บทคัดย่อ

176219

ในการศึกษาปรากฏการณ์อิเล็กโตรโครมิกของทังสเตนออกไซด์ (WO_3) บนตัวนำโปร่งใสอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ที่เตรียมโดยวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอริงนี้ เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มที่เหมาะสม เช่น สัดส่วนความดันย่อยของกาซออกซิเจน $\{P(O_2)/P(Ar+O_2)\}$ ความดันรวม $P(Ar+O_2)$ และกำลังไฟฟ้า ถูกปรับค่าเพื่อปรากฏการณ์อิเล็กโตรโครมิกที่ดี โดยสมบัติของฟิล์มและค่าการส่งผ่าน ถูกศึกษาด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกชั่น (XRD) เครื่องโพรไฟโลมิเตอร์ เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และกระบวนการทางเคมีไฟฟ้าด้วยโวลแทมมิทรีแบบรอบและแอมแปโรมิทรี

ฟิล์ม ITO ที่ใช้เป็นชั้นนำไฟฟ้าโปร่งแสง ถูกเตรียมภายใต้อัตราการป้อนกาซอาร์กอน 50 sccm กำลังไฟฟ้า 100 W และปรับอัตราการป้อนกาซออกซิเจน 0-10 sccm ณ อุณหภูมิห้อง ซึ่งฟิล์มที่เตรียมโดยมีอัตราการป้อนกาซออกซิเจน 0.5 sccm มีค่าความต้านทานไฟฟ้าต่ำสุด (ประมาณ 100Ω, เมื่อวัดค่าความต้านทานด้วยเครื่องมัลติมิเตอร์โดยให้ระยะห่างระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่ 4 มิลลิเมตร ณ บริเวณกึ่งกลางของฟิล์ม) สำหรับฟิล์ม ITO ที่เตรียมด้วยอุณหภูมิของวัสดุรองรับที่ต่างกัน (อุณหภูมิห้อง 91°C 220°C 285°C และ 315°C) แสดงให้เห็นว่าค่าความต้านทานไฟฟ้าที่วัดได้จะมีค่าลดลง เมื่ออุณหภูมิของวัสดุรองรับเพิ่มขึ้น

เงื่อนไขการเตรียมฟิล์ม WO_3 บนฟิล์ม ITO ณ อุณหภูมิห้อง กำลังไฟฟ้า 100 W ภายใต้ความดันรวม $3x10^{-2}$ mbar โดยใช้สัดส่วนความดันย่อยของกาซออกซิเจนเป็น 6-10% ของส่วนผสมของกาซ $Ar+O_2$ ฟิล์มที่มีส่วนผสมของกาซออกซิเจนน้อยกว่า 8% จะเป็นฟิล์มสีทึบคล้ายโลหะ และฟิล์มที่มีส่วนผสมของกาซออกซิเจนมากกว่า 10% จะเป็นฟิล์มโปร่งแสง เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้า ที่ความดันรวมเดียวกัน ฟิล์มจะเป็นฟิล์มโปร่งแสงภายใต้สัดส่วนความดันย่อยของกาซออกซิเจนที่มากขึ้น สำหรับฟิล์ม WO_3 ที่เตรียม ณ อุณหภูมิห้อง พบว่าฟิล์มมีความเป็นอะสัณฐาน และฟิล์ม ITO ซึ่งเตรียมที่อุณหภูมิ 200°C พบว่ามีความเป็นผลึก

ปรากฏการณ์อิเล็กโตรโครมิกของฟิล์ม WO_3 ถูกทดสอบในสารละลายกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) เข้มข้น 0.1 M ที่เป็นตัวกำเนิดไอออนที่เข้าไปแทรกในฟิล์มทังสเตนออกไซด์แล้วจัดรูปเป็นทังสเตนบรอนซ์ (HWO_3) และให้ผลทางการดูดกลืนแสง เพื่อเร่งการแทรกตัวของไอออน จะทำการจ่ายไฟฟ้าแบบพัลส์ขนาด 2.5 V โดยมีความกว้างพัลส์ 4 วินาที จำนวน 5 พัลส์ แล้ววัดค่าการส่งผ่านทางแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ฟิล์ม WO_3 ที่เตรียมภายใต้ความดันรวม $3x10^{-2}$ mbar กำลังไฟฟ้า 100 W ณ อุณหภูมิห้อง และสัดส่วนความดันย่อยของกาซออกซิเจน 8% แสดงให้เห็นว่าเกิดปรากฏการณ์อิเล็กโตรโครมิกที่ดีที่สุดเนื่องจากการขาดออกซิเจนในเนื้อฟิล์ม เมื่อเทียบกับฟิล์มที่เตรียมภายใต้สัดส่วนความดันย่อยของกาซออกซิเจน 10% 12% และ 15% ตามลำดับ สำหรับฟิล์ม WO_3 ที่เตรียมภายใต้สัดส่วนความดันย่อยของกาซออกซิเจน 15% กำลังไฟฟ้า 100 W ณ อุณหภูมิห้อง โดยปรับค่าความดันรวม ซึ่งฟิล์มที่เตรียมที่ความดันรวม $4x10^{-2}$ mbar ให้ผลการเกิดปรากฏการณ์อิเล็กโตรโครมิกที่ดีที่สุดเนื่องจากความพรุนของฟิล์มเมื่อเทียบกับฟิล์มที่เตรียมภายใต้ความดันรวม $1x10^{-2}$ $2x10^{-2}$ และ $3x10^{-2}$ mbar ตามลำดับ

การแทรกตัวของประจุในทังสเตนบรอนซ์โดยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า ซึ่งทำการวิเคราะห์ด้วยวิธีโวลแทมมิทรีแบบรอบและแอมแปโรมิทรี ผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่มีการแทรกตัวของประจุที่สูงกว่าจากการวัดค่าด้วยวิธีโวลแทมมิทรีแบบรอบจะเกิดปรากฏการณ์อิเล็กโตรโครมิกที่ดีกว่า นอกจากนี้ประจุรวมที่ไหลผ่านฟิล์มจากการวัดค่าด้วยวิธีแอมแปโรมิทรีในช่วงการเกิดสี จะมีค่ามากกว่าประจุรวมในช่วงการจางสี เนื่องจากความเป็นสารกึ่งตัวนำของทังสเตนบรอนซ์ในช่วงการเกิดสี และกลายเป็นฉนวนเมื่อไอออนของไฮโดรเจน ถอนตัวออกจากฟิล์มในช่วงการจางสี

Abstract

176219

The electrochromic effect of tungsten oxide thin films (WO_3) on transparent conducting films (ITO) were prepared by magnetron sputtering methods have been investigated. The proper conditions, such as partial pressure of oxygen $\{P(O_2)/P(Ar+O_2)\}$, total pressure $P(Ar+O_2)$ and sputtering power during depositions, were varied for good electrochromic effect. Their properties and transmittance of these films were studied by SEM, XRD, profilometer, spectrophotometer and electrochemical by cyclic voltammetry and amperometry.

The ITO films used for the transparent conducting films were prepared under a constant Ar flow rate of 50 sccm, sputtering power of 100 W and O_2 flow rate of 0-10 sccm at room temperature. The film prepared under the O_2 flow rate of 0.5 sccm has the lowest resistance (about 100 Ω ,measured by the multimeter with the distance between electrodes is 4 mm, at the center of films). The ITO films these were deposited at different substrate temperature (RT, 91, 220, 285 and 315 °C) showed the decreased resistance when the substrate temperature is increased.

The conditions of WO_3 films deposited on the ITO films were prepared at room temperature with sputtering power of 100 W under a constant total operating pressure $3x10^{-2}$ mbar using oxygen partial pressure of 6-10% in the $Ar+O_2$ mixture. The films prepared in a pressure containing less than 8% O_2 are metallic like films and the films prepared in a pressure containing more than 10% O_2 are transparent films. When increased sputtering power in the same total operating pressure, the

films will be transparent under higher oxygen partial pressure. These WO_3 films prepared at room temperature were found to be amorphous and the ITO films prepared at 200°C were found to be crystalline.

An electrochromic effect of WO_3 films had been tested in 0.1 M H_2SO_4 solution to provide H^+ ions to be inserted into the tungsten oxide films to form tungsten bronze (HWO_3) and resulted in optical absorption. In order to accelerate this process, five pulses of DC 2.5 V, square wave, and 4-second period were applied to each film. The spectrophotometer were used for optical transmission measurements. When WO_3 films were prepared under the same total operating pressure of $3x10^{-2}$ mbar with 100 W sputtering power, at room temperature, the oxygen partial pressure of 8% show the best electrochromic effect due to higher oxygen vacancies of the film compared with the one prepared under oxygen partial pressure of 10%, 12% and 15%, respectively.The other WO_3 films were prepared under oxygen partial pressure of 15% and 100 W sputtering power, at room temperature, under variation of total operating pressure. The one prepared at total operating pressure of $4x10^{-2}$ mbar give the best electrochromic effect due to higher porosity of the film compared with the one prepared at $1x10^{-2}$, $2x10^{-2}$ and $3x10^{-2}$ mbar, respectively.

The inserted charges in tungsten bronze by electrochemical process had been analyzed by a cyclic voltammetry and amperometry. The results showed that the films with better electrochromic effect allowed higher charge to be inserted in cyclic voltammetry measurement. Moreover, the total charge flowed through the films under amperometry measurement is higher during coloring process than bleaching process due to semiconduction in tungsten bronze but the films become insulation when H^+ ion were expelled.