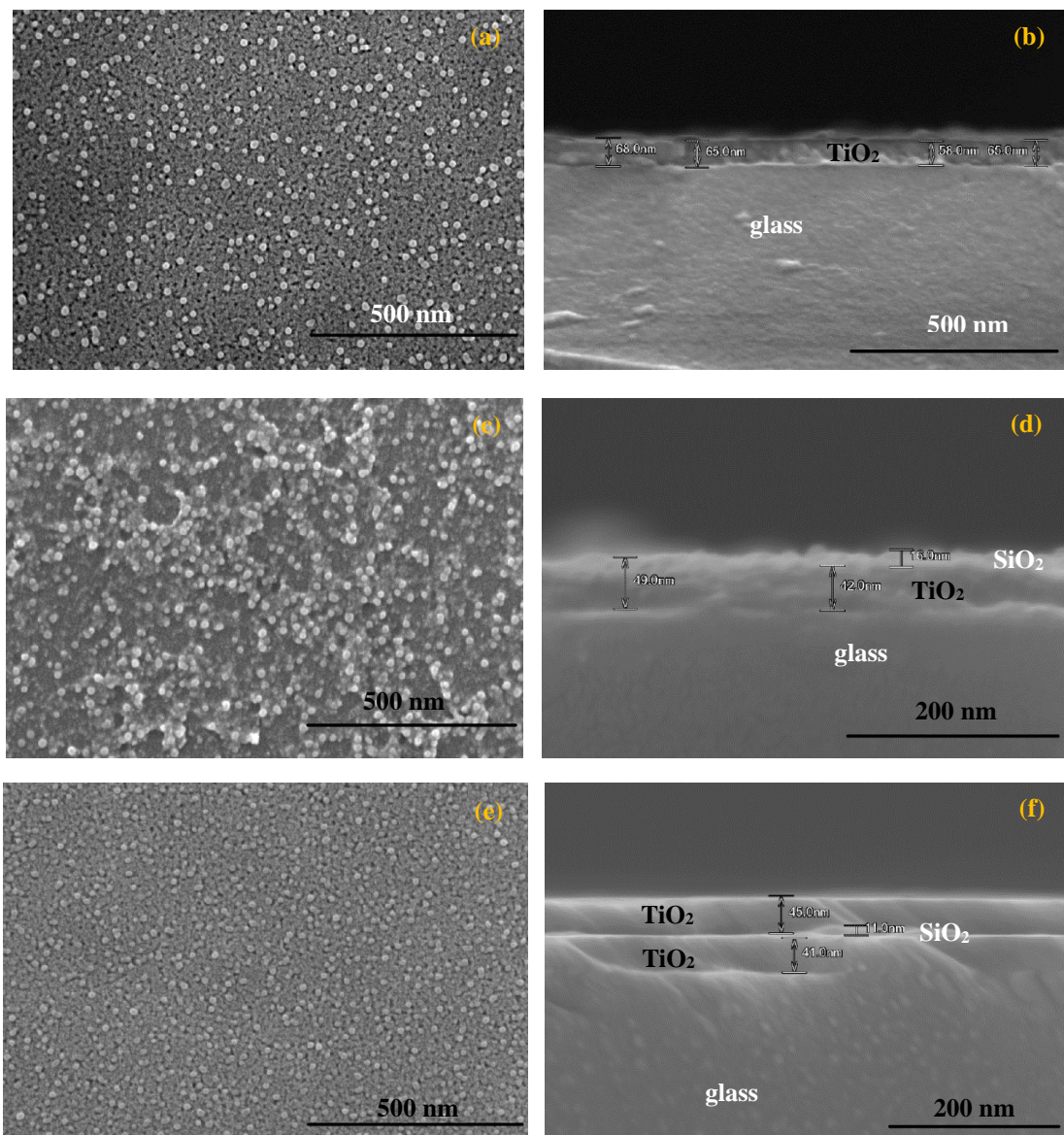
งานวิจัยนี้ต้องการค่าการสะท้อนแสงจํานวนที่น้อยที่สุด นั่นคือ ถ้าต้องการเลือกชั้นฟิล์มที่ทำการเคลือบเพียง 2 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂) ควรเลือกกรณีที่มีชั้น TiO₂ อยู่ด้านนอกสุด และต่อมาเป็นชั้น SiO₂ เพื่อให้มีค่าการสะท้อนแสงน้อยจํานวนที่สุดและค่าการส่องผ่านแสงในช่วงคลื่นที่เรามองเห็นได้มากที่สุดด้วย เนื่องจากค่าดัชนีหักเหแสงของชั้น TiO₂ มีค่าสูงสลับกับชั้น SiO₂ ที่มีค่าต่ำ และสำหรับฟิล์ม 3 ชั้นจะเพิ่มชั้น TiO₂ ต่อจากชั้น SiO₂ (Glass/TiO₂/SiO₂/TiO₂) เมื่อนำไปตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสี

เอกซ์ของฟิล์มหลายชั้นดังกล่าว แสดงดังรูปที่ 4.23 ปราบกฎกราฟที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 25.5 องศา บนระนาบ (101) สำหรับฟิล์ม 2 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂) และสำหรับฟิล์ม 3 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂/TiO₂) ปราบกฎกราฟที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 25.5, 38.2, 47.6, 55.3 และ 63.2 องศา บนระนาบ (101), (112), (200), (211) และ (213) ตามลำดับ [66] พบว่า เมื่อนำฟิล์ม SiO₂ ซึ่งมีความเป็นอสัณฐานมาเคลือบบนฟิล์ม TiO₂ ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ความเป็นผลึกของ TiO₂ จะลดลง แต่เมื่อมีการเพิ่ม TiO₂ เป็นชั้นที่ 3 ความเป็นผลึกของ TiO₂ จะเพิ่มขึ้นตามไปด้วย

รูปที่ 4.24 แสดงโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO₂ และ TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบพบว่า ฟิล์ม TiO₂ บนกระจกสไลด์มีการกระจายตัวของอนุภาคสม่ำเสมอ มีความหนาของฟิล์มประมาณ 58-68 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.24 (a) และ 4.24 (b) ตามลำดับ สำหรับฟิล์ม 2 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂) ฟิล์ม SiO₂ ที่อยู่ชั้นบนสุดของฟิล์ม 2 ชั้นจะสังเกตเห็นเฟสนี้เพียงเฟสเดียว มีการกระจายตัวของอนุภาค SiO₂ อย่างสม่ำเสมอ แสดงดังรูปที่ 4.24 (c) มีความหนาของฟิล์มชั้นแรก (TiO₂) ประมาณ 42-49 นาโนเมตร และชั้นที่ 2 (SiO₂) ประมาณ 16 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.24 (d) สำหรับฟิล์ม 3 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂/TiO₂) ฟิล์ม TiO₂ ที่อยู่ชั้นบนสุดของฟิล์ม 3 ชั้นจะสังเกตเห็นเฟสนี้เพียงเฟสเดียว มีการกระจายตัวของอนุภาค TiO₂ อย่างสม่ำเสมอ แสดงดังรูปที่ 4.24 (e) มีความหนาของฟิล์มชั้นแรก (TiO₂) ประมาณ 41 นาโนเมตร ชั้นที่ 2 (SiO₂) ประมาณ 11 นาโนเมตร และชั้นที่ 3 (TiO₂) ประมาณ 45 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.24 (f)



รูปที่ 4.23 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO₂ และ TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

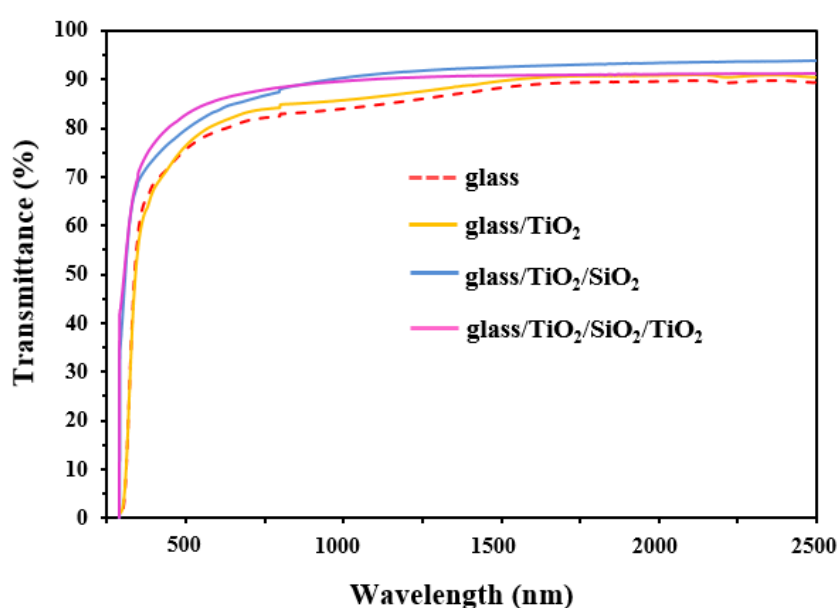


รูปที่ 4.24 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO₂ และ TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ (a) ฟิล์ม 1 ชั้นที่กำลังขยาย 100,000 เท่า (b) ความหนาฟิล์ม 1 ชั้นที่กำลังขยาย 100,000 เท่า (c) ฟิล์ม 2 ชั้นที่กำลังขยาย 100,000 เท่า (d) ความหนาฟิล์ม 2 ชั้นที่กำลังขยาย 250,000 เท่า (e) ฟิล์ม 3 ชั้นที่กำลังขยาย 100,000 เท่า และ (f) ความหนาฟิล์ม 3 ชั้นที่กำลังขยาย 200,000 เท่า

4.2.4 สมบัติทางแสงของฟิล์มหลายชั้นระหว่างฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

สำหรับสมบัติทางแสงของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO₂ และ TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบใช้คุณสมบัติทดสอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เนื่องจากฟิล์ม SiO₂ และ TiO₂ มีความเป็นฉนวนไฟฟ้า จึงไม่สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสที่อุณหภูมิสูงได้ (80 องศาเซลเซียส) ซึ่งต่างจากฟิล์ม VO₂ ที่มีสมบัติดังกล่าว แสดงดังรูปที่ 4.25 ซึ่งเป็นการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการส่อง

ผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์มหลายชั้น พบว่า การส่องผ่านแสงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น และมีการส่องผ่านแสงประมาณ 70-85 เปอร์เซ็นต์ ในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ที่ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 380-800 นาโนเมตร และที่ช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรดที่ความยาวคลื่น 800-2500 นาโนเมตร การส่องผ่านแสงมีแนวโน้มคงที่ ณ อุณหภูมิประมาณ 90 องศาเซลเซียส ซึ่งค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์ม 3 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂/TiO₂) มีค่าการส่องผ่านแสงมากที่สุด รองลงมาคือ ฟิล์ม 2 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂) และฟิล์มชั้นเดียว (Glass/TiO₂) มีค่าการส่องผ่านแสงน้อยที่สุดในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้



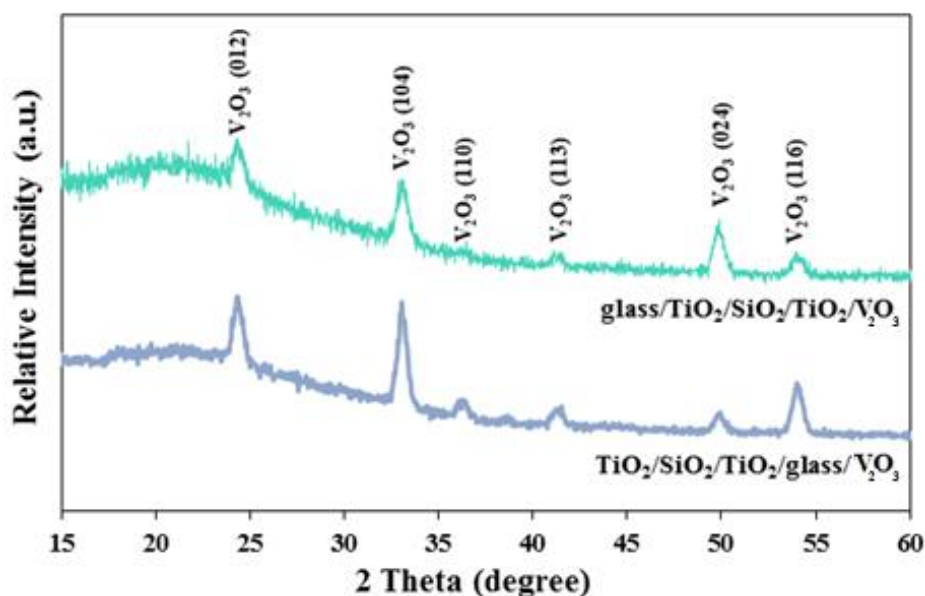
รูปที่ 4.25 ความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO₂ และ TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

4.3 การขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า

งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยที่ต้องการศึกษาและพัฒนาฟิล์มให้มีสองหน้าที่หลักคือ หน้าที่แรกฟิล์มสามารถสะท้อนความร้อน และอีกหน้าที่หนึ่งคือสามารถลดแสงจ้าหรือยอมให้แสงที่เรามองเห็นได้หักเหเข้าไปได้ด้วย ทำได้โดยการทำเป็นฟิล์มเทอร์โมโครมิกของ VO₂(M) สามารถช่วยสะท้อนความร้อนอันเนื่องมาจากรังสีอินฟราเรดได้ และสำหรับอีกสมบัติหนึ่งของฟิล์มคือ สามารถลดแสงจ้าอันเนื่องมาจากแสงขาวที่เรามองเห็นได้ในช่วงคลื่นที่มองเห็นได้ ทำให้แสงสะท้อนออกไปได้น้อยลงหรือสามารถเพิ่มการหักเหของแสงให้เข้าไปข้างในฟิล์มได้นั้น โดยฟิล์มที่สามารถลดแสงจ้านี้เลือกทำเป็นฟิล์มหลายชั้นให้แต่ละชั้นมีค่าดัชนีหักเหของแสงที่ต่างกันคือ ฟิล์ม TiO₂ ที่มีดัชนีหักเหสูงสลับกับฟิล์ม SiO₂ ที่มีดัชนีหักเหแสงต่ำเพื่อเป็นการทำให้แสงเกิดการหักล้างกันจนมีแสงที่สะท้อนออกมาน้อยที่สุดนั่นเอง โดยแต่ละส่วนเลือกใช้การขึ้นรูปฟิล์มแบบการจุ่มเคลือบ และการจัดเรียงลำดับชั้นในการเคลือบมีความสำคัญมากต่อสมบัติทั้งสองอย่างนี้

4.3.1 การจัดลำดับชั้นของฟิล์มวานาเดียมไดออกไซด์ ฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์ และฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

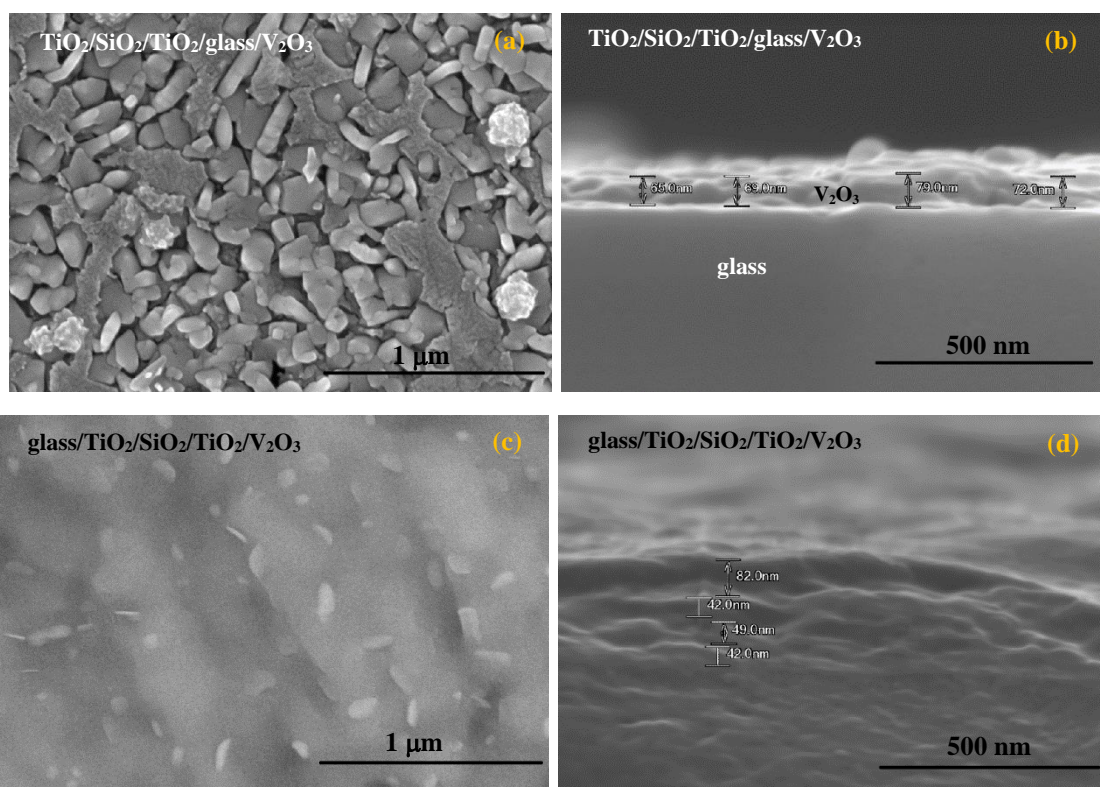
สำหรับฟิล์ม 4 ชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้าได้นั้น เลือกศึกษาการเรียงลำดับชั้นในการจุ่มเคลือบ 2 แบบด้วยกันคือ แบบที่มีฟิล์ม V_2O_5 อยู่ด้านเดียวกับฟิล์ม SiO_2 และ TiO_2 (Glass/ TiO_2 / SiO_2 / TiO_2 / V_2O_5) อีกแบบเป็นแบบที่มีฟิล์ม V_2O_5 อยู่คนละด้านกับฟิล์ม SiO_2 และ TiO_2 (TiO_2 / SiO_2 / TiO_2 /Glass/ V_2O_5) เมื่อนำไปตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มหลายชั้นดังกล่าว แสดงดังรูปที่ 4.26 ปรากฏเฟส V_2O_5 ที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 24.1, 33.3, 36.5, 41.6, 50.0 และ 53.9 องศา บนระนาบ (012), (104), (110), (113), (024) และ (116) ตามลำดับ ตามเลขอ้างอิงมาตรฐาน JCPDS 34-0187 พบว่า รังสีเอกซ์ที่ยิงไปบนพื้นผิวของฟิล์มด้านที่ควรเป็นฟิล์ม VO_2 ตามการทดลองในรูปที่ 4.9 เกิดเป็นเฟส V_2O_5 แม้ว่าเผาผนึกในสถานะเดิมแต่ก็ไม่ได้เฟส VO_2 ซึ่งการเกิดเฟส V_2O_5 อาจเนื่องมาจากในสถานะเดิมของการเผาผนึกฟิล์มดังกล่าวมีปริมาณออกซิเจนเพิ่มขึ้นจากฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์และฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์ ซึ่งฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์และฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์ดังกล่าว มีความเป็นขั้ว (Polar) จึงชอบน้ำหรือความชื้นสูง (Hydrophilic) ทำให้เมื่อเผาผนึกมีการปลดปล่อยออกซิเจนออกมาจากผิวฟิล์มนั่นเอง ฟิล์ม V_2O_5 เป็นฟิล์มที่มีความเป็นฉนวนในการทดลองส่วนนี้จึงไม่สามารถทำการทดสอบการนำไฟฟ้าได้ และสำหรับสมบัติการส่องผ่านแสงจึงทำการทดสอบที่อุณหภูมิห้องเท่านั้น



รูปที่ 4.26 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 , TiO_2 และ V_2O_5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

รูปที่ 4.27 แสดงโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 , TiO_2 และ V_2O_5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบพบว่า ฟิล์ม 4 ชั้น แบบที่มีฟิล์ม V_2O_5 อยู่ด้านเดียวกับฟิล์ม SiO_2 และ

ฟิล์ม TiO_2 ($\text{Glass}/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{V}_2\text{O}_3$) ฟิล์ม V_2O_3 บนกระจกสไลด์มีการกระจายตัวของอนุภาคสม่ำเสมอเรียงตัวกันแน่นเต็มพื้นผิวมีความหนาของฟิล์มประมาณ 65-79 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.27 (a) และ 4.27 (b) ตามลำดับ สำหรับฟิล์ม 4 ชั้นอีกแบบเป็นแบบที่มีฟิล์ม V_2O_3 อยู่คนละด้านกับฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2 ($\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{Glass}/\text{V}_2\text{O}_3$) สังเกตเห็นเฟส V_2O_3 กระจายอยู่บนเฟสของ TiO_2 โดยมีการกระจายตัวของอนุภาค V_2O_3 อย่างสม่ำเสมอ แสดงดังรูปที่ 4.27 (c) มีความหนาของฟิล์มชั้นแรก (V_2O_3) ประมาณ 82 นาโนเมตร ชั้นที่ 2 (TiO_2) ประมาณ 42 นาโนเมตร ชั้นที่ 3 (SiO_2) ประมาณ 49 นาโนเมตร และชั้นที่ 4 (TiO_2) ประมาณ 42 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.27 (d)

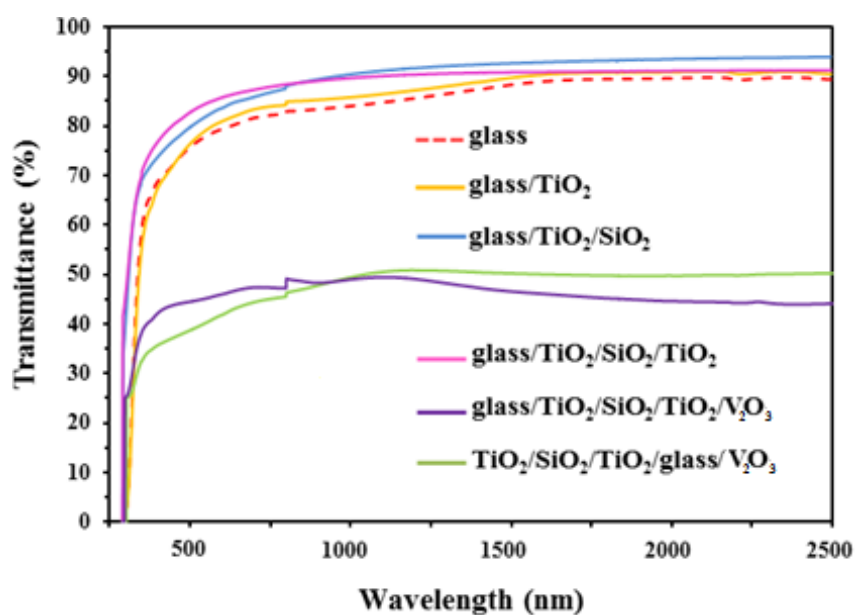


รูปที่ 4.27 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 , TiO_2 และ V_2O_3 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบที่ (a) และ (c) ฟิล์ม 4 ชั้นที่กำลังขยาย 50,000 เท่า (b) และ (d) ความหนาฟิล์ม 4 ชั้นที่กำลังขยาย 100,000 เท่า

4.3.2 สมบัติทางแสงของฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า

สำหรับสมบัติทางแสงของฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้าที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบใช้อุณหภูมิทดสอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสเท่านั้น เนื่องจากฟิล์ม V_2O_3 มีความเป็นฉนวนไฟฟ้า จึงไม่สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสที่อุณหภูมิสูงได้ (80 องศาเซลเซียส) ซึ่งต่างจากฟิล์ม VO_2 ที่มีสมบัติดังกล่าว แสดงดังรูปที่ 4.28 ซึ่งเป็นการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 , TiO_2 และ V_2O_3 ที่

สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ พบว่า การส่องผ่านแสงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น และมีการส่องผ่านแสงประมาณ 40-50 เปอร์เซ็นต์ ในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ที่ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 380-800 นาโนเมตร และในช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรดที่ความยาวคลื่น 800-2,500 นาโนเมตร การส่องผ่านแสงมีแนวโน้มคงที่ที่ประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งการส่องผ่านแสงของฟิล์ม 4 ชั้นแบบที่มีฟิล์ม V_2O_5 อยู่ด้านเดียวกับฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2 มีค่าการส่องผ่านแสงมากกว่าฟิล์ม 4 ชั้น แบบที่มีฟิล์ม V_2O_5 อยู่คนละด้านกับฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2 ในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ประมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากการหักเหแสงของฟิล์ม V_2O_5 ที่อยู่ด้านเดียวกับฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2 (Glass/ TiO_2 / SiO_2 / TiO_2 / V_2O_5) มีการหักเหแสงเข้าไปในชั้นฟิล์มได้ดีกว่า สำหรับช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้นี้ค่าการส่องผ่านแสงน้อยกว่าฟิล์ม 3 ชั้น (Glass/ TiO_2 / SiO_2 / TiO_2) ฟิล์ม 2 ชั้น (Glass/ TiO_2 / SiO_2) และฟิล์มชั้นเดียว (Glass/ TiO_2) ประมาณ 40 เปอร์เซ็นต์ สำหรับงานวิจัยอื่นที่ต้องการต่อยอดจากงานวิจัยนี้จึงควรเลือกฟิล์ม 4 ชั้น แบบที่มีฟิล์ม V_2O_5 อยู่ด้านเดียวกับฟิล์ม SiO_2 และฟิล์ม TiO_2 เพื่อพัฒนาให้มีเฟสของ $VO_2(M)$ ที่มีสมบัติการสะท้อนความร้อนได้ต่อไป



รูปที่ 4.28 ความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงต่อช่วงความยาวคลื่นของฟิล์มหลายชั้นระหว่าง SiO_2 , TiO_2 และ V_2O_5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

1) การสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ที่มีสมบัติสะท้อนความร้อนด้วยกระบวนการเคลือบฟิล์มแบบสปัตเตอร์ริงเกิดเฟส $\text{VO}_2(\text{M})$ เมื่อใช้อุณหภูมิฐานรองกระจก 500 องศาเซลเซียส อัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อออกซิเจน 20:5 และความดันก่อนการเคลือบ 5×10^{-6} มิลลิบาร์ และโครงสร้างทางจุลภาคของอนุภาค VO_2 บนกระจกสไลด์มีการกระจายตัวสม่ำเสมอเรียงต่อกันอย่างหนาแน่น ขนาดอนุภาคเล็กมากอยู่ในช่วงประมาณ 50-100 นาโนเมตร รูปร่างแตกต่างกัน และมีความหนาของฟิล์ม 231 นาโนเมตร สำหรับการสังเคราะห์ฟิล์ม VO_2 ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบของสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจลบนกระจกสไลด์นั้น เกิดเฟส $\text{VO}_2(\text{M})$ โดยการเผาผนึก 2 รอบ อุณหภูมิเผา 500 องศาเซลเซียส และความดันสุญญากาศก่อนเผา 2×10^{-3} มิลลิบาร์ โครงสร้างทางจุลภาคของอนุภาคมีการกระจายตัวสม่ำเสมอเรียงต่อกันอย่างหนาแน่น ขนาดอนุภาคเล็ก รูปร่างแตกต่างกัน อยู่ในช่วงประมาณ 220-380 นาโนเมตร และมีความหนาของฟิล์มประมาณ 69-74 นาโนเมตร โดยการสังเคราะห์ทั้งสองแบบมีค่าวาเลนซ์อิเล็กตรอนของ VO_2 ประกอบด้วยวาเลนซ์อิเล็กตรอน $V^{4+}_{2p3/2}$ และ $V^{4+}_{2p1/2}$ นอกจากนี้ยังมี V_2O_5 และ V_2O_3 ในปริมาณที่น้อย สมบัติทางไฟฟ้ามีการเปลี่ยนเฟสจากโมนอคลินิกที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำไปเป็นเฟสเตรกอนอล (รูไทล์) เป็นเฟสโลหะได้ที่อุณหภูมิทรานซิชัน สำหรับวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงมีค่าอุณหภูมิทรานซิชันประมาณ 63 องศาเซลเซียสและแบบจุ่มเคลือบประมาณ 68 องศาเซลเซียส สมบัติทางแสงเมื่ออุณหภูมิของฟิล์มเปลี่ยนจาก 25 องศาเซลเซียส เป็น 80 องศาเซลเซียส ทำให้มีการส่องผ่านแสงในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้วิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงประมาณ 30-40 เปอร์เซ็นต์ และวิธีการจุ่มเคลือบประมาณ 40-50 เปอร์เซ็นต์ ที่ช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรดที่ความยาวคลื่น 800-2500 นาโนเมตร การส่องผ่านแสงที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสมากกว่าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสการส่องผ่านแสงมีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น แต่ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสการส่องผ่านแสงมีแนวโน้มลดลงเมื่อความยาวคลื่นมากขึ้น จึงเลือกวิธีการจุ่มเคลือบไปศึกษาต่อ เพราะการส่องผ่านแสงที่มองเห็นได้มีค่าสูงกว่าวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงถึงประมาณ 10 เปอร์เซ็นต์

2) การขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้าสังเคราะห์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ เลือกฟิล์ม 3 ชั้น ($\text{Glass}/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$) มีความหนาของฟิล์มชั้นแรก (TiO_2) ที่ติดกับกระจกสไลด์ประมาณ 41 นาโนเมตร ชั้นที่ 2 (SiO_2) ประมาณ 11 นาโนเมตร และชั้นที่ 3 (TiO_2) ประมาณ 41 นาโนเมตร สำหรับสมบัติทางแสงของฟิล์มในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อความยาว

คลื่นมากขึ้น และมีการส่องผ่านแสงประมาณ 70-85 เปอร์เซ็นต์ และในช่วงความยาวคลื่นแสงใกล้อินฟราเรดการส่องผ่านแสงมีแนวโน้มคงที่ที่ประมาณ 90 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์ม 3 ชั้นมีค่าการส่องผ่านแสงมากที่สุด รองลงมาคือ ฟิล์ม 2 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂) และฟิล์มชั้นเดียว (Glass/TiO₂) มีค่าการส่องผ่านแสงน้อยที่สุดในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้

3) การขึ้นรูปฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งสมบัติสะท้อนความร้อนและลดแสงจ้า เลือกฟิล์ม 4 ชั้น (Glass/TiO₂/SiO₂/TiO₂/V₂O₃) แบบที่มีฟิล์ม V₂O₃ อยู่ด้านเดียวกับฟิล์มหลายชั้นที่มีสมบัติลดแสงจ้า ความหนาของฟิล์มชั้นแรก (TiO₂) ที่ติดกับกระจกสไลด์ประมาณ 45 นาโนเมตร ชั้นที่ 2 (SiO₂) ประมาณ 49 นาโนเมตร ชั้นที่ 3 (TiO₂) ประมาณ 42 นาโนเมตร และชั้นที่ 4 (V₂O₃) ประมาณ 82 นาโนเมตร มีค่าการส่องผ่านแสงมากกว่าฟิล์ม 4 ชั้น (TiO₂/SiO₂/TiO₂/Glass/V₂O₃) แบบที่มีฟิล์ม V₂O₃ อยู่คนละด้านกับฟิล์ม SiO₂ และฟิล์ม TiO₂ ในช่วงความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ประมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ สำหรับงานวิจัยอื่นที่ต้องการตัดยอดจากงานวิจัยนี้จึงควรเลือกฟิล์ม 4 ชั้น แบบที่มีฟิล์ม V₂O₃ อยู่ด้านเดียวกับฟิล์ม SiO₂ และฟิล์ม TiO₂ เพื่อพัฒนาให้มีเฟส VO₂(M) ที่สมบัติการสะท้อนความร้อนได้ต่อไป

5.2 ข้อเสนอแนะ

1) การพัฒนาฟิล์มหลายชั้นที่มีทั้งชั้นของฟิล์มลดแสงจ้าและเฟสของ VO₂(M) แทนเฟส V₂O₃ ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ เพื่อให้มีสมบัติการสะท้อนความร้อนได้นั้นควรมีการควบคุมความดันสุญญากาศก่อนเผาให้ต่ำกว่า 2×10^{-3} มิลลิบาร์

2) การใช้งานของฟิล์ม VO₂ ในงานวิจัยนี้เหมาะที่จะนำไปใช้ในงานจำพวกเคลือบกันความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 68 องศาเซลเซียส เช่น หน้ากากกันความร้อนในการเชื่อมโลหะ ถังมือทนความร้อนในงานหล่อโลหะ เป็นต้น

3) การลดอุณหภูมิทรานซิชันของ VO₂ ให้ต่ำกว่า 68 องศาเซลเซียสและใกล้เคียงกับอุณหภูมิห้อง สามารถทำได้โดยการเติม WO₃ เจือลงไปในการละลาย V₂O₅ และนำไปผ่านกระบวนการเผาผนึกที่มีการควบคุมความดันสุญญากาศก่อนเผาให้ต่ำกว่า 2×10^{-3} มิลลิบาร์ เพื่อใช้งานเป็นกระจกอัจฉริยะ

4) ในการเผาผนึกฟิล์ม VO₂ ที่เคลือบด้วยกระบวนการจุ่มเคลือบ ในส่วนของห้องเผาผนึกควรใช้หลอดควอตซ์หรือหลอดแก้วที่ทนความร้อนได้สูงกว่า 500 องศาเซลเซียส

5) การหาอุณหภูมิทรานซิชันด้วยวิธีการทางอ้อมจากความต้านทานไฟฟ้าและนำไปหาค่ากลางของกราฟพีเอสเทอร์ซีสคู่ควรมีการทำซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้ง เพื่อความแม่นยำ

บรรณานุกรม

- [1] ภาวะโลกร้อน. (2016). Available online: <http://www.greentheearth.info/> (accessed on 15 January 2016).
- [2] การไฟฟ้านครหลวง. (2016). Available online: <http://www.mea.or.th/home/index.php> (accessed on 15 January 2016).
- [3] Luis, P-L., Jose, O., and Christine, P. (2008). “A review on buildings energy consumption information”, *Energy and Buildings*, 40, 394-398.
- [4] Ultraviolet spectrum. (2015). Available online: <http://articles.mercola.com/sites/articles/archive/2012/03/26/maximizing-vitamin-d-exposure.aspx> (accessed on 1 November 2015).
- [5] แสงและการมองเห็น. (2015). Available online: <http://nakatoss.yolasite.com/lighting-and-visibility.php> (accessed on 2 November 2015).
- [6] Antireflection Surface Coating. (2015). Available online: <http://www.olympusmicro.com/primer/java/reflection/antireflection/> (accessed on 2 November 2015).
- [7] Guide to Lens Coatings. (2015). Available online: <http://www.selectspecs.com/info/lens-coating/> (accessed on 2 November 2015).
- [8] Mlyuka, N.R., Niklasson, G.A., and Granqvist, C.G. (2009). “Thermochromic multilayer films of VO₂ and TiO₂ with enhanced transmittance”, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 93, 1685-1687.
- [9] Szczyrbowski, J., Brauer, G., Teschner, G., and Zmelfy, A. (1997). “Antireflective coatings on large scale substrates produced by reactive twin-magnetron sputtering”, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 218, 25-29.
- [10] Xiaoyu, S., Xiaozhuang, X., Jielei, T., Pingyuan, Y., Guanyu, S., Liuzhu, Z., and Weinan, Z. (2019). “Research Status of Antireflection Film Based on TiO₂”, *Materials Science and Engineering*, 490, 1-7.
- [11] Adeel, A., Amir, H., Iftikhar, U., Muhammad, Sh., and Abdul, R. (2021). “Antireflective Self-Cleaning TiO₂ Coatings for Solar Energy Harvesting Applications”, *Frontiers in Materials*, 8, 1-8.
- [12] วัสดุฉกเทอร์โมโครมิก. (2015). Available online: <http://www.nstda.or.th/nstda-knowledge/19012-thermochromic> (accessed on 5 November 2015).

- [13] วัสดุเปลี่ยนสีได้. (2015). Available online: <http://www.kmutt.ac.th/hynae/วัสดุเปลี่ยนสีได้/> (accessed on 2 November 2015).
- [14] Principle of Thermochromism. (2015). Available online: <http://www.tmchallcrest.com/chromazone/Thermochromism.htm> (accessed on 3 November 2015).
- [15] Vidyasagar, D., and Sangwook, L. (2020). “Synthesis of vanadium dioxide thin films and nanostructures”, *Journal of Applied Physics*, 128, 1-19
- [16] Chuanbao, W., Yunwei, W., and Guangqiang, M. (2021). “Microfabrication of VO₂ Thin Films via a Photosensitive Sol-Gel Method”, *Coating*, 11, 1-7.
- [17] Mohammed, S., in: Handbook of Intelligent Coating for Corrosion Control, edited by Tiwari, A., Hihara, L., and Rawlins J., Properties and Applications of Thermochromic Vanadium Dioxide Smart Coatings, chapter 13, Elsevier, Butterworth-Heinemann, (2015).
- [18] Shi, J., Zhoo, S., You, B., and Wu, L. (2007). “Preparation and thermochromic property of tungsten-doped vanadium dioxide particles”, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 91, 1856-1862.
- [19] Ye, J., Zhou, L., Liu, F., Qi, J., Gong, W., Lin, Y., and Ning, G. (2010). “Preparation, characterization and properties of thermochromic tungsten-doped vanadium dioxide by thermal reduction and annealing”, *Journal of Alloys and Compounds*, 504, 503-507.
- [20] Song, Q., Pang, H., Gong, W., Ning, G., Cheng, Y.Z.X., and Lin, Y. (2015). “Enhancing phase-transition sensitivity of tungsten-doped vanadium dioxide by high-temperature annealing”, *Materials Letters*, 161, 244-247.
- [21] Li, W., Ji, Sh., Qian, K., and Jin, P. (2015). “Preparation and characterization of VO₂(M)-SnO₂ thermochromic films for application as energy-saving smart coatings, Nagoya”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 456, 166-173.
- [22] Zhouzhou, Zh., Kezhen, Zh., Jianhui, G., Zhiyang, F., Ziyue, L., and Jingwei, Zh. (2022). “Preparation and durability evaluation of vanadium dioxide intelligent thermal insulation films”, *Colloid and Interface Science Communications*, 48, 1-8.
- [23] พงษธร คำบัว., การสังเคราะห์ไทเทเนียม-VO₂เจือทั้งสแตนที่มีสมบัติเทอร์โมโครมิก, วิทยานิพนธ์หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ, คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2557.

- [24] กระบวนการโซล-เจล. (2015). Available online: <http://www.dpim.go.th/articles/article?catid=125&articleid=3251> (accessed on 26 November 2015).
- [25] Milea, C.A., Bogatu, C., and Duta, A. (2020). “The influence of parameters in silica sol-gel process”, *Product Design for Sustainable Energy*, 4 (53), 60–66.
- [26] ซิลิกา (Silica/SiO₂) และประโยชน์ซิลิกา. (2022). Available online: <https://www.siamchemi.com/ซิลิกา/> (accessed on 10 April 2022).
- [27] พัทธินทร์ วรชนกุล. (2010). “Sol-Gel เทคโนโลยี สังเคราะห์ซิลิกาจากขานอ้อย”, *Technology Bio*, 36, 39-43.
- [28] ไทเทเนียมไดออกไซด์. (2015). Available online: <http://www.siamchemi.com/ไทเทเนียมไดออกไซด์/>, (accessed on 22 November 2015).
- [29] สายไหม ศรีประไหม และสิริรุฒิ โททโย. การศึกษาสมบัติการยึดเกาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) อนุภาคนาโนบนผิวยูรีเทนโดยวิธีการฉีดพ่น, ปรินูญานิพนธ์หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต, ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ, คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยขอนแก่น, 2555.
- [30] กระจกทำความสะอาดตัวเองได้ด้วยวิธีไม่ชอบน้ำ. (2015). Available online: <http://www.vcharkarn.com/varticle/43544>, (accessed on 15 November 2015).
- [31] อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์และการประยุกต์ใช้งาน. (2015). Available online: http://www.nano.kmitl.ac.th/files/nano_innovation/2557/training/04วัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์.pdf, (accessed on 16 November 2015).
- [32] Self-cleaning. (2015). Available online: http://www.nano-zone.net/glass_coating.php, (accessed on 20 November 2015).
- [33] กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง. (2015). Available online: http://vtsun.com/index.php?option=com_content&view=article&id=10&Itemid=9&lang=th, (accessed on 26 November 2015).
- [34] Coating Academy. (2015). Available online: www.humiseal.com, (accessed on 26 November 2015).
- [35] Spin Coating Process. (2015). Available online: <http://www.mse.arizona.edu/faculty/birnie/coatings/>, (accessed on 26 November 2015).
- [36] NANOTEC. (2015). Available online: http://www.nanotec.or.th/th/?page_id=575, (accessed on 25 November 2015).

- [37] Zhang, L. P., and Zhao, Y. Y. (2017). "Particle Size Distribution of Tin Powder Produced by Centrifugal atomization Using Rotating Cups", *Powder Technology*, 318, 62-67.
- [38] Minagawa, K., Liu, Y., Kakisawa, H., Osawa, Y., Takamori, S., and Halada, K. (2003). "Hybrid Atomization Process Applied to Fine Lead-Free Solder Powder Production", *Materials Transactions*, 44 (7), 1316-1319.
- [39] Minakawa, K., Kakisawa, H., Osawa, Y., Takamori, S., and Halada, K. (2005). "Production of Fine Spherical Lead-Free Solder powders by Hybrid Atomization", *Science and Technology of Advanced Materials*, 6, 325-329.
- [40] Yun-zhong, L., Minagawa, K., Kakisawa, H., and Halada, K. (2007). "Melt Film Formation and Disintegration during Novel Atomization Process", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 17, 1276-1281.
- [41] Guo, L., Liu, J., Liu, S., and Wang, J. (2007). "Velocity measurements and flow field characteristic analyses in a turbo air classifier", *Powder Technology*, 178 (1), 10-16.
- [42] Feng, Y., Liu, J., and Liu, S. (2008). "Effects of Operating parameters on Flow Field in a Turbo Air Classifier", *Minerals Engineering*, 21, 598-604.
- [43] Gao, L., Yu, Y., and Liu, J. (2013). "Study on the Cut Size of a Turbo Air Classifier", *Powder Technology*, 237, 520-528.
- [44] Yuan, Y., Jiayang, L., and Gang, L. (2013). "Empirical Study of Classification Process for Two-Stage Turbo Air Classifier in Series", *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 26 (3), 526-531.
- [45] Miyazaki, H., Iiguni, Y., Tanaky, Y., Suzuki, H., and Ota, T. (2013). "Fabrication of VO₂ nanopowder via direct reaction of vanadium metal and hydrogen peroxide", *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 121(1409), 100-102.
- [46] เสาวลักษณ์ บุญรอด และวีรวรรณ สุทธิศรีปก. ปฏิกริยาโฟโตแคตะไลติกและพฤติกรรมการฆ่าเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์บนพอลิเมอร์, ปริญญานิพนธ์หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และโลหะวิทยา, คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2554.
- [47] Peerawas, K., Lek, S., Sutham, N., and Vishnu, R. (2014). "Photocatalytic Antibacterial Performance of Glass Fibers Thin Film Coated with N-Doped SnO₂/TiO₂", *The Scientific World Journal*, 9, Article ID 869706.

- [48] Chotirat, L., Niyomwas, S., Supothina, S., Wongpisan, W., and Kirati, W. (2020). "Synthesis and electrical resistance property of vanadium oxide thin films by DC magnetron sputtering", *Materials Science Forum*, 998, 185-190.
- [49] Raj, P. D., Gupta, S., and Sridharan, M. (2015). "Nanostructured V₂O₅ thin film deposition at low sputtering power," *Materials Science in Semiconductor Processing*, 39, 426-432.
- [50] Balderas-Valadez, R., Antúnez, E., Olive-Méndez, S., Pacholshi, C., Campos-Alvarez, J., Bokhimi, X., and Agarwal, V. (2017). "Porous silicon pillar and bilayer structure as a nucleation center for the formation of aligned vanadium pentoxide nanorods", *Ceramics International*, 43, 8023-8030.
- [51] Ye, J., Zhou, L., Liu, F., Qi, J., Gong, W., Lin, Y., and Ning, G. (2010). "Preparation, characterization and properties of thermochromic tungsten-doped vanadium dioxide by thermal reduction and annealing", *Journal of Alloys and Compounds*, 504, 503-507.
- [52] Huang, Z., Chen, C., Lv, C., and Chen, S. (2013). "Tungsten-doped vanadium dioxide thin films on borosilicate glass for smart window application", *Journal of Alloys and Compounds*, 564, 158-161.
- [53] Chotirat, L., Niyomwas, S., Wongpisan, W., and Supothina, S. (2021). "Low-Temperature synthesis of vanadium dioxide thin films by Sol-Gel dip coating method", *Journal of Nanotechnology*, 2021, 1-7.
- [54] Li, Y., Jiang, P., Xiang, W., Ran, F., and Cao, W. (2016). "A novel inorganic precipitation-peptization method for VO₂ sol and VO₂ nanoparticles preparation: Synthesis, characterization and mechanism", *Journal of Colloid and Interface Science*, 462, 42-47.
- [55] Ningyi, Y., Jinhua, L., and Chenglu, L. (2002). "Valence reduction process from sol-gel V₂O₅ to VO₂ thin films", *Applied Surface Science*, 191, 176-180.
- [56] Shibuya, K., and Sawa, A. (2015). "Optimization of conditions for growth of vanadium dioxide thin films on silicon by pulsed-laser deposition", *AIP Advances*, 5, Article ID 107118.
- [57] Liu, Y., Liu, J., Li, Y., Wang, D., Ren, L. and Zou, K. (2016). "Effect of annealing temperature on the structure and properties of vanadium oxide films", *Optical Materials Express*, 6 (5), Article ID 259637.

- [58] Li, K., Li, M., Xu, C., Lua, Y., and Li, G. (2020). "VO₂(M) nanoparticles with controllable phase transition and high nanothermochromic performance", *Journal of Alloys and Compounds*, 816, Article ID 152655.
- [59] Mukherjee, D., Dey, A., Mary Esther, A. C., Palai, D., Sridhara, N., Bera, P., Bhattacharya, H., Rajendra, A., Sharma, A. K., and Mukhopadhyay, A. K. (2018). "Reversible, repeatable and low phase transition behaviour of spin coated nanostructured vanadium oxide thin films with superior mechanical properties", *Ceramics International*, 44, 8913–8921.
- [60] Liang, Z., Zhao, L., Meng, W., Zhong, Ch., Wei, Sh., Dong, B., Xu, Z., Wan, Z., and Wang, Sh. (2017). "Tungsten-doped vanadium dioxide thin films as smart windows with self-cleaning and energy-saving functions", *Journal of Alloys and Compounds*, 694, 124–131.
- [61] Huang, Z., Chen, S., Wang, B., Huang, Y., Liu, N., Xu, J., and Lai, J. (2011). "Vanadium dioxide thin film with low phase transition temperature deposited on borosilicate glass substrate", *Thin Solid Films*, 519, 4246–4248.
- [62] Li, D., Shan, Y., Huang, F., and Ding, Sh. (2014). "Sol-gel preparation and characterization of SiO₂ coated VO₂ films with enhanced transmittance and high thermochromic performance", *Applied Surface Science*, 317, 160–166.
- [63] Li, R., Ji, S., Li, Y., Gao, Y., Luo, H., and Jin, P. (2013). "Synthesis and characterization of plate-like VO₂(M)@SiO₂ nanoparticles and their application to smart window", *Materials Letters*, 110, 241–244.
- [64] Liu, C., Wang, S., Zhou, Y., Yang, H., Lu, Q., Mandler, D., Magdassi, Sh., Tay, Ch. Y., and Long, Y. (2018). "Index-tunable anti-reflection coatings: Maximizing solar modulation ability for vanadium dioxide-based smart thermochromic glazing", *Journal of Alloys and Compounds*, 731, 1197–1207.
- [65] Qu, Zh., Yao, L., Zhang, Y., Jin, B., He, J., and Mi, J. (2019). "Surface and interface engineering for VO₂ coatings with excellent optical performance: From theory to practice", *Materials Research Bulletin*, 109, 195–212.
- [66] Sefideh, M. R., Sadeghian, Z., Nematy, A., Mohammadi, S. P., and Mozafari, M. (2015). "Effects of processing conditions on the physico-chemical characteristics of titanium dioxide ultra-thin films deposited by DC magnetron sputtering", *Ceramics International*, 41, 7977–7981.

