บทที่ 3
อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้สนใจที่จะศึกษา การปลูกเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์บนกระจกนำไฟฟ้าในไออะซีโตนด้วยกระบวนการ chemical vapor deposition (CVD) และประยุกต์เป็นเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง เป็นสารกึ่งตัวนำในส่วน photoelectrode ของเซลล์แสงอาทิตย์ ชนิดสีย้อมไวแสง ซึ่งมีส่วนประกอบหลักๆ 3 ส่วน คือ photoelectrode, electrolyte และ counterelectrode โดยที่งานวิจัยนี้จะศึกษาความหนาของชั้นฟิล์มซิงก์ที่จะมีผลต่อการปลูกเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์ และประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้แบ่งขั้นตอนในการทดลองออกเป็นขั้นตอนได้ดังนี้

1. การออกแบบประดิษฐ์เตาเผาชนิดท่อ
2. การทำความสะอาดและเคลือบฟิล์มซิงก์บนกระจกนำไฟฟ้า
3. การออกแบบระบบสำหรับการปลูกเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์ ศึกษาผลของการปลูกเส้นลวดซิงก์ออกไซด์ ที่เงื่อนไขความหนาของฟิล์มซิงก์ และอัตราการไหลของอะซีโตนต่างๆ
4. การเตรียม counterelectrode
5. การเตรียมเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงและศึกษาประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ที่มีการปลูกเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์บน photoelectrode

3.1 การออกแบบและประดิษฐ์เตาเผาชนิดท่อ

ได้ทำการออกแบบและประดิษฐ์เตาเผาชนิดท่อ สำหรับการปลูกเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์ โดยที่มีวัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนดังต่อไปนี้

- แผ่นสแตนเลสหนา 0.6 mm.
- เซรามิคไฟเบอร์บอร์ด ยี่ห้อ ISOWOOL Board

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

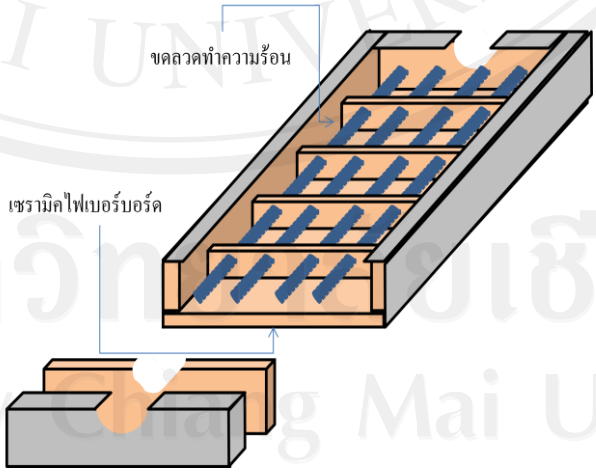
- ขดลวดทำความร้อน ยี่ห้อ OMEGA รหัสสินค้า TJ 36 – CAIN – 316G – 12 – CC – XC1B
- ท่อควอตซ์ (Quartz tube) เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 5 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 4.4 cm.
- สายไฟ
- เทอร์โมคัปเปิล (thermocouple)
- ชุดควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller)
- เครื่องเชื่อมไฟฟ้า
- กรรไกรตัดสแตนเลส
- คีมจับและค้อนยาง

1. ทำการออกแบบขนาดของส่วนเตาเผาที่ทำจากกล่องสแตนเลส ขนาด 30 × 40 × 8 cm. (กว้าง×ยาว×สูง) โดยทำการตัดแผ่นสแตนเลส จำนวน 2 ชุด สำหรับเป็นส่วนของเตาเผาส่วนบนและส่วนล่าง

2. ทำการพับกล่องสแตนเลสจากแบบที่ได้ตัดแล้วในขั้นตอนที่ 1 แล้วทำการเชื่อมด้วยไฟฟ้า

3. ทำการตัดเซรามิคไฟเบอร์บอร์ดวางรอบๆกล่องด้านใน เพื่อใช้สำหรับวางขดลวดให้ความร้อน และกันความร้อน อีกทั้งป้องกันการลัดวงจรระหว่างขดลวดทำความร้อนกับกล่องสแตนเลส

4. ทำการวางขดลวดทำความร้อน ดังรูปที่ 3.1.1



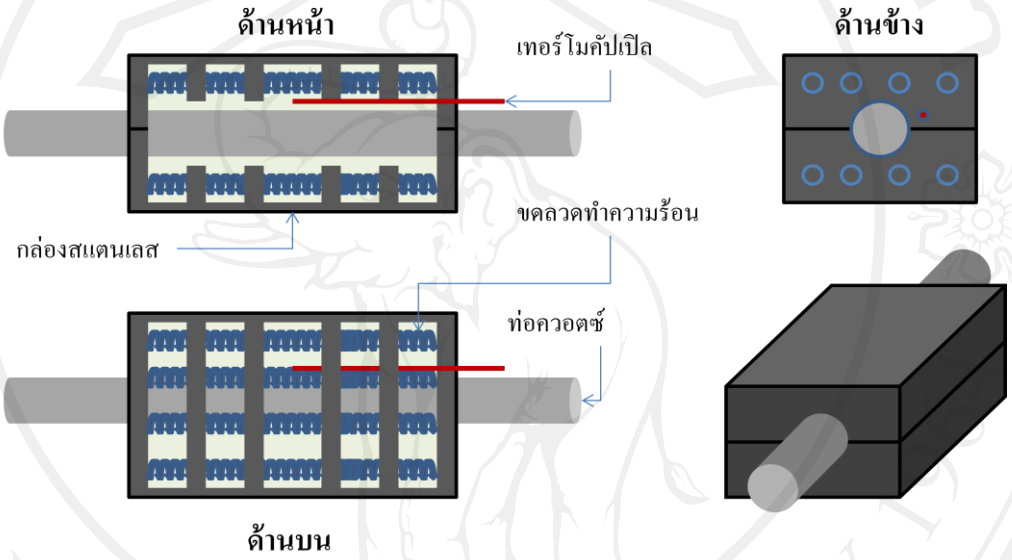
รูปที่ 3.1.1 การวางเซรามิคไฟเบอร์บอร์ดและขดลวดทำความร้อน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

5. ทำการต่อวงจรไฟฟ้า โดยต่อขดลวดทำความร้อนกับสายไฟแล้วต่อเข้ากับชุดควบคุมอุณหภูมิ

6. ทำการเจาะรูที่ด้านข้างของกล่องเพื่อใส่เทอร์โมคัปเปิล และต่อเทอร์โมคัปเปิลเข้ากับชุดควบคุมอุณหภูมิ

7. ทำการประกอบชิ้นส่วนต่างๆ ซึ่งจะได้เตาเผาชนิดท่อ ดังรูปที่ 3.1.2



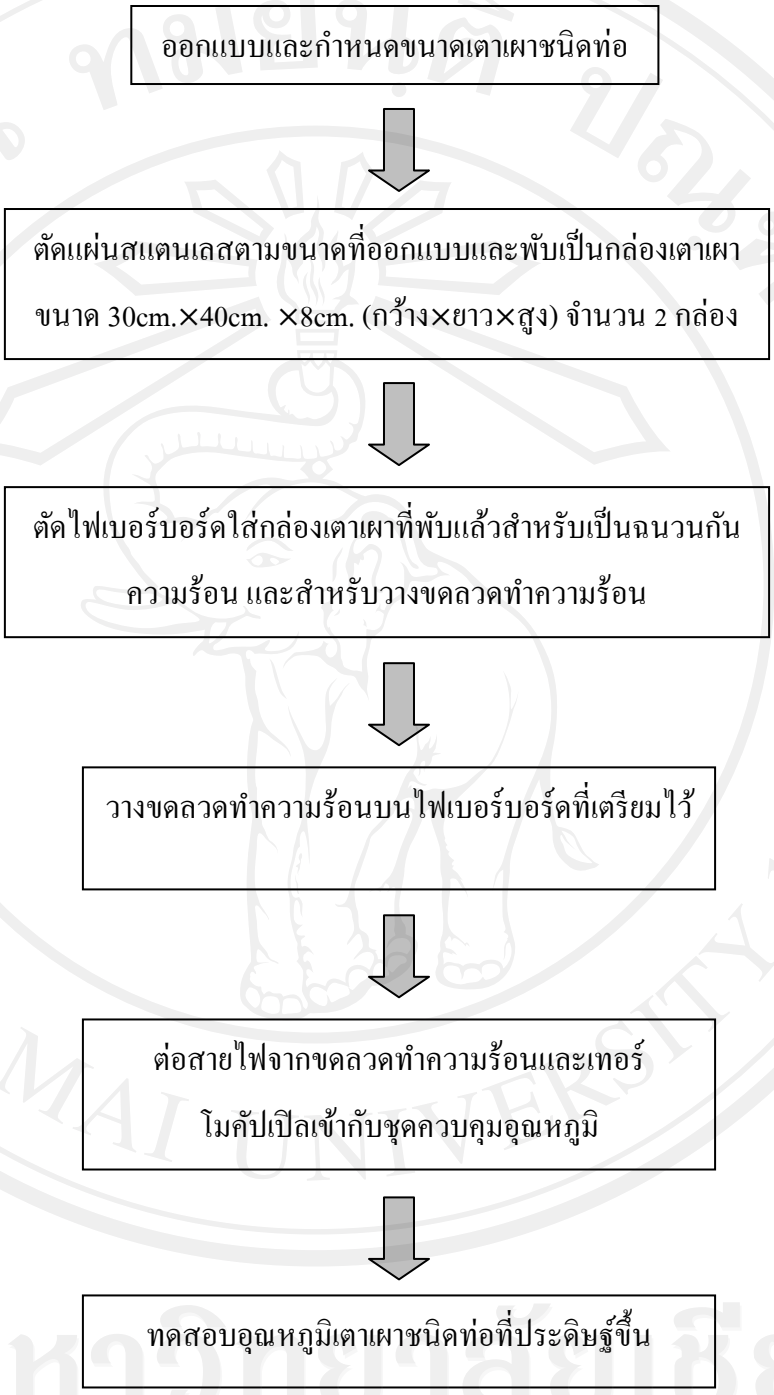
รูปที่ 3.1.2 แสดงลักษณะของเตาเผาชนิดท่อที่ประกอบเรียบร้อยแล้ว

8. ทำการต่อสายไฟจากขดลวดทำความร้อนและเทอร์โมคัปเปิลเข้ากับชุดควบคุมอุณหภูมิ

9. ทำการตรวจเช็คอุณหภูมิและระยะของท่อเผา โดยตั้งให้อุณหภูมิ 850 °C

ขั้นตอนการออกแบบและประดิษฐ์เตาเผาชนิดท่อ แสดงดังรูปที่ 3.1.3

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.1.3 แผนผังแสดงการออกแบบและประดิษฐ์เตาเผาชนิดท่อ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2 การทำความสะอาดและเคลือบฟิล์มซิงก์บนกระจกนำไฟฟ้า

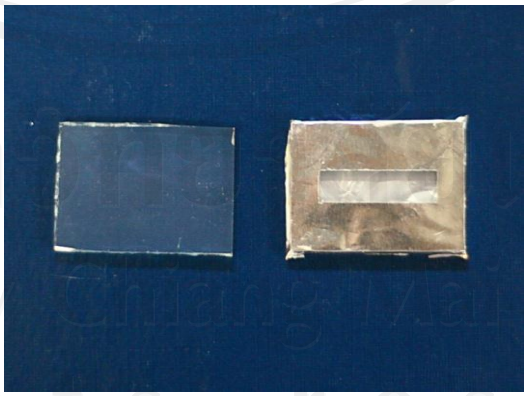
การทำความสะอาดและเคลือบฟิล์มซิงก์บนกระจกนำไฟฟ้า เป็นการทำความสะอาดกระจกนำไฟฟ้าและเตรียมชั้นของฟิล์มซิงก์บนกระจกนำไฟฟ้าด้วยกระบวนการระเหยเป็นไอของซิงก์ไปเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้า สำหรับนำไปปลูกเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์บนกระจกนำไฟฟ้า และประดิษฐ์เป็นเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง โดยที่มีวัสดุและอุปกรณ์ ดังนี้

- กระจกนำไฟฟ้า (FTO glass)
- อะลูมิเนียมฟอยล์ (aluminium foil)
- ผงซิงก์ (Zinc powder)
- เครื่อง Ultrasonic cleaner
- เครื่อง evaporation
- เครื่องเป่าลมร้อน
- Acetone
- Anticeptic
- น้ำกลั่น

1. ตัดกระจกนำไฟฟ้าให้มีขนาด 2×3 cm. ทำการทำความสะอาดกระจกนำไฟฟ้าด้วยการแช่ใน anticeptic แล้วนำเข้าเครื่อง Ultrasonic cleaner เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นทำการล้างด้วยน้ำกลั่น

2. นำกระจกนำไฟฟ้าที่ล้างแล้วใน ข้อ 1 มาแช่ใน acetone แล้วนำเข้าเครื่อง Ultrasonic cleaner เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นทำการล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วทำให้แห้งด้วยการเป่าลมร้อน

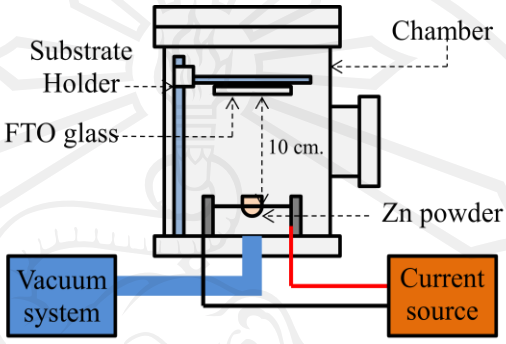
3. ทำการตัดแผ่นอะลูมิเนียมฟอยด์ให้เป็นรูขนาด 2×0.5 cm. และนำไปห่อกระจกนำไฟฟ้าที่ได้ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้ว ดังแสดงในรูปที่ 3.2.1



รูปที่ 3.2.1 แสดงขนาดของกระจกที่ตัด และการห่อด้วยอะลูมิเนียมฟอยล์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

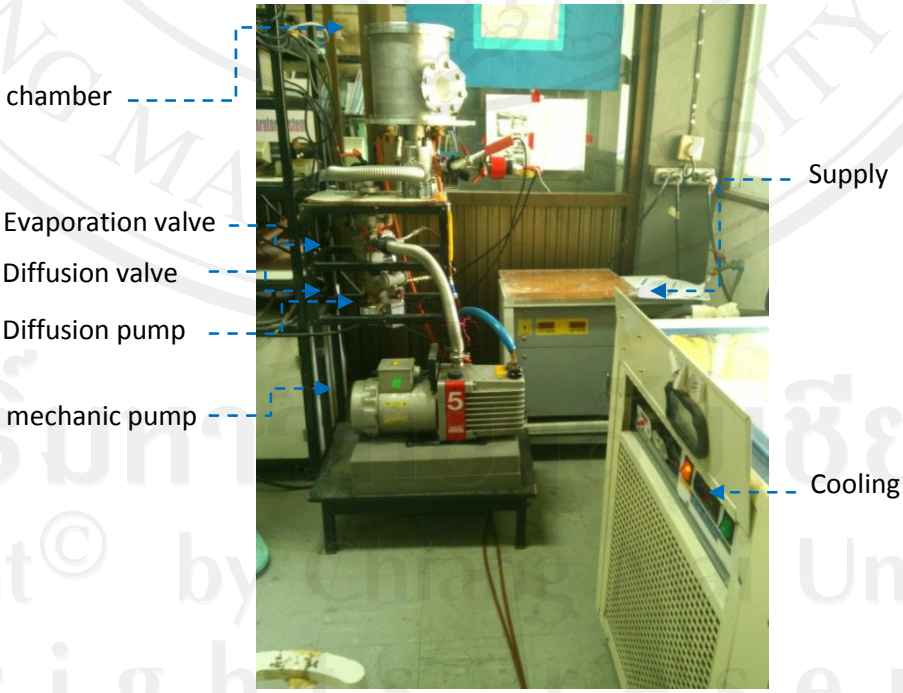
4. ทำการเคลือบฟิล์มซิงก์บนกระจำนำไฟฟ้าด้วยกระบวนการระเหยเป็นไอของซิงก์ไปเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าด้วยเครื่อง evaporator ลักษณะการวางกระจกนำไฟฟ้าในการทำ evaporation แสดงดังในรูปที่ 3.2.2 โดยใช้สารซิงก์ 0.125, 0.25 และ 0.5 กรัม ตามลำดับ สำหรับการควบคุมความหนาของฟิล์มซิงก์บนกระจกนำไฟฟ้า



รูปที่ 3.2.2 แสดงลักษณะการวางกระจกและระยะห่างจากสารซิงก์ในการ evaporation

5. กำหนดระยะความสูงของกระจกนำไฟฟ้าให้สูงจากสารซิงก์ในถ้วยเซรามิค เป็นระยะ 10 cm.

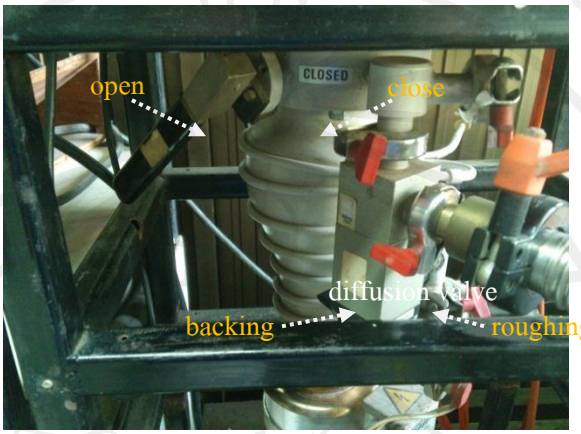
ส่วนประกอบต่างๆของ evaporator แสดงดังรูปที่ 4.3.3



รูปที่ 3.2.3 เครื่อง evaporator และส่วนประกอบต่างๆ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

6. ทำการตรวจเช็คตำแหน่งวาล์วของเครื่อง evaporator ให้อยู่ที่ตำแหน่ง roughing และวาล์วของ diffusion pump อยู่ที่ตำแหน่ง close ดังแสดงในรูปที่ 3.2.4



รูปที่ 3.2.4 แสดงตำแหน่งของ evaporation valve และ diffusion valve

7. เปิด mechanic pump และ pirani gauge ดังแสดงในรูปที่ 3.2.5 และรอความดันของ pirani gauge ลดลงถึงระดับ 10^{-2} torr (mbar)

รูปที่ 3.2.5 pirani gauge และ penning gauge

8. เปิดระบบหล่อเย็นทั้ง pump และ cooling

9. เสียบปลั๊กต้มน้ำมันของ diffusion pump และเปิดวาล์วของเครื่อง evaporation ไปยังตำแหน่ง backing

10. รอประมาณ 10-15 นาที เพื่อน้ำมันเดือด

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

11. เปิดวาล์วของ diffusion pump ไปยังตำแหน่ง open เปิด penning gauge และรอความดันลดลงถึงระดับ 10^{-5} torr (mbar)

12. เปิดระบบจ่ายกระแสไฟฟ้า ค่อยๆขึ้นกระแสไฟฟ้าจนสารซิงก์ในถ้วยเซรามิคระเหยหมด

13. เมื่อสารซิงก์ระเหยหมด ปิดระบบจ่ายกระแสไฟฟ้า และปิดวาล์วของ diffusion pump ไปที่ตำแหน่ง close

14. ปิด penning gauge และ ถอดปลั๊กต้มน้ำมันของ diffusion pump

15. รอให้น้ำมันของ diffusion pump เย็นลง ประมาณ 15 นาที

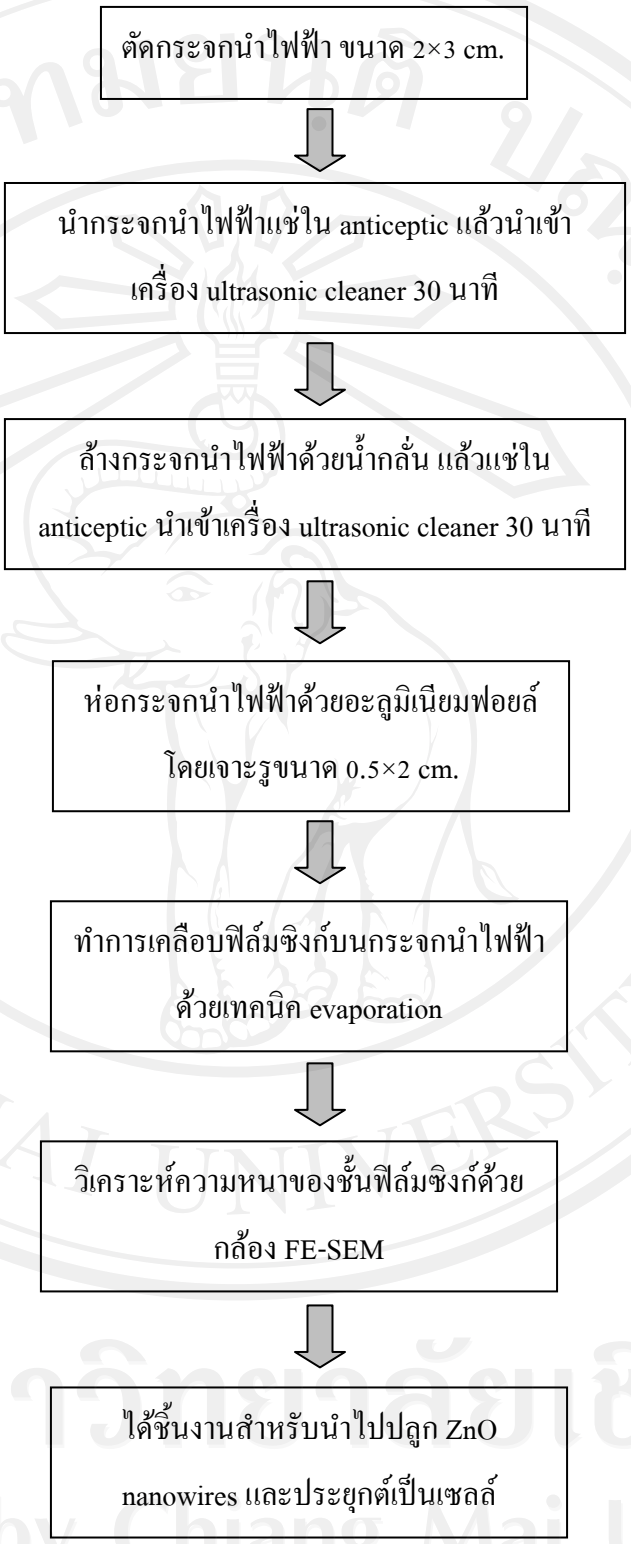
16. ปิดวาล์วของเครื่อง evaporation ไปที่ตำแหน่ง roughing

17. ปิด mechanic pump, pirani gauge และ ระบบหล่อเย็น

18. นำชิ้นงานที่เคลือบด้วยสารซิงก์ออกจากเครื่อง evaporation

ขั้นตอนในการทำความสะอาดและเคลือบฟิล์มซิงก์บนกระจกนำไฟฟ้า แสดงดังในรูปที่ 3.2.6

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.2.6 แผนผังแสดงการทำความสะอาดและเคลือบฟิล์มซิงก์บนกระจกนำไฟฟ้า

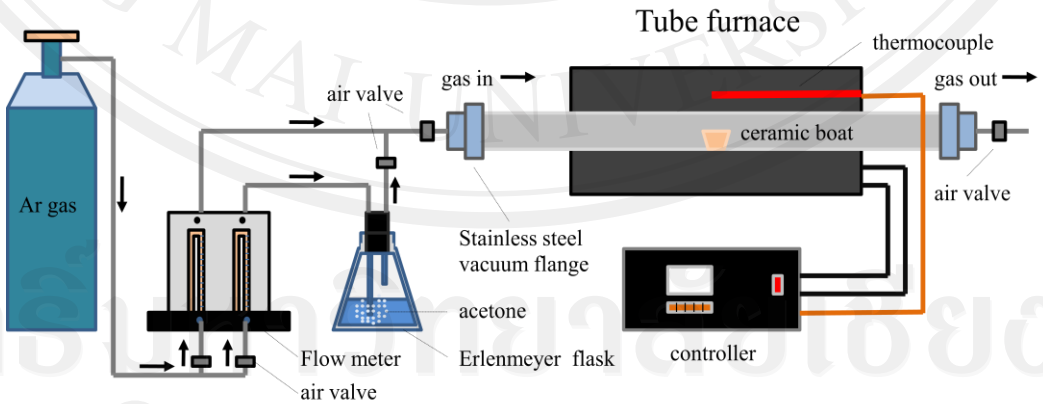
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3 การออกแบบระบบสำหรับการปลูกเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์ศึกษาผลของการปลูกเส้นลวดซิงก์ออกไซด์ ที่เงื่อนไขความหนาของฟิล์มซิงก์ และอัตราการไหลของอะซีโตนต่างๆ

ทำการออกแบบระบบสำหรับการปลูกเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์ในไอของอะซีโตนด้วยกระบวนการ chemical vapor deposition (CVD) ซึ่งส่วนประกอบต่างๆ ของระบบมีดังต่อไปนี้

- แก๊สอาร์กอน (Ar gas) ชนิด commercial grade
- อะซีโตน (acetone)
- flow meter
- เตาเผาชนิดท่อและตัวควบคุม
- ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask)
- ท่อสายยางสำหรับใช้ในการส่งแก๊ส
- ถ้วยเซรามิค (ceramic boat)
- Stainless steel vacuum flange
- Air valve
- กระจกนำไฟฟ้าที่มีชั้นของซิงก์เคลือบ
- Zn powder

ลักษณะการออกแบบระบบสำหรับการปลูกเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์ในไออะซีโตนด้วยกระบวนการ CVD แสดงดังรูปที่ 3.3.1



รูปที่ 3.3.1 การออกแบบระบบสำหรับการปลูกเส้นลวดซิงก์ออกไซด์ในไออะซีโตนด้วยกระบวนการ CVD

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

1. ใช้สารซิงก์ปริมาณ 0.125g ใส่ในถ้วยเซรามิค วางไว้ในตำแหน่งกึ่งกลางท่อของเตาเผา และนำชิ้นงานกระจกนำไฟฟ้าที่มีชั้นของซิงก์เคลือบอยู่ วางที่ระยะห่าง 18 cm. จากตำแหน่งกึ่งกลางท่อ

2. ทำการจ่ายกระแสไฟให้แก่เตาเผาและเปิด air valve ทำการเปิด Ar gas ที่อัตราการไหล 1L/min เป็นระยะเวลา 5 นาที เพื่อเป็นการไล่ O_2 ที่มีค้างอยู่ในเตาเผา

3. เมื่อครบเวลา 5 นาที ทำการปิด air valve ทั้งหมดเพื่อป้องกันไม่ให้ไอของซิงก์ระเหยออกจากเตาเผาและไม่ให้ O_2 เข้ามาในระบบ รอจนกระทั่งอุณหภูมิถึง 850 ˚C

4. ที่อุณหภูมิ 850 ˚C ทำการเปิด air valve และให้ Ar gas ที่อัตราการไหล 0.5 L/min พร้อมกับอัตราการไหลของอะซีโตนที่ 12.5, 25 และ 50 sccm ตามลำดับเงื่อนไขการทดลองแต่ละครั้ง เป็นระยะเวลา 15 นาที

5. ปิด air valve ของระบบ เป็นเวลา 15 นาที เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างไอของซิงก์และอะซีโตน

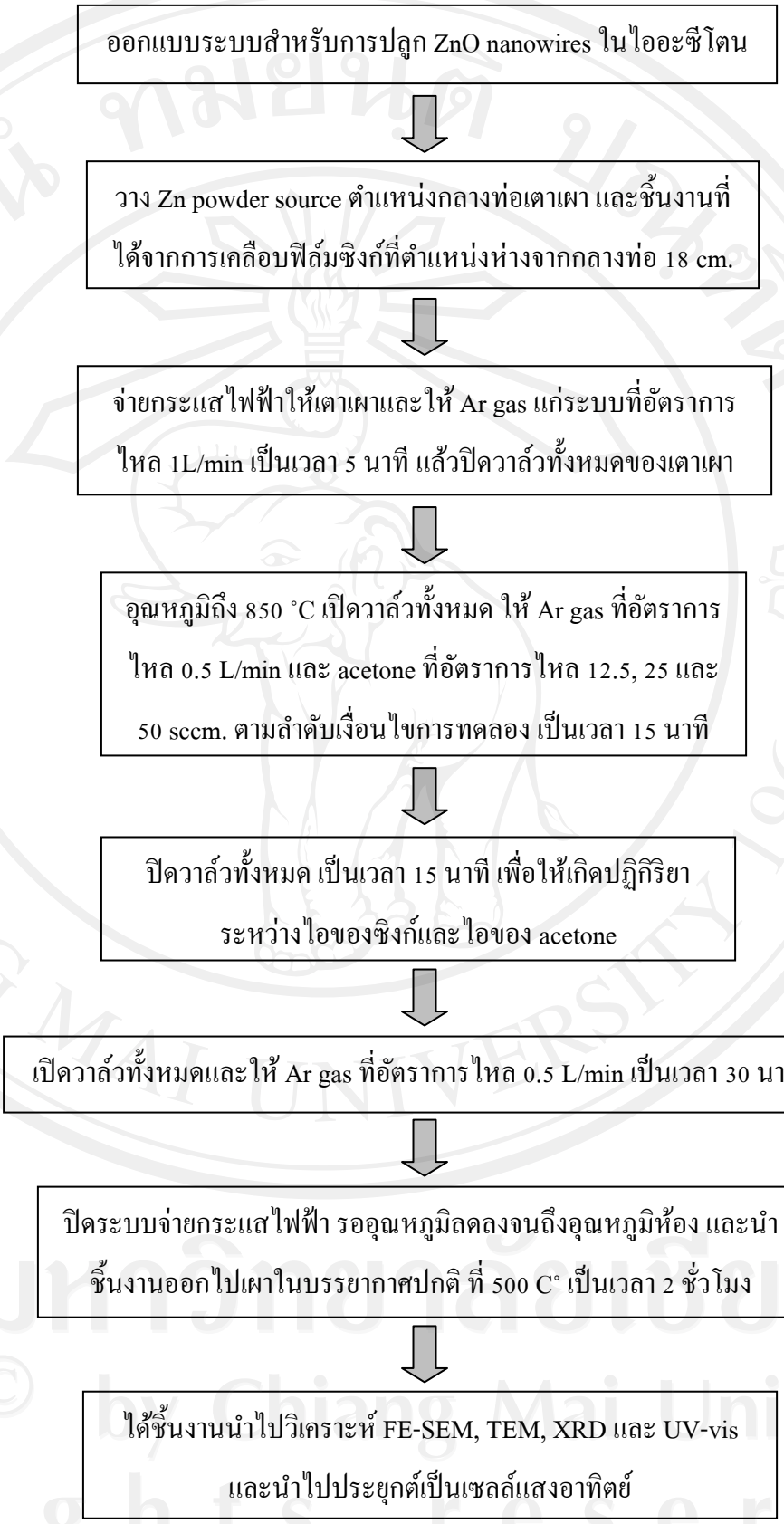
6. เปิด air valve ของระบบ และให้ Ar gas ที่อัตราการไหล 0.5 L/min เป็นเวลา 30 นาที ไล่ไอของอะซีโตนออกจากระบบเพื่อให้หยุดการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอของซิงก์และอะซีโตน

7. ลดอุณหภูมิเตาเผาลงจนถึงอุณหภูมิห้อง

8. นำชิ้นงานที่ได้ไปเผาในบรรยากาศปกติ ที่ 500 ˚C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อทำการกำจัดคาร์บอนที่มีปะปนหลงเหลือบนชิ้นงาน

ขั้นตอนการปลูก ZnO nanowires ด้วยกระบวนการ CVD แสดงดังรูปที่ 3.3.2

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.3.2 แผนผังแสดงขั้นตอนการปลูก ZnO nanowires ด้วยกระบวนการ CVD

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

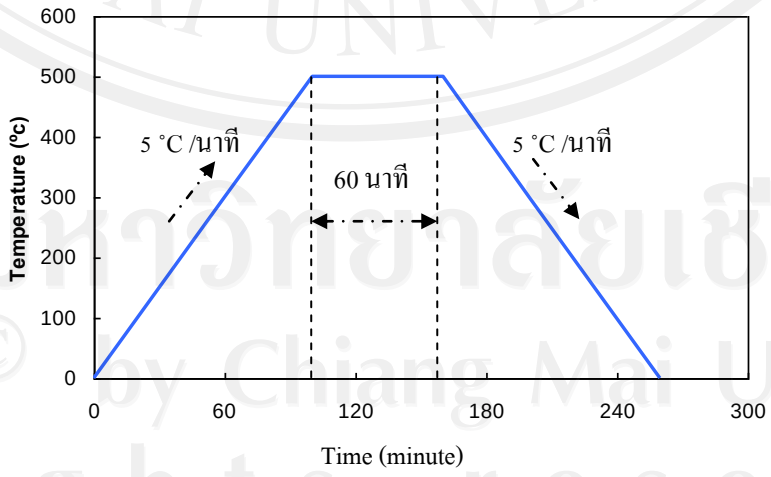
3.4 การเตรียม counterelectrode

เป็นการเตรียมในส่วนชิ้นงานในส่วนของ counterelectrode ซึ่งมีหน้าที่รับอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานจากภายนอกกลับคืนเข้าสู่เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ซึ่งมีวัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนการทดลองดังนี้

- กระจกนำไฟฟ้า ขนาด 2×3 cm.
- อะซีโตน (acetone)
- สารละลาย Hydrogen hexachloroplatinate ที่ใช้อะซีโตนเป็นตัวทำละลาย ความเข้มข้น 20 mM
- เตาเผาสาร
- เครื่อง Ultrasonic cleaner
- เครื่องเป่าลมร้อน
- น้ำกลั่น

1. นำกระจกนำไฟฟ้าที่ตัดแล้วขนาด 2×3 cm. ไปทำความสะอาดโดยการแช่ในอะซีโตน แล้วนำเข้าเครื่อง Ultrasonic cleaner เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นอีกครั้ง แล้วทำให้แห้งด้วยการเป่าลมร้อน

2. หยดสารละลาย Hydrogen hexachloroplatinate ที่ใช้อะซีโตนเป็นตัวทำละลาย ความเข้มข้น 20 mM ลงบนกระจกนำไฟฟ้าที่ทำความสะอาด แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500°C นาน 60 นาที ซึ่งแผนผังอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา และลักษณะของกระจกนำไฟฟ้าที่มี platinum เคลือบ แสดงดังรูปที่ 3.5.1และ 3.5.2 ตามลำดับ



รูปที่ 3.4.1 แผนผังอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา counterelectrode

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.4.2 Platinum ที่เคลือบอยู่บกระจกนำไฟฟ้า

3.5 การเตรียมเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง และการศึกษาประสิทธิภาพเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

การทดลองนี้เป็นการประยุกต์ ZnO nanowires ที่ได้จากการปลูกมาใช้เป็นในส่วนของขั้ว photoelectrode ของเซลล์แสงอาทิตย์และทำการวัดประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ที่ได้ ซึ่งการทดลองมีวัสดุอุปกรณ์ และขั้นตอนการทดลองดังนี้

- กระจกนำไฟฟ้าที่ได้ทำการปลูก ZnO nanwires บนพื้นผิวด้านนำไฟฟ้า (ZnO nanowires electrode)
- กระจกนำไฟฟ้า ขั้ว counterelectrode
- แผ่นพาราฟิล์ม
- สีย้อม (dye) ชนิด Eosin-Y
- สาร electrolyte 0.03M I_2+0.3M LiI ในตัวทำละลาย propylene carbonate

1. นำ ZnO nanowires electrode แช่สีย้อม (dye) ชนิด Eosin-Y ที่อุณหภูมิห้องนาน 2 ชั่วโมง

2. นำ ZnO nanowires electrode ที่แช่สีย้อมแล้วมาประกบกับ counterelectrode โดยที่มีแผ่นพาราฟิล์มหนา 2 ชั้น กั้นไว้ระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง

3. หยดสาร electrolyte 0.03M I_2+0.3M LiI ในตัวทำละลาย propylene carbonate เข้าระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง

4. นำเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมที่ได้ไปทดสอบวัดประสิทธิภาพและเซลล์เคมีไฟฟ้า

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved