

การเตรียมโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์  
เพื่อเป็นขั้วไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวด



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2562

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF COBALT-CERIUM OXIDE ON MXENE/N, S-GRAPHENE  
SURFACE FOR SUPERCAPACITOR ELECTRODE



Mr. Guntaphat Threepiriyamongkol

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science  
Field of Study of Petrochemistry and Polymer Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2019

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรฟีน เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์เพื่อเป็นขั้วไฟฟ้าตัวเก็บประจุ ยิ่งยวด
โดย	นายกันตพัฒน์ ตรีพิริยะมงคล
สาขาวิชา	ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	อาจารย์ ดร.ประสิทธิ์ พัฒนະนุวัฒน์

---

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์  
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุญโชติ เผ่าสวัสดิ์ธรรยง)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก  
(อาจารย์ ดร.ประสิทธิ์ พัฒนະนุวัฒน์)

..... กรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร.รจนา พรประเสริฐสุข)

..... กรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร.ดวงดาว อัจจงค์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย  
(ดร.อภิสิทธิ์ โฆษิตชัยยงค์)

กัณฑ์พัฒน์ ตรีพิริยะมงคล : การเตรียมโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรฟีน  
 เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์เพื่อเป็นขั้วไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวด. ( PREPARATION OF  
 COBALT-CERIUM OXIDE ON MXENE/N, S-GRAPHENESURFACE FOR  
 SUPERCAPACITOR ELECTRODE) อ.ที่ปรึกษาหลัก : อ. ดร.ประสิทธิ์ พัฒนานุวัฒน์

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อพัฒนาวัสดุสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่มีประสิทธิภาพสูงจาก  
 การทำงานร่วมกันของวัสดุโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนวัสดุขั้วไฟฟ้านิกเกิลโพลีผ่านการปรับปรุง  
 ผิวด้วยแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ โดยวัสดุปรับปรุงผิวแมกซีนถูกสังเคราะห์จาก  
 กระบวนการสกัดลูมิเนียมออกจากไทเทเนียมลูมิเนียมคาร์ไบด์ ทำให้เกิดเป็นแมกซีนที่มี  
 โครงสร้างระนาบชั้นสองมิติ และทำการเพิ่มระยะห่างของระนาบแมกซีนด้วยแซนสารละลายได  
 เมทิลซัลฟอกไซด์ และทำการแทรกแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ระหว่างระนาบแมกซีนเพื่อ  
 ป้องกันไม่ให้เกิดการกลับมารวมตัวกันใหม่ โดยแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ถูกสังเคราะห์จาก  
 กระบวนการรีฟลักซ์แกรฟีนด้วยสารไทโอยูเรียที่เป็นแหล่งให้ธาตุไนโตรเจนและซัลเฟอร์ จากนั้นทำ  
 เตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยกระบวนการหล่อหยดแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ลงบนนิกเกิล  
 โพลี โดยสภาพสัณฐานวิทยาของขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการปรับปรุงถูกยืนยันด้วยภาพจากกล้องจุลทรรศน์  
 อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน นำขั้วที่ผ่านการปรับปรุงมาสังเคราะห์  
 ด้วยกระบวนการทางฝั่งตัวทางเคมีไฟฟ้าของโคบอลต์ออกไซด์ และโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ โดย  
 ศึกษาถึงระยะเวลาในการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการฝั่งตัวทางเคมีไฟฟ้า และสัดส่วนของโคบอลต์-  
 ซีเรียมออกไซด์ที่เหมาะสมในการให้ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าสูงสุด จากการทดสอบสมบัติเคมีไฟฟ้า  
 พบว่าที่สัดส่วนของการเตรียมสารละลายโคบอลต์ไนเตรตต่อซีเรียมไนเตรตที่ความเข้มข้น 0.5 โม  
 ลาร์ ในสัดส่วนปริมาตรที่ 90 ต่อ 10 สามารถให้ค่าการเก็บประจุจำเพาะที่สูงถึง 450 F/g ที่  
 กระแสไฟฟ้า 1 แอมป์ต่อกรัม และผลการทดลองชี้ให้เห็นว่าการปรับปรุงผิวขั้วไฟฟ้านิกเกิลโ  
 มด้วยแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์สามารถเพิ่มความจุจำเพาะเมื่อเปรียบเทียบกับ  
 ขั้วไฟฟ้านิกเกิลโพลีที่ไม่ได้ผ่านการปรับปรุง โดยผลรายงานวัสดุผสมที่พัฒนาขึ้นนี้สามารถนำไป  
 ประยุกต์เป็นอุปกรณ์ตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่มีประสิทธิภาพสูงได้

สาขาวิชา ปีโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิ ลายมือชื่อนิสิต .....

เมอร์

ปีการศึกษา 2562

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก .....

# # 6072136223 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEYWORD: Supercapacitors, Cobalt oxide, Cerium oxide

Guntaphat Threepiriyamongkol : PREPARATION OF COBALT-CERIUM OXIDE ON MXENE/N, S-GRAPHENESURFACE FOR SUPERCAPACITOR ELECTRODE.

Advisor: Prasit Pattananuwat, Ph.D.

The aim of this research is to develop materials for using as high-efficiency supercapacitors from the synergistic effect of cobalt-cerium oxide on nickel modified MXene/N, S-rGO electrode. The modified MXene/N, S-rGO was synthesized from Al etching process of  $Ti_3AlC_2$ . The gap distance between MXene sheet was further separated with dimethyl sulfoxide and stabilized to prevent restacking with N, S-rGO, respectively. The N, S-rGO in this work was synthesized by refluxing the rGO with thiourea as N and S source. To prepare the electrode, nickel foam was modified with the MXene/N, S-rGO by drop casting, confirmed with SEM-EDS. The as -prepared modified nickel electrode was used to electrodeposit the cobalt oxide and cobalt-cerium oxide. The deposited time and the proportion of the cobalt-cerium oxide was investigated to obtain the highest electrochemical capacitors. Evident results from electrochemical demonstrated that at proportion of the cobalt nitrate to cerium nitrate of 90:10 at 0.5 M, the electrode sample can reach the highest specific capacitance of 450 F/g at 1 A/g. The results also showed that the using modification of the nickel surface with MXene/N, S-rGO as current corrector can enhance the specific capacitance compared with unmodified electrode. Thus, this report of the developed composite materials can be applied to high-efficiency supercapacitor device.

Field of Study: Petrochemistry and  
Polymer Science

Student's Signature .....

Academic Year: 2019

Advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เพราะคำแนะนำและความช่วยเหลือจาก หลายฝ่าย ทั้งในเรื่องคำแนะนำด้านวิชาการ สารเคมี อุปกรณ์ เครื่องมือ และสถานที่ รวมไปถึงความร่วมมืออื่น ๆ ดังนี้ ขอขอบพระคุณอาจารย์ ดร.ประสิทธิ์ พัฒนะนุวัฒน์ ที่ได้ให้คำปรึกษาและแนะแนวทางในการทำวิจัย รวมถึงการจัดหาสารเคมีและวัสดุ อุปกรณ์ที่จำเป็นสำหรับการวิจัย อีกทั้งยังให้ความช่วยเหลือในการตรวจทาน และแก้ไขให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ถูกต้องสมบูรณ์มาโดยตลอด และยังต้องขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุญโชติ เผ่าสวัสดิ์ยรรยง, รองศาสตราจารย์ ดร.รจนา พรประเสริฐสุข, รองศาสตราจารย์ ดร.ดวงดาว อัจจงค์ และดร.อภิสิทธิ์ โฆษิตชัยยงค์ ที่ได้สละเวลาอันมีค่าในการเป็น กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และให้คำแนะนำในการเขียนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ขอขอบคุณเพื่อนนักศึกษา ในกลุ่มวิจัยและในหลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย ที่ได้ให้ความช่วยเหลือในการทำวิจัย ทั้งในเรื่องการจัดหาสารเคมีที่ใช้, วิธีการทดลองและ ใช้งานเครื่องมือทดสอบ, วิธีการเขียนวิทยานิพนธ์, และเรื่องอื่น ๆ ที่ส่งผลให้วิทยานิพนธ์นี้เสร็จสมบูรณ์ ขอขอบคุณทุนนำเสนองานวิชาการภายนอกประเทศจากจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้มอบทุนค่าใช้จ่าย ในการการนำเสนองานวิชาการ สุดทำยนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดาและบุคคลในครอบครัวทุกท่านที่ได้ให้การสนับสนุน และให้กำลังใจในการศึกษาระดับมหาบัณฑิต งานวิจัยและการเขียน วิทยานิพนธ์ ประกอบการศึกษาได้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

กัณฑ์พัฒน์ ตรีพิริยะมงคล

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญรูปภาพ.....	1
สารบัญตาราง.....	5
บทที่ 1 บทนำ.....	6
1.1 มูลเหตุจูงใจ และที่มาของโครงการวิจัย.....	6
1.2 วัตถุประสงค์.....	7
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	7
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์.....	8
2.1 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	8
2.1.1 ลักษณะทั่วไปของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	8
2.1.2 ประเภทและกลไกการกักเก็บพลังงานของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	8
2.1.3 การศึกษาและการพัฒนาเกี่ยวกับตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	9
2.2 แกรไฟต์และอนุพันธ์ของแกรไฟต์.....	10
2.2.1 แกรไฟต์ (graphite).....	10
2.2.2 แกรไฟต์ออกไซด์ (graphite oxide).....	11
2.2.3 แกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide; GO).....	11
2.2.4 แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ (N, S co-doped graphene).....	12
2.3 ไทเทเนียมออกไซด์และอนุพันธ์ของไทเทเนียมออกไซด์.....	13

2.3.1 ไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์ (titanium aluminum carbide; $Ti_3AlC_2$ ).....	13
2.3.2 ไทเทเนียมคาร์ไบด์ (titanium carbide; $Ti_3C_2T_x$ ).....	13
2.4 โลหะออกไซด์.....	15
2.4.1 คุณสมบัติของโลหะออกไซด์.....	15
2.4.2 วิธีการสังเคราะห์โลหะออกไซด์เพื่อใช้ตัวเก็บประจุไฟฟ้า.....	17
2.4.3 โคบอลต์ออกไซด์ (Cobalt oxide; $Co_3O_4$ ).....	20
2.4.4 ซีเรียมออกไซด์ (Cerium oxide; $CeO_2$ ).....	21
2.5 แนวคิดในการพัฒนาตัวเก็บประจูงยิ่งยวด.....	22
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	28
3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	28
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	29
3.3 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง.....	30
3.4 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัย.....	32
3.4.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์แมกซีน และการปรับปรุงผิวแมกซีน.....	32
3.4.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	32
3.4.3 ขั้นตอนการผสมระหว่างแมกซีน และแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ และปรับปรุงผิวของขั้วไฟฟ้า.....	33
3.4.4 การสังเคราะห์และการขึ้นรูปโคบอลต์ออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า.....	33
3.4.5 การสังเคราะห์และการขึ้นรูปโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า.....	34
3.5 การตรวจสอบและทดสอบคุณสมบัติทางไฟฟ้า.....	35
3.5.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของสารตัวอย่าง.....	35
3.5.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารตัวอย่าง.....	36
3.5.3 วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยา และตรวจสอบปริมาณองค์ประกอบของธาตุ.....	36
3.5.4 การวิเคราะห์ความสามารถในการเก็บประจุ.....	37



บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง .....	39
4.1 ผลการเตรียมไทเทเนียมคาร์ไบด์ .....	39
4.1.1 ผลวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมคาร์ไบด์ .....	39
4.1.2 ผลวิเคราะห์การตรวจคุณลักษณะของไทเทเนียมคาร์ไบด์ .....	41
4.2 ผลการเตรียมแกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ .....	42
4.2.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ .....	42
4.2.2 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะโครงสร้างหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของแกรไฟินเจือไนโตรเจน และซัลเฟอร์ .....	42
4.3 ผลการเตรียมขั้วไฟฟ้าแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์บนนิกเกิลโพลีเมอร์ .....	45
4.3.1 ผลวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของแมกซีน/ แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์บนนิกเกิลโพลีเมอร์ .....	45
4.4 ผลการเตรียมโคบอลต์ออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ .....	47
4.4.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของ โคบอลต์ออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจน และซัลเฟอร์ .....	47
4.4.2 วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของโคบอลต์ออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจน/ แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ .....	51
4.5 ผลการเตรียมขั้วไฟฟ้าซีเรียมออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ .....	55
4.5.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของซีเรียม ออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ .....	55
4.5.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของซีเรียมออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรไฟินเจือ โพลีเมอร์ที่ปรับปรุงด้วยแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ .....	59
4.6 การเตรียมขั้วไฟฟ้าโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรไฟินเจือ ไนโตรเจนและซัลเฟอร์ .....	61
4.6.1 ผลวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาและวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของโคบอลต์-ซีเรียม ออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ .....	61

4.6.2 วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิว निकเกิลโฟม และบนผิว แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	66
4.7 วิเคราะห์สมบัติความเสถียรภาพทางไฟฟ้าของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิว निकเกิลโฟม และ บนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	71
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ.....	72
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	72
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	73
บรรณานุกรม.....	74
ประวัติผู้เขียน.....	81



## สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 แผนภาพแสดงการทำงานของชนิดและกลไกของตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	9
รูปที่ 2.2 โครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์ออกไซด์.....	11
รูปที่ 2.3 โครงสร้างทางเคมีที่เปลี่ยนแปลงไปหลังจากการ sonication.....	11
รูปที่ 2.4 กระบวนการรีฟลักซ์.....	12
รูปที่ 2.5 โครงสร้างของแกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	12
รูปที่ 2.6 กระบวนการสกัดอลูมิเนียมออกจากไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์.....	13
รูปที่ 2.7 ภาพ SEM ของ $Ti_3AlC_2$ ที่ถูกล้างด้วย HF 49 เปอร์เซ็นต์ ที่ 60 องศาเซลเซียสสำหรับ (a) ที่ 4 ชั่วโมง, (b) 8 ชั่วโมง, (c) 24 ชั่วโมง และกำลังขยายต่าง ๆ ของ (d), (e) และ (f).....	14
รูปที่ 2.8 กราฟ XRD ของ $Ti_3AlC_2$ , etched $Ti_3C_2T_x$ และ exfoliated $Ti_3C_2T_x$ .....	14
รูปที่ 2.9 เส้นทางการเกิดปฏิกิริยาสำหรับการผลิตโครงสร้างนาโนของโลหะออกไซด์ในวิธี sol-gel.....	18
รูปที่ 2.10 กระบวนการสังเคราะห์โลหะออกไซด์โดยกระบวนการฝังตัวทางเคมีไฟฟ้า.....	19
รูปที่ 2.11 กราฟ CV ของ $Co_3O_4$ ในช่วงศักย์ไฟฟ้า 0.2 ถึง 0.5 V ที่อัตราการสแกนที่แตกต่างกัน.....	20
รูปที่ 2.12 (a) กราฟ CV ของ rGO- $Co_3O_4$ กับ rGO ที่อัตราการสแกน 100 mV/s (b) กราฟ CV ของ rGO- $Co_3O_4$ ที่อัตราการสแกนต่าง ๆ (c) กราฟค่าการเก็บประจุจำเพาะของ rGO- $Co_3O_4$ กับ rGO.....	22
รูปที่ 2.13 (a) กราฟ CV ของ $CeO_2$ NWAs, $Co_3O_4$ NWAs และ $Co_3O_4/CeO_4$ NWAs ที่อัตราการสแกน 5 mV/s (b) กราฟ CV ของ $Co_3O_4/CeO_4$ NWAs ที่อัตราการสแกน 1, 5 และ 10 mV/s.....	23
รูปที่ 2.14 ภาพการขึ้นรูปขั้วไฟฟ้าโดยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า.....	24
รูปที่ 2.15 (a) ภาพ SEM ของนิกเกิลโฟม (b) ภาพ SEM ของ rGO บนนิกเกิลโฟม (c) ภาพ SEM กำลังขยายสูงของ rGO บนนิกเกิลโฟม.....	25
รูปที่ 2.16 (a) กราฟ CV ที่ 10 mV/s (b) กราฟ GCD ที่ 0.1 A/g (c) กราฟ CV ของ rGO/M-5 ที่ทุกอัตราความต่างศักย์ (d) กราฟ GCD ของ rGO/M-5 ที่ทุกอัตรากระแส (e) กราฟ Nyquist ที่ความถี่	

ตั้งแต่ 100 ถึง 0.1 kHz (f) ค่าการเก็บประจุของ rGO และ rGO/M ทุก ๆ อัตราส่วน (g) แผนภาพแสดงการไหลของ $H^+$ ระหว่างปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้า.....	27
<b>รูปที่ 3.1</b> แผนภาพการปรับปรุงขั้วไฟฟ้าบนผิววงิกเกิลโพร.....	30
<b>รูปที่ 3.2</b> แผนภาพการเตรียมขั้วไฟฟ้าโคบอลต์-ซีเรียบบนนิกเกิลโพร-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	31
<b>รูปที่ 3.3</b> เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ รุ่น D8 Advance.....	35
<b>รูปที่ 3.4</b> เครื่องวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางโครงสร้างเคมีของสารโดยใช้ความยาวคลื่นช่วงอินฟราเรด รุ่น Nicolet 6700.....	36
<b>รูปที่ 3.5</b> กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุ รุ่น JSM-6480LV และ INCAx-sight.....	37
<b>รูปที่ 3.6</b> เครื่องทดสอบสมบัติเคมีไฟฟ้า รุ่น PCSTAT-30.....	38
<b>รูปที่ 4.1</b> สัณฐานวิทยาระดับจุลภาคของ (a) ไทเทเนียมออกไซด์ (b) แมกซีน และ (c) แมกซีนที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยไดเมทิลซัลโฟไซด์.....	40
<b>รูปที่ 4.2</b> XRD ของไทเทเนียมออกไซด์ และแมกซีน.....	41
<b>รูปที่ 4.3</b> สัณฐานวิทยาระดับจุลภาคของแกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	42
<b>รูปที่ 4.4</b> สเปกตรัม FT-IR ของแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	43
<b>รูปที่ 4.5</b> XRD ของแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	44
<b>รูปที่ 4.6</b> สัณฐานวิทยาระดับจุลภาคของ (a), (b) นิกเกิลโพรกำลังขยาย 500, 10,000 เท่า, (c) และ (d) แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์บนนิกเกิลโพรกำลังขยาย 500, 10,000 เท่า.....	45
<b>รูปที่ 4.7</b> สเปกตรัม EDS ของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	46
<b>รูปที่ 4.8</b> สัณฐานวิทยาระดับจุลภาคของกำลังขยายต่าง ๆ (a), (b) และ (c) โคบอลต์ออกไซด์บนผิววงิกเกิลโพร และ (d), (f) และ (g) โคบอลต์ออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์.....	48
<b>รูปที่ 4.9</b> สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์ออกไซด์ลงบนพื้นผิววงิกเกิลโพร.....	49
<b>รูปที่ 4.10</b> สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์ออกไซด์ลงบนพื้นผิววงิกเกิลโพร-แมกซีน/แกรฟีนเจือ.....	50
<b>รูปที่ 4.11</b> กราฟ CV ของ (a) โคบอลต์ออกไซด์บนนิกเกิลโพรที่เวลาต่าง ๆ, (b), (c) และ (d) คือ scan rates ต่าง ๆ ที่โคบอลต์ออกไซด์บนนิกเกิลโพรเวลา 1, 3 และ 5 นาที ตามลำดับ.....	51

รูปที่ 4.12 กราฟ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของ (a) โคบอลต์ออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์ที่เวลาต่าง ๆ, (b), (c) และ (d) คือ ความหนาแน่นของกระแสต่าง ๆ ที่โคบอลต์ออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์เวลา 1, 3 และ 5 นาที ตามลำดับ.....	52
รูปที่ 4.13 กราฟ CV และ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของโคบอลต์ออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ (MxG-Co) ที่เวลา 3 นาที โดย (a) คือ CV scan rates ต่าง ๆ และ (b) คือ GCD ที่ความหนาแน่นของกระแสต่าง ๆ.....	53
รูปที่ 4.14 กราฟค่าการเก็บประจุจำเพาะของขั้วไฟฟ้าของโคบอลต์ออกไซด์ต่าง ๆ.....	54
รูปที่ 4.15 สัณฐานวิทยาในระดับจุลภาคของกำลังขยายต่าง ๆ (a), (b) และ (c) ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์ และ (d), (f) และ (g) ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์.....	56
รูปที่ 4.16 สเปกตรัม EDS ของ Ce.....	57
รูปที่ 4.17 สเปกตรัม EDS ของ MxG-Ce.....	58
รูปที่ 4.18 กราฟ CV ของ (a) เปรียบเทียบ Ce และ MxG-Ce, (b) และ (c) อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 ถึง 100 mV/s ของ Ce และ MxG-Ce ตามลำดับ.....	59
รูปที่ 4.19 กราฟ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของ (a) เปรียบเทียบ Ce และ MxG-Ce, (b) และ (c) กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 ถึง 10 A/g ของ Ce และ MxG-Ce ตามลำดับ และ (d) ความจุจำเพาะ.....	60
รูปที่ 4.20 สัณฐานวิทยาในระดับจุลภาคที่อัตราส่วนต่าง ๆ ระหว่างโคบอลต์กับซีเรียมออกไซด์ (a) Co95, (b) MxG-Co95, (c) Co90, (d) MxG-Co90, (f) Co85 และ (g) MxG-Co85.....	62
รูปที่ 4.21 สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ลงบนพื้นนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ 95 ต่อ 5.....	63
รูปที่ 4.22 สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ลงบนพื้นนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ 90 ต่อ 10.....	64
รูปที่ 4.23 สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ลงบนพื้นนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ 85 ต่อ 15.....	65
รูปที่ 4.24 กราฟ CV ของ (a) คือภาพสัณฐานต่าง ๆ ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์ และ (b), (c) และ (d) คือ scan rates ต่าง ๆ ที่สัณฐานของ Co85, Co90 และ Co95 ตามลำดับ.....	66

- รูปที่ 4.25** กราฟ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของ (a) คือภาพสัณฐานต่าง ๆ ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์, (b), (c) และ (d) คือ ความหนาแน่นของกระแสต่าง ๆ ที่โคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์เท่ากับ 85/15, 90/10 และ 95/5 ตามลำดับ.....67
- รูปที่ 4.26** กราฟ CV ของ (a) คือภาพสัณฐานต่าง ๆ ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์แมกนีเซียม/แกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์, (b), (c) และ (d) คือ scan rates ต่าง ๆ ที่สัณฐานของ MxG-Co95, MxG-Co90 และ MxG-Co85 ตามลำดับ.....68
- รูปที่ 4.27** กราฟ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของ (a) คือภาพสัณฐานต่าง ๆ ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกนีเซียม/แกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ และ (b), (c) และ (d) คือ ความหนาแน่นของกระแสต่าง ๆ ที่คือภาพสัณฐานต่าง ๆ ของ MxG-Co95, MxG-Co90 และ MxG-Co85 ตามลำดับ.....69
- รูปที่ 4.28** กราฟค่าการเก็บประจุจำเพาะของขั้วไฟฟ้าของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ต่าง ๆ.....70
- รูปที่ 4.29** ความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าที่อัตราเร็วศักย์ไฟฟ้าคงที่ 100 mV/s.....71

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติของแกรไฟต์.....	10
ตารางที่ 3.1 ปริมาณน้ำหนักของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ และสัดส่วนเวลาการ สังเคราะห์โคบอลต์ออกไซด์.....	33
ตารางที่ 3.2 ปริมาณน้ำหนักของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ และสัดส่วนร้อยละโดย ปริมาตรของการสังเคราะห์โลหะผสมโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์.....	34



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 มลเหตุจูงใจ และที่มาของโครงการวิจัย

ในปัจจุบันเทคโนโลยีพลังงานมีการเปลี่ยนแปลงรูปแบบของการใช้พลังงานเชื้อเพลิงมาเป็นพลังงานไฟฟ้ามากขึ้น ทำให้เกิดการพัฒนาเทคโนโลยีการกักเก็บพลังงานไฟฟ้าของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้า เช่น แบตเตอรี่ ถึงแม้ว่าแบตเตอรี่มีความสามารถเก็บประจุไฟฟ้าสูง แต่มีข้อจำกัดบางประการ คือ ความสามารถในการให้กำลังไฟฟ้า และอัตราเร็วในการประจุและคายพลังงานไฟฟ้าต่ำ ทำให้ไม่สามารถประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ที่ต้องการกำลังไฟฟ้าสูง หรือต้องการตอบสนองการใช้กำลังไฟฟ้าอย่างรวดเร็ว โดยการพัฒนาวัดตัวกักเก็บพลังงานไฟฟ้าประสิทธิภาพสูงได้รับความสนใจอย่างมาก การพัฒนาเทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์ขั้นสูง นำไปสู่การใช้พลังงานไฟฟ้าอย่างเต็มรูปแบบในอนาคต เช่น รถยนต์ไฟฟ้า รถไฟฟ้า และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดพกพา ซึ่งมีความต้องการความหนาแน่นของกำลังไฟฟ้าสูง เป็นต้น

ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (supercapacitors) เป็นหนึ่งในอุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่สามารถให้อัตราเร็วในการประจุและคายพลังงานไฟฟ้าสูง และมีประสิทธิภาพต่ออายุการใช้งานนาน โดยพื้นฐานของการพัฒนาประสิทธิภาพวัสดุตัวเก็บประจุยิ่งยวดขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวในการเก็บประจุ และความสามารถในการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของวัสดุโลหะออกไซด์ เช่น โคบอลต์ และซีเรียม เป็นต้น โดยเป็นวัสดุกักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่ถูกนำมาพัฒนาประสิทธิภาพอย่างต่อเนื่อง แนวทางการใช้วัสดุโลหะออกไซด์ที่แตกต่างกัน สามารถทำให้เกิดระดับปฏิกิริยารีดอกซ์ที่หลากหลาย เนื่องมาจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชันของสารประกอบที่เกิดขึ้นโดยโคบอลต์ออกไซด์ ซีเรียมออกไซด์ และโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนพื้นผิวนิกเกิลโพลัมที่ถูกปรับปรุงด้วยแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจน และซัลเฟอร์ นอกจากนี้การปรับปรุงวัสดุขั้วไฟฟ้าเพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดติดจากพื้นที่ผิวสูง โดยการใช่วัดตัวกักเก็บพลังงานนั้นเป็นสิ่งที่น่าสนใจ แมกซีนนั้นเป็นวัสดุกักเก็บพลังงานแบบสองมิติที่มีพื้นที่ผิวที่สูง ซึ่งเพิ่มความสามารถในการกักเก็บพลังงาน

จากคุณสมบัติข้างต้นของตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่ได้กล่าวไปนั้น ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีแนวทางในงานวิจัยนี้เป็นการพัฒนาวัดตัวโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนพื้นผิวนิกเกิลโพลัม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ เพื่อใช้เป็นขั้วไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่มีประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าที่สูงยิ่งขึ้น



## 1.2 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาผลของภาวะและสัดส่วนในการสังเคราะห์โคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ต่อคุณลักษณะทางเคมีไฟฟ้า
2. ศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่เตรียมได้

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ศึกษาระยะเวลาในการสังเคราะห์ และขึ้นรูปขั้วไฟฟ้าโคบอลต์ออกไซด์ที่เหมาะสมในการให้ค่าเก็บประจุจำเพาะด้วยกระบวนการฝังตัวทางเคมีไฟฟ้าที่ระยะเวลา 1, 3 และ 5 นาที
2. ศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการให้ค่าเก็บประจุจำเพาะระหว่างโคบอลต์ และซีเรียมออกไซด์ ที่อัตราส่วน 100/0, 95/5, 90/10, 85/15 และ 0/100
3. เปรียบเทียบผลของการปรับปรุงขั้วไฟฟ้านิกเกิลโพลิมด้วยแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ที่มีผลต่อค่าเก็บประจุจำเพาะของขั้วไฟฟ้าโคบอลต์ออกไซด์, ซีเรียมออกไซด์ และโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์
4. ประเมินค่าเก็บประจุจำเพาะของขั้วไฟฟ้าที่สังเคราะห์ได้ ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี และกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ

## บทที่ 2

### วารสารปริทัศน์

#### 2.1 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด

##### 2.1.1 ลักษณะทั่วไปของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (supercapacitors) เป็นหนึ่งในเทคโนโลยีอุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่สามารถให้ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าและความเร็วในการอัดและคายประจุสูง สามารถคงประสิทธิภาพเมื่อผ่านการใช้งานเป็นระยะเวลาอันยาวนาน [1-3]

##### 2.1.2 ประเภทและกลไกการกักเก็บพลังงานของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

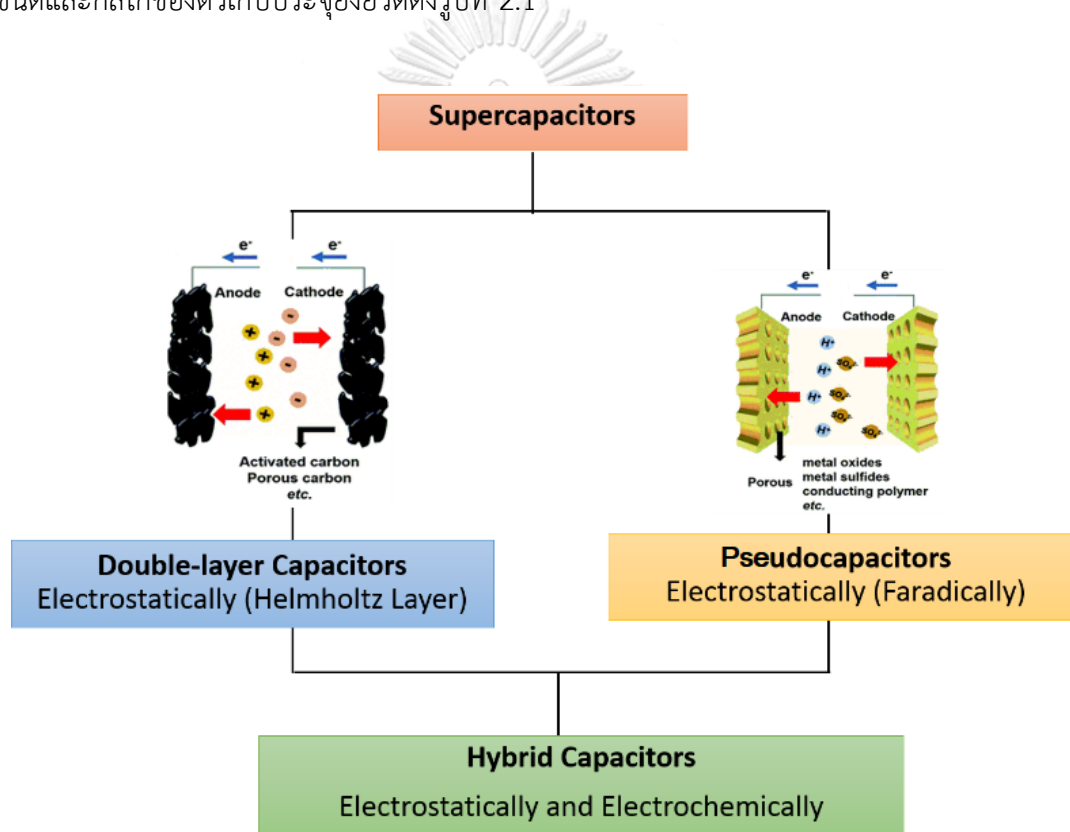
โดยทั่วไปแล้วตัวเก็บประจุยิ่งยวดสามารถแบ่งเป็นประเภทตามกลไกการเก็บกักพลังงานออกเป็น 2 ประเภทดังนี้

1. ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบสองชั้น (electrochemical double layer capacitor; EDLC) การเก็บประจุจะถูกเก็บโดยอาศัยการเคลื่อนที่ของไอออนในสารละลายอิเล็กโทรไลต์สู่ขั้วไฟฟ้าที่เกิดจากการให้ศักย์ไฟฟ้าที่แตกต่างกัน (บวกและลบ) และอาศัยการดูดซับทางกายภาพบนพื้นที่ผิวโครงสร้างสามมิติของวัสดุขั้วไฟฟ้า โดยจะทำการเก็บประจุไฟฟ้าเคมีสองชั้น โดยชั้นในจะเรียกว่า อินเนอร์เฮล์มโฮลทซ์ (inner helmholtz) และชั้นนอกเรียกว่าเอาเตอร์เฮล์มโฮลทซ์ (outer helmholtz) ซึ่งภายในชั้นอินเนอร์เฮล์มโฮลทซ์จะประกอบด้วยประจุบวกของสารอิเล็กโทรไลต์ที่ถูกล้อมรอบด้วยตัวทำละลาย เกิดบนผิวของขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบสองชั้นของประจุ ซึ่งในปัจจุบันได้มีการพัฒนาวัสดุที่มีคาร์บอนพื้นฐานเป็นองค์ประกอบให้มีความเป็นรูพรุนและพื้นที่ผิวสูง เช่น มัลติวอลล์คาร์บอนนาโนทิวป์ (multi-walled carbon nanotube) คาร์บอนนาโนทิวป์ (carbon nanotube) และแกรฟีน (graphene) เป็นต้น ซึ่งสามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการกักเก็บประจุพลังงาน ได้ดีกว่าวัสดุคาร์บอนทั่วไปหลายเท่า [1, 2]

2. ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาปาซิเตอร์ (pseudocapacitors) มีการเก็บประจุบนพื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าเช่นเดียวกับตัวเก็บประจุไฟฟ้าสองชั้น และยังมีการถ่ายเทอิเล็กตรอนจากปฏิกิริยาเคมีหรือปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox reaction) เกิดขึ้นภายในวัสดุที่ถูกใช้เป็นขั้วไฟฟ้า ส่งผลให้ซูโดคาปาซิเตอร์สามารถเก็บประจุไฟฟ้าได้สูงกว่าตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบสองชั้น [3, 4] วัสดุที่ถูกนำมาใช้ในประเภทนี้สามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภท ประเภทที่ 1 คือ โลหะออกไซด์ (metal oxide) เช่น โคบอลต์ออกไซด์ (cobalt oxide) และซีเรียมออกไซด์ (cerium oxide) เป็นต้น และประเภทที่ 2 คือ พอลิเมอร์นำไฟฟ้า (conductive polymer) เช่น พอลิไพร์โรล (polypyrrole) และพอลิเอทิลีนไดออกซีไทโอฟีน (poly(3,4-ethylenedioxythiophene)) เป็นต้น

### 2.1.3 การศึกษาและการพัฒนาเกี่ยวกับตัวเก็บประจุยิ่งยวด

นอกจากนี้เพื่อเป็นการพัฒนาความสามารถในการกักเก็บพลังงานไฟฟ้าของตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยรวมกลไกทั้งสองดังกล่าวข้างต้น เรียกว่า ไฮบริดคาปาซิเตอร์ (hybrid capacitors) หรือ ไฮบริดซูเปอร์คาปาซิเตอร์ (hybrid supercapacitors; HSCs) ที่สามารถรวมข้อดีของแบตเตอรี่และตัวเก็บประจุยิ่งยวด ได้รับการตรวจสอบอย่างกว้างขวางเมื่อเร็ว ๆ นี้เพื่อตอบสนองความต้องการที่เพิ่มขึ้นของความต้องการกำลังงานและความหนาแน่นพลังงานสูง สำหรับอุปกรณ์เก็บพลังงานไฟฟ้าเคมีรวมถึงยานพาหนะไฟฟ้า (electric vehicles; EVs) และรถยนต์ไฟฟ้าไฮบริด (hybrid electric vehicles; HEVs) สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการกักเก็บพลังงานไฟฟ้าได้หลายเท่าตัว [5, 6] ชนิดและกลไกของตัวเก็บประจุยิ่งยวดดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แผนภาพแสดงการทำงานของชนิดและกลไกของตัวเก็บประจุยิ่งยวด [6]

## 2.2 แกรไฟต์และอนุพันธ์ของแกรไฟต์

### 2.2.1 แกรไฟต์ (graphite)

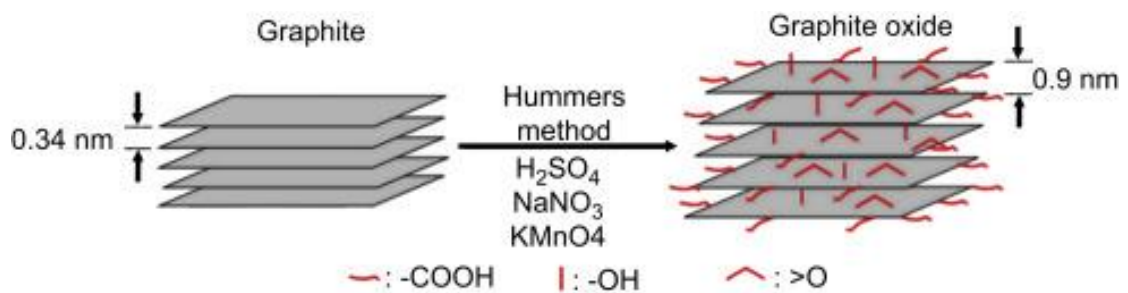
แกรไฟต์เป็นแร่ธรรมชาติที่มีอะตอมธาตุเป็นคาร์บอน สัญลักษณ์ C มีสีดำเหมือนเหล็กกล้าเทา มีรายละเอียดคุณสมบัติดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติของแกรไฟต์ [7]

	Vein (lump) graphite	Flake graphite	Amorphous graphite
ลักษณะ	ส่วนใหญ่มีคาร์บอนมีมากกว่า 98 เปอร์เซ็นต์ เป็นแบบที่หายากและมีค่ามากที่สุดในราคาต่อตัน	มีปริมาณคาร์บอนตั้งแต่ 80 ถึง 95 เปอร์เซ็นต์ มีความเป็นผลึก สันฐานวิทยาที่ไม่สม่ำเสมอ	โดยทั่วไปจะมีสิ่งเจือปน และมีปริมาณคาร์บอนโดยทั่วไปจะน้อยกว่า 85%
ข้อดี	มีความสำคัญในเศรษฐกิจแห่งของธาตุคาร์บอน	ราคาต่ำ, เป็นผลึก และมีรูพรุน	ราคาต่ำสุด
ข้อเสีย	หายากและราคาสูง	คุณภาพไม่คงที่	ผลึกอ่อนแอ
โลหะการ (Metallurgical)	ใช้เป็นวัสดุทนไฟ, เบ้าหลอมโลหะ, แม่พิมพ์ และการหล่อ	ใช้เป็นวัสดุทนไฟ, เบ้าหลอมโลหะ, แม่พิมพ์ การหล่อ และ Lithium-ion battery	ใช้เป็นวัสดุทนไฟ, เบ้าหลอมโลหะ, แม่พิมพ์ และการหล่อ
ผลิตภัณฑ์อื่น ๆ	ไส้ดินสอด, สารหล่อลื่น และสี	ไส้ดินสอด, สารหล่อลื่น และสี	ไส้ดินสอด, สารหล่อลื่น และสี
ความหนาแน่น, g/cm <sup>3</sup>	2.29	2.26	2.31
d-spacing (0 0 2), nm	0.031	0.029	0.091
ลักษณะ สันฐานวิทยา	แผ่น	เกร็ด	เม็ด

### 2.2.2 แกรไฟต์ออกไซด์ (graphite oxide)

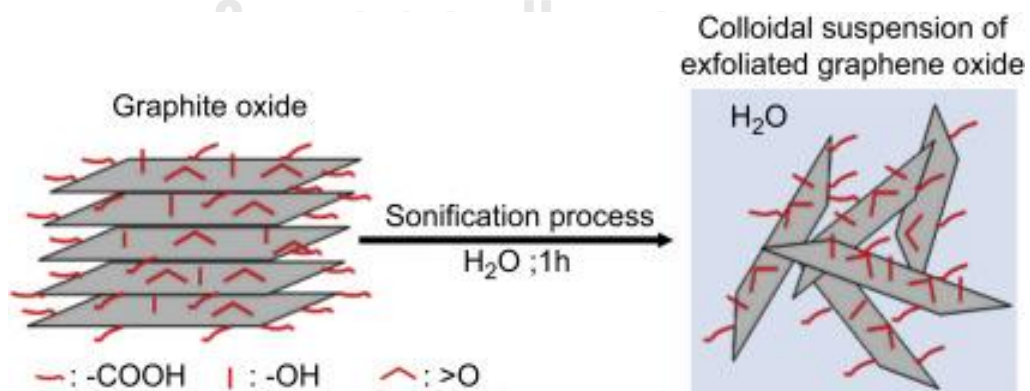
เป็นวัสดุคาร์บอนโครงสร้างรูปแบบผลึก 6 หน้า ที่จัดเรียงตัวแบบเฮลฟาหรือเบต้า การปรับปรุงทางเคมีของแกรไฟต์นั้นต้องใช้สารที่เป็นตัวออกซิไดซ์ที่แข็งแรง เช่น  $\text{KMnO}_4$  ละลายในตัวกลางที่เป็นกรด ด้วยกระบวนการแฮมเมอร์ (Hummers' method) [8] เกิดเป็นแกรไฟต์ออกไซด์ โดยมีองค์ประกอบหลากหลายหมู่ฟังก์ชัน เช่น ออกไซด์ คาร์บอกซิลิก คาร์บอนิล และไฮดรอกซิล เป็นต้น จะเข้าไปแทนที่พันธะของไฮดรเจนบนโครงสร้างของแกรไฟต์ ส่งผลให้แรงแวนเดอร์วาลส์ระหว่างชั้นของแกรไฟต์ลดลงเกิดการขยายระยะห่างของชั้น [9, 10]



รูปที่ 2.2 โครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์ออกไซด์ [11]

### 2.2.3 แกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide; GO)

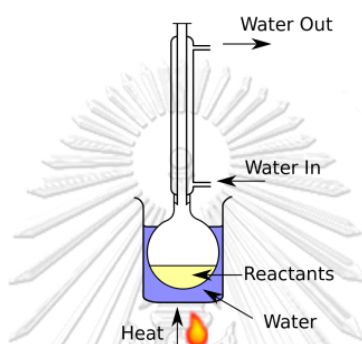
แกรฟีนออกไซด์เกิดจากการใช้คลื่นความถี่สูง (sonication) กระตุ้นให้แกรไฟต์ออกไซด์เกิดการแยกชั้นออกจากกัน ซึ่งโครงสร้างทางเคมีที่เปลี่ยนแปลงไป แกรฟีนออกไซด์มีหมู่ฟังก์ชันเหมือนกับแกรไฟต์ออกไซด์ เช่น ออกไซด์ คาร์บอกซิลิก คาร์บอนิล และไฮดรอกซิล เป็นต้น มีสมบัติเข้ากับน้ำได้ดี แต่มีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้ต่ำ



รูปที่ 2.3 โครงสร้างทางเคมีที่เปลี่ยนแปลงไปหลังจากการ sonication [11]

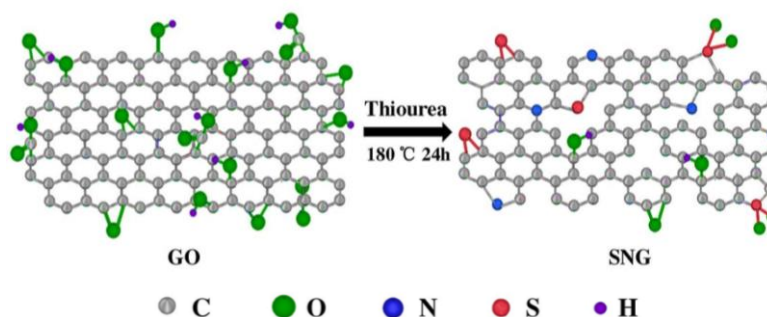
### 2.2.4 แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ (N, S co-doped graphene)

การเตรียมแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์นั้นสามารถกระทำได้หลายวิธี เช่น กระบวนการเผา และกระบวนการทางเคมี หนึ่งในวิธีที่นิยมนั้นเกิดจากการเตรียมแกรฟีนออกไซด์ผ่านปฏิกิริยารีฟลักซ์ (reflux reaction) เกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนปฏิกิริยาทางเคมีตามระยะเวลาที่กำหนดในขณะที่การระบายความร้อนของไอน้ำ จากไอรระเหยควบแน่นกลับมาเป็นของเหลวโดยใช้ตัวทำให้ควบแน่น เปิดไอรระเหยในปฏิกิริยาเกิดการควบแน่นอย่างต่อเนื่อง และกลับไปกั้นขวดเป็นสารควบแน่น [12] ดังภาพกระบวนการรีฟลักซ์รูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 กระบวนการรีฟลักซ์ [12]

การรีฟลักซ์ด้วยสารที่ประกอบด้วยองค์ประกอบธาตุไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา เช่น ไทโอยูเรีย (Thiourea) อนุพันธ์ของไทโอยูเรียถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอินทรีย์เพื่อเร่งการเปลี่ยนแปลงทางเคมีที่หลากหลาย [13, 14] มีการตรวจสอบทางกลไกจำนวนมากทำให้รวบรวมการวิเคราะห์ได้ชัดเจนว่าไทโอยูเรียสามารถแลกเปลี่ยนพันธะ S และ N แทนที่ผ่านพันธะ O, O-H และ H ได้ [13, 14] แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์มีองค์ประกอบธาตุไนโตรเจนและซัลเฟอร์ในโครงสร้างแกรฟีนออกไซด์ดังรูปที่ 2.5 โดยการเข้าไปแทนที่ของธาตุออกซิเจนจากการรีดิวซ์ออกซิเจน [15]



รูปที่ 2.5 โครงสร้างของแกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

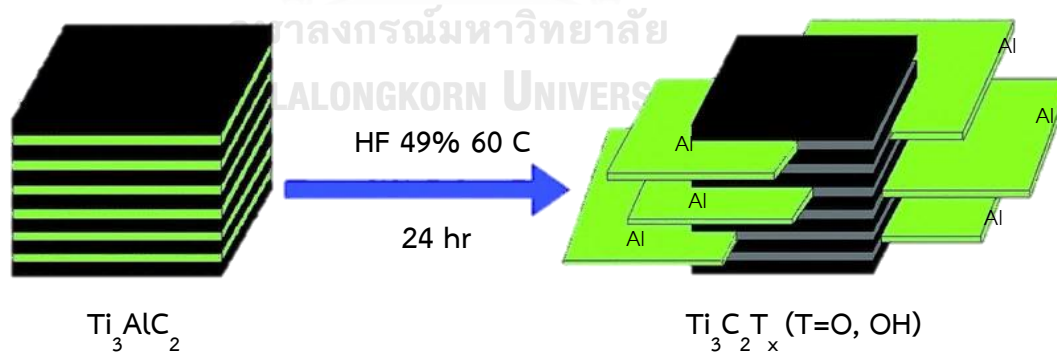
## 2.3 ไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์และอนุพันธ์ของไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์

### 2.3.1 ไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์ (titanium aluminum carbide; $Ti_3AlC_2$ )

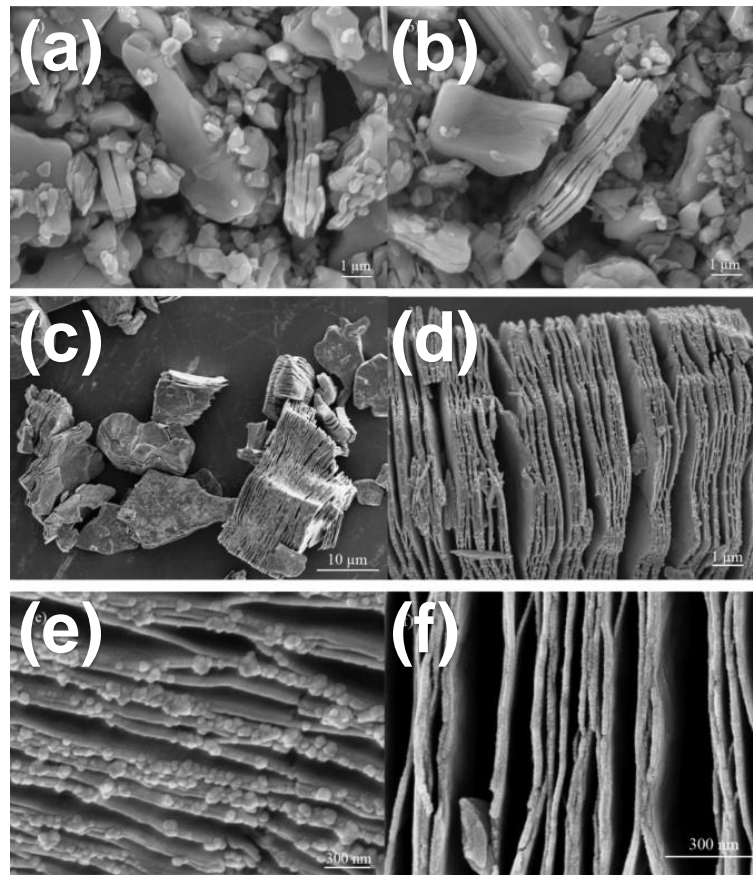
$Ti_3AlC_2$  ขนาดไมโครเมตรจากสารตั้งต้น (precursor) ของ  $TiO_2/Al_2O_3/C$  โดยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้าแบบง่ายใน  $CaCl_2$  [16] และสามารถสังเคราะห์  $Ti_3AlC_2$  โดยวิธีกระตุ้นเชิงกลโดยผ่านกระบวนการให้ความร้อนสูง (mechanically-activated self-propagating high-temperature synthesis; MASHS) ซึ่งสามารถลดการใช้พลังงานและเพิ่มความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ [17] นอกจากนี้สามารถใช้เทคนิคการเผาที่ความดันต่ำ (pressure-less calcining; PC) ในการผลิต  $Ti_3AlC_2$  ที่มีต้นทุนต่ำ และมีความบริสุทธิ์สูง [18]

### 2.3.2 ไทเทเนียมคาร์ไบด์ (titanium carbide; $Ti_3C_2T_x$ )

การค้นพบโลหะคาร์ไบด์แบบใหม่ที่มีโลหะทรานซิชัน ลักษณะสัณฐานวิทยาแบบสองมิติ คือ แมกซีน (MXene) หรือไทเทเนียมคาร์ไบด์ (titanium carbide;  $Ti_3C_2T_x$ ) มีโครงสร้างแบบระนาบสองมิติ เกิดจากไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์ (titanium alumina carbide;  $Ti_3AlC_2$ ) โดยโครงสร้างระนาบสองมิติเกิดจากการสกัดชั้น (etching) ของอลูมิเนียม ผ่านการแช่ไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์ในกรดไฮโดรฟลูออริก (hydrofluoric acid; HF) เกิดเป็นแมกซีนหรือไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่มีลักษณะสัณฐานวิทยาแยกออกเป็นแผ่นระนาบอย่างชัดเจนดังรูปที่ 2.6 ส่งผลให้มีพื้นผิวสูงชันดังรูปที่ 2.7 ทำให้แมกซีนมีคุณสมบัติการนำไฟฟ้าและปฏิกิริยารีดอกซ์สูง โดยแมกซีนมีลักษณะการเก็บไฟฟ้าแบบซูโดคาปาซิเตอร์ด้วยการเกิดออกซิเดชันของไทเทเนียม ซึ่งสามารถให้ค่าการเก็บประจุสูงชัน จึงนิยมนำมาใช้ในวัสดุกักเก็บพลังงานไฟฟ้าชนิดใหม่ [19]

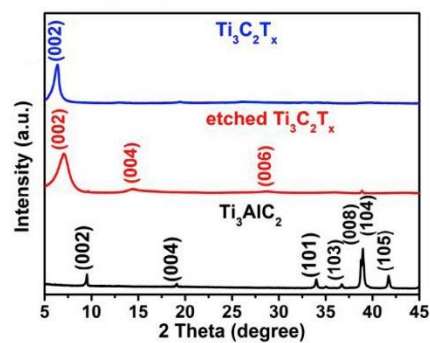


รูปที่ 2.6 กระบวนการสกัดอลูมิเนียมออกจากไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์



รูปที่ 2.7 ภาพ SEM ของ  $Ti_3AlC_2$  ที่ถูกล้างด้วย HF 49 เปอร์เซ็นต์ ที่ 60 องศาเซลเซียสสำหรับ (a) ที่ 4 ชั่วโมง, (b) 8 ชั่วโมง, (c) 24 ชั่วโมง และกำลังขยายต่าง ๆ ของ (d), (e) และ (f) [19]

ตามรายงานในวรรณกรรม [20, 21] จากรูปที่ 2.8 [22] โครงสร้างถูกตรวจสอบด้วยการวิเคราะห์ผล XRD การกำจัดชั้น Al นำไปสู่การเปลี่ยนแปลงของ (002) สูงสุดจากมุม 9.5 องศา ของ  $Ti_3AlC_2$  (กราฟเส้นสีดำ) เป็นมุม 7.0 องศา ของ  $Ti_3C_2T_x$  ที่สกัด Al แล้ว (กราฟเส้นสีแดง) และสำหรับแผ่น  $Ti_3C_2T_x$  ที่ทำการ exfoliated 6.4% (กราฟเส้นสีน้ำเงิน)



รูปที่ 2.8 กราฟ XRD ของ  $Ti_3AlC_2$ , etched  $Ti_3C_2T_x$  และ exfoliated  $Ti_3C_2T_x$  [22]



## 2.4 โลหะออกไซด์

### 2.4.1 คุณลักษณะของโลหะออกไซด์

โลหะออกไซด์เป็นผลึกแข็งที่มีไอออนบวกและไอออนลบ มักจะทำปฏิกิริยากับน้ำในรูปแบบเบสหรือกรดที่อยู่ในรูปแบบเกลือของโลหะหมู่ 1 (alkali metals) และโลหะหมู่ 2 (alkaline earth metals) มีความแตกต่างกัน 3 ประเภทของสารประกอบ binary oxygen [23]

1. ออกไซด์ที่มีไอออน ( $O^{2-}$ )
2. เพอร์ออกไซด์ที่มีไอออน ( $O_2^{2-}$ )
3. ซูเปอร์ออกไซด์ที่มีไอออน ( $O_2^-$ ) ซึ่งมีพันธะโควาเลนต์ของ ออกซิเจน-ออกซิเจน แต่มีประจุลบน้อยกว่าไอออนของเพอร์ออกไซด์

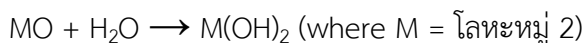
โลหะหมู่ 1 มีสถานะออกซิเดชัน +1 ก่อให้เกิดออกไซด์ ( $M_2O$ ), เพอร์ออกไซด์ ( $M_2O_2$ ) และซูเปอร์ออกไซด์ ( $MO_2$ ) โดยที่ M คือ อะตอมโลหะ และโลหะหมู่ 2 มีสถานะออกซิเดชัน +2 จะเกิดขึ้นเฉพาะออกไซด์ ( $MO$ ) และเพอร์ออกไซด์ ( $MO_2$ ) พบว่าโลหะออกไซด์หมู่ 1 ทั้งหมดสามารถเตรียมได้จากการให้ความร้อนกับโลหะเกลือไนเตรตที่เป็นองค์ประกอบตั้งสมการ



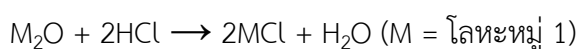
การเตรียมโลหะออกไซด์หมู่ 2 โดยทั่วไปสังเคราะห์จากการให้ความร้อนกับโลหะเกลือคาร์บอเนต



โลหะออกไซด์ทั้ง 2 หมู่ เป็นสารไอออนิกและสามารถทำปฏิกิริยากับน้ำ เพื่อสังเคราะห์สารละลายพื้นฐานของโลหะไฮดรอกไซด์ (metal hydroxide)

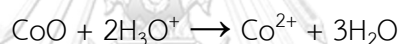


ดังนั้นสารประกอบเหล่านี้มักจะเรียกว่าออกไซด์พื้นฐาน (basic oxides) การสอดคล้องกับพฤติกรรมพื้นฐานของสารประกอบโลหะออกไซด์ จากการทำปฏิกิริยากับกรดในปฏิกิริยากรด-เบสทั่วไป เพื่อการผลิตเกลือโลหะและน้ำ ตัวอย่างเช่น

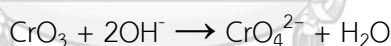


ปฏิกิริยานี้มักเรียกว่าปฏิกิริยาการทำให้เป็นกลาง โดยมีออกไซด์ที่มีนิยมนำมาใช้กันเป็นจำนวนมาก คือ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) มีความสามารถเป็นตัวนำความร้อนที่ดีและฉนวนไฟฟ้า และแคลเซียมออกไซด์ (CaO) หรือที่เรียกว่าปูนขาว ใช้กันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมเหล็กกล้า และในอุตสาหกรรมการทำให้ น้ำบริสุทธิ์

ความเป็นกรดสามารถเพิ่มขึ้นตามจำนวนออกซิเดชันที่เพิ่มขึ้นขององค์ประกอบของธาตุ ยกตัวอย่าง เช่น จากแมงกานีส (MnO) ซึ่งแมงกานีสมีสถานะออกซิเดชันของ +2 เป็นกรดน้อยที่สุด และ  $Mn_2O_7$  ซึ่งมี  $Mn^{7+}$  เป็นกรดมากที่สุด ออกไซด์ของโลหะทรานซิชันที่มีหมายเลขออกซิเดชัน ตั้งแต่ +1, +2 และ +3 เป็นสารประกอบพันธะไอออนิกที่ประกอบด้วยไอออนของโลหะและไอออนของออกไซด์ ออกไซด์ของโลหะทรานซิชันที่มีหมายเลขออกซิเดชัน +4, +5, +6 และ +7 ทำหน้าที่เป็นสารประกอบโคเวเลนต์ที่มีพันธะโคเวเลนต์ของโลหะ-ออกซิเจน ตามกฎทั่วไปไอออนของโลหะทรานซิชันออกไซด์เป็นเบสทำปฏิกิริยากับสารละลายกรดเพื่อสร้างสารละลายเกลือและน้ำ ตัวอย่างเช่น



ออกไซด์ที่มีหมายเลขออกซิเดชัน +5, +6 และ +7 นั้นมีสภาพเป็นกรดทำปฏิกิริยากับสารละลายไฮดรอกไซด์เพื่อสร้างเกลือและน้ำ ตัวอย่างเช่น



ออกไซด์ที่มีหมายเลขออกซิเดชัน +4 โดยทั่วไปเป็นแอมโฟเทอริก (amphoteric; จากกรีก amphoteros แปลว่า "ทั้งสอง") ซึ่งหมายความว่าสารเหล่านี้สามารถทำงานได้ไม่ว่าจะเป็นกรดหรือเบส แอมโฟเทอริกออกไซด์ไม่เพียงแต่ละลายในสารละลายที่เป็นกรด แต่ยังคงอยู่ในสารละลายเบสด้วย ยกตัวอย่าง เช่น วาเนเดียมออกไซด์ ( $VO_2$ ) เป็น แอมโฟเทอริกออกไซด์ละลายในกรดเพื่อให้เป็นสีน้ำเงินของ vanadyl ion  $[VO]^{2+}$  และในเบสที่ให้ผลผลิตไอออนสีเหลืองน้ำตาล hypovanadate ion  $[V_4O_{10}]^{2-}$  โลหะออกไซด์ที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวดสำหรับผลการสำรวจการศึกษามาก ใช้เป็นโลหะทรานซิชัน เนื่องจากมีเลขออกซิเดชันในการถ่ายโอนประจุมากซึ่งจะทำให้เกิดการเก็บประจุแบบหลายชั้นร่วมกันโดยมีการเก็บประจุไฟฟ้าแบบ EDLC และแบบซูโดคาปาซิเตอร์ ด้วยกำลังไฟฟ้าสูงแต่ความหนาแน่นกระแสต่ำ

#### 2.4.2 วิธีการสังเคราะห์โลหะออกไซด์เพื่อใช้ตัวเก็บประจุไฟฟ้า

กระบวนการสังเคราะห์โลหะออกไซด์เพื่อขึ้นรูปเป็นขั้วไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวดมีวิธีการที่นิยมหลักอยู่ 3 รูปแบบ คือ ไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal), โซล-เจล (sol-gel) และกระบวนการฝังตัวทางเคมีไฟฟ้า (electrodeposition)

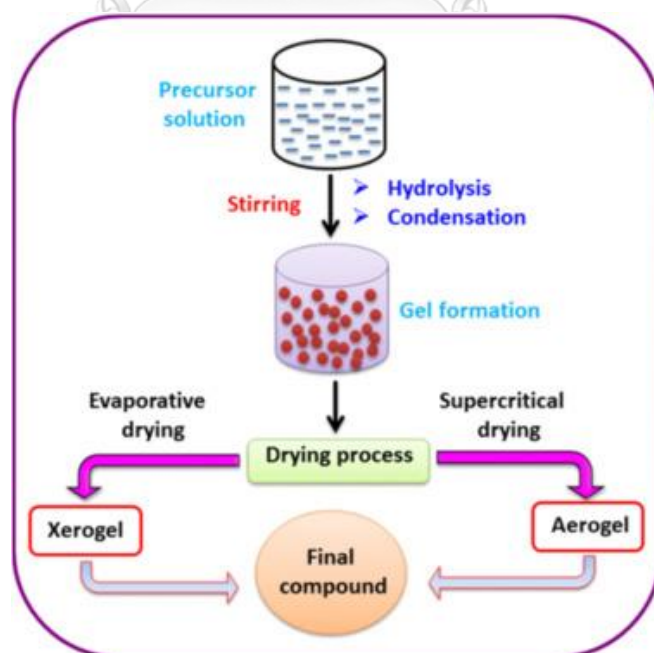
1. ไฮโดรเทอร์มัลหรือสามารถเรียกได้ว่าโซลโวเทอร์มัล (solvothermal) เป็นหนึ่งในกระบวนการสังเคราะห์ที่ใช้กันทั่วไป และมีประสิทธิภาพในการสังเคราะห์วัสดุนาโนด้วยสัญญาณวิทยาที่หลากหลาย ในวิธีนี้สารตั้งต้นจะถูกวางในหม้อความดัน (autoclave) ที่เต็มไปด้วยน้ำหรือสารประกอบอินทรีย์เพื่อทำปฏิกิริยาภายใต้อุณหภูมิและความดันสูง หากใช้สารละลาย nonaqueous เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาจะเรียกว่าโซลโวเทอร์มัล ในกรณีที่มีการเตรียมสารที่มีน้ำก็จะเรียกว่าไฮโดรเทอร์มัล [24, 25] โดย autoclaves ชนิดต่าง ๆ และหน้าที่จะมีความแตกต่างกันออกไป [26, 27] โดยทั่วไปแล้ว teflon-lined autoclaves มีความสามารถในการทำงานที่อุณหภูมิและความดันสูง นอกจากนั้นยังคงอยู่ในสภาพเป็นเบสและมีความต้านทานสูงต่อกรดไฮโดรฟลูออริก เมื่อเทียบกับแก้วและควอตซ์ (quartz) ดังนั้น teflon-lined autoclave จึงถูกเลือกให้เป็นภาชนะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาภายใต้สภาวะที่ต้องการได้ การควบคุมในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เป็นปัจจัยสำคัญที่ช่วยให้การสังเคราะห์วัสดุอินทรีย์ที่มีโครงสร้างนาโนต่าง ๆ [28] คุณสมบัติ, สัญญาณวิทยา, ขนาด และโครงสร้างของวัสดุนาโนสามารถปรับแต่งได้อย่างง่ายดายโดยการเปลี่ยนแปลงพารามิเตอร์การเกิดปฏิกิริยาที่แตกต่างกันเช่นเวลาปฏิกิริยา, อุณหภูมิ, สื่อกลางปฏิกิริยา, ความดัน, pH และความเข้มข้นของสารตั้งต้น วิธีนี้เหมาะสำหรับการเตรียมวัสดุนาโนที่มีรูปร่างหลากหลายเมื่อเทียบกับวิธีการอื่น [29]

2. โซล-เจลเป็นหนึ่งในวิธีการสังเคราะห์ที่ได้รับการยอมรับอย่างดีในการเตรียมอนุภาคนาโนของโลหะออกไซด์รวมถึงออกไซด์ผสม วิธีนี้มีศักยภาพในการควบคุมคุณสมบัติของเนื้อสัมผัสและพื้นผิวของวัสดุ ส่วนใหญ่ผ่านไม่กี่ขั้นตอนในการสังเคราะห์ไฮโดรออกไซด์โปรโตคอล (protocols) ขั้นสุดท้ายและโปรโตคอลเหล่านั้นคือกระบวนการ hydrolysis การควบแน่น (condensation) และกระบวนการทำให้แห้ง (drying process) การก่อตัวของโลหะออกไซด์เกี่ยวข้องกับขั้นตอนต่อเนื่องที่แตกต่างกัน สารตั้งต้นโลหะที่เกี่ยวข้องผ่านการ hydrolysis อย่างรวดเร็วในการผลิตสารละลายโลหะไฮดรอกไซด์ตามด้วยการควบแน่นทันทีซึ่งนำไปสู่การก่อตัวของเจลสามมิติ หลังจากนั้นเจลที่ได้รับจะขึ้นอยู่กับกระบวนการอบแห้งและผลิตภัณฑ์ที่ได้จะถูกแปลงเป็น xerogel หรือ aerogel ตามรูปแบบการอบแห้งโซล-เจล สามารถแบ่งได้เป็น aqueous โซล-เจล และ non-aqueous โซล-เจล ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับลักษณะของตัวทำละลายที่ใช้ [29] ดังรูปที่ 2.8

2.1 aqueous โซล-เจล ออกซิเจนเป็นสิ่งจำเป็นสำหรับการก่อตัวของโลหะออกไซด์ เช่น น้ำ โดยทั่วไปจะใช้โลหะอะซิเตท (acetate), ไนเตรต (nitrate), ซัลเฟต (sulfate), คลอไรด์

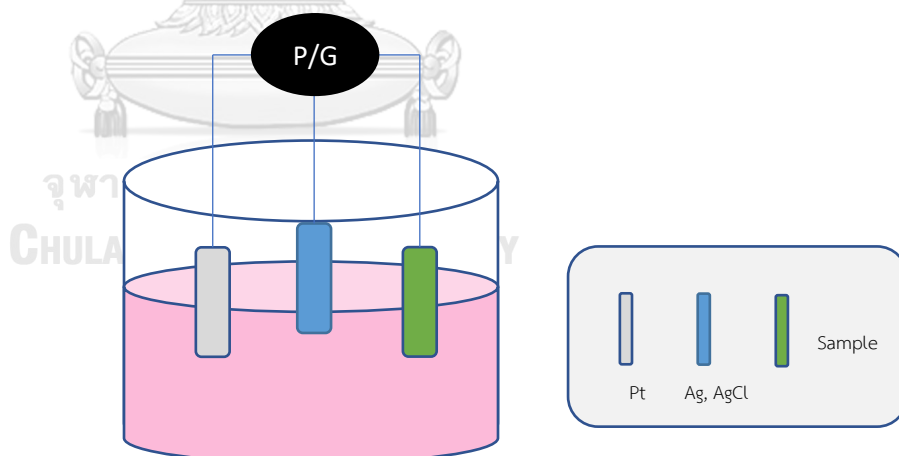
(chloride) และโลหะแอลคอกไซด์ (alkoxide) เป็นสารเกลือโลหะตั้งต้นสำหรับวิธีการนี้ อย่างไรก็ตาม ใ้ตามโลหะเกลือแอลคอกไซด์ถูกนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายเป็นสารตั้งต้นสำหรับการผลิตโลหะออกไซด์อนุภาคนาโน เนื่องจากปฏิกิริยาความสัมพันธ์ที่สูงของแอลคอกไซด์ต่อน้ำ [30, 31] อย่างไรก็ตามปัญหาบางอย่างเกี่ยวข้องกับ aqueous sol-gel ขั้นตอนสำคัญเช่นการ hydrolysis, condensation และ drying process เกิดขึ้นพร้อมกันในหลายกรณีทำให้เกิดความยากลำบากในการควบคุมลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคและการทำซ้ำของโปรโตคอลสุดท้ายในระหว่างกระบวนการโซล-เจล [32] อย่างไรก็ตามความยากลำบากดังกล่าวไม่ได้ส่งผลกระทบต่อการผลิตสังเคราะห์โลหะออกไซด์เป็นจำนวนมาก แต่ส่งผลกระทบต่อเตรียมนาโนออกไซด์ ดังนั้นจึงมีความเชื่อกันว่าเส้นทาง aqueous โซล-เจล นั้นเหมาะสมอย่างสูงสำหรับการสังเคราะห์โลหะออกไซด์จำนวนมากแทนที่จะใช้จำนวนน้อย [33]

2.2 non-aqueous โซล-เจล หรือ non-hydrolytic โซล-เจล นั้นไม่มีข้อเสียที่สำคัญบางอย่างที่พบในวิธีการแบบ aqueous โซล-เจล ในกระบวนการ non-aqueous โซล-เจล ออกซิเจนจำเป็นสำหรับการก่อตัวของโลหะออกไซด์นั้นมาจากตัวทำละลาย เช่น แอลกอฮอล์ (alcohols), คีโตน (ketones), อัลดีไฮด์ (aldehydes) หรือโดยสารตั้งต้นของโลหะ นอกจากนี้ตัวทำละลายอินทรีย์ไม่ใช่แค่สามารถให้ออกซิเจนได้ แต่ยังเป็นตัวปรับแต่งองค์ประกอบสำคัญหลายอย่าง เช่น สัณฐานวิทยา คุณสมบัติพื้นผิว ขนาดอนุภาค และองค์ประกอบของวัสดุออกไซด์สุดท้าย [29]



รูปที่ 2.9 เส้นทางการเกิดปฏิกิริยาสำหรับการผลิตโครงสร้างนาโนของโลหะออกไซด์  
ในวิธีโซล-เจล [29]

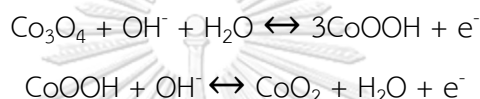
3. electrodeposition หรือเรียกอีกชื่อหนึ่ง คือ กระบวนการฝังตัวทางเคมีไฟฟ้า เป็นกระบวนการฝังตัวหรือการชุบวัสดุนำไฟฟ้าลงบนพื้นผิวขั้วไฟฟ้าด้วยสารละลายที่เป็นเกลือไอออน เทคนิคการสังเคราะห์นี้มักใช้เพื่อสังเคราะห์ฟิล์มบาง ๆ ของวัสดุลงบนพื้นผิวของวัตถุต่าง ๆ เพื่อเปลี่ยนคุณสมบัติภายนอก เช่น เพิ่มการป้องกันการกัดกร่อน เพิ่มความต้านทานต่อการขีดถู ปรับปรุงคุณภาพผิวเพื่อการตกแต่งที่ง่าย ตัวอย่างเช่น โลหะนิกเกิลถูกชุบด้วยไฟฟ้าบนผลิตภัณฑ์ยานยนต์ เพื่อที่จะยับยั้งการกัดกร่อน และโลหะทองแดงจะถูกสังเคราะห์ไปยังแผงวงจรไฟฟ้าเพื่อให้ชิ้นส่วนสายไฟฟ้านั้นต้านทานไฟฟ้าต่ำ การฝังตัวทางเคมีไฟฟ้าไม่เพียงแต่ใช้สังเคราะห์โลหะอย่างง่าย แต่ยังสามารถใช้กับการสังเคราะห์โลหะประเภท โลหะออกไซด์ โลหะออกไซด์ผสม และหรือสารกึ่งตัวนำ สามารถศึกษาลักษณะและรูปแบบการได้ดังรูปที่ 2.10 โดยเริ่มจากอิเล็กโทรดที่ใช้งาน (sample electrode) เป็นวัสดุรองรับการฝังตัวของโลหะออกไซด์ อิเล็กโทรดตรงข้าม (counter electrode) ใช้สำหรับทำให้วงจรคือ แพลทินัม (platinum; Pt) และอิเล็กโทรดอ้างอิง (reference electrode) ใช้เป็นจุดอ้างอิงสำหรับเครื่องทดสอบคือ ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) สนามไฟฟ้าเป็นสารองค์ประกอบของโลหะเกลือ ที่ทำงานในลักษณะให้อิเล็กตรอนกับไอออนในสารละลายโลหะเกลือ เพื่อให้สารละลายนั้นที่เป็นองค์ประกอบที่มีประจุ แรงดันไฟฟ้าของสนามไฟฟ้าหรือช่วงศักย์ไฟฟ้าถูกวัดเทียบกับอิเล็กโทรดอ้างอิง และเทียบกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจริงระหว่างอิเล็กโทรดที่ใช้งานและอิเล็กโทรดตรงข้าม [34]



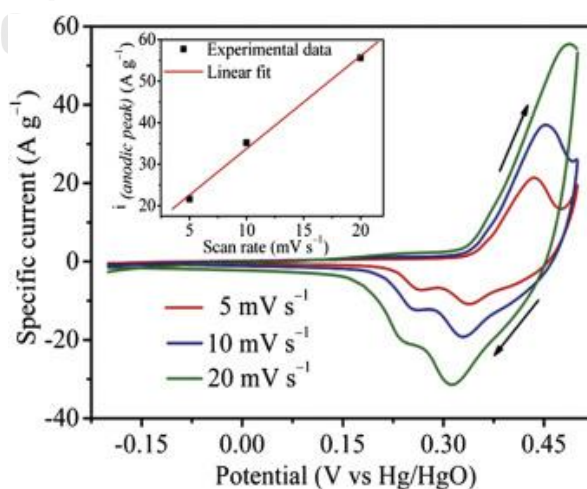
รูปที่ 2.10 กระบวนการสังเคราะห์โลหะออกไซด์โดยกระบวนการฝังตัวทางเคมีไฟฟ้า

### 2.4.3 โคบอลต์ออกไซด์ (Cobalt oxide; $\text{Co}_3\text{O}_4$ )

แม้ว่าทรัพยากรของโคบอลต์นั้นหายากมากเมื่อเทียบกับโลหะออกไซด์อื่น ๆ แต่ก็มีควมพยายามหลายครั้งในการเตรียมอิเล็กโทรดที่ใช้โคบอลต์เป็นวัสดุสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยทั่วไปแล้ว  $\text{Co}_3\text{O}_4$  จะถูกใช้เป็นอิเล็กโทรดในตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่มีโครงสร้างสปิเนล (spinel structure)  $\text{AB}_2\text{O}_4$  ซึ่งเป็นของระบบลูกบาศก์ (the cubic system) ความจุจำเพาะที่คำนวณทางทฤษฎีสำหรับ  $\text{Co}_3\text{O}_4$  นั้นอยู่ที่ประมาณ 3560 F/g โดยมีค่าการนำไฟฟ้าและความต้านทานการกักร้อนสูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ NiO ทำให้ดีขึ้นสำหรับการใช้งานในตัวเก็บประจุยิ่งยวด [35, 36] ในระหว่างรอบการประจุ-คายประจุจะเกิดการหดและการขยายตัวของปริมาตรซึ่งจะทำให้รอบการใช้สั้นลง [37] ดังปฏิกิริยาข้างต้น



โดยในวรรณกรรมหนึ่งได้ศึกษาอนุภาคระดับนาโนของ  $\text{Co}_3\text{O}_4$  ที่แสดงค่าเก็บประจุจำเพาะที่สูงมากเมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคขนาดใหญ่  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanosheet arrays บนนิกเกิลโพลีเมอร์ แสดงความจุจำเพาะที่สูงมากที่ 2,735 F/g ที่เตรียมโดยกระบวนการ electrodeposit ของ  $\text{Co}(\text{OH})_2$  และจากนั้นถ่ายโอนความร้อนไปยัง  $\text{Co}_3\text{O}_4$  [38] จากรูปที่ 2.11 แสดงเส้นโค้งไซคลิกโวลแทมเมตรีทั่วไปของ  $\text{Co}_3\text{O}_4$  ในช่วงศักย์ไฟฟ้า 0.2 ถึง 0.5 V ที่อัตราการสแกนที่แตกต่างกัน จุดสูงสุดหลายจุดที่มีช่วงศักย์ไฟฟ้าที่แตกต่างกันสอดคล้องกับการก่อตัวของเฟสโคบอลต์ออกไซด์จำนวนมากที่มีสถานะออกซิเดชันที่แตกต่างกัน บ่งชี้พฤติกรรมที่การคล้ายกับแบตเตอรี่



รูปที่ 2.11 กราฟ CV ของ  $\text{Co}_3\text{O}_4$  ในช่วงศักย์ไฟฟ้า 0.2 ถึง 0.5 V ที่อัตราการสแกนที่แตกต่างกัน

โคบอลต์ไฮดรอกไซด์  $[\text{Co}(\text{OH})_2]$  มีคุณสมบัติและโครงสร้างคล้ายกับ  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  มันมีโครงสร้างชั้นหกเหลี่ยมและแบ่งออกเป็นสอง polymorphs คือ  $\alpha$ - และ  $\beta$ - $\text{Co}(\text{OH})_2$  โดย  $\alpha$ - $\text{Co}(\text{OH})_2$  มีประสิทธิภาพการเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดที่ดีกว่า  $\beta$ - $\text{Co}(\text{OH})_2$  เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าต่อไปนี้ [40, 41]

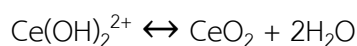


อย่างไรก็ตามความสามารถการเก็บประจุไม่ดี ความเสถียรภาพรอบที่ใช้งานไม่ดี และช่วงการเก็บประจุน้อย โดยการใช้งานที่ระดับประยุกต์

#### 2.4.4 ซีเรียมออกไซด์ (Cerium oxide; $\text{CeO}_2$ )

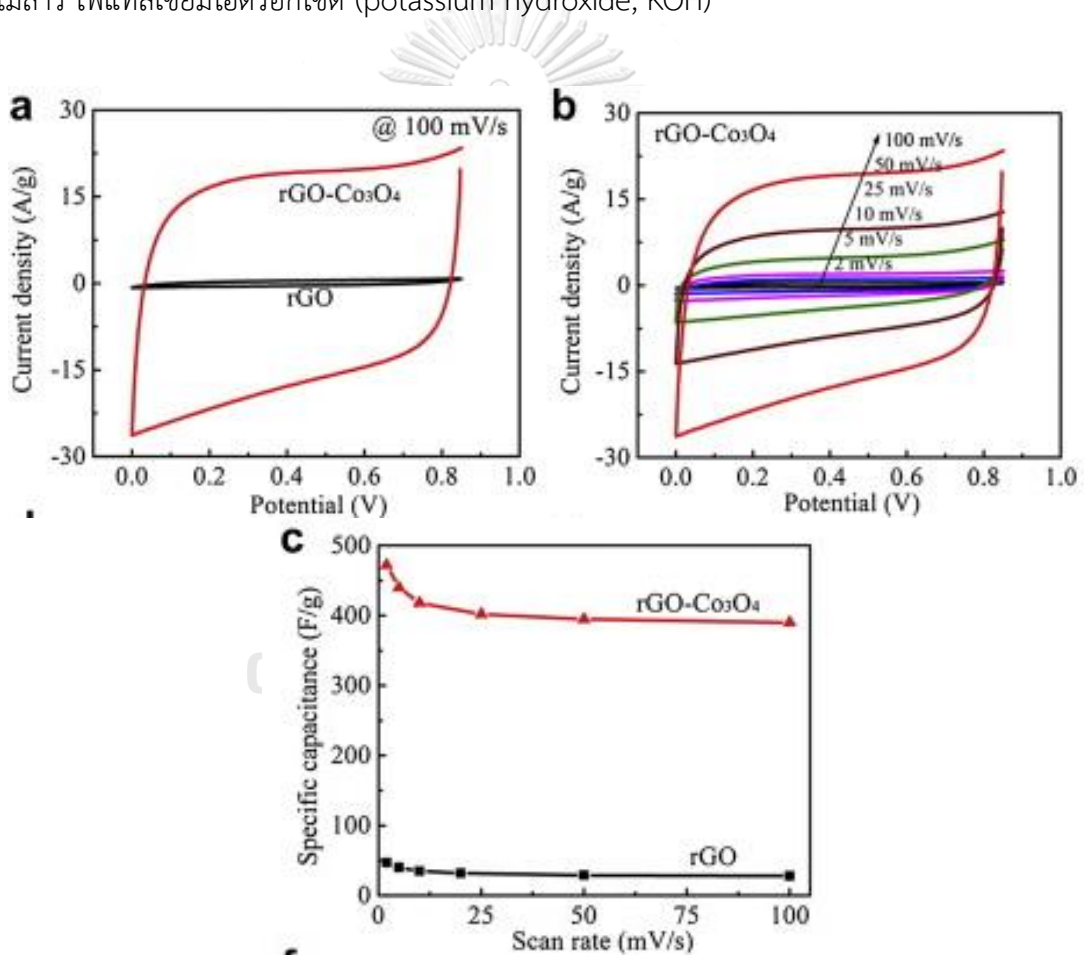
ซีเรียมออกไซด์ หรือที่รู้จักกันในชื่อซีเรียใช้ในการประยุกต์ใช้ในเทคโนโลยีมากมาย [42] ซึ่งมีการดำเนินในทางเคมีไฟฟ้าของอุตสาหกรรมกึ่งตัวนำ และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็ง ในช่วง 10 ปีที่ผ่านมาความสนใจในการวิจัยเพิ่มขึ้นในซีเรียมออกไซด์อนุภาคนาโน เนื่องจากคุณสมบัติในการเร่งปฏิกิริยาในลักษณะพิเศษปฏิกิริยารีดอกซ์แบบสลับเปลี่ยนได้ การกำหนดค่าทางเคมีและอิเล็กทรอนิกส์ความเสถียรเชิงกล ประยุกต์ใช้ใน biomedicine เทคโนโลยีชีวภาพ และการเกษตร [43] ซีเรียมเป็นองค์ประกอบรวมของแลนทาไนด์ (lanthanide series) ที่มีอิเล็กตรอน 2 อันบางส่วนที่เต็มไปด้วย subshells 4f และ 5d [44]

การประยุกต์ใช้งานอนุภาคนาโนของซีเรียม นั้นมาจากการอยู่ร่วมกันของสถานะออกซิเดชันของสองสถานะบนพื้นผิวคือ  $\text{Ce}^{3+}$  และ  $\text{Ce}^{4+}$  และความสามารถในการสลับระหว่าง  $\text{Ce}^{3+}$  และ  $\text{Ce}^{4+}$  ในปฏิกิริยารีดอกซ์ การมีอยู่ของ  $\text{Ce}^{3+}$  นำไปสู่การก่อกำเนิดของการขาดประจุซึ่งเป็นข้อบกพร่องของออกซิเจนบนพื้นผิวอนุภาคนาโน รายละเอียดขั้นตอนสำหรับการฝังตัวของ  $\text{CeO}_2$  จากเกลือซีเรียมไนเตรตเป็นตัวกลางปฏิกิริยาสำหรับการฝังตัวของ  $\text{CeO}_2$  โดยปฏิกิริยาการคายน้ำ [45]



## 2.5 แนวคิดในการพัฒนาตัวเก็บประจุยิ่งยวด

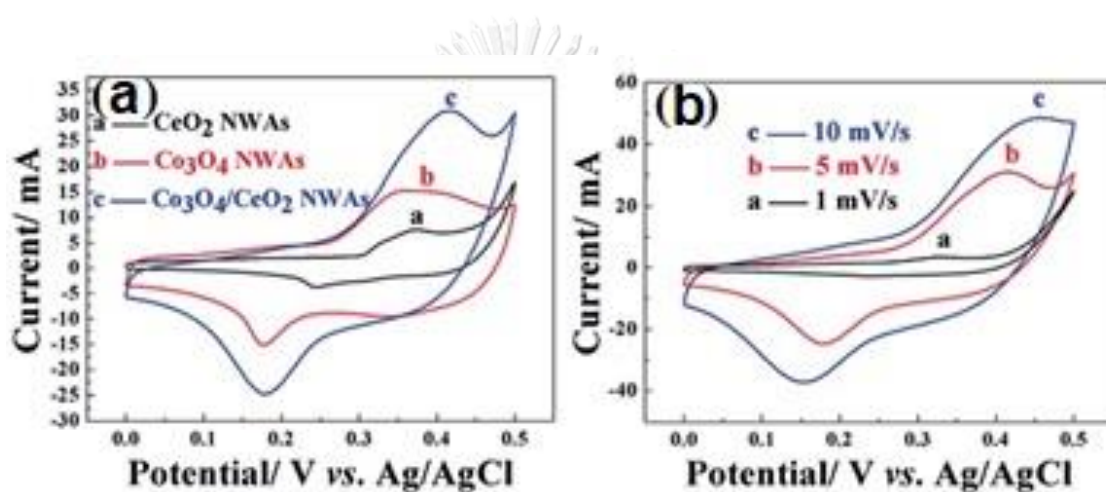
การพัฒนาวัสดุขั้วไฟฟ้าแนวคิดใหม่ที่ให้ประสิทธิภาพโดดเด่นเป็นเรื่องที่สำคัญและต้องเป็นที่ต้องการเช่น โคบอลต์ออกไซด์ เป็นโลหะที่มีราคาถูกและสามารถสังเคราะห์ได้ง่าย จัดว่าเป็นวัสดุที่มีความเหมาะสมในการนำมาใช้เป็นวัสดุกักเก็บพลังงานไฟฟ้า เนื่องจากสามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์สูงสามารถเสถียรอยู่ในรูปออกไซด์ต่าง ๆ มีความเป็นผลึกต่างกัน และมีระดับพลังงานอิเล็กทรอนิกส์บนวงนอกสุดที่หลากหลายทำให้มีสมบัติในการเก็บประจุที่ต่างกัน ตัวอย่างในงานวิจัยดังรูปที่ 2.12 [46] พบว่าโคบอลต์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วย hydrothermal ร่วมกับแกรฟีนสามารถช่วยเพิ่มสมบัติทางเคมีไฟฟ้าทำให้ สมบัติการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะเพิ่มขึ้นถึง 10 เท่า ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 2 โมลาร์ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide; KOH)



รูปที่ 2.12 (a) กราฟ CV ของ rGO-Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> กับ rGO ที่อัตราการสแกน 100 mV/s (b) กราฟ CV ของ rGO-Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ที่อัตราการสแกนต่าง ๆ (c) กราฟค่าการเก็บประจุจำเพาะของ rGO-Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> กับ rGO [46]

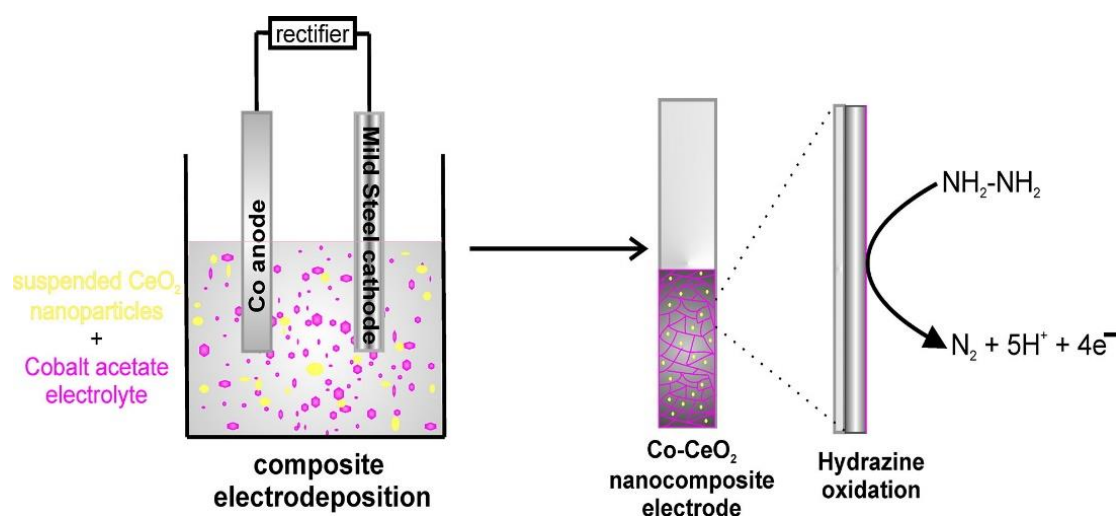


อย่างไรก็ตามพบว่าโคบอลต์ออกไซด์มีข้อจำกัดในระดับของการเก็บประจุไฟฟ้า อีกทั้งค่าการนำไฟฟ้าต่ำ วิธีการหนึ่งที่ยอมรับในปัจจุบันในการเพิ่มสมบัติ คือ การใช้สังเคราะห์ร่วมกับโลหะทรานซิชันชนิดอื่น ๆ ตัวอย่างในงานวิจัยดังรูปที่ 2.13 [47] พบว่าวัสดุโคบอลต์ออกไซด์และซีเรียมออกไซด์ สังเคราะห์โดยวิธี hydrothermal ร่วมกัน สามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเก็บประจุสูงขึ้น จากการทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 2 โมลาร์ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ พบว่าโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ที่ได้สามารถให้ค่าประสิทธิภาพมากขึ้นกว่าการใช้โคบอลต์ออกไซด์หรือซีเรียมออกไซด์เพียงโลหะออกไซด์ชนิดเดียว โดยมีค่าการเก็บประจุอยู่ที่ 1037.5 F/g ที่ 2.08 A/g และมีประสิทธิภาพร้อยละ 94.4 เมื่อผ่านการใช้งานไปเป็นระยะ 5000 รอบการประจุ



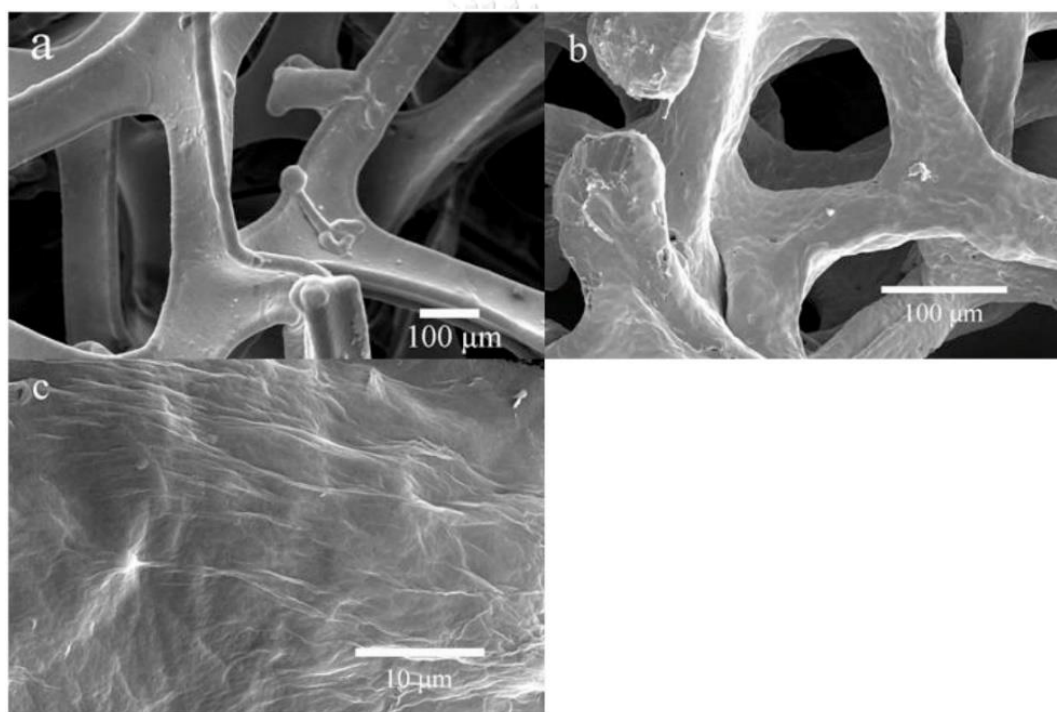
รูปที่ 2.13 (a) กราฟ CV ของ CeO<sub>2</sub> NWAs, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NWAs และ Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CeO<sub>4</sub> NWAs ที่อัตราการสแกน 5 mV/s (b) กราฟ CV ของ Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CeO<sub>4</sub> NWAs ที่อัตราการสแกน 1, 5 และ 10 mV/s [47]

กระบวนการสังเคราะห์โลหะออกไซด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น hydrothermal, sol-gel และ electrodeposition เป็นต้น โดย electrodeposition เป็นหนึ่งในวิธีที่เป็นที่นิยมและสามารถสังเคราะห์ได้โดยตรงลงบนวัสดุรองรับ ดังเช่นในงานวิจัยดังรูปที่ 2.14 [48] ศึกษาการสังเคราะห์โคบอลต์ออกไซด์และซีเรียออกไซด์ โดย electrodeposition ร่วมกันภายใต้กระแสไฟฟ้า  $4 \text{ A/dm}^2$  ที่อุณหภูมิห้อง ภายใต้สภาวะความเป็นกรด ซึ่งสามารถควบคุมอัตราส่วนของโลหะออกไซด์ได้โดยตรงจากสัดส่วนความเข้มข้นของสารอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้



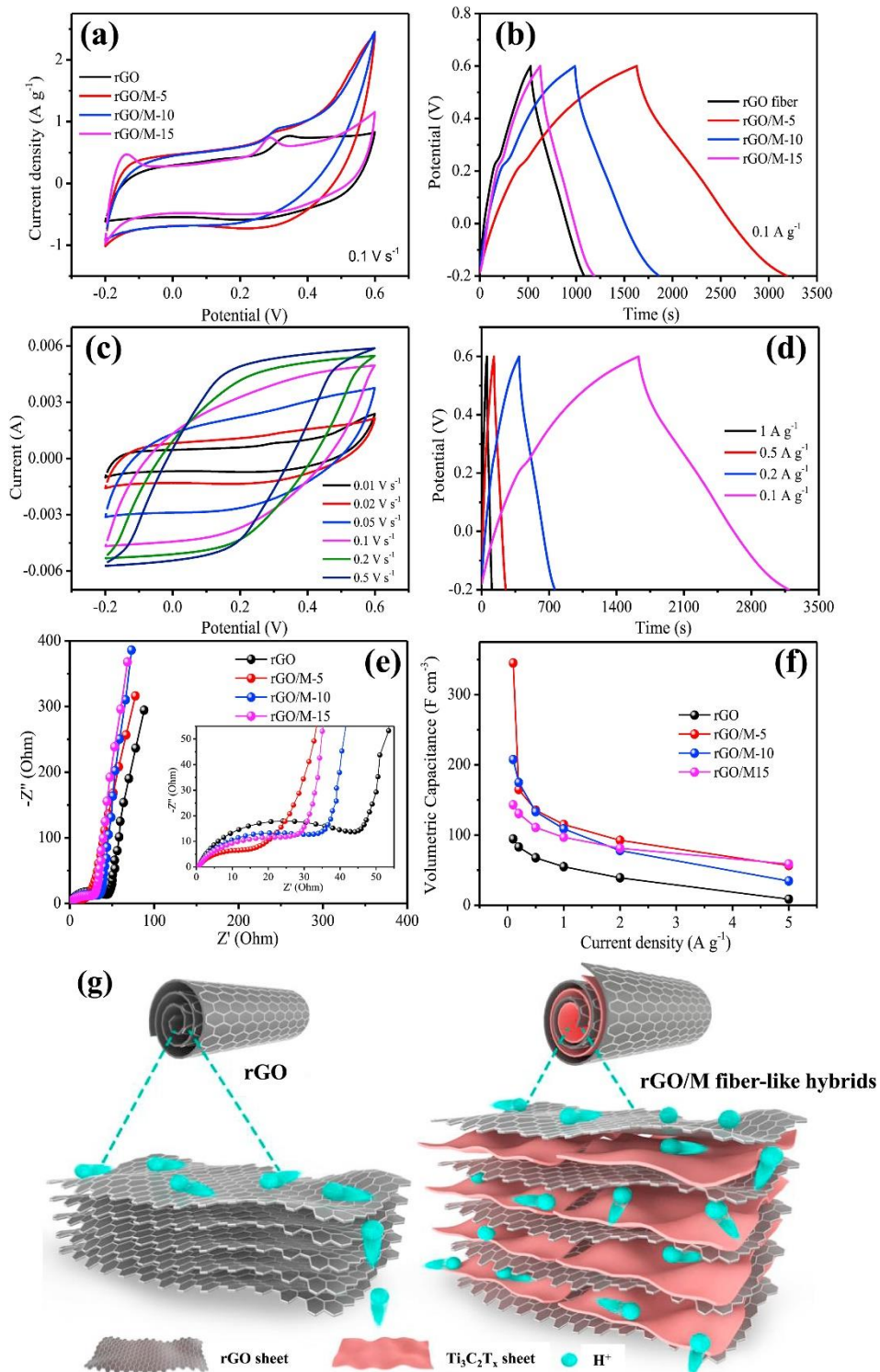
รูปที่ 2.14 ภาพการขึ้นรูปขั้วไฟฟ้าโดยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า [48]

นอกจากนี้ยังพบว่าพื้นฐานของการพัฒนาวัสดุขั้วไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นสามารถพัฒนาได้โดยการปรับปรุงผิวของวัสดุขั้วไฟฟ้านิกเกิลโพลัมที่ใช้รองรับวัสดุที่เก็บพลังงานไฟฟ้าตามรูปที่ 2.15 จะส่งผลต่อลักษณะทางสัณฐานวิทยา และการเปลี่ยนแปลงการเติบโตของผลึกโลหะออกไซด์ที่ได้บนวัสดุรองรับ วิธีที่นิยม คือ การปรับปรุงผิวของวัสดุขั้วไฟฟ้านิกเกิลโพลัมด้วยการเคลือบวัสดุคาร์บอน เช่น แกรฟีนที่มีโครงสร้างแบบสองมิติ สามารถเพิ่มพื้นที่ผิว และสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าเป็นอย่างดี [49] อย่างไรก็ตามพบว่าวัสดุคาร์บอนที่ใช้นั้นให้การเก็บประจุแบบสองชั้นเพียงอย่างเดียว ทำให้เกิดข้อจำกัดในการเพิ่มประสิทธิภาพ แนวทางในการพัฒนาจึงมุ่งเน้นการปรับปรุงผิวของขั้วไฟฟ้านิกเกิลด้วยวัสดุที่มีพื้นที่ผิวที่สูง และสามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้ดี



รูปที่ 2.15 (a) ภาพ SEM ของนิกเกิลโพลัม (b) ภาพ SEM ของ rGO บนนิกเกิลโพลัม (c) ภาพ SEM กำลังขยายสูงของ rGO บนนิกเกิลโพลัม [49]

เมื่อไม่นานมานี้ได้มีการศึกษาเกี่ยวกับการเก็บประจุของแกรฟีน/แมกซีน เพื่อเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดในสารอิเล็กโทรไลต์ 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> [50] จากรูปที่ 2.16 (a) เป็นกราฟของ CV ที่ความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบเท่ากับ 10 mV/s สามารถบ่งบอกลักษณะการเก็บประจุไฟฟ้าของแกรฟีน และแกรฟีน/แมกซีนที่อัตราส่วนต่าง ๆ ซึ่งจะเห็นได้ว่ามีสัญญาณฟิสิกัลรีดอกซ์เกิดขึ้น และเปลี่ยนแปลงไปเมื่อเติมแมกซีนเพิ่มมากขึ้นที่ 0.3 V อาจเกิดจากกลุ่มซูโดคาปาซิเตอร์ของธาตุ O, F, Ti และอื่น ๆ บนพื้นผิวของแมกซีน โดย rGO/M จะมีความเก็บประจุแบบไฮบริดมากกว่า rGO เพียงอย่างเดียว จากนั้นเมื่อนำ rGO/M-5 มาทำการเพิ่มปริมาณความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบในรูปที่ 2.16 (c) จะเห็นได้ว่าสัญญาณฟิสิกัลรีดอกซ์ ในรูปที่ 2.16 (b) เป็นการตรวจสอบ GCD ของ rGO และ rGO/M ที่ร้อยละการเติมต่าง ๆ ซึ่ง rGO/M-5 ให้ค่าการเก็บประจุดีที่สุดเท่ากับ 195 F/g ที่ 1 A/g และในรูปที่ 2.16 (d) คือ rGO/M-5 ที่กระแสต่าง ๆ จากในรูปที่ 2.16 (e) เป็นกราฟที่แสดงถึงค่าความต้านทานการนำไฟฟ้าในกราฟบ่งบอกได้ว่าเมื่อเติมแมกซีนทำให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าต่ำ และเมื่อเติมแมกซีนที่ร้อยละ 5 ของแกรฟีนทำให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าน้อยที่สุด เมื่อนำที่อัตราส่วนเปรียบเทียบค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะทุก ๆ กระแสที่ให้แก่ระบบ บ่งบอกได้ว่าเมื่อเติมแมกซีนสามารถเพิ่มค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะเพิ่มขึ้นมากกว่าแกรฟีนเพียงอย่างเดียวสามารถตรวจสอบได้ในรูปที่ 2.16 (f) และลักษณะที่เป็นเอกลักษณ์ของสารผสม rGO/M ส่งผลให้เป็นสารที่มีแนวโน้มว่าเป็นวัสดุอิเล็กโทรดประสิทธิภาพสูงคือ จากรูปที่ 2.16 (g) ลดการรวมกันของชั้นบาง ๆ ของแมกซีนด้วยชั้นของแกรฟีน แผ่นแกรฟีนช่วยลดระยะเวลาการแพร่ของไอออนได้อย่างมาก ค่าการนำไฟฟ้าสูงของแมกซีน ที่ร่วมกับแกรฟีนส่งเสริมความสามารถการนำไฟฟ้าได้เมื่อผ่านการใช้งานไปในระยะยาวซึ่งช่วยให้การถ่ายโอนอิเล็กตรอนภายในอิเล็กโทรดทำได้ง่าย ความหนาแน่นภายในสูงของแมกซีนสามารถปรับปรุงความจุไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าแกรฟีนได้ อย่างไรก็ตามด้วยการเติมแผ่น Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>T<sub>x</sub> ที่มากเกินไปการรวม Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>T<sub>x</sub> แผ่นที่หกลึกเฉียงไม่ได้ทำให้คุณสมบัติทางเคมีไฟฟ้าลดลง



รูปที่ 2.16 (a) กราฟ CV ที่ 10 mV/s (b) กราฟ GCD ที่ 0.1 A/g (c) กราฟ CV ของ rGO/M-5 ที่ทุกอัตราความต่างศักย์ (d) กราฟ GCD ของ rGO/M-5 ที่ทุกอัตรากระแส (e) กราฟ Nyquist ที่ความถี่ตั้งแต่ 100 ถึง 0.1 kHz (f) ค่าการเก็บประจุของ rGO และ rGO/M ทุก ๆ อัตราส่วน (g) แผนภาพแสดงการไหลของ H<sup>+</sup> ระหว่างปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้า [50]

### บทที่ 3

#### วิธีการดำเนินงานวิจัย

##### 3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์ (titanium aluminum carbide,  $Ti_3AlC_2$ ) ขนาด 200 นาโนเมตร ถึง 1 ไมโครเมตร เกรดวิเคราะห์จากบริษัท XFNANO
2. กรดไฮโดรฟลูออริก (hydrofluoric acid, HF) ความเข้มข้นร้อยละ 49 โดยปริมาตร เกรดวิเคราะห์จากบริษัท QREC CHEMICAL
3. น้ำปราศจากไอออน (deionized water; DI water)
4. ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (dimethyl sulfoxide, DMSO) ความเข้มข้นร้อยละ 99.9 โดยปริมาตร เกรดวิเคราะห์จากบริษัท RCL LABSCAN
5. กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid,  $H_2SO_4$ ) ความเข้มข้นร้อยละ 96 โดยปริมาตร เกรดวิเคราะห์จากบริษัท RCL LABSCAN
6. กรดฟอสฟอริก (phosphoric acid,  $H_3PO_4$ ) ความเข้มข้นร้อยละ 85 โดยปริมาตร เกรดวิเคราะห์จากบริษัท RCL LABSCAN
7. ผงแกรไฟต์ (graphite powder) ขนาดเล็กกว่า 20 ไมโครเมตร เกรดวิเคราะห์จากบริษัท Sigma-Aldrich
8. ผงโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (potassium permanganate,  $KMnO_4$ ) เกรดวิเคราะห์จากบริษัท Ajax Finechem
9. ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide,  $H_2O_2$ ) ความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร เกรดวิเคราะห์จากบริษัท Merck
10. กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid, HCl) ความเข้มข้นร้อยละ 37 โดยปริมาตร เกรดวิเคราะห์จากบริษัท RCL LABSCAN
11. ไทโอยูเรีย (thiourea) เกรดวิเคราะห์จากบริษัท HiMedia Laboratories Pvt.
12. นิกเกิลโฟม (nickel foam) จาก Unbranded, Zhengzhou, China
13. โคบอลต์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต (cobalt nitrate,  $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ) เกรดวิเคราะห์จากบริษัท Ajax Finechem
14. ซีเรียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต (cerium nitrate,  $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ ) เกรดวิเคราะห์จากบริษัท Sigma-Aldrich

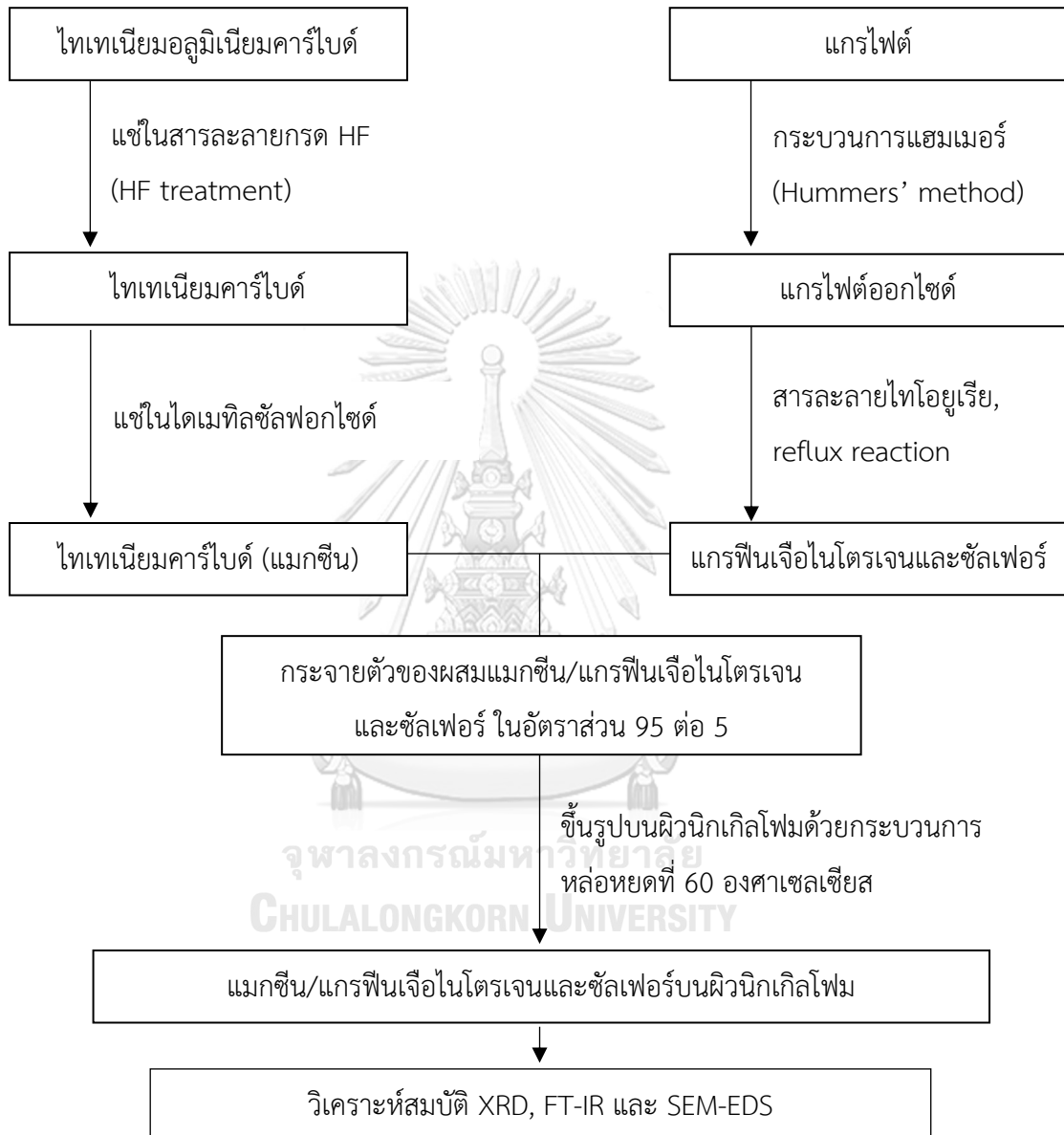
15. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide, KOH) ความเข้มข้นร้อยละ 85 โดยปริมาตร เกรดวิเคราะห์จากบริษัท ELAGO ENTERPRISES PTY.

### 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. หลอดหยด (dropper)
2. ช้อนตักสาร (spatula)
3. แท่งแก้วคนสาร (stirring rod)
4. ปิเปต (pipette) ขนาด 1, 2 และ 10 มิลลิลิตร
5. หลอดสำหรับเครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge tube) ขนาด 50 มิลลิลิตร
6. ขวดปรับปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 50, 100 และ 250 มิลลิลิตร
7. ปีกเกอร์ (beaker) ขนาด 50, 100, 250, 1000 มิลลิลิตร
9. เครื่องชั่งสี่ตำแหน่ง (balance)
10. เครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน (hotplate Stirrer)
11. เครื่องกวนสารแบบใบกวน (mechanical stirrer)
12. เครื่องผสมสารอัลตราโซนิก (sonicator bath)
13. เครื่องปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump)
14. เครื่องปั่นเหวี่ยงแยกตะกอน (centrifugal machine)
15. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer, XRD) รุ่น D8 Advance ของบริษัท Bruker ประเทศอังกฤษ
16. เครื่องวิเคราะห์ทางเคมีประกอบทางโครงสร้างเคมีของสารโดยใช้ความยาวคลื่นช่วงอินฟราเรด (fourier transform infrared spectroscopy, FT-IR) รุ่น Nicolet 6700 บริษัท Thermo Scientific ประเทศเยอรมัน
17. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุ (scanning electron microscope - energy dispersive X-ray spectroscope; SEM-EDS) รุ่น JSM-6480 LV จาก บริษัท JEOL และ รุ่น INCAx-sight จาก บริษัท OXFORD INSTRUMENTS
18. เครื่องทดสอบสมบัติเคมีไฟฟ้า (autolab potentiostat/galvanostat) รุ่น PCSTAT-30 ประเทศสวิสเซอร์แลนด์

### 3.3 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง

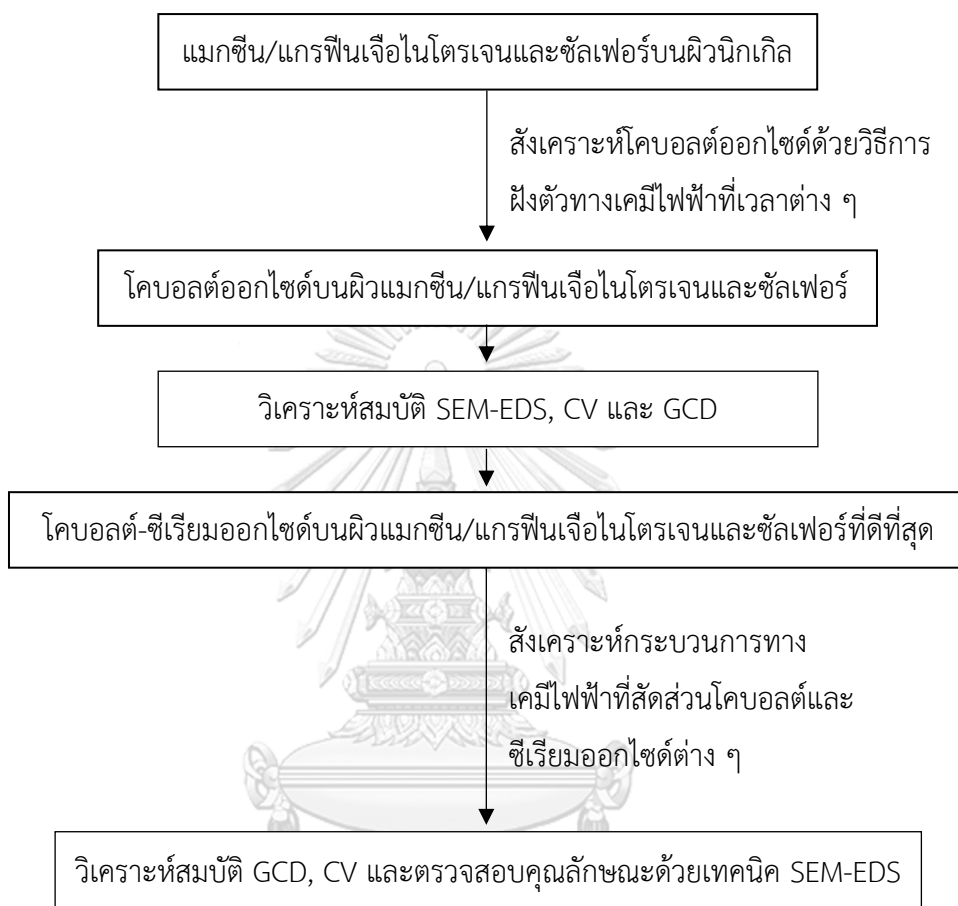
แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียม ทดสอบ และวิเคราะห์คุณลักษณะของผิวขั้วไฟฟ้านิกเกิลและแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ถูกแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนภาพการปรับปรุงขั้วไฟฟ้าบนผิวนิกเกิลโฟม



แผนภาพแสดงขั้นตอนเตรียม ทดสอบ และวิเคราะห์คุณลักษณะของขั้วไฟฟ้าเก็บประจุพลังงานไฟฟ้าที่ยังยวดยที่เตรียมได้จาก โคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ถูกแสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แผนภาพการเตรียมขั้วไฟฟ้าโคบอลต์-ซีเรียมบนนิเกิลโพร-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

### 3.4 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัย

#### 3.4.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์แมกซีน และการปรับปรุงผิวแมกซีน

นำไทเทเนียมออกไซด์ 0.5 กรัม ผ่านกระบวนการสกัดชั้นออกไซด์ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกความเข้มข้นร้อยละ 49 ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำให้เป็นกลางด้วยการล้างน้ำจนมีค่า pH เท่ากับ 7 และอบแห้งด้วยระบบสุญญากาศที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้ผงไทเทเนียมคาร์ไบด์ หรือแมกซีน นำแมกซีนแช่ในสารไดเมทิลซัลไฟด์ โดยกวนสารทิ้งเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และอบแห้งด้วยระบบสุญญากาศที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

#### 3.4.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

เตรียมกรดผสมเข้มข้นระหว่างกรดซัลฟูริก 360 มิลลิลิตร และกรดฟอสฟอริก 40 มิลลิลิตร จากนั้นเติมผงแกรไฟต์ 6 กรัม ลงในกรดผสมเข้มข้นและกวนด้วยเครื่องกวนสารแบบใบกวนอยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียส จากนั้นนำผงโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 36 กรัม เติมลงในสารแขวนลอยกรดผสมเข้มข้นและกวนเป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส จากนั้นหยุดปฏิกิริยาด้วยน้ำเย็น 800 มิลลิลิตรและเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 25 มิลลิลิตร ทำการกวนสาร 15 นาที และทำการทิ้งให้ตกตะกอนเป็นระยะเวลา 48 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการแยกด้วยวิธีตกตะกอนและล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร และทำการตกตะกอนซ้ำ และนำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนจนมีค่า pH เท่ากับ 7 นำตะกอนที่ได้อบแห้งที่ 60 องศาเซลเซียส 72 ชั่วโมง จึงได้ผงแกรไฟต์ออกไซด์ จากนั้นนำผงแกรไฟต์ออกไซด์ 500 มิลลิกรัม ผสมลงในน้ำ 250 มิลลิลิตร และสั่นด้วยเครื่องผสมสารอัลตราโซนิค 3 ชั่วโมง จึงได้สารเคมีแกรฟีนออกไซด์ และสุดท้ายนำแกรฟีนออกไซด์ 2 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ผ่านกระบวนการรีฟลักซ์ (reflux reaction) ด้วยการใส่ผงไทโอยูเรียที่อัตราส่วน 1 ต่อ 1 เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็งเป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะได้สารเคมีแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

### 3.4.3 ขั้นตอนการผสมระหว่างแมกซีน และแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ และปรับปรุงผิวของขั้วไฟฟ้า

นำแมกซีน 95 มิลลิกรัม ผสมกับแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ 5 มิลลิกรัมในน้ำ 100 มิลลิลิตร หลังจากนั้นนำไปกระจายตัวด้วยเครื่องผสมสารอัลตราโซนิก 3 ชั่วโมง นำสารผสมที่ได้ทำการหล่อหยด ลงบนนิกเกิลโพลีเมอร์บนพื้นที่  $1 \times 1$  ตารางเซนติเมตร และอบ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยควบคุมน้ำหนักแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ 0.5 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ที่สัดส่วน 95 ต่อ 5 ของแมกซีนต่อแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ตามลำดับ จึงได้ขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการปรับปรุงผิว

### 3.4.4 การสังเคราะห์และการขึ้นรูปโคบอลต์ออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า

การเตรียมโคบอลต์ออกไซด์บนขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ สามารถสังเคราะห์และขึ้นรูปด้วยเทคนิคโครโนแอมป์เพอร์โรมิทรี (chrono amperometry) ด้วยการใช้ศักย์ไฟฟ้าคงที่  $-1.2$  โวลต์ โดยมีสารละลาย อิเล็กโตรไลต์ 0.5 โมลาร์ โคบอลต์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ขั้วตรงข้ามเป็นพลาทินัม ขั้วอ้างอิงเป็นซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ และขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการปรับปรุงเป็นขั้วทำงาน โดยทำการให้ระยะเวลาในการฝังตัวที่เวลาต่าง ๆ เป็นเวลา 1, 3 และ 5 นาที และจากนั้นนำไปอบ 60 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง ขั้วไฟฟ้าโคบอลต์ออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์ถูกเตรียมด้วยกระบวนการเดียวกันโดยใช้ขั้วนิกเกิลโพลีเมอร์ปกติ ตัวอย่างที่เตรียมในสภาวะต่าง ๆ ถูกแสดงดังตารางที่ 3.1

**ตารางที่ 3.1** ปริมาณน้ำหนักของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ และสัดส่วนเวลาการสังเคราะห์โคบอลต์ออกไซด์

ชื่อขั้วไฟฟ้า	น้ำหนักแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ (มิลลิกรัม)		เวลาในการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า (นาที)
	แมกซีน	แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์	
Co1	0	0	1
Co2	0	0	3
Co3	0	0	5
MxG-Co1	0.5	0	1
MxG-Co2	0.5	0	3
MxG-Co3	0.5	0	5

### 3.4.5 การสังเคราะห์และการขึ้นรูปโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า

ขั้วไฟฟ้าโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนขั้วที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยแมกนีเซียม/แกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ถูกเตรียมด้วยเทคนิคโครโนแอมป์โรมิทรีด้วยการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ -1.2 โวลต์ เป็นระยะเวลา 3 นาที ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ผสมในสัดส่วนร้อยละโดยปริมาตรระหว่าง 0.5 โมลาร์ โคบอลต์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต และ 0.5 โมลาร์ ซีเรียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรตต่าง ๆ กันดังนี้ 95:5, 90:10, 85:15 และ 0:100 ตามลำดับ โดยมีขั้วตรงข้ามเป็นแพลตตินัม ขั้วอ้างอิงเป็นซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ และขั้วนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกนีเซียม/แกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์เป็นตัวทำงาน หลังจากนั้นนำไปอบ 60 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง ขั้วโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ถูกเตรียมด้วยกระบวนการเดียวกันบนขั้วนิกเกิลโพลีเมอร์ปกติ ด้วยขั้วของขั้วที่เตรียมได้ในสภาวะต่าง ๆ ถูกเตรียมดังตารางที่ 3.2

**ตารางที่ 3.2** ปริมาณน้ำหนักของแมกนีเซียม/แกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ และสัดส่วนร้อยละโดยปริมาตรของการสังเคราะห์โลหะผสมโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์

ชื่อขั้วไฟฟ้า	น้ำหนักแมกนีเซียม/แกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ (มิลลิกรัม)	สัดส่วนการผสมโคบอลต์ต่อซีเรียม (ร้อยละโดยปริมาตร)
Ce	0	0 : 100
MxG-Ce	0.5	0 : 100
Co85	0	85 : 15
Co90	0	90 : 10
Co95	0	95 : 5
MxG-Co85	0.5	85 : 15
MxG-Co90	0.5	90 : 10
MxG-Co95	0.5	95 : 05

### 3.5 การตรวจสอบและทดสอบคุณสมบัติทางไฟฟ้า

3.5.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของสารตัวอย่าง ผลึกที่เกิดขึ้นของข้อผิดพลาดที่เตรียมได้ถูกวิเคราะห์ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction; XRD) ในงานวิจัยนี้ตัวอย่างข้อผิดพลาดถูกนำมาตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นเพื่อหาระยะห่างระหว่างระนาบที่ได้ โดยมีตัวอย่างของแมกซีน แกรฟีนเจือไนโตรเจน และซิลเฟอร์ และแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ถูกตรวจสอบโดยรังสีเอกซ์ ตั้งแต่มุม 5 ถึง 80 องศา ที่อัตราความเร็ว 5 องศาต่อวินาที โดยใช้รังสีเอกซ์จากทองแดง ( $\text{CuK}\alpha$ ) โดยระยะห่างระหว่างระนาบของแกรฟีนสามารถคำนวณได้ จากสมการที่ (1)

$$2d \times \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

- เมื่อ  $d$  คือ ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (nm)  
 $\theta$  คือ มุมที่เกิดพิกจากเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (องศา)  
 $n$  คือ จำนวนเต็ม (ในที่นี้เท่ากับ 1)  
 และ  $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ที่ให้เท่ากับ 0.154 นาโนเมตร (nm)



รูปที่ 3.3 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ รุ่น D8 Advance

### 3.5.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารตัวอย่าง

หมู่ฟังก์ชันของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ถูกวิเคราะห์ผลโดยฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) ในช่วงคลื่น  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  ขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างด้วยการผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วน 9:1 จากนั้นเตรียมตัวอย่างด้วยการอัดให้เป็นแผ่น โดยใช้เครื่องอัดแรงดันสูง เพื่อดูลักษณะหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของสารตัวอย่าง



รูปที่ 3.4 เครื่องวิเคราะห์ทางองค์ประกอบทางโครงสร้างเคมีของสารโดยใช้ความยาวคลื่นช่วง

อินฟราเรด รุ่น Nicolet 6700

### 3.5.3 วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยา และตรวจสอบปริมาณองค์ประกอบของธาตุ

ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของขี้ไฟฟ้าที่เตรียมได้ถูกตรวจสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุ (scanning electron microscope - energy dispersive X-ray spectroscopy; SEM-EDS) โดยนำตัวอย่างของขี้ไฟฟ้าไปติดบนแท่งทองเหลือง และเคลือบด้วยทองเพื่อให้หน้าไฟฟ้าได้ดีขึ้น หลังจากนั้นนำเข้าเครื่องเพื่อดูลักษณะสัณฐานวิทยาของขี้ไฟฟ้าที่ได้ และปริมาณองค์ประกอบของธาตุ



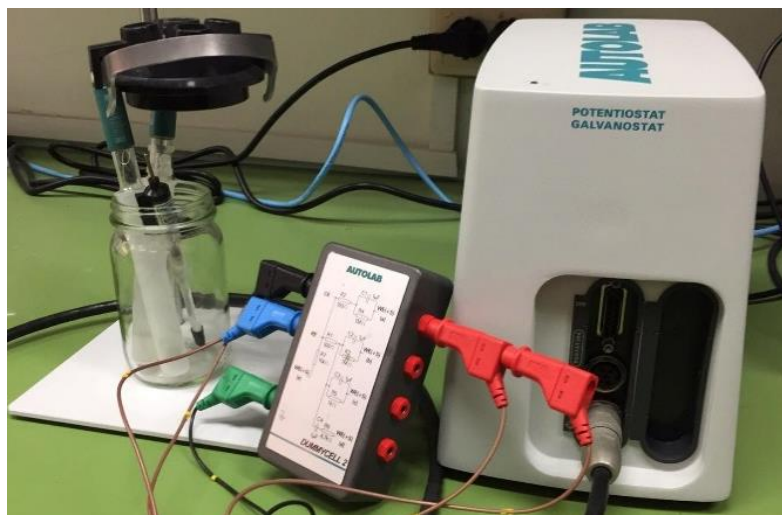
รูปที่ 3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุ  
รุ่น JSM-6480LV และ INCAx-sight

#### 3.5.4 การวิเคราะห์ความสามารถในการเก็บประจุ

วิเคราะห์การเก็บประจุของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในแต่ละขั้นตอนถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์เพื่อเลือกสัดส่วนปริมาตรของโคบอลต์ต่อซีเรียมออกไซด์ และระยะเวลาในการสังเคราะห์เป็นขั้วไฟฟ้าที่เหมาะสม โดยการทดสอบด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าแบบ 3 อิเล็กโทรด มีขั้วทดสอบทำงานเป็นสารตัวอย่าง ขั้วตรงข้ามเป็นแพลตตินัม และขั้วอ้างอิงเป็นซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ โดยใช้สารอิเล็กโทรไลต์ 6 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide, KOH) ประกอบด้วย 2 เทคนิคคือ

1. เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (cyclic voltammetry; CV) โดยการให้ศักย์ไฟฟ้าในช่วง -0.3 ถึง 0.45 โวลต์ อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 ถึง 100 mV/s เพื่อดูกระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนไปต่อช่วงของศักย์ไฟฟ้า (potential window)
2. เทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (galvanostatic charge-discharge; GCD) โดยกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 ถึง 10 A/g ในช่วงศักย์ไฟฟ้าเดียวกัน เพื่อดูระยะเวลาในการเก็บและคายประจุไฟฟ้าต่อช่วงของศักย์ไฟฟ้าปฏิกิริยาของไฮโดรเจน (hydrogen evolution)

หลังจากนั้นการทดสอบการตรวจสอบความเสถียรภาพก่อนและหลังการใช้งานเมื่อใช้งานไป 2,000 รอบ ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 100 mV/s เพื่อดูความเสถียรภาพของการเก็บประจุเมื่อผ่านการใช้งานไปเป็นเวลานาน



รูปที่ 3.6 เครื่องทดสอบสมบัติเคมีไฟฟ้า รุ่น PCSTAT-30

สูตรการวิเคราะห์หาค่าการเก็บประจุจำเพาะจากกราฟเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี โดยสามารถคำนวณได้ตามสมการ (2)

$$C_{sp} = (\int IdV)/(2v \times m\Delta V) \quad (2)$$

และจากกราฟกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ โดยสามารถคำนวณได้ตามสมการ (3)

$$C_{sp} = (I\Delta t)/(m\Delta V) \quad (3)$$

- เมื่อ  $C_{sp}$  คือ ค่าการเก็บประจุจำเพาะ (F/g)  
 $v$  คือ อัตราเร็วในการให้ศักย์ไฟฟ้าในระบบเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (V/s)  
 $I$  คือ กระแสไฟฟ้าที่ให้แก่ระบบเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (A)  
 $\Delta t$  คือ ระยะเวลาในการคายประจุของสารตัวอย่าง (s)  
 $m$  คือ น้ำหนักของสารตัวอย่าง (g)  
 และ  $\Delta V$  คือ ช่วงของศักย์ไฟฟ้าที่ปราศจากปฏิกิริยาการเกิดไฮดรอกเจน (V)



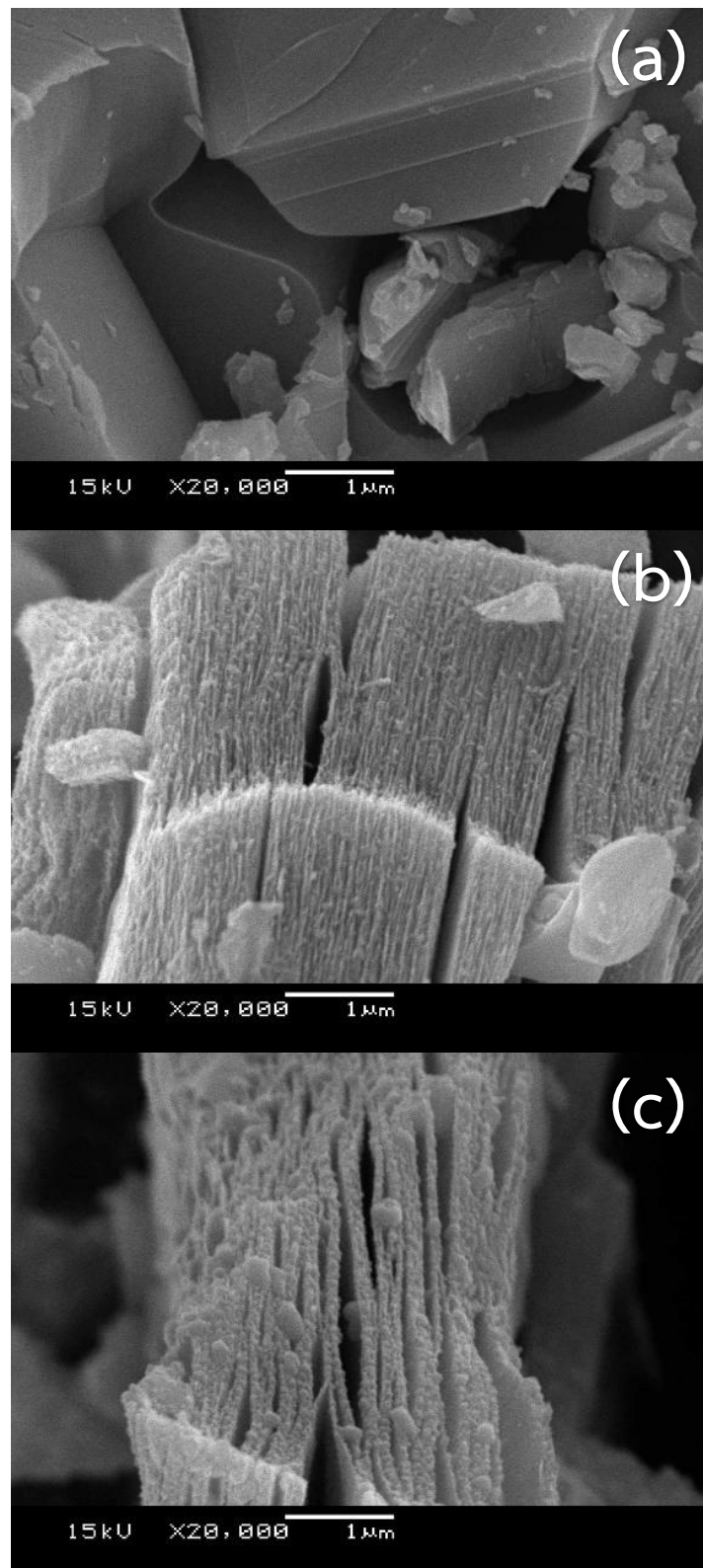
## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

#### 4.1 ผลการเตรียมไทเทเนียมคาร์ไบด์

##### 4.1.1 ผลวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมคาร์ไบด์

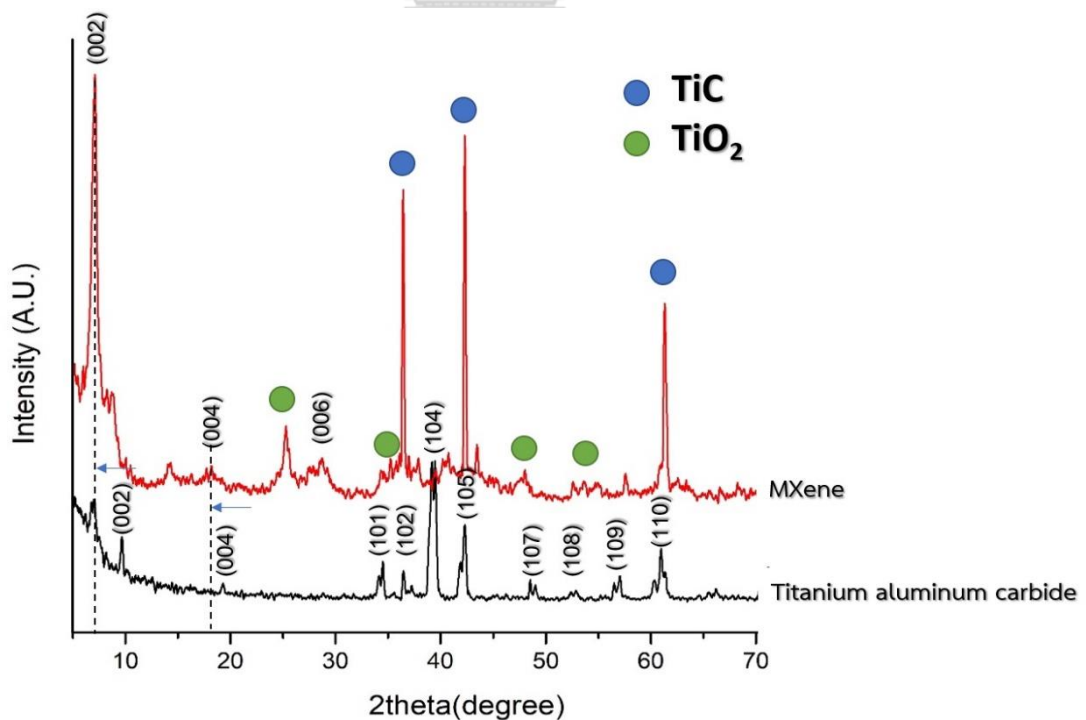
การศึกษาสัณฐานวิทยาในระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในระดับความต่างศักย์ 15 kV กำลังขยาย 20,000 เท่า ของไทเทเนียมออกไซด์เตรียมคาร์ไบด์ จากในรูปที่ 4.1 (a) พบว่าไทเทเนียมออกไซด์เตรียมคาร์ไบด์มีลักษณะเป็นผลึกแบบแท่งที่มีขนาดมากกว่า 1 ไมโครเมตร มีลักษณะหนาที่บ ผิวเรียบ และมีเศษที่เกิดการแตกหักของไทเทเนียมออกไซด์เตรียมคาร์ไบด์เล็กน้อย ดังรูปที่ 4.1 (b) คือ ไทเทเนียมออกไซด์เตรียมคาร์ไบด์ที่ผ่านการสกัดชั้นของออกไซด์ออก ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก พบว่ามีการปรากฏของแผ่นระนาบที่ซ้อนทับกันในแต่ละชั้น มีระยะห่างที่เล็กมากโดยแต่ละแผ่นระนาบมีระยะห่างขนาดเล็กที่น้อยกว่าระดับไมโครเมตร พื้นผิวมีลักษณะค่อนข้างเรียบ มีตะกอนของออกไซด์เล็กน้อย ที่มีลักษณะกลม เรียกสารนี้ว่าไทเทเนียมคาร์ไบด์หรือในหลากหลายวรรณกรรมนิยมเรียกกันว่าแมกซีน [19] นอกจากนี้แมกซีนนี้ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารตัวทำละลายไตรเมทิลซิลฟอกไซด์ เพื่อให้แมกซีนบวมตัวขึ้น ส่งผลให้ผิวของแผ่นระนาบแมกซีนทางออกและทำลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างชั้นของแผ่นระนาบแมกซีนนั้น ทำให้ช่องว่างของแผ่นระนาบแมกซีนมีขนาดกว้างมากขึ้น และคงสภาพความกว้างนั้นไว้ได้ จากรูปที่ 4.1 (c) แสดงให้เห็นถึงแมกซีนที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารไตรเมทิลซิลฟอกไซด์ได้สำเร็จ พบว่าหลังจากการปรับปรุงผิวด้วยสารตัวทำละลายไตรเมทิลซิลฟอกไซด์ ลักษณะชั้นแผ่นระนาบของแมกซีนมีระยะห่างที่มากขึ้นอย่างชัดเจน พื้นผิวมีลักษณะขรุขระ ซึ่งเป็นผลมาจากการบวมตัวของแผ่นระนาบแมกซีน และมีขนาดของแผ่นระนาบแมกซีนที่ใหญ่กว่าแผ่นระนาบของแมกซีนที่ไม่ได้ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารไตรเมทิลซิลฟอกไซด์



รูปที่ 4.1 สัณฐานวิทยาาระดับจุลภาคของ (a) โทเทเนียมออกไซด์ (b) แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ และ (c) แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยไดเมทิลซัลโฟลไซด์

#### 4.1.2 ผลวิเคราะห์การตรวจคุณลักษณะของไทเทเนียมคาร์ไบด์

การศึกษาระยะห่างระหว่างระนาบของไทเทเนียมออกไซด์และแมกนีเซียมด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันสเปกโทรสโกปี โดยการให้รังสีจากทองแดง ( $\text{CuK}\alpha$ ) ดังรูปที่ 4.2 ได้ตรวจสอบตั้งแต่มุมที่ 5 ถึง 80 องศา พบว่าหลังจากการสกัดออกไซด์จากไทเทเนียมออกไซด์และแมกนีเซียมเพื่อให้เป็นแมกนีเซียมด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก มีการหายไปของสัญญาณพีคที่ระนาบ (104) ที่มีมุม  $2\theta$  เท่ากับ 39.180 องศา สามารถคำนวณหาค่า 0.122 นาโนเมตร [51] มีการลดลงของสัญญาณระนาบต่าง ๆ ลงคือระนาบที่ (101), (102), (105), (107), (108), (109), (110) และพบสัญญาณพีคมีการเปลี่ยนแปลงของระนาบ (002) และระนาบ (004) โดยระนาบ (002) เปลี่ยนแปลงจากที่มีมุม  $2\theta$  เท่ากับ 9.2 เป็น 7.05 องศา สามารถคำนวณหาช่วงห่างของชั้นผลึกได้เท่ากับ 0.94 เป็น 1.22 นาโนเมตร ตามลำดับ และที่ระนาบ (004) เปลี่ยนแปลงจากที่มีมุม  $2\theta$  เท่ากับ 19.2 เป็น 18.2 องศา สามารถคำนวณหาช่วงห่างของชั้นผลึกได้เท่ากับ 0.46 เป็น 0.48 นาโนเมตร เกิดระนาบใหม่คือ ระนาบที่ (006) ที่มีมุม 28.6 องศา ระยะห่างของชั้นผลึกได้เท่ากับ 0.31 นาโนเมตร และเกิดสัญญาณพีคอื่นคือ  $\text{TiC}$  และ  $\text{TiO}_2$  โดยการวิเคราะห์ผลได้ว่าการทดลองปรับปรุงผิวด้วยการสกัดออกไซด์ในไทเทเนียมออกไซด์และแมกนีเซียมคาร์ไบด์สามารถสกัดออกได้จริงสามารถอ้างอิงได้จากวรรณกรรม [51]

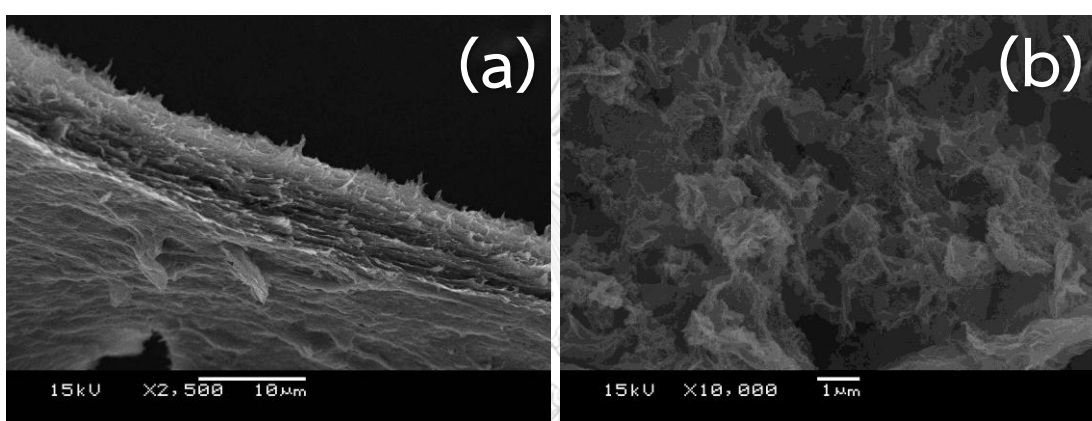


รูปที่ 4.2 XRD ของไทเทเนียมออกไซด์และแมกนีเซียม

## 4.2 ผลการเตรียมแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

### 4.2.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

จากรูปที่ 4.3 เป็นการใช้อัลตร้าจูลทรรศน์แบบส่องกราดเพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาระดับจุลภาคถึงลักษณะของตัวแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ จากรูปที่ 4.3 (b) เห็นได้ว่ามีลักษณะโครงสร้างที่โค้งงอของระนาบสองมิติที่ไม่เป็นระเบียบ และมีลักษณะเป็นโครงร่างสามมิติ ที่มีลักษณะแตกต่างจากแกรฟีนออกไซด์อย่างชัดเจนในรูปที่ 4.3 (a) ปกติมีลักษณะเป็นแผ่นระนาบสองมิติซ้อนกันอย่างเป็นระเบียบ [52]

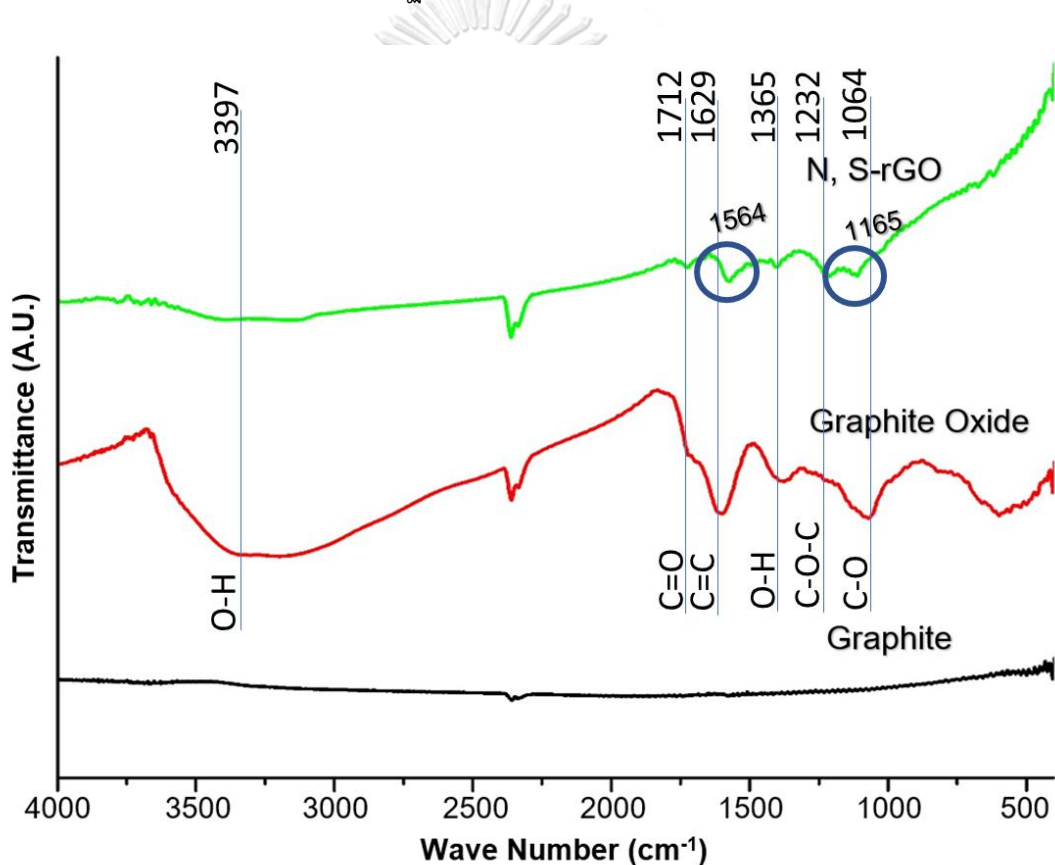


รูปที่ 4.3 สัณฐานวิทยาระดับจุลภาคของแกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

### 4.2.2 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะโครงสร้างหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

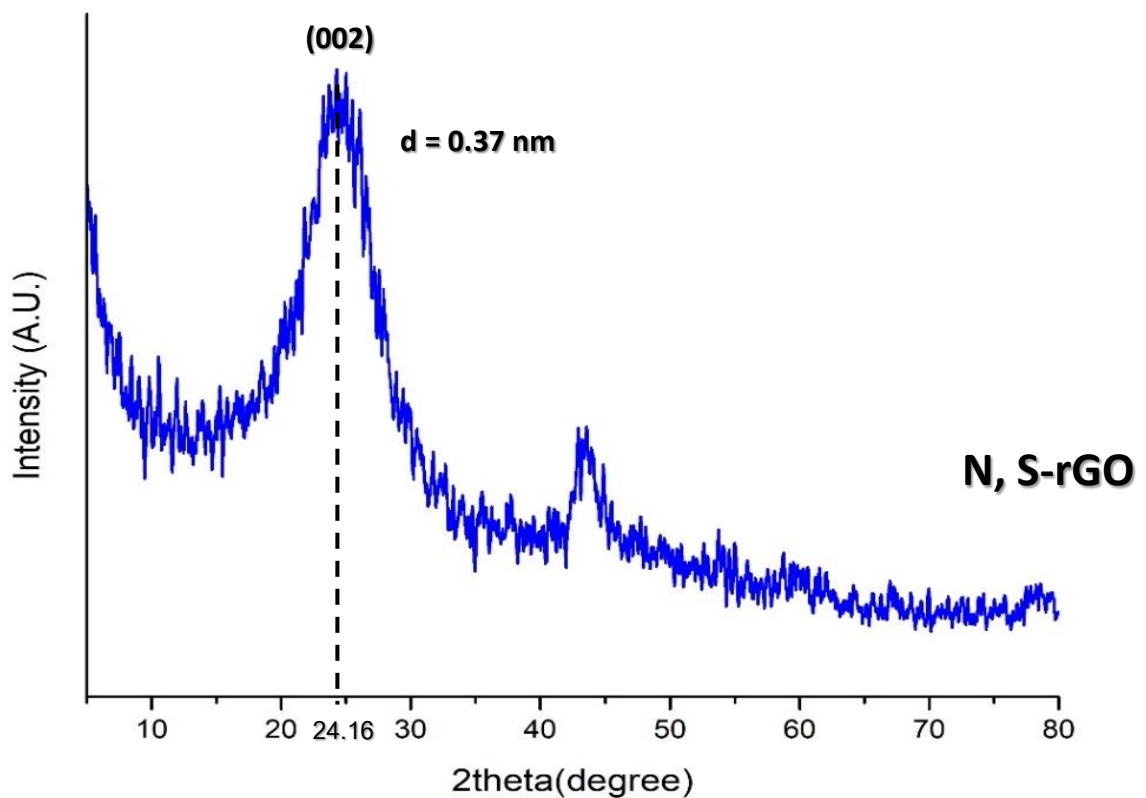
ตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่เตรียมได้ โดยผ่านการออกซิไดซ์แกรไฟต์ก่อนที่จะรีฟลักซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยไทโอยูเรีย ถูกวิเคราะห์โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ตั้งแต่เลขคลื่น  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  จากผลการตรวจสอบรูปที่ 4.4 พบว่าสเปกตรัมของ FT-IR ในตัวอย่างแกรไฟต์ไม่พบสัญญาณของการเปลี่ยนแปลงในการดูดกลืนในตัวอย่างที่เตรียมได้ เนื่องจากแกรไฟต์มีองค์ประกอบเป็นธาตุคาร์บอนเพียงธาตุเดียว และไม่มีหมู่ฟังก์ชันอื่นในโครงสร้าง [53] เมื่อนำแกรไฟต์ผ่านกระบวนการแอมเมอร์ด้วยการทำปฏิกิริยากับผงโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่เป็นตัวออกซิไดซ์ ในกรดผสมระหว่างกรดซัลฟูริก และกรดฟอสฟอริกอัตราส่วน 9 ต่อ 1 พบว่าแกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้ปรากฏหมู่ฟังก์ชันร่วมกันระหว่างคาร์บอนและออกซิเจน โดยพบ สัญญาณการดูดกลืนที่บริเวณเลขคลื่น (Wave Number) บริเวณ  $3395, 1712, 1629, 1365, 1232$  และ  $1064\text{ cm}^{-1}$  เป็นการยืดพันธะ (stretching) ของ O-H, C=O, C=C, O-H, C-O-C และ C-O ตามลำดับ [54, 55] เป็นคุณลักษณะของโครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์เปลี่ยนไปเป็นแกรไฟต์ออกไซด์ได้อย่างชัดเจน

ในตัวอย่างของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ถูกปฏิกิริยาต่อหมู่ฟังก์ชัน (functionalization) ด้วยไทโอยูเรีย แสดงให้เห็นว่าหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันลดลงอย่างชัดเจน ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของแกรไฟต์ออกไซด์ และการถูกแทนที่ของหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนด้วยไทโอยูเรีย สเปกตรัม FT-IR ของแกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ แสดงให้เห็นว่ามีการลดความเข้มของพันธะ O-H, C=O, C=C, O-H, C-O-C และ C-O ในบริเวณ 3395, 1712, 1629, 1365, 1232 และ 1064  $\text{cm}^{-1}$  ตามลำดับ [56] นอกจากนี้พันธะของ C=C (1629  $\text{cm}^{-1}$ ) เลื่อนไปเป็นเลขคลื่นที่ลดลงที่ 1564  $\text{cm}^{-1}$  เป็นผลมาจากสัญญาณรบกวนร่วมกันของ C=C และ C=N/N-H [55] ยิ่งไปกว่านั้นสัญญาณกว้างสูงสุดใหม่ที่ตำแหน่ง 1165  $\text{cm}^{-1}$  เป็นผลมาจากการยึดของ C-N / C-S [57] สเปกตรัมเหล่านี้แสดงให้เห็นการยืนยันการปรากฏของ N และ S ในแกรไฟต์ออกไซด์



รูปที่ 4.4 สเปกตรัม FT-IR ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

การศึกษาหาระยะห่างของระนาบแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ด้วย XRD จากการรับรังสีจากทองแดง ดังรูปที่ 4.5 ตั้งแต่มุม 2theta ที่ 5 ถึง 80 องศาพบว่าการสังเคราะห์แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์เกิดสัญญาณที่ชัดเจนที่มุม 2theta เท่ากับ 26.60 องศา มีระยะห่างระหว่างชั้นเท่ากับ 0.335 นาโนเมตร จากการสังเคราะห์แกรไฟต์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยผงโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต และหลังจากนั้นรีดิวซ์ด้วยไทโอยูเรีย ส่งผลให้ความเข้มที่มุม 2theta เท่ากับ 26.60 องศาลดลงจากเดิม [57] แสดงดังรูปที่ 4.5

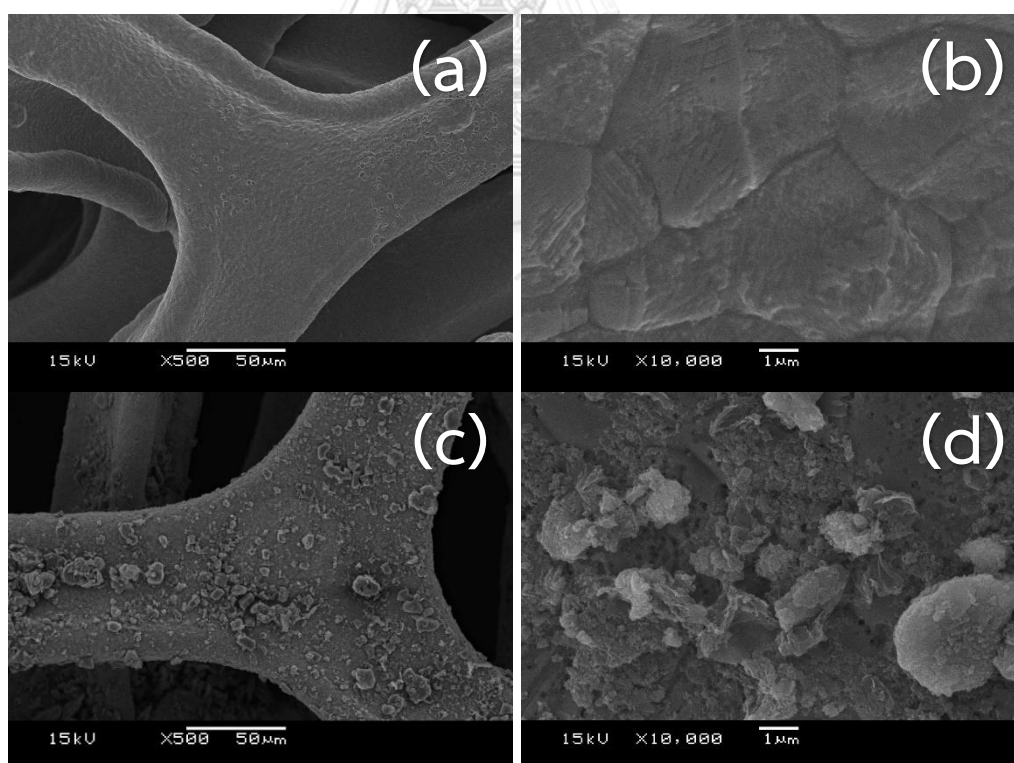


รูปที่ 4.5 XRD ของแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

### 4.3 ผลการเตรียมขั้วไฟฟ้าแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์บนนิกเกิลโพลิม

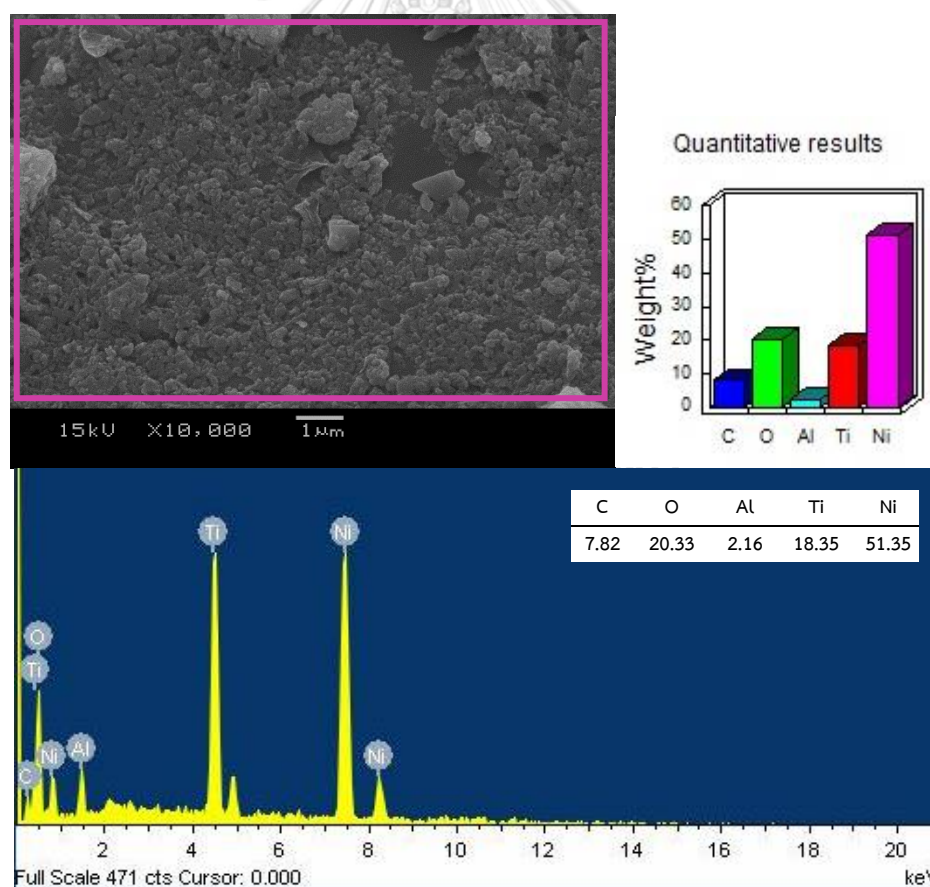
#### 4.3.1 ผลวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์บนนิกเกิลโพลิม

จากภาพการศึกษาสัณฐานวิทยาของรูปที่ 4.6 (a) และ (b) เป็นภาพของนิกเกิลโพลิมใช้เป็นวัสดุรองรับ (substrate) ที่นำมาปรับปรุงขั้วไฟฟ้า ในรูปที่ 4.6 (a) จะมีลักษณะเป็นโครงสร้างที่เป็นโครงร่างตาข่าย และช่องว่าง บ่งชี้ว่ามีลักษณะโครงสร้างเป็นโพลิม ส่งผลให้มีพื้นที่ในการเป็นวัสดุรองรับสำหรับขั้วไฟฟ้าที่ดี ในรูปที่ 4.6 (b) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า บ่งบอกลักษณะพื้นผิวที่เรียบ และเห็นผลึกของนิกเกิลได้ ในรูปที่ 4.6 (c) ได้ทำการหล่อหยดแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์บนนิกเกิลโพลิมน้ำหนัก 0.5 มิลลิกรัม โดยอัตราส่วนแมกซีนต่อแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์เท่ากับ 95 ต่อ 5 มีลักษณะการกระจายตัวของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ทั่วบริเวณของนิกเกิลโพลิม และจากรูปที่ 4.6 (d) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่ามีแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์กระจายอยู่โดยรอบของแมกซีน มีผลึกของแมกซีนที่มีขนาดใหญ่ ตั้งแต่ประมาณ 1 ไมโครเมตร ถึง 3 ไมโครเมตร และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างรูปที่ 4.6 (b) และ (d) พบว่าลักษณะพื้นผิวของ (d) มีลักษณะที่เป็นสามมิติที่มากกว่า



รูปที่ 4.6 สัณฐานวิทยาระดับจุลภาคของ (a), (b) นิกเกิลโพลิมกำลังขยาย 500, 10,000 เท่า, (c) และ (d) แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์บนนิกเกิลโพลิมกำลังขยาย 500, 10,000 เท่า

จากการตรวจสอบด้วยสเปกโตรมิเตอร์กระจายพลังงาน (EDS) โดยการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ที่ตัวอย่างปล่อยออกมา ตรวจสอบองค์ประกอบ การระบุองค์ประกอบธาตุนั้นดำเนินการพร้อมกับการตรวจสอบ SEM โดย EDS ถูกนำมาใช้เป็นมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณ จากรูปที่ 4.7 สามารถบอกปริมาณองค์ประกอบของธาตุได้ว่า มี C อยู่ร้อยละ 7.82, O อยู่ร้อยละ 20.33, Al อยู่ร้อยละ 2.16, Ti อยู่ร้อยละ 18.35 และ Ni อยู่ร้อยละ 51.35 โดยน้ำหนัก จากการตรวจสอบ EDS ของแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ พบว่ามีปริมาณออกไซด์อยู่มากจากการวิเคราะห์วิเคราะห์ได้ว่าออกไซด์มาจากหมู่ฟังก์ชันของแกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่ทำการรีดักชันไม่หมด และมาจากหมู่ฟังก์ชันของแมกซีนที่ทำการสกัดอลูมิเนียมออกไซด์ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก โดยมีหมู่ฟังก์ชันใหม่เกิดขึ้นเป็น O-H หรือ O-Ti-O เกิดขึ้น [19] นอกจากนี้พบองค์ประกอบธาตุของอลูมิเนียมซึ่งมาจากการสกัดอลูมิเนียมออกจากไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์ไบด์ไม่หมด และการล้างอลูมิเนียมออกไซด์ไม่หมด ส่งผลให้มีธาตุของอลูมิเนียมตกค้างอยู่กับแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ส่วนการพบองค์ประกอบธาตุของนิกเกิล เกิดจากนิกเกิลโพลัมที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ



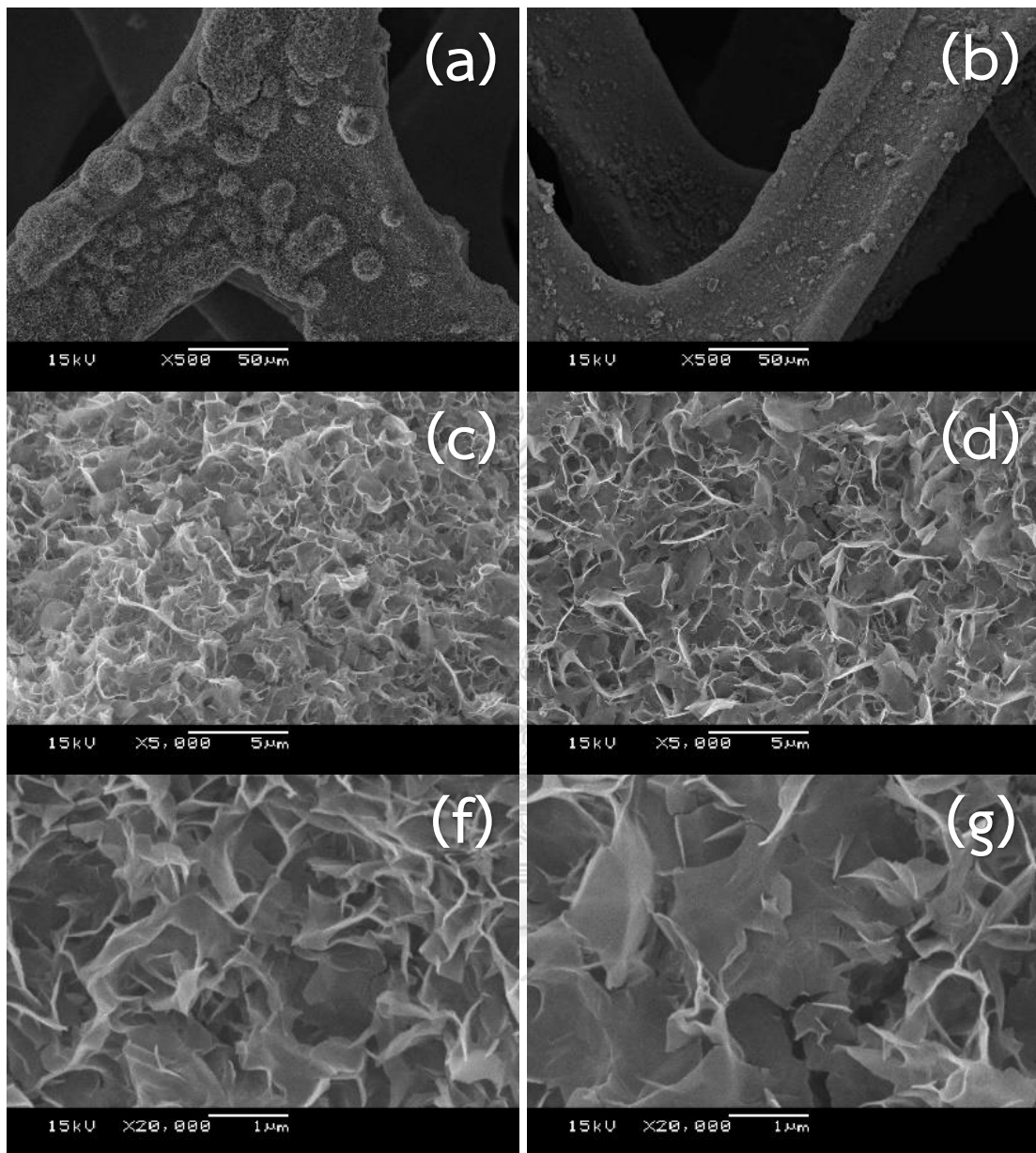
รูปที่ 4.7 สเปกตรัม EDS ของแมกซีน/แกรไฟินเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์



#### 4.4 ผลการเตรียมโคบอลต์ออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

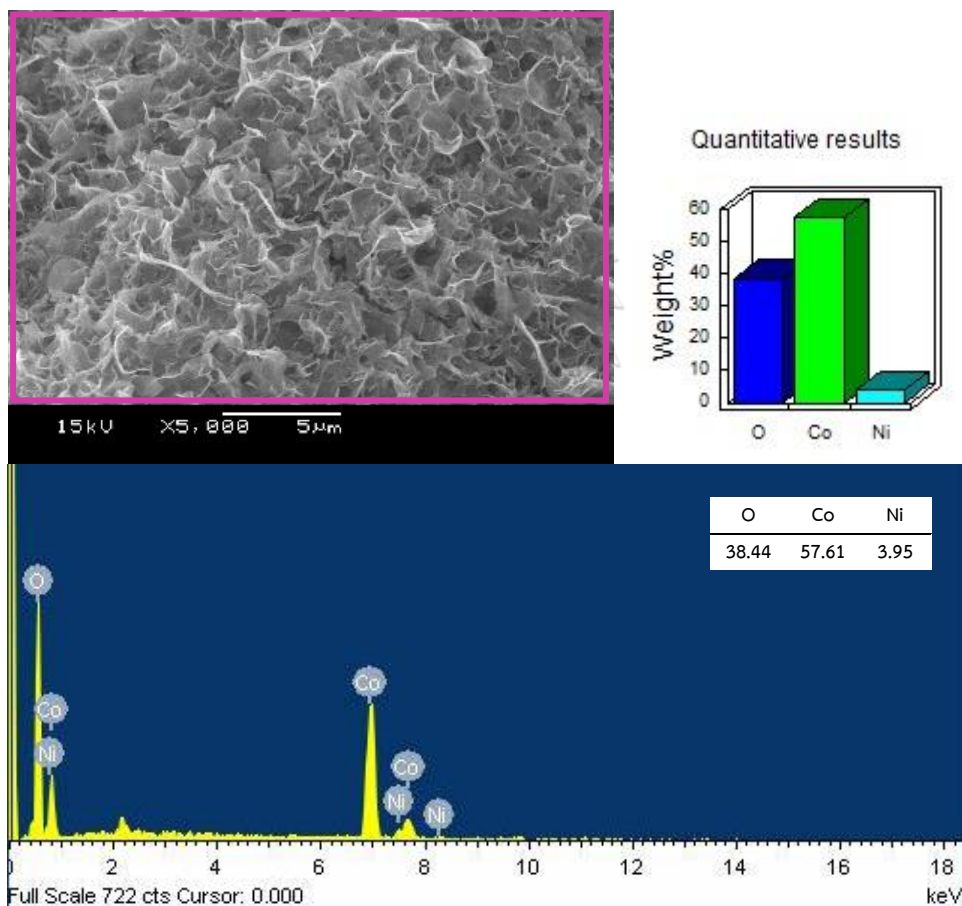
4.4.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของโคบอลต์ออกไซด์บนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์ และบนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

การใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดเพื่อศึกษาถึงลักษณะและการกระจายตัวของโคบอลต์บนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์ และโคบอลต์บนพื้นผิวของนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่ทำการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าที่เวลา 3 นาที จากรูปที่ 4.8 (a) จะเห็นว่าโคบอลต์ออกไซด์เกาะอยู่บนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์เป็นกลุ่มก้อน เมื่อเทียบกับรูปที่ 4.8 (d) คือโคบอลต์ออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า อยู่บนพื้นผิวนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนซัลเฟอร์ เกิดเป็นเยื่อบาง ๆ กระจายตัวตลอดพื้นผิว มีกลุ่มก้อนเล็กน้อย เมื่อเพิ่มกำลังขนาดเป็น 5,000 กับ 20,000 เท่า ในรูปที่ 4.8 (b) และ (c) สามารถมองเห็นได้อย่างชัดเจนว่ามีโครงสร้างคล้ายเกล็ดกระจายอย่างหนาแน่น แต่เมื่อเทียบกับรูปที่ 4.8 (f) และ (g) ทำให้ทราบว่าเมื่อพื้นผิวของโคบอลต์ออกไซด์บนพื้นผิวนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์มีขนาดของเกล็ดที่ใหญ่กว่า และมีพื้นที่ผิวที่น้อยกว่าชีวไฟฟ้าโคบอลต์ออกไซด์ไม่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์



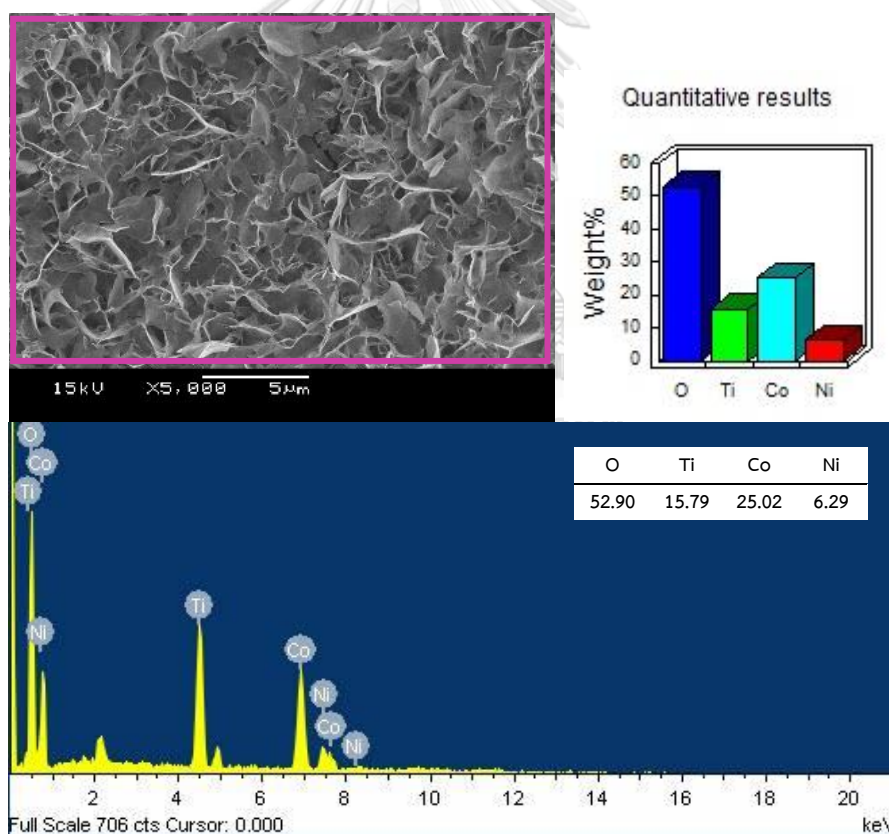
รูปที่ 4.8 สัณฐานวิทยาในระดับจุลภาคของกำลังขยายต่าง ๆ (a), (b) และ (c) โคบอลต์ออกไซด์บนฟิวนิกเกิลโฟม และ (d), (f) และ (g) โคบอลต์ออกไซด์บนฟิวนิกเกิล/แกรฟีน/ไอทีโอและเซลลูโลส

จากการตรวจสอบ EDS จากรูปที่ 4.9 เพื่อตรวจสอบการสังเคราะห์ของโคบอลต์ออกไซด์ลงบนพื้นผิวนิกเกิลโฟม สามารถบอกปริมาณองค์ประกอบของธาตุได้ว่ามี O อยู่ร้อยละ 38.44, Co อยู่ร้อยละ 57.61 และ Ni อยู่ร้อยละ 3.95 โดยน้ำหนัก จากการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุด้วยสเปกตรัม EDS ของโคบอลต์ออกไซด์บนพื้นผิวนิกเกิลโฟม พบว่ามีปริมาณโคบอลต์ออกไซด์อยู่สรุปได้ว่าการสังเคราะห์ประสบความสำเร็จ และมีความหนาแน่นสอดคล้องกับ SEM ส่วนการพบองค์ประกอบธาตุของนิกเกิล เกิดจากนิกเกิลโฟมที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ



รูปที่ 4.9 สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์ออกไซด์ลงบนพื้นผิวนิกเกิลโฟม

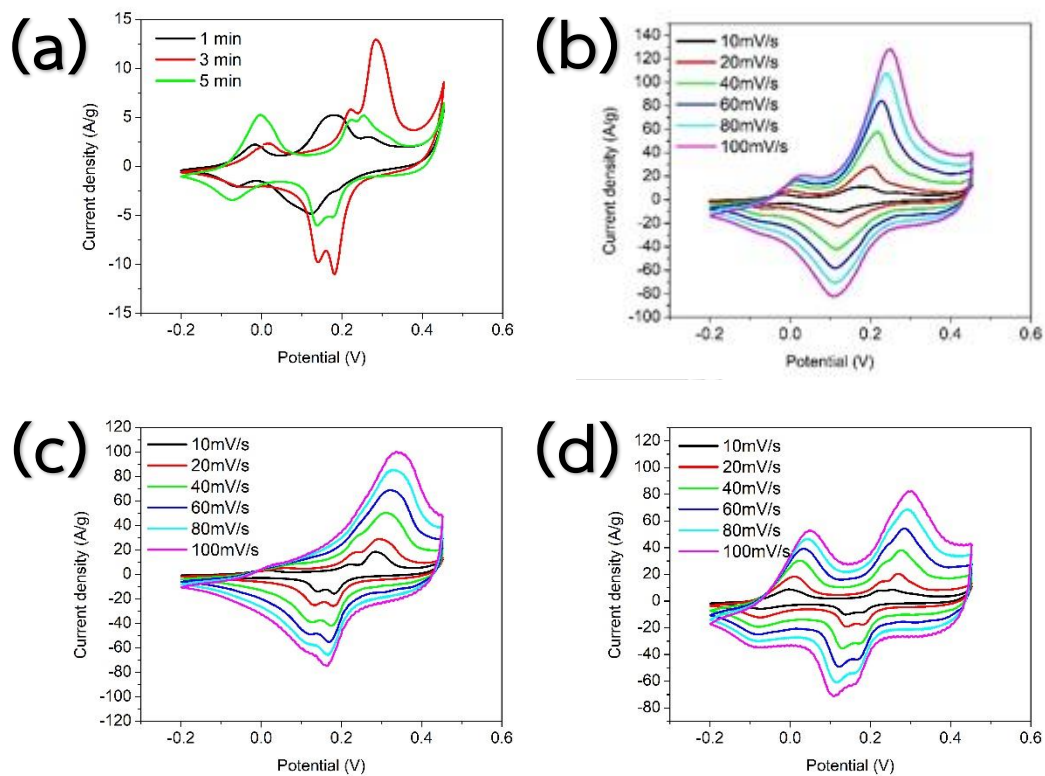
จากการตรวจสอบ EDS จากรูปที่ 4.10 เพื่อตรวจสอบการสังเคราะห์ของโคบอลต์ออกไซด์บนพื้นผิว निकเกิลโฟม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ สามารถบอกปริมาณองค์ประกอบของธาตุได้ว่า มี O อยู่ร้อยละ 52.90, Ti อยู่ร้อยละ 15.79, Co อยู่ร้อยละ 25.02 และ Ni อยู่ร้อยละ 6.29 โดยน้ำหนัก จากการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุด้วยสเปกตรัม EDS ของโคบอลต์ออกไซด์บนพื้นผิว निकเกิลโฟม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ พบว่ามีปริมาณโคบอลต์ออกไซด์อยู่สรุปได้ว่าการสังเคราะห์ประสบความสำเร็จ และมีความหนาแน่นสอดคล้องกับ SEM ส่วนการพบองค์ประกอบธาตุของนิกเกิล เกิดจากนิกเกิลโฟมที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ จากการวิเคราะห์ผลโคบอลต์ออกไซด์เมื่อเตรียมบนพื้นผิว निकเกิลโฟม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์มีส่วนองค์ประกอบของธาตุ Co โดยน้ำหนักที่น้อยกว่าโคบอลต์ออกไซด์เมื่อเตรียมบนพื้นผิว निकเกิลโฟมที่ไม่ผ่านการปรับปรุงผิว แสดงให้เห็นว่าแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์มีส่วนช่วยในการเพิ่มปริมาณการสังเคราะห์ซีเรียมออกไซด์ด้วยเทคนิคของไฟฟ้า



รูปที่ 4.10 สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์ออกไซด์ลงบนพื้นผิว निकเกิลโฟม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

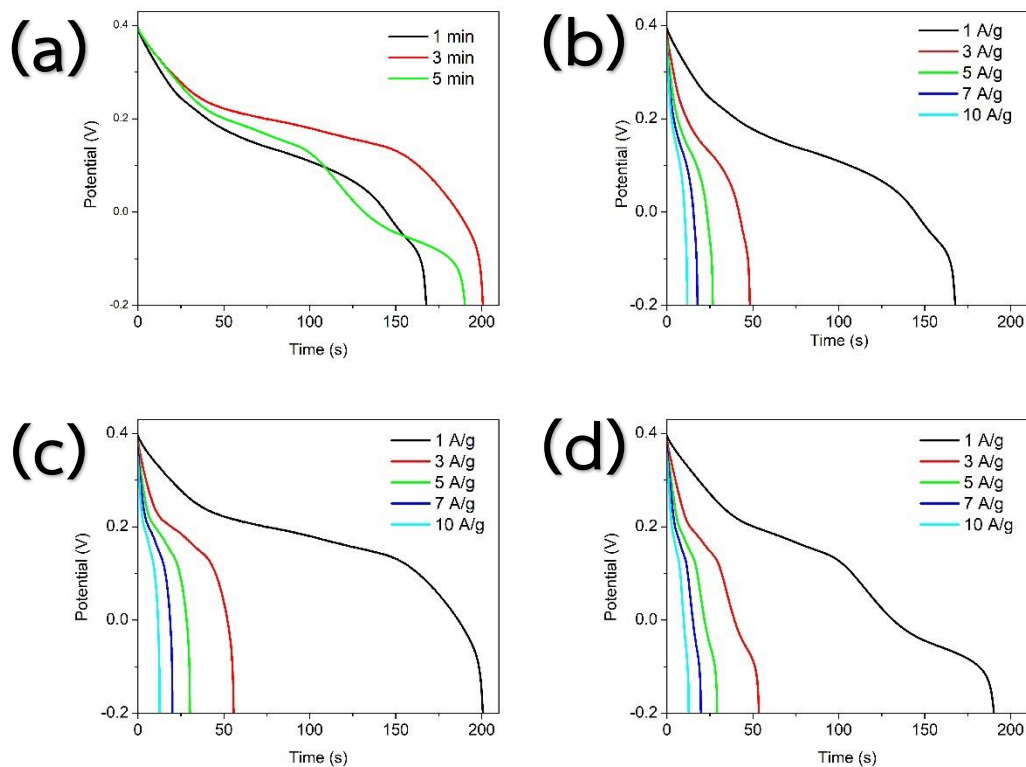
#### 4.4.2 วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของโคบอลต์ออกไซด์บนผิวอนิกเกิลโพลีเมอร์ และบนผิวแมกนีเซียม/แกรไฟต์ในเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

จากเส้นกราฟ CV ในรูปที่ 4.11 (a) แสดงปฏิกิริยาทางไฟฟ้าของโคบอลต์ออกไซด์บนนิเกิลโพลีเมอร์ที่เวลาในการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าต่างกัน ในรูปที่ 4.11 (b), (c) และ (d) แสดงกราฟ CV ที่ scan rates ต่าง ๆ ของโคบอลต์ออกไซด์บนนิเกิลโพลีเมอร์ที่เวลา 1 นาที (Co1), 3 นาที (Co2) และ 5 นาที (Co3) ค่าเก็บประจุเฉพาะที่คำนวณได้โดยจากกราฟ CV ของโคบอลต์ออกไซด์บนนิเกิลโพลีเมอร์ ที่เวลาการสังเคราะห์ที่ใกล้เคียงกัน ชัดเจนว่า Co2 มีความสามารถเก็บประจุเฉพาะสูงสุดที่ 388 F/g และมีค่าลดลงเล็กน้อยของ Co3 (343 F/g) ซึ่งอาจจะเกิดขึ้นจากโครงสร้างโคบอลต์ออกไซด์เกาะกลุ่มก้อน ทำให้พื้นผิวการถ่ายโอนประจุลดลง และค่าของ Co1 (316 F/g) ที่มีค่าน้อยที่สุดเกิดจากโคบอลต์ออกไซด์มีการเกิดผลึกต่ำและไม่สมบูรณ์ ทำให้เกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้ต่ำที่สุด



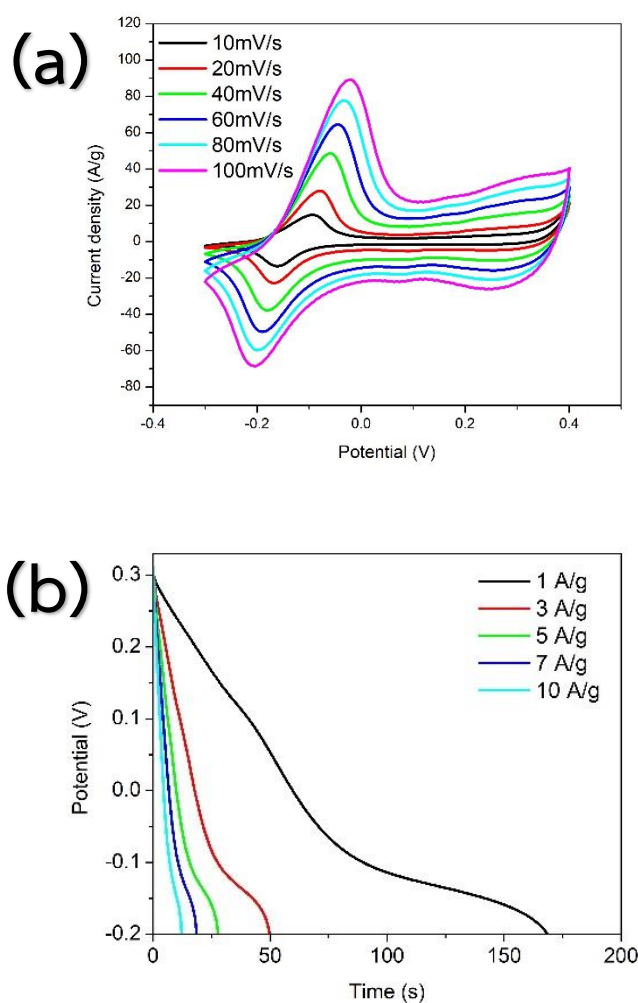
รูปที่ 4.11 กราฟ CV ของ (a) โคบอลต์ออกไซด์บนนิเกิลโพลีเมอร์ที่เวลาต่าง ๆ, (b), (c) และ (d) คือ scan rates ต่าง ๆ ที่โคบอลต์ออกไซด์บนนิเกิลโพลีเมอร์เวลา 1, 3 และ 5 นาที ตามลำดับ

จากกราฟ GCD ในรูปที่ 4.12 (a) แสดงการปล่อยประจุของขั้วไฟฟ้าโคบอลต์ออกไซด์ที่เวลาสังเคราะห์ต่างกัน รูปที่ 4.12 (b), (c) และ (d) แสดงกราฟ GCD ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ ของโคบอลต์ออกไซด์บนนิกเกิลโพลิมที่เวลา 1 นาที (Co1), 3 นาที (Co2) และ 5 นาที (Co3) เช่นเดียวกับ CV แต่ GCD จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะที่เที่ยงตรงกว่า CV เนื่องจากในการคิดค่าคำนวณค่าเก็บประจุจาก CV นั้นคิดรวมจากปฏิกิริยาการเกิดไฮดรอกเจนในระบบ โดย Co2 มีความสามารถเก็บประจุเฉพาะสูงสุดที่ 335 F/g มีการลดลงเล็กน้อยของ Co3 (318 F/g) เกิดขึ้นจากโครงสร้างโคบอลต์ออกไซด์รวมซึ่งทำให้พื้นผิวการถ่ายโอนประจุลดลง และลดลงเล็กน้อยของ Co1 (280 F/g) เกิดจากโคบอลต์ออกไซด์มีการเกิดผลึกดำและไม่สมบูรณ์ ประกอบกับโครงสร้างผลึกที่ใหญ่ทำให้พื้นที่ในการเก็บประจุลดลง



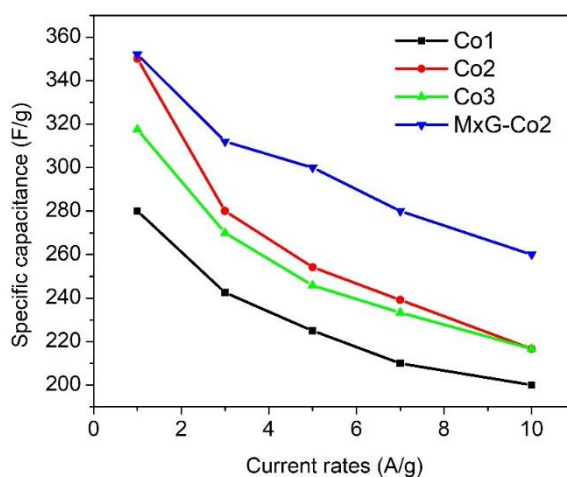
รูปที่ 4.12 กราฟ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของ (a) โคบอลต์ออกไซด์บนนิกเกิลโพลิมที่เวลาต่าง ๆ, (b), (c) และ (d) คือ ความหนาแน่นของกระแสต่าง ๆ ที่โคบอลต์ออกไซด์บนนิกเกิลโพลิมเวลา 1, 3 และ 5 นาที ตามลำดับ

นอกจากนี้กราฟ CV และ GCD ในรูปที่ 4.13 (a) และ (b) ตามลำดับ แสดงปฏิกิริยารีดอกซ์ของขั้วไฟฟ้าโคบอลต์ออกไซด์บนแมกนีเซียม/แกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ รูปที่ 4.13 (a) แสดงกราฟ CV ที่ scan rates ต่าง ๆ ของโคบอลต์ออกไซด์บนแมกนีเซียม/แกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ 3 นาที (MxG-Co) มีความสามารถเก็บประจุเฉพาะสูงสุดที่ 357 F/g ที่ 10 mV/s และรูปที่ 4.13 (b) แสดงกราฟ GCD ที่ความหนาแน่นของกระแสต่าง ๆ มีความสามารถเก็บประจุเฉพาะสูงสุดที่ 352 F/g ที่ 1 A/g



รูปที่ 4.13 กราฟ CV และ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของโคบอลต์ออกไซด์บนแมกนีเซียม/แกรไฟต์เจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ (MxG-Co) ที่เวลา 3 นาที โดย (a) คือ CV scan rates ต่าง ๆ และ (b) คือ GCD ที่ความหนาแน่นของกระแสต่าง ๆ

จากรูปที่ 4.14 คือกราฟที่เกิดจากการคำนวณหาค่าเก็บประจุจำเพาะการเก็บประจุไฟฟ้าของ Co1, Co2, Co3 และ MxG-Co2 โดยเทคนิค GCD ผลบ่งบอกว่า MxG-Co2 มีค่าการเก็บประจุไฟฟ้ามากที่สุด และ Co2, Co3 และ Co1 มีค่าเก็บประจุไฟฟ้าลดลงตามลำดับ บ่งบอกว่าแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์สามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการเก็บประจุให้กับโคบอลต์ออกไซด์ได้ และการสังเคราะห์โคบอลต์ออกไซด์ที่เวลา 3 นาที ให้ประสิทธิภาพการเก็บประจุดีที่สุด จากผลลัพธ์นี้สนับสนุนโดย SEM รูปที่ 4.8 โคบอลต์ออกไซด์บนนิกเกิลโฟม และบนแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์มีพื้นผิวที่มีลักษณะคล้ายเกล็ดหนาแน่นสูงด้วยการเชื่อมต่อระหว่าง interpore ของ Co2 สามารถเป็นตัวนำที่ง่ายสำหรับการถ่ายโอนประจุที่สูงสุดบนนิกเกิลโฟมแต่มีช่วงการเก็บประจุมากกว่าเมื่อเทียบกับ MxG-Co2 ซึ่งมีช่วง potential ในการเก็บประจุต่ำกว่า 0.1 เมื่อคำนวณการเก็บประจุทำให้โคบอลต์ออกไซด์สูงขึ้นเมื่อปรับปรุงผิวด้วยแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์



A/g	Specific capacitance (F/g)			
	Co1	Co2	Co3	MxG-Co2
1	280	350	318	352
3	243	280	270	312
5	225	254	246	300
7	210	239	233	280
10	200	217	216	260

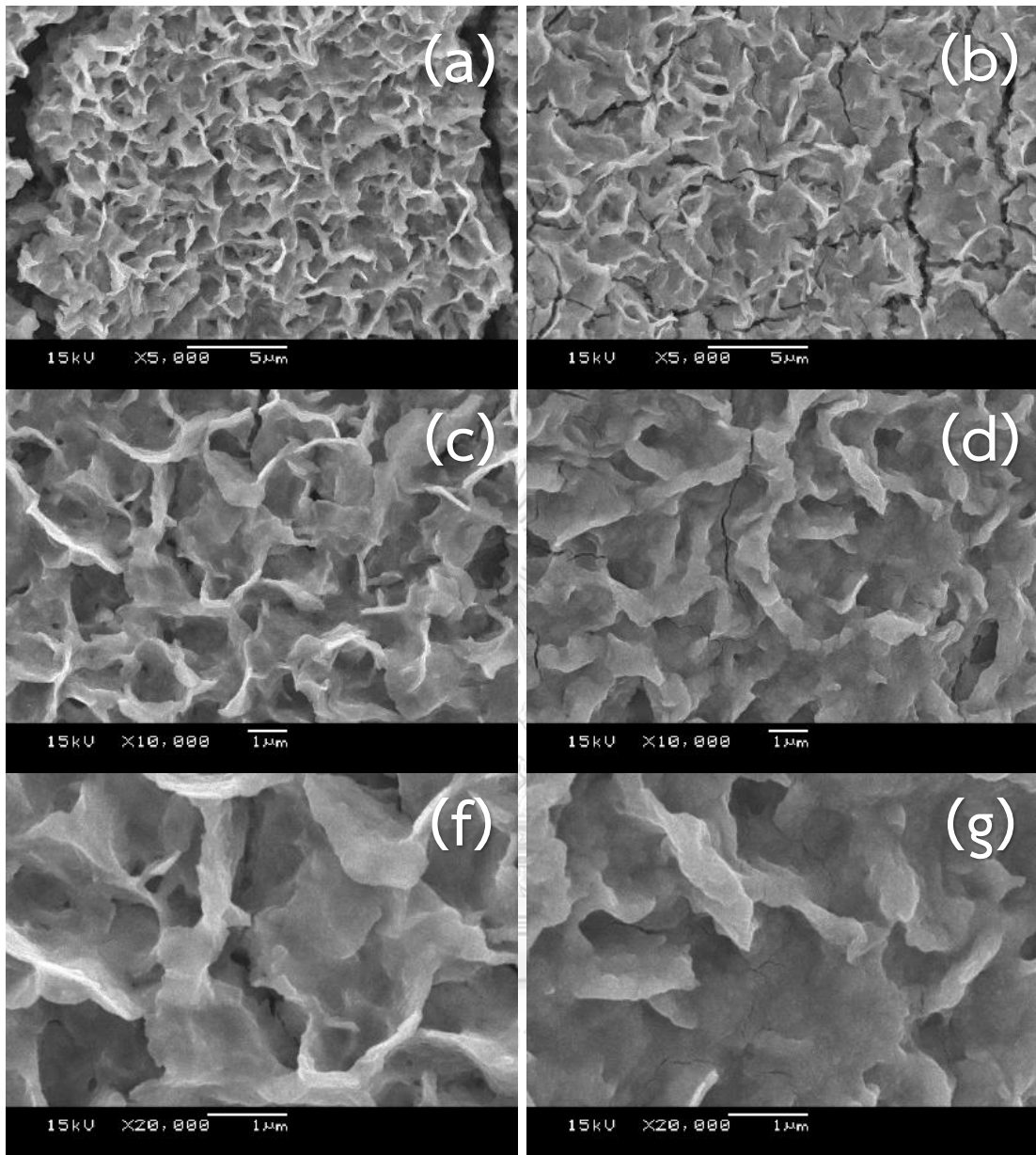
รูปที่ 4.14 กราฟค่าการเก็บประจุจำเพาะของขั้วไฟฟ้าของโคบอลต์ออกไซด์ต่าง ๆ



#### 4.5 ผลการเตรียมขั้วไฟฟ้าซีเรียมออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

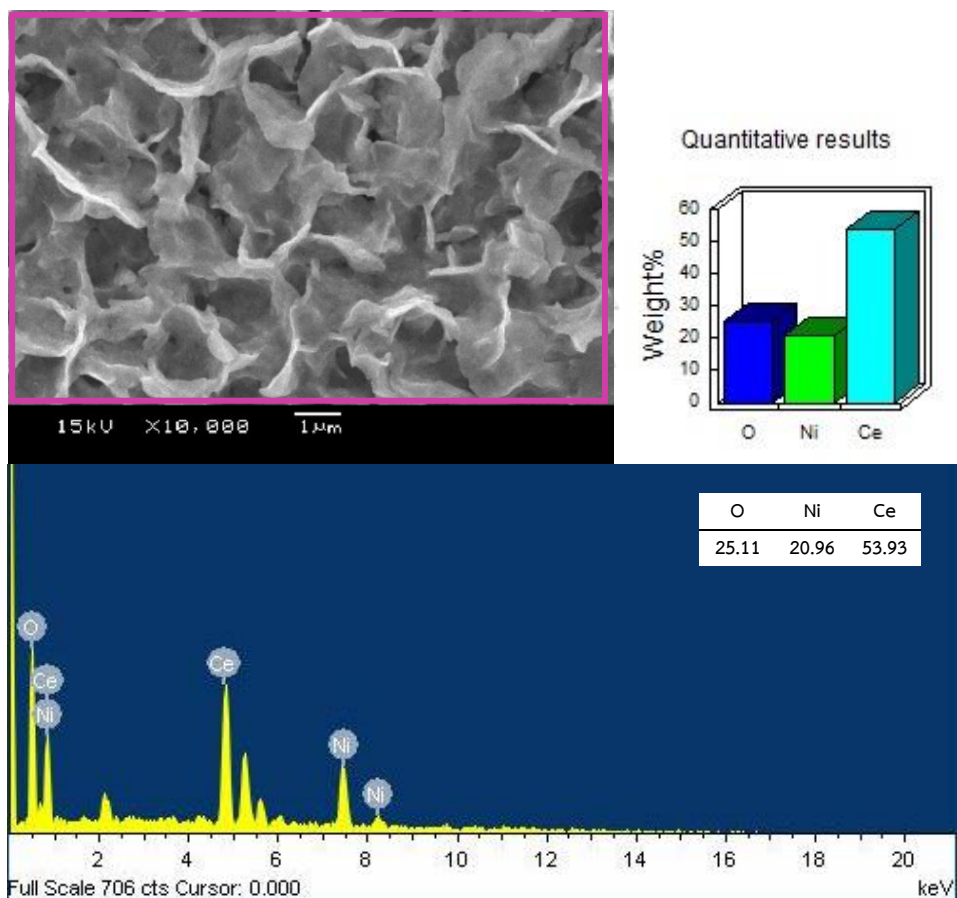
4.5.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของซีเรียมออกไซด์บนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์ และบนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

การใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดเพื่อศึกษาถึงลักษณะและการกระจายตัวของ ซีเรียมบนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์ และซีเรียมบนพื้นผิวของนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่ทำการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าที่เวลา 3 นาที จากรูปที่ 4.15 (a) จะเห็นว่ามีซีเรียมออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าเกาะอยู่บนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์มีลักษณะคล้ายกับแผ่น แต่มีขนาดใหญ่และหนาแน่นกว่าโคบอลต์ออกไซด์บนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์ในรูปที่ 4.8 (b) และเมื่อเทียบกับรูปที่ 4.15 (d) คือซีเรียมออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าอยู่บนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนซัลเฟอร์มีลักษณะการกระจายตัวคล้ายกัน เมื่อเพิ่มกำลังขนาดเป็น 10,000 กับ 20,000 เท่า ในรูปที่ 4.15 (b), (c), (f) และ (g) สามารถมองเห็นได้อย่างชัดเจนว่ามีโครงสร้างคล้ายแผ่นกระจายอยู่แต่มีพื้นที่ผิวที่น้อยกว่า และที่กำลังขยายเท่ากันมีลักษณะค่อนข้างคล้ายกัน แต่เมื่อเทียบกับรูปที่ 4.8 (f) และ (g) ทำให้ทราบว่าเมื่อพื้นผิวของโคบอลต์ออกไซด์บนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์มีขนาดของแผ่นที่เล็กกว่าและมีพื้นที่ผิวที่มากกว่าขั้วไฟฟ้าซีเรียมออกไซด์ที่ผ่าน และไม่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์



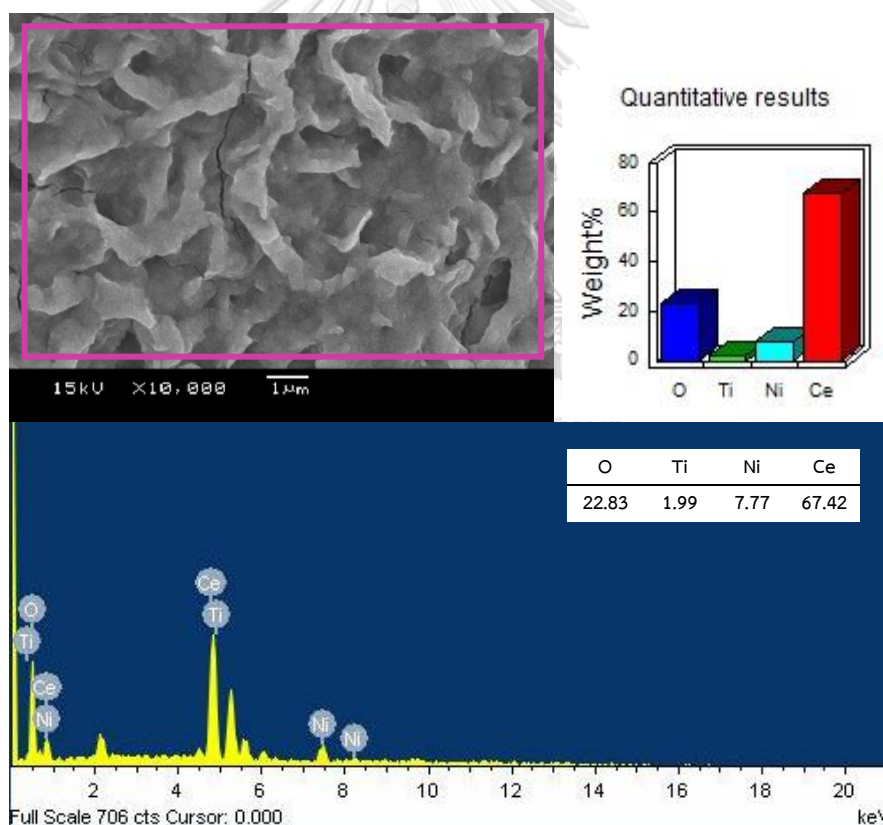
รูปที่ 4.15 สัณฐานวิทยาในระดับจุลภาคของก้ำกึ่งขยายต่าง ๆ (a), (b) และ (c) ซีเรียมออกไซด์บนผิวนิกเกิลโฟม และ (d), (f) และ (g) ซีเรียมออกไซด์บนผิวนิกเกิลโฟม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์

จากการตรวจสอบ EDS จากรูปที่ 4.16 เพื่อตรวจสอบการสังเคราะห์ของซีเรียมออกไซด์ลงบนพื้นผิว निकเกิลโฟม สามารถบอกปริมาณองค์ประกอบของธาตุได้ว่า มี O อยู่ร้อยละ 25.11, Ni อยู่ร้อยละ 20.96 และ Ce อยู่ร้อยละ 53.93 โดยน้ำหนัก จากการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุด้วยสเปกตรัม EDS ของซีเรียมออกไซด์บนพื้นผิว निकเกิลโฟม พบว่ามีปริมาณซีเรียมออกไซด์อยู่สรุปได้ว่าการสังเคราะห์ประสบความสำเร็จ ส่วนการพบองค์ประกอบธาตุของนิกเกิล เกิดจากนิกเกิลโฟมที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ



รูปที่ 4.16 สเปกตรัม EDS ของ Ce

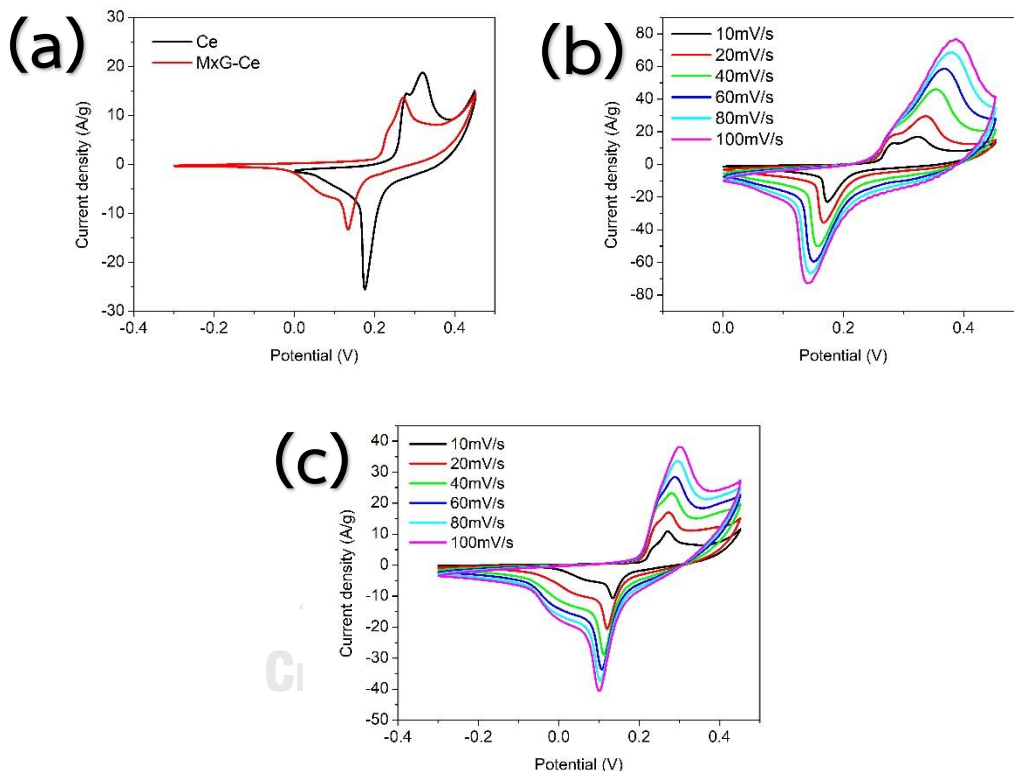
จากการตรวจสอบ EDS จากรูปที่ 4.17 เพื่อตรวจสอบการสังเคราะห์ของซีเรียมออกไซด์ลงบนพื้นผิวของฟิล์ม-แมกซี/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ สามารถบอกปริมาณองค์ประกอบของธาตุได้ว่า มี O อยู่ร้อยละ 22.83, Ti อยู่ร้อยละ 1.99, Ni อยู่ร้อยละ 7.77 และ Ce อยู่ร้อยละ 67.42 โดยน้ำหนัก จากการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุด้วยสเปกตรัม EDS ของซีเรียมออกไซด์บนพื้นผิวของฟิล์ม-แมกซี/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ พบว่ามีปริมาณซีเรียมออกไซด์อยู่สูงได้ว่าการสังเคราะห์ประสบความสำเร็จลงบนแมกซี/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ส่วนการพบองค์ประกอบธาตุของนิกเกิล เกิดจากนิกเกิลโพลีที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ จากการวิเคราะห์ผลซีเรียมออกไซด์เมื่อเตรียมบนพื้นผิวของฟิล์ม-แมกซี/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์มีส่วนองค์ประกอบของธาตุ Ce โดยน้ำหนักที่มากกว่าซีเรียมออกไซด์เมื่อเตรียมบนพื้นผิวของฟิล์มที่ไม่ผ่านการปรับปรุงผิว แสดงให้เห็นว่าการเตรียมพื้นผิวแมกซี/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์มีส่วนช่วยในการเพิ่มปริมาณการสังเคราะห์ซีเรียมออกไซด์ด้วยเทคนิคของไฟฟ้า



รูปที่ 4.17 สเปกตรัม EDS ของ MxG-Ce

#### 4.5.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของซีเรียมออกไซด์บนฉนวนิกเกิลโพลีเมอร์ และบนฉนวนิกเกิลโพลีเมอร์ที่ปรับปรุงด้วยแมกนีซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

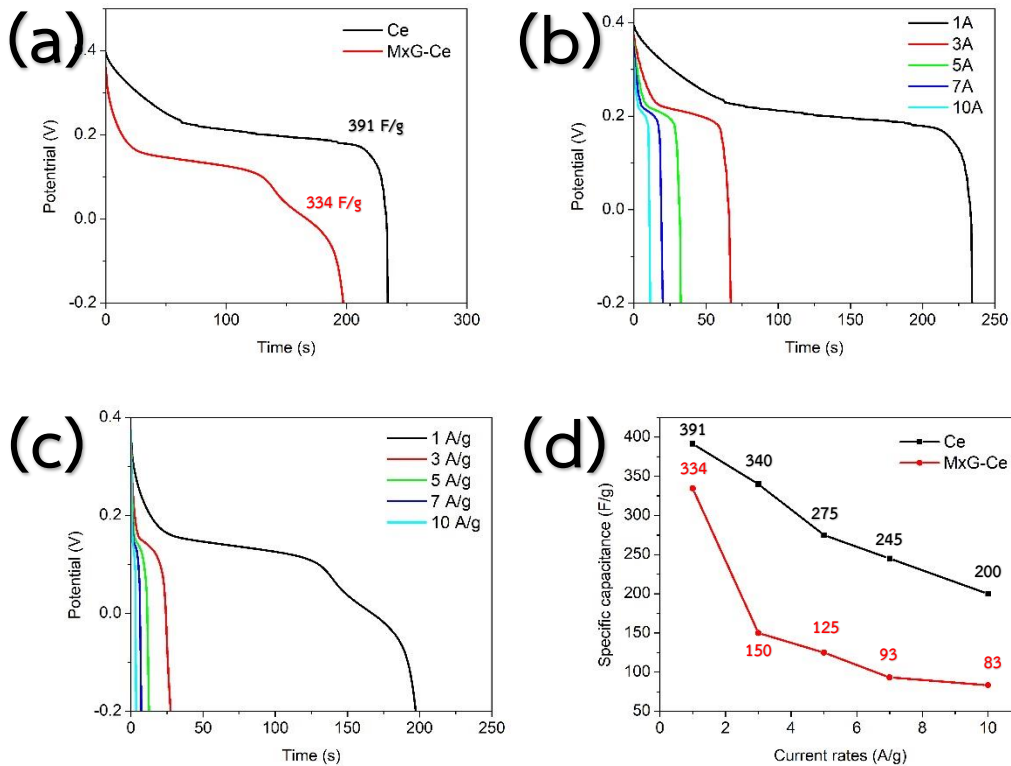
จากเส้นกราฟ CV ในรูปที่ 4.18 (a) แสดงปฏิกิริยาทางไฟฟ้าของ Ce และ MxG-Ce ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ 10 mV/s ในรูปที่ 4.18 (b) และ (c) แสดงกราฟ CV ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 ถึง 100 mV/s ของ Ce และ MxG-Ce ค่าเก็บประจุเฉพาะที่คำนวณได้โดยจากกราฟ CV ของ Ce และ MxG-Ce ที่ช่วงศักย์ไฟฟ้า 0 ถึง 0.45 โวลต์ ชัดเจนว่า Ce มีความสามารถเก็บประจุเฉพาะสูงสุด 414 F/g แต่การหล่อหยดแมกนีซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนทำให้ MxG-Ce ลดลงเป็น 337 F/g



รูปที่ 4.18 กราฟ CV ของ (a) เปรียบเทียบ Ce และ MxG-Ce, (b) และ (c) อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 ถึง 100 mV/s ของ Ce และ MxG-Ce ตามลำดับ

จากกราฟ GCD ในรูปที่ 4.19 (a) แสดงการปล่อยประจุของขั้วไฟฟ้าโดยเปรียบเทียบระหว่าง Ce และ MxG-Ce ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และรูปที่ 4.19 (b) และ (c) แสดงกราฟ GCD ที่กระแสตั้งแต่ 1 ถึง 10 A/g ของ Ce และ MxG-Ce เช่นเดียวกับ CV แต่ GCD จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะที่เที่ยงตรงกว่า CV เนื่องจาก ในการคำนวณแบบ GCD จะไม่รวมปฏิกิริยาการเกิดไฮดรอกเจนในระบบ โดย Ce มีความสามารถเก็บประจุเฉพาะสูงสุดที่ 391 F/g มีการลดลงเล็กน้อยของ MxG-Ce

(334 F/g) ในรูปที่ 4.19 (d) เป็นกราฟ GCD ที่ได้ผ่านการคำนวณจากสมการที่ 3 Ce มีค่าการเก็บประจุจำเพาะสูงกว่า MxG-Ce ในช่วงอัตราเร็วของกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 ถึง 10 A/g



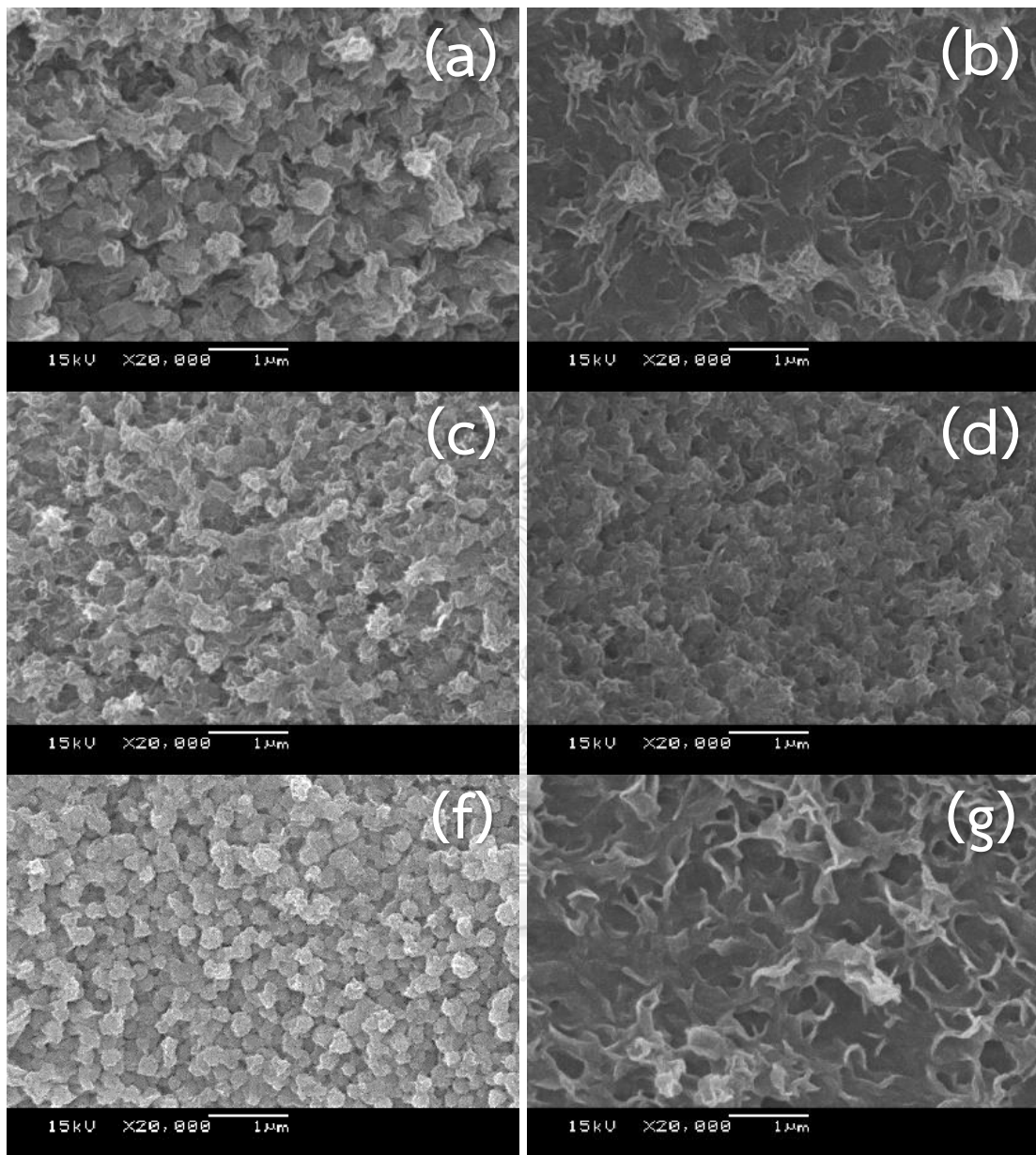
รูปที่ 4.19 กราฟ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของ (a) เปรียบเทียบ Ce และ MxG-Ce, (b) และ (c) กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 ถึง 10 A/g ของ Ce และ MxG-Ce ตามลำดับ และ (d) ความจุจำเพาะ

วิเคราะห์ร่วมกับ SEM-EDS ในรูปที่ 4.15 จากการเกิดโครงสร้างแบบแผ่นของ MxG-Ce ในการสังเคราะห์ MxG-Ce ส่งผลให้ซีเรียมสังเคราะห์ได้ง่าย ทำให้ซีเรียมมีความอัดแน่นจนมีพื้นที่ผิวเป็นผิวเรียบมากกว่า Ce จึงมีลักษณะผิวที่เรียบเป็นส่วนใหญ่ และมีความหนาแน่นของโครงสร้างแบบแผ่นน้อยกว่า Ce บ่งบอกถึง MxG-Ce มีพื้นผิวเพื่อการถ่ายโอนประจุลดลง และมีการเกิดผลึกต่ำกว่า Ce ทำให้มีปฏิกิริยารีดอกซ์น้อยกว่า

#### 4.6 การเตรียมขั้วไฟฟ้าโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิว निकเกิลโพลีเมอร์ และบนผิวแมกนีเซียม/แกรไฟต์ในเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

4.6.1 ผลวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาและวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิว निकเกิลโพลีเมอร์ และบนผิวแมกนีเซียม/แกรไฟต์ในเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

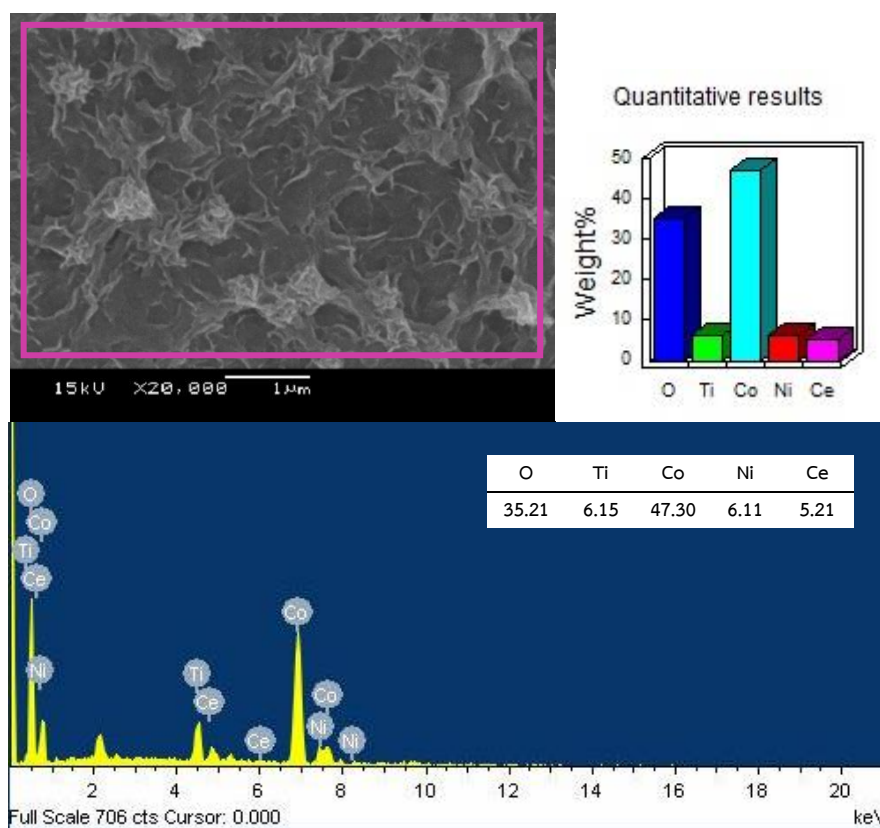
การใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดเพื่อศึกษาถึงลักษณะและการกระจายตัวของ โคบอลต์-ซีเรียมบนพื้นผิว निकเกิลโพลีเมอร์ และโคบอลต์-ซีเรียมบนพื้นผิวของ निकเกิลโพลีเมอร์-แมกนีเซียม/แกรไฟต์ในเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่ทำการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าที่เวลา 3 นาที ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า เท่ากัน จากรูปที่ 4.20 (a) จะเห็นว่า Co95 โดยเกาะอยู่บนพื้นผิว निकเกิลโพลีเมอร์มีลักษณะคล้ายลูกบาศก์ แต่มีขนาดใหญ่กว่า Co90 ในรูปที่ 4.20 (c) และมีขนาดใหญ่กว่าเมื่อเทียบกับรูปที่ 4.20 (f) Co85 อย่างชัดเจน สามารถวิเคราะห์ผลการตรวจสอบได้ว่าเมื่อเพิ่มปริมาณซีเรียมออกไซด์สามารถทำให้มีขนาดของลูกบาศก์เล็กลง เมื่อนำ MxG-Co95 ตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา แสดงให้เห็นว่า ปริมาณการเกิดลูกบาศก์ลดลงเกิดเป็นแผ่นระนาบบาง ๆ ซ้อนทับกัน โดยแสดงในรูปที่ 4.20 (b) คล้ายกันกับรูปที่ 4.20 (g) คือ MxG-Co85 แต่จะมีขนาดแผ่นระนาบที่หนาขึ้น แต่รูปที่ 4.20 (f) คือ MxG-Co95 ยังมีโครงสร้างที่คล้ายกับลูกบาศก์แต่ไม่ชัดเจนเท่ากับรูปที่ 4.20 (a), (c) และ (f) แต่มีลักษณะสัณฐานวิทยาที่ขนาดเล็กกว่า ละเอียดกว่าโคบอลต์-ซีเรียมบนนิเกิลโพลีเมอร์



รูปที่ 4.20 สัณฐานวิทยาในระดับจุลภาคที่อัตราส่วนต่าง ๆ ระหว่างโคบอลต์กับซีเรียออกไซด์ (a) Co95, (b) MxG-Co95, (c) Co90, (d) MxG-Co90, (e) Co85 และ (f) MxG-Co85

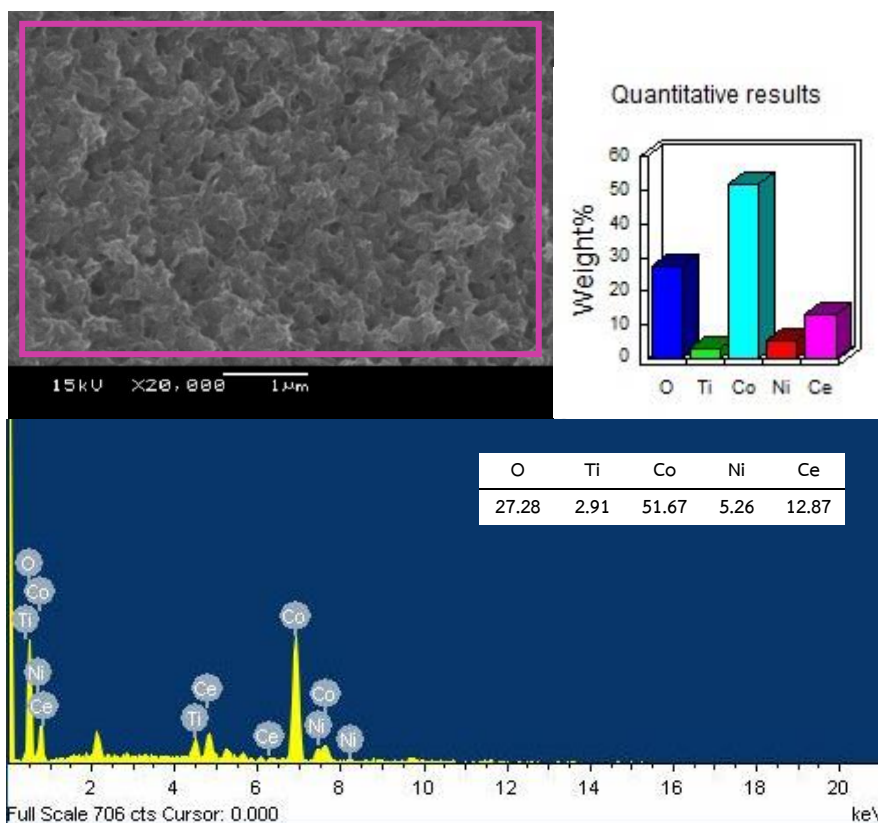


จากการตรวจสอบ EDS จากรูปที่ 4.21 เพื่อตรวจสอบการสังเคราะห์ของ MxG-Co95 สามารถบอกปริมาณองค์ประกอบของธาตุได้ว่า มี O อยู่ร้อยละ 35.21, Ti อยู่ร้อยละ 6.15, Co อยู่ร้อยละ 47.30, Ni อยู่ร้อยละ 6.11 และ Ce อยู่ร้อยละ 5.21 โดยน้ำหนัก จากการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุด้วยสเปกตรัม EDS ของ MxG-Co95 พบว่ามีปริมาณโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ อยู่สรุปได้ว่าการสังเคราะห์ประสบความสำเร็จลงบนแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ส่วนปริมาณน้ำหนักร้อยละที่ได้เป็นอัตราส่วนของโคบอลต์ต่อซีเรียมจริงเท่ากับประมาณ 90 ต่อ 10 การที่พบองค์ประกอบธาตุของนิกเกิล เกิดจากนิกเกิลโพลัมที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ



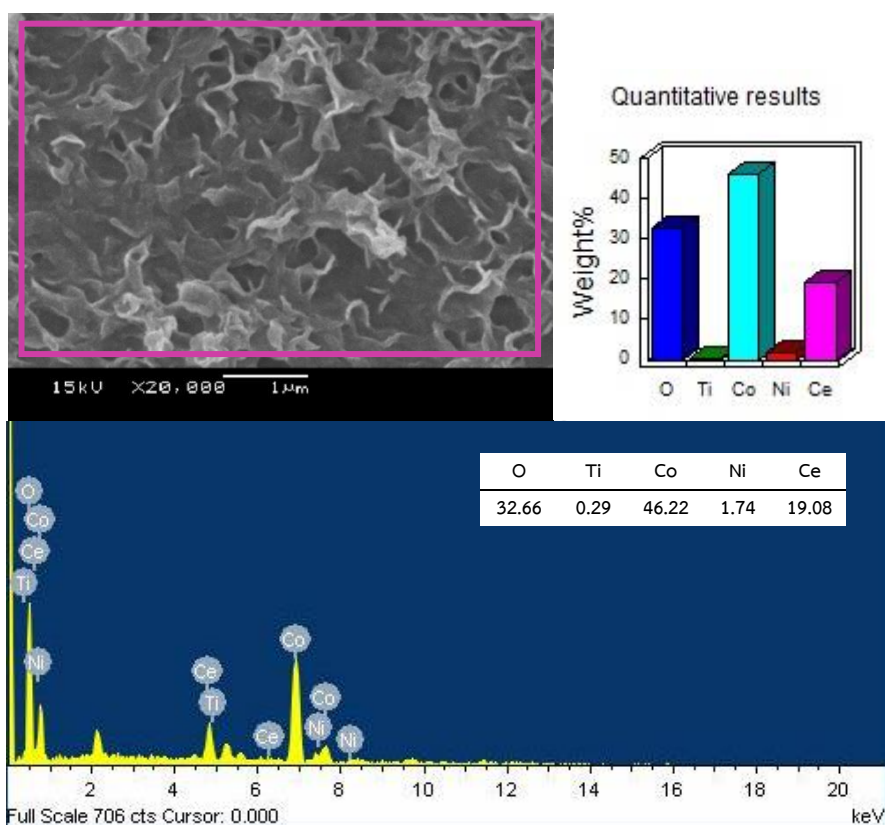
รูปที่ 4.21 สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ลงบนพื้นผิวนิกเกิลโพลัม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ 95 ต่อ 5

จากการตรวจสอบ EDS จากรูปที่ 4.22 เพื่อตรวจสอบการสังเคราะห์ของ MxG-Co90 สามารถบอกปริมาณองค์ประกอบของธาตุได้ว่า มี O อยู่ร้อยละ 27.28, Ti อยู่ร้อยละ 2.91, Co อยู่ร้อยละ 51.67, Ni อยู่ร้อยละ 5.26 และ Ce อยู่ร้อยละ 12.87 โดยน้ำหนัก จากการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุด้วยสเปกตรัม EDS ของ MxG-Co90 พบว่ามีปริมาณโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ อยู่สรุปได้ว่าการสังเคราะห์ประสบความสำเร็จลงบนแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ ส่วนปริมาณน้ำหนักร้อยละที่ได้เป็นอัตราส่วนของโคบอลต์ต่อซีเรียมจริงเท่ากับประมาณ 80 ต่อ 20



รูปที่ 4.22 สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ลงบนพื้นผิววิกเกิลโฟม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ 90 ต่อ 10

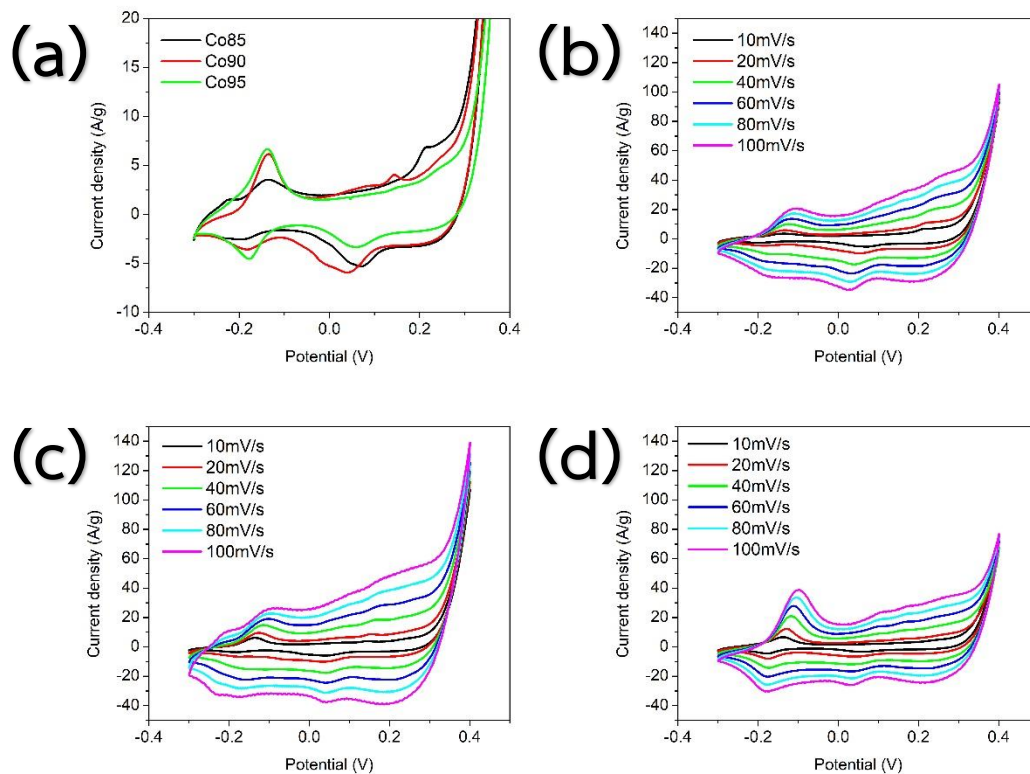
จากการตรวจสอบ EDS จากรูปที่ 4.23 เพื่อตรวจสอบการสังเคราะห์ของ MxG-Co85 สามารถบอกปริมาณองค์ประกอบของธาตุได้ว่า มี O อยู่ร้อยละ 32.66, Ti อยู่ร้อยละ 0.29, Co อยู่ร้อยละ 46.22, Ni อยู่ร้อยละ 1.74 และ Ce อยู่ร้อยละ 19.08 โดยน้ำหนัก จากการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุด้วยสเปกตรัม EDS ของ MxG-Co85 พบว่ามีปริมาณโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ อยู่สรุปได้ว่าการสังเคราะห์ประสบความสำเร็จลงบนแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ส่วนปริมาณน้ำหนักร้อยละที่ได้เป็นอัตราส่วนของโคบอลต์ต่อซีเรียมจริงเท่ากับปริมาณ 71 ต่อ 29



รูปที่ 4.23 1สเปกตรัม EDS ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ลงบนพื้นผิววิกเจลโฟม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ 85 ต่อ 15

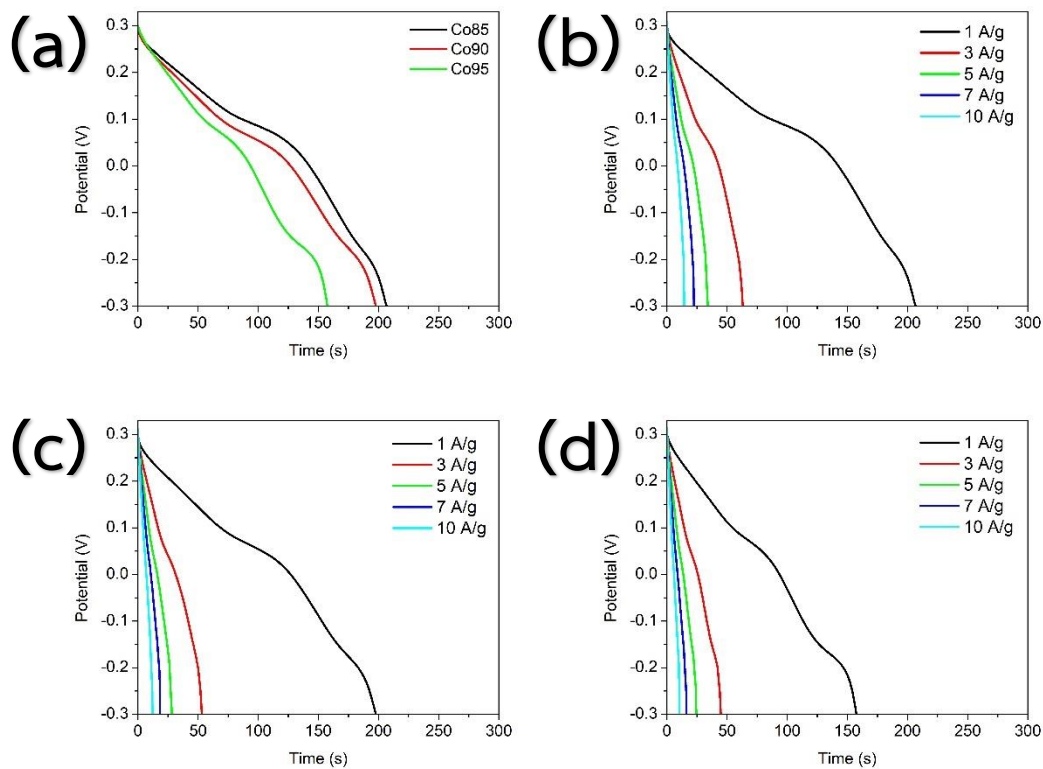
#### 4.6.2 วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนฉนวนนิกเกิลโพลีเมอร์ และบนฉนวนแมกนีเซียม/แกรไฟต์ไนโตรเจนและซิลิโคน

จากเส้นกราฟ CV ในรูปที่ 4.24 (a) แสดงปฏิกิริยาทางไฟฟ้าของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์ที่สัดส่วนในการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าต่างกัน ในรูปที่ 4.24 (b), (c) และ (d) แสดงกราฟ CV ที่ scan rates ต่าง ๆ ของ Co85, Co90 และ Co95 ค่าเก็บประจุเฉพาะที่คำนวณได้โดยจากกราฟ CV ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์ ที่สัดส่วนการสังเคราะห์ต่างกัน โดย Co85 มีความสามารถเก็บประจุเฉพาะสูงสุดที่ 351 F/g เทียบกับ Co90 (281 F/g) มีค่าที่ลดลง แต่ Co95 (256 F/g) มีค่าน้อยสุด เกิดจากมีพื้นที่ผิวที่น้อยโดยอ้างอิงจากรูปที่ 4.20 (b) ทำให้มีการรับประจุลดลง และสัดส่วนของโคบอลต์และซีเรียมเป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้ค่าการเก็บประจุเพิ่มขึ้น



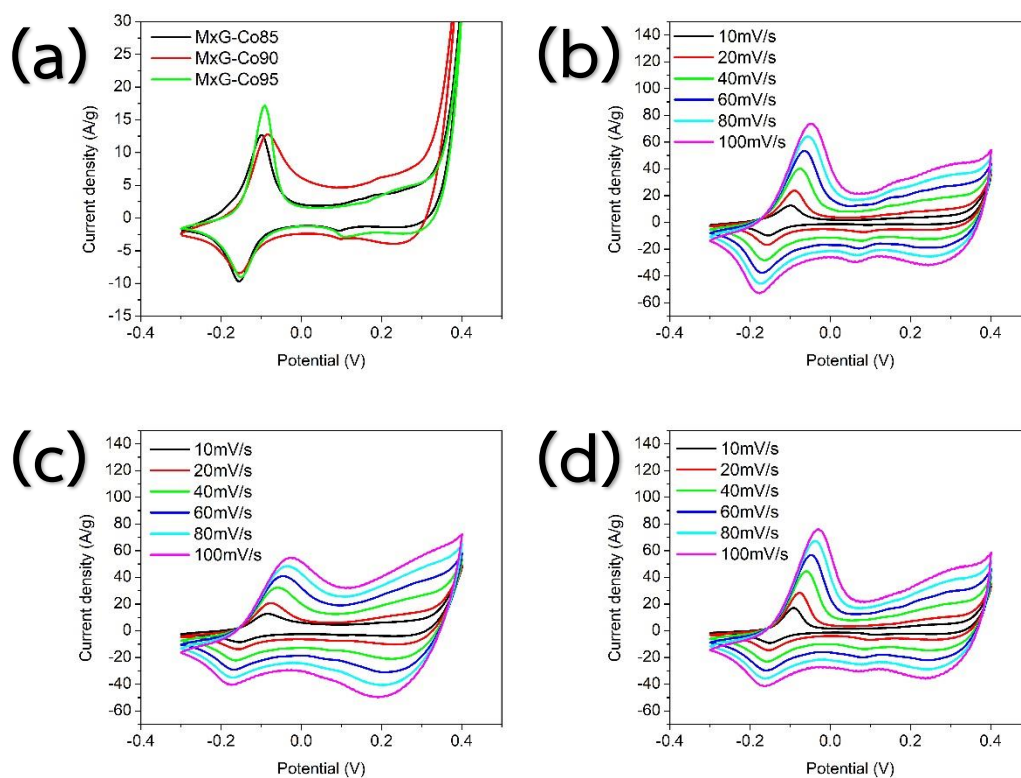
รูปที่ 4.24 กราฟ CV ของ (a) คือภาพสัดส่วนต่าง ๆ ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนนิกเกิลโพลีเมอร์ และ (b), (c) และ (d) คือ scan rates ต่าง ๆ ที่สัดส่วนของ Co85, Co90 และ Co95 ตามลำดับ

จากกราฟ GCD ในรูปที่ 4.25 (a) แสดงการปล่อยประจุของขั้วไฟฟ้าโคบอลต์-ซีเรียม ออกไซด์ที่สัดส่วนในการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าต่างกัน รูปที่ 4.25 (b), (c) และ (d) แสดงกราฟ GCD ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ ของ Co85, Co90 และ Co95 การคำนวณเช่นเดียวกับ CV แต่ GCD จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะที่เที่ยงตรงกว่า CV เนื่องจาก GCD จะไม่มีปฏิกิริยาการเกิดไฮดรอกเจนในระบบ โดย Co85 มีความสามารถเก็บประจุเฉพาะสูงสุดที่ 347 F/g มีการลดลงเล็กน้อยของ Co90 (332 F/g) และลดลงของ Co95 (267 F/g)



รูปที่ 4.25 กราฟ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของ (a) คือภาพสัดส่วนต่าง ๆ ของโคบอลต์-ซีเรียม ออกไซด์บนนิกเกิลโพลิม, (b), (c) และ (d) คือ ความหนาแน่นของกระแสต่าง ๆ ที่โคบอลต์-ซีเรียม ออกไซด์บนนิกเกิลโพลิมเท่ากับ 85/15, 90/10 และ 95/5 ตามลำดับ

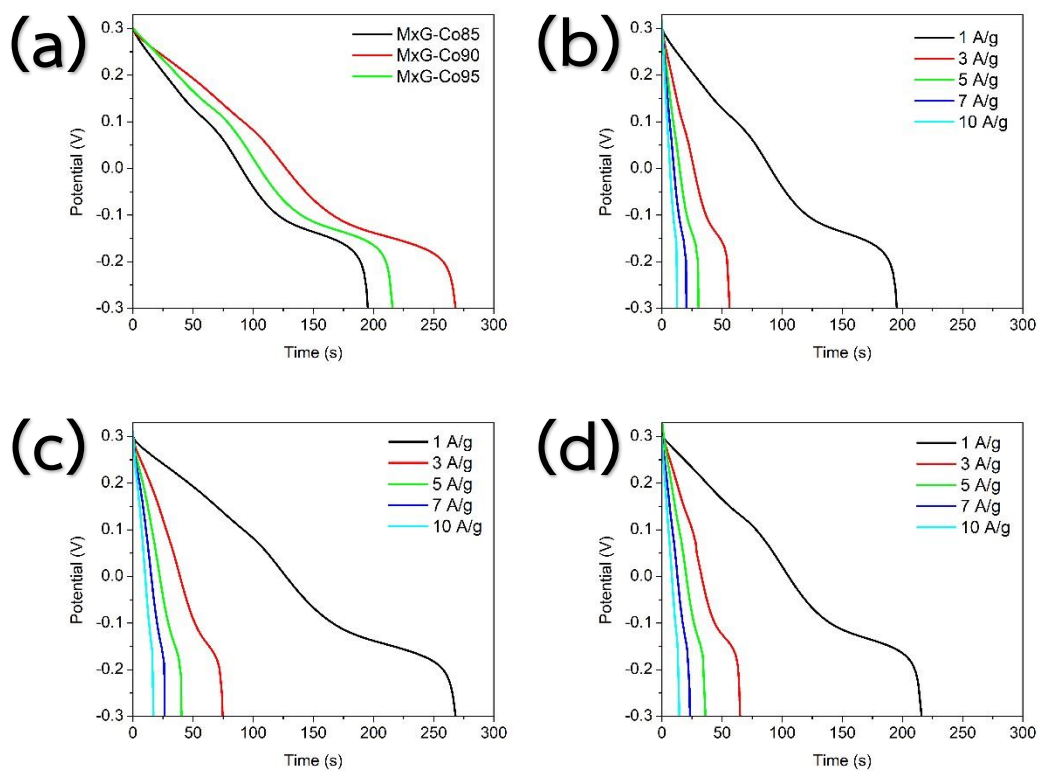
จากเส้นกราฟ CV ในรูปที่ 4.26 (a) แสดงปฏิกิริยาทางไฟฟ้าของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่สัดส่วนในการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าต่างกัน ในรูปที่ 4.26 (b), (c) และ (d) แสดงกราฟ CV ที่ scan rates ต่าง ๆ ของ MxG-Co85, MxG-Co90 และ MxG-Co95 ค่าเก็บประจุเฉพาะที่คำนวณได้โดยจากกราฟ CV ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ที่สัดส่วนการสังเคราะห์ต่างกัน โดย MxG-Co90 มีความสามารถเก็บประจุเฉพาะสูงสุดที่ 489 F/g เทียบกับ MxG-Co85 (334 F/g) และ MxG-Co95 (354 F/g) มีค่าที่ต่างกันอย่างมาก



รูปที่ 4.26 กราฟ CV ของ (a) คือภาพสัดส่วนต่าง ๆ ของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวนิกเกิลโพรม-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์, (b), (c) และ (d) คือ scan rates ต่าง ๆ ที่สัดส่วนของ MxG-Co95, MxG-Co90 และ MxG-Co85 ตามลำดับ

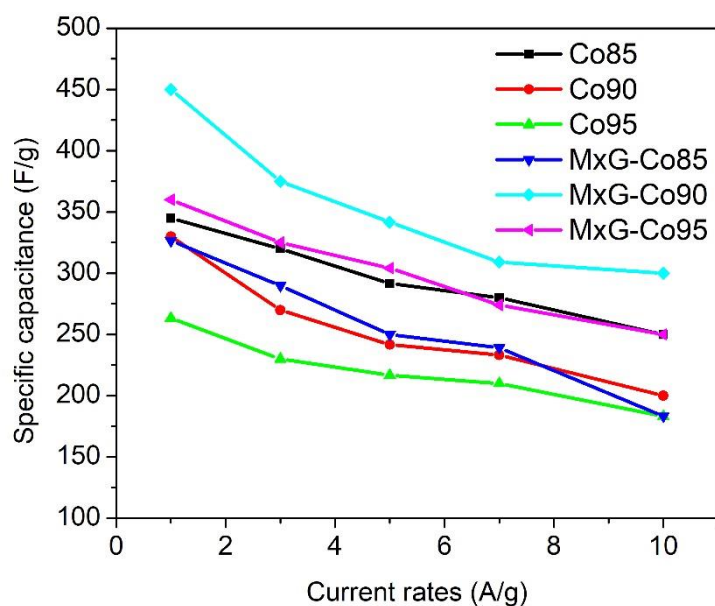
จากกราฟ GCD ในรูปที่ 4.27 (a) แสดงการปล่อยประจุของขั้วไฟฟ้าโคบอลต์-ซีเรียม ออกไซด์ที่สัดส่วนในการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าต่างกัน รูปที่ 4.27 (b), (c) และ (d) แสดงกราฟ GCD ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ ของ MxG-Co85, MxG-Co90 และ MxG-Co95 เช่นเดียวกับ CV แต่ GCD จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะที่เที่ยงตรงกว่า CV เนื่องจากการคำนวณการเก็บประจุแบบ GCD จะไม่มีปฏิกิริยาไฮดรอกเจนเกิดขึ้นในระบบ โดย MxG-Co90 มีความสามารถเก็บประจุ เฉพาะสูงสุดที่ 450 F/g มีการลดลงของ MxG-Co85 (328 F/g) และ MxG-Co95 (360 F/g)

ซึ่งผลการทดลองสอดคล้องกับผลอ้างอิงได้จาก SEM รูปที่ 4.20 ซึ่งโครงสร้างของ MxG-Co90 มีพื้นที่ผิวที่เหมาะสมเป็นผลมาจากการปรับปรุงผิวของแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจน และซิลเฟอร์ก่อนการฝังตัวโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ นั้นทำให้วิเคราะห์ได้ว่า MxG-Co90 เป็นสัดส่วน ที่ทำให้มีค่าการเก็บประจุมากกว่า MxG-Co85 และ MxG-Co95



รูปที่ 4.27 กราฟ GCD ที่ระยะการปล่อยประจุของ (a) คือภาพสัดส่วนต่าง ๆ ของโคบอลต์-ซีเรียม ออกไซด์บนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ และ (b), (c) และ (d) คือ ความหนาแน่นของกระแสต่าง ๆ ที่คือภาพสัดส่วนต่าง ๆ ของ MxG-Co95, MxG-Co90 และ MxG-Co85 ตามลำดับ

รูปที่ 4.28 คือกราฟจากการคำนวณหาค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะของ Co85, Co90, Co95, MxG-Co85, MxG-Co90 และ MxG-Co95 บ่งบอกว่าการสังเคราะห์โลหะออกไซด์ผสมระหว่างโคบอลต์และซีเรียมพร้อม ๆ กันในปฏิกิริยาการฝังตัวทางเคมีไฟฟ้า เกิดการรบกวนการเกิดผลึกและเกิดเป็นผลึกรูปแบบใหม่เกิดขึ้นสามารถสังเกตได้จากภาพ SEM และการสังเคราะห์บนพื้นผิวที่หล่อหยดด้วยแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์สามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการเก็บประจุให้กับโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ได้บ้างสัดส่วน โดยการสังเคราะห์โคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ที่เวลาคงที่ 3 นาที



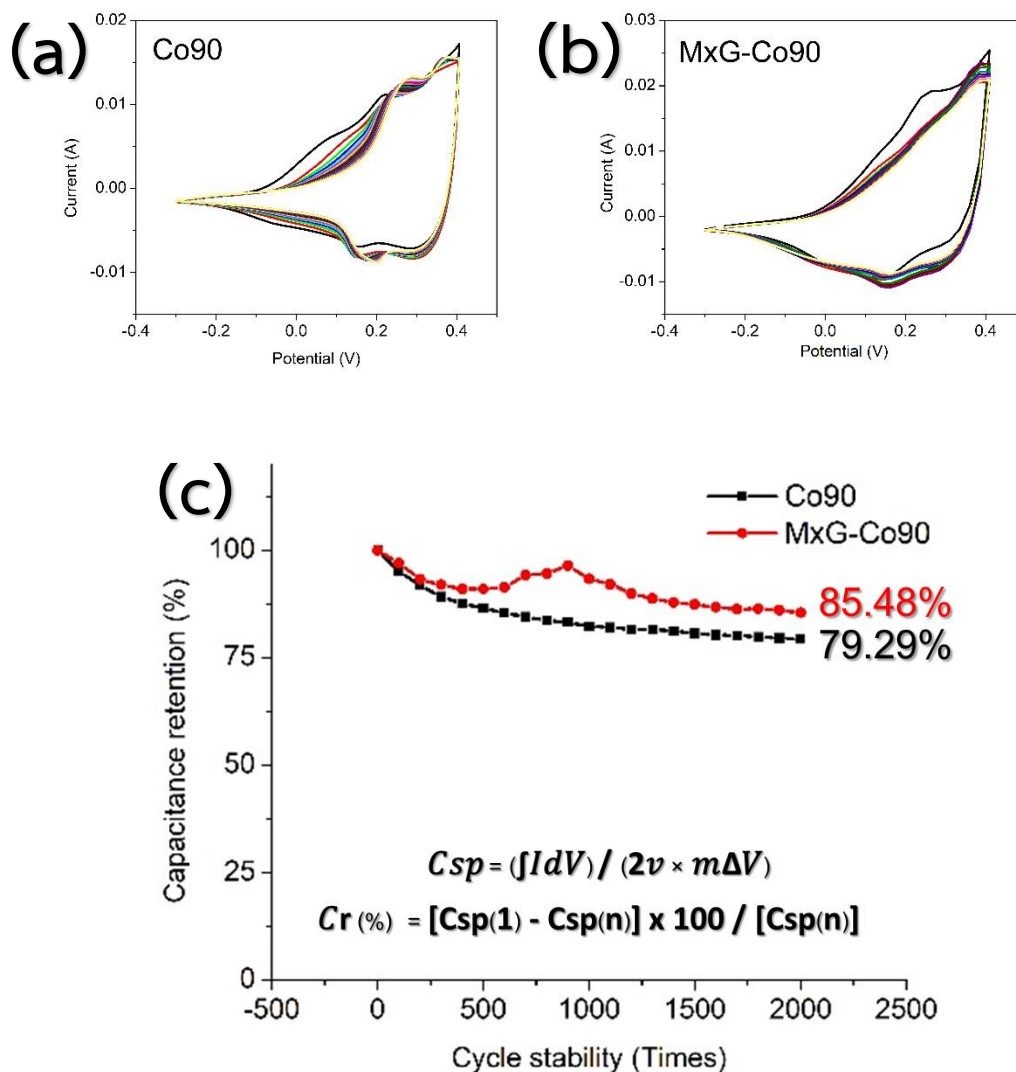
A/g	Specific capacitance (F/g)					
	Co85	Co90	Co95	MxG-Co85	MxG-Co90	MxG-Co95
1	347	332	267	328	450	360
3	320	270	230	290	375	325
5	292	242	216	250	341	304
7	280	233	210	239	309	274
10	250	200	183	183	300	250

รูปที่ 4.28 กราฟค่าการเก็บประจุจำเพาะของขั้วไฟฟ้าของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ต่าง ๆ



#### 4.7 วิเคราะห์สมบัติความเสถียรภาพทางไฟฟ้าของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวฉนวนโพลีเอทิลีนและบนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์

รูปที่ 4.29 (a) คือ Co90 และ รูปที่ 4.29 (b) คือ MxG-Co90 แสดงให้เห็นว่าขั้วไฟฟ้า Co90 สามารถรักษาการเก็บประจุไฟฟ้าอยู่ที่ 79.29 เปอร์เซ็นต์ เมื่อผ่านไป 2000 รอบ โดยมีความสามารถในการเก็บประจุจากรอบที่ 1 และความสามารถลดลงเรื่อยๆ อย่างคงที่จนถึง 2000 รอบ แต่ขั้วไฟฟ้า MxG-Co90 สามารถรักษาการเก็บประจุไฟฟ้าอยู่ที่ 85.48 เปอร์เซ็นต์ เมื่อผ่านไป 2000 รอบ และในรูปที่ 4.29 (c) เห็นได้ชัดเจนว่าในรอบที่ 900 มีการย้อนกลับมาเพิ่มขึ้นอีกครั้งของการเก็บประจุของความจุจำเพาะ ซึ่งบ่งชี้ว่าขั้วไฟฟ้ากำลังอยู่ในระหว่างขั้นตอนของวัสดุไฮบริดกำลังเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ที่เปลี่ยนรูปได้ และผันกลับได้อย่างมีประสิทธิภาพที่สูงขึ้น



รูปที่ 4.29 ความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าที่อัตราเร็วศักย์ไฟฟ้าคงที่ 100 mV/s

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาผลของประสิทธิภาพความจุจำเพาะของโลหะออกไซด์ผสมโคบอลต์-ซีเรียม ออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยกระบวนการฝังตัวทางเคมีไฟฟ้าบนนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์จากกระบวนการหล่อหยด เพื่อประยุกต์ใช้เป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด จากการใช้ภาวะต่าง ๆ เพื่อศึกษาสมบัติของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงที่ผลต่อค่าการเก็บประจุไฟฟ้า

การศึกษาวัสดุที่เตรียมได้ในแต่ละขั้นตอนโดยสรุปแบ่งได้ดังนี้ ขั้นตอนการสังเคราะห์แมกซีน, การปรับปรุงผิวแมกซีน, ขั้นตอนปรับปรุงผิวของขั้วไฟฟ้านิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์, ขั้นตอนการสังเคราะห์และการขึ้นรูปโคบอลต์ออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า และขั้นตอนการสังเคราะห์และการขึ้นรูปโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ด้วยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า ซึ่งสามารถสรุปผลได้ดังนี้

1. แมกซีนที่ถูกสกัดลูมิเนียมออกไซด์มีโครงสร้างเป็นแผ่นระนาบสองมิติ และการปรับปรุงผิวทำให้พื้นที่ผิวมากขึ้น โดยจากการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากการตรวจสอบบ่งบอกลักษณะสัญญาณวิทยาอย่างชัดเจนดังตามวรรณกรรมรวมถึงผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

2. แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ได้รับการยืนยันจากผลการตรวจสอบจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงลักษณะโครงสร้าง 3 มิติโค้งงอของแผ่นระนาบแกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ มีองค์ประกอบพันธะไนโตรเจนและซิลเฟอร์ปรากฏขึ้นในสเปกตรัมของฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตรวจสอบได้ว่ามีระนาบผลึกที่เปลี่ยนแปลงไป

3. ผลการปรับปรุงผิวของขั้วไฟฟ้านิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์พบว่าพื้นที่จำเพาะที่มากขึ้น สามารถตรวจสอบด้วยลักษณะสัญญาณวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ส่งเสริมให้การสังเคราะห์โลหะออกไซด์ได้ดีขึ้น และค่าเก็บจำเพาะของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้เพิ่มขึ้นได้บางขั้วไฟฟ้า

4. ผลลักษณะสัญญาณวิทยาและการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานของโคบอลต์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวของนิกเกิลโพลีเมอร์ และบนผิวนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซิลเฟอร์ พบว่าความหนาแน่นของเกร็ดผลึกโคบอลต์ออกไซด์ลดลง เมื่อสังเคราะห์ลงบนนิกเกิลโพลีเมอร์-แมกซีน/แกรฟีนเจือ

ไนโตรเจนและซัลเฟอร์ จากการวิเคราะห์ผลการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะของขั้วไฟฟ้า  $MxG-Co_2$  พบว่ามีค่าเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะมากที่สุดที่ 352 F/g ที่ 1 A/g

5. จากการทดสอบสมบัติของซีเรียมออกไซด์ และโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวแมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจน และซัลเฟอร์ แบ่งออกเป็น 3 ชั้น คือ

5.1 ผลลักษณะสัณฐานวิทยาและวิเคราะห์ธาตุของขั้วไฟฟ้า พบว่าซีเรียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ลงบนนิกเกิลโพลี-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ให้ความหนาแน่นของโครงสร้างแบบแผ่นที่น้อยกว่านิกเกิลโพลีที่ไม่ผ่านปรับปรุงผิว และมีผลค่าเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะที่ลดลง

5.2 ลักษณะสัณฐานวิทยาและวิเคราะห์ธาตุของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ของโคบอลต์และซีเรียมออกไซด์บนขั้วนิกเกิล และบนขั้วนิกเกิล-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ มีลักษณะสัณฐานวิทยาที่คล้ายคลึงกันเป็นก้อนผลึกขนาดเล็กกว่าระดับไมโครเมตร และมีองค์ประกอบของโคบอลต์และซีเรียมออกไซด์ปรากฏ ผลการวิเคราะห์ค่าเก็บประจุไฟฟ้าพบว่าโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ลงบนขั้วนิกเกิล-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ที่สัดส่วนที่โคบอลต์ไนเตรตต่อซีเรียมไนเตรตเท่ากับ 90:10 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร สามารถให้ค่าเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะมากที่สุดเท่ากับ 450 F/g ที่ 1 A/g

5.3 จากการวิเคราะห์สมบัติความเสถียรภาพทางไฟฟ้าของโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนขั้วนิกเกิลโพลี และบนขั้วนิกเกิล-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์ พบว่าโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวขั้วนิกเกิล-แมกซีน/แกรฟีนเจือไนโตรเจนและซัลเฟอร์มีความเสถียรภาพต่อการใช้งานที่มากกว่าโคบอลต์-ซีเรียมออกไซด์บนผิวนิกเกิลโพลี

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. การเลือกโลหะออกไซด์ที่มีความสามารถในการเก็บประจุช่วงศักย์ไฟฟ้าต่างกันไม่มากนักมาสังเคราะห์เป็นขั้วไฟฟาร่วมกัน ส่งผลให้ค่าเก็บจุจำเพาะเพิ่มขึ้นได้ จากความสามารถในการเก็บประจุหลายช่วงโลหะออกไซด์ผสม

2. การใช้วัสดุในการปรับปรุงผิวให้กันขั้วไฟฟ้านิกเกิลโพลีที่ดี สามารถช่วยให้ค่าเก็บจุจำเพาะเพิ่มขึ้นได้

## บรรณานุกรม

- [1] Chang, L. and Hu, Y.H. Breakthroughs in Designing Commercial-Level Mass-Loading Graphene Electrodes for Electrochemical Double-Layer Capacitors. Matter 1(3) (2019): 596-620.
- [2] Aval, L.F., Ghoranneviss, M., and Pour, G.B. High-performance supercapacitors based on the carbon nanotubes, graphene and graphite nanoparticles electrodes. Heliyon 4(11) (2018): e00862.
- [3] Winter, M. and Brodd, R.J. What are batteries, fuel cells, and supercapacitors? 2004, ACS Publications.
- [4] Han, D., et al. Two-dimensional materials for lithium/sodium-ion capacitors. Materials today energy 11 (2019): 30-45.
- [5] Lim, E., et al. Advanced hybrid supercapacitor based on a mesoporous niobium pentoxide/carbon as high-performance anode. ACS nano 8(9) (2014): 8968-8978.
- [6] Libich, J., Máca, J., Vondrák, J., Čech, O., and Sedlářiková, M. Supercapacitors: Properties and applications. Journal of Energy Storage 17 (2018): 224-227.
- [7] Jara, A.D., Betemariam, A., Woldetinsae, G., and Kim, J.Y. Purification, application and current market trend of natural graphite: a review. International Journal of Mining Science and Technology (2019).
- [8] Hummers Jr, W.S. and Offeman, R.E. Preparation of graphitic oxide. Journal of the American chemical society 80(6) (1958): 1339-1339.
- [9] Jeong, H.-K., et al. Evidence of graphitic AB stacking order of graphite oxides. Journal of the American Chemical Society 130(4) (2008): 1362-1366.
- [10] Bianco, A., et al. All in the graphene family—A recommended nomenclature for two-dimensional carbon materials. 2013, Elsevier.
- [11] Abdellaoui, H., Raji, M., Essabir, H., Bouhfid, R., and el kacem Qaiss, A. Mechanical behavior of carbon/natural fiber-based hybrid composites. in Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites, pp. 103-122: Elsevier, 2019.
- [12] Dodds, W.J., et al. Mechanisms of gastroesophageal reflux in patients with reflux

- esophagitis. New England Journal of Medicine 307(25) (1982): 1547-1552.
- [13] Lin, B. and Waymouth, R.M. Organic ring-opening polymerization catalysts: reactivity control by balancing acidity. Macromolecules 51(8) (2018): 2932-2938.
- [14] Pothupitiya, J.U., Hewawasam, R.S., and Kieseewetter, M.K. Urea and thiourea H-bond donating catalysts for ring-opening polymerization: mechanistic insights via (non) linear free energy relationships. Macromolecules 51(8) (2018): 3203-3211.
- [15] Cai, D., Wang, C., Shi, C., and Tan, N. Facile synthesis of N and S co-doped graphene sheets as anode materials for high-performance lithium-ion batteries. Journal of Alloys and Compounds 731 (2018): 235-242.
- [16] Li, Y., Jiang, J.Z., Neild, S.A., and Wang, H. Optimal inerter-based shock-strut configurations for landing-gear touchdown performance. journal of aircraft 54(5) (2017): 1901-1909.
- [17] Akhlaghi, M., Tayebifard, S.A., Salahi, E., Asl, M.S., and Schmidt, G. Self-propagating high-temperature synthesis of Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> MAX phase from mechanically-activated Ti/Al/graphite powder mixture. Ceramics International 44(8) (2018): 9671-9678.
- [18] Hai, T., et al. Reactive Synthesis of Polycrystalline Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> and Its Sintering Behavior. Rare Metal Materials and Engineering 46(8) (2017): 2108-2113.
- [19] Li, Z., et al. Synthesis and thermal stability of two-dimensional carbide MXene Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>. Materials Science and Engineering: B 191 (2015): 33-40.
- [20] Alhabeab, M., et al. Guidelines for Synthesis and Processing of Two-Dimensional Titanium Carbide (Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>T<sub>x</sub> MXene). Chemistry of Materials 29(18) (2017): 7633-7644.
- [21] Ng, V.M.H., et al. Recent progress in layered transition metal carbides and/or nitrides (MXenes) and their composites: synthesis and applications. Journal of Materials Chemistry A 5(7) (2017): 3039-3068.
- [22] Luo, J.-Q., Zhao, S., Zhang, H.-B., Deng, Z., Li, L., and Yu, Z.-Z. Flexible, stretchable and electrically conductive MXene/natural rubber nanocomposite films for efficient electromagnetic interference shielding. Composites Science and Technology 182 (2019): 107754.
- [23] Wong, H.-S.P., et al. Metal-oxide RRAM. Proceedings of the IEEE 100(6) (2012):

- 1951-1970.
- [24] Cushing, B.L., Kolesnichenko, V.L., and O'Connor, C.J. Recent advances in the liquid-phase syntheses of inorganic nanoparticles. Chemical reviews 104(9) (2004): 3893-3946.
- [25] Wu, M., et al. Sol-hydrothermal synthesis and hydrothermally structural evolution of nanocrystal titanium dioxide. Chemistry of Materials 14(5) (2002): 1974-1980.
- [26] Rabenau, A. The role of hydrothermal synthesis in preparative chemistry. Angewandte Chemie International Edition in English 24(12) (1985): 1026-1040.
- [27] Hakuta, Y., Ura, H., Hayashi, H., and Arai, K. Continuous production of BaTiO<sub>3</sub> nanoparticles by hydrothermal synthesis. Industrial & engineering chemistry research 44(4) (2005): 840-846.
- [28] Shi, W., Song, S., and Zhang, H. Hydrothermal synthetic strategies of inorganic semiconducting nanostructures. Chemical Society Reviews 42(13) (2013): 5714-5743.
- [29] Rao, B.G., Mukherjee, D., and Reddy, B.M. Novel approaches for preparation of nanoparticles. in Nanostructures for novel therapy, pp. 1-36: Elsevier, 2017.
- [30] Bradley, D., Mehrotra, R., Rothwell, I., and Singh, A. Alkoxo and aryloxo derivatives of metals. Elsevier, 2001.
- [31] Bradley, D.C. Metal alkoxides. in: ACS Publications, 1978.
- [32] Corriu, R.J. and Leclercq, D. Recent developments of molecular chemistry for sol-gel processes. Angewandte Chemie International Edition in English 35(13-14) (1996): 1420-1436.
- [33] Niederberger, M. Nonaqueous sol-gel routes to metal oxide nanoparticles. Accounts of chemical research 40(9) (2007): 793-800.
- [34] Yi, C.P. and Majid, S.R. The Electrochemical Performance of Deposited Manganese Oxide-Based Film as Electrode Material for Electrochemical Capacitor Application. in Semiconductors-Growth and Characterization: IntechOpen, 2017.
- [35] Xia, X.-h., et al. Freestanding Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanowire array for high performance

- supercapacitors. Rsc Advances 2(5) (2012): 1835-1841.
- [36] Cheng, H., Lu, Z.G., Deng, J.Q., Chung, C., Zhang, K., and Li, Y.Y. A facile method to improve the high rate capability of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanowire array electrodes. Nano Research 3(12) (2010): 895-901.
- [37] Shan, Y. and Gao, L. Formation and characterization of multi-walled carbon nanotubes/Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposites for supercapacitors. Materials chemistry and physics 103(2-3) (2007): 206-210.
- [38] Yuan, C., Yang, L., Hou, L., Shen, L., Zhang, X., and Lou, X.W.D. Growth of ultrathin mesoporous Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanosheet arrays on Ni foam for high-performance electrochemical capacitors. Energy & Environmental Science 5(7) (2012): 7883-7887.
- [39] Meher, S.K. and Rao, G.R. Ultralayered Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> for high-performance supercapacitor applications. The Journal of Physical Chemistry C 115(31) (2011): 15646-15654.
- [40] Liang, Y., et al. Direct access to metal or metal oxide nanocrystals integrated with one-dimensional nanoporous carbons for electrochemical energy storage. Journal of the American Chemical Society 132(42) (2010): 15030-15037.
- [41] Zhang, Y., Xia, X., Kang, J., and Tu, J. Hydrothermal synthesized porous Co(OH)<sub>2</sub> nanoflake film for supercapacitor application. Chinese Science Bulletin 57(32) (2012): 4215-4219.
- [42] Sun, C., Li, H., and Chen, L. Nanostructured ceria-based materials: synthesis, properties, and applications. Energy & Environmental Science 5(9) (2012): 8475-8505.
- [43] Das, M., et al. Auto-catalytic ceria nanoparticles offer neuroprotection to adult rat spinal cord neurons. Biomaterials 28(10) (2007): 1918-1925.
- [44] Suzuki, T., Kosacki, I., Anderson, H.U., and Colomban, P. Electrical conductivity and lattice defects in nanocrystalline cerium oxide thin films. Journal of the American Ceramic Society 84(9) (2001): 2007-2014.
- [45] Hamlaoui, Y., et al. Cathodic electrodeposition of cerium-based oxides on carbon steel from concentrated cerium nitrate solutions: Part I. Electrochemical and analytical characterisation. Materials Chemistry and Physics 113(2-3) (2009):

- 650-657.
- [46] Xiang, C., Li, M., Zhi, M., Manivannan, A., and Wu, N. A reduced graphene oxide/Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite for supercapacitor electrode. Journal of Power Sources 226 (2013): 65-70.
- [47] Cui, J., et al. A facile synthesis of mesoporous Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CeO<sub>2</sub> hybrid nanowire arrays for high performance supercapacitors. Journal of Materials Chemistry A 3(19) (2015): 10425-10431.
- [48] Premlatha, S., Sivasakthi, P., and Babu, G.R. Synthesis of Co-CeO<sub>2</sub> nanoflake arrays and their application to highly sensitive and selective electrochemical sensing of hydrazine. Journal of Electroanalytical Chemistry 788 (2017): 107-117.
- [49] Yang, Y.J. and Li, W. Hierarchical Ni-Co double hydroxide nanosheets on reduced graphene oxide self-assembled on Ni foam for high-energy hybrid supercapacitors. Journal of Alloys and Compounds 776 (2019): 543-553.
- [50] Wang, Z., et al. Facile fabrication of flexible rGO/MXene hybrid fiber-like electrode with high volumetric capacitance. Journal of Power Sources (2019): 227398.
- [51] Zhu, K., et al. Synthesis of Ti<sub>2</sub>CT<sub>x</sub> MXene as electrode materials for symmetric supercapacitor with capable volumetric capacitance. Journal of energy chemistry 31 (2019): 11-18.
- [52] Hao, J., et al. Synthesis of three dimensional N&S co-doped rGO foam with high capacity and long cycling stability for supercapacitors. Journal of colloid and interface science 537 (2019): 57-65.
- [53] Zhang, D., Liu, X., and Wang, X. Green synthesis of graphene oxide sheets decorated by silver nanoprisms and their anti-bacterial properties. Journal of inorganic biochemistry 105(9) (2011): 1181-1186.
- [54] Yao, Y., Yang, Z., Sun, H., and Wang, S. Hydrothermal synthesis of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-graphene for heterogeneous activation of peroxymonosulfate for decomposition of phenol. Industrial & engineering chemistry research 51(46) (2012): 14958-14965.
- [55] Khandelwal, M. and Kumar, A. One-step chemically controlled wet synthesis of graphene nanoribbons from graphene oxide for high performance



- supercapacitor applications. Journal of Materials Chemistry A 3(45) (2015): 22975-22988.
- [56] Khandelwal, M., Li, Y., Hur, S.H., and Chung, J.S. Surface modification of co-doped reduced graphene oxide through alkanolamine functionalization for enhanced electrochemical performance. New Journal of Chemistry 42(2) (2018): 1105-1114.
- [57] Deng, D., et al. Toward N-doped graphene via solvothermal synthesis. Chemistry of Materials 23(5) (2011): 1188-1193.





จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
**CHULALONGKORN UNIVERSITY**

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	กันตพัฒน์ ตรีพิริยะมงคล
วัน เดือน ปี เกิด	2 สิงหาคม 2537
สถานที่เกิด	นนทบุรี, ประเทศไทย
วุฒิการศึกษา	จบปริญญาตรีจาก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า พระนครเหนือ
ที่อยู่ปัจจุบัน	40/21 หมู่ที่ 4 ซ.บริสุทธิ์พงษ์ ต.บางบัวทอง อ.บางบัวทอง จ.นนทบุรี 11110
ผลงานตีพิมพ์	ผลงานจากการนำวิทยานิพนธ์บางส่วนของฉบับนี้ถูกนำเสนอในการประชุม 2019 The 2rd International Conference on Composite Materials Science and Technology (ICCMST 2019) ณ เมืองชินจูกุ จังหวัด โตเกียว ประเทศญี่ปุ่น ระหว่างวันที่ 22-25 พฤษภาคม พ.ศ. 2562 ในหัวข้อ Preparation of cobalt oxide on MXene/N, S-rGO surface for supercapacitors