

การเตรียม การพิสูจน์เอกลักษณ์และสมบัติตัวเก็บประจุยิ่งยวด
ของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์
นาโนคอมโพสิต

PREPARATION, CHARACTERIZATION AND
SUPERCAPACITIVE PROPERTIES OF CoO-NiO/rGO
NANOCOMPOSITES



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2560

การเตรียม การพิสูจน์เอกลักษณ์และสมบัติตัวเก็บประจุยิ่งยวด
ของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์
นาโนคอมโพสิต

PREPARATION, CHARACTERIZATION AND
SUPERCAPACITIVE PROPERTIES OF CoO-NiO/rGO
NANOCOMPOSITES



วรวิรุฬห์ สะอื้น
วสุวัตต์ แสนนาวานุกูล
สินีนานา รสพึ้ง

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PREPARATION, CHARACTERIZATION AND
SUPERCAPACITIVE PROPERTIES OF CoO-NiO/rGO
NANOCOMPOSITES



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF
SCIENCE

IN INDUSTRIAL CHEMISTRY

DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2017




เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การเตรียม การพิสูจน์เอกลักษณ์และสมบัติตัวเก็บประจุยิ่งยวดของ
 โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

ชื่อนักศึกษา นางสาวรวิร์ สะอี่ รหัสนักศึกษา 57050502
 นายสวัสดิ์ แสงนาวานุกูล รหัสนักศึกษา 57050506
 นางสาวสินีนามู รสพึ่ง รหัสนักศึกษา 57050527

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
 ภาควิชา เคมี
 คณะ วิทยาศาสตร์
 มหาวิทยาลัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
 ปีการศึกษา 2560
 อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
 โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี
 อุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2560

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.เอกรัฐ เดชศรี ประธานกรรมการ	
ผศ.ดร.ประจักษ์ บุรณศิริ กรรมการ	
ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การเตรียม การพิสูจน์เอกลักษณ์และสมบัติตัวเก็บประจุยิ่งยวดของ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต		
ชื่อนักศึกษา	นางสาวรวีร์ สะอี่	รหัสนักศึกษา	57050502
	นายสวัสดิ์ แสงนาวานุกูล	รหัสนักศึกษา	57050506
	นางสาวสินีนภา รสฟุ้ง	รหัสนักศึกษา	57050527
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)		
ภาควิชา	เคมี		
คณะ	วิทยาศาสตร์		
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง		
ปีการศึกษา	2560		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์		

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้มีวัตถุประสงค์ในการศึกษาการเตรียม การพิสูจน์เอกลักษณ์และสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (CoO-NiO/rGO) นาโนคอมโพสิต ในขั้นตอนการเตรียมนี้ได้ทำการสังเคราะห์ผงโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) ขึ้นมาก่อนด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย จากนั้นทำการเตรียมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธีการผสมโดยตรงระหว่างสารแขวนลอยโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ในสารละลายวิตามินซี และสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ที่มีปริมาณแตกต่างกัน (1.0 3.0 และ 5.0 wt%) ภายใต้การให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90–95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 90 นาที เพื่อเปลี่ยนกราฟีนออกไซด์ (GO) ให้เป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) หลังจากนั้นทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารตัวอย่างโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิค การศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบ (EDX) และการสลายตัวทางความร้อน (TGA) ตามลำดับ จากผลการพิสูจน์เอกลักษณ์แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกและหมู่ฟังก์ชันของสารตัวอย่างโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตทั้งหมดมีความสอดคล้องกับโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ตั้งต้น ผลจากเทคนิค SEM แสดงให้เห็นว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์จะมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลักษณะทางสัณฐานวิทยาเป็นรูปคล้ายดอกไม้ขนาดเล็กไมโครเมตร (Microflowers) ขณะที่สารตัวอย่าง โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตพบว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์เกาะกลุ่มเข้ากันได้ดีบนแผ่นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ นอกจากนี้ยังได้ทำการศึกษาสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดโดยใช้เทคนิค ไซคลิกโวลแทมเมตรี (CV) และ Galvanostatic Charge-Discharge (GCD) ตามลำดับ ผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่า สารตัวอย่างโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด มีพฤติกรรมการเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้ดีกว่า โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่ปราศจากการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตมีสมบัติตัวเก็บประจุยิ่งยวดเพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่เพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าสารคอมโพสิตผสมระหว่างโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์กับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ มีแนวโน้มที่จะนำมาพัฒนาเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดสำหรับวัสดุอัจฉริยะของวัสดุในอนาคตได้

คำสำคัญ: กราฟีนออกไซด์ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ ตัวเก็บประจุยิ่งยวด รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ วัสดุคอมโพสิต วิตามินซี

Title	Preparation, characterization and supercapacitive properties of CoO-NiO/rGO nanocomposites		
Students	Miss Worawee Saei	Student ID	57050502
	Mr. Wasawat Sangnavanukul	Student ID	57050506
	Miss Sineenart Rosfung	Student ID	57050527
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic Year	2017		
Advisor	Dr. Chaval Sriwong		

Abstract

The objectives of this special project are to investigate the preparation, characterization and supercapacitive property of cobalt oxide-nickel oxide/reduced graphene oxide (CoO-NiO/rGO) nanocomposites. In the preparation, CoO-NiO powder sample was firstly synthesized using a simple co-precipitation method, then CoO-NiO/rGO nanocomposite samples were prepared by a direct mixing of CoO-NiO suspended in vitamin C solution with the different amount of graphene oxide (GO) loading (1.0, 3.0 and 5.0 wt%) under heating at 90-95 °C for 90 min to converse GO to rGO. After that all the as-prepared CoO-NiO/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) and thermal gravimetric analysis (TGA) techniques. The results demonstrated that the crystalline phases and functional groups of all CoO-NiO/rGO nanocomposite samples are corresponding to pristine CoO-NiO and rGO samples. SEM results showed that the CoO-NiO particles had micro-flower-like structure, while CoO-NiO/rGO samples indicated that CoO-NiO particles were well-combined and impregnated with rGO nanosheets. Moreover, the supercapacitive properties of

pristine CoO-NiO and CoO-NiO/rGO nanocomposite samples were studied by using cyclic voltammetry (CV) and galvanostatic charge-discharge (GCD) techniques. The results revealed that all the CoO-NiO/rGO samples exhibited the supercapacitive behavior, and which much higher supercapacitor performances than those of the pristine CoO-NiO (without rGO loading). The supercapacitor performances of the CoO-NiO/rGO samples were increased with increasing of rGO loading. This result implied that the CoO-NiO incorporated with rGO composite may be used as a supercapacitor for smart material in the future.

Keywords: Graphene oxide (GO), CoO-NiO, Supercapacitor, Reduced graphene oxide (rGO), Composite materials, Vitamin C



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับคำแนะนำและความช่วยเหลือจากผู้ที่มิใช่บุคลากรคุณหลายๆ ท่าน ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณถึงความตั้งใจและความทุ่มเทของอาจารย์ที่คอยหมั่นให้คำปรึกษา ให้ความช่วยเหลือตลอดระยะเวลาทำโครงการวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ อาจารย์ประจำภาคเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ซึ่งเป็นที่ปรึกษาของโครงการพิเศษนี้ ที่คอยให้คำสนับสนุน ข้อมูล และแนวทางการแก้ไขข้อบกพร่องปัญหาต่างๆ เพื่อให้โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงเป็นไปตามเป้าหมาย

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.เอกรัฐ เดชศรี อาจารย์ประจำภาคเคมี และ ผศ.ดร.ประธาน บุรณะศิริ อาจารย์ประจำภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ ที่ให้คำแนะนำและแนวทางแก้ไข เพื่อให้โครงการพิเศษนี้มีความถูกต้องสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ให้ความช่วยเหลือในการตรวจวิเคราะห์เอกลักษณ์เฉพาะของสารตัวอย่างด้วยเทคนิคต่างๆ จนโครงการพิเศษนี้สำเร็จไปได้ด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณครอบครัว รุ่นพี่บัณฑิต เพื่อนๆ ที่คอยส่งกำลังใจมาให้อย่างมิได้ขาดสาย อีกทั้งให้คำแนะนำตลอดการทำโครงการพิเศษนี้ เพื่อให้โครงการพิเศษนี้ครบถ้วนสมบูรณ์และสำเร็จไปได้ด้วยดี

วรวิรัล สะอี่

วสวัตต์ติ แสงนาวานุกูล

สินีนานฎ รสพุง

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฎ
คำย่อ/คำสัญลักษณ์.....	ช
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	4
2.1.1 ความหมายของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	4
2.1.2 หลักการของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	4
2.1.3 องค์ประกอบของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	5
2.1.4 ชนิดของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	5
2.1.5 เปรียบเทียบคุณสมบัติของตัวเก็บประจุยิ่งยวดกับตัวเก็บพลังงานชนิดอื่นๆ.....	7
2.1.6 การนำตัวเก็บประจุยิ่งยวดไปใช้งานในด้านต่างๆ.....	9
2.2 โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (Cobalt Oxide-Nikel Oxide).....	10
2.2.1 เทคนิคการเตรียมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation).....	11
2.3 กราไฟต์ (Graphite).....	12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.1	ประเภทของกราฟไฟต์	13
2.3.2	ลักษณะของกราฟไฟต์.....	14
2.3.3	การใช้ประโยชน์จากรักราไฟต์ในธรรมชาติ	14
2.3.4	การใช้ประโยชน์จากรักราไฟต์สังเคราะห์.....	15
2.4	กราฟีน (Graphene)	15
2.4.1	คุณสมบัติเฉพาะของกราฟีนและการนำไปใช้.....	16
2.5	การสังเคราะห์กราฟีน.....	16
2.5.1	การใช้สารเคมีรีดิวซ์ในกราฟีนออกไซด์ (Chemical Reduction of Graphene Oxide).....	17
2.5.2	การสังเคราะห์กราฟีนด้วยวิธีการรีดักชันจากราฟีนออกไซด์	18
2.6	วิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก (Vitamin C /Ascorbic acid).....	19
2.6.1	ข้อมูลพื้นฐานวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก	19
2.6.2	กลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของวิตามินซีต่อกราฟีนออกไซด์.....	20
2.7	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	21
บทที่ 3	วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	24
3.1	สารเคมี.....	24
3.2	อุปกรณ์และเครื่องมือ	24
3.3	วิธีการทดลอง	25
3.3.1	การเตรียมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม	25
3.3.2	การเตรียมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ นาโนคอมโพสิต	26
3.3.3	การวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic Voltammetry).....	27
3.4	การตรวจสอบและพิสูจน์เอกลักษณ์.....	29
3.4.1	X-Ray Diffraction (XRD).....	29
3.4.2	Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR).....	30
3.4.3	Scanning Electron Microscope (SEM)	30
3.4.4	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX)	30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.5 Thermogravimetric Analysis (TGA)	30
3.4.6 Cyclic Voltammetry (CV).....	31
3.4.7 Galvanostatic Charge-Discharge (GCD).....	31
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปรายผล.....	32
4.1 การวิเคราะห์พิกสัจน์เอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	32
4.1.1 การพิกสัจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยเครื่องวัดค่าดูดกลืนแสง (UV-vis spectrophotometer).....	32
4.1.2 การพิกสัจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)	34
4.1.3 การพิกสัจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD).....	35
4.1.4 การพิกสัจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (SEM).....	36
4.2 การพิกสัจน์เอกลักษณ์ของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ นาโนคอมโพสิต	36
4.2.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD).....	37
4.2.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR).....	38
4.2.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM).....	40
4.2.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบภายในตัวอย่าง (Energy-dispersive X-rays spectroscopy, EDX)	43
4.2.5 ศึกษาการสลายตัวทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis, TGA).....	47
4.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า (Electrical properties).....	49
4.3.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV).....	49
4.3.2 Galvanostatic Charge-Discharge measurements (GCD).....	51

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	55
5.1 สรุปผลงานวิจัย.....	55
5.2 ข้อเสนอแนะ	56
เอกสารอ้างอิง	57
ภาคผนวก.....	61
ภาคผนวก ก	62
คำรับรองเล่มโครงการพิเศษ.....	65



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 เปรียบเทียบคุณสมบัติข้อดีและข้อเสียของตัวเก็บประจุยิ่งยวดกับแบตเตอรี่	8
3.1 แสดงปริมาณการเติมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ กราฟีนออกไซด์ และวิตามินซี	27
4.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบในโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต	46
4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ช่วงอุณหภูมิการสลายตัวและน้ำหนักที่สูญเสียของสารตัวอย่าง	48



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงการกระจายตัวของประจุภายในตัวเก็บประจุยิ่งยวดขณะบรรจุประจุ บรรจุประจุเต็มแล้ว และขณะคายประจุ.....	4
2.2 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด.....	5
2.3 แผนภาพแสดงชนิดของตัวเก็บประจุยิ่งยวด	6
2.4 แผนภาพแสดงการเก็บประจุชนิดไฟฟ้าเคมีสองชั้น (EDLCs).....	6
2.5 กราฟของราโคโนเปรียบเทียบความหนาแน่นกำลังงาน (Power density) และความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) ของอุปกรณ์เก็บพลังงานชนิดต่างๆ	8
2.6 (ก.) โครงสร้างผลึกของโคบอลต์(II)ออกไซด์ (ข.) โครงสร้างผลึกของนิกเกิล(II) ออกไซด์.....	10
2.7 ลักษณะทางกายภาพของกราฟไฟต์.....	13
2.8 ผงกราฟไฟต์.....	13
2.9 อัญรูปของคาร์บอน	14
2.10 การม้วนของกราฟีน.....	15
2.11 แผนภาพแสดงวิธีการสังเคราะห์กราฟีน.....	17
2.12 แผนภาพแสดงการสังเคราะห์กราฟีนด้วยวิธีโซนิเคชัน (Sonication).....	18
2.13 แสดงโครงสร้างแผ่นคาร์บอนในกระบวนการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของกราฟไฟต์มีหมู่ออกไซด์แทรกระหว่างชั้นของกราฟไฟต์เรียก กราฟไฟต์ออกไซด์ จากนั้นลอกชั้นของกราฟไฟต์ออกไซด์ในน้ำหรือในตัวทำละลาย ชั้นเดียวที่หลุดออกมาเรียก กราฟไฟต์ออกไซด์ เมื่อทำปฏิกิริยารีดักชันกับสารเคมี จะได้รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์	19
2.14 โครงสร้างเคมีของวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก	19
2.15 กลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันวิตามินซีต่อกราฟีนออกไซด์.....	20
3.1 ภาพถ่าย (ก) ตัวอย่างผงตะกอนก่อนเผา และ (ข) ผงผลึกโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) ภายหลังจากการเผา.....	26
3.2 สารตัวอย่าง CoO-NiO/rGO นาโนคอมโพสิต เพื่อใช้ในการเตรียมขั้วไฟฟ้าเพื่อวิเคราะห์เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี.....	28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 ภาพถ่ายแสดงแผ่นขั้วไฟฟ้าของ CoO-NiO/rGO ตัวอย่างบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม
 (ก) แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (ข) กำหนดพื้นที่ว่างบนแผ่น (ค) นำสารตัวอย่างปาดลงบนแผ่น
 และ (ง) แผ่นขั้วไฟฟ้าตัวอย่าง 29

4.1 ภาพถ่ายสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ (GO) และสารแขวนลอยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) . 32

4.2 ค่าการดูดกลืนแสงของกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)..... 33

4.3 FT-IR สเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชันของกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) .. 34

4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันระหว่างกราฟีนออกไซด์ (GO)
 และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)..... 35

4.5 ภาพถ่ายจาก SEM แสดงลักษณะพื้นผิวของ (ก) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่กำลังขยาย 3000x เท่า
 (ข) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่กำลังขยาย 10000x เท่า 36

4.6 ภาพถ่ายแสดงลักษณะทางกายภาพของ (ก) CoO-NiO (ข) CoO-NiO/rGO_1wt%
 (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ (จ) CoO-NiO/GO_3wt%..... 37

4.7 XRD pattern ของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (ก) CoO-NiO และคอมโพสิตชนิด ต่างๆ
 ได้แก่ (ข) CoO-NiO/rGO_1wt% (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ
 (จ) CoO-NiO/GO_3wt%..... 38

4.8 กราฟแสดง FT-IR สเปกตรัม ของ (ก) CoO-NiO (ข) CoO-NiO/rGO_1wt%
 (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ (จ) CoO-NiO/GO_3wt%..... 39

4.9 ภาพแสดงลักษณะสัณฐานวิทยาจาก SEM (ก) CoO-NiO (ข) CoO-NiO/rGO_1wt%
 (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ(จ) CoO-NiO/GO_3wt%..... 41

4.10 ภาพแสดงการปรับพื้นผิวโลหะออกไซด์ให้เป็นประจุบวกด้วยวิตามินซี..... 42

4.11 ภาพแสดงลักษณะการเกิดอันตรกิริยาที่เป็นไปได้ และการกระจายตัวทางพื้นผิวของ
 โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต 42

4.12 ผล EDX สเปกตรัมของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO)..... 43

4.13 ภาพ EDX mapping ของ CoO-NiO ซึ่งแสดงการกระจายตัวของธาตุนิกเกิล (Ni)
 โคบอลต์ (Co) ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C)..... 43

4.14 ผล EDX สเปกตรัมของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต
 ที่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ 1.0 wt% (CoO-NiO/rGO_1.0 wt%)..... 44

4.15 ภาพ EDX mapping ของ CoO-NiO/rGO_1.0 wt% ซึ่งแสดงการกระจายตัวของธาตุ
 นิกเกิล (Ni) โคบอลต์ (Co) ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C) 44

4.16 ผล EDX สเปกตร้าของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต
 ที่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ 5.0 wt% (CoO-NiO/rGO_5.0 wt%) 45

4.17 ภาพ EDX mapping ของ CoO-NiO/rGO_5.0 wt% ซึ่งแสดงการกระจายตัวของธาตุ
 นิกเกิล (Ni), โคบอลต์ (Co), ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C) 45

4.18 กราฟ TGA วิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของ CoO-NiO, CoO-NiO/rGO_1wt%,
 CoO-NiO/rGO_3wt%, CoO-NiO/rGO_5wt% และ CoO-NiO/GO_3wt% 47

4.19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์และค่ากระแสของ CoO-NiO,
 CoO-NiO/rGO_1wt%, CoO-NiO/rGO_3wt%, CoO-NiO/rGO_5wt%
 และ CoO-NiO/GO_3wt% 50

4.20 Cyclic Voltammograms ของ rGO และ MnO₂/rGO ในสารละลาย 1M Na₂SO₄ 50

4.21 Cyclic Voltammograms ของ (ก) Glassy carbon electrode (ข) GO (ค) rGO 51

4.22 ภาพแสดงความเร็วในการเก็บและคายประจุไฟฟ้าของ CoO-NiO, CoO-NiO/rGO_1wt%,
 CoO-NiO/rGO_3wt%, CoO-NiO/rGO_5wt% และ CoO-NiO/GO_3wt% 51

4.23 ภาพแสดงการทดสอบด้วยเทคนิค GCD (ก) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) (ข) แมงกานีส
 ไดออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (MnO₂/rGO) 53

4.24 ภาพแสดงค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะต่อจำนวนรอบที่มีการให้กระแสไฟฟ้าเพื่อทำการเก็บประจุ
 และคายประจุของ CoO-NiO, CoO-NiO/rGO_1wt%, CoO-NiO/rGO_3wt%,
 CoO-NiO/rGO_5wt% และ CoO-NiO/GO_3wt% 53

ก-1 ภาพแสดงลักษณะสัณฐานวิทยาจาก SEM (ก) CoO-NiO (ข) CoO-NiO/rGO_1wt%
 (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ (จ) CoO-NiO/GO_3wt% 62

ก-2 Cyclic Voltammograms ทดสอบอิเล็กโทรไลต์ 1M Na₂SO₄ โดยใช้ Glassy carbon
 electrode เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode) 63

ก-3 Cyclic Voltammograms ของแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม ในสารละลาย 1M Na₂SO₄ 63

ก-4 Cyclic Voltammograms ของถ่านกัมมันต์ (Activated carbon)
 ในสารละลาย 1M Na₂SO₄ 64

คำย่อ/คำสัญลักษณ์

คำย่อ/คำสัญลักษณ์	คำอธิบาย
Ni	นิกเกิล (Nickel)
Co	โคบอลต์ (Cobalt)
NiO	นิกเกิลออกไซด์ (Nickel oxide)
CoO	โคบอลต์ออกไซด์ (Cobalt oxide)
GO	กราฟีนออกไซด์ (Graphene oxide)
rGO	รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (Reduced graphene oxide)
N ₂ H ₄	ไฮดราซีน (Hydrazine)
NaBH ₄	โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride)
MnO ₂	แมงกานีสไดออกไซด์ (Manganese 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 sulfate)
Vit C	วิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid)
O ₂	ออกซิเจน (Oxygen)
C	คาร์บอน (Carbon)
N ₂	ไนโตรเจน (Nitrogen)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการวิจัย

ปัจจุบันพลังงานมีความสำคัญต่อการดำรงชีวิต เช่น พลังงานที่ได้จากเชื้อเพลิงฟอสซิลหรือถ่านหิน แต่เนื่องด้วยภาวะโลกร้อนและจำนวนประชากรที่เพิ่มขึ้น ทำให้พลังงานเหล่านี้เกิดการขาดแคลน ไม่เพียงพอต่อความต้องการ มนุษย์จึงได้นำพลังงานหมุนเวียนมาใช้ทดแทน เช่น พลังงานลม พลังงานแสงอาทิตย์ พลังงานน้ำ เป็นต้น ในการนำพลังงานมาใช้จึงจำเป็นต้องมีตัวเก็บพลังงานที่มีประสิทธิภาพสูงอย่างเช่น แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Lithium-ion batteries) ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitors) เป็นต้น อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่าแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนมีความหนาแน่นพลังงานสูง แต่มีความหนาแน่นกำลังงานต่ำ จำนวนรอบการใช้งานต่ำ แหล่งลิเทียมมีจำกัด และอัตราการบรรจุและคายพลังงานช้า [1,2] จึงทำให้ตัวเก็บประจุยิ่งยวดเป็นอุปกรณ์ทางเลือกใหม่ที่ถูกนิยมนำมาพัฒนา เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการใช้งาน และจำนวนรอบการใช้งานให้มากขึ้น เนื่องจากตัวเก็บประจุยิ่งยวดมีคุณสมบัติโดดเด่น คือ สามารถบรรจุและคายพลังงานได้ในเวลาอันสั้น มีความหนาแน่นพลังงานสูง และมีความเสถียรภาพในรอบการใช้งาน [3]

ตัวเก็บประจุยิ่งยวด คือ อุปกรณ์กักเก็บพลังงาน แบ่งออกเป็น 3 ชนิด ชนิดแรกคือ ตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมีสองชั้น (Electric double-layer capacitors; EDLCs) เช่น ถ่านกัมมันต์ คาร์บอนนาโนทิวบ์ กราฟีน และอนุพันธ์ของกราฟีน เป็นต้น ชนิดที่สอง คือ ซูโดคาปาซิเตอร์ (Pseudocapacitors) เช่น โลหะออกไซด์ โพลีอะนิลีน เป็นต้น และชนิดที่สาม คือ ไฮบริดคาปาซิเตอร์ (Hybrid capacitors) เป็นการรวมกันระหว่างขั้วไฟฟ้า EDLCs และซูโดคาปาซิเตอร์หรือแบตเตอรี่ เช่น ลิเทียมไอออนคาปาซิเตอร์ (Lithium-ion capacitors; LiCs) เป็นต้น ซึ่งตัวเก็บประจุชนิดนี้มีความจำเป็นในการพัฒนาเนื่องจากการรวมข้อดีของตัวเก็บประจุไฟฟ้าชนิดเคมีสองชั้น และซูโดคาปาซิเตอร์ คือ กักเก็บประจุได้เร็วและมีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่สูง [4]

โดยทั่วไปโลหะออกไซด์ (Metal oxide) ที่นิยมนำมาทำเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นมีหลายชนิดด้วยกัน เช่น แมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) โคบอลต์ไดออกไซด์ (Co_3O_4) และ รูทีเนียมไดออกไซด์ (RuO_2) เป็นต้น และเมื่อไม่นานมานี้โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ ($CoO-NiO$) เป็นอีกหนึ่งในวัสดุที่นำมาผลิตเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด ซึ่งสังเคราะห์ตามวิธีการของ L. Liu และคณะ [3] โดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วม ซึ่งเป็นวิธีที่ง่าย ไม่ซับซ้อน แต่อย่างไรก็ตามยังพบว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นมาแล้วยังมีข้อด้อยอยู่ คือ มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะต่ำ ดังนั้นเพื่อเป็นการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แก้ปัญหาข้อบกพร่องดังกล่าว ในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะนำรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ซึ่งเป็นอีกรูปหนึ่งของคาร์บอนซึ่งมีสมบัติหลายประการคล้ายคลึงกับกราฟีนออกไซด์มาเป็นสารตัวเติมเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด

รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (Reduced graphene oxide; rGO) เป็นอีกรูปหนึ่งของคาร์บอนอะตอมที่มีโครงสร้างเป็นวงหกเหลี่ยมในแนวระนาบ 2 มิติ สังเคราะห์ได้จากกราฟีนออกไซด์ (Graphene oxide; GO) ซึ่งรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มีสมบัติโดดเด่น คือ มีความแข็งแรงคงทนสูง พื้นที่ผิวจำเพาะสูง มีความเสถียรภาพทางเคมี มีสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด และนิยมนำไปเป็นนาโนคอมโพสิตเพื่อเพิ่มสมบัติที่โดดเด่นให้กับวัสดุต่างๆ [5,6] โดยทั่วไปการเตรียมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์จะทำได้โดยใช้กราฟีนออกไซด์เป็นสารตั้งต้นและมีการใช้ไฮดราซีน (N_2H_4) หรือโซเดียมโบโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) เป็นตัวรีดิวซ์ (Reducing agent) แต่อย่างไรก็ตามพบว่าสารเคมีเหล่านี้มีความเป็นพิษสูง และอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะได้นำวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิกมาใช้เป็นตัวรีดิวซ์ทดแทนสารเคมีดังกล่าว ซึ่งข้อดีของวิตามินซี คือ ไม่มีความเป็นพิษ ราคาถูก นอกเหนือจากนี้หลักการเติมวิตามินซีลงไปยังไปช่วยปรับพื้นผิวของโลหะออกไซด์ให้มีประจุเป็นบวก ซึ่งจะช่วยเพิ่มการเกิดอันตรกิริยาระหว่างโลหะออกไซด์ที่มีพื้นผิวเป็นประจุบวก และกราฟีนออกไซด์ที่เป็นประจุลบทำให้ได้สารประกอบนาโนคอมโพสิตที่รวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันได้ดียิ่งขึ้น

ดังนั้นเพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะและจำนวนรอบในการใช้งาน ในงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาผลของการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงไปโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ในปริมาณต่างๆ กัน ซึ่งน่าจะส่งผลต่อสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด รวมถึงศึกษาวิธีการสังเคราะห์โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ การพิสูจน์เอกลักษณ์ของนาโนคอมโพสิตที่เตรียมขึ้นด้วยเทคนิคต่างๆ เช่น XRD FT-IR SEM EDX และ TGA เป็นต้น นอกจากนี้ยังศึกษาสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด คือ ค่ากระแสไฟฟ้า ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ ความเร็วในการเก็บและคายประจุด้วยเทคนิค CV และ GCD เป็นต้น

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 1) เพื่อศึกษาการเตรียมโลหะโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ และโลหะโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต
- 2) เพื่อพิสูจน์เอกลักษณ์และศึกษาลักษณะทางสัญญาณวิทยาของโลหะโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต
- 3) เพื่อศึกษาสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้เพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

- 1) ทำการศึกษาการสังเคราะห์โลหะโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้สารละลายแอมโมเนียเป็นสารช่วยให้เกิดการตกตะกอน จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 2) ทำการเตรียมของผสมระหว่างโลหะโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์กับรีดิวซ์กราไฟท์ออกไซด์ ด้วยการผสมโดยตรงจากสารแขวนลอยของโลหะโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์กับสารแขวนลอยกราไฟท์ออกไซด์ โดยกำหนดการเติมกราไฟท์ออกไซด์ในปริมาณที่ต่างกัน คือ 1.0 3.0 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (wt%) และใช้วิตามินซีเป็นสารสำหรับรีดิวซ์ (Reductant) กราไฟท์ออกไซด์ให้เปลี่ยนไปเป็นรีดิวซ์กราไฟท์ออกไซด์ภายใต้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90-95 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 90 นาที
- 3) ทำการศึกษาทางสัณฐานวิทยา และพิกัดเอกลักษณะโดยใช้เทคนิคต่างๆ ได้แก่ XRD FT-IR SEM EDX และ TGA เป็นต้น
- 4) ทำการศึกษสมบัติความเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดทางไฟฟ้าเคมี โดยใช้เทคนิค CV และ GCD ตามลำดับ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) ได้รับองค์ความรู้และมีความเข้าใจถึงการเตรียม โลหะโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ และโลหะโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราไฟท์ออกไซด์
- 2) ได้รับองค์ความรู้และความเข้าใจเกี่ยวกับสมบัติ และเอกลักษณ์เฉพาะของสารนาโนคอมโพสิตของโลหะโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์กับรีดิวซ์กราไฟท์ออกไซด์
- 3) ได้รับองค์ความรู้และมีความเข้าใจเกี่ยวกับการนำรีดิวซ์กราไฟท์ออกไซด์ และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ เพื่อนำไปใช้เป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดในอนาคต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

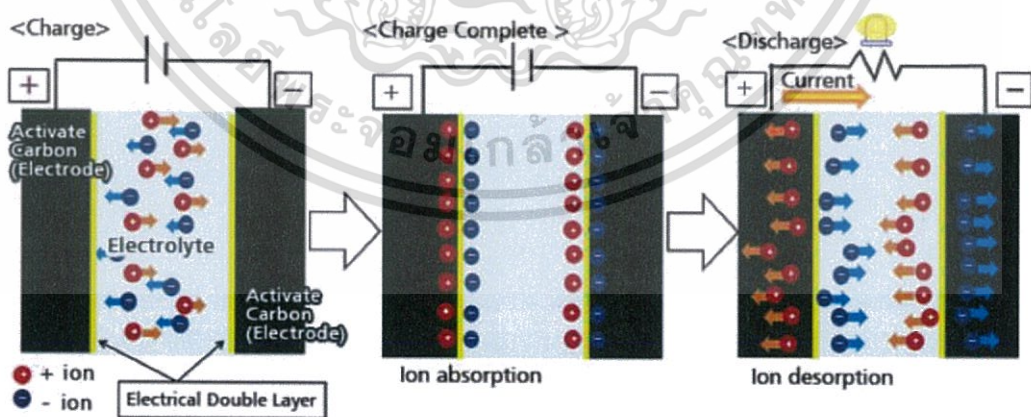
2.1 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด

2.1.1 ความหมายของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitor) คือ อุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่มีคุณสมบัติพิเศษ กล่าวคือ มีค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance) สูงกว่าตัวเก็บประจุชนิดอื่นๆ มากถึง 100-1000 เท่า อีกทั้งยังสามารถบรรจุประจุให้เต็มได้ภายในเวลาอันรวดเร็วเพียง 1-10 วินาที และการคายประจุก็สามารถทำได้ภายในเวลา 1 วินาทีเช่นกัน จุดเด่นอีกประการของตัวเก็บประจุยิ่งยวด คือ สามารถที่จะบรรจุและคายประจุได้มากกว่า 500,000 รอบ นอกจากนี้ยังทนต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ แรงกระแทก และการสั่นสะเทือนได้ดี ด้วยคุณสมบัติโดดเด่นเหล่านี้ทำให้ตัวเก็บประจุยิ่งยวดเป็นอุปกรณ์ที่ได้รับความสนใจและถูกนิยมนำมาพัฒนาอย่างมากเพื่อใช้เป็นตัวเก็บพลังงานทางเลือกในอนาคต

2.1.2 หลักการของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

เมื่อให้ความต่างศักย์หรือกระแสไฟฟ้ากับขั้วไฟฟ้า (Electrode) ทั้งสองข้าง เช่น เมื่อต่อตัวเก็บประจุยิ่งยวดเข้ากับแบตเตอรี่ ประจุที่เป็นบวกภายในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) จะถูกดึงดูดเข้าหาขั้วลบของตัวเก็บประจุยิ่งยวด และประจุที่เป็นลบในสารละลายก็จะเข้าไปหาขั้วบวก จนเกิดการเก็บประจุบริเวณหน้าขั้วที่สมบูรณ์ (Charge complete) และเมื่อนำไปใช้งาน (Discharge) ก็จะทำให้เกิดการคายประจุเกิดขึ้น ดังรูปที่ 2.1

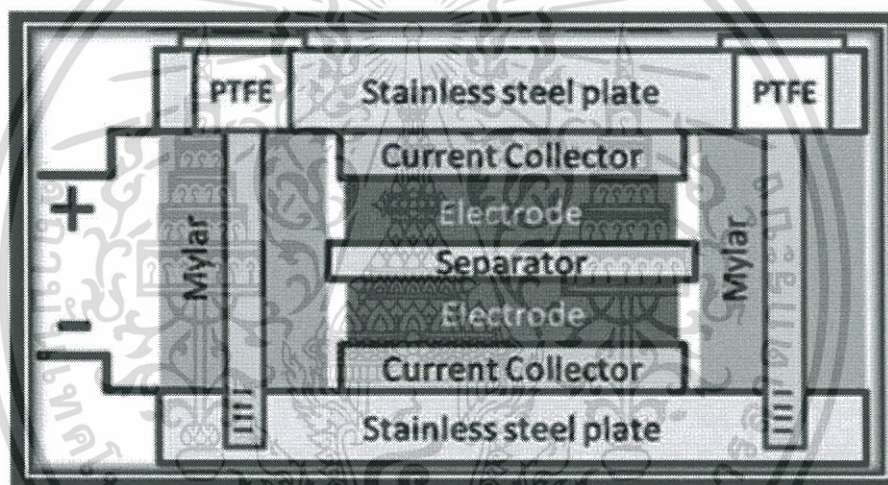


รูปที่ 2.1 แสดงการกระจายตัวของประจุภายในตัวเก็บประจุยิ่งยวดขณะบรรจุประจุ บรรจุประจุเต็มแล้ว และขณะคายประจุ [7]

2.1.3 องค์ประกอบของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

ตัวเก็บประจุยิ่งยวดประกอบไปด้วยส่วนต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.2

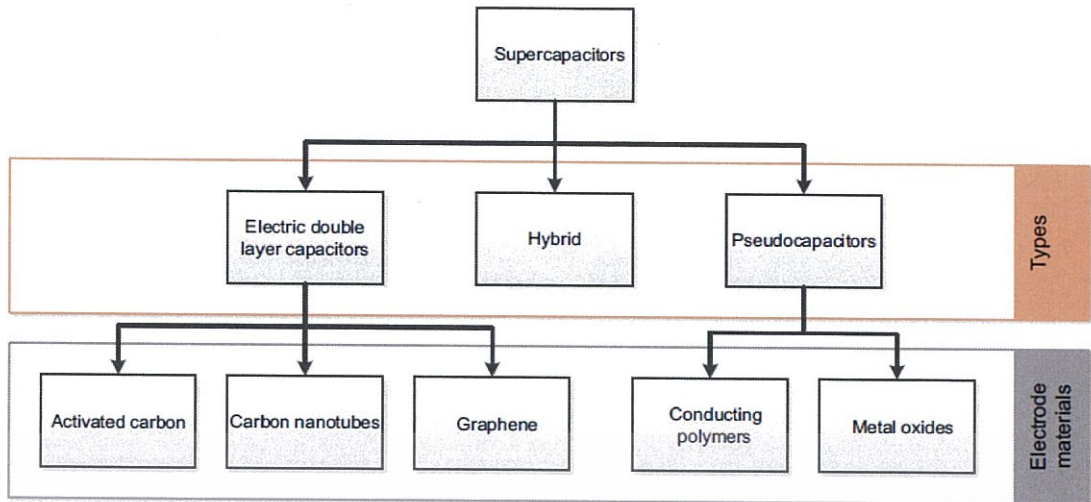
- 1) ขั้วไฟฟ้า (Electrodes) ที่ทำมาจากวัสดุที่สามารถเก็บประจุไฟฟ้าได้สูง เช่น กราฟีน แมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) และพอลิอะนิลีน (Polyaniline) เป็นต้น
- 2) ตัวแยกขั้วไฟฟ้า (Separators) ส่วนใหญ่จะต้องดูดซับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ได้ ไม่นำไฟฟ้า เช่น กระดาษใย และพอลิโพรพิลีน (Polypropylene) เป็นต้น
- 3) ตัวเก็บกระแส (Current collectors) ต้องนำไฟฟ้าได้ดี เช่น กราไฟต์ เป็นต้น
- 4) ฉนวนป้องกันการรั่วซึมของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เช่น ไมลาร์ (Mylar) เป็นต้น
- 5) แผ่นโลหะนำไฟฟ้า หุ้มส่วนประกอบต่างๆ เช่น เหล็กกล้าไม่เป็นสนิม (Stainless steel)



รูปที่ 2.2 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด [8]

2.1.4 ชนิดของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

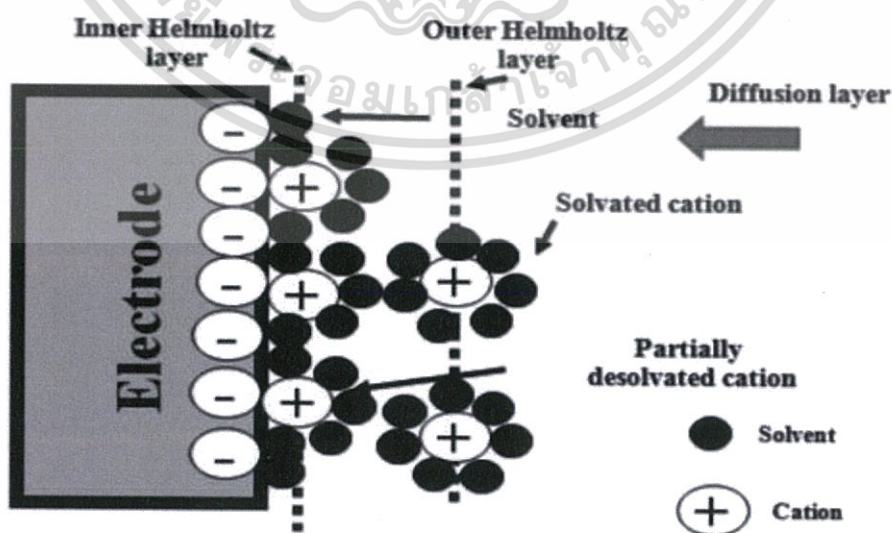
ตัวเก็บประจุแบ่งออกเป็น 3 ชนิด ได้แก่ ตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมีสองชั้น (Electric double-layer capacitors) ซูโตคาร์ปาซิเตอร์ (Pseudocapacitors) และไฮบริดคาร์ปาซิเตอร์ (Hybrid capacitors)



รูปที่ 2.3 แผนภาพแสดงชนิดของตัวเก็บประจุยิ่งยวด [4]

1) ตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมีสองชั้น (Electric double-layer capacitors ,EDLCs)

ตัวเก็บประจุชนิดนี้มีการเก็บประจุไฟฟ้าเคมีสองชั้น ดังรูปที่ 2.4 โดยชั้นในถูกเรียกว่า อินเนอร์ เฮล์มโฮลทซ์ (Inner Helmholtz layer) และชั้นนอกถูกเรียกว่า เอคเตอร์ เฮล์มโฮลทซ์ (Outer Helmholtz layer) โดยชั้นในจะประกอบด้วยประจุบวกของอิเล็กโทรไลต์ที่ถูกล้อมรอบด้วยตัวทำละลาย เป็นลักษณะครึ่งวงกลมเกาะที่ผิวของขั้วไฟฟ้าที่ถูกเหนี่ยวนำให้เกิดประจุลบบริเวณหน้าขั้วด้วยการให้ศักย์ไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดไฟฟ้าภายนอก ในขณะที่ชั้นนอกประกอบด้วยประจุบวกที่ถูกล้อมด้วยตัวทำละลายที่มีลักษณะเป็นทรงกลม ถัดจากนั้นก็จะเป็นชั้นของการแพร่ของสารละลาย โดยขั้วของตัวเก็บประจุชนิดนี้ใช้วัสดุจำพวกคาร์บอน เช่น ถ่านกัมมันต์ คาร์บอนนาโนทิวบ์ กราฟีน เป็นต้น



รูปที่ 2.4 แผนภาพแสดงการเก็บประจุชนิดไฟฟ้าเคมีสองชั้น (EDLCs) [8]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

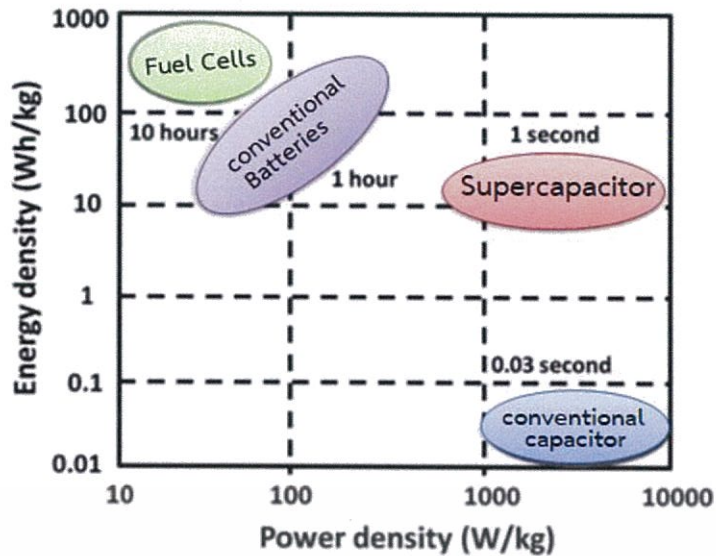
2) ซูโดคาปาซิเตอร์ (Pseudocapacitors)

การเก็บประจุไฟฟ้าของซูโดคาปาซิเตอร์จะมีค่าการเก็บประจุสูงกว่าชนิด EDLCs เนื่องจากซูโดคาปาซิเตอร์เก็บประจุไฟฟ้าที่พื้นผิวเหมือนกับ EDLCs แล้วยังมีการเก็บประจุ (อิเล็กตรอน) ผ่านปฏิกิริยารีดอกซ์ภายในขั้วไฟฟ้าจึงทำให้มีค่าการเก็บประจุไฟฟ้า ซึ่งวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้า คือ โลหะออกไซด์ (RuO_2 , $\text{Ni}(\text{OH})_2$ และ MnO_2 เป็นต้น) และพอลิเมอร์ที่นำไฟฟ้า (Polyaniline และ Polypyrrole เป็นต้น)

2.1.5 เปรียบเทียบคุณสมบัติของตัวเก็บประจูงยวดกับตัวเก็บพลังงานชนิดอื่นๆ

กราฟของราโคโน รูปที่ 2.5 เปรียบเทียบความหนาแน่นกำลังงาน (Power density) และความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) ของอุปกรณ์เก็บพลังงานชนิดต่างๆ พบว่าตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดจะมีค่าความหนาแน่นกำลังงานสูงกว่าเซลล์เชื้อเพลิงและแบตเตอรี่ โดยเซลล์เชื้อเพลิงถือเป็นอุปกรณ์ที่สามารถเปลี่ยนพลังงานเคมีที่เก็บไว้ในพันธะเคมีของเชื้อเพลิงไปเป็นพลังงานไฟฟ้า โดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีของเชื้อเพลิงบนผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็ง เมื่อพันธะเคมีของโมเลกุลเชื้อเพลิงแตกออกให้อิเล็กตรอนหรือพลังงานไฟฟ้า โดยข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงคือมีความหนาแน่นพลังงานสูงสุด เมื่อเทียบกับอุปกรณ์เก็บพลังงานชนิดอื่น แต่อย่างไรก็ตามการทำให้พันธะเคมีของโมเลกุลเชื้อเพลิงแตกออกจะต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น โลหะแพลทินัมที่มีราคาแพงและจลนศาสตร์ของปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นบนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาค่อนข้างช้า ส่งผลให้ความหนาแน่นกำลังงานต่ำ จึงทำให้การนำเซลล์เชื้อเพลิงมาใช้เชิงพาณิชย์ยังไม่คุ้มค่า และไม่แพร่หลายมากนัก

แบตเตอรี่เป็นอุปกรณ์ที่เก็บพลังงานโดยอาศัยปฏิกิริยารีดอกซ์ เช่น ลิเทียมไอออนแบตเตอรี่ เมื่อบรรจุพลังงาน ปฏิกิริยารีดอกซ์จะเกิดขึ้นโดยลิเทียมไอออนที่อยู่ในผลึกของโลหะออกไซด์ จะรับอิเล็กตรอนกลายเป็นโลหะลิเทียมในขั้วไฟฟ้าของกราไฟต์ เป็นต้น ในขณะที่การคายพลังงานจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน คือโลหะลิเทียมสูญเสียอิเล็กตรอนกลายเป็นลิเทียมไอออนกลับไปยังขั้วไฟฟ้าที่มีโลหะออกไซด์อยู่ ถึงแม้ว่าโลหะออกไซด์จะให้ความหนาแน่นพลังงานสูงแต่ความหนาแน่นกำลังงานยังค่อนข้างต่ำ ส่งผลให้ใช้เวลาในการบรรจุพลังงานช้า เพราะจลนศาสตร์ของปฏิกิริยารีดอกซ์ ที่เกิดขึ้นยังค่อนข้างช้า นอกจากนั้นแบตเตอรี่ยังมีเสถียรภาพต่ำ บ่อยครั้งพบปัญหาการระเบิดของแบตเตอรี่



รูปที่ 2.5 กราฟของราโกเนเปรียบเทียบความหนาแน่นกำลังงาน (Power density) และความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) ของอุปกรณ์เก็บพลังงานชนิดต่างๆ [8]

เมื่อเปรียบเทียบคุณสมบัติข้อดีและข้อเสียของตัวเก็บประจุยิ่งยวดกับแบตเตอรี่ ดังตารางที่ 2.1 พบว่ากลไกการเก็บพลังงานของตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดอาศัยการดูดซับเชิงฟิสิกส์ของอิเล็กโทรไลต์ ขณะที่แบตเตอรี่อาศัยปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี ส่งผลให้แบตเตอรี่มีข้อจำกัดเรื่องกำลังงานต่ำ ในปัจจุบันวัสดุนาโนที่มีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงได้ถูกนำมาใช้ทำขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุยิ่งยวดส่งผลให้เก็บประจุได้สูงขึ้น

ตารางที่ 2.1 เปรียบเทียบคุณสมบัติข้อดีและข้อเสียของตัวเก็บประจุยิ่งยวดกับแบตเตอรี่

คุณสมบัติ	แบตเตอรี่	ตัวเก็บประจุยิ่งยวด
กลไกการเก็บพลังงาน	ปฏิกิริยาเคมี	การดูดซับเชิงฟิสิกส์
ข้อจำกัดเรื่องงาน	จลนศาสตร์ของปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีและการเคลื่อนที่มวลสาร	กำลังงานสูง ถ้าอิเล็กโทรไลต์นำไฟฟ้าได้ดี
การเก็บพลังงาน	สูง (Bulk)	ต่ำกว่าเพราะจำกัดด้วยพื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้า
อัตราเร็วในการบรรจุพลังงาน	จำกัดด้วยจลนศาสตร์ของปฏิกิริยา	สูง เท่ากับอัตราเร็วในการคายพลังงาน
ข้อจำกัดเรื่องอายุการใช้งาน	อายุการใช้งานสั้น เนื่องจากปัญหาเรื่องเสถียรภาพเชิงกลและการผันกลับของปฏิกิริยาเคมี	อายุการใช้งานยาวนาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.6 การนำตัวเก็บประจุยิ่งยวดไปใช้งานในด้านต่างๆ

1) การรักษาความคงที่ของแรงดันไฟฟ้าในกริดกระจาย เมื่อมีการกระชากของแรงดันไฟฟ้าในสายส่งไฟฟ้าขึ้น จำเป็นต้องมีอุปกรณ์เก็บพลังงานที่สามารถรับพลังงานไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นได้อย่างรวดเร็ว และเมื่อแรงดันไฟฟ้ามีการลดลงชั่วขณะก็สามารถคืนแรงดันไฟฟ้าสู่กริดได้อย่างรวดเร็ว เรียกกลไกนี้ว่า Dynamic Voltage Restoration (DVR)

2) ใช้แทนแบตเตอรี่หรือตัวเก็บประจุในเครื่องสำรองไฟฟ้า (UPS) และอุปกรณ์ป้องกันไฟกระชากแรงดันสูงชั่วขณะ (Surge protection) ส่วนใหญ่เวลาไฟตกหรือกระชากจะใช้เวลาน้อยกว่า 1 วินาที สัดส่วนของพลังงานต่อกำลังตัวเก็บประจุยิ่งยวดเหมาะสมกว่าแบตเตอรี่และตัวเก็บประจุ

3) ใช้ควบคู่กับแบตเตอรี่ในอุปกรณ์ไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์ เช่น เครื่องคอมพิวเตอร์แบบพกพา (Notebook) หรือโทรศัพท์มือถือ อุปกรณ์เหล่านี้มักจะดึงกระแสไฟฟ้าสูงในจังหวะสั้นๆ เป็นระยะๆ ซึ่งทำให้แบตเตอรี่มีประสิทธิภาพในการจ่ายกระแสลดลง ดังนั้นการใช้ตัวเก็บประจุยิ่งยวดกับแบตเตอรี่ โดยให้แบตเตอรี่จ่ายภาระเฉลี่ย (Average load) ส่วนตัวเก็บประจุยิ่งยวดใช้ในการจ่าย Pulse current จะเป็นการช่วยยืดอายุแบตเตอรี่ได้

4) ใช้ในยานพาหนะไฟฟ้าควบคู่กับแบตเตอรี่หรือเซลล์เชื้อเพลิง เมื่อต้องขับขึ้นเขาหรือเร่งเครื่องเพื่อแซง ตัวเก็บประจุยิ่งยวดก็สามารถให้กำลังสูงในเวลาอันสั้นได้ และเมื่อมีการเหยียบเบรกของรถ ตัวเก็บประจุยิ่งยวดก็สามารถที่กักเก็บพลังงานกลที่แปลงเป็นพลังงานไฟฟ้าไว้ได้ เรียกว่า Regenerative braking นอกจากนี้ตัวเก็บประจุยังสามารถใช้ในการติดเครื่องได้อีกด้วย

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

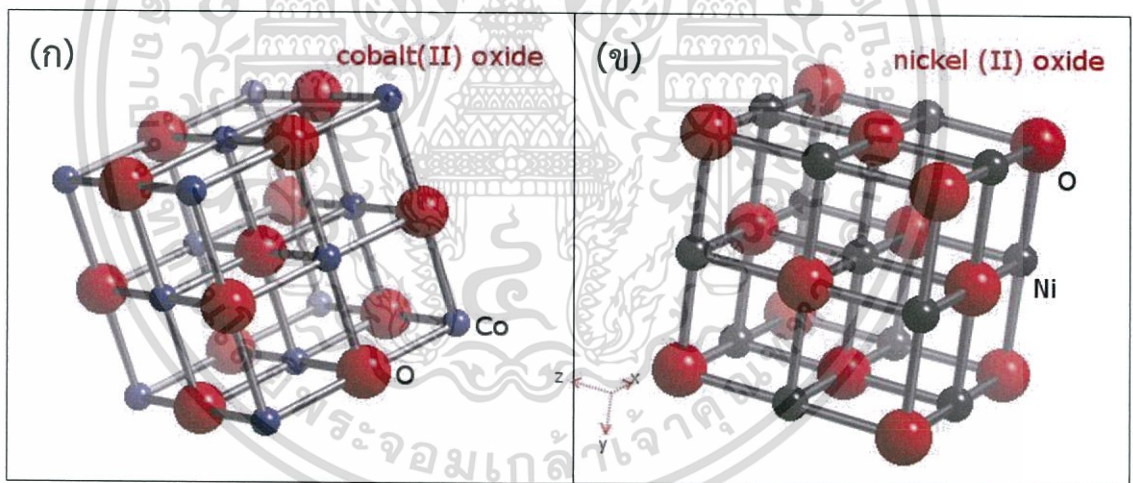
6) ใช้ในเครื่องมือแบบพกพา เช่น ส่วนแบบไร้สาย ซึ่งไม่ต้องใช้งานเป็นเวลานาน และหากคายประจุจนหมดแล้วยังสามารถที่จะอัดประจุให้เต็มได้ภายในเวลาอันสั้น

นอกเหนือจากตัวอย่างที่ยกมาแล้ว ตัวเก็บประจุยิ่งยวดยังสามารถใช้งานได้อีกหลายอย่าง เช่น เครื่องการแพทย์ (เครื่องกำหนดการเต้นของหัวใจ เครื่องกระตุ้นหัวใจด้วยไฟฟ้า แหล่งจ่ายไฟให้กับเครื่องเอ็กซเรย์) และเครื่องมือทางการแพทย์ (Actuator สำหรับป้องกันน้ำท่วมเรือดำน้ำ แทนส่งเครื่องบินบนเรือรบ) [7]

2.2 โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (Cobalt Oxide-Nickel Oxide)

โลหะออกไซด์ (เช่นออกไซด์ของ Mn, Fe, Co, Ni, Cr, In, Sn, Mo, V ฯลฯ) ได้รับการพิจารณาว่าเป็นวัสดุที่มีแนวโน้มมากที่สุดสำหรับทำตัวเก็บประจุยิ่งยวด นอกจากนี้โลหะออกไซด์มีความหนาแน่นสูงกว่าคาร์บอน และพอลิเมอร์ ซึ่งเป็นข้อได้เปรียบในด้านปริมาตรต่อค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ [9]

โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (Cobalt Oxide-Nickel Oxide) เป็นโลหะออกไซด์ที่มีความจุจำเพาะไฟฟ้าค่อนข้างสูง จึงนิยมนำมาพัฒนาเพื่อใช้ในการสร้างตัวเก็บประจุยิ่งยวด ซึ่งโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ มักมีโครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีที่หลากหลาย โดยขึ้นอยู่กับสารตั้งต้น รวมไปถึงขั้นตอน และวิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วย โดยโครงสร้างที่ต้องการศึกษาในการวิจัยนี้ คือโครงสร้างผลึกแบบ Rock Salt ซึ่งเกิดจากการที่ โลหะโคบอลต์มีขนาดอะตอมใกล้เคียงกับโลหะนิกเกิล เมื่อเกิดการแทนที่จากการสังเคราะห์ได้ในสัดส่วนของอะตอมโลหะแบบ 1:1 ทำให้โครงสร้างเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย อะตอมของโลหะโคบอลต์ และโลหะนิกเกิล จึงสลับตำแหน่งกับ อะตอมของออกซิเจนแบบ 1:1 เช่นกัน



รูปที่ 2.6 (ก.) โครงสร้างผลึกของโคบอลต์(II)ออกไซด์ (ข.) โครงสร้างผลึกของนิกเกิล(II) ออกไซด์

[10,11]

2.2.1 เทคนิคการเตรียมโคบอลต์ออกไซด์ – นิกเกิลออกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation)

เป็นกระบวนการที่จะนำสารโลหะมากกว่าสองชนิดเข้าไปอยู่ในตำแหน่งแลตทิซภายในโครงสร้างของโลหะออกไซด์ ทำให้เกิดสารประกอบตัวใหม่ ซึ่งหลักการคล้ายกับวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา คือ เตรียมสารละลายสองชนิดแล้วนำไปผสมกับแหล่งออกไซด์ พร้อมกับปรับความเป็นกรดหรือเบสให้เหมาะสม เพื่อจะทำให้เกิดตะกอน

การตกตะกอนร่วมแบ่งเป็น 3 แบบคือ แบบแทนที่ในแลตทิซผลึก แบบดูดซับที่ผิว (Surface adsorption) และแบบดูดจับสารอื่นไว้ในผลึก (Occlusion) [12]

1) การตกตะกอนร่วมแบบแทนที่ในผลึก

เป็นการตกตะกอนร่วมที่เกิดขึ้นโดยตะกอนที่เกิดขึ้นมีสารปนเปื้อนเข้าไปอยู่ในแลตทิซผลึกของตะกอน โดยไม่ทำให้รูปร่างของผลึกเปลี่ยนไป การตกตะกอนร่วมแบบนี้ ตะกอนและสารปนเปื้อนจะต้องมีสูตรโครงสร้าง หรือโครงสร้างของผลึกเหมือนกัน ไอออนของสารประกอบชนิดหนึ่งสามารถเข้าไปแทนที่ไอออนของสารประกอบอีกชนิดหนึ่ง ที่อยู่ในโครงผลึกได้โดยไม่ทำให้รูปร่างของโครงผลึกเปลี่ยนไป เราเรียกสารประกอบที่มีโครงสร้างผลึกเหมือนกันว่า ไอโซมอร์ฟัส (Isomorphus) และเรียกปรากฏการณ์ดังกล่าวว่า ภาวะรูปร่างเหมือนกัน (Isomorphism) ในการแก้ไขปัญหาการตกตะกอนร่วมแบบแทนที่ในแลตทิซผลึก สามารถทำได้โดยแยกไอออนที่เป็นสารปนเปื้อนออกไปก่อน หรือไม่ใช้สารละลายที่มีไอออนเหล่านี้

2) การตกตะกอนร่วมแบบดูดซับที่ผิว (Surface adsorption)

การตกตะกอนร่วมแบบนี้จะมีชั้นดูดซับปฐมภูมิ ที่มีไอออนที่เป็นไอออนร่วมของตะกอน และไอออนที่ถูกดูดซับไว้ในชั้นที่สองหรือชั้นทุติยภูมิ จะเป็นแคตไอออนซึ่งสามารถรวมเป็นสารประกอบที่มีสภาพการละลายได้น้อยที่สุดกับไอออนในชั้นดูดซับปฐมภูมิ สารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับไว้จะมีปริมาณมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับสิ่งต่อไปนี้คือ

2.1) พื้นที่ผิวของตะกอน สารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับไว้ที่ผิวของตะกอนจะมีมากถ้าตะกอนมีพื้นที่ผิวมาก และถ้าตะกอนมีพื้นที่ผิวน้อย สารปนเปื้อนจะถูกดูดซับไว้ได้น้อย สำหรับตะกอนที่มีขนาดใหญ่จะมีพื้นที่ผิวน้อยกว่าตะกอนที่มีขนาดเล็กต่อจำนวนน้ำหนักของตะกอนที่เท่ากัน ดังนั้นตะกอนที่มีขนาดใหญ่จะดูดซับสารปนเปื้อนไว้ได้น้อยกว่าตะกอนที่มีขนาดเล็ก

2.2) ประจุของตะกอนตะกอนที่มีประจุบวกสารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับเป็นแอนไอออน แต่ตะกอนที่มีประจุลบ สารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับเป็นแคตไอออน ทั้งนี้ตะกอนจะเลือกดูดซับ ไอออนที่ให้สารประกอบที่มีสภาพละลายต่ำได้

2.3) องค์การแตกตัวของแลตทิซไอออนกับไอออนของสารปนเปื้อน ถ้ามีค่ามากจะทำให้เกิดการปนเปื้อนน้อย แต่ถ้ามีค่าน้อยจะทำให้เกิดการปนเปื้อนได้มาก

2.4) ความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับ ถ้าความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับมีค่าน้อย ปริมาณสารที่ถูกดูดซับไว้ด้วยตะกอนจะมีค่าน้อย แต่ถ้าความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับมีค่ามาก ปริมาณสารที่ถูกดูดซับไว้ด้วยตะกอนจะมีค่ามาก แต่เมื่อความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับถึงจุดๆหนึ่งปริมาณสารที่ถูกดูดซับไว้ด้วยตะกอนจะมีค่าคงตัว เพราะไม่มีพื้นที่ผิวให้ถูกดูดซับอีก

3) การตกตะกอนร่วมแบบจับสิ่งอื่นไว้ในผลึก (Occlusion)

การตกตะกอนร่วมแบบนี้เกิดจากสารปนเปื้อนเข้าไปสอดแทรกภายในผลึกของ ตะกอนในกระบวนการตกตะกอน เนื่องจากข้างในผลึกมีโพรงมาก ผลึกโตเร็วเกินไป หรือ ตกตะกอนเร็วเกินไป การย่อยตะกอนจะช่วยให้สารปนเปื้อนหลุดออกมาได้บ้าง ส่วนการล้าง ตะกอนไม่สามารถกำจัดให้สิ่งปนเปื้อนหลุดออกมาได้ แต่การตกตะกอนซ้ำโดยการละลาย ตะกอนแล้วให้ตกตะกอนใหม่ซ้ำอีกครั้งหนึ่งจะทำให้ตะกอนมีความบริสุทธิ์มากขึ้น

2.3 กราไฟต์ (Graphite)

เป็นอัญรูปอย่างหนึ่งของธาตุคาร์บอน ชื่อสามัญเรียกว่า พลัมเบโก (Plumbago) หรือแร่ ดินสอดำมีลักษณะเป็นของแข็ง ดังรูปที่ 2.7 มีรูปผลึกแบบบาง ๆ ทึบแสง อ่อนนุ่ม สีเทาเข้มถึงสีดำ เนื้ออ่อน เป็นตัวนำความร้อนและไฟฟ้าได้ดี มักใช้ทำไส้ดินสอดำ เบ้าหลอมโลหะ น้ำมันหล่อลื่นบาง ชนิดไส้ถ่านไฟฉาย ไส้ฟออาร์ก ใช้เป็นตัวลดความเร็ว ช่วยควบคุมอุณหภูมิความร้อนในเครื่องปฏิกรณ์ นิวเคลียร์ถูกนำมาใช้เมื่อ 4 พันปีก่อนคริสตกาล ในงานทาสีเครื่องเซรามิกในทางตะวันออกเฉียงใต้ ของยุโรป ได้มีการค้นพบแหล่งสะสมตัวแร่กราไฟต์ขนาดใหญ่มากที่รัฐคัมเบรีย ประเทศอังกฤษ แร่ที่ พบมีลักษณะบริสุทธิ์ ไม่แข็ง แตกหักง่าย และมีรูปแบบการสะสมตัวอัดแน่นกันคุณสมบัติทางเคมี สูตรเคมี C ถ้าให้ความร้อนจัดเกินจุดเผาไหม้ ก็จะเผาไหม้เช่นกัน ไม่หลอมละลาย ไม่ละลายในกรด



รูปที่ 2.7 ลักษณะทางกายภาพของกราไฟต์ [13]

คุณสมบัติทางฟิสิกส์ กราไฟต์เกิดจากอะตอมเรียงกันเป็นชั้น ๆ แต่ละชั้นเกิดจากอะตอมคาร์บอนเรียงตัวกันเป็นรูป 6 เหลี่ยมคล้ายรังผึ้ง

การกำเนิด เกิดในหินแปรพวกหินอ่อน หินชีสต์ หินไนส์ ในสายแร่บางชนิดเป็นสายเปกมาไทท์ สายควอตซ์ และบางครั้งก็พบฝังประหรือกระจายอยู่ในท้องที่ใกล้รอยสัมผัสกับหินอัคนี

2.3.1 ประเภทของกราไฟต์

แร่กราไฟต์ที่เกิดในแหล่งสะสม มี 3 ประเภท ได้แก่

1. แร่กราไฟต์ที่มีลักษณะเป็นแผ่นบาง สั้น ๆ หน้าแผ่นเป็นรูป 6 เหลี่ยม เมื่อแตกจะเป็นมุมที่ขอบหรือมีลักษณะไม่สม่ำเสมอ
2. กราไฟต์ที่มีลักษณะพอสังกฐาน มีลักษณะเม็ดละเอียด เกิดในกระบวนการแปรสภาพของหินแปรของถ่านโดยความร้อนสูง เป็นขั้นสุดท้ายของการเกิดถ่านหิน บางครั้งเรียกว่าแอนทราไซต์ (Meta-anthrathracite)
3. กราไฟต์ที่มีลักษณะเป็นก้อน ๆ บางครั้งเรียกว่า สานแร่กราไฟต์ เกิดขึ้นในช่องหรือรอยแตกของสายแร่เป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะกลุ่มผลึกเป็นเส้นใยหรือรูเลี่ยนยาว มักเกิดในสายแร่ที่มีน้ำร้อน



รูปที่ 2.8 ผงกราไฟต์ [14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

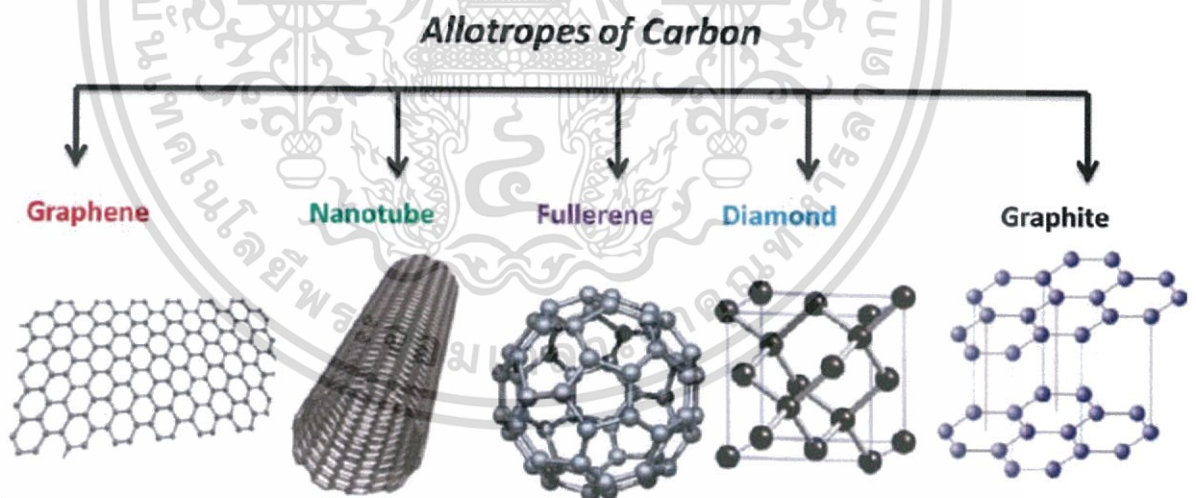
2.3.2 ลักษณะของกราไฟต์

แกร์กราไฟต์ประกอบแร่เรียงตัวเป็นชั้น ๆ คาร์บอนมีการจัดตัวแบบเฮลฟา หรือเป็นรูปผลึก 6 หน้า (Hexagonal) และจัดเรียงตัวแบบเบตาหรือรูปผลึกขนมเปียกปูน (Rhombohedral) โดยมีลักษณะทางกายภาพเหมือนกัน แผ่นแร่รูปผลึก 6 หน้า มีลักษณะบางและไม่แข็ง ผลึกแบบเฮลฟาสามารถเปลี่ยนกลับไปเป็นเบตาได้เมื่อแรงกดดัน และผลึกแบบเบตาสามารถเปลี่ยนกลับเป็นผลึกแบบเฮลฟาเมื่อได้รับความร้อนมากกว่า 1300 องศาเซลเซียส แผ่นแร่แต่ละแผ่นมีความหนาแน่นน้อย

แกร์กราไฟต์มีการนำไฟฟ้าเพราะการจัดเรียงตัวอิเล็กตรอนแต่ละระนาบ โดยอิเล็กตรอนวงนอกสุดสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระ จึงสามารถนำไฟฟ้าได้ แต่อย่างไรก็ตามกราไฟต์สามารถนำไฟฟ้าได้ในระนาบเดียวเท่านั้น

2.3.3 การใช้ประโยชน์จากแกร์กราไฟต์ในธรรมชาติ

แกร์กราไฟต์ในธรรมชาติมีการใช้ประโยชน์ในเรื่อง การผลิตเหล็กกล้า อุตสาหกรรมเครื่องเขียน การผลิตอุปกรณ์ที่ช่วยลดการสูญเสียความร้อน การผลิตอุปกรณ์เบรกรถยนต์ อุตสาหกรรมผลิตแบตเตอรี่ และทำสารหล่อลื่น (ไม่) ลื่น กราฟีน (Graphene) ซึ่งเป็นแกร์กราไฟต์ที่พบตามธรรมชาติมีลักษณะเด่นคือ มีความแข็งแรงมาก จึงใช้คุณสมบัตินี้แยกกราฟีนออกจากแกร์กราไฟต์ทั่วไปเพื่อนำไปใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม



รูปที่ 2.9 อัญรูปของคาร์บอน [15]

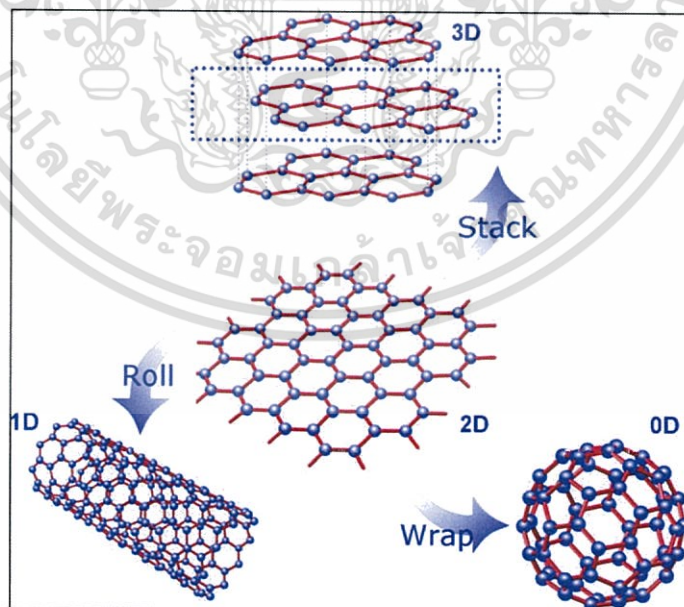
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.4 การใช้ประโยชน์จากรแกรไฟต์สังเคราะห์

รแกรไฟต์สังเคราะห์ใช้ประโยชน์เป็นใช้ประโยชน์เป็น การทำขั้วไฟฟ้า การทำเป็นผงเพื่อใช้ในงานอุตสาหกรรมผลิตแบตเตอรี่ และอุตสาหกรรมผลิตอุปกรณ์เบอร์กรรณต์ โดยทำจากเชื้อเพลิงถ่านหินที่เผาจนหมดควัน (Petroleum coke) เส้นใยกราฟไฟต์หรือเส้นใยคาร์บอนเป็นเส้นใยที่มีความแข็งแรงทนทานสูง ใช้ในการผลิตอุปกรณ์ตกปลา อุปกรณ์กีฬาออลส์ฟ อุตสาหกรรมรถจักรยาน และแท่นกระโดดที่สระน้ำ นอกจากนี้แล้วรแกรไฟต์สังเคราะห์ใช้เป็นสารลดความเร็วของนิวตรอนในปฏิกิริยานิวเคลียร์ โดยกราฟไฟต์เป็นตัวดูดกลืนนิวตรอนอิสระในแร่บางชนิด เช่น โบรอน และใช้ในการผลิตอุปกรณ์ดูดจับเรดาร์

2.4 กราฟีน

กราฟีน (Graphene) หรือ แกรฟีน เป็นรูปแบบหนึ่งของผลึกคาร์บอนเคียงข้างกับเพชร กราไฟต์ ท่อนาโนคาร์บอน และฟูลลอริน โดยที่คาร์บอนจะเรียงตัวในรูปแบบหกเหลี่ยมรั้งผึ้งทั่วไป กราฟีนสามารถอธิบายได้ว่าเป็นชั้นหนาเพียงอะตอมเดียวของรแกรไฟต์ที่เป็นชั้น ๆ กราฟีนที่มีคุณภาพสูง มีความแข็งแรงมาก น้ำหนักเบา (กราฟีนขนาด 1 ตารางเมตรมีน้ำหนักเพียง 0.77 มิลลิกรัมเท่านั้น) เกือบโปร่งใส และเป็นตัวนำความร้อนและไฟฟ้าที่ดี การที่กราฟีนมีปฏิสัมพันธ์ที่ต่ำกับวัสดุอื่นๆ และโดยธรรมชาติเป็นแบบสองมิติ ทำให้กราฟีนมีคุณสมบัติเฉพาะที่ไม่เหมือนใคร [16]



รูปที่ 2.10 การม้วนของกราฟีน [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.1 คุณสมบัติเฉพาะของกราฟีน (Graphene) และการนำไปประยุกต์ใช้

1. เป็นวัสดุที่บางที่สุดเท่าที่มีการค้นพบ แม้ว่าในทางทฤษฎีจะไม่สามารถวัดความหนาของอะตอมได้แต่สามารถวัดระยะห่างระหว่างอะตอมได้ ทำให้สามารถประเมินคร่าว ๆ ได้ว่าแผ่นกราฟีนหนาประมาณ 0.335 นาโนเมตร

2. กราฟีนชั้นเดียวสามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่าโดยมีค่าการดูดซับแสงอยู่ที่ 2.3 %

3. ความต้านทานไฟฟ้าต่ำมากสามารถเป็นตัวนำไฟฟ้าได้ดีเกือบเท่า Superconductor (มากกว่าทองแดงหลายล้านเท่า) และกราฟีนนำไฟฟ้าได้ดีมากที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งต่างจาก Superconductor ที่ต้องลดอุณหภูมิจนติดลบกว่าร้อยละสองเซลเซียสถึงจะแสดงคุณสมบัติการนำไฟฟ้าแบบนี้ได้

4. ในทางควอนตัมวัสดุที่มีขนาดเล็กจะมีคุณสมบัติพิเศษ ต่างจากวัสดุชนิดเดียวกันที่มีขนาดใหญ่ สำหรับกราฟีนที่มีความหนาเพียงอะตอมเดียว ในด้านความหนาจึงแสดงคุณสมบัติควอนตัมออกมาแต่ในทางกว้างและยาวมีคุณสมบัติตามวัสดุปรกติกราฟีนจึงเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติเหมือนทั้งวัสดุนำไฟฟ้าและอนุภาคควอนตัมพร้อม ๆ กัน

5. กราฟีนมีค่าระดับความแข็งแรงสูงกว่าเหล็กถึง 5 เท่า (เทียบเท่าหรือมากกว่าเพชร) แต่แม้จะแข็งแรงแต่แผ่นกราฟีนกลับสามารถบิดงอ ม้วน หรือ พับ ได้อย่างง่ายดายโดยไม่ทำให้โมเลกุลเสียหาย

6. ความสามารถในการนำความร้อนจำเพาะ (Thermal conductivity) ซึ่งวัดค่าการนำความร้อนจำเพาะของกราฟีนได้สูงกว่าวัสดุประเภทอื่น ๆ และยังสามารถนำความร้อนได้ดีกว่าเพชรด้วย คุณสมบัตินี้จึงสามารถนำกราฟีนไปช่วยในระบบระบายความร้อนใน CPU

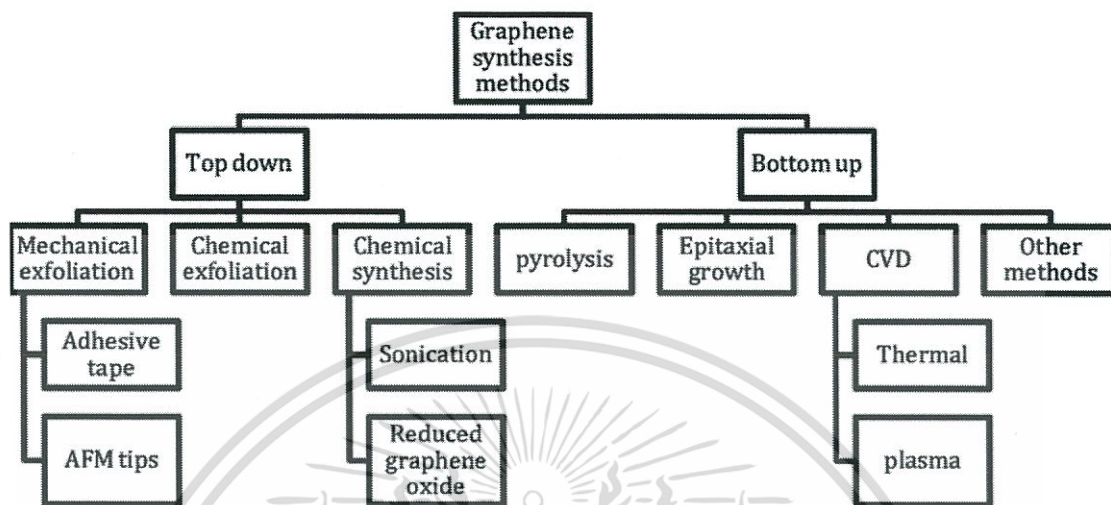
7. กราฟีนมีค่าความสามารถในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน (Electronic mobility) สูงมาก จะทำให้สามารถสร้างทรานซิสเตอร์ที่ทำงานเร็วมาก ๆ ได้

2.5 การสังเคราะห์กราฟีน

กราฟีนสามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธีซึ่งสรุปได้ดังรูปที่ 2.11 แบ่งตามกระบวนการสังเคราะห์วัสดุโนโน คือ กระบวนการสังเคราะห์แบบบนลงล่าง (Top-down) และแบบล่างสู่บน (Bottom-up) ในกระบวนการสังเคราะห์แบบบนลงล่างแบ่งเป็นการลอกแผ่นกราฟีนโดยตรง เช่น การใช้เทปกาवलอกผ่านกราฟีนจากแกรไฟต์บริสุทธิ์ การใช้เข็ม AFM ลากแผ่นกราฟีนออกมา และการสังเคราะห์ทางเคมี เช่น การ Sonication หรือการสั่นด้วยเสียงความถี่สูง และการรีดิวซ์จากกราฟีนออกไซด์ ส่วนกระบวนการสังเคราะห์แบบล่างสู่บน ได้แก่ กระบวนการไพโรไลซิส การปลูกฟิล์มบางกราฟีนแบบ

ผลึกเดี่ยว การปลูกฟิล์มบางกราฟีนด้วยไอระเหยทางเคมี เป็นต้น ซึ่งวิธีกระบวนการสังเคราะห์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับญาติให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

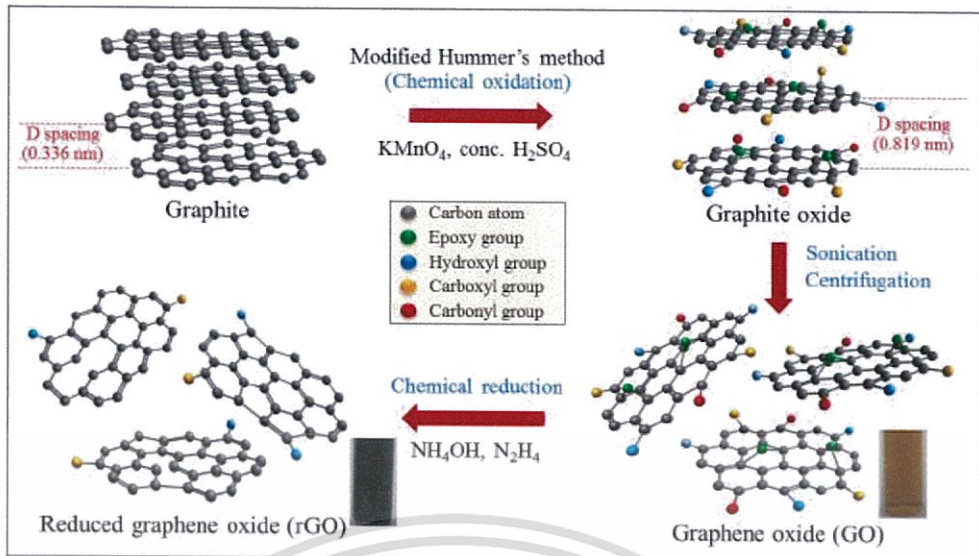
แบบล่างสู่บนจะเป็นวิธีที่ซับซ้อนยุ่งยาก ต้องใช้เครื่องมือขั้นสูง แต่ให้ปริมาณของกราฟีนจำนวนมาก ส่วนใหญ่จะทำในระดับอุตสาหกรรม ส่วนกระบวนการสังเคราะห์แบบบนลงล่างสามารถทำได้ง่ายกว่า สามารถทำในห้องปฏิบัติการและงานวิจัยได้



รูปที่ 2.11 แผนภาพแสดงวิธีการสังเคราะห์กราฟีน [18]

2.5.1 การใช้สารเคมีในการรีดิวซ์ในกราฟีนออกไซด์ (Chemical Reduction of Graphene Oxide)

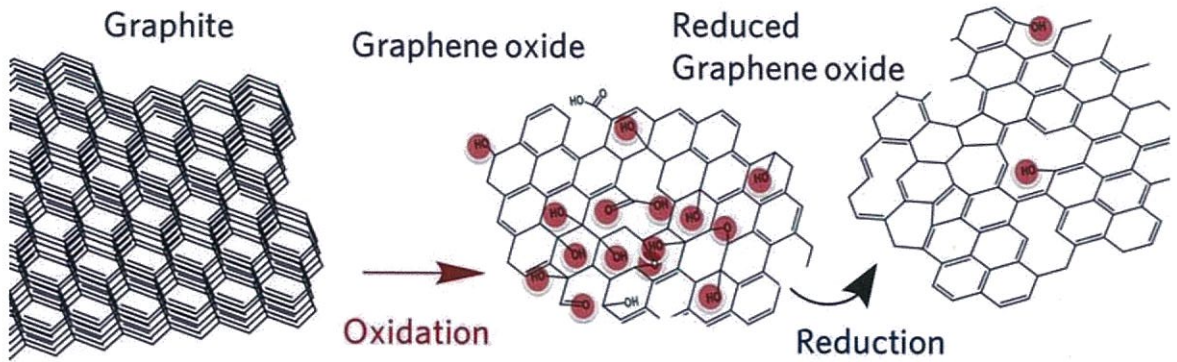
การสังเคราะห์โดยวิธีการใช้สารเคมีในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นั้นเป็นวิธีการที่โดดเด่น เนื่องจากเป็นขั้นตอนที่สะดวก ประหยัด และทำให้ได้กราฟีนปริมาณมาก แต่วิธีนี้จะมีข้อเสียในการใช้สารเคมีอันตราย เช่น ไฮดราซีน (Hydrazine) ไฮโดรควิโนน (Hydroquinone) และโซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium Borohydride) ซึ่งมีความเป็นพิษ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



รูปที่ 2.12 แผนภาพแสดงการสังเคราะห์กราฟีนด้วยวิธีโซนิเคชัน (Sonication) [19]

2.5.2 การสังเคราะห์กราฟีนด้วยวิธีรีดักชันจากกราฟีนออกไซด์

กราฟีนออกไซด์ (Graphene oxide) เป็นกราฟีนที่มีการดัดแปลงทางเคมี (Chemically modified graphene) เตรียมจากกระบวนการปฏิกิริยาออกซิเดชันของกราฟไฟต์ และลอกเป็นชั้นเดียวของกราฟีน ซึ่งสัดส่วนของปริมาณอะตอมของคาร์บอนต่อออกซิเจน (C:O) น้อยกว่า 3.0 และสัดส่วนที่ดีที่สุดมีค่าใกล้เคียง 2.0 รูปที่ 2.13 แสดงโครงสร้างแผ่นคาร์บอนในกระบวนการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันของกราฟไฟต์ด้วยการทำปฏิกิริยากับกรดแก่จากแบบจำลองของ Lef - Klinowski แสดงหมู่ออกไซด์แทรกระหว่างชั้นของกราฟไฟต์ หรือบนผิวของกราฟไฟต์ โดยเฉพาะกลุ่ม 1,2-epoxides และไฮดรอกซิล ส่วนบริเวณขอบจะมีกลุ่มคาร์บอกซิล และไฮดรอกซิลเกาะเป็นส่วนใหญ่ และอาจมี 5- และ 6-membered lactols ทำให้ d-spacing จาก 0.335 nm ขยายถึง 2-3 เท่า เรียกว่า กราไฟต์ออกไซด์ (Graphite oxide) จากนั้นสามารถแยกชั้นของกราฟไฟต์ออกไซด์ในน้ำหรือในตัวทำละลายเป็นชั้นเดียวเรียก กราฟีนออกไซด์ (Graphene oxide) เมื่อทำปฏิกิริยารีดักชันกับไฮดราซีนไฮเดรต (N_2H_4) จะได้รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (Reduced graphene oxide) ซึ่งหมู่ออกไซด์ส่วนใหญ่ที่อยู่บริเวณผิวของของแผ่นกราฟีนหลุดออก อาจมีหลงเหลือตามขอบบ้าง อย่างไรก็ตามการทำรีดักชันสามารถทำได้ด้วยการให้อุณหภูมิสูง เพื่อกำจัดออกซิเจนที่สร้างพันธะกับกลุ่มอะโรมาติกคาร์บอน การใช้คลื่นไมโครเวฟ การใช้แสง และการใช้สารเคมีรีดิวซ์ เป็นต้น

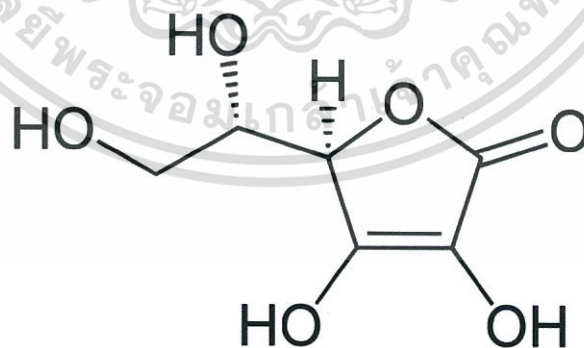


รูปที่ 2.13 แสดงโครงสร้างแผ่นคาร์บอนในกระบวนการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของกราไฟต์มีหมู่ออกไซด์แทรกระหว่างชั้นของกราไฟต์เรียก กราไฟต์ออกไซด์ จากนั้นลอกชั้นของกราไฟต์ออกไซด์ในน้ำหรือในตัวทำละลาย ชั้นเดียวที่หลุดออกมาเรียก กราไฟต์ออกไซด์ เมื่อทำปฏิกิริยารีดักชันกับสารเคมี จะได้รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ [17]

2.6 วิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก (Vitamin C /Ascorbic acid)

2.6.1 ข้อมูลพื้นฐานวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก

วิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิกเป็นตัวรีดิวซ์ ทำหน้าที่จ่ายอิเล็กตรอนให้ปฏิกิริยาต่าง ๆ รูปออกซิไดซ์หนึ่งและสองอิเล็กตรอนของวิตามินซี คือ กรดเซมิดีไฮโดรแอสคอร์บิกและกรดไฮโดรแอสคอร์บิกตามลำดับ โดยโครงสร้างวิตามินซีเป็นดังรูปที่ 2.14

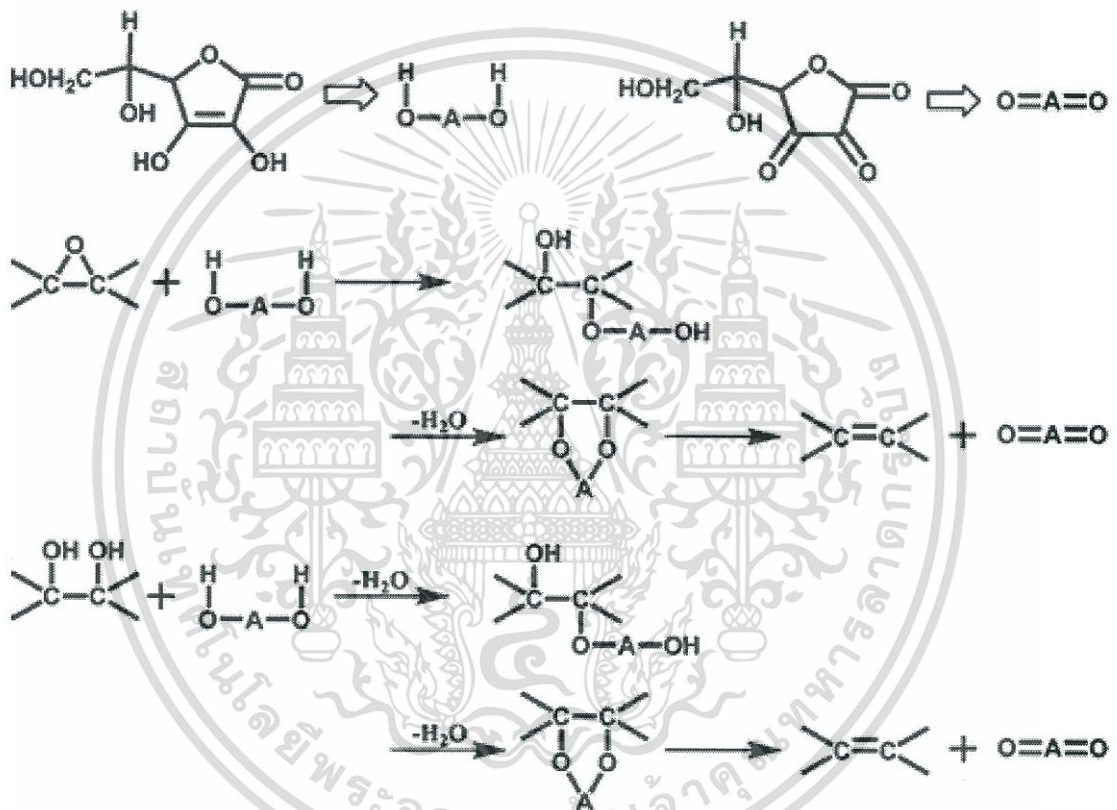


รูป 2.14 โครงสร้างเคมีของวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก [20]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของวิตามินซีต่อกราฟีนออกไซด์

เมื่อวิตามินซีทำปฏิกิริยากับกราฟีนออกไซด์ ดังรูปที่ 2.15 ในรูปแบบทั่วไป กราฟีนออกไซด์ จะมีหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ เกิดพันธะอยู่บนโครงร่าง เช่น หมู่คาร์บอนิล คาร์บอกซิลิก อีพอกไซด์ และ ไฮดรอกซิล เป็นต้น โดยวิตามินซีจะเข้าไปทำปฏิกิริยาบริเวณอีพอกไซด์หรือไฮดรอกซิล ซึ่งหลังจากเกิดปฏิกิริยาจะทำให้แผ่นกราฟีนออกไซด์มีการเกิดคอนจูเกตเพิ่มขึ้น ซึ่งหลังจากทำปฏิกิริยารีดักชัน จะเรียกว่ารีดิวซ์กราฟีนออกไซด์



รูปที่ 2.15 กลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันวิตามินซีต่อกราฟีนออกไซด์ [21]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Ander Gonzalez และคณะได้ทำการอภิปรายงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับเทคโนโลยี และหลักการการทำงานของวัสดุต่างๆที่ใช้สร้างตัวเก็บประจุยิ่งยวด รวมไปถึงอธิบายถึงลักษณะของตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitor) ประเภทต่างๆ รวมถึงชนิดและสมบัติของวัสดุต่างๆที่นำมาสร้างเป็นขั้วไฟฟ้า (Electrode) เพื่อแสดงให้เห็นได้ทราบถึงข้อได้เปรียบ และข้อเสียเปรียบของวัสดุและตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดต่างๆ เพื่อให้สามารถนำไปพัฒนาอุปกรณ์เก็บพลังงานให้มีประสิทธิภาพมากขึ้นได้ในอนาคต [4]

Patin Tagsin และคณะได้ทำการวิจัยที่เกี่ยวกับการสังเคราะห์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดโลหะแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2 Supercapacitor) โดยศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (Specific capacitance) กับเวลาที่ใช้ในขั้นตอนการทำไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ได้ผลว่าที่การใช้เวลา 5 ชั่วโมงตัวเก็บประจุยิ่งยวดแมงกานีสไดออกไซด์มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงกว่าที่การใช้เวลา 3 ชั่วโมงในการทำไฮโดรเทอร์มอล และตัวเก็บประจุยิ่งยวดแมงกานีสไดออกไซด์สามารถมีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะเพิ่มขึ้นอีก เมื่อเติมโพลีอะนิลีน (Polyaniline; PANi) ลงไปในขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล [22]

Deepak P. Dubal และคณะได้รวบรวมอภิปรายงานวิจัยที่เกี่ยวกับกระบวนการสังเคราะห์โครงสร้างในระดับนาโนที่ได้จากสังเคราะห์ตัวเก็บประจุยิ่งยวด NiCo_2O_4 แบบสปีนเนลด้วยวิธีต่างๆ การปรับปรุงสมบัติด้วยกระบวนการทางเคมีเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการนำไฟฟ้า ข้อมูลทางสัณฐานวิทยา ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ และค่าความเสถียรภาพจากการใช้งานของตัวเก็บประจุยิ่งยวด NiCo_2O_4 แบบสปีนเนลที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีต่างๆ เพื่อเป็นฐานข้อมูลสำหรับการนำไปพัฒนาตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่ใช้โลหะออกไซด์ชนิด NiCo_2O_4 แบบสปีนเนล [2]

Ling-Yang Liu และคณะได้ทำการสังเคราะห์โลหะโคบอลต์-นิกเกิลออกไซด์ (CoNiO) ลักษณะโครงสร้างเป็นแบบ microflowers สำหรับใช้เป็นขั้วแอโนดในตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดไฮบริด (Hybrid Supercapacitor) สังเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย (Simple Co-Precipitate) เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพความสามารถในการเก็บประจุยิ่งยวด ความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) ความหนาแน่นกำลังงาน (Power density) และเพิ่มจำนวนรอบ (Cycle life) ของการใช้งานของตัวเก็บประจุยิ่งยวดโคบอลต์-นิกเกิลออกไซด์ได้ถึง 15,000 รอบ โดยมี พอลิเมอร์ activated polyaniline derived carbon; APDC เป็นขั้วแคโทด และมีแบดเตอร์ลิเทียมไอออนเป็นแคโทดอีเล็กโทรด [3]

Xin Li และ Bingqing Wei ได้ทำการอภิปรายงานวิจัยที่เกี่ยวกับการนำโครงสร้างขนาดนาโนของวัสดุประเภทคาร์บอนมาเป็นวัสดุหลักที่ใช้ในการสร้างตัวเก็บประจุแบบยิ่งยวดโดยเน้นที่การสร้างขั้วไฟฟ้า ในตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดใช้ปฏิกิริยาเคมี (Electrochemical Supercapacitor) และเป็นการอาศัยสมบัติเฉพาะตัวของวัสดุคาร์บอน เพื่อนำไปพัฒนาในด้านอุตสาหกรรม หรือยานยนต์ จากผลการเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนและตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดที่สร้างจากคาร์บอนนั้น แบตเตอรี่ลิเทียม-ไอออนมีพลังงานจำเพาะ (Specific energy) สูงกว่าแต่กำลังงานจำเพาะ (Specific power) นั้นมีค่าน้อยกว่า และยังคงใช้เวลาในการชาร์จไฟมากกว่าตัวเก็บประจุยิ่งยวดสมมาตร (Asymmetric capacitor) อีกทั้งยังมีการรายงานทางสถิติด้านราคาต้นทุนที่มีแนวโน้มลดลงในทุกปีของตัวเก็บประจุยิ่งยวด ทำให้คาดว่าเป็นผลสำคัญที่จะให้ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนี้มีบทบาทในอุปกรณ์ทางไฟฟ้าได้มากในอนาคต [23]

Patin Tagsin และคณะได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับวิธีการเพิ่มประสิทธิภาพของค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของตัวเก็บประจุยิ่งยวดโลหะแมงกานีสไดออกไซด์ โดยการเจือคาร์บอนนาโนทิวบ์ (Carbon nanotube ; CNT) ลงไปปริมาณ 0.04 0.06 และ 0.08 กรัม โดยใช้กระบวนการอิเล็กโทรโฟเรติก (Electrophoretic) นำไปพิสูจน์เอกลักษณ์และลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM TEM CV CD และ EIS เมื่อทำการเปรียบเทียบสมบัติของตัวเก็บประจุยิ่งยวดระหว่างโลหะแมงกานีสไดออกไซด์กับ โลหะแมงกานีสไดออกไซด์ที่เจือคาร์บอนนาโนทิวบ์ (MnO_2/CNT Supercapacitor) ในปริมาณต่างๆ สามารถสรุปได้ว่าการเจือ 0.04 กรัมของคาร์บอนนาโนทิวบ์มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะมากที่สุด [24]

Xiaotian Guo และคณะได้ทำการอภิปรายงานวิจัยที่เกี่ยวกับการศึกษาโครงสร้างขนาดนาโนของวัสดุกราฟีน สำหรับการสร้างตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่สามารถยืดหยุ่นได้หรือแบตเตอรี่แบบชาร์จไฟได้ โดยได้มีการพัฒนาวัสดุกราฟีนให้มีประสิทธิภาพ และสมบัติการใช้งานเฉพาะตัวที่มากขึ้นได้แก่การทำให้มีน้ำหนักเบาจนสามารถใช้กับอุปกรณ์ที่สามารถลอยได้ หรือการทำให้มีความโปร่งแสงเพื่อพัฒนาเป็นจอแสดงผล โดยยังคงสมบัติทางไฟฟ้าไว้ได้ เป็นการศึกษาเพื่อการพัฒนาวัสดุประเภทตัวเก็บประจุยิ่งยวดให้เข้ามามีบทบาทในอุปกรณ์ในชีวิตประจำวันในอนาคตมากขึ้น [25]

Shuanghao Zheng และคณะได้ทำการอภิปรายงานวิจัยที่เกี่ยวกับการนำสมบัติเฉพาะตัวของวัสดุประเภทกราฟีนชนิดสองมิติแบบแผ่นบางสำหรับการนำมาประดิษฐ์เป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดไม่สมมาตรที่ให้กระแสไฟฟ้าและพลังงานสูง เพื่อเป็นทางเลือกสำหรับทดแทนแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนในอนาคต เนื่องจากตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบสมมาตรนี้ มีความหนาแน่นของพลังงาน กำลังงาน และรอบการใช้งานที่สูงกว่าแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน อีกทั้งยังเป็นพลังงานที่สะอาดเมื่อหมดอายุการใช้งานจะไม่ก่อให้เกิดปัญหาทางด้านสิ่งแวดล้อมอีกด้วย [1]

Chaval Sriwong และคณะได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) จากกราฟีนออกไซด์ (GO) เพื่อลดหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ที่เกิดพันธะอยู่บนโครงสร้างของกราฟีนออกไซด์ ด้วยกระบวนการรีดักชันทางเคมี โดยใช้วิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิกแอซิด (Ascorbic acid) เป็นตัวรีดิวซ์ (Reducing agent) ซึ่งเป็นสารที่มีอยู่ในธรรมชาติ ไม่เป็นพิษเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม สามารถหาได้ง่าย ซึ่งพบว่าวิตามินซีสามารถรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ได้เป็นรีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์ที่มีความเสถียรภาพมากที่สุดขณะที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสพร้อมปั่นกวนเป็นเวลา 45 นาที [6]

Shanshan Wu และคณะได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการสร้างไฮโดรเจลแบบสามมิติโดยใช้แมงกานีสไดออกไซด์/กราฟีน ($MnO_2/Graphene$) สำหรับการนำไปใช้เป็นขั้วบวก ในตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่มีไฮโดรเจลของกราฟีนบริสุทธิ์เป็นขั้วลบ และมีโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งเตรียมได้โดยกระบวนการรีดักชัน (Reduction) และกระบวนการรวมตัวในตัวเอง (Self-assembly process) มีโครงสร้างทางสัณฐานวิทยาเป็นแบบรูพรุนเชื่อมต่อกัน (Interconnected pores) ตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่สร้างขึ้นยังคงมีหนาแน่นของพลังงานสูง แม้ว่าจะมีค่าความหนาแน่นของกำลังงานเพิ่มมากขึ้นด้วยเช่นกัน อีกทั้งมีจำนวนรอบการใช้งานที่มากขึ้นและมีเสถียรภาพ [26]

Junwu Xiao และ Shihe Yang ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์โลหะโคบอลต์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ($CoNiO/rGO$) ที่สัดส่วนโคบอลต์ต่อนิกเกิลใกล้เคียง 1:1 สำหรับนำไปทำเป็นขั้วแอโนดของตัวเก็บประจุชนิดอสมมาตร ซึ่งสังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) พร้อมกับการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยใช้ไฮดราซีน (N_2H_4) เป็นสารรีดิวซ์ภายในขั้นตอนเดียวกัน ได้ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโคบอลต์-นิกเกิลออกไซด์ ($CoNiO$) มีรูปร่างเป็นแท่งขนาดนาโน (Nanorod) และสร้างขั้วแคโทดโดยใช้รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) ซึ่งตัวเก็บประจุชนิดนี้มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ และค่าความหนาแน่นของพลังงานสูงกว่าตัวเก็บประจุชนิดสมมาตร (Symmetric capacitor) อีกทั้งยังมีการสูญเสียประสิทธิภาพในการจุไฟฟ้าน้อยกว่า 4 เปอร์เซ็นต์ หลังจากการทดสอบรอบการใช้งาน 1,000 รอบ [27]

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

1. โคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, CARLO ERBA, France)
2. นิกเกิล (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, CARLO ERBA, France)
3. สารละลายแอมโมเนีย 30% โดยปริมาตร (NH_4OH , CARLO ERBA, France)
4. กราฟีนออกไซด์ (Graphene Oxide, GO Suspension) ความเข้มข้น 4.4 mg/mL
5. วิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก (Vitamin C/ Ascorbic acid, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, Sigma- Aldrich, Germany)
6. โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4 , CARLO ERBA, France)
7. Polyvinylidene fluoride (PVDF, Sigma- Aldrich, Germany)
8. N-Methyl-2-Pyrrolidone (NMP; $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}$, Sigma- Aldrich, Germany)
9. Activated carbon (Sigma- Aldrich, Germany)
10. น้ำปราศจากไอออน (DI water, ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

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
4. เครื่องวัดวิเคราะห์สารด้วยอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR): Nicolet 6700, Thermo Fisher Scientific Inc., USA.
5. เครื่องวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis, TGA): Mettler, Toledo, USA.

6. เครื่องวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า (Cyclic voltammetry, CV): PGSTAT128N, Metrohm Autolab, Netherlands
7. เครื่องวิเคราะห์ความเร็วในเก็บและคายประจุ (Galvanostatic Charge-Discharge, GCD): Programs LAB VIEWS, Srinakarinwirot Pasarnmit (SWU), Thailand
8. อุปกรณ์เครื่องแก้วต่างๆ (Glassware)
9. ช้อนตักสาร (Spatula)
10. เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum pump)
11. กระจกครอบ
12. ตู้ดูดควัน
13. เครื่องชั่งน้ำหนักแบบละเอียด 4 ตำแหน่ง (Analytical balance): FR-200, A&D Company
14. ไมโครปิเปต (Micropipette)
15. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
16. เครื่องทำความร้อน และปั่นกวน (Hot plate and stirrer)
17. แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
18. เตาอบ (Oven): Serial no.8 502.0552, MEMERT, Germany

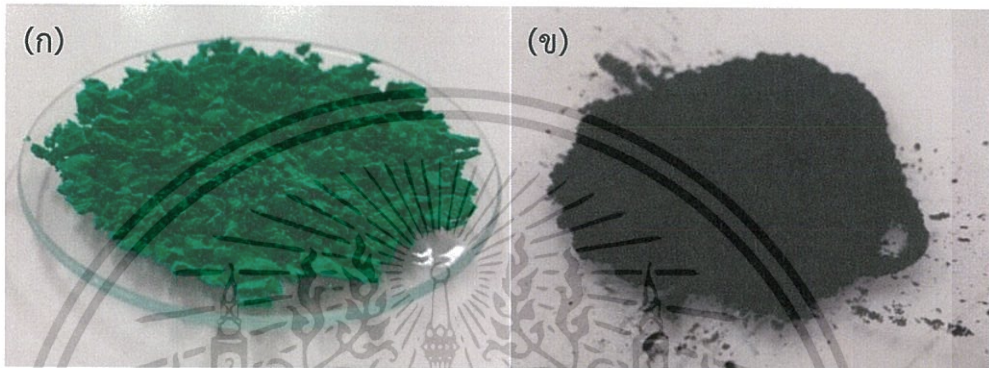
3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม

- 1) เตรียมสารละลาย 1M โคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
 - 1.1) ชั่งผงโคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต 5.9925 กรัม
 - 1.2) เติมน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร
- 2) เตรียม 1M นิกเกิล (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
 - 2.1) ชั่งผงนิกเกิล (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต 17.7525 กรัม
 - 2.2) เติมน้ำกลั่น 75 มิลลิลิตร
- 3) ผสมสารละลายในข้อ 1) และ 2) ลงในบีกเกอร์
- 4) จากนั้นนำไปปั่นกวน พร้อมกับค้อยๆหยด 5% โดยปริมาตรของสารละลาย NH_4OH (5 % V/V) ลงไปอย่างช้าๆ จนได้ pH ของสารละลายมีค่าประมาณ 9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 5) ปั่นกวนทิ้งไว้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- 6) กรองตะกอนด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ก็จะได้ผงตะกอนในลักษณะสีเขียวเข้ม ดังแสดงในรูปที่ 3.1 (ก)
- 7) นำไปเผาที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 8) นำผงที่ได้ไปบดด้วยโกร่งบดสารให้ละเอียด จะได้ผงผลึกตัวอย่างโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.1 (ข)



รูปที่ 3.1 ภาพถ่าย (ก) ตัวอย่างผงตะกอนก่อนเผา และ (ข) ผงผลึกโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) ภายหลังจากการเผา

3.3.2 การเตรียมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

- 1) เตรียมสารแขวนลอยโลหะออกไซด์ โดยชั่งผงโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ ดังตารางที่ 3.1 ลงในบีกเกอร์ จากนั้นเติมน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร แล้วเทสารแขวนลอยนี้ลงในขวดรูปชมพู่ พร้อมกับปั่นกวน
- 2) จากนั้นเติมน้ำกลั่น 80 มิลลิลิตร เทลงในขวดรูปชมพู่
- 3) เติมวิตามินซีลงในขวดรูปชมพู่ในปริมาณ ดังตารางที่ 3.1 ทำให้มี pH ประมาณ 3-4
- 4) เตรียมสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ โดยปิเปตกราฟีนออกไซด์ ดังตารางที่ 3.1 ลงในบีกเกอร์ จากนั้นเติมน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร แล้วเทสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ลงในขวดรูปชมพู่ และปั่นกวนต่ออีก 10 นาที

ตารางที่ 3.1 แสดงปริมาณการเติมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ กราฟีนออกไซด์ และวิตามินซี

ชื่อสารตัวอย่าง	CoO-NiO (g)	GO (mL)	วิตามินซี (mL)	ความร้อน
CoO-NiO	1.100	-	-	-
CoO-Ni/rGO_1wt%	1.089	2.6830 (1%)	0.055	✓
CoO-NiO/rGO_3wt%	1.067	8.0488 (3%)	0.165	✓
CoO-NiO/rGO_5wt%	1.045	13.4146 (5%)	0.275	✓
CoO-NiO/GO_3wt%	1.067	8.0488 (3%)	0.165	-

*หมายเหตุ ความเข้มข้นของ GO ที่ใช้เท่ากับ 4.4 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร (mg/mL)

- 5) จากนั้นนำไปให้ความร้อนในน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 90-95 °C เป็นเวลา 90 นาที ภายใต้การปั่นกววน
- 6) นำสารแขวนลอยที่ได้มากรองด้วยวิธีการกรองแบบสุญญากาศ และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง
- 7) นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 8) นำผงที่ได้ไปบดด้วยโม่ร่งบดสารให้ละเอียด ก็จะได้โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (CoO-NiO/rGO_wt%)

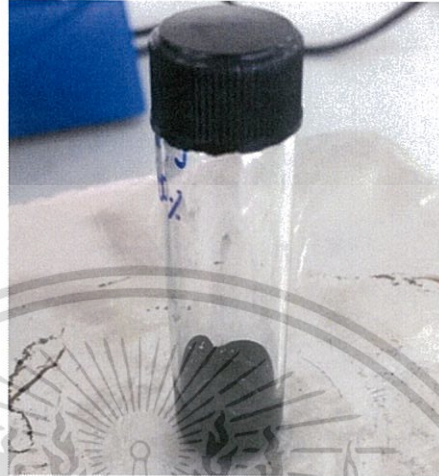
3.3.3. การวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry)

1. การเตรียมสารตัวอย่าง

- 1) ชั่งผงโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงในขวดแก้ว 0.1 กรัม
- 2) ชั่งผง Polyvinylidene fluoride (PVDF) 0.01 กรัม (10% ของสารตั้งต้น) จากนั้นเทลงในขวดแก้ว
- 3) ชั่งผงถ่านกัมมันต์ 0.01 กรัม แล้วเทลงในขวดแก้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

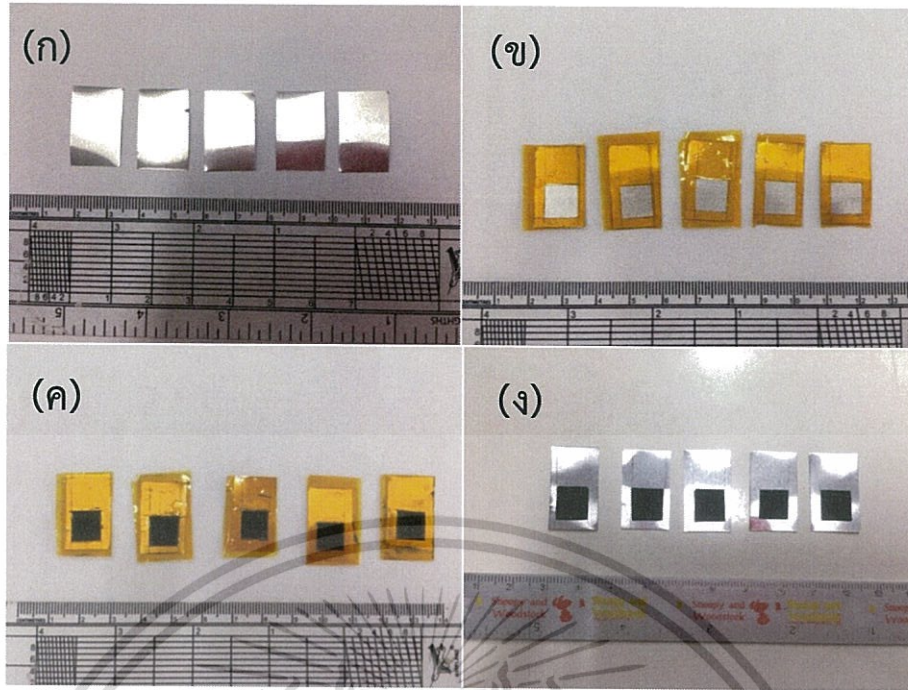
- 4) จากนั้นหยด N-Methyl-2-Pyrrolidone (NMP) ลงไปในขวดแก้ว 8 หยด แล้วปิดฝาขวดให้สนิท
- 5) นำไปปั่นจนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้สารตัวอย่างลักษณะเป็นของเหลวหนืด ดังรูป 3.2



รูปที่ 3.2 สารตัวอย่าง CoO-NiO/rGO นาโนคอมโพสิต เพื่อใช้ในการเตรียมขั้วไฟฟ้าเพื่อวิเคราะห์เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตริก

2. การเตรียมแผ่นขั้วไฟฟ้า

- 1) ตัดแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (Stainless Steel) ขนาด 1.5*2.5 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.3 (ก)
- 2) นำแผ่นที่ตัดได้ไปล้างด้วยน้ำยาล้างจานจนหมดฟอง
- 3) จากนั้นนำไปล้างน้ำปราศจากไอออน (DI) และเอทานอลด้วยเครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic Cleaner) ตามลำดับ
- 4) นำแผ่นที่ได้ไปอบให้แห้ง
- 5) กำหนดพื้นที่วางบนแผ่นขนาด 1*1 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.3 (ข)
- 6) นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้จาก ข้อ 1. ปาดลงบนพื้นที่ที่กำหนดไว้ ดังรูปที่ 3.3 (ค)
- 7) นำไปอบที่อุณหภูมิ 45 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้แผ่นขั้ว ดังรูปที่ 3.3 (ง)



รูปที่ 3.3 ภาพถ่ายแสดงแผ่นขั้วไฟฟ้าของ CoO-NiO/rGO ตัวอย่างบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (ก) แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (ข) กำหนดพื้นที่ว่างบนแผ่น (ค) นำสารตัวอย่างปาดลงบนแผ่น และ (ง) แผ่นขั้วไฟฟ้าตัวอย่าง

3. การเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) เข้มข้น 1M

- 1) ชั่งผงโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) 14.207 กรัม ลงในปิกเกอร์
- 2) จากนั้นเติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร ใช้แท่งแก้วคนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.4 การตรวจสอบและพิสูจน์เอกลักษณ์

3.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่อาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบกับผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างกัน โดยไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบ และระบุองค์ประกอบต่างๆ ของสารตัวอย่าง

ในงานวิจัยนี้ ต้องการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและองค์ประกอบของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลของไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

3.4.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

เป็นเครื่องมือที่อาศัยหลักการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด เพื่อหาหมู่ฟังก์ชันของสาร เมื่อรังสีอินฟราเรดถูกดูดกลืนพลังงานนั้นจะถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานการหมุนและการสั่นของโมเลกุลของสาร แต่ละชนิดจะให้สเปกตรัมที่เป็นเอกลักษณ์ของพันธะในโมเลกุลนั้นๆซึ่งเป็นการพิสูจน์หาโครงสร้างของสารประกอบ

ในงานนี้ ต้องการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันโครงสร้างของสารประกอบโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

3.4.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ไม่จำเป็นจะต้องมีขนาดบาง การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์ ซึ่งภาพที่ได้จะเป็นภาพ 3 มิติ จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานวิทยาและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยต้องการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาและดูรายละเอียดบนพื้นผิวของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

3.4.4 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX)

เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวของตัวอย่าง การใช้กล้องจุลทรรศน์ SEM ร่วมกับเทคนิค EDS หรือ EDX ทำให้การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานมีความละเอียดและได้ข้อมูลที่สมบูรณ์มากขึ้น

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยต้องการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

3.4.5 Thermogravimetric Analysis (TGA)

เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรภาพทางความร้อนของสาร ซึ่งเป็นการวิเคราะห์น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงของวัสดุเมื่อได้รับความร้อนภายใต้สภาวะที่กำหนด โดยผลการวิเคราะห์จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับสมบัติทางความร้อน ความเสถียรภาพทางความร้อน เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และลักษณะการผ่านกระบวนการทางความร้อนของวัสดุ

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยต้องการศึกษาความเสถียรภาพทางความร้อนของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

3.4.6 Cyclic Voltammetry (CV)

เป็นเทคนิคที่ให้ศักย์ไฟฟ้าเข้าไปในวงจรเพื่อใช้ในการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าของสารบริเวณขั้วไฟฟ้าทำงานและวัดค่ากระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้น โดยศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ที่ให้กับสารตัวอย่างและค่ากระแสไฟฟ้า การวิเคราะห์เทคนิคนี้จะประกอบไปด้วยขั้วไฟฟ้าทั้ง 3 ขั้ว คือ ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode) ขั้วไฟฟ้าช่วยทำงาน (Counter electrode) และ ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode) กับสารละลายอิเล็กโทรไลต์

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยต้องการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต โดยใช้ขั้วไฟฟ้าช่วยทำงาน (Pt) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Ag/AgCl) และขั้วไฟฟ้าทำงาน (CoO-NiO/rGO_wt%) ในสารละลาย Na_2SO_4 1M

3.4.7 Galvanostatic Charge-Discharge (GCD)

เป็นเทคนิคในการศึกษาความเร็วในการเก็บและคายประจุของสารตัวอย่าง โดยให้กระแสไฟฟ้าเข้าไปจนถึงความต่างศักย์ที่กำหนด (Charge) จากนั้นหยุดให้กระแสไฟฟ้าแล้วปล่อยให้กระแสไฟฟ้าที่คงเหลือในวัสดุจากการอัดประจุคายออกมาจนถึงความต่างศักย์ที่กำหนด (Discharge) ทำให้ได้ค่าความจุไฟฟ้า (Specific capacitance) ในแต่ละรอบ

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยต้องการศึกษาความเร็วในการเก็บและคายประจุ และค่าความจำจุไฟฟ้าจำเพาะของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปรายผล

4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

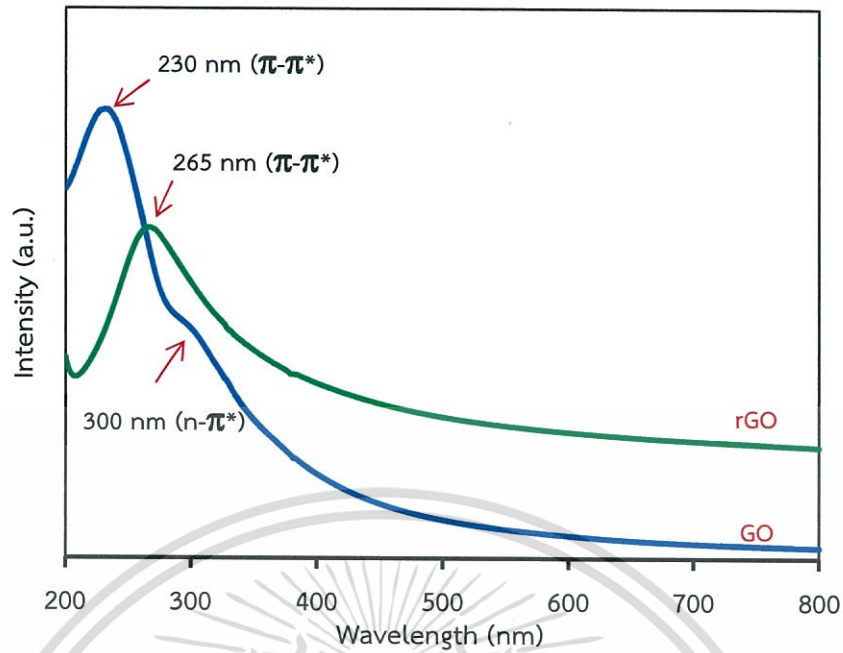
รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เตรียมได้จากกระบวนการออกซิเดชันทางเคมี (Chemical oxidation) ด้วยวิธีการดัดแปลงกระบวนการฮัมเมอร์ (Modified Hummers method) ในการเปลี่ยนสารตั้งต้นกราไฟต์ให้เป็นกราฟีนออกไซด์ จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการโซนิเคชัน (Sonication) ก็จะได้กราฟีนออกไซด์ออกมา จากนั้นก็นำกราฟีนออกไซด์ไปรีดิวซ์โดยใช้วิตามินซี (Vitamin C) ภายใต้การให้ความร้อนก็จะได้รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ออกมา ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ซึ่งสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์จะมีลักษณะเป็นสีน้ำตาล เมื่อผ่านกระบวนการรีดักชันแล้วจะได้สารแขวนลอยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นสีดำ ซึ่งยืนยันได้ว่ากราฟีนออกไซด์นั้นถูกรีดิวซ์ให้กลายเป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์



รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ (GO) และสารแขวนลอยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) [6]

4.1.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยเครื่องวัดค่าดูดกลืนแสง (UV-Vis spectrophotometer)

การวัดค่าดูดกลืนแสงเป็นเทคนิคที่สะดวกและรวดเร็วในการพิสูจน์เอกลักษณ์เฉพาะของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยให้ค่าดูดกลืนแสงที่แตกต่างอย่างชัดเจนระหว่างกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 4.2



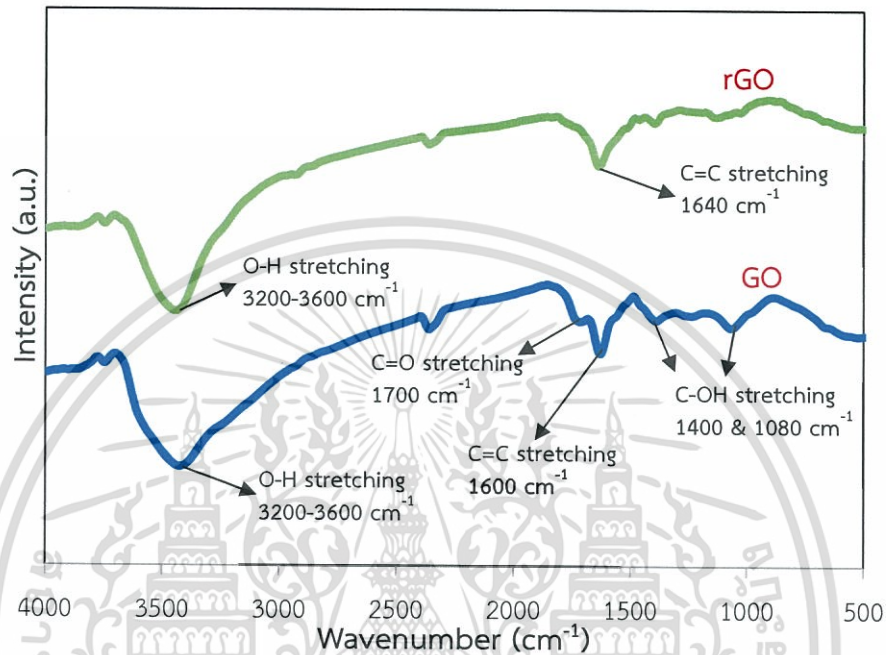
รูปที่ 4.2 ค่าการดูดกลืนแสงของกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)

จากรูปที่ 4.2 พบว่ากราฟีนออกไซด์มีลักษณะการดูดกลืนแสงอยู่ 2 ช่วง ช่วงแรกที่เราเห็นได้ชัด มีค่าการดูดกลืนแสงอยู่ที่ 230 นาโนเมตร เป็นการเปลี่ยนสถานะพลังงานจากชั้น π ไปสู่ชั้น π^* ซึ่งเป็นค่าเอกลักษณ์ของพันธะคอนจูเกตคาร์บอน ($-C=C-$ Conjugated) ของวงอะโรมาติกที่เป็นโครงสร้างพื้นฐานของกราฟีนออกไซด์ [28] ในส่วนของช่วงที่ 2 ที่พบบริเวณค่าการดูดกลืนแสงที่ 300 นาโนเมตร มาจากการเปลี่ยนสถานะพลังงานมาจากชั้น n ไปสู่ชั้น π^* ซึ่งเป็นค่าเอกลักษณ์ของอิเล็กตรอนคูโดดเดี่ยว (e^- lone-pair) ของออกซิเจนที่มีอยู่ในฟังก์ชันอย่างหมู่คาร์บอนิล ($-C=O$) หรือหมู่คาร์บอกซิล ($-COOH$) ที่สามารถเคลื่อนไปมายังพันธะคู่ที่อยู่ติดกันได้ การเปลี่ยนแปลงสถานะของอิเล็กตรอนแบบ $n-\pi^*$ ใช้พลังงานน้อยกว่าแบบ $\pi-\pi^*$ เนื่องจาก n เป็นอิเล็กตรอนที่ยังไม่ได้ใช้ในการสร้างพันธะ (non-bonding) การกระตุ้นให้ขึ้นไปอยู่ระดับชั้น π^* จึงใช้พลังงาน (ΔE) น้อยกว่า [29] ในส่วนของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นั้นแตกต่างกันพบว่าในช่วงการดูดกลืนแสงอยู่ช่วงเดียวอยู่ที่ 265 นาโนเมตร ซึ่งเป็นการเปลี่ยนสถานะพลังงานแบบ $\pi-\pi^*$ จากเอกลักษณ์ของพันธะคอนจูเกตของคาร์บอนของวงอะโรมาติก แต่มีการเคลื่อนที่ไปยังความยาวคลื่นที่สูงมากขึ้น (Red shift) นั้นมาจากหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ถูกรีดิวซ์พร้อมกับการสร้างพันธะคู่ของวงอะโรมาติกขึ้นมาใหม่ทำให้โครงสร้างเกิดคอนจูเกตของคาร์บอนมากขึ้น อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระมากขึ้นเมื่อเกิด conjugation ของ $\pi-\pi^*$ เพิ่มมากยิ่งขึ้น การกระตุ้นเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนสถานะแบบ $\pi-\pi^*$ จึงใช้พลังงานน้อยลง [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)

การศึกษาหมู่ฟังก์ชันต่างๆเปรียบเทียบระหว่างรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์และกราฟีนออกไซด์ใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ โดยได้สเปกตราดังแสดงในรูปที่ 4.3



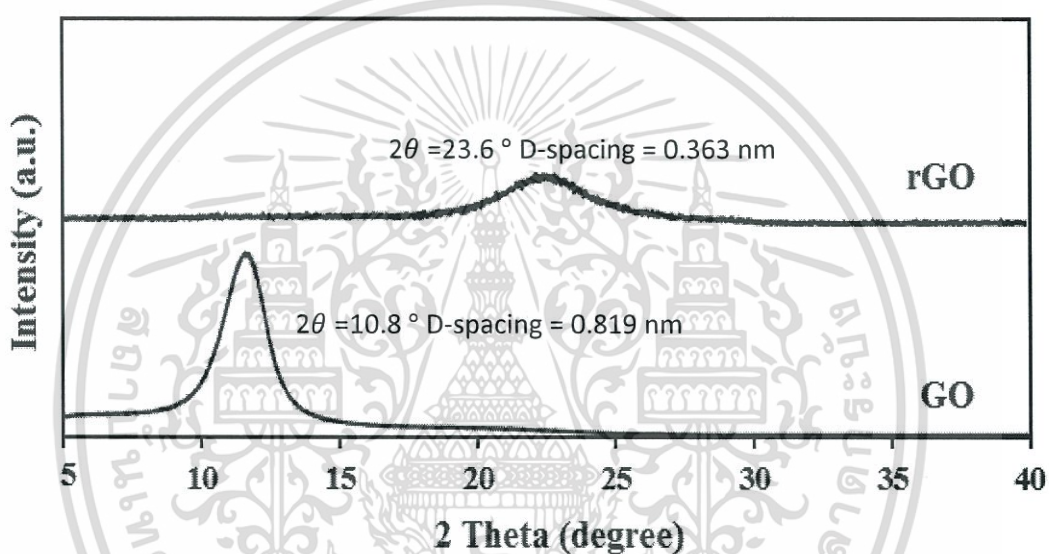
รูปที่ 4.3 FT-IR สเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชันของกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)

การตัดแปลงหมู่ฟังก์ชันให้แก่กราฟไฟต์เพื่อให้ได้กราฟีนออกไซด์ เป็นการเพิ่มหมู่ฟังก์ชันต่างๆ อย่างเช่น หมู่คาร์บอนิล หมู่คาร์บอกซิล หมู่คีโตน หมู่อีพอกซี หรือหมู่อไฮดรอกซิล ซึ่งสอดคล้องกับผลจากเทคนิค FT-IR ที่แสดงให้เห็นในรูปที่ 4.3 สเปกตรัมของ กราฟีนออกไซด์ปรากฏที่สำคัญที่เห็นได้ชัดคือ ช่วงเลขคลื่นประมาณ 3200 ถึง 3600 cm^{-1} ซึ่งเป็นเอกลักษณ์เฉพาะในการสั่นของ O-H stretching ที่มาจากหมู่มาร์บอกซิล หรือหมู่อไฮดรอกซิล ถัดมาที่เลขคลื่นประมาณ 1700 cm^{-1} และ 1640 cm^{-1} แสดงการสั่นของ C=O stretching และ C=C stretching ตามลำดับพบว่าพีคของ C=C นั้นมีความเข้มสูงกว่า เนื่องจากโครงสร้างส่วนใหญ่ของกราฟีนออกไซด์นั้นเป็นคาร์บอนพันธะคู่ต่อกันเป็นวงอะโรมาติกและพบช่วงเลขคลื่นบริเวณ 1400 cm^{-1} และ 1080 cm^{-1} จากการสั่นของพันธะ C-O stretching ที่มาจากการสั่นของหมู่มาร์บอกซิล (carboxyl; R-COOH) และหมู่อแอลคอกซี (Alcoxy; R-O-R) ตามลำดับในส่วนสเปกตรัมของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์พบว่า ไม่ปรากฏพีคการสั่น

ของ C=O stretching ที่มาจากหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ เพราะถูกกำจัดออกไปด้วยกระบวนการรีดักชัน โดยแสดงของ C=C ที่เป็นการสั่นของคาร์บอนพันธะคู่ในวงอะโรมาติกอย่างชัดเจน [31]

4.1.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

การใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เป็นการช่วยยืนยันรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่เตรียมได้ว่ามีลักษณะของโครงสร้างและอสมมาตรอย่างไร เมื่อเปรียบเทียบกับกราฟีนออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 4.4

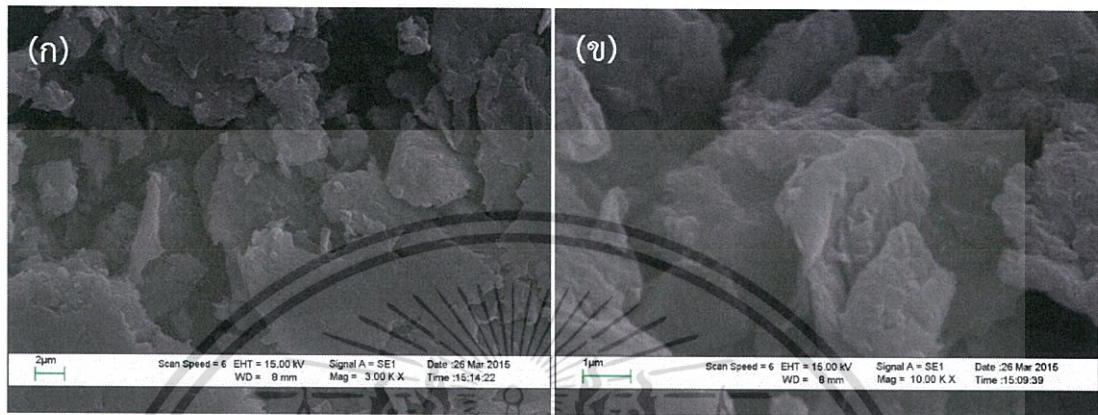


รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันระหว่างกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)

พีคของกราฟีนออกไซด์มีองศาเลี้ยวเบน (2θ) อยู่ที่ 10.8° ของระนาบผลึก (002) และมีระยะห่างระหว่างระนาบผลึกอยู่ที่ 0.819 นาโนเมตร สุดท้ายเมื่อผ่านกระบวนการรีดักชันแล้วได้รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ พบว่าพีคกลับไปมีองศาการเลี้ยวเบนใกล้เคียงกับกราฟไฟต์ อันเนื่องมาจากรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ก็คือคาร์บอนระนาบชั้นเดียวกับกราฟไฟต์ แต่เนื่องจากความเป็นผลึกและความเป็นระเบียบลดลงจากการถูกรีดิวซ์ ทำให้ได้พีคที่มีความกว้างมากขึ้น [32] ซึ่งมีองศาการเลี้ยวเบน (2θ) เท่ากับ 23.6° ของระนาบผลึก (002) และมีระยะห่างระหว่างระนาบผลึกอยู่ที่ 0.363 นาโนเมตร

4.1.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM)

การพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ในการวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานวิทยาของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ แสดงดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายจาก SEM แสดงลักษณะพื้นผิวของ (ก) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่กำลังขยาย 3000x เท่า (ข) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่กำลังขยาย 10000x เท่า

ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายจาก SEM แสดงลักษณะพื้นผิวของ (ก) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่กำลังขยาย 3000x เท่า (ข) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่กำลังขยาย 10000x เท่า พบว่ามีลักษณะแผ่นบางซ้อนทับกัน และลักษณะทางพื้นผิวมีความขรุขระและมีลักษณะเป็นเกล็ดๆ เนื่องจากลักษณะโครงสร้างของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เป็นแผ่นระนาบ 2 มิติ

4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

ในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ออกไซด์นาโนคอมโพสิต (CoO-NiO/rGO_wt%) และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/กราฟีนออกไซด์ออกไซด์นาโนคอมโพสิต (CoO-NiO/GO_wt%) โดยใช้ผงโคบอลต์คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) นิกเกิลคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และกราฟีนออกไซด์เป็นวัสดุตั้งต้น และใช้วิตามินซีเป็นสารรีดักแทนท์ เปลี่ยนกราฟีนออกไซด์ให้เป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ หลังจากที่ได้เตรียมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนในปริมาณสัดส่วนที่ต่าง คือร้อยละ 1.0 3.0 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (wt%) ซึ่งจะมีลักษณะทางกายภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เป็นผงสีดำทุกอย่าง เนื่องจากโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์มีลักษณะเป็นสีดำเมื่อเติมกราฟีนออกไซด์ หรือรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงไป จึงไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีของผลิตภัณฑ์สารตัวอย่าง แสดงดังรูปที่ 4.6

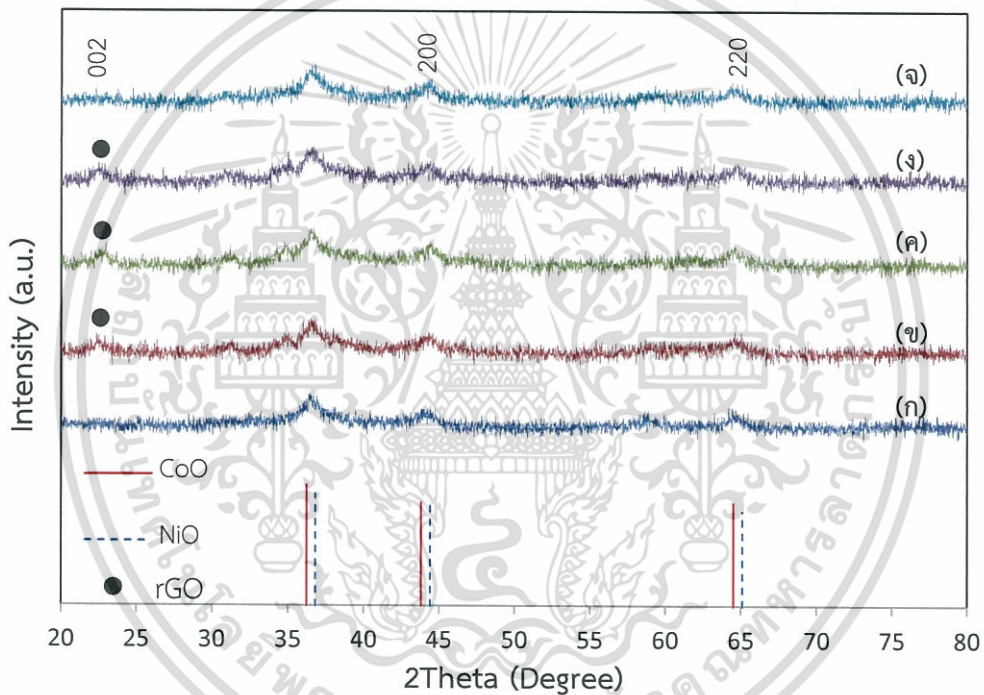


รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายแสดงลักษณะทางกายภาพของ (ก) CoO-NiO (ข) CoO-NiO/rGO_1wt% (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ (จ) CoO-NiO/GO_3wt%

4.2.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD)

จากการศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่มีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณ 1.0 3.0 และ 5.0 wt% และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่เติมกราฟีนออกไซด์ในปริมาณ 3.0 wt% ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 4.7 โดยโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์พบพีคเอกลักษณ์เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 36.40° 42.30° และ 61.60° ตรงกับการเลี้ยวเบนของระนาบ (111) (200) และ (220) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของโคบอลต์ออกไซด์ (CoO, JCDPS : 43-1004) และพบพีคเอกลักษณ์เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 36.96° 43.14° และ 62.65° ตรงกับการเลี้ยวเบนของระนาบ (111) (200) และ (220)

ตามลำดับ ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของนิกเกิลออกไซด์ (NiO, JCDPS : 01-073-1523) เมื่อเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงไปในปริมาณ 1.0 3.0 และ 5.0 wt% พบว่าพีคเอกลักษณ์ของโคบอลต์ออกไซด์และนิกเกิลออกไซด์ยังคงปรากฏขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เดียวกันกับโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่ไม่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ และยังคงพบพีคเอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 23.60° ซึ่งตรงกับการเลี้ยวเบนของระนาบ 002 [33] ส่วนโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่เติม กราฟีนออกไซด์ลงไปในปริมาณ 3.0 wt% พบว่าเกิดพีคเอกลักษณ์ของโคบอลต์ออกไซด์และนิกเกิลออกไซด์เช่นกัน แต่ไม่พบพีคเอกลักษณ์ของกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์



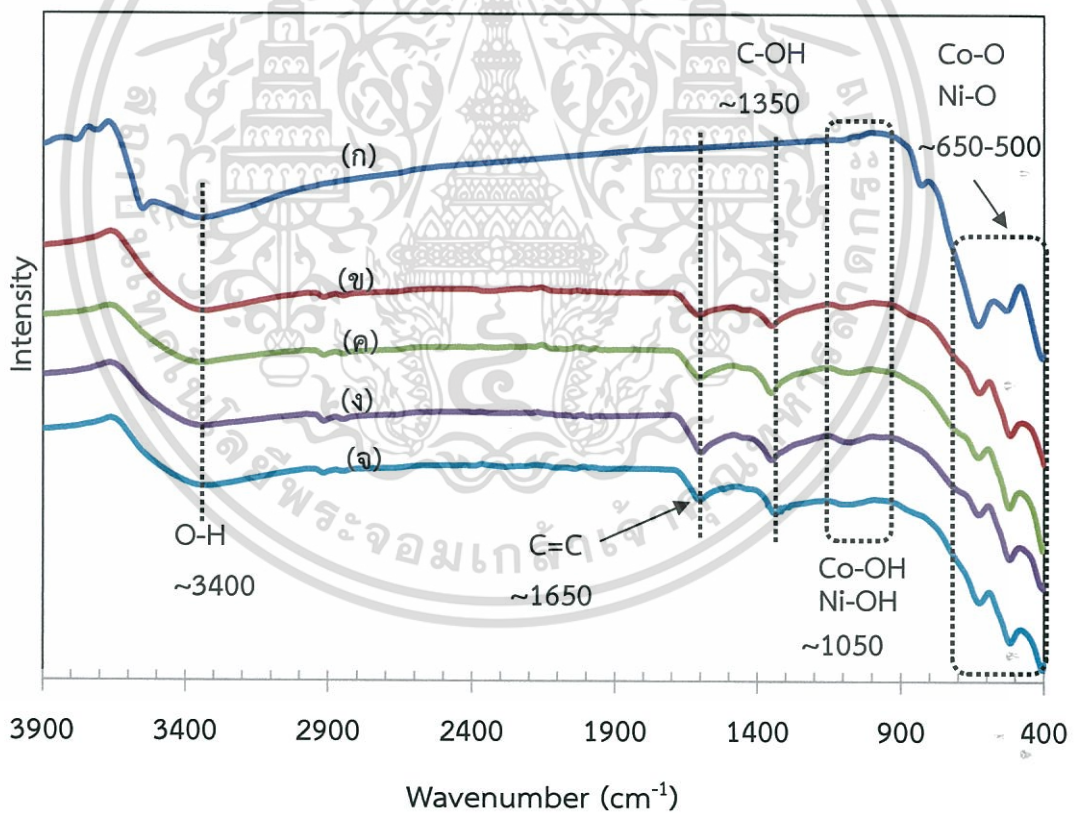
รูปที่ 4.7 XRD pattern ของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (ก) CoO-NiO และคอมโพสิตชนิดต่างๆ ได้แก่ (ข) CoO-NiO/rGO_1wt% (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ (จ) CoO-NiO/GO_3wt%

4.2.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR)

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (CoO-NiO/rGO) จากผลการตรวจวิเคราะห์เทคนิค FT-IR จากผลการทดลองจากรูปที่ 4.8 พบว่าสารโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่มีการเจือกราฟีนออกไซด์ หรือรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปริมาณต่าง ๆ นั้น มีการสั่นของเลขคลื่นที่ประมาณ 1350, 1600, 2900 และ 3400 cm^{-1} คือ C-O-C stretching, C-OH stretching, C=O stretching, C-H stretching และ O-H stretching ตามลำดับ ใกล้เคียงกันทุกตัวอย่าง เนื่องจากพบว่าเมื่อเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ในปริมาณต่างๆ หรือกราฟีนออกไซด์จะพบพีคเอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ แต่ในโคบอลต์ออกไซด์ที่มีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นั้นจะมีปริมาณหมู่ฟังก์ชันที่พบน้อยกว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่เติมกราฟีนออกไซด์ เนื่องจากในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นั้น อาจจะไม่สามารถลดหมู่ฟังก์ชันที่ทำพันธะกับแผ่นกราฟีนออกไซด์ทั้งหมด ซึ่งทำให้มีปริมาณของหมู่ฟังก์ชันบางส่วนเหลืออยู่ในโครงสร้างของแผ่นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ทำให้ยังคงพบพีคของหมู่ฟังก์ชันเดียวกับผลการทดลองของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่มีการเติมกราฟีนออกไซด์ที่ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และซึ่งในทุกสารตัวอย่างนาโนคอมโพสิตจะพบพีคที่มีการสั่นของเลขที่คลื่นในช่วง 850-400 cm^{-1} (M-O stretching) ซึ่งก็คือพีคของ CoO-NiO ซึ่งเป็นธาตุองค์ประกอบหลักของทุกสารตัวอย่าง



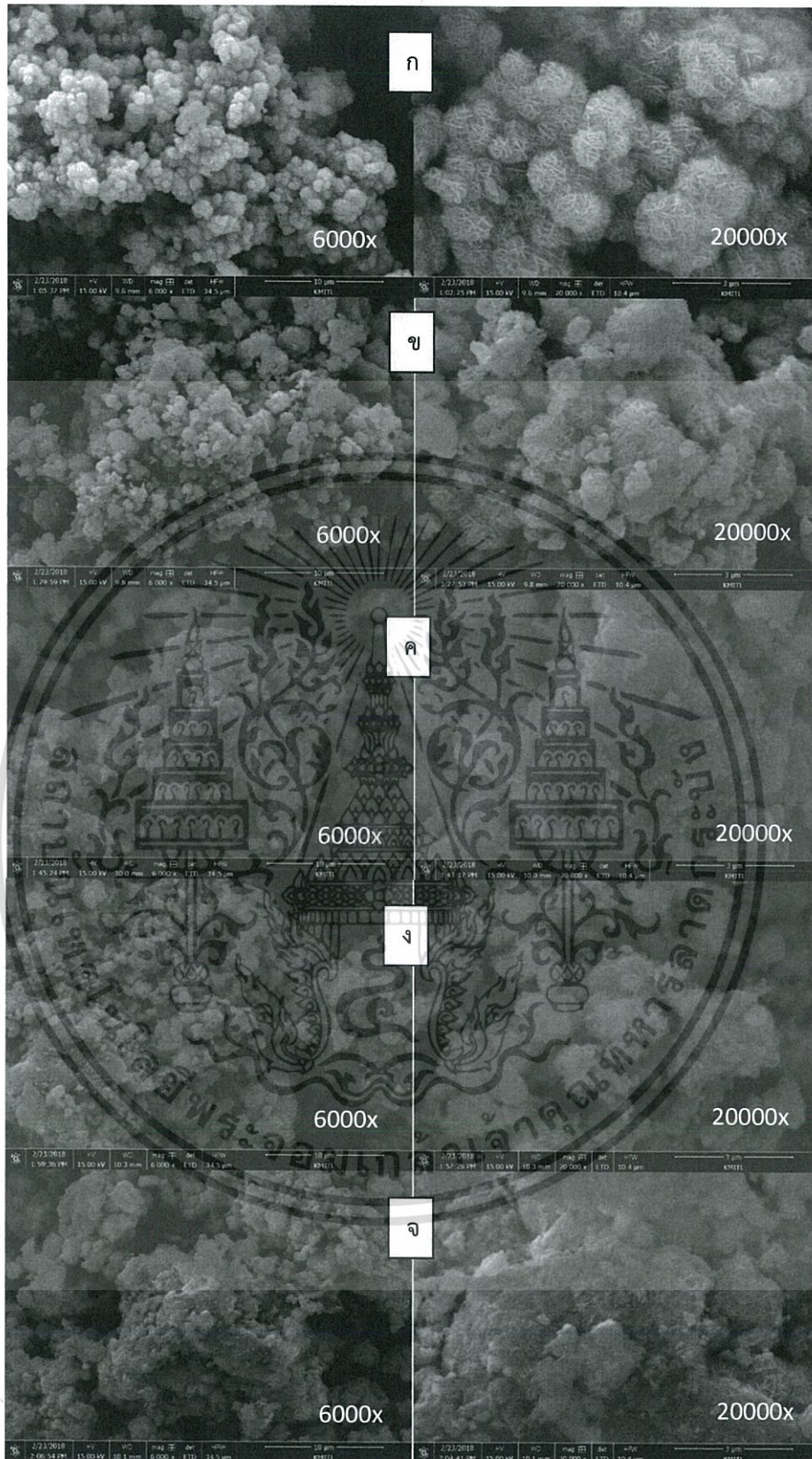
รูปที่ 4.8 กราฟแสดง FT-IR สเปกตรัม ของ (ก) CoO-NiO (ข) CoO-NiO/rGO_1wt% (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ (จ) CoO-NiO/GO_3wt%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

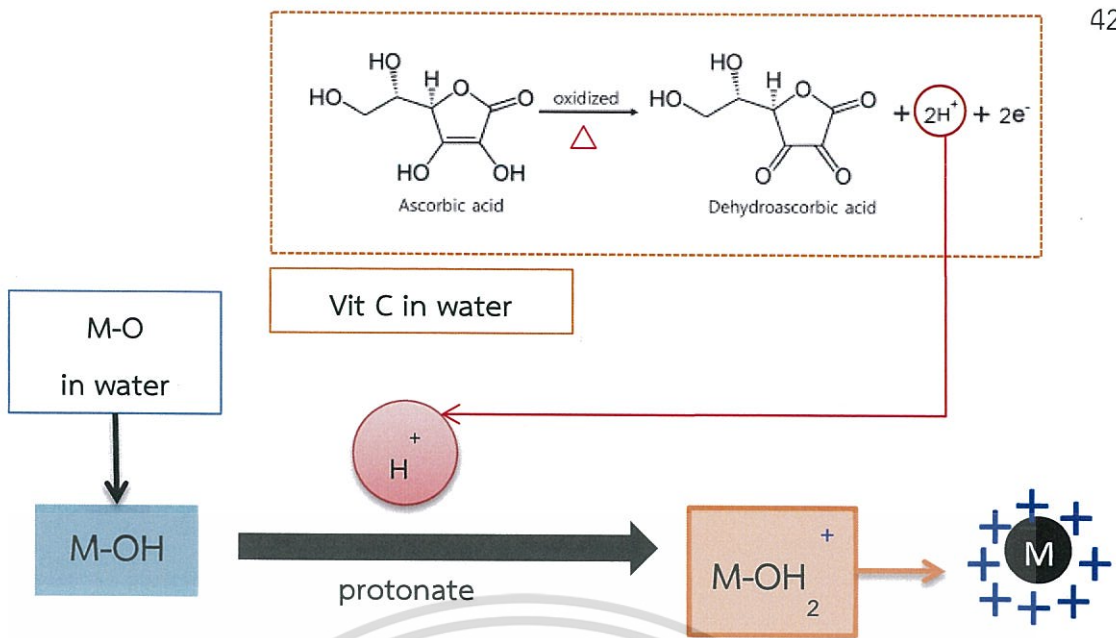
ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ สารโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณการเติมกราฟีนออกไซด์ ปริมาณร้อยละ 3.0 wt% (CoO-NiO/GO_3wt%) และสารโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่มีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณร้อยละ 1.0 3.0 และ 5.0 wt% (CoO-NiO/rGO_1wt% CoO-NiO/rGO_3wt% และ CoO-NiO/rGO_5wt%) สามารถศึกษา ได้โดยใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย 6000x และ 20,000x เท่า ซึ่งผลการทดลองแสดงไว้ดังรูปที่ 4.9 จากรูปพบว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) มีลักษณะเป็นก้อนกลมเกาะกันเป็นกลุ่มคล้ายดอกไม้ขนาดเล็ก (Microflowers) [3] ในขณะที่ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต (CoO-NiO/rGO) ที่มี ปริมาณการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่เพิ่มมากขึ้นนั้น สังเกตได้ว่ามีพื้นผิวที่เรียบขึ้น และเห็นลักษณะ กลุ่มของดอกไม้ขนาดเล็กได้ลดลงอย่างต่อเนื่อง ตามปริมาณการเพิ่มของ รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ และ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่มีการเติมกราฟีนออกไซด์ใน ปริมาณร้อยละ 3.0 wt% (CoO-NiO/GO_3wt%) มีลักษณะพื้นผิวไม่ต่างจากพื้นผิวของโคบอลต์ ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่มีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ เนื่องจากสารคอมโพสิตที่เติม กราฟีน ออกไซด์หรือรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นั้นมีการบอบเป็นองค์ประกอบหลักเช่นเดียวกันจึงทำให้มีลักษณะ พื้นผิวคล้ายกัน

โดยภาพรวมการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์หรือกราฟีนออกไซด์ลงไป ทำให้โคบอลต์ออกไซด์- นิกเกิลออกไซด์มีการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางพื้นผิว ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดการเกาะกันได้ดีของ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์กับกราฟีนออกไซด์ ทั้งนี้เนื่องจากว่าวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิกที่ ใช้เป็นตัวรีดิวซ์นั้นจะไปช่วยปรับพื้นผิวของโลหะออกไซด์ให้มีประจุเป็นบวก แสดงดังรูปที่ 4.10 ซึ่งจะ ทำให้เกิดอันตรกิริยาได้ดีกับกราฟีนออกไซด์ที่มีพื้นผิวเป็นประจุลบ

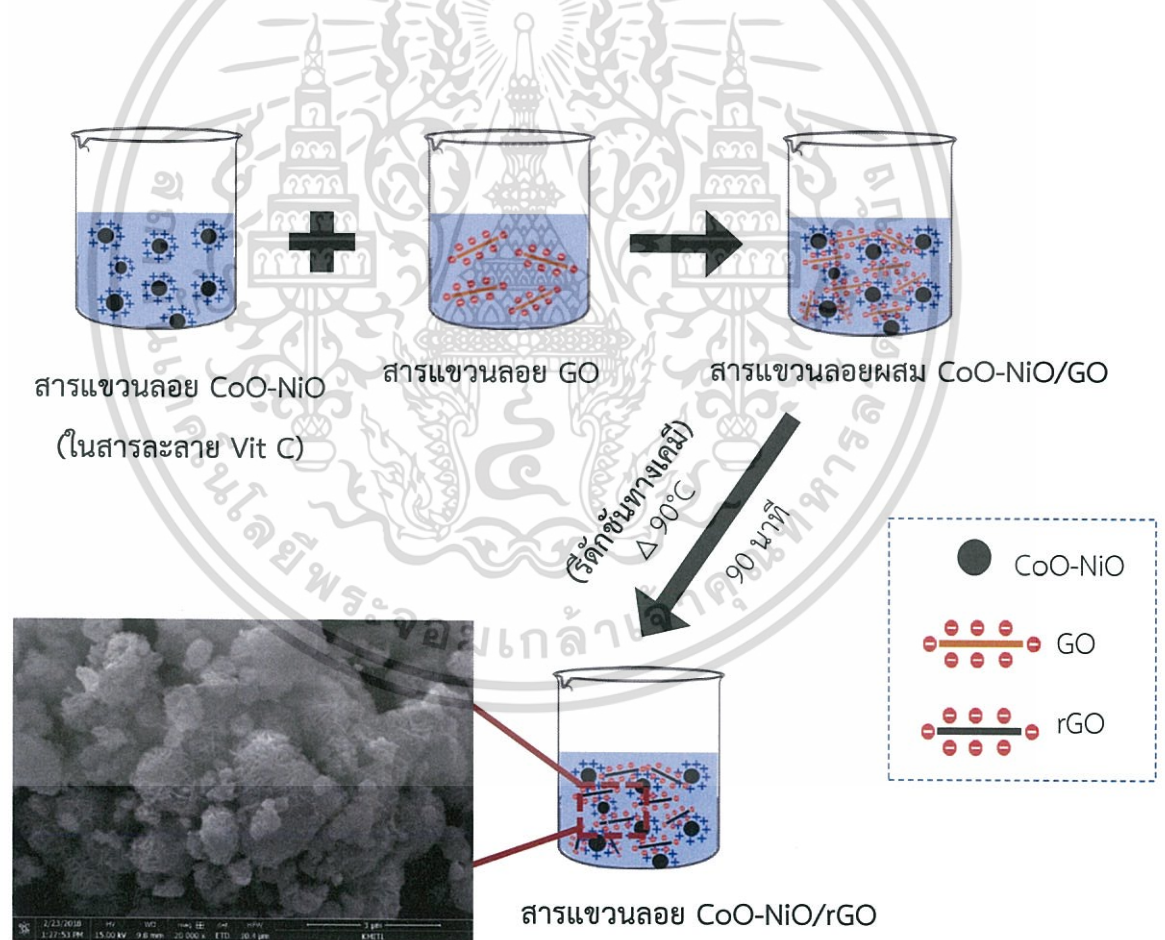


รูปที่ 4.9 ภาพแสดงลักษณะสัณฐานวิทยาจาก SEM (ก) CoO-NiO (ข) CoO-NiO/rGO_1wt% (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ(จ) CoO-NiO/GO_3wt%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 ภาพแสดงการปรับพื้นผิวโลหะออกไซด์ให้เป็นประจุบวกด้วยวิตามินซี

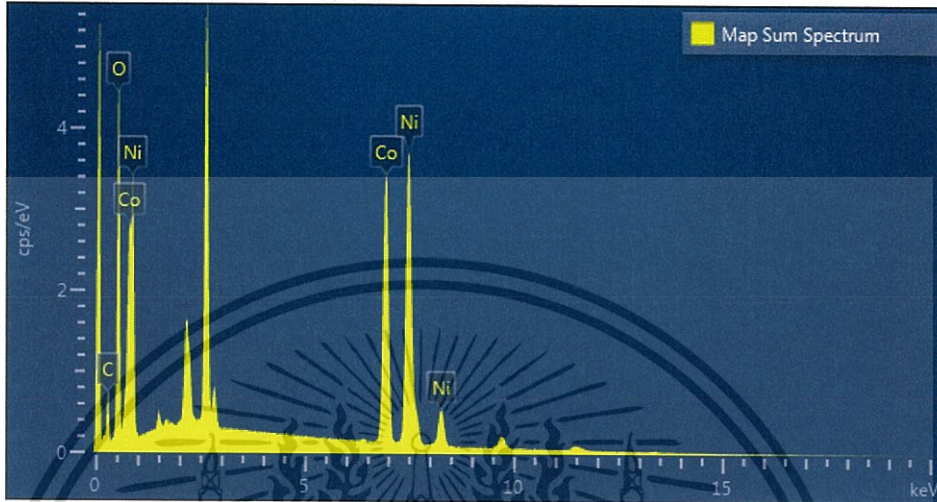


รูปที่ 4.11 ภาพแสดงลักษณะการเกิดอันตรกิริยาที่เป็นไปได้ และการกระจายตัวทางพื้นผิวของ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

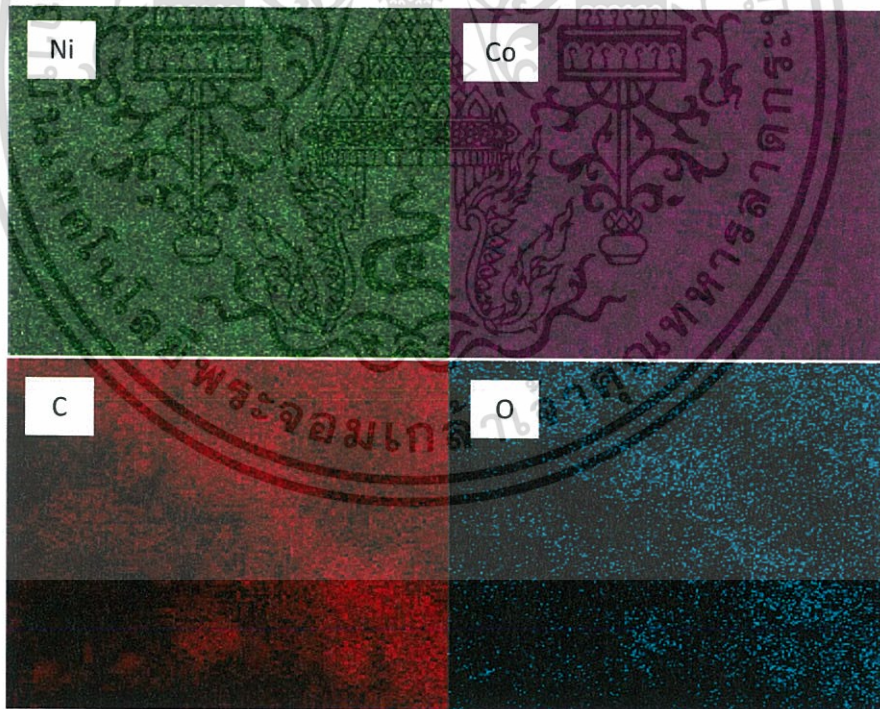
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบภายในตัวอย่าง (Energy-dispersive X-rays spectroscopy, EDX)

1) โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO)



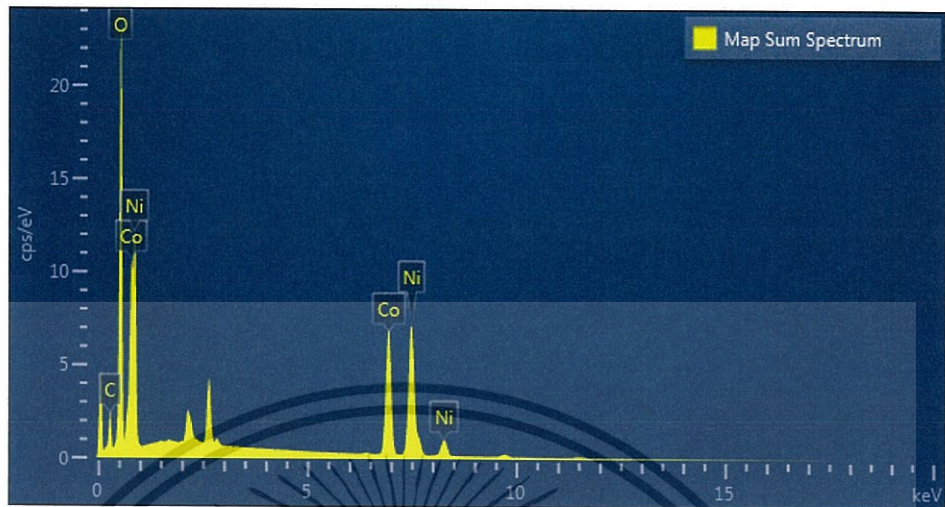
รูปที่ 4.12 ผล EDX สเปกตราของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO)



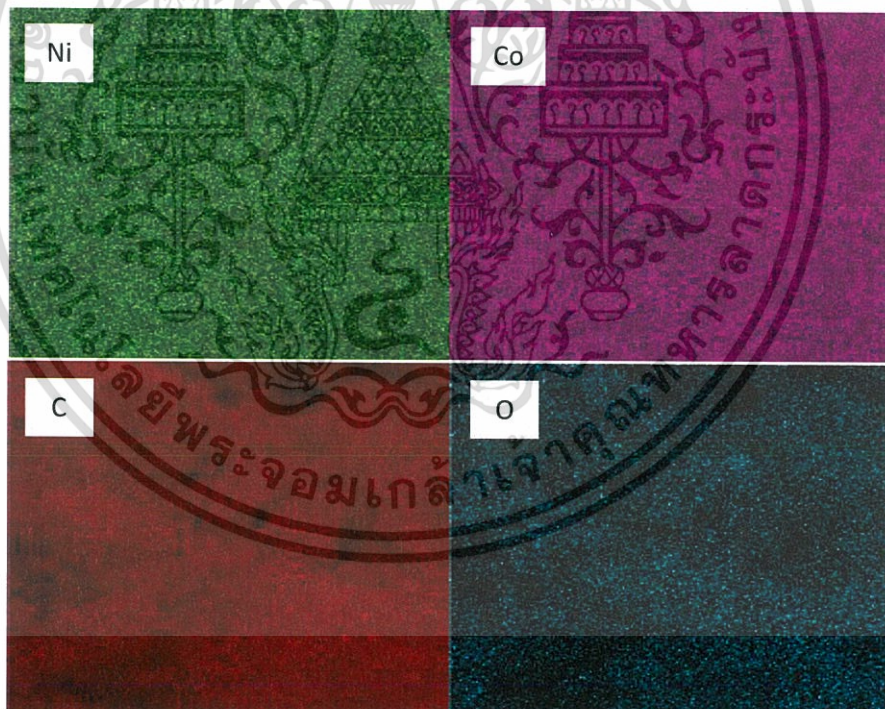
รูปที่ 4.13 ภาพ EDX mapping ของ CoO-NiO ซึ่งแสดงการกระจายตัวของธาตุนิกเกิล (Ni) โคบอลต์ (Co) ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต
ที่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ 1.0 wt% (CoO-NiO/rGO_1.0 wt%)



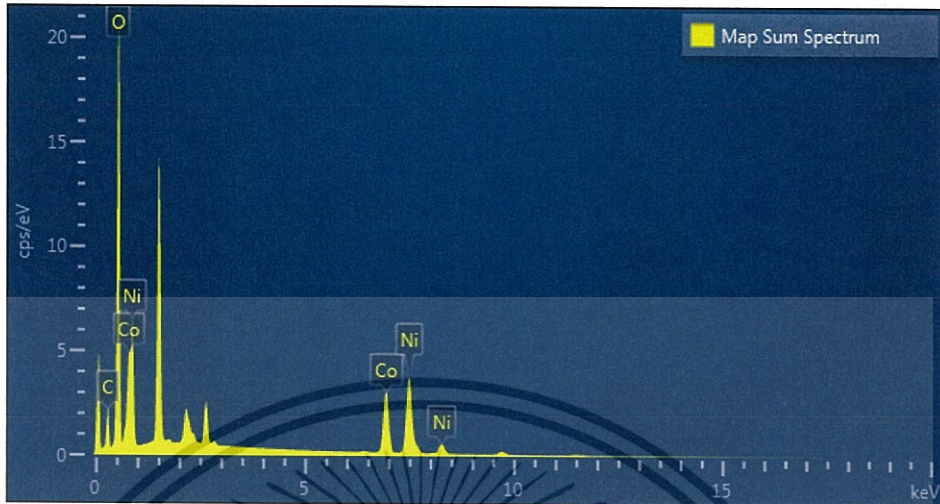
รูปที่ 4.14 ผล EDX สเปกตราของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ 1.0 wt% (CoO-NiO/rGO_1.0 wt%)



รูปที่ 4.15 ภาพ EDX mapping ของ CoO-NiO/rGO_1.0 wt% ซึ่งแสดงการกระจายตัวของธาตุนิกเกิล (Ni) โคบอลต์ (Co) ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3) โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต
ที่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ 5.0 wt% (CoO-NiO/rGO_5.0 wt%)



รูปที่ 4.16 ผล EDX สเปกตรัมของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ 5.0 wt% (CoO-NiO/rGO_5.0 wt%)



รูปที่ 4.17 ภาพ EDX mapping ของ CoO-NiO/rGO_5.0 wt% ซึ่งแสดงการกระจายตัวของธาตุนิกเกิล (Ni), โคบอลต์ (Co), ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จาก EDX สเปกตร้าของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่เติมปริมาณรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณที่แตกต่างกัน คือ 1.0 และ 5.0 ดังรูปที่ 4.14 และรูปที่ 4.16 ตามลำดับที่แสดงการกระจายตัวของธาตุโคบอลต์ (Co) นิกเกิล (Ni) ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C)

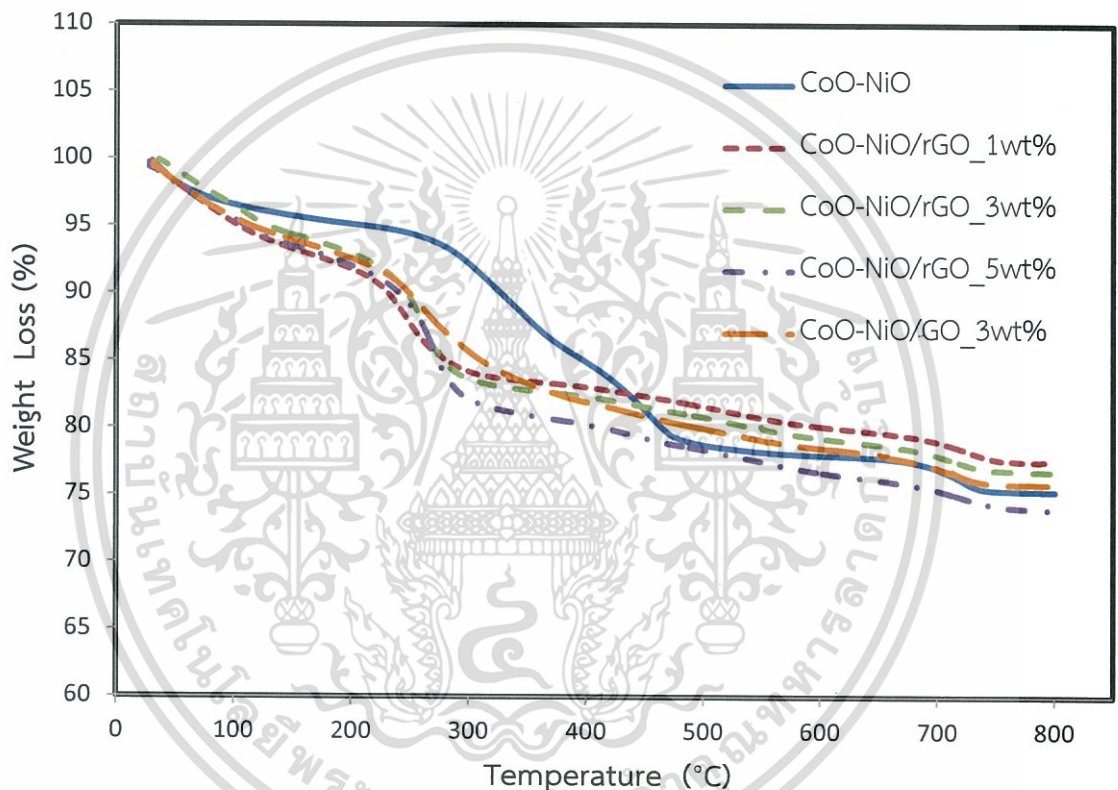
ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบในโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

สารที่วิเคราะห์	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)			
	โคบอลต์ (Co)	นิกเกิล (Ni)	ออกซิเจน (O)	คาร์บอน (C)
CoO-NiO	25.78	32.30	34.76	3.11
CoO-NiO/rGO_1.0wt%	23.24	27.80	39.37	9.57
CoO-NiO/rGO_5.0wt%	16.52	23.80	46.38	13.29

การศึกษาและวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบในโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต พบว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่มีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณ 1.0 และ 5.0 wt% จะพบธาตุคาร์บอน (C) 9.57 และ 13.29 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าการเพิ่มขึ้นของธาตุคาร์บอน ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากเพิ่มสัดส่วนปริมาณของการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงไป ซึ่งแผ่นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ประกอบด้วยธาตุคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลัก ปกติคลุ่มบนอนุภาคโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ นอกจากนี้ยังพบว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่ไม่มีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์พบธาตุคาร์บอน 3.11 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักซึ่งอาจเกิดจากก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ในอากาศเจือปนและคาร์บอนเทปที่ใช้ในการติดตัวอย่างเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์

4.2.5 การศึกษาการสลายตัวทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis, TGA)

การวิเคราะห์เชิงความร้อนเป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรภาพของวัสดุเมื่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดยใช้อุณหภูมิในการวิเคราะห์อยู่ในช่วง 30-800 °C และมีอัตราการให้ความร้อนที่ 10 °C/นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ซึ่งผลการวิเคราะห์สารโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่มีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณ 1.0 3.0 และ 5.0 wt% และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่เติมกราฟีนออกไซด์ในปริมาณ 3.0 wt% แสดงผลดังรูปที่ 4.18 และตารางที่ 4.2



รูปที่ 4.18 กราฟ TGA วิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของ CoO-NiO, CoO-NiO/rGO_1wt% CoO-NiO/rGO_3wt% CoO-NiO/rGO_5wt% และ CoO-NiO/GO_3wt%

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ช่วงอุณหภูมิการสลายตัวและน้ำหนักที่สูญเสียของสารตัวอย่าง

สารตัวอย่าง	ช่วงที่	ช่วงอุณหภูมิการสลายตัว (°C)	น้ำหนักที่สูญเสีย (wt%)
CoO-NiO	1	30-177.63	4.521
	2	207.32-562.01	17.316
CoO-NiO/rGO_1wt%	1	30-178.21	6.881
	2	180-611.86	12.552
CoO-NiO/rGO_3wt%	1	30-167.10	5.929
	2	183.50-609.51	14.737
CoO-NiO/rGO_5wt%	1	30-163.04	6.074
	2	171.16-607.38	16.579
CoO-NiO/GO_3wt%	1	30-166.88	6.334
	2	172.92-508.42	13.499

จากรูปที่ 4.18 แสดงให้เห็นว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่ไม่มีสารตัวเติม พบว่ามีการสลายตัวใน 2 ช่วงอุณหภูมิ ดังแสดงในตารางที่ 4.2 การสลายตัวในช่วงแรก (30-177.63 °C) เป็นผลมาจากการสูญเสียน้ำและแอมโมเนีย (NH₃) บริเวณพื้นผิว คิดเป็น 4.521 wt% ช่วงที่สอง (207.32-562.01 °C) เป็นการสลายตัวของน้ำ และ M-OH ที่อยู่ในโครงสร้าง คิดเป็น 17.316 wt% เมื่อมีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงไปปริมาณ 1.0 3.0 และ 5.0 wt% พบว่าในช่วงที่สองมีการสลายตัวอย่างต่อเนื่องตั้งแต่อุณหภูมิประมาณ 180 - 600 °C เนื่องจากเกิดการสลายตัวของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ เช่น หมู่แอลคอกซี (C-O) และหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) [35] เป็นต้น ในการเปรียบเทียบระหว่างโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณ 3.0 wt% และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ที่เติมกราฟีนออกไซด์ที่ไม่ถูกรีดิวซ์ในปริมาณ 3.0 wt% พบว่ามีช่วงอุณหภูมิการสลายตัวที่คล้ายกัน และมีร้อยละการสูญเสียน้ำหนักในแต่ละช่วงอุณหภูมิที่ไม่แตกต่างกัน

ซึ่งโดยภาพรวมการเติมกราฟีนออกไซด์หรือรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลต่อความเสถียรภาพทางความร้อนของสารคอมโพสิต ทั้งนี้เนื่องจากหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของกราฟีนออกไซด์หรือรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ เช่น หมู่ไฮดรอกซิล หมู่แอลคอกซี เป็นต้น เกิดการสลายตัวจึงทำให้มีผลต่อความเสถียรภาพทางความร้อนของสารคอมโพสิต

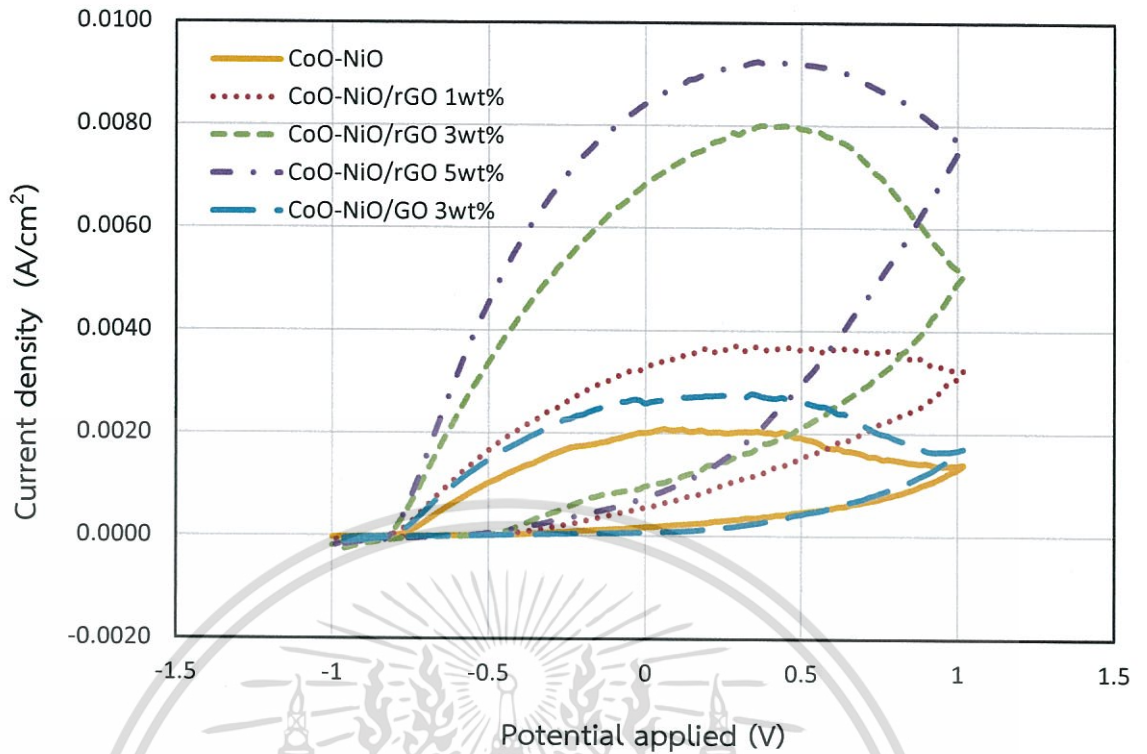
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า (Electrical properties)

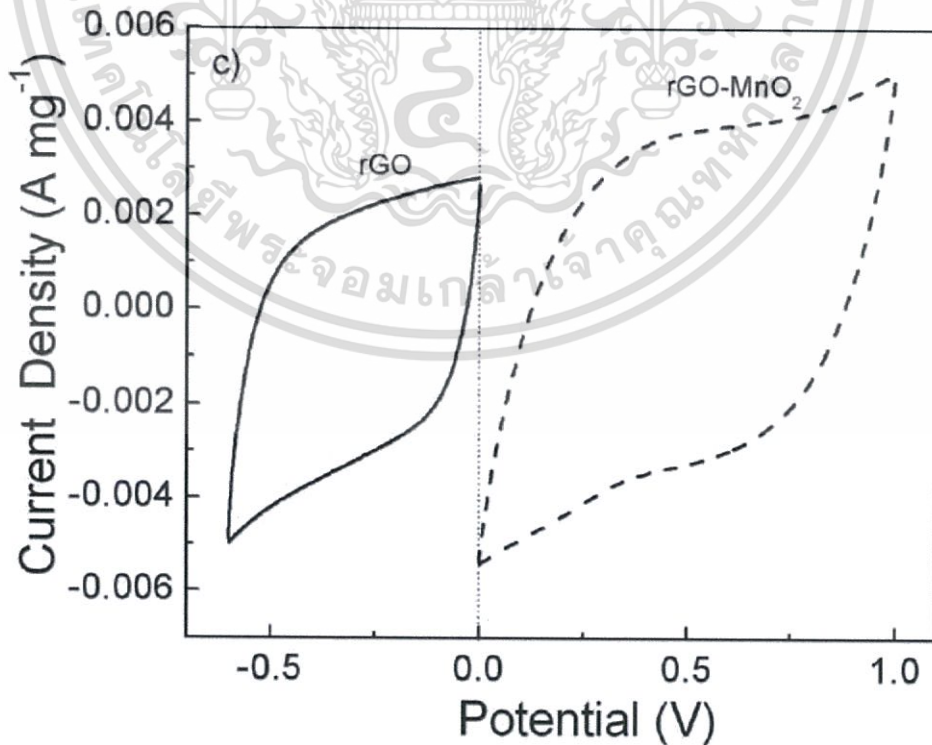
4.3.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry)

เทคนิคนี้จะศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ที่ให้กับสารตัวอย่างและค่ากระแส ซึ่งค่าความต่างศักย์ที่ให้เข้าไปนี้จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอน ทำให้โมเลกุลของสารเคมีที่อยู่บนขั้วไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนแปลงหรือเกิดปฏิกิริยา ซึ่งการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวทำให้มีการถ่ายเทอิเล็กตรอนและเกิดเป็นกระแสไฟฟ้าขึ้น โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นปฏิกิริยารีดอกซ์ ในการทดสอบนี้จะใช้สารละลายโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) เข้มข้น 1M เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ และใช้สารโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตเป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode)

โดยช่วงแรกจะให้ความต่างศักย์จากลบไปบวก (-1.0 V ไปยัง 1.0 V) และช่วงที่สองให้ความต่างศักย์จากบวกไปลบ (1.0 V ไปยัง -1.0 V) ภายใต้อัตราเร็วการให้ความต่างศักย์ 0.1 V/s แสดงผลดังรูปที่ 4.19 พบว่าสารโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ทั้ง 5 ตัวอย่าง ไม่เกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ โดยพฤติกรรมของกราฟที่ได้มีลักษณะเป็นลูป (Loop) คล้ายคลึงกับงานวิจัยของ Shanshan Wu และคณะ ซึ่งได้ทำการศึกษาสารแมงกานีสไดออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (MnO_2/rGO) คอมโพสิต โดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ Na_2SO_4 1M ภายใต้อัตราเร็วการให้ความต่างศักย์ 0.2 V/s แสดงผลดังรูปที่ 4.20 ซึ่งกราฟที่มีพฤติกรรมในลักษณะนี้มีสมบัติเป็นตัวเก็บประจุได้ [36] และจากรูปที่ 4.19 เมื่อมีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น จะเห็นว่ากราฟที่ได้มีลูปหรือพื้นที่กราฟที่ใหญ่ขึ้นตามสัดส่วนปริมาณรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่เพิ่มขึ้น และกราฟสารคอมโพสิตรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ 3.0 wt% มีพื้นที่กราฟที่มากกว่าสารคอมโพสิตกราฟีนออกไซด์ที่ 3.0 wt% เช่นเดียวกัน ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Kasturi Muthoosamy และคณะ ที่ได้ทำการเปรียบเทียบกราฟ CV ระหว่างรีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์ (rGO) และกราฟีนออกไซด์ (GO) โดยใช้สารละลาย Na_2SO_4 1M เป็นอิเล็กโทรไลต์ แสดงผลดังรูปที่ 4.21 จะเห็นได้ว่าที่ความต่างศักย์เดียวกันรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มีกระแสไฟฟ้าที่ตอบสนองต่อความต่างศักย์ได้สูงกว่ากราฟีนออกไซด์ จึงทำให้มีพื้นที่กราฟเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ทั้งนี้เนื่องจากในโครงสร้างของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มีหมู่ฟังก์ชันเกาะกันน้อย และเกิด resonance ในวงอะโรมาติก ทำให้เกิดการส่งผ่านอิเล็กตรอนในระหว่างชั้นได้ดีกว่ากราฟีนออกไซด์ และกราฟรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ได้นั้นมีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมมุมฉาก (Rectangular shape) ซึ่งเป็นพฤติกรรมที่เหมาะสมในการเป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้า [37]

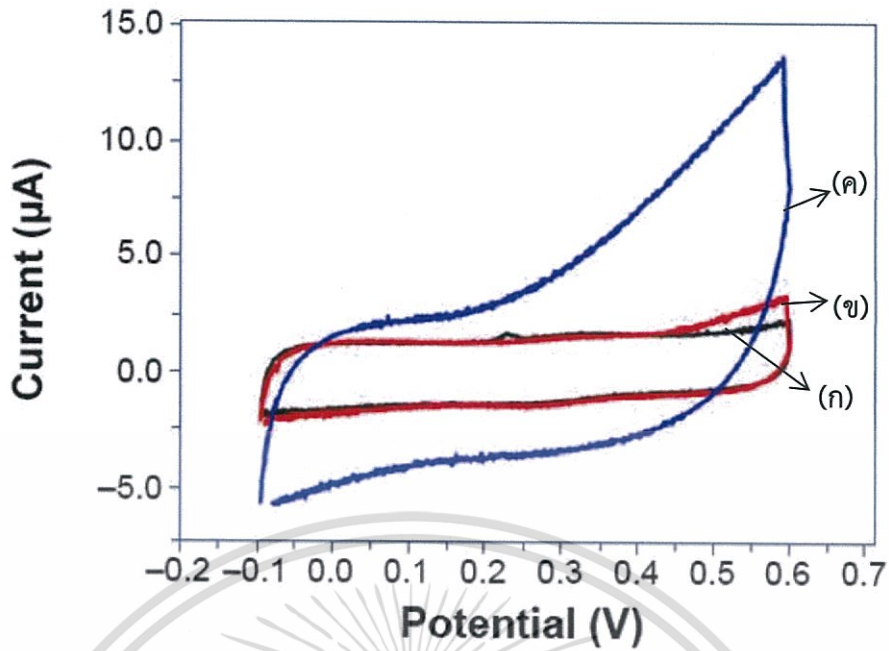


รูปที่ 4.19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์และค่ากระแสของ CoO-NiO, CoO-NiO/rGO_1wt%, CoO-NiO/rGO_3wt%, CoO-NiO/rGO_5wt% และ CoO-NiO/GO_3wt%



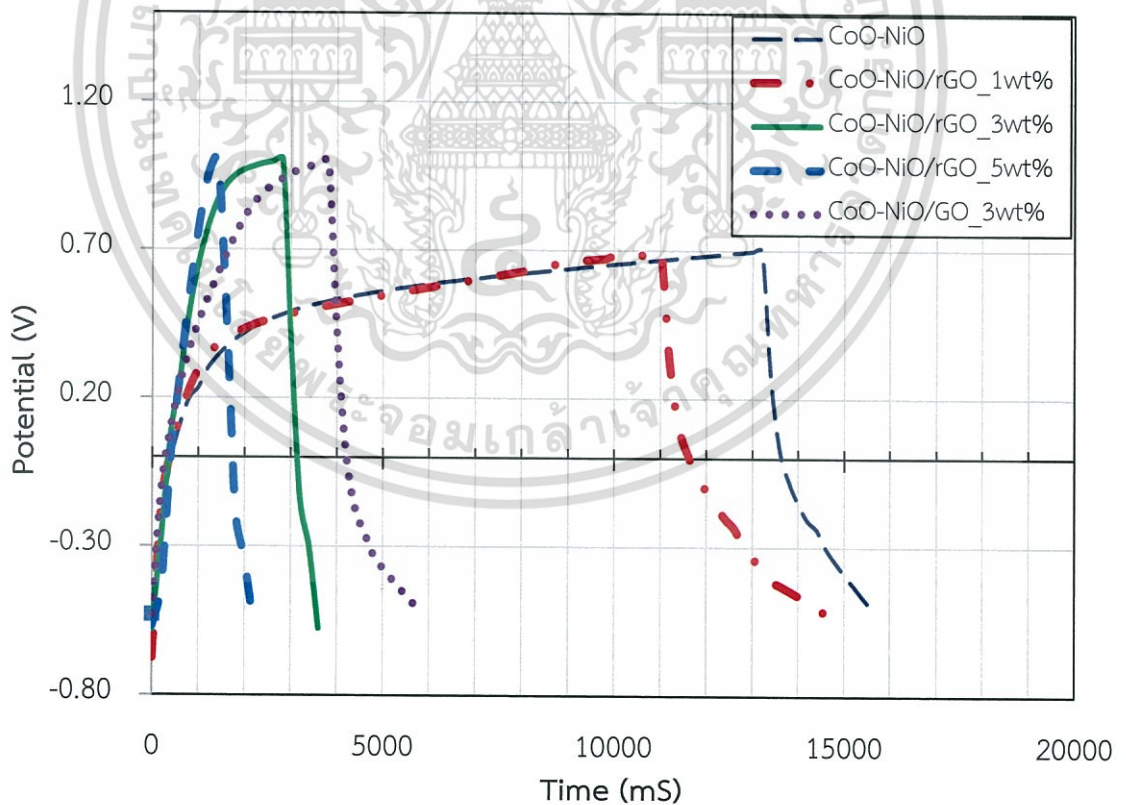
รูปที่ 4.20 Cyclic Voltammograms ของ rGO และ MnO₂/rGO ในสารละลาย 1M Na₂SO₄ [36]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.21 Cyclic Voltammograms ของ (ก) Glassy carbon electrode (ข) GO (ค) rGO [37]

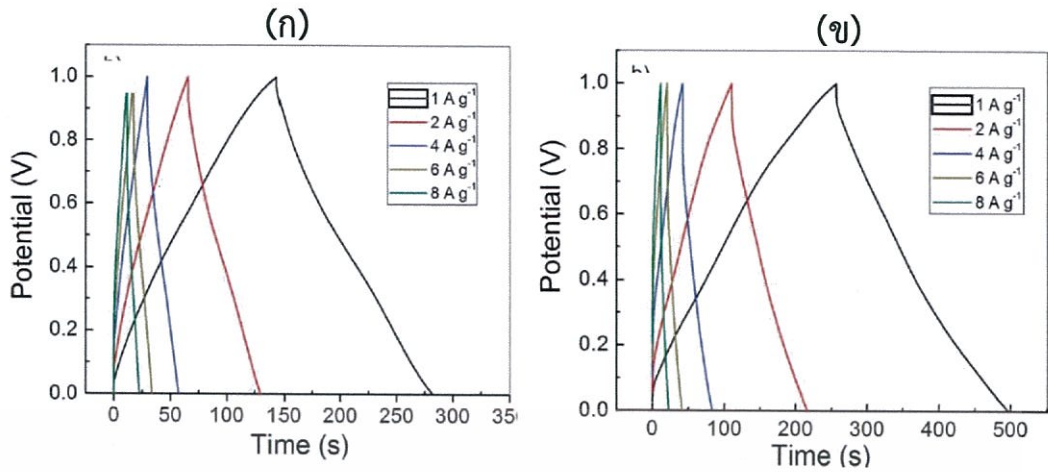
4.3.2 Galvanostatic Charge-Discharge measurements (GCD)



รูปที่ 4.22 ภาพแสดงความเร็วในการเก็บและคายประจุไฟฟ้าของ CoO-NiO CoO-NiO/rGO_1wt% CoO-NiO/rGO_3wt% CoO-NiO/rGO_5wt% และ CoO-NiO/GO_3wt%

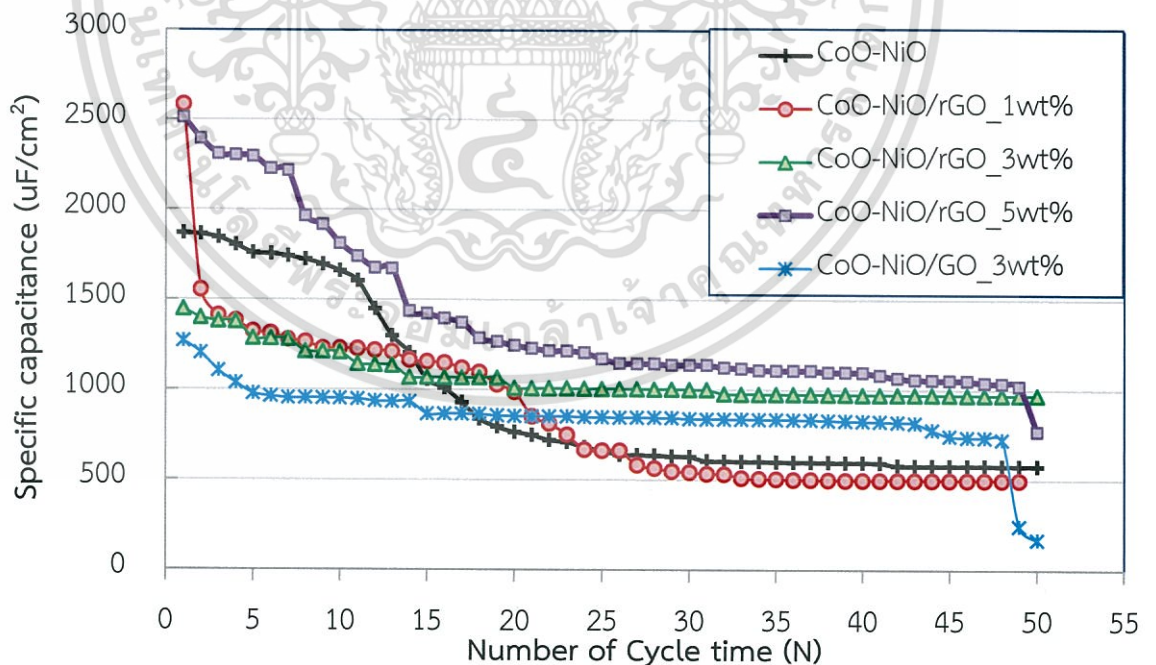
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการทดลองดังรูปที่ 4.22 ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ Galvanostatic Charge-Discharge (GCD) ที่มีการให้กระแสไฟฟ้าคงที่ที่ 20 mA/cm^2 ซึ่งแสดงค่าความเร็วในการเก็บประจุและคายประจุไฟฟ้าของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณร้อยละ 1.0, 3.0 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (CoO-NiO/rGO_1wt% CoO-NiO/rGO_3wt% และ CoO-NiO/rGO_5wt% ตามลำดับ) และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่ปริมาณการเติม 3.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (CoO-NiO/GO_3wt%) พบว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) ใช้เวลาในการเก็บและคายประจุมากกว่าสารคอมโพสิต และปริมาณการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ หรือกราฟีนออกไซด์ ที่เพิ่มมากขึ้นนั้นทำให้ใช้เวลาในการเก็บและคายประจุได้รวดเร็วขึ้นตามลำดับ ซึ่งตั้งแต่ที่ปริมาณการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ตั้งที่ตั้งแต่ 3.0 wt% ยังสามารถทำให้เกิดมีความสามารถในการเก็บและคายประจุได้ในช่วงที่ปริมาณความต่างศักย์เพิ่มมากขึ้น จากเดิมที่ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) และคอมโพสิตที่ปริมาณการเติมรีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์ที่ 1.0 wt% (CoO-NiO/rGO_1wt%) มีช่วงของความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ -0.5 V ถึง 0.7 V ซึ่งเพิ่มขึ้นเป็น -0.5 V ถึง 1.0 V ซึ่งเป็นผลมาจากปริมาณกราฟีนออกไซด์หรือรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่เติมลงไป เนื่องจากรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์หรือกราฟีนออกไซด์นั้นมีปริมาณพื้นที่ผิวสูงสามารถนำไฟฟ้าได้ดีจึงทำให้กระแสไฟฟ้าที่ได้จากภายนอกนั้นไหลผ่านวัสดุได้ดีขึ้น จึงมีช่วงของความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เพิ่มมากขึ้น ต่างจากโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) และ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ 1.0 wt% (CoO-NiO/rGO_1wt%) ซึ่งมีปริมาณของรีดิวซ์กราฟีนซึ่งเป็นส่วนที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดีนั้นมีปริมาณน้อยมาก จึงทำให้กระแสไฟฟ้าที่ได้จากภายนอกนั้นไหลผ่านวัสดุทั้งสองได้ไม่ดีจึงเกิดช่วงของความต่างศักย์ไฟฟ้าได้ต่ำกว่า อีกทั้งรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ยังใช้เวลาในการเก็บและคายประจุได้รวดเร็วกว่าวัสดุประเภทโลหะออกไซด์ [36] ดังรูปที่ 4.23



รูปที่ 4.23 ภาพแสดงการทดสอบด้วยเทคนิค GCD (ก) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) (ข) แมงกานีสไดออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (MnO_2/rGO) [36]

จากงานวิจัยของ S. Wu, W. Chen and E. Yan. ในรูปที่ 4.23 แสดงให้ทราบว่าที่อัตราการไหลของกระแสไฟฟ้าที่เท่ากันนั้น รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นั้นมีความเร็วในการเก็บและคายประจุได้เร็วกว่าแมงกานีสไดออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ซึ่งเป็นวัสดุคอมโพสิตระกว่ารีดิวซ์กราฟีนออกไซด์และโลหะออกไซด์เช่นเดียวกับสารที่ใช้ในการทดลองโครงการพิเศษนี้



รูปที่ 4.24 ภาพแสดงค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะต่อจำนวนรอบที่มีการให้กระแสไฟฟ้าเพื่อทำการเก็บประจุ และคายประจุของ CoO-NiO $\text{CoO-NiO/rGO}_1\text{wt\%}$ $\text{CoO-NiO/rGO}_3\text{wt\%}$ $\text{CoO-NiO/rGO}_5\text{wt\%}$ และ $\text{CoO-NiO/GO}_3\text{wt\%}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากเทคนิคการวิเคราะห์ด้วย Galvanostatic Charge-Discharge (GCD) สามารถหาค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (Specific capacitance) ต่อจำนวนรอบที่มีการให้และปลดปล่อยกระแสไฟฟ้า เพื่อแสดงถึงความเสถียรภาพในการเก็บและคายประจุไฟฟ้าที่แต่ละรอบการใช้งานจำนวน 50 รอบของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่เติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณร้อยละ 1.0 3.0 และ 5.0 wt% (CoO-NiO/rGO_1wt% CoO-NiO/rGO_3wt% และ CoO-NiO/rGO_5wt% ตามลำดับ) และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิตที่ปริมาณการเติม 3.0 wt% (CoO-NiO/GO_3wt%) แสดงดังรูป 4.24 ซึ่งพบว่า ในทุกสารตัวอย่างในการทดลองนั้น เมื่อมีจำนวนรอบเพิ่มมากขึ้นค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะจะมีค่าลดลง โดยในช่วงแรกจะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว และเมื่อจำนวนรอบผ่านไปประมาณ 20 รอบ ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของสารตัวอย่างนั้นเริ่มมีความเสถียร โดยค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่มากที่สุดคือโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ 5.0 และ 3.0 wt% (CoO-NiO/rGO_5wt% และ CoO-NiO/rGO_3wt%) และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/กราฟีนออกไซด์ 3.0 wt% (CoO-NiO/GO_3wt%) ตามลำดับ แต่ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (CoO-NiO/rGO_1wt%) นั้นมีค่าใกล้เคียงกับค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) เนื่องจากปริมาณการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่น้อยมาก ส่งผลให้เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะไม่สามารถตรวจวัดความแตกต่างของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ (CoO-NiO) และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (CoO-NiO/rGO_1wt%) ได้อย่างชัดเจน และจากการวิเคราะห์ช่วงของค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของสารตัวอย่างทั้งหมดนั้นสังเกตได้ว่าที่โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ ที่ปริมาณการเจือรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ 3 wt% (CoO-NiO/rGO_3wt%) นั้นมีช่วงของค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะตั้งแต่การให้ประจุไฟฟ้าในรอบที่ 1 ถึงรอบที่ 50 มีความเสถียรภาพของค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะมากที่สุด

สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

จากการทดลองในโครงการพิเศษนี้ ทำให้สามารถยืนยันถึงความเป็นไปได้ของการสังเคราะห์ โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ และการใช้วัสดุผสมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต ที่เติมปริมาณรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในปริมาณที่แตกต่างกัน มีความสามารถในการเก็บประจุโดยสรุปได้ดังนี้

5.1.1 ในกระบวนการสังเคราะห์โคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์โดยใช้โคบอลต์คลอไรด์ เฮกซะไฮเดรตและนิกเกิลคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ ซึ่งมีแอมโมเนียเป็นตัวช่วยในการตกตะกอนซึ่งเป็นวิธีของการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) สามารถยืนยันระนาบ การเลี้ยวเบนของความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ XRD และผลของ SEM สามารถยืนยันได้ว่า มีลักษณะทางสัณฐานวิทยาเป็นรูปดอกไม้ขนาดไมโคร (Microflowers)

5.1.2 ในกระบวนการสังเคราะห์วัสดุผสมโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีน ออกไซด์นาโนคอมโพสิตมีการใช้วิตามินซีเป็นรีดิวซ์ และทำให้สภาพพื้นผิวของโคบอลต์ออกไซด์- นิกเกิลออกไซด์เป็นประจุบวก สามารถเกาะกับพื้นผิวของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ได้ดี ซึ่งตรงกับผลของ SEM ที่มีการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางพื้นผิวเมื่อเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงไป

5.1.3 เมื่อมีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงในปริมาณต่างๆ พบว่าโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิล ออกไซด์ ที่มีการเติมรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ในอัตราส่วนที่สูงขึ้นจะทำให้ มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ สูงขึ้น และเวลาที่ใช้ในการเก็บและคายประจุไฟฟ้าเร็วขึ้น เพราะรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เป็นวัสดุที่มี พื้นผิวสูง เมื่อนำมาผสมกับโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์จะทำให้ได้วัสดุผสมที่มีประสิทธิภาพใน การเก็บและคายประจุไฟฟ้าได้เร็วขึ้น

5.1.4 ในการทดสอบความสามารถในการกักเก็บประจุ พบว่าอัตราส่วนรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ที่ 3.0 wt% เป็นอัตราส่วนที่มีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเก็บประจุได้ดีที่สุด แม้ว่ามีค่าความจุไฟฟ้า จำเพาะที่ต่ำกว่าที่อัตราส่วนรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ 5.0 wt% คือ 1402 uF/cm^2 และ 2356 uF/cm^2 ตามลำดับ แต่มีความเสถียรภาพในการใช้งานเมื่อครบ 50 รอบได้ดีกว่า

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ศึกษาเพิ่มเติมวิธีการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการทำขั้วไฟฟ้า ให้สารตัวอย่างคงความเป็นเนื้อเดียวกันในขณะที่ทำการขึ้นรูป (Screen Printing) และหลังอบ

5.2.2 ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับวัสดุที่นำมาใช้ในการทำขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working Electrode) นอกเหนือแผ่นโลหะเหล็กกล้าไร้สนิม เช่น กระจกนำไฟฟ้า (Conducting Glass) หรือแผ่นนิกเกิลโพลัม เป็นต้น เพื่อให้มีประสิทธิภาพในการมีสมบัติเป็นตัวเก็บประจุได้ดียิ่งขึ้น ในการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry และ Galvanostatic Charge-Discharge

5.2.3 ในการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry และ Galvanostatic Charge-Discharge ควรศึกษาชนิดของอิเล็กโทรไลต์ที่ไม่ทำปฏิกิริยากับแผ่นวัสดุ (Substrate) ที่นำมาใช้เป็นขั้วไฟฟ้า และสารตัวอย่าง นอกเหนือจาก Na_2SO_4 เช่น LiPF_6 และ KOH เป็นต้น

5.2.4 ผลการวิจัยที่ได้จากการทดสอบการกักเก็บประจุด้วยเทคนิค Galvanostatic Charge-Discharge ค่าความจุไฟฟ้าที่ได้มีค่าที่มีประสิทธิภาพไม่ดีที่สุด เนื่องจากขีดจำกัดความทันสมัยของเครื่องมือที่ใช้ซึ่งมีความไวในการตรวจวัดได้ต่ำ

5.2.5 สารที่ใช้ในการทดลอง เช่น โคบอลต์คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต นิกเกิลคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต และโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ เป็นต้น เป็นสารโลหะหนัก และเป็นผงขนาดเล็ก ควรทำการทดลองด้วยความระมัดระวัง ควรสวมเสื้อกาวน์ และอุปกรณ์ป้องกันทุกครั้งทำการทดลอง

5.2.6 ควรศึกษาแนวทางการปรับปรุงประสิทธิภาพของโคบอลต์ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์ ที่นำมาทำเป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดร่วมกับการสารผสมสารกลุ่มอื่นๆ เช่น คาร์บอนนาโนทิวบ์ คาร์บอนนาโนไฟเบอร์ คาร์บอนแบล็ค เป็นต้น

เอกสารอ้างอิง

- [1] S. Zheng, Z. Wu, S. Wang, H. Xiao, F. Zhou, C. Sun, X. Bao and H. Cheng. "Graphene-based materials for high-voltage and high-energy asymmetric supercapacitors". *Energy Storage Materials* 6 (2017) 70 – 97.
- [2] D. Dubal, P. Gomez-Romeo, B. Sankapal and R. Holze. "Nickel cobaltite as an emerging material for supercapacitor: An overview". *Nano Energy* 11 (2015) 377 – 399.
- [3] L. Liu, X. Zhang, H. Li, B. Liu, J. Lang, L. Kong and X. Yan. "Synthesis of Co-Ni oxide microflowers as a superior anode for hybrid supercapacitors with ultralong cycle life". *Chinese Chemical Letters* 28 (2017) 206 - 212.
- [4] A. Gonzalez, E. Goikolea, J. Barrena and R. Mysyk. "Review on supercapacitors: Technologies and materials". *Renewable and Energy Reviews* 58 (2016) 1189 – 1206.
- [5] Q. Ke and J. Wang. "Graphene-based materials for supercapacitor electrodes—A review". *Materials* 9 (2016) 37 – 54.
- [6] C. Sriwong, 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* 909 (2017) 225 - 230.
- [7] วรวิศ กอบสิริพัฒน์. "ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitors) อุปกรณ์กักเก็บไฟฟ้าที่กำลังมาแรง." *TEMCA magazine*. 21 (2014) 75 – 78.
- [8] มนตรี สว่างพฤษ. "นาโนเทคโนโลยีนวัตกรรมของตัวเก็บพลังงาน: ตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมียิ่งยวด." *วิศวกรรมสาร มก.* 85 (2013) 9 – 26.
- [9] V. Gupta, T. Kusahara, H. Toyama, S. Gupta and N. Miura. "Potentiostatically deposited nanostructure α -Co(OH)₂: A high performance electrode material for redox-capacitors." *Electrochemistry Communications* 9 (2007) 2315 – 2319.
- [10] M. Winter. "Cobalt Oxide." [Online]. Available : https://www.webelements.com/compounds/cobalt/cobalt_oxide.html
- [11] M. Winter. "Nickel Oxide." [Online]. Available : https://www.webelements.com/compounds/nickel/nickel_oxide.html

- [12] อนงค์ ศรีโสภาก. “เคมีวิเคราะห์.” [Online]. Available :
http://science.psu.ac.th/pdf/teaching/analyze_chem9.pdf
- [13] P. Touzain, N. Balasooriya, K. Bandaranayake and C. Descolas-Gros. “Vein Graphite from the Bogala and Kahatagaha-Kolongaha mines, Sri Lanka: a possible origins.” *The Canadian Mineralogist* 48 (2010) 1373 – 1384.
- [14] นิรนาม. “Graphite Powder.” [Online]. Available :
<https://www.ebay.com/itm/Graphite-Powder-Synthetic-micronized.html>
- [15] S. K. Tiwari, V. Kumar, A. Huczko, R. Oraon, A. De Adhikan and G. C. Nayak.. “Magical Allotropes of Carbon: Prospects and Applications.” *Critical reviews in Solid state and Materials sciences* 41 (2016) 257 - 317.
- [16] สารานุกรมเสรี. “กราไฟท์.” [Online]. Available: <https://th.wikipedia.org/wiki/แกรไฟท์>
- [17] ศิริกาญจน์ วิเศษสุวรรณภูมิ. “แกรไฟท์ วัสดุ 2 มิติ เพื่ออนาคต.” *MTEC* (2017) 65 – 78.
- [18] S. Bastani and M. K. Darani. “Graphene-based UV-curable nanocomposite coatings.” *Carbon nanotechnology* 8 (2016) 186 – 209.
- [19] C. Sriwong, W. Tejangkura and K. Choojan. “Synthesis of graphene oxide and reduced graphene oxide nanosheets and their characterizations.” *Materials today: Proceedings* (2018).
- [20] สารานุกรมเสรี. “วิตามินซี.” [Online]. Available: <https://th.wikipedia.org/wiki/วิตามินซี>
- [21] J. I. Paredes, S. Villar-Rodil, M. J. Fernández-Merino, L. Guardia, A. Martínez-Alonso and J. M. D. Tascóna. “Environmentally friendly approaches toward the mass production of processable graphene from graphite oxide.” *Journal of Materials Chemistry* 21 (2011) 298 – 306.
- [22] P. Tagsin, P. Klangtakai, V. Harnchana, S. Pimanpang and V. Amornkitbamrung. “Synthesis and Supercapacitor characteristics of hydrothermally-deposited MnO₂ film and chemically Co-deposited MnO₂-polyaniline film on stainless-steel substrates”. *Journal of the Korean Physical Society* 66 (2015) 1901 – 1907.
- [23] X. Li and B. Wei. “Supercapacitors based on nanostructured carbon”. *Nano Energy* 2 (2013) 159 – 173.
- [24] P. Tagsin, P. Klangtakai, V. Harnchana, V. Amornkitbamrung, S. Pimanpang and P. Kumnorkaew. “Enhanced specific capacitance of an electrophoretic deposited MnO₂-carbon nanotube Supercapacitor”. *Journal of the Korean Physical Society* 71 (2017) 997 – 1005.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [25] X. Guo, S. Zheng, G. Zhang, X. Xiao, X. Li, Y. Xu and H. Xue. “Nanostructured graphene-based materials for flexible energy storage”. *Energy Storage Materials* 9 (2017) 150 – 169.
- [26] S. Wu, W. Chen and L. Yan. “Fabrication of a 3D MnO₂/graphene hydrogel for high - performance asymmetric supercapacitors”. *Journal of Materials Chemistry A* 2 (2014) 2765 – 2772.
- [27] J. Xiao and S. Yang. “Bio-inspired synthesis of NaCl-type Co_xNi_{1-x}O (0 ≤ x < 1) nanorods on reduced graphene oxide sheets and screening for asymmetric electrochemical capacitors”. *Journal of Materials Chemistry* 22 (2012) 12253 – 12262.
- [28] G. Liu, K. Han, H. Ye, C. Zhu, Y. Gao, Y. Liu and Y. Zhou. “Graphene oxide/triethanolamine modified titanate nanowires as Photocatalytic membrane for water treatment.” *Chemical Engineering Journal* 320 (2017) 74-80.
- [29] M. Bera and P.K. Maji. “Effect of structural disparity of graphene-based materials on thermomechanical and surface properties of thermoplastic polyurethane nanocomposites.” *Polymer* 119 (2017) 118 – 133.
- [30] Z.T. Xie, X. Fu, L.Y. Wei, M.C. Luo, Y.H. Liu and F.W. Ling. “New evidence disclosed for the engineered strong interfacial interaction of graphene/rubber nanocomposites.” *Polymer* 118 (2017) 30 – 39.
- [31] A. Trapalis, N. Todorova, T. Giannakopoulou, N. Boukos and T. Speliotis. “TiO₂/graphene composite photocatalysts for NO_x removal: A comparison of surfactance-stabilized graphene and reduce graphene oxide.” *Applied Catalysis B: Environmental* 180 (2016) 637 – 647.
- [32] J. Qin, X. Zhang, C. Yang, M. Cao, M. Ma and R. Liu. “ZnO microspheres-reduced graphene oxide nanocomposite for photocatalytic degradation of methylene blue dye.” *Applied Surface Science* 392 (2017) 196 – 203.
- [33] Z. Zhe, Y. Wenshu, Z. xiaoxin, X. Fugang, W. Xiaodan, Z. Bailin and T. Jilin. “One-pot sovothermal synthesis of TiO₂-graphene compoisite nanosheets.” *Journal of colloid and interface science* 386 (2012) 198 – 204.

- [34] ยุทธศรี หล้ามณี. “คุณสมบัติของแอมโมเนีย และการรั่วซึม.” [Online]. Available http://www.netenergy-tech.com/doc/knowledge/Properties_and_leakage_of_ammonia_gas.pdf
- [35] S. Kannappan, K. Kaliyappan, R.K. Manian, A.S. Pandian, H. Yang, Y.S. Lee, J.H. Jang and W. Lu. “Graphene based Supercapacitors with Improved Specific Capacitance and Fast Charging Time at High Current Density.” *Materials Science* (2013).
- [36] S. Wu, W. Chen and L. Wan. “Fabrication of a 3D MnO₂/graphene hydrogel for high-performance asymmetric supercapacitors.” *Journal of Materials Chemistry A* 2 (2014) 2765 - 2772.
- [37] K. Muthoosamy, R.G. Bai, I.B. Abubakar, S.M. Sudheer, H.M. Lim, H. Loh, N.M. Huang, C.H. Chia and S. Manickam. “Exceedingly biocompatible and thin-layered reduced graphene oxide nanosheets using an eco-friendly mushroom extract strategy.” *International journal of nanomedicine* 10 (2015) 1505 – 1519.



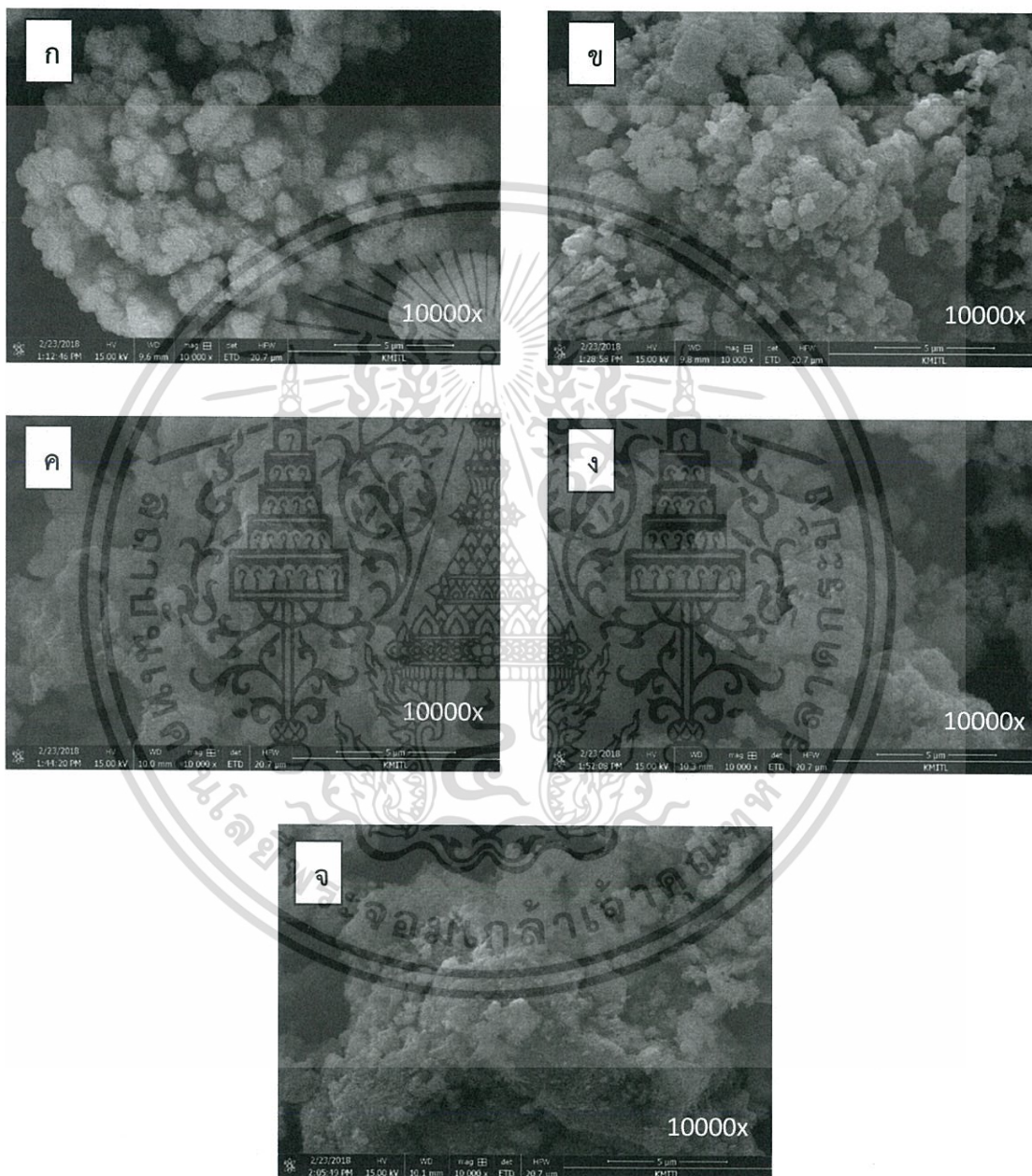


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ผลการทดสอบและพิสูจน์เอกลักษณ์

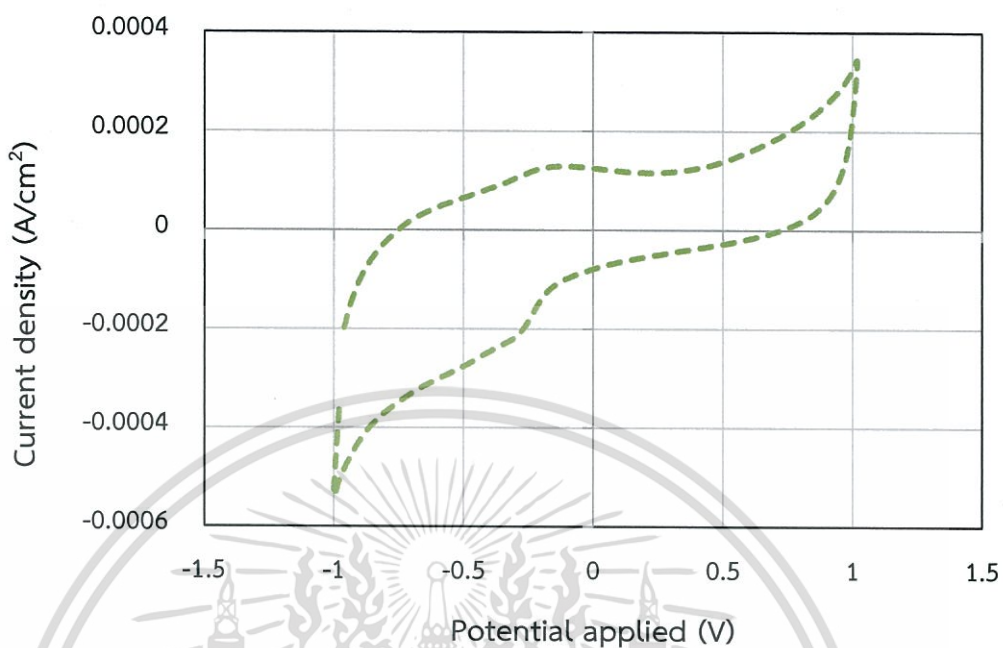
1. Scanning Electron Microscope (SEM)



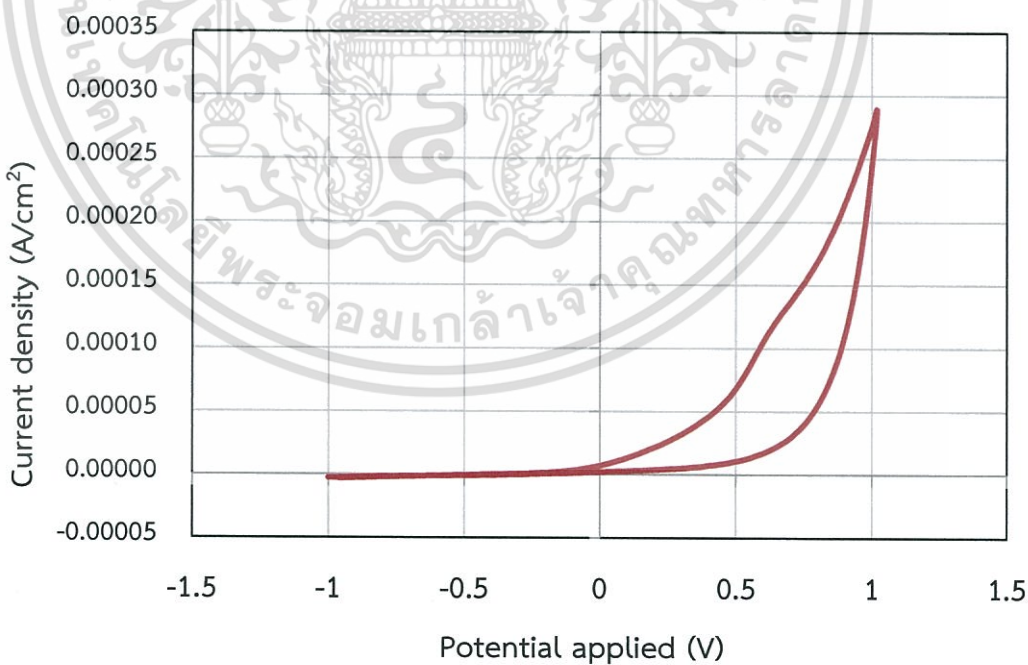
รูปที่ ก-1 ภาพแสดงลักษณะสัณฐานวิทยาจาก SEM (ก) CoO-NiO (ข) CoO-NiO/rGO_1wt% (ค) CoO-NiO/rGO_3wt% (ง) CoO-NiO/rGO_5wt% และ (จ) CoO-NiO/GO_3wt%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. Cyclic voltammetry (CV)

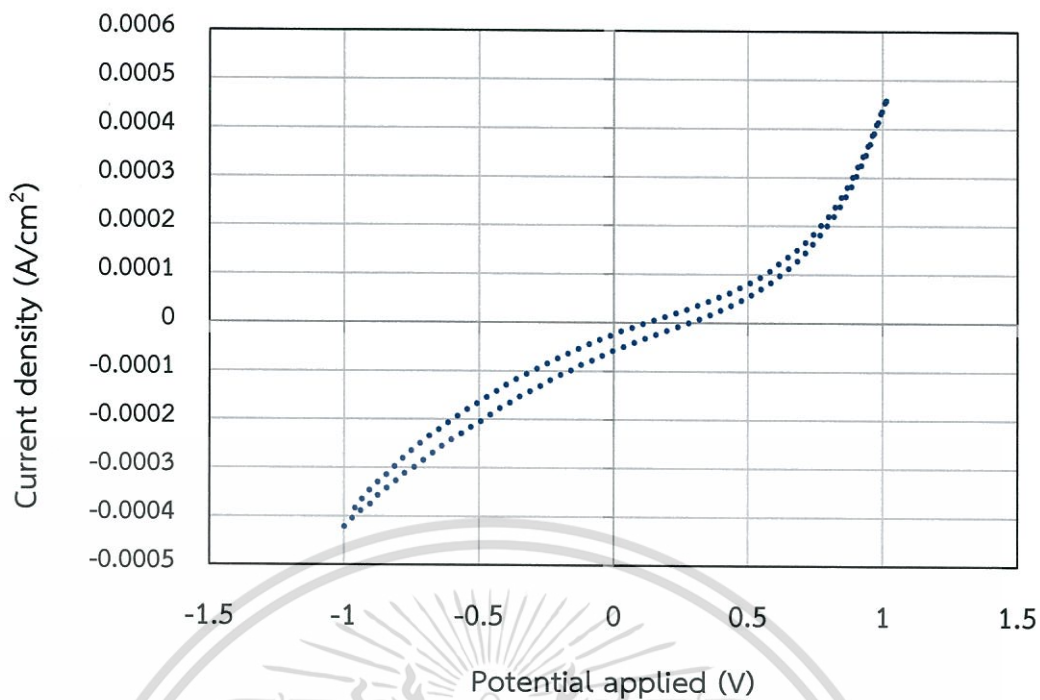


รูปที่ ก-2 Cyclic Voltammograms ทดสอบอิเล็กโทรไลต์ 1M Na_2SO_4 โดยใช้ Glassy carbon electrode เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode)



รูปที่ ก-3 Cyclic Voltammograms ของแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม ในสารละลาย 1M Na_2SO_4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-4 Cyclic Voltammograms ของถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) ในสารละลาย 1M Na₂SO₄

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



งานทะเบียนคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
คำรับรองเล่มโครงการพิเศษ

วันที่ 9 เดือน กรกฎาคม พ.ศ. 2561

ข้าพเจ้า นางสาววรัวีร์ สะอี่ รหัสประจำตัว 57050502
นายสวัสดิ์ แสงนาวานุกูล รหัสประจำตัว 57050506
นางสาวสินีนามู รสพุง รหัสประจำตัว 57050527

นักศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม ภาควิชา เคมี ขอรับรองว่า
โครงการพิเศษ เรื่อง

ชื่อภาษาไทย การเตรียม การพิสูจน์เอกลักษณ์และสมบัติตัวเก็บประจุยิ่งยวดของโคบอลต์
ออกไซด์-นิกเกิลออกไซด์/รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์นาโนคอมโพสิต

ชื่อภาษาอังกฤษ Preparation, characterization and supercapacitive properties of
CoO-NiO/rGO nanocomposites

ปีการศึกษา 2560

เป็นผลงานวิจัยที่มีได้คัดลอกหรือละเมิดลิขสิทธิ์ของผู้อื่น และได้ผ่านการตรวจสอบความซ้ำซ้อน
เรียบร้อยแล้ว และได้แนบเอกสารการตรวจสอบการลอกเลียนงานวรรณกรรมที่ตรวจสอบจากเล่ม
โครงการพิเศษฉบับสมบูรณ์แล้ว

โปรแกรมอักษรวิสูทธิ์ 1.28 % หรือโปรแกรม Turnitin - %

ลงชื่อ.....

(วรัวีร์ สะอี่)

นักศึกษา

ลงชื่อ.....

(สวัสดิ์ แสงนาวานุกูล)

นักศึกษา

ลงชื่อ.....

(สินีนามู รสพุง)

นักศึกษา

ข้าพเจ้า ดร.ชวาลย์ ศรีวิงษ์ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ได้ตรวจสอบโครงการพิเศษของนักศึกษา
ข้างต้นแล้ว ขอรับรองว่าเป็นผลงานวิจัยของนักศึกษาจริงและมีเนื้อหาสมบูรณ์ จึงลงชื่อไว้เป็น
หลักฐาน

ลงชื่อ.....

อาจารย์ที่ปรึกษา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้