

การศึกษาการสังเคราะห์และสมบัติตัวเก็บประจุยิ่งยวดของอนุภาคคล้ายดอกไม้
โครงสร้างขนาดไมโครของนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์
นาโนคอมโพสิต

STUDY ON THE SYNTHESIS AND SUPERCAPACITIVE PROPERTIES OF
NICKEL COBALTITE MICROFLOWER-LIKE/REDUCED GRAPHENE
OXIDE NANOCOMPOSITES



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีประยุกต์
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2564

KMITL- 2021-SC-M-012-018

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

STUDY ON THE SYNTHESIS AND SUPERCAPACITIVE PROPERTIES OF
NICKEL COBALTITE MICROFLOWER-LIKE/REDUCED GRAPHENE OXIDE
NANOCOMPOSITES



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT FOR THE
DEGREE OF MASTER OF SCIENCE IN APPLIED CHEMISTRY
DEPARTMENT OF CHEMISTRY SCHOOL OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2021

KMITL- 2021-SC-M-012-018

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2021

SCHOOL OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การศึกษาการสังเคราะห์และสมบัติตัวเก็บประจุยิ่งยวดของ อนุภาคคล้ายดอกไม้โครงสร้างขนาดไมโครของนิกเกิล โคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต
ชื่อนักศึกษา	วรวิร์ สะอิ
รหัสประจำตัว	61605058
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมีประยุกต์)
ภาควิชา	เคมี
พ.ศ.	2564
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประธาน บุรณศิริ

บทคัดย่อ

วิทยานิพนธ์นี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเตรียม การพิสูจน์เอกลักษณ์ และสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) จากการผสมโดยตรงภายใต้สภาวะความเป็นกรดอ่อนจากสารละลายวิตามินซี ระหว่างนิกเกิลโคบอลต์สปีเนล (NiCo_2O_4) ที่สังเคราะห์ได้จากการระบวมการตกตะกอนร่วมอย่างง่ายและกราฟีนออกไซด์นาโนซีท จากนั้นทำการระบวมการรีดักชันวัสดุผสมด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติ โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการควบคุมอัตราส่วนของผสมระหว่าง กราฟีนออกไซด์นาโนซีทตั้งต้นที่ปริมาณแตกต่างกัน ต่อนิกเกิลโคบอลต์ ได้แก่อัตราส่วน 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นทำการพิสูจน์เอกลักษณ์เพื่อยืนยันองค์ประกอบทางเคมี ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และการสลายตัวทางความร้อนของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งจากผลการศึกษาทางสัณฐานวิทยาพบว่า นิกเกิลโคบอลต์มีลักษณะโครงสร้างคล้ายดอกไม้ขนาดเล็กรวมตัวเป็นกลุ่ม ในขณะที่อนุภาคของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ผสมเข้ากันได้ดีกับแผ่นฟิล์มบางรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ปกคลุมบริเวณพื้นผิวของอนุภาคไมโครโครงสร้างคล้ายดอกไม้ นอกจากนี้ การศึกษาสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดจากการทดสอบทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV และ GCD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภายใต้ระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า เพื่อหาค่าความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะของวัสดุผสมและได้ทำการประกอบเป็นอุปกรณ์ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดชนิดอสมมาตรต้นแบบ โดยมีวัสดุผสมเป็นขั้วไฟฟ้า เพื่อศึกษาถึงประสิทธิภาพและแนวโน้มของการพัฒนาอุปกรณ์ โดยพบว่าอุปกรณ์ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}/\text{rGO}$) มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงถึง 233 F/g ที่ค่าอัตราเร็วความต่างศักย์ 20 mV/s ซึ่งวัสดุผสมสามารถเพิ่มแนวโน้มของค่าความหนาแน่นพลังงานได้สูงถึง 3.67 Wh/kg ที่ความหนาแน่นกำลังงานงาน 24701.93 W/Kg ที่ค่าความหนาแน่นกระแส 1 A/g ซึ่งเป็นตัวบ่งชี้สำคัญต่อการวิจัยในการพัฒนาวัสดุผสมนิกเกิลโคบอลต์ไตรังไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ สำหรับอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดในอนาคตต่อไป

คำสำคัญ: ตัวเก็บประจุยิ่งยวด นิกเกิลโคบอลต์ไตรังไซด์รีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์ กระบวนการรีดักชันด้วยความร้อน วัสดุนาโนคอมโพสิต การตกตะกอนร่วม

Thesis Title	Study on the synthesis and supercapacitive properties of nickel cobaltite microflower-like/reduced graphene oxide nanocomposites
Student Name	Worawee Saei
Student ID	61605058
Degree	Master of Science (Applied Chemistry)
Department	Chemistry
Year	2021
Thesis Advisor	Asst. Prof. Dr. Chaval Sriwong
Thesis Co-advisor	Asst. Prof. Dr. Prathan Buranasiri

Abstract

The objectives of this thesis are to investigate the preparation, characterization and supercapacitive properties of nickel cobaltite/reduced graphene oxide ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) nanocomposites. In the preparation, NiCo_2O_4 powder sample was firstly synthesized using a simple co-precipitation method, then $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ nanocomposite samples were prepared via a direct mixing of NiCo_2O_4 suspended in vitamin C solution with the different amount of graphene oxide (GO) nanosheets loading (0.1, 0.5, 1.0 and 2.0 wt.%) and followed by thermal reduction of the composites under rapid heat at 300°C for 2 hours to converse GO to rGO. After that, all the as-prepared $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ samples were confirmed and characterized by X-ray powder diffraction (XRD), Fourier-transformed infrared spectroscopy (FT-IR), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and thermal gravimetric analysis (TGA) techniques. The results demonstrated that the crystalline phases and functional groups of all $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ nanocomposite samples are corresponding to pristine

NiCo₂O₄ and rGO samples. SEM results showed that the NiCo₂O₄ particles had microflower-like structure, meanwhile NiCo₂O₄/rGO composite samples indicated that NiCo₂O₄/rGO particles were well-combined and impregnated with rGO nanosheets. Moreover, the supercapacitive properties of pristine NiCo₂O₄ and NiCo₂O₄/rGO nanocomposites were studied by cyclic voltammetry (CV) and galvanostatic charge-discharge (GCD) techniques. The results revealed that all the NiCo₂O₄/rGO composites exhibited the supercapacitive behavior, and which much higher supercapacitor performances than those of the pristine NiCo₂O₄ (without rGO loading). The supercapacitor performances of the NiCo₂O₄/rGO samples were increased only with the increasing of rGO loading. This result implied that the NiCo₂O₄ incorporated with rGO nanosheets may be used as a supercapacitor for smart material in the future.

Keywords: Supercapacitors (SCs), Nickel cobaltite (NiCo₂O₄), Reduced graphene oxide (rGO), Nano-composite materials, Co-precipitation method

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้มีอาจสำเร็จลุล่วงด้วยดี หากปราศจากคำแนะนำ และความช่วยเหลือจากผู้มีอุปการะคุณหลายทั้งหลาย รวมถึงโอกาสทางการศึกษาในระดับบัณฑิตศึกษา ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สำหรับทุนอุดหนุนการศึกษาในระดับบัณฑิตศึกษาอย่างเต็มจำนวน ซึ่งทำให้ข้าพเจ้าสามารถดำเนินงานวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์นี้เป็นอย่างสูง สำหรับความตั้งมั่นในการสนับสนุน ให้คำปรึกษา ข้อมูล และแนวทางในการแก้ไขปัญหาข้อบกพร่องต่าง ๆ เพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ตามเป้าหมาย

ขอขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร.ปานไพลิน สีหาราช และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชีวิตา สุวรรณเขาวลิต คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์ รวมทั้งผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประธาน บุณศิริ อาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ ซึ่งเป็นที่ปรึกษาร่วมวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำแนะนำ ข้อมูลในด้านเทคนิค และแนวทางในการแก้ไขเพื่อให้วิทยานิพนธ์นี้ถูกต้องสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ หน่วยวิจัยและนวัตกรรมด้านวัสดุอัจฉริยะ คณะวิทยาศาสตร์ ภายใต้การดูแลของรองศาสตราจารย์ ดร.เชษฐา รัตนพันธ์ สำหรับความอนุเคราะห์ที่ในการใช้งานเครื่องมือทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุ ตลอดจนคำปรึกษา และข้อมูลทางเทคนิค ซึ่งเป็นประโยชน์อย่างในวิทยานิพนธ์นี้

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ และบุคลากรประจำภาควิชาเคมีและภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ทุกท่าน สำหรับความช่วยเหลือในส่วนของอุปกรณ์ ตลอดจนคำแนะนำ ซึ่งทำให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณครอบครัว รุ่นพี่บัณฑิต เพื่อน ๆ และครอบครัว Vaeth สำหรับการสนับสนุน การช่วยเหลือ และกำลังใจอย่างมีขาดสายแม้ในยามสถานการณ์ที่ยากลำบาก

สุดท้ายนี้ ความสำเร็จของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ขอมอบให้แก่บิดาที่ล่วงลับผู้เป็นที่รักยิ่งของข้าพเจ้า สำหรับแรงบันดาลใจ และแรงผลักดันตลอดชีวิตการศึกษาและการทำงานของข้าพเจ้า

นางสาว วรวิร์ สะอี่

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญรูป.....	ฐ
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	ด
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 สรุปผลงานวิจัยความเป็นมา และความสำคัญของโครงการวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	5
2.1.1 ความหมาย ของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	5
2.1.2 หลักการทำงาน และประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	6
2.1.3 องค์ประกอบ และวัสดุสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	10
2.1.4 การออกแบบเซลล์ไฟฟ้า และการทดสอบประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	14
2.1.5 การวินิจฉัยประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	17
2.1.6 เปรียบเทียบคุณสมบัติของตัวเก็บประจุยิ่งยวดกับตัวเก็บพลังงานชนิดอื่น ๆ.....	26

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.7 การนำตัวเก็บประจุยิ่งยวดไปใช้งานในด้านต่างๆ.....	27
2.2 นิกเกิลโคบอลไตต์ สปิเนล (NiCo_2O_4)	28
2.2.1 โครงสร้างสปิเนลต่อการใช้งานในด้านตัวเก็บประจุยิ่งยวด	28
2.2.2 หลักการทั่วไปของโครงสร้างสปิเนล.....	29
2.2.3 การสังเคราะห์ผงนิกเกิลโคบอลไตต์สปิเนลด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วม	30
2.2.4 ผลผลิตของตะกอนที่ได้จากการกระบวนการตกตะกอน	31
2.3 กราฟีน (Graphene)	33
2.4 การสังเคราะห์กราฟีน	35
2.4.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์จากกระบวนการทางเคมีแบบ top-down	36
2.4.2 การสังเคราะห์กราฟีนจากกระบวนการรีดักชันกราฟีนออกไซด์ (GO)	37
2.4.3 การรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยสารเคมี	38
2.4.4 การรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยความร้อน	38
2.4.5 กลไกที่เกิดของการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน	40
2.4.6 การพิสูจน์เอกลักษณ์ กราฟีน และอนุพันธ์ของกราฟีน.....	42
2.5 วิตามินซี หรือกรดแอสคอร์บิก.....	42
2.5.1 ข้อมูลพื้นฐานของวิตามินซี หรือกรดแอสคอร์บิก สำหรับการปรับปรุงพื้นผิว โครงสร้างในการกระจายตัวของกราฟีนออกไซด์ และนิกเกิลโคบอลไตต์.....	42
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	44
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	49
3.1 สารเคมี และวัสดุ	49
3.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์	49
3.3 วิธีการทดลอง	50
3.3.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทด้วยเทคนิค Modified Hummer's.....	50

3.3.2 การเตรียม นิกเกิลโคบอลไตต์ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย.....	52
3.3.3 การเตรียม นิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo ₂ O ₄ /rGO)	53
3.3.4 การเตรียมขั้วไฟฟ้าสำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าเคมี.....	54
3.4 เทคนิคการพิสูจน์เอกลักษณ์ และการทดสอบสมบัติ	57
3.4.1 เทคนิควิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	57
3.4.2 เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด.....	58
3.4.3 เทคนิควิเคราะห์รามาน.....	58
3.4.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	59
3.4.5 เทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์	59
3.4.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	60
3.4.7 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่.....	60
3.4.8 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน	61
3.4.9 การวิเคราะห์สถานะและองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XPS.....	61
3.4.10 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนด้วยวิธีการดูดซับและการคายซับของแก๊ส ไนโตรเจนด้วยวิธี Brunauer-Emmett-Teller (BET).....	61
3.4.11 Cyclic Voltammetry (CV).....	62
3.4.12 Galvanostatic Charge-Discharge (GCD).....	62
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปรายผล	63
4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท.....	63
4.1.1 การตรวจวัดความเป็นผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	63
4.1.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.....	65
4.1.3 เทคนิควิเคราะห์รามาน.....	66

4.1.4	ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	68
4.1.5	ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และการวัดการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่	69
4.2	การพิสูจน์เอกลักษณ์ของนิเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต	71
4.2.1	การตรวจวัดความเป็นผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	71
4.2.2	การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.....	73
4.2.3	การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี และสถานะทางเคมีด้วยเทคนิค XPS.....	74
4.2.4	ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	77
4.2.5	การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์บนพื้นผิว (EDX)	79
4.2.6	ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และการวัดค่าการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED).....	82
4.2.7	การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรและขนาดรูพรุนด้วยวิธีการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจน (Surface Area and Porosity Analyzer, BET).....	84
4.2.8	การศึกษาการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA และ DTG.....	85
4.3	การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า (Electrical properties).....	89
4.3.1	การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมโพสิตด้วยระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า.....	89
4.3.2	การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของเซลล์ไฟฟ้าต้นแบบตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดชนิดอสมมาตรด้วยระบบ 2 ขั้วไฟฟ้า	98
4.3.3	เปรียบเทียบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมโพสิตนิเกิลโคบอลต์.....	109
บทที่ 5 สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ		110
5.1	สรุปผลงานวิจัย.....	110
5.1.1	การพิสูจน์เอกลักษณ์นิเกิลโคบอลต์ สปิเนล ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย.....	110

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.1.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทที่สังเคราะห์จากกราฟิ์ดอนุภาค ขนาดนาโน และนิกเกิลโคบอลต์ไต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่ความ เข้มข้นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทต่าง ๆ จากกระบวนการรีดักชันด้วยความร้อน	110
5.1.3 พฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีของนิกเกิลโคบอลต์ไต์ และนิกเกิลโคบอลต์ไต์/ รีดิวซ์กราฟีน ออกไซด์นาโนคอมโพสิต สำหรับการเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าในตัวเก็บประจุยิ่งยวด	111
5.1.4 พฤติกรรม และสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบอสมมาตร (Asymmetric supercapacitors, ASCs).....	111
5.2 ข้อเสนอแนะ	112
5.2.1 กระบวนการสังเคราะห์ นิกเกิลโคบอลต์ไต์ รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท และนิกเกิล โคบอลต์ไต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต	112
5.2.2 กระบวนการเตรียมวัสดุสำหรับการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมี.....	113
5.2.3 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุขั้วไฟฟ้า	113
5.2.4 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของอุปกรณ์ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด ASCs.....	113
5.2.5 แนวทางสำหรับการปรับปรุงประสิทธิภาพของวัสดุขั้วไฟฟ้า สำหรับการใช้งานในด้าน การเป็นอุปกรณ์กักเก็บพลังงาน	113
เอกสารอ้างอิง	114
ภาคผนวก.....	121
ภาคผนวก ก.....	122
ภาคผนวก ข.....	122
ประวัติผู้เขียน.....	133

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 ค่าความหนาแน่นพลังงาน ความต้านทานไอออน และช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้าทำงาน สำหรับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดต่างๆ	12
3.1 แสดงปริมาณการเติมนิกเกิลโคบอลต์ไครสต์ กราฟีนออกไซด์นาโนซีท และวิตามินซี	54
4.1 แสดงข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	64
4.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบใน NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO นาโนคอมโพสิต	81
4.3 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรและขนาดของรูพรุนที่ความเข้มข้นของ rGO ต่างกัน.....	84
4.4 ข้อมูลการสลายตัวทางความร้อน (TGA) และอัตราการสูญเสียมวลต่อหน้าที่ (DTG) ของ NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO นาโนคอมโพสิต.....	88
4.5 ข้อมูลค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะต่อ Scan rate ของ rGO NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนักที่ได้จากการคำนวณ.....	94
4.6 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่คำนวณได้ของอุปกรณ์ ASC NiCo ₂ O ₄ /rGO และ NiCo ₂ O ₄ /rGO//rGO ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก	102
4.7 ค่าความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังงานที่คำนวณได้ของอุปกรณ์ ASC NiCo ₂ O ₄ /rGO และ NiCo ₂ O ₄ /rGO//rGO ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g.....	108
4.8 การเปรียบเทียบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมโพสิตนิกเกิลโคบอลต์ไครสต์กับงานวิจัยต่าง ๆ.....	109

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 สะสมประจุของตัวเก็บประจุแบบทั่วไป (Conventional capacitors).....	7
2.2 การสะสมประจุของ EDLCs.....	8
2.3 องค์ประกอบของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	10
2.4 รูปจำลองระบบทดสอบแบบ 3 ขั้วไฟฟ้า.....	16
2.5 แบบจำลองเซลล์ไฟฟ้าสำหรับการทดสอบระบบ 2 ขั้วไฟฟ้า.....	17
2.6 CV voltammogram (ก) ตัวเก็บประจุแบบอุดมคติ, (ข) ตัวเก็บประจุแบบ EDLCs และ (ค) ตัวเก็บประจุแบบ Pseudocapacitors.....	18
2.7 Cyclic voltammograms (CVs) ที่ Scan rate ต่าง ๆ.....	20
2.8 รูปแบบ GCD ระหว่าง (ก) EDLCs และ (ข) Pseudocapacitors.....	21
2.9 การเกิด IR drop.....	25
2.10 แผนภาพราโกเน (Ragone plot) ของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดต่าง ๆ.....	26
2.11 (ก) XRD pattern (ข) แบบจำลองโครงสร้างผลึกของนิเกิลโคบอลต์ดีสไฟไนต์.....	30
2.12 แบบจำลองการตกตะกอนแบบทางอ้อมและทางตรงในกระบวนการตกตะกอนร่วม.....	32
2.13 รูปแบบโครงสร้าง 2 มิติของอนุพันธ์คาร์บอนต่าง ๆ โดยมีกราฟีนเป็นโครงสร้างเริ่มต้น.....	34
2.14 ภาพรวมกระบวนการสังเคราะห์กราฟีน.....	35
2.15 แสดงภาพเปรียบเทียบระหว่างคุณภาพ ต้นทุน และปริมาณที่ได้จากการสังเคราะห์ ของเทคนิคการ สังเคราะห์กราฟีนวิธีต่าง ๆ.....	36
2.16 แผนภาพแสดงการสังเคราะห์กราฟีนด้วยวิธีโซนิเคชัน (Sonication).....	37
2.17 กระบวนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และรีดักชันในขั้นตอนการสังเคราะห์กราฟีน.....	38
2.18 ภาพจำลองขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงจากโครงสร้างกราฟไฟต์ออกไซด์เป็นกราฟีน.....	39
2.19 จำลองแสดงหมู่ฟังก์ชันกลุ่มที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบที่บริเวณต่าง ๆ บนระนาบโครงข่าย กราฟีนออกไซด์.....	41
2.20 แบบจำลองแสดงขั้นตอนการเกิดโครงสร้างคอนจูเกตใหม่ของโครงข่ายกราฟีน จากการเกิดการ รีดักชันด้วยความร้อน.....	42
2.21 ขั้นตอนกลไกการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก.....	43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1 สารแขวนลอยกราฟไฟต์ออกไซด์นาโนซีท	51
3.2 ภาพถ่าย (ก) ตัวอย่างผงตะกอนก่อน และ (ข) ผงผลิตภัณฑ์เกิลโคบอลไตต์ (NiCo_2O_4) ภายหลังจาก ขั้นตอนการเผาแคลไซน์.....	52
3.3 สารตัวอย่าง $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ สำหรับใช้ในการเตรียมขั้วไฟฟ้าเพื่อวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าเคมี	55
3.4 แผ่นขั้วไฟฟ้าสำหรับการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีแบบ 3 ขั้ว และแบบ 2 ขั้ว	56
3.5 ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับใช้ในการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมี.....	56
4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของกราฟไฟต์อนุภาคขนาดนาโน กราฟไฟต์ออกไซด์นาโนซีท และรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์นาโนซีท.....	65
4.2 สเปกตรัม FT-IR แสดงสัญญาณพันธะเอกลักษณ์ของกราฟไฟต์ออกไซด์นาโนซีท และรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์นาโนซีท.....	66
4.3 รามานสเปกตรัมของกราฟไฟต์ออกไซด์นาโนซีท และรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์นาโนซีท	67
4.4 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	69
4.5 ภาพแสดงลักษณะทางโครงสร้างจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และการ เลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED) ของกราฟไฟต์ออกไซด์นาโนซีท (GO).....	70
4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD patterns) ของ NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$	72
4.7 สเปกตรัม FT-IR แสดงสัญญาณพันธะเอกลักษณ์ของ NiCo_2O_4 $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ และ rGO.....	74
4.8 XPS spectra Co2p ของ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$	76
4.9 XPS spectra Ni2p ของ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$	76
4.10 XPS spectra C1s ของ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$	77
4.11 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ นาโนคอมโพสิต.....	78
4.12 การปรับพื้นผิวของนิเกิลโคบอลไตต์ให้เป็นประจุบวกด้วยวิตามินซี และการเกิดอันตรกิริยาที่เป็นไปได้ โดยการกระจายตัวทางพื้นผิวของนิเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์นาโนคอมโพสิต.....	79
4.13 สเปกตรัมการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์บนพื้นผิว และ Mapping การกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ของ NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ นาโนคอมโพสิต.....	81
4.14 ลักษณะทางโครงสร้างจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ นาโนคอมโพสิต.....	83
4.15 ลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED) ของ NiCo_2O_4	83

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.16 ผลการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (TGA) ของ NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO	86
4.17 ผลการวิเคราะห์อัตราการสูญเสียมวลเทียบกับเวลา (DTG) ของ NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO ...	87
4.18 ผลการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (TGA) และอัตราการสูญเสียมวลต่อนาที (DTG) ของ NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO	87
4.19 Cyclic Voltammogram ของ rGO ที่ Scan rate ต่าง ๆ	91
4.20 Cyclic Voltammogram ของ NiCo ₂ O ₄ ที่ Scan rate ต่าง ๆ.....	91
4.21 Cyclic Voltammogram ของ NiCo ₂ O ₄ /rGO นาโนคอมโพสิต.....	92
4.22 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะต่อ Scan rate ของ rGO NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO นาโนคอมโพสิต	93
4.23 การอัด-คายประจุไฟฟ้าของ rGO ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่าง ๆ.....	96
4.24 การอัด-คายประจุไฟฟ้าของ NiCo ₂ O ₄ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่าง ๆ	96
4.25 รูปแบบการอัด-คายประจุไฟฟ้าของ NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO นาโนคอมโพสิต	97
4.26 Cyclic retention ของ rGO NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO นาโนคอมโพสิต ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 A/g	98
4.27 Cyclic Voltammogram ของอุปกรณ์ ASCs NiCo ₂ O ₄ //rGO และ NiCo ₂ O ₄ /rGO//rGO นาโนคอมโพสิต	100
4.28 Cyclic retention ของอุปกรณ์ ASCs NiCo ₂ O ₄ //rGO และ NiCo ₂ O ₄ /rGO//rGO นาโนคอมโพสิต.....	101
4.29 การอัด-คายประจุไฟฟ้าของอุปกรณ์ ASCs NiCo ₂ O ₄ //rGO และ NiCo ₂ O ₄ /rGO//rGO ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g.....	104
4.30 การอัด-คายประจุไฟฟ้าของอุปกรณ์ ASCs NiCo ₂ O ₄ //rGO และ NiCo ₂ O ₄ /rGO//rGO ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 A/g.....	104
4.31 Cyclic retention ของอุปกรณ์ ASCs NiCo ₂ O ₄ //rGO และ NiCo ₂ O ₄ /rGO//rGO ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 A/g.....	105
4.32 Ragone plot ของอุปกรณ์ ASC NiCo ₂ O ₄ //rGO และ NiCo ₂ O ₄ /rGO//rGO ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g.....	107
ก-1 ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 2400x ของ NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO นาโนคอมโพสิต.....	123
ก-2 แผนภาพ Isotherm ของ rGO nano NiCo ₂ O ₄ และ NiCo ₂ O ₄ /rGO นาโนคอมโพสิต.....	124

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข-1 Cyclic Voltammogram ของ NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ นาโนคอมโพสิต Scan rate 10 20 50 และ 100 mV/s 125

ข-2 Cyclic Voltammogram ของ rGO และ NiCo_2O_4 ที่ Scan rate 10 mV/s 126

ข-3 GCD ของวัสดุคอมโพสิต $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ 127

ข-4 GCD ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ ของ NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ นาโนคอมโพสิต 128

ข-5 GCD ของ rGO และ NiCo_2O_4 ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g..... 128

ข-6 Cyclic Voltammograms ของ ASCs ของ NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ นาโนคอมโพสิต ที่ Scan rate 20 50 100 และ 200 mV/s 129

ข-7 Cyclic Voltammograms ของ ASCs ที่ Scan rate ต่าง ๆ 130

ข-8 GCD ของ ASCs ที่ขั้วไฟฟ้าเป็นวัสดุคอมโพสิต $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ ... 131

ข-9 GCD ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ ของ ASCs NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ 132



คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/คำสัญลักษณ์	คำอธิบาย
Ni	นิกเกิล (Nickel)
Co	โคบอลต์ (Cobalt)
NiCo ₂ O ₄	นิกเกิลโคบอลไตต์ (Nickel cobaltite)
GO	กราฟีนออกไซด์ (Graphene oxide)
rGO	รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (Reduced graphene oxide)
N ₂ H ₄	ไฮดราซีน (Hydrazine)
NaBH ₄	โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride)
MnO ₂	แมงกานีสไดออกไซด์ (Manganes dioxide)
PVDF	โพลีไวนิลลิดีน ฟลูออไรด์ (Polyvinylidene fluoride)
NMP	N-Methyl-2-Pyrrolidone (C ₅ H ₉ NO)
NH ₃	แอมโมเนีย (Ammonia)
NH ₄ OH	แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide)
H ₂ O	น้ำ
Na ₂ SO ₄	โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulfat)
Vitamin C	วิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 สรุปผลงานวิจัยความเป็นมา และความสำคัญของโครงการวิจัย

ในปัจจุบันมนุษย์ได้มีรูปแบบการดำเนินชีวิตที่เปลี่ยนไปจากอดีตเป็นอย่างมาก แต่ความต้องการในการใช้พลังงานยังคงเป็นสิ่งสำคัญสิ่งหนึ่งที่มนุษย์ยังคงต้องการเสมอ และมีแนวโน้มที่เพิ่มสูงขึ้นอย่างต่อเนื่อง ไม่ว่าจะด้วยเหตุผลของการเพิ่มปริมาณประชากรของโลก หรือเป็นผลมาจากรูปแบบการดำเนินชีวิตของมนุษย์ในปัจจุบัน โดยเฉพาะอย่างยิ่งพลังงานในรูปแบบของพลังงานไฟฟ้า ที่เข้ามามีบทบาทอย่างมากต่อการดำรงชีวิตในวิถีใหม่ รวมไปถึงแนวคิดในการทดแทนพลังงานเชื้อเพลิงซึ่งที่ได้จากการเผาไหม้ด้วยพลังงานไฟฟ้า เช่น การแทนที่การเผาไหม้ของเชื้อเพลิงฟอสซิลด้วยพลังงานไฟฟ้าของรถยนต์ไฟฟ้า เพื่อเป็นการลดปัญหามลพิษที่เกิดขึ้น และเป็นรูปแบบของพลังงานยั่งยืน (Sustainable energy) จึงทำให้ในปัจจุบันมีเทคโนโลยีทางด้านของแหล่งพลังงานทางเลือกมากมาย ซึ่งส่งผลต่อเรื่องที่จำเป็นอย่างมากในการพัฒนาอุปกรณ์สำหรับกักเก็บพลังงาน (Energy storage devices) เพื่อพัฒนาอุปกรณ์กักเก็บพลังงานให้มีประสิทธิภาพทัดเทียม และรูปแบบการทำงานที่เหมาะสมกับการสะสมพลังงานที่ได้จากแหล่งผลิตต่าง ๆ เช่น ความเย็นหยุน น้ำหนักเบา ทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ และสภาพอากาศ หรือแม้กระทั่งการพัฒนาเพื่อให้มีลักษณะโปร่งแสง เพื่อให้สอดคล้องกับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่าง ๆ โดยหลักการพัฒนาอุปกรณ์กักเก็บพลังงานนั้นยังคงมุ่งเน้นไปที่การเพิ่มประสิทธิภาพในด้านของความสามารถในการกักเก็บประจุไฟฟ้า ความรวดเร็วในกระบวนการ ความเสถียร และความยาวนานของอายุการใช้งาน

ปัจจุบันอุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่ได้รับความนิยมในท้องตลาดยังคงเป็น แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Lithium-ion batteries) ตัวเก็บประจุ (Capacitors) และตัวเก็บประจูงยิ่งยวด (Supercapacitors) เป็นต้น อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่าแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนมีความสามารถในการให้ค่าความหนาแน่นของพลังงานไฟฟ้าที่สูง (High energy density) กล่าวคือมีความสามารถกักเก็บประจุไฟฟ้าได้มาก แต่ในทางกลับกันให้ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ต่ำ (Low power density) ทำให้ลิเทียมไอออนแบตเตอรี่มีข้อจำกัดในการใช้งานในอุปกรณ์ที่ต้องการใช้ปริมาณพลังงานไฟฟ้าสูงๆในเวลาทีรวดเร็ว เพราะต้องอาศัยเวลาในการอัดและคายประจุไฟฟ้านาน อีกทั้งปริมาณของแหล่งธาตุลิเทียม (Li) นั้นมีอย่างจำกัด และมีจำนวนรอบการใช้งานที่ต่ำ [1, 2] โดยในส่วนของตัวเก็บประจุ มีสมบัติตรงข้ามกับ แบตเตอรี่โดยสิ้นเชิง คือ มีความหนาแน่นของพลังงานไฟฟ้าต่ำ แต่มีความหนาแน่นของกำลังไฟฟ้าสูง ซึ่งไม่สามารถให้พลังงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไฟฟ้าที่ต่อเนื่องให้กับอุปกรณ์เป็นเวลานานได้ จึงทำให้เกิดการพัฒนาเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด เพื่อลดปัญหาและข้อจำกัดดังกล่าว สำหรับใช้เป็นทางเลือกใหม่ในการใช้งานทางด้านอุปกรณ์กักเก็บพลังงาน โดยอาศัยสมบัติเฉพาะตัวของตัวเก็บประจุยิ่งยวดทำได้จากการนำสมบัติเด่นระหว่างแบตเตอรี่ และตัวเก็บประจุมาพัฒนา กล่าวคือสามารถทำการบรรจุและคายประจุได้ในเวลารวดเร็ว ทำให้มีความหนาแน่นพลังงานสูง มีความเสถียรภาพและมีจำนวนรอบการใช้งานที่ยาวนานมากขึ้น [3]

ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitor) เป็นหนึ่งในอุปกรณ์กักเก็บพลังงาน ที่ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อรองรับการใช้งานในอุปกรณ์ภายใต้สภาวะที่ต้องการใช้งานในกำลังไฟฟ้าสูง (High power density needed) แต่ในขณะเดียวกันก็ต้องการให้สามารถสะสมประจุไฟฟ้าในการใช้งานที่ยาวนานต่อหนึ่งรอบการอัดประจุ (High energy density needed) ยกตัวอย่างเช่น อุปกรณ์กักเก็บพลังงานสำหรับรถยนต์ไฟฟ้า เป็นความท้าทายอย่างมากในการพัฒนาอุปกรณ์ เนื่องจากความต้องการความเร็วในขั้นตอนการอัดประจุ อีกทั้งยังต้องการชั่วโมงการใช้งานที่ยาวนานต่อ 1 รอบการอัดประจุ รวมไปถึงต้องการความเสถียร และการจำนวนรอบการใช้งานสูง โดยเกณฑ์การแบ่งความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดออกจาก ตัวเก็บประจุ และแบตเตอรี่ คือ การที่อุปกรณ์มีค่าความหนาแน่นพลังงาน (energy density) สูงกว่าตัวเก็บประจุทั่วไป และยังคงค่าความหนาแน่นกำลังงาน (power density) ได้สูงกว่าแบตเตอรี่ในอุปกรณ์เดียวกัน ค่าความสามารถการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะ (Specific capacitance) อยู่ในระดับฟารัด (Farad, F) และมีจำนวนรอบการใช้งาน (Cycling ability) มากกว่า 500,000 รอบ [4] โดยที่ตัวแปรหลักที่ส่งผลต่อสมบัติของตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้น ขึ้นอยู่กับพฤติกรรมตอบสนองทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้า (Electrodes) ในอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวด

ในปัจจุบันตัวเก็บประจุยิ่งยวดถูกพัฒนาประสิทธิภาพให้เพิ่มขึ้นอย่างมาก ทั้งในส่วนของความสามารถในการเก็บประจุ (Capacitance) และค่าความหนาแน่นของกำลังงาน (Power density) แต่ยังคงพฤติกรรมของค่าความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) ที่ค่อนข้างจำกัด [1] ดังนั้นเพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด นอกจากค่าความสามารถดังกล่าว ยังรวมถึงจำนวนรอบการใช้งาน และความเสถียรภาพในการใช้งาน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาผลของการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนชีต (rGO nanosheets) ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการรีดิวซ์ด้วยความร้อน (Thermal reduction) ผสมลงใน NiCo_2O_4 สปินเนลในปริมาณต่าง ๆ ซึ่งเป็นจะเป็นการช่วยเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวด และทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ได้แก่ เทคนิคเชิงแสงได้แก่ XRD FT-IR XPS TEM SEM และ TGA เป็นต้น เพื่อยืนยันถึงชนิดของสารที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สังเคราะห์ได้จากการทดลอง และทดสอบประสิทธิภาพความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดด้วยการทดสอบทางไฟฟ้าเคมี โดยเทคนิค Cyclic Voltammetry (CV) และ Galvanostatic Charge-Discharge (GCD)

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 1) เพื่อศึกษาการเตรียมโลหะออกไซด์นิกเกิลโคบอลต์ (NiCo₂O₄) โดยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย และนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO) โดยวิธีการรีดักชันด้วยความร้อน
- 2) เพื่อศึกษาผลของการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่เหมาะสมต่อประสิทธิภาพของการเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดสำหรับนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต
- 3) เพื่อศึกษาการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ วิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และการสลายตัวทางความร้อนของนิกเกิลโคบอลต์ และนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตด้วยเทคนิคต่าง ๆ
- 4) เพื่อศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าสำหรับเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดของ โลหะออกไซด์ นิกเกิลโคบอลต์ และนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

- 1) ทำการเตรียมกราฟีนออกไซด์นาโนซีท (GO) ด้วยวิธี Modified Hummer's และกระบวนการอัลตราโซนิเคชัน
- 2) ทำการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลต์ ด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย
- 3) ทำการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธีการรีดักชันด้วยความร้อน (Thermal reduction)
- 4) ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ นิกเกิลโคบอลต์ นิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ได้แก่ XRD FT-IR XPS TEM SEM และ TGA เป็นต้น
- 5) ทำการทดสอบความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธีการทดสอบทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemical analysis)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 6) ทำการประกอบ นิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมสิต เป็นชิ้นงานตัวเก็บประจุยิ่งยวดต้นแบบ (Coin cell) และทดสอบประสิทธิภาพการใช้งาน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) ได้รับองค์ความรู้เกี่ยวกับกระบวนการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลไตต์ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย
- 2) ได้รับองค์ความรู้เกี่ยวกับการเกิดกระบวนการการสังเคราะห์ นิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต โดยการรีดักชันด้วยความร้อน
- 3) ได้รับองค์ความรู้เกี่ยวกับสามารถพิสูจน์เอกลักษณ์ และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ นิกเกิลโคบอลไตต์ นิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต และกราฟีนออกไซด์นาโนซีท
- 4) ได้รับองค์ความรู้เกี่ยวกับหลักการ และกลไกที่เกิดขึ้นของกระบวนการเตรียมชิ้นงานสำหรับการทดสอบสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดด้วยวิธีการทางไฟฟ้าเคมี
- 5) ได้รับองค์ความรู้เกี่ยวกับหลักการทดสอบสมบัติต่างๆ และสามารถวิเคราะห์ข้อมูลจากการทดสอบทางไฟฟ้าเคมีของ นิกเกิลโคบอลไตต์ นิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต และกราฟีนออกไซด์นาโนซีท
- 6) ได้รับองค์ความรู้เกี่ยวกับถึงหลักการ และเกิดแนวทางในการนำนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ไปพัฒนาในการใช้งานเป็นวัสดุสำหรับกักเก็บพลังงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด

2.1.1 ความหมาย ของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (supercapacitors) หรือ ตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมี (electrochemical supercapacitors) เป็นอุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าในรูปแบบหนึ่ง ที่ถูกพัฒนามาจากตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบดั้งเดิม (Conventional capacitors) ซึ่งอาศัยกลไกการเปลี่ยนแปลงเชิงกล และกลไกการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของวัสดุขั้วไฟฟ้า และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ในอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยมีเป้าหมายในการเพิ่มประสิทธิภาพ ของค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance) ค่าความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) จำนวนรอบการใช้งาน (Cycle life) และความเสถียรภาพของอุปกรณ์ต่อการใช้งาน (Cycle stability) อีกทั้งยังสามารถคงเอกลักษณ์ของความเป็นตัวตัวเก็บประจุไฟฟ้าได้ คือมีค่าความหนาแน่นกำลังงาน (Power density) ที่สูงมากกว่าอุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าประเภทอื่นๆ ซึ่งในทางการคำนวณ และเกณฑ์จำเพาะสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นจะต้อง มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (Specific capacitance) สูงกว่าตัวเก็บประจุทั่วไปถึง 100-1000 เท่า คือ ในระดับ ฟารัด (Farad) ซึ่งตัวเก็บประจุแบบธรรมดาจะมีค่าความสามารถให้การเก็บประจุอยู่ที่ pico and micro หรือ (Millifarads) อีกทั้งยังสามารถอัดประจุไฟฟ้าให้เต็มได้ภายในเวลาที่รวดเร็วเพียง 1-10 วินาที และการจ่ายประจุได้ในเวลา 1 วินาทีเช่นกัน อีกจุดเด่นหนึ่งของตัวเก็บประจุยิ่งยวด คือมีจำนวนรอบการใช้งานที่ยาวนานถึง 500,000 รอบ อีกทั้งยังสามารถทนต่อสภาวะการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ แรงกระแทก และการสั่นสะเทือนได้ดี [5]

จากแนวทางการพัฒนาวัสดุดังกล่าว ตัวเก็บประจุยิ่งยวด คืออุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าประเภทหนึ่ง ที่มีความโดดเด่นในด้านของความสามารถในการกักเก็บพลังงาน และมีความสมดุลระหว่างความหนาแน่นพลังงานกับความหนาแน่นกำลังงาน ซึ่งเป็นแนวโน้มที่สำคัญสำหรับการนำไปประกอบเป็นอุปกรณ์กักเก็บพลังงานในอุปกรณ์ไฟฟ้าสำหรับพกพาที่ต้องการใช้กำลังไฟฟ้ามกๆ เช่น กล้อง รถยนต์ไฟฟ้า เป็นต้น

2.1.2 หลักการทำงาน และประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวด [5]

ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้น ถือกำเนิดขึ้นเนื่องจากการพัฒนาตัวเก็บประจุแบบดั้งเดิม (Conventional capacitor) ให้มีค่าความสามารถในการเก็บประจุ (Capacitance) ที่เพิ่มมากขึ้น ซึ่งหลักการสะสมประจุของตัวเก็บประจุแบบดั้งเดิมนั้น อาศัยการเหนี่ยวนำให้เกิดสนามไฟฟ้าภายในวัสดุไดอิเล็กทริก จากการให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าภายนอก โดยวัสดุไดอิเล็กทริกนั้นจะทำหน้าที่เป็นฉนวนกั้นกลาง ป้องกันไม่ให้อิเล็กตรอนวิ่งผ่านระหว่าง ขั้วไฟฟ้าทั้งสอง วัสดุที่นิยมใช้ในเชิงการค้า คือ ไมกา กระดาษ เซรามิกซ์ หรือ พลาสติกที่ไม่นำไฟฟ้า ดังนั้นจึงทำให้เกิดความต่างศักย์ไฟฟ้าจากการสะสมประจุไฟฟ้าที่มีความต่างขั้วกันที่ขั้วไฟฟ้าทั้งสอง ดังแสดงรูปที่ 2.1 โดยค่าความสามารถในการสะสมประจุของตัวเก็บประจุแบบดั้งเดิมนั้น สามารถคำนวณได้จากสมการ (2.1) การสะสมประจุไฟฟ้าของวัสดุไดอิเล็กทริก คือ

$$C = \frac{A\epsilon}{d} \quad (2.1)$$

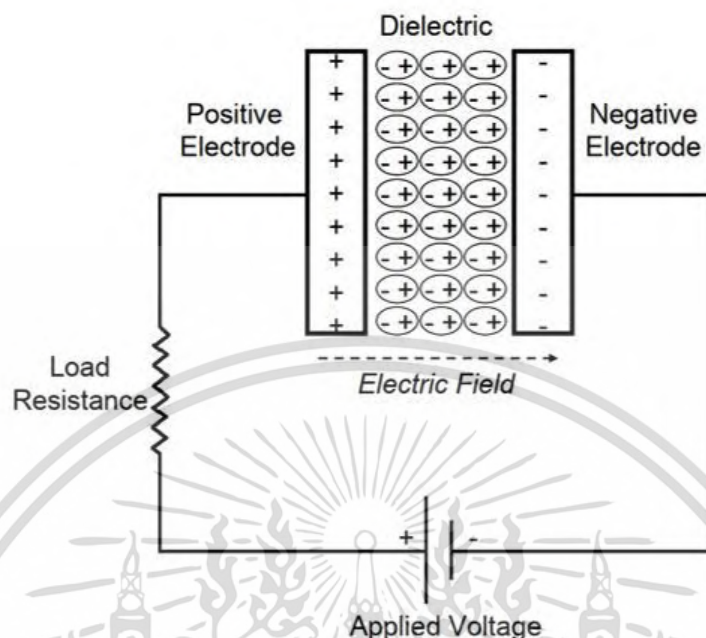
โดยที่ C คือค่า ความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า (Capacitance)

A คือ ปริมาณพื้นที่ผิวของวัสดุที่ใช้ทำเป็น

ϵ คือ select permittivity of dielectric materials

d คือ ความหนาของวัสดุไดอิเล็กทริกในอุปกรณ์

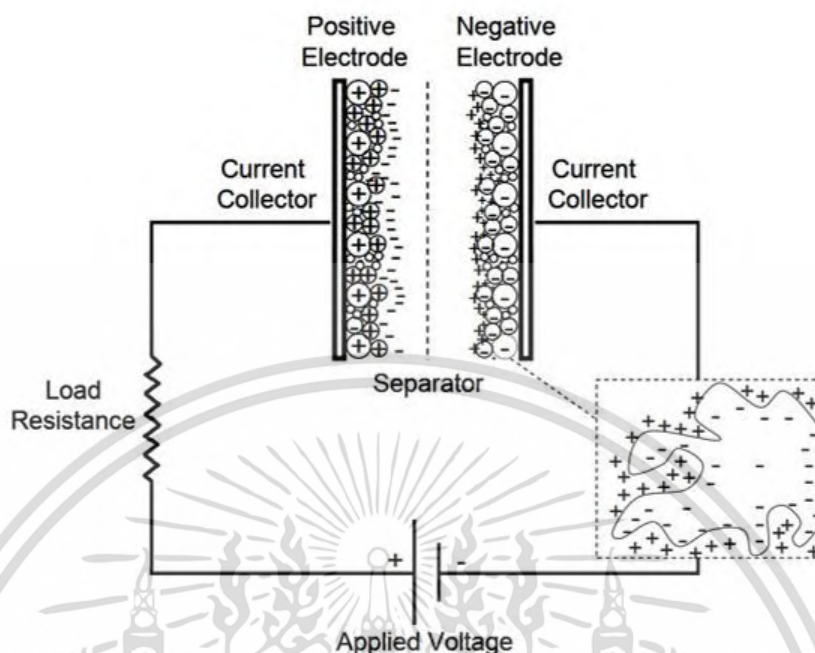
จากค่าความสามารถในการเก็บประจุที่ได้จากสมการนี้ จะอยู่ในรูปของหน่วย ฟารัด (Farad, F) คือ ปริมาณของอิเล็กตรอนที่สามารถไหลผ่านวงจรได้ 1 โมลอิเล็กตรอน ต่อ 1 ฟารัด โดยตัวแปรสำคัญจากสมการไดอิเล็กทริกที่จะส่งผลต่อความสามารถในการสะสมประจุโดยตรงนอกจาก ธรรมชาติของวัสดุที่นำมาใช้นั้น คือความหนาของวัสดุไดอิเล็กทริกที่นำมาใช้ทำอุปกรณ์ ถ้าความหนาน้อยลงจะยิ่งส่งผลให้อุปกรณ์มีความสามารถในการเก็บประจุได้มากขึ้น ด้วยเหตุนี้จึงได้มีการพัฒนาวัสดุ ให้สามารถสะสมประจุไฟฟ้าโดยอาศัยกลไก electrostatic double-layer ที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่างขั้วไฟฟ้า และ สารละลายอิเล็กโทรไลต์ การสะสมประจุไฟฟ้ารูปแบบนี้ สามารถให้ค่าความสามารถในการเก็บประจุสูงจากเดิมอย่างมาก จึงเรียกอุปกรณ์เก็บประจุที่ใช้วัสดุเหล่านี้ว่า ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitor) โดยประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นสามารถแบ่งได้จากกลไกการทำงานของวัสดุที่ใช้สำหรับทำเป็นขั้วไฟฟ้า ได้แก่ EDLCs Pseudocapacitors และ Hybrid capacitors



รูปที่ 2.1 สະสมประจุของตัวเก็บประจุแบบทั่วไป (Conventional capacitors) [5]

2.1.2.1 Electrochemical double-layer capacitor (EDLCs)

เป็นวัสดุที่อาศัยกลไกการทำงานเช่นเดียวกับ ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบดั้งเดิม แต่มีความแตกต่างกันตรงที่ ตัวเก็บประจุแบบดั้งเดิมนั้น อาศัยการสะสมประจุที่บริเวณชั้นของวัสดุไดอิเล็กทริก ซึ่งความหนาของชั้นตัวคั้นนี้ จะส่งผลต่อค่าความสามารถในการเก็บประจุโดยตรง แต่วัสดุประเภท EDLC นั้น อาศัยกลไกการสะสมประจุไฟฟ้าที่บริเวณพื้นผิวสัมผัส (Interfaces) ระหว่างขั้วไฟฟ้า และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ โดยค่าความต่างศักย์จากภายนอกที่ให้เข้ามานั้นจะเหนี่ยวนำให้ขั้วไฟฟ้าเกิดความต่างศักย์ระหว่างขั้วจนเกิดการดูลประจุไฟฟ้าด้วยไอออนของอิเล็กโทรไลต์เข้าสู่รูพรุนของพื้นผิวขั้วไฟฟ้า ที่พัฒนาให้พื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้นกว่าตัวเก็บประจุแบบดั้งเดิม ดังแสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 การสะสมประจุของ EDLCs [5]

โดยการคำนวณค่าความสามารถในการเก็บประจุของวัสดุ EDLCs นั้น ยังคงคำนวณจากสมการที่ (2.1) ซึ่งสามารถแสดงให้เห็นว่า ค่า d ของตัวเก็บประจุแบบ EDLCs นั้นมีค่าน้อยกว่าตัวเก็บประจุแบบดั้งเดิมมาก เพราะ d ของ EDLCs นั้นคือความหนาของชั้น double-layers ที่เกิดขึ้นที่บริเวณพื้นผิวสัมผัสของขั้วไฟฟ้า และอิเล็กโทรไลต์ ทำให้มีค่าความสามารถในการเก็บประจุสูงกว่าตัวเก็บประจุแบบดั้งเดิมมาก ดังนั้นจึงทำให้ EDLCs มี 3 ปัจจัยหลัก ที่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพของความสามารถในการเก็บประจุได้สูงกว่าเดิม คือ

- 1) พื้นที่ผิวของวัสดุที่นำมาใช้ทำเป็นขั้วไฟฟ้า
- 2) ความหนาของชั้น Double-layer ที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นผิวสัมผัสของขั้วไฟฟ้า และสารละลายอิเล็กโทรไลต์
- 3) ความสามารถในการนำไฟฟ้าของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เนื่องจากการลดความต้านทานไฟฟ้าภายในที่จะเกิดขึ้นระหว่างขั้วไฟฟ้า จากความต่างศักย์ไฟฟ้าภายนอกที่ให้เข้าไปในอุปกรณ์

นอกจากนี้สารละลายอิเล็กโทรไลต์เองยังสามารถแทรกซึมเข้าไปยังรูพรุนของขั้วไฟฟ้าได้มากกว่าวัสดุไดอิเล็กทริก [6, 7] โดยปกติวัสดุสำหรับใช้เป็น EDLCs ในปัจจุบันนิยมใช้วัสดุจำพวกคาร์บอนซึ่งให้ค่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าอยู่ที่ 100-120 F/g ภายใต้สภาวะสารละลายอิเล็กโทรไลต์อแกนิก [8] แต่อย่างไรก็ตาม ยังคงมีการพัฒนาวัสดุประเภทคาร์บอนอย่างต่อเนื่อง เนื่องจากต้องการเพิ่มค่าความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า และลดความเป็นพิษของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ประเภทสารอแกนิก จึงทำให้มีการศึกษาเกี่ยวกับสารละลายประเภท Aqueous solution มากขึ้น เช่น การศึกษาเกี่ยวกับกราฟีนภายใต้สภาวะสารละลายอิเล็กโทรไลต์ KOH ซึ่งให้ค่าความสามารถในการเก็บประจุสูงถึง 166 F/g [9]

2.1.2.2 Pseudocapacitors

จากความพยายามที่จะเพิ่มค่าความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่องของอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้น จึงเริ่มมีการนำวัสดุที่สามารถเกิดกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีเข้ามาเป็นกลไกสำคัญในการเก็บประจุไฟฟ้ามาเป็นคอมโพสิตร่วมกับวัสดุ คาร์บอน ที่อาศัยกลไกการสะสมประจุแบบ EDLCs ปฏิกริยารีดอกซ์ เป็นปฏิกริยาเคมีแบบผันกลับได้ที่สำคัญสำหรับวัสดุประเภทนี้ ซึ่งจะต้องสามารถเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วที่บริเวณพื้นผิวสัมผัสระหว่าง ขั้วไฟฟ้า และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งจะเกิดขึ้นในขณะเดียวกับการเกิดการสะสมประจุไฟฟ้าโดยใช้กลไกแบบ EDLCs ซึ่งเป็นเหตุทำให้วัสดุประเภทนี้ให้ค่าความสามารถในการเก็บประจุได้สูงกว่าวัสดุประเภท EDLCs ปกติถึง 10-100 เท่า จึงเรียกว่าวัสดุที่สามารถเกิดกลไกการสะสมประจุแบบนี้ได้ว่า Pseudocapacitors [10]

โดยวัสดุที่ถูกนำมาเริ่มศึกษาในกลไกการสะสมประจุแบบนี้ได้ดีคือ RuO_2 ซึ่งสามารถเกิดปฏิกริยารีดอกซ์ได้ดีในหลายวัฏภาคของวัสดุ ภายใต้สภาวะความเป็นกรดที่สามารถให้โปรตอนได้ดีนั้น สามารถให้ค่าความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าได้สูงถึง 1300 F/g ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) แต่ด้วยข้อจำกัดในด้านต้นทุนของโลหะ Ru ที่ราคาสูงมาก รวมไปถึงความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมในกระบวนการผลิต ทำให้เป็นข้อจำกัดอย่างมากในการพัฒนาให้วัสดุอยู่ในระดับการค้าเชิงพาณิชย์ได้ จึงได้มีการพัฒนาโลหะออกไซด์ที่มีต้นทุนในการผลิต และความเป็นพิษต่ำกว่ามาก เช่น CoO และ NiO รวมไปถึงวัสดุประเภท conducting polymers เช่น ppy ขึ้นมา เพื่อเป็นทางเลือกใหม่ในการพัฒนาประสิทธิภาพ และความเหมาะสม

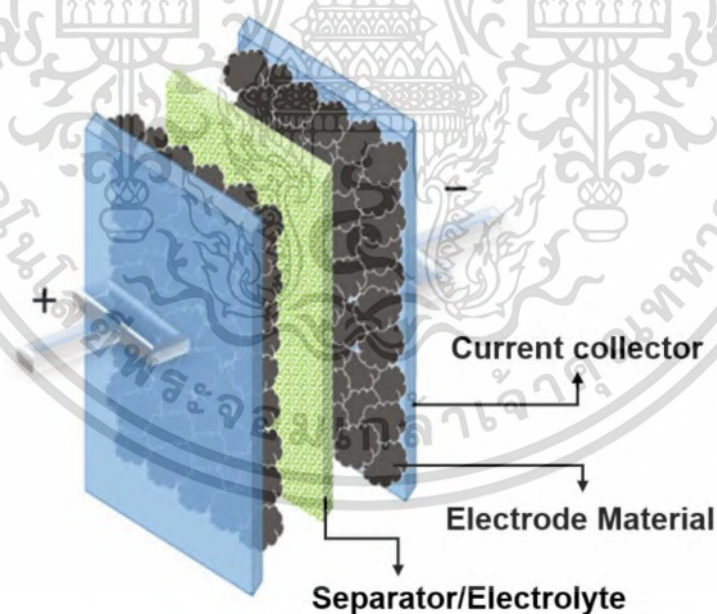
2.1.2.3 Hybrid capacitors

ถึงแม้ว่าวัสดุประเภท Pseudocapacitors มีประสิทธิภาพที่มีแนวโน้มที่สามารถนำไปพัฒนาในระดับอุตสาหกรรมได้ แต่ยังคงพบว่า วัสดุเหล่านี้ก็กลับมีความสามารถในการนำไฟฟ้าลดลง และมี

จำนวนรอบการใช้งานของวัสดุนั้นลดลง ทำให้เป็นการลดทอนประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดนี้ และเพื่อเป็นการลดปัญหาเหล่านี้ การนำวัสดุมาทำเป็นคอมโพสิตเข้ากับวัสดุประเภท carbonaceous additive จึงถูกนำมาพัฒนาเป็นวัสดุสำหรับทำขั้วไฟฟ้าในอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวด ซึ่งวัสดุประเภท hybrid capacitor นี้จะอาศัยการกลไกทั้ง EDLCs และ Pseudocapacitor ซึ่งการพัฒนาวัสดุประเภทนี้ จะเป็นการพัฒนาโดยการนำจุดเด่นของวัสดุจากกลไกทั้งสอง เพื่อหาจุดสมดุลระหว่างค่าความสามารถในการเก็บประจุที่สูง และมีจำนวนรอบการใช้งานที่ยาวนานขึ้น

2.1.3 องค์ประกอบ และวัสดุสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด [6]

ในการออกแบบตัวเก็บประจุยิ่งยวดให้มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้นนั้น มีปัจจัยและองค์ประกอบที่สำคัญที่ต้องคำนึงในการออกแบบอุปกรณ์อยู่ 5 ส่วน ได้แก่ ขั้วไฟฟ้า สารละลายอิเล็กโทรไลต์ วัสดุตัวคั่น current collector และ sealant ในส่วนของการออกแบบเชิงวิศวกรรม นอกจากช่วยในการเพิ่มประสิทธิภาพแล้ว แต่ยังคงต้องคำนึงถึงราคาต้นทุน และความปลอดภัยในการผลิต รวมไปถึงการใช้งานที่มีประสิทธิภาพอีกด้วย



รูปที่ 2.3 องค์ประกอบของตัวเก็บประจุยิ่งยวด [11]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.3.1 ขั้วไฟฟ้า (Electrode)

วัสดุสำหรับการทำขั้วไฟฟ้าในอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้น ดังที่กล่าวไปในหัวข้อที่ 2 ข้างต้น คือ วัสดุที่ถูกนำมาใช้ทำเป็นขั้วไฟฟ้านั้นจะขึ้นอยู่กับกลไกที่ใช้ในการสะสมประจุไฟฟ้าทั้ง 2 แบบ คือ EDLCs ที่อาศัยกลไกทางกายภาพในการสะสมประจุไฟฟ้าที่บริเวณพื้นผิวของวัสดุ ภายในโครงสร้างของขั้วไฟฟ้าที่มีรูพรุนที่เหมาะสมกับขนาดของไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ และแบบ Pseudocapacitors (การสะสมประจุแบบเทียม) ซึ่งประกอบด้วยออกไซด์ของโลหะทรานซิชัน หรือโพลิเมอร์ที่สามารถนำไฟฟ้าได้ (Conducting polymers) มาใช้เป็นวัสดุสำหรับทำขั้วไฟฟ้าชนิดนี้ โดยการสะสมประจุไฟฟ้านั้นอาศัยกลไกการเกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีรีดอกซ์แบบผันกลับได้อย่างรวดเร็ว ที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่างขั้วไฟฟ้า และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งในทั้งสองกลไกการสะสมประจุไฟฟ้านั้น มีสมบัติในการเลือกวัสดุสำหรับนำมาใช้เป็นขั้วไฟฟ้าอยู่ร่วมกัน ได้แก่

- 1) มีพื้นที่ผิว และรูพรุนที่เหมาะสมกับขนาดของไอออนของสารละลาย
- 2) พื้นผิวสามารถในการเปียกเข้ากับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ได้ดี
- 3) สามารถนำไฟฟ้าได้ดี
- 4) มีความสามารถในการใช้งานที่ยาวนาน (ควรมากกว่า 10^5 ครั้ง)
- 5) ควบคุมโครงสร้างทางสัณฐานวิทยาได้ง่าย (ขนาด ปริมาณ และรูปร่างของรูพรุน)
- 6) เสถียรภาพทางอุณหพลศาสตร์สำหรับช่วงศักย์ภาพในการปฏิบัติงานที่กว้าง

นอกจากนี้ ในการทำขั้วไฟฟ้าบางชนิดอาจจะต้องใช้ วัสดุตัวช่วยประสาน (Binder) ซึ่งต้องเป็นวัสดุที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดีเช่นเดียวกับ current collector แต่เป็นการช่วยเพิ่มความสามารถในการยึดติดกันระหว่าง วัสดุที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้า และ current collector ซึ่งหน้าที่หลักคือต้องสามารถทำการยึดติดได้ดี และทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมี โดยเฉพาะอย่างยิ่งจากสถานะของสารละลายที่ใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์ในอุปกรณ์

2.1.3.2 สารละลายอิเล็กโทรไลต์

นอกเหนือจากขั้วไฟฟ้าแล้ว สารละลายอิเล็กโทรไลต์นั้นมีส่วนสำคัญอย่างมาก ในการเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวดด้วยเช่นกัน โดยสารละลายอิเล็กโทรไลต์นั้น ทำหน้าที่ส่งผลโดยตรงต่อค่าความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) ดังนั้นการเลือก สารละลายอิเล็กโทรไลต์ให้มีความเหมาะสมนั้นเป็นสิ่งสำคัญมากในการสร้าง ตัวเก็บประจุยิ่งยวดให้มีประสิทธิภาพสูง ชนิดของสารละลายอิ

อิเล็กโทรไลต์ที่นิยมใช้ในปัจจุบันสามารถแบ่งออกเป็น 3 ประเภทดังนี้ Aqueous organic และ ionic liquids (ILs) electrolytes โดยในตารางที่ 1.1 [6]

ตารางที่ 1.1 ค่าความหนาแน่นพลังงาน ความต้านทานไอออน และช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้าทำงาน (Voltage window) สำหรับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดต่างๆ

Electrolyte	Density (g/cm ³)	Resistivity (Ω cm)	Cell Voltage (V)
KOH	1.29	1.9	1
Sulfuric acid	1.2	1.35	1
Propylene carbonate	1.2	52	2.5–3
Acetonitrile	0.78	18	2.5–3
Ionic liquids	1.3–1.5	125 (25°C) 28 (100°C)	4 3.25

สารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดน้ำ (Aqueous electrolyte) จัดได้ว่าเป็นกลุ่มแรกที่ถูกนำมาศึกษาในงานวิจัยทางด้านอุปกรณ์เก็บพลังงาน เนื่องจากราคาต้นทุนที่ต่ำ หาใช้งานได้ง่าย เช่น กรดกำมะถัน (H₂SO₄) KOH และ KCl เป็นสารที่นิยมอย่างมากในการใช้งาน เนื่องจากสามารถเตรียมสารละลายได้ง่าย และไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม รวมไปถึงมีความต้านทานไอออนที่ต่ำมาก ด้วยความหลากหลายระหว่างอิเล็กโทรไลต์ ทั้งแบบ กรด เบส และกลาง เหล่านี้ ทำให้นักวิจัยมีทางเลือกมากมายในการเพิ่มประสิทธิภาพ เช่น การเปลี่ยนสารละลายอิเล็กโทรไลต์ จากสารละลายกรดกำมะถัน เป็นสารละลาย KOH สำหรับการทดสอบ ชั่วไฟฟ้าที่ใช้ NiO นั้นพบว่าสามารถเพิ่มค่าความสามารถในการเก็บประจุได้จาก 16 เป็น 115 F/g. เนื่องจาก NiO นี้ สามารถเกิดปฏิกิริยา (Faradaic reaction) ได้ดีภายใต้สภาวะ OH⁻ มากกว่า สภาวะ H⁺ [12] แต่อย่างไรก็ตาม ที่สารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดน้ำนี้ ยังไม่เป็นที่นิยมในการนำมาใช้ในระดับการค้า เนื่องจากมีข้อจำกัดการใช้งานของ ช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้าทำงานที่แคบ โดยสามารถรองรับการทำงานได้ที่ 1.2 V เท่านั้น ซึ่งการเพิ่มช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้าทำงานที่มากกว่านี้ จะกระตุ้นให้เกิดการสลายตัวของโมเลกุลน้ำ เกิดเป็นสภาวะ Oxygen/Hydrogen evolution เป็นฟองแก๊สของ O₂ และ H₂ เกิดขึ้น ทำให้เกิดแรงดันภายในระบบ ทำให้เกิดการบวม และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แตกออกได้ในที่สุด นอกจากนี้การเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายที่มากเกินไปในอิเล็กโทรไลต์ที่มีสถานะเป็นกรด และเบส จะ ส่งผลให้เกิดการกัดกร่อนของโลหะได้ง่าย เช่น Ni Al ในส่วนของอิเล็กโทรไลต์ที่มีสถานะการเป็นกราก ก็สามารถรบกวนโลหะได้เช่นกัน

2.1.3.3 วัสดุตัวคั่น

วัสดุตัวคั่น คือ วัสดุไดอิเล็กทริกที่ทำหน้าที่เป็นฉนวน กั้นกลางระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง เพื่อป้องกันการรวมตัวของอิเล็กตรอนของทั้งสองขั้วไฟฟ้า ซึ่งวัสดุตัวคั่นนี้ หากออกแบบวัสดุได้ไม่ดี อาจส่งผลในเชิงลบให้กับตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้ เนื่องจากการเหนี่ยวนำทำให้เกิดความต้านทานภายในที่มากเกินไป โดยเฉพาะอย่างยิ่งอาจทำให้ เซลล์ไฟฟ้านั้นเกิดการลัดวงจรได้ ดังนั้นการเลือก และออกแบบวัสดุตัวคั่นก็มีส่วนสำคัญต่อประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้ ข้อควรพิจารณาในการเลือกวัสดุตัวคั่นที่เหมาะสมสำหรับ ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นมีแนวทางการพิจารณาดังนี้

- 1) ไม่นำไฟฟ้า เนื่องจากต้องการป้องกันการวิ่งผ่าน และรวมตัวของ อิเล็กตรอน ระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง
- 2) ไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ต้องซึมผ่านได้ง่าย เพื่อให้มีความต้านทานของไอออนภายในต่ำที่สุด
- 3) ทนต่อสารเคมีที่ใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ และไม่เกิดปฏิกิริยากับขั้วไฟฟ้าเด็ดขาด
- 4) มีความต้านทานต่อแรงเชิงกลได้ดี รวมไปถึงในด้านของการเปลี่ยนแปลงปริมาตร และความดัน เพื่อป้องกันผลกระทบที่เกิดจากการบวมของเซลล์ไฟฟ้า
- 5) สามารถเปียกด้วยสารละลายอิเล็กโทรไลต์ได้ง่าย

เดิมนิยมใช้วัสดุธรรมชาติ เช่น แก้ว กระดาษ และ เซรามิกซ์ เป็นที่นิยมใช้อย่างมากในช่วงแรกๆ ต่อมา polymers-based separator ได้รับความนิยมอย่างมาก เนื่องจากมีต้นทุนที่ต่ำ และความยืดหยุ่น และมีรูพรุนที่สูงมาก นอกจากนี้ยังมีการพัฒนา GO film มาใช้เป็นวัสดุตัวคั่นสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้ด้วยเช่นกัน [13]

2.1.3.4 Current collector

สาเหตุที่ตัวเก็บประจุยิ่งยวดต้องการตัวเก็บกระแส (Current collectors) เพื่อช่วยให้อุปกรณ์สามารถทำงานได้อย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้น เนื่องจากวัสดุที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้านั้น ไม่สามารถนำกระแสไฟฟ้าจากภายนอกได้อย่างเพียงพอ ตัวเก็บกระแสจึงทำหน้าที่เป็นตัวกลางในการส่งผ่าน

กระแสไฟฟ้าระหว่างวัสดุขั้วไฟฟ้า และภายนอก ดังนั้นวัสดุสำหรับการนำมาใช้งานในส่วนนี้นั้น จะต้องมีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้อย่างดีเยี่ยม เนื่องต่อการเกิดปฏิกิริยาเคมี โดยเฉพาะอย่างยิ่งกับสารเคมีที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้า และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ด้วยข้อแม้เหล่านี้จึงนิยมใช้ โลหะอลูมิเนียม หรือ โลหะสแตนเลส เป็นต้น ต่อมามีการพัฒนาขั้วไฟฟ้าให้มีการสัมผัสของเนื้อสารมากขึ้นกับวัสดุตัวเก็บกระแส เพื่อลดความต้านทานที่พื้นผิวระหว่างวัสดุขั้วไฟฟ้า และวัสดุตัวเก็บกระแส จึงหันมานิยมใช้ นิกเกิลโฟม (Ni-Foam) เนื่องจากมีรูพรุนที่สูงมาก ทำให้เข้ากับสารสำหรับขั้วไฟฟ้าได้ดี [14]

2.1.3.5 Sealant

เป็นส่วนสำคัญในขั้นตอนการประกอบเป็นชิ้นอุปกรณ์ซึ่งหน้าที่ป้องกันการสูญเสียประสิทธิภาพของเซลล์ไฟฟ้าจากการปนเปื้อนของสารเจือปนต่างๆภายนอก เช่น น้ำ และอากาศ ซึ่งจะรบกวนให้เกิดการสลายตัวของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ รวมไปถึงการทำให้เกิดการ ออกซิเดชัน (Oxidation) ที่ขั้วไฟฟ้าเป็นผลให้อุปกรณ์มีอายุการใช้งานลดลง ซึ่งสำหรับวัสดุที่นิยมนำมาใช้เป็นชิ้นส่วนนี้ในอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้น โพลีเมอร์ เป็นตัวเลือกที่ได้รับความนิยมเป็นวงกว้าง เนื่องจากมีความยืดหยุ่นสูง มีความเสถียรทั้งในเชิงกลและทางเคมี มีความทนทานต่อความชื้น และความเป็นฉนวนทางไฟฟ้าอย่างดี

2.1.4 การออกแบบเซลล์ไฟฟ้า และการทดสอบประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

พารามิเตอร์หลักที่ใช้ในการประเมินประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวด ได้แก่ ค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance: C) ความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) ความหนาแน่นกำลังงาน (Power density) ความต้านทานภายใน (Internal resistance) และเสถียรภาพของวงจร (Cycle ability) โดยค่าทั้งหมดเหล่านี้สามารถหาได้จากการทดสอบด้วยวิธีทางไฟฟ้าเคมีเพียงขั้นตอนเดียว ในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้น ระบบที่ใช้ในการทดสอบสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ระบบ ได้แก่ การทดสอบแบบระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า และการทดสอบแบบ 2 ขั้วไฟฟ้า โดยเริ่มจากการประเมินพฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุขั้วไฟฟ้าก่อน โดยการทดสอบในระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า จากนั้นทำการประกอบรวมเป็นเซลล์ไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่สมบูรณ์ จากนั้นนำเซลล์ไฟฟ้าไปทดสอบภายใต้ระบบ 2 ขั้วไฟฟ้า เพื่อเป็นการจำลองสภาวะการใช้งานจริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.4.1 การทดสอบทางไฟฟ้าเคมี ระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า (3-electrodes system)

1) ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode)

ในส่วนของขั้วไฟฟ้าทำงานนั้น โดยปกติจะเตรียมด้วยการเคลือบวัสดุสำหรับใช้เป็นขั้วไฟฟ้าลงบนพื้นผิวของ วัสดุตัวนำ (Current electrode) เช่น Ni foam ซึ่งวัสดุขั้วไฟฟ้านั้นจะถูกผสมเข้ากับตัวผสม (Binder) เช่น PVDF, NMP จนกระจายตัวในตัวผสม และในบางครั้งจะมีการเจือวัสดุประเภทคาร์บอน (Carbon) เพื่อเพิ่มความสามารถในการนำไฟฟ้าให้แก่วัสดุขั้วไฟฟ้าประเภทที่นำไฟฟ้าได้ไม่ดี ซึ่งเป็นเหตุให้เกิดความต้านภายในระหว่างพื้นผิวของวัสดุขั้วไฟฟ้า และวัสดุตัวนำ การเจือวัสดุตัวเติมเข้าไปเล็กน้อยจะเป็นการช่วยลดปัญหาเหล่านี้ได้

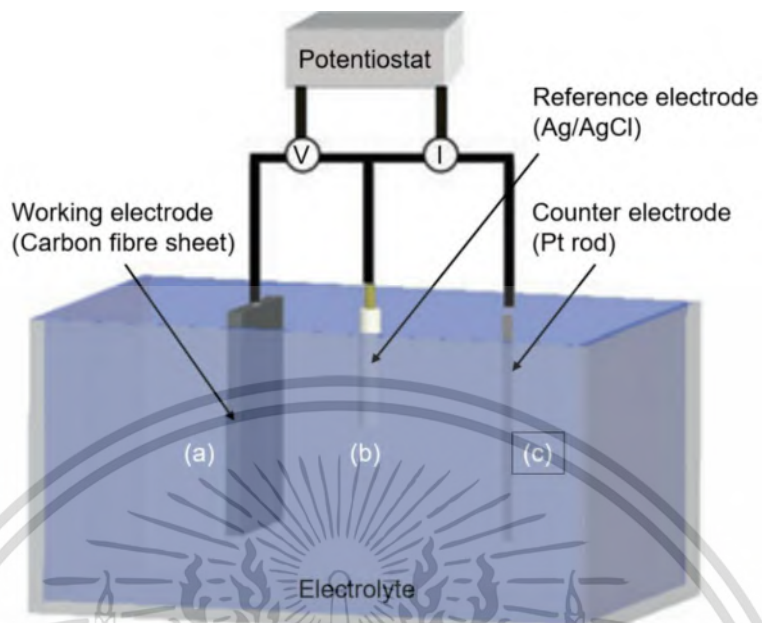
2) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode)

ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง มีเพื่อการอ้างอิงค่าศักย์ไฟฟ้าที่แท้จริงที่จ่ายเข้ามาในระบบ ซึ่งจะได้เป็นค่าคงที่ โดยทั่วไปชนิดขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่นิยมใช้หลักๆ ได้แก่

1. Normal Hydrogen electrode (NHE)
2. Ag/AgCl
3. Saturated Calomel electrode (SCE)

3) Counter electrode

Counter electrode หรือเรียกอีกชื่อว่า ขั้วไฟฟ้าเสริม (Auxiliary electrode) ทำหน้าที่ปรับสมดุลของการเกิดปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้าทำงาน จากการจ่ายค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าเข้าสู่ระบบ ด้วยเหตุผลนี้ต้องใช้วัสดุที่มีการนำไฟฟ้าที่ดีเยี่ยม และเฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น Pt หรือ Graphite rods เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการ oxidation ซึ่งทั้งหมดนี้จะต่อเข้ากับเครื่อง potentiostat ซึ่งก็คือเครื่องมือที่ใช้สำหรับควบคุม ค่าศักย์ไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้า (Electrode potential) ในขณะเดียวกันก็จะทำการบันทึกค่าการเปลี่ยนแปลงของ กระแสไฟฟ้า (Current) ที่เกิดขึ้นที่ขั้วไฟฟ้าต่อค่าศักย์ไฟฟ้าจากภายนอกที่จ่ายเข้าไฟ หรือ ควบคุมการไหลผ่านของกระแสไฟฟ้าที่ไฟผ่านขั้วไฟฟ้า และทำการบันทึกค่าการเปลี่ยนแปลงระหว่าง ค่าศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้น ต่อกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับระบบ ดังแสดงในภาพที่ 2.4 แสดงให้เห็นถึงส่วนประกอบของการทำงานจากระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า

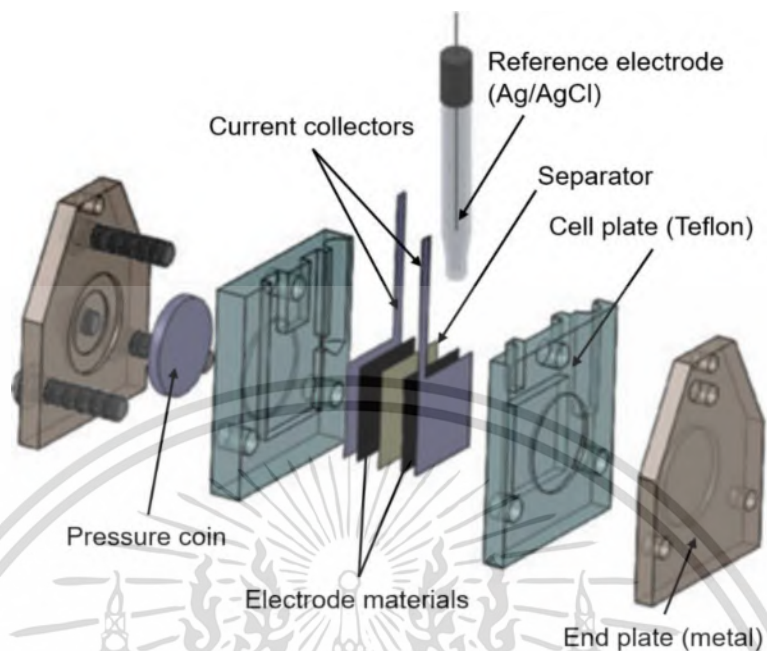


รูปที่ 2.4 รูปจำลองระบบทดสอบแบบ 3 ขั้วไฟฟ้า

(ก) ขั้วไฟฟ้าทำงาน (ข) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และ (ค) ขั้วไฟฟ้าช่วยทำงาน [15]

2.1.4.2 การทดสอบทางไฟฟ้าเคมี ระบบ 2 ขั้วไฟฟ้า

จากรูปที่ 2.5 เป็นส่วนประกอบของระบบ 2 ขั้วไฟฟ้า โดยในระบบนี้ ภายในขั้วไฟฟ้าทำงานจะประกอบด้วย 2 ขั้วได้แก่ ขั้วแคโทด (Cathode) และขั้วแอโนด (Anode) เคลือบอยู่บนวัสดุตัวนำ วัสดุตัวนำที่อิมมิตัวด้วยสารละลายอิเล็กโทรไลต์ คั่นกลางระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง เพื่อเป็นการป้องกัน การลัดวงจร และทั้งหมดถูกบรรจุในปลอกโลหะ (Metal case) และอัดด้วยแรงดึงสูง เพื่อเป็นการซีลให้สนิท โดยภายในเซลล์ไฟฟ้าทำงานจะต้องอิมมิตัวด้วยสารละลายอิเล็กโทรไลต์



รูปที่ 2.5 แบบจำลองเซลล์ไฟฟ้าสำหรับการทดสอบระบบ 2 ขั้วไฟฟ้า [16]

2.1.5 การวินิจฉัยประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

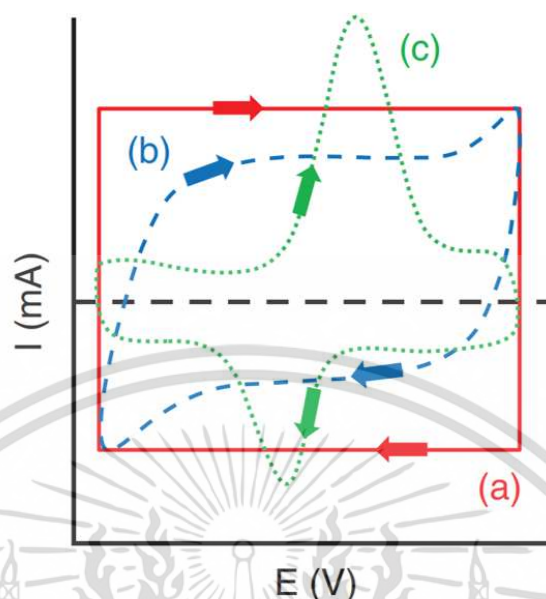
2.1.5.1 ค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance)

สามารถคำนวณหาได้ในหน่วย SI คือ ฟารัด (Farad, F) ในส่วนของค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (Specific capacitance: C_s) คือ ค่าความจุไฟฟ้าเฉพาะวัสดุที่ขั้วไฟฟ้านั้น โดยค่าทั้งสองนี้สามารถคำนวณหาได้จากการทดสอบทางไฟฟ้าเคมี ได้ทั้ง 2 วิธี คือ Cyclic voltammetry (CV) และ GCD

1) Cyclic Voltammetry (CV)

การทดสอบด้วยเทคนิค CV นั้นสามารถให้ข้อมูลในเชิงปริมาณ และคุณภาพวิเคราะห์จากปรากฏการณ์ทางไฟฟ้าเคมีที่เกิดขึ้นของวัสดุขั้วไฟฟ้าที่ขั้วไฟฟ้าทำงานได้ โดยเทคนิคนี้จะให้ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ตอบสนองต่อขั้วไฟฟ้าทำงาน ซึ่งจะเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ภายใต้ช่วงของค่าศักย์ไฟฟ้าที่กำหนดตลอดไปมา ทั้งในทิศทางศักย์บวกและลบ โดยช่วงของศักย์ไฟฟ้าที่ให้นั้นถูกกำหนดด้วยความเสถียรของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในการทดสอบ การสแกนของช่วงศักย์ไฟฟ้า (E) นั้น จะให้การตอบสนองของกระแส (I) โดยขึ้นกับอัตราเร็วของศักย์ไฟฟ้าที่ให้ จากกราฟที่ได้จะแสดง Voltammogram แบบรูปวน สำหรับการวินิจฉัยค่าความจุไฟฟ้า ดังรูปที่ 2.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 CV voltammogram (ก) ตัวเก็บประจุแบบอุดมคติ, (ข) ตัวเก็บประจุแบบ EDLCs และ (ค) ตัวเก็บประจุแบบ Pseudocapacitors. [6]

ในทางทฤษฎี CV แบบสี่เหลี่ยมผืนผ้าในรูปที่ 2.6(ก) นั้น แสดงถึงลักษณะของตัวเก็บประจุในรูปแบบอุดมคติ คือเป็นสี่เหลี่ยมมุมฉากผืนผ้า แต่ในเชิงปฏิบัติ EDLCs นั้นจะให้รูปแบบคล้ายสี่เหลี่ยมผืนผ้าเท่านั้นดังรูป 2.6(ข) และจากการเกิดปฏิกิริยา Faradaic ของ Pseudocapacitors นั้นจะแสดงให้เห็นถึง Redox peaks ที่เกิดขึ้นดังรูป 2.6(ค) โดยจากกราฟเหล่านี้ ทำให้สามารถคำนวณหาค่าความจุไฟฟ้าได้จากสมการ (2.2) [17]

$$C = \frac{\int i dV}{2V_s \Delta V} \quad (2.2)$$

โดยที่ $\int i dV$ คือค่าอินทิเกรตของพื้นที่ใต้กราฟ CV curve

V_s คือ Potential scan rate คือ the potential window

ΔV คือ the potential window

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และเมื่อหารค่า C ที่ได้ด้วยน้ำหนักของปริมาณวัสดุขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ จะได้เป็นค่า Specific capacitance: C_s ดังสมการ (2.3)

$$C_s = \frac{C}{m} \quad (2.3)$$

โดยที่ C คือค่าความจุไฟฟ้าที่คำนวณได้จากสมการ (2.2)
 m คือมวลของวัสดุขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ

ดังนั้นการคำนวณหาค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของวัสดุจากผลรวมเคราะห์ด้วยเทคนิค CV สามารถแสดงได้
 ดังนี้

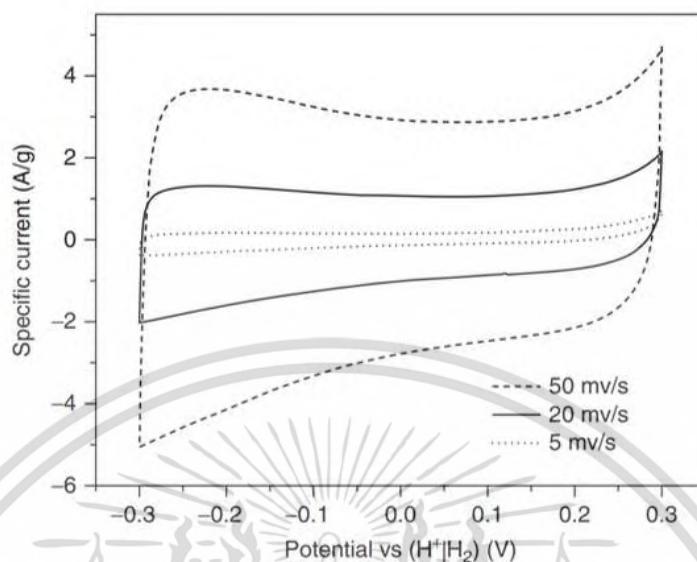
$$C_s = \frac{\int i dV}{2V_s \Delta V \times m} \quad (2.4)$$

และในกรณีที่ทำการวิเคราะห์ CV ในระบบ 2 ขั้วไฟฟ้าสำหรับอุปกรณ์ สามารถคำนวณได้โดยดั่งสมการ

$$C_s = 4 \times \frac{\int i dV}{2V_s \Delta V \times M \times A} \quad (2.5)$$

โดยที่ M คือมวลทั้งหมดของวัสดุขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในเซลล์ไฟฟ้า (g)
 A คือปริมาณพื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าที่ใช้ (cm^2)

นอกเหนือจากนี้ scan rate ยังส่งผลต่อการคำนวณค่าความจุไฟฟ้า โดยยิ่ง Scan rate ต่ำ CV curve จะให้ค่าใกล้เคียงรูปร่างสี่เหลี่ยมผืนผ้ามากขึ้น แต่พื้นที่กราฟที่ได้ก็จะแคบลงเช่นกันดังรูปที่ 2.7

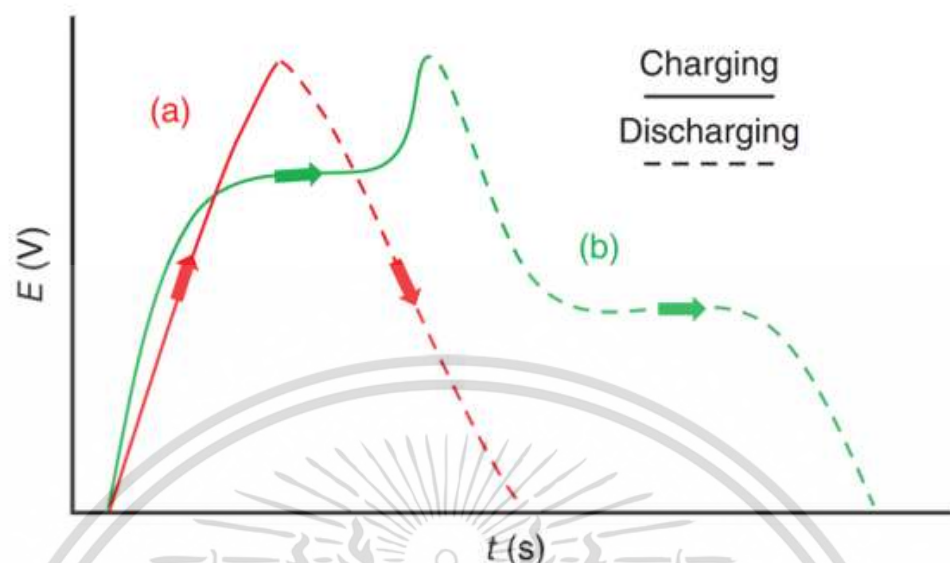


รูปที่ 2.7 Cyclic voltammograms (CVs) ที่ Scan rate ต่าง ๆ [6]

อย่างไรก็ตาม การเพิ่ม Scan rate เป็นการทำให้เกิดการบิดเบี้ยวของรูปสี่เหลี่ยมของ CV มากขึ้น เนื่องจาก Kinetic of electrochemistry ไม่สามารถรองรับการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วของค่า ศักย์ไฟฟ้า เพราะไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์นั้นต้องอาศัยเวลาในการส่งผ่านเข้าไปในรูพรุนของ โครงสร้างวัสดุขั้วไฟฟ้าทำงาน ซึ่งสามารถเห็นได้อ่างชัดเจนโดยเฉพาะอย่างยิ่งในวัสดุ Pseudocapacitive เนื่องจากต้องอาศัยเวลาในการเกิด Faradaic reaction ซึ่งถ้าหากให้ scan rate ที่ เร็วเกินไป ปฏิกริยาจะยังไม่สามารถเกิดได้

2) Galvanostatic charge-discharge (GCD)

นอกเหนือจาก CV แล้ว GCD ยังเป็นอีกวิธีหนึ่งในการนำข้อมูลมาคำนวณหา ค่า ความจุ ไฟฟ้าของวัสดุขั้วไฟฟ้า โดยในการทดสอบด้วยเทคนิค GCD นั้นจะเป็นการให้ความหนาแน่นของ กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ (Current density: A/g) เข้าไปในระบบ และการบันทึกผลการตอบสนองของค่า ศักย์ไฟฟ้าต่อเวลา โดยทั่วไปขั้วไฟฟ้าทำงานจะถูกให้ศักย์ไฟฟ้าจากภายนอกจนถึงค่าที่กำหนดไว้ จากนั้น ทำการติดตามพฤติกรรมของขั้วไฟฟ้าทำงานในขณะคายประจุ (Discharge) เพื่อนำไปประเมินค่าความจุ ไฟฟ้าที่ได้ของขั้วไฟฟ้า ดังแสดงในรูปที่ 2.8 แสดงถึง CGD plot ของวัสดุที่เปรียบเทียบระหว่าง EDLC และ Pseudocapacitive materials



รูปที่ 2.8 รูปแบบ GCD ระหว่าง (ก) EDLCs และ (ข) Pseudocapacitors [6]

จากรูปที่ 2.8 แสดงให้เห็นว่าวัสดุทั้ง 2 ชนิดนั้น มีการตอบสนองของศักย์ไฟฟ้าในขณะที่คายประจุที่แตกต่างกัน ในวัสดุประเภท EDLC การอัด-คายประจุ มีรูปแบบสมมาตรเป็นสมการเส้นตรง ในขณะที่วัสดุ Pseudocapacitive มีการตอบสนองแบบไม่สมมาตร และไม่เป็นไปตามสมการเส้นตรง เนื่องจากการเกิด Redox reaction จึงทำให้วัสดุทั้งสองประเภทนี้ใช้สมการในการคำนวณหาค่าความจุไฟฟ้าที่ต่างกัน โดยในวัสดุ EDLC นั้น สามารถคำนวณได้โดยตรงจากค่าความชันของกราฟในขณะที่คายประจุของกราฟที่ได้ เนื่องจากเป็นสมการเส้นตรงซึ่งคำนวณได้จากสูตร

$$C = \frac{I}{dV/dt} \quad (2.6)$$

โดยที่ C คือค่าความจุไฟฟ้าของวัสดุ

I คือกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่ระบบ (Applied current)

dV/dt คือความชันที่เกิดขึ้นขณะการคายประจุของ GCD curve

ในส่วนของ Pseudocapacitive materials เนื่องจากไม่มีความชันที่ชัดเจน จึงทำการคำนวณหาค่าความจุไฟฟ้าได้โดยสมการ [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$C = \frac{(\Delta t)(I)}{\Delta V} \quad (2.7)$$

โดยที่ Δt คือเวลาที่ใช้ในการคายประจุทั้งหมด (discharging time)

I คือกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่ระบบ (Applied current)

ΔV คือศักย์ไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงในขณะคายประจุ

จากนั้นนำไปคำนวณหาค่า specific capacitance ได้จากสมการ C_s เช่นกัน นอกจากค่า Scan rate ใน CV ที่ส่งผลต่อค่าความจุไฟฟ้าแล้วนั้น ค่า Current density ก็ส่งผลต่อค่าความจุไฟฟ้าใน GCD ได้เช่นกัน โดยที่ High current density จะทำให้เกิดการคายประจุอย่างรวดเร็ว ซึ่งจะขัดขวางการทำให้เห็นการเปลี่ยนแปลงของลักษณะการคายประจุได้ยาก เนื่องจากข้อจำกัดทาง electrochemical kinetics แต่ถ้าหากให้ Current density ที่ต่ำเกินไป จะทำให้เกิดการรั่วไหลของกระแสไฟฟ้าภายในวงจร และเกิดการ self-discharge ขึ้นได้

2.1.5.2 ค่าความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) และค่าความหนาแน่นกำลังงาน (Power density)

การประเมินค่าความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังงานของตัวเก็บประจุยิ่งยวด เป็นการวินิจฉัยถึงประสิทธิภาพของอุปกรณ์ในการใช้งานจริง ทั้งเทคนิค CV และ GCD นั้น สามารถนำมาคำนวณหาค่าทั้งสองได้

1) ค่าความหนาแน่นพลังงาน (Energy density)

ค่าความหนาแน่นพลังงานจำเพาะนั้น (Specific energy density: Watt.hour/kg) สามารถคำนวณได้ดังนี้

$$ED = \frac{1}{2} C_s (\Delta V)^2 \quad (2.8)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยที่ C_s คือค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่คำนวณได้จาก CV หรือ GCD
 ΔV คือศักย์ไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงในขณะคายประจุ (Operating window range)

โดยค่า $(\Delta V)^2$ บอกถึงนัยสำคัญของ potential window ต่อค่า Energy density แต่อย่างไรก็ตาม การดำเนินการภายใต้ช่วงค่าศักย์ไฟฟ้าที่กว้างเกินไป จะทำให้ค่าความหนาแน่นกำลังงานลดลง

2) ค่าความหนาแน่นกำลังงาน (Power density)

ค่าความหนาแน่นพลังงานจำเพาะ (Specific power density: Watt/kg) บอกถึงความเร็วของอุปกรณ์ในการขนส่งพลังงาน ภายใต้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่ไปยังภายนอกได้เร็วเพียงใด โดยค่าความหนาแน่นกำลังงานจำเพาะสูงสุดสามารถคำนวณได้โดย

$$PD_{\max} = \frac{(\Delta V)^2}{4mR_{\text{ESR}}} \quad (2.9)$$

โดยที่ ΔV คือศักย์ไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงในขณะคายประจุ (Operating window)
 m คือมวลของวัสดุขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลอง
 R_{ESR} คือ the equivalent series resistance (ESR) ภายในเซลล์

ถึงแม้ว่ากรณีที่เลือกสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่สามารถดำเนินการทดสอบภายใต้ช่วงความต่างศักย์กว้างๆ ได้นั้น แต่ก็ทำให้ค่า ESR ที่สูงขึ้นด้วยเช่นกัน จึงจะส่งผลให้ค่าความหนาแน่นกำลังงานลดลงได้ นอกจากนี้ยังสามารถคำนวณ ความหนาแน่นกำลังงานเฉลี่ย จากความสัมพันธ์ของค่าความหนาแน่นพลังงาน ได้จากสมการ

$$PD_{\text{average}} = \frac{ED}{\Delta t} \quad (2.10)$$

โดยที่ Δt คือเวลาที่เปลี่ยนแปลงในขณะคายประจุของเซลล์ไฟฟ้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.5.3 ความต้านทานภายใน (Internal resistance)

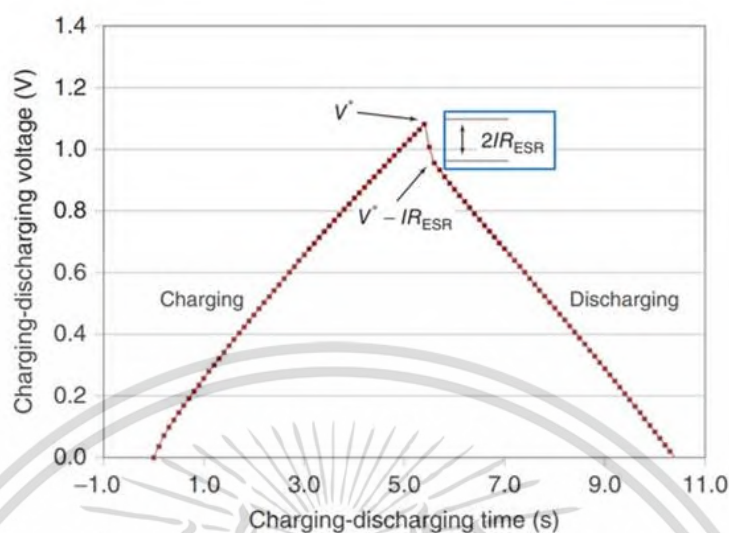
ในตัวเก็บประจุยิ่งยวดส่วนใหญ่ไม่สามารถแสดงพฤติกรรมแบบตัวเก็บประจุในอุดมคติได้ เนื่องจาก มีค่าความต้านทานภายใน (Internal resistance) เกิดขึ้น ดังนั้นการทำความเข้าใจเกี่ยวกับความต้านทานภายในของอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้น เป็นการช่วยให้เข้าใจเชิงลึกเกี่ยวกับประสิทธิภาพของการทำงานของอุปกรณ์มากขึ้น ในหลักการของความต้านทาน เกิดจากค่า ESR ซึ่งเกี่ยวข้องกับความต้านทานขององค์ประกอบภายในเซลล์ไฟฟ้า เช่น ความต้านทานที่เกิดขึ้นจากสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ที่บริเวณสัมผัสกับขั้วตัวนำ และขั้วขั้วไฟฟ้าทำงาน [18] ค่า ESR จึงส่งผลโดยตรงต่อกำลังในการขนส่งประจุของเซลล์ไฟฟ้างดสมการที่ (2.9) ซึ่งทำให้เกิดการจำกัดการอัด และคายประจุซึ่งนำไปสู่การลดความสามารถของกำลังงานที่ลดลง เทคนิคการทดสอบที่สามารถนำมาคำนวณหาค่า ESR ได้นั้น คือ GCD และ Electrochemical impedance spectroscopy (EIS) [10]

ในส่วนของการคำนวณหาค่า ESR จากการคายประจุของเทคนิค GCD จะเกิดการสัญญาณที่ลดลงอย่างรวดเร็วของค่าศักย์ไฟฟ้าอย่างฉับพลัน ซึ่งเรียกว่า IR drop ดังรูปที่ 2.9 การคำนวณหา ESR นั้นทำได้ดังสมการ

$$R_{ESR} = \frac{\Delta V_{IR}}{2 \times I} \quad (2.11)$$

โดยที่ ΔV_{IR} คือช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้าหลังจากการเกิด IR drop

I คือช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้าหลังจากการเกิด IR drop



รูปที่ 2.9 การเกิด IR drop [6]

เทคนิคนี้สามารถใช้ได้กับเทคนิควิเคราะห์แบบ 3 ขั้วไฟฟ้า และแบบ 2 ขั้วไฟฟ้า รวมไปถึงการหาได้จากตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดที่ประกอบสมบูรณ์แล้วได้ด้วยเช่นกัน

2.1.5.4 Cycle ability

อีกหนึ่งสมบัติที่สำคัญของตัวเก็บประจุยิ่งยวด คือ ความเสถียรของวงจรของการอัดและคายประจุของอุปกรณ์ โดยตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่ใช้ในเชิงพาณิชย์มีค่ารอบการใช้งานที่เป็นที่ยอมรับกันเป็นอย่างดีว่ามีวงจรการใช้งานที่ยาวนาน และสามารถทำงานได้อย่างเต็มประสิทธิภาพ แม้จะผ่านไปประมาณ 500,000 รอบแล้วก็ตาม แต่อย่างไรก็ตามในส่วนของการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการนั้น จำนวนรอบการใช้งานนั้นอยู่ที่ 1,000-10,000 รอบสำหรับการทดสอบความทนทาน

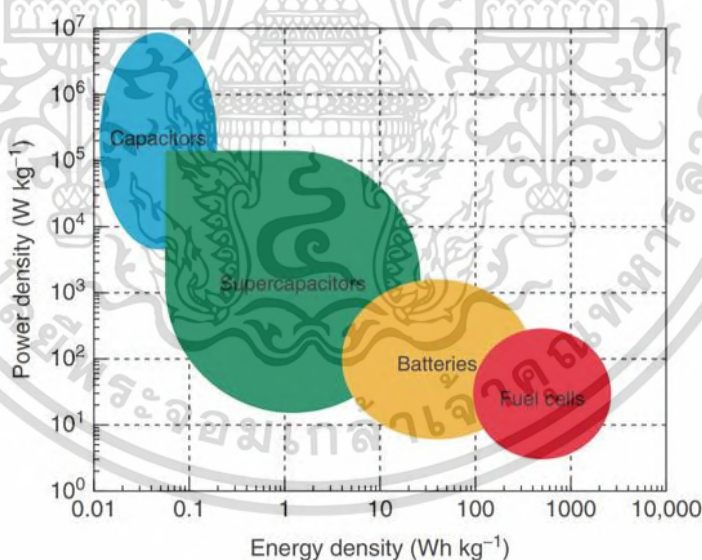
ค่าการอัดและคายประจุที่ได้ สำหรับการนำไปคำนวณได้มาจากเทคนิคการวิเคราะห์ GCD โดยเมื่อเวลาผ่านไป จำนวนรอบการใช้งานมากขึ้นจะเป็นผลเหนี่ยวนำทำให้เกิด การเสื่อม และการกัดกร่อนของขั้วไฟฟ้าภายใน เป็นผลทำให้ค่าความจุไฟฟ้าที่ได้มีค่าลดลง และมี ESR เกิดเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นการเปรียบเทียบประสิทธิภาพก่อน-หลัง ของการทดสอบจำนวนรอบใช้งานนั้น จะช่วยให้มองเห็นภาพมากขึ้นของวัสดุภายใต้สภาวะจำลองการใช้งานจริง ซึ่งจะใช้รอบจำนวนมาก นอกจากนี้ประเภทการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำงานของวัสดุขั้วไฟฟ้าเองก็ส่งผลโดยตรงต่อความคงทนของการใช้งาน วัสดุ EDLC จะมีความเสถียรของรอบการใช้งานที่ยาวนานกว่า Pseudocapacitive materials [19]

2.1.6 เปรียบเทียบคุณสมบัติของตัวเก็บประจุยิ่งยวดกับตัวเก็บพลังงานชนิดอื่นๆ

จากรูป 2.10 เป็นการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นกำลังงานจำเพาะ และความหนาแน่นพลังงานจำเพาะ เรียกการเปรียบเทียบนี้ว่า แผนภาพราโกเน (Ragone plot) ซึ่งแสดงให้เห็นภาพรวมของประสิทธิภาพการทำงานของวัสดุเก็บพลังงานชนิดที่อาศัยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี รวมไปถึงตัวเก็บประจุยิ่งยวด จากแนวโน้มของกราฟแสดงให้เห็นว่าความหนาแน่นของกำลังงานที่ลดลง จะมาพร้อมกับความหนาแน่นพลังงานที่เพิ่มขึ้นได้อย่างชัดเจนในทุกอุปกรณ์ เช่นเดียวกับในตัวเก็บประจุยิ่งยวด แต่ในการวิจัยมีการท้าทายที่เพิ่มขึ้นที่จะพยายามเพิ่มความหนาแน่นของพลังงานในตัวเก็บประจุยิ่งยวดให้มากขึ้น โดยที่ยังคงความสามารถ หรือมีการลดลงของกำลังงานให้น้อยที่สุด เนื่องจากตัวเก็บประจุยิ่งยวดนี้มีแนวโน้มที่สามารถสร้างความสมดุลระหว่างความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังงานในอุปกรณ์ได้



รูปที่ 2.10 แผนภาพราโกเน (Ragone plot) เปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดต่าง ๆ [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ด้วยความสัมพันธ์ที่ผกผันระหว่างค่าทั้งสองนี้ ทำให้กระบวนการพัฒนาเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพ การออกแบบเซลล์ของอุปกรณ์ และการเลือกใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ จึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งในการเพิ่มค่าทั้งสองให้กับตัวเก็บประจุยิ่งยวด

2.1.7 การนำตัวเก็บประจุยิ่งยวดไปใช้งานในด้านต่างๆ

ในด้านการนำอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดไปใช้งานนั้น ไม่ได้มีวัตถุประสงค์หลักในการแทนที่แบตเตอรี่ แต่จะเป็นการนำไปใช้งานควบคู่กันกับแบตเตอรี่ คือตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นสามารถรองรับประจุไฟฟ้าภายในระยะเวลาสั้นๆได้ ทำให้เห็นเป็นการประหยัดพื้นที่ของการผลิตแบตเตอรี่ และเป็นการยืดอายุการใช้งานให้แก่แบตเตอรี่ในการอัด-คายประจุได้

ใช้ในยานพาหนะไฟฟ้าควบคู่กับแบตเตอรี่หรือเซลล์เชื้อเพลิง เมื่อต้องขับขึ้นเขาหรือเร่งเครื่องเพื่อแซง ตัวเก็บประจุยิ่งยวดก็สามารถให้กำลังสูงในเวลาอันสั้นได้ และเมื่อมีการเหยียบเบรกของรถ ตัวเก็บประจุยิ่งยวดก็สามารถที่กักเก็บพลังงานกลที่แปลงเป็นพลังงานไฟฟ้าไว้ได้ เรียกว่า Regenerative braking นอกจากนี้ตัวเก็บประจุยังสามารถใช้ในการติดเครื่องได้อีกด้วย

ใช้กักเก็บพลังงานที่ได้จากแหล่งพลังงานทางเลือก เช่น เซลล์แสงอาทิตย์ หรือกังหันลมผลิตไฟฟ้า เมื่อใช้แบตเตอรี่ในกักเก็บพลังงานเหล่านี้จะต้องผ่านการบรรจุและคายประจุในลักษณะ Deep cycle คือ คายประจุ $\geq 80\%$ ของความจุของแบตเตอรี่ ซึ่งส่งผลให้แบตเตอรี่เสื่อมสภาพเร็ว แต่ตัวเก็บประจุยิ่งยวดสามารถที่จะผ่านการ Deep cycle ได้โดยไม่มีผลต่ออายุ

ใช้ในเครื่องมือแบบพกพา เช่น สว่านแบบไร้สาย ซึ่งไม่ต้องใช้งานเป็นเวลานาน และหากคายประจุจนหมดแล้วยังสามารถที่จะอัดประจุให้เต็มได้ภายในเวลาอันสั้น

นอกเหนือจากตัวอย่างที่ยกมาแล้ว ตัวเก็บประจุยิ่งยวดยังสามารถใช้งานได้อีกหลายอย่าง เช่น เครื่องการแพทย์ (เครื่องกำหนดการเต้นของหัวใจ เครื่องกระตุ้นหัวใจด้วยไฟฟ้า แหล่งจ่ายไฟให้กับเครื่องเอ็กซเรย์) และเครื่องมือทางการทหาร (Actuator สำหรับป้องกันน้ำท่วมเรือดำน้ำ แท่นส่งเครื่องบินบนเรือรบ)

2.2 นิกเกิลโคบอลต์ สปินเนล (NiCo_2O_4)

2.2.1 โครงสร้างสปินเนลต่อการใช้งานในด้านตัวเก็บประจุยิ่งยวด

เพื่อเป็นการเพิ่มค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ และค่าความหนาแน่นพลังงานของวัสดุสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด ปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของวัสดุขั้วไฟฟ้าจึงเป็นที่ต้องการในปริมาณมากๆ โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุโครงสร้างระดับนาโนที่มีลักษณะทางสัณฐานแบบจำเพาะ เช่น นาโนซีท หรืออนุภาคนาโน จึงเป็นวัสดุที่มีนัยสำคัญต่อการเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุยิ่งยวด เนื่องจากวัสดุเหล่านี้ นอกจากจะมีปริมาณพื้นที่ผิวที่สูงมาก และยังมีระยะทางในการส่งผ่านอิเล็กตรอนและไอออนได้ในระยะทางที่สั้น จึงทำเป็นนการช่วยให้เกิดการสะสมประจุในกลไกแบบ EDLCs ได้ และยังเป็นการช่วยให้บริเวณพื้นผิวสามารถเกิดกลไกการสะสมประจุด้วยปฏิกิริยารีดอกซ์ได้เช่นกัน [20]

ดังนั้น ในการวิจัยจึงมีความพยายามในการศึกษาหาวัสดุทางเลือก ที่มีราคาไม่สูง สำหรับการนำมาใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุยิ่งยวด นอกจากนี้ เมื่อทำการเปรียบเทียบกับสารประกอบประเภทโลหะออกไซด์ชนิด สารประกอบธาตุเดี่ยว (Single component) เช่น โลหะโคบอลต์ออกไซด์ (Cobalt Oxide: CoO) นิกเกิลออกไซด์ (Nickel Oxide: NiO) พบว่าโลหะออกไซด์ชนิดสารประกอบธาตุคู่ (Binary metal oxide) เช่น โลหะออกไซด์ โคบอลต์สปีเนล สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้ดีกว่าจากการเกิดออกไซด์ร่วมกันระหว่างไอออนของโลหะ โคบอลต์ และไอออนโลหะร่วมชนิดอื่น โดยในบรรดาโลหะออกไซด์เหล่านี้ Spinel Ni Cobaltite (NiCo_2O_4) เป็นหนึ่งในวัสดุที่มีแนวโน้มมากที่สุด ที่มีความสามารถในการนำไฟฟ้าที่ดีเยี่ยม จากอะตอมของโลหะทั้งสองในโครงสร้าง เมื่อเปรียบเทียบกับโลหะนิกเกิลออกไซด์ และโลหะโคบอลต์ออกไซด์แบบสารประกอบธาตุเดี่ยว ซึ่งพฤติกรรมที่ดีขึ้นของนิกเกิลโคบอลต์สปีเนลนั้น เกิดจากปริมาณและความสามารถในการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ที่สมบูรณ์ยิ่งขึ้น จากการมีส่วนร่วมของนิกเกิลไอออน และโคบอลต์ไอออน แทนที่จะเกิดได้เพียงในไอออนของโลหะชนิดใดเพียงชนิดเดียว แบบนิกเกิลออกไซด์ (NiO) หรือ โคบอลต์ออกไซด์ (Co_2O_3) ด้วยสมบัติที่โดดเด่น ทำให้วัสดุนี้มีประโยชน์มากขึ้นในการใช้งานทางไฟฟ้าเคมี สำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดประสิทธิภาพสูง

จากงานวิจัยก่อนหน้า การสังเคราะห์ NiCo_2O_4 spinel สามารถทำได้หลากหลายวิธี เช่น spray pyrolysis [21] hydroxide decomposition route [22] combustion methods [23] pulsed laser depositions [24] และรวมถึง coprecipitation [25] โดยโครงสร้าง และลักษณะทางพื้นผิวสามารถควบคุมได้ด้วยวิธีการ และองค์ประกอบของสารเคมี เป็นเงื่อนไขในการสังเคราะห์สารชนิดนี้ได้

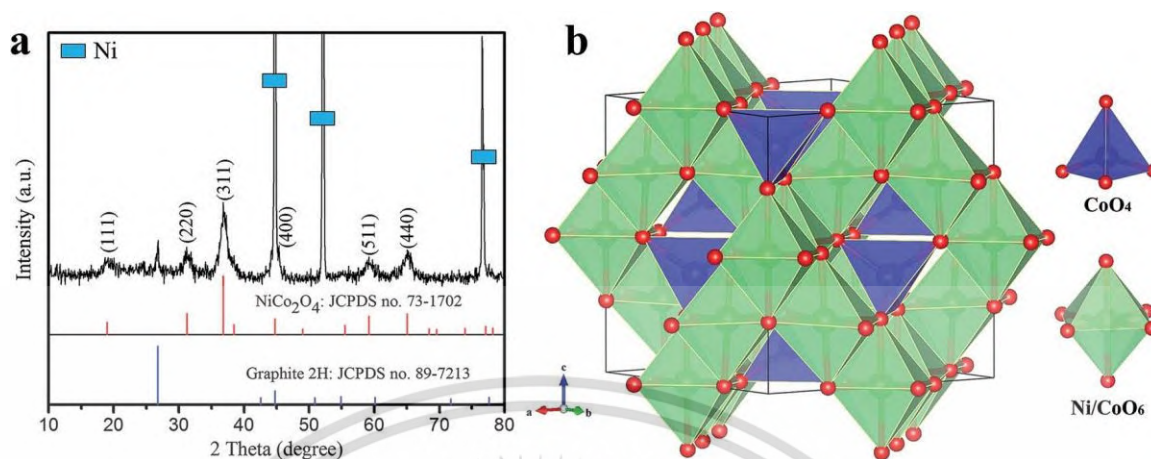
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.2 หลักการทั่วไปของโครงสร้างสปีเนล

สารประกอบส่วนใหญ่ที่มีสมบัติแม่เหล็กส่วนใหญ่มีโครงสร้างสปีเนล โครงสร้างนี้ประกอบด้วยแลกทิกซ์ย่อยที่บรรจุกันแบบปิดของออกซิเจน (Cubic close pack: CCP) โดยมีแคตไอออนเข้าไปบรรจุในช่องว่างทรงสี่หน้าบางส่วน และทรงแปดหน้า มีสูตรทางเคมีอย่างง่ายคือ AB_2O_4 หรือ $(A)^{tet}(B_2)^{oct}O_4$ โดยแคตไอออน A ซึ่งเป็นประจุ $2+$ และ B มีประจุเป็น $3+$ ($AO \cdot B_2O_3$) ยูนิตเซลล์ชนิดนี้จะมีโครงสร้างขนาดใหญ่จึงสามารถแบ่งย่อยเป็นหน่วยเซลล์ย่อยได้ 8 หน่วยเซลล์ โดยมีออกซิเจนที่จัดเรียงแบบปิดนั้นทั้งหมด 32 ไอออน ส่งผลให้เกิดช่องว่างทรงสี่หน้าทั้งหมด 64 ช่องว่าง และช่องว่างทรงแปดหน้า 32 ช่อง เนื่องจากช่องว่างทรงแปดหน้านั้นมีขนาดใหญ่กว่าช่องว่างทรงสี่หน้า ในกรณีของสารประกอบสปีเนลปกติ (Normal spinel) แคตไอออนของ A ที่มีประจุ $2+$ เข้าบรรจุจำนวน $1/8$ ของช่องว่างทรงสี่หน้า และแคตไอออนของ B ที่มีประจุ $3+$ เข้าบรรจุจำนวน $1/2$ ของช่องว่างทรงแปดหน้าทั้งหมด จากการที่แคตไอออน A และ B ไม่เข้าไปบรรจุในช่องว่างทั้งหมดภายในโครงสร้างออกซิเจน เนื่องจากเป็นการรักษาสมดุลสภาพความเป็นประจุทางไฟฟ้า ตามสูตรเคมีอย่างง่ายที่กล่าวข้างต้น ในส่วนของสารประกอบสปีเนลแบบผกผัน (Inverse spinel) จะมีสูตรเคมีอย่างง่ายของโครงสร้างคือ $B(AB)O_4$ หรือ $(B)^{tet}(AB)^{oct}O_4$ ซึ่งแตกต่างจากโครงสร้างสปีเนลปกติ จากการบรรจุแคตไอออนภายในโครงสร้างคือ แคตไอออนของ B^{3+} จำนวนครึ่งหนึ่งจะเข้าไปบรรจุในช่องว่างทรงสี่หน้าจำนวน $1/8$ ของช่องว่างทั้งหมด ในขณะที่แคตไอออนของ A^{2+} และ B^{3+} ที่เหลือจะเข้าไปบรรจุภายในช่องว่างทรงแปดหน้า

อย่างไรก็ตามในสภาพความเป็นจริงที่เกิดขึ้นในทางปฏิบัติ สารประกอบสปีเนลทั้งสองจะมีความไร้ระเบียบปะปนอยู่ เนื่องจากแคตไอออนของ A และ B สามารถเกิดการสลับตำแหน่งได้ ซึ่งการกระจายตัวของแคตไอออนทั้งสองสามารถตรวจสอบได้จากการหาค่าองศาการผกผัน (Degree of inversion: γ) โดยในกรณีของสปีเนลแบบปกติ ค่า $\gamma = 0$ และสารประกอบสปีเนลแบบผกผันจะมีค่า $\gamma = 1$ ซึ่งถ้าหากเป็นการกระจายตัวแบบสุ่มจะมีค่า $0 < \gamma < 1$ โดยการกระจายตัวของโครงสร้างสปีเนลมีปัจจัยที่เกี่ยวข้องอยู่หลายปัจจัยด้วยกัน เช่น กระบวนการสังเคราะห์ พฤติกรรมของไอออนในโครงสร้าง รวมไปถึงขนาดของอนุภาค และเมื่อทำการพิจารณาสมบัติของสารประกอบสปีเนลจะพบว่า สารประกอบสปีเนลเป็นสารที่มีสมบัติแม่เหล็กที่โดดเด่น ซึ่งนิยมนำมาใช้กันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมแม่เหล็ก เช่น หัวอ่านเขียนสำหรับเก็บบันทึกข้อมูล โดยโครงสร้างสปีเนลแบบปกติ และแบบผกผันนั้นแสดงดังรูปที่ 2.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.11 (ก) XRD pattern (ข) แบบจำลองโครงสร้างผลึกของนิกเกิลโคบอลต์ไดต์สปีเนล [26]

2.2.3 การสังเคราะห์ผงนิกเกิลโคบอลต์ไดต์สปีเนลด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation)

เซรามิกในโครงสร้างสปีเนลเป็นกลุ่มเซรามิกชั้นสูงอีกประเภทที่นิยมเตรียมด้วยกระบวนการตกตะกอน ซึ่งเป็นแบบการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) คือกระบวนการที่นำสารตั้งต้นโลหะมากกว่าสองชนิดเข้าทำปฏิกิริยา โดยให้อิออนของโลหะทั้งสองเข้าไปอยู่ในตำแหน่งแลตทิซ ภายในโครงสร้างของออกซิเจนเพื่อให้ได้โครงสร้างดังที่กล่าวในหัวข้อข้างต้น ทำให้เกิดเป็นสารชนิดใหม่เกิดขึ้น การตกตะกอนร่วม สามารถแบ่งเป็น 3 รูปแบบคือ การแทนที่ในแลตทิซของผลึก การเกิดการดูดซับที่ผิว และการดูดซับสารอื่นในผลึก

2.2.3.1 การตกตะกอนร่วมแบบแทนที่ในแลตทิซของผลึก

เป็นการตกตะกอนร่วมที่เกิดขึ้นโดยตะกอนที่เกิดขึ้นมีสารปนเปื้อนเข้าไปอยู่ในแลตทิซผลึกของตะกอน โดยไม่ทำให้รูปร่างของผลึกเปลี่ยนไป การตกตะกอนร่วมแบบนี้ ตะกอนและสารปนเปื้อนจะต้องมีสูตรโครงสร้าง หรือโครงสร้างของผลึกเหมือนกัน ไอออนของสารประกอบชนิดหนึ่งสามารถเข้าไปแทนที่ไอออนของสารประกอบอีกชนิดหนึ่ง ที่อยู่โนโครงสร้างผลึกได้โดยไม่ทำให้รูปร่างของโครงสร้างผลึกเปลี่ยนไป เราเรียกสารประกอบที่มีโครงสร้างผลึกเหมือนกันว่า ไอโซมอร์ฟัส (Isomorphous) และเรียกปรากฏการณ์ดังกล่าวว่า ภาวะรูปร่างเหมือนกัน (Isomorphism) ในการแก้ไขปัญหการตกตะกอนร่วมแบบแทนที่ในแลตทิซผลึก สามารถทำได้โดยแยกไอออนที่เป็นสารปนเปื้อนออกไปก่อน หรือไม่ใช้สารละลายที่มีไอออนเหล่านี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.3.2 การตกตะกอนร่วมแบบดูดซับที่ผิว (Surface adsorption)

การตกตะกอนร่วมแบบนี้จะมีชั้นดูดซับปฐมภูมิ ที่มีไอออนที่เป็นไอออนร่วมของตะกอน และไอออนที่ถูกดูดซับไว้ในชั้นที่สองหรือชั้นทุติยภูมิ จะเป็นเคาน์เตอร์ไอออนซึ่งสามารถรวมเป็นสารประกอบที่มีสภาพการละลายได้น้อยที่สุดกับไอออนในชั้นดูดซับปฐมภูมิ สารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับไว้จะมีปริมาณมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับสิ่งต่อไปนี้คือ

1) พื้นที่ผิวของตะกอน สารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับไว้ที่ผิวของตะกอนจะมีมากถ้าตะกอนมีพื้นที่ผิวมาก และถ้าตะกอนมีพื้นที่ผิวน้อย สารปนเปื้อนจะถูกดูดซับไว้ได้น้อย สำหรับตะกอนที่มีขนาดใหญ่จะมีพื้นที่ผิวน้อยกว่าตะกอนที่มีขนาดเล็กต่อจำนวนน้ำหนักของตะกอนที่เท่ากัน ดังนั้นตะกอนที่มีขนาดใหญ่จะดูดซับสารปนเปื้อนไว้ได้น้อยกว่าตะกอนที่มีขนาดเล็ก

2) ประจุของตะกอนที่มีประจุบวกสารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับเป็นแอนไอออน แต่ตะกอนที่มีประจุลบสารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับเป็นแคตไอออน ทั้งนี้ตะกอนจะเลือกดูดซับ ไอออนที่ให้สารประกอบที่มีสภาพละลายต่ำได้

3) องค์การแตกตัวของแลตทิซไอออนกับไอออนของสารปนเปื้อน ถ้ามีค่ามากจะทำให้เกิดการปนเปื้อนน้อย แต่ถ้ามีค่าน้อยจะทำให้เกิดการปนเปื้อนได้มาก

4) ความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับ ถ้าความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับมีค่าน้อยปริมาณสารที่ถูกดูดซับไว้ด้วยตะกอนจะมีค่าน้อย แต่ถ้าความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับมีค่ามาก ปริมาณสารที่ถูกดูดซับไว้ด้วยตะกอนจะมีค่ามาก แต่เมื่อความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับถึงจุดหนึ่งปริมาณสารที่ถูกดูดซับไว้ด้วยตะกอนจะมีค่าคงตัว เพราะไม่มีพื้นที่ผิวให้ถูกดูดซับอีก

2.2.3.3 การตกตะกอนร่วมแบบจับสิ่งอื่นไว้ในผลึก (Occlusion)

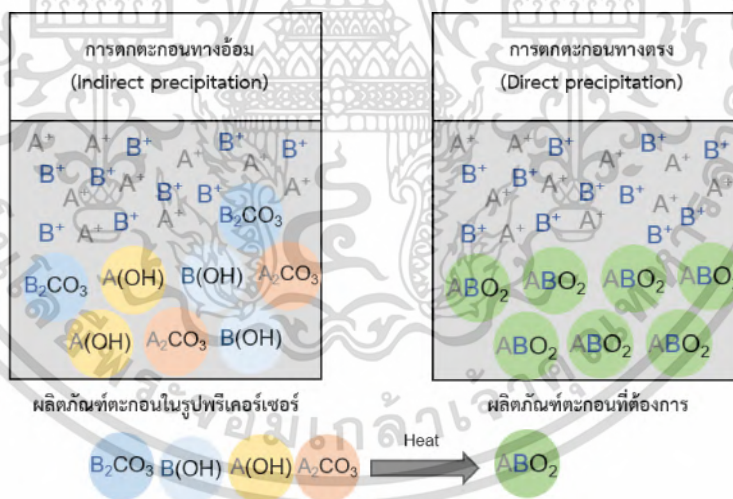
การตกตะกอนร่วมแบบนี้เกิดจากสารปนเปื้อนเข้าไปสอดแทรกภายในผลึกของตะกอนในกระบวนการตกตะกอน เนื่องจากข้างในผลึกมีโพรงมาก ผลึกโตเร็วเกินไป หรือตกตะกอนเร็วเกินไป การย่อยตะกอนจะช่วยให้สารปนเปื้อนหลุดออกมาได้บ้าง ส่วนการล้างตะกอนไม่สามารถกำจัดให้สิ่งปนเปื้อนหลุดออกมาได้ แต่การตกตะกอนซ้ำโดยการละลายตะกอนแล้วให้ตกตะกอนใหม่ซ้ำอีกครั้งหนึ่งจะทำให้ตะกอนมีความบริสุทธิ์มากขึ้น

2.2.4 ผลลัพท์ตะกอนที่ได้จากการกระบวนการตกตะกอน

ผลลัพท์ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการตกตะกอนของการเตรียมสารประกอบประเภทโลหะออกไซด์ สามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท รูปแบบแรกคือ ผลลัพท์ตะกอนที่ได้เป็นสารประกอบออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต้องการโดยตรงหลังจากกระบวนการตกตะกอน เรียกว่า “กระบวนการตกตะกอนทางตรง (Direct precipitation)” ส่วนผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการตกตะกอนอีกประเภทหนึ่ง ได้เป็นตะกอนในรูปของพรีเคอร์เซอร์ (Precursor) คือสารที่อยู่ในรูปแบบที่พร้อมจะเปลี่ยนไปเป็นสารประกอบออกไซด์ที่ต้องการ แต่จะเป็นจะต้องมีการนำไปผ่านกระบวนการขั้นตอนเพิ่มเติม โดยเฉพาะกระบวนการทางความร้อน เช่น การเผาแคลไซน์ (Calcination) คือการให้ความร้อนเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์เป็นสารที่ต้องการ เรียกว่า “การตกตะกอนทางอ้อม (Indirect precipitation)” โดยผลิตภัณฑ์ตะกอนส่วนใหญ่จะได้ในรูปแบบของพรีเคอร์เซอร์ มากกว่าตะกอนของสารที่ต้องการแบบการตกตะกอนโดยตรงมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งในกระบวนการสังเคราะห์วัสดุเซรามิกชั้นสูง นอกจากนี้ตะกอนที่ได้รูปของพรีเคอร์เซอร์เหล่านี้ สามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิห้อง มีพื้นที่ผิวสูง อยู่ในรูปอสัณฐาน (Amorphous) ในรูปของโลหะไฮดรอกไซด์ (MOH, MOH₂) ที่ตกตะกอนในสารละลาย และหากทำการสังเคราะห์โลหะออกไซด์เชิงซ้อน เช่นการตกตะกอนร่วม ตะกอนที่ได้จะมีความหลากหลายของรูปแบบของโลหะไฮดรอกไซด์เพิ่มมากขึ้น ดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 แบบจำลองการตกตะกอนแบบทางอ้อมและทางตรงในกระบวนการตกตะกอนร่วม

เนื่องจากสารพรีเคอร์เซอร์ที่ได้จากการตกตะกอนทางอ้อม ส่วนใหญ่อยู่ในรูปของสารมัธยันตร์ ที่พร้อมเกิดปฏิกิริยาต่อไปเมื่อมีการให้พลังงานกระตุ้น ดังนั้นจึงใช้อุณหภูมิในการเผาที่ไม่สูงมาก และยังให้อุณหภูมิของสารที่ต้องการยังสามารถคงขนาดเล็กในระดับนาโนอยู่ได้ ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา

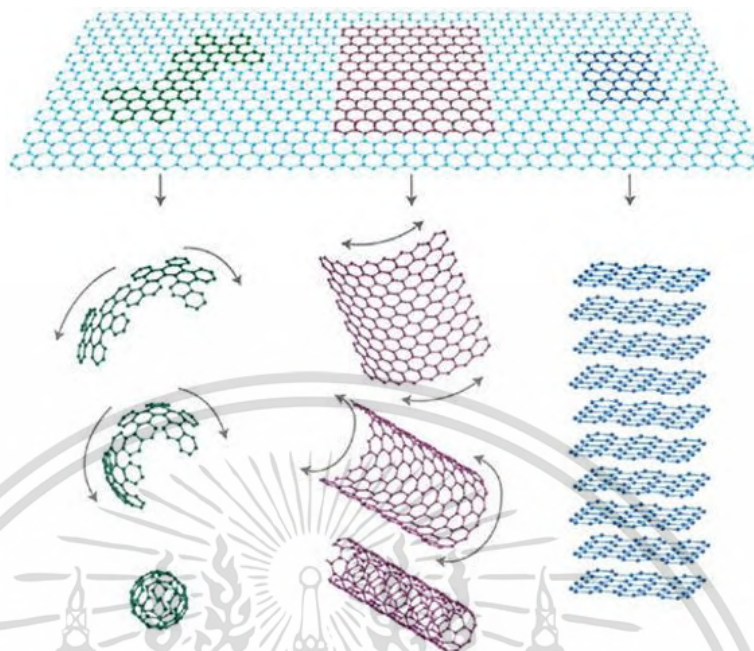
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แคลไซน์โดยทั่วไปจะต่ำกว่า 400°C เซรามิกซีโนโครงสร้างสปีเนล เป็นกลุ่มเซรามิกชั้นสูงอีกประเภทที่นิยมเตรียมด้วยกระบวนการตกตะกอน และโดยเฉพาะอย่างยิ่งการตกตะกอนแบบทางอ้อม โดยเริ่มจากสารตั้งต้นชนิดเกลือไฮเดรต เช่น นิกเกิลคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และโคบอลต์คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ในสารละลายที่ใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย และทำการตกตะกอนเพื่อได้สารพรีเคอร์เซอร์ประเภทสารประกอบไฮดรอกไซด์ ในสภาวะที่สารละลายเป็นเบส จากนั้นทำการเผาแคลไซน์เพื่อให้ได้สารประกอบโลหะออกไซด์สปีเนลที่ต้องการอย่างสมบูรณ์

กระบวนการสังเคราะห์ด้วยการตกตะกอน จึงเป็นกระบวนการเตรียมผงละเอียดที่คุณภาพผงที่ดี มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร ขึ้นตอนไม่ซับซ้อน สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคให้มีความสม่ำเสมอ สามารถใช้อุปกรณ์เครื่องมือที่ราคาไม่สูง ทำให้สะดวกต่อการเตรียมสารในห้องปฏิบัติการวัสดุทั่วไป อีกทั้งยังสามารถเตรียมสารได้เป็นปริมาณมาก

2.3 กราฟีน (Graphene)

กราฟีน คือ อนุพันธ์ของคาร์บอนที่มีความหนาในระดับอะตอม ประกอบไปด้วยพันธะโควาเลนต์แบบร่างแห ลักษณะหกเหลี่ยม แนวระนาบเป็นแผ่น 2 มิติ คล้ายรังผึ้ง ซึ่งมีพันธะโควาเลนต์มีไฮบริดไดเซชัน (hybridization) แบบ sp^2 ซึ่งกราฟีนทำหน้าที่เป็นชั้นตั้งต้นของกราฟไฟต์ โดยมีแรง แวน เดอ วาลส์ (Van der Waals force) เป็นแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลที่ทำหน้าที่เชื่อมกันระหว่างชั้นของกราฟีน นอกจากนี้ชั้นส่วนของแผ่นกราฟีน สามารถม้วนตัวเป็นทรงกลม ลักษณะ 0 มิติ กลายเป็น ฟูลเลอร์รีน (Fullerene) หรือม้วนตัวให้มีลักษณะเป็นท่อทรงกระบอก 1 มิติ กลายเป็น คาร์บอนนาโนทิวบ์ (Carbon nanotube: CNT) ได้เช่นกัน ซึ่งโดยทั่วไป กราฟีน ที่นิยมนำมาใช้งาน และยังคงสมบัติเฉพาะของกราฟีนได้นั้น นิยมใช้กราฟีนที่เป็น แผ่นเดี่ยว (monolayer graphene) หรืออย่างน้อยต้องมีความหนาไม่เกิน 30 ชั้น หากมากกว่านี้จะนับเป็น กราไฟต์ ดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 รูปแบบโครงสร้าง 2 มิติของอนุพันธ์คาร์บอนต่าง ๆ โดยมีกราฟีนเป็นโครงสร้างเริ่มต้น [27]

2.3.1 สมบัติเฉพาะของกราฟีน และการนำไปประยุกต์ใช้

กราฟีนมีความพิเศษที่เป็นเอกลักษณ์คือ สามารถนำความร้อน นำไฟฟ้า สามารถขนส่งประจุไฟฟ้าได้มาก เคลื่อนที่ได้รวดเร็ว นำแสงได้ อีกทั้งยังมีสมบัติเชิงกลที่ยอดเยี่ยม เนื่องจาก มีวงแหวนอะโรมาติกที่เกิดจากคู่อิเล็กตรอนโดดเดี่ยว (lone pair e^-) โดย π และ π^* และการที่มีความเป็นระเบียบของโครงสร้างในระดับอะตอมสูง ทำให้แสดงพฤติกรรมแบบวัสดุกึ่งตัวนำ (semiconductor) คือมีความเป็น zero band gap ระหว่างชั้นวาเลนซ์ (valence band) และชั้นตัวนำ (conduction band) จึงทำให้เกิดสมบัติที่โดดเด่นจากโครงสร้างภายในของกราฟีนเอง [28] ซึ่งทำให้ได้รับความสนใจในงานวิจัยทางด้านอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์อย่างมาก

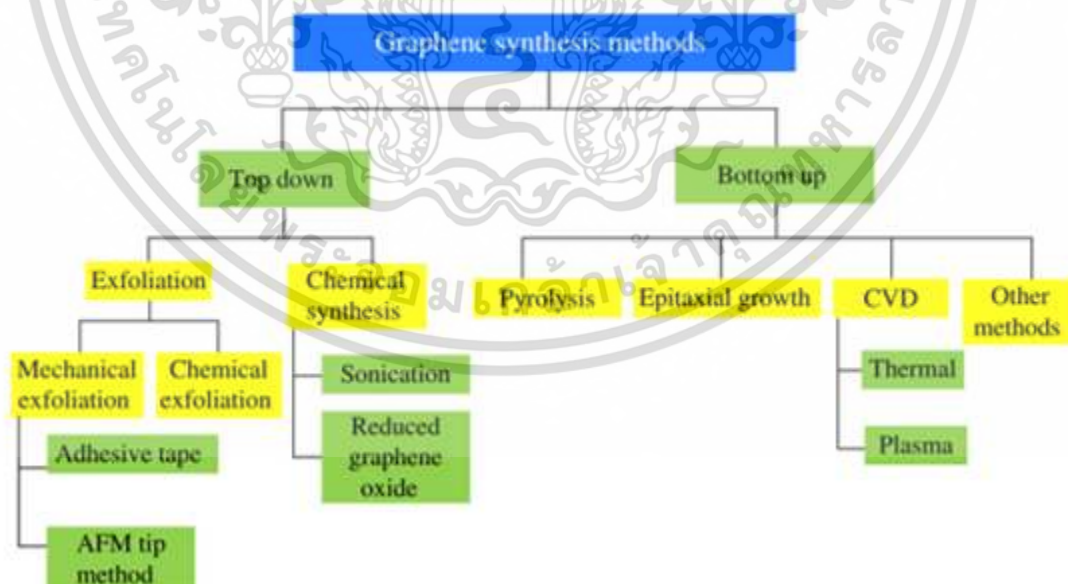
โดยค่าความสามารถในการขนส่งประจุของกราฟีนอยู่ในระดับ 10^{13} cm^{-2} ในขณะที่ค่าความเร็วในการขนส่งประจุ และมีความต้านทานอยู่ที่ $\sim 15,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ S}^{-1}$ และ $10^{-6} \text{ } \Omega/\text{cm}$ ตามลำดับ [27] อีกทั้งยังมีโครงสร้างทางกายภาพมาก ซึ่งมีค่าโมดูลัสยัง สูงถึงที่ $\sim 10 \text{ MPa}$. และมีค่า breaking strength อยู่ที่ 42 N/m . [29] ซึ่งทำให้เป็นวัสดุที่เหมาะสมสำหรับการทำเป็นอุปกรณ์ ultrafast field-effect transistor (FET) ด้วยสมบัติโดดเด่นเหล่านี้ทำให้ปัจจุบันกราฟีนได้รับความนิยมในการนำมา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ศึกษา และพัฒนาเป็นอุปกรณ์ต่างๆสำหรับการใช้งานในปัจจุบัน และนวัตกรรมในอนาคต โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการใช้งานในอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับความต่างศักย์ไฟฟ้า อาทิ solar device [30] semiconductor [31] Li-ion battery [32] ultracapacitor or supercapacitor [33] gas sensor [34] and Bio sensor [35] ในปัจจุบันยังได้รับความนิยมอย่างมาก ทั้งทางด้านการศึกษาเพิ่มเพื่อขยายข้อมูลเชิงหลักการพื้นฐาน ในด้านทางนาโนเทคโนโลยี

2.4 การสังเคราะห์กราฟีน

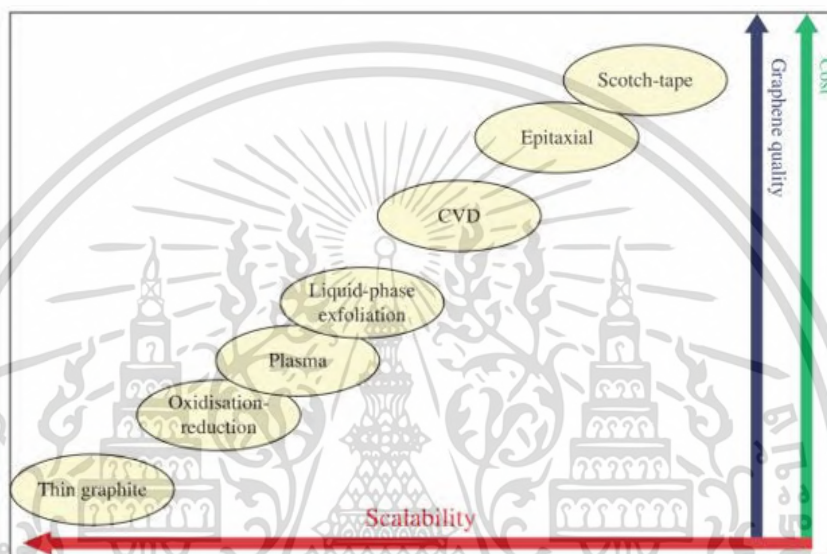
ในวิธีการสังเคราะห์กราฟีนสามารถแบ่งรูปแบบการสังเคราะห์ที่ได้เป็น 2 ประเภทหลัก คือ การสังเคราะห์แบบ top-down method and bottom-up method [36] [37] การสังเคราะห์แบบ top-down process คือ การสังเคราะห์ให้ได้กราฟีนระดับนาโน จากการลดขนาดของสารตั้งต้นที่มีขนาดใหญ่ เช่น กระบวนการลอกผิว (Exfoliation process) ทั้งแบบใช้แรงเชิงกล หรือการใช้ปฏิกิริยาเคมี ในขณะที่การสังเคราะห์แบบ bottom-up approach คือการสร้างให้อะตอมหรือโมเลกุลเกิดการจัดเรียงตัวจนรวมตัวเป็นโครงสร้างของกราฟีนขึ้น เช่น CVD, Pyrolysis ดังแสดงรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 ภาพรวมกระบวนการสังเคราะห์กราฟีน [38]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แต่อย่างไรก็ตามกระบวนการสังเคราะห์กราฟีนเทคนิคต่างๆ มีทั้งข้อได้เปรียบและข้อจำกัดในรูปแบบที่เฉพาะตัวของแต่ละเทคนิควิธี ดังนั้นในการเลือกวิธีการสังเคราะห์จึงขึ้นอยู่กับความต้องการของสมบัติสำหรับที่เหมาะสมต่อการนำไปใช้งาน รวมไปถึงปัจจัยในด้านความต้องการของปริมาณที่นำไปใช้งาน เครื่องมือในการสังเคราะห์ และต้นทุนในการสังเคราะห์ สามารถแสดงภาพเปรียบเทียบระหว่างคุณภาพ ต้นทุน และปริมาณที่ได้จากการสังเคราะห์ ของเทคนิคการสังเคราะห์กราฟีนวิธีต่าง ๆ ดังรูป 2.15



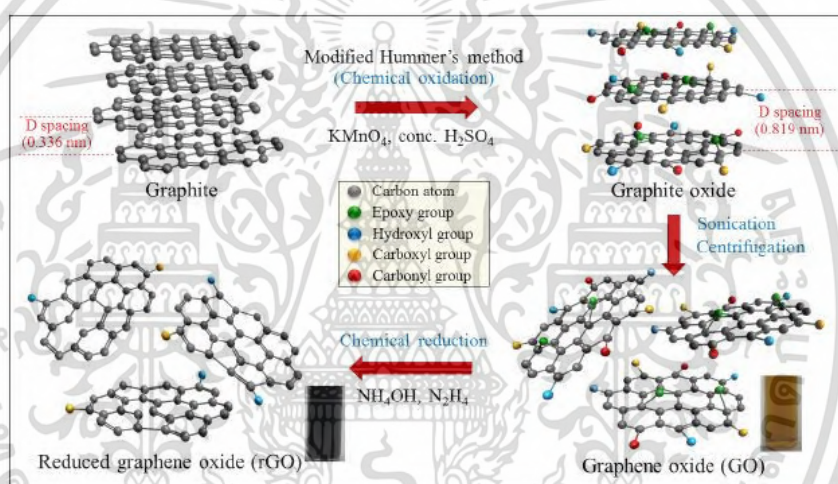
รูปที่ 2.15 แสดงภาพเปรียบเทียบระหว่างคุณภาพ ต้นทุน และปริมาณที่ได้จากการสังเคราะห์ของเทคนิคการสังเคราะห์กราฟีนวิธีต่าง ๆ [38]

2.4.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์จากกระบวนการทางเคมีแบบ top-down (Hummer)

การสังเคราะห์ด้วยวิธีการทางเคมีเป็นเทคนิคแรกของการสังเคราะห์กราฟีน เป็นการสังเคราะห์ประเภท top-down indirect synthesis method ของกราฟีน ซึ่งวิธีการนี้เกี่ยวข้องกับการเกิดออกซิเดชันของกราไฟท์ (Graphite) การกระจายตัวของเกล็ดโดยการโซนิเคชัน (sonication) และการเกิดรีดักชันของกราฟีนออกไซด์ แรกเริ่มกราฟีนออกไซด์ (Graphene oxide: GO) ถูกเตรียมขึ้นครั้งแรกโดย Sir Benjamin Brodie ในปี 1860 โดยการผสมผงกราไฟท์ (Graphite) โพแทสเซียมคลอเรต (Potassium chlorate: $KClO_3$) และกรดไนตริก (Nitric acid: HNO_3) แต่เนื่องจากการกระบวนการเตรียมนี้มีขั้นตอนการเตรียมที่ซับซ้อน ใช้เวลานาน และมีความอันตรายสูง เพื่อเป็นการแก้ปัญหาเหล่านี้ Hummer จึงได้มีการพัฒนาวิธีการออกซิเดชันของผงกราไฟท์ ด้วยการผสมกราไฟท์ โซเดียมไนเตรต (Sodium nitrate: $NaNO_3$) กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid: H_2SO_4) และโพแทสเซียมเปอร์มังกาเนต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Potassium permanganate: KMnO_4) ซึ่งประสบความสำเร็จอย่างมาก ต่อมาวิธีนี้จึงเรียกว่า Hummer's method ซึ่งในปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการได้สาร ไดมังกานีสเฮปโตไซด์ (Dimanganese heptoxide: Mn_2O_7) ซึ่งเป็นสารออกซิไดซ์ที่ตีเยี่ยม สามารถแสดงได้เป็นสมการเคมีดังนี้ [38]



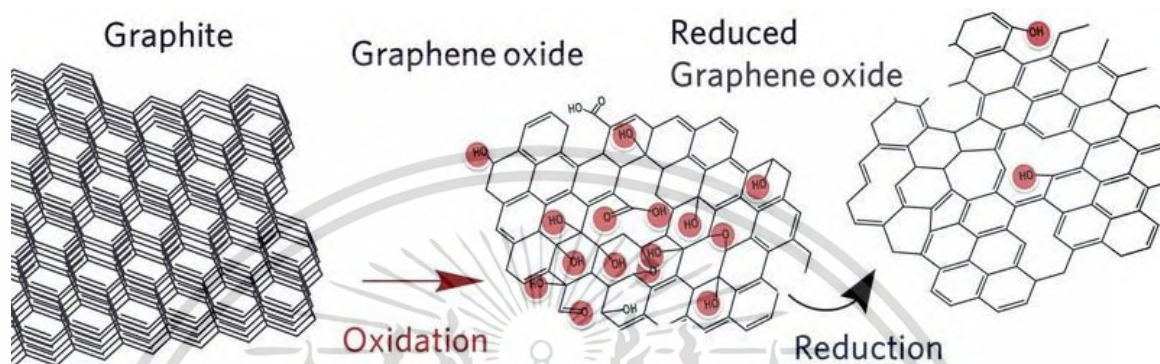
รูปที่ 2.16 แผนภาพแสดงการสังเคราะห์กราฟีนด้วยวิธีโซนิเคชัน (Sonication) [39]

2.4.2 การสังเคราะห์กราฟีนจากกระบวนการรีดักชันกราฟีนออกไซด์ (GO)

กราฟีนออกไซด์นาโนชีท (GO) สามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันได้หลายวิธี เช่นการเกิดรีดักชันจากสารเคมี การเกิดรีดักชันจากความร้อน การเกิดรีดักชันจากกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี และการเกิดรีดักชันจากการใช้คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าไมโครเวฟ ซึ่งด้วยเทคนิคการทำปฏิกิริยารีดักชันเหล่านี้โดยภาพรวมคือการใช้กระบวนการทางเคมี และความร้อน ซึ่งได้รับความนิยมในการวิจัยในปัจจุบันอย่างกว้างขวาง เนื่องจากมีขั้นตอนดำเนินการที่ง่าย รวดเร็ว และได้ผลิตภัณฑ์ที่มีประสิทธิภาพ โดยสมบัติของ GO ขึ้นอยู่กับปริมาณอะตอมของออกซิเจนของหมู่ฟังก์ชันภายในโครงข่ายแลตทิซ ดังนั้นสมบัติการนำไฟฟ้า การนำความร้อน การละลายน้ำ และอื่นๆ จึงขึ้นโดยตรงกับเทคนิคการรีดักชัน เป้าหมายหลักของการทำปฏิกิริยารีดักชัน GO คือ การกำจัดหมู่ฟังก์ชันซึ่งจะส่งผลให้โครงข่ายแลตทิซเกิดความบกพร่องใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงข่าย แต่ในขณะเดียวกันบริเวณที่เกิดช่องว่างนั้นสามารถถูกปรับปรุงเป็นโครงสร้างคอนจุกเกต เกิดเป็นเส้นทางให้กับ Carrier transport ในรูปของ reduced Graphene oxide (rGO) ดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 กระบวนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และรีดักชันในขั้นตอนการสังเคราะห์กราฟีน [39]

2.4.3 การรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยสารเคมี

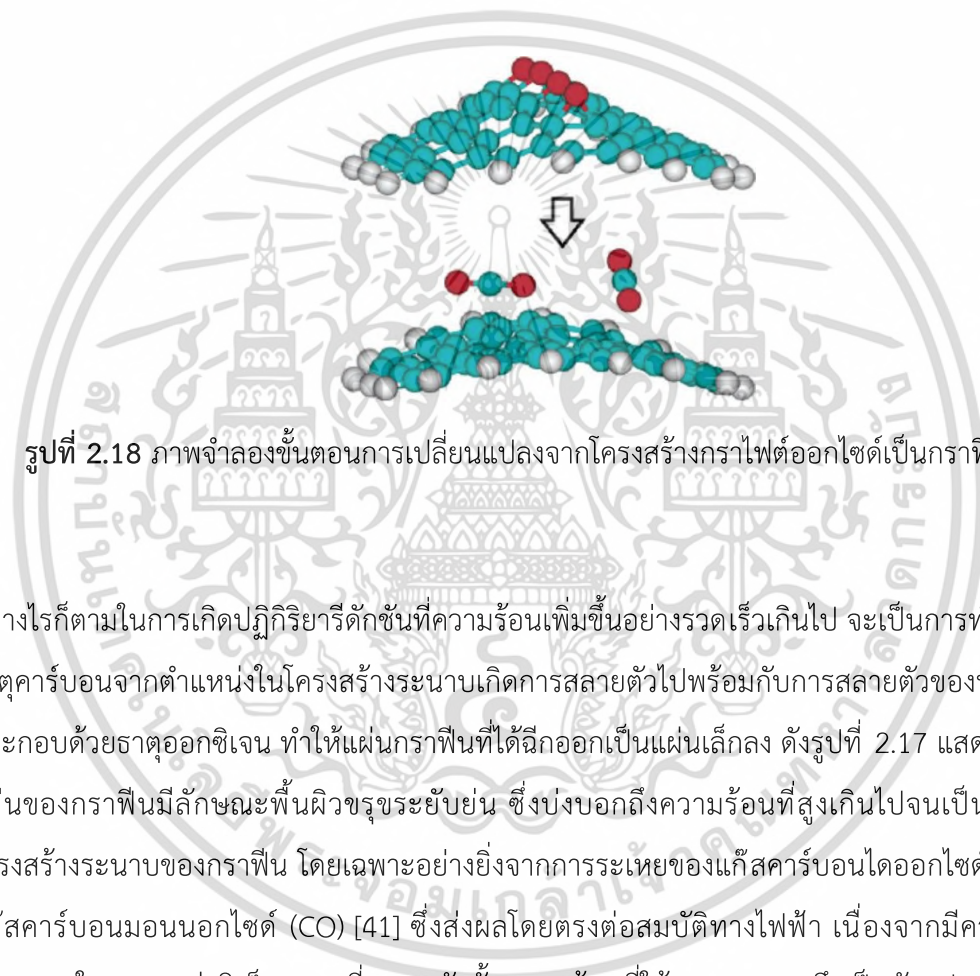
การสังเคราะห์โดยวิธีการใช้สารเคมีในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นั้นเป็นวิธีการที่โดดเด่น เนื่องจากเป็นขั้นตอนที่สะดวก ประหยัด และทำให้ได้กราฟีนปริมาณมาก แต่วิธีนี้จะมีข้อเสียในการใช้สารเคมีอันตราย เช่น ไฮดราซีน (Hydrazine) ไฮโดรควิโนน (Hydroquinone) และโซเดียม-โบโรไฮไดรด์ (Sodium Borohydride) ซึ่งมีความเป็นพิษ และส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นเพื่อความปลอดภัยจึงจำเป็นต้องหาสารที่ไม่เป็นพิษชนิดต่าง ๆ มาใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ เช่น วิตามินซี ฟลาโวนอยด์ หรือโพลีฟีนอล และน้ำตาล เป็นต้น

2.4.4 การรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยความร้อน

เนื่องจากการสังเคราะห์กราฟีนส่วนใหญ่จากกระบวนการ top-down process จะนิยมการสังเคราะห์ด้วยวิธีการทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีเพื่อทำการลดหมู่ฟังก์ชันลงจาก GO แต่ด้วยเทคนิคเหล่านี้มีการใช้สารเคมีที่มีความเป็นพิษสูง และมีขั้นตอนการสังเคราะห์ที่ค่อนข้างซับซ้อน อีกทั้งยังทำให้เกิดข้อจำกัดในขั้นตอนการผสมสาร รวมไปถึง percent yield ที่จะได้จากขั้นตอนมีจำนวนน้อยลง การทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยความร้อนนั้น จึงเป็นกระบวนการที่น่าสนใจอย่างมาก เนื่องจากการลดขั้นตอนในการสังเคราะห์ rGO และยังเป็นทางเลือกในการสังเคราะห์ที่ให้การวิจัยต่อไปได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเกิดการรีดักชันด้วยความร้อน คือการให้ความร้อนอย่างรวดเร็วแก่ GO เพื่อให้เกิดการลอกของชั้นผิวกราฟีน มุ่งเน้นที่การสังเคราะห์ให้ได้เป็นแผ่นกราฟีนอย่างสมบูรณ์ โดยเกิดจากการขยายตัวอย่างรวดเร็วของโครงสร้างของน้ำ และแก๊สที่ประกอบด้วยอะตอมของธาตุดอกซิเจน เกิดเป็นแรงดันภายในชั้นระหว่างระนาบ และขยายตัวเป็นผลทำให้เกิดช่องว่างระหว่างระนาบ และลอกออกจากกันในที่สุดเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.18 ภาพจำลองขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงจากโครงสร้างกราฟไฟต์ออกไซด์เป็นกราฟีน [40]

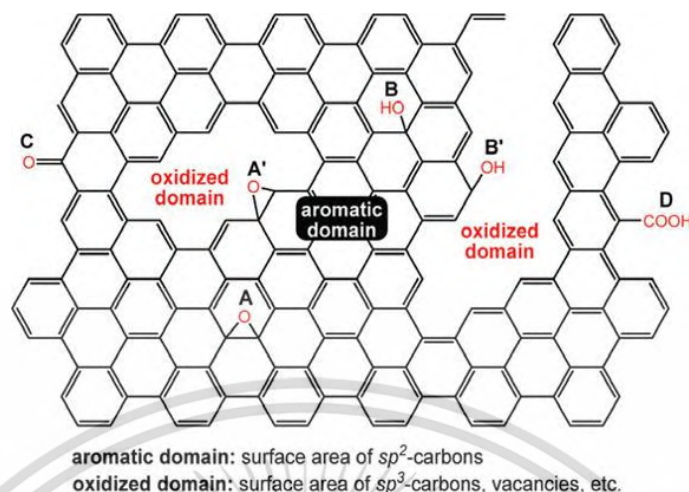
อย่างไรก็ตามในการเกิดปฏิกิริยารีดักชันที่ความร้อนเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเกินไป จะเป็นการทำให้ อะตอมธาตุดอกซิเจนจากตำแหน่งในโครงสร้างระนาบเกิดการสลายตัวไปพร้อมกับการสลายตัวของหมู่ฟังก์ชันที่ประกอบด้วยธาตุดอกซิเจน ทำให้แผ่นกราฟีนที่ได้ฉีกออกเป็นแผ่นเล็กลง ดังรูปที่ 2.17 แสดงให้เห็นว่าที่แผ่นของกราฟีนมีลักษณะพื้นผิวขรุขระยับย่น ซึ่งบ่งบอกถึงความร้อนที่สูงเกินไปจนเป็นการทำลายโครงสร้างระนาบของกราฟีน โดยเฉพาะอย่างยิ่งจากการระเหยของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) [41] ซึ่งส่งผลโดยตรงต่อสมบัติทางไฟฟ้า เนื่องจากมีความยาวของระยะทางในการขนส่งอิเล็กตรอนที่ลดลง ดังนั้นความร้อนที่ใช้กระบวนการจึงเป็นตัวแปรสำคัญในการควบคุมประสิทธิภาพของ GO ต่อมาจึงมีการใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยารีดักชันที่ต่ำลง ซึ่งพบว่าการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของหมู่ คาร์บอกซิล ($-\text{COOH}$) เริ่มเกิดได้ที่อุณหภูมิ 100-150 °C เพียงแต่ในหมู่คาร์บอนิลยังคงมีความเสถียรมากจึงต้องใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้นในการกำจัดหมู่ฟังก์ชันทั้งหมดออกจากแผ่นโครงข่ายกราฟีน ซึ่งเป็นการกำจัดหมู่ฟังก์ชันบางส่วน เพื่อยังคงสมบัติทางไฟฟ้าไว้ [42]

2.4.5 กลไกที่เกิดของการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน

จุดประสงค์หลักในการเกิดรีดักชันของ GO มีอยู่ 2 ประการคือ การกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่ประกอบด้วยอะตอมของออกซิเจน (deoxygenation) ออกจากโครงสร้าง และปรับปรุงรอยบกพร่องที่ตำแหน่งระนาบของโครงข่ายคาร์บอน เพื่อเพิ่มสมบัติการนำไฟฟ้า โดยสามารถอธิบายขั้นตอนกลไกการเกิดได้ดังนี้

2.1.1.1 Thermal deoxygenation

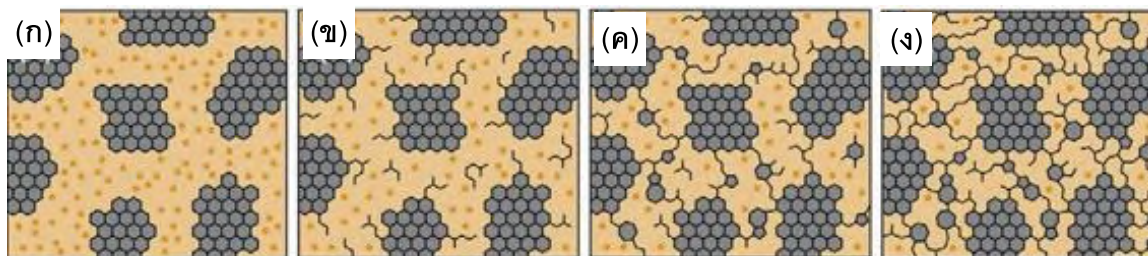
การกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่ประกอบด้วยอะตอมของธาตุดอกซิเจนในโครงสร้างของ GO มุ่งเน้นที่การกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่บริเวณบนตำแหน่งระนาบ A B ซึ่งคือที่ตำแหน่ง sp^3 ดังแสดงรูปที่ 2.18 แต่ในส่วนของ A' B' จะเป็นตำแหน่งของหมู่ฟังก์ชันที่อยู่บริเวณของเกรนของโครงข่ายคาร์บอน ซึ่งความร้อนที่ให้แก่โครงสร้างจะทำให้หมู่ฟังก์ชันที่บริเวณพื้นผิวระนาบเคลื่อนที่มาที่ตำแหน่งขอบเกรน และหลุดออกไปในที่สุด โดยหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) และหมู่คาร์บอกซิล (-COOH) เริ่มสามารถเคลื่อนตัวไปอยู่ที่ขอบเกรนได้ตั้งแต่อุณหภูมิ 100-150 °C แต่ในกรณีที่ต้องการกำจัดออกจากโครงสร้าง หมู่ไฮดรอกซิลจะเริ่มเกิดการสลายตัว ณ อุณหภูมิวิกฤติ (Critical temperature: T_c) ที่ 650 °C โดยเฉพาะอย่างยิ่งหมู่คาร์บอนิล (-C=O) ซึ่งมีโครงสร้างที่เสถียรมาก มีค่าอุณหภูมิวิกฤติสูงถึง 1730 °C ค่าเหล่านี้สามารถทราบได้จากค่า Binding energy ที่เปลี่ยนไประหว่างชั้นระนาบกราฟีน และหมู่ฟังก์ชัน หรือหาได้จากการใช้ทฤษฎีการคำนวณความหนาแน่นของหมู่ฟังก์ชัน (Density functional theory: DFT) แต่อย่างไรก็ตาม หมู่ฟังก์ชันบางส่วนที่เหลืออยู่บริเวณตำแหน่งขอบเกรนของ rGO สามารถช่วยให้ rGO กระจายตัวในสารละลายที่มีขี้ได้ และไม่กระทบต่อสมบัติการนำไฟฟ้ามาก เมื่อเทียบกับหมู่ฟังก์ชันที่อยู่บริเวณระนาบของโครงข่าย



รูปที่ 2.19 จำลองแสดงหมู่ฟังก์ชันกลุ่มที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบที่บริเวณต่าง ๆ บนระนาบ
 โครงข่ายกราฟีนออกไซด์ [42]

2.1.1.2 การเกิดโครงสร้างคอนจูเกตใหม่ (Restoration of long-range conjugation structure)

โครงสร้างคอนจูเกตในโครงสร้างเป็นส่วนสำคัญที่ทำให้เกิดสมบัติการนำไฟฟ้าที่ดีเยี่ยมของกราฟีน เนื่องจากเป็นเส้นทางในการขนส่งอิเล็กตรอน หลังจากการเกิดการจัดหมู่ฟังก์ชันบนระนาบของโครงสร้างบางตำแหน่งที่เกิดช่องว่างเป็นขอบเกรน สามารถจัดเรียงโครงสร้างใหม่เกิดเป็นโครงสร้างคอนจูเกตได้ [43] จากรูป 2.20 เป็นการจำลองเพื่อแสดงให้เห็นถึงลักษณะการรีดักชันด้วยความร้อน โดยเริ่มจาก 2.18(ก) ที่อุณหภูมิห้อง ที่ตำแหน่งสีเทาแสดงถึงกลุ่มคาร์บอนแบบ sp^2 ที่อยู่ใน GO กันอย่างอิสระและยังคงมีหมู่ฟังก์ชัน (จุดสีส้ม) อยู่บนคาร์บอนแบบ sp^3 (บริเวณพื้นหลังสีส้ม) ต่อมาที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้น (13ข-ง) เริ่มมีการกำจัดหมู่ฟังก์ชันออกจากโครงสร้าง ในขณะที่เดียวกันตำแหน่ง sp^2 เริ่มเกิดอันตรกิริยากับกลุ่มใกล้เคียง แสดงชัดเจนที่รูป 13(ค) ที่ 200°C เริ่มเกิดการสร้างโครงข่ายของแผ่นกราฟีนใหม่อีกครั้ง เกิดการขยายของระนาบเป็น sp^2 ใหม่ ซึ่งเรียกปรากฏการณ์การเกิดแบบนี้ว่า “Restoration of the long-range conjugated structure of GO”



รูปที่ 2.20 แบบจำลองแสดงขั้นตอนการเกิดโครงสร้างคอนจุกต์ใหม่ของโครงข่ายกราฟีน จากการเกิด การรีดักชันด้วยความร้อน (ก) ที่สภาวะอุณหภูมิห้อง (ข) ที่ 100°C (ค) ที่ 220°C และ (ง) ที่ 550°C [43]

2.4.6 การพิสูจน์เอกลักษณ์ กราฟีน และอนุพันธ์ของกราฟีน

เนื่องจากกราฟีน เป็นอัญรูปหนึ่งของคาร์บอน ซึ่งทำให้มีองค์ประกอบของธาตุเคมีคล้ายกับ อัญรูปชนิดอื่นๆ ดังนั้นในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของ graphene นั้นจะเป็นตรวจสอบในข้อมูลเชิงภาพถ่าย โครงสร้าง และลักษณะที่พื้นผิวของกราฟีน โดยสามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภทการพิสูจน์เอกลักษณ์ หลัก คือ optical microscopy techniques และ Spectroscopic ทางองค์ประกอบทางเคมี ซึ่งแสดง ถึงการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นที่สังเคราะห์เพื่อให้เกิดเป็น กราฟีน โดยข้อมูลในส่วนของการพิสูจน์ เอกลักษณ์นี้ มีความสำคัญอย่างมากในการอธิบาย และเป็นส่วนช่วยสนับสนุนสมบัติที่เกิดขึ้นของกราฟีน ที่ได้จากการสังเคราะห์ สำหรับการนำไปใช้งานให้เหมาะสมในด้านต่างๆ เนื่องจากขนาด ความหนา ลักษณะทางพื้นผิว และโครงสร้างที่เกิดขึ้นจากการสังเคราะห์ด้วยวิธี และตัวแปรต่าง ๆ นั้น จะส่งผล โดยตรงต่อสมบัติในการใช้งานของวัสดุที่แตกต่างกัน

2.5 วิตามินซี หรือกรดแอสคอร์บิก (Vitamin C or L-Ascorbic acid)

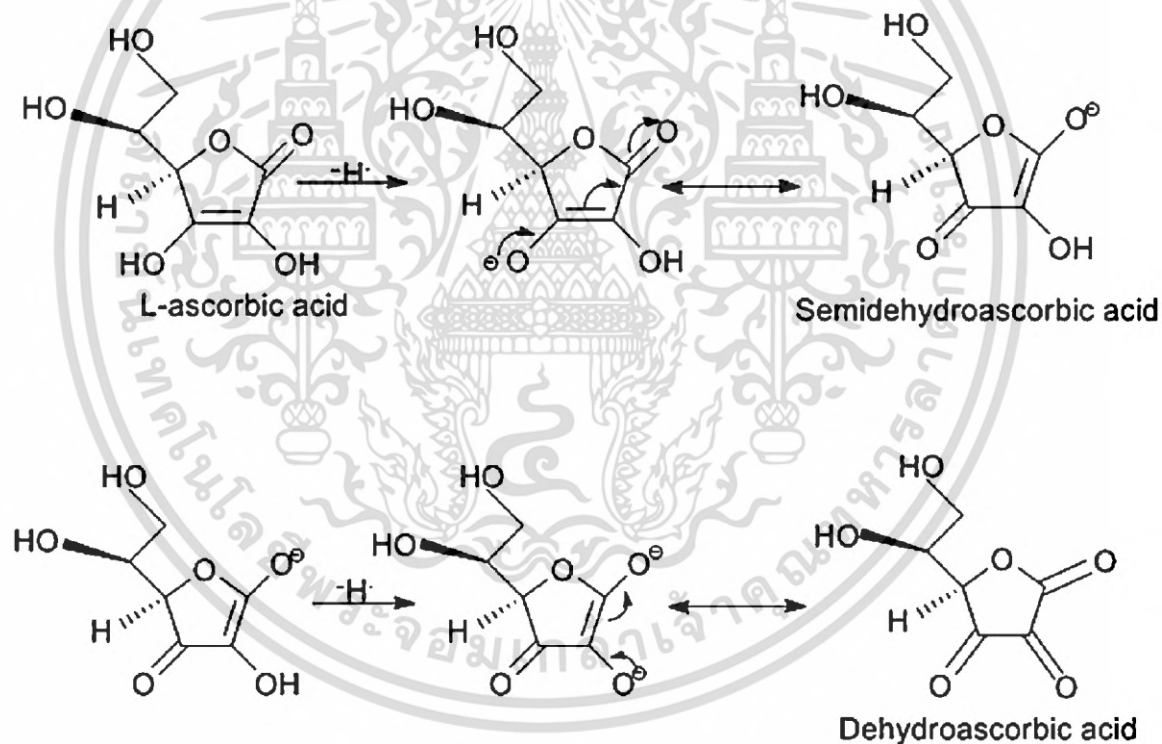
2.5.1 ข้อมูลพื้นฐานของวิตามินซี หรือกรดแอสคอร์บิก สำหรับการปรับปรุงพื้นผิว

โครงสร้างในการกระจายตัวของกราฟีนออกไซด์ และนิเกิลโคบอลต์

กรดแอสคอร์บิก หรือชื่อในทางการค้าคือ วิตามินซี เป็นสารที่มีความสามารถในการ จ่ายอิเล็กตรอน ผ่านการให้โปรตอน (H^+) ของการเกิดการแตกตัวของไฮโดรเจน (Protonation) ใน โครงสร้างได้ง่าย จากการกระตุ้นด้วยความร้อนหรือแสง [44] เกิดเป็นปฏิกิริยาออกซิเดชันไปรูปเป็น ออกซิไดซ์ของดีไฮโดรแอสคอร์บิก (Dehydroascorbic acid) โดยรูปออกซิไดซ์ครั้งที่หนึ่งและสองของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เกิดขึ้นของวิตามินซี คือ กรดเซมิดีไฮโดรแอสคอร์บิก หรือ แอสคอร์เบตไอออน (Semidehydroascorbic acid/Ascorbate ion) และกรดดีไฮโดรแอสคอร์บิก (Dehydroascorbic acid) ตามลำดับ โดยมีขั้นตอนกลไกการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ดังรูปที่ 2.21 ทำให้สารละลายมีสถานะเป็นกรดส่งผลให้ที่บริเวณพื้นผิวของอนุภาคสารแขวนลอยโลหะออกไซด์ต่าง ๆ ในระบบมีประจุทางไฟฟ้า (Zeta potential) มีความเป็นบวก ในขณะที่ช่วยให้ออกซิเดชันของสารละลายของกรรพินออกไซด์นาโนซีทที่เดิมมีสภาพประจุไฟฟ้าที่พื้นผิวเป็นลบจากหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้าง กระจายตัวและคงสถานะความเป็นคอลลอยด์ได้จากการผลักรันของประจุไฟฟ้าสถิต ซึ่งสถานะความเป็นกรดจากวิตามินซีช่วยให้กรรพินออกไซด์นาโนซีทมีเสถียรภาพการกระจายตัวได้ดีขึ้น และเข้าทำอันตรกิริยากับสารแขวนลอยโลหะออกไซด์ที่มีความต่างของประจุไฟฟ้าบนพื้นผิวได้ดีมากขึ้น [45]



รูปที่ 2.21 ขั้นตอนกลไกการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก [46]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

R. Koetz และ M. Carlen [47] ได้ทำการเปรียบเทียบรูปแบบพฤติกรรมในการกักเก็บพลังงานไฟฟ้า และความสามารถในการใช้งานระหว่าง ความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังงานของ อุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดแต่ละชนิด ผ่านแผนการราโกเน (Ragone plot) จากการรวบรวมข้อมูลของ เทคโนโลยีในขณะนั้น ซึ่งพบว่าตัวเก็บประจุทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemical capacitor) หรือที่รู้จักกันในชื่อตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitor) มีแนวโน้มถูกนำมาพัฒนาสำหรับการใช้งานในด้านต่าง ๆ และได้รับความนิยมอย่างมาก เนื่องจากสามารถเติมเต็มประสิทธิภาพระหว่างพฤติกรรมของความเป็นตัวเก็บประจุทั่วไป ที่มีค่าความหนาแน่นพลังงานที่ต่ำ โดยในส่วนของแบตเตอรี่ และ Fuel cells แบบใช้งานที่อุณหภูมิต่ำ กลับพบว่ามีความหนาแน่นพลังงานในทางไฟฟ้าที่ต่ำมาก ในขณะที่ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้น สามารถเพิ่มประสิทธิภาพของค่าทั้งสองได้ รวมไปถึงแนวโน้มของการเพิ่มอายุการใช้งานที่มุ่งเน้นในการนาเสริมการใช้งานร่วมกับแบตเตอรี่ ในพาหนะระบบพลังงานผสม และอุปกรณ์เก็บพลังงานชนิดอื่น ๆ

B.E. Conway [48] ได้อธิบายถึงหลักการจำแนกประเภทของตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด จากรูปแบบกลไกการสะสมประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นของวัสดุที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าในอุปกรณ์ โดยแบ่งเป็น EDLCs Pseudocapacitive และตัวเก็บประจุแบบผสม (Hybrid capacitors) โดยพบว่าตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ Pseudocapacitive มีค่าความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าได้มากกว่าแบบ EDLCs ถึง 100 เท่า จากการอาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างวัสดุขั้วไฟฟ้า และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ โดยวัสดุที่ใช้คือ วัสดุประเภทโลหะออกไซด์

Tongchang Liu และคณะ [49] ได้รายงานไว้ว่า RuO_2 เป็นวัสดุที่มีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าได้สูงถึงประมาณ 1300 F/g โดยมีพฤติกรรมความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่ดีเยี่ยม แต่ในขั้นตอนของการสังเคราะห์นั้นมีความเป็นพิษสูง รวมไปถึงราคาต้นทุน และสารตั้งต้นที่หาได้ยาก จึงไม่ได้รับความนิยมแก่การพัฒนาต่อในการผลิตระดับอุตสาหกรรม

Venkat Srinivasan และ John W. Weidner [50] ทำการสังเคราะห์ฟิล์มนิกเกิลออกไซด์ (NiO) รูพรุนสูง สำหรับการใช้งานเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าในอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยวิธีการตกตะกอนทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemically precipitation) ได้เป็นสารพรีเคอร์เซอร์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ และเผาด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 300°C ในสภาวะบรรยากาศปกติ โดยรายงานค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะได้ 59 F/g มีจำนวนรอบการใช้งานที่ยาวนานจากการทดสอบถึง 400 รอบ และมีค่าความหนาแน่นพลังงานสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Chunrui Zheng และคณะ [51] ได้ศึกษาการเพิ่มประสิทธิภาพทางไฟฟ้าเคมีของโคบอลต์ออกไซด์ (CoO) สำหรับการใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าในตัวเก็บประจุยิ่งยวด จากเทคนิคการสังเคราะห์แบบกายภาพโดยใช้ลูกบด (Ball milled) ด้วยระยะเวลาที่ใช้ในการบดต่าง ๆ พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 5-20 นาโนเมตร จากกการบดเป็นเวลา 96 ชั่วโมง ให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะประมาณ 600 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g โดยมี 1 โมลาร์ของสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (1 M KOH) เป็นอิเล็กโทรไลต์ และมีค่าความจุไฟฟ้าแบบวนรอบเหลือที่ร้อยละ 96.6 จากค่าความจุไฟฟ้าเริ่มต้น หลังจากผ่านการทดสอบที่จำนวน 2000 รอบของการอัด-คายประจุไฟฟ้า

Anne C. Co และ Jingbo Liu [52] ทำการศึกษาพฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีของฟิล์มโคบอลต์ออกไซด์ (CoO) และโคบอลต์ไดต์ สปิเนล (Co_3O_4) จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล-เจล พบว่าที่อุณหภูมิแตกต่างกันที่ใช้ในขั้นตอนการสังเคราะห์ส่งผลต่อรูปแบบการเกิดออกไซด์ของโคบอลต์ ซึ่งส่งผลต่อพฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีโดยตรง และพบว่าวัสดุประเภทออกไซด์ของโคบอลต์ มีแนวโน้มที่ดีในการนำไปพัฒนาไปพัฒนาเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าสำหรับอุปกรณ์ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด

Ling-Yang Lui และคณะ [3] ได้ทำการสังเคราะห์โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) ที่มีลักษณะรูปแบบคล้ายดอกไม้ขนาดเล็ก (Microflowers) จากเทคนิคการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย สำหรับการใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าบวกในตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยมีผลการทดสอบอุปกรณ์ตัวเก็บประจุแบบ ลิเทียมไฮออน ไฮบริด (Li-ion hybrid capacitors, LHCs) พบว่าอุปกรณ์ LHC มีค่าความหนาแน่นพลังงานสูงสุดได้ถึง 143 Wh/Kg ภายใต้ช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า 1-4 V และยังคงมีค่าความจุไฟฟ้าแบบวนรอบเหลือที่ร้อยละ 78.2 จากค่าความจุไฟฟ้าเริ่มต้น หลังจากผ่านการทดสอบที่จำนวน 15000 รอบของการอัด-คายประจุไฟฟ้า ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 0.5 A/g

Neha Garg และคณะ [20] รายงานถึงการสังเคราะห์ นิกเกิลโคบอลต์ไดต์ (NiCo_2O_4) อนุภาคโครงสร้างขนาดนาโนในรูปแบบต่าง ๆ โดยเทคนิคโซลโวเทอมอล (Solvothermal) แบบเดียวกัน แต่ใช้สารช่วยเกิดปฏิกิริยา (Hydrolyzing agent) ที่ต่างกัน พบว่านิกเกิลโคบอลต์ไดต์ที่มีรูปแบบแผ่นสี่เหลี่ยมเป็นเกล็ดขนาดเล็กที่ได้จากการสังเคราะห์ มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 0.5 A/g สูงถึง 980 F/g เนื่องจากมีพื้นที่ผิวสูง และเกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่าโครงสร้างรูปแบบอื่น ๆ ที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งยังสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่าโลหะออกไซด์แบบอะตอมเดี่ยวเมื่อเทียบกับธาตุชนิดเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Imran Skakir และคณะ [53] ได้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลต์ สปินเนล (NiCo_2O_4) รูปทรงแบบแผ่น ด้วยเทคนิคการสังเคราะห์วิธีทางตะกอนทางเคมี (Chemical precipitation) และให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะได้สูงถึง 1270 F/g โดยมีค่าความจุไฟฟ้าแบบวนรอบเหลือที่ร้อยละ 81 จากค่าความจุไฟฟ้าเริ่มต้น หลังจากผ่านการทดสอบที่จำนวน 5000 รอบของการอัด-คายประจุไฟฟ้า ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 A/g

Shuaghao Zheng และคณะ [1] ทำการรวบรวมข้อมูลงานวิจัย ในการนำกราฟีนรูปแบบต่าง ๆ มาใช้งานเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้า สำหรับการใช้งานที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูง ๆ และให้ค่าความหนาแน่นพลังงานในการใช้งานสูง ๆ ในอุปกรณ์ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดชนิดอสมมาตร (Asymmetric supercapacitors, ASCs) พบว่าที่กราฟีนรูปแบบต่าง ๆ สามารถทำการออกแบบในเชิงโครงสร้าง และองค์ประกอบทางเคมี ได้อย่างหลากหลาย ซึ่งเป็นข้อได้เปรียบอย่างมากของวัสดุพวกกราฟีน ให้มีความสามารถในการเข้ากันได้ ดีกับวัสดุที่ต้องการผสมด้วย หรือการทำงานร่วมกันในอุปกรณ์ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ความสามารถในการ เป็นวัสดุคอมโพสิตกับวัสดุตัวเก็บประจุประเภท Pseudocapacitive ซึ่งมีแนวโน้มในการเพิ่มค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ และค่าความหนาแน่นพลังงานของวัสดุ อีกทั้งไม่เพียงแต่เพิ่มความสามารถในการนำไฟฟ้าด้วยการเกิดเพิ่มพื้นที่ในการเกิดอันตรกิริยาทางไฟฟ้าเคมีซึ่งช่วยลดระยะทางในการแลกเปลี่ยนไอออน และอิเล็กตรอน แต่รวมไปถึงการลดความเครียดของวัสดุในขั้นตอนการอัด-คายประจุไฟฟ้า ทำให้ช่วยเพิ่มความเสถียรของการเกิดกลไกทางไฟฟ้าเคมี และมีอายุการใช้งานที่ยาวนานขึ้น

Bote Zhao และคณะ [54] ทำการศึกษาค่าความหนาแน่นพลังงานของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบไฮบริด ระหว่างวัสดุขั้วไฟฟ้าแบบแบตเตอรี่ และแบบตัวเก็บประจุไฟฟ้า ซึ่งมากกว่าตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLCs ทั่วไป เนื่องจากสามารถทำงานภายใต้ความต่างศักย์ที่มากขึ้นได้ โดยรายงานขั้วไฟฟ้าที่ประกอบด้วยวัสดุ $\text{Co}_x\text{Ni}_{1-x}(\text{OH})_2$ และ rGO ที่รีดิวซ์ด้วยไฮดราซีน ณ อุณหภูมิห้อง รูปร่างของผลิตภัณฑ์ $\text{CoNi}(\text{OH})_2$ ที่ได้เป็นแผ่นกลมล้อมหุ้มด้วยแผ่นฟิล์มบางของ rGO โดยมีค่าความจุไฟฟ้าแบบแบตเตอรี่สูงถึง 743 C/g ที่ 1 A/g และมีค่าความหนาแน่นพลังงาน 72 Wh/Kg ความหนาแน่นกำลังงานที่ 797 W/Kg

Chaval Sriwong และคณะ [55] ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ rGO จาก GO ด้วยกระบวนการรีดักชันทางเคมีโดยการใช้วิตามินซีเป็นตัวรีดิวซ์ (Reducing agent) ซึ่งเป็นการลดความเป็นพิษของสารที่ใช้ในขั้นตอนการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ รวมไปถึงค่า pH ที่ลดลงของสารละลายก่อนการ

เกิดปฏิกิริยารีดักชันยังเป็นการช่วยให้ GO มีการกระจายตัวในรูปของสารแขวนลอยได้ดียิ่งขึ้น จากการศึกษาการเพิ่มประจุทางไฟฟ้าที่พื้นผิว (Zeta potential)

Seng Hun Huh [56] ทำการศึกษาการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยการใช้ความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 2000°C ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C ต่อนาที ภายใต้สภาวะของบรรยากาศแก๊สไนโตรเจน เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยพบว่าที่อุณหภูมิตั้งแต่ 200°C เป็นต้นไป เริ่มมีการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของกราฟีนออกไซด์ขึ้น เพื่อกำจัดหมู่ฟังก์ชันโดยเริ่มที่โมเลกุลของน้ำบริเวณชั้นระหว่างระนาบ หมู่ฟังก์ชันกลุ่ม หมูคาร์บอนิล และหมู่ไฮดรอกซิลเริ่มออกจากระนาบโครงสร้างกราฟีนบางส่วน และเกิดขึ้นเรื่อย ๆ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นถึง 800°C ขึ้นไป ตำแหน่งพันธะ C=C เริ่มเกิดการสลายตัว ส่งผลให้เกิดการสลายตัวของระนาบกราฟีนมีลักษณะแผ่นที่เล็กลง และที่อุณหภูมิ 2000°C ทำให้กราฟีนเกิดการสลายตัวแล้วเสียเสถียรภาพในที่สุด

Iman Sengputa และคณะ [57] ทำการศึกษาหสช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการทำปฏิกิริยารีดักชัน กราฟีนออกไซด์ด้วยความร้อน ภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติ พบว่า GO เริ่มเปลี่ยนเป็น rGO ได้ตั้งแต่การให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 300°C ขึ้นไป ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10°C ต่อนาที และที่พบว่า 350°C เป็นอุณหภูมิที่เกิดการรีดักชันได้มากที่สุดของ GO จากการที่มีสัดส่วนธาตุคาร์บอน ต่อออกซิเจนเพิ่มขึ้น และมีประมาณต่ำของระนาบน้อยที่สุด และที่ 325°C เป็นจุดที่เกิดการกำจัดหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ บนระนาบได้เหมาะสมที่สุด

Syed Khalid และคณะ [58] ทำการศึกษาการโดยการเปรียบเทียบสมบัติทางไฟฟ้าเคมี และค่าความจุไฟฟ้าต่อพื้นที่ที่เกิดขึ้นของนิกเกิลโคบอลต์ไดต์ รูพรุนสูงที่มีรูปร่างทรงกลมขนาดเล็ก (Microspheres) ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการใช้พลังงานจากคลื่นไมโครเวฟ และการไพโรไลซิส (Pyrolysis) สำหรับการใช้งานเป็นอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดระหว่างแบบสมมาตร และแบบอสมมาตร โดยมีสารละลายเบสเป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่าอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบอสมมาตร และแบบสมมาตรมีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะต่อพื้นที่ของวัสดุสูงสุดที่ 350 mF/cm² และ 194 mF/cm² และมีค่าความหนาแน่นพลังงานที่ 19.1 Wh/Kg และ 4.5 Wh/Kg ที่มวลวัสดุขั้วไฟฟารวมที่ 6.25 และ 6.0 mg ตามลำดับ ของการทดสอบที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1mA/cm² จึงแสดงได้ว่าการประกอบชิ้นงานแบบตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบอสมมาตรนั้น สามารถเพิ่มประสิทธิภาพของอุปกรณ์ในด้านของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าได้ และนิกเกิลโคบอลต์ สามารถใช้เป็นขั้วไฟฟ้าลบ สำหรับการประกอบเป็นอุปกรณ์ตัวเก็บประจุฟ้ายิ่งยวดแบบอสมมาตรจากวัสดุขั้วไฟฟ้าชนิดอื่น ๆ ได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี และวัสดุ

- 1) โคบอลต์ (II) คลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต เกรดคุณภาพวิเคราะห์ ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, CARLO ERBA, France)
- 2) นิกเกิล (II) คลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต เกรดคุณภาพวิเคราะห์ ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, CARLO ERBA, France)
- 3) สารละลายแอมโมเนียความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร (NH_4OH , CARLO ERBA, France)
- 4) สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์นาโนชีท (Graphene oxide nanosheets: GO suspension) ความเข้มข้น 8.3 มิลลิกรัม ต่อมิลลิลิตร
- 5) กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid or Vitamin C: $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, Sigma- Aldrich, Germany)
- 6) โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulfate: Na_2SO_4 , CARLO ERBA, France)
- 7) พอลิไวนิลิดีน ฟลูออไรด์ (Polyvinylidene fluoride: PVDF, Sigma- Aldrich, Germany)
- 8) N-Methyl-2-Pyrrolidone (NMP; $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}$, Sigma- Aldrich, Germany)
- 9) แผ่นไฟเบอร์กลาส (Fiber glass)
- 10) แผ่นนิกเกิลโฟม (Nickel foam)
- 11) น้ำปราศจากไอออน (Deionization water: DI water, ศูนย์เครื่องมือฯ คณะวิทยาศาสตร์ สจล.)

3.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์

- 1) เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD: XRD-6100, Shimadzu, Japan)
- 2) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM: JSM5800LV, JEOL, Japan)
- 3) อุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy-dispersive X-ray Spectroscopy, EDX: Oxford, ISIS 300, England)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) เครื่องวัดวิเคราะห์สารด้วยรังสีอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR: Nicolet 6700, Thermo Fisher Scientific Inc., USA.)
- 5) เครื่องวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis, TGA: Mettler, Toledo, USA.)
- 6) เครื่องวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า (CorrTest Electrochemical Workstation, CorrTest Instruments, Wuhan Corrttest instruments Corp.,Ltd. China)
- 7) อุปกรณ์เครื่องแก้วต่างๆ (Glassware)
- 8) ช้อนตักสาร (Spatula)
- 9) เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum filtration)
- 10) กระดาษกรอง (Filter paper รุ่น Watch man)
- 11) ตู้ดูดควัน (Fume hood)
- 12) เครื่องชั่งน้ำหนักแบบละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Analytical balance: FR-200, A&D Company)
- 13) ไมโครปิเปต (Micropipette)
- 14) เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
- 15) เครื่องทำความร้อน และปั่นกวน (Hot plate and stirrer)
- 16) แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
- 17) เตาอบ (Oven: Serial no.8 502.0552, MEMERT, Germany)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทด้วยกระบวนการปรับปรุงของฮัมเมอร์ (Modified Hummers method)

- 1) ชั่งผงกราฟิตตั้งต้นอนุภาคขนาดนาโน 2 กรัม โซเดียมไนเตรต 1 กรัม และ โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนส 6 กรัมเตรียมไว้
- 2) ผสมผงกราฟิตอนุภาคขนาดนาโน และโซเดียมไนเตรตให้เข้ากัน แล้วเทลงในขวดก้นกลม และแช่ลงในอ่างน้ำแข็ง
- 3) เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 46 มิลลิลิตร ลงในขวดก้นกลมช้า ๆ พร้อมกับทำการปั่นกวน
- 4) เติมผงโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนสที่เตรียมไว้ตามลงไปลงในขวดก้นกลมอย่างช้า ๆ พร้อมกับทำการปั่นกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 15 นาทีในสภาวะหล่อเย็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 5) เปลี่ยนจากสภาวะหล่อเย็น เป็นน้ำร้อน 40°C และปั่นกวนต่อ 30 นาที
- 6) เติมน้ำแข็งเพิ่มเพื่อเปลี่ยนกลับมาเป็นสภาวะหล่อเย็นอีกครั้ง
- 7) เติมน้ำกลั่น 80 มิลลิลิตร ลงในขวดก้นกลมอย่างช้า ๆ พร้อมกับปั่นกวนตลอด
- 8) เปลี่ยนสภาวะเป็นน้ำร้อน 90°C และปั่นกวนต่ออีก 90 นาที
- 9) เติมน้ำกลั่นเพิ่ม 200 มิลลิลิตร และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 6 มิลลิลิตร ปั่นกวนต่ออีก 5 นาที
- 10) เติมสารละลายไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 %v/v อีก 5 มิลลิลิตร พร้อมปั่นกวนต่อ 5 นาที
- 11) เทสารแขวนลอยที่ได้ออกจากขวดก้นกลมลงในบีกเกอร์ขนาดใหญ่ 2,000 มิลลิลิตร และทิ้งไว้จนตกตะกอน ได้เป็นสารแขวนลอยกราไฟต์ออกไซด์นาโนซีท (Graphite oxide) สีส้มอิฐ ดังรูปที่ 3.1(ก)
- 12) ทำการล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้งจนมีสภาวะเป็นกลาง ตะกอนกราไฟต์ออกไซด์ที่ได้เริ่มเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเข้ม ดังรูปที่ 3.1(ข)
- 13) นำสารแขวนลอยกราไฟต์ออกไซด์ไปทำการโซนิเคชันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 14) นำมาทำการปั่นเหวี่ยงที่ 7000 รอบต่อนาที เก็บส่วนของชั้นน้ำ
- 15) ได้เป็นสารคอลลอยด์เหลวหนืดสีน้ำตาลเข้มของกราฟีนออกไซด์นาโนซีท (GO nanosheets) ที่ความเข้มข้น 8.3 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (8.3 mg/mL)

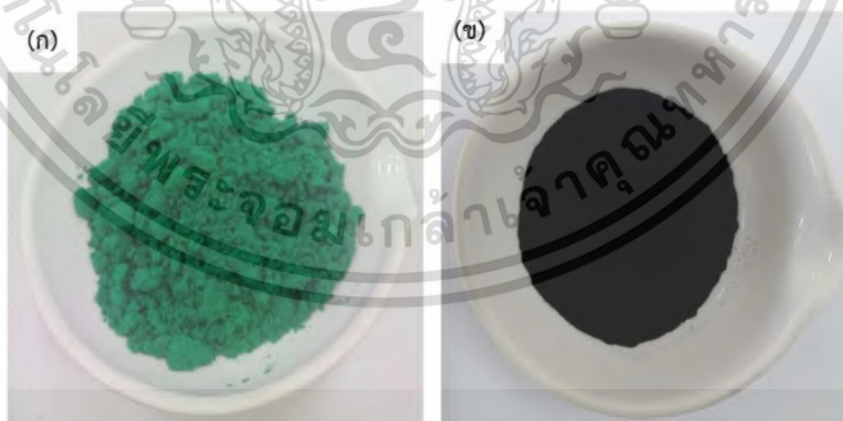


รูปที่ 3.1 สารแขวนลอยกราไฟต์ออกไซด์นาโนซีท (ก) หลังจากการบวกรสารสังเคราะห์จากกราไฟต์ออกไซด์อนุภาคนาโน และ (ข) หลังจากล้างด้วยน้ำกลั่นจนมีค่า pH เป็นกลาง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การเตรียม นิกเกิลโคบอลต์ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย (simple co-precipitation)

- 1) เตรียมสารละลาย 1 โมลาร์ (1M) โคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 2) ชั่งโคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต 5.9925 กรัม
- 3) เติมน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร
- 4) เตรียมสารละลาย 1 โมลาร์ (1M) นิกเกิล (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 5) ชั่งโคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต 5.9925 กรัม
- 6) เติมน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร
- 7) ผสมสารละลายในข้อ 1) และ 2) ลงในปักเกอร์
- 8) จากนั้นนำไปปั่นจน พร้อมกับค่อยๆหยด 30% โดยปริมาตรของสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH 30 % V/V) ลงไปอย่างช้าๆ จนได้ pH ของสารละลายมีค่าประมาณ 9
- 9) ปั่นจนทิ้งไว้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- 10) กรองตะกอนด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ จะได้ผงตะกอนลักษณะสีเขียวเข้มดังแสดงรูป 3.2 (ก)
- 11) เเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติ และนำไปบดละเอียด ได้ผงผลึกสีดำของนิกเกิลโคบอลต์ ดังแสดงในรูปที่ 3.2 (ข)



รูปที่ 3.2 ภาพถ่าย (ก) ตัวอย่างผงตะกอนก่อน และ (ข) ผงผลึกนิกเกิลโคบอลต์ (NiCo_2O_4) ภายหลังจากขั้นตอนการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.3.3 การเตรียม นิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO)

- 1) เตรียมสารแขวนลอยของนิกเกิลโคบอลไตต์ โดยการชั่งผงนิกเกิลโคบอลไตต์ 1 กรัม สำหรับการเตรียมสารคอมโพสิตทุกความเข้มข้นลงในบีกเกอร์ จากนั้นเติมน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร แล้วเทสารแขวนลอยลงในขวดรูปชมพู่ สำหรับการปั่นกวน จากนั้นเติมน้ำกลั่นเพิ่มอีก 80 มิลลิลิตรลงในสารแขวนลอยนิกเกิลโคบอลไตต์
- 2) เติมน้ำละลายกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid) ลงไปในขวดรูปชมพู่ ตามปริมาณดังแสดงในตารางที่ 3.1 เพื่อปรับให้สารแขวนลอยนั้นมีความเป็นกรดที่ค่า pH ประมาณ 3-4
- 3) ในขณะเดียวกัน ทำการเตรียมสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์นาโนซีท โดยเปิดกราฟีนออกไซด์นาโนซีท ตามสัดส่วนในตารางที่ 3.1 ลงในบีกเกอร์ จากนั้นเติมน้ำกลั่นเพิ่มลงไปอีก 10 มิลลิลิตร แล้วเทสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์นาโนซีท รวมในขวดรูปชมพู่ของสารแขวนลอยนิกเกิลโคบอลไตต์ และทำการปั่นกวนต่ออีก 10 นาที
- 4) นำสารแขวนลอยที่ได้มากรองด้วยวิธีการกรองแบบสุญญากาศ และล้างตะกอนด้วย น้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง ได้เป็นผงตะกอนสีดำ
- 5) นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 10 °C ต่อนาที
- 6) นำผงที่ได้ไปอบด้วยโรงแบบสารให้ละเอียด ได้เป็นผงละเอียดสีดำของนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO)

ตารางที่ 3.1 แสดงปริมาณการเติมนิกเกิลโคบอลต์ กราฟีนออกไซด์นาโนซีท และวิตามินซี

สารตัวอย่าง	NiCo ₂ O ₄ (g)	GO nano (mL)	วิตามินซี (mL)
NiCo ₂ O ₄	1.000	-	-
NiCo ₂ O ₄ /0.1rGO	1.000	0.1204 (0.1%)	0.001
NiCo ₂ O ₄ /0.5rGO	1.000	0.6024 (0.5%)	0.005
NiCo ₂ O ₄ /1.0rGO	1.000	1.2048 (1.0%)	0.01
NiCo ₂ O ₄ /2.0rGO	1.000	2.4096 (2.0%)	0.02

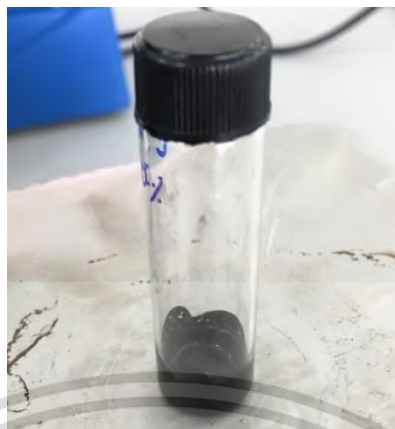
*หมายเหตุ ความเข้มข้นของ GO ที่ใช้เท่ากับ 8.3 mg/mL และวิตามินซี 500 mg/mL

3.3.4 การเตรียมขั้วไฟฟ้า นิกเกิลโคบอลต์ (NiCo₂O₄) และนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO) สำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าเคมี

3.3.4.1 การเตรียมสารตัวอย่างของผสม (Slurry)

- 1) ชั่งนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทลงในหลอดไมโครเซนติฟิวก์จำนวน 0.2 กรัม
- 2) ชั่งผงโพลีไวนิลิดีน ฟลูออไรด์ (Polyvinylidene fluoride: PVDF) จำนวน 0.02 กรัม (10% ของสารตั้งต้น) แล้วเติมลงในหลอดไมโครเซนติฟิวก์
- 3) ชั่งผงอะเซทิลีนแบล็ค (Acetylene black) จำนวน 0.02 กรัม แล้วเทลงในหลอดไมโครเซนติฟิวก์
- 4) จากนั้นหยด N-Methyl-2-Pyrrolidone (NMP) 8 หยด และเติมลูกบดอะลูมินาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.2 มิลลิเมตรจำนวน 5 ลูก ปิดฝาหลอด และซีลด้วยพาราฟิล์มให้สนิท
- 5) นำไปใส่กระบอกสำหรับนำไปปั่นในเครื่องบอลมิลล์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารตัวอย่างลักษณะเป็นของเหลวหนืด ดังรูปที่ 3.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



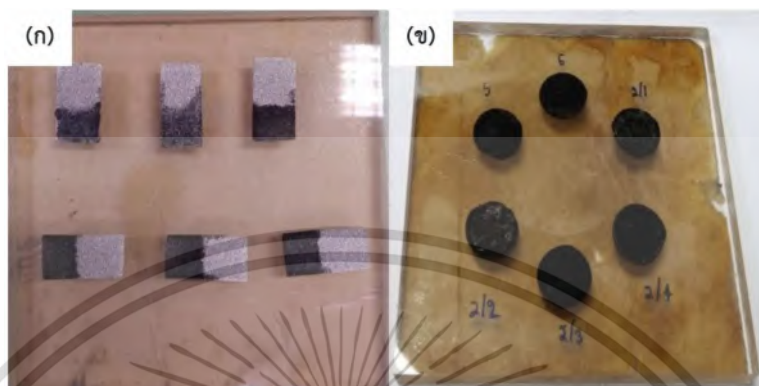
รูปที่ 3.3 สารตัวอย่าง $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ สำหรับใช้ในการเตรียมขั้วไฟฟ้าเพื่อวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าเคมี

3.3.4.2 การเตรียมแผ่นขั้วไฟฟ้า

- 1) ตัดแผ่นนิกเกิลโฟม (Nickel foam) รูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 1.5X2.5 เซนติเมตร และรูปร่างกลม เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร
- 2) นำแผ่นนิกเกิลโฟมที่ตัดได้ไปล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) เข้มข้น 1 โมลาร์ เพื่อกำจัดนิกเกิลออกไซด์บนพื้นผิวของนิกเกิลโฟม
- 3) นำแผ่นนิกเกิลโฟมมาล้างด้วยน้ำยาล้างจานจนหมดฟอง
- 4) จากนั้นนำไปล้างน้ำปราศจากไอออน (DI) และเอทานอลด้วยเครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic Cleaner) ตามลำดับ
- 5) นำแผ่นที่ได้ไปอบให้แห้ง
- 6) ชั่งน้ำหนักแผ่นนิกเกิลโฟมแต่แผ่นที่ได้ด้วยเครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 7) สำหรับแผ่นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้ากำหนดพื้นที่ว่างบนแผ่นขนาด 1X1 เซนติเมตร
- 8) นำสารของเหลวชนิดที่เตรียมได้จาก ข้อ 1. ปาดลงบนพื้นที่ที่กำหนดไว้สำหรับแผ่นนิกเกิลโฟมรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ในส่วนของรูปร่างกลมปาดลงเต็มพื้นที่ทั้งหมด
- 9) ทำการปาดของเหลวชนิดซ้ำอีกประมาณ 2-3 รอบ
- 10) นำไปอบที่อุณหภูมิ 45 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้แผ่นขั้วไฟฟ้าสำหรับการทดสอบในระบบ 3 ขั้ว และ 2 ขั้วไฟฟ้า
- 11) นำแผ่นขั้วไฟฟ้าที่ได้ทั้งหมดไปทำการกดอัดด้วยแรงกดขนาด 0.2 ปอนด์ต่อตารางเมตร ได้ขั้วไฟฟ้างดรูปที่ 3.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 12) ชั่งน้ำหนักแผ่นนิกเกิลโพลีเมอร์หลังเคลือบสารตัวอย่างอีกครั้ง เพื่อหาค่าน้ำหนักของสารตัวอย่างที่แน่นอนบนนิกเกิลโพลีเมอร์



รูปที่ 3.4 แผ่นขั้วไฟฟ้า (ก) แบบสีเหลี่ยมสำหรับการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีแบบ 3 ขั้ว และ (ข) แบบวงกลม สำหรับประกอบเป็นเซลล์กระดุมใช้ในการทดสอบในระบบ 2 ขั้ว

3.3.4.3 การเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 6M

- 1) ชั่งผงโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 14.207 กรัม ลงในบีกเกอร์
- 2) จากนั้นเติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร ใช้แท่งแก้วคนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
- 3) นำขั้วไฟฟ้าที่ได้จากข้อที่ 2 มาแช่ลงในสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้ก่อนทำการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมี

3.3.5 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีโดยเครื่อง Electrochemical workstation

3.3.5.1 การทดสอบแบบระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า (Half-cell test)

3.3.5.2 การทดสอบแบบระบบ 2 ขั้วไฟฟ้า (pressed coin test)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 เทคนิคการพิสูจน์เอกลักษณ์ และการทดสอบสมบัติ

3.4.1 เทคนิควิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer: XRD)

เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ คือเครื่องมือสำหรับการวัดการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD) ซึ่งใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์โครงสร้างความเป็นผลึกของวัสดุจากหลักการแทรกสอดของคลื่นรังสีเอ็กซ์ หรือเรียกว่า การเลี้ยวเบนโดยรังสีเอ็กซ์ ซึ่งตกกระทบที่ระนาบของผลึกสารตัวอย่างในมุมต่างๆ โดยเป็นวิธีการตรวจวิเคราะห์ชนิดที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) ค่าตำแหน่งการตกกระทบเชิงมุมที่ได้จากการตรวจวัดจะถูกนำไปเปรียบเทียบกับค่ามุมในฐานข้อมูล เพื่อทำการวิเคราะห์ความเป็นไปได้ของโครงสร้างผลึกของวัสดุตัวอย่าง ซึ่งต้องมีค่าเชิงมุมที่ตรงกับฐานข้อมูลอย่างน้อย 3 ตำแหน่งสูงสุดแรกที่สุด และมีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน $\pm 0.1^\circ$ จึงเป็นโครงสร้างที่ยอมรับได้ การวิเคราะห์นี้สามารถระบุโครงสร้างความเป็นผลึก องค์ประกอบทางเคมีของสารประกอบ หรือธาตุตัวอย่างได้ นอกจากนี้ยังสามารถคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกสารตัวอย่าง จากค่ามุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์ที่ระนาบต่างๆ ได้จากกฎการคำนวณของแบรกก์ (Bragg's law equation) โดยมีสมการดังนี้ [59]

$$n\lambda = 2d_{(hkl)}\sin\theta \quad (3.1)$$

โดยที่ n คือเลขจำนวนเต็มของชั้นระนาบ

λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

$d_{(hkl)}$ คือ ระยะห่างระนาบของแลตทิซ hkl

θ คือ ตำแหน่งมุมที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบกับระนาบของผลึกตัวอย่าง

ซึ่งเมื่อให้จำนวนชั้นของระนาบในการคำนวณครั้งที่ ($n = 1$) จึงสามารถคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกได้ดังนี้

$$d_{(hkl)} = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (3.2)$$

นอกจากนี้ข้อมูลผลการวิเคราะห์จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สามารถนำมาคำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ย (Average crystallite size) ได้จากสมการของ Debye-Scherrer ดังนี้ [60]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.3)$$

โดยที่ D คือ ขนาดผลึกที่แต่ละตำแหน่งการเลี้ยวเบน

k คือ ค่าคงที่ของสมการ (0.89)

β คือ ค่าความกว้างของพีคที่ความสูงครึ่งหนึ่ง (FWHM)

ในงานวิจัยนี้ มุ่งเน้นที่การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกขององค์ประกอบของสารที่สังเคราะห์ได้ เพื่อนำมาเปรียบเทียบกับค่าการตกผลึกของข้อมูลมาตรฐาน เพื่อเป็นการยืนยันโครงสร้างผลึก และองค์ประกอบของ รีติวซึกราฟีนออกไซด์นาโนซีท นิกเกิลโคบอลต์ไต์ และ นิกเกิลโคบอลต์ไต์/รีติวซึกราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต นอกจากนี้ยังทำการตรวจวิเคราะห์ค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d-spacing) เพื่อเป็นการยืนยันการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างที่เปลี่ยนไปจากกระบวนการที่ใช้ในการทดลอง

3.4.2 เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy: FT-IR)

เทคนิค FT-IR spectroscopy เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการดูดกลืนแสงอินฟราเรดในช่วงกลาง (Middle infrared region) ที่ช่วงเลขคลื่น $400-4000 \text{ cm}^{-1}$ สามารถใช้วิเคราะห์จำแนกประเภทสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ พันธะเคมี รวมไปถึงหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในโมเลกุล ในโครงสร้างของสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ ซึ่งเกิดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดบางส่วนจากแหล่งกำเนิด เปลี่ยนเป็นพลังงานทำให้เกิดการสั่น และหมุนของโมเลกุลภายในโครงสร้าง ซึ่งรูปแบบโครงสร้างของสารแต่ละชนิดมีค่าการดูดกลืนรังสีที่แตกต่างกันโดยแสดงสัญญาณออกมาในรูปแบบของสเปกตรัม ที่ตำแหน่งเลขคลื่นต่างๆ ทำให้นำมาวิเคราะห์เพื่อพิสูจน์เอกลักษณ์ของหมู่ฟังก์ชัน และโครงสร้างของสารตัวอย่างได้ เทคนิคการวิเคราะห์นี้ เป็นเทคนิคที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive) ไม่มีการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางเคมี และทางกายภาพของสารตัวอย่าง โดยสามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็ง และของเหลว อีกทั้งสามารถวิเคราะห์ได้ในเชิงปริมาณและคุณภาพวิเคราะห์

งานวิจัยนี้ต้องการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของหมู่ฟังก์ชันต่างๆในโครงสร้างของรีติวซึกราฟีนออกไซด์นาโนซีท และ นิกเกิลโคบอลต์ไต์/รีติวซึกราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการสังเคราะห์

3.4.3 Raman spectroscopy

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามาน เป็นเทคนิควิเคราะห์ที่อาศัยหลักการทางแสงโดยการวัดค่าพลังงานการกระเจิงของแสงในส่วนที่เรียกว่า “ลำแสงรามาน (Raman scatter)” คือพลังงานแสงที่เหลือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการดุดกลืนเพื่อใช้ในการสั่นของพันธะภายในโมเลกุล ซึ่งในแต่ละโครงสร้าง รูปแบบของโมเลกุลจะให้ค่าการกระเจิงของแสงที่ค่าความยาวคลื่นต่างกัน โดยที่พลังงานส่วนนี้จะมีค่าสอดคล้อง สัมพันธ์กับข้อมูลที่ได้จากการตรวจวัดจากเทคนิค FT-IR แต่ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคราม่า ยังคงมีข้อจำกัดสำหรับการวัดสารที่มีพฤติกรรมความถี่ความถี่แม่เหล็กจะไปรบกวนสัญญาณรามานที่เกิดขึ้น อย่างไรก็ตามด้วยความว่องไวของสัญญาณรามาน ทำให้การตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้มีความละเอียดของสัญญาณสูง ข้อมูลที่ได้จึงสามารถบอกถึงความเป็นระเบียบของโครงสร้างที่เปลี่ยนไปได้ โดยนำไปเทียบกับข้อมูลอ้างอิงในฐานข้อมูล การพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคราม่าสามารถใช้วิเคราะห์สารตัวอย่างทั้งในรูปของแข็ง และของเหลว มีขั้นตอนการเตรียมที่ไม่ซับซ้อน อีกทั้งความเข้มของสัญญาณตอบสนองโดยตรงต่อปริมาณสาร จึงได้ข้อมูลทั้งในรูปแบบปริมาณ และคุณภาพวิเคราะห์ นอกจากนี้เป็นการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง (non-destructive) จึงเป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมอย่างมากทั้งในการวิเคราะห์สารประเภทอินทรีย์ และอนินทรีย์

ในงานวิจัยนี้ต้องการตรวจสอบความเป็นระเบียบของโครงสร้างที่เปลี่ยนไปของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท ที่ได้จากกระบวนการสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยารีดักชันด้วยความร้อนของกราฟีนออกไซด์นาโนซีท

3.4.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

ในปัจจุบัน กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่นิยมใช้มีค่ากำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร โดยตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์นั้นไม่จำเป็นต้องมีขนาดบาง แต่ต้องเป็นวัตถุที่สามารถคงรูปได้ ที่สภาวะสุญญากาศ ในการสร้างภาพถ่ายสามารถทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากตกกระทบบนพื้นผิวของตัวอย่างที่มีความสูงแตกต่างกัน จึงทำให้ได้ภาพถ่ายแบบ 3 มิติ ซึ่งถูกนำมาใช้ในการศึกษา สัณฐานวิทยา และรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของสารตัวอย่างที่ต้องการตรวจวิเคราะห์

โดยในงานวิจัยนี้ ต้องการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของ นิกเกิล-โคบอลต์ สปินเนล และ การเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นที่พื้นผิวของ นิกเกิลโคบอลต์ สปินเนล เมื่อเกิดการเปลี่ยนสัดส่วน โดยการเพิ่ม rGO nanosheet ลงไปในสารตัวอย่าง รวมไปถึงการ สังเกตลักษณะการเปลี่ยนไปของขนาดของอนุภาคของ นิกเกิล-โคบอลต์ สปินเนล ที่สังเคราะห์ขึ้นได้

3.4.5 เทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDX)

เป็นเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ชนิด และปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่บริเวณพื้นผิวของสารที่ต้องการวิเคราะห์ เป็นกระบวนการวิเคราะห์ที่ทำงานร่วมกับ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งทำให้ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวนั้นมีความละเอียด และสมบูรณ์มากขึ้น โดยหลักการรักษาเสถียรภาพของอิเล็กตรอนในอะตอมของธาตุ จากการถูกชนของลำสงอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิด ซึ่งจะปล่อยพลังงานออกมาในรูปรังสีเอ็กซ์แบบค่าเฉพาะ (Characteristic x-ray) ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของธาตุแต่ละชนิด โดยรายงานผลออกมาในรูปของสเปกตรัม อีกทั้งยังเป็นการแสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพเพื่อหองค์ประกอบของธาตุเบื้องต้น และสามารถวิเคราะห์ในเชิงปริมาณ จากสัดส่วนปริมาณของธาตุที่มีอยู่ได้เช่นกัน เทคนิคนี้จึงสามารถทดแทนกระบวนการวิเคราะห์ชนิดธาตุองค์ประกอบที่ซับซ้อน และราคาสูงได้อีกด้วย

โดยในงานวิจัยนี้ มุ่งเน้นหาชนิด และสัดส่วนปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่เกิดจากการสังเคราะห์ของ นิกเกิลโคบอลต์ และตัวอย่างนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

3.4.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope: TEM)

เป็นเครื่องมือที่อาศัยลำแสงอิเล็กตรอนส่องผ่านตัวอย่าง ที่ผ่านการเตรียมตัวอย่างที่มีความหนาไม่เกิน 500 นาโนเมตร ใช้ศึกษารายละเอียดองค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในโครงสร้าง ผลึกของวัสดุ สามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพแบบลายเส้นได้ 0.2 นาโนเมตร มีกำลังขยายได้ต่ำสุด 50 เท่า และมีกำลังขยายสูงมากถึงประมาณ 800,000 เท่า ความต่างศักย์เร่งปรับได้ตั้งแต่ 10-120 กิโลโวลต์ โดยศึกษาข้อมูลจากอิเล็กตรอนที่ส่องผ่านวัสดุตัวอย่าง ให้ผลการวิเคราะห์ในลักษณะของภาพขยายที่มีรายละเอียดของโครงสร้างภายในที่กำลังขยาย 10,000-1,000,000 เท่า ซึ่งเป็นลักษณะของชั้นภาพที่ซ้อนกัน

งานวิจัยนี้ต้องการศึกษารูปแบบโครงสร้างภายในของ กราฟีนออกไซด์นาโนซีท และนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนนาโนคอมโพสิต และการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนนาโนคอมโพสิตจากกระบวนการสังเคราะห์ทางเคมี

3.4.7 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (Selected area electrons diffraction: SAED)

เป็นกระบวนการวิเคราะห์ที่ทำงานร่วมกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน โดนอาศัยการวัดค่าพลังงานการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนจากระนาบต่างๆของชิ้นงานวัสดุตัวอย่าง โดยมีรูปแบบการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) จะให้รายละเอียดของโครงสร้างการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในวัสดุ ซึ่งวัสดุที่มีโครงสร้างแบบผลึกจะเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบน 2 ชนิด คือ วัสดุแบบผลึกเดี่ยว (single crystalline) และ วัสดุแบบพหุผลึก (polycrystalline) นอกจากนี้ยังสามารถวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

งานวิจัยนี้ต้องการศึกษารูปแบบการจัดเรียงอะตอม และความเป็นผลึกของ กราฟีนออกไซด์นาโนชีท และนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนนาโนคอมโพสิต และการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนนาโนคอมโพสิต

3.4.8 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) และ Derivative Thermogravimetry (DTG)

เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรภาพทางความร้อนของสาร ซึ่งเป็นการวิเคราะห์น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงของวัสดุเมื่อได้รับความร้อนภายใต้สภาวะที่กำหนด และช่วงอุณหภูมิที่กำหนด สามารถควบคุมอัตราเร็วของการเพิ่มอุณหภูมิได้ โดยผลการวิเคราะห์จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับสมบัติทางความร้อน ความเสถียรภาพทางความร้อน เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และลักษณะการผ่านกระบวนการทางความร้อนของวัสดุ โดยเทคนิค TGA จะแสดงข้อมูลในรูปของร้อยละของน้ำหนักสารที่เปลี่ยนแปลงไป ในขณะที่ข้อมูลในส่วนของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTG จะเป็นการคำนวณข้อมูลที่ได้ให้อยู่ในรูปแบบของอัตราการสูญเสียของมวลต่อเวลาที่เปลี่ยนแปลงไป เพื่อเป็นการยืนยันช่วงของอุณหภูมิให้มีความแม่นยำ และชัดเจนมากขึ้น

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยต้องการศึกษาความเสถียรภาพทางความร้อนของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต โดยเปรียบเทียบกับนิกเกิลโคบอลต์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนชีท

3.4.9 การวิเคราะห์สถานะและองค์ประกอบทางเคมีของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

เป็นเทคนิคสำหรับการวิเคราะห์เพื่อหาชนิดธาตุองค์ประกอบ และสถานะทางเคมี (Chemical state) ของธาตุบริเวณพื้นผิวของวัสดุ ซึ่งอาศัยหลักการเกิดอันตรกิริยาระหว่างอะตอม กับโฟตอน (Photon, $h\nu$) โดยวัดสเปกตรัมจากค่าพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากอะตอม เปรียบเทียบกับค่า Binding energy (BE) จึงสามารถทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ได้จากสเปกตรัมที่เกิดขึ้น เนื่องจากการจัดเรียงอิเล็กตรอนในชั้นต่าง ๆ ของธาตุแต่ละชนิดไม่เหมือนกัน

3.4.10 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนด้วยวิธีการดูดซับและการคายซับของแก๊สไนโตรเจนด้วยวิธี Brunauer-Emmett-Teller (BET)

เป็นวิธีการหาพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area) และการกระจายตัวของขนาดรูพรุน (Pore size distribution) และปริมาตรของรูพรุนทั้งหมด (Total pore volume) อาศัยการใช้สมการจากทฤษฎีที่เหมาะสมมาคำนวณ ซึ่งจะได้มาจากข้อมูลดิบของกราฟไอโซเทอม (Isotherm) โดย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความดันสัมพัทธ์ (P/P0) กับปริมาตรหรือน้ำหนักของก๊าซที่ดูดซับ (Adsorption) และคายซับ (Desorption) ของวัสดุนั้น ๆ

โดยงานวิจัยนี้ต้องการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับ เพื่อหาปริมาณพื้นที่ผิว ขนาด และปริมาตรของรูพรุนที่เกิดขึ้นจากการเพิ่มความเข้มข้นของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท ในนิกเกิลโคบอลต์ไดต์น/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

3.4.11 Cyclic Voltammetry (CV)

เป็นเทคนิคสำหรับการตรวจวัดค่ากระแสไฟฟ้าที่เกิดของวัสดุตัวอย่างที่ตอบสนองต่อการเปลี่ยนแปลงของศักย์ไฟฟ้าที่ให้เข้าไปในวงจร เพื่อศึกษาถึงกลไกการเปลี่ยนแปลงอันเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาเคมี (Redox) รวมไปถึงกลไกเชิงกล (Electrostatic) ซึ่งเกิดขึ้น ณ บริเวณอันตรกิริยาระหว่างพื้นผิวสัมผัสของวัสดุที่ใช้ในการศึกษา และอิเล็กโทรไลต์ในระบบ การวิเคราะห์โดยเทคนิคนี้ต้องประกอบด้วยระบบขั้วไฟฟ้าทั้ง 3 ขั้ว คือ ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode) ขั้วไฟฟ้าช่วยทำงาน (Counter electrode) และขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode) กับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยต้องการศึกษา และเปรียบเทียบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของ นิกเกิล-โคบอลต์ไดต์ สปินเนล และ คอมโพสิต เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน และใช้แท่ง Pt เป็นขั้วไฟฟ้าช่วยทำงาน และใช้ขั้ว Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 6 โมลาร์

3.4.12 Galvanostatic Charge-Discharge (GCD)

เป็นเทคนิคที่ศึกษาความสามารถในการเก็บ และคายประจุไฟฟ้าของวัสดุที่ทดสอบ ซึ่งสามารถทำได้ด้วยการอัดประจุไฟฟ้าจากการจ่ายกระแสไฟฟ้าเข้าไปในระบบ จนวัสดุสามารถเก็บประจุไฟฟ้าได้ถึงค่าความต่างศักย์ที่กำหนด จากนั้นปล่อยวัสดุคายประจุไฟฟ้าภายในตัวเองออกสู่ระบบจากค่าความต่างศักย์ที่กำหนดไว้ จนกระทั่งไม่มีความต่างศักย์เกิดขึ้น (มีค่า potential = 0) โดยสามารถทำการวิเคราะห์ข้อมูลที่เกิดขึ้นได้จากลักษณะรูปร่างของกราฟ และเวลาที่ใช้ในการคายประจุของวัสดุที่ทดสอบ ซึ่งข้อมูลนี้สามารถนำมาคำนวณหาความจุไฟฟ้าจำเพาะของวัสดุ (Specific capacitance) ในแต่ละรอบของวงจรได้ รวมไปถึงคำนวณหาความหนาแน่นกำลังงาน (Power density) และความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) อีกทั้งยังสามารถเพิ่มจำนวนรอบการอัด-คายประจุไฟฟ้าเพื่อทำการทดสอบหาความเสถียรภาพของการใช้งานในระยะยาว (Cycle ability) ของวัสดุได้

บทที่ 4

การทดลอง และการอภิปรายผล

4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนชีท (rGO nano-sheets)

เพื่อทำความเข้าใจพฤติกรรม และพิสูจน์เอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนชีท (reduced graphene oxide nano-sheets, rGO) ที่สังเคราะห์ได้จากการทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยความร้อน (Thermal reduction) ของกราฟีนออกไซด์นาโนชีท (Graphene oxide nano-sheets, GO) ซึ่งเตรียมได้จากผงกราฟไฟต์อนุภาคตั้งต้นขนาดนาโนเมตร (Graphitic carbon-nanoflakes, Graphite) ด้วยเหตุนี้ จึงต้องใช้เทคนิค และเครื่องมือต่าง ๆ ในการตรวจสอบโครงสร้าง องค์ประกอบทางเคมี ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนชีทที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิคในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ได้ดังนี้

4.1.1 การตรวจวัดความเป็นผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction spectrometry)

จากรูปที่ 4.1 แสดงค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ rGO GO และกราฟไฟต์อนุภาคนาโนตามลำดับ พบว่าอนุพันธ์ธาตุคาร์บอนแต่ละชนิดให้ค่าองศาการเลี้ยวเบนที่ตำแหน่ง (2θ) ต่างกันอย่างชัดเจนดังนี้ คือกราฟไฟต์อนุภาคนาโนที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์มีค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่ง (2θ) เท่ากับ 26.41° ในขณะที่องศาการเลี้ยวเบนของอนุภาคนาโน GO และ rGO เกิดที่ตำแหน่ง (2θ) เท่ากับ 10.78° และ 23.81° ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างของกราฟไฟต์อนุภาคนาโนไปเป็น GO จากกระบวนการออกซิเดชัน และ rGO สามารถเกิดจากกระบวนการรีดักชันด้วยความร้อนของ GO ได้เช่นกัน โดยที่องศาการเลี้ยวเบนของสารทั้งสามชนิดนั้นมีระนาบผลึกชนิดเดียวกันคือ (002) ซึ่งเมื่อนำค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มาคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing) ของสารทั้งสาม ตามสมการของแบรกก์ (สมการที่ 3.2) พบว่าระยะห่างระหว่างระนาบของ กราไฟต์ (d_{Graphite}) GO (d_{GO}) และ rGO (d_{rGO}) คือ 3.37 \AA 8.20 \AA และ 3.73 \AA ตามลำดับ [61] โดยเมื่อนำค่าระยะห่างระหว่างระนาบใหม่มาเรียงลำดับใหม่ได้ดังนี้ $d_{\text{Graphite}} < d_{\text{rGO}} < d_{\text{GO}}$ พบว่าระยะห่างระหว่างระนาบของกราฟไฟต์มีค่าน้อยที่สุด เนื่องจากยังคงมีแรงระหว่างโมเลกุลแบบแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals force) ที่ระหว่างชั้นระนาบ จึงทำให้ระนาบผลึกสามารถอยู่ชิดติดกันได้มากที่สุด ในขณะที่ rGO อยู่ห่างกันอย่างอิสระ ถูกทำลายแรงยึดเหนี่ยว

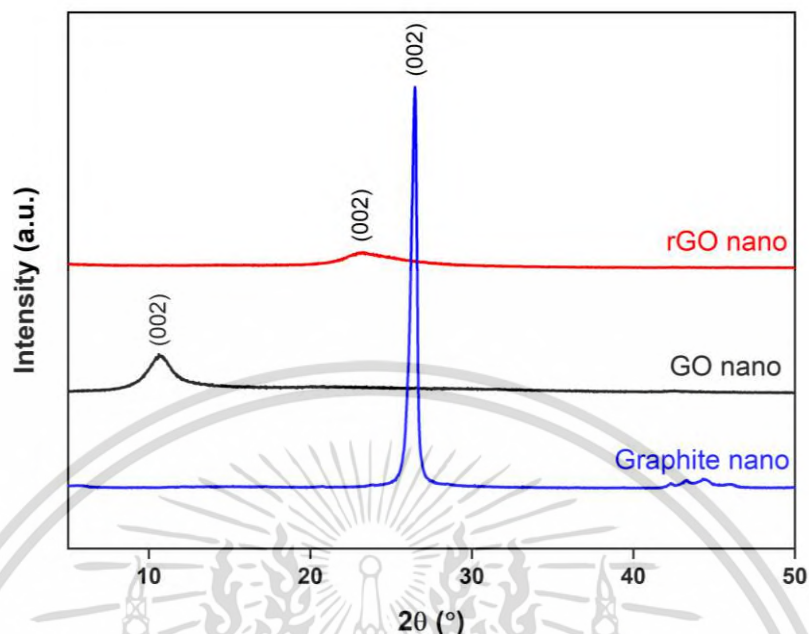
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระหว่างชั้นจากการกระบวนกรโซนิเคชัน (Sonication) อีกทั้งหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ บนระนาบบางส่วนได้ถูกกำจัดออกในขั้นตอนของการทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยความร้อน จึงทำให้มีค่าระยะห่างระหว่างระนาบมากกว่าของกราฟไฟต์เล็กน้อย แต่ยังคงน้อยกว่าระยะห่างระหว่างระนาบของ GO [62] ซึ่งถึงแม้ว่าระนาบชั้นของ GO ถูกแยกออกมาอย่างอิสระเช่นเดียวกับ rGO แต่ยังคงมีองค์ประกอบของหมู่ฟังก์ชันจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน ที่พื้นผิวระนาบบริเวณไฮบริดส์ sp^3 และหมู่ฟังก์ชันเหล่านี้มีความมีขั้วสูงจึงทำให้โมเลกุลของน้ำสามารถเข้ามาแทรกตัวที่บริเวณระหว่างชั้นระนาบได้เช่นกัน จึงทำให้สามารถมีค่าระยะห่างระหว่างระนาบได้ตั้งแต่ประมาณ 5 Å จนถึง 9 Å โดยขึ้นอยู่กับปริมาณของหมู่ฟังก์ชัน และโมเลกุลของน้ำที่ระนาบระหว่างชั้น [56] อีกหนึ่งชุดข้อมูลที่ได้จากการตรวจวัดค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ คือค่าความกว้างของพีคที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของความสูงสัญญาณ (Full width at half maximum: FWHM) ดังแสดงได้จากตารางที่ 4.1 ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นทุกครั้งหลังจากผ่านกระบวนการสังเคราะห์เพื่อเปลี่ยนจากกราฟไฟต์เป็น GO และกระบวนการรีดักชันด้วยความร้อนของ rGO คือ 0.48 2.57 และ 5.92 ตามลำดับ ซึ่งแสดงถึงความเป็นออสัณฐานที่เพิ่มมากขึ้นของโครงสร้างผลึกของสาร เนื่องจากความไม่เป็นระเบียบของชั้นโครงข่ายกราฟไฟต์ที่เกิดจากกระบวนการออกซิเดชันเพื่อเติมหมู่ฟังก์ชันที่ระหว่างชั้นระนาบของ GO และเมื่อโครงข่ายหลุดเป็นอิสระต่อกันของ rGO ที่มีขนาดหรือรูพรุนต่างกันจากการถูกกำจัดหมู่ฟังก์ชันออก จึงทำให้ความเป็นออสัณฐานเพิ่มมากขึ้น

จากข้อมูลที่ได้จากการตรวจวัดค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จึงทำให้สามารถอธิบายได้ว่า GO ที่ได้จากการสังเคราะห์จาก Graphite เมื่อผ่านกระบวนการรีดักชันด้วยความร้อนภายใต้สภาวะอากาศปกติ ทำให้สามารถเกิดการรีดิวซ์หมู่ฟังก์ชันที่บริเวณ sp^3 ของระนาบชั้น GO เปลี่ยนเป็น rGO ได้

ตารางที่ 4.1 แสดงข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

Samples	2θ (°)	θ (°)	FWHM	d-spacing (Å)
Graphite nano	26.41	13.20	0.48	3.37
GO nano	10.78	5.389	2.57	8.20
rGO nano	23.80	11.91	5.93	3.73



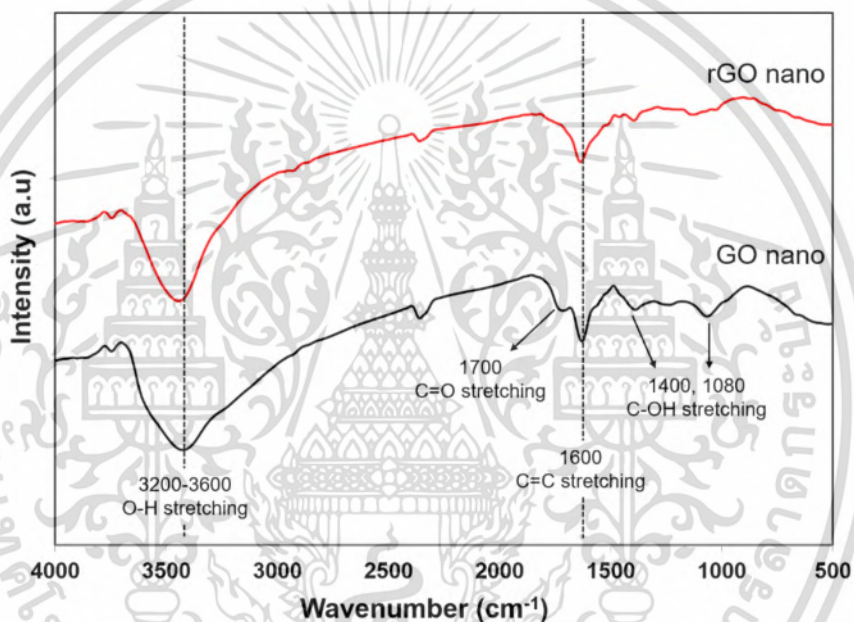
รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของกราฟไฟต์อนุภาคขนาดนาโน (Graphite nano) กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (GO nano) และ รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO nano)

4.1.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)

การสังเคราะห์ GO ด้วยกระบวนการดัดแปลงเทคนิคของฮัมเมอร์ (Modified Hummer's method) โดยมีกราฟไฟต์เป็นสารตั้งต้น เป็นการเพิ่มหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ เช่น หมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอนิล หรือหมู่แอลคอกซี เป็นต้น เข้าไปในโครงสร้างที่ชั้นระหว่างระนาบคาร์บอนที่ตำแหน่งไฮบริดไดซ์ sp^3 สามารถอธิบายได้จากผลการตรวจวัดการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของเทคนิค FT-IR ที่สอดคล้องแสดงในรูปที่ 4.2 ที่แสดงสเปกตรัมของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในตำแหน่งคลื่นต่าง ๆ ของ GO และ rGO ที่ได้จากการกระบวนการสังเคราะห์ในการทดลอง พบว่าปรากฏพิกัดสัญญาณสำคัญในสารทั้งสองชนิดคือ ที่ช่วงเลขคลื่นประมาณ $3200-3600\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นค่าเอกลักษณ์การสั่นเฉพาะของพันธะ -OH แบบยืดหด (stretching) ซึ่งเป็นองค์ประกอบของหมู่คาร์บอกซิล หมู่ไฮดรอกซิล รวมไปถึงโมเลกุลของน้ำ ต่อมาที่เลขคลื่นประมาณ 1600 cm^{-1} เป็นค่าเอกลักษณ์การสั่นเฉพาะของพันธะ C=C แบบยืดหด แสดงถึงองค์ประกอบของโครงข่ายกราฟีนที่มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบ และมีไฮบริดไดซ์แบบ sp^2 ซึ่งบอกลถึงความเป็นวงอะโรมาติกในโครงสร้างระนาบแบบ 2 มิติ [62] นอกจากนี้ยังพบสัญญาณค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1700 cm^{-1} เป็นเอกลักษณ์การสั่นเฉพาะของพันธะ C=O แบบยืดหด เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

องค์ประกอบของหมู่ คาร์บอนิล และหมู่คาร์บอกซิล และที่เลขคลื่นตำแหน่ง 1400 และ 1080 cm^{-1} ทั้งสองเป็นค่าเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ C-OH แบบยืดหด บอกถึงองค์ประกอบของหมู่แอลคอกซี ซึ่งค่าการดูดกลืนรังสีพบได้เฉพาะ GO แต่ไม่พบใน rGO เนื่องจากเกิดการระเหยอย่างรวดเร็วของโมเลกุลน้ำที่ตำแหน่งระนาบระหว่างชั้น และเกิดการกำจัดหมู่ฟังก์ชันออกจากโครงสร้างด้วยปฏิกิริยาเคมีรีดักชันด้วยความร้อนภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติ ทำให้พบเพียงสัญญาณของวงอะโรมาติกจากโครงข่ายคาร์บอนของชั้นระนาบกราฟีน หมู่คาร์บอกซิล หมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอนิลที่เหลือบางส่วน และโมเลกุลน้ำจากความชื้น



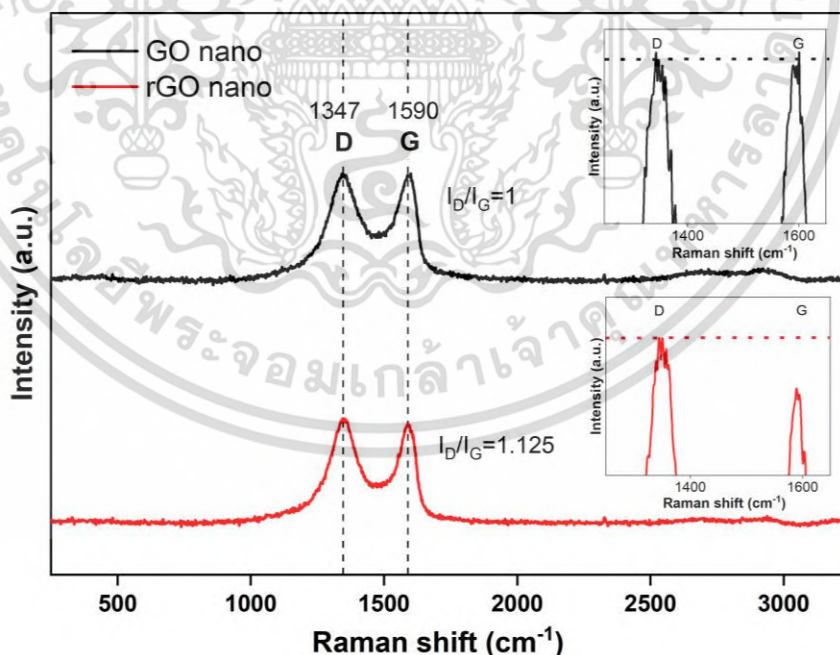
รูปที่ 4.2 สเปกตรัม FT-IR แสดงสัญญาณพันธะเอกลักษณ์ของกราฟีนออกไซด์นาโนซีท (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO)

4.1.3 เทคนิควิเคราะห์รามาน (Raman Spectroscopy)

การเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างที่สำคัญจากการเกิดกระบวนการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของ GO จากกระบวนการ top-down โดยมีกราฟิโตนุภาคขนาดนาโนเป็นสารตั้งต้น จากนั้นทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยความร้อนเพื่อกำจัดหมู่ฟังก์ชันได้ผลิตภัณฑ์เป็น rGO สามารถแสดงสัญญาณสเปกตรัมรามานได้ดังรูปที่ 4.3 สัญญาณการกระเจิงของเลเซอร์พลังงานสูงที่เหลือจากการดูดซับของพันธะของสารในโครงสร้าง ซึ่งสเปกตรัมรามานของ GO เกิดสัญญาณ G-band ขึ้นที่เลขคลื่น 1590 cm^{-1} คือค่าสัญญาณการกระเจิง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของแสงชุดแรกที่เกิดจากการสั่นของระนาบ 2 มิติของโครงข่ายคาร์บอน และเกิดสัญญาณ D-band ขึ้นที่เลขคลื่น 1347 cm^{-1} คือค่าสัญญาณที่แสดงถึงความไม่เป็นระเบียบที่เกิดขึ้นภายในโครงข่ายคาร์บอน [63] สเปกตรัมรามานที่สองตำแหน่งนี้ แสดงให้เห็นว่าเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้อย่างดีในขั้นตอนการสังเคราะห์ และเกิดการลดขนาดของโครงข่ายคาร์บอนที่ตำแหน่งไฮบริดเซชัน sp^2 ลง ซึ่งจากการวิจัยของ S. Stankovich และคณะ พบว่าสเปกตรัมรามานของกราฟไฟต์ จะเกิดที่เลขคลื่นประมาณ 1581 cm^{-1} เพียงตำแหน่งเดียว ซึ่งเกิดจากการกระเจิงของแสงครั้งแรก (First-order scattering) ของระบบ E_{2g} [64] ต่อมารามานสเปกตรัมของ rGO ประกอบด้วยแถบสัญญาณ G และ D ที่ตำแหน่งเลขคลื่นเดียวกันกับ GO แต่อย่างไรก็ตามมีการเปลี่ยนแปลงของสัดส่วนของความเข้มสัญญาณ D ต่อ G (I_D/I_G) แสดงดังรูปแทรก 4.3 ซึ่งเมื่อเทียบค่าสัดส่วน I_D/I_G ของ GO มีค่าเท่ากับ 1 ในขณะที่ I_D/I_G ของ rGO มีค่าเท่ากับ 1.125 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าขนาดเฉลี่ยของโครงข่ายคาร์บอน sp^2 มีขนาดเล็กลงจากการเกิดรีดักชันทำให้เกิดการ exfoliation ของ GO และการที่สัญญาณรามานมีตำแหน่งของแถบ D และ G ที่ความเข้มสูงชัดเจนแสดงได้ว่าโครงข่ายที่เกิดขึ้นนั้นมีความเป็นผลึกขนาดเล็ก [61] อีกทั้งยังเป็นเหตุผลได้ว่าถ้าหากเกิดการรวมตัวของแผ่นกราฟีนเป็นกราฟไฟต์อีกครั้งที่มีขนาดเล็กลงจากเดิม และมีปริมาณที่เพิ่มมากขึ้น

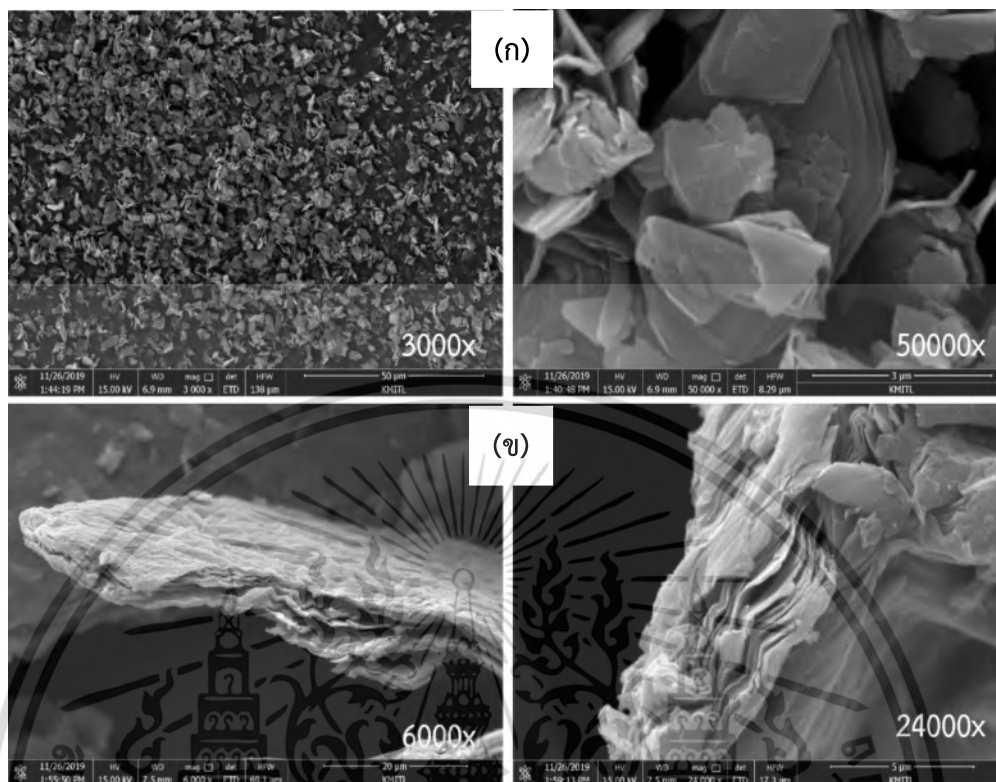


รูปที่ 4.3 รามานสเปกตรัมของกราฟีนออกไซด์นาโนซีท (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.4 ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

ลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่บริเวณพื้นผิวของ rGO นาโนซีทที่สังเคราะห์ได้จากผงกราฟไฟต์ อนุภาคนาโน โดยภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงดังรูป 4.4 แสดงให้เห็นว่า ภาพถ่าย (ก) ผงกราฟไฟต์อนุภาคนาโนที่กำลังขยาย 3000 เท่า มีลักษณะเป็นเกล็ดละเอียดขนาดเล็กรวมกัน กระจายตัวได้ดี และเมื่อเพิ่มกำลังขยายเป็น 50000 เท่า (ภาพขวา) สังเกตเห็นได้ว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นชั้นเหลื่อมซ้อนกันเป็นชั้นอย่างชัดเจน และยังคงกระจายตัวได้ดี ต่อมาเมื่อนำผงกราฟไฟต์ อนุภาคนาโนมาทำกระบวนการสังเคราะห์ทางเคมี และเชิงกล รวมไปถึงการรีดักชันด้วยความร้อนจนได้ผลิตภัณฑ์เป็นรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์นาโนซีท ดังภาพ 4.4 (ค) ที่กำลังขยาย 6000 เท่า (ซ้าย) มีลักษณะเป็นแผ่นรวมซ้อนกันเป็นชั้นหนา มีพื้นผิวขรุขระ และเมื่อเพิ่มกำลังขยายที่ 24000 เท่า (ขวา) แสดงได้อย่างชัดเจนว่ามีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มบางซ้อนเป็นชั้นจำนวนมาก เนื่องจากในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด จะต้องเตรียมตัวอย่างให้ปราศจากความชื้น ดังนั้นการเตรียมกราฟไฟต์จึงต้องผ่านกระบวนการอบแห้งก่อนการวิเคราะห์ ทำให้แผ่นชั้นรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์ทั้งสองขนาด เกิดการกลับมารวมตัวเป็นชั้นหนาอีกครั้ง จึงเป็นเหตุทำให้สังเกตการกระจายตัวอย่างอิสระของแผ่นรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์ด้วยเทคนิคนี้ได้ยาก



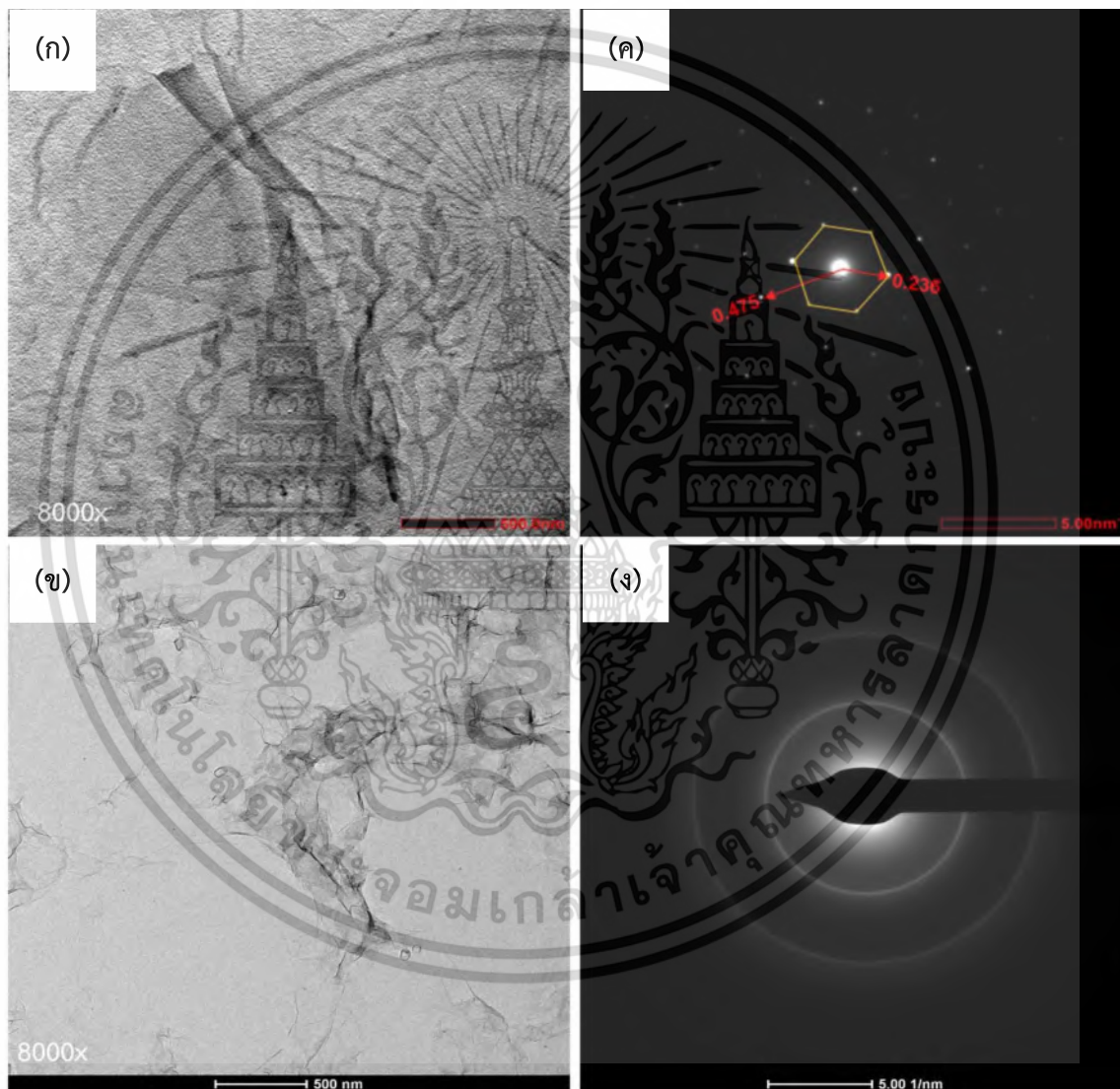
รูปที่ 4.4 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 3000x 6000x 2400x และ 50000x ของ (ก) กราฟต์อนุภาคนาโน และ (ข) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท

4.1.5 ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และการวัดการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED)

การวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) เป็นการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างภายในที่กำลังขยาย 8000 เท่า ของ GO และ rGO นาโนซีท ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (ก) และ (ข) ตามลำดับ โดยที่พบว่า GO นาโนซีทมีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มบาง มีรอยยับย่นอย่างชัดเจน ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับ rGO นาโนซีท กลับพบว่ามีลักษณะเป็นแผ่นเช่นกันแต่บางกว่ามาก และมีลักษณะเป็นริ้วยับย่น นอกจากนี้ที่รูป 4.5(ค) และ(ง) เป็นภาพแสดงลักษณะการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED) ของ GO และ rGO นาโนซีทตามลำดับ ซึ่งพบว่า GO นาโนซีทมีรูปแบบการเลี้ยวเบนเป็นระเบียบแบบจุด (Spot pattern) เนื่องจากการเรียงตัวของอะตอมในโครงสร้างเกิดการเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ และมีระยะการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนในชั้นแรกๆ ที่ 0.236 นาโนเมตร และชั้นที่สอง 0.475 นาโนเมตร ซึ่งมีค่าเป็นสองเท่าของชั้นแรก และลักษณะสมมาตรเป็นวงหกเหลี่ยม (Hexagonal) จึงสรุปได้ว่าเป็นการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จัดเรียงตัวแบบผลึกเดี่ยว (Single crystalline) ของ GO นาโนซีท ในขณะที่ rGO นาโนซีทมีลักษณะการ
 เลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนเป็นแบบวงแหวน (Ring pattern) เนื่องจากการเรียงตัวของอะตอมในโครงสร้าง
 มีความเป็นระเบียบลดลง จึงมีความเป็นอสัณฐานสูง ซึ่งสอดคล้องกับผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค
 XRD และเทคนิครามานดังกล่าวก่อนหน้านี้

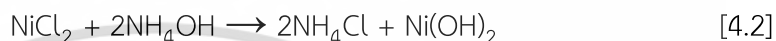
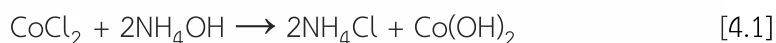


รูปที่ 4.5 ภาพแสดงลักษณะทางโครงสร้างจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ที่
 กำลังขยาย 8000x (ก) GO (ข) rGO นาโนซีท และลักษณะการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือก
 พื้นที่ (SAED) ของ (ค) GO และ (ง) rGO นาโนซีท

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄ and NiCo₂O₄/rGO)

การสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลไตต์ (NiCo₂O₄) โครงสร้างสปีเนลด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมสามารถเขียนเป็นสมการเคมีได้ดังนี้ [65]



ในสมการที่ (4.1) และ (4.2) เป็นขั้นตอนที่เกิดขึ้นในขณะที่ทำการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลไตต์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมจากสารตั้งต้นโคบอลต์คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (CoCl₂·6H₂O) และนิกเกิลคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (NiCl₂·6H₂O) ภายใต้สภาวะที่เป็นเบสโดยการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จะเกิดสารตัวกลางพรีเคอร์เซอร์คือโคบอลต์ไฮดรอกไซด์ (Co(OH)₂) และนิกเกิลไฮดรอกไซด์ (Ni(OH)₂) สมการที่ (4.3) แสดงปฏิกิริยารีดักชันที่เกิดขึ้นในขณะที่ทำการเผาแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ได้สารผลิตภัณฑ์ผงสีดำละเอียดคือ นิกเกิลโคบอลไตต์สปีเนล และทำการเตรียมสารนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO) โดยการเติมกราฟีนออกไซด์นาโนซีทในปริมาณสัดส่วนที่ต่างกันร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก (wt%) ซึ่งลักษณะทางกายภาพที่ได้เป็นผงสีดำทุกตัวอย่าง เนื่องจากนิกเกิลโคบอลไตต์มีลักษณะเป็นสีดำ และเมื่อเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทลงไปจึงไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีของผลิตภัณฑ์สารตัวอย่าง

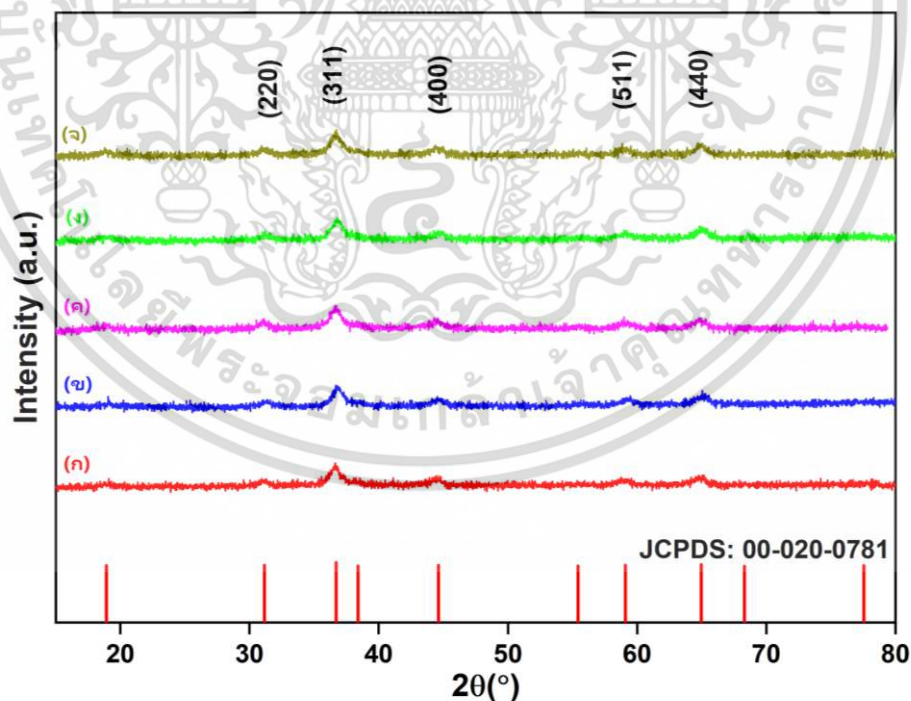
4.2.1 การตรวจวัดความเป็นผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction spectrometry)

การศึกษารายละเอียดโครงสร้างความเป็นผลึกของนิกเกิลโคบอลไตต์สปีเนล (NiCo₂O₄) และนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO nanocomposite) ที่สัดส่วนการเติมกราฟีนออกไซด์นาโนซีท (GO nano-sheets) ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก (wt%) เปรียบเทียบกับนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์คอมโพสิต (NiCo₂O₄/1.0rGO) ที่การเติมกราฟีนออกไซด์อนุภาคขนาดปกติในปริมาณร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 4.6 พบว่าตำแหน่งการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างทั้งหมด มีพีคเอกลักษณ์ปรากฏขึ้นชัดเจนในตำแหน่งการเลี้ยวเบน (2θ) ที่ 31.13° 36.62° 44.69° 58.91° และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

64.99° ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบน (XRD pattern) ที่ข้อมูลมาตรฐานของ นิกเกิลโคบอลต์ไดต์ (NiCo₂O₄, JCPDS: 00-020-0781) ซึ่งมีพีคเอกลักษณ์ตำแหน่งที่ 31.1° 36.7° 44.6° 59.1° และ 64.9° ตามลำดับ โดยมีระนาบการเลี้ยวเบน (hkl) คือ (220) (311) (400) (511) และ (440) ตามลำดับ โดยที่การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในนิกเกิลโคบอลต์ไดต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO) ที่ความเข้มข้นของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ร้อยละ (ข) 0.1 (ค) 0.5 (ง) 1.0 และ (จ) 2.0 โดยน้ำหนัก (wt%) ไม่ปรากฏพีคเอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ทั้งสองขนาดอนุภาค เนื่องจากปริมาณการเติม rGO ลงในนิกเกิลโคบอลต์ไดต์มีปริมาณที่น้อยมาก

ในส่วนของการคำนวณหาขนาดผลึกของ NiCo₂O₄ และสารคอมโพสิตต่าง ๆ ที่สังเคราะห์ได้จากการระบวนการตกตะกอนร่วม ซึ่งมีขนาดผลึกเฉลี่ยที่ประมาณ 22.08 นาโนเมตร [60] โดยคำนวณได้จากสมการของ Debye-Scherrer ในสมการที่ (3.3) ในขณะที่ rGO มีค่าขนาดผลึกเฉลี่ยที่ประมาณ 10.59 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดเล็กกว่า NiCo₂O₄ ถึง 2 เท่า แสดงให้เห็นว่าค่าสัญญาณที่สามารถตรวจวัดได้ของ NiCo₂O₄ นั้นมีรูปแบบโครงสร้างผลึกขนาดนาโนเช่นกัน จึงทำให้สัญญาณไปบดบังพีค และไม่สามารถตรวจจับสัญญาณของ rGO ในโครงสร้างทำให้ไม่สามารถปรากฏพีคเอกลักษณ์ของ rGO ได้



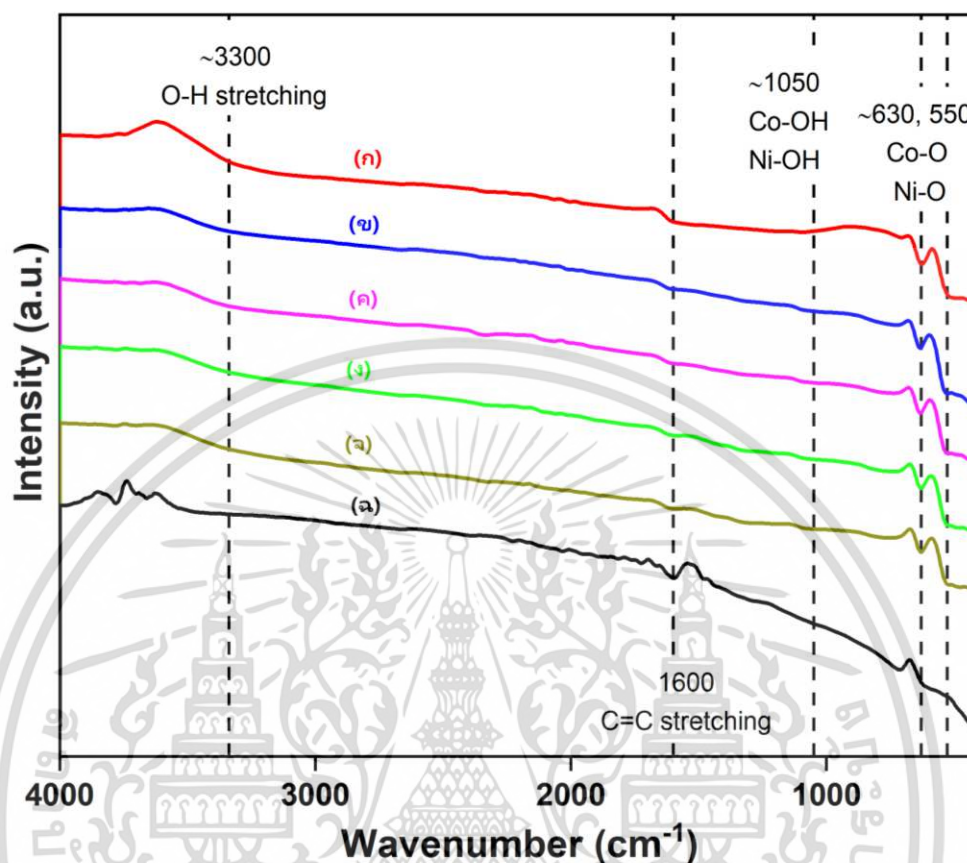
รูปที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD patterns) ของ (ก) NiCo₂O₄ (ข) NiCo₂O₄/0.1rGO (ค) NiCo₂O₄/0.5rGO (ง) NiCo₂O₄/1.0rGO และ (จ) NiCo₂O₄/2.0rGO

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของนิกเกิลโคบอลต์ไดต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) ที่การเติมกราฟีนออกไซด์นาโนซีทในความเข้มข้นต่าง ๆ ด้วยการตรวจวิเคราะห์การดูดกลืนพลังงานแสงอินฟราเรดของพันธะเคมีในโครงสร้างโดยเทคนิค FT-IR ดังรูปที่ 4.7 พบว่าที่การเติมกราฟีนออกไซด์นาโนซีทปริมาณร้อยละ (ข) 0.1 (ค) 0.5 (ง) 1.0 และ (จ) 2.0 โดยน้ำหนัก ปรากฏสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่เลขคลื่นประมาณ 3300 cm^{-1} คือสเปกตรัมเอกลักษณ์การสั่นเฉพาะของพันธะ -OH แบบยืดหด โดยพบสัญญาณสเปกตรัมเช่นเดียวกันใน (ก) NiCo_2O_4 และ (ฉ) rGO ซึ่งเป็นองค์ประกอบของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิล (-COOH) หมู่ไฮดรอกซิล (-OH) และโมเลกุลของน้ำ ภายในช่องว่างของโครงสร้าง ต่อมาที่เลขคลื่น 1600 cm^{-1} คือสเปกตรัมเอกลักษณ์การสั่นเฉพาะของพันธะ C=C แบบวงอะโรมาติก ซึ่งพบในสารคอมโพสิตและ rGO ซึ่งคือส่วนของวงอะโรมาติกของโครงข่ายคาร์บอนในราบ 2 มิติ และที่เลขคลื่นประมาณ 1050 cm^{-1} 630 cm^{-1} และ 550 cm^{-1} พบเฉพาะในสารคอมโพสิต และ NiCo_2O_4 โดยที่ตำแหน่ง 1050 cm^{-1} คือสเปกตรัมเอกลักษณ์การสั่นเฉพาะของพันธะ Co-OH และ Ni-OH แบบยืดหด ซึ่งเป็นส่วนขององค์ประกอบของสารพีเคอร์เซอร์ ($\text{Co}(\text{OH})_2$ และ $\text{Ni}(\text{OH})_2$) ที่ได้จากขั้นตอนการตกตะกอนร่วมของ NiCo_2O_4 ซึ่งส่งผลโดยตรงให้เกิดการสั่นของพันธะ Co-O Ni-O แบบยืดหดที่ตำแหน่ง 550 cm^{-1} และที่ตำแหน่ง 630 cm^{-1} เป็นผลจากสั่นแบบหมุนของพันธะ Co(III)-O ในโครงสร้างแบบสปิเนล [66, 67]

จากการวิเคราะห์ ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างนิกเกิลโคบอลต์ไดต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) แสดงได้ว่าการสังเคราะห์สารคอมโพสิตที่ทุกความเข้มข้นมีส่วนประกอบจากนิกเกิลโคบอลต์ไดต์ (NiCo_2O_4) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท(rGO) เป็นองค์ประกอบ



รูปที่ 4.7 สเปกตรัม FT-IR แสดงสัญญาณพันธะเอกลักษณ์ของ (ก) NiCo_2O_4 (ข) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$ (ค) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}$ (ง) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}$ (จ) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$ และ (ฉ) rGO

4.2.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี และสถานะทางเคมี (Chemical state) ด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

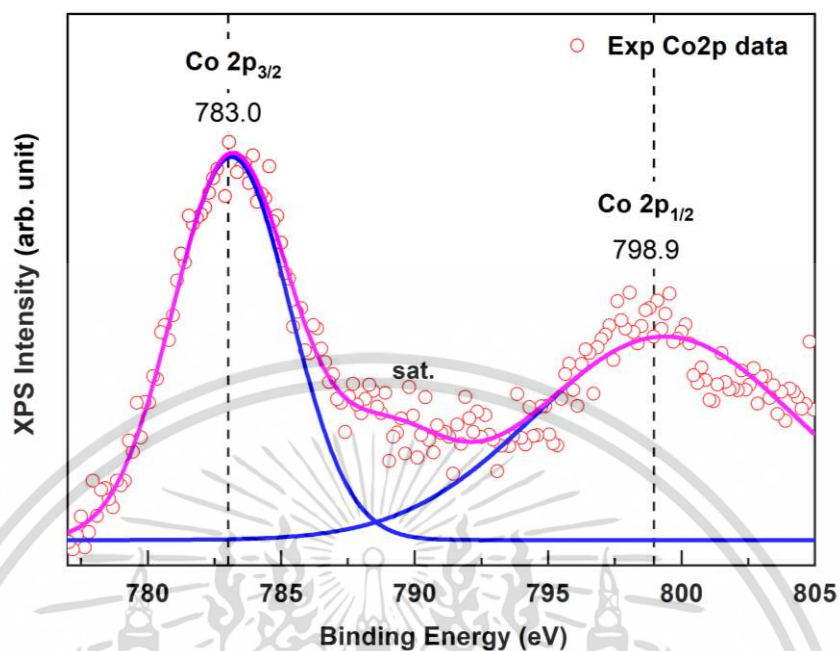
จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS ของธาตุโคบอลต์ (Co) ในนิกเกิลโคบอลต์ออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีน ออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$) ได้สเปกตรัม $\text{Co}2p$ ดังแสดงรูปที่ 4.8 พบว่าที่ตำแหน่งของการ spin-orbit ของ $\text{Co}2p_{3/2}$ มีค่า Binding energy (BE) อยู่ที่ 783.0 eV และที่ตำแหน่ง $\text{Co}2p_{1/2}$ มีค่า Binding energy (BE) อยู่ที่ 798.9 eV ในขณะที่พบสัญญาณอ้างอิง (Sat.) เฉพาะของ $\text{Co}2p_{3/2}$ เท่านั้น โดยที่มีความเข้มของสัญญาณต่ำมาก ซึ่งข้อมูลของค่าสเปกตรัมที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Anne C. Co. และคณะ [52] ซึ่งแสดงถึงสัญญาณ High spin

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

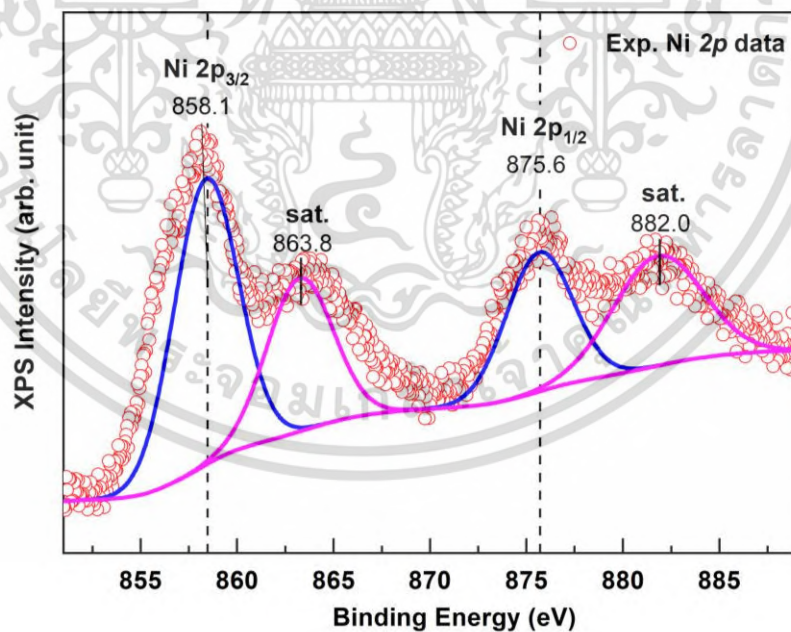
ของ Co^{2+} และค่าสัญญาณอ้างอิงที่ต่ำของ $\text{Co}2p_{3/2}$ และพฤติกรรมพีคแบบสมมาตร (Asymmetry peak) ของ $\text{Co}2p_{1/2}$ คือการไม่มีตำแหน่งค่าสัญญาณอ้างอิงเพราะเป็นลักษณะของ Co^{3+} ใน Co_3O_4 แบบสปินเนล ($\text{Co}^{\text{II}}\text{Co}^{\text{III}}_2\text{O}_4$) เนื่องจากมีการกระจายตัวของสถานะทางเคมีได้หลายลักษณะพร้อมกัน (0 +2 +3 และ +4) ทำให้รูปแบบของสเปกตรัมที่เกิดขึ้นไม่เป็นพีคชัดเจนแบบ Co^{2+} ใน CoO และเกิดค่าสัญญาณอ้างอิงได้ไม่ดี [68]

ในขณะที่ผลการวิเคราะห์ XPS ของธาตุ निकเกิล (Ni) ได้สเปกตรัม Ni2p ดังแสดงในรูปที่ 4.9 พบว่าที่ตำแหน่ง spin-orbit ของ Ni2p_{3/2} มีค่า BE ที่ 858.1 eV และ Ni2p_{1/2} ที่ 875.6 eV ซึ่งพบตำแหน่งของพีคค่าสัญญาณอ้างอิงของทั้งสองพีคได้อย่างชัดเจนที่ 863.8 eV และ 882.0 eV ตามลำดับ โดยที่สเปกตรัมของ Ni2p_{3/2} และ Ni2p_{1/2} แสดงลักษณะพีคแบบสมมาตรกับจำนวนค่าสัญญาณอ้างอิง และมีระยะห่างระหว่างสัญญาณที่ 6 eV ซึ่งเป็นลักษณะเอกลักษณ์ของสถานะทางเคมีของ Ni^{2+} เช่นเดียวกับผลการทดสอบของ Fei, y. และคณะ (2013) [69] อีกทั้งยังสอดคล้องกับข้อมูลการพิสูจน์เอกลักษณ์ดังที่กล่าวข้างต้น ที่องค์ประกอบของสารที่ได้จากการทดลองนี้คือ NiCo_2O_4 ที่มีโครงสร้างแบบสปินเนล

จากข้อมูลการวิเคราะห์ธาตุคาร์บอน ในสารคอมโพสิตได้สเปกตรัม C1s ดังรูปที่ 4.10 พบตำแหน่งของสัญญาณที่ 285.1 286.3 287.9 และ 289.8 eV ซึ่งเป็นสัญญาณการ Orbit-spin ของอะตอมธาตุคาร์บอนที่พันธะ C-C C-O C=O และ $\pi-\pi^*$ ตามลำดับ [70] โดยสัญญาณ C-C แสดงถึงธาตุคาร์บอนแบบ sp^3 ในส่วนของพื้นผิวโครงข่ายระนาบกราฟีนที่ได้จากการสังเคราะห์ และมีบางส่วนเป็นอสัณฐาน (Amorphous carbon) และสัญญาณของ $\pi-\pi^*$ ที่เกิดขึ้นแสดงให้เห็นว่ามีการเกิด π -conjugate เกิดขึ้นในโครงสร้างของวัสดุ ซึ่งเป็นพฤติกรรมของกราฟีน ที่ได้จากการรีดักชันด้วยความร้อน นอกจากนี้ยังมีสัญญาณของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ บ่งชี้ชัดว่ากราฟีนออกไซด์นาโนชีท (GO) ได้ถูกรีดิวซ์เป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนชีทบางส่วน (rGO) และยังคงมีหมู่ฟังก์ชันเหลืออยู่บนโครงข่ายระนาบกราฟีน [71, 72]

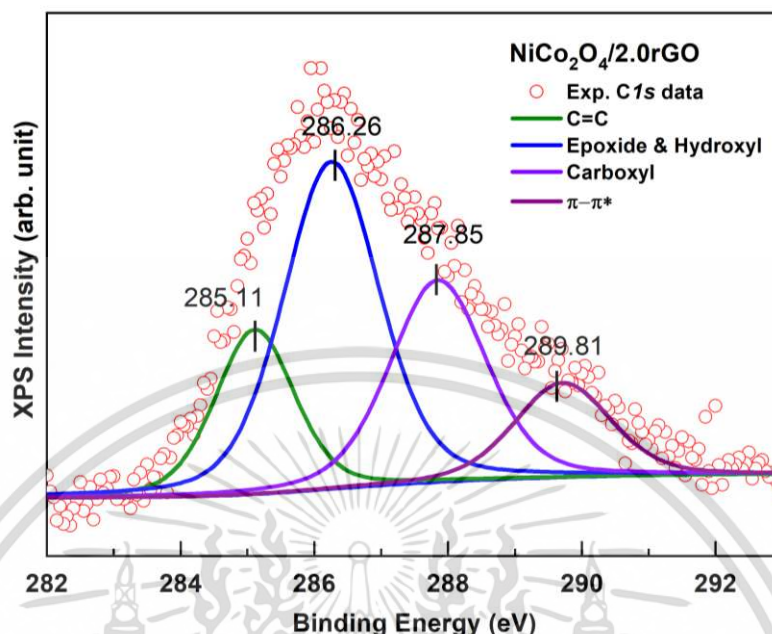


รูปที่ 4.8 XPS spectra Co2p ของ NiCo₂O₄/2.0rGO



รูปที่ 4.9 XPS spectra Ni2p ของ NiCo₂O₄/2.0rGO

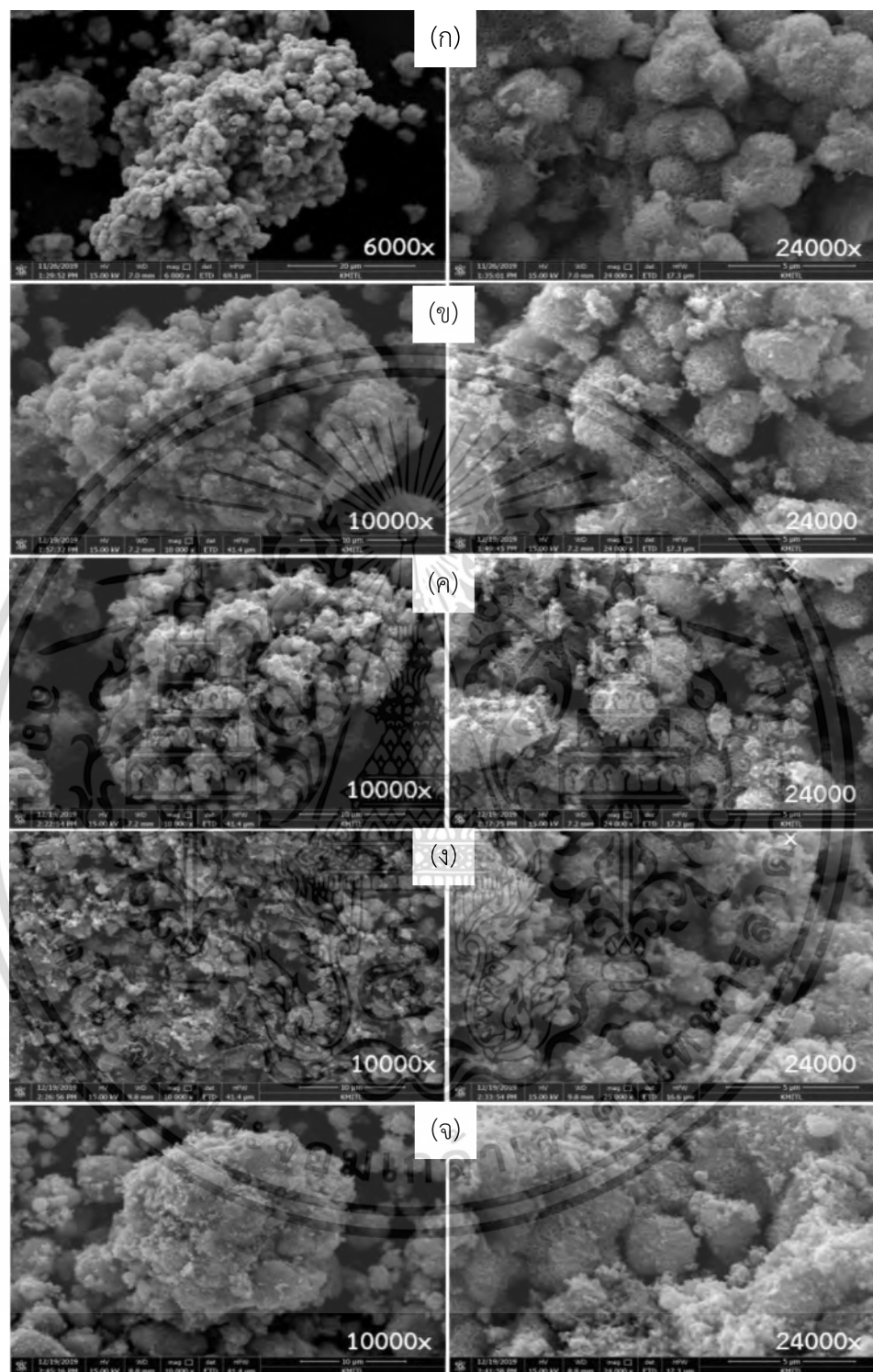
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 XPS spectra C1s ของ NiCo₂O₄/2.0rGO

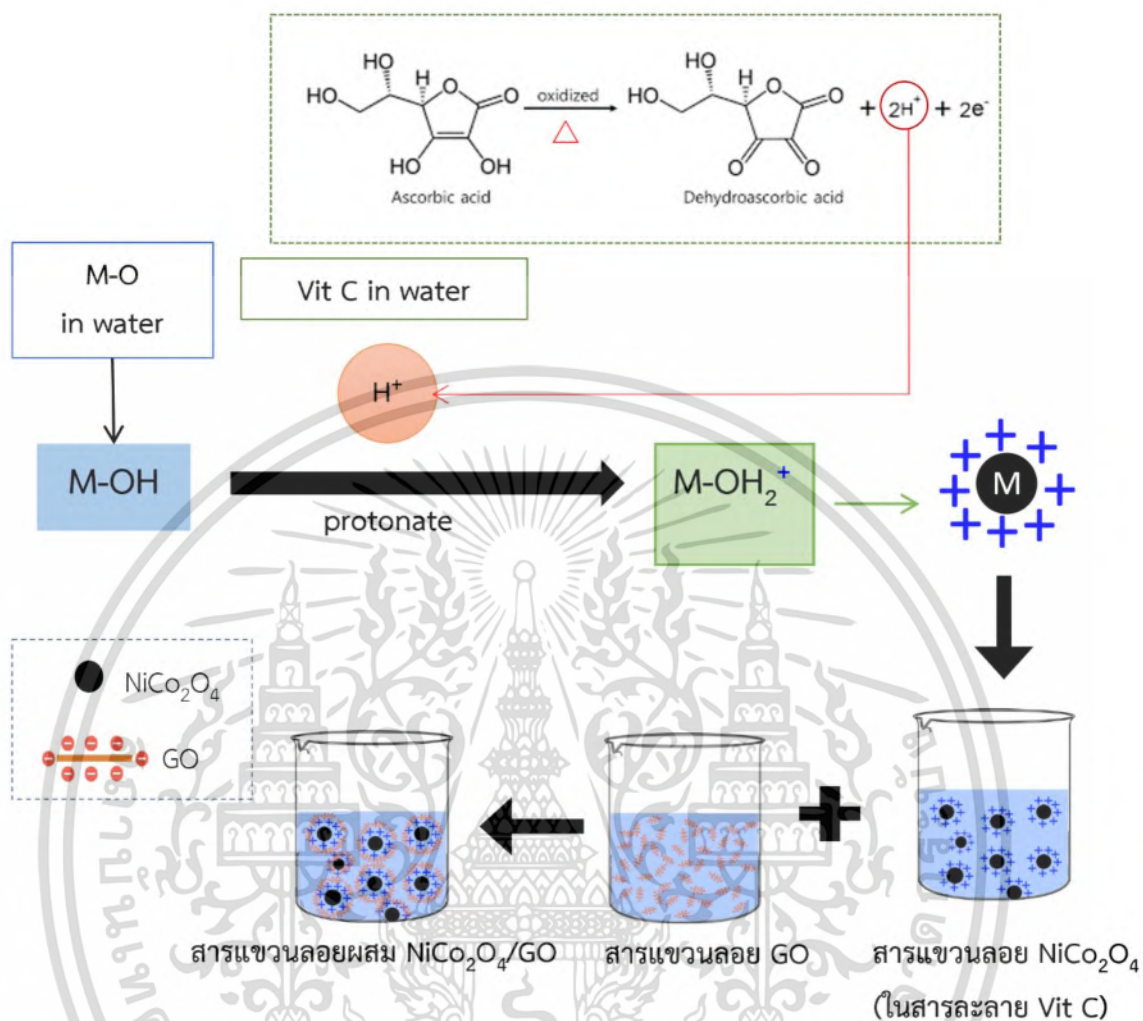
4.2.4 ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของนิกเกิลโคบอลต์ไดต์ (NiCo₂O₄) และนิกเกิลโคบอลต์ไดต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO) โดยเทคนิคการวิเคราะห์จากภาพถ่ายอิเล็กตรอนจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย 6000 เท่า 10000 เท่า และ 24000 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 4.11 พบว่าโดยรวมทั้งหมดมีลักษณะกระจายตัวเป็นกลุ่มก้อนใหญ่ โดยเฉพาะ (ก) NiCo₂O₄ ที่กำลังขยาย 24000 เท่า (ซ้าย) ปรากฏลักษณะพื้นผิวเป็นก้อนกลม ผิวขรุขระ เป็นเกล็ดคล้ายกลุ่มดอกไม้ขนาดเล็ก (Microflowers-like) และในขณะที่ (ข) NiCo₂O₄/0.1rGO (ค) NiCo₂O₄/0.5rGO (ง) NiCo₂O₄/1.0rGO และ (จ) NiCo₂O₄/2.0rGO ที่มีปริมาณการเติมกราฟีนออกไซด์นาโนซีทเพิ่มขึ้นตามลำดับ พบว่าปริมาณรอบยับย่น และความขรุขระที่พื้นผิวลดลงอย่างชัดเจน รวมไปถึงลักษณะความเป็นดอกไม้ทรงกลมขนาดเล็กลดลงตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าคอมโพสิตที่เกิดขึ้น สามารถเกิดการรวมตัวได้ดีระหว่างนิกเกิลโคบอลต์ไดต์ (NiCo₂O₄) และกราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) จากการปรับประจุที่พื้นผิวของสารแขวนลอยนิกเกิลโคบอลต์ไดต์ด้วยกรดแอสคอร์บิกในขั้นตอนการสังเคราะห์คอมโพสิต ให้มีลักษณะเป็นประจุบวกก่อนการผสมเข้ากับกราฟีนออกไซด์นาโนซีท ดังแสดงรูปที่ 4.12 ซึ่งเป็นการช่วยให้เกิดอันตรกิริยาได้ดีขึ้นกับกราฟีนออกไซด์นาโนซีท เนื่องจากมีประจุที่พื้นผิวเป็นประจุลบ



รูปที่ 4.11 ภาพแสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ กำลังขยาย 6000x 10000x และ 2400x ของ (ก) NiCo_2O_4 (ข) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$ (ค) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}$ (ง) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}$ และ (จ) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



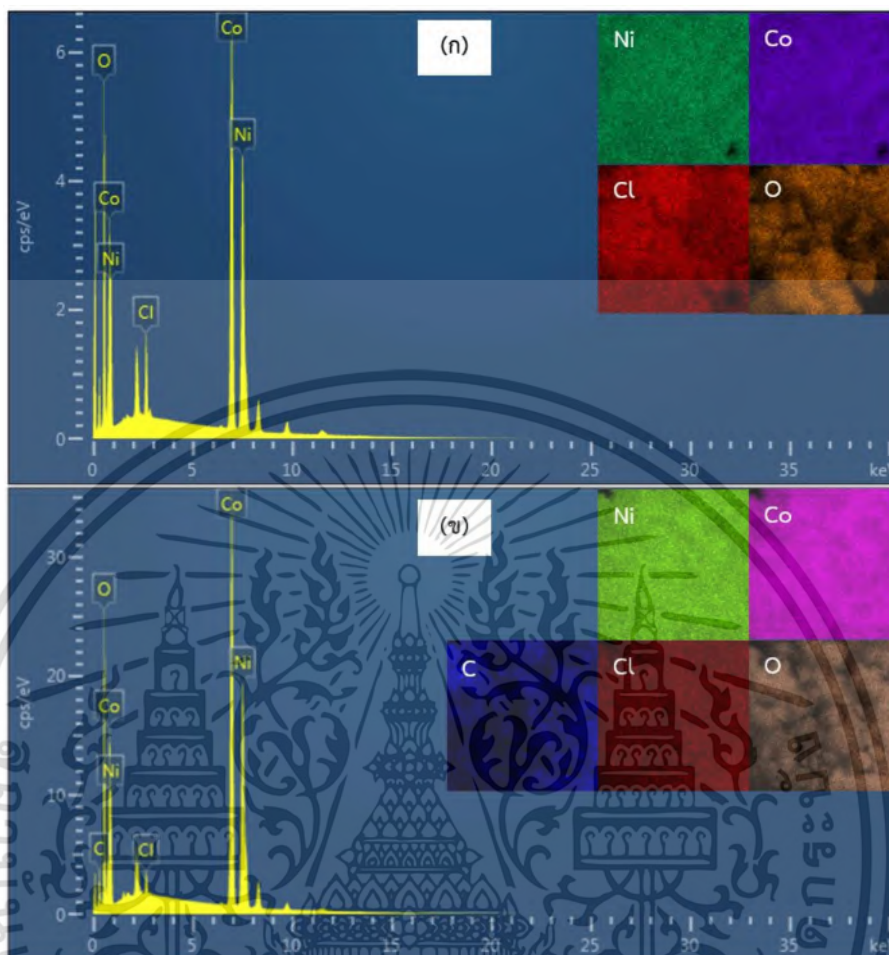
รูปที่ 4.12 แสดงการปรับพื้นผิวนิกเกิลโคบอลต์ให้เป็นประจุบวกด้วยวิตามินซี และการเกิดอันตรกิริยาที่เป็นไปได้ โดยการกระจายตัวทางพื้นผิวของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

4.2.5 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์บนพื้นผิว (Energy-dispersive X-rays spectroscopy, EDX)

นอกจากข้อมูลภาพถ่ายจากการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา ในขั้นตอนนี้สามารถให้ข้อมูลในเชิงปริมาณ และคุณภาพได้วิเคราะห์จากการตรวจวัดสัญญาณการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบด้วยการวัดการกระจายตัวของพลังงานบนพื้นผิวของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ซึ่งได้ข้อมูลในรูปแบบสเปกตรา ดังรูปที่ 4.13 สเปกตรัมเปรียบเทียบการกระจายพลังงานระหว่าง (ก)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

NiCo_2O_4 และ (ข) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ บอกถึงความเข้มของสัญญาณของธาตุองค์ประกอบต่าง ๆ ที่ตรวจวัดได้ เช่นเดียวกับภาพการกระจายตัวของธาตุ (Elemental mapping) ในภาพแทรกทั้งสอง ซึ่งแสดงให้เห็นทราบถึงการกระจายตัวอย่างทั่วบริเวณของธาตุต่างๆ บนพื้นผิวของสารตัวอย่างทั้งสอง โดยนำมาสรุปเป็นข้อมูลร้อยละการกระจายตัวของธาตุต่างๆ โดยน้ำหนัก ได้ดังตารางที่ 4.2 พบว่านิกเกิลโคบอลต์ไตรออกไซด์มีส่วนระหว่างธาตุโคบอลต์ต่อธาตุนิกเกิล ที่ประมาณ 4:3 โดยน้ำหนัก มีปริมาณธาตุออกซิเจนที่ร้อยละ 24.34 โดยน้ำหนัก และพบธาตุคลอรีนในปริมาณร้อยละ 2.94 โดยน้ำหนัก เนื่องจากคลอรีนเป็นธาตุองค์ประกอบของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลต์ไตรออกไซด์ ในขณะที่ นิกเกิลโคบอลต์ไตรออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$) มีอัตราส่วนระหว่างธาตุโคบอลต์ ต่อธาตุนิกเกิลที่ปริมาณใกล้เคียง 1:2 โดยน้ำหนัก และปริมาณธาตุออกซิเจนที่ปริมาณใกล้เคียงกับธาตุนิกเกิลที่ปริมาณ 1:1 โดยน้ำหนัก อีกทั้งยังพบธาตุคาร์บอน และมีปริมาณธาตุคลอรีนลดลงเหลืออยู่ที่ร้อยละ 0.75 โดยน้ำหนัก โดยมีความเป็นไปได้ว่าในขั้นตอนกระบวนการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทด้วยความร้อน เกิดการรวมตัวกันของนิกเกิลโคบอลต์ไตรออกไซด์ กับ กราฟีนออกไซด์นาโนซีท ได้เป็นนิกเกิลโคบอลต์ไตรออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$) สำเร็จ อีกทั้งเป็นการช่วยให้ นิกเกิลโคบอลต์ไตรออกไซด์เกิดปฏิกิริยาในขั้นตอนการเผาแคลไซน์ได้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น และเป็นการช่วยกำจัดธาตุคลอรีนที่เหลือตกค้างจากกระบวนการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลต์ไตรออกไซด์ในขั้นตอนการตกตะกอนร่วมได้



รูปที่ 4.13 สเปกตรัมการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์บนพื้นผิว และ Mapping การกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ของ (ก) นิกเกิลโคบอลไตต์ (NiCo_2O_4) และ (ข) นิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$)

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบในนิกเกิลโคบอลไตต์ (NiCo_2O_4) และนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$)

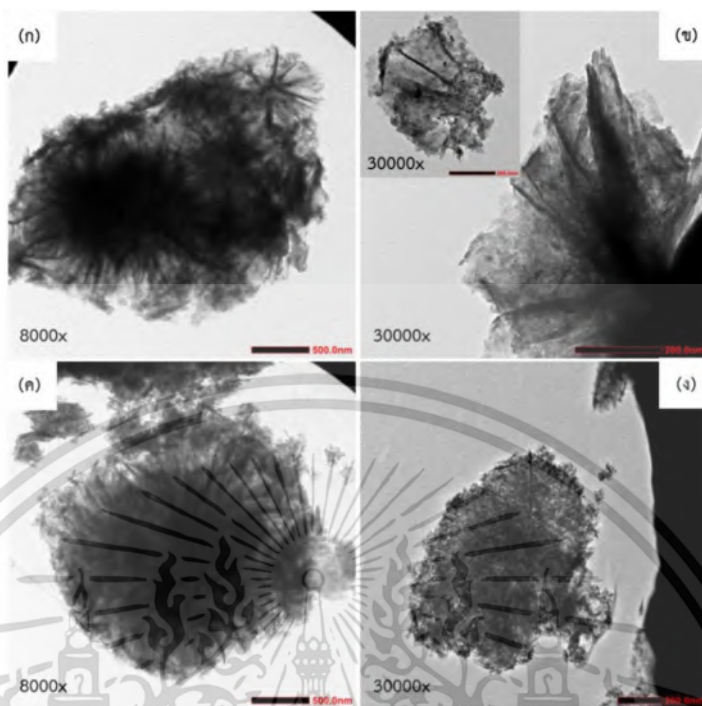
สารที่วิเคราะห์	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)				
	โคบอลต์ (Co)	นิกเกิล (Ni)	ออกซิเจน (O)	คาร์บอน (C)	คลอรีน (Cl)
NiCo_2O_4	42.14	30.59	24.34	-	2.94
$\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$	39.31	23.38	23.52	13.04	0.75

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

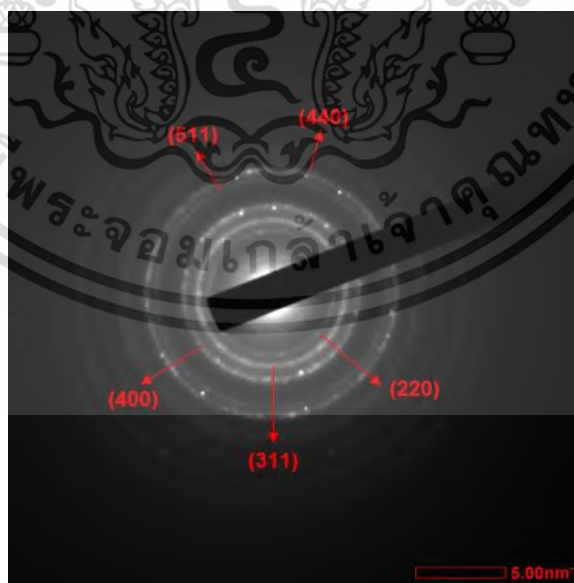
4.2.6 ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และการวัดค่าการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED)

ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของนิกเกิลโคบอลไตต์ ดังแสดงรูปที่ 4.14 (ก) ที่กำลังขยาย 8000 เท่า แสดงให้เห็นว่านิกเกิลโคบอลไตต์ที่สังเคราะห์ได้ มีลักษณะเป็นทรงกลมคล้ายดอกไม้ขนาดเล็ก และที่ตำแหน่งขอบแสดงลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มบางซ้อนกันเป็นชั้นกลีบ เช่นเดียวกับภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และเมื่อทำการเพิ่มกำลังขยายที่ 30000 เท่า ดังรูปที่ 4.14 (ข) แสดงให้เห็นช่องว่างภายในโครงสร้างจากบริเวณจุดสว่างของภาพภายในชิ้นส่วน ซึ่งแสดงว่าโครงสร้างมีลักษณะเป็นรูพรุนทั้งบนผิว และโพรงภายในเชื่อมต่อกันจากก้อนหนึ่งไปอีกก้อนหนึ่ง โดยรูพรุนเหล่านี้มีความเป็นไปได้เกิดจากการสลายตัวของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ที่เป็นองค์ประกอบของสารพรีเคอร์เซอร์สำหรับขั้นตอนการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลไตต์ และเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกใหม่ (Recrystallization) ในขั้นตอนการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300 °C ต่อมาภาพถ่าย TEM ของนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$) ได้แสดงดังรูปที่ 4.14 (ค) ที่กำลังขยาย 8000 เท่า ที่ยังคงลักษณะเป็นทรงกลม มีพื้นผิวเป็นชั้นฟิล์มบางซ้อนกันหลายชั้น และที่รูป (ง) กำลังขยาย 30000 เท่า แสดงให้เห็นว่าลักษณะของทรงกลมมีความทึบหนามากขึ้น เนื่องจากการเติมกราฟีนออกไซด์นาโนซีท แต่ยังคงแสดงตำแหน่งช่องว่างภายในโครงสร้างแสดงถึงรูพรุนภายในที่ยังคงอยู่ ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จากภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ในส่วนของการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED pattern) ของนิกเกิลโคบอลไตต์ ดังแสดงในรูปที่ 4.15 พบว่ามีลักษณะการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบวงแหวนซ้อนกันเป็นชั้น แสดงถึงความเป็นพหุผลึก (Polycrystalline) ของนิกเกิลโคบอลไตต์ โดยวงแหวนแต่ละวงสามารถบอกถึงระนาบเอกลักษณ์ของนิกเกิลโคบอลไตต์ที่ได้จากการสังเคราะห์เช่นเดียวกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD pattern) ได้แก่ระนาบ (220) (311) (400) (511) และ (440) โดยพฤติกรรมความเป็นพหุผลึกของนิกเกิลโคบอลไตต์ เป็นการเพิ่มจำนวนบริเวณการเกิดอันตรกิริยาทางไฟฟ้าระหว่างสารละลายอิเล็กโทรไลต์ และวัสดุขั้วไฟฟ้า ในขณะการเกิดกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี [58]



รูปที่ 4.14 ภาพถ่ายแสดงลักษณะทางโครงสร้างจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ที่กำลังขยาย (ก) 8000 เท่า และ (ข) 30000 เท่า ของ NiCo_2O_4 และที่กำลังขยาย (ค) 8000 เท่า และ (ง) 30000 เท่าของ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$



รูปที่ 4.15 ลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED) ของ NiCo_2O_4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.7 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรและขนาดรูพรุนด้วยวิธีการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจน (Surface Area and Porosity Analyzer, BET)

การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรและขนาดของรูพรุนของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) ที่ความเข้มข้นของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทที่แตกต่างกัน โดยเปรียบเทียบกับนิกเกิลโคบอลต์ (NiCo_2O_4) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) ดังแสดงในตารางที่ 4.3 พบว่าที่ปริมาณความเข้มข้นของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทที่เพิ่มขึ้น ปริมาณพื้นที่ผิวของวัสดุคอมโพสิตมีค่าเพิ่มขึ้นตามลำดับ โดยที่นิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่ความเข้มข้นร้อยละ 4.0 โดยน้ำหนัก ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/4.0\text{rGO}$) มีปริมาณพื้นที่ผิวสูงสุดที่ $135.2 \text{ m}^2/\text{g}$ แต่ในขณะเดียวกัน ปริมาณของรูพรุนที่เกิดขึ้นสูงสุดคือ นิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่ความเข้มข้นร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$) ที่ 0.537 mL/g และขนาดของรูพรุนกลับลดลงอย่างต่อเนื่องตามความเข้มข้นของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทที่เพิ่มขึ้น โดยขนาดรูพรุนสูงสุดคือ 18.31 นาโนเมตร ซึ่งเป็นของนิกเกิลโคบอลต์ (NiCo_2O_4) เนื่องจากกราฟีนออกไซด์นาโนซีท เป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวสูงสุดถึง $198.0 \text{ m}^2/\text{g}$ เมื่อเติมลงในปริมาณที่มากขึ้นทำให้สารคอมโพสิตมีปริมาณเพิ่มมากขึ้น แต่ด้วยลักษณะโครงสร้างทางกายภาพของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทที่เป็นฟิล์มบางแบบสองมิติ ทำให้สามารถปกคลุมพื้นผิวที่มีลักษณะขรุขระของนิกเกิลโคบอลต์ ส่งผลให้ขนาดของรูพรุนลดลง ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และแบบส่องผ่าน (TEM)

ตารางที่ 4.3 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรและขนาดของรูพรุนที่ความเข้มข้นของ rGO ต่างกัน

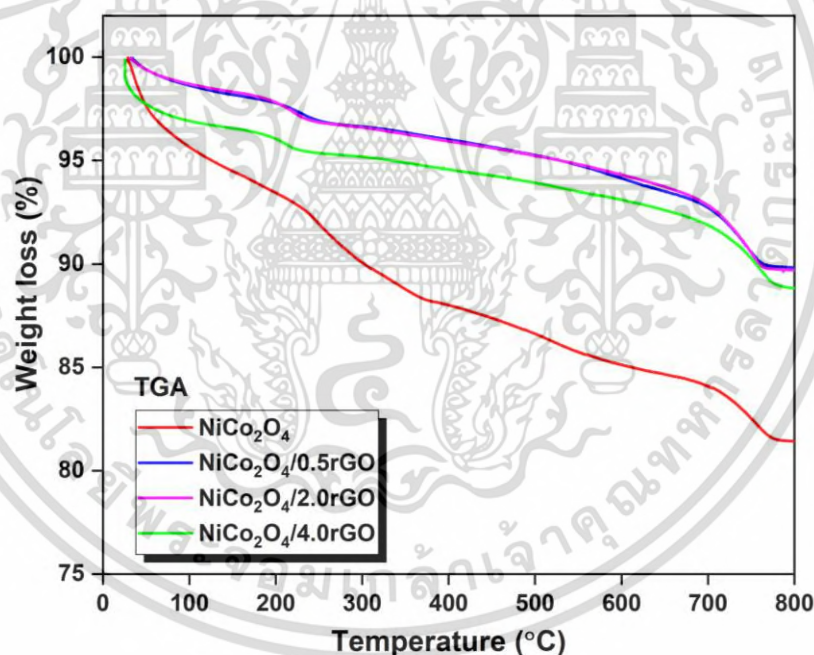
Samples	Surface area (m^2/g)	Pore volume (mL/g)	Pore diameter (nm)
NiCo_2O_4	107.3	0.5030	18.31
$\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}$	119.1	0.5371	18.03
$\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$	125.4	0.5515	17.59
$\text{NiCo}_2\text{O}_4/4.0\text{rGO}$	135.2	0.5114	15.13
rGOnano	198.0	0.3102	6.27

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

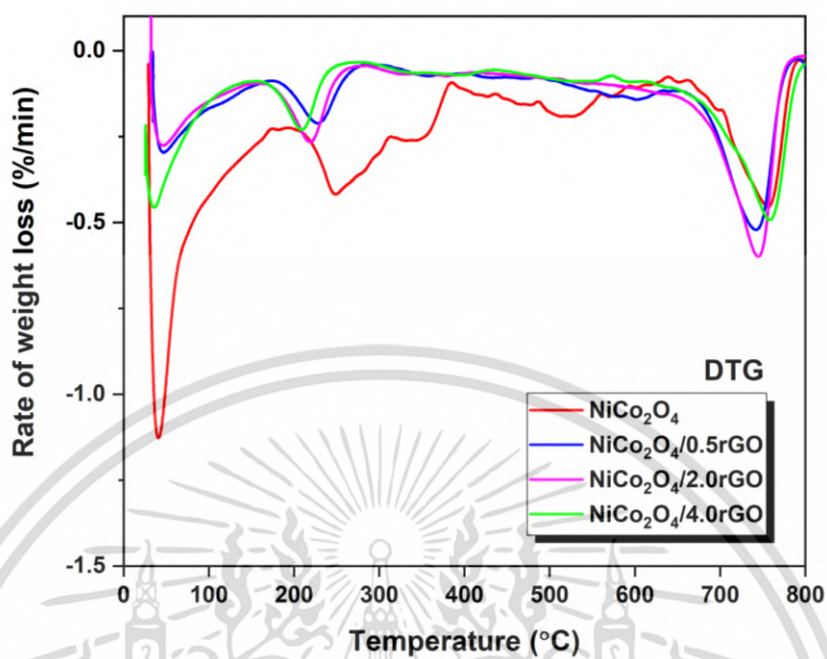
4.2.8 การศึกษาการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) และ Derivative Thermogravimetry (DTG)

การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (TGA) เป็นการวิเคราะห์ความเสถียรภาพของนิเกิลโคบอลต์ไดรต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต เมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 800°C อัตราการเพิ่มขึ้นที่ 10°C ต่อนาที ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน แสดงผลดังรูปที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์อัตราการสูญเสียของมวลเทียบกับเวลา (DTG) แสดงดังรูปที่ 4.17 เพื่อแสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนมากขึ้น และรูปที่ 4.18 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของ TGA และ DTG ระหว่างนิเกิลโคบอลต์ไดรต์ กับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) ซึ่งนำข้อมูลทั้งหมดที่ได้มาสรุปได้ดังตารางที่ 4.4 พบว่าในนิเกิลโคบอลต์ไดรต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่ทุกความเข้มข้น และนิเกิลโคบอลต์ไดรต์ มีช่วงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักอยู่ทั้ง 3 ช่วง โดยในช่วงแรกตั้งแต่อุณหภูมิห้อง ถึงอุณหภูมิประมาณ 150°C เป็นช่วงของการสลายตัวของโมเลกุลน้ำ แอมโมเนีย รวมไปถึงสารเจือปนต่าง ๆ จากความชื้นในอากาศที่บริเวณพื้นผิวรูพรุนของโครงสร้างวัสดุ โดยที่นิเกิลโคบอลต์ไดรต์มีการสูญเสียน้ำหนักสูงที่สุดคือ 6.35% และมีอัตราการสลายตัวสูงถึง 1.12% ต่อนาที ต่อมาการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิประมาณ 160-350°C เป็นช่วงของการสลายตัวของสารต่าง ๆ ที่ตกค้างอยู่ภายในโครงสร้างผลึก ซึ่งการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักที่เกิดขึ้นในช่วงนี้ แสดงให้เห็นว่า นิเกิลโคบอลต์ไดรต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต มีเสถียรภาพในการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนมากกว่านิเกิลโคบอลต์ไดรต์ อย่างชัดเจน และในช่วงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิประมาณ 630-795°C เป็นช่วงการสลายตัวของหมู่ฟังก์ชันที่ออกซิเจนเป็นองค์ประกอบของแผ่นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท และการสลายตัวบางส่วนของโคบอลต์ในนิเกิลโคบอลต์ไดรต์ [60] ทั้งนี้ความเสถียรภาพทางความร้อนที่เพิ่มขึ้นของนิเกิลโคบอลต์ไดรต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต เนื่องจากพฤติกรรมของนิเกิลโคบอลต์ไดรต์ที่มีโครงสร้างทางสัณฐานวิทยาที่มีความเป็นรูพรุนสูง และมีโพรงเชื่อมต่อกันภายในระหว่างโครงสร้างทำให้การสลายตัวของโมเลกุลของสารต่างๆ เกิดขึ้นและออกจากโครงสร้างได้ง่ายหลายช่องทาง ในขณะที่วัสดุคอมโพสิตที่มีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทเข้าไป เกิดเป็นการบดบังรูพรุนของดอกไม้ขนาดเล็ กของนิเกิลโคบอลต์ไดรต์ โดยแผ่นฟิล์มรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท ทำให้การสลายตัวของโมเลกุลสารต่าง ๆ ออกจากโครงสร้างได้ยากขึ้น และยังช่วยให้วัสดุคอมโพสิตมีรูปแบบการสลายตัวทางความร้อนที่เสถียรมากขึ้น

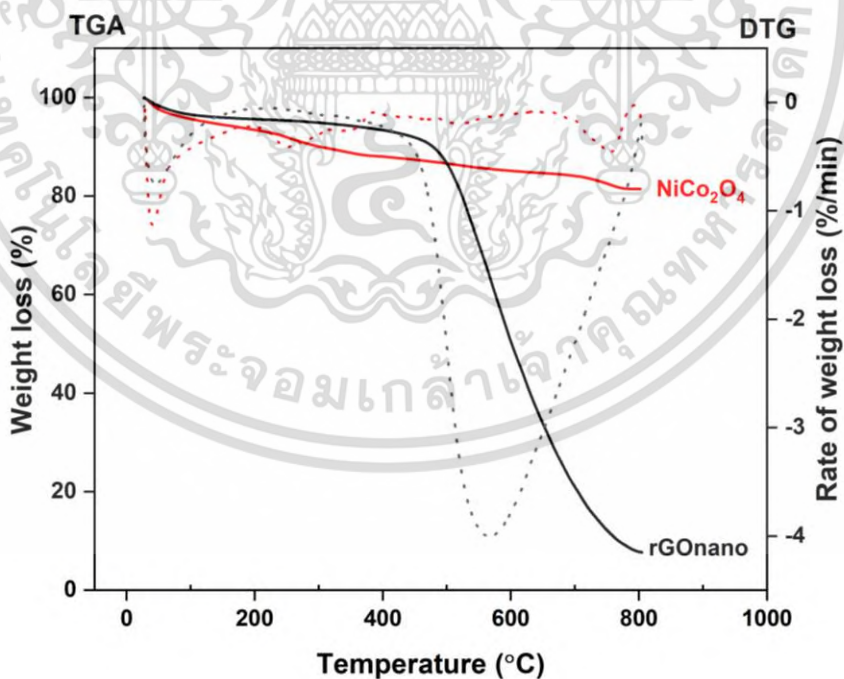
ในขณะที่รูปที่ 4.18 แสดงการเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของนิกเกิลโคบอลต์ไดต์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท กลับพบว่า rGO มีช่วงการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเพียง 2 ช่วง ได้แก่ ช่วงอุณหภูมิห้องถึงที่อุณหภูมิประมาณ 152°C คือช่วงการสลายตัวของโมเลกุลของน้ำ และสารปนเปื้อนต่าง ๆ จากความชื้นบนพื้นผิวของโครงสร้าง และในช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิประมาณ 408-799°C ซึ่งมีปริมาณน้ำหนักลดลงอย่างชัดเจนเหลือเพียง 7.69% โดยน้ำหนัก เนื่องจากเกิดการสลายตัวของ rGO ในขณะที่นิกเกิลโคบอลต์ไดต์มี 3 ช่วงการสลายตัวดังผลการวิเคราะห์ก่อนหน้านี้ ทั้งนี้เนื่องจาก rGO มีลักษณะโครงสร้างทางสัณฐานวิทยาเป็นแผ่นโครงสร้างกราฟีนแบบ 2 มิติจึงมีการสูญเสียน้ำหนักแต่ที่บริเวณพื้นผิวของโครงสร้าง แต่ในโครงสร้างของนิกเกิลโคบอลต์ไดต์ที่มีลักษณะเป็นโครงสร้างคล้ายดอกไม้ขนาดไมโครแบบ 3 มิติ จึงทำให้มีช่วงของการสลายตัวทั้งหมด 3 ช่วงอุณหภูมิ



รูปที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (TGA) ของ NiCo₂O₄ และ NiCo₂O₄/rGO



รูปที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์อัตราการสูญเสียมวลเทียบกับเวลา (DTG) ของ NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$



รูปที่ 4.18 ผลการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (TGA) และอัตราการสูญเสียมวลต่อหน้าที่ (DTG) ของ NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 ข้อมูลการสลายตัวทางความร้อน (TGA) และอัตราการสูญเสียมวลต่อหน้าที่ (DTG) ของ NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$

สารตัวอย่าง	ช่วงที่	ช่วงอุณหภูมิ การสลายตัว (°C)	ปริมาณ คงเหลือ (wt%)	น้ำหนักที่ สูญเสีย (wt%)	อัตราการ สลายตัว (%/min)
NiCo_2O_4	1	30-187	93.65	6.35	-1.12
	2	203-385	88.14	11.86	-0.42
	3	659-785	81.42	18.58	-0.45
$\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}$	1	30-168	98.13	1.87	-0.30
	2	184-273	96.70	3.30	-0.21
	3	667-789	89.88	10.12	-0.52
$\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$	1	30-161	99.25	0.75	-0.27
	2	165-275	96.70	3.30	-0.27
	3	638-791	89.71	10.29	-0.60
$\text{NiCo}_2\text{O}_4/4.0\text{rGO}$	1	30-143	96.57	3.43	-0.46
	2	157-272	95.26	4.74	-0.24
	3	631-795	88.80	11.20	-0.49
rGO	1	30-152	96.34	3.66	-0.76
	2	408-799	7.69	92.31	-4.01

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า (Electrical properties)

4.3.1 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมโพสิตด้วยระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า

(3 Electrode system configuration)

4.3.1.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry (CV) ของวัสดุขั้วไฟฟ้า

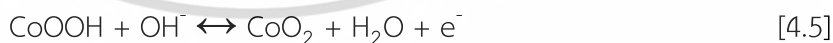
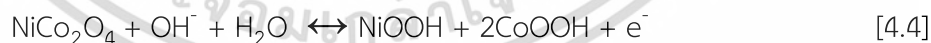
รูปแบบของ Cyclic voltammogram ที่ได้จากการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV ของ rGO ที่อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้าในวงจร (Scan rate) ที่ต่างกันตั้งแต่ 10 20 50 และ 100 mV/s ภายใต้ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ 1.0 V (-1.0 – 0.0 V) ที่การเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้า Ag/AgCl ในสารละลาย 6 M KOH เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ แสดงดังรูปที่ 4.19 ปรากฏลักษณะกราฟรูปแบบคล้ายสี่เหลี่ยมผืนผ้า ซึ่งเป็นพฤติกรรมเอกลักษณ์ของการเก็บประจุแบบ Electrical double layers capacitive (EDLC) เนื่องจากกระแสไฟฟ้าตอบสนองอย่างรวดเร็วในช่วงเริ่มแรกของการให้ความต่างศักย์ไฟฟ้า และคงที่จนกระทั่งเกิดการเปลี่ยนแปลงทิศทางของความต่างศักย์แบบย้อนกลับ เนื่องจากกลไกการสะสมประจุไฟฟ้าแบบกายภาพที่บริเวณพื้นผิว ซึ่งเมื่อเต็มบริเวณพื้นผิวแล้วส่งผลให้เกิดความคงที่ของกระแสจนกว่าจะเกิดการเปลี่ยนทิศทางของค่าความต่างศักย์ โดยพื้นที่ภายในกราฟมีขนาดเพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราเร็วของค่าความต่างศักย์ แสดงให้เห็นว่า rGO สามารถผันกลับได้ดี และรองรับต่อการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ที่รวดเร็วภายใต้อัตราเร็วสูง ๆ ได้

รูปแบบของ Cyclic voltammogram ของนิกเกิลโคบอลต์ไดออกไซด์ (NiCo_2O_4) ที่การทดสอบสถานะเดียวกันกับ rGO แต่ภายใต้ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ 0.7 V (-0.2-0.5V) แสดงได้ดังรูปที่ 4.20 ปรากฏลักษณะการตอบสนองต่อความหนากระแสไฟฟ้า (Current density) เป็นลักษณะไม่สมมาตรกันระหว่างขณะศักย์ไฟฟ้าบวก และย้อนกลับ ซึ่งเป็นพฤติกรรมเอกลักษณ์ของการเก็บประจุแบบ Pseudocapacitive แต่ยังคงไม่สามารถเห็นพีคของการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ที่บริเวณพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าได้ชัดเจน และเมื่อเพิ่มอัตราเร็วของค่าศักย์ไฟฟ้าขึ้น ยิ่งทำให้สังเกตเห็นได้ยากขึ้นแต่มีพื้นที่ใต้กราฟเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน เนื่องจากความเร็วในการให้ความต่างศักย์ที่เพิ่มขึ้น ทำให้ไอออนที่ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ไม่สามารถแพร่เข้าไปในโครงสร้างรูพรุนของวัสดุขั้วไฟฟ้า เพื่อเกิด Faradaic reaction ภายในโครงสร้างได้ทัน จึงสามารถเกิด Faradaic reaction ได้เพียงแค่วัสดุพื้นผิว

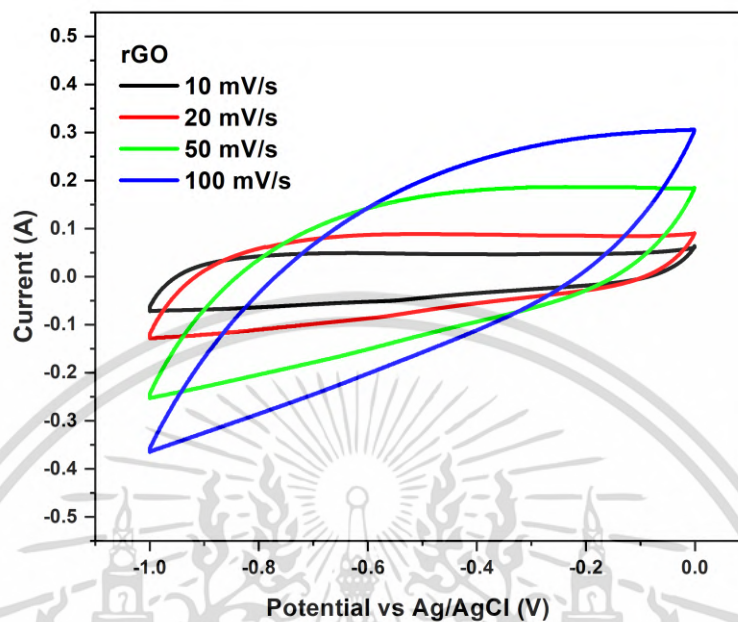
การเปรียบเทียบข้อมูลที่ได้จาก CV จึงเลือกที่อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้าที่ 10 mV/s เพื่อวิเคราะห์พฤติกรรมเอกลักษณ์การตอบสนองของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในรูปแบบต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น

ของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) ได้อย่างชัดเจน ดังรูปที่ 4.21 เปรียบเทียบระหว่างคอมโพสิตที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนักของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) ที่ช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า 1.5V (-1.0 – 0.5V) ซึ่งเป็นช่วงที่ครอบคลุมช่วงค่าศักย์ไฟฟ้าของ rGO และ NiCo_2O_4 ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่ามีพีคของการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ขึ้นในทุก ๆ ความเข้มข้นของวัสดุคอมโพสิต โดยที่ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}$ พบพีคที่เกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation reaction) เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 0.35V และมีพีคที่เกิดจากปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction reaction) ที่ตำแหน่ง 0.1V ในขณะที่ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$ พบพีคที่เกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน 2 ตำแหน่งที่ 0.1 และ 0.35V แต่พบพีคของการเกิดรีดักชันเพียงตำแหน่งเดียวที่ 0.1V เช่นเดียวกับคอมโพสิตอื่น ๆ แสดงได้ว่า $\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$ มีการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์แบบผันกลับได้ไม่สมบูรณ์ แต่อย่างไรก็ตามการเกิดออกซิเดชันที่มากกว่าทำให้มีการตอบสนองของค่ากระแสไฟฟ้าได้มากกว่า $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}$ เช่นกัน โดยรูปแบบของลักษณะการเกิด และตำแหน่งของการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ เป็นผลมาจากลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology) ของโครงสร้างระดับนาโนของวัสดุ ซึ่งตำแหน่งของพีคจากปฏิกิริยารีดอกซ์ที่เกิดขึ้นแสดงถึงการเปลี่ยนแปลงของสถานะเคมี (Valence state) ของ $\text{Co}^{3+}/\text{Co}^{4+}$ และ $\text{M}^{2+}/\text{M}^{3+}$ (โดยที่ M คือ Ni และ Co) ที่บริเวณพื้นผิวของวัสดุชั่วไฟฟ้าที่เกิด Faradaic reaction ได้อย่างรวดเร็ว [73, 74]

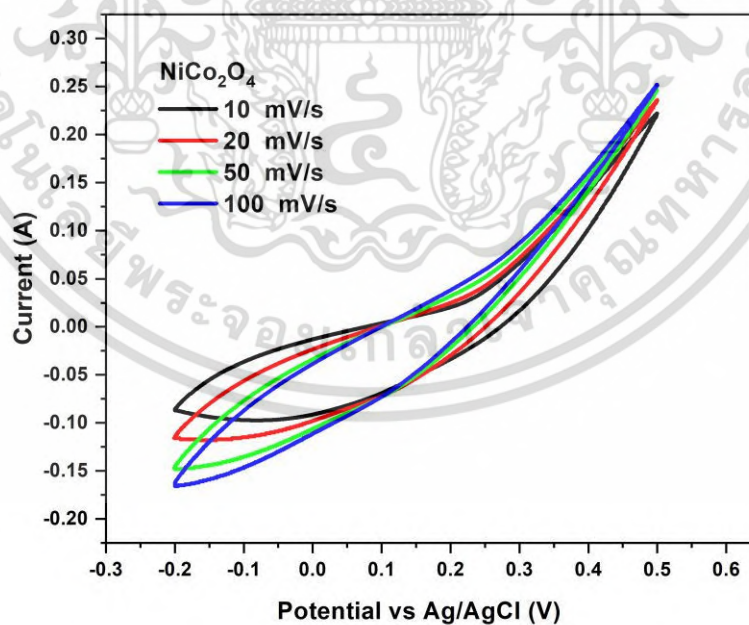
พฤติกรรมของพีคจากปฏิกิริยารีดอกซ์ที่เกิดขึ้นของวัสดุคอมโพสิตทั้งหมดอยู่ในช่วงศักย์ไฟฟ้าของ นิกเกิลโคบอลต์ ซึ่งเป็นการยืนยันว่า นิกเกิลโคบอลต์สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ภายในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ KOH อีกทั้งยังสามารถเขียนเป็นอธิบายเป็นสมการเคมีได้ดังนี้



นอกจากนี้ปริมาณความเข้มข้นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทภายในโครงสร้างของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) มีนัยสำคัญต่อพฤติกรรม การตอบสนองของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่อลักษณะของ CV voltammogram ที่เกิดขึ้น

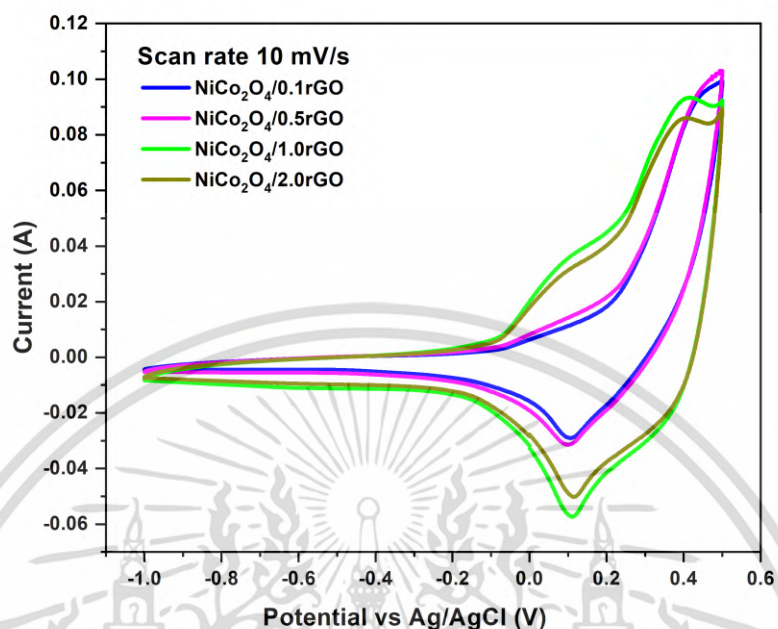


รูปที่ 4.19 Cyclic Voltammogram ของ rGO ที่ Scan rate ต่าง ๆ



รูปที่ 4.20 Cyclic Voltammogram ของ NiCo₂O₄ ที่ Scan rate ต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



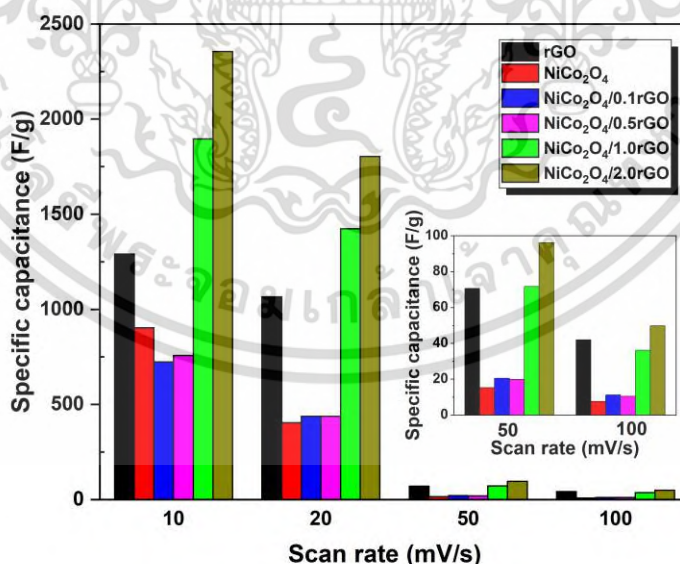
รูปที่ 4.21 Cyclic Voltammogram ของ NiCo₂O₄/rGO ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก

4.3.1.2 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของขั้วไฟฟ้า (Specific Capacitance, C_s) (แบบคำนวณจาก CV)

การคำนวณหาค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (Specific capacitance, C_s) ของวัสดุขั้วไฟฟ้าต่าง ๆ สามารถคำนวณได้จากข้อมูล CV voltammogram จากการทดสอบด้วยเทคนิค CV จากค่าพื้นที่ใต้กราฟที่เกิดขึ้น ดังสมการที่ 2.4 ในบทที่ 2 โดยจากการคำนวณที่ได้สามารถแสดงการเปรียบเทียบพฤติกรรมค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่เกิดขึ้นของ รีดิซกรราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) นิกเกิลโคบอลต์ (NiCo₂O₄) และนิกเกิลโคบอลต์/รีดิซกรราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO) ที่ความเข้มข้นของ rGO ต่างกัน ที่อัตราเร็วของศักย์ไฟฟ้าต่าง ๆ ดังแสดงรูปที่ 4.22 และสรุปค่าจากการคำนวณได้ดังตารางที่ 4.5 พบว่าเมื่อทำการเพิ่มอัตราเร็วของค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ได้มีค่าลดลง เนื่องจากความเร็วศักย์ไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น ทำให้ไอออนจากสารละลายอิเล็กโทรไลต์ไม่สามารถแทรกซึมเข้าไปในรูพรุนของโครงสร้างได้ทัน แม้แต่ใน rGO ที่มีพฤติกรรมการสะสมประจุไฟฟ้าแบบ EDLCs ซึ่งใช้เวลา

รวดเร็วเพราะไม่ต้องอาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมี ยังคงมีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะลดลง และโดยเฉพาะอย่างยิ่งสำหรับ NiCo_2O_4 ที่ต้องอาศัยเวลาในการเกิด Faradaic reaction ที่พื้นผิวของวัสดุขั้วไฟฟ้า จึงทำให้มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ต่ำที่สุด และมีค่าลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่อเพิ่มอัตราเร็วของศักย์ไฟฟ้า และถึงแม้ว่าจะมีพฤติกรรมการสะสมประจุไฟฟ้าแบบ Pseudocapative ดังที่อธิบายในหัวข้อ 4.3.1.1 แต่กลับมีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ต่ำกว่า rGO เนื่องจาก rGO มีขนาดอนุภาคนาโน และจากผลของ BET ช่วยยืนยันว่ามีประมาณพื้นที่ผิวที่สูงมากกว่า NiCo_2O_4 จึงเป็นข้อได้เปรียบทำให้มีค่าความจุไฟฟ้าที่สูงกว่า และสามารถสะสมประจุได้รวดเร็วกว่า

อย่างไรก็ตาม วัสดุขั้วไฟฟ้าที่สามารถแสดงค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่สูงที่สุด คือ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$ อย่างเห็นได้ชัดในทุก ๆ อัตราเร็วของศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความสามารถในการทำงานร่วมกันระหว่าง rGO และ NiCo_2O_4 และสามารถเพิ่มประสิทธิภาพของค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะให้แก่วัสดุชนิดกึ่งโลหะ/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตได้ และเนื่องจาก $\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$ สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ 2 ตำแหน่ง ในขณะที่ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}$ เกิดได้เพียงตำแหน่งเดียว จึงทำให้มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงกว่าวัสดุคอมโพสิตทั้งสอง



รูปที่ 4.22 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะต่อ Scan rate ของ rGO NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.5 ข้อมูลค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะต่อ Scan rate ของ rGO NiCo₂O₄ และ NiCo₂O₄/rGO ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนักที่ได้จากการคำนวณ

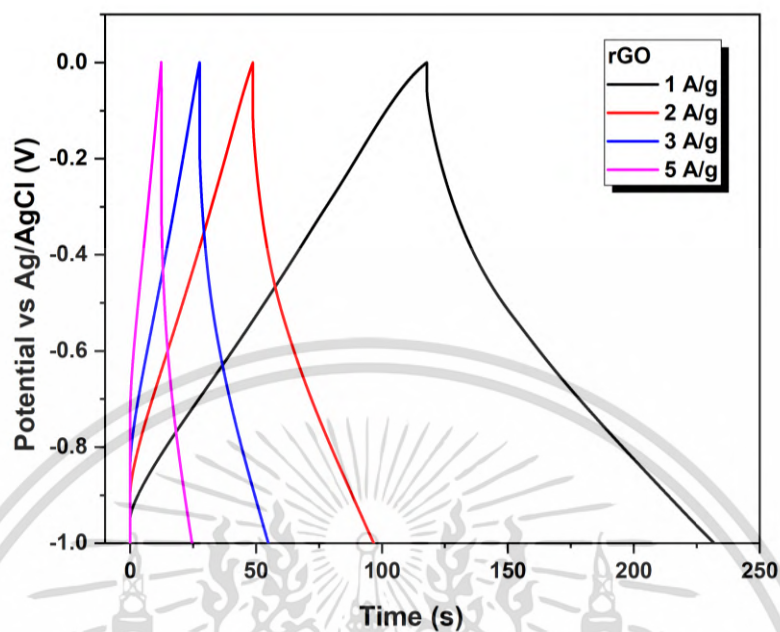
Samples	Scan Rate (mV/s)	Specific capacitance (F/g)
rGO	10	1290.74
	20	1065.73
	50	70.60
	100	41.92
NiCo ₂ O ₄	10	903.44
	20	404.66
	50	15.25
	100	7.68
NiCo ₂ O ₄ /0.1rGO	10	723.13
	20	437.69
	50	20.53
	100	11.26
NiCo ₂ O ₄ /0.5rGO	10	757.07
	20	438.57
	50	19.89
	100	10.48
NiCo ₂ O ₄ /1.0rGO	10	1895.81
	20	1423.36
	50	71.65
	100	36.14
NiCo ₂ O ₄ /2.0rGO	10	2355.95
	20	1803.36
	50	96.20
	100	49.73

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

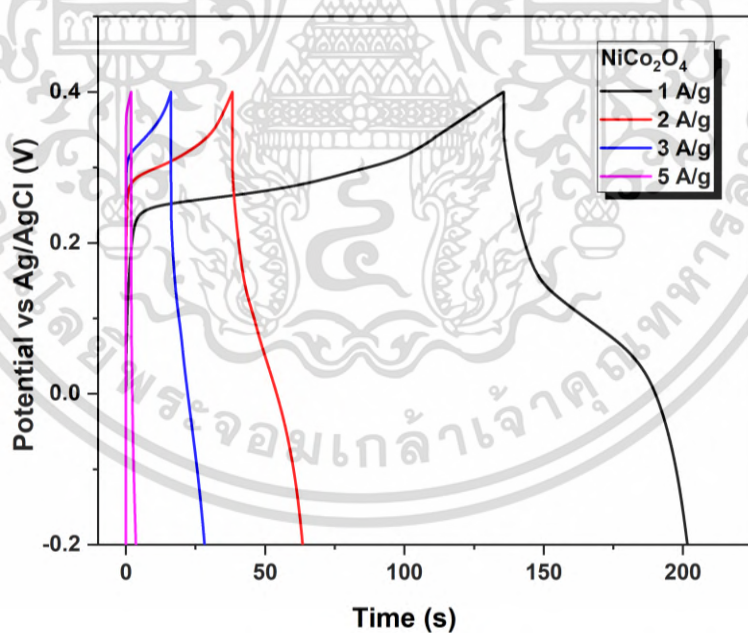
4.3.1.3 การวิเคราะห์เทคนิค Galvanostatic charge-discharge (CGD) ของวัสดุ ขั้วไฟฟ้า

การทดสอบความสามารถในการอัด และคายประจุของวัสดุขั้วไฟฟ้าภายใต้การให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่ (Current density) ที่ 1 2 3 และ 5 A/g ที่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า -1-0 V ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) ดังรูปที่ 4.23 และที่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า -0.2-0.4V ของนิกเกิลโคบอลไตต์ (NiCo_2O_4) แสดงได้ดังรูปที่ 4.24 โดยที่ rGO มีลักษณะการอัด-คายประจุที่ค่อนข้างสมมาตร และแนวโน้มความชันที่คงที่ ซึ่งเป็นพฤติกรรมเอกลักษณ์ของการเก็บประจุแบบ EDLC ในขณะที่ NiCo_2O_4 มีลักษณะการอัด-คายประจุรูปแบบที่ความชันไม่คงที่ ซึ่งเป็นลักษณะเอกลักษณ์ของ Pseudocapacitive โดยที่ rGO และ NiCo_2O_4 ใช้เวลาในการอัด-คายประจุที่สั้นลงเมื่อมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น เช่นเดียวกับวัสดุคอมโพสิต เนื่องจากความหนาแน่นกระแสที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้เกิดการคายประจุอย่างรวดเร็ว จึงเกิดการบิดเบ่งการใช้ประโยชน์จากสมบัติความเป็นรูพรุนของวัสดุจาก และข้อจำกัดทางจลศาสตร์ (Kinetics) ของวัสดุในทางไฟฟ้าเคมี [6]

จากผลการวิเคราะห์ GCD ของวัสดุขั้วไฟฟ้านิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) ที่ความเข้มข้นกราฟีนออกไซด์นาโนซีทร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g ดังรูปที่ 4.25 พบว่า $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}$ มีการใช้เวลาในการอัดประจุนาน แต่กลับใช้เวลาคายประจุอย่างรวดเร็ว และแนวโน้มทั้งสองไม่สมมาตรกัน แสดงได้ว่าการรั่วไหลของกระแสไฟฟ้าภายใน และเกิดปรากฏการณ์ Self-discharge ภายในตัวเองขึ้น เนื่องจากช่วงค่าความต่างศักย์ที่ใช้ทดสอบมากเกินไป ต่อสถานะของค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ดำเนินไปในการทดสอบ ซึ่งมักจะเกิดขึ้นได้ง่ายในระบบการทดสอบวงจรแบบเปิด (แบบ 3 ขั้วไฟฟ้า) ในขณะที่ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$ มีรูปแบบการอัด-คายประจุแบบผสมระหว่าง rGO และ NiCo_2O_4 และมีลักษณะการอัด-คายประจุที่สมมาตร ซึ่งแสดงถึงความเสถียรในการเก็บประจุ บ่งชี้ถึงลักษณะของความเป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดที่ดีของวัสดุขั้วไฟฟ้าภายใต้การทดสอบในระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า แบบเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิง Ag/AgCl

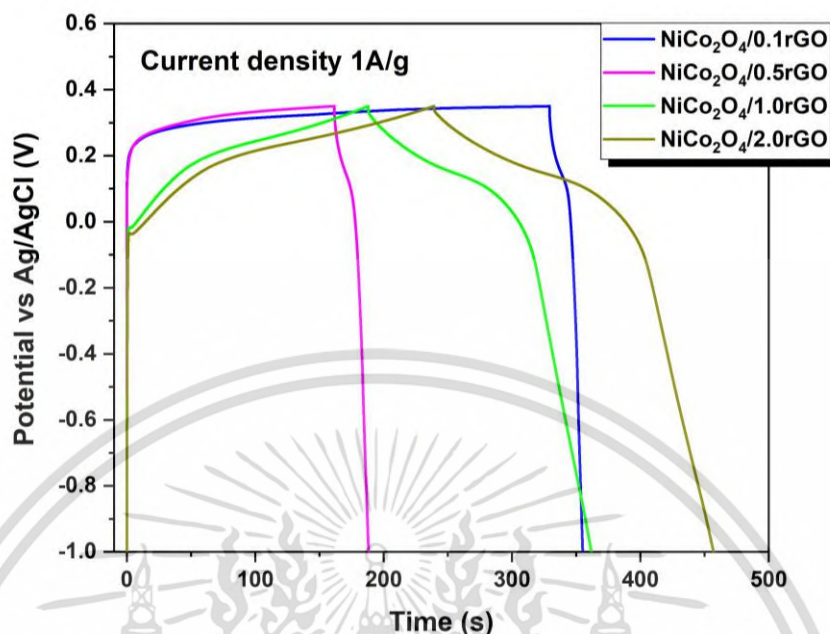


รูปที่ 4.23 การอัด-คายประจุไฟฟ้าของ rGO ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่าง ๆ



รูปที่ 4.24 การอัด-คายประจุไฟฟ้าของ NiCo_2O_4 ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

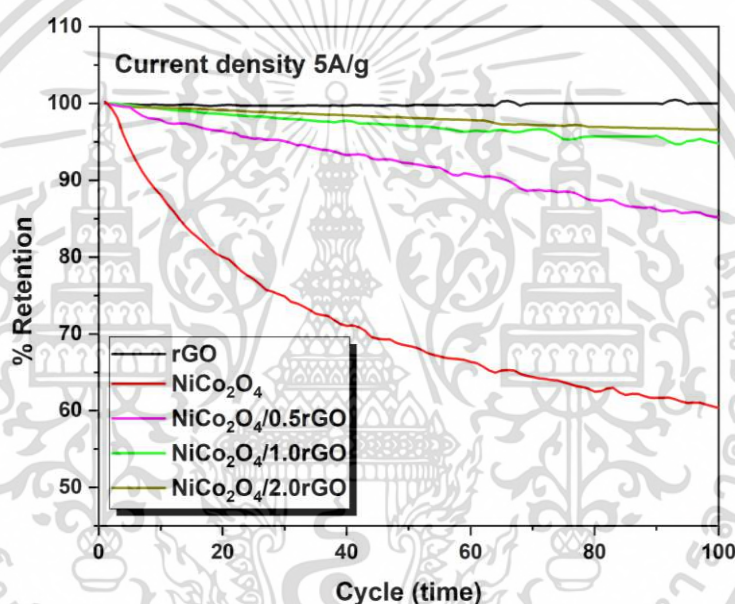


รูปที่ 4.25 รูปแบบการอัด-คายประจุไฟฟ้าของ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g

4.3.1.4 การวิเคราะห์ผลการสะสมประจุไฟฟ้าแบบวนรอบ (Cyclic retention) ของวัสดุขั้วไฟฟ้า (Active materials vs Ag/AgCl)

การทดสอบความสามารถในการรักษาประสิทธิภาพการสะสมประจุไฟฟ้าของวัสดุในแต่ละรอบการใช้งานสามารถคำนวณได้จากเทคนิค GCD ที่การอัด-คายประจุไฟฟ้าให้แก่ขั้วไฟฟ้าซ้ำ ๆ โดยกำหนดจำนวนรอบ (Cycle) ที่ต้องการทดสอบ ภายใต้การให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่ โดยนำข้อมูลที่ได้อ้อมาคำนวณค่าความจุไฟฟ้าเฉพาะในแต่ละรอบของวัสดุ และทำการเปรียบเทียบร้อยละของค่าที่เปลี่ยนแปลงไป โดยความสามารถในการรักษาประสิทธิภาพการเก็บประจุไฟฟ้าที่จำนวน 100 รอบการอัด-คายประจุไฟฟ้า ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) นิกเกิลโคบอลต์ (NiCo₂O₄) และ นิกเกิลโคบอลต์ /รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO) ที่ความเข้มข้นการเติม rGO ต่าง ๆ ภายใต้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 A/g แสดงได้ดังรูปที่ 4.26 พบว่า rGO สามารถคงความเสถียรในการสะสมประจุไฟฟ้าได้ดีเยี่ยม เนื่องจากพฤติกรรมของการสะสมประจุไฟฟ้าแบบ EDLCs ในขณะที่ NiCo₂O₄ มีค่าร้อยละการสะสมประจุไฟฟ้าลดลงอย่างต่อเนื่องเหลือความสามารถในการสะสมประจุไฟฟ้าในครั้งที่

100 ที่เพียง 40 เปอร์เซ็นต์จากความสามารถในการเก็บประจุตั้งต้นของ NiCo_2O_4 เนื่องจากมีพฤติกรรมการเก็บประจุแบบ Pseudocapacitive ซึ่งต้องอาศัยการเกิดปฏิกิริยา Faradaic ที่บริเวณพื้นผิววัสดุขั้วไฟฟ้าในแต่ละรอบการอัด-คายประจุ จึงทำให้ขั้วไฟฟ้าประเภทนี้เกิดการเสถียรภาพในการเก็บประจุไฟฟ้าได้ง่าย และมีรอบการใช้งานที่ต่ำกว่าวัสดุขั้วไฟฟ้าแบบ rGO ที่ซึ่งไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางเคมีเกิดขึ้นที่วัสดุขั้วไฟฟ้า เช่นเดียวกับ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ที่มีแนวโน้มของการสูญเสียประสิทธิภาพในการเก็บประจุไฟฟ้าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของ rGO ลงในวัสดุคอมโพสิตมากขึ้น



รูปที่ 4.26 Cyclic retention ของ rGO NiCo_2O_4 และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 A/g

4.3.2 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของเซลล์ไฟฟ้าต้นแบบตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดชนิดอสมมาตร (Asymmetric supercapacitor, ASC) ด้วยระบบ 2 ขั้วไฟฟ้า (2 Electrode system configuration)

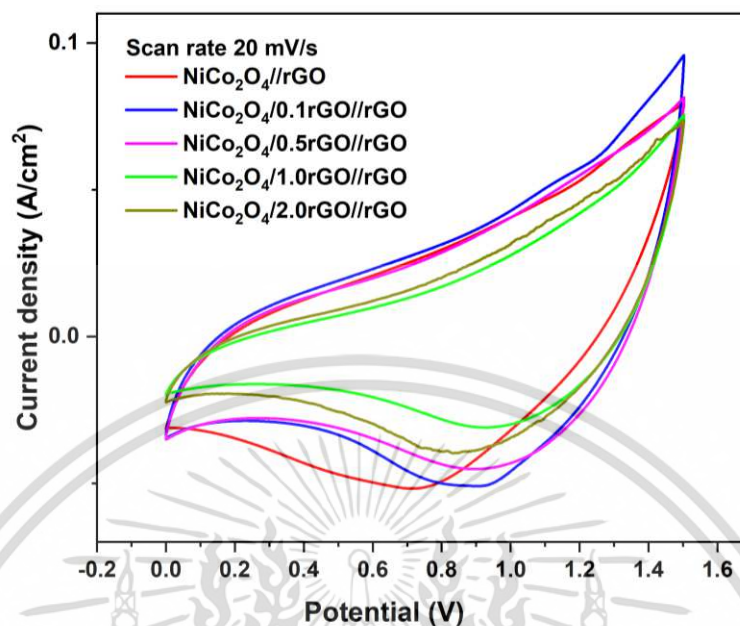
การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของเซลล์ไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดอสมมาตร (ASCs) ของนิเกิลโคบอลไตต์ ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) และนิเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(NiCo₂O₄/rGO//rGO) ที่ความเข้มข้นของการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนักในระบบการทดสอบแบบ 2 ขั้วไฟฟ้า โดยภายในเซลล์ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าลบ (Negative electrode) คือ rGO ในทุกเซลล์ ASC ตัวอย่าง และขั้วไฟฟ้าบวก (Positive electrode) คือ NiCo₂O₄ NiCo₂O₄/0.1rGO NiCo₂O₄/0.5rGO NiCo₂O₄/1.0rGO และ NiCo₂O₄/2.0rGO โดยแสดงสัญลักษณ์ของเซลล์ ASC ได้เป็น NiCo₂O₄//rGO NiCo₂O₄/0.1rGO//rGO NiCo₂O₄/0.5rGO//rGO NiCo₂O₄/1.0rGO//rGO และ NiCo₂O₄/2.0rGO//rGO ตามลำดับ และทำการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเทคนิคดังนี้

4.3.2.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry (CV) ของเซลล์ไฟฟ้า ASCs

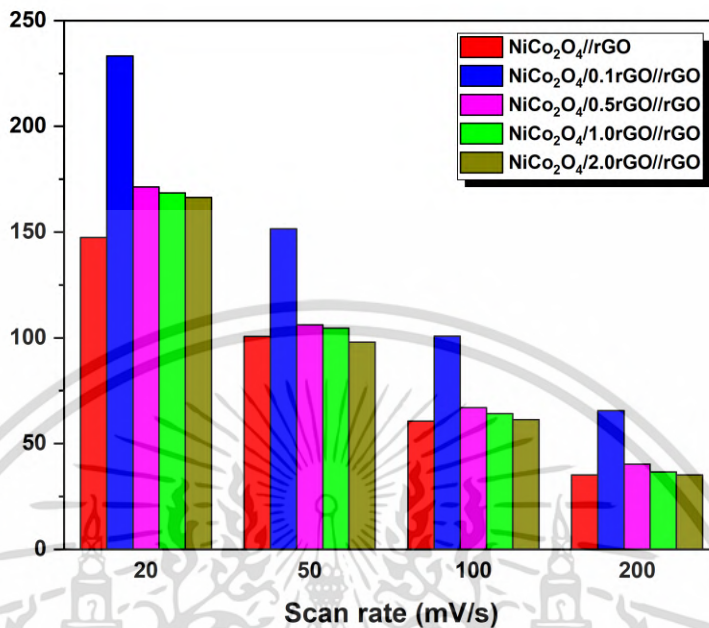
ผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีโดยเทคนิค CV ของเซลล์ไฟฟ้า ASCs นิกเกิลโคบอลต์ไธต์ (NiCo₂O₄/rGO) และนิกเกิลโคบอลต์ไธต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (NiCo₂O₄/rGO//rGO) ความเข้มข้นของการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท (rGO) ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนักที่อัตราเร็วศักย์ไฟฟ้า (Scan rate) 20 mV/s โดยมีช่วงความต่างศักย์ในการทดสอบที่ 1.5V (0-1.5V) ซึ่งอ้างอิงช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้าจากการทดสอบ CV ของวัสดุคอมโพสิตแบบครึ่งเซลล์ไฟฟ้า แสดงได้ดังรูปที่ 4.27 พบว่ารูปแบบการตอบสนองของค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Current density) ต่อช่วงของค่าความต่างศักย์ที่ทดสอบ มีพฤติกรรมผสมระหว่าง EDLCs จากขั้วไฟฟ้าลบ ซึ่งมีลักษณะคล้ายสี่เหลี่ยมผืนผ้าแต่มีความบิดเบี้ยวมากขึ้น เนื่องจากพฤติกรรมการตอบสนองแบบ Pseudocapacitive จากขั้วไฟฟ้าบวกที่เกิดปฏิกิริยารีด็อกซ์ขึ้น อย่างไรก็ตามรูปแบบของ CV voltammogram ที่เกิดขึ้นมีลักษณะของรูปแบบพีคช่วงออกซิเดชัน และรีดักชันที่ไม่สมมาตรในทุกเซลล์ไฟฟ้า ASC ที่ทดสอบ เนื่องจาก นิกเกิลโคบอลต์ไธต์ที่เป็นส่วนผสมหลักในวัสดุคอมโพสิตนั้น มีลักษณะการสะสมประจุแบบ Pseudocapacitive มีรูปแบบการเกิดปฏิกิริยารีด็อกซ์แบบผันกลับได้ไม่สมบูรณ์ และในเซลล์ ASC ของ NiCo₂O₄/0.1rGO//rGO มีการตอบสนองของพีคแบบ Pseudocapacitive ชัดเจนที่สุด



รูปที่ 4.27 Cyclic Voltammogram ของอุปกรณ์ ASC $\text{NiCo}_2\text{O}_4//\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}//\text{rGO}$ ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก

4.3.2.2 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของเซลล์ไฟฟ้า ASC (Specific Capacitance, C_{ASC}) (แบบคำนวณจาก CV)

จากข้อมูลที่ได้จากการทดสอบด้วยเทคนิค CV สามารถนำพื้นที่ใต้กราฟที่ได้มาคำนวณหาค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของเซลล์ไฟฟ้า ASC โดยคำนวณได้จากสมการที่ 2.5 ในบทที่ 2 โดยข้อมูลค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของเซลล์ไฟฟ้า ASC ที่คำนวณได้จากอัตราเร็วศักย์ไฟฟ้า (Scan rate) ต่าง ๆ แสดงได้ดังรูปที่ 4.28 และสรุปได้ดังตารางที่ 4.6 พบว่า เมื่อเพิ่มอัตราเร็วศักย์ไฟฟ้าส่งผลให้ค่า C_{ASC} มีค่าลดลงในทุกเซลล์ไฟฟ้า และที่อัตราเร็วศักย์ไฟฟ้า 20mV/s ของเซลล์ ASC ของ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}//\text{rGO}$ มีค่า C_{ASC} สูงกว่า เซลล์ ASC ของวัสดุคอมโพสิตที่ความเข้มข้นอื่น ๆ เนื่องจากที่อัตราเร็วศักย์ไฟฟ้าสูง ๆ ส่งผลให้อิออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เกิดปฏิกิริยาได้เฉพาะที่บริเวณรูพรุนภายนอกของพื้นผิววัสดุขั้วไฟฟ้า ในขณะที่อัตราเร็วศักย์ไฟฟ้าต่ำ ๆ รูพรุนชั้นนอก และภายในพื้นผิวของโครงสร้างวัสดุขั้วไฟฟ้าสามารถเกิดปฏิกิริยากับอิออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งส่งผลให้มีค่า C_{ASC} สูงกว่า



รูปที่ 4.28 Cyclic retention ของอุปกรณ์ ASC NiCo₂O₄//rGO และ NiCo₂O₄/rGO//rGO ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.6 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่คำนวณได้ของอุปกรณ์ ASC NiCo₂O₄//rGO และ NiCo₂O₄/rGO//rGO ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก

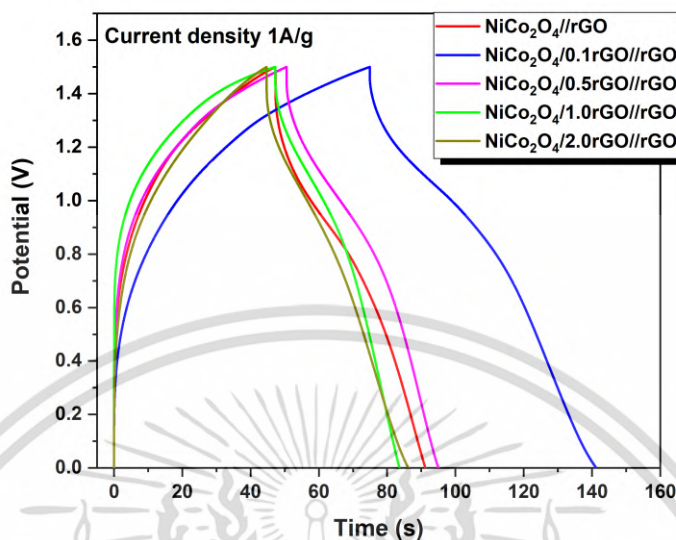
Samples	Scan Rate (mV/s)	Specific capacitance (F/g)
NiCo ₂ O ₄ //rGO	20	147.44
	50	100.68
	100	60.66
	200	35.21
NiCo ₂ O ₄ /0.1rGO//rGO	20	233.30
	50	151.50
	100	100.85
	200	65.51
NiCo ₂ O ₄ /0.5rGO//rGO	20	171.31
	50	106.12
	100	67.05
	200	40.33
NiCo ₂ O ₄ /1.0rGO//rGO	20	168.45
	50	104.57
	100	64.19
	200	36.62
NiCo ₂ O ₄ /2.0rGO//rGO	20	166.40
	50	97.91
	100	61.36
	200	35.20

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

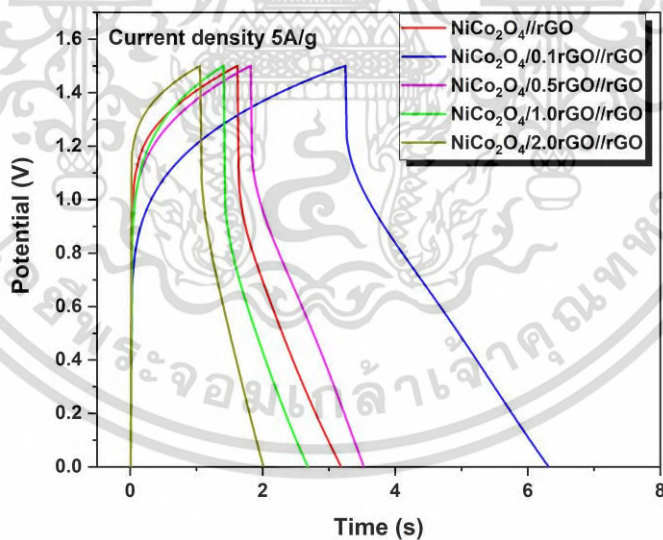
4.3.2.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Galvanostatic charge-discharge (CGD) ของ เซลล์ไฟฟ้า ASC

เพื่อทำการเปรียบเทียบลักษณะการอัด-คายประจุไฟฟ้าของอุปกรณ์ ASC ต่าง ๆ อย่างชัดเจน ดังรูปที่ 4.29 แสดงรูปแบบการอัด-คายประจุต่อเวลาของ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}/\text{rGO}$ ที่ความเข้มข้นของ rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ในวัสดุคอมโพสิตที่ขั้วไฟฟ้าบวกของอุปกรณ์ ASC ที่ความต่างศักย์ 1.5V (0-1.5V) ภายใต้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่ 1 A/g พบว่าที่อุปกรณ์ ASC โดยมี $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}/\text{rGO}$ เป็นขั้วไฟฟ้าบวก มีรูปแบบการอัด-คายประจุไฟฟ้าได้สมมาตรที่สุด เมื่อเทียบกับอุปกรณ์ตัวอย่างชนิดอื่น ๆ และมีพฤติกรรมผสมในการเก็บประจุระหว่างความเป็น Pseudocapacitive และ EDLCs เนื่องจากในรูปแบบของกราฟในขั้นตอนการคายประจุ (Discharging) มีส่วนของไหล่กราฟเกิดขึ้นซึ่งเป็นพฤติกรรมเอกลักษณ์ของ Pseudocapacitive นอกจากนี้รูปแบบการคายประจุของอุปกรณ์ยังคงพบส่วนของ IR_{drop} คือการเกิดความต้านทานภายในของวัสดุ (Equivalent series resistance, ESR) ภายในชั้นอุปกรณ์เอง ซึ่งเกิดในกราฟการคายประจุช่วงต้นที่เกิดการลดลงของศักย์ไฟฟ้าอย่างรวดเร็ว เป็นสาเหตุทำให้ประสิทธิภาพระหว่างความสามารถในการเก็บประจุ และการคายประจุของอุปกรณ์ลดลง โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการใช้งานอุปกรณ์เป็นระยะเวลาานาน มีการใช้งานหลายรอบการอัด-คายประจุ

เมื่อทำการเพิ่มความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการทดสอบเป็น 5 A/g ดังแสดงในรูปที่ 4.30 พบว่าในทุกอุปกรณ์ ASC มีการเกิด IR_{drop} ที่เกิดขึ้นในขณะคายประจุได้ชัดเจนมากขึ้น มีรูปแบบการอัด-คายประจุแบบ Pseudocapacitive และสังเกตได้เพียงรูปแบบการอัด-คายประจุแบบ EDLCs เท่านั้น รวมไประยะเวลาที่ใช้ในการคายประจุออกจากอุปกรณ์ลดลง เนื่องจากความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นต่อช่วงของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ทดสอบอุปกรณ์ ASC เหล่านี้ เกินขีดจำกัดทางจลศาสตร์ (kinetic) ของวัสดุникเกิลโคบอลต์ไต์ในคอมโพสิตของอุปกรณ์



รูปที่ 4.29 การอัด-คายประจุไฟฟ้าของอุปกรณ์ ASC $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}/\text{rGO}$ ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g

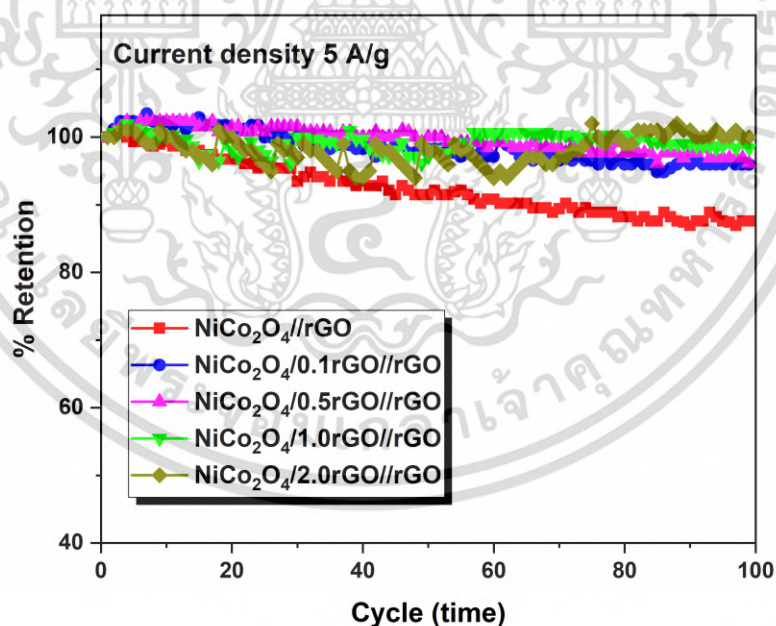


รูปที่ 4.30 การอัด-คายประจุไฟฟ้าของอุปกรณ์ ASC $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}/\text{rGO}$ ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 A/g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.2.4 การวิเคราะห์ผลการสะสมประจุไฟฟ้าแบบวนรอบ (Cyclic retention) ของอุปกรณ์ ASC

การทดสอบความสามารถในการรักษาประสิทธิภาพของการสะสมประจุไฟฟ้าแบบวนรอบ (Cyclic retention) ที่จำนวน 100 รอบ ภายใต้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 5 A/g จากเทคนิคการวิเคราะห์ GCD ของอุปกรณ์ ASC โดยใช้วัสดุสำหรับขั้วไฟฟ้าบวกชนิดต่างกัน แสดงได้ดังรูปที่ 4.31 พบว่าอุปกรณ์ ASC ชนิด $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ที่ใช้ NiCo_2O_4 เป็นวัสดุสำหรับขั้วไฟฟ้าบวกในอุปกรณ์ มีแนวโน้มของความสามารถในการรักษาประสิทธิภาพการสะสมประจุไฟฟ้าลดลงอย่างต่อเนื่อง โดยในการอัด-คายประจุไฟฟ้าในรอบที่ 100 ความสามารถในการสะสมประจุไฟฟ้าลดลงเหลือประมาณร้อยละ 87 จากความสามารถในการสะสมประจุเริ่มต้น ในขณะที่อุปกรณ์ ASC $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}/\text{rGO}$ ที่ใช้วัสดุ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ คอมโพสิตที่ความเข้มข้นในการเติม rGO ต่าง ๆ กลับมีแนวโน้มความสามารถในการรักษาประสิทธิภาพในการเก็บประจุไฟฟ้าได้ดีขึ้น เมื่อผ่านไป 100 รอบยังคงมีประสิทธิภาพในการสะสมประจุอยู่ที่ประมาณร้อยละ 80 จากความสามารถในการเก็บประจุเริ่มต้น



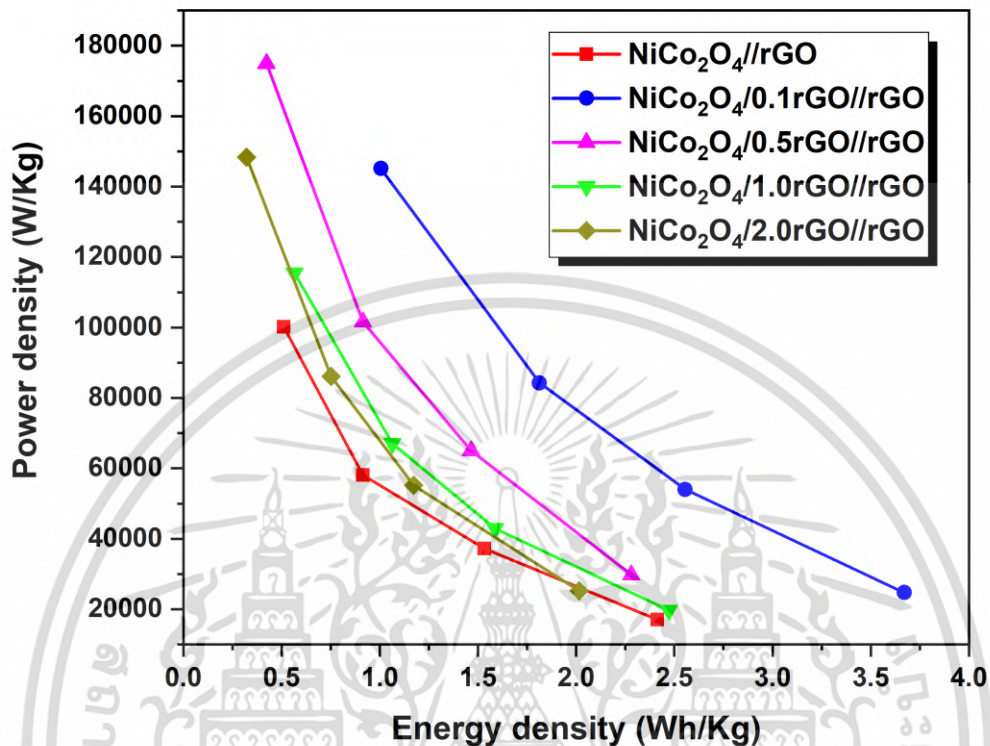
รูปที่ 4.31 Cyclic retention ของอุปกรณ์ ASC $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}/\text{rGO}$ ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 A/g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.2.5 การเปรียบเทียบความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังงานของ อุปกรณ์ ASC โดยแผนภาพราโกเน (Ragone plot)

การวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค GCD ในระบบการทดสอบ 2 ขั้วไฟฟ้า เป็นการทดสอบประสิทธิภาพในด้านต่าง ๆ ของอุปกรณ์ ASC ทำให้สามารถนำข้อมูลที่ได้มาคำนวณหาค่าความสามารถในการเก็บพลังงาน และกำลังการใช้งานของอุปกรณ์ ASC ซึ่งจากผลการทดสอบ CGD สามารถคำนวณหาค่าความหนาแน่นพลังงาน (Energy density, Wh/Kg) ได้จากสมการที่ 2.8 ในบทที่ 2 และค่าความหนาแน่นกำลังงาน (Power density, W/Kg) ได้ดังสมการที่ 2.9 ในบทที่ 2 สำหรับการเปรียบเทียบพฤติกรรม รูปแบบการเป็นอุปกรณ์กักเก็บพลังงาน (Energy storage devices) โดยในรูปที่ 4.32 คือแผนภาพราโกเน (Ragone plot) ที่เปรียบเทียบระหว่างความหนาแน่นพลังงาน ต่อความหนาแน่นกำลังงานของอุปกรณ์ ASC ที่มีวัสดุในขั้วบวกต่างกัน และสรุปข้อมูลที่ได้จากการคำนวณที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.7 พบว่าที่ความหนาแน่นกำลังงานที่เพิ่มขึ้น จากการเพิ่มความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า ส่งผลให้ในทุก ๆ อุปกรณ์ ASC มีค่าความหนาแน่นพลังงานที่ลดลง แต่ในขณะที่ความหนาแน่นกำลังงานที่เท่ากัน ในอุปกรณ์ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}/\text{rGO}$ ที่ใช้ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$ เป็นวัสดุสำหรับขั้วบวกในอุปกรณ์ ASC สามารถเพิ่มค่าความหนาแน่นพลังงานได้มากที่สุด และสูงกว่าอุปกรณ์ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ที่ใช้ NiCo_2O_4 เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าบวกกว่า 2 เท่า เช่นที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 1 A/g อุปกรณ์ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ความหนาแน่นพลังงานที่ 2.4136 Wh/Kg ในขณะที่อุปกรณ์ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}/\text{rGO}$ ความหนาแน่นพลังงานที่ 3.6708 Wh/Kg

จากผลการคำนวณ และแนวโน้มที่ได้มีความสอดคล้องกับการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค GCD และ CV ของอุปกรณ์ ASC เช่นกัน ซึ่งแสดงถึงปริมาณสัดส่วนที่เหมาะสมระหว่าง NiCo_2O_4 และ rGO ของการสังเคราะห์วัสดุ นิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$) ภายใต้กระบวนการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วม และการทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยความร้อนในงานวิจัยนี้



รูปที่ 4.32 Ragone plot ของอุปกรณ์ ASC NiCo₂O₄//rGO และ NiCo₂O₄/rGO//rGO ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g

ตารางที่ 4.7 ค่าความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังงานที่คำนวณได้ของอุปกรณ์ ASC $\text{NiCo}_2\text{O}_4//\text{rGO}$ และ $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}//\text{rGO}$ ที่ความเข้มข้น rGO ร้อยละ 0.1 0.5 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g

Samples	Current density	Energy density	Power density
	(A/g)	(Wh/Kg)	(W/Kg)
$\text{NiCo}_2\text{O}_4//\text{rGO}$	1	2.41	17048.55
	2	1.53	37268.93
	3	0.91	58157.57
	5	0.51	100160.26
	$\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}//\text{rGO}$	1	3.67
2		2.56	53999.57
3		1.81	84265.45
5		1.01	145123.84
$\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}//\text{rGO}$		1	2.47
	2	1.59	42960.25
	3	1.06	67038.77
	5	0.57	115455.67
	$\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}//\text{rGO}$	1	2.28
2		1.46	65081.57
3		0.91	101558.74
5		0.42	174906.72
$\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}//\text{rGO}$		1	2.02
	2	1.17	55195.76
	3	0.75	86132.09
	5	0.32	148338.61

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.3 การเปรียบเทียบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมโพสิตนิกเกิลโคบอลต์กับงานวิจัยต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.8 เป็นการเปรียบเทียบการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของนิกเกิลโคบอลต์คอมโพสิตจากงานวิจัยต่าง ๆ ซึ่งมีรูปแบบการสังเคราะห์ และมีเงื่อนไขการทดสอบต่างกัน โดยมีช่วงของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าอยู่ที่ประมาณ 0.4-0.6V แต่จุดเด่นที่สามารถสังเกตได้ชัดเจนของนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตจากงานวิจัยนี้ คือมีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงถึง 451 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย และการรีดักชันด้วยความร้อน ซึ่งเป็นกระบวนการสังเคราะห์ที่สะดวก และสามารถลดความซับซ้อนของขั้นตอน และเครื่องมือที่ใช้ได้

ตารางที่ 4.8 การเปรียบเทียบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมโพสิตนิกเกิลโคบอลต์กับงานวิจัยต่าง ๆ

ชนิดวัสดุ	ขั้นตอนการเตรียม// สถานะการปรับปรุง ทางความร้อน	ค่าความจุ ไฟฟ้า จำเพาะ	ช่วงความต่าง ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ทดสอบ	อ้างอิง
CNT/NiCo ₂ O ₄	Electrochemical deposition // 300°C/2h	694 F/g (1A/g)	0-0.41V vs. SCE 6M KOH	[75]
NiCo ₂ O ₄ nanowire /microporous carbon	Hydrothermal 110°C/12h //300°C/2h	1696 F/g (1A/g)	0-0.4V vs. SCE 2M KOH	[76]
NiCo ₂ O ₄ /graphene nanoarchitectures	Hydrothermal 90°C/12h //350°C/2h	778 F/g (1A/g)	0-0.5V vs. SCE 2M KOH	[77]
CNT/NiCo ₂ O ₄	Precipitate //300°C/3h	1038 F/g (0.5A/g)	-0.1-0.36V vs. SCE 6M KOH	[78]
NiCo ₂ O ₄ /rGO nano- composites	Co-precipitation 300°C/6h //300°C/2h	451 F/g (1A/g)	0-0.4V vs. Ag/AgCl 6M KOH	งานวิจัย นี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลงานวิจัย และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

จากผลการทดลองในงานวิจัยครั้งนี้ สามารถยืนยันได้ถึงวิธีการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลต์ สปิเนล และนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่มีปริมาณความเข้มข้นของรีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์นาโนซีทแตกต่างกัน และความสามารถทางไฟฟ้าเคมีสำหรับการใช้งานเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้า ในตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้ดังนี้

5.1.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์นิกเกิลโคบอลต์ สปิเนล ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการ ตกตะกอนร่วมอย่างง่าย

กระบวนการสังเคราะห์นิกเกิลโคบอลต์ สปิเนลสามารถสังเคราะห์ได้จากการเผาแคลไซน์ของ สารพรีเคอร์เซอร์ โคบอลต์ไฮดรอกไซด์ และนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่เป็นสารตัวกลางจากวิธีการตกตะกอน ร่วมอย่างง่าย (Simple co-precipitation) โดยมีโคบอลต์คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และนิกเกิลคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น ภายใต้สภาวะเบสจากแอมโมเนียโดยมีน้ำเป็นตัวทำละลาย ซึ่งสามารถยืนยันได้ จากระนาบการเลี้ยวเบนของความเป็นผลึกที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค XRD องค์ประกอบทางเคมีที่เกิดขึ้นได้ จากเทคนิค FT-IR สถานะทางเคมีได้จากเทคนิค XPS และลักษณะทางสัณฐานวิทยาจากเทคนิค SEM และ TEM สามารถยืนยันได้ว่านิกเกิลโคบอลต์มีลักษณะรูปร่างแบบดอกไม้ขนาดไมโคร (Microflowers)

5.1.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทที่สังเคราะห์จากกราฟีนอนุภาค ขนาดนาโน และนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่ความเข้มข้นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทต่าง ๆ จากกระบวนการรีดักชันด้วยความร้อน

กระบวนการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทด้วยการทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยความร้อนภายใต้ ความสภาวะบรรยากาศปกติ สามารถยืนยันได้จากค่าความไม่เป็นระเบียบของระนาบในโครงสร้างที่ เพิ่มขึ้นจากเทคนิครามาน การมีปริมาณหมู่ฟังก์ชันที่จากเทคนิค FT-IR และการพบสัญญาณของหมู่ ฟังก์ชันจากรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท และนิกเกิลโคบอลต์ ในนิกเกิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีน

ออกไซด์นาโนคอมโพสิต เช่นเดียวกับผลการวิเคราะห์จากเทคนิค XPS ซึ่งแสดงถึงสถานะทางเคมีของวัสดุคอมโพสิต อีกทั้งยังช่วยยืนยันถึงความเป็นโครงสร้างสปีแนลที่เกิดขึ้น โดยข้อมูลทางสัณฐานวิทยาจากภาพถ่ายอิเล็กตรอนเทคนิค SEM และ TEM สามารถยืนยันถึงขนาดอนุภาคนาโนของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทที่ใช้กระบวนการศึกษาในงานวิจัยนี้ นอกจากนี้การพิสูจน์เอกลักษณ์เหล่านี้ยังพบว่า ปริมาณพื้นที่ผิว ปริมาณและขนาดของรูพรุนที่ตรวจสอบได้จากเทคนิค BET และการสลายตัวทางความร้อนจากเทคนิค TGA สามารถแสดงให้เห็นทราบ และยืนยันถึงการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญของปริมาณความเข้มข้นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท ในวัสดุ निकิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่สังเคราะห์ได้จากการผสมระหว่าง กราฟีนออกไซด์นาโนซีท และ निकิลโคบอลต์ ภายใต้สภาวะความเป็นกรด จากกรดแอสคอร์บิกโดยมีน้ำเป็นตัวกลาง และการเผาแคลไซน์ภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติ

5.1.3 พฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีของ निकิลโคบอลต์ และ निकิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต สำหรับการเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าในตัวเก็บประจุยิ่งยวด

การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของ निकิลโคบอลต์ และ निकิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ภายใต้ระบบ 3 ขั้วไฟฟ้าที่ปริมาณความเข้มข้นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่เพิ่มขึ้น มีแนวโน้มทำให้วัสดุคอมโพสิตมีความพฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีแบบไฮบริดระหว่าง Pseudocapacitive และ EDLCs มากขึ้น ซึ่งใน निकิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่ความเข้มข้นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงถึง 2355.95 F/g ที่อัตราเร็วความต่างศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s เนื่องจากสามารถเกิดปฏิกิริยาเกิดรีดอกซ์ได้ดี และมีแนวโน้มการเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่ดีจากรูปแบบความสัมพันธ์ของเวลาที่ใช้ในการอัด-คายประจุไฟฟ้า รวมไปถึงความสามารถในการรักษาประสิทธิภาพในการใช้งานในรอบที่ 100 ยังคงมีประสิทธิภาพในอยู่ที่ร้อยละ 98 จากค่าความสามารถในการเก็บประจุเริ่มต้น

5.1.4 พฤติกรรม และสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบอสมมาตร (Asymmetric supercapacitors, ASCs)

การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดอสมมาตร ภายใต้การทดสอบระบบ 2 ขั้วไฟฟ้า โดยมีขั้วบวกเป็น निकิลโคบอลต์ และ निकิลโคบอลต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่ความเข้มข้นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทต่าง ๆ และขั้วไฟฟาลบโดยใช้เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทในทุกอุปกรณ์ในการทดสอบ พบว่าความสามารถในการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท ลงไปในวัสดุคอมโพสิตมีขีดจำกัด จากความเข้ากันได้ทางสัมฐานวิทยาระหว่างรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท และนิกเกิลโคบอลไตต์ ซึ่งถ้ามีปริมาณที่มากเกินไปจะส่งผลให้การทำงานของอุปกรณ์สูญเสียเสถียรภาพ และมีค่าประสิทธิภาพในการทำงานกลับมลดลง โดยจากผลการทดสอบยืนยันได้ว่าอุปกรณ์ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดชนิดที่ใช้วัสดุคอมโพสิต ($\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}/\text{rGO}$) ที่มีความเข้มข้นของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีทร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก เป็นปริมาณที่เหมาะสมที่สุดสำหรับอุปกรณ์ตัวเก็บประจุไฟฟ้าในการวิจัยนี้ โดยมีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของอุปกรณ์อยู่ที่ 233.30 F/g ที่อัตราเร็วของความต่างศักย์ไฟฟ้า 20 mV/s และที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g สามารถมีค่าความหนาแน่นกำลังงาน 24701.93 W/Kg และมีค่าความหนาแน่นพลังงานที่ 3.67 Wh/Kg ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดที่ใช้นิกเกิลโคบอลไตต์เป็นขั้วไฟฟ้าบวก อีกทั้งยังสามารถคงประสิทธิภาพการใช้งานที่รอบ 100 ได้ร้อยละ 87 จากความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าเริ่มต้น

จากการวิจัยครั้งนี้เป็นการแสดงถึงประสิทธิภาพในด้านของการใช้งานสำหรับอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดตัวเก็บประจุยิ่งยวดของวัสดุ นิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม และการรีดักชันด้วยความร้อน ซึ่งเป็นกระบวนการสังเคราะห์ที่ใช้เวลาน้อย สะดวก มีต้นทุนที่ไม่สูง และมีความเป็นพิษในการสังเคราะห์ต่ำ กระบวนการสังเคราะห์นี้จึงมีแนวโน้มในการพัฒนาต่อในระดับอุตสาหกรรมทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 กระบวนการสังเคราะห์ นิกเกิลโคบอลไตต์ รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนซีท และนิกเกิลโคบอลไตต์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง เช่น นิกเกิลคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต โคบอลต์คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต นิกเกิลโคบอลไตต์ เป็นต้น ล้วนมีสมบัติเป็นสารประเภทโลหะหนัก และเป็นผงขนาดเล็ก ฟุ้งกระจายได้ง่าย ควรทำการทดลองด้วยความระมัดระวัง และต้องสวมอุปกรณ์ป้องกันทุกครั้งที่ทำกรทดลอง และควรปฏิบัติตามการทดลองภายในตู้ดูดควัน

5.2.2 กระบวนการเตรียมวัสดุสำหรับการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมี

ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการเตรียมวัสดุสำหรับการทำขั้วไฟฟ้า โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเตรียมขั้วไฟฟ้าแบบปลอดตัวถูกระสาน (Binding free electrode) เพื่อเป็นการลดตัวแปรในการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมี และเทคนิคการผสมสารตัวอย่างให้มีความเป็นเนื้อเดียวกันได้ดี

5.2.3 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุขั้วไฟฟ้า

ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับภาชนะสำหรับบรรจุขั้วไฟฟ้าในการทดสอบทางไฟฟ้าเคมี ให้มีระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้าแต่ละชนิดอย่างคงที่ตลอดการทดสอบทางไฟฟ้าเคมี รวมไปถึงการเลือกชนิดและความเข้มข้นของอิเล็กโทรไลต์ให้เหมาะสมกับวัสดุขั้วไฟฟ้า ตัวแปรทางไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ และควรทดสอบความต้านทานภายในที่ความถี่ต่าง ๆ ของวัสดุขั้วไฟฟ้า (EIS)

5.2.4 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของอุปกรณ์ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดแบบสมมาตร

ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการทดสอบอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบสมมาตร (Symmetric supercapacitor) จากขั้วไฟฟ้าชนิดต่าง ๆ เพื่อใช้ข้อมูลที่ได้เป็นตัวเปรียบเทียบ สำหรับการพัฒนาวัสดุขั้วไฟฟ้า รวมไปถึงการออกแบบเซลล์สำหรับอุปกรณ์กักเก็บพลังงาน

5.2.5 แนวทางการปรับปรุงประสิทธิภาพของวัสดุขั้วไฟฟ้า สำหรับการใช้งานในด้านการเป็นอุปกรณ์กักเก็บพลังงาน

ศึกษาแนวทางการพัฒนาประสิทธิภาพของวัสดุชนิดกึ่งโพลีเมอร์ สำหรับใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าในด้านตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยการนำมาพัฒนาเป็นวัสดุผสมร่วมกับวัสดุชนิดอื่น ๆ เช่น คาร์บอนนาโนทิวบ์ พลูเลอรีน หรือพอลิเมอร์ชนิดนำไฟฟ้า (Conducting polymers) เป็นต้น

เอกสารอ้างอิง

- [1] Zheng, S., et al., *Graphene-based materials for high-voltage and high-energy asymmetric supercapacitors*. Energy Storage Materials, 2017. 6: p. 70-97.
- [2] Dubal, D.P., et al., *Nickel cobaltite as an emerging material for supercapacitors: An overview*. Nano Energy, 2015. 11: p. 377-399.
- [3] Liu, L.-Y., et al., *Synthesis of Co-Ni oxide microflowers as a superior anode for hybrid supercapacitors with ultralong cycle life*. Chinese Chemical Letters, 2017. 28(2): p. 206-212.
- [4] D'Souza, F., *Handbook of Carbon Nano Materials*. Vol. 1. 2011.
- [5] khomenko, V., et al., *High-voltage asymmetric supercapacitors operating in aqueous electrolyte*. Applied Physics A, 2006. 82(Materials Science & Processing): p. 567-573.
- [6] Kim, B.K., et al., *Electrochemical Supercapacitors for Energy Storage and Conversion*. 2015: p. 1-25.
- [7] Zhang, L.L. and X.S. Zhao, *Carbon-based materials as supercapacitor electrodes*. Chem Soc Rev, 2009. 38(9): p. 2520-31.
- [8] Simon, P. and Y. Gogotsi, *Materials for electrochemical capacitors*. Nat Mater, 2008. 7(11): p. 845-54.
- [9] Zhu, Y., et al., *Carbon-based supercapacitors produced by activation of graphene*. Science, 2011. 332(6037): p. 1537-41.
- [10] conway, B.E., *Electrochemical supercapacitors : scientific fundamentals and technological applications*. 1999, New York: Kluwer Academic : Plenum Press. 697.
- [11] Samantara, A.K. and R. Satyajit, *Materials Development for Active/Passive Components of a Supercapacitor Background, Present Status and Future Perspective*. SpringerBriefs in Materials. 2018: Springer. 55.
- [12] Srinivasan, V. and J.W. Weidner, *Studies on the Capacitance of Nickel Oxide Films: Effect of Heating Temperature and Electrolyte Concentration*. Journal of The Electrochemical Society, 2000. 147(3): p. 880.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [13] Shulga, Y.M., et al., *Graphene oxide films as separators of polyaniline-based supercapacitors*. Journal of Power Sources, 2014. 245: p. 33-36.
- [14] Wu, H.-C., et al., *High-performance carbon-based supercapacitors using Al current-collector with conformal carbon coating*. Materials Chemistry and Physics, 2009. 117(1): p. 294-300.
- [15] Pang, E.J.X., et al., *N-type thermoelectric recycled carbon fibre sheet with electrochemically deposited Bi₂Te₃*. Journal of Solid State Chemistry, 2012. 193: p. 147-153.
- [16] Tsay, K.-C., L. Zhang, and J. Zhang, *Effects of electrode layer composition/thickness and electrolyte concentration on both specific capacitance and energy density of supercapacitor*. Electrochimica Acta, 2012. 60: p. 428-436.
- [17] Kim, B.K., V. Chabot, and A. Yu, *Carbon nanomaterials supported Ni(OH)₂/NiO hybrid flower structure for supercapacitor*. Electrochimica Acta, 2013. 109: p. 370-380.
- [18] Zhao, S., et al., *A measurement method for determination of dc internal resistance of batteries and supercapacitors*. Electrochemistry Communications, 2010. 12(2): p. 242-245.
- [19] Chen, W., et al., *High-performance nanostructured supercapacitors on a sponge*. Nano Lett, 2011. 11(12): p. 5165-72.
- [20] Garg, N., M. Basu, and A.K. Ganguli, *Nickel Cobaltite Nanostructures with Enhanced Supercapacitance Activity*. The Journal of Physical Chemistry C, 2014. 118(31): p. 17332-17341.
- [21] TIWARI, S.K., et al., *Active thin NiCo₂O₄ film prepared on nickel by spray pyrolysis for oxygen evolution*. Hydrogen Energy, 1994. 20(1): p. 9-15.
- [22] Cui, B., et al., *Core-Ring Structured NiCo₂O₄ Nanoplatelets: Synthesis, Characterization, and Electrocatalytic Applications*. Advanced Functional Materials, 2008. 18(9): p. 1440-1447.
- [23] Verma, S., et al., *Nearly Monodispersed Multifunctional NiCo₂O₄ Spinel Nanoparticles Magnetism Infrared*. Phys Chem, 2008. 112(C): p. 15106-15112.

- [24] Silwal, P., et al., *Metal insulator transition with ferrimagnetic order in epitaxial thin films of spinel NiCo₂O₄*. Applied Physics Letters, 2012. 100(3): p. 032102.
- [25] Singh, G., I.P.S. Kapoor, and S. Dubey, *Nanocobaltite: Preparation, Characterization, and their Catalytic Activity*. Propellants, Explosives, Pyrotechnics, 2011. 36(4): p. 367-372.
- [26] Wu, J., et al., *Ultrathin NiCo₂O₄ nanosheets grown on three-dimensional interwoven nitrogen-doped carbon nanotubes as binder-free electrodes for high-performance supercapacitors*. Journal of Materials Chemistry A, 2015. 3(29): p. 15331-15338.
- [27] GEIM, A.K. and K.S. NOVOSELOV, *The rise of graphene*. Nature materials, 2007. 6: p. 183-191.
- [28] Westervelt, R.M., *Applied physics. Graphene nanoelectronics*. Science, 2008. 320(5874): p. 324-5.
- [29] Lee, C., et al., *Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene*. Science, 2008. 321(5887): p. 385-8.
- [30] Novoselov, K.S., et al., *A roadmap for graphene*. Nature, 2012. 490(7419): p. 192-200.
- [31] Obeng, Y. and P. Srinivasan, *Graphene Is It the Future for Semiconductors An Overview of the Material, Devices, and Applications*. The Electrochemical Society, 2011. 20(Interface): p. 47.
- [32] Jang, J.L.H.D. and J. Huang, *Effect of Sheet Morphology on the Scalability of Graphene-Based Ultracapacitors*. American Chemical Society, 2013. 7(Nano): p. 1464-1471.
- [33] Peng, L., et al., *Ultrathin two-dimensional MnO₂/graphene hybrid nanostructures for high-performance, flexible planar supercapacitors*. Nano Lett, 2013. 13(5): p. 2151-7.
- [34] Zhou, M., et al., *Adsorption of gas molecules on transition metal embedded graphene: a search for high-performance graphene-based catalysts and gas sensors*. Nanotechnology, 2011. 22(38): p. 385502.

- [35] Lu, L.M., et al., *In situ synthesis of palladium nanoparticle-graphene nanohybrids and their application in nonenzymatic glucose biosensors*. Biosens Bioelectron, 2011. 26(8): p. 3500-4.
- [36] Gengler, R.Y.N., K. Spyrou, and P. Rudolf, *A roadmap to high quality chemically prepared graphene*. Journal of Physics D: Applied Physics, 2010. 43(37): p. 374015.
- [37] Park, S. and R.S. Ruoff, *Chemical methods for the production of graphenes*. Nat Nanotechnol, 2009. 4(4): p. 217-24.
- [38] Lu, W., J.-B. Baek, and L. Dai, *Carbon Nanomaterials for Advanced Energy Systems*. Advances in Materials Synthesis and Device Applications. 2015, Canada: Wiley.
- [39] Sriwong, C., W. Tejangkuta, and K. Choojan, *Synthesis of graphene oxide and reduced graphene oxide nanosheets and their characterizations*. Materials today, 2018(Proceeding).
- [40] Li, H.C.S.J.-L., et al., *Functionalized Single Graphene Sheets Derived from Splitting Graphite Oxide*. Physical Chemistry B, 2006. 110: p. 853-8539.
- [41] Ozbas, K.N.K.B., et al., *Raman Spectra of Graphite Oxide and Functionalized Graphene Sheets*. Nano letter, 2007. 8: p. 36-41.
- [42] Jang, X.G.J. and S. Nagase, *Hydrazine and Thermal Reduction of Graphene Oxide Reaction Mechanisms, Product Structures, and Reaction Design*. Phys Chem C, 2010. 114: p. 832-842.
- [43] Mattevi, C., et al., *Evolution of Electrical, Chemical, and Structural Properties of Transparent and Conducting Chemically Derived Graphene Thin Films*. Advanced Functional Materials, 2009. 19(16): p. 2577-2583.
- [44] Pan, G.-H., et al., *Photochemical reaction of vitamin C with silicon nanocrystals: polymerization, hydrolysis and photoluminescence*. Journal of Materials Chemistry C, 2013. 1(37): p. 5856.
- [45] Li, D., et al., *Processable aqueous dispersions of graphene nanosheets*. Nat Nanotechnol, 2008. 3(2): p. 101-5.
- [46] Xiong, J., et al., *Synthesis of highly stable dispersions of nanosized copper particles using l-ascorbic acid*. Green Chemistry, 2011. 13(4): p. 900.

- [47] Carlen, R.K.M., *Principles and applications of electrochemical capacitors*. Electrochimica Acta 2000. 45: p. 2483-2498.
- [48] Conway, B.E., *Transition from “Supercapacitor” to “Battery” Behavior in Electrochemical Energy Storage*. Journal of The Electrochemical Society, 1991. 138(6): p. 1539-1548.
- [49] Liu, T., W.G. Pell, and B.E. Conway, *Self-discharge and potential recovery phenomena*. Electrochimica Acta, 1997. 42: p. 3542-3552.
- [50] Srinivasan, V. and J.W. Weidner, *An Electrochemical Route for Making Porous Nickel Oxide Electrochemical Capacitors*. Journal of The Electrochemical Society, 1997. 144(8): p. L210-L213.
- [51] Zheng, C., et al., *Enhanced electrochemical performance of ball milled CoO for supercapacitor applications*. J. Mater. Chem. A, 2014. 2(39): p. 16467-16473.
- [52] CO, A.C., et al., *Structural and electrochemical studies of Co oxide films formed by the sol-gel technique*. JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE, 2005. 40: p. 4039-4052.
- [53] Shakir, I., et al., *Synthesis of hierarchical porous spinel nickel cobaltite nanoflakes for high performance electrochemical energy storage supercapacitors*. RSC Advances, 2013. 3(44): p. 21386.
- [54] Zhao, B., et al., *A high-energy, long cycle-life hybrid supercapacitor based on graphene composite electrodes*. Energy Storage Materials, 2017. 7: p. 32-39.
- [55] Sriwong, C., K. Choojun, and S. Kongtaweelert, *Investigation of the Influences of Reaction Temperature and Time on the Chemical Reduction of Graphene Oxide by Conventional Method Using Vitamin C as a Reducing Agent*. Materials Science Forum, 2017. 909: p. 225-230.
- [56] Huh, S.H., *Physics and Applications of Graphene - Experiments*. Thermal Reduction of Graphene Oxide, ed. D.S. Mikhailov. Vol. 1. 2011: InTech. 540.
- [57] Sengupta, I., et al., *Thermal reduction of graphene oxide: How temperature influences purity*. Journal of Materials Research, 2018. 33(23): p. 4113-4122.

- [58] Khalid, S., et al., *Microwave Assisted Synthesis of Porous NiCo₂O₄ Microspheres: Application as High Performance Asymmetric and Symmetric Supercapacitors with Large Areal Capacitance*. Sci Rep, 2016. 6: p. 22699.
- [59] Cullity, B.D., *Elements of X-Ray Diffraction*. 2 ed. Metallurgy and Materials, ed. M. Cohen. 1978, USA: Addison-Wesley.
- [60] Trivedi, S. and R. Prasad, *Selection of cobaltite and effect of preparation method of NiCo₂O₄ for catalytic oxidation of CO-CH₄ mixture*. Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering, 2017. 12(3): p. 440-453.
- [61] Stankovich, S., et al., *Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide*. Carbon, 2007. 45(7): p. 1558-1565.
- [62] Qin, J., et al., *ZnO microspheres-reduced graphene oxide nanocomposite for photocatalytic degradation of methylene blue dye*. Applied Surface Science, 2017. 392: p. 196-203.
- [63] Saito, R., et al., *Raman spectroscopy of graphene and carbon nanotubes*. Advances in Physics, 2011. 60(3): p. 413-550.
- [64] Tuinstra, F. and J.L. Koenig, *Raman Spectrum of Graphite*. The Journal of Chemical Physics, 1970. 53(3): p. 1126-1130.
- [65] Nicheva, D., et al., *Characterization of Nickel-Cobaltite Spinel Prepared by Different Methods*. 2018: p. 79-86.
- [66] Tang, C.-W., C.-B. Wang, and S.-H. Chien, *Characterization of cobalt oxides studied by FT-IR, Raman, TPR and TG-MS*. Thermochemica Acta, 2008. 473(1-2): p. 68-73.
- [67] Fouad, O.A., et al., *Cobalt/silica nanocomposite via thermal calcination-reduction of gel precursors*. Materials Chemistry and Physics, 2011. 128(1-2): p. 70-76.
- [68] Borghi, A., et al., *Structural and compositional stability of Co oxide grown on (001) bct Co*. Applied Surface Science, 1999. 150: p. 13-18.
- [69] Yang, F., et al., *Ni-Co oxides nanowire arrays grown on ordered TiO₂ nanotubes with high performance in supercapacitors*. J. Mater. Chem. A, 2013. 1(3): p. 594-601.

- [70] Chen, X., X. Wang, and D. Fang, *A review on C1s XPS-spectra for some kinds of carbon materials*. Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures, 2020. 28(12): p. 1048-1058.
- [71] Ganguly, A., et al., *Probing the Thermal Deoxygenation of Graphene Oxide Using High-Resolution In Situ X-ray-Based Spectroscopies*. The Journal of Physical Chemistry C, 2011. 115(34): p. 17009-17019.
- [72] Moon, I.K., J. Lee, and H. Lee, *Highly qualified reduced graphene oxides: the best chemical reduction*. Chem Commun (Camb), 2011. 47(34): p. 9681-3.
- [73] Wang, X., et al., *Orientated Co₃O₄ Nanocrystals on MWCNTs as Superior Battery-Type Positive Electrode Material for a Hybrid Capacitor*. Journal of The Electrochemical Society, 2015. 162(10): p. A1966-A1971.
- [74] Wu, Z., Y. Zhu, and X. Ji, *NiCo₂O₄ - based materials for electrochemical supercapacitors*. J. Mater. Chem. A, 2014. 2(36): p. 14759-14772.
- [75] Liu, W.-w., et al., *A three dimensional vertically aligned multiwall carbon nanotube/NiCo₂O₄ core/shell structure for novel high-performance supercapacitors*. J. Mater. Chem. A, 2014. 2(14): p. 5100-5107.
- [76] Xiong, W., et al., *Composite of macroporous carbon with honeycomb-like structure from mollusc shell and NiCo₂O₄ nanowires for high-performance supercapacitor*. ACS Appl Mater Interfaces, 2014. 6(21): p. 19416-23.
- [77] Wei, Y., et al., *3D mesoporous hybrid NiCo₂O₄@graphene nanoarchitectures as electrode materials for supercapacitors with enhanced performances*. J. Mater. Chem. A, 2014. 2(21): p. 8103-8109.
- [78] Cai, F., et al., *Hierarchical CNT@NiCo₂O₄ core-shell hybrid nanostructure for high-performance supercapacitors*. J. Mater. Chem. A, 2014. 2(29): p. 11509-11515.

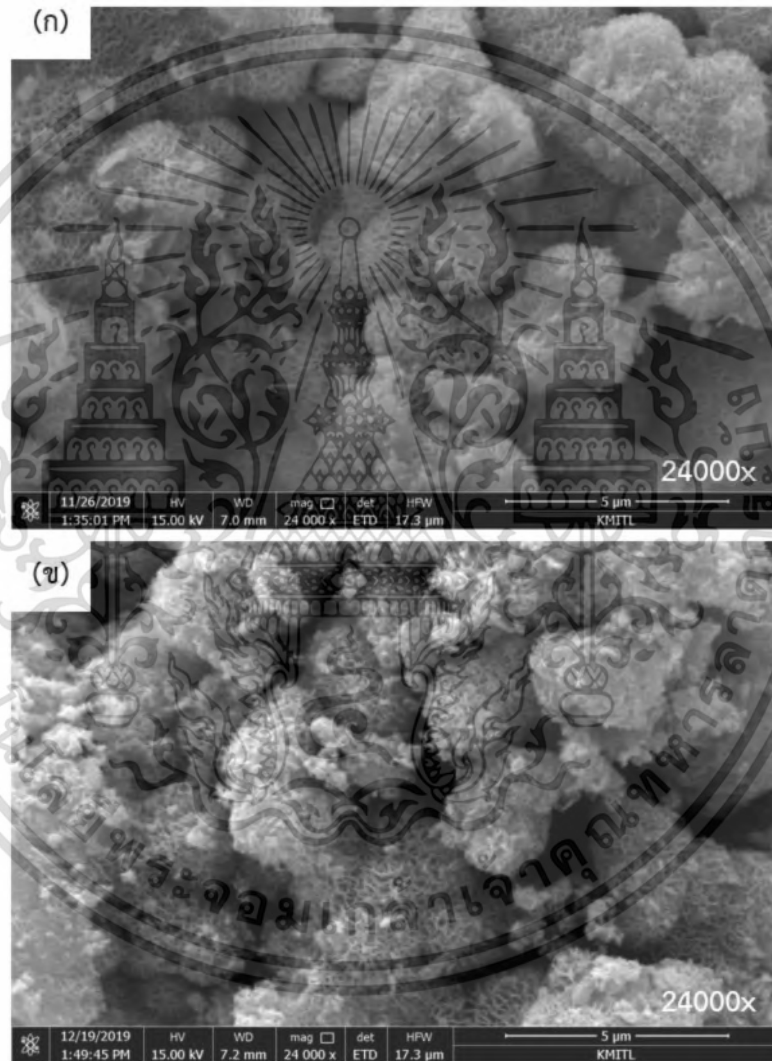


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

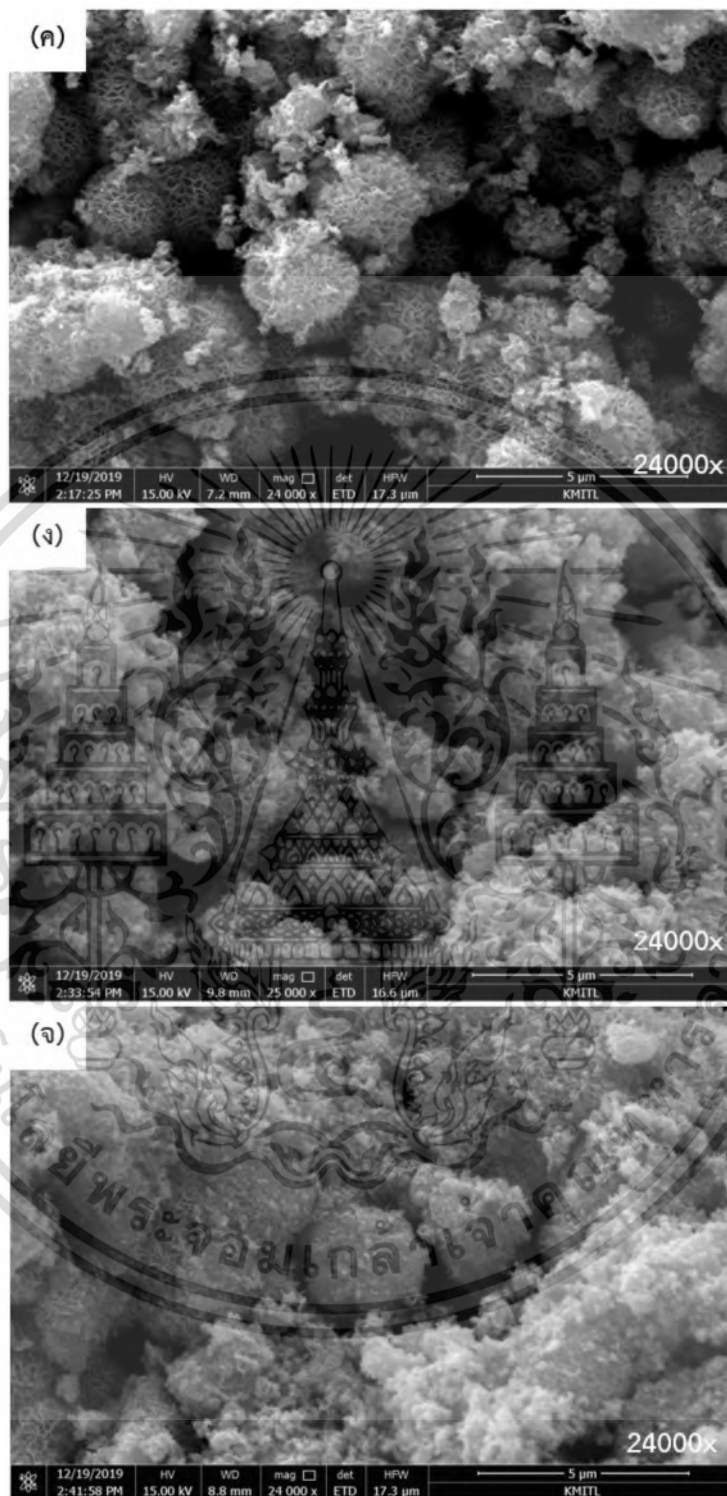
ภาคผนวก ก

ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์

1. ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning electron microscope: SEM)



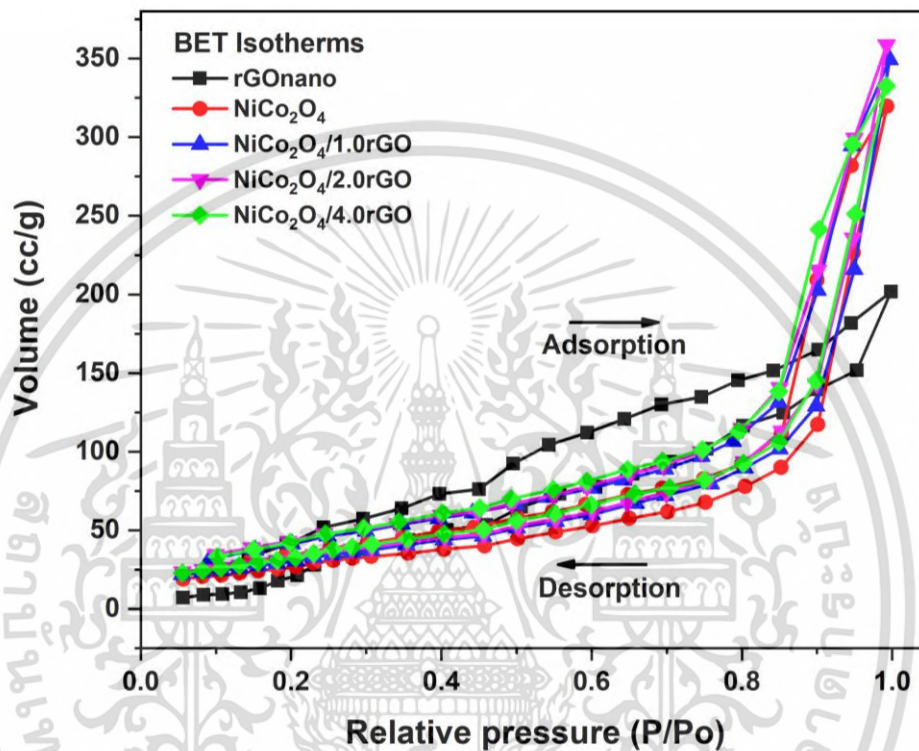
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-1 ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 2400x ของ (ก) NiCo_2O_4 (ข) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}$ (ค) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}$ (ง) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}$ และ (จ) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรและขนาดรูพรุนด้วยวิธีการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจน (Surface Area and Porosity Analyzer, BET)



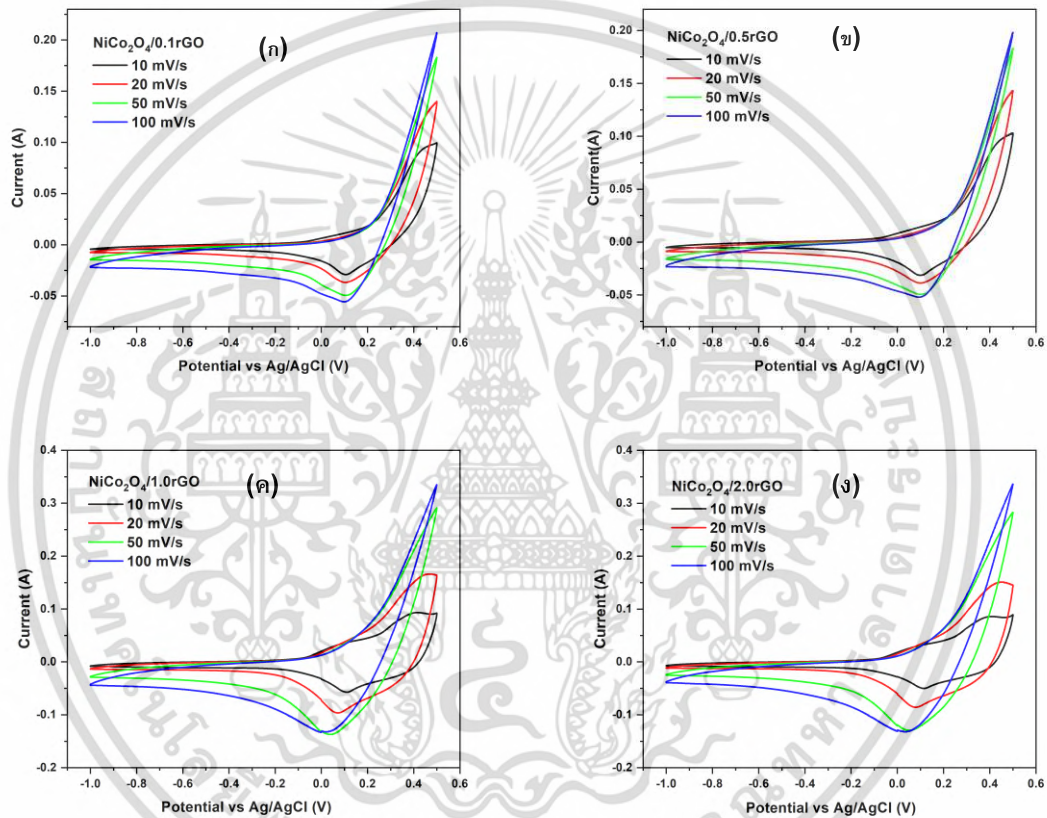
รูปที่ ก-2 แผนภาพ Isotherm ของ rGO nano NiCo₂O₄ และ NiCo₂O₄/rGO นาโนคอมโพสิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

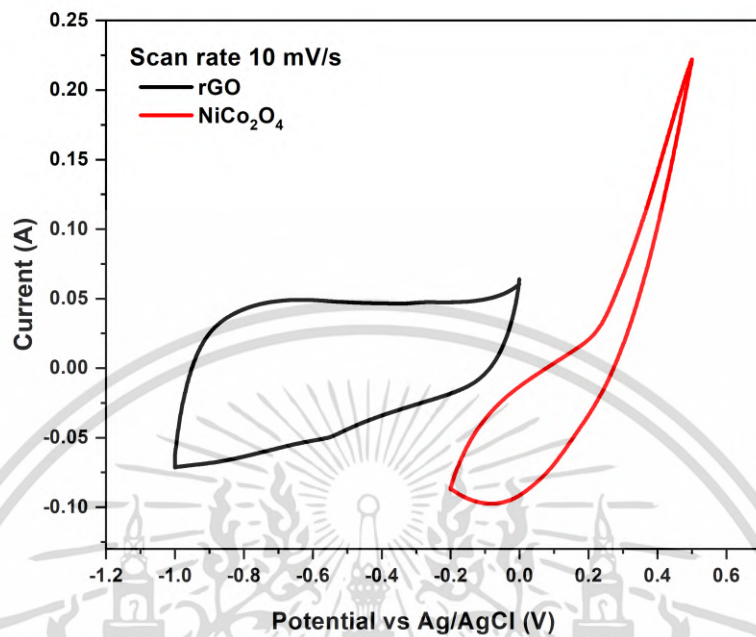
ผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมี

1. Cyclic Voltammogram (CV) ของวัสดุชั้นไฟฟ้า



รูปที่ ข-1 Cyclic Voltammogram ของ (ก) NiCo₂O₄/0.1rGO (ข) NiCo₂O₄/0.5rGO (ค) NiCo₂O₄/1.0rGO และ (ง) NiCo₂O₄/2.0rGO ที่ Scan rate 10 20 50 และ 100 mV/s

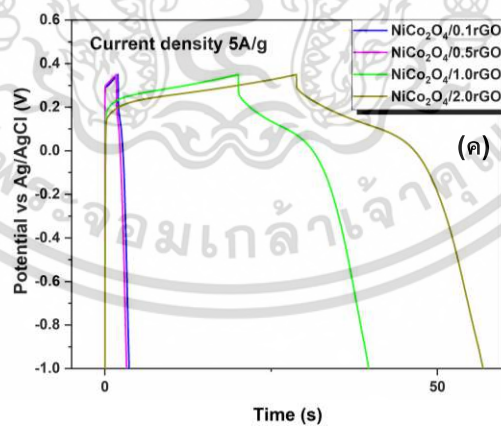
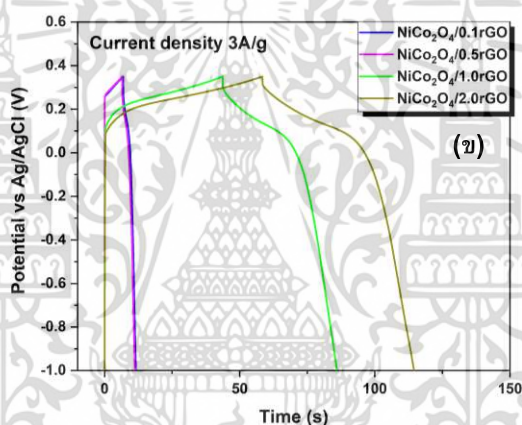
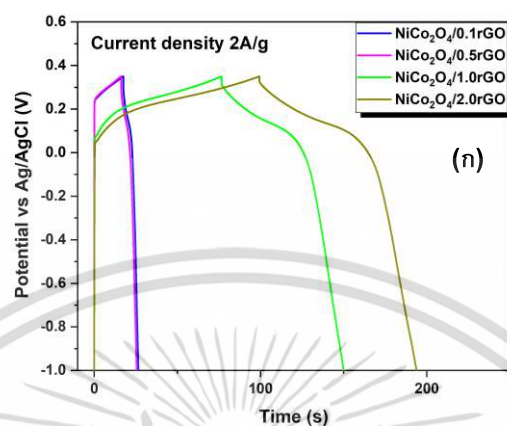
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข-2 Cyclic Voltammogram ของ rGO และ NiCo₂O₄ ที่ Scan rate 10 mV/s

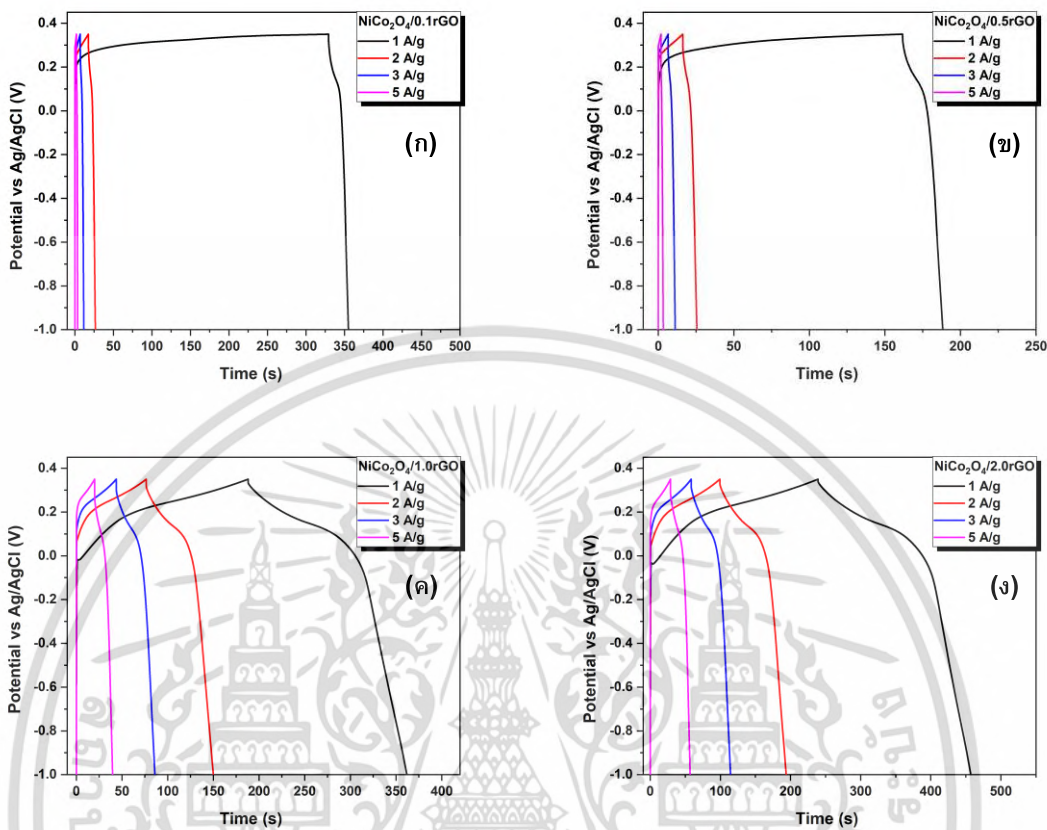
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. Galvanostatic Charge-Discharge (GCD) ของวัสดุขั้วไฟฟ้า

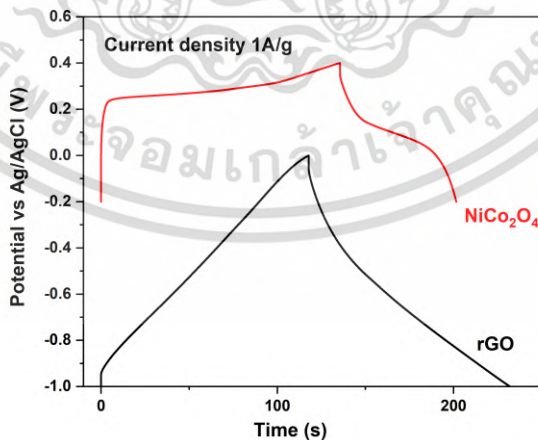


รูปที่ ข-3 GCD ของวัสดุคอมโพสิต $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ ที่ปริมาณ rGO ต่าง ๆ ที่ความหนาแน่นกระแส
(ก) 2 A/g (ข) 3 A/g และ (ค) 5 A/g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



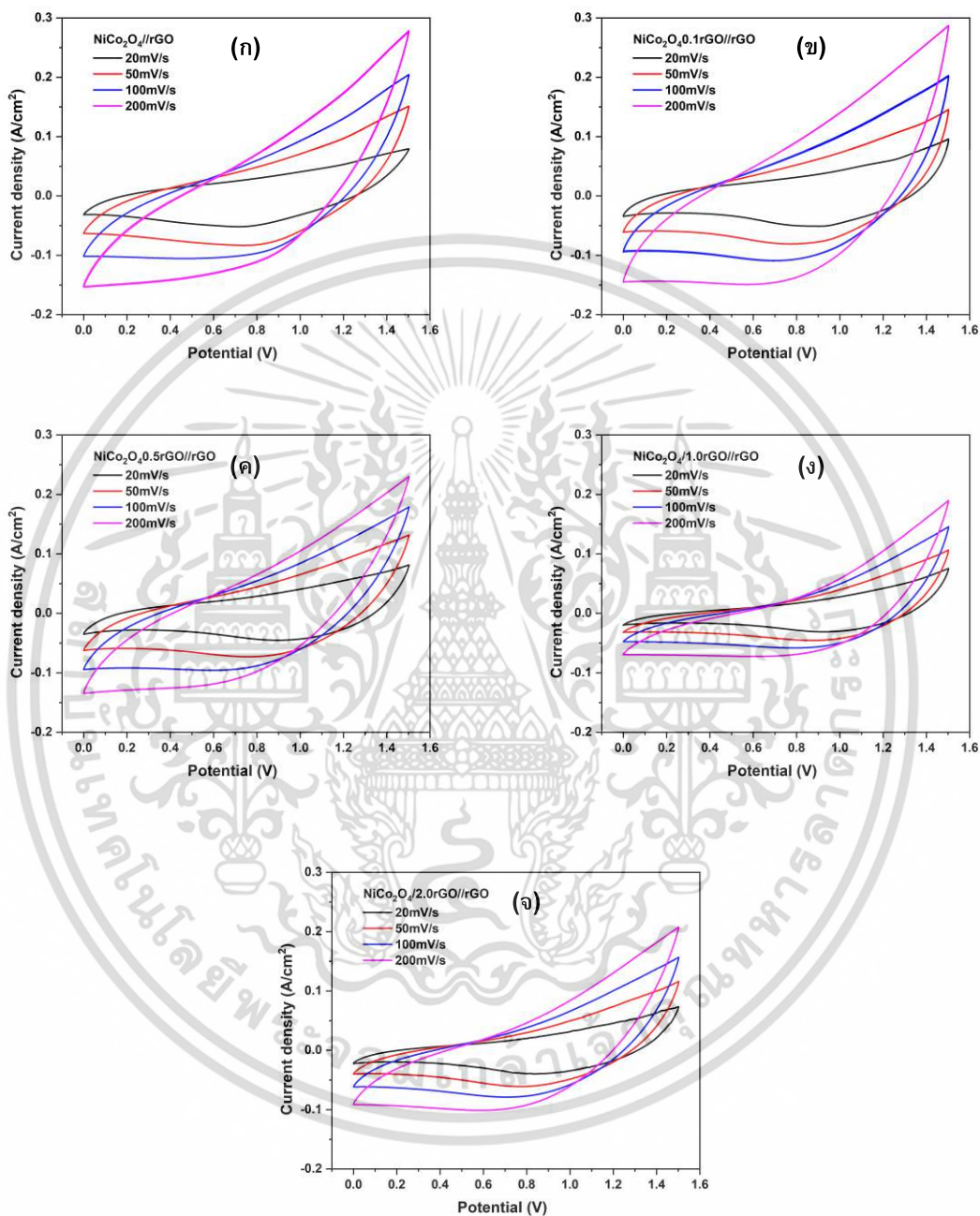
รูปที่ ข-4 GCD ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ ของ (ก) NiCo₂O₄/0.1rGO (ข) NiCo₂O₄/0.5rGO (ค) NiCo₂O₄/1.0rGO และ (ง) NiCo₂O₄/2.0rGO



รูปที่ ข-5 GCD ของ rGO และ NiCo₂O₄ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g

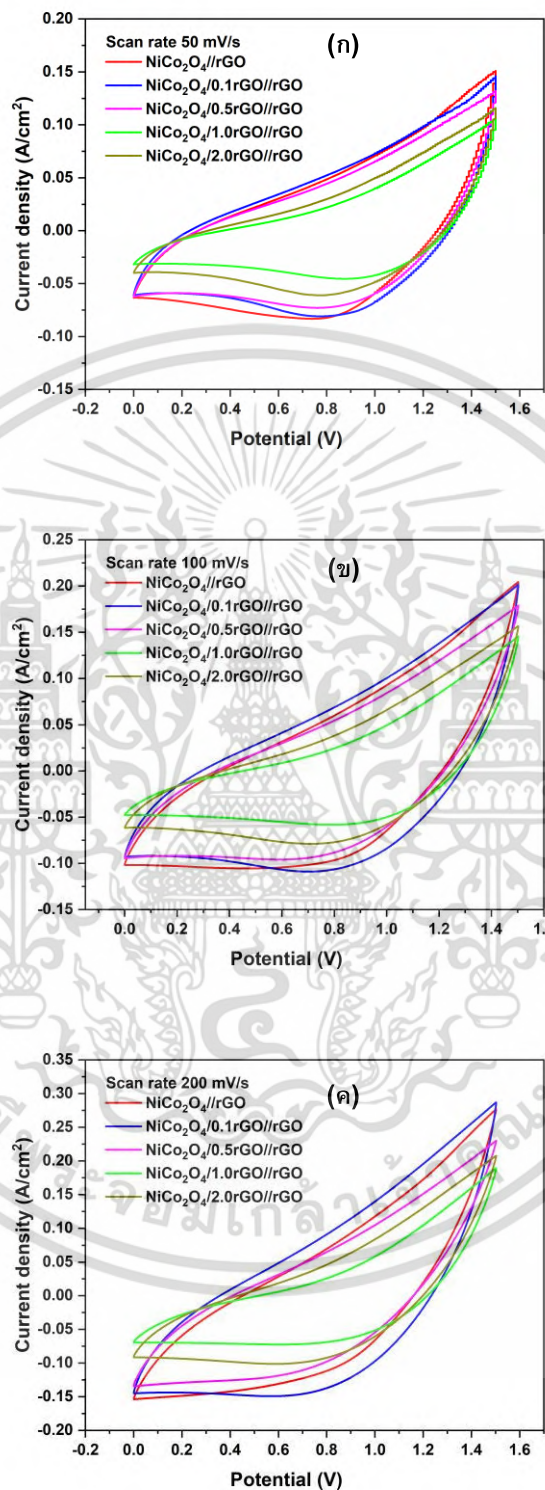
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. Cyclic Voltammogram (CV) ของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบอสสมมาตร



รูปที่ ข-6 Cyclic Voltammograms ของ ASCs โดยมี (ก) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{rGO}$ (ข) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.1\text{rGO}/\text{rGO}$ (ค) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/0.5\text{rGO}/\text{rGO}$ (ง) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/1.0\text{rGO}/\text{rGO}$ และ (จ) $\text{NiCo}_2\text{O}_4/2.0\text{rGO}/\text{rGO}$ เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้า ที่ Scan rate 20 50 100 และ 200 mV/s

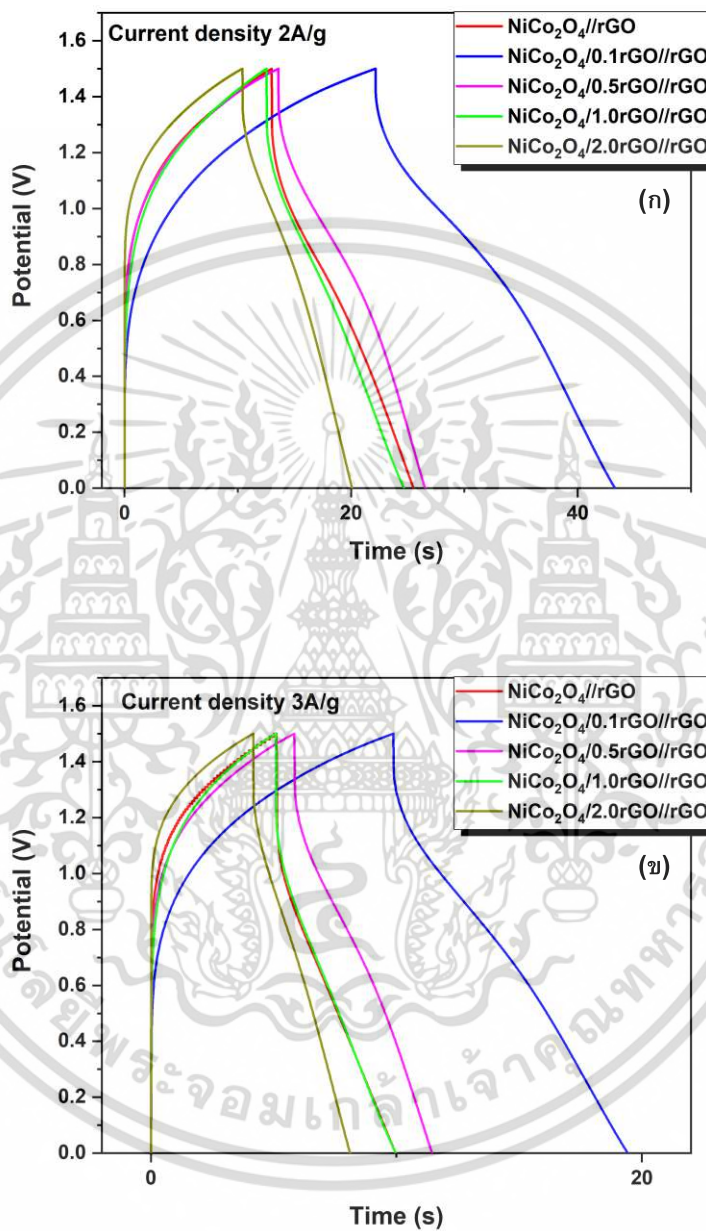
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข-7 Cyclic Voltammograms ของ ASCs ที่มีวัสดุขั้วไฟฟ้าต่าง ๆ ที่ Scan rate (ก) 50 mV/s (ข) 100 mV/s และ (ค) 200 mV/s

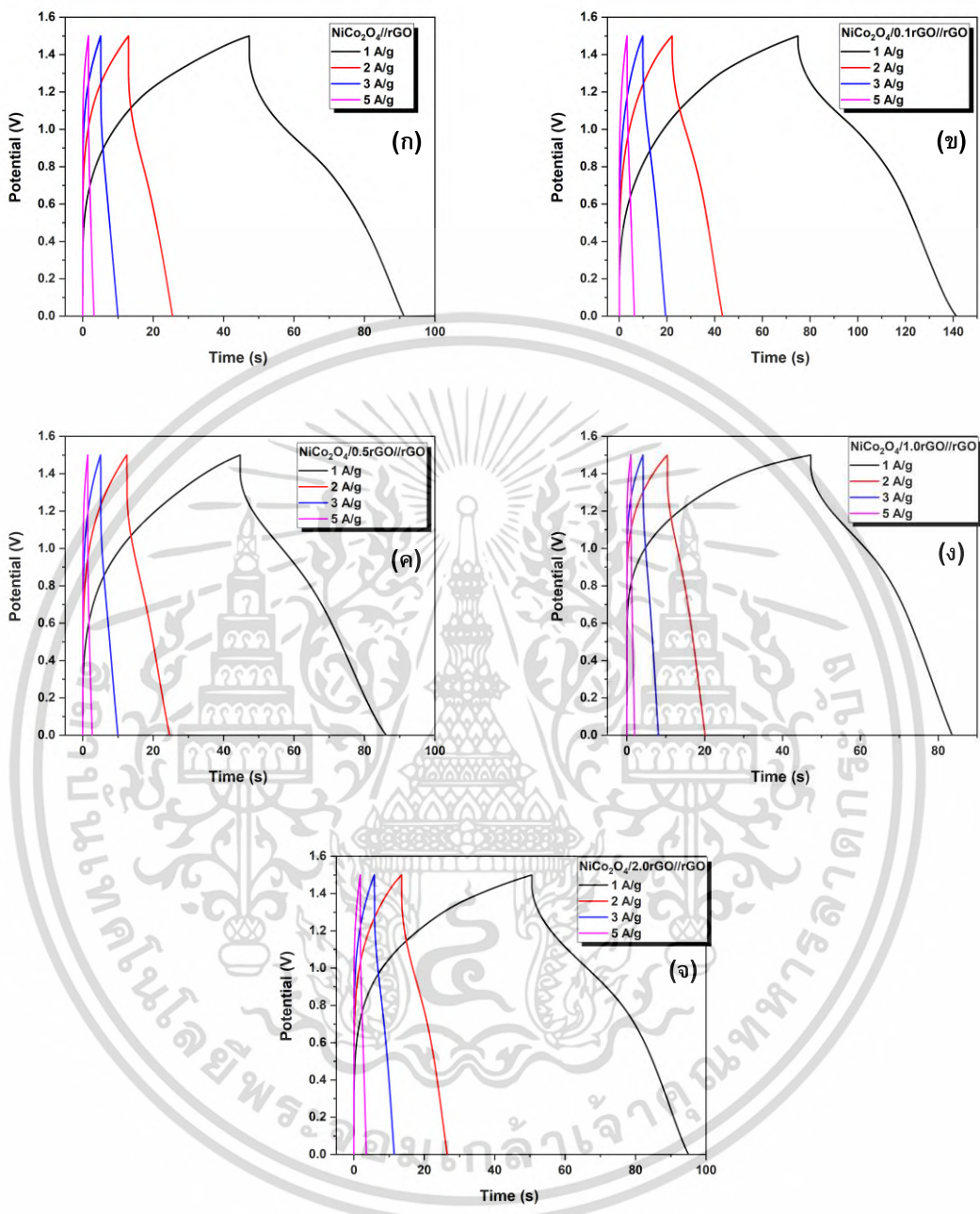
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. Galvanostatic Charge-Discharge (GCD) ของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบอสสมมาตร



รูปที่ ข-8 GCD ของ ASCs ที่ใช้ไฟฟ้าเป็นวัสดุคอมโพสิต NiCo₂O₄/rGO ที่มีปริมาณ rGO ต่าง ๆ ที่ความหนาแน่นกระแส (ก) 2 A/g และ (ข) 3 A/g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข-9 GCD ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ ของ ASCs โดยมี (ก) NiCo₂O₄ (ข) NiCo₂O₄/0.1rGO (ค) NiCo₂O₄/0.5rGO (ง) NiCo₂O₄/1.0rGO และ (จ) NiCo₂O₄/2.0rGO

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	นางสาวรวิร์ สะอี
วัน เดือน ปีเกิด	30 สิงหาคม 2538
ที่อยู่ปัจจุบัน	361/1 ซ.ประเสริฐสิทธิ์ ถ.สุขุมวิท 49/14 คลองตันเหนือ วัฒนา กทม. 10110
ประวัติการศึกษา	(2560) วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม (เกียรตินิยมอันดับ 2) เกรดเฉลี่ย 3.25 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ทุนการศึกษาที่ได้รับ	ทุนอุดหนุนต่อเนื่องจบการศึกษา (ระดับปริญญาตรี) ทุนอุดหนุนการศึกษาระดับบัณฑิตศึกษา (ระดับปริญญาโท) คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ผลงานทางวิชาการ	การบรรยายงานวิจัย และได้ตีพิมพ์ในงานประชุมวิชาการระดับนานาชาติ 1) SPIE Optics and Photonics 2018 ที่ San Diego, USA เรื่อง Preparation, characterization and supercapacitive properties of CoONiO microflowers incorporated with graphene oxide and re- duced graphene oxide hybrid materials เลขที่ตีพิมพ์: 10.1117/12.2325855 2) Siam Physics Congress (SPC) 2020, Online session เรื่อง Enhancing the supercapacitor performance of NiCo ₂ O ₄ microflowers by reduced graphene oxide nano-sheets เลขที่ตีพิมพ์: 10.1088/1742-6596/1719/1/012071

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้