

บทที่ 3

วิธีดำเนินการศึกษาวิจัย

ในบทนี้จะอธิบายขั้นตอนการศึกษาวิจัยทั้งหมด ซึ่งประกอบด้วย โดยเริ่มจากการสังเคราะห์ฟิล์มบางของ TiO_2 การทำด้วยเทคนิค doctor blade การเตรียมอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง การประกอบเซลล์ การทดสอบสารตัวอย่างด้วย XRD ทดสอบการนำไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง ทดสอบการดูดกลืนแสงของอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็งด้วย UV – visible spectrometer และทดสอบประสิทธิภาพการผันพลังงานแสงอาทิตย์เป็นพลังงานไฟฟ้าด้วย I –V test sunsimulater

3.1 การสังเคราะห์ฟิล์มบางของ TiO_2

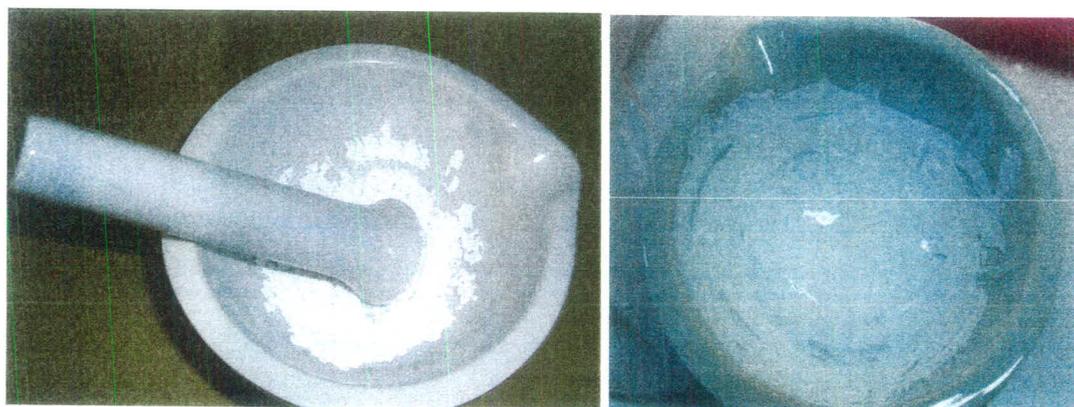
แก้ว TCO ที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นแก้ว TCO ที่ใช้ทางการค้า (commercial grade) สังเคราะห์ด้วย fluorine doped tin oxide ($\text{SnO}_2:\text{F}$) ลงบน sodalime glass ที่โปร่งแสง มีความต้านทาน 8 ohm/sq ที่ซื้อจากบริษัท Solaronix ประเทศสวีตเซอร์แลนด์ มีขั้นตอนการทดลองดังนี้ อันดับแรกนำแก้ว TCO มาตัดเป็นแผ่นขนาด $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$ จากนั้นนำแก้ว TCO ทำความสะอาดด้วยน้ำสบู่ อะซิโตน แอลกอฮอล์และน้ำกลั่นปราศจากไอออน ตามลำดับ แล้วเป่าให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจนที่มีความบริสุทธิ์สูง 99.99 % จากนั้นใช้เทปใส (3M) ปิดทับขอบทั้งสี่ด้านของแผ่นแก้วตัวนำ โดยเหลือพื้นที่ตรงกลางขนาด 0.25 cm^2 สำหรับสังเคราะห์ฟิล์มบางของ TiO_2 โครงผลึกนาโน ดังภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 การสังเคราะห์ฟิล์มบาง

3.2 การทำ TiO₂ โครงผลึกนาโน

เตรียม TiO₂ โดยวิธี doctor blade technique โดยการชั่ง TiO₂ powder 8 กรัม บดให้ละเอียด เป็นเวลา 30 นาที หยดกรดไนตริก (HNO₃) 65 % ที่เจือจางให้ได้ pH 3 – 4 จำนวน 10 มิลลิลิตร และคนให้เข้ากัน เป็นเวลา 30 นาที ถ้ายังไม่เหนียวข้นพอให้เติมน้ำ DI – water หรือน้ำกลั่นพอประมาณ หลังจากนั้นหยด triton X – 100 เพื่อเป็น surfactant ประมาณ 1 – 2 หยด จากนั้นนำไปเคลือบบนแผ่นแก้ว TCO ที่เตรียมไว้ นำไปเผาที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 30 นาที ดังภาพที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 กระบวนการทำ TiO₂ โครงผลึกนาโน

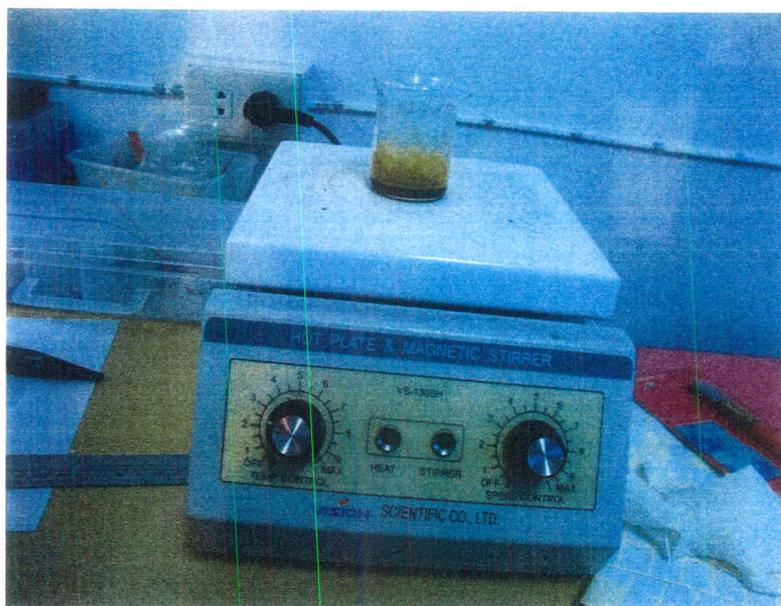
3.3 การเตรียมอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง

สำหรับการเตรียมอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง มีขั้นตอนในการเตรียมดังนี้

3.3.1 สารตั้งต้น

สารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง ประกอบด้วย 1,2,4,5-tetrakisbromomethyl benzene (TB), γ -butyrolactone (GBL), I_2 , KI, propylene carbonate (PC), 1-methyl-3-propylimidazodium iodide (MPI), poly(styrene - co - acrylonitrile) (P(S-A)) และ ethylene carbonate (EC)

3.3.2 การเตรียมโพลิเมอร์



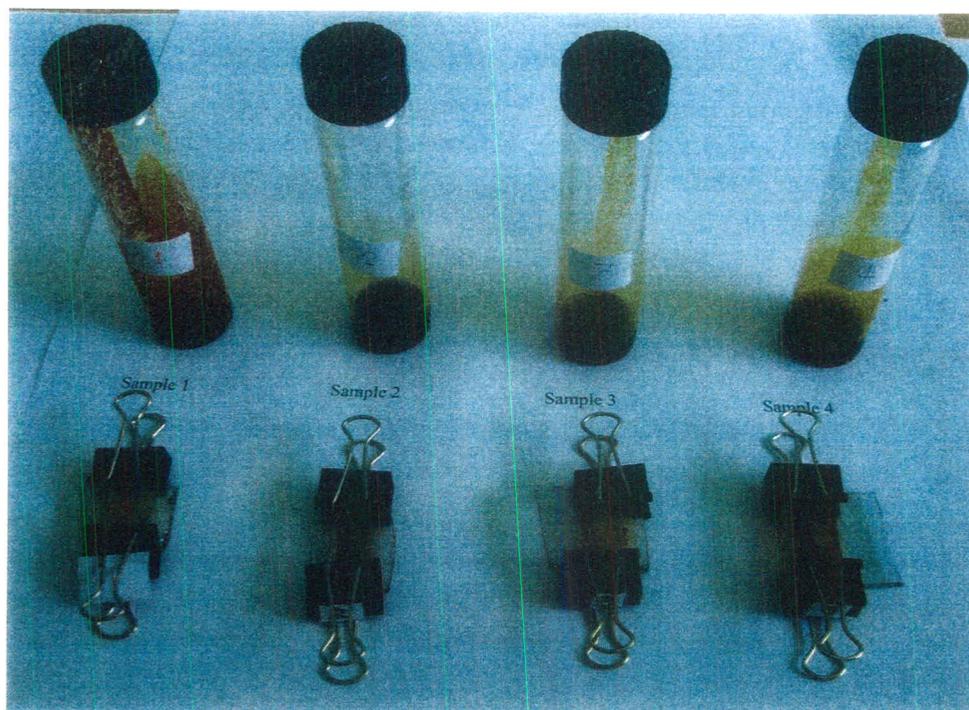
ภาพที่ 3.3 การเตรียมอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง

3.3.2.1 sample 1 เริ่มต้นโดยการนำ propylene carbonate (PC) จำนวน 1.0 ml มาผสมกับ 1,2,4,5-tetrakisbromo methylbenzene (TB) จำนวน 0.1 g ethylene carbonate (EC) จำนวน 1.5 g. 1-methyl-3-propylimidazodium iodide (MPI) จำนวน 1.0 ml poly(styrene - co - acrylonitrile) (P(S-A)) จำนวน 1.5 g. และ KI 0.5 g มาผสมกันแล้วคนให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 - 80 °C จนกลายเป็นเจล (jellification) สุดท้ายเติม I_2 จำนวน 0.05 g เมื่อเป็นเจลเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องและเก็บไว้ใช้งานขั้นตอนต่อไป

3.3.2.2 sample 2 นำ propylene carbonate (PC) ปริมาตร 1.0 ml มาผสมกับ 1,2,4,5-tetrakisbromo methylbenzene (TB) จำนวน 0.1 g, γ -butyrolactone (GBL) จำนวน 2.0 ml 1-methyl-3-propylimidazodium iodide (MPI) จำนวน 1.0 ml poly(styrene - co - acrylonitrile) (P(S-A)) จำนวน 1.5 g. และ KI 0.5 g มาผสมกันแล้วคนให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 - 80 °C จนกลายเป็นเจล (jellification) สุดท้ายเติม I_2 จำนวน 0.05 g เมื่อเป็นเจลเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องและเก็บไว้ใช้งานขั้นตอนต่อไป

3.3.2.3 sample 3 นำ ethylene carbonate (EC) จำนวน 1.5 g มาผสมกับ 1,2,4,5-tetrakisbromo methylbenzene (TB) จำนวน 0.1 g γ -butyrolactone (GBL) จำนวน 2.0 ml 1-methyl-3-propylimidazodium iodide (MPI) จำนวน 1.0 ml poly(styrene - co - acrylonitrile) (P(S-A)) จำนวน 1.5 g. และ KI 0.5 g มาผสมกันแล้วคนให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 - 80 °C จนกลายเป็นเจล (jellification) สุดท้ายเติม I_2 จำนวน 0.05 g เมื่อเป็นเจลเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องและเก็บไว้ใช้งานขั้นตอนต่อไป

3.3.2.4 sample 4 เริ่มต้นโดยการนำ propylene carbonate (PC) ปริมาตร 1.0 ml มาผสมกับ 1,2,4,5-tetrakisbromo methylbenzene (TB) จำนวน 0.1 g ethylene carbonate (EC) จำนวน 1.5 g γ -butyrolactone (GBL) จำนวน 2.0 ml 1-methyl-3-propylimidazodium iodide (MPI) จำนวน 1.0 ml poly(styrene - co - acrylonitrile) (P(S-A)) จำนวน 1.5 g. และ KI 0.5 g มาผสมกันแล้วคนให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 - 80 °C จนกลายเป็นเจล (jellification) สุดท้ายเติม I_2 จำนวน 0.05 g เมื่อเป็นเจลเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องและเก็บไว้ใช้งานขั้นตอนต่อไป



ภาพที่ 3.4 อิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง

3.4 การประกอบเซลล์

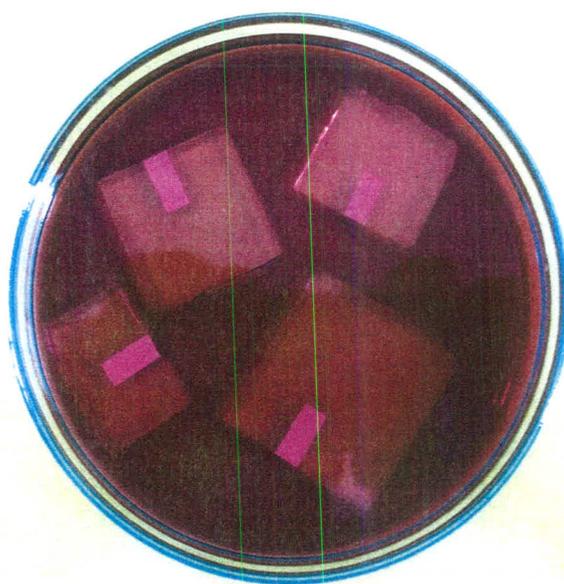
การประกอบเซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสง ประกอบด้วย 2 ส่วน ดังนี้

3.4.1 Working electrode

working electrode ประกอบด้วยแก้ว TCO ขนาด $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$ 1 แผ่น (สำหรับเซลล์แสงอาทิตย์ 1 เซลล์) และใช้ TiO_2 โครงผลึกนาโน ทำหน้าที่เป็น sensitizer ภายในเซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสง ซึ่งกระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มบางของ TiO_2 โครงผลึกนาโน ได้กล่าวแล้วในหัวข้อ 3.1 จากนั้นนำแก้ว TCO ไป deposit โดยวิธี doctor blade technique นำไปเผาที่อุณหภูมิ $450 \text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปแช่ในสีย้อมไวแสง bis(tetra butylammonium)-*cis*-di(thiocyanato)-*N,N*-bis(4-carboxylato-4-carboxylicacid-2,2-bipyridine) ruthenium (II) หรือ N719 dye ดังภาพที่ 3.5 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อสังเกตเห็นสีย้อมไวแสงถูกดูดกลืน TiO_2 โดยจะไม่มีสีขาวของ TiO_2 ให้เห็น แสดงว่าการย้อมด้วยสีย้อมไวแสงเสร็จแล้ว หลังจากนั้นนำเอา working electrode ออกมาทำความสะอาดที่ผิวหน้าของ electrode ด้วย acetonitrile



(ก)

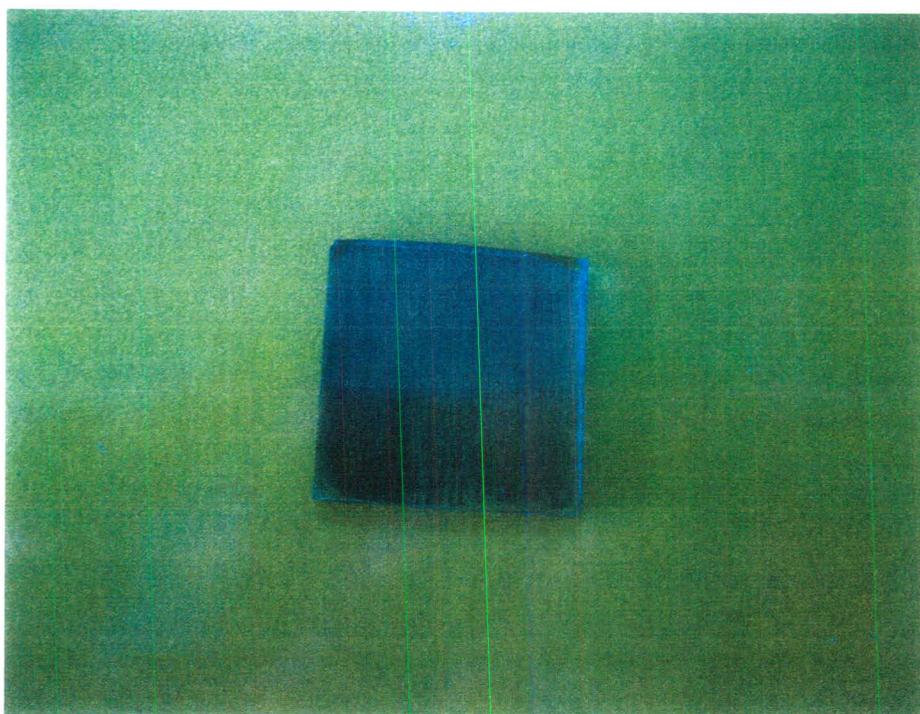


(ข)

ภาพที่ 3.5 फिल्मบางของ TiO_2 โครงผลึกนาโน บน working electrode (ก) โลหะออกไซด์เคลือบบนแก้ว TCO และนำไปเผา (ข) โลหะออกไซด์เคลือบบนแก้ว TCO นำไปแช่ในสีย้อมไวแสง

3.4.2 Counter electrode

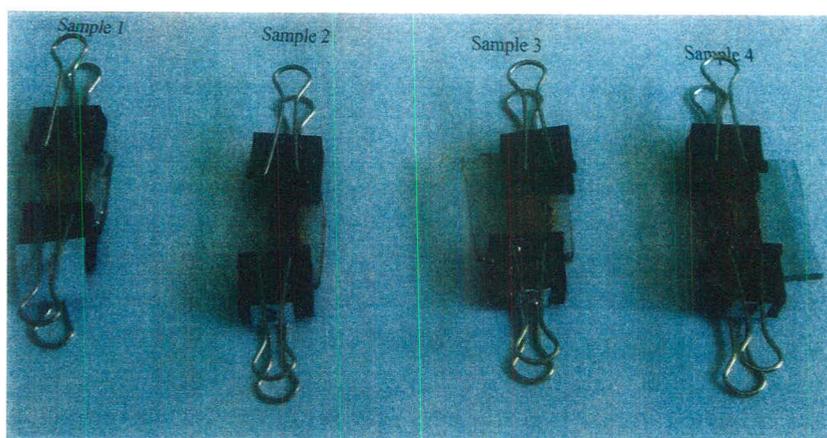
counter electrode ประกอบด้วยแก้ว TCO ขนาด $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$ 1 แผ่น (สำหรับเซลล์แสงอาทิตย์ 1 เซลล์) นำแผ่นแก้ว TCO อีก 1 แผ่น มาเคลือบด้วย Pt และคาร์บอน (C) จากดินสอดสีดำ HB (ตราม้า) ให้ทั่วแผ่น ดังภาพที่ 3.6 โดยวิธีหยด hexachloro platonic acid ที่เป็น source สำหรับ Pt (10 mM ใน 2 – propanol) ลงบนด้าน conductive ของ TCO จากนั้นนำ counter electrode ไป anneal ที่อุณหภูมิ $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 30 นาที ในอากาศ Pt จะทำหน้าที่เป็น redox catalyst



ภาพที่ 3.6 counter electrode ของเซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสง

การประกอบเซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสงสามารถทำได้โดยการเติมสารอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง (solid state electrolytes) ในการทดลองนี้ใช้อิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง 6 ชนิด ได้แก่ propylene carbonate (PC) 1,2,4,5-tetrakisbromo methylbenzene (TB) ethylene carbonate (EC) γ -butyrolactone (GBL) 1-methyl-3-propylimidazodium iodide (MPI),

poly(styrene – co – acrylonitrile) (P(S-A)) และเกลืออีก 1 ชนิดคือ KI, และ I_2 ในอัตราส่วนระหว่างเกลือต่อไอโอดีน 10 : 1 ซึ่งจะได้กล่าวถึงในหัวข้อถัดไป เติมน้ำ working electrode จำนวน 1-2 หยด จากนั้นนำไปประกบรวมกับ counter electrode สุดท้ายจะได้เซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสง จำนวน 1 เซลล์ ดังภาพที่ 3.7



ภาพที่ 3.7 เซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสงที่ประดิษฐ์ขึ้นแต่ละ sample

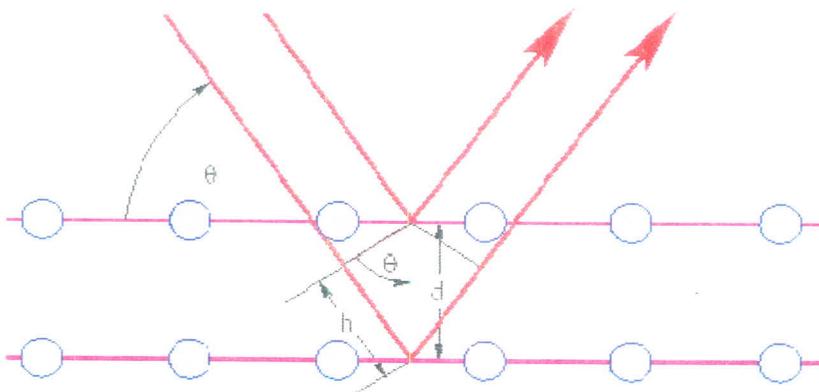
3.5 การทดสอบสารตัวอย่างด้วย XRD

วิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง โดยรังสีเอ็กซ์จะเลี้ยวเบนไปตามช่องว่างระหว่างอะตอมภายในผลึก และจะถูกบันทึกค่า แล้วทำการวิเคราะห์ธรรมชาติของโครงสร้างผลึกนั้น ๆ โดยระยะห่างระหว่างอะตอมนั้นสามารถคำนวณได้จากสมการของแบรกก์ (Bragg's law)

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (3.1)$$

- เมื่อ λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์
 d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก
 θ คือ มุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์กับระนาบผลึก



ภาพที่ 3.8 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากระนาบของอะตอม [19]



ภาพที่ 3.9 การทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ sample ทั้ง 4 ชนิด

3.6 ทดสอบการนำไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็ง

สำหรับการทดสอบการนำไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็งของอิเล็กโทรไลต์ทั้ง 4 ชนิดนี้ ในการทดลองจะทำการวัดค่าสภาพนำไฟฟ้าโดยใช้เครื่อง Cyberscan PC 300 เพื่อศึกษาค่าสภาพนำไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์สถานะของแข็งของอิเล็กโทรไลต์ทั้ง 4 ชนิด ที่อุณหภูมิสูงขึ้นหรือไม่ ซึ่งถ้าเป็นจริงเหตุผลดังกล่าวใช้อธิบายได้ว่าถ้าอุณหภูมิสูงขึ้นค่าสภาพนำไฟฟ้าก็จะมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากรูปแบบของโพลีเมอร์อยู่ในสถานะ amorphous และมี free-volume cages ปริมาณมาก free - volume cages จะมีปริมาณมากเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ [54] เหตุผลนี้ทำให้ไอออนมีการเคลื่อนที่มากขึ้น ทำให้ค่าสภาพนำไฟฟ้าใน solid state electrolytes มีค่าเพิ่มขึ้น และสามารถอธิบายความสัมพันธ์ระหว่างพฤติกรรมของสภาพนำไฟฟ้าและอุณหภูมิตามสมการของ Arrhenius equation ดังนี้

$$\sigma = \sigma_0 \exp\left[\frac{-E_a}{RT}\right] \quad (3.2)$$

เมื่อ σ คือ สภาพนำไฟฟ้า (S/cm)

σ_0 คือ ค่าคงตัว (1212)

E_a คือ พลังงานกระตุ้น (13.58 kJ/mol⁻¹)

R คือ ค่าคงที่ก๊าซ (8.314 J/mol K)

T คือ อุณหภูมิสัมบูรณ์ (K)

หรืออาจจะใช้สมการ Vogel-Tamman-Fulcher, VTF, Equation [55-56]

$$\sigma(T) = \sigma_0 T^{-1/2} \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (3.3)$$

$$\ln(\sigma T^{1/2}) = -\frac{E_a}{RT} + \ln(\sigma_0) \quad (3.4)$$

3.7 ทดสอบการดูดกลืนแสงของอิเล็กโตรไลต์สถานะของแข็งด้วย UV – visible spectrometer

สัมประสิทธิ์การทะลุผ่านของแสง ทดสอบโดยการใช้เครื่อง UV – visible spectrometer รุ่น Perkin ผลที่ได้คือ เปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงเทียบกับความยาวคลื่นในช่วงความยาวคลื่นแสงที่ตาสามารถมองเห็นได้ และค่าการดูดกลืนของแสงเทียบกับความยาวคลื่น และสัมประสิทธิ์ของการดูดกลืนแสง (α) สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\alpha(h\nu) \approx A(h\nu) = \log\left(\frac{1}{T}\right) \quad (3.5)$$

แต่เนื่องจากการวิเคราะห์ผลการทดลองนั้น เราได้ข้อมูลที่สามารถนำมาเขียนกราฟได้ ดังนั้นจึงไม่จำเป็นต้องใช้สมการในการคำนวณอีก

3.8 ทดสอบประสิทธิภาพการผันพลังงาน

การทดสอบและหาประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์โดยทั่วไปนิยมวัด I-V characteristic หรือ I-V curve ในการทดลองนี้ได้ทำการทดสอบและหาประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ โดยการต่อวงจรอย่างง่ายสำหรับการทดสอบขึ้นเอง เพื่อวัดค่า open circuit voltage (V_{oc}), short circuit current (I_{sc}) หรือสำหรับการทดสอบประสิทธิภาพเซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสงที่ประดิษฐ์ได้ เราสามารถคำนวณได้จากสมการดังต่อไปนี้ [57]

$$FF = \frac{(V \times I)_{\max}}{V_{oc} \times I_{sc}} \quad (3.6)$$

$$\eta(\%) = \frac{(V \times I)_{\max}}{P_{in}} \times 100\% \quad (3.7)$$

หรืออาจใช้สมการ

$$= \frac{V_{oc} \times I_{sc} \times FF}{P_{in}} \times 100\% \quad (3.8)$$

เมื่อ FF คือ ฟิลล์แฟกเตอร์ (fill factor)

V_{oc} คือ แรงดันไฟฟ้าวงจรเปิด (open-circuit voltage) (V)

η คือ ประสิทธิภาพการผันพลังงานของเซลล์แสงอาทิตย์

(energy conversion efficiency)

I_{sc} คือ กระแสในขณะลัดวงจร (A)

P_{in} คือ กำลังของแสงที่ตกกระทบ (incident light power) (mW/cm^2)

V_{\max} คือ แรงดันไฟฟ้าสูงสุด (V)

I_{\max} คือ กระแสสูงสุด (A)