

การสังเคราะห์และการตรวจคุณลักษณะของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ สำหรับการใช้งานในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสีไวแสง Synthesis and Characterization of TiO₂ Nanotube for Using in Dye-Sensitized Solar Cell

กิตติรงณ์ ศรีเมืองมาก

Kittirong Srimuangmak

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Master of Engineering in Materials Engineering

Prince of Songkla University

2556

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชื่อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์และการตรวจคุณลักษณะของท่อนาโนไทเทเนียมได
	ออกไซด์สำหรับการใช้งานในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสีไวแสง
ผู้เขียน	นายกิตติรงณ์ ศรีเมืองมาก
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	คณะกรรมการสอบ
 (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ คร.สุธรรม นิยมวาส)	ประธานกรรมการ (รองศาสตราจารย์ คร.เล็ก สีคง)
	กรรมการ (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ คร.สุธรรม นิยมวาส)
	กรรมการ (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ คร.วีรวรรณ เหล่าศิริพจน์)
	กรรมการ (ดร.อานอบ คันฑะชา)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานกรินทร์ อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็น ส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

> (รองศาสตราจารย์ คร.ธีระพล ศรีชนะ) คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ข้าพเจ้าขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้ไม่เคยเป็นส่วนหนึ่งในการอนุมัติปริญญาในระดับใคมาก่อน และ ไม่ได้ถูกใช้ในการยื่นขออนุมัติปริญญาในขณะนี้

> ถงชื่อ..... (นายกิตติรงณ์ ศรีเมืองมาก) นักศึกษา

ชื่อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์และการตรวจคุณลักษณะของท่อนาโนไทเทเนียมไคออกไซค์
	สำหรับการใช้งานในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสีไวแสง
ผู้เขียน	นายกิตติรงณ์ ศรีเมืองมาก
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ

ปีการศึกษา 2555

บทคัดย่อ

้โครงงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อสังเคราะห์และศึกษาวัสคุไทเทเนียมไดออกไซด์ ้นาโนทูป โดยแบ่งการทคลองเป็น 3 ส่วน โดยส่วนแรกเป็นการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์นา ์ โนทูปด้วยวิธีอะ โนไดซ์เซชั่น โดยวัสดุพื้นฐานเป็นแผ่นไทเทเนียมทางการก้าที่มีความหนา 25 ้ไมโครเมตร การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิของสารละลายที่ใช้ในการทดลอง พบว่า ไทเทเนียมได ้ออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิชีอะโนไดซ์เซชั่นที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาทีโดยใช้แรงคันไฟฟ้า 20 โวลต์ ให้ผลปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกที่ดีที่สุด คือ 28.58 เปอร์เซ็นต์ ้โครงสร้างที่ได้เป็นท่อมีลักษณะปลายปิด มีความยาวประมาณ 700 นาโนเมตรในส่วนที่สองเป็น การศึกษาอิทธิพลของเวลาในการอะ โนไคซ์เซชั่น โดยใช้อุณหภูมิของสารละลายที่ดีที่สุดจากส่วน แรกคือที่ 45องศาเซลเซียสที่แรงคันไฟฟ้า 20 โวลต์ จากการศึกษาพบว่าที่เวลาการอะ โนไคซ์เซชั่น 240 นาที ให้ผลปฏิกิริยาโฟโตแคตะ ไลติกที่ดีที่สุด คือ 36 เปอร์เซ็นต์ โครงสร้างที่ได้เป็นท่อมี ้ลักษณะปลายเปิดบางส่วน และท่อมีความยาวประมาณ 1.2 ใมโครเมตรในส่วนสุดท้ายเป็น การศึกษาอิทธิพลของแรงคันไฟฟ้าในการอะโนไคซ์เซชั่นโคยใช้อุณหภูมิของสารละลายที่คีที่สุด ้จากส่วนแรก และเวลาที่ดีที่สุดจากส่วนที่สองคือที่อุณหภูมิของสารละลาย 45 องศาเซลเซียสเวลาที่ ใช้ในการสังเคราะห์ 240 นาที พบว่าที่แรงคันไฟฟ้า 30 โวลล์ ให้ผลปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกที่คื ที่สุดคือ 38 เปอร์เซ็นต์โครงสร้างที่ได้เป็นท่อปลายเปิด โดยท่อมีความยาวประมาณ 5 ไมโครเมตร ้โดยผลการทดลองทั้งหมดเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งยืนยันได้จากผลการวิเกราะห์ด้วยเกรื่อง XRD

Thesis Title	Synthesis and Characterization of TiO_2 Nanotube for Using in Dye-
	Sensitized Solar Cell
Author	KittirongSrimuangmak
Major Program	Materials Engineering
Academic	Year 2012

Abstract

The purpose of this research is to synthesize titanium nanotube (TNT). The experimental was divided into 3 parts. Titanium nanotube was synthesized by anodization method using commercial titanium sheet (thickness is 25 μ m) as substrate. For this research reaction temperature, reaction time and voltage were investigated. The first part of experimental involvedoptimum reaction temperature for synthesize TNT to be 45°Cat 20 volt for 30 min. This temperature gave the best result of photocatalytic reaction (28.58%). Structure of TNT is closed form and pipe length of TNT was approximately 700 nm. The second part, optimum reaction time for synthesis TNT was240 min at 20 volt and optimum temperature 45°C. This temperature gave the best result of photocatalytic reaction (36.00%). Structure of TNT is opened form in some area and pipe length of TNT was approximately 1.2 μ m. The voltage on anodization process was studied in the last part. The optimum voltage for synthesis TNT was 30 volt at optimum temperature (45°C) and optimum reaction time 240 min. This voltage gave the best result of photocatalytic reaction (38.00%). Structure of TNT was opened form and pipe lengthwas approximately 5 μ m. All of results were titanium dioxide (TiO₂) that was confirmed by XRD technique.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยคี ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณผู้ที่เกี่ยวข้องทุก ท่านเป็นอย่างสูง ทั้งที่ออกนามและมิได้ออกนาม ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือข้าพเจ้าในทุกๆด้าน ไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ คร.สุธรรม นิยมวาส อาจารย์ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์หลัก ที่คอยให้คำปรึกษาและแนะนำดูแลตลอดช่วงเวลาการทำวิทยานิพนธ์ ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ คร.เล็ก สีคง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ คร.วีรวรรณ เหล่าศิริพจน์ ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสคุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และ คร.อานอบ คัณฑะชา ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยทักษิณ ที่กรุณารับเป็นกรรมการสอบและแก้ไข วิทยานิพนธ์ให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ และบุคลากรภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุที่คอย แนะนำและเป็นที่ปรึกษาเกี่ยวกับการทำปฏิบัติการและงานด้ำนเอกสารต่างๆ และขอขอบพระคุณ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ กลุ่มวิจัยวิศวกรรมเซรามิกและวัสดุผสม และกลุ่ม วิจัยวัสดุนาโน สถานวิจัยวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ และศูนย์เครือข่ายความเป็นเลิศด้าน นาโนเทคโนโลยีภาคใต้ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และทุนบัณฑิตวิทยาลัยภายใต้มหาวิทยาลัย วิจัยแห่งชาติ ที่สนับสนุนงบประมาณในการทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบคุณบุคลากร ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ เอื้อเฟื้อและสนับสนุนเกี่ยวกับการใช้เครื่องมือ

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุที่คอยให้ความ ช่วยเหลือและเป็นกำลังใจที่ดีเสมอมา

ท้ายที่สุดขอขอบพระกุณบิดา มารดา พี่น้อง ที่อยู่เบื่องหลังกอยให้กวามช่วยเหลือ เป็นกำลังใจที่ดีที่สุดทำให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

กิตติรงณ์ ศรีเมืองมาก

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(5)
กิตติกรรมประกาศ	(7)
สารบัญ	(8)
รายการตาราง	(12)
รายการรูป	(13)
บทที่	
1. บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของหัวข้อวิจัย	1
1.2 ทฤษฎีและหลักการ	5
1.2.1 Dye Sensitized Solar cell	5
1.2.2 TiO2หรือ ไทเทเนียมไดออกไซด์	7
1.2.3 สมบัติทางค้านสารกึ่งตัวนำของไทเทเนียมไดออกไซด์	7
สำหรับปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม	
1.2.4 ทฤษฎีของแสง	9
1.2.5 ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี	11
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	11
1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ	15
1.5 ขอบเขตของการวิจัย	16
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	16

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
1.7 สถานที่ทำวิจัย	16
2. วิธีการดำเนินการวิจัย	17
2.1 อุปกรณ์การทดลอง	17
2.2 วัสคุและสารเกมี	18
2.3 การออกแบบการทคลองและวิธีการทคลอง	19
2.3.1 กระบวนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์นาโนทูป	20
2.4 การตรวจสอบคุณลักษณะของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซค์นาโนทูป	22
2.4.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)	22
2.4.2 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสส่องกวาด (SEM)	23
2.4.3 ปฏิกิริยาโฟโตแคตะ ใลติกในการย่อยสลายที่ของเมทิลียบลู	24
ด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer	
2.5 วิธีการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสีไวแสง	25
3. ผลการทคลองและวิเคราะห์ผลการทคลอง	29
3.1 ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นหลังจากสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์	31
นาโนทูปด้วยวิธีอะ โนไดเซชั่น	
3.1.1 ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นหลังจากสังเคราะห์	31
โดยการแปรค่าอุณหภูมิ 	
3.1.2 ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นหลังจากสังเคราะห์	33
โดยการแปรค่าเวลาในการทดลอง	

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.1.3 ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นหลังจากสังเคราะห์ โดย	34
การแปรค่าแรงคันไฟฟ้า	
3.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะ โครงสร้างทางจุลภาคที่เกิดขึ้นหลังจากการสังเคราะห์	35
ไทเทเนียมไดออกไซค์นาโนทูปด้วยวิธีอะ โนไดเซชั่น	
3.2.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะ โครงสร้างทางจุลภาคที่เกิดขึ้นหลังจาก	35
การสังเคราะห์ โดยการแปรค่าอุณหภูมิ	
3.2.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะ โครงสร้างทางจุลภาคที่เกิดขึ้นหลังจาก	37
การสังเคราะห์โดยการแปรค่าเวลาในการทดลอง	
3.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะ โครงสร้างทางจุลภาคที่เกิดขึ้นหลังจาก	39
การสังเคราะห์โดยการแปรค่าแรงดันไฟฟ้าในการทดลอง	
3.3 ผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก	39
3.3.1 ผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะ ใลติกของตัวอย่างที่ได้จากการ	39
สังเคราะห์ โดยการแปรค่าอุณหภูมิ	
3.3.2 ผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะ ไลติกของตัวอย่างที่ได้จากการ	41
สังเคราะห์โดยการแปรค่าเวลาในการสังเคราะห์	

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.3 ผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะใลติกของตัวอย่างที่ได้จากการ	41
สังเคราะห์โดยการแปรค่าแรงดันไฟฟ้าในการสังเคราะห์	
4. บทสรุปและข้อเสนอแนะ	43
4.1 สรุปผล	43
4.2 ข้อเสนอแนะ	44
บรรณานุกรม	45
ภาคผนวก ก	48
ภาคผนวก ข	50
ประวัติผุ้เขียน	53

รายการตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 เครื่องมืออุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	17
2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทคลอง	18

รายการรูป

รูปที่	หน้า
1.1 แสดงกระบวนการ Photocatalysis	4
1.2 การเลือกสมบัติของสารกึ่งตัวนำ	8
1.3 แสดงการเปรียบเทียบการสังเคราะห์แสงของพืช (a) กับการทำงานของสาร	9
โฟโตแกตะลิสต์ (b)	
1.4 แสดงช่วงของความยาวกลื่นแสงในช่วง Visible light	10
1.5 ส่วนประกอบของเซลล์อิเล็กโทรไลต	12
2.1 เครื่อง Wishbath Water bath	19
2.2 เครื่อง Power supply Agilent E3612A	20
2.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ TiO ₂ ด้วย Anodization	21
2.4 เครื่องX-Ray Diffractometer Philips X'Pert MPD	22
2.5 เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) QUANTA	23
2.6 เครื่องUV-VisSpectometer Thermo Scientific Genesys 10UV	24
2.7 แผ่นไทเทเนียมหลังจากทำการทคลองและผ่านกระบวนการทางความร้อน	25
2.8 การย้อมสีของแผ่นไทเทเนียมเพื่อนำไปประกอบเป็เซลล์แสงอาทิตย์	26
2.9 ลักษณะการตัดแผ่นเทอร์ โมพลาสติก	26
2.10 เครื่องสปินโค๊ค เพื่อใก้กระจกที่นำไฟฟ้ามีแพลทตินั่มเคลือบอยู่	27
2.11 ลักษณะการวางแต่ละชั้นของการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์	27

รายการรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.12 เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสีไวแสงที่เสร็จสมบูรณ์	28
3.1 ค่าการนำไฟฟ้าทำการทดลองด้วยวิธีอะโนเซชั่นในสารละลาย NH4F	30
ที่แรงคันไฟฟ้า 20 V เป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิต่างๆ	
3.2 ค่าการนำไฟฟ้าทำการทคลองด้วยวิธีอะ โนเซชั่นในสารละลาย NH4F ที่แรงคัน	30
ไฟฟ้า 20 V อุณหภูมิของสารละลาย 45 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่างๆ	
3.3 ค่าการนำไฟฟ้าทำการทดลองด้วยวิธีอะโนเซชั่นในสารละลาย NH4F อุณหภูมิ	31
ของสารละลาย 45 องศาเซลเซียส (a) เวลา 180 นาทีที่แรงคันไฟฟ้าต่างๆ	
3.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ (a) อุณหภูมิของสารละลายในการ	32
สังเคราะห์ 25 องศาเซลเซียส, (b) อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 35 ⁰ C และ	
(c) อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 45องศาเซลเซียส	
3.5 รูปแบบการเกิดท่อ (a) เกิดชั้นออกไซด์ที่บริเวณผิวของแผ่นไทเทเนียม	33
(b) ฟลูออไรค์เข้าไปเจาะชั้นผิวออกไซค์ (c) เกิคการงอกของชั้นผิวออกไซค์ (d)	
เกิดการจัดเรียงตัวพร้อมกับการงอกของชั้นผิวออกไซด์ (e) การจัดเรียงตัวเสร็จ	
สมบูรณ์โดยที่อัตราการงอกเท่ากับ อัตตราการเจาะ	
3.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ (a) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 60 นาที	34
(b) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาที	

รายการรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ (a)ที่เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาทีที่	35
แรงคันไฟฟ้า 20 โวลต์, (b) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 180 นาทีที่แรงคันไฟฟ้า	
30 โวลต์ และ (c) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาทีที่แรงคันไฟฟ้า 30 โวลต์	
3.8 แสดงภาพถ่าย SEM ที่อุณหภูมิของสารละในการสังเคราะห์ 25 องศาเซลเซียส	36
(a) Top view, (b) Cross section	
3.9 แสดงภาพถ่าย SEM ที่อุณหภูมิของสารละลายในการสังเคราะห์ 35	36
องศาเซลเซียส (a) Top view, (b) Cross section	
3.10 แสดงภาพถ่าย SEM ที่อุณหภูมิของสารละในการสังเคราะห์ 45 องศาเซลเซียส	37
(a) Top view, (b) Cross section	
3.11 แสดงภาพถ่าย SEM ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 60 นาที	38
(a) Top view,(b) Cross section	
3.12 แสดงภาพถ่าย SEM ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาที	38
(a) Top view,(b) Cross section	
3.13 แสดงภาพถ่าย SEM ที่เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาทีแรงดันไฟฟ้า 20 โวลต์	40
(a) Top view,(b) Cross section	
3.14 แสดงภาพถ่าย SEM ที่เวลาในการสังเคราะห์180 นาทีแรงคันไฟฟ้า 30 โวลต์	40
(a) Top view,(b) Cross section	

รายการรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.15 แสดงภาพถ่าย SEM ที่เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาทีแรงคันไฟฟ้า 30 โวลต์	41
(a) Top view,(b) Cross section	
3.16 อัตราการย่อยสถายสารเมทิลีนบลูของตัวแปรอุณหภูมิเมื่อเทียบความเข้มข้น	42
ของสารเมทิลีนบลูกับเวลาในการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู	
3.17 อัตราการย่อยสลายสารเมทิลีนบลูของตัวแปรเวลาในการสังเคราะห์เมื่อเทียบ	42
ความเข้มข้นของสารเมทิลีนบลูกับเวลาในการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู	

(16)

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของหัวข้อวิจัย

มีการสันนิฐานกันว่า ความต้องการใช้พลังงานและปริมาณการแพร่กระจายของ ้ การ์บอนไคออกไซด์ จะเพิ่มสูงขึ้น ประมาณร้อยละ70 ของปริมาณการ์บอนไคออกไซด์ในปัจจุบัน ในปี 2000 ถึง 2030 โคยมีการใช้เชื้อเพลิงจาก ฟอสซิวประมาณร้อยละ80 ของปริมาณเชื้อเพลิงจาก พลังงานทั้งหมด ทำให้ทรัพยากรดังกล่าวหมดไปอย่างรวดเร็วจึงได้มีการสำรวจทรัพยากรดังกล่าว ในปี 2002 พบว่า น้ำมันจะหมคลงในอีก 40 ปี แก๊สธรรมชาติจะหมคลงในอีก 60 ปี และอีก 200 ปี ้ถ่านหินก็จะหมดลงที่เป็นเช่นนี้เพราะความต้องการการใช้พลังงานที่สูงขึ้นบวกกับทรัพยากรที่มีอยู่ ้อย่างจำกัดและสภาวะโลกร้อนทำให้ต้องมีการคิดหาเทคโนโลยี ที่จะมาผลิตพลังงานและรักษาไว้ ซึ่งสภาพแวคล้อมและพลังงานเหล่านั้นจะต้องเป็นพลังงานสะอาคสามารถหมุนเวียนกลับมาใช้ ใหม่ได้อีก ซึ่งนั้นก็คือ พลังงานจากแสงอาทิตย์ (Greijer และคณะ, 2003) พลังงานแสงอาทิตย์ที่ควง อาทิตย์สร้างขึ้นมีประมาณ 3.8x10²³กิโลวัตต์แต่เนื่องจากระยะทางที่ห่างจากโลก 93 ล้านไมล์ทำให้ พลังงานที่ส่งมายังโลกลดน้อยลง พลังงานแสงอาทิตย์ที่เดินทางมาถึงโลกประมาณ $1.8 \mathrm{x10}^{14}$ กิโลวัตต์ ถูกดูดซับโดยบรรยากาศและพื้นโลกประมาณ 1.25x10¹⁴กิโลวัตต์ ในขณะที่พลังงานที่ ้มนุษย์ใช้รวมกันทั้งโลกประมาณ $1 \mathrm{x} 10^{14}$ กิโลวัตต์พลังงานแสงอาทิตย์บนพื้นที่ 1 ตารางเมตร ได้ พลังงานประมาณ 1000 วัตต์ต่อตารางเมตร หรือเฉลี่ย 4-5 กิโลวัตต์ต่อตารางเมตรต่อวัน ซึ่งมี ้ความหมายว่าในวันหนึ่ง ๆ บนพื้นที่เพียง 1 ตารางเมตรนั้น จะได้รับพลังงานแสงอาทิตย์ 1 กิโลวัตต์ เป็นเวลานานถึง 4-5 ชั่วโมง ถ้าเซลล์แสงอาทิตย์มีประสิทธิภาพในการแปลงพลังงาน เท่ากับร้อยละ 15 ดังนั้นเซลล์แสงอาทิตย์ที่มีพื้นที่ 1 ตารางเมตร จะสามารถผลิตพลังงานไฟฟ้าได้ 150 วัตต์หรือ เฉลี่ย 600-750 วัตต์ต่อตารางเมตรต่อวัน สำหรับประเทศไทย มีความต้องการพลังงานไฟฟ้า ประมาณ 250 ถ้านกิโลวัตต์ต่อวัน คังนั้น พื้นที่ประมาณ 1500 ตารางกิโลเมตร (ร้อยละ 0.3 ของ ้ประเทศไทย) จะสามารถผลิตไฟฟ้าจากเซลล์แสงอาทิตย์ได้เพียงพอกับความต้องการทั้งประเทศ

ในปัจจุบันวัสคุสำคัญที่ใช้ทำเซลล์แสงอาทิตย์ ที่ใช้มากที่สุดในปัจจุบันได้แก่ สาร ซิลิคอน (Si) ซึ่งเป็นสารชนิดเดียวกับที่ใช้ทำชิพในคอมพิวเตอร์และเครื่องอิเล็กทรอนิกส์ซิลิคอน เป็นสารซึ่งไม่เป็นพิษมีการนำมาผลิตเซลล์แสงอาทิตย์ใช้กันอย่างแพร่หลาย นอกจากนี้ยังมีวัสดุ ชนิดอื่นที่สามารถนำมาผลิตเซลล์แสงอาทิตย์ได้เช่น แกลเลียมอาเซไนด์ (GaAs) และ แคดเมียม เทลลูไรด์ (CdTe) แต่วัสดุเหล่านั้นยังมีราคาสูงและบางชนิดยังไม่มีการพิสูจน์เรื่องอายุการใช้งานว่า สามารถใช้งานได้นาน

การผลิตเซลล์แสงอาทิตย์ แบบผลึกเดี่ยว (Single Crystalline) หรือที่รู้จักกันในชื่อ Mono-Crystalline การเตรียมสารซิลิคอนชนิดนี้เริ่มต้นจากนำสารซิลิคอนซึ่งผ่านการทำให้เป็นก้อน ที่มีความบริสุทธิ์สูงมาก (ร้อยละ99.999) มาหลอมละลายในเตา Induction furnace ที่อุณหภูมิสูงลึง 1500 องศาเซลเซียส เพื่อทำการสร้างแท่งผลึกเดี่ยวขนาดใหญ่ (เส้นผ่านศูนย์กลาง 6-8 นิ้ว)พร้อม กับใส่สารเจือปน Boron เพื่อทำให้เกิด P-type แล้วทำให้เกิดการเย็นตัวจับตัวกันเป็นผลึกด้วย Seed ซึ่งจะตกผลึกมีขนาดหน้าตัดใหญ่แล้วก่อยๆ ดึงแท่งผลึกนี้ขึ้นจากเตาหลอม ด้วยเทกโนโลยีการดึง ้ผลึกจะ ได้แท่งผลึกยาวเป็นรูปทรงกระบอกคุณภาพของผลึกเดี่ยวจะสำคัญมากต่อสมบัติของเซลล์ ์ แสงอาทิตย์จากนั้นนำแท่งผลึกมาตัดให้เป็นแผ่นบาง ๆ ด้วยลวดตัดเพชร (Wire Cut) เรียกว่าเวเฟอร์ ์ ซึ่งจะได้แผ่นผลึกมีความหนาประมาณ 300 ใมโครเมตร และขัดความเรียบของผิว จากนั้นก็จะ ้นำไปเจือสารที่จำเป็นในการทำให้เกิดเป็น p-n junction ขึ้นบนแผ่นเวเฟอร์ด้วยวิธีการ Diffusion ที่ อณหภมิระคับ 1000 องศาเซลเซียสจากนั้นนำไปทำขั้วไฟฟ้าเพื่อนำกระแสไฟออกใช้ ที่ผิวบนจะ ้เป็นขั้วลบส่วนผิวล่างเป็นขั้วบวกขั้นตอนสุดท้ายจะเป็นการเกลือบฟิล์มผิวหน้าเพื่อป้องกันการ ้สะท้อนแสงให้น้อยที่สุดตอนนี้จะ ได้เซลล์ที่พร้อมใช้งานหลังจากนั้นก็นำไปประกอบเข้าแผงโดย ใช้กระจกเป็นเกราะป้องกันแผ่นเซลล์ และใช้ซิลิโคนและ อีวีเอ (Ethylene vinyl acetate) ช่วย ้ป้องกันความชื้น ในการใช้งานจริงเราจะนำเซลล์แต่ละเซลล์มาต่ออนุกรมกันเพื่อเพิ่ม แรงเคลื่อนไฟฟ้าให้ได้ตามต้องการ

การผลิตเซลล์แสงอาทิตย์แบบผลึกรวม (Poly crystalline) การผลิตเซลล์ แสงอาทิตย์โดยวิธีนี้จะมีค่าใช้จ่ายที่ถูกกว่าวิธีแรก คือการทำแผ่นเซลล์จะใช้วิธีการหลอมสาร ซิลิคอนให้ละลายพร้อมกับใส่สารเจือปน Boron เพื่อทำให้เกิด p-type แล้วเทลงในแบบพิมพ์เมื่อ สารละลายซิลิคอนแข็งตัวก็จะได้เป็นแท่งซิลิคอนแบบผลึกรวม (ตกผลึกไม่พร้อมกัน) จากนั้น นำไปตัดเป็นแผ่นเช่นเดียวกับแบบผลึกเดี่ยวความแตกต่างระหว่างแบบผลึกเดี่ยวและแบบผลึกรวม สังเกตได้จากผิวผลึกถ้ามีโทนสีที่แตกต่างกันซึ่งเกิดจากผลึกเล็กๆหลายผลึกในแผ่นเซลล์จะเป็น แบบผลึกรวมในขณะที่แบบผลึกเดี่ยวจะเห็นเป็นผลึกเนื้อเดียว คือมีสีเดียวตลอดทั้งแผ่นส่วน กรรมวิธีการผลิตเซลล์ที่เหลือจะเหมือนกัน เซลล์แสงอาทิตย์แบบผลึกรวม (Poly crystalline) จะให้ ประสิทธิภาพต่ำกว่าแบบผลึกเดี่ยว ประมาณร้อยละ2-3 อย่างไรก็ตามเซลล์ทั้ง 2 ชนิด มีข้อเสียใน การผลิต คือ แตกหักง่ายและมีราคาแพง

้เมื่อเวลากว่า 3 พันล้านปีมาแล้วสิ่งมีชีวิตที่สามารถสังเคราะห์แสงได้ยุคแรก มีเม็ค สี (Pigment หรือ Dye) เป็นส่วนประกอบหลัก จึงเรียก One-celled chemical factory คือ สามารถใช้ Hydrogen sulfide และสารประกอบอินทรีย์โคยมีแสงอาทิตย์เป็นตัวกระดุ้น เพื่อผลิตวัสดุที่ให้ พลังงาน น้ำตาล การ์โบไฮเครท และสร้างวัสดุเพื่อเจริญเติบโต เม็คสิที่เป็นวัสดุสำคัญในการดูค แสงอาทิตย์ที่เรียก Green chlorophyll นี้มีขนาด 10⁻⁵⁰นาโนเมตร เมื่อประมาณ 10 กว่าปีที่ผ่านมา Grätzelและ Óregan (1991)ได้อาศัยพื้นฐานจากการสังเคราะห์แสงของพืชประดิษฐ์ Nano-StructureDye-Sensitized Electrochemical Solar Cell ประสิทธิภาพร้อยละ 10 โดยใช้ Ruthenium (II) polypyridyl complex เป็นตัวดูดแสงและ (Amao และคณะ, 2004)ได้ใช้ Chlorophylladerivative และ Chlorine-e6 เป็นตัวดูดแสงแล้วส่งอิเล็กตรอนสู่ Nanocrystalline-TiO, ซึ่งเป็นสาร ้ กึ่งตัวนำแบบ Wide band gap โดยที่ Mr. Gratzelได้ทำการทดลองสร้างเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสี ใวแสง (Dye-Sensitized Solar Cell : DSSC) โครงสร้างพื้นฐานของ DSSC ประกอบค้วยวัสคุซ้อน เป็นชั้นๆ ได้แก่ (1) Anode electrode ซึ่งเป็นกระจกนำไฟฟ้าที่เคลือบด้วยโลหะออกไซด์ เช่น SnO, และเคลือบทับด้วย TiO,(ที่มีลักษณะเป็นเม็ดกลมคล้ายฟองน้ำ) ทำหน้าที่ดูดซับตัว Dye และรับ อิเล็กตรอนจากตัว Dye (2) Dye ทำหน้าที่รับพลังงานแสงอาทิตย์และถ่ายเทอิเล็กตรอนให้กับ ขั้วไฟฟ้า (3) Electrolyte system (มีลักษณะหนึด) ที่สามารถง่ายอิเล็กตรอนให้กับ Dye (4) Counter electrode ซึ่งทำหน้าที่เป็น Cathode ที่มีความต้านทานต่ำซึ่งเคลือบด้วยโลหะ Platinum ทำหน้าที่ จ่ายอิเล็กตรอนให้กับ Electrolyte system

หลักการทำงาน เมื่อมีแสงมาตกกระทบบนเซลล์แสงอาทิตย์ เม็คสีที่อยู่ภายในจะ ทำหน้าที่ดูคกลืนแสงแล้วอิเล็กตรอนของเม็คสีเองจะมีระดับพลังงานที่สูงขึ้น และสามารถเคลื่อนที่ เข้าไปสู่แถบการนำของสารกึ่งตัวนำ ซึ่งก็คือ TiO₂ จากนั้นอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านชั้นฟิล์มนำ ไฟฟ้าโปร่งแสง (กระจกนำไฟฟ้าโปร่งแสง) และไหลผ่านอุปกรณ์ไฟฟ้าภายนอกและจะเคลื่อนที่ มายังขั้วไฟฟ้าอีกข้างหนึ่งซึ่งมีตัวเร่งปฏิกิริยา เช่นโลหะแพลททินัม (Pt) หรือสารจำพวกคาร์บอน (C) เคลือบอยู่ แล้วอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านสารอิเล็กโทรไลท์โดยอาศัยปฏิกิริยารีดักชัน-ออกซิเคชัน (Redox) ท้ายที่สุดอิเล็กตรอนจะไหลกลับมายังเม็คสีที่อยู่ภายในเซลล์แสงอาทิตย์อย่าง เดิม โดยกระบวนการอย่างนี้จะเกิดซ้ำไปเรื่อยๆ ตราบใดที่ยังมีแสงมาตกกระทบบนเซลล์ แสงอาทิตย์ ข้อคีของ DSSC ใช้วัสคุราคาไม่แพง ประกอบง่าย ไม่จำกัคในเรื่อง Band gap ทำ ให้จำกัคการดูคกลื่นช่วงคลื่นแสง และยังอาจเกิคการสูญเสียอิเล็กตรอนคังเช่นที่เกิคใน Silicon solar cell ที่อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาใหม่ จะรวมตัวกับ Hole ก่อนที่จะมีโอกาสไปสู่ p-n junction

การใช้เซลล์แสงอาทิตย์เปลี่ยนพลังงานแสงอาทิตย์ให้เป็นพลังงานไฟฟ้า ด้วย กระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม (Photocatalysis) ดังรูปที่ 1.1



ร**ูปที่ 1.1** กระบวนการ Photocatalysis (ที่มา: <u>http://www.t-2.biz/index.php?cf=t-2_photocatalysis;</u> สืบค้นเมื่อ 11/10/2009)

ดังนั้น โครงงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์และศึกษาลักษณะของท่อ TiO₂ ระดับ นาโน จากการปรับปรุงรูปร่างไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนที่สามารถนำส่งอิเล็กตรอนสู่ขั้วได้ รวดเร็วขึ้นกว่าอนุภาค TiO₂ ระดับนาโน เป็นการลดปัญหาการสูญเสียอิเล็กตรอนกลับไปรวมตัวกับ hole จะส่งผลต่อการผลิตเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar cell) ให้มีประสิทธิภาพในการผลิตกระแสไฟฟ้า ที่สูงขึ้น และเพื่อประโยชน์สำหรับการใช้ข้อมูลในการผลิตเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดดาย - เซนซิไตซ์ ให้มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าเซลล์แสงอาทิตย์แบบเดิมได้

1.2. ทฤษฎีและหลักการ

1.2.1 DSSC หรือ Dye Sensitized Solar Cell เป็นเซลล์แสงอาทิตย์ชนิคสีย้อมไว แสงชนิดใหม่และมีหลักการการทำงานคล้ายคลึงกับกระบวนการสังเคราะห์แสงของพืชโดยภายใน เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสีไวแสงแบ่งออกเป็น 4 ส่วนได้แก่

1.2.1.1. ขั้วไฟฟ้าเวิกกิ่ง (Working-electrode) ประกอบด้วยสารกึ่งตัวนำ โลหะออกไซด์ (Metal Oxide Semiconductor) เช่น TiO2, SnO2ZnO, Fe3O4, NiO และ SiO, เป็นต้น กระจกเคลือบด้วยสารนำใฟฟ้าโปร่งแสง (Transparent Conducting oxide glass, TCO glass) เช่น สารกลุ่ม ITO (Indium doped tin oxide) หรือ FTO (Fluorine doped tin oxide) และ โมเลกุลของเม็ค สีที่ใช้ย้อม (Dye-sensitizer) สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ (Metal oxide semiconductor) สารกึ่งตัวนำ ้โลหะออกไซค์มักเป็นกลุ่มสารกึ่งตัวนำที่มีแถบพลังงานกว้าง (Wide band gap semiconductor) และ มักถูกเตรียมให้อยู่ในรูปของฟิล์มบางที่มีลักษณะเป็นรูพรุนสูง (High porous) และเมื่อถูกเคลือบ ้ด้วยโมเลกุลของเม็ดสีย้อมทำให้สามารถดูดกลื่นแสงอาทิตย์ในช่วงที่ตาเรามองเห็นได้เป็นอย่างดี ้เนื่องจากต้องการให้โมเถกูลของสีย้อมมีการดูดกลืนแสงให้ได้มากที่สุดสารกึ่งตัวนำที่ใช้ควรจะไม่ ้ดดกลืนแสงในช่วงที่ตามองเห็นทำให้ต้องเลือกใช้สารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างแถบพลังงานกว้าง มากกว่า 3 อิเล็กตรอนโวลต์และระดับพลังงานของขอบล่างของแถบการนำ (Conduction band edge) ควรจะมีค่าน้อยกว่าค่าระดับพลังงานที่สถานะถูกกระตุ้นของ โมเลกุลของสีย้อมเพื่อทำให้เกิด การส่งผ่านอิเล็กตรอนจากโมเลกลของเม็คสีมายังสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซค์ได้นอกจากนั้นสารกึ่ง ้ตัวนำยังต้องมีค่าคงที่ของการนำไฟฟ้า (Dielectric constant, e) ที่สูง มีความเสถียร ราคาถูกและไม่ ้เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมสารกึ่งตัวนำในกลุ่มโลหะออกไซด์ที่นิยมใช้กันมากที่สุดคือ ไทเทเนียมได ออกไซด์ (TiO₂) ในรูปของโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทส (Anatase) (อะนาเทสมีค่า Eg= 3.2 ี้อิเล็กตรอนโวลต์) ซึ่งผลึกแบบ อะนาเทสมีค่าคงที่การนำไฟฟ้าสูง (e = 80) และมีค่าคัชนีหักเหของ แสงสูง (n = 2.5) ทำให้มีการสะท้อนของแสงกลับไปกลับมาได้ดีเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพในการ คุดกลืนแสงของ โมเลกุลของเม็ดสีย้อม

กระจกเคลือบด้วยสารนำไฟฟ้าโปร่งแสง (Transparent conducting oxide glass) สารนำไฟฟ้าโปร่งแสงมีคุณสมบัติสามารถนำไฟฟ้าได้ดีแต่ในขณะเดียวกันก็ยอมให้แสงในช่วงที่ ตามอง เห็นผ่านได้ซึ่งในอุตสาหกรรมการผลิตเซลล์แสงอาทิตย์มักใช้สารอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ซึ่งมีค่าการนำไฟฟ้าค่อนข้างสูง แต่เนื่องจากในกระบวนการประดิษฐ์เซลล์แสงอาทิตย์ชนิด ผลึกนาโนเม็ดสีจะต้องมีการให้ความร้อนประมาณ 450 องศาเซลเซียสในการเตรียมชั้นฟิล์มของ สารกึ่งตัวนำแบบแถบพลังงานกว้าง ซึ่งพบว่าการใช้ ITO นั้นจะไม่มีความเสถียรเมื่อผ่านอุณหภูมิ สูงทำให้ความด้านทานเพิ่มขึ้นอย่างมากเมื่อเทียบกับค่าความด้านทานเริ่มต้นอันจะส่งผลให้ ประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ลดลงดังนั้นจึงมีการใช้สารทินออกไซด์ที่เจือด้วยสาร ฟลูออร์ไรด์ (SnO₂ : F) ซึ่งมีความเสถียรมากกว่าเมื่อผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงเป็นชั้นฟิล์มนำไฟฟ้า โปร่งแสง

1.2.1.2. เคาน์เตอร์อิเล็กโทรด (Counter-electrode) เคาน์เตอร์อิเล็กโทรด ทำหน้าที่ถ่ายโอนอิเล็กตรอนที่มาจากภายนอกให้กลับเข้าสู่สารละลายอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte solution) โดยที่เคาน์เตอร์อิเล็กโทรดต้องมีสมบัติดังนี้คือมีค่าการนำไฟฟ้าที่ดี มีความเป็นรูพรุนสูง เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาและจะต้องเป็นดัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีด้วยวัสดุที่นิยมใช้ทำเป็น เคาน์เตอร์อิเล็กโทรดคือ โลหะแพลทินัม (Pt) แต่เนื่องจากโลหะแพลทินัมมีราคาแพงอาจใช้วัสดุอื่น แทนได้เช่น ผงการ์บอนท่อนาโนการ์บอน หรือโพลิเมอร์นำไฟฟ้า (Conducting polymer) เช่น PEDOT หรือ Polypyrroleเป็นต้น

 1.2.1.3. สารละลายอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte solution) สารละลายอิเล็ก โทรไลต์ทำหน้าที่ในการส่งผ่านอิเล็กตรอน (Electron transfer) จากขั้วไฟฟ้าเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด ในฝั่งที่เป็นฟิล์มบางของโลหะแพลทินัมไปยังโมเลกุลของเม็ดสีที่เสียอิเล็กตรอนไปในตอนแรก จากการถูกกระตุ้นด้วยแสงในสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะอาศัยกระบวนการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) และปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) หรือที่เรียกว่า ปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox reaction) ซึ่งสมบัติของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ดีมีดังนี้ จะต้องไม่มีการดูดกลืนแสงอาทิตย์ในช่วงที่ตา มองเห็นมีความสามารถในการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน-ออกซิเดชันได้ง่ายเพื่อชดเชยอิเล็กตรอนให้แก่ เม็ดสีย้อมที่อยู่ในรูปตัวออกซิไดซ์ได้อย่างรวดเร็วและจะต้องมีความคงตัวสูง ไม่ก่อให้เกิด สารประกอบตัวใหม่ที่ไม่ต้องการขึ้นภายในเซลล์สารละลายอิเล็กโทรไลต์ ที่นิยมใช้ในการ ประดิษฐ์เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดนี้กือสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในระบบ ที่ได้จากการแตกตัวของสาร ไอโอดีน (I₂) โดยจะมีประสิทธิภาพในการให้อิเล็กตรอนกับเม็ดสีย้อมที่อยู่ในรูปของตัวออกซิไดซ์ ที่สถานะพื้นได้เป็นอย่างดี

 1.2.1.4 เม็คสีที่ใช้ข้อม (Dye-sensitizer) โมเลกุลของเม็คสีจะเคลือบอยู่บน ผิวของอนุภาค โลหะออก ไซค์และทำหน้าที่ในการดูดกลืนแสงอาทิตย์ โดยเฉพาะช่วงที่ตาเรา มองเห็น โดยที่เม็คสีข้อมจะต้องมีสมบัติ คือมีความเสถียรภาพเมื่ออยู่ในสภาวะที่ถูกออกซิ ไดซ์ สภาวะพื้นและสภาวะถูกกระตุ้นมีค่าการดูดกลืนแสงที่สูง มีราคาถูกและไม่เป็นพิษกับสิ่งแวคล้อม ซึ่งปกติแล้วมักใช้ โมเลกุลของสารประกอบเชิงซ้อนของ โลหะรูเทเนียม (Ru) กับลิแกนค์ในกลุ่ม ของพอลิ ไพริดีน (polypyridine) เนื่องจากว่าสารดังกล่าวมีราคาแพงอันเนื่องมาจากการมีอยู่น้อย มากของโลหะ Ruดังนั้นการเลือกใช้สี่ย้อมที่สกัดได้จากพืช เช่น สารคลอโรฟิล (Chlorophyll) แอน โทไซยานิน (Anthocyanin) แคโรทีนอย (Carotenoid) หรืออื่นๆจึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งของการ ประดิษฐ์เซลล์แสงอาทิตย์ให้มีราคาถูกลง

1.2.2 TiO₂หรือ ไทเทเนียมใดออกไซด์ เป็นสารกึ่งตัวนำชนิด n-type semiconductor เมื่อไทเทเนียมใดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีความยาวคลื่นที่เหมาะสมและสั้น กว่าความยาวคลื่นมาตรฐานของสารกึ่งตัวนำจะเกิดกระแสไฟฟ้าแบบอะโนดิก (Anodic photocurrent) ไทเทเนียมใดออกไซด์มีความสามารถหลากหลายด้านขึ้นอยู่กับการนำเอาไปใช้งาน เช่น การป้องกันสนิมการกำจัดเชื้ออิโคไลด์และการทำสมาร์ทวินโดว์ เป็นต้นไทเทเนียมใด ออกไซด์มีความสามารถหลากหลายด้านขึ้นอยู่กับการนำเอาไปใช้งาน เช่น การป้องกันสนิมการกำจัดเชื้ออิโคไลด์และการทำสมาร์ทวินโดว์ เป็นต้นไทเทเนียมใด ออกไซด์มี 3 โครงสร้างคือ รูไทล์ (Rutile)อะนาเทส (Anatase) และ บรูไกท์ (Brookhite) จนถึง ปัจจุบันงานวิจัยทางด้านไฟฟ้าเคมีส่วนใหญ่จะใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างเป็นแบบรู ใกล์หรืออะนาเทสหรือทั้งสองชนิดรวมกันซึ่งขึ้นอยู่กับวิธีการเตรียมและการปรับสภาพให้ เหมาะสมก่อนนำไปใช้ทั้งรูไทล์และอะนาเทสมีหน่วยเซลล์ (Unit cell) เป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ซึ่งภายในประกอบไปด้วย TiO₂ออกตะฮีดอล (Octahedral) ที่มีลักษณะบิดตัว กวาม ยาวพันธะของรูไทล์และอะนาเทสจึงมีโครงสร้างเป็นแบบเปิดมากกว่า (โมลาร์โวลุม สูงกว่าความ หนาแน่นต่ำกว่า) รูไทล์ (Rutile) มี Melting point ประมาณ=1858 องศาเซลเซียส

1.2.3 สมบัติทางด้านสารกึ่งตัวนำของไทเทเนียมใดออกไซด์ สำหรับปฏิกิริยาแบบ

ใช้แสงร่วม เนื่องจากไทเทเนียมมีคำแหน่งที่ว่างของออกซิเจนในโครงสร้างผลึกไทเทเนียมได ออกไซด์จึงจัดได้ว่าเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสง ร่วมที่เป็นสารกึ่งตัวนำนั้นจะมีความสามารถในการดูดซับสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยา 2 ชนิดไป พร้อม ๆ กัน ซึ่งสามารถก่อให้เกิดทั้งปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน (Oxidation and reduction reactions) โดยการกระตุ้นด้วยการดูดกลืนโฟตอนที่มีพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าค่าแถบช่องว่าง พลังงาน (Band gap energy) ความสามารถของสารกึ่งตัวนำที่จะถ่ายโอนอิเล็กตรอนไปยังสารตั้งต้น ในการเกิดปฏิกิริยาที่ถูกดูดซับไว้นั้น ขึ้นอยู่กับตำแหน่งของช่องว่างพลังงานของสารกึ่งตัวนำและ ตำแหน่งของศักย์พลังงานในการเกิดรีดอกซ์ (Redox) ของสารที่ถูกดูดซับโดยปกติแล้วระดับของ พลังงานที่ต่ำที่สุดของแถบการนำไฟฟ้า (Conduction band) จะเป็นระดับของศักย์พลังงานที่ทำให้ เกิดปฏิกิริยารีดักชันด้วยอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้น (Excited electron) ในทางกลับกัน ระดับของ พลังงานที่สูงที่สุดของแถบเวเลนซ์ (Valence band) จะเป็นระดับศักย์พลังงานที่ทำให้เกิดปฏิกิริยา ออกซิเดชันด้วยโฮล (Hole) ที่เหลืออยู่หลังจากที่อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นไปแล้ว สารกึ่งตัวนำที่สามารถมาใช้งานได้โดยอาศัยกระบวนการโฟโตแคตะไลติกมี หลากหลาย เช่น TiO₂, ZnO₂, WO₃, Fe₂O₃, SrTiO₃, CdS, MoS₂, ZnS, ZnTe และ CdSe เป็นต้น ดัง แสดงในรูปที่ 1.2

สารเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalyst) เป็นสารที่เมื่อถูกแสงกระทบซึ่งอาจเป็น แสงจากดวงอาทิตย์หรือหลอดฟลูออเรสเซนซ์แสงจะเป็นตัวช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยาทางเกมิโดยที่ ดัวเองไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงสารไทเทเนียมใดออกไซด์ (TiO₂) ก็เป็นหนึ่งในสารที่มีกุณสมบัติเป็น สารเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้เมื่อสารไทเทเนียมใดออกไซด์ดูดซับรังสีอัลตราไวโอเลต (UV) จาก แสงอาทิตย์หรือจากหลอดฟลูออเรสเซนซ์จะทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันให้ Hydroxyl radicals (OH) และ Superoxide anion (O-2) ซึ่งปฏิกิริยาออกซิเดชันนี้ทำให้สารประกอบอินทรีย์ที่ระเหยได้ (Volatile organic compounds: VOCs) และสารอินทรีย์ที่เป็นพิษเปลี่ยนรูปเป็นการ์บอนไดออกไซด์ กับน้ำที่อุณหภูมิห้องโดย Hydroxyl radicals จะทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนซึ่งเป็นส่วนประกอบของ สารอินทรีย์กลายเป็นน้ำ (H₂O) ในขณะที่ Superoxide anion จะทำปฏิกิริยากับการ์บอนใน สารอินทรีย์กลายเป็นการ์บอนไดออกไซด์ (CO₂) การทำงานของสารโฟโตแกตะลิสต์จะกล้ายากับ การสังเคราะห์แสงของพืชดังแสดงในรูปที่ 1.3



รูปที่ 1.2 การเลือกสมบัติของสารกึ่งตัวนำ (ที่มา : Gratzel 2001)



รูปที่1.3 แสดงการเปรียบเทียบการสังเคราะห์แสงของพืช (a) กับการทำงานของสาร โฟโตแคตะ ลิสต์ (b) (ที่มา : http://opac.tistr.or.th/Multimedia/STJN/5001/5001-11.pdf; สืบค้นเมื่อ11/10/2009)

1.2.4 ทฤษฎีของแสง (Light theories) แสง (Light) คือกลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electro magnatic: EM) ชนิดหนึ่งที่กระจายกระจายอยู่ทุกอนูในธรรมชาติรอบตัวเรามีลักษณะ กล้ายกับกลื่นในมหาสมุทรคือมียอดกลื่น (Crest) และท้องกลื่น (Trough) ระยะทางระหว่างยอด กลื่นเรียกว่ากวามยาวกลื่นหรือ Wavelenght (บางกรั้งเรียกกวามถี่หรือ Frequency ซึ่งหมายถึง กวามเร็วของกวามยาวกลื่นต่อ1วินาที) กวามยาวกลื่นมีหน่วยนับตั้งแต่นาโนมิเตอร์ (Nanometer: nm 1nm = 1/10000000 เมตร) เป็นต้นไปจนถึงกิโลเมตรและกวามสูงระหว่างท้องกลื่นกับยอด กลื่นเรียกว่า Amplitude ในแต่ละช่วงของกลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าประกอบด้วยกลื่นแสงและรังสีที่ มนุษย์นำมาใช้ประโยชน์มากมายในด้านต่างๆต่อไปนี้ดังแสดงในรูปที่ 1.4



รูปที่ 1.4 แสดงช่วงของความยาวกลื่นแสงในช่วง Visible light

(ที่มา: http://groups.csail.mit.edu/graphics/classes/6.837/F01/Lecture02/Slide22.html;

สืบค้นเมื่อ 11/10/2009)

- รังสีแกมม่า (Gamma Rays)
- รังสีเอ็กซ์ (X-Rays)
- แสงอัลตราไวโอเลต (Ultraviolet)
- แสงสีที่มองเห็นได้ (Visible Color)
- แสงอินฟราเรด (Infrared)
- คลื่นไมโครเวฟ (Microwave)
- คลื่นวิทยุ (Radio frequency)

แสงที่มองเห็นเป็นสีต่างๆนี้เกิดจากความยาวคลื่นและความถี่ที่ต่างกันโดยความ ยาวคลื่น(Wavelenght) เป็นตัวกำหนดสี (Hue) และ Amplitude เป็นตัวกำหนดความสว่างของสี (Brightness) ความยาวคลื่นของสีที่ที่มองเห็นมีดังนี้

> - สีม่วง (Violet) 380 - 450 nm - สีน้ำเงิน (Blue) 450 - 490 nm

- สีเขียว (Green) 490 560 nm
- สีเหลือง (Yellow) 560 590 nm
- สิสัม (Orange) 590 630 nm
- สีแดง (Red) 630 780 nm

1.2.5 ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี (Electrochemical reaction) เป็นปฏิกิริยาที่เกี่ยวกับการ ถ่ายโอนอิเล็กตรอน โดยเปลี่ยนแปลงพลังงานเคมีเป็นไฟฟ้า หรือให้กระแสไฟฟ้าแล้วทำให้ เกิดปฏิกิริยาเคมีโดยปฏิกิริยาดังกล่าวจะเกิดปฏิกิริยาย่อย 2 ปฏิกิริยาพร้อมกันคือ ปฏิกิริยา ออกซิเดชัน (Oxidation) และ ปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) โดย ปฏิกิริยาออกซิเดชันจะเป็น ปฏิกิริยาที่สูญเสียอิเล็กตรอน และ ปฏิกิริยารีดักชัน จะเป็นปฏิกิริยา ที่รับอิเล็กตรอน

 1.2.5.1 อิเล็กโทรไลซีส (Electrolysis) หมายถึงกระบวนการแยกสลาย สารเคมีด้วยกระแสไฟฟ้า ซึ่งทำได้โดยผ่านกระแสไฟฟ้าลงในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ หรือสาร อิเล็กโทรไลต์ที่หลอมเหลวแล้วสารอิเล็กโทรไลต์เกิดการแยกสลายได้สารใหม่เกิดขึ้นที่ขั้วแอโนด และขั้วแกโทด

1.2.5.2 เซลล์อิเล็กโทรไลต์หมายถึง เซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ทำหน้าที่เปลี่ยน พลังงานไฟฟ้าเป็นปฏิกิริยาเคมี หรือเป็นระบบที่เกิดกระบวนการอิเล็กโทรไลซีส

1.2.5.3 ส่วนประกอบของเซลล์อิเล็กโทรไลต์ เซลล์อิเล็กโทรไลต์
 ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าสองขั้ว จุ่มอยู่ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์หรืออิเล็กโทรไลต์ที่หลอมเหลว
 ขั้วไฟฟ้าทั้งสองต่อกับขั้วบวกและขั้วลบของแบตเตอรี่ในเซลล์อิเล็กโทรไลต์ ขั้วไฟฟ้าที่ต่อกับ
 ขั้วบวกของแบตเตอรี่ เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน เรียกขั้วไฟฟ้านี้ว่าแอโนดและ ส่วนขั้วไฟฟ้าที่ต่อกับ
 ขั้วลบของแบตเตอรี่เกิดปฏิกิริยารีดักชัน เรียกขั้วไฟฟ้านี้ว่าแกโทด ดังแสดงในรูปที่ 1.5

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Haripriya และคณะ (2007) ได้ศึกษาการสังเคราะห์ TiO₂ Nanotube ด้วย กระบวนการ Anodization จาก Ti foil โดยมีการปรับส่วนประกอบของ สารละลายของน้ำและ NH₄F และแรงดันไฟฟ้า พบว่า ระหว่างสารละลายที่ใช้แล้วจะให้ความยาวของท่อ nanotube ที่ดีกว่า สารละลายที่ไม่เคยใช้ในส่วนผสมเดียวกันโดย ส่วนผสมของ NH₄F ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนักและน้ำ ร้อยละ2 โดยปริมาตรจะให้ความยาวท่อ Nanotube ที่ยาวที่สุด มากกว่าส่วนผสมอื่นๆ และใน



รูปที่ 1.5 ส่วนประกอบของเซลล์อิเล็กโทรไลต์ (ที่มา : http://school.obec.go.th/mrvilai/electrolyticcell.htm; สืบค้นเมื่อ 11/10/2009)

ส่วนผสมดังกล่าวแบบที่ไม่เคยใช้นั้นเมื่อปรับเปลี่ยนแรงดันไฟฟ้าที่แรงดันไฟฟ้าต่างๆพบว่า ที่ แรงดันไฟฟ้า 60 โวลต์จะได้ความยาวของท่อ 165 ไมโครเมตรเส้นผ่านศูนย์กลางใน 105 นาโน เมตรเส้นผ่านศูนย์กลางนอก 155 นาโนเมตรซึ่งมีความยาวและความกว้างมากที่สุด

Abu และคณะ (2009) ได้ทำการศึกษา การสังเคราะห์ TiO₂ Nanotube ด้วยวิธีการ Sputtering coat Ti ลงบนกระจก Indium tin oxide (ITO) แล้วนำไป Anodization โดยใช้สารละลาย ของ NH₄F และ Ethylene glycol ที่แรงคันไฟฟ้า 5, 10 และ 20 โวลต์เป็นเวลา 5, 10, 45 และ 80 นาทีพบว่า การ anodized ใช้แรงคันไฟฟ้า 20โวลต์ เป็นเวลา 80นาที ท่อ nanotube ที่ได้จะมีความลึก มากกว่า การทดลองอื่นๆ สรุปคือ การ Anodization ในสารละลายที่กล่าวมานั้น จะมีการสร้างท่อ nanotube ที่สม่ำเสมอโดยเกิดจากการกัดกร่อน ในการสังเกตที่อุณหภูมิการ Annealed 500 องศา เซลเซียสค่าการส่งผ่านของแสงที่ช่วงความยาวคลื่นแสง 840 นาโนเมตรจะอยู่ที่ 85 เปอร์เซ็นต์

Xie และคณะได้ศึกษาถึงการสังเคราะห์ Ti nanotube ด้วยวิธีการ Anodization และ การนำไปประยุกต์ใช้ในโซลาเซลล์ชนิดย้อมสีไวแสง โดยทำการ Anodization ในสารละลายที่มี ส่วนผสมของ Ethylene glycol กับ DI water และ NH₄F แรงดันไฟฟ้า และใช้สารละลายสีย้อม N3 dye acetonitrile และ Ethanol พบว่า ที่แรงดันไฟฟ้าในการ Anodized 60 โวลต์ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะมีประสิทธิภาพดีที่สุดคือ 2.44 เปอร์เซ็นต์ และการ Anodized เวลา 16 ชั่วโมง ที่แรงดันไฟฟ้า 30 โวลต์จะมีประสิทธิภาพดีที่สุดที่ 1.98 เปอร์เซ็นต์ โดยการวัดประสิทธิภาพนี้จะวัดที่ความเข้มแสง AM 1.5 100mW/cm² Macak และคณะ (2005) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ TiO₂ Nanotube ด้วยวิธีการ Anodization เพื่อให้มีความยาวของท่อนาโนที่ต่างกันเพื่อวัดประสิทธิภาพอัตราการไหลของแสง จากการ Anodization ในสารละลาย Fluoride ที่มีส่วนผสมต่างกัน 2 แบบ พบว่า แบบท่อยาว จะมี ความยาวของท่อประมาณ 2.5 ไมโครเมตร และแบบท่อสั้น จะมีความยาวของท่อประมาณ 500 นา โนเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อทั้งสองแบบ กว้างประมาณ 100นาโนเมตรและความหนา ของท่อประมาณ 15 นาโนเมตรและเมื่อตรวจสอบประสิทธิภาพ IPCE ที่ความยาวคลื่นแสง 540 นา โนเมตรพบว่า ท่อยาวจะมีประสิทธิภาพ IPCE ดีกว่า อยู่ที่ 3.3 เปอร์เซ็นต์ส่วนท่อสั้นอยู่ที่ 1.6 เปอร์เซ็นต์

Lai และคณะ (2005) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ TiO₂ Nanotube ด้วยวิธีการ Anodization โดยการปรับเปลี่ยนแรงคันไฟฟ้า พบว่าจากการสังเคราะห์ TiO₂ Nanotube ใน สารละลาย Hydrofluoric acid ที่แรงคันไฟฟ้า 20 โวลต์จะขนาดความยาวของท่อที่ดีกว่าการใช้ แรงคันไฟฟ้า 10 โวลต์

Vega และคณะ (2008) ได้ทำการศึกษาถึงขนาดของท่อนาโนโดยการสังเคราะห์ จาก Ti foil ด้วยวิธีการ Anodization โดยมีการเปลี่ยนแปลงส่วนประกอบของสารละลายต่างๆ เวลา ที่ใช้ในการ Anodization และแรงคันไฟฟ้า พบว่า การ Anodization ในสารละลายร้อยละ0.3โดย น้ำหนักของ NH₄F ร้อยละ 1.8 โดยปริมาตรของ H₂O+Ethylene glycol ที่แรงคันไฟฟ้า 60 โวลต์เป็น เวลา 42 ชั่วโมง จะมีขนาดของท่อนาโนที่ดีที่สุดโดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 80 นาโนเมตรและมี ความยาว 30 นาโนเมตร

AmmarElsanousi และคณะ (2008) ได้ทำการศึกษาความเข้มข้นของ NH₄F ที่มีผล ต่อขนาดของท่อไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการสังเคราะห์ด้วยวิธี Anodization พบว่าที่ความ เข้มข้นของ NH₄F ร้อยละ 0.25, 0.5, 0.75, 1.0, 1.25 และ 1.5 โดยน้ำหนักแรงดันไฟฟ้า 60 โวลต์ เวลา 60 นาที จะได้ความยาวของท่อ 1.2, 1.9, 13, 15, 7.5 และ 5.3 ไมโครเมตรตามลำคับ มีขนาด เส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ระหว่าง 80 – 140 นาโนเมตรและ ความหนาของท่อจะลดลงเรื่อยๆเมื่อเพิ่ม ความเข้มข้นของ NH₄F จากเริ่มต้นความหนาของท่อ 40 นาโนเมตรที่ความเข้มข้นของ NH₄F ร้อย ละ 0.25 โดยน้ำหนักลดลงไปจนถึง 9 นาโนเมตรที่ความเข้มข้นของ NH₄F ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก

Han Yang และคณะ (2009) ได้ทำการศึกษาการควบคุมการเจริญเติบโตของ เส้นผ่าศูนย์กลางของ TiO₂ nanotube โดยสังเคราะห์ด้วยวิธี Anodizationในสารละลาย Ethylene glycol/HF ที่แรงดันไฟฟ้า 30 โวลต์เวลา 60 นาที โดยปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของ HF ที่ 0.1, 0.2, 0.3, 0.4และ 0.5 โมลล่าพบว่าที่ความเข้มข้น 0.2, 0.3และ 0.4 ขนาด เส้นผ่าสูนย์กลางใน 41, 20 และ
37 นาโนเมตรเส้นผ่าสูนย์กลางนอก 78, 38 และ 59 นาโนเมตรความหนาของผนังท่อ 22, 8 และ 13
นาโนเมตรที่ความเข้มข้นของ HF ที่ร้อยละ0.1 และ 0.5 โดยน้ำหนักไม่สามารถวัดค่าได้เนื่องจาก
ไม่มีการก่อรูปเป็นท่อไทเทเนียมไดออกไซด์

Mohapatra และคณะ (2007) ได้ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธี sonoelectrochemistry ที่แรงคันไฟฟ้า 5-20 โวลต์ พบว่าอัตราการงอกของท่อนาโนเพิ่มขึ้น เป็น 2 เท่า จากวิธีการสังเคราะห์แบบอื่น และท่อที่ได้มีการเรียงตัวเป็นระเบียบ โดยเส้นผ่าน ศูนย์กลางท่อที่ได้มีขนาด 30-100 นาโนเมตร และมีความยาวของท่อ 300-1000 นาโนเมตร

Wang และคณะ (2009) ได้ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วย วิธี Anodization โดยศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิของสารละลายและแรงดันไฟฟ้า พบว่า ทั้งอุณหภูมิ ของสารละลายและแรงดันไฟฟ้า มีผลต่อการเกิดท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ แต่ในสารละลาย ที่มีน้ำ อุณหภูมิของสารละลายจะมีผลเพียงเล็กน้อยเท่านั้น โดยในสารละลายที่ไม่มีน้ำนั้น อุณหภูมิ ของสารละลายจะส่งผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ตั้งแต่ 20 – 90 นาโนเมตร

Enachi และคณะ (2010) ได้ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วย วิธี Anodization ในการละลายที่อุณหภูมิต่ำกว่า 0 องศาเซลเซียส ผลคือทำให้ได้เส้นผ่านศูนย์กลาง ใน มีขนาดตั้งแต่ 10 นาโนเมตร ไปจนถึง 250 นาโนเมตร จากการปรับอุณหภูมิ -20 ไปจนถึง 50 องศาเซลเซียส ซึ่งรวมไปถึงการแปรก่าต่างๆในการทดลองด้วย

Palmas และคณะ (2012) ได้ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วย วิธี Anodization ในสารละลายที่เป็นออแกนิค พบว่า โครงสร้างนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์จะถูก สร้างขึ้นในสารละลายที่เป็นออแกนิค และมีฟลูออไรด์ผสมอยู่ โดยภายหลังจากการผ่าน กระบวนการทางความร้อนพบว่าเกิดเป็นโครงสร้างผลึก และมีลักษณะเป็นรูพรุนคล้ายท่อนาโน และยังมีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีอีกด้วย

Sreekantan และคณะ (2009) ใด้ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธี Anodization โดยปรับค่าพีเอชของสารละลาย พบว่า เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมได ออกไซด์ในสารละลายที่มีค่าพีเอช3, 5 และ 7 พบว่าจะได้ท่อนาโนที่มีความยาว 0.7 ถึง 2.5 ใมโครเมตร โดยที่ ค่าพีเอช 3 อัตราการงอกของท่อนาโน จะอยู่ที่ 23 นาโนเมตรต่อนาที ค่าพีเอช 5 อัตราการงอกของท่อนาโน จะอยู่ที่ 15 นาโนเมตรต่อนาทีและค่าพีเอช 7 อัตราการงอกของท่อนาโน จะอยู่ที่ 8 นาโนเมตรต่อนาทีภายหลังจากการผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 500 องศา เซลเซียสพบว่าท่อนาโนไทเทเนียมไคออกไซค์มีโครสร้างเป็นอะนาเทสเฟส 76 เปอร์เซ็น และเป็น รูไทล์ 24 เปอร์เซ็น

Tayirjan และคณะ (2012) ได้ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธี Anodization พร้อมกับการใช้เครื่องอัลตร้าโซนิค ในระหว่างกระบวนการ Anodization โดย ใช้สารละลายที่มีฟลูออไรด์เป็นส่วนผสมเพื่อให้ได้โครงสร้างที่เป็นท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ จากการทดลองพบว่าเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้าที่ 20 – 40 โวลต์ จะได้เส้นผ่าศูนย์กลางท่อขนาด 30-100 นาโนเมตร ความยาวของท่อนาโนที่ได้มีขนาด 3-12 ไม่โครเมตร และความหนาของผนังท่อ 6-15 นาโนเมตร โดยความยาวของท่อนาโน เส้นผ่าศูนย์กลางท่อนาโนและความหนาของผนังท่อนาโน จะเพิ่มขึ้นเมื่อทำการเพิ่มเวลาในการทดลอง

Li และคณะ (2012) ได้ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธี Anodization ในสารละลายที่มีแอมโมเนียมฟลูออไรด์ 0.5 เปอร์เซ็นโดยน้ำหนักพบว่าท่อนาโน ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้มีเส้นผ่าสูนย์กลาง 80-100 นาโนเมตร และมีความยาว 4.9 ไมโครเมตร

จากการทบทวนเอกสารข้างต้น พบว่าการสังเคราะห์ TiO₂ Nanotube จาก Ti foil ด้วยวิธีการ Anodization ทำให้เกิดเป็นท่อนาโนที่เรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ โดยขนาดของท่อนาโน นั้นจะขึ้นอยู่กับส่วนประกอบของสารละลายและแรงดันไฟฟ้าที่ใช้ ทำให้เกิดแนวกิดว่า หากทำการ ทดลองโดยการสังเคราะห์ TiO₂ Nanotube จาก Ti foil ด้วยวิธีการ Anodization ให้ได้ท่อนาโนที่ ยาวและมีเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็ก เป็นการเพิ่มพื้นที่รับแสง ทำให้เกิดปฏิกิริยา Photocatalysis ใน เซลล์แสงอาทิตย์มากขึ้นเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ให้ดีขึ้น

1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ

 1.4.1 สังเคราะห์ไทเทเนียมใดออกไซด์ให้มีโครงสร้างเป็นท่อในระดับนาโนเมตร จาก ไทเทเนียมฟอยล์ (foil) โดยกระบวนการ Anodization ตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของ TiO₂ Nanotube ด้วยเครื่อง XRD และ SEM

1.4.2 ศึกษาผลกระทบของตัวแปรในกระบวนการ Anodization ที่มีผลกระทบต่อ สมบัติของTiO₂ Nanotube

1.5 ขอบเขตของการวิจัย

1.5.1 ใช้สารตั้งต้น คือ TiO₂Foil, สารละลาย NH₄F และ Ethylene glycol การ ออกแบบการทดลองโดยการปรับเปลี่ยน อุณหภูมิ,เวลา และแรงดันไฟฟ้า ในการ Anodization

1.5.2 ทำการทคลองตามที่ได้ออกแบบไว้ในข้อ 1.5.1

1.5.3 วิเคราะห์ผลและเสนอแนวทางที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ท่อ ไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโน

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.6.1 ทราบถึงกระบวนการของการ Anodization

1.6.2 ทราบถึงลักษณะทางกายภาพของ ${\rm TiO}_2$ nanotube

1.6.3 ทราบถึงอัตราส่วนที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆที่ทำการปรับเปลี่ยน

1.6.4 เพื่อให้ได้ TiO2 nanotube ที่มีประสิทธิภาพในการผลิตไฟฟ้า

1.7 สถานที่ทำการวิจัย

1.7.1 ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสคุ และภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกลคณะ วิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

1.7.2 สถานวิจัยวิศวกรรมวัสดุ อาคารวิจัยวิศวกรรมประยุกต์ สิรินธร คณะ วิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

1.7.3 ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

บทที่ 2

วิชีการดำเนินการวิจัย

เนื้อหาในบทนี้กล่าวถึงวิธีการคำเนินการวิจัย ประกอบไปด้วยวัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube รวมถึงขั้นตอนการคำเนินการในการ วิจัย

2.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทคสอบ แสดงใน ตารางที่ 2.1

เครื่องมือและอุปกรณ์	ยี่ห้อ	แบบ/รุ่น
X-ray Diffractometer (XRD)	Philips	X' Pert MPD
Scanning Electron Microscope (SEM)	JEOL ແລະ FEI	JSM-5800 LVและ QUANTA
		OHAUS
เครื่องชั่งสาร (OHAUS, Pioneer)	Pioneer	
UV-VisSpectometer	Thermo Scientific	Genesys 10UV
Power supply	Agilent	E3612A
Water bath	Wishbath	-
Multimeter	Uni-t	UT60A
Furnace	Constructed by Dr.	-
Ultrasonic	CREST	CP200HT
Computer set	-	-
Beaker	Pyrex	-
Test tube	Pyrex	-

ตารางที่ 2.1 เครื่องมืออุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

2.2 วัสดุและสารเคมี

วัสคุและสารเคมีที่ใช้ในการทคลอง แสคงในตารางที่ 2.2

ชื่อทางการค้า	ความบริสุทธิ์ (ร้อยละ)	ผู้ผลิต /ให้ความอนุเคราะห์
Titanium foil (0.25 mm)	99.7%	Sigma
Ammonium fluoride (NH ₄ F)	-	Merck
Ethelene glycol	99.95%	Fisher Chemical
Platinum gauze, 52mesh	99.9%	Sigma
Methelene Blue	-	AjexFinechem
Fluoride doped tin oxide coat glass	-	Dyesol Industries
Dye N719	-	Sigma
Tetraammine platinum choride	-	Sigma
hydrate		
Ethanol	-	Merck
Acetone	-	J.T. Baker
DI Water	-	ศูนย์เครื่องมือกลาง

ตารางที่ 2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทคลอง

2.3 การออกแบบการทดลองและวิธีการทดลอง

การสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วยวิธีการ Anodization แบ่งเป็น 3 ช่วงได้แก่ การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิของสารละลาย เวลาในการสังเคราะห์และแรงดันไฟฟ้าที่ใช้ในการ สังเคราะห์ โดยช่วงแรกเป็นการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ในระหว่างการ ทดลองโดยใช้เครื่อง Water bath เป็นเครื่องควบคุมอุณหภูมิ ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 เครื่องWishbath Water bath

ซึ่งการแปรค่า อุณหภูมิจะเริ่มจาก 25, 30, 35, 40 และ 45 องศาเซลเซียสโดยที่ใช้เวลาและ แรงคันไฟฟ้าที่ 30 นาที 20 โวลต์จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปให้ความร้อนโดยกรรมวิธีทางความร้อน ที่อุณหภูมิ 450 องสาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และนำตัวอย่างที่ได้ไปโดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer เพื่อทดสอบการย่อยสลายสีเมทิลีนบลู ช่วงที่ 2 เป็นการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube โดยเป็นการศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งการแปรค่าเวลาจะเริ่มจาก 60, 120, 180 และ 240 นาที โดยเลือกใช้เงื่อนไขที่ดีที่สุดจากช่วงแรกของการทดลองจากนั้นนำ ตัวอย่างที่ได้ไปให้ความร้อนโดยกรรมวิธีทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer เพื่อทดสอบการย่อย สลายสีเมทิลีนบลูและช่วงที่ 3 เป็นการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube โดยเป็นการศึกษาอิทธิพลของ แรงคันไฟฟ้าที่ใช้ในการสังเคราะห์โดยควบคุมแรงดันไฟฟ้าจากเครื่อง Power Supply ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 เครื่องPower supply Agilent E3612A

ซึ่งการแปรค่าแรงคันไฟฟ้าจะเริ่มจาก 20 และ30 โวลต์ โดยเลือกใช้เงื่อนไขที่ดีที่สุดจากช่วงแรก ของการทดลองจากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปให้ความร้อนโดยกรรมวิธีทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3ชั่วโมง (Zhang และคณะ, 2007) และนำตัวอย่างที่ได้ไปโดยวิเคราะห์ด้วย เครื่อง UV-Vis spectrophotometer เพื่อทดสอบการย่อยสลายสีเมทิลีนบลู วิเคราะห์โครงสร้างผลึก และเฟสของสารประกอบด้วยเครื่อง XRD วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM

2.3.1 กระบวนการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube

แผ่นไทเทเนียมทางการก้าที่มีขนาดกวามหนา 250 ไมโครเมตรนำมาใช้เป็นซับส เตรดในการสังเกราะห์ TiO₂ nanotube โดยวิธีอโนไดซ์เซชั่นในการละลายที่มีแอมโมเนียม ฟลูออไรด์กวามเข้มข้นร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนักน้ำร้อยละ2 โดยปริมาตร ในแอทิลีนไกลกอลโดยนำ แผ่นไทเทเนียมไปล้างด้วย อะซิโตนและเอทานอลในเครื่องอุลตตร้าโซนิกจากนั้นทิ้งไว้ให้แห้ง เมื่อ แห้งแล้วนำแผ่นไทเทเนียมที่ได้ไปทำการสังเกราะห์โดยให้แผ่นไทเทเนียมต่อเข้ากับขั้วบวกของ เครื่อง Power supply ส่วนขั้วลบจะต่อเข้ากับโลหะเพลทตินัม โดยทั้งสองขั้วจะถูกแช่อยู่ใน สารละลายที่มีแอโมเนียมฟลูออไรด์โดยมีการให้กวามร้อนแก่สารละลายด้วยเกรื่อง Water bath เพื่อ ปรับอุณหภูมิของสารละลายตามต้องการ เมื่อทำการทดลองเสร็จแล้วนำตัวอย่างที่ได้ไปล้างด้วย DI water แล้วนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ดังแสดงในแผนผังขั้นตอนการสังเคราะห์ในรูปที่ 2.3

ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิเวลาและแรงดันไฟฟ้าที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วย Anodization โดยการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและเฟสของสารประกอบ ตรวจสอบโครงสร้าง จุลภาคและการทดสอบปฏิกิริยา Photocatalytic โดยทดสอบการย่อยสลายสีเมทิลีนบลูภายใต้รังสี อัลตร้าไวโอเลต (หลอดรังสียูวีขนาด 10 วัตต์จำนวน 5 หลอด) เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ตรวจสอบการ สลายสีโดยวัดกวามเข้มข้นที่เปลี่ยนแปลงไปด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer



รูปที่ 2.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ TiO2 nanotube ด้วย Anodization

2.4 การตรวจสอบคุณลักษณะของแผ่น TiO2 nanotube

การตรวจสอบคุณลักษณะของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์นาโนทูปโดยผ่าน กระบวนการทดลองด้วยวิธีอะโนไดซ์เซชั่นจากการแปรค่าอุณหภูมิ เวลาและแรงดันไฟฟ้าในการ ทดลอง และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำตัวอย่างที่ได้ไปทำการวิเคราะห์ด้วยวิธีต่างๆดังนี้

2.4.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

เครื่องทดสอบด้าน X-ray โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) ดังรูปที่ 2.4 เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกและเฟสของสารประกอบและวิเคราะห์ปริมาณ องค์ประกอบของเฟส โดยวิธีเชิงกึ่งปริมาณ (Semi-quantitative analysis) โดยประมาณจากพื้นที่ใต้ กราฟของพีคจากรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD Pattern)



รูปที่ 2.4เครื่อง X-Ray Diffractometer Philips X'Pert MPD

โดยใช้สูตรกำนวณ ดังสมการที่ (2.1) และ (2.2)

$$R_{anatase} = \frac{A_{anatase}}{A_{anatase} + A_{monoclinic}} \times 100\%$$
(2.1)

$$R_{anatase} = \frac{A_{monoclinic}}{A_{anatase} + A_{monoclinic}} \times 100\%$$
(2.2)

เมื่อ R_{anatase}คือ ปริมาณโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทส

R_{monoclinic} คือ ปริมาณ โครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิค

A_{anatase}คือ พื้นที่ใต้กราฟของพีคนาเทส

A_{monoclinic}คือ พื้นที่ใต้กราฟของพีกโมโนคลินิก

2.4.2 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสส่องกวาด (SEM)

เป็นเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์ที่ใช้สำหรับศึกษาโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ของชิ้นงานตัวอย่าง โดยมีกำลังขยายสูงสุด 300,000 เท่าเหมาะสำหรับทั้งตัวอย่าง ทางวัสดุและชีววิทยา สามารถถ่ายภาพตัวอย่างที่ไม่นำไฟฟ้า (Non-conductive materials) มี ความชิ้น (Moist) และมีลักษณะเปียก (Wet) ตัวอย่างที่มีไอระเหย ตัวอย่างสดหรือไม่ผ่านการเตรียม เบื้องต้นมาก่อนได้ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) QUANT)

2.4.3 ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer

จากการสังเคราะห์แผ่น TiO₂ nanotube ที่ได้นำมาทดสอบ Photocatalytic โดยการ ย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูโดยแผ่นที่ใช้ในการทดสอบจะตัดให้มีขนาด 1 x 1 cm ใส่สารละลายเมทิ ลีนบลูที่ความเข้มข้น 1 x 10⁻⁵โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร โดยนำตัวอย่างที่ถูกแช่อยู่ในสารละลาย เมทิลีบลูไปรับรังสียูวีขนาด 10 วัตต์ ที่มีความเข้มแสง 3.89 mW/cm² โดยความยาวคลื่นย่านยูวี (310-400 นาโนเมตร) จำนวน 5 หลอด วัดความเข้มสีของเมทิลีนบลูที่เปลี่ยนแปลงไปด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ดังรูปที่ 2.6ทุกๆ 30 นาที จนครบ 4 ชั่วโมงแล้วบันทึกผลเพื่อศึกษา อัตราการลดลงของความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น



รูปที่ 2.6 เครื่อง UV-VisSpectometer Thermo Scientific Genesys 10UV

การคำนวนหาร้อยละของการ Degradation ของ เมทิลีนบลูโดยใช้สูตรคำนวนดัง สมการที่ (2.3) (Zhiyuan และคณะ, 2007)

% Degradation=
$$\frac{(C_0 - C)}{C_0} \times 100\%$$
 (2.3)

เมื่อ
$$C_0$$
 คือความเข้มข้นเริ่มต้น เท่ากับ 1 x 10^{-5} โมลาร์

C คือความเข้มข้น ณ เวลาทดสอบ (โมลาร์)

2.5 วิธีการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสีไวแสง (DSSC)

ภายหลังจากที่ได้ตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการทางกวามร้อนที่ 450 องศาเซลเซียสเป็นเวล 3 ชั่วโมง จะได้ชิ้นงานคังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 แผ่นไทเทเนียมหลังจากทำการทคลองและผ่านกระบวนการทางกวามร้อน

จากนั้นนำชิ้นงานไปแช่ใน Dye เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เม็คสีเข้าไปกับท่อนาโนไทเทเนียมได ออกไซด์ เมื่อได้เวลาตามที่กำหนดแล้ว ทำการล้างด้วย เอทานอล เพื่อเอาเม็คสีที่ไม่เกาะกับท่อนา โนไทเทเนียมไดออกไซด์ ออกแล้วปล่อยให้แห้งดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 การย้อมสีของแผ่นไทเทเนียมเพื่อนำไปประกอบเป็เซลล์แสงอาทิตย์

เมื่อตัวอย่างที่ผ่านการย้อมสีแห้งแล้วนำไปประกอบเข้ากับชิ้นส่วนอื่นๆ โดยมีเทอร์ โมพลาสติกซี ลแล้น ตัดให้มีลักษณะดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ลักษณะการตัดแผ่นเทอร์ โมพลาสติก

จากนั้นนำไปประกบเข้ากับชิ้นงานที่เป็นแผ่นไทเทเนียมแล้วนำกระจกนำไฟฟ้าที่ผ่านการสปินโค๊ด ด้วยสารละลายของ แพทตินัม ดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 เครื่องสปิน โค๊ค เพื่อใก้กระจกที่นำไฟฟ้ามีแพลทตินั่มเคลือบอยู่

จากนั้นนำทั้งสามส่วนมาประกบกันโดยหยุดสารละลายอิเลกโทรไลต์ของไอโอดายที่ช่องว่าง ระหว่างชั้นของแผ่นไทเทเนียมกับกระจกนำไฟฟ้าที่เคลือบด้วยแพทตินั่มดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11ลักษณะการวางแต่ละชั้นของการประกอบเซลล์แสงอาทิตย์

นำตัวหนีบมาหนีบที่ด้านข้องของเซลล์แสงอาทิตย์ทั้งสองด้านเพื่อให้สารละลายอิเลกโทรไลต์ กระจายไปทั่วบริเวณดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดย้อมสีไวแสงที่เสร็จสมบูรณ์

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

ผลการทคลองและวิเคราะห์ผลการทคลองได้แบ่งออกเป็น 3 ส่วน ได้แก่ส่วนที่ 1 เป็นผลการวิเคราะห์เฟสของสารประกอบที่เกิดขึ้นในการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วย Anodization โดยแปรค่าอุณหภูมิ เวลาและแรงดันไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลอง ส่วนที่ 2 เป็นผลการ วิเคราะห์ลักษณะ โครงสร้างทางจุลภาคที่ได้จากการสังเคราะห์ของ TiO₂ nanotube ด้วยวิธี Anodization ส่วนที่ 3 เป็นผลการวิเคราะห์ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของ TiO₂ nanotube ด้วยวิธี Anodization ดังรูปที่ 3.1-3.3 เป็นกราฟแสดงผลการวัดค่าการนำไฟฟ้าขณะทำการทดลองตาม สภาวะที่ได้กล่าวไปแล้วในข้างต้น

จากผลทางไฟฟ้าที่ได้ขณะทำการทดลองจากกราฟสามารถแบ่งได้เป็นสามส่วน นั่นคือ ส่วนแรกตั้งแต่เริ่มทำการทดลองจะเห็นได้ว่าก่าการนำไฟฟ้าลดลงมาอย่างรวดเร็วนั่นเป็น เพราะโลหะไทเทเนียมที่ใช้ในการทดลองเริ่มมีการสร้างชั้นออกไซด์อย่างต่อเนื่อง ส่วนที่สองจะ เห็นว่าก่าการนำไฟฟ้าเริ่มเพิ่มขึ้นเล็กน้อยจากที่ลดลงอย่างรวดเร็วจากส่วนแรกเนื่องมาจากเกิดการ ทำลายชั้นผิวออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากส่วนแรกและในขณะเดียวกันก็มีการสร้างชั้นออกไซด์เพิ่มเติม ไปด้วย ส่วนที่สามเป็นส่วนที่มีสภาวะการนำไฟฟ้าของโลหะไทเทเนียมเริ่มคงที่เนื่องมาจากการ เติบโตของชั้นออกไซด์และการกำจัดชั้นออกไซด์มีอัตราที่เท่ากันทำให้ก่าการนำไฟฟ้าเริ่มคงที่ (Haripriya และคณะ 2007)



รูปที่ 3.1 ค่าการนำไฟฟ้าทำการทดลองด้วยวิธี Anodization ในสารละลาย NH₄F ที่แรงคันไฟฟ้า 20 โวลต์ เป็นเวลา 30 นาที อุณหภูมิของสารละลาย (a) 45องศาเซลเซียส (b) 40 องศาเซลเซียส (c) 35 องศาเซลเซียส (d) 30 องศาเซลเซียส และ (e) 25 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.2 ค่าการนำไฟฟ้าทำการทดลองด้วยวิธี Anodization ในสารละลาย NH₄F ที่แรงดันไฟฟ้า 20 โวลต์อุณหภูมิของสารละลาย 45 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ (a) 60 นาที (b) 120 นาที (c) 180 นาที และ (d) 240 นาที

รูปที่ 3.3 ค่าการนำไฟฟ้าทำการทคลองด้วยวิธี Anodization ในสารละลาย NH₄F อุณหภูมิของ สารละลาย 45 องศาเซลเซียส เมื่อ (a) เวลา 180 นาทีที่แรงคันไฟฟ้า 30 โวลต์ (b) เวลา 240 นาทีที่ แรงคันไฟฟ้า 30 โวลต์และ (c) 240 นาทีแรงคันไฟฟ้า 20 โวลต์

3.1 ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นหลังจากสังเคราะห์ TiO2 nanotube ด้วยวิชี Anodization

ในการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube โดยใช้วัสดุตั้งต้นเป็นแผ่นไทเทเนียมที่มีขนาด ความหนา 0.25 ไมโครเมตร โดยการสังเคราะห์ด้วยวิธี Anodization ซึ่งแปรก่าอุณหภูมิ เวลาในการ ทดลองและแรงดันไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลองมีผลต่อการเกิดเฟสของสารประกอบจากกระบวนการ ดังกล่าว

3.1.1ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นหลังจากสังเคราะห์โดยการแปรค่าอุณหภูมิ

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและเฟสของสารประกอบจากกระบวนการ Anodization โดยการแปรค่าอุณหภูมิที่ 25, 30, 35, 40 และ 45องศาเซลเซียสโดยใช้แรงดันไฟฟ้าใน การสังเคราะห์ที่ 20 โวลต์ เป็นเวลา 30 นาที โดยงานวิจัยของ Ruixia และคณะ (2008) กล่าวว่า ที่ อุณหภูมิในการให้ความร้อนหลังการ Anodization ที่ 300 องศาเซลเซียส จะพบเฟสอะนาเทสและรู ใทล์ของ ไทเทเนียมไดออกไซด์ แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 450 องสาเซลเซียส จะพบเพียงเฟสอะนา เทสของไทเทเนียมไดออกไซด์เท่านั้น ดังนั้นจึงนำตัวอย่างที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความร้อนที่ อุณหภูมิ 450องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ดังแสดงในรูปที่ 3.4 จากการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วยกระบวนการ Anodization ทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของ ประจุไฟฟ้าซึ่งเกิดการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนโดยกระบวนการดังกล่าวจะทำให้เกิดชั้นออกไซด์ขึ้น ในช่วงแรกจากนั้นฟลูออไรด์ที่อยู่ในสารละลายจะทำการเจาะ (Pitting) ให้เกิดรูขึ้นไปพร้อมกับการ สร้างชั้นออกไซด์โดยกระบวนการดังกล่าวจะเกิดขึ้นพร้อมๆกันและจะสิ้นสุดเมื่ออัตราการเกิด ออกไซด์และอัตราการเจาะเท่ากัน (Yang และคณะ, 2009) ดังรูปที่ 3.5

จะเห็นว่าพีคของกราฟ XRD ที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 25, 35 และ 45 องศา เซลเซียสมีผลที่ได้ไม่แตกต่างกันมากโดยที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 25 องศาเซลเซียส ได้ ปริมาณเฟสอะนาเทส 10.44 เปอร์เซ็นต์ อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 35 องศาเซลเซียส ได้ปริมาณ เฟสอะนาเทส 24.98 เปอร์เซ็นต์ และที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 45 องศาเซลเซียส ได้ปริมาณ เฟสอะนาเทส 31.52 เปอร์เซ็นต์ จึงยืนยันได้ว่าภายหลังจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการAnodization ในสารละลายที่มีแอมโมเนียมฟลูออไรด์เป็นส่วนประกอบทำให้เกิดเฟสอะนาเทสซึ่งเป็นเฟสหนึ่ง ของไทเทเนียมไดออกไซด์

รูปที่ 3.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ (a) อุณหภูมิของสารละลายในการสังเคราะห์ 25 องศาเซลเซียส (b) อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 35 องศาเซลเซียส และ (c) อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 45 องศาเซลเซียส

รูปที่ 3.5 รูปแบบการเกิดท่อ (a) เกิดชั้นออกไซด์ที่บริเวณผิวของแผ่นไทเทเนียม (b) ฟลูออไรด์เข้า ไปเจาะชั้นผิวออกไซด์ (c) เกิดการงอกของชั้นผิวออกไซด์ (d) เกิดการจัดเรียงตัวพร้อมกับการงอก ของชั้นผิวออกไซด์และ (e) การจัดเรียงตัวเสร็จสมบูรณ์โดยที่อัตราการงอกเท่ากับอัตตราการเจาะ

(ที่มา : Yang และคณะ, 2009)

3.1.2 ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นหลังจากสังเคราะห์โดยการแปรค่าเวลาในการทดลอง

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและเฟสของสารประกอบจากกระบวนการ Anodization โดยการแปรค่าเวลาที่ 60, 120, 180 และ 240 นาทีโดยใช้แรงคันไฟฟ้าในการ สังเคราะห์ที่ 20 โวลต์ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียสโดยนำตัวอย่างที่ได้ไปผ่านกระบวนการทาง ความร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ได้ รูปแบบการเลี้ยวแบนของรังสีเอกซ์ ดังรูปที่ 3.6

จะเห็นว่าพืคของกราฟ XRD ที่เวลาในการสังเคราะห์ที่ 60 และ 240 นาทีมีผลที่ได้ ไม่แตกต่างกันมากนักโดยเวลาในการสังเคราะห์ที่ 60 นาที ได้ปริมาณเฟสอะนาเทส 5.45 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่เวลาในการสังเคราะห์ที่ 240 นาที ได้ปริมาณเฟสอะนาเทส 28.16 เปอร์เซ็นต์ จึงยืนยันได้ว่าภายหลังจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการ Anodizationในสารละลายที่มีแอมโมเนียม ฟลูออไรด์เป็นส่วนประกอบทำให้เกิดเฟสอะนาเทสซึ่งเป็นเฟสหนึ่งของไทเทเนียมไดออกไซด์

ร**ูปที่ 3.6** รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ (a) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 60 นาที และ (b) ที่ เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาที

3.1.3 ผลการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นหลังจากสังเคราะห์โดยการแปรค่าแรงดันไฟฟ้าในการ ทดลอง

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและเฟสของสารประกอบจากกระบวนการ Anodizationโดยการแปรค่าแรงดันไฟฟ้าที่ 30 โวลต์โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 180 และ 240 นาที ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส โดยนำตัวอย่างที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ได้รูปแบบการเลี้ยวแบน ของรังสีเอกซ์ ดังรูปที่ 3.7

จะเห็นว่าพืกของกราฟ XRD ที่เวลาในการสังเคราะห์ที่ 180 และ 240 นาทีที่ แรงดันไฟฟ้า 30 โวลต์ มีผลที่ได้ไม่แตกต่างกันมากนักโดยที่เวลาในการสังเคราะห์ที่ 180นาที ได้ ปริมาณเฟสอะนาเทส 2.56 เปอร์เซ็นต์ และเวลาในการสังเคราะห์ที่ 240 นาที ได้ปริมาณเฟสอะนา เทส 12.3 เปอร์เซ็นต์ จึงยืนยันได้ว่าภายหลังจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการ Anodizationใน สารละลายที่มีแอมโมเนียมฟลูออไรด์เป็นส่วนประกอบทำให้เกิดเฟสอะนาเทสซึ่งเป็นเฟสหนึ่งของ ไทเทเนียมไดออกไซด์

รูปที่ 3.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ (a) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาที ที่ แรงคันไฟฟ้า 20 โวลต์ (b) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 180 นาที ที่แรงคันไฟฟ้า 30 โวลต์ และ (c) ที่ เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาที ที่แรงคันไฟฟ้า 30 โวลต์

3.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคที่เกิดขึ้นหลังจากการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วยวิชี Anodization

ผลจากการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วยวิธี Anodization นำมามาทคสอบ ลักษณะ โครงสร้างทางจุลภาคด้วยเครื่อง SEM โดยตัวอย่างที่ถูกทคสอบจะถูกนำไปเคลือบผิวด้วย ทองกำเพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้าได้ดี

3.2.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคที่เกิดขึ้นหลังจากการสังเคราะห์โดย การแปรค่าอุณหภูมิ

การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคจากกระบวนการAnodizationโดยการแปรค่า อุณหภูมิที่ 25, 35 และ 45 องศาเซลเซียสโดยใช้แรงคันไฟฟ้าในการสังเคราะห์ที่ 20 โวลต์ เป็นเวลา 30 นาที โดยนำตัวอย่างที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียสเป็น เวลา 3 ชั่วโมง จึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ได้ความยาวของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ 500, 800 และ 600 นาโนเมตรตามลำดับ ดังภาพถ่ายแสดงในรูปที่ 3.8, 3.9 และ 3.10 โดยงานวิจัย

รูปที่ 3.8 แสดงภาพถ่าย SEM โดยอุณหภูมิของสารละลายในการสังเคราะห์ที่ 25 องศาเซลเซียส (a) Top view และ (b) Cross section

ร**ูปที่ 3.9** แสดงภาพถ่าย SEM โดยอุณหภูมิของสารละลายในสังเกราะห์ที่ 35 องศาเซลเซียส (a) Top view และ (b) Cross section

รูปที่ 3.10 แสดงภาพถ่าย SEM โดยอุณหภูมิของสารละลายในการสังเคราะห์ที่ 45 องศาเซลเซียส (a) Top view และ (b) Cross section

ของ Ruixia และคณะ (2008) กล่าวว่า หลังจากที่ได้ทำการสังเคราะห์แผ่นไทเทเนียมให้เป็นท่อนา โนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีอโนไดซ์เซชั่น ในสารละลายที่มีกรดไฮโดรเจนฟลูออไรด์ ที่ แรงดันไฟฟ้า 20 โวลต์ เวลา 30 นาที โดยปรับอุณหภูมิของสารละลายที่ 0, 15, 25, 35 และ 45 องศา เซลเซียส พบว่า ความยาวของท่อที่ได้มีค่าลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิของสารละลาย

3.2.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคที่เกิดขึ้นหลังจากการสังเคราะห์โดย การแปรค่าเวลาในการทดลอง

การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคจากกระบวนการ Anodization โดยการแปรก่า เวลาในการทคลองที่ 60 และ 240 นาทีโดยใช้แรงคันไฟฟ้าในการสังเคราะห์ที่ 20 โวลต์ อุณหภูมิใน การสังเคราะห์ที่ 45 องศาเซลเซียสโดยนำตัวอย่างที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ได้ความยาวของท่อนาโน ไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ 1.2 และ 1.5ไมโครเมตรตามลำดับ ดังภาพถ่ายแสดงในรูปที่ 3.11 และ 3.12 โดยงานวิจัยของ Rajini และคณะ (2012) กล่าวว่า หลังจากที่ได้สังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียม ไดออกไซด์ ด้วยกระบวนการอะโนไดซ์เซชั่นจากแผ่นไทเทเนียม ในสารละลายที่มีแอมโมเนียม ฟลูออไรด์ผสมอยู่ ด้วยแรงคันไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลาในการสังเคราะห์ 1, 2, 3, 5, 10, 15, 30, 60, 120, 240 และ 360 นาที พบว่า ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์จะเกิดเป็นรูปทรงท่อเมื่อเวลาในการ

ร**ูปที่ 3.11** แสดงภาพถ่าย SEM ที่เวลาในการสังเคราะห์ 60 นาที (a) Top view และ (b) Cross section

ร**ูปที่ 3.12** แสดงภาพถ่าย SEM ที่เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาที (a) Top view และ (b) Cross section

สังเคราะห์ประมาณ 25 นาทีและจะเพิ่มความยาวของท่อมากขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ เพิ่มขึ้น

3.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคที่เกิดขึ้นหลังจากการสังเคราะห์โดย การแปรค่าแรงดันไฟฟ้าในการทดลอง

การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคจากกระบวนการ Anodization โดยการแปรค่า แรงคันไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลองที่ 30 โวลต์โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 180 และ 240 นาที อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 45 องศาเซลเซียส โดยนำตัวอย่างที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความ ร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ได้ความ ยาวของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ 5.6 และ 4 ไมโครเมตร ตามลำคับ ดังภาพถ่ายแสดงใน รูปที่ 3.13และ 3.14 เมื่อเทียบกับตัวอย่างที่ใช้แรงคันไฟฟ้า 20 โวลต์ที่เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาที ดังแสดงในรูปที่ 3.12 จะเห็นว่าท่อนาโนที่เกิดขึ้น มีความเป็นระเบียบและมีลักษณะปลายท่อ เปิดมากกว่าการสังเคราะห์ที่แรงดันไฟฟ้า 20 โวลต์โดยงานวิจัยของ Macak และคณะ (2007) กล่าว ว่าหลังจากที่ได้ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกระบวนการอะโนไดซ์เซชั่น โดยการปรับเปลี่ยนแรงคัน พบว่า การเพิ่มแรงคันไฟฟ้าในกระบวนการอะโนไดซ์เซชั่นจะส่งผลให้ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของท่อมีขนาดใหญ่ขึ้นโดยขนาดของเส้นผ่าศูนย์กลางจะเพิ่มขึ้นจาก 15-120 นาโนเมตร เมื่อเพิ่มแรงดันไฟฟ้าจาก 1-25 โวลต์

3.3 ผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก

การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก โดยการวัดการย่อยสลายสีเมทิลีนบลูที่ เปลี่ยนแปลงไปด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ทุกๆ 30 นาที จนครบ 4ชั่วโมง โดยทำการ ทดลองภายใต้รังสีอัลตร้าไวโอเลตขนาด 10 วัตต์ จำนวน 5 หลอด โดยศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ เวลาและแรงดันไฟฟ้าในการสังเคราะห์ด้วยวิธี Anodization โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.3.1 ผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์โดยการแปรค่า อุณหภูมิ

จากการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของ TiO₂ nanotube ซึ่งตัดให้มีขนาด เท่าๆกันที่ 1 x 1 cm นำไปใส่ในหลอกทดลองขนาด 10 มิลลิลิตร ซึ่งมาสารละลายเมทิลีนบลูพบว่า การย่อยสลายสารเมทิลีนบลูของ TiO₂ nanotubeโดยให้รังสียูวีดังรูปที่ 3.15

ร**ูปที่ 3.13** แสดงภาพถ่าย SEM ที่แรงดันไฟฟ้า 30 โวลต์เวลาในการสังเคราะห์ 180 นาที (a) Top view และ (b) Cross section

ร**ูปที่ 3.14** แสดงภาพถ่าย SEM ที่แรงดันไฟฟ้า 30 โวลต์เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาที (a) Top view และ (b) Cross section

รูปที่ 3.15 อัตราการย่อยสลายสารเมทิลีนบลูของตัวแปรอุณหภูมิเมื่อเทียบความเข้มข้นของสารเมทิ ลีนบลูกับเวลาในการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู

3.3.2 ผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์โดยการแปรค่าเวลา ในการสังเคราะห์

จากการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของ TiO₂nanootubeโดยสังเคราะห์ใน ตัวแปรเวลา และผ่านกระบวนการทางความร้อน ซึ่งตัดให้มีขนาดเท่าๆกันที่ 1 x 1 เซนติเมตรนำไป ใส่ในหลอดทดลองขนาด 10 มิลลิลิตร ซึ่งมาสารละลายเมทิลีนบลูพบว่า การย่อยสลายสารเมทิลี นบลูของ TiO₂ nanotubeโดยให้รังสียูวี ดังรูปที่ 3.16

3.3.3 ผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์โดยการแปรค่า แรงดันไฟฟ้าในการสังเคราะห์

จากการทคสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของ TiO₂ nanotubeโคยสังเคราะห์ใน ตัวแปรแรงคันไฟฟ้าที่ใช้ในการสังเคราะห์ และผ่านกระบวนการทางความร้อน ซึ่งตัดให้มีขนาด เท่าๆกันที่ 1 x 1 เซนติเมตรนำไปใส่ในหลอคทคลองขนาค 10 มิลลิลิตร ซึ่งมาสารละลายเมทิลีนบลู พบว่า การย่อยสลายสารเมทิลีนบลูของ TiO₂ nanotubeโคยให้รังสียูวี ดังรูปที่ 3.17 การสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วยวิธี Anodization เพื่อปรับปรุงปฏิกิริยาโฟโตแค ตะไลติก ในรังสียูวี พบว่า การสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วย Anodization ยิ่งใช้เวลาในการ สังเคราะห์นานรวมกับแรงดันไฟฟ้าที่สูงขึ้นจะทำให้ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกมีประสิทธิภาพ สูงขึ้นตามลำดับ

รูปที่ 3.16 อัตราการย่อยสลายสารเมทิลีนบลูของตัวแปรเวลาในการสังเคราะห์เมื่อเทียบความ เข้มข้นของสารเมทิลีนบลูกับเวลาในการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู

รูปที่ 3.17 อัตราการย่อยสลายสารเมทิลีนบลูงองตัวแปรแรงดันไฟฟ้าที่ใช้ในการสังเคราะห์เมื่อ เทียบความเข้มข้นของสารเมทิลีนบลูกับเวลาในการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู

บทสรุปและข้อเสนอแนะ

4.1 สรุปผล

จากการทดลองในงานวิจัยนี้ สามารถสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วย Anodization โดยใช้แผ่นไทเทเนียมทางการค้าที่มีความหนา 0.25 ไมโครเมตรสังเคราะห์ในสารละลายที่มี แอมโมเนียมฟลูออไรด์เป็นส่วนประกอบ เพื่อศึกษาอุณหภูมิ เวลา และแรงดันไฟฟ้าใน กระบวนการสังเคราะห์ โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.1.1 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วย Anodization โดยการ สังเคราะห์จะใช้อุณหภูมิที่ 25, 30, 35, 40 และ 45องศาเซลเซียสที่แรงดันไฟฟ้า 20 โวลต์ เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้มาผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ส่งผลต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก ภายใต้รังสียูวีมีประสิทธิภาพการย่อยสลายสีเมทิลีนบลูที่ 25, 21, 24, 23และ 29 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ และยังสามารถยืนยันได้ว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้เป็น TiO₂ nanotube จริงจากเทคนิก XRD และ SEM โดยที่ เทคนิก XRD ได้ปริมาณเฟสอะนาเทส เพิ่มขึ้นจาก 10.44 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 25 องศาเซลเซียส เป็น 31.52 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 45 องศาเซลเซียส

4.1.2 ผลจากการทดลองแปรค่าเวลาในการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วย กระบวนการ Anodization โดยการแปรค่าเวลาที่ 60, 120, 180 และ 240 นาทีที่แรงดันไฟฟ้า 20 โวลต์ อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 45องศาเซลเซียส พบว่า อัตราการย่อยสีเมทิลีนบลูอยู่ที่ 28, 30, 33 และ 37 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ และยังสามารถยืนยันได้ว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้เป็น TiO₂ nanotube จริงจากเทคนิค XRD และ SEM โดยที่ เทคนิค XRD ได้ปริมาณเฟสอะนาเทสเพิ่มขึ้นจาก 5.45 เปอร์เซ็นต์ ที่เวลาการสังเคราะห์ 60 นาที เป็น 28.16 เปอร์เซ็นต์ ที่เวลาการสังเคราะห์ 240 นาที 4.1.3 ผลจากการทดลองแปรค่าเวลาในการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วย กระบวนการ Anodization โดยการแปรค่าแรงดันไฟฟ้าที่ 30 โวลล์ที่180 และ 240 นาทีที่ อุณหภูมิ ในการสังเคราะห์ที่ 45 องศาเซลเซียส พบว่า อัตราการย่อยสีเมทิลีนบลูอยู่ที่ 35 และ 38 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ และยังสามารถยืนยันได้ว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้เป็น TiO₂ nanotube จริงจากเทคนิค XRD และ SEM โดยที่ เทคนิค XRD ได้ปริมาณเฟสอะนาเทสเพิ่มขึ้นจาก 2.56 เปอร์เซ็นต์ จากเวลา ในการสังเคราะห์ 180 นาที ที่แรงดันไฟฟ้า 30 โวลต์ เป็น 12.3 เปอร์เซ็นต์ ที่เวลาในการสังเคราะห์ 240 นาทีแรงดันไฟฟ้า 30 โวลต์

4.2 ข้อเสนอแนะ

จากการสังเคราะห์ TiO₂ nanotube ด้วยวิธี Anodization พบว่ายิ่งอุณหภูมิใน ระหว่างการทำการสังเคราะห์สูงขึ้นยิ่งทำให้กระบวนการเกิดชั้นออกไซด์เพิ่มสูงขึ้นดังเช่นเดียวกับ การเพิ่มเวลาและแรงคันไฟฟ้าจากการสังเคราะห์ด้วยวิธี Anodization ทำให้เกิดเป็นท่อไทเทเนียม ไดออกไซด์ แต่ในชุดการทดลองนี้ยังไม่สามารถควบคุมการเกิด TiO₂ nanotube ให้มีความ สม่ำเสมอได้และยังไม่สามารถหาจุดที่เหมาะสมที่สุดได้จึงต้องมีการทดลองต่อเพื่อหาสภาวะที่ดี ที่สุดต่อไปโดย

- 1. เพิ่มแรงดันไฟฟ้าในการทดลอง
- 2. เพิ่มอุณหภูมิของสารละลายในการทดลอง
- 3. เพิ่มความเข้มข้นของสารละลายแอม โมเนียมฟลูออไรด์
- 4. เพิ่มปริมาณ DI water ที่เติมในสารละลาย

บรรณานุกรม

- คร. สุเมธ ภูมิอภิรดี ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) โฟโตแกตาลิสต์ที่เกลือบด้วยอะพาไทต์(apatite) วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีที่ 22 ฉบับที่ 1 มกรากม-มีนากม 2550
- Abu, Z.S., Haidong, Z., Kay L., Wojtek, W. and Kourosh, K. 2009. Anodization of Ti thin film Deposited on ITO. Langmuir. 25: 509-514.
- Ammar, E., Jun, Z., Fadlalla, H. M. H., Feng, Z., Hui, W., Xiaoxia, D., Zhixin, H. and Chengcun,
 T. 2008. Self-organized TiO2 nanotubes with controlled dimensions by anodic oxidation. J. Mater Sci. 43:7219–7224.
- Guoge, Z., Huang, H., Zhang, Y., Chan, H.L.W. and Zhou, L. 2007. Highly ordered nanoporous TiO₂ and its photocatalytic properties. Electrochemistry Communications. 9:2854-2858.
- Hailei, L., Cao, L., Lui, W., Su, G. and Dong, B. 2012. Synthesis and investigation of TiO₂ nanutube arrays prepared by anodization and their photocatalytic activity. Ceramics International. 38:5791-5797.
- Han, Y. and Chunxu, P. 2009. Diameter-controlled growth of TiO₂ nanotube arrays by anodization and its photoelectric property. J. Alloys and Compounds.
- Haripriya, E., Shankar, P.K., Paulose, M., Oomman K. and Craig A.G. 2007 A New Benchmark for TiO2 Nanotube Array Growth by Anodization. 111: 7235-7241.
- Jun, W. and Lin, Z. 2009. Anodic formation of ordered TiO2 nanotube arrays: Effects of electrolyte temperature and anodization potential. J. Phys. Chem. 113: 4026-4030.
- Lai, Y.K., Sun, L., Chen, C., Nie, C.G., Zuo, J. and Lin, C.J. 2005. Optical and electrical characterization of TiO₂ nanotube arrays on titanium substrate. Appl. Surface Sci. 252: 1101–1106.
- Macak, J.M., Tsuchiya, H., Ghicov, A., Yasuda, K. and Schmuki, P. 2005. Dye-sensitized anodic TiO₂ nanotubes. Electrochemistry Communications. 7:1133-1137.

- Macak, J.M., Tsuchiya, H., Ghicov, A., Yasuda, K., Hahn, R., Bauer, S. and Schmuki, P. 2007
 TiO₂ nanotubes: Self-organized electrochemical formation, properties and applications.
 Current Opinion in Solid State and Materials Science. 11:3-8.
- Mihai, E., Steven-Kalceff, M., Tiginyanu, I. and Ursaki, V. 2010. Cathodoluminescence of TiO₂ nanutubes prepared by low-temperature anodization of Ti foils. Materials Letters. 64:2155-2158.
- Mohapatra, S.K.; Misra,M.; Mahajan, V.K. and Raja, K.S. 2007. A novel method for the synthesis of titania nanotubes using sonoelectrochemical and itsapplication for photoelectrochemocal splitting of water. J. Catal. 246 : 362-369.
- Palmas, S., Pozzo, A.D., Delogu, F., Mascia, M., Vacca, A. and Guisbiers, G. 2012. Charaterization of TiO₂ nanutubes obtained by electrochemical anodization in organic electrolytes. J. Power Sources. 204:265-272.
- Rajini, P.A., Mathews, T., Dash, S., Tyagi, A.K. and Raj, B. 2012. X-ray photoelectron spectroscopic studies of anodically synthesized self aligned TiO₂ nanotube arrays and the effect of electrochemical parameters on tube morphology. Materials Chemistry and Physics. 132: 957-966.
- Ruixia, G., Fu, W., Yang, H., Zhang, Y., Zhao, W., Liu, Z., Wang, C., Zhu, H., Yu, Q. and Zou,G. 2008. Fabrication and characterization of highky-ordered titania nanotubes via electrochemical anodization. Materials Letters. 62:2688-2691.
- Srimala, S., Lockman, Z., Hazan, R., Tasbihi, M., Tong, L.K. and Mohamed, A.R. 2009. Influence of electrolyte pH on TiO₂ nanotube formation by Ti anodization. J. Alloys and Compounds. 485:478-483.
- Tayirjan, T.I., Rohani, S. and Ray, A.K. 2012. Photoelectrochemical water splitting for hydrogen generation on highly ordered TiO₂ nanotubes fabricated by using Ti as cathode. Int. J. Hydrogen Energy. 37:103-108.

- Vega, V., Cerdeira , M.A., Prida, V.M., Alberts, D., Bordel, N., Pereiro, R., Mera, F., Garcia, S., Hernandez-Veles, M. and Vazquez. M. 2008. Electrolyte influence on the anodic synthesis of TiO₂ nanotube arrays. J Non-Crystalline Solids. 354: 5233–5235.
- Xie, Z. B., Adams, S., Blackwood, D. J. and Wang, J. Anodized titania nanotube arrays and their application in dyesensitized solar cells National Univ. of Singapore, Department of Materials Science & Engineering, Singapore 117574.

ภาคผนวก ก

การคำนวนปริมาณองค์ประกอบของเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์นาโนทูป

การคำนวนปริมาณองค์ประกอบของเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์นาโนทูป

การคำนวณปริมาณองค์ประกอบของเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์นาโนทูปโดยวิธีเชิงกึ่ง ปริมาณ โดยประมาณจากพื้นที่ใต้กราฟของพีคจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยใช้สูตรคำนวน (ก 1) และ (ก2)

$$R_{anatase} = \frac{A_{anatase}}{A_{anatase} + A_{monoclinic}} \times 100\%$$
(n1)

$$R_{anatase} = \frac{A_{monoclinic}}{A_{anatase} + A_{monoclinic}} \times 100\%$$
(fi2)

เมื่อ R_{anatase}คือ ปริมาณโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทส R_{monoclinic}คือ ปริมาณโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิค A_{anatase}คือ พื้นที่ใต้กราฟของพีคนาเทส A_{monoclinic}คือ พื้นที่ใต้กราฟของพีคโมโนคลินิค ภาคผนวก ข

การคำนวนเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสีเมทิลีนบลู

การคำนวณเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสีเมทิลีนบลู

เมื่อ

การคำนวนเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสีเมทิลีนบลู โดยวัดค่าความเข้มข้นของสารละลายเมทิ ลีนบลู ณ เวลาต่างๆ ด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer โดยใช้สูตรคำนวน (ข1)

% Degradation=
$$\frac{(C_0 - C)}{C_0} \times 100\%$$
 (2.3)

C คือความเข้มข้น ณ เวลาทคสอบ (โมลาร์)

ตารางที่ ข1 ข้อมูลค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลู"

Anodization method	C_0	C^{b}	% Degradation
25°C	9.616 x 10 ⁻⁵	7.315 x 10 ⁻⁵	23.93%
30°C	9.616 x 10 ⁻⁵	7.538 x 10 ⁻⁵	21.61%
35°C	9.616 x 10 ⁻⁵	7.394 x 10 ⁻⁵	23.11%
40 [°] C	9.616 x 10 ⁻⁵	7.453 x 10 ⁻⁵	22.49%
45°C	9.616 x 10 ⁻⁵	6.868 x 10 ⁻⁵	28.58%

กำหนดให้ _a คือ การสังเกราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีอะโนไดซ์เซชั่นโดยแปรก่าอุณหภูมิของสารละลายโดยที่ใช้เวลาในการสังเกราะห์ 30 นาพี, แรงดันไฟฟ้า 20 โวลล์

Anodization method	C_0	C ^b	%Degradation
60 นาที	9.87x 10 ⁻⁵	7.114 x 10 ⁻⁵	27.62%
120 นาที	9.87x 10 ⁻⁵	6.895 x 10 ⁻⁵	30.14%
180 นาที	9.87x 10 ⁻⁵	6.777 x 10 ⁻⁵	31.34%
240 นาที	9.87x 10 ⁻⁵	$6.317 \ge 10^{-5}$	36.00%

ตารางที่ v2 ข้อมูลค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลู^ь

กำหนดให้ b คือ การสังเกราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีอะโนไดซ์เซชั่นโดยแปรก่าเวลาในการสังเกราะห์ โดยใช้แรงดันไฟฟ้า 20 โวลล์ อุณหภูมิของสารละลายในการสังเกราะห์ 45[°]C

ตารางที่ ง3 ข้อมูลค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลู

Anodization method	C_0	C^{b}	%Degradation
20 โวลล์,240 นาที	9.87x 10 ⁻⁵	6.317 x 10 ⁻⁵	36.00%
30 โวลล์,240 นาที	9.902 x 10 ⁻⁵	6.895 x 10 ⁻⁵	36.34%
30 โวลล์,180 นาที	$9.902 \ge 10^{-5}$	$6.777 \ge 10^{-5}$	34.08%

กำหนดให้ c คือ การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีอะโนไดซ์เซชั่นโดยแปรก่าแรงคันไฟฟ้าในการสังเคราะห์ อุณหภูมิของสารละลาย ในการสังเคราะห์ 45[°]C

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ สกุล	นายกิตติรงณ์ ศรีเมืองมาก	
รหัสประจำตัวนักศึกษา	5210120059	
วุฒิการศึกษา		
ာ့ရှာ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
อุตสาหกรรมศาสตรบัณฑิต	สถาบันเทคโน โลยีพระจอม	2549
	เกล้าพระบอรบหบือ	

ทุนการศึกษา(ที่ได้รับระหว่างการศึกษา)

- ทุนสนับสนุนการทำวิจัยจากบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานกรินทร์

- ทุนบัณฑิตวิยาลัยภายใต้โครงการมหาวิทยาลัยวิจัยแห่งชาติ (NRU)

การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน

 Srimuangmak, K and Niyomwas, S. (2011), "Effects of Voltage and Addition of Water on Photocatalytic Activity of TiO₂ Nanotubes Prepared by Anodization Method"Energy Procedia, 9, 435-439.

 Srimuangmak, K and Niyomwas, S. (2012), "Study of Photocatalytic Activity of TiO2 Nanotube Derived from Different Anodized Parameters" Advanced Materials Research, 488-489, 1519-1524.