



บทความวิจัย

การเตรียมฟิล์มนิเกิลออกไซด์ที่สามารถเปลี่ยนสมบัติเชิงแสงด้วยไฟฟ้าประสิทธิภาพสูงด้วยวิธีเคมีเปียกชั้นตอนเดียว

อานันท์ จุลสุคนธ์ อัครวิทย์ พิมานทิสากร และ ไพลิน เกาตระกูลวิวัฒน์*

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

หน่วยวิจัยพัฒนาเทคโนโลยีและนวัตกรรมพลังงานทางเลือกเพื่ออุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยบูรพา

ศูนย์สหวิทยาการด้านการลดคาร์บอนและพลังงานสะอาด มหาวิทยาลัยบูรพา

* ผู้พันธ์ประสานงาน โทรศัพท์ 0 3810 2222 อีเมล: pailin@eng.buu.ac.th DOI: 10.14416/j.kmutnb.2024.05.007

รับเมื่อ 30 กันยายน 2564 แก้ไขเมื่อ 30 พฤศจิกายน 2564 ตอรับเมื่อ 23 ธันวาคม 2564 เผยแพร่ออนไลน์ 29 พฤษภาคม 2567

© 2024 King Mongkut's University of Technology North Bangkok. All Rights Reserved.

บทคัดย่อ

อาคารสูงที่ประกอบด้วยกระจกเพื่อให้สามารถมองเห็นภายนอกได้รับความนิยม ซึ่งนำไปสู่การใช้พลังงานจำนวนมากสำหรับระบบปรับอากาศในอาคารเพื่อลดอุณหภูมิภายในอาคาร เนื่องจากการส่องผ่านของแสงผ่านกระจกในปริมาณมากจากปัญหาภาวะโลกร้อน กระจกอัจฉริยะที่สามารถปรับการส่องผ่านของแสง จึงเป็นอีกแนวทางหนึ่งในการลดการใช้พลังงานโดยนิเกิลออกไซด์นิยมใช้ในกระจกอัจฉริยะที่เปลี่ยนสมบัติเชิงแสงเมื่อกระตุ้นด้วยไฟฟ้า งานวิจัยนี้จึงพัฒนาการเตรียมฟิล์มนิเกิลออกไซด์ด้วยวิธีเคมีเปียก ซึ่งเป็นวิธีที่ง่ายและลงทุนต่ำ โดยใช้การไฮโดรไลซิสนิเกิลไฮดรอกไซด์ในสภาวะกรด ปรับอุณหภูมิในการเผาฟิล์ม และความหนาของฟิล์ม เพื่อให้ได้ฟิล์มที่มีประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสีสูง อีกทั้งทดสอบปรับสภาวะในการป้อนศักย์ไฟฟ้าให้กับฟิล์ม และความเสถียรของฟิล์มภายหลังการใช้งานพบว่า ฟิล์มนิเกิลออกไซด์ที่มีน้ำหนักฟิล์ม 10.32 มิลลิกรัม เผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จะมีลักษณะใส ภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่ 0.55 โวลต์ เทียบกับข้อไฟฟ้าอ้างอิงแบบปรอท-ปรอทออกไซด์ จะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาล ซึ่งมีค่าการส่องผ่านแสงร้อยละ 37.65 และภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่ 0.35 โวลต์ จะเปลี่ยนกลับเป็นฟิล์มใสที่มีค่าการส่องผ่านแสงร้อยละ 86.34 ซึ่งฟิล์มนี้จะมีค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสีสูงถึง 188.74 ตารางเซนติเมตรต่อคูอมบ์ และความสามารถในการเปลี่ยนสีเพิ่มขึ้น 2 เท่า เมื่อรอบการใช้งานจำนวน 190 รอบ

คำสำคัญ: นิเกิลออกไซด์ นิเกิลไฮดรอกไซด์ อิเล็กโตรโครมิก การเปลี่ยนสีของฟิล์ม การส่องผ่านของแสง

การอ้างอิงบทความ: อานันท์ จุลสุคนธ์, อัครวิทย์ พิมานทิสากร และ ไพลิน เกาตระกูลวิวัฒน์, “การเตรียมฟิล์มนิเกิลออกไซด์ที่สามารถเปลี่ยนสมบัติเชิงแสงด้วยไฟฟ้าประสิทธิภาพสูง ด้วยวิธีเคมีเปียกชั้นตอนเดียว,” วารสารวิชาการพระจอมเกล้าพระนครเหนือ, ปีที่ 34, ฉบับที่ 3, หน้า 1-14, เลขที่บทความ 243-135503, ก.ค.-ก.ย. 2567.



One-step Production of Improved Performance Electrochromic NiO Film by Wet Chemical Method

Anan Junsukhon, Akarawin Pimarnthisakorn and Pailin Ngaotrakanwivat*

Department of Chemical Engineering, Faculty of engineering, Burapha University, Chonburi, Thailand

Research Unit of Developing Technology and Innovation of Alternative Energy for Industries, Burapha University, Chonburi, Thailand

Interdisciplinary Center for Decarbonisation and Green Energy, Burapha University, Chonburi, Thailand

* Corresponding Author, Tel. 0 3810 2222, E-mail: pailin@eng.buu.ac.th DOI: 10.14416/j.kmutnb.2024.05.007

Received 30 September 2021 ; Revised 30 November 2021 ; Accepted 23 December 2021; Published online: 29 May 2024

© 2024 King Mongkut's University of Technology North Bangkok. All Rights Reserved.

Abstract

The high-rise buildings mounted with glass windows to widen scenery of top view of the city become more popular nowadays. These causes the high energy consumption due to the air-condition system to lower the temperature inside the building according to high intensity of daylight penetration and global warming. The electrochromic smart window is one of the most promising ways to diminish the energy consumption. Particularly, nickel oxide is widely used in the electrochromic smart window. This research aims to synthesize nickel oxide film by wet chemical method, which is the simplest and inexpensive. The nickel hydroxide selected as the precursor was hydrolyzed in acid. Annealing temperature and film thickness were modified to achieve the high coloration efficiency. Moreover, the effects of the applied potential and film stability were examined. The results showed that the as-prepared NiO film annealed at 300 °C with the film weight of 10.32 mg is transparent. After applied voltage of 0.55 V vs. Hg/HgO, the film changed to brownish with the light transmission of 37.65%. On the contrary, the film turned to transparent with the light transmission of 86.34% after applied voltage of 0.35 V vs. Hg/HgO. These film exhibited the high coloration efficiency at 188.74 cm²/C. The ability to change in color raised to double after 190 cycles.

Keywords: NiO, Ni(OH)₂, Electrochromic, Coloration, Transmission

Please cite this article as: A. Junsukhon, A. Pimarnthisakorn and P. Ngaotrakanwivat, "One-step production of improved performance electrochromic NiO film by wet chemical method," *The Journal of KMUTNB*, vol. 34, no. 3, pp. 1-14, ID. 243-135503, Jul.-Sep. 2024 (in Thai).

1. บทนำ

ภาวะโลกร้อน (Global Warming) เกิดจากการปลดปล่อยก๊าซเรือนกระจก (Greenhouse Gas) เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ มีเทน ออกสู่บรรยากาศปริมาณมาก ส่งผลให้การใช้พลังงานสำหรับระบบปรับอากาศภายในอาคารที่ประกอบด้วยกระจกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากแสงและความร้อนที่ส่องผ่านกระจก การติดตั้งกระจกอัจฉริยะที่สามารถปรับการส่องผ่านของแสง (Electrochromic Smart Window) สามารถลดการใช้พลังงานภายในอาคาร ขณะเดียวกัน ยังลดการปล่อยก๊าซเรือนกระจกที่เกิดจากการผลิตกระแสไฟฟ้าได้อีกด้วย

กระจกอัจฉริยะที่สามารถปรับการส่องผ่านของแสง (Electrochromic Smart Window) เป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ (Electrochromic Device) ที่ติดตั้งในอาคารและรถยนต์ที่ทันสมัย โดยอาศัยการป้อนศักย์ไฟฟ้าเพื่อให้กระจกสามารถปรับสมบัติเชิงแสง (Optical Properties) ของวัสดุที่ประกอบในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ได้แก่ ค่าการส่องผ่านของแสง (Transmission) การเปลี่ยนสี-จางสี (Coloration-bleaching) วัสดุที่สามารถเปลี่ยนสมบัติเชิงแสงด้วยไฟฟ้า (Electrochromic Substance) ส่วนใหญ่เป็นโลหะออกไซด์ แบ่งเป็น 2 ประเภท คือ วัสดุที่เปลี่ยนสมบัติเชิงแสงเมื่อรับอิเล็กตรอน (Cathodic Semiconductor) ได้แก่ ทังสเตนออกไซด์ (WO_3) โมลิบดีนัมออกไซด์ (MoO_3) ในขณะที่วัสดุที่เปลี่ยนสมบัติเชิงแสงเมื่อสูญเสียอิเล็กตรอน (Anodic Semiconductor) ได้แก่ นิกเกิลออกไซด์ (NiO), โคบอลต์ออกไซด์ (CoO), เอรเรียมออกไซด์ (IrO_x) [1]–[2]

นิกเกิลออกไซด์ (NiO) เป็นวัสดุที่สามารถเปลี่ยนสมบัติเชิงแสงได้ดีเมื่อสูญเสียอิเล็กตรอน ตอบสนองต่อการปรับศักย์ไฟฟ้าเร็ว ราคาถูก และมีความคงทนเมื่อใช้งานหลายรอบ โดยกลไกการเปลี่ยนสมบัติเชิงแสง (การเปลี่ยนสี) เกิดขึ้นเมื่อนิกเกิลออกไซด์เกิดการสูญเสียอิเล็กตรอน ทำให้อนุภาคขาดเสถียรภาพทางไฟฟ้า จึงต้องรับแอนไอออน (Anion) เช่น ไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) เกิดเป็นนิกเกิลออกไซด์ไฮดรอกไซด์ (NiOOH) ซึ่งมีสีน้ำตาล กล่าวคือ เกิดการเปลี่ยนแปลงเลขออกซิเดชัน (Oxidation Number) จาก Ni^{2+} เป็น Ni^{3+}

ดังสมการที่ (1) ในทางกลับกัน เมื่อ NiOOH ได้รับอิเล็กตรอน จะเกิดการเปลี่ยนกลับมาเป็นนิกเกิลออกไซด์ ซึ่งเป็นฟิล์มใสอีกครั้ง [3]



การสังเคราะห์นิกเกิลออกไซด์ทำได้หลายวิธี ได้แก่ การเตรียม NiO_x ด้วยเทคนิคสเปตเตอริง (Sputtering) ซึ่งมีประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี (Coloration Efficiency; CE) สูงถึง 200 ตารางเซนติเมตรต่อคูลอมบ์ [3] ค่าประสิทธิภาพนี้จะเป็นตัวชี้วัดความเหมาะสมในการใช้สำหรับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ อย่างไรก็ตาม เทคนิคนี้มีค่าใช้จ่ายสูง ในขณะที่การสังเคราะห์สารวิธีโซลเจล (Sol-gel Technique) เป็นวิธีที่ง่ายและมีราคาถูก โดยความสามารถในการเปลี่ยนสมบัติเชิงแสงของฟิล์มนิกเกิลออกไซด์ จะขึ้นกับปัจจัยหลาย ๆ ด้าน เช่น ความเป็นผลึก ขนาดผลึก ความหนาของฟิล์ม [4]

ฟิล์มนิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมจากวิธีโซลเจล (Sol-gel Technique) โดยใช้นิกเกิลคลอไรด์ ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น (Precursor) ละลายในเอทานอล กรดอะซิติก (Glacial Acetic Acid) และพอลิเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene Glycol) พบว่า ฟิล์มที่ได้จากการเผาในช่วง 250–300 องศาเซลเซียส จะมีโครงสร้างอสัณฐาน (Amorphous) ในขณะที่ฟิล์มที่ได้จากการเผาในช่วง 350–400 องศาเซลเซียส มีโครงสร้างเป็นผลึก (Crystalline) โดยฟิล์มที่เตรียมที่ 350 องศาเซลเซียส จะมีค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสีสูงสุด 71.4 ตารางเซนติเมตรต่อคูลอมบ์ [5] อีกทั้ง การสังเคราะห์นิกเกิลออกไซด์ โดยใช้นิกเกิลอะซิเตต ($\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ละลายในเมทอกซีเอทานอล (2-Methoxyethanol) ร่วมกับเอทานอลามีน (Ethanamine) พบว่า อุณหภูมิจะส่งผลต่อขนาดผลึกของนิกเกิลออกไซด์ โดยการเผาที่ 300 องศาเซลเซียส จะได้ผลึกขนาด 6.47 นาโนเมตร ซึ่งมีประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี 22 ตารางเซนติเมตรต่อคูลอมบ์ เนื่องจากขนาดผลึกเล็กจะส่งเสริมการถ่ายโอนไอออนได้ดี [6] นอกจากนั้น การเตรียม

ฟิล์ม निकเกิลออกไซด์ด้วยวิธีการระเหยสารด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Beam Evaporation) ที่มีความหนาฟิล์มในช่วง 170–540 นาโนเมตร พบว่า ฟิล์มที่มีความหนา 170 นาโนเมตร มีค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสีสูงสุด 53.1 ตารางเซนติเมตรต่อลูกอมป์ เนื่องจากฟิล์มบางจะส่งเสริมการแพร่ของไอออนได้ดี [7]

นอกจากอุณหภูมิ การควบคุมความเป็นกรดต่าง (pH) ของสารตั้งต้น (Precursor) ยังมีส่วนในการควบคุมขนาดของอนุภาคนิกเกิลออกไซด์อีกด้วย [4] โดยอนุภาคนิกเกิลออกไซด์เตรียมด้วยวิธีเคมีเปียก (Wet Chemical) จะเป็นวิธีที่ง่ายและมีราคาถูก ขนาดของอนุภาคควบคุมโดยความสามารถในการละลาย (Solubility) ของสารตั้งต้น (Precursor) ชนิดต่างๆ ในสถานะที่มีความเป็นกรดต่างที่ต่างกัน [8] โดยการสังเคราะห์นิกเกิลออกไซด์จากสารตั้งต้นนิกเกิลไนเตรต ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ในสถานะที่เป็นด่างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ทำให้เกิดการตกตะกอนของคอลลอยด์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) เมื่อนำไปเผาจะได้อนุภาคนิกเกิลออกไซด์ (NiO_x) และเมื่อนำไปเตรียมฟิล์ม หลังจากป้อนศักย์ไฟฟ้า 1.7 โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงแบบซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์ จะทำให้ฟิล์มเปลี่ยนสี และป้อนศักย์ไฟฟ้าที่ -1.7 โวลต์ จะทำให้ฟิล์มจางสี โดยผลต่างของการส่องผ่านของแสงในสถานะเปลี่ยนสีและจางสีมีค่าร้อยละ 62.3 ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ทำให้มีค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี 42.8 ตารางเซนติเมตรต่อลูกอมป์ [9] ในทางกลับกัน การเตรียมนิกเกิลออกไซด์ (NiO_2) จากนิกเกิลไนเตรต ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ในสถานะที่เป็นกรด ด้วยกรดซิตริก ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) และกรดไนตริก (HNO_3) จะได้สารละลายใส โดยควบคุมอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง $\text{NiN}_2\text{O}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O} : \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ เท่ากับ 1 และค่าความเป็นกรดต่าง (pH = 1) ที่เหมาะสม เมื่อเผาสารละลายที่ 400 องศาเซลเซียส จะได้นิกเกิลออกไซด์ขนาด 8.1 นาโนเมตร [10] ที่ผ่านมามีการใช้สารตั้งต้น (Precursor) ของนิกเกิลหลายชนิด อย่างไรก็ตาม การเตรียมนิกเกิลออกไซด์จากนิกเกิลไฮดรอกไซด์ ($\text{Ni}(\text{OH})_2$)

ยังไม่ปรากฏ ซึ่งความสามารถในการละลายของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ จะแตกต่างกันตามสภาวะที่มีความเป็นกรดต่าง [8]

งานวิจัยนี้จึงพัฒนาการเตรียมฟิล์ม निकเกิลออกไซด์ด้วยวิธีเคมีเปียก (Wet chemical) จากนิกเกิลไฮดรอกไซด์ ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) โดยการไฮโดรไลซิสด้วยกรดไนตริก และศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการเผาฟิล์ม และความหนาฟิล์ม อีกทั้งทดสอบปรับศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนให้กับฟิล์ม และความเสถียรของฟิล์มภายหลังการใช้งานซ้ำ เพื่อให้ได้ฟิล์มที่มีประสิทธิภาพสูงสุด เหมาะสมสำหรับใช้เป็นวัสดุในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์

2. วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการวิจัย

2.1 การเตรียมฟิล์ม Ni-based

การเตรียมสารเคลือบที่มีองค์ประกอบนิกเกิล (Ni-based Solution) ทำโดยนำนิกเกิลไฮดรอกไซด์ ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) 1 กรัม ละลายในกรดไนตริก (HNO_3) 10 มิลลิลิตร ผสมในอ่างความถี่สูง (Ultrasonic Bath) 15 นาที จะได้สารละลายสีเขียวใส จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปเคลือบบนกระจกอินเดียมทินออกไซด์ (Indium-tin Oxide Coated Glass) ขนาด 3.5×3.5 เซนติเมตร ด้วยการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง (Spin Coating Technique) ที่ความเร็ว 3,000 รอบต่อนาที นำกระจกที่เคลือบฟิล์มไปเผา (Annealing) ที่อุณหภูมิ 150 300 และ 450 องศาเซลเซียส ฟิล์มที่ได้มีลักษณะโปร่งใส สำหรับการศึกษาผลกระทบของความหนาฟิล์ม ทำโดยการปรับความเร็วรอบในการเคลือบ 1,000–4,000 รอบต่อนาที

2.2 การวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าเคมี

สมบัติทางไฟฟ้าเคมีของฟิล์มที่มีนิกเกิลเป็นองค์ประกอบ (Ni-based Film) วิเคราะห์ในเซลล์ไฟฟ้าเคมีมาตรฐานแบบ 3 ขั้ว ประกอบด้วยฟิล์มที่มีนิกเกิลเป็นองค์ประกอบเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working Electrode) มีขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference Electrode) แบบปรอท-ปรอทออกไซด์ (Hg/HgO) และแพลตตินัม (Platinum) เป็นขั้วไฟฟ้าช่วย

(Counter Electrode) โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH (aq.)) เข้มข้น 1 โมลาร์ เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry) ป้อนศักย์ไฟฟ้า 0 ถึง 1 โวลต์ซึ่งมีอัตราเร็วในการเปลี่ยนแปลงศักย์ไฟฟ้า (Scan rate) 10 มิลลิโวลต์ต่อวินาที และตรวจสอบค่ากระแสที่เกิดขึ้นบนฟิล์มจากการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่ตำแหน่งต่าง ๆ โดยค่ากระแสสูงสุด (I_{pa}) ที่เกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) ที่ตำแหน่งศักย์ไฟฟ้าในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (E_{pa}) จะเป็นตำแหน่งที่ฟิล์มเกิดการเปลี่ยนสี (Coloration) ในทางกลับกัน ค่ากระแสสูงสุด (I_{pc}) ที่เกิดจากปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) ที่ตำแหน่งศักย์ไฟฟ้าในการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (E_{pc}) เป็นตำแหน่งที่ฟิล์มเกิดการจางสี (Bleaching)

การวิเคราะห์ค่าการส่องผ่านของแสง (Transmission) การเปลี่ยนสี (Coloration; ΔC) และประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี (Coloration Efficiency; CE) ของฟิล์มที่มีนิเกิลเป็นองค์ประกอบ (Ni-based Film) ขณะป้อนศักย์ไฟฟ้าที่ทำให้ฟิล์มเปลี่ยนสีและการจางสี ด้วยเทคนิคโครโนแอมเพอโรเมทรี (Chronoamperometry) ซึ่งเป็นการป้อนศักย์ไฟฟ้าคงที่ให้กับฟิล์ม เป็นเวลา 10 นาที และบันทึกการเปลี่ยนแปลงค่ากระแสไฟฟ้าที่เวลาใด ๆ ซึ่งเป็นผลจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือรีดักชันโดยการส่องผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 360–750 นาโนเมตร และค่าสี (CIELAB Color Space) จะวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Spectrophotometer for Color ในขณะที่ป้อนศักย์ไฟฟ้า (แบบ In-situ) โดยค่าการเปลี่ยนสี (Coloration; ΔC) คำนวณได้ดังสมการที่ (2)

$$\Delta C = \sqrt{(L_t - L_0)^2 + (a_t - a_0)^2 + (b_t - b_0)^2} \quad (2)$$

เมื่อ ΔC คือ ค่าการเปลี่ยนสี

L_t คือ ค่า L ที่เวลาใดๆ เป็นค่าความเข้มและสว่าง มีค่าตั้งแต่ 0–100

L_0 คือ ค่า L ที่เวลาเริ่มต้น

a_t คือ ค่า a ที่เวลาใด ๆ ค่าเป็นบวกแสดงถึงสีเขียว

และค่าเป็นลบแสดงถึงสีแดง

a_0 คือ ค่า a ที่เวลาเริ่มต้น

b_t คือ ค่า b ที่เวลาใดๆ ค่าเป็นบวกแสดงถึงสีเหลืองและค่าเป็นลบแสดงถึงสีน้ำเงิน

b_0 คือ ค่า b ที่เวลาเริ่มต้น

อีกทั้ง ศึกษาผลกระทบของศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนให้ฟิล์มที่ส่งผลต่อการส่องผ่านของแสง (% T) การเปลี่ยนสี (ΔC) และประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี (CE) ของฟิล์ม ดังสมการที่ (3)

$$CE = \frac{\ln \frac{T_b}{T_c}}{Q} \quad (3)$$

เมื่อ CE คือ ประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี (ตารางเซนติเมตรต่อคูอมบ์)

T_b คือ ร้อยละค่าการส่องผ่านของแสง ขณะฟิล์มจางสี

T_c คือ ร้อยละค่าการส่องผ่านของแสง ในขณะที่ฟิล์มเปลี่ยนสี

Q คือ ค่าพลังงานไฟฟ้าที่ป้อนให้ฟิล์ม (คูอมบ์ต่อตารางเซนติเมตร)

การศึกษเสถียรภาพ (Stability) ของฟิล์ม ภายหลังจากการใช้งานซ้ำ โดยจะวิเคราะห์การเปลี่ยนสี (ΔC) เมื่อมีการป้อนศักย์ไฟฟ้า ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (CV) ในช่วง 0 ถึง 1 โวลต์ โดยมีอัตราเร็วในการสแกน (Scan rate) 10 มิลลิโวลต์ต่อวินาที จำนวน 200 รอบใช้งาน (Cycling Life)

2.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

โครงสร้างผลึกของสารประกอบนิเกิล (Ni-based Compound) เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่างๆ วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction; XRD) (Cu/K α 1.5406, 40 กิโลโวลต์/30 มิลลิแอมป์) ซึ่งการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ หลังจากการเลี้ยวเบนผ่านอะตอมของสารตรวจวัด จะทำให้ทราบถึงโครงสร้างผลึก และขนาดผลึกของสารตรวจวัด โดยค่าความเข้มของรังสีเอกซ์และมุมที่ทำการวัด (2-theta) จะนำไปเทียบฐานข้อมูล (Data Base) ของ

สารมาตรฐาน โดยงานวิจัยนี้จะวิเคราะห์ความเข้มของรังสีเอกซ์ในช่วง (2 theta) 10–80 องศา ความเร็วในการสแกนเท่ากับ 0.02 องศาต่อวินาที โดยขนาดผลึกของสารประกอบนิกเกิล (Ni-based Compound) คำนวณได้จากสมการ (Debye-Scherrer Formular) ดังสมการที่ (4) [6]

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (4)$$

เมื่อ D คือ ขนาดผลึก (นาโนเมตร)

K คือ ค่าคงที่ Scherrer เท่ากับ 0.94

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (นาโนเมตร)

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด (FWHM) ซึ่งในงานวิจัยนี้จะเลือกใช้จุดพีคที่ตำแหน่ง 43.45°

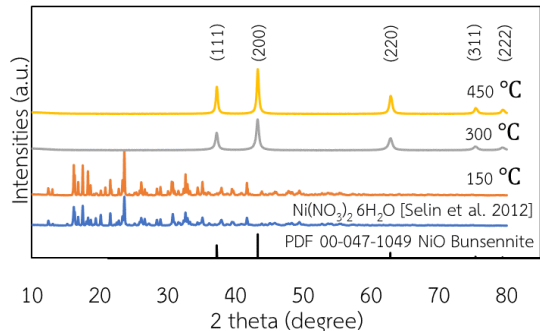
θ คือ มุมของแบรกก์ (Bragg's Angle; องศา)

3. ผลการทดลอง

3.1 โครงสร้างผลึกของสารประกอบนิกเกิล (Ni-based Compound)

การศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการเตรียมฟิล์ม ทำโดยเผาสารเคลือบที่มีองค์ประกอบของนิกเกิล (Ni-based Solution) ที่ 150, 300 และ 450 องศาเซลเซียส ผลที่ได้ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ดังรูปที่ 1 พบว่า สารประกอบนิกเกิลเตรียมได้ที่ 150 องศาเซลเซียส มีความเข้มของรังสีเอกซ์ (XRD Pattern) ในช่วง (2 theta) 10–50 องศา สอดคล้องกับ XRD pattern ที่เกิดขึ้นจากโครงสร้างนิกเกิลไฮดรอกไซด์ ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (PDF 01-085-3230) และสอดคล้องกับงานวิจัย Selim และคณะ [11] ซึ่งโครงสร้างนี้ประกอบด้วยอะตอม Ni ที่ถูกล้อมรอบด้วยน้ำ 6 โมเลกุล โดยที่กลุ่มไฮดรอกไซด์ NO_3^- ไม่ได้เกิดพันธะโดยตรงกับอะตอมของ Ni

ในขณะที่ สารประกอบนิกเกิลเตรียมได้ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จะปรากฏพีคที่ 37.40° , 43.45° , 62.95° , 75.40° และ 79.45° องศา ซึ่งตรงกับระนาบผลึก (111), (200), (220), (311) และ (222) ตามลำดับ [12] ซึ่งเป็นโครงสร้างนิกเกิลออกไซด์ (NiO Bunsenite) (PDF 00-047-1049)



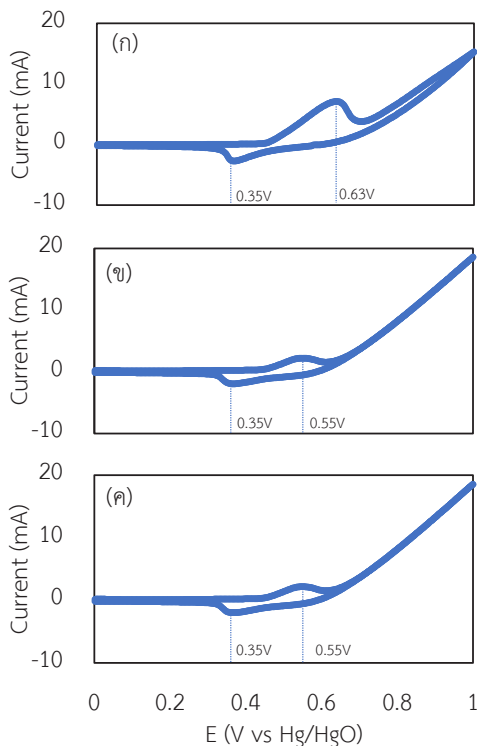
รูปที่ 1 XRD Pattern ของสารประกอบนิกเกิล (Ni-based Compound) เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่างๆ

มีขนาดผลึก 15.6 นาโนเมตร และเมื่อเผาที่ 450 องศาเซลเซียส โครงสร้างจะมีความเป็นผลึกสูงขึ้น และมีขนาด 20.8 นาโนเมตร การเตรียมนี้ได้นิกเกิลออกไซด์ขนาดนาโน ซึ่งมีพื้นที่ผิวมาก จึงส่งเสริมการเคลื่อนที่ของไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) เข้าสู่ฟิล์มได้รวดเร็ว ส่งผลต่อการเปลี่ยนสีของฟิล์ม (ดังสมการที่ (1))

3.2 ผลกระทบของอุณหภูมิที่ส่งผลต่อสมบัติเชิงแสง

การวิเคราะห์ตำแหน่งการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) และรีดักชัน (Reduction) ของฟิล์ม ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (CV) ทำให้ทราบถึงศักย์ไฟฟ้าที่จำเป็นในการป้อนให้กับฟิล์ม เพื่อให้ฟิล์มเกิดการเปลี่ยนสี (Coloration) และจางสี (Bleaching) ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ฟิล์มที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ดังรูปที่ 2

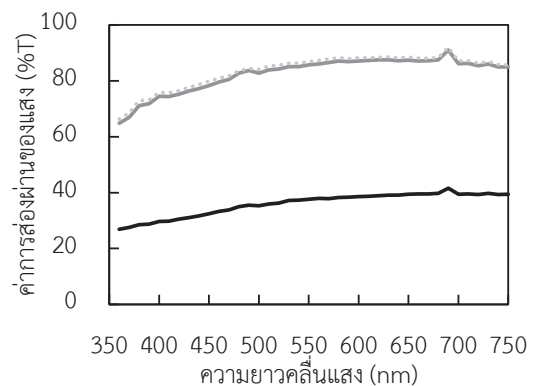
ฟิล์มเตรียมได้ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เมื่อมีการป้อนศักย์ไฟฟ้าจาก 0 ถึง 1 โวลต์ จะเกิดกระแสแอโนดิก (Anodic Current) ที่เกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) ซึ่งค่ากระแสสูงสุด (Ipa) เกิดขึ้นที่ตำแหน่งศักย์ไฟฟ้าในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Epa) ที่ 0.63 โวลต์ ซึ่งเป็นตำแหน่งที่ฟิล์มเปลี่ยนจากใสเป็นสีน้ำตาล ในทางกลับกัน การป้อนศักย์ไฟฟ้าจาก 1 ถึง 0 โวลต์ จะเกิดกระแสแคโทดิก (Cathodic Current) ที่เกิดจากปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) ซึ่งค่ากระแสสูงสุด (Ipc) เกิดขึ้นที่ตำแหน่งศักย์ไฟฟ้าในการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (Epc) ที่ 0.35 โวลต์ ซึ่งจะเป็นตำแหน่งที่



รูปที่ 2 CV ของฟิล์มที่มีนิกเกิลเป็นองค์ประกอบเตรียมได้ที่ อุณหภูมิ (ก) 150°C (ข) 300°C และ (ค) 450°C

ฟิล์มเปลี่ยนจากสีน้ำตาลกลับเป็นฟิล์มใสอีกครั้ง

แม้ฟิล์มเตรียมได้ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จะมี กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นสูงกว่า ฟิล์มนิกเกิลออกไซด์เตรียมได้ที่ 300 และ 450 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตาม การเกิดปฏิกิริยา ออกซิเดชันและรีดักชันที่ไม่เท่ากัน เป็นไปได้ว่าฟิล์มเตรียม ได้ที่ 150 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นฟิล์มนิกเกิลในเตรตมีโครงสร้าง เป็นอสัณฐาน จะสามารถเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลได้ดี แต่ จะคืนสภาพกลับมาเป็นฟิล์มใสได้ยาก ซึ่งสอดคล้องกับงาน วิจัยของ Zhou และคณะ [5] ทำให้ฟิล์มนี้ไม่เหมาะในการ ใช้เป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากการคืนกลับของ สีส (Reversibility) ไม่ดี โดยฟิล์มนิกเกิลออกไซด์เตรียมได้ที่ 300 และ 450 องศาเซลเซียส จะมีค่ากระแสสูงสุด (Ipa) ที่ ตำแหน่งศักย์ไฟฟ้าในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Epa) ที่ 0.55 โวลต์ ซึ่งใกล้เคียงกับค่ากระแสสูงสุด (Ipc) ที่ตำแหน่ง ศักย์ไฟฟ้าในการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (Epc) ที่ 0.35 โวลต์ โดย



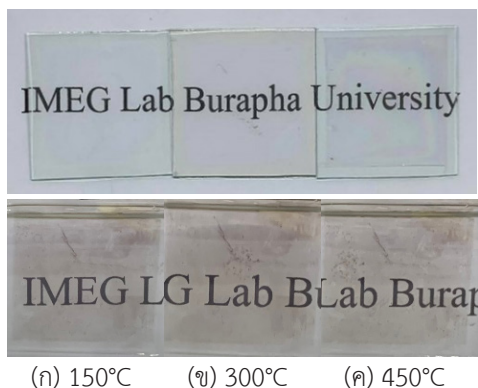
รูปที่ 3 การส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มที่มีนิกเกิลเป็น องค์ประกอบเตรียมได้ที่ 150°C หลังจากการป้อน ศักย์ไฟฟ้า

ศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Epa) ซึ่งเป็นศักย์ไฟฟ้า ในการเปลี่ยนสี และศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยารีดักชัน (Epc) ซึ่งเป็นศักย์ไฟฟ้าในการจางสี แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ศักย์ไฟฟ้าที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนสีและจางสีของ ฟิล์มที่มีนิกเกิลเป็นองค์ประกอบเผาที่อุณหภูมิ ต่าง ๆ

อุณหภูมิ ในการเผาฟิล์ม (°C)	ศักย์ไฟฟ้า ในการเปลี่ยนสี (V vs Hg/HgO)	ศักย์ไฟฟ้า ในการจางสี (V vs Hg/HgO)
150	0.63	0.35
300	0.55	0.35
450	0.55	0.35

การศึกษาค่าการส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มที่มีนิกเกิล เป็นองค์ประกอบ ภายหลังจากการป้อนศักย์ไฟฟ้าในการเปลี่ยน สีและจางสี (ตารางที่ 1) เป็นเวลา 10 นาที แสดงในรูปที่ 3 พบว่า ฟิล์มเตรียมได้ที่ 150 องศาเซลเซียส มีลักษณะเป็น ฟิล์มใส (รูปที่ 4 (ก) บน) และมีค่าการส่องผ่านของแสงก่อน การป้อนศักย์ไฟฟ้าย้อยละ 80 ตลอดช่วงความยาวคลื่นแสง 360–750 นาโนเมตร (เส้นประในรูปที่ 3) เมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้า ในการเปลี่ยนสีที่ 0.63 โวลต์ เป็นเวลา 10 นาที พบว่า ฟิล์ม จะเปลี่ยน เป็นสีน้ำตาล (รูปที่ 4 (ก) ล่าง) และมีค่าการส่อง

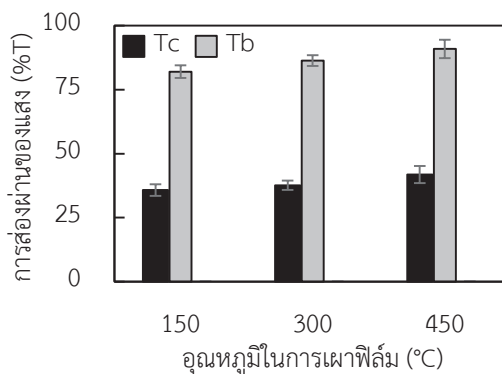


รูปที่ 4 ฟิล์มที่เตรียมได้จากการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ และฟิล์มที่เกิดการเปลี่ยนสีหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสม

ผ่านของแสงลดลงเหลือร้อยละ 35 (เส้นสีดำในรูปที่ 3) และเมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าที่ 0.35 โวลต์ เป็นเวลา 10 นาที พบว่าฟิล์มจะเปลี่ยนกลับเป็นฟิล์มใส และมีการส่องผ่านของแสงใกล้เคียงกับฟิล์มก่อนการป้อนศักย์ไฟฟ้า (เส้นสีเทาในรูปที่ 3) และพบแนวโน้มการเปลี่ยนสีและจางสีของฟิล์มเตรียมได้ที่ 300 และ 450 องศาเซลเซียส เช่นกัน ดังรูปที่ 4 (ข) และ (ค) ตามลำดับ

การเปรียบเทียบค่าการส่องผ่านของแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ผ่านฟิล์มที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ทำให้ฟิล์มเปลี่ยนจากใสเป็นสีน้ำตาล ซึ่งค่าการส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มสีน้ำตาล (Transmission of Color Film; Tc) จะมีค่าลดลงเมื่อเทียบกับค่าการส่องผ่านฟิล์มเริ่มต้น และเมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยารีดักชัน ทำให้ฟิล์มเปลี่ยนจากสีน้ำตาลเป็นใส ซึ่งค่าการส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มที่กลับมาใส (Transmission of Bleached Film; Tb) มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับค่าการส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มสีน้ำตาล (Tc) ดังรูปที่ 5

โดยฟิล์มเตรียมได้ที่ 150, 300 และ 450 องศาเซลเซียส จะมีการส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มสีน้ำตาล (Tc) เพิ่มขึ้นเท่ากับ 35.77, 37.65 และ 41.83 ตามลำดับ หลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และเมื่อป้อน



รูปที่ 5 การส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มเตรียมได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ หลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และรีดักชัน

ศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยารีดักชัน ทำให้ฟิล์มเปลี่ยนกลับเป็นฟิล์มใส (เช่นเดียวกันกับฟิล์มก่อนการป้อนศักย์ไฟฟ้า) โดยมีการส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มที่กลับมาใส (Tb) เท่ากับ 82.02, 86.34 และ 90.88 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่า ฟิล์มเตรียมได้ที่อุณหภูมิต่างกัน แม้น้ำหนักฟิล์มจะใกล้เคียงกัน (11.13 ± 0.70 มิลลิกรัม) จะมีการส่องผ่านของแสงก่อนและหลังป้อนศักย์ไฟฟ้าที่แตกต่างกัน แต่เมื่อพิจารณาผลต่างของค่าการส่องผ่านของแสงก่อนและหลังป้อนศักย์ไฟฟ้า (Tb - Tc) ของฟิล์มทั้งสามมีค่า 46.25, 48.69 และ 49.05 ตามลำดับ จึงเป็นไปได้ว่าโครงสร้างของฟิล์มส่งผลต่อสมบัติเชิงแสง [5] เมื่อคำนวณค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี (Coloration Efficiency; CE) จากสมการที่ (3) ดังตารางที่ 2 จะเห็นได้ว่าฟิล์มเตรียมได้ที่ 150 องศาเซลเซียส มีประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) 67.52 ตารางเซนติเมตรต่อคูลอมป์ ซึ่งมีประสิทธิภาพต่ำกว่าฟิล์มที่เตรียมได้ที่ 300 องศาเซลเซียส (CE = 188.74 ตารางเซนติเมตรต่อคูลอมป์) อาจเป็นเพราะศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการเปลี่ยนสีมีค่าสูงกว่า จึงใช้พลังงานไฟฟ้ามากกว่า ทำให้ประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีต่ำ ในขณะที่ฟิล์มเตรียมได้ที่ 450 องศาเซลเซียส แม้จะป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เท่ากับกับฟิล์มเตรียมได้ที่ 300 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพของฟิล์มเตรียมได้ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส มีค่าต่ำกว่า (CE = 38.99

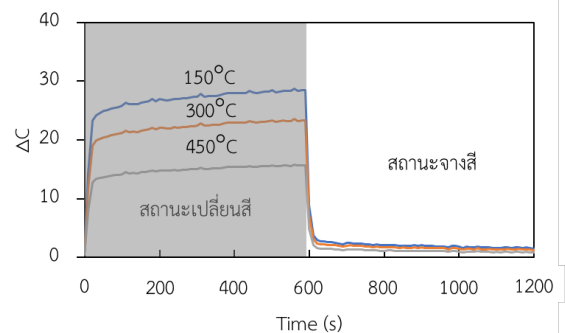
ตารางเซนติเมตรต่อคูลอมป์) อาจเป็นเพราะผลึกของนิเกิลออกไซด์มีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้ฟิล์มมีค่าความต้านทานไฟฟ้าสูงขึ้น จึงใช้กระแสไฟฟ้าสูงในการดึงอิเล็กตรอนออกจากฟิล์ม [13]

ตารางที่ 2 ประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีของฟิล์มที่มีนิเกิลเป็นองค์ประกอบเตรียมได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

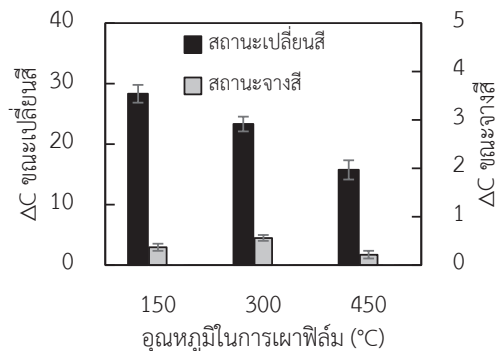
อุณหภูมิ	150 °C	300 °C	450 °C
ศักย์ไฟฟ้าออกซิเดชัน (V vs Hg/HgO)	0.63	0.55	0.55
ศักย์ไฟฟ้ารีดักชัน (V vs Hg/HgO)	0.35	0.35	0.35
Coloration Efficiency (CE)	67.52	188.74	38.99

ฟิล์มที่เตรียมได้ที่สภาวะต่าง ๆ เมื่อนำมาวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสี (ΔC) ภายใต้การป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและเกิดปฏิกิริยารีดักชัน ดังรูปที่ 6 ฟิล์มเตรียมได้ที่ 150 องศาเซลเซียส ภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (0.63 โวลต์) เป็นเวลา 10 วินาที ทำให้ฟิล์มเกิดการเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลอย่างรวดเร็ว ($\Delta C = 23.3$) และเมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าต่อเนื่อง 10 นาที ค่าการเปลี่ยนแปลงสีมีค่าคงที่ ($\Delta C = 28.3$) ในทางกลับกัน การป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยารีดักชัน (0.35 โวลต์) เป็นเวลา 10 วินาที ทำให้ฟิล์มเปลี่ยนฟิล์มใสอย่างรวดเร็ว ($\Delta C = 1.1$) และเมื่อผ่านไป 10 นาที ฟิล์มมีค่า $\Delta C = 0.4$ แสดงให้เห็นว่า ฟิล์มนี้สามารถเปลี่ยนสมบัติเชิงแสงได้อย่างรวดเร็ว และพบแนวโน้มเช่นเดียวกันนี้ กับฟิล์มนิเกิลออกไซด์เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 300 และ 450 องศาเซลเซียส

การเปรียบเทียบค่าเปลี่ยนสี (ΔC) ของฟิล์มที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ดังรูปที่ 7 พบว่า ฟิล์มเตรียมได้ที่ 150 องศาเซลเซียส จะมีการเปลี่ยนสีสูงสุด ($\Delta C=28.32$) ในขณะที่ ฟิล์มเตรียมได้ที่ 300 และ 450 องศาเซลเซียส มีค่า 23.32 และ 15.74 ตามลำดับ แสดงว่า ฟิล์มนิเกิลไนเตรต ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เตรียมได้ที่ 150 องศาเซลเซียส จะมีสีน้ำตาลเข้มกว่าฟิล์มนิเกิลออกไซด์ ที่เป็นเช่นนี้อาจ

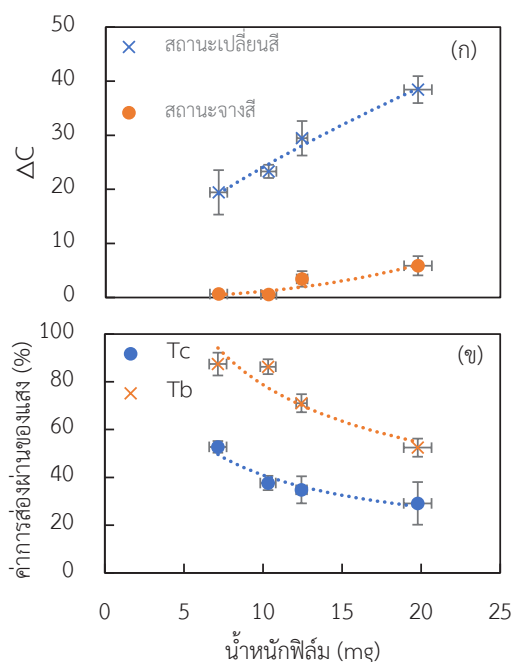


รูปที่ 6 การเปลี่ยนสีของฟิล์มที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าในการเปลี่ยนสีและการจางสี



รูปที่ 7 การเปลี่ยนสีของฟิล์มที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าในการเปลี่ยนสีและการจางสี

เป็นเพราะ ฟิล์มนิเกิลไนเตรต มีโมเลกุลน้ำรอบ ๆ อะตอมของนิเกิล ซึ่งน้ำสามารถแตกตัวเป็นไฮโดรเจนไอออน (H^+) และไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) ทำให้นิเกิลจะสามารถรับไฮดรอกไซด์ไอออนได้ง่าย เมื่อเทียบกับฟิล์มนิเกิลออกไซด์ ซึ่งต้องอาศัยการเคลื่อนที่ของไฮดรอกไซด์ไอออน จากสารละลายอิเล็กโทรไลต์มายังอนุภาคของนิเกิล จึงทำให้เกิดสี และเมื่อพิจารณาฟิล์มนิเกิลออกไซด์เตรียมที่ 450 องศาเซลเซียส เกิดสีน้ำตาลอ่อนเมื่อเทียบกับฟิล์มนิเกิลออกไซด์เตรียมที่ 300 องศาเซลเซียส อาจเป็นเพราะผลึกที่มีขนาดใหญ่ขึ้น จึงทำให้พื้นที่ผิวลดลงขัดขวางการเข้าถึงของไฮดรอกไซด์ไอออน จากสารละลายอิเล็กโทรไลต์ มายังอนุภาคของนิเกิล ในทางกลับกัน ภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยารีดักชัน



รูปที่ 8 สมบัติเชิงแสงของฟิล์ม निकเกิลออกไซด์ที่มีความหนาต่าง ๆ เตรียมได้ที่ 300°C ภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าในการเปลี่ยนสีและจางสี (ก) ค่าการเปลี่ยนแปลงสี (ข) ค่าการส่องผ่านของแสง

ฟิล์มทั้งสามกลับมาใสใกล้เคียงกัน (ΔC มีค่าใกล้เคียงกัน)

กล่าวได้ว่า ฟิล์ม निकเกิลออกไซด์เตรียมได้ที่ 300 องศาเซลเซียส เป็นฟิล์มที่ไวในการเปลี่ยนสมบัติเชิงแสง (จากใสเป็นสีน้ำตาล) โดยมีประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีสูงสุด 188.74 ตารางเซนติเมตรต่อคูอมบ์ เหมาะสำหรับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ จึงเลือกสภาวะการเตรียมฟิล์มนี้ไปศึกษาต่อไป

3.3 ผลกระทบของความหนาฟิล์มที่ส่งผลต่อสมบัติเชิงแสง

การปรับความหนาของฟิล์ม निकเกิลออกไซด์ จะทำให้ได้ฟิล์มที่ติดอยู่บนกระจกที่มีน้ำหนักร่างต่าง (ดังตารางที่ 3) แล้วนำฟิล์มที่ได้ไปเผาที่ 300 องศาเซลเซียส โดยสมบัติเชิงแสงของฟิล์มที่มีความหนาต่างกัน แสดงดังรูปที่ 8

พบว่า ฟิล์มที่หนาเพิ่มขึ้น (น้ำหนักฟิล์ม 7.15–

19.78 มิลลิกรัม) จะมีค่าการเปลี่ยนแปลงสีเพิ่มขึ้น (ΔC เพิ่มขึ้น 19.44–38.44) ภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าออกซิเดชัน แสดงให้เห็นว่า ความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้นนี้ไม่ขัดขวางการเคลื่อนที่ของไฮดรอกไซด์ไอออนจากสารละลายอิเล็กโทรไลต์ไปยังอนุภาคนิกเกิลออกไซด์บนฟิล์ม จึงทำให้เกิดเป็น NiOOH (สีน้ำตาล) มากขึ้น ส่งผลให้ค่า ΔC เพิ่มขึ้น ในขณะที่การเพิ่มความหนาของฟิล์ม จะทำให้ค่าการส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มที่เตรียมได้ (ก่อนป้อนศักย์ไฟฟ้า) ลดลง เนื่องจากนิกเกิลออกไซด์สามารถดูดกลืนแสงและสะท้อนแสง เมื่อชั้นฟิล์มหนาขึ้นจึงทำให้แสงที่ผ่านฟิล์มลดลง และเมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันพบว่า ฟิล์ม निकเกิลออกไซด์จะเกิดการสูญเสียอิเล็กตรอนพร้อม ๆ กับรับไฮดรอกไซด์ไอออน เกิดเป็น NiOOH ซึ่งทำให้สมบัติเชิงแสงของฟิล์มเปลี่ยนไป โดยผลต่างของการส่องผ่านของฟิล์มขณะเปลี่ยนสีและการส่องผ่านของฟิล์มขณะจางสี ($T_b - T_c$) พบว่า ฟิล์มที่มีน้ำหนักฟิล์มเฉลี่ย 7.15, 10.32, 12.44 และ 19.78 มิลลิกรัม จะมีค่าผลต่างของ ($T_b - T_c$) เท่ากับ 34.7, 48.7, 36.3 และ 23.3 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่า ฟิล์มที่มีความหนาเพิ่มขึ้น (7.15–10.32 มิลลิกรัม) จะทำให้ค่าผลต่างของ ($T_b - T_c$) มีค่าเพิ่มขึ้น อาจเป็นเพราะ สัดส่วนการมีอยู่ระหว่าง $\text{NiOOH} : \text{NiO}$ บนฟิล์มมีมาก ทำให้การส่องผ่านของแสงลดลง ในทางกลับกันฟิล์มที่หนาที่มากเกินไป (12.44–19.78 มิลลิกรัม) แม้ปริมาณ NiOOH ที่เกิดเพิ่มขึ้น (สังเกตจากการเปลี่ยนแปลงสีเพิ่มขึ้น) แต่สัดส่วนของการมีอยู่ระหว่าง $\text{NiOOH} : \text{NiO}$ น่าจะมีค่าลดลง จึงทำให้ค่าการส่องผ่านของแสง T_c มีค่าค่อนข้างคงที่ ส่งผลให้ค่าผลต่างของ ($T_b - T_c$) ลดลง อีกทั้งประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) ของฟิล์ม निकเกิลออกไซด์ที่น้ำหนักต่าง ๆ กัน แสดงดังตารางที่ 3 จะเห็นได้ว่า ฟิล์มที่มีน้ำหนัก 10.32 ± 0.34 มิลลิกรัม มีค่า CE สูงสุด 188.74 ± 3.24 ตารางเซนติเมตรต่อคูอมบ์ ซึ่งสอดคล้องกับผลต่างของ ($T_b - T_c$) ที่เพิ่มขึ้น และค่ากระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการเปลี่ยนสีที่ไม่สูงมาก เนื่องจากฟิล์มที่มีความหนาปานกลางจะมีความต้านทานไฟฟ้าไม่สูงเกินไป

ตารางที่ 3 ประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีของฟิล์มที่น้ำหนักต่าง ๆ

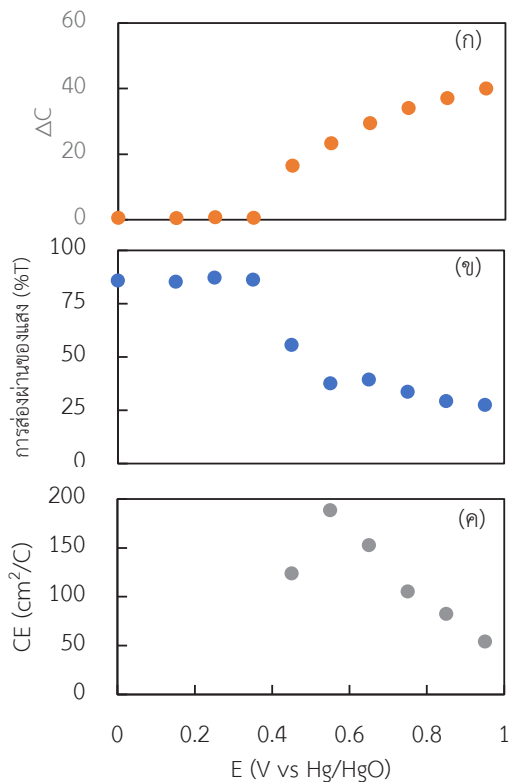
น้ำหนักฟิล์ม (mg)	(Tb - Tc)	Q (C/cm ²)	CE (cm ² /C)
7.15 ± 0.88	34.7	0.005	98.77 ± 4.77
10.32 ± 0.34	48.7	0.004	188.74 ± 3.24
12.44 ± 0.88	36.3	0.011	62.94 ± 2.98
19.78 ± 0.55	23.3	0.010	58.22 ± 2.57

3.4 ผลกระทบของศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนที่ส่งผลต่อสมบัติเชิงแสง

การศึกษาค่าการส่องผ่านของแสงและการเปลี่ยนสีตามความพึงพอใจของผู้อยู่อาศัยภายในอาคาร ทำโดยปรับศักย์ไฟฟ้าในช่วง 0 ถึง 1 โวลต์ ซึ่งเป็นช่วงที่ครอบคลุมตำแหน่งการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (0.55 โวลต์) ดังรูปที่ 9 พบว่า เมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้น จะทำให้ค่าสี (ΔC) เพิ่มขึ้น โดยการป้อนศักย์ไฟฟ้าในช่วง 0.35–0.55 โวลต์ จะทำให้อัตราการเพิ่มขึ้นของค่าสีต่อศักย์ไฟฟ้าที่ป้อน ($\Delta C/E$) มีค่าค่อนข้างคงที่ประมาณ 65 ในขณะที่ ป้อนศักย์ไฟฟ้าในช่วง 0.65–0.95 โวลต์ จะมีอัตราการเพิ่มขึ้นของค่าสีต่อศักย์ไฟฟ้าที่ป้อน ($\Delta C/E$) มีค่าเพียง 20 ในขณะที่ยังค่าการส่องผ่านของแสงภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าในช่วง 0.35–0.55 โวลต์ จะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว เท่ากับ 37.5 (คิดเป็นประมาณ 50% ของค่าการส่องผ่านแสงเริ่มต้น) และเมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนในช่วง 0.65–0.95 โวลต์ จะมีการเปลี่ยนแปลงค่าการส่องผ่านของแสงเพียง 27.6 จะเห็นได้ว่า การป้อนศักย์ไฟฟ้าในช่วงที่เริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน จนถึงสิ้นสุดปฏิกิริยา (เกิดกระแสแวนไดคในรูปที่ 2 (ข)) ในช่วง 0.455–0.623 โวลต์) จะให้ค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) สูงสุดที่ตำแหน่งพีคของเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (0.55 โวลต์) คือ 188.74 ตารางเซนติเมตรต่อคูลอมบ์ และเมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าสูงกว่าช่วงการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน จะทำให้ฟิล์มมีการเปลี่ยนสีสูงขึ้นและค่าการส่องผ่านของแสงลดลง เพียงเล็กน้อย จึงทำให้ประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) มีค่าลดลงอย่างต่อเนื่อง

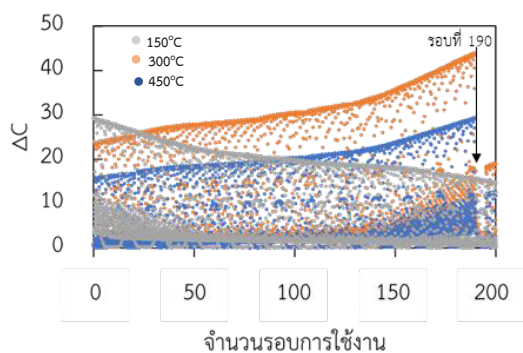
3.5 เสถียรภาพของฟิล์มภายหลังการใช้งาน

เสถียรภาพฟิล์มทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวล



รูปที่ 9 สมบัติเชิงแสง (ก) การเปลี่ยนแปลงสี (ข) การส่องผ่านของแสง และ (ค) ประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีของฟิล์ม निकเกิลออกไซด์ที่มีน้ำหนัก 10.3 มิลลิกรัม เติร์มที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ภายหลังการป้อนศักย์ไฟฟ้าต่าง ๆ

แทมเมตรี (CV) ที่ป้อนศักย์ไฟฟ้า 0 ถึง 1 โวลต์ จำนวน 200 รอบใช้งาน โดยมีอัตราการสแกน 10 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ดังรูปที่ 10 พบว่า ฟิล์ม निकเกิลออกไซด์เติร์มได้ที่ 300 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนสีที่เพิ่มสูงขึ้น ในรอบการใช้งาน 1–190 รอบ (ค่าเพิ่มขึ้นจาก 23 เป็น 47) อาจเป็นเพราะการเคลื่อนที่เข้าออกของไฮดรอกไซด์ไอออนบนฟิล์ม ทำให้ฟิล์มเกิดความเครียด (Stress) และอนุภาคอาจเกิดการแตกเป็นอนุภาคเล็ก ๆ [14] ทำให้มีพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้นส่งเสริมการเคลื่อนที่ของไฮดรอกไซด์ไอออนไปยังฟิล์ม อย่างไรก็ตาม เมื่อผ่านการใช้งานไปมากกว่า 190 รอบ ค่าการเปลี่ยนสีของฟิล์มลดลงอย่างรวดเร็ว (ลดลงจาก 47 เหลือ 15) อาจเป็นเพราะ



รูปที่ 10 เสถียรภาพการเปลี่ยนสี-จางสีของฟิล์มที่มีนิกเกิล เป็นองค์ประกอบที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ฟิล์มที่มีอนุภาคขนาดเล็กเกิดการหลุดออกจากฟิล์ม หรือ การแตกของฟิล์มที่มากเกินไปทำให้การส่งผ่านอิเล็กตรอน ไม่มีประสิทธิภาพ เป็นที่น่าสังเกตว่า ฟิล์มนิกเกิลออกไซด์ เตรียมที่ 450 องศาเซลเซียส มีแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงสี คล้ายกับฟิล์มนิกเกิลออกไซด์เตรียมที่ 300 องศาเซลเซียส แต่มีค่าการเปลี่ยนแปลงสีน้อยกว่า อาจเป็นเพราะอนุภาคนิกเกิลออกไซด์เตรียมที่ 450 องศาเซลเซียส มีความเป็นผลึกสูง ทำให้การเข้าออกของไฮดรอกไซด์ไอออนเกิดขึ้นได้ยาก เนื่องจากการเกิดการบิดเบี้ยว (Distortion) เกิดได้ยากกว่านิกเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ที่ 300 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตาม หากฟิล์มมีโครงสร้างอสัณฐาน (ฟิล์มเตรียมได้ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส) แม้จะส่งเสริมให้ไฮดรอกไซด์

ไอออนเคลื่อนที่เข้าออกได้ดี ส่งผลให้ค่าการเปลี่ยนแปลงสีสูงในช่วงต้น อย่างไรก็ตาม โครงสร้างที่มีความเป็นผลึกต่ำ จะมีความแข็งแรงน้อย มีโอกาสที่จะหลุดร่อนออกจากกระจกได้ง่าย ซึ่งจะเห็นได้จากการลดลงของค่าการเปลี่ยนแปลงสีเมื่อรอบการใช้งานเพิ่มขึ้น

การเปรียบเทียบประสิทธิภาพของฟิล์มที่เตรียมได้ จากงานวิจัยนี้กับงานวิจัยอื่น ๆ ดังตารางที่ 4 พบว่า ฟิล์ม นิกเกิลออกไซด์เตรียมได้ที่ 300 องศาเซลเซียส และมีน้ำหนัก 10.32 มิลลิกรัม บนกระจก ITO ขนาด 3×3 ตารางเซนติเมตร จะมีค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) สูงสุดเท่ากับ 188.7 ตารางเซนติเมตรต่อคูอมบ์ และผลต่างของการส่องผ่านของฟิล์มขณะเปลี่ยนสีและการส่องผ่านของฟิล์มขณะจางสี ($T_b - T_c$) มีค่า 48.7

แม้ฟิล์มที่เตรียมได้นี้ จะมีค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี ต่ำกว่าการเตรียมด้วยวิธี Physical Vapor Deposition [15] และมีความคงทนต่ำกว่าการเตรียมด้วยวิธี Electrostatic Spray Deposition [16] หากแต่ ฟิล์มที่ได้นี้มีประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) ใกล้เคียงกับการเตรียมฟิล์มจากสารตั้งต้น นิกเกิลคลอไรด์ ร่วมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อเกิดตะกอนของอนุภาคนิกเกิลไฮดรอกไซด์ ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) และอนุภาคนี้นี้จะถูกนำไปละลายในเอทิลีนไกลคอล เกิดเป็นสารละลายสีเขียวใส แล้วนำไปเตรียมร่วมกับอนุภาคนิกเกิลขนาดนาโนที่อัตราส่วน $\text{Ni}(\text{OH})_2:\text{Ni} = 1:19$ เคลือบด้วยเทคนิค Spray

ตารางที่ 4 ผลต่างของการส่องผ่านของแสงผ่านฟิล์มขณะเปลี่ยนสีกับค่าการส่องผ่านของแสงฟิล์มขณะจางสี ($T_b - T_c$) และประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) ของฟิล์มที่ประกอบด้วยนิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีต่าง ๆ

วัสดุ	$T_b - T_c$	CE (cm^2/C)	วิธีการเตรียมฟิล์ม	อุณหภูมิที่ใช้เผาฟิล์ม ($^{\circ}\text{C}$)	ความหนาฟิล์ม (nm)	ความคงทนในการใช้งาน (รอบ)
NiO	48.7	188.7	Spin coating (งานวิจัยนี้)	300	-	190
WO_3/NiO	61	386	Physical vapor deposition [15]	1200	613	-
NiO-MWCNT	50	30	Electrostatic spray deposition [16]	-	166	5,000
WO_3/NiO	52.7	90	Cathodic arc plasma [17]	-	200	72
NiO/Ni	67	175	Spray pyrolysis [18]	300	215	10,000
NiO	30	-	Spin coating [19]	300	470	7
NiO	40.1	43.5	Spin coating [20]	300	10	-
NiO	62.3	42.8	Spin coating [9]	150	-	6000

Pyrolysis และเผาที่อุณหภูมิเดียวกันกับงานวิจัยนี้ จะได้ฟิล์ม NiO/Ni ที่มีความคงทนสูง [18] หากแต่การสังเคราะห์ฟิล์ม NiO จากงานวิจัยนี้ เป็นการสังเคราะห์ที่ง่ายและทำได้เพียงขั้นตอนเดียว โดยนำนิเกิลไฮดรอกไซด์ ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) มาไฮโดรไลซิสด้วยกรดไนตริก จะได้สารละลายสีเขียว เมื่อนำมาขึ้นฟิล์มด้วยเทคนิค Spin Coating เผาที่อุณหภูมิเดียวกัน จะได้ฟิล์ม NiO ที่มีค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) ใกล้เคียงกัน ยิ่งไปกว่านั้น ฟิล์มที่เตรียมได้นี้ยังมีค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) สูงกว่าในงานวิจัยอื่น ๆ ด้วย [9], [17], [19], [20]

4. สรุป

ฟิล์มนิเกิลออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีเคมีเปียกแบบขั้นตอนเดียว (Wet Chemical) เป็นวิธีที่ง่ายและราคาถูก โดยการเตรียมสารตั้งต้นจากการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) นิเกิลไฮดรอกไซด์ ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) ด้วยกรดไนตริก และเกิดอนุภาคนิเกิลออกไซด์ (NiO) จากการเผาที่ 300 องศาเซลเซียส ขนาด 15.6 นาโนเมตร และฟิล์มที่ได้เป็นฟิล์มใสที่สามารถเปลี่ยนสมบัติเชิงแสงได้ เมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าที่ 0.55 โวลต์ ฟิล์มจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาล และฟิล์มนี้จะกลับมาสีอีกครั้ง เมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าที่ 0.35 โวลต์ โดยมีค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสีสูงสุดเท่ากับ 188.74 ตารางเซนติเมตรต่อκυลอมป์ และมีความคงทนต่อการใช้งานถึง 190 รอบ

5. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจากทุนอุดหนุนการวิจัยและพัฒนา คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา และหน่วยวิจัยพัฒนาเทคโนโลยีและนวัตกรรมพลังงานทางเลือก เพื่อภาคอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยบูรพา

เอกสารอ้างอิง

- [1] P. Jittiarporn, S. Badilescu, M. N. Al Sawafta, L. Sikong and V. V. Truong, "Electrochromic properties of sol-gel prepared hybrid transition metal oxides – A short review," *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, vol. 2, no. 3, pp. 286–300, 2017.
- [2] G. Bo, X. Wang, K. Wang, R. Gao, B. Dong, L. Cao, and G. Su, "Preparation and electrochromic performance of NiO/TiO₂ nanorod composite film," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 728, pp. 878–886, 2017.
- [3] H. Lin, Z. Wang, Q. Han, R. Wang, L. Pan, H. Zhu, M. Wan and Y. Mai, "The growth, properties and application of reactively sputtered nickel oxide thin films in all thin film electrochromic devices," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 270, pp. 11596–11606, 2021.
- [4] M. Bonomo, "Synthesis and characterization of NiO nanostructures: A review," *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 20, pp. 1–26, 2018.
- [5] K. Zhou, Z. Qi, B. Zhao, S. Lu, H. Wang, J. Liu, and H. Yan, "The influence of crystallinity on the electrochromic properties and durability of NiO thin films," *Surfaces and Interfaces*, vol. 6, pp. 91–97, 2017.
- [6] M. Shi, T. Qiu, B. Tang, G. Zhang, R. Yao, W. Xu, J. Chen, X. Fu, H. Ning, and J. Peng, "Temperature-controlled crystal size of wide band gap nickel oxide and its application in electrochromism," *Micromachines*, vol. 12, no. 1, pp. 80–91, 2021.
- [7] D.R. Sahu, T.J. Wu, S.C. Wang, and J.L. Huang, "Electrochromic behavior of NiO film prepared by e-beam evaporation," *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, vol. 2, no. 2, pp. 225–232, 2017.
- [8] M. R. González-Siso, X. Gaona, L. Duro, M. Altmaier, and J. Bruno, "Thermodynamic



- model of Ni(II) solubility, hydrolysis and complex formation with ISA,” *Radiochimica Acta*, vol. 106, no. 1, pp.31–45, 2018.
- [9] X. Xie, C. Gao, X. Du, G. Zhu, W. Xie, P. Liu, and Z. Tang, “Improved optical and electrochromic properties of NiO_x films by low-temperature spin-coating method based on NiO_x nanoparticles,” *Materials*, vol. 11, no. 5, pp.760–772, 2018.
- [10] Y. Wu, Y. He, T. Wu, T. Chen, W. Weng, and H. Wan, “Influence of some parameters on the synthesis of nanosized NiO material by modified sol–gel method,” *Materials Letters*, vol. 61, no. 14–15, pp. 3174–3178, 2007.
- [11] M.M. Selim and N.A. Fathy, “Factors affecting the catalytic hydrogenation of p-nitrophenol by nano nickel supported on egyptian kaolin,” *Egyptian Journal of Chemistry*, vol. 55, no. 6, pp. 649–658, 2012.
- [12] F. T. Therma, E. Manikandan, A. Gurib-Fakim, and M. Maaza, “Single phase bunsenite NiO nanoparticles green synthesis by Agathosma betulina natural extract,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 657, pp. 655–661, 2016.
- [13] G. Atak and O.D. Coskun, “Effects of anodic layer thickness on overall performance of all-solid-state electrochromic device,” *Solid State Ionics*, vol. 341, pp. 115045–115053, 2019.
- [14] T. Tatsuma, S. Saitoh, P. Ngaotranwiwat, Y. Ohka and A. Fujishima, “Energy storage of TiO₂-WO₃ photocatalysis systems in the gas phase,” *Langmuir*, vol. 18, pp. 7777–7779, 2002.
- [15] G. T. Phan, D. V. Pham, R. A. Patil, C. H. Tsai, C. C. Lai, W. C. Yeh, Y. Liou, and Y.R. Ma, “Fast-switching electrochromic smart windows based on NiO-nanorods counter electrode,” *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol.231, pp. 111306–111316, 2021.
- [16] A. Berlanga-Rodriguez, F. Avalos-Belmontes, M.A. Arvizu, C.R. Garcia, F.J. Rodriguez-Varela, E. Oyervides-Munoz and M.A. Garcia-Lobato, “Influence of the diameter of multi-walled carbon nanotubes on the electrochromic performance of NiO thin films,” *Materials Letters*, vol. 289, pp. 129403–129406, 2021.
- [17] P. W. Chen, C. T. Chang, T. F. Ko, S. C. Hsu, K. D. Li, and J. Y. Wu, “Fast response of complementary electrochromic device based on WO₃/NiO electrodes,” *Scientific Reports*, vol. 10, pp. 8430–8441, 2020.
- [18] Q. Zhao, J. Wang, Y. Cui, X. Ai, Z. Chen, C. Cao, F. Xu, and Y. Gao, “The discovery of conductive ionic bonds in NiO/Ni transparent counter electrodes for electrochromic smart windows with an ultra-long cycling life,” *Materials Advances*, vol. 2, pp. 4667–4676, 2021.
- [19] Z. Zrikem, G. Song, A. A. Aghzaf, M. Amjoud, D. Mezzane, and A. Rougier, “UV treatment for enhanced electrochromic properties of spin coated NiO thin films,” *Superlattices and Microstructures*, vol. 127, pp. 35–42, 2019.
- [20] C. Zhao, C. Chen, F. Du, and J. Wang, “Template synthesis of NiO ultrathin nanosheets using polystyrene nanospheres and their electrochromic properties,” *RSC Advance*, vol. 5, pp. 38533–38537, 2015.