# บทที่ 3 การทดลอง

วิธีดำเนินการวิจัยในโครงการนี้เป็นงานด้านการทดลองเพื่อสังเคราะห์และพัฒนาสารอิเล็กโตรไลต์ของแข็ง Solid-state DSSCs (hole conductors) สำหรับเซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสง ไททาเนียมออกไซด์โครงสร้างนาโน ในงานวิจัยนี้ สารเคมีที่ใช้ทั้งหมดเป็นเกรดวิจัย วิเคราะห์ (research/analytical grade) โดยมีขั้นตอนการทดลองดังนี้ การเตรียมฟิล์ม $TiO_2$ บนแก้วฐานรอง transparent conducting oxide (TCO) สำหรับเป็น active layer หรือ working electrode เตรียมสารอิเล็กโตรไลต์ของแข็งด้วยวิธีต่าง ๆ การประดิษฐ์เซลล์แสงอาทิตย์ การทดสอบเซลล์แสงอาทิตย์โดยการใช้ สีย้อมไวแสงจากการใช้สารอิเล็กโตรไลต์ของแข็งชนิดต่าง ๆ กันและที่ปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสง การวิเคราะห์ข้อมูลเพื่อหาประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ที่สังเคราะห์ได้ และ การสรุปและวิเคราะห์ผล

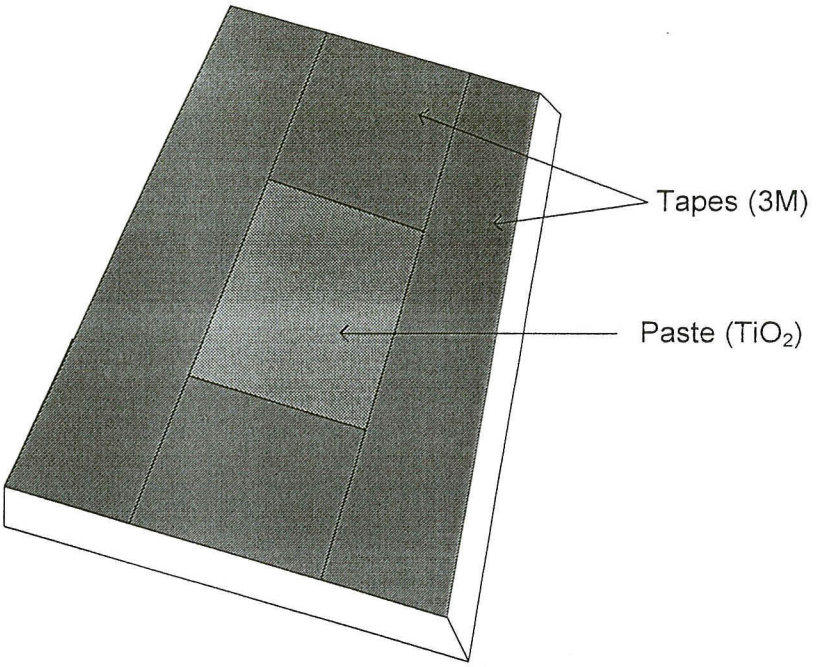
## 3.1 การเตรียมอนุภาคนาโนและฟิล์มบาง $TiO_2$

ฟิล์มบางของอนุภาคนาโน $TiO_2$ ทำโดยวิธี screen printing อนุภาคนาโน $TiO_2$ ถูกสังเคราะห์โดยวิธี sol-gel ดำเนินการตามขั้นตอนดังนี้

เติม titanium isopropoxide, $Ti[OCH(CH_3)_2]_4$ จำนวน 20 ml ลงในกรดไนตริก 0.1 M 400 ml ทีละหยด การปฏิบัติการนี้ทำในบรรยากาศไนโตรเจน ในขณะเดียวกันก็กวนสารโดยใช้ magnetic stirrer จากนั้นปรับอุณหภูมิเป็น 80 °C เป็นเวลาประมาณ 6- 10 ชั่วโมง สำหรับ peptization เพื่อเปลี่ยนสภาพ titanium isopropoxide จากสารละลายใส ไม่มีสี ไปเป็นสารละลายที่มีอนุภาค $TiO_2$ ขนาดนาโนแขวนลอย ซึ่งในขั้นตอนนี้เราจะสังเกตเห็น $TiO_2$ มีลักษณะเป็นเม็ดสีขาว จากนั้นเติมด้วย polyethylene glycol (PEG ที่มีขนาดโมเลกุล 20,000) เพื่อให้ได้ sol-gel ของ $TiO_2$ ขนาดนาโนเมตร และ PEG ยังทำหน้าที่เป็นตัวยึด $TiO_2$ ไว้กับฐานรองอีกด้วย

นำ Sol-gel อนุภาคนาโนของ $TiO_2$ ที่ได้มาเคลือบบนแก้ว TCO ที่ผ่านการทำความสะอาดด้วย Ultrasonic แก้ว TCO ที่ได้รับเป็น F-doped $SnO_2$ ความต้านทาน 20 Ω/square โดยวิธี screen printing ขั้นตอนแรกติดเทปใส 3 M บนแผ่นแก้ว TCO ด้านที่เคลือบด้วยชั้น window layer แล้ว (ชั้นที่มี In-$SnO_2$) รอบๆ เป็นรูปสี่เหลี่ยมพื้นที่ประมาณ 1 cm.×0.5 cm. ดังรูปที่ 5 จากนั้นเอา $TiO_2$ sol-gel ป้ายใส่บริเวณสี่เหลี่ยมภายในแล้วกลิ้ง rod coater ไปมาเพื่อกระจาย $TiO_2$ ให้สม่ำเสมอแล้วแกะเทปใส 3 M ออก สุดท้ายนำฟิล์มไปบำบัดความร้อน (anneal) ในเตาอุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลาประมาณ 30 นาที ฟิล์มที่ได้มีลักษณะเป็นฟิล์มหนา นำไปทดสอบด้วย X-ray diffraction technique พบว่าเป็น $TiO_2$ มีเฟส

เป็น anatase ฟิล์มที่ผ่านการบำบัดความร้อนแล้วจะถูกเก็บไว้ในตู้อบอุณหภูมิ 60-80 °C เพื่อให้แห้งปราศจากความชื้น รอการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ในขั้นตอนที่ 3 ต่อไป




รูปที่ 3 การติดเทป 3M บนแผ่นฐานรองแก้ว TCO เพื่อการเคลือบ $TiO_2$ โดยวิธี screen printing

**3.2 การสังเคราะห์และพัฒนาสารอิเล็กโตรไลต์ของแข็ง Solid-state DSSCs (hole conductors)**

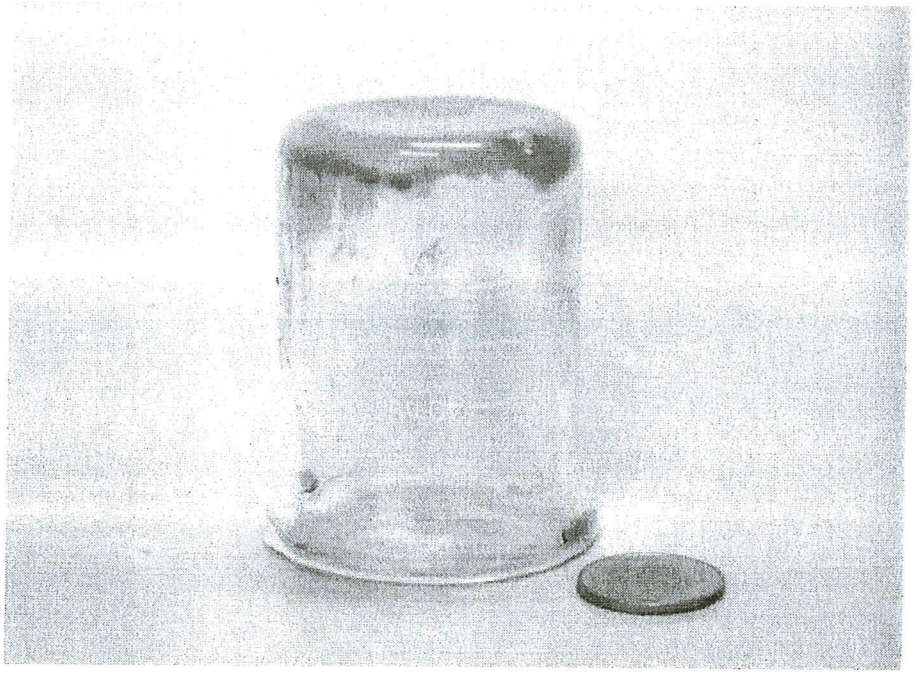
สารอิเล็กโตรไลต์ของแข็งหรือกึ่งของแข็ง Quasi solid-state polymer (hole conductor) สามารถทำได้ง่ายและจะทำให้เซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสงอิเล็กโตรไลต์ของแข็งอินทรีย์ organic polymer electrolyte สามารถทำได้ดังนี้

<u>วิธีที่ 1</u> การสังเคราะห์ N-methyl-quinoline iodide (Lan et al., 2006 และ Lan, et al., 2007) โพลีเมอร์ของแข็ง polymer gel electrolyte (PE1)

*N*-methyl-quinoline iodide สังเคราะห์ได้โดยการเติม quinoline 25 ml ลงใน methyl iodide 20 ml ที่กำลังกวนด้วย magnetic stirrer ที่ 75°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะกลายเป็นของแข็ง นำผลิตภัณฑ์ของแข็งไปล้างให้เศษเหลือที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกด้วย anhydrous ethanol และอบให้แห้งในตู้อบอุณหภูมิประมาณ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

Polymer gel electrolyte เตรียมได้โดยผสม N-methyl-quinoline iodide 0.6 M กับ iodine และ 4-tert-butylpyridine (TBP) 0.05 M ในตัวทำละลายสารอินทรีย์ โดยการกวนตลอดเวลาจะได้สารผสมเนื้อเดียว จากนั้นเติม poly(acrylonitrileco-styrene) 70 % wt (โดยน้ำหนัก) เพื่อเป็น polymer host

สุดท้าย เพิ่มอุณหภูมิประมาณ 80°C เพื่อทำให้ polymer host ละลาย เมื่อปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องผลิตภัณฑ์สุดท้ายจะกลายเป็น polymer gel electrolyte และเรียกโพลีเมอร์ polymer gel electrolyte นี้ว่า PE1



รูปที่ 4 โพลีเมอร์ของแข็ง N-methyl-quinoline iodide (PE1)

<u>วิธีที่ 2</u> การสังเคราะห์โพลีเมอร์ของแข็ง Oligomer polymer gel electrolyte (PE2)

เราเตรียม Oligomer polymer electrolyte ได้โดยผสม polymers ดังนี้ poly(ethyleneglycol) bis(carboxymethyl) ether [PEGCME, molecular weight (MW)=600g/mol] และ methoxypolyethylene glycol amine(MPEGA, MW= 750 g/mol) ด้วยสัดส่วนโดยน้ำหนัก 2:1 กับเกลือที่ให้ cations สัดส่วนของ $I^-$ และ $I_3^-$ จัดให้มีอยู่ 0.8 and 0.2 M ตามลำดับ โดยการใช้ 1-hexyl-2,3-dimethylimidazolium iodide และ iodine เป็น cations และมี *N*-methyl-benzimidazole (NMBI) 0.2 M ผลผลิต Oligomer polymer electrolyte เป็นของแข็งที่อุณหภูมิประมาณ 20-40 °C เป็นของเหลวที่อุณหภูมิประมาณ 50-90°C และเรียกโพลีเมอร์ polymer gel electrolyte นี้ว่า PE2

<u>วิธีที่ 3</u> การสังเคราะห์โพลีเมอร์ของแข็ง Alkali metal iodide polymer gel electrolyte (PE3)

ขั้นแรกเตรียมสารละลาย polymer ของ poly(ethylene-oxide) (PEO, molecular weight $1.5\times10^6$, 99.9 %) ใน acetonitrile 99.9 % จากนั้นเตรียม liquid ionic KI $1.2\times10^{-3}$ mole กับ iodine $1.2\times10^{-4}$ mole สุดท้ายผสมกับ สารละลาย PEO ที่ได้เตรียมไว้ก่อนแล้ว ในบิกเกอร์ภายใต้การกวนด้วย magnetic stirrer และเรียกโพลีเมอร์ polymer gel electrolyte นี้ว่า PE3

โพลีเมอร์ polymer gel electrolyte ทั้ง 3 ชนิดถูกนำไปวัดสภาพความนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่าง ๆ ตรวจสอบลักษณะทางพื้นผิวด้วย กล้องจุลทัศน์แบบส่องกวาด (SEM)

### 3.3 การประกอบเซลล์แสงอาทิตย์

ขั้นตอนการประดิษฐ์มีดังนี้

1. นำฟิล์มบาง $TiO_2$ อนุภาคนาโนที่เคลือบบนแก้ว TCO ที่เคลือบด้วยฟิล์ม ตามขั้นตอนที่ 3.1 แล้วมาแช่ในสีย้อมไวแสงมาตรฐาน Ruthenium 535 bis-TBA (หรือ $RuL_2(NCS)_2$ :2 TBA (L = 2,2'-bipyridyl-4,4'-dicarboxylic acid;TBA = tetrabutylammonium) $C_{58}H_{86}O_8N_8S_2Ru$ หรือชื่อทางการค้า N719) ความเข้มข้น $2\times10^{-4}$ M ใน Acetonitrile ประมาณ 12 ชั่วโมง จากนั้นนำออกมาล้างเอาเศษ dye ที่ไม่ถูกดูดซับเข้าสู่โครงสร้างของ $TiO_2$ ออกด้วย ethanol แล้วทิ้งไว้ให้แห้งจะได้ working electrode หรือ working anode โดยทั่วไป เนื่องจาก nano-$TiO_2$ working electrode มีความพรุนในระดับนาโนจึงมีแนวโน้มที่จะดูดความชื้นในอากาศ เพื่อป้องกันการดูดน้ำจึงต้องเก็บ working electrode ในตู้อบแห้งอุณหภูมิประมาณ 60 °C

2. เพื่อทำฟิล์มบางระดับนาโนของ Platinum บนแก้ว TCO เรานำแก้ว TCO อีกแผ่นหนึ่งที่ผ่านการทำความสะอาดด้วย Ultrasonic มาเคลือบ Platinum โดยจุ่มแช่ใน $H_2PtCl_6$ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และนำไปอบร้อน anneal ที่อุณหภูมิประมาณ 450 °C เป็นเวลา 30 นาที จะได้ platinum nanoparticles ติดบนแก้ว TCO และ Pt จะทำหน้าที่เป็น catalyst เราเรียก แก้ว TCO นี้ว่า Platinized counter electrode

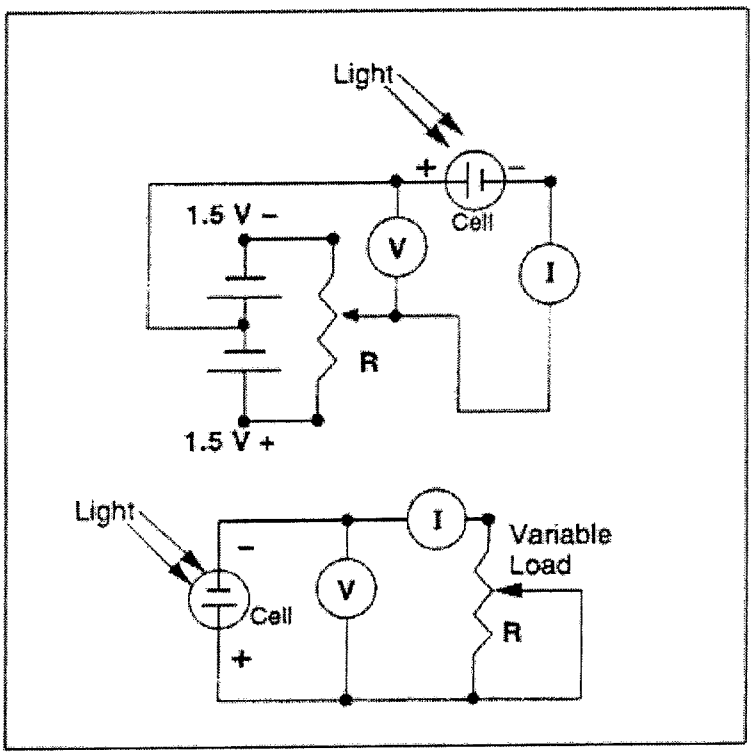
3. หยด polymer electrolyte ละลายด้วย acetonitrile ลงบน $TiO_2$ working electrode ที่เตรียมไว้แล้วประกบด้วยแก้ว Platinized counter electrode ยึดติดกันชั่วคราวด้วยคลิป จากนั้นทำให้ติดกันด้วย cyanoacrylate adhesives และปิดรอยต่อระหว่าง electrodes ด้วย epoxy resin ทิ้งให้ polymer electrolyte ซึมเข้าไปแทรกรูพรุนของ $TiO_2$ เป็นเวลาประมาณ 4 ชั่วโมง จะได้เซลล์แสงอาทิตย์ เพื่อนำไปทดสอบประสิทธิภาพและเสถียรภาพต่อไป

### 3.4 การทดสอบเซลล์แสงอาทิตย์

การทดสอบและหาประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์มาตรฐาน ทำได้ 2 วิธี การทดสอบอย่างง่าย และ การทดสอบมาตรฐาน

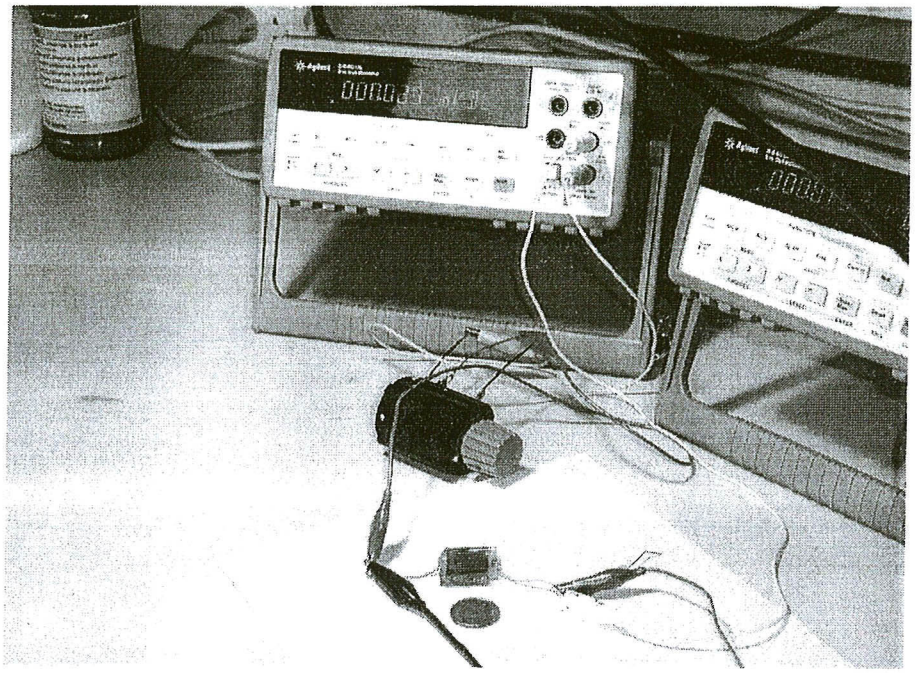
วิธีที่ 1 การทดสอบอย่างง่าย

การทดสอบเซลล์แสงอาทิตย์อย่างง่าย โดยทั่วไปนิยมวัด I-V characteristic หรือ J-V curve การต่อวงจรเพื่อวัด J-V curve แสดงดังรูปที่5 ในการทดลองนี้อุปกรณ์ประกอบด้วย เซลล์ที่จะวัด แอมมิเตอร์ โวลต์มิเตอร์ (Agilent 34401A Digital Multimeter) และตัวต้านทานปรับค่าได้ อุปกรณ์จริงแสดงในรูปที่ 5-6 และวงที่ใช้วัดอย่างง่ายแสดงในรูปที่ 8 ตามลำดับ แสงที่ใช้ในการทดสอบเบื้องต้นคือแสงอาทิตย์ ความเข้มแสงคำนวณจากการวัด solar radiation flux density โดยการใช้ Pyranometer Sensor (CM 11, Kipp & Zonen, Netherlands) ที่มีความไว 5.12 x $10^{-6}$ V/$Wm^{-2}$




รูปที่ 5 การวัดหาประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ ของวงจรที่ใช้ในการวัด J-V characteristics ของเซลล์ที่นิยมใช้วัดศักย์แรงไฟฟ้า (V) ถูกวัดด้วย voltmeter ขณะที่ กระแสถูกวัดด้วย ammeter วงจรบนวิธีมาตรฐาน (วัดที่ ศูนย์โลหะและวัสดุแห่งชาติ, MTEC) วงจรล่างเป็นวงจรอย่างง่าย (วัดที่ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี)

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
วันที่ 18 มิ.ย. 2553
227108



รูปที่ 6 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดอย่างง่าย

วิธีที่ 2 การทดสอบและหาประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์มาตรฐาน โดยทั่วไปนิยมวัด J-V characteristic หรือ J-V curve ประกอบไปด้วยการวัด ศักย์แรงดันวงจรเปิด ($V_{OC}$) ความหนาแน่นกระแส ($J_{SC}$) หรือ photocurrent ต่อพื้นที่ fill factor (FF) และ ประสิทธิภาพการเปลี่ยนพลังงานแสงไปเป็นพลังงานไฟฟ้าของเซลล์แสงอาทิตย์ การวัดกระทำภายใต้เงื่อนไขสมมติฐาน 1 sun ที่ 100 mW/cm$^2$ หรือ AM 1.5 จากหลอดไฟ Xenon 400 วัตต์ อุปกรณ์ควบคุมคือ Source meter ของ Keithley Model 2400 เซลล์แสงอาทิตย์มีขนาด 0.50 cm$^2$ ข้อมูลถูกบันทึกด้วยคอมพิวเตอร์

อุปกรณ์การวัดความเข้มแสงได้รับการปรับเทียบกับมาตรฐานจากโรงงานของผู้ผลิต อุปกรณ์การวัด IV curve ได้รับการปรับเทียบกับมาตรฐานกับเครื่องมือของศูนย์โลหะและวัสดุแห่งชาติ (National Metal and Materials Technology Center, MTEC)