โครงการ
การเรียนการสอนเพื่อเพิ่มประสบการณ์

ชื่อโครงการ การเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนต เพื่อใช้เป็นขั้วไฟฟ้าเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด

Preparation of Graphene / Poly(diallyldimethylammonium chloride) – Poly(styrene sulfonate) Polyelectrolyte Composite and its Application for Capacitive Electrode

ชื่อนิสิต นางสาว ประภัสสร อารีบำรุงสุข 5833241523
นางสาว ภรธีรา สุขสุวรรณ 5833252423

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
แขนงวิชาพอลิเมอร์และสิ่งทอ

ปีการศึกษา 2560

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของโครงงานทางวิชาการที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของโครงงานทางวิชาการที่ส่งผ่านทางคณะที่สังกัด
The abstract and full text of senior projects in Chulalongkorn University Intellectual Repository(CUIR)
are the senior project authors' files submitted through the faculty.

โครงการวิจัยระดับปริญญาตรี

เรื่อง

การเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนต เพื่อใช้เป็นขั้วไฟฟ้าเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด

เสนอ

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ตามระเบียบการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

1.นางสาว ประภัสสร	อารีบำรุงสุข	เลขประจำตัว	5833241523
2.นางสาว ภรธีรา	สุขสุวรรณ	เลขประจำตัว	5833252423

อนุมัติโดย

ประสิทธิ์ พัฒนะนุวัฒน์

(อ.ดร. ประสิทธิ์ พัฒนะนุวัฒน์)
อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ

ปีการศึกษา 2561

หัวข้องานวิจัย	การเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนต เพื่อใช้เป็นขั้วไฟฟ้าเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด
โดย	นางสาวประภัสสร อารีบำรุงสุข
	นางสาวภรธีรา สุขสุวรรณ
สาขาวิชา	วัสดุศาสตร์ แขนงวิชา พอลิเมอร์และสิ่งทอ
อาจารย์ที่ปรึกษา	อาจารย์ ดร.ประสิทธิ์ พัฒนะนุวัฒน์
ปีการศึกษา	2561

บทคัดย่อ

ในปัจจุบันรูปแบบของการพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดเล็กเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว การพัฒนาแหล่งพลังงานของอุปกรณ์เหล่านี้เป็นสิ่งที่เข้ามามีบทบาทควบคู่กันโดยเฉพาะอย่างยิ่งการพัฒนา ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (supercapacitor) เนื่องจากมีความสามารถในการกักเก็บพลังงานสูง มีระยะเวลาในการอัดประจุพลังงานอย่างรวดเร็ว และมีความเสถียรต่อรอบอายุการใช้งานที่สูง เพิ่มประสิทธิภาพในการใช้งานให้กับอุปกรณ์ไฟฟ้าได้ทั้งขนาดพกพา และขนาดใหญ่ในงานวิจัยครั้งนี้ผู้วิจัยสนใจ จะทำตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบกลไกอีดีแอลซี โดยใช้แกรฟีนเป็นวัสดุหลักในการทำเป็นขั้วอิเล็กโทรด และมีสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนต เป็นสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์ โดยได้กำหนดตัวแปรในการทดลองคือ ความเข้มข้นของแกรฟีน, พอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์และพอลิสไตรีนซัลโฟเนตที่ 2.0 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร และความเข้มข้นของสารละลายเกลือโซเดียมคลอไรด์ในสัดส่วน 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก เพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสมในการเก็บประจุไฟฟ้า โดยดูลักษณะอิทธิพลของขนาดสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้ในระบบที่มีผลต่อค่าการเก็บประจุไฟฟ้า แล้วนำมาวิเคราะห์ดูลักษณะโครงสร้างทางสัณฐานวิทยา ทดสอบขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค ทดสอบสมบัติทางเคมีเพื่อดูหมู่ฟังก์ชัน และทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้า ในการทำงานวิจัยครั้งนี้สามารถสรุปได้ว่าความเข้มข้นของเกลือโซเดียมคลอไรด์มีบทบาทสำคัญในการควบคุมขนาดของอนุภาคและสามารถเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ในสูตรที่ดีที่สุดคืออัตราส่วนความเข้มข้นเกลือ 8% โดยน้ำหนัก เมื่อทำการทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที ได้ค่าความจุจำเพาะสูงสุดคือ 68.19 มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร และเมื่อทำการทดสอบด้วยเทคนิคกัลวาโนแสตติกชาร์จ-ดิสชาร์จที่การให้กระแสไฟฟ้าคงที่ที่ 1 มิลลิแอมป์ ได้ค่าความจุจำเพาะสูงสุดคือ 55.39 มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร อีกทั้งยังสามารถนำไปใช้ได้กับทุกพื้นผิวรูปร่างโดยไม่ต้องใช้สารช่วยยึดติด

คำสำคัญ : ตัวเก็บประจุยิ่งยวด, แกรฟีน, พอลิอิเล็กโทรไลต์, พอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนต

Title	Preparation of graphene / poly(diallyldimethylammonium chloride) - poly(styrene sulfonate) polyelectrolyte composites and its application for capacitive electrode
Authors	Prapassorn Areebumrungsuk
	Pronteera Sukhsuwan
Department	Materials Science
Advisor	Dr. Prasit Pattananuwat
Academic Year	2018

Abstract

Supercapacitors are now interesting technology for energy storage because of high specific capacitance, fast charge-discharge time, high specific power and long-life cycles. Generally, the mechanism of supercapacitors can be divided into two types. First, Electrical Double Layer Capacitor (EDLC) refers to the two charged layers formed at the electrode/electrolyte interfaces and another mechanism is pseudocapacitor which storage the energy via redox reaction. In this work, graphene is known as the forefront materials for energy-storage research and widely used for EDLC owing to its excellent electrical conductivity and high surface area. However, the agglomeration of graphene during fabrication causing the decrease in surface area is critical issue to obtain the high electrochemical performance. One of solving method that still has not been sufficiently addressed is to introduce graphene in polyelectrolyte complexes (PECs). The nanoparticles in the core shell surrounding with PECs can offer the charge surface with controlling sizing the nanoparticles by salt concentration. In this work, the introduce of graphene into poly (diallyldimethylammonium chloride) - poly (styrene sulfonate) polyelectrolyte complex systems are studied at various sodium chloride concentration of 2, 4, 6, 8 and 10 %wt. The influence of size of complexes affected by charge capacitance is studied by Cyclic Voltammetry (CV) and Galvanostatic Charge-Discharge (GCD). The maximum specific capacity of graphene/ Poly(DADMAC)-PSS is 55.39 mF/cm2 is achieved at NaCl concentration of 8 %wt.

Keyword : Supercapacitor, Graphene, Polyelectrolyte and poly (diallyldimethylammonium chloride) - poly (styrene sulfonate)

กิตติกรรมประกาศ

รายงานโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีเนื่องจากได้รับความอนุเคราะห์ การสนับสนุน และความช่วยเหลือทั้งในด้านวิชาการ ข้อมูลที่เป็นประโยชน์ การดำเนินงานและเงินทุนสนับสนุน จากคณาจารย์ ท่านทั้งหลายและหน่วยงานต่าง ๆ ตั้งแต่เริ่มต้นจนงานวิจัยจนเสร็จสมบูรณ์ ดังนี้

ขอขอบพระคุณ *ดร.ประสิทธิ์ พัฒนะนุวัฒน์* อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ ที่กรุณาให้คำปรึกษา แนะนำส่งเสริม ในด้านวิชาการและความช่วยเหลือในการดำเนินงานตลอดการศึกษาวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบคุณพี่นิสิตปริญญาเอก ปริญญาโท สาขาวิชาพอลิเมอร์และสิ่งทอ ที่ให้ความรู้ คำแนะนำต่าง ๆ ในขั้นตอนการทดลอง การเขียนรูปเล่มรวมถึงการเป็นกำลังใจในการศึกษางานวิจัยครั้งนี้

ขอขอบคุณเพื่อนนิสิตปริญญาตรีชั้นปีที่ 4 ที่ให้คำแนะนำ ช่วยเหลือในเรื่องต่าง ๆ ร่วมทุกข์ร่วมสุข เป็นกำลังใจในการทำงาน ไม่ท้อแท้ในการทำงาน

ขอขอบคุณภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยสถานที่ในการดำเนินงานศึกษาวิจัย

สุดท้ายนี้ ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัว ที่เป็นแบบอย่างที่ดี ตลอดจนส่งเสริมการศึกษาและให้กำลังใจเป็นอย่างดี ทำให้การศึกษาวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

นางสาวประภัสสร อารีบำรุงสุข
นางสาวภรธีรา สุขสุวรรณ

สารบัญ

บทคัดย่อ..... ก

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... ข

กิตติกรรมประกาศ..... ค

สารบัญ..... ง

สารบัญตาราง..... ช

สารบัญรูป..... ซ

บทที่ 1 บทนำ..... 1

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา..... 1

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย..... 2

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... 3

2.1 อุปกรณ์จัดเก็บพลังงาน..... 3

2.1.1 เซลล์เชื้อเพลิง..... 3

2.1.2 แบตเตอรี่..... 3

2.1.2.1 แบตเตอรี่ปฐมภูมิ..... 4

2.1.2.2 แบตเตอรี่ทุติยภูมิ..... 4

2.1.3 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด..... 4

2.2 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด..... 5

2.2.1 ตัวเก็บประจุไฟฟ้า 2 ชั้น..... 9

2.2.2 ซูโดคาร์ปาซิเตอร์..... 10

2.3 แกรฟีน..... 10

2.4 สารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์..... 15

2.5 สารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์..... 16

บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย..... 20

3.1 ขอบเขตการวิจัย..... 20

3.2 วัตถุดิบละสารเคมี..... 20

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์..... 20

3.3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง..... 20

3.3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย..... 21
3.4 ขั้นตอนการทดลอง..... 24
3.4.1 การสังเคราะห์แกรไฟต์ออกไซด์.....24
3.4.2 การสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์..... 24
3.4.3 การสังเคราะห์แกรฟีน..... 25
3.4.4 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์..... 25
3.4.5 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์.....25
3.4.6 วิธีเตรียมกระดาษคาร์บอน..... 26
3.4.7 วิธีขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์.....26
3.4.8 วิธีขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์..... 26
3.4.9 การทดสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา.....27
3.4.9.1 เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี..... 27
3.4.9.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซเรย์..... 27
3.4.9.3 เทคนิคการวิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของแสง.....28
3.4.9.4 เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด..... 29
3.4.10 การการวิเคราะห์ผลทางไฟฟ้าทดสอบด้วยเครื่อง Potentiostat.....30
3.4.10.1 การทดสอบ cyclic voltammetry (CV).....30
3.4.10.2 การทดสอบ galvanostatic charge-discharge curve (GCD).....30
3.5 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลอง.....32
3.6 ระยะเวลาดำเนินงาน..... 33
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....34
4.1 ผลการสังเคราะห์แกรไฟต์ออกไซด์..... 34
4.2 ผลการสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์..... 34
4.3 ผลการสังเคราะห์แกรฟีน..... 35
4.4 การเตรียมสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์.....35
4.4.1 การเตรียมแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์.....35
4.4.2 การเตรียมแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์.....35

4.5 การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์.....36
4.5.1 การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์.....36
4.5.2 การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์.....37

4.6 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา..... 38
4.6.1 เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี.....38
4.6.2 เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....39
4.6.3 เทคนิควิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของแสง.....40
4.6.3.1 ทดสอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิควิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค..... 40
4.6.3.2 ทดสอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิค วิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค..... 41
4.6.4 เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....42
4.7 ผลการวิเคราะห์และสมบัติทางไฟฟ้า.....44
4.7.1 เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี.....44
4.7.1.1 ทดสอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี.....44
4.7.1.2 ทดสอบแกรฟีนสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี..... 46
4.7.2 เทคนิคกัลวาโนแสตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ..... 50
4.7.1.2 ทดสอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิคกัลวาโนแสตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ..... 50
4.8 วิจารณ์ผลการทดลอง..... 52
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ..... 54
5.1 สรุปผลการทดลอง.....54
5.2 ข้อเสนอแนะ..... 52
เอกสารอ้างอิง.....55
ภาคผนวก.....57

สารบัญตาราง

บทที่ 3

ตารางที่ 3.1 : แผนการดำเนินงานโครงการวิจัย.....33

บทที่ 4

ตารางที่ 4.1 : ขนาดอนุภาคของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ.....40
ตารางที่ 4.3 : พื้นที่ใต้กราฟของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ.....45
ตารางที่ 4.4 : ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ 46
ตารางที่ 4.5 : พื้นที่ใต้กราฟของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่างๆ ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที.....47
ตารางที่ 4.6 : ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที.....48
ตารางที่ 4.7 : ระยะเวลาในการคายประจุของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์.....51
ตารางที่ 4.8 : ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์.....52

สารบัญรูป

บทที่ 2

รูปที่ 2.1 : ลักษณะการกระจายตัวของประจุ เมื่อมีการอัดและคายประจุ.....5
รูปที่ 2.2 : กราฟเรโกเน (Regone chart) แบ่งประเภทของอุปกรณ์จัดเก็บพลังงานไฟฟ้า.....6
รูปที่ 2.3 : ค่าแรงดันไฟฟ้าของแบตเตอรี่และตัวเก็บประจุยิ่งยวดขณะอัดและคายประจุ.....7
รูปที่ 2.4 : การแบ่งชนิดของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบ่งออกเป็น 2 ชนิดตามกลไก.....8
รูปที่ 2.5 : กลไกการเก็บประจุของตัวเก็บประจุยิ่งยวด (ก)Double-layer capacitor (ข)Pseudocapacitor 9
รูปที่ 2.6 : Electrochemical double layer capacitor 9
รูปที่ 2.7 : การเก็บประจุไฟฟ้าเคมีของตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดอีดีแอลซี 10
รูปที่ 2.8 : ลักษณะการจัดเรียงตัวของ (ก)แกรฟีน (ข)แกรไฟต์ 11
รูปที่ 2.9 : *ขนาดรูพรุนมีผลต่อการกักเก็บประจุไฟฟ้า*.....11
รูปที่ 2.10 : *(ก) Cyclic voltammetry, CV (ข) Galvanostatic charge-discharge, GCD* 12
รูปที่ 2.11 : การสังเคราะห์แกรฟีนด้วยเทคนิค CVD 13
รูปที่ 2.12 : โครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์ก่อนและหลังปฏิกิริยารีดักชันซึ่งแสดงจำนวนหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนที่ลดลง.....13
รูปที่ 2.13 : แกรไฟต์ออกไซด์ที่มีกลุ่มออกไซด์เกาะบนผิวและขอบ.....13
รูปที่ 2.14 : ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรฟีน (1) ปฏิกิริยาออกซิเดชัน (2) ใช้คลื่นความถี่สูง (sonication) ในน้ำ.....14
รูปที่ 2.15 : วิธีสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธี Hummer's method 14
รูปที่ 2.16 : ชนิดของ Polyelectrolyte ขึ้นอยู่กับประจุและตำแหน่งไอออนิกในสายโซ่พอลิเมอร์.....16
รูปที่ 2.17 : (ก) Nonstoichiometric complexes (ข) Stoichiometric complexes : ladder-like model (ค) Stoichiometric complexes : scrambled egg complex models.....17
รูปที่ 2.18 : (ก) Poly(diallyldimethylammonium chloride) หรือ PDADMAC (ข) Poly(styrene sulfonate) หรือ PSS.....18
รูปที่ 2.19 : กระบวนการผสมกันของสารละลาย polyelectrolyte และรูปแบบของอนุภาค polyelectrolyte complex.....18

บทที่ 3

รูปที่ 3.1 : เครื่องชั่งสารเคมี.....21
รูปที่ 3.2 : เครื่องปั่นเหวี่ยงตกตะกอน.....21
รูปที่ 3.3 : เครื่องสั่นอัลตราโซนิก.....22
รูปที่ 3.4 : เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง.....22
รูปที่ 3.5 : เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค.....22
รูปที่ 3.6 : กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....23
รูปที่ 3.7 : เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี.....23
รูปที่ 3.8 : เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....23
รูปที่ 3.9 : เครื่องโพเทนชิโอสแตท 24
รูปที่ 3.10 : run background เพื่อเช็คค่า Laser Intensity.....28
รูปที่ 3.11 : ปริมาณสารที่ใส่ควรมีค่าประมาณ 11-12%.....29

บทที่ 4

รูปที่ 4.1 : แกรไฟต์ออกไซด์.....34
รูปที่ 4.2 : แกรฟีนออกไซด์.....34
รูปที่ 4.3 : แกรฟีน.....35
รูปที่ 4.4 : แกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 %โดยน้ำหนัก.....35
รูปที่ 4.5 : แกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก 36
รูปที่ 4.6 : การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบลิอิเล็กโทรไลต์ (ก) ก่อนนำไปอบ (ข) หลังนำไปอบ.....37
รูปที่ 4.7 : การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ (ก) การกรองอนุภาคสาร (ข) ก่อนนำไปอบ (ค)หลังนำไปอบ.....37
รูปที่ 4.8 :เปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของแกรไฟต์, แกรไฟต์ออกไซด์ และ แกรฟีนด้วยเทคนิค FT-IR 38
รูปที่ 4.9 : ศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างของแกรไฟต์, แกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีน 39

รูปที่ 4.10 : กราฟขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ 40
รูปที่ 4.11 : กราฟขนาด และการกระจายตัวของอนุภาคแกรฟีน และแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ 41
รูปที่ 4.12 : สัณฐานวิทยาที่ส่องด้วย SEM กำลังขยาย 2500X (ก) แกรไฟต์ (ข) แกรฟีน.....42
รูปที่ 4.13 : สัณฐานวิทยาที่ส่องด้วย SEM กำลังขยาย 2500X (ก) แกรฟีน (ข) แกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 2 %โดยน้ำหนัก (ค) ความเข้มข้นเกลือ 4 %โดยน้ำหนัก (ง) ความเข้มข้นเกลือ 6 %โดยน้ำหนัก (จ) ความเข้มข้นเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก และ (ฉ) ความเข้มข้นเกลือ 10%โดยน้ำหนัก.....43
รูปที่ 4.14 : CV curves เปรียบเทียบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10%โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที.....44
รูปที่ 4.15 : แผนภูมิเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่าง ๆ ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที.....45
รูปที่ 4.16 : CV curves เปรียบเทียบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10%โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที.....47
รูปที่ 4.17 : แผนภูมิเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที.....48
รูปที่ 4.18 : CV curves เปรียบเทียบวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้าค่าต่าง ๆ.....49
รูปที่ 4.19 : แผนภูมิเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10%โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้าค่าต่าง ๆ.....49
รูปที่ 4.20 : GCD curves เปรียบเทียบระยะเวลาในการคายประจุแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์.....50
รูปที่ 4.21 : แผนภูมิเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์.....51

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการ

ในปัจจุบันรูปแบบของการพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดเล็ก เช่น โทรศัพท์เคลื่อนที่ แท็บแล็ต คอมพิวเตอร์พกพา อุปกรณ์ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ และหน้าจออุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว การพัฒนาแหล่งพลังงานของอุปกรณ์เหล่านี้ เป็นสิ่งที่เข้ามามีบทบาทควบคู่กัน โดยเฉพาะอย่างยิ่งการพัฒนาตัวเก็บประจุยิ่งยวด (supercapacitor) เป็นหนึ่งในพลังงานทางเลือก ได้รับความสนใจเป็นอย่างกว้างขวาง เนื่องจาก มีความสามารถในการกักเก็บพลังงานสูง มีระยะเวลาในการอัดประจุพลังงานอย่างรวดเร็ว และมีความเสถียรต่อรอบอายุการใช้งานที่สูง ซึ่งในปัจจุบันตัวเก็บประจุยิ่งยวด ได้รับการออกแบบมาเพื่อสร้างพลังงานไฮบริด ที่ลดช่องว่างระหว่างแบตเตอรี่และตัวเก็บประจุ แบบเดิมสามารถให้ประสิทธิภาพสูงในการใช้งาน มีศักยภาพ ทั้งใน ด้านของ อุปกรณ์พกพา และแหล่งจ่ายไฟฟ้าขนาดใหญ่ ซึ่งความสามารถในการเก็บพลังงานของตัวเก็บประจุยิ่งยวดขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุ และปฏิกิริยาเคมีที่พื้นผิวของวัสดุเป็นปัจจัยที่สำคัญ วัสดุกักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่เป็นที่รู้จักในปัจจุบัน เช่น แกรฟีน เป็นรูปแบบหนึ่งของคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นผลึกหกเหลี่ยมเชื่อมต่อกันเป็นโครงร่างตาข่าย มีพื้นที่ผิวมากเนื่องจากมีรูพรุนสูง และมีความสามารถในการนำไฟฟ้าที่สูง ทำให้มีความสามารถการเก็บประจุไฟฟ้าที่สูง แต่อย่างไรก็ตามพบว่า การขึ้นรูปขั้วไฟฟ้าแกรฟีนบนวัสดุรองรับต่าง ๆ นั้น มีโอกาสทำให้เกิดการเกาะรวมตัวกันเป็นก้อน ส่งผลให้แกรฟีนมีพื้นที่ผิวต่ำ ทำให้ประสิทธิภาพในการเก็บประจุลดลง

สารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กทรอไลต์ (polyelectrolyte complex, PEC) เกิดขึ้นจากโมเลกุลหรือ พอลิเมอร์สองชนิดที่มีประจุต่างกันยึดเหนี่ยวกันด้วยแรงไฟฟ้าสถิต (electrostatic force) ที่แตกต่างกันระหว่างประจุบวกของพอลิแคดไอออน (polycation) และประจุลบของพอลิแอนไอออน (polyanion) โดยรูปแบบของอยู่ร่วมกันของ พอลิแคดไอออน และพอลิแอนไอออน ในสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กทรอไลต์นั้นสามารถถูกทำให้เกิดการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบในระดับอะตอม จนไปถึงเกิดการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อน ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารที่ใช้ และอิทธิพลของแรงไฟฟ้าสถิตจากสารอื่น ๆ ที่ลงไปสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กทรอไลต์ เช่น เกลือ เป็นต้น ดังนั้นแนวคิดในการใช้ระบบสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กทรอไลต์ร่วมกับวัสดุแกรฟีน เพื่อให้อนุภาคของแกรฟีนถูกหุ้มโดยสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กทรอไลต์ เพื่อลดการเกาะกลุ่มกันเองของแกรฟีน เป็นแนวคิดที่น่าสนใจ นอกจากนั้นยังพบว่าสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กทรอไลต์มีสมบัติเด่นในการแลกเปลี่ยนประจุได้ดี ทำให้มีความเป็นไปได้ในการเพิ่มความสามารถในการเก็บประจุ

ดังนั้นในการทดลองครั้งนี้ผู้ทดลองมีความสนใจในการนำพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (Poly(diallyldimethylammonium chloride), PDADMAC) เป็นพอลิแคทไอออนและใช้พอลิสไตรีนซัลโฟเนต (Poly(styrene sulfonate), PSS) เป็นพอลิแอนไอออน เพื่อนำมาเป็นสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็ก

ทรอไลต์ เป็นตัวช่วยป้องกันการเกาะกลุ่มกันของแกรฟีน โดยอาศัยหลักการที่พอลิแคทไอออนและพอลิแอนไอออนกระจายตัวล้อมรอบแกรฟีนและมีความสามารถในการคงรูป ในโครงสร้างระดับไมโคร-นาโนเมตร

1.2 วัตถุประสงค์ในการศึกษา

1. เพื่อศึกษาความเข้มข้นของเกลือที่มีผลต่อขนาดอนุภาค PDADMAC/PSS complex ร่วมกับกราฟีน
2. เพื่อศึกษาอิทธิพลของขนาดอนุภาคของ PDADMAC/PSS complex ร่วมกับกราฟีนที่มีต่อความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปัจจุบันมีการเติบโตทางเทคโนโลยีที่เพิ่มมากยิ่งขึ้น ส่งผลให้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์มีการพัฒนาอย่างก้าวกระโดดตามปริมาณการใช้อุปกรณ์ไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ในแต่ละวัน ซึ่งก็มีแนวโน้มที่เพิ่มสูงขึ้นอย่างต่อเนื่อง โดยการพัฒนาอุปกรณ์เหล่านี้มีความต้องการรูปแบบของการใช้พลังงานไฟฟ้าที่แตกต่างกัน ดังนั้นเทคโนโลยีการจัดเก็บพลังงานไฟฟ้าที่สามารถตอบสนองต่อการใช้งานจึงเป็นสิ่งสำคัญที่ขาดไม่ได้

ระบบกักเก็บพลังงาน (Energy Storage System: ESS) หมายถึง ระบบและอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่สามารถแปลงพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานในรูปแบบอื่นเพื่อให้สามารถกักเก็บไว้เพื่อการใช้งานในเวลาอื่นที่จำเป็นได้ โดยระบบกักเก็บพลังงานจะแปลงพลังงานที่กักเก็บไว้ในกลับมาเป็นพลังงานไฟฟ้าอีกครั้งเมื่อมีความต้องการใช้ไฟฟ้า ทั้งนี้ ระบบกักเก็บพลังงานที่ดีจะต้องลดความสูญเสียในการแปลงรูปพลังงานให้เหลือน้อยที่สุด [1]

2.1 อุปกรณ์จัดเก็บพลังงาน (Energy storage devices)

โดยทั่วไปอุปกรณ์จัดเก็บพลังงานสามารถแบ่งออกเป็น 3 ประเภท คือ

2.1.1 เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) [2]

เซลล์เชื้อเพลิง เป็นอุปกรณ์ที่เปลี่ยนพลังงานเคมีจากเชื้อเพลิงชนิดหนึ่งให้เป็นกระแสไฟฟ้าผ่านทางปฏิกิริยาเคมีของไอออนของไฮโดรเจนประจุบวกกับออกซิเจนหรือตัวทำออกซิเดชันอื่นๆ เซลล์เชื้อเพลิงแตกต่างจากแบตเตอรี่ที่ต้องการแหล่งจ่ายเชื้อเพลิงและออกซิเจนหรืออากาศอย่างต่อเนื่องเพื่อความยั่งยืนของปฏิกิริยาเคมี ในขณะที่ในแบตเตอรี่สารเคมีภายในจะทำปฏิกิริยาต่อกันเพื่อผลิตแรงเคลื่อนไฟฟ้า เซลล์เชื้อเพลิงสามารถผลิตไฟฟ้าได้อย่างต่อเนื่องนานเท่าที่เชื้อเพลิงและออกซิเจนหรืออากาศยังคงถูกใส่เข้าไป ไม่เหมือนกับแบตเตอรี่ที่จะหยุดจ่ายกระแสไฟฟ้าถ้าสารเคมีหมดอายุการใช้งาน

2.1.2 แบตเตอรี่ (Battery) [3]

แบตเตอรี่เป็นอุปกรณ์ที่ประกอบด้วย เซลล์ไฟฟ้าเคมีอย่างน้อยหนึ่งเซลล์หรือมากกว่าสามารถแปลงพลังงานเคมีให้เป็นไฟฟ้าได้โดยตรงด้วยการใช้เซลล์กัลวานิก (Galvanic cell) โดยแบตเตอรี่จะประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าและสารละลายอิเล็กโตรไลต์ ซึ่งขั้วไฟฟ้ามี 2 ชนิดได้แก่ขั้วบวก (cathode) และ ขั้วลบ (anode) ขั้วที่มีเครื่องหมายบวกจะมีพลังงานศักย์ไฟฟ้าสูงกว่าขั้วที่มีเครื่องหมายลบ ขั้วที่มีเครื่องหมายลบคือแหล่งที่มาของอิเล็กตรอนที่เมื่อเชื่อมต่อกับวงจรภายนอกแล้วอิเล็กตรอนเหล่านี้จะไหลและส่งมอบพลังงานให้กับอุปกรณ์ภายนอก เมื่อแบตเตอรี่เชื่อมต่อกับวงจร

ภายนอก สารอิเล็กโทรไลต์มีความสามารถที่จะเคลื่อนที่โดยทำตัวเป็นไอออน ยอมให้ปฏิกิริยาทางเคมีทำงานแล้วเสร็จในขั้วไฟฟ้าที่อยู่ห่างกันเกิดเป็นพลังงานไฟฟ้า เป็นการส่งมอบพลังงานให้กับวงจรภายนอก การเคลื่อนไหวของไอออนเหล่านั้นที่อยู่ในแบตเตอรี่ที่ทำให้เกิดกระแสไหลออกจากแบตเตอรี่เพื่อปฏิบัติงาน

ในอดีตคำว่า "แบตเตอรี่" หมายถึงเฉพาะอุปกรณ์ที่ประกอบด้วยเซลล์หลายเซลล์ แต่การใช้งานได้มีการพัฒนา แบตเตอรี่แบ่งออกเป็น 2 กลุ่มคือ

2.1.2.1 แบตเตอรี่ปฐมภูมิ (Primary battery) จะถูกใช้เพียงครั้งเดียวหรือใช้แล้วทิ้ง วัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าจะมีการเปลี่ยนแปลงอย่างถาวรในช่วงปล่อยประจุออก (discharge) ตัวอย่างที่พบบ่อยก็คือ แบตเตอรี่อัลคาไลน์ ที่ใช้สำหรับไฟฉายและอีกหลายอุปกรณ์พกพา

2.1.2.2 แบตเตอรี่ทุติยภูมิ (Secondary battery) หรือแบตเตอรี่ประจุใหม่ได้ สามารถคายประจุและอัดประจุใหม่ได้หลายครั้ง ในการนี้องค์ประกอบเดิมของขั้วไฟฟ้าสามารถเรียกคืนสภาพเดิมได้โดยกระแสย้อนกลับ ตัวอย่างเช่น แบตเตอรี่ตะกั่วกรด ที่ใช้ในยานพาหนะและแบตเตอรี่ ลิเธียมไอออน ที่ใช้สำหรับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์แบบเคลื่อนย้ายได้ เป็นต้น

2.1.3 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitor หรือ Ultracapacitor)

ตัวเก็บประจุยิ่งยวดเป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้าจำนวนมากๆ บางตัวทำงานโดยไม่ใช้ปฏิกิริยาทางเคมี คาดว่าจะถูกนำมาใช้แทน แบตเตอรี่ในอนาคต [4]

ซึ่งแหล่งพลังงานที่สำคัญ อย่างเช่น แบตเตอรี่ เป็นตัวเก็บพลังงานสำรอง และเป็นแหล่งจ่ายพลังงานไฟฟ้าที่นิยมใช้มาก แต่ขนาดกับลักษณะก็มีผลกับการเลือกใช้งาน ผู้บริโภคนิยมเลือกใช้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีขนาดเล็กแต่สามารถให้พลังงานได้มาก สามารถพกพาได้สะดวก และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ชนิดใหม่ๆ จำเป็นต้องใช้พลังงานที่สูงในการประมวลผล จึงทำให้มีประสิทธิภาพที่มีอยู่นั้นไม่เพียงพอ ดังนั้นจึงมีนำ ตัวเก็บประจุยิ่งยวดมาประยุกต์ใช้ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและยืดอายุการใช้งานของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์

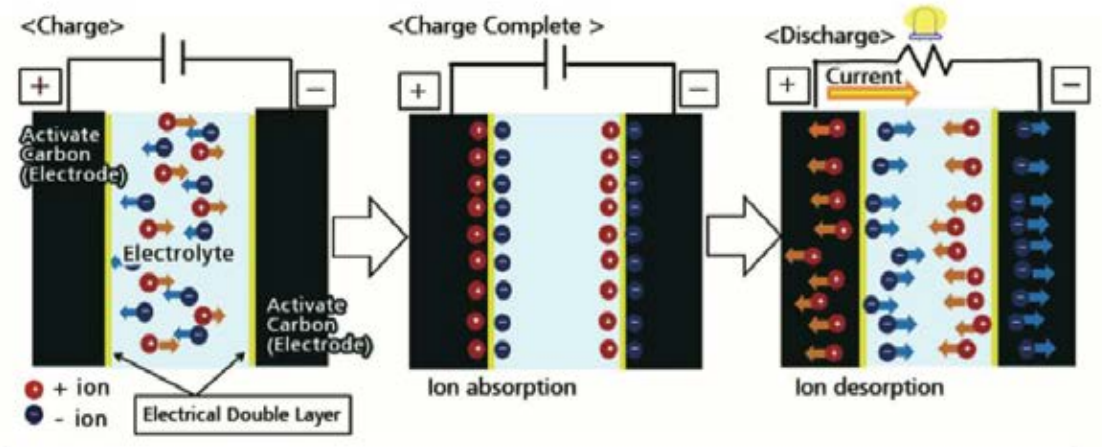
เมื่อเปรียบเทียบคุณสมบัติข้อดีและข้อเสียของตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมียิ่งยวดกับแบตเตอรี่ พบว่ากลไกการเก็บพลังงานของตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมียิ่งยวดอาศัยการดูดซับเชิงฟิสิกส์ของอิเล็กโทรไลต์ ขณะแบตเตอรี่อาศัยปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีส่งผลให้แบตเตอรี่มีข้อจำกัดเรื่องพลังงานต่ำหรือบรรจุและคายพลังงานต่ำ ขณะปัญหานี้ไม่พบในตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมียิ่งยวด อีกทั้งในปัจจุบันวัสดุนาโนที่มีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงได้ถูกนำมาใช้ทำขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมียิ่งยวด ส่งผลให้เก็บประจุไฟฟ้าเคมีได้สูงขึ้น [5]

ซึ่งในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยมุ่งเน้นการพัฒนาอุปกรณ์เก็บพลังงานในรูปแบบของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

2.2 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitor หรือ Ultracapacitor)

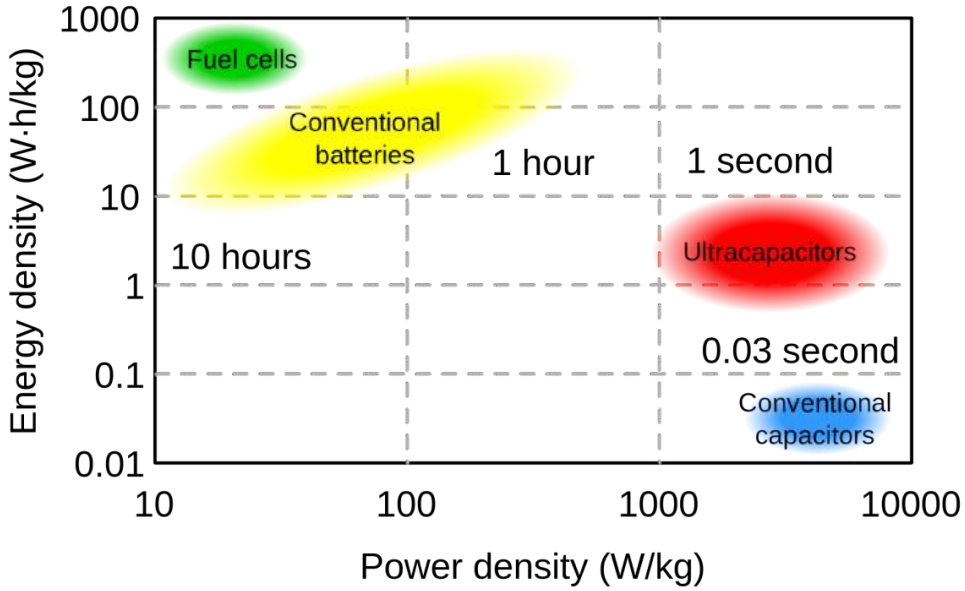
ตัวเก็บประจุยิ่งยวด คือ อุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่มีค่าความจุไฟฟ้าสูงกว่าตัวกักเก็บพลังงานไฟฟ้าชนิดอื่นได้มากถึง 100-10000 เท่า มีความสามารถทั้งเป็นตัวเก็บประจุและแบตเตอรี่ชาร์จได้ โดยสามารถกักเก็บพลังงานได้มากกว่าตัวเก็บประจุทั่วไป และสามารถอัดประจุได้อย่างรวดเร็วภายในเวลา 1-10 วินาที และสามารถคายประจุภายในเวลา 1 วินาทีเช่นกัน มีจำนวนรอบของการใช้งานที่มากกว่าแบตเตอรี่ชาร์จได้ทนต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ แรงกระแทก หรือการสั่นสะเทือนได้ดี

ตัวเก็บประจุยิ่งยวดมีโครงสร้างคล้ายกับแบตเตอรี่ โดยหลักการทำงานของตัวเก็บประจุไฟฟ้า คือ ภายในตัวเก็บประจุไฟฟ้าประกอบไปด้วย แผ่นโลหะตัวนำ 2 แผ่น วางในตำแหน่งที่ห่างกัน ขั้วบวกและขั้วลบ และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ดังแสดงในรูปที่ 2.1 เมื่อให้กระแสไฟฟ้าหรือความต่างศักย์กับขั้วไฟฟ้าทั้งสองข้าง ประจุบวกที่อยู่ภายในสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะถูกดึงดูดเข้าหาขั้วลบของตัวเก็บประจุยิ่งยวด และประจุที่เป็นลบในสารละลายจะถูกดึงดูดเข้าหาขั้วบวกของตัวเก็บประจุยิ่งยวด



รูปที่ 2.1 : ลักษณะการกระจายตัวของประจุ เมื่อมีการอัดและคายประจุ [6]

ตัวเก็บประจุยิ่งยวดใช้แรงไฟฟ้าสถิตระหว่างประจุที่ขั้วต่างกันในการเก็บพลังงาน มีความแตกต่างจากแบตเตอรี่ที่อาศัยปฏิกิริยาเคมีในการเก็บพลังงาน จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้ตัวเก็บประจุยิ่งยวดมีจำนวนรอบในการใช้งานที่มากกว่าแบตเตอรี่ซึ่งเกิดการเสื่อมสภาพจากปฏิกิริยาเคมีได้ แต่อย่างไรก็ตามตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นก็มีกลไกหลายแบบ มีทั้งแบบชนิดที่ไม่อาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีและแบบที่อาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมี ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นเมื่อเทียบกับอุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าชนิดอื่น พบว่าสมบัติของตัวเก็บประจุยิ่งยวดทั้งด้านค่าความจุไฟฟ้า พลังงาน กำลัง มีค่าอยู่ระหว่างตัวเก็บประจุชนิดอื่นและแบตเตอรี่ ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 : กราฟเรโกเน (Regone chart) แบ่งประเภทของอุปกรณ์จัดเก็บพลังงานไฟฟ้า [7]

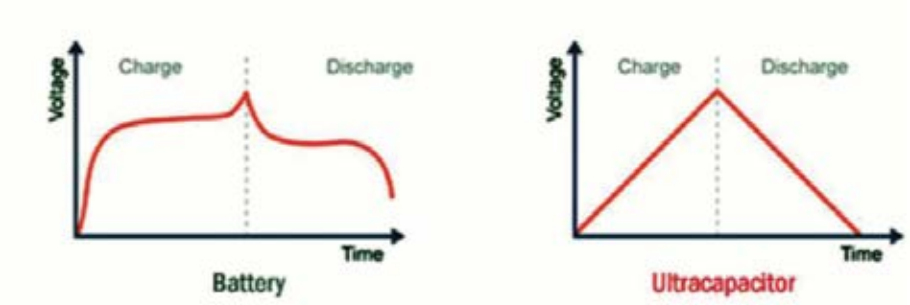
จากกราฟเรโกเนจะแสดงปริมาณเปรียบเทียบความหนาแน่นกำลังงาน (power density) และความหนาแน่นพลังงาน (energy density) ของอุปกรณ์จัดเก็บพลังงานไฟฟ้าสำรองชนิดต่างๆ พบว่าตัวเก็บประจุยิ่งยวดมีค่าความหนาแน่นกำลังงานสูงกว่าเซลเชื้อเพลิงและแบตเตอรี่ทั่วไปเนื่องจากกลไกการเก็บพลังงานของตัวเก็บประจุยิ่งยวดอาศัยเชิงฟิสิกส์ของสารละลายอิเล็กโตรไลต์ ขณะที่เซลเชื้อเพลิงและแบตเตอรี่อาศัยปฏิกิริยาของเคมีไฟฟ้า ส่งผลให้เซลเชื้อเพลิงและแบตเตอรี่มีกำลังงานที่ต่ำ ซึ่งอุปกรณ์จัดเก็บพลังงานไฟฟ้าแบบต่างๆ มีลักษณะแตกต่างกันไปดังนี้

- เซลล์เชื้อเพลิง เป็นอุปกรณ์ที่สามารถเปลี่ยนพลังงานเคมีที่เก็บไว้ในพันธะเคมีของเชื้อเพลิงไปเป็นพลังงานไฟฟ้าอาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีของเชื้อเพลิงบนผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็ง โดยข้อดีของเซลเชื้อเพลิงคือมีความหนาแน่นของพลังงานสูงสุดเมื่อเทียบกับอุปกรณ์จัดเก็บพลังงานไฟฟ้าชนิดอื่น แต่อย่างไรก็ตามจลนศาสตร์ของปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นบนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาค่อนข้างช้า ส่งผลให้ความหนาแน่นของกำลังงานต่ำ

- แบตเตอรี่ เป็นอุปกรณ์ที่อาศัยปฏิกิริยารีดอกซ์ในการเก็บพลังงานไฟฟ้า ซึ่งส่วนใหญ่จะใช้ลิเทียมไอออน โดยปฏิกิริยารีดักชันลิเทียมไอออนที่อยู่ในผลึกของโลหะออกไซด์จะรับอิเล็กตรอนกลายเป็นโลหะลิเทียมที่อยู่ในขั้วไฟฟ้าของแกรไฟต์ ในขณะปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็นปฏิกิริยาการคายพลังงานนั่นก็คือโลหะลิเทียมจะสูญเสียอิเล็กตรอนกลายไปเป็นลิเทียมไอออนที่ขั้วของโลหะออกไซด์ นอกจากนี้จลนศาสตร์ของปฏิกิริยารีดอกเกิดค่อนข้างช้าจึงทำให้เวลาในการบรรจุพลังงานช้าและยังมีเสถียรภาพต่อรอบการใช้งานที่ต่ำทำให้พบปัญหาของการระเบิดบ่อยครั้ง

- ตัวเก็บประจุยิ่งยวด เป็นอุปกรณ์ที่อาศัยการเก็บพลังงานของตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมีโดยการเคลื่อนที่และแลกเปลี่ยนระหว่าง อิเล็กตรอนบนผิววัสดุ กับ ไอออน ในสารละลาย ซึ่งมีสองรูปแบบในการเก็บประจุดังจะถูกกล่าวในหัวข้อถัดไป หลักการโดยทั่วไปค่าการเก็บประจุจะขึ้นกับการเคลื่อนที่และการดูดซับทางกายภาพระหว่างไอออนกับพื้นผิวของวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้า รวมไปถึงการเก็บประจุจากการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า เป็นปัจจัยหลัก ดังนั้นหากพื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าที่มีค่าสูงและเป็นวัสดุที่สามารถเกิดปฏิกริยารีดอกซ์จะสามารถลดเวลาในการเก็บและคายประจุลง ส่งผลให้สามารถให้ตัวเก็บประจุยิ่งยวดสามารถให้ค่ากำลังไฟฟ้าที่สูง

ข้อแตกต่างอีกประการที่สำคัญระหว่างแบตเตอรี่และตัวเก็บประจุยิ่งยวด คือ ตัวเก็บประจุยิ่งยวดแรงไฟฟ้าสถิต (Electrostatic charge) ระหว่างประจุต่างขั้วกันเป็นหลักในการกักเก็บพลังงานไฟฟ้า ในขณะที่แบตเตอรี่ทั่วไปอาศัยปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าดังแสงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 : ค่าแรงดันไฟฟ้าของแบตเตอรี่ (รูปซ้าย) และตัวเก็บประจุยิ่งยวด (รูปขวา) ขณะอัดและคายประจุ [6]

ตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นเนื่องจากมีความสามารถในการกักเก็บประจุที่ดี จึงนำมาประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย แบ่งตามประเภทการใช้งาน [4]

การใช้งานส่วนบุคคล

-นำมาใช้แทนแบตเตอรี่โทรศัพท์มือถือ ทำให้แบตเตอรี่สามารถชาร์จอัดประจุให้เต็มได้อย่างรวดเร็ว

-นำมาใช้กับแฟลชของกล้องถ่ายรูป เพราะแสงแฟลชต้องการกำลังไฟที่สูงในช่วงเวลาสั้น ๆ และต้องการให้ชาร์จไฟได้อย่างรวดเร็ว

-นำมาใช้กับระบบไฟฟ้าที่มีการโหลดบ่อย ๆ เช่น แลปท็อป โน้ตบุ๊ค เนื่องจากต้องการระบบจ่ายไฟที่เสถียรและมีความสามารถในการกักเก็บประจุไฟฟ้าได้เร็ว ไม่มีปัญหาในเรื่องของเวลาในการใช้งานและสามารถใช้งานได้ยาวนานมากกว่าแบตเตอรี่ทั่วไป

การใช้งานด้านการคมนาคม

-นำมาใช้กับรถยนต์ไฟฟ้า สามารถปล่อยพลังงานออกมาได้อย่างรวดเร็ว ทำให้ได้อัตราเร่งที่สูง

-นำมาใช้กับรถไฟฟ้าแบบไฮบริด เพื่อลดการใช้เชื้อเพลิงโดยการเก็บพลังงานจากเบรก

-นำมาใช้กับรถราง เพื่อเก็บพลังงานจากเบรกและวิ่งได้โดยไม่ต้องมีสายไฟจ่ายพลังงานเหนือหัว

-นำมาใช้กับกระเช้าลอยฟ้า แทนแบตเตอรี่ เพราะชาร์จไฟได้เร็วกว่า

แต่ไม่เหมาะจะใช้ตัวเก็บประจุไฟฟ้าอย่างเดียวและไม่เหมาะในการใช้กับระยะทางไกลเนื่องจากตัวเก็บประจุยิ่งยวดเก็บพลังงานได้น้อยกว่าแบตเตอรี่และมีราคาที่สูงกว่า จึงนิยมใช้ในการเป็นตัวเสริมควบคู่ไปกับการใช้ตัวเก็บประจุพลังงานชนิดอื่น

การใช้งานด้านอุตสาหกรรม

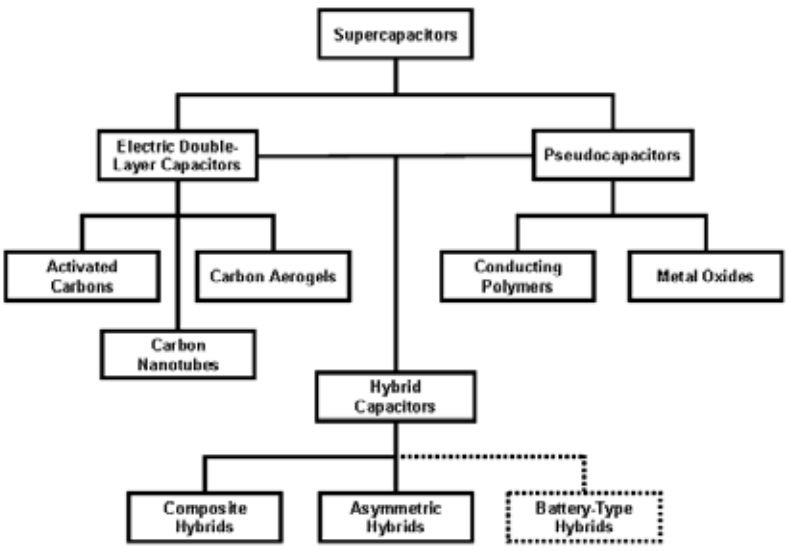
-นำมาใช้เป็นไฟสำรองฉุกเฉินให้กับอุปกรณ์ไฟฟ้าแรงไฟต่ำ

-นำมาใช้เป็นอุปกรณ์ป้องกันไฟกระชากแรงดันสูงชั่วขณะ

-สามารถลดค่าใช้จ่ายได้ในระยะยาว

การใช้งานทางการแพทย์

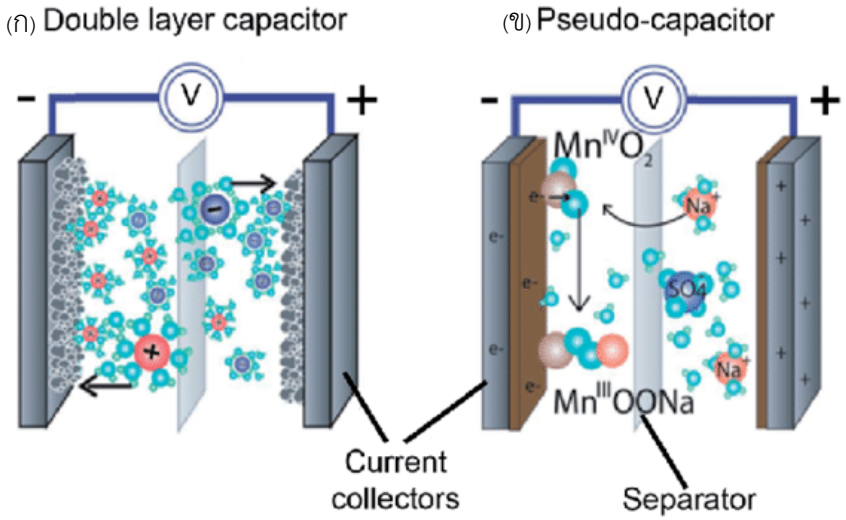
-นำมาใช้กับเครื่องกระตุ้นหัวใจ ที่ต้องใช้เวลาในการชาร์จไฟก่อนใช้งาน ทำให้สามารถชาร์จพลังงานได้โดยใช้เวลาชาร์จ 150 วินาที และใช้งานได้ 60 วินาที



รูปที่ 2.4 : การแบ่งชนิดของตัวเก็บประจุยิ่งยวดออกเป็น 2 ชนิดตามกลไก [8]

โดยทั่วไปแล้วตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบ่งออกเป็น 2 ชนิดตามกลไกพื้นฐาน ดังแสดงในรูปที่ 2.4 ซึ่งชนิดแรกได้แก่ ตัวเก็บประจุไฟฟ้าสองชั้น (Electrostatic double-layer capacitors, EDLC) ซึ่งประจุจะถูกเก็บ

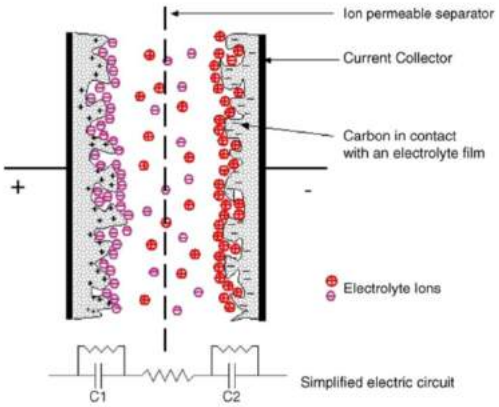
โดยอาศัยการเคลื่อนที่ของไอออนในสารละลายอิเล็กโตรไลต์ผ่านการดูดซับพื้นผิวของขั้วไฟฟ้า(รูปที่ 2.5ก) และซูโดร์คาปาซิเตอร์ (Pseudocapacitor) [9] ซึ่งเก็บประจุบนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าเช่นเดียวกับตัวเก็บประจุไฟฟ้าสองชั้น และยังมีถ่ายเทอิเล็กตรอนจากปฏิกิริยาเคมี หรือปฏิกิริยารีดอกซ์ที่เกิดขึ้นภายในวัสดุที่ถูกใช้เป็นขั้วไฟฟ้า (รูปที่ 2.5ข) ส่งผลให้ซูโดคาร์ปาซิเตอร์สามารถเก็บประจุไฟฟ้าได้สูงกว่าตัวเก็บประจุไฟฟ้าสองชั้น ซึ่งรายละเอียดในแต่ละกลไกลจะถูกกล่าวดังนี้



รูปที่ 2.5 : กลไกการเก็บประจุของตัวเก็บประจุยิ่งยวด (ก)Double-layer capacitor (ข)Pseudocapacitor [10]

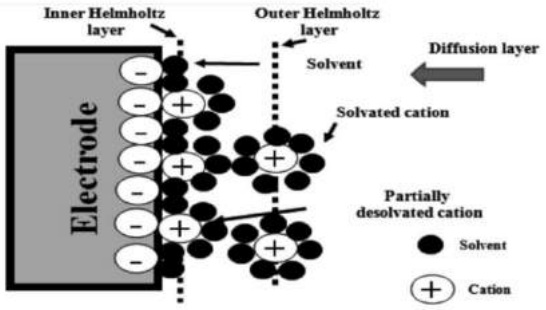
2.2.1 ตัวเก็บประจุไฟฟ้า 2 ชั้น (Electrostatic double-layer capacitors หรือ EDLC)

เป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบที่ไม่อาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมี โดยมีลักษณะการเก็บประจุไฟฟ้า 2 ชั้น มีขั้วบวกและขั้วลบโดยนิยมเลือกใช้วัสดุที่ทำจากวัสดุคาร์บอนที่มีพื้นที่ผิวสูงและมีรูพรุนจำนวนมาก วัสดุคาร์บอนเช่น แกรฟีน ถูกแสดงเป็นขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการจัดเก็บพลังงานโดยมีแผ่นกั้นระหว่างขั้วกั้นไอออนที่อยู่ระหว่างขั้วไฟฟ้า ดังแสดงใน รูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 : Electrochemical double layer capacitor [11]

โดยจะทำการเก็บประจุไฟฟ้าเคมีที่มีสองชั้น โดยชั้นในจะเรียกว่า อินเนอร์เฮล์ม โฮลทซ์ท (inner helmholtz) และชั้นนอกถูกเรียกว่า เอาเตอร์เฮล์มโฮลทซ์ (outer helmholtz) ซึ่งภายในชั้นอินเนอร์เฮล์มโฮลทซ์จะประกอบด้วยประจุบวกของสารอิเล็กโตรไลต์ที่ถูกล้อมรอบด้วยตัวทำละลายที่ผิวของขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุไฟฟ้าสองชั้นดังแสดงในรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 : การเก็บประจุไฟฟ้าเคมีของตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดอีดีแอลซี [9]

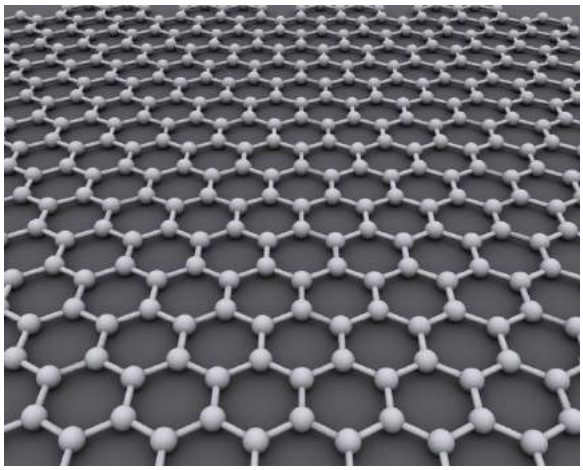
2.2.2 ซูโดคาร์ปาซิเตอร์ (Pseudo capacitor) [11]

การเก็บประจุไฟฟ้าของซูโดคาร์ปาซิเตอร์จะมีค่าที่สูงกว่าแบบอีดีแอลซี เนื่องจาก การเก็บประจุไฟฟ้าของซูโดคาร์ปาซิเตอร์เกิดผลส่งเสริมร่วมกัน จากการเก็บประจุไฟฟ้าที่พื้นผิวเช่นเดียวกับอีดีแอลซี และการเก็บประจุไฟฟ้าจากปฏิกิริยารีดอกซ์ภายในวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้า วัสดุที่ถูกนำมาใช้ในประเภทนี้สามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ ประเภทที่ 1 ได้แก่โลหะออกไซด์ (metal oxide) เช่น แมงกานีสออกไซด์(manganese oxide) ไททาเนียมออกไซด์ (titanium oxide) และ โคบอลต์ออกไซด์ (cobalt oxide) เป็นต้น ส่วนประเภทที่ 2 ได้แก่พอลิเมอร์นำไฟฟ้า (conductive polymer) เช่น พอลิพิโรล (polypyrrole) พอลิแอนิลีน (polyaniline) และ พอลิเอ-ทิลีนไดออกซีไทโอฟีน (poly(3,4-ethylenedioxythiophene) เป็นต้น

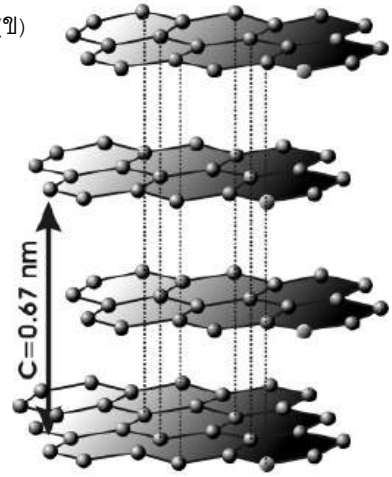
2.3 แกรฟีน (Graphene) [12]

แกรฟีน มีโครงสร้างเป็นรูปแบบหนึ่งของผลึกคาร์บอนซึ่งยึดกันด้วยพันธะโควาเลนท์แบบคอนจูเกต (conjugate) คือพันธะคู่สลับกับพันธะเดี่ยวโดยมีการเรียงตัวแบบ hexagonal lattice เชื่อมต่อกันเป็นโครงร่างลักษณะเหมือนรังผึ้งดังแสดงในรูปที่ 2.8ก โดยมีโครงสร้างที่เหมือนกันกับแกรไฟต์ ดังแสดงในรูปที่ 2.8ข โครงสร้างเพชร,คาร์บอนนาโนทูป หรือ ฟูลเลอลีนแต่โครงสร้างของแกรฟีนนั้นเป็นการเรียงตัวแบบชั้นเดียวทำให้มีสมบัติเฉพาะตัวที่แตกต่างออกไปจากคาร์บอนโครงสร้างอื่นๆ

(ก)



(ข)

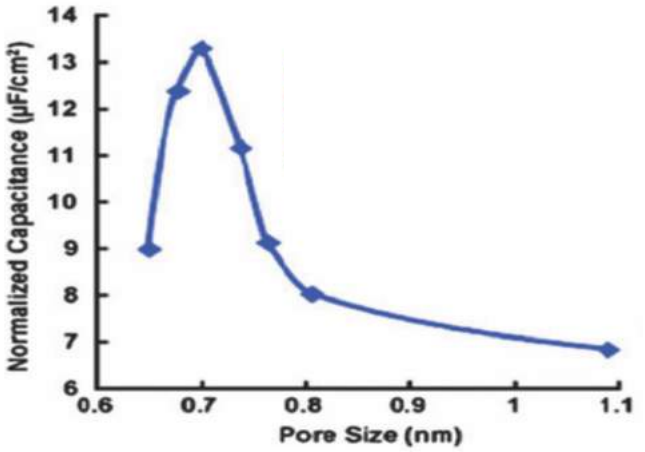


รูปที่ 2.8 : ลักษณะการจัดเรียงตัวของ (ก)แกรฟีน (ข)แกรไฟต์ [13]

จากงานวิจัยของ Geim A.K. and Novoselov K.S. [14] ได้ค้นพบคุณสมบัติทางฟิสิกส์ใหม่ของแกรฟีน คือ มีความแข็งแรงมาก มากกว่าเพชรและเหล็กกล้าถึง 200 เท่า มีความสามารถในการนำความร้อนและนำไฟฟ้าได้ดีกว่าทองแดง 4 เท่า มีพื้นที่จำเพาะมากถึง 2,675 ตารางเมตรต่อกรัม นำไปสู่การเก็บประจุไฟฟ้าเคมีสูง 200-500 ฟารัดต่อกรัม

นอกจากนี้แกรฟีนน้ำหนักเบา มีความยืดหยุ่น สามารถบิดงอ ม้วนพับได้ มีความโปร่งแสง แสงสามารถผ่านได้กว่า 97% เกือบโปร่งใส เนื่องจากมีรูพรุนสูงและมีความสามารถในการส่งผ่านอิเล็กตรอนเป็นไปอย่างรวดเร็ว ทำให้มีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าได้สูง

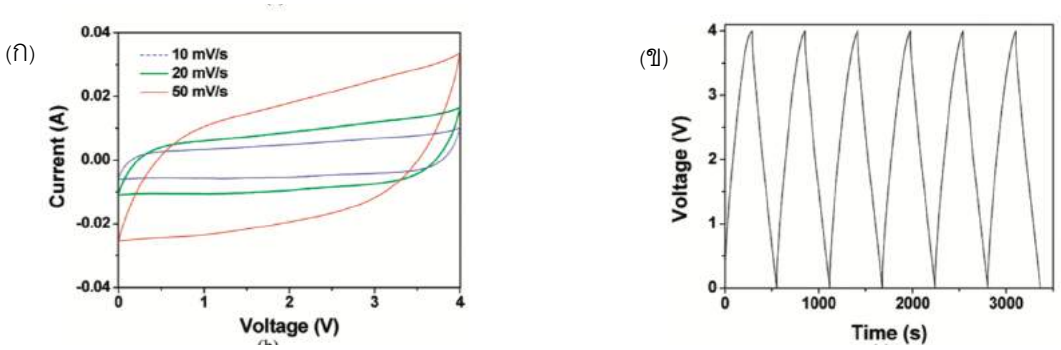
จากงานวิจัยของ Zhang L. and Zhao X. S. [15] ค้นพบว่าในโครงสร้างแกรฟีนนั้น มีพื้นที่ผิวมากและมีรูพรุนที่เชื่อมต่อกัน ซึ่งจากงานวิจัยได้ทำการทดลองหาขนาดรูพรุนที่เหมาะสม เพื่อใช้ในการกักเก็บประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ



รูปที่ 2.9 : ขนาดรูพรุนมีผลต่อการกักเก็บประจุไฟฟ้า

โดยสังเกตจากขนาดรูพรุน (รูปที่ 2.9) ถ้ารูพรุนมีขนาดเล็กเกินไป ความสามารถในกักเก็บประจุได้น้อยเนื่องจาก รูพรุนที่มีขนาดเล็กกว่าแล้วมีไอออนที่ขนาดใหญ่กว่า ก็จะไม่สามารถกักเก็บประจุได้ ส่วนรูพรุนขนาดใหญ่เกินไปจะทำให้มีพื้นที่ผิวน้อย ทำให้มีความหนาแน่นและการนำไฟฟ้าต่ำ สูญเสียความสามารถในการกักเก็บพลังงาน

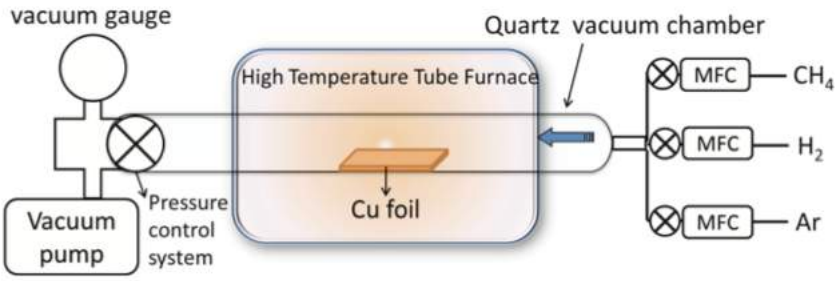
จากงานวิจัยของ Liu C. et al. [16] นักวิจัยได้ทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้า โดยทำการทดสอบโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมททรี (Cyclic voltammetry, CV) (รูปที่ 2.10ก) เป็นการศึกษาโดยการให้ค่าศักย์ไฟฟ้าในลักษณะเป็นรอบๆอย่างคงที่และวัดกระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไป โดยจะให้ศักย์ไฟฟ้าครึ่งรอบแรกในทิศทางที่ตรงกันข้ามกับครึ่งรอบหลัง และอีกเทคนิคคือกัลป์วาโนแสตติกชาร์จดิสชาร์จ (Galvanostatic charge-discharge, GCD) (รูปที่ 2.10ข) เป็นการศึกษาโดยการให้ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ต่างกัน และให้กระแสไฟฟ้าคงที่ โดยจะมีการให้กระแสไฟฟ้าบวกเพื่อดูระยะเวลาในการอัดประจุ และให้กระแสไฟฟ้าลบเพื่อดูระยะเวลาในการคายประจุ



รูปที่ 2.10 : (ก) Cyclic voltammetry, CV (ข) Galvanostatic charge-discharge, GCD

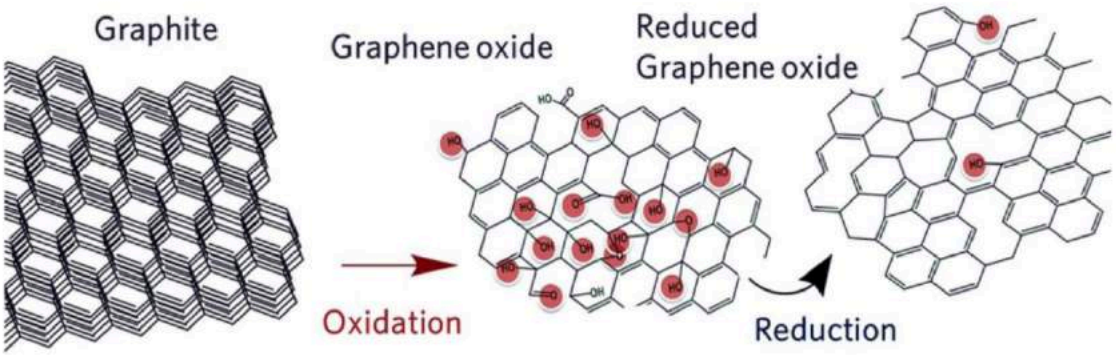
การสังเคราะห์แกรฟีนนั้นสามารถทำได้หลายวิธี ซึ่งในปัจจุบันได้มีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์แกรฟีนโดยเริ่มต้นจากงานวิจัยของ Prof. Dr. Andre K. Geim และ Prof. Dr. Konstantin S. Novoselov แห่งมหาวิทยาลัยแมนเชสเตอร์ [12] ประเทศสหราชอาณาจักรได้คิดค้นวิธีการสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธีเชิงกลอย่างง่ายซึ่งทำได้โดยการใช้เทปกาวแปะบนผงแกรไฟต์แล้วทำการดึงลอกแกรฟีนออกมาทีละชั้น นอกจากนี้ยังมีวิธีสังเคราะห์ที่ใช้ในอุตสาหกรรมโดย

วิธีที่ 1 Chemical Vapor Deposition (CVD) ดังแสดงในรูปที่ 2.11 วิธีนี้มักจะใช้ในโรงงานผลิตฟิล์มบางสารกึ่งตัวนำแต่ก็พบว่าทั้งสองวิธีข้างต้นนี้จะได้ปริมาณของแกรฟีนที่น้อยวิธีนี้จึงไม่เหมาะกับการสังเคราะห์มาใช้ในปริมาณมากๆ แต่จะเหมาะกับการสังเคราะห์เพื่อนำไปทดสอบสมบัติขั้นพื้นฐานของแกรฟีน

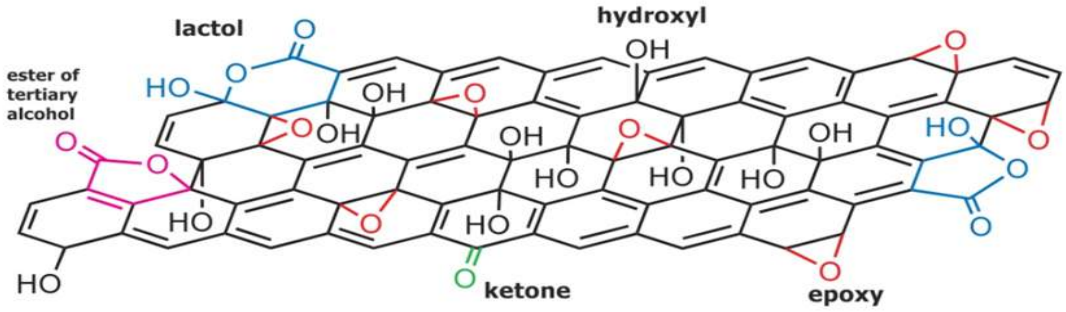


รูปที่ 2.11 : การสังเคราะห์แกรฟีนด้วยเทคนิค CVD

วิธีที่ 2 การสังเคราะห์ทางเคมี สามารถเริ่มทำได้ในระดับห้องปฏิบัติการซึ่งจะได้แกรฟีนปริมาณมากเป็นสารแขวนลอย (suspension) และนำมาใช้งานได้หลากหลาย หลักการนี้จะเริ่มต้นด้วยการใช้กรดแก่หรือตัวออกซิแดนมาออกซิไดซ์แกรไฟต์ได้เป็น “แกรไฟต์ออกไซด์” (graphite oxide) ดังแสดงในรูปที่ 2.12 ซึ่งกลุ่มของออกไซด์, ไฮดรอกซิล, คาร์บอกซิลิก และคาร์บอนิลจะเข้าไปแทรกและเกาะเต็มระนาบพื้นผิวในแต่ละชั้นของแกรไฟต์ดังแสดงในรูปที่ 2.13

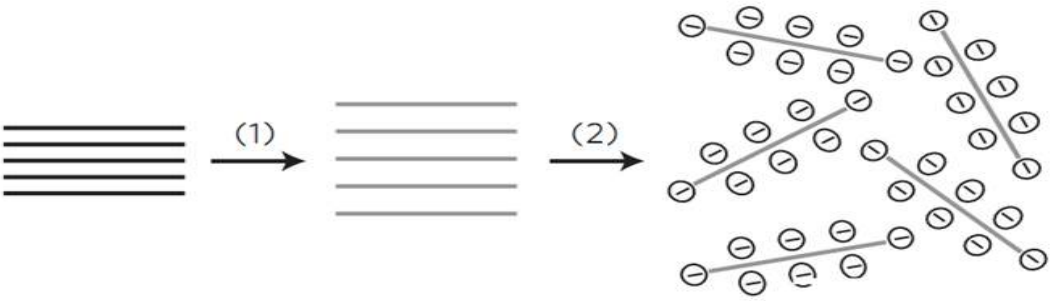


รูปที่ 2.12 : โครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์ก่อนและหลังปฏิกิริยารีดักชันซึ่งแสดงจำนวนหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนที่ลดลง



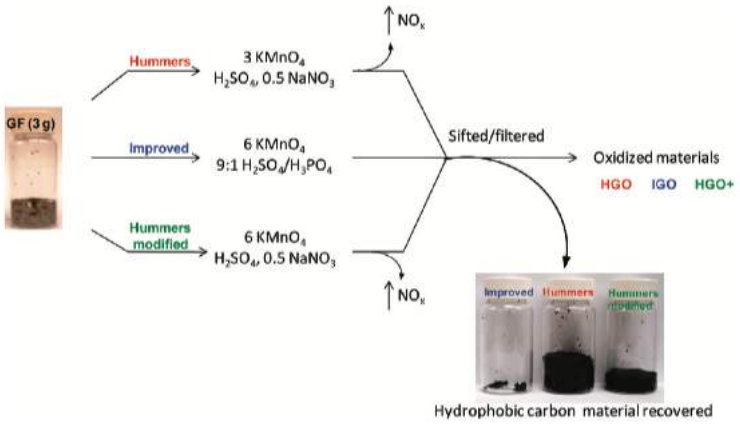
รูปที่ 2.13 : แกรไฟต์ออกไซด์ที่มีกลุ่มออกไซด์เกาะบนผิวและขอบ [17]

ทำให้แกรไฟต์แต่ละชั้นกว้างขึ้นและลดแรงแวนเดอร์วาลส์ระหว่างชั้น หลังจากนั้นใช้คลื่นความถี่สูง (sonication) ดังแสดงในรูปที่ 2.14 เพื่อให้ชั้นแกรไฟต์ออกไซด์หลุดลอกออกเป็นแกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide) ซึ่งสามารถกระจายตัวในน้ำได้ดี แต่ยังไม่สามารถนำไฟฟ้าได้ หลังจากนั้นสามารถนำมารีดิวซ์ด้วยสารรีดักแทนได้เป็น “รีดิวซ์แกรฟีน” (reduced graphene oxide) ซึ่งสามารถกรองและกระจายตัวได้ดีบนวัสดุสารรองรับ ใช้เป็นฟิล์มบางนำไฟฟ้าเช่น กระดาษนำไฟฟ้า (conducting graphene paper)



รูปที่ 2.14 : ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรฟีน (1) ปฏิกิริยาออกซิเดชัน (2) ใช้คลื่นความถี่สูง (sonication) ในน้ำ [17]

นอกจากวิธีต่าง ๆ ที่กล่าวมาข้างต้นแล้วยังมีอีกหลายวิธีอย่างเช่น จากงานวิจัยของ Daniela C. Marcano และคณะ [18] ซึ่งจะใช้วิธี improved method, Hummers’ method, and Hummers’ method with additional KMnO4. ดังแสดงในรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 : วิธีสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธี Hummer's method [18]

ซึ่งเป็นวิธีของ Hummer และ Offman, Staudenmaier และ Brodie ซึ่งวิธีของ Hummer ซึ่งมีการใช้กันอย่างแพร่หลาย ซึ่งวิธีนี้จะใช้กรดซัลฟูริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4) และ โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ($KMnO_4$) เป็นตัวออกซิไดซ์ผงแกรไฟต์ (Graphite flakes) ที่มีความบริสุทธิ์สูงแกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จะมีสีน้ำตาลอมเหลืองอยู่ในรูปของสารละลายหรือสามารถนำมากรองได้ทันทีหลังจากทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน หากนำสารละลายดังกล่าวมาสั่นจะได้สารละลายแกรฟีนออกไซด์และสำหรับปฏิกิริยารีดักชันของแกรฟีนออกไซด์จะ

ใช้ไฮดราซีนไฮเดรท (Hydrazine hydrate) เพื่อรีดิวซ์กลับเป็นแกรฟีนอีกครั้ง แต่อย่างไรก็ตามในปัจจุบันได้มีการสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธี Improved method ซึ่งเป็นการดัดแปลงวิธีของ Hummer ซึ่งโดยปกติจะใช้โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต, โซเดียมไนเตรตและกรดซัลฟูริก ($KMnO_4$, $NaNO_3$, H_2SO_4) เป็นหลัก จะพบว่าเมื่อนำโซเดียมไนเตรตออก แล้วทำการเพิ่มปริมาณโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต แล้วใช้ของผสมระหว่างกรดซัลฟูริกและกรดฟอสฟอริก ในอัตราส่วน 9:1 จะเพิ่มประสิทธิภาพในการออกซิไดซ์ได้ นอกจากนี้ยังทำให้ได้ปริมาณแกรฟีนออกไซด์ที่ชอบน้ำเพิ่มมากขึ้นเมื่อเทียบกับวิธีของ Hummer สารที่เกิดขึ้นจากการสังเคราะห์จะไม่ทำให้เกิดแก๊ซที่เป็นพิษ และ ควบคุมอุณหภูมิในการสังเคราะห์ได้ง่าย

จากงานวิจัย Liu X. et al. [19] ได้พบปัญหาที่เกิดขึ้นจากการทดลองโดยเลือกใช้แกรฟีน มักพบว่าแกรฟีนมักมีการเกิดการรวมกลุ่มหรือจับตัวเป็นก้อน ทำให้มีพื้นที่ผิวลดน้อยลง ส่งผลต่อการเก็บประจุทำให้มีประสิทธิภาพในการเก็บประจุได้น้อยลง ดังนั้นจึงมีการนำสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์เพื่อมาแก้ไขปัญหาด้านนี้

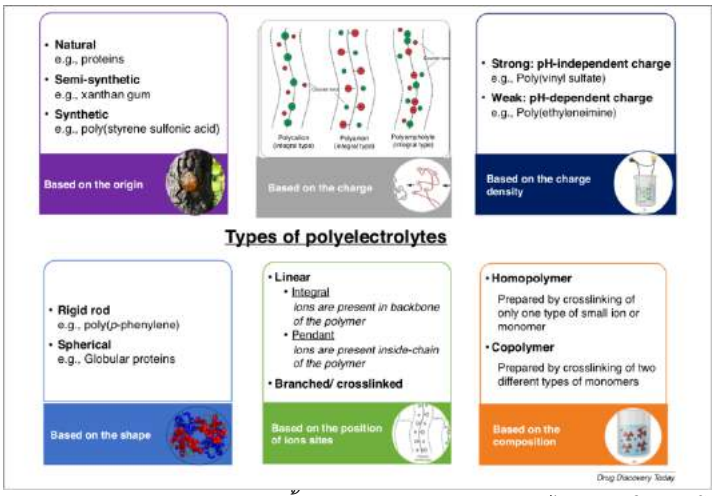
.

2.4 สารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolyte) [20]

พอลิอิเล็กโทรไลต์ถูกนิยามว่าเป็นวัสดุที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ที่มีหน่วยซ้ำ ๆ และแยกตัวออกมาเป็นโมเลกุลพอลิเมอร์ที่มีประจุสูง เป็นสารที่สามารถแตกตัวเป็นไอออนอิสระเมื่อละลายน้ำหรือหลอมเหลวซึ่งทำให้มีความสามารถในการนำประจุได้

สมบัติของพอลิอิเล็กโทรไลต์อย่างเช่น ความหนืด, ความสามารถการละลาย, ค่าpH, ionic strength, ค่าสัมประสิทธิ์ในการแพร่หรืออื่น ๆ สามารถเปลี่ยนแปลงได้ถ้ามีกลุ่มไอออนใหม่เพิ่มเข้ามา ค่าionic strength มีผลต่อพฤติกรรมของพอลิอิเล็กโทรไลต์ถ้ามีค่า ionic strength ลดลง สารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ จะมีแนวโน้มไปสู่รูปแบบที่ขยายตัวไม่เกาะเป็นก้อน เป็นผลมาจากแรงผลักกันระหว่างโมเลกุล แต่ถ้ามีค่า ionic strength เพิ่มขึ้น สารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์จะมีแนวโน้มไปสู่รูปแบบที่หนาขึ้น เกาะกลุ่มเป็นก้อน เป็นผลมาจากธรรมชาติของพอลิอิเล็กโทรไลต์

พอลิอิเล็กโทรไลต์มีความสำคัญอย่างยิ่งในการใช้งานทางเภสัชกรรมและชีวการแพทย์ เนื่องจากมีขนาด, ความเสถียร, ความหนืดหรือสัณฐานวิทยาต่างกันสำหรับการกระจายตัวของ สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ (polyelectrolyte complex, PEC)

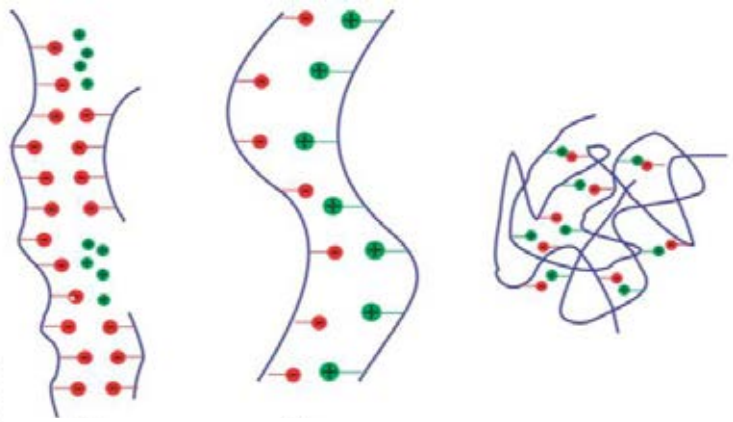


รูปที่ 2.16 : ชนิดของ Polyelectrolyte ขึ้นอยู่กับประจุและตำแหน่งไอออนิกในสายโซ่พอลิเมอร์ [21]

ชนิดของพอลิอิเล็กโทรไลต์ สามารถแบ่งออกได้เป็น 6 ประเภท ดังแสดงในรูปที่ 2.16 พอลิอิเล็กโทรไลต์ มีแนวโน้มที่จะรวมตัวกันเกิดเป็นสารประกอบที่มีไอออนประจุตรงข้ามอย่างน้อยหนึ่งคู่หรือมากกว่า เพื่อสร้างขึ้นมาเป็นสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งในงานวิจัยนี้ ประเภทที่เราสนใจนั้นคือ Based on the charge

2.5 สารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolyte complex) [21]

สารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์ เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาไฟฟ้าสถิตของพอลิเมอร์สองชนิดที่มีประจุต่างกัน ระหว่างประจุบวกของพอลิแคทไอออน (polycation) และประจุลบของพอลิแอนไอออน (polyanion) อยู่รวมกันเป็นสารประกอบเชิงซ้อน ซึ่งรูปแบบการจัดเรียงตัวและความเสถียรของ สารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์นั้นขึ้นกับปัจจัยหลายอย่าง เช่น การกระจายตัวของประจุในสายโซ่พอลิเมอร์, ความเข้มข้นของสารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์, อัตราส่วนการผสม(mixing ratio), ธรรมชาติและตำแหน่งของกลุ่มไอออน, น้ำหนักโมเลกุลของพอลิอิเล็กโทรไลต์, ความยืดหยุ่นของสายโซ่พอลิเมอร์, อุณหภูมิที่เหมาะสม, ionic strength และ ค่าpH รวมทั้ง degree of ionization แต่ละประจุของพอลิอิเล็กโทรไลต์



(ก) (ข) (ค)

รูปที่ 2.17 (ก) Nonstoichiometric complexes

(ข) Stoichiometric complexes : ladder-like model

(ค) Stoichiometric complexes : scrambled egg complex models

สารประกอบเชิงซ้อนจะมีรูปแบบการจัดเรียงตัว 3 รูปแบบ

แบบที่ 1 Nonstoichiometric complexes (รูปที่ 2.17ก) จะมีอัตราส่วนของประจุบวกไม่เท่ากับประจุลบ

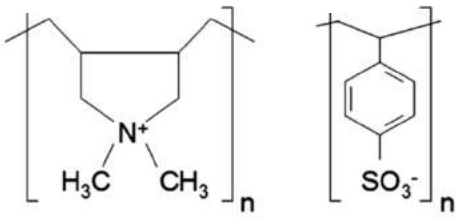
แบบที่ 2 Stoichiometric complexes : ladder-like (รูปที่ 2.17ข) สายโซ่มีการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบเหมือนขั้นบันได จะมีอัตราส่วนระหว่างประจุบวกกับประจุลบเท่ากัน

แบบที่ 3 Stoichiometric complexes : scrambled egg complex models (รูปที่ 2.17ค) จะเกิดการพันกันของสายโซ่ ความเป็นระเบียบจะลดลง

เกลือเป็นส่วนประกอบสำคัญที่มีผลต่อรูปแบบการจัดเรียงตัว เกลือสามารถลดแรงดึงดูดระหว่าง พอลิอิเล็กโทรไลต์และทำให้พอลิอิเล็กโทรไลต์เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ เกลือจะช่วยทำให้สารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์มีการจัดเรียงตัวใหม่ โดยการลดการเกาะกลุ่มเป็นก้อนลง ลดความแข็งแรงถ้าเพิ่มความเข้มข้นของเกลือจะทำให้เกิดการรวมตัวกันแบบทุติยภูมินำไปสู่การตกตะกอน [20]

จากงานวิจัยของ Starchenko V., Müller M. และ Lebovka N. [22] ได้นำ พอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์และพอลิสไตรีนซัลโฟเนตมาทำเป็นสารตั้งต้นของสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์ (PDADMAC/PSS Complex) โดยใช้พอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์เป็นพอลิแคทไอออนและพอลิสไตรีนซัลโฟเนตเป็นพอลิแอนไอออน ดังแสดงในรูปที่ 2.18 ควมคุมความเข้มข้นของพอลิอิเล็กโทรไลต์,ความเข้มข้นของเกลือและน้ำหนักโมเลกุลของพอลิสไตรีนซัลโฟเนตเพื่อศึกษาเกี่ยวกับขนาดของสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์และพอลิสไตรีนซัลโฟเนตที่เกิดขึ้น

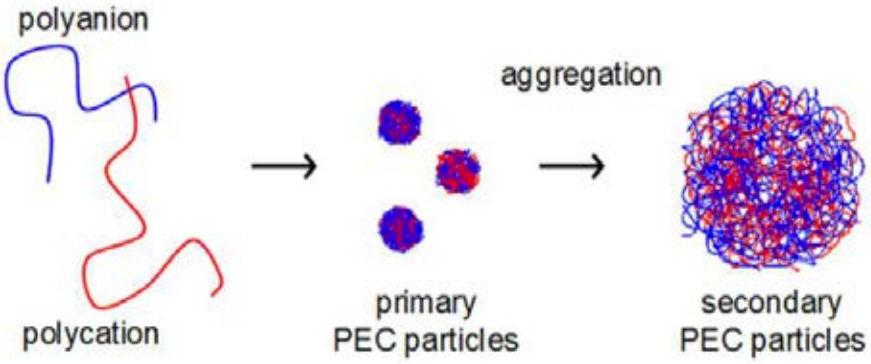
(ก) (ข)



รูปที่ 2.18 : (ก) Poly(diallyldimethylammonium chloride) หรือ PDADMAC (ข) Poly(styrene sulfonate) หรือ PSS [22]

อัตราการรวมตัวของอนุภาคคอลลอยด์ของสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์ทำได้โดยการควบคุมอัตราส่วนของพอลิอิเล็กโทรไลต์ เพื่อให้อนุภาคของสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์มีประจุแตกต่างกัน โดยใช้ความเข้มข้นของเกลือช่วยควบคุมให้ไม่เกาะกลุ่มกัน เป็นอนุภาคนาโนเพื่อให้มีพื้นที่ผิวสูง และน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ก็มีส่วนสำคัญต่อขนาดของสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์ นั่นคือน้ำหนักของพอลิเมอร์เพียงชนิดเดียวก็สามารถส่งผลให้เห็นความแตกต่างของอนุภาคได้

จากการทดลองแสดงให้เห็นว่าการแพร่กระจายของสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์มีระบบเป็นแบบคอลลอยด์ที่มีกระบวนการที่แตกต่างกันอยู่ นั่นคือการรวมตัวของคอลลอยด์ และการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของพอลิอิเล็กโทรไลต์ จะพบว่าอนุภาคพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์และพอลิสไตรีนซัลโฟเนต มีสมบัติ ionic strength ทำให้หาค่าที่เหมาะสมอย่างต่ำที่ความเข้มข้น 0.005M จากค่าน้ำหนักโมเลกุลของพอลิสไตรีนซัลโฟเนตต่าง ๆ อธิบายได้จากการบวมตัวของพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้านนอกที่เป็นส่วนเกินของอนุภาคสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์และการรวมกลุ่มกันของอนุภาค สารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์ในขั้นปฐมภูมิดังแสดงในรูปที่ 2.19



รูปที่ 2.19 : กระบวนการผสมกันของสารละลาย polyelectrolyte และรูปแบบของอนุภาค polyelectrolyte complex [22]

ถ้าเพิ่มความเข้มข้นของ polyelectrolyte จะทำให้เกิดการเพิ่มขึ้นของรัศมีอนุภาคของแต่ละน้ำหนักโมเลกุลที่แตกต่างกัน ซึ่งสะท้อนให้เห็นถึงการเพิ่มจำนวนโมเลกุลของพอลิอิเล็กโทรไลต์และประจุด้วย แต่จะ

ไม่มีผลกระทบต่ออัตราส่วนการผสมที่เลือกใช้ ทำให้การสร้างอนุภาค สารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์มีประจุที่แตกต่างกันที่พื้นผิวได้โดยไม่ต้องทำการเปลี่ยนประจุการใช้น้ำหนักโมเลกุลเพื่อศึกษาขนาดของสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์แสดงให้เห็นว่า พลังงานและค่า exponent value of α ตามตัวแปรของน้ำหนักโมเลกุลพอลิสไตรีนซัลโฟเนต เพียงองค์ประกอบเดียวสามารถส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของขนาดได้

ดังนั้นผู้วิจัยมีการเลือก พอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์มาเป็นพอลิแคทไอออน และใช้ พอลิสไตรีนซัลโฟเนตเป็นพอลิแอนไอออน นำมาทำเป็นสารประกอบเชิงซ้อนพอลิอิเล็กโทรไลต์เป็นตัวช่วยป้องกันการเกาะกลุ่มกันของแกรฟีน โดยอาศัยหลักการที่พอลิแคทไออนนและพอลิแอนไอออนกระจายตัวล้อมรอบแกรฟีน ทำเป็นคอลลอยด์และมีความสามารถในการคงรูป จึงได้มีแนวคิดในการพัฒนาให้แกรฟีนมีลักษณะโครงสร้างระดับไมโครถึงนาโนเมตร โดยเราควบคุมขนาดของอนุภาคจากความเข้มข้นของสารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ และความเข้มข้นสารละลายเกลือ ซึ่งจะทำให้อยู่ในรูป Stoichiometric complexes และมีการควบคุมความเข้มข้นของแกรฟีน เพื่อนำมาทำเป็นตัวเก็บยิ่งยวดที่มีประสิทธิภาพและสามารถเก็บประจุได้มาก

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 ขอบเขตการวิจัย

ศึกษาการขึ้นรูปที่เหมาะสมของวัสดุเชิงประกอบ สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนตร่วมกับแกรฟีนที่สัดส่วนความเข้มข้นของเกลือต่างๆเพื่อให้ได้สมบัติการเก็บประจุพลังงานที่มีประสิทธิภาพ

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

1) แกรไฟต์ (Graphite)

2) พอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์(Poly(diallyldimethylammonium chloride), PDADMAC)

3) พอลิสไตรีนซัลโฟเนต (Poly(styrene sulfonate), PSS)

4) เกลือโซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride, NaCl)

6) น้ำกลั่น (DI water)

7) กระดาษคาร์บอน (Carbon paper)

8) กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid, H_2SO_4)

9) กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid, H_3PO_4)

10) กรดไนตริก (Nitric acid, HNO_3)

11) ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide, H_2O_2)

12) โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate, $KMnO_4$)

13) กรดแอสคอบิกหรือกรดวิตามินซี (L-Ascorbic acid, Vitamin C)

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1) บีกเกอร์ (Beaker)

2) แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic Bar)

3) กระบอกตวง (Cylinder)

4) ขวดแก้วพร้อมฝา (Glass Bottle)

5) กรวยกรองเซรามิก (Buchner funnel)

6) เครื่องกวนสาร (Stirrer)

7) กระดาษpH (pH paper)

8) ช้อนตักสารสแตนเลส (Stainless Spatula)

9) ช้อนตักสารพลาสติก (Plastic Spatula)

10) ตู้อบสูญญากาศ (Vacuum oven)

11) ตู้อบ (Oven)

12) จานเพาะเชื้อ (Petri dish)

13) หลอดเซนตริฟิวจ์แบบมีฝาบิด (Centrifuge tube)

3.3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

1) เครื่องชั่งสารเคมี (Balance)

รูปที่ 3.1 : เครื่องชั่งสารเคมี ยี่ห้อ AND รุ่น EJ-303 Newton Series Compact Balance310 g x 0.001g

2) เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)

รูปที่ 3.2 : เครื่องปั่นเหวี่ยงตกตะกอน ยี่ห้อKubota Corp., Japan รุ่น model 2420

3) เครื่องสั่นอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath)

รูปที่ 3.3 : เครื่องสั่นอัลตราโซนิก ยี่ห้อ Elma รุ่น ELMA-EASY-30H

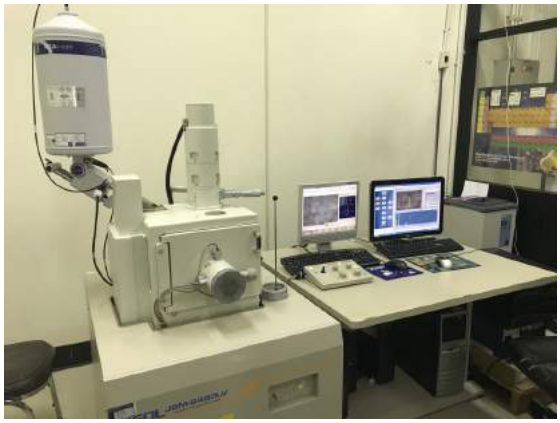
4) เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze dry)

รูปที่ 3.4 : เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง ยี่ห้อ CHRIST รุ่น Beta 1-8 LSCplus

5) เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle Size Analyzer)

รูปที่ 3.5 : เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค ยี่ห้อ Malvern รุ่น Mastersizer 2000

6) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)



รูปที่ 3.6 : กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6480LV

7) เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR)

รูปที่ 3.7 :เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี ยี่ห้อ Thermo Scientific รุ่น Nicolet

8) เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)

*รูปที่ 3.8 : เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ยี่ห้อ Karlsruhe รุ่น **Bruker-AXS D8***

9) เครื่องโพเทนชิโอสแตท (Potentiostat Analyzer)

รูปที่ 3.9 : เครื่องโพเทนชิโอแสตท ยี่ห้อ Metrohm รุ่น Autolab/PGSTAT204

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 การสังเคราะห์แกรไฟต์ออกไซด์

เราจะทำการสังเคราะห์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธี Improve Hummer's method

1) นำผงแกรไฟต์ 3 กรัม มาละลายลงในกรด ที่มีสัดส่วนกรดซัลฟิวริก : กรดฟอสฟอริก (9:1) คือใช้กรดซัลฟิวริก 360 มิลลิลิตรและกรดฟอสฟอริก 40 มิลลิลิตร
2) เติมโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 9 กรัม อย่างช้าๆ
3) ทำการปั่นกวนสารเป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยควบคุมอุณหภูมิของสารให้ไม่เกิน 50 องศาเซลเซียส
4) นำของผสมที่ได้ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นลงจนมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง จากนั้นทำการเทสารลงบนน้ำแข็งปริมาตร 400 มิลลิลิตร
5) ทำการหยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จนสารเปลี่ยนเป็นสีเหลือง(ประมาณ 8 มิลลิลิตร)
6) ของผสมจะถูกทำให้บริสุทธิ์โดยการปั่นกวน หรือล้างด้วยน้ำกลั่นจำนวนหลายครั้ง จนสารมี pH ประมาณ 5-6
7) เทสารใส่จานเพาะเชื้อแล้วนำไปอบด้วยเครื่องอบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
8) จะได้ผลิตภัณฑ์แกรไฟต์ออกไซด์หนัก 3.522 กรัม

3.4.2 การสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์

เมื่อต้องการแกรฟีนออกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร

1) นำแกรไฟต์ออกไซด์ 0.8 กรัม มาละลายน้ำ 400 มิลลิลิตร
2) จากนั้นนำไปทำการสั่นด้วยเครื่องสั่นอัลตราโซนิก เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
3) จะได้ผลิตภัณฑ์แกรฟีนออกไซด์ ปริมาตร 400 มิลลิลิตร

3.4.3 การสังเคราะห์แกรฟีน

1) นำแกรฟีนออกไซด์ 1 กรัม มาละลายน้ำ 500 มิลลิลิตร
2) จากนั้นนำไปทำการสั่นด้วยเครื่องสั่นอัลตราโซนิก เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์แกรฟีนออกไซด์ ปริมาตร 500 มิลลิลิตร
3) ชั่งกรดแอสคอบิก(สัดส่วนแกรฟีนต่อกรดแอสคอบิก4:1) หนัก 4 กรัม ละลายในแกรฟีนออกไซด์ ปริมาตร 500 มิลลิลิตร
4) ควบคุมอุณหภูมิของสารที่ 60 องศาเซลเซียส และทำการปั่นกวนต่อเนื่องเป็นเวลา 8 ชั่วโมง
5) ได้ผลิตภัณฑ์แกรฟีน

3.4.4 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

1) เตรียมสารละลายแกรฟีนออกไซด์ (2มิลลิกรัม/มิลลิลิตร) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร
2) เตรียม PDADMAC (2มิลลิกรัม/มิลลิลิตร) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร โดยชั่งสารหนัก 0.312 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร
3) เตรียม PSS (2มิลลิกรัม/มิลลิลิตร) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร โดยชั่งสารหนัก 0.06 กรัม ละลายในแกรฟีนออกไซด์ 30 มิลลิลิตร
4) เทสารละลาย PDADMAC ลงในสารละลายแกรฟีนออกไซด์ จากนั้นทำการปั่นกวนให้เข้ากัน
5) ใส่เกลือโซเดียมคลอไรด์ในอัตราส่วน 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 %โดยน้ำหนัก อย่างช้าๆ
6) ทำการปั่นกวนต่อไปประมาณ 10 นาที
7) สังเกตการเปลี่ยนแปลง หาอัตราส่วนที่เหมาะสม (ลักษณะเป็นคอลลอยด์)

3.4.5 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

1) เตรียมสารละลายแกรฟีน (2มิลลิกรัม/มิลลิลิตร) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร
2) เตรียม PDADMAC (2มิลลิกรัม/มิลลิลิตร) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร โดยชั่งสารหนัก 0.312 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร
3) เตรียม PSS (2มิลลิกรัม/มิลลิลิตร) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร โดยชั่งสารหนัก 0.06 กรัม ละลายในสารละลายแกรฟีน 30 มิลลิลิตร
4) เทสารละลาย PDADMAC ลงในสารละลายแกรฟีน ทำการปั่นกวนให้เข้ากัน
5) ใส่เกลือโซเดียมคลอไรด์ในอัตราส่วน 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก อย่างช้าๆ
6) ทำการปั่นกวนต่อไปประมาณ 10 นาที
7) สังเกตการเปลี่ยนแปลง หาอัตราส่วนที่เหมาะสม (ลักษณะเป็นคอลลอยด์)

*หมายเหตุ เนื่องจากผลการทดลองเมื่อทดสอบหาอัตราส่วนที่เหมาะสมของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ เมื่อใส่เกลือของโซเดียมคลอไรด์ในอัตราส่วน 1 – 10 %โดยน้ำหนัก ได้ผลที่มีค่าใกล้เคียงกัน จึงเลือกเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ เมื่อเติมเกลือโซเดียมคลอไรด์ในอัตราส่วน 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก

3.4.6 วิธีเตรียมกระดาษคาร์บอน

1) ตัดกระดาษคาร์บอนให้มีขนาดใหญ่กว่าขนาดที่ต้องการใช้งาน
2) เตรียมกรดซัลฟิวริกเข้มข้นผสมกับกรดไนตริกเข้มข้น ในอัตราส่วน 3:1
3) นำกระดาษที่ตัดไปจุ่มลงในกรด แล้วทำสั่นด้วยเครื่องสั่นอัลตราโซนิก เป็นเวลา 15 นาที
4) จากนั้นพลิกด้านของกระดาษคาร์บอนจุ่มลงกรด แล้วทำสั่นด้วยเครื่องสั่นอัลตราโซนิกต่อเป็นเวลา 15 นาที
5) เมื่อทำการปรับปรุงผิวด้วยกรดเสร็จ นำกระดาษคาร์บอนมาล้างด้วยน้ำกลั่นปริมาณมาก และนำเข้าตู้อบ อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
6) นำกระดาษคาร์บอนที่ปรับปรุงผิวแล้วมาตัดตามขนาดที่ใช้ในการทดสอบ

3.4.7 วิธีขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

1) นำกระดาษคาร์บอนที่ตัดขนาดแล้วไปเข้าตู้อบที่ 60 องศาเซลเซียส
2) ทำการกรองวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ ที่มีลักษณะเป็นคอลลอยด์มาปั่นเหวี่ยงหรือกรอง ตามลักษณะความเหนียวของอนุภาค เพื่อแยกอนุภาคคอลลอยด์
3) นำอนุภาคคอลลอยด์ในข้อที่ 2 แปะลงบนกระดาษคาร์บอนที่มีขนาด 0.5x0.5 ตารางเซนติเมตร
4) นำกระดาษคาร์บอนที่ทำการแปะสารแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที
5) นำไปทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า

3.4.8 วิธีขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

1) นำกระดาษคาร์บอนที่ตัดขนาดแล้วไปเข้าตู้อบที่ 60 องศาเซลเซียส
2) ทำการกรองวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ ที่มีลักษณะเป็นคอลลอยด์มาปั่นเหวี่ยงหรือกรอง ตามลักษณะความเหนียวของอนุภาค เพื่อแยกอนุภาคคอลลอยด์
3) นำอนุภาคคอลลอยด์ในข้อที่ 2 แปะลงบนกระดาษคาร์บอนที่มีขนาด 0.5x0.5 ตารางเซนติเมตร
4) นำกระดาษคาร์บอนที่ทำการแปะสารแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที
5) นำไปทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า

3.4.9 การทดสอบลักษณะทางสัณฐาณวิทยา

3.4.9.1 เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FT-IR)

เครื่อง FT-IR ยี่ห้อ Thermo Scientific รุ่น Nicolet

ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง : แกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีน

ลักษณะของสารตัวอย่าง : ของแข็งเป็นผง

1) บดตัวอย่างให้มีความละเอียด
2) จากนั้นนำไปบดผสมกับ KBr สัดส่วน 9:1 และบดสารให้ละเอียดโดยให้มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ในโกร่งบดสาร
3) ใส่ตัวอย่างที่บดแล้วลงในแม่พิมพ์ และนำตัวอย่างไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิกให้มีความดันประมาณ 15000 ทิ้งไว้ 1-2 นาที
4) ถอดตัวประกบแม่พิมพ์ออก ตัวอย่างจะติดอยู่ที่แม่พิมพ์ มีลักษณะเป็นวงกลมใส และตัวอย่างจะกระจายอยู่บน KBr
5) จากนั้นนำตัวอย่างเข้าเครื่อง FT-IR
6) ทำการวิเคราะห์ลักษณะด้วยโปรแกรม Omnic

***การทำความสะอาดแม่พิมพ์** ใช้ช้อนตักสารสแตนเลส ขูดตัวอย่างออกมา เช็ดด้วยกระดาษทิชชู และล้างด้วยอะซิโตนแล้วทิ้งไว้ให้แห้ง

3.4.9.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซเรย์ (X-ray Diffraction, XRD)

เครื่อง XRD ยี่ห้อ Karlsruhe รุ่น **Bruker-AXS D8**

ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง: แกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีน

ลักษณะของสารตัวอย่าง : ของแข็ง

สภาวะในการทดสอบ : Start: 5.000 ° - End: 80.000 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 0.5 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 9 s - 2-Theta: 5.000 ° - Theta: 2.500 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.00 ° - X: 0.0 mm Operations: Smooth 0.150 n = 1, θ = 0.1541 nm

สามารถนำมาทดสอบแล้วนำผลที่ได้มาคำนวณหาระยะห่างระหว่างชั้น จากสูตรตามสมการที่ 3.1 Bragg's law :

$$2d\sin\theta = n\lambda \qquad (3.1)$$

n = order of diffraction (ลำดับการสะท้อน)

λ = wavelength of X-Rays (ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์)

d = distance interplanar spacing (ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก)

θ = The scattering angle

3.4.9.3 เทคนิคการวิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของแสง (Particle size distribution, PSD)

เครื่อง Mastersizer2000 (0.02-2,000 ไมครอน)

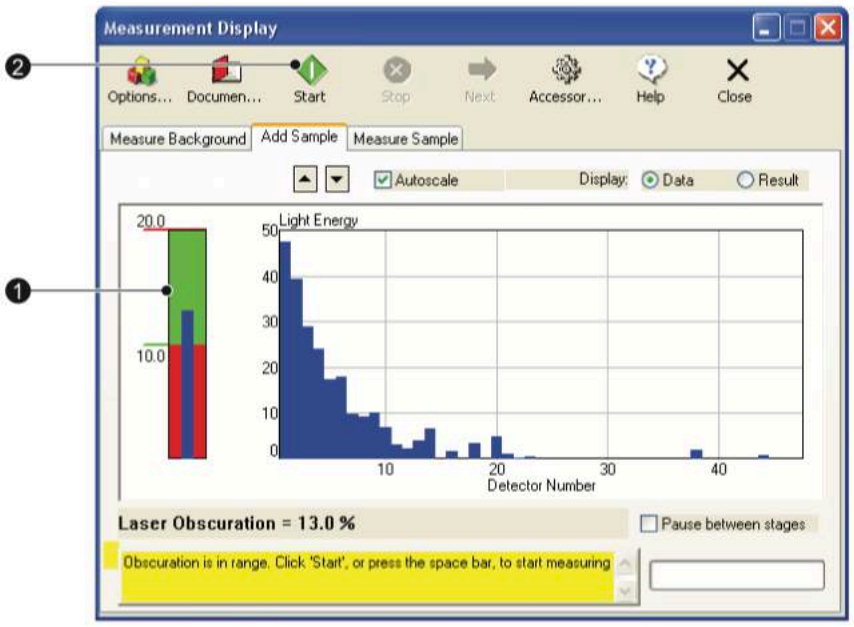
ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง : - วัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ10%wt.

- วัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10%wt.

สภาวะในการทดสอบ : - น้ำกลั่นเป็นตัวกลาง มี RI = 1.33

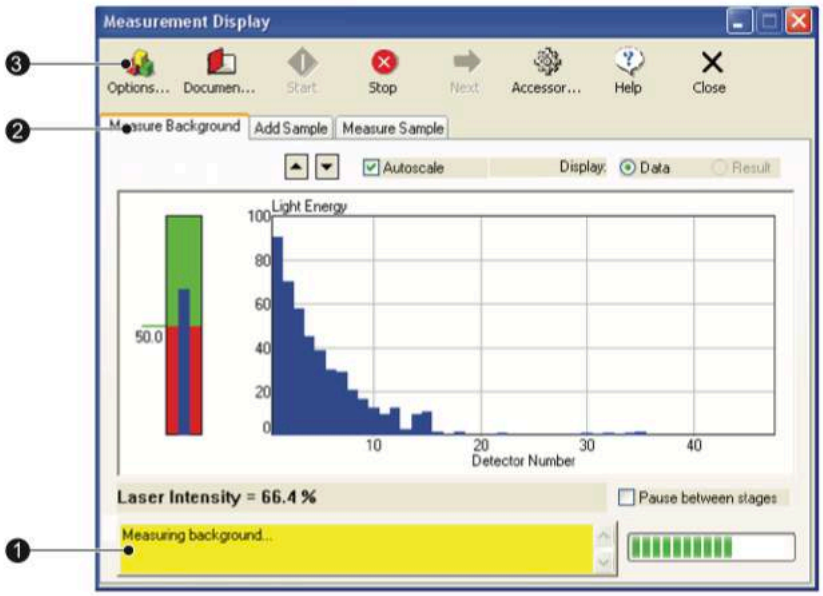
- แกรฟีนออกไซด์ มี RI = 1.33
- Pump 1500 rpm
- Sonicate 11.5 rpm

1) ทำการ run background ด้วยน้ำกลั่น ควรมีค่า Laser intensityประมาณ 74-75%



รูปที่ 3.10 : run background เพื่อเช็คค่า Laser Intensity

2) ทำการเปลี่ยนน้ำกลั่นจากนั้นทำการเติมสารเรื่อยๆจนได้ค่าประมาณ 11-12%



รูปที่ 3.11 : ปริมาณสารที่ใส่ควรมีค่าประมาณ 11-12%

3) กดปุ่ม start เพื่อวิเคราะห์ผล

4) ทำการล้างเครื่องด้วยน้ำกลั่นจนสะอาด

3.4.9.4 เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

เครื่อง SEM ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6480LV

ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง : แกรไฟต์ แกรฟีน และวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %wt.

ลักษณะของสารตัวอย่าง : ของแข็งเป็นผง

สภาวะในการทดสอบ : กำลังขยาย 1000 – 5000 เท่า

ความต่างศักย์เร่ง 15 kV

High resolution of 3.0 nm

3.4.10 การวิเคราะห์ผลทางไฟฟ้าทดสอบด้วยเครื่อง Potentiostat

3.4.10.1 การทดสอบเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (CV)

1) ต่อสายวัดเข้ากับขั้วบวกและลบของเซลล์อิเล็กโทรด
2) ใช้เทคนิค cyclic voltammetry ด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท พร้อมทั้งใช้โปรแกรม Autolab
3) กำหนดพารามิเตอร์ของเทคนิค CV ดังต่อไปนี้
   - Start potential (V) : 0
   - Upper vertex potential (V) : 1
   - Lower vertex potential (V) : 0
   - Stop potential : 0.00244
   - Number of scan rate : 3
   - Scan rate (mV/s) : 10, 20, 40, 60, 80, 100
4) ค่าความสามารถในการเก็บประจุของวัสดุตัวอย่างโดยเทคนิค cyclic voltammetry จะถูกคำนวณจากสูตรตามสมการที่ 3.2

$$Cs = \int_{va}^{vc} \frac{idV}{vmV} \qquad (3.2)$$

เมื่อ Cs คือ ค่าความเก็บประจุจำเพาะ (F/g)

i คือ กระแสไฟฟ้า (C)

V คือ ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ให้ตั้งแต่ va ถึง vc (V)

v คือ ค่าอัตราศักย์ไฟฟ้าต่างๆ (mV/s)

m คือ มวล (g)

3.4.10.2 การทดสอบเทคนิคกัลวาโนแสตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (GCD)

1) ต่อสายวัดเข้ากับขั้วบวกและลบของเซลล์อิเล็กโทรด
2) ใช้เทคนิค galvanostatic charge-discharge curve ด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท พร้อมทั้งใช้โปรแกรม Autolab
3) กำหนดพารามิเตอร์ของการทดสอบ GCD ดังนี้
   - Start potential (V) : -0.1
   - First vertex potential (V) : -0.1

- Second vertex potential (V) : 0.9
- Current (A/g) : 0.5, 1, 2, 3, 5

4) ค่าความสามารถในการเก็บและปล่อยประจุของวัสดุตัวอย่างโดยเทคนิค galvanostatic charge-discharge curve จะถูกคำนวณจากสูตรตามสมการที่ 3.3

$$Cs = \frac{I\Delta t}{\Delta V m} \quad (3.3)$$

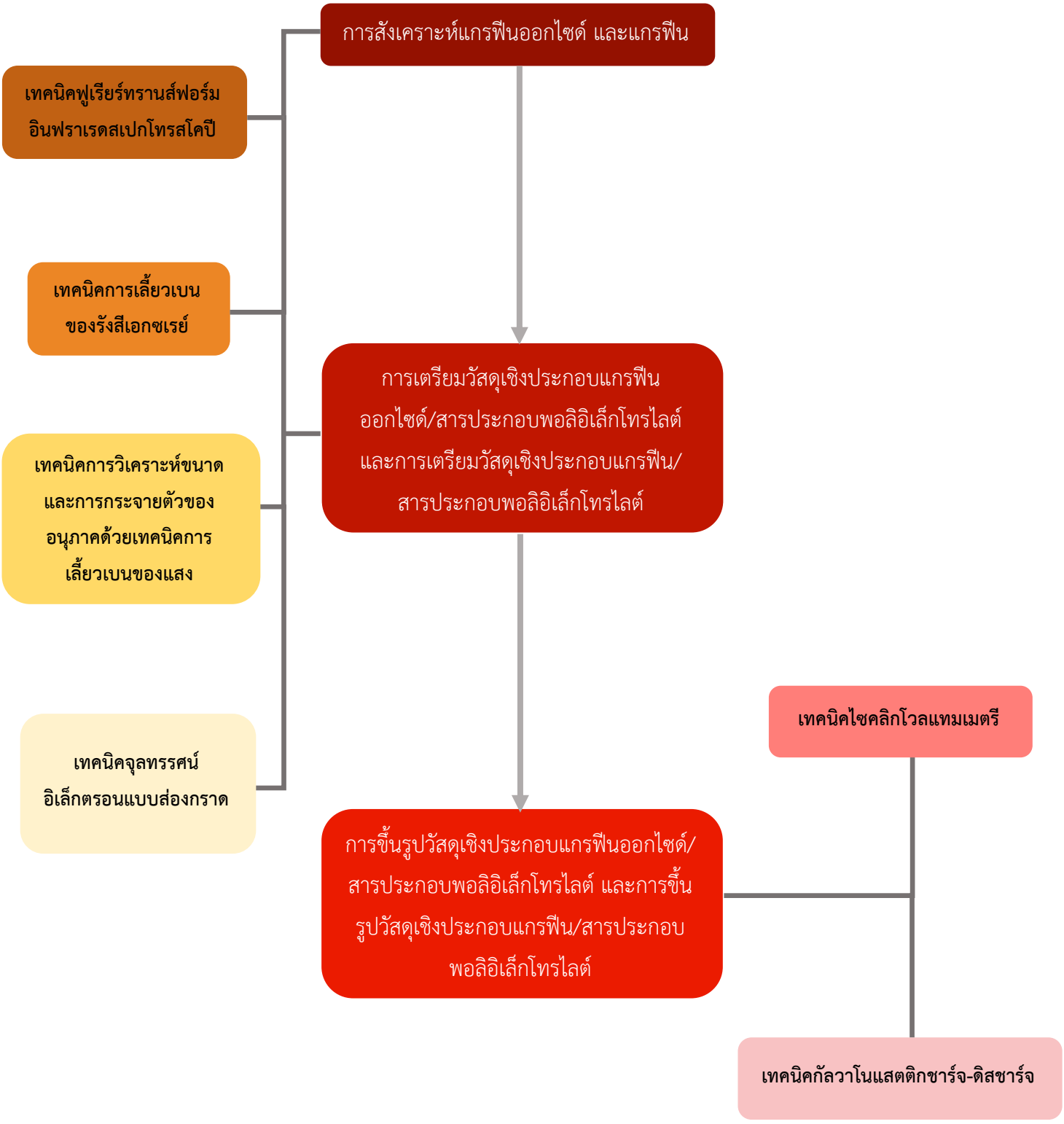
เมื่อ I คือ ค่ากระแสไฟฟ้าคงที่ที่ให้ (A)

Δ t คือ เวลาในการปล่อยประจุ (s)

ΔV คือ ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V)

m คือ มวล (g)

3.5 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลอง



3.6 ระยะเวลาการดำเนินงานของโครงการวิจัยประมาณ 9 เดือน โดยมีแผนงานดังแสดงไว้ดังตารางที่ 3.1

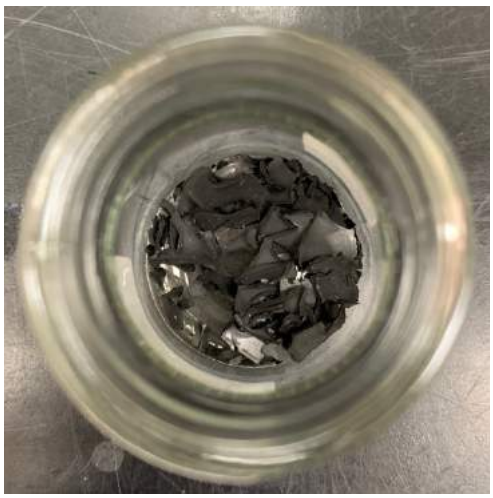
ตารางที่ 3.1 : แผนการดำเนินงานโครงการวิจัย

กิจกรรม	เดือน									
	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.
1. สืบค้นข้อมูลทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง										
2. จัดหาเครื่องมือ อุปกรณ์ วัตถุดิบและสารเคมี										
3. สังเคราะห์แกรไฟต์ออกไซด์,แกรฟีนออกไซด์,แกรฟีนและทดสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา										
4. เตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ และขึ้นรูปเพื่อทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า										
5.หาสัดส่วนที่เหมาะสมที่สุดที่สามารถนำมาทำเป็นขั้วไฟฟ้าเพื่อเก็บประจุไฟฟ้าในตัวเก็บประจุแบบยิ่งยวด										
6. สรุปและวิเคราะห์ผลการทดลอง										

บทที่ 4
ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 ผลการสังเคราะห์แกรไฟต์ออกไซด์

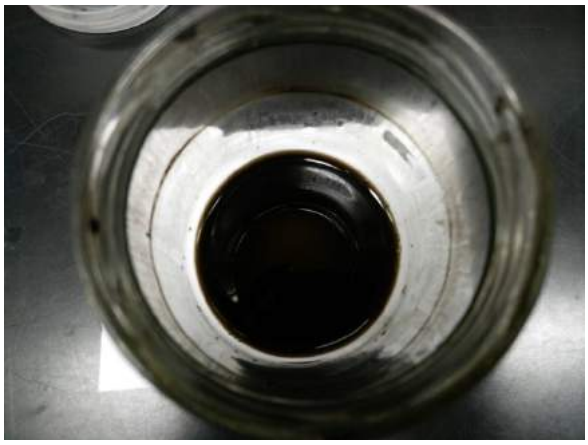
จากการเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์จากผลแกรไฟต์ด้วยเทคนิค Improved Hummer's method แล้วทำการปรับความเป็นกรด-ด่างโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นให้ได้ค่า pH ประมาณ 5 - 6 แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 วัน จะได้เป็นแผ่นแกรไฟต์ออกไซด์หนัก 3.522 กรัม ซึ่งมีลักษณะเป็นเป็นแผ่นสีดำเงา มีผิวเรียบ ดังแสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 : แกรไฟต์ออกไซด์

4.2 ผลการสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์

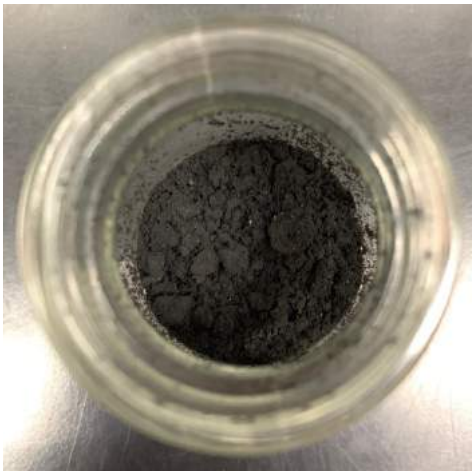
จากการนำแกรไฟต์ออกไซด์มาทำการสั่นสะเทือนด้วยคลื่นความถี่สูงด้วยเครื่องสั่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อให้ชั้นของแกรไฟต์ออกไซด์เกิดการขยายออกห่างจากกัน จะได้เป็นแกรฟีนออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นคอลลอยด์อนุภาคขนาดเล็กสีดำ ดังแสดงในรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 : แกรฟีนออกไซด์

4.3 ผลการสังเคราะห์แกรฟีน

จากการนำแกรฟีนออกไซด์มาทำปฏิกิริยารีดักชันเพื่อให้อยู่ในอัญรูปของแกรฟีนโดยใช้กรดแอสคอบิกที่อัตราส่วนของกรดแอสคอบิกต่อแกรฟีนออกไซด์เป็น 4:1 ทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นนำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อตกตะกอนออกมา แล้วนำไปผ่านกระบวนการทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze dry process) แกรฟีนที่ได้จะมีลักษณะเป็นผงละเอียด เบา มีสีดำเงา ดังแสดงในรูปที่ 4.3

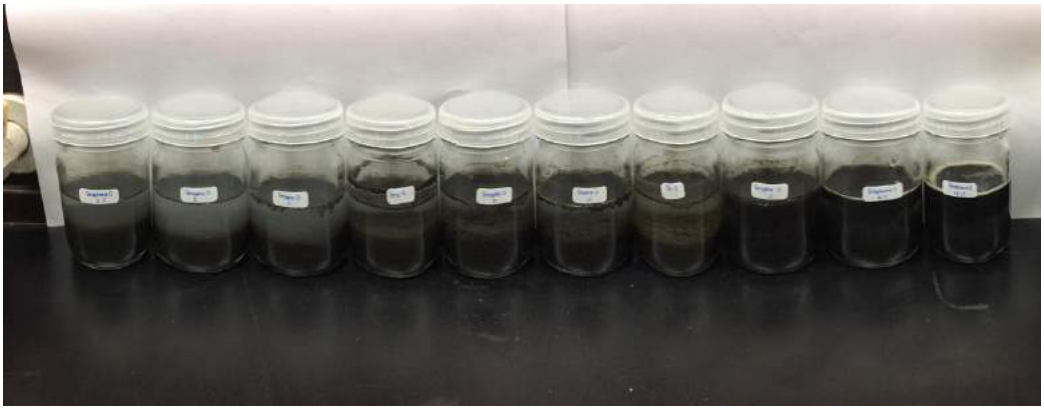


รูปที่ 4.3 : แกรฟีน

4.4 การเตรียมสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

4.4.1 การเตรียมแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

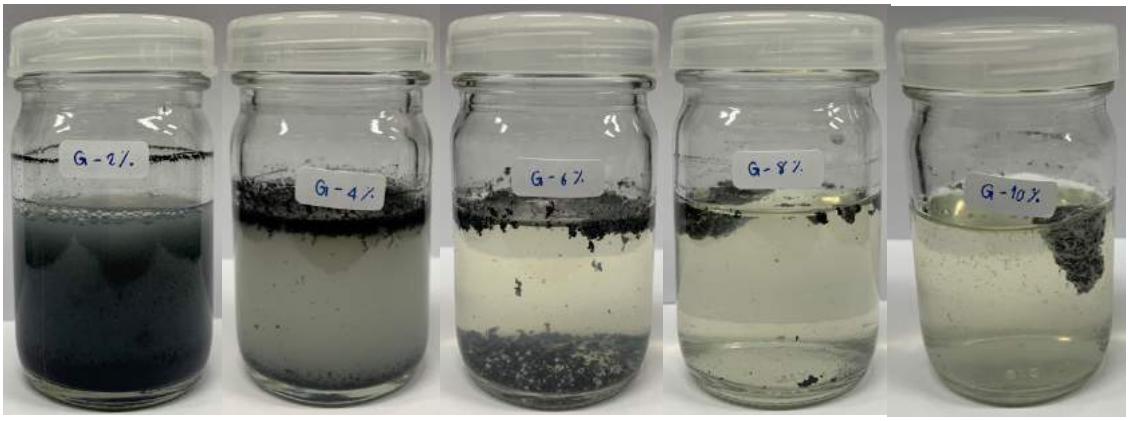
จากการนำแกรฟีนออกไซด์มาผสมกับ PDADMAC และ PSS แล้วเติมเกลือที่ความเข้มข้น 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 %โดยน้ำหนัก จะสามารถสังเกตได้ด้วยตาเปล่าว่า ที่ความเข้มข้นของเกลือของเกลือต่ำ ๆ อนุภาคจะมีขนาดเล็กละเอียดสีดำ ยิ่งความเข้มข้นของเกลือมากขึ้น จะเห็นว่ามีความขุ่นฟู มีสีที่เข้มขึ้นและมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 : แกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 %โดยน้ำหนัก

4.4.2 การเตรียมแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

จากการนำแกรฟีนมาผสมกับ PDADMAC และ PSS แล้วเติมเกลือที่ความเข้มข้น 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก จะสามารถสังเกตได้ด้วยตาเปล่าว่าที่ความเข้มข้นเกลือ 2 %โดยน้ำหนัก แกรฟีน/สารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ ขนาดอนุภาคมีขนาดเล็ก กระจายตัวได้ดีในสารละลาย ไม่เกิดการเกาะกลุ่มกัน สามารถสังเกตได้จากสารละลายมีสีดำเทาที่มีความเข้มสีที่ใกล้เคียงกันทั่วทั้งสาร และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของเกลือเป็น 4 %โดยน้ำหนัก จะเห็นได้ว่าแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์เริ่มมีการเกาะกลุ่มรวมกันมากขึ้นส่งผลให้ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเกลือเป็น 6 %โดยน้ำหนัก จะเห็นได้ว่าขนาดอนุภาคของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์กระจายตัวเป็น 2 ขนาด คือขนาดเล็กซึ่งลอยอยู่บนผิวของสารละลาย และขนาดใหญ่ที่ตกตะกอนอยู่ในสารละลาย แล้วเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของเกลือมากขึ้นจนถึง 10 %โดยน้ำหนัก แกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ จะเกิดการเกาะกลุ่มกัน รวมกลุ่มกันได้ดีเป็นก้อนมาก ส่งผลให้ขนาดอนุภาคมีขนาดใหญ่ โดยเนื้อสารมีลักษณะนุ่มหยุ่นและมีความเหนียวในตัว ดังแสดงในรูปที่ 4.5

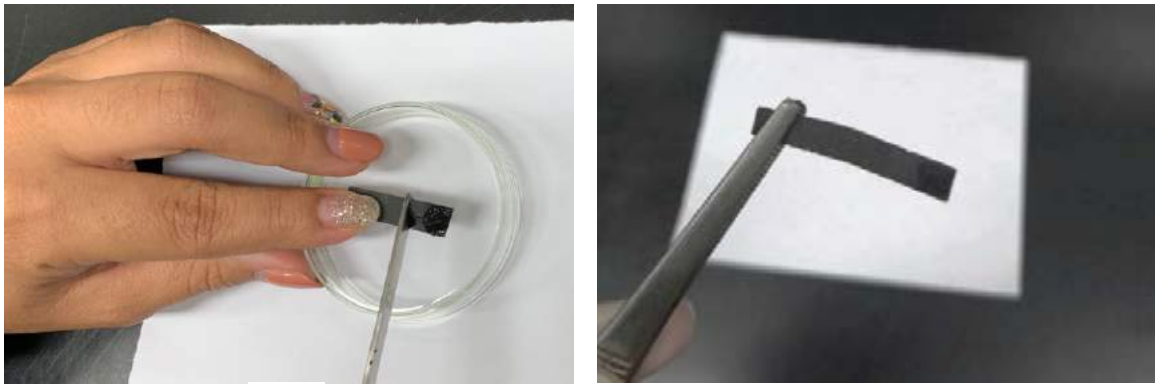


รูปที่ 4.5 : แกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก

4.5 การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

4.5.1 การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบลิอิเล็กโทรไลต์

จากการนำแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบอิเล็กโทรไลต์มาขึ้นรูปบนกระดาษคาร์บอน เนื่องจากกระดาษคาร์บอนคงทนต่อสารละลายที่ใช้ในการทดสอบ โดยจะทำการขึ้นรูปเป็นต่อพื้นที่ขนาด 0.5 x 0.5 ตารางเซนติเมตร โดยทำการกรองสารด้วยกรวยกรองบุชเนอร์มาแปะลงบนกระดาษคาร์บอน จะเห็นได้ว่าสารมีลักษณะเป็นสีดำที่มีความข้นเหนียวเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.6ก หลังจากนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที สารที่อยู่บนกระดาษคาร์บอนมีลักษณะแห้งดำ ติดได้ดีกับกระดาษคาร์บอน ดังรูปที่ 4.6ข



(ก) (ข)

รูปที่ 4.6 : การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบลิอิเล็กโทรไลต์ (ก) ก่อนนำไปอบ (ข) หลังนำไปอบ

4.5.2 การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน /สารประกอบลิอิเล็กโทรไลต์

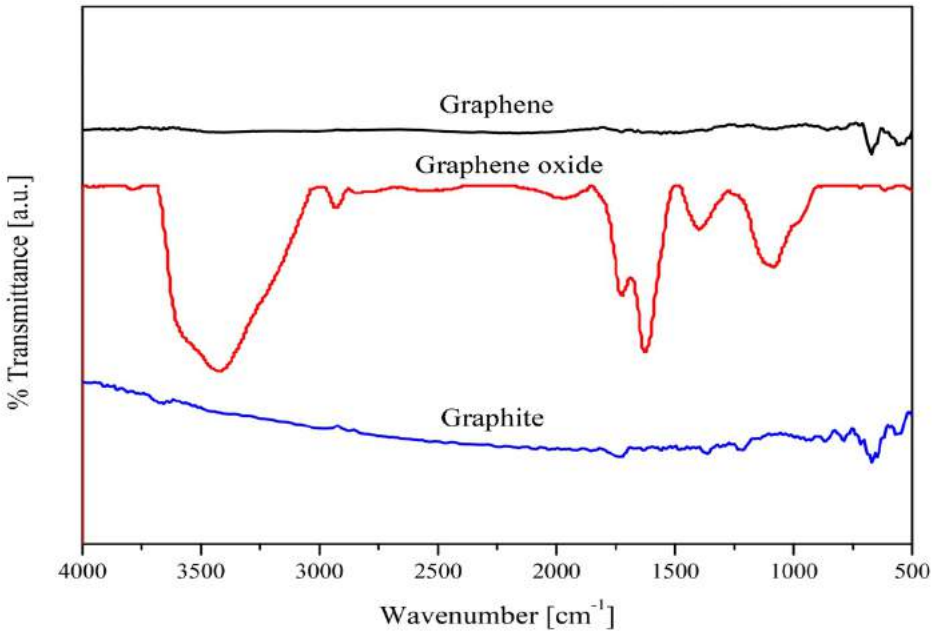
จากการนำวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบอิเล็กโทรไลต์มาขึ้นรูปบนกระดาษคาร์บอน เนื่องจากกระดาษคาร์บอนคงทนต่อสารละลายที่ใช้ในการทดสอบ โดยจะทำการขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์เป็นต่อพื้นที่ขนาด 0.5 x 0.5 ตารางเซนติเมตร เนื่องจากในการทำการทดลองของสารที่เป็นอิเล็กโทรไลต์จะทำการหาน้ำหนักได้ยากเนื่องจากมีสารละลายเป็นองค์ประกอบ จึงเลือกที่จะกำหนดเป็นต่อพื้นที่ที่ขึ้นรูปบนกระดาษคาร์บอนโดยทำการนำสารมาแปะลงบนกระดาษคาร์บอน ซึ่งสารที่มีความเข้มข้นของเกลือที่ 2 %โดยน้ำหนัก จะต้องนำมาทำการกรองสารก่อนเนื่องจากขนาดอนุภาคมีขนาดเล็ก ดังรูปที่ 4.7ก เนื่องจากขนาดอนุภาคมีขนาดเล็กและไม่ค่อยเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนมีการกระจายตัวที่ดี แต่ที่ความเข้มข้นมากกว่า 4 %โดยน้ำหนัก สามารถนำมาแปะลงบนกระดาษคาร์บอนได้โดยตรง โดยมีลักษณะเป็นสารสีดำที่มีความข้นเหนียว ทำให้เกิดการยึดติดกันเอง ดังรูปที่ 4.7ข หลังจากนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที สารที่อยู่บนกระดาษคาร์บอนมีลักษณะแห้งสีดำ ติดได้ดีกับกระดาษคาร์บอนโดยไม่ต้องใช้สารช่วยยึดติด ดังรูปที่ 4.7ค

(ก) (ข) (ค)

รูปที่ 4.7 : การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ (ก) การกรองอนุภาคสาร (ข) ก่อนนำไปอบ (ค) หลังนำไปอบ

4.6 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา

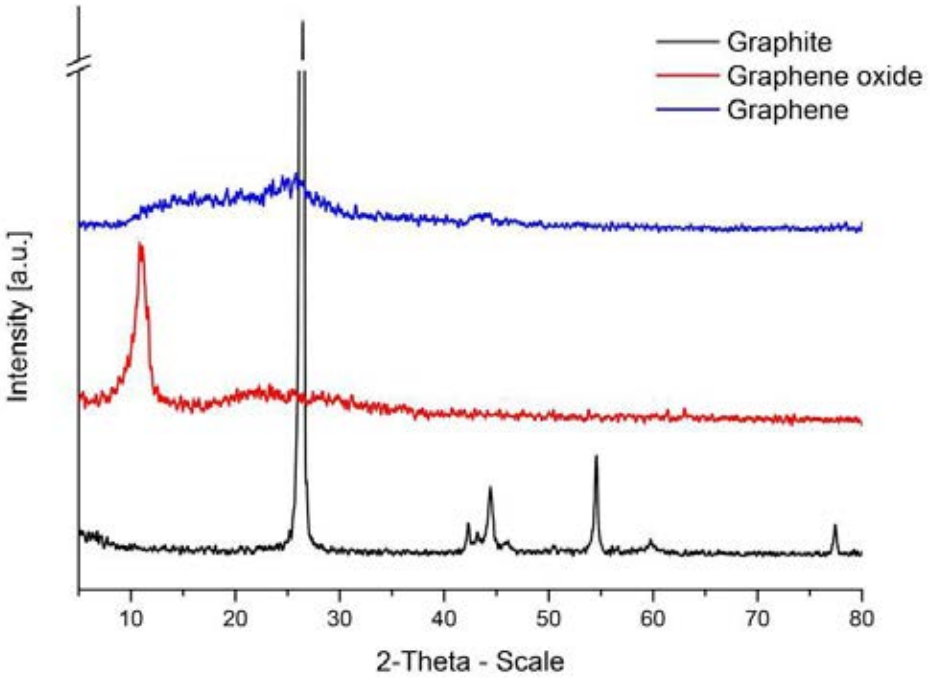
4.6.1 เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)



รูปที่ 4.8 : เปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของแกรไฟต์, แกรฟีนออกไซด์ และ แกรฟีนด้วยเทคนิค FT-IR

ผลสเปกตรัมจะแสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมี ซึ่งสังเกตได้จากค่าการดูดซับรังสี (adsorption) โดยจากรูปที่ 4.8 กราฟของแกรไฟต์จะมีลักษณะเป็นเส้นตรง เนื่องจากโครงสร้างของแกรไฟต์จะมีพันธะคาร์บอนเพียงอย่างเดียว จึงไม่ปรากฏพีคของหมู่ฟังก์ชันอื่น กราฟของแกรฟีนออกไซด์หลังจากทำปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยเทคนิค Improved Hummer's method แล้วจะปรากฏพีคของหมู่ฟังก์ชันที่มีพีคกว้างโดยมีเลขคลื่น (Wavenumber) เท่ากับ 3400 cm^{-1} ซึ่งอยู่ในช่วง 3000 – 3600 cm^{-1} โดยบ่งบอกถึงการสั่นของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) พีคที่มีค่าเลขคลื่น 1728 cm^{-1} และ 1628 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของหมู่คาร์บอนิล (C=O) และหมู่แอลคีน (C=C) ตามลำดับ พีคที่มีค่าเลขคลื่น 1208 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของหมู่อีเทอร์ (C-O stretching) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าแกรฟีนออกไซด์ได้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้อย่างสมบูรณ์ และกราฟของแกรฟีนเมื่อถูกทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยกรดแอสคอบิก จะเห็นได้ว่าพีคของหมู่ฟังก์ชันที่ประกอบด้วยออกซิเจน คือ หมู่ฟังก์ชันของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching), หมู่คาร์บอนิล (C=O) และหมู่อีเทอร์ (C-O stretching) จะมีความเข้มที่ลดลงหรือไม่ปรากฏพีคของหมู่ฟังก์ชัน เนื่องจากการทำปฏิกิริยารีดักชันเพื่อกำจัดออกซิเจนออกไปได้อย่างสมบูรณ์

4.6.2 เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD)

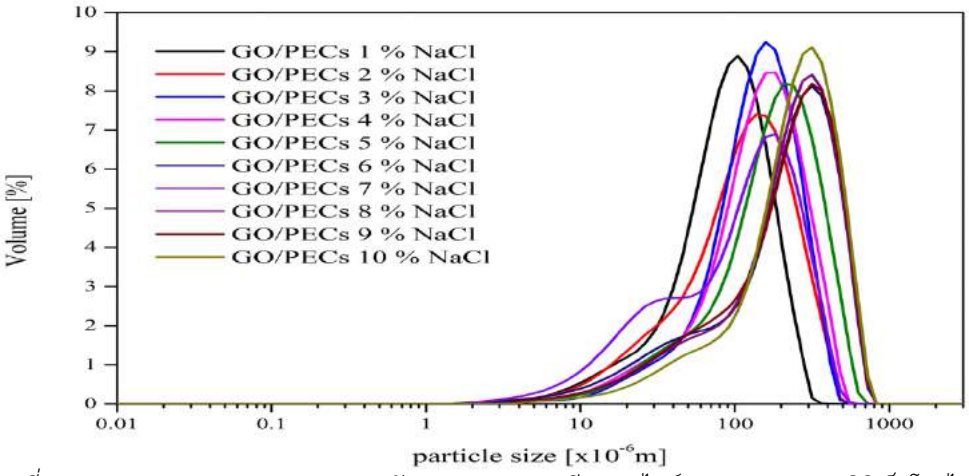


รูปที่ 4.9 : ศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างของแกรไฟต์, แกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีน

ในการศึกษาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและโครงสร้างผลึก โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.9 โดยค่า 2θ สามารถนำไปคำนวณหาระยะห่างระหว่างชั้นได้ด้วยกฎของแบรกก์ ตามสมการ (3.1) เมื่อค่า 2θ เพิ่มมากขึ้น ระยะห่างระหว่างชั้นจะลดลง โดยพีค 2θ จากกราฟของแกรไฟต์ปรากฏพีคแหลมความเข้มสูงที่ 26.46° คำนวณได้ค่าระยะห่างระหว่างชั้นประมาณ 0.3367 นาโนเมตร ซึ่งเป็นพีคของระนาบ 001 ในขณะที่พีค 2θ ของแกรฟีนออกไซด์ที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันสำเร็จสมบูรณ์จะปรากฏพีคแหลมและมีความเข้มพีคที่ลดลง เนื่องจากโครงสร้างประกอบไปด้วยหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจน ส่งผลให้ออกซิเจนทำลายโครงสร้าง ทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นมากขึ้น และเลื่อนตำแหน่งพีคไปปรากฏที่ตำแหน่ง 10.84° คำนวณได้ค่าระยะห่างระหว่างชั้นประมาณ 0.8157 นาโนเมตร และพีค 2θ ของแกรฟีนที่ถูกทำปฏิกิริยารีดักชันอย่างสมบูรณ์จะปรากฏพีคกว้างความเข้มต่ำเนื่องจากเมื่อทำปฏิกิริยารีดักชันสมบูรณ์ หมู่ฟังก์ชันที่ประกอบไปด้วยออกซิเจนจะหายไป ขึ้นกับปริมาณและความเป็นระเบียบ ซึ่งตำแหน่งพีคจะกลับไปที่ตำแหน่งใกล้เคียงตำแหน่งเดิมคือ 19.32° คำนวณได้ค่าระยะห่างระหว่างชั้นประมาณ 0.4591 นาโนเมตร จึงสรุปได้ว่าระยะห่างระหว่างชั้นของแกรฟีนออกไซด์มีมากที่สุด เนื่องจากมีหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนคั่นอยู่ระหว่างชั้น แกรฟีนมีระยะห่างระหว่างชั้นน้อยกว่าแกรฟีนออกไซด์เนื่องจากการลดลงของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจน ทำให้ระยะห่างกลับมาอยู่ตำแหน่งใกล้เคียงเดิม สามารถยืนยันได้ว่าโครงสร้างของแกรไฟต์นั้นเปลี่ยนเป็นโครงสร้างของแกรฟีนได้อย่างสมบูรณ์

4.6.3 เทคนิควิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของแสง (Particle Size Distribution, PSD)

4.6.3.1 ทดสอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิค PSD



รูปที่ 4.10 : กราฟขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

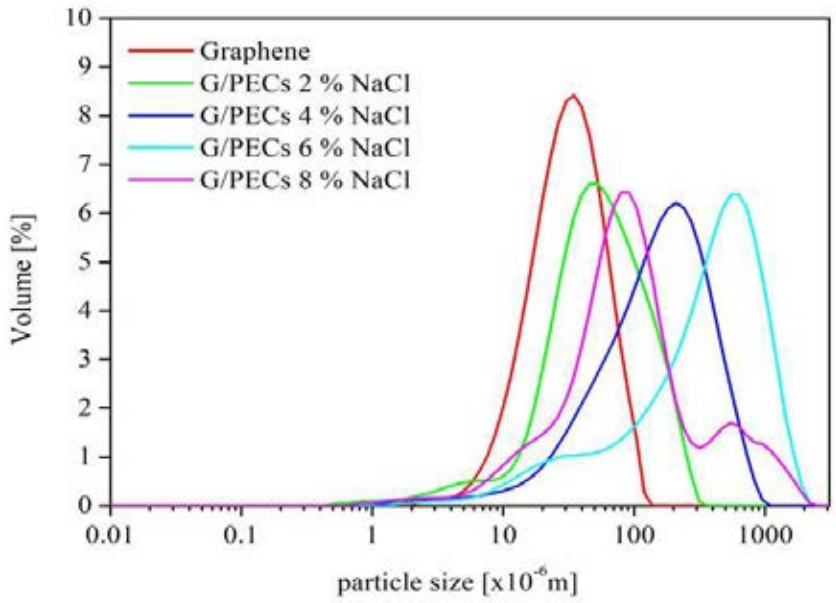
ทดสอบดูขนาดและการกระจายตัวของขนาดอนุภาคแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 %โดยน้ำหนัก จะเห็นได้ว่าจากรูปที่ 4.10 กราฟมีการกระจายตัวแบบ bimodal distribution หรือการกระจายตัวสองขนาด โดยจะเน้นไปทางด้านขวา เมื่อความเข้มข้นของเกลือเพิ่มขึ้น ขนาดของอนุภาคจะมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นตามไปด้วยเนื่องจากไอออนของเกลือจะไปล้อมรอบโมเลกุลของสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ทำให้เกิดการรวมตัวกัน จะสังเกตเห็นว่า ที่ความเข้มข้นของเกลือ 7 %โดยน้ำหนัก ขนาดอนุภาคไม่เป็นไปตามแนวโน้ม อาจเกิดจากตอนทำการสั่นสะเทือนด้วยคลื่นความถี่สูงไม่สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคที่เกิดขึ้นได้ ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 : ขนาดอนุภาคของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ

ความเข้มข้นของเกลือค่าต่าง ๆ (%โดยน้ำหนัก)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมโครเมตร)
1	96.016
2	123.931
3	151.280
4	157.516
5	192.282
6	242.802
7	124.558

ความเข้มข้นของเกลือค่าต่าง ๆ (%โดยน้ำหนัก)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมโครเมตร)
8	250.004
9	249.950
10	269.991

4.6.3.2 ทดสอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิค PSD



รูปที่ 4.11 : กราฟขนาด และการกระจายตัวของอนุภาคแกรฟีน และแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

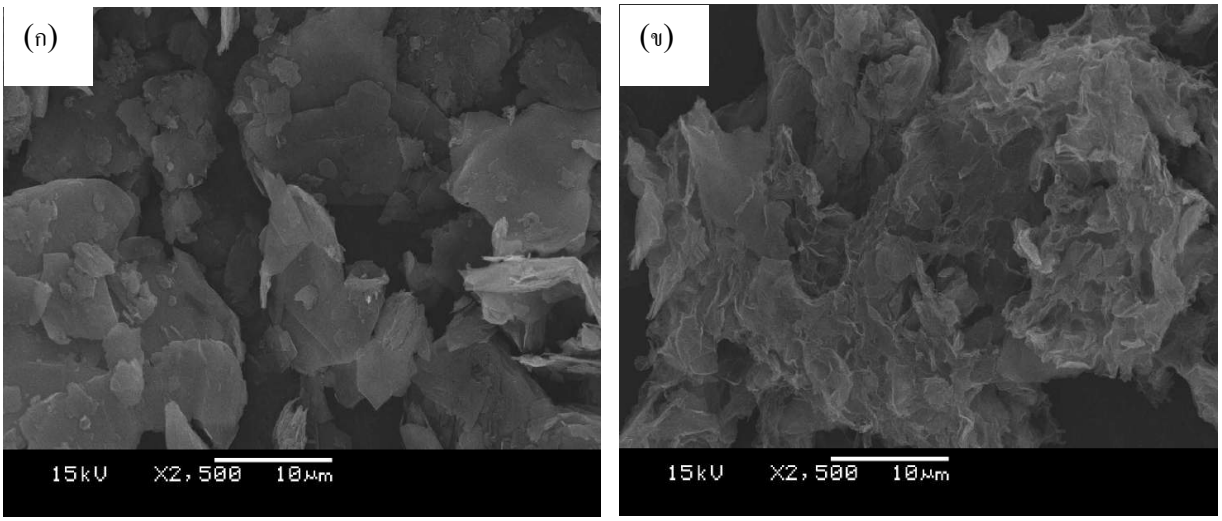
ทดสอบดูขนาดและการกระจายตัวของขนาดอนุภาคแกรฟีน และแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก จะเห็นได้ว่าจากรูปที่ 4.11 กราฟมีการกระจายตัวแบบ bimodal distribution หรือการกระจายตัวสองขนาด โดยจะเน้นไปทางด้านขวา เมื่อความเข้มข้นของเกลือเพิ่มขึ้น ขนาดของอนุภาคจะมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นตามไปด้วย เนื่องจากไอออนของเกลือจะไปล้อมรอบโมเลกุลของสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ทำให้เกิดการรวมตัวกัน จะสังเกตเห็นว่า ที่ความเข้มข้นของเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก จะมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าที่ความเข้มข้นของเกลือ 6 %โดยน้ำหนัก เป็นเพราะผลจากกลไกการรวมตัวกันของสารประกอบเชิงซ้อน พอลิอิเล็กโทรไลต์ คือ เมื่อมีความเข้มข้นข้องเกลือน้อยหรือความเข้มข้นของเกลือ 2 %โดยน้ำหนัก พอลิอิเล็กโทรไลต์จะไปเกาะล้อบรอบบริเวณผิวข้างนอกของแกรฟีน และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นมากขึ้นที่ความเข้มข้นของเกลือ 4 และ 6 %โดยน้ำหนัก พอลิอิเล็กโทรไลต์จะเกิดการล้อมรอบมากขึ้นและเกิดการบวมตัวที่บริเวณผิวข้างนอกของแกรฟีน ส่งผลให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น จากนั้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของเกลือเป็น 8 %โดยน้ำหนัก สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์จะจะเกิดการแพร่

เข้าไปในพื้นผิวด้านในของแกรฟีน ทำให้เกิดการหดตัวลงเป็นผลทำให้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างแบบปฐมภูมิและเมื่อให้ความเข้มข้นของเกลือที่ 10 %โดยน้ำหนัก จะเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างเนื่องจากเกิดการเกาะกลุ่มรวมตัวกัน ส่งผลให้ขนาดอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังนั้นวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือที่ 10 %โดยน้ำหนักจึงไม่สามารถวัดขนาดของอนุภาคได้เพราะไม่สามารถกระจายตัวในสารละลายที่ใช้ทดสอบได้ ดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 : ขนาดอนุภาคของแกรฟีน และวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

ปริมาณความเข้มข้นของเกลือ (%wt.)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมโครเมตร)
แกรฟีน	33.888
2	49.402
4	147.782
6	370.461
8	อนุภาคเล็ก(major) 80 อนุภาคใหญ่(minor) 600
10	N/A

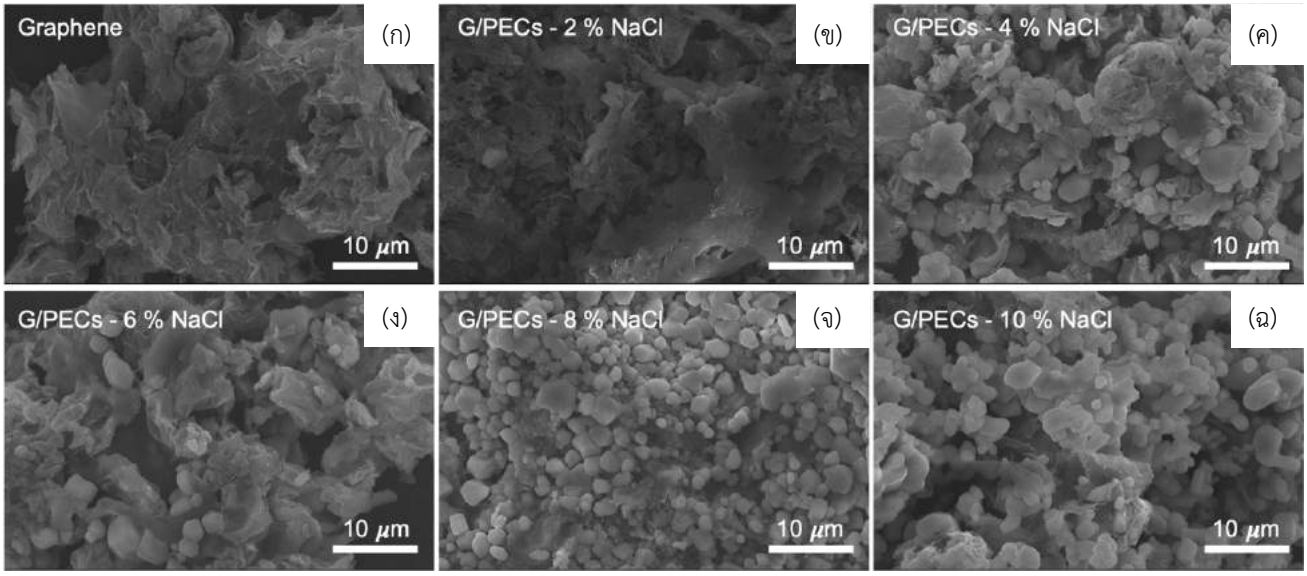
4.6.4 เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)



รูปที่ 4.12 : สัณฐานวิทยาที่ส่องด้วย SEM กำลังขยาย 2500X (ก) แกรไฟต์ (ข) แกรฟีน

ทดสอบดูลักษณะโครงสร้างสัณฐานวิทยาของแกรไฟต์, แกรฟีนและวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ ที่ความเข้มข้นเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก

จากรูปที่ 4.12(ก) และ 4.12(ข) เป็นรูปลักษณะโครงสร้างของแกรไฟต์และแกรฟีนตามลำดับ จะเห็นได้ว่าเมื่อส่องที่กำลังขยายที่เท่ากันคือ 2500x เท่า แกรไฟต์จะมีลักษณะเป็นแผ่นผลึกแน่น มีขนาดที่ใหญ่กว่าแกรฟีนและมีระยะห่างระหว่างชั้นที่น้อยกว่าของแกรฟีน และเมื่อทำปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันแล้วทำการสั่นสะเทือนด้วยคลื่นอัลตราโซนิกเปลี่ยนจากแกรไฟต์เป็นแกรฟีน พบว่าแกรฟีนจะมีลักษณะเป็นแผ่นบาง ๆ มีโพรง มีรูพรุนและมีพื้นที่ผิวที่มากขึ้น



รูปที่ 4.13 : สัณฐานวิทยาที่ส่องด้วย SEM กำลังขยาย 2500X (ก) แกรฟีน (ข) แกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 2 %โดยน้ำหนัก (ค) ความเข้มข้นเกลือ 4 %โดยน้ำหนัก (ง) ความเข้มข้นเกลือ 6 %โดยน้ำหนัก (จ) ความเข้มข้นเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก และ (ฉ) ความเข้มข้นเกลือ 10 %โดยน้ำหนัก

ภาพสัญฐานวิทยาของแกรฟีนและวัสดีเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8, และ 10 %โดยน้ำหนัก โดยภาพรวมจะเห็นว่าสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์จะแทรกตัวระหว่างชั้นแกรฟีน โดยเกลือจะทำหน้าที่ในการปรับขนาดของอนุภาค

จากรูปที่ 4.13(ก) และ 4.13(ข) โครงสร้างของแกรฟีน ไม่มีความแตกต่างกันกับวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 2 %โดยน้ำหนัก ซึ่งยังเห็นแผ่นแกรฟีนอยู่ติดกัน รวมกลุ่มอยู่อย่างเห็นได้ชัด สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ยังไม่จับตัวกันเข้าแทรกระหว่างชั้นของแกรฟีน จากรูปที่ 4.13(ค) ที่ความเข้มข้นเกลือ 4 %โดยน้ำหนัก สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์จะไปล้อมรอบบริเวณผิวของแกรฟีนและจากรูปที่ 4.13(ง) ที่ความเข้มข้นเกลือ 6 %โดยน้ำหนัก สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์จะไปล้อมรอบบริเวณผิวของแกรฟีนมากขึ้น จะเห็นการแทรกตัวของพอลิอิเล็กโทรไลต์ไประหว่างชั้นแกรฟีนและรูพรุนของแกรฟีนมากขึ้น จากรูปที่ 4.13(จ) ที่

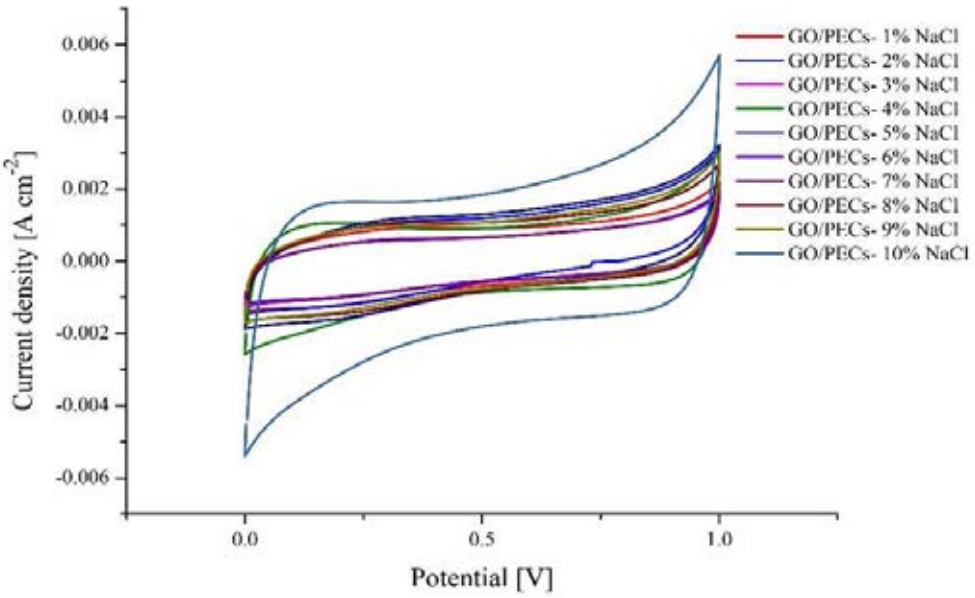
ความเข้มข้นเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์กระจายอยู่ทั่วแกรฟีน เข้าแทรกตามชั้นและรูพรุนของแกรฟีนทั่วพื้นผิวอย่างชัดเจน และจากรูปที่ 4.13(ฉ) ที่ความเข้มข้นเกลือ 10 % โดยน้ำหนัก สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์จะมีขนาดใหญ่จับกลุ่มกัน ทำให้พื้นที่ผิวของแกรฟีนลดน้อยลง

4.7 ผลการวิเคราะห์และสมบัติทางไฟฟ้า

4.7.1 เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry, CV)

4.7.1.1 ทดสอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิค CV

จากการวิเคราะห์ความสามารถในการเก็บประจุของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่ทำการขึ้นรูปบนกระดาษคาร์บอนซึ่งเป็นการวาดกราฟระหว่างกระแสไฟฟ้า (แกนตั้ง) กับศักย์ไฟฟ้า (แกนนอน) โดยใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่ความเข้มข้น 1 โมล/ลิตร เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ให้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0 - 1 โวลต์ และอัตราศักย์ไฟฟ้า (scan rate) ที่ 10 มิลลิโวลต์/วินาที ซึ่งความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าสังเกตได้จากพื้นที่ใต้กราฟ ในการทดสอบพบว่าแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ จะเห็นว่าพื้นที่ใต้กราฟมีขนาดใกล้เคียงกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 : CV curves เปรียบเทียบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที

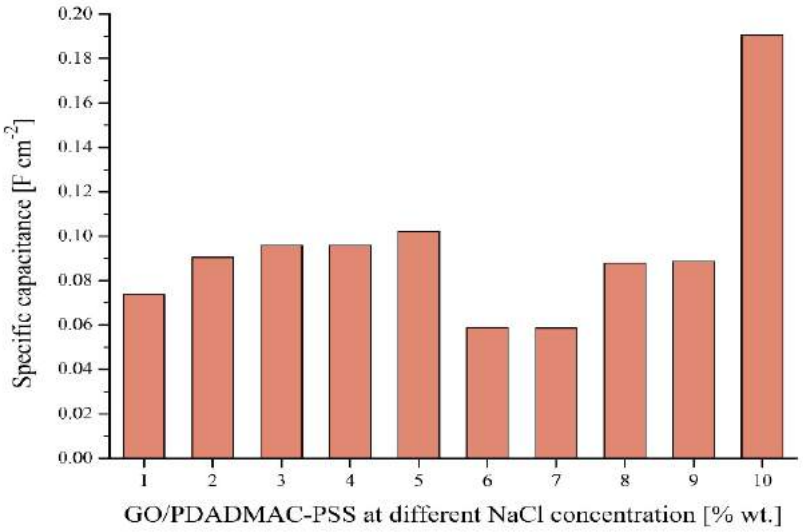
จะสังเกตเห็นว่าที่ความเข้มข้นเกลือ 10 %โดยน้ำหนัก มีพื้นที่ใต้กราฟมากกว่าความเข้มข้นอื่นอย่างเห็นได้ชัด อาจเป็นค่าที่มีความสามารถในการเก็บประจุมาก จึงต้องลองทดสอบกับความเข้มข้นที่มากกว่าเพื่อทำการตรวจสอบให้ชัดเจนขึ้น

ในการหาค่าความจุจำเพาะจะหาได้จากการอินทริเกรตพื้นที่ใต้กราฟ จะได้พื้นที่ใต้กราฟของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 : พื้นที่ใต้กราฟของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ

ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ (%โดยน้ำหนัก)	พื้นที่ใต้กราฟ (ตารางเซนติเมตร)
1	0.0007369
2	0.0009045
3	0.0009583
4	0.0009583
5	0.0010220
6	0.0005885
7	0.0005863
8	0.0008790
9	0.0008866
10	0.0019060

โดยเมื่อนำพื้นที่ใต้กราฟของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ มาคำนวณหาค่าความจุจำเพาะ ตามสมการ (3.2) จะเห็นได้ว่าให้ค่าความจุจำเพาะใกล้เคียงกัน และค่าที่ได้มีค่าน้อย บอกถึงความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าของแกรฟีนออกไซด์นั้นทำได้น้อย เนื่องจากแกรฟีนออกไซด์ไม่มีความสามารถในการนำไฟฟ้า จึงทำให้เก็บประจุไฟฟ้าได้น้อยมาก ดังแสดงในรูปที่ 4.15



รูปที่ 4.15 : แผนภูมิเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่าง ๆ ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที

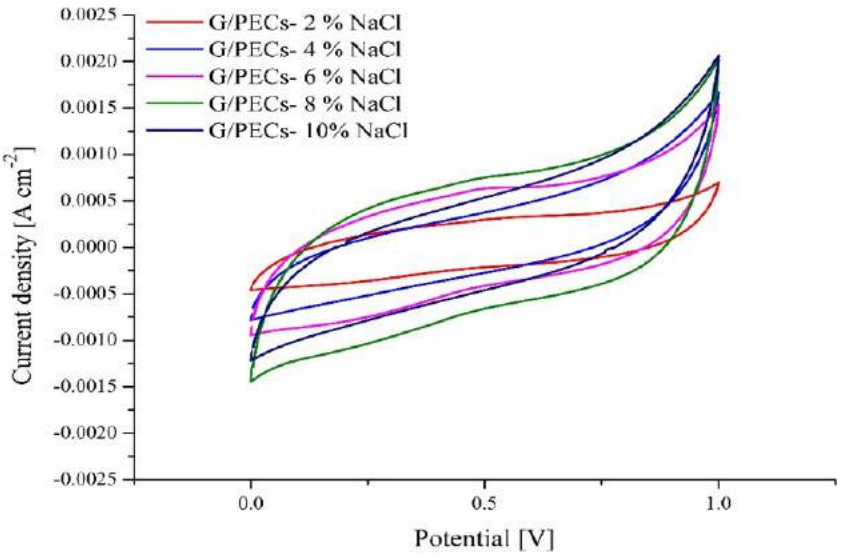
จะได้ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่าง ๆ ดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 : ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ

ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ (%โดยน้ำหนัก)	ค่าความจุจำเพาะ (มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร)
1	73.60
2	90.45
3	95.83
4	95.83
5	102.20
6	58.85
7	58.63
8	87.90
9	88.66
10	190.60

4.7.1.2 ทดสอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิค CV

จากการวิเคราะห์ความสามารถในการเก็บประจุของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่ทำการขึ้นรูปบนกระดาษคาร์บอน โดยใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่ความเข้มข้น 1 โมล/ลิตร เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ให้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0 - 1 โวลต์ และอัตราศักย์ไฟฟ้า (scan rate) ที่ 10 มิลลิโวลต์/วินาที ซึ่งความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าสังเกตได้จากพื้นที่ใต้กราฟ ในการทดสอบพบว่าแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ จะเห็นได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของเกลือเพิ่มขึ้น พื้นที่ใต้กราฟจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยจะเห็นว่าแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก มีพื้นที่ใต้กราฟกว้างที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 4.16



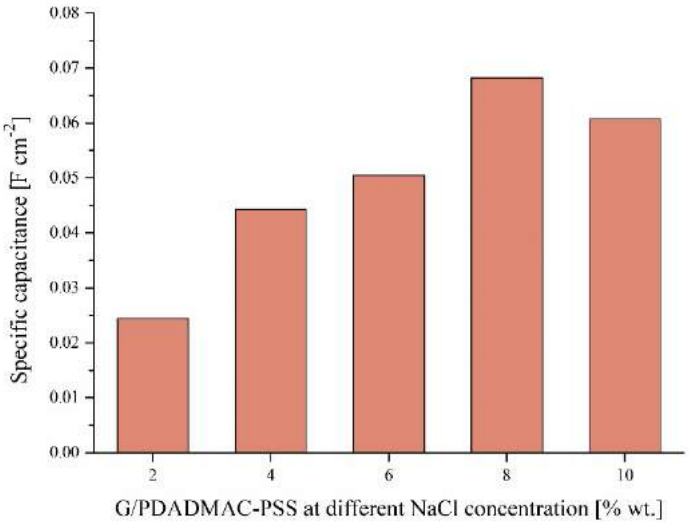
รูปที่ 4.16 : CV curves เปรียบเทียบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 % โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที

เมื่อทำการอินทริเกรตพื้นที่ใต้กราฟหาค่าความจุจำเพาะ จะได้พื้นที่ใต้กราฟของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที ดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 : พื้นที่ใต้กราฟของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่างๆ ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที

ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ (%โดยน้ำหนัก)	พื้นที่ใต้กราฟ (ตารางเซนติเมตร)
2	0.0002439
4	0.0004425
6	0.0005043
8	0.0006819
10	0.0006066

โดยเมื่อนำพื้นที่ใต้กราฟของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที มาคำนวณหาค่าความจุจำเพาะตามสมการ (3.2) ดังแสดงในรูปที่ 4.17



รูปที่ 4.17 : แผนภูมิเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที

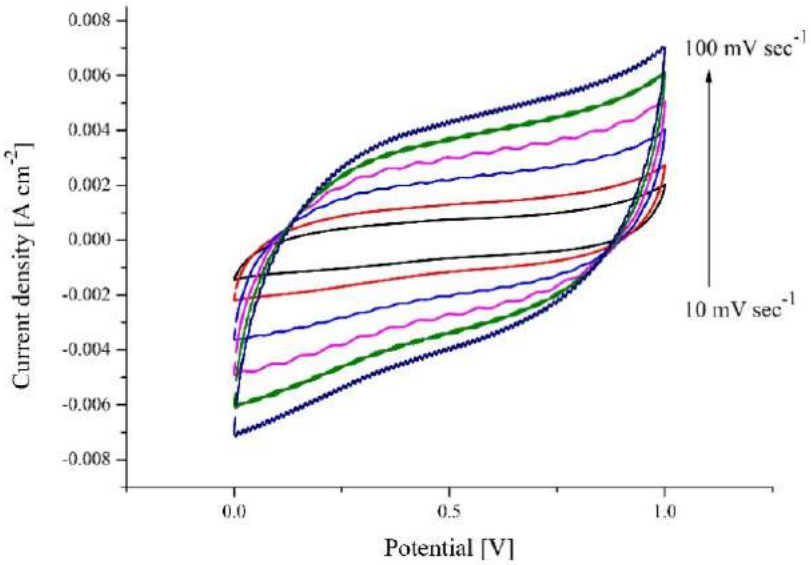
จะได้ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที ดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 : ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์/วินาที

ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ (%โดยน้ำหนัก)	ค่าความจุจำเพาะ (มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร)
2	24.39
4	44.25
6	50.43
8	68.19
10	60.66

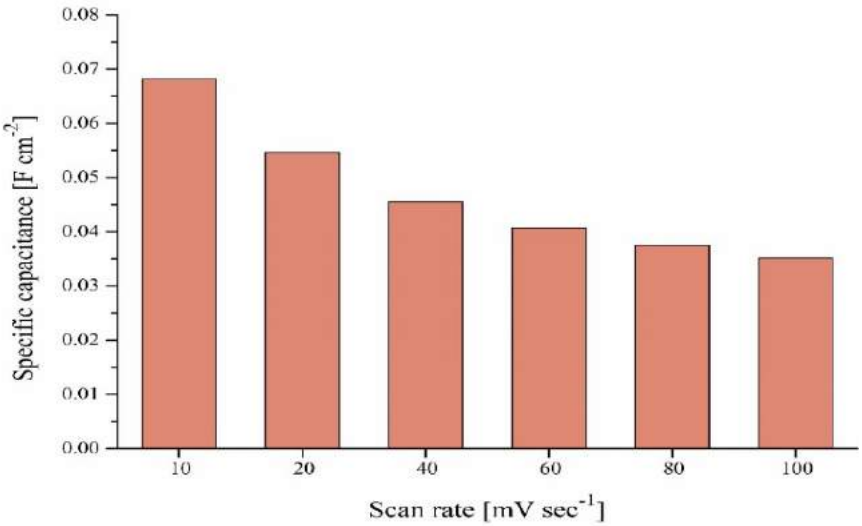
จะเห็นว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของเกลือขึ้น จะมีแนวโน้มความสามารถในการเก็บประจุมากขึ้น โดยแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก จะมีค่าความจุจำเพาะสูงที่สุดคือ 68.19 มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร แล้วที่ความเข้มข้นเกลือ 10 %โดยน้ำหนัก ความสามารถในการเก็บประจุจะน้อยลงคือ 60.66 มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร เนื่องจากเกลือที่ใส่ลงไปจะทำให้พอลิอิเล็กโทรไลต์จับกลุ่มเป็นก้อนบังโพรง และรูพรุนของแกรฟีนทำให้แกรฟีนนั้นมีพื้นที่ผิวลดลง จึงทำให้กักเก็บประจุได้น้อยลง

เมื่อนำสูตรที่ดีที่สุด คือแกรฟีน/พอลิอิเล็กโทรไลต์ความเข้มข้นเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก มาทำการทดลองเปลี่ยนค่าอัตราศักย์ไฟฟ้าที่ 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 มิลลิโวลต์/วินาที เมื่ออัตราศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้น จะได้รับกระแสมากขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 : CV curves เปรียบเทียบวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 8 % โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้าค่าต่าง ๆ

แต่เมื่อนำมาคำนวณค่าความจุจำเพาะจะเห็นว่าความสามารถเก็บประจุมีแนวโน้มลดลงอย่างเห็นได้ชัด เนื่องจากการกักเก็บกระแสที่ได้มาอย่างรวดเร็ว ทำให้ตัวกักเก็บประจุไม่สามารถรับได้ทันตามประสิทธิภาพ จนประสิทธิภาพของการกักเก็บประจุเริ่มคงที่ที่อัตราศักย์ไฟฟ้า 60 มิลลิโวลต์/วินาที ดังแสดงในรูปที่ 4.19

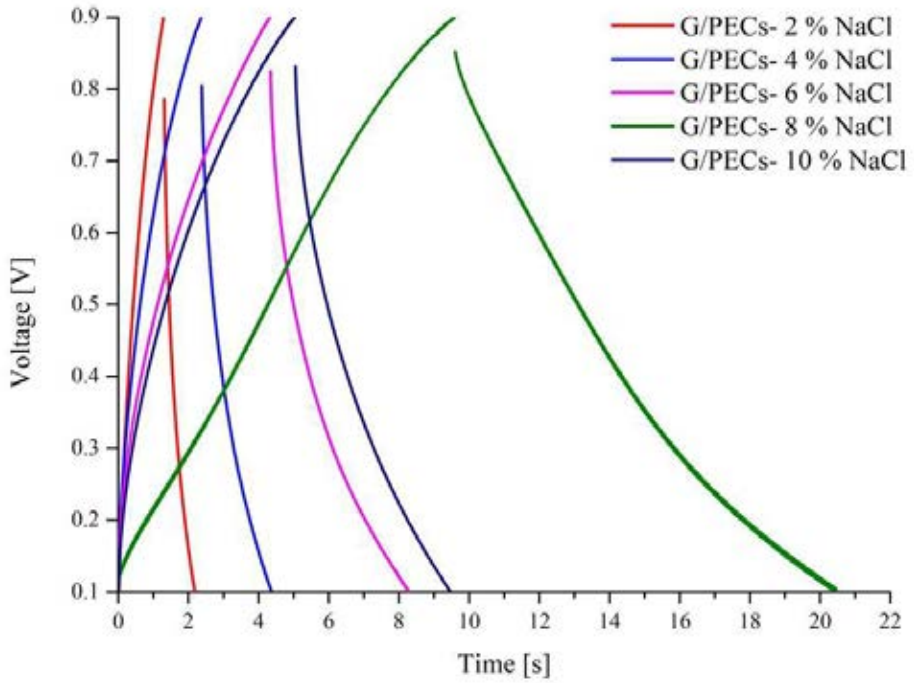


รูปที่ 4.19 : แผนภูมิเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่อัตราศักย์ไฟฟ้าค่าต่าง ๆ

4.7.2 เทคนิคกัลวาโนแสตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (Galvanostatic charge-discharge curve ,GCD)

4.7.2.1 ทดสอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิค GCD

จากการวิเคราะห์ความสามารถในการเก็บประจุของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่ทำการขึ้นรูปบนกระดาษคาร์บอน โดยใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่ความเข้มข้น 1 โมล/ลิตร เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ โดยให้กระแสไฟฟ้าที่ 1 มิลลิแอมป์ และศักย์ไฟฟ้าที่ 0.1 – 0.9 โวลต์ ซึ่งความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าสามารถสังเกตได้จากระยะเวลาในการคายประจุ หรือเส้นกราฟลงที่บอกถึงระยะเวลาในการคายประจุ ในการทดสอบพบว่าแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่าง ๆ จะเห็นได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของเกลือเพิ่มมากขึ้น ระยะเวลาในการคายประจุมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยจะเห็นว่าแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก มีระยะเวลาในการคายประจุมากที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 4.20



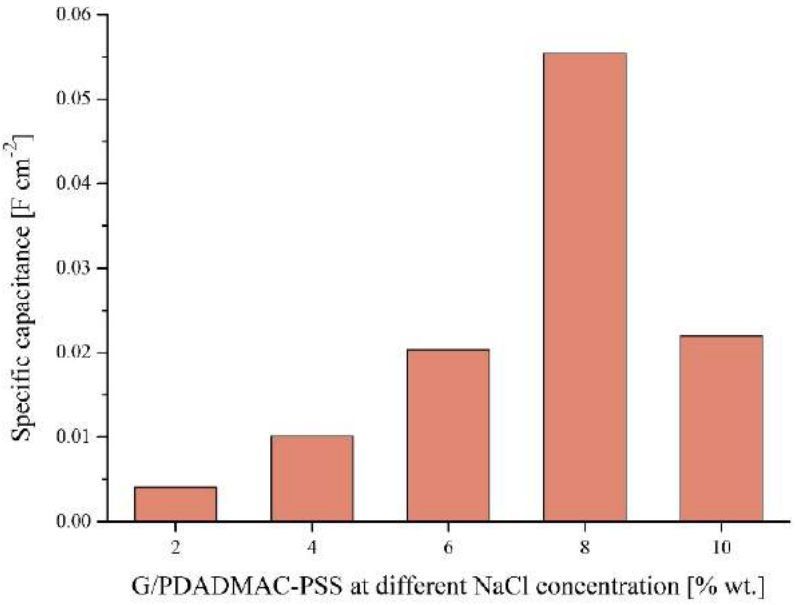
รูปที่ 4.20 : GCD curves เปรียบเทียบระยะเวลาในการคายประจุแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์

จะได้ระยะเวลาในการคายประจุของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์ ดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 : ระยะเวลาในการคายประจุของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์

ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ (%โดยน้ำหนัก)	เวลาในการคายประจุ (วินาที)
2	0.88
4	2.00
6	3.96
8	10.86
10	4.42

โดยเมื่อนำระยะเวลาในการคายประจุของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่าง ๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์ มาคำนวณหาค่าความจุจำเพาะตามสมการ (3.3) ดังแสดงในรูปที่ 4.21



รูปที่ 4.21 : แผนภูมิเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์

จะได้ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นของเกลือค่าต่าง ๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์ ดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 : ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือค่าต่าง ๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 มิลลิแอมป์

ความเข้มข้นของเกลือค่าต่างๆ (%โดยน้ำหนัก)	ค่าความจุจำเพาะ (มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร)
2	4.05
4	10.08
6	20.33
8	55.39
10	21.99

เมื่อคำนวนหาค่าความจุจำเพาะ จะเห็นว่าเมื่อความเข้มข้นของเกลือเพิ่มมากขึ้น จะมีแนวโน้มความสามารถในการเก็บประจุมากขึ้น โดยที่ความเข้มข้นของเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก จะได้ค่าความจุจำเพาะสูงที่สุดคือ 55.39 มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร เป็นสูตรที่ดีที่สุด สอดคล้องกับผลของเทคนิค CV

4.8 วิจารณ์ผลการทดลอง

จากผลการทดลองหาค่าความจุจำเพาะของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ เมื่อความเข้มข้นของเกลือเพิ่มมากขึ้นจะเห็นว่าผลการทดลองไม่มีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกัน อาจเป็นผลมาจากตอนขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบก่อนนำมาทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี มีขนาดสารไม่เท่ากัน ความหนาของสารไม่เท่ากัน และขณะการทดลองอาจจะจุ่มกระดาษคาร์บอนในสารละลายอิเล็กโทรไลต์มากเกินไป ทำให้ได้ค่าความจุจำเพาะมากเกินความเป็นจริง ซึ่งที่ความเข้มข้นเกลือ 10 %โดยน้ำหนัก จะมีพื้นที่ใต้กราฟมากที่สุด คือ 0.0019060 ตารางเซนติเมตร เมื่อนำมาคำนวณค่าความจุจำเพาะจะมีค่ามากที่สุด คือ 190.60 มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร

จากผลการทดลองหาค่าความจุจำเพาะของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ เมื่อความเข้มข้นของเกลือเพิ่มมากขึ้นจะเห็นว่าผลการทดลองมีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกันคือ เมื่อเพิ่มความเข้มข้นเกลือมากขึ้น จะทำให้มีค่าความจุจำเพาะที่มากขึ้นเช่นกัน ซึ่งที่ความเข้มข้นเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก เมื่อทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี พื้นที่ใต้กราฟมากที่สุด คือ 0.0006819 ตารางเซนติเมตร เมื่อนำมา

คำนวณค่าความจุจำเพาะจะมีค่ามากที่สุดคือ 68.19 มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร เมื่อนำมาทดสอบด้วยเทคนิคกัลวาโนแสตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ มีระยะเวลาในการคายประจุมากที่สุด คือ 10.86 วินาที เมื่อนำมาคำนวณค่าความจุจำเพาะจะมีค่ามากที่สุดคือ 55.39 มิลลิฟารัด/ตารางเซนติเมตร จะสังเกตเห็นได้ว่าเมื่อนำมาทดสอบด้วยเทคนิค CV จะมีค่าความจุจำเพาะมากกว่าเทคนิค GCD เป็นเพราะเทคนิค CV จะเป็นการวัดจากปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นทั้งหมด แต่เทคนิค GCD จะทดสอบวัดแค่ความสามารถในการเก็บประจุเท่านั้น

จากผลการทดลองเมื่อเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะระหว่างและวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ จะเห็นว่าค่าความจุจำเพาะของวัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์มีค่ามากกว่าวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ แม้ว่าแกรฟีนออกไซด์ไม่มีความสามารถในการนำไฟฟ้า อาจเป็นผลมาจากขั้นตอนก่อนการเตรียมการทดสอบ กระดาษคาร์บอนที่ใช้ทดสอบไม่ได้มาจากกระดาษคาร์บอนที่ทำการเตรียมจากครั้งเดียวกัน ขนาดกระดาษคาร์บอนไม่คงที่หรือปริมาณสาร ความหนาสารที่ใช้ในการทดสอบอาจจะไม่เท่ากัน หรือเป็นผลมาจากขั้นตอนการทดลองขณะจุ่มสารที่ใช้ทดสอบอาจจะจุ่มสารมากเกินไป ทำให้กระดาษคาร์บอนเกิดปฏิกิริยากับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ทำให้ได้ค่าความจุจำเพาะสูงกว่าวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

บทที่ 5
สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนต ที่อัตราส่วนเกลือต่าง ๆ แล้วขึ้นรูปเป็นขั้วไฟฟ้าในตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด และเพื่อศึกษาความเข้มข้นของเกลือที่มีผลต่อขนาดอนุภาคและความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า โดยเตรียมแกรฟีนจากกระบวนการ Improved Hummer's method แล้วทำการเตรียมสารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ร่วมกับแกรฟีนแล้วทำการเติมเกลือที่อันตราส่วน 2, 4, 6, 8 และ 10 %โดยน้ำหนัก จากนั้นนำอนุภาคคอลลอยด์ไปแปะลงบนกระดาษคาร์บอนขึ้นรูปเป็นขั้วไฟฟ้าใช้ทำการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าจึงพบว่า วัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนตที่ความเข้มข้นของเกลือ 8 %โดยน้ำหนักให้ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าดีที่สุด จากผลการทดลองสามารถสรุปได้ดังนี้

1. ประสบความสำเร็จในการเตรียมเตรียมวัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนตขนาดอนุภาคไมโครเมตร และสามารถใช้ตัวเก็บประจุนี้กับทุกพื้นผิวรูปร่าง
2. ค่าความจุจำเพาะของแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนตอัตราส่วนการเติมเกลือที่เหมาะสมที่สุดคือ 8 %โดยน้ำหนัก
3. แกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์ของพอลิไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์-พอลิสไตรีนซัลโฟเนตที่ความเข้มข้นของเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก มีค่าความจุจำเพาะสูงที่สุด โดยจากการวัดด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีที่อัตราการให้อัตราศักย์ไฟฟ้า 10 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ได้ค่าความจุจำเพาะ 68.19 มิลลิฟารัดต่อตารางเซนติเมตร และมีจากการวัดเทคนิคกัลวาโนแสตติกชาร์จ-ดิสชาร์จที่การให้กระแส 1 มิลลิแอมป์ ได้ค่าความจุจำเพาะ 55.39 มิลลิฟารัดต่อตารางเซนติเมตร

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในการสังเคราะห์แกรฟีนควรทำที่อุณหภูมิต่ำเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยารีดักชันก่อนกำหนด
2. ในการเตรียมสารละลายแกรฟีนควรสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกและพยายามสั่นให้ไม่มีสารตกตะกอนหลงเหลืออยู่
3. ในการขึ้นรูปเป็นขั้วไฟฟ้า ขั้นตอนการแปะสารลงบนกระดาษคาร์บอนต้องควบคุมความหนาให้คงที่เพื่อให้การคำนวณประสิทธิภาพการเก็บประจุไฟฟ้าไม่ผิดพลาดและเที่ยงตรง
4. ในขั้นตอนการทดสอบเทคนิคการนำไฟฟ้า ขณะจุ่มกระดาษคาร์บอนลงสารละลายอิเล็กโทรไลต์ควรจุ่มกระดาษลงไปเพียงแค่มิดสารที่แปะลงบนกระดาษคาร์บอนเท่านั้น เพราะกระดาษคาร์บอนสามารถทำปฏิกิริยา ทำให้มีค่าความจุจำเพาะมากเกินจริง

เอกสารอ้างอิง

1. ระบบกักเก็บพลังงาน. [ออนไลน์]. 2559. แหล่งที่มา: http://www.thai-smartgrid.com/ระบบกักเก็บพลังงาน [16 มีนาคม 2561]
2. เซลล์เชื้อพลิง. [ออนไลน์]. 2559. แหล่งที่มา: https://th.wikipedia.org/wiki/เซลล์เชื้อเพลิง [16 มีนาคม 2561]
3. แบตเตอรี่. [ออนไลน์]. 2560. แหล่งที่มา: https://th.wikipedia.org/wiki/แบตเตอรี่ [16 มีนาคม 2561]
4. ตัวเก็บประจุยิ่งยวด. [ออนไลน์]. 2560. แหล่งที่มา: https://th.wikipedia.org/wiki/ตัวเก็บประจุยิ่งยวด [16 มีนาคม 2561]
5. Winter, M. and Brodd, R.J. *What Are Batteries, Fuel Cells, and Supercapacitors?* Chemical Reviews, 2004. 104(10): p. 4245-4270.
6. วรวริศ กอปรสิริพัฒน์. อินไซด์ไฟฟ้า. TEMCA magazine, 2014. 21: p. 75 -78.
7. Britta, A. *Thesis for the Degree of Licentiate of Technology:Paper-based supercapacitors.* Mid Sweden university, 2014. 112: p. 1-47.
8. Halper, M.S. and Ellenbogen, J.C. *Supercapacitors: A Brief Overview.* MITRE, 2006: p. 8.
9. มนตรี สว่างพฤกษ์. *Innovative nanotechnology of energy storages:supercapacitors.* วิศวกรรมสาร มก.คถ, 2013: p. 9-25.
10. Electrostatic double-layer capacitors and Pseudocapacitor. [Online]. 2016. Available from: https://www.researchgate.net/figure/Comparison-between-double-layer-capacitor-pseudo-capacitor-and-lithium-ion-battery_fig2_309638024 [16 March 2018]
11. Pandolfo, A.G. and Hollenkamp, A.F. *Carbon properties and their role in supercapacitors.* Journal of Power Sources, 2006. 157(1): p. 11-27.
12. ศิริกาญจน์ วิเศษสุวรรณภูมิ. แกรฟีนวัสดุ 2 มิติเพื่ออนาคต. MTEC, 2560: p. 66-70.
13. Graphene. [Online]. 2018. Available from: https://en.wikipedia.org/wiki/Graphene [16 March 2018]
14. Geim, A.K. and Novoselov, K.S. *The rise of graphene.* Nature Materials, 2007. 6: p. 183-191.
15. Zhang, L.L. and Zhao, X.S. *Carbon-based materials as supercapacitor electrodes.* Chem Soc Rev, 2009. 38(9): p. 2520-2531.
16. Liu, C., et al. *Graphene-Based Supercapacitor with an Ultrahigh Energy Density.* Nano Letters, 2010. 10(12): p. 4863-4868.

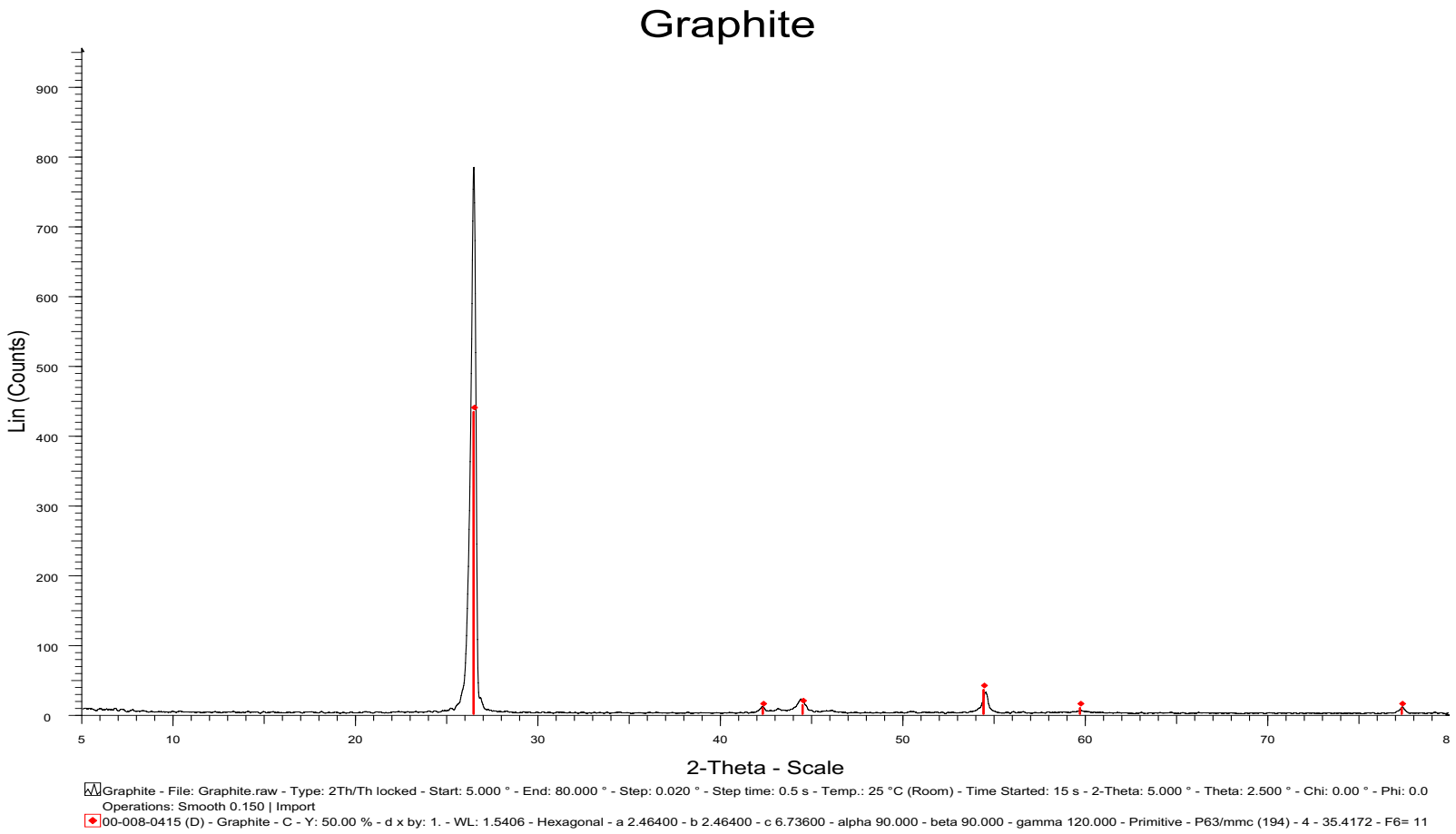
17. แกรไฟต์ออกไซด์. [ออนไลน์]. 2559. แหล่งที่มา: https://sites.google.com/site/graphenewebsite/?tmpl=%2Fsystem%2Fapp%2Ftemplates%2Fprint%2F&showPrintDialog=1 [12 เมษายน 2561]
18. Marcano, D.C., et al. *Improved Synthesis of Graphene Oxide.* ACS Nano, 2010. 4(8): p. 4806-4814.
19. Liu, X., et al. *Layer-by-Layer Self-Assembled Graphene Multilayer Films via Covalent Bonds for Supercapacitor Electrodes.* Nanomaterials and Nanotechnology, 2015. 5: p. 1-7.
20. Meka, V.S., et al. *A comprehensive review on polyelectrolyte complexes.* Drug Discov Today, 2017. 22(11): p. 1697-1706.
21. Schatz, C., et al. *Formation and properties of positively charged colloids based on polyelectrolyte complexes of biopolymers.* Langmuir, 2004. 20(18): p. 7766-7778.
22. Starchenko, V., Muller, M., and Lebovka, N. *Sizing of PDADMAC/PSS complex aggregates by polyelectrolyte and salt concentration and PSS molecular weight.* J Phys Chem B, 2012. 116(51): p. 14961-14967.

ภาคผนวก

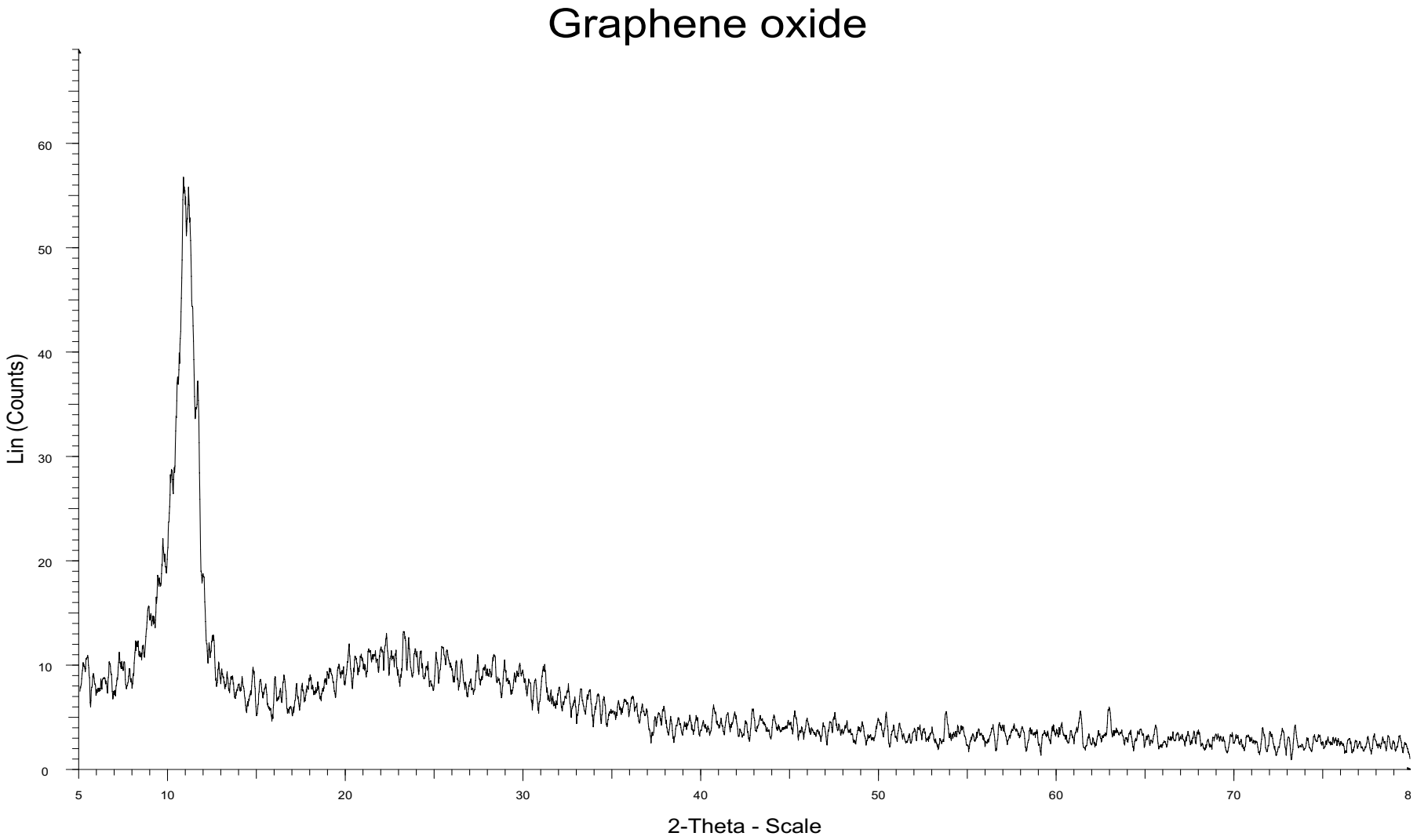
ภาคผนวก ก

เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD)

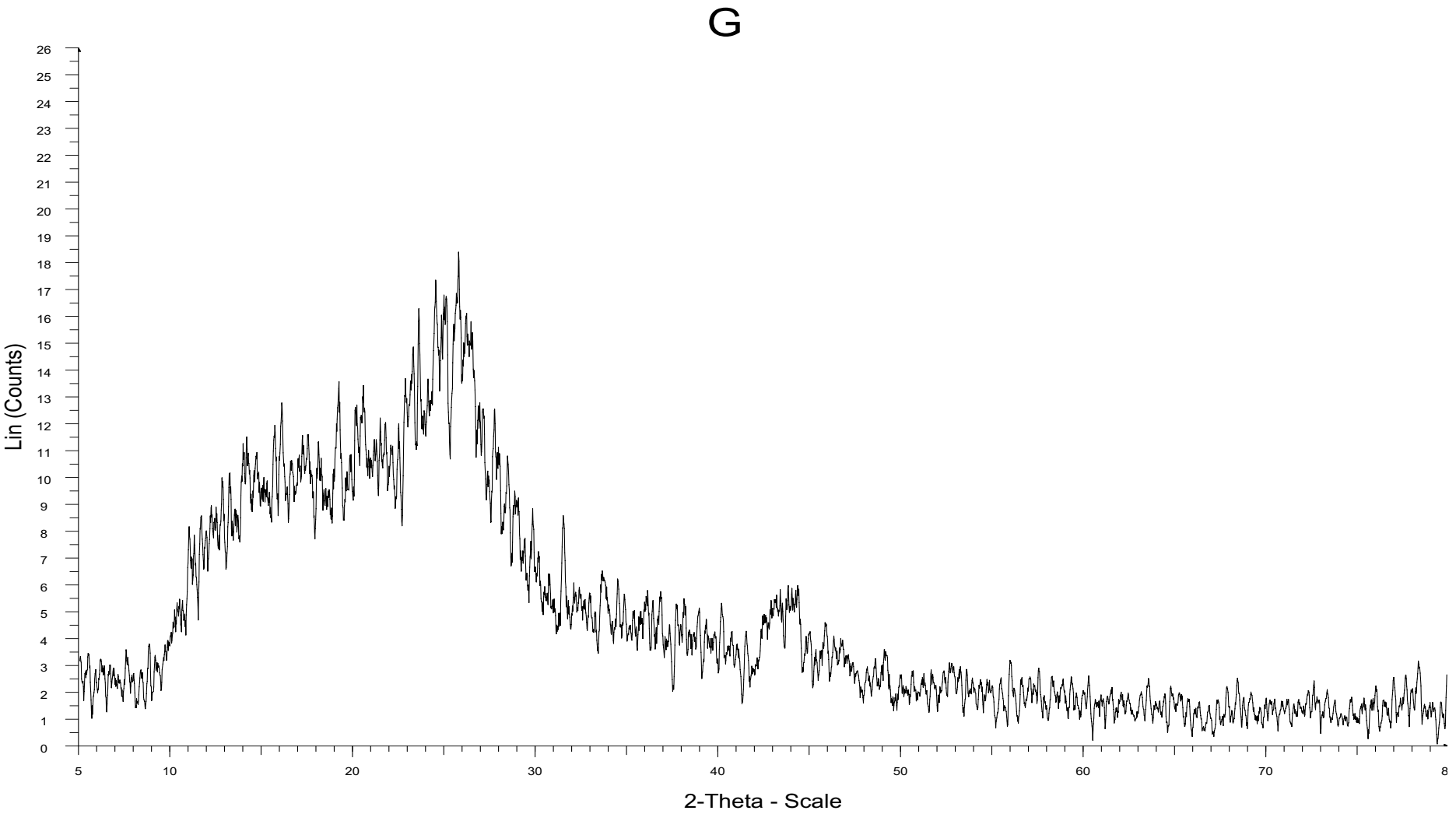
ภาคผนวก ก-1 : แกรไฟต์



ภาคผนวก ก-2 : แกรฟีนออกไซด์



ภาคผนวก ก-3 : แกรฟีน



ภาคผนวก ข

ผลจากเทคนิควิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค
ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของแสง (Particle Size Distribution, PSD)

ภาคผนวก ข-1 : วัสดุเชิงประกอบแกรฟีนออกไซด์/สารประกอบพอลิอิเล็กโทรไลต์

MALVERN INSTRUMENTS

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
graphene oxide 10% - Average

SOP Name:

Measured:
06 November 2018 15:51:19

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
06 November 2018 15:51:21

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Graphene oxide

Accessory Name:
Hydro 2000MU (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
1.330

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
11.19 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
1.457 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.2203 %Vol

Span :
1.686

Uniformity:
0.506

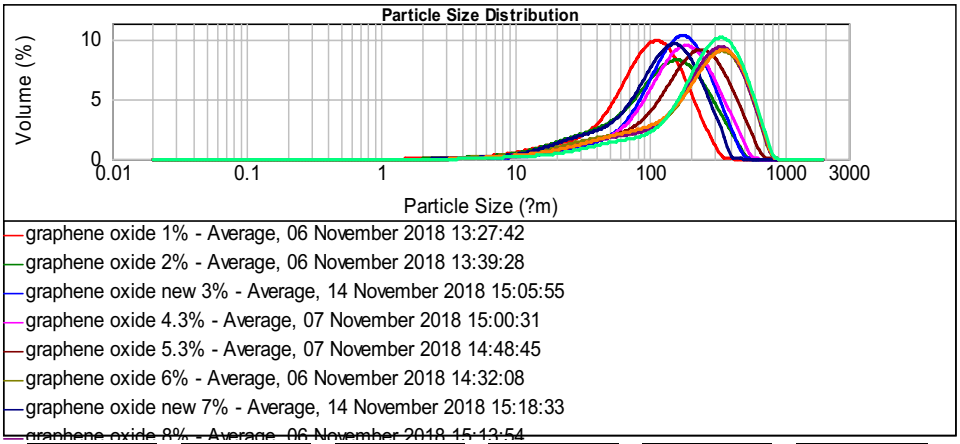
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.0463 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
132.031 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
286.873 um

d(0.1): 67.467 um **d(0.5):** 269.991 um **d(0.9):** 522.553 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.20	120.226	3.00	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.24	138.038	3.86	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.29	158.489	4.90	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	0.36	181.970	6.09	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	0.44	208.930	7.26	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	0.54	239.883	8.27	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	26.303	0.66	275.423	8.93	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.00	30.200	0.80	316.228	9.11	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.00	34.674	0.94	363.078	8.73	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.01	39.811	1.08	416.869	7.77	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.04	45.709	1.22	478.630	6.34	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.06	52.481	1.33	549.541	4.54	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.09	60.256	1.43	630.957	2.63	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.10	69.183	1.55	724.436	0.71	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.12	79.433	1.71	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.15	91.201	1.97	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.17	104.713	2.38	1096.478	0.00		
0.105		1.096		11.482		120.226		1258.925			

Operator notes:

Malvern Instruments Ltd.
Malvern, UK

Mastersizer 2000 Ver. 5.22
Serial Number : MAL101813

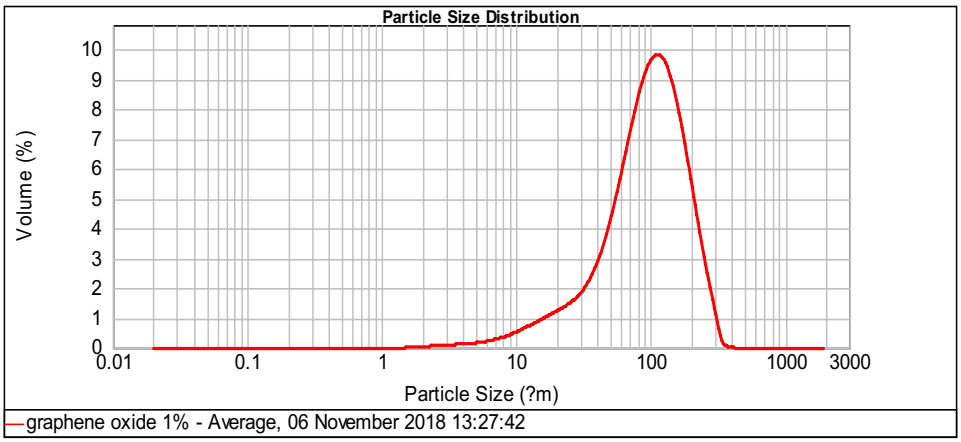
File name: 2.mea
Record Number: 193

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: graphene oxide 1% - Average	**SOP Name:**	**Measured:** 06 November 2018 13:27:42	
Sample Source & type:	**Measured by:** User	**Analysed:** 06 November 2018 13:27:43	
Sample bulk lot ref:	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Graphene oxide	**Accessory Name:** Hydro 2000MU (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Normal
Particle RI: 1.330	**Absorption:** 1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 10.16 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 0.314 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.0817 %Vol	**Span :** 1.710	**Uniformity:** 0.521	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 0.113 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 54.340 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 105.783 um	

d(0.1): 29.987 um **d(0.5): 96.016 um** **d(0.9): 194.174 um**



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.66	120.226	8.59	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.80	138.038	7.79	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.93	158.489	6.61	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.02	17.378	1.06	181.970	5.19	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.04	19.953	1.19	208.930	3.73	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.05	22.909	1.34	239.883	2.35	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.07	26.303	1.55	275.423	1.18	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.09	30.200	1.86	316.228	0.16	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.10	34.674	2.31	363.078	0.01	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.12	39.811	2.94	416.869	0.00	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.13	45.709	3.78	478.630	0.00	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.16	52.481	4.80	549.541	0.00	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.20	60.256	5.94	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.26	69.183	7.06	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.34	79.433	8.04	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.43	91.201	8.68	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.54	104.713	8.89	1096.478	0.00		
0.105		1.096		11.482		120.226		1258.925			

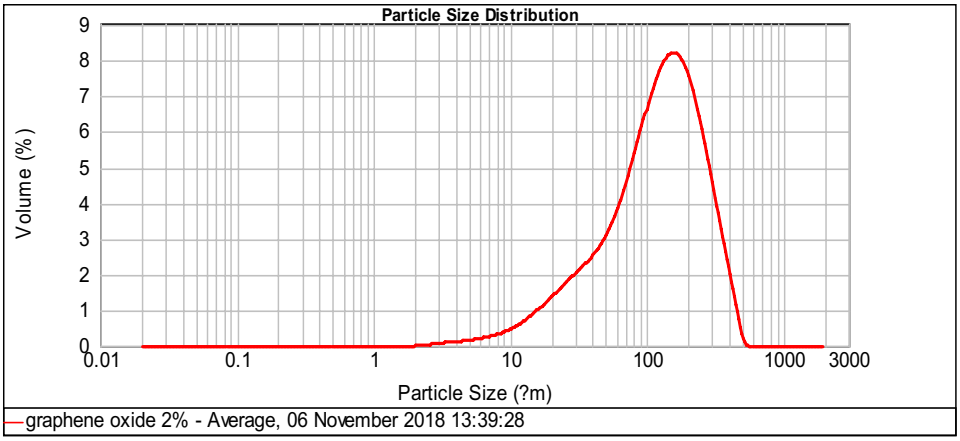
Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: graphene oxide 2% - Average	**SOP Name:**	**Measured:** 06 November 2018 13:39:28	
Sample Source & type:	**Measured by:** User	**Analysed:** 06 November 2018 13:39:29	
Sample bulk lot ref:	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Graphene oxide	**Accessory Name:** Hydro 2000MU (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Normal
Particle RI: 1.330	**Absorption:** 1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 10.84 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 0.684 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.0994 %Vol	**Span :** 2.051	**Uniformity:** 0.626	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 0.0982 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 62.275 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 142.773 um	

d(0.1): 29.479 um **d(0.5):** 123.931 um **d(0.9):** 283.655 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.60	120.226	7.14	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.76	138.038	7.41	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.94	158.489	7.36	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	1.14	181.970	6.97	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	1.35	208.930	6.29	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.02	22.909	1.56	239.883	5.36	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.04	26.303	1.76	275.423	4.31	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.07	30.200	1.96	316.228	3.23	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.09	34.674	2.16	363.078	2.17	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.11	39.811	2.41	416.869	1.13	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.14	45.709	2.73	478.630	0.16	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.16	52.481	3.15	549.541	0.00	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.20	60.256	3.70	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.24	69.183	4.38	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.30	79.433	5.14	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.37	91.201	5.91	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.47	104.713	6.62	1096.478	0.00		
0.105		1.096		11.482		120.226		1258.925			

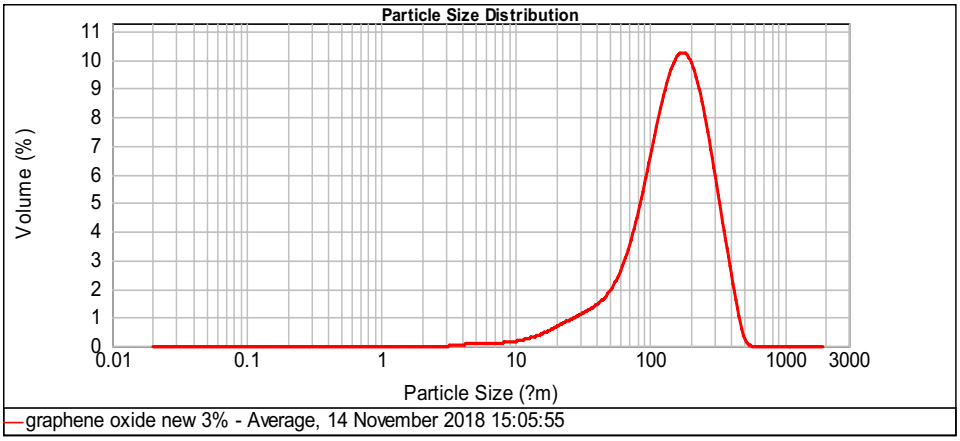
Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: graphene oxide new 3% - Average	**SOP Name:**	**Measured:** 14 November 2018 15:05:55	
Sample Source & type:	**Measured by:** User	**Analysed:** 14 November 2018 15:05:56	
Sample bulk lot ref:	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Graphene oxide	**Accessory Name:** Hydro 2000MU (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Normal
Particle RI: 1.330	**Absorption:** 1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 10.52 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 0.414 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.1450 %Vol	**Span :** 1.618	**Uniformity:** 0.494	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 0.0654 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 93.542 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 165.168 um	

d(0.1): 52.326 um **d(0.5):** 151.280 um **d(0.9):** 297.097 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.23	120.226	8.14	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.31	138.038	8.92	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.42	158.489	9.25	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	0.54	181.970	9.04	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	0.67	208.930	8.30	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	0.80	239.883	7.08	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	26.303	0.93	275.423	5.60	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.00	30.200	1.07	316.228	4.02	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.01	34.674	1.21	363.078	2.50	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.05	39.811	1.40	416.869	1.04	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.07	45.709	1.69	478.630	0.11	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.07	52.481	2.12	549.541	0.00	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.08	60.256	2.74	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.09	69.183	3.58	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.10	79.433	4.64	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.13	91.201	5.83	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.17	104.713	7.06	1096.478	0.00		
0.105		1.096		11.482		120.226		1258.925			

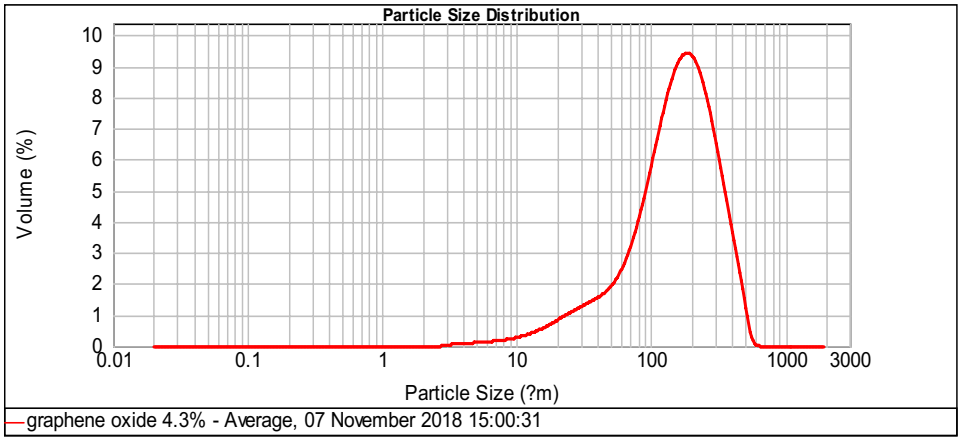
Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: graphene oxide 4.3% - Average	**SOP Name:**	**Measured:** 07 November 2018 15:00:31	
Sample Source & type:	**Measured by:** User	**Analysed:** 07 November 2018 15:00:32	
Sample bulk lot ref:	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Graphene oxide	**Accessory Name:** Hydro 2000MU (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Normal
Particle RI: 1.330	**Absorption:** 1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 11.10 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 0.838 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.1385 %Vol	**Span :** 1.800	**Uniformity:** 0.543	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 0.0724 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 84.535 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 174.838 um	

d(0.1): 44.477 um **d(0.5):** 157.516 um **d(0.9):** 328.083 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.35	120.226	7.19	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.45	138.038	8.00	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.56	158.489	8.45	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	0.69	181.970	8.47	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	0.83	208.930	8.04	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	0.97	239.883	7.20	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	26.303	1.10	275.423	6.07	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.03	30.200	1.22	316.228	4.79	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.06	34.674	1.34	363.078	3.50	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.08	39.811	1.49	416.869	2.24	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.09	45.709	1.71	478.630	0.84	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.11	52.481	2.04	549.541	0.03	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.13	60.256	2.53	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.15	69.183	3.21	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.18	79.433	4.09	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.22	91.201	5.11	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.28	104.713	6.19	1096.478	0.00		
0.105		1.096		11.482		120.226		1258.925			

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
graphene oxide 5.3% - Average

SOP Name:

Measured:
07 November 2018 14:48:45

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
07 November 2018 14:48:47

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Graphene oxide

Accessory Name:
Hydro 2000MU (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
1.330

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
11.23 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
1.008 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.1586 %Vol

Span :
1.862

Uniformity:
0.562

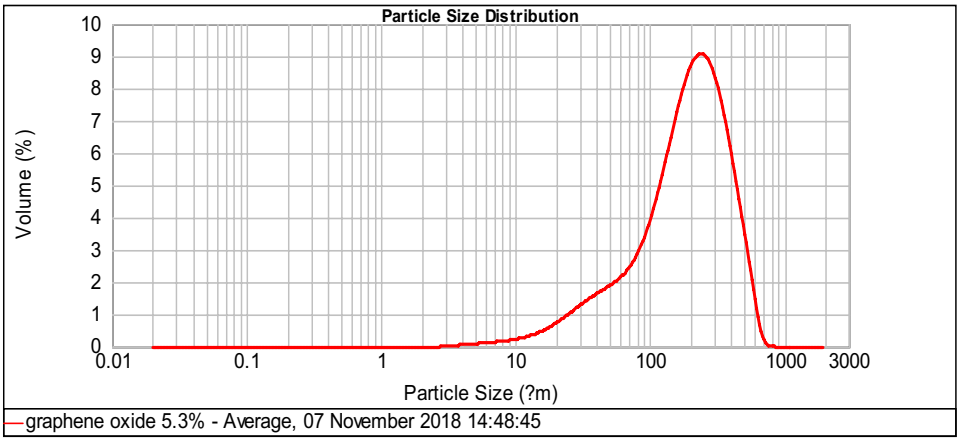
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.0641 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
95.445 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
212.313 um

d(0.1): 46.350 um **d(0.5):** 192.282 um **d(0.9):** 404.305 um



Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00
0.011	0.00
0.013	0.00
0.015	0.00
0.017	0.00
0.020	0.00
0.023	0.00
0.026	0.00
0.030	0.00
0.035	0.00
0.040	0.00
0.046	0.00
0.052	0.00
0.060	0.00
0.069	0.00
0.079	0.00
0.091	0.00
0.105	0.00

Size (?m)	Volume In %
0.105	0.00
0.120	0.00
0.138	0.00
0.158	0.00
0.182	0.00
0.209	0.00
0.240	0.00
0.275	0.00
0.316	0.00
0.363	0.00
0.417	0.00
0.479	0.00
0.550	0.00
0.631	0.00
0.724	0.00
0.832	0.00
0.955	0.00
1.096	0.00

Size (?m)	Volume In %
1.096	0.00
1.259	0.00
1.445	0.00
1.660	0.00
1.905	0.00
2.188	0.00
2.512	0.00
2.884	0.01
3.311	0.03
3.802	0.06
4.365	0.08
5.012	0.09
5.754	0.11
6.607	0.13
7.586	0.16
8.710	0.19
10.000	0.24
11.482	

Size (?m)	Volume In %
11.482	0.29
13.183	0.37
15.136	0.47
17.378	0.60
19.953	0.75
22.909	0.92
26.303	1.09
30.200	1.26
34.674	1.41
39.811	1.56
45.709	1.70
52.481	1.86
60.256	2.07
69.183	2.39
79.433	2.85
91.201	3.47
104.713	4.28
120.226	

Size (?m)	Volume In %
120.226	5.21
138.038	6.19
158.489	7.10
181.970	7.81
208.930	8.19
239.883	8.14
275.423	7.66
316.228	6.78
363.078	5.60
416.869	4.25
478.630	2.88
549.541	1.44
630.957	0.29
724.436	0.01
831.764	0.00
954.993	0.00
1096.478	0.00
1258.925	

Size (?m)	Volume In %
1258.925	0.00
1445.440	0.00
1659.587	0.00
1905.461	0.00
2187.762	0.00
2511.886	0.00
2884.032	0.00
3311.311	0.00
3801.894	0.00
4365.158	0.00
5011.872	0.00
5754.399	0.00
6606.934	0.00
7585.776	0.00
8709.636	0.00
10000.000	

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
graphene oxide 6% - Average

SOP Name:

Measured:
06 November 2018 14:32:08

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
06 November 2018 14:32:10

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Graphene oxide

Accessory Name:
Hydro 2000MU (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
1.330

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
12.34 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
1.814 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.1577 %Vol

Span :
1.921

Uniformity:
0.592

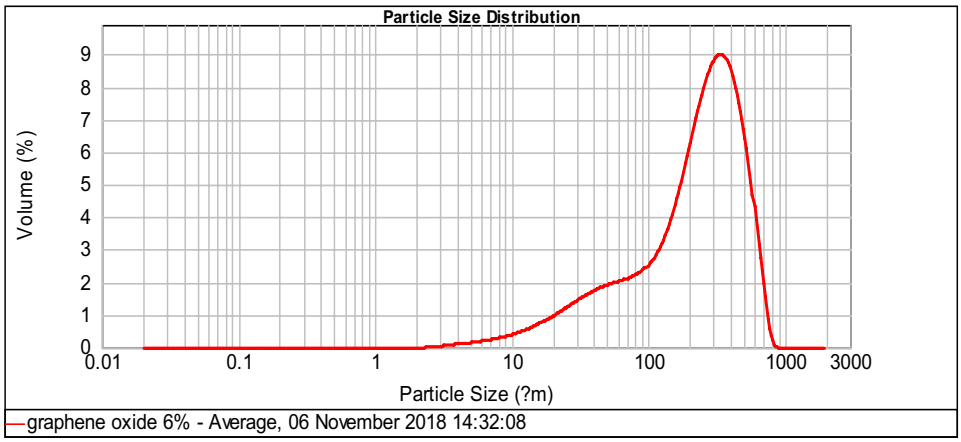
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.0714 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
85.624 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
258.910 um

d(0.1): 37.666 um **d(0.5):** 242.802 um **d(0.9):** 504.110 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.47	120.226	3.01	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.57	138.038	3.66	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.68	158.489	4.47	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	0.81	181.970	5.42	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	0.95	208.930	6.39	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	1.09	239.883	7.27	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.02	26.303	1.24	275.423	7.89	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.05	30.200	1.39	316.228	8.13	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.08	34.674	1.52	363.078	7.88	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.10	39.811	1.63	416.869	7.08	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.12	45.709	1.72	478.630	5.77	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.15	52.481	1.80	549.541	4.05	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.19	60.256	1.87	630.957	2.10	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.22	69.183	1.94	724.436	0.42	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.27	79.433	2.06	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.33	91.201	2.25	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.39	104.713	2.56	1096.478	0.00		
0.105	0.00	1.096	0.00	11.482		120.226		1258.925	0.00		

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
graphene oxide 7.2% - Average

SOP Name:

Measured:
07 November 2018 13:54:39

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
07 November 2018 13:54:41

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Portland Cement

Accessory Name:
Hydro 2000MU (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
1.718

Absorption:
0

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
11.85 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
0.511 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.0851 %Vol

Span :
2.238

Uniformity:
0.709

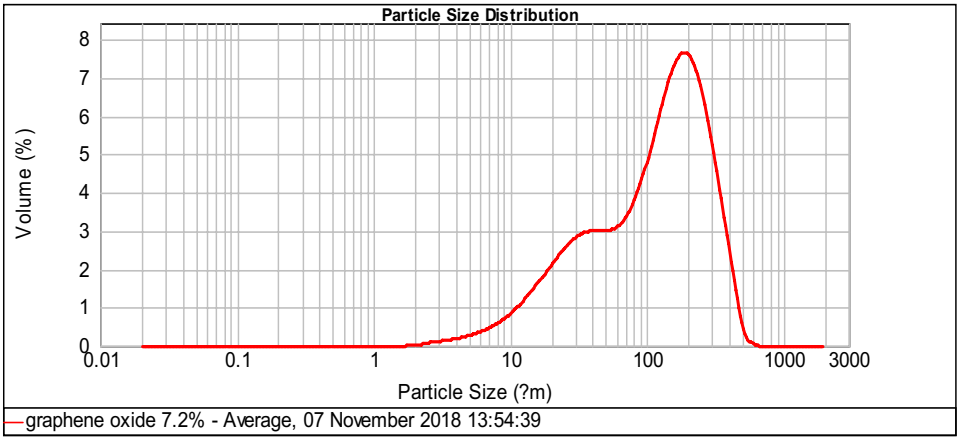
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.123 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
48.923 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
143.272 um

d(0.1): 20.683 um **d(0.5):** 124.558 um **d(0.9):** 299.444 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	1.03	120.226	5.73	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	1.26	138.038	6.39	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	1.51	158.489	6.82	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	1.78	181.970	6.90	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.02	19.953	2.05	208.930	6.58	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.05	22.909	2.29	239.883	5.88	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.09	26.303	2.49	275.423	4.90	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.11	30.200	2.62	316.228	3.76	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.14	34.674	2.69	363.078	2.59	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.18	39.811	2.71	416.869	1.41	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.22	45.709	2.71	478.630	0.37	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.28	52.481	2.75	549.541	0.06	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.34	60.256	2.87	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.43	69.183	3.15	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.54	79.433	3.60	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.67	91.201	4.22	954.993	0.00	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.84	104.713	4.97	1096.478	0.00		
0.105		1.096		11.482		120.226		1258.925	0.00		

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
graphene oxide 8% - Average

SOP Name:

Measured:
06 November 2018 15:13:54

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
06 November 2018 15:13:55

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Graphene oxide

Accessory Name:
Hydro 2000MU (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
1.330

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
12.07 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
1.664 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.1850 %Vol

Span :
1.840

Uniformity:
0.559

Result units:
Volume

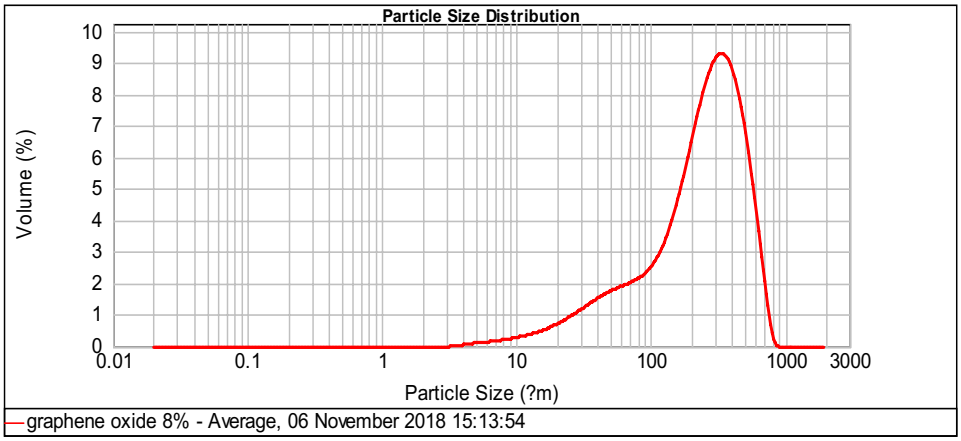
Specific Surface Area:
0.0595 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
102.873 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
266.847 um

---

d(0.1): 47.375 um **d(0.5):** 250.004 um **d(0.9):** 507.305 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.34	120.226	3.14	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.41	138.038	3.87	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.49	158.489	4.76	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	0.60	181.970	5.78	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	0.71	208.930	6.79	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	0.85	239.883	7.67	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	26.303	1.00	275.423	8.25	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.00	30.200	1.15	316.228	8.41	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.01	34.674	1.31	363.078	8.06	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.06	39.811	1.45	416.869	7.19	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.09	45.709	1.58	478.630	5.83	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.11	52.481	1.69	549.541	4.12	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.13	60.256	1.78	630.957	2.22	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.16	69.183	1.89	724.436	0.48	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.20	79.433	2.03	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.24	91.201	2.26	954.993	0.00	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.29	104.713	2.62	1096.478	0.00		
0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.29	120.226	2.62	1258.925	0.00		

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
graphene oxide 9% - Average

SOP Name:

Measured:
06 November 2018 15:26:51

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
06 November 2018 15:26:52

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Graphene oxide

Accessory Name:
Hydro 2000MU (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
1.330

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
12.67 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
1.920 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.1939 %Vol

Span :
1.878

Uniformity:
0.578

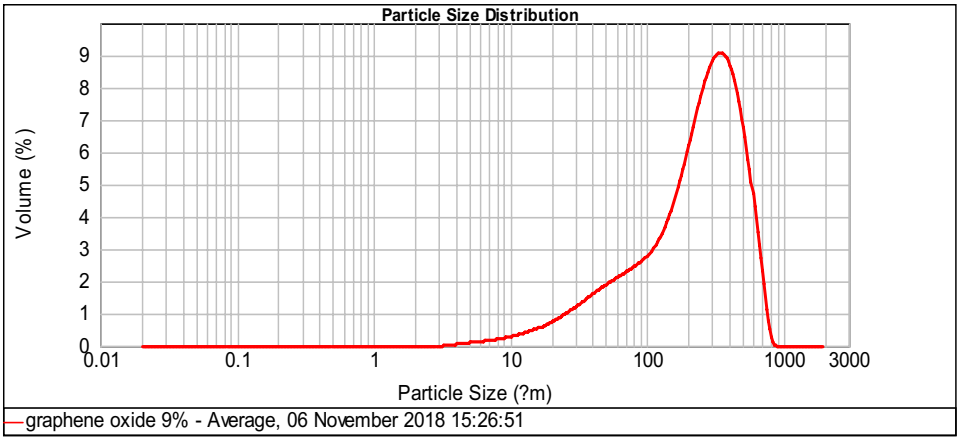
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.0598 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
102.298 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
267.825 um

d(0.1): 46.573 um **d(0.5):** 249.950 um **d(0.9):** 516.045 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.34	120.226	3.16	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.42	138.038	3.74	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.51	158.489	4.48	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	0.61	181.970	5.37	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	0.73	208.930	6.31	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	0.87	239.883	7.20	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	26.303	1.02	275.423	7.87	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.00	30.200	1.18	316.228	8.18	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.01	34.674	1.35	363.078	8.01	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.05	39.811	1.52	416.869	7.31	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.08	45.709	1.68	478.630	6.07	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.11	52.481	1.83	549.541	4.41	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.13	60.256	1.97	630.957	2.45	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.15	69.183	2.11	724.436	0.56	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.19	79.433	2.27	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.23	91.201	2.47	954.993	0.00	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.28	104.713	2.75	1096.478	0.00		
0.105	0.00	1.096	0.00	11.482		120.226		1258.925	0.00		

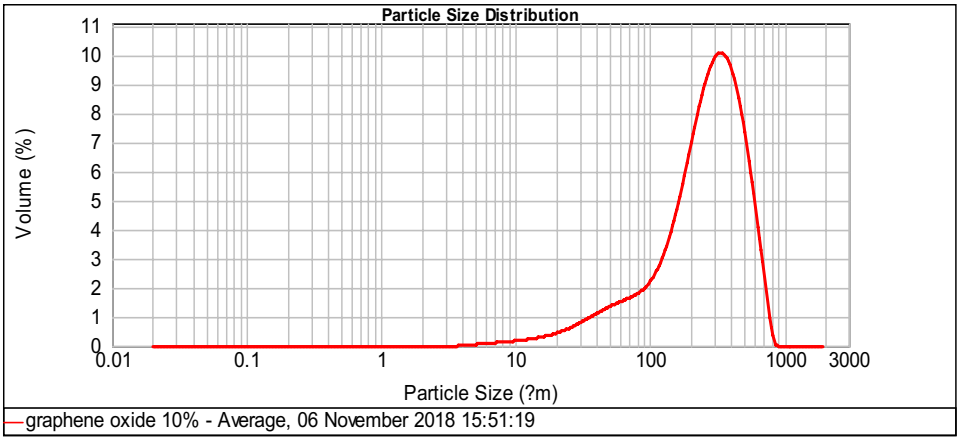
Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: graphene oxide 10% - Average	**SOP Name:**	**Measured:** 06 November 2018 15:51:19	
Sample Source & type:	**Measured by:** User	**Analysed:** 06 November 2018 15:51:21	
Sample bulk lot ref:	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Graphene oxide	**Accessory Name:** Hydro 2000MU (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Normal
Particle RI: 1.330	**Absorption:** 1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 11.19 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 1.457 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.2203 %Vol	**Span :** 1.686	**Uniformity:** 0.506	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 0.0463 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 132.031 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 286.873 um	

d(0.1): 67.467 um **d(0.5):** 269.991 um **d(0.9):** 522.553 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.20	120.226	3.00	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.24	138.038	3.86	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.29	158.489	4.90	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	0.36	181.970	6.09	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	0.44	208.930	7.26	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	0.54	239.883	8.27	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	26.303	0.66	275.423	8.93	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.00	30.200	0.80	316.228	9.11	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.00	34.674	0.94	363.078	8.73	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.01	39.811	1.08	416.869	7.77	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.04	45.709	1.22	478.630	6.34	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.06	52.481	1.33	549.541	4.54	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.09	60.256	1.43	630.957	2.63	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.10	69.183	1.55	724.436	0.71	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.12	79.433	1.71	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.15	91.201	1.97	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.17	104.713	2.38	1096.478	0.00		
0.105		1.096		11.482		120.226		1258.925			

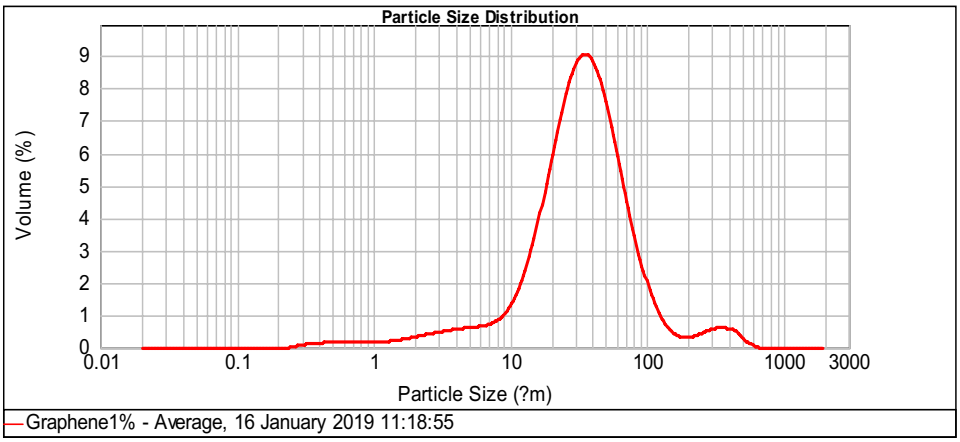
Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: Graphene1% - Average	**SOP Name:**	**Measured:** 16 January 2019 11:18:55	
Sample Source & type:	**Measured by:** User	**Analysed:** 16 January 2019 11:18:56	
Sample bulk lot ref:	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Carbon	**Accessory Name:** Hydro 2000SM (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Normal
Particle RI: 2.420	**Absorption:** 1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 11.46 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 0.623 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.0200 %Vol	**Span :** 2.110	**Uniformity:** 0.864	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 0.442 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 13.584 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 48.949 um	

d(0.1): 11.371 um **d(0.5):** 33.888 um **d(0.9):** 82.882 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.16	11.482	1.90	120.226	0.79	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.18	13.183	2.66	138.038	0.47	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.22	15.136	3.60	158.489	0.32	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.26	17.378	4.69	181.970	0.28	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.30	19.953	5.81	208.930	0.33	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.35	22.909	6.84	239.883	0.41	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.01	2.512	0.40	26.303	7.64	275.423	0.50	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.07	2.884	0.44	30.200	8.10	316.228	0.55	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.10	3.311	0.48	34.674	8.14	363.078	0.53	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.12	3.802	0.52	39.811	7.76	416.869	0.47	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.14	4.365	0.55	45.709	7.03	478.630	0.24	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.15	5.012	0.57	52.481	6.03	549.541	0.07	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.15	5.754	0.60	60.256	4.91	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.15	6.607	0.66	69.183	3.80	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.15	7.586	0.77	79.433	2.79	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.15	8.710	0.98	91.201	1.94	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.15	10.000	1.35	104.713	1.27	1096.478	0.00		
0.105		1.096		11.482		120.226		1258.925	0.00		

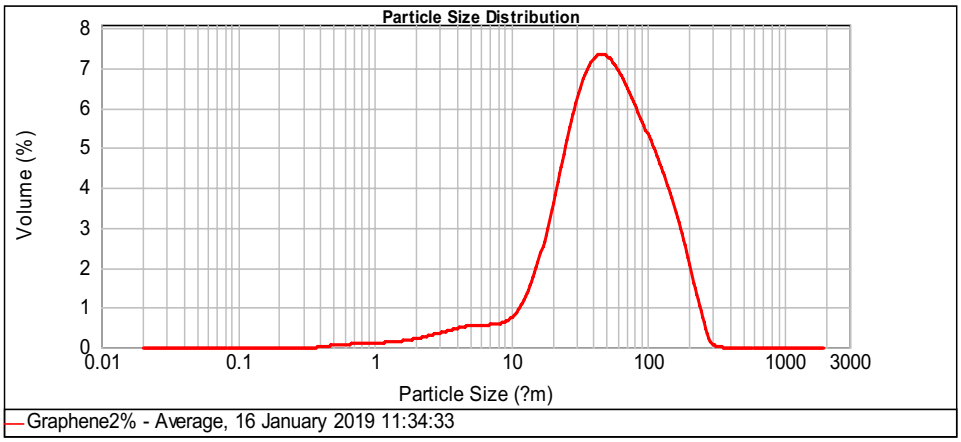
Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: Graphene2% - Average	**SOP Name:**	**Measured:** 16 January 2019 11:34:33	
Sample Source & type:	**Measured by:** User	**Analysed:** 16 January 2019 11:34:34	
Sample bulk lot ref:	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Carbon	**Accessory Name:** Hydro 2000SM (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Normal
Particle RI: 2.420	**Absorption:** 1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 11.11 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 3.418 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.0350 %Vol	**Span :** 2.491	**Uniformity:** 0.754	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 0.262 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 22.898 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 64.880 um	

d(0.1): 16.041 um **d(0.5):** 49.402 um **d(0.9):** 139.123 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.11	11.482	1.02	120.226	3.94	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.12	13.183	1.45	138.038	3.39	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.14	15.136	2.04	158.489	2.78	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.16	17.378	2.78	181.970	2.06	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.20	19.953	3.61	208.930	1.29	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.24	22.909	4.47	239.883	0.59	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.28	26.303	5.26	275.423	0.08	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.34	30.200	5.92	316.228	0.00	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.39	34.674	6.38	363.078	0.00	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.44	39.811	6.60	416.869	0.00	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.02	4.365	0.48	45.709	6.61	478.630	0.00	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.05	5.012	0.50	52.481	6.43	549.541	0.00	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.05	5.754	0.51	60.256	6.13	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.08	6.607	0.51	69.183	5.75	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.09	7.586	0.53	79.433	5.33	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.09	8.710	0.60	91.201	4.89	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.10	10.000	0.75	104.713	4.43	1096.478	0.00		
0.105	0.00	1.096		11.482		120.226		1258.925			

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
Graphene3% - Average

SOP Name:

Measured:
16 January 2019 11:45:17

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
16 January 2019 11:45:19

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Carbon

Accessory Name:
Hydro 2000SM (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
2.420

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
12.57 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
0.474 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.1012 %Vol

Span :
1.989

Uniformity:
0.608

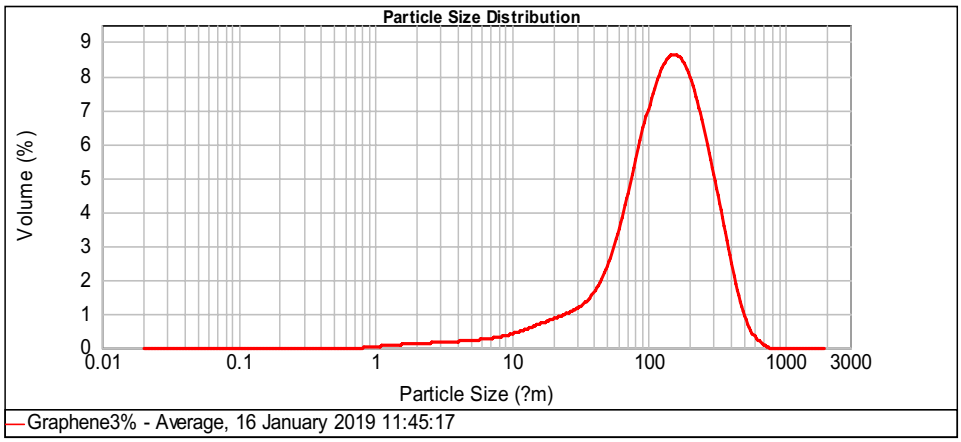
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.109 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
54.854 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
158.483 um

d(0.1): 37.679 um **d(0.5):** 136.137 um **d(0.9):** 308.465 um



Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.05	11.482	0.47	120.226	7.53	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.06	13.183	0.55	138.038	7.78	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.08	15.136	0.64	158.489	7.71	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.09	17.378	0.73	181.970	7.32	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.11	19.953	0.81	208.930	6.66	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.12	22.909	0.89	239.883	5.77	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.13	26.303	0.99	275.423	4.77	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.14	30.200	1.12	316.228	3.71	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.16	34.674	1.32	363.078	2.63	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.17	39.811	1.63	416.869	1.60	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.19	45.709	2.08	478.630	0.84	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.20	52.481	2.68	549.541	0.33	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.22	60.256	3.45	630.957	0.11	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.25	69.183	4.35	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.29	79.433	5.30	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.01	8.710	0.33	91.201	6.21	954.993	0.00	10000.000	
0.091	0.00	0.955	0.03	10.000	0.40	104.713	6.99	1096.478	0.00		
0.105		1.096		11.482		120.226		1258.925			

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
Graphene4%-1 - Average

SOP Name:

Measured:
16 January 2019 13:53:41

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
16 January 2019 13:53:42

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Carbon

Accessory Name:
Hydro 2000SM (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
2.420

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
12.72 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
0.307 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.1063 %Vol

Span :
2.484

Uniformity:
0.773

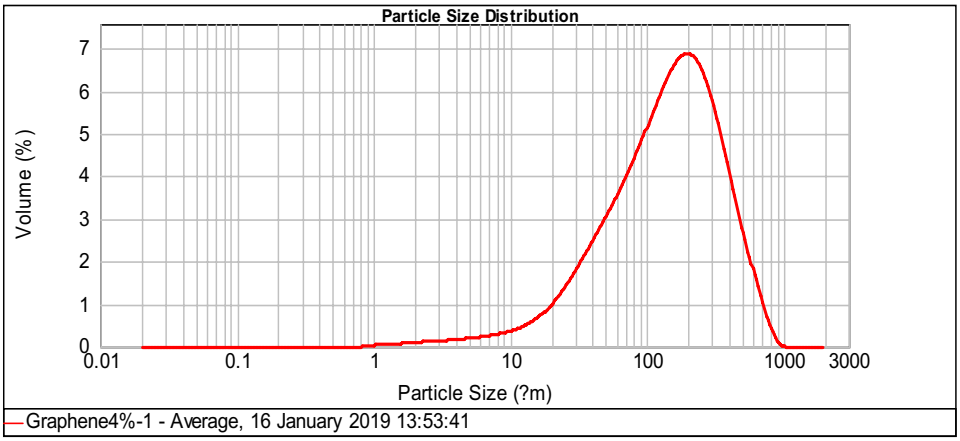
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.107 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
55.980 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
187.307 um

d(0.1): 32.976 um **d(0.5):** 147.782 um **d(0.9):** 400.060 um



Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00
0.011	0.00
0.013	0.00
0.015	0.00
0.017	0.00
0.020	0.00
0.023	0.00
0.026	0.00
0.030	0.00
0.035	0.00
0.040	0.00
0.046	0.00
0.052	0.00
0.060	0.00
0.069	0.00
0.079	0.00
0.091	0.00
0.105	0.00

Size (?m)	Volume In %
0.105	0.00
0.120	0.00
0.138	0.00
0.158	0.00
0.182	0.00
0.209	0.00
0.240	0.00
0.275	0.00
0.316	0.00
0.363	0.00
0.417	0.00
0.479	0.00
0.550	0.00
0.631	0.00
0.724	0.00
0.832	0.01
0.955	0.03
1.096	

Size (?m)	Volume In %
1.096	0.05
1.259	0.05
1.445	0.06
1.660	0.09
1.905	0.10
2.188	0.11
2.512	0.12
2.884	0.13
3.311	0.14
3.802	0.15
4.365	0.17
5.012	0.19
5.754	0.21
6.607	0.24
7.586	0.27
8.710	0.31
10.000	0.36
11.482	

Size (?m)	Volume In %
11.482	0.42
13.183	0.52
15.136	0.64
17.378	0.80
19.953	1.00
22.909	1.24
26.303	1.50
30.200	1.79
34.674	2.08
39.811	2.39
45.709	2.70
52.481	3.02
60.256	3.36
69.183	3.73
79.433	4.14
91.201	4.57
104.713	5.03
120.226	

Size (?m)	Volume In %
120.226	5.46
138.038	5.84
158.489	6.10
181.970	6.21
208.930	6.12
239.883	5.81
275.423	5.30
316.228	4.64
363.078	3.89
416.869	3.12
478.630	2.39
549.541	1.71
630.957	1.06
724.436	0.51
831.764	0.13
954.993	0.00
1096.478	0.00
1258.925	

Size (?m)	Volume In %
1258.925	0.00
1445.440	0.00
1659.587	0.00
1905.461	0.00
2187.762	0.00
2511.886	0.00
2884.032	0.00
3311.311	0.00
3801.894	0.00
4365.158	0.00
5011.872	0.00
5754.399	0.00
6606.934	0.00
7585.776	0.00
8709.636	0.00
10000.000	

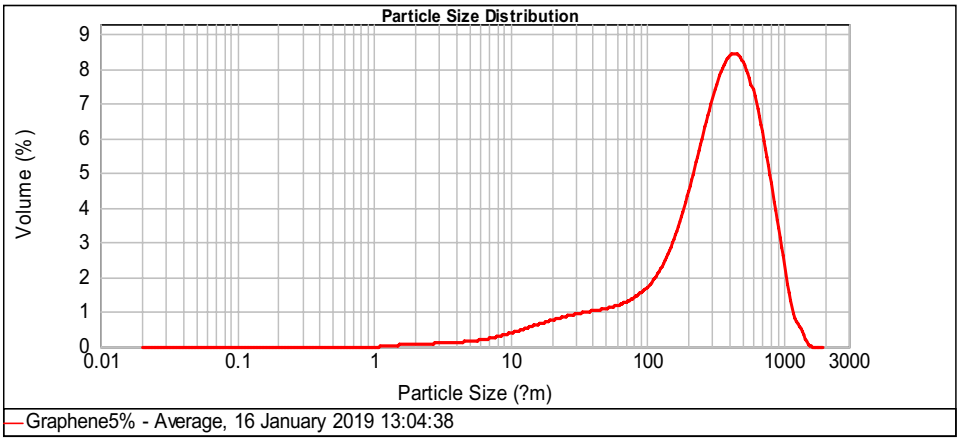
Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: Graphene5% - Average	**SOP Name:**	**Measured:** 16 January 2019 13:04:38	
Sample Source & type:	**Measured by:** User	**Analysed:** 16 January 2019 13:04:40	
Sample bulk lot ref:	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Carbon	**Accessory Name:** Hydro 2000SM (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Normal
Particle RI: 2.420	**Absorption:** 1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 12.28 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 0.335 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.1522 %Vol	**Span :** 2.074	**Uniformity:** 0.628	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 0.0696 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 86.192 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 378.014 um	

d(0.1): 48.540 um **d(0.5):** 337.890 um **d(0.9):** 749.383 um



Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00
0.011	0.00
0.013	0.00
0.015	0.00
0.017	0.00
0.020	0.00
0.023	0.00
0.026	0.00
0.030	0.00
0.035	0.00
0.040	0.00
0.046	0.00
0.052	0.00
0.060	0.00
0.069	0.00
0.079	0.00
0.091	0.00
0.105	0.00

Size (?m)	Volume In %
0.105	0.00
0.120	0.00
0.138	0.00
0.158	0.00
0.182	0.00
0.209	0.00
0.240	0.00
0.275	0.00
0.316	0.00
0.363	0.00
0.417	0.00
0.479	0.00
0.550	0.00
0.631	0.00
0.724	0.00
0.832	0.00
0.955	0.00
1.096	0.00

Size (?m)	Volume In %
1.096	0.00
1.259	0.02
1.445	0.05
1.660	0.07
1.905	0.07
2.188	0.08
2.512	0.08
2.884	0.09
3.311	0.10
3.802	0.11
4.365	0.13
5.012	0.15
5.754	0.18
6.607	0.22
7.586	0.26
8.710	0.32
10.000	0.38
11.482	

Size (?m)	Volume In %
11.482	0.44
13.183	0.52
15.136	0.59
17.378	0.66
19.953	0.72
22.909	0.78
26.303	0.83
30.200	0.87
34.674	0.91
39.811	0.95
45.709	0.99
52.481	1.04
60.256	1.10
69.183	1.20
79.433	1.33
91.201	1.51
104.713	1.77
120.226	

Size (?m)	Volume In %
120.226	2.11
138.038	2.58
158.489	3.16
181.970	3.87
208.930	4.66
239.883	5.51
275.423	6.32
316.228	7.01
363.078	7.48
416.869	7.62
478.630	7.39
549.541	6.76
630.957	5.79
724.436	4.59
831.764	3.31
954.993	2.01
1096.478	0.87
1258.925	

Size (?m)	Volume In %
1258.925	0.45
1445.440	0.02
1659.587	0.00
1905.461	0.00
2187.762	0.00
2511.886	0.00
2884.032	0.00
3311.311	0.00
3801.894	0.00
4365.158	0.00
5011.872	0.00
5754.399	0.00
6606.934	0.00
7585.776	0.00
8709.636	0.00
10000.000	

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
Graphene6% - Average

SOP Name:

Measured:
16 January 2019 13:16:11

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
16 January 2019 13:16:12

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Carbon

Accessory Name:
Hydro 2000SM (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
2.420

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
12.84 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
0.521 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.1465 %Vol

Span :
2.477

Uniformity:
0.77

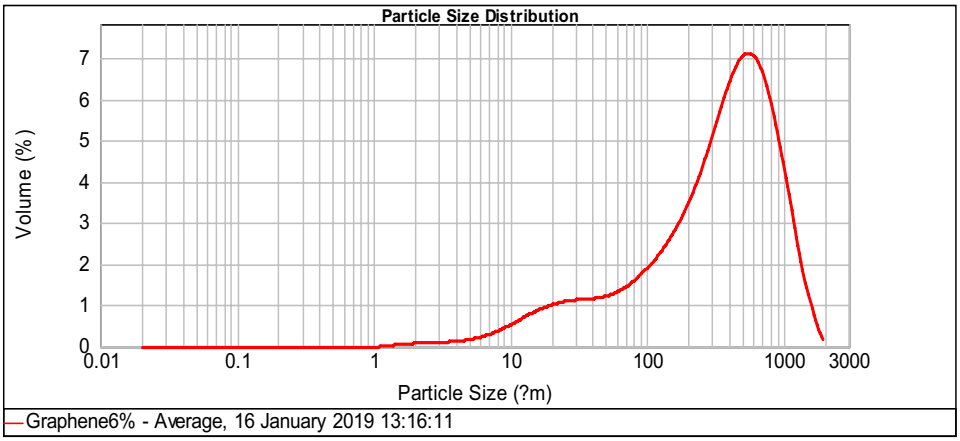
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.0781 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
76.816 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
442.973 um

d(0.1): 35.462 um **d(0.5):** 370.461 um **d(0.9):** 952.928 um



Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00
0.011	0.00
0.013	0.00
0.015	0.00
0.017	0.00
0.020	0.00
0.023	0.00
0.026	0.00
0.030	0.00
0.035	0.00
0.040	0.00
0.046	0.00
0.052	0.00
0.060	0.00
0.069	0.00
0.079	0.00
0.091	0.00
0.105	0.00

Size (?m)	Volume In %
0.105	0.00
0.120	0.00
0.138	0.00
0.158	0.00
0.182	0.00
0.209	0.00
0.240	0.00
0.275	0.00
0.316	0.00
0.363	0.00
0.417	0.00
0.479	0.00
0.550	0.00
0.631	0.00
0.724	0.00
0.832	0.00
0.955	0.00
1.096	0.00

Size (?m)	Volume In %
1.096	0.00
1.259	0.03
1.445	0.05
1.660	0.05
1.905	0.08
2.188	0.08
2.512	0.09
2.884	0.10
3.311	0.11
3.802	0.12
4.365	0.14
5.012	0.17
5.754	0.22
6.607	0.27
7.586	0.35
8.710	0.43
10.000	0.52
11.482	

Size (?m)	Volume In %
11.482	0.62
13.183	0.72
15.136	0.81
17.378	0.88
19.953	0.94
22.909	0.99
26.303	1.02
30.200	1.03
34.674	1.05
39.811	1.06
45.709	1.10
52.481	1.15
60.256	1.24
69.183	1.35
79.433	1.50
91.201	1.68
104.713	1.89
120.226	

Size (?m)	Volume In %
120.226	2.13
138.038	2.40
158.489	2.70
181.970	3.06
208.930	3.48
239.883	3.97
275.423	4.52
316.228	5.10
363.078	5.65
416.869	6.11
478.630	6.38
549.541	6.39
630.957	6.10
724.436	5.51
831.764	4.71
954.993	3.78
1096.478	2.80
1258.925	

Size (?m)	Volume In %
1258.925	1.77
1445.440	1.06
1659.587	0.44
1905.461	0.07
2187.762	0.00
2511.886	0.00
2884.032	0.00
3311.311	0.00
3801.894	0.00
4365.158	0.00
5011.872	0.00
5754.399	0.00
6606.934	0.00
7585.776	0.00
8709.636	0.00
10000.000	

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
Graphene7% - Average

SOP Name:

Measured:
16 January 2019 13:27:52

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
16 January 2019 13:27:54

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Carbon

Accessory Name:
Hydro 2000SM (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
2.420

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
13.08 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
0.669 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.1784 %Vol

Span :
2.405

Uniformity:
0.746

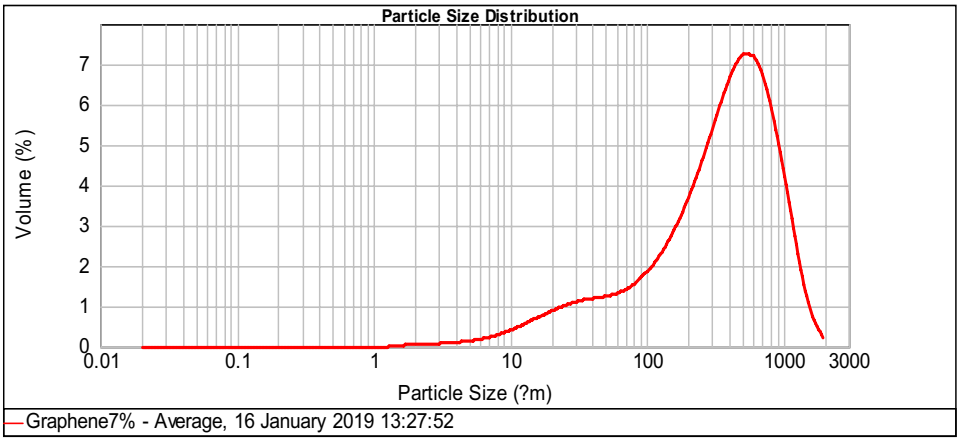
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.066 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
90.862 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
443.153 um

d(0.1): 42.692 um **d(0.5):** 372.266 um **d(0.9):** 938.167 um



Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00
0.011	0.00
0.013	0.00
0.015	0.00
0.017	0.00
0.020	0.00
0.023	0.00
0.026	0.00
0.030	0.00
0.035	0.00
0.040	0.00
0.046	0.00
0.052	0.00
0.060	0.00
0.069	0.00
0.079	0.00
0.091	0.00
0.105	0.00

Size (?m)	Volume In %
0.105	0.00
0.120	0.00
0.138	0.00
0.158	0.00
0.182	0.00
0.209	0.00
0.240	0.00
0.275	0.00
0.316	0.00
0.363	0.00
0.417	0.00
0.479	0.00
0.550	0.00
0.631	0.00
0.724	0.00
0.832	0.00
0.955	0.00
1.096	0.00

Size (?m)	Volume In %
1.096	0.00
1.259	0.00
1.445	0.02
1.660	0.04
1.905	0.05
2.188	0.05
2.512	0.06
2.884	0.08
3.311	0.09
3.802	0.10
4.365	0.12
5.012	0.14
5.754	0.17
6.607	0.21
7.586	0.27
8.710	0.33
10.000	0.40
11.482	

Size (?m)	Volume In %
11.482	0.49
13.183	0.58
15.136	0.67
17.378	0.76
19.953	0.84
22.909	0.92
26.303	0.98
30.200	1.03
34.674	1.06
39.811	1.09
45.709	1.12
52.481	1.16
60.256	1.22
69.183	1.32
79.433	1.45
91.201	1.64
104.713	1.86
120.226	

Size (?m)	Volume In %
120.226	2.14
138.038	2.46
158.489	2.82
181.970	3.24
208.930	3.70
239.883	4.22
275.423	4.76
316.228	5.33
363.078	5.86
416.869	6.28
478.630	6.52
549.541	6.50
630.957	6.17
724.436	5.55
831.764	4.69
954.993	3.71
1096.478	2.68
1258.925	

Size (?m)	Volume In %
1258.925	1.66
1445.440	0.89
1659.587	0.42
1905.461	0.10
2187.762	0.00
2511.886	0.00
2884.032	0.00
3311.311	0.00
3801.894	0.00
4365.158	0.00
5011.872	0.00
5754.399	0.00
6606.934	0.00
7585.776	0.00
8709.636	0.00
10000.000	

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
Graphene8% - Average

SOP Name:

Measured:
16 January 2019 13:41:11

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
16 January 2019 13:41:12

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Carbon

Accessory Name:
Hydro 2000SM (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
2.420

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
13.68 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
0.919 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.0683 %Vol

Span :
6.218

Uniformity:
1.74

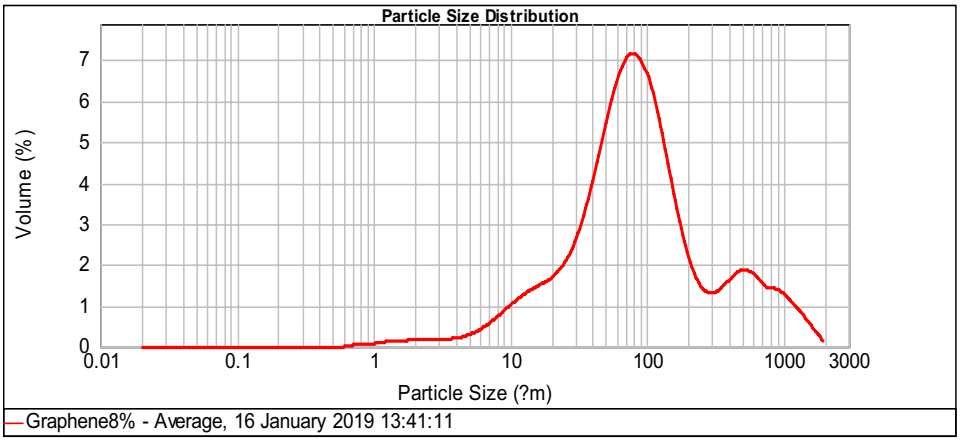
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.177 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
33.817 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
182.456 um

d(0.1): 18.427 um **d(0.5):** 80.741 um **d(0.9):** 520.514 um



Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00
0.011	0.00
0.013	0.00
0.015	0.00
0.017	0.00
0.020	0.00
0.023	0.00
0.026	0.00
0.030	0.00
0.035	0.00
0.040	0.00
0.046	0.00
0.052	0.00
0.060	0.00
0.069	0.00
0.079	0.00
0.091	0.00
0.105	0.00

Size (?m)	Volume In %
0.105	0.00
0.120	0.00
0.138	0.00
0.158	0.00
0.182	0.00
0.209	0.00
0.240	0.00
0.275	0.00
0.316	0.00
0.363	0.00
0.417	0.00
0.479	0.00
0.550	0.00
0.631	0.03
0.724	0.05
0.832	0.05
0.955	0.07
1.096	

Size (?m)	Volume In %
1.096	0.10
1.259	0.11
1.445	0.13
1.660	0.14
1.905	0.15
2.188	0.16
2.512	0.16
2.884	0.16
3.311	0.17
3.802	0.20
4.365	0.24
5.012	0.31
5.754	0.40
6.607	0.53
7.586	0.68
8.710	0.83
10.000	0.99
11.482	

Size (?m)	Volume In %
11.482	1.13
13.183	1.25
15.136	1.35
17.378	1.46
19.953	1.61
22.909	1.83
26.303	2.17
30.200	2.65
34.674	3.27
39.811	4.01
45.709	4.79
52.481	5.53
60.256	6.10
69.183	6.43
79.433	6.43
91.201	6.11
104.713	5.48
120.226	

Size (?m)	Volume In %
120.226	4.66
138.038	3.74
158.489	2.86
181.970	2.12
208.930	1.59
239.883	1.28
275.423	1.18
316.228	1.26
363.078	1.43
416.869	1.61
478.630	1.70
549.541	1.63
630.957	1.44
724.436	1.30
831.764	1.27
954.993	1.14
1096.478	0.96
1258.925	

Size (?m)	Volume In %
1258.925	0.74
1445.440	0.52
1659.587	0.28
1905.461	0.06
2187.762	0.00
2511.886	0.00
2884.032	0.00
3311.311	0.00
3801.894	0.00
4365.158	0.00
5011.872	0.00
5754.399	0.00
6606.934	0.00
7585.776	0.00
8709.636	0.00
10000.000	

Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name:
Graphene7% - Average

SOP Name:

Measured:
16 January 2019 13:27:52

Sample Source & type:

Measured by:
User

Analysed:
16 January 2019 13:27:54

Sample bulk lot ref:

Result Source:
Averaged

Particle Name:
Carbon

Accessory Name:
Hydro 2000SM (A)

Analysis model:
General purpose

Sensitivity:
Normal

Particle RI:
2.420

Absorption:
1

Size range:
0.020 to 2000.000 um

Obscuration:
13.08 %

Dispersant Name:
Water

Dispersant RI:
1.330

Weighted Residual:
0.669 %

Result Emulation:
Off

Concentration:
0.1784 %Vol

Span :
2.405

Uniformity:
0.746

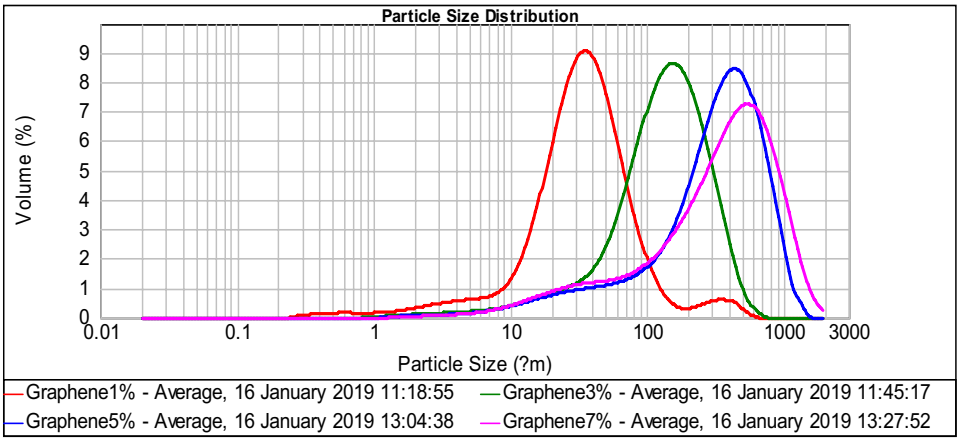
Result units:
Volume

Specific Surface Area:
0.066 m²/g

Surface Weighted Mean D[3,2]:
90.862 um

Vol. Weighted Mean D[4,3]:
443.153 um

d(0.1): 42.692 um **d(0.5):** 372.266 um **d(0.9):** 938.167 um



Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00
0.011	0.00
0.013	0.00
0.015	0.00
0.017	0.00
0.020	0.00
0.023	0.00
0.026	0.00
0.030	0.00
0.035	0.00
0.040	0.00
0.046	0.00
0.052	0.00
0.060	0.00
0.069	0.00
0.079	0.00
0.091	0.00
0.105	0.00

Size (?m)	Volume In %
0.105	0.00
0.120	0.00
0.138	0.00
0.158	0.00
0.182	0.00
0.209	0.00
0.240	0.00
0.275	0.00
0.316	0.00
0.363	0.00
0.417	0.00
0.479	0.00
0.550	0.00
0.631	0.00
0.724	0.00
0.832	0.00
0.955	0.00
1.096	0.00

Size (?m)	Volume In %
1.096	0.00
1.259	0.00
1.445	0.02
1.660	0.04
1.905	0.05
2.188	0.05
2.512	0.06
2.884	0.08
3.311	0.09
3.802	0.10
4.365	0.12
5.012	0.14
5.754	0.17
6.607	0.21
7.586	0.27
8.710	0.33
10.000	0.40
11.482	

Size (?m)	Volume In %
11.482	0.49
13.183	0.58
15.136	0.67
17.378	0.76
19.953	0.84
22.909	0.92
26.303	0.98
30.200	1.03
34.674	1.06
39.811	1.09
45.709	1.12
52.481	1.16
60.256	1.22
69.183	1.32
79.433	1.45
91.201	1.64
104.713	1.86
120.226	

Size (?m)	Volume In %
120.226	2.14
138.038	2.46
158.489	2.82
181.970	3.24
208.930	3.70
239.883	4.22
275.423	4.76
316.228	5.33
363.078	5.86
416.869	6.28
478.630	6.52
549.541	6.50
630.957	6.17
724.436	5.55
831.764	4.69
954.993	3.71
1096.478	2.68
1258.925	

Size (?m)	Volume In %
1258.925	1.66
1445.440	0.89
1659.587	0.42
1905.461	0.10
2187.762	0.00
2511.886	0.00
2884.032	0.00
3311.311	0.00
3801.894	0.00
4365.158	0.00
5011.872	0.00
5754.399	0.00
6606.934	0.00
7585.776	0.00
8709.636	0.00
10000.000	

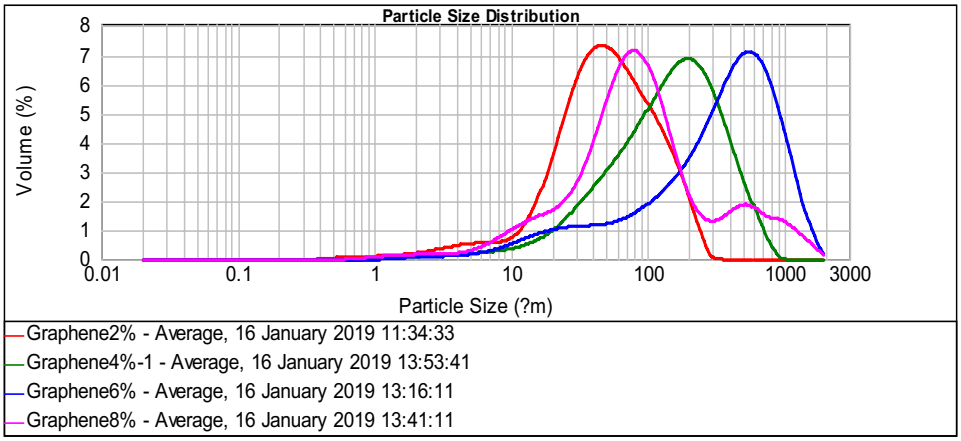
Operator notes:

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: Graphene8% - Average	**SOP Name:**	**Measured:** 16 January 2019 13:41:11	
Sample Source & type:	**Measured by:** User	**Analysed:** 16 January 2019 13:41:12	
Sample bulk lot ref:	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Carbon	**Accessory Name:** Hydro 2000SM (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Normal
Particle RI: 2.420	**Absorption:** 1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 13.68 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 0.919 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.0683 %Vol	**Span :** 6.218	**Uniformity:** 1.74	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 0.177 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 33.817 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 182.456 um	

d(0.1): 18.427 um **d(0.5):** 80.741 um **d(0.9):** 520.514 um



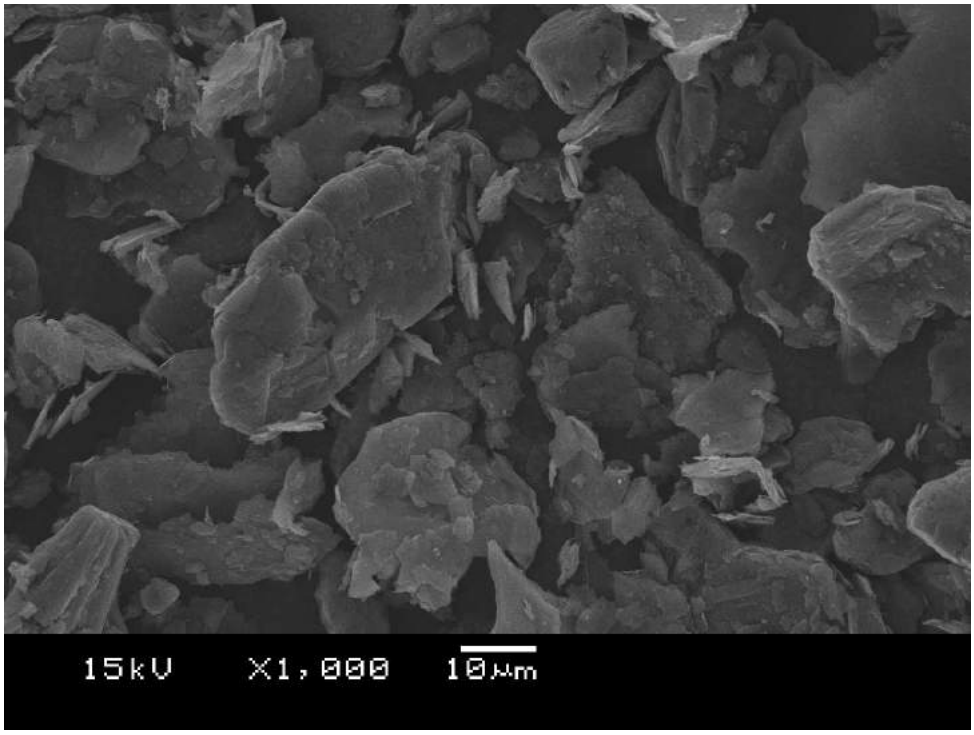
Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %	Size (?m)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.10	11.482	1.13	120.226	4.66	1258.925	0.74
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.11	13.183	1.25	138.038	3.74	1445.440	0.52
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.13	15.136	1.35	158.489	2.86	1659.587	0.28
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.14	17.378	1.46	181.970	2.12	1905.461	0.06
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.15	19.953	1.61	208.930	1.59	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.16	22.909	1.83	239.883	1.28	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.16	26.303	2.17	275.423	1.18	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.16	30.200	2.65	316.228	1.26	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.16	34.674	3.27	363.078	1.43	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.17	39.811	4.01	416.869	1.61	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.20	45.709	4.79	478.630	1.70	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.24	52.481	5.53	549.541	1.63	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.31	60.256	6.10	630.957	1.44	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.40	69.183	6.43	724.436	1.30	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.03	7.586	0.53	79.433	6.43	831.764	1.27	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.05	8.710	0.68	91.201	6.11	954.993	1.14	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	0.05	10.000	0.83	104.713	5.48	1096.478	0.96		
0.105	0.00	1.096	0.07	11.482	0.99	120.226		1258.925			

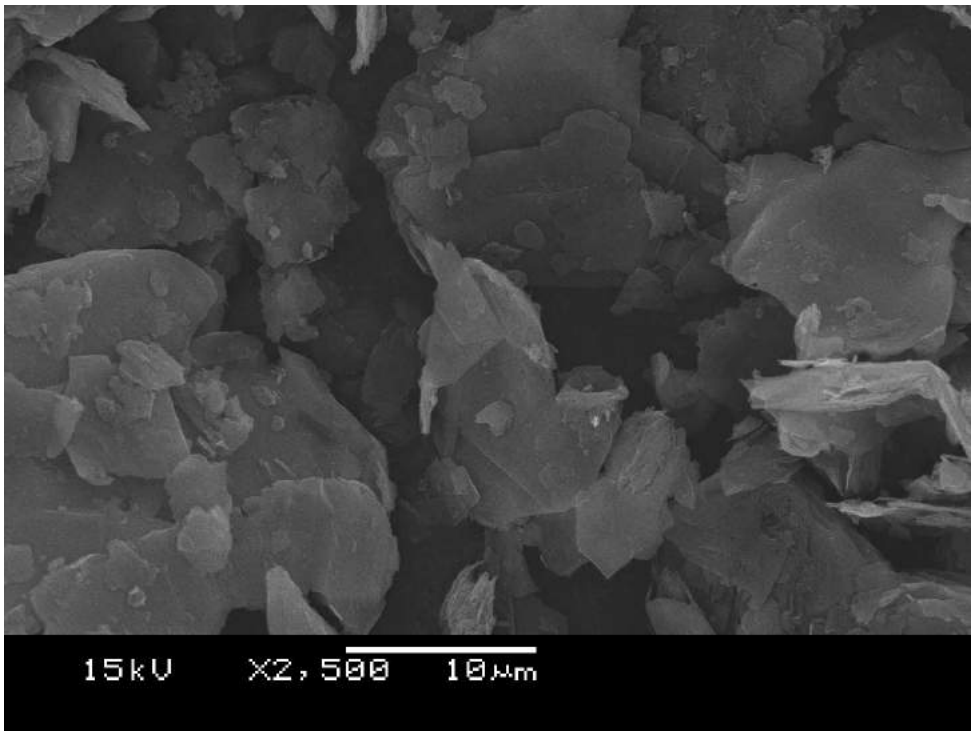
Operator notes:

ภาคผนวก ค

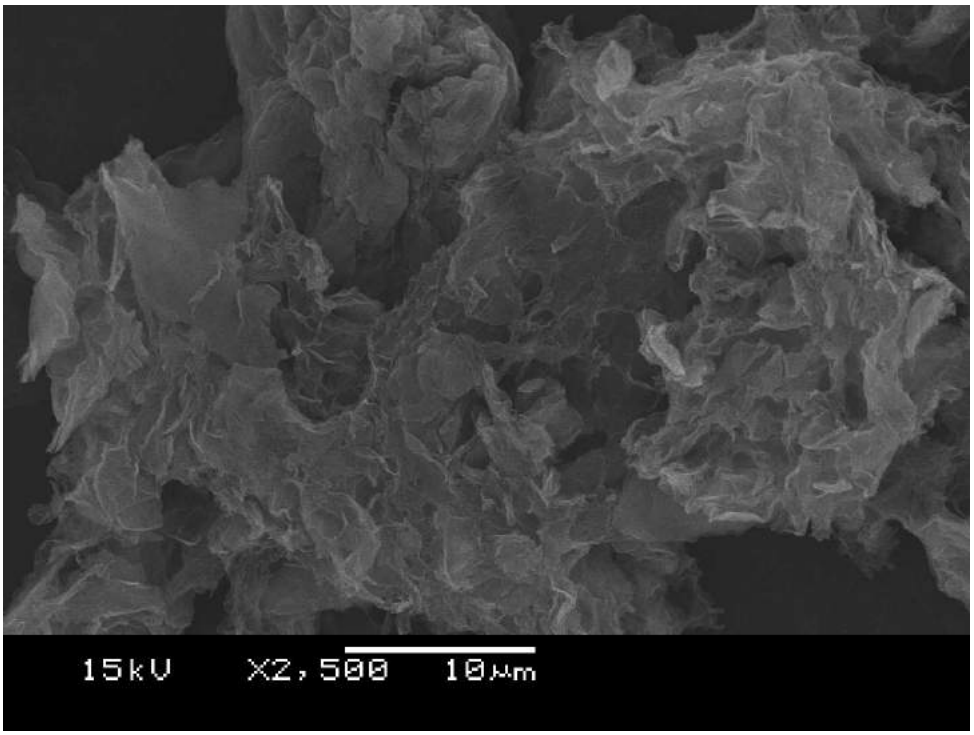
เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

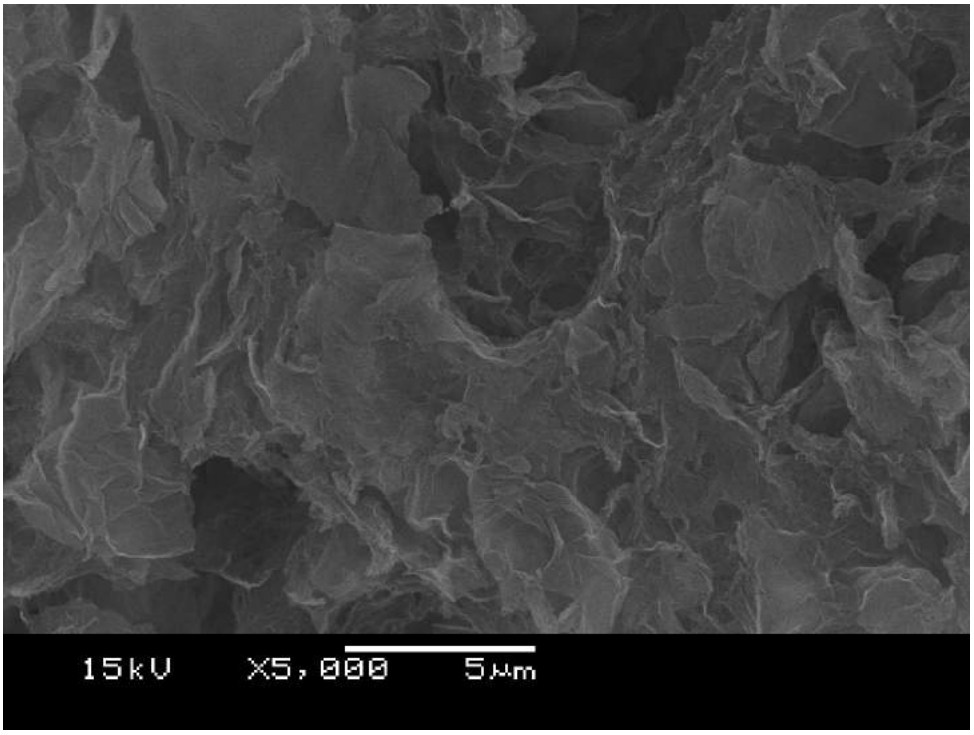
ภาคผนวก ค-1 : แกรไฟต์



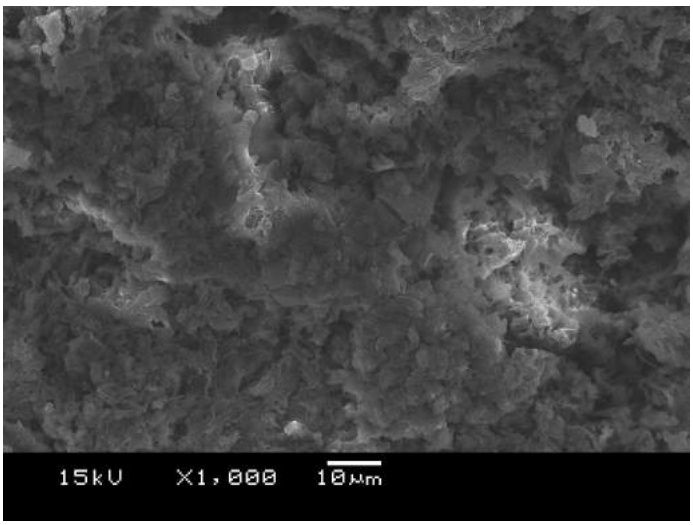


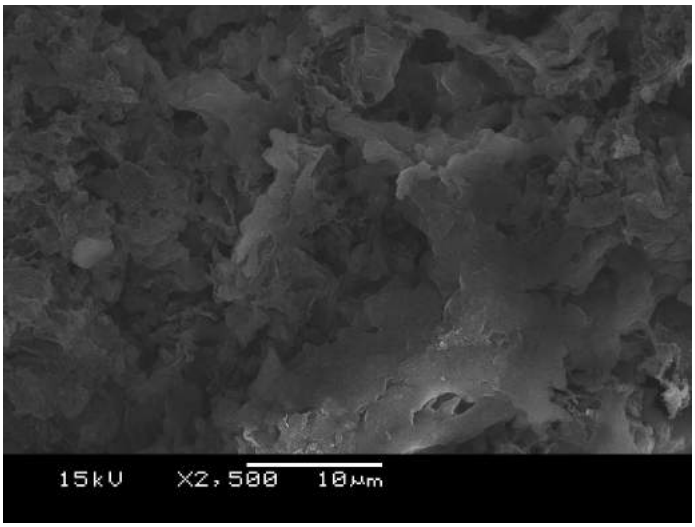
ภาคผนวก ค-2 : แกรฟีน

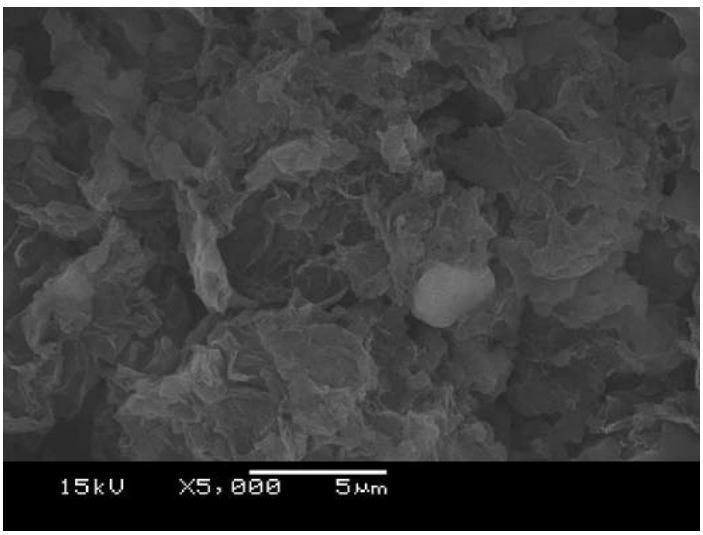




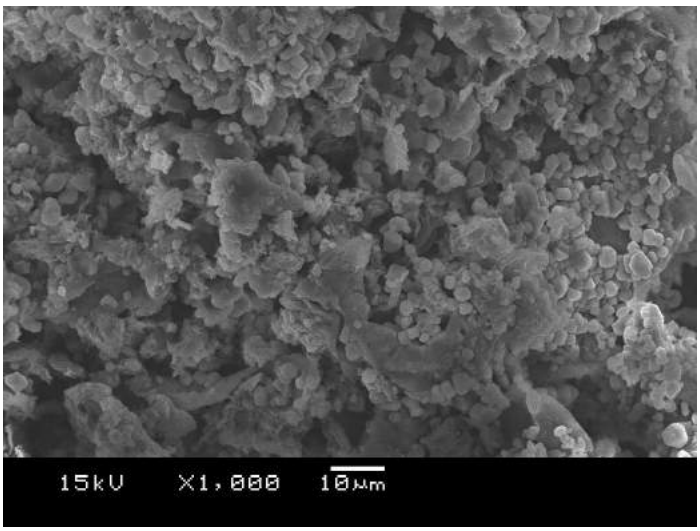
ภาคผนวก ค-3 : วัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเลกโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 2 %โดยน้ำหนัก

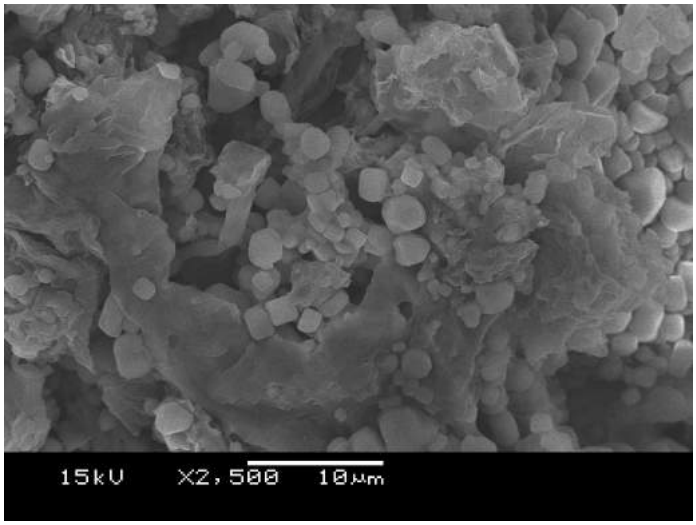


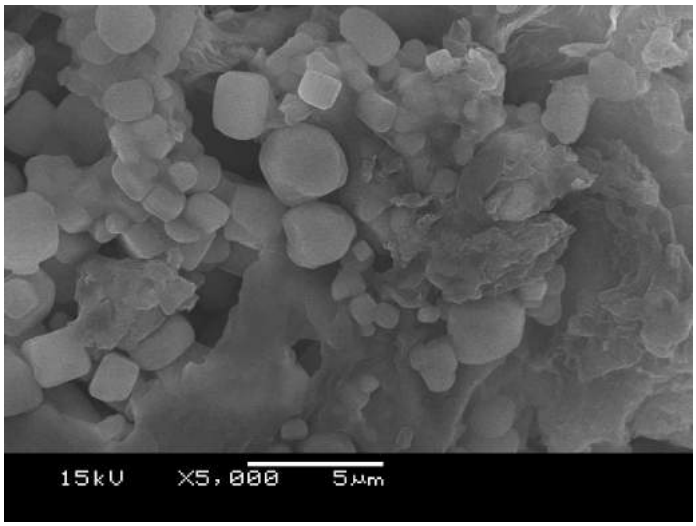




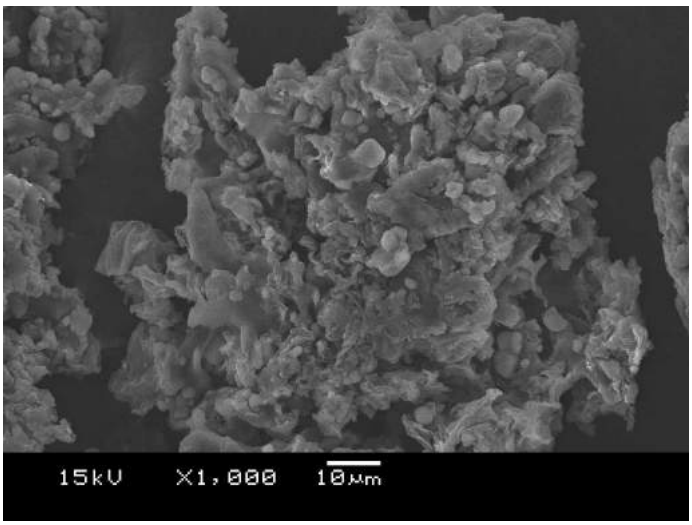
ภาคผนวก ค-4 : วัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเลกโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 4 %โดยน้ำหนัก

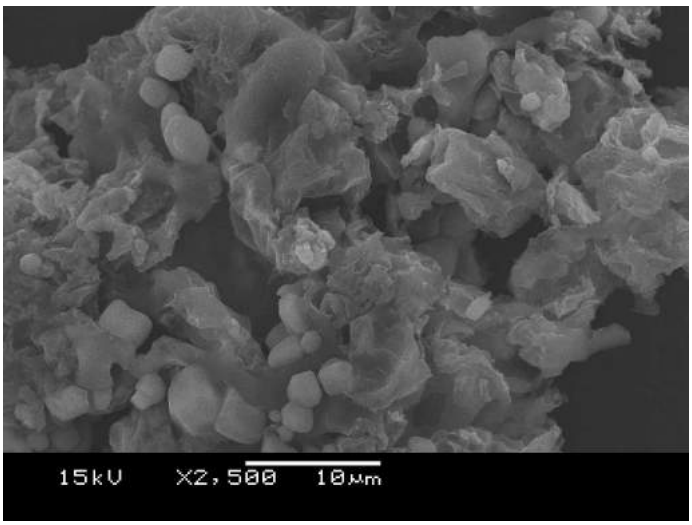


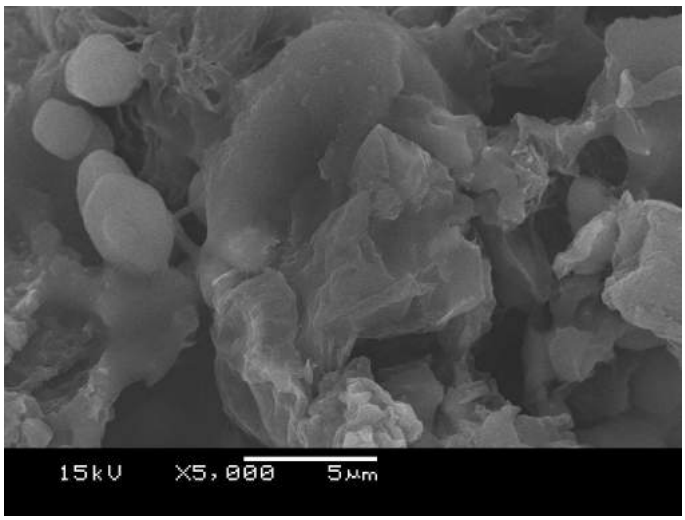




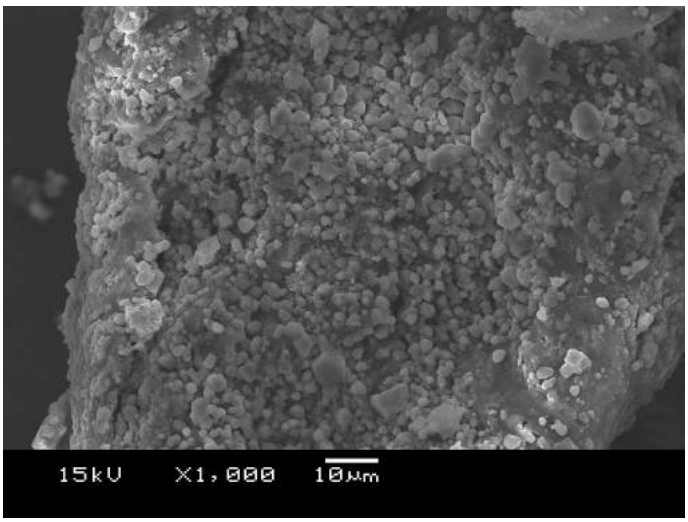
ภาคผนวก ค-5 : วัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเลกโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 6 %โดยน้ำหนัก

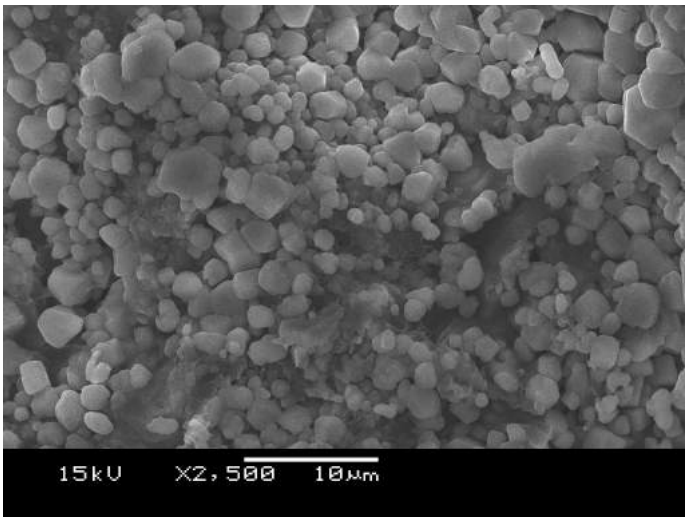


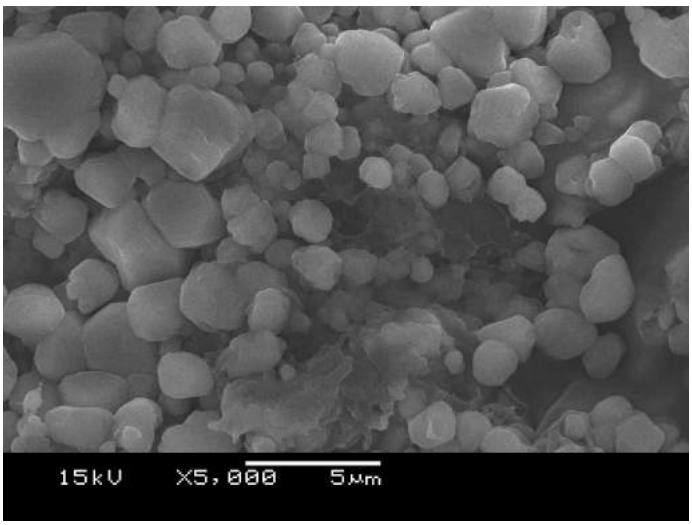




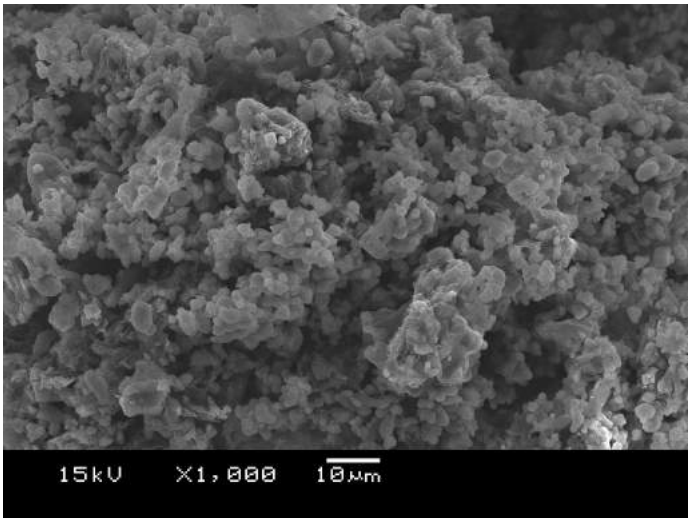
ภาคผนวก ค-6 : วัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเลกโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 8 %โดยน้ำหนัก

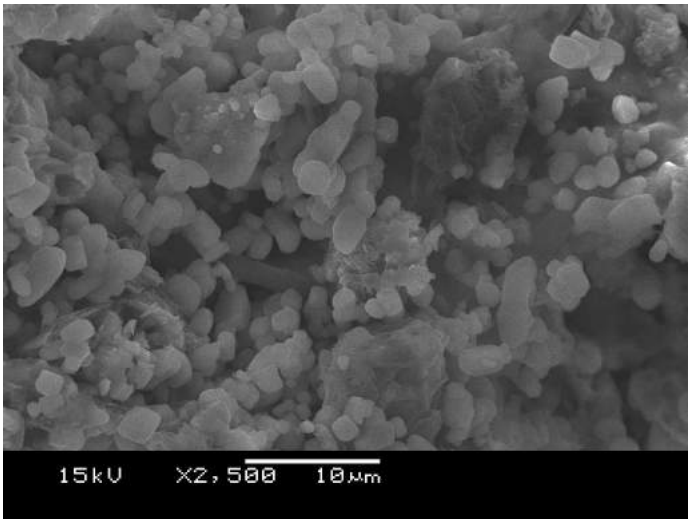


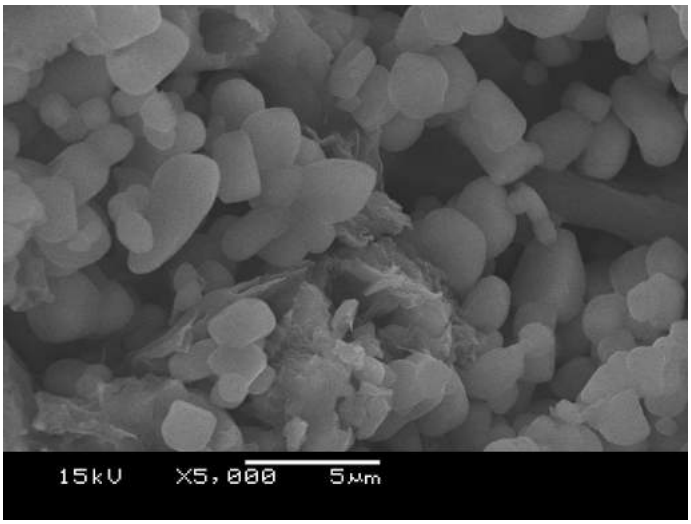




ภาคผนวก ค-7 : วัสดุเชิงประกอบแกรฟีน/สารประกอบพอลิอิเลกโทรไลต์ที่ความเข้มข้นเกลือ 10 %โดยน้ำหนัก





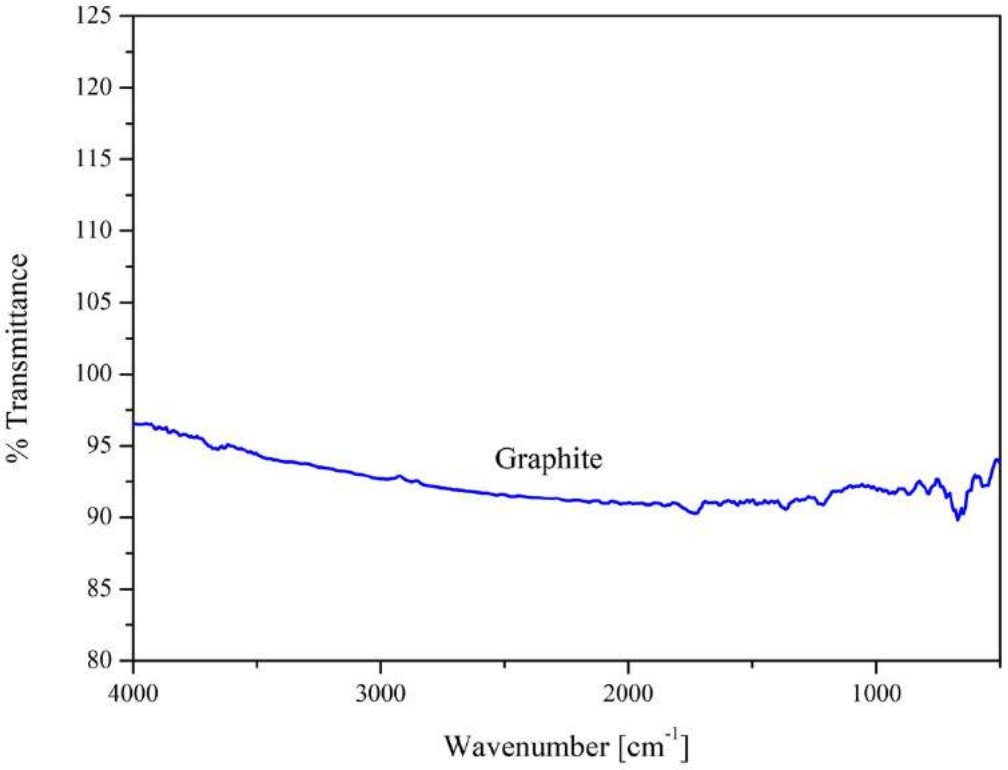


ภาคผนวก ง

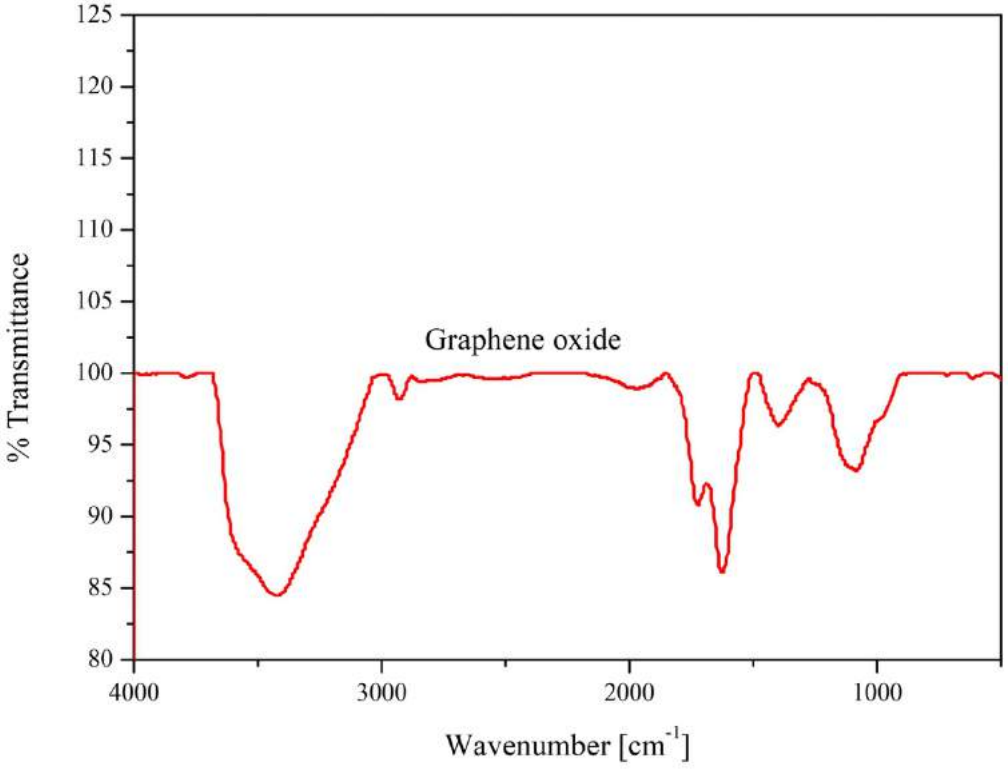
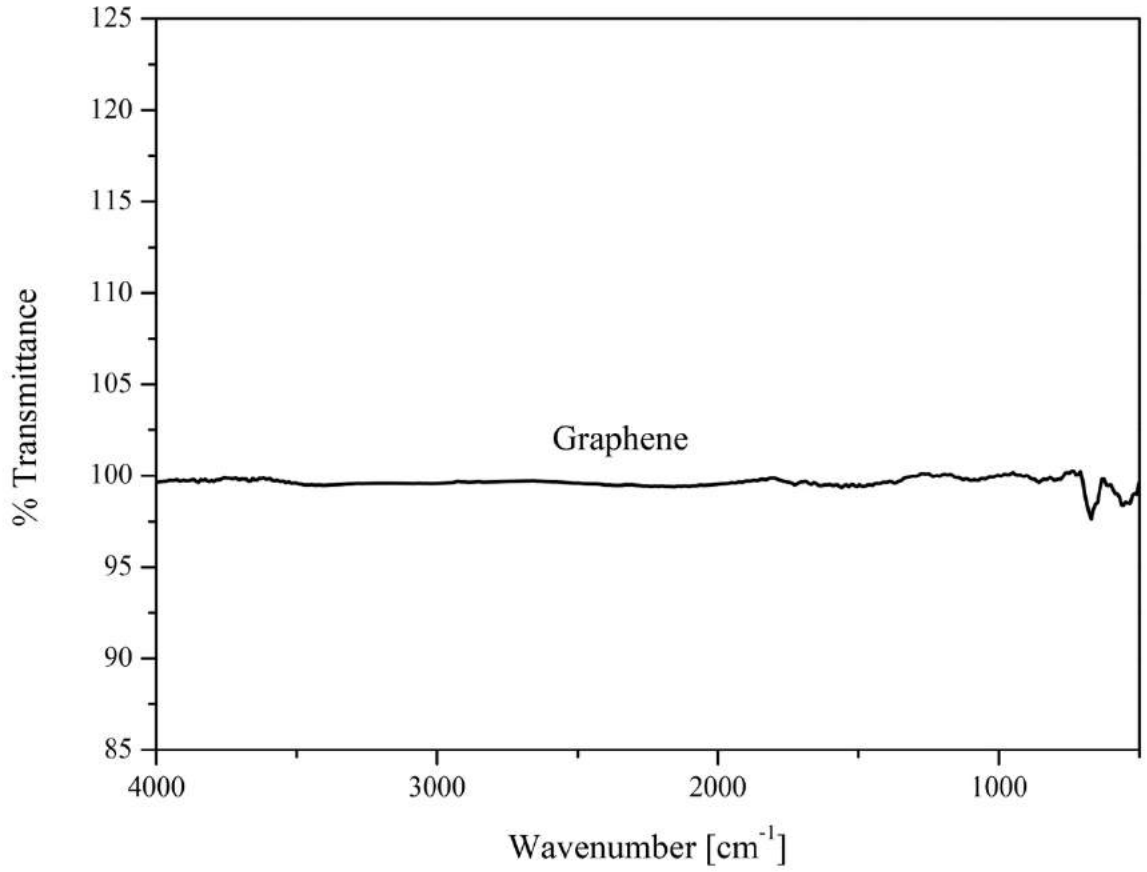
เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี

(Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

ภาคผนวก ง-1 : แกรไฟต์



ภาคผนวก ง-2 : แกรฟีนออกไซด์



ภาคผนวก ง-3 : แกรฟีน