บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์การทดลองและวิธีการทดลอง

สำหรับบทนี้จะเกี่ยวข้องกับการทดลองในงานวิจัยเป็นการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide : TiO_2) ด้วย กระบวนการ ซอลเจล (sol-gel process) และกระบวนการกลั่นไหลกลับ (reflux process) เพื่อให้ทราบถึงคุณสมบัติของ TiO_2 ของทั้ง 2 กระบวนการมีความเหมือนหรือแตกต่างกันอย่าง ซึ่งจะนำข้อมูลที่ทำการพิสูจน์ด้วยเทคนิคต่างที่ใช้วิเคราะห์ทำให้ทราบถึงเอกลักษณ์ของ TiO_2 เช่น XRD, SEM, TEM, PL, UV และ Raman spectroscopy เป็นต้นที่จะให้ยืนยันของสารตั้งต้นที่ได้ทำการสังเคราะห์ที่กล่าวไว้เบื้องต้น เพื่อเตรียมเป็นฟิล์มบางที่เคลือบลงบน กระจกนำไฟฟ้า FTO สำหรับใช้เป็นโฟโตอิเล็กโทรด จากนั้นถึงทำการประกอบเป็นเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง เพื่อทำการวัดประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ลำดับต่อไปอาจจะสรุปขั้นตอนการทดลองแสดงดัง รูปที่ 3.1

การศึกษาค้นคว้าของงานวิทยานิพนธ์นี้สามารถแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอน ตามรายละเอียดดังนี้

1 การสังเคราะห์ อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ด้วยเทคนิค ซอลเจล และ การกลั่นไหลกลับ

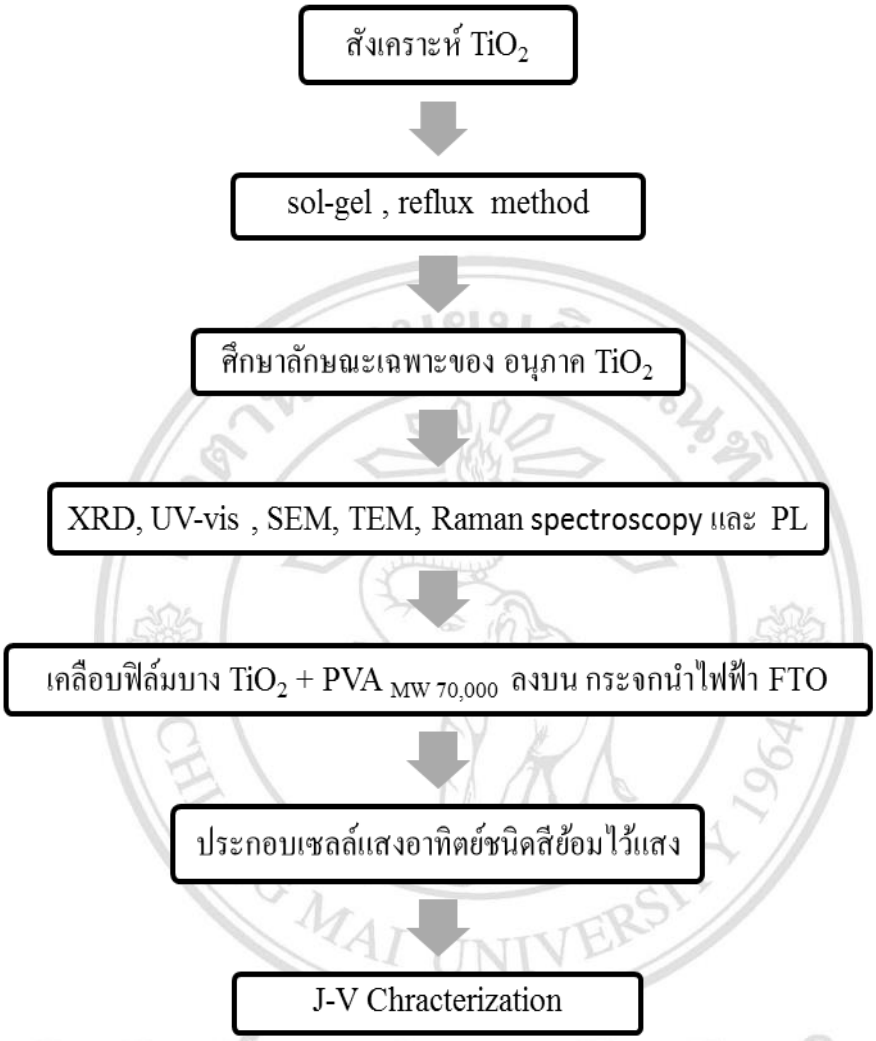
2 การวิเคราะห์เพื่อหาเอกลักษณะเฉพาะของ TiO_2ด้วยเทคนิคต่างๆของเครื่องมือที่จะบ่งบอกรายละเอียดได้ ดังต่อไป

3 นำไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ด้วยเทคนิค ซอลเจล และ การกลั่นไหลกลับมาผสมกับ PVA ($MW_{80,000}$) ใน อัตราส่วนต่างๆ เพื่อหาเงื่อนไขการเตรียมฟิล์มบางที่เคลือบลงบนกระจก FTO

4 ประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง แล้วทำการวัดประสิทธิภาพ (J-V solar simulator of 1000 W xenon lamp light source under simulated 1.5 AM sunlight illumination with 100 mW cm^{-2})

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากการทดลองที่กล่าวมาข้างต้นแล้ว พอสรุปได้ เป็นแผนผังขั้นตอนการทดลองตามรูปที่ 3.1 ดังนี้



รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนในการทดลอง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.1 วัสดุและอุปกรณ์ในการทดลอง

ในการทำวิจัยนี้มีข้อมูลรายละเอียดของวัสดุและอุปกรณ์สารเคมีต่าง ๆ ดังนี้

3.1.1 สารเคมี

1. Titanium dioxide powder (P25) anatase nanopowder < 25 nm particle size 99.7%, MW = 79.87ผลิตโดยบริษัท Fluka Analytical ใช้เป็นตัวมาตรฐานเพื่อเปรียบเทียบกับตัวสังเคราะห์
2. Titanium (IV) butoxide, $Ti(OBu)_4$, ($C_{16}H_{36}O_4Ti$, $\geq$ 97%,), MW = 340.32 ผลิตโดยบริษัท BDH laboratory Sopplies ใช้เป็นสารตั้งต้นเพื่อ สังเคราะห์ Titanium dioxide
3. I-Propanal (C_3H_8O, 99.5%) MW = 60.10 ผลิตโดยบริษัท QRCC
4. Acetylacetone ($CH_3CO.CH_2.CO.CH_3$, 99%) MW = 100.12 ผลิตโดยบริษัท BDH laboratory Sopplies
5. Ethanal (EtOH, 95%) ผลิตโดยบริษัท Grade ใช้เป็นตัวทำละลายในการเตรียมสาร
6. Nitri acid (NHO_3, 65%,), MW = 63.013ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba ใช้เป็นส่วนประกอบของการเตรียมสาร
7. น้ำกลั่น (Deionized water) ใช้เป็นตัวทำละลายในการเตรียมสาร
8. LiI , 98% ผลิตโดยบริษัท Fluka ใช้เป็นส่วนประกอบของสารละลายอิเล็กโทรไลต์
9. I_2 ผลิตโดยบริษัท Asia pacific specialty chemicals limited (APS) ใช้เป็นส่วนประกอบของสารอิเล็กโทรไลต์
10. แผ่นพาราฟิล์ม ผลิตโดยบริษัท Pechiney plastic packaging เพื่อใช้ประกอบเซลล์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.1.2 อุปกรณ์

สำหรับอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองสามารถอธิบายถึงข้อมูลรายละเอียด ดังที่จะกล่าวในลำดับต่อไป ตามนี้

1. การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffaction : XRD)

2. การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-VIS Spectrophotometer) รุ่น Lambda 25 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer

3. การวิเคราะห์หาองค์ประกอบของไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยเครื่อง Raman spectroscopy รุ่น T6400 JY ผลิตโดยบริษัท Horiba Jobin Yvon, France

4. การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา ขนาดรูปร่าง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียม ด้วยเทคนิคของ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) และเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive analysis of X-ray : EDX) รุ่น JSM – 6335 ผลิตโดยบริษัท JEOL Japan

5. การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างการจัดเรียงตัวของระนาบของผลึกสารที่ทำการเตรียม ด้วยเทคนิค กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Microscope : TEM) รุ่น JEM – 2010 ผลิตโดยบริษัท JEOL Japan

6. วัดประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ด้วยเครื่อง (J-V solar simulator of 1000 W xenon lamp light source under simulated 1.5 AM sunlight illumination with 100 mW cm^{-2})

7. วิเคราะห์ค่าพลังงานที่ปล่อยออกมาของชิ้นงานด้วยเทคนิคPhoto luminescence spectroscopy : PL ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer รุ่น LS50B

3.2 วิธีการทดลอง

ในส่วนของงานวิจัยนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนการทดลอง สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ส่วน คือ การสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ด้วย วิธี ซอลเจล และวิธี การกลั่นไหลกลับแล้วหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโน TiO_2 หาเงื่อนไขการเตรียมฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจกนำไฟฟ้า FTO ในลำดับต่อไปทำการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไว้แสง และทำการวัดประสิทธิภาพของเซลล์ที่เตรียมไว้

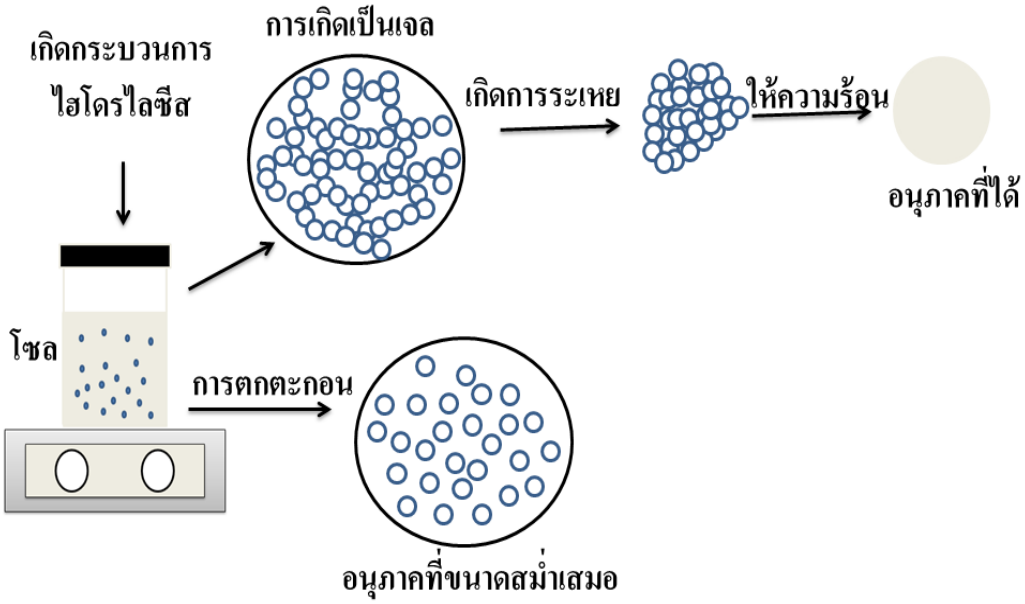
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโน TiO_2 โดยวิธี ซอลเจล (sol-gel method)

สำหรับในส่วนนี้ได้ทำการเตรียมอนุภาคนาโน TiO_2 ด้วยเทคนิค ซอลเจล โดยได้เอาการเตรียมด้วย วิธีนี้ อ้างอิงจากงานวิจัย [8] ซึ่งจะกล่าวถึงรายละเอียด ขั้นตอนการทดลอง ดังต่อไปนี้

เริ่มแรกด้วยการเตรียมสารละลาย Titanium (IV) butoxide ,($Ti(OBu)_4$) ในปริมาตร 8.68 mL ผสมกับ Ethanol (EtOH) ที่ทำการเจือจางจากความเข้มข้นเดิมให้ได้ความเข้มข้นใหม่ใน 0.05 mol เพื่อใช้เป็นตัวทำละลาย ที่ปริมาตร 35 mL โดยบรรจุสารละลายทั้ง 2 ลงในภาชนะ บีกเกอร์ ที่มีความจุ 100 mL โดยจะอาศัยแท่งแม่เหล็กที่เรียกว่า แมกนีติกบาร์ เป็นตัวช่วยในการปั่นสารละลายให้กระจายเข้ากันเกือบจะเป็นสารเนื้อเดียวกัน สำหรับการ ปั่นสารละลายนี้ ยังต้องอาศัย เครื่อง stirrer เป็นตัวนำพาให้แท่ง แม่เหล็ก ขับเคลื่อนที่ ไปตามความเร็วของการหมุน หรือ ระดับความเร็วที่เหมาะสมที่ส่งต่อการกระจายของสารละลายให้ผสมผสานกันให้มากที่สุด ช่วงระยะเวลาที่ ปั่นสารละลายนั้น ใช้เวลาไป 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิของห้อง หลังจากทำการปั่นสารละลายครบตามเวลาที่กำหนดไว้แล้ว ลำดับต่อไป นำสารละลายดังกล่าวมากรอง ด้วยกระดาษกรองสารที่มีระดับค่าของช่องว่างระหว่างกันในลำดับ สเกล μm ในระหว่างช่วงการกรองสารละลายนั้นยังต้อง นำน้ำกลั่น (DI water) มาทำการล้างหลายๆรอบ เพื่อ ชะล้าง สารอินทรีย์อื่นๆ ที่ปนเปื้อนในสารที่ทำการเตรียมด้วยวิธีข้างต้น จากนั้นนำตะกอนที่ได้จากการกรอง มาระเหยเพื่อไล่น้ำออกในอุณหภูมิที่ 100 ^{o}C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ตะกอนดังกล่าวในลักษณะที่แห้ง แต่ยังไม่อยู่ในสภาพที่เป็นผง จึงทำการบดให้ละเอียดด้วยที่บดสาร เมื่อได้ ชิ้นงานตามที่ต้องการในลักษณะเป็นผงแล้ว จึงนำไปเผาที่เตาเผาสารในอุณหภูมิที่ 400 ^{o}C เป็นเวลานานถึง 2 ชั่วโมง ได้กำหนดช่วงอัตราการเผาเป็น 5 ^{o}C ต่อ 1 นาที เมื่อทำการเผาสารเสร็จสิ้นไปแล้ว ยังต้องนำ ผงที่ได้จากการเตรียมที่กล่าวมาข้างต้น มาบดอีกรอบ แล้วเก็บไว้เพื่อนำไปศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ได้

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.2 แสดงกระบวนการซอลเจลจากการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

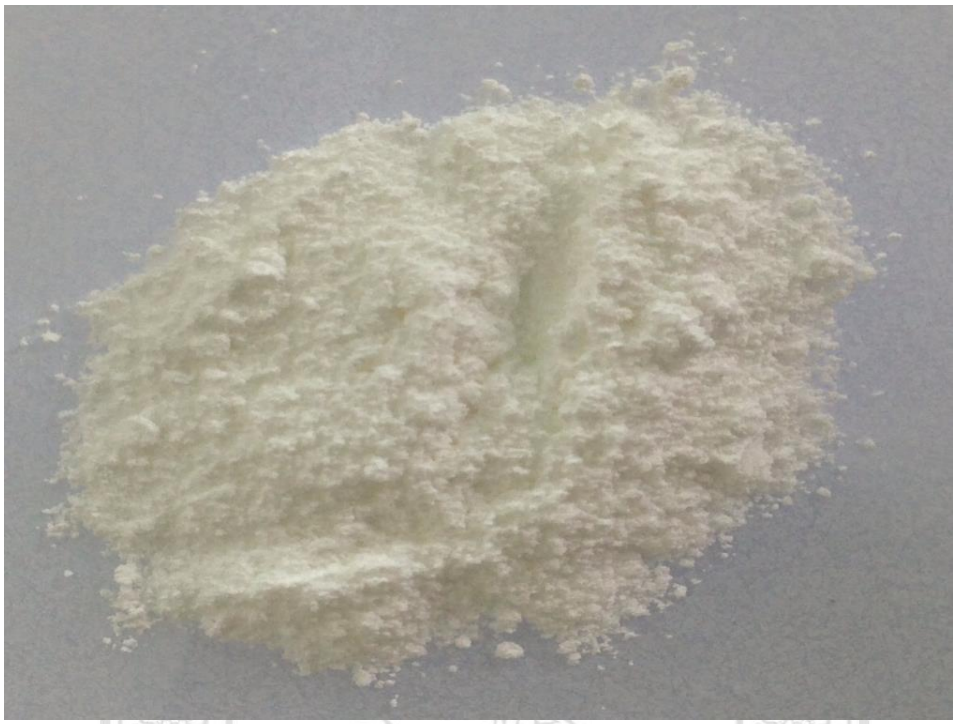
รูปที่ 3.3 ลักษณะของผง TiO_2 จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีซอลเจล

3.2.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโน TiO_2 โดยวิธี การกลั่นไหลกลับ (reflux method)

สำหรับในส่วนนี้ได้ทำการเตรียมอนุภาคนาโน TiO_2 ด้วยเทคนิค การกลั่นไหลกลับโดยการเตรียมด้วย ซึ่งจะกล่าวถึงรายละเอียด ขั้นตอนการทดลอง ดังต่อไปนี้

เริ่มต้นด้วยการเตรียมสารตั้งต้นที่มีลักษณะเป็นสารละลาย Titanium (IV) butoxide: ($Ti(OBu)_4$) สำหรับการเตรียมสารตัวอื่นๆที่จะผสมกับสารตั้งต้นนั้น ในงานวิจัยนี้จะเตรียมในลักษณะอัตราส่วนโดยโมล (molar ratio) ตามรายละเอียดดังนี้ $Ti(OBu)_4$:H_2O:I-Propanal:acac = 1:100:2:0.01 อัตราส่วนโดยโมล เมื่อเตรียมสารละลายดังกล่าวผสมเข้าด้วยกันแล้ว ที่บรรจุในบีกเกอร์ ขนาด 200 mL จากนั้นทำการปั่นสารละลายให้เข้ากันจนเป็นเนื้อเดียวกัน ด้วยเครื่อง stirrer ในระดับความเร็วที่เหมาะสมต่อการกระจายตัวให้สารละลายเข้ากันอย่างสม่ำเสมอ แล้วต้องใช้แท่งแม่เหล็ก ที่เรียกว่าแมกนีติกบาร์เป็นตัวช่วยในการปั่นสารละลายให้แตกกระจายกันอย่างทั่วถึง แท่งแม่เหล็กที่ กล่าวถึงนั้น จะมีลักษณะเป็นทรงรีเรียวๆ หรือ บางมุมมอง จะเป็นลักษณะที่คล้ายกับ ลูกฟุตซอร์ พอสังเกตได้ว่า สารละลายที่ทำการปั่นไว้นั้นมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันแล้ว เติม acetylacetone ลงไปที่ละหยด เพื่อไปกระตุ้นกระบวนการปฏิกิริยาเคมี ที่จะเร่งการเกิด จลนศาสตร์ของสารละลาย แล้วเวลาที่ใช้ในการปั่นสารละลายนั้น 4 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง เมื่อปั่นครบเวลาที่กำหนด ปล่อยไว้สักพักหนึ่ง จะสังเกตเห็นตะกอนที่เกิดขึ้นแยกออกจาก น้ำกลั่นอย่างชัดเจน ในลำดับต่อไป ทำการกรองสารละลาย ในขณะการกรองนั้นต้องทำการล้างไปด้วย หลายๆรอบโดยใช้น้ำกลั่น เพื่อชะล้างสารอินทรีย์และสิ่งปนเปื้อนที่ปะปนในสารที่ทำการเตรียมไว้ เมื่อกรองเสร็จเรียบร้อย นำส่วนที่กรองได้มาผสมกับน้ำกลั่นในปริมาตร 50 mL ซึ่งจะบรรจุลงในขวดรูปหัวใจ เพื่อที่จะเตรียมสารด้วยกระบวนการกลั่นไหลกลับ แล้วในช่วงจังหวะขณะเดียวกันที่ทำการเตรียม TiO_2 นี้จะเติม HNO_3 ลงไปขณะที่ทำการปั่นสารไปด้วยในกระบวนการรีฟลักซ์นี้ จนได้ค่า pH ~ 1-2.5 ใช้เวลาในการเตรียม TiO_2 นี้ 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 85 ^{o}C เมื่อทำการเตรียมสารด้วยวิธี กระบวนการกลั่นไหลกลับเสร็จสิ้นไปแล้ว ลักษณะของ TiO_2 ยังมีสภาพที่เปียกน้ำ เพราะฉะนั้นต้องไล่น้ำออกจาก โดยการระเหย อุณหภูมิที่ ใช้ 100 ^{o}C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงจะพบว่ามีลักษณะที่แห้งแล้ว ต่อไปนำ TiO_2 ไปบดให้ละเอียด แล้วค่อยนำไปเผาในเตาเผาสารที่ อุณหภูมิ 400 ^{o}C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ช่วงอัตราการเผาเป็น 5 ^{o}C ต่อ 1 นาที เมื่อทำการเผาสารเสร็จสิ้นไปแล้ว ยังต้องนำ ผงที่ได้จากการเตรียมที่กล่าวมาข้างต้น มาบดอีกรอบ แล้วเก็บไว้เพื่อนำไปศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ได้

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

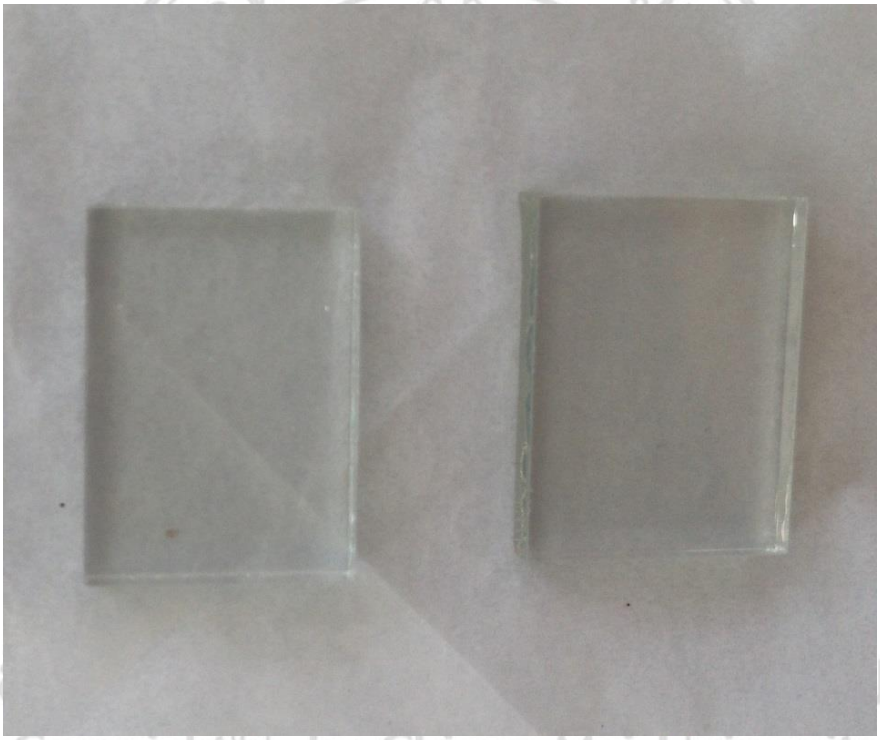


รูปที่ 3.4 ลักษณะของผง TiO_2 จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการกลั่นไหลกลับ

3.2.3 การเตรียมฟิล์มบางของอนุภาคนาโน TiO_2

สำหรับขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางถือว่า มีความสำคัญอย่างมากโดยเฉพาะอย่างยิ่ง ในงานวิจัยที่มุ่งเน้นที่จะเพิ่มศักยภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง โดยการที่จะประกอบเป็นเซลล์แสงอาทิตย์ได้ นั้นควรที่จะเตรียมฟิล์มบางให้ดีอีกด้วย ลักษณะของฟิล์มควรจะเรียบเนียนสม่ำเสมอ มีรอยร้าวของฟิล์มให้น้อยที่สุด แล้ว อนุภาคที่เคลือบบนFTO ควรจะเกาะติดกันอย่างแน่นแต่ หากว่าการที่จะเตรียมฟิล์มบางให้ได้ ตามที่ต้องการดังกล่าวก็เป็นเรื่องที่ค่อยข้างจะลำบาก สืบเนื่องมาจากหลายๆปัจจัยที่เป็นปัญหาอย่างยิ่งสำหรับในการทดลองในส่วนนี้ แล้วได้ศึกษาหาเงื่อนไงต่างๆนานาเพื่อจะให้ได้ลักษณะของฟิล์มบางให้ดีที่สุด ที่จะอธิบายถึงขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบาง ดังต่อไปนี้ นำกระจก FTO ที่ตัดเรียบร้อยมีขนาด ความยาว 2 cm ความกว้าง 1.5 cm ตามที่แสดงใน รูปที่ 3.4 ทำความสะอาด ด้วยการนำน้ำยาล้างจานประมาณ 2 หยด ผสมกับน้ำเปล่าที่บรรจุในบีกเกอร์ ในปริมาตร 50 mL จากนั้นทำการสั่นด้วยเครื่อง อัลตร้าโซนิค (ultrasonic) ใช้ เวลา 30 นาที จากนั้น นำ

บีกเกอร์ที่กล่าวไว้ ไล่น้ำยาล้างจานที่ผสมกับน้ำเปล่าออกด้วยการเปิดน้ำไหล จากก๊อกน้ำ จนมั่นใจว่าไม่มีการตกค้างของน้ำยาล้างจาน ในลำดับต่อนี้ห้ามใช้มือจับกระจกเด็ดขาดต้องใช้อุปกรณ์จับที่เรียกว่า ปากคีบ (forceps) เท่านั้นทำการขัวกระจก FTO ด้วยน้ำกลั่นที่ละแผ่น แล้วตามนำกระจก FTO ล้างในสารละลาย acetone และ ethanol ตามลำดับ จากนั้น ล้างด้วย น้ำกลั่น อีกรอบ เมื่อทำความสะอาดเสร็จเรียบร้อยจะใช้ แล้วค่อยนำไปเผาในเตาเผาสารที่ อุณหภูมิ 200 ^{o}C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ช่วงอัตราการเผาเป็น 5 ^{o}C ต่อ 1 นาที เมื่อทำการเผาเสร็จสิ้นไปแล้วเก็บกระจกไว้ในภาชนะที่สะอาด



รูปที่ 3.5 กระจก FTO ขนาด ความยาว 2 cm ความกว้าง 1.5 cm

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

สำหรับในส่วนนี้จะกล่าวถึงการเตรียม TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ 2 กระบวนการ เพื่อนำมาหาเงื่อนไขในอัตราส่วนที่เหมาะสม ต่อการเคลือบฟิล์มบาง ดังนี้

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนในการหาเงื่อนไขการสร้างฟิล์มบางของอนุภาค TiO_2 จากการเตรียม ด้วยวิธีซอลเจล และ วิธีกลั่นไหลกลับ

TiO_2	DI water (mL)	Ethanol (mL)	TiO_2:PVA (g)	เวลาที่ปั่นสาร (ชั่วโมง)
ซอลเจล	5	5	0.5 : 1	8
	3	7	0.5 : 1	8
	1	9	0.5 : 1	8
กลั่นไหลกลับ	5	5	0.5 : 1	8
	3	7	0.5 : 1	8
	1	9	0.5 : 1	8

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนในการหาเงื่อนไขการสร้างฟิล์มบางของอนุภาค TiO_2 จากการเตรียม ด้วยวิธีซอลเจล และ วิธีกลั่นไหลกลับ โดยได้ทำการเติม HNO_3, 65% ที่ความเข้มข้น 1 M

TiO_2	DI water (mL)	Ethanol (mL)	TiO_2:PVA (g)	เวลาที่ปั่นสาร (ชั่วโมง)	HNO_3, 65% (pH)
ซอลเจล	5	5	0.5 : 1	8	1
	3	7	0.5 : 1	8	
	1	9	0.5 : 1	8	
กลั่นไหลกลับ	5	5	0.5 : 1	8	1
	3	7	0.5 : 1	8	
	1	9	0.5 : 1	8	

เมื่อหาเงื่อนไขอัตราส่วนที่ผสมเข้าด้วยกันแล้วทำการ โดยใช้ PVA (MW=80,000) เป็นตัวประสานเชื่อม (binder)ใช้เวลาปั่นสารละลาย 8 ชั่วโมงเพื่อจะเตรียมฟิล์มบางอนุภาคนาโนของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ ทั้ง 2 กระบวนการ มาเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้า FTO ลักษณะจะคล้ายกับกาวลาเท็กซ์ สีขาวเข้ม จาก ตารางที่ 3.3 พบเงื่อนไขของอัตราส่วนที่ผสมผสานที่เหมาะสมที่ระบายสีเทา

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนที่เหมาะสมต่อการสร้างฟิล์มบางของอนุภาค TiO_2 จากการเตรียม ด้วยวิธีซอลเจล และ กระบวนการกลั่นไหลกลับโดยได้ทำการเติม HNO_3, 65% ที่ความเข้มข้น 1 M

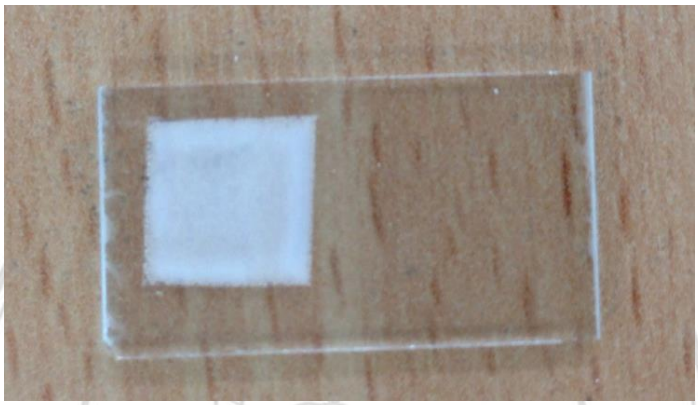
TiO_2	DI water (mL)	Ethanol (mL)	TiO_2:PVA (g)	เวลาที่ปั่นสาร (ชั่วโมง)	HNO_3, 65% (pH)
ซอลเจล	5	5	0.5 : 1	8	1
	3	7	0.5 : 1	8	
	1	9	0.5 : 1	8	
การกลั่นไหลกลับ	5	5	0.5 : 1	8	1
	3	7	0.5 : 1	8	
	1	9	0.5 : 1	8	

รูปที่ 3.6 อนุภาคนาโน TiO_2 + PVA ที่ผสมกันในอัตราส่วนโดยมวล 0.5 : 1

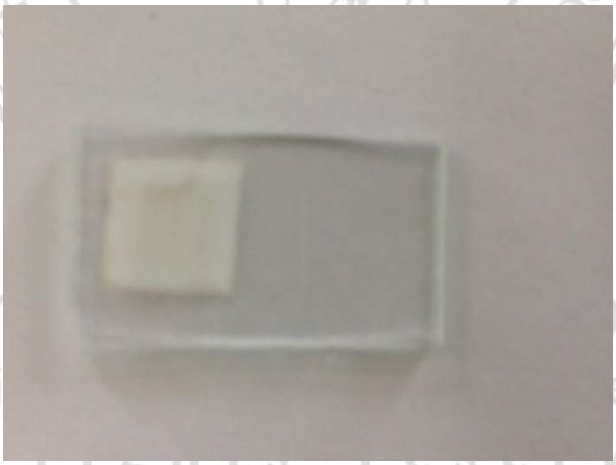
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การเตรียมฟิล์มบางของอนุภาคนาโน TiO_2 ที่เตรียมจะมีลักษณะตาม รูปที่ 3.6 แล้วเคลือบลงบนพื้นผิวด้านที่มีการนำไฟฟ้าของกระจก FTO ที่ทำความสะอาดไว้เรียบร้อย วัดค่าความต้านทานของกระจก FTO ได้ 13 โอห์ม (Ω) การเคลือบฟิล์มบางในงานวิจัยนี้ จะใช้เทคนิค doctor-blade ความหนาของชั้นฟิล์มนั้น ใช้ ความหนาของสติกเกอร์ (Sticker) PVC ยี่ห้อ Kodak จะเห็นลักษณะของฟิล์มบางที่เคลือบบน FTO ตามรูปที่ 3.7 จากนั้นปล่อยไว้ให้ฟิล์มบางแห้งสนิท ในขั้นตอนต่อไป นำฟิล์มที่เตรียมไว้เข้าสู่กระบวนการเผาโดยกำหนดอุณหภูมิ 450 ^{o}C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ช่วงอัตราการเผาเป็น 5

^{o}C ต่อ 1 นาที เมื่อทำการเผาเสร็จสิ้นไปแล้วเก็บกระจกไว้ในภาชนะที่สะอาด เพื่อทำการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงในลำดับต่อไป ฟิล์มที่ทำการเผาเสร็จเรียบร้อยแล้วจะมีลักษณะแสดงใน รูปที่ 3.8



รูปที่ 3.7 อนุภาคนาโน TiO_2 + PVA ที่เคลือบฟิล์มบางบนกระจก FTO



รูปที่ 3.8 ฟิล์มบาง อนุภาคนาโน TiO_2 + PVA ที่เผาอุณหภูมิ 450 ^{o}C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.4 การวัดประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

จากหลักการที่กล่าวมาแล้วในบทที่ 2 อธิบายถึงทฤษฎีของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไว้แสง แล้วยังกล่าวไปถึง ส่วนประกอบของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง นั้น จะประกอบไปด้วย 3 ส่วนหลักๆ คือ โฟโตอิเล็กโทรด อิเล็กโทรไลต์ และ เคาน์เตอร์อิเล็กโทรด สำหรับในงานวิจัยนี้ จะอธิบายถึงขั้นตอนการเตรียม อิเล็กโทรไลต์ และ เคาน์เตอร์อิเล็กโทรด ส่วน โฟโตอิเล็กโทรดนั้น ได้อธิบายไปแล้วในส่วนการเตรียมฟิล์มบางของอนุภาค TiO_2 และในลำดับสุดท้าย จะเป็นการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงเพื่อ วัดค่าประสิทธิภาพ J-V Chracterization

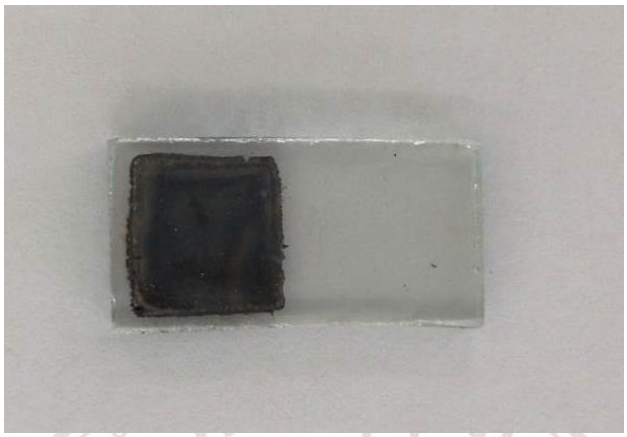
3.2.4.1 ขั้นตอนการเตรียมอิเล็กโทรไลต์

อิเล็กโทรไลต์ถือเป็นสารละลายอีกตัวที่มีความสำคัญต่อการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง เนื่องจากว่า อิเล็กโทรไลต์นี้จะทำหน้าที่ในการลำเลียงอิเล็กตรอนในระบบให้เกิดการเคลื่อนที่ภายในระบบแล้วจะส่งอิเล็กตรอนไปแทนที่ตัวที่ขาดหายไป ในการเตรียมอิเล็กโทรไลต์นี้ จะประกอบไปด้วยสารเคมี ดังนี้ สารละลย Acetonitril ในจำนวนปริมาตร 10 mL ชั่ง LiI จำนวนโดยประมาณ 0.6680 g ชั่ง I_2 จำนวน 0.0712 g ลำดับต่อจากนี้ไป คือขั้นตอนการเตรียมอิเล็กโทรไลต์ นำ LiI และ I_2 เติมลง Acetonitril ในจำนวนปริมาตร 5 mL ปั่นจนกระทั้ง สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นค่อยเติมส่วนที่เหลือของ Acetonitril ในปริมาตร 5 mL คนหรือ ปั่นด้วยเครื่อง stirrer จนพบว่า สารละลายจนไม่มีตะกอนเกิดขึ้น

3.2.4.2 ขั้นตอนการเตรียมเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด

นำกระจกที่ทำความสะอาดไว้แล้ว จากนั้น ตัดสติกเกอร์ PVP ยี่ห้อ Kodak ทำเป็นบล็อกกรอบสี่เหลี่ยม 0.8 cm x 0.8 cm ติดทาบลงบนกระจก FTO ด้านที่เคลือบสารนำไฟฟ้า จากนั้น หยดสารละลาย Cl_6H_2Pt ลงที่บล็อกดังกล่าว ปล่อยทิ้งไว้สักพักให้ สารละลายที่เคลือบบนกระจกนั้นแห้ง แล้วนำไปเผาที่ เตาเผาโดยกำหนดอุณหภูมิ 450 ^{o}C เป็นเวลา1 ชั่วโมง ช่วงอัตราการเผาเป็น 5 ^{o}C ต่อ 1 นาที เมื่อทำการเผาเสร็จสิ้นไปแล้วจะเห็นลักษณะของกระจกที่เคลือบ Pt นั้นตาม รูปที่ 3.9 เก็บกระจกไว้ในภาชนะที่สะอาด เพื่อทำการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงในลำดับต่อไป

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.9 กระจกนำไฟฟ้าที่เคลือบด้วย Pt

3.2.4.3 ขั้นตอนการประกอบเซลล์

การประกอบเซลล์แสงอาทิตย์สำหรับที่จะวัดประสิทธิภาพมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. นำกระจกที่เคลือบฟิล์มบางที่ทำการเตรียมไว้เบื้องต้นนั้น มาแช่ใน สีย้อมไวแสง N719 ที่มีความเข้มข้น 0.5 mmol เป็นเวลา 30 นาที และ 1 ชั่วโมง ตามลำดับ เมื่อแช่จนครบตามเวลาที่กำหนดแล้ว นำไปอบ ที่ อุณหภูมิ 70-80 เพื่อให้สีย้อมนั้นแห้งสนิท
2. ติดพาราฟิล์มให้มีความหนา 2 ชั้นบริเวณรอบ Pt
3. นำโฟโตอิเล็กโทรดที่เตรียมไว้แล้วเพื่อมาประกบเข้ากับเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด เมื่อประกบกันเสร็จเรียบร้อย ค่อยฉีดอิเล็กโทรไลต์เข้าไปในเซลล์ที่ประกอบไว้แล้ว
4. วัดประสิทธิภาพเซลล์แสงอาทิตย์ด้วย J-V Chracterization

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3 การหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโน TiO_2

การที่จะวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะต่างๆ ของอนุภาคนาโน TiO_2 จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีซอลเจล และ กระบวนการกลั่นไหลกลับนอกจากนี้ในงานวิจัยยังต้องทำการศึกษาที่ดูลักษณะสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบต่างๆที่และสมบัติทางแสงรวมไปถึงศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

3.3.1 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและเฟส แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ที่ใช้ คือ Cu Kα ในช่วงความยาวคลื่น λ = 1.5406 Å วิเคราะห์ในช่วง 2θ ตั้งแต่ 10 – 80 องศา สำหรับเครื่องนี้ผลิตโดยบริษัท BRUKER AXS รุ่น D8NCE ทำการแปลงข้อมูลจากการวิเคราะห์ XRD ด้วยโปแกรม Philips X'Pert จากนั้นทำการเทียบหาองค์ประกอบของสารโดยการนำข้อมูลเทียบกับ database ของ JCPDS software

รูปที่ 3.10 X-ray diffractometer [51]

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การเตรียมชิ้นงานเพื่อทำการวิเคราะห์โดยการนำผงของ TiO_2 วางบนกระจกสไลด์ แล้วปาดผิวหน้าของชิ้นงานให้เรียบ

3.3.2 วิเคราะห์ด้วยการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องมือวัดการดูดกลืน (UV-VIS Spectrophotometer)

สมบัติทางแสงของอนุภาคนาโน TiO_2 สามารถหาวิเคราะห์ได้โดยเครื่อง UV-VIS เพื่อศึกษาหาสมบัติการดูดกลืนของแสงในช่วง UV-VIS สำหรับในงานวิจัยนี้ใช้ รุ่น Lambda 25 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

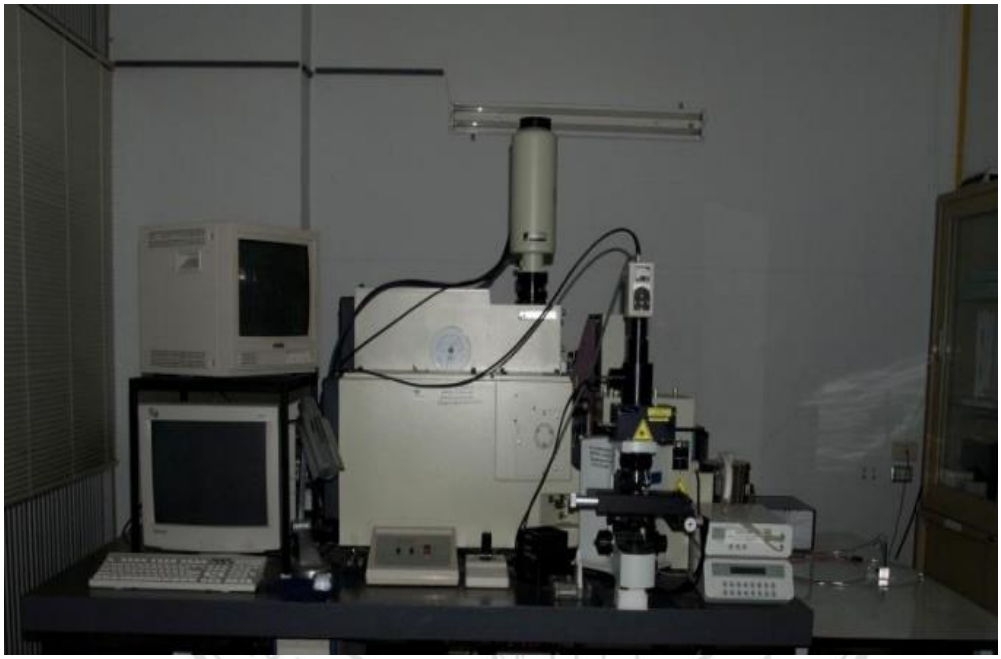
รูปที่ 3.11 UV-VIS Spectrophotometer

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การเตรียมชิ้นงานเพื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-VIS สำหรับในงานวิจัยนี้จะเตรียมในลักษณะของสารละลาย โดยใช้อนุภาคนาโน TiO_2 ละลายใน DI water แล้วทำให้อนุภาคนาโน TiO_2 กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ด้วยการสั่นของเครื่อง ultrasonic จากนั้นบรรจุสารละลายที่เตรียมไว้ ลงใน cuvette ที่ทำมาจากควอทซ์ เนื่องจากว่า ควอทซ์มีค่าแถบช่องว่างพลังงานสูงทำให้ผลการวิเคราะห์ไม่ถูกรบกวน

3.3.3 วิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโคปี (Raman-spectroscopy)

สเปกตรัมรามานจะเป็นกราฟที่มีความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีรามานที่กระเจิงออกมาเทียบกับความถี่ที่แตกต่างออกไปจากความถี่ของแสงตกกระทบ(นิยมใช้หน่วยของเลขคลื่นเป็น cm^{-1}) ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องRaman spectrometer รุ่น T6400 JY ผลิตโดยบริษัท Horiba Jobin Yvon, France ที่ความยาวคลื่น 514.32 nm ด้วยกำลังไฟฟ้า 50 mW



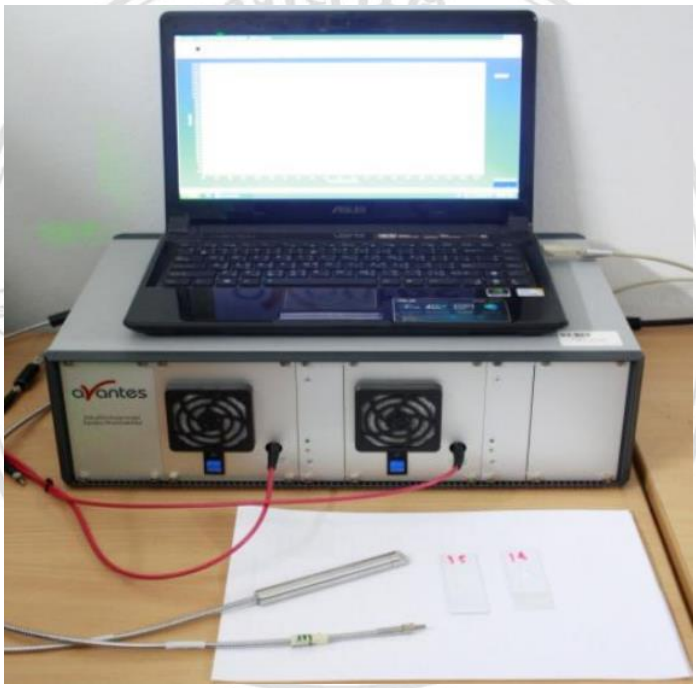
รูปที่ 3.12 Raman-spectroscopy [51]

การเตรียมชิ้นงาน สำหรับในส่วนของงานวิจัยนี้ จะเตรียมชิ้นงานในลักษณะเป็น ผงปริมาณเล็กน้อย แล้วนำผงไปเกลี่ยบนกระจกสไลด์ให้เรียบจากนั้นนำไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของชิ้นงานในลำดับต่อไป

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3.4 วิเคราะห์ด้วยเทคนิคโ ฟโตลูมิเนสเซนซ์ (Photo luminescence : PL)

การวิเคราะห์ชิ้นงานด้วยเทคนิค PL เพื่อใช้ศึกษาลักษณะเฉพาะที่หลากหลายของวัสดุ เช่น แถบช่องว่างพลังงาน ความบริสุทธิ์ และความสมบูรณ์ของโครงสร้างผลึก สำหรับการทดสอบด้วยเทคนิคนี้ไม่ทำให้เกิดความเสียหายกับชิ้นงาน งานวิจัยนี้ที่ใช้วิเคราะห์รุ่น LS50B ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer



รูปที่ 3.13 Photo luminescence Spectrometer [51]

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การเตรียมชิ้นงานไปวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง PL จะศึกษาอนุภาคของ TiO_2 ทำได้โดยนำการเตรียม TiO_2 ให้อยู่ในรูปแบบสารละลาย จากนั้นจึงหยดสารละลายลงที่ cuvette แล้วนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วย PL

3.3.5 วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope : FESEM)

สำหรับการศึกษาโดยเทคนิค SEM เป็นการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่วิเคราะห์รายละเอียดทางด้านลักษณะสัณฐานวิทยา และพื้นผิวด้านนอกของอนุภาคและรวมไปถึงการวิเคราะห์ความหนาของชั้นฟิล์มบาง จนกระทั้งการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของสารตัวอย่าง ด้วยเทคนิคที่เรียกว่า EDS งานวิจัยนี้ที่ใช้วิเคราะห์รุ่น JSM – 6335F ผลิตโดยบริษัท JEOL Japan

รูปที่ 3.14 Field Emission Scanning Electron Microscope [51]

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การเตรียมชิ้นงานเพื่อวิเคราะห์หาลักษณะสัณฐานวิทยาโดยการนำอนุภาคมาละลายในเอทานอลแล้วทำให้อนุภาคนั้นกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในสารละลายเอทานอลด้วยการใช้เครื่องอัลตราโซนิค 15 นาที แล้วหยดสารละลายลงบนแผ่นคอปเปอร์ จากนั้นปล่อยให้แห้ง แล้วทำการติดแผ่นคอปเปอร์บนแท่งโลหะ ก่อนจะทำการวิเคราะห์ต้องเคลือบอนุภาคทองลงบนชิ้นงานนั้น

3.3.6 วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope : TEM)

อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่มีความแยกชัดแบบ lattice image ในระดับ 0.14 nm ศักย์เร่งอิเล็กตรอสูงที่สุดเท่ากับ 200 kV สามารถหมุนเอียงชิ้นงานเพื่อศึกษาแบบรูปการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนได้ในช่วง 1.5-35 nm และปรับเปลี่ยนมุมสอบ (convergent angle) ได้ในช่วง1.5-20 nm สามารถทำงานทั้งในรูปแบบ transmission mode และ scanning-transmission mode ติดตั้งพร้อมกับ energy-dispersive X-ray microanalyser สำหรับวิเคราะห์ส่วนประกอบเคมีในระดับจุลภาค และมี wide angle TV camera เพื่อช่วยในการโฟกัสภาพ ณ กำลังขยายสูง งานวิจัยนี้ที่ใช้วิเคราะห์รุ่น JEOL JEM-2010[]

รูปที่ 3.15 Transmission Electron Microscope [51]

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การเตรียมชิ้นงานเพื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ทำการเตรียมคล้ายกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด ต่างกันตรงที่ตัวรองรับสารละลายที่หยดลงไปในที่นี้จะหยดลงบนคอปเปอร์กริด (Copper grid) ปล่อยทิ้งไว้จนแห้งเพื่อนำไปวิเคราะห์ในลำดับต่อไป