



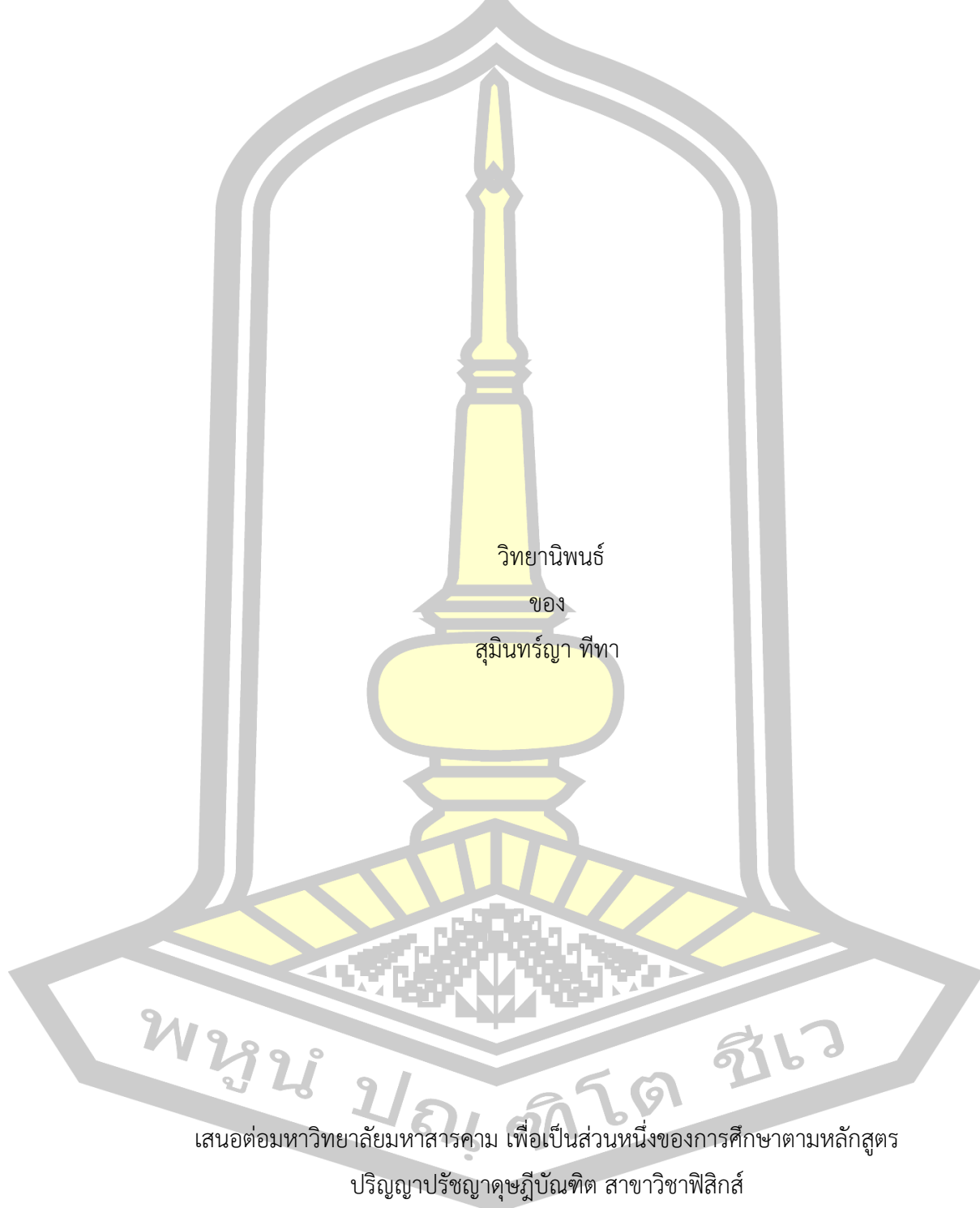
โครงสร้าง สมบัติทางเคมีไฟฟ้า และแม่เหล็ก ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบของคาร์บอน อินเดียม
ออกไซด์ และนิกเกิลออกไซด์

วิทยานิพนธ์
ของ
สุมินทร์ญา ทิทา

เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคาม เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์
สิงหาคม 2563

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

โครงสร้าง สมบัติทางเคมีไฟฟ้า และแม่เหล็ก ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบของคาร์บอน อินเดียม
ออกไซด์ และนิกเกิลออกไซด์



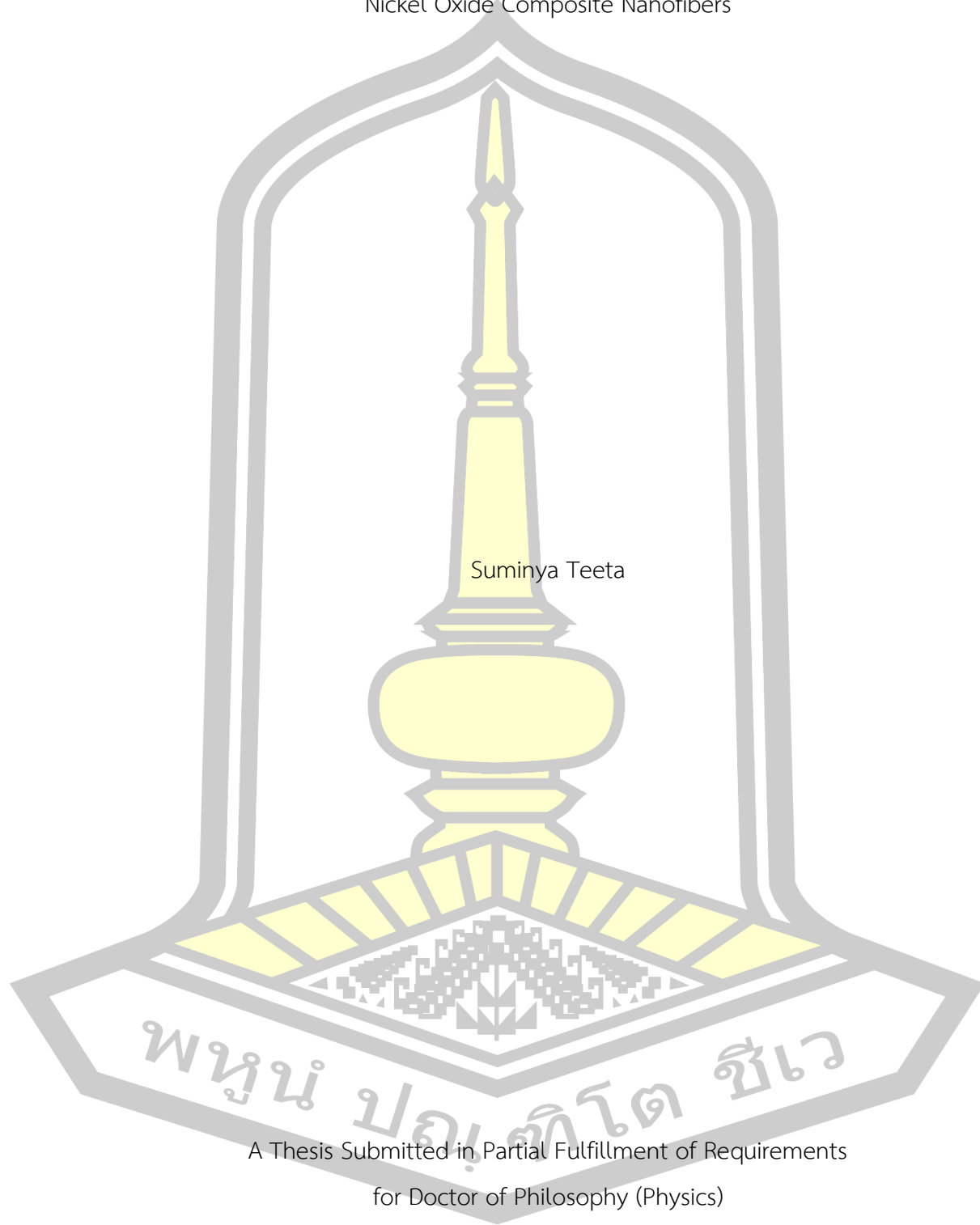
เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคาม เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

สิงหาคม 2563

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

Structural, Electrochemical and Magnetic Properties of Carbon/Indium Oxide and
Nickel Oxide Composite Nanofibers

Suminya Teeta



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of Requirements
for Doctor of Philosophy (Physics)

August 2020

Copyright of Mahasarakham University



คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณาวิทยานิพนธ์ของนางสาวสุมินทร์ญา ทิทา
แล้วเห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชา
ฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ

(อ. ดร. วิรัตน์ เจริญบุญ)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผศ. ดร. ขวัญฤทัย วงศาพรม)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

(รศ. ดร. รัชนิกร วันจันทิก)

.....กรรมการ

(ผศ. ดร. อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน)

.....กรรมการ

(ผศ. ดร. ปวีณา เหลากุล)

.....กรรมการ

(ผศ. ดร. เกษฎา จูริมาศ)

มหาวิทยาลัยขอนแก่นให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญา ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

.....
(ศ. ดร. ไพโรจน์ ประมวล)

คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

.....
(รศ. ดร. กริสน์ ชัยมูล)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ชื่อเรื่อง	โครงสร้าง สมบัติทางเคมีไฟฟ้า และแม่เหล็ก ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบของคาร์บอน อินเดียมออกไซด์ และนิกเกิลออกไซด์		
ผู้วิจัย	สุมินทร์ญา ทิทา		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ขวัญฤทัย วงศาพรม รองศาสตราจารย์ ดร. รัชนิกร วันจันทิก		
ปริญญา	ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต	สาขาวิชา	ฟิสิกส์
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยมหาสารคาม	ปีที่พิมพ์	2563

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ทำการประดิษฐ์เส้นใยนาโนคาร์บอน รวมทั้งเส้นใยนาโนคาร์บอนผสมกับออกไซด์ของโลหะอินเดียมและนิกเกิล ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิง ร่วมกับการเคลือบใน 3 ขั้นตอนคือการรักษาเสถียรภาพ คาร์บอนในเซชัน และการกระตุ้น โดยคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิ 500 °C สำหรับนำไปประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าในตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด ใช้พอลิเมอร์โพลีไวนิลไพโรลิโดน (PVP) และพอลิอะคริโลไนไตรล์(PAN) หลังจากนั้นนำไปศึกษาโครงสร้าง สมบัติทางเคมีไฟฟ้า และแม่เหล็ก ด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(XRD) ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (FE-SEM) เทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโกปี(XPS) การตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี(CV) เทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จดิสชาร์จ (GCD) และสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิคแมกนีโตมิเตอร์แบบตัวอย่างสั้น (VSM) ผลการศึกษาพบว่าเส้นใยนาโนทั้งหมดมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 317 ± 77 ถึง 583 ± 111 nm เมื่อตรวจสอบด้วย XRD เส้นใยนาโนที่ใช้อินเดียมไนเตรตต่อนิกเกิลไนเตรตสัดส่วน 1:1 2:1 และ 1:2 บนพอลิเมอร์ PVP เกิดเฟสโครงสร้าง In_2O_3 และ NiO แบบคิวบิก มีเฟสปลอมปนของโลหะอินเดียม นิกเกิล สารประกอบของ InNi In_3Ni_2 และ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ เส้นใยนาโนคาร์บอนสัดส่วน PAN:PVP เท่ากับ 100:0 80:20 70:30 และ 60:40 เกิดโครงสร้างของแกรไฟต์และคาร์บอนอสัณฐาน เส้นใยนาโนที่เตรียมจากอินเดียมไนเตรตต่อนิกเกิลไนเตรต สัดส่วน 2:1 และสัดส่วน PAN:PVP เท่ากับ 100:0 และ 60:40 เกิดโครงสร้างของคาร์บอนอสัณฐานและไม่ปรากฏเฟสของโลหะออกไซด์อาจเป็นผลจากปริมาณของคาร์บอนที่สูงรวมทั้งมีปริมาณออกซิเจนไม่เพียงพอในกระบวนการเคลือบ เมื่อทดสอบประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้า ในละลายอิเล็กโตรไลต์ KOH ความเข้มข้น 6 โมลาร์ พบว่าทุกเส้นโค้ง CV มีรูปร่างคล้ายสี่เหลี่ยมผืนผ้าไม่ปรากฏพีคการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ แสดงถึงกลไกการกักเก็บประจุของวัสดุเป็นการสะสมแบบสองชั้น (EDLC) ระหว่างพื้นผิวขั้วไฟฟ้าและสารละลายอิเล็กโตรไลต์ เส้นใยนาโนคาร์บอนมีความจุไฟฟ้าจำเพาะอยู่ในช่วง 25 - 195 F/g วัสดุที่มีค่าสูงสุดคือ เส้น

ไยนาโนเตรียมจากอินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 ร้อยละ 25 ของพอลิเมอร์ PAN ซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ $277.49 \text{ m}^2/\text{g}$ และขนาดรูพรุนเฉลี่ย 2.43 nm ความหนาแน่นพลังงานและกำลัง 27 Wh/kg และ 498.4 W/kg ตามลำดับ ความหนาแน่นพลังงานเพิ่มขึ้นจากเส้นไยนาโนคาร์บอนบริสุทธิ์ประมาณ 18.4 % ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ชั่วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุมีเสถียรภาพดีมากโดยค่าการเก็บประจุลดลงเหลือ 93 - 97 % จากค่าเริ่มต้น หลังทดสอบการอัดและคายประจุอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ

เส้นไยนาโนที่เตรียมจากอินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 1:1 2:1 และ 1:2 แสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อน ที่อุณหภูมิห้อง (300 K) มีค่าแมกนีไทเซชันอยู่ในช่วง $0.015 - 428.18 \text{ memu/g}$ ค่าแม่เหล็กหักล้าง $660.10 - 1927.72 \text{ Oe}$ เส้นไยนาโนคาร์บอนบริสุทธิ์ PAN PAN:PVP (70:30) และ PAN:PVP (60:40) แสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อนมีค่าแมกนีไทเซชัน $7.70 - 144.24 \text{ memu/g}$ ที่ค่าหักล้างแม่เหล็ก $949.61 - 2777.02 \text{ Oe}$ อาจเป็นผลจากอะตอมของคาร์บอนในแกรไฟต์ที่มีอยู่จำนวนมากเกิดข้อบกพร่องเนื่องจากเกิดพันธะคาร์บอนโดดเดี่ยวในโครงสร้างและเกิดการควบคู่แบบแม่เหล็กเฟอร์โรของพันธะโดดเดี่ยวเหล่านั้น เส้นไยนาโนที่เตรียมจากอินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 ร้อยละ 20 และ 25 ของพอลิเมอร์ PAN แสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อน มีค่าแมกนีไทเซชัน 12.12 และ 105.60 memu/g ตามลำดับ ค่าแมกนีไทเซชันที่เพิ่มขึ้นอาจเป็นผลจากปริมาณของโลหะออกไซด์และขนาดของเส้นใยที่มีขนาดเล็ก เส้นไยนาโนที่เตรียมจากอินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 ร้อยละ 20 ในพอลิเมอร์ PVP มีค่าแมกนีไทเซชันสูงสุด เท่ากับ 428.18 memu/g งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสามารถประดิษฐ์เส้นไยนาโนคาร์บอนและคาร์บอนผสมอินเดียมและนิกเกิลออกไซด์ มีความเป็นไปได้ในการนำไปประยุกต์ใช้สำหรับทำขั้วไฟฟ้าในตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดหรืออุปกรณ์เก็บสะสมพลังงานอื่นๆ เนื่องจากสามารถประจุได้อย่างรวดเร็วและให้ค่าความหนาแน่นพลังงานสูง

คำสำคัญ : เส้นไยนาโน, อินเดียมออกไซด์, นิกเกิลออกไซด์, ตัวเก็บประจุยิ่งยวด

TITLE	Structural, Electrochemical and Magnetic Properties of Carbon/Indium Oxide and Nickel Oxide Composite Nanofibers		
AUTHOR	Suminya Teeta		
ADVISORS	Assistant Professor Ph.D. Kwanruthai wongsaprom Associate Professor Ph.D. Ratchaneekorn Wanchanthuek		
DEGREE	Doctor of Philosophy	MAJOR	Physics
UNIVERSITY	Maharakham University	YEAR	2020

ABSTRACT

This research was fabricated the nano-cabonfibers including nano-cabonfibers modified by indium oxide and nickel oxide prepared by the electrospinning method which was subsequently calcined in three steps; stabilization, carbonization, and activation. The carbonization was annealed at 500 °C, the resulted nano-cabonfibers used as the electrode supercapacitor. The selected polymers were polyvinylpyrrolidone (PVP) and polyacrylonitrile (PAN). After that, the structure, electrochemical and magnetic properties were characterized using x-ray diffraction (XRD), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), x-ray photoelectron spectroscopy (XPS). The electrochemical performance and magnetic properties were investigated using cyclic voltammetry (CV), galvanostatic charge-discharge (GCD) technique, and Vibrating sample magnetometer (VSM), respectively. The results showed that the average diameter of nanofibers was around 317 ± 77 to 583 ± 111 nm. The nano-cabonfibers using PVP which modified indium nitrate and nickel nitrate with the ratio 1:1, 2:1, and 1:2 for PVP showed the composite phase of cubic In_2O_3 , cubic NiO, and the impurity phase of In, Ni, InNi, In_3Ni_2 , and $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$. They could be detected by XRD. The nano-cabonfibers prepared from PAN: PVP at the ratio of 100:0, 80:20, 70:30, and 60:40 showed the phases of graphite and amorphous carbon structures. The nano-cabonfibers modified by indium nitrate and nickel nitrate at the ratio 2:1 and using PAN: PVP at 100:0 and 60:40 showed the phases of amorphous carbon, absence of metal oxide phase due to the high carbon content

and lack of oxygen in calcination process. The electrochemical performance of resulted electrodes was studied in 6 M KOH electrolyte. All the CV curves exhibited a quasi-rectangular shape without apparent redox peaks. The charge storage mechanism of all samples electrode was electric double layer capacitance (EDLC) at the electrode/electrolyte interface. The nano-carbonfibers modified showed the specific capacitance about 25 - 195 F/g. The nano-carbonfibers prepared from 25 wt% of indium nitrate and nickel nitrate at the ratio 2:1 over PAN exhibited the highest specific capacitance of 195 F/g with the specific surface as 277.49 m²/g and the average pore size was 2.43 nm. The energy density of the sample was 27 Wh/kg and the power density around 498.4 W/kg. The energy density was improved by 18.4% in the CNF matrix at 1 A/g. This supercapacitor electrode exhibited excellent cycle stability with capacitance retention around 93 - 97 % of the initial value after 1000 cycles.

The nano-carbonfibers using indium nitrate and nickel nitrate at the ratio 1:1, 2:1, and 1:2 over PVP exhibited soft ferromagnetic behavior at room temperature (300 K) with the magnetization of 0.015 - 428.18 memu/g and coercivity of 660.10 - 1927.72 Oe. The pure nano-carbonfibers using the mass ratios of PAN and PVP at 100:0, 80:20, 70:30, and 60:40 revealed soft ferromagnetic behavior with the magnetization of 7.70 - 144.24 memu/g and coercivity of 949.61 - 2777.02 Oe. The observed ferromagnetism could be based on the rich carbon defects of carbon dangling bonds and strong ferromagnetic coupling between them. The nano-carbonfibers prepared from 20 and 25 wt% of indium nitrate and nickel nitrate at the ratio 2:1 over PAN exhibited showed soft ferromagnetic behavior with the magnetization of 12.12 and 105.60 memu/g, respectively. This behavior is possibly due to the metal oxide and the small average diameters of nanofibers. The nano-carbonfibers modified by 20 wt% of indium nitrate and nickel nitrate at the ratio 2:1 over PVP exhibited has the highest magnetization of 428.18 memu/g. This work indicated that the fabricated nano-carbonfibers by indium oxide and nickel oxide can be used as electrode supercapacitors with excellent cycle stability and high energy

density.

Keyword : nanofiber, indium oxide, nickle oxide, supercapacitor



กิตติกรรมประกาศ

การทำวิทยานิพนธ์ครั้งนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ขวัญฤทัย วงศาพรม และรองศาสตราจารย์ ดร.รัชนิกร วันจันทิก อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่เมตตาให้คำปรึกษาและข้อแนะนำในการทำวิจัย เสนอแนะความคิดเห็นในการวิเคราะห์ผลและการเขียนรายงานการวิจัย ตลอดจนแนวทางในการแก้ไขปัญหาตลอดระยะเวลาในการดำเนินงาน รวมทั้งเสียสละเวลาปรับปรุง แก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ด้วยความเอาใจใส่อย่างยิ่ง จนการทำงานวิจัยครั้งนี้สำเร็จและวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ อ.ดร.วิรัตน์ เจริญบุญ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปวีณา เหลากุล และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เจษฎา จูริมาศ คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ที่เมตตาให้ความรู้ ช่วยให้คำแนะนำ ในด้านต่างๆ ที่เกี่ยวกับการทำวิทยานิพนธ์ รวมทั้งเสียสละเวลาในการตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์ เพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณ ศาสตราจารย์ ดร.สันติ แม่นศิริ ที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่องมือ อุปกรณ์ในการทำการทดลอง จนกระทั่งประสบผลสำเร็จ ขอขอบคุณอาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ทุกท่านที่ให้ความรู้ คำปรึกษาและคำชี้แนะต่าง ๆ

ขอขอบคุณทุกหน่วยงานในคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่องมือวิเคราะห์ต่าง ๆ

ขอขอบคุณ นายสมชาย สอนสุภาพ ผู้ที่คอยให้คำปรึกษา แนะนำ ในการทำวิทยานิพนธ์ และอำนวยความสะดวกในการทำการทดลองตลอดระยะเวลาที่อยู่มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ขอขอบคุณ นิสิตระดับบัณฑิตศึกษาในกลุ่มวิจัยวัสดุศาสตร์เชิงฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ที่เป็นกำลังใจและช่วยเหลือในการทำงานตลอดระยะเวลาที่ได้ศึกษา ณ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม อีกทั้งยังขอขอบคุณ ทุนอุดหนุนงานวิจัยสำหรับนิสิตระดับบัณฑิตศึกษา (ปริญญาเอก) ที่มอบทุนสำหรับช่วยในการทำงานวิจัยให้สำเร็จไปได้ด้วยดี

คุณค่าและประโยชน์ใด ๆ อันพึงมีจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้วิจัยขอมอบเป็นเครื่องบูชาพระคุณบิดา มารดา ที่ให้การสนับสนุนทุนการศึกษา และขอบคุณครอบครัวที่มอบความรัก ความอบอุ่น และให้กำลังใจเสมอมา จนทำให้ผู้วิจัยได้ก้าวมาสู่ ณ จุดนี้

สุมินทร์ญา ทิพา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ฉ
กิตติกรรมประกาศ.....	ณ
สารบัญ.....	ญ
สารบัญภาพประกอบ.....	ท
สารบัญตาราง.....	ผ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 หลักการและเหตุผล.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	4
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	4
1.4 สถานที่ในการทำวิจัย.....	5
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
บทที่ 2 ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัย.....	6
2.1 สมบัติพื้นฐานของวัสดุ.....	6
2.1.1 อินเดียมออกไซด์.....	6
2.1.2 นิกเกิลออกไซด์.....	7
2.2 ประเภทของสภาพแม่เหล็ก.....	8
2.3 ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด.....	10
2.3.1 ชนิดของตัวเก็บประจุ.....	10
2.3.2 ส่วนประกอบของตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด.....	12
2.4 เทคนิคอิเล็กทรอนิกส์.....	13

2.4.1 หลักการทำงานของเครื่องอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง	13
2.4.2 ปัจจัยที่มีผลต่อสัญญาณวิทยาของเส้นใยนาโน	14
2.5 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	18
2.5.1 การเตรียมและศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กเส้นใย In_2O_3	18
2.5.2 การเตรียมและการศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าเส้นใย In_2O_3	23
2.5.3 การเตรียมและศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าเส้นใย NiO	45
2.5.4 การเตรียมและศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของเส้นใยนาโนคาร์บอนและคอมโพสิต	54
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	66
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน	66
3.2 ขั้นตอนในการเตรียมเพื่อให้ได้เส้นใยนาโนของโลหะออกไซด์คอมโพสิตกับคาร์บอน	68
3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายเส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP	68
3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย PAN และ PAN/PVP ในปริมาณที่แตกต่างกัน	71
3.2.3 ปริมาณการเตรียมสารละลายเมื่อใช้อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยมวล ใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP	73
3.2.4 ขั้นตอนการสร้างเส้นใยนาโนของโลหะออกไซด์คอมโพสิตกับคาร์บอน	74
3.2.5 ขั้นตอนการประจุไฟฟ้าและการเตรียมสารละลายอิเล็กทรอนิกส์	76
3.3 หลักการของเครื่องมือและเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาสัญญาณวิทยา โครงสร้าง สมบัติทางเคมีไฟฟ้าและแม่เหล็ก	77
3.3.1 เทคนิค thermo gravimetric-differential thermal analysis (TG/DTA)	77
3.3.2 เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง	77
3.3.3 เทคนิคการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	78
3.3.4 เทคนิค X-ray photoelectron spectrometer (XPS)	81
3.3.5 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊ส (N_2 adsorption-desorption)	83

3.3.6 เทคนิค Raman spectroscopy	85
3.3.7 เทคนิค Vibrating sample magnetometer.....	86
3.3.8 เทคนิคทางเคมีไฟฟ้า (electrochemical properties).....	87
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปราย.....	92
4.1 ผลการตรวจสอบอุณหภูมิแคลไซน์ของเส้นใยด้วยเทคนิค TG/DTA.....	92
4.2 เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมนิเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP	94
4.2.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD	94
4.2.2 ผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค FE-SEM	99
4.2.3 ผลการตรวจวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบทางเคมีบริเวณพื้นผิวด้วยเทคนิค XPS .	102
4.2.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV/GCD	109
4.2.4.1 การทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV	111
4.2.4.2 การทดสอบความสามารถการอัดและคายประจุด้วยเทคนิค GCD	111
4.2.5 ผลการตรวจสอบบริเวณพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนเฉลี่ย.....	115
4.2.6 ผลการตรวจสอบสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM.....	118
4.3 เส้นใยนาโนคาร์บอนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP	121
4.3.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค XRD	121
4.3.2 ผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค FE-SEM	122
4.3.3 ผลการตรวจวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค XPS	125
4.3.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค CV/GCD	128
4.3.4.1 การทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค CV...	128
4.3.4.2 การทดสอบความสามารถการอัดและคายประจุของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค GCD	129

4.3.5 ผลการตรวจสอบบริเวณพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนเฉลี่ย.....	133
4.3.6 ผลการตรวจสอบสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM	135
4.4 เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยมวล โดยใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP	137
4.4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD	137
4.4.2 ผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนด้วยเทคนิค FE-SEM	138
4.4.3 ผลการตรวจวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบทางเคมีบริเวณพื้นผิวด้วยเทคนิค XPS ..	140
4.4.4 ผลการตรวจสอบเส้นใยนาโนด้วยเทคนิค Raman spectroscopy.....	145
4.4.5 ผลการตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV/GCD	147
4.4.5.1 การทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV	147
4.4.5.2 การทดสอบความสามารถการอัดและคายประจุด้วยเทคนิค GCD	149
4.4.6 ผลการตรวจสอบบริเวณพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนเฉลี่ย.....	152
4.4.7 ผลการตรวจสอบสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM	154
บทที่ 5 สรุปผล และข้อเสนอแนะ	156
5.1 สรุปผลการทดลอง	156
5.1.1 เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP	156
5.1.2 เส้นใยนาโนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP	158
5.1.3 เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยมวล และพอลิเมอร์ PAN และ PVP	159
5.2 ข้อเสนอแนะ	160
บรรณานุกรม.....	162
ประวัติผู้เขียน.....	181

สารบัญภาพประกอบ

หน้า

ภาพประกอบที่ 2.1 โครงสร้างผลึกอินเดียมออกไซด์ (a) โครงสร้างแบบ rh- In_2O_3 โดยที่วงกลมม่วงและดำ แทนตำแหน่งของอินเดียมและออกซิเจน ตามลำดับ (b) โครงสร้างแบบ bcc- In_2O_3 โดยที่วงกลมสีเขียว และม่วง แทนตำแหน่ง b และ d ส่วนสีดำ แทนตำแหน่งออกซิเจน ตามลำดับ	7
ภาพประกอบที่ 2.2 โครงสร้างผลึกและพฤติกรรมทางแม่เหล็กแบบแอนติเฟอร์โรของนิกเกิลออกไซด์	8
ภาพประกอบที่ 2.3 กราฟพลาโกเนเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานของตัวเก็บประจุชนิดต่างๆ	10
ภาพประกอบที่ 2.4 ประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวดและวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้า.....	11
ภาพประกอบที่ 2.5 กระบวนการผลิตเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง	14
ภาพประกอบที่ 2.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโน polyethylene oxide เมื่อความหนืดเพิ่มขึ้น (a-d) ลักษณะของเส้นใย และ (e-h) แสดงภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	15
ภาพประกอบที่ 2.7 การประยุกต์ใช้งานเกี่ยวกับเส้นใยนาโนพอลิเมอร์.....	17
ภาพประกอบที่ 2.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโน In_2O_3	18
ภาพประกอบที่ 2.9 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของอนุภาคนาโน In_2O_3	19
ภาพประกอบที่ 2.10 ความเป็นแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องของอนุภาคนาโนของ In_2O_3	20
ภาพประกอบที่ 2.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนของ In_2O_3 (a) สารตั้งต้น $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 4.5\text{H}_2\text{O}$ ที่ความเข้มข้นต่างๆ (b) ตัวอย่าง S-1 S-2 และ S-3	21
ภาพประกอบที่ 2.12 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง $(\text{In}_{1-x}\text{Fe}_x)_2\text{O}_3$ แคลไซน์อุณหภูมิ 600 °C.....	22
ภาพประกอบที่ 2.13 วงฮิสเตอร์ิซิสของอนุภาคนาโน In_2O_3 เมื่อเจือ Fe = 4 6 8 และ 10% ที่อุณหภูมิ 293 K.....	23
ภาพประกอบที่ 2.14 สเปกตรัมการดูดกลืน XANES Fe ของ $(\text{In}_{1-x}\text{Fe}_x)_2\text{O}_3$ เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน FeO และ Fe_2O_3 เมื่อ x = 6 8 และ 10%	23

ภาพประกอบที่ 2.15 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ In_2O_3 สัณฐานวิทยาแตกต่างกัน (a) หอสูงอุณหภูมิฐานรองรับ 1,000 °C (b) หอสูงอุณหภูมิฐานรองรับ 900 °C (c) ช่อนาโนอุณหภูมิฐานรองรับ 800 °C (d) กรวยนาโนอุณหภูมิฐานรองรับ 700 °C และ (e) เส้นลวดนาโนอุณหภูมิฐานรองรับ 600 °C..... 24

ภาพประกอบที่ 2.16 สมบัติด้านเคมีไฟฟ้าของ In_2O_3 ลักษณะสัณฐานแบบเส้นลวดนาโน (a) กราฟ CV อัตราสแกน 5-100 mV/s (b) กราฟ GCD ที่ความหนาแน่นกระแส 0.04 - 0.1 mA/cm² (c-d) การทดสอบความสามารถการกักเก็บประจุไฟฟ้า ที่ความหนาแน่นกระแส 0.1 mA/cm² (e) กราฟโนควิสต์ ความถี่ในช่วง 100 mHz - 100 kHz และภาพแทรกแสดงวงจรเทียบเท่า 25

ภาพประกอบที่ 2.17 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (a) ทรงกลม carbon- In_2O_3 คอมโพสิต ก่อนแคลไซน์ (b) ทรงกลมและมีรูพรุนของ PIOHS และภาพแทรกแสดงขนาดขยาย (c) ภาพตัดขวางของทรงกลม แสดงแกนด้านในและภาพแทรกแสดงภาพขยายของรูพรุน (d) แสดงภาพถ่าย TEM ของ PIOHS ที่ความเข้มต่ำ (e) แสดง HRTEM ของอนุภาค In_2O_3 และภาพแทรกแสดง SAED และ (f) แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ PIOHS 26

ภาพประกอบที่ 2.18 (a) สเปกตรัมรามานของ PIOHS (b) กราฟไอโซเทอมการดูด-ขับก๊าซไนโตรเจน ของ PIOHS และภาพแทรก (ด้านบน) แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุน (Kumar *et al.*, 2018)..... 26

ภาพประกอบที่ 2.19 ประสิทธิภาพด้านเคมีไฟฟ้าของ PIOHS (a) กราฟ CV ที่อัตราการสแกนแตกต่างกันและภาพแทรกแสดงกราฟ CV ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ (b) กราฟ GCD (c) ความสัมพันธ์ของความจุไฟฟ้าจำเพาะและความหนาแน่นกระแส (d) ประสิทธิภาพการอัดและคายประจุที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g 28

ภาพประกอบที่ 2.20 (b) กราฟ CV อัตราการสแกน 5 - 10 mV/s (c) กราฟการคายประจุที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 0.1 - 10 A/g (d) ความสัมพันธ์ระหว่างความจุไฟฟ้าจำเพาะและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (e) ความสามารถในการกักเก็บประจุ ความหนาแน่นกระแส 1 A/g และ (f) กราฟโนควิสต์และภาพแทรก (ด้านล่าง) แสดงภาพขยายบริเวณความถี่สูง และภาพแทรก (ด้านบน) แสดงการต่อตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบอนุกรม 3 ตัว กับหลอด LED 29

ภาพประกอบที่ 2.21 (a) ภาพ SEM และ (b-d) ภาพ TEM เมื่อ In_2O_3 ปริมาณ 5% ในเมโซพอร์สคาร์บอน..... 30

ภาพประกอบที่ 2.22 กราฟไอโซเทอมการดูด-ขับก๊าซไนโตรเจน ของ In_2O_3 เท่ากับ 5% ในเมโซพอร์สคาร์บอน และภาพ (ด้านล่าง) แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุน..... 31

ภาพประกอบที่ 2.23 กราฟ CV เมื่อ In_2O_3 ปริมาณ 5% ในเมโซพอร์สคาร์บอน ที่อัตราสแกนแตกต่างกัน.....	31
ภาพประกอบที่ 2.24 (a-d) ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านโครงสร้างไฮบริด $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$	32
ภาพประกอบที่ 2.25 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โครงสร้างไฮบริด $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ -NF (1-2) ก่อนและหลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 °C นาน 2 ชั่วโมง.....	33
ภาพประกอบที่ 2.26 (a) กราฟ CV ของออกไซด์และไฮบริด $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ -NF ที่ความหนาแน่นกระแส 10 mV/s ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 3 M (b) กราฟ CV ของ $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ -NF (1:2) ที่อัตราสแกนต่างๆ (c) การอัด-คายประจุของ $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ -NF (1:2) และ (d) การประสิทธิภาพ $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ และ $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ -NF (1:2) และภาพแทรกเมื่อเปรียบเทียบกับสารประกอบออกไซด์	34
ภาพประกอบที่ 2.27 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานของ	34
ภาพประกอบที่ 2.28 กราฟ CV ทรงกลมนาโนและแท่งนาโนของ In_2O_3 ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ Na_2SO_4 ความเข้มข้น 1 M ที่อัตราสแกน 50 mV/s.....	35
ภาพประกอบที่ 2.29 การคายประจุของข้อไฟฟ้าลักษณะพื้นฐานแบบทรงกลมนาโนและแท่งนาโน In_2O_3 ที่ความหนาแน่นกระแส 8 A/g.....	36
ภาพประกอบที่ 2.30 กราฟ CV ของข้อไฟฟ้าแอโนดจากเส้นใยนาโน In_2O_3	36
ภาพประกอบที่ 2.31 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ 3DOM Carbon In_2O_3 /C (In_2O_3 = 10%) และ In_2O_3	37
ภาพประกอบที่ 2.32 (a) ความจุไฟฟ้าจำเพาะเมื่อปริมาณ In_2O_3 แตกต่างกัน (b) และ (c) กราฟ CV ของ In_2O_3 และ In_2O_3 /C (In_2O_3 = 10%) (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของ 3DOM carbon In_2O_3 และ In_2O_3 /C (In_2O_3 = 10%)	38
ภาพประกอบที่ 2.33 (a) กราฟการอัด-คายประจุของ In_2O_3 และ In_2O_3 /C (In_2O_3 = 10%) ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (b) และ (c) ค่าอินทิเกรตของ In_2O_3 และ In_2O_3 /C (In_2O_3 = 10%) (d) การทดสอบประสิทธิภาพของ In_2O_3 /C (เมื่อ In_2O_3 เท่ากับ 10%) อัตราสแกน 10 mV/s	39
ภาพประกอบที่ 2.34 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของโครงสร้าง In_2O_3 (a) ภาพมองจากด้านบน (b) แสดงลักษณะภาพตัดขวาง.....	40

- ภาพประกอบที่ 2.35** (a) กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้า In_2O_3 (b) รูปแบบการเลี้ยวเบนของฟิล์มบางหลังผ่านกระบวนการอัดประจุและคายประจุ (c) ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้า In_2O_3 และ (d) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของขั้วไฟฟ้า In_2O_3 หลังการประจุ จำนวน 100 รอบ 41
- ภาพประกอบที่ 2.36** รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของโครงสร้าง In_2O_3 สัณฐานแบบต่างๆ ประกอบด้วยอนุภาคนาโน เส้นลวดนาโน เข็มชัตนาโน และท่อนาโน 42
- ภาพประกอบที่ 2.37** ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของพรีเคอร์เซอร์ InN และของ In_2O_3 โดย (a) (c) (e) และ (g) แสดงสัณฐานวิทยาของ InN แบบอนุภาคนาโน เส้นลวดนาโน เข็มชัตนาโน และท่อนาโน ตามลำดับ (b) (d) (f) และ (h) สัณฐานวิทยาของ In_2O_3 แบบเส้นลวดนาโน เข็มชัตนาโน ท่อนาโน และอนุภาคนาโน ตามลำดับ..... 43
- ภาพประกอบที่ 2.38** การอัดประจุและคายประจุของ In_2O_3 สัณฐานวิทยาแบบต่างๆ (a) เส้นลวดนาโน (b) เข็มชัตนาโน (c) อนุภาคนาโน และ (d) ผง In_2O_3 เริ่มต้น 44
- ภาพประกอบที่ 2.39** การอัดประจุและคายประจุ ขั้วไฟฟ้า In_2O_3 ลักษณะสัณฐานแบบต่างๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 100 mAh/g (a) เส้นลวด (b) เข็มชัต (c) อนุภาคนาโน และ (d) ผง In_2O_3 ของสารตั้งต้น..... 45
- ภาพประกอบที่ 2.40** ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ NiOH บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 400 °C..... 46
- ภาพประกอบที่ 2.41** รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโน (a) CNF (b) $(\text{NiOH})_2$ บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 100 °C (c) $(\text{NiOH})_2$ บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 200 °C (d) NiO บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 300 °C (e) NiO บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 400 °C และ (f) NiO บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 500 °C..... 46
- ภาพประกอบที่ 2.42** กราฟ CV ของ (a) CNF (b) $(\text{NiOH})_2$ บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 100 °C (c) $(\text{NiOH})_2$ บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 200 °C (d) NiO บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 300 °C (e) NiO บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 400 °C และ (f) NiO บน CNF แคลไลไนต์อุณหภูมิ 500 °C อุณหภูมิ 500 °C และอัตราสแกน 5 mV/s 47
- ภาพประกอบที่ 2.43** กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าแบบไม่สมมาตรของตัวเก็บประจุยิ่งยวดของ AC// AC- NiO NFs ในสารอิเล็กโทรไลต์ KOH 6 M (a) กราฟ CV โดย AC เป็นขั้วลบ และ AC- NiO เป็นขั้วบวก ที่อัตราสแกน 10 mV/s (b) กราฟ CV ที่ความต่างศักย์ต่างๆ (c) กราฟ CV ที่อัตราสแกนแตกต่างกัน (d) การอัด-คายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแสแตกต่างกัน 48

ภาพประกอบที่ 2.44 ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าแบบไม่สมมาตรของตัวเก็บประจุยิ่งยวดของ AC// AC-NiO NFs (a) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1-10 A/g (b) กราฟราโกลของตัวเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะ (c) ประสิทธิภาพการกักเก็บประจุไฟฟ้าเมื่ออัด-คายประจุ ต่อเนื่อง จำนวน 5000 รอบ (d) การอัด-คายประจุ 5 รอบสุดท้าย จากจำนวน 5000 รอบ	49
ภาพประกอบที่ 2.45 (a-d) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ NiO กำลังขยายแตกต่างกัน (e-f) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของ NiO	50
ภาพประกอบที่ 2.46 (a) ความสัมพันธ์ระหว่างความดันสัมผัส (P/P_0) กับปริมาตรของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับและการคายซับของ NiO (b) การกระจายขนาดรูพรุนของ NiO	50
ภาพประกอบที่ 2.47 (a) กราฟ CV ของนิเกิลโพรและแผ่นนาโน NiO อัตราสแกน 40 mV/s (b) กราฟ CV ของแผ่นนาโน NiO ที่อัตราสแกนแตกต่างกัน (c) การคายประจุที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของแผ่นนาโน NiO (e) การกักเก็บประจุไฟฟ้าของแผ่นนาโน NiO และ (f) แอมพิแดนซ์ของแผ่นนาโน NiO	51
ภาพประกอบที่ 2.48 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ NiO/CFs	52
ภาพประกอบที่ 2.49 กราฟ CV ของ (a) 0.5-NiO/CFs (b) 1.0-NiO/CFs (c) 1.5-NiO/CFs ที่อัตราสแกน 10 50 100 150 และ 200 mV/s และ (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของ 0.5-NiO/CFs 1.0-NiO/CFs และ 1.5-NiO/CFs ที่อัตราสแกน 10 mV/s	53
ภาพประกอบที่ 2.50 การอัด-คายประจุของ (a) 0.5-NiO/CFs 1.0-NiO/CFs และ 1.5-NiO/CFs ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (b) 1.0-NiO/CFs ที่ความหนาแน่นกระแส 1 2 5 และ 10 A/g (c) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของ 1.0-NiO/CFs ที่ความหนาแน่นกระแสแตกต่างกัน	53
ภาพประกอบที่ 2.51 (a) ประสิทธิภาพการอัด-คายประจุ ของ 1.0-NiO/CFs และภาพแทรกแสดงการอัด-คายประจุ จำนวน 5 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (b) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงานและความหนาแน่นกำลังงานของขั้วไฟฟ้า 1.0-NiO/CFs เปรียบเทียบกับประเภทของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานตามการพล็อตของราโกลเน	54
ภาพประกอบที่ 2.52 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเส้นใย PAN PAN/PVP PAN/PVP (10:1) PAN/PVP (10:5) และ PAN/PVP (10:10) โดย (1A-1E) ก่อนแคลไซน์ และ (1a-1e) หลังแคลไซน์	55
ภาพประกอบที่ 2.53 กราฟ CV ของ (a) as-spun ของ PAN (b) as-spun ของ PAN/PVP และ (c) เส้นใยนาโนมีรูพรุนตัวอย่าง PAN/PVP (10:1) (d) PAN/PVP (10:5) และ (e) PAN/PVP (10:10) .	56

ภาพประกอบที่ 2.54 (a) การอัด-คายประจุของ (a) as-spun ของ PAN (b) as-spun ของ PAN/PVP และ (c) เส้นใยนาโนมีรูพรุนตัวอย่าง PAN/PVP (10:1) (d) PAN/PVP (10:5) และ (e) PAN/PVP (10:10)	56
ภาพประกอบที่ 2.55 (a-d) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใย PAN PAN/PVP-8:2 PAN/PVP-7:3 และ PAN/PVP-6:4 (a-d) เส้นใยหลังการสปinning (e-h) กัดด้วยน้ำเพื่อใช้เป็นแบบร่าง (i) ACNF (j) AMCNF-8:2 (k) AMCNF-7:3 และ (l) AMCNF-6:4.....	58
ภาพประกอบที่ 2.56 (a) ความสัมพันธ์ระหว่างความดันสัมผัส (P/P_0) กับปริมาตรของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับและการคายซับตัวอย่าง (b) การกระจายขนาดรูพรุนของ ACNF AMCNF-8:2 AMCNF-7:3 และ AMCNF-6:4.....	58
ภาพประกอบที่ 2.57 (a) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ ACNF AMCNF-8:2 AMCNF-7:3 และ AMCNF-6:4 (b) ออร์บิทัล C1s ตัวอย่าง AMCNF-6:4 ก่อน activated และ(c) ออร์บิทัล C1s ตัวอย่าง AMCNF-6:4 หลัง activated	59
ภาพประกอบที่ 2.58 (a) กราฟ CV ตัวอย่าง ACNF AMCNF-8:2 AMCNF-7:3 และ AMCNF-6:4 ที่อัตราสแกน 10 mV/s (b) ความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ความหนาแน่นกระแส 0.2 - 10 A/g (c) ความหนาแน่นกำลังงาน และ (d) การอัด-คายประจุ จำนวน 3000 รอบ ความหนาแน่นกระแส 1 A/g .	60
ภาพประกอบที่ 2.59 กราฟ CV (a) MCNF ที่อัตราสแกน 10 mV/s และ (b) MCNF-3 ที่อัตราสแกน 5 - 50 mV/s.....	61
ภาพประกอบที่ 2.60 การอัดและคายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (b) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ตัวอย่าง MCNF (c) กราฟการอัดและคายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแสแตกต่างกัน และ (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะตัวอย่าง MCNF-3 ที่ความหนาแน่นกระแส 0.5 - 10 A/g	61
ภาพประกอบที่ 2.61 (a) กราฟโนควิสต์ตัวอย่าง MCNF และ (b) การทดสอบประสิทธิภาพการกักเก็บประจุตัวอย่าง MCNF-3 ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g.....	62
ภาพประกอบที่ 2.62 (a-d) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) (a) C_Mn_10-8 (b) C_Mn_10-9 และ (c) C_Mn_10-10 กำลังขยาย 5kx และ (d) C_Mn_10-8 (e) C_Mn_10-9 และ (f) C_Mn_10-10 กำลังขยาย 50kx.....	63
ภาพประกอบที่ 2.63 การทดสอบทางเคมีไฟฟ้าตัวอย่าง CNF C_3-7 CS_PVP และ C_Mn_10-10 (a) เปรียบเทียบความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานของตัวอย่าง ตามการพล็อตของราโกเน (b)	

การทดสอบรอบอายุการใช้งานจำนวน 1000 รอบ (c) กราฟโนควิสต์ และ (d) อิมพีแดนซ์ที่ย่านความถี่สูง	64
ภาพประกอบที่ 2.64 การทดสอบทางเคมีไฟฟ้าตัวอย่าง CNF C_3-7 CS_PVP และ C_Mn_10-10 (a) กราฟ CV ที่อัตราสแกน 500 mV/s และ (b) อัตราสแกน 5 mV/s (c) การคายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแส 10 A/g (d) การคายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแส 0.5 A/g (e) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่อัตราสแกนแตกต่างกัน (f) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน	65
ภาพประกอบที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์และสารละลายตั้งต้น เมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP และลำดับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ	70
ภาพประกอบที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ PAN และ PAN/PVP และลำดับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ	72
ภาพประกอบที่ 3.3 กระบวนการให้ความร้อนประกอบด้วยการทำให้วัสดุคงตัว คาร์บอนไนซ์เซชัน และการกระตุ้น เงื่อนไขตัวอย่างที่ใช้โพลิเมอร์โพลีไวนิลไพโรลิโดน	75
ภาพประกอบที่ 3.4 ลักษณะของเส้นใย (a) as-spun ขณะยังไม่ลอกจากแผ่นอะลูมิเนียม (b) as-spun เตรียมนำไปแคลไซน์ และ (c) เส้นใยนาโนคาร์บอนหลังแคลไซน์	76
ภาพประกอบที่ 3.5 แสดงหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิวดิมิชัน	78
ภาพประกอบที่ 3.6 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เมื่อมุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์เท่ากับ θ การเลี้ยวเบนจะเกิดที่มุมการเลี้ยวเบนเท่ากับ 2θ	80
ภาพประกอบที่ 3.7 ส่วนประกอบหลักของเครื่องเอกซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี	82
ภาพประกอบที่ 3.8 สเปกตรัม XPS ในช่วงกว้างของเส้นใยนาโน $\text{In}_2\text{O}_3/\text{CNF}$	83
ภาพประกอบที่ 3.9 ประเภทไอโซเทอมของการดูดซับของ IUPAC	84
ภาพประกอบที่ 3.10 ลักษณะการทำงานของเครื่อง Raman spectroscopy	86
ภาพประกอบที่ 3.11 โครงสร้างหลักของเครื่อง Vibrating sample magnetometer	87
ภาพประกอบที่ 3.12 เซลล์ไฟฟ้าแบบสามขั้ว	88

ภาพประกอบที่ 3.13 กราฟ CV ของ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{carbon}$ ที่อัตราสแกนต่างๆ.....	89
ภาพประกอบที่ 3.14 การอัดและคายประจุ ของ In_2O_3 ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน	90
ภาพประกอบที่ 4.1 กราฟ TG-DTA แสดงอุณหภูมิการสลายตัวและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของ as-spun ของตัวอย่าง $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{PAN:PVP}$ (60:40).....	93
ภาพประกอบที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS1	96
ภาพประกอบที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS2	96
ภาพประกอบที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS3(1:1)	97
ภาพประกอบที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS4(2:1)	97
ภาพประกอบที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS5(1:2)	98
ภาพประกอบที่ 4.7 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3 (1:1) AS4 (2:1) และ AS5(1:2)	98
ภาพประกอบที่ 4.8 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใย ก่อนแคลไซน์ (a) BS1 (b) BS2 และ (c) BS3 (1:1) และหลังแคลไซน์ (f) AS1 (i) AS2 และ (j) AS3 (1:1) ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า.....	100
ภาพประกอบที่ 4.9 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใย ก่อนแคลไซน์ (d) BS4(2:1) และ (e) BS5(1:2) และหลังแคลไซน์ (k) AS4(2:1) และ (l) AS5(1:2) ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า.....	101
ภาพประกอบที่ 4.10 XPS สเปกตรัมช่วงกว้างแสดงธาตุองค์ประกอบในเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3 (1:1) AS4 (2:1) และ AS5(1:2)	106
ภาพประกอบที่ 4.11 XPS สเปกตรัม In 3d ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2)	107
ภาพประกอบที่ 4.12 XPS สเปกตรัม Ni 2p ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2)	107
ภาพประกอบที่ 4.13 XPS สเปกตรัม C 1s ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2)	108

ภาพประกอบที่ 4.14 XPS สเปกตรัม O 1s ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2).....	108
ภาพประกอบที่ 4.15 กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าประดิษฐ์ขึ้นจากวัสดุ (a) AS1 (b) AS2 (c) AS3(1:1) (d) AS4(2:1) และ (e) AS5(1:2) ที่อัตราสแกน 2 5 10 20 50 100 200 และ 500 mV/s	110
ภาพประกอบที่ 4.16 กราฟการอัดและคายประจุของขั้วไฟฟ้าวัสดุ (a) AS1 (b) AS2 (c) AS3(1:1) (d) AS4(2:1) และ (e) AS5(1:2) ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ และ (f) ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของ ทั้ง 5 ตัวอย่าง.....	113
ภาพประกอบที่ 4.17 ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าเส้นใย AS1 และ AS4(2:1) หลังการอัดและคายประจุ อย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g	114
ภาพประกอบที่ 4.18 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงาน (E_s) กับความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ความหนาแน่นกระแส 0.25-10 A/g.....	115
ภาพประกอบที่ 4.19 ไอโซเทอมการดูดซับไนโตรเจนและการกระจายตัวขนาดรูพรุน (แทรก) ของเส้นใยนาโน (a) AS3(1:1) (b) AS4(2:1) และ (c) AS5(1:2).....	117
ภาพประกอบที่ 4.20 การเปลี่ยนแปลงแมกนีไทเซชันเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก (H-M) ที่อุณหภูมิห้องของเส้นใยนาโน (a) AS1 (b) AS2 (c) AS3(1:1) (d) AS4(2:1) (e) AS5(1:2) และ (f) เปรียบเทียบฮิสเตอร์ซิสของตัวอย่าง AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2)	120
ภาพประกอบที่ 4.21 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4).....	122
ภาพประกอบที่ 4.22 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใยก่อนแคลไซน์ (a) BS6 และ (b) BS7(8:2)) และหลังแคลไซน์ (c) AS6 และ (d) AS7(8:2) ตามลำดับ กำลังขยาย 5000 เท่า.....	124
ภาพประกอบที่ 4.23 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใยก่อนแคลไซน์ (a) BS8(7:3) และ (b) BS9(6:4) และหลังแคลไซน์ (c) AS8(7:3) และ (d) AS9(6:4) ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า.....	125
ภาพประกอบที่ 4.24 XPS สเปกตรัมช่วงกว้างแสดงธาตุองค์ประกอบของเส้นใยนาโน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4)	126

ภาพประกอบที่ 4.25 XPS สเปกตรัม C 1s ของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4)	127
ภาพประกอบที่ 4.26 XPS สเปกตรัม O 1s ของเส้นใยนาโน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4)	127
ภาพประกอบที่ 4.27 กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าวัสดุ (a) AS6 (b) AS7(8:2) (c) AS8(7:3) (d) AS9(6:4) ที่อัตราสแกน 2 5 10 20 50 100 200 และ 500 mV/s และ (e) เปรียบเทียบกราฟ CV ที่อัตราสแกน 10 mV/s ของทั้ง 4 ตัวอย่าง.....	130
ภาพประกอบที่ 4.28 การอัดและคายประจุของขั้วไฟฟ้าวัสดุ (a) AS6 (b) AS7(8:2) (c) AS8(7:3) และ (d) AS9(6:4) ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ (e) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ และ (f) ประสิทธิภาพทางของขั้วไฟฟ้าเส้นใยนาโน AS6 และ AS9(6:4) หลังการอัดและคายประจุอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ที่ความหนาแน่น 5 A/g.....	131
ภาพประกอบที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงาน (E_s) กับความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g.....	133
ภาพประกอบที่ 4.30 ไอโซเทอมการดูดซับไนโตรเจนและการกระจายตัวขนาดรูพรุน (เทรค) ของเส้นใยนาโน (a) AS6 และ(b) AS9(6:4)	134
ภาพประกอบที่ 4.31 การเปลี่ยนแปลงแมกนีไทเซชันเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก (H-M) ที่อุณหภูมิห้องของเส้นใยนาโน (a) AS6 (b) AS7(8:2) (c) AS8(7:3) (d) AS9(6:4) และ (e) เปรียบเทียบวงฮิสเทอรีซิสของทั้ง 4 ตัวอย่าง.....	136
ภาพประกอบที่ 4.32 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN.....	138
ภาพประกอบที่ 4.33 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใยก่อนแคลไซน์ (a) BS10:20PP (b) BS11:20PAN และ (c) BS12:25PAN และหลังแคลไซน์ (d) AS10:20PP (e) AS11:20PAN และ (f) AS12:25PAN ตามลำดับ กำลังขยาย 5000 เท่า.....	139
ภาพประกอบที่ 4.34 XPS สเปกตรัมช่วงกว้างแสดงธาตุองค์ประกอบของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN.....	142
ภาพประกอบที่ 4.35 XPS สเปกตรัม In 3d ของเส้นใยนาโน AS10:20PP และ AS11:20PAN ...	142

ภาพประกอบที่ 4.36 XPS สเปกตรัม In 3d ของเส้นใยนาโน AS11:20PAN และ AS12:25PAN.	143
ภาพประกอบที่ 4.37 XPS สเปกตรัม Ni 2p ของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN.....	143
ภาพประกอบที่ 4.38 XPS สเปกตรัม C 1s ของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN.....	144
ภาพประกอบที่ 4.39 XPS สเปกตรัม O 1s ของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN.....	144
ภาพประกอบที่ 4.40 สเปกตรัมรามาน (curve fit) ของเส้นใยนาโน (a) AS4(2:1) (b) AS6 (c) AS9(6:4) (d) AS10:20PP และ (e) AS11:20PAN.....	146
ภาพประกอบที่ 4.41 กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าที่ประดิษฐ์ด้วยวัสดุ (a) AS10:20PP (b) AS11:20PAN และ (c) AS12:25PAN ที่อัตราสแกน 2 5 10 20 50 100 200 และ 500 mV/s.....	148
ภาพประกอบที่ 4.42 กราฟการอัดและคายประจุ ของขั้วไฟฟ้าประดิษฐ์ด้วยวัสดุ (a) AS10:20PP (b) AS11:20PAN (c) AS12:25PAN ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ และ (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของทั้ง 3 ตัวอย่าง ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g.....	150
ภาพประกอบที่ 4.43 ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าเส้นใยนาโนคาร์บอน AS12:25PAN หลังการอัดและคายประจุอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g.....	151
ภาพประกอบที่ 4.44 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงาน (E_s) กับความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g.....	151
ภาพประกอบที่ 4.45 ไอโซเทอมการดูดซับไนโตรเจนและการกระจายตัวขนาดรูพรุน (แทรก) ของเส้นใยนาโน (a) AS10:20PP (b) AS11:20PAN และ (c) AS12:25PAN.....	153
ภาพประกอบที่ 4.46 การเปลี่ยนแปลงแมกนีไทเซชันเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก (H-M) ที่อุณหภูมิห้องของตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN.....	155

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย	66
ตารางที่ 3.2 ปริมาณการเตรียมสารละลาย $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O} / \text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในสัดส่วนที่ต่างกัน โดยใช้พอลิเมอร์ PVP	67
ตารางที่ 3.3 การเตรียมสารละลาย PAN และ PAN/PVP ปริมาณที่ต่างกัน.....	67
ตารางที่ 3.4 ปริมาณการเตรียมสารละลายของ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O} / \text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2:1) สัดส่วนของ PAN/PVP แตกต่างกัน	68
ตารางที่ 3.5 กระบวนการแคลไซน์ของเส้นใยนาโน	75
ตารางที่ 4.1 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโนและขนาดอนุภาคเมื่อใช้อินเดียมนิเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP	102
ตารางที่ 4.2 องค์ประกอบของธาตุของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2)	105
ตารางที่ 4.3 ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2)	109
ตารางที่ 4.4 ความจุไฟฟ้าจำเพาะของขั้วไฟฟ้าตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g.....	114
ตารางที่ 4.5 ความหนาแน่นพลังงานและความหนาแน่นกำลังของวัสดุขั้วไฟฟ้าตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g.....	115
ตารางที่ 4.6 พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย (D) ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย (V) และความจุไฟฟ้าจำเพาะ (C_s) เมื่อปริมาณไนเตรทแตกต่างกัน ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g	118
ตารางที่ 4.7 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยก่อนและหลังแคลไซน์เมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP.....	123
ตารางที่ 4.8 องค์ประกอบของธาตุและพลังงานยึดเหนี่ยวของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4)	128

ตารางที่ 4.9 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของขั้วไฟฟ้าของเส้นใยนาโน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g.....	132
ตารางที่ 4.10 ความหนาแน่นพลังงาน (E_s) และความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของวัสดุขั้วไฟฟ้าจากเส้นใยนาโนคาร์บอน ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g.....	133
ตารางที่ 4.11 พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย (D) ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย (V) และค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (C_s) ของ AS6 และ AS9(6:4) ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g.....	135
ตารางที่ 4.12 ค่าแมกนีไทเซชันและค่าสภาพแรงบังคับแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องของตัวอย่าง AS6 AS8(7:3) และ AS9(6:4)	137
ตารางที่ 4.13 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยก่อนและหลังแคลไซน์เมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN:PVP สัดส่วน 100:0 และ 60:40	140
ตารางที่ 4.14 องค์ประกอบของธาตุของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN	141
ตารางที่ 4.15 พลังงานยึดเหนี่ยวของของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN.....	144
ตารางที่ 4.16 ตำแหน่งพีก D G $2D_1$ และ $2D_2$ สัดส่วน I_D/I_G และขนาดผลึกของแกรไฟต์ (L_a) ของเส้นใยนาโน AS4(2:1) AS6 AS9(6:4) AS10:20PP และ AS11:20PAN.....	147
ตารางที่ 4.17 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของขั้วไฟฟ้าเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g.....	150
ตารางที่ 4.18 ความหนาแน่นพลังงาน (E_s) และความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของวัสดุขั้วไฟฟ้า AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g.....	151
ตารางที่ 4.19 ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย (D) ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย (V) และค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (C_s) ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN.....	153
ตารางที่ 4.20 ค่าแมกนีไทเซชันและค่าสภาพแรงบังคับแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง ของตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN.....	154

บทที่ 1

บทนำ

1.1 หลักการและเหตุผล

ปัจจุบันมีการพัฒนาเทคโนโลยีด้านอิเล็กทรอนิกส์อย่างรวดเร็วและต่อเนื่อง ทำให้อุปกรณ์ที่ใช้กักเก็บพลังงานไฟฟ้ามีความจำเป็นต่อผู้ใช้งานเป็นอย่างมากโดยเฉพาะอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องในชีวิตประจำวันของเราเช่น แท็บเล็ต แล็ปท็อปคอมพิวเตอร์ นาฬิกาอัจฉริยะ หรือแม้แต่รถยนต์ ซึ่งอุปกรณ์เหล่านี้จำเป็นต้องอาศัยอุปกรณ์ในการกักเก็บพลังงานที่มีประสิทธิภาพสูง ปัจจุบันอุปกรณ์ส่วนใหญ่ที่ใช้ในการกักเก็บพลังงานคือแบตเตอรี่ ซึ่งอาศัยปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี ดังนั้นจึงทำให้อายุการใช้งานของแบตเตอรี่ไม่สูง เนื่องจากการเสื่อมสภาพจากการเกิดปฏิกิริยาเคมี นอกจากนี้แบตเตอรี่มีความหนาแน่นพลังงานต่ำ (low energy density) ทำให้ต้องใช้เวลานานในการประจุไฟฟ้า นอกจากนี้ยังมีการจ่ายกระแสไฟฟ้าในระดับที่คงที่ในช่วงเวลาที่ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมียังดำเนินอยู่ แบตเตอรี่จึงไม่เหมาะสมสำหรับงานประเภทที่ต้องการใช้พลังงานสูงในเวลาอันสั้น เช่น การสตาร์ทเครื่องยนต์ การเร่งเครื่อง การหยุดรถ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องหาอุปกรณ์ในการกักเก็บพลังงานที่เหมาะสมใช้แทนหรือควบคู่ไปกับแบตเตอรี่ นั่นคือ ตัวเก็บประจุ ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นตัวกักเก็บพลังงานและจ่ายพลังงานแต่ด้วยการเติบโตและพัฒนาเทคโนโลยีทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ทำให้อุปกรณ์ต่างๆ จำเป็นต้องใช้พลังงานสูงในการประมวลผล ซึ่งอุปกรณ์เหล่านี้จำเป็นต้องมีการสะสมพลังงานที่เพียงพอและใช้งานต่างๆ ดังนั้น ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบยิ่งยวด (supercapacitors) จึงเข้ามามีบทบาทที่สำคัญ เนื่องจากมีความหนาแน่นพลังงานไฟฟ้ามากกว่าตัวเก็บประจุธรรมดาและจ่ายกำลังงานได้มากกว่าแบตเตอรี่ (Ra *et al.*, 2009; Libich *et al.*, 2018; Pech & Maensiri, 2019)

ตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบ่งออกเป็น 3 ชนิด ชนิดแรกคือ ตัวเก็บประจุที่มีการเรียงตัวของประจุแบบสองชั้น (electrochemical double-layer capacitor, EDLCs) ชนิดที่สอง คือแบบซูโดคาปาซิเตอร์ (pseudocapacitors, PDCs) และชนิดที่สามคือ ไฮบริดคาร์ปาซิเตอร์ (Yong Zhang *et al.*, 2009) (Najib & Erdem, 2019) โดยในตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบแรกคือชนิด EDLCs จะอาศัยการสะสมประจุไฟฟ้าที่ขั้วไฟฟ้าบริเวณรอยต่อระหว่างขั้วไฟฟ้ากับสารละลายอิเล็กโทรไลต์และประจุชนิดตรงข้ามจะสะสมอยู่ในสารอิเล็กโทรไลต์ วัสดุที่สำคัญในการทำเป็นขั้วในตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดนี้คือกลุ่มวัสดุคาร์บอน เช่น แกรฟีน (graphene) (Tan & Lee, 2013; Yu *et al.*, 2018; Li *et al.*, 2019) ท่อนาโนคาร์บอน (carbon nanotubes) (Aval *et al.*, 2018) เส้นใยคาร์บอนที่มีการปรับปรุงสภาพพื้นผิวหรือคาร์บอนกัมมันต์ (activated carbon nanofibers, ACNFs) (Yuan *et al.*, 2005) (An *et al.*, 2016) โดยในส่วนของวัสดุประเภทคาร์บอน เส้นใยนาโนคาร์บอนมีความน่าสนใจ

เนื่องจากให้พื้นที่ผิวที่สูง มีความเป็นรูพรุน ราคาไม่แพง และมีกระบวนการผลิตที่ง่าย (Liu *et al.*, 2018; Agyemang *et al.*, 2018) พื้นที่ผิวและรูพรุนของคาร์บอนสามารถควบคุมได้ทั้งทางกายภาพและทางเคมี อย่างไรก็ตามในการศึกษาพัฒนาคาร์บอนจากคาร์บอนกัมมันต์ ได้มีการพัฒนาอย่างต่อเนื่องโดยในท้องตลาดพบว่าขั้วไฟฟ้าที่ใช้แอคติเวตคาร์บอนของตัวเก็บประจุแบบ EDLC ให้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะอยู่ในช่วง 500-3000 m²/g (Liu *et al.*, 2018) ข้อดีของตัวเก็บประจุชนิดเยื่อแบบ EDLCs คือ ให้ค่าความหนาแน่นกำลังงานและเสถียรภาพสูง รอบการใช้งานนาน แต่มีข้อจำกัดหลายอย่างเช่น มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะและความหนาแน่นพลังงานต่ำ นอกจากนี้ยังมีข้อจำกัดในการนำไปประยุกต์ใช้ (Sharma *et al.*, 2018) ดังนั้นเพื่อให้ได้อุปกรณ์ที่มีค่าพลังงานที่สูงจำเป็นต้องหาวัสดุเพื่อนำมาใช้ทำขั้วไฟฟ้าเพื่อพัฒนาเรื่องของค่าความหนาแน่นพลังงานที่สูงขึ้นต่อไป

ตัวเก็บประจุชนิดซูโดคาปาซิเตอร์ เป็นตัวสะสมประจุไฟฟ้าโดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox reaction) ผ่านกระบวนการหรือกลไกการถ่ายโอนประจุที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาทางเคมี (faradaic charge transfer) โดยการเก็บประจุเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วบนผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า ปฏิกิริยารีดอกซ์ที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาแบบย้อนกลับไม่ได้ (irreversible process) ซึ่งเป็นกระบวนการดูดซับไอออนหรือโมเลกุลที่ออกมาจากสารละลายอิเล็กโทรไลต์เพื่อไว้บนผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า ซึ่งอัตราการดูดซับนี้มีค่าขึ้นอยู่กับความต่างศักย์ระหว่างผิวหน้าของขั้วไฟฟ้ากับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ส่งผลให้ ซูโดคาปาซิเตอร์ สามารถเก็บประจุไฟฟ้าได้สูงกว่าชนิด EDLC (Wang *et al.*, 2016; Vidhyadharan *et al.*, 2014; Sudhakar *et al.*, 2018) โดยส่วนใหญ่วัสดุที่นิยมนำมาใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุชนิดซูโดคาปาซิเตอร์ คือวัสดุกลุ่มออกไซด์ของธาตุทรานซิชัน เนื่องจากให้ค่าความหนาแน่นพลังงานและค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่สูงและมีเลขออกซิเดชันได้หลายค่า แต่การนำไฟฟ้าไม่ดีเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุประเภทคาร์บอน โดยจากการศึกษาวิจัยที่ผ่านมา มีการนำวัสดุออกไซด์หลายชนิดมาเป็นวัสดุทำขั้วสำหรับตัวเก็บประจุชนิดซูโดคาปาซิเตอร์ (Augustyn *et al.*, 2014) เช่น กลุ่มวัสดุออกไซด์ เช่น RuO₂ (Liu *et al.*, 1997; Xia *et al.*, 2012) NiO (Dar *et al.*, 2013; Zhang *et al.*, 2015; Bhise *et al.*, 2019; Jiangshan Zhao *et al.*, 2019) MnO₂ (Wang *et al.*, 2012; Ning *et al.*, 2016; Lee *et al.*, 2017) SnO₂ (Lim *et al.*, 2013; Ramesh *et al.*, 2019) Co₃O₄ (Meher & Rao, 2011; Niveditha *et al.*, 2018) และ In₂O₃ (Prasad *et al.*, 2004; Kumar *et al.*, 2018) เป็นต้น กลุ่มไฮดรอกไซด์ เช่น Ni(OH)₂ (Tang *et al.*, 2012; Lakshmi *et al.*, 2014; Xiong *et al.*, 2015) และวัสดุกลุ่มพอลิเมอร์ที่นำไฟฟ้าเช่น polyaniline (PANI) (Kuang *et al.*, 2013; Grover *et al.*, 2016) polypyrrole (PPy) (Junhong Zhao *et al.*, 2016), และ Polythiophene (PTs) (Senthilkumar *et al.*, 2011) polyacrylonitrile (Zhang *et al.*, 2009; Ra *et al.*, 2009; Khayyam *et al.*, 2020) polyvinylpyrrolidone (PVP) (Aslan *et al.*, 2014; Fan *et al.*, 2014) ข้อดีของตัวเก็บประจุชนิดซูโดคาปาซิเตอร์ คือ มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ

ค่อนข้างสูงและมีความหนาแน่นพลังงานสูง แต่ก็ยังมีข้อจำกัดในด้านความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้า เนื่องจากการเสื่อมสภาพของขั้วไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ในระหว่างกระบวนการอัดและคายประจุไฟฟ้า (Yang *et al.*, 2014; Poonam *et al.*, 2019)

อินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) เป็นโลหะออกไซด์โปร่งแสง นำไฟฟ้าได้ดี มีโครงสร้าง 2 แบบคือ โครงสร้างผลึกลูกบาศก์ (cubic) จัดโครงสร้างแบบบิกไบต์ (bixbyite) และโครงสร้างผลึก ромbohedral มีการจัดโครงสร้างแบบคอร์รันดัม (corundum) มีค่าคงที่ระนาบผลึก (lattice constant) เท่ากับ 10.118 อังสตรอม เป็นสารกึ่งตัวนำชนิด n-type มีช่องว่างแถบพลังงาน ที่กว้าง (wide band gap) ประมาณ 3.6 eV (Tuzluca *et al.*, 2018) ด้วยสมบัติพื้นฐานที่สำคัญนี้เองทำให้ In_2O_3 ถูกนำไปประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ เช่น ใช้เป็นเซ็นเซอร์ตรวจวัดปริมาณแก๊ส (Malchenko *et al.*, 1993; Lim *et al.*, 2010; Gu *et al.*, 2015) วัสดุขั้วไฟฟ้าในเซลล์แสงอาทิตย์ (Prathap *et al.*, 2014; Yin *et al.*, 2015) วัสดุโฟโตอิเล็กทริก (photoelectronic devices) (Harizi *et al.*, 2019) วัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าในแบตเตอรี่ (Hyodo *et al.*, 2013) และตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Prasad *et al.*, 2004; Tuzluca *et al.*, 2018) เป็นต้น โดยจากรายงานวิจัยของ Chang และคณะ (2008) พบว่าลักษณะสัณฐานของ In_2O_3 แบบนาโนทรงกลมและท่อนาโนให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะแตกต่างกัน คือ 105 และ 7.6 F/g ตามลำดับ Chen และ คณะ (2009) ศึกษาความยืดหยุ่นและการส่งผ่านของตัวเก็บประจุยิ่งยวด ของเส้นลวด In_2O_3 ที่ถูกกระจายบนฟิล์มของ ท่อนาโนคาร์บอน (CNT) พบว่าให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุด 64 F/g ความหนาแน่นกำลัง 7.48 kW/kg ที่ $I = 0.5$ A/g นอกจากนี้ Prasad และ คณะ (2004) รายงานค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของ In_2O_3 ในรูปแบบท่อนาโน 3 มิติ เท่ากับ 190 F/g ที่ อัตราสแกน 10 m/s Bastakati และคณะ (2013) สังเคราะห์อนุภาคนาโนของ In_2O_3 ให้รวมกับคาร์บอนที่มีขนาดเมโซพอร์รัส (mesoporous carbon) พบว่าให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงถึง 275 F/g ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ Na_2SO_4 ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ที่อัตราสแกน 5 mV/s Tuzluca และ คณะ (Tuzluca *et al.*, 2018)) พบว่า In_2O_3 ลักษณะสัณฐานแบบหอคอยนาโน (nanotowers) ช่อดอกไม้นาโน (nanobouquets) กรวยนาโน (nanocones) เส้นลวดนาโน (nanowires) ให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะคือ 6.7 12.5 4.9 16.6 mF/cm² ตามลำดับ Kumar และคณะ (2018) ส่วน In_2O_3 ในรูปแบบรูพรุนที่เป็นทรงกลมกลวง พบว่าให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะเท่ากับ 320 F/g ที่ ความหนาแน่นกระแส 1 A/g และการกักเก็บประจุไฟฟ้าได้ถึง 86 % ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g ภายหลังทดสอบการอัด-คายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 3500 รอบ

นอกจากนี้ยังมีการเตรียมเส้นใยนาโนมีโซพอร์รัสเพื่อเป็นขั้วลบในแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Li-ion batteries) โดยให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุด เท่ากับ 589 mAh/g ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/g (Yong Zhang *et al.*, 2016) และในส่วนของการผสมของโครงสร้างอนุภาคนาโน In_2O_3

และ NiO แบบ 3 มิติ ลงบนนิกเกิลโฟม พบว่าให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุดถึง 1,096.8 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g ความหนาแน่นพลังงาน 21.1 Wh/kg ที่ความหนาแน่นกำลัง เท่ากับ 1,500 W/kg (Padmanathan et al., 2018)

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงสนใจการพัฒนาวัสดุทำขั้วสำหรับกักเก็บพลังงานที่สามารถเก็บประจุได้ทั้งแบบ EDLCs และ PDCs มารวมเก็บไว้เป็นวัสดุในตัวเดียวกัน โดยมุ่งเน้นและให้ความสนใจในการประดิษฐ์และศึกษาโครงสร้าง สมบัติเคมีไฟฟ้าและแม่เหล็ก ของเส้นใยนาโนคอมโพสิต In_2O_3 -NiO และเส้นใยนาโนคอมโพสิตของ In_2O_3 -NiO/CNF ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง (electrospinning) หรือการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ร่วมกับการปรับปรุงพื้นผิวด้วยการให้ความร้อน ซึ่งเป็นเทคนิคที่ไม่ซับซ้อน ประหยัดเวลา ต้นทุนต่ำ ซึ่งคาดว่าจะทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดพื้นที่ผิวต่อปริมาตรที่สูง โครงสร้างของเส้นใยนาโนที่ได้มีขนาดเล็กจำนวนมาก มีความบริสุทธิ์สูง และสมบัติทางกายภาพที่ดี และสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทำขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุวดยิ่ง เพื่อให้ได้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ ความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังที่สูงต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อประดิษฐ์เส้นใยนาโนโดยใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง และศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าและสมบัติทางแม่เหล็ก
2. เพื่อประดิษฐ์เส้นใยนาโนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP สัดส่วนต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติทางเคมีไฟฟ้าและสมบัติทางแม่เหล็กของเส้นใย
3. เพื่อประดิษฐ์เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยมวล และพอลิเมอร์ PAN และ PVP และศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าและสมบัติทางแม่เหล็ก

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ประดิษฐ์เส้นใยเชิงประกอบ โดยความเข้มข้นของพอลิเมอร์ต่อสารละลายเท่ากับ 10 %
2. สัดส่วนของอินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทคือ 1:1 1:2 และ 2:1 โดยมวล
3. สัดส่วนของพอลิเมอร์ PAN:PVP คือ 80:20 70:30 และ 60:40 โดยมวล
4. ความเข้มข้นของพอลิเมอร์ต่อสารละลาย ที่ 10% และปริมาณไนเตรทรวม ที่ 20 และ 25 % ของปริมาณพอลิเมอร์รวม
5. ศึกษาอุณหภูมิที่มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของเส้นใยโครงสร้างนาโน ด้วยเทคนิค thermogravimetric-differential thermal analysis (TG-DTA)

6. ศึกษาโครงสร้างผลึกของเส้นใยนาโน ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x – ray diffraction, XRD) และเทคนิค Raman spectroscopy (RS)
7. ศึกษาลักษณะสัณฐานของเส้นใยนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM))
8. ศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีด้วยเทคนิคเอ็กซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโกปี (x-ray photoelectron spectroscopy, XPS)
9. ศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้า (electrochemical properties) ด้วยเทคนิค CV และ GCD
10. ศึกษาและวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน การกระจายตัวของรูพรุนและการศึกษารูปร่างของรูพรุนด้วยเทคนิคพื้นผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิค (Brunauer-Emmett-Teller method: BET and Barrett joyner halenda method : BJH)
11. ศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กของเส้นใยนาโนด้วยเทคนิค Vibrating sample magnetometer (VSM)

1.4 สถานที่ในการทำวิจัย

1. หน่วยวิจัยวัสดุศาสตร์เชิงฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
2. Advanced Materials Physics Laboratories (AMP) มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
3. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น
4. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถประดิษฐ์เส้นใยนาโนคาร์บอนและเส้นใยนาโนคาร์บอนคอมโพสิตกับออกไซด์ของโลหะ
2. เพื่อเป็นองค์ความรู้ในการพัฒนาวัสดุในกลุ่มที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบยวดยิ่ง เพื่อให้มีประสิทธิภาพในการกักเก็บพลังงานหรือได้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่เพิ่มมากขึ้นสำหรับนำไปประยุกต์ใช้ในอนาคต
3. สามารถเผยแพร่ผลงานในวารสารระดับชาติและนานาชาติ

บทที่ 2

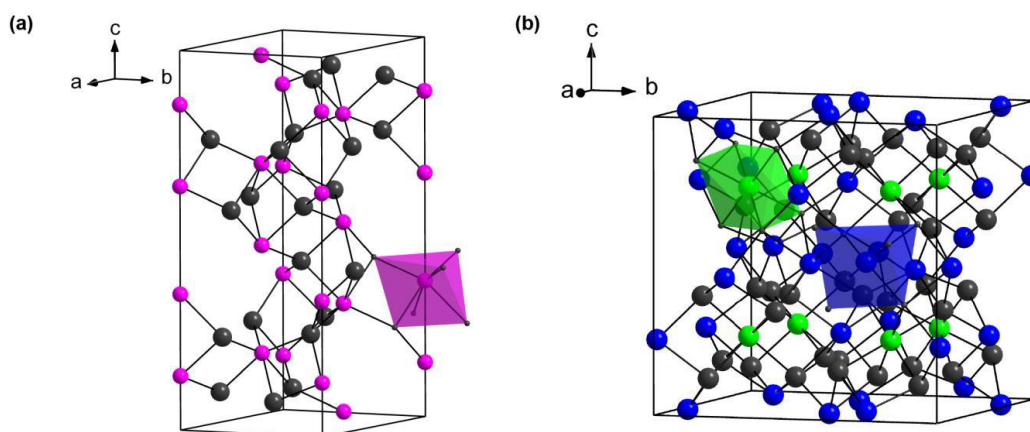
ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัย

ในบทนี้กล่าวถึงทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับตัวอย่าง ประกอบด้วยสมบัติพื้นฐานความรู้ทั่วไปของอินเดียมออกไซด์ นิกเกิลออกไซด์ สมบัติพื้นฐานทางแม่เหล็ก ความรู้เกี่ยวกับตัวเก็บประจุวดยิ่ง ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับสมบัติทางเคมีไฟฟ้า กระบวนการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง ศักยภาพในการนำไปประยุกต์ใช้งาน นอกจากนี้ยังได้นำเสนอผลงานวิจัยที่ผ่านมาเกี่ยวกับการเตรียมและศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าและทางแม่เหล็กของวัสดุอินเดียมออกไซด์ นิกเกิลออกไซด์ คอมโพสิตระหว่างอินเดียมออกไซด์และนิกเกิลออกไซด์ เส้นใยนาโนคาร์บอนคอมโพสิตกับโลหะออกไซด์ มีรายละเอียด ดังนี้

2.1 สมบัติพื้นฐานของวัสดุ

2.1.1 อินเดียมออกไซด์

อินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) เป็นโลหะออกไซด์ มีลักษณะเป็นผงสีเหลือง มีสมบัติการส่องผ่านแสงได้ดีในช่วงที่ตามองเห็น และนำไฟฟ้าที่ดี เทคโนโลยีสำคัญในการประยุกต์ใช้ เช่น ชั่วไฟฟ้าโปร่งแสง เซนเซอร์ จอแสดงผลภาพโฟโตโวลตาอิก โครงสร้างผลึกของอินเดียมออกไซด์มี 2 แบบ คือ โครงสร้างผลึกลูกบาศก์ จัดโครงสร้างแบบคิวบิกบิกไบต์และโครงสร้างผลึกรอมโบฮีดรอล จัดโครงสร้างแบบคอร์ันดัม โดยโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรอลอยู่ในรูปของเฟสกึ่งเสถียร แต่โครงสร้างแบบลูกบาศก์จะเป็นเฟสเสถียรในบรรยากาศทั่วไป โครงสร้างผลึกรอมโบฮีดรอลจะเปลี่ยนเฟสอย่างถาวรไปอยู่รูปของโครงสร้างแบบลูกบาศก์ ตามกฎของเทอร์โมไดนามิกส์ โดยทั่วไปอินเดียมออกไซด์มีโครงสร้างแบบ bcc ซึ่งเป็นโครงสร้างแบบคิวบิก มีค่าคงที่ระนาบผลึก เท่ากับ 10.118 อังสตรอม มีช่องว่างแถบพลังงาน 3.6 eV และมีหน่วยเซลล์อยู่ในสมมาตรกลุ่มปริภูมิ (space group symmetry) $la-3$ ในหนึ่งหน่วยเซลล์ของอินเดียมออกไซด์จะมีขนาด $2 \times 2 \times 2$ ซุปเปอร์เซลล์ (supercell) ของฟลูออไรท์ มีขนาดของตำแหน่งว่างประจุลบเท่ากับ $\frac{1}{4}$ ของอะตอม ในหนึ่งยูนิตเซลล์ประกอบด้วย 80 อะตอม โดยมีตำแหน่งแอนไอออน (ออกซิเจน) 48 ตำแหน่ง และตำแหน่งแคตไอออน (อินเดียม) จำนวน 32 ตำแหน่งคือ b และ d (González *et al.*, 2004; Lin *et al.*, 2015; Sarhaddi *et al.*, 2010)



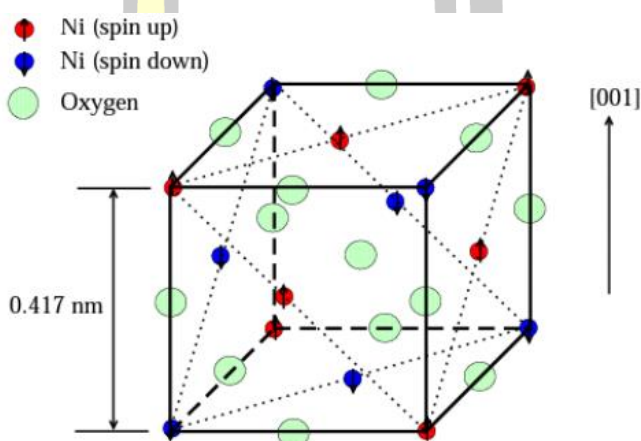
ภาพประกอบที่ 2.1 โครงสร้างผลึกอินเดียมออกไซด์ (a) โครงสร้างแบบ rh- In_2O_3 โดยที่วงกลมม่วงและดำ แทนตำแหน่งของอินเดียมและออกซิเจน ตามลำดับ (b) โครงสร้างแบบ bcc- In_2O_3 โดยที่วงกลมสีเขียว และม่วง แทนตำแหน่ง b และ d ส่วนสีดำ แทนตำแหน่งออกซิเจน ตามลำดับ (Buchholz *et al.*, 2014)

โครงสร้างแบบ b-site อะตอมอินเดียม (In^{3+}) ถูกล้อมรอบด้วยอะตอมของออกซิเจน (O^{2-}) 6 อะตอม ซึ่งอยู่ตำแหน่งมุมของคิวบิก พร้อมกับมีตำแหน่งช่องว่าง 2 ตำแหน่ง ตรงมุมของคิวบิกในลักษณะตรงข้ามกันตามเส้นทะแยงมุม โดยที่ระยะห่างของอะตอมออกซิเจนกับอะตอมอินเดียมมีค่าเท่ากัน คือ 2.18 อังสตรอม แต่สำหรับโครงสร้างแบบ d-site อะตอมของอินเดียมถูกล้อมรอบด้วยอะตอมของออกซิเจน 6 อะตอม ระยะห่างของอะตอมอินเดียมตำแหน่งที่ 1 2 และ 3 กับอะตอมออกซิเจนเท่ากับ 2.13 2.19 และ 2.23 อังสตรอม ตามลำดับ ตำแหน่งช่องว่างแตกต่างจากโครงสร้างแบบ b-site คือ ตำแหน่งว่างของออกซิเจนจะอยู่ตรงข้ามกันในแนวเส้นทะแยงมุมในหน้าเดียวกัน ดังภาพประกอบที่ 2.1 ดังนั้นจึงทำให้โครงสร้างแบบ d-site เกิดการบิดเบี้ยวไปในตำแหน่งของอินเดียม การที่อินเดียมออกไซด์มีสภาพไม่เป็นสัณฐานที่แน่นอน จะหมายถึงการขาดหายไปของออกซิเจนอาจขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของการเจือ กระบวนการให้ความร้อนหรือเงื่อนไขการเตรียมตัวอย่าง ซึ่งส่งผลต่อสมบัติต่างๆ ของวัสดุ เช่น สมบัติทางไฟฟ้า แสง และแม่เหล็ก เป็นต้น

2.1.2 นิกเกิลออกไซด์

นิกเกิลออกไซด์ (NiO) เป็นผลึกสีเขียวหรือสีดำ มีโครงสร้างผลึกเป็นลูกบาศก์แบบ Face-centered cubic (FCC) รูปแบบเดียวกันกับโครงสร้างผลึกของเกลือ (Rock salt crystal structure) มีค่าคงที่แลตทิซเท่ากับ 0.147 nm และมีรูปแบบกลุ่ม (space group) เป็นแบบ $\text{Fm}\bar{3}\text{m}$ (Mironova-Ulmane *et al.*, 2011) มีจุดหลอมเหลว 1984 °C ความหนาแน่น 6.67 g/cm^3 เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดพี (p-type) โดยมีแถบช่องว่างพลังงานกว้างประมาณ 3.5-3.8 eV (Hashem *et*

al., 2016) นอกจากนี้ ยังมีความจุไฟฟ้าทางทฤษฎีสูง (2573 F/g) มีเสถียรภาพทางความร้อนและเคมีที่ดี โดยทั่วไป NiO แสดงสมบัติเป็นแม่เหล็กแบบแอนติเฟอร์โรที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิเนล และมีสภาพแม่เหล็กแบบพาราที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิเนล (Neel temperature) $T_N = 523$ K (Imran Din & Rani, 2016) ประกอบด้วยสปินของอิเล็กตรอนขึ้นและสปินลง เนื่องจากการแลกเปลี่ยนโดยตรงของไอออน Ni และเกิดจากอันตรกิริยาอย่างแรงที่เกิดจากการเกิด super exchange ระหว่างอะตอมของ Ni ที่อยู่ใกล้เคียงกัน ทำให้เกิดพฤติกรรมทางแม่เหล็กเป็นแบบแอนติเฟอร์โร ดังภาพประกอบที่ 2.2



ภาพประกอบที่ 2.2 โครงสร้างผลึกและพฤติกรรมทางแม่เหล็กแบบแอนติเฟอร์โรของนิกเกิลออกไซด์ (Arai *et al.*, 2012)

2.2 ประเภทของสภาพแม่เหล็ก

สนามแม่เหล็กเกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนผ่านเส้นลวดตัวนำ สนามแม่เหล็กจะเกิดขึ้นรอบๆ ลวดตัวนำ ในทำนองเดียวกัน สภาพแม่เหล็กที่เกิดขึ้นในวัสดุ เป็นผลจากหมุนรอบตัวเองของอิเล็กตรอนและการเคลื่อนที่รอบนิวเคลียส สภาพแม่เหล็ก แบ่งออกได้หลายลักษณะดังนี้ คือ แม่เหล็กไดอา แม่เหล็กพารา แม่เหล็กเฟอร์โร แม่เหล็กแอนติเฟอร์โร แม่เหล็กเฟอร์ริ (สุปรดี พินิจสุนทร, 2558)

1) แม่เหล็กไดอา (diamagnetism) เป็นสภาพแม่เหล็กอย่างอ่อนๆ และไม่ถาวร คงอยู่ได้เฉพาะช่วงเวลาที่สนามแม่เหล็กภายนอกเท่านั้น สภาพนี้จะถูกเหนี่ยวนำให้เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงการเคลื่อนที่แบบโคจรของอิเล็กตรอนอันเนื่องจากสนามแม่เหล็กภายนอกที่กระทำ โมเมนต์แม่เหล็กที่ถูกเหนี่ยวนำขึ้นมีขนาดเล็กมากและมีทิศทางตรงกันข้ามกับทิศทางของสนามแม่เหล็กที่กระทำ มีค่าความไวต่อสภาพแม่เหล็กเป็นค่าลบเล็กน้อย มีค่าประมาณ -10^{-5}

2) แม่เหล็กพารา (paramagnetism) เมื่อวัสดุกลุ่มนี้อยู่ในสถานะที่ไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกมากระตุ้น ไดโพลของโมเมนต์แม่เหล็กในระดับอะตอมมีการจัดเรียงตัวแบบสุ่ม ทำให้เกิดการหักล้างกันของโมเมนต์แม่เหล็กมีค่าสุทธิเป็นศูนย์ ดังนั้นวัสดุเหล่านี้จะไม่มีสถานะความเป็นแม่เหล็กให้เห็นในระดับมหภาค แต่เมื่อถูกกระตุ้นจากสนามแม่เหล็กภายนอกไดโพลของโมเมนต์แม่เหล็กจะมีการจัดเรียงตัวในทิศทางเดียวกับสนามแม่เหล็ก เกิดโมเมนต์แม่เหล็กทางบวกซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปตามสนามแม่เหล็กภายนอก โดยโมเมนต์แม่เหล็กนี้จะแปรผกผันกับอุณหภูมิ และสภาพความเป็นแม่เหล็กจะหายไปเมื่อไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอก นอกจากนั้นวัสดุกลุ่มนี้ยังมีค่าความไวต่อสภาพแม่เหล็ก (magnetic susceptibility) เป็นค่าบวก

3) แม่เหล็กเฟอร์โร (ferromagnetism) วัสดุสามารถคงสภาพอำนาจความเป็นแม่เหล็กอยู่ได้โดยที่ไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกมากระทำและทิศทางโมเมนต์แม่เหล็กของอะตอมจะมีทิศทางไปในทางเดียวกัน และเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก (H) จะมีการตอบสนองที่สูงมาก ซึ่งค่าแมกนีไทเซชันอาจมีค่ามากกว่า H ถึง 1,000 เท่าหรือมากกว่า ธาตุบริสุทธิ์ที่จัดอยู่ในกลุ่มเฟอร์โรแมกเนติก เช่น เหล็ก (Fe) โคบอลต์ (Co) และนิกเกิล (Ni) อะตอมของธาตุเหล่านี้มีระดับพลังงานอยู่ในชั้น 3d ซึ่งประกอบด้วยอะตอมที่มีอิเล็กตรอนไม่ครบคู่ เช่นเดียวกับแม่เหล็กพารา แต่มีอันตรกิริยาระหว่างโมเมนต์แม่เหล็กแต่ละตัวมีค่าสูงมากๆ ดังนั้นโมเมนต์แม่เหล็กมีแนวโน้มชี้ไปทิศทางเดียวกันเกือบทั้งหมด โดยความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรจะลดลงตามอุณหภูมิ เพราะมีพลังงานความร้อนเข้ามาทำให้โมเมนต์แม่เหล็กเรียงตัวแบบสุ่ม

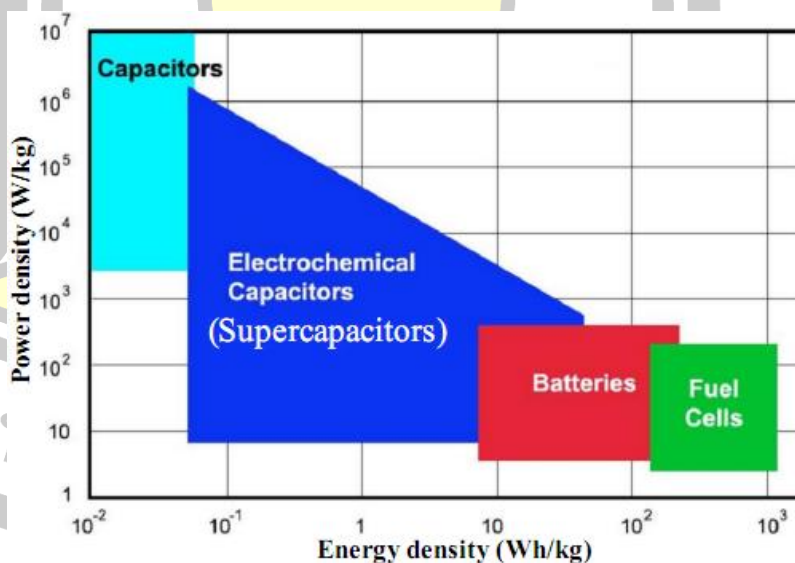
4) แม่เหล็กแอนติเฟอร์โร (antiferromagnetism) เป็นวัสดุที่มีการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กภายนอกเช่นเดียวกับวัสดุแม่เหล็กพารา คือมีค่าความสามารถซึมซับแม่เหล็กเป็นบวกเพียงเล็กน้อย โมเมนต์แม่เหล็กแอนติเฟอร์โรมีการจัดเรียงตัวกันเป็นระเบียบสูงมาก โดยโมเมนต์ที่อยู่ติดกันจะชี้ในทิศตรงกันข้าม ทำให้เมื่อยังไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกแมกนีไทเซชันรวมจะมีค่าเป็นศูนย์ เมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอกโมเมนต์แม่เหล็กของวัสดุแอนติเฟอร์โรจะพยายามเรียงตัวตามทิศแม่เหล็ก แต่ต้องใช้พลังงานของการเรียงตัวเป็นระเบียบในทิศตรงกันข้ามกันสูงมาก ทำให้โมเมนต์แม่เหล็กส่วนใหญ่จัดเรียงตัวตามทิศสนามแม่เหล็กภายนอกได้เพียงเล็กน้อยเท่านั้น หากทำการลดอุณหภูมิลงเรื่อยๆ จนผ่านอุณหภูมิวิกฤติ (critical temperature) แม่เหล็กแอนติเฟอร์โรจะมีการเปลี่ยนแปลงค่าความไวต่อสภาพแม่เหล็กที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิเนล (Neel temperature)

5) แม่เหล็กเฟอร์ริ (ferrimagnetism) เป็นวัสดุที่มีโมเมนต์แม่เหล็กถาวรประกอบอยู่ภายใน และมีทิศทางการเรียงตัวของโมเมนต์แม่เหล็กถาวร ภายในโดเมนมีการเรียงในทิศทางตรงกันข้าม แต่มีขนาดไม่เท่ากัน จึงทำให้มีอำนาจแม่เหล็ก และค่าความไวต่อสภาพแม่เหล็กเป็นค่าบวก

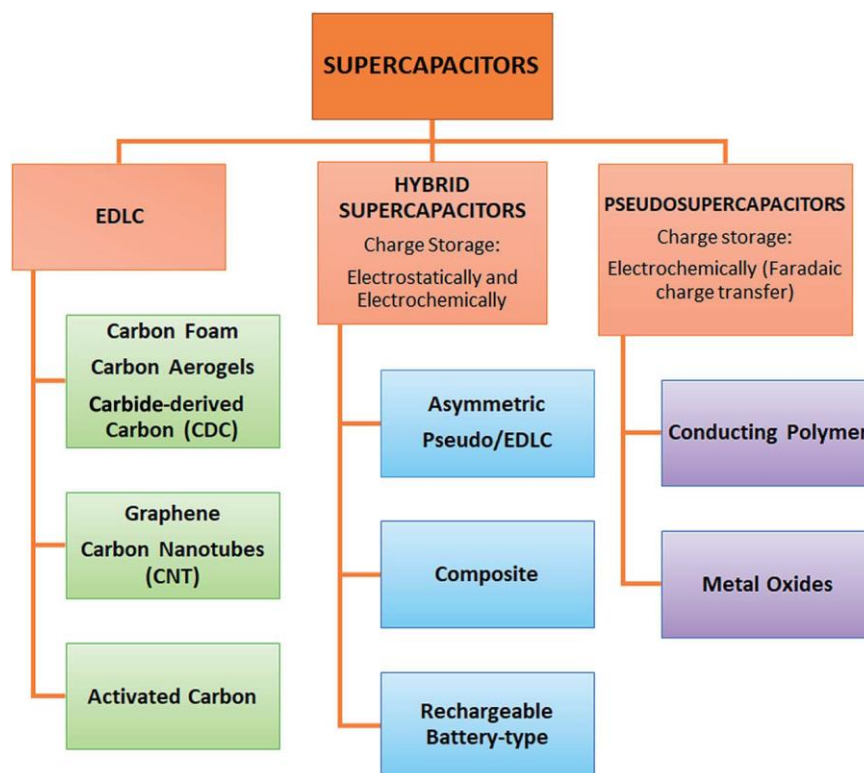
2.3 ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด

2.3.1 ชนิดของตัวเก็บประจุ

ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดเป็นอุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่มีสมบัติพิเศษตรงที่มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะมากกว่าตัวเก็บพลังงานไฟฟ้าชนิดอื่นๆ ถึง 100-10,000 เท่า อีกทั้งยังสามารถอัดประจุให้เต็มได้ภายในเวลาที่รวดเร็วเพียง 1-10 วินาที เมื่อเปรียบเทียบกับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน (Li ion battery) ซึ่งต้องใช้เวลานานโดยเฉลี่ย 10-60 นาที และการคายประจุก็สามารถทำได้ภายในเวลา 1 วินาที เช่นกัน จุดเด่นของตัวเก็บประจุยิ่งยวดคือ สามารถอัดและคายประจุได้ถึง 500,000 รอบมากกว่าความสามารถของแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออนถึง 100 เท่า และมากกว่าแบตเตอรี่ชนิดตะกั่ว-กรด (lead-acid battery) 1,000-10,000 เท่า นอกจากนี้ ตัวเก็บประจุยิ่งยวดมีราคาต่อหน่วยต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน (Miller & Simon, 2008) และยังสามารถทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ แรงกระแทก และการสั่นสะเทือนได้ดีอีกด้วย ภาพประกอบที่ 2.3 แสดงการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นกำลังงานและความหนาแน่นพลังงานของอุปกรณ์การกักเก็บพลังงานชนิดต่างๆ โดยตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ประเภทตามกลไกการกักเก็บพลังงาน ดังภาพประกอบที่ 2.4 ได้แก่ 1) ตัวเก็บประจุชนิดอิเล็กโทรลิติกดัดแปลง 2) ตัวเก็บประจุชนิดซูโดคาปาซิเตอร์ และ 3) ตัวเก็บประจุชนิดไฮบริดคาปาซิเตอร์ ซึ่งจะอธิบายดังรายละเอียดดังต่อไปนี้



ภาพประกอบที่ 2.3 กราฟราโกเนเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานของตัวเก็บประจุชนิดต่างๆ (Meng *et al.*, 2013)



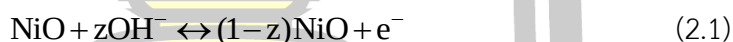
ภาพประกอบที่ 2.4 ประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวดและวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้า

(Najib & Erdem, 2019)

1) ตัวเก็บประจุชนิดอิเล็กโทรเคมีดับเบิลเลเยอร์คาปาซิเตอร์ (electrochemical double layer capacitor, EDLCs) สามารถกักเก็บประจุไฟฟ้าเคมีสองชั้น อาศัยหลักการทางไฟฟ้าสถิตระหว่างพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าและไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เมื่อไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์แตกตัวจะถูกดูดซับไว้บนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้า โดยส่วนใหญ่วัสดุที่นิยมนำมาใช้ทำขั้วไฟฟ้าชนิด EDLCs ได้แก่ วัสดุคาร์บอนที่มีพื้นที่ผิวสูง เช่น ถ่านกัมมันต์ (activated carbon) carbide derived carbons (CDC) ท่อนาโนคาร์บอน (carbon nanotubes, CNT) กราฟีน (graphene) คาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซพอ (mesoporous carbons) เป็นต้น ซึ่งข้อดีของตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิด EDLCs คือ มีเสถียรภาพสูงมากแต่ยังมีข้อจำกัดในเนื่องจากความจุไฟฟ้าจำเพาะและความหนาแน่นพลังงานต่ำ

2) ตัวเก็บประจุชนิดซูโดคาปาซิเตอร์ (psudocapacitors, PDCs) สามารถกักเก็บประจุไฟฟ้าโดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมี หรือเรียกว่า ปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox reaction) ระหว่างวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้ากับไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ กล่าวคือวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าเกิดการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน (เกิดการรับ-ถ่ายโอนอิเล็กตรอน) โดยส่วนใหญ่นิยมนำวัสดุที่มีเลขออกซิเดชันได้หลายสถานะเป็นวัสดุทำขั้วไฟฟ้า ได้แก่ กลุ่มวัสดุออกไซด์ เช่น RuO_2 (Liu *et al.*, 1997; Xia *et al.*,

2012) NiO (Dar *et al.*, 2013; Zhang *et al.*, 2015; Bhise *et al.*, 2019; Jiangshan Zhao *et al.*, 2019) MnO₂ (Wang *et al.*, 2012; Ning *et al.*, 2016; Lee *et al.*, 2017) SnO₂ (Lim *et al.*, 2013; Ramesh *et al.*, 2019) Co₃O₄ (Meher & Rao, 2011; Niveditha *et al.*, 2018) และ In₂O₃ (Prasad *et al.*, 2004; Kumar *et al.*, 2018) เป็นต้น กลุ่มไฮดรอกไซด์ เช่น Ni(OH)₂ (Tang *et al.*, 2012; Lakshmi *et al.*, 2014; Xiong *et al.*, 2015) และกลุ่มพอลิเมอร์ที่นำไฟฟ้า เช่น polyaniline (PANI) (Kuang *et al.*, 2013; Grover *et al.*, 2016) polypyrrole (PPy) (Junhong Zhao *et al.*, 2016), และ Polythiophene (PTs) (Senthilkumar *et al.*, 2011) polyacrylonitrile (PAN) (Zhang *et al.*, 2009; Ra *et al.*, 2009) (Khayyam *et al.*, 2020) polyvinylpyrrolidone (PVP) (Aslan *et al.*, 2014; Fan *et al.*, 2014) ตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิด PDCs มีข้อดีหลายประการ เช่น ความจุไฟฟ้าจำเพาะและความหนาแน่นพลังงานสูง เป็นต้น แต่มีข้อจำกัดในด้านความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้า เพราะเกิดการเสื่อมสภาพของขั้วไฟฟ้าเนื่องจากเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ในระหว่างกระบวนการอัดและคายประจุไฟฟ้า สำหรับกลไกการกักเก็บประจุไฟฟ้าคืออาศัยการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่างขั้วไฟฟ้า เช่น การกักเก็บประจุประติสฐ์จาก NiO กับ ไอออนสารละลายอิเล็กโทรไลต์ KOH ที่ขั้วไฟฟ้าขั้วลบ โดยเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์สามารถเขียนได้ดังสมการที่ 2.1 หรือ สมการ 2.2 (Xiao *et al.*, 2016; Yu *et al.*, 2013)



จากสมการ (2.2) จะเห็นได้ว่า Ni มีการเปลี่ยนแปลงสถานะของเลขออกซิเดชัน ซึ่งเกิดจากการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน ระหว่างวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้ากับไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ แสดงให้เห็นถึงสมบัติที่ต้ออีกประการหนึ่งของตัวเก็บประจุยิ่งยวด PDCs นั่นคือสามารถเก็บประจุได้เมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะของเลขออกซิเดชัน

3) ไฮบริดคาปาซิเตอร์ สามารถเก็บสะสมประจุไฟฟ้าได้ทั้งแบบ EDLCs และ PDCs นั่นคือสามารถเก็บสะสมประจุไฟฟ้าผ่านกระบวนการไฟฟ้าสถิตและเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์พร้อมกัน ด้วยเหตุนี้จึงทำให้ตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบไฮบริดคาปาซิเตอร์มีความจุไฟฟ้าจำเพาะสูง ความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานสูง แต่เสถียรภาพของขั้วไฟฟ้ายังไม่ดีเท่ากับชนิด EDLCs โดยทั่วไปนิยมใช้วัสดุนาโนคอมโพสิตระหว่างวัสดุคาร์บอนและวัสดุที่เกิดปฏิกิริยารีดอกซ์แบบผันกลับได้

2.3.2 ส่วนประกอบของตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด

ตัวเก็บประจุยิ่งยวดประกอบด้วยส่วนประกอบหลักๆ คือ 1) ขั้วไฟฟ้า (electrodes) ทำหน้าที่ในการกักเก็บประจุไฟฟ้า โดยสมบัติของวัสดุที่นิยมนำมาทำเป็นขั้วคือ มีพื้นที่ผิวสูง นำไฟฟ้าได้ดี มีโครงสร้างที่เสถียร สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์แบบผันกลับได้ดี ทนต่อการกัดกร่อนและต้นทุนการผลิตต่ำ วัสดุที่นิยม เช่น กราฟีน แมงกานีสออกไซด์ และพอลิอะนิลีน เป็นต้น 2) ตัวแยกขั้วไฟฟ้า

(separators) ทำหน้าที่ในการดูดซับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ และเป็นตัวกันเพื่อป้องกันข้อไฟฟ้าทั้งสองเกิดการสัมผัสกันและไม่นำไฟฟ้า เช่น กระดาษไข และพอลิพรพิลีน เป็นต้น และ3) สารละลายอิเล็กโทรไลต์ จะเป็นแหล่งกำเนิดไอออนที่ถูกกักเก็บที่พื้นผิวของข้อไฟฟ้าในขณะเกิดกระบวนการอัดประจุไฟฟ้า โดยจะต้องมีสมบัติที่โดดเด่น เช่น สามารถแตกตัวเป็นไอออนได้ดี ความต้านทานไฟฟ้าต่ำ ความหนาแน่นของไอออนสูง มีเสถียรภาพทางเคมีสูง และสามารถใช้งานในช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้ากว้างๆ เป็นต้น

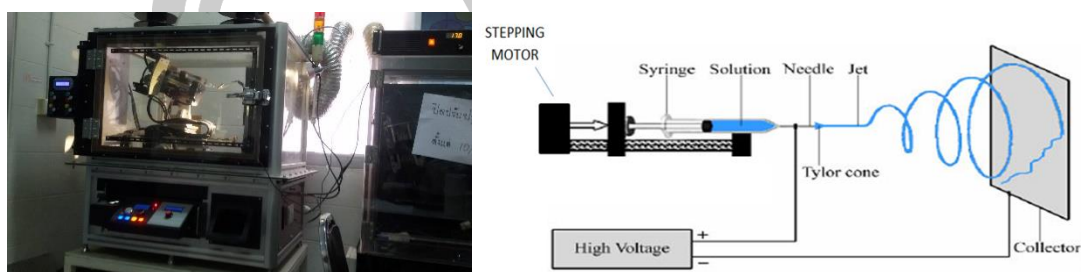
2.4 เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

2.4.1 หลักการทำงานของเครื่องอิเล็กโทรสปินนิง

อิเล็กโทรสปินนิง หรือการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเป็นทางเลือกใหม่ที่สามารถเตรียมเส้นใยนาโนของวัสดุพอลิเมอร์และสารอนินทรีย์ ออกไซด์หลากหลายชนิดสำหรับประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ เกษษกรรม วิศวกรรม การทหาร และอื่นๆ อิเล็กโทรสปินนิงเป็นกระบวนการประดิษฐ์เส้นใยนาโนที่ได้รับความสนใจและนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน วิธีที่นำมาใช้ในการประดิษฐ์เส้นใยมีหลากหลายวิธีแต่ละวิธีการมีข้อดีข้อเสียแตกต่างกันไป เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง สามารถทำได้โดยง่าย กระบวนการในการผลิตไม่ค่อยซับซ้อน ปลอดภัยและมีค่าใช้จ่ายในการผลิตน้อย นอกจากนี้วิธีการนี้ยังสามารถผลิตเส้นใยที่มีขนาดตั้งแต่ 3 - 1,000 nm ได้ในปริมาณมากๆ อีกด้วย (Ponhan, 2014)

ในระบบอิเล็กโทรสปินนิง ประกอบด้วยระบบพื้นฐาน 4 ส่วนหลัก คือ แหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง (high voltage power supply) หลอดบรรจุสารละลายที่ติดเข็มโลหะ (syringe with needle) ส่วนควบคุมอัตราการไหลของสารละลาย (syringe pump) และวัสดุรองรับที่เป็นโลหะ (metal collector) แสดงดังภาพประกอบที่ 2.5 โดยขณะนี้ยังไม่ให้ศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงแก่ระบบสารละลายจำนวนหนึ่งจะรวมตัวกันเป็นหยดรูปทรงทรงกลมที่บริเวณปลายเข็มโลหะอันเป็นผลเนื่องจากแรงตึงผิว แต่เมื่อให้ความต่างศักย์กำลังสูงจะทำให้เกิดสนามไฟฟ้าครอบคลุมส่วนปลายของเข็มโลหะและมีประจุเกิดขึ้นที่ผิวของสารละลายจึงเกิดแรงผลัทางไฟฟ้าสถิต (electrostatic repulsion) ขึ้นในทิศตรงกันข้ามกับแรงตึงผิว ดังนั้นถ้าสนามไฟฟ้ามีค่ามากพอจะทำให้เกิดแรงผลัมากกว่าแรงตึงผิวจะส่งผลให้รูปทรงทรงกลมของสารละลายที่อยู่ปลายเข็มยืดออกเป็นรูปทรงกรวย หรือกรวยของเทเลอร์ (taylor cone) และเมื่อเพิ่มสนามไฟฟ้าแก่ระบบจนกระทั่งถึงค่าวิกฤตค่าหนึ่งจะเกิดแรงขับเคลื่อนให้สารละลายพุ่งออกมาเป็นลำ ต่อมาลำของสารละลายนี้จะยืดออกจนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงถึงระดับนาโนเมตรแล้วตกลงบนวัสดุรองรับในลักษณะที่ไม่เกิดการเกาะกอด (non-woven nanofiber) บริเวณลำของสารละลายได้ยืดออกมาห่างจากจุดเริ่มต้นระยะหนึ่งพบว่าสารละลายถูกเหนี่ยวนำให้เกิดประจุที่ผิวของสารละลายและด้วยสนามไฟฟ้าภายนอกที่เกิดจาก

ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงวัสดุรองรับเป็นตัวนำจึงส่งผลให้เกิดลำของประจุขึ้น ด้วยเหตุผลดังกล่าวจึงเกิดแรงที่ไม่สมดุล ทำให้ลำสารละลายยืดออกในเส้นทางที่ซับซ้อนอันนำมาซึ่งเส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กลงอย่างมากและยิ่งรอบของการบิดโค้งมีจำนวนมากขึ้นจะทำให้สารละลายยืดออกเป็นเส้นเล็กประกอบกับการระเหยออกของตัวทำละลายในที่สุดเกิดเส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็ก ในระดับนาโนเมตรได้ (Sill & von Recum, 2008) (Auffan *et al.*, 2012)



ภาพประกอบที่ 2.5 กระบวนการผลิตเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง (Ziabari *et al.*, 2009)

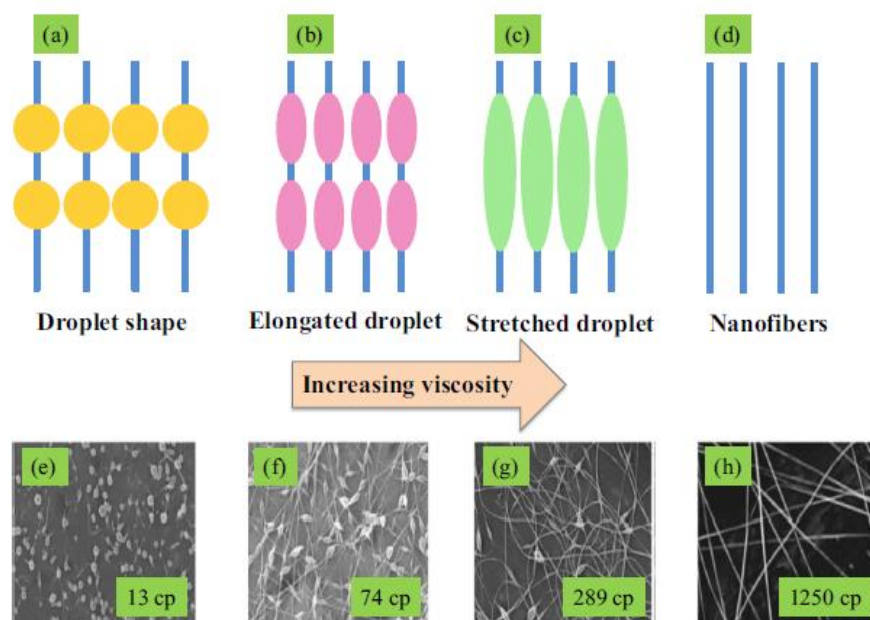
2.4.2 ปัจจัยที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโน

เส้นใยที่ประดิษฐ์ได้มีลักษณะหลายรูปแบบและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางตลอดจนความต่อเนื่องของเส้นใยแตกต่างกันออกไปทั้งนี้ขึ้นกับปัจจัยต่างๆ โดยแบ่งเป็น 3 ส่วนคือ ส่วนของสารละลาย กระบวนการ และสภาพสิ่งแวดล้อม

สารละลาย (solution parameters) เป็นตัวแปรที่เกิดจากสมบัติของสารละลายที่ส่งผลต่อลักษณะของเส้นใย โดยเฉพาะอย่างยิ่งขนาดและรูปร่างของเส้นใย ได้แก่

1. ตัวทำละลาย (solvent) การเตรียมเส้นใยที่จำเป็นต้องใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสมเพื่อให้ได้เส้นใยเรียบและไม่เกิดปัด (bead) โดยควรเลือกตัวทำละลายที่สามารถละลายพอลิเมอร์ได้ดีและตัวทำละลายควรมีจุดเดือดปานกลาง

2. ความเข้มข้นของสารละลาย (solution concentration) พบว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายมากขึ้นมีผลทำให้ความหนืดเพิ่มขึ้นด้วยทำให้เส้นใยมีเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้น การที่สารละลายมีความเข้มข้นน้อยซึ่งส่งผลให้ความหนืดต่ำด้วย รวมทั้งแรงตึงผิวต่ำทำให้แรงไฟฟ้าเอาชนะแรงตึงผิวได้ง่ายขึ้นทำให้สารละลายมีการไหลดีขึ้นส่งผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีขนาดเล็ก (Haider *et al.*, 2013) จากภาพประกอบที่ 2.6 แสดงลักษณะสัณฐานของเส้นใยเมื่อความหนืดเพิ่มขึ้น



ภาพประกอบที่ 2.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโน polyethylene oxide เมื่อความหนืดเพิ่มขึ้น (a-d) ลักษณะของเส้นใย และ (e-h) แสดงภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Zander, 2013; Luzio *et al.*, 2014)

3. ความหนืดของสารละลาย (solution viscosity) ถ้าสารละลายมีความหนืดน้อย โมเลกุลของตัวทำละลายไม่จับกับโมเลกุลของพอลิเมอร์จะมีความหนาแน่นมากส่งผลให้จับตัวกันเป็นก้อนทรงกลมเกิดปัดเนื่องจากแรงตึงผิวแต่ในกรณีที่สารละลายมีความหนืดมากจะเกิดอัตรากริยาระหว่างโมเลกุลของตัวทำละลายกับโมเลกุลของพอลิเมอร์มากขึ้นทำให้สารละลายยืดออกดีขึ้น

4. ความสามารถในการนำไฟฟ้าของสารละลาย จากการศึกษาของ Zhang และคณะ ในปี ค.ศ. 2005 ใช้โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol) ละลายในน้ำและมีการเติมไอออนเช่นเกลือ เพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าในปริมาณต่างๆ พบว่าเมื่อเติมเกลือในปริมาณที่มากขึ้นทำให้การนำไฟฟ้ามากขึ้น ส่งผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยลดลงและมีการกระจายตัวของขนาดเส้นใยในช่วงที่แคบและช่วยลดการเกิดปัดเนื่องจากเมื่อการนำไฟฟ้าในสารละลายเพิ่มขึ้นทำให้ความสามารถในการเก็บประจุของสารละลายเพิ่มขึ้น เมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้าจึงมีค่าความต้านทานต่อการดึง (tensile strength) สูงขึ้นเส้นใยจึงมีขนาดเล็กลง

5. ค่าไดอิเล็กตริก หากสารละลายมีสมบัติทางไดอิเล็กตริกสูงจะช่วยลดการเกิดปัดและเส้นใยมีขนาดเล็ก ดังนั้นอาจเติมตัวทำละลายที่มีค่าไดอิเล็กตริกสูง เช่น ไดมethylฟอมาไมด์ ลงในสารละลายเพื่อเพิ่มสมบัติทางไดอิเล็กตริก นอกจากนี้ยังพบว่าถ้าไดอิเล็กตริกมีค่าสูงจะส่งผลให้ไม่มีการบิดโค้งของเส้นใยทำให้มีเสถียรภาพเพิ่มขึ้น ซึ่งช่วยเพิ่มพื้นที่การเกิดเส้นใยบนวัสดุรองรับ

ในกระบวนการประดิษฐ์เส้นใยปัจจัยที่มีผลต่อเส้นใย ประกอบด้วย ความต่างศักย์ไฟฟ้า อัตราการไหลของสารละลาย อุณหภูมิของสารละลาย ชนิดของวัสดุรองรับ ระยะห่างระหว่างปลาย เข็มกับวัสดุรองรับ และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเข็มโลหะ ปัจจัยเหล่านี้ล้วนมีผลต่อลักษณะของเส้นใย โดยมีรายละเอียดดังนี้

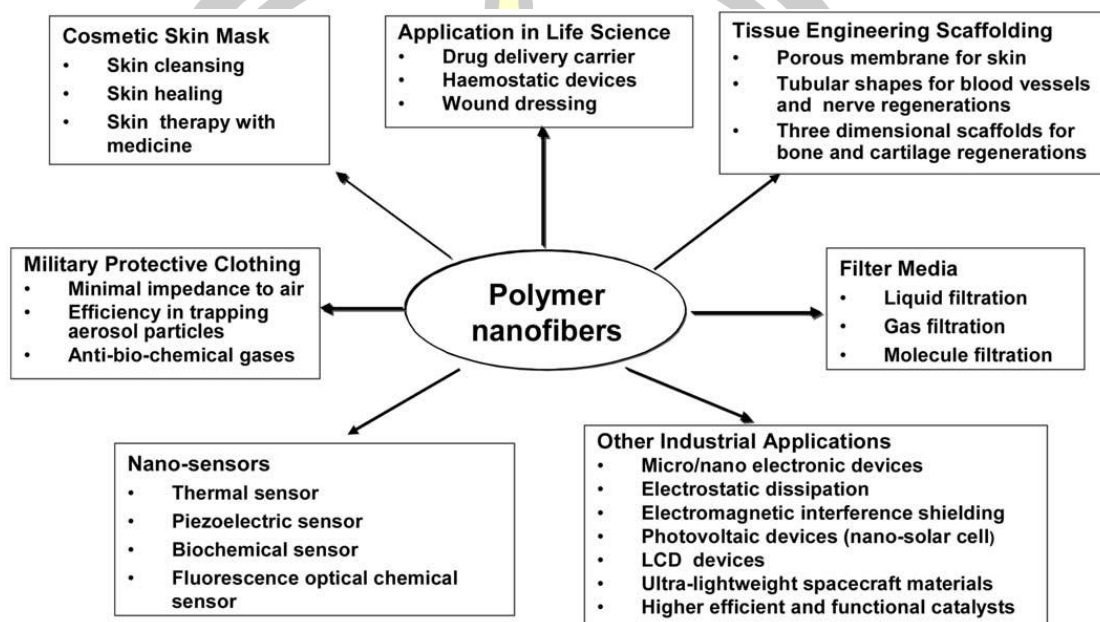
1. ความต่างศักย์ไฟฟ้า จากการศึกษาของ Deitzel และคณะ (2001) เตรียมเส้นใยโพลีเอทิลีนออกไซด์โดยใช้ตัวทำละลายน้ำ (polyethylene oxide/water) พบว่าเมื่อศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้นจนถึงค่าวิกฤตจะทำให้เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้นและมีแนวโน้มเกิดปัดสูง เนื่องจากศักย์ไฟฟ้าส่งผลให้ขนาดของเทเลอร์ โคน (taylor cone) ลดลง และความเร็วลำของสารละลาย (jet) เพิ่มขึ้น ขณะที่อัตราการไหลเท่าเดิม โดยให้ผลการศึกษาเช่นเดียวกับ Deitzel และคณะ (2001) ดังนั้นจึงต้องเลือกศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสม

2. อัตราการไหล (flow rate) จากการศึกษาของ Megelski และคณะ (2002) เตรียมเส้นใยพอลิสไตรีน ในตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟูราน (polystyrene/tetrahydrofuran) พบว่าเมื่ออัตราการไหลเพิ่มขึ้นขนาดของรูพรุน (pore) และขนาดเส้นใยเพิ่มขึ้นรวมถึงมีแนวโน้มที่จะเกิดปัดเพิ่มขึ้นด้วย ทั้งนี้เนื่องจากกระบวนการระเหยของตัวทำละลายเกิดขึ้นอย่างไม่สมบูรณ์ขณะมีการเคลื่อนที่จากปลายเข็มไปยังวัสดุรองรับและถ้าอัตราการไหลต่ำจะมีความสมดุลระหว่างสารละลายที่กำลังออกจากปลายเข็มและสารละลายที่เข้ามาแทนที่

3. ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับ จากการศึกษาของ Matabola และคณะ (2013) พบว่าระยะห่างระหว่างปลายเข็มและวัสดุรองรับเพิ่มขึ้นจะทำให้เส้นใยมีเส้นผ่านศูนย์กลางลดลง แต่ถ้าระยะห่างลดลงจะทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับการศึกษาของ Bhardwaj และคณะ (2010) อย่างไรก็ตามจากการศึกษาของ Zhang และคณะ (2005) พบว่ามีหลายกรณีเมื่อมีการเปลี่ยนระยะห่างระหว่างหัวเข็มและวัสดุรองรับไม่มีผลต่อลักษณะสัญญาณของเส้นใย

4. สภาพแวดล้อม (ambient parameters) สภาพแวดล้อม เช่น อุณหภูมิ ความชื้น จากการศึกษาของ Pelipenko และคณะ (2013) เตรียมเส้นใยโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ในกรดไฮยาลูโรนิก (PVA/hyaluronic acid) และเส้นใยโพลีเอทิลีนออกไซด์ ในไคโตซาน (PEO/chitosan) เมื่อความชื้นเพิ่มขึ้นจาก 4% เป็น 60% ทำให้เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย PVA/hyaluronic acid ลดลงจาก 667 nm เป็น 161 nm และเส้นใยโพลีเอทิลีนออกไซด์ในไคโตซาน ลดลงจาก 252 nm เป็น 75 nm เมื่อความชื้นในระบบเพิ่มขึ้น เนื่องจากขณะเส้นใยกำลังเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับเกิดการควบแน่นเป็นหยดน้ำบนผิวของเส้นใยทำให้เกิดรูพรุนบนเส้นใยในปริมาณมากขึ้น นอกจากนี้ความชื้นเพิ่มขึ้นมีแนวโน้มทำให้เกิดปัด แต่ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของสารละลาย ดังนั้นหากเลือกเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงมาประดิษฐ์เส้นใยต้องคำนึงถึงปัจจัยที่เกี่ยวข้องทั้งหมดเพื่อให้ได้เส้นใยที่เหมาะสมต่อการนำไป

ประยุกต์ใช้งาน โดยประยุกต์การใช้งานด้านต่างๆ ของเส้นใยนาโนโพลิเมอร์ แสดงดังภาพประกอบที่ 2.7 หากมีระบบที่ควบคุมปัจจัยต่างๆ เหล่านี้ได้ อย่างแม่นยำจะส่งผลให้เส้นใยมีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง ขนาดและรูพรุนเล็กในระดับนาโน ความบริสุทธิ์สูง ลักษณะทางกายภาพที่ดี ซึ่งส่งผลดีต่อคุณสมบัติด้านต่างๆ อีกด้วย



ภาพประกอบที่ 2.7 การประยุกต์ใช้งานเกี่ยวกับเส้นใยนาโนโพลิเมอร์ (Hassan *et al.*, 2003)

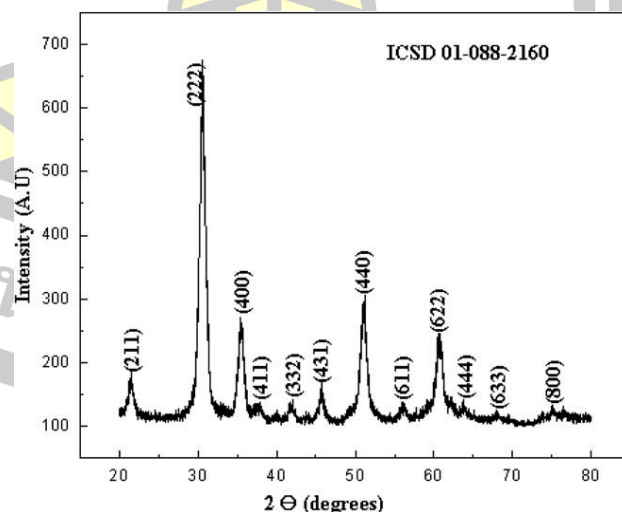


2.5 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

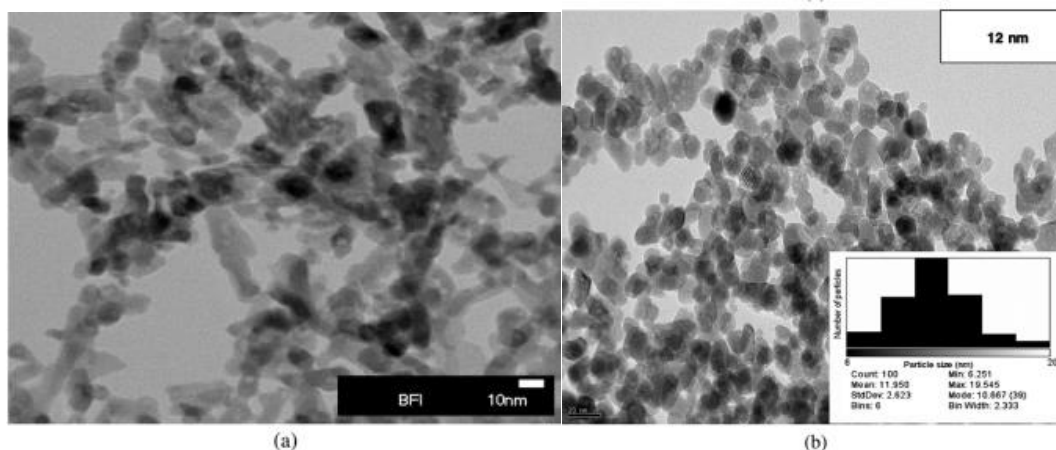
สำหรับงานวิจัยนี้ศึกษาผลงานวิจัยที่ผ่านมาในการเตรียม และศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าและทางแม่เหล็ก ของวัสดุอินเดียมออกไซด์ นิกเกิลออกไซด์ วัสดุผสมระหว่างอินเดียมและนิกเกิลออกไซด์ การเตรียมขั้วไฟฟ้าจากพอลิเมอร์ โพลีไวนิลไพโรลิโดนและโพลีอะครีโนไทรล์ ดังนี้

2.5.1 การเตรียมและศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กเส้นใย In_2O_3

Chandradass และคณะ (2011) เตรียมอนุภาคนาโนของอินเดียมออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมอย่างง่าย โดยใช้สารตั้งต้น $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ และ NH_4OH เริ่มจากนำผง $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ผสมน้ำ DI 20 ml และคนให้เข้ากันนาน 0.5 ชั่วโมง พร้อมกับหยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงในสารละลาย เพื่อปรับค่า pH ของสารละลายให้เท่ากับ 9 และกวนจนกระทั่งได้ตะกอนสีขาว หลังจากนั้นนำไปล้างด้วยเอทานอล และอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 °C นาน 24 ชั่วโมง และนำสารตัวอย่างไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 °C ในอากาศ นาน 10 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ไปสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์ (ultrasonication) จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD อนุภาคนาโนของ In_2O_3 มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์และไม่มีเฟสปลอมปนเมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 01-088-2160 แสดงดังภาพประกอบที่ 2.8 และจากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ดังภาพประกอบที่ 2.9 โดยภาพประกอบที่ 2.9 (a) เป็นภาพถ่ายของผงอนุภาคนาโน In_2O_3 พบว่าอนุภาคมีการเกาะกลุ่มรวมกันเป็นก้อนขนาด 13.1 nm และเมื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักของ In_2O_3 ไปสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์ ดังภาพประกอบที่ 2.9 (b) ลักษณะพื้นฐานเป็นทรงกลม ขนาด 12 nm เมื่อคำนวณขนาดผลึก (crystallite size) ด้วยสมการของเชอเรอร์ มีค่าเท่ากับ 8.7 nm ซึ่งใกล้เคียงกับขนาดที่ได้จากภาพถ่าย TEM

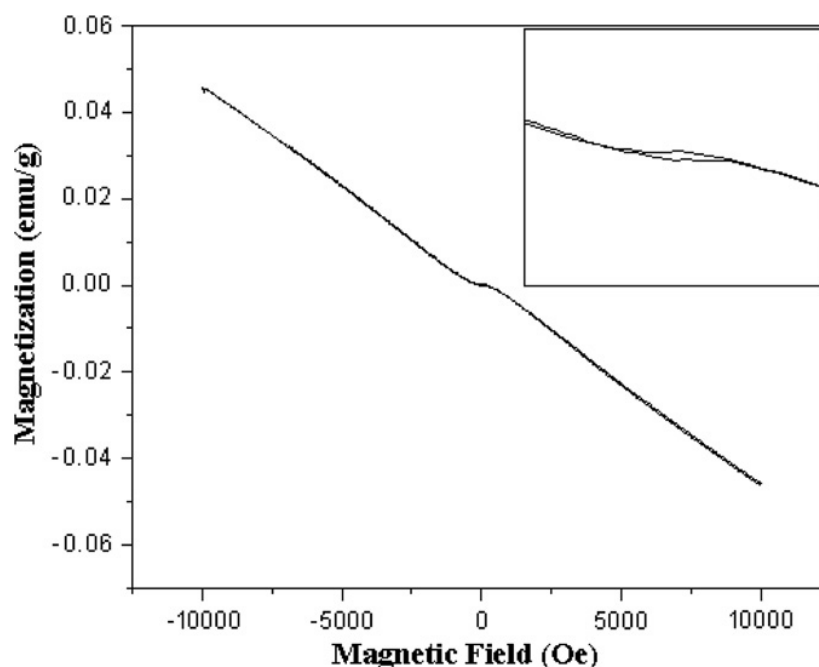


ภาพประกอบที่ 2.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโน In_2O_3
(Chandradass *et al.*, 2011)



ภาพประกอบที่ 2.9 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของอนุภาคนาโน In_2O_3 (a) ก่อนสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์ (b) หลังสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์ (Chandradass *et al.*, 2011)

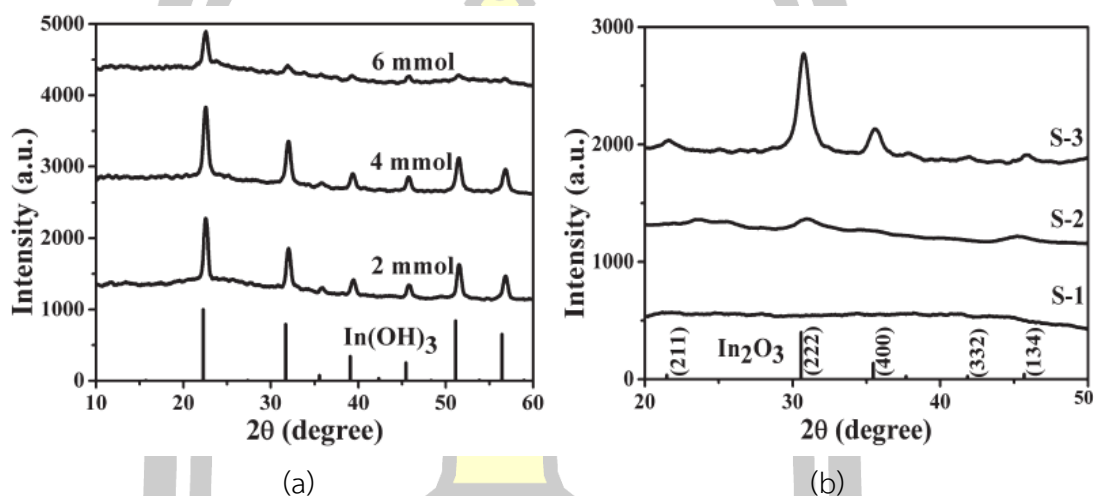
ผลการศึกษาพฤติกรรมแม่เหล็กเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอกในช่วง $-1 - 1$ เทสลา ที่อุณหภูมิห้อง พบว่าผงอนุภาค In_2O_3 มีพฤติกรรมแม่เหล็กไดอะ แสดงดังภาพประกอบที่ 2.10 สอดคล้องกับรายงานของ Berardan และคณะ (2008) แต่ไม่สอดคล้องกับรายงานของ Sundaresan และคณะ (2006) ที่รายงานถึงพฤติกรรมแม่เหล็กเฟอร์โรของเหล็กออกไซด์ของอนุภาคนาโนของ CeO_2 , Al_2O_3 , ZnO และ SnO_2 ซึ่งเป็นผลจากการแลกเปลี่ยนอันตรกิริยาระหว่าง localized electron spin moments ของอนุภาคนาโนบริเวณพื้นผิวที่เป็นผลจากตำแหน่งช่องว่างออกซิเจน



ภาพประกอบที่ 2.10 ความเป็นแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องของอนุภาคนาโนของ In_2O_3 (Chandradass *et al.*, 2011)

ในปี 2015 Lin และคณะ (2015) สังเคราะห์อนุภาคนาโนของ In_2O_3 แบบ monodisperse ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (solvothermal) ใช้สารตั้งต้น $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 4.5\text{H}_2\text{O}$, $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ เริ่มการสังเคราะห์ $\text{In}(\text{OH})_3$ โดยเตรียม $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 4.5\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 2.4 และ 6 mmol ละลายในน้ำ DI ขนาด 10 mmol และปรับค่า pH ของสารละลายให้เท่ากับ 7 โดยใช้ $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$ 1 mol/L ผสมและกวนให้เข้ากัน นาน 1 ชั่วโมง จะได้สารแขวนลอยสีขาวและนำไปปั่นเหวี่ยง แล้วล้างด้วยเอทานอลและเอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol, EG) ทำให้ได้สารตั้งต้น $\text{In}(\text{OH})_3$ หลังจากนั้นสังเคราะห์ In_2O_3 โดยนำ $\text{In}(\text{OH})_3$ กระจายลงในเอทิลีนไกลคอล จำนวน 40 ml แล้วใส่ในถังปฏิกรณ์ที่ทำจากสแตนเลสบุด้วยเทฟลอน (teflon-lined stainless steel autoclave unit) และให้ความร้อน 220°C นาน 8 ชั่วโมง หลังจากนั้นอนุภาค In_2O_3 ถูกทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้องและนำไปปั่นเหวี่ยง แล้วล้างด้วยเอทานอลจำนวน 3 ครั้ง และนำไปอบแห้งอุณหภูมิ 80°C นาน 24 ชั่วโมง เมื่อนำ $\text{In}(\text{OH})_3$ ไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD พบว่าเกิดเฟส $\text{In}(\text{OH})_3$ บริสุทธิ์ แบบเฮกซะโกนอล ไม่มีเฟสปลอมปนเมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS 85-1338 ความเข้มพีกลดลงเล็กน้อยเมื่อปริมาณของ $\text{In}(\text{OH})_3$ เพิ่มขึ้น ดังภาพประกอบที่ 2.11 (a) และเมื่อตรวจสอบโครงสร้างผลการสังเคราะห์ In_2O_3 โดยให้ S-3 S-2 และ S-1 แทนปริมาณ $\text{In}(\text{OH})_3$ ความเข้มข้น 6.4 และ 2 mmol ตามลำดับ พบว่า S-3 เกิดเฟส In_2O_3 แบบคิวบิก ที่ระนาบการเลี้ยวเบน

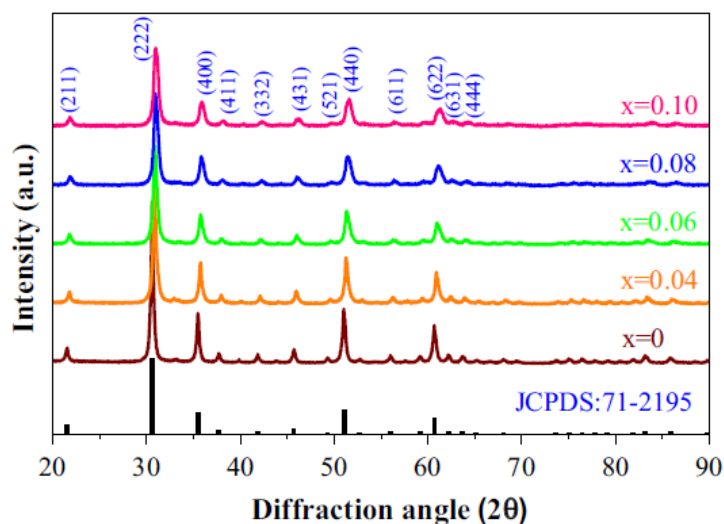
ของรังสีเอกซ์ (211) (222) (400) (332) และ (134) สอดคล้องกับข้อมูลอ้างอิง JCPDS 89-4595 พิกมิตขนาดกว้างบ่งบอกถึงผลึกขนาดเล็กและไม่พบเฟสปลอมปน ส่วน S-1 เกิดเฟสที่เป็นออสติฐาน และ S-2 เกิดเฟสที่สอดคล้องกับระนาบ (222) ของ In_2O_3 ดังภาพประกอบที่ 2.11 (b) เมื่อคำนวณขนาดผลึกโดยใช้สมการของเดออบาย-เชอเรอร์ พบว่า S-2 ขนาดของผลึก (crystallize size) เท่ากับ 5 nm สอดคล้องกับผลจาก TEM และค่าคงที่แลตทิซ $a = 10.1228 \pm 0.0009$ อังสตรอม และเท่ากับ 10.0820 ± 0.0021 อังสตรอม สำหรับ S-3



ภาพประกอบที่ 2.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนของ In_2O_3 (a) สารตั้งต้น $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 4.5\text{H}_2\text{O}$ ที่ความเข้มข้นต่างๆ (b) ตัวอย่าง S-1 S-2 และ S-3 (Lin *et al.*, 2015)

ในปี 2015 Sonsupap และคณะ(2015) เตรียมอนุภาคนาโน In_2O_3 เจือ $\text{Fe}(\text{In}_{1-x}\text{Fe}_x)_2\text{O}_3$ โดยสัดส่วน $x = 0, 0.04, 0.06, 0.08$ และ 0.10 ใช้สารตั้งต้น $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (In^{3+}) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ โพลีไวนิลไพโรลิโดน (PVP) เริ่มจากนำผง PVP จำนวน 7.5 กรัม ละลายน้ำ DI ปริมาณ 500 ml คนอย่างต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 50°C และเติมผงอินเดียมไนเตรดไฮเดรต และไอรอนไนเตรดไฮเดรต หลังจากนั้นสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีแดงจนกระทั่งแห้ง โดยในกระบวนการนี้ไม่มีการปรับค่า pH หลังจากนั้นนำสารพรีเคอร์เซอร์ (precursor) ไปแคลไซน์ที่ 600°C นาน 2 ชั่วโมง ในอากาศ จะได้ผงของอนุภาคนาโน $(\text{In}_{1-x}\text{Fe}_x)_2\text{O}_3$ สีเหลืองขาว ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD แสดงดังภาพประกอบที่ 2.12 พบรูปแบบการเลี้ยวเบน In_2O_3 แบบลูกบาศก์ เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 71-2195 และไม่พบสเปกตรัมของ Fe , FeO , Fe_2O_3 หรือ FeO_4 ผลึกมีขนาด 23.7, 18.7, 16.0, 16 และ 19.7 nm เมื่อเจือเหล็ก 0, 4, 6, 8 และ 10 % โดยอะตอม ตามลำดับ โดยคำนวณจากพีคความเข้มการเลี้ยวเบนสูงสุดคือระนาบ (222) ด้วยสมการของเดออบาย-เชอเรอร์ บ่งชี้ว่าปริมาณการเจือไอออนของเหล็กไม่มีผลต่อขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ a มีค่าเท่ากับ 1.0119, 1.0036, 1.0021, 1.0015 และ 1.002 เมื่อเจือเหล็กที่ $x = 0, 4, 6, 8$ และ 10 % โดยอะตอม

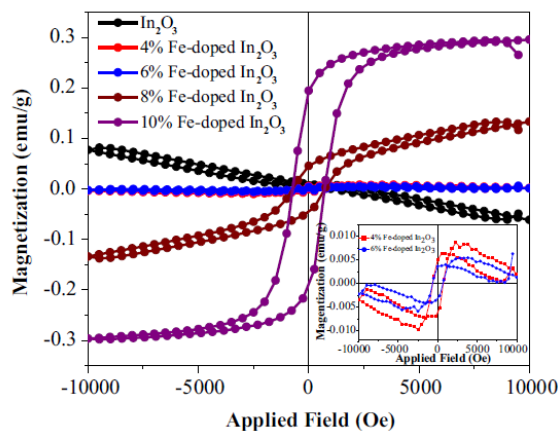
ตามลำดับ ค่าคงที่แลตทิซเปลี่ยนแปลงอาจเกิดเนื่องจากตำแหน่งไอออนของ In^{3+} (0.094 nm) ถูกแทนที่ด้วย Fe^{3+} (0.079 nm) หรือ Fe^{2+} (0.092 nm) ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับการรายงานของ Xing Li และคณะ (2007) และของ Peleckis G และคณะ (2006) บ่งชี้ว่าเมื่อเจือไอออนของ Fe พันธะระหว่าง In-O เกิดการบิดเบี้ยว



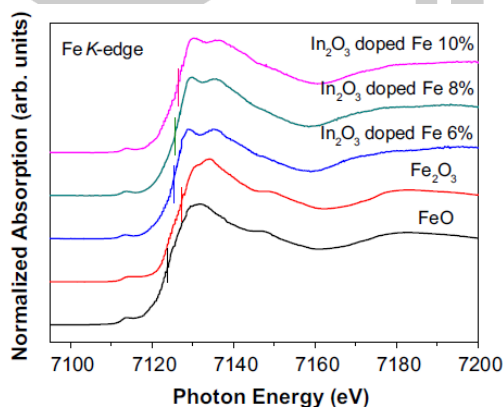
ภาพประกอบที่ 2.12 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง $(\text{In}_{1-x}\text{Fe}_x)_2\text{O}_3$ แคลไซน์อุณหภูมิ 600 °C (Sonsupap *et al.*, 2015)

ผลการศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กแสดงดังภาพประกอบที่ 2.13 พบว่าผงอนุภาคนาโน In_2O_3 มีพฤติกรรมแม่เหล็กไดอะ เนื่องจากประจุไอออนของ In^{3+} มีการจัดเรียงอิเล็กตรอนเป็น d^{10} ซึ่งอิเล็กตรอนมีการจับคู่กันทั้งหมดเมื่อใส่สนามแม่เหล็กภายนอกทำให้เกิดการเหนี่ยวนำให้อิเล็กตรอนจัดเรียงตัวในลักษณะที่ทำให้เกิดโมเมนต์แม่เหล็กรวมในทิศตรงข้ามกับสนามแม่เหล็กที่ใส่เข้าไป จึงแสดงพฤติกรรมของแม่เหล็กไดอะออกมา และเมื่อมีการเจือ Fe เข้าไปใน In_2O_3 พบว่าทุกตัวอย่างแสดงพฤติกรรมแม่เหล็กเฟอร์โรที่อุณหภูมิห้อง โดยค่าแมกนีไทเซชัน (magnetization, M) เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณการเจือเหล็กเพิ่มขึ้นบ่งชี้ว่า Fe^{3+} เพิ่มขึ้นมีผลให้เกิดอันตรกิริยาในสารแม่เหล็กเฟอร์โร สอดคล้องกับการศึกษาสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ XANES แสดงดังภาพประกอบที่ 2.14 พบว่าสเปกตรัมพีคหลัก 7126.20 7126.87 และ 7127.43 eV เมื่อเจือ Fe ที่ $x = 6$ 8 และ 10 % ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบกับพีคมาตรฐาน FeO และ Fe_2O_3 พบว่าเมื่อเจือ Fe มีการผสมกันของ Fe^{2+} และ Fe^{3+} สอดคล้องกับการศึกษาของ Jiang และคณะ (2013) รวมทั้ง Rani Aluri และคณะ (2013) ปริมาณแมกนีไทเซชันสูงสุด 0.296 emu/g เมื่อเจือเหล็กที่ $x = 0.10$ และ $x = 0.08$ ตัวอย่างแสดงพฤติกรรมแม่เหล็กเฟอร์โรและพาราเพิ่มขึ้นเมื่อขนาดของสนามแม่เหล็กภายนอกเพิ่มขึ้น ในช่วง 10 kOe เมื่อเจือเหล็กที่ $x = 0.04$ และ 0.06 แลตทิซ In_2O_3 เกิดการผสมกันของ

พฤติกรรมแม่เหล็กเฟอร์โรและไดอาที่ความเข้มข้นแม่เหล็กต่ำ แสดงดังภาพประกอบที่ 2.13 ซึ่งอาจเกิดขึ้นเนื่องจากพันธะของเหล็กมีขนาดสั้นและเป็นพันธะที่อยู่เดี่ยวๆ นอกจากนี้ยังเป็นผลเนื่องจากตำแหน่งช่องว่าง หรือความบกพร่องของผลึกรวมทั้งตัวอย่างอาจได้รับการกระตุ้นจากกระบวนการให้ความร้อน สอดคล้องกับผลการศึกษา Phokha และคณะ (2012) เมื่อเจือ Co ในแลตทิซ CeO_2 และการเจือ Fe ในแท่งนาโนของ ZnO (Limaye *et al.*, 2011)



ภาพประกอบที่ 2.13 วงฮิสเตอร์ซิสของอนุภาคนาโน In_2O_3 เมื่อเจือ Fe = 4 6 8 และ 10% ที่อุณหภูมิ 293 K (Sonsupap *et al.*, 2015)

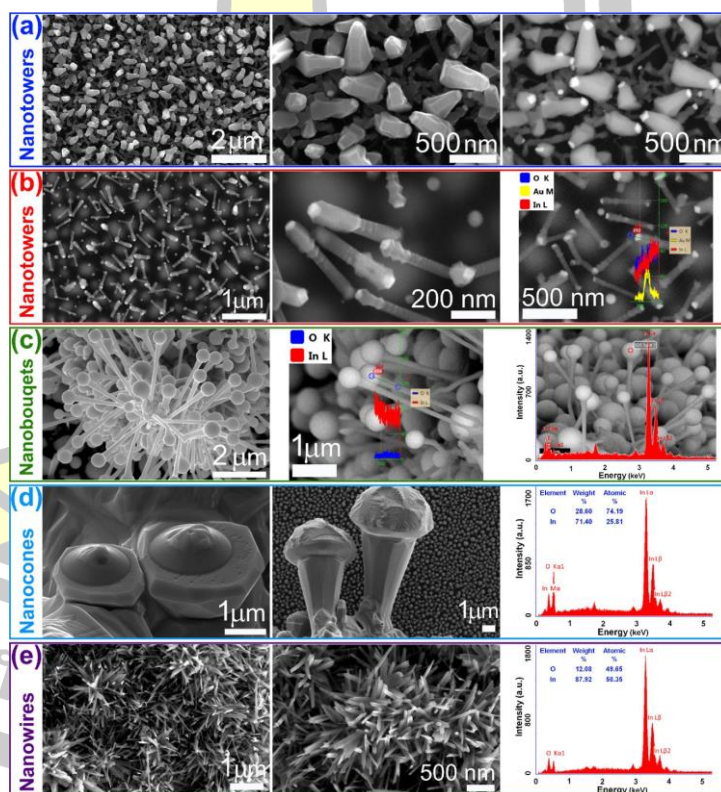


ภาพประกอบที่ 2.14 สเปกตรัมการดูดกลืน XANES Fe ของ $(\text{In}_{1-x}\text{Fe}_x)_2\text{O}_3$ เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน FeO และ Fe_2O_3 เมื่อ $x = 6$ 8 และ 10% (Sonsupap *et al.*, 2015)

2.5.2 การเตรียมและการศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าเส้นใย In_2O_3

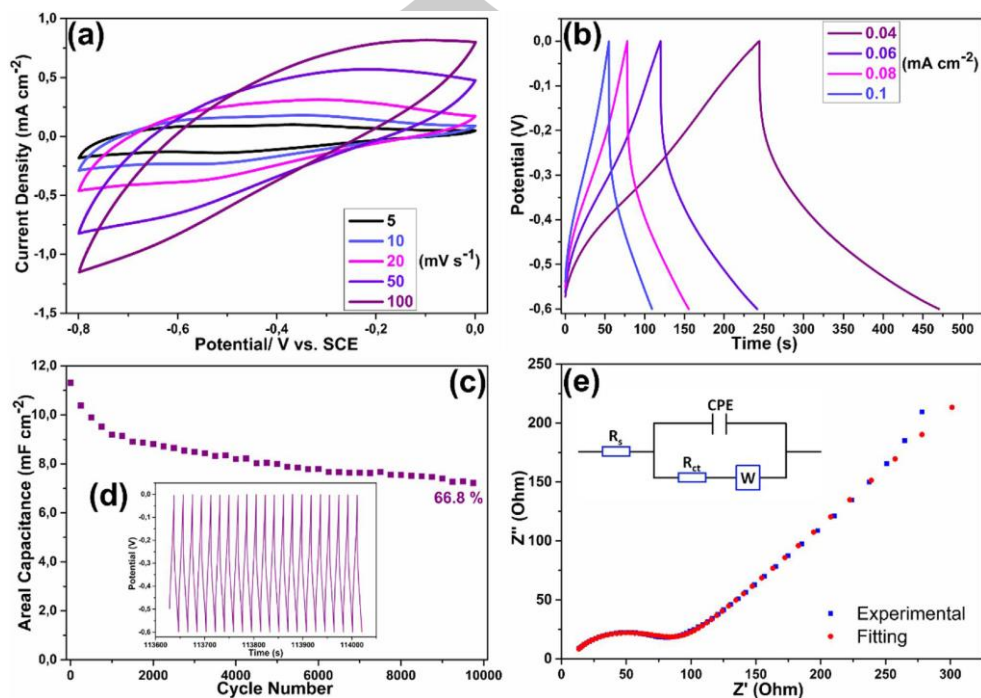
Tuzluca และคณะ (2018) ศึกษาโครงสร้างผลึกของ In_2O_3 ใน 1 มิติ รูปแบบต่างๆ คือ หอสสูงนาโน ข่อนนาโน กรวยนาโน และเส้นลวดนาโน เตรียมด้วยวิธี CVD เมื่ออุณหภูมิของฐานรองรับแตกต่างกัน เพื่อใช้เป็นวัสดุทำขั้วสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยใช้ผงอินเดียมเป็นสารตั้งต้น และ Si เป็นฐานรองรับ ลักษณะสัณฐานแบบต่างๆ แสดงดังภาพประกอบที่ 2.15 การศึกษาสมบัติทาง

เคมีไฟฟ้า ใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ Na_2SO_4 ความเข้มข้น 1 M พบว่า In_2O_3 สัณฐานแบบหอสองนาโน กรวยนาโน และขนานนาโน มีความจุไฟฟ้าจำเพาะ 10.1 6.7 และ 12.5 4.9 mF/cm^2 ตามลำดับ ที่ความหนาแน่นกระแส 0.04 mA/cm^2 ลักษณะสัณฐานแบบ nanowires มีพื้นที่ในการเก็บประจุไฟฟ้ามากที่สุดเท่ากับ 16.6 mF/cm^2 โดยมีพื้นที่ผิวสูงที่สุด ส่งผลให้สามารถเก็บประจุได้สูงที่สุดซึ่งเป็นผลจาก ionic diffusion path สั้นลง ในระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ทำให้มีการเพิ่มขึ้นของบริเวณที่เกิดปฏิกิริยาระหว่างขั้วไฟฟ้าและสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เมื่อทดสอบประสิทธิภาพการกักเก็บประจุ ที่ความหนาแน่นกระแส 0.1 mA/cm^2 ภายหลังการอัด-คายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 10000 รอบ ตัวอย่างยังคงสามารถกักเก็บประจุไฟฟ้าได้ถึง 66.8 % จากค่าเริ่มต้น ดังภาพประกอบที่ 2.16 (c) และภาพประกอบแทรกที่ 2.16 (d) ส่วนภาพประกอบที่ 2.16 (a) แสดงกราฟ CV ที่อัตราสแกนต่าง ๆ คือ 5 10 20 50 และ 100 mV/s และภาพประกอบที่ 2.16 (b) แสดงกราฟ GCD จากการอัดและคายประจุที่ความหนาแน่นกระแสเท่ากับ 0.04 0.06 0.08 และ 0.1 mA/cm^2 และในการวัดค่าความต้านทานเทียบเท่าและความต้านทานของการส่งผ่านประจุจากวงจรมีค่าเท่ากับ 5.2 และ 85.4 Ω/cm ตามลำดับ ดังภาพประกอบที่ 2.16 (e)



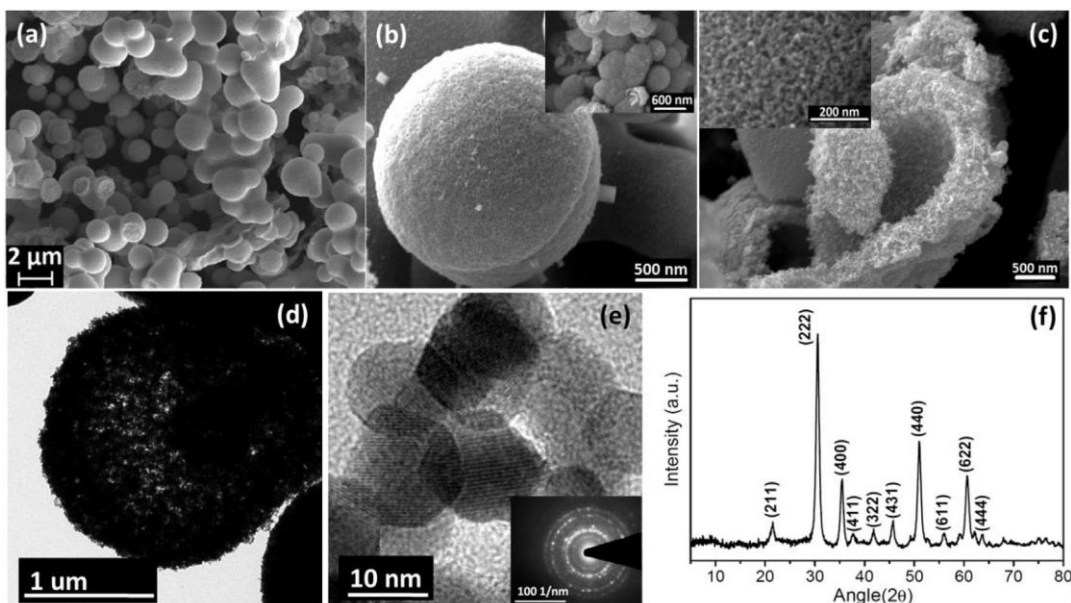
ภาพประกอบที่ 2.15 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ In_2O_3 สัณฐานวิทยาแตกต่างกัน (a) หอสองอุณหภูมิมิฐานรองรับ 1000 °C (b) หอสองอุณหภูมิมิฐานรองรับ 900 °C (c) ข่อ

นาโนอนุกรมฐานรองรับ 800 °C (d) กรวยนาโนอนุกรมฐานรองรับ 700 °C และ (e) เส้นลวดนาโนอนุกรมฐานรองรับ 600 °C (Tuzluca *et al.*, 2018)

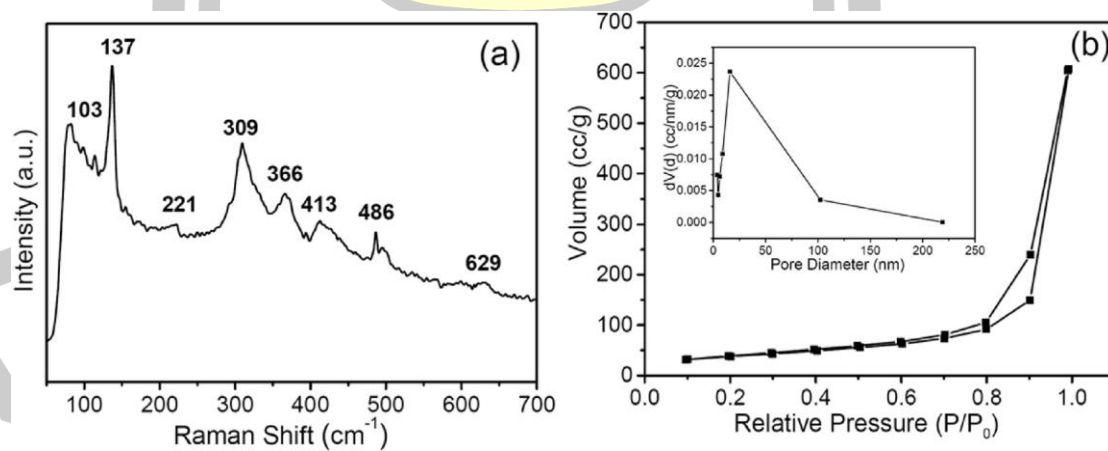


ภาพประกอบที่ 2.16 สมบัติด้านเคมีไฟฟ้าของ In_2O_3 ลักษณะสัญญาณแบบเส้นลวดนาโน (a) กราฟ CV อัตราสแกน 5-100 mV/s (b) กราฟ GCD ที่ความหนาแน่นกระแส 0.04-0.1 mA/cm² (c-d) การทดสอบความสามารถการกักเก็บประจุไฟฟ้า ที่ความหนาแน่นกระแส 0.1 mA/cm² (e) กราฟไนควิสต์ ความถี่ในช่วง 100 mHz- 100 kHz และภาพแทรกแสดงวงจรเทียบเท่า (Tuzluca *et al.*, 2018)

Kumar และ คณะ (2018) ศึกษา In_2O_3 (PIOHS) ลักษณะทรงกลมกลวงที่มีรูพรุน ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1-2 μm เตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและการแคลไซน์ โดยทรงกลมแข็งคอมโพสิตของ carbon- In_2O_3 เตรียมจากเกลืออินเดียมและกลูโคส เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นของอินเดียมและคาร์บอนตามลำดับ โครงสร้างรูพรุนและกลวงของ In_2O_3 เกิดขึ้นหลังจากคาร์บอนมีการหลุดออกซึ่งเกิดขึ้นในระหว่างการแคลไซน์ จากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) แสดงดังภาพประกอบที่ 2.17



ภาพประกอบที่ 2.17 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (a) ทรงกลม carbon-In₂O₃ คอมโพสิต ก่อนแคลไซน์ (b) ทรงกลมและมีรูพรุนของ PIOHS และภาพแทรกแสดงขนาดขยาย (c) ภาพตัดขวางของทรงกลม แสดงแกนด้านในและภาพแทรกแสดงภาพขยายของรูพรุน (d) แสดงภาพถ่าย TEM ของ PIOHS ที่ความเข้มต่ำ (e) แสดง HRTEM ของอนุภาค In₂O₃ และภาพแทรกแสดง SAED และ (f) แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ PIOHS (Kumar *et al.*, 2018)



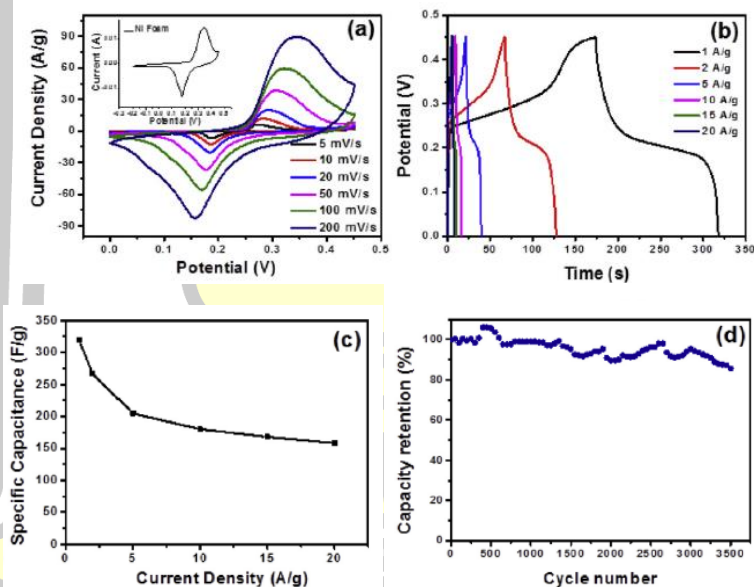
ภาพประกอบที่ 2.18 (a) สเปกตรัมรามานของ PIOHS (b) กราฟไอโซเทอมการดูด-ขับก๊าซไนโตรเจน ของ PIOHS และภาพแทรก (ด้านบน) แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุน (Kumar *et al.*, 2018)

จากสเปกตรัมรามานของ PIOHS วัดที่อุณหภูมิห้อง ความถี่ 0 - 700 /cm แสดงดังภาพประกอบที่ 2.18 (a) โดยพีคที่ตำแหน่ง 163 306 365 458 และ 494 /cm ยืนยันการกระจายตัวของ In_2O_3 ตำแหน่ง 306 365 494 และ 628 /cm ของการเกิดโครงสร้างแบบ bcc ของ In_2O_3 และจากภาพประกอบที่ 2.18 (b) แสดงกราฟไอโซเทอมของการดูดซับตัวอย่าง PIOHS ของก๊าซไนโตรเจน พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุน $128 \text{ m}^2/\text{g}$ และ 0.903 nm ตามลำดับ ส่วนภาพแทรกแสดงลักษณะพื้นผิวรูพรุนขนาดเมโซพอร์ส ผลการศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าจากภาพประกอบที่ 2.19 (a) แสดงกราฟ CV ของ PIOHS อัตราสแกน 5-200 mV/s พบว่าที่อัตราสแกนสูงไอออนและการส่งผ่านไอออนรวมทั้งปฏิกิริยาฟาราดีกซ์จะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว และมีการเลื่อนไปของพีคศักย์แอโนดิกและแคโทดิก บ่งบอกถึงการกระจายตัวของความต้านทานของขั้ว เช่นเดียวกับการแพร่ของประจุในวัสดุที่ใช้ทำขั้ว จากภาพประกอบที่ 2.19 (b) แสดงกราฟ GCD ที่ความหนาแน่นกระแส 1 - 20 A/g ความต่างศักย์บางช่วงมีลักษณะพื้นราบสูงเนื่องจากบางส่วนของขั้วสัมผัสกับนิกเกิลโพลีเมอร์ก็ตามการกระจายตัวของความจุไฟฟ้าจากนิกเกิลโพลีเมอร์ไม่มีผลใดๆ ต่อความจุไฟฟ้าของตัวอย่าง ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะแสดงดังภาพประกอบที่ 2.19 (c) โดยมีค่าเท่ากับ 320 266.7 205 180 168 และ 158 F/g ความหนาแน่นกระแส 1 2 5 10 15 และ 20 A/g ตามลำดับ ความสามารถในการกักเก็บประจุลดลงเหลือ 56 % จากค่าเริ่มต้น เมื่อความหนาแน่นกระแสเพิ่มขึ้นจาก 1- 10 A/g เมื่อเปรียบเทียบผลที่ได้จากการรายงานของ Chang และคณะ (2008) พบว่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงกว่าของ In_2O_3 แบบหลอดนาโน (105 F/g) และแบบทรงกลมนาโน (7.6 F/g) โครงสร้างนาโน (190 F/g) ที่อัตราสแกน 10 mV/s (Prasad *et al.*, 2004) โดยจากการคำนวณความหนาแน่นพลังงานและกำลัง มีค่า 8 6.67 5.11 4.11 3.75 และ 3.44 Wh/kg และ 0.225 0.45 1.13 2.43 3.69 5.16 kW/kg ที่ความหนาแน่นกระแส 1 2 5 10 15 and 20 A/g ตามลำดับ จากภาพประกอบที่ 2.19 (d) แสดงผลการกักเก็บประจุโดยเหลือ 86 % หลังการอัดและคายประจุ จำนวน 3500 รอบ ความหนาแน่นกระแส 5 A/g

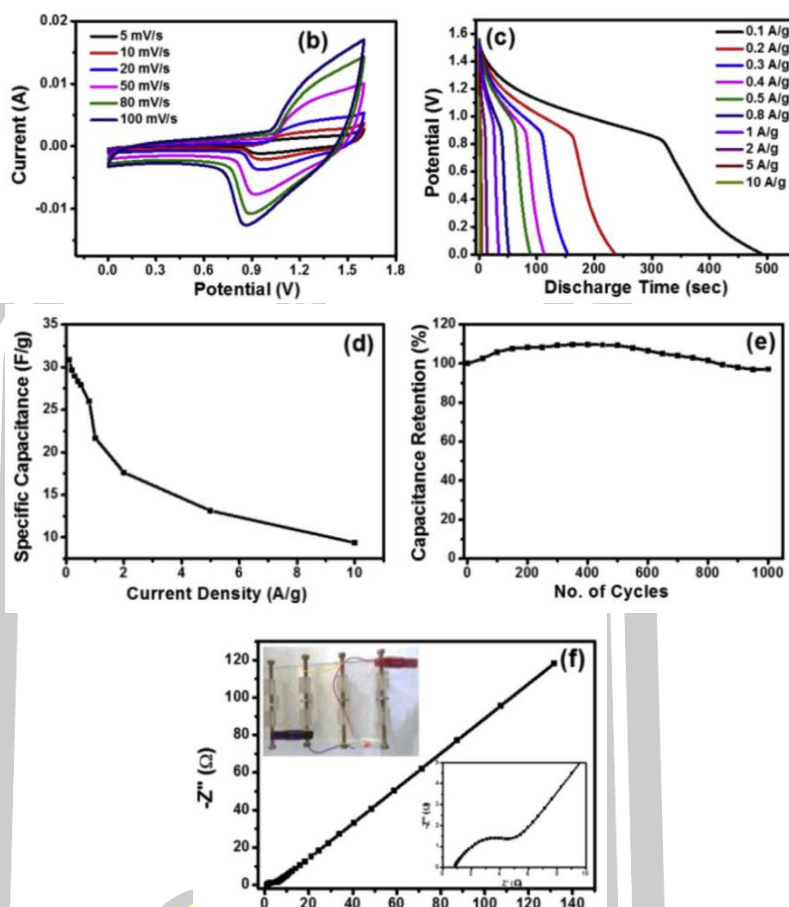
การทดสอบขั้วแบบไม่สมมาตรสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดโดยใช้วัสดุ PIOHS เป็นขั้วแคโทดและใช้ activated carbon เป็นขั้วแอโนด พบว่าที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะเท่ากับ 320 และ 185 F/g ตามลำดับ จากภาพประกอบ 2.20 (b) แสดงกราฟ CV ในการทดสอบเต็มเซลล์ โดยทดสอบในช่วงความต่างศักย์ 0 - 1.6 V อัตราสแกน 5 - 100 mV/s จากกราฟ CV เกิดพีคปฏิกิริยารีดอกซ์ที่ผันกลับได้เพิ่มขึ้นเมื่ออัตราสแกนเพิ่มขึ้น นั้นแสดงว่าประจุมีการเคลื่อนที่ผ่านไอออนดีและมีค่าความจุไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้ามีค่าสูงขึ้น

จากกราฟการคายประจุในภาพประกอบที่ 2.20 (b) วัสดุแสดงพฤติกรรมไม่เป็นเชิงเส้นเนื่องจากปฏิกิริยารีดอกซ์ เมื่อใช้วัสดุ PIOH ทำขั้วไฟฟ้า เวลาในการคายประจุลดลงเมื่อความหนาแน่นของกระแสเพิ่มขึ้นเนื่องจากสารละลายอิเล็กโทรไลต์ไม่สามารถเข้าถึงบริเวณรูพรุนได้ทั้งหมด

หนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น ความจุไฟฟ้าจำเพาะขณะคายประจุเท่ากับ 30.84 29.65 28.95 28.35 27.9 25.95 21.68 17.62 13.12 และ 9.37 F/g ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 0.8 1 2 5 และ 10 A/g ตามลำดับ ความสัมพันธ์ของความจุไฟฟ้าจำเพาะและความหนาแน่นกระแส แสดงดังภาพประกอบที่ 2.20 (c) ความสามารถกักเก็บประจุไฟฟ้าลดลงเหลือ 97.1 % จากค่าเริ่มต้น ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ภายหลังทดสอบการอัด-คายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ แสดงดังภาพประกอบที่ 2.20 (d) ผลการศึกษาค่าอิมพีแดนซ์ (EIS) แสดงดังภาพประกอบที่ 2.20 (f) กราฟมีลักษณะเป็นครึ่งวงกลมบริเวณความถี่สูง ลักษณะเป็นเส้นตรงที่บริเวณความถี่ต่ำ ค่า R_s และ R_{ct} เท่ากับ 0.88 และ 5.5 Ω ตามลำดับ โดยค่า R_{ct} น้อยแสดงว่าประจุมีการส่งผ่านและนำไฟฟ้าดีขึ้น เมื่อนำค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะและความต่างศักย์ไปคำนวณความหนาแน่นพลังงานได้เท่ากับ 10.96 10.54 10.29 10.08 9.92 9.22 7.71 6.26 4.66 และ 3.33 Wh/kg ซึ่งสอดคล้องกับความหนาแน่นกำลัง 80 45 67 89 111 181 227 447 1166 และ 2222 Wk/g ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 0.8 1 2 5 และ 10 A/g ตามลำดับ



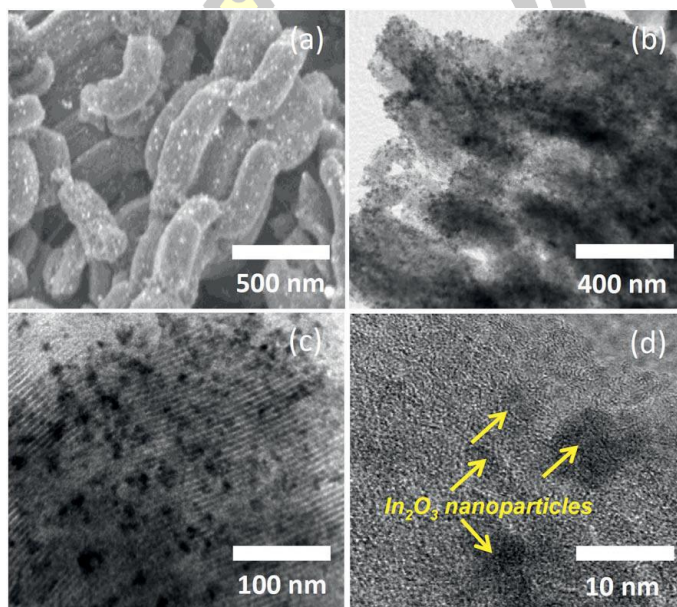
ภาพประกอบที่ 2.19 ประสิทธิภาพด้านเคมีไฟฟ้าของ PIOHS (a) กราฟ CV ที่อัตราการสแกนแตกต่างกันและภาพแทรกแสดงกราฟ CV ของนิกเกิลโฟม (b) กราฟ GCD (c) ความสัมพันธ์ของความจุไฟฟ้าจำเพาะและความหนาแน่นกระแส (d) ประสิทธิภาพการอัดและคายประจุที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g (Tuzluca *et al.*, 2018)



ภาพประกอบที่ 2.20 (b) กราฟ CV อัตราการสแกน 5 - 10 mV/s (c) กราฟการคายประจุที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 0.1 - 10 A/g (d) ความสัมพันธ์ระหว่างความจุไฟฟ้าจำเพาะและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (e) ความสามารถในการกักเก็บประจุ ความหนาแน่นกระแส 1 A/g และ (f) กราฟไนควิสต์และภาพแทรก (ด้านล่าง) แสดงภาพขยายบริเวณความถี่สูง และภาพแทรก (ด้านบน) แสดงการต่อตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบอนุกรม 3 ตัว กับหลอด LED (Tuzluca *et al.*, 2018)

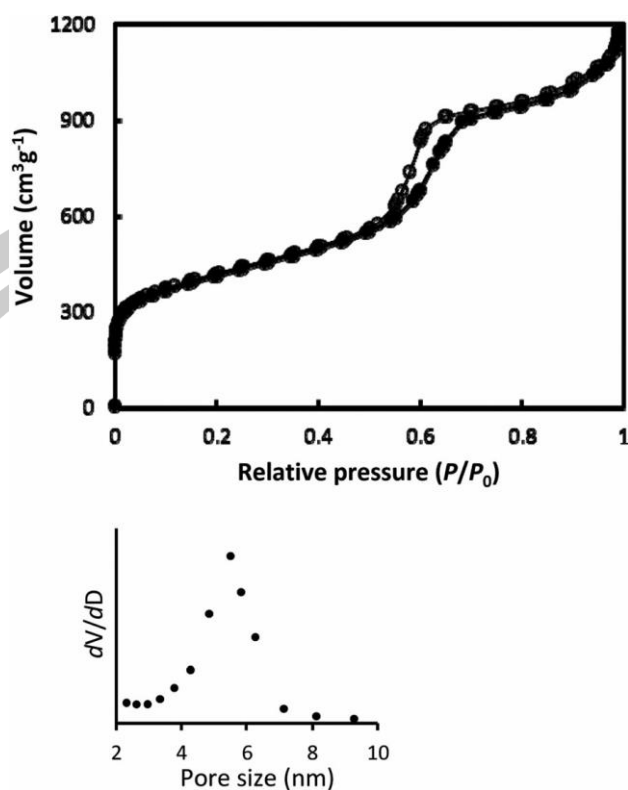
Bastakoti และคณะ (2013) สังเคราะห์อนุภาคนาโน In_2O_3 เพื่อให้เข้าไปฝังตัวในโครงสร้างคาร์บอน ด้วยวิธีการสลายตัวด้วยความร้อนของโลหะ เพื่อประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุตัวนำยิ่งยวด โดยใช้ ซิลิกา(SBA-15) ขนาดเมโซพอร์รัส เป็นโครงร่าง และซูโครสเป็นแหล่งของคาร์บอน โดยละลายเมโซพอร์รัสคาร์บอนและสารอินทรีย์อะซิเตอที่อุณหภูมิห้องแล้วทำให้แห้งและให้ความร้อนภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน โดยผสม In_2O_3 ประมาณ 5-30 % จากภาพประกอบที่ 2.21 แสดงภาพถ่าย SEM และTEM ของ In_2O_3 เมโซพอร์รัสคาร์บอน จากภาพประกอบที่ 2.21 (c) และ (d) พบอนุภาคนาโนของ In_2O_3 กระจายเป็นเนื้อเดียวกันภายในเมโซพอร์รัสคาร์บอน ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคประมาณ 8 nm ผลการศึกษาพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค BET พบว่า

เมื่อปริมาณของ In_2O_3 เท่ากับ 5% พื้นที่ผิวจำเพาะ $1,447 \text{ m}^2/\text{g}$ จากภาพประกอบที่ 2.22 (บน) แสดงกราฟไอโซเทอมการดูด-ซับก๊าซไนโตรเจน ของ In_2O_3 ที่ 5% ในเมโซพอร์สคาร์บอน เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุน 5-6 nm การกระจายของขนาดรูพรุนแสดงดังภาพประกอบที่ 2.22 (ล่าง) นอกจากนี้พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะลดลงเมื่อปริมาณของ In_2O_3 เพิ่มขึ้น เนื่องจากความหนาแน่นของอนุภาค In_2O_3 สูงไปขัดขวางการเกิดรูพรุนชนิดเมโซพอร์ส

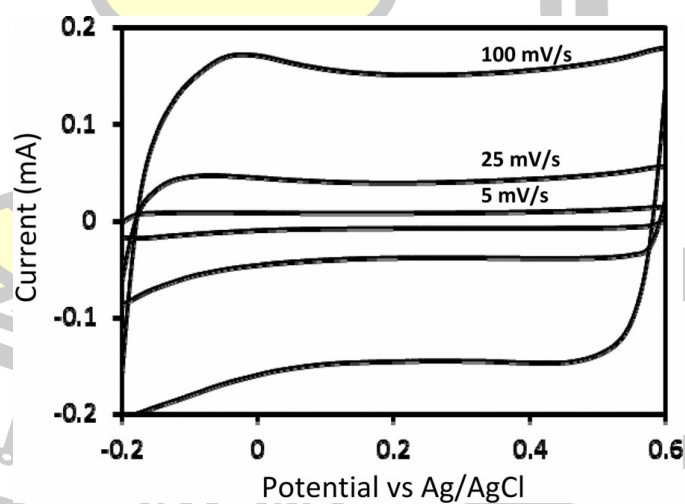


ภาพประกอบที่ 2.21 (a) ภาพ SEM และ (b-d) ภาพ TEM เมื่อ In_2O_3 ปริมาณ 5% ในเมโซพอร์สคาร์บอน (Bastakoti *et al.*, 2013)

ผลการศึกษาด้านเคมีไฟฟ้าทดสอบในระบบ 3 ขั้ว เมื่อ In_2O_3 ปริมาณ 5% กราฟ CV แสดงดังภาพประกอบที่ 2.23 เกิดพีคของปฏิกิริยารีดอกซ์ไม่ชัดเจน เนื่องจากเส้นกราฟมีการซ้อนทับกัน แสดงพฤติกรรมการเก็บประจุแบบ EDLC ของคาร์บอน คำนวณความจุไฟฟ้าจำเพาะได้ 275 และ 232 F/g ที่อัตราสแกน 5 และ 100 mV/s ตามลำดับ ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ Na_2SO_4 ความเข้มข้น 1 M ความจุไฟฟ้าจำเพาะของคาร์บอนก่อนเติม In_2O_3 เท่ากับ 150 F/g

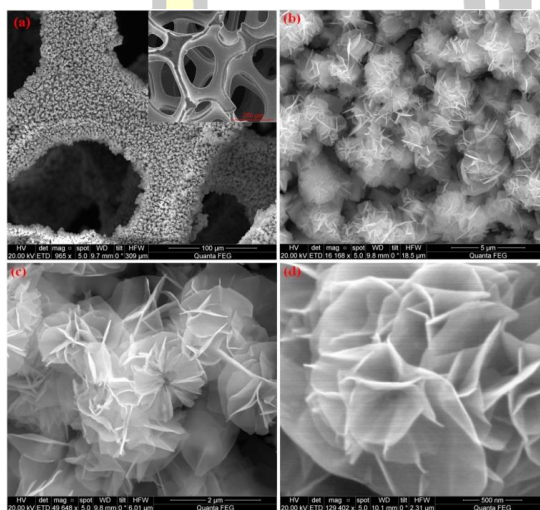


ภาพประกอบที่ 2.22 กราฟไอโซเทอมการดูด-ซับก๊าซไนโตรเจน ของ In_2O_3 เท่ากับ 5% ในเมโซพอร์สคาร์บอน และภาพ (ด้านล่าง) แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุน (Bastakoti *et al.*, 2013)



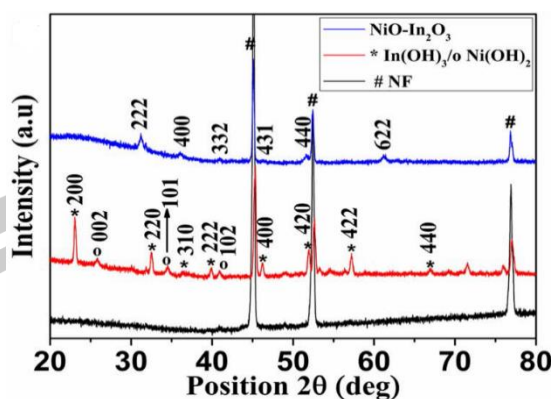
ภาพประกอบที่ 2.23 กราฟ CV เมื่อ In_2O_3 ปริมาณ 5% ในเมโซพอร์สคาร์บอน ที่อัตราสแกนแตกต่างกัน (Bastakoti *et al.*, 2013)

Padmanathan และคณะ (2016) ปลุกโครงสร้างไฮบริด $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ บนนิกเกิลโฟม เพื่อประดิษฐ์เป็นขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด โครงสร้างรอยต่อระหว่าง $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ และไฮบริดกับ hierarchical แบบ 1 และ 3 มิติ ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ใช้สารตั้งต้น $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ InCl_3 สัดส่วนการคอมโพสิตของ $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ คือ Ni/In เท่ากับ 1:1 และ 1:2 จากภาพประกอบที่ 2.24 (b) และ (c) แสดงการเจริญเติบโตของผลึกลักษณะสัณฐานแบบแผ่นนาโนเหมือนดอกไม้ ดังภาพประกอบ 2.24 (d) โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ $0.8\text{--}2\text{ }\mu\text{m}$ โดยแต่ละแผ่นมีความหนาประมาณ $10\text{--}14\text{ nm}$



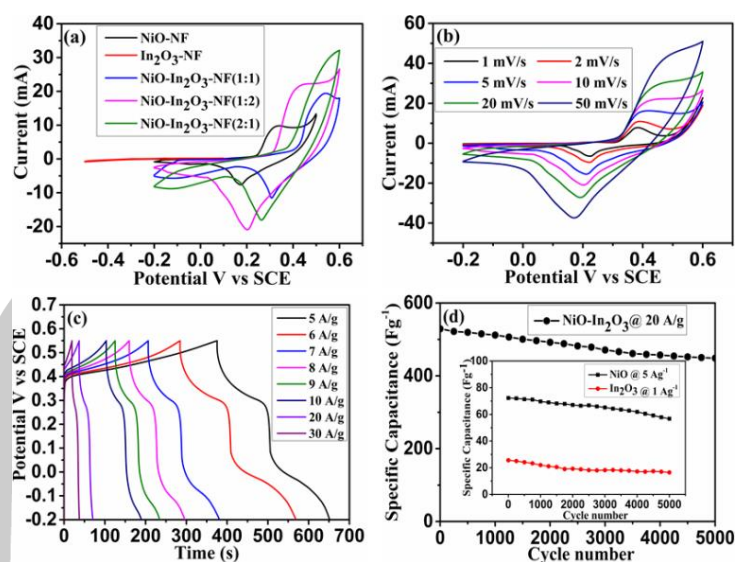
ภาพประกอบที่ 2.24 (a-d) ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านโครงสร้างไฮบริด $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ (Padmanathan *et al.*, 2016)

จากภาพประกอบที่ 2.25 แสดงโครงสร้างสารประกอบ $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ โดยเปรียบเทียบก่อนและหลังการแคลไซน์ อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยก่อนแคลไซน์ได้พบเฟสของ $\text{In}(\text{OH})_3$ และ $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ตามไฟล์มาตรฐาน JCPDS 06-0202 และ 22-0444 ตามลำดับ ปรากฏพิคที่ไม่สามารถระบุได้ หลังการแคลไซน์เกิดเฟสของไฮดรอกไซด์เปลี่ยนเป็นเฟสของออกไซด์ทั้งหมด ภาพประกอบที่ 2.25 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ NiO และ In_2O_3 ตรงตามไฟล์มาตรฐานของ In_2O_3 แบบลูกบาศก์ JCPDS 06-0416 หลังการแคลไซน์ไม่พบเฟสปลอมปนของ Ni ใน $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ อาจเป็นผลจากอะตอมของ Ni เข้าไปยังแลตทิซของ In_2O_3 หรืออาจเกิด NiO แบบอสัณฐานที่เครื่อง XRD ไม่สามารถตรวจวัดได้

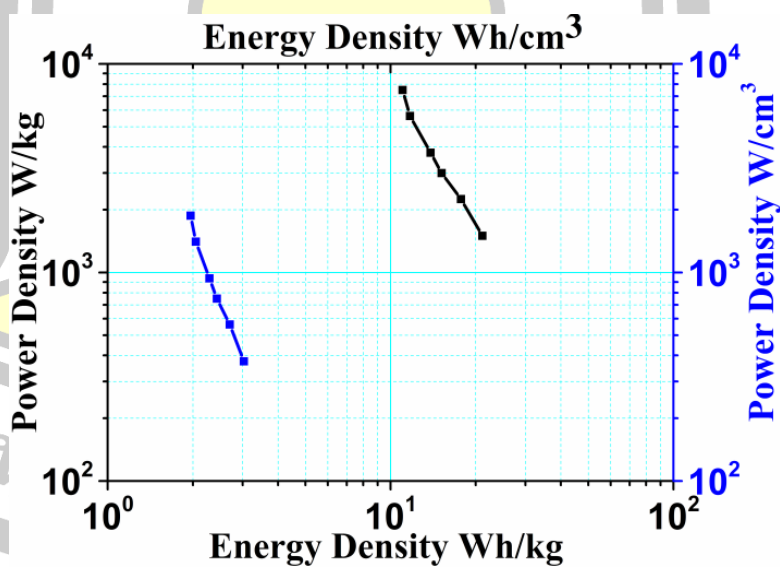


ภาพประกอบที่ 2.25 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โครงสร้างไฮบริด $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ -NF (1-2) ก่อนและหลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ นาน 2 ชั่วโมง (Padmanathan *et al.*, 2016)

เมื่อทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าในระบบสามขั้ว โดยใช้สารอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 3 M จากภาพประกอบที่ 2.26 (a) แสดงกราฟ CV ที่อัตราสแกน 10 mV/s ตัวอย่างแสดงพฤติกรรมของตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดซูโดคาปาซิเตอร์ โดย $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ -NF (1:2) มีความจุไฟฟ้าจำเพาะมากกว่าตัวอย่างของออกไซด์บริสุทธิ์ ภาพประกอบที่ 2.26 (b) แสดงกราฟ CV ที่อัตราสแกนแตกต่างกันจาก $1 - 50\text{ mV/s}$ เกิดฟิสิกของปฏิกิริยารีดอกซ์ ความต่างศักย์ $-0.2 - 0.6\text{ V}$ ภาพประกอบที่ 2.26 (c) แสดงการอัด-คายประจุของขั้วไฟฟ้า $\text{NiO-In}_2\text{O}_3$ -NF (1:2) ในช่วงความหนาแน่นกระแส $5 - 30\text{ A/g}$ (ชั่วสมมาตร) ตัวอย่างแสดงพฤติกรรมของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบซูโดคาปาซิเตอร์ มีความจุไฟฟ้าจำเพาะ $1096.9 - 407\text{ F/g}$ ถึงแม้ความหนาแน่นกระแสสูงถึง 30 A/g บ่งชี้ถึงประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าที่สูงมาก และจากประกอบที่ 2.26 (d) ตัวอย่างสามารถรักษาเสถียรภาพในการกักเก็บประจุได้ถึง 89.5% ภายหลังการอัด-คายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 5000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g ความหนาแน่นพลังงานสูงสุดของตัวเก็บประจุยิ่งยวดเท่ากับ 21.1 Wh/kg ความหนาแน่นกำลัง $1,500\text{ W/kg}$ และความหนาแน่นพลังงาน 11.3 Wh/kg ที่ความหนาแน่นกำลังสูงสุด 7492.9 W/kg สอดคล้องกับความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานต่อปริมาตร เท่ากับ 5.27 Wh/cm^3 และ 374.5 W/cm^3 ซึ่งมีค่าสูงกว่าที่เคยรายงาน ความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานแสดงดังภาพประกอบที่ 2.27

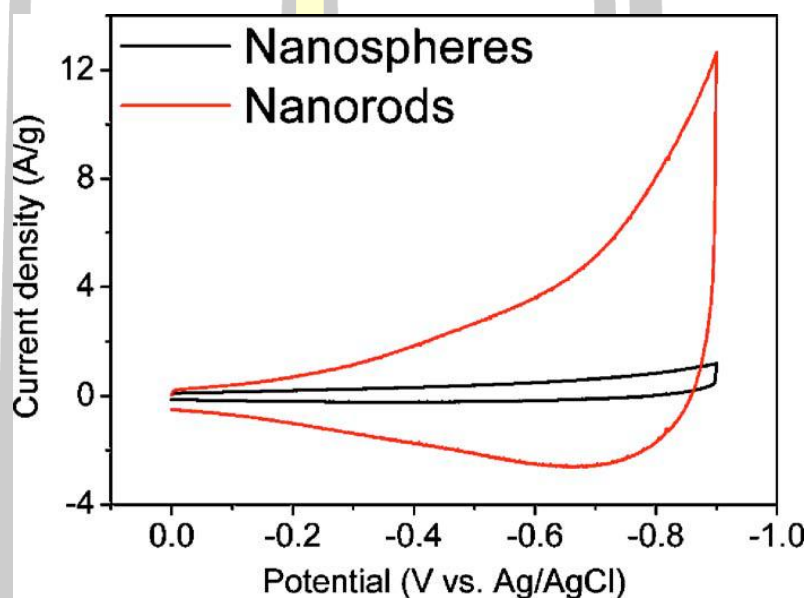


ภาพประกอบที่ 2.26 (a) กราฟ CV ของออกไซด์และไฮบริด NiO- In_2O_3 -NF ที่ความหนาแน่นกระแส 10 mV/s ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 3 M (b) กราฟ CV ของ NiO- In_2O_3 -NF (1:2) ที่อัตราสแกนต่างๆ (c) การอัด-คายประจุของ NiO- In_2O_3 -NF (1:2) และ (d) การประสิทธิภาพ NiO In_2O_3 และ NiO- In_2O_3 -NF (1:2) และภาพแทรกเมื่อเปรียบเทียบกับสารประกอบออกไซด์ (Padmanathan *et al.*, 2016)



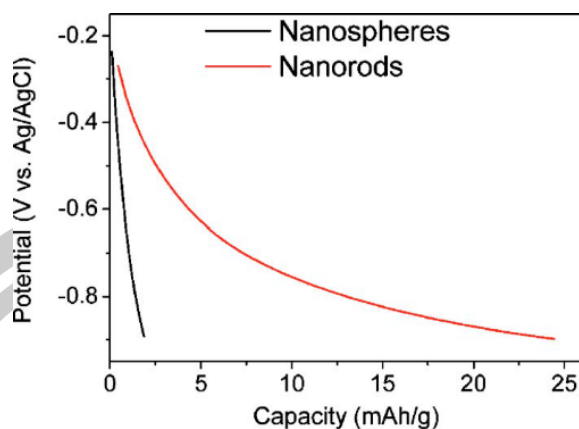
ภาพประกอบที่ 2.27 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานของขั้วไฟฟ้าสมมาตร NiO- In_2O_3 -NF (1:2) เปรียบเทียบกับประเภทของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานตามการพล็อตของราโกเน (Padmanathan *et al.*, 2016)

Chang และคณะ (2018) สังเคราะห์ In_2O_3 รูปแบบทรงกลมนาโน (nanospheres) และแท่งนาโน (nanorods) ด้วยวิธีเคลือบทางเคมีโดยใช้สารละลายที่มีค่า pH แตกต่างกัน โดยเคลือบ In_2O_3 บนแผ่นรองรับอินเดียมทินออกไซด์ และศึกษาสมบัติด้านเคมีไฟฟ้าสำหรับเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวดโดยใช้สารตั้งต้นอินเดียมคลอไรด์และไทโออะซีตาไมด์ (thioacetamide) จากภาพประกอบที่ 2.28 แสดงกราฟ CV วัดความต่างศักย์จาก 0 ถึง -0.9 ลักษณะสัณฐานวิทยาของ 2 ชนิด แสดงพฤติกรรมของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLC กราฟมีลักษณะคล้ายรูปสามเหลี่ยม โดยครึ่งรอบปิกแคโทดิกและแอโนดิกของขั้วไฟฟ้าจากทรงกลมนาโน In_2O_3 มีขนาดใหญ่กว่าของขั้วไฟฟ้าจากแท่งนาโน In_2O_3



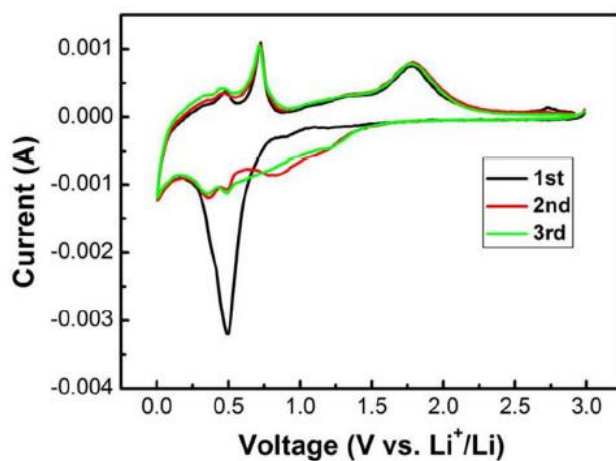
ภาพประกอบที่ 2.28 กราฟ CV ทรงกลมนาโนและแท่งนาโนของ In_2O_3 ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ Na_2SO_4 ความเข้มข้น 1 M ที่อัตราสแกน 50 mV/s (Chang *et al.*, 2008)

จากภาพประกอบที่ 2.29 แสดงกราฟการคายประจุของ In_2O_3 แบบทรงกลมนาโนและแท่งนาโน กราฟ CV ของแบบทรงกลมนาโนเป็นเชิงเส้น ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะขึ้นอยู่กับความต่างศักย์ ส่วนกราฟ CV ของแบบแท่งนาโน มี 2 ช่วงโดดเด่นคือ ความต่างศักย์ 0 - 0.4 V แสดงพฤติกรรมของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLC และความต่างศักย์ -0.4 - 0.9 V แสดงพฤติกรรมของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบซูโดคาปาซิเตอร์ ความจุไฟฟ้าจำเพาะของ In_2O_3 แบบทรงกลมนาโนและแท่งนาโน เท่ากับ 104.9 และ 7.6 F/g ตามลำดับ



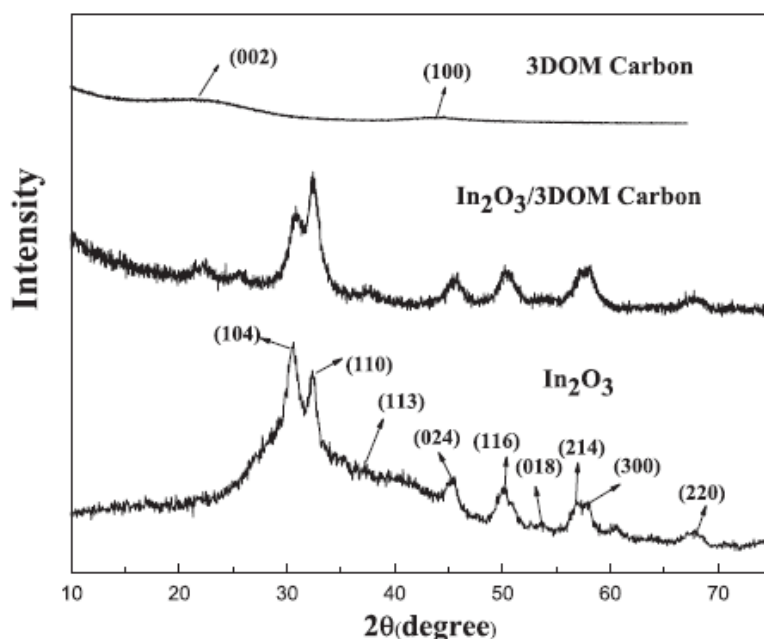
ภาพประกอบที่ 2.29 การคายประจุของขั้วไฟฟ้าลักษณะสัณฐานแบบทรงกลมนาโนและแท่งนาโน In_2O_3 ที่ความหนาแน่นกระแส 8 A/g (Chang *et al.*, 2008)

Zhang และคณะ (2013) เตรียมเส้นใยนาโนมีโซพอร์สของ In_2O_3 ขนาดเส้นเล็กยิ่งยวด ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงและปรับปรุงโดยผ่านกระบวนการแคลไซน์ เพื่อเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าแอโนดสำหรับแบตเตอรี่รีลิเทียมไอออน โดยใช้สารตั้งต้น $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และโพลีไวนิลไพโรลิโดน (PVP) ใช้ความต่างศักย์ 20 kV อัตราเร็วในการสปิน 0.5 mL/h ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและตัวรองรับ 20 cm หลังจากนั้นนำเส้นใยไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 °C นาน 2 ชั่วโมง จากภาพประกอบที่ 2.30 แสดงกราฟ CV ที่อัตราสแกน 0.5 mV/s ความต่างศักย์ 0.01 – 3 V เกิดพีคของปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน 4 คู่ บ่งชี้ว่าเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าหลายขั้นตอนในกระบวนการอัดและคายประจุ



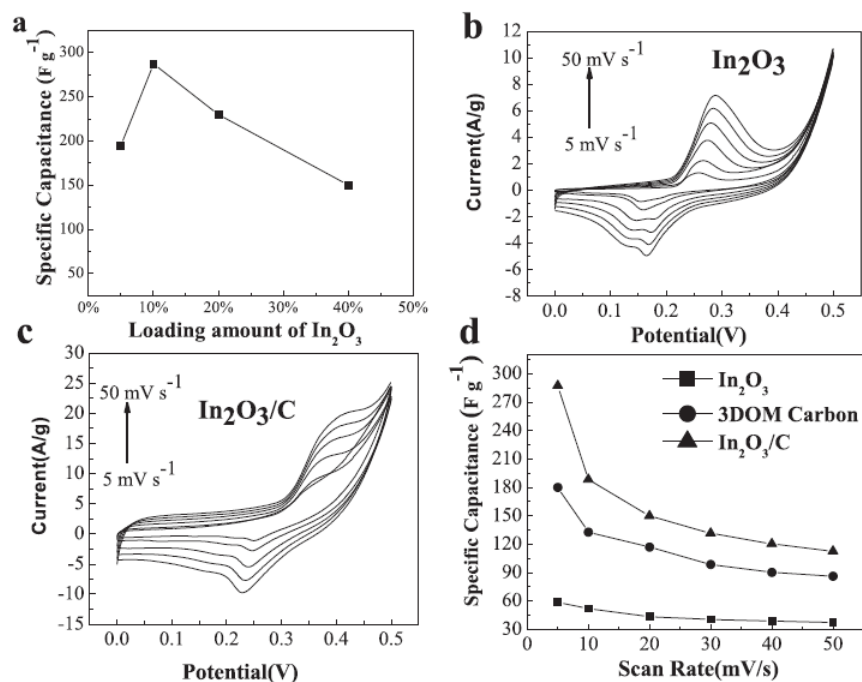
ภาพประกอบที่ 2.30 กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าแอโนดจากเส้นใยนาโน In_2O_3 (Chang *et al.*, 2008)

Zhang และคณะ (2015) สังเคราะห์วัสดุคอมโพสิต $\text{In}_2\text{O}_3/3\text{DOM carbon}$ ด้วยวิธีโซล เจลอย่างง่าย เพื่อประยุกต์ใช้สำหรับวัสดุขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบซูโดคาปาซิเตอร์ ผลการศึกษาโครงสร้างด้วย XRD แสดงดังภาพประกอบที่ 2.31 พบเฟสของ In_2O_3 ตรงกับไฟล์มาตรฐาน JCPDS 00-022-0336 ผลึกมีขนาดเล็กสังเกตจากมุมของการเลี้ยวเบนค่อนข้างกว้าง ตัวอย่าง $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ พบพีก 3DOM carbon ที่มุม 2θ เท่ากับ 23 และ 44 องศา ส่วนพีกอื่นๆ บ่งชี้ถึงการเลี้ยวเบนระนาบผลึกของ In_2O_3



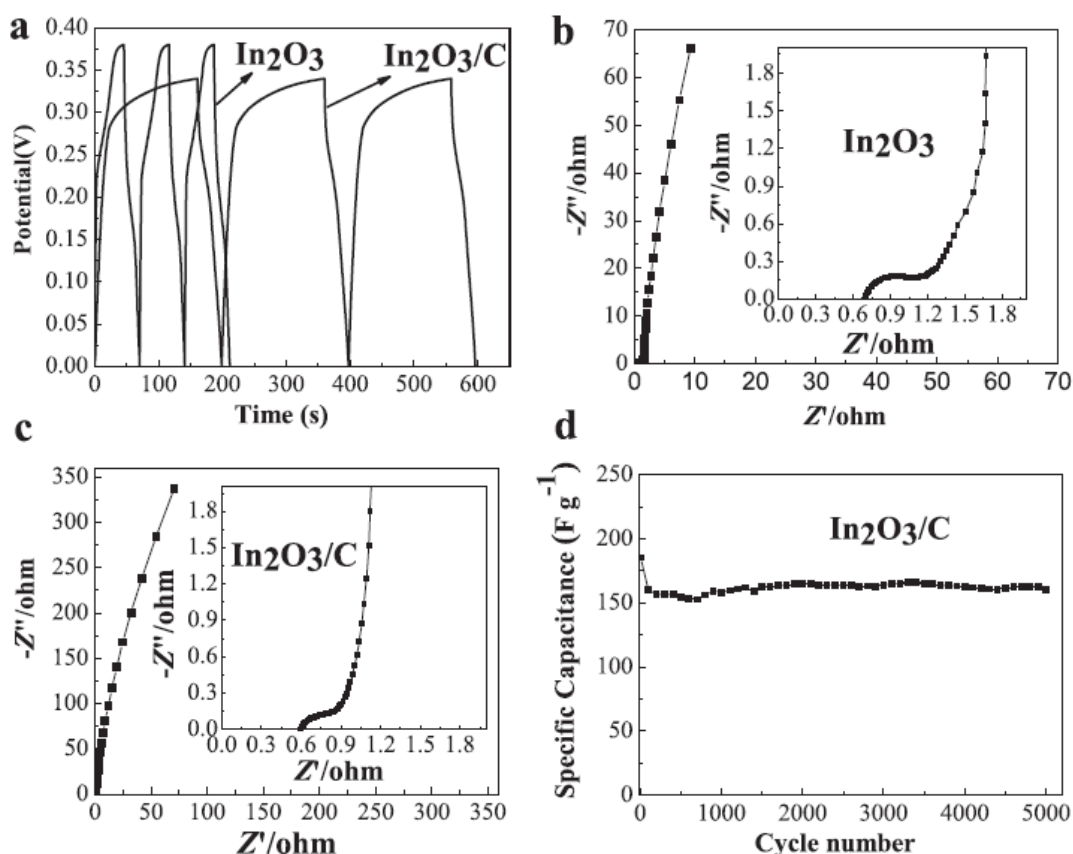
ภาพประกอบที่ 2.31 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ 3DOM Carbon $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ ($\text{In}_2\text{O}_3=10\%$) และ In_2O_3 (Zhang *et al.*, 2015)

การดูด-คายซับก๊าซไนโตรเจนและการกระจายของขนาดรูพรุน โดยเทคนิค BET และ BJH พบว่าตัวอย่าง In_2O_3 มีขนาดรูพรุนกระจายมากที่สุด 4.2 nm พื้นที่ผิวจำเพาะ 97 m^2/g ตัวอย่าง 3DOM carbon และ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรวมของรูพรุน 238 110 m^2/g และ 0.11 0.23 cm^3/g ตามลำดับ ผลการศึกษาด้านเคมีไฟฟ้าแสดงดังภาพประกอบที่ 2.32 พบว่าตัวอย่าง $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ มีความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุด 287 F/g ตัวอย่าง In_2O_3 และ 3 DOM carbon มีค่า 65 และ 180 F/g ตามลำดับ ที่อัตราสแกน 5 mV/s ส่วนภาพประกอบที่ 2.32 (b) และ (c) แสดงกราฟ CV ของ In_2O_3 และ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ ที่ศักย์ไฟฟ้า 0-0.5 V อัตราสแกน 5-50 mV/s ส่วนภาพประกอบที่ 2.32 (d) เปรียบเทียบความจุไฟฟ้าจำเพาะของทั้ง 3 ตัวอย่าง พบว่า $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ มีค่าสูงสุด ทุกๆ อัตราสแกน



ภาพประกอบที่ 2.32 (a) ความจุไฟฟ้าจำเพาะเมื่อปริมาณ In_2O_3 แตกต่างกัน (b) และ (c) กราฟ CV ของ In_2O_3 และ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ ($\text{In}_2\text{O}_3 = 10\%$) (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของ 3DOM carbon In_2O_3 และ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ ($\text{In}_2\text{O}_3 = 10\%$) (Zhang *et al.*, 2015)

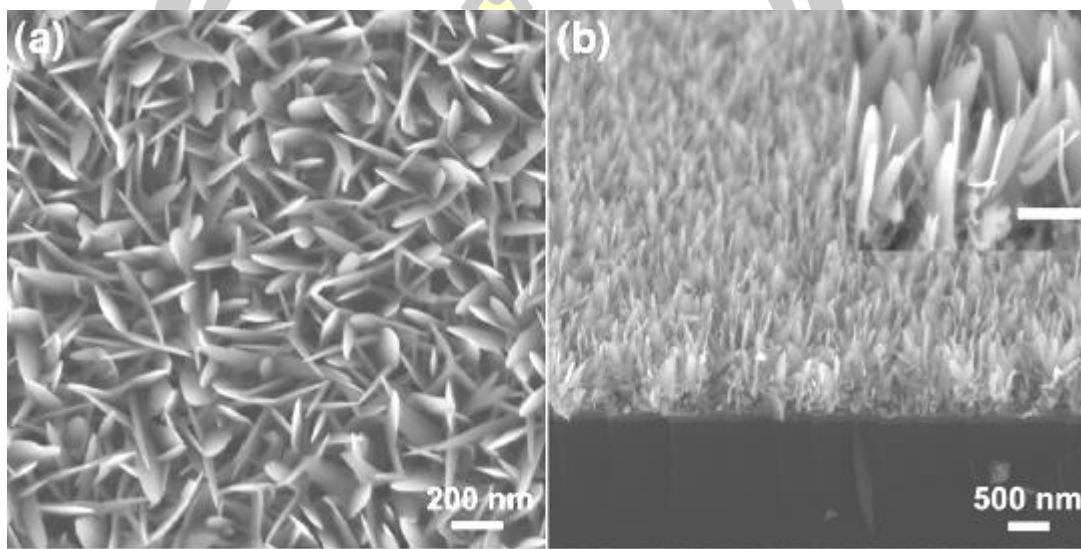
ผลการศึกษาความต้านทานด้วยเทคนิค EIS แสดงดังภาพประกอบที่ 2.33 (b) และ (c) ตัวอย่างแสดงพฤติกรรมของตัวเก็บประจุแบบซูโดคาปาซิเตอร์ โดยกราฟไนควิสต์แบ่งเป็นสองช่วง คือ โค้งบริเวณความถี่สูง ซึ่งสอดคล้องกับกระบวนการส่งผ่านประจุและช่วงเส้นตรงบริเวณความถี่ต่ำ สอดคล้องกับการส่งผ่านไอออน นอกจากนี้ยังพบว่าตัวอย่าง $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของครึ่งวงกลมเล็กเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่าง In_2O_3 แสดงว่าความต้านทานการถ่ายเทประจุน้อยกว่า ส่วนจุดตัดบนแกนของอิมพีแดนซ์ค่าจริงอยู่ในช่วงความถี่สูง บ่งบอกถึงขั้วไฟฟ้ามีความต้านทานภายใน โดยจุดตัดของแกนค่าจริงของ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ มีค่าน้อยกว่าของ In_2O_3 แสดงว่า $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ มีความต้านทานภายในน้อยกว่า ดังนั้นจึงทำให้ความจุไฟฟ้าจำเพาะมีค่ามากกว่า ผลการทดสอบประสิทธิภาพพบว่าตัวอย่างสูญเสียความจุไฟฟ้า 14% ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ภายหลังทดสอบการอัด-คายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 5000 รอบ อาจเป็นผลของการเกิดปฏิกิริยาไม่ผันกลับของขั้วไฟฟ้าและสารอิเล็กโทรไลต์ กราฟการอัด-คายประจุแสดงดังภาพประกอบที่ 2.33 (a) และ (d) แสดงผลการทดสอบรอบการใช้งานจำนวน 5000 รอบ



ภาพประกอบที่ 2.33 (a) กราฟการอัด-คายประจุของ In_2O_3 และ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ ($\text{In}_2\text{O}_3 = 10\%$) ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (b) และ (c) ค่าอินพีแดนซ์ ของ In_2O_3 และ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ ($\text{In}_2\text{O}_3 = 10\%$) (d) การทดสอบประสิทธิภาพของ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ (เมื่อ In_2O_3 เท่ากับ 10%) อัตราสแกน 10 mV/s (Zhang *et al.*, 2015)

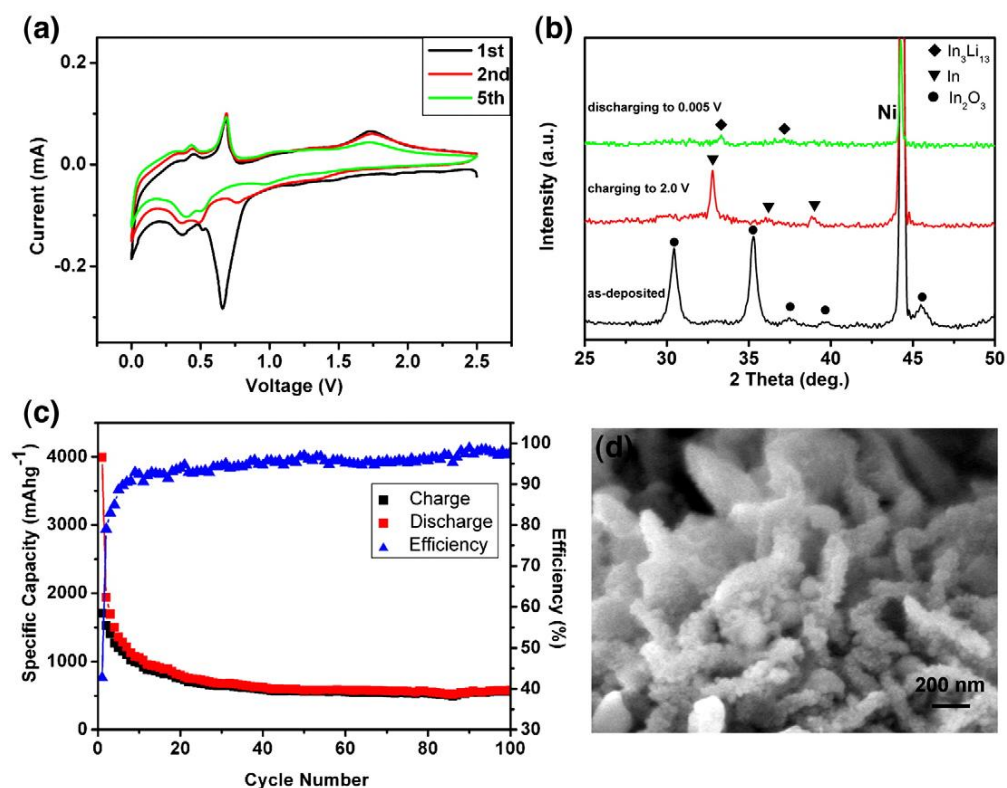
Yang และคณะ (2010) เตรียมวัสดุ In_2O_3 ชนิด nanoblades ในแนวตั้งฉาก ด้วยวิธีการเคลือบไอเคมีโดยอาศัยพลาสมา (plasma enhanced chemical vapor deposition, PECVD) โดยใช้ปฏิกิริยาระหว่าง InCl_3 และ O_2 เพื่อใช้เป็นขั้วแอโนดสำหรับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน ศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV โดยใช้ In_2O_3 เคลือบบนนิกเกิลฟอสเฟตใช้เป็นขั้วทำงาน และลิเทียมฟอสเฟตเป็นขั้วไฟฟ้าร่วม โดยใช้ LiPF_6 ความเข้มข้น 1 M ในเอทิลีน คาร์บอนเนต (ethylene carbonate) และไดเมทิล คาร์บอนเนต (dimethyl carbonate) เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ โดยใช้ตัวแยกเป็น Celgard 2400 วัดความต่างศักย์ในช่วง 2.5-0 V ขั้วอ้างอิง Li/Li^+ และอัตราสแกน 0.1 mV/s ผลศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบที่ 2.34 (a) และ (b) โดยในภาพประกอบที่ 2.34 (b) แสดง In_2O_3 nanoblades ปลุกในแนวตั้งฉากบนแผ่นรองรับ จากภาพประกอบ 2.35 (a) เกิดฟิสิกของปฏิกิริยารีดักชัน ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.7 V ขั้วอ้างอิงเป็น Li/Li^+

เกิดปฏิกิริยาไม่ผันกลับ เมื่อทดสอบการประจุรอบแรก เกิดพีคคู่ปฏิกิริยารีดักชัน ความต่างศักย์ 0.5 - 0.3 V บ่งชี้ว่ามีการก่อตัวของ Li_xIn ในสองขั้นตอนสอดคล้องกับพีคออกซิเดชัน และเมื่อประจุหลายๆ รอบ ไม่แสดงพีคของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ในภาพประกอบที่ 2.35 (b) แสดงภาพขณะอัด-คายประจุ กรณีการคายประจุเกิดสองพีคของ $\text{Li}_{13}\text{In}_3$ มีลักษณะแบนมีความเป็นผลิกน้อย สอดคล้องกับไฟล์มาตรฐาน $\text{Li}_{13}\text{In}_3$ (JCPDS 33-0615) หลังอัดประจุไฟฟ้าพบโครงสร้างของ In (JCPDS 85-1409)



ภาพประกอบที่ 2.34 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของโครงสร้าง In_2O_3 (a) ภาพมองจากด้านบน (b) แสดงลักษณะภาพตัดขวาง (Yang *et al.*, 2010)

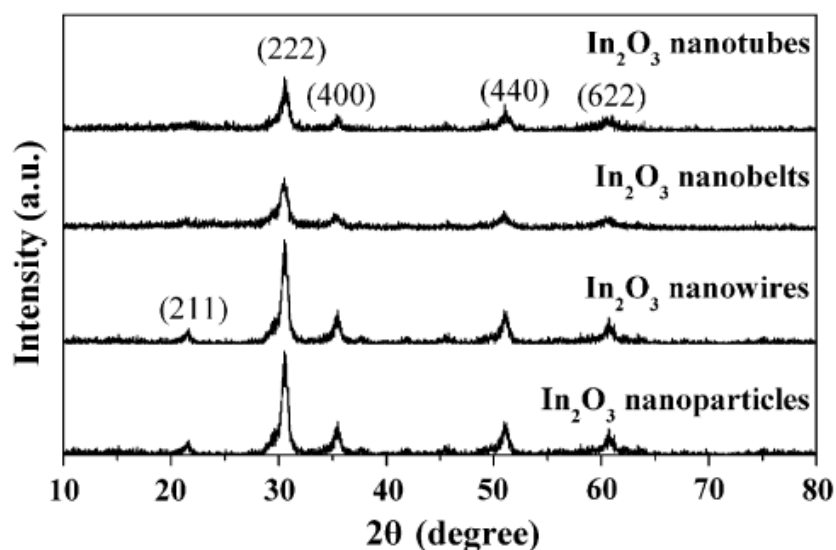
พหุบัน ปณฺ ติโต ชีเว



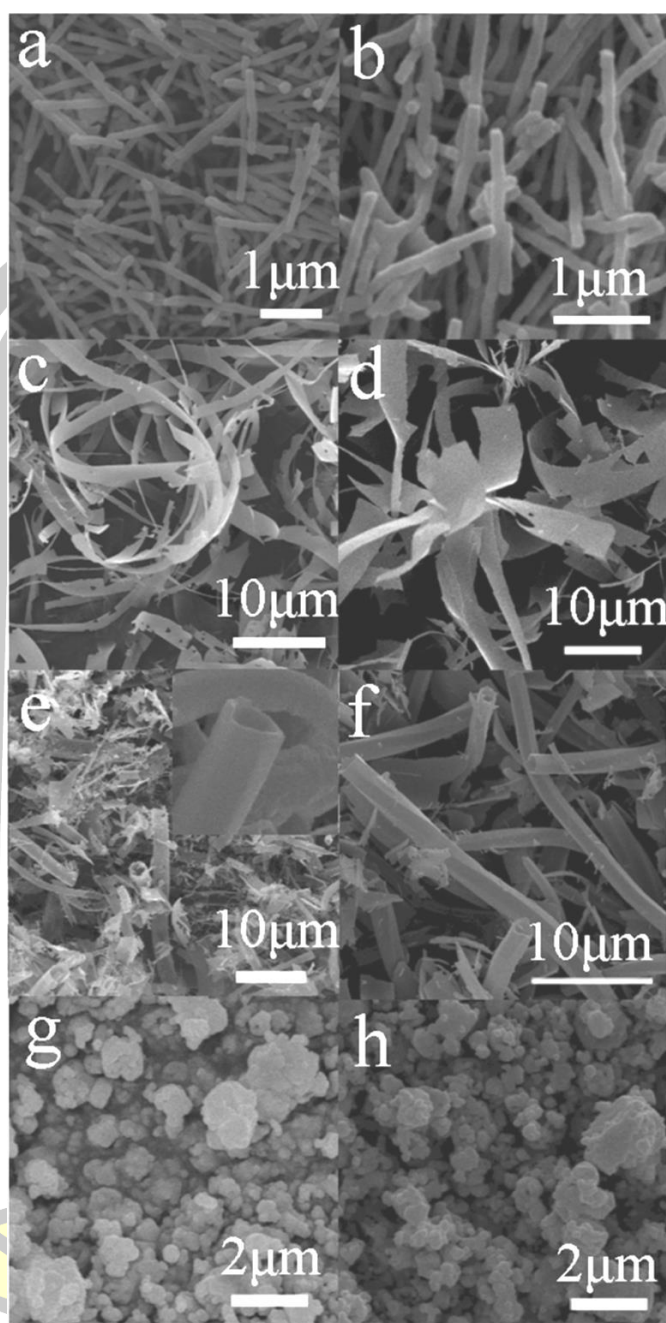
ภาพประกอบที่ 2.35 (a) กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้า In_2O_3 (b) รูปแบบการเลี้ยวเบนของฟิล์มบางหลังผ่านกระบวนการอัดประจุและคายประจุ (c) ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้า In_2O_3 และ (d) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของขั้วไฟฟ้า In_2O_3 หลังการประจุ จำนวน 100 รอบ (Yang *et al.*, 2010)

ปฏิกิริยารีดักชันไม่ผันกลับเกิดขึ้นเมื่อเริ่มกระบวนการคายประจุ In_2O_3 ส่งผ่านเป็น In โดยกระบวนการประจุเกิดปฏิกิริยาผันกลับสามารถกระจายในปฏิกิริยาระหว่าง Li และ In จากภาพประกอบที่ 2.35 (c) แสดงการทดสอบขั้วไฟฟ้าของ In_2O_3 โดยการอัดประจุและคายประจุจำนวน 100 รอบ โดยความจุไฟฟ้าจำเพาะของการคายประจุครั้งแรก 3900 mAh/g มากกว่า In_2O_3 ในรูปแบบฟิล์มบางคือ 680 mAh/g และสูงกว่าวัสดุคาร์บอน (372 mAh/g) หลังการประจุหลายๆรอบ การนำไฟฟ้าดีขึ้นและสามารถผันกลับเป็นความจุไฟฟ้าได้และคงที่ การคายประจุรอบที่ 100 ความจุไฟฟ้าจำเพาะ เท่ากับ 583 mAh/g ลดลงเหลือ 97.2% เมื่อเปรียบเทียบการประจุในรอบที่ 40 ภาพประกอบที่ 2.35 (d) แสดงภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดตัวอย่างรวมตัวกันเป็นก้อนเมื่อมีการอัดและคายประจุจำนวน 100 รอบ

Li และคณะ (2015) เตรียมโครงสร้างนาโน In_2O_3 สัณฐานวิทยาแบบต่างๆ ประกอบด้วย เส้นลวดนาโน (nanowires) เข็มขัดนาโน (nanobelts) และอนุภาคนาโน (nanoparticles) เพื่อใช้เป็นวัสดุขั้วแอโนดสำหรับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน เตรียมโดยผ่าน 2 ขั้นตอนคือไนไตรเดชัน (nitridation) และรีออกซิเดชัน (re-oxidation) ใช้ผง In_2O_3 ตามท้องตลาดเป็นทริทเมนต์ ผลการศึกษาเฟสโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD แสดงดังภาพประกอบที่ 2.36 ไม่พบเฟส InN ของสารตั้งต้นเมื่อเปรียบเทียบกับไฟล์มาตรฐาน ICDD PDF No. 65-3170 บ่งชี้ว่าเฟส InN เปลี่ยนเฟสเป็น In_2O_3 เมื่อให้ความร้อน ทุกตัวอย่างเกิดพิกขนาดกว้างบ่งชี้ว่าผลึกมีขนาดเล็กในสัณฐานแบบต่างๆ ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบที่ 2.37 (a) (c) (e) และ (g) โครงสร้างนาโน In_2O_3 สัณฐานแบบอนุภาคนาโน เส้นลวดนาโน เข็มขัดนาโน และท่อนาโน ตามลำดับ เมื่อสารตั้งต้น InN ให้ความร้อนที่ 500°C นาน 5 ชั่วโมง สารตั้งต้นจะถูกเปลี่ยนเฟสเป็นโครงสร้างนาโน In_2O_3 แสดงดังภาพประกอบที่ 2.37 (b) (d) (f) และ (h) ประกอบด้วยสัณฐานแบบเส้นลวดนาโน เข็มขัดนาโน ท่อนาโนและอนุภาคนาโน ตามลำดับ เงื่อนไขการประกอบเป็นขั้วไฟฟ้า วัสดุที่ใช้คือ อะเซทิลีนแบล็ก (acetylene black) 10 wt% โพลีไวนิลลิดีน ฟลูออไรด์ (polyvinylidene fluoride) 10 wt% และปริมาณ In_2O_3 เท่ากับ 80 % และโลหะลิเทียมใช้เป็นขั้วแคโทด ใช้ Celgard 2502 เป็นตัวแยก และใช้สารละลาย LiPF_6 ความเข้มข้น 1 M ผสมเอทิลีนคาร์บอนेट/ไดเมทิลคาร์บอนेट เซลล์แบตเตอรี่ทดสอบในช่วงความต่างศักย์ 0.01-2.0 V

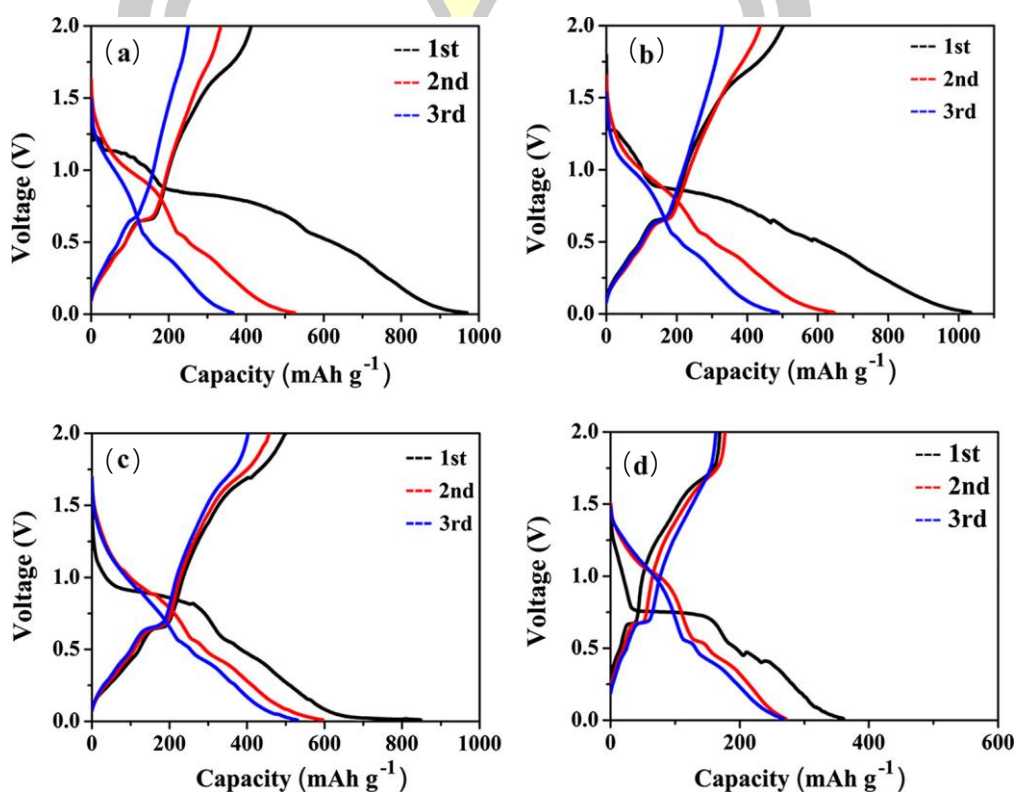


ภาพประกอบที่ 2.36 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของโครงสร้าง In_2O_3 สัณฐานแบบต่างๆ ประกอบด้วยอนุภาคนาโน เส้นลวดนาโน เข็มขัดนาโน และท่อนาโน (Li *et al.*, 2015)



ภาพประกอบที่ 2.37 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟรีเคอร์เซอร์ InN และของ In_2O_3 โดย (a) (c) (e) และ (g) แสดงสัณฐานวิทยาของ InN แบบอนุภาคนาโน เส้นลวดนาโน เข็มขัดนาโน และท่อนาโน ตามลำดับ (b) (d) (f) และ (h) สัณฐานวิทยาของ In_2O_3 แบบเส้นลวดนาโน เข็มขัดนาโน ท่อนาโน และอนุภาคนาโน ตามลำดับ (Li *et al.*, 2015)

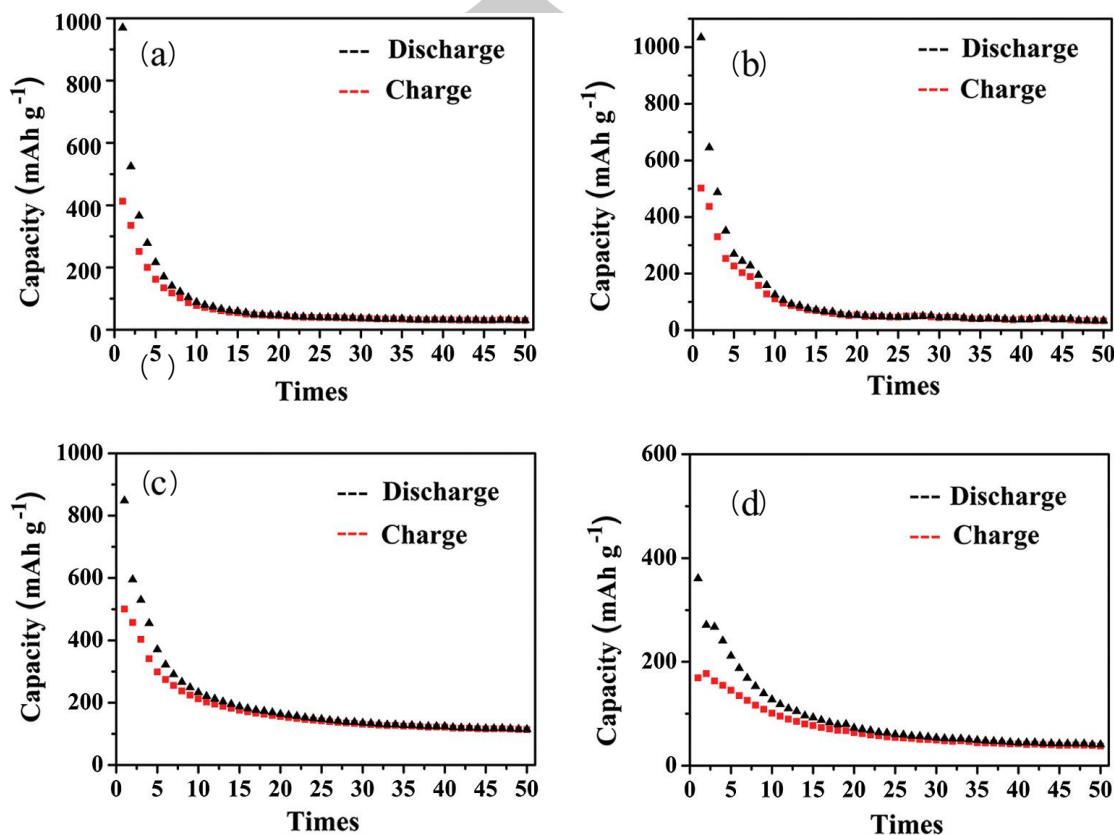
เมื่อทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าเพื่อใช้เป็นขั้วแอโนดสำหรับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน โดยใช้อ้างอิงเป็น Li/Li^+ ความหนาแน่นกระแส 100 mA/g วัดการอัดประจุและคายประจุจำนวน 3 รอบ ดังภาพประกอบที่ 2.38 พบว่าเมื่ออัดประจุรอบแรกความจุไฟฟ้าจำเพาะของ In_2O_3 สัณฐานแบบเส้นลวดนาโน เข็มขัดนาโน และอนุภาคนาโน เท่ากับ 411.5 501.9 และ 500.4 mAh/g ตามลำดับ เริ่มต้นตัวอย่าง In_2O_3 มีความจุไฟฟ้าจำเพาะ 169 mAh/g บ่งบอกว่าประสิทธิภาพทางด้านเคมีไฟฟ้าดีขึ้น



ภาพประกอบที่ 2.38 การอัดประจุและคายประจุของ In_2O_3 สัณฐานวิทยาแบบต่างๆ (a) เส้นลวดนาโน (b) เข็มขัดนาโน (c) อนุภาคนาโน และ (d) ผง In_2O_3 เริ่มต้น (Li *et al.*, 2015)

จากภาพประกอบที่ 2.39 (a) (b) (c) และ (d) แสดงกราฟการอัดและคายประจุ ของขั้วไฟฟ้าโครงสร้างนาโน In_2O_3 สัณฐานแบบต่างๆ พบว่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของทุกตัวอย่าง ลดลงเมื่ออัดประจุรอบจำนวน 10 รอบ อาจเป็นผลจากเกิดปฏิกิริยาไม่ผันกลับระหว่าง Li^+ และ In_2O_3 และหลังการอัดประจุจำนวน 30 รอบ ขั้วไฟฟ้าจากเส้นลวดนาโน In_2O_3 และเข็มขัดนาโนมีความจุไฟฟ้าจำเพาะน้อยมากประมาณ 36 และ 44 mAh/g ตามลำดับ ขณะที่ขั้วจากอนุภาคนาโน In_2O_3

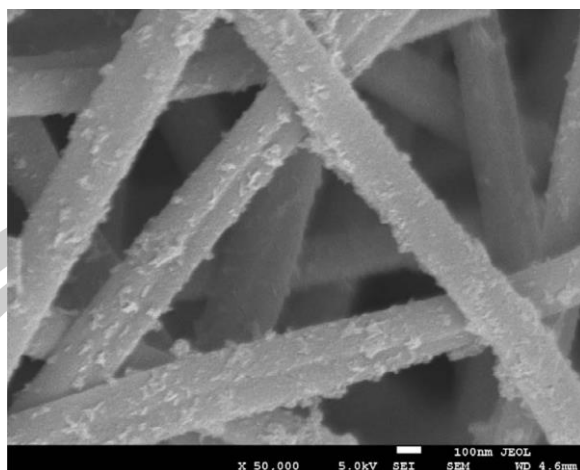
ความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงกว่าคือเท่ากับ 131.1 mAh/g ซึ่งมากกว่าของผง In_2O_3 ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียม แสดงดังภาพประกอบที่ 2.39 (d)



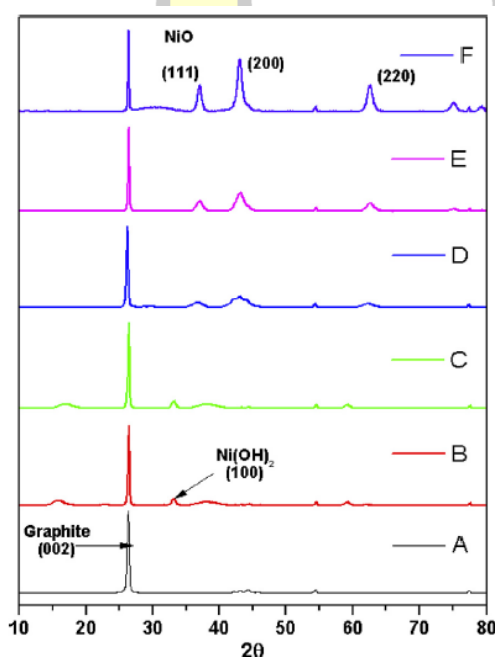
ภาพประกอบที่ 2.39 การอัดประจุและคายประจุ ชั่วไฟฟ้า In_2O_3 ลักษณะสัณฐานแบบต่างๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 100 mAh/g (a) เส้นลวด (b) เข็มขัด (c) อนุภาคนาโน และ (d) ผง In_2O_3 ของสารตั้งต้น (Li *et al.*, 2015)

2.5.3 การเตรียมและศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าเส้นใย NiO

Al-Enizi และคณะ (2014) เตรียมอนุภาค NiO บนเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยวิธีอิเล็กโทรสปินนิ่งและการให้ความร้อน ใช้สารตั้งต้น โพลีอะซิโคโนไตรัล (PAN) พอลิอะนิลีน (polyaniline, PAN) และกราฟีน เผาที่อุณหภูมิ stabilize 200 °C นาน 2 ชั่วโมง และคาร์บอนเซชัน ที่ 800 °C นาน 5 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน การเตรียม CNF/NiO โดยนำ CNFs มาผสมนิกเกิลไฮดรอกไซด์ปริมาณ 10 wt% ละลายด้วยน้ำดีไอออนซ์ ผสมให้เข้ากันนาน 8 ชั่วโมง ควบคุมค่า pH เท่ากับ 8 โดยใช้ NaOH หลังจากนั้นกรองและล้างด้วยน้ำดีไอออนซ์ หลายๆ ครั้ง และตากให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 °C แล้วแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 100 200 300 400 และ 500 °C จากภาพประกอบที่ 2.40 แสดงภาพถ่าย SEM ของ CNF/NiO เงื่อนไขแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 °C และโครงสร้างเมื่อวิเคราะห์ด้วย XRD แสดงดังภาพประกอบที่ 2.41

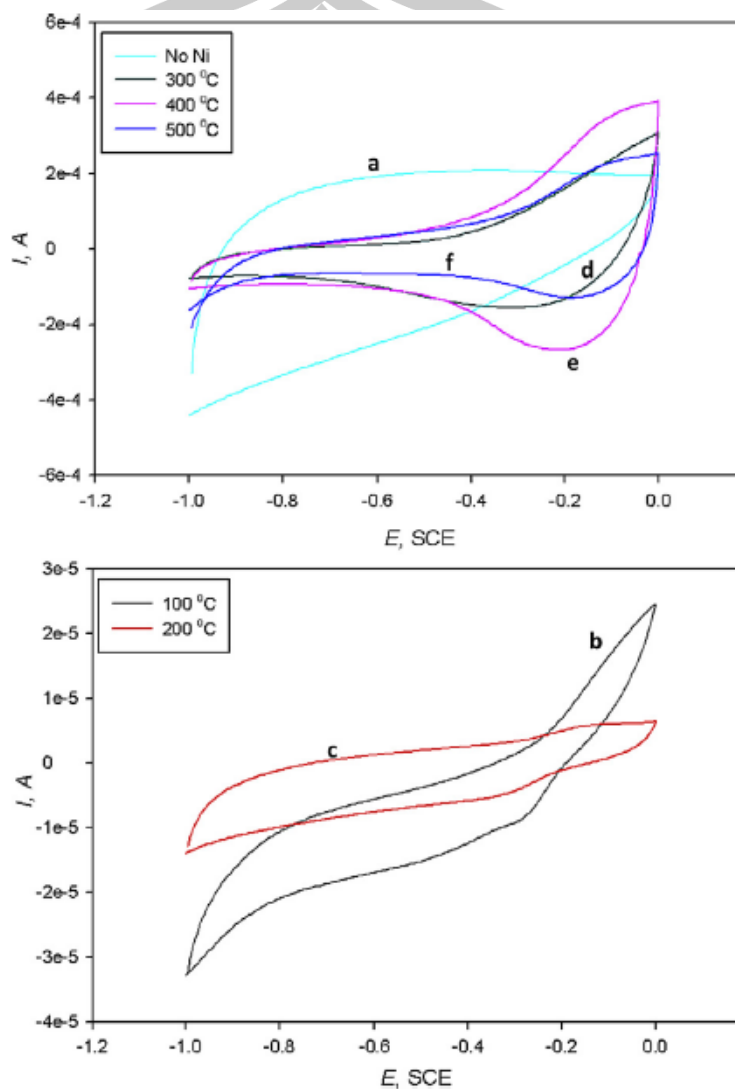


ภาพประกอบที่ 2.40 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ NiOH บน CNF แคลสไน์อุณหภูมิ 400 °C (Al-Enizi *et al.*, 2014)



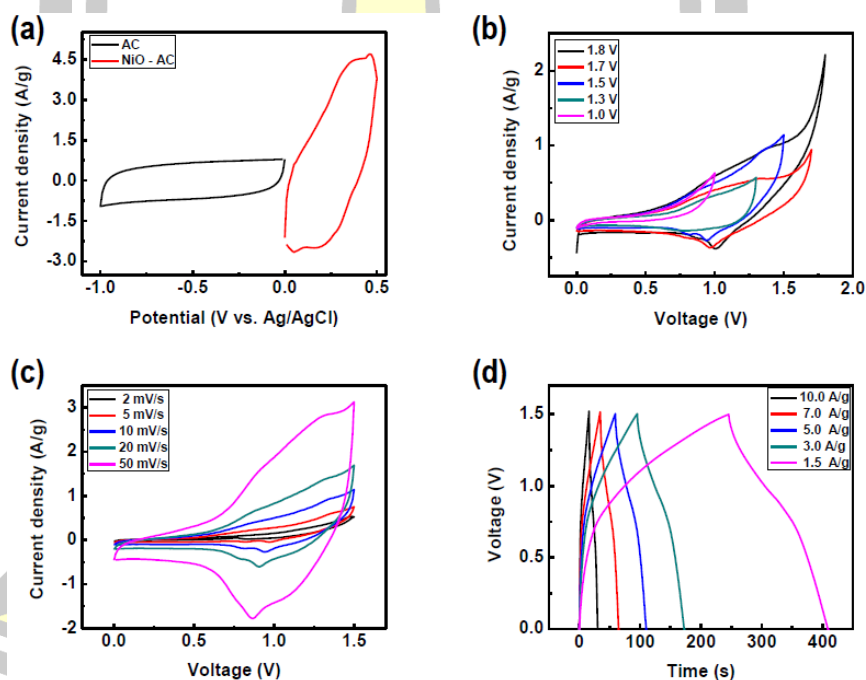
ภาพประกอบที่ 2.41 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโน (a) CNF (b) (NiOH)₂ บน CNF แคลสไน์อุณหภูมิ 100 °C (c) (NiOH)₂ บน CNF แคลสไน์อุณหภูมิ 200 °C (d) NiO บน CNF แคลสไน์อุณหภูมิ 300 °C (e) NiO บน CNF แคลสไน์อุณหภูมิ 400 °C และ (f) NiO บน CNF แคลสไน์อุณหภูมิ 500 °C (Al-Enizi *et al.*, 2014)

การศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าใช้สารอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 6 M แสดงกราฟ CV ดังภาพประกอบที่ 2.42 พบว่า CNF/NiO แคลไซน์อุณหภูมิ 300 400 และ 500 °C ความจุไฟฟ้าจำเพาะเท่ากับ 497 738 และ 430 F/g ตามลำดับ

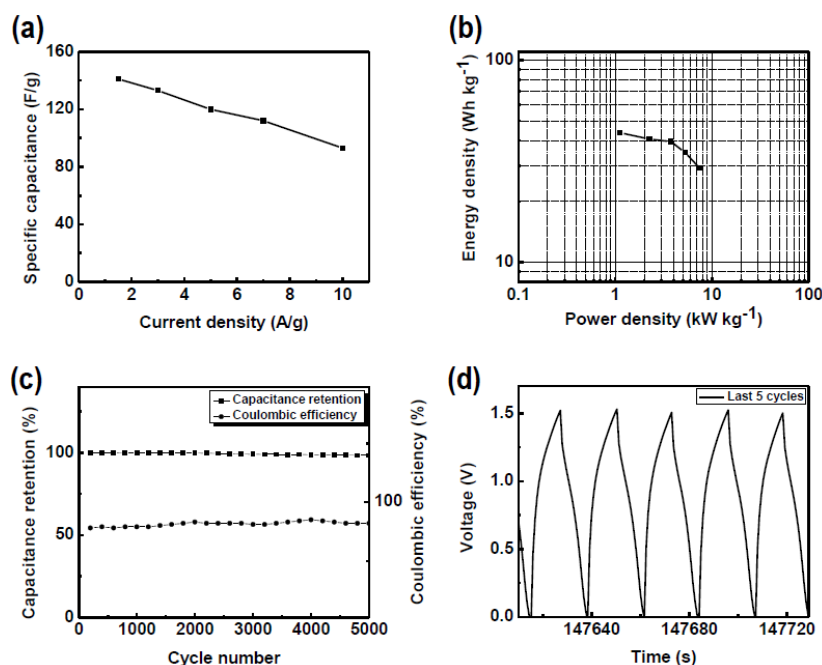


ภาพประกอบที่ 2.42 กราฟ CV ของ (a) CNF (b) $(\text{NiOH})_2$ บน CNF แคลไซน์อุณหภูมิ 100 °C (c) $(\text{NiOH})_2$ บน CNF แคลไซน์อุณหภูมิ 200 °C (d) NiO บน CNF แคลไซน์อุณหภูมิ 300 °C (e) NiO บน CNF แคลไซน์อุณหภูมิ 400 °C และ (f) NiO บน CNF แคลไซน์อุณหภูมิ 500 °C อุณหภูมิ 500 °C และอัตราสแกน 5 mV/s (Al-Enizi *et al.*, 2014)

Kolathodi และคณะ (2015) เตรียมเส้นใยนาโน NiO เพื่อเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าแบบไม่สมมาตรของตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด ด้วยวิธีอิเล็กโทรสปินนิง ใช้พอลิเมอร์ PVP แคลไซน์อุณหภูมิ 600 °C นาน 3 ชม. ศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าใช้สารอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 6 M ทดสอบในระบบ 3 ขั้ว โดยใช้ NiO-AC เป็นขั้วไฟฟ้าบวก และ activated carbon ตามท้องตลาดเป็นขั้วลบ ให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุด 141 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ความหนาแน่นพลังงาน 43.75 Wh/kg จากภาพประกอบที่ 2.43 (a) แสดงกราฟ CV ของ activated carbon และ NiO-activated carbon (NiO-AC) ที่ศักย์ไฟฟ้า -1-0.5 V ภาพประกอบที่ 2.43 (b) แสดงกราฟ CV ช่วงความต่างศักย์ 0-2 V ที่อัตราสแกน 10 mV/s ภาพประกอบที่ 2.43 (c) แสดงความหนาแน่นกระแสและความต่างศักย์ช่วง 0-1.5 V ที่อัตราสแกน 2-50 mV/s ภาพประกอบที่ 2.43 (d) แสดงการอัด-คายประจุ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1-10 A/g และภาพประกอบที่ 2.44 แสดงการทดสอบประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้า



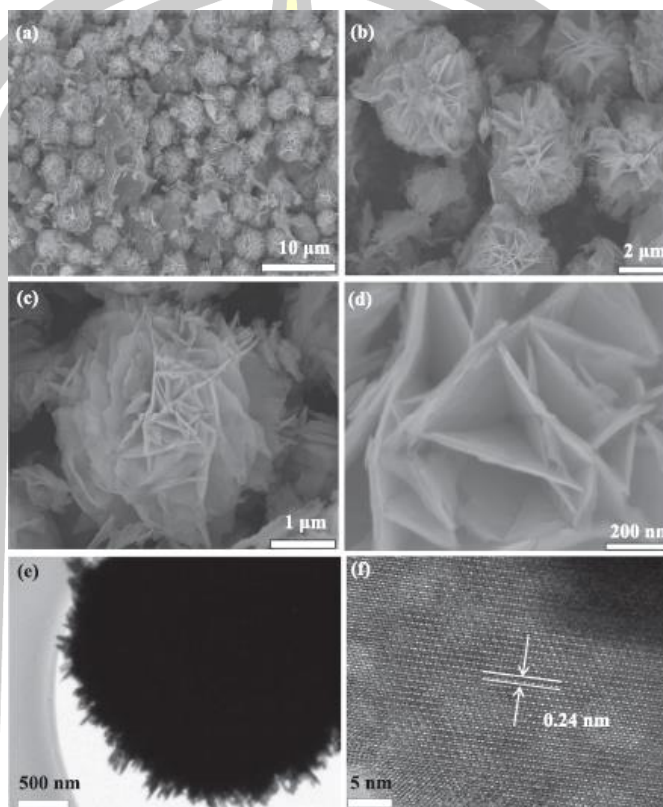
ภาพประกอบที่ 2.43 กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าแบบไม่สมมาตรของตัวเก็บประจุยิ่งยวดของ AC// AC-NiO NFs ในสารอิเล็กโทรไลต์ KOH 6 M (a) กราฟ CV โดย AC เป็นขั้วลบ และ AC-NiO เป็นขั้วบวก ที่อัตราสแกน 10 mV/s (b) กราฟ CV ที่ความต่างศักย์ต่างๆ (c) กราฟ CV ที่อัตราสแกนแตกต่างกัน (d) การอัด-คายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแสแตกต่างกัน (Kolathodi *et al.*, 2015)



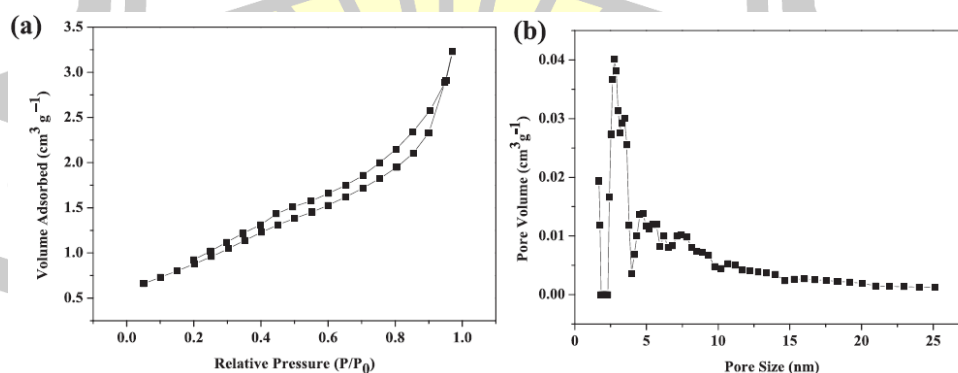
ภาพประกอบที่ 2.44 ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าแบบไม่สมมาตรของตัวเก็บประจุยิ่งยวดของ AC//AC-NiO NFs (a) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1-10 A/g (b) กราฟราโงเนของตัวเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะ (c) ประสิทธิภาพการกักเก็บประจุไฟฟ้าเมื่ออัด-คายประจุ ต่อเนื่อง จำนวน 5000 รอบ (d) การอัด-คายประจุ 5 รอบสุดท้าย จากจำนวน 5000 รอบ (Kolathodi *et al.*, 2015)

Xiao และคณะ (2016) สังเคราะห์แผ่นนาโน NiO รูพรุนแบบ hierarchical ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เพื่อใช้ทำขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุไฟฟ้ายิ่งยวด ลักษณะสัณฐานวิทยาแสดงดังภาพประกอบที่ 2.45 เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนด้วยเทคนิค BET/BJH พบว่าอัตราส่วน P/P_0 อยู่ในช่วง 0.2 - 1.0 บ่งบอกว่ารูพรุนมีขนาดเมโซพอร์รัส ดังภาพประกอบที่ 2.46 (a) และมีพื้นที่ผิวจำเพาะ 116.9 m²/g ขนาดรูพรุนเฉลี่ย 3.066 nm ดังภาพประกอบที่ 2.46 (b) ผลการศึกษาทางเคมีไฟฟ้า เพื่อใช้เป็นวัสดุทำขั้วไฟฟ้าในสารอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 3 M พบว่าแผ่นนาโน NiO ที่อัตราสแกน 40 mV/s มีกระแสไฟฟ้าสูงกว่าของนิเกิลฟอมเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าเท่ากัน ดังภาพประกอบที่ 2.47 (a) ในภาพประกอบที่ 2.47 (b) แสดงกราฟ CV อัตราสแกน 3 - 40 mV/s และความต่างศักย์ในช่วง -0.2 - 0.25 V เกิดฟิสิกของปฏิกิริยารีดอกซ์ นอกจากนี้มีพื้นที่ผิวปิดของกราฟ CV และกระแสไฟฟ้าจากปฏิกิริยารีดอกซ์เพิ่มขึ้นตามอัตราสแกน บ่งชี้ว่ากลศาสตร์การผันกลับดี ภาพประกอบที่ 2.47 (c) แสดงการคายประจุของ NiO ที่ความหนาแน่นกระแส 0.5 1 1.2 1.5 2 และ 3 A/g พบว่าค่า IR drop ต่ำ ความจุไฟฟ้าจำเพาะเท่ากับ 81.76 75.63 73.66 72.47 70.6 และ 64.72 F/g ตามลำดับ การกักเก็บประจุไฟฟ้าลดเหลือ 78 % หลังทดสอบการอัดและคาย

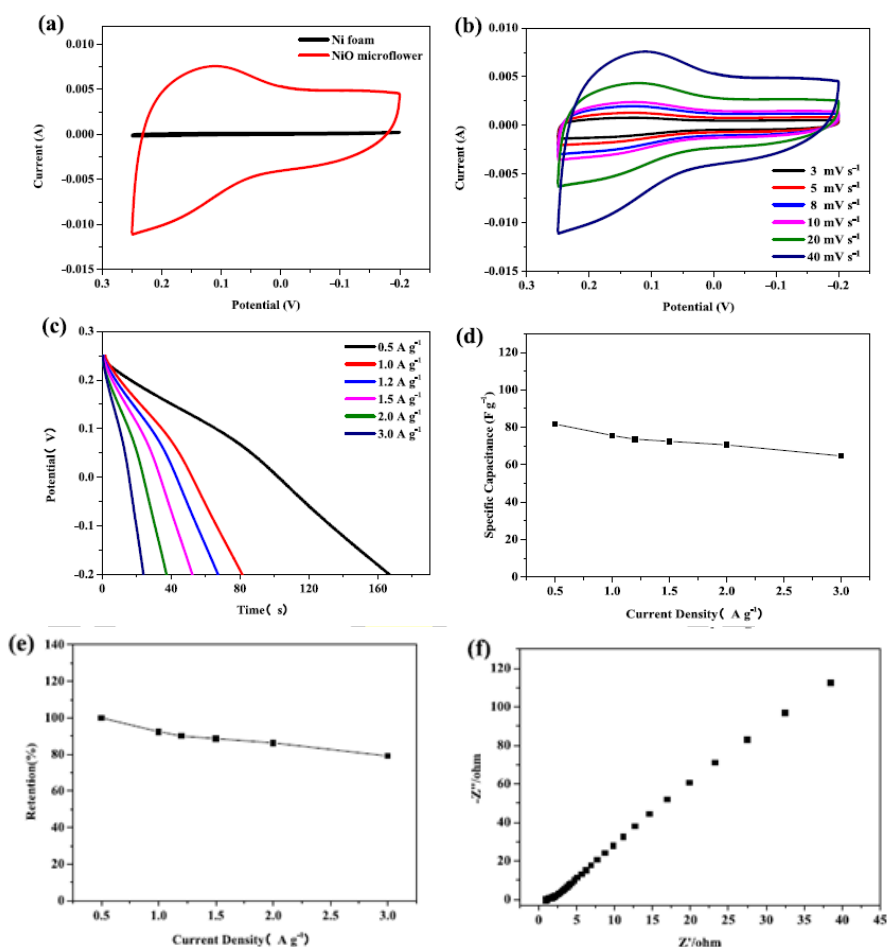
ประจุไฟฟ้าต่อเนื้อ 3000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 0.5 A/g การวัดอิมพีแดนซ์ด้วยเทคนิค EIS ความถี่ 100 kHz – 0.01 Hz แสดงกราฟไนควิสต์ ดังภาพประกอบที่ 2.47 (f) ความต้านทานอยู่ในช่วงความถี่สูงเท่ากับ 1.2 Ω และความต้านทานภายในต่ำ



ภาพประกอบที่ 2.45 (a-d) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ NiO กำลังขยายแตกต่างกัน (e-f) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของ NiO (Xiao *et al.*, 2016)

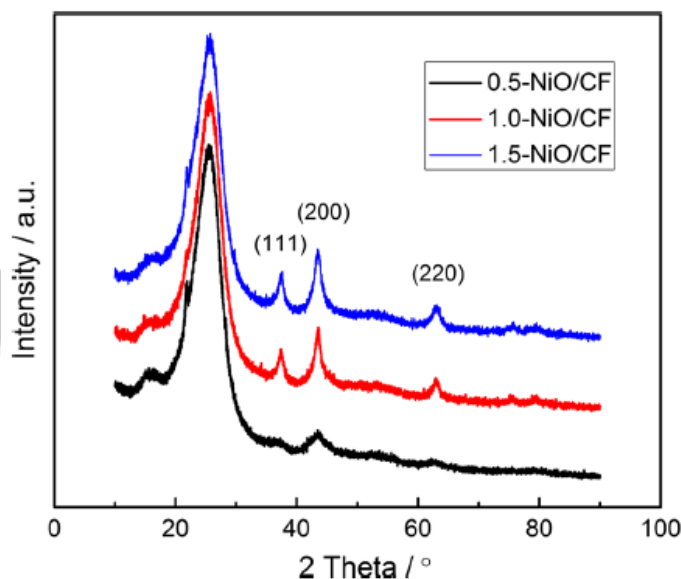


ภาพประกอบที่ 2.46 (a) ความสัมพันธ์ระหว่างความดันสัมพันธ์ (P/P_0) กับปริมาตรของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับและการคายซับของ NiO (b) การกระจายขนาดรูพรุนของ NiO (Xiao *et al.*, 2016)



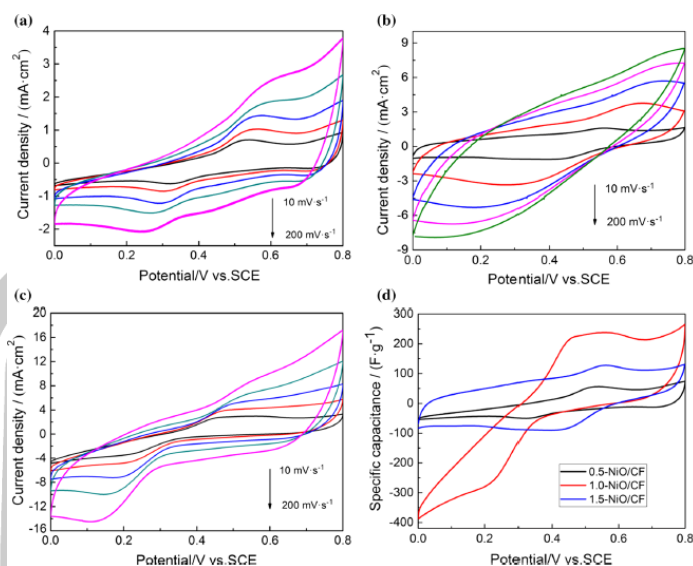
ภาพประกอบที่ 2.47 (a) กราฟ CV ของนิเกิลโฟมและแผ่นนาโน NiO อัตราสแกน 40 mV/s (b) กราฟ CV ของแผ่นนาโน NiO ที่อัตราสแกนแตกต่างกัน (c) การคายประจุที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของแผ่นนาโน NiO (e) การกักเก็บประจุไฟฟ้าของแผ่นนาโน NiO และ (f) แอมพิแดนซ์ของแผ่นนาโน NiO (Xiao *et al.*, 2016)

Xian และคณะ (2017) เตรียมฟิล์มนาโนของ NiO บนเส้นใยนาโนคาร์บอนหรือ NiO/CFs ด้วยวิธีเคลือบทางเคมีโดยใช้ในสารละลาย $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 M แคลโซไนท์ที่อุณหภูมิ 300 °C นาน 1 ชั่วโมง ผลการตรวจโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD แสดงดังภาพประกอบที่ 2.48 พบพีค NiO มุม 2 θ เท่ากับ 37.23 43.29 และ 62.82 องศา สอดคล้องกับระนาบผลึก (111) (200) และ (220) ตามลำดับ ตามไฟล์มาตรฐานเลขที่ 65-6920

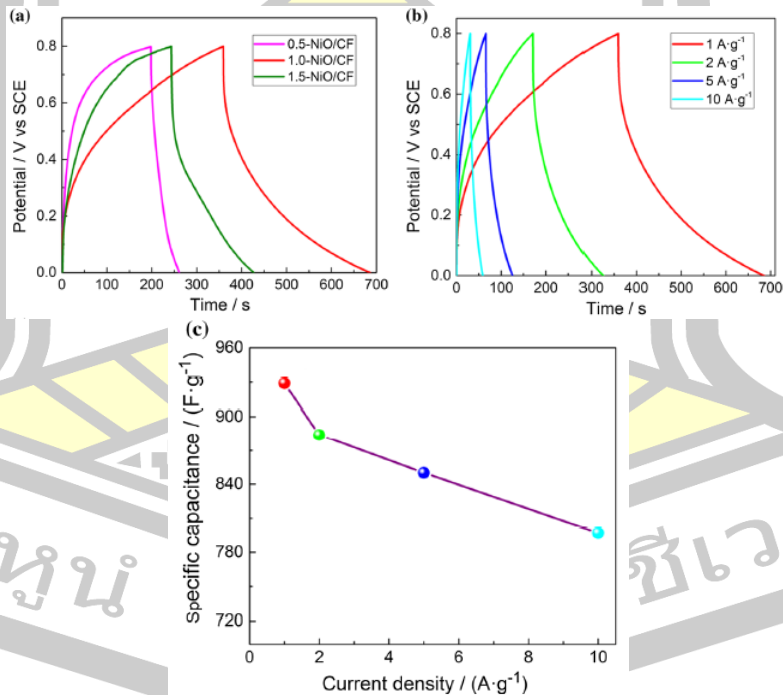


ภาพประกอบที่ 2.48 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ NiO/CFs (Xiang *et al.*, 2017)

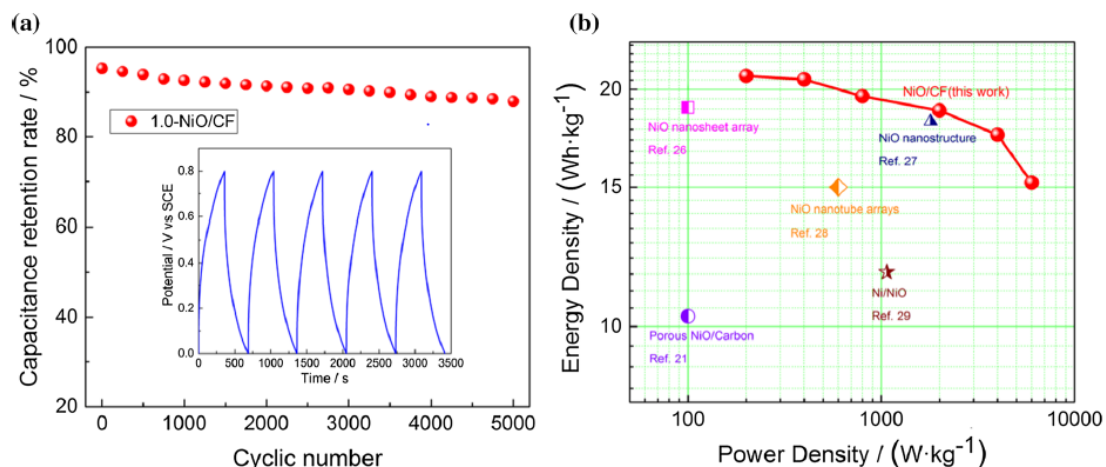
ผลการตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้า 1.0-NiO/CFs 0.5-NiO/CFs และ 1.5-NiO/CFs ใช้สารอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 2 M พบว่าความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g เท่ากับ 929 272 และ 520 F/g ตามลำดับ ภาพประกอบที่ 2.49 (a) (b) (c) แสดงกราฟ CV ของตัวอย่าง 1.0-NiO/CFs 0.5-NiO/CFs และ 1.5-NiO/CFs ตามลำดับ ภาพประกอบที่ 2.49 (d) แสดงเปรียบเทียบกราฟ CV ของทั้งสามตัวอย่าง ในภาพประกอบที่ 2.50 (a) แสดงกราฟการอัดและคายประจุ ของทั้ง 3 ตัวอย่าง ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g และ ภาพประกอบที่ 2.50 (b) แสดงกราฟการอัดและคายประจุตัวอย่าง 1.0-NiO/CFs ที่ความหนาแน่นกระแส 1 - 10 A/g และภาพประกอบที่ 2.50 (c) แสดงค่าความจุไฟฟ้าของตัวอย่าง 1.0-NiO/CFs ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ ในภาพประกอบที่ 2.51 (a) แสดงการทดสอบวงจรรอบการใช้งานของ ขั้วไฟฟ้า พบว่าความจุไฟฟ้ายังคงเหลือถึง 88 % หลังการอัดและคายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 5000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ส่วนภาพประกอบที่ 2.51 (b) แสดงขนาดของความหนาแน่นพลังงานและกำลังงาน ในราโกเนพล็อต พบว่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูงสุดของสารตัวอย่าง 1.0-NiO/CFs เท่ากับ 200 W/kg และความหนาแน่นพลังงานสูงสุด 20.8 Wh/kg



ภาพประกอบที่ 2.49 กราฟ CV ของ (a) 0.5-NiO/CFs (b) 1.0-NiO/CFs (c) 1.5-NiO/CFs ที่อัตราสแกน 10 50 100 150 และ 200 mV/s และ (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของ 0.5-NiO/CFs 1.0-NiO/CFs และ 1.5-NiO/CFs ที่อัตราสแกน 10 mV/s (Xiang *et al.*, 2017)



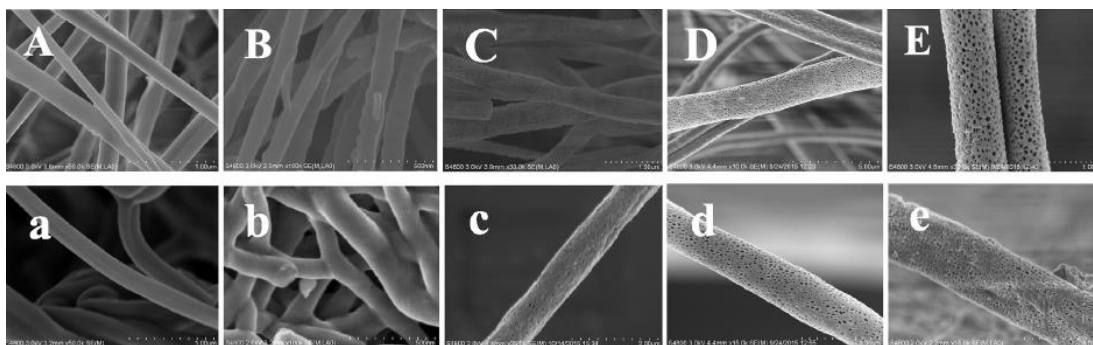
ภาพประกอบที่ 2.50 การอัด-คายประจุของ (a) 0.5-NiO/CFs 1.0-NiO/CFs และ 1.5-NiO/CFs ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (b) 1.0-NiO/CFs ที่ความหนาแน่นกระแส 1 2 5 และ 10 A/g (c) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของ 1.0-NiO/CFs ที่ความหนาแน่นกระแสแตกต่างกัน (Xiang *et al.*, 2017)



ภาพประกอบที่ 2.51 (a) ประสิทธิภาพการอัด-คายประจุ ของ 1.0-NiO/CFs และภาพแทรกแสดง การอัด-คายประจุ จำนวน 5 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (b) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความหนาแน่นพลังงานและความหนาแน่นกำลังงานของขั้วไฟฟ้า 1.0-NiO/CFs เปรียบเทียบกับ ประเภทของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานตามการพล็อตของราโกเน (Xiang *et al.*, 2017)

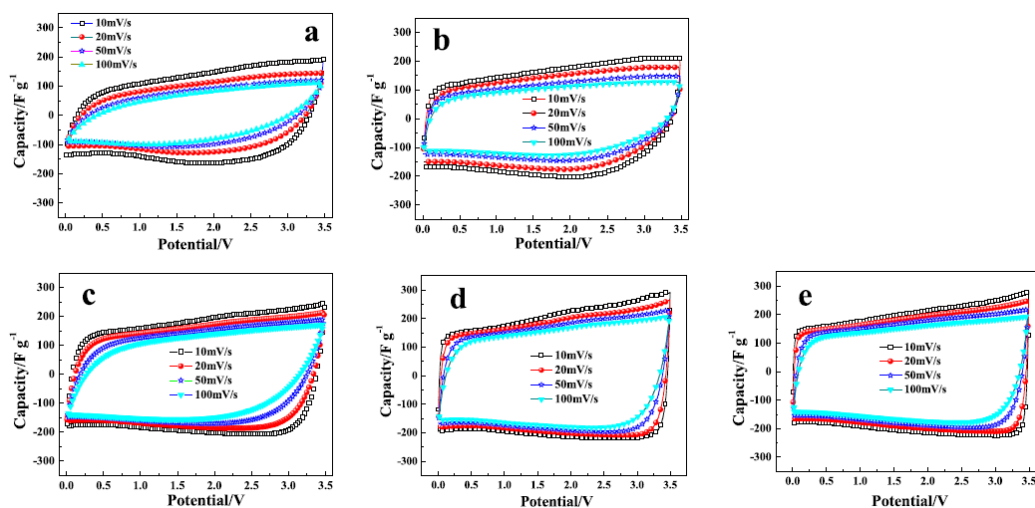
2.5.4 การเตรียมและศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของเส้นใยนาโนคาร์บอนและคอมโพสิต

He และคณะ (2018) เตรียมเส้นใยนาโนคาร์บอนเพื่อเป็นขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิง สัดส่วนของ PAN/PVP เท่ากับ 10:0 10:1 10:5 และ 10:10 แล้วนำ as-spun แขน้ำ DI และสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิก นาน 20 นาที เพื่อให้ PVP หลุดออก และเปลี่ยนน้ำ DI จนกระทั่งแผ่น as-spun มีขนาดบางมาก (ultrafine) หมายความว่าน้ำหนักของเส้นใยไม่เปลี่ยนแปลง และแคลไซน์อุณหภูมิ 280 °C นาน 5 ชั่วโมง ในอากาศ อุณหภูมิ 280 – 500 °C นาน 4 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซอากาศ และอุณหภูมิ 500-970 °C นาน 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซอากาศ กระบวนการ activated แคลไซน์ในบรรยากาศ CO₂ อุณหภูมิ 850 °C นาน 1.5 ชั่วโมง พบว่าลักษณะพื้นฐานวิทยาตัวอย่างก่อนและหลังแคลไซน์ แสดงดังภาพประกอบที่ 2.52 1A-1E และ 1a-1e ตามลำดับ

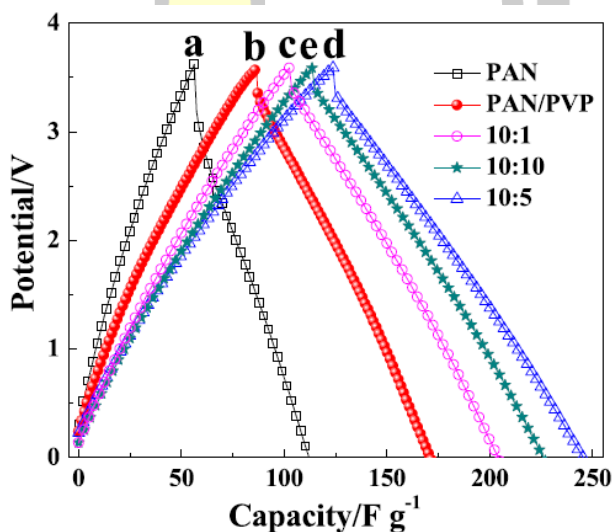


ภาพประกอบที่ 2.52 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเส้นใย PAN/PVP (10:1) PAN/PVP (10:5) และ PAN/PVP (10:10) โดย (1A-1E) ก่อนแคลไซน์ และ (1a-1e) หลังแคลไซน์ (He *et al.*, 2018)

ผลการศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้า ตัวอย่าง PAN/PVP (10:1) PAN/PVP (10:5) และ PAN/PVP (10:10) มีความจุไฟฟ้าจำเพาะ 148.2 172.6 213.5 248.6 และ 221.9 F/g ความต้านทานภายใน 1.93 1.54 1.21 0.82 1.02 Ω ความหนาแน่นพลังงาน 13.1 19.7 31.5 42.5 33.6 Wh/kg ความหนาแน่นกำลัง 1500 1900 2200 2800 2600 W/kg ตามลำดับ จากภาพประกอบที่ 2.53 แสดงกราฟ CV ของตัวอย่างเส้นใยคาร์บอนนาโน มีรูปร่างเป็นสี่เหลี่ยมและไม่มีฟีกของปฏิกิริยารีดอกซ์ แสดงพฤติกรรมของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLCs ภาพประกอบที่ 2.53 (a) แสดงกราฟ CV เส้นใย PAN ส่วนภาพประกอบที่ 2.53 (b) แสดงกราฟ CV ของเส้นใยนาโน PAN/PVP ที่ไม่มีรูพรุน ภาพประกอบที่ 2.53 (c) ถึง (e) แสดงกราฟ CV ตัวอย่าง PAN/PVP (10:1) PAN/PVP(10:5) และ PAN/PVP (10:10) ตามลำดับ ภาพประกอบที่ 2.54 แสดงการอัด-คายประจุของตัวอย่าง PAN/PVP (10:5) มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุด เท่ากับ 248.6 F/g



ภาพประกอบที่ 2.53 กราฟ CV ของ (a) as-spun ของ PAN (b) as-spun ของ PAN/PVP และ (c) เส้นใยนาโนมีรูพรุนตัวอย่าง PAN/PVP (10:1) (d) PAN/PVP (10:5) และ (e) PAN/PVP (10:10) (He *et al.*, 2018)

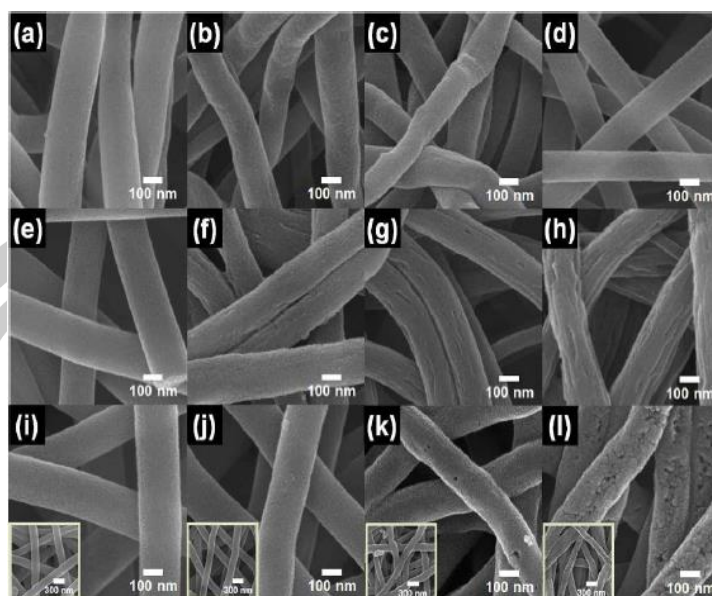


ภาพประกอบที่ 2.54 (a) การอัด-คายประจุของ (a) as-spun ของ PAN (b) as-spun ของ PAN/PVP และ (c) เส้นใยนาโนมีรูพรุนตัวอย่าง PAN/PVP (10:1) (d) PAN/PVP (10:5) และ (e) PAN/PVP (10:10) (He *et al.*, 2018)

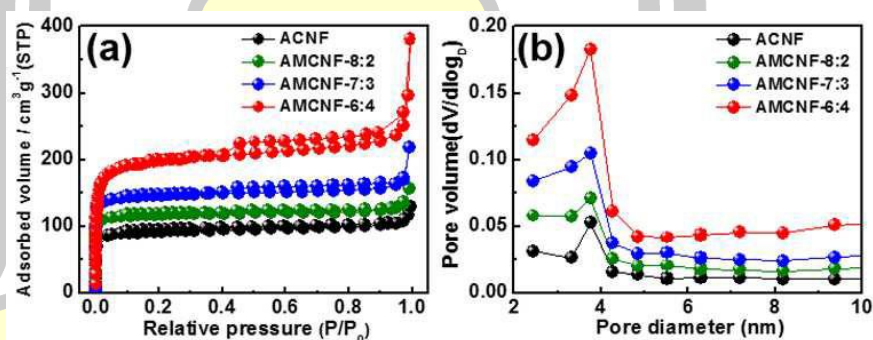
An และคณะ (2013) สังเคราะห์เส้นใยนาโน activated carbon ขนาดเมโซพอร์ส ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิง โดยกัด้วยน้ำเพื่อช่วยให้เป็นแบบร่างและสุดท้ายพรีเทเมนต์ด้วยกรด ใช้สารตั้งต้น PAN และ PVP สัดส่วน PAN/PVP คือ 8:2 7:3 และ 6:4 โดยน้ำหนัก ผสมสัดส่วน PAN และ PVP ความเข้มข้น 10 % ใน DMF แล้วนำเส้นใยนาโนไปเผาอุณหภูมิ stabilize เท่ากับ 280 °C นาน 2 ชั่วโมง ในอากาศ และอุณหภูมิคาร์บอนไนซ์ 800 °C นาน 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน หลังจากนั้นนำมาพรีเทเมนต์ด้วยกรด HNO₃ นาน 5 ชั่วโมง และล้างน้ำ DI อีกครั้ง ตากแห้งอุณหภูมิ 80 °C ทั้ง 3 สัดส่วนใช้สัญลักษณ์ AMCNF-8:2 AMCNF-7:3 และ AMCNF-6:4 ตัวอย่างที่ไม่ได้ผสม PVP ใช้สัญลักษณ์ ACNF ผลการตรวจลักษณะพื้นฐานแสดงดังภาพประกอบที่ 2.55 (a-d) ลักษณะของ as spun เส้นใยนาโน PAN PAN/PVP-8:2 PAN/PVP-7:3 และ PAN/PVP-6:4 มีลักษณะพื้นผิวเรียบและคล้ายคลึงกันทุกตัวอย่าง ส่วนภาพประกอบที่ 2.55 (e) ถึง (h) แสดงผลการกัด้วยน้ำของทั้ง 4 ตัวอย่าง พบว่าปริมาณของ PVP เพิ่มขึ้นส่งผลให้เกิดริ้วรอยบนพื้นผิวเพิ่มขึ้นเนื่องจากการหลุดออกของ PVP บนพื้นผิวเส้นใยคาร์บอนนาโน ตัวอย่าง PAN/PVP-6:4 พื้นผิวเกิดริ้วรอยมากที่สุด และในภาพประกอบ ที่ 2.55 (i-l) แสดงตัวอย่างหลังการแคลไซน์อุณหภูมิ 800 °C มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 191-217 nm พื้นผิวมีลักษณะหยาบ ขนาดรูพรุนใหญ่ระดับมีโซพอร์ส นั่นคือปริมาณ PVP เพิ่มขึ้นสามารถเพิ่มขนาดรูพรุนมีโซพอร์สในโครงสร้างเนื่องจาก PVP หลุดออกนั่นเอง

ผลการศึกษาพื้นผิวและการกระจายขนาดรูพรุนแสดงดังภาพประกอบที่ 2.56 ตัวอย่าง ACNF แสดงกราฟไอโซเทอม แบบที่ 1 บ่งชี้ว่าขนาดของรูพรุนมีขนาดเล็ก (< 2 nm) ที่ P/P₀ น้อยกว่า 0.1 ตัวอย่าง PAN/PVP-6:4 แสดงกราฟไอโซเทอม ผสมระหว่าง แบบ 1 และแบบ 4 บ่งชี้ว่า รูพรุนมีขนาดเมโซพอร์ส (2-50 nm) ที่ P/P₀ ประมาณ 0.4 ตัวอย่าง PAN/PVP-6:4 มีพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุด 692 m²/g ปริมาตรรูพรุนเพิ่มขึ้นตามปริมาณ PVP เท่ากับ 43.9 % การกระจายของขนาดของรูพรุนตัวอย่าง PAN/PVP-6:4 แสดงดังภาพประกอบที่ 2.56 (b) ขนาดรูพรุนเมโซพอร์สกระจายมากที่สุดในช่วง 2.4 - 4.3 nm

พหุบัน ปณ จิต ชีเว

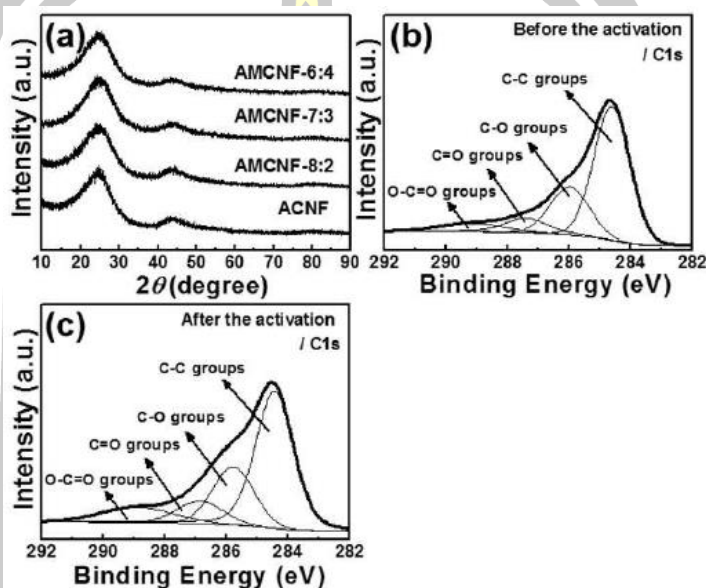


ภาพประกอบที่ 2.55 (a-d) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใย PAN PAN/PVP-8:2 PAN/PVP-7:3 และ PAN/PVP-6:4 (a-d) เส้นใยหลังการสปินนิ่ง (e-h) กัดด้วยน้ำเพื่อใช้เป็นแบบร่าง (i) ACNF (j) AMCNF-8:2 (k) AMCNF-7:3 และ (l) AMCNF-6:4 (An *et al.*, 2013)



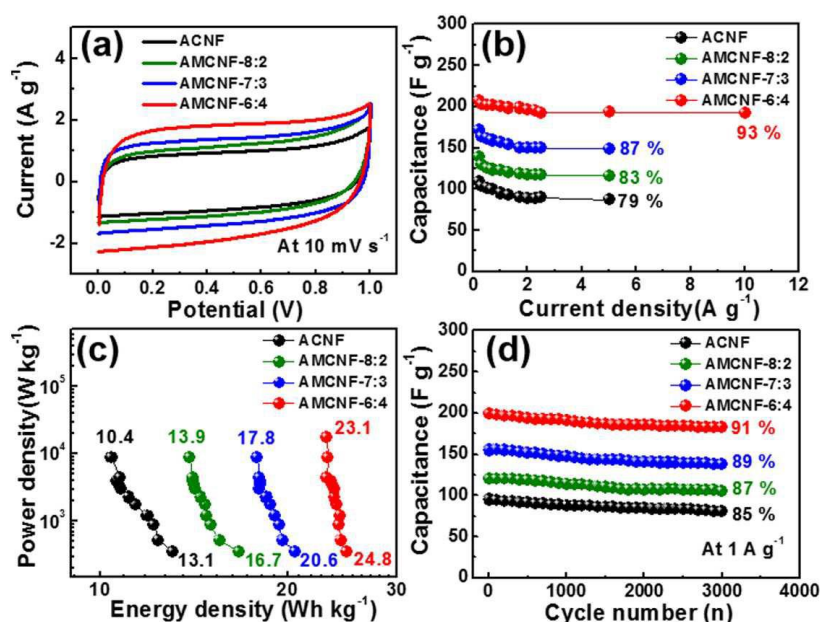
ภาพประกอบที่ 2.56 (a) ความสัมพันธ์ระหว่างความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) กับปริมาตรของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับและการคายซับตัวอย่าง (b) การกระจายขนาดรูพรุนของ ACNF AMCNF-8:2 AMCNF-7:3 และ AMCNF-6:4 (An *et al.*, 2013)

ผลการศึกษาการโครงสร้างตัวอย่างด้วย XRD แสดงดังภาพประกอบที่ 2.57 (a) ทุกตัวอย่าง แสดงพีคการเลี้ยวเบนกว้าง สอดคล้องกับระนาบแกรไฟต์ (002) ที่มุม 2θ เท่ากับ 25° บ่งชี้ว่า โครงสร้างผลึก ACNF และ AMCNF ไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อกัดด้วยน้ำเพื่อเป็นแบบร่าง ผลการศึกษา พันธเคมีด้วย XPS ตัวอย่าง PAN/PVP-6:4 ก่อนและหลัง activated แสดงดังภาพประกอบที่ 2.57 (b) และ (c)



ภาพประกอบที่ 2.57 (a) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ ACNF AMCNF-8:2 AMCNF-7:3 และ AMCNF-6:4 (b) ออร์บิทัล C1s ตัวอย่าง AMCNF-6:4 ก่อน activated และ(c) ออร์บิทัล C1s ตัวอย่าง AMCNF-6:4 หลัง activated (An *et al.*, 2013)

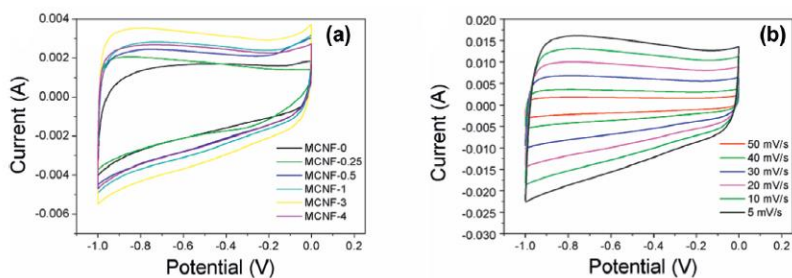
กราฟ CV ของทุกตัวอย่าง แสดงดังภาพประกอบที่ 2.58 (a) พบว่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ ตัวอย่าง ACNF AMCNF-8:2 AMCNF-7:3 AMCNF-6:4 เท่ากับ 109 139 171 และ 207 F/g ตามลำดับ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 0.2 A/g แสดงการเปรียบเทียบความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกันดังภาพประกอบที่ 2.58 (b) ตัวอย่าง PAN/PVP-6:4 มีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุด 192 F/g ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 A/g และความหนาแน่นพลังงาน 24.8 – 23.1 Wh/kg และความหนาแน่นกำลังงาน 349-17.45 kW/kg ส่วนภาพประกอบที่ 2.58 (d) แสดงความสามารถในการกักเก็บประจุไฟฟ้า พบว่าตัวอย่าง AMCNF-6:4 มีค่าการกักเก็บประจุมากที่สุด การเก็บประจื่อยังคงเหลือ 91% ภายหลังการอัด-คายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 3000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g



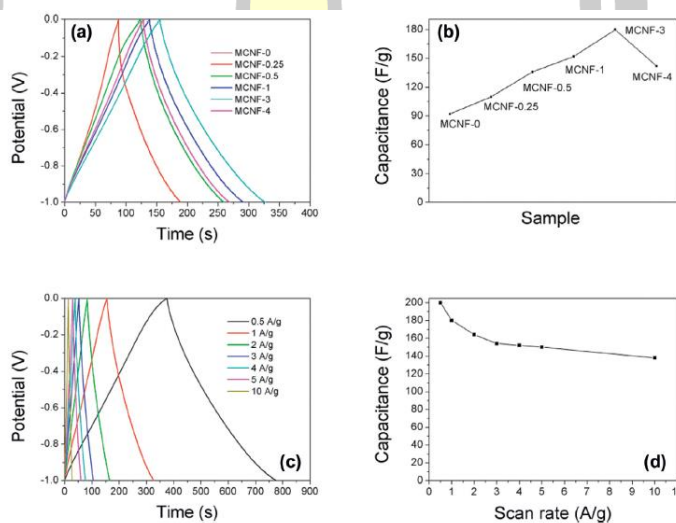
ภาพประกอบที่ 2.58 (a) กราฟ CV ตัวอย่าง ACNF AMCNF-8:2 AMCNF-7:3 และ AMCNF-6:4 ที่อัตราสแกน 10 mV/s (b) ความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ความหนาแน่นกระแส 0.2 - 10 A/g (c) ความหนาแน่นกำลังงาน และ (d) การอัด-คายประจุ จำนวน 3000 รอบ ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (An *et al.*, 2013)

Liu และคณะ (2016) เตรียมเส้นใยนาโนคาร์บอน ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิง โดยใช้ PAN ปริมาณ 4 กรัม และ PVP ปริมาณ 0 0.25 0.5 1 3 และ 4 กรัม เฝ้าเส้นใย peroxidation อุณหภูมิ 270 °C นาน 1 ชั่วโมง ในอากาศ และคาร์บอนไนซ์ อุณหภูมิ 900 °C นาน 1 ชั่วโมง หลังเฝ้าใช้สัญลักษณ์ตัวอย่าง MCNF-0 MCNF-0.25 MCNF-0.5 MCNF-1 MCNF-3 และ MCNF-4 ตามลำดับ พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะรวม MCNF-0 และ MCNF-4 เท่ากับ 403.5 และ 406.4 m^2/g พื้นที่ผิวจำเพาะของขนาดไมโครพอร์ส เท่ากับ 314.4 และ 364.3 m^2/g ตามลำดับ แสดงกราฟ CV ดังภาพประกอบที่ 2.59 (a) รูปร่างคล้ายสี่เหลี่ยมผืนผ้าปราศจากการบิดเบี้ยวและพีคของปฏิกิริยารีดอกซ์ โดยตัวอย่าง MCNF-3 มีพื้นที่มากที่สุด นั่นหมายความว่าความจุไฟฟ้าทางทฤษฎีมากที่สุด ส่วนภาพประกอบที่ 2.59 (b) แสดงกราฟ CV ตัวอย่าง MCNF-3 ที่อัตราสแกนแตกต่างกัน ทุกตัวอย่างกราฟมีลักษณะสี่เหลี่ยมผืนผ้า ส่วนภาพประกอบที่ 2.60 (a) แสดงการอัด-คายประจุ ตัวอย่าง MCNF กราฟมีลักษณะสมมาตรบ่งชี้ว่าวัสดุแสดงพฤติกรรมการกักเก็บประจุแบบ EDLC นอกจากนี้ความจุไฟฟ้าจำเพาะเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ PVP จาก 0 - 3 g ตัวอย่าง MCNF-3 มีความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุด 180 F/g ที่ความหนาแน่น 1 A/g ภาพประกอบที่ 2.60 (b) เปรียบเทียบความจุไฟฟ้าจำเพาะของตัวอย่าง พบว่าเมื่อปริมาณ PVP เพิ่มขึ้นเป็น 4 g ความจุไฟฟ้าจำเพาะลดลง ส่วนภาพประกอบที่ 2.60 (c) แสดงการอัด-คายประจุ ตัวอย่าง MCNF-3 ความหนาแน่นกระแส 0.5-10

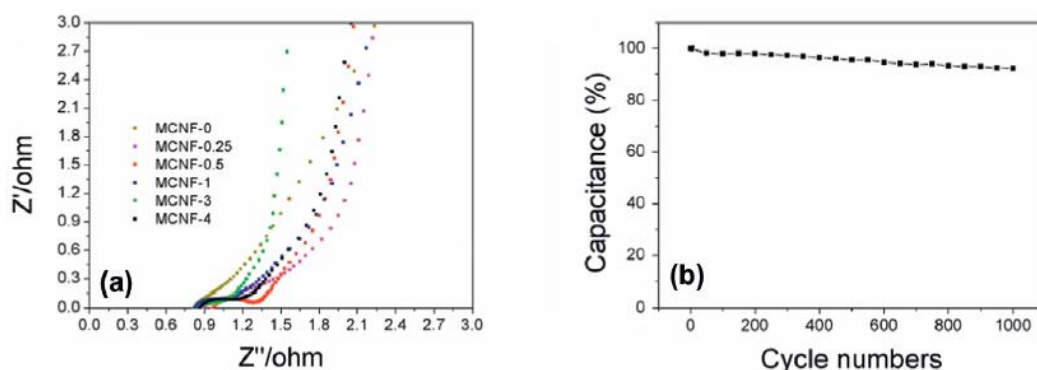
A/g ความจุไฟฟ้าจำเพาะอยู่ในช่วง 140 - 200 F/g การกักเก็บประจุยังเหลือ 93 % หลังการอัด-คาย ประจุไฟฟ้าต่อเนื่อง 5000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ดังภาพประกอบที่ 2.61 (b) นอกจากนี้จากภาพประกอบที่ 2.61 (a) แสดงกราฟโนควิสต์ พบว่าความชันกราฟตัวอย่างที่มี ส่วนผสม PVP ความลาดชันสูงกว่าตัวอย่างที่ไม่มี PVP (MCNF-0) นอกจากนี้ตัวอย่าง MCNF-3 มีความลาดชันมากที่สุดในช่วงความถี่ต่ำ บ่งบอกถึงการกระจายของความต้านทานน้อยที่สุด



ภาพประกอบที่ 2.59 กราฟ CV (a) MCNF ที่อัตราสแกน 10 mV/s และ (b) MCNF-3 ที่อัตราสแกน 5 - 50 mV/s (Liu et al., 2016)



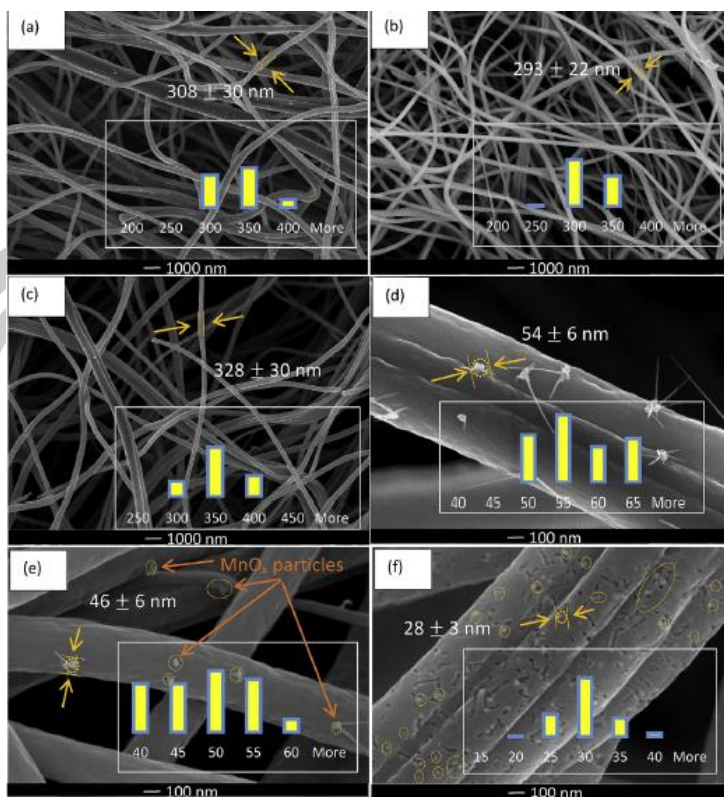
ภาพประกอบที่ 2.60 การอัดและคายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (b) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ตัวอย่าง MCNF (c) กราฟการอัดและคายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแสแตกต่างกัน และ (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะตัวอย่าง MCNF-3 ที่ความหนาแน่นกระแส 0.5 - 10 A/g (Liu et al., 2016)



ภาพประกอบที่ 2.61 (a) กราฟไนควิสต์ตัวอย่าง MCNF และ (b) การทดสอบประสิทธิภาพการกักเก็บประจุตัวอย่าง MCNF-3 ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g (Liu *et al.*, 2016)

Pech และ Maensiri (2019) เตรียมเส้นใยนาโนคาร์บอน เส้นใยนาโนคาร์บอนที่มีการเชื่อมกันและคอมโพสิตของ carbon-Mn₂O (C/MnO_x) ด้วยวิธีอิเล็กโทรสปินนิง เส้นใยแคลไซน์ 3 ขั้นตอน คือ stabilization อุณหภูมิ 230 °C นาน 2 ชั่วโมง ในอากาศ คาร์บอนไนซ์ อุณหภูมิ 900 °C นาน 2 ชั่วโมง และ activation ด้วย CO₂ นาน 20 นาที ตัวอย่างประกอบด้วย เส้นใยนาโนคาร์บอนเตรียมจาก PAN PVP-PAN_1-9 PVP-PAN_2-8 PVP-PAN_3-7 และเตรียมเส้นใยแบบแกน-เปลือก (core-shell) ของ PVP-PAN, PAN-PVP, PAN/PAN-Mn(NO₃)₂10-8, PAN/PAN-Mn(NO₃)₂10-9, PAN/PAN-Mn(NO₃)₂10-10 ความเข้มข้น PAN 10% เป็นแกน และ PAN-Mn(NO₃)₂ เท่ากับ 8 9 และ 10% ใน DMF เป็นเปลือกของเส้นใย หลังการแคลไซน์ สัญลักษณ์ตัวอย่างเป็น CNF C_1-9 C_2-8, C_3-7, CS_PAN, CS_PVP, C_Mn_10-8, C_Mn_10-9 และ C_Mn_10-10 ตามลำดับ ภาพประกอบที่ 2.62 (a) (b) และ (c) แสดง FE-SEM ตัวอย่าง C_Mn_10-8, C_Mn_10-9, และ C_Mn_10-10 ตามลำดับ

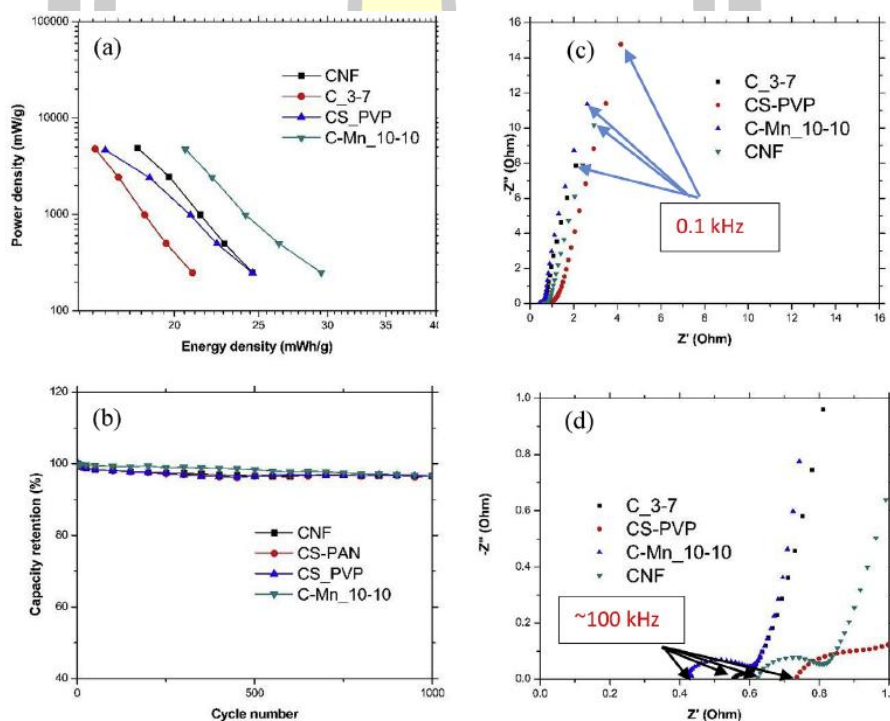
พหุ ประทีป ชีวะ



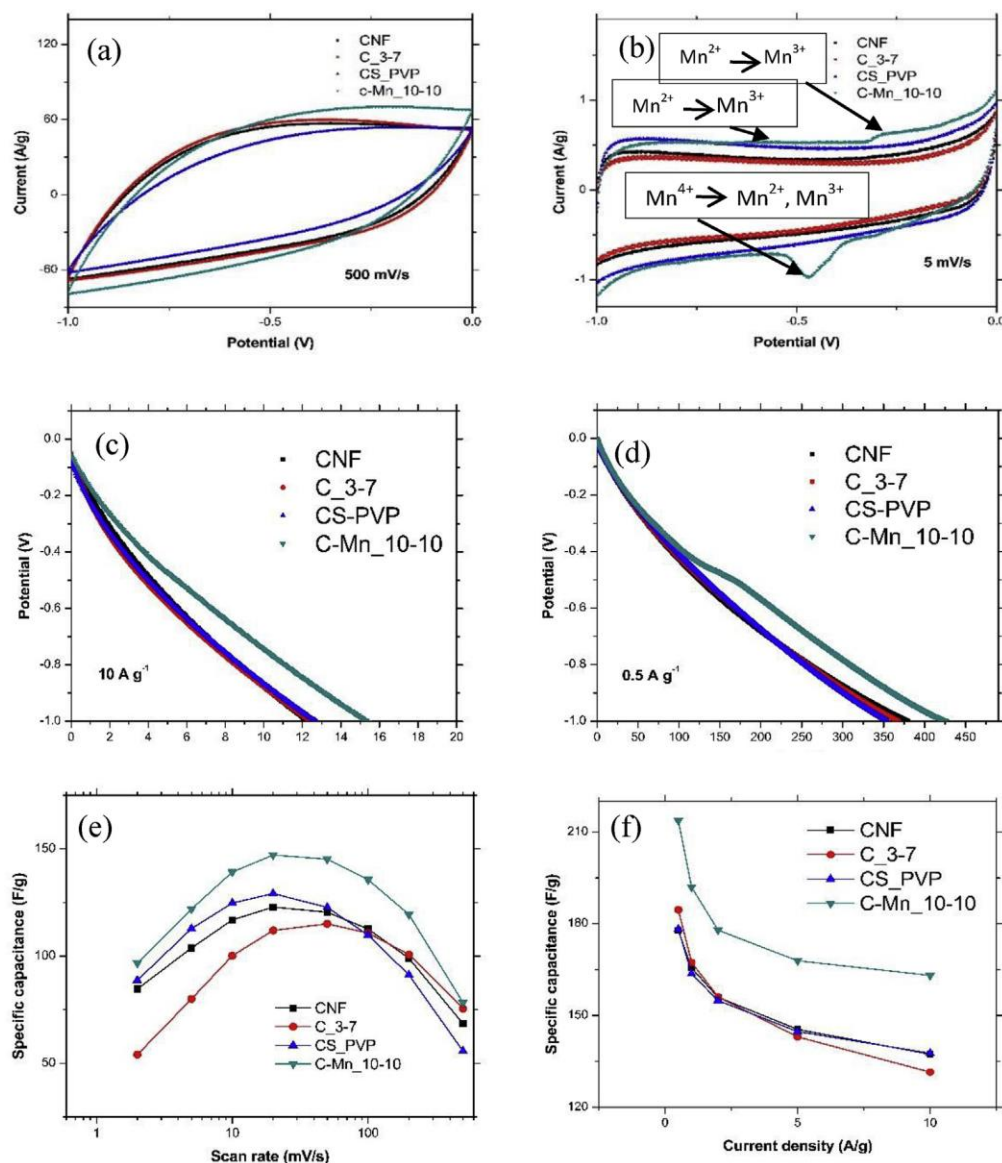
ภาพประกอบที่ 2.62 (a-d) ภาพถ่ายภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) (a) C_Mn_10-8 (b) C_Mn_10-9 และ (c) C_Mn_10-10 กำลังขยาย 5kx และ (d) C_Mn_10-8 (e) C_Mn_10-9 และ (f) C_Mn_10-10 กำลังขยาย 50kx (Pech & Maensiri, 2019)

การทดสอบทางเคมีไฟฟ้าใช้สารอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 6 M พบว่า CNF C_3-7 C_2-8 C_1-9 CS_PVP CS_PAN C_Mn_10-8 C_Mn_10-9 และ C_Mn_10-10 ให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ 177.77 151.49 178.88 180.48 178.25 174.22 182.84 181.04 และ 213.70 F/g ตามลำดับ ที่ความหนาแน่นกระแส 0.5 A/g จากภาพประกอบที่ 2.64 (a) และ (b) แสดงกราฟ CV ของ CNF C_3-7 CS_PVP และ C_Mn_10-10 ที่อัตราสแกน 500 mV/s และ 5 mV/s ตามลำดับ พบว่า CNF C_3-7 และ CS_PVP เส้นโค้ง CV คล้ายกับรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ไม่ปรากฏฟีดของปฏิกิริยารีดอกซ์ ที่อัตราสแกนทั้งสอง บ่งบอกว่าวัสดุแสดงพฤติกรรมการเก็บประจุแบบ EDLC มากกว่าแบบซูโดคาปaciเตอร์ ตัวอย่าง C_Mn_10-10 เกิดฟีดของปฏิกิริยารีดอกซ์ที่อัตราสแกน 5 mV/s จากภาพประกอบที่ 2.64 (b) เส้นโค้ง CV ที่อัตราสแกน 5 mV/s ปรากฏฟีดของแคโทดิกและแอโนดิก ซึ่งเกิดกระบวนการออกซิเดชันและรีดักชันของอนุภาค MnO_x โดยเกิดปฏิกิริยารีดักชันที่ความต่างศักย์ประมาณ -0.5 เป็นการเปลี่ยน Mn⁴⁺ เป็น Mn³⁺ และ Mn²⁺ ภาพประกอบที่ 2.64 (c) และ (d) แสดงการคายประจุที่ความหนาแน่นกระแส 10 และ 0.5 A/g เส้นโค้งทั้งหมดเกือบเป็นเชิง

เส้นยกเว้นตัวอย่าง C_Mn_10-10 เนื่องจากเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ ซึ่งใช้เวลาในการคายประจุมากที่สุด บ่งชี้ว่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุด ซึ่งเป็นผลจากการทำงานร่วมกันของ EDLC และซูเปอร์คาปาซิเตอร์ จากภาพประกอบที่ 2.64 (e) แสดงความจุไฟฟ้าจำเพาะที่อัตราสแกนแตกต่างกัน จากภาพประกอบที่ 2.64 (f) พบว่าความจุไฟฟ้าจำเพาะลดลงเมื่อความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น จากภาพประกอบที่ 2.63 (a) แสดงการเปรียบเทียบความหนาแน่นพลังงานและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า ตัวอย่าง C_Mn_10-10 มีความหนาแน่นพลังงานและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า สูงสุด 30 mWh/g และ 249 mW/g การกักเก็บประจุไฟฟ้าลดเหลือ 97 % หลังการอัด-คายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g ดังภาพประกอบที่ 2.63 (b) จากการวัดค่าอิมพีแดนซ์ในช่วงความถี่ 0.1 Hz-100 kHz ที่แอมพลิจูด 0.1 V ดังภาพประกอบที่ 2.63 (c) และ (d) ตัวอย่าง CNF, C_3-7, CS_PVP และ C_Mn_10-10 มีความต่างศักย์รวม (R_s) 619.72 553.39 726.26 และ 204.12 m Ω ตามลำดับ และความต้านทานการส่งผ่านประจุ (R_{ct}) 210.83 66.39 330.54 204.12 m Ω ตามลำดับ



ภาพประกอบที่ 2.63 การทดสอบทางเคมีไฟฟ้าตัวอย่าง CNF C_3-7 CS_PVP และ C_Mn_10-10 (a) เปรียบเทียบความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานของตัวอย่าง ตามการพล็อตของราโกเน (b) การทดสอบรอบอายุการใช้งานจำนวน 1000 รอบ (c) กราฟไนควิสต์ และ (d) อิมพีแดนซ์ที่ย่านความถี่สูง (Pech & Maensiri, 2019)



ภาพประกอบที่ 2.64 การทดสอบทางเคมีไฟฟ้าตัวอย่าง CNF C₃₋₇ CS_PVP และ C-Mn₁₀₋₁₀ (a) กราฟ CV ที่อัตราสแกน 500 mV/s และ (b) อัตราสแกน 5 mV/s (c) การคายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแส 10 A/g (d) การคายประจุ ที่ความหนาแน่นกระแส 0.5 A/g (e) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่อัตราสแกนแตกต่างกัน (f) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน (Pech & Maensiri, 2019)

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงรายละเอียดของวิธีการทดลอง ประกอบด้วยสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ขั้นตอนการประดิษฐ์เส้นใยนาโน ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงร่วมกับการให้ความร้อน การเตรียมเส้นใยนาโน แบ่งเป็น 3 กลุ่ม ได้แก่ 1) เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP 2) เส้นใยนาโนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP และ 3) เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยน้ำหนัก ใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP นำไปตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างและการสลายตัวทางความร้อน เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดเฟสโครงสร้างด้วยเทคนิค TG-DTA ตรวจสอบเฟสโครงสร้าง ด้วยเทคนิค XRD ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค FE-SEM องค์ประกอบของธาตุและเลขออกซิเดชันด้วยเทคนิค XPS โครงสร้างของคาร์บอนด้วยเทคนิค Raman ตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนด้วยเทคนิค BET/BJH ศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV/GCD และศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน

สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโน กลุ่ม 1) เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP 2) เส้นใยนาโนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP และ 3) เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยมวล ใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP แสดงดังตารางที่ 3.1 ซึ่งบอกถึงเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์และบริษัทผู้ผลิตของสารเคมีแต่ละชนิด

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย

สารเคมี	ความบริสุทธิ์ (%)	บริษัท
1. Indium (III) nitrate n-hydrate $\text{In}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3$	99.9%	Kanto
2. Nickel nitrate hexahydrate $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	97%	Sigma-Aldrich
3. Polyvinylpyrrolidone (PVP)	-	Sigma-Aldrich
4. N,N-Dimethylformamid ,DMF) $(\text{HCON}(\text{CH}_3)_2)$	99.8%	Sigma-Aldrich
5. Ethanol	-	Fluka
6. Polyacrylonitrile (PAN) $M_w = 150,000$	99.98 %	Sigma-Aldrich
7. Potassium hydroxide (KOH)	90.00%	Sigma-Aldrich

ตารางที่ 3.2 ปริมาณการเตรียมสารละลาย $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในสัดส่วนที่ต่าง
กัน โดยใช้พอลิเมอร์ PVP

ตัวอย่าง	$\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (g)	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (g)	PVP (g)	DMF (ml)	เอทานอล (ml)
$\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	1.0	-	3	10	20
$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	-	1.0	3	10	20
$\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:1)	0.5	0.5	3	10	20
$\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2:1)	0.6650	0.3360	3	10	20
$\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:2)	0.3360	0.6650	3	10	20

ตารางที่ 3.3 การเตรียมสารละลาย PAN และ PAN/PVP ปริมาณที่ต่าง

ตัวอย่าง	สัดส่วนของ PAN:PVP (wt%)	PAN (g)	PVP (g)	DMF (ml)	เอทานอล (ml)
PAN	100	4.0	-	10	40
PAN:PVP	80:20	3.2	0.8	10	40
PAN:PVP	70:10	2.8	1.2	10	40
PAN:PVP	60:40	2.4	1.6	10	40

ตารางที่ 3.4 ปริมาณการเตรียมสารละลายของ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2:1) สัดส่วนของ PAN/PVP แตกต่างกัน

ปริมาณ โลหะ (%)	$\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (g)	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (g)	PAN (g)	PVP (g)	DMF (ml)	Activation
20	0.54	0.27	2.4	1.6	48	$\text{CO}_2/0.5 \text{ h}$
20	0.54	0.27	4.0	-	40	$\text{CO}_2/0.5 \text{ h}$
25	0.665	0.336	4.0	-	40	$\text{CO}_2/0.5 \text{ h}$

3.2 ขั้นตอนในการเตรียมเพื่อให้ได้เส้นใยนาโนของโลหะออกไซด์คอมโพสิตกับคาร์บอน

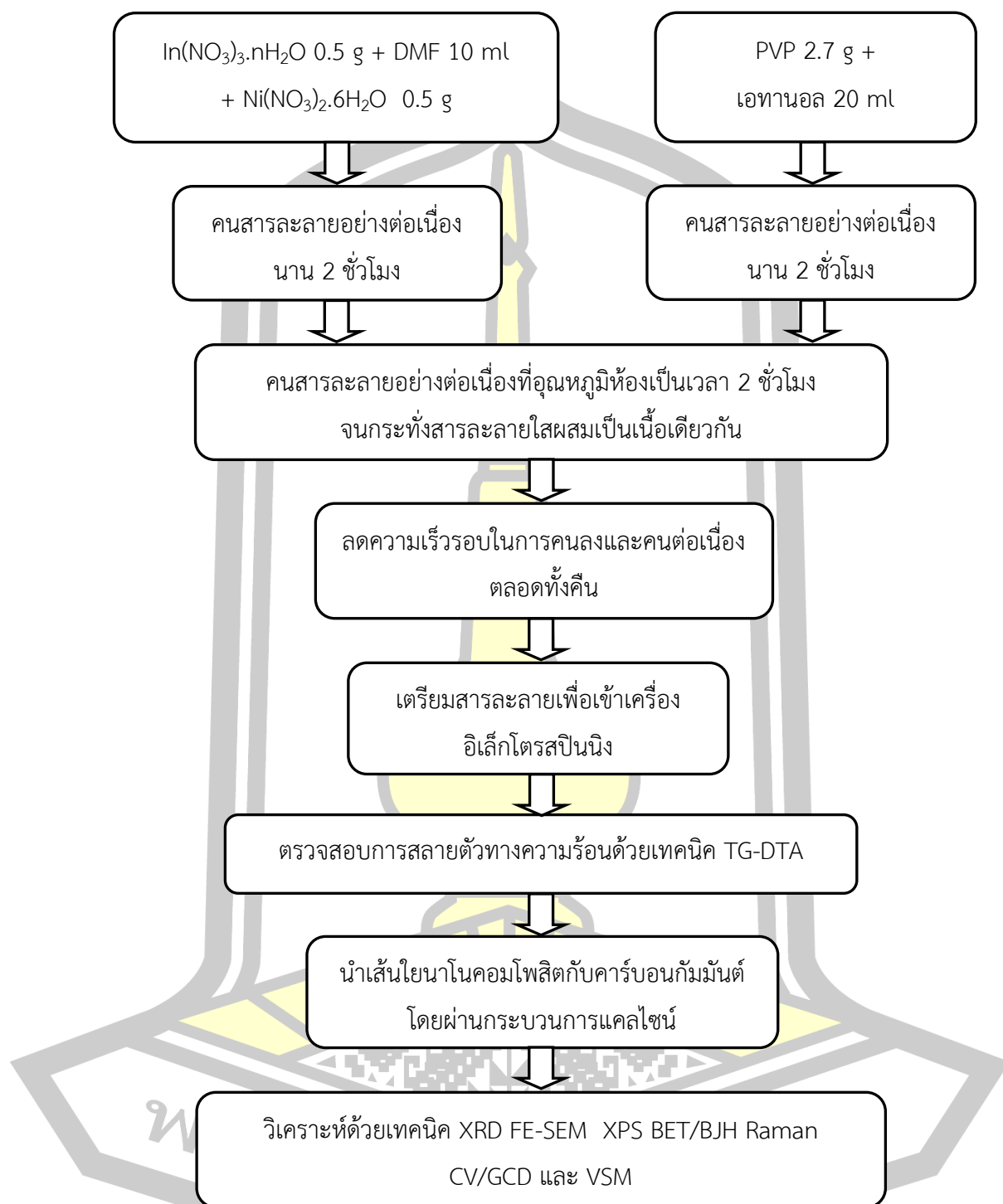
3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายเส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP

ในการเตรียมสารละลายของสารตั้งต้นและสารละลายพอลิเมอร์มีสัดส่วนของสารเคมีที่ใช้ ประกอบด้วย 5 เงื่อนไข คือ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:1)/PVP $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2:1)/PVP และ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:2)/PVP แสดงดังตารางที่ 3.2 เริ่มจากนำผง $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ 0.5 กรัม และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ 0.5 กรัม มาละลายในสารละลายไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (dimethylformamid, DMF) ปริมาณ 10 ml แล้วคนสารละลายอย่างต่อเนื่องให้เป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 2 ชั่วโมง จะได้สารละลายของสารตั้งต้น ในขณะเดียวกันในการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ เริ่มจากการนำโพลีไวนิลไพร์โรลิโดน (PVP) จำนวน 3 กรัม ละลายในเอทานอล ปริมาณ 20 ml และคนสารละลายอย่างต่อเนื่องให้เป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารละลายสารตั้งต้นและสารละลายพอลิเมอร์มาผสมกัน โดยค่อยๆ หยดสารละลายตั้งต้นลงในสารละลายพอลิเมอร์อย่างช้าๆ คนอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งสารละลายใสเป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นลดความเร็วรอบในการคนลงและคนต่อเนื่องตลอดทั้งคืน หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้เข้าเครื่องอิเล็กโตรสปินนิง และในตัวอย่างอื่นๆ เปลี่ยนแปลงอัตราส่วนดังตารางที่ 3.2 หลังจากนั้นนำเส้นใยไปศึกษาการเปลี่ยนเฟสและการสลายตัวทางความร้อน ด้วยเทคนิค TG/DTA และนำเส้นใยเข้าสู่ขั้นตอนการสร้างเส้นใยนาโนคอมโพสิตกับคาร์บอนกัมมันต์ โดยผ่านกระบวนการแคลไซน์ หลังจากนั้นนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค XRD FE-

SEM XPS Raman CV/GCD และ VSM แสดงขั้นตอนดังภาพประกอบที่ 3.1 โดยเครื่องสปีนนิ่งที่ใช้ในการวิจัยตั้งอยู่ ณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น
ขั้นตอนการขึ้นรูปเพื่อประดิษฐ์เส้นใยโครงสร้างนาโน

1. ติดแผ่นอลูมิเนียมฟอยล์บนแผ่นรองรับเส้นใย
2. ดูดสารละลายเข้ามาในกระบอกฉีดยาในปริมาตร 10 ml แล้วนำกระบอกฉีดยาไปประกอบเข้ากับชุดอุปกรณ์การปั่นเป็นเส้นใย
3. โดยปรับระยะห่างปลายกระบอกฉีดยาที่บรรจุสารละลายกับอุปกรณ์รองรับเส้นใยที่ระยะ 15 cm
4. ต่อหัวบวกที่ปลายเข็มและหัวลบที่อุปกรณ์รองรับเส้นใย
5. เปิดเครื่องกำเนิดไฟฟ้าและปรับอัตราเร็วของสารละลายที่ 0.43 - 0.50 ml/hr หลังจากนั้นปรับความต่างศักย์ไฟฟ้าในช่วง 16-17 kV หลังจากนั้นเริ่มทำการสปีนนิ่งเป็นเวลา 8 - 10 ชั่วโมง แล้วค่อยๆ ลดความต่างศักย์ไฟฟ้าลงแล้วปิดเครื่อง
6. ทำการแกะเส้นใยออกจากแผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์ และเก็บเส้นใยในอุปกรณ์ที่สามารถป้องกันความชื้น
7. ทำซ้ำจากข้อ 1 ถึง ข้อ 7 ในแต่ละเงื่อนไข โดยลักษณะของเส้นใยที่ได้แสดงดังภาพประกอบที่ 3.4 (a)
8. นำเส้นใยที่ได้ไปศึกษาการเปลี่ยนเฟสด้วยเทคนิค TG/DTA
9. หลังจากนั้นตัดเส้นใยเป็นแผ่นเล็กๆ ดังภาพประกอบที่ 3.4 (b) และนำไปให้ความร้อนเพื่อให้ได้เส้นใยนาโนคอมโพสิตกับคาร์บอน หลังจากนั้นนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ FE-SEM XRD XPS RS CV/GCD และ VSM

พหุ ประทีป ชีวะ

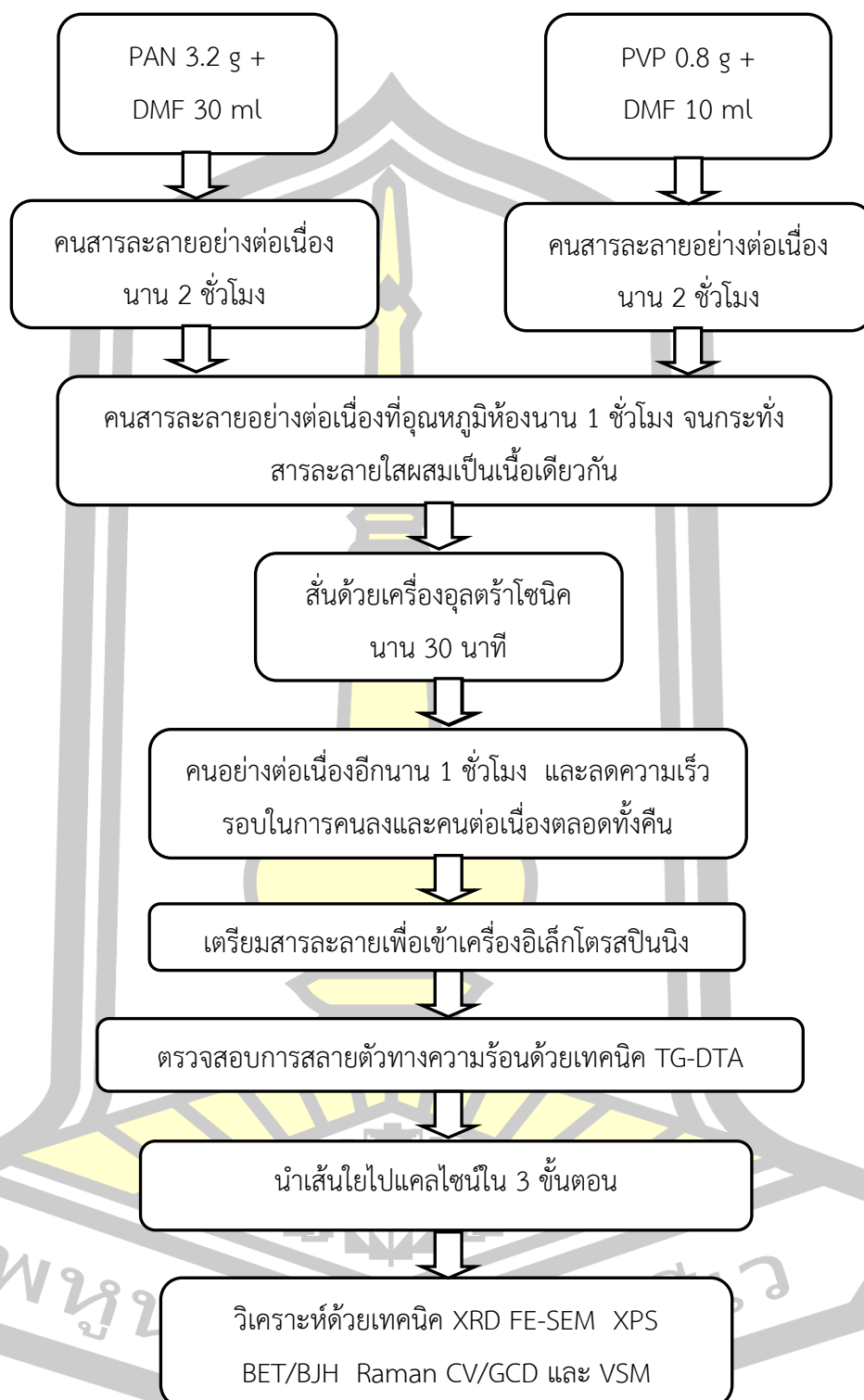


ภาพประกอบที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์และสารละลายตั้งต้น เมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP และลำดับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ

3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย PAN และ PAN/PVP ในปริมาณที่แตกต่างกัน

การประดิษฐ์เส้นใยนาโนคาร์บอนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP แสดงสัดส่วน PAN/PVP ดังตารางที่ 3.3 เริ่มจากนำผง PAN จำนวน 3.2 กรัม ละลายใน DMF ปริมาณ 30.2 ml (สารละลาย ความเข้มข้น 10 wt% ของ PAN และ PVP ใน DMF) แล้วคนสารละลายอย่างต่อเนื่องให้เป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 2 ชั่วโมง ในขณะเดียวกันในการเตรียมสารละลาย PVP เริ่มจากการนำ PVP จำนวน 0.8 กรัม ละลายใน DMF ปริมาณ 0.8 ml และคนสารละลายอย่างต่อเนื่องให้เป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารละลายของ PVP และสารละลาย PAN มาผสมกัน โดยค่อยๆ หยดสารละลาย PVP ลงในสารละลาย PAN อย่างช้าๆ คนอย่างต่อเนื่องจนกระทั่ง สารละลายใสเป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 1 ชั่วโมง และนำไปปั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิก นาน 30 นาที และนำมาคนอย่างต่อเนื่องอีกรอบเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นลดความเร็วรอบในการคนลงและคนต่อเนื่องตลอดทั้งคืน หลังจากนั้นนำสารละลายเข้าเครื่องอิเล็กโตรสปินนิง และใน ตัวอย่างอื่นๆ เปลี่ยนแปลงสัดส่วนดังตารางที่ 3.3 หลังจากนั้นนำเส้นใยไปศึกษาการเปลี่ยนเฟสและการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค TG/DTA และนำเส้นใยเข้าสู่ขั้นตอนการสร้างเส้นใยนาโนคาร์บอนกัมมันต์ โดยผ่านกระบวนการแคลไซน์ และตัวอย่างไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค XRD FE-SEM XPS BET/BJH Raman CV/GCD และ VSM การขึ้นรูปเส้นใยโครงสร้างนาโน มี ขั้นตอนเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.1 และลำดับขั้นตอนแสดงดังภาพประกอบที่ 3.2





ภาพประกอบที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ PAN และ PAN/PVP และลำดับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ

3.2.3 ปริมาณการเตรียมสารละลายเมื่อใช้อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยมวล ใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP

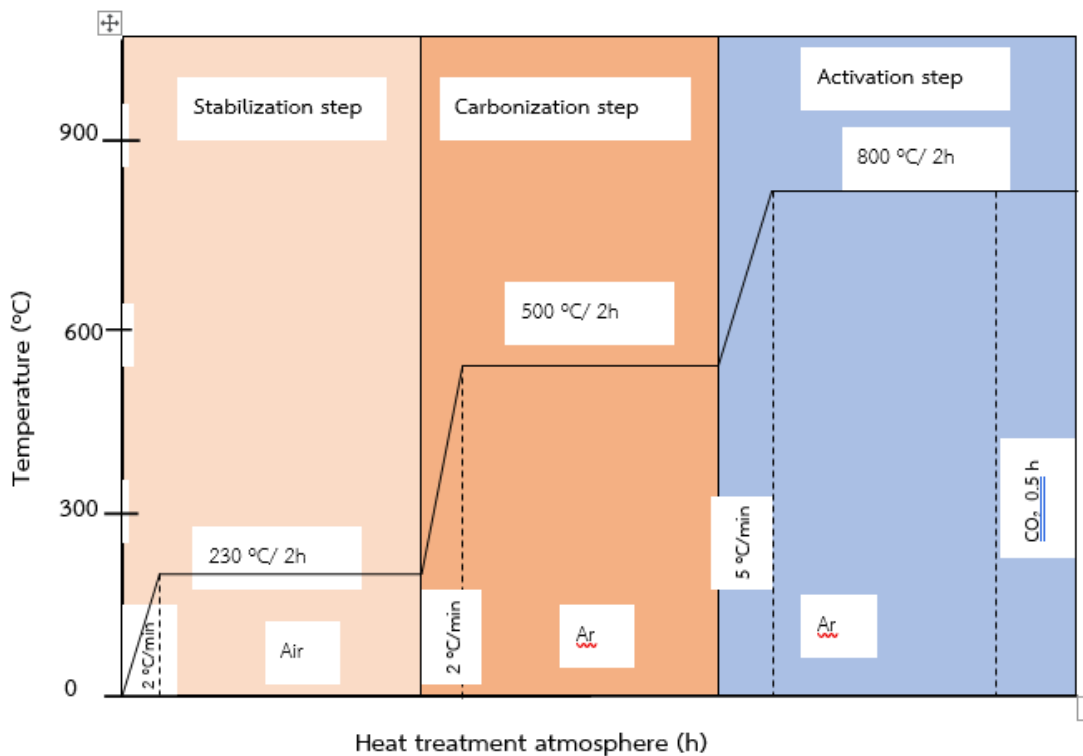
ขั้นตอนนี้ใช้ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O} / \text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในสัดส่วน 2:1 โดยน้ำหนัก และปริมาณของไนเตรทรวมเท่ากับ 20 และ 25 % ของโพลิเมอร์ PAN หรือ PAN ผสม PVP ในการเตรียมสารละลายของสารตั้งต้นและสารละลายพอลิเมอร์มีสัดส่วนของสารเคมีที่ใช้แตกต่างกันดังตารางที่ 3.4 เริ่มจากนำผง $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 0.54 กรัม และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 0.27 กรัม มาละลายในสารละลาย DMF ปริมาณ 8 ml ในขณะเดียวกัน นำผง PAN จำนวน 3.2 กรัม ละลายใน DMF ปริมาณ 30.2 ml (สารละลายความเข้มข้น 10 wt% PAN และ PVP ใน DMF) แล้วคนสารละลายอย่างต่อเนื่องให้เป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 2 ชั่วโมง ในขณะเดียวกันในการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ PVP เริ่มจากการนำ PVP จำนวน 0.8 กรัม ละลายใน DMF ปริมาณ 0.8 ml และคนสารละลายอย่างต่อเนื่องให้เป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารละลายพอลิเมอร์ PVP และสารละลายพอลิเมอร์ PAN มาผสมกัน โดยค่อยๆ หยดสารละลายพอลิเมอร์ PVP ลงในสารละลายพอลิเมอร์ PAN อย่างช้าๆ คนอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งสารละลายใสเป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 1 ชั่วโมง และนำไปปั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิก นาน 30 นาที และนำมาคนอย่างต่อเนื่องอีกรอบนาน 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารละลายสารตั้งต้นและสารละลายพอลิเมอร์มาผสมกัน โดยค่อยๆ หยดสารละลายตั้งต้นลงในสารละลายพอลิเมอร์อย่างช้าๆ คนอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งสารละลายใสเป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิห้อง นาน 2 ชั่วโมง และนำไปปั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิก นาน 30 นาที และนำมาคนอย่างต่อเนื่องอีกรอบ นาน 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นลดความเร็วรอบในการคนลงและคนต่อเนื่องตลอดทั้งคืน หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้เข้าเครื่องอิเล็กโตรสปินนิง และทำเช่นเดียวกันในตัวอย่างอื่นๆ เปลี่ยนแปลงสัดส่วนดังตารางที่ 3.4 หลังจากนั้นนำเส้นใยไปศึกษาการเปลี่ยนเฟสและการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค TG/DTA และนำเส้นใยเข้าสู่ขั้นตอนการสร้างเส้นใยนาโนคาร์บอนกัมมันต์ โดยผ่านกระบวนการแคลไซน์ หลังจากนั้นนำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค XRD FE-SEM XPS BET/BJH Raman CV/GCD และ VSM โดยในส่วนของการขึ้นรูปเส้นใยโครงสร้างนาโน มีขั้นตอนเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.1

พหุบัน ปณ สกิต ชีวะ

3.2.4 ขั้นตอนการสร้างเส้นใยนาโนของโลหะออกไซด์คอมโพสิตกับคาร์บอน

หลังจากประดิษฐ์เส้นใย หรือ as-spun จากเงื่อนไขต่างๆ จำนวน 12 เงื่อนไข ประกอบด้วย

- 1) $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ 2) $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ 3) $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:1)/PVP 4) $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2:1)/PVP 5) $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:2)/PVP 6) PAN 7) PAN:PVP(80:20) 8) PAN:PVP(70:30) 9) PAN:PVP(60:40) 10) $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ สัดส่วน (2:1) โดยปริมาณไนเตรทรวมเท่ากับ ร้อยละ 20 ของพอลิเมอร์สัดส่วน PAN:PVP (60:40) 11) $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ สัดส่วน (2:1) โดยปริมาณไนเตรทรวมเท่ากับ ร้อยละ 20 ของพอลิเมอร์สัดส่วน PAN และ 12) $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ สัดส่วน (2:1) โดยปริมาณไนเตรทรวมเท่ากับร้อยละ 25 ของพอลิเมอร์ PAN นำทั้ง 12 ตัวอย่างไปแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอน คือ การทำให้คงตัว คาร์บอนเซชัน และการกระตุ้น ซึ่งพอลิเมอร์ต่างชนิดกันอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการคงตัวของสารตัวอย่างจะแตกต่างกันขึ้นอยู่กับจุดเดือดของสารนั้น โดยในการวิจัยนี้ใช้อุณหภูมิขั้นตอนการทำให้สารคงตัวสำหรับพอลิเมอร์ PVP PAN ผสม PVP และ PAN เท่ากับ 230 250 และ 280 °C ตามลำดับ จากภาพประกอบที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการทำให้เส้นใยคงตัว โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 230 °C (2 °C/นาท) ในอากาศ แขนาน 2 ชั่วโมง ซึ่งเป็นขั้นตอนสำคัญที่ทำให้เส้นใยมีเสถียรภาพสามารถทนต่ออุณหภูมิที่สูงกว่าโดยไม่เปลี่ยนรูปร่างและเกิดการก่อตัวของเฟสโครงสร้างผลึก ช่วงที่สองคือกระบวนการคาร์บอนเซชัน โดยให้ความร้อนต่อเนื่องไปจนถึงอุณหภูมิ 500 °C ในแก๊สอาร์กอน (2 °C/นาท) ปริมาตร 250 ml และเผาแขนาน 2 ชั่วโมง เพื่อสร้างเส้นใยนาโนคาร์บอน จากสารตั้งต้นพอลิเมอร์ โดยจะเกิดการเผาไหม้เพื่อสลายอะตอมต่างๆ ที่ไม่ใช่คาร์บอน เช่น ออกซิเจน ไนโตรเจนและไฮโดรเจน โดยอะตอมเหล่านี้จะถูกกำจัดออกในรูปของก๊าซเหลือเพียงอะตอมของคาร์บอนที่มีการจัดเรียงตัวเป็นชั้นๆ แต่ละชั้นประกอบด้วยวงหกเหลี่ยมเชื่อมโยงกันอย่างไม่เป็นระเบียบเกิดเป็นช่องว่างหรือโพรงซึ่งเป็นที่อยู่ของสารอื่นๆ ที่เกิดขึ้นหรือเหลือจากการเผาไหม้ โดยช่องว่างหรือโพรงเหล่านี้จะเกิดรูพรุนที่มีความสามารถในการดูดซับหลังจากผ่านกระบวนการกระตุ้นเพื่อกำจัดสารในโพรงที่จะขัดขวางการดูดซับ และขั้นตอนสุดท้ายคือ การกระตุ้น เป็นการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของโครงสร้างคาร์บอนด้วยการเพิ่มพื้นที่ผิวให้มากขึ้นโดยทำให้เกิดรูพรุนมากขึ้น รวมถึงกำจัดสารปนเปื้อนที่ยังคงค้างอยู่ในรูพรุน โดยอัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 5 °C/นาท จนถึงอุณหภูมิ 800 °C และเผาแขนาน 0.5 ชั่วโมง ในบรรยากาศของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ปริมาณ 60 ml เพื่อสร้างรูพรุนบนผิวเส้นใย ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาณรูพรุนสูง เส้นใยที่ผ่านการแคลไซน์แสดงดังภาพประกอบที่ 3.4 (c) สำหรับเงื่อนไขต่างๆ ในกระบวนการแคลไซน์แสดงดังตารางที่ 3.5



ภาพประกอบที่ 3.3 กระบวนการให้ความร้อนประกอบด้วยการทำให้วัสดุคงตัว คาร์บอนไซเซชัน และการกระตุ้น เงื่อนไขตัวอย่างที่ใช้โพลิเมอร์ โพลีไวนิลไพโรลิโดน

ตารางที่ 3.5 กระบวนการแคลไซน์ของเส้นใยนาโน

พอลิเมอร์	ตัวอย่างที่ คาดว่าจะได้	อุณหภูมิของการแคลไซน์ (°C)		
		stabilization	carbonization	activation
PVP	In ₂ O ₃ /ACNFs	230 /2 h	500 Ar/ 2 h	800 CO ₂ /0.5 h
PVP	NiO/ACNF	230 /2 h	500 Ar/ 2 h	800 CO ₂ /0.5 h
PAN+PVP	In ₂ O ₃ -NiO/ACNFs	250 /2 h	500 Ar/ 2 h	800 CO ₂ /0.5 h
PAN	In ₂ O ₃ -NiO/ACNFs	280 /2 h	500 Ar/ 2 h	800 CO ₂ /0.5 h
PAN	ACNFs	230 /2 h	500 Ar/ 2 h	800 CO ₂ /0.5 h



(a)



(b)



(c)

ภาพประกอบที่ 3.4 ลักษณะของเส้นใย (a) as-spun ขณะยังไม่ลอกจากแผ่นอะลูมิเนียม (b) as-spun เตรียมนำไปแคลไซน์ และ (c) เส้นใยนาโนคาร์บอนหลังแคลไซน์

3.2.5 ขั้นตอนการประดิษฐ์ขั้วไฟฟ้าและการเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์

นำตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้มาบดให้ละเอียดและนำมาผสมกับ carbon black และ polyvinylidene fluoride (PVDF) ในสัดส่วน 80: 10: 10 wt% บดผสมให้เข้ากันจากนั้นหยดสารละลายเอน-เมทิล-2-ไพโรลิโดน (N-methyl-2pyrrolidone, NMP) ปริมาณ 150 μL เป็นตัวทำละลาย เพื่อให้สารละลายผสมเคลือบอยู่บนแผ่นนิกเกิลโฟม แล้วนำไปเขย่าข้ามคืนเพื่อให้สารผสมกระจายตัวเป็นเนื้อเดียวกันในลักษณะชั้นเหนียว จากนั้นนำสารผสมนี้เคลือบลงบนแผ่นนิกเกิลโฟม ขนาด $1 \times 2 \text{ cm}^2$ ให้ได้พื้นที่ของสาร $1 \times 1 \text{ cm}^2$ และนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก 5 MPa นาน 1 นาที จากนั้นนำขั้วที่เตรียมได้แช่ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์อย่างน้อย 3 ชั่วโมง ก่อนนำไปทดสอบด้วยเทคนิค CV และ GCD

การเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ความเข้มข้น 6 M สามารถเตรียมได้โดยการละลาย KOH ปริมาณ 168.317 กรัม ในน้ำ DI ปริมาณ 500 ml พร้อมคนสารละลายดังกล่าวให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องคนสารให้ความร้อน

3.3 หลักการของเครื่องมือและเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาสัณฐานวิทยา โครงสร้าง สมบัติทางเคมีไฟฟ้าและแม่เหล็ก

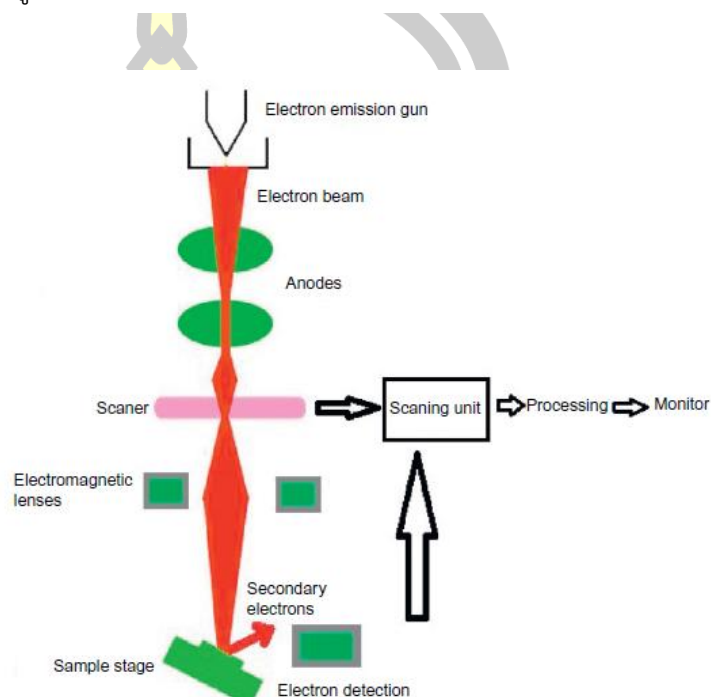
3.3.1 เทคนิค thermo gravimetric-differential thermal analysis (TG/DTA)

เทคนิค TG/DTA เป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารตัวอย่าง และเพื่อประมาณอุณหภูมิที่เหมาะสมในการแคลไซน์ โดยเทคนิคนี้ประกอบด้วยการวิเคราะห์สองระบบ ระบบแรกคือ TGA (thermo gravimetric analysis) เป็นเทคนิคที่ใช้วัดการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ กล่าวคือเป็นส่วนที่ใช้ในการศึกษาและตรวจสอบปริมาณการเปลี่ยนแปลงมวลของสารที่เป็นฟังก์ชันอุณหภูมิ ส่วนระบบที่สองคือ DTA (differential thermal analysis) เป็นเทคนิคที่ใช้วัดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของสาร ซึ่งอยู่ในรูปของการดูดความร้อน (endothermic) หรือคายความร้อน (exothermic) ของสารตัวอย่างในการทดลองวัดอุณหภูมิรอบๆ ของสารอ้างอิงและสารตัวอย่าง ดังนั้นความแตกต่างของสองอุณหภูมีย่อมมาจากที่สารตัวอย่างดูดหรือคายความร้อน ส่วนมากการคายความร้อนเป็นผลมาจากการเผาไหม้ของสารอินทรีย์ในสารตัวอย่างและการดูดความร้อนเป็นผลมาจากการระเหยของน้ำ ซึ่งข้อมูลเหล่านี้ได้จากเปรียบเทียบกับสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงที่มีคุณสมบัติเป็นสารที่ไม่มีสารอ้างอิงจะถูกให้ความร้อนไปพร้อมกับสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าการเปลี่ยนแปลงเฟสที่เกิดขึ้นเป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงของสารตัวอย่างเท่านั้น และผลที่ได้จากการศึกษาโดยเทคนิคนี้สามารถประมาณอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์สารตัวอย่างให้เกิดเป็นสารประกอบที่มีโครงสร้างและองค์ประกอบที่ต้องการ (สุนันท์ สายกระสุน, 2554) โดยในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องยี่ห้อ Perkin Elmer Instrument รุ่น Pyris Diamond ตั้งอยู่ที่ภาคเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น โดยให้อุณหภูมิของระบบเพิ่มด้วยอัตรา $10\text{ }^{\circ}\text{C/นาที่}$ ภายใต้บรรยากาศปกติ ในช่วงอุณหภูมิ $50 - 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยสารอ้างอิงที่ใช้คือ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

3.3.2 เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง

การทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิด Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) แสดงดังภาพประกอบที่ 3.5 เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กในระดับจุลภาค ที่มีกำลังขยายสูงถึงระดับ 1,000,000 เท่า สามารถศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กระดับไมโครเมตรหรือนาโนเมตรได้ FE-SEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer ; EDS) ซึ่งช่วยในการศึกษา ชนิดปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุของวัสดุที่ศึกษาได้ ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการ

ภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษาหลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานอิเล็กตรอนจะเข้าไปชนกับอิเล็กตรอนวงนอกภายในชิ้นงานทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) สัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก แปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอภาพสามารถบันทึกเป็นไฟล์ภาพได้



ภาพประกอบที่ 3.5 แสดงหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิวดิมิชัน (Semnani, 2017)

3.3.3 เทคนิคการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction, XRD) เป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกเพื่อการจัดเรียงตัวของอะตอมหรือโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ โดยสามารถใช้วิเคราะห์หาลำดับของสารประกอบภายในโครงสร้างผลึก ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์มีขนาดในช่วงเดียวกับระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมของสารเกือบทุกชนิด ทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นพื้นฐานการศึกษางานด้านวัสดุศาสตร์ รังสีเอกซ์ เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีพลังงานสูง และมีความยาวคลื่นระหว่าง 0.05 - 0.25 nm รังสีเอกซ์เกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่ถูกเร่งในสนามไฟฟ้าจนมีพลังงานสูงมาก วิ่งเข้าชนโลหะหนัก ผลจากการชนที่เปลี่ยนแปลงเกิดรังสีเอกซ์ขึ้น 2 ชนิดคือ รังสีเอกซ์ต่อเนื่องและรังสีเอกซ์เฉพาะตัว ทำให้เกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) เมื่อรังสี

เอกซ์ผ่านช่องว่างระหว่างอะตอมในผลึก และหลังจากคลื่นผ่านโครงสร้างผลึกออกมาจะเกิดการแทรกสอดทั้งแบบเสริมและแบบหักล้างกัน

เมื่อปี ค.ศ.1914 Max theodor Felx von Laue นักฟิสิกส์ชาวอังกฤษ เป็นคนแรกที่ค้นพบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึก หลักการคือรังสีเอกซ์จะแทรกสอดกันแบบเสริมกันมากที่สุดเมื่อมีการกระเจิงออกจากแต่ละระนาบด้วยความยาวคลื่นที่แตกต่างกันเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ สามารถเขียนได้ดังสมการที่ (3.1) เรียกว่า สมการของแบรกก์ และในภาพประกอบ 3.6 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบผ่านสารตัวอย่าง (แมน อมรสิทธิ์, 2554)

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

เมื่อ

d_{hkl} คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

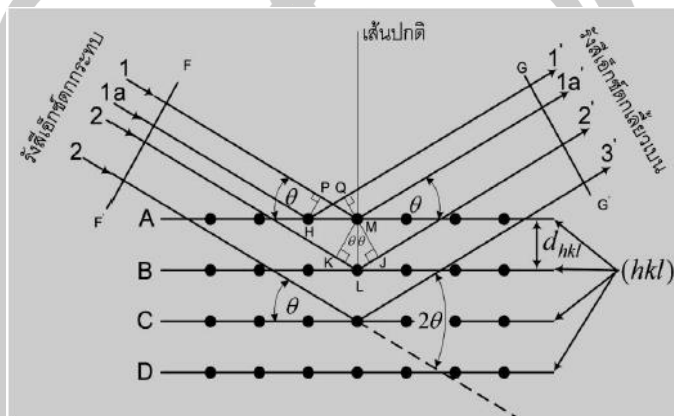
θ คือ มุมสะท้อนจากระนาบแบรกก์ของรังสีเอกซ์ซึ่งเท่ากับมุมตกกระทบ

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ใช้

n คือ ลำดับการเลี้ยวเบนมีค่าตั้งแต่ $n=1, 2, 3, \dots$

เมื่อรังสีเอกซ์ฉายลงบนผลึกที่ต้องการศึกษาลำรังสีส่วนใหญ่ผ่านผลึกไปโดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง บางส่วนสะท้อนและกระจายออกไปในหลายทิศทางแล้วเป็นรูปแบบที่ไม่ต่อเนื่อง มุมของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนออกมาจะให้ข้อมูลเกี่ยวกับขนาด รูปร่าง และสมมาตรของหน่วยเซลล์ และพบว่าจะเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบน หากใช้รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นใกล้เคียงกับระยะห่างของอะตอมภายในผลึก และเมื่อผลึกถูกหมุน รูปแบบการเลี้ยวเบนจะเปลี่ยนไป นั่นคือการหมุนผลึกจะทำให้ได้ข้อมูลจากการเลี้ยวเบนเพิ่มขึ้น ซึ่งเทคนิคนี้ใช้รังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียวตกกระทบสารตัวอย่างโดยในการวัดสารตัวอย่างจะหมุนไปเป็นมุม θ ขณะที่อุปกรณ์การตรวจวัดสัญญาณรังสีเอกซ์จะเคลื่อนที่ไปเป็นมุม 2θ เพื่อให้การเลี้ยวเบนสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เนื่องจากสารตัวอย่างมีผลึกเดี่ยวเล็กๆ จำนวนมาก และจัดเรียงตัวในทิศทางที่แตกต่างกันอย่างสุ่ม ทำให้แต่ละชุดระนาบ hkl มีตำแหน่งแตกต่างกัน และสามารถทำให้เกิดการสะท้อนของรังสีเอกซ์ได้เมื่อทำมุมกับทิศทางของรังสีเอกซ์ θ_{hkl} ตามกฎของแบรกก์ ในขณะบันทึกข้อมูล ผลึกจะถูกหมุนเพื่อเพิ่มโอกาสในการเกิดการสะท้อน เครื่องวัดรังสีจะถูกเลื่อนไปในตำแหน่งต่างๆ เพื่อวัดรังสีที่สะท้อนออกมาจากผลึก แล้วบันทึกความเข้มที่ค่ามุมต่างๆ ไว้ในคอมพิวเตอร์ ข้อมูลเหล่านี้จะถูกแสดงออกมาเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมากับมุมที่ทำการวัดเมื่อได้ค่า θ จะทำให้สามารถคำนวณหาค่า d ได้ตามสมการของแบรกก์ และจะสามารถบอกชนิดของสารประกอบที่ทำการทดสอบและโครงสร้างผลึกได้โดยการนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (joint committee on power diffraction standard)

โดยในงานวิจัยนี้วัดมุม 2θ ในช่วง 20 - 80 องศา ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D8 Advance X-ray และใช้เป้าทองแดง (Cu) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ ความยาวคลื่นเท่ากับ 0.15418 nm เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ ในการวิเคราะห์การเกิดเฟสของโครงสร้างผลึก ที่ตั้งอยู่ที่ศูนย์เครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม



ภาพประกอบที่ 3.6 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เมื่อมุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์เท่ากับ θ การเลี้ยวเบนจะเกิดที่มุมการเลี้ยวเบนเท่ากับ 2θ (อมรสิทธิ์ และคณะ, 2554)

นอกจากประโยชน์ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกแล้ว XRD ยังสามารถใช้คำนวณหาขนาดผลึก โดยใช้สมการเชอเรอร์ (scherrer equation) ด้วยวิธี X-ray line broadening ซึ่งอาศัยข้อมูลที่ได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ทั้งมุมการเลี้ยวเบน (θ) และความกว้างที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของความสูงของยอดกราฟการเลี้ยวเบน (full width at half maximum, FWHM) ดังสมการ 3.2 (อมรสิทธิ์ และคณะ, 2554)

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.2)$$

โดยที่ D คือ ขนาดของผลึก

θ คือ มุมเลี้ยวเบน

λ คือ ความยาวคลื่นของ X-ray (ในกรณีของ $\text{CuK}\alpha$ $\lambda = 0.15406$ นาโนเมตร)

β คือ full width at half maximum (FWHM)

k คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของผลึก ในทางทฤษฎีอาจพิสูจน์ได้ว่า

$$0.89 \leq k \leq 0.94$$

จากการหาระยะห่างระหว่างระนาบหรือค่า d_{hkl} ได้จากสมการของแบรกก์ดังนี้

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.3)$$

โครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล ($a = b \neq c$) สามารถคำนวณค่าคงที่แลตทิซ (lattice parameter) โดยใช้สมการหาระยะห่างระหว่างระนาบ (hkl) ดังสมการที่ 3.4

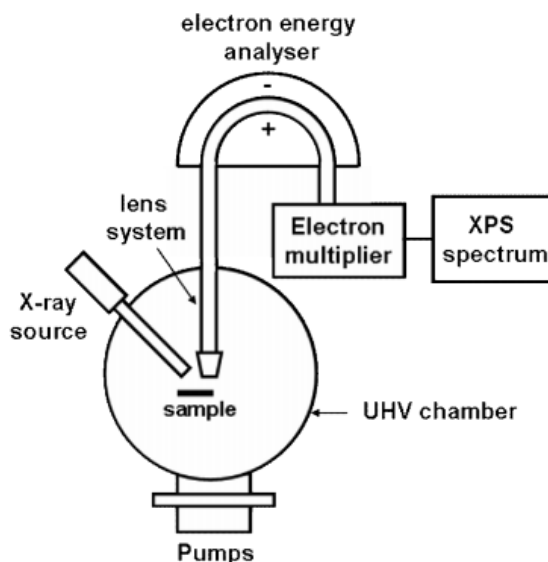
$$d_{hkl} = \frac{a}{h + k} + \frac{c}{1} \quad (3.4)$$

โดยที่ d_{hkl} คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ
 a คือ ค่าคงที่แลตทิซ
 c คือ ค่าคงที่แลตทิซ
 hkl คือ ชุดระนาบดัชนีมิลเลอร์ (hkl) ที่จัดเรียงตัวในทิศทางที่แตกต่างกัน

3.3.4 เทคนิค X-ray photoelectron spectrometer (XPS)

เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีพื้นผิวของวัสดุ โดยอาศัยหลักการจากการเกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก เมื่อฉายรังสีเอกซ์เฉพาะค่าบนผิวของวัสดุ ถ้าแสงที่ฉายมีค่าพลังงานสูงกว่าค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในอะตอมที่เป็นองค์ประกอบของวัสดุ อิเล็กตรอนจะถูกกระตุ้นให้หลุดออกจากอะตอมและพื้นผิวของวัสดุ การวัดพลังงานของโฟโตอิเล็กตรอนที่หลุดออกไปสามารถนำมาวาดเป็นกราฟในรูปของสเปกตรัมที่เป็นชุดของพีค โดยความสูงของพีคมีความสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณของธาตุที่อยู่ในสารตัวอย่าง ค่าพลังงานจลน์ (KE) ของอิเล็กตรอนที่วัดได้โดยเครื่องวัดพลังงานมีความสัมพันธ์กับค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (BE) ของอิเล็กตรอนในอะตอมพลังงานแสงและฟังก์ชันงาน (ϕ) ดังสมการที่ 3.5 โดยค่าพลังงานดังกล่าวเป็นค่าเฉพาะของอะตอมแต่ละธาตุและขึ้นอยู่กับสถานะทางเคมีของอะตอมนั้น การวิเคราะห์ดังกล่าวจึงสามารถบ่งชี้ข้อมูลต่างๆ ได้เช่น ระบุชนิดของธาตุที่เป็นองค์ประกอบที่เป็นองค์ประกอบบนพื้นผิวของวัสดุ สถานะทางเคมี เช่น สถานะทางออกซิเดชันหรือพันธะทางเคมีระหว่างอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบได้ ระบุร้อยละที่มีอยู่ของธาตุที่สนใจเทียบกับธาตุอื่นที่เป็นองค์ประกอบ ระดับพื้นผิวที่ศึกษา ระดับความลึกตั้งแต่ 5 ถึง 100 อังสตรอม นอกจากนี้ยังสามารถตรวจวิเคราะห์สารที่มีปริมาณน้อยๆ หรือมีความเข้มข้นต่ำในระดับร้อยละ 0.1 ได้ ส่วนประกอบหลักของเครื่องมือ XPS แสดงดังภาพประกอบที่ 3.7

$$KE = h\nu - BE - \phi \quad (3.5)$$



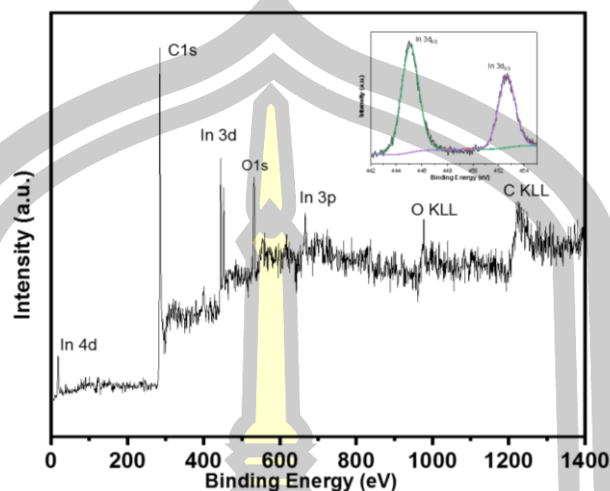
ภาพประกอบที่ 3.7 ส่วนประกอบหลักของเครื่องเอกซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (Regonini, 2008)

สเปกตรัม XPS เป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนกับค่าความเข้มของสัญญาณซึ่งบ่งบอกปริมาณธาตุชนิดนั้นๆ ในสารตัวอย่าง ซึ่งได้จากความสัมพันธ์ตามสมการที่ 3.5 โดยสเปกตรัมประกอบด้วยพีคหลายชนิด ได้แก่ (พรรณิ หล่ออุดมพันธ์, 2551)

1) Photoelectron lines เป็นพีคหลักที่มีลักษณะเด่นชัดมากที่สุด ซึ่งโดยทั่วไปจะเป็นพีคที่มีความสมมาตรและมีลักษณะแคบในสเปกตรัม XPS ตัวอย่างเช่น พีค $1s$ $3p$ $3d$ ดังแสดงภาพประกอบที่ 3.8 นอกจากนี้มีการแยกของพีคหลักออกเป็นสองพีคซึ่งเป็นผลของอันตรกิริยา Spin-orbit coupling เช่น สองพีคของ $In\ 3d_{3/2}$ และ $In\ 3d_{5/2}$ ในภาพเล็กที่แทรกอยู่ในภาพประกอบที่ 3.8 ซึ่งหมายความว่าอิเล็กตรอนในชั้น $3d$ หลุดออกไปหนึ่งอิเล็กตรอนจากการชนของโฟตอนรังสีเอกซ์ อิเล็กตรอนที่เหลืออยู่จะสามารถจัดเรียงตัวในแบบ spin-up หรือ spin-down ทำให้เกิดอันตรกิริยาเชิงแม่เหล็กระหว่างอิเล็กตรอนกับ Orbital angular momentum ที่เรียกว่า spin-orbit coupling ส่งผลให้เกิดการแยกพีคหลักเป็นสองพีคที่มีพื้นที่ใต้พีคไม่เท่ากัน

2) Auger lines เป็นกลุ่มของพีคที่มีรูปแบบเฉพาะ แบบที่มักจะได้ บ่อยมี 4 แบบ คือ KLL LMM MNN และ NOO ซึ่งเป็นสัญลักษณ์ที่บ่งบอกถึงสถานะว่างเริ่มต้น (Initial vacancy) และสถานะว่างสุดท้าย (final vacancy) ในการเกิด auger process หรือที่เรียกอีกชื่อหนึ่งว่า 2-electron process ซึ่ง Auger lines แบบที่เกิดในชั้นพลังงานระดับลึกที่มีสถานะสุดท้ายอยู่ต่ำกว่า

ชั้นวาเลนซ์ โดยปกติจะมีอย่างน้อยหนึ่งพีคที่มีความสูงและความกว้างใกล้เคียงกับ photoelectron lines



ภาพประกอบที่ 3.8 สเปกตรัม XPS ในช่วงกว้างของเส้นโยนาโน $\text{In}_2\text{O}_3/\text{CNF}$

3.3.5 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊ส (N_2 adsorption-desorption)

การหาพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) และการกระจายขนาดของรูพรุน (pore size distribution) รวมถึงปริมาตรรูพรุนทั้งหมด (total pore volume) นั้นอาศัยหลักการของการดูดซับแก๊สไนโตรเจนทั้งบนพื้นผิวหน้าและภายในรูพรุนของวัสดุ โดยค่าพารามิเตอร์ที่ใช้สมการตามทฤษฎีของบรูว์นอร์ เอ็มเมทท์ และเทลเลอร์ (Brunauer-Emmett-Teller; BET) การจำแนกขนาดรูพรุนของวัสดุจะแบ่งเป็น 3 กลุ่ม คือ กลุ่มไมโครพอร์ (micropore) มีขนาดน้อยกว่า 2 nm กลุ่มเมโซพอร์ (mesopore) มีขนาดอยู่ในช่วง 2–50 nm และ กลุ่มรูพรุนขนาดใหญ่ (macroporous) มีขนาดมากกว่า 50 nm โดยปกติวัสดุที่มีรูพรุนที่ใช้ในการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนด้วยการดูดซับแก๊สไนโตรเจนมีลักษณะเป็นไอโซเทอมการดูดซับ ซึ่งแบ่งลักษณะไอโซเทอมการดูดซับตาม IUPAC ได้ 6 แบบ ดังภาพประกอบที่ 3.9 ไอโซเทอมของการดูดซับทางกายภาพแต่ละประเภทอธิบายได้ดังนี้ (วรวิทย์ จันทรสุวรรณ, 2558)

แบบ I เป็นไอโซเทอมของการดูดซับลักษณะเฉพาะของสารดูดซับที่มีขนาดเล็กกว่า 2 nm (microporous adsorbent) การดูดซับส่วนใหญ่จะเป็นการดูดซับในรูพรุนขนาดเล็ก

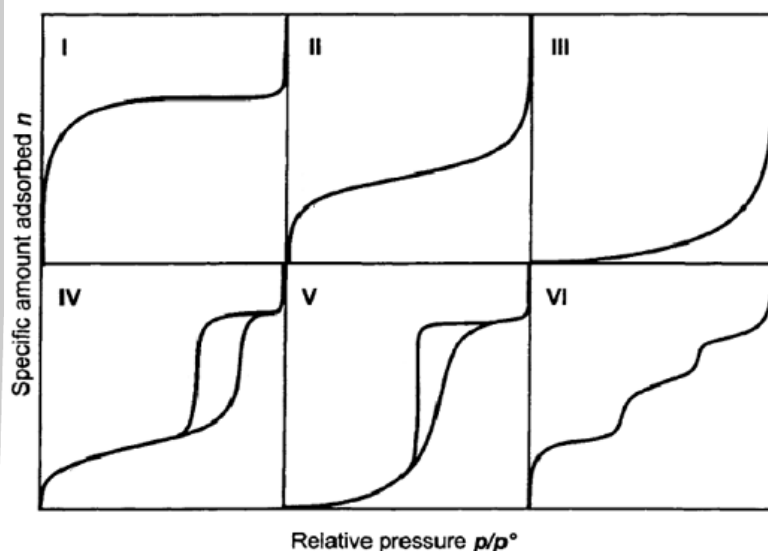
แบบ II เป็นรูปแบบปกติของไอโซเทอมที่เกิดในสารดูดซับที่ไม่มีรูพรุน (nonporous) หรือตัวดูดซับที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ มากกว่า 50 nm โดยในแบบนี้จะเกิดการดูดซับที่ต่อเนื่องจากการเรียงตัวโมเลกุลเพียงชั้นเดียว (monolayer) อย่างสมบูรณ์ก่อนจึงเกิดขึ้นเป็นหลายชั้น (multilayer)

แบบ III เป็นรูปแบบของการดูดซับที่มีแรงดึงดูดที่อ่อนระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ แต่แรงดึงดูดระหว่างตัวถูกดูดซับด้วยกันมีค่อนข้างมาก

แบบ IV เป็นไอโซเทอมของการดูดซับของวัสดุในเมโซพอร์รัส (2-50 nm) ที่มี รูพรุนขนาดใหญ่กว่าขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของโมเลกุลที่ถูกดูดซับมาก จึงเกิดการเรียงตัวของโมเลกุลที่ผิวของสารดูดซับเป็นสองชั้น (bilayer)

แบบ V เป็นไอโซเทอมรูปแบบพิเศษ มีความคล้ายกับแบบ III เกิดขึ้นเมื่อแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของสารดูดซับมีค่าน้อย ซึ่งจะพบในสารดูดซับที่มีขนาดรูพรุนในช่วงเดียวกับไอโซเทอมแบบ IV

แบบ VI เป็นการดูดซับแบบเป็นชั้นๆ (multilayer) ขึ้นบนผิวของวัสดุที่ไม่มีความพรุนกับพื้นผิวที่เป็นเนื้อเดียวกัน

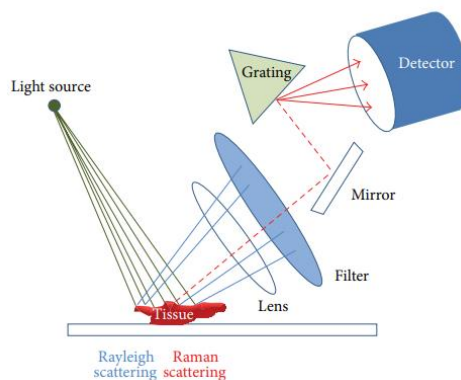


ภาพประกอบที่ 3.9 ประเภทไอโซเทอมของการดูดซับของ IUPAC (Wacharasindhu *et al.*, 1998)

งานวิจัยนี้ใช้เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและความพรุนของวัสดุ (surface area pore size and pore volume distribution analyzer) ยี่ห้อ Bel-Japan รุ่น Bel Sorp mini II) ที่ตั้งอยู่ ณ หน่วยบริการทางห้องปฏิบัติการ สิรินครวิศวะพัฒน์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

3.3.6 เทคนิค Raman spectroscopy

Raman spectroscopy เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์เพื่อตรวจสอบและศึกษาโครงสร้างของโมเลกุลของสารได้ทั้งสถานะของแข็ง ของเหลว และ แก๊ส โดยศึกษาแตรนชิชันของการสั่นหรือการหมุนของหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุลของสารนั้นๆ โดยวัดการกระเจิงของคลื่นแสงที่มีความถี่เดียว (monochromatic radiation) ชนกับโมเลกุลที่เป็นการชนแบบไม่ยืดหยุ่น (inelastic collision) เกิดการเปลี่ยนแปลงของพลังงานที่ทำให้โมเลกุลรับพลังงานเพิ่มขึ้นหรือลดลงเท่ากับระดับพลังงานของการสั่นหรือการหมุนเกิดการกระเจิงแสง โดยการคายพลังงานที่มีความถี่ต่างๆ กัน เรียกว่า การกระเจิงแสงแบบรามาน (Raman scattering) ซึ่งสสารจากการวัดสเปกตรัมที่เลื่อนไป โดยสารแต่ละชนิดมีสเปกตรัมเฉพาะของสารแตกต่างกัน เทคนิคของ Raman spectroscopy มีหลักการที่สำคัญคือการกระเจิงไม่ยืดหยุ่นและการสั่นของโครงสร้าง ภาพประกอบที่ 3.10 แสดงลักษณะการทำงานของเครื่อง Raman spectroscopy สเปกตรัมรามานเป็นกราฟระหว่างความเข้มของการกระเจิงแบบรามานกับเลขคลื่นที่เปลี่ยนแปลง ในหน่วย cm^{-1} การเปลี่ยนแปลงดังกล่าวเรียกว่า การเลื่อนของรามาน (Raman shift) ซึ่งจะใช้เลขคลื่นเป็นตัวพิจารณา โดยมีหน่วยคือ cm^{-1} เพราะความยาวคลื่นของการกระเจิงแบบรามานและของแสงเลเซอร์มีค่าใกล้เคียงกันมาก เช่น แสงเลเซอร์ความยาวคลื่น 514.5 nm มีเลขคลื่นเป็น $19,436 \text{ cm}^{-1}$ แต่การกระเจิงแบบรามานเกิดขึ้นที่ความยาวคลื่น 520 nm ซึ่งมีเลขคลื่น $19,236 \text{ cm}^{-1}$ จึงใช้เลขคลื่นในการวิเคราะห์สเปกตรัมของรามาน ในการระบุทิศการสั่นของพันธะในการวัดสัญญาณรามานมักพิจารณาเทียบกับข้อมูลอ้างอิงหรือต้องใช้ข้อมูลมาตรฐานที่จะบันทึกข้อมูลทุกช่วงพิคไว้ในฐานะข้อมูล ปัจจัยที่มีผลต่อความถี่ของการสั่นของพันธะ เช่น ความแข็งแรงของพันธะ โดยความถี่ของการสั่นของพันธะจะแปรผันตรงกับค่าคงที่ของพันธะ หรือความแข็งแรงของพันธะ ซึ่งพันธะสามจะให้ความถี่มีค่ามากที่สุด นอกจากนั้นถ้ามวลอะตอมระหว่างพันธะมาก ทำให้มวลลดทอนของอะตอมมากด้วยเช่นกัน ดังนั้นความถี่ของการสั่นของพันธะจะแปรผกผันกับค่ามวลลดทอนของอะตอม ในส่วนของการทำให้พันธะยืดมากขึ้นต้องดูกลืนพลังงานมากกว่าการให้พันธะงอ ความถี่ของการสั่นแบบยืดจึงมากกว่าแบบงอ และชนิดของการไฮบริไดเซชัน (hybridization) ของอะตอมคาร์บอน ได้แก่ sp sp^2 และ sp^3 มีผลต่อความแข็งแรงของพันธะหรือค่าคงที่ของพันธะ เป็นต้น งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Raman spectroscopy ยี่ห้อ BRUKER SENTERRA ประเทศอังกฤษ ตั้งอยู่ ณ หน่วยบริการทางห้องปฏิบัติการ สิรินครวิศว์พัฒน์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



ภาพประกอบที่ 3.10 ลักษณะการทำงานของเครื่อง Raman spectroscopy (Kim, 2015)

3.3.7 เทคนิค Vibrating sample magnetometer

เทคนิค vibration sample magnetometer (VSM) อาศัยหลักการเหนี่ยวนำของฟาราเดย์ (Faraday's law) ซึ่งเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงฟลักซ์แม่เหล็ก ($\Delta\Phi = B\Delta A$) จะทำให้เกิดแรงเคลื่อนไฟฟ้าเหนี่ยวนำ โดยการเปลี่ยนแปลงฟลักซ์แม่เหล็กทำให้เกิดแรงเคลื่อนไฟฟ้าเหนี่ยวนำเป็น $\varepsilon = -N(d\phi/dt)$ เมื่อ N เป็นจำนวนขดลวด และ A คือพื้นที่หน้าตัดขดลวด ดังนั้น

$$\varepsilon = -NA(dB/dt) \quad (3.6)$$

ถ้าขดลวดอยู่ในสนามแม่เหล็กคงที่จะเกิดสนามแม่เหล็กขึ้นเป็น

$$B = \mu_0 H$$

ดังนั้นเมื่อนำตัวอย่างเข้าไปวางในสนามแม่เหล็กจะทำให้เกิดแมกนีโตซ์ ดังนั้น สนามแม่เหล็กรวมจะเป็น

$$B = \mu_0 (H + M)$$

สอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงฟลักซ์แม่เหล็กคือ

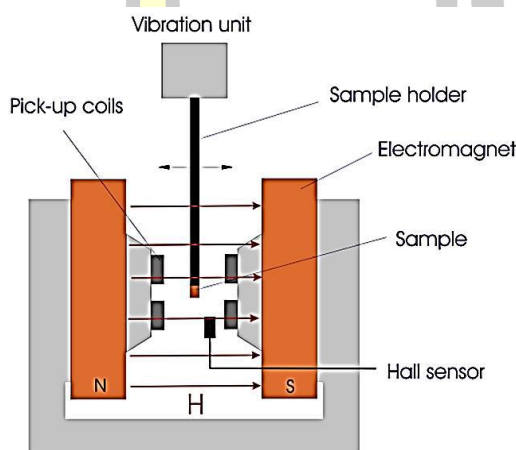
$$B = \mu_0 M \quad (3.7)$$

ดังนั้นจากสมการ 3.7 และ 3.8 จะได้

$$\varepsilon dt = -NA\mu_0 dM \quad (3.8)$$

จากสมการที่ 3.8 บ่งชี้ว่าสัญญาณเอาต์พุตของขดลวดเป็นสัดส่วนกับการการแมกนีโตซ์ M แต่ไม่ขึ้นกับสนามแม่เหล็กที่ใช้คำนวณหาขนาดของ M ในเทคนิค VSM ตัวอย่างจะมีการสั่นด้วยความถี่ ซึ่งอยู่ภายใต้แรงดันไฟฟ้าที่ถูกเหนี่ยวนำขณะที่ขดลวดหยุดนิ่ง โดยสัญญาณไฟฟ้าที่ออกมาจะมีความถี่เดียวกันกับของขดลวด ความเข้มของมันเป็นส่วนกับโมเมนต์แม่เหล็ก แอมพลิจูดและความถี่ในการสั่นในตัวอย่าง โดยตัวอย่างถูกวางในบริเวณที่มีสนามแม่เหล็กส่งผ่านอยู่ตลอดเวลา แสดงดังรูปภาพประกอบที่ 3.11 โดยตัวอย่างจะบรรจุใน sample holder และวางอยู่ตรงกลาง

ระหว่างขั้วของแท่งแม่เหล็ก (electromagnet) ซึ่งสามารถเกิด H_0 ส่วนด้านบนของแท่งแม่เหล็กจะมีทรานสดิวเซอร์เพื่อแปลงสัญญาณ AC โดยความถี่และแอมพลิจูดของวงจรจะสั่นในแนวตั้งฉากกับแท่งของสารตัวอย่าง ดังนั้น จากสมการ 3.8 แรงดันไฟฟ้าที่ได้สามารถนำมาหาค่าโมเมนต์แม่เหล็ก (magnetic moment) ซึ่งสามารถตรวจสอบว่าตัวอย่างนั้นเป็นสารแม่เหล็กประเภทใดเช่น แม่เหล็กไดอะ แม่เหล็กพารา แม่เหล็กเฟอร์โร หรือ ซูเปอร์พารา เป็นต้น โดยในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Versalab™ Tesla (รุ่น VSM 7403) ตั้งอยู่ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น



ภาพประกอบที่ 3.11 โครงสร้างหลักของเครื่อง Vibrating sample magnetometer (Rafique, 2014)

3.3.8 เทคนิคทางเคมีไฟฟ้า (electrochemical properties)

เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางเคมีไฟฟ้าเพื่อทดสอบสมบัติ เสถียรภาพและศึกษาการเกิดปฏิกิริยาสำหรับการเตรียมสารประกอบอินทรีย์ การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าเป็นการวัดปริมาณทางไฟฟ้าได้แก่ กระแสไฟฟ้า ความต่างศักย์หรือประจุไฟฟ้าด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV) และ Galvanostatic charge/discharge (GCD) ด้วยเครื่อง potentiostat ซึ่งเป็นเครื่องมือเล็กทรอนิกส์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า ซึ่งเป็นตัวควบคุมการจ่ายความต่างศักย์และวัดกระแสไฟฟ้าที่มีความละเอียดสูง โดยต่อเข้ากับคอมพิวเตอร์และมีซอฟต์แวร์ (Nova 11) ทำหน้าที่ควบคุมการทำงานและแสดงผลการวิเคราะห์ สำหรับการศึกษาประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าจากตัวอย่าง ในงานวิจัย ใช้เครื่อง Metrohm autolab รุ่น PGSTAT 302 N จาก Advanced Materials Physics Laboratories (AMP) ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

โดยเครื่อง potentiostat ถูกต่อไปยังเซลล์เคมีไฟฟ้าแบบสามขั้ว (three-electrode electrochemical cell) โดยระบบ 3 ขั้วไฟฟ้า ดังภาพประกอบที่ 3.12 ประกอบด้วย ขั้วไฟฟ้าทำงาน (working electrode) เป็นตัวอย่างที่ต้องการศึกษา ขั้วไฟฟ้าเคาน์เตอร์ (counter electrode) เป็นแผ่นแพลตทินัม (Pt foil) และขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode) เป็นซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) โดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ความเข้มข้น 6 M เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ โดยในการทดสอบโหมดต่างๆ ประกอบด้วย



ภาพประกอบที่ 3.12 เซลล์ไฟฟ้าแบบสามขั้ว

1) ไซคลิกโวลแทมเมตรี (cyclic voltammetry; CV) เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาอันตรกิริยาทางเคมีที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าในช่วงความต่างศักย์ของวัสดุที่นำมาใช้ทำขั้วไฟฟ้า โดยการป้อนความต่างศักย์เข้าไปในระบบลักษณะเป็นรอบ ซึ่งการป้อนความต่างศักย์ครั้งแรกในทิศทางตรงกันข้ามกับครั้งรอบหลัง แล้วทำการวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างขั้วไฟฟ้าทำงานและขั้วไฟฟ้าเคาน์เตอร์ ทำให้ได้ความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า เรียกว่า กราฟเส้นโค้ง CV ดังภาพประกอบ 3.13 นอกจากนั้นพื้นที่ใต้กราฟเส้นโค้ง CV สามารถประมาณค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะ (C_s) ด้วยการใช้สมการที่ (3.9) คือ

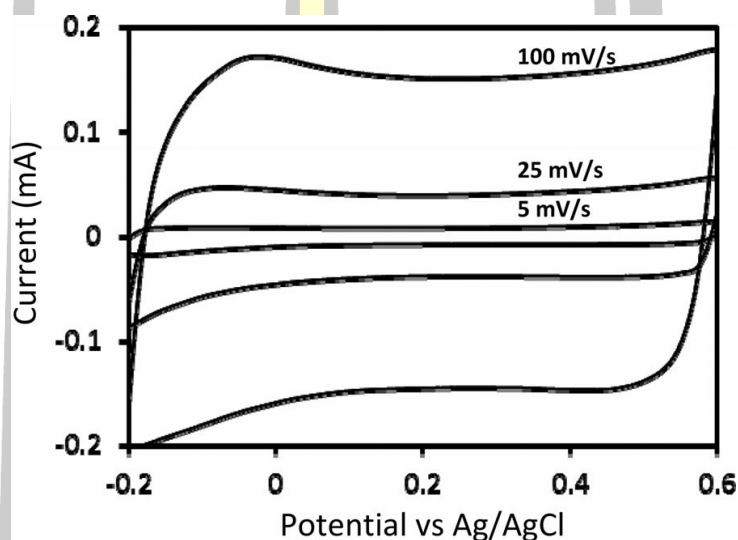
$$C_s = \frac{\int IdV}{mv\Delta V} \quad (3.9)$$

เมื่อ $\int IdV$ คือ พื้นที่ใต้กราฟ CV เฉลี่ย ($V \cdot A$)

m คือ มวลของตัวอย่างที่เคลือบบนแผ่นนิกเกิลโฟม (g)

v คือ อัตราการสแกน (V/s)

ΔV เป็นช่วงความต่างศักย์ที่สแกน (V)



ภาพประกอบที่ 3.13 กราฟ CV ของ In_2O_3 /carbon ที่อัตราการสแกนต่างๆ (Bastakoti *et al.*, 2013)

2) เทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ – ดิสชาร์จ (galvanostatic charge/discharge; GCD) เป็นการตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของเซลล์เคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค GCD เป็นการทดสอบการอัดและคายประจุ (charge/discharge) คือการให้กระแสคงที่ (constant current; I) กับขั้วไฟฟ้า แล้ววัดการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ (potential; V) ที่เปลี่ยนไปจากการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ที่ขั้วไฟฟ้าเมื่อเวลาเปลี่ยนแปลง ภาพประกอบที่ 3.14 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์กับเวลาที่ให้กระแสแก่เซลล์เคมีไฟฟ้า โดยในการวิจัยนี้คำนวณค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ จากการคายประจุไฟฟ้า ตามสมการที่ 3.10

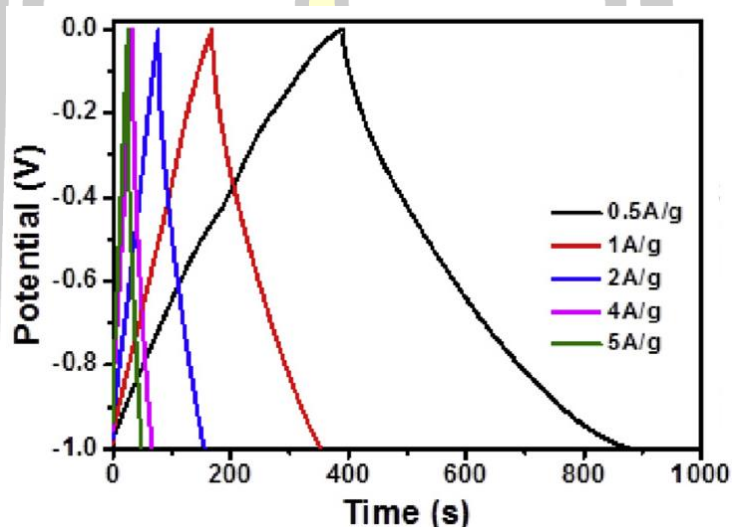
$$C_s = \frac{I\Delta t}{m\Delta V} \quad (3.10)$$

เมื่อ I คือ ความหนาแน่นกระแส (A)

Δt คือ ช่วงเวลาของการคายประจุ (s)

m คือ มวลของตัวอย่างที่เคลือบบนแผ่นนิกเกิลโพลิม (g)

ΔV คือ ช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า (V)



ภาพประกอบที่ 3.14 การอัดและคายประจุ ของ In_2O_3 ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน (Kumar *et al.*, 2018)

นอกจากการหาค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะแล้วในการวิจัยนี้ยังมีการหาค่าความหนาแน่นพลังงานจำเพาะ (specific energy density, E_s) ซึ่งบอกถึงความสามารถและปริมาณการกักเก็บประจุไฟฟ้า และค่าความหนาแน่นกำลังจำเพาะ (specific power density, P_s) บ่งบอกถึงความเร็วหรือช้าในการคายประจุไฟฟ้า โดยทั้งสองค่านี้มีความสำคัญต่อการพิจารณาแนวโน้มการนำสารตัวอย่างไปประยุกต์ใช้งานในอุปกรณ์กักเก็บพลังงานที่มีความเหมาะสม โดยเปรียบเทียบค่า E_s และ P_s ในกราฟของราโกเน สำหรับค่า E_s และ P_s สามารถคำนวณได้จากสมการ (3.12) และ (3.13) ตามลำดับ ดังนี้

$$\text{จาก} \quad E = \frac{1}{2} C_s \Delta V^2 \quad (\text{J/g}) \quad (3.11)$$

$$\text{ดังนั้น} \quad E_s = \frac{C_s \Delta V^2}{7.2} \quad (\text{Wh/kg}) \quad (3.12)$$

และ
$$P_s = \frac{E_s * 3600}{\Delta t} \quad (W/kg) \quad (3.13)$$

โดยที่

E_s คือ ความหนาแน่นพลังงานจำเพาะ (Wh/kg)

P_s คือ ความหนาแน่นกำลังงานจำเพาะ (W/kg)

C_s คือ ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (F/g)

ΔV คือ ช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้าในการคายประจุ (V)

Δt คือ ช่วงเวลาในการคายประจุไฟฟ้า (s)



บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปราย

ผลการดำเนินการวิจัยประกอบด้วย การประดิษฐ์เส้นใยนาโนด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงร่วมกับการให้ความร้อน และการศึกษาโครงสร้าง สมบัติทางเคมีไฟฟ้าและแม่เหล็ก โดยจะแบ่งผลการทดลองเป็น 3 กลุ่ม ประกอบด้วย

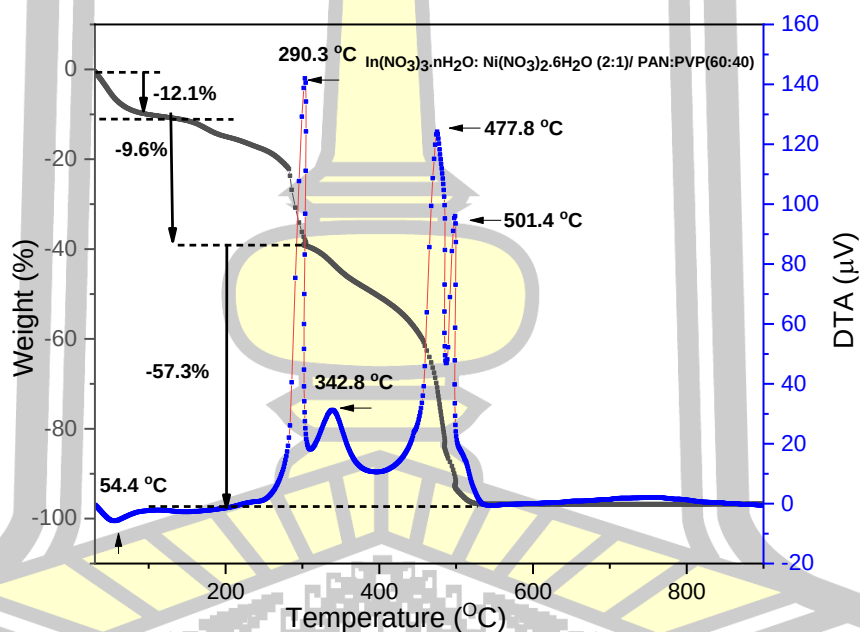
- 1) เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมนิเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP
- 2) กลุ่มเส้นใยนาโนคาร์บอนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP
- 3) กลุ่มเส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมนิเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยมวล และพอลิเมอร์ PAN และ PVP

โดยมีการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างและการสลายตัวทางความร้อน เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดเฟสโครงสร้างของตัวอย่าง และในแต่ละกลุ่มเส้นใย ศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยด้วยเทคนิค FE-SEM เฟสโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD นอกจากนี้ยังมีการศึกษาความเป็นระเบียบของคาร์บอนด้วยเทคนิค Raman spectroscopy และศึกษาส่วนประกอบของธาตุและเลขออกซิเดชันด้วยเทคนิค XPS ตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะและการกระจายขนาดรูพรุนด้วยเทคนิค BET/BJH สมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV/GCD และศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM โดยการดำเนินการวิจัยได้ผลดังรายละเอียดต่อไปนี้

4.1 ผลการตรวจสอบอุณหภูมิแคลไซน์ของเส้นใยด้วยเทคนิค TG/DTA

การศึกษการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างและการสลายตัวทางความร้อน เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดเฟสโครงสร้างของ In_2O_3 และ NiO จากสารตั้งต้น PAN $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ด้วยเทคนิค TG-DTA โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิในช่วง $25 - 900^\circ\text{C}$ ที่อัตราการให้ความร้อน 10°C ต่อนาที ในอากาศ จากกราฟ TGA ของเส้นใย as-spun ของตัวอย่าง $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O} / \text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2:1)/PAN:PVP(60:40) ดังภาพประกอบที่ 4.1 แสดงให้เห็นถึงการสูญเสียน้ำหนักของตัวอย่างโดยแบ่งออกเป็น 3 ช่วงหลักคือ ในช่วงอุณหภูมิ $30 - 130$ $130 - 300$ และ $300 - 540^\circ\text{C}$ โดยในช่วงแรกที่อุณหภูมิ $30 - 130^\circ\text{C}$ ในเส้นโค้ง TG แสดงการสูญเสียน้ำหนักประมาณ 12.1% เมื่อเทียบกับน้ำหนักเริ่มต้น สอดคล้องกับการสลายตัวทางความร้อนที่ 54.4°C ดังเส้นโค้ง DTA ซึ่งเป็นการสลายตัวของสารอินทรีย์ ตัวทำละลาย และน้ำที่อยู่บนพื้นผิวเส้นใย การสูญเสียน้ำหนักช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิ $130 - 300^\circ\text{C}$ มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณ 27.1% ในเส้นโค้ง

TG สอดคล้องกับพีคการคายความร้อนที่อุณหภูมิ 290.3 °C ในเส้นโค้ง DTA เป็นผลจากการสลายพันธะของสารประกอบ PVP และ PAN ซึ่งสอดคล้องกับรายงานของ An & Ahn และคณะ (2013) พบว่า PAN จะเกิดการสลายพันธะที่อุณหภูมิในช่วง 280 - 330 °C และช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิ 300 - 540 °C มีการสูญเสียน้ำหนักอย่างรวดเร็วประมาณ 57.3% ในเส้นโค้ง TG เห็นได้จากพีคการคายความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 342.8 477.8 และ 501.4 °C ในเส้นโค้ง DTA สอดคล้องกับการสลายตัวของไนเตรท ในสารตั้งต้น $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ และ $(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ยืนยันด้วยพีคการคายความร้อนที่เด่นชัดที่ 477.8 และ 501.4 °C ในเส้นโค้ง DTA นอกจากนี้ยังพบว่าที่อุณหภูมิตั้งแต่ประมาณ 550 °C ไม่พบการสูญเสียน้ำหนักจนกระทั่งถึงอุณหภูมิประมาณ 900 °C เนื่องจากเกิดการรวมตัวและเกิดเป็นโครงสร้างของสารประกอบขึ้น ซึ่งเป็นช่วงที่ถูกนำมาพิจารณาในการเลือกอุณหภูมิในการแคลไซน์

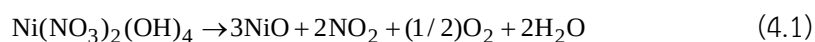


ภาพประกอบที่ 4.1 กราฟ TG-DTA แสดงอุณหภูมิการสลายตัวและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของ as-spun ของตัวอย่าง $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{PAN:PVP}$ (60:40)

4.2 เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP

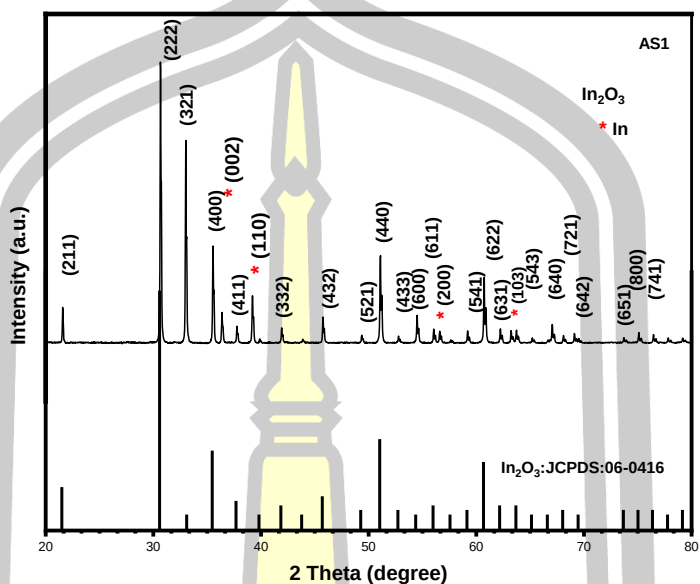
4.2.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD

โดยในกลุ่มนี้มีการเตรียมใช้สารตั้งต้น $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:1)/PVP $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2:1)/PVP และ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:2)/PVP การอธิบายต่อไปนี้จะใช้สัญลักษณ์สำหรับตัวอย่างก่อนแคลไซน์ คือ BS1 BS2 BS3(1:1) BS4(2:1) และ BS5(1:2) และตัวอย่างหลังแคลไซน์ คือ AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ตามลำดับ จากการศึกษาเฟสโครงสร้างของเส้นใยนาโน AS1 ที่เตรียมโดยพอลิเมอร์ PVP ที่ผ่านการแคลไซน์ 3 ขั้นตอนคือ ขั้นตอน stabilization ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 230°C อัตรา $2^\circ\text{C}/\text{นาท}$ ในอากาศ แขนาน 2 ชั่วโมง ขั้นตอนที่สองคือกระบวนการคาร์บอนไนซ์ โดยให้ความร้อนต่อเนื่องไปจนถึงอุณหภูมิ 500°C ในแก๊สอาร์กอน อัตรา $2^\circ\text{C}/\text{นาท}$ ปริมาตร 250 ml และเผาขนาน 2 ชั่วโมง และขั้นตอนสุดท้ายคือการกระตุ้นเส้นใยนาโนด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800°C นาน 30 นาที เมื่อตรวจสอบเฟสโครงสร้างของตัวอย่าง AS1 พบว่าเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ In_2O_3 แบบคิวบิก สอดคล้องกับระนาบ (211) (222) (321) (400) (411) (332) (432) (521) (440) (433) (600) (611) (541) (622) (631) (640) (721) (642) (651) (800) และ (741) ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 06-0416 ดังภาพประกอบที่ 4.2 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Jin และ คณะ (2017) และ Kumar และ คณะ (2018) นอกจากนี้ยังพบว่าเกิดผลึก In_2O_3 อาจจะยังไม่สมบูรณ์ เนื่องจากมีคาร์บอนในตัวอย่างในปริมาณที่สูง เกิดพิคปลอมปนของโลหะ In โดยมีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล สอดคล้องกับระนาบ (002) (110) (200) (103) และ (211) ตรงข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 005-0642 จากการศึกษาลักษณะเฟสโครงสร้างของเส้นใยนาโน AS2 โดยใช้สารตั้งต้น $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และพอลิเมอร์ PVP หลังผ่านการแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอน แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังภาพประกอบที่ 4.3 เกิดเฟสโครงสร้างของ NiO แบบคิวบิก ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 47-1049 สอดคล้องกับระนาบ (111) (200) (220) (311) และ (222) สอดคล้องกับงานวิจัยของ Saenger และคณะ (2010) และ Zhang และคณะ (2017) และเกิดเฟสของ Ni แบบคิวบิก ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 004-0850 สอดคล้องกับระนาบ (111) (200) และ (220) การเกิดเฟสของ Ni อาจเป็นผลจากกระบวนการแคลไซน์ตัวอย่างโดยขณะที่มีการดึงน้ำออกจากนิกเกิลไนเตรท มีปริมาณของออกซิเจนน้อยเกินไป ทำให้คาร์บอนไดออกไซด์เข้ามาไล่ตะกอนออกซิเจน ทำให้เกิดกลไกการสลายตัวของ NiO เป็น Ni สอดคล้องกับงานวิจัยของ Nataraj และ คณะ (2009) ดังสมการ

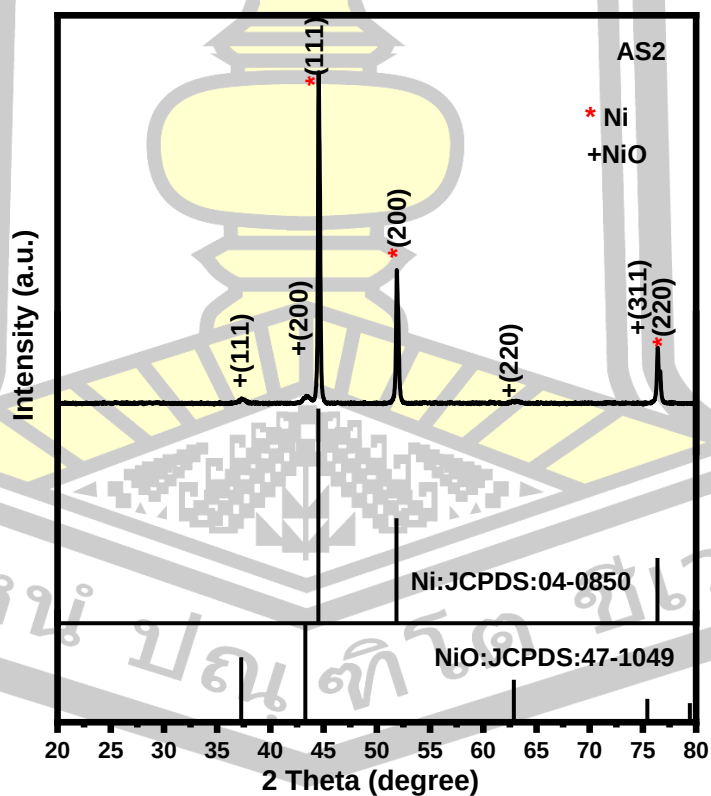


เมื่อนำ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ มาผสมกันในสัดส่วน 1:1 2:1 และ 2:1 โดยน้ำหนัก และใช้พอลิเมอร์ PVP หลังแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอน ซึ่งใช้สัญลักษณ์ AS3 (1:1) AS4 (2:1) และ AS5 (1:2) ตามลำดับ จากการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างของตัวอย่าง AS3(1:1) แสดงถึงภาพประกอบที่ 4.4 ลักษณะเฟสโครงสร้างวัสดุเริ่มมีการก่อตัวของโครงสร้างผลึก In_2O_3 แบบคิวบิกตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 06-0416 และเฟสโครงสร้าง NiO สอดคล้องกับรูปแบบการเปลี่ยนแปลงของเส้นใยนาโน NiO บริสุทธิ์ ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 47-1049 สอดคล้องกับระนาบ (111) (200) (220) (311) และ (222) (Al-Enizi *et al.*, 2014; Bell *et al.*, 2015; Zhang *et al.*, 2017) นอกจากนี้ยังพบการก่อตัวของโครงสร้างของสารประกอบของโลหะ InNi แบบ เฮกซะโกนอล ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 050-1316 สอดคล้องกับระนาบ (101) (110) (111) และ (202) เมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วนของ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O} / \text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็น 2:1 ในตัวอย่าง AS4 (2:1) แสดงรูปแบบการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้าง ดังภาพประกอบที่ 4.5 พบว่าเกิดเฟสโครงสร้างของ In_2O_3 แบบคิวบิก ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 06-0416 สอดคล้องกับระนาบ (211) (222) (400) (411) (431) (440) (611) (444) (800) และเฟสโครงสร้างของสารประกอบเชิงโลหะ In_3Ni_2 แบบเฮกซะโกนอล ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 03-065-7718 สอดคล้องกับระนาบ (100) (101) (110) (012) และ (202) และไม่มีการตรวจพบเฟสการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างที่เกี่ยวข้องกับ NiO ในตัวอย่าง และสุดท้ายปริมาณสัดส่วนของ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O} / \text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็น 1:2 หรือตัวอย่าง AS5(1:2) แสดงรูปแบบการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้าง ดังภาพประกอบที่ 4.6 พบว่าเกิดเฟสโครงสร้างของสารประกอบเชิงโลหะ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ แบบ เฮกซะโกนอล ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 028-0468 สอดคล้องกับระนาบ (100) (101) (111) (200) (210) (211) และ (220) นอกจากนี้ยังพบเฟสโครงสร้างของ In_2O_3 ที่ยังไม่สมบูรณ์ และไม่มีการตรวจพบเฟสของการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างที่เกี่ยวข้องกับ NiO ในตัวอย่าง จากภาพประกอบที่ 4.7 แสดงการเปรียบเทียบการเกิดเฟสโครงสร้างของตัวอย่าง AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) เมื่อคำนวณขนาดผลึกจากรูปแบบการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้าง โดยอาศัยสมการเดอบาย-เชเรอร์ พบว่าเมื่อมีการผสมอินเดียมไนเตรดต่อนิกเกิลไนเตรดเข้าไปที่สัดส่วน 1:1 และ 2:1 ขนาดผลึกของ In_2O_3 ซึ่งพิจารณาที่ระนาบ (222) มีขนาดลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับ In_2O_3 บริสุทธิ์ จาก 121.2 nm เป็น 76.2 nm และ 17.7 nm ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Yan และคณะ (2017) บ่งชี้ว่าขนาดผลึกในสารประกอบมีขนาดเล็กลง ซึ่งอาจเป็นผลที่เกิดจาก InNi และ In_3Ni_2 ไปยับยั้งการเจริญเติบโตของ In_2O_3 ส่งผลให้ขนาดของผลึกเล็กลง ส่วน In_2O_3 ในตัวอย่าง AS5(1:2) ไม่สามารถพิจารณาขนาดผลึกจากรูปแบบการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างได้เนื่องจากไม่มีเฟสของสารประกอบออกไซด์ที่ชัดเจน โดยขนาดผลึกแสดงดังตารางที่ 4.1 นอกจากนี้เมื่อมีการเพิ่มปริมาณของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ คือในตัวอย่าง AS5(1:2) เกิดโครงสร้างของ In_2O_3 ที่ไม่สมบูรณ์ และปรากฏเฟสของ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ ขึ้นซึ่งอาจเป็นผลจาก

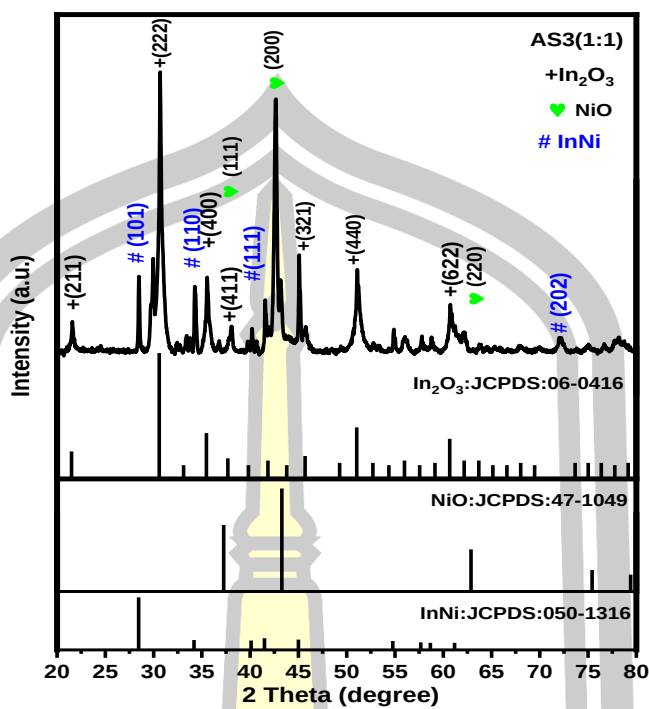
ปริมาณก๊าซออกซิเจนที่มีในปริมาณน้อยและขณะทำการแคลไซน์มีการกระตุ้นด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ทำให้เกิดปฏิกิริยาจึงทำให้เกิดการรวมตัวของสารประกอบ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ ในโครงสร้าง



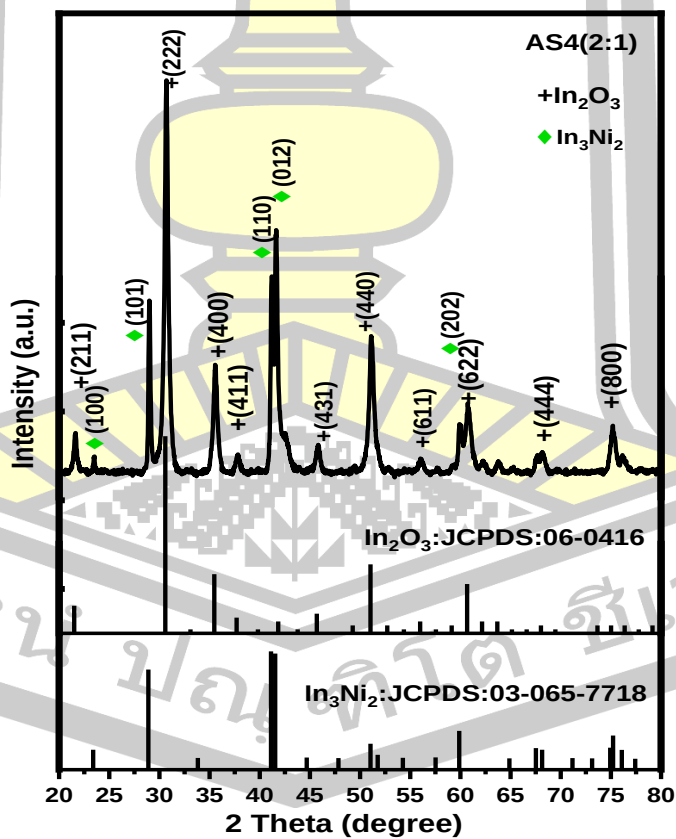
ภาพประกอบที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS1



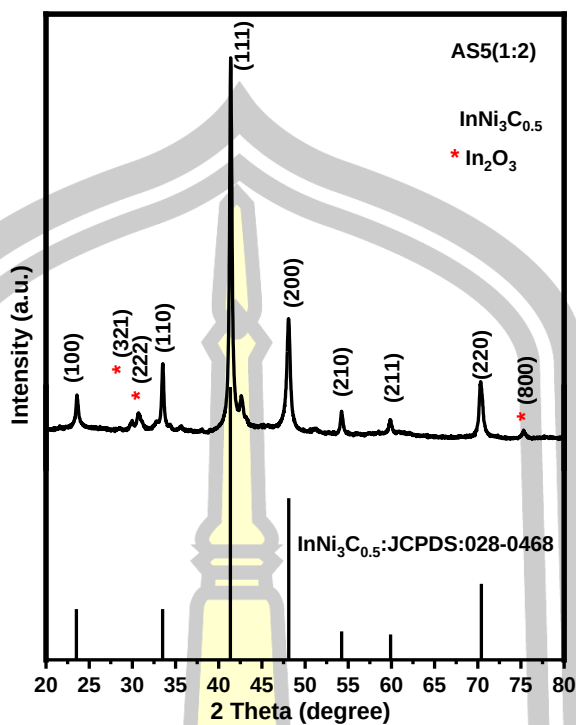
ภาพประกอบที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS2



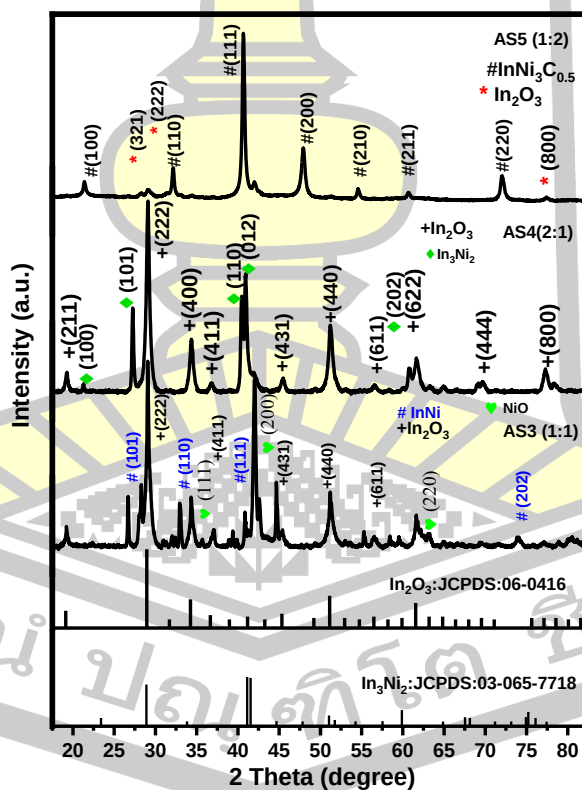
ภาพประกอบที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS3(1:1)



ภาพประกอบที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS4(2:1)



ภาพประกอบที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS5(1:2)

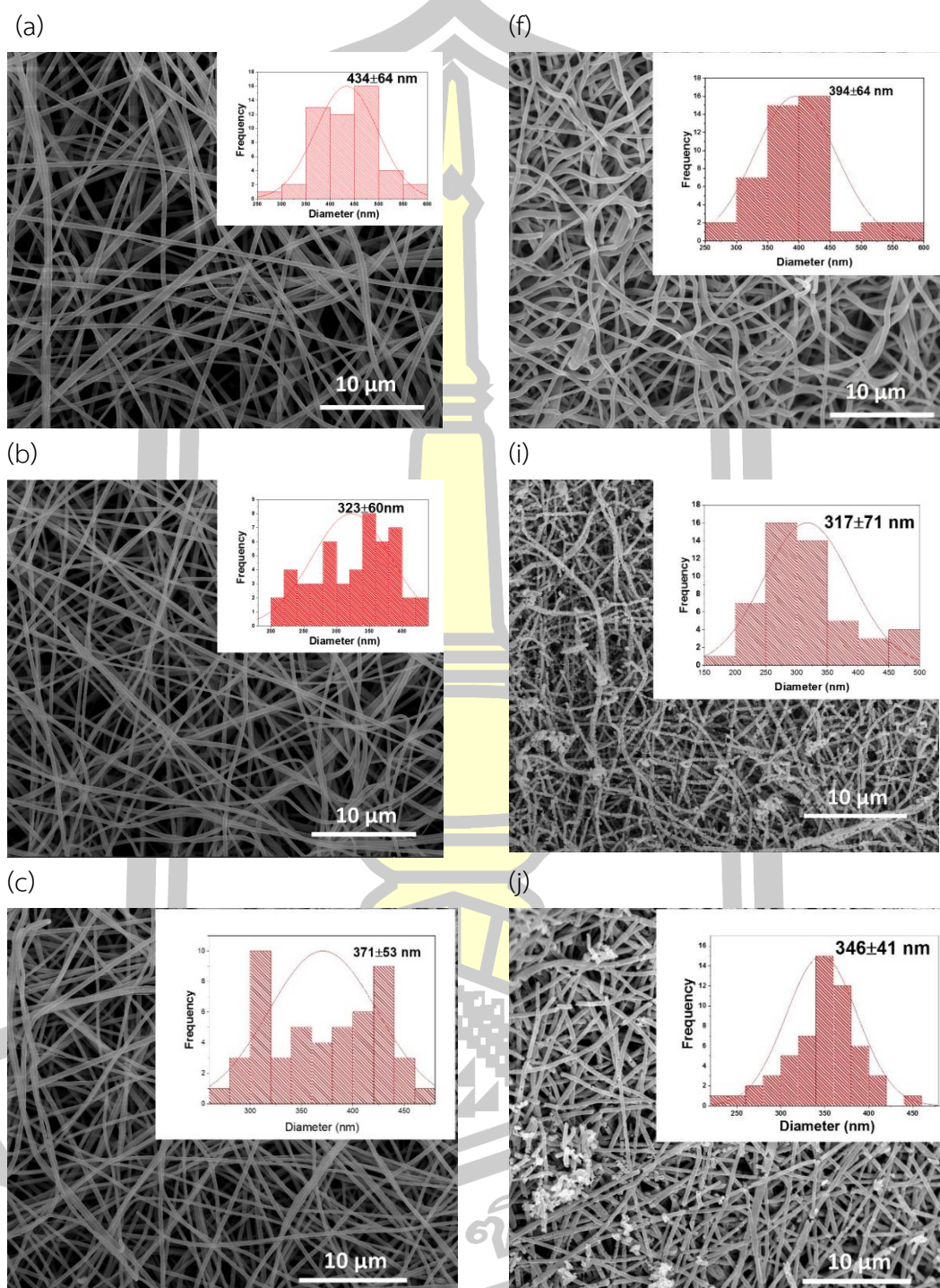


ภาพประกอบที่ 4.7 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3 (1:1) AS4 (2:1) และ AS5(1:2)

4.2.2 ผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค FE-SEM

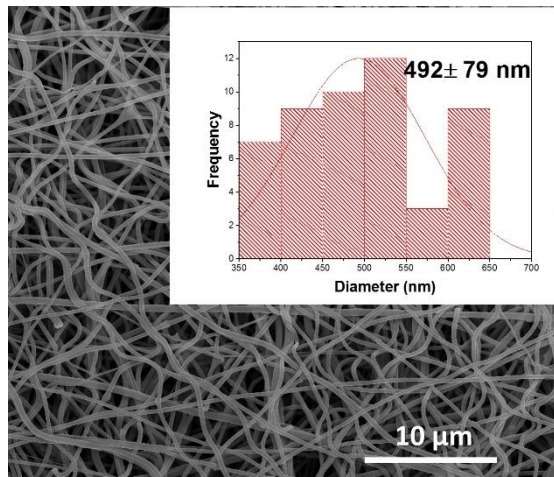
การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาและรูปร่างของเส้นใยนาโนของตัวอย่างก่อนแคลไซน์คือ BS1 BS2 BS3 (1:1) BS4 (2:1) และ BS5 (1:2) และหลังแคลไซน์คือ AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ตามลำดับ เมื่อตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาก่อนและหลังแคลไซน์ด้วยเทคนิค FE-SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า โดยภาพประกอบที่ 4.8 (a) เป็นภาพ as-spun ของเส้นใยนาโน BS1 แสดงถึงเส้นใยที่ใช้พอลิเมอร์ PVP พื้นผิวเส้นใยมีลักษณะเรียบ ไม่พบเม็ดปิดบนเส้นใย และมีทั้งเส้นใยนาโนขนาดใหญ่และขนาดเล็ก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของ as-spun วัดด้วยการใช้ซอฟต์แวร์ Image J จากภาพถ่าย FE-SEM ประมาณ 434 ± 64 nm แสดงการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางแบบ gaussian fitting ดังกราฟฮิสโตแกรม (histogram แทรก) และเมื่อผ่านการแคลไซน์เส้นใยใน 3 ขั้นตอนคือ การรักษาเสถียรภาพของเส้นใยเพื่อให้ทนความร้อนได้เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 230°C อัตรา $2^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ ในอากาศ แชนนาน 2 ชั่วโมง ขั้นตอนที่สองคือกระบวนการคาร์บอนส์ โดยให้ความร้อนต่อเนื่องไปจนถึงอุณหภูมิ 500°C ในแก๊สอาร์กอน เผาแชนนาน 2 ชั่วโมง และขั้นตอนสุดท้ายคือการกระตุ้นเส้นใยนาโนด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800°C นาน 30 นาที แสดงดังภาพประกอบที่ 4.8 (f) ลักษณะของเส้นใยมีลักษณะโค้งงอเล็กน้อย ขนาดค่อนข้างไม่สม่ำเสมอ เส้นใยหดตัวลงเล็กน้อย เนื่องจากการสลายตัวของพอลิเมอร์และตัวทำละลายในตัวอย่าง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 394 ± 64 nm ในภาพประกอบที่ 4.8 (b) แสดงเส้นใย as-spun ของตัวอย่าง BS2 ที่เตรียมจากนิเกิลไนเตรท มีรูปร่างทรงกระบอกค่อนข้างเล็ก ไม่ค่อยสม่ำเสมอ โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 323 ± 60 nm และเมื่อผ่านการแคลไซน์ เส้นใย AS2 มีลักษณะแตกหักและมีขนาดเล็กลงเล็กน้อย โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 317 ± 71 nm แสดงดังภาพประกอบที่ 4.8 (i) ในภาพประกอบที่ 4.8 (c) ภาพประกอบที่ 4.9 (d) และ (e) แสดงลักษณะของเส้นใย as-spun ของตัวอย่าง BS3 (1:1) BS4 (2:1) และ BS5 (1:2) เห็นได้ชัดว่าเส้นใยก่อนแคลไซน์มีรูปร่างคล้ายทรงกระบอกที่มีขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอและผสานเข้าด้วยกันเป็นตาข่าย ลักษณะของพื้นผิวเรียบและมีการผสมกันของเส้นใยนาโนขนาดใหญ่และขนาดเล็ก และมีการแตกหักของเส้นใยบางส่วนเนื่องจากสลายตัวของพอลิเมอร์และตัวทำละลายต่างๆ ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 371 ± 53 492 ± 60 348 ± 71 nm ตามลำดับ และเมื่อผ่านการแคลไซน์ลักษณะของเส้นใย AS3 (1:1) AS4 (2:1) และ AS5 (1:2) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.8 (j) ภาพประกอบที่ 4.9 (k) และ (l) ตามลำดับ โดยพบว่าเมื่อปริมาณนิเกิลไนเตรทเพิ่มขึ้นตัวอย่าง AS5(1:2) เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเล็กลงเนื่องจากปริมาณนิเกิลไนเตรท มีการสลายตัวในปริมาณที่มากกว่าและเนื่องจากมีจุดเดือดที่ต่ำกว่า โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย

ทั้ง 3 ตัวอย่างเท่ากับ 346 ± 41 375 ± 63 และ 339 ± 43 nm ตามลำดับ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของทั้ง 5 ตัวอย่าง แสดงดังตารางที่ 4.1

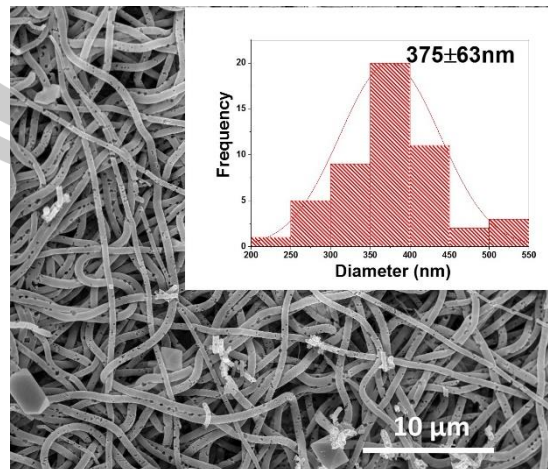


ภาพประกอบที่ 4.8 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใยก่อนแคลไซน์ (a) BS1 (b) BS2 และ (c) BS3 (1:1) และหลังแคลไซน์ (f) AS1 (i) AS2 และ (j) AS3 (1:1) ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า

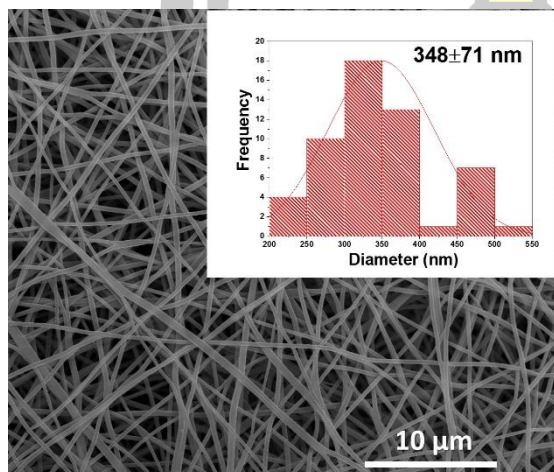
(d)



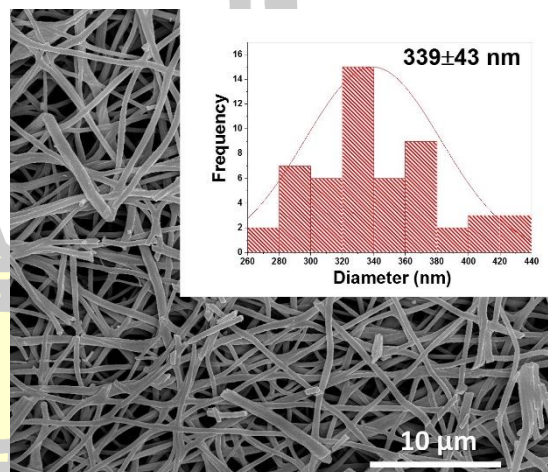
(k)



(e)



(l)



ภาพประกอบที่ 4.9 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใย ก่อนแคลไซน์ (d) BS4(2:1) และ (e) BS5(1:2) และหลังแคลไซน์ (k) AS4(2:1) และ (l) AS5(1:2) ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า

พหุ ประถมศึกษา

ตารางที่ 4.1 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโนและขนาดอนุภาคเมื่อใช้อินเดียมไนเตรท
 นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP

ตัวอย่าง	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)		ขนาดอนุภาคที่คำนวณจาก XRD (nm)
	as-spun	แคลไซน์	
BS1/AS1	434 ± 64	394 ± 64	(222) 121.2
BS2/AS2	323 ± 60	317 ± 71	(111) 54.3
BS3(1:1)/AS3(1:1)	371 ± 53	346 ± 41	(222) 76.2 (200) 44.9
BS4(2:1)/AS4(2:1)	492 ± 60	375 ± 63	(222) 17.7 (110) 30.6
BS5(1:2)/AS5(1:2)	348 ± 71	339 ± 43	(111) 7.8

4.2.3 ผลการตรวจวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบทางเคมีบริเวณพื้นผิวด้วยเทคนิค XPS

จากการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและเลขออกซิเดชันด้วยเทคนิค XPS ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ประดิษฐ์ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงร่วมกับการแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอนดังที่กล่าวมาแล้ว จากภาพประกอบที่ 4.10 แสดงสเปกตรัมอะตอมของธาตุและค่าพลังงานยึดเหนี่ยว บ่งบอกถึงการมีอยู่ของธาตุต่างๆ บริเวณพื้นผิวในตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ในภาพประกอบที่ 4.10 (a) แสดงสเปกตรัมอะตอมของธาตุต่างๆ ในตัวอย่าง AS1 ประกอบด้วย In O และ C คิดเป็นร้อยละ 1.78 13.13 และ 85.09 ตามลำดับ ภาพประกอบที่ 4.10 (b) แสดงสเปกตรัมอะตอมของธาตุในตัวอย่าง AS2 ประกอบด้วย Ni O และ C คิดเป็นร้อยละ 4.68 13.89 และ 81.43 ตามลำดับ และเมื่อพิจารณาองค์ประกอบของธาตุในตัวอย่าง AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.10 (c) (d) และ (e) ตามลำดับ ประกอบด้วยอะตอมของธาตุ In คิดเป็นร้อยละ 1.23 1.63 และ 2.37 อะตอมของธาตุ Ni คิดเป็นร้อยละ 1.37 0.12 และ 2.98 อะตอมของธาตุ O คิดเป็นร้อยละ 6.1 11.26.1 และ 12.13 และอะตอมของธาตุ C คิดเป็นร้อยละ 90.79 87.0 และ 82.52 ตามลำดับ ซึ่งองค์ประกอบของธาตุในตัวอย่างแสดงดังตารางที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าทั้ง 5 ตัวอย่างบ่งบอกถึงปริมาณการมีอยู่ของธาตุคาร์บอนในปริมาณที่สูงซึ่งเป็นอีกหนึ่ง

บทบาทที่มีผลต่อค่าการเก็บประจุไฟฟ้าในตัวอย่าง เมื่อฟิตสเปกตรัมช่วงแคบด้วยฟังก์ชันเกาส์เซียนของอะตอม In 3d ในตัวอย่าง AS1 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.11 ซึ่งสเปกตรัมของ In 3d เกิดสปีนของออร์บิทัล (spin-orbital) 5/2 และ 3/2 โดยในตัวอย่าง AS1 โดย In 3d_{5/2} และ In 3d_{3/2} ปรากฏตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) ที่ 445.1 และ 452.6 eV ตามลำดับ แสดงว่าตัวอย่าง เป็นอินเดียมที่มีเลขออกซิเดชันเป็น In³⁺ ซึ่งอยู่ในสารประกอบ In₂O₃ (Du *et al.*, 2007; Wang *et al.*, 2016) หรือ In(OH)₃ (Peisert *et al.*, 1997) โดยเมื่อเปรียบเทียบกับ In 3d_{5/2} ใน In₂O₃ บริสุทธิ์ อยู่ตำแหน่ง 444.1 - 444.7 eV (Meng *et al.*, 2014; Chen *et al.*, 2017) จะเห็นว่าตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว มีการเลื่อนไปทางค่าพลังงานที่สูง ซึ่งเป็นผลจากสภาพแวดล้อมที่ต่างกันในสารประกอบ (Xing *et al.*, 2015) ในการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าเกิดเฟสโครงสร้างของ In ซึ่งอาจเป็นผลให้มีการเลื่อนไปของตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวที่สูงขึ้นนี้ เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของ In 3d ในตัวอย่าง AS3(1:1) เกิดสปีนของออร์บิทัล 5/2 และ 3/2 ที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว ที่ 443.4 และ 451.0 eV ตามลำดับ บ่งชี้ถึงการมีอยู่ของ In⁰ (Zhang *et al.*, 2019) และตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 444.9 และ 452.5 eV บ่งชี้ถึงการมีอยู่ของ In³⁺ ซึ่งสอดคล้องกับผลจากการวิเคราะห์ด้วย XRD ที่เกิด เฟสของ In₂O₃ และ InNi ในโครงสร้างของตัวอย่าง เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของ In 3d ในตัวอย่าง AS4(2:1) เกิดสปีนของออร์บิทัล 5/2 และ 3/2 ที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว ที่ 445.1 และ 452.6 eV ตามลำดับ บ่งชี้ถึงการมีอยู่ของ In³⁺ ใน In₂O₃ หรือ In(OH)₃ และในตัวอย่าง AS5(2:1) เกิดสปีนของออร์บิทัล 5/2 ที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 443.8 และ 444.9 eV และสปีนของออร์บิทัล 3/2 และตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 451.4 และ 452.5 eV ตามลำดับ บ่งชี้ถึงการมีอยู่ของ In⁰ และ In³⁺ ใน In₂O₃ หรือ In(OH)₃ (Yang *et al.*, 2019)

เมื่อฟิตสเปกตรัมช่วงแคบของ Ni 2p ในตัวอย่าง AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.12 สเปกตรัมของ Ni 2p เกิดสปีนของออร์บิทัล 3/2 และ 1/2 ในตัวอย่าง AS2 โดย Ni 2p_{3/2} และ Ni 2p_{1/2} ปรากฏตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวที่ 854.8 และ 872.4 eV ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างเป็นนิกเกิลที่มีเลขออกซิเดชันเป็น Ni²⁺ จากรายงานวิจัยที่ผ่านมาตำแหน่งของ Ni 2p_{3/2} ของ NiO รายงานอยู่ในช่วง 854 - 854.7 eV (Oswald and Bruckner, 2003; Grosvenor *et al.*, 2006; Weidler *et al.*, 2017; Ekerenam *et al.*, 2018) พลังงานยึดเหนี่ยวเกิดการเลื่อนไปอาจเป็นผลจากขนาดหรืออันตรกิริยาระหว่างพื้นผิว (Davidson *et al.*, 1996) นอกจากนี้จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD เกิด Ni ซึ่งอาจจะมีผลทำให้ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวมีการเลื่อนไป เมื่อพิจารณาตัวอย่าง AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) พบว่า Ni 2p_{3/2} แสดงสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 855.3 855.0 และ 854.5 eV ตามลำดับ Ni 2p_{1/2} แสดงสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 872.9 871.7 และ 871.7 eV ตามลำดับ บ่งชี้ว่านิกเกิลมีเลข

ออกซิเดชันเป็น Ni^{2+} ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวที่เลื่อนไปอาจเป็นผลจากการเกิดสารประกอบชั้นใน ตัวอย่างคือ InNi In_3Ni_2 และ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ ตามลำดับ

เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของ C1s ในตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.13 ในตัวอย่าง AS1 ประกอบด้วยพีกหลักที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 284.8 286.2 และ 288.7 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C-C /C-H C-O/C-OH และ C=O (Touihri *et al.*, 2012; Xian-Zhong *et al.*, 2014) ตามลำดับ ตำแหน่งพลังงาน 291.1 eV แสดงถึงตำแหน่งพีกของ graphitic shake-up บ่งบอกถึงความบ่งพร่องในโครงสร้างของวงแหวนคาร์บอนโดยที่อิเล็กตรอนมีการทรานซิชันจาก $\pi \rightarrow \pi^*$ (Xu *et al.*, 2011) ตัวอย่าง AS2 ประกอบด้วยตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 284.8 และ 285.9 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C-C /C-H และ C-N (Georgios & Wolfgang, 2010) ในตัวอย่าง AS3(1:1) แสดงสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 284.8 286.1 และ 287.9 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C-C /C-H C-O/C-OH และ C=O ในตัวอย่าง AS4(2:1) แสดงสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 284.8 286.3 และ 288.8 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C-C /C-H C-O/C-OH และ C=O และในตัวอย่าง AS5(1:2) แสดงสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 284.8 286.2 และ 288.5 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C-C /C-H C-O/C-OH และ C=O และในตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 290.8 eV แสดงถึงตำแหน่งพีกของ graphitic shake-up บ่งบอกถึงความบ่งพร่องในโครงสร้างของวงแหวนคาร์บอนโดยที่อิเล็กตรอนมีการทรานซิชันจาก $\pi \rightarrow \pi^*$ ซึ่งจากภาพประกอบที่ 4.13 ในทุกตัวอย่างพบว่าพื้นที่ใต้กราฟของพันธะของ C-C /C-H มีปริมาณมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับของพันธะอื่นๆ ซึ่งบ่งบอกถึงปริมาณของ C-C /C-H ที่มากในสารตัวอย่าง (Greczynski & Hultman, 2020)

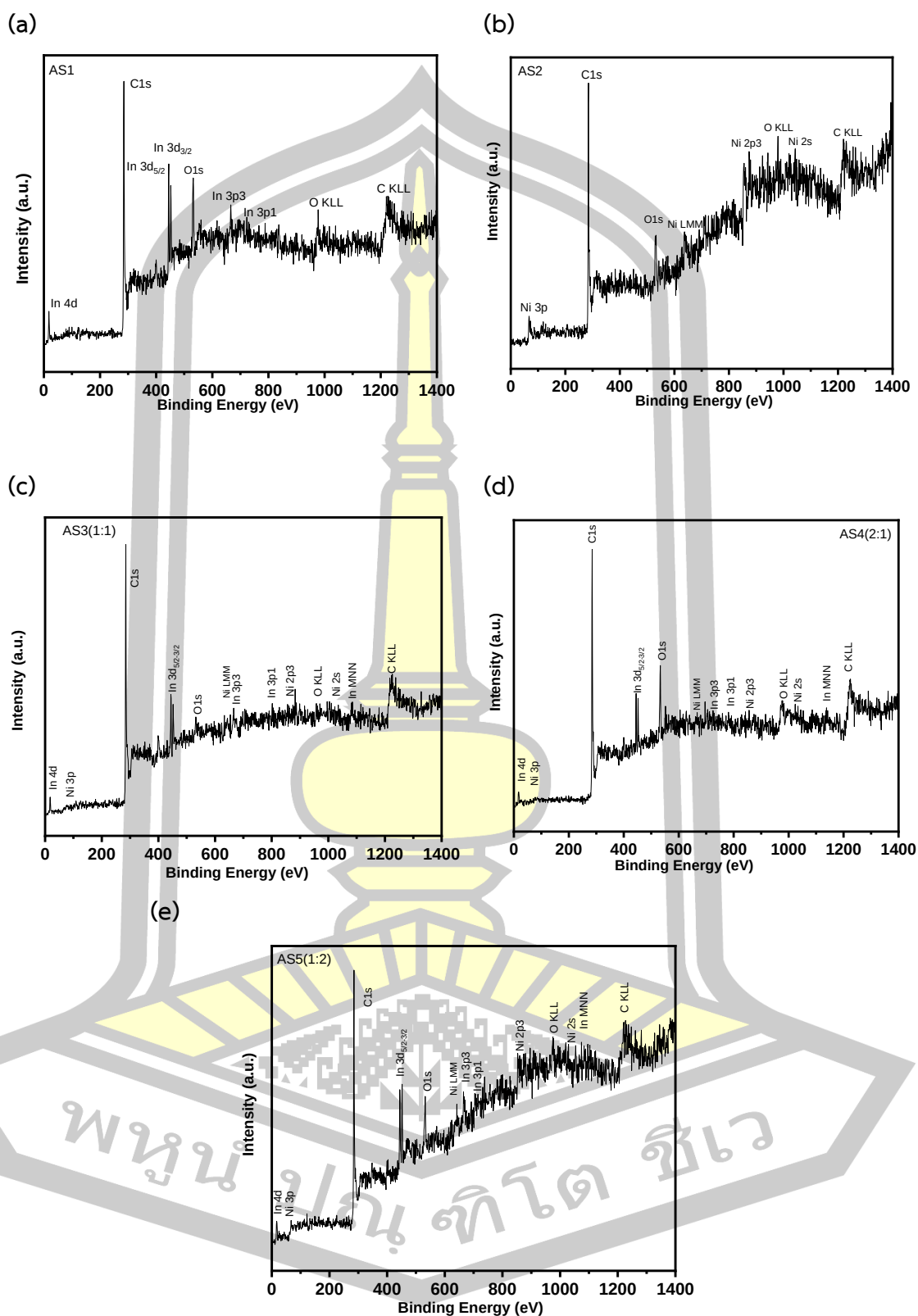
เมื่อพิจารณาสเปกตรัม O1s ในตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.14 ในตัวอย่าง AS1 ปรากฏลักษณะของสเปกตรัมหลักสามตำแหน่งคือที่พลังงานยึดเหนี่ยว 529.5 530.9 และ 532.4 eV โดยที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 529.5 eV บ่งบอกการมีอยู่ของไอออน O^{2-} ที่เกิดจากพันธะของ In-O ในโครงสร้าง In_2O_3 (Yan *et al.*, (2016) ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 530.9 eV บ่งบอกถึงพันธะของ O- และ O^{2-} บริเวณที่ขาดออกซิเจนหรือตำแหน่ง oxygen vacancies (Yang *et al.*, 2019) ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 532.4 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะของออกซิเจนกับหมู่ฟังก์ชัน OH^- บริเวณพื้นผิวของสารตัวอย่าง (Detweiler *et al.*, 2016) หรือตำแหน่งของ C=O (Yumak *et al.*, 2018)

ในตัวอย่าง AS2 แสดงสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 529.5 531.4 และ 533.2 eV โดยที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 529.5 eV บ่งบอกการมีอยู่ของไอออน O^{2-} ที่เกิดจากพันธะของ Ni-O ในโครงสร้าง NiO ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 531.4 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะของ Ni-O-H และ (Tahir *et al.*, 2016) ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 533.2 eV บ่งบอกการเกิดพันธะของ C-O-C

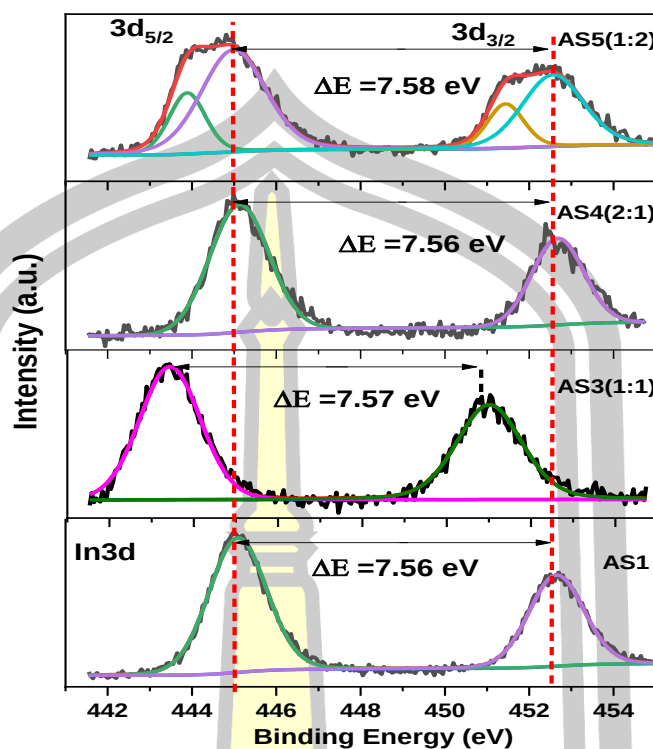
หรือ C-OH ซึ่งสัมพันธ์กับแลตทิซของออกซิเจน ใน O1s ตัวอย่าง AS3(1:1) แสดงสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 530.2 531.6 และ 532.8 eV โดยที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 530.2 eV บ่งบอกถึงพันธะของ O- และ O²⁻ บริเวณที่ขาดออกซิเจนหรือตำแหน่ง oxygen vacancies ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 531.6 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะของ metal carbonates ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 532.8 eV บ่งบอกถึงโลหะมีการดูดซับออกซิเจนกับกลุ่มไฮดรอกซิลบริเวณพื้นผิวของตัวอย่าง ซึ่งอาจจะเป็น In/Ni-OH ในตัวอย่าง AS4(2:1) แสดงสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 529.1 530.7 และ 532.0 eV โดยที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 529.1 eV บ่งบอกการมีอยู่ของไอออน O²⁻ ที่เกิดจากพันธะของ In/Ni-O ในโครงสร้าง In₂O₃/NiO ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 530.7 eV บ่งบอกถึงพันธะของ O- และ O²⁻ บริเวณที่ขาดออกซิเจนหรือตำแหน่ง oxygen vacancies ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 532.0 eV บ่งบอกถึงโลหะมีการดูดซับออกซิเจนกับกลุ่มไฮดรอกซิลบริเวณพื้นผิวของสารตัวอย่าง ซึ่งอาจจะเป็น In/Ni-OH ในตัวอย่าง AS5(1:2) แสดงสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 530.6 และ 532.6 eV บ่งบอกถึงพันธะของ O- และ O²⁻ บริเวณที่ขาดออกซิเจนหรือตำแหน่ง oxygen vacancies และแสดงถึงโลหะมีการดูดซับออกซิเจนกับกลุ่มไฮดรอกซิลบริเวณพื้นผิวของสารตัวอย่าง ซึ่งอาจจะเป็น In-OH ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ซึ่งเกิดโครงสร้างของ In₂O₃ ในสารตัวอย่าง

ตารางที่ 4.2 องค์ประกอบของธาตุของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2)

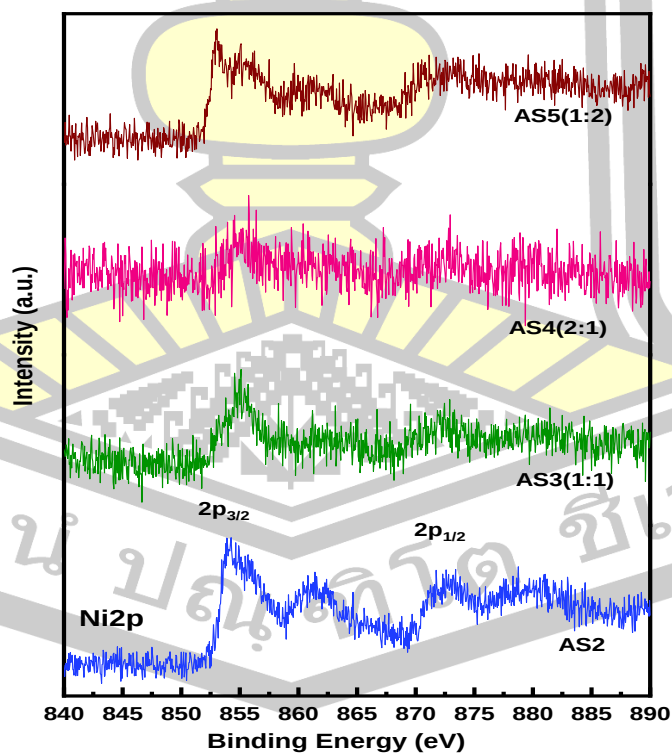
ตัวอย่าง	ปริมาณธาตุ (%)			
	C	O	In	Ni
AS1	85.09	13.13	1.78	-
AS2	81.43	13.89	-	4.68
AS3(1:1)	90.79	6.61	1.23	1.37
AS4(2:1)	84.5	14.39	1.07	0.05
AS5(1:2)	82.52	12.13	2.98	2.37



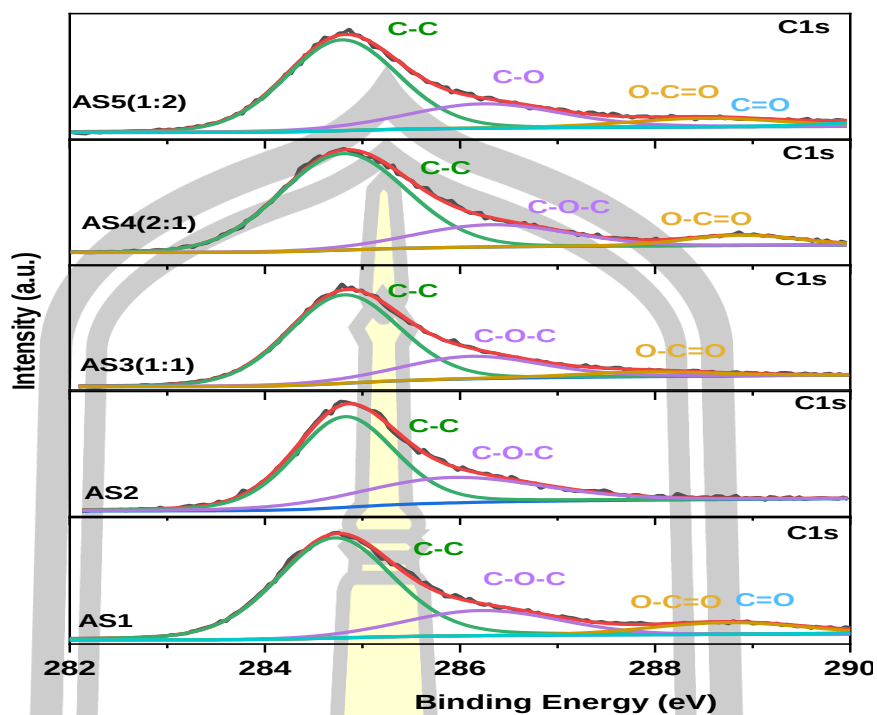
ภาพประกอบที่ 4.10 XPS สเปกตรัมช่วงกว้างแสดงธาตุองค์ประกอบในเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3 (1:1) AS4 (2:1) และ AS5(1:2)



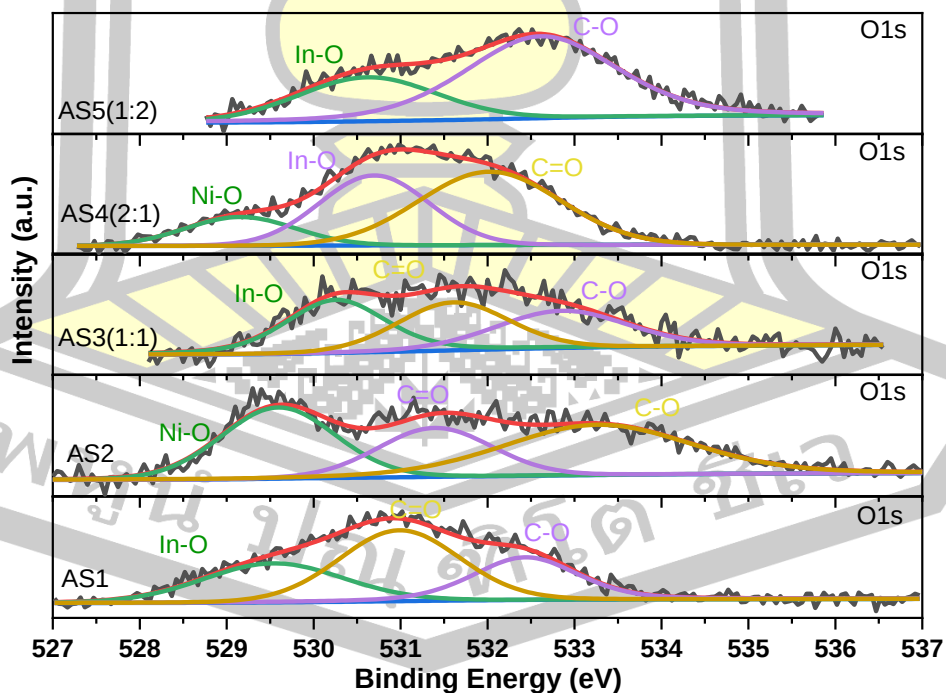
ภาพประกอบที่ 4.11 XPS สเปกตรัม In 3d ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2)



ภาพประกอบที่ 4.12 XPS สเปกตรัม Ni 2p ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2)



ภาพประกอบที่ 4.13 XPS สเปกตรัม C 1s ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2)



ภาพประกอบที่ 4.14 XPS สเปกตรัม O 1s ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2)

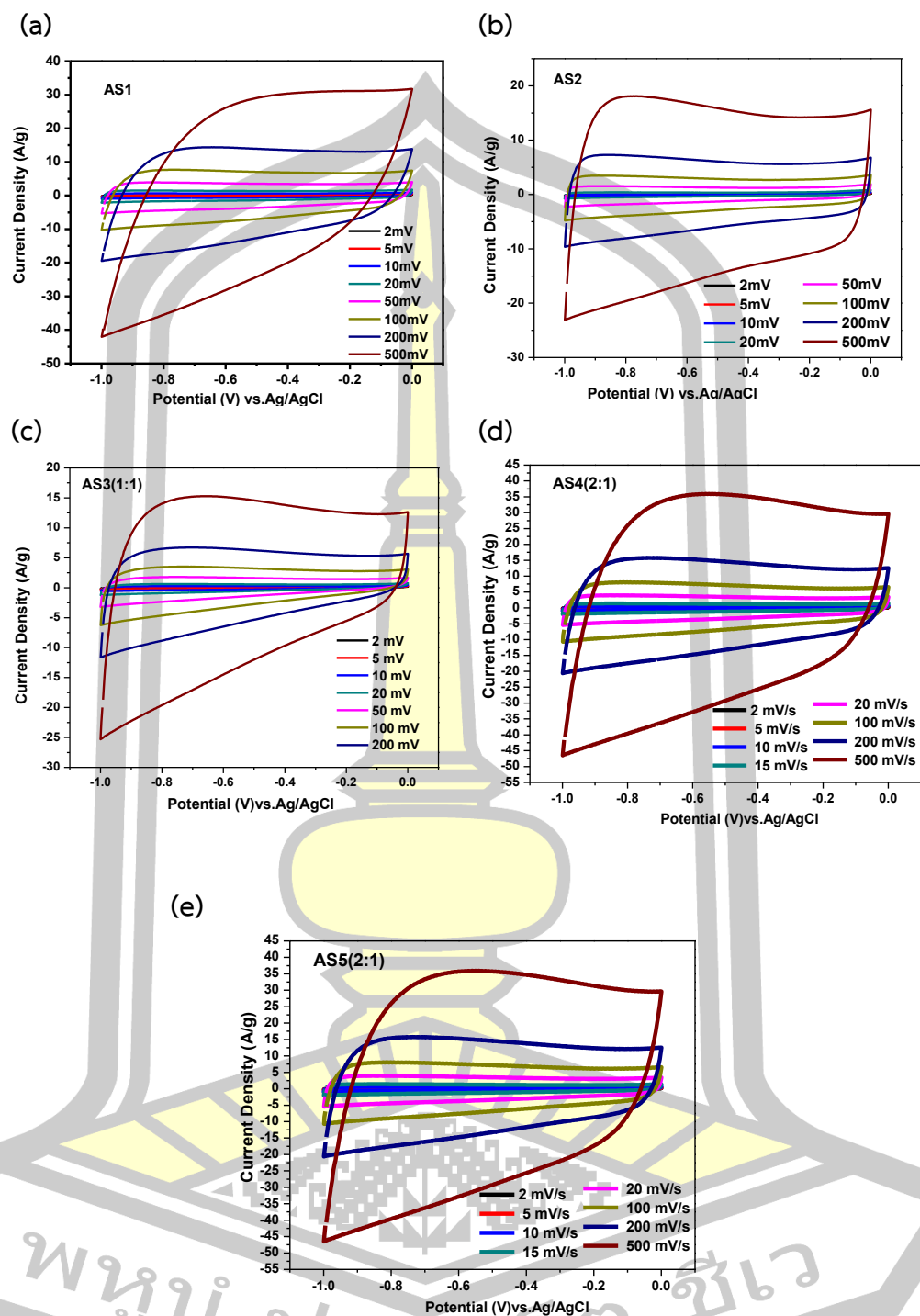
ตารางที่ 4.3 ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2)

ตัวอย่าง	C 1s				O 1s			In 3d				Ni 2p	
	พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)				พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)			พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)				พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)	
	พีค 1	พีค 2	พีค 3	พีค 4	พีค 1	พีค 2	พีค 3	พีค 1	พีค 2	พีค 3	พีค 4	พีค 1	พีค 2
AS1	284.7	286.2	288.7	291.1	529.5	530.9	532.4	445.0	452.6	-	-	-	-
AS2	284.8	285.9	-	-	529.5	531.4	533.2	-				854.8	872.4
AS3(1:1)	284.8	286.1	287.9	-	530.2	531.6	532.8	443.4	451.0	-	-	855.3	871.9
AS4(2:1)	284.8	286.3	288.8	-	529.1	530.7	532.0	445.1	452.6	-	-	855.0	871.7
AS5(1:2)	284.7	286.2	288.5	290.8	530.6	532.6	-	443.8	444.9	451.4	452.5	854.5	871.7

4.2.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV/GCD

ในการวิจัยนี้ทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้า ใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (CV) และเทคนิคการอัดประจุและคายประจุ (GCD) เพื่อศึกษาพฤติกรรมและอัตราการเกิดปฏิกิริยาของตัวอย่างและการวัดค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะจากการทดสอบซ้ำไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด รวมทั้งการทดสอบวงจรการใช้งานของซ้ำไฟฟ้าโดยการอัด-คายประจุ อย่างต่อเนื่องจำนวน 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแสเท่ากับ 5 A/g ในระบบซ้ำไฟฟ้า 3 ซ้ำ คือ 1) ซ้ำไฟฟ้าอ้างอิงเป็นซ้ำที่ใช้เทียบศักย์ไฟฟ้า สำหรับงานวิจัยนี้ใช้ซ้ำ Ag/AgCl 2) ซ้ำไฟฟ้าเคาน์เตอร์ เป็นซ้ำที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีครบวงจร ใช้เป็นขดลวดแพลตทินัม และ 3) ซ้ำไฟฟ้าทำงาน เป็นซ้ำไฟฟ้าตัวอย่างที่ต้องการทดสอบงานวิจัยนี้ใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 6 M ได้ผลการทดลองดังนี้

พูน ปณ สิโต ชีเว



ภาพประกอบที่ 4.15 กราฟ CV ของชีวไฟฟ้าประดิษฐ์ขึ้นจากวัสดุ (a) AS1 (b) AS2 (c) AS3(1:1) (d) AS4(2:1) และ (e) AS5(1:2) ที่อัตราสแกน 2 5 10 20 50 100 200 และ 500 mV/s

4.2.4.1 การทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV

วัสดุเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ที่ใช้พอลิเมอร์ PVP ถูกเตรียมขึ้นไฟฟ้าแบบง่าย เพื่อตรวจสอบพฤติกรรมและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในขึ้นไฟฟ้า จากความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ขึ้นไฟฟ้าทำงานกับความต่างศักย์เทียบกับศักย์ไฟฟ้าระหว่างขั้วแคโทดกับขั้วแอโนด ในการทดลองจะเพิ่มอัตราของความต่างศักย์ไฟฟ้าต่อเวลา (scan rate) แล้ววัดกระแสไฟฟ้าที่ค่าศักย์ต่างๆ ทำให้ได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (A/g) กับ ความต่างศักย์ (V) ดังภาพประกอบที่ 4.15 (a) ถึง (e) ซึ่งแสดงกราฟเส้นโค้ง CV ของขึ้นไฟฟ้าทำจากวัสดุตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2) ตามลำดับ ทดสอบที่อัตราการสแกน 2 5 10 20 50 100 200 และ 500 mV/s ใช้สารตั้งต้นเป็นอินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP วัดช่วงความต่างศักย์ -0.1 - 0.0 V จากกราฟ CV ของทั้ง 5 ตัวอย่าง สังเกตเห็นลักษณะของเส้นโค้ง CV มีรูปร่างเข้าใกล้สี่เหลี่ยมผืนผ้าแสดงถึงลักษณะทั่วไปของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLC (Li *et al.*, 2018) โดยกลไกการเก็บประจุคือไอออนของสารอิเล็กโทรไลต์จะถูกดูดซับและเก็บสะสมประจุบนพื้นผิวขึ้นไฟฟ้าที่ทำจากตัวอย่าง (Yan *et al.*, 2014) เส้นโค้ง CV ไม่พบพิกัดที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์เนื่องจากการเก็บสะสมประจุชนิดซูโดคาปซิเตอร์ อาจเป็นผลจากช่วงความต่างศักย์ที่ทดสอบไม่ได้อยู่ในช่วงการทำให้เกิดกระแสการแพร่ โดยจากการศึกษาของ Kumar และคณะ (2018) ช่วงการวัด In_2O_3 คือ 0 - 0.45 V เป็นต้น นอกจากนี้อาจจะเป็นผลเนื่องจากปริมาณของ In_2O_3 มีปริมาณที่น้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณของคาร์บอน โดยยืนยันจากผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิค XPS จึงทำให้พฤติกรรมของตัวอย่างแสดงกลไกการเก็บประจุแบบ EDLC ชัดเจน หรืออาจจะมีปฏิกิริยารีดอกซ์เกิดขึ้นในตัวอย่างเนื่องจาก In^0 และ In^{3+} แต่เป็นการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดการผันกลับอย่างรวดเร็วบริเวณพื้นผิวขนาดใหญ่ทำให้ไม่ปรากฏพิกัดของปฏิกิริยารีดอกซ์ (Lee *et al.*, 2016)

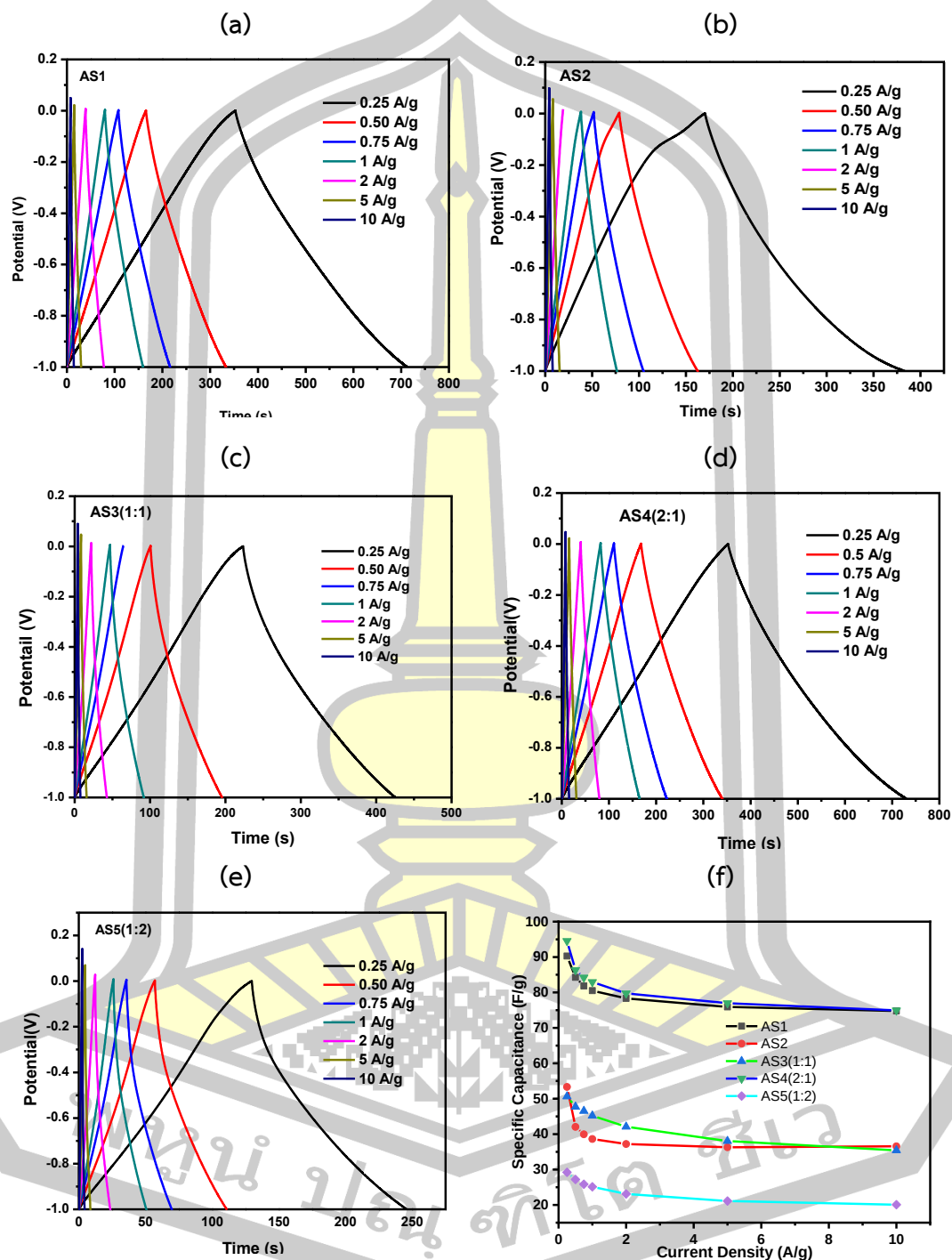
4.2.4.2 การทดสอบความสามารถการอัดและคายประจุด้วยเทคนิค GCD

ในการทดสอบการอัดและคายประจุของวัสดุตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.16 โดยทดสอบที่อัตราความหนาแน่นกระแส ตั้งแต่ 0.5–10 A/g พบว่าทุกตัวอย่างแสดงพฤติกรรมการอัดและคายประจุที่ไม่เป็นเส้นตรงที่สมมาตร ตามลักษณะทั่วไปของตัวเก็บประจุชนิด EDLC โดยพบว่าขึ้นไฟฟ้าจากตัวอย่าง AS4(2:1) ใช้เวลาในการคายประจุมากที่สุดในทุกๆ ความหนาแน่นกระแส แสดงถึงความสามารถในการเก็บประจุที่มากกว่า จากเส้นโค้งการคายประจุสามารถคำนวณความจุไฟฟ้าจำเพาะ ได้จากสมการที่ 3.10 โดยค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5 (1:2) เท่ากับ 80.51 38.62 45.20 82.93 25.12 F/g ตามลำดับ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g แสดงดังตารางที่ 4.4 และภาพประกอบที่ 4.16 (f) จากข้อมูลในทุกๆ ตัวอย่าง พบว่าความสามารถในการอัดและคายประจุ

ลดลง เมื่อความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น อาจเป็นผลจากเมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้นทำให้อัตราการอัดและคายประจุเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว เนื่องจากมีเวลาในการแพร่ของไอออนสั้นลง การแพร่ของไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์บนพื้นผิวขั้วไฟฟ้าจึงแพร่ได้เพียงเล็กน้อยและอยู่บนพื้นผิวชั้นนอกของขั้วไฟฟ้าเท่านั้น ดังนั้นจึงทำให้ความจุไฟฟ้าจำเพาะลดลง นอกจากนี้เมื่อพิจารณาที่ความหนาแน่นกระแสเดียวกันความจุไฟฟ้าจำเพาะของขั้วไฟฟ้าที่ใช้วัสดุเส้นใยนาโน AS4(2:1) ให้ค่าสูงสุดเท่ากับ 94.53 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 A/g อาจเป็นผลเนื่องจากเกิดโครงสร้างของ In_2O_3 และมีปริมาณของ Ni น้อย ในตัวอย่าง สอดคล้องกับการศึกษาของ Padmanathan และคณะ (Padmanathan *et al.*, 2016) ที่ใช้วัสดุทำขั้วจากวัสดุ 3D ของโครงสร้าง $\text{In}_2\text{O}_3/\text{NiO}$ (2:1) ให้ค่าความจุไฟฟ้าสูงสุดเท่ากับ 1096.8 F/g ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 A/g ด้วยเหตุนี้งานวิจัยนี้จึงเลือกสัดส่วนของ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 2:1 เพื่อนำไปคอมโพสิตกับสัณฐานของพอลิเมอร์ที่ให้ความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุดเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าให้ดียิ่งขึ้นซึ่งจะกล่าวในลำดับถัดไป

เมื่อทดสอบรอบอายุการใช้งานโดยวัดการอัดและคายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่องจำนวน 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g โดยเลือกทดสอบวัสดุ AS1 และ AS4(2:1) เนื่องจากเป็นเงื่อนไขที่ให้ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าค่อนข้างสูงเมื่อเปรียบเทียบกับอีก 3 ตัวอย่าง พบว่าหลังผ่านการอัดและคายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะของวัสดุ AS1 และ AS4(2:1) ลดลงเล็กน้อยจากค่าเริ่มต้น ลดเหลือ 97.32 และ 95.29% ตามลำดับ บ่งชี้ว่าวัสดุที่เตรียมสำหรับทำขั้วไฟฟ้ามีเสถียรภาพดีมาก แสดงกราฟดังภาพประกอบที่ 4.17 เมื่อพิจารณาความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานของทั้ง 5 ตัวอย่าง โดยคำนวณจากความจุไฟฟ้าจำเพาะที่ได้จากการคายประจุไฟฟ้าจากสมการที่ 3.12 และ 3.13 ตามลำดับ โดยความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g แสดงดังตารางที่ 4.5 เมื่อคำนวณความหนาแน่นพลังงานและกำลังงาน ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g แล้วนำมาเปรียบเทียบกับพล็อตของเรโกเน่ (Regone's plots) ของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานต่างๆ ได้แก่ ตัวเก็บประจุ ตัวเก็บประจุยิ่งยวด แบตเตอรี่ และเซลล์เชื้อเพลิง แสดงดังภาพประกอบที่ 4.18 พบว่าตัวอย่าง AS1 และ AS4(2:1) มีความหนาแน่นพลังงาน 9.63 - 13.09 Wh/kg อยู่ในช่วงทับซ้อนกันทั้งตัวเก็บประจุยิ่งยวดและแบตเตอรี่ ความหนาแน่นกำลัง 124.69 - 5071.00 W/kg ซึ่งสูงกว่าของทั้งตัวเก็บประจุยิ่งยวดและแบตเตอรี่ ซึ่งอาจจะเป็นผลของโครงสร้างที่โดดเด่นของ In_2O_3 ที่มีสมบัติทางเคมีไฟฟ้าดี เห็นจากมีการศึกษาเกี่ยวกับการนำไปใช้เป็นวัสดุทำขั้วแอโนดสำหรับแบตเตอรี่จำนวนมาก ((Zhang *et al.*, 2013) ส่วนตัวอย่าง AS2 AS3(1:1) และ AS5 (1:2) ความหนาแน่นพลังงานอยู่ในช่วง 3.04 - 7.39 Wh/kg และค่าความหนาแน่นกำลัง 124.59 - 5539.21 W/kg ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g ซึ่งอยู่ในช่วงของ

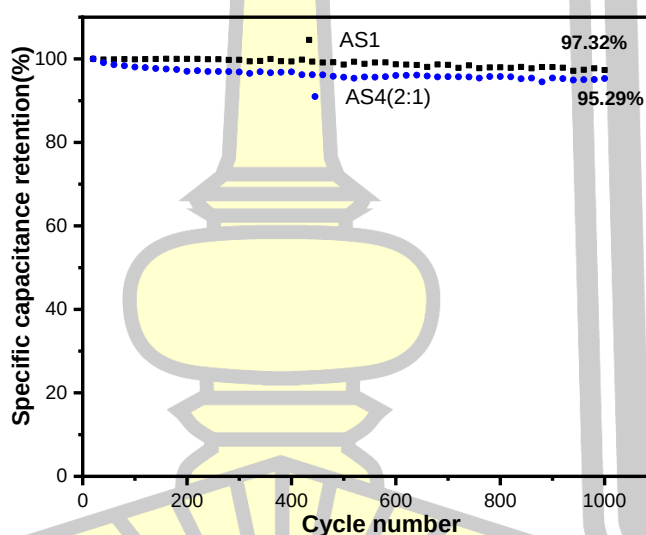
สมบัติของตัวเก็บประจุยิ่งยวด แสดงดังภาพประกอบที่ 4.18 ผลนี้ชี้ให้เห็นถึงวัสดุที่เตรียมได้มีความเหมาะสมสำหรับการนำไปใช้งานเป็นวัสดุทำขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดและแบตเตอรี่



ภาพประกอบที่ 4.16 กราฟการอัดและคายประจุของขั้วไฟฟ้าวัสดุ (a) AS1 (b) AS2 (c) AS3(1:1) (d) AS4(2:1) และ (e) AS5(1:2) ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ และ (f) ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของทั้ง 5 ตัวอย่าง

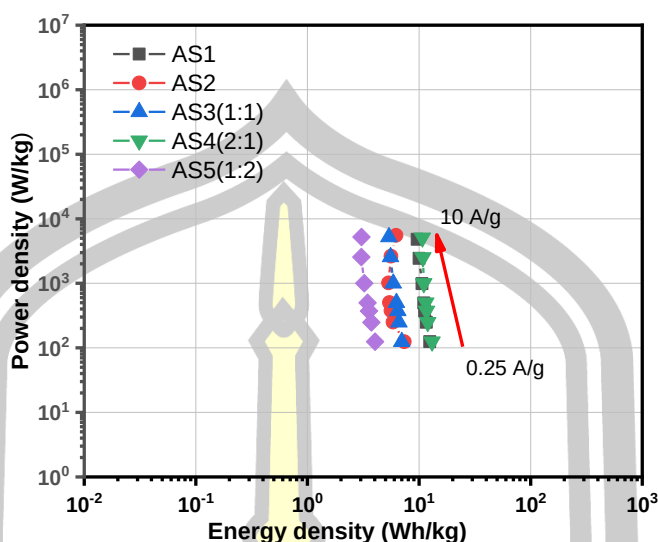
ตารางที่ 4.4 ความจุไฟฟ้าจำเพาะของขั้วไฟฟ้าตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g

ตัวอย่าง	ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ (F/g)						
	0.25 (A/g)	0.5 (A/g)	0.75 (A/g)	1 (A/g)	2 (A/g)	5 (A/g)	10 (A/g)
AS1	90.27	84.26	81.82	80.51	78.32	75.93	74.78
AS2	53.33	42.04	39.95	38.62	37.20	36.28	36.56
AS3(1:1)	50.62	47.73	46.55	45.20	42.08	38.04	35.42
AS4(2:1)	94.53	86.34	84.22	82.93	79.74	76.98	74.94
AS5(1:2)	29.22	27.19	25.86	25.12	23.12	21.10	20.08



ภาพประกอบที่ 4.17 ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าเส้นใย AS1 และ AS4(2:1) หลังการอัดและคายประจุ อย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g

พหุบัน ปณ จิต ชีเว



ภาพประกอบที่ 4.18 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงาน (E_s) กับความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ความหนาแน่นกระแส 0.25-10 A/g

ตารางที่ 4.5 ความหนาแน่นพลังงานและความหนาแน่นกำลังของวัสดุขั้วไฟฟ้าตัวอย่าง AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g

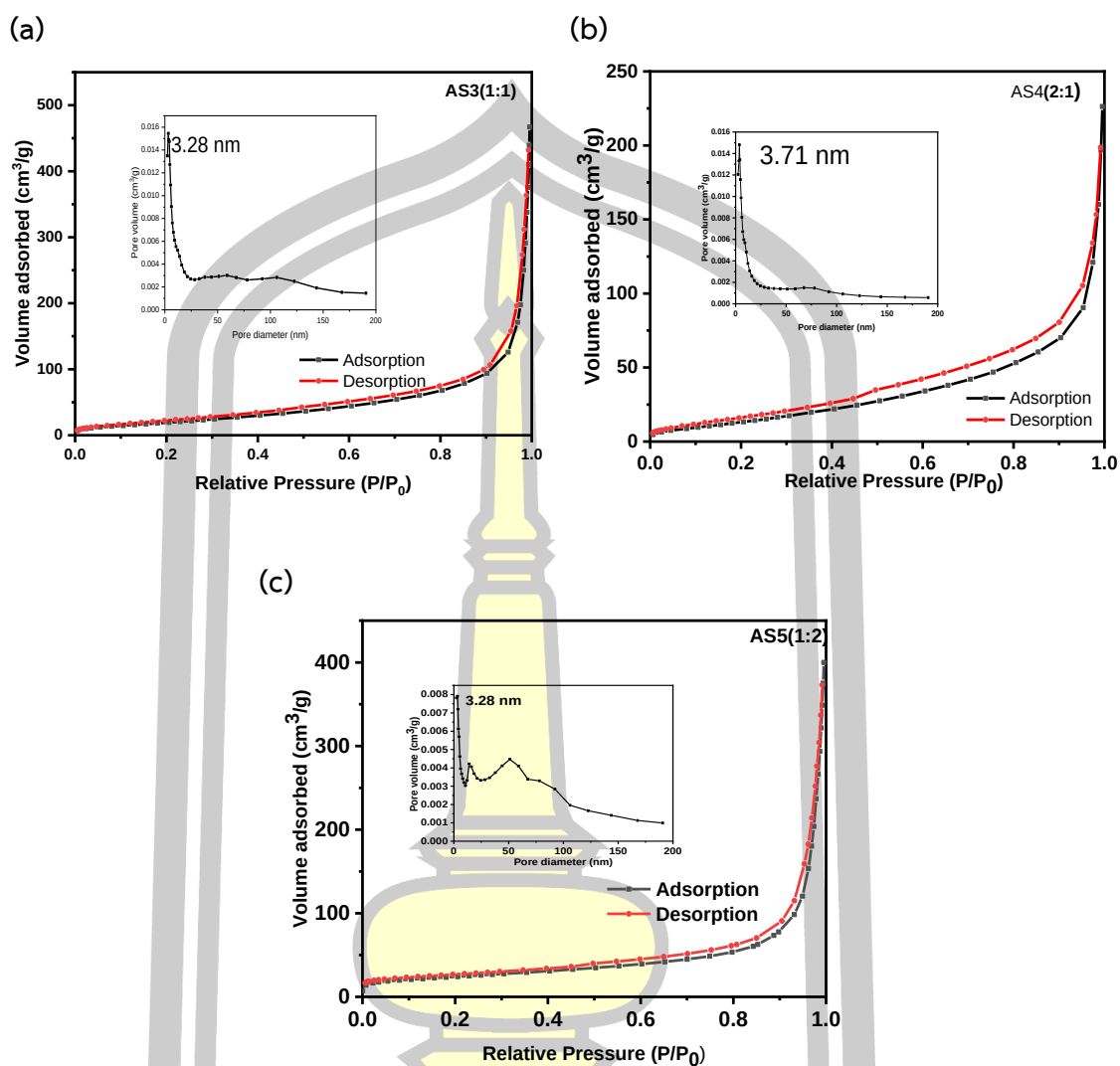
ตัวอย่าง	ความหนาแน่นพลังงาน (Wh/kg)	ความหนาแน่นกำลัง (W/kg)
AS1	11.0	496.8
AS2	5.4	503.0
AS3(1:1)	6.3	500.0
AS4(2:1)	11.5	499.8
AS5 (1:2)	3.5	497.6

4.2.5 ผลการตรวจสอบบริเวณพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนเฉลี่ย

การตรวจสอบบริเวณพื้นที่ผิวจำเพาะและการกระจายขนาดรูพรุนของวัสดุเส้นใยนาโน อาศัยการดูดซับ-คายซับก๊าซไนโตรเจน โดยทำการวัดที่อุณหภูมิ -196°C (Chen *et al.*, 2015) แล้วนำผลที่ได้ไปตรวจสอบลักษณะของเส้นโค้งไอโซเทอมซึ่งมีลักษณะ 6 แบบ ตาม IUPAC โดยแบ่งขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเป็น 3 ระดับคือ 1) น้อยกว่า 2 nm 2) อยู่ระหว่าง 2 - 50 nm และ 3) มากกว่า 50 nm เรียกว่า ไมโครพอร์ส เมโซพอร์ส และแมโครพอร์ส ตามลำดับ (Wacharasindhu *et al.*, 1998; Cychosz & Thommes, 2018) ในการหาขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะใช้วิธี Brunauer-

Emmett-Teller (BET) และลักษณะของรูพรุนบริเวณพื้นผิวตัวอย่างใช้วิธี Barrett-Joyner-Halenda (BJH) (Lee *et al.*, 2013) จากภาพประกอบที่ 4.19 (a) (b) และ (c) เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนและค่าความดันสัมพัทธ์ P/P_0 ของเส้นใยตัวอย่าง AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ตามลำดับ ซึ่งทั้งสามตัวอย่างแสดงลักษณะเส้นโค้งไอโซเทอมชนิด III และ IV (type III+ type IV) ตามประเภทไอโซเทอมของ IUPAC ซึ่งลักษณะเส้นโค้งแบบที่ III มีลักษณะเป็นรูปตัว J คือ มีแรงดึงดูดระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับน้อย แรงดึงดูดระหว่างตัวดูดซับด้วยกันมีค่อนข้างน้อย ส่วนแบบที่ IV บ่งบอกถึงวัสดุมีรูพรุนขนาดมีโซพอร์ส ตัวอย่าง AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) มีขนาดรูพรุนมากที่สุดเท่ากับ 3.28 3.71 และ 3.28 nm ตามลำดับ เมื่อพิจารณาขนาดรูพรุนของตัวอย่าง AS5(1:2) คือ สัดส่วนอินเดียมไนเตรท/นิกเกิลไนเตรท สัดส่วน 1:2 ตรวจพบรูพรุนขนาดใหญ่ที่เป็นรูพรุนขนาดมากกว่า 50 nm หรือแมโครพอร์ส โดยการกระจายของขนาดรูพรุนแสดงดังภาพแทรกในภาพประกอบที่ 4.19 (c) ซึ่งสันนิษฐานว่าเกิดจากรูพรุนของ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ หรือ In_2O_3 เกิดการเกาะกลุ่มจับตัวกันของอนุภาคนาโนขนาดเล็กที่มีความไม่เป็นระเบียบทำให้เกิดรูพรุนขนาดเล็กขึ้น เมื่อปริมาณอินเดียมไนเตรทเพิ่มขึ้นคือในตัวอย่าง AS(2:1) พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะลดลงและน้อยที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับ 3 สัดส่วนโดยมีค่าเท่ากับ $52.619 \text{ m}^2/\text{g}$ อาจเป็นผลจากตัวอย่างมีขนาดปริมาตรรูพรุนรวมน้อยที่สุดคือเท่ากับ $0.286 \text{ cm}^3/\text{g}$ และเมื่อปริมาณนิกเกิลไนเตรทเพิ่มขึ้นในตัวอย่าง AS5(1:2) ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะเพิ่มขึ้นเล็กน้อยจาก 79.674 เป็น $84.393 \text{ m}^2/\text{g}$ โดยทั่วไปแล้วการที่วัสดุมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงสามารถช่วยอำนวยความสะดวกในการถ่ายโอนประจุระหว่างสารละลายอิเล็กโทรไลต์และพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าในตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้ดี จึงส่งผลให้ขั้วไฟฟ้ามีความจุไฟฟ้าจำเพาะสูง ดังจะเห็นจากรายงานของ Zhang และคณะ (2015) พบว่าวัสดุ $\text{In}_2\text{O}_3/\text{C}$ ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะมากมีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงที่สุด แต่ในงานวิจัยนี้พบว่าตัวอย่าง AS(2:1) มีพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยที่สุดแต่ให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงที่สุด สันนิษฐานว่าอาจเกิดจากตัวอย่างมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยเล็กที่สุดเท่ากับ 21.178 nm เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างอื่นๆ ทำให้มีผลต่อการถ่ายโอนไอออนระหว่างพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าและสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ข้อมูลที่เกี่ยวกับพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนแสดงดังตารางที่ 4.6

พูน บณ สิโต ชเว



ภาพประกอบที่ 4.19 ไอโซเทอมการดูดซับไนโตรเจนและการกระจายตัวขนาดรูพรุน (แพรก) ของเส้นใยนาโน (a) AS3(1:1) (b) AS4(2:1) และ (c) AS5(1:2)

พหุบัน ปณ กิตโต ชีเว

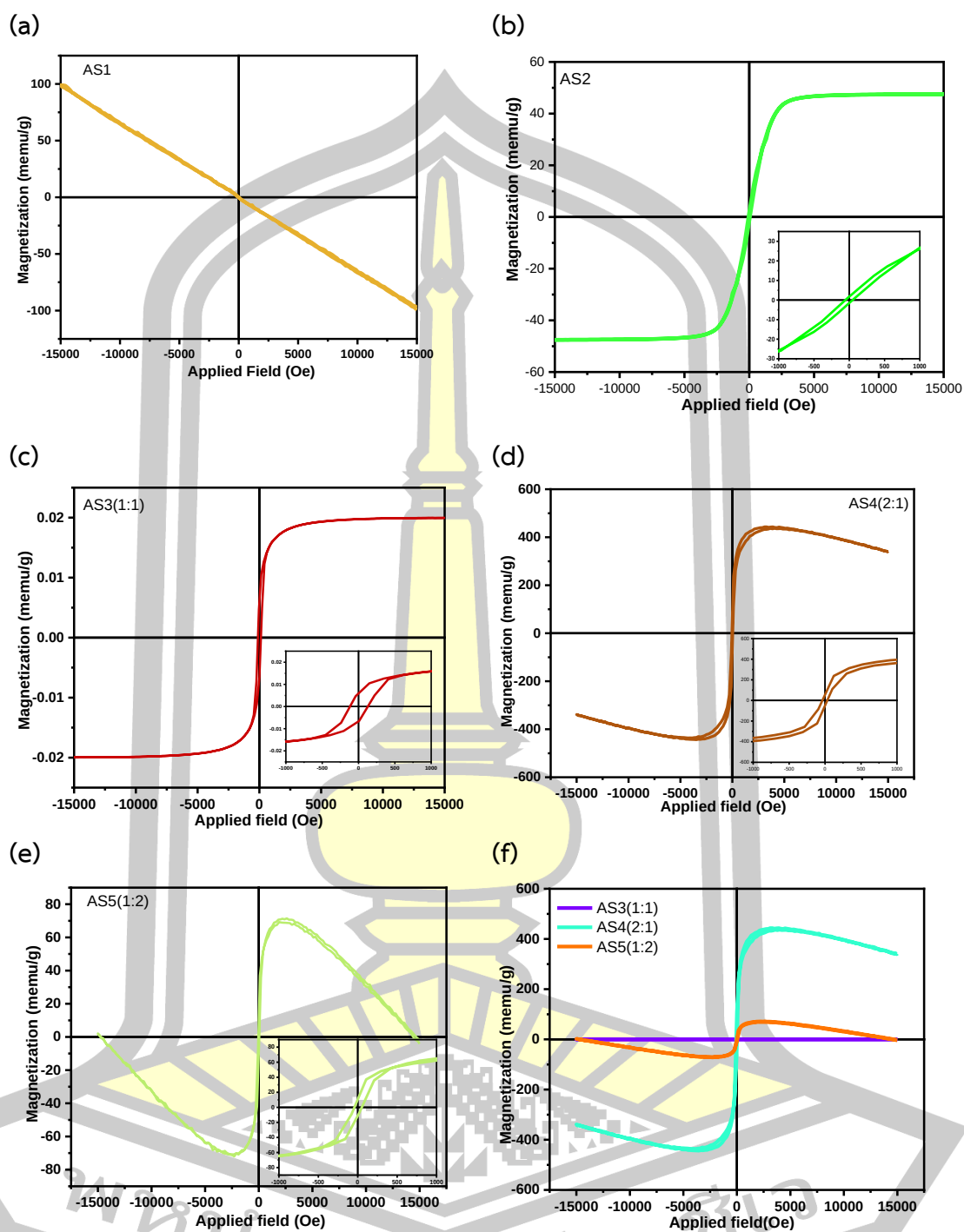
ตารางที่ 4.6 พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย (D) ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย (V) และความจุไฟฟ้าจำเพาะ (C_s) เมื่อปริมาณไนเตรทแตกต่างกัน ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g

ตัวอย่าง	S_{BET} (m^2/g)	D_{max} (nm)	D_{av} (nm)	V_{total} (cm^3/g)	Isotherm type	C_s (F/g)
AS3(1:1)	79.674	3.28	26.77	0.5334	III+IV	45.20
AS4(2:1)	52.619	3.71	21.178	0.2786	III+IV	82.93
AS5(1:2)	84.393	3.28	24.044	0.5073	III+IV	25.12

4.2.6 ผลการตรวจสอบสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM

การศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กของเส้นใยนาโน AS1 AS2 AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2) ด้วยเทคนิค VSM โดยวัดการเปลี่ยนแปลงแมกนีไทเซชัน (M) เมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก (H) ± 15 kOe ที่อุณหภูมิห้อง จากภาพประกอบที่ 4.20 (a) แสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กของตัวอย่าง AS1 ที่ใช้สารตั้งต้นอินเดียมไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP เมื่อผ่านการแคลไซน์เกิดเป็นโครงสร้างของเส้นใยวัสดุผสม In_2O_3 -In ซึ่งแสดงพฤติกรรมของแม่เหล็กไดอะ เนื่องจากไอออน In มีสถานะออกซิเดชัน +3 มีการจัดเรียงอิเล็กตรอนในชั้นออร์บิทัล d^{10} ซึ่งอิเล็กตรอนมีการจับคู่กันทั้งหมด เมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอกทำให้เกิดการเหนี่ยวนำทำให้อิเล็กตรอนจัดเรียงตัวในลักษณะที่ทำให้เกิดโมเมนต์แม่เหล็กรวมในทิศตรงข้ามกับสนามแม่เหล็กภายนอก จึงแสดงพฤติกรรมของแม่เหล็กไดอะออกมา (Wongsaprom *et al.*, 2017) ในภาพประกอบที่ 4.20 (b) แสดงพฤติกรรมของแม่เหล็กตัวอย่าง AS2 เตรียมโดยใช้สารตั้งต้นนิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP หลังจากผ่านการแคลไซน์เกิดเป็นโครงสร้างเส้นใยวัสดุผสม Ni-NiO พบว่าตัวอย่างแสดงพฤติกรรมของแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อน มีค่าแมกนีไทเซชันอิ่มตัว เท่ากับ 24.22 memu/g เมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก 872.7 Oe ซึ่งเป็นผลจากไอออนของ Ni ที่มีสถานะออกซิเดชัน +2 มีการจัดเรียงอิเล็กตรอนในชั้นออร์บิทัล d^8 ซึ่งมีอิเล็กตรอนเดียวที่มีการจับคู่กันไม่ครบ ทำให้แสดงพฤติกรรมเป็นแม่เหล็กเฟอร์โร ส่วนสารประกอบ NiO ซึ่งมีพฤติกรรมของแม่เหล็กแอนติเฟอร์โร ดังนั้นในตัวอย่างประกอบด้วยโครงสร้าง Ni ที่มากกว่า ซึ่งยืนยันจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ทำให้ตัวอย่างแสดงความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โร เมื่อเตรียมตัวอย่างจากอินเดียมไนเตรทและนิกเกิลไนเตรทผสมกันในสัดส่วน 1:1 คือตัวอย่าง AS3(1:1) หลังการแคลไซน์ วัสดุยังแสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อนที่อุณหภูมิห้องซึ่งแสดงวงฮิสเทอรีซิส ดังภาพประกอบที่ 4.20 (c) โดยมีค่าแมกนีไทเซชันอิ่มตัว เท่ากับ 0.015 memu/g เมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก 660.28 Oe ตามลำดับ ซึ่งความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรลดลงอาจจะเป็นผลจากที่มีโครงสร้าง In_2O_3 ซึ่งแสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กไดอะทำให้เกิดการหักล้างกัน เมื่อเตรียม

ตัวอย่างจากการผสมอินเดียมไนเตรทและนิกเกิลไนเตรทในสัดส่วน 2:1 คือตัวอย่าง AS4(2:1) วัสดุแสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อนที่อุณหภูมิห้อง เมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอกน้อยกว่า 500 Oe ซึ่งแสดงวงฮิสเทอรีซิส ดังภาพประกอบที่ 4.20 (d) โดยค่าแมกนีไทเซชัน เท่ากับ 428.18 memu/g เมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก 1927.72 Oe ความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรเพิ่มขึ้น อาจเป็นผลจากการเกิดสารประกอบออกไซด์ที่มากกว่าและเกิดความบกพร่องในโครงสร้าง In_2O_3 คือการเกิดช่องว่างของออกซิเจน เนื่องจากระบวนการทางความร้อนและบรรยากาศที่ใช้ในการแคลไซน์ ส่งผลทำให้เกิดอันตรกิริยาแบบ bound magnetic polaron (BMP) ซึ่งเป็นอันตรกิริยาที่มีช่องว่างของออกซิเจนเป็นตัวกลางในการเกิดการคู่ควบกันแบบเฟอร์โรแมกเนติก โดยทั่วไปสารประกอบออกไซด์เมื่ออยู่ในสภาวะอุณหภูมิของกระบวนการเผาจะทำให้มีช่องว่างของออกซิเจนเกิดขึ้นที่พื้นผิวหน้าในโครงสร้างส่งผลต่อการแสดงความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรในตัวอย่าง นอกจากนี้ตัวอย่างแสดงสภาพแม่เหล็กไดอาเมื่อให้สนามแม่เหล็กสูงขึ้น อาจเป็นผลจาก In^{3+} มีการจัดเรียงอิเล็กตรอนในชั้นออร์บิทัล d^{10} อิเล็กตรอนมีการจับคู่กันไม่หมด และเมื่อปริมาณนิกเกิลไนเตรทเพิ่มขึ้นในสัดส่วน 1:2 คือตัวอย่างที่ AS5(1:2) วัสดุแสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรลดลงที่อุณหภูมิห้อง เมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอกต่ำกว่า 500 Oe มีค่าแมกนีไทเซชัน เท่ากับ 57.19 memu/g เมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก 662.10 Oe ตามลำดับ อาจเป็นผลจากการเกิดตำแหน่งช่องว่างออกซิเจนจากความไม่สมดุลของประจุ รวมทั้งผลจาก $\text{InNi}_3\text{Co}_{0.5}$ และเมื่อให้สนามสูงขึ้นตัวอย่างแสดงสภาพแม่เหล็กไดอา การเปลี่ยนแปลงของสนามแม่เหล็กต่อค่าแมกนีไทเซชัน แสดงดังภาพประกอบที่ 4.20 (e) ส่วนภาพประกอบที่ 4.20 (f) แสดงการเปรียบเทียบวงฮิสเทอรีซิสของตัวอย่าง AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2)



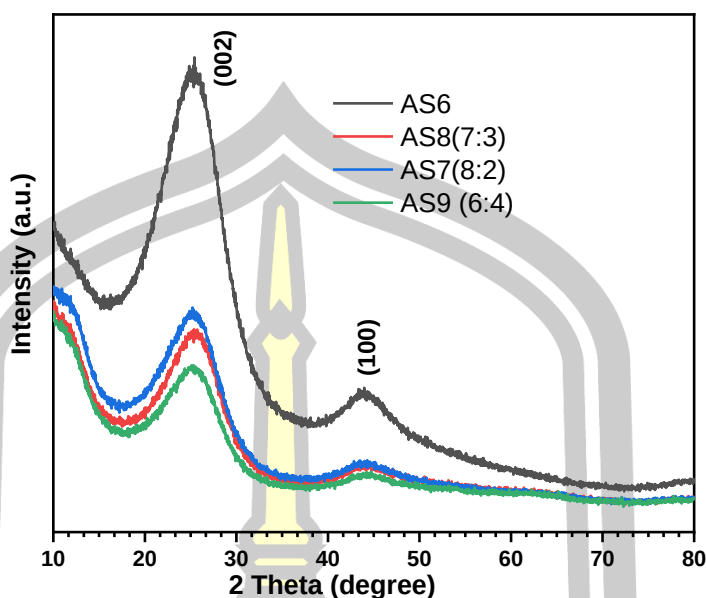
ภาพประกอบที่ 4.20 การเปลี่ยนแปลงแมกนีไทเซชันเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก (H-M) ที่อุณหภูมิห้องของเส้นใยนาโน (a) AS1 (b) AS2 (c) AS3(1:1) (d) AS4(2:1) (e) AS5(1:2) และ (f) เปรียบเทียบฮิสเตอร์ิซิสของตัวอย่าง AS3(1:1) AS4(2:1) และ AS5(1:2)

4.3 เส้นใยนาโนคาร์บอนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP

4.3.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค XRD

การเตรียมเส้นใยนาโนคาร์บอนโดยใช้พอลิเมอร์ PAN:PVP ในสัดส่วน 100:0 80:20 70:30 และ 60:40 โดยมวล จะใช้สัญลักษณ์สำหรับตัวอย่างก่อนแคลไซน์ คือ BS6 BS7(8:2) BS8(7:3) และ S9(6:4) และตัวอย่างหลังแคลไซน์ คือ AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ตามลำดับ จากการศึกษาลักษณะเฟสโครงสร้างของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 ที่เตรียมโดยพอลิเมอร์ PAN:PVP ในสัดส่วน 100:0 เมื่อตัวอย่างผ่านการแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนการทำให้เส้นใยคงตัว ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 280°C อัตรา $2^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ เฝ้าแช่นาน 2 ชั่วโมง ขั้นตอนที่สองคือกระบวนการคาร์บอนไนซ์ โดยให้ความร้อนต่อเนื่องไปจนถึงอุณหภูมิ 500°C ในแก๊สอาร์กอน อัตรา $2^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ ปริมาตร 250 ml และเฝ้าแช่นาน 2 ชั่วโมง และขั้นตอนสุดท้ายเป็นการกระตุ้นเส้นใยด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800°C นาน 30 นาที จากภาพประกอบที่ 4.21 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโนคาร์บอนของตัวอย่าง AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) พบพิคขนาดกว้างของแกรไฟต์ ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 75-1621 สอดคล้องกับระนาบ (002) และ (101) ที่มุม 2θ เท่ากับ 26° และ 44° ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัยของ (Gao *et al.*, 2011; Zhu *et al.*, 2016; Agyemang *et al.*, 2018) นอกจากนี้พบว่าเมื่อลดปริมาณพอลิเมอร์ PAN ความเข้มของเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโนคาร์บอนลดลง โดยสัดส่วนที่ต่ำสุดคือ PAN:PVP เท่ากับ 60:40 หรือตัวอย่าง AS9(6:4) อาจเป็นผลจากตัวอย่าง AS6 มีการเจริญเติบโตของผลึกที่มากกว่า ซึ่งคาดว่าอาจมาจากคาร์บอนที่ไม่ใช่กราฟิต (Hu *et al.*, 2015) ซึ่งสอดคล้องกับผลวิเคราะห์ด้วย Raman พบว่าสัดส่วน I_D/I_G ของ AS6 และ AS9(6:4) เท่ากับ 2.56 และ 1.94 ตามลำดับ

พหุบัน ปณ จิต ชีเว



ภาพประกอบที่ 4.21 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4)

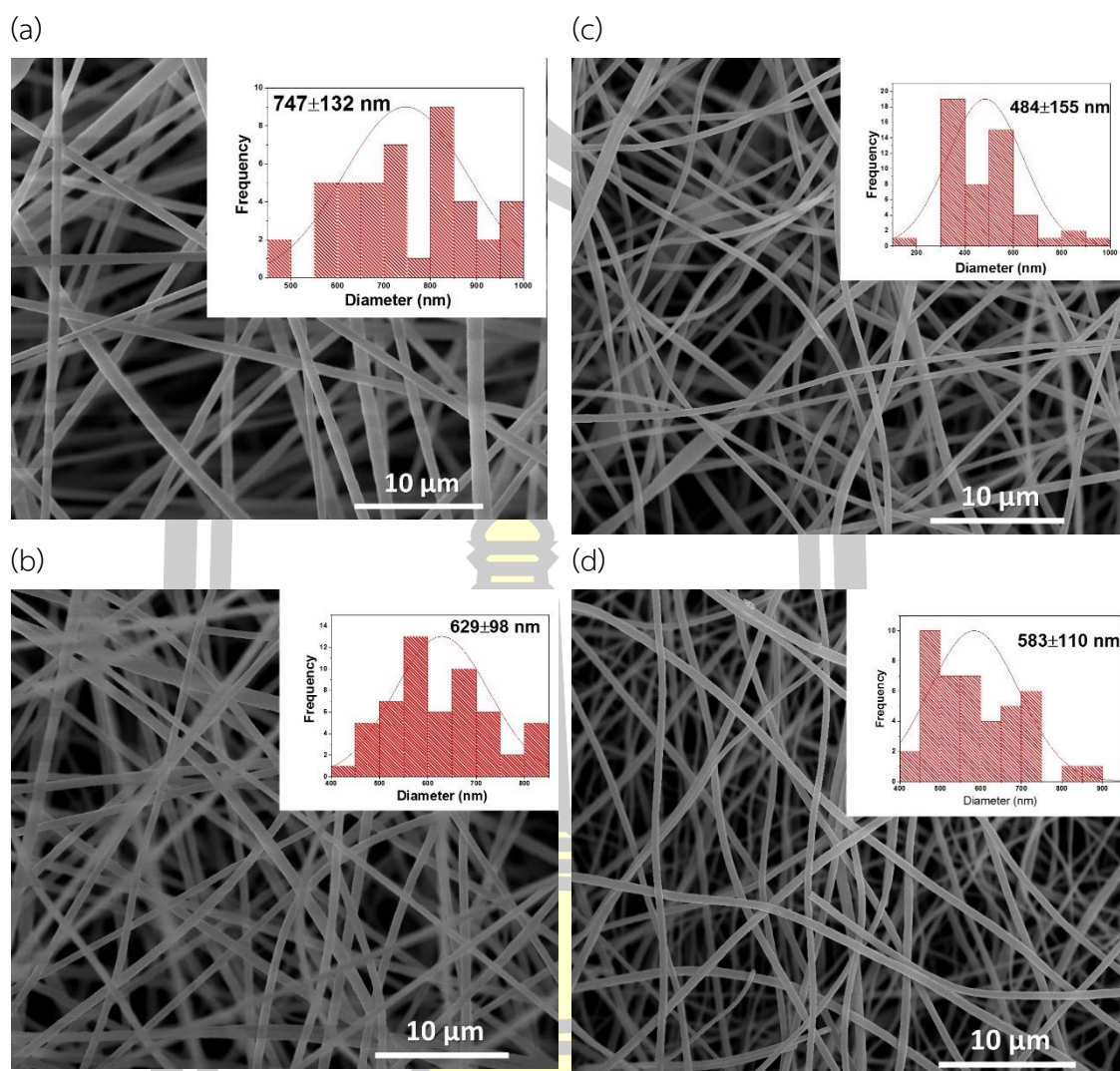
4.3.2 ผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค FE-SEM

การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาและรูปร่างของเส้นใยนาโนคาร์บอนของตัวอย่างก่อนแคลไซน์ คือ BS6 BS7(8:2) BS8(7:3) และ BS9(6:4) และหลังแคลไซน์ คือ AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ตามลำดับ ด้วยเทคนิค FE-SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า ภาพประกอบที่ 4.22 (a) แสดงภาพ as-spun ของเส้นใยนาโน BS6 ซึ่งเตรียมด้วยพอลิเมอร์ PAN พบว่าลักษณะของพื้นผิวเรียบและมีการผสมกันของเส้นใยนาโนขนาดเล็กค่อนข้างสม่ำเสมอ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของ as-spun วัดด้วยการใช้ซอฟต์แวร์ Image J ประมาณ 746 ± 132 nm ภาพแทรกแสดงฮิสโตแกรมการกระจายตัวของขนาดเส้นใย เมื่อผ่านการแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอนคือ การรักษาเสถียรภาพของเส้นใยเพื่อให้ทนความร้อนได้เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 280°C อัตรา $2^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$ ในอากาศนาน 2 ชั่วโมง ขั้นตอนที่สองเป็นกระบวนการคาร์บอนไนซ์ โดยให้ความร้อนต่อเนื่องไปจนถึงอุณหภูมิ 500°C ในแก๊สอาร์กอน เผาแช่ 2 ชั่วโมง และขั้นตอนสุดท้ายคือการกระตุ้นเส้นใยนาโนด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800°C นาน 30 นาที แสดงดังภาพประกอบที่ 4.22 (c) เส้นใยมีลักษณะเป็นทรงกระบอกขนาดเล็ก ค่อนข้างสม่ำเสมอ ขนาดเล็กลง โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 484 ± 155 nm ขนาดของเส้นใยค่อนข้างการกระจายตัว จากภาพประกอบที่ 4.22 (b) แสดงเส้นใย as-spun ของตัวอย่าง BS7(8:2) เตรียมจาก PAN/PVP สัดส่วน 80:20 โดยน้ำหนัก เส้นใยมีรูปร่างทรงกระบอกค่อนข้างเล็ก ขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอ เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 629 ± 98 nm และหลังการแคลไซน์ เส้นใย AS7(8:2) มีขนาดเล็กลงเล็กน้อย โดยขนาดเส้นผ่าน

ศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 583 ± 111 nm ในภาพประกอบที่ 4.23 (a) และ (b) แสดงลักษณะของเส้นใย as-spun ของตัวอย่าง BS8 (7:3) และ BS9 (6:4) เตรียมเส้นใยจาก PAN/PVP สัดส่วน 70:30 และ 60:40 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ เส้นใยมีรูปร่างคล้ายทรงกระบอกและผสานเข้าด้วยกันเป็นตาข่าย ลักษณะของพื้นผิวเรียบ ขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอและมีการผสมกันของเส้นใยขนาดใหญ่และขนาดเล็ก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 498 ± 110 และ 515 ± 125 nm ตามลำดับ และหลังการแคลไซน์เส้นใยมีขนาดเล็กลง ลักษณะของเส้นใย AS8 (7:3) และ AS9(6:4) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.23 (c) และ (d) ตามลำดับ โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 440 ± 63 และ 340 ± 60 nm ตามลำดับ จากข้อสังเกตพบว่าแนวโน้มของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยมีขนาดเล็กลงเมื่อปริมาณสัดส่วน PVP เพิ่มขึ้น อาจเป็นผลเนื่องจากการสลายตัวของปริมาณ PVP ที่มากกว่า โดยขนาดเส้นใยนาโนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเล็กที่สุดเท่ากับ 340 nm ที่สัดส่วนของ PAN:PVP เท่ากับ 60:40 เนื่องจากจุดเดือดของพอลิเมอร์ PVP มีค่าต่ำกว่า PAN แต่จากการรายงานของ Lv และคณะ (2018) พบว่าขนาดเส้นใยจะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อปริมาณของ PVP เพิ่มขึ้น อาจเกิดจากอุณหภูมิในการแคลไซน์ที่ต่ำคือระหว่าง 200 - 600 °C ทำให้ปริมาณ PVP ไม่สามารถหลุดออกได้แต่หลอมรวมเป็นเส้นที่มีขนาดใหญ่ขึ้น เกิดการเชื่อมกัน (interconnected fibers) ของเส้นใย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยก่อนและหลังแคลไซน์ แสดงดังตารางที่ 4.7

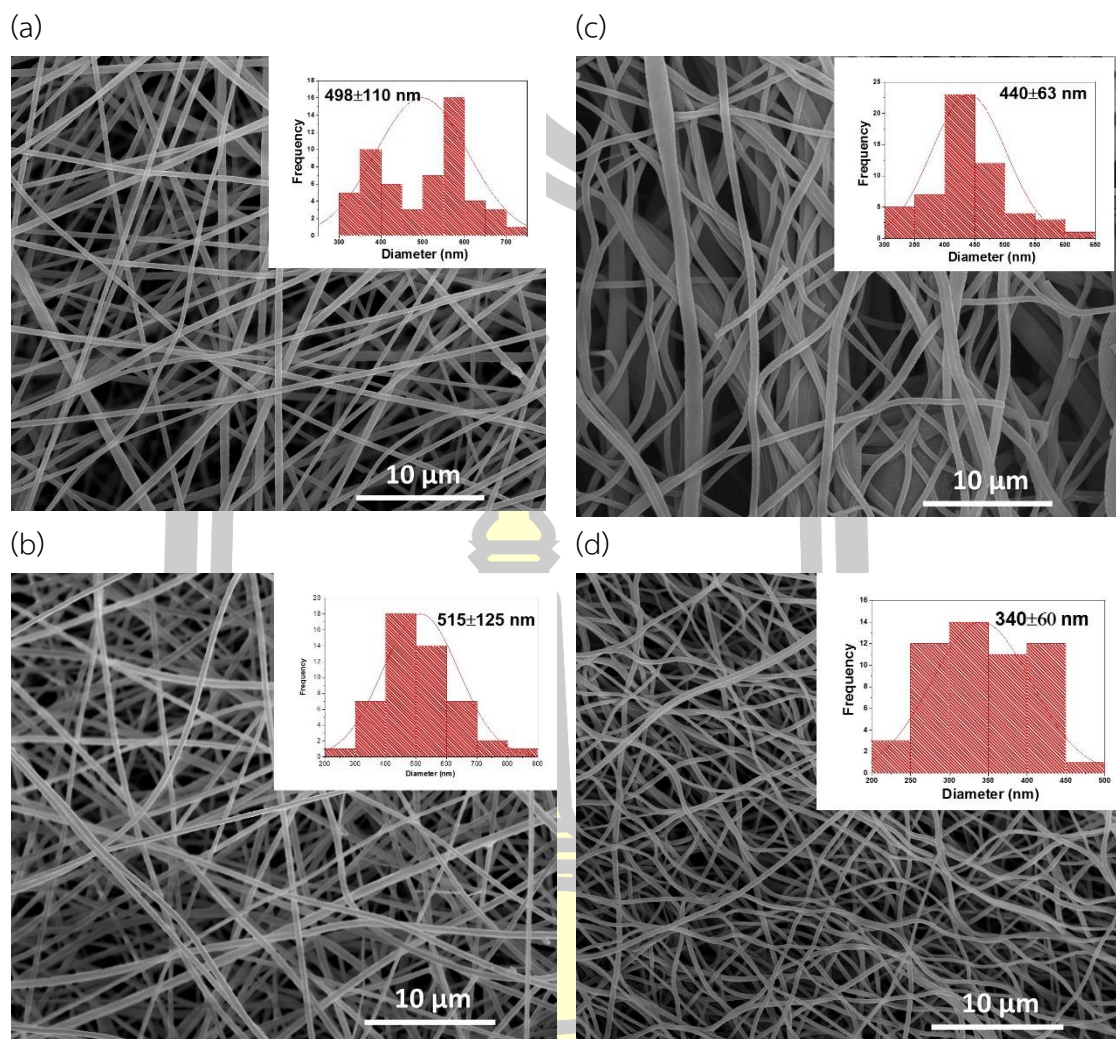
ตารางที่ 4.7 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยก่อนและหลังแคลไซน์เมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP

ตัวอย่าง	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	
	as-spun	แคลไซน์
BS6/AS6	746 ± 132	484 ± 155
BS7(8:2)/AS7(8:2)	629 ± 98	583 ± 111
BS8(7:3)/AS8(7:3)	498 ± 110	440 ± 63
BS9(6:4)/AS9(6:4)	515 ± 125	340 ± 60



ภาพประกอบที่ 4.22 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใย ก่อนแคลไซน์ (a) BS6 และ (b) BS7(8:2)) และหลังแคลไซน์ (c) AS6 และ (d) AS7(8:2) ตามลำดับ กำลังขยาย 5000 เท่า

พหุ ประถมศึกษา

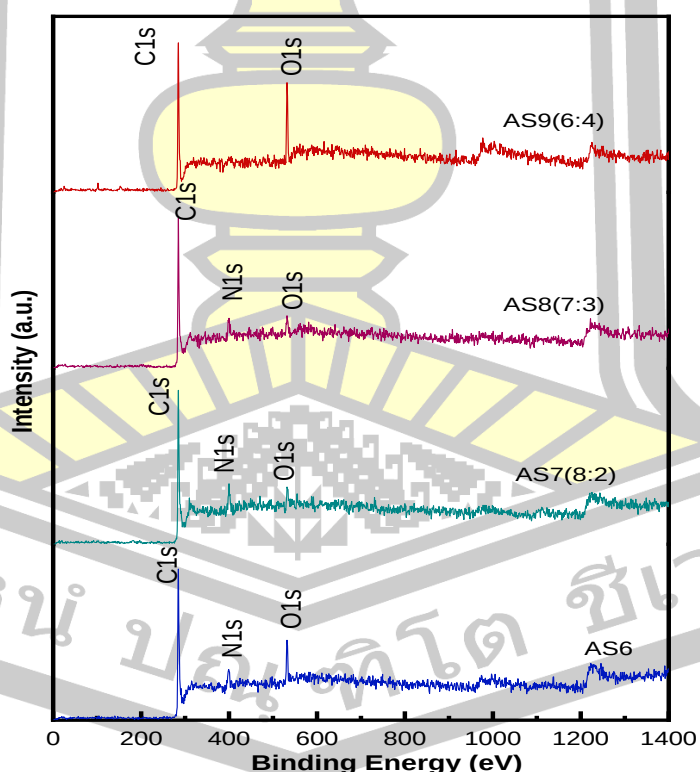


ภาพประกอบที่ 4.23 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใย ก่อนแคลไซน์ (a) BS8(7:3) และ (b) BS9(6:4) และหลังแคลไซน์ (c) AS8(7:3) และ (d) AS9(6:4) ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า

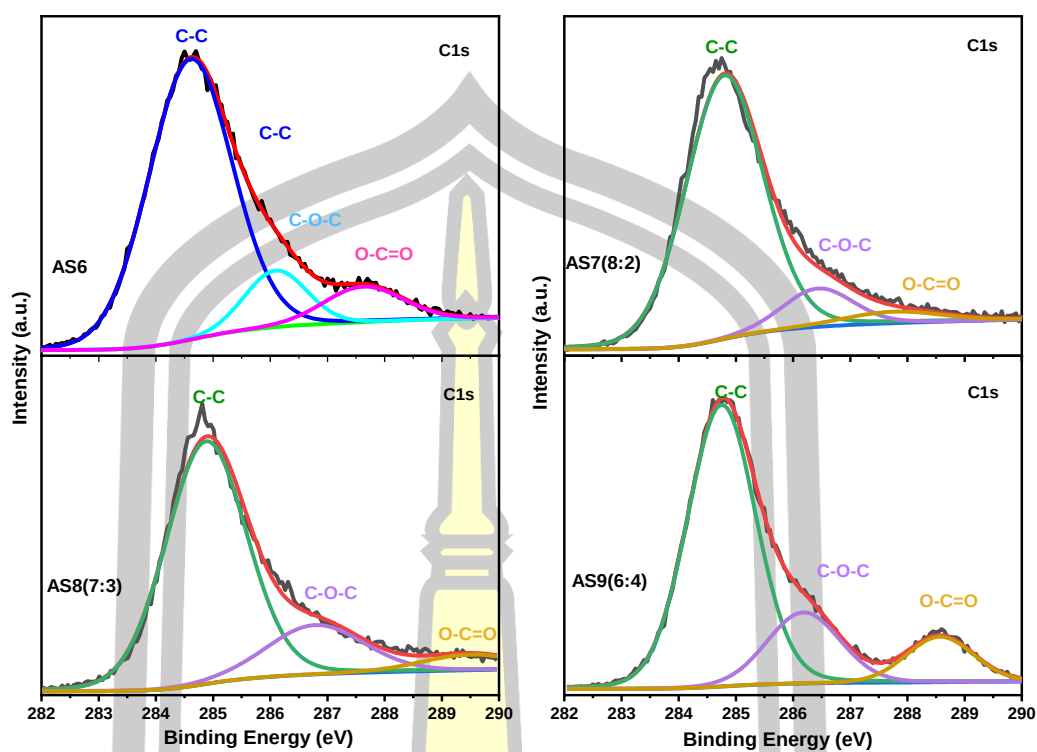
4.3.3 ผลการตรวจวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค XPS

ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและการเกิดพันธะด้วยเทคนิค XPS ของเส้นใยนาโน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ประดิษฐ์ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงร่วมกับการแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอนที่กล่าวมาแล้ว ภาพประกอบที่ 4.24 แสดงสเปกตรัมอะตอมของธาตุและค่าพลังงานยึดเหนี่ยว บ่งบอกถึงการมีอยู่ของธาตุต่างๆ บริเวณพื้นผิวในตัวอย่าง AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) โดย 4 ตัวอย่าง ประกอบด้วย C และ O โดยปริมาณของ C คิดเป็น 87.95 93.81 92.98 และ

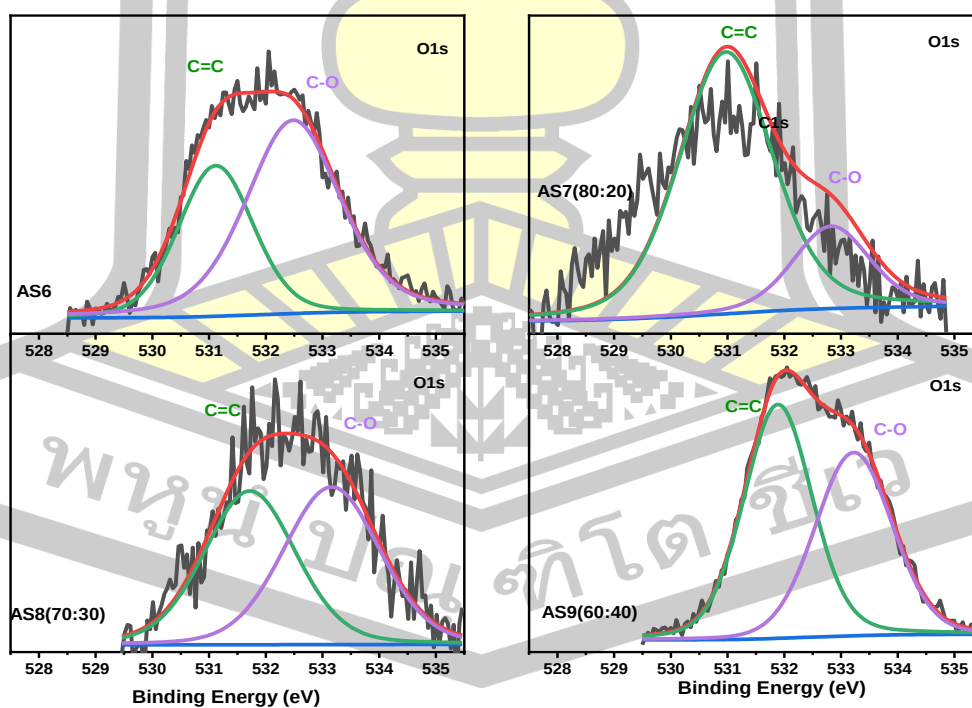
89.78 % ตามลำดับ ปริมาณ O คิดเป็น 12.05 6.19 7.02 และ 10.22 % ตามลำดับ เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของ C 1s ตัวอย่าง AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.25 ในตัวอย่าง AS6 ประกอบด้วยพีคหลักที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 284.6 286.0 และ 287.6 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C-C/C-H C-O/C-OH และ O-C=O ตามลำดับ (Baek *et al.*, 2018) ตัวอย่าง AS7(8:2) แสดงตำแหน่งของพลังงานยึดเหนี่ยวที่ 284.8 286.4 และ 287.7 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C-C /C-H C-O/C-OH และ O-C=O ตามลำดับ ตัวอย่าง AS8(7:3) แสดงตำแหน่งของพลังงานยึดเหนี่ยวที่ 284.8 286.7 และ 289.5 eV บ่งบอกการเกิดพันธะของ C-C /C-H C-O/C-OH และ O-C=O ตามลำดับ (Yue *et al.*, 2005; Pérez-Álvarez *et al.*, 2019) ตัวอย่าง AS9(6:4) แสดงตำแหน่งของพลังงานยึดเหนี่ยวที่ 284.7 286.1 และ 288.5 eV บ่งบอกการเกิดพันธะของ C-C /C-H C-O/C-OH และ O-C=O ตามลำดับ (Attia *et al.*, 2017) เมื่อพิจารณาสเปกตรัม O1s ในตัวอย่าง AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.26 โดยพลังงานยึดเหนี่ยวมีค่าระหว่าง 530.9- 531.1 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C=O (Xiang *et al.*, 2017) และพลังงานยึดเหนี่ยวระหว่าง 532.4 - 533.2 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C- O บริเวณพื้นผิวของตัวอย่าง ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวและองค์ประกอบของธาตุแสดงดังตารางที่ 4.8



ภาพประกอบที่ 4.24 XPS สเปกตรัมช่วงกว้างแสดงธาตุองค์ประกอบของเส้นใยนาโน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4)



ภาพประกอบที่ 4.25 XPS สเปกตรัม C 1s ของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4)



ภาพประกอบที่ 4.26 XPS สเปกตรัม O 1s ของเส้นใยนาโน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4)

ตารางที่ 4.8 องค์ประกอบของธาตุและพลังงานยึดเหนี่ยวของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4)

ตัวอย่าง		C 1s			O 1s	
		พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)			พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)	
		พีค 1	พีค 2	พีค 3	พีค 1	พีค 2
AS6	ปริมาณ	284.6	286.0	287.6	531.1	532.4
	ธาตุ (%)	87.95 (%)			12.05 (%)	
AS7(8:2)	ปริมาณ	284.8	286.4	287.7	530.9	532.8
	ธาตุ (%)	93.8 (%)			6.1 (%)	
AS8(7:3)	ปริมาณ	284.8	286.7	289.5	531.7	533.1
	ธาตุ	92.98 (%)			7.02 (%)	
AS9(6:4)	ปริมาณ	284.7	286.1	288.5	531.8	533.2
	ธาตุ (%)	89.78 (%)			10.22 (%)	

4.3.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค CV/GCD

ทดสอบความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าและศึกษาพฤติกรรมและอัตราการเกิดปฏิกิริยาของตัวอย่าง ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (CV) และเทคนิคการอัดประจุและคายประจุ (GCD) โดยใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด รวมทั้งการทดสอบประสิทธิภาพการกักเก็บประจุไฟฟ้าเมื่ออัดและคายประจุ จำนวน 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g ในระบบขั้วไฟฟ้า 3 ขั้ว ใช้ขั้ว Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ขดลวดแพลตตินัมเป็นขั้วไฟฟ้าเคาน์เตอร์ และขั้วไฟฟ้าทำงานเป็นขั้วไฟฟ้าตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ ใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 6 M ได้ผลการทดสอบดังนี้

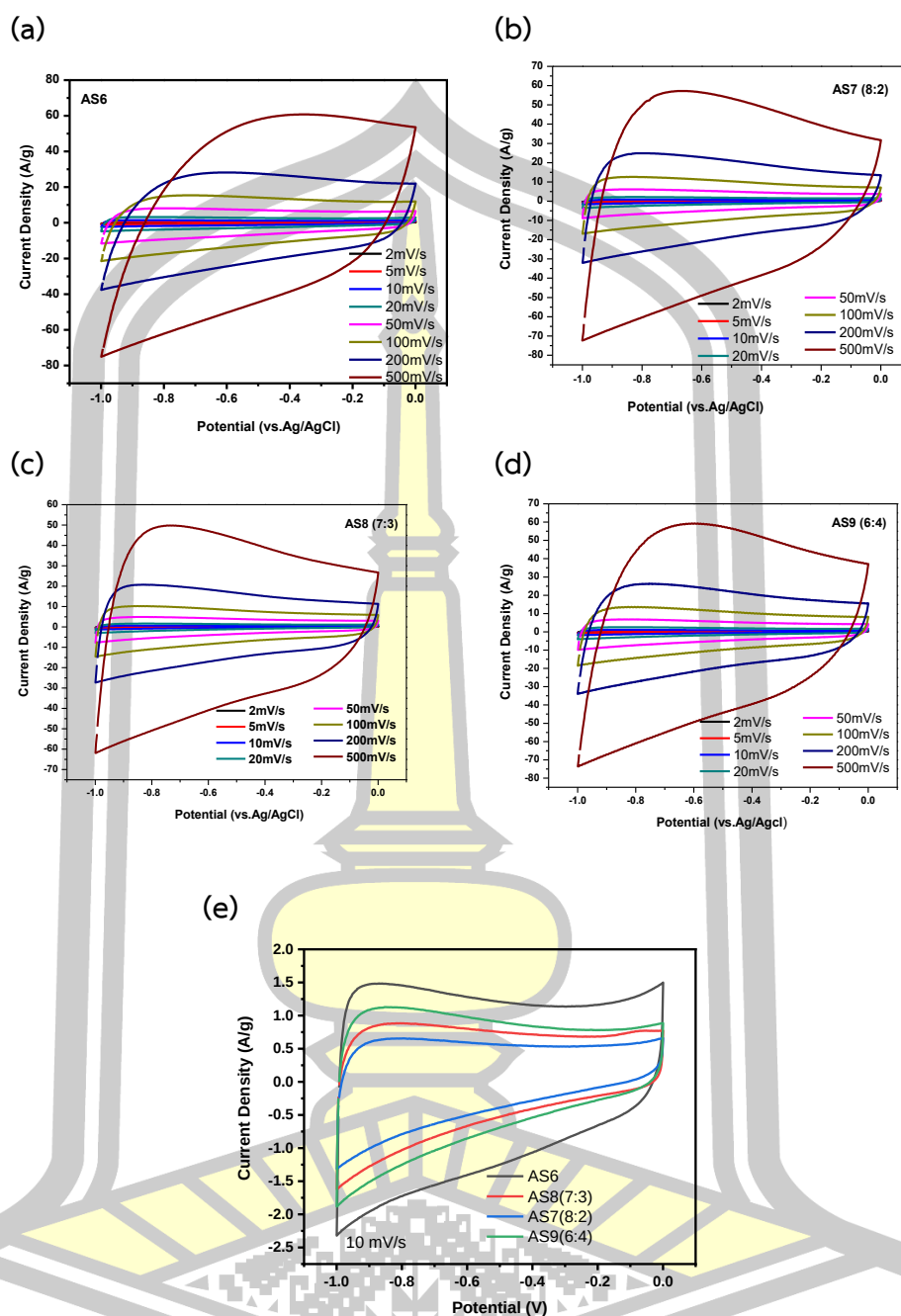
4.3.4.1 การทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค CV

ในการศึกษาประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าจากวัสดุเส้นใยนาโนคาร์บอนที่ประดิษฐ์จากพอลิเมอร์ PAN:PVP ในสัดส่วน 100:0 80:20 70:30 และ 60:40 ตัวอย่าง AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ตามลำดับ วัดที่ช่วงความต่างศักย์ -0.10 - 0.0 V ที่อัตราการสแกน 2 5 10 20 50 100 200 และ 500 mV/s จากกราฟ CV ของทั้ง 4 ตัวอย่าง แสดงดังภาพประกอบที่ 4.27 (a) ถึง (d) พบว่าลักษณะของเส้นโค้ง CV มีรูปร่างเข้าใกล้สี่เหลี่ยมผืนผ้าซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะทั่วไป

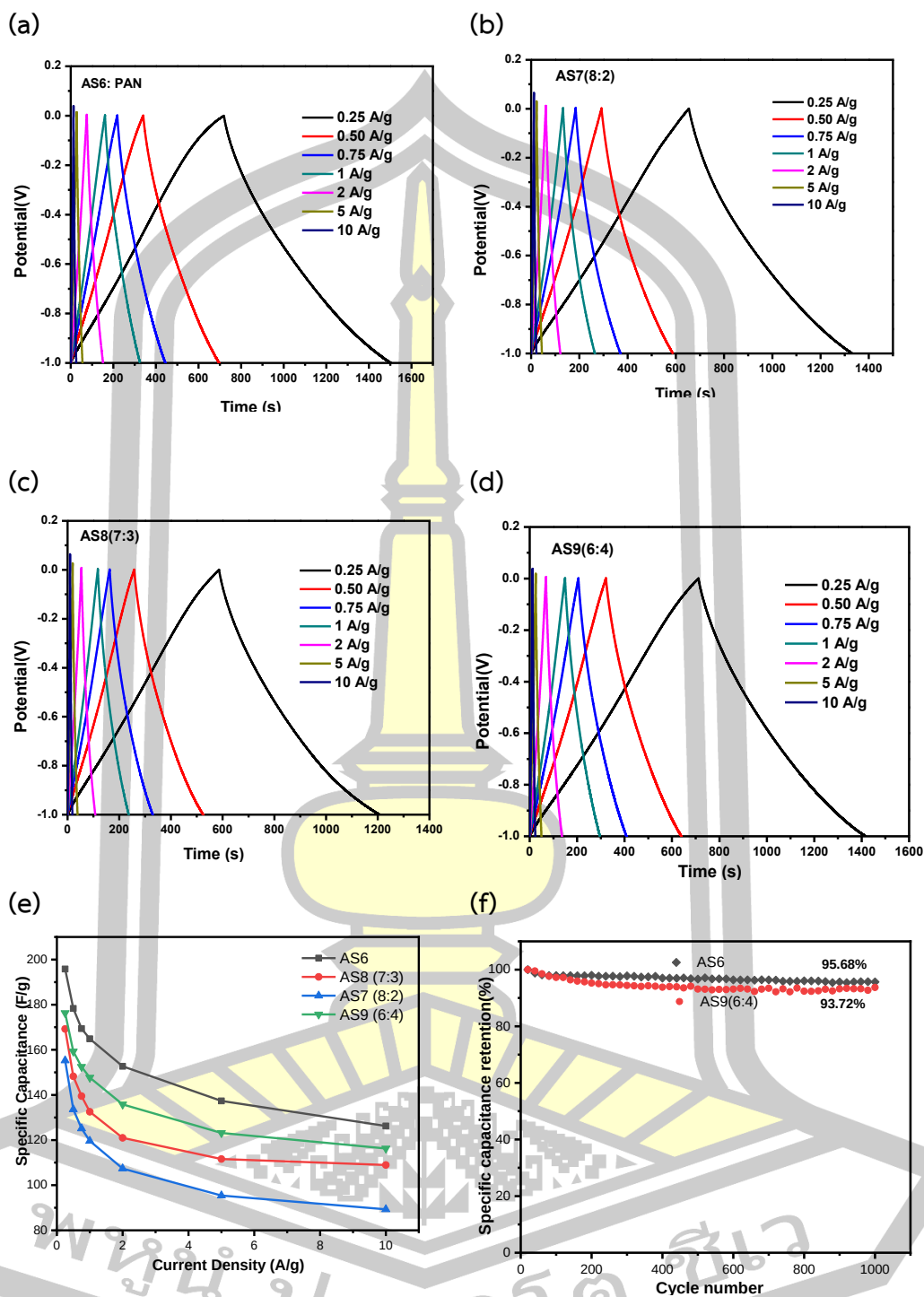
ของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLC และไม่แสดงพิกัดการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองของ Wang และ คณะ (2012) รวมทั้งของ An และคณะ (2016) ที่ประดิษฐ์เส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยพอลิเมอร์ PAN และ PVP โดยเมื่อปริมาณ PVP เพิ่มขึ้นในตัวอย่าง AS9(6:4) เส้นโค้งสัณฐานพื้นผิวมีขนาดใหญ่ที่สุด ดังภาพประกอบที่ 4.27 (e) บ่งบอกถึงการเก็บประจุได้มากที่สุด สอดคล้องกับงานวิจัยของ An และคณะ (2016) พบว่าสัดส่วนที่ความจุไฟฟ้ามากที่สุดคือสัดส่วนของ PAN/PVP เท่ากับ 6:4 โดยน้ำหนัก

4.3.4.2 การทดสอบความสามารถการอัดและคายประจุของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค GCD

ในการทดสอบการอัดและคายประจุของวัสดุตัวอย่าง AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) แสดงดังภาพประกอบที่ 4.28 (a) ถึง (d) ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 0.50 0.75 1.0 2.0 5.0 และ 10 A/g พบว่าทั้ง 4 ตัวอย่างแสดงเส้นของการอัดและคายประจุมีความสมมาตรคล้ายรูปสามเหลี่ยมซึ่งแสดงลักษณะทั่วไปของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLC บ่งบอกถึงประสิทธิภาพที่ดีของขั้วไฟฟ้า นอกจากนี้พบว่าตัวอย่าง AS6 ใช้เวลาในการคายประจุมากที่สุด รองลงมาคือตัวอย่าง AS9(6:4) ซึ่งสอดคล้องกับการทดสอบด้วยเทคนิค CV และเมื่อคำนวณความจุไฟฟ้าจำเพาะจากสมการ 3.10 แสดงดังภาพประกอบที่ 4.28 (e) และตารางที่ 4.9 พบว่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของตัวอย่าง AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) มีค่าเท่ากับ 164.86 132.51 119.63 147.67 F/g ตามลำดับ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g สอดคล้องกับงานวิจัยของ An และคณะ (2016) ที่พบว่าสัดส่วนของ PAN:PVP เท่ากับ 60:40 มีความจุไฟฟ้าจำเพาะมากที่สุดเท่ากับ 192 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 10 A/g นอกจากนี้จากการรายงานของ Liu และคณะ (2016) พบว่าเมื่อสัดส่วนของ PAN: PVP (12.5:3) โดยน้ำหนัก ให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุดเท่ากับ 200 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 0.5 A/g ในงานวิจัยนี้พบว่าความจุไฟฟ้าจำเพาะจากเส้นใยนาโนคาร์บอนสัดส่วน PAN:PVP เท่ากับ 100:0 สูงกว่างานวิจัยของ Nilmourng และคณะ (2016) จากรายงานคือเท่ากับ 138.9 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 A/g จากตารางที่ 4.9 และภาพประกอบที่ 4.28 (e) แสดงความจุไฟฟ้าจำเพาะที่คำนวณได้ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ พบว่าเมื่อปริมาณ PVP เพิ่มขึ้นในตัวอย่าง AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ความจุไฟฟ้าจำเพาะลดลง ซึ่งอาจเป็นผลจากปริมาณของพื้นที่ผิวจำเพาะที่มากในตัวอย่าง AS6 หรือผลจากสารตั้งต้น PAN มีปริมาณคาร์บอนในโครงสร้างมากกว่า PVP รวมทั้งยังมีการสลายตัวออกในปริมาณที่น้อยกว่า นอกจากนี้พบว่าปริมาณของ PVP แตกต่างกัน ตัวอย่าง AS9(6:4) มีความจุไฟฟ้าสูงที่สุดคือ 147.67 F/g ดังนั้นจึงเลือก 2 สัดส่วนนี้เพื่อไปคอมโพสิตกับสัดส่วนของอินเดียมไนเตรตต่อนิกเกิลไนเตรต (2:1) เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าให้ดียิ่งขึ้นต่อไป



ภาพประกอบที่ 4.27 กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าวัสดุ (a) AS6 (b) AS7(8:2) (c) AS8(7:3) (d) AS9(6:4) ที่อัตราสแกน 2 5 10 20 50 100 200 และ 500 mV/s และ (e) เปรียบเทียบกราฟ CV ที่อัตราสแกน 10 mV/s ของทั้ง 4 ตัวอย่าง

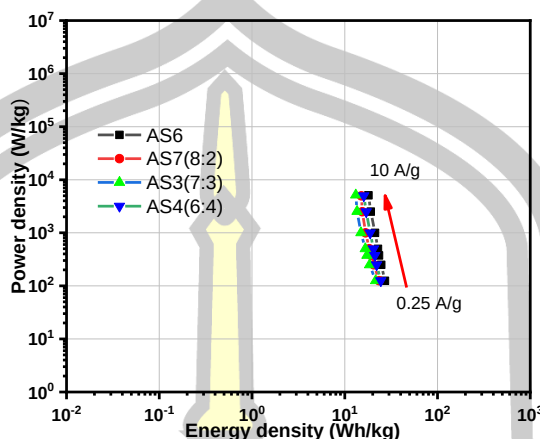


ภาพประกอบที่ 4.28 การอัดและคายประจุของขั้วไฟฟ้าวัสดุ (a) AS6 (b) AS7(8:2) (c) AS8(7:3) และ (d) AS9(6:4) ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ (e) ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ และ (f) ประสิทธิภาพทางของขั้วไฟฟ้าเส้นใยนาโน AS6 และ AS9(6:4) หลังการอัดและคายประจุอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ที่ความหนาแน่น 5 A/g

ตารางที่ 4.9 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของขั้วไฟฟ้าของเส้นใยนาโน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g

ตัวอย่าง	ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ (F/g)						
	0.25 (A/g)	0.5 (A/g)	0.75 (A/g)	1 (A/g)	2 (A/g)	5 (A/g)	10 (A/g)
AS6	195.82	178.34	169.40	164.86	152.70	137.35	126.23
AS7(8:2)	169.24	148.24	139.49	132.51	120.99	111.62	108.95
AS8(7:3)	155.26	133.61	125.15	119.63	107.37	95.41	89.30
AS9(6:4)	176.31	159.28	152.47	147.67	135.81	123.16	116.28

เมื่อทดสอบรอบอายุการใช้งานโดยวัดการอัดและคายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่องจำนวน 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g โดยเลือกทดสอบวัสดุตัวอย่าง AS6 และ AS9(6:4) เนื่องจากเป็นเงื่อนไขที่มีความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงสุด พบว่าหลังการอัดและคายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ความจุไฟฟ้าจำเพาะของวัสดุลดลงเพียงเล็กน้อยจากเริ่มต้น เหลือ 95.68 และ 93.72 % ตามลำดับ บ่งชี้ว่าวัสดุมีเสถียรภาพดีมาก แสดงดังภาพประกอบที่ 4.28 (f) เมื่อพิจารณาความหนาแน่นพลังงานและกำลังงาน โดยคำนวณจากสมการที่ 3.12 และ 3.13 ตามลำดับ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ได้ผลดังตารางที่ 4.10 เมื่อคำนวณความหนาแน่นพลังงานและกำลังงาน ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g แล้วนำมาเปรียบเทียบกับพล็อตของเรโกเน่ แสดงดังภาพประกอบที่ 4.29 เพื่อบ่งชี้ความเหมาะสมในการนำไปใช้งานในอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดต่างๆ ได้แก่ ตัวเก็บประจุ ตัวเก็บประจุยิ่งยวด แบตเตอรี่ และเซลล์เชื้อเพลิง พบว่าทั้ง 4 ตัวอย่างมีค่าความหนาแน่นพลังงาน 13.16 – 27.15 Wh/kg สูงกว่าตัวเก็บประจุยิ่งยวด ซึ่งเป็นลักษณะเด่นของตัวเก็บประจุชนิด EDLC (Raza *et al.*, 2018) ค่าความหนาแน่นกำลังงาน 124.49 – 5151.42 W/kg สูงกว่าแบตเตอรี่ซึ่งและอยู่ในช่วงของตัวเก็บประจุยิ่งยวด ชี้ให้เห็นว่าวัสดุที่เตรียมได้มีความเหมาะสมสำหรับนำไปใช้งานเป็นวัสดุทำขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดและแบตเตอรี่หรืออาจอุปกรณ์เก็บสะสมพลังงานที่ดีในอนาคต



ภาพประกอบที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงาน (E_s) กับความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g

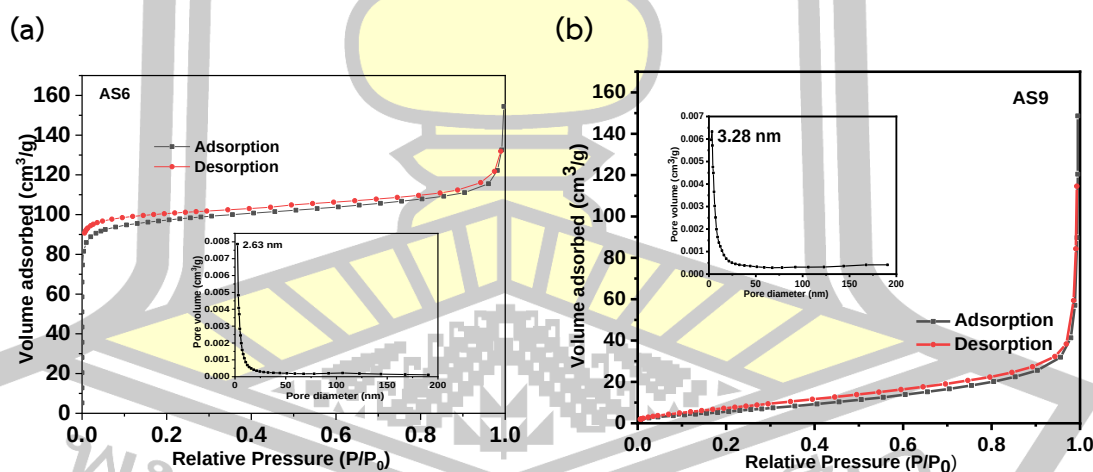
ตารางที่ 4.10 ความหนาแน่นพลังงาน (E_s) และความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของวัสดุขั้วไฟฟ้าจากเส้นใยนาโนคาร์บอน ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g

ตัวอย่าง	ความหนาแน่นพลังงาน (Wh/kg)	ความหนาแน่นกำลัง (W/kg)
AS6	22.8	499.2
AS7(8:2)	18.4	500.0
AS8(7:3)	16.7	500.7
AS9(6:4)	20.5	499.4

4.3.5 ผลการตรวจสอบบริเวณพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนเฉลี่ย

การตรวจสอบบริเวณพื้นที่ผิวจำเพาะและการกระจายขนาดรูพรุนของวัสดุเส้นใยนาโนของตัวอย่าง AS6 และ AS9(6:4) อาศัยการดูดซับและคายซับก๊าซไนโตรเจน โดยทำการวัดที่อุณหภูมิ -196 °C จากภาพประกอบที่ 4.30 (a) เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนและค่าความดันสัมพัทธ์ P/P_0 ของเส้นใยตัวอย่าง AS6 แสดงลักษณะเส้นโค้งไอโซเทอมชนิด II ผสม IV ตามประเภทไอโซเทอมของ IUPAC ซึ่งตัวอย่างเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็วในช่วงความดันต่ำ ส่วนเส้นโค้งไอโซเทอมแบบที่ IV บ่งบอกถึงวัสดุมีรูพรุนขนาดเมโซพอร์ส จากกราฟภาพ

แทรกในภาพประกอบที่ 4.30 (a) แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุนวัสดุ PAN มีขนาดรูพรุนมากที่สุดเท่ากับ 2.63 nm มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงถึง $295.23 \text{ m}^2/\text{g}$ และเมื่อผสม PVP เข้าไปในสัดส่วน 60:40 ใน ตัวอย่าง AS9(6:4) แสดงลักษณะเส้นโค้งไอโซเทอมชนิด III และ IV ดังภาพประกอบที่ 4.30 (b) ลักษณะเส้นโค้งแบบที่ III มีลักษณะเป็นรูปตัว J นั่นคือมีแรงดึงดูดระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับน้อย แรงดึงดูดระหว่างตัวดูดซับด้วยกันมีค่อนข้างน้อย ส่วนแบบที่ IV บ่งบอกถึงวัสดุมีรูพรุนขนาดเมโซพอร์ส และมีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ เท่ากับ $25.19 \text{ m}^2/\text{g}$ ในตัวอย่าง AS6 ให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงที่สุดถึง 164.86 F/g ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 1 A/g ในตัวอย่างที่มีการผสม PAN/PVP เข้าไป 60:40 พบว่าค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะลดลงเล็กน้อยเท่ากับ 147.67 F/g เนื่องจากวัสดุที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงจะสามารถช่วยอำนวยความสะดวกในการถ่ายโอนประจุระหว่างสารละลายอิเล็กโทรไลต์และพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าในตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้ดีจึงส่งผลให้ขั้วไฟฟ้ามีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูง ค่าความจุไฟฟ้าแตกต่างกันเล็กน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับพื้นที่ผิวจำเพาะค่อนข้างต่างกันมากอาจจะเป็นผลเนื่องจากในตัวอย่าง AS6 มีรูพรุนที่เป็นรูพรุนขนาดไมโครพอร์จำนวนมาก ซึ่งส่งผลต่อการถ่ายโอนประจุระหว่างสารละลายอิเล็กโทรไลต์และพื้นผิวของขั้วไฟฟ้า จึงทำให้ขั้วไฟฟ้ามีค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะลดลง ค่าต่างๆ เกี่ยวกับพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของตัวอย่างแสดงดังตารางที่ 4.11



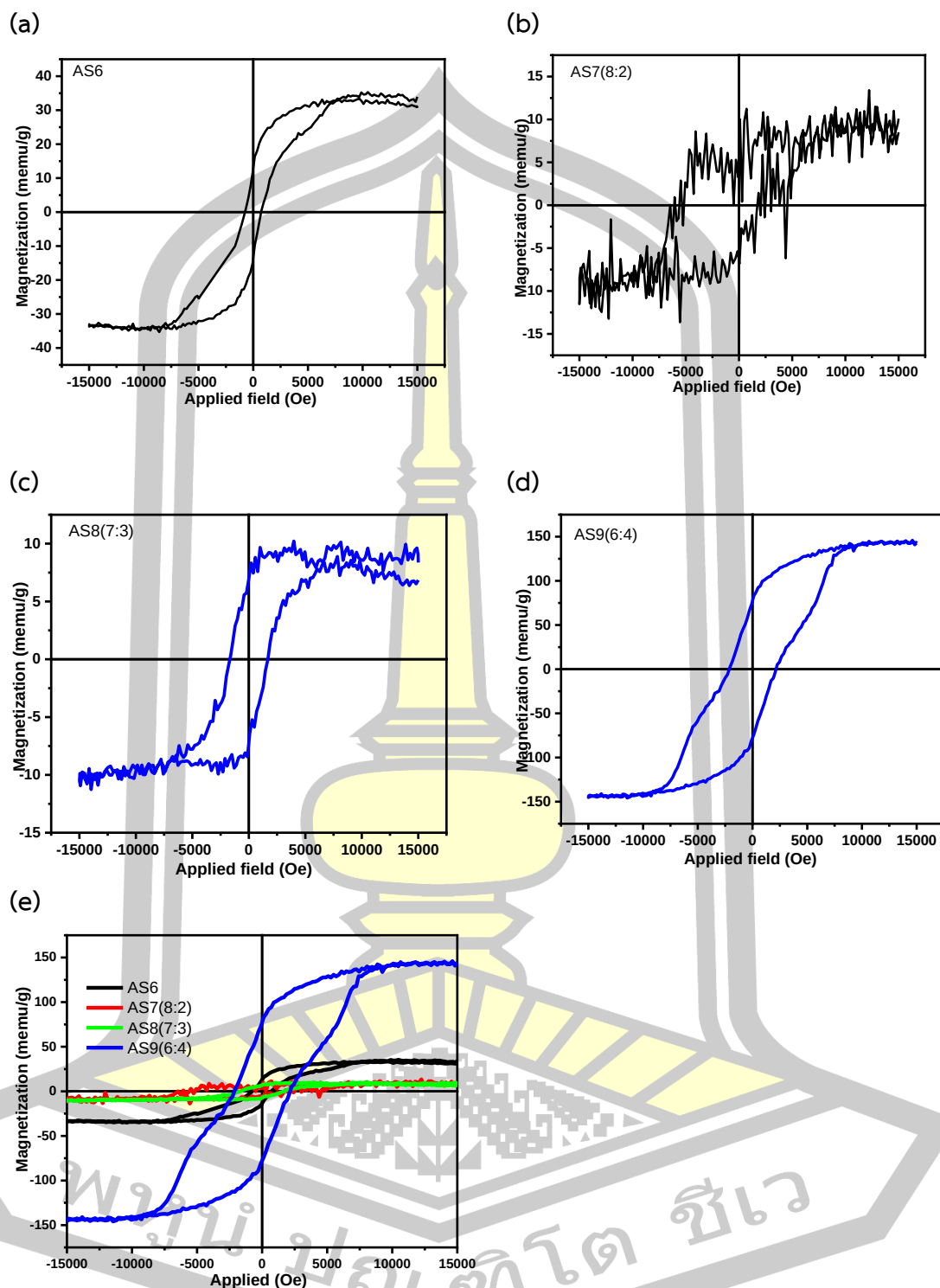
ภาพประกอบที่ 4.30 ไอโซเทอมการดูดซับไนโตรเจนและการกระจายตัวขนาดรูพรุน (แทรก) ของเส้นใยนาโน (a) AS6 และ(b) AS9(6:4)

ตารางที่ 4.11 พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย (D) ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย (V) และค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (C_s) ของ AS6 และ AS9(6:4) ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g

ตัวอย่าง	S_{BET} (m^2/g)	D_{max} (nm)	D_{av} (nm)	V_{total} (cm^3/g)	Isotherm type	C_s (F/g)
AS6	295.23	2.625	2.7425	0.2024	II + IV	164.86
AS9(6:4)	25.19	3.280	16.646	0.1049	III+IV	147.67

4.3.6 ผลการตรวจสอบสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM

การศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กของเส้นใยนาโน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) ด้วยเทคนิค VSM ที่วัดการเปลี่ยนแปลงแมกนีไทเซชันเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก ± 15 kOe ที่อุณหภูมิห้องแสดงดังภาพประกอบที่ 4.31 (a) ถึง (d) ตามลำดับ จากภาพประกอบที่ 4.31 (a) แสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อนที่อุณหภูมิห้องของตัวอย่าง AS6 มีค่าแมกนีไทเซชันเท่ากับ 34.72 memu/g ที่สนามแม่เหล็กภายนอก 949.61 Oe สันนิษฐานว่าเป็นผลเนื่องจากอะตอมของคาร์บอนในแกรไฟต์ที่มีอยู่จำนวนมากเกิดข้อบกพร่องขึ้น เช่น เกิดตำแหน่งช่องว่างคาร์บอน (carbon vacancies) คือเกิดพันธะคาร์บอนโดดเดี่ยว (dangling carbon) ในโครงสร้างวงแหวนของคาร์บอน ทำให้มีการจับกันของพันธะของ H แล้วทำให้เกิดการควบคู่แบบแม่เหล็กเฟอร์โรของพันธะโดดเดี่ยวเหล่านั้น (Rode *et al.*, 2006; Červenka *et al.*, 2006; Ma *et al.*, 2012) ซึ่งยืนยันการเกิดพันธะระหว่าง C-H ด้วยเทคนิค XPS ผลการวิจัยนี้สอดคล้องกับผลการศึกษาของ Saito และคณะ ในปี ค.ศ. 2011 (Saito *et al.*, 2011) พบพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรที่อุณหภูมิห้องจากวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์จากโพลีอะคริโลไนไตรล์ (PAN) มีค่าแมกนีไทเซชันเท่ากับ 1.22 emu/g เมื่อลดปริมาณของ PVP ลงในสัดส่วน 70:30 ในตัวอย่าง AS8(7:3) แสดงวงปิดฮิสเทอรีซิสดังภาพประกอบที่ 4.31 (c) พบว่าค่าแมกนีไทเซชันลดลง เป็น 7.70 memu/g ที่สนามแม่เหล็กภายนอก 1763.56 Oe และเมื่อลดปริมาณของ PVP ลงอีกในสัดส่วน 60:40 ในตัวอย่าง AS9(6:4) แสดงวงปิดฮิสเทอรีซิสดังภาพประกอบที่ 4.31 (d) ค่าแมกนีไทเซชันเพิ่มขึ้น เป็น 144.24 memu/g ที่สนามแม่เหล็กภายนอก 2777.02 Oe ในขณะที่วัสดุเส้นใยตัวอย่าง AS7(8:2) วงปิดฮิสเทอรีซิสดังภาพประกอบที่ 4.31 (b) บ่งชี้ใกล้เคียงกับแม่เหล็กเฟอร์โรแต่ยังไม่สามารถบอกค่าแมกนีไทเซชันและสภาพแรงบังคับได้แน่นอน ข้อมูลค่าแมกนีไทเซชันแสดงดังตารางที่ 4.12



ภาพประกอบที่ 4.31 การเปลี่ยนแปลงแมกนีไทเซชันเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก (H-M) ที่อุณหภูมิห้องของเส้นใยนาโน (a) AS6 (b) AS7(8:2) (c) AS8(7:3) (d) AS9(6:4) และ (e) เปรียบเทียบวงฮิสเตอร์ซิสของทั้ง 4 ตัวอย่าง

ตารางที่ 4.12 ค่าแมกนีไทเซชันและค่าสภาพแรงบังคับแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องของตัวอย่าง AS6 AS8(7:3) และ AS9(6:4)

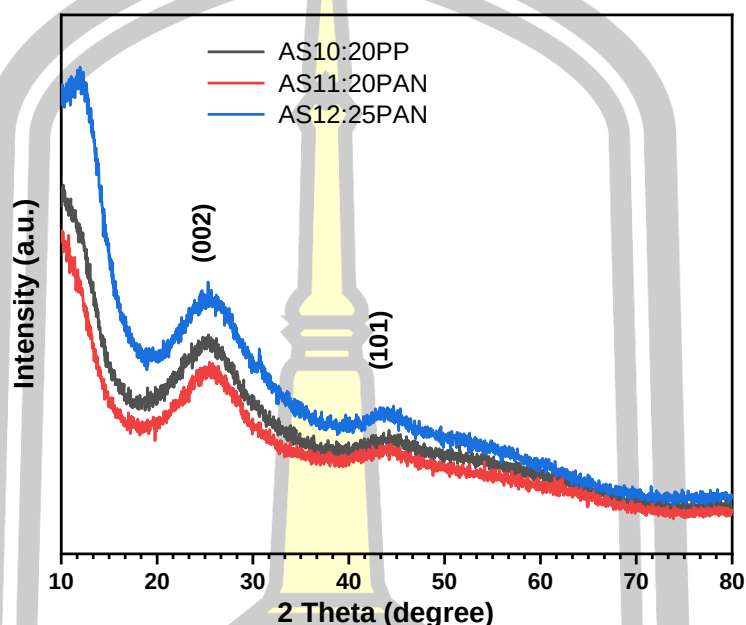
ตัวอย่าง	แมกนีไทเซชัน (memu/g)	สภาพแรงบังคับ (Oe)
AS6	34.72	949.61
AS8(7:3)	7.70	1763.56
AS9(6:4)	144.24	2777.02

4.4 เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยมีมวล โดยใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP

4.4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD

กลุ่มนี้เตรียมตัวอย่าง โดยใช้เงื่อนไขที่ดีที่สุดจากสมบัติทางเคมีไฟฟ้าจากกลุ่มที่ 1 และกลุ่มที่ 2 ตัวอย่างที่ 1 และ 2 ใช้ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O} / \text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ สัดส่วน (2:1) ปริมาณ 20 % ของพอลิเมอร์ PAN:PVP สัดส่วน 60:40 และ 100:0 ตามลำดับ ในตัวอย่างที่ 3 เมื่อเพิ่มปริมาณไนเตรทเป็น 25% ของพอลิเมอร์ PAN: PVP สัดส่วน 100:0 ในการอธิบายจะใช้สัญลักษณ์สำหรับตัวอย่างก่อนแคลไซน์ คือ BS10:20PP BS11:20PAN และ BS12:25PAN และตัวอย่างหลังแคลไซน์ คือ AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ตามลำดับ ผลการศึกษาลักษณะเฟสโครงสร้างของเส้นใยทั้ง 3 ตัวอย่าง เมื่อผ่านการแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอนคือ การทำให้เส้นใยเสถียรโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 250°C สำหรับ PAN:PVP (60:40) และอุณหภูมิ 280°C สำหรับ PAN (100) อัตรา $2^\circ\text{C}/\text{นาที่}$ เผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ขั้นตอนที่สองคือกระบวนการคาร์บอนไนซ์ โดยให้ความร้อนต่อเนื่องไปจนถึงอุณหภูมิ 500°C ในแก๊สอาร์กอน อัตรา $2^\circ\text{C}/\text{นาที่}$ ปริมาตร 250 ml และเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และขั้นตอนสุดท้ายคือการกระตุ้นเส้นใยนาโนด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800°C นาน 30 นาที จากภาพประกอบที่ 4.32 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโนของตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ปรากฏพีคของแกรไฟต์มีขนาดกว้าง สอดคล้องกับ ระบุที่มุม 2θ ในช่วง $25-26^\circ$ และ $43-44^\circ$ สอดคล้องกับ ระบุนาบ (002) และ (101) ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Zhu และ คณะ (2016) และไม่พบพีคการเลี้ยวเบนที่เกิดจากกลุ่มของ โลหะออกไซด์น่าจะเป็นผลจากปริมาณคาร์บอนที่มีอยู่ในปริมาณที่สูงโดยยืนยันจากการวิเคราะห์ ด้วยเทคนิค XPS เมื่อเปรียบเทียบปริมาณไนเตรทเท่ากันที่ 20% ของพอลิเมอร์ ในตัวอย่าง AS10:20PP และ AS11:20PAN พบว่าตัวอย่าง AS10:20PP มีความเข้มของพีคการเลี้ยวเบนสูง มากกว่า ซึ่งอาจเป็นผลจากอนุภาคของโลหะที่มีขนาดเล็กมากกว่าในตัวอย่าง AS11:20PAN ไป

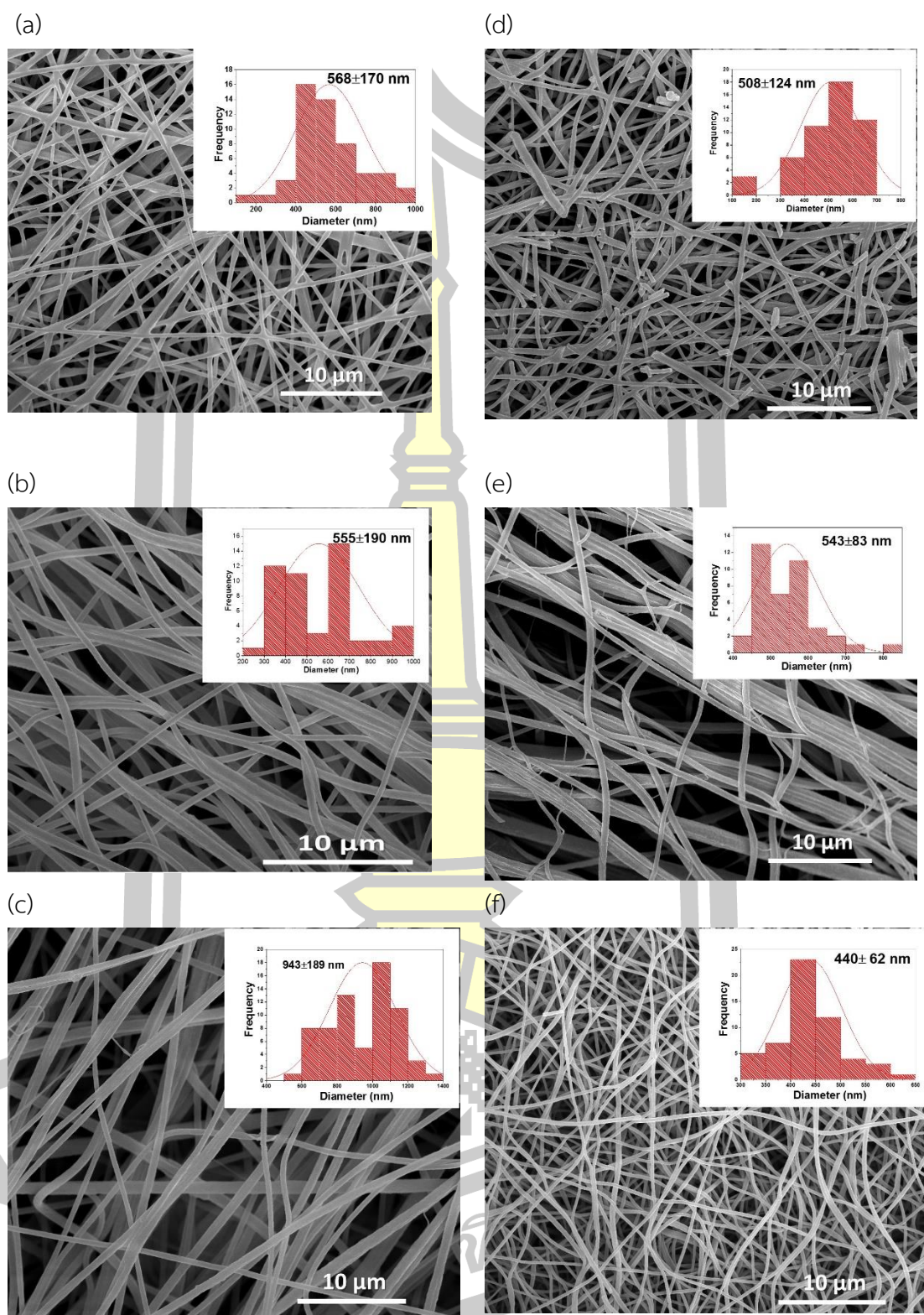
ขีดขวางการเจริญเติบโตของผลึกจึงทำให้ความเข้มของการเลี้ยวเบนน้อยกว่า ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย Raman พบว่าขนาดผลึกของคาร์บอน (L_a) มีขนาดเล็กกว่าคือ 1.42 nm เมื่อเทียบกับของตัวอย่าง AS10:20PP เท่ากับ 1.82



ภาพประกอบที่ 4.32 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN

4.4.2 ผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนด้วยเทคนิค FE-SEM

เมื่อตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค FE-SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า จากภาพประกอบที่ 4.33 (a) (b) และ (c) เป็นภาพ as-spun ของเส้นใยก่อนแคลไซน์ของตัวอย่าง BS10:20PP BS11:20PAN และ BS12:25PAN ตามลำดับ ลักษณะเส้นใยมีพื้นผิวเรียบ เส้นใยนาโนมีขนาดเล็กจำนวนมาก รูปร่างค่อนข้างสม่ำเสมอ มีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 568 ± 170 555 ± 190 และ 943 ± 189 nm ตามลำดับ และเมื่อผ่านการแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอน ภาพประกอบที่ 4.33 (d) แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของตัวอย่าง AS10:20PP พบว่าเส้นใยมีขนาดเล็กลงและมีการแตกหักเล็กน้อย ภาพประกอบที่ 4.33 (e) และ (f) แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของตัวอย่าง AS11:20PAN และ AS12:25PAN ตามลำดับ พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณไนเตรทเส้นใยมีขนาดเล็กลง โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 440 ± 62 nm ขนาดของเส้นใยทั้งหมดแสดงดังตารางที่ 4.13



ภาพประกอบที่ 4.33 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ของเส้นใย ก่อนแคลไซน์ (a) BS10:20PP (b) BS11:20PAN และ (c) BS12:25PAN และหลังแคลไซน์ (d) AS10:20PP (e) AS11:20PAN และ (f) AS12:25PAN ตามลำดับ กำลังขยาย 5000 เท่า

ตารางที่ 4.13 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยก่อนและหลังแคลไซน์เมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN:PVP สัดส่วน 100:0 และ 60:40

ตัวอย่าง	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	
	as-spun	แคลไซน์
BS10/AS10:20PP	568 ± 170	508 ± 124
BS11:20PAN/ AS11:20PAN	555 ± 190	543 ± 83
BS12:25PAN/ AS12:25PAN	943 ± 189	440 ± 62

4.4.3 ผลการตรวจวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบทางเคมีบริเวณพื้นผิวด้วยเทคนิค XPS

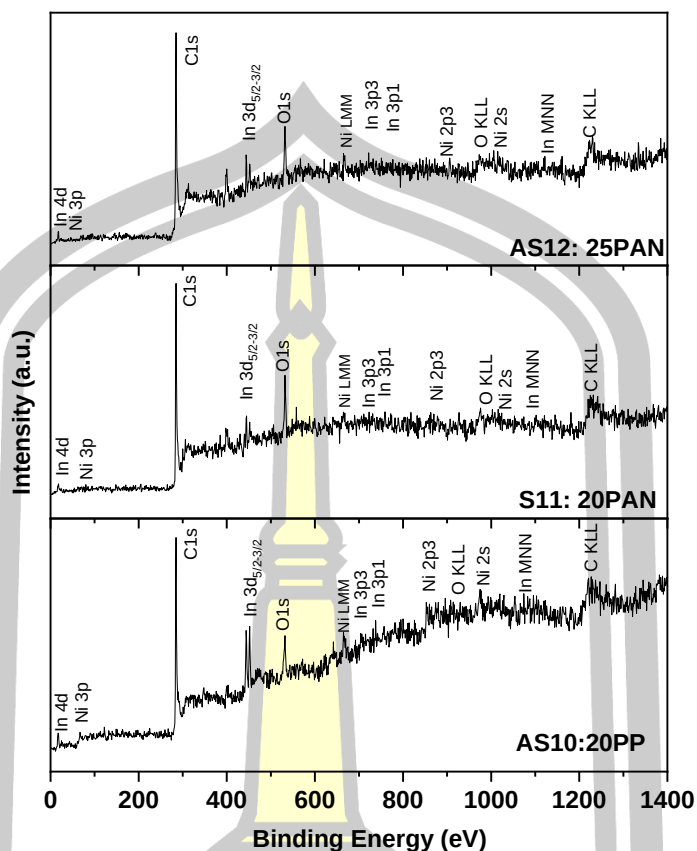
ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและเลขออกซิเดชันด้วยเทคนิค XPS ของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ประดิษฐ์ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงร่วมกับการแคลไซน์ ใน 3 ขั้นตอน จากภาพประกอบที่ 4.34 แสดงสเปกตรัมอะตอมของธาตุและค่าพลังงานยึดเหนี่ยวบ่งบอกถึงการมีอยู่ของธาตุต่างๆ บริเวณพื้นผิวของเส้นใย พบว่าพื้นผิวของเส้นใยประกอบด้วย In Ni O และ C ซึ่งจาก 3 ตัวอย่าง พบว่าองค์ประกอบที่เป็น C มีมากกว่าร้อยละ 80 ซึ่งมีผลต่อความจุไฟฟ้าจำเพาะในวัสดุ องค์ประกอบของธาตุแสดงดังตารางที่ 4.14 เมื่อฟิตสเปกตรัมช่วงแคบด้วยฟังก์ชันเกาส์เซียนของอะตอม In 3d ในตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN แสดงดังภาพประกอบที่ 4.35 และ 4.36 ซึ่งสเปกตรัมของ In 3d เกิดสปินของออร์บิทัล 5/2 และ 3/2 โดยพบว่าตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวแตกต่างกันเล็กน้อยโดยตำแหน่ง In 3d_{5/2} อยู่ในช่วง 444.8 - 445.1 และ In 3d_{3/2} อยู่ในช่วง 452.4 - 452.6 eV แสดงให้เห็นว่าเส้นใยเป็นอินเดียมที่มีเลขออกซิเดชันเป็น In³⁺ อยู่ในสารประกอบ ซึ่งมาจากพันธะของ In₂O₃ แต่เมื่อเปรียบเทียบกับ In 3d_{5/2} ใน In₂O₃ บริสุทธิ์ ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวมีการเลื่อนไปทางค่าพลังงานยึดเหนี่ยวที่สูง ซึ่งอาจจะขึ้นอยู่กับสภาพแวดล้อมของอะตอมที่แตกต่างกันในสารประกอบ (Xing *et al.*, 2015) เมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN:PVP สัดส่วน 100:0 และ 60:40 คือสารตัวอย่าง AS10:20PP และ AS11:20PAN แสดงสเปกตรัมของ In 3d ดังภาพประกอบที่ 4.35 ซึ่งตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวของการแยกออร์บิทัลไม่แตกต่างกันมาก และเมื่อเพิ่มปริมาณไนเตรทที่ 25% ในตัวอย่าง AS12:25PAN ใช้พอลิเมอร์ PAN สเปกตรัมของ In 3d ที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวของการแยกออร์บิทัลไม่แตกต่างกัน ดังภาพประกอบที่ 4.36 เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของ Ni 2p ทั้ง 3 ตัวอย่าง เกิดสปินของออร์บิทัล 3/2 และ 1/2 โดย Ni 2p_{3/2} แสดงตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 854.3 - 855.3 eV และตำแหน่งของ Ni 2p_{1/2} ปรากฏตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 872.4 - 873.0 eV จากสเปกตรัมในตำแหน่ง

ดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าในตัวอย่างประกอบด้วย นิกเกิลที่มีเลขออกซิเดชันเป็น Ni^{2+} นอกจากนี้ยังพบตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ni^0 ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 852.1 eV (Prieto *et al.*, 2012; Cano *et al.*, 2019) บ่งชี้ว่าเกิดการผสมเฟสของ Ni^0 และ Ni^{3+} ดังภาพประกอบที่ 4.37

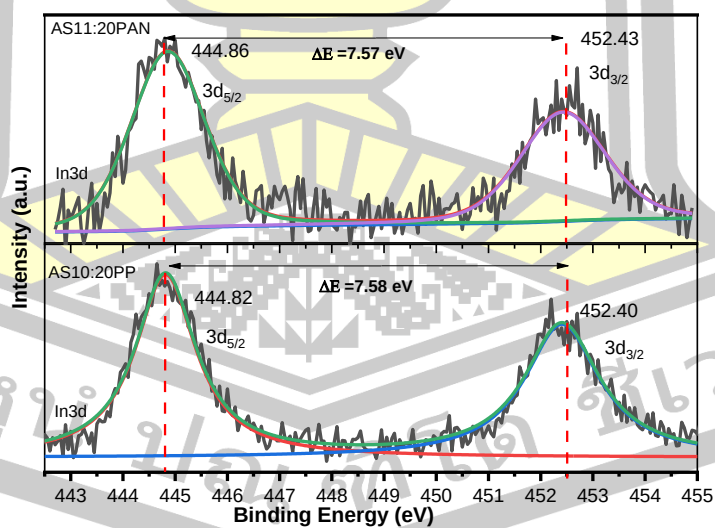
เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของ C 1s ในตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ประกอบด้วยพีคหลักที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 284.6 - 284.6 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C-C /C-H ตำแหน่ง 286.0 - 286.3, 288.4 - 288.9 และ 290.2 - 291.7 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ C-O/C-OH, O-C=O และ C=O (Xian-Zhong *et al.*, 2014) ตามลำดับ แสดงดังภาพประกอบที่ 4.38 เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของออกซิเจน ใน O 1s ในตัวอย่าง AS10:20PP แสดงตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยว 529.4 530.8 และ 532.1 eV แสดงให้เห็นถึงไอออนของ O^{2-} โดยพันธะอยู่ในรูปของ In-O/Ni-O C=O และ C-O ตามลำดับ ตัวอย่าง AS11:20PAN และ AS12:25PAN แสดงตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 530.5 - 530.7 eV ซึ่งเป็นตำแหน่งของการเกิดพันธะอยู่ในรูปของ In-O/Ni-O ตำแหน่ง 531.9 - 532.0 eV บ่งบอกถึงการเกิดพันธะของ O=C และตำแหน่ง 533.4 - 533.5 eV แสดงถึงโลหะมีการดูดซับออกซิเจนกับกลุ่มไฮดรอกซิลบริเวณพื้นผิวของสารตัวอย่าง ซึ่งอาจจะเป็น In/Ni-OH หรือตำแหน่งการเกิดพันธะของ C-O-C/ C-OH ซึ่งสัมพันธ์กับแลตทิซของออกซิเจน แสดงดังภาพประกอบที่ 4.39 และพลังงานยึดเหนี่ยวดังตารางที่ 4.15

ตารางที่ 4.14 องค์ประกอบของธาตุของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN

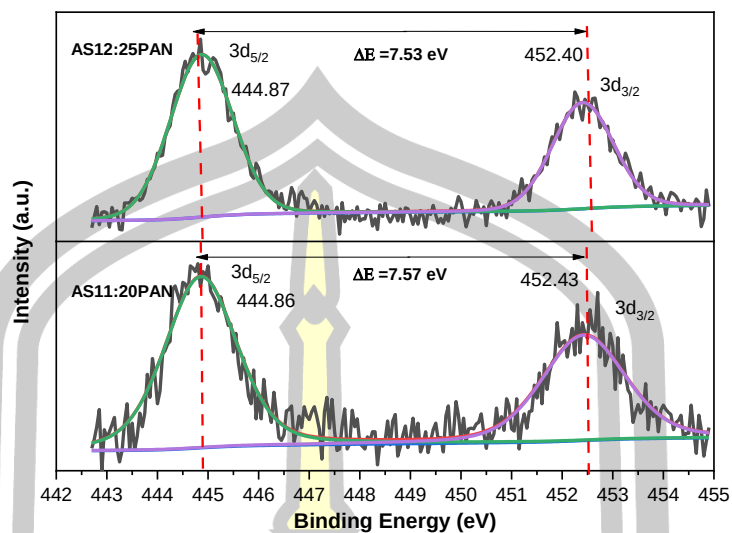
ตัวอย่าง	ปริมาณธาตุ (%)			
	C	O	In	Ni
AS10:20PP	88.15	10.44	1.01	0.81
AS11:20PAN	83.29	15.84	0.45	0.42
AS12:25PAN	86.47	11.87	1.15	0.55



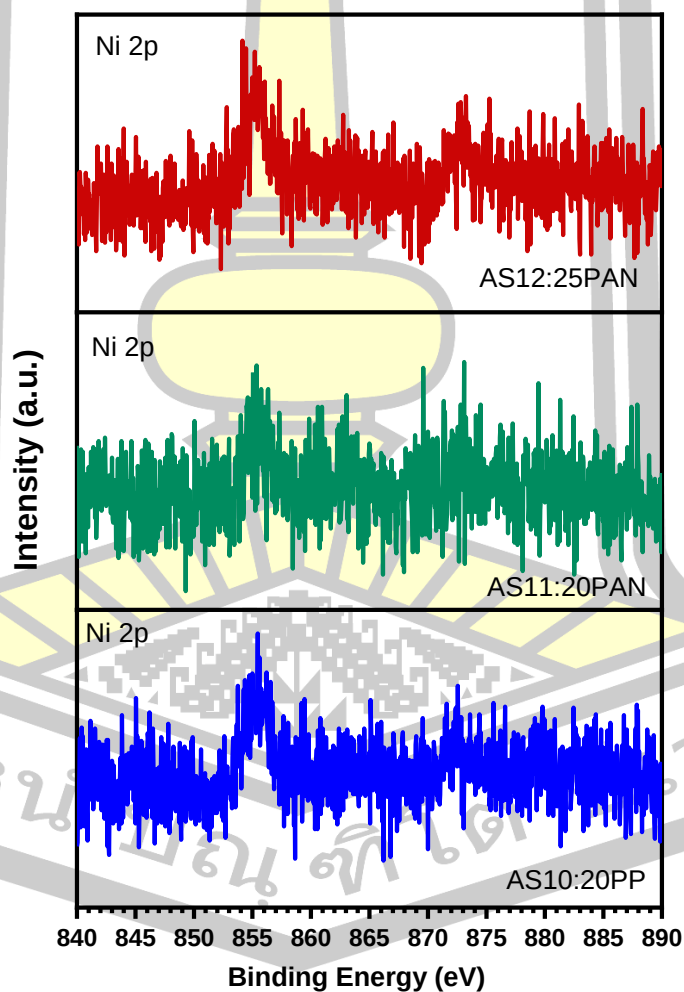
ภาพประกอบที่ 4.34 XPS สเปกตรัมช่วงกว้างแสดงธาตุองค์ประกอบของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN



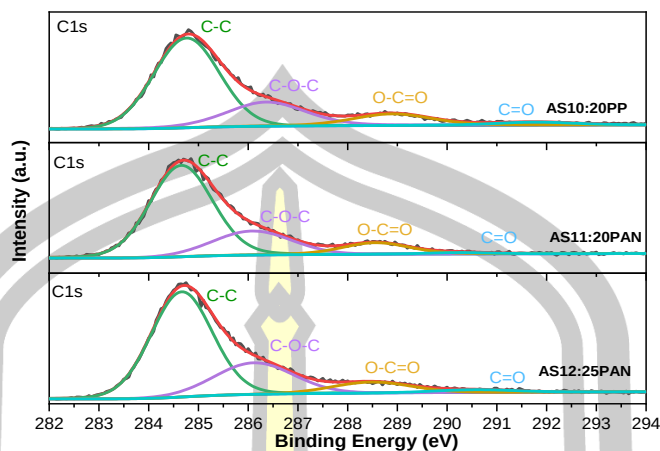
ภาพประกอบที่ 4.35 XPS สเปกตรัม In 3d ของเส้นใยนาโน AS10:20PP และ AS11:20PAN



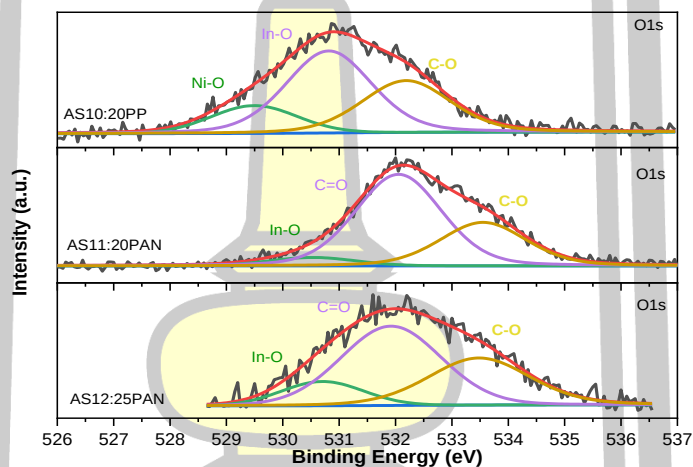
ภาพประกอบที่ 4.36 XPS สเปกตรัม In 3d ของเส้นใยนาโน AS11:20PAN และ AS12:25PAN



ภาพประกอบที่ 4.37 XPS สเปกตรัม Ni 2p ของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN



ภาพประกอบที่ 4.38 XPS สเปกตรัม C 1s ของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN



ภาพประกอบที่ 4.39 XPS สเปกตรัม O 1s ของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN

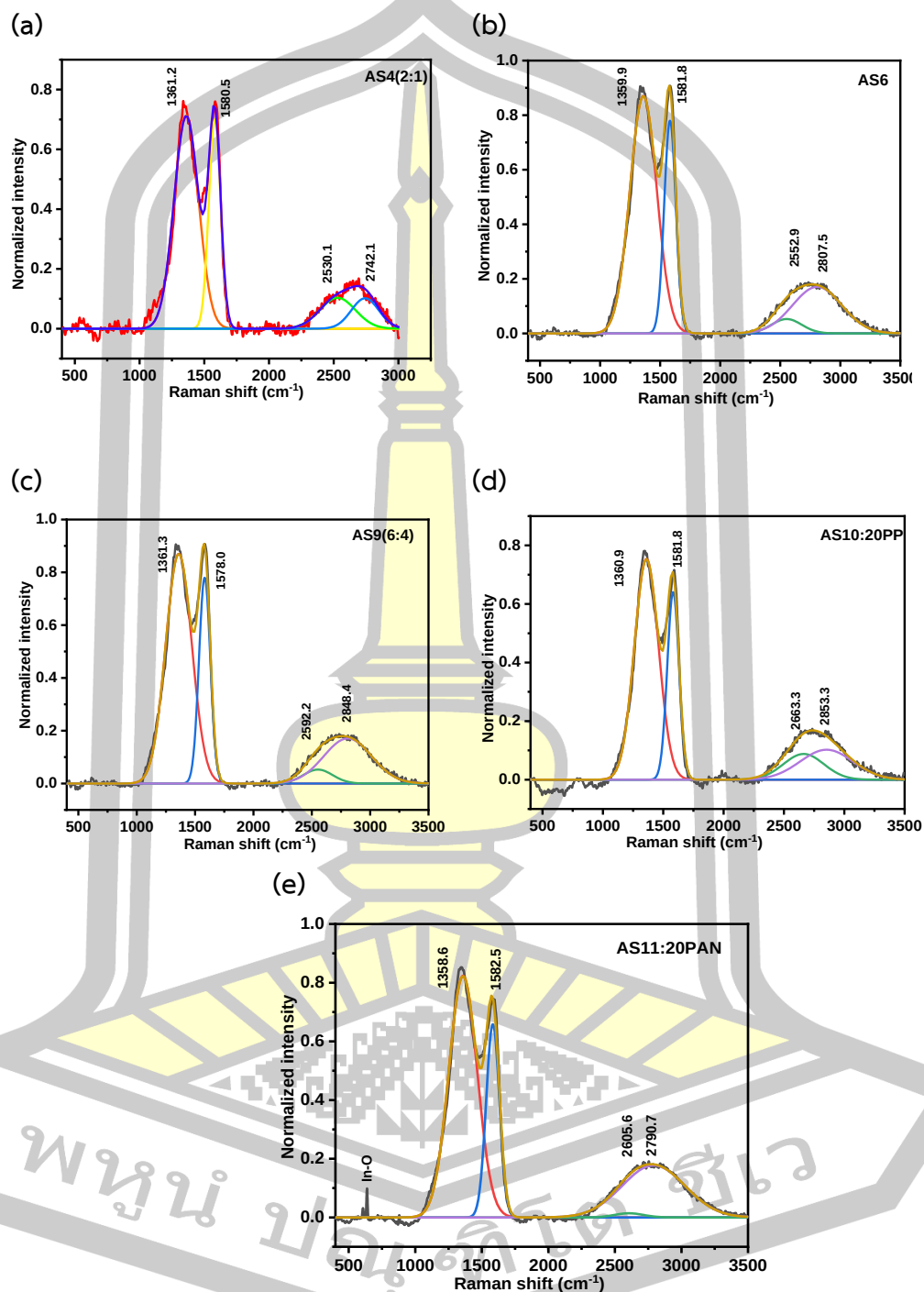
ตารางที่ 4.15 พลังงานยึดเหนี่ยวของของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN

ตัวอย่าง	C 1s				O 1s			In 3d				Ni 2p	
	พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)				พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)			พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)				พลังงานยึดเหนี่ยว (eV)	
	พีค 1	พีค 2	พีค 3	พีค 4	พีค 1	พีค 2	พีค 3	พีค 1	พีค 2	-	-	พีค 1	พีค 2
AS10:20PP	284.7	286.3	288.9	291.7	529.4	530.8	532.1	445.1	452.6	-	-	855.3	872.7
AS11:20PAN	284.6	286.0	288.5	290.2	530.5	532.0	533.5	444.8	452.4	-	-	854.3	872.4
AS12:25PAN	284.6	286.1	288.4	290.5	530.7	531.9	533.4	444.8	452.4	-	-	855.1	873.0

4.4.4 ผลการตรวจสอบเส้นใยนาโนด้วยเทคนิค Raman spectroscopy

เมื่อตรวจสอบความสมบูรณ์รวมทั้งความบกพร่องในโครงสร้างของเส้นใยนาโน ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี ของเส้นใยนาโนตัวอย่าง AS4(2:1) AS6 AS9(6:4) AS10:20PP และ AS11:20PAN แสดงดังภาพประกอบที่ 4.40 โดยพบพีค 2 ช่วง คือช่วงแรก (first order zone) ซึ่งเกิดสองพีคย่อย 2 ตำแหน่ง ตำแหน่งแรกคือดีฟิค (disorder carbon, D-band) ที่เลขคลื่นประมาณ 1350 cm^{-1} ดีฟิคจะแสดงถึงการสั่นแบบหดยายของวงอะโรมาติก บ่งบอกถึงความไม่เป็นระเบียบ ซึ่งเป็นโครงสร้างแบบ sp^2 และตำแหน่งที่สองคือจีฟิค เป็นตำแหน่งของแกรไฟต์ (graphite carbon, G-band) ที่เลขคลื่นประมาณ 1580 cm^{-1} บ่งบอกถึงการสั่นของพันธะ C-C ในวงแหวน 6 เหลี่ยมของ sp^2 ไฮบริโดเซชันในแกรไฟต์ ช่วงที่ 2 (second order zone) คือตำแหน่ง $2D_1$ และ $2D_2$ โดยพีคจะมีขนาดที่กว้างมากกว่าใน first-order zone ในตัวอย่างงานวิจัยนี้จะอยู่ช่วงเลขคลื่นประมาณ $2530\text{--}2853\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งบ่งบอกถึงความผิดปกติของชั้นของคาร์บอนตามแนวแกน c (Viswanathan *et al.*, 2009) นอกจากนี้ยังมีการศึกษาปริมาณความไม่เป็นระเบียบในโครงสร้างออสถฐานของคาร์บอนจากสัดส่วนความเข้มของพีค D และ G หรือ I_D/I_G โดยการใช้การฟิตแบบเกาส์เซียน (gaussian curve fitting) กล่าวคือ ถ้าค่า I_D/I_G มีค่าน้อยแสดงว่าสัดส่วนโครงสร้าง sp^3 จะมีค่ามาก เมื่อฟิตแยกสเปกตรัมหลักของทั้ง 4 ตัวอย่าง พบว่ามี 4 พีคย่อย คือ D G $2D_1$ และ $2D_2$ แสดงตำแหน่งการเกิด Raman shift ดังภาพประกอบที่ 4.40 และข้อมูลดังตารางที่ 4.16 พบว่าเส้นใยนาโน AS4(2:1) AS6 AS9(6:4) AS10:20PP และ AS11:20PAN แสดงตำแหน่งดีฟิคอยู่ในช่วง $1358.6\text{--}1361.3\text{ cm}^{-1}$ และตำแหน่งจีฟิคอยู่ในช่วง $1578.0\text{--}1582.5\text{ cm}^{-1}$ มีอัตราส่วนความเข้มของ I_D/I_G มีค่าเท่ากับ 2.11 2.56 1.94 2.42 และ 2.68 ตามลำดับ โดยค่าอัตราส่วน I_D/I_G มีค่าสูงขึ้นบ่งชี้ถึงการเพิ่มขึ้นของความไม่เป็นระเบียบและการเพิ่มขึ้นของคาร์บอนอสถฐานในโครงสร้าง (Yang *et al.*, 2019) สอดคล้องกับแนวโน้มของปริมาณรูพรุนและพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างที่สูงขึ้นยืนยันด้วยเทคนิค BET/BJH ทำให้ไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์สามารถแพร่กระจายอยู่บนพื้นผิวได้มากส่งผลให้ต่อความจุไฟฟ้าจำเพาะในการเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าสูงขึ้น ดังจะเห็นจากตัวอย่าง AS11:20PAN มีสัดส่วน I_D/I_G มากที่สุดคือ 2.68 และให้ความจุไฟฟ้าจำเพาะมากที่สุดเท่ากับ 186.14 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g นอกจากนี้สัดส่วน I_D/I_G ยังสัมพันธ์กับขนาดของผลึกของแกรไฟต์ (crystallite size, L_a) โดยสามารถคำนวณจากสมการ $L_a(\text{nm}) = C(\lambda)/(I_D/I_G)$ โดยที่ $C(532\text{ nm})$ คือค่าคงที่ประมาณ 4.4 (Yu Wang *et al.*, 2003) จากสมการจะได้ว่าถ้าความเข้มพีค D มาก ค่า L_a จะน้อย ในทั้ง 5 ตัวอย่าง L_a อยู่ในช่วง $1.64\text{--}2.27\text{ nm}$ ซึ่งค่าที่ได้ยังไม่มีแนวโน้มใดต่อผลความเป็นแม่เหล็กหรือผลทางสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของตัวอย่าง นอกจากนี้ตรวจพบตำแหน่งพีคจากสเปกตรัมรามาน ที่ระบุถึงตำแหน่งพีค ของ In-O ในตัวอย่าง AS11:20PAN บ่งชี้ว่าตัวอย่างมีพันธะ In-O ปริมาณมากใน

โครงสร้าง (Berengue *et al.*, 2010) สอดคล้องกับผลการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุและการเกิดพันธะด้วยเทคนิค XPS



ภาพประกอบที่ 4.40 สเปกตรัมรามาน (curve fit) ของเส้นใยนาโน (a) AS4(2:1) (b) AS6 (c) AS9(6:4) (d) AS10:20PP และ (e) AS11:20PAN

ตารางที่ 4.16 ตำแหน่งพีก D G $2D_1$ และ $2D_2$ สัดส่วน I_D/I_G และขนาดผลึกของแกรไฟต์ (L_a) ของเส้นใยนาโน AS4(2:1) AS6 AS9(6:4) AS10:20PP และ AS11:20PAN

ตัวอย่าง	ตำแหน่งพีก (cm^{-1})				$R=I_D/I_G$	L_a (nm)
	D	G	$2D_1$	$2D_2$		
AS4(2:1)	1361.2	1580.5	2530.0	2742.1	2.11	2.08
AS6	1359.9	1581.8	2552.9	2807.5	2.56	1.72
AS9(6:4)	1361.3	1578.0	2592.2	2848.4	1.94	2.27
AS10:20PP	1360.9	1581.8	2663.3	2853.3	2.42	1.82
AS11:20PAN	1358.6	1582.5	2605.6	2790.7	2.68	1.64

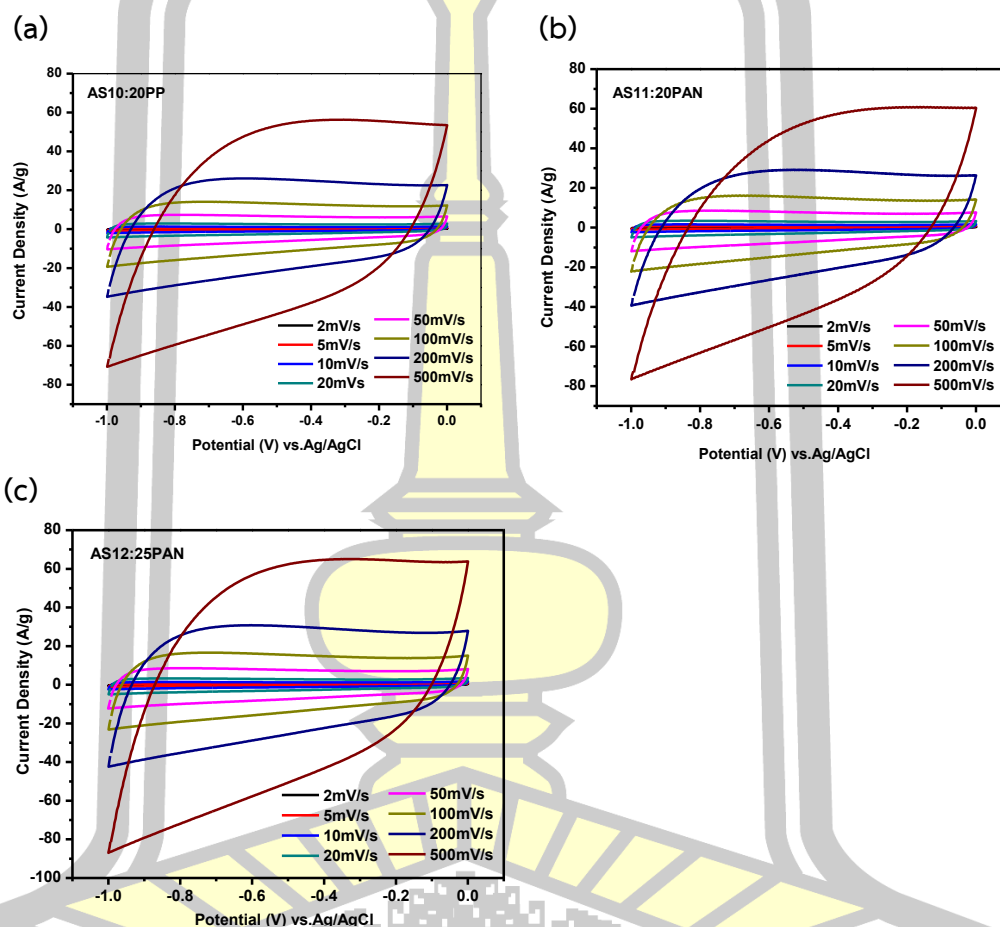
4.4.5 ผลการตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV/GCD

โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและเทคนิคการอัดประจุและคายประจุ เพื่อศึกษาพฤติกรรมและอัตราการเกิดปฏิกิริยาของตัวอย่างและการวัดค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะโดยใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด รวมทั้งการทดสอบวงจรการใช้งานโดยการอัดและคายประจุจำนวน 1000 รอบ อย่างต่อเนื่อง ที่ความหนาแน่นกระแสเท่ากับ 5 A/g ในระบบขั้วไฟฟ้า 3 ขั้ว ใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ KOH ความเข้มข้น 6 M ได้ผลการทดลองดังนี้

4.4.5.1 การทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV

วัสดุเส้นใยนาโนตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN เตรียมขั้วไฟฟ้าแบบง่าย เพื่อตรวจสอบพฤติกรรมและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในขั้วไฟฟ้า จากความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ขั้วไฟฟ้าทำงานและความต่างศักย์เทียบกับศักย์ไฟฟ้าระหว่างขั้วเคาน์เตอร์กับขั้วอ้างอิง ทดสอบโดยการเพิ่มอัตราส่วนความต่างศักย์ไฟฟ้าต่อเวลา แล้ววัดกระแสไฟฟ้าที่ค่าศักย์ต่างๆ ทำให้ได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (A/g) กับ ความต่างศักย์ (V) ดังภาพประกอบที่ 4.41 (a) (b) และ (c) ซึ่งแสดงกราฟเส้นโค้ง CV ของขั้วไฟฟ้าจากวัสดุตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ตามลำดับ ทดสอบที่อัตราสแกน 2 5 10 20 50 100 200 และ 500 mV/s วัดในช่วงความต่างศักย์ $-0.10 - 0.0 \text{ V}$ จากกราฟ CV ของทั้ง 3 ตัวอย่าง ลักษณะของเส้นโค้ง CV มีรูปร่างเข้าใกล้สี่เหลี่ยมผืนผ้าแสดงถึงลักษณะทั่วไปของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLC โดยไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะถูกดูดซับและเก็บสะสมประจุบนพื้นผิวขั้วไฟฟ้าที่ทำจากตัวอย่าง พบว่าที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่อเวลาเท่ากันพื้นที่ใต้กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าจากวัสดุ AS12:25PAN มีขนาดใหญ่ที่สุด อาจเป็นผลจากปริมาณไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ทำให้ปริมาณของ

ออกซิเจนมากกว่า ดังนั้นจึงมีแนวโน้มที่จะมีความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงขึ้นด้วย แต่เส้นโค้ง CV ไม่พบพีกที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์ที่ชัดเจน ทำให้วัสดุแสดงพฤติกรรมกลไกการเก็บประจุแบบ EDLC หรืออาจเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์อย่างรวดเร็วและต่อเนื่องระหว่างสารละลายอิเล็กโทรไลต์และพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าแต่ไม่แสดงพีก สันนิษฐานจากความจุไฟฟ้าจำเพาะที่เพิ่มขึ้น (Hyo Kim *et al.*, 2015) หรืออาจเป็นผลจากช่วงความต่างศักย์ที่ทดสอบไม่ได้อยู่ในช่วงของการทำให้เกิดกระแสการแพร่ของไอออนดังที่กล่าวข้างต้น

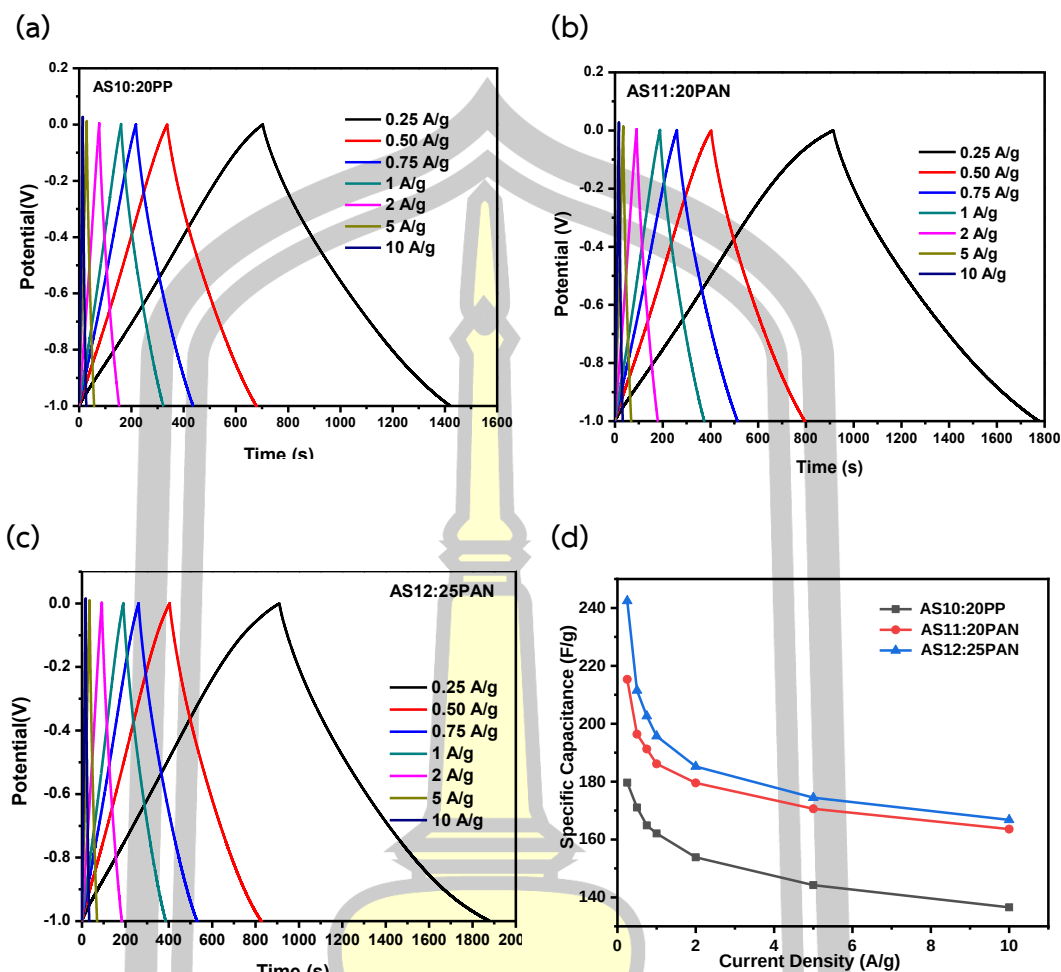


ภาพประกอบที่ 4.41 กราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าที่ประดิษฐ์ด้วยวัสดุ (a) AS10:20PP (b) AS11:20PAN และ (c) AS12:25PAN ที่อัตราสแกน 2 5 10 20 50 100 200 และ 500 mV/s

4.4.5.2 การทดสอบความสามารถการอัดและคายประจุด้วยเทคนิค GCD

ในการทดสอบการอัดและคายประจุของวัสดุตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ S12:25PAN แสดงดังภาพประกอบที่ 4.42 โดยทดสอบที่อัตราความหนาแน่นกระแสต่างๆ ตั้งแต่ 0.5 – 10 A/g พบว่าทั้ง 3 ตัวอย่างแสดงพฤติกรรม การอัดและคายประจุที่ไม่เป็นเส้นตรงที่สมมาตร ตามลักษณะทั่วไปของตัวเก็บประจุชนิด EDLC ในตัวอย่าง S12:25PAN ใช้เวลาในการคายประจุมากที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับการทดสอบด้วยเทคนิค CV นอกจากนี้พบว่าทุกตัวอย่างเวลาในกระบวนการอัดและคายประจุเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อความหนาแน่นกระแสเพิ่มขึ้น เนื่องจากเวลาที่มีผลต่อการเข้าถึงและการแพร่ของ $K^+(aq)$ เข้าไปยังรูพรุนของวัสดุขณะการอัดและคายประจุ (Hyo Kim *et al.*, 2015) และเมื่อคำนวณความจุไฟฟ้าจำเพาะจากการคายประจุ โดยใช้สมการ 3.10 ความจุไฟฟ้าจำเพาะของตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ S12:25PAN มีค่าเท่ากับ 162.09 186.14 และ 195.69 F/g ตามลำดับ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าอื่นๆ แสดงดังภาพประกอบที่ 4.42 (d) และตารางที่ 4.17 เมื่อใช้พอลิเมอร์จาก PAN (100) ให้ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณไนโตรเจนของโลหะที่เท่ากันคือร้อยละ 20 อาจเป็นผลจากพอลิเมอร์ PAN มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและมีปริมาณคาร์บอนที่สูงหลังการแคลไซน์เมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเมอร์จาก PVP โดยสามารถยืนยันจากเทคนิค BET และ XPS ตามลำดับ

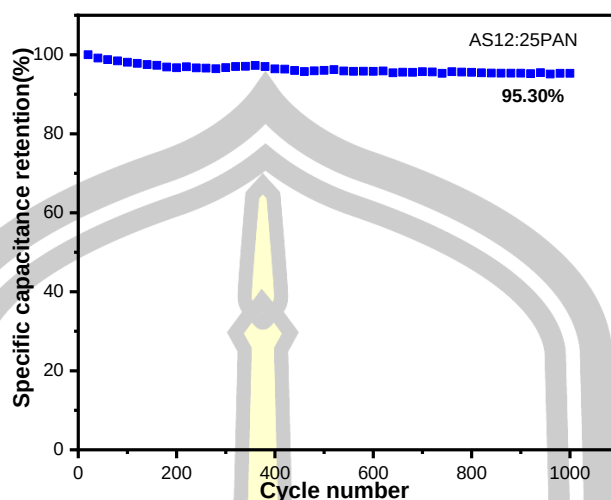
เมื่อนำตัวอย่างที่มีความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงที่สุดไปทดสอบรอบอายุการใช้งานโดยทดสอบการอัดและคายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่องจำนวน 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g พบว่าหลังผ่านการอัดและคายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะของวัสดุ มีค่าลดลงเหลือ 95.30% จากค่าเริ่มต้น แสดงดังภาพประกอบที่ 4.43 อาจเป็นผลจากขนาดของรูพรุนขนาดมีโซพอร์ส มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำทำให้ไอออนมีการแพร่และการส่งผ่านได้ง่ายส่งผลให้ขั้วไฟฟ้ามีเสถียรภาพและรอบอายุการใช้งานที่นานเมื่ออัตราการคายประจุสูง (Hyo Kim *et al.*, 2015) เมื่อพิจารณาค่าความหนาแน่นพลังงานและกำลังงาน โดยคำนวณความจุไฟฟ้าจำเพาะจากการคายประจุ ในสมการที่ 3.12 และ 3.13 ตามลำดับ ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ค่าความหนาแน่นพลังงานและกำลังงาน แสดงดังตารางที่ 4.18 เมื่อคำนวณความหนาแน่นพลังงานและกำลังงาน ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g แล้วนำมาเปรียบเทียบกับพล็อตของเรโกเน่ ของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานต่างๆ ได้แก่ ตัวเก็บประจุ ตัวเก็บประจุยิ่งยวด แบตเตอรี่และเซลล์เชื้อเพลิง แสดงดังภาพประกอบที่ 4.44 ความหนาแน่นพลังงานอยู่ในช่วง 18.26 – 33.63 Wh/kg อยู่ในช่วงของแบตเตอรี่ซึ่งสูงกว่าของตัวเก็บประจุยิ่งยวด และมีความหนาแน่นกำลังงาน 124.93 – 4951.29 W/kg อยู่ในช่วงของตัวเก็บประจุยิ่งยวด ซึ่งสูงกว่าแบตเตอรี่ นั่นหมายความว่าความหนาแน่นกำลังสูงชี้ให้เห็นว่าวัสดุที่เตรียมได้อาจเหมาะสำหรับอุปกรณ์เก็บสะสมพลังงานที่ดีในอนาคต



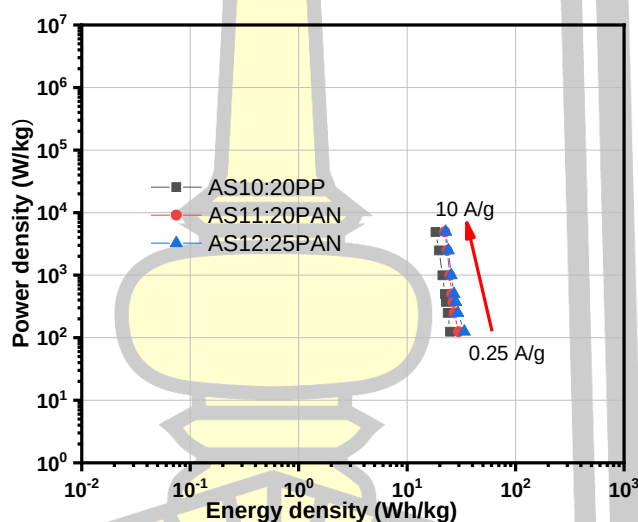
ภาพประกอบที่ 4.42 กราฟการอัดและคายประจุ ของขั้วไฟฟ้าประดิษฐ์ด้วยวัสดุ (a) AS10:20PP (b) AS11:20PAN (c) S12:25PAN ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ และ (d) ความจุไฟฟ้าจำเพาะของทั้ง 3 ตัวอย่าง ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g

ตารางที่ 4.17 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะของขั้วไฟฟ้าเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g

ตัวอย่าง	ความจุไฟฟ้าจำเพาะ ที่ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ (F/g)						
	0.25 (A/g)	0.5 (A/g)	0.75 (A/g)	1 (A/g)	2 (A/g)	5 (A/g)	10 (A/g)
AS10:20PP	179.64	171.04	164.86	162.09	153.84	144.21	136.55
AS11:20PAN	215.33	196.40	191.25	186.14	179.54	170.60	163.59
AS12:25PAN	242.42	211.50	202.64	195.69	185.20	174.46	166.76



ภาพประกอบที่ 4.43 ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าเส้นใยนาโนคาร์บอน AS12:25PAN หลังการอัดและคายประจุอย่างต่อเนื่อง 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g



ภาพประกอบที่ 4.44 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงาน (E_s) กับความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ที่ความหนาแน่นกระแส 0.25 - 10 A/g

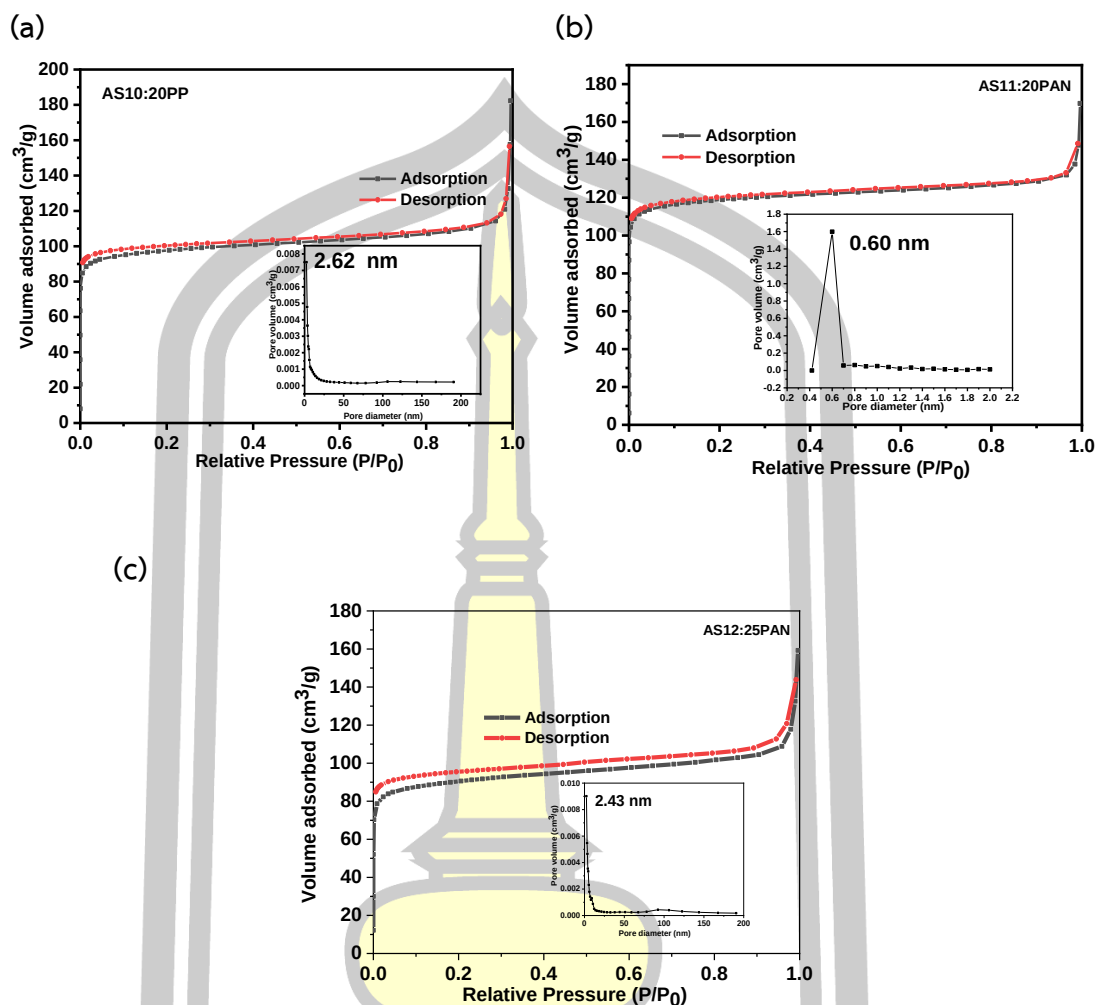
ตารางที่ 4.18 ความหนาแน่นพลังงาน (E_s) และความหนาแน่นกำลัง (P_s) ของวัสดุขั้วไฟฟ้า AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g

ตัวอย่าง	ความหนาแน่นพลังงาน (Wh/kg)	ความหนาแน่นกำลัง (W/kg)
AS10:20PP	22.4	498.5
AS11:20PAN	25.7	498.8
AS12:25PAN	27.0	498.4

4.4.6 ผลการตรวจสอบบริเวณพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนเฉลี่ย

การตรวจสอบบริเวณพื้นที่ผิวจำเพาะและการกระจายขนาดรูพรุนของวัสดุเส้นใยนาโน อาศัยการดูดซับและคายซับก๊าซไนโตรเจน จากภาพประกอบที่ 4.45 (a) เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ของการดูดซับและคายซับแก๊สไนโตรเจน โดยความดันสัมพัทธ์ P/P_0 อยู่ในช่วง 0 - 1 ตัวอย่าง AS10:20PP แสดงลักษณะเส้นโค้งไอโซเทอมชนิด II และ IV ตามประเภทไอโซเทอมของ IUPAC เส้นโค้งชนิดที่ II ตัวอย่างจะเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็วในช่วงความดันต่ำ ส่วนเส้นโค้งไอโซเทอมแบบที่ IV บ่งบอกถึงวัสดุมีรูพรุนขนาดมีโซพอร์ส ตัวอย่างมีขนาดรูพรุนมากที่สุดเท่ากับ 2.62 nm ปริมาตรรูพรุนรวมเท่ากับ 0.205 cm³/g ส่วนพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 297.00 m²/g และเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN ในตัวอย่าง AS11:20PAN เส้นโค้งไอโซเทอมมีลักษณะเป็นแบบ I ดังภาพประกอบที่ 4.45 (b) เป็นลักษณะของการดูดซับของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดไมโครพอร์สหรือขนาดเล็กกว่า 2 nm โดยเริ่มต้นของเส้นกราฟจะมีการดูดซับเนื่องจากมีรูพรุนขนาดเล็กจำนวนมาก โดยขนาดรูพรุนมากที่สุดเท่ากับ 0.60 nm ปริมาตรรูพรุนรวมเท่ากับ 0.223 cm³/g ส่วนพื้นที่ผิวจำเพาะมีค่าเท่ากับ 474.25 m²/g และเมื่อเพิ่มปริมาณไนเตรทเป็น 25% ของพอลิเมอร์ PAN ในตัวอย่าง AS12:25PAN พบว่าเส้นโค้งไอโซเทอมมีลักษณะ II และ IV ภาพประกอบที่ 4.45 (c) โดยขนาดรูพรุนมากที่สุดเท่ากับ 2.43 nm ปริมาตรรูพรุนรวมเท่ากับ 0.208 cm³/g ส่วนพื้นที่ผิวจำเพาะลดลงเป็น 277.49 m²/g อาจเป็นผลจากตัวอย่างมีขนาดปริมาตรรูพรุนรวมที่น้อยกว่า นอกจากนี้ยังพบว่าช่วงแรกกราฟไอโซเทอมของทั้ง 3 ตัวอย่างมีการดูดซับแก๊สไนโตรเจนไว้อย่างรวดเร็วซึ่งเกิดการดูดซับและควบแน่นในส่วนของรูพรุนขนาดเล็กที่น้อยกว่าขนาด 2 nm จากผลการตรวจสอบพื้นผิวของตัวอย่างสามารถนำไปยืนยันการเพิ่มขึ้นของความจุไฟฟ้าจำเพาะได้ แต่จากค่า C_s ในตัวอย่าง AS11:20PAN มีพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่า แต่ให้ค่า C_s น้อยกว่า อาจเป็นผลเนื่องจากตัวอย่าง AS11:20PAN มีขนาดรูพรุนมากที่สุดเท่ากับ 0.60 nm ซึ่งมีขนาดเล็กมากเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่าง AS12:25PAN ที่มีขนาดรูพรุนในระดับมีโซพอร์เท่ากับ 2.62 nm ทำให้การถ่ายโอนไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์และพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าทำได้ยากจึงส่งผลต่อความจุไฟฟ้าที่ลดลง ค่าต่างๆ ที่เกี่ยวกับผลการตรวจสอบพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุน แสดงดังตารางที่ 4.19

พูน บณ สิโต ชีเว



ภาพประกอบที่ 4.45 ไอโซเทอมการดูดซับไนโตรเจนและการกระจายตัวขนาดรูพรุน (แทรก) ของเส้นใยนาโน (a) AS10:20PP (b) AS11:20PAN และ (c) AS12:25PAN

ตารางที่ 4.19 ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย (D) ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย (V) และค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (C_s) ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g ตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN

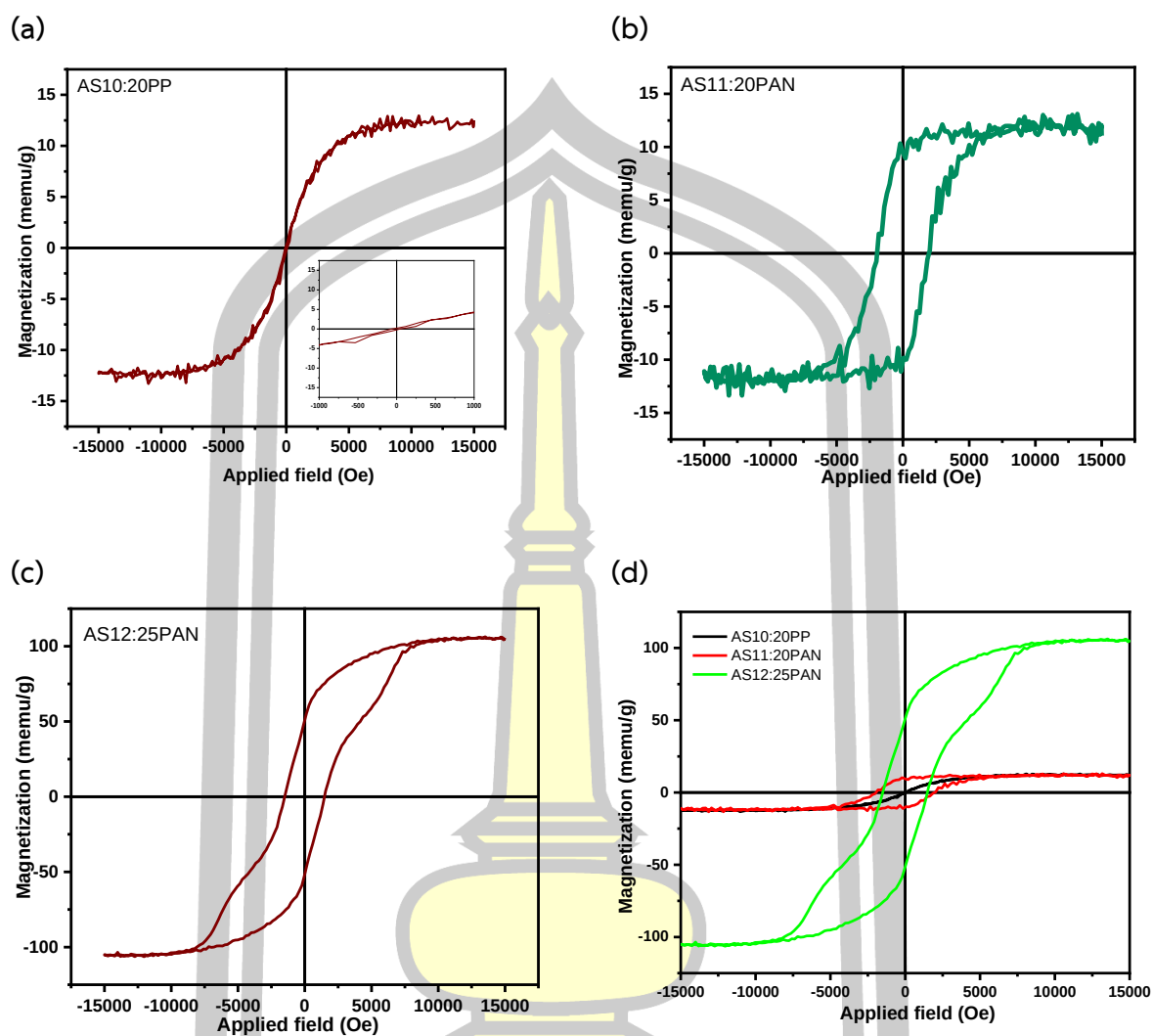
ตัวอย่าง	S_{BET} (m^2/g)	D_{max} (nm)	D_{av} (nm)	V_{total} (cm^3/g)	Isotherm type	C_s (F/g)
AS10:20PP	297.00	2.62	2.76	0.205	II + IV	162.09
AS11:20PAN	474.25	0.60	1.88	0.223	I	186.14
AS12:25PAN	277.49	2.43	3.0102	0.208	II + IV	195.69

4.4.7 ผลการตรวจสอบสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM

การศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กของเส้นใยตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN โดยการวัดการเปลี่ยนแปลงแมกนีไทเซชันเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก ± 15 kOe ในภาพประกอบที่ 4.46 (a) แสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อนที่อุณหภูมิห้อง ของตัวอย่าง AS10:20PP มีค่าแมกนีไทเซชัน 0.276 memu/g ที่สนามแม่เหล็กภายนอก 523.93 Oe และเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่าง AS11:20PAN ที่ใช้พอลิเมอร์ PAN (100) แสดงวงปิดฮิสเตอรีซิส ดังภาพประกอบที่ 4.46 (b) ซึ่งบ่งชี้ถึงความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อนที่อุณหภูมิห้อง โดยมีค่าแมกนีไทเซชันเท่ากับ 12.12 memu/g ที่สนามแม่เหล็กภายนอก 1963.06 Oe โดยจากการศึกษาก่อนหน้านี้พบว่า PAN มีค่าแมกนีไทเซชันเท่ากับ 34.72 ซึ่งค่าแมกนีไทเซชันลดลงอาจเกิดจากขนาดของเส้นใยเฉลี่ยมีขนาดใหญ่กว่าหรือผลจากโครงสร้างผลึกไม่เป็นระเบียบของอะตอมคาร์บอน หรือค่า I_p/I_g ในตัวอย่าง โดยยืนยันผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Raman แต่เมื่อปริมาณไนเตรทเพิ่มขึ้นเป็น 25% ในตัวอย่าง AS12:25PAN แสดงวงปิดฮิสเตอรีซิส ดังภาพประกอบที่ 4.46 (c) ค่าแมกนีไทเซชันเพิ่มขึ้นเป็น 105.6 memu/g ที่สนามแม่เหล็กภายนอก 1284.76 Oe อาจเกิดจากขนาดของเส้นใยเฉลี่ยมีขนาดเล็กมากกว่า หรือผลจากความบกพร่องของโครงสร้างแกรไฟต์เนื่องจากอะตอมของคาร์บอน รวมทั้งผลจากสารประกอบของโลหะ In และ Ni หรือสารประกอบ In_2O_3 ที่เกิดความบกพร่องเนื่องจากช่องว่างออกซิเจน ทำให้เกิดการคู่ควบกันแบบเฟอร์โรแมกเนติก ซึ่งทั้งหมดส่งผลต่อความเป็นแม่เหล็กในตัวอย่าง โดยค่าแมกนีไทเซชันและค่าสนามแม่เหล็กภายนอก แสดงดังตารางที่ 4.20

ตารางที่ 4.20 ค่าแมกนีไทเซชันและค่าสภาพแรงบังคับแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง ของตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN

ตัวอย่าง	แมกนีไทเซชัน (memu/g)	สภาพแรงบังคับ (Oe)
AS10:20PP	0.28	523.93
AS11:20PAN	12.12	1963.06
AS12:25PAN	105.60	1284.76



ภาพประกอบที่ 4.46 การเปลี่ยนแปลงแมกนีไทเซชันเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอก (H-M) ที่อุณหภูมิห้องของตัวอย่าง AS10:20PP AS11:20PAN และ AS12:25PAN

พหุบัน ปณ จิตโต ชีเว

บทที่ 5

สรุปผล และข้อเสนอแนะ

ในงานวิจัยนี้ได้ประดิษฐ์เส้นใยนาโนคาร์บอน รวมทั้งเส้นใยนาโนคาร์บอนคอมโพสิตกับออกไซด์ของโลหะอินเดียมและนิกเกิล เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในการทำขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด ตัวอย่างประกอบด้วยเส้นใย 3 กลุ่ม คือ 1) เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรท และพอลิเมอร์ PVP 2) เส้นใยนาโนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP และ 3) เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 2:1 โดยน้ำหนัก ใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP โดยวิธีอิเล็กโตรสปินนิง ร่วมกับการแคลไซน์ใน 3 ขั้นตอนประกอบด้วยการรักษาเสถียรภาพ คาร์บอนซ์ และการกระตุ้นให้เกิดรูพรุน หลังจากนั้นนำไปศึกษาโครงสร้าง สมบัติทางเคมีไฟฟ้าและแม่เหล็ก ด้วยเทคนิคต่างๆ ดังนี้ TG/DTA XRD FE-SEM XPS Raman BET/BJH CV/GCD และ VSM จากผลการศึกษาสามารถสรุปผลได้ดังนี้

5.1 สรุปผลการทดลอง

5.1.1 เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรท นิกเกิลไนเตรทและพอลิเมอร์ PVP

เส้นใยนาโน $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:1)/PVP $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2:1)/PVP และ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1:2)/PVP พอลิเมอร์ที่ใช้คือ PVP ผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโน พบว่าเส้นใยกลุ่มนี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของ as spun เท่ากับ 323 ± 60 ถึง 496 ± 60 nm หลังแคลไซน์ เส้นใยมีขนาดเส้นใยลดลงเนื่องจากการสลายตัวของพอลิเมอร์และตัวทำละลายอื่นๆ มีขนาดเฉลี่ยในช่วง 317 ± 71 ถึง 394 ± 64 nm เส้นใยนาโน $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ หลังการแคลไซน์ เกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ In_2O_3 แบบคิวบิก ที่ยังไม่สมบูรณ์ เนื่องจากมีคาร์บอนในตัวอย่างในปริมาณที่สูง และตรวจพบฟิสิกัลคอมปอนของโลหะ In โดยมีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล เส้นใยนาโน $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{PVP}$ หลังการแคลไซน์ เกิดเฟสของ Ni โครงสร้างแบบคิวบิก การเกิดเฟสของ Ni อาจเป็นผลจากขณะแคลไซน์มีการดึงน้ำออกจากนิกเกิลไนเตรทที่มีปริมาณของออกซิเจนน้อยเนื่องจากคาร์บอนไดออกไซด์เข้ามาไล่อะตอมออกซิเจน ทำให้ปริมาณออกซิเจนไม่เพียงพอต่อการเกิดโครงสร้างที่เป็นออกไซด์ จึงเกิดกลไกการสลายตัวของ NiO เป็น Ni นอกจากนี้เกิดเฟสของ NiO แบบคิวบิก ที่ยังไม่สมบูรณ์

เมื่อนำ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ มาผสมกันในสัดส่วน 1:1 2:1 และ 1:2 โดยน้ำหนัก สัดส่วน 1:1 เกิดเฟส In_2O_3 แบบคิวบิก รวมทั้งเฟส NiO นอกจากนี้ยังพบการก่อตัวของโครงสร้างของสารประกอบเชิงโลหะ InNi แบบเฮกซะโกนอล เมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วนของ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็น 2:1 เกิดเฟสโครงสร้าง In_2O_3 แบบคิวบิก และเฟสของสารประกอบเชิงโลหะ In_3Ni_2 แบบเฮกซะโกนอล ไม่มีการตรวจพบฟิสิกการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่เกี่ยวข้องกับ NiO ส่วนปริมาณสัดส่วนของ $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}/\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็น 1:2 พบว่าเกิดเฟสโครงสร้างของสารประกอบเชิงโลหะ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ แบบเฮกซะโกนอล รวมทั้งเฟสของ In_2O_3 ที่ยังไม่สมบูรณ์ และไม่มีการตรวจพบฟิสิกการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่เกี่ยวข้องกับ Ni หรือ NiO เมื่อคำนวณขนาดผลึกจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ โดยอาศัยสมการเดอบาย-เชเรอร์ พบว่าการผสมอินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทเข้าไปที่สัดส่วน 1:1 และ 2:1 ขนาดผลึกของ In_2O_3 ระบาย (222) มีขนาดผลึกลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับ In_2O_3 ในตัวอย่าง AS1 ที่มีขนาด 121.2 nm เป็น 76.2 และ 17.7 nm ตามลำดับ ขนาดผลึกในสารประกอบมีขนาดเล็กลง อาจเป็นผลเนื่องจาก InNi และ In_3Ni_2 ไปยับยั้งการเจริญเติบโตของ In_2O_3 ส่งผลให้ขนาดของผลึกเล็กลง ส่วนขนาดผลึกของ In_2O_3 ในตัวอย่าง AS5(1:2) ไม่สามารถคำนวณได้เนื่องจากเกิดเฟสของสารประกอบออกไซด์ที่ไม่ชัดเจน และเมื่อเพิ่มปริมาณของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็น 1:2 เกิดเฟสของ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ ขึ้นค่อนข้างสมบูรณ์ อาจเป็นผลจากปริมาณก๊าซออกซิเจนที่มีปริมาณน้อย นอกจากนี้ขณะแคลไซน์มีการกระตุ้นด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ทำให้เกิดปฏิกิริยาจึงทำให้เกิดการรวมตัวของสารประกอบ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ ในโครงสร้างและเกิดโครงสร้างของ In_2O_3 ที่ไม่สมบูรณ์ ดังนั้นจะเห็นว่าปริมาณไนเตรทที่แตกต่างกันส่งผลให้เกิดเฟสโครงสร้างของสารประกอบที่ต่างกัน องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยนาโนทั้ง 5 ตัวอย่างประกอบด้วยคาร์บอนร้อยละ 80-90 ของธาตุอื่นๆ บนผิวเส้นใย บ่งบอกถึงปริมาณการมีอยู่ของธาตุคาร์บอนในปริมาณที่สูงซึ่งเป็นอีกหนึ่งบทบาทที่มีผลต่อค่าการเก็บประจุไฟฟ้า ในทุกตัวอย่างตรวจพบพันธะต่างๆ คือ C-C /C-H C-O/C-OH และ C=O บ่งบอกถึงปริมาณของคาร์บอนที่มีปริมาณที่สูงด้วย

ผลการศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าพบว่าเส้นใยนาโนทั้ง 5 ตัวอย่าง แสดงกลไกการเก็บสะสมประจุไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิด EDLC ไม่ปรากฏฟิสิกของปฏิกิริยารีดอกซ์ที่พื้นผิวซึ่งแสดงถึงการสะสมประจุของตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดซูโดคาปาซิเตอร์ อาจเกิดจากช่วงความต่างศักย์ที่ไม่ทำให้เกิดกระแสการแพร่ของไอออน หรือเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ที่มีการผันกลับที่เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วบริเวณพื้นผิวนขนาดใหญ่ทำให้ไม่ปรากฏฟิสิกของปฏิกิริยารีดอกซ์ขึ้น เมื่อปริมาณของอินเดียมไนเตรทเพิ่มขึ้นในสัดส่วนของอินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทเท่ากับ 2:1 ความจุไฟฟ้าจำเพาะเพิ่มขึ้นและสูงที่สุดโดยมีค่าเท่ากับ 82.93 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g อาจเป็นผลจากการเกิดเฟสของ In_2O_3 ที่ค่อนข้างสมบูรณ์ ผลจากการเกิดเฟสออกไซด์นี้ทำให้ความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงขึ้น และในสัดส่วน

อินเดียมไนเตรทต่อนิกเกิลไนเตรทเท่ากับ 1:2 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะน้อยที่สุดอาจเป็นเนื่องจากโครงสร้างของ $\text{InNi}_3\text{C}_{0.5}$ ผลการทดสอบประสิทธิภาพการกักเก็บประจุโดยการอัดและคายประจุอย่างต่อเนื่องจำนวน 1000 รอบ พบว่า AS1 และ AS4(2:1) มีเสถียรภาพดีมากโดยค่าการเก็บประจุลดลงเล็กน้อยจากเริ่มต้นเหลือ 95.29 และ 97.32% ตามลำดับ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g ความหนาแน่นพลังงานและกำลังงานพบว่าตัวอย่าง AS4(2:1) มีความหนาแน่นกำลังสูงกว่าของทั้งตัวเก็บประจุยิ่งยวดและแบตเตอรี่ และความหนาแน่นพลังงานอยู่ในช่วงทับซ้อนกันของตัวเก็บประจุยิ่งยวดและแบตเตอรี่ ตัวอย่าง AS2 AS3(1:1) และ AS5(1:2) มีค่าความหนาแน่นพลังงานและค่าความหนาแน่นกำลัง อยู่ในช่วงของสมบัติของตัวเก็บประจุยิ่งยวด ซึ่งให้เห็นถึงวัสดุที่เตรียมได้มีความเหมาะสมสำหรับการนำไปใช้งานเป็นวัสดุทำขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดและแบตเตอรี่

ผลการศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กของ AS1 ซึ่งประกอบด้วยเฟสของ $\text{In-In}_2\text{O}_3$ แสดงพฤติกรรมของแม่เหล็กไดอะ และตัวอย่าง AS2 ประกอบด้วยโครงสร้างเส้นใยวัสดุผสม Ni-NiO แสดงพฤติกรรมของแม่เหล็กเฟอร์โรแมกเนติกแบบอ่อน สังเกตจากลักษณะของวงปิดฮิสเทอรีซิสที่มีลักษณะแคบ มีค่าแมกนีไทเซชันอิ่มตัวและค่าสภาพบังคับ เท่ากับ 24.22 emu/g และ 872.7 Oe ตามลำดับ และเมื่อผสมอินเดียมไนเตรทและนิกเกิลไนเตรทสัดส่วน 1:1 2:1 และ 1:2 ตัวอย่างแสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแมกเนติกแบบอ่อนที่อุณหภูมิห้อง โดยให้ค่าแมกนีไทเซชันอิ่มตัว เท่ากับ 0.015 - 428.18 emu/g โดยสัดส่วนของอินเดียมไนเตรทมีผลต่อการเพิ่มขึ้นของค่าแมกนีไทเซชันอิ่มตัวเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณของนิกเกิลไนเตรทที่เพิ่มขึ้น

5.1.2 เส้นใยนาโนเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN และ PVP

ผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนคาร์บอน AS6 AS7(8:2) AS8(7:3) และ AS9(6:4) มีลักษณะทรงกระบอกยาว พื้นผิวราบเรียบมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของ as spun ประมาณ 498 ± 110 ถึง 746 ± 132 nm หลังการแคลไซน์เส้นใยมีขนาดลดลงเนื่องจากการสลายตัวของพอลิเมอร์และตัวทำละลายอื่นๆ มีขนาดประมาณ 340 ± 60 ถึง 583 ± 111 nm โดยพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของพอลิเมอร์ PVP ทำให้ขนาดของเส้นใยเฉลี่ยลดลงเล็กน้อยเนื่องจาก PVP มีการสลายตัวได้มากกว่าเนื่องจากมีจุดเดือดที่ต่ำกว่าและเมื่อตรวจสอบเฟสโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD พบเฟสของแกรไฟต์ ที่มุม 2θ เท่ากับ 25° และ 41.6° สอดคล้องกับ ระนาบ (002) และ (101) ตามลำดับ เมื่อปริมาณพอลิเมอร์ PAN ลดลง ความเข้มข้นการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเส้นใยนาโนคาร์บอนลดลง โดยสัดส่วนที่มีความเข้มข้นการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ต่ำที่สุดคือ PAN:PVP เท่ากับ 60:40 หรือตัวอย่าง AS9(6:4) สันนิษฐานว่าเป็นผลจากการเจริญเติบโตของผลึกคาร์บอนใน PAN ต่ำกว่าและมีปริมาณของคาร์บอนมากกว่า ดังนั้นเมื่อผสม PVP เข้าไปทำให้ปริมาณของคาร์บอนและการเจริญเติบโตลดลง

เส้นใยนาโนทั้งหมดแสดงกลไกการเก็บสะสมประจุไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิด EDLC ความจุไฟฟ้าจำเพาะจาก PAN หรือตัวอย่าง AS6 ให้ค่าสูงสุดเท่ากับ 164.86 F/g ซึ่งอาจเป็นผลจากมีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่าในตัวอย่างอื่นๆ ซึ่งเท่ากับ 295.23 m²/g และมีขนาดรูพรุนมีโซพอร์ส 2.63 nm ซึ่งเหมาะสมในการถ่ายโอนไอออนระหว่างสารละลายอิเล็กโทรไลต์และผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า ทำให้สามารถกักเก็บประจุได้มาก และเมื่อลดปริมาณพอลิเมอร์ PAN ใน 3 สัดส่วน พบว่าตัวอย่าง AS9(6:4) มีความจุไฟฟ้าจำเพาะสูงที่สุดเท่ากับ 147.67 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g เมื่อทดสอบรอบอายุการใช้งานของตัวอย่าง AS6 และ AS9(6:4) โดยวัดการอัดและคายประจุไฟฟ้าอย่างต่อเนื่องจำนวน 1000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g ขั้วไฟฟ้ามีเสถียรภาพดีมาก โดยค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะของวัสดุลดลงเพียงเล็กน้อยจากค่าเริ่มต้นเหลือ 95.68 และ 93.72% ตามลำดับ นอกจากนี้ยังมีความหนาแน่นพลังงานสูงกว่าตัวเก็บประจุยิ่งยวดและความหนาแน่นกำลังงานสูงกว่าแบตเตอรี่โดยอยู่ในช่วงของตัวเก็บประจุยิ่งยวด ซึ่งให้เห็นว่าวัสดุที่เตรียมได้มีความเหมาะสมสำหรับนำไปใช้งานเป็นวัสดุทำขั้วไฟฟ้าสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดและแบตเตอรี่หรืออาจเหมาะสมสำหรับอุปกรณ์เก็บสะสมพลังงานที่ดีในอนาคต

เส้นใยนาโน AS6 AS8(7:3) และ AS9(6:4) แสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อนที่อุณหภูมิห้อง มีค่าแมกนีไทเซชันเท่ากับ 7.70 – 144.24 memu/g สันนิษฐานว่าเป็นผลเนื่องจากอะตอมของคาร์บอนในแกรไฟต์ที่มีอยู่จำนวนมากเกิดข้อบกพร่องขึ้น เช่น เกิดตำแหน่งช่องว่างคาร์บอน คือเกิดพันธะคาร์บอนโดดเดี่ยว ในโครงสร้างวงแหวนของคาร์บอน ทำให้มีการจับกันของพันธะของ H แล้วทำให้เกิดการควบคู่แบบแม่เหล็กเฟอร์โรของพันธะโดดเดี่ยวเหล่านั้น ซึ่งยืนยันการเกิดพันธะระหว่าง C-H ด้วยเทคนิค XPS โดยเส้นใยนาโน AS9(6:4) หรือสัดส่วน PAN:PVP(60:40) มีค่าแมกนีไทเซชันสูงสุดเท่ากับ 144.24 memu/g ที่สนามแม่เหล็กภายนอก 2777.02 Oe

5.1.3 เส้นใยนาโนเมื่อใช้อินเดียมไนเตรตต่อนิกเกิลไนเตรตสัดส่วน 2:1 โดยมวล และพอลิเมอร์ PAN และ PVP

ผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโน AS10:20PP AS11:20PAN และ S12:25PAN เส้นใยทั้ง 3 ตัวอย่าง มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของ as spun ประมาณ 555±83 ถึง 943±189 nm และหลังแคลไซน์เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 440±62 ถึง 543±83 nm เกิดเฟสโครงสร้างของแกรไฟต์ที่มุม 2θ เท่ากับ 25° และ 41.6° แต่ไม่พบการเกิดเฟสโครงสร้างออกไซด์ของอินเดียมและนิกเกิล เนื่องจากเส้นใยมีองค์ประกอบของธาตุคาร์บอนในปริมาณที่สูง ยืนยันจากผลการตรวจสอบบริเวณพื้นผิวของเส้นใยด้วยเทคนิค XPS ประกอบด้วย In Ni O และ C ซึ่งทั้ง 3 ตัวอย่าง ประกอบด้วย C มากกว่า 80% และเกิดอินเดียมที่มีเลขออกซิเดชันเป็น

In^{3+} และนิกเกิลมีเลขออกซิเดชันเป็น Ni^0 และ Ni^{2+} ซึ่งส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ในกลไกการเก็บประจุในตัวอย่าง

เส้นใยทั้ง 3 ตัวอย่าง แสดงกลไกการเก็บสะสมประจุไฟฟ้าตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิด EDLC ไม่ปรากฏฟิสิกของปฏิกิริยารีดอกซ์ที่พื้นผิวซึ่งแสดงถึงการสะสมประจุของตัวเก็บประจุยิ่งยวดชนิดซูโดคาปaciเตอร์ หรืออาจเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ที่มีการผันกลับและเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วทำให้ไม่ปรากฏฟิสิกของปฏิกิริยารีดอกซ์เนื่องจากเกิดเฟสของ Ni^0 และ Ni^{2+} เมื่อผสมอินเดียมไนเตรทและนิกเกิลไนเตรทเข้าไป 20% โดยใช้พอลิเมอร์ PAN:PVP สัดส่วน 100:0 60:40 ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะเพิ่มขึ้นเล็กน้อยจาก 147.67 F/g เป็น 186.14 และ 162.09 F/g ตามลำดับ เนื่องจากมีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่า เมื่อเพิ่มอินเดียมไนเตรทและนิกเกิลไนเตรทเข้าไป 25% ใช้พอลิเมอร์ PAN พบว่าไม่มีผลต่อความจุไฟฟ้าจำเพาะที่เพิ่มขึ้น คือจาก 186.14 เป็น 195.69 F/g ตัวอย่างทั้งหมดมีความหนาแน่นพลังงานสูงกว่าตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยอยู่ในช่วงของแบตเตอรี่และมีความหนาแน่นกำลังงานสูงกว่าแบตเตอรี่โดยอยู่ในช่วงของตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้นหมายความว่าความหนาแน่นกำลังสูงชี้ให้เห็นว่าวัสดุที่เตรียมได้อาจเหมาะสำหรับอุปกรณ์เก็บสะสมพลังงานที่ดีในอนาคต

ทั้ง 3 ตัวอย่าง แสดงพฤติกรรมความเป็นแม่เหล็กเฟอร์โรแบบอ่อนที่อุณหภูมิห้อง โดยค่าแมกนีไทเซชัน เท่ากับ 0.28 - 105.60 memu/g เมื่อผสมอินเดียมไนเตรทและนิกเกิลไนเตรทเข้าไป 20% โดยใช้พอลิเมอร์ PAN:PVP สัดส่วน 60:40 ค่าแมกนีไทเซชันลดลงจาก 144.20 เป็น 0.28 memu/g โดยให้ผลเช่นเดียวกับเมื่อใช้พอลิเมอร์ PAN ที่ 100% คือลดลงจาก 34.72 เป็น 12.12 memu/g ซึ่งค่าที่ลดลงอาจเกิดจากขนาดของเส้นใยเฉลี่ยที่มีขนาดใหญ่กว่าหรือผลจากโครงสร้างผลึกไม่เป็นระเบียบของอะตอมคาร์บอนหรือค่า I_d/I_g ในตัวอย่างที่มีค่าสูงกว่า แต่เมื่อเพิ่มอินเดียมไนเตรทและนิกเกิลไนเตรทเข้าไป 25% โดยใช้พอลิเมอร์ PAN ค่าแมกนีไทเซชันเพิ่มขึ้นจาก 34.72 เป็น 105.60 memu/g

5.2 ข้อเสนอแนะ

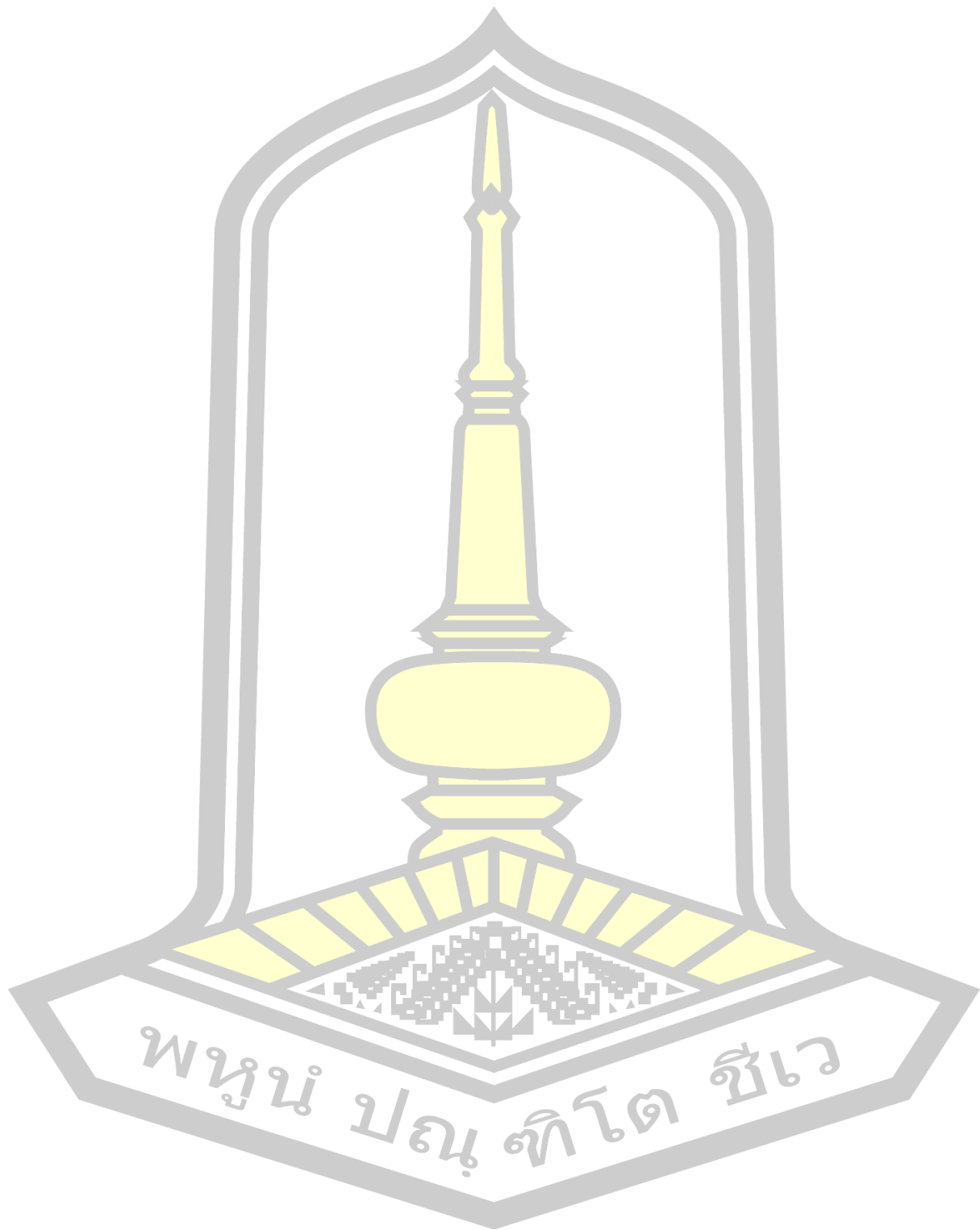
1. ในขั้นตอนของการให้ความร้อนควรมีการเผาในบรรยากาศของอากาศและอาร์กอนร่วมด้วย เนื่องจากผลการทดลองพบการเกิดเฟสโครงสร้างของออกไซด์ค่อนข้างน้อยและยังไม่สมบูรณ์
2. ในการทดสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าควรมีการเปลี่ยนช่วงของความต่างศักย์เพิ่มเติม ซึ่งควรอยู่ในช่วงของ In_2O_3 หรือ NiO เพื่อให้ทราบถึงช่วงของการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ที่ชัดเจน
3. ในการทดสอบสมบัติเคมีไฟฟ้าควรมีการเปลี่ยนชนิดและความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่มีผลต่อประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้า

4. ควรมีการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยภาพถ่าย TEM เพื่อให้เห็นลักษณะโครงสร้างหรือรูปร่างที่ชัดเจนของตัวอย่างเพิ่มมากขึ้น รวมทั้งเทคนิคสเปกตรัม EDS เพื่อให้เห็นการกระจายตัวของธาตุในตัวอย่างด้วย

5. ควรตรวจสอบความต้านทานของตัวอย่างด้วยเทคนิค EIS รวมทั้งพิตเส้นโค้งในวงจรเทียบเท่าเพื่อประมาณค่าความต้านทานของการถ่ายเทประจุและความต้านทานของวงจร เพื่อยืนยันการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ



บรรณานุกรม



พรรณิ หล่ออุดมพันธ์ (2551) ผลของสภาวะออกซิเดชันของไอออนบวกต่อการนำไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์ ชนิด CeO_2 ที่ได้ปด้วย Sm_2O_3 สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็ง. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.

ภัทรานันท์ ทองเทพ สมพร มูลมั่งมี และฉัตรชัย พลเขียว (2014) การศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของเยื่อร่วมพอลิไพโรลบนขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์สำหรับการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรี. *Science and Technology*, 4(2), 25–32.

วรวิทย์ จันทรสุวรรณ (2558) ประสิทธิภาพการดูดซับไอออนตะกั่วจากสารละลายโดยใช้รูมวเลาเป็นตัวดูดซับ. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร.

สุปรีย์ พิณจุสุนทร (2558) *วัสดุแม่เหล็ก*. ขอนแก่น. มหาวิทยาลัยขอนแก่น.

แมน อมรสิทธิ์ และคณะ (2554) *หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ*. พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพมหานคร.

Agyemang, F. O., Tomboc, G. M., Kwofie, S., & Kim, H. (2018). Electrospun carbon nanofiber-carbon nanotubes coated polyaniline composites with improved electrochemical properties for supercapacitors. *Electrochimica Acta*, 259, 1110–1119. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2017.12.079>.

Al-Enizi, A. M., Elzatahry, A. A., Abdullah, A. M., Almaadeed, M. A., Wang, J., Zhao, D., & Al-Deyab, S. (2014). Synthesis and electrochemical properties of nickel oxide/carbon nanofiber composites. *Carbon*, 71, 276–283. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2014.01.052>

An, G. H., & Ahn, H. J. (2013). Activated porous carbon nanofibers using Sn segregation for high-performance electrochemical capacitors. *Carbon*, 65, 87–96. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.08.002>

An, G. H., Koo, B. R., & Ahn, H. J. (2016). Activated mesoporous carbon nanofibers fabricated using water etching-assisted templating for high-performance electrochemical capacitors. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 18(9), 6587–6594. <https://doi.org/10.1039/c6cp00035e>

Arai, K., Okuda, T., Tanaka, A., Kotsugi, M., Fukumoto, K., Ohkochi, T., Nakamura, T., Matsushita, T., Muro, T., Oura, M., Senba, Y., Ohashi, H., Kakizaki, A., Mitsumata,

- C., & Kinoshita, T. (2012). Three-dimensional spin orientation in antiferromagnetic domain walls of NiO studied by x-ray magnetic linear dichroism photoemission electron microscopy. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, 85(10). <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.85.104418>
- Aslan, M., Weingarth, D., Jäckel, N., Atchison, J. S., Grobelsek, I., & Presser, V. (2014). Polyvinylpyrrolidone as binder for castable supercapacitor electrodes with high electrochemical performance in organic electrolytes. *Journal of Power Sources*, 266, 374–383. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2014.05.031>
- Auffan, M., Santaella, C., Thiéry, A., Paillès, C., Rose, J., Achouak, W., Thill, A., Masion, A., Wiesner, M., Bottero, J.-Y., Mouchet, F., Landois, P., Bourdiol, F., Fourquaux, I., Puech, P., Flahaut, E., Gauthier, L., Rybak-Smith, M. J., Song, Y., ... Joner, E. J. (2012). Electrospinning. In *Encyclopedia of Nanotechnology* (pp. 769–775). Springer Netherlands. https://doi.org/10.1007/978-90-481-9751-4_357
- Augustyn, V., Simon, P., & Dunn, B. (2014). Pseudocapacitive oxide materials for high-rate electrochemical energy storage. *Energy and Environmental Science*, 7(5), 1597–1614. <https://doi.org/10.1039/c3ee44164d>
- Aval, L. F., Ghoranneviss, M., & Pour, G. B. (2018). High-performance supercapacitors based on the carbon nanotubes, graphene and graphite nanoparticles electrodes. *Heliyon*, 4(11), e00862. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2018.e00862>
- Baek, G. Y., Lee, H. S., Jung, J. M., Hwang, I. T., Shin, J., Jung, C. H., & Choi, J. H. (2018). Preparation of conductive carbon films from polyacrylonitrile/graphene oxide composite films by thermal treatment. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 58, 87–91. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2017.09.011>
- Bastakoti, B. P., Oveisi, H., Hu, C. C., Wu, K. C. W., Suzuki, N., Takai, K., Kamachi, Y., Imura, M., & Yamauchi, Y. (2013). Mesoporous carbon incorporated with In₂O₃ nanoparticles as high-performance supercapacitors. *European Journal of Inorganic Chemistry*, 7, 1109–1112. <https://doi.org/10.1002/ejic.201201311>
- Bell, J., Ye, R., Ahmed, K., Liu, C., Ozkan, M., & Ozkan, C. S. (2015). Free-standing Ni-NiO nanofiber cloth anode for high capacity and high rate Li-ion batteries. *Nano*

Energy, 18, 47–56. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2015.09.013>

- Bhise, S. C., Awale, D. V., Vadiyar, M. M., Patil, S. K., Ghorpade, U. V., Kokare, B. N., Kim, J. H., & Kolekar, S. S. (2019). A mesoporous nickel oxide nanosheet as an electrode material for supercapacitor application using the 1-(2', 3' - dihydroxypropyl)-3-methylimidazolium hydroxide ionic liquid electrolyte. *Bulletin of Materials Science*, 42(6). <https://doi.org/10.1007/s12034-019-1961-7>
- Buchholz, D. B., Ma, Q., Alducin, D., Ponce, A., Jose-Yacamán, M., Khanal, R., Medvedeva, J. E., & Chang, R. P. H. (2014). The structure and properties of amorphous indium oxide. *Chemistry of Materials*, 26(18), 5401–5411. <https://doi.org/10.1021/cm502689x>
- Červenka, J., Katsnelson, M. I., & Flipse, C. F. J. (2009). Room-temperature ferromagnetism in graphite driven by two-dimensional networks of pointdefects. *Nature Physics*, 5(11), 840–844. <https://doi.org/10.1038/nphys1399>
- Chandradass, J., Bae, D. S., & Kim, K. H. (2011). A simple method to prepare indium oxide nanoparticles: Structural, microstructural and magnetic properties. *Advanced Powder Technology*, 22(3), 370–374. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2010.05.006>
- Chang, J., Lee, W., Mane, R. S., Cho, B. W., & Han, S. H. (2008). Morphology-dependent electrochemical supercapacitor properties of indium oxide. *Electrochemical and Solid-State Letters*, 11(1), 2007–2009. <https://doi.org/10.1149/1.2805996>
- Chen, G., Zhai, W., Wang, Z., Yu, J., Wang, F., Zhao, Y., & Li, G. (2015). Fabrication and supercapacitive properties of hierarchical porous carbon from polyacrylonitrile. *Materials Research Bulletin*, 72, 204–210. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2015.07.021>
- Chen, P. C., Shen, G., Sukcharoenchoke, S., & Zhou, C. (2009). Flexible and transparent supercapacitor based on In_2O_3 nanowire/carbon nanotube heterogeneous films. *Applied Physics Letters*, 94(4), 124–126. <https://doi.org/10.1063/1.3069277>

- Cychosz, K. A., & Thommes, M. (2018). Progress in the Physisorption Characterization of Nanoporous Gas Storage Materials. *Engineering*, 4(4), 559–566. <https://doi.org/10.1016/j.eng.2018.06.001>
- Dar, F. I., Moonoswamy, K. R., & Es-Souni, M. (2013). Morphology and property control of NiO nanostructures for supercapacitor applications. *Nanoscale Research Letters*, 8(1), 1–7. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-8-363>
- Du, N., Zhang, H., Chen, B., Xiangyang, M., Liu, Z., Wu, J., & Yang, D. (2007). Porous indium oxide nanotubes: Layer-by-layer assembly on carbon-nanotube templates and application for room-temperature NH₃ gas sensors. *Advanced Materials*, 19(12), 1641–1645. <https://doi.org/10.1002/adma.200602128>
- Ekerenam, O. O., Ma, A. L., Zheng, Y. G., He, S. Y., & Okafor, P. C. (2018). Evolution of the Corrosion Product Film and Its Effect on the Erosion–Corrosion Behavior of Two Commercial 90Cu–10Ni Tubes in Seawater. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 31(11), 1148–1170. <https://doi.org/10.1007/s40195-018-0745-1>
- Fan, H., Ran, F., Zhang, X., Song, H., Jing, W., Shen, K., Kong, L., & Kang, L. (2014). A hierarchical porous carbon membrane from polyacrylonitrile/polyvinylpyrrolidone blending membranes: Preparation, characterization and electrochemical capacitive performance. *Journal of Energy Chemistry*, 23(6), 684–693. [https://doi.org/10.1016/S2095-4956\(14\)60200-X](https://doi.org/10.1016/S2095-4956(14)60200-X)
- Gao, D., Qiao, H., Wang, Q., Cai, Y., & Wei, Q. (2011). Structure, morphology and thermal stability of porous carbon nanofibers loaded with cobalt nanoparticles. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 6(4), 6–9. <https://doi.org/10.1177/155892501100600402>
- George, G., & Anandhan, S. (2014). Synthesis and characterisation of nickel oxide nanofibre webs with alcohol sensing characteristics. *RSC Advances*, 4(107), 62009–62020. <https://doi.org/10.1039/c4ra11083h>
- González, G. B., Mason, T. O., Quintana, J. P., Warschkow, O., Ellis, D. E., Hwang, J. H., Hodges, J. P., & Jorgensen, J. D. (2004). Defect structure studies of bulk and nano-indium-tin oxide. *Journal of Applied Physics*, 96(7), 3912–3920.

<https://doi.org/10.1063/1.1783610>

- Grover, S., Goel, S., Marichi, R. B., Sahu, V., Singh, G., & Sharma, R. K. (2016). Polyaniline All Solid-State Pseudocapacitor: Role of Morphological Variations in Performance Evolution. *Electrochimica Acta*, 196, 131–139. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2016.02.157>
- Gu, F., Nie, R., Han, D., & Wang, Z. (2015). In₂O₃-graphene nanocomposite based gas sensor for selective detection of NO₂ at room temperature. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 219, 94–99. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2015.04.119>
- Haider, S., Al-Zeghayer, Y., Ahmed Ali, F. A., Haider, A., Mahmood, A., Al-Masry, W. A., Imran, M., & Aijaz, M. O. (2013). Highly aligned narrow diameter chitosan electrospun nanofibers. *Journal of Polymer Research*, 20(4). <https://doi.org/10.1007/s10965-013-0105-9>
- Harizi, A., Laatar, F., & Ezzaouia, H. (2019). Physical properties enhancement of porous silicon treated with In₂O₃ as a antireflective coating. *Results in Physics*, 12, 1716–1724. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2019.01.076>
- Hashem, M., Saion, E., Al-Hada, N. M., Kamari, H. M., Shaari, A. H., Talib, Z. A., Paiman, S. B., & Kamarudeen, M. A. (2016). Fabrication and characterization of semiconductor nickel oxide (NiO) nanoparticles manufactured using a facile thermal treatment. *Results in Physics*, 6, 1024–1030. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2016.11.031>
- Hassan, I., Antao, S. M., & Hersi, A. A. M. (2003). Single-crystal XRD, TEM, and thermal studies of the satellite reflections in nepheline. *Canadian Mineralogist*, 41(3), 759–783. <https://doi.org/10.2113/gscanmin.41.3.759>
- He, T., Fu, Y., Meng, X., Yu, X., & Wang, X. (2018). A novel strategy for the high performance supercapacitor based on polyacrylonitrile-derived porous nanofibers as electrode and separator in ionic liquid electrolyte. *Electrochimica Acta*, 282, 97–104. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.06.029>
- Hyodo, T., Furuno, S. I., Fujii, E., Matsuo, K., Motokucho, S., Kojio, K., & Shimizu, Y.

- (2013). Porous In_2O_3 powders prepared by ultrasonic-spray pyrolysis as a NO_2 -sensing material: Utilization of polymethylmethacrylate microspheres synthesized by ultrasonic-assisted emulsion polymerization as a template. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 187(2), 495–502. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2013.02.090>
- Imran Din, M., & Rani, A. (2016). Recent advances in the synthesis and stabilization of nickel and nickel oxide nanoparticles: A green adeptness. *International Journal of Analytical Chemistry*, 2016. <https://doi.org/10.1155/2016/3512145>
- Jin, L., Zhao, X., Qian, X., Wang, S., Shen, X., & Dong, M. (2017). Synthesis of porous In_2O_3 /carbon composites derived from metal-organic frameworks for high performance Li-ion batteries. *Materials Letters*, 199, 176–179. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.04.016>
- Kalaie, M. R., Youzbashi, A. A., Meshkot, M. A., & Hosseini-Nasab, F. (2016). Preparation and characterization of superparamagnetic nickel oxide particles by chemical route. *Applied Nanoscience (Switzerland)*, 6(6), 789–795. <https://doi.org/10.1007/s13204-015-0498-3>
- Khayyam, H., Jazar, R. N., Nunna, S., Golkarnarenji, G., Badii, K., Fakhrhoseini, S. M., Kumar, S., & Naebe, M. (2020). PAN precursor fabrication, applications and thermal stabilization process in carbon fiber production: Experimental and mathematical modelling. In *Progress in Materials Science* (Vol. 107). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100575>
- Kolathodi, M. S., Palei, M., & Natarajan, T. S. (2015). Electrospun NiO nanofibers as cathode materials for high performance asymmetric supercapacitors. *Journal of Materials Chemistry A*, 3(14), 7513–7522. <https://doi.org/10.1039/c4ta07075e>
- Kuang, H., Cao, Q., Wang, X., Jing, B., Wang, Q., & Zhou, L. (2013). Influence of the reaction temperature on polyaniline morphology and evaluation of their performance as supercapacitor electrode. *Journal of Applied Polymer Science*, 130(5), 3753–3758. <https://doi.org/10.1002/app.39650>
- Kumar, R., Agrawal, A., Bhuvana, T., & Sharma, A. (2018). Porous indium oxide hollow

- spheres (PIOHS) for asymmetric electrochemical supercapacitor with excellent cycling stability. *Electrochimica Acta*, 270, 87–95. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.03.076>
- Lakshmi, V., Ranjusha, R., Vineeth, S., Nair, S. V., & Balakrishnan, A. (2014). Supercapacitors based on microporous β -Ni(OH)₂ nanorods. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 457(1), 462–468. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2014.06.016>
- Lee, D. G., & Kim, B. H. (2016). MnO₂ decorated on electrospun carbon nanofiber/graphene composites as supercapacitor electrode materials. *Synthetic Metals*, 219, 115–123. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2016.06.007>
- Lee, D. G., Yang, C. M., & Kim, B. H. (2017). Enhanced electrochemical properties of boron functional groups on porous carbon nanofiber/MnO₂ materials. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 788, 192–197. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2017.01.059>
- Lee, H.-M., Kang, H.-R., An, K.-H., Kim, H.-G., & Kim, B.-J. (2013). Comparative studies of porous carbon nanofibers by various activation methods. *Carbon Letters*, 14(3), 180–185. <https://doi.org/10.5714/cl.2013.14.3.180>
- Li, F., Jian, J., Wu, R., Li, J., & Sun, Y. (2015). Synthesis, electrochemical and gas sensing properties of In₂O₃ nanostructures with different morphologies. *Journal of Alloys and Compounds*, 645, 178–183. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.04.157>
- Li, H., Wang, S., Ye, J., Liang, W., Zhang, Y., & Gu, J. (2019). One-pot synthesize Al-doped α -Ni(OH)₂/reduced graphene oxide composite for high-performance asymmetric supercapacitors. *Journal of Alloys and Compounds*, 799, 529–537. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.05.308>
- Libich, J., Máca, J., Vondrák, J., Čech, O., & Sedláříková, M. (2018). Supercapacitors: Properties and applications. *Journal of Energy Storage*, 17(March), 224–227. <https://doi.org/10.1016/j.est.2018.03.012>

- Lim, S. K., Hwang, S. H., Chang, D., & Kim, S. (2010). Preparation of mesoporous In_2O_3 nanofibers by electrospinning and their application as a CO gas sensor. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 149(1), 28–33. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2010.06.039>
- Lim, S. P., Huang, N. M., & Lim, H. N. (2013). Solvothermal synthesis of SnO_2 /graphene nanocomposites for supercapacitor application. *Ceramics International*, 39(6), 6647–6655. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.01.102>
- Limaye, M. V., Singh, S. B., Das, R., Poddar, P., & Kulkarni, S. K. (2011). Room temperature ferromagnetism in undoped and Fe doped ZnO nanorods: Microwave-assisted synthesis. *Journal of Solid State Chemistry*, 184(2), 391–400. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2010.11.008>
- Lin, L. T., Tang, L., Zhang, R., Deng, C., Chen, D. J., Cao, L. W., & Meng, J. X. (2015a). Monodisperse In_2O_3 nanoparticles synthesized by a novel solvothermal method with $\text{In}(\text{OH})_3$ as precursors. *Materials Research Bulletin*, 64(3), 139–145. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2014.12.034>
- Lin, L. T., Tang, L., Zhang, R., Deng, C., Chen, D. J., Cao, L. W., & Meng, J. X. (2015b). Monodisperse In_2O_3 nanoparticles synthesized by a novel solvothermal method with $\text{In}(\text{OH})_3$ as precursors. *Materials Research Bulletin*, 64, 139–145. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2014.12.034>
- Liu, C., Tan, Y., Liu, Y., Shen, K., Peng, B., Niu, X., & Ran, F. (2016). Microporous carbon nanofibers prepared by combining electrospinning and phase separation methods for supercapacitor. *Journal of Energy Chemistry*, 25(4), 587–593. <https://doi.org/10.1016/j.jechem.2016.03.017>
- Liu, T., Pell, W. G., & Conway, B. E. (1997). Self-discharge and potential recovery phenomena at thermally and electrochemically prepared RuO_2 supercapacitor electrodes. *Electrochimica Acta*, 42(23–24), 3541–3552. [https://doi.org/10.1016/S0013-4686\(97\)81190-5](https://doi.org/10.1016/S0013-4686(97)81190-5)
- Liu, X., Naylor Marlow, M., Cooper, S. J., Song, B., Chen, X., Brandon, N. P., & Wu, B. (2018). Flexible all-fiber electrospun supercapacitor. *Journal of Power Sources*,

384(February), 264–269. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2018.02.081>

- Liu, Y., Liu, Q., Wang, L., Yang, X., Yang, W., Zheng, J., & Hou, H. (2020). Advanced Supercapacitors Based on Porous Hollow Carbon Nanofiber Electrodes with High Specific Capacitance and Large Energy Density. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 12(4), 4777–4786. <https://doi.org/10.1021/acsami.9b19977>
- Long, H., Shi, T., Hu, H., Jiang, S., Xi, S., & Tang, Z. (2014). Growth of hierarchal mesoporous NiO nanosheets on carbon cloth as binder-free anodes for high-performance flexible lithium-ion batteries. *Scientific Reports*, 4, 1–9. <https://doi.org/10.1038/srep07413>
- Luzio, A., Canesi, E. V., Bertarelli, C., & Caironi, M. (2014). Electrospun polymer fibers for electronic applications. In *Materials* (Vol. 7, Issue 2, pp. 906–947). <https://doi.org/10.3390/ma7020906>
- Ma, Y. W., Lu, Y. H., Yi, J. B., Feng, Y. P., Heng, T. S., Liu, X., Gao, D. Q., Xue, D. S., Xue, J. M., Ouyang, J. Y., & Ding, J. (2012). Room temperature ferromagnetism in Teflon due to carbon dangling bonds. *Nature Communications*, 3. <https://doi.org/10.1038/ncomms1689>
- Malchenko, S. N., Lychkovsky, Y. N., & Baykov, M. V. (1993). In₂O₃-based gas sensors. *Sensors and Actuators: B. Chemical*, 13(1–3), 159–161. [https://doi.org/10.1016/0925-4005\(93\)85350-J](https://doi.org/10.1016/0925-4005(93)85350-J)
- Meher, S. K., & Rao, G. R. (2011). Ultralayered Co₃O₄ for high-performance supercapacitor applications. *Journal of Physical Chemistry C*, 115(31), 15646–15654. <https://doi.org/10.1021/jp201200e>
- Meng, C., Gall, O. Z., & Irazoqui, P. P. (2013). A flexible super-capacitive solid-state power supply for miniature implantable medical devices. *Biomedical Microdevices*, 15(6), 973–983. <https://doi.org/10.1007/s10544-013-9789-1>
- Miller, J. R., & Simon, P. (2008). Materials science: Electrochemical capacitors for energy management. *Science*, 321(5889), 651–652. <https://doi.org/10.1126/science.1158736>

- Mironova-Ulmane, N., Kuzmin, A., Sildos, I., & Pärs, M. (2011). Polarisation dependent Raman study of single-crystal nickel oxide. *Central European Journal of Physics*, 9(4), 1096–1099. <https://doi.org/10.2478/s11534-010-0130-9>
- Mu, J., Shao, C., Guo, Z., Zhang, M., Zhang, Z., Zhang, P., Chen, B., & Liu, Y. (2012). In 2O 3 nanocubes/carbon nanofibers heterostructures with high visible light photocatalytic activity. *Journal of Materials Chemistry*, 22(5), 1786–1793. <https://doi.org/10.1039/c1jm13577e>
- Najib, S., & Erdem, E. (2019). Current progress achieved in novel materials for supercapacitor electrodes: Mini review. *Nanoscale Advances*, 1(8), 2817–2827. <https://doi.org/10.1039/c9na00345b>
- Nesbitt, H. W., Legrand, D., & Bancroft, G. M. (2000). Interpretation of Ni2p XPS spectra of Ni conductors and Ni insulators. *Physics and Chemistry of Minerals*, 27(5), 357–366. <https://doi.org/10.1007/s002690050265>
- Nilmoung, S., Sinprachim, T., Kotutha, I., Kidkhunthod, P., Yimnirun, R., Rujirawat, S., & Maensiri, S. (2016). Electrospun carbon/CuFe2O4 composite nanofibers with improved electrochemical energy storage performance. *Journal of Alloys and Compounds*, 688, 1131–1140. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.06.251>
- Ning, P., Duan, X., Ju, X., Lin, X., Tong, X., Pan, X., Wang, T., & Li, Q. (2016). Facile synthesis of carbon nanofibers/MnO2 nanosheets as high-performance electrodes for asymmetric supercapacitors. *Electrochimica Acta*, 210, 754–761. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2016.05.214>
- Niu, H., Zhang, J., Xie, Z., Wang, X., & Lin, T. (2011). Preparation, structure and supercapacitance of bonded carbon nanofiber electrode materials. *Carbon*, 49(7), 2380–2388. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2011.02.005>
- Niveditha, C. V., Aswini, R., Jabeen Fatima, M. J., Ramanarayan, R., Pullanjiyot, N., & Swaminathan, S. (2018). Feather like highly active Co3O4 electrode for supercapacitor application: A potentiodynamic approach. *Materials Research Express*, 5(6). <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aac5a7>

- Padmanathan, N., Shao, H., McNulty, D., O'Dwyer, C., & Razeed, K. M. (2016a). Hierarchical NiO-In₂O₃ microflower (3D)/ nanorod (1D) hetero-architecture as a supercapattery electrode with excellent cyclic stability. *Journal of Materials Chemistry A*, 4(13), 4820–4830. <https://doi.org/10.1039/c5ta10407f>
- Padmanathan, N., Shao, H., McNulty, D., O'Dwyer, C., & Razeed, K. M. (2016b). Hierarchical NiO-In₂O₃ microflower (3D)/ nanorod (1D) hetero-architecture as a supercapattery electrode with excellent cyclic stability. *Journal of Materials Chemistry A*, 4(13), 4820–4830. <https://doi.org/10.1039/c5ta10407f>
- Pech, O., & Maensiri, S. (2019). Electrochemical performances of electrospun carbon nanofibers, interconnected carbon nanofibers, and carbon-manganese oxide composite nanofibers. *Journal of Alloys and Compounds*, 781, 541–552. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.12.088>
- Pelipenko, J., Kristl, J., Janković, B., Baumgartner, S., & Kocbek, P. (2013). The impact of relative humidity during electrospinning on the morphology and mechanical properties of nanofibers. *International Journal of Pharmaceutics*, 456(1), 125–134. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2013.07.078>
- Pérez-Álvarez, L., Ruiz-Rubio, L., Moreno, I., & Vilas-Vilela, J. L. (2019). Characterization and optimization of the alkaline hydrolysis of polyacrylonitrile membranes. *Polymers*, 11(11), 1–11. <https://doi.org/10.3390/polym11111843>
- Poonam, Sharma, K., Arora, A., & Tripathi, S. K. (2019). Review of supercapacitors: Materials and devices. *Journal of Energy Storage*, 21(January), 801–825. <https://doi.org/10.1016/j.est.2019.01.010>
- Prasad, K. R., Koga, K., & Miura, N. (2004). Electrochemical deposition of nanostructured indium oxide: High-performance electrode material for redox supercapacitors. *Chemistry of Materials*, 16(10), 1845–1847. <https://doi.org/10.1021/cm0497576>
- Prathap, P., Dahiya, A. S., Srivastava, M., Srivastava, S. K., Sivaiah, B., Haranath, D., Vandana, Srivastava, R., Rauthan, C. M. S., & Singh, P. K. (2014). Anti-reflection In₂O₃ nanocones for silicon solar cells. *Solar Energy*, 106, 102–108.

<https://doi.org/10.1016/j.solener.2013.12.037>

- Ra, E. J., Raymundo-Piñero, E., Lee, Y. H., & Béguin, F. (2009a). High power supercapacitors using polyacrylonitrile-based carbon nanofiber paper. *Carbon*. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.06.051>
- Ra, E. J., Raymundo-Piñero, E., Lee, Y. H., & Béguin, F. (2009b). High power supercapacitors using polyacrylonitrile-based carbon nanofiber paper. *Carbon*, 47(13), 2984–2992. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.06.051>
- Rahaman, M. S. A., Ismail, A. F., & Mustafa, A. (2007). A review of heat treatment on polyacrylonitrile fiber. *Polymer Degradation and Stability*, 92(8), 1421–1432. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2007.03.023>
- Ramesh, S., Yadav, H. M., Lee, Y. J., Hong, G. W., Kathalingam, A., Sivasamy, A., Kim, H. S., Kim, H. S., & Kim, J. H. (2019). Porous materials of nitrogen doped graphene oxide@SnO₂ electrode for capable supercapacitor application. *Scientific Reports*, 9(1), 2–11. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-48951-2>
- Rode, A. V., Christy, A. G., Gamaly, E. G., Hyde, S. T., & Luther-Davies, B. (2006). Magnetic Properties of Novel Carbon Allotropes. *Carbon Based Magnetism*, 463–482. <https://doi.org/10.1016/B978-044451947-4/50021-9>
- Sadezky, A., Muckenhuber, H., Grothe, H., Niessner, R., & Pöschl, U. (2005). Raman microspectroscopy of soot and related carbonaceous materials: Spectral analysis and structural information. *Carbon*, 43(8), 1731–1742. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2005.02.018>
- Saenger, K. L., Tsang, J. C., Bol, A. A., Chu, J. O., Grill, A., & Lavoie, C. (2010). In situ x-ray diffraction study of graphitic carbon formed during heating and cooling of amorphous-C/Ni bilayers. *Applied Physics Letters*, 96(15), 2010–2013. <https://doi.org/10.1063/1.3397985>
- Saito, T., Nishio-Hamane, D., Yoshii, S., & Nojima, T. (2011). Ferromagnetic carbon materials prepared from polyacrylonitrile. *Applied Physics Letters*, 98(5), 12–15. <https://doi.org/10.1063/1.3551522>

- Sarhaddi, R., Shahtahmasebi, N., Rezaee Rokn-Abadi, M., & Bagheri-Mohagheghi, M. M. (2010). Effect of post-annealing temperature on nano-structure and energy band gap of indium tin oxide (ITO) nano-particles synthesized by polymerizing complexing solgel method. *Physica E: Low-Dimensional Systems and Nanostructures*, 43(1), 452–457. <https://doi.org/10.1016/j.physe.2010.08.028>
- Sasi, B., & Gopchandran, K. G. (2007). Nanostructured mesoporous nickel oxide thin films. *Nanotechnology*, 18(11). <https://doi.org/10.1088/0957-4484/18/11/115613>
- Semnani, D. (2017). Geometrical characterization of electrospun nanofibers. In *Electrospun Nanofibers*. Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100907-9.00007-6>
- Senthilkumar, B., Thenamirtham, P., & Kalai Selvan, R. (2011). Structural and electrochemical properties of polythiophene. *Applied Surface Science*, 257(21), 9063–9067. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.05.100>
- Sharma, V., Singh, I., & Chandra, A. (2018). Hollow nanostructures of metal oxides as next generation electrode materials for supercapacitors. *Scientific Reports*, 8(1), 1–12. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-19815-y>
- Sill, T. J., & von Recum, H. A. (2008). Electrospinning: Applications in drug delivery and tissue engineering. *Biomaterials*, 29(13), 1989–2006. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2008.01.011>
- Sonsupap Ekaphan Swatsitang, S., Maensiri, cSanti, & Wongsaprom, K. (2015). Synthesis and Characterization of Indium Oxide Nanoparticles Using Indium Nitrate and Polyvinylpyrrolidone (PVP) as Precursors. In *Chiang Mai J. Sci* (Vol. 42, Issue 3). <http://epg.science.cmu.ac.th/ejournal/>
- Sudhakar, Y. N., Selvakumar, M., & Bhat, D. K. (2018). Biopolymer Electrolyte for Supercapacitor. In *Biopolymer Electrolytes*. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-813447-4.00003-0>
- Tan, Y. Bin, & Lee, J. M. (2013). Graphene for supercapacitor applications. *Journal of Materials Chemistry A*, 1(47), 14814–14843. <https://doi.org/10.1039/c3ta12193c>

- Tang, Z., Tang, C. H., & Gong, H. (2012). A high energy density asymmetric supercapacitor from nano-architected Ni(OH)₂/Carbon nanotube electrodes. *Advanced Functional Materials*, 22(6), 1272–1278. <https://doi.org/10.1002/adfm.201102796>
- Touihri, S., Cattin, L., Nguyen, D. T., Morsli, M., Louarn, G., Bouteville, A., V. froger, & Bernde, J. C. (2012). Towards anode with low indium content as effective anode in organic solar cells. *Applied Surface Science*, 258(7), 2844–2849. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.10.146>
- Tuzluca, F. N., Yesilbag, Y. O., & Ertugrul, M. (2018). Synthesis of In₂O₃ nanostructures with different morphologies as potential supercapacitor electrode materials. *Applied Surface Science*, 427(January), 956–964. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.08.127>
- Vidhyadharan, B., Zain, N. K. M., Misnon, I. I., Aziz, R. A., Ismail, J., Yusoff, M. M., & Jose, R. (2014). High performance supercapacitor electrodes from electrospun nickel oxide nanowires. *Journal of Alloys and Compounds*, 610, 143–150. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.04.211>
- Wacharasindhu, S., Likitmaskul, S., Punnakanta, L., Chaichanwatanakul, K., Angsusingha, K., & Tuchinda, C. (1998). Serum IGF-I and IGFBP-3 Levels for Normal Thai Children and their Usefulness in Clinical Practice. *Journal of the Medical Association of Thailand*, 81(6), 420–430.
- Wang, G., Pan, C., Wang, L., Dong, Q., Yu, C., Zhao, Z., & Qiu, J. (2012). Activated carbon nanofiber webs made by electrospinning for capacitive deionization. *Electrochimica Acta*, 69, 65–70. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2012.02.066>
- Wang, J. G., Yang, Y., Huang, Z. H., & Kang, F. (2012). Synthesis and electrochemical performance of MnO₂/CNTs-embedded carbon nanofibers nanocomposites for supercapacitors. *Electrochimica Acta*, 75, 213–219. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2012.04.088>
- Wang, Yingying, Duan, G., Zhu, Y., Zhang, H., Xu, Z., Dai, Z., & Cai, W. (2016). Room temperature H₂S gas sensing properties of In₂O₃ micro/nanostructured porous

- thin film and hydrolyzation-induced enhanced sensing mechanism. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 228, 74–84. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.01.002>
- Wang, Yonggang, Song, Y., & Xia, Y. (2016). Electrochemical capacitors: Mechanism, materials, systems, characterization and applications. *Chemical Society Reviews*, 45(21), 5925–5950. <https://doi.org/10.1039/c5cs00580a>
- Wang, Yu, Serrano, S., & Santiago-Avilés, J. J. (2003). Raman characterization of carbon nanofibers prepared using electrospinning. *Synthetic Metals*, 138(3), 423–427. [https://doi.org/10.1016/S0379-6779\(02\)00472-1](https://doi.org/10.1016/S0379-6779(02)00472-1)
- Wichaid Ponhan. (2014). *Fabrication and Magnetic Properties of Electrospun Nanofibers of La_{0.5}Sr_{0.5}TiO₃ Based Dilute Magnetic Oxides*. Khon Kaen University.
- Wongsaprom, K., Jareanboon, R., Kingcha, S., Pinitsoontorn, S., & Ponhan, W. (2017). Mn-Doped In₂O₃ Nanoparticles: a Simple Synthesis and Room-Temperature Ferromagnetism. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 30(4), 1053–1060. <https://doi.org/10.1007/s10948-016-3903-6>
- Wu, Z., Wang, Y., Sun, L., Mao, Y., Wang, M., & Lin, C. (2014). An ultrasound-assisted deposition of NiO nanoparticles on TiO₂ nanotube arrays for enhanced photocatalytic activity. *Journal of Materials Chemistry A*, 2(22), 8223–8229. <https://doi.org/10.1039/c4ta00850b>
- Xia, H., Shirley Meng, Y., Yuan, G., Cui, C., & Lu, L. (2012). A symmetric RuO₂/RuO₂ 2 supercapacitor operating at 1.6 v by using a neutral aqueous electrolyte. *Electrochemical and Solid-State Letters*, 15(4), 1–5. <https://doi.org/10.1149/2.023204esl>
- Xiang, D., Liu, X., & Dong, X. (2017). A facile synthetic method and electrochemical performances of nickel oxide/carbon fibers composites. *Journal of Materials Science*, 52(13), 7709–7718. <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1019-4>
- Xiao, H., Yao, S., Liu, H., Qu, F., Zhang, X., & Wu, X. (2016). NiO nanosheet assemblies for supercapacitor electrode materials. *Progress in Natural Science: Materials*

International, 26(3), 271–275. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2016.05.007>

Xie, W., Jiang, X., Qin, T., Yang, H., Liu, D., & He, D. (2017). Inner porous carbon nanofibers as binder-free electrodes for high-rate supercapacitors. *Electrochimica Acta*, 258, 1064–1071. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2017.11.159>

Xiong, X., Ding, D., Chen, D., Waller, G., Bu, Y., Wang, Z., & Liu, M. (2015). Three-dimensional ultrathin Ni(OH)₂ nanosheets grown on nickel foam for high-performance supercapacitors. *Nano Energy*, 11, 154–161. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2014.10.029>

Yang, D., An, Y., Wang, S., Wu, Z., & Liu, J. (2014). Evidence of the oxygen vacancies-induced room-temperature ferromagnetism in the (In_{0.97}-xFe_xSn_{0.03})₂O₃ films. *RSC Advances*, 4(64), 33680–33686. <https://doi.org/10.1039/c4ra04289a>

Yang, R., Zheng, J., Huang, J., Zhang, X. Z., Qu, J. L., & Li, X. G. (2010). Low-temperature growth of vertically aligned In₂O₃ nanoblades with improved lithium storage properties. *Electrochemistry Communications*, 12(6), 784–787. <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2010.03.033>

Yang, Z. Y., Wang, Y. H., Dai, Z., Lu, Z. W., Gu, X. Y., Zhao, H., Sun, G. Z., Lan, W., Zhang, Z. X., Pan, X. J., Zhou, J. Y., & Xie, E. Q. (2019). Nature of improved double-layer capacitance by KOH activation on carbon nanotube-carbon nanofiber hierarchical hybrids for supercapacitors. *Carbon*, 146, 610–617. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2019.02.057>

Yin, G., Steigert, A., Manley, P., Klenk, R., & Schmid, M. (2015). Enhanced absorption in tandem solar cells by applying hydrogenated In₂O₃ as electrode. *Applied Physics Letters*, 107(21), 1–5. <https://doi.org/10.1063/1.4936328>

Yu, J., Xie, F., Wu, Z., Huang, T., Wu, J., Yan, D., Huang, C., & Li, L. (2018). Flexible metallic fabric supercapacitor based on graphene/polyaniline composites. *Electrochimica Acta*, 259, 968–974. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2017.11.008>

- Yu, L., Wan, G., Peng, X., Dou, Z., Li, X., Wang, K., Lin, S., & Wang, G. (2016). Fabrication of carbon-coated NiO supported on graphene for high performance supercapacitors. *RSC Advances*, 6(17), 14199–14204. <https://doi.org/10.1039/c6ra01405d>
- Yuan, G. H., Jiang, Z. H., Aramata, A., & Gao, Y. Z. (2005). Electrochemical behavior of activated-carbon capacitor material loaded with nickel oxide. *Carbon*, 43(14), 2913–2917. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2005.06.027>
- Yue, Z., Benak, K. R., Wang, J., Mangun, C. L., & Economy, J. (2005). Elucidating the porous and chemical structures of ZnCl₂-activated polyacrylonitrile on a fiberglass substrate. *Journal of Materials Chemistry*, 15(30), 3142–3148. <https://doi.org/10.1039/b504141d>
- Zander, N. (2013). Hierarchically Structured Electrospun Fibers. *Polymers*, 5(1), 19–44. <https://doi.org/10.3390/polym5010019>
- Zhang, D., Karki, A. B., Rutman, D., Young, D. P., Wang, A., Cocke, D., Ho, T. H., & Guo, Z. (2009). Electrospun polyacrylonitrile nanocomposite fibers reinforced with Fe₃O₄ nanoparticles: Fabrication and property analysis. *Polymer*, 50(17), 4189–4198. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2009.06.062>
- Zhang, M., Li, Q., Fang, D., Ayhan, I. A., Zhou, Y., Dong, L., Xiong, C., & Wang, Q. (2015). NiO hierarchical hollow nanofibers as high-performance supercapacitor electrodes. *RSC Advances*, 5(116), 96205–96212. <https://doi.org/10.1039/c5ra17011g>
- Zhang, W., Tan, Y., Gao, Y., Wu, J., Hu, J., He, S., Stein, A., & Tang, B. (2015). Electrochimica Acta In 2 O 3 Nanoparticles on Three-Dimensionally Ordered Macroporous (3DOM) Carbon for Pseudocapacitor Electrodes. *Electrochimica Acta*, 176, 861–867. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2015.07.081>
- Zhang, Yifan, Park, M., Kim, H. Y., & Park, S. J. (2017). Moderated surface defects of Ni particles encapsulated with NiO nanofibers as supercapacitor with high capacitance and energy density. *Journal of Colloid and Interface Science*, 500, 155–163. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2017.04.022>

- Zhang, Yong, Feng, H., Wu, X., Wang, L., Zhang, A., Xia, T., Dong, H., Li, X., & Zhang, L. (2009). Progress of electrochemical capacitor electrode materials: A review. *International Journal of Hydrogen Energy*, 34(11), 4889–4899. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2009.04.005>
- Zhang, Yong, Jiang, C., Zhuang, S., Lu, M., & Cai, Y. (2016). Mesoporous In_2O_3 nanofibers assembled by ultrafine nanoparticles as a high capacity anode for Li-ion batteries. *RSC Advances*, 6(55), 49782–49786. <https://doi.org/10.1039/c6ra07804d>
- Zhao, Jiangshan, Tian, Y., Liu, A., Song, L., & Zhao, Z. (2019). The NiO electrode materials in electrochemical capacitor: A review. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 96(189), 78–90. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2019.02.024>
- Zhao, Junhong, Wu, J., Li, B., Du, W., Huang, Q., Zheng, M., Xue, H., & Pang, H. (2016). Facile synthesis of polypyrrole nanowires for high-performance supercapacitor electrode materials. *Progress in Natural Science: Materials International*, 26(3), 237–242. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2016.05.015>
- Zhou, G., Wang, D. W., Yin, L. C., Li, N., Li, F., & Cheng, H. M. (2012). Oxygen bridges between nio nanosheets and graphene for improvement of lithium storage. *ACS Nano*, 6(4), 3214–3223. <https://doi.org/10.1021/nn300098m>
- Zhu, K., Wang, Y., Tang, J. A., Guo, S., Gao, Z., Wei, Y., Chen, G., & Gao, Y. (2017). A high-performance supercapacitor based on activated carbon fibers with an optimized pore structure and oxygen-containing functional groups. *Materials Chemistry Frontiers*, 1(5), 958–966. <https://doi.org/10.1039/c6qm00196c>
- Ziabari, M., Mottaghitalab, V., & Haghi, A. K. (2009). Application of direct tracking method for measuring electrospun nanofiber diameter. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 26(1), 53–62. <https://doi.org/10.1590/S0104-66322009000100006>

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ นางสาวสุมินทร์ญา ทิพา
วันเกิด วันที่ 21 สิงหาคม พ.ศ. 2522
สถานที่เกิด
สถานที่อยู่ปัจจุบัน 1/60 ถ. ค้อนน้อย ต. ตลาด อ.เมือง จ. มหาสารคาม 44000
ตำแหน่งหน้าที่การงาน อาจารย์ประจำ สาขาวิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
สถานที่ทำงานปัจจุบัน สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏ
มหาสารคาม
ประวัติการศึกษา วท.บ (ฟิสิกส์) มหาวิทยาลัยขอนแก่น พ.ศ. 2545
วท.ม (พลังงานทดแทน) มหาวิทยาลัยนเรศวร พ.ศ. 2552

พูน ปณ ภัโต ชีวะ