

การสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน
ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าเพื่อประยุกต์ใช้งานทางแสง

SYNTHESIS OF N-DOPED TiO_2 NANOFIBER BY ELECTROSPINNING PROCESS
FOR OPTICAL APPLICATIONS



T132353

สินีนาง สุพรรณกิจ
SINEENART SUPHANKIJ

จพ.
๙๗๗๗
๒๕๕๗

เลขหมู่.....**132353**
เลขทะเบียน.....**17 ก.ค. 2557**
วัน,เดือน,ปี.....

b. 126199๖๓
i.....

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ.2557

KMITL-2014-NT-M-001-001

**SYNTHESIS OF N-DOPED TiO₂ NANOFIBER BY ELECTROSPINNING PROCESS
FOR OPTICAL APPLICATIONS**

SINEENART SUPHANKIJ

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE IN NANOSCIENCE AND NANOTECHNOLOGY
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2014
KMITL-2014-NT-M-001-001**

COPYRIGHT 2014

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ใบรับรองวิทยานิพนธ์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าเพื่อประยุกต์ใช้งานทางแสง

Thesis Title Synthesis of N-doped TiO₂ Nanofibers by Electrospinning Process for Optical Applications

นักศึกษา นางสาวสินีนาง สุพรรณกิจ

รหัสประจำตัว 54670253

ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

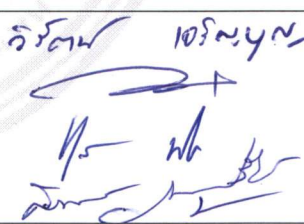
สาขาวิชา นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รศ.ดร.วิชฌู เพชรภา

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม -

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

หมายเลขวิทยานิพนธ์ KMITL-2014-NT-M-001-001

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ลายมือชื่อ
ดร.วิรัตน์ เจริญบุญ	
รศ.ดร.วิชฌู เพชรภา	
ดร.พุฒิยาภรณ์ ทิววงศ์	
ผศ.ดร.สรพงษ์ ภาสุปรีย์	

วัน / เดือน / ปี ที่สอบ วันศุกร์ที่ 25 เมษายน พ.ศ. 2557 เวลา 09.30 น. เป็นต้นไป

สถานที่สอบ ณ อาคารวิจัยนาโนเทคโนโลยีสิรินธร ชั้น 1 ห้องประชุมนาโน

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังรับรองแล้ว



(ศาสตราจารย์ ดร.จิติ หนูแก้ว)

คณบดี

วันที่.....27.....เดือน.....พฤษภาคม.....พ.ศ. 2557

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่
เจือด้วยไนโตรเจนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า
เพื่อประยุกต์ใช้งานทางแสง

นักศึกษา

นางสาว สินีนาฏ สุพรรณมกิจ

รหัสประจำตัว

54670253

ปริญญา

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต

สาขาวิชา

นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

พ.ศ.

2557

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อสังเคราะห์เส้นใยนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่ทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน (N) ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า เพื่อประยุกต์ใช้งานทางแสง ซึ่งในกระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโน โดยใช้ไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (TIP) และแอมโมเนียมอะซิเตต ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) เป็นสารตั้งต้นสำหรับ ธาตุไทเทเนียมไดออกไซด์ และไนโตรเจน ตามลำดับ โดยใช้พอลิเมอร์ โพลีไวนิลไพโรลิโดน (PVP) ที่เตรียมด้วยอัตราส่วน 8%, 10% และ 12% โดยน้ำหนัก เป็นแม่แบบสำหรับการขึ้นรูปเส้นใย นำสารละลายตั้งต้นที่เตรียมได้มาผลิตด้วยกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า โดยใช้อัตราในการฉีดเส้นใยที่ 0.5 ml/hr ระยะห่างระหว่างเข็มฉีดกับฐานรองรับที่ 15 cm และความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงที่ 8, 10 และ 12 kV จากนั้นทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% และทำการเผาเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้อุณหภูมิในช่วง 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ และทำการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) สมบัติทางพื้นระเคมีด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าการเปลี่ยนแปลงปริมาณพอลิเมอร์ และการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่เหมาะสมจะส่งผลต่อขนาดลักษณะของเส้นใย และปริมาตรพื้นที่ผิวจำเพาะของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เหมาะสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งาน จากนั้นทำการศึกษาสมบัติทางพื้นผิวของโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุ โดยสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ (XPS) และศึกษาสมบัติการสะท้อนของแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลต วิซิเบิลเนียโออาร์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Vis-NIR Spectrophotometer) ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ การสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน พบว่าที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 0%, 1%, 3% และ 5% แสดงค่าแถบพลังงานต้องห้าม ที่ 3.53 eV, 3.48 eV, 3.4 eV และ 3.5 eV ตามลำดับ และการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาในช่วง 500-900 °C พบว่าที่เงื่อนไขอุณหภูมิการเผาที่ 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C มีขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีขนาด 184 นาโนเมตร 136 นาโนเมตร 112 นาโนเมตร 62 นาโนเมตรและ 134 นาโนเมตร ตามลำดับ ในการประยุกต์ใช้งานทางแสง พบว่าการนำเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 3% ภายใต้อุณหภูมิการเผาที่ 600 °C สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการย่อยสลายสีย้อม RhB ได้ดีที่สุดใน การประยุกต์ใช้งานเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงโดยอยู่ในรูปวัสดุผสมกับ

อนุภาคนาโนไททานเนียมไดออกไซด์ P-25 พบว่าประสิทธิภาพของอุปกรณ์เพิ่มขึ้นเมื่อมีการผสมเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจนในปริมาณที่เหมาะสม ทั้งนี้เนื่องจากการกระเจิงแสงที่เพิ่มขึ้น และส่งผ่านอิเล็กตรอนผ่านขั้วไฟฟ้าที่ดีขึ้น

คำสำคัญ : ไทเทเนียมไดออกไซด์ การเจือธาตุไนโตรเจน การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

Thesis Title	Synthesis of N-doped TiO ₂ nanofibers by electrospinning process for optical applications
Student	Miss. Sineenart Suphankij
Student ID	54670253
Degree	Master of Science
Program	Nanoscience and Nanotechnology
Year	2014
Thesis Advisor	Assoc. Prof. Dr. Wisanu Pecharapa

ABSTRACT

This thesis work focuses on the synthesis of the N-doped TiO₂ nanofibers via electrospinning process for optical applications. The starting precursors were prepared from titanium (IV) isopropoxide (TiIP) dissolved in ethanol and ammonium acetate (CH₃COONH₄) at 0%, 1%, 3% and 5% weight as a nitrogen source. Poly (vinyl pyrrolidone) (PVP) dissolved in ethanol at 8%, 10% and 12% weight was used as a fiber template. The nanofibers were obtained using electrospinning process at applied high voltage of 8, 10 and 12 kV with feeding rate of 0.5 mL/hr and distance between a needle tip and collector of 15 cm. As-spun products were calcined at various temperatures at 500-900 °C for 2 h. Relevant properties were investigated by X-ray diffraction (XRD) and Raman Spectroscopy. The structural and surface morphology were characterized by scanning electron microscope (SEM). The results show that the polymer concentration and high voltage highly affect to the dimension, continuity and surface morphology of TiO₂ nanofibers. Transmission electron microscope (TEM) was chosen to characterize the structural and morphology meanwhile electron binding energies of the nanofibers were investigated by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). Diffuse Reflectance of N-doped TiO₂ nanofibers were characterized by Ultraviolet-Visible-NIR Spectrophotometer. N-doped TiO₂ nanofibers with N doping content of 0%, 1%, 3% and 5% have the band gap energy of 3.53 eV, 3.48 eV, 3.4 eV and 3.5 eV, respectively. The diameters of TiO₂ nanofibers calcined at 500, 600, 700, 800 and 900 °C are 184 nm, 136 nm, 112 nm, 62 nm and 134 nm, respectively. In optical applications, N-doped TiO₂ nanofibers were applied as photocatalysts and their activities were evaluated. The results indicated that the 3% N-doped TiO₂ nanofiber calcined at 600 °C is the optimized condition that can provide the highest degradation activity toward RhB dye solution. The fibers were also utilized as modified working electrode of dye- sensitized solar cells in form of composite with commercial P-25 TiO₂ nanoparticles. The performance of the device has been significantly enhanced by the incorporation of certain loading amount of the doped fibers into P-25 TiO₂ matrix due to the enhancement in light scattering and the ease of electron transport through the electrode.

Keywords: Titanium Dioxide, N-doped TiO₂, Electrospinning process, Photocatalytic process, Dye-Sensitized Solar Cells

กิตติกรรมประกาศ

ความสำเร็จของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษา รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา สำหรับแนวทาง และคำแนะนำที่มีส่วนสำคัญในการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ และขอขอบพระคุณวิทยาลัยนาโนพระจอมเกล้าลาดกระบัง ที่ให้สถานที่ในการศึกษา และอำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์ และเครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ ที่เป็นส่วนสำคัญในการดำเนินงานวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังทุกท่าน ที่คอยให้คำปรึกษา และความรู้ รวมถึงการแนะนำแนวทางในการแก้ไขปัญหาต่างๆ

ขอขอบคุณบทความวิจัย และหนังสือที่เกี่ยวข้อง รวมทั้งเอกสารอ้างอิงต่างๆ ที่ข้าพเจ้าใช้ศึกษาหาความรู้เกี่ยวกับการทำวิทยานิพนธ์ เพื่อความเข้าใจและไขข้อสงสัย

ขอขอบคุณพี่น้องในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สำหรับความช่วยเหลือ และอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือต่างๆ และขอขอบคุณสำหรับคำปรึกษาพร้อมทั้งกำลังใจที่มีให้กันตลอดมา

สุดท้ายขุณงาความดีอันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอมอบให้แก่บิดา และมารดาที่เคารพและให้การสนับสนุน ตลอดจนคุณครูอาจารย์ที่เคารพทุกท่านที่ได้ถ่ายทอดและประสิทธิ์ประสาทความรู้ให้แก่ข้าพเจ้า

สินีนาน สุพรรณกิจ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	III
กิตติกรรมประกาศ.....	V
สารบัญ.....	VI
สารบัญตาราง.....	X
สารบัญรูป.....	XI
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
2.1 สมบัติพื้นฐานของไทเทเนียม.....	4
2.2 สมบัติพื้นฐานของไนโตรเจน.....	6
2.3 ทฤษฎีการเติมสารเจือ.....	7
2.3.1 การเจือแบบเข้าแทนที่.....	7
2.3.2 การเจือแบบแทรกตัว.....	8
2.4 กระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	8
2.4.1 พลังงานแสง.....	9
2.4.2 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	10
2.4.3 ชนิดของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	11
2.4.4 กลไกของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	11
2.5 เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง.....	12
2.5.1 ส่วนประกอบของเซลล์.....	13
2.5.2 หลักการทำงานของเซลล์.....	14
2.6 กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า.....	15
2.6.1 หลักการทำงาน.....	15
2.6.2 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า.....	16
2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง.....	17
2.7.1 เครื่องมือวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการวัด การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....	17
2.7.2 เครื่องมือวิเคราะห์พื้นระ และหมู่ฟังก์ชันด้วย รามานสเปกโตรสโกปี.....	20

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ (ต่อ)	
2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง (ต่อ)	
2.7.3 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์ แบบเลื่อนกราด.....	21
2.7.4 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์ แบบส่องผ่าน.....	22
2.7.5 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุด้วย เครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์.....	24
2.7.6 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางแสง ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลต และวิชิเบิลสเปกโตรสโกปี.....	25
2.7.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางแสง ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตวิชิเบิลเนียโออาร์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์.....	28
2.8 ทบทวนบทความวิจัย.....	28
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	35
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	35
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	37
3.3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์.....	37
3.3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน.....	38
3.3.3 ขั้นตอนกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า.....	38
3.3.4 ขั้นตอนการทดสอบเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนกับกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	38
3.3.5 ขั้นตอนการทดสอบเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการเจือ ด้วยธาตุไนโตรเจนกับประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง.....	39
3.4 วิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน.....	41
3.4.1 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร โดยอาศัยสมบัติทางความร้อน.....	41
3.4.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์ การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	42
3.4.3 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์ แบบเลื่อนกราด.....	43

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

บทที่ 3	ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย (ต่อ)	
3.4	วิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน	
3.4.4	การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์	
	แบบส่องผ่าน.....	43
3.4.5	การวิเคราะห์พื้นระ และหมู่ฟังก์ชันด้วยรามานสเปกโตรสโกปี.....	44
3.4.6	การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุด้วย	
	เครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์.....	45
3.4.7	การวิเคราะห์สมบัติทางแสง	
	ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต และวิซิเบิลสเปกโตรสโกปี.....	46
3.4.8	การวิเคราะห์สมบัติทางแสง	
	ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต และวิซิเบิลเนียโออาร์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์.....	46
บทที่ 4	ผลการทดลองและการอภิปราย	
4.1	การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของสารละลายโซล-เจล ของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ และแอมโมเนียมอะซิเตตโดยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA).....	48
4.1.1	ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก	
	ของสารละลายโซล-เจลของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์.....	48
4.1.2	ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก	
	ของสารละลายโซล-เจลของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ และแอมโมเนียมอะซิเตต..	49
4.2	การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์	
	ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า.....	50
4.2.1	ผลการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์	
	ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักพอลิเมอร์.....	50
4.2.2	ผลการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์	
	ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง.....	55
4.3	การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน	
	ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า.....	60
4.3.1	ผลการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน	
	ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน	
	ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก.....	60
4.3.2	ผลการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน	
	ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900°C.....	75

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปราย (ต่อ)	
4.4 ผลการประยุกต์ใช้งานทางแสงของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน(ต่อ).....	85
4.4.1 การประยุกต์ใช้เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีน บี(RhB).....	85
4.4.2 การประยุกต์ใช้เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน ของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง.....	92
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย.....	102
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	102
5.2 ปัญหาและแนวทางแก้ไข.....	105
5.3 ข้อเสนอแนะ.....	105
เอกสารอ้างอิง.....	106
ประวัติผู้เขียน.....	110

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ตารางแสดงสมบัติเฉพาะของไทเทเนียม.....	4
2.2 ตารางแสดงสมบัติเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	5
2.3 ตารางเปรียบเทียบลักษณะของแต่ละโครงสร้างผลึก.....	6
4.1 แสดงค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์.....	55
4.2 แสดงค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง.....	59
4.3 แสดงค่าประสิทธิภาพความหนาแน่นของกระแสต่อแรงดันไฟฟ้า ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ในอัตราส่วน 0:100, 1:99, 3:97, 5:95, 7:93 และ 10:90.....	96
4.4 แสดงค่าประสิทธิภาพความหนาแน่นของกระแสต่อแรงดันไฟฟ้า ของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1%, 3% และ 5%.....	98
4.5 แสดงค่าประสิทธิภาพความหนาแน่นของกระแสต่อแรงดันไฟฟ้า ของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C ในอัตราส่วน 5:95.....	99

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 ลักษณะโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	5
2.2 โครงสร้างไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์.....	6
2.3 โครงสร้างของแอมโมเนียมอะซิเตต.....	7
2.4 การเจือแบบเข้าแทนที่.....	7
2.5 การเจือแบบเข้าแทรกตัว.....	8
2.6 องค์ประกอบของความยาวคลื่นแสง.....	9
2.7 กลไกของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงบนสารกึ่งตัวนำ.....	11
2.8 ส่วนประกอบของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง.....	13
2.9 แผนภาพการทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง.....	14
2.10 หลักการทำงานของการบินเส้นใยทางไฟฟ้า.....	16
2.11 กฎของแบรกก์.....	17
2.12 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์.....	18
2.13 การเกิดรังสีเอ็กซ์.....	19
2.14 การกระเจิงแบบรามาน.....	20
2.15 แผนภาพการทำงานของรามานสเปคโตรสโกปี.....	21
2.16 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด.....	22
2.17 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	23
2.18 แผนภาพหลักการทำงานของเครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอน ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์.....	24
2.19 แผนภาพการเกิดโฟโตไอออไนเซชัน.....	25
2.20 แผนภาพการเดินทางของแสงทะลุผ่านสารตัวอย่าง.....	26
2.21 แบบจำลองการเรียงของเครื่อง UV-Vis spectrophotometer.....	27
2.22 กราฟแสดง (a) การดูดซับ-การคายแก๊ส (b) ขนาดความเป็นรูพรุน ของ TiO ₂ แบบเส้นใย และแบบผง และตารางแสดงปริมาตรพื้นที่ผิว.....	29
2.23 กราฟแสดงค่ากระแสไฟฟ้าเมื่อทำปฏิกิริยากับแสงอัลตราไวโอเล็ต และความสามารถในการผลิตแก๊สไฮโดรเจน.....	30
2.24 แสดงถึงลักษณะพื้นที่ผิวของเส้นใย TiO ₂ เมื่อทำการเปลี่ยนแปลง น้ำหนักของสารละลายพอลิเมอร์.....	30
2.25 กราฟแสดงปริมาตรพื้นที่ผิวของเส้นใย TiO ₂ เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	31
2.26 กราฟแสดงการฟอร์มตัวเป็นTiO ₂ ที่อุณหภูมิต่างๆ.....	31
2.27 กราฟแสดงประสิทธิภาพของเส้นใยTiO ₂ ในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง.....	32
2.28 กราฟแสดง % การดูดกลืนแสงของ N-doped TiO ₂ และ TiO ₂ ที่ความยาวคลื่นต่างๆ.....	33
2.29 กราฟแสดง Photovoltage ของ N-doped TiO ₂ และ TiO ₂ ที่ความยาวคลื่นต่างๆ.....	33

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.30 กราฟแสดงการเปรียบเทียบอัตราการย่อยสลาย phenol.....	34
3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	36
3.2 ขั้วไฟฟ้าทำงาน.....	39
3.3 แผนภาพแสดงการประกอบขั้วเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง.....	40
3.4 เครื่อง Thermo Gravimetric Analysis.....	41
3.5 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยงเบนของรังสีเอ็กซ์.....	42
3.6 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	43
3.7 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	44
3.8 เครื่องรามาานสเปกโตรสโกปี.....	44
3.9 เครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์.....	45
3.10 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง.....	46
3.11 เครื่องวัดค่าการสะท้อนของแสง.....	47
4.1 กราฟการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารละลายโซล-เจล ไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์โดยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA).....	48
4.2 กราฟการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารละลายโซล-เจล ไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ และแอมโมเนียมอะซิเตตโดยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA).....	49
4.3 กราฟการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 8%, 10% และ 12%.....	51
4.4 ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลง น้ำหนักของพอลิเมอร์ ที่ (ก) 8%, (ข) 10% และ (ค) 12%	52
4.5 กราฟการวิเคราะห์ขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลง น้ำหนักพอลิเมอร์ ที่ 8%, 10% และ 12%	54
4.6 ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ (ก) 8kV (ข) 10 kV และ (ค) 12 kV.....	56
4.7 กราฟการวิเคราะห์ขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลง ความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ (ก) 8 kV (ข) 10 kV และ (ค) 12 kV.....	58
4.8 กราฟการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยการเลี้ยงเบนรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก.....	60

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.9 กราฟวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้งี๊อนโซการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก.....	62
4.10 ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ภายใต้งี๊อนโซการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ (ก) 1% (ข) 3% และ (ค) 5% โดยน้ำหนัก.....	63
4.11 ภาพถ่ายทางพื้นผิวกำลังขยายต่ำด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 5%โดยน้ำหนัก.....	66
4.12 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของเส้นใยนาโน ไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 5% โดยน้ำหนัก.....	66
4.13 ภาพถ่ายแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 5% โดยน้ำหนัก.....	67
4.14 กราฟการวิเคราะห์สเปกตรัม XPSของธาตุไนโตรเจน ในระดับชั้นของ N 1s เมื่อทำการเจือในเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เป็นปริมาณ 1%, 3% และ 5%.....	70
4.15 กราฟการวิเคราะห์สเปกตรัม XPS ของธาตุไทเทเนียม ในระดับชั้นของ Ti 2p ของเส้นใยนาโน ไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้งี๊อนโซการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5%.....	70
4.16 กราฟการวิเคราะห์สเปกตรัม XPSของธาตุออกซิเจน ในระดับชั้น O 1s ของเส้นใยนาโน ไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้งี๊อนโซการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5%.....	71
4.17 กราฟการวิเคราะห์ Diffused Reflectance Spectroscopy ของเส้นใยนาโน ไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้งี๊อนโซการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5%.....	71
4.18 กราฟการวิเคราะห์ Diffused Reflectance Spectroscopy จากสมการของ Kubelka และMunk ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้งี๊อนโซการเจือธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 0%, 1%, 3% และ 5%.....	72
4.19 กราฟความสัมพันธ์ของค่าแถบพลังงานต้องห้ามของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อมีการเจือธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 0%, 1%, 3% และ 5%.....	74
4.20 แบบจำลองแถบพลังงาน (ก) ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือธาตุไนโตรเจน (ข) ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน.....	74
4.21 กราฟการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนักภายใต้งี๊อนโซการเปลี่ยนแปลง อุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	75

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.22 กราฟวิเคราะห์ระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์กับการฟอร์มตัวเป็นผลึกของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	76
4.23 กราฟวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	78
4.24 ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ (ก) 500°C (ข) 600°C (ค) 700°C (ง) 800°C และ (จ) 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	80
4.25 กราฟการวิเคราะห์ขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500°C, 600°C, 700°C, 800°C และ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	83
4.26 กราฟการวิเคราะห์กระบวนการดูดกลืนแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก ที่เวลา 0, 20, 40, 60, 80, 100 และ 120 นาที.....	86
4.27 กราฟการวิเคราะห์อัตราการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก เทียบกับเวลาที่ 0, 20, 40, 60, 80, 100 และ 120 นาที.....	88
4.28 กราฟการวิเคราะห์กระบวนการดูดกลืนแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ภายใต้เงื่อนไขอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่เวลา 0, 20, 40 และ 60 นาที.....	89
4.29 กราฟการวิเคราะห์อัตราการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3%ภายใต้เงื่อนไขอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่เวลา 0, 20, 40 และ 60 นาที.....	92
4.30 ภาพจำลองแสดงการกระเจิงแสงของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25.....	92
4.31 ภาพถ่ายแบบตัดขวางของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่ทำการปาดเคลือบลงบนกระดาษนำไฟฟ้า ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด.....	93

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.32	
ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่ทำการปาดเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้า ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด.....95	
4.33	
กราฟการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของชิ้นทำงาน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ในอัตราส่วน 0:100, 1:99, 3:97, 5:95, 7:93 และ 10:90.....96	
4.34	
การวิเคราะห์ความสัมพันธ์ค่าการดูดกลืนของสีย้อมบนชิ้นนำไฟฟ้า กับปริมาณการผสมของ เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25.....97	
4.35	
กราฟการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของชิ้นทำงาน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนผสมกับไททาเนียม P25 ในอัตราส่วน 5:95 ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1%, 3% และ 5%.....98	
4.36	
กราฟการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของชิ้นทำงาน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C.....99	
4.32	
กราฟความสัมพันธ์การวิเคราะห์ความเข้มของรูปแบบนาเทสต่อรูโกล์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3%ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ การเผาที่ 500-900 °C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง.....101	

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ในปัจจุบันการเปลี่ยนแปลงสภาพของสิ่งแวดล้อม เริ่มมีการขยายตัวอย่างรวดเร็ว เนื่องจากการกระทำของมนุษย์ ซึ่งส่งผลกระทบต่อระบบนิเวศน์ในน้ำและอากาศ อาทิเช่น มลพิษทางน้ำที่ถูกปล่อยจากโรงงานอุตสาหกรรม ปรากฏการณ์เรือนกระจก และภาวะอากาศเป็นพิษ เป็นต้น การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalyst) ประเภทสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ในการลดปริมาณสารก่อมลภาวะเป็นทางเลือกหนึ่งที่มีความสนใจและมีการศึกษาอย่างแพร่หลาย ซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้งานทางด้านสิ่งแวดล้อมได้จริง โดยการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงจะเกิดจากการที่อนุภาคของสารมีส่วนร่วมในการทำให้เกิดอัตราการเปลี่ยนแปลงทางเคมีโดยที่ตัวเองไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อสิ้นสุดกระบวนการ ทำให้สารที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีการนำกลับมาใช้ใหม่ได้อีก ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นสารกึ่งตัวนำแถบพลังงานกว้าง ที่มีสมบัติเด่นที่สามารถนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงตัวหนึ่ง ซึ่งได้มีงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับการทำงานของไทเทเนียมไดออกไซด์อย่างแพร่หลาย โดยไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะไทเทเนียมซึ่งอยู่ในกลุ่มโลหะทรานซิชัน นอกจากนั้นสมบัติเด่นอื่นๆ ที่น่าสนใจของไทเทเนียมไดออกไซด์ คือ มีความเสถียรต่อสารเคมี ราคาไม่แพงมาก อีกทั้งไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม ด้วยเหตุนี้จึงทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์นิยมนำมาประยุกต์ใช้ในงานทางด้านพลังงานทดแทนและสิ่งแวดล้อม อาทิเช่น การสร้างเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง (Dye Sensitized Solar Cells: DSSCs) กระบวนการแยกโมเลกุลน้ำ (Water splitting reaction) เพื่อผลิตพลังงานไฮโดรเจน การกำจัดสารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์ที่ปนเปื้อนในน้ำหรืออากาศ และการยับยั้งแบคทีเรีย เป็นต้น เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีการนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย ดังนั้นจึงมีการปรับปรุงประสิทธิภาพการทำงานให้ดีขึ้น ในปัจจุบันนี้นาโนเทคโนโลยีได้เข้ามามีบทบาทในการเพิ่มประสิทธิภาพของวัสดุ โดยการสังเคราะห์ให้อยู่รูปโครงสร้างขนาดเล็กระดับนาโน ดังนั้นจึงได้มีการพัฒนาไทเทเนียมไดออกไซด์ให้อยู่ในรูปของโครงสร้างนาโน เพื่อทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัส (Surface area) เพิ่มขึ้น ส่งผลให้มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้นในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดี ซึ่งมีงานวิจัยศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์โครงสร้างนาโน อาทิเช่น แผ่นนาโน (nanosheet) ท่อนาโน (nanotube) อนุภาคนาโน (nanoparticle) และเส้นใยนาโน (nanofiber) [1-3] แต่ถ้านำไทเทเนียมไดออกไซด์ไปใช้งานทางด้านสิ่งแวดล้อม ควรจะสังเคราะห์ให้อยู่รูปเส้นใยนาโน [3] เนื่องจากสามารถนำไปใช้เป็นชั้นเยื่อหุ้มผ่านได้ (membrane) ซึ่งเหมาะสมต่อการใช้งานจริงมากกว่า

อย่างไรก็ตามไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้ ต้องอยู่ภายใต้เงื่อนไขการฉายด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet irradiation) เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำที่มีค่าแถบพลังงานดูดกลืนกว้างประมาณ 3.2 eV ดังนั้นการฉายด้วยแสงอาทิตย์ยังเป็นข้อจำกัดของการทำงานไทเทเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากในแสงอาทิตย์มีส่วนประกอบของรังสีอัลตราไวโอเล็ตประมาณ 3-5% ดังนั้นจึงต้องมีการพัฒนาประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อให้สามารถดูดกลืนแสงในแสงย่านที่ตามองเห็นได้ (Visible Light) นอกจากนี้ข้อด้อยอีกประการหนึ่งของไทเทเนียมไดออกไซด์ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง คือ การรวมตัวกันของคู่อิเล็กตรอนและโฮลที่เกิดจากการกระตุ้นด้วยแสงที่เกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว เพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพการทำงาน จำเป็นต้องหาวิธีการลดการรวมตัวกันที่รวดเร็วของคู่อิเล็กตรอนและโฮลดังกล่าว ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาวิธีการลดข้อจำกัดทั้งสองของไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งจะส่งผลต่อการเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของไทเทเนียมไดออกไซด์ การเจือด้วยธาตุไนโตรเจน (Nitrogen: N) ลงไปในไทเทเนียมไดออกไซด์ (N-doped TiO₂) จะสามารถทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ดูดกลืนแสงในย่านที่ตามองเห็นและแสงอาทิตย์ได้ ซึ่งเป็นการพัฒนาประสิทธิภาพการทำงานที่สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานต่างๆได้หลากหลายมากขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งทางด้านสิ่งแวดล้อมและแสง [4-5]

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า (Electrospinning) และศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง ต่อผลกระทบของวิธีการเตรียมเส้นใยนาโน เช่น น้ำหนักของพอลิเมอร์ ที่ใช้ในการเตรียมสารแม่แบบในการขึ้นรูปเส้นใย และแรงดันไฟฟ้ากำลังสูงที่ใช้ในการปั่นเส้นใย ต่อลักษณะของเส้นใย
2. เพื่อศึกษาผลกระทบของปริมาณการเจือไนโตรเจนลงในเส้นใยนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์ อุณหภูมิการเผาที่ส่งผลต่อสมบัติของเส้นใย สมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิว สัมพันธวิทยา และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของเส้นใยนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์
3. เพื่อศึกษาการนำเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน ไปประยุกต์ใช้งานการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง และเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. เตรียมเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 8%, 10% และ 12% โดยน้ำหนัก และ ภายใต้การเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8, 10 และ 12 กิโลโวลต์

2. เตรียมเส้นใยนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือไนโตรเจน ที่ 0, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก และภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500 – 900 °C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง
3. ตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิว สมบัติทางแสง ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยไนโตรเจนที่เตรียมได้
4. ตรวจสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินแสงเพื่อประยุกต์ใช้งานการเร่งปฏิกิริยาดำเนินแสง และในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสียอมไวแสง

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

1. มีความรู้ และทักษะในการสังเคราะห์เส้นใยนาโน ด้วยกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า
2. มีความรู้ และทักษะในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ที่เตรียมได้ ไปประยุกต์ใช้งานในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาดำเนินแสง และในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสียอมไวแสง

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 สมบัติพื้นฐานของไทเทเนียม (Titanium)

ไทเทเนียม เป็นธาตุในกลุ่มโลหะทรานซิชัน มีสัญลักษณ์ทางเคมี คือ Ti มีเลขอะตอม เท่ากับ 22 และมีลักษณะโครงสร้างทางอิเล็กทรอนิกส์ เป็น $3d^2 4s^2$ สามารถมีเลขออกซิเดชันได้เป็น 2, 3, 4 ดังนั้น Ti จึงสามารถมีประจุเป็น Ti^{2+} , Ti^{3+} และ Ti^{4+} ตามลำดับ ธาตุ Ti มักจะพบในชั้นที่ทับถมกันของแร่ที่กระจายอยู่ทั่วไปในเปลือกโลก โลหะ Ti สามารถเกิดปฏิกิริยากับธาตุอื่นๆได้ง่าย ซึ่งสามารถพบในรูปของสารประกอบในแร่ชนิดต่างๆเช่น รูไทล์(Rutile) อิลเมนไนต์(limenite) อนาเทส(Anatase) บรูคไคต์ (Brookite) แร่ไทเทไนต์(Titanite) เป็นต้น ดังนั้นจึงต้องมีกระบวนการสกัดไทเทเนียม ซึ่งไทเทเนียมที่ได้จะมีลักษณะเป็นสีเทาขาวเนื้อเงา คุณสมบัติเด่นของไทเทเนียม คือ เป็นโลหะที่มีความแข็งแรงสูงแต่น้ำหนักเบา และทนต่อผุกร่อน ไทเทเนียมในรูปของสารประกอบที่พบส่วนมากและเป็นที่ยึดกันโดยทั่วไปจะเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) หรือ ไทเทเนีย(Titania)

ตารางที่ 2.1 ตารางแสดงสมบัติเฉพาะของไทเทเนียม

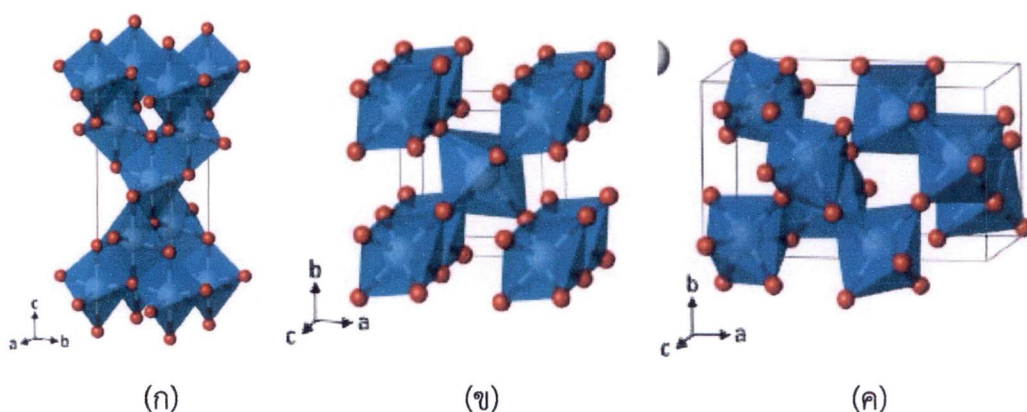
สัญลักษณ์ทางเคมี	Ti
เลขอะตอม	22
น้ำหนักอะตอม	$47.867 \text{ g.mol}^{-1}$
จุดเดือด	$3,287 \text{ }^\circ\text{C}$
จุดหลอมเหลว	$1,668 \text{ }^\circ\text{C}$
ความหนาแน่น	4.11 g/cc

2.1.1 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium Dioxide)

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) หรือ ไทเทเนีย (Titania) เป็นสารประกอบกึ่งตัวนำ ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างโลหะไทเทเนียมและธาตุออกซิเจน ไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว มีสมบัติเฉพาะ แสดงดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ตารางแสดงสมบัติเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์

สัญลักษณ์ทางเคมี	TiO ₂
น้ำหนักอะตอม	79.866 g.mol ⁻¹
จุดเดือด	2,972°C
จุดหลอมเหลว	1,843 °C
ความหนาแน่น	4.23 g/cm ³



รูปที่ 2.1 ลักษณะโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์

(ก) อนาเทส

(ข) รูไทล์

(ค) บรูคไคต์

โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์

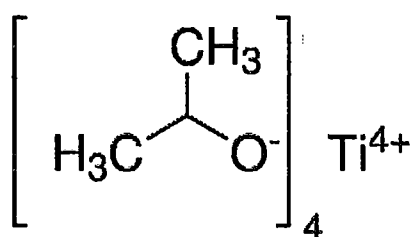
ไทเทเนียมไดออกไซด์ มีลักษณะโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันอยู่ 3 แบบ คือ อนาเทส (Anatase), รูไทล์ (Rutile) และ บรูคไคต์ (Brookite) ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.1 โดยโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส และ รูไทล์ จะลักษณะผลึกเป็นแบบเททระโกนอล (Tetragonal) แต่โครงสร้างผลึกแบบบรูคไคต์ จะมีลักษณะผลึกเป็นแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) โครงสร้างผลึกทั้ง 3 แบบ ประกอบขึ้นจากการเรียงตัวของแต่ละหน่วยเซลล์ (unit cell) เป็นรูปทรงแปดหน้า หรือ เรียกแบบสั้นว่า ออกตะฮีดรอล (Octahedral) โดยเกิดจากอะตอมของไทเทเนียม (Ti) หนึ่งอะตอม ถูกล้อมรอบด้วยอะตอมของออกซิเจน (O) หกอะตอม ซึ่งแต่ละโครงสร้างผลึกจะมีความแตกต่างกันในแต่ละโครงสร้างผลึก เนื่องจากการบิดตัวของการจัดเรียงตัวของแต่ละออกตะฮีดรอล โครงสร้างผลึกสามารถเปลี่ยนจากโครงสร้างอนาเทส เป็นโครงสร้างรูไทล์ และบรูคไคต์ได้ ที่อุณหภูมิสูง โดยแต่ละโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ เป็นตัว

แปรสำคัญในการเลือก และ นำไปประยุกต์ใช้งานในการเร่งปฏิกิริยาเนื่องจากในแต่ละโครงสร้างผลึกจะมีสมบัติเฉพาะที่แตกต่างกัน

ตารางที่ 2.3 ตารางเปรียบเทียบลักษณะของแต่ละโครงสร้างผลึก

	Lattice parameters	Band gap
Anatase	a = b = 3.78 Å c = 9.51 Å	~3.4 eV
Rutile	a = b = 4.59 Å c = 2.95 Å	~3.0eV
Brookite	a = 9.16 Å b = 5.43 Å, c = 5.13 Å	~3.3 eV

ในงานวิจัยนี้ ได้เลือกไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium Isopropoxide) มีสูตรโมเลกุลทางเคมีเป็น $C_{12}H_{28}O_4Ti$ มีลักษณะเป็นสารประกอบ ที่มีมวลโมเลกุล 284.22 กรัมต่อโมล มีความหนาแน่น 0.96 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร มีโครงสร้างดังรูปที่ 2.2 เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีความเสถียรทางเคมี ไม่เป็นพิษ และราคาถูก ซึ่งเหมาะสมเป็นอย่างมากในการนำมาสังเคราะห์ และนำไปประยุกต์ใช้งาน



รูปที่ 2.2 โครงสร้างไททาเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (TIP)

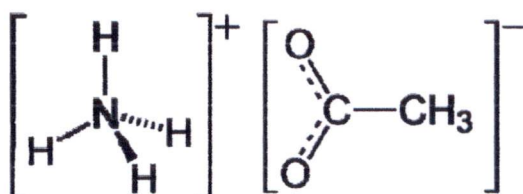
2.2 สมบัติพื้นฐานของไนโตรเจน (Nitrogen; N)

ไนโตรเจนเป็นธาตุเคมีในตารางธาตุที่มีสัญลักษณ์คือ N เลขอะตอมเท่ากับ 7 มีลักษณะโครงสร้างทางอิเล็กทรอนิกส์เป็น $2s^2 2p^3$ ไนโตรเจนเป็นธาตุอโลหะที่มีสถานะเป็นแก๊สอยู่ทั่วไป โดยปกติไม่มีสี กลิ่นหรือรส แต่ละโมเลกุลของไนโตรเจนจะมี 2 อะตอม ไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบของบรรยากาศของโลกถึง 78 เปอร์เซ็นต์ และเป็นส่วนประกอบของเนื้อเยื่อในสิ่งมีชีวิต นอกจากนี้ไนโตรเจนยังเป็นส่วนประกอบในสารประกอบที่สำคัญหลายชนิด เช่น กรดอะมิโน แอมโมเนีย กรดไนตริก และสารจำพวกไซยาไนด์

ตารางที่ 2.4 ตารางแสดงสมบัติเฉพาะของไนโตรเจน

สัญลักษณ์ทางเคมี	N
เลขอะตอม	7
น้ำหนักอะตอม	14.007 g.mol ⁻¹
จุดเดือด	-210°C
จุดหลอมเหลว	-195.795 °C
ความหนาแน่น	1.251 g/L
ค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตี	3.04

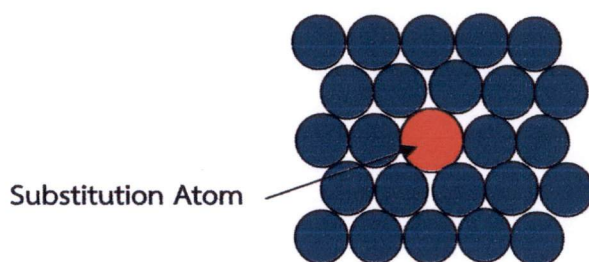
ในงานวิจัยนี้ ได้เลือกใช้แอมโมเนียมอะซิเตต (Ammonium Acetate) เป็นแหล่งกำเนิดของธาตุไนโตรเจน โดยแอมโมเนียมอะซิเตต มีลักษณะเป็นสารประกอบ มีสูตรโมเลกุลทางเคมีเป็น $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ มีมวลโมเลกุล 77.0825 กรัมต่อโมล และมีความหนาแน่น 1.073 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร มีโครงสร้างดังรูปที่ 2.3 แอมโมเนียมอะซิเตตมีลักษณะเป็นของแข็ง สีขาว และราคาถูก สารดังกล่าวจึงเหมาะที่จะนำมาใช้ในการสังเคราะห์ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้งาน



รูปที่ 2.3 โครงสร้างแอมโมเนียมอะซิเตต ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$)

2.3 ทฤษฎีการเติมสารเจือ

2.3.1 การเจือแบบเข้าแทนที่ (substitute solid solution)



รูปที่ 2.4 การเจือแบบเข้าแทนที่

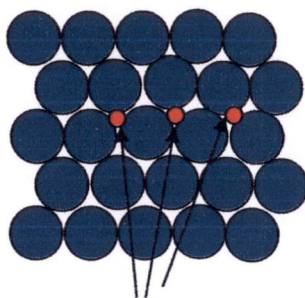
ในการเติมสารเจือแบบเข้าไปแทนที่นั้น เกิดจากการที่อะตอมถูกแทนที่ในโครงสร้างผลึกของสาร หรือเข้าไปอยู่ในโครงร่างผลึกโดยการแทนที่ เนื่องจากการเจือสาร และเมื่อมีการแทนที่

แล้ว ถ้าหากอะตอมของสารเจือได้รับพลังงานมากพอก็อาจจะหลุดไป และมีการแทนที่ในตำแหน่งใหม่ได้เช่นกัน ดังรูปที่ 2.4 ซึ่งอะตอมของสารเจือจะเกิดการเข้าไปแทนที่ในโครงสร้างผลึกได้นั้น จะต้องมีความคล้ายคลึงกันคือ

1. รัศมีอะตอมต้องมีขนาดต่างกันไม่เกิน 14%
2. มีค่าวาเลนซ์อิเล็กตรอนเท่ากัน
3. มีค่าการดึงดูดอิเล็กตรอน (Electronegativity) ต่างกันเล็กน้อยเพื่อทำให้ไม่เกิดความต่างศักย์ทางไฟฟ้า

2.3.2 การเจือแบบแทรกตัว (Interstitial solid solution)

การเจือสารแบบแทรกตัวอะตอมของสารเจือ ต้องมีขนาดเล็กพอที่จะสามารถแทรกเข้าไปอยู่ในช่องว่างระหว่างอะตอมของสารดังรูป 2.5 จะทำให้โครงสร้างผลึกของสารจะถูกทำลายหรือทำให้เกิดการผิดรูปไป ดังนั้นการเจือสารดังกล่าวจึงสามารถเจือได้ในปริมาณน้อย



Interstitial Atom

รูปที่ 2.5 การเจือแบบเข้าแทรกตัว

2.4 กระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalysis process) [6-7]

โฟโตแคตาไลซิส (Photocatalysis) ประกอบจากคำ 2 คำ คือ โฟโต (Photo) หมายถึง การใช้แสง ที่ทำให้เกิดกระบวนการเร่งในการเกิดปฏิกิริยากับ การเร่งปฏิกิริยา (Catalysis) หมายถึง การทำปฏิกิริยา โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) เป็นตัวเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้เร็วขึ้น โดยทั่วไปจะอยู่ในรูปของผง หรือ ฟิล์ม ดังนั้น กระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง คือ การเกิดปฏิกิริยาทางเคมี โดยใช้แสงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่เร็วขึ้น โดยปฏิกิริยาที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยลดพลังงานกระตุ้นในการเกิดปฏิกิริยาให้ลดลง เมื่อเทียบกับปฏิกิริยาที่ไม่มีตัวเร่ง

กระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง มีองค์ประกอบ 4 ส่วนสำคัญ คือ

1. ตัวเร่งปฏิกิริยา
2. พลังงานแสง
3. น้ำ

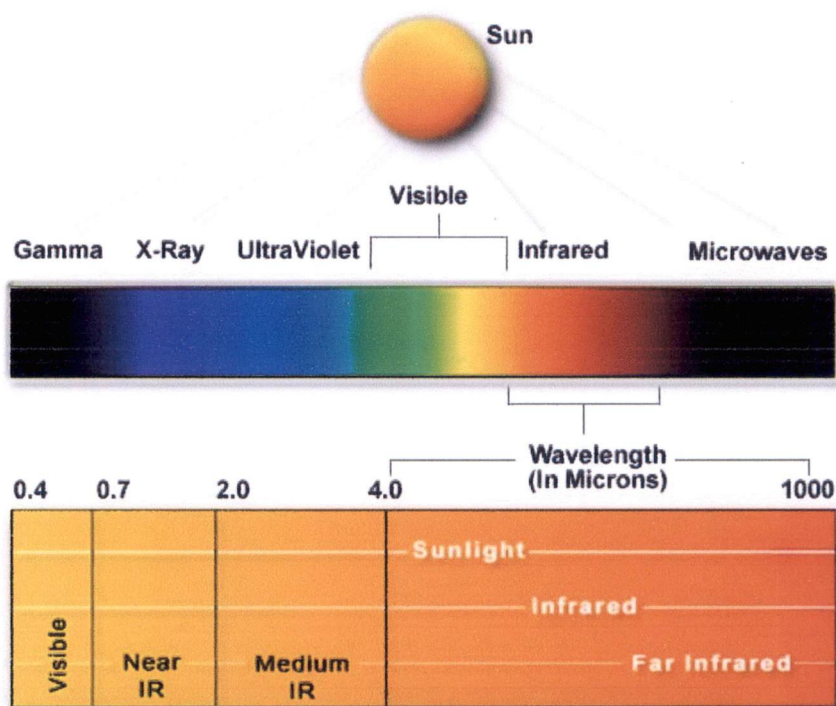
4. ออกซิเจน

2.4.1 พลังงานแสง

ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง จำเป็นต้องมีการฉายแสงให้กับระบบ เพื่อเป็นการให้พลังงานต่อการเกิดกระบวนการ โดยพลังงานดังกล่าวต้องมีมากพอที่จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ ซึ่งพลังงานที่เกิดจะอยู่ในรูปของ โฟตอน (Photon) เราจะเรียกพลังงานที่เกิดขึ้นนี้ ว่าพลังงานกระตุ้น (Activation Energy) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการ 2.1

$$E = \frac{hc}{\lambda} = h\nu \quad (2.1)$$

- เมื่อ E คือ ค่าพลังงานกระตุ้น, จูล
 h คือ ค่าคงที่ของพลังค์(Planck's constant)= 6.625×10^{-34} , จูล-วินาที
 c คือ ความเร็วของคลื่นแสง = 2.997×10^8 , เมตร/วินาที
 λ คือ ความยาวคลื่นแสง, นาโนเมตร
 ν คือ ความถี่ของแสง, เฮิร์ตซ์ หรือวินาที⁻¹



รูปที่ 2.6 องค์ประกอบของความยาวคลื่นแสง [8]

จากรูปที่ 2.6 แสดงให้เห็นถึงองค์ประกอบของความยาวคลื่นแสง ที่สเปกตรัมต่างๆกัน ซึ่งที่แต่ละความยาวคลื่นแสง จะส่งผลต่อค่าพลังงานกระตุ้น โดยเมื่อความยาวคลื่นเพิ่มขึ้น ค่าพลังงานกระตุ้นจะลดลง จากองค์ประกอบดังกล่าว จึงเป็นที่สนใจในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

แสงอาทิตย์มีช่วงความยาวคลื่นที่กว้างมาก แต่มีความเข้มแสงของแสงอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet) และแสงในช่วงที่ตามองเห็น (Visible) ที่ส่องลงมายังพื้นผิวโลก โดยแสงอัลตราไวโอเล็ต จะมีความยาวคลื่นแบ่งออกเป็น 3 ช่วงคือ

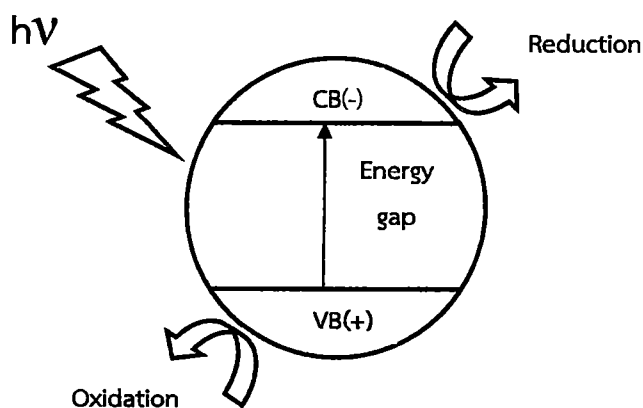
1. อัลตราไวโอเล็ต เอ (Ultraviolet A) ความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 320-400 นาโนเมตร
2. อัลตราไวโอเล็ต บี (Ultraviolet B) ความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 280-320 นาโนเมตร
3. อัลตราไวโอเล็ต ซี (Ultraviolet C) ความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 200-280 นาโนเมตร

และความยาวคลื่นของแสงในช่วงที่ตามองเห็น อยู่ในช่วง 400-700 นาโนเมตร เมื่อแสงผ่านลงมาชั้นบรรยากาศจะถูกดูดกลืนและเกิดการกระเจิงของแสง ขณะผ่านชั้นบรรยากาศ แต่แสงอาทิตย์ที่ส่งผ่านมายังพื้นโลก มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 320-700 นาโนเมตร ดังนั้น ช่วงแสงอัลตราไวโอเล็ต ที่ส่งผ่านมายังพื้นโลกจึงมีปริมาณที่น้อยมาก แต่ปริมาณแสงส่วนใหญ่เป็นแสงในช่วงที่ตามองเห็นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาและพัฒนาความสามารถของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในย่านปริมาณความเข้มแสงส่วนใหญ่ เพื่อให้มีประสิทธิภาพที่ดีขึ้นในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงอาทิตย์

2.4.2 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst)

การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง แบ่งออกเป็น 2 ชนิด คือ

1. โลหะตัวนำ (Transition Metal) เช่น ทองแดง เงิน นิกเกิล เป็นต้น
2. สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นต้น เป็นสารที่นิยมนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจาก องค์ประกอบของสารกึ่งตัวนำ จะมีแถบพลังงาน (Energy Gap) ที่ประกอบไปด้วยแถบวาเลนซ์ (Valence band) และแถบนำกระแส (Conduction band) โดยเมื่อแถบวาเลนซ์ได้รับพลังงานโฟตอนจากแสง อิเล็กตรอน จะเคลื่อนที่ไปยังแถบนำกระแส ทำให้แถบวาเลนซ์เกิดเป็น โฮล (hole, h^+) และอิเล็กตรอนที่มาจากแถบวาเลนซ์จะเคลื่อนที่อยู่ในแถบนำกระแส ปรากฏการณ์นี้ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล (Electron-Hole Pairs, e^-/h^+) และจากการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง เป็นปฏิกิริยาที่ใช้น้ำเป็นตัวสัมผัสไปยังตัวเร่งปฏิกิริยา ดังรูปที่ 2.7 เมื่อตัวเร่งปฏิกิริยา ได้รับพลังงานโฟตอนจากแสง ที่สูงกว่าแถบพลังงานของตัวเร่งปฏิกิริยา อิเล็กตรอนจากแถบนำกระแส จะเคลื่อนไปยังตัวรับอิเล็กตรอน (Electron Acceptor) ของสารละลาย เกิดเป็นปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) และแถบวาเลนซ์ซึ่งมีโฮลจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) โดยตัวสารละลายจะทำหน้าที่เป็นตัวให้อิเล็กตรอน (Electron Donor)



รูปที่ 2.7 กลไกของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงบนสารกึ่งตัวนำ

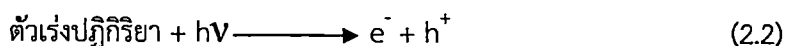
2.4.3 ชนิดของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง พิจารณาจากตัวเร่งปฏิกิริยา โดยแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ

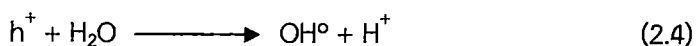
1. การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง แบบสถานะเดียว (Homogeneous Photocatalysis) เป็นกระบวนการที่ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) กับสารที่ต้องการบำบัดอยู่ในสถานะเดียวกันเช่นของเหลว กับ ของเหลว เป็นต้น
2. การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง แบบสถานะต่าง (Heterogeneous Photocatalysis) เป็นกระบวนการที่ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) กับสารที่ต้องการบำบัดอยู่คนละสถานะกัน เช่นของแข็ง กับ ของเหลว เป็นต้น

2.4.4 กลไกของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

หลักการของกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง เริ่มต้นกระบวนการโดยให้พลังงานโฟตอนกับตัวเร่งปฏิกิริยา หรือสารกึ่งตัวนำ ดังสมการ 2.2 จะเกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล



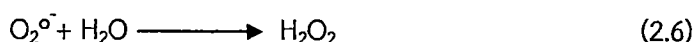
โดยที่บริเวณผิวของสารกึ่งตัวนำที่มี h^+ หรือแถบเวเลนซ์ จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับน้ำ และไฮดรอกไซด์ไอออน จะเกิดเป็น ไฮดรอกซิลเรดิคัล และเรดิคัลอื่น ดังสมการที่ 2.3 และ 2.4



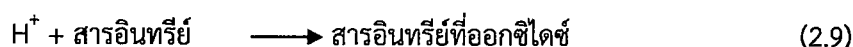
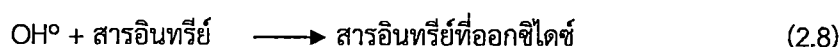
ส่วนบริเวณผิวของสารกึ่งตัวนำที่มี e^- หรือแถบนำกระแส จะเกิดปฏิกิริยารีดักชันกับออกซิเจน ที่บนผิวของสารกึ่งตัวนำ เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์เรดิคอลลดสมการที่ 2.5



เมื่อซูเปอร์ออกไซด์เรดิคอลลที่ผิวสัมผัสผิวดูดซับน้ำ จะเกิดเป็นไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ และไฮดรอกไซด์ไอออน ดังสมการที่ 2.6 และ 2.7



ดังนั้น ปฏิกิริยาหลักในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการย่อยสลายสารอินทรีย์ คือ หมู่ไฮดรอกซิลเรดิคอลลกับสารอินทรีย์ ดังสมการที่ 2.8 และ 2.9



ในงานวิจัยนี้ ได้มีการทดสอบการย่อยสลายสีย้อม โดยการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง และคำนวณอัตราการย่อยสลาย ต่อเวลาที่เปลี่ยนแปลง เพื่อทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา ดังสมการ

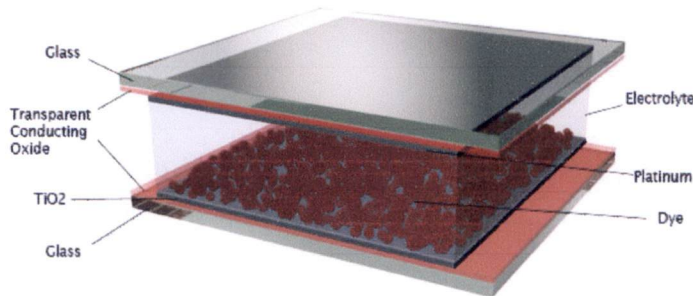
$$\ln \frac{C}{C_0} = -k_{obs}t \quad (2.10)$$

2.5 เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง (Dye Sensitized Solar Cells: DSSCs) [9-10]

เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง เป็นอุปกรณ์สำหรับการเปลี่ยนพลังงานแสงอาทิตย์ เป็นไฟฟ้ากระแสตรง(Direct Current) หลักการทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมค่อนข้างเรียบง่าย และไม่ยุ่งยาก อีกทั้งยังสามารถประกอบได้โดยง่าย และเคลื่อนย้ายสะดวก ดังนั้น ในหลายๆงานวิจัยจึงหันมาศึกษาและพัฒนาเซลล์ชนิดนี้กันอย่างกว้างขวาง

2.5.1 ส่วนประกอบของเซลล์

ส่วนประกอบของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ประกอบด้วย 3 ส่วนสำคัญ คือ ขั้วกระตุ้น (Counter Electrode) ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working Electrode) และ สารส่งผ่านประจุ (Electrolyte) ดังรูปที่ 2.8



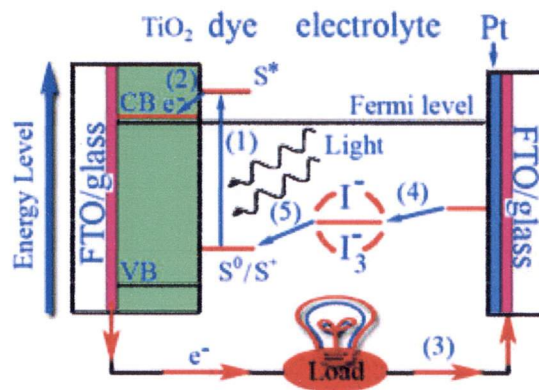
รูปที่ 2.8 ส่วนประกอบของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง [11]

1. ขั้วไฟฟ้ากระตุ้น (Counter Electrode) ทำหน้าที่ถ่ายโอนอิเล็กตรอนจากวงจรภายนอกกลับคืนเข้ามายังเซลล์ โดยผ่านตัวสารส่งผ่านประจุ (Electrolyte) โดยขั้วไฟฟ้ากระตุ้นนี้ นิยมใช้โลหะแพลทินัม (Platinum: Pt) เป็นตัวเคลือบอยู่บนกระจกนำไฟฟ้านี้
2. ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working Electrode)
 - ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working Electrode) ทำหน้าที่ให้แสงผ่าน และถ่ายโอนอิเล็กตรอนออกนอกเซลล์ ซึ่งมีลักษณะเป็นกระจกโปร่งแสง ซึ่งนิยมใช้ทินออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุฟลูออรีน (Fluorine-doped Tin Oxide: FTO) เคลือบอยู่บนกระจกนี้
 - อนุภาคโลหะออกไซด์ (Oxide Semiconductor) ทำหน้าที่เป็นชั้นให้โมเลกุลของสีย้อมไวแสง (Dye Sensitizer) ยึดเกาะ และยังทำหน้าที่รับอิเล็กตรอนจากสีย้อมส่งผ่านไปยังชั้นแอนโนด ดังนั้น อนุภาคโลหะในชั้นนี้ จึงควรมีพื้นที่ผิวสัมผัสมาก และนำอิเล็กตรอนได้ดี ในการทดสอบส่วนมาก จะนิยมใช้อนุภาคโลหะออกไซด์ที่มีแถบพลังงานกว้าง (มากกว่า 3 อิเล็กตรอนโวลต์) อย่างเช่น ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ทังสเทนออกไซด์ (WO₃) ทินออกไซด์ (SnO₂) และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂)
 - สีย้อมไวแสง (Dye Sensitizer) ทำหน้าที่ดูดกลืนพลังงานแสงอาทิตย์ และทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้น แล้วส่งผ่านอิเล็กตรอนไปที่อนุภาคโลหะออกไซด์ ดังนั้นสี

ย้อมไวแสง ควรมีสมบัติที่สำคัญๆ คือ ยึดเกาะบนผิวของอนุภาคโลหะออกไซด์ได้ดี มีสเปกตรัมการดูดกลืนแสงกว้าง มีค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงสูง และมีความเสถียร

3. สารส่งผ่านประจุ (Electrolyte) อาศัยปฏิกิริยารีดอกซ์(Redox) ทำหน้าที่รับอิเล็กตรอนจากขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working Electrode) เพื่อชดเชยอิเล็กตรอนให้กับโมเลกุลของสีย้อมไวแสง (Dye Sensitizer)

2.5.2 หลักการทำงานของเซลล์



รูปที่ 2.9 แผนภาพการทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

1. เมื่อแสงตกกระทบบนเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง โมเลกุลของสีย้อมไวแสงที่เกาะอยู่บนผิวของอนุภาคโลหะออกไซด์ จะดูดกลืนแสง และอิเล็กตรอนที่สภาวะพื้น (Ground State, S_0) ถูกกระตุ้นไปอยู่ที่สภาวะกระตุ้น (Excited State, S^*)
2. อิเล็กตรอนในสภาวะกระตุ้น(Excited State, S^*) จะถูกส่งจากชั้นแถบนำกระแส (Conduction band) ของอนุภาคกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์
3. อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ผ่านจากสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ไปยังขั้วทำงาน (Working Electrode) แล้วออกสู่วงจรภายนอกเซลล์
4. และ 5. ที่ขั้วไฟฟ้ากระตุ้น (Counter Electrode) สารส่งผ่านประจุ (Electrolyte)เกิดกระบวนการรีดอกซ์ (Redox) โดยให้อิเล็กตรอนกับสีย้อมไวแสง ที่สูญเสียอิเล็กตรอนที่สภาวะกระตุ้น (Excite State, S^*) ทำให้โมเลกุลสีย้อมกลับสู่

สภาวะพื้น (Ground State, S_0) ในขณะที่เดียวกันสารส่งผ่านประจุ (Electrolyte) จะรับอิเล็กตรอนคืนจากขั้วไฟฟ้ากระตุ้น (Counter Electrode)

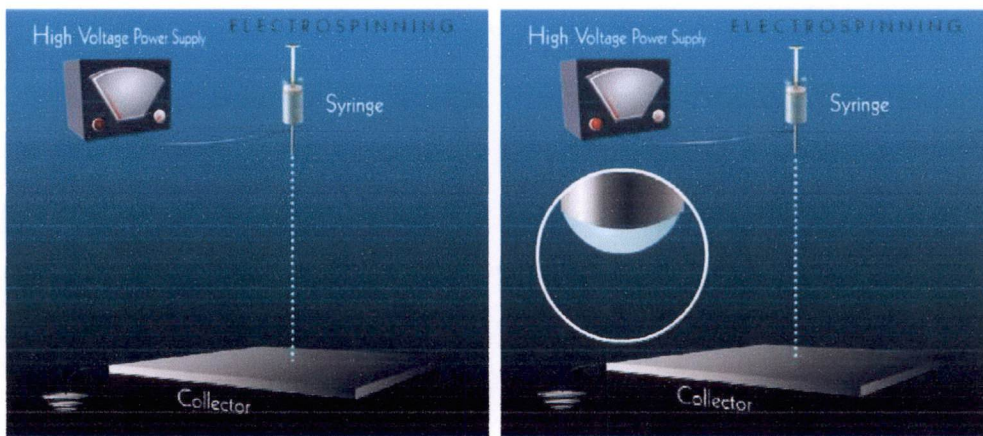
2.6 กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า (Electrospinning process) [12]

กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า คือการใช้แรงของสนามไฟฟ้า ในการผลิตเส้นใยนาโน (Nanofiber) จากสารละลายพอลิเมอร์ ซึ่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ได้ จะมีขนาดตั้งแต่ระดับนาโนเมตร (10^{-9} m) ถึง ไมโครเมตร (10^{-6} m) ข้อดีของกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า คือ มีกระบวนการเตรียมง่าย ลักษณะความต่อเนื่องของเส้นใยสูง ทำให้มีอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง (High Surface-to-Volume Ratio) และนอกจากนี้ยังสามารถควบคุมขนาดของเส้นใยได้เครื่องมือที่นำมาใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนคือเครื่องปั่นเส้นใยทางไฟฟ้าซึ่งเครื่องดังกล่าวสามารถผลิตเส้นใยนาโนจากการเตรียมวัสดุพอลิเมอร์และสารอนินทรีย์ออกไซด์ ได้

2.6.1. หลักการทำงาน

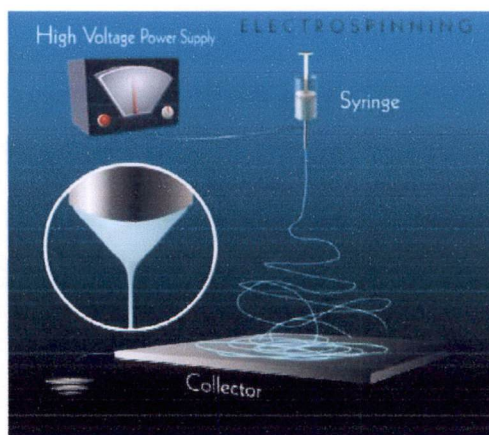
1. เมื่อยังไม่มีการเปิดเครื่องป้องกันความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง สารละลายที่บรรจุอยู่ในหลอดจะมีลักษณะการไหลเป็นหยด ดังรูปที่ 2.10(ก)
2. เมื่อทำการเปิดเครื่อง และเริ่มป้องกันความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ใ้กับระบบสารละลายที่บรรจุอยู่ในหลอดจะรวมตัวกันเป็นรูปร่างครึ่งทรงกลมที่บริเวณปลายเข็ม เนื่องจากแรงตึงผิว (Surface tension) แสดงดังรูป 2.10(ข)
3. เมื่อให้ความต่างศักย์กำลังสูงจะทำให้เกิดสนามไฟฟ้าขึ้นที่ปลายหัวเข็มก่อให้เกิดประจุขึ้นที่ผิวของสารละลายที่ปลายหัวเข็มจากนั้นจึงเกิดแรงผลัทางไฟฟ้าขึ้นในทิศตรงกันข้ามกับแรงตึงผิวถ้าสนามไฟฟ้ามีค่ามากพอที่จะทำให้เกิดแรงผลัมากกว่าแรงตึงผิวจะส่งผลให้รูปร่างครึ่งทรงกลมของสารละลายที่อยู่ปลายเข็มยืดออกเป็นรูปร่างทรงกรวยที่เรียกว่า “กรวยของเทย์เลอร์” (Taylor’s cone) และเมื่อสนามไฟฟ้าที่ให้แก่ระบบมีค่ามากขึ้นจนกระทั่งถึงค่าวิกฤตค่าหนึ่ง จะเกิดแรงขับเคลื่อนให้สารละลายพุ่งออกมาเป็นเส้นใย ต่อมาเส้นใยของสารละลายจะถูกยืดออกมามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงถึงระดับนาโนเมตร เมื่อค่าสนามไฟฟ้าที่เหมาะสมจากนั้นเส้นใยของสารละลายจะตกลงบนวัสดุรองรับแบบไม่มีการถักทอ ทำให้เกิดการบิดโค้งไปมาจึงเกิดเส้นใยซึ่งแสดงดังรูป 2.10(ค) ซึ่งขนาดของเส้นใยจะขึ้นอยู่กับระยะห่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับสนามไฟฟ้าภายนอกที่ทำให้เกิดความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับและรอบของการบิดโค้งมีจำนวนมากขึ้นจะทำให้สารละลายยืดออก เส้นใยที่ได้จะมีขนาดเล็ก

ประกอบกับการระเหยออกของตัวทำละลายจะทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กในระดับนาโนเมตร



(ก) ยังไม่มีการป้อนความต่างศักย์

(ข) เริ่มป้อนความต่างศักย์



(ค) หลังป้อนความต่างศักย์

รูปที่ 2.10 หลักการทำงานของ การปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า

2.6.2 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า

การปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า มีปัจจัยอย่างอย่างส่งผลต่อขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง ความยาว และความต่อเนื่องของเส้นใยโดยแบ่งออกเป็น 2 ปัจจัยหลักๆ คือ

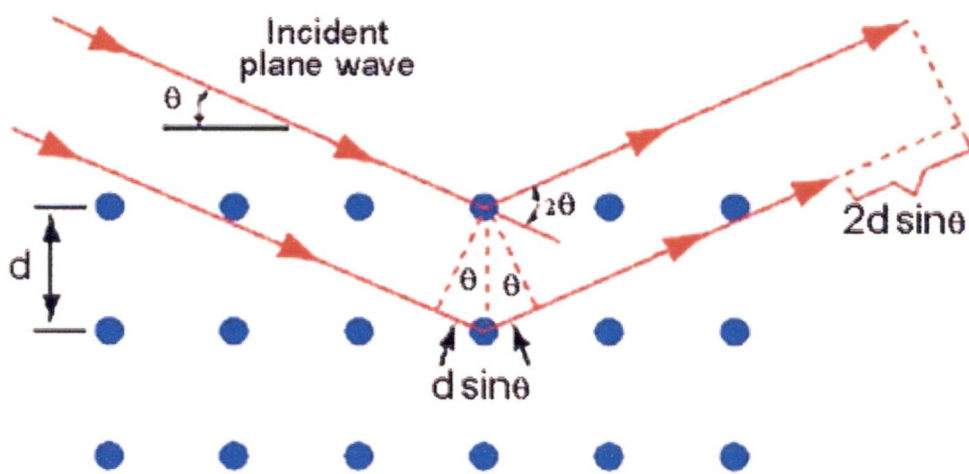
1. ปัจจัยของสารละลาย

- ความเข้มข้นของสารละลาย
- น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์
- ความหนืดของสารละลาย

- แรงดึงผิวของสารละลาย
 - ความหนาแน่นของประจุไฟฟ้าที่อยู่บริเวณผิวของสารละลาย
2. ปัจจัยของกระบวนการป้อนเส้นใยทางไฟฟ้า
- ความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง
 - อัตราการเร็วในการฉีดเส้นใย
 - ชนิดของแผ่นรองรับ
 - ระยะทางระหว่างหัวเข็มและแผ่นรองรับ

2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.7.1 เครื่องมือวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิควัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer: XRD)



รูปที่ 2.11 กฎของแบรกก์

เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์โดยไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลึกตัวอย่าง การวิเคราะห์ผลึกตัวอย่างทำได้โดยการยิงรังสีเอ็กซ์ไปที่สารตัวอย่าง แล้วรังสีเอ็กซ์เกิดการเลี้ยวเบนผ่านช่องว่างของอะตอมภายในผลึก และถูกบันทึกค่า ซึ่งธาตุหรือสารประกอบของธาตุแต่ละชนิดจะมีการจัดเรียงตัว และขนาดของผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ซึ่งมุมในการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จะขึ้นอยู่กับลักษณะโครงสร้างของสารตัวอย่าง และความเข้มของรังสีที่ตกกระทบบนผิวของผลึก ข้อมูลที่ได้จากการยิงรังสีเอ็กซ์จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS: Joint Committee on Powder Diffraction Standard) เพื่อระบุถึงวัฏภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง ซึ่งวัสดุแต่ละชนิด จะ

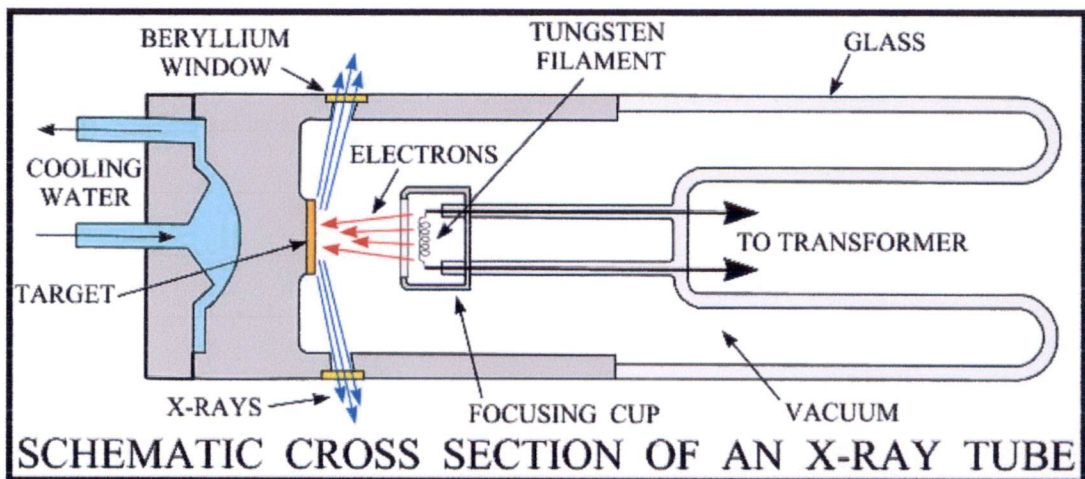
มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ และการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรง ขนานกัน โดยแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ขึ้นกับธรรมชาติของผลึก ดังรูปที่ 2.11 เป็นไปตามกฎของแบรกก์(Bragg's law) ดังสมการที่ 2.11

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.11)$$

โดยที่ $n = 1, 2, 3, \dots$

θ = มุมตกกระทบ

λ = ความยาวคลื่น

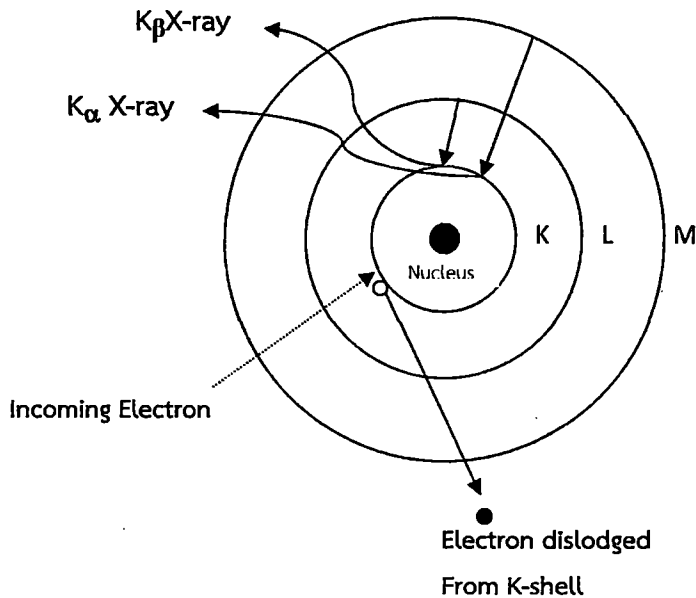


รูปที่ 2.12 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์

การกำเนิดรังสีเอ็กซ์

รังสีเอ็กซ์สามารถผลิตได้จากหลอดรังสีเอ็กซ์(X-ray tube) มีหลักการคือ ต้องทำให้อะตอมจำนวนมากปล่อยรังสีเอ็กซ์ออกมาพร้อมๆกัน เพื่อที่จะได้รังสีเอ็กซ์ที่มีความเข้มสูงพอที่จะนำไปใช้งานได้ โครงสร้างของหลอดรังสีเอ็กซ์ แสดงดังรูปที่ 2.12 ประกอบด้วยหลอดแก้วสุญญากาศที่มีไส้ทังสเตน (Tungsten filament) ผนึกติดกับฐานโลหะทองแดง ทำหน้าที่เป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน เมื่อให้ความร้อนด้วยไฟฟ้ากระแสสูงกับหลอดแก้วสุญญากาศ หลอดแก้วสุญญากาศจะปล่อยอิเล็กตรอน ซึ่งอิเล็กตรอนจำนวนมากที่หลุดจากไส้ทังสเตนจะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงขนาด 30-50 กิโลโวลต์ ซึ่งป้อนระหว่างทังสเตนกับเป้า (Target) โดยที่เป้าเป็นขั้วบวกเมื่อกระแสอิเล็กตรอนวิ่งเข้าชนเป้าจะเกิดการปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์เฉพาะจากอะตอมของเป้ารังสีเอ็กซ์ส่วนหนึ่งจะพุ่งออกทางหน้าต่างเบริลเลียม (Beryllium window) และจะถูกส่งต่อไปยังชุดกรองหรือแยกความยาวคลื่น (Filter) และอุปกรณ์จัดลำรังสี (Collimator) จนได้รังสีเอ็กซ์เฉพาะความยาวคลื่นเดียวที่จะนำไปใช้งานต่อไป ความยาวคลื่นรังสี

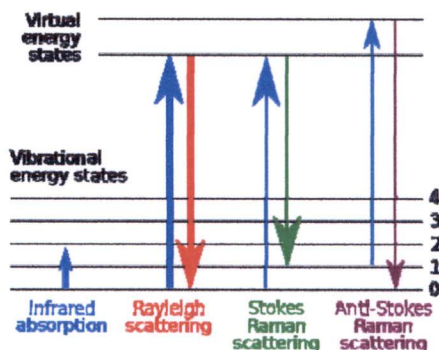
เอ็กซ์ที่ได้อื่นขึ้นกับชนิดของธาตุที่เป็นเป้าสำหรับเป้าทองแดงจะให้ความยาวคลื่นรังสีเอ็กซ์เฉพาะ K_{α} เฉลี่ยเท่ากับ 1.54178 \AA เนื่องจากพลังงานของอิเล็กตรอนส่วนใหญ่จะเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อนที่เป้า จึงต้องมีการระบายความร้อนออกจากเป้าส่วนใหญ่ เป็นวิธีใช้น้ำไหลเวียนในระบบปิดเพื่อดึงความร้อนจากเป้าแล้วถ่ายเทออกไปผ่านระบบทำความเย็น



รูปที่ 2.13 การเกิดรังสีเอ็กซ์

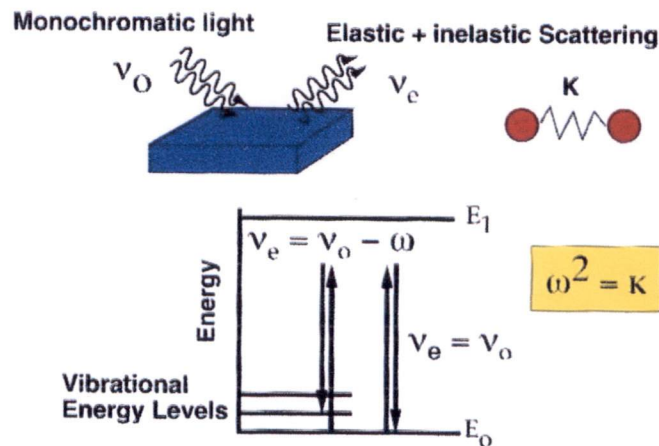
รังสีเอ็กซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศโดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ในหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่จากขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดง อิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้วงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้นเป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L-shell และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น รังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากการเปลี่ยนชั้นพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างจะคายพลังงานออกมาในรูปรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 2.13 และจะปล่อยออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ไปตกยังสารตัวอย่างและรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วยอุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอ็กซ์ (Detector)

2.7.2 เครื่องมือวิเคราะห์พันธะ และหมู่ฟังก์ชันด้วยรามานสเปกโตรสโกปี (Raman Spectroscopy)



รูปที่ 2.14 การกระเจิงแบบรามาน

รามานสเปกโตรสโกปี เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้ศึกษาสูตรโครงสร้างโมเลกุลกับพันธะเคมี ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน ตรวจสอบองค์ประกอบหลักจากสารผสมที่ซับซ้อน ใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณของสารอินทรีย์สารอนินทรีย์และสารชีวโมเลกุล ใช้ศึกษาเพื่อหาส่วนประกอบโครงสร้างเคมีของสารประกอบเชิงซ้อน และรามานสเปกตรัมมีความสัมพันธ์กับอินฟราเรดสเปกตรัม แต่ให้ข้อมูลที่นอกเหนือจากที่ได้จากอินฟราเรดสเปกตรัม หลักการการวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปีอาศัยการวัดการกระเจิงของคลื่นแสง หลังจากได้ชนกับโมเลกุลที่กำลังสั่นและหมุนอยู่ เนื่องจากโมเลกุลที่มีการสั่นแบบสมมาตรจะไม่สามารถถูกกระตุ้นด้วยคลื่นอินฟราเรด เพราะว่าโมเลกุลไม่มีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่ภายในโมเลกุล อย่างไรก็ตามพันธะของโมเลกุลดังกล่าวยังคงมีการสั่นและพบว่าเทคนิครามาน สามารถจะให้สเปกตรัมของโมเลกุลดังกล่าวได้โดยการผ่านคลื่นแสงเอกรงค์ไปยังโมเลกุลที่มีการสั่นแบบสมมาตร ถ้าคลื่นแสงชนกับโมเลกุลแบบยืดหยุ่นจะได้คลื่นแสงที่กระเจิง ซึ่งหลังจากการชนกับโมเลกุลแล้วมีพลังงานเท่ากับพลังงานของคลื่นแสงที่ตกกระทบโมเลกุลการกระเจิงในลักษณะแบบนี้เรียกว่าการกระเจิงแบบเรย์เลย์ (Rayleigh scattering) แต่ถ้าการชนกับโมเลกุลเป็นการชนแบบไม่ยืดหยุ่นจะได้คลื่นแสงที่กระเจิงหลังการชนแล้วอาจมีพลังงานสูงกว่าหรือต่ำกว่าพลังงานของคลื่นแสงที่ตกกระทบโมเลกุลการกระเจิงในลักษณะแบบนี้เรียกว่าการกระเจิงแบบรามาน ดังรูปที่ 2.14



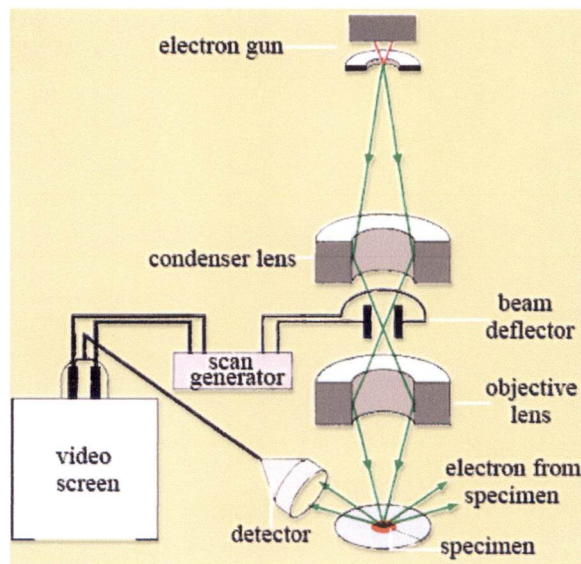
รูปที่ 2.15 แผนภาพการทำงานของรามานสเปกโทรสโกปี

รูปที่ 2.15 แสดงหลักการทำงานของเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี โดยอาศัยคลื่นแสงที่มีความเข้มสูงผ่านไปที่โมเลกุลโดยใช้คลื่นแสงจากเลเซอร์เนื่องจากความเข้มของการกระเจิงแบบรามานมีค่าประมาณ 10^{-10} - 10^{-12} เท่าของคลื่นแสงที่ตกกระทบโมเลกุลซึ่งทำให้ตรวจวัดได้ยาก ดังนั้นจึงจำเป็นต้องใช้คลื่นแสงที่มีความเข้มสูง เพราะเมื่อแสงตกกระทบโมเลกุลจะเกิดการบิดเบี้ยว (distortion) อันเนื่องมาจากการกระจายของกลุ่มหมอกอิเล็กตรอนรอบๆ พันธะเคมีในโมเลกุลตามด้วยการกระเจิงแสงขณะกลับสู่สภาวะพื้นโมเลกุลจะอยู่ในรูปบิดเบี้ยว เป็นผลมาจากการที่โมเลกุลถูกโพลาไรซ์และเกิดการเหนี่ยวนำให้เกิดสภาพขั้วขึ้นมาชั่วคราว สภาพขั้วจะหายไป เมื่อโมเลกุลดังกล่าวคายคลื่นแสงออกมาโดยการผ่อนคลาย (relaxation) การกระเจิงแสงขึ้นอยู่กับว่าโมเลกุลนั้นมีพันธะเคมีที่สามารถจะถูกทำให้เกิดการบิดเบี้ยวไปจากตำแหน่งสมดุลมากน้อยเพียงใด จึงกล่าวได้ว่าการเกิดสภาพขั้วขึ้นมาชั่วคราวของพันธะเคมีมีผลต่อการกระเจิงและทำให้เกิด Raman shift มากกว่าการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่

2.7.3 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด (Scanning Electron Microscope)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ลำอิเล็กตรอนพลังงานสูง ในการตรวจสอบสัณฐานและลักษณะพื้นผิวของสารตัวอย่าง ซึ่งกล้องจุลทรรศน์แบบเลื่อนกราดมีประสิทธิภาพของกำลังขยายสูง ที่สามารถทำการตรวจสอบรูปแบบภาพ 3 มิติ โดยอาศัยอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากผิวหน้าของสารตัวอย่าง ในการสร้างภาพหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดพิจารณารูปที่ 2.16 เริ่มจากแหล่งกำเนิดของอิเล็กตรอน (electron gun) ซึ่งเป็นขั้วแคโทดทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนจากฟิลาเมนต์ (filament) และใช้สนามไฟฟ้าในช่วง 1-40 กิโลโวลต์ ในการเร่งกลุ่มอิเล็กตรอน หลังจากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะถูกบีบให้เป็นลำอิเล็กตรอนด้วยเลนส์รวบรวมรังสี

(Condenser lens) โดยเลนส์รวบรวมรังสีสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนมีขนาดใหญ่ หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดควรปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก และปรับโฟกัสของลำอิเล็กตรอนด้วยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ซึ่งลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิวของหน้าสารตัวอย่างจะมีขนาดเล็กมากและ scan coil จึงทำหน้าที่ควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนให้กวาดจากซ้ายไปขวาบนระนาบ x-y จนครบพื้นที่ที่กำหนดไว้แน่นอนแล้วสัญญาณของลำอิเล็กตรอนที่สะท้อนออกมาจะพุ่งเข้าสู่หัววัด และหัววัดจะรับสัญญาณที่สะท้อนจากผิวหน้าของสารตัวอย่างพร้อมทำการแปลงสัญญาณที่ได้เป็นสัญญาณไฟฟ้าด้วยชุดระบบทางอิเล็กทรอนิกส์การสะท้อนของสัญญาณนั้น ขึ้นอยู่กับลักษณะผิวหน้าของสารตัวอย่าง ถ้าผิวหน้าตัวอย่างเรียบอิเล็กตรอนสะท้อนเป็นออกสัญญาณที่ดี แต่ถ้าตรงบริเวณผิวหน้าของสารตัวอย่างเป็นหลุมลึก อิเล็กตรอนจะสะท้อนออกเป็นสัญญาณหรือหัววัด ทำให้รับสัญญาณได้น้อยความแตกต่างของการส่งสัญญาณนี้เป็นการสร้างภาพผ่านข้อมูลการสะท้อนจากผิวหน้าสารตัวอย่างของลำอิเล็กตรอนภาพที่เกิดขึ้นจึงแสดงลักษณะพื้นผิวของสารตัวอย่าง

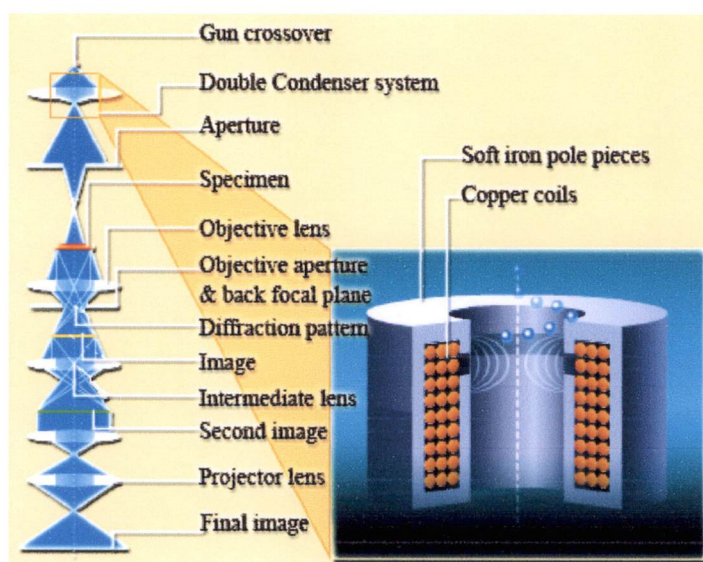


รูปที่ 2.16 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด

2.7.4 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ศึกษาตัวอย่างชนิดบาง ซึ่งถูกจัดเตรียมขึ้นเพื่อให้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนผ่านทะลุได้ การสร้างภาพจากกล้องประเภทนี้ จะทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเหมาะสำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในเซลล์ลักษณะของเยื่อหุ้ม

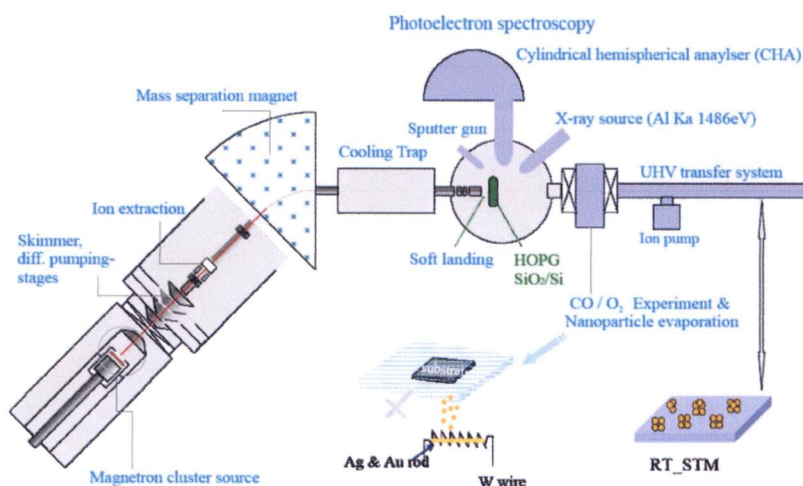
เซลล์ และผนังเซลล์ เป็นต้น ซึ่งจะให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่นๆ เนื่องจากมีกำลังขยายและประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก (กำลังขยายสูงสุดประมาณ 0.1 นาโนเมตร) หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิด จะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่ หรือเล็กได้ตามต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านสารตัวอย่างไป ซึ่งตัวอย่างที่จะศึกษาจะต้องมีลักษณะที่แบนและบางมาก จากนั้นจะเกิดการกระเจิงของอนุภาคขึ้น เมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างไป ก็จะถูกปรับโฟกัสของภาพโดยเลนส์ใกล้วัตถุซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รายละเอียดมากที่สุดจากนั้นจะได้รับการขยายด้วยเลนส์ทอดภาพไปสู่จอร์รับ (projector lens) และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉากร่องแสงตั้งแสดงในรูปที่ 2.17 สุดท้ายจะเกิดการสร้างภาพขึ้นมาได้



รูปที่ 2.17 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

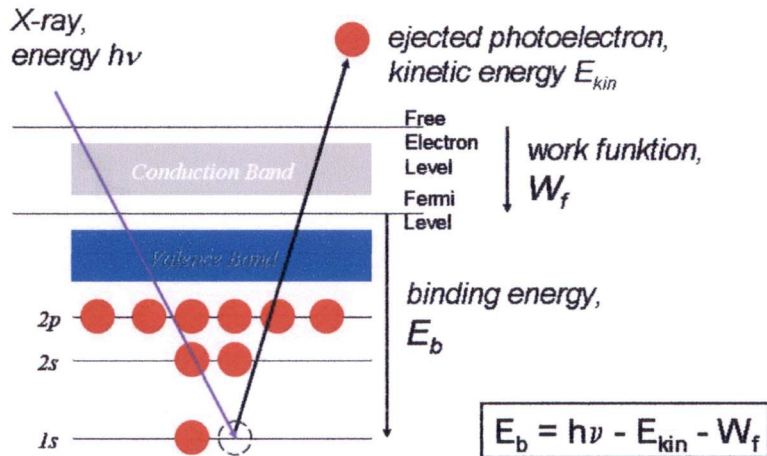
ข้อดีของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน คือภาพที่ปรากฏเป็นภาพสามมิติ ซึ่งง่ายต่อการมอง และการเข้าใจเครื่องมือมีประสิทธิภาพ เนื่องจากสามารถเพิ่มกำลังขยายได้สูงสุด 200,000 เท่า ซึ่งเป็นประโยชน์มาก ต่อการศึกษาสมบัติของสารตัวอย่างที่บริเวณชั้นผิว และยังสามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุภายในสารตัวอย่างเพื่อคำนวณธาตุในเชิงปริมาณได้

2.7.5 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุด้วยเครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์(X-ray Photoelectron Spectroscopy)



รูปที่ 2.18 แผนภาพหลักการทำงานของเครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์

สเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ที่ให้ข้อมูลสมบัติทางเคมีที่ระดับพื้นผิวของวัสดุในหลายแง่มุม เช่น ชนิด จำนวนธาตุองค์ประกอบโครงสร้างทางเคมี ชนิดพันธะทางเคมี และสถานะออกซิเดชันของอะตอม เป็นต้น โดยอาศัยหลักการพื้นฐานของปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก เมื่อโฟตอนมาชนกับอิเล็กตรอนในอะตอมจะเกิดการถ่ายเทพลังงานให้กับอิเล็กตรอนจนหมด ส่งผลให้อิเล็กตรอนมีพลังงานสูงขึ้น และสามารถหลุดจากแรงยึดเหนี่ยวของอะตอมได้ กลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระ (photoelectron) แต่อิเล็กตรอนจะต้องเสียพลังงานจำนวนหนึ่งก่อนจะหลุดออกไปจากอะตอมเรียกพลังงานนี้ว่า work function (ϕ) ซึ่งเป็นค่าคงที่ของแต่ละอะตอมดังรูปที่ 2.19 โดยที่ XPS เป็นเทคนิคที่ใช้รังสีเอ็กซ์ไปทำให้อิเล็กตรอนจากออร์บิทัลของระดับพลังงานชั้นใน (inner-shell orbital) หลุดออกมาพลังงานของรังสีเอ็กซ์ที่นิยมใช้คือ MgK_{α} (1253.6 eV) และ AlK_{α} (1486.6 eV) ซึ่งเป็นค่าพลังงานที่มากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยว (E_B) ของอิเล็กตรอนในระดับพลังงานชั้น K อิเล็กตรอนที่หลุดออกมา จะถูกรวบรวมไว้ที่ตัวพลังงานอนาลิเซอร์ (energy analyser) และมีการวัดค่าพลังงานจลน์ของโฟโตอิเล็กตรอน (E_k) แผนภาพการทำงานแสดงดังรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.19 แผนภาพการเกิดโฟโตอิเล็กตรอนในเซชัน

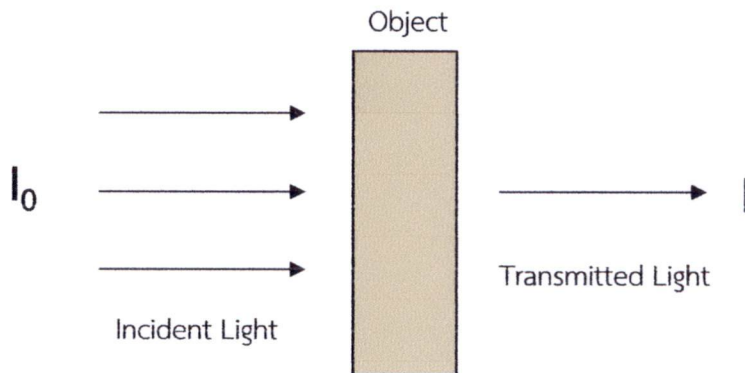
จากรูปที่ 2.19 แสดงการเกิดโฟโตอิเล็กตรอนในเซชันเมื่ออิเล็กตรอนที่ระดับพลังงานชั้น K หลุดออกไปทำให้เกิดช่องว่างในระดับพลังงานชั้น K และเรียกอิเล็กตรอนตัวที่หลุดนี้ว่า $1s$ โฟโตอิเล็กตรอน หรือโฟโตอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ซึ่งอิเล็กตรอนในระดับพลังงานชั้น K บางที่เรียกว่าแกนอิเล็กตรอน (core electron) มีค่าพลังงานไอออไนเซชันที่เป็นสมบัติเฉพาะทางของแต่ละธาตุมากกว่าค่าพลังงานไอออไนเซชันรวมในโมเลกุล ส่วนอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจากชั้นเดียวกันแต่มีเลขออกซิเดชันต่างกันจะทำให้ได้โฟโตอิเล็กตรอนสเปกตรัมในตำแหน่งที่มี E_b ต่างกันเรียกว่าเกิด chemical shift หรือ energy resolution เช่นคาร์บอน $1s$ อิเล็กตรอนมีค่า E_b ในสภาวะพื้นเท่ากับ 284.5 eV แต่ในสภาวะที่คาร์บอนอะตอมถูกออกซิไดซ์ หรือมีเลขออกซิเดชันสูงขึ้นค่า E_b ของอิเล็กตรอนจะเคลื่อนไปที่ 289.0 eV เป็นต้นการเกิด chemical shift จะทำให้มีการเลื่อนไปของพลังงานยึดเหนี่ยวประมาณ 0.1 ถึง 10 eV ดังนั้นเทคนิค XPS จึงให้เส้นสเปกตรัมเฉพาะตัวของแต่ละธาตุที่มีในสารประกอบหรือในโลหะผสม

2.7.6 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางแสง ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลต และวิซิเบิลสเปกโตรสโกปี (Ultraviolet-Visible Spectroscopy)

เครื่อง UV-Vis spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงที่ทะลุผ่านหรือ ถูกดูดกลืนในย่านรังสียูวี และแสงขาว หรือแสงในย่านที่ตามองเห็น โดยสารตัวอย่างจะมีความยาวคลื่นแสงสัมพันธ์กับปริมาณ และชนิดของสาร สารตัวอย่างที่นิยมตรวจสอบด้วยวิธีนี้ มักเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน และสารอนินทรีย์ เนื่องจากมีความสามารถในการดูดกลืนแสงในย่านรังสียูวี และช่วงแสงขาวได้ หลักการการวัดการทะลุผ่าน และการดูดกลืนของแสง คือเมื่อมีการฉายแสงให้กับโมเลกุลของสารตัวอย่างในช่วงรังสียูวี หรือแสงขาวที่ค่าพลังงานที่เหมาะสมอิเล็กตรอนภายในอะตอม จะมีการดูดกลืนแสง แล้วเกิดการเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในระดับชั้นพลังงานที่สูงกว่า เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่าน หรือสะท้อนออกจากสารตัวอย่าง เทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่างๆ ตามกฎของ

เบียร์ และแลมเบิร์ต (Beer-Lambert law) ค่าการดูดกลืนแสงของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืน ซึ่งปริมาณการดูดกลืนรังสีขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารละลาย และความหนาของสารตัวอย่าง

เมื่อลำแสงผ่านเข้าไปในสารตัวอย่างคือ I_0 และปริมาณแสงที่สามารถทะลุผ่านออกมา คือ I ดังรูปที่ 2.20 สามารถเขียนสมการการทะลุผ่านของแสง (Transmittance: T) ได้ดังนี้



รูปที่ 2.20 แผนภาพการเดินทางของแสงทะลุผ่านสารตัวอย่าง

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (2.12)$$

สมการการดูดกลืน (Absorbance: A)

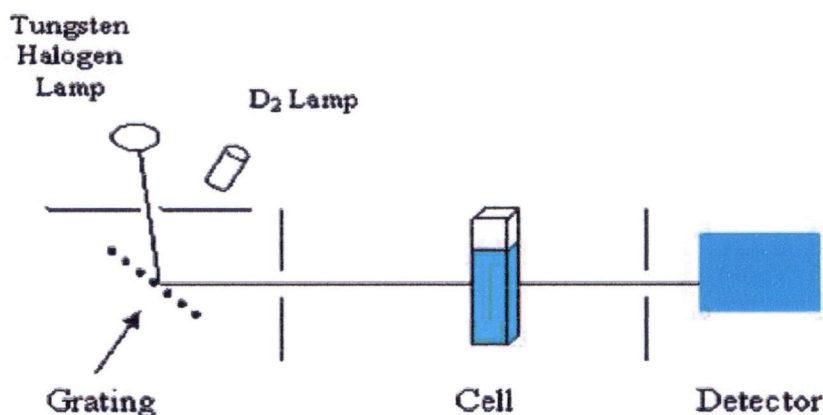
$$A = \log \frac{I_0}{I} = -\log T \quad (2.13)$$

โดยทั่วไปการแสดงผลค่าการทะลุผ่านของแสงในรูปของ %T

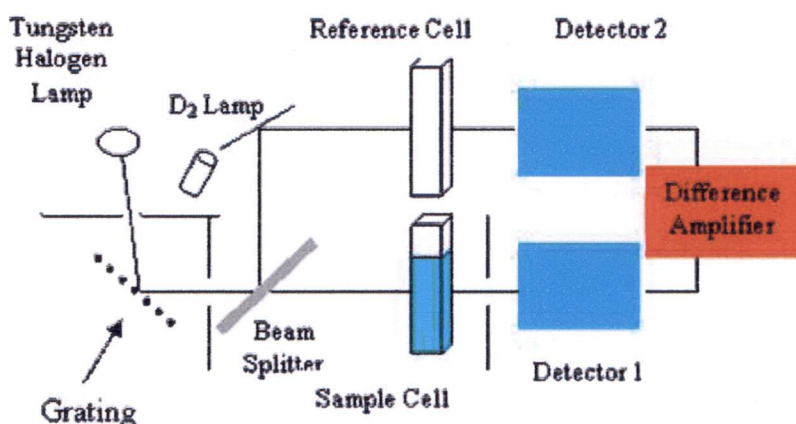
$$\%T = \frac{I_0}{I} \times 100 \quad (2.14)$$

โดยส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ได้แก่ แหล่งกำเนิดแสง โมโนโครเมเตอร์ และเครื่องตรวจวัด วัสดุที่นิยมใช้เป็นแหล่งกำเนิดแสง คือหลอดทั้งสแตนฮาโลเจน เพราะหลอดทั้งสแตนฮาโลเจนมีการให้แสงอย่างต่อเนื่อง ในช่วงความยาวคลื่น 320-2500 นาโนเมตร ซึ่งอยู่ในช่วงความยาวคลื่นของแสงขาว ส่วนวัสดุที่นิยมนำมาใช้เป็นแหล่งกำเนิดแสงในย่านยูวี คือหลอดไฮโดรเจน หรือดีวีทีเรียม ซึ่งให้แสงในช่วงความยาวคลื่น 160-375 นาโนเมตร เนื่องจากแหล่งกำเนิดแสงนั้นมีความยาวคลื่นค่าต่างๆ ดังนั้นจึงนำโมโนโครเมเตอร์มาใช้เพื่อเป็นตัวกระจายแสงออกเป็นแสงที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวตามที่ต้องการ หลังจากนั้นแสงที่มีความยาวคลื่นค่าเดียว จะถูกส่งผ่านไปยังสารตัวอย่าง และแสงที่ทะลุผ่านสารตัวอย่างนั้น จะเดินทางเข้าสู่เครื่องตรวจวัดเพื่อวัดความเข้มของรังสีที่ถูก

ดูดกลืนโดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้า ผลของสเปกตรัมที่ได้ แสดงในรูปของกราฟ ระหว่างการดูดกลืน หรือการทะลุผ่านกับค่าความยาวคลื่น ดังนั้นจึงสามารถระบุชนิด และปริมาณของ สารต่างๆ ที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ เครื่อง UV-Vis spectrophotometer สามารถแบ่งได้เป็น 2 ระบบคือ



(ก) แบบลำแสงเดี่ยว



(ข) แบบลำแสงคู่

รูปที่ 2.21 แบบจำลองการเรียงของเครื่อง UV-Vis spectrophotometer

1. แบบลำแสงเดี่ยว (single beam type) ใช้ลำแสงลำเดียวกันส่งผ่านทั้งสารตัวอย่างและสารอ้างอิงดังรูปที่ 2.21(ก) โดยปรับความเข้มของการทะลุผ่านของแสงเป็น 100 %T เมื่อแสงเดินทางผ่านสารอ้างอิง หลังจากนั้นจะทำการวัดค่าการทะลุผ่าน หรือการดูดกลืนของสารตัวอย่างเทียบกับสารอ้างอิง ทำให้ทราบค่าความเข้มของการทะลุผ่านของสารตัวอย่างนั้น ในการวัดแบบลำแสงเดี่ยวนี้ มีข้อดีตรงที่มีองค์ประกอบน้อย และแสงสามารถผ่านไปยังสารตัวอย่างมากกว่าแบบอื่น แต่มีข้อเสียตรงที่มีเสถียรภาพในการอ่านค่า และค่าเกิดการเปลี่ยนแปลงได้ง่าย

2. แบบลำแสงคู่(double beam type) แสงจากแหล่งกำเนิดแยกออกเป็น 2 ลำโดยแสงลำหนึ่งจะผ่านสารอ้างอิงขณะที่อีกลำจะผ่านสารตัวอย่าง ดังรูปที่ 2.21(ข) ส่งผลให้ความเข้มแสงที่ผ่านสารตัวอย่างลดลงครึ่งหนึ่ง นอกจากนี้การวัดแบบลำแสงคู่ จะมีวงจรถ่ายสัญญาณที่ได้จากการเปรียบเทียบสัญญาณที่ได้รับจากสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงอยู่ตลอดเวลา ดังนั้นจึงมีเสถียรภาพในการวัดความเข้มแสงที่ตีมาก แต่ข้อเสียของเครื่องชนิดลำแสงคู่ คือมีองค์ประกอบที่ซับซ้อน เนื่องจากใช้ตัวไวแสงอันเดียว ดังนั้น จึงต้องมีวงจรถ่ายสัญญาณ และให้หลอดไฟฟ้ากำเนิดแสงที่มีกำลังส่องสว่างสูง

2.7.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางแสง ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิซิเบิลเนียร์โออาร์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Ultraviolet-Visible-NIR Spectrophotometer)

เครื่อง Ultraviolet-Visible-NIR Spectrophotometer เป็นเครื่องมือในการตรวจวัดการสะท้อนของแสงที่ชนกับบริเวณพื้นผิวของสารตัวอย่าง แล้วเกิดการสะท้อนออกมา ซึ่งการสะท้อนแสงจะมีอยู่ 2 ส่วน คือการสะท้อนแสงเสมือนจริง (Specular reflection) และการสะท้อนแสงกระจาย (Diffuse reflection) ซึ่งการสะท้อนแสงเสมือนจริง คือ การสะท้อนแสงกลับจากวัตถุที่เหมือน และมีขนาดใกล้เคียงกันกับแสงที่ตกกระทบ แต่มีทิศทางที่ตรงกันข้าม จะเกิดขึ้นในกรณีที่พื้นผิวของวัตถุมีลักษณะที่เรียบ ในส่วนของการสะท้อนแสงกระจาย จะเป็นการสะท้อนแสงที่บริเวณพื้นผิวมีลักษณะขรุขระ ทำให้มีทิศทางของการสะท้อนแสงกระจายไปในทุกทิศทาง ซึ่งการวิเคราะห์การสะท้อนแสงกระจาย ค่าที่ออกมาจะเป็นค่าระหว่าง เปอร์เซ็นต์การสะท้อน (%R) กับความยาวคลื่น (λ) ในย่านรังสียูวีและแสงขาว หรือแสงในย่านที่ตามองเห็น ดังนั้นจึงต้องทำการแปลงค่าให้อยู่ในรูปของ $F(R)$ โดยใช้สมการของ Kubelka – Munk ดังสมการที่ 2.15 เพื่อให้ได้ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance)

จากฟังก์ชัน Kubelka – Munk

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} \quad (2.15)$$

เมื่อ $F(R)$ = ฟังก์ชัน Kubelka – Munk หรือค่าการดูดกลืน (Absorbance, A)

R = ค่าการสะท้อนของแสง

2.8 ทบทวนบทความวิจัย

M. Grätzel และทีมวิจัย [9,13] ได้คิดค้นวัสดุเซลล์แสงอาทิตย์ โดยใช้สารไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เคลือบเป็นฟิล์มอยู่บนกระจกนำไฟฟ้า เพื่อทดสอบประสิทธิภาพการแปลงพลังงานแสงอาทิตย์เป็นพลังงานไฟฟ้าโดยวัสดุดังกล่าว สามารถลดต้นทุนการผลิตเซลล์แสงอาทิตย์แบบเดิม และยังให้พลังงานที่สูงกว่า 80% ของวัสดุเดิมที่ใช้ในการผลิตโดยเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงนี้ มีหลักการเหมือนกับ

กระบวนการสังเคราะห์แสงของพืช โดยฝั่งที่มีสาร TiO_2 ถูกเคลือบด้วยสีย้อมไวแสงอยู่จะเป็นตัวรับแสงอาทิตย์ หรือที่เรียกว่าฝั่งโฟโตอิเล็กโทรด ทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระ จากนั้นจะส่งผ่านไปยังกระจกนำไฟฟ้าฝั่งแคโทดอิเล็กโทรด ที่ถูกเคลือบด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอิเล็กตรอนอิสระจะถูกนำไปทดแทนอิเล็กตรอนในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ที่นำไปชดเชยอิเล็กตรอนกับสีย้อม เกิดเป็นวงจรทางไฟฟ้าขึ้น ดังนั้น TiO_2 จึงเป็นที่สนใจในการนำมาประยุกต์ใช้งานทางด้านแสงกันอย่างแพร่หลาย ไม่ว่าจะเป็นวัสดุเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง และการย่อยสลายสีย้อมโดยการเร่งปฏิกิริยาทางแสง เพราะเนื่องจาก TiO_2 มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง มีความคงทนต่ออุณหภูมิ และสารเคมี ราคาไม่แพง มีสมบัติในการทำความสะอาดตัวเองได้ นอกจากนี้ ยังไม่มีผลเสียต่อสิ่งแวดล้อม ซึ่งสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ [12]

S. Kyu Choi และทีมวิจัย[3] ได้ทำการสังเคราะห์สาร TiO_2 ที่มีโครงสร้างทางพื้นผิวเป็นแบบผง โดยวิธีโซล-เจล และแบบเส้นใยโดยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า จากนั้นนำมาศึกษาลักษณะโครงสร้างทางผลึก สมบัติความเป็นรูพรุน เพื่อดูปริมาณของพื้นที่ผิว ตรวจสอบค่ากระแสไฟฟ้าเมื่อทำปฏิกิริยากับแสงอัลตราไวโอเล็ต และตรวจสอบความสามารถในการผลิตแก๊สไฮโดรเจน โดยจากงานวิจัยดังกล่าว พบว่า TiO_2 ที่มีลักษณะเป็นเส้นใย มีความสามารถในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงได้ดีกว่า TiO_2 ที่มีลักษณะเป็นผง ซึ่งวิเคราะห์ได้จากผลการทดสอบปริมาณของพื้นที่ผิวของแบบเส้นใยที่มีมากกว่า ดังรูปที่ 2.22 ค่ากระแสไฟฟ้าเมื่อทำปฏิกิริยากับแสงอัลตราไวโอเล็ต และความสามารถในการผลิตแก๊สไฮโดรเจนที่มากกว่า ดังรูปที่ 2.23 จากคุณสมบัติดังกล่าว TiO_2 ที่มีลักษณะเป็นเส้นใย จึงเหมาะแก่การนำไปประยุกต์ใช้งานทางแสงอย่างยั่งยืนจึงเป็นที่น่าสนใจในการศึกษาการผลิต TiO_2 ที่มีลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวเป็นแบบเส้นใย

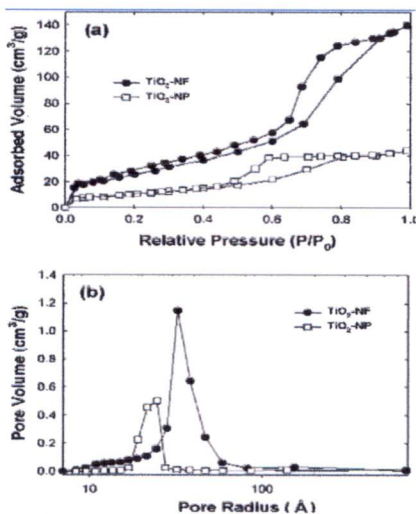
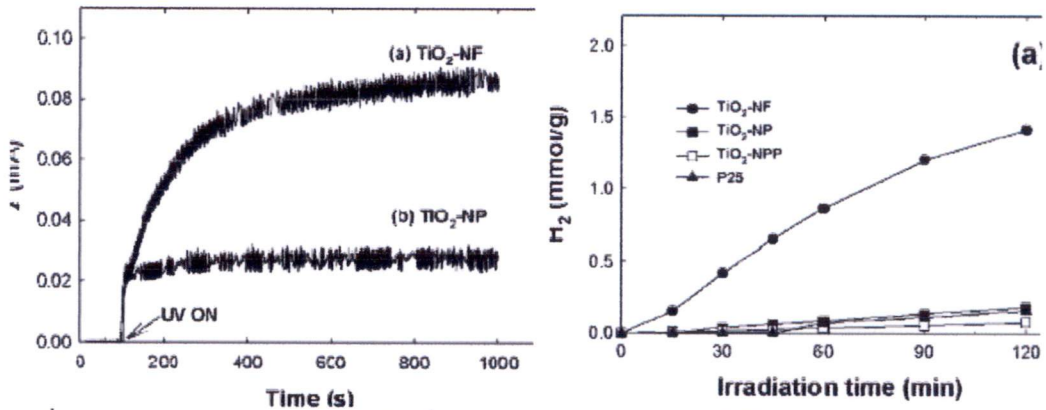


TABLE 1: Physicochemical Properties and Photocatalytic Activities^a

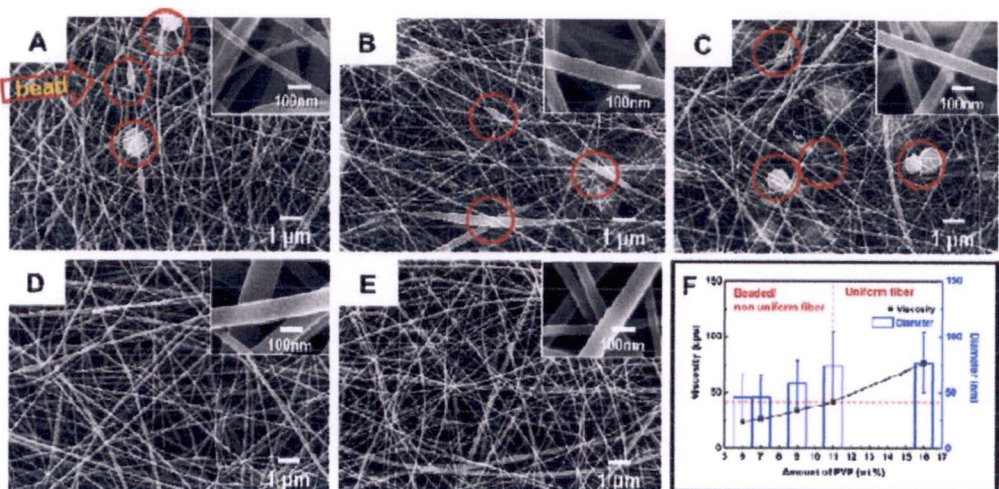
	surface area ($\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)	pore radius (nm)	H_2 ($\text{mmol} \cdot \text{g}^{-1}$) ^b	
			without Pt	with Pt
$\text{TiO}_2\text{-NF}$	96.3	3.5	1.42	19.5
$\text{TiO}_2\text{-NP}$	40.2	2.2	0.19	5.05
$\text{TiO}_2\text{-NPP}$			0.08	10.85
P25	51.5		0.16	15.6

รูปที่ 2.22 กราฟแสดง (a) การดูดซับ-การคายแก๊ส (b) ขนาดความเป็นรูพรุน ของ TiO_2 แบบเส้นใย และแบบผง และตารางแสดงปริมาตรพื้นที่ผิว [3]

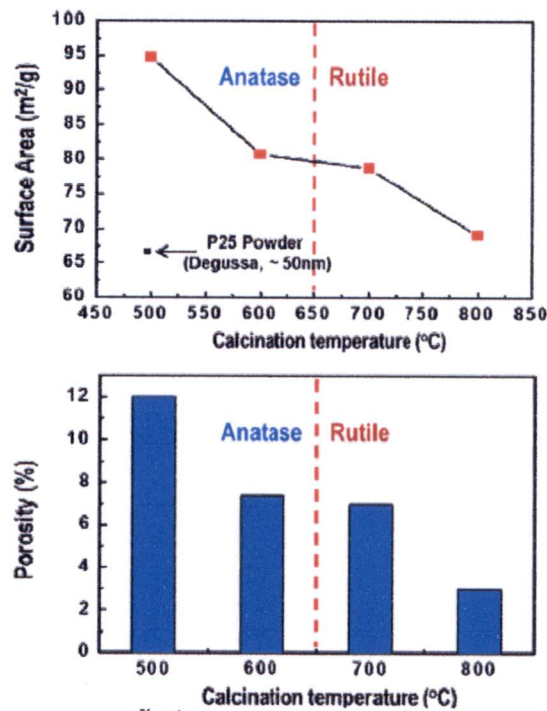


รูปที่ 2.23 กราฟแสดงค่ากระแสไฟฟ้าเมื่อทำปฏิกิริยากับแสงอัลตราไวโอเล็ต และความสามารถในการผลิตแก๊สไฮโดรเจน [3]

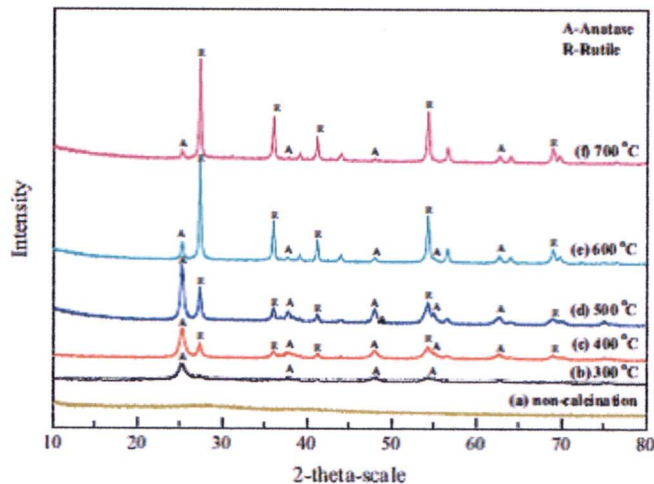
J.S. Lee และทีมงานวิจัย [14] ได้ทำศึกษาสมบัติความเป็นรูพรุนของเส้นใย TiO_2 เมื่อทำการเตรียมโดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า โดยการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ ที่ 6%, 7%, 9%, 11% และ 16% โดยน้ำหนัก จากนั้นทำการวิเคราะห์ลักษณะทางพื้นผิว และสมบัติความหนืดของสาร พบว่าที่ค่าความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ ที่ 11% โดยน้ำหนัก เป็นค่าที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมสารละลายโดยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า ดังรูปที่ 2.24 จากนั้นทดสอบการเตรียมเส้นใยของ TiO_2 โดยการเปลี่ยนแปลงค่าความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8, 10, 12 และ 14 กิโลโวลต์ และทำการเผาที่อุณหภูมิ 500-800 $^{\circ}\text{C}$ เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้สารดังกล่าวมีการฟอร์มตัวเป็น TiO_2 ที่สมบูรณ์ พบว่าเมื่อค่าความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงที่มีค่ามาก ส่งผลต่อขนาดของเส้นใย โดยเส้นใยที่ได้จะมีขนาดเล็กลง ในลักษณะแปรผกผันกัน และที่อุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้นส่งผลต่อการฟอร์มตัวของ TiO_2 ในรูปแบบอนาเทส และรูไทล์ ตามลำดับ จากนั้นงานวิจัยนี้ได้ทำการนำสารที่เผาอุณหภูมิต่างๆ ไปวัดปริมาณพื้นที่ผิว ดังภาพที่ 2.25 พบว่าที่อุณหภูมิ 500 $^{\circ}\text{C}$ มีพื้นที่ผิวที่มีค่ามากที่สุด



รูปที่ 2.24 แสดงถึงลักษณะพื้นผิวของเส้นใย TiO_2 เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารละลายพอลิเมอร์ [14]



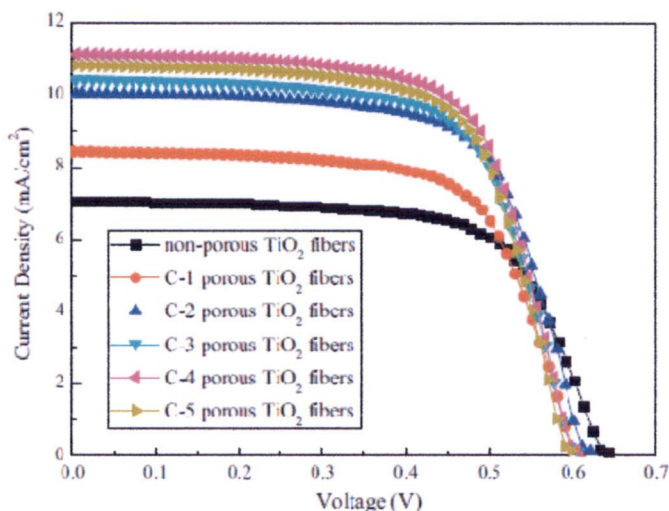
รูปที่ 2.25 กราฟแสดงปริมาณพื้นที่ผิวของเส้นใย TiO_2 เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ [14]



รูปที่ 2.26 กราฟแสดงการฟอร์มตัวเป็น TiO_2 ที่อุณหภูมิต่างๆ [15]

นอกจากการทดสอบของเส้นใย TiO_2 กับการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงแล้ว ยังมีการทดสอบประสิทธิภาพที่เพิ่มขึ้นของเซลล์แสงอาทิตย์สีย้อมไวแสง โดย W.H.Jung และทีมวิจัย [15] ได้ทำการสังเคราะห์เส้นใย TiO_2 โดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า โดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณกลีเซอริน ซึ่งพบว่ากลีเซอรินจะช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวของสารหลังจากที่ทำการเผาแล้ว และการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา จากนั้นทำการวิเคราะห์ แสดงให้เห็นว่าที่ปริมาณกลีเซอริน 4 กรัม และที่อุณหภูมิการเผาที่ 500 °C สามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการประยุกต์ใช้งานในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงได้สูงสุด

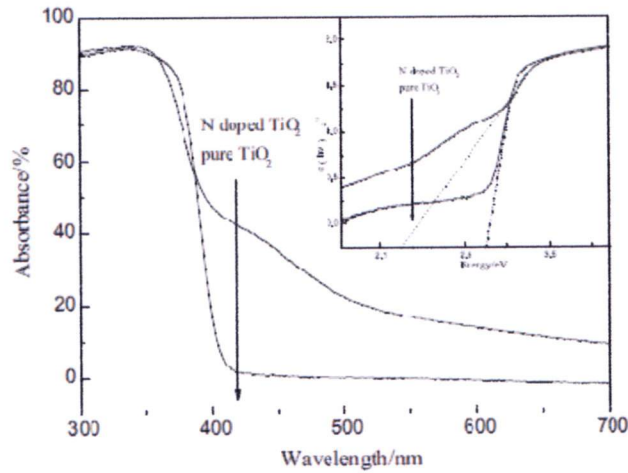
เนื่องจากโครงสร้างมีการฟอร์มตัวเป็นแบบอนาเทสและรูไทล์ และที่สำคัญมีพื้นที่ผิวที่มีลักษณะความเป็นรูพรุนสูง ในการส่งผ่านอิเล็กตรอน เมื่อเซลล์ทำปฏิกิริยากับแสงอาทิตย์ ดังรูปที่ 2.26 และ 2.27



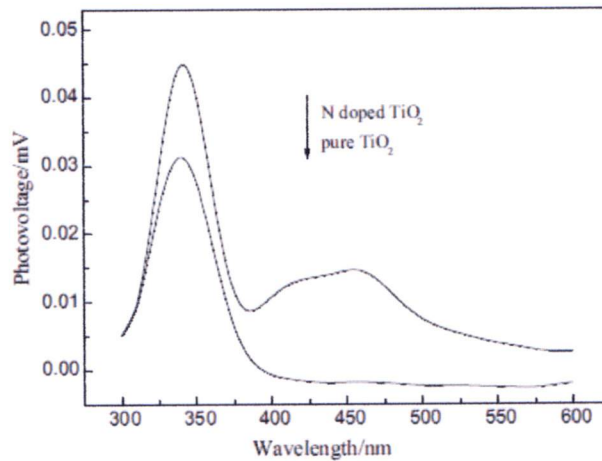
รูปที่ 2.27 กราฟแสดงประสิทธิภาพของเส้นใย TiO₂ ในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง [15]

แต่เนื่องจาก TiO₂ มีแถบพลังงานการดูดกลืนกว้างอยู่ที่ประมาณ 3.2 eV. ดังนั้น จึงมีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้ เมื่ออยู่ภายใต้การฉายด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ตเท่านั้นทำให้ไม่สามารถถูกกระตุ้นด้วยแสงธรรมชาติได้ นอกจากนี้ TiO₂ ยังมีการรวมตัวกันที่รวดเร็วของคู่อิเล็กตรอนและโฮล ซึ่งเป็นข้อด้อยของ TiO₂ ในหลายๆงานวิจัยจึงพยายามที่จะทำให้ TiO₂ สามารถถูกกระตุ้นด้วยแสงในช่วงที่ตามองเห็น เช่น คาร์บอน กำมะถัน ฟอสฟอรัส และ ไนโตรเจน เป็นต้น [16-19] ในงานวิจัยนี้ได้เลือกวิธีการเพิ่มประสิทธิภาพของ TiO₂ ด้วยการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน เนื่องจากธาตุไนโตรเจนมีข้อดีหลายประการ อาทิเช่น สารเริ่มต้นมีต้นทุนต่ำ มีอยู่ในธรรมชาติมาก และเป็นสารที่ไม่เป็นพิษซึ่ง R. Asahi และทีมวิจัย [40] ได้ทำการทดสอบการเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสง โดยการเจือด้วยธาตุ F, N, C, S และ P จากนั้นทำการวิเคราะห์ Full potential Linearized augmented plane wave (FLAPW) เพื่อคำนวณหาค่า Densities of states (DOSs) แล้วพบว่า การเจือธาตุไนโตรเจนในไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถทำได้ง่าย เนื่องจากพลังงานที่ระดับชั้น p ของธาตุไนโตรเจน มีค่าใกล้เคียงกับ O 2p ซึ่งง่ายต่อการเจือในไทเทเนียมไดออกไซด์มากกว่าการเจือด้วยธาตุ F, C, S และ P จากนั้น X.Cheng และทีมวิจัย [19] ได้ทำการสังเคราะห์ N-doped TiO₂ ในลักษณะที่เป็นผง เพื่อนำไปทดสอบการเพิ่มประสิทธิภาพ เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงในย่านที่ตามองเห็น โดยงานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์สมบัติการดูดกลืนแสง และตรวจสอบความสามารถการเปลี่ยนพลังงานแสงเป็นพลังงานไฟฟ้าเทียบกับความยาวคลื่นต่างๆ ซึ่งพบว่า TiO₂ ที่ทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการดูดกลืนแสง โดยมีแถบพลังงานการดูดกลืนแสงของ TiO₂ อยู่ที่ 3.2 eV. แต่เมื่อทำการเจือธาตุไนโตรเจน แถบพลังงานการดูดกลืนแสงลดลงอยู่ที่ 2.28 eV. ซึ่งการลดลงของแถบพลังงานดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นและส่งผ่านได้ง่ายจากแถบวาเลนส์ไปยังแถบนำกระแสได้ดียิ่งขึ้น และความสามารถในการเปลี่ยนพลังงานแสงเป็นพลังงานไฟฟ้า ได้เพิ่ม

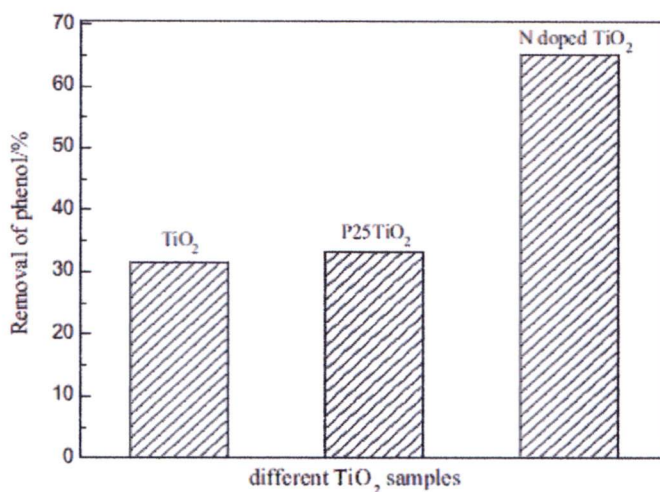
มากขึ้นจาก TiO_2 ที่ยังไม่มีสารเจือ มีค่าความยาวคลื่นอยู่ที่ 345 นาโนเมตร แต่เมื่อทำการเจือธาตุไนโตรเจน พบค่าความยาวคลื่นเพิ่มขึ้นอีกย่านหนึ่ง คือ 380-570 นาโนเมตร ดังรูปที่ 2.28 และ 2.29 ตามลำดับ จากนั้นทีมวิจัยยังได้ทำสารที่สังเคราะห์ได้มาทดสอบการย่อยสลาย phenol ด้วยการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ซึ่งพบว่า N-doped TiO_2 สามารถย่อยสลาย phenol ได้ดี เมื่อเทียบกับ TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้ และ TiO_2 P25 จากอุตสาหกรรม ดังรูปที่ 2.30



รูปที่ 2.28 กราฟแสดง%การดูดกลืนแสงของ N-doped TiO_2 และ TiO_2 ที่ความยาวคลื่นต่างๆ [19]



รูปที่ 2.29 กราฟแสดง Photovoltage ของ N-doped TiO_2 และ TiO_2 ที่ความยาวคลื่นต่างๆ [19]



รูปที่ 2.30 กราฟแสดงการเปรียบเทียบอัตราการย่อยสลาย phenol [19]

อย่างไรก็ตามงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมเส้นใยนาโนของ N-doped TiO_2 ที่เหมาะสม เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาดำแสง และเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ยังคงเป็นที่สนใจ โดยในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยมีความสนใจในการพัฒนาเส้นใยนาโนของ N-doped TiO_2 เนื่องจากวิธีการสังเคราะห์เส้นใยนาโนของ N-doped TiO_2 ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า ยังมีงานวิจัยนี้ที่ศึกษาทางด้านนี้ไม่มีมากนัก โดยวิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้านี้จะเน้นใช้กระบวนการที่ไม่ยุ่งยากในการเตรียม อีกทั้งยังสามารถที่จะนำไปประยุกต์ใช้ได้จริงตามจุดประสงค์ ขณะเดียวกันเชื่อว่าจะสามารถต่อยอดงานวิจัย เพื่อให้เกิดองค์ความรู้ใหม่ได้ ซึ่งจะเป็นประโยชน์ต่อการพัฒนาบุคลากรทางด้านนี้ได้อีกประการหนึ่ง

บทที่ 3

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน (N-doped TiO₂ nanofibers) ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า โดยการศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโนนี้ จะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน โดยส่วนแรก จะทำการศึกษาโครงสร้างของเส้นใยที่เหมาะสม ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของพอลิไวน์ลไพร์โรโดน (PVP) ที่ 8%, 10% และ 12% เมื่อเทียบกับไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ และเงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงค่าแรงดันไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8, 10 และ 12 กิโลโวลต์และศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิว และสมบัติความเป็นรูพรุน จากนั้นนำเส้นใยที่ได้ไปศึกษาการเพิ่มประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแสงในย่านที่ตามองเห็น โดยการเจือธาตุไนโตรเจน ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของการเจือไนโตรเจน ที่ 1% 3% และ 5% และนำเส้นใยที่เตรียมได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 – 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการศึกษาสมบัติและโครงสร้างทางพื้นผิวของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน และนำไปทดสอบการเพิ่มประสิทธิภาพในการนำไปประยุกต์ใช้งาน ทางด้านการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง และเป็นวัสดุของชิ้นทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium Isopropoxide, C₁₂H₂₈O₄Ti)
2. แอมโมเนียมอะซิเตต (Ammonium Acetate, CH₃COONH₄)
3. พอลิไวน์ลไพร์โรโดน (Polyvinylpyrrolidone, PVP)
4. เอทานอลบริสุทธิ์ 99.9% (Ethanol, C₂H₅OH)
5. กรดอะซิติก (Acetic Acid, C₂H₄O₂)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง
2. ปริมาตรเครื่องแก้ว
3. แท่งแม่เหล็กปั่นกวน (Magnetic Stirrer)
4. เครื่องกวนสารละลาย (Stirrer)
5. เต้าเผาสาร
6. หลอดฉีดยา (Syringe)

7. เข็มฉีดยา (Hypodermic Needle)

8. เครื่องปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า (Electrospinning)



เครื่องชั่งสาร



บรรจุภัณฑ์เครื่องแก้ว



แทงแม่เหล็กปั่นกวน



เครื่องกวนสารละลาย



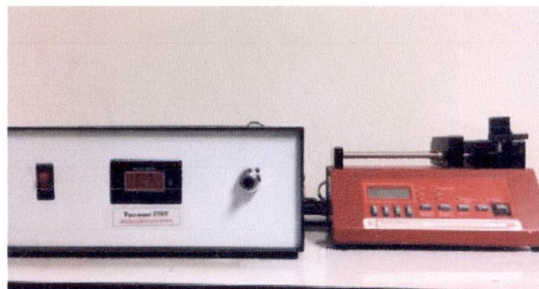
เตาเผาสาร



หลอดฉีดยา



เข็มฉีดยา



เครื่องปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า

รูปที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.3.1 สังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์

3.3.2 สังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลง ปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน

3.3.3 สังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง และเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา

3.3.4 วิเคราะห์เอกลักษณ์เฉพาะและสมบัติเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน

3.3.5 ทดสอบเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน กับกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

3.3.6 ทดสอบเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน กับประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

3.3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์

1. เตรียมสารตั้งต้นไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ปริมาตร 1.2 มิลลิลิตร ละลายในเอทานอลบริสุทธิ์ 99.9% ปริมาตร 3 มิลลิลิตร และเติมกรดอะซิติก ปริมาตร 2 มิลลิลิตร กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 10 นาที

2. ละลายพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน เป็นปริมาณ 8%, 10% และ 12% โดยคำนวณจากน้ำหนัก ละลายในเอทานอลบริสุทธิ์ 99.9% ปริมาตร 6 มิลลิลิตร กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 20 นาที

3. ผสมสารตั้งต้น และสารละลายพอลิเมอร์เข้าด้วยกัน และกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 10 นาที

4. นำสารที่ละลายที่เตรียมได้ เข้าสู่ขั้นตอนวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า และทำการศึกษาโครงสร้างของเส้นใยที่เหมาะสม เพื่อนำเงื่อนไขดังกล่าวไปใช้ในขั้นตอนการสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน

3.3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน

1. เตรียมสารตั้งต้น ละลายแอมโมเนียมอะซิเตต (แหล่งกำเนิดไนโตรเจน) 1%, 3% และ 5% โดยคำนวณจากน้ำหนัก ละลายในเอทานอลบริสุทธิ์ 99.9% ปริมาตร 3 มิลลิลิตร ละลายจนหมด จากนั้นเติมไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ปริมาตร 1.2 มิลลิลิตร และเติมกรดอะซิติก ปริมาตร 2 มิลลิลิตร กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 10 นาที

2. ละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน เป็นปริมาณ 10% โดยคำนวณจากน้ำหนัก ละลายในเอทานอลบริสุทธิ์ 99.9% ปริมาตร 6 มิลลิลิตร กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 20 นาที

3. ผสมสารตั้งต้น และสารละลายพอลิเมอร์เข้าด้วยกัน และกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 10 นาที

4. นำสารที่ละลายที่เตรียมได้ เข้าสู่ขั้นตอนกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า และนำไปทดสอบในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalysis Process) และประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

3.3.3 ขั้นตอนวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า

1. นำสารละลายที่เตรียมได้ บรรจุในหลอดฉีดยา ขนาด 10 มิลลิลิตร ขนาดหัวเข็ม 24 G*1/2"

2. นำหลอดฉีดยาที่บรรจุสารแล้ว ไปวางบนเครื่องปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า โดยกำหนดอัตราในการฉีดยาที่ 0.5 มิลลิลิตร ต่อ ชั่วโมง โดยระยะทางระหว่างหัวเข็มและฐานรองรับ อยู่ที่ 15 เซนติเมตร และทดสอบเปลี่ยนแปลงค่าแรงดันไฟฟ้ากำลังสูงที่ 8 10 และ 12 กิโลโวลต์ จากนั้นนำเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้ เมาที่อุณหภูมิ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อทำการศึกษาโครงสร้างทางพื้นผิวของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสม

3.3.4 ขั้นตอนการทดสอบเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน กับกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

1. เตรียมสารละลายโรดามีน บี (Rhodamine B) จำนวน 1 มิลลิโมล ละลายในน้ำปลอดประจุ 1,000 มิลลิลิตร กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กจนสารละลายเข้ากัน

2. เตรียมสารสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน 0.1 กรัม ผสมลงในสารละลายโรดามีน บี ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็ก เป็นระยะเวลา 10 นาทีเตรียมทั้งหมด 7 ตัวอย่าง

3. ทำการเก็บตัวอย่างสารละลายตั้งแต่ยังไม่เริ่มฉายแสงอัลตราไวโอเลต เป็นตัวอย่างที่ 1 จากนั้นนำตัวอย่างที่ 2-7 ไปฉายแสง พร้อมทั้งกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็ก เป็นเวลา 20 40 และ 60 นาที ตามลำดับ

4. นำสารละลายตัวอย่างจำนวน 7 ตัวอย่าง มาทำการแยกชั้นสารละลายโดยเครื่องหมุนเหวี่ยงที่ 4000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ มาวิเคราะห์การดูดกลืนแสง โดยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง

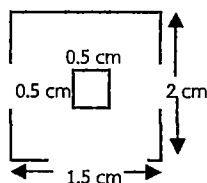
3.3.5 ขั้นตอนการทดสอบเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน กับประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

ขั้นตอนการเตรียมกระจกนำไฟฟ้า

1. ตัดกระจกนำไฟฟ้า ขนาด 2x1.5 เซนติเมตร
2. เตรียมกระจกนำไฟฟ้าไปล้างน้ำยาล้างจาน จากนั้นนำไปแช่ในอะซิโตน ในเครื่องล้างด้วยอัลตราโซนิก เป็นเวลา 10 นาที และแช่ในสารละลายไอโซโพรพิล แอลกอฮอล์ (Isopropyl Alcohol: IPA) ในเครื่องล้างด้วยอัลตราโซนิก เป็นเวลา 10 นาที
3. นำกระจกนำไฟฟ้าที่ล้างเรียบร้อยแล้ว เข้าไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C จนแห้ง

ขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working Electrode)

1. เตรียมเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ผสมกันในอัตราส่วน 0:100, 1:99, 3:97, 5:95, 7:93 และ 10:90 ใส่ในโถรงบดยา เติมน้ำปอดประจุ และสารละลายเอทานอล ปริมาณอย่างละ 1 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน จากนั้นเติมไตรทานเอ็กซ์ (Triton X) จำนวน 1 หยด และคนให้เข้ากันจนสารละลายมีความหนืดที่เหมาะสม
2. นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ปาดเคลือบลงบนกระจกนำไฟฟ้า เป็นขนาด 0.5x0.5 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.2 จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงที่ 500 °C เป็นเวลา 30 นาทีและนำไปแช่สีย้อมไวแสง N719 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ 3.2 ขั้วไฟฟ้าทำงาน

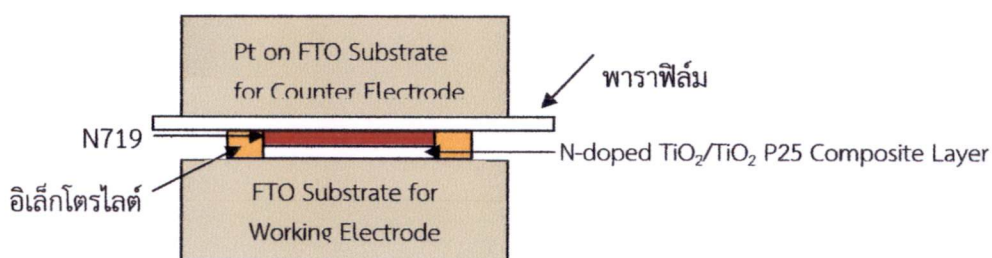
ขั้นตอนการเตรียมขั้วกระตุ้น (Counter Electrode)

1. นำสารแพลทินัม (Pt) หยดลงกระจกนำไฟฟ้า จำนวน 2-3 หยด เพื่อให้สารกระจายโดยทั่ว
2. นำกระจกนำไฟฟ้าที่หยดสารแพลทินัม ไปเผาที่อุณหภูมิสูงที่ 500 °C เป็นเวลา 30 นาที

ขั้นตอนการเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte)

1. นำไอโอดีน (I_2) จำนวน 0.1 โมล, ลิเทียม (Li) จำนวน 0.5 โมล และ เอทิลีน คาร์บอเนต (Ethylene Carbonate) จำนวน 0.5 โมล ละลายใน โพรพิลีน คาร์บอเนต (Propylene Carbonate) ที่ปริมาณ 10 มิลลิลิตร
2. นำสารที่เตรียมในข้อ 1 ปั่นกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็ก จนสารละลายเข้ากัน แล้วนำมาใช้เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ ในการประกอบขั้วเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

ขั้นตอนการประกอบขั้วเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง



รูปที่ 3.3 แผนภาพแสดงการประกอบขั้วเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

1. นำสารละลายอิเล็กโทรไลต์ หยดลงบนขั้วไฟฟ้าทำงานจำนวน 2 หยด
2. นำแผ่นพาราฟิล์ม (Parafilm) ที่ตัดไว้เป็นรูตรงกลางขนาด 0.5x0.5 เซนติเมตร มาวางบนขั้วไฟฟ้าทำงาน หลังจากหยดสารละลายอิเล็กโทรไลต์และนำขั้วกระตุ้นมาประกบเข้าหากัน เพื่อใช้ทดสอบประสิทธิภาพเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ดังรูปที่ 3.3

ขั้นตอนการวิเคราะห์ Dye-Absorption

1. นำขั้วไฟฟ้าทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง มาแกว่งในสารละลายเอทานอล เป็นปริมาณ 10 มิลลิลิตร จนกระทั่งสารละลายอิเล็กโทรไลต์หลุดออกจนหมด
2. นำสารละลายเอทานอลที่ถูกแกว่งด้วยขั้วไฟฟ้าทำงาน มาวิเคราะห์การดูดกลืนแสง โดยเครื่องวิเคราะห์ UV-Vis Spectroscopy

3.4 วิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน

3.4.1 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อน (Thermo Gravimetric Analysis: TGA)



รูปที่ 3.4 เครื่อง Thermo Gravimetric Analysis

งานวิจัยนี้ ได้ทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อน ด้วยเครื่อง TGA ของบริษัท Perkin Elmer รุ่น TGA Pyris1 ให้บริการโดยศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง โดยเครื่องมือดังกล่าว จะใช้วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารโดยการให้ความร้อน ซึ่งส่งผลทำให้สารเกิดการเปลี่ยนแปลง และ การเปลี่ยนแปลงความร้อนจากปฏิกิริยาเคมี ดังนั้นเมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ ทำให้สามารถวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ปริมาณและองค์ประกอบของที่เฟสต่างกัน การวิเคราะห์เชิงปริมาณอาจได้ข้อมูลจากน้ำหนัก และการเปลี่ยนแปลงปริมาณความร้อนของสารตัวอย่าง

3.4.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer: XRD)



รูปที่ 3.5 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

งานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ด้วยเครื่อง XRD ของบริษัท Bruker รุ่น X-Pert Pro ให้บริการโดยมหาวิทยาลัยราชภัฏนครราชสีมาซึ่งเครื่องดังกล่าว ใช้สเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์ $\text{CuK}\alpha$ ที่มีความยาวคลื่น 1.5046 อังสตรอม ทำการวิเคราะห์โดยการยิงรังสีเอ็กซ์ไปที่สารตัวอย่าง ทำให้รังสีเอ็กซ์เกิดการเลี้ยวเบนผ่านช่องว่างของอะตอมภายในผลึก และถูกบันทึกค่า ซึ่งธาตุหรือสารประกอบแต่ละชนิดจะมีมุมและลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกัน ทำให้สามารถทราบลักษณะโครงสร้างเฉพาะของธาตุได้

3.4.3 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

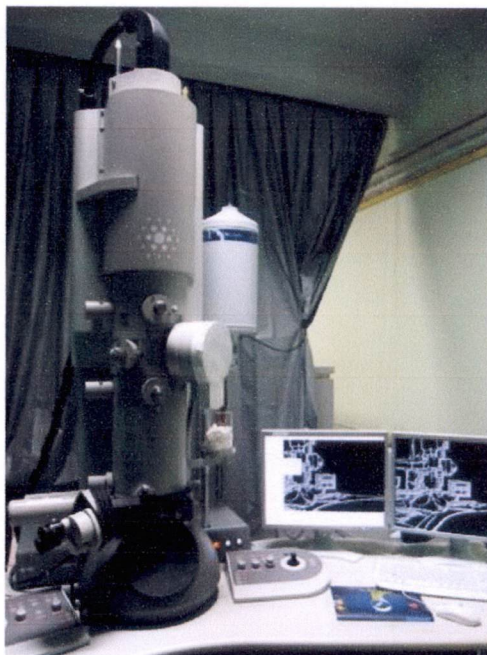


รูปที่ 3.6 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด

งานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด รุ่น JSM-5410LV ในการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว เครื่องมือดังกล่าวจะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ที่ทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนให้กับระบบ ซึ่งอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า ผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) ทำให้มีลักษณะเป็นลำอิเล็กตรอน เมื่อลำอิเล็กตรอนผ่านเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) และส่องกราดลงบนสารตัวอย่าง ทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) สัญญาณจะอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกแปลงออกมาเป็นสัญญาณปรากฏบนจอรับภาพแคโทดเรย์ (Cathode Ray Tube: CRT)

3.4.4 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope: TEM)

ในงานวิจัยนี้ทำการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน รุ่น FEI, TECNAI G² 20 ให้บริการโดยคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น เครื่องมือดังกล่าวทำได้โดยการยิงลำอิเล็กตรอนผ่านสารตัวอย่าง ซึ่งเกิดจากการจ่ายกระแสแรงสูงเข้าไปในหลอดเรืองแสง (Filament) และหลุดเป็นลำแสงอิเล็กตรอนผ่านไปเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) และถูกขยายสัญญาณไปบนฉากเรืองแสง ทำให้เกิดเป็นภาพขึ้น เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการศึกษารูปร่างประกอบภายใน และลักษณะการจัดเรียงตัวของสาร ในลักษณะ 2 มิติ



รูปที่ 3.7 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

3.4.5 การวิเคราะห์พันธะ และหมู่ฟังก์ชัน ด้วยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)



รูปที่ 3.8 เครื่องรามานสเปกโทรสโกปี

ในงานวิจัยทำการวิเคราะห์พันธะ และหมู่ฟังก์ชัน ด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี รุ่น DXR Raman Spectroscopy ของบริษัท Thermo Scientific ให้บริการโดยวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง เครื่องรามานสเปกโตรสโกปี เป็นเทคนิคในการวัดการกระเจิงของคลื่นแสงที่มีความถี่เดียว (Monochromatic radiation) ทำให้เกิดการชนกันแบบไม่ยืดหยุ่น (inelastic collision) และทำให้เกิดพลังงานของการสั่นหรือการหมุนของโมเลกุล ทำให้มีระดับพลังงานที่แน่นอน ดังนั้นจึงสามารถวิเคราะห์ถึงพันธะ และหมู่ฟังก์ชันของธาตุต่างๆ ได้

3.4.6 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุด้วยเครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy)



รูปที่ 3.9 เครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ รุ่น AXIS Ultra DLD จากบริษัท Kratos Analytical Ltd. ให้บริการโดยศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ (TheP) มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุ โดยเครื่องดังกล่าวสามารถระบุชนิด และองค์ประกอบของจำนวนธาตุ โครงสร้างทางเคมี พันธะเคมี และสถานะออกซิเดชันของอะตอมได้โดยเครื่องวิเคราะห์จะทำการยิงรังสีเอ็กซ์ไปที่ตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ทำให้อิเล็กตรอนในอะตอมหลุดเป็นอิสระ เรียกว่า โฟโตอิเล็กตรอน(Photoelectron) เมื่อทำการวัดค่าพลังงานจลน์ของโฟโตอิเล็กตรอนที่วัดได้ ทำให้สามารถทราบชนิดของอะตอมดังกล่าวได้

3.4.7 การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต และวิซิเบิลสเปกโตรสโกปี (Ultraviolet-Visible Spectroscopy)

ในงานวิจัยการวิเคราะห์สมบัติทางแสง ด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง รุ่น Helios α บริษัท Thermo Electron Corporation ให้บริการโดยวิทยาลัยนาโนพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง โดยการวิเคราะห์วัดค่าการดูดกลืนแสงในย่านอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet) ถึง ย่านที่ตามองเห็น (Visible) ในช่วงความยาวคลื่น 300-600 นาโนเมตร ซึ่งใช้หลักการของการทะลุผ่าน และการดูดกลืนของแสง โดยการนำสารละลายตัวอย่างวางตรงบริเวณแหล่งกำเนิดแสง ซึ่งจะมีแสงบางส่วนที่สามารถถูกดูดกลืนไว้ และบางส่วนที่ไม่ดูดกลืนจะทะลุผ่านออกมายังเครื่องวัดแสง (Photo detector) โดยเครื่องวัดแสง จะทำการวัดค่าแสงที่ทะลุออกมา โดยหักล้างกับแสงก่อนถูกดูดกลืน และประมวลออกมาเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืน กับความยาวคลื่น (Wavelength)

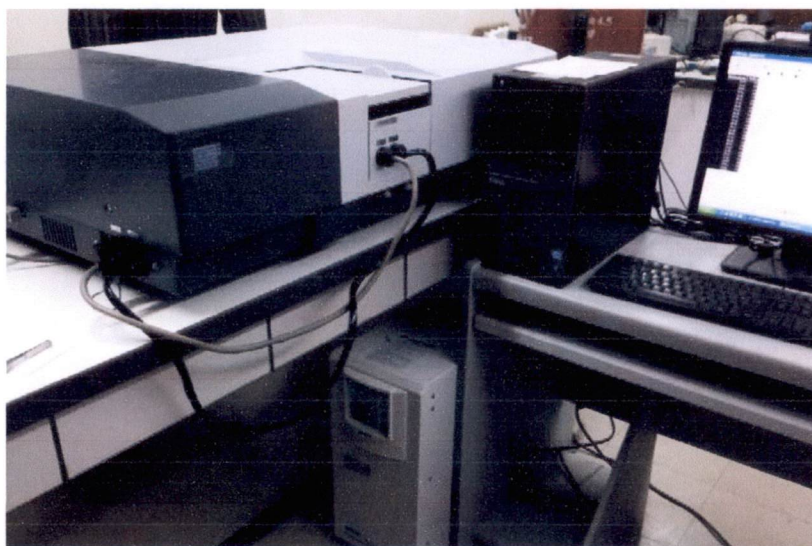


รูปที่ 3.10 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง

3.4.8 การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิซิเบิลเนียร์ไออาร์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Ultraviolet-Visible-NIR Spectrophotometer)

ในงานวิจัยการวิเคราะห์สมบัติทางแสงอีกวิธีหนึ่ง ด้วยเครื่องวัดการสะท้อนของแสง (Reflectance) รุ่น UV-3600 ของบริษัท Shimadzu ให้บริการโดยภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม โดยการวิเคราะห์วัดค่าการดูดกลืนแสงในย่านอัลตราไวโอเล็ต

(Ultraviolet) ถึง ย่านที่ตามองเห็น (Visible) ในช่วงความยาวคลื่น 300-700 นาโนเมตร โดยใช้หลักการการสะท้อนกลับของแสง เมื่อกระทบกับสารตัวอย่าง โดยการนำสารตัวอย่างที่ทำการปาดเคลือบ เป็นขนาด 2x2 เซนติเมตร ไว้บนกระจก จากนั้นใช้ฉากของแบเรียมซัลไฟด์ หนีบกระจกที่มีสารตัวอย่างตรงบริเวณแหล่งกำเนิดแสง ซึ่งเมื่อแสงกระทบกับสารตัวอย่าง จะเกิดการสะท้อนของแสงเทียบกับกระจกอ้างอิง โดยค่าที่วัดได้ จะออกมาในรูปของ %การสะท้อน (%R) และประมวลผลออกมาเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %การสะท้อน กับความยาวคลื่น



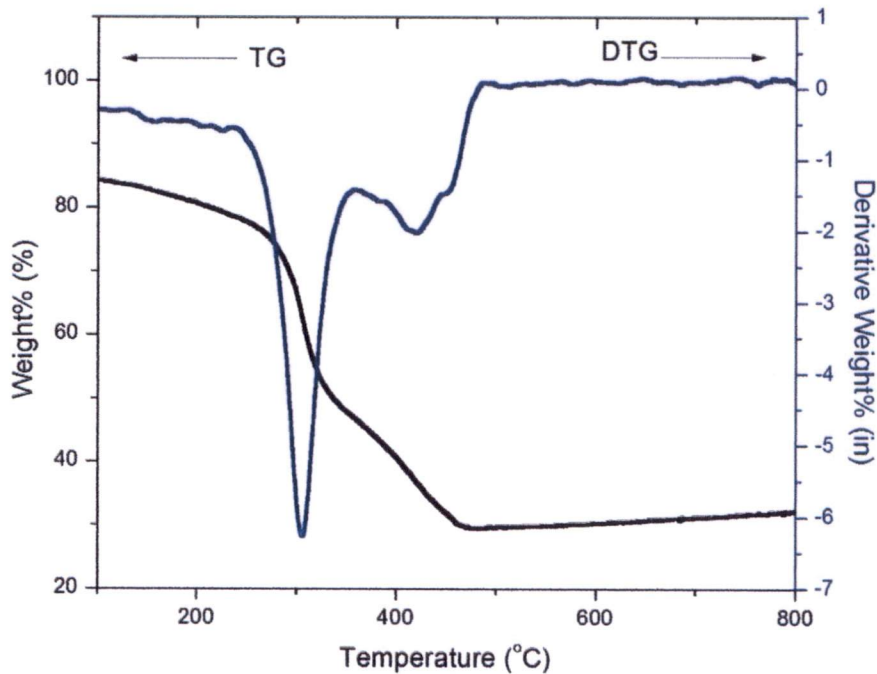
รูปที่ 3.11 เครื่องวัดค่าการสะท้อนของแสง

บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปราย

4.1 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของสารละลายโซล-เจล ของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ และแอมโมเนียมอะซิเตตโดยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)

4.1.1 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารละลายโซล-เจลของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์

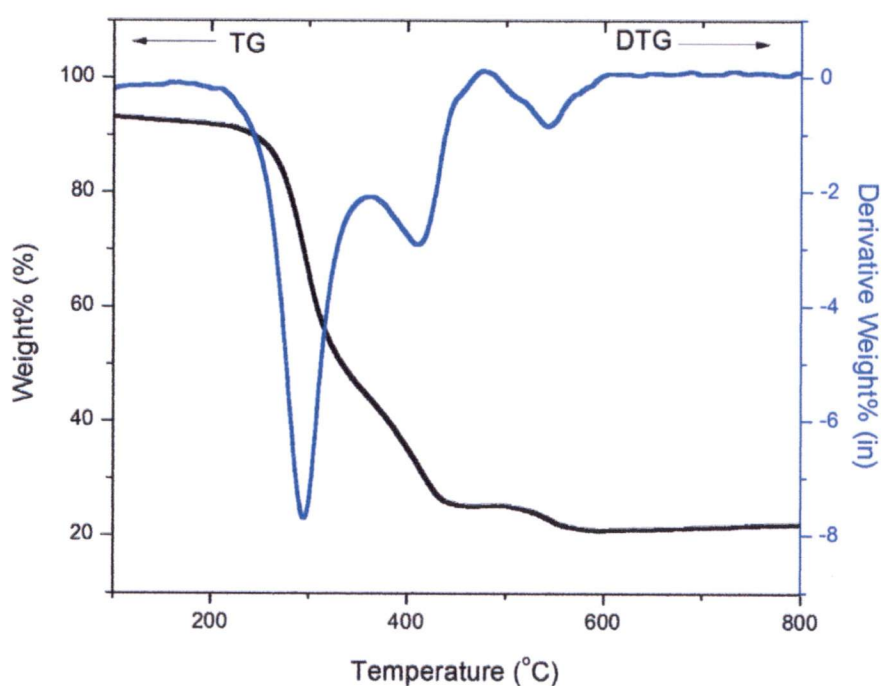


รูปที่ 4.1 กราฟการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารละลายโซล-เจลไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์โดยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)

ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของสารละลายโซล-เจลของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ โดยวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อน แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าเมื่อให้ความร้อนแก่สารละลายโซล-เจลตั้งต้น ในช่วงอุณหภูมิ ตั้งแต่ 100-800 °C พบว่าเกิดกระบวนการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตั้งต้นเป็น 2 ช่วงหลักโดยช่วงแรกที่อุณหภูมิประมาณ 280-320 °C สารตั้งต้นได้รับความร้อน และเกิดการดูดกลืนพลังงานความร้อน เพื่อใช้ในการสลายตัว ซึ่งที่อุณหภูมิในช่วงดังกล่าว เป็นการสลายตัวของพอลิไวเนลไพโรไรดอน โดยแสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร

ตั้งต้นลดลง ประมาณ 30% ในช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิประมาณ 350-470 °C พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตั้งต้นที่เหลือลดลงประมาณ 20% ซึ่งเป็นการสลายตัวโมเลกุลบางส่วนของพอลิเมอร์ที่เหลือ และสารประกอบของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์และตั้งแต่อุณหภูมิ 470 °C เป็นต้นไป สังเกตได้ว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเกิดขึ้น แสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิดังกล่าวเริ่มมีการฟอร์มตัวทางโครงสร้างเป็นผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ [14,20]

4.1.2 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารละลายโซล-เจลของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ และแอมโมเนียมอะซิเตต



รูปที่ 4.2 กราฟการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารละลายโซล-เจลไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ และแอมโมเนียมอะซิเตตโดยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)

ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของสารละลายโซล-เจล ของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ และแอมโมเนียมอะซิเตต ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) แสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่า เมื่อให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างในช่วงอุณหภูมิ ตั้งแต่ 100-800 °C จะเกิดกระบวนการเปลี่ยนแปลงของมวลของสารตั้งต้นเป็น 3 ช่วงหลักโดยช่วงแรกที่มีอุณหภูมิประมาณ 280-320 °C เมื่อสารตั้งต้นได้รับความร้อน จะเกิดการดูดกลืนพลังงานความร้อน เพื่อใช้ในการสลายตัว ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของสารตั้งต้นลดลงประมาณ 30% ซึ่งคาดว่าปริมาณน้ำหนักของสารตั้งต้นที่หายไป จะเป็นการสลายตัวของพอลิไวนิลไพโรโรโดน เนื่องจากพอลิไวนิลไพโรโรโดนมีจุดเดือดอยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 320 °C ในช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิ

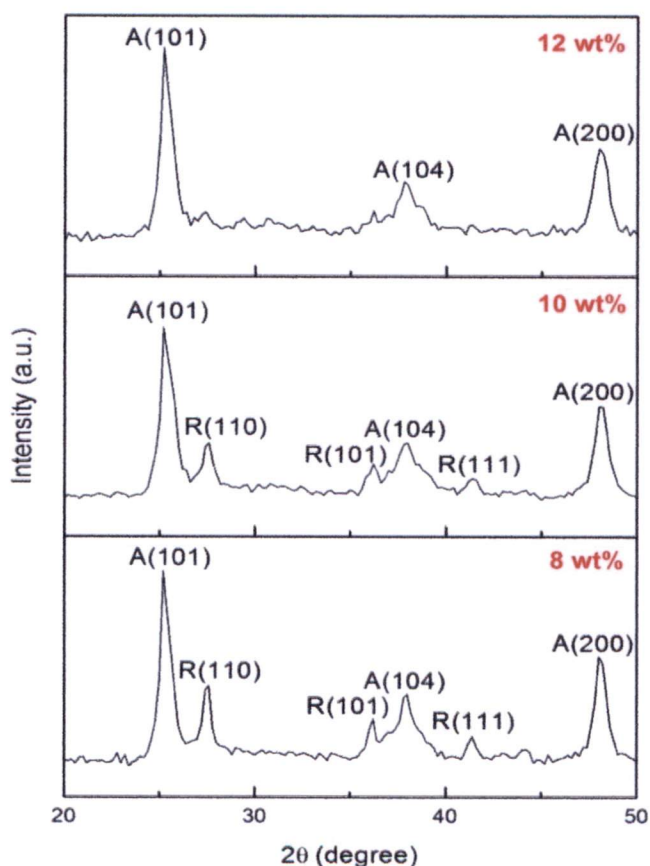
ประมาณ 350-480 °C มีการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของสารตั้งต้นที่เหลือลดลงประมาณ 20% ซึ่งเป็นการสลายตัวโมเลกุลบางส่วนของพอลิเมอร์ที่เหลือ และสารประกอบของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์และตั้งแต่อุณหภูมิ 480 °C สอดคล้องกับการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของสารละลายโซล-เจลของไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ดังรูปที่ 4.1 แต่เมื่อให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างจนถึงอุณหภูมิประมาณ 550-580 °C พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตั้งต้นลดลงประมาณ 5% เกิดจากปฏิกิริยาคายความร้อน ของปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบแอมโมเนีย กับออกซิเจน ทำให้สารประกอบของสารตั้งต้นที่ใช้เป็นแหล่งกำเนิดไนโตรเจนเกิดการสลายตัว ซึ่งในงานวิจัยได้ใช้แหล่งกำเนิดของธาตุไนโตรเจน เป็นสาร $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ เป็น โดย $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ เกิดจากสารประกอบของหมู่อะซิเตต ($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$) และแอมโมเนียมไอออน (NH_4^+) รวมตัวกัน ซึ่งจะสลายตัวหมดที่อุณหภูมิสูง ดังนั้นที่อุณหภูมิตั้งแต่ 580 °C จึงเป็นการก่อตัวทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยไม่มีส่วนประกอบของสารประกอบของสารตั้งต้นที่ใช้เป็นแหล่งกำเนิดไนโตรเจน แต่เป็นการก่อตัวทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ ในลักษณะที่มีการเจือของธาตุไนโตรเจน [23]

4.2 การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า

4.2.1 ผลการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของพอลิเมอร์

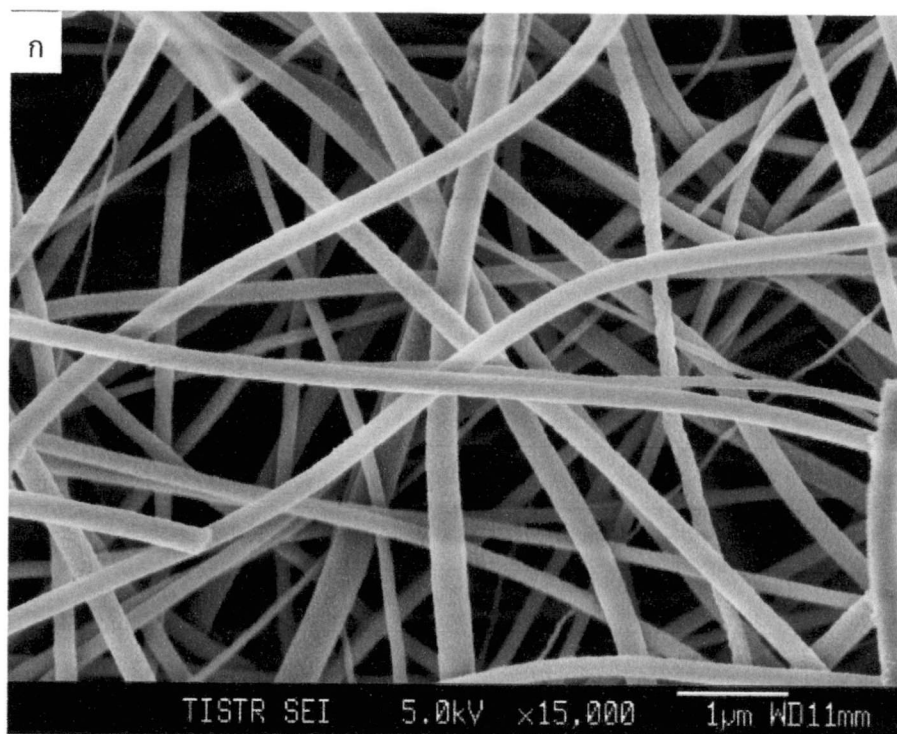
การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของพอลิเมอร์ ที่ 8%, 10% และ 12% และเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 4.3 แสดงให้เห็นโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 8% และ 10% พบระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 25.2^\circ$, 38.0° และ 48.0° ซึ่งสัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ที่มีลักษณะทางโครงสร้างแบบอนาเทส ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ (101), (104) และ (200) ตามลำดับ และพบมุมเลี้ยวเบน $2\theta = 27.6^\circ$, 36.2° และ 41.4° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่มีลักษณะทางโครงสร้างแบบรูไทล์ ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่(110), (101) และ (111) ตามลำดับ แต่สมบัติทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 12% จะพบระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 25.2^\circ$, 38.0° และ 48.0° ซึ่งสัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่มีลักษณะทางโครงสร้างแบบอนาเทส ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ (101), (104) และ (200) ตามลำดับ โดยไม่พบ

ระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่มีลักษณะทางโครงสร้างแบบรูไทล์ ของไทเทเนียมไดออกไซด์[14-15] จากการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์แสดงให้เห็นว่า การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ ส่งผลต่อการก่อตัวของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่รูปแบบของการเกิดผลึกในลักษณะโครงสร้างต่างๆ เนื่องจากปริมาณน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ถูกผสมอยู่ในเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ในขั้นตอนของกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า ส่งผลให้การก่อตัวทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ขณะที่ทำการเผา จะเริ่มก่อตัวขึ้น เมื่อพอลิเมอร์ และสารประกอบอื่นๆ สลายตัวจนหมด ดังนั้นในการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ปริมาณสูง จึงใช้เวลาในการสลายตัวนานกว่า และมีการเกิดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ช้ากว่า การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ในปริมาณต่ำ ซึ่งการก่อตัวในลักษณะโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์โครงสร้างที่ต่างกันจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ โดยเริ่มต้นรูปแบบลักษณะทางโครงสร้างแบบอนาเทสรูไทล์และบรูคไคต์ตามลำดับ เมื่ออุณหภูมิการเผาสูงขึ้น[14,22-23]

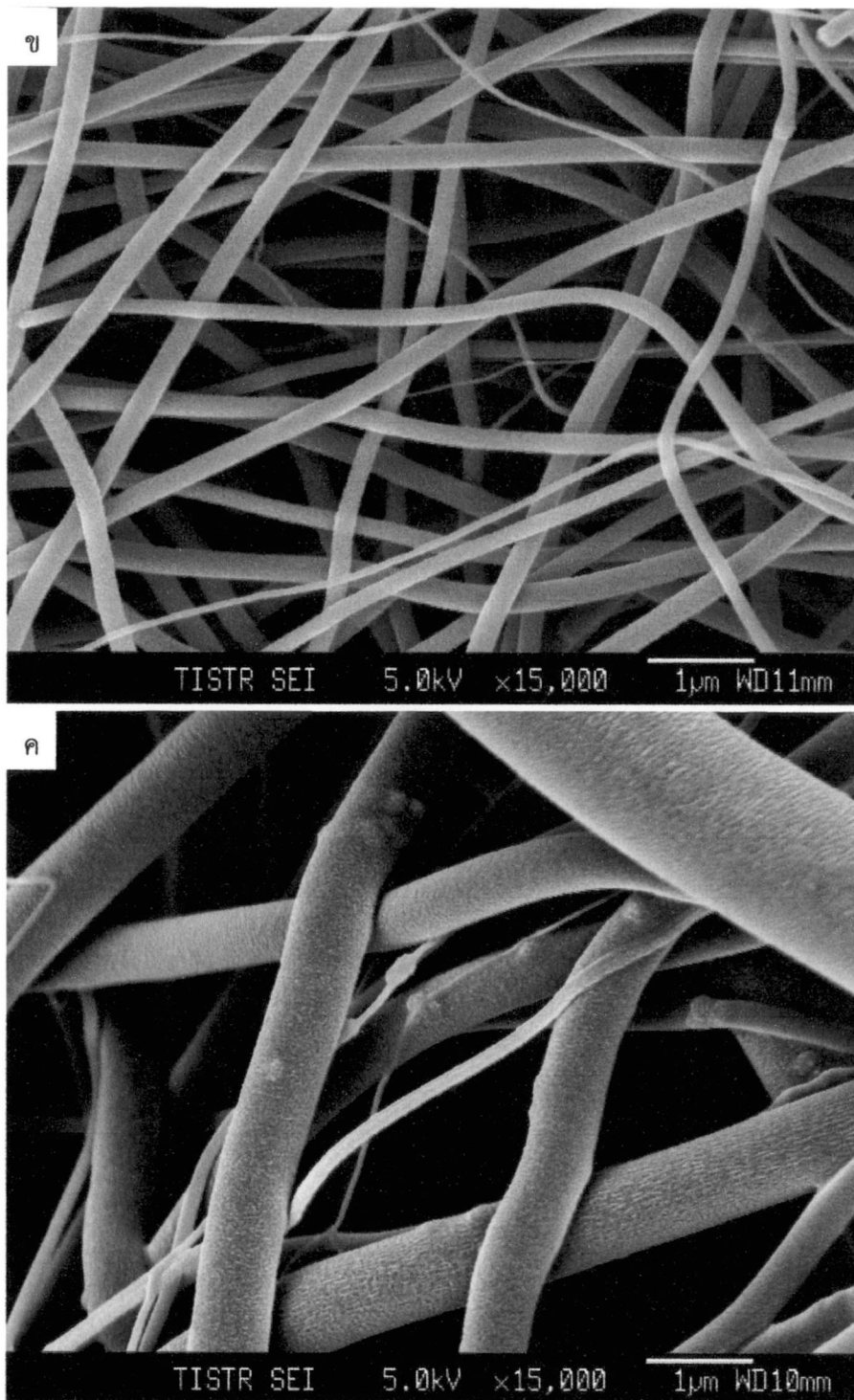


รูปที่ 4.3 กราฟการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 8%, 10% และ 12%

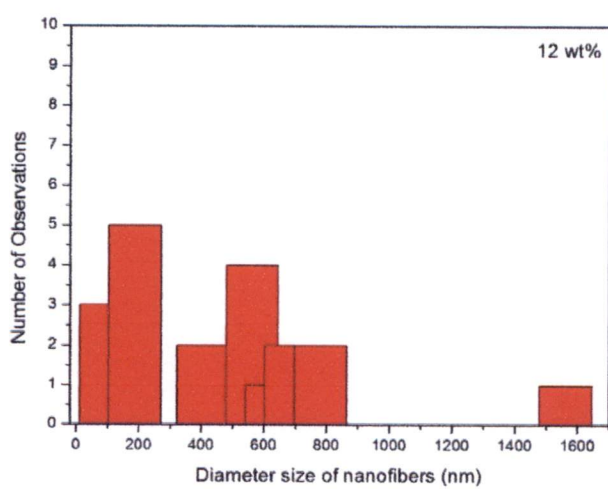
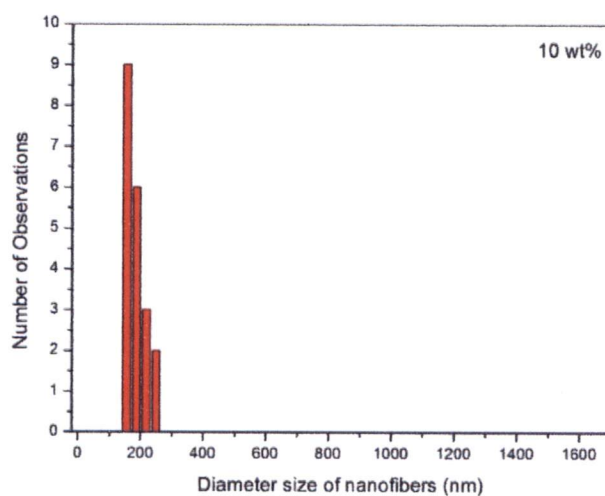
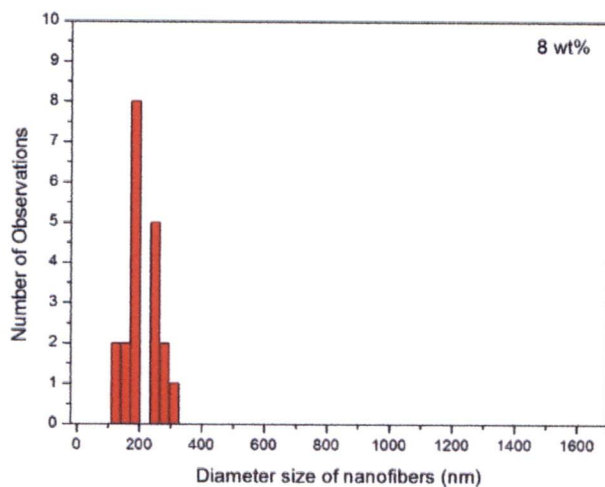
การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ของเส้นใยนาโนโทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 8%, 10% และ 12% แสดงดังรูปที่ 4.4 จากภาพเมื่อทำการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 8% และ 10% ลักษณะของเส้นใยนาโนโทเทเนียมไดออกไซด์จะมีความต่อเนื่องของเส้นใย แต่เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 12% ลักษณะของเส้นใยนาโนโทเทเนียมไดออกไซด์จะมีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอ และลักษณะเส้นใยไม่มีความต่อเนื่อง เมื่อทำการวัดค่าเฉลี่ยของขนาดเส้นใยนาโนโทเทเนียมไดออกไซด์จำนวน 20 เส้นใย และสร้างกราฟวิเคราะห์ขนาดของเส้นใยนาโนโทเทเนียมไดออกไซด์ ดังรูปที่ 4.5 พบว่าขนาดของเส้นใยนาโนโทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 8%, 10% และ 12% จะได้เส้นใยนาโนโทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดประมาณ 209 นาโนเมตร, 184 นาโนเมตร และ 470 นาโนเมตร ตามลำดับ เนื่องมาจากปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า ในขั้นตอนของการเตรียมสารละลาย โดยจะส่งผลต่อขนาด และความต่อเนื่องของเส้นใย ดังนั้นสารละลายพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ จะต้องมียกระดับความหนืดที่เหมาะสม สำหรับกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้าเพื่อให้ได้เส้นใยที่มีขนาดและความต่อเนื่องที่เหมาะสมสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งาน[10,14]



รูปที่ 4.4 ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยนาโนโทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ ที่ (ก) 8%, (ข) 10% และ (ค) 12%



รูปที่ 4.4(ต่อ) ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยโพลีเอทิลีนเทเรฟทาเลต ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ
 เลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ ที่ (ก) 8%, (ข) 10% และ (ค) 12%



รูปที่ 4.5 กราฟการวิเคราะห์ขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลง น้ำหนักพอลิเมอร์ ที่ 8%, 10% และ 12%

การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักพอลิเมอร์ที่ 8%, 10% และ 12% โดยวิธี BET Surface Area ดังแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าค่าปริมาตรความเป็นรูพรุนรวม (Total Pore Value) ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (Average Pore Diameter) และค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (BET) ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ จะมีค่าปริมาตรความเป็นรูพรุนรวม ขนาดรูพรุนเฉลี่ย และค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ ที่แตกต่างกัน ซึ่งสัมพันธ์กับภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด โดยจะเห็นได้ว่าที่เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 10 % มีขนาดของเส้นใยที่เล็กกว่าเงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 8% และ 12% เนื่องจากขั้นตอนของการเตรียมสารละลายตั้งต้น มีระดับความหนืดของปริมาณน้ำหนักของพอลิเมอร์ในการขึ้นรูปเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสม ทำให้ขั้นตอนของการเผา เพื่อสลายสารประกอบของสารตั้งต้น และเกิดการก่อตัวเป็นผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ มีการเกาะตัวของผลึกอย่างหนาแน่นในลักษณะที่เป็นเส้นใยนาโน ซึ่งจากผลการทดลองดังกล่าว จึงสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยวิธี BET Surface Area ที่มีค่าปริมาตรความเป็นรูพรุนรวม 0.0258 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ขนาดรูพรุนเฉลี่ย 2.1193 นาโนเมตร และค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ 48.792 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งค่าดังกล่าวเป็นค่าที่สูงที่สุด เมื่อเทียบกับการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 8% และ 12%

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์

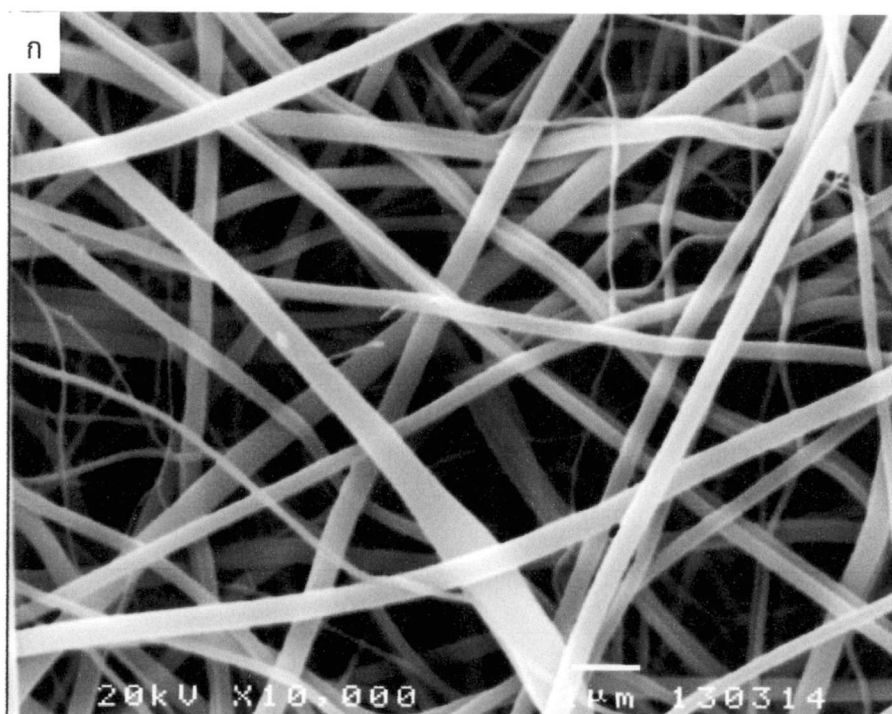
Value BET	Total Pore Value [cm ³ g ⁻¹]	Average Pore Diameter [nm]	as,BET m ² g ⁻¹
8 wt% of PVP	0.0218	2.1178	40.982
10 wt% of PVP	0.0258	2.1193	48.792
12 wt% of PVP	0.0245	2.1224	46.207

(วิเคราะห์ที่ ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ)

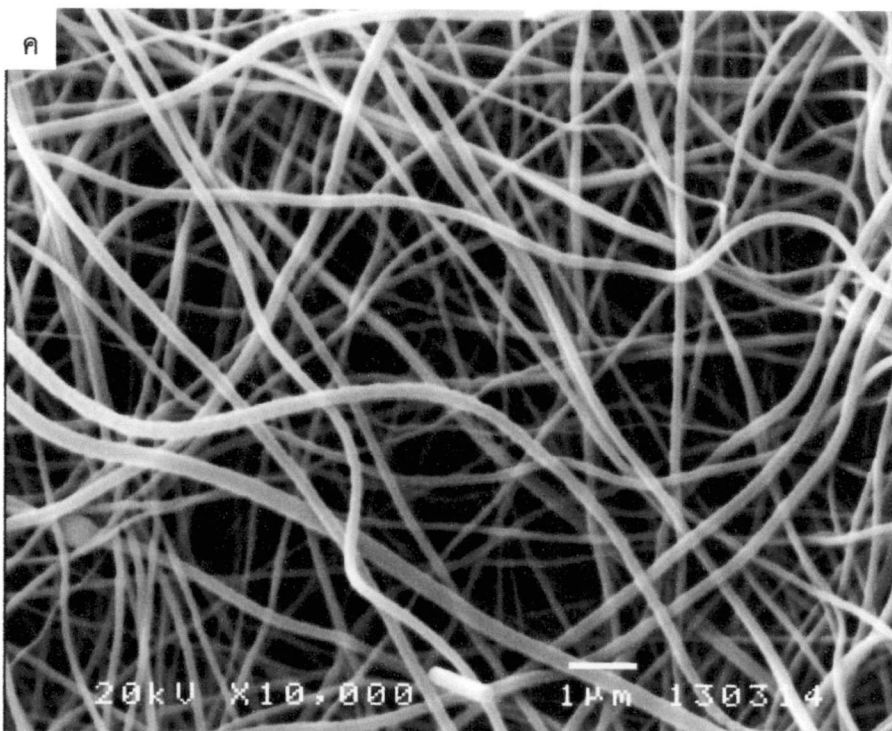
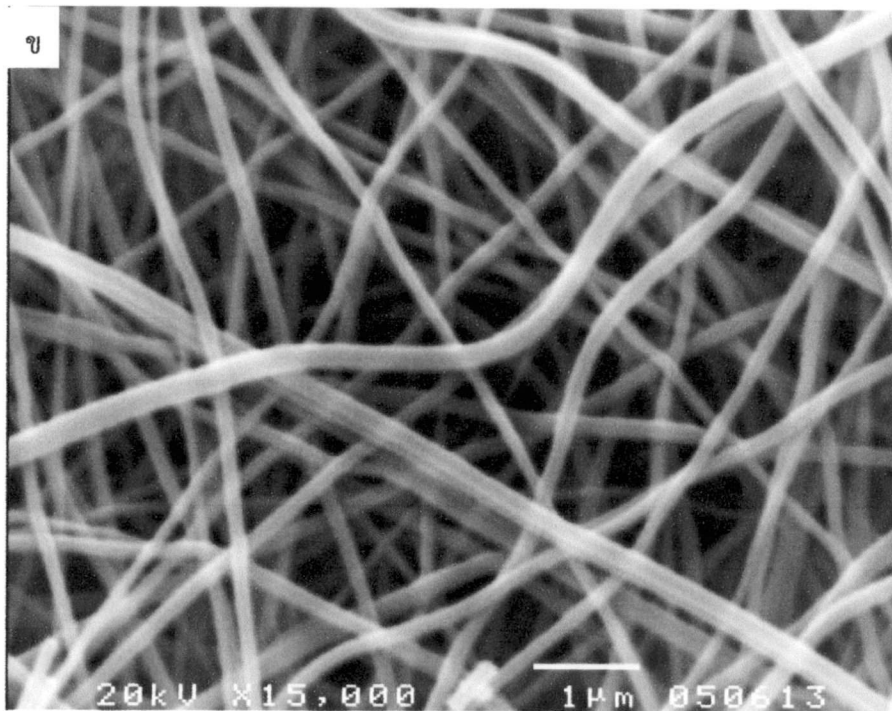
4.2.2 ผลการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8, 10 และ 12 กิโลโวลต์ ดังรูปที่ 4.6 จากภาพพบว่าขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8, 10 และ 12 กิโลโวลต์ และทำการวัดค่าเฉลี่ยขนาดของเส้น

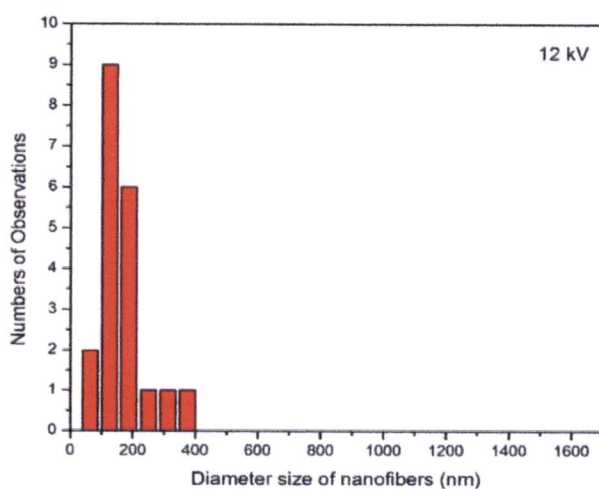
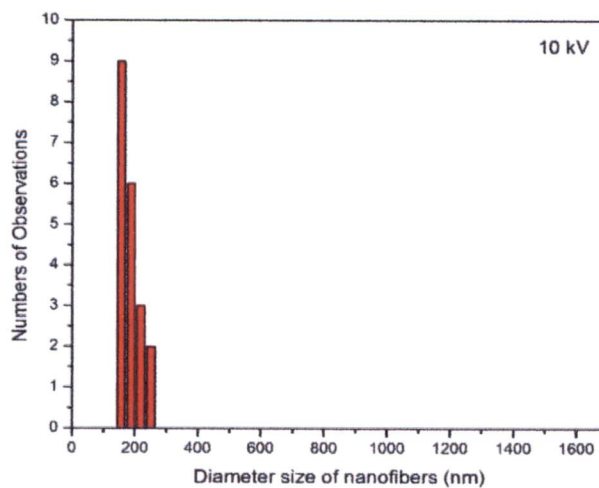
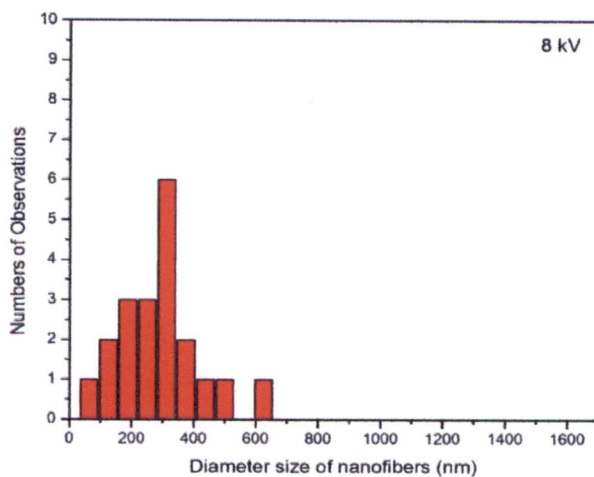
ใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ จำนวน 20 เส้นใย ดังแสดงในรูปที่ 4.7 จะทำให้ทราบขนาดเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8, 10 และ 12 กิโลโวลต์ โดยมีค่าเฉลี่ยประมาณ 290 นาโนเมตร, 184 นาโนเมตร และ 165 นาโนเมตร ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า การสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ส่งผลต่อลักษณะทางพื้นผิว และขนาดของเส้นใย โดยเมื่อทำการป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงเพิ่มขึ้น ให้กับเครื่องปั่นเส้นใยนาโนทางไฟฟ้า จะส่งผลให้ขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดที่เล็กลงหรือกล่าวได้ว่าการป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงให้กับกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้าจะมีค่าแปรผกผันกับขนาดของเส้นใยที่สังเคราะห์ได้ซึ่งในขั้นตอนของการป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ถือเป็นปัจจัยสำคัญผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการปั่นเส้นใยนาโนทางไฟฟ้า[12,14]



รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อน-กราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงที่ (ก) 8kV (ข) 10 kV และ (ค) 12 kV.



รูปที่ 4.6(ต่อ) ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยโพลีเอทิลีนไดออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ
 เลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงที่ (ก) 8 kV. (ข) 10 kV. และ (ค)
 12 kV.



รูปที่ 4.7 กราฟการวิเคราะห์ขนาดของเส้นใยนาโนโทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ (ก) 8 kV. (ข) 10 kV. และ (ค) 12 kV.

การวิเคราะห์การวัดความเป็นรูพรุนของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงค่าความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8, 10 และ 12 กิโลโวลต์ โดยวิธี BET Surface Area ดังตารางที่ 4.2 แสดงให้เห็นค่าปริมาตรความเป็นรูพรุนรวม (Total Pore Value) ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (Average Pore Diameter) และค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (BET) ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง โดยสังเกตได้ว่าภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงที่ 12 กิโลโวลต์ มีขนาดเส้นใยเล็กกว่าเงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงค่าความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8 และ 10 กิโลโวลต์ แต่ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงที่ 10 กิโลโวลต์มีค่ามากกว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของเงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8 และ 12 กิโลโวลต์ ซึ่งสอดคล้องกับภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่แสดงให้เห็นว่า ที่เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8 และ 12 กิโลโวลต์ มีขนาดเส้นใยเฉลี่ยที่มีขนาดไม่ต่อเนื่อง ซึ่งอาจจะเกิดจากการขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์มีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอ ส่งผลให้การเกาะรวมตัวกันของผลึก จนเป็นลักษณะเส้นใยมีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอกัน สามารถวิเคราะห์ได้จากกราฟการวิเคราะห์ขนาดของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8, 10 และ 12 กิโลโวลต์ ดังรูปที่ 4.7 ดังนั้นกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักรวมและค่าความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงที่เหมาะสม จะทำให้ได้ลักษณะของเส้นใยที่มีความต่อเนื่อง และพื้นที่ผิวจำเพาะ ที่เหมาะสมสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งานต่อไป [12]

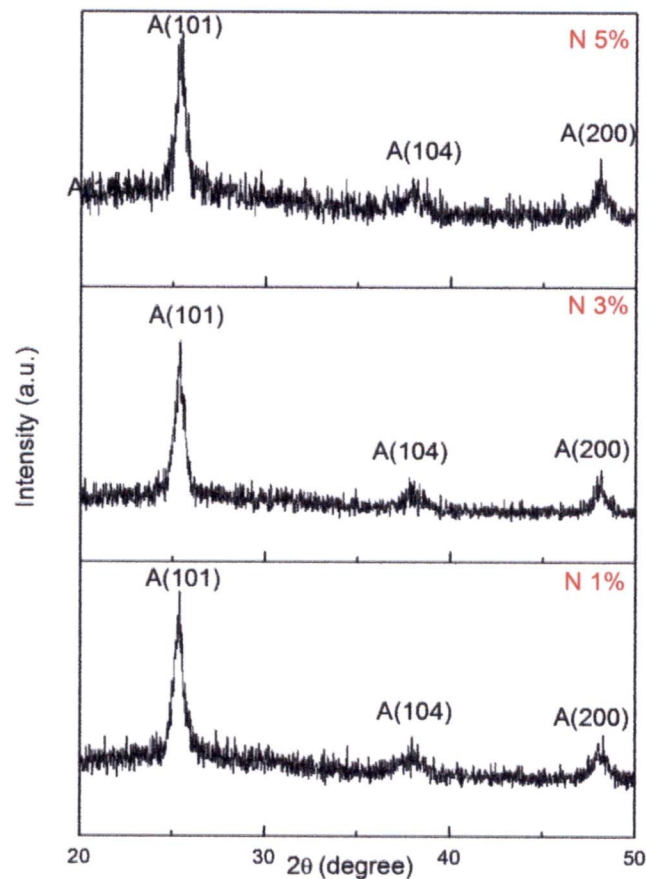
ตารางที่ 4.2 แสดงค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง

Value BET	Total Pore Value [cm ³ g ⁻¹]	Average Pore Diameter [nm]	as,BET m ² g ⁻¹
8 kV	0.160	9.037	70.9
10 kV	0.309	5.948	208.3
12 kV	0.172	7.414	92.69

(วิเคราะห์ที่ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง)

4.3 การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า

4.3.1 ผลการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก

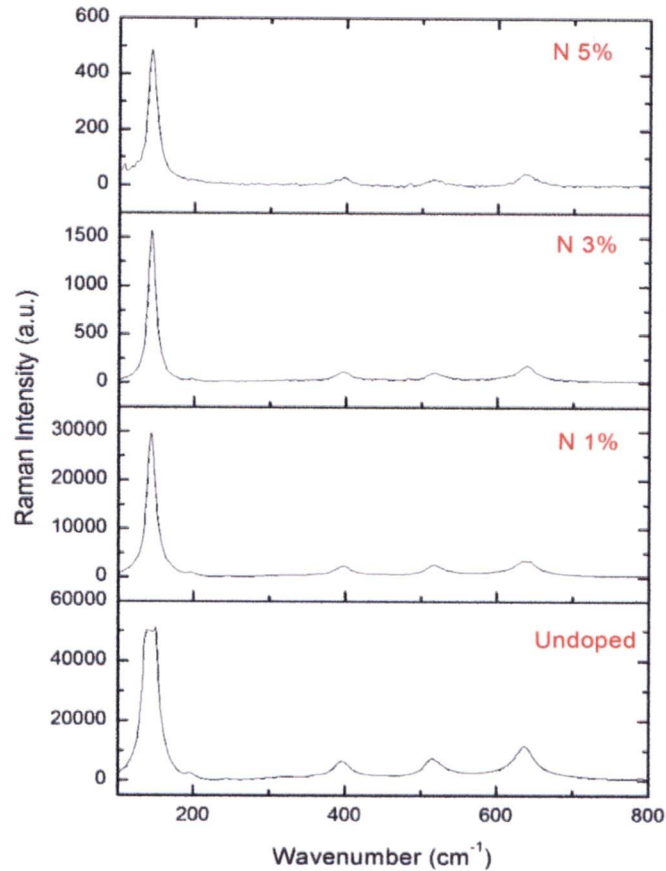


รูปที่ 4.8 กราฟการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก และเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 4.8 พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เกิดที่ตำแหน่ง $2\theta = 25.2^\circ$, 38.0° และ 48.0° ซึ่งสัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ทางโครงสร้างแบบอนาเทสของ

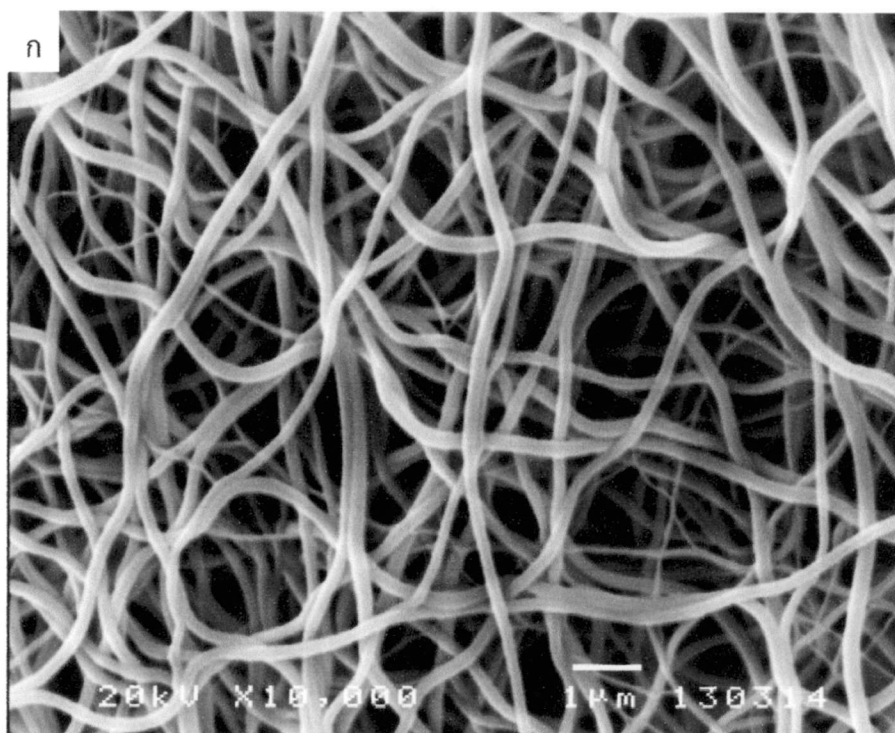
ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ (101), (104) และ (200) ตามลำดับ[14-15] ซึ่งจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารละลายโซล-เจลไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ และแอมโมเนียมอะซิเตตโดยเทคนิค Thermogravimetric Analysis ดังรูปที่ 4.2 แสดงให้เห็นว่าการเจือธาตุไนโตรเจน ในสารประกอบของไทเทเนียมไดออกไซด์ ส่งผลต่ออุณหภูมิการเผา ในการก่อตัวทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ตั้งแต่ 500°C เป็นต้นไป ดังนั้นเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ทำการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1%, 3% และ 5% จึงมีการก่อตัวทางโครงสร้างได้ที่อุณหภูมิที่สูงกว่าเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ทำการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 0% เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลวิเคราะห์ในรูปที่ 4.3 และจากกราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน สังเกตได้ว่าธาตุไนโตรเจนที่ทำการเจือลงไป ไม่ส่งผลกระทบต่อโครงสร้างในการก่อตัวเป็นผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์[14,23]

รูปที่ 4.9 แสดงถึงการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปีของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยรามานสเปกตรัมจะทำการวัดช่วงระหว่างเลขคลื่นที่ 100-800 cm^{-1} จะพบค่าความเข้มของการกระเจิงแบบรามาน ที่ความถี่ต่างๆ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยจากกราฟพหุสเปกตรัมทางโครงสร้างแบบบอานาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์จะอยู่ที่โหมด 143 cm^{-1} (E_g), 190 cm^{-1} (E_g), 400 cm^{-1} (B_{1g}), 517 cm^{-1} (A_{1g}) และ 636 cm^{-1} (E_g) โดยสเปกตรัมโหมดที่ 143 cm^{-1} (E_g) แสดงถึงการสั่นแบบงอของโมเลกุลระหว่าง O-Ti-O และสเปกตรัมโหมดที่ 636 cm^{-1} (E_g)แสดงถึงการสั่นระหว่าง 2 โมเลกุล คือ Ti-O แต่ในการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยรามานสเปกโตรสโกปีนี้ไม่แสดงการสั่นของพันธะระหว่าง O-Ti-N ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนในปริมาณที่สูงขึ้น ซึ่งแสดงว่าการเจือธาตุไนโตรเจน ไม่ส่งผลกระทบต่อโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์[4,24,29] แต่สังเกตได้ว่าเมื่อมีการเจือธาตุไนโตรเจน ในปริมาณที่สูงขึ้นจาก 1%, 3% และ 5% ความเข้มของการกระเจิงแบบรามาน มีแนวโน้มที่ลดต่ำลงเมื่อเทียบกับกราฟรามานสเปกโตรสโกปี ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ไม่ได้เจือธาตุไนโตรเจนอาจเป็นเพราะเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเจือธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณสูง จะส่งผลต่อการเกิดของพันธะ O-Ti-N ซึ่งทำให้สเปกตรัมทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่าลดลง และอาจเปลี่ยนแปลงไป

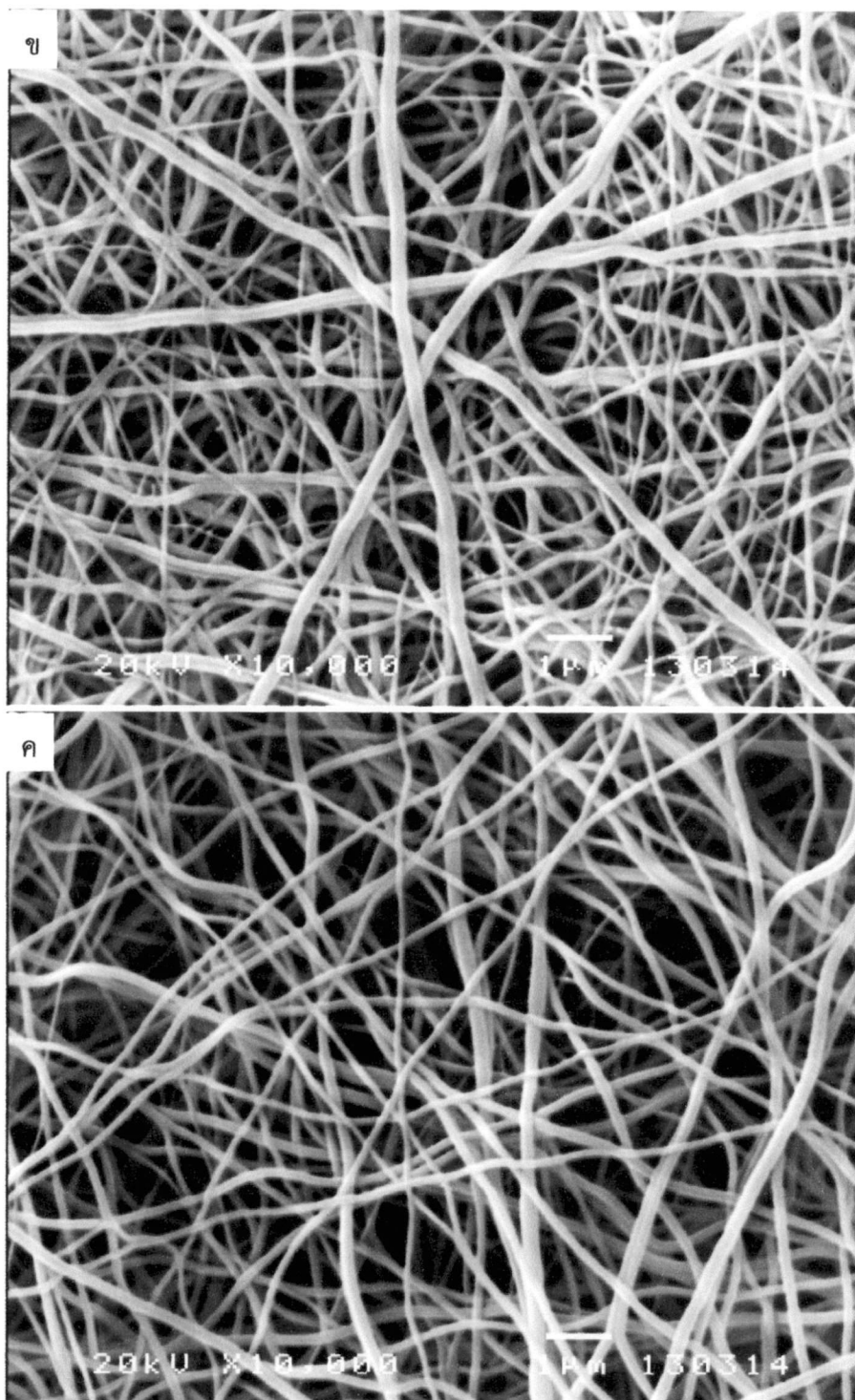


รูปที่ 4.9 กราฟวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโกปี ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก

การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนักแสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่า ลักษณะของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ทำการสังเคราะห์ขึ้นมาโดยการเพิ่มปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ลงไปในขั้นตอนของการเตรียมสารละลาย และในกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า ไม่ส่งผลต่อลักษณะการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางพื้นผิวของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนเมื่อเทียบกับลักษณะทางพื้นผิวของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของพอลิเมอร์ และความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงโดยสมบัติทางพื้นผิวที่ทำการถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ลักษณะสารที่สังเคราะห์ได้ ยังคงมีลักษณะเป็นเส้นใยเช่นเดิม

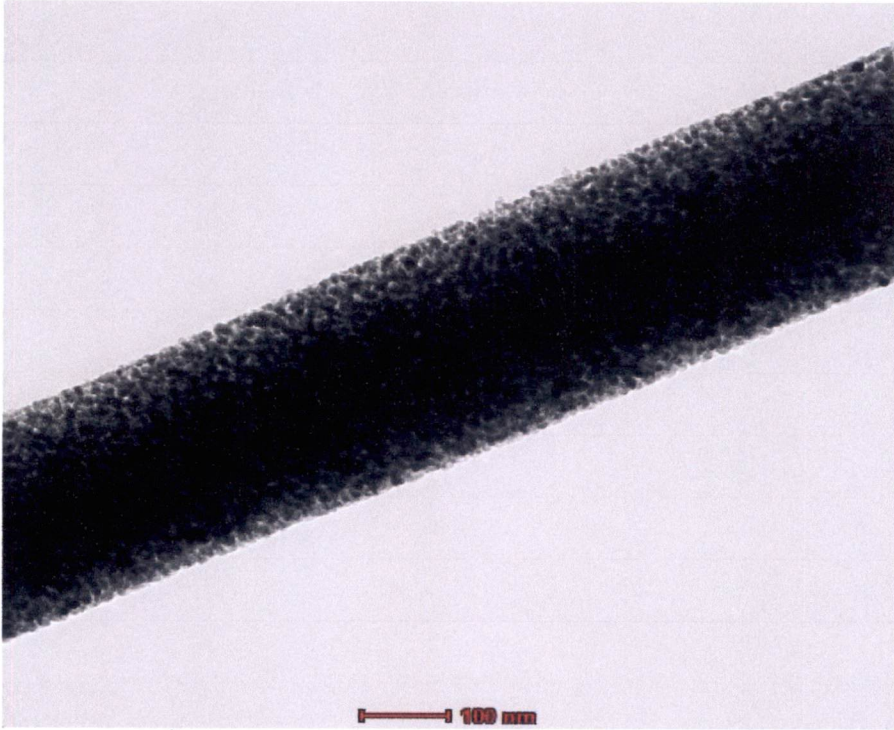


รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ (ก) 1% (ข) 3% และ (ค) 5% โดยน้ำหนัก

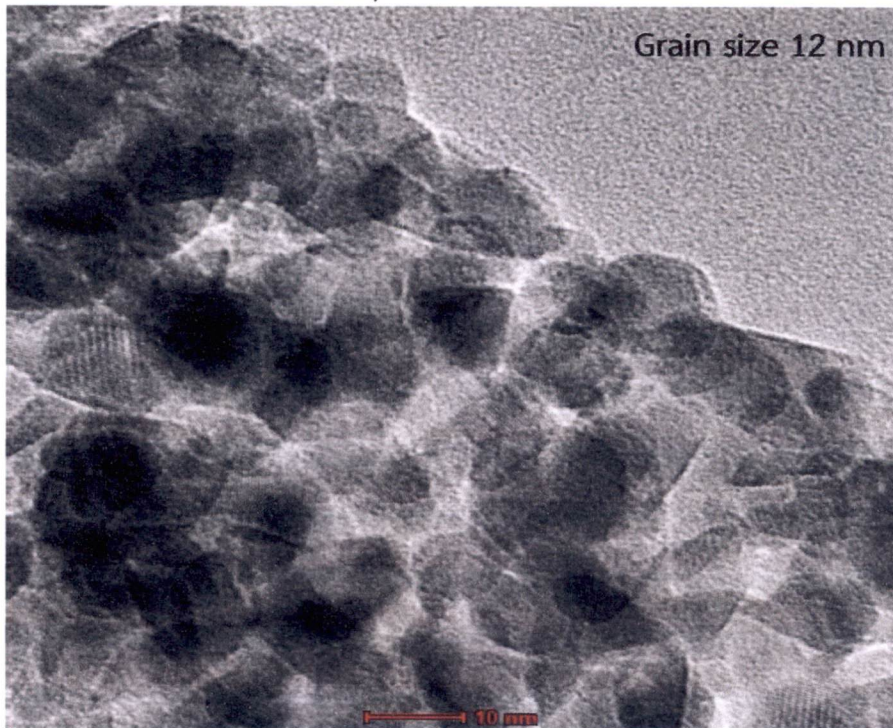


รูปที่ 4.10(ต่อ) ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยโทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยชาตุนาโนโตรเจนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือชาตุนาโนโตรเจนที่ (ก) 1% (ข) 3% และ (ค) 5% โดยน้ำหนัก

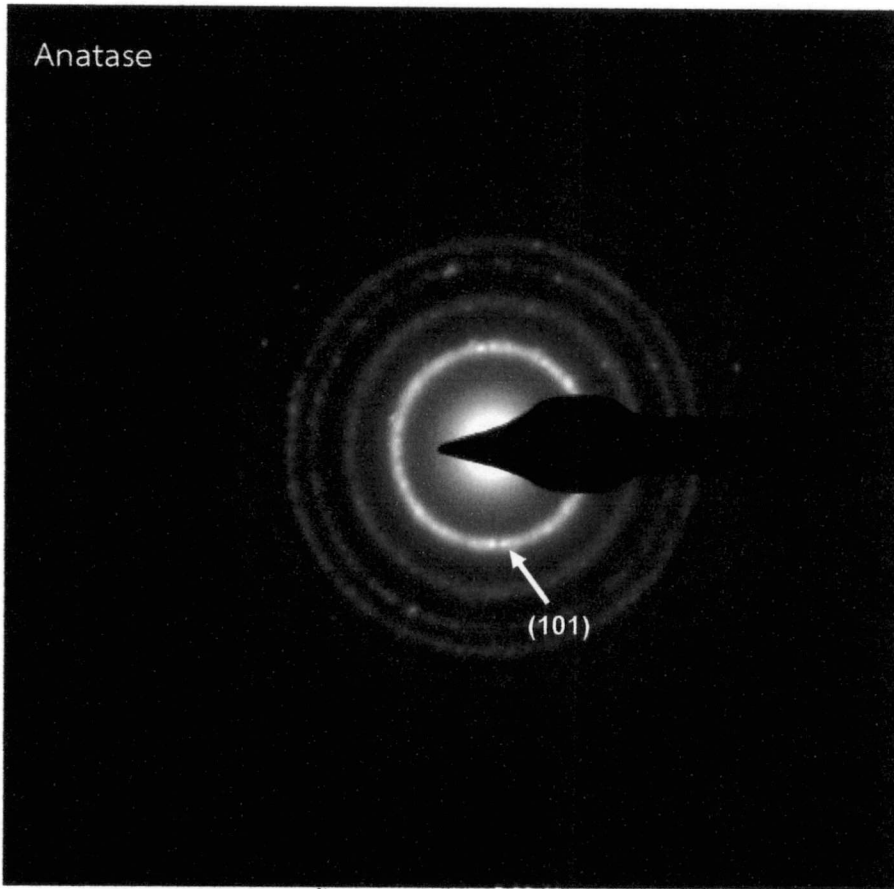
การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 5% โดยน้ำหนักแสดงดังรูปที่ 4.11 เป็นภาพถ่ายกำลังขยายต่ำของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน ซึ่งหลังจากทำการเผาเพื่อให้ได้สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ โดยการสลายตัวของสารประกอบพอลิเมอร์ที่ใช้ในการขึ้นรูปแบบของไทเทเนียมไดออกไซด์ให้มีลักษณะเป็นเส้นใย โดยวิธีกระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า แสดงให้เห็นผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ มีลักษณะเกาะรวมกันเป็นลักษณะของเส้นใย และมีการจัดเรียงตัวกันอย่างสม่ำเสมอซึ่งจากภาพดังกล่าวนี้ สอดคล้องกับการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนทำการวิเคราะห์จากพื้นที่บริเวณช่องว่างของผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกาะรวมตัวกันเป็นเส้นใย ซึ่งเมื่อวิเคราะห์ภาพถ่ายกำลังขยายสูงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 5% โดยน้ำหนัก ดังรูปที่ 4.12 แสดงให้เห็นผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 12 นาโนเมตร และจากการวิเคราะห์ภาพถ่ายแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 5% โดยน้ำหนัก ในรูปที่ 4.13 แสดงลักษณะโครงสร้างรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน ซึ่งมีระนาบการเลี้ยวเบน (101) มีลักษณะผลึกเป็นแบบอนาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เด่นชัดและระนาบอื่น ๆ ประกอบอยู่ด้วย[14] ซึ่งจากผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 5% โดยน้ำหนัก สอดคล้องกับลักษณะผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือธาตุไนโตรเจน 5% โดยน้ำหนัก ที่แสดงถึงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ทางโครงสร้างแบบอนาเทส ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน แสดงให้เห็นว่า ผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ได้มีการเรียงตัวกันอย่างหนาแน่น ในลักษณะแบบโพลีคริสตัลไลน์ (Polycrystalline) ทำให้เพิ่มลักษณะของการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสในการตอบสนองต่อแสง เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการนำเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ไปประยุกต์ใช้งานได้มากยิ่งขึ้น[12,23]



รูปที่ 4.11 ภาพถ่ายทางพื้นผิวกำลังขยายต่ำด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 5% โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.12 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของเส้นใยนาโน-ไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 5% โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน 5% โดยน้ำหนัก

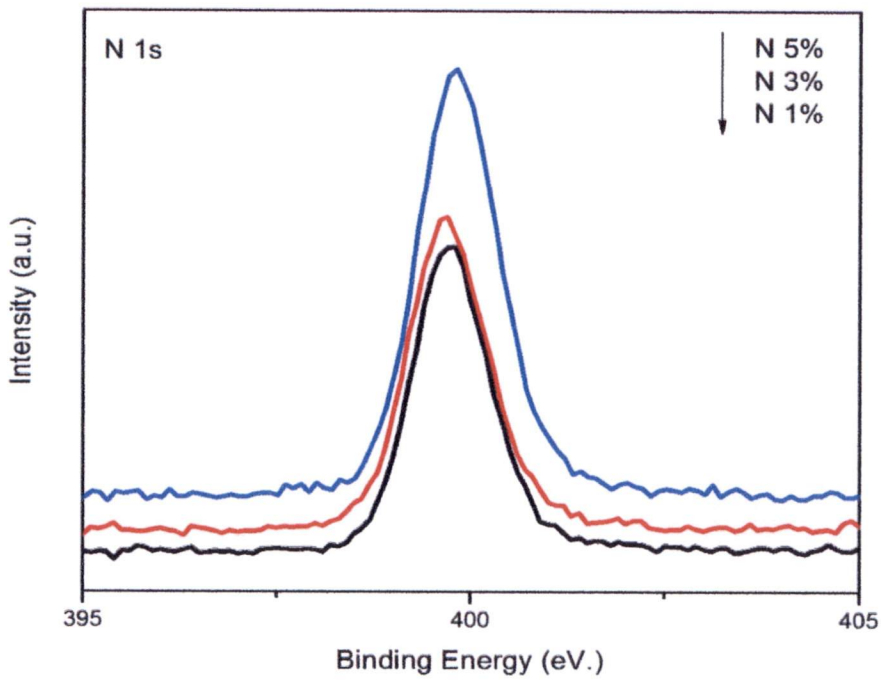
การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุด้วยเครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5% ดังรูปที่ 4.14 กราฟแสดงค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของธาตุไนโตรเจน ที่ประมาณ 399 อิเล็กตรอนโวลต์ที่ระดับชั้นพลังงาน $N\ 1s$ แสดงให้เห็นว่า กราฟการวิเคราะห์ค่าพลังงานการยึดเหนี่ยวของธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนต่างๆ แสดงค่าพลังงานยึดเหนี่ยวที่ตำแหน่งเดียวกัน แต่แสดงความหนาแน่นของอิเล็กตรอนที่แตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับปริมาณของการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1%, 3% และ 5% ตามลำดับ ซึ่งปริมาณความหนาแน่นของอิเล็กตรอนที่แตกต่างกันนี้ บ่งบอกถึงการมีอยู่ของไอออนของธาตุไนโตรเจนรวมเป็นโครงสร้างพันธะของ $O-Ti-N$ [4,23-27] รูปที่ 4.15 แสดงกราฟการวิเคราะห์แสดงค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของธาตุไทเทเนียม ซึ่งพบทั้งหมดจำนวน 2 พีค โดยพีคแรกที่มีประมาณ 458 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็นค่าพลังงานที่ระดับชั้น $Ti\ 2p^{3/2}$ และพีคที่สอง ที่มีประมาณ 464 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็นค่าพลังงานที่ระดับชั้น $Ti\ 2p^{1/2}$ และในรูปที่

4.16 แสดงค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของธาตุออกซิเจน ที่ประมาณ 531 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็นค่าพลังงานที่ระดับชั้น $O\ 1s$ ซึ่งจากกราฟการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุ ด้วยเครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 1% และ 3% แสดงค่าความหนาแน่นของอิเล็กตรอนของธาตุไทเทเนียม และธาตุออกซิเจน ที่เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนสูงขึ้น และที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 5% แสดงค่าความหนาแน่นของอิเล็กตรอนของธาตุไทเทเนียม และธาตุออกซิเจนที่ลดลงอย่างเห็นได้ชัด เมื่อเปรียบเทียบกับเงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 1% และ 3% ซึ่ง *V.J.Babu* และคณะวิจัยได้ศึกษาการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุ ด้วยเครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน พบว่าค่าพลังงานที่ระดับชั้น $Ti\ 2p^{3/2}$ เมื่อทำการเจือธาตุไนโตรเจน จะค่าลดลง เมื่อเปรียบเทียบกับค่าพลังงานที่ระดับชั้น $Ti\ 2p^{3/2}$ ขณะที่ยังไม่มี การเจือธาตุไนโตรเจน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าความหนาแน่นของอิเล็กตรอนของธาตุไทเทเนียม ที่ระดับชั้นพลังงาน $Ti\ 2p^{3/2}$ มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องมาจากอิเล็กตรอนของธาตุไนโตรเจน มีการเคลื่อนที่ไปอยู่ที่ธาตุของไทเทเนียม เพราะธาตุไทเทเนียมมีค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตี (Electronegativity) ต่ำกว่าธาตุออกซิเจน ดังนั้นจึงทำให้ธาตุไทเทเนียมมีความหนาแน่นของอิเล็กตรอนเพิ่มมากขึ้น ซึ่งอาจนำไปสู่การเปลี่ยนโครงสร้างทางพันธะโดยการเกิดออกซิเดชันจาก $Ti-O-N$ เป็น $Ti-N$ [25] ในผลการวิเคราะห์สมบัติความหนาแน่นที่ลดลงของอิเล็กตรอนของธาตุไทเทเนียม และธาตุออกซิเจน ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 5% ในเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ มีโอกาสเป็นไปได้ว่าโครงสร้างทางพันธะของ $Ti-O-N$ เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งสามารถวิเคราะห์ตรวจสอบค่าแถบพลังงานได้จากการวิเคราะห์ Diffuse Reflectance Spectroscopy

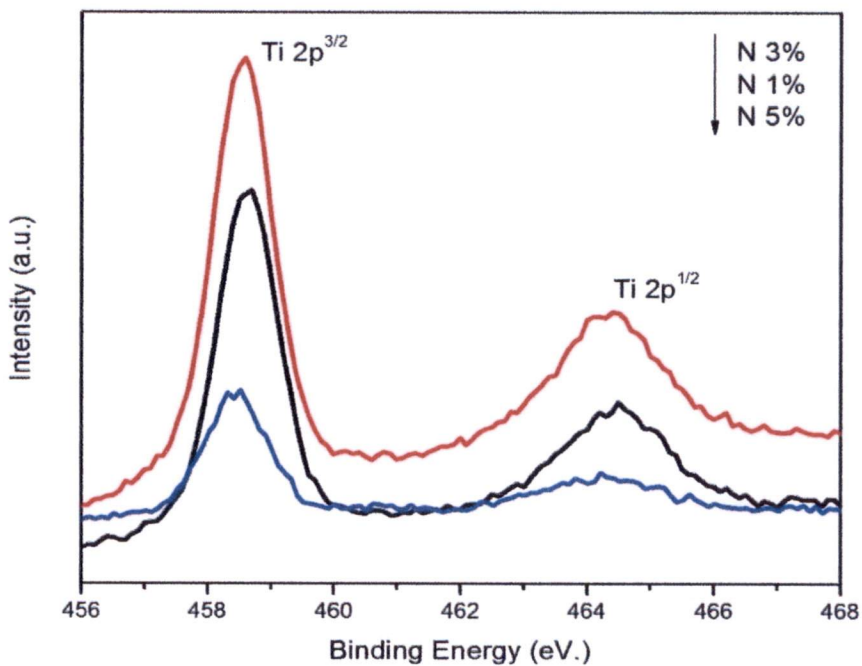
จากรูปที่ 4.19 จากกราฟการวิเคราะห์ Diffuse Reflectance Spectroscopy ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 0%, 1%, 3% และ 5% พบว่าค่าการสะท้อนแบบ Diffuse Reflectance ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% แสดงค่าเปอร์เซ็นต์การสะท้อนแบบ Diffuse Reflectance เทียบกับค่าความยาวคลื่นในช่วง 300-700 นาโนเมตรโดยค่าเปอร์เซ็นต์การสะท้อนแบบ Diffused Reflectance มีแนวโน้มที่สูงขึ้น ที่ค่าความยาวคลื่นที่มากขึ้น เมื่อมีปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนเป็น 0%, 1%, 3% ตามลำดับ และที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 5% กราฟการวิเคราะห์ค่าเปอร์เซ็นต์การสะท้อนแบบ Diffused Reflectance เทียบกับค่าความยาวคลื่น แสดงค่าเปอร์เซ็นต์การสะท้อนแบบ Diffused Reflectance ที่มีแนวโน้มลดลง และค่าความยาวคลื่นที่ลดลง ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุด้วยเครื่องสเปกโตรสโกปีของ

อนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5% เนื่องจากผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางพันธะ ของการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 5% มีค่าความหนาแน่นของอิเล็กทรอนิกส์ ของค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ ธาตุออกซิเจน และธาตุไทเทเนียม ที่ลดลง ซึ่งอาจจะส่งผลทำให้โครงสร้างทางพันธะของ Ti-O-N เปลี่ยนแปลงไป

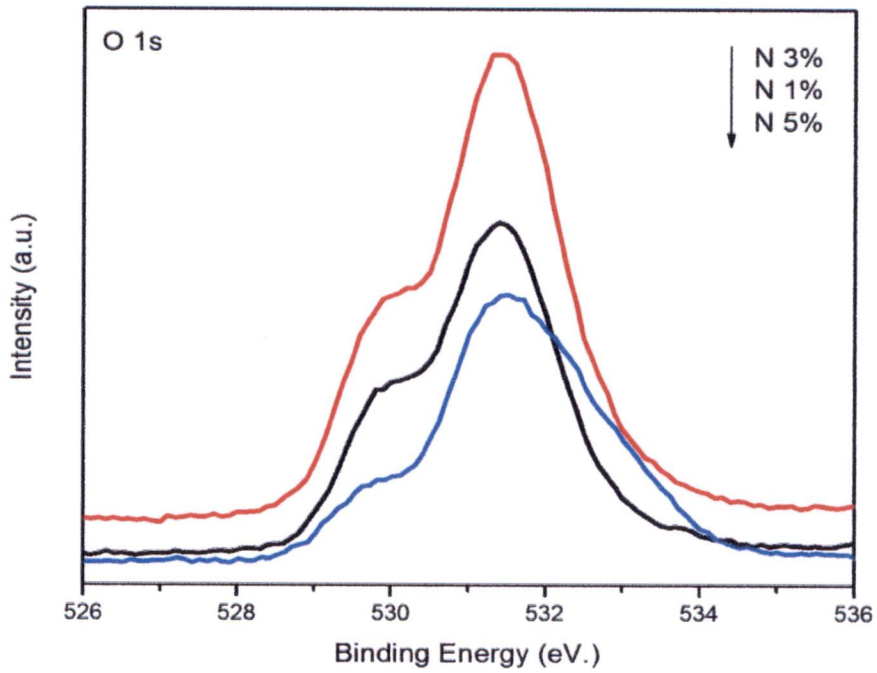
และจากการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์การสะท้อนแบบDiffused Reflectance เพื่อหากระบวนการสะท้อนของสารตัวอย่าง โดยสมการของ Kubelka และ Munk [23,31] และเขียนกราฟการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.18 พบว่า เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% จะแสดงค่าแถบพลังงานแสง ที่ 3.53 eV, 3.48 eV, 3.4 eV และ 3.5 eV. ตามลำดับ และในรูปที่ 4.19 แสดงกราฟการวิเคราะห์ค่าแถบพลังงาน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1%, 3% และ 5% พบว่าเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 3%แสดงค่าแถบพลังงานต่ำที่สุด ซึ่งรูปที่ 4.20 แสดงแบบจำลองค่าแถบพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือธาตุไนโตรเจน และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน ที่แสดงให้เห็นว่าการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนในไทเทเนียมไดออกไซด์ สามารถลดแถบพลังงานในการรวมกันของคู่อิเล็กตรอน-โฮล เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงจากค่าพลังงานดังกล่าวจึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในช่วงความยาวคลื่นที่เพิ่มขึ้น ซึ่งสามารถคำนวณได้จากการหาพลังงานกระตุ้น ดังสมการที่ 2.1 ในบทที่ 2[31-32] แต่สังเกตได้ว่าเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 5% จะแสดงค่าแถบพลังงานที่ลดลง เนื่องจากการเจือธาตุไนโตรเจนในปริมาณที่สูงเกินไป จะส่งผลให้เกิด Oxygen Vacancies[25] และจะทำให้ลักษณะทางโครงสร้างทางพันธะของ Ti-O-N เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุ ด้วยเครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ดังนั้นจากการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์การสะท้อนแบบ Diffused Reflectance จึงสามารถระบุได้ว่าการเจือธาตุไนโตรเจน ในเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ในปริมาณที่เหมาะสมสามารถเพิ่มประสิทธิภาพของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ได้



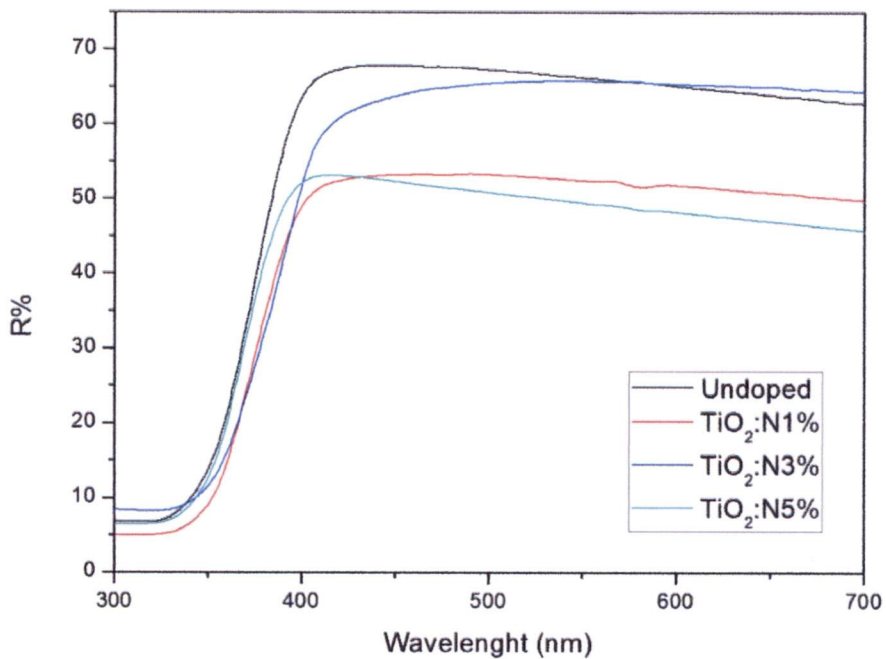
รูปที่ 4.14 กราฟการวิเคราะห์สเปกตรัม XPS ของธาตุไนโตรเจน ในระดับชั้นของ N 1s เมื่อทำการเจือในเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เป็นปริมาณ 1%, 3% และ 5%



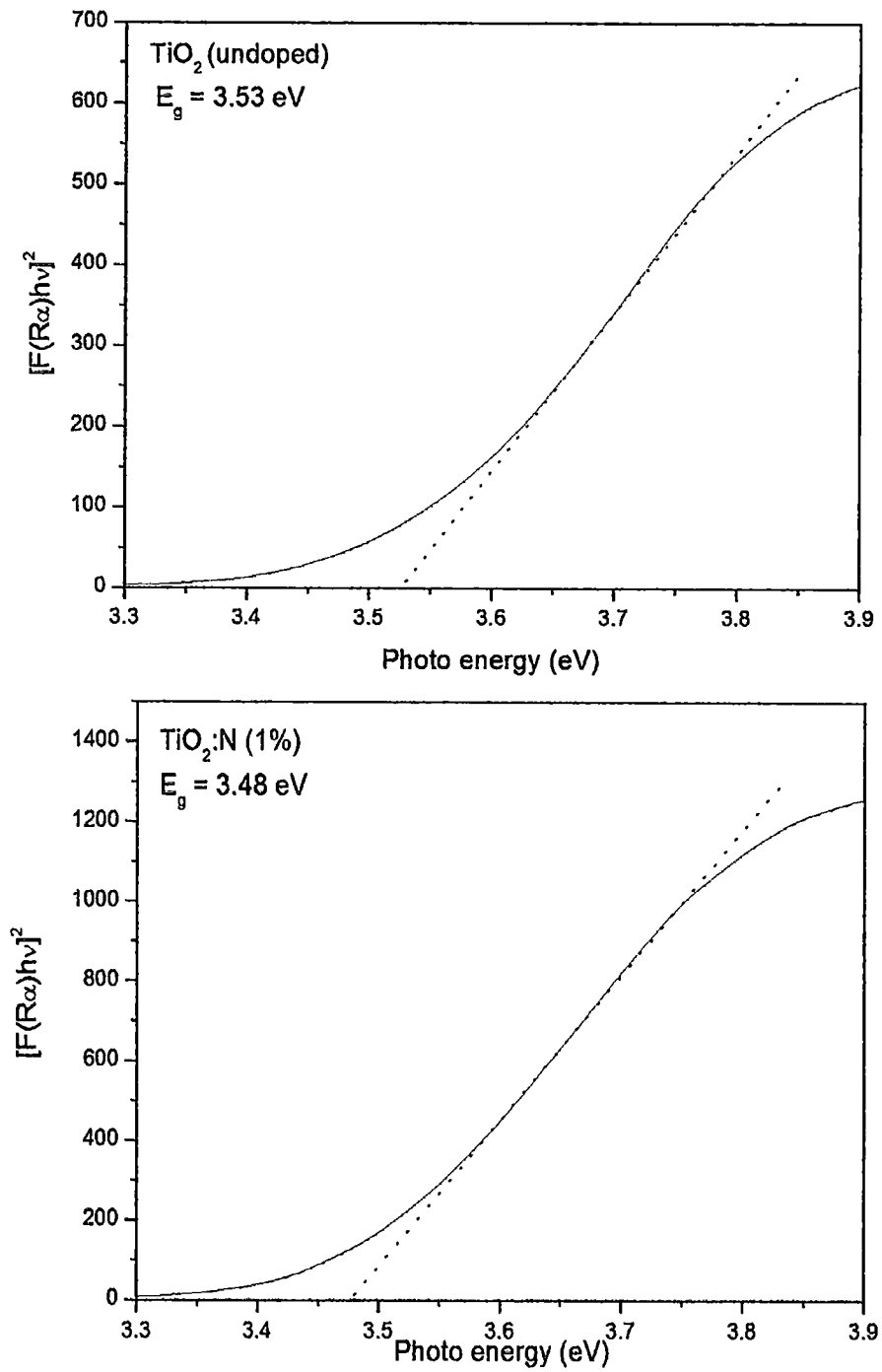
รูปที่ 4.15 กราฟการวิเคราะห์สเปกตรัม XPS ของธาตุไทเทเนียม ในระดับชั้นของ Ti 2p ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5%



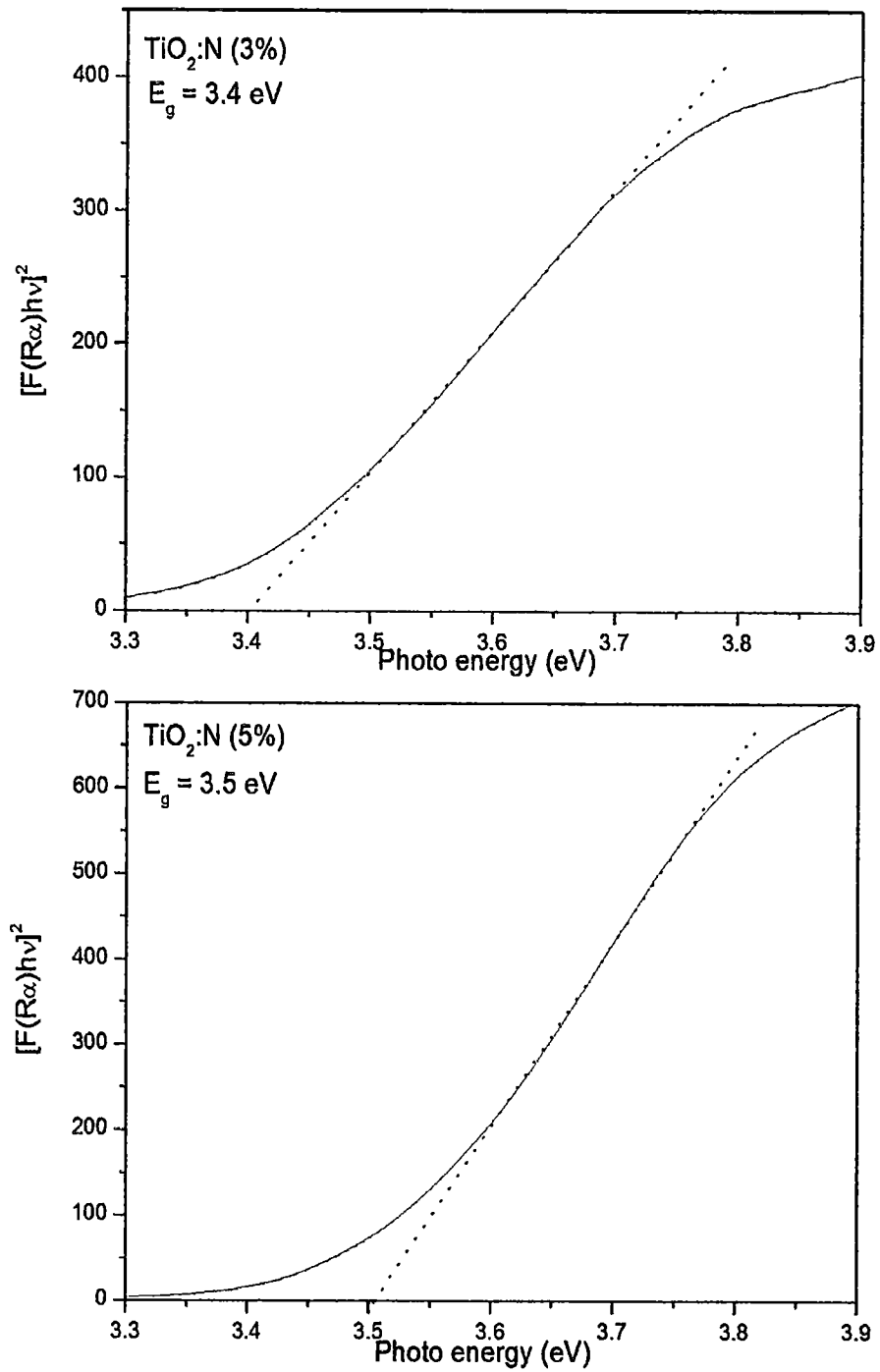
รูปที่ 4.16 กราฟการวิเคราะห์สเปกตรัม XPS ของธาตุออกซิเจน ในระดับชั้น O 1s ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5%



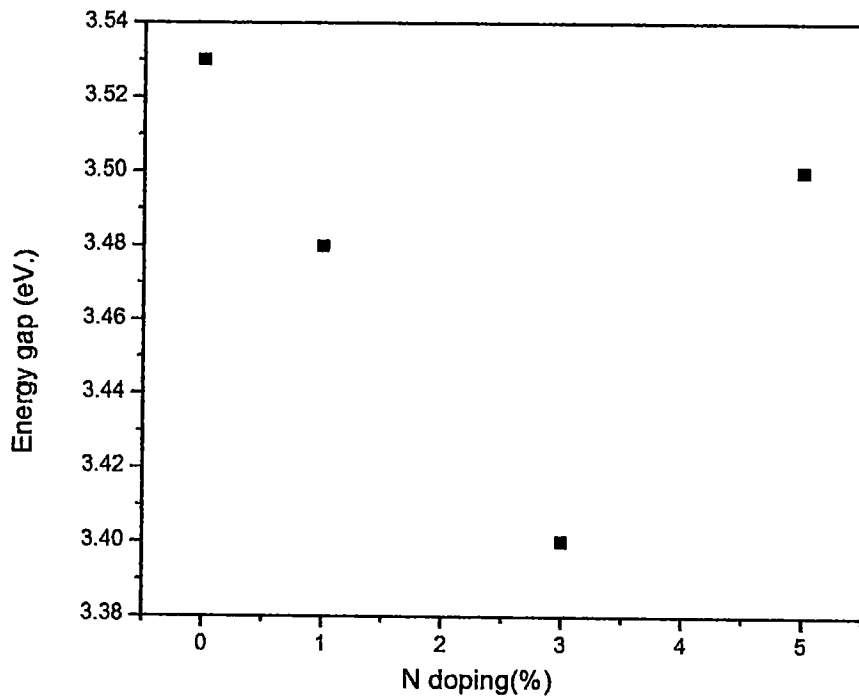
รูปที่ 4.17 กราฟการวิเคราะห์ Diffused Reflectance Spectroscopy ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1%, 3% และ 5%



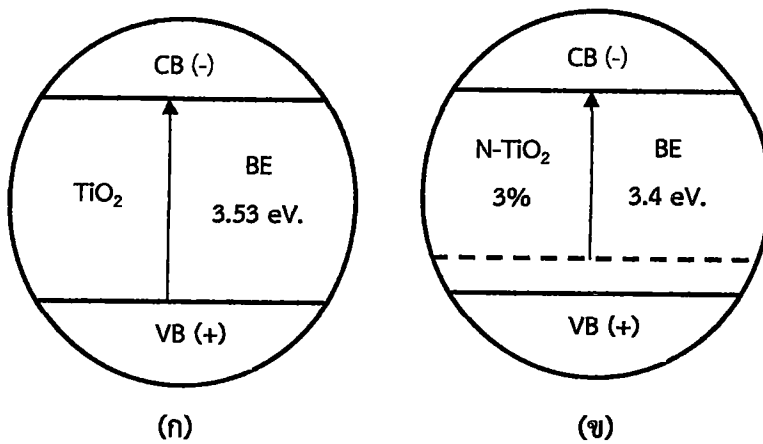
รูปที่ 4.18 กราฟการวิเคราะห์ Diffused Reflectance Spectroscopy จากสมการของ Kubelka และ Munk ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเจือธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 0%, 1%, 3% และ 5%



รูปที่ 4.18(ต่อ) กราฟการวิเคราะห์ Diffused Reflectance Spectroscopy จากสมการของ Kubelka และ Munk ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเจือธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 0%, 1%, 3% และ 5%

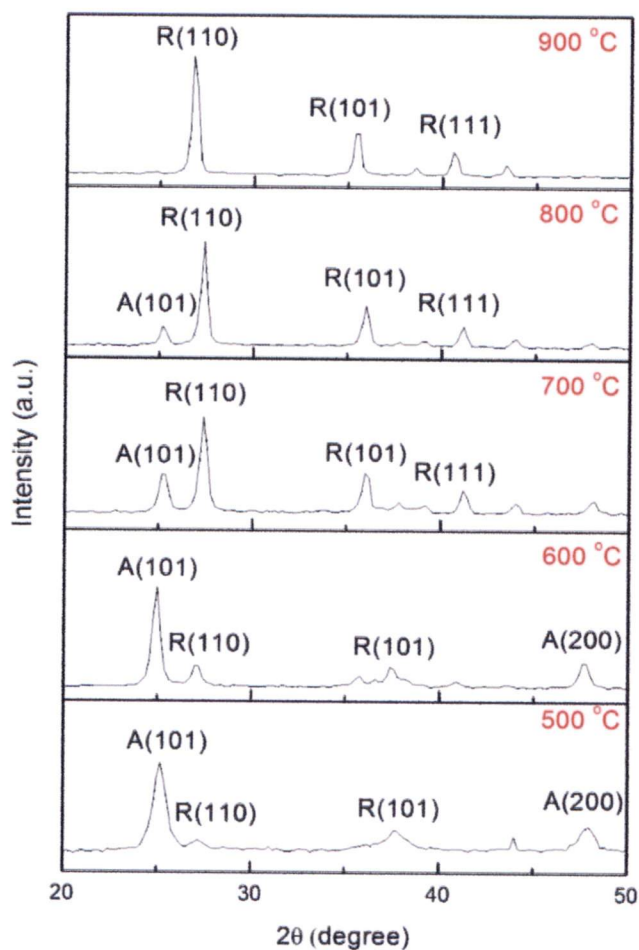


รูปที่ 4.19 กราฟความสัมพันธ์ของค่าแถบพลังงานต้องห้ามของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อมีการเจือธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 0%, 1%, 3% และ 5%



รูปที่ 4.20 แบบจำลองแถบพลังงาน (ก) ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือธาตุไนโตรเจน (ข) ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน

4.3.2 ผลการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C



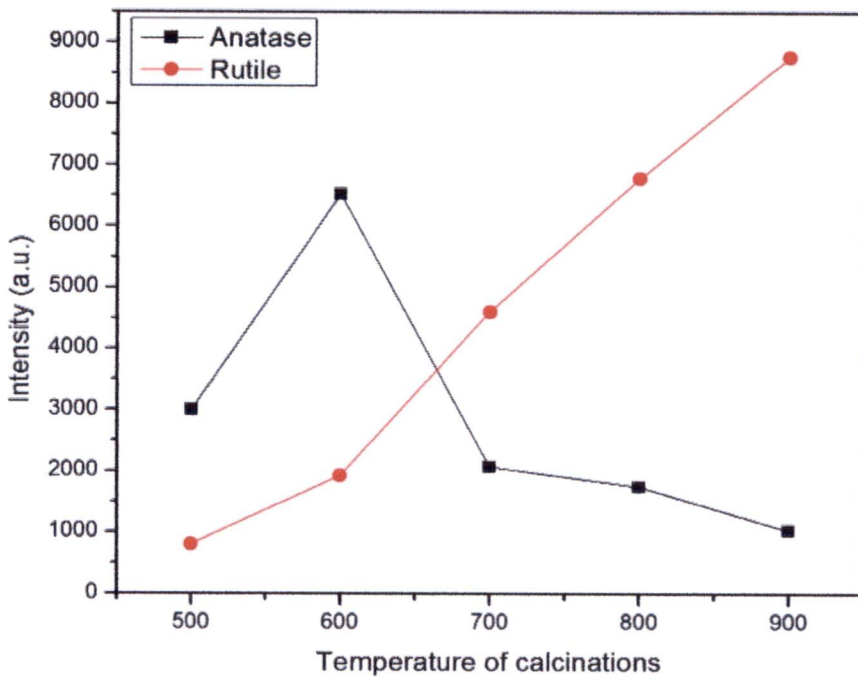
รูปที่ 4.21 กราฟการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนักภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 4.21 พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 3%โดยน้ำหนัก ภายใต้อุณหภูมิการเผาที่ 500-600 °C แสดงระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีมุมเลี้ยวเบน $2\theta = 25.2^\circ$, และ 48.0° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ทางโครงสร้างแบบอนาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ (101)

และ (200) ตามลำดับ และที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 27.6^\circ$ และ 36.2° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ทางโครงสร้างแบบรูทิลของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ (110) และ (101) ตามลำดับที่ภายใต้อุณหภูมิการเผาที่ 700-800 °C พบรูปแบบระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 25.2^\circ$ สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ทางโครงสร้างแบบอนาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ (101) และที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 27.6^\circ$, 36.2° และ 41.4° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ทางโครงสร้างแบบรูทิลของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ (110), (101) และ (111) ตามลำดับและที่ภายใต้อุณหภูมิการเผาที่ 900 °C พบรูปแบบระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 27.6^\circ$, 36.2° และ 41.4° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ทางโครงสร้างแบบรูทิลของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ (110), (101) และ (111) ตามลำดับ [14-15] จากการวิเคราะห์ระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ แสดงให้เห็นว่า ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการเจือธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก ส่งผลต่อระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ที่มีผลต่อการก่อตัวของโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้น จะเริ่มมีการก่อตัวของโครงสร้างแบบอนาเทส รูทิลและบรูคไคต์ ตามลำดับ [32] ซึ่งจากรูปที่ 4.22 แสดงกราฟการวิเคราะห์ระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์กับการพอร์มตัวของโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยวิเคราะห์จากค่าความเข้มของระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ทางโครงสร้างแบบอนาเทส และรูทิล กับภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิตั้งแต่ 500-900 °C ซึ่งผลจากกราฟการวิเคราะห์ดังกล่าว สอดคล้องกันกับผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนักภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

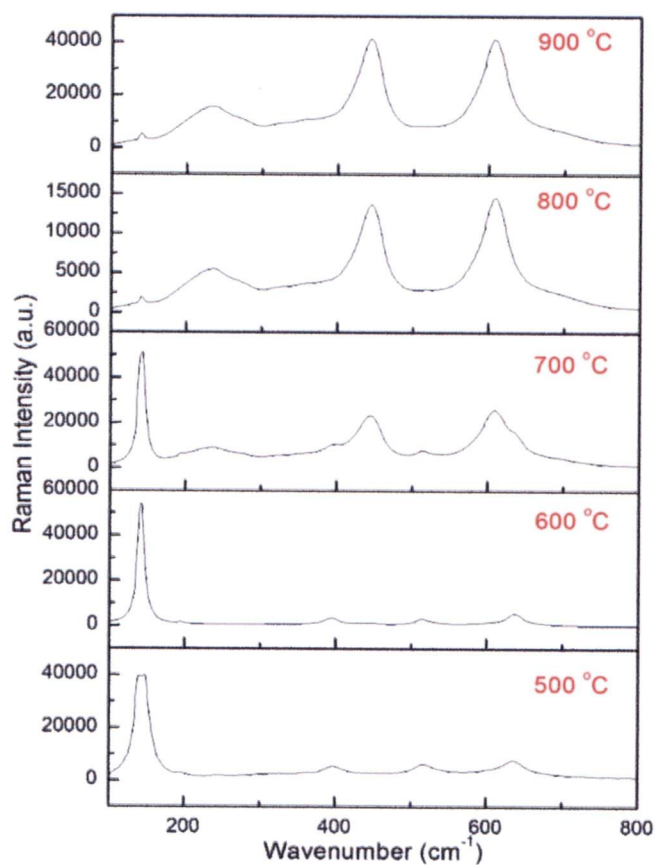
การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยรามานสเปกโตรสโกปี ดังรูปที่ 4.2-โดยรามานสเปกตรัมจะทำการวัดช่วงระหว่างเลขคลื่นที่ $100-800 \text{ cm}^{-1}$ จะพบค่าความเข้มของการกระเจิงแบบรามาน ที่ความถี่ต่างๆ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนักภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C โดยจากกราฟการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิการเผาที่ 500-600 °C พบสเปกตรัมทางโครงสร้างแบบอนาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์จะอยู่ที่ โหมด $143 \text{ cm}^{-1}(E_g)$, $190 \text{ cm}^{-1}(E_g)$, $400 \text{ cm}^{-1}(B_{1g})$, $517 \text{ cm}^{-1}(A_{1g})$ และ $636 \text{ cm}^{-1}(E_g)$ อุณหภูมิการเผาที่ 700 °C พบสเปกตรัมทางโครงสร้างแบบอนาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์ จะอยู่ที่โหมด $143 \text{ cm}^{-1}(E_g)$ และ $517 \text{ cm}^{-1}(A_{1g})$ และสเปกตรัมทางโครงสร้างแบบรูทิลของไทเทเนียมไดออกไซด์จะอยู่ที่โหมด $443 \text{ cm}^{-1}(E_g)$ และ $610 \text{ cm}^{-1}(A_{1g})$ และที่อุณหภูมิการเผาที่ 800-900 °C พบสเปกตรัมทางโครงสร้างแบบรู

ไทล์ของไทเทเนียมไดออกไซด์จะอยู่ที่โหมด $233\text{cm}^{-1}(E_g)$, $443\text{cm}^{-1}(E_g)$ และ $610\text{cm}^{-1}(A_{1g})$ จากผลการวิเคราะห์สเปกตรัมทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ $500\text{-}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ พบว่าภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้น ส่งผลต่อสเปกตรัมทางโครงสร้างแบบอนาเทส และรูไทล์ ของไทเทเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาส่งผลต่อความถี่ของการสั่นลดลง และความเข้มของการกระเจิงแบบรามานจะสูง ทำให้สเปกตรัมโหมดทางโครงสร้างมีการเปลี่ยนจากรูปแบบอนาเทสเป็นรูปแบบรูไทล์ ซึ่งผลการทดลองนี้ จะสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ $500\text{-}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ข้างต้นด้วย [32,36]

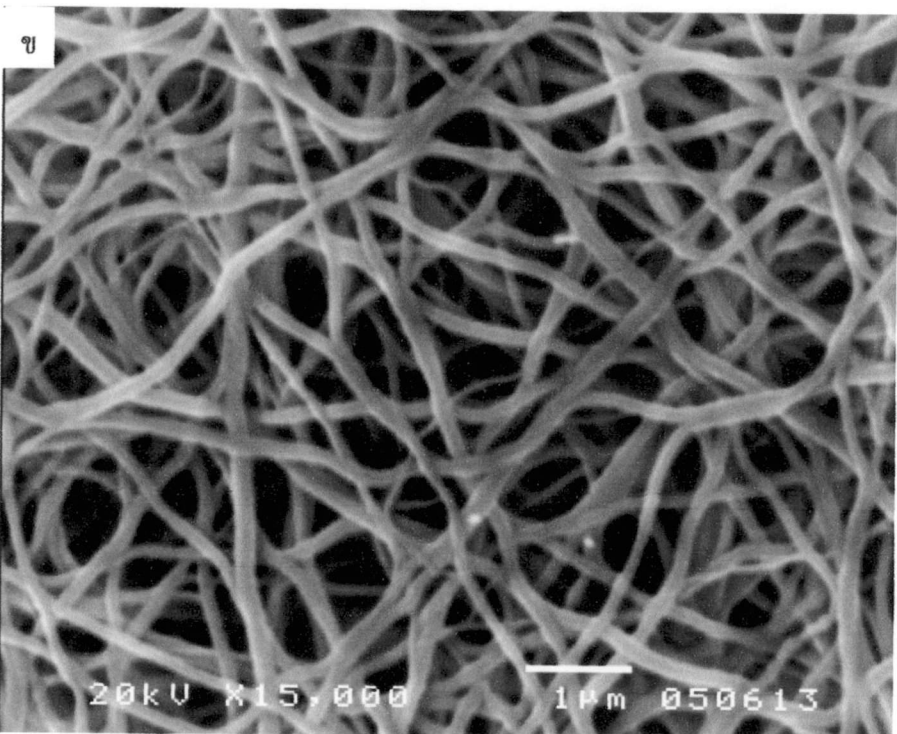
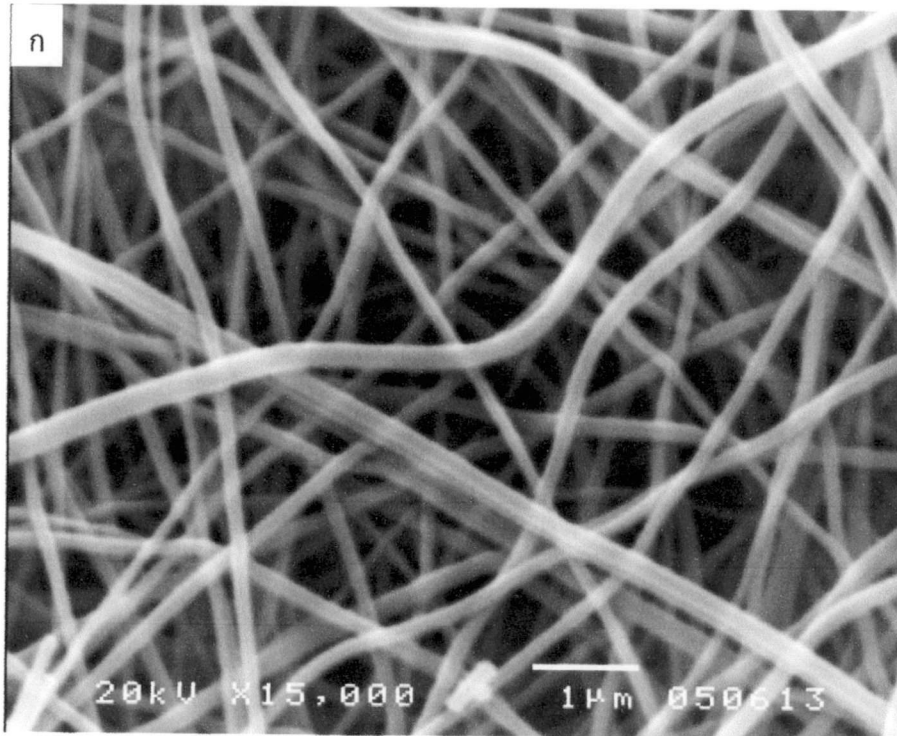


รูปที่ 4.22 กราฟวิเคราะห์ระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์กับการฟอร์มตัวเป็นผลึกของเส้นใยนาโน-ไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนักภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ $500\text{-}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

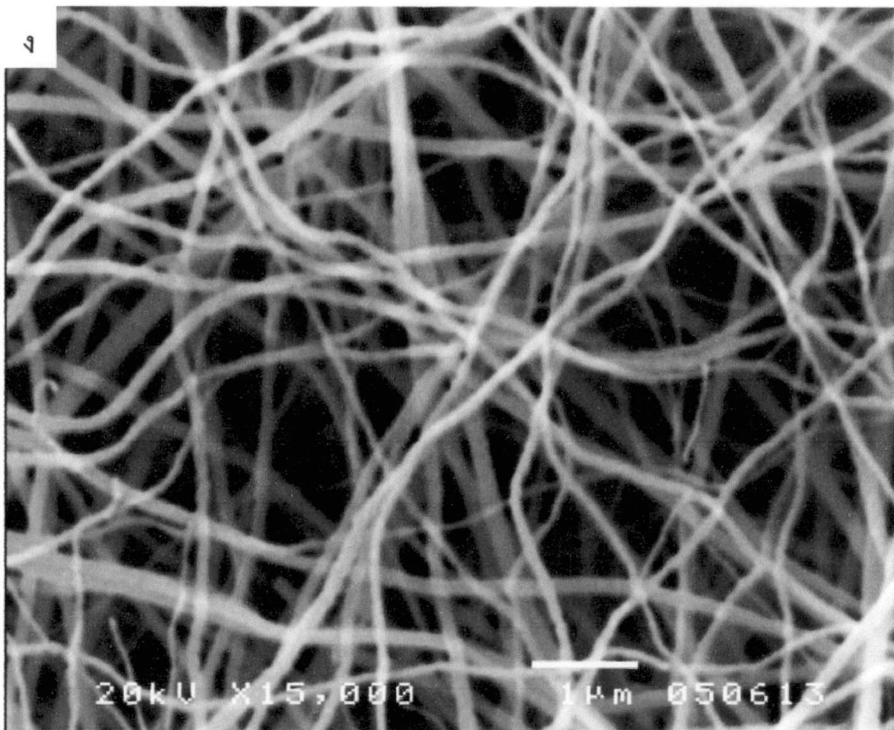
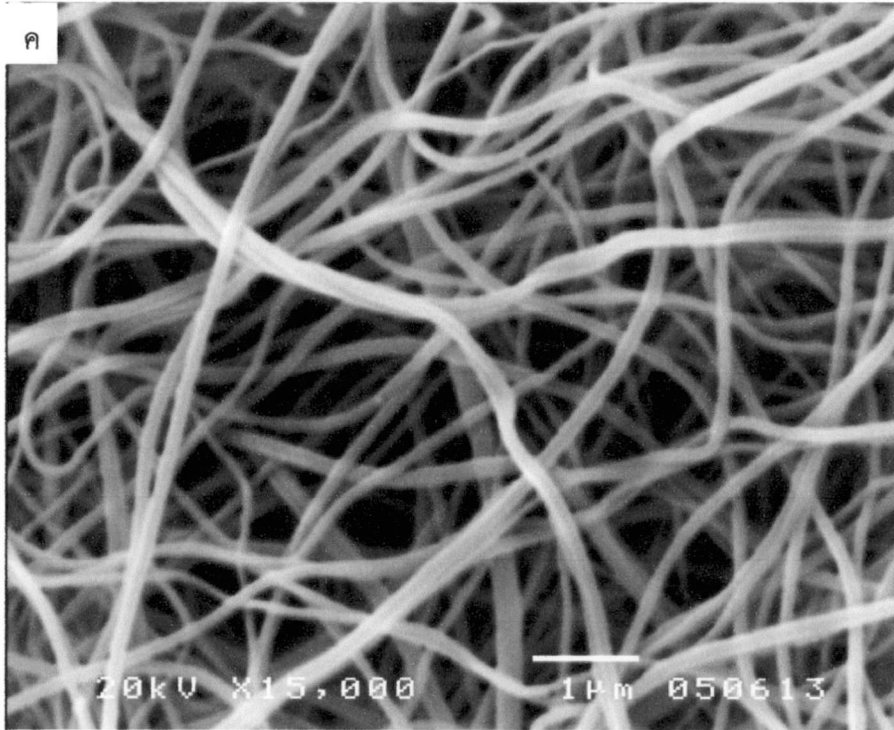
การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C ดังรูปที่ 4.24 พบว่า ลักษณะของเส้นใยเมื่อทำการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ส่งผลต่อขนาดเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่แตกต่างกัน โดยที่อุณหภูมิการเผาที่ 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C จะมีขนาดของเส้นใย โดยทำการวิเคราะห์ค่าเฉลี่ยขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% จำนวน 20 เส้นใย ดังรูปที่ 4.25 ซึ่งมีขนาด 184 นาโนเมตร, 136 นาโนเมตร, 112 นาโนเมตร, 62 นาโนเมตรและ 134 นาโนเมตร ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าเมื่อทำการเผาเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500-900 °C อุณหภูมิการเผา จะส่งผลต่อการฟอร์มตัวทางโครงสร้าง ที่มีผลต่อขนาดของเส้นใยเมื่อผลึกมีการรวมตัวเป็นลักษณะเส้นใย ซึ่งเมื่ออุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้น จะส่งผลต่อขนาดของเส้นใยที่เล็กลง จนกระทั่งที่อุณหภูมิการเผาที่ 900 °C สังเกตได้ว่าขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% เริ่มมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งจากผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จะเห็นว่าการฟอร์มตัวทางโครงสร้างเปลี่ยนแปลงไป ดังนั้นจึงเป็นไปได้ที่ขนาดของอนุภาคที่เปลี่ยนไปนั้น มีการเกาะรวมกันเป็นเส้นใย และทำให้ขนาดของเส้นใยใหญ่ขึ้น [14,31-32]



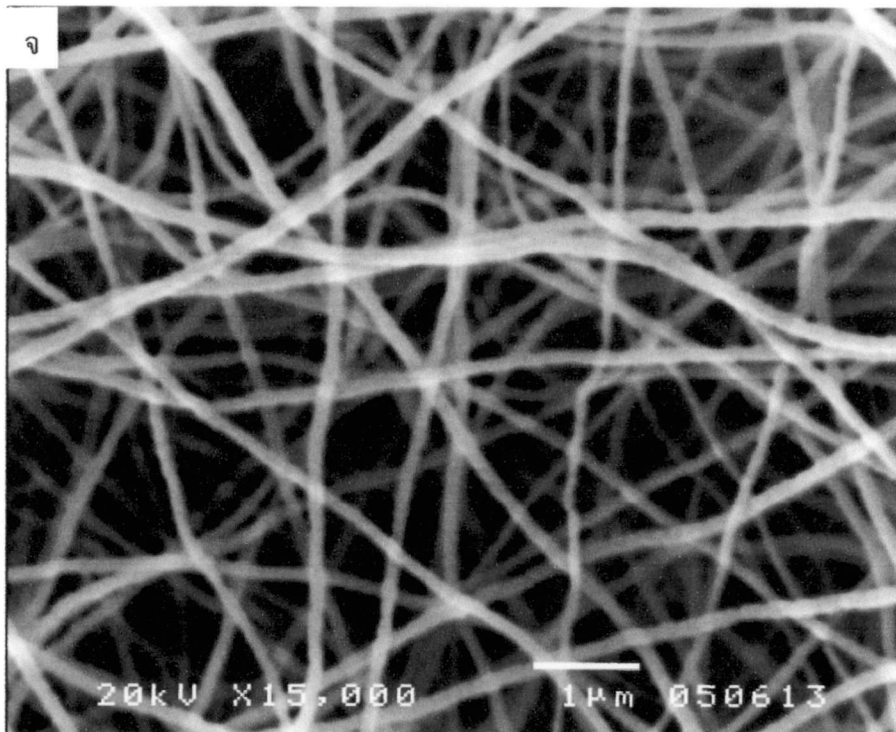
รูปที่ 4.23 กราฟวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนักภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



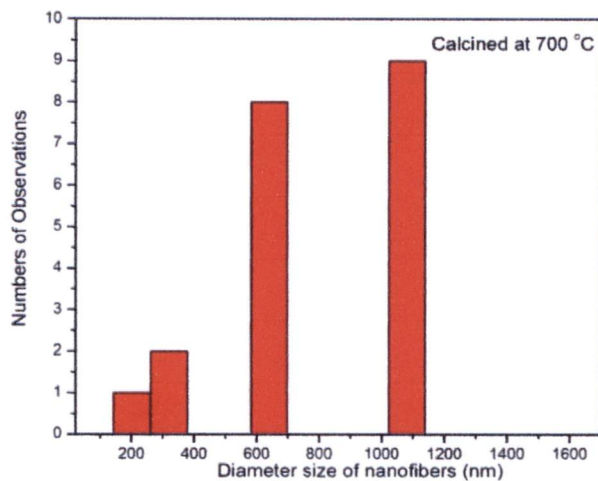
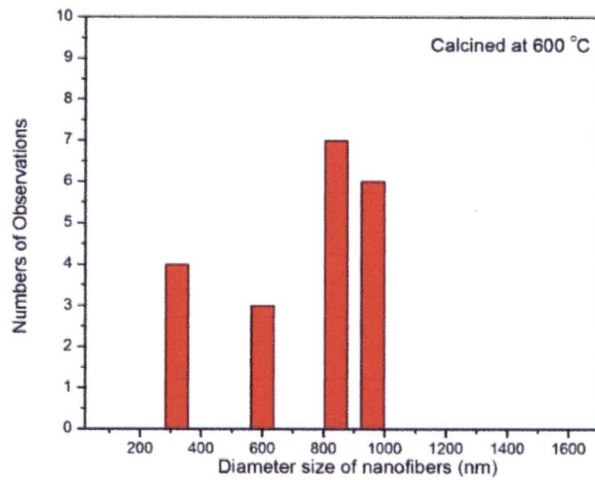
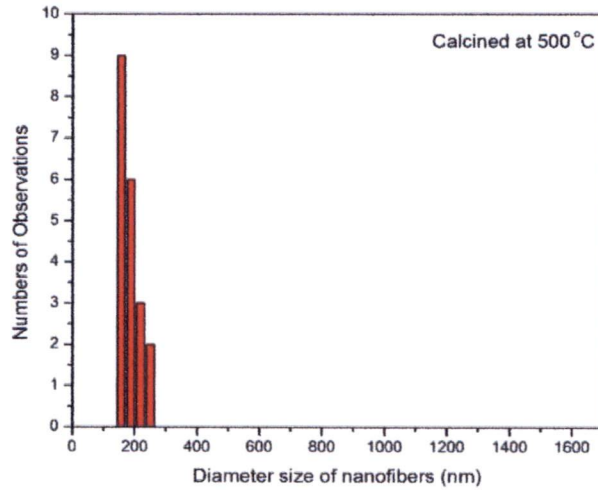
รูปที่ 4.24 ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ (ก) 500 °C (ข) 600 °C (ค) 700 °C (ง) 800 °C และ (จ) 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



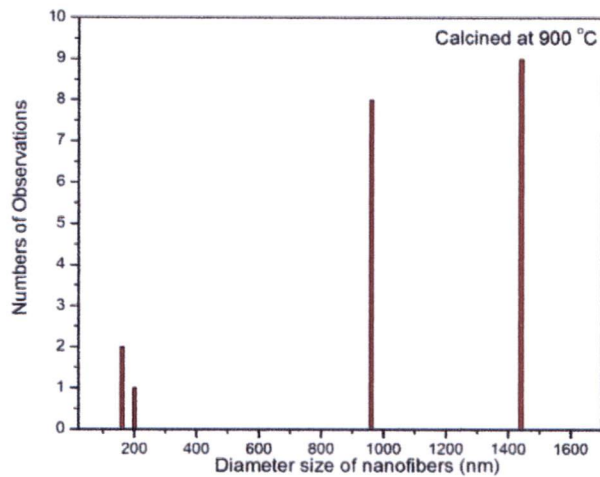
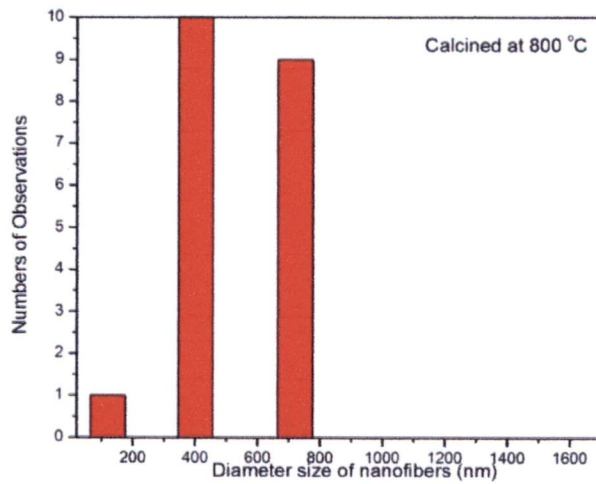
รูปที่ 4.24(ต่อ) ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ (ก) 500 °C (ข) 600 °C (ค) 700 °C (ง) 800 °C และ (จ) 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.24(ต่อ) ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยโพลีเอทิลีนเทเรฟทาเลต ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ (ก) 500 °C (ข) 600 °C (ค) 700 °C (ง) 800 °C และ (จ) 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.25 กราฟการวิเคราะห์ขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

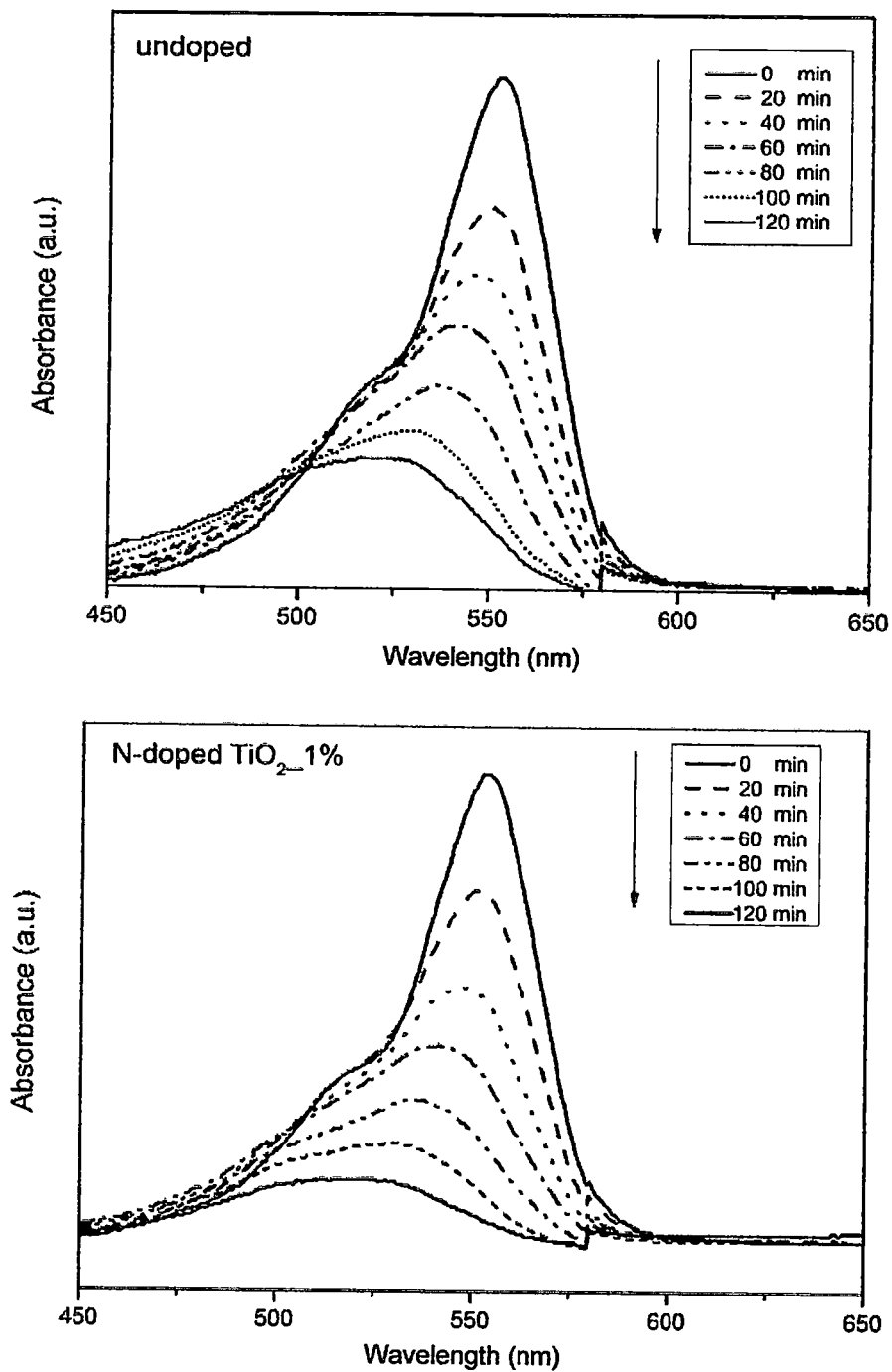


รูปที่ 4.25(ต่อ) กราฟการวิเคราะห์ขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

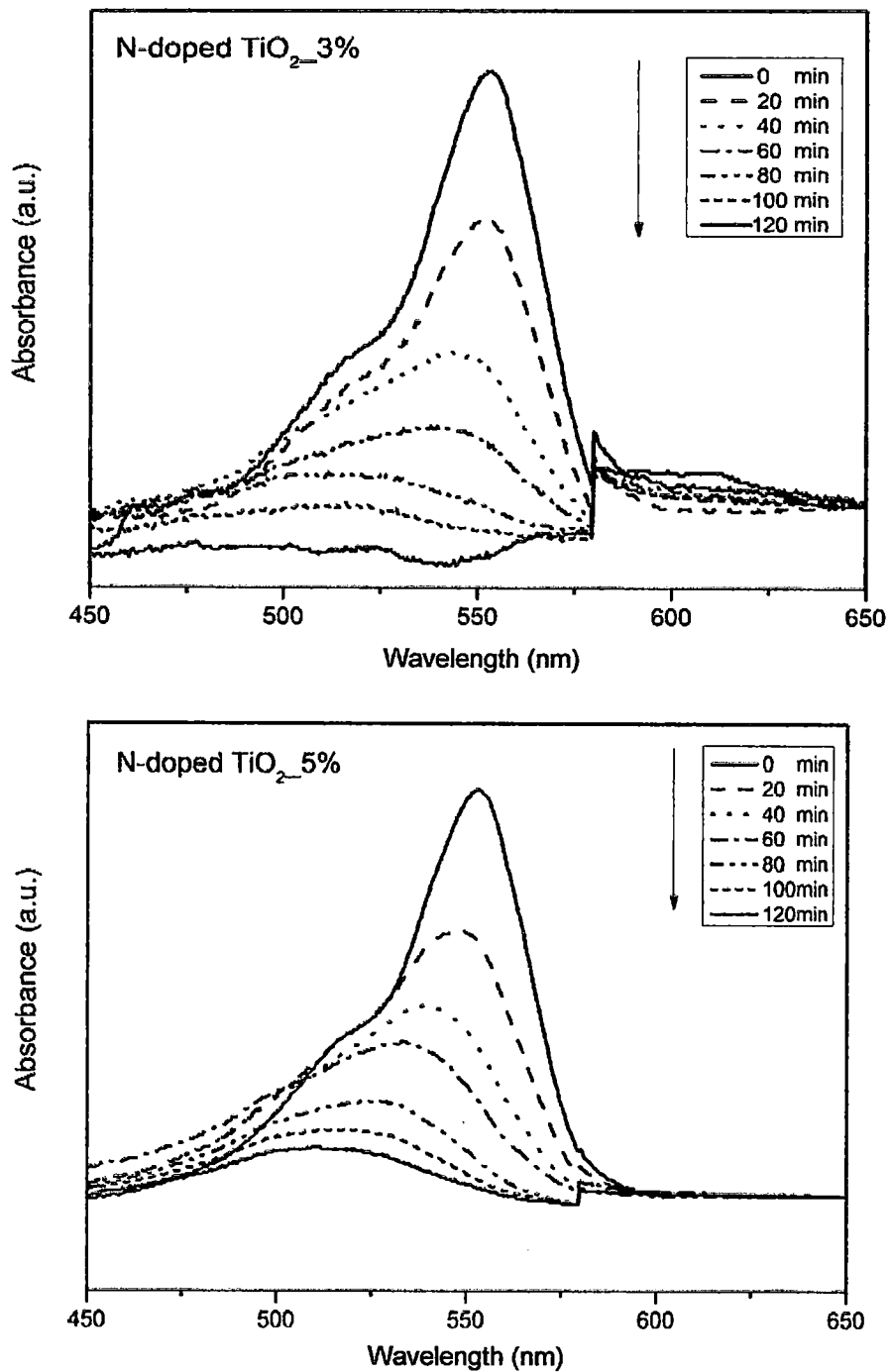
4.4 การประยุกต์ใช้ทางแสงของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน

4.4.1 การประยุกต์ใช้เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีน บี (RhB)

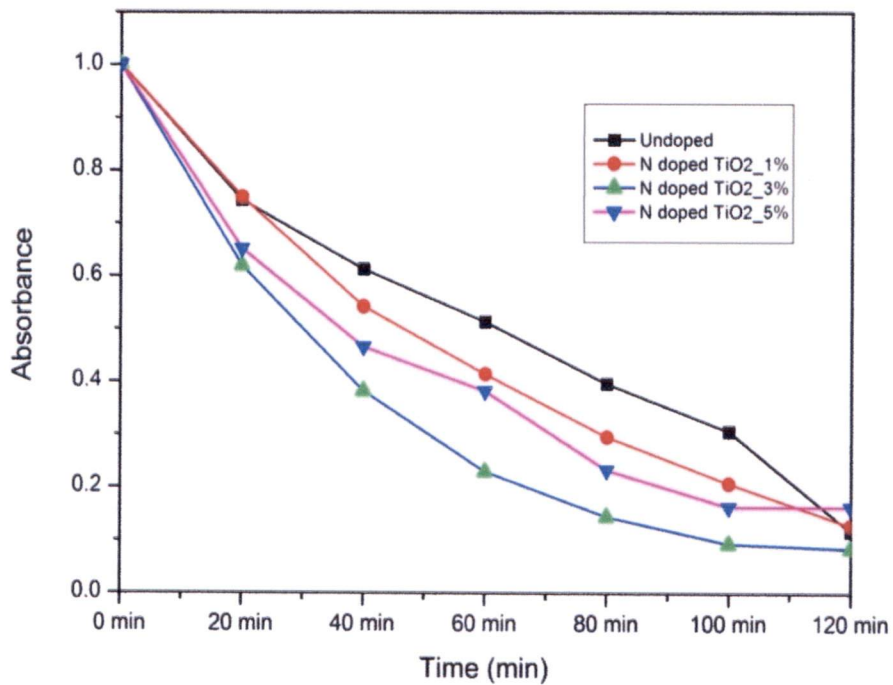
การวิเคราะห์กระบวนการดูดกลืนแสงของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก ในการทดสอบย่อยสลายสีย้อม RhB ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (Visible light) ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy ที่ช่วงความยาวคลื่น 450-650 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.26 แสดงให้เห็นว่า การนำเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก มาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการย่อยสลายสีย้อม RhB เมื่อทำการฉายแสงในย่านความยาวคลื่น 450-650 นาโนเมตร กระบวนการดูดกลืนแสงมีค่าลดลง เมื่อเวลาผ่านไป 0, 20, 40, 60, 80, 100 และ 120 นาที และเมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณอัตราการย่อยสลายสีย้อม RhB เทียบกับเวลา ดังสมการที่ 2.10 ในบทที่ 2 จะได้กราฟการวิเคราะห์อัตราการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงเทียบกับเวลา ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก ดังรูปที่ 4.27 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 1%, 3% และ 5% มีอัตราการย่อยสลายสีย้อม RhB ได้ดีกว่าการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เจือด้วยธาตุไนโตรเจนและเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 3% มีอัตราการย่อยสลายสีย้อม RhB ที่ดีที่สุด เมื่อเทียบกับเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1% และ 5% เนื่องจากเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน 0% เมื่อทำการวิเคราะห์ Diffuse Reflectance Spectroscopy จากสมการของ Kubelka และ Munk แสดงค่าแถบพลังงานแสงอยู่ที่ 3.53 eV และเมื่อทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 1%, 3% และ 5% แสดงค่าแถบพลังงานแสงอยู่ที่ 3.48 eV, 3.4 eV และ 3.5 eV. ตามลำดับ ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ว่า การเจือด้วยธาตุไนโตรเจนในเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ สามารถลดแถบพลังงานแสง เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ ในการลดการรวมตัวกันของคู่อิเล็กตรอน-โฮล เพื่อเพิ่มการตอบสนองต่อแสงในย่านที่ตามองเห็นได้มากขึ้น [7, 33] และเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ที่มีอัตราการย่อยสลายสีย้อม RhB ได้ดีที่สุด เนื่องมาจากการค่าแถบพลังงานที่ต่ำที่สุด ดังนั้นในการเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อทำการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนในระดับที่เหมาะสม จะส่งผลต่อพันธะทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ ในรูปแบบ Ti-O-N หรือ N-Ti-O ที่เหมาะแก่การนำไปประยุกต์ใช้งานในการย่อยสลายสีย้อม RhB ได้ดีที่สุด



รูปที่ 4.26 กราฟการวิเคราะห์กระบวนการดูดกลืนแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก ที่เวลา 0, 20, 40, 60, 80, 100 และ 120 นาที



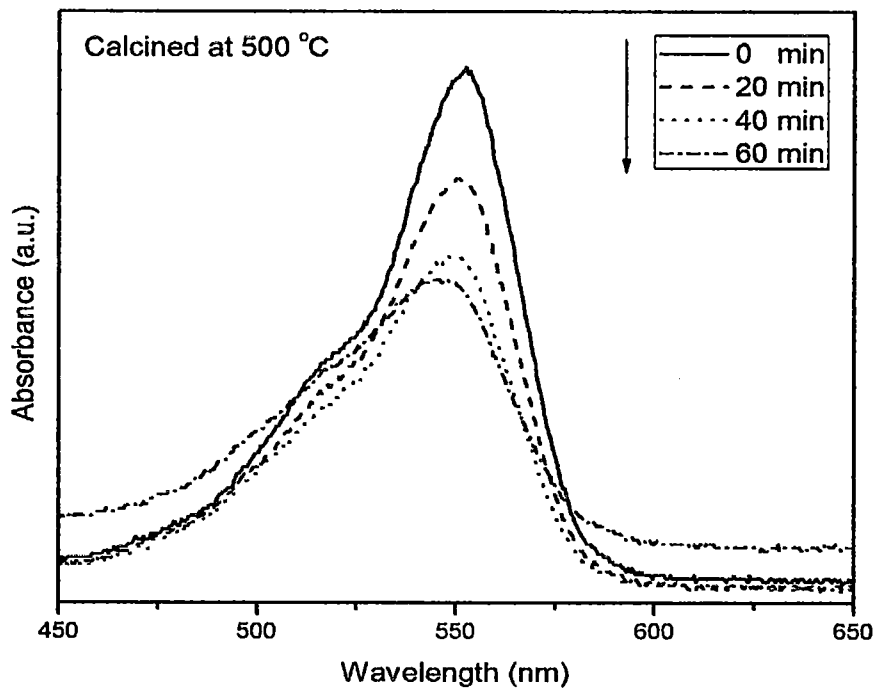
รูปที่ 4.26(ต่อ) กราฟการวิเคราะห์กระบวนการดูดกลืนแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขปริมาณการเจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก ที่เวลา 0, 20, 40, 60, 80, 100 และ 120 นาที



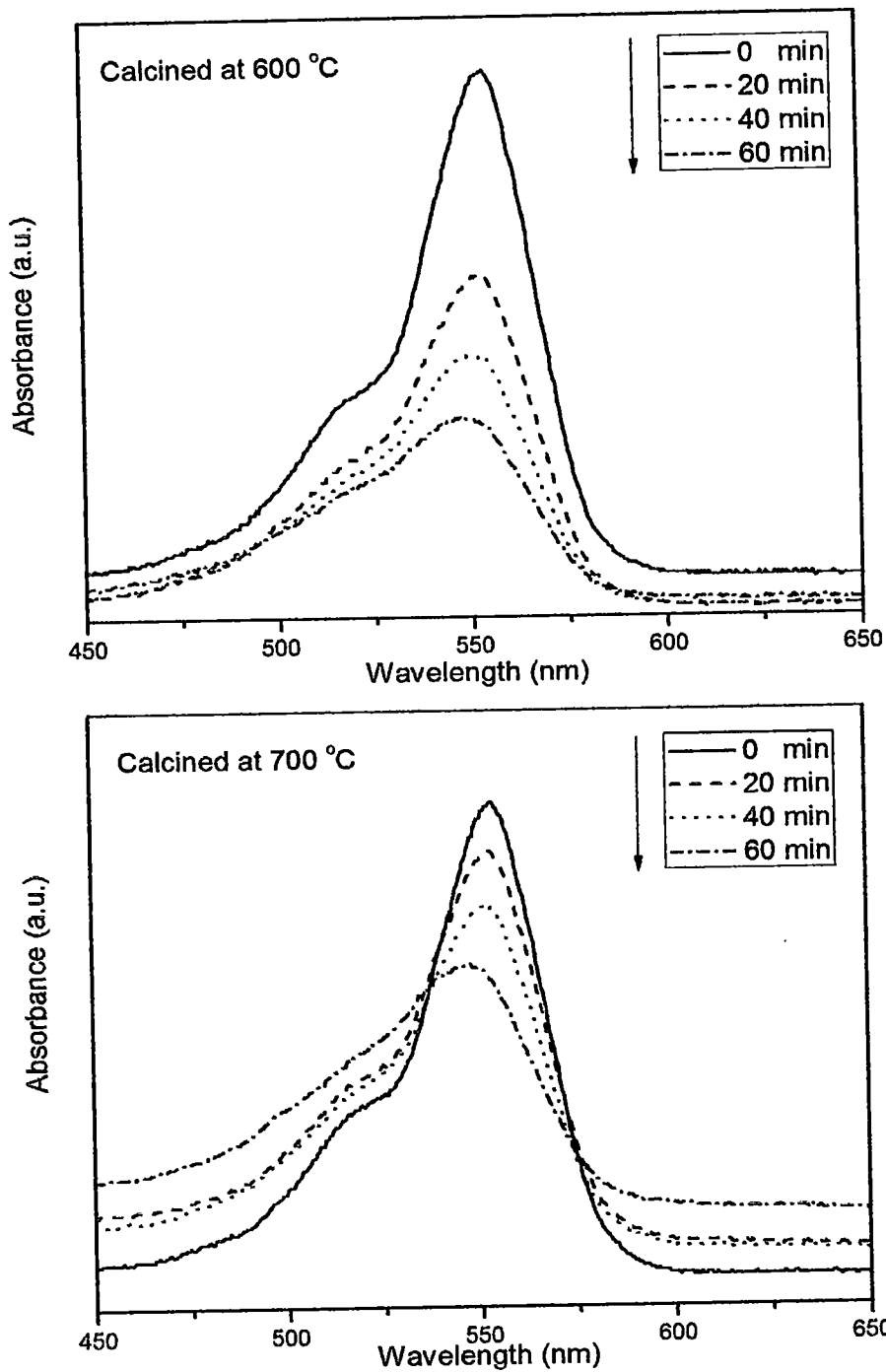
รูปที่ 4.27 กราฟการวิเคราะห์อัตราการเร่งปฏิกิริยาดำรงของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก เทียบกับเวลาที่ 0, 20, 40, 60, 80, 100 และ 120 นาที

การวิเคราะห์กระบวนการดูดกลืนแสง ในการย่อยสลายสีย้อม เมื่อทำการทดสอบด้วยเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500 -900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในการทดสอบย่อยสลายสีย้อม RhB ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (Visible light) ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy ที่ช่วงความยาวคลื่น 450-650 นาโนเมตร ที่เวลา 0, 20, 40 และ 60 นาที ดังรูปที่ 4.28 แสดงให้เห็นว่า เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500 -900 °C มาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำรงแสงในการย่อยสลายสีย้อม RhB เมื่อทำการฉายแสงในย่านความยาวคลื่น 450-650 นาโนเมตร กระบวนการดูดกลืนแสงมีค่าลดลง เมื่อเวลาผ่านไป 0, 20, 40 และ 60 นาทีและเมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณอัตราการย่อยสลายสีย้อม RhB เทียบกับเวลา จะทำให้ได้กราฟการวิเคราะห์อัตราการเร่งปฏิกิริยาดำรงแสงเทียบกับเวลา ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ปริมาณ 3%ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500 -900 °C ดังรูปที่ 4.29 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ 3% ภายใต้อุณหภูมิการเผาที่ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงมีอัตราในการย่อยสลายสีย้อมได้เร็วที่สุด เมื่อเทียบกับการเผาที่อุณหภูมิอื่นๆเนื่องจากผลการวิเคราะห์ระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ กับการพอร์มตัวเป็นผลึกของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนักภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C ดังรูปที่ 4.21 พบว่าที่ภายใต้อุณหภูมิการเผาที่ 600 °C มีความเข้มทางโครงสร้างใน

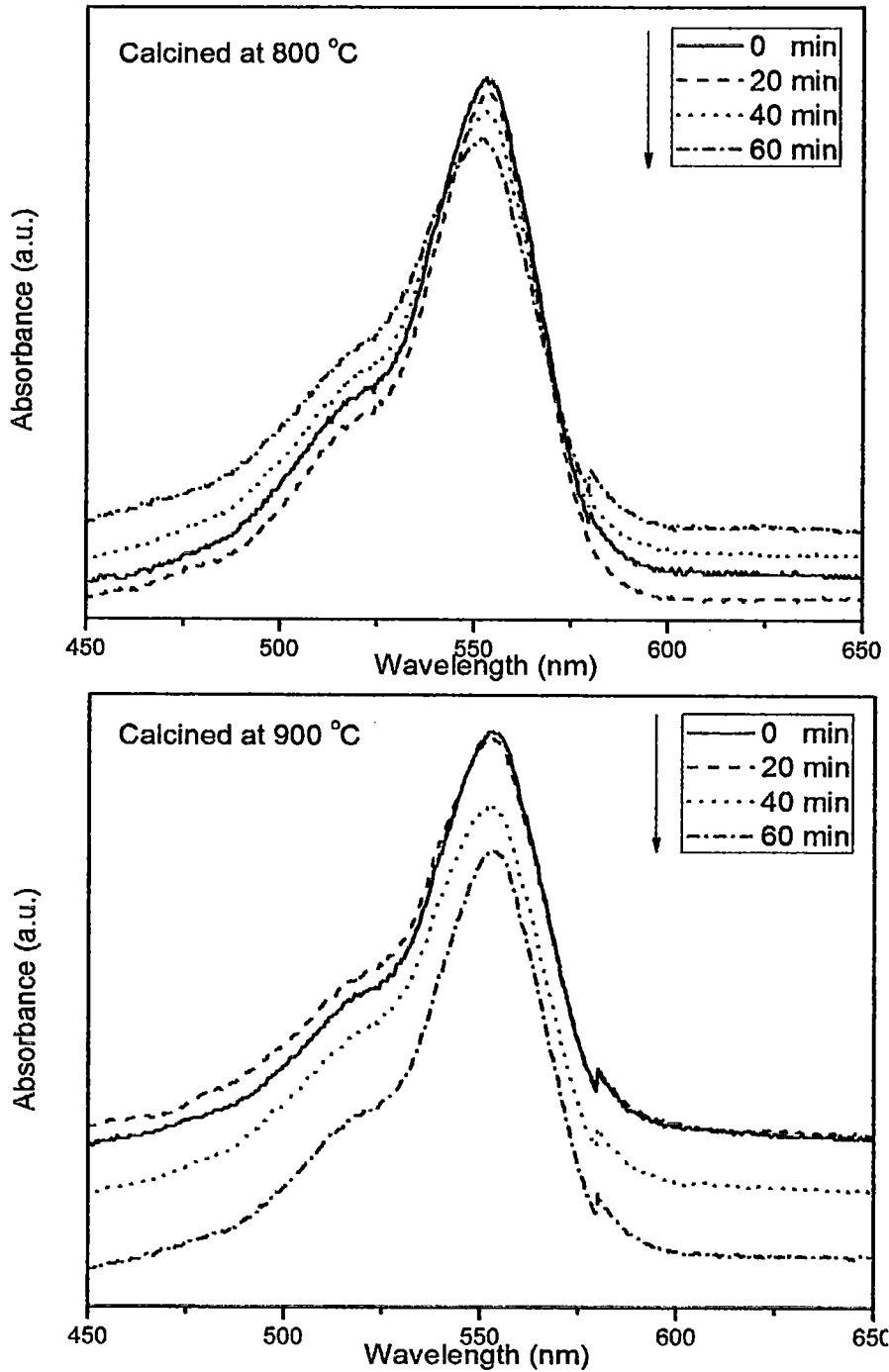
รูปแบบนาเทส ของไทเทเนียมไดออกไซด์สูงที่สุด ซึ่งโครงสร้างในรูปแบบนาเทส มีพื้นที่ผิวสัมผัสที่มาก และค่าแถบพลังงานที่มากกว่าโครงสร้างในรูปแบบรูทูล์ ดังนั้นโครงสร้างในรูปแบบนาเทสจึงมีความสามารถสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งานในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดีกว่า[7, 21]



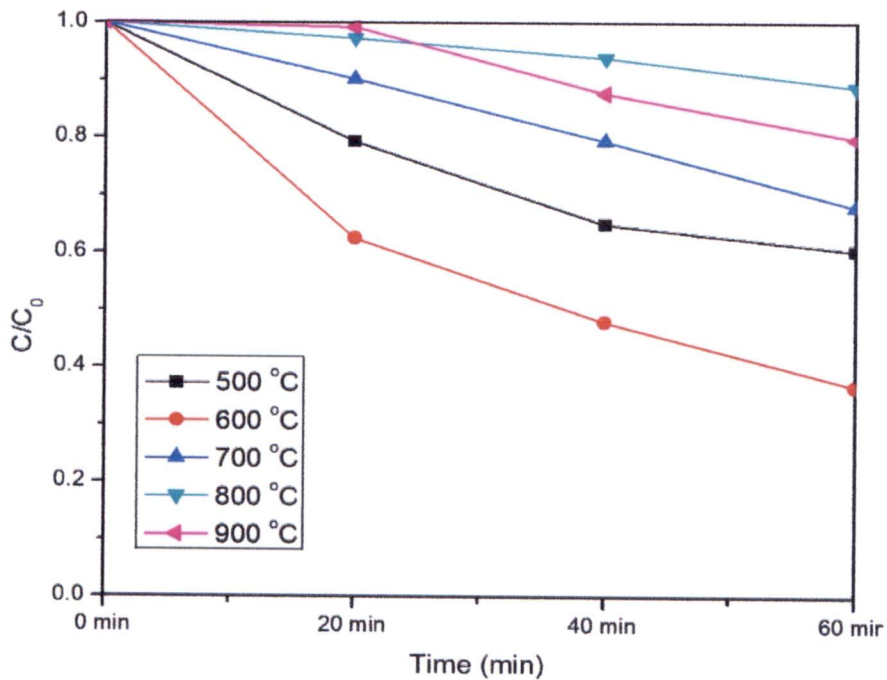
รูปที่ 4.28 กราฟการวิเคราะห์กระบวนการดูดกลืนแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ภายใต้เงื่อนไขอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่เวลา 0, 20, 40 และ 60 นาที



รูปที่ 4.28(ต่อ) กราฟการวิเคราะห์กระบวนดูดกลืนแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ภายใต้เงื่อนไขอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่เวลา 0, 20, 40 และ 60 นาที

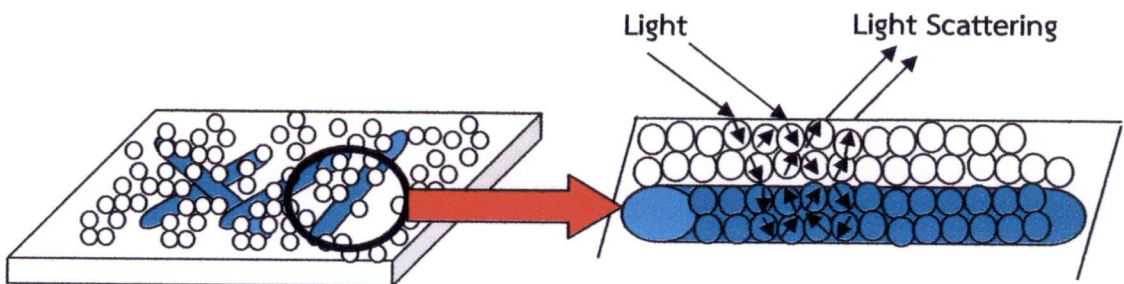


รูปที่ 4.28(ต่อ) กราฟการวิเคราะห์กระบวนการดูดกลืนแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ภายใต้เงื่อนไขอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่เวลา 0, 20, 40 และ 60 นาที



รูปที่ 4.29 กราฟการวิเคราะห์อัตราการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% ภายใต้เงื่อนไขอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่เวลา 0, 20, 40 และ 60 นาที

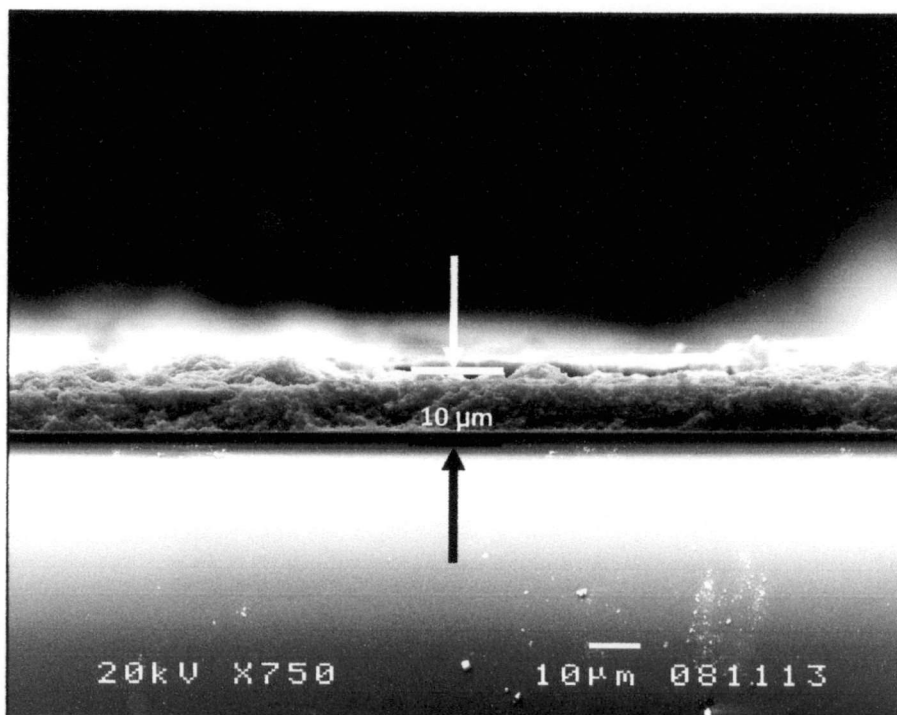
4.4.2 การประยุกต์ใช้เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นข้อไฟฟ้าทำงาน ของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง



รูปที่ 4.30 ภาพจำลองแสดงการกระเจิงแสงของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ผสมกับอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ P25

การผสมระหว่างเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 เป็นการผสมแบบกระจายตัวของอนุภาค 2 โครงสร้าง ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 มีลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวเป็นแบบอนุภาค ที่มีพื้นที่ผิวสัมผัสในการดูดซับโมเลกุลของสีย้อมได้สูง แต่โครงสร้างแบบอนุภาคมี

ลักษณะทางพื้นผิวที่ใกล้เคียงกัน เมื่อแสงตกกระทบอนุภาค อิเล็กตรอนอิสระจะถูกกระตุ้นได้ง่าย จึงส่งผลต่อการกระเจิงแสงที่ลดลง ดังนั้นในงานวิจัยจึงทำการผสมกันระหว่างไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นแบบเส้นใย และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นแบบอนุภาค ที่จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลของสีย้อม เมื่อแสงตกกระทบที่บริเวณพื้นผิว อิเล็กตรอนอิสระจะตกกระทบภายในโครงสร้างที่เป็นแบบอนุภาค และโครงสร้างที่เป็นแบบเส้นใย ทำให้มีการกักเก็บอิเล็กตรอนภายในโครงสร้างได้เพิ่มมากขึ้น ทำให้การกระเจิงแสงภายในเซลล์ไฟฟ้าทำงานได้มากขึ้นด้วย ซึ่งแสดงเป็นภาพจำลองดังรูปที่ 4.30 [39] ในงานวิจัยนี้จึงเลือกวิธีการทำเซลล์ไฟฟ้าทำงานโดยการผสมระหว่างเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25



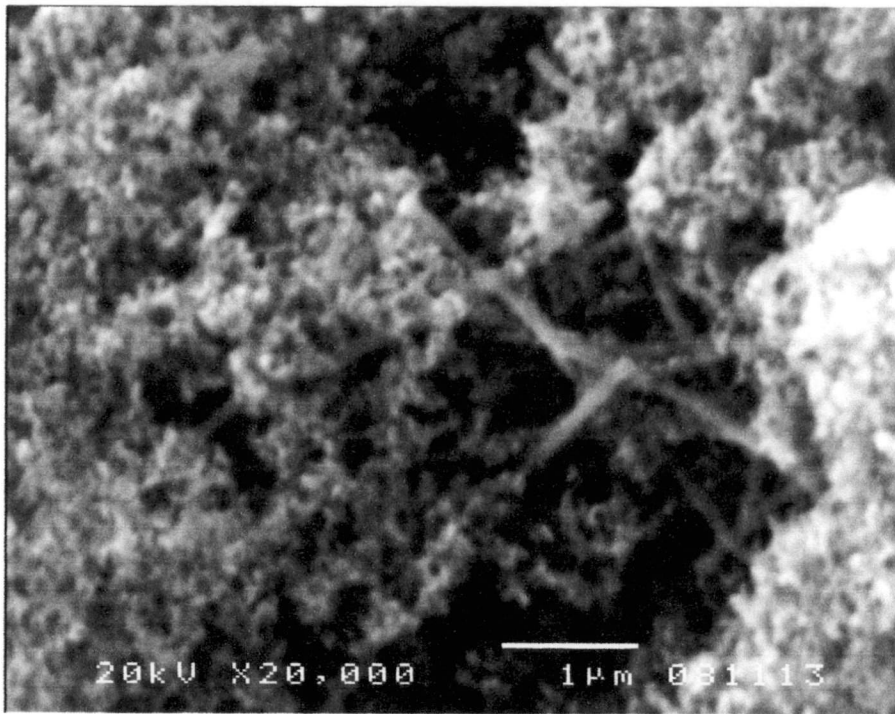
รูปที่ 4.31 ภาพถ่ายแบบตัดขวาง ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่ทำการปาดเคลือบลงบนกระจกนำไฟฟ้า ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด

รูปที่ 4.32 แสดงภาพถ่ายทางพื้นผิวของเงื่อนไขการผสมระหว่างเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน และไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราดที่ทำการปาดเคลือบลงบนกระจกนำไฟฟ้า ซึ่งมีความหนาเป็นขนาด 10 ไมโครเมตร แสดงดังรูปที่ 4.31 และในการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการประยุกต์ใช้เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ภายใต้เงื่อนไขการเตรียม

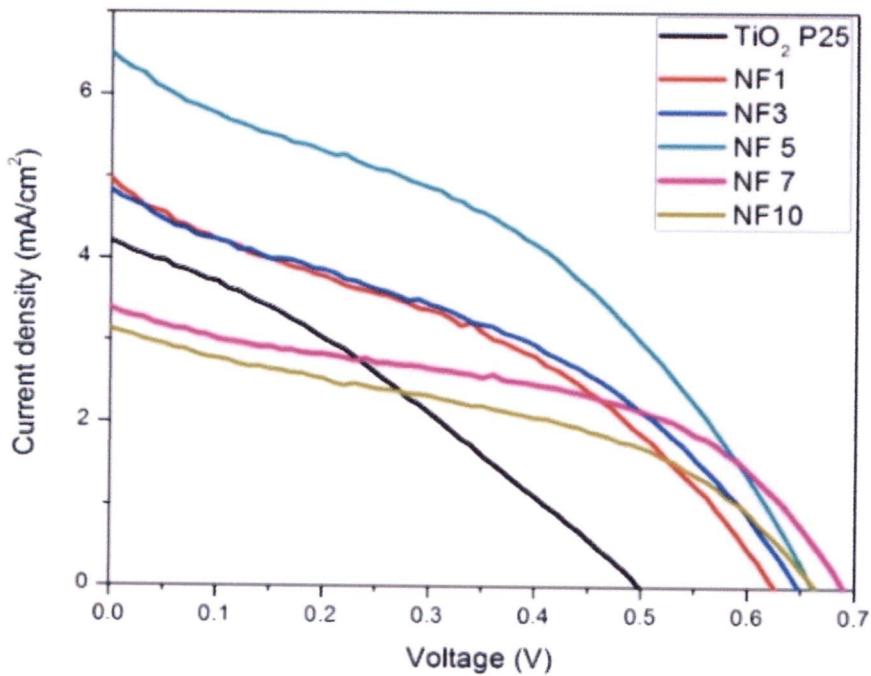
เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ต่อปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่อัตราส่วน 0:100, 1:99, 3:97, 5:95, 7:93 และ 10:100 ดังรูปที่ 4.33 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของกระแสต่อความต่างศักย์ทางไฟฟ้า ซึ่งสามารถสรุปข้อมูลในตารางที่ 4.3 โดยอัตราส่วนระหว่างเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 แสดงค่าความหนาแน่นของกระแสสูงสุดอยู่ที่ 6.49 mA/cm² และค่าประสิทธิภาพการแปลงพลังงาน (Conversion Efficiency) สูงสุดมีค่า 1.68% อยู่ที่อัตราส่วนระหว่างเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่ 5:95 เมื่อเปรียบเทียบกับ การเตรียมขั้วไฟฟ้าทำงานของอัตราการผลิตระหว่างเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่ 0:100 เนื่องจากการการผสมระหว่างสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ในโครงสร้างแบบเส้นใย และสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แบบอนุภาค จะส่งผลต่อการเพิ่มประสิทธิภาพในการถ่ายโอนอิเล็กตรอนทางโครงสร้างแบบ 1 มิติ ในรูปแบบของเส้นใย ไปยังโครงสร้างแบบอนุภาค ซึ่งความสัมพันธ์ระหว่าง 2 โครงสร้าง จะส่งผลให้การส่งผ่านอิเล็กตรอนได้ดี ทำให้มีการกระเจิงแสงภายในขั้วเซลล์ไฟฟ้าทำงานได้มากขึ้นด้วย[37] นอกจากนี้การผสมระหว่างเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่อัตราส่วน 5:95 ยังมีประสิทธิภาพการแปลงพลังงาน ที่สูงกว่าอัตราส่วน 1:99 และ 3:97 เนื่องจากอัตราส่วนของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ในปริมาณที่น้อยส่งผลให้การเชื่อมต่อในการส่งผ่านอิเล็กตรอนระหว่างโครงสร้างแบบเส้นใย และอนุภาคได้น้อยลง ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการแปลงพลังงานมีค่าลดลง และที่การผสมระหว่างเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่อัตราส่วน 5:95 มีประสิทธิภาพการแปลงพลังงาน ที่สูงกว่าอัตราส่วน 7:93 และ 10:90 เนื่องจากการปริมาณเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีความหนาแน่นมากเกินไป ทำให้การส่งผ่านอิเล็กตรอนในขั้วไฟฟ้าทำงานมีค่าลดลง ซึ่งส่งผลต่อการกระเจิงแสงของตัวอุปกรณ์มีค่าลดลงด้วย

นอกจากนี้ เมื่อทำการวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนของสีย้อม(Dye Absorption) ที่เงื่อนไขการเตรียมเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% ต่อปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่อัตราส่วน 0:100, 1:99, 3:97, 5:95, 7:93 และ 10:100 เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ดังรูปที่ 4.33 แสดงให้เห็นว่าการผสมเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่อัตราส่วน 5:95 มีค่าการดูดกลืนของสีย้อมสูงสุดอยู่ที่ 3.05 $\mu\text{mol}/\text{cm}^2$ เมื่อเปรียบเทียบกับอัตราการผลิตเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่ 0:100, 1:99, 3:97, 7:93 และ 10:100 ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการประยุกต์ใช้ในขั้วไฟฟ้าทำงาน ของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อม

ย้อมไวแสง แสดงให้เห็นว่าการผสมเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนปริมาณ 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ในอัตราส่วนที่เหมาะสม จะทำให้ค่าการดูดกลืนของสีย้อมมีปริมาณสูง เนื่องจากการผสมระหว่างสาร 2 โครงสร้าง จะเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพในการถ่ายโอนอิเล็กตรอนระหว่างสาร 2 โครงสร้าง ที่ส่งผลให้ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าในขั้วไฟฟ้าทำงานมีประสิทธิภาพที่ดีขึ้น



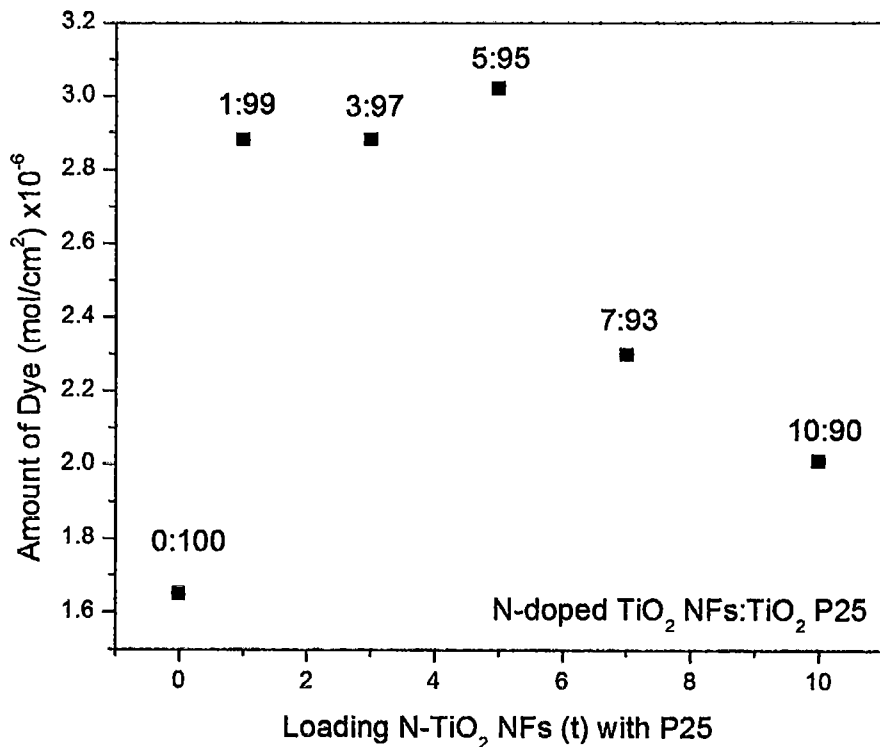
รูปที่ 4.32 ภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ที่ทำการปาดเคลือบบนกระจกนำไฟฟ้า ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด



รูปที่ 4.33 กราฟการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของชิ้นทำงาน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ในอัตราส่วน 0:100, 1:99, 3:97, 5:95, 7:93 และ 10:90

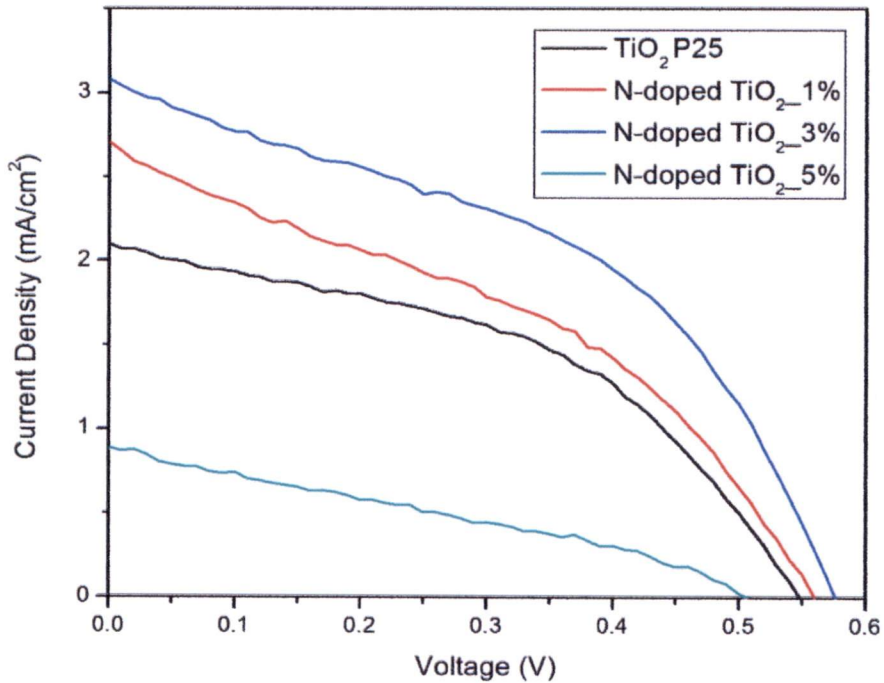
ตารางที่ 4.3 แสดงค่าประสิทธิภาพความหนาแน่นของกระแสต่อแรงดันไฟฟ้า ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ในอัตราส่วน 0:100, 1:99, 3:97, 5:95, 7:93 และ 10:90

Sample	Open Circuit Voltage $V_{oc}(V)$	Short Circuit Current Density, $J_{sc} (mA/cm^2)$	Fill Factor (FF)	Energy Conversion Efficiency, $\eta(\%)$
P25	0.50	4.22	0.31	0.65
NF1	0.63	4.96	0.36	1.12
NF3	0.65	4.83	0.38	1.18
NF5	0.66	6.49	0.39	1.68
NF7	0.69	3.39	0.46	1.07
NF10	0.66	3.13	0.41	0.86



รูปที่ 4.34 การวิเคราะห์ความสัมพันธ์ค่าการดูดกลืนของสีย้อมบนชั้นนำไฟฟ้า กับปริมาณการผสมของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% กับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25

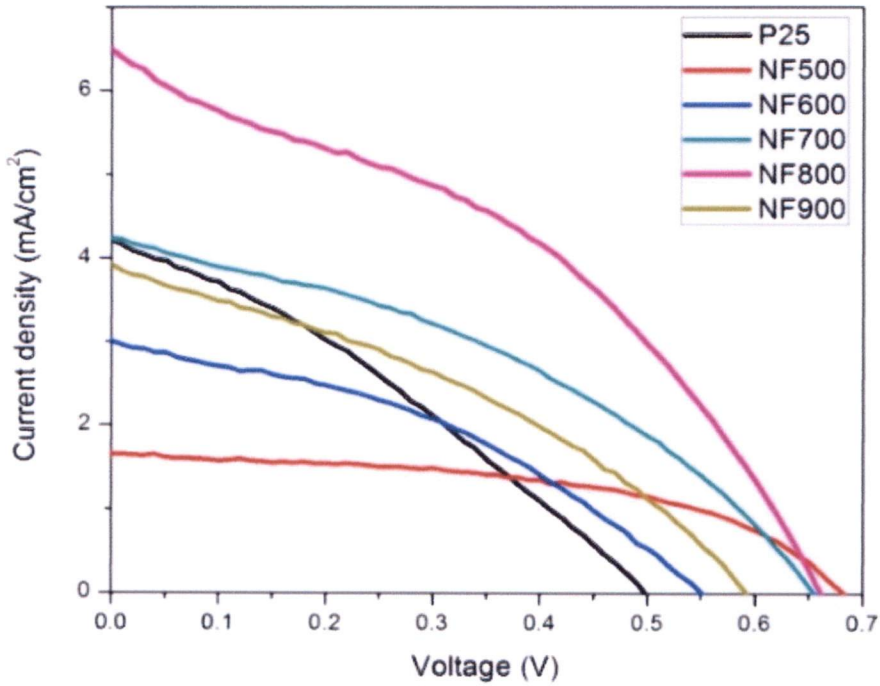
จากรูปที่ 4.35 แสดงกราฟการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าทำงาน ในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ที่เงื่อนไขการเตรียมเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนผสมกับไททาเนียม P25 ในอัตราส่วน 5:95 ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1%, 3% และ 5% ซึ่งแสดงข้อมูลดังตารางที่ 4.4 พบว่าค่าความหนาแน่นของกระแสต่อพื้นที่ (Short Circuit Current Density) มีค่ามากที่สุดที่ 3.08 mA/cm^2 และค่าประสิทธิภาพการแปลงพลังงาน (Conversion Efficiency) คือ 0.78% ของการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนผสมกับไททาเนียม P25 ในอัตราส่วน 5:95 ในเงื่อนไขการเจือธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% เนื่องจากการเจือธาตุไนโตรเจนลงไปไนไทเทเนียมไดออกไซด์ในปริมาณที่เหมาะสม จะส่งผลต่อโครงสร้างทางพันธะระหว่าง Ti-O-N ซึ่งจะสามารถช่วยลดการรวมตัวกันของอิเล็กตรอน-โฮล และสามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นที่มากขึ้นเมื่อเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ แต่เมื่อทำการเจือธาตุไนโตรเจนในเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ในปริมาณที่มากเกินไปจะส่งผลให้มีการก่อตัวทางโครงสร้างของพันธะในรูปแบบ N-O และเกิดเป็น Oxygen Vacancies ในระบบ ซึ่งจะส่งผลให้ประสิทธิภาพของขั้วทำงานไฟฟ้าในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงมีค่าลดลง[2,5,34]



รูปที่ 4.35 กราฟการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของชิ้นทำงาน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนผสมกับไททาเนียม P25 ในอัตราส่วน 5:95 ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1%, 3% และ 5%

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าประสิทธิภาพความหนาแน่นของกระแสตรงไฟฟ้า ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์P25 ในอัตราส่วน 5:95 ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1%, 3% และ 5%

Sample	Open Circuit Voltage $V_{oc}(V)$	Short Circuit Current Density, $J_{sc} (mA/cm^2)$	Fill Factor (FF)	Energy Conversion Efficiency, η (%)
P25	0.55	2.10	0.45	0.52
NF1%	0.56	2.71	0.39	0.59
NF3%	0.58	3.08	0.44	0.78
NF5%	0.52	0.89	0.31	0.14

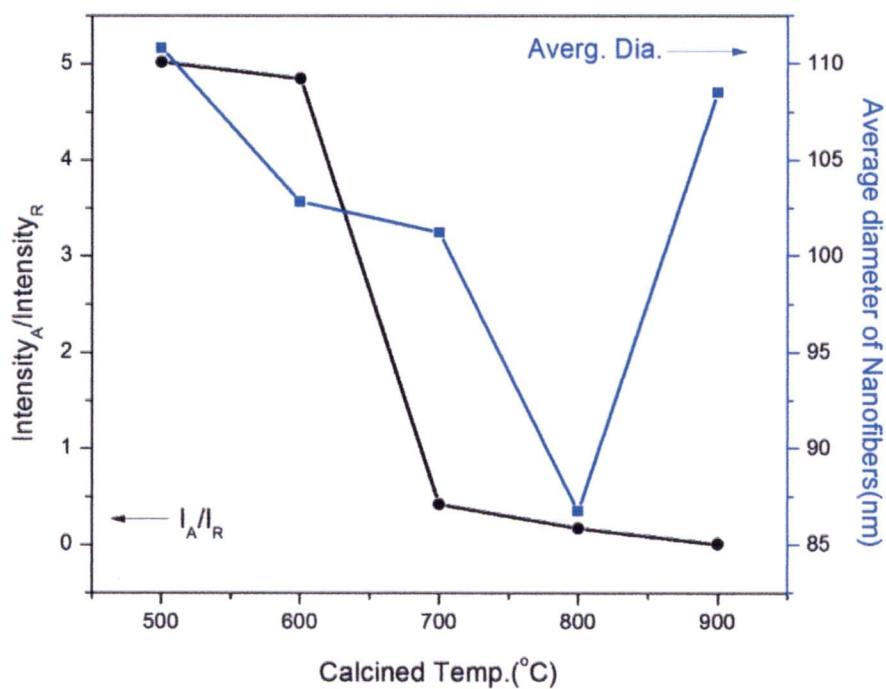


รูปที่ 4.36 กราฟการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของชิ้นทำงาน ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าประสิทธิภาพความหนาแน่นของกระแสต่อแรงดันไฟฟ้า ของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C ผสมกับไทเทเนียม P25 ในอัตราส่วน 5:95

Sample	Open Circuit Voltage $V_{oc}(V)$	Short Circuit Current Density, $J_{sc} (mA/cm^2)$	Fill Factor (FF)	Energy Conversion Efficiency, η (%)
P25	0.50	4.22	0.31	0.65
NF500	0.68	1.65	0.52	0.58
NF600	0.55	3.01	0.38	0.63
NF700	0.66	4.24	0.38	1.60
NF800	0.66	6.49	0.39	1.68
NF900	0.59	3.99	0.35	0.82

การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการประยุกต์ใช้งานของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C แสดงดังกราฟในรูปที่ 4.36 และตารางที่ 4.5 พบว่าค่าความหนาแน่นของกระแสต่อพื้นที่ (Short Circuit Current Density) มีค่ามากที่สุดที่ 6.49 mA/cm² และค่าประสิทธิภาพการแปลงพลังงาน (Conversion Efficiency) คือ 1.68% ของการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไททาเนียม P25 ที่อุณหภูมิการเผา 800 °C เนื่องจากผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นปริมาณ 3% โดยน้ำหนักและผลการวิเคราะห์จากภาพถ่ายทางพื้นผิวของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงให้เห็นกราฟความสัมพันธ์ดังรูปที่ 4.37 แสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิการเผา 800 °C มีการอัตราความเข้มของรูปแบบอนาเทสต่อรูไทล์ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ในลักษณะที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งการผสมรูปแบบอนาเทสต่อรูไทล์ในอัตราที่เหมาะสมจะเป็นการลดการรวมตัวกันของคู่อิเล็กตรอน-โฮล เนื่องจากแถบระดับการนำไฟฟ้าของรูปแบบอนาเทสอยู่ในตำแหน่งที่สูงกว่ารูปแบบรูไทล์ จึงทำให้ความสามารถในการส่งผ่านอิเล็กตรอนได้ดี และประกอบกับขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดเล็ก กว่าอุณหภูมิการเผาอื่นๆ ซึ่งแสดงถึงขนาดของผลึกที่เกาะรวมตัวกันเป็นเส้นใย ที่ส่งผลต่อการเพิ่มพื้นที่ผิวทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังนั้นประสิทธิภาพการประยุกต์ใช้งานของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 ภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 800 °C ในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงที่ดีที่สุด [7,13,38]



รูปที่ 4.37 กราฟความสัมพันธ์การวิเคราะห์ความเข้มของรูปแบบนาเทสต่อรูโพล์ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง

บทที่ 5

สรุปผลการดำเนินงานวิจัย

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน (N) โดยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า ซึ่งวิธีการสังเคราะห์แบ่งออกเป็น 2 ส่วน โดยส่วนแรกทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำหนักของพอลิเมอร์ ที่ 8%, 10% และ 12% และภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 8 kV, 10 kV และ 12 kV และศึกษาสมบัติการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อน สมบัติทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด หาพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ เพื่อให้ได้เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสม จากนั้นในส่วนที่สองนำเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ มาปรับปรุงประสิทธิภาพด้วยการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน ที่ 1%, 3% และ 5% และภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500 – 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ และศึกษาสมบัติและโครงสร้างทางพื้นผิวของเส้นใย และการไปประยุกต์ใช้งานในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB และการประยุกต์ใช้งานในชีวทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง

วิธีการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณพอลิเมอร์ แสดงให้เห็นว่า ที่ปริมาณการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่ 10% พบระนาบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 25.2^\circ, 38.0^\circ$ และ 48.0° ซึ่งสัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์รูปแบบอนาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์ และที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 27.6^\circ, 36.2^\circ$ และ 41.4° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์รูปแบบรูไทล์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ จากนั้นเมื่อทำการวิเคราะห์ขนาดและลักษณะทางพื้นผิวของเส้นใย และพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ แสดงให้เห็นว่าขนาดและลักษณะของเส้นใยที่พอลิเมอร์ 10% มีความต่อเนื่องของเส้นใย และมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุดถึง 48.79 ตารางเมตรต่อกรัม จากนั้นเมื่อทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ในขั้นตอนของการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า พบว่าที่ความต่างศักย์ทางไฟฟ้าที่ 10 kV มีขนาดของเส้นใยเฉลี่ยอยู่ที่ 184 นาโนเมตร และพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุดถึง 208.3 ตารางเมตรต่อกรัม จากวิธีการสังเคราะห์ในส่วนนี้ ทำให้ทราบว่ากระบวนการเตรียมเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ในขั้นตอนของการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ จะต้องมีความหนืด และการป้อนความต่างศักย์ในขั้นตอนของการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้าที่เหมาะสมและ

สัมพันธ์กัน เพื่อให้ได้ลักษณะของเส้นใยที่มีขนาด และความต่อเนื่อง ที่ส่งผลต่อการเพิ่มปริมาตรของพื้นที่ผิวสัมผัสในการตอบสนองต่อแสง

วิธีการสังเคราะห์ในส่วนที่สอง ทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก และภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เพื่อทำการปรับปรุงประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์ และลดข้อด้อยของการรวมตัวของคู่อิเล็กตรอน-โฮล เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง จากการผลการวิเคราะห์ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน พบว่าการเจือธาตุไนโตรเจน ส่งผลต่อการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยจะพบมุมเลี้ยวเบน $2\theta = 25.2^\circ, 38.0^\circ$ และ 48.0° ซึ่งสัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเฟสอนาเทสเมื่อทำการเผาที่ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติแต่ไม่ส่งผลทางโครงสร้างของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งเมื่อทำการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุด้วยเครื่องสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ แสดงให้เห็นว่าที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนสูงๆ ส่งผลต่อโครงสร้างของ Ti-O-N ที่เปลี่ยนแปลงไปและเมื่อวิเคราะห์ Diffuse Reflectance Spectroscopy เพื่อหาเปอร์เซ็นต์การสะท้อนแบบ Diffuse Reflectance โดยสมการของ Kubelka และ Munk จะเห็นได้ว่าเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% แสดงค่าแถบพลังงาน 3.4 eV. ซึ่งมีค่าต่ำที่สุด ที่สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในช่วงความยาวคลื่นที่เพิ่มขึ้น จากนั้นสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน 3% ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่ 500-900 °C ส่งผลต่อโครงสร้างรูปแบบอนาเทส และรูโหล์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่ออุณหภูมิการเผาสูงขึ้น นอกจากนี้ยังส่งผลต่อขนาดโครงสร้างทางพื้นผิวของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยที่อุณหภูมิการเผาที่ 500-800 °C จะมีขนาดของเส้นใยที่เล็กลง เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิสูงส่งผลต่อการฟอร์มตัวของผลึก ดังนั้นผลึกที่เกาะรวมตัวกันจึงมีขนาดที่เล็กลง จนเมื่อถึงอุณหภูมิการเผาที่ 900 °C จะเห็นว่าการฟอร์มตัวทางโครงสร้างเปลี่ยนแปลงไป ดังนั้นจึงเป็นไปได้ที่ขนาดของอนุภาคที่เปลี่ยนไปนั้น มีการเกาะรวมกันเป็นเส้นใย และทำให้ขนาดของเส้นใยใหญ่ขึ้น

ในการประยุกต์ใช้งานของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB และขั้วไฟฟ้าทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 0%, 1%, 3% และ 5% โดยน้ำหนัก พบว่าเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนที่ 3% มีอัตราการย่อยสลายสีย้อม RhB ได้ดีกว่าการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ไม่มีปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจน และที่มีปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1% และ 5% เนื่องจากในการวิเคราะห์ Diffused Reflectance

Spectroscopy พบว่าการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 3% มีค่าแถบพลังงานที่ต่ำที่สุดที่ 3.4 eV. โดยการเจือธาตุไนโตรเจนในเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์จะส่งผลต่อพันธะทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบ Ti-O-N หรือ N-Ti-O แต่ที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1% แสดงค่าแถบพลังงาน 3.48 eV. ซึ่งค่าแถบพลังงานดังกล่าว มีค่าลดลงเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ยังไม่มีการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน อาจเนื่องมาจากปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 1% ยังมีปริมาณธาตุไนโตรเจนที่น้อยเกินไปที่จะยังไม่ส่งผลต่อพันธะทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ จึงทำให้การเพิ่มประสิทธิภาพในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสงยังไม่ดีพอ และที่ปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 5% แสดงค่าแถบพลังงานที่เพิ่มมากขึ้นจากปริมาณการเจือธาตุที่ 1% และ 3% ซึ่งค่าแถบพลังงานดังกล่าวใกล้เคียงกับเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ยังไม่มีการเจือธาตุไนโตรเจน เนื่องจากการปริมาณการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 5% อาจส่งผลต่อพันธะทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ ในรูปแบบ Oxygen vacancies ดังนั้นเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการเจือธาตุไนโตรเจนที่ 3% จึงสามารถเพิ่มประสิทธิภาพทางโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง และขั้วไฟฟ้าทำงานในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงได้ดีที่สุด

ในการประยุกต์ใช้งานของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ในการย่อยสลายสีย้อม RhB และการทำงานของขั้วไฟฟ้าทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา 500-900 °C พบว่าเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน ที่อุณหภูมิการเผา 600 °C สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้ดีที่สุด เมื่อเทียบกับอุณหภูมิการเผาอื่นๆ เนื่องจากมีความเข้มทางโครงสร้างในรูปแบบอนาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์สูงที่สุด ซึ่งโครงสร้างในรูปแบบอนาเทส มีพื้นที่ผิวสัมผัสในการรับแสงมาก ดังนั้นโครงสร้างในรูปแบบอนาเทส จึงมีความสามารถสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งานในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดีกว่า แต่เมื่อทดสอบการทำงานของขั้วไฟฟ้าทำงานของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง พบว่าที่อุณหภูมิการเผาที่ 800 °C เหมาะสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งานในขั้วทำงานไฟฟ้าของเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสงดีที่สุด เนื่องจากมีการอัตราความเข้มของรูปแบบอนาเทสต่อรูโหล์ของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ในลักษณะที่ใกล้เคียงกัน จึงทำให้ความสามารถในการส่งผ่านอิเล็กตรอนได้ดี และประกอบกับขนาดของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดเล็ก กว่าอุณหภูมิการเผาอื่นๆ ซึ่งแสดงถึงขนาดของผลึกที่เกาะรวมตัวกันเป็นเส้นใย ดังนั้นในการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการประยุกต์ใช้งานเป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน จึงแสดงค่าความหนาแน่นของกระแสต่อพื้นที่มีค่ามากที่สุดที่ 6.49 mA/cm^2 และค่าประสิทธิภาพการแปลงพลังงาน คือ 1.68%

5.2 ปัญหาและแนวทางการแก้ไข

5.2.1 ในขั้นตอนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้าเป็นขั้นตอนที่สำคัญในการเตรียมเส้นใยนาโน ดังนั้นการเตรียมหัวเข็ม จึงควรตรวจสอบลักษณะหัวเข็มบริเวณตรงปลายหัวเข็ม หลังจากตัดปลายแหลมของเข็มฉีดยา ควรจะมีหน้าตัดที่สม่ำเสมอ หรือไม่ลองทำการทดสอบฉีดสารละลายออกจากหัวเข็มเพื่อดูลักษณะทิศทางของการฉีดสารละลาย

5.2.2 การใช้เครื่องแรงดันไฟฟ้ากำลังสูง ในการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า ผู้ทำการวิจัยควรแต่งตั้งให้รัดกุม และใช้เครื่องมืออย่างระมัดระวัง

5.3 ข้อเสนอแนะ

5.3.1 ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยวิธีการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า สามารถเตรียมเส้นใยได้น้อย เมื่อผ่านการเผา ดังนั้นในขั้นตอนของการเตรียมสารละลาย ควรมีการวัดความหนืดของสารละลายก่อนทำการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า เพื่อให้กระบวนการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้าสามารถเป็นไปได้อย่างต่อเนื่อง และได้ปริมาณเส้นใยในการปั่นเส้นใยทางไฟฟ้า ที่สามารถนำไปใช้งานได้ปริมาณมาก

เอกสารอ้างอิง

- [1] J.J Yuan, H.D. Li, Q.L. Wang, Q. Yu, X.K. Zhang, H.J. Yu and Y.M. Xie, "Fabrication, characterization, and photocatalytic activity of double-layer TiO₂ nanosheet films". **Materials Letters**, Vol.81(2012), pp.123-126.
- [2] Z. He and H.Y. He, "Synthesis and photocatalytic property of N-doped TiO₂ nanorods and nanotubes with high nitrogen content". **Applied Surface Science**, Vol.258(2011), pp.972-976.
- [3] S.K. Choi, S. Kim, S.K. Lim and K. Park, "Photocatalytic Comparison of TiO₂ nanoparticles and Electrospun TiO₂ Nanofibers: Effects of Mesoporosity and Interparticle Charge Transfer". **Journal of Physical Chemistry C**, Vol.114(2010), pp.16475-16480.
- [4] J. Senthilnathan and L. Philip, "Photocatalytic degradation of lindane under UV and visible light using N-doped TiO₂". **Chemical Engineering Journal**, Vol.161(2010), pp.83-92.
- [5] X. Cheng, X. Yu and Z. Xing, "Characterization and mechanism analysis of N doped TiO₂ with visible light response and its enhanced visible activity". **Applied Surface Science**, Vol.258(2012), pp.3244-3248.
- [6] ณัฐญา คุ่มทรัพย์. 2556. "ผลของการเจือโลหะต่อความว่องไวในปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ช่วงวิลิเบิลของไทเทเนียมไดออกไซด์." **วิศวกรรมลาดกระบัง**. 30(2) : 19-24.
- [7] นัตตา เวชชากุล. 2555. "การกำจัดสารอินทรีย์ในน้ำด้วยตัวเร่งปฏิกิริยานาโนไทเทเนียมไดออกไซด์." **Technology Energy&Environment**. 221(38) : 53-55.
- [8] Cbpworld Macwumsuk. 2011 "Far Infrared คืออะไร มีข้อดีอย่างไร."
- [9] M. Grätzel, "Dye-sensitized solar cells". **Journal of photochemistry and photobiology**, Vol.4 (2003), pp.145-153.
- [10] สรพงษ์ ภาสุปรีย์. 2554. "การประยุกต์ใช้ท่อนาโนไททาเนียในการพัฒนาเซลล์พลังงานแสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง." **ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี**.
- [11] Chung et al. "All-solid-state dye-sensitized solar cells with high efficiency." **Nature**. Vol.485 (2012), pp.486-489, doi: 10.1038/nature11067.
- [12] N. Bhardwaj, S. C. and Kundu. "Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique." **Biotechnology Advances**. Vol.28(2010), pp.325-347.
- [13] B. O'Regan and M. Grätzel, "A low-cost, high-efficiency solar cell based on dye-sensitized colloidal TiO₂ films." **Nature**, Vol.353 (1991), pp.737-740.

- [14] J. S. Lee, Y. I. Lee, H. Song, D. H. Jang and Y. H. Choa, "Synthesis and characterization of TiO₂ nanowires with controlled porosity and microstructure using electrospinning method." **Current Applied Physics**, Vol.11 (2011), pp.S210-S214.
- [15] W. H. Jung, H. S. Kwak, T. S. Hwang and K. B. Yi, "Preparation of highly porous TiO₂ nanofibers for dye-sensitized solar cells (DSSCs) by electro-spinning." **Applied Surface Science**, Vol.261 (2012), pp.343-352.
- [16] S. Sakthivel and H. Kisch, "Daylight Photocatalysis by Carbon-Modified Titanium Dioxide." **Angewandte Chemie International Edition**, Vol.42 (2003), pp4908-4911.
- [17] Y. Liu, J. Liu, Y. Lin, Y. Zhang and Y. Wei, "Simple fabrication and photocatalytic activity of S-doped TiO₂ under low power LED visible light irradiation." **Ceramics International**, Vol.35 (2009), pp.3061-3065.
- [18] T. Yamaki, T. Umebayashi, T. Sumita, S. Yamamoto, M. Maekawa, A. Kawasuso and H. Itoh, "Fluorine-doping in titanium dioxide by ion implantation technique." **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B**, Vol.206 (2003), pp.254-258.
- [19] X. Cheng, X. Yu and Z. Xing, "Characterization and mechanism analysis of N-doped TiO₂ with visible light response and its enhanced visible activity". **Applied Surface Science**, Vol.258 (2012), pp.3244-3248.
- [20] Q. Li, D. Sun and H. Kim, "Fabrication of porous of TiO₂ nanofiber and its photocatalytic activity." **Materials Research Bulletin**, Vol.46 (2011), pp.2094-2099.
- [21] S. J. Doh, C. Kim, S. G. Lee, S. J. Lee and H. Kim, "Development of photocatalytic TiO₂ nanofibers by electrospinning and its application to degradation of dye pollutants." **Journal of Hazardous Materials**, Vol.154 (2008), pp.118-127.
- [22] J. A. Park, J. Moon, S. J. Lee, S. H. Kim, T. Zyung and H. Y. Chu, "Structural, electrical and gas sensing properties of eletrospun TiO₂ nanofibers." **Thin Solid Films**, Vol.528 (2010), pp.6642-6645.
- [23] Y. C. Tang, X. H. Huang, H. Q. Yu and L. H. Tang, "Nitrogen-doped TiO₂ Photocatalyst prepared by mechanochemical method: Doping mechanisms and visible photoactivity of pollutant degradation." **International Journal of Photoenergy**, Vol.2012 (2012), pp.1-10.
- [24] Y. Cong, J. Zhang, F. Chen and M. Anpo, "Synthesis and characterization of Nitrogen-doped TiO₂ nanophotocatalyst with high visible light activity." **The Journal of Physical Chemistry C**, Vol.111 (2007), pp.6976-6982.
- [25] V. J. Babu, A. S. Nair, Z. Peining and S. Ramakrishna, "Synthesis and characterization of rice grain like Nitrogen-doped TiO₂ nanostructures by electrospinning-photocatalysis." **Materials Letter**, Vol.65 (2011), pp.3064-3068.

- [26] J. Ananpattarachai, P. Kajitvichyanukul and S. Seraphin. "Visible light absorption ability and photocatalytic oxidation activity of various interstitial N-doped TiO₂ prepared from different nitrogen dopants." **Journal of Hazardous Materials**, Vol.168 (2009), pp.253-261.
- [27] Y. Wang, C. Feng, M. Zhang, J. Yang and Z. Zhang, "Enhanced visible light photocatalytic activity of N-doped TiO₂ in relation to single-electron-trapped oxygen vacancy and doped-nitrogen." **Applied Catalysis B: Environmental**, Vol. 100 (2010), pp. 84-90.
- [28] C. D. Valente, G. Pacchioni, A. Selloni, S. Livraghi and E. Giamello, "Characterization of Paramagnetic Species in N-doped TiO₂ Powders by EPR Spectroscopy and DFT Calculations." **The Journal of Physical Chemistry B**, Vol.109 (2005), pp.11414-11419.
- [29] S. Lee, I. S. Cho, D. K. Lee, D. W. Kim, T. H. Noh, C. H. Kwank, S. Park, K. S. Hung, J. K. Lee and H. S. Jung, "Influence of nitrogen chemical states on photocatalytic activities of nitrogen-doped TiO₂ nanoparticles under visible light." **Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**, Vol. 213 (2010), pp. 129-135.
- [30] A. E. Morales, E. S. Mora and U. Pal, "Use of diffuse reflectance spectroscopy for optical characterization of un-supported nanostructures." *Revista Mexicana De Fisica S*, Vol. 53 (2007), pp. 18-22.
- [31] L. Rizzo, D. Sannino, V. Vaiano, O. Sacco, A. Scarpa and D. Pietrigiacomi, "Effect of solar simulated N-doped TiO₂ photocatalysis on the inactivation and antibiotic resistance of an E. coli strain in biologically treated urban wastewater." **Applied Catalysis B: Environmental**, Vol.144 (2014), pp.369-378.
- [32] W. Nuansing, S. Ninmuang, W. Jarernboon, S. Maensiri and S. Seraphin, "Structural characterization and morphology of electrospun TiO₂ nanofibers." **Materials Science and Engineering B**, Vol.131 (2006), pp.147-155.
- [33] G. Yang, Z. Jiang, H. Shi, T. Xiao and Z. Yan, "Preparation of highly visible-light active N-doped TiO₂ photocatalyst." **Journal of Materials Chemistry**, Vol.20 (2010), pp.5301-5309.
- [34] S. Zhou, J. Lv, L. K. Guo, G. Q. Xu, D. M. Wang, Z. X. Zheng and Y. C. Wu, "Preparation and photocatalytic properties of N-doped nano-TiO₂/muscovite composites." **Applied Surface Science**, Vol.258 (2012), pp.6136-6141.
- [35] V. J. Babu, M. K. Kumar, A. S. Nair, T. L. Kheng, S. I. Allakhverdiev and S. Ramakrishna, "Visible light photocatalytic water splitting for hydrogen production from N-TiO₂ rice grain shaped electrospun nanostructures." **International Journal of Hydrogen Energy**, Vol.37 (2012), pp.8897-8904.

- [36] H. C. Choi, Y. M. Jung and S. B. Kim, "Size effects in the Raman spectra of TiO₂ nanoparticles." **Vibrational Spectroscopy**, Vol.37 (2005), pp.33-38.
- [37] B. Tan and Y. Wu, "Dye-Sensitized Solar Cells Based on Anatase TiO₂ Nanoparticle/Nanowire Composites." **The Journal of Physics Chemistry**, Vol.110 (2006), pp.15932-15938.
- [38] S. Chuangchote, T. Sagawa and S. Yoshikawa, "Efficient dye-sensitized solar cells using electrospun TiO₂ nanofibers as a light harvesting layer." **Applied Physics Letters**, Vol.93 (2008).
- [39] R. Joshi, L. Zhang, D. Davoux, Z. Zhu, D. Galipeau, H. Fong and Q. Qiao, "Composite of TiO₂ nanofibers and nanoparticles for dye-sensitized solar cells with significantly improved efficiency." **Energy Environment Science**, DOI: 10.1039/c0ee00068j, Vol.3 (2010), pp.1507-1510.
- [40] R. Asah, T. Morikawa, T. Ohwaki, K. Aoki and T. Taga, "Visible-Light Photocatalysis in Nitrogen-Doped Titanium Oxides." **Science**, Vol.293, pp.269-271.

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล นางสาวสินีนาง สุพรรณกิจ

วันเดือนปีเกิด วันศุกร์ที่ 18 ตุลาคม พ.ศ.2528

ประวัติการศึกษา

-ปีการศึกษา 2546 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาจากโรงเรียนศึกษานารี แขวงวัดกัลยาณ์ เขตธนบุรี จ.กรุงเทพมหานคร.

-ปีการศึกษา 2550 สำเร็จการศึกษาจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ในระดับปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต ที่คณะวิทยาศาสตร์ ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ สาขาเครื่องมือวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม

-ปีการศึกษา 2554-ปัจจุบัน ศึกษาในระดับปริญญาโท สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนพระจอมเกล้าลาดกระบัง ที่สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ประวัติการทำงาน

-ปี 2551 ได้เข้าทำงานที่บริษัท Save Cost ในตำแหน่ง Sale Engineering

-ปี 2552 ได้เข้าทำงานที่ศูนย์พันธุวิศวกรรมและเทคโนโลยีแห่งชาติ ในตำแหน่งนักวิชาการ

การเผยแพร่ผลงานวิจัยทางวิชาการ

การนำเสนอผลงานวิจัยในที่ประชุม

1.เข้าร่วมการประชุมเชิงวิชาการ 38th Congress on Science and Technology of Thailand ในระหว่างวันที่ 17-19 ตุลาคม 2555

2.เข้าร่วมการประชุมเชิงวิชาการ 10th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium 2012 ในระหว่างวันที่ 5-8 ธันวาคม 2555

3.เข้าร่วมการประชุมเชิงวิชาการ Siam Physics Congress 2013 ในระหว่างวันที่ 21-23 มีนาคม 2556

4.เข้าร่วมการประชุมเชิงวิชาการ 11th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium 2012 ในระหว่างวันที่ 18-21 ธันวาคม 2556

การตีพิมพ์ผลงานวิจัย

1. S.Suphankij, W.Mekprasart and W.Pecharapa, "Photocatalytic of N-doped TiO₂ nanofibers prepared by electrospinning." **Energy Procedia**. Vol.34 (2013), pp.751-756.
2. S.Suphankij, W.Mekprasart and W.Pecharapa, "Effect of calcinations temperature on structural properties, phase transformation and photocatalytic activity of electrospun TiO₂ nanofibers." **Advanced Materials Research**. Vol.802 (2013), pp.247-251.
3. W.Mekprasart, S.Suphankij and W.Pecharapa, "Modification of dye-sensitized solar cell working electrode using TiO₂ nanoparticle/N-doped TiO₂ nanofiber composites." **Physica Status Solidi A**. 1-7(2014) /DOI 10.1002/pssa.201330566.



10th Eco-Energy and Materials Science and Engineering
(EMSES2012)

Photocatalytic of N-doped TiO₂ Nanofibers Prepared by Electrospinning

Sineenart Suphankij^a, Wanichaya Mekprasart^{a,b}, Wisanu Pecharapa^{a,b*}

^aCollege of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Ladkrabang Bangkok 10520, Thailand
^bThEP Center, CHE, 328 Siayuthaya Rd., Bangkok 10400, Thailand

Abstract

Nitrogen-doped TiO₂ nanofibers were prepared by electrospinning process using ammonium acetate (CH₃COONH₄) as nitrogen sources and titanium (IV) isopropoxide (TiP) in 2-methoxyethanol as starting precursor. The different amount of nitrogen in TiO₂ was introduced into the fibers. The structural properties of nitrogen-doped TiO₂ nanofibers were characterized by X-ray diffraction (XRD), field emission scanning electron microscope (FE-SEM), and X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). XRD results indicated that the crystallinity of as-prepared fibers and after calcined corresponds to phase of TiO₂ independent on nitrogen content. XPS indicates that nitrogen was doped effectively into the fibers. Nitrogen-doped TiO₂ nanofiber materials were utilized as the photocatalyst in dye photodegradation under visible light. The significant absorption enhancement in visible region was obtained by nitrogen-doped TiO₂ nanofibers relating to the improvement of photocatalytic efficiency comparing to undoped-TiO₂.

© 2013 The Authors. Published by Elsevier B.V.

Selection and peer-review under responsibility of COE of Sustainable Energy System, Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT)

Keywords—TiO₂, nanofibers, electrospinning, nitrogen

* Corresponding author. Tel.: +66-2329-8000; fax: +66-23298265.

E-mail address: kpewisan@gmail.com.

1. Introduction

Titanium dioxide (TiO_2) is one of metal oxide semiconductor applied to environment applications because of non-toxic, strong ultraviolet (UV) absorption, widely energy bandgap of 3.2 eV and good stability in photocatalyst reaction. TiO_2 photocatalyst is used in various applications such as photodegradation of organic and inorganic pollutant in waste water, hydrogen generation, air purification, bacteria elimination and dye decolorization [1-3]. Phenomenon of photocatalyst that occurs under UV irradiation resulting to the movement of electron from valence band to conduction band called photoelectron-hole pair. However, UV in the natural light approximately is 3-5% relating to the inactivation of TiO_2 in this region [4] therefore low absorption in visible light is one of drawback in TiO_2 .

Nitrogen (N) doping in TiO_2 is one of methods for enhancing its performance such as the decrease of electron – hole recombination and the extension of photoresponse from UV to the visible light region. Therefore TiO_2 efficiency is increased by these phenomena resulting to the improvement in the photocatalytic activity. N-doped TiO_2 structures can be fabricated by various methods such as nanoparticle, nanorod, nanosheet, nanotube and nanofiber. In this study, the preparation in form of nanofiber by electrospin process was chosen because of long-continuous fiber, controlled its diameter size, porous structure after calcination and uncomplicated process.

The main objective of this work is to synthesize N-doped TiO_2 nanofibers that used as photocatalyst in the photocatalytic degradation of Rhodamine B (RhB) under visible light.

2. Experimental

N-doped TiO_2 nanofibers (NF) were prepared by electrospinning process. First, the polymer solution was prepared by dissolving 4 g of poly (vinyl pyrrolidone) (PVP; M_w 40,000, Sigma-Aldrich) in 8 mL of Ethanol followed by stirred for 2 h. Next, the solution of nitrogen doped TiO_2 was prepared by mixing $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ (ACI Labscan) as nitrogen source at 1, 3 and 5 wt.% in 3 ml 2 methoxyethanol. After that 1.4 g titanium (IV) isopropoxide (TiP) (Sigma-Aldrich) and 2 ml acetic acid (Merck) were added in the solution and stirred for 15 min. Finally, the precursor mixture was stirred until optimized viscosity in the solution was attained. For electrospinning process, 10 ml precursor solution was loaded into a syringe. Distance between a needle tip and collector was fixed at 15 cm with feeding rate 0.5 ml/h and applied voltage at 16 kV. As-prepared electrospun of undoped TiO_2 and N-doped TiO_2 nanofibers were dried at 80 °C for 12 h. Finally, the electrospuns were obtained after calcined at 500 °C for 2 h.

The Photocatalytic activities of as-prepared NFs were evaluated by degradation Rhodamine B (RhB) under visible light using solar simulator. 16 mg of electrospun TiO_2 nanofibers were dispersed in 5.9×10^{-6} mol/. of RhB and stirred 30 min, in the dark. After, the solution was stirred under illumination for various time. The concentration of degraded RhB was measured by mean of its corresponding absorption intensity.

3. Results and Discussion

XRD patterns of as-spun and after-calcined fibers are shown in Fig. 1. No characteristic peak of crystalline phase of TiO_2 is observed in as-spun sample. After calcinations at 500°C , N-doped TiO_2 NF shows prominent diffraction peaks positioned at $2\theta = 25.5^\circ, 38.0^\circ, 48.2^\circ, 54.5^\circ, 55.3^\circ, 63.06^\circ, 69.2^\circ, 70.4^\circ$ and 75.2° that are assigned to (101), (104), (200), (105), (211), (204), (116), (220) and (215) planes of anatase phase, respectively [5]. Another peaks positioned at $2\theta = 27.58^\circ, 36.2^\circ, 41.2^\circ$ and 44.0° are assigned to (110), (101), (111) and (210) planes of rutile phase, respectively.

This XRD results indicate the formation of TiO_2 with crystalline phase of anatase and rutile without noticeable alternation in phase after nitrogen doping.

FE-SEM images in Fig.2 show the morphologies of as-synthesized and after calcined of undoped and N-doped TiO_2 NF. Morphologies of as-synthesized of undoped and N-doped TiO_2 exhibit non-uniform nanofibers with beads as observed in Fig. 2(a) and 2(c). Meanwhile, Fig. 2(b) and 2(d) show uniform nanofibers of undoped and N-doped TiO_2 , continuity and smooth surface caused by burn-out of PVP from the nanofibers after calcinations. After-calcined TiO_2 NFs have average diameter of 140-180 nm.

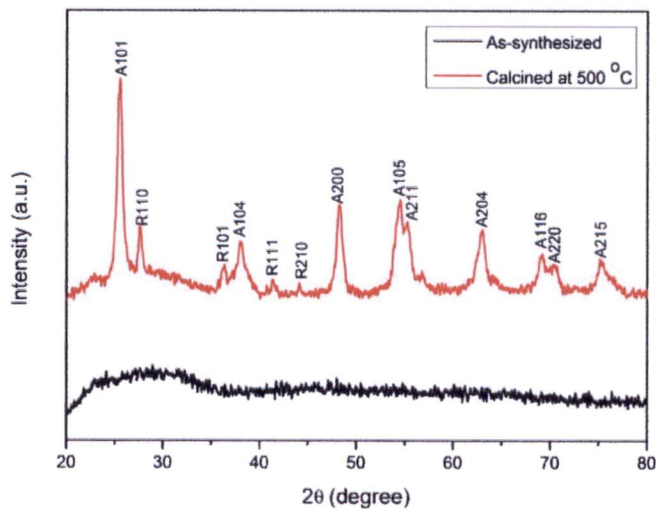


Fig.1 XRD pattern of as-synthesized and calcined N-doped TiO_2

XPS survey spectrum of N-doped TiO_2 is illustrated in Fig.3. The electron binding energy and oxidation number of the elements on the surface material were analyzed. The result shows the existence of nitrogen accompanying the appearance of N 1s region (396-404 eV) corresponding to binding energy peak of N 1s at 399.32 eV. The Ti 2p region was observed at 461.52 eV and O 1s at 530.41 eV [8-11].

The photocatalytic performance of as-prepared N-doped TiO_2 NF were investigated by RhB photodegradation under visible light. The absorbance at normalized maximum wavelength of RhB versus irradiation time is shown in Fig.4. The complete decolorization of RhB by undoped TiO_2 was achieved after 120 min of reaction. Whereas, N-doped TiO_2 NF photocatalyst performs shorter degradation time comparing to undoped TiO_2 . The improvement of catalytic efficiency was obtained by increasing nitrogen doping in TiO_2 . N-doped TiO_2 photocatalyst at 3 wt.% exhibited much better activity than the other due to the optimized doping amount of nitrogen that can induce the defect level in optical band gap of TiO_2 , leading to the improvement in optical absorptivity of TiO_2 in visible region. Furthermore, with high aspect ratio nature of nanofibers can also considerably provide greater surface areas which play a key role on catalytic performance.

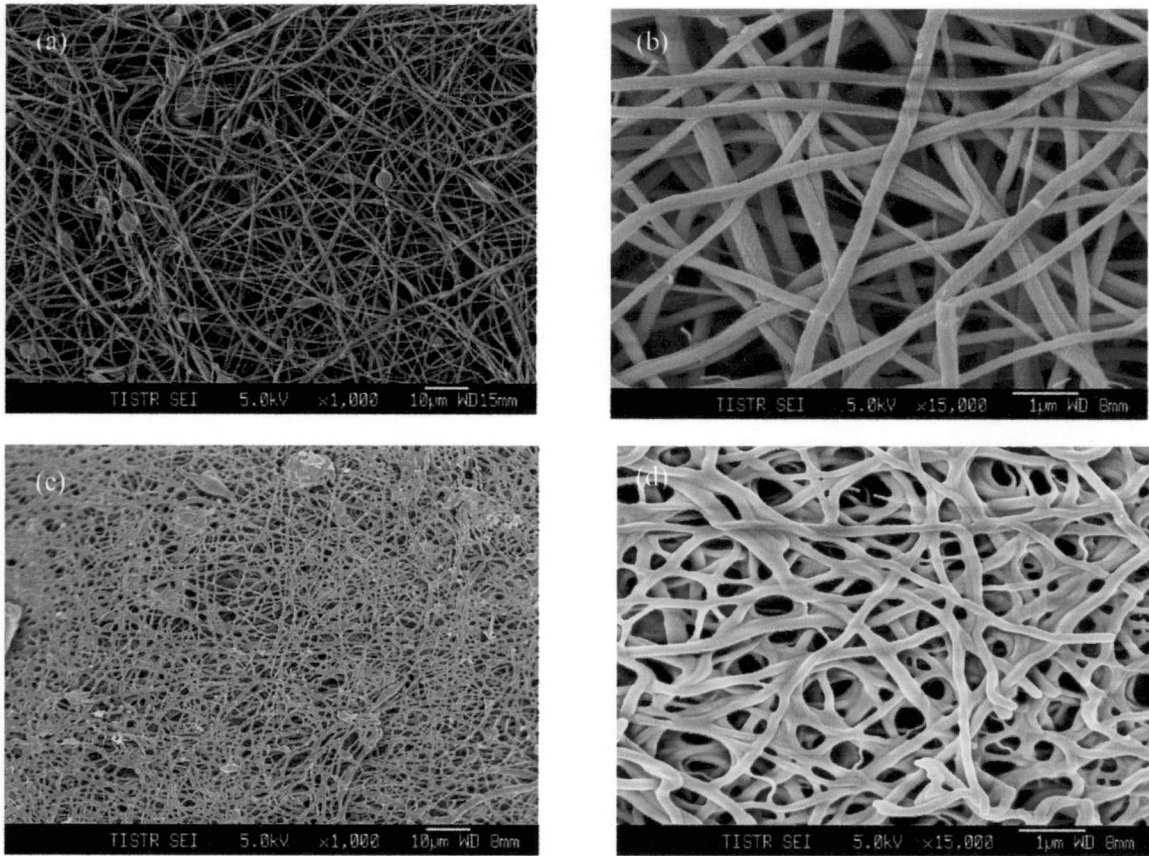


Fig.2 FE-SEM images of N-doped TiO_2 nanofibers

(a) As-synthesized undoped, (b) After calcined undoped, (c) As-synthesized N-doped TiO_2 and (d) After calcined N-doped TiO_2

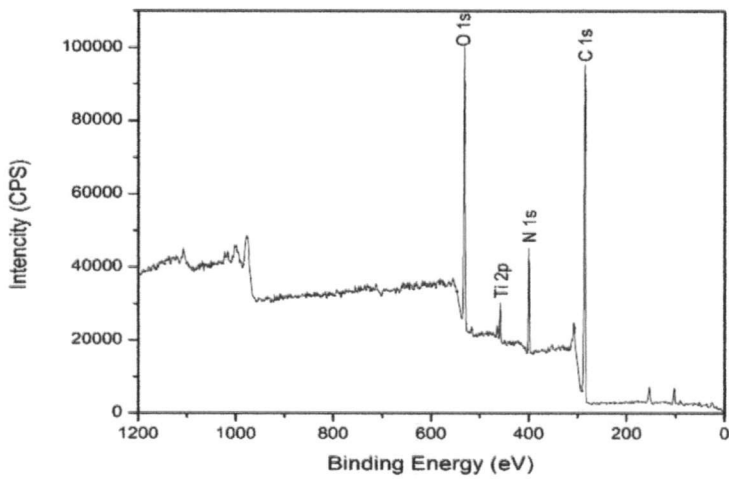


Fig.3 XPS spectrum of 5 wt. % N-doped TiO_2 nanofiber.

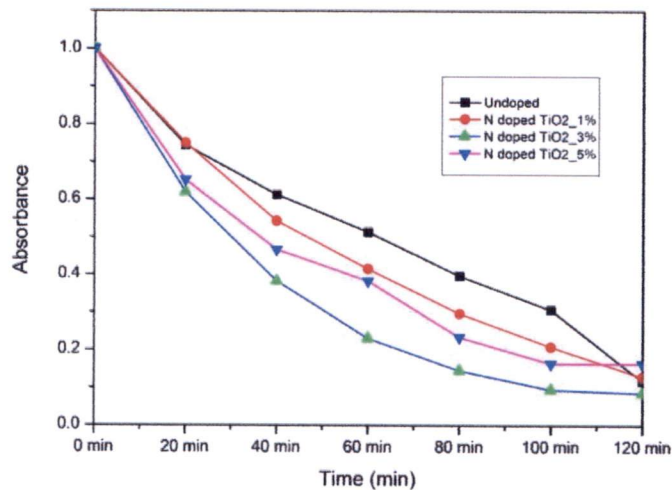


Fig.4 Absorbance of RhB versus reaction time under visible light source using 0, 1, 3 and 5 wt.% N-doped TiO₂ nanofibers

4. Conclusions

Electrospun undoped and N-doped TiO₂ were successfully prepared using CH₃COONH₄ as nitrogen source. XRD patterns of N-doped TiO₂ nanofibers exhibits the characteristic peaks of anatase and rutile phase after calcinations. FE-SEM images disclose the excellent nanofiber formation of as-spun samples. N-doped TiO₂ with 5% doping content perform superior degradation of RhB under visible light that may be originated from the proper nitrogen doping which can create the defect level in the band gap of TiO₂. In addition, the observable photodegradation of undoped samples under solar simulator may be due to the remained impurity-induced defect active site generated during electrospinning process and photon-activated degradation by UV spectrum existing in solar spectrum of the solar simulator.

Acknowledgements

This work has been financially supported by the National Nanotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of Science and Technology Thailand, through its program of Center of Excellence Network. This work has been also partially supported by Nation Research Council of Thailand (NRCT).

References

- [1] Wanichaya Mekprasart, Naratip Vittayakorn, and Wisanu Pecharapa. Ball-milled CuPc/TiO₂ hybrid nanocomposite and its photocatalytic degradation of aqueous Rhodamine B. *Materials research bulletin* 2012;**47**:3114-3119.
- [2] Jong-Sik Lee, Young-In Lee, Hanbok Song, Dae-Hwan Jong, and Yong-Ho Choa. Synthesis and characterization of TiO₂ nanowires with controlled porosity and microstructure using eletrospinning method. *Current applied physics* 2011;**11**: S210-S214.
- [3] Qiming Li, Daoxing Sun, and Hern Kim. Fabrication of porous TiO₂ nanofiber and its photocatalytic activity. *Materials research bulletin* 2011;**46**: 2094-2099.

- [4] Ye Cong, Jinlong Zhang, Feng Chen, and Masakazu Anpo. Synthesis and Characterization of Nitrogen-Doped TiO₂ Nanophotocatalyst with High Visible Light Activity. *J Phys Chem* 2007; **111**: 6976-6982.
- [5] Veluru Jagadeesh Babu, Appukuttan Sreekumaran Nair, Zhu Peining, and Seeram Ranakrishna. Synthesis and characterization of rice grains like Nitrogen-doped TiO₂ nanostructures by electrospinning–photocatalysis. *Material letters* 2011; **65**: 3064-3068.
- [6] Wanichaya Mekprasart, and Wisanu Pecharapa. Synthesis and characterization of nitrogen-doped TiO₂ and its photocatalytic activity enhancement under visible light. *Energy procedia* 2011; **9**: 509-514.
- [7] J Senthilnathan, and Ligy Philip. Photocatalytic degradation of lindane under UV and visible light using N-doped TiO₂. *Chemical engineering journal* 2010 ;**161**: 83-92.
- [8] Xian-Zhong Bu, Gao-Ke Zhang, Yuan-Yuan Gao, and Yan-Qing Yang. Preparation and photocatalytic properties of visible light responsive N-doped TiO₂/rectorite composite. *Microporous and mesoporous materials* 2010; **136**: 132-137.
- [9] Baoshun Liu, Liping Wen, and Xiujian Zhao. The structure and photocatalytic studies of N-doped TiO₂ films prepared by radio frequency reactive magnetron sputtering. *Solar energy material&solar cells* 2008; **92**: 1-10.
- [10] J Senthilnathan, and Ligy Philip. Photocatalytic degradation of lindane under UV and visible light using N-doped TiO₂. *Chemical engineering journal* 2010;**161**: 83-92.
- [11] Ji Yong Kim, Chan Soo Kim, Han Kwon Chang, and Tae Oh Kim. Synthesis and characterization of N-doped TiO₂/ZrO₂ visible light photocatalysts. *Advance powder technology* 2011; **22**: 443-448.

Effect of calcinations temperature on structural properties, phase transformation and photocatalytic activity of electrospun TiO₂ nanofibers

Sineenart Suphankij^{1, a}, Wanichaya Mekprasart^{1, b} and Wisanu Pecharapa^{1, c}

¹College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalokkrung Rd., Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand.

^asineenart.sup@gmail.com, ^bwani.mek@gmail.com, ^ckpewisan@gmail.com

Keywords: TiO₂ nanofiber, Electrospinning, Photocatalytic

Abstract. TiO₂ nanofibers were fabricated via an electrospinning method. Titanium (IV) isopropoxide (TIP) and poly (vinyl pyrrolidone) (PVP) were used as a starting precursor. The electrospun TiO₂ nanofibers were obtained by injecting the precursor through a needle under a strong electrical field. As-spun fibers were calcined at 500, 600, 700, 800 and 900 °C for 2 h. The structural properties of the nanofibers were characterized using X-ray diffraction (XRD) and Scanning electron microscope (SEM). XRD results indicated that the crystallinity of TiO₂ nanofibers corresponds to rutile and anatase phase of TiO₂ depending on calcinations temperature. SEM results indicated that the surface morphology and size TiO₂ nanofibers. The photocatalytic degradation of RhB may be attributed to significant absorption enhancement in visible region by phase transformation of TiO₂ nanofibers and fiber size dependence active surface areas.

Introduction

Photocatalytic reaction is one of effective methods for heavy metal remediation, sterilization, air purification and wastewater treatment. Photocatalytic reaction is one of advanced oxidation process (AOP) that the acceleration of a photoreaction can be activated by a catalyst. The homogeneous photocatalytic reaction normally requires that the catalyst must absorb energy efficiently. After energy absorption, the catalyst generates charge carriers (e⁻/h⁺) transferred to the oxidant. and The photocatalytic degradation concept is composed of, light source, water and semiconductor photocatalysts such as ZnO, SnO₂ and TiO₂. TiO₂ is widely used as potential photocatalyst because of good working functionality in near UV and visible light source and excellent chemical stability [1-4]. TiO₂ with specific morphologies can be synthesized by various practical methods such as sol-gel method, thermal treatment, hydrolysis-precipitation method, hydrothermal method and electrospinning method. [5] It is found that electrospinning process has considerable advantages over the others such as simplicity of equipment and arrangement, continuity of production, controllability of size, porosity and high surface to volume ratio and adjustability of process conditions.

The main objective in this work is focused on the synthesis of TiO₂ nanofibers by electrospinning process and calcinations at various temperature. The effect of calcinations temperature on structural properties, phase transformation and photocatalytic performance of electrospun TiO₂ nanofibers are investigated.

Experimental

TiO₂ nanofibers were fabricated via typical electrospinning method. First, the polymer solution was prepared by 0.63 g of poly (vinyl pyrrolidone) (PVP; Mw 1,300,000 Sigma-Aldrich) dissolved in 6 mL of Ethanol and stirred for 20 min. Next, the solution of titanium dioxide was prepared by 1.20 g of titanium (IV) isopropoxide (TIP) (Sigma-Aldrich) dissolved in 3 mL of Ethanol and then 2 mL of acetic acid (Merck) was slowly dropped the precursor under continuous stirring for 15 min. Finally, the precursor mixture was stirred to obtain specific viscosity for electrospinning.

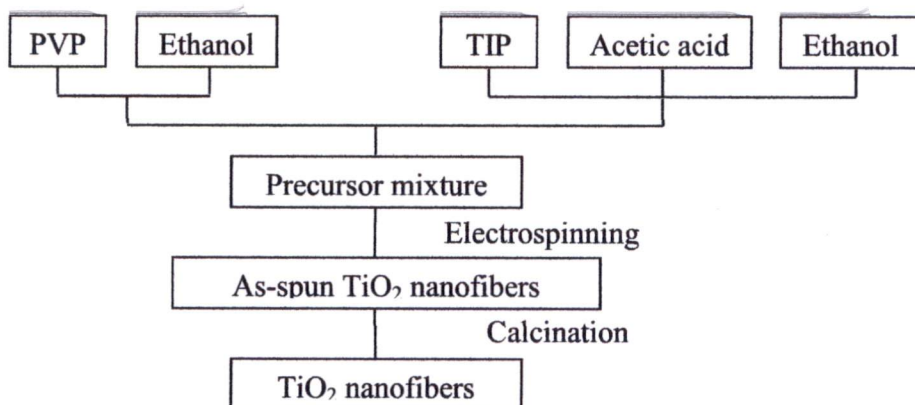


Figure. 1 Schematic preparation of TiO_2 nanofibers.

For electrospinning process, the solution was initially loaded into a syringe. A needle tip was connected to high voltage power supply and applied voltage was fixed at 10 kV. The feeding rate was set at 0.5 mL/h and distance between the needle tip and collector was designated at 15 cm. The as-spun fibers were collected and calcined at 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C and 900 °C for 2 h. The schematic diagram of preparation of TiO_2 nanofibers can be seen in Figure 1.

Results and Discussion

The TG-DTA curve results show thermal decomposition of electrospun TiO_2 nanofibers. It is found that there are three main thermo gravimetric steps ranging from 0 to 900 °C. First step of temperature up to 100 °C exhibits approximately 15 wt% weight losses that are attributed to ethanol and water removal from precursor. The second step observed at temperature range of 250- 300 °C is expected to the decomposition and degradation of PVP chains. The last TG-DTA curve observed at temperature from 350 °C to 450 °C indicates the formation of TiO_2 [5]. The X-ray diffraction (XRD) patterns of TiO_2 nanofibers calcined at different temperatures (500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C and 900 °C, respectively) are illustrated in Figure 3. Both anatase and rutile phases of TiO_2 are observed at the calcination temperature is 500 °C to 800 °C. As temperature is lower than 600 °C, the anatase phase of TiO_2 is obviously dominant, accompanying the intense of corresponded anatase peaks. When the calcinations temperature elevates, the intensities of anatase phases drastically decrease while those of rutile phases abruptly increase until the complete anatase-to-rutile phase transformation is attained as the temperature arises to 900 °C [6].

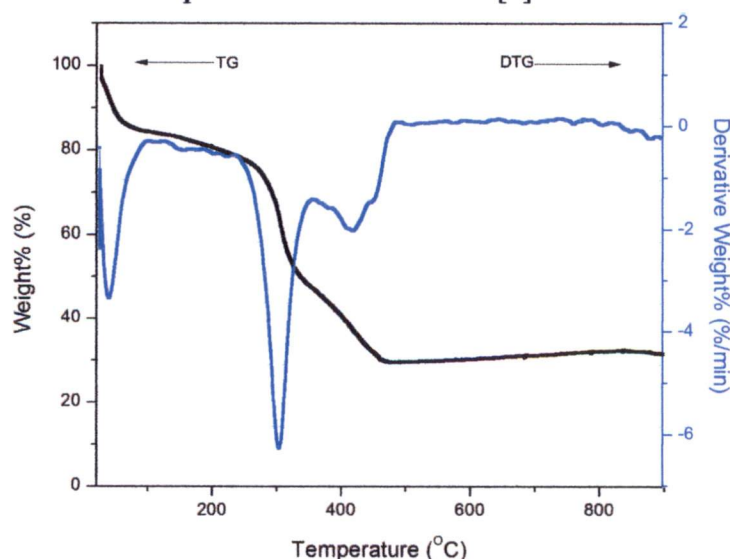


Figure. 2 TG-DTA curve of electrospun TiO_2 nanofibers.

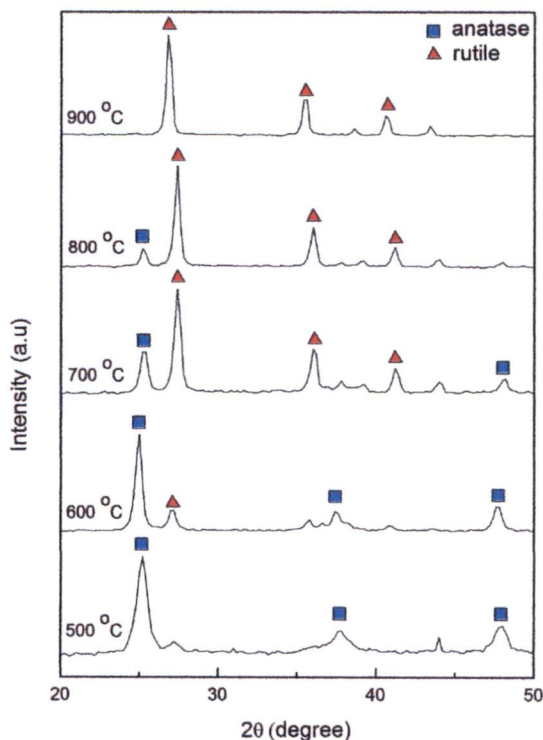


Figure. 3 XRD patterns of TiO₂ nanofibers calcined at different temperatures.

The morphologies of TiO₂ nanofibers calcined at 500, 600, 700, 800 and 900 °C are shown in Fig.4 (A), 4(B), 4(C), 4(D) and 4(E), respectively. All images exhibit that after-calcined TiO₂ nanofibers are uniform in size and length with continuity. The average diameters of electrospun nanofibers were measured from 30 nanofibers of each images and the corresponding size distribution are shown as the insets. The average diameter of the nanofibers as a function of calcinations temperature is plotted in Fig. 4(F). It is notified that size and diameter of after-calcined fibers tend to decrease from 110 nm to 87 nm as the temperature increases from 500°C to 800°C, thereafter increases to 108.5 nm. This feature should relate to PVP template removal, phase transformation and crystallization of TiO₂ at elevated temperature. This behavior is relatively in accordance with XRD results, exhibiting the ratio of anatase-to-rutile phase (I_A/I_R) as shown in Fig. 4(F). However, at 900 °C, the thermal expansion may pay an important role on the increase in diameter of the nanofiber.

The photocatalytic performance of TiO₂ nanofibers calcined at various temperatures was investigated by the photodegradation of aqueous RhB under visible light and corresponding results in term of normalized RhB concentration as function of reaction time as shown in Figure 5. The photocatalytic efficiency of the fibers calcined at 500 °C exhibits superiority to the others after 120 min. This is due to the higher ratio of anatase-to-rutile phase at this temperature. As the calcinations temperature elevate to 700°C, the catalytic performance of the fibers significantly lessens thereafter increases. This behavior may be attributable to the phase transformation of the crystalline nanofiber at this temperature range, resulting in the mixture of both phases and consequently reflecting to the deterioration in photocatalytic efficiency. However, the fibers calcined at 900 °C possesses comparable performance to the fibers calcined at 500 °C. This manner may correlate to the narrower band gap of rutile phase (3.02 eV) than that of anatase phase (3.2 eV), leading the fibers with rutile phase to be activated by visible light with good photocatalytic performance. Further studies will be taken to so that the mechanisms responsible on this feature can be clarified. In this result, electrospinning process technique can be improved on efficiency and active surface area for application of the photocatalytic degradation of dye.

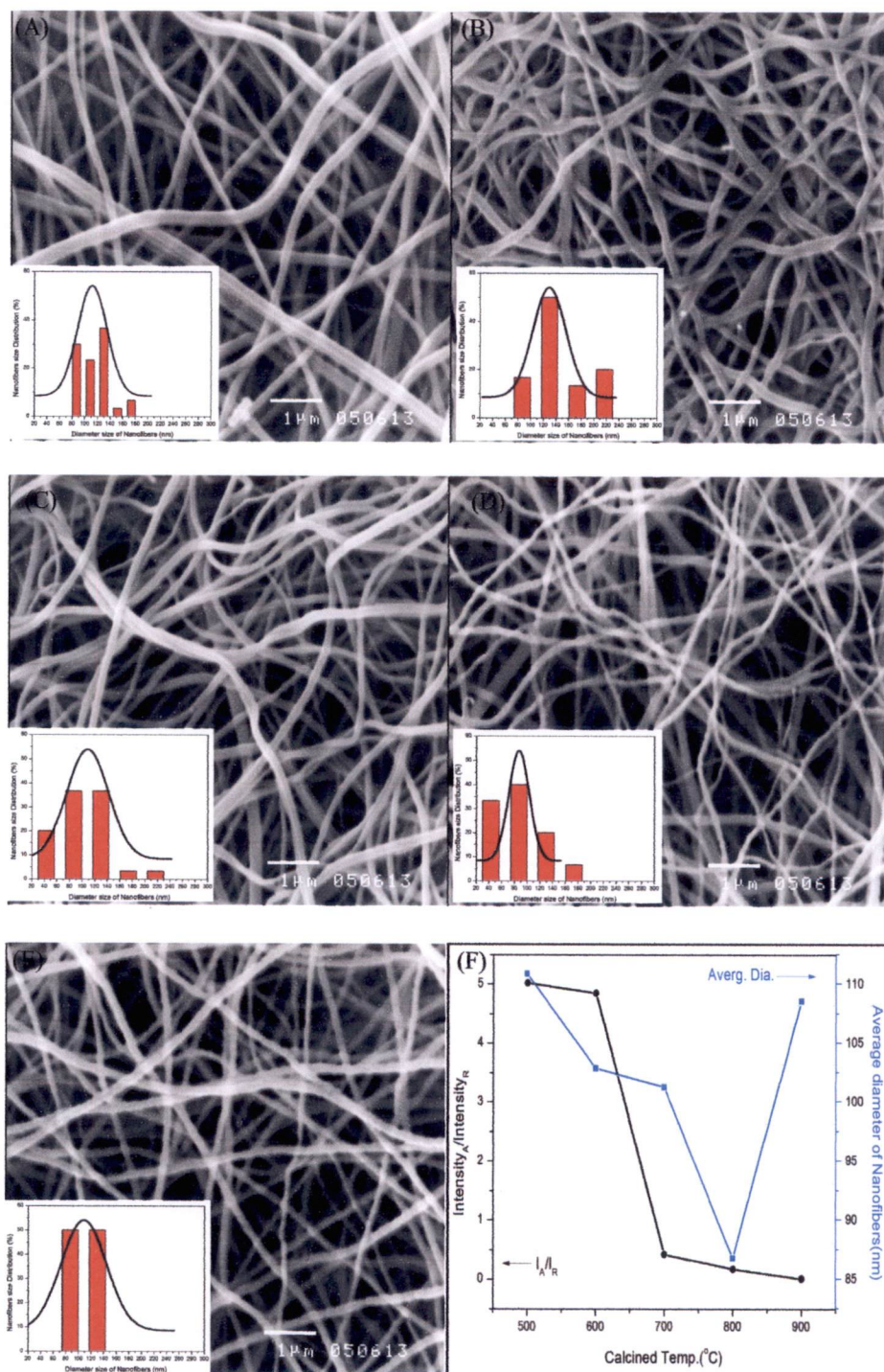


Figure. 4 SEM images of TiO₂ nanofibers calcined at (A) 500 °C, (B) 600 °C, (C) 700 °C, (D) 800 °C, (E) 900 °C and (F) ratio of intensity anatase /rutile phase and average diameter of the fibers calcined at various temperatures.

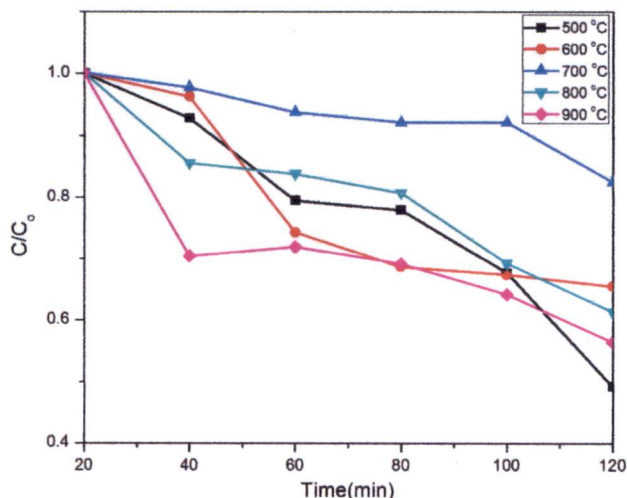


Figure. 5 Photodegradation of Rhodamine B versus reaction time under visible light source of The electrospun TiO₂ nanofibers calcined at different temperatures.

Summary

In summary, TiO₂ nanofibers were successfully fabricated via electrospinning. TG-DTA result informs the thermal behavior and temperature range of the formation of TiO₂. XRD results indicate the formation and phase transformation of TiO₂ depending on calcinations temperature. SEM results inform that calcination temperature affects to the variation of morphological properties and size of TiO₂ nanofibers. The photocatalytic degradation by the fibers was investigated and the results suggest that its performance are strongly affected by the calcinations temperature.

Acknowledgments

This work has been financially supported by the National Nanotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of Science and Technology Thailand, through its program of Center of Excellence Network. This work has been also partially supported by Nation Research Council of Thailand (NRCT).

References

- [1] H. Anh Le, L.T. Linh, S. Chin, J. Jung, Photocatalytic degradation of methylene blue by a combination of TiO₂-anatase and coconut shell activated carbon, *Powder Technol.* 255 (2012) 167-175.
- [2] Q. Li, D. Sun, H. Kim, Fabrication of porous TiO₂ nanofiber and its photocatalytic activity, *Mater Res Bull.* 46 (2011) 2094-2099.
- [3] M.A. Quiroz, E.R. Bandala, C.A. Martínez-Huitle, *Advanced Oxidation Processes (AOPs) for Removal of Pesticides from Aqueous Media*, *Pesticides – Formulations, Effects, Fate*, 2011, pp.685-687.
- [4] W. Mekprasart, W. Pecharapa, Synthesis and characterization of nitrogen-doped TiO₂ and its photocatalytic activity enhancement under visible light, *Energy Procedia* 9 (2011), 509-514.
- [5] J.S. Lee, Y.I. Lee, H. Song, D.H. Jang and Y.H. Choa, *Current Applied Physics.* 11 (2011) S210-S214.
- [6] S.J. Doh, C. Kim, S.G. Lee, S.J. Lee, H. Kim, Development of photocatalytic TiO₂ nanofibers by electrospinning and its application to degradation of dye pollutants, *J Hazard Mater.* 154 (2008) 118-127.

Advances in Material Science and Technology

10.4028/www.scientific.net/AMR.802

Effect of Calcinations Temperature on Structural Properties, Phase Transformation and Photocatalytic Activity of Electrospun TiO₂ Nanofibers

10.4028/www.scientific.net/AMR.802.247

DOI References

[2] Q. Li, D. Sun, H. Kim, Fabrication of porous TiO₂ nanofiber and its photocatalytic activity, Mater Res Bull. 46 (2011) 2094-(2099).

<http://dx.doi.org/10.1016/j.materresbull.2011.06.034>

[4] W. Mekprasart, W. Pecharapa, Synthesis and characterization of nitrogen-doped TiO₂ and its photocatalytic activity enhancement under visible light, Energy Procedia 9 (2011), 509-514.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.egypro.2011.09.058>

[6] S.J. Doh, C. Kim, S.G. Lee, S.J. Lee, H. Kim, Development of photocatalytic TiO₂ nanofibers by electrospinning and its application to degradation of dye pollutants, J Hazard Mater. 154 (2008) 118-127.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.09.118>

Modification of dye-sensitized solar cell working electrode using TiO₂ nanoparticle/N-doped TiO₂ nanofiber composites

Wanichaya Mekprasart¹, Sineenart Suphankij¹, Thanit Tangcharoen¹, Athapon Simpraditpan¹, and Wisanu Pecharapa^{*,1,2}

¹ College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

² Thailand and Center of Excellence in Physics (TheP, Center), Commission on Higher Education, 328 Si Ayutthaya RD, Bangkok 10400, Thailand

Received 29 November 2013, revised 20 March 2014, accepted 21 March 2014

Published online 16 April 2014

Keywords dye-sensitized solar cell, nanocomposite, nanofiber, N-doped TiO₂

* Corresponding author: e-mail kpewisan@gmail.com, Phone: +66 816 116 884, Fax: +66 2329 8265

Nanocomposite films of N-doped TiO₂ nanofibers (NFs) and commercial-grade TiO₂ nanoparticles Degussa (P25) were utilized as working electrode of typical dye-sensitized solar cells (DSSCs). N-doped TiO₂ NFs were fabricated via electrospinning method using ammonium acetate (CH₃COONH₄) as nitrogen source and titanium (IV) isopropoxide (TiP) in ethanol as starting precursor in combination with calcinations process. The electrospun NFs were characterized by XRD, Raman spectroscopy, XPS, SEM, and TEM. The photoelectric conversion performance of the DSSCs with composite film electrode was compared to the device using pure

P25 film. The result shows that as calcination temperature increases, the anatase-to-rutile phase transformation and the fiber size reduction of NFs were observed. The energy conversion efficiency (η) of the device tends to increase with increasing calcined temperature with specific nanofiber loading content, indicating the significant enhancement in the device performance by the incorporation of the NFs. This enhancement of DSSCs may attribute to high surface area, higher light scattering and light harvesting, low charge recombination, and fast electron-transfer rate by loaded NFs.

© 2014 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

1 Introduction Dye sensitized solar cells (DSSCs) have attracted widespread interest because of their high energy conversion efficiency, low-cost manufacturing, and non-toxicity, simple fabricating process and flexibility for many applications [1–5]. Grätzel et al. studied DSSCs comprising three parts: platinum counter electrode, transparent conducting oxide glass, and a working electrode. In DSSC process, electrons from dye sensitizer are excited from the highest occupied molecule orbital (HOMO) to the lowest unoccupied molecule orbital (LUMO) during illumination and light absorption. This photo-excited electrons are injected into the conduction band of semiconductor resulting in the flow of current traveling to the external circuit. The dye molecules was reduced by redox reaction with electrolyte solution [6]. Thus, the high surface area of corresponding materials that is crucial to increase the performance and

efficiency of DSSCs can be greatly provided by low-dimensional nanostructures such as nanofibers (NFs), nanorods, nanowires, and nanotubes [7–10].

One-dimensional (1D) nanostructured materials have been recognized as promising materials possessing exceptional physical properties due to special shapes and structure with tunable intrinsic properties resulting to high porosity, large surface area, and facile carrier mobility [11]. Because of particular features, 1D nanostructured materials have been practically utilized in wide applications including energy storage [12], thermoelectric [13], and solar energy conversion [14]. 1D nanostructures such as nanowires, nanorods, nanobelts, and NFs have been synthesized by various methods with appropriate conditions such as thermal treatment [15], hydrolysis-precipitation method [16], hydrothermal method [17], and electrospinning [18]. It is found

that electrospinning process has considerable advantages over the others due to simplicity of equipment and arrangement, production continuity, size controllability, high porosity, and surface to volume ratio and adjustability of process conditions [19].

Owing to exceptional and appropriate properties including non-toxic, excellent chemical stability, strong ultraviolet (UV) absorption and wide band gap energy (anatase 3.2 eV and rutile 3.4 eV), titanium dioxide (TiO_2) is a recognized metal oxide semiconductor which could be extensively applied to diverse applications. However, due to wide optical band gap, TiO_2 has good absorptivity in UV region with wavelength lower than 387 nm but not in visible regimes which are main solar spectrum. It is also known that high recombination of activated electron-hole pair of TiO_2 is still its major drawback that causes the restriction of practical applications, in particular, solar harvesting aspect. Thus, many pioneering works have attempted to increase its efficiency and overcome this drawback of TiO_2 . Doping TiO_2 with non-metal element such as nitrogen resulting in the enhancement on the visible absorption capability is one of the effective ways. This improvement of N-doped TiO_2 is typically attributed to the decrease of the band gap through mixing of nitrogen 2p states with oxygen 2p states on the top of the valence band or the creation of N-induced mid-gap level just above the O 2p valence band maximum [20].

The main objective in this work is focused on the synthesis of N-doped TiO_2 NFs by the electrospinning process. The effect of calcinations temperature on phase transformation, structural properties of the NFs was investigated by X-ray diffraction (XRD), Raman spectroscopy, X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), scanning electron microscope (SEM), and transmission electron microscope (TEM). The crucial role of N-doped TiO_2 NFs loaded into the P25 matrix employed as modified working electrode of DSSCs on the device performance is scrutinized and discussed.

2 Experimental

2.1 Preparation of N-doped TiO_2 nanofibers

N-doped TiO_2 NFs were fabricated via typical electrospinning process. First, the polymer solution was prepared by dissolving 0.629 g of polyvinylpyrrolidone (PVP; M_w 1,300,000; Sigma-Aldrich) in 6 ml of ethanol under continuous stirring for 20 min. The starting precursor of N-doped TiO_2 was prepared by dissolving 3 wt.% $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ (as a nitrogen source, Labscan) in 3 ml of ethanol. After that, 1.2 g of titanium (IV) isopropoxide (TiP) (Sigma-Aldrich) was added into this solution followed by 2 ml of acetic acid (Merck) under stirring for 5 min. The precursor mixture was continuously stirred until its viscosity reached the required condition. For electrospinning process, 10 ml of the precursor was loaded into a syringe. The process was conducted with the distance between the needle tip and collector of 15 cm, the feeding rate of 0.5 ml/h, and the applied voltage of 10 kV. The N-doped TiO_2 NFs were collected followed by calcinations at the different tempera-

Table 1 Conditions for the calcination of undoped and N-doped TiO_2 NFs.

sample	temperature ($^\circ\text{C}$)	time (h)
undoped	500	2
NF500	500	2
NF600	600	2
NF700	700	2
NF800	800	2
NF900	900	2

ture range of 500–900 $^\circ\text{C}$ for 2 h. The specific preparation condition for each sample is shown in Table 1.

2.2 Preparation of TiO_2 nanoparticle/N-doped TiO_2 nanofiber composite

In this study, the composition ratio of TiO_2 nanoparticle (P25) and N-doped TiO_2 nanofiber was assigned. Loading content of the NFs into TiO_2 P25 matrix was varied from 1, 3, 5, 7, and 10 wt.%. Details for prepared composites are exhibited in Table 2.

2.3 Preparation of P25/N-doped TiO_2 NFs electrode

The working electrodes of DSSC were prepared using the composite of TiO_2 (P25) nanoparticles and N-doped TiO_2 NFs. At first, the calcination temperatures of N-doped TiO_2 NFs were varied from 500 to 900 $^\circ\text{C}$ for 2 h. (P25, NF500, NF600, NF700, NF800, and NF900, respectively). The optimized condition was selected for further study. Next step, NFs composite with TiO_2 P25 were prepared with different loading content of N-doped TiO_2 NFs at 1, 3, 5, 7, and 10 wt.% (NF1, NF3, NF5, NF7, and NF10, respectively). Each composite was blended with deionized water and Triton X and the mixture was ground in a mortar to obtain the paste for working electrode.

The DSSCs were fabricated by simple three-steps. Firstly, the P25/N-doped TiO_2 NFs composite films with various conditions were coated on FTO substrate by doctor blade technique with coating size of 0.5 cm \times 0.5 cm. Secondly, the counter electrode was prepared by the coating of Pt onto the F-doped tin oxide (FTO, 15 Ω/\square) conducting glass substrate. Afterwards, the composite films and the counter electrode were annealed at 500 $^\circ\text{C}$ for 2 h. Then, each modified working electrode was immersed in the N719 dye solution for 24 h. Finally, the electrolyte was injected

Table 2 Conditions for the preparation of P25/N-doped TiO_2 NFs composite.

sample	ratio of P25:N-doped TiO_2 NFs
P25	100:0
NF1	99:1
NF3	97:3
NF5	95:5
NF7	93:7
NF10	90:10

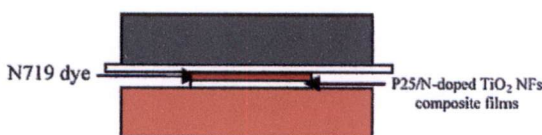


Figure 1 Diagram of dye-sensitized solar cell using P25/N-doped TiO₂ NFs composite film as a working electrode.

between the working and counter electrode. The device was fabricated with mask dimension of 0.5 cm × 0.5 cm with active area of 0.25 cm² of photoelectrode as schematically depicted in Fig. 1.

3 Results and discussion

3.1 X-ray diffraction (XRD) XRD patterns of N-doped TiO₂ NFs calcined at different temperatures are shown in Fig. 2. After calcinations at 500 °C, the sample possesses the prominent diffraction peaks located at $2\theta = 25.5^\circ$, 38.0° and 48.2° which are assigned to (101), (104), and (200) planes of anatase phase, respectively. Meanwhile, small characteristic peak positioned at $2\theta = 27.5^\circ$ is indexed to (110) plane of rutile phase. This result indicates that the anatase phase dominates at this specific calcination temperature. At elevating calcination temperature, XRD peak of anatase phase distinctively decreases while strong crystalline of rutile phase signally occur with orientation planes (110), (101), and (111) indicated by XRD peaks at $2\theta = 27.5^\circ$, 36.2° , and 41.2° .

At 900 °C, the diffraction peaks of anatase structure entirely disappear and high formation of rutile structure is completely obtained. It is suggested that calcination temperature for the phase transformation from anatase to

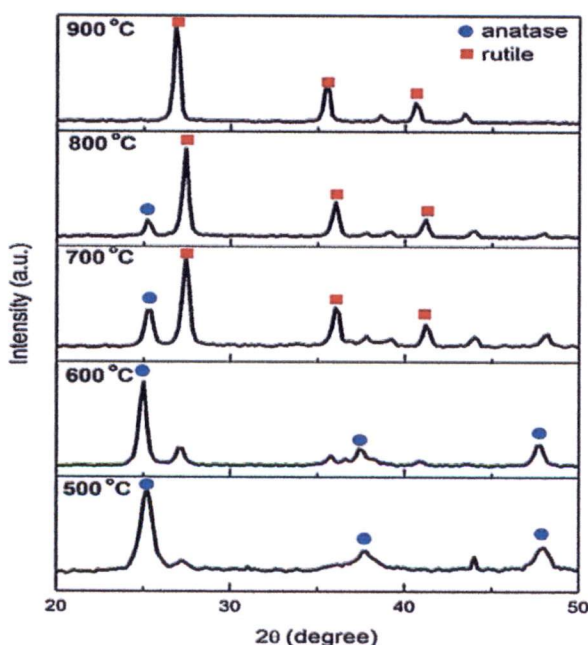


Figure 2 XRD patterns of N-doped TiO₂ NFs calcined at different temperatures.

rutile is between 700 and 900 °C [21]. However, no significant change of TiO₂ structure was observed by the influence of nitrogen doping.

3.2 Raman spectroscopy Raman spectra of N-doped TiO₂ NFs with different calcination temperatures are shown in Fig. 3. For the samples calcined at 500 to 700 °C, Raman bands at 144, 197, 395, 515, and 683 cm⁻¹ are attributed to Raman-active mode of anatase phase with the symmetries of E_g, E_g, A_{1g}, B_{1g}, and E_g, respectively. Whereas rutile phase in Raman bands appears at 235, 448, and 613 cm⁻¹ associated to two-phonon scattering modes, E_g and B_{1g} are initially observed at 700 °C. When the presence of rutile phase starts, Raman intensities associated to anatase phase decrease. This result indicates that phase transformation of anatase to rutile phase obviously initiates at 700 °C and the complete anatase-to-rutile phase transform is attained at 900 °C that is in harmony with XRD result. Moreover no characteristic Raman peak correlated to N dopant was detected, suggesting that the influence of nitrogen dopant on O–Ti–N bonding is too small to be investigated by Raman vibration mode [22].

3.3 X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) The binding energy and oxidation number of each element in N-doped TiO₂ NF was characterized by XPS. XPS spectra of the Ti 2p, O 1s, and N 1s regions are shown in Fig. 4a–c,

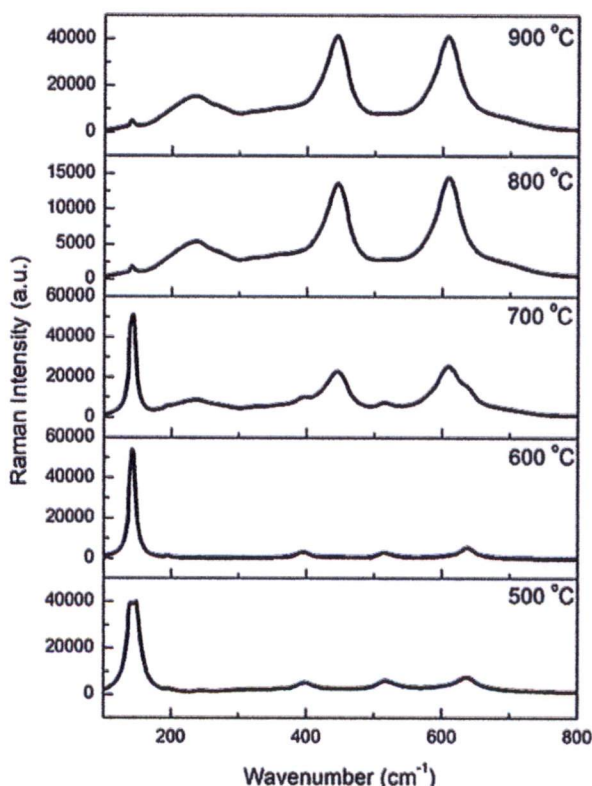


Figure 3 Raman spectra of N-doped TiO₂ NFs calcined at different temperatures.

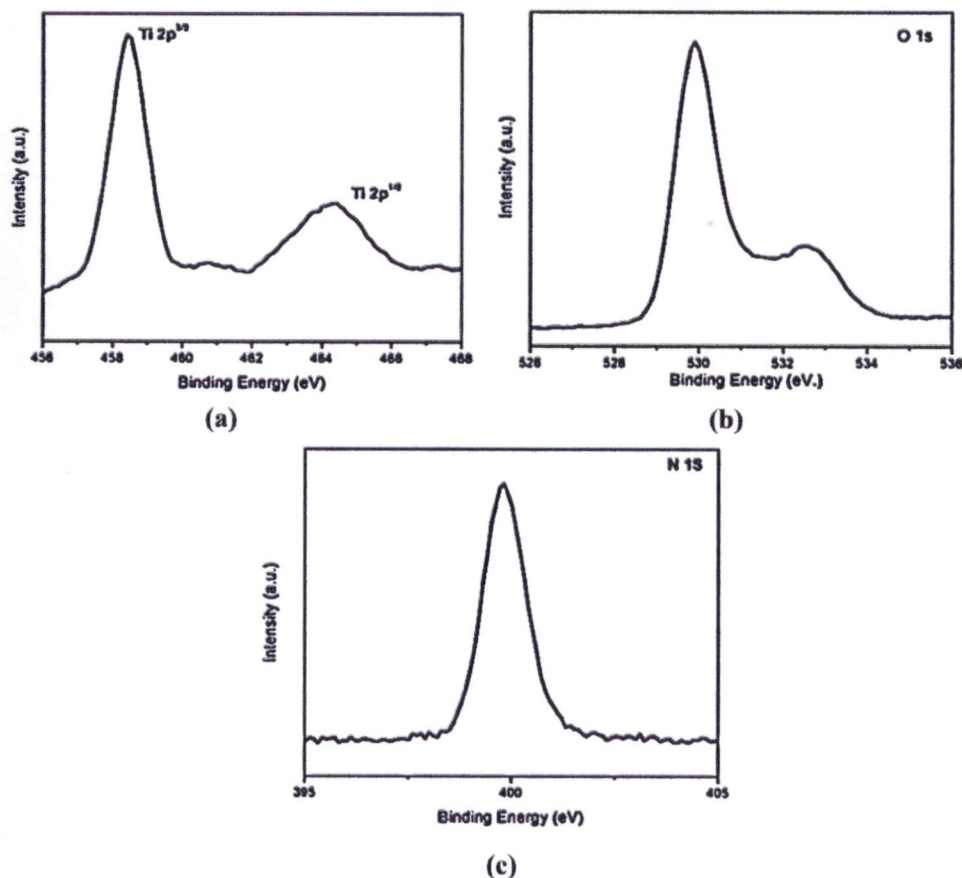


Figure 4 XPS spectra of the N-doped TiO₂ NFs. (a) Ti 2p, (b) O 1s, and (c) N 1s.

respectively. In Fig. 4a, the Ti 2p region is observed at 458.7 and 464.5 eV which are associated to Ti 2p^{3/2} and Ti 2p^{1/2}, respectively [23]. In Fig. 4b, the O 1s region is noticed at 529.9 and 533.3 eV.

Figure 4c shows the existence of nitrogen accompanying N 1s peak with binding energy of 399.8 eV. This peak position is attributed to the interstitial sites of N atom in TiO₂ lattice leading to the formation of TiO₂N_x. In addition, Ti–O–N bonds could be formed indicated by the appearance of the peak situated at 531.3 eV in O 1s region [24]. These results highly confirm that N is appropriately incorporated into TiO₂ matrix.

3.4 Transmission electron microscopy (TEM) The morphologies of the NFs are further monitored by TEM. Figure 5a shows the morphology of N-doped TiO₂ NFs calcined at 500 °C. It is obviously seen that the prepared NFs have smooth surface and good uniformity in shape and size with average diameter ca. 200 nm. The inset of Fig. 5a reveals the selected area electron diffraction (SAED) pattern corresponding anatase phase (101), indicating good crystallinity of fiber formation. Figure 5b shows a high-magnified TEM image of the fiber, disclosing that the fiber is consisted of the cluster of tightly-adhered TiO₂ granular nanoparticles with average grain size of 12 nm.

3.5 Scanning electron microscope (SEM) Figure 6 illustrates SEM images showing the morphology of N-doped TiO₂ NFs/TiO₂ P25 composite films coated on FTO. In Fig. 6a, the average thickness of the composite film disclosed by the cross section is found to be approximately 10 μm. As seen in Fig. 6b, the morphology of the composite film shows the distribution of existed NFs in TiO₂ P25 matrix with interconnection between them.

3.6 Dye sensitized solar cells (DSSCs) The current density-voltage characteristics of DSSCs whose working

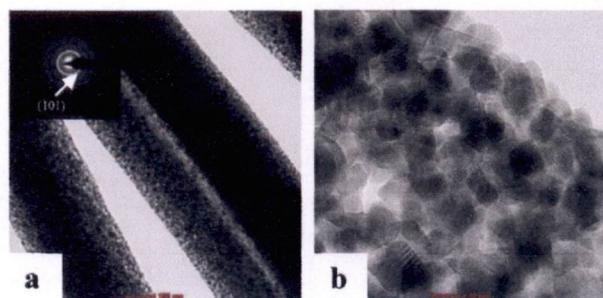


Figure 5 TEM images of N-doped TiO₂ NFs at (a) low magnification and (b) high magnification.

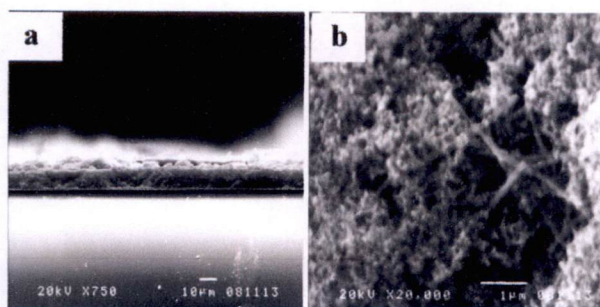


Figure 6 SEM images of (a) cross section and (b) surface of N-doped $\text{TiO}_2/\text{P25}$ composite.

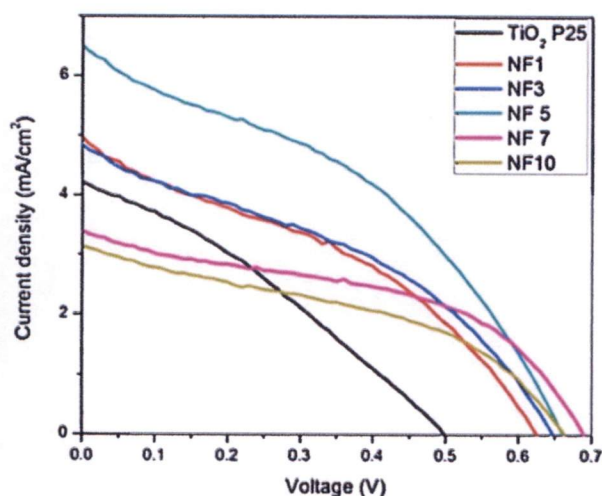


Figure 7 Photocurrent–voltages of DSSCs fabricated with N-doped TiO_2 nanofibers/ TiO_2 P25 with various loading contents of NFs as modified working electrode.

electrode modified by the composite of N-doped TiO_2 NFs/ TiO_2 P25 with various loading content are illustrated in Fig. 7 and summarized in Table 3. The maximum current density of 6.49 mA/cm^2 and conversion efficiency of 1.68% were obtained from the device using 5 wt.% loading content of N-doped TiO_2 NFs in TiO_2 P25 matrix. The device with modified working electrodes by N-doped TiO_2 nanofiber

exhibits higher current density than the value of reference device using bare TiO_2 P25. This enhancement could originate from the greater electron transfer by 1D-nanofiber structure in nanoparticle matrix relating to the increases of internal light scattering and charge transport facilitated through fewer grain boundaries of NFs [18]. In addition, other parameter for improving current density is the augmentations of dye absorption on the working electrode resulting from higher specific surface area of NFs [25]. For fewer nanofiber loading (1 and 3 wt.%) in the matrix, lower current density was obtained due to the slight connection of nanofiber network on modified electrode corresponding to reduced charge transport through nanoparticle aggregates. At higher amount of nanofiber condition (7 and 10 wt.%), light scattering out of the device can be occurred resulting to the decrease of light harvesting in the device and the deteriorations of current density and conversion efficiency of DSSCs [26].

Moreover, the specific surface area of working electrode can be interpreted by the relationship of the amount of absorbed dye and weight of NFs loaded in TiO_2 P25 as shown in Fig. 8. The amount of dye absorbed on modified working electrode at different ratios of N-doped TiO_2 NFs: TiO_2 P25 (0:100, 1:99, 3:97, 5:95, 7:93, and 10:90) are 1.65, 2.88, 2.90, 3.05, 2.30, and $2.00 \mu\text{mol/cm}^2$, respectively. The highest dye absorption of modified working electrode was received at loading content of 5 wt.% modified N-doped TiO_2 NFs in TiO_2 nanoparticles indicating the optimized ratio between NFs and host matrix for greater active surface area. Consequently, the greater generation of free charge carriers may be obtained by greater amount of absorbed dye molecules on modified working electrode resulting to the increase of short circuit current density and energy conversion efficiency. Further increasing loading amount of N-doped TiO_2 NFs beyond this specific value in the matrix results to the decrease in the photovoltaic parameters, especially in J_{sc} . This occurrence may attribute to the overloading amount of NFs could retard the dye absorption on TiO_2 relating to lower surface area by the agglomeration of NFs. According to nitrogen dopant, the intermediate electronic levels between the conduction and the valence band of TiO_2 can be proposed in Fig. 9 relating to the increase of the electron concentration and visible light

Table 3 Photovoltaic parameters of DSSCs fabricated with N-doped TiO_2 nanofibers/ TiO_2 P25 with various loading contents of NFs as modified working electrode.

sample	open circuit voltage V_{oc} (V)	short circuit current density, J_{sc} (mA/cm^2)	fill factor (FF)	energy conversion efficiency, η (%)
P25	0.50	4.22	0.31	0.65
NF1	0.63	4.96	0.36	1.12
NF3	0.65	4.83	0.38	1.18
NF5	0.66	6.49	0.39	1.68
NF7	0.69	3.39	0.46	1.07
NF10	0.66	3.13	0.41	0.86

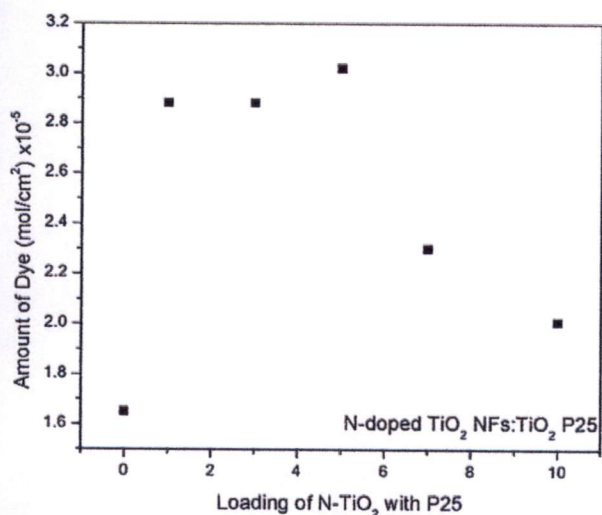


Figure 8 The relation of dye absorption on modified working electrode and different loading of N-doped TiO₂ NFs in TiO₂ P25.

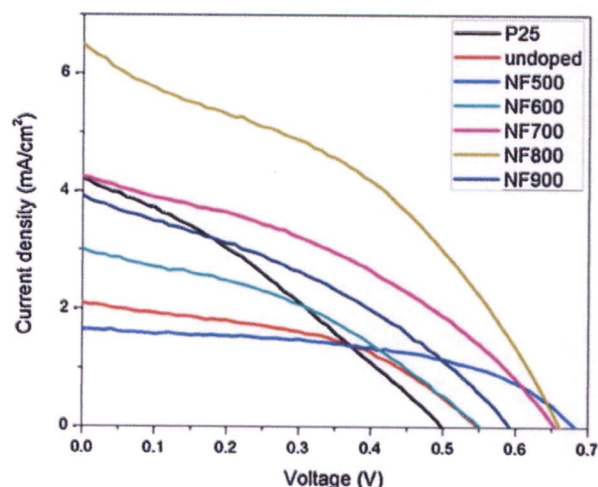


Figure 10 Photocurrent–voltage curves of DSSCs fabricated with N-doped TiO₂ nanofibers/TiO₂ P25 composite calcined NFs at different temperatures as modified working electrode.

absorption. Moreover, the improvement of the electron lifetime and the retardation of charge recombination in the device efficiently results to higher open-circuit voltage comparing to the device using pure TiO₂ reference electrode [25]. These results imply that the improvement of photocurrent in DSSCs can be achieved by the incorporation of N-doped TiO₂ NFs in TiO₂ nanoparticles host matrix.

The current density–voltage characteristics of DSSCs whose working electrodes modified by N-doped TiO₂ with various calcination temperature are illustrated in Fig. 10 and summarized in Table 4. The maximum conversion efficiency of 1.68%, current density of 6.49 mA/cm² and open-circuit voltage of 0.66 V were obtained from sample with the NFs calcined at 800 °C. The tendency of the enhancement in its efficiency is found by varying the calcination temperature. This improvement can be originated from the formation of N–O species and oxygen vacancies in the system. The amount of oxygen vacancies associated with nitrogen doping can be increased by increasing temperature [27].

Therefore the improvement of DSSCs parameters was obtained due to interstitial positions of N–O bonding in the sample. Meanwhile, the excitation by visible light can be easily occurred by N-doped TiO₂ sample at high annealing temperature because of the increase of oxygen vacancies leading to the increasing photocurrent density. However, optimized formation of N-doped TiO₂ and oxygen vacancy mechanism insignificantly occurred at low annealing treatment temperature. For higher calcination temperature of N-doped TiO₂ NFs, deterioration of DSSCs performance could happen due to fiber agglomeration and the loss of nitrogen doping in the sample.

4 Conclusions N-doped TiO₂ NFs were synthesized by conventional electrospinning process in combination with post heat treatment. XRD and Raman results reveal that phase transformation of TiO₂ from anatase to rutile phases is resulted from the increase of calcination temperature. XPS study confirms the existence of N doped in the fibers. TEM

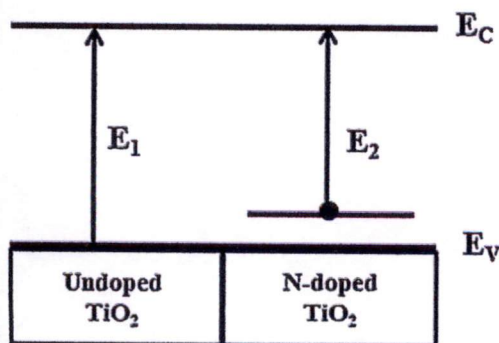


Figure 9 The electronic band structure schematic of the presence of nitrogen in TiO₂ matrix.

Table 4 Photovoltaic parameters of DSSCs fabricated with N-doped TiO₂ nanofibers/TiO₂ P25 composite calcined NFs at different temperatures as modified working electrode.

sample	open circuit voltage V_{oc} (V)	short circuit current density, J_{sc} (mA/cm ²)	fill factor (FF)	energy conversion efficiency, η (%)
P25	0.50	4.22	0.31	0.65
NF500	0.68	1.65	0.52	0.58
NF600	0.55	3.01	0.38	0.63
NF700	0.66	4.24	0.38	1.60
NF800	0.66	6.49	0.39	1.68
NF900	0.59	3.99	0.35	0.82

and SEM images show the morphologies of the fibers and uniform dispersion with good adherence of N-doped TiO₂ NFs in TiO₂ nanopowder matrix in the composite film used as modified working electrode of the device. The DSSCs performance can be significantly enhanced by the incorporation of N-doped TiO₂ NFs in TiO₂ P25. The optimized improvement in the current density was granted from the device with 5 wt.% loading amount of N-doped TiO₂ NFs calcined at 800 °C. The facilitated charge transport resulting in rapid injection of electrons by the function of nanofiber structure in the device could be the crucial role on the improvement of current density and DSSCs efficiency. Moreover, good formation of TiO₂ rutile crystalline at optimized temperature shows remarkably improved open-circuit voltage. Further increasing amount of N-doped TiO₂ NFs in TiO₂ nanoparticles causes the deterioration of device performance due to light scattering out of cell and the decrease of light transference in the device.

Acknowledgements This work has been financially supported by the National Nanotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of Science and Technology Thailand, through its program of Center of Excellence Network. This work has been also partially supported by Nation Research Council of Thailand (NRCT) and KMITL research fund.

References

- [1] Q. Liu, Y. Zhou, Y. Duan, M. Wang, and Y. Lin, *Electrochim. Acta* **95**, 48 (2013).
- [2] D. Y. Kim and M. Kang, *Mater. Chem. Phys.* **136**, 947 (2012).
- [3] J. Chen, J. Wang, F. Q. Bai, L. Hao, Q. J. Pan, and H. X. Zhang, *Dyes Pigments* **99**, 201 (2013).
- [4] C. H. Tsai, C. W. Chang, Y. T. Tsai, C. Y. Lu, M. C. Chen, T. W. Huang, and C. C. Wu, *Org. Electron.* **14**, 2866 (2013).
- [5] S. K. Park, T. K. Yun, J. Y. Bae, and Y. S. Won, *Appl. Surf. Sci.* **285P**, 789 (2013).
- [6] B. O'Regan and M. Grätzel, *Nature* **353**, 737 (1991).
- [7] S. S. Mali, C. A. Betty, P. N. Bhosale, and P. S. Patil, *Electrochim. Acta* **59**, 113 (2012).
- [8] W. H. Jung, N. S. Kwak, T. S. Hwang, and K. B. Yi, *Appl. Surf. Sci.* **261**, 343 (2012).
- [9] S. Yang, H. Xue, H. Wang, H. Kou, J. Wang, and G. Zhu, *J. Phys. Chem. Solids* **73**, 911 (2012).
- [10] Y. Chen, H. Zhang, D. Fox, C. C. Faulkner, D. Jeng, and M. Bari, *Mater. Sci. Eng. B* **178**, 71 (2013).
- [11] Y. Horie, T. Watanabe, M. Deguchi, D. Asakura, and T. Nomiyama, *Electrochim. Acta* **105**, 394 (2013).
- [12] C. Kahattha, W. Techitdheera, N. Vittayakorn, and W. Pecharapa, *Int. J. Nanotechnol.* **11**, 3334 (2014).
- [13] F. Ma, Y. Ou, Y. Yang, Y. Liu, S. Xie, J. F. Li, G. Cao, R. Proksch, and J. Li, *J. Phys. Chem. C* **114**, 22038 (2010).
- [14] J. Wang, E. M. Jin, J. Y. Park, W. L. Wang, X. G. Zhao, and H. B. Gu, *Nanoscale Res. Lett.* **7**, 98 (2012).
- [15] Y. Wang, C. Feng, M. Zhang, J. Yang, and Z. Zhang, *Appl. Catal. B* **100**, 84–90 (2010).
- [16] X. Cheng, X. Yu, and Z. Xing, *Appl. Surf. Sci.* **258**, 3244–3248 (2012).
- [17] A. Simpraditpan, T. Wirunmongkol, S. Pavasupree, and W. Pecharapa, *Ceram. Int.* **29**, 2497 (2013).
- [18] J. S. Lee, Y. I. Lee, H. Song, D. H. Jang, and Y. H. Choa, *Curr. Appl. Phys.* **11**, S210 (2011).
- [19] D. Li and Y. Xia, *Adv. Mater.* **16**, 1151 (2004).
- [20] Y. Xia, P. Yang, Y. Sun, Y. Wu, B. Mayers, B. Gates, Y. Yin, H. Kim, and H. Yan, *Adv. Mater.* **15**, 353 (2003).
- [21] Y. Q. Hou, D. M. Zhuang, G. Zhang, M. Zhao, and M. S. Wu, *Appl. Surf. Sci.* **218**, 97–105 (2003).
- [22] J. Senthilnathan and L. Philip, *Chem. Eng. J.* **161**, 83 (2010).
- [23] F. Dong, W. Zhao, Z. Wu, and S. Guo, *J. Hazard. Mater.* **162**, 763 (2009).
- [24] J. G. Kim, D. Shi, K. J. Kong, Y. U. Heo, J. H. Kim, M. R. Jo, Y. C. Lee, Y. M. Kang, and S. X. Dou, *ACS Appl. Mater. Inter.* **5**, 691 (2013).
- [25] B. Tan and Y. Wu, *J. Phys. Chem.* **110**, 15932 (2006).
- [26] Y. Li, J. N. Ding, N. Y. Yuan, L. Bai, H. W. Hu, and X. Q. Wang, *Mater. Lett.* **97**, 74 (2013).
- [27] M. Motlak, M. S. Akhtar, N. A. M. Barakat, A. M. Hamza, O. B. Yang, and H. Y. Kim, *Electrochim. Acta* **115**, 493 (2014).