บทที่ 3
วิธีการทดลอง

งานวิจัยนี้เน้นศึกษาการประดิษฐ์เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นขั้วเคาน์เตอร์ การทดลองแบ่งออกเป็น 2 หัวข้อหลัก โดยการใช้ฐานรอง (Substrate) สองชนิดที่แตกต่างกันคือ 1.ฐานรองกระจกนำไฟฟ้า (FTO-glass) หลังประกอบเป็นเซลล์แสงอาทิตย์จะเรียกว่าเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงบนกระจกนำไฟฟ้า และ 2. ฐานรองพลาสติกนำไฟฟ้า (ITO-PEN) เมื่อประกอบเป็นเซลล์แสงอาทิตย์จะใช้ชื่อเรียกเฉพาะว่าเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงแบบพลาสติกหรือเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงแบบโค้งงอได้ (Flexible dye-sensitized solar cell) ในแต่ละหัวข้อจะกล่าวถึงกระบวนการประดิษฐ์ขั้วเวิร์กกิ้งและขั้วเคาน์เตอร์ การเตรียมสารละลายอิเล็คโตรไลต์ และการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ โดยที่กระบวนการเตรียมขั้วเวิร์กกิ้งนั้นจะมีวิธีการเตรียมที่แตกต่างกันระหว่างบนกระจกนำไฟฟ้าและบนพลาสติกนำไฟฟ้า ส่วนกระบวนการเตรียมขั้วเคาน์เตอร์ของทั้งสองแบบนี้มีความเหมือนกันมากต่างเพียงแค่อยู่บนคนละฐานรองเท่านั้น ฟิล์มของขั้วเวิร์กกิ้งที่เตรียมได้จะถูกวิเคราะห์ความหนาด้วยเทคนิคการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และหาปริมาณของสีย้อม (Dye) ด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสง UV-Vis ส่วนขั้วเคาน์เตอร์จะถูกวิเคราะห์อัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิคไซคลิคโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV) เมื่อประกอบเป็นเซลล์แสงอาทิตย์จะวิเคราะห์หาประสิทธิภาพด้วยเครื่องวัดประสิทธิภาพเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar Simulator) และวิเคราะห์ความต้านทานของเซลล์ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อน (Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS) กระบวนการประดิษฐ์ขั้วและเทคนิคการวิเคราะห์มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง (บนกระจกนำไฟฟ้า)

การทดลองนี้ใช้กระจกนำไฟฟ้า Fluorine doped Tin Oxide (F-SnO_2 coated glass, FTO, sheet resistance 15 $\Omega/\square$, FTO, Solaronix SA) เป็นฐานรอง (Substrate) ก่อนเคลือบฟิล์มนำกระจกไปล้างด้วยน้ำยาล้างจาน น้ำเปล่าและน้ำกลั่นตามลำดับ แช่กระจกนำไฟฟ้าที่ล้างสะอาดแล้วในน้ำกลั่นและสั่นด้วยเครื่อง Ultrasonic ประมาณ 15 นาที ต่อจากนั้นนำกระจกไปแช่ในเอทานอลพร้อมกับสั่นด้วยเครื่อง Ultrasonic ประมาณ 15 นาที แล้วจึงเป่ากระจกด้วยลมร้อนให้แห้ง

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

3.1.1 การประดิษฐ์ขั้วเวิร์กกิ้งบนกระจกนำไฟฟ้า

3.1.1.1 การเตรียมฟิล์ม TiO_2 โดยวิธี Doctor Blading

(1) ขั้นตอนการเคลือบ Blocking layer

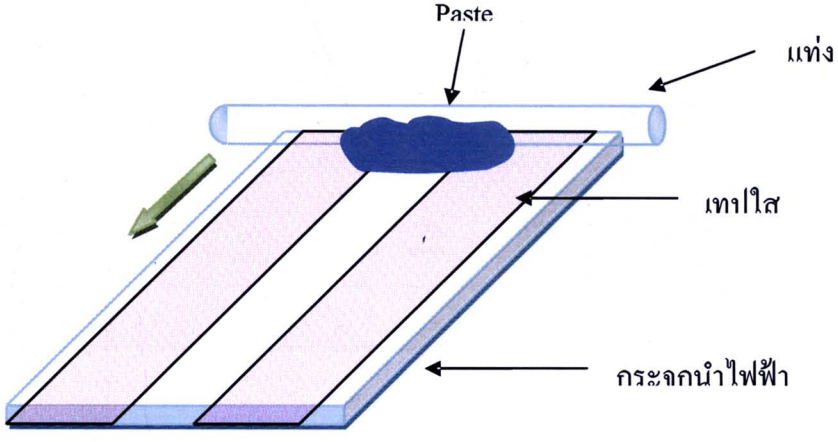
ผสม Titanium diisoproxide ($C_{16}H_{28}O_6Ti$) 1 ml กับ Isopropanol ($(CH_3)_2CHOH$) 20 ml นำไปสั่นด้วยเครื่อง Ultrasonic เป็นเวลา 20 นาที เคลือบสารละลายที่เตรียมลงบนกระจกนำไฟฟ้าด้วยเครื่อง Spin coater ด้วยความเร็ว 600 รอบ/วินาที นำฟิล์มไปอบที่อุณหภูมิ 90 °C เป็นเวลา 10 นาที เคลือบทั้งหมด 3 ครั้ง

(2) ขั้นตอนการเคลือบ TiO_2 บนกระจกนำไฟฟ้า

เคลือบสารผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาด ~20 nm (PST-18NR) โดยติดเทปที่ริมทั้งสองข้างของกระจกนำไฟฟ้า จากนั้นใช้แท่งคนสารปาดไทเทเนียมไดออกไซด์ลงบนกระจกให้มีความหนาสม่ำเสมอ ดังแสดงในภาพที่ 3.1 จะได้ฟิล์มของ TiO_2 PST-18NR ทิ้งฟิล์มให้แห้ง 10 นาที นำฟิล์มไปอบอุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 10 นาที ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง ต่อจากนั้นทำการเคลือบชั้น Scattering โดยทาสารผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาด ~400 nm (PST-400C) 1 ครั้ง ทิ้งฟิล์มให้แห้ง 10 นาที นำฟิล์มไปอบอุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำฟิล์มไปเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ฟิล์มของ TiO_2 ที่สมบูรณ์

(3) ขั้นตอนการย้อม Dye

นำฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาแล้วไปแช่ในสารละลายสีย้อมชนิด N719 (ความเข้มข้น 0.5 mM ในสารละลาย Acetonenitrile ผสม Ter-butanol ที่อัตราส่วน 50/50 โดยปริมาตร) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ต่อจากนั้นนำมาขูดฟิล์ม TiO_2 ให้ได้พื้นที่ขนาด 0.5 cm × 0.5 cm สำหรับเตรียมนำไปประกอบเป็นเซลล์



ภาพที่ 3.1 การเคลือบฟิล์มบนแผ่นกระจกนำไฟฟ้าด้วยวิธี Doctor Blading

3.1.1.2 การเตรียมฟิล์ม TiO_2 โดยวิธี Screen Printing

(1) ขั้นตอนการเคลือบ Blocking layer

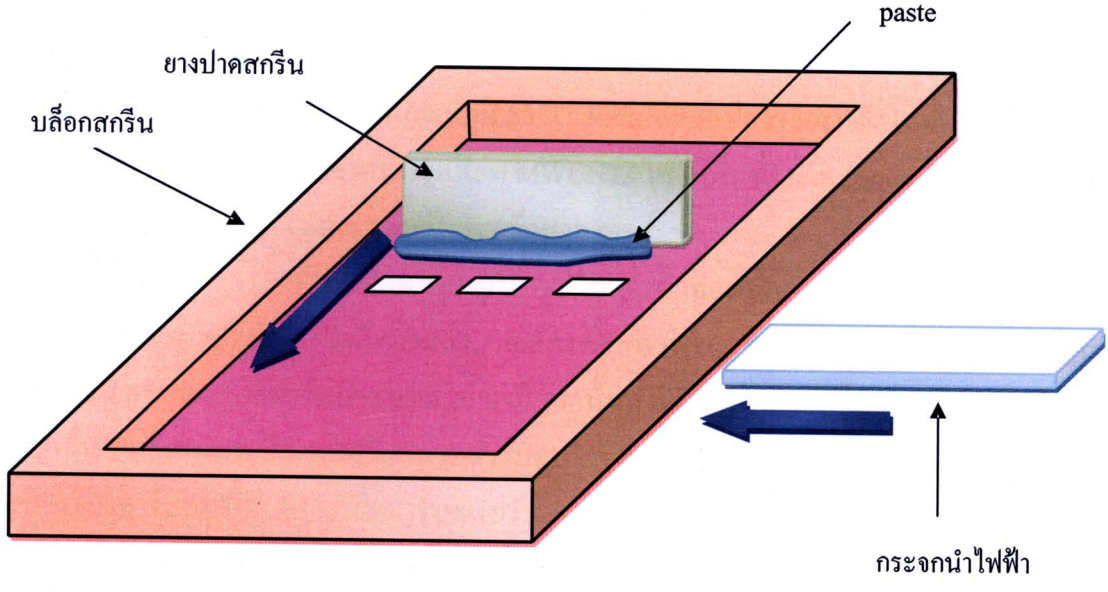
แช่กระจกนำไฟฟ้าในสารละลาย $TiCl_4$ ความเข้มข้น 0.4 M เป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 70 °C

(2) ขั้นตอนการเคลือบ TiO_2 บนกระจกนำไฟฟ้า

เคลือบสารผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาด ~20 nm (PST-18NR) โดยใช้บล็อกสกรีนบนชั้น Blocking จากนั้นทิ้งฟิล์มให้แห้ง 10 นาที นำฟิล์มไปอบอุณหภูมิ 80°C เป็นเวลาประมาณ 10 นาที ทำซ้ำอีก 5 ครั้ง ต่อจากนั้นทำการเคลือบชั้น Scattering โดยทาสารผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาด ~400 nm (PST-400C) 1 ครั้ง ทิ้งฟิล์มให้แห้ง 10 นาที นำฟิล์มไปอบอุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำฟิล์มไปเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ฟิล์มของ TiO_2 ที่สมบูรณ์

(3) ขั้นตอนการย้อม Dye

นำฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาแล้วไปแช่ในสารละลายสีย้อมชนิด N719 (ความเข้มข้น 0.5 mM ในสารละลาย Acetonenitrile ผสม Ter-butanol ที่อัตราส่วน 50/50 โดยปริมาตร) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง การเคลือบฟิล์มโดยวิธีสกรีนจะได้พื้นที่ของฟิล์มที่แน่นนอนคือ 1 cm × 0.25 cm



ภาพที่ 3.2 การเคลือบฟิล์มบนแผ่นกระจกนำไฟฟ้าด้วยวิธี Screen Printing

3.1.2 การเตรียมสารละลาย (Electrolyte solution)

ผสม 0.6M MPI (1-Methyl-3-popylimidazolium iodide), 0.1M LiI (Lithium iodide anhydraus), 0.05M I_2 (Iodide), 0.5M TBP (Tert-Butylpyridine), 0.0025M $LiCO_3$ (Lithium carbonate) ใน Acetonenitrile

3.1.3 การประดิษฐ์ขั้วเคาน์เตอร์บนกระจกนำไฟฟ้า

ขั้วเคาน์เตอร์ถูกประดิษฐ์โดยการเคลือบท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นบนกระจกนำไฟฟ้า การทดลองแบ่งออกเป็น 2 หัวข้อหลักจากการใช้โพลิเมอร์ Blider ชนิดต่างกัน คือ 1)โพลิเมอร์ไม่นำไฟฟ้า Poly(vinylidene fluoride) ชื่อย่อคือ PVDF และ 2)โพลิเมอร์นำไฟฟ้า Poly(3,4-Ethylendioxythiophene)-Poly(Styrene Sulfonate) ชื่อย่อคือ PEDOT-PSS

3.1.3.1 ขั้วเคาน์เตอร์ MWCNTs ผสม PVDF บนกระจกนำไฟฟ้า

Poly(vinylidene fluoride) ถูกใช้เป็นตัวประสาน (Binder) ผสมกับ MWCNTs ซึ่งในหัวข้อนี้ทำการศึกษาผลของระยะเวลาในการอบฟิล์มท่อนาโนคาร์บอนต่อประสิทธิภาพในข้อนี้จะใช้ขั้วเวิร์กกิ้งที่เตรียมด้วยวิธี Doctor Blading ในการประกอบเซลล์ และผลของการปรับแต่งผิวท่อนาโนคาร์บอนด้วยกรดไนตริกและกรดซัลฟิวริกหัวข้อนี้ใช้ขั้วเวิร์กกิ้งที่เตรียมด้วยวิธี Screen Printing ในการประกอบเซลล์

(1) ศึกษาระยะเวลาในการอบฟิล์มท่อนาโนคาร์บอน เริ่มจากละลาย PVDF 0.3 g ใน N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) 9 ml ผสมให้เข้ากันโดย Stir เป็นเวลา 30 นาที เติม MWCNTs 1.8 g ลงไปและทำการ Stir 1 ชั่วโมง จะได้ MWCNTs paste เคลือบ MWCNTs paste บนกระจกนำไฟฟ้าด้วยวิธี Doctor Blading จะได้ฟิล์ม MWCNTs บนกระจกนำไฟฟ้า หลังจากนั้นอบฟิล์ม MWCNTs ที่อุณหภูมิ 80 °C โดยเปลี่ยนแปลงระยะเวลาในการอบฟิล์มเป็น 2, 4, 6, 8 และ 12 ชั่วโมง หลังจากนั้นขูดฟิล์ม MWCNTs ให้ได้พื้นที่ขนาด 0.7 cm × 0.7 cm จะได้ขั้วเคาน์เตอร์ที่พร้อมจะนำไปประกอบเป็นเซลล์แสงอาทิตย์

(2) ศึกษาผลของการปรับแต่งผิวท่อนาโนคาร์บอนด้วยกรด ปรับแต่งผิว MWCNTs ด้วยแช่ในกรดไนตริก (HNO_3) และกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ที่อัตราส่วน 1:3 โดยปริมาตร และคนสารทั้งสองให้เข้ากันประมาณ 20 นาที จากนั้นทำให้เจือจางและล้างสารละลายกรดออกด้วยน้ำกลั่น 5 ครั้งจนสารมีสภาพเป็นกลาง นำไปอบไว้ที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C จนแห้ง โดยจะเรียกท่อนาโนคาร์บอนนี้ว่า ท่อนาโนคาร์บอนปรับแต่งผิวหรือ Modified-MWCNTs การเตรียมฟิล์ม เริ่มจากละลาย PVDF 0.3g ใน N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) 9 ml Stir เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นเติม Modified-MWCNTs 1.8 g ลงไปและ Stir 1 ชั่วโมง จะได้ Modified-MWCNTs paste เคลือบ Modified-MWCNTs paste บนกระจกนำไฟฟ้าด้วยวิธี Doctor Blading จะได้ฟิล์ม

Modified-MWCNTs บนกระจกนำไฟฟ้าหลังจากนั้นอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง หลังจากนั้นขูดฟิล์ม MWCNTs ให้ได้พื้นที่ขนาด 0.7 cm × 0.7 cm จะได้ขั้วเคาน์เตอร์ที่พร้อมประกอบเป็นเซลล์แสงอาทิตย์ ในหัวข้อนี้จะเปรียบเทียบกับฟิล์ม MWCNTs ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.1.3.2 ขั้วเคาน์เตอร์ Modified-MWCNTs ผสม PEDOT-PSS บนกระจกนำไฟฟ้า

หัวข้อนี้จะใช้ Modified-MWCNTs เพียงอย่างเดียว ในการศึกษาการผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาณ Modified-MWCNTs ใน paste

(1) ผสม Modified-MWCNTs กับ PEDOT-PSS 0.5 ml และน้ำ DI 0.5 ml โดยเปลี่ยนปริมาณ Modified-MWCNTs เป็น 0 g, 0.1 g, 0.2 g, 0.3g, 0.4 g และ 0.5 g จะได้ paste ที่มีปริมาณ Modified-MWCNTs ที่แตกต่างกัน

(2) เคลือบ paste ในข้อ 1 ลงบนกระจกนำไฟฟ้า ด้วยวิธี Doctor Blading นำฟิล์ม Modified-MWCNTs ไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.1.4 การประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสีไวแสง (บนกระจกนำไฟฟ้า)

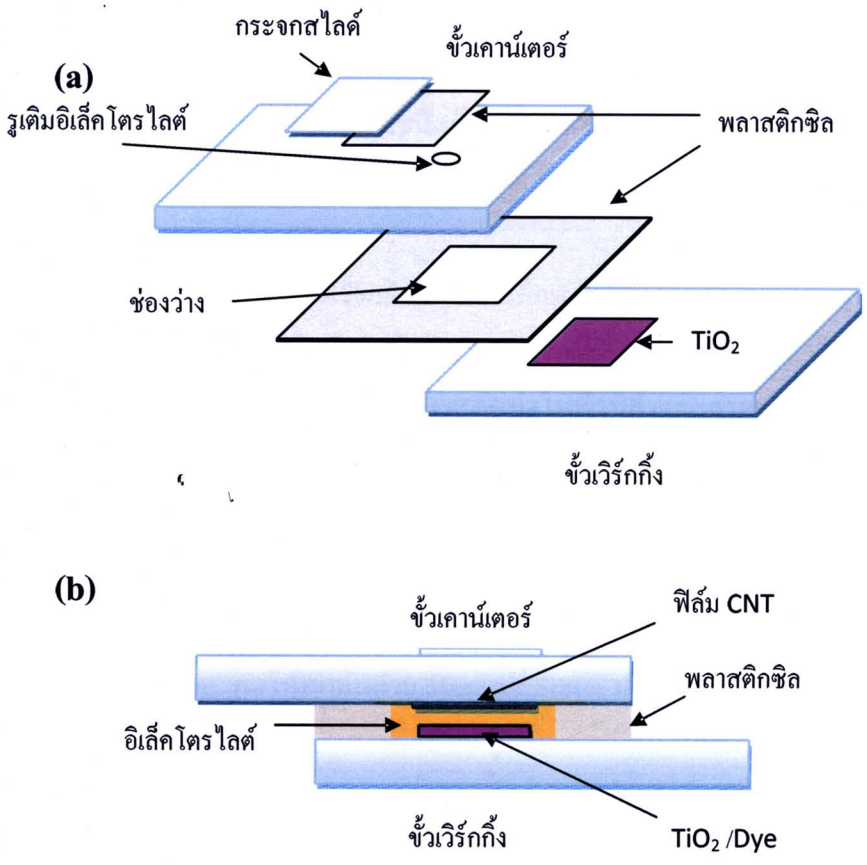
นำขั้วเวิร์กกิ้งและขั้วเคาน์เตอร์ไปประกอบเป็นเซลล์ ตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

(1) ตัดแผ่น Surlyne หรือพลาสติกซิล (Plastic seal) ให้เป็นรูปสี่เหลี่ยมและเจาะรูสี่เหลี่ยมตรงกลาง ให้มีขนาดใหญ่กว่าพื้นที่ของ TiO_2 เล็กน้อย วางทับบนขั้วเวิร์กกิ้ง พลาสติกซิล นี้จะทำให้เกิดช่องว่างระหว่างฟิล์ม TiO_2 และฟิล์ม MWCNTs สำหรับเติมสารละลายอิเล็คโตรไลต์

(2) ประกบขั้วเคาน์เตอร์และขั้วเวิร์กกิ้งโดยมีพลาสติกซิลกั้นตรงกลาง ดังภาพที่ 3.3

(3) ใช้คลิปหนีบเพื่อยึดขั้วทั้งสองไว้ด้วยกัน และให้ความร้อนประมาณ 80-100 °C (เพื่อให้ขั้วทั้งสองติดกันด้วยพลาสติกซิล)

(4) เติมสารละลายอิเล็คโตรไลต์ลงไปในเซลล์โดยหยดสารละลายอิเล็คโตรไลต์ลงไปในรูที่เจาะไว้บนขั้วเคาน์เตอร์จนเต็มช่องว่าง



ภาพที่ 3.3 การประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง
a) การวางขั้วเคาน์เตอร์ลงบนขั้วเวิร์กกิ้ง
b) ภาพตัดตามขวางของ เซลล์แสงอาทิตย์ที่ประกอบเสร็จ

(5) ปิดทับรูเติมด้วยพลาสติกซิลและกระจกสไลด์

3.1.4.1 ศึกษาความทนทานของเซลล์แสงอาทิตย์ ใช้ขั้วเวิร์กกิ้งที่เตรียมด้วยวิธีสกรีน ขั้วเคาน์เตอร์ผสม Modified-MWCNTs 0.4 g กับ PEDOT-PSS 0.5 ml และ น้ำ DI 0.5 ml ให้เข้ากัน เคลือบบนกระจกนำไฟฟ้าและอบที่ 80°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เทียบกับขั้วเคาน์เตอร์ Pt ที่เตรียมด้วยวิธี Sputtering ประกอบเซลล์และวัดประสิทธิภาพทุกๆ 2 วัน เป็นเวลา 30 วัน

3.2 เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงแบบพลาสติก (Flexible dye-sensitized solar cell)

พลาสติกนำไฟฟ้า (Indium Tin Oxide coated Poly(Ethylene Naphthalate): ITO-PEN) ถูกใช้เป็นฐานรองในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงเนื่องจากมีข้อดีหลายอย่างเช่น น้ำหนักเบา ไม่แตกหัก สามารถโค้งงอให้เข้ากับที่ติดตั้งได้ และต้นทุนการผลิตต่ำ กระบวนการทดลองมีดังต่อไปนี้

3.2.1 การเตรียมขั้วเวิร์กกิ้งบนพลาสติกนำไฟฟ้า

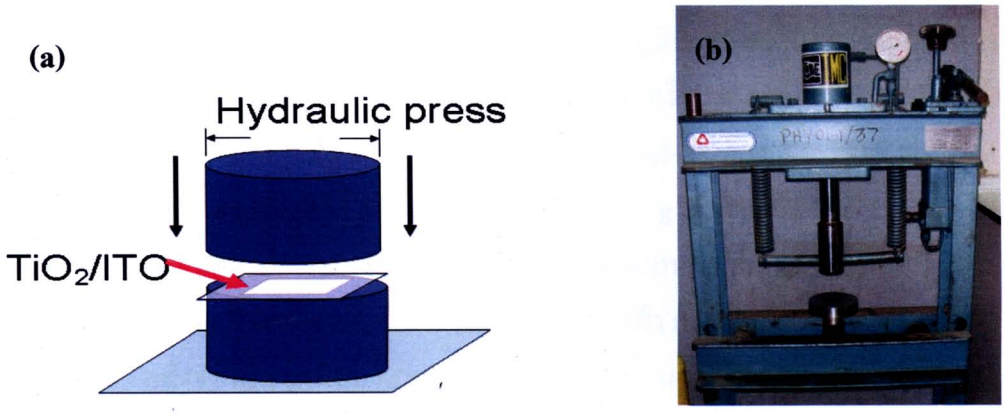
ตัดพลาสติกนำไฟฟ้าขนาด 2.0 cm x 1.5 cm แล้วนำไปล้างด้วยน้ำยาล้างจานน้ำเปล่าและน้ำกลั่นตามลำดับ นำพลาสติกนำไฟฟ้าที่ล้างสะอาดแล้วแช่ในน้ำกลั่นและสั่นด้วยเครื่อง Ultrasonic ประมาณ 10 นาที ต่อจากนั้นนำไปแช่ในเอทานอลพร้อมกับสั่นด้วยเครื่อง Ultrasonic ประมาณ 5 นาที เป่าให้แห้งด้วยลมร้อน

(1) ขั้นตอนการตรียม TiO_2 paste

นำ TiO_2 5 g (ไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ขนาดอนุภาค ~25 nm) ผสมกับ Isopropanol 20 mL คนให้เข้ากันด้วย Magnetic Stirrer ประมาณ 20 นาที จะได้ TiO_2 paste

(2) ขั้นตอนการเคลือบ TiO_2 บนพลาสติกนำไฟฟ้า

เคลือบ TiO_2 paste บนพลาสติกนำไฟฟ้าด้วยวิธี Doctor Blading ตากฟิล์มที่อุณภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที เพื่อให้ฟิล์มแห้ง ขูดฟิล์มให้ได้พื้นที่ขนาด 0.5 cm × 0.5 cm จากนั้นนำไปอัดด้วยแรงประมาณ 3 ตันดังแสดงในภาพที่ 3.4



ภาพที่ 3.4 การอัด TiO_2 บนพลาสติกนำไฟฟ้า (a) การอัดฟิล์ม TiO_2 (b) เครื่องอัด

(3) ขั้นตอนการย้อม Dye

นำฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ไปแช่ในสารละลาย Dye ชนิด N719 (ความเข้มข้น 0.5 mM ในสารละลาย Acetonenitrile ผสมกับ Ter-butanol ที่อัตราส่วน 50/50 โดยปริมาตร) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.2.2 การเตรียมขั้วเคาน์เตอร์บนพลาสติกนำไฟฟ้า

ในการเตรียมฟิล์มท่อนาโนคาร์บอนเพื่อใช้เป็นขั้วเคาน์เตอร์นั้น เตรียมด้วยวิธีเดียวกันทั้งบนกระจกนำไฟฟ้าและพลาสติกนำไฟฟ้า ท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น

3.2.2.1 ขั้วเคาน์เตอร์ MWCNTs ผสมกับ PVDF บนพลาสติกนำไฟฟ้า

(1) ศึกษาระยะเวลาในการอบฟิล์มท่อนาโนคาร์บอน เริ่มจากละลาย PVDF 0.3 g ในN-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) 9 ml Stir เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นเติม MWCNTs 1.8 g ลงไปและทำการ Stir 1 ชั่วโมง จะได้ MWCNTs paste เคลือบ MWCNTs paste บนพลาสติกนำไฟฟ้าด้วยวิธี Doctor Blading จะได้ฟิล์ม MWCNTs บนกระจกนำไฟฟ้า หลังจากนั้นอบฟิล์ม MWCNTs ที่อุณหภูมิ 80 °C โดยเปลี่ยนระยะเวลาในการอบฟิล์มเป็น 2, 4, 6, 8 และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับ หลังจากนั้นขูดฟิล์ม MWCNTs ให้ได้พื้นที่ขนาด 0.7 cm × 0.7 cm จะได้ขั้วเคาน์เตอร์ที่พร้อมจะนำไปประกอบเป็นเซลล์แสงอาทิตย์

(2) ศึกษาผลของการปรับแต่งผิวท่อนาโนคาร์บอนด้วยกรด ปรับแต่งผิว MWCNTs โดยการแช่ในกรดไนตริก (HNO_3) และกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ที่อัตราส่วน 1:3 โดยปริมาตร และคนประมาณ 20 นาที จากนั้นทำให้เจือจางและล้างสารละลายกรดออกด้วยน้ำกลั่นเป็นจำนวน 5 ครั้ง จนมีสภาพเป็นกลาง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C จนแห้ง ต่อจากนี้จะเรียกท่อนาโนคาร์บอนนี้ว่า ท่อนาโนคาร์บอนปรับแต่งผิวหรือ Modified-MWCNTs ทำการเตรียมคาร์บอน paste เริ่มจากละลาย PVDF 0.3g ใน N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) 9 ml Stir เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นเติม Modified-MWCNTs 1.8 g ลงไปและ Stir 1 ชั่วโมง จะได้ Modified-MWCNTs paste เคลือบ Modified-MWCNTs paste บนพลาสติกนำไฟฟ้าด้วยวิธี Doctor Blading จะได้ฟิล์ม Modified-MWCNTs บนพลาสติกนำไฟฟ้า แล้วอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง หลังจากนั้นขูดฟิล์ม MWCNTs ให้ได้พื้นที่ขนาด 0.7 cm × 0.7 cm จะได้ขั้วเคาน์เตอร์ที่พร้อมประกอบเป็นเซลล์แสงอาทิตย์ ในหัวข้อนี้จะเปรียบเทียบกับฟิล์ม MWCNTs ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.2.2.2 MWCNTs ผสมกับ PEDOT-PSS บนพลาสติกนำไฟฟ้า

(1) ผสม Modified-MWCNTs กับ PEDOT-PSS 0.5 ml และ น้ำ DI 0.5 ml โดยเปลี่ยนปริมาณ Modified-MWCNTs เป็น 0 g, 0.1 g, 0.2 g และ 0.3 g คนสารผสมให้เข้ากันจะได้ paste ที่มีปริมาณ Modified-MWCNTs ที่แตกต่างกัน

(2) เคลือบ paste ในข้อ 1 ลงบนพลาสติกนนำไฟฟ้า ด้วยวิธี Doctor Blading นำฟิล์ม Modified-MWCNTs ไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.2.3 การเตรียมสารละลาย (Electrolyte)

ผสม 0.6M MPI (1-Methyl-3-popylimidazolium iodide), 0.1M LiI (Lithium iodide anhydraus), 0.05M I_2 (Iodide), 0.5M TBP (Tert-Butylpyridine), 0.0025M $LiCO_3$ (Lithium carbonate) ใน Acetonenitrile

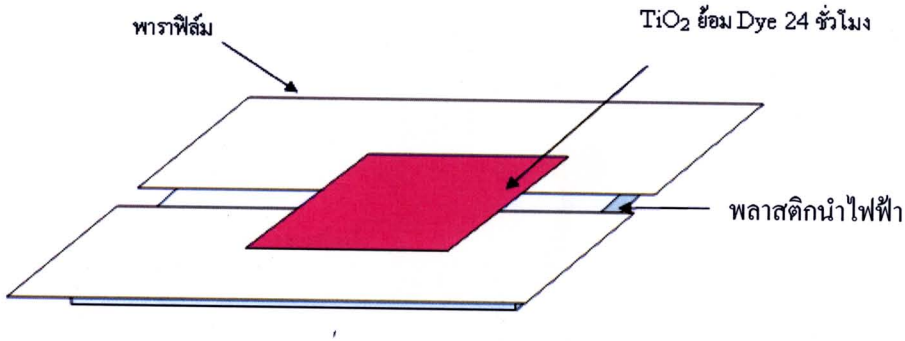
3.2.4 การประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงแบบพลาสติก

นำขั้วเวิร์กกิ้งและขั้วเคาน์เตอร์ไปประกอบเป็นเซลล์ ตามขั้นตอนดังนี้

(1) ตัดพาราฟิล์มให้เป็นรูปตัว U สองตัว วางทับบนขั้วเวิรกกิ้งดังภาพที่ 3.5 พลาสติกนี้จะทำให้เกิดช่องว่างระหว่างฟิล์ม TiO_2 และฟิล์ม MWCNT สำหรับเติมสารละลายอิเล็คโตรไลต์

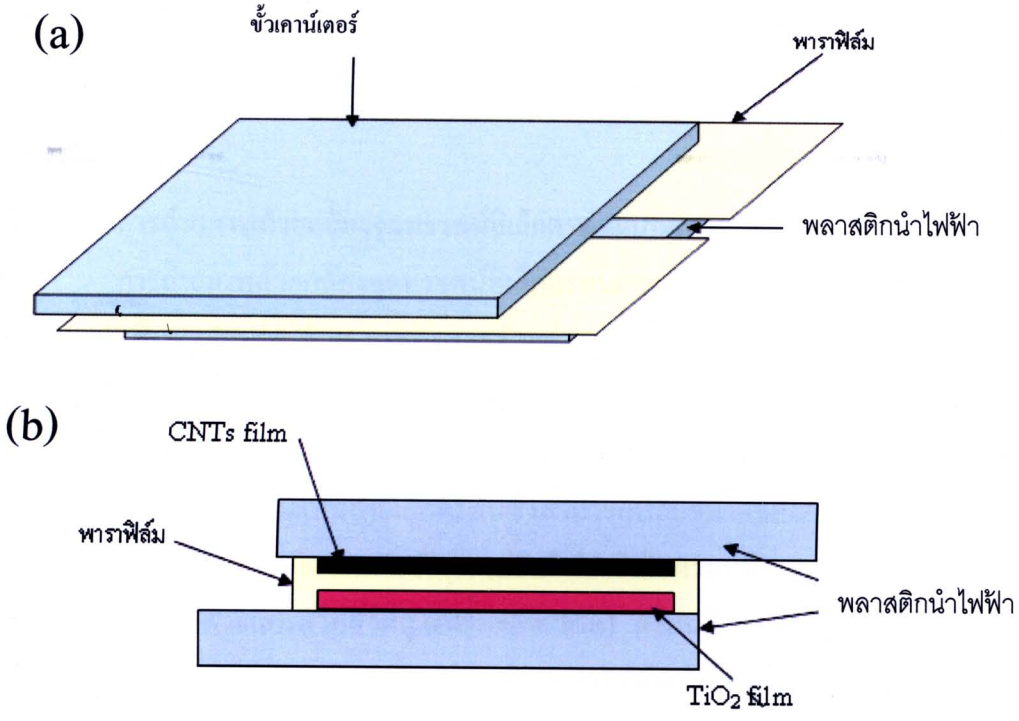
(2) วางขั้วเคาน์เตอร์บนแผ่นพาราฟิล์มรูปตัว U ใช้คลิปหนีบดังแสดงในภาพที่ 3.6 ขั้วเวิร์กกิ้ง

(3) ใช้คลิปหนีบเพื่อยึดขั้วทั้งสองไว้ด้วยกัน

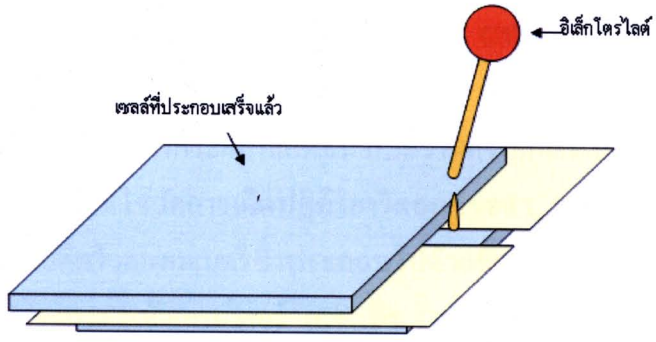


ภาพที่ 3.5 การวางพาราฟิล์มลงบน Working-electrode

(4) เติมสารละลายอิเล็คโตรไลต์ลงไปในเซลล์โดยหยดสารละลายอิเล็คโตรไลต์บริเวณช่องว่างระหว่างพาราฟิล์มจนเต็มช่องว่าง ดังภาพที่ 3.7 แล้วจึงทำการวัดประสิทธิภาพต่อไป



ภาพที่ 3.6 การประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงแบบพลาสติก
(a) การวางขั้ว Counter-electrode ลงบนแผ่นพาราฟิล์ม
(b) ภาพเซลล์ที่ประกอบแล้วเมื่อมองด้านข้าง



ภาพที่ 3.7 การหยดสารละลายอิเล็คโตรไลต์

3.3 เทคนิคการวิเคราะห์

ฟิล์มเคาน์เตอร์ถูกวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ด้วยไซคลิกโวลแทมเมตรี (CV) และศึกษาค่าความต้านทานของฟิล์มและการเก็บประจุของฟิล์มที่ประดิษฐ์เป็นเซลล์แสงอาทิตย์ด้วยเทคนิค Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) ส่วนประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ถูกวัดภายใต้แสงอาทิตย์เทียมที่มาตรฐาน AM. 1.5 ที่กำลังแสง 100 mW/cm^2 ที่อุณหภูมิห้อง

3.3.1 การถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นเทคนิคการถ่ายภาพที่นิยมใช้ในการศึกษาลักษณะสัณฐานของสารตัวอย่าง เช่น พื้นผิว และประมาณขนาดของสารตัวอย่าง โดยอาศัยการกวาดของลำอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดคลื่นที่มีความยาวคลื่นสั้น กลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า ผ่านคอนเดนเซอร์เลนส์ (Condenser lens) ทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอนซึ่งสามารถปรับขนาดของลำอิเล็กตรอนให้ใหญ่หรือเล็กได้ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดต้องปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสด้วยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงบนผิวของชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานแล้วจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึกและแปลงเป็นสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์แล้วถูกนำไปสร้างภาพบนจอ CRT (Cathode Ray Tube) โดย SEM จะมีชุดสแกนนิ่งคอยล์ (Scanning coil) ซึ่งเป็นขดลวดที่สร้างสนามแม่เหล็กสำหรับควบคุมการกราดของลำอิเล็กตรอนไปบนผิวของชิ้นงาน โดยสัญญาณที่ควบคุมการกราดของอิเล็กตรอนนี้จะทำงานเข้าจังหวะกับชุดควบคุมการแสดงตำแหน่งบนจอภาพแบบจุดต่อจุด ปริมาณของสัญญาณอิเล็กตรอนจะถูกนำไปควบคุมความมืดและความสว่างบนจอ

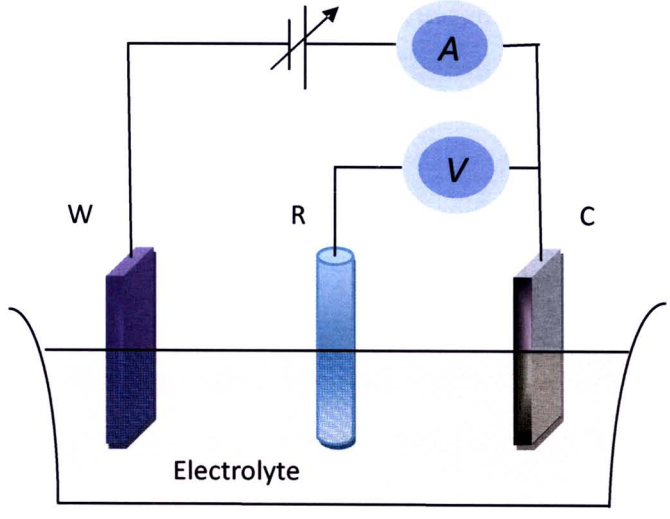
3.3.2 ไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry: CV)

ไซคลิกโวลแทมเมตรี เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวัดอัตราการเกิดปฏิกิริยาของสาร โดยจะแสดงค่าความสัมพันธ์ระหว่างกระแสที่เกิดขึ้น กับความต่างศักย์เทียบกับขั้วอ้างอิง (Reference Electrode) ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้วัดการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของ I_3^-/I^- ของขั้วเคาน์เตอร์ ภาพที่ 3.8 แสดงระบบการวัดไซคลิกโวลแทมเมตรีซึ่งประกอบไปด้วยขั้ว 3 ขั้ว คือ 1.ขั้วเวิร์กกิ้ง (W) ซึ่งเป็นขั้วใส่สารตัวอย่างที่ต้องการ 2.ขั้วเคาน์เตอร์ (C) เป็นขั้วที่ใช้ในการช่วยให้เกิดปฏิกิริยาครบวงจร ส่วนมากนิยมใช้ Pt 3.ขั้วอ้างอิง (Reference Electrode, R) เป็นขั้วที่ใช้เทียบศักย์ไฟฟ้ากับขั้วเคาน์เตอร์มีหลายแบบ สำหรับการวัดการเกิดปฏิกิริยาของขั้วเคาน์เตอร์กับอิเล็กโทรไลต์ในงานนี้

เป็นแบบ Ag/AgCl โดยกระบวนการวัดจะให้พลังงานศักย์ไฟฟ้าเข้าไปในระบบโดยเปลี่ยนค่าศักย์ไฟฟ้าไปเรื่อยๆ และวัดกระแสที่ไหลผ่านระหว่างขั้วเวิร์กกิ้งและขั้วเคาน์เตอร์ ซึ่งผลของ CV บ่งบอกได้ว่าไอออนของไตรไอโอไดส์ (I_3^-) ในอิเล็คโตรไลต์เข้าไปเกิดปฏิกิริยารีดักชั่น (รับอิเล็กตรอนที่ขั้วเวิร์กกิ้งของระบบ) ได้ดีมากน้อยเพียงใด โดยปฏิกิริยารีดอกซ์ที่เกิดขึ้นในระบบวัดนี้แสดงดังสมการ 3.1 และ 3.2

$$3I^- - 2e^- \rightarrow I_3^- \qquad (3.1)$$

$$I_3^- + 2e^- \rightarrow 3I^- \qquad (3.2)$$



ภาพที่ 3.8 ระบบการวัดไซคลิคโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry, CV)

3.3.3 การวัดประสิทธิภาพเซลล์แสงอาทิตย์

เป็นการวัดค่าความสามารถในการแปรผันพลังงานจากพลังงานแสงไปเป็นพลังงานไฟฟ้า ซึ่งสามารถบอกได้ว่าเซลล์แสงอาทิตย์ที่ประดิษฐ์ขึ้นมีกระแส ความต่างศักย์ และพลังงานมากน้อยเพียงใด โดยทฤษฎีการวัดประสิทธิภาพได้อธิบายอย่างละเอียดไว้ในบทที่ 2

3.3.4 Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

การวัด EIS เป็นการวัดหาค่าความต้านทานเชิงซ้อนของระบบ (ส่วนจริงและส่วนจินตภาพ,Z′/Z′′) โดยมองวงจรสมมูลของ DSSC แสดงในภาพที่ 3.9 (a) โดยที่ R_s คือ Series

Resistance , R_{CE} คือ Electron-Transfer Resistances ที่ผิวหน้าระหว่าง CE/Electrolyte, R_{ct} คือ Electron-Transfer Resistances ที่ผิวหน้าระหว่าง TiO_2/Dye/Electrolyte, CPE_1 คือ Constant Phase Element ระหว่างผิวหน้าระหว่าง TiO_2/Dye/Electrolyte และ C_{CE} ค่าการเก็บประจุที่ผิวหน้าระหว่าง CE/Electrolyte และ $Z_{diffusion}$ คือการแพร่ของไอออนในสารละลายอิเล็คโตรไลต์ (Diffusion of ions in the electrolyte)

อิมพีแดนซ์รวม (Total impedance, Z_{tot}) คือการรวมอิมพีแดนซ์ของแต่ละส่วนประกอบในเซลล์แสงอาทิตย์ซึ่งก็คือ ขั้วเวิร์กกิ้ง ขั้วเคาน์เตอร์ และอิเล็กโตรไลต์ โดยให้อิมพีแดนซ์รวมของขั้วเวิร์กกิ้งคือ Z_{WE} อิมพีแดนซ์รวมของขั้วเคาน์เตอร์คือ Z_{CE} และอิมพีแดนซ์รวมของการแพร่ไอออนในอิเล็คโตรไลต์คือ $Z_{diffusion}$ จะได้ความสัมพันธ์ตามสมการ 3.3

$$Z_{tot}=Z_{WE}+Z_{CE}+Z_{diffusion} \tag{3.3}$$

อิมพีแดนซ์รวมสามารถแยกออกเป็นส่วนจริงกับส่วนจินตภาพ อิมพีแดนซ์ที่ขั้วเวิร์กกิ้งส่วนจริง คือ Z_{rWE} และอิมพีแดนซ์ที่ขั้วเวิร์กกิ้งส่วนจินตภาพ คือ Z_{iWE} จะได้

$$Z_{WE}= Z_{rWE}+Z_{iWE} \tag{3.4}$$

$$Z_{rWE}= R_s+R_{ct} \tag{3.5}$$

$$Z_{iWE}= \frac{-j}{\omega CPE_1} \tag{3.6}$$

พิจารณาอิมพีแดนซ์รวมที่ขั้วเคาน์เตอร์ก็จะประกอบไปด้วยอิมพีแดนซ์ที่ขั้วเคาน์เตอร์ส่วนจริง (Z_{rCE}) และอิมพีแดนซ์ที่ขั้วเคาน์เตอร์ส่วนจินตภาพ (Z_{iCE}) จะได้ความสัมพันธ์

$$Z_{CE}= Z_{rCE}+Z_{iCE} \tag{3.7}$$

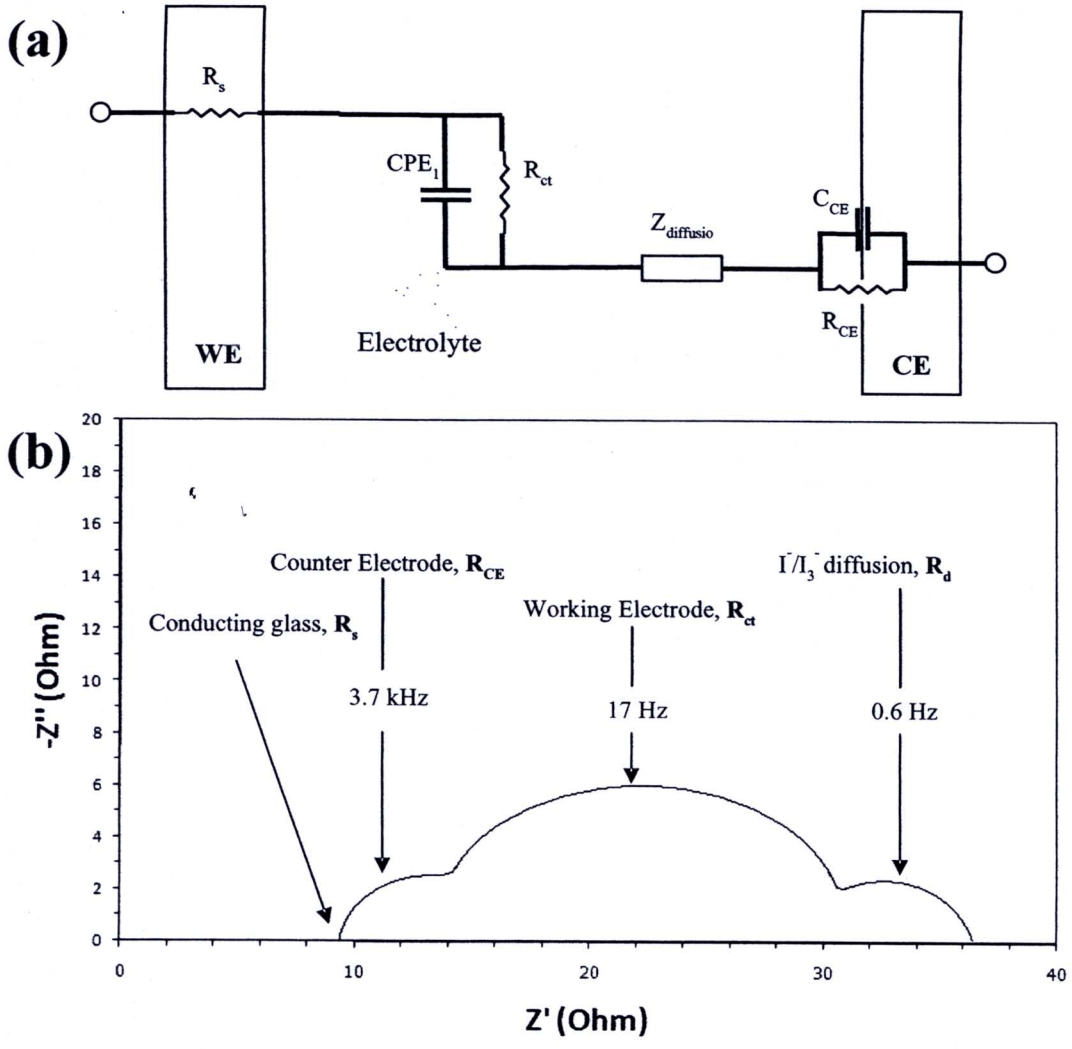
$$Z_{rCE}= R_{CE} \tag{3.8}$$

$$Z_{iCE}= \frac{-j}{\omega c_{CE}} \tag{3.9}$$

สำหรับการแพร่ไอออนในอิเล็คโตรไลต์สามารถอธิบายได้โดยสมการการแพร่ของ Nernst ดังสมการด้านล่าง (Hauch et al., 2001)

$$Z_{diffusion}= \frac{R_d}{\sqrt{j\omega}}\tanh\left(\sqrt{\frac{j\phi}{\omega_d}}\right) \tag{3.10}$$

ลักษณะกราฟ EIS ของ DSSC ที่เกิดขึ้นมีลักษณะดังภาพที่ 3.9 (b) จากกราฟนี้สามารถหาค่าความต้านทาน ค่าการเก็บประจุไฟฟ้า และค่าการแพร่ของไอออนได้โดยใช้สมการ 3.3-3.10



ภาพที่ 3.9 วงจรสมมูลของ DSSC และ Nyquist plots ของ DSSC

(a) วงจรสมมูลของ DSSC

(b) Nyquist plots ของ DSSC