รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การสังเคราะห์ฟิล์มอิเล็กโทรโครมิกของทังสเตนไตรออกไซด์เจือซิลเวอร์ออโธฟอสเฟตและกราฟีน

Synthesis of Ag_3PO_4/graphene co-doped WO_3 electrochromic film

ผู้วิจัย รองศาสตราจารย์.ดร.เล็ก สีคง
ผู้ช่วยวิจัย นางสาวปรียาดา ทัศนเบญจกุล

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัย จากเงินรายได้คณะวิศวกรรมศาสตร์
ประจำปีงบประมาณ 2557

บทคัดย่อ

รายงานนี้มีวัตถุประสงค์ในการสังเคราะห์ฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือซิลเวอร์ออโธฟอสเฟตและกราฟีน เพื่อใช้เป็นต้นแบบในการทำวัสดุอิเล็กโทรโครมิก โดยเริ่มจากสังเคราะห์ทังสเตนไตรออกไซด์ด้วยวิธีโซล - เจล และสังเคราะห์ผงซิลเวอร์ออโธฟอสเฟตด้วยวิธีการตกตะกอน จากนั้นเจือผงซิลเวอร์ออโธฟอสเฟตในโซลทังสเตนไตรออกไซด์ 0.4, 0.8 และ 1.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นำไปเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าและอบที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วศึกษาการเปลี่ยนสีของฟิล์มด้วยเครื่องไซคลิกโวล-เทมเมทรี โดยวัดที่ความต่างศักย์ -1 ถึง 1 โวลต์ อัตราการสแกน 100 มิลลิโวลต์ต่อวินาที จากการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เจือซิลเวอร์ออโธฟอสเฟต 0.8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก สามารถเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินเมื่อให้ความต่างศักย์ -1 โวลต์และจางสีกลับมาเป็นฟิล์มใสที่ความต่างศักย์ 1 โวลต์ ซึ่งเป็นฟิล์มที่เปลี่ยนสีได้ดีกว่าฟิล์มอื่น ๆ โดยเปรียบเทียบจากค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของฟิล์มซึ่งมีค่า 8.56×10^{-11} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที ค่านี้บ่งบอกถึงความสามารถในการถอนตัวของไอออนและอิเล็กตรอน รวมทั้งฟิล์มมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานซึ่งมีผลดีคือไอออนบวกและอิเล็กตรอนสามารถแทรกเข้าไปในโครงสร้างได้ง่าย ช่วยให้ฟิล์มสามารถเปลี่ยนสีได้ดี และพื้นผิวของฟิล์มมีความขรุขระทำให้เกิดพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาที่มากขึ้นส่งผลดีต่อการเปลี่ยนสีของฟิล์มเช่นกัน ฟิล์มที่ได้จะมีสมบัติทางแสงที่ดีกล่าวคือ มีค่าเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสง 62.0 เปอร์เซ็นต์เมื่อจางสีและมีค่า 14.8 เปอร์เซ็นต์เมื่อมีสีฟ้า หลังจากนั้นนำโซลทังสเตนไตรออกไซด์เจือซิลเวอร์ออโธฟอสเฟต 0.8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นสูตรที่ดีที่สุด นำมาเจือร่วมกับกราฟีนเพื่อปรับปรุงสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มเพื่อให้ฟิล์มสามารถถูกกระตุ้นให้เกิดการเปลี่ยนสีได้ง่ายขึ้น รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการทางเคมี ซึ่งมีค่าการนำไฟฟ้า 7.9×10^{-2} ซีเมนต์ต่อเซนติเมตร และปริมาณออกซิเจนมากกว่า 10 เปอร์เซ็นต์ ถูกนำมาเจือในฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือซิลเวอร์ออโธฟอสเฟต 0.8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยการแปรปริมาณความเข้มข้น 0.01, 0.05 และ 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ผลจากการศึกษาการเปลี่ยนสีของฟิล์ม พบว่าการเจือกราฟีนทำให้ฟิล์มมีประสิทธิภาพที่ลดลงเปรียบเทียบได้จากค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ลดลงจากฟิล์มทังสเตนไตรออกไซด์เจือซิลเวอร์ออโธฟอสเฟต 0.8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เนื่องจากกราฟีนที่ใช้ในการทดลองนี้มีค่าปริมาณออกซิเจนเกิน 8 เปอร์เซ็นต์ มีค่าการนำไฟฟ้าต่ำ และมีโครงสร้างหลายชั้น ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองอีกครั้งโดยใช้กราฟีนยี่ห้อ Graphenea ซึ่งเป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยทำการเจือที่ 0.17, 0.34, 0.68, 1.01, 1.35 และ 1.69 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่า ฟิล์มที่เจือกราฟีน 0.68 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ส่งผลให้ฟิล์มมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่สูงที่สุดคือ 1.0×10^{-10} ตารางเซนติเมตรต่อวินาที และมีค่าเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสง 69.0 เปอร์เซ็นต์เมื่อจางสีและมีค่า 25.4 เปอร์เซ็นต์เมื่อมีสีฟ้า ซึ่งเป็นค่าที่ดีที่สุดของการเจือกราฟีนนั่นเอง

Abstract

This research aims to synthesize WO_3 film, Ag_3PO_4 doped WO_3 film and Ag_3PO_4/graphene co-doped WO_3 films for electrochromic material applications. WO_3 was prepared by sol-gel method and Ag_3PO_4 was prepared by precipitate method. After that Ag_3PO_4 was doped into WO_3 sol with concentrations of 0.4, 0.8 and 1.2 wt%. The films were prepared by dip-coating on FTO glass substrate and anneal at 300°. The optical modulation of films was tested. It was found that the 0.8 wt% Ag_3PO_4 doped WO_3 films displayed best electrochemical properties. The diffusion coefficient of the film, which is $8.56x10^{-11}$ cm^2/s, indicates the insertion of positive ions and electrons. When test by XRD the film has an amorphous structure, positive ions and electrons can be easily inserted into the structure. As a result, the film can change the color well. The XPS result can confirm structure of WO_3 and Ag_3PO_4. Films with 0.8 wt% Ag_3PO_4 had rougher surface areas, improving the optical modulation when compared to pure WO_3 films. Then the 0.8 wt% Ag_3PO_4 doped WO_3 sol was co-doped graphene prepared from chemical method of 0.01, 0.05 and 0.1 wt%. They were then coated on FTO glass substrate and anneal at 300°. The study found that Ag_3PO_4 and graphene co-doped WO_3 film with concentrations of 0.8 and 0.01 wt%, respectively, have less diffusion coefficient than Ag_3PO_4 doped WO_3 due to the low conductivity of grapheme utilization. Therefore, the commercial reduced grapheme(Graphenea) was used together with Ag_3PO_4 for doping in WO_3 film. The concentration of reduced grapheme was varied at 0.17, 0.34, 0.68, 1.01, 1.35 and 1.69 wt%. The film can change the color and return well due to their amorphous structures and highest surface roughness. The study concluded that the film made of WO_3 doped 0.8 wt% Ag_3PO_4 and 0.68 wt% graphene displayed optimal diffusion of 1.0×10^{-10} cm^2/s and had the best performance.