



การเตรียมวัสดุคอมพิวเตอร์พอลิอะนิลีนสำหรับใช้เป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด



โดย

นายวัชรพล พันเลิศพาณิชย์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

การเตรียมวัสดุคอมพิวเตอร์พอลิอะนิลีนสำหรับใช้เป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด



โดย
นายวัชรพล พันเลิศพาณิชย์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

PREPARATION OF POLYANILINE BASED COMPOSITE FOR SUPERCAPACITOR



By
MR. Watchrapon PANLOETPARNICH

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for Master of Engineering (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Department of MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

Graduate School, Silpakorn University

Academic Year 2020

Copyright of Graduate School, Silpakorn University

หัวข้อ การเตรียมวัสดุคอมพอสิตพอลิอะนิลีนสำหรับใช้เป็นตัวเก็บประจุ
ยิ่งยวด
โดย วัชรพล พันเลิศพาณิชย์
สาขาวิชา วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผนก ก แบบ ก 2 ระดับปริญญา
มหาบัณฑิต
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก รองศาสตราจารย์ อาชาไนย บัวศรี

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ได้รับพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

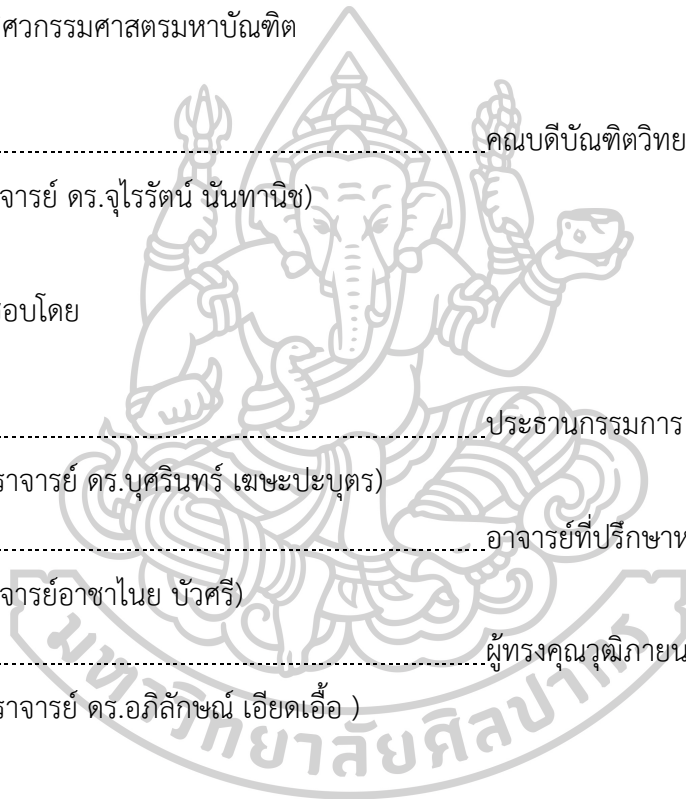
..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.จุไรรัตน์ นันทานิช)

พิจารณาเห็นชอบโดย

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เฒะปะบุตร)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
(รองศาสตราจารย์อาชาไนย บัวศรี)

..... ผู้ทรงคุณวุฒิภายนอก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิรักษ์ เอียดเอื้อ)



61402221 : วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญาโท

คำสำคัญ : พอลิอะนิลีน, โลหะเงิน, นิกเกิลออกไซด์, พอลิเมอร์คอมพอสิต

นาย วัชรพล พันเลิศพาณิชย์: การเตรียมวัสดุคอมพอสิตพอลิอะนิลีนสำหรับใช้เป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : รองศาสตราจารย์ อาชาไนย บัวศรี

พอลิอะนิลีน (PANI) เป็นพอลิเมอร์นำไฟฟ้าที่นิยมใช้เป็นวัสดุสำหรับผลิตขั้วอิเล็กโทรดในตัวเก็บประจุยิ่งยวด แต่ด้วยข้อจำกัดในเรื่องเสถียรภาพทางการใช้งานและค่าการนำไฟฟ้าต่ำ จึงมีแนวคิดที่จะนำ PANI มาสังเคราะห์เป็นวัสดุคอมพอสิตร่วมกับโลหะเงิน (Ag) หรือนิกเกิลออกไซด์ (NiO) และรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (RGO) เพื่อปรับปรุงข้อด้อยของ PANI ซึ่งในงานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag, PANI-NiO, PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ และศึกษาอิทธิพลของปริมาณ ชนิดโลหะทรานซิชัน และการเติมรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ ที่มีผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมี โดยจะแบ่งเป็น 3 ตอน ดังนี้ ตอนที่ 1 และ 2 จะทำการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO โดยใช้อัตราส่วนอะนิลีนมอนอเมอร์ 1 ส่วน ต่อโลหะ 0.5 – 2.5 ส่วน แล้วทำการศึกษาโครงสร้าง องค์ประกอบทางเคมีและลักษณะพื้นฐานวิทยาด้วยเทคนิค FTIR, XPS, XRD และ SEM จากการศึกษาด้วย FTIR, XPS, XRD สามารถยืนยันได้ว่าสามารถสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ได้ จากผลของ SEM พบว่า PANI จะมีลักษณะเป็น nanofibers และพบอนุภาค Ag หรืออนุภาค NiO กระจายตัวและฝังตัวอยู่บนพื้นผิวของ PANI nanofibers จากการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV และ GCD จะพบว่าที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s PANI-Ag2.0 และ PANI-NiO2.0 จะมีพฤติกรรมการเก็บประจุแบบลูกผสม โดยมีค่าการเก็บประจุจำเพาะสูงสุด เท่ากับ 613.22 และ 880.96 F/g ตามลำดับ ซึ่งจากผลการศึกษาสามารถสรุปได้ว่าอัตราส่วนที่ดีที่สุดคือ 1 ต่อ 2.0 จากนั้นนำอัตราส่วนนี้มาสังเคราะห์ร่วมกับ RGO เป็นวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ในตอนที่ 3 จากการศึกษาด้วยเทคนิค FTIR, XPS, XRD สามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ประสบความสำเร็จ จากนั้นศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิค BET และการศึกษา CV และ GCD พบว่า PANI-Ag-RGO มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 789.69 F/g ซึ่งเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเทียบกับ PANI-Ag2.0 ซึ่งสอดคล้องกับผลจาก SEM ที่พบว่าอนุภาค Ag ฝังตัวในแผ่นบาง RGO ที่ซ้อนทับกัน ทำให้พื้นที่ผิวสัมผัสเพิ่มขึ้น แต่ PANI-NiO-RGO มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 180.77 F/g ซึ่งลดลงเมื่อเทียบกับ PANI-NiO2.0 เนื่องจากอนุภาค NiO ไปขัดขวางการซ้อนทับกันของแผ่น RGO ส่งผลให้พื้นที่ผิวสัมผัสลดลง และเมื่อทำการศึกษาความเป็นไปได้ที่จะนำวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบมาเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดจากกราฟาโกเน่ จะพบว่าค่าที่ได้อยู่ในช่วงตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบผสม

61402221 : Major (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Keyword : Polyaniline, Silver, Nickel oxide, Polymer composite

MR. WATCHRAPON PANLOETPARNICH : PREPARATION OF POLYANILINE BASED COMPOSITE FOR SUPERCAPACITOR THESIS ADVISOR : ASSOCIATE PROFESSOR ACHANAI BUASRI

Polyaniline (PANI) is a conductive polymer which attracts to produce electrode in supercapacitors, However, PANI has the limitations on using stability and low conductivity. This research has a concept to synthesize composites between PANI, silver (Ag) or nickel oxide (NiO) and reduce graphene oxide (RGO) for improving the limitation of PANI. The objectives of this research were to study the synthesis of composite (PANI-Ag, PANI-NiO, PANI-Ag-RGO and PANI-NiO-RGO) via interfacial polymerization and to study the influent of content, transition metal types and adding reduce graphene oxide on the electrochemical property. There are 3 parts to the experiment. In the first and second parts, the composite PANI-Ag and PANI-NiO were synthesized with a mass ratio of aniline monomer 1 part with metal (Ag or NiO) 0.5 – 2.5 part. All composites were characterized by the chemical structure and morphology by FTIR, XPS, XRD and SEM. From FTIR, XPS and XRD results could confirm the synthesis of PANI-Ag and PANI-NiO successfully. SEM images showed PANI nanofibers, the Ag or NiO particles were dispersed and embedded on the surface of PANI nanofibers. In electrochemical property from CV and GCD, the scan rate of 10 mV/s on PANI-Ag_{2.0} and PANI-NiO_{2.0} exhibited a hybrid capacitor behavior. The highest specific capacitances were 613.22 and 880.96 F/g, respectively. From this result, we found that the best mass ratio of PANI, Ag and NiO was 1: 2.0. After that, we synthesized composite from this mass ratio with RGO (PANI-Ag-RGO and PANI-NiO-RGO). In the final part, From FTIR, XPS and XRD could confirm the synthesis of PANI-Ag-RGO and PANI-NiO-RGO successfully. After that, we studied the surface area and pore volume via BET. Form CV and GCD results showed specific capacitance of PANI-Ag-RGO is 789.69 F/g that increased compare to PANI-Ag_{2.0} and corresponding with the SEM images presented Ag particles were embedded in the RGO thin sheet that overlapped and made surface area increased. However, PANI-NiO-RGO had a specific capacitance of 180.77 F/g, which decreased compare to PANI-NiO_{2.0} because NiO particle prevents the overlap of the RGO thin sheet and surface area decreased. From the Ragone graph, the possibility to use the ternary composites as an electrode for supercapacitor application, the value was in the hybrid supercapacitor range.

กิตติกรรมประกาศ

การดำเนินงานวิจัยและวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงด้วยความช่วยเหลือจาก รองศาสตราจารย์ อาชาไนย บัวศรี อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรดา หล่อยืนยง ในการสละเวลาให้คำปรึกษาและคอยชี้แนะแนวทางการดำเนินงานวิจัย ตลอดจนช่วยแก้ไขปัญหาดังต่าง ๆ ผู้วิจัยขอขอบพระคุณอาจารย์เป็นอย่างสูง

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เหมะปะบุตร และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิลักษณ์ เอียดเอื้อ ที่สละเวลามาเป็นประธานและคณะกรรมการในการสอบวิทยานิพนธ์นี้ ตลอดจนให้คำแนะนำในการนำไปปรับใช้และแก้ไขให้งานวิจัยและวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ผ่านลุล่วงไปด้วยดี และขอขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านของภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่อบรมสั่งสอนและให้ความรู้ที่ตีเสมอมา

ขอขอบพระคุณอาจารย์ ดร.ประสิทธิ์ พัฒนะนุวัฒน์ อาจารย์คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และนายเวสารัช เสมอชีพ นักศึกษาปริญญาเอก คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้คำปรึกษาเกี่ยวกับงานวิจัยและให้ความอนุเคราะห์สถานที่ทำงานวิจัยและเครื่องมือทดสอบ

ขอขอบคุณบุคลากรทุกท่านของภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่ทำงานวิจัยและเครื่องมือทดสอบ ขอขอบคุณคุณพินิจ เจียนระลึก ในการให้คำปรึกษาและอำนวยความสะดวกในการติดต่อขอใช้มอุปกรณ์ ขอขอบคุณคุณไพโรจน์ ตั้งศุภวัช ในการอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ

ขอบคุณเพื่อนๆ นักศึกษาปริญญาโททุกคนที่ให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา และคอยเป็นกำลังใจให้เสมอ และขอบคุณพี่ๆ น้องๆ ทุกคนสำหรับมิตรภาพที่ดีที่มีให้กันมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ ที่ส่งเสีย เลี้ยงดู อบรม สั่งสอน และคอยเป็นกำลังใจที่สำคัญในเรื่องต่างๆ ไม่ว่าจะเป็ด้านการศึกษา ด้านการดำเนินชีวิต ตลอดจนการเขียนเล่มวิทยานิพนธ์นี้ให้ผ่านลุล่วงไปได้ด้วยดี

วัชรพล พันเลิศพาณิชย์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญรูป.....	ท
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา (Statements and significance of the problems).....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย (Objective of research)	3
1.3 กรอบแนวคิดงานวิจัย	4
1.4 ขอบเขตการศึกษาและข้อจำกัดของงานวิจัย.....	5
1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยโดยสรุป	5
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย	7
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	8
2.1 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด.....	8
2.1.1 ลักษณะทั่วไป [7]	8
2.1.2 ประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวด [7]	11
2.1.2.1 ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้น.....	12
2.1.2.1.1 ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์.....	12
2.1.2.1.2 ตัวเก็บประจุไฟฟ้าลูกผสม	13
2.2 พอลิเมอร์นำไฟฟ้า [10].....	13

2.2.1	พอลิอะนิลีน [10]	15
2.2.1.1	การสังเคราะห์พอลิอะนิลีน.....	16
2.3	โลหะเงิน [2]	17
2.4	นิกเกิลออกไซด์ [13, 14]	18
2.5	แกรฟีน [15]	20
2.5.1	การสังเคราะห์แกรฟีน [16]	21
2.6	เทคนิคการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมี [18, 19].....	24
2.6.1	ไซคลิกโวลแทมเมทรี [20].....	24
2.6.2	กัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ [7, 21].....	27
2.7	วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง (Review of related literature).....	28
บทที่ 3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	44
3.1	วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	44
3.1.1	วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย	44
3.1.2	สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	44
3.2	เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย.....	47
3.2.1	เครื่องมือที่ใช้ทดสอบสมบัติต่างๆ.....	47
3.3	วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	47
3.3.1	ขั้นตอนการเตรียมวัสดุคอมพอสิต.....	48
3.3.2	การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางเคมี.....	49
บทที่ 4	ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	57
4.1	การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตพอลิอะนิลีน-อนุภาคโลหะเงิน (PANI-Ag) ด้วยกระบวนการ พอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ.....	57
4.1.1	ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)	58
4.1.2	ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS).....	61

4.1.3 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)	63
4.1.4 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)	64
4.1.5 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV).....	67
4.2 การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตพอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์ (PANI-NiO) ด้วยกระบวนการ พอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ	74
4.2.1 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)	75
4.2.2 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS).....	77
4.2.3 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)	79
4.2.4 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)	80
4.2.5 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV).....	83
4.3 การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างวัสดุคอมพอสิตและรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ	90
4.3.1 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)	91
4.3.1.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag ₂ O-RGO	91
4.3.1.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO-RGO	92
4.3.2 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS).....	94
4.3.2.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag ₂ O-RGO	94
4.3.2.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO ₂ .0-RGO.....	96
4.3.3 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)	98
4.3.3.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag ₂ O-RGO	98
4.3.3.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO ₂ .0-RGO.....	99
4.3.4 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)	100
4.3.4.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag ₂ O-RGO	100
4.3.4.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO ₂ .0-RGO.....	101

4.3.5 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Gas Adsorption (BET).....	102
4.3.5.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag ₂ O-RGO.....	102
4.3.5.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO ₂ .0-RGO.....	103
4.3.6 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV).....	104
4.3.6.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag ₂ O-RGO.....	104
4.3.6.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO ₂ .0-RGO.....	107
4.3.7 การศึกษาความเป็นไปได้ที่จะนำวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบมาทำเป็นขั้ว อิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดโดยพิจารณาจากกราฟราโกลเน้	111
4.3.7.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag ₂ O-RGO.....	111
4.3.7.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO ₂ .0-RGO.....	112
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	114
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	114
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	115
ภาคผนวก.....	117
ภาคผนวก ก ข้อมูลและผลการทดสอบต่างๆ.....	118
ภาคผนวก ก.1 แสดงข้อมูลที่ได้จากการศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอสิตด้วย เทคนิค FTIR	119
ภาคผนวก ก.2 แสดงข้อมูลที่ได้จากการศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอสิตด้วย เทคนิค XPS.....	125
ภาคผนวก ข แสดงวิธีการคำนวณ.....	139
ภาคผนวก ข.1 แสดงวิธีการคำนวณค่าการเก็บประจุจำเพาะจากผลการทดสอบด้วยเทคนิค CV และ GCD.....	140
ภาคผนวก ข.2 แสดงวิธีการคำนวณค่าความหนาแน่นพลังงาน.....	141
ภาคผนวก ข.3 แสดงวิธีการคำนวณค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า.....	142

ภาคผนวก ค การนำเสนอผลงานวิจัย.....	143
ภาคผนวก ค.1 การประชุมวิชาการ International Conference on Engineering and Industrial Technology (ICEIT2020).....	144
รายการอ้างอิง.....	153
ประวัติผู้เขียน.....	158



สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 4.1 ตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectra ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ที่อัตราส่วนต่างๆ	60
ตารางที่ 4.2 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s	69
ตารางที่ 4.3 แสดงค่าการเก็บประจุจำเพาะของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 - 10 A/g	72
ตารางที่ 4.4 ตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectra ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ที่อัตราส่วนต่างๆ	76
ตารางที่ 4.5 แสดงค่าการเก็บประจุจำเพาะของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s	84
ตารางที่ 4.6 แสดงค่าการเก็บประจุจำเพาะของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 - 10 A/g	87
ตารางที่ 4.7 ตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectra ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag _{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag _{2.0} -RGO	91
ตารางที่ 4.8 ตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectra ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO _{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO _{2.0} -RGO	93
ตารางที่ 4.9 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag _{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag _{2.0} -RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s	104
ตารางที่ 4.10 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag _{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag _{2.0} -RGO ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 - 10 A/g	106
ตารางที่ 4.11 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO _{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO _{2.0} -RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s	107
ตารางที่ 4.12 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO _{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO _{2.0} -RGO ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 - 10 A/g	109

ตารางที่ 4.13 แสดงความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag ₂ O-RGO	111
ตารางที่ 4.14 แสดงความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO ₂ -RGO	113



สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของตัวเก็บประจุไฟฟ้าทั่วไป [7].....	8
รูปที่ 2.2 โครงสร้างของตัวเก็บประจุยิ่งยวด [7]	10
รูปที่ 2.3 กราฟพลาโกเน็ของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดต่างๆ [7].....	11
รูปที่ 2.4 แผนผังประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวด [8].....	11
รูปที่ 2.5 a.ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นและ b.ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ [9].....	13
รูปที่ 2.6 โครงสร้างทางเคมีของพอลิเมอร์นำไฟฟ้าบางชนิดที่ยังไม่ผ่านกระบวนการโด๊ป [10]	14
รูปที่ 2.7 การผันกลับได้ของกระบวนการโด๊ปพอลิเมอร์นำไฟฟ้า ตัวอย่าง คือ พอลิไพโรล (A ⁻ คือ แอนไอออนของสารโด๊ป X ⁺ คือ แคทไอออนในสารละลายอิเล็กโทรไลต์) [10].....	14
รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางเคมีของพอลิอะนิลีนแบบต่างๆ [10].....	16
รูปที่ 2.9 การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของอะนิลีนมอนอเมอร์ [11].....	17
รูปที่ 2.10 ภาพ FE-SEM ของ (d-f) PPy-Ag-IF nanocomposites [12].....	18
รูปที่ 2.11 ภาพ FE-TEM ของ (d-f) PPy-Ag-IF nanocomposites [12].....	18
รูปที่ 2.12 กลไกการเก็บประจุของซัวอิเล็กโทรดที่สังเคราะห์จาก NiO [13].....	20
รูปที่ 2.13 โครงสร้างของแกรฟีน [15]	21
รูปที่ 2.14 อัญรูปต่างๆของคาร์บอนผ่านโครงสร้าง 2 มิติของแกรฟีน [15]	21
รูปที่ 2.15 กระบวนการสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธีการตกเคลือบด้วยไอเคมี [15]	22
รูปที่ 2.16 กระบวนการสังเคราะห์รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ด้วยวิธีการกระบวนการทางเคมี [15]	22
รูปที่ 2.17 ภาพ SEM ของ (a) GO-NH ₂ , (b) pure PANI และ (c, d) RGO-g-PANI ที่กำลังขยายต่างกัน [17].....	23
รูปที่ 2.18 กราฟ CV ของ Pure PANI และ RGO-g-PANI [17]	24
รูปที่ 2.19 การจ่ายศักย์ไฟฟ้าเข้าไปในระบบแบบวน [7].....	25
รูปที่ 2.20 กราฟที่ได้จากการทดสอบไซคลิกโวลแทมเมทรี [7].....	26

รูปที่ 2.21 กราฟที่ได้จากการทดสอบด้วยเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ [22].....	27
รูปที่ 2.22 ภาพ FESEM ของ (a) Granular PANI ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน ทั่วไป (b) PANI nanofiber ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ [23]	29
รูปที่ 2.23 ภาพ FESEM ของ (a) Polyaniline nanofiber (b) Polyaniline-silver composite [24]	30
รูปที่ 2.24 กราฟ CV ของ (a) PANIAg ₀ , (b) PANIAg _{0.3} , (c) PANIAg _{0.6} , (d) PANIAg _{0.9} และ (e) PANIAg _{1.2} ในช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.2-0.8 V ที่ SCE เท่ากับ 5 mV s ⁻¹ [3]	32
รูปที่ 2.25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับ Scan rate ของ (a) PANIAg ₀ , (b) PANIAg _{0.3} , (c) PANIAg _{0.6} , (d) PANIAg _{0.9} และ (e) PANIAg _{1.2} [3]	33
รูปที่ 2.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับ Cycle Numbers ของ (a) PANIAg ₀ และ (b) PANIAg _{0.9} [3]	33
รูปที่ 2.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific energy กับ Specific power ของ PANIAg ₀ และ PANIAg _{0.9} [3]	34
รูปที่ 2.28 กราฟ CV ของวัสดุคอมพอสิต (a) MP-I and (b) MP-C [4]	36
รูปที่ 2.29 (a) กราฟ GCD ของวัสดุคอมพอสิตที่ 3 mA cm ⁻¹ (b) กราฟ GCD ของ MP-I ที่ Current densities ต่างกัน (c) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับค่า Current density (d) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Capacitance retention กับ Cycle numbers ของวัสดุคอมพอสิตที่ 9 mA cm ⁻¹ [4].....	36
รูปที่ 2.30 ภาพ TEM ของ (a) NiO ที่กำลังขยายต่ำ (b) NiO ที่กำลังขยายสูง (c) วัสดุนาโนคอมพ สิต PANI/NiO (3%) ที่กำลังขยายต่ำ (d) วัสดุนาโนคอมพอสิต PANI/NiO (3%) ที่กำลังขยายสูง [5]	38
รูปที่ 2.31 กราฟ CV ของ (a) PANI/NiO (3%), (b) PANI/NiO (2%), (c) PANI/NiO (1%) composites และ (d) PANI ที่ scan rate เท่ากับ 100 mV s ⁻¹ [5].....	38
รูปที่ 2.32 กราฟ CV ของ (a) PANI/NiO (3%) และ (b) PANI ที่มีการทดสอบ 100 รอบ [5]	39

รูปที่ 2.33 กราฟ CV ของ (a) PPy-Ag, (b) GO-PPy-Ag ใน 1M H ₂ SO ₄ (c) กราฟ CV ที่เกิดการ ซ้อนทับกันระหว่าง GO-PPy-Ag กับ PPy-Ag ที่ 5mV s ⁻¹ และ (d) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า Sweep rate กับค่า Specific capacitance ของ GO-PPy-Ag และ PPy-Ag [6]	40
รูปที่ 2.34 กราฟ GCD ของ (a) GO-PPy-Ag และ (b) PPy-Ag ที่ Current density ต่างกัน [6]....	41
รูปที่ 2.35 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับ Cycle number ของ GO-PPy-Ag [6].....	41
รูปที่ 2.36 (a) กราฟ CV ของวัสดุไฮบริดที่ 50 mV/s (b) rGO/MnO ₂ /PANI5 ที่ Scan rate ต่างกัน (c) GCD curve ของวัสดุไฮบริดที่ 1.4 A/g และ (d) rGO/MnO ₂ /PANI5 ที่ Current density ต่างกัน [25].....	43
รูปที่ 2.37 (a) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับค่า Current density ของชิ้นงาน rGO/MnO ₂ /PANI (b) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Capacitance Retention กับ Number of Cycles ของ rGO/MnO ₂ /PANI5 และกราฟ GCD สำหรับ 25 Consecutive cycles ที่ Current density 7 A/g [25]	43
รูปที่ 3.1 เครื่อง Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)	50
รูปที่ 3.2 เครื่อง X-ray photoelectron spectroscopy (XPS).....	50
รูปที่ 3.3 เครื่อง X-ray Diffraction (XRD)	51
รูปที่ 3.4 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM)	52
รูปที่ 3.5 เครื่อง Brunauer–Emmett–Teller (BET)	53
รูปที่ 3.6 เครื่อง Potentiostat/Galvanostat	55
รูปที่ 3.7 กราฟพาราโกล์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงานกับความหนาแน่น กำลังไฟฟ้าของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดต่างๆ [27]	55
รูปที่ 4.1 วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ	58
รูปที่ 4.2 FTIR spectra ของ (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5	58
รูปที่ 4.3 XPS spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag (b) ช่วง C 1s (c) ช่วง N 1s (d) ช่วง O 1s และ (e) Ag 3d	61

รูปที่ 4.4 XRD diffractogram ของ (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5	63
รูปที่ 4.5 SEM images ของ (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5	64
รูปที่ 4.6 BE images ของ (a) PANI-Ag0.5, (b) PANI-Ag1.0, (c) PANI-Ag1.5, (d) PANI-Ag2.0 (e) PANI-Ag2.5 และ (f) EDS spectrum ของ PANI-Ag2.0	66
รูปที่ 4.7 กราฟ CV ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s	67
รูปที่ 4.8 กราฟ CV ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5	68
รูปที่ 4.9 กราฟ GCD ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g.....	71
รูปที่ 4.10 กราฟ GCD ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 - 10 A/g (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5	72
รูปที่ 4.11 วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ	74
รูปที่ 4.12 FTIR spectra ของ (a) Pure PANI (b) PANI-NiO0.5, (c) PANI-NiO1.0, (d) PANI-NiO1.5, (e) PANI-NiO2.0 และ (e) PANI-NiO2.5	75
รูปที่ 4.13 XPS spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO (b) ช่วง C 1s (c) ช่วง N 1s (d) ช่วง O 1s และ (e) Ni 2p.....	77
รูปที่ 4.14 XRD diffractogram ของ (a) Pure PANI (b) PANI-NiO0.5, (c) PANI-NiO1.0, (d) PANI-NiO1.5, (e) PANI-NiO2.0 และ (e) PANI-NiO2.5	79
รูปที่ 4.15 SEM images ของ (a) Pure PANI, (b) PANI-NiO0.5, (c) PANI-NiO1.0, (d) PANI-NiO1.5, (e) PANI-NiO2.0 และ (f) PANI-NiO2.5	80
รูปที่ 4.16 BE images ของ (a) PANI-NiO0.5 (b) PANI-NiO1.0, (c) PANI-NiO1.5, (d) PANI-NiO2.0, (e) PANI-NiO2.5 และ (f) EDS spectrum ของ PANI-NiO2.0	81

รูปที่ 4.17 กราฟ CV ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s	83
รูปที่ 4.18 กราฟ CV ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s (a) Pure PANI, (b) PANI- NiO0.5, (c) PANI- NiO1.0, (d) PANI- NiO1.5, (e) PANI- NiO2.0 และ (f) PANI- NiO2.5.....	84
รูปที่ 4.19 กราฟ GCD ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g	86
รูปที่ 4.20 กราฟ GCD ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 10 A/g (a) Pure PANI, (b) PANI- NiO0.5, (c) PANI- NiO1.0, (d) PANI- NiO1.5, (e) PANI- NiO2.0 และ (f) PANI- NiO2.5.....	87
รูปที่ 4.21 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการ พอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ	90
รูปที่ 4.22 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการ พอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ	90
รูปที่ 4.23 FTIR spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO	91
รูปที่ 4.24 FTIR spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO2.0 และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO	92
รูปที่ 4.25 spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO (b) ช่วง C 1s (c) ช่วง N 1s (d) ช่วง O 1s และ (e) Ag 3d.....	94
รูปที่ 4.26 XPS spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO (b) ช่วง C 1s (c) ช่วง N 1s (d) ช่วง O 1s และ (e) Ni 2p.....	96
รูปที่ 4.27 XRD diffractogram ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO	98
รูปที่ 4.28 XRD diffractogram ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO2.0 และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI- NiO2.0-RGO.....	99

รูปที่ 4.29 ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ (a) SEM image ของ PANI-Ag2.0-RGO และ (b) BE images ของ PANI-Ag2.0-RGO.....	100
รูปที่ 4.30 ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ (a) SEM image ของ PANI-NiO2.0-RGO และ (b) BE images ของ PANI-NiO2.0-RGO	101
รูปที่ 4.31 (a) ไอโซเทิร์มการดูดซับ และ (b) การกระจายตัวของขนาดรูพรุน ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO.....	102
รูปที่ 4.32 (a) ไอโซเทิร์มการดูดซับ และ (b) การกระจายตัวของขนาดรูพรุน ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO.....	103
รูปที่ 4.33 กราฟ CV ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s.....	104
รูปที่ 4.34 กราฟ GCD ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 - 10 A/g.....	105
รูปที่ 4.35 กราฟ CV ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s.....	107
รูปที่ 4.36 แสดงกราฟ GCD ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 - 10 A/g.....	109
รูปที่ 4.37 แสดงกราฟราโกเน่ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO	111
รูปที่ 4.38 แสดงกราฟราโกเน่ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO	112

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา (Statements and significance of the problems)

ในปัจจุบัน พลังงานถือได้ว่าเป็นสิ่งที่มีความสำคัญอย่างมากต่อการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิตบนโลก ไม่ว่าจะเป็นมนุษย์ สัตว์ และพืช โดยพลังงานจะแบ่งได้ 2 ประเภท ได้แก่ พลังงานสิ้นเปลืองหรือพลังงานที่ใช้แล้วหมดไป (Non-renewable energy) ได้แก่ แหล่งพลังงานจากใต้ดิน เมื่อใช้แล้วจะไม่สามารถสร้างขึ้นใหม่หรือหาทดแทนตามธรรมชาติได้ทันตามความต้องการสำหรับการใช้งานทันที โดยจะต้องใช้เวลานานกว่าร้อยล้านปีจึงจะสร้างขึ้นใหม่ได้อีก และยังมีปริมาณที่จำกัด ตัวอย่างเช่น น้ำมันดิบ ถ่านหิน ก๊าซธรรมชาติ ฯลฯ นอกจากนี้การนำพลังงานเหล่านี้มาใช้งานจะส่งผลเสียตามมา กล่าวคือ มีการปลดปล่อยก๊าซเรือนกระจกสู่ชั้นบรรยากาศ ส่งผลให้เกิดปัญหาโลกร้อน ดังนั้น เพื่อหลีกเลี่ยงปัญหานี้ พลังงานหมุนเวียนหรือพลังงานที่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ (Renewable energy) จึงได้รับความสนใจเพื่อนำมาแทนที่พลังงานที่ใช้แล้วหมดไป โดยทั่วไปพลังงานหมุนเวียนจัดเป็นแหล่งพลังงานที่ได้จากธรรมชาติและหามาใช้ได้ไม่มีวันหมด ซึ่งสามารถสร้างทดแทนได้ในช่วงเวลาสั้นๆ จากธรรมชาติ และยังเป็นพลังงานสะอาดที่ไม่ก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมด้วย ตัวอย่างของพลังงานชนิดนี้ เช่น พลังงานแสงอาทิตย์ พลังงานลม พลังงานน้ำ พลังงานคลื่นในทะเล พลังงานน้ำขึ้น-น้ำลง พลังงาน ชีวมวล พลังงานความร้อนใต้พิภพ พลังงานไฮโดรเจน ฯลฯ [1] การนำพลังงานประเภทนี้มาใช้มักจะเป็นการนำพลังงานที่ได้รับจากแหล่งธรรมชาติมาเปลี่ยนรูปให้เป็นพลังงานไฟฟ้าเพื่ออำนวยความสะดวกในการดำรงชีวิตประจำวัน เช่น ใช้กับเครื่องใช้ไฟฟ้าในบ้าน อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ และยานพาหนะ เป็นต้น ซึ่งการที่จะนำพลังงานนี้มาใช้ได้อย่างต่อเนื่อง ใช้ได้ในเวลาที่ต้องการ และใช้ได้ในระยะเวลายาวนาน จำเป็นต้องมีอุปกรณ์ที่ใช้ในการกักเก็บพลังงานเหล่านี้

อุปกรณ์ที่สามารถกักเก็บพลังงานที่นิยมใช้ในปัจจุบัน คือ แบตเตอรี่ (Battery) ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่สามารถกักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่ได้มาจากการเปลี่ยนรูปของพลังงานในแหล่งต่างๆ ได้ในปริมาณมาก แต่เมื่อนำแบตเตอรี่ไปใช้งานจะพบว่าในกระบวนการเก็บ-คายประจุไฟฟ้า (Charge-discharge) จะใช้ระยะเวลาค่อนข้างมาก ส่งผลให้แบตเตอรี่ให้กำลังไฟฟ้าน้อย จึงเป็นข้อจำกัดในการนำไปใช้งานสำหรับงานประเภทที่ต้องการกำลังไฟฟ้าสูงๆ เช่น การสตาร์ทรถยนต์ การเร่งอัตราเร็วในรถพลังงานไฟฟ้า เป็นต้น นอกจากนี้ยังพบว่าแบตเตอรี่จะใช้เวลาในการเก็บประจุค่อนข้างนาน เช่น แบตเตอรี่ในปัจจุบันจะใช้เวลาในการชาร์จประมาณ 2-3 ชั่วโมง ซึ่งข้อเสียเหล่านี้ทำให้นักวิจัยหันมา

สนใจอุปกรณ์อีกหนึ่งชนิด นั่นคือ ตัวเก็บประจุ (Capacitor) ที่มีความสามารถในการเก็บ-คายประจุไฟฟ้าได้อย่างรวดเร็ว ใช้ระยะเวลาน้อยกว่าเมื่อเทียบกับแบตเตอรี่ แต่ตัวเก็บประจุไฟฟ้ายังมีข้อเสียอยู่ คือ มีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าได้น้อยกว่าเมื่อเทียบกับแบตเตอรี่ ดังนั้น นักวิจัยจึงได้มีความสนใจที่จะนำตัวเก็บประจุไฟฟ้ามาพัฒนาให้มีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าที่มากขึ้น ซึ่งจะเรียกอุปกรณ์นี้ว่า ตัวเก็บประจูงยิ่งยวด (Supercapacitor)

ตัวเก็บประจูงยิ่งยวด เป็นอุปกรณ์ที่สามารถเก็บพลังงานไฟฟ้าได้ในปริมาณมาก กระบวนการเก็บ-คายประจุไฟฟ้าใช้ระยะเวลาที่น้อยมาก มีความสามารถในการรับพลังงานไฟฟ้าเข้ามาแล้วปลดปล่อยพลังงานไฟฟ้าออกไปได้อย่างรวดเร็วตามที่ต้องการ จึงทำให้อุปกรณ์ชนิดนี้มีความสามารถที่จะใช้งานได้หลากหลายประเภทมากกว่าแบตเตอรี่และตัวเก็บประจุ นอกจากนี้ตัวเก็บประจูงยิ่งยวดยังใช้หลักการเก็บประจุไฟฟ้าหรือเก็บพลังงานที่ผิวของขั้วไฟฟ้า และกลไกการเก็บประจุไฟฟ้านี้จะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ทำให้มีความคงทนและมีความปลอดภัยมากกว่าแบตเตอรี่ ซึ่งปัจจุบันวัสดุที่นิยมนำมาทำเป็นตัวเก็บประจูงยิ่งยวด ได้แก่ พอลิเมอร์นำไฟฟ้า โลหะออกไซด์ สารประกอบในกลุ่มที่มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลัก เป็นต้น [2]

พอลิอะนิลีน (Polyaniline: PANI) เป็นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่ถูกนำมาสังเคราะห์เป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานด้านตัวเก็บประจูงยิ่งยวด เนื่องจากราคาถูก สังเคราะห์ได้ง่าย มีสถานะการเกิดออกซิเดชันหลายค่า ซึ่งส่งผลให้มีความสามารถในการเก็บประจุจำเพาะที่สูง แต่มีข้อเสียคือเสถียรภาพทางความร้อนและค่าการนำไฟฟ้าต่ำ ดังนั้นเพื่อแก้ไขปัญหานี้ จะใช้วิธีการเติมโลหะทรานซิชัน (Metal Doping) ลงไปในพอลิอะนิลีนเพื่อสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิต (Composite) เช่น โลหะเงิน (Silver: Ag), นิกเกิลออกไซด์ (Nickel oxide: NiO), แมงกานีสไดออกไซด์ (Manganese oxide: MnO₂) ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide: TiO₂) และ คอปเปอร์ (II) ออกไซด์ (Copper (II) Oxide: CuO) เป็นต้น เนื่องจากมีสมบัติการนำไฟฟ้าดี พื้นที่ผิวสูง สามารถลดความต้านทานทางกระแสไฟฟ้า (Charge transfer resistance) ได้ ซึ่งจะส่งผลให้มีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าสูงขึ้น ใช้เวลาในกระบวนการเก็บ-คายประจุไฟฟ้าที่ลดลง มีความคงทนและมีความเสถียรต่อการใช้งานในจำนวนรอบที่สูง (Cycle life) [2] ดังในงานวิจัยของ P. S. Patil และคณะ [3] ที่สังเคราะห์ฟิล์มบางจากวัสดุคอมโพสิตพอลิอะนิลีนที่เจือด้วยโลหะเงิน (Ag/PANI) ซึ่งพบว่าโลหะเงินที่เติมลงไปจะมีผลต่อความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าและส่งผลให้ค่าการเก็บประจุจำเพาะสูงกว่าพอลิอะนิลีนบริสุทธิ์ จากงานวิจัยของ Feiyu Kang และคณะ [4] ที่ทำการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิต MnO₂/Polyaniline (MP) 2 กระบวนการ ระหว่างกระบวนการพอลิเมอร์

เซชันระหว่างผิวที่รอยต่อและกระบวนการตกตะกอนร่วมทางเคมี (Chemical co-precipitation) ซึ่งพบว่ากระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อทำให้วัสดุคอมพอสิตมีสมบัติทางไฟฟ้าเคมี ดีกว่ากระบวนการตกตะกอนร่วมทางเคมี และจากงานวิจัยของ Swapan K. Dolui และคณะ [5] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุนาโนคอมพอสิตพอลิอะนิลีน/นิกเกิลออกไซด์ (PANI/NiO) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ ซึ่งพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณนิกเกิลออกไซด์ในวัสดุคอมพอสิตจะส่งผลให้ค่าการเก็บประจุจำเพาะสูงขึ้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยจึงสังเคราะห์วัสดุสำหรับทำขั้วอิเล็กโทรด คือ วัสดุคอมพอสิตพอลิอะนิลีนร่วมกับโลหะเงินหรือนิกเกิลออกไซด์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ แต่เนื่องจากขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานด้านตัวเก็บประจุยิ่งยวดจำเป็นต้องมีพื้นที่ผิวสัมผัสที่มากเพื่อให้สามารถเก็บประจุได้ดียิ่งขึ้น ในงานวิจัยนี้จึงได้นำวัสดุคอมพอสิตที่สังเคราะห์ได้มาพัฒนาต่อโดยการเติมรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (Reduce graphene oxide: RGO) เนื่องจากรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์มีความสามารถในการนำไฟฟ้าที่ดี มีพื้นที่ผิวสูง ส่งผลให้ขั้วอิเล็กโทรดที่ทำจากวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ (Ternary composite) มีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า สมบัติทางไฟฟ้าเคมี และประสิทธิภาพในการใช้งานสูงขึ้น ดังงานวิจัยของ Kuk Ro Yoon และคณะ [6] ที่สังเคราะห์วัสดุวัสดุนาโนคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างแกรฟีนออกไซด์ (Graphene oxide: GO), โลหะเงิน (Silver: Ag) และไพร์โรลมอนอเมอร์ (Pyrrole monomer) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ ซึ่งจากผลการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีจะพบว่า แกรฟีนออกไซด์จะช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสในการเก็บสะสมประจุส่งผลให้ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะสูงขึ้น และสุดท้ายผู้วิจัยคาดว่าขั้วอิเล็กโทรดที่สังเคราะห์ได้จะสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานสำหรับเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย (Objective of research)

1.2.1 ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ เพื่อเปรียบเทียบอิทธิพลของปริมาณและชนิดของโลหะทรานซิชันที่มีต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมี

1.2.2 ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ เพื่อศึกษาอิทธิพลของการเติมรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ที่มีต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมี

1.2.3 ศึกษาความเป็นไปได้ที่จะนำวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO มาเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยพิจารณาจากกราฟ ราโกเน่ (Ragone plot)

1.3 กรอบแนวคิดงานวิจัย

งานวิจัยนี้มีแนวคิดที่จะพัฒนาวัสดุคอมพอสิตสำหรับนำไปประยุกต์ใช้งานด้านตัวเก็บประจุยิ่งยวด นั่นคือ ขั้วอิเล็กโทรด โดยเลือกพอลิเมอร์นำไฟฟ้าคือ พอลิอะนิลีน (PANI) ที่มีข้อดี คือ สังเคราะห์ได้ง่าย มีกลไกการเก็บประจุแบบซูโดคาปาซิเตอร์ (Pseudocapacitor) และราคาถูก แต่มีข้อด้อยที่สำคัญ คือ มีค่าการนำไฟฟ้า (Conductivity) ที่ต่ำ ซึ่งจะนำมาสังเคราะห์ร่วมกับโลหะทรานซิชันได้แก่ Ag และ NiO เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติการนำไฟฟ้า เนื่องจาก Ag และ NiO มีความสามารถในการลดความต้านทานทางไฟฟ้า และทำการศึกษาอิทธิพลของการเติม RGO ในวัสดุคอมพอสิตที่สังเคราะห์ได้ โดยในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อเนื่องจากเป็นกระบวนการที่ง่าย สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ที่อุณหภูมิห้อง และสามารถควบคุมลักษณะสัณฐานวิทยาของผลิตภัณฑ์ได้ ซึ่งงานวิจัยนี้จะแบ่งเป็น 3 ตอนดังนี้

ตอนที่ 1 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้าและโลหะทรานซิชัน คือ พอลิอะนิลีน-อนุภาคเงิน (PANI-Ag) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

ตอนที่ 2 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้าและโลหะทรานซิชัน คือ พอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์ (PANI-NiO) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

ตอนที่ 3 สังเคราะห์วัสดุนาโนคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างวัสดุคอมพอสิตและรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ คือ พอลิอะนิลีน-อนุภาคเงิน-รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (PANI-Ag-RGO) และพอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์-รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (PANI-NiO-RGO) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

1.4 ขอบเขตการศึกษาและข้อจำกัดของงานวิจัย

1.4.1 วิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตประเภทต่างๆ คือ กระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ โดยใช้สภาวะที่เหมือนกัน แต่มีการเติมอนุภาคต่างชนิดกัน

1.4.2 โลหะทรานซิชันที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุนาโนคอมพอสิตจะได้จากสารตั้งต้นที่มีธาตุเงินหรือนิกเกิลเป็นองค์ประกอบ

1.4.3 วัสดุคอมพอสิตที่สังเคราะห์ได้จะถูกเตรียมเป็นขั้วอิเล็กโทรดเพื่อนำไปทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทม-เมทรี (Cyclic voltammetry: CV) และกัลป์วาโนสแททิกชาร์จ-ดิสชาร์จ (Galvanostatic charge-discharge: GCD)

1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยโดยสรุป

1.5.1 ศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.5.2 ออกแบบวิธีการทดลอง วางแผนการทดลอง และจัดซื้อสารเคมีต่างๆ

1.5.3 ดำเนินงานวิจัย

1.5.3.1 การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO โดยใช้อัตราส่วนระหว่างอะนิลีนมอนอเมอร์ 1 ส่วน ต่อโลหะทรานซิชัน (Ag และ Ni) 0.5 ถึง 2.5 ส่วน ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

- ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) เพื่อยืนยันถึงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการสังเคราะห์

- ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) เพื่อยืนยันถึงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการสังเคราะห์

- ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ด้วยเทคนิค X-Ray diffraction (XRD)

- ศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบธาตุของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM) และ Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDAX)

- ศึกษาสมบัติไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry (CV) และ Galvanostatic Charge-Discharge (GCD)

1.5.3.2 เลือกอัตตราส่วนที่ดีที่สุดของวัสดุนาโนคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO โดยพิจารณาจากสมบัติไฟฟ้าเคมีและลักษณะสัณฐานวิทยามาทำการเติม RGO เพื่อสังเคราะห์เป็นวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบด้วยการกระบวนการพอลิเมอร์โรเซชันผิวย่อยต่อ

- ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) เพื่อยืนยันถึงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการสังเคราะห์

- ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) เพื่อยืนยันถึงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการสังเคราะห์

- ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ด้วยเทคนิค X-Ray diffraction (XRD)

- ศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบธาตุของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM) และ Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDAX)

- ศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรของรูพรุนของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ด้วยเทคนิค Brunauer-Emmett-Teller (BET)

- ศึกษาสมบัติไฟฟ้าเคมี ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry (CV) และ Galvanostatic Charge-Discharge (GCD)

1.5.4 วิเคราะห์และสรุปผลการวิจัย

1.5.5 นำเสนอส่วนหนึ่งของงานวิจัยในงานประชุมวิชาการ

1.5.6 จัดทำรายงานผลการวิจัย

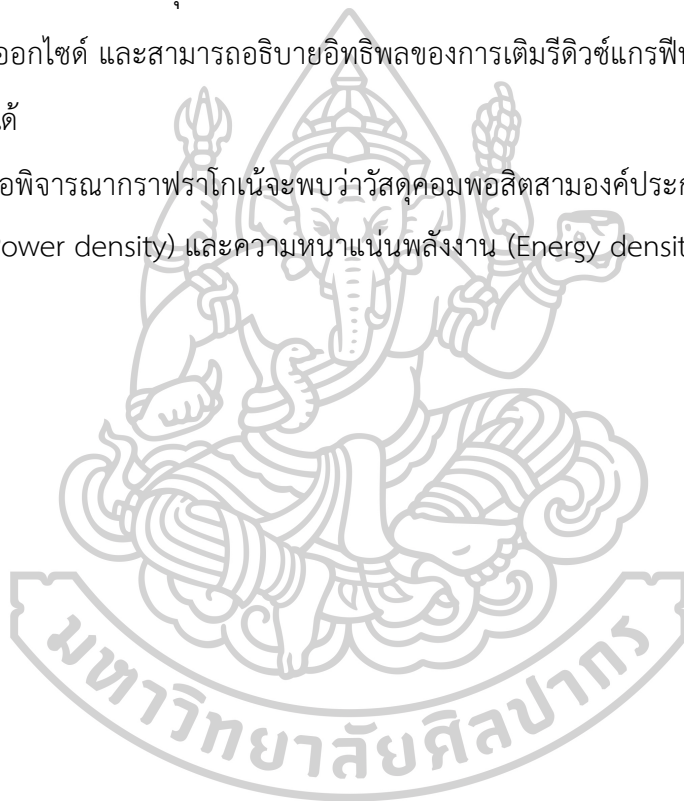
1.5.7 การสอบโครงการวิจัย

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

1.6.1 สามารถเตรียมวัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเอนิลีนกับโลหะทรานซิชัน ได้แก่ โลหะเงิน หรือนิกเกิลออกไซด์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อได้ และสามารถบอก ปริมาณและชนิดของโลหะทรานซิชันที่ทำให้มีสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตที่ดีที่สุด

1.6.2 สามารถเตรียมวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างพอลิเอนิลีน โลหะทรานซิชันและ รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ และสามารถอธิบายอิทธิพลของการเติมรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ที่ส่งต่อสมบัติ ทางไฟฟ้าเคมีได้

1.6.3 เมื่อพิจารณากราฟราโกลจะพบว่าวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบมีค่าความหนาแน่น กำลังไฟฟ้า (Power density) และความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) อยู่ในช่วงของตัวเก็บ ประจุยิ่งยวด



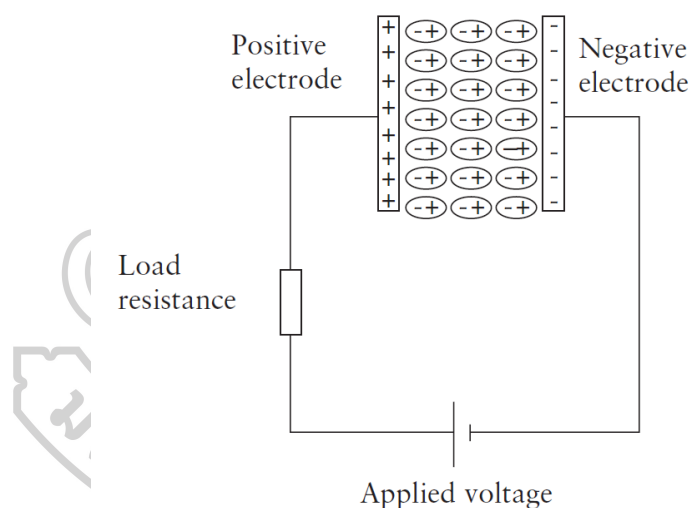
บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ตัวเก็บประจุยิ่งยวด

2.1.1 ลักษณะทั่วไป [7]

ตัวเก็บประจุทั่วไปจะเป็นอุปกรณ์ที่มีความสามารถในการกักเก็บประจุไฟฟ้าและคายประจุไฟฟ้าออกมาได้ เพื่อนำไปใช้กับวงจรทางไฟฟ้าของวัสดุอิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ ซึ่งโดยทั่วไปแล้วตัวเก็บประจุจะประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 2 ขั้วที่ถูกคั่นกลางด้วยฉนวนไฟฟ้า เรียกว่า ไดอิเล็กทริก (Dielectric) ดังแสดงในรูปที่ 2.1 จะพบว่าเมื่อมีการให้กระแสไฟฟ้าเข้าไปในวงจรที่ต่อกับตัวเก็บประจุ ประจุไฟฟ้าขั้วลบและขั้วบวกจะถูกเก็บที่ขั้วทั้ง 2 ขั้ว โดยมีวัสดุที่เป็นฉนวนที่ทำหน้าที่ไม่ให้ประจุลบและบวกมารวมกัน ส่งผลให้เกิดการสะสมประจุไฟฟ้าหรือพลังงานในรูปแบบของสนามไฟฟ้า



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของตัวเก็บประจุไฟฟ้าทั่วไป [7]

โดยสามารถหาค่าการเก็บประจุ (Capacitance: C) ได้จากสัดส่วนระหว่างประจุไฟฟ้า (Charge: Q) และแรงดันไฟฟ้าที่ให้เข้าไปในวงจร (Voltage: V) ดังสมการที่ 2.1 ดังนี้

$$C = \frac{Q}{V} \quad (2.1)$$

สำหรับตัวเก็บประจุทั่วไป ค่าการเก็บประจุจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพื้นที่ผิว (Surface area: A) ของขั้วไฟฟ้าแต่ละตัวและแปรผกผันกับระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ว (Distance: D) ดังสมการที่ 2.2 ดังนี้

$$C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{D} \quad (2.2)$$

จากสมการที่ 2.2 จะพบว่าค่า ϵ_0 คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant) หรือค่าแรงต้านสนามไฟฟ้า (Permittivity) ของพื้นที่ว่าง และค่า ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุฉนวนระหว่างขั้วไฟฟ้า คุณสมบัติหลักของตัวเก็บประจุ คือ ความหนาแน่นพลังงานและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสำหรับการวัดค่าความหนาแน่นสามารถคำนวณเป็นหน่วยปริมาณต่อหน่วยมวลหรือต่อหน่วยปริมาตร โดยพลังงาน (Energy: E) ที่เก็บในตัวเก็บประจุจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับการเก็บประจุ (Capacitance: C) ดังสมการที่ 2.3 ดังนี้

$$E = \frac{1}{2} CV^2 \quad (2.3)$$

โดยทั่วไปกำลังไฟฟ้า (Power: P) คือพลังงานที่ใช้ต่อหน่วยเวลา อย่างไรก็ตามในการพิจารณาเทอมของพลังงานสำหรับตัวเก็บประจุต้องพิจารณาว่าตัวเก็บประจุโดยทั่วไปเป็นตัวแทนของวงจรอนุกรมที่มีความต้านทานจากภายนอก (Resistance: R) ดังแสดงในรูปที่ 2.1

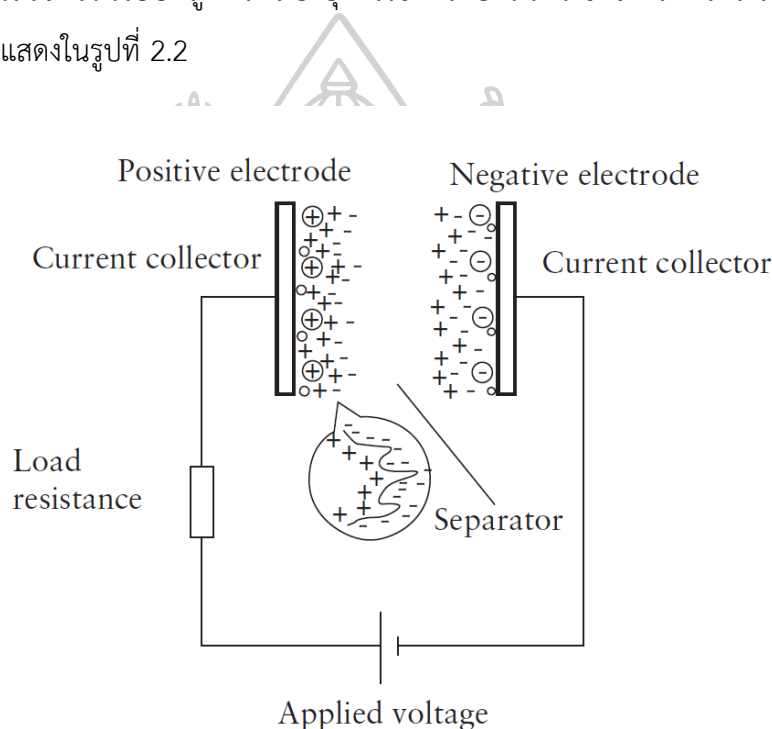
ส่วนประกอบภายในของตัวเก็บประจุ เช่น ตัวรับกระแสไฟ (Current collectors) ขั้วอิเล็กโทรด (Electrodes) และ วัสดุสำหรับไดอิเล็กทริก (Dielectric material) จะมีส่วนช่วยในเรื่องของการต้านทานกระแสไฟฟ้า ซึ่งถ้าวัดรวมกันจะได้ค่าที่เรียกว่า ความต้านทานอนุกรมเทียบเท่า (Equivalent series resistance ; ESR) โดยแรงดันไฟฟ้าระหว่างการคายประจุจะถูกกำหนดด้วยความต้านทานเหล่านี้ และหากวัดค่า Impedance ($R = ESR$) จะได้ว่าค่าพลังงานสูงสุดสำหรับตัวเก็บประจุซึ่งสามารถหาได้ดังสมการที่ 2.4 ดังนี้

$$P_{\max} = \frac{V^2}{4 \times ESR} \quad (2.4)$$

ตัวเก็บประจุทั่วไปจะมีความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูง แต่ความหนาแน่นพลังงานค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับแบตเตอรี่และเซลล์เชื้อเพลิง นั่นคือ ตัวเก็บประจุจะมีความสามารถในการเก็บ-คายประจุไฟฟ้าววดเร็วกว่าแบตเตอรี่ แต่จะมีความสามารถในการเก็บประจุหรือเก็บพลังงานต่อหน่วยมวลหรือ

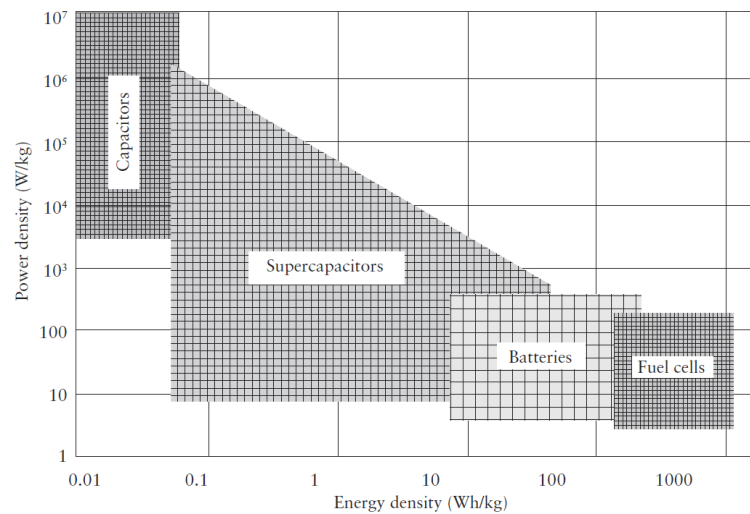
หน่วยปริมาตรน้อยกว่าแบตเตอรี่ ด้วยปัญหาเหล่านี้ทำให้ผู้วิจัยนำตัวเก็บประจุทั่วไปมาพัฒนาให้มีความสามารถมากกว่าแบตเตอรี่ ซึ่งจะเรียกว่า ตัวเก็บประจูงยิ่งยวด

ตัวเก็บประจูงยิ่งยวดเป็นอุปกรณ์ที่ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อให้มีความสามารถในการเก็บประจุหรือพลังงานได้มากขึ้น โดยจะมีหลักการพื้นฐานแบบเดียวกันกับตัวเก็บประจุทั่วไป แต่วัสดุที่ใช้ผลิตตัวเก็บประจูงยิ่งยวดมีสมบัติที่เหนือกว่า คือ มีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าได้อย่างรวดเร็ว มีความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูง ส่งผลให้สามารถคายประจุไฟฟ้าที่เก็บสะสมได้ในเวลาอันสั้น มีเสถียรภาพที่ดีเมื่อมีการใช้งานในจำนวนรอบที่สูง และมีอายุการใช้งานที่ยาวนาน ซึ่งจะแสดงโครงสร้างของตัวเก็บประจูงยิ่งยวดดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของตัวเก็บประจูงยิ่งยวด [7]

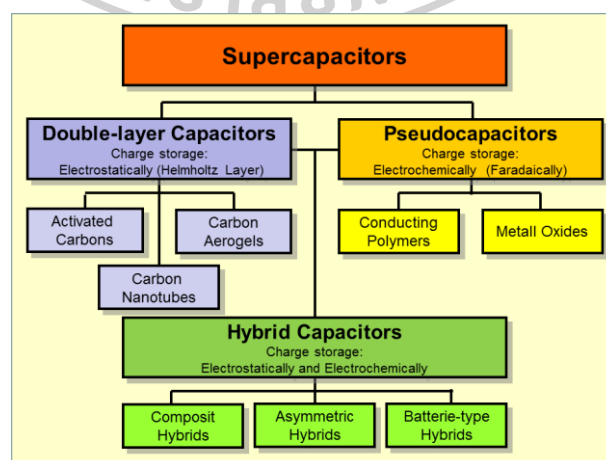
เมื่อทำการเปรียบเทียบคุณสมบัติของตัวเก็บประจูงยิ่งยวดกับอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดอื่นๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ซึ่งกราฟราโกเน่ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงานกับความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า จะพบว่าตัวเก็บประจูงยิ่งยวดมีความหนาแน่นพลังงานมากกว่าตัวเก็บประจุไฟฟ้าทั่วไป และมีความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูงกว่าแบตเตอรี่ นั่นคือ จะแสดงให้เห็นถึงคุณสมบัติทางไฟฟ้าที่ถูกพัฒนาขึ้น จนทำให้มีคุณสมบัติที่เป็นลูกผสมระหว่างตัวเก็บประจุทั่วไปและแบตเตอรี่ เป็นการนำจุดเด่นของอุปกรณ์แต่ละชนิดมาพัฒนาเป็นตัวเก็บประจูงยิ่งยวด



รูปที่ 2.3 กราฟราโกเน่ของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดต่างๆ [7]

2.1.2 ประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวด [7]

การจำแนกประเภทของตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมียิ่งยวดจะแบ่งตามการออกแบบของอิเล็กโทรดได้ 3 ประเภท คือ 1.ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้น (Electrical double-layer capacitor: EDLC) ที่ทำจากวัสดุ ถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) คาร์บอนแอโรเจล (Carbon aerogels) และ ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotubes) 2.ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ (Pseudocapacitor) ที่ทำจากวัสดุพอลิเมอร์นำไฟฟ้า (Conducting polymer) และโลหะออกไซด์ (Metal oxide) และ 3. ตัวเก็บประจุไฟฟ้าลูกผสม (Hybrid capacitor) ที่ทำจากวัสดุผสมระหว่างตัวเก็บประจุแบบ 2 ชั้น และแบบซูโดคาแพซิเตอร์ โดยจะแสดงประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวดดังแสดงในรูปที่ 2.4



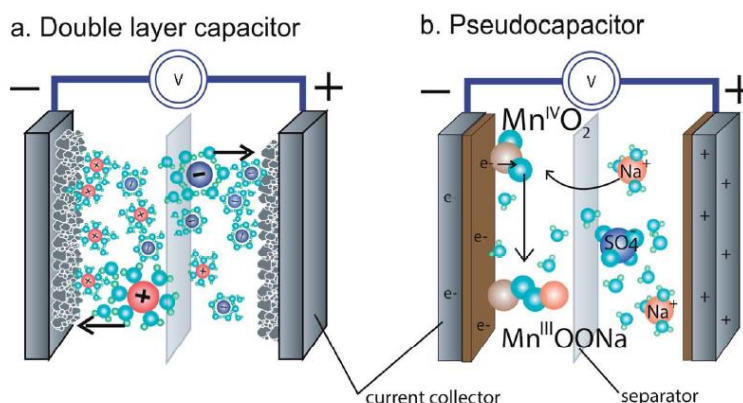
รูปที่ 2.4 แผนผังประเภทของตัวเก็บประจุยิ่งยวด [8]

2.1.2.1 ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้น

ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นจะประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าที่ทำมาจากวัสดุพวกคาร์บอน 2 ขั้ว อิเล็กโทรไลต์และวัสดุคั่นตรงกลาง (Separator) ดังแสดงในรูปที่ 2.2 และจะมีหลักการเก็บประจุไฟฟ้าแบบไฟฟ้าสถิต (Electrostatic) คือ ศักย์ไฟฟ้าภายนอกจะดึงดูดไอออนบวกและไอออนลบในอิเล็กโทรไลต์ให้เคลื่อนที่มาเกาะบริเวณพื้นผิวของขั้วอิเล็กโทรดขั้วลบและขั้วบวกตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 2.5 a ซึ่งวัสดุที่นิยมนำมาใช้ทำเป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้น จะเป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวสัมผัสสูงและมีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้ดี เนื่องจากการมีพื้นที่ผิวมากจะทำให้เกิดการสะสมประจุไฟฟ้าที่พื้นผิวได้มากขึ้น ส่งผลให้ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าสูงขึ้น

2.1.2.1.1 ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์

ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์จะมีหลักการเก็บประจุไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี (Electrochemically) คือ เกิดการถ่ายโอนประจุไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดและอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งการเก็บประจุไฟฟ้าสามารถทำได้โดยการดูดซับไฟฟ้า (Electrosorption) ปฏิกิริยารีดักชัน-ออกซิเดชัน (Reduction–Oxidation reactions) และกระบวนการ Intercalation ดังแสดงในรูปที่ 2.5 b ทำให้ตัวเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์มีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าและค่าความหนาแน่นพลังงานสูงกว่าตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้น โดยวัสดุที่นิยมนำมาใช้ทำตัวเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์ควรเป็นวัสดุที่มีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้ดีและสามารถเปลี่ยนเลขออกซิเดชันได้หลายสถานะ ได้แก่ พอลิเมอร์นำไฟฟ้า และโลหะออกไซด์ชนิดต่าง ๆ เช่น นิกเกิลออกไซด์ (Nickel oxide: NiO) รูทีเนียมออกไซด์ (Ruthenium oxide: RuO₂) แมงกานีสออกไซด์ (Manganese oxide: MnO_x) ไททานเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide: TiO₂) และ ไอเอิร์นออกไซด์ (Iron oxide: Fe₃O₄) เป็นต้น



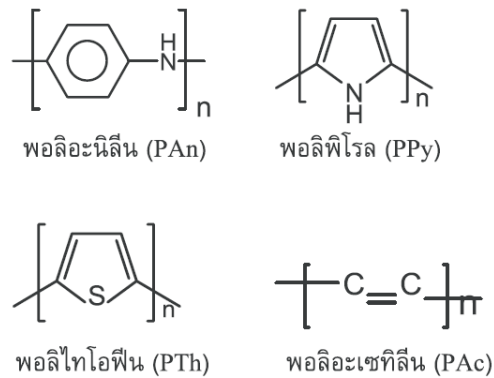
รูปที่ 2.5 a. ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นและ b. ตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ [9]

2.1.2.1.2 ตัวเก็บประจุไฟฟ้าลูกผสม

ตัวเก็บประจุไฟฟ้าลูกผสม จะเป็นตัวเก็บประจุที่เกิดจากการผสมกันระหว่างตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นและตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ เพื่อใช้ประโยชน์จากข้อได้เปรียบและลดข้อเสียของตัวเก็บประจุไฟฟ้าแต่ละชนิด โดยจะมีหลักการทำงานทั้งการเก็บประจุไฟฟ้าแบบไฟฟ้าสถิตและแบบเกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี ส่งผลให้มีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าสูงขึ้น

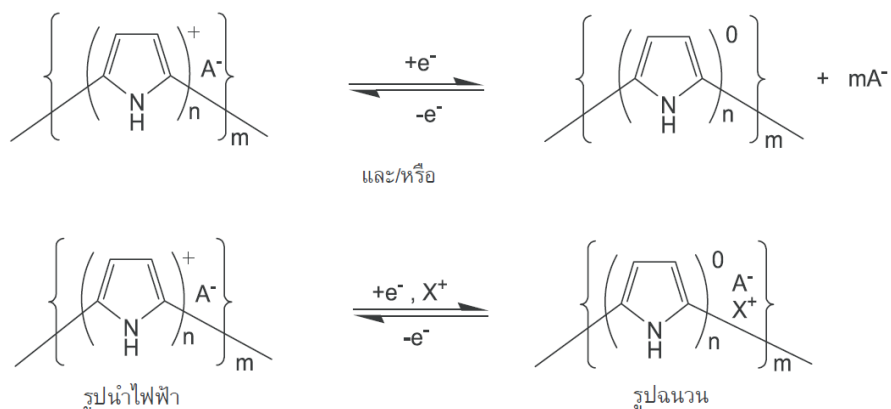
2.2 พอลิเมอร์นำไฟฟ้า [10]

พอลิเมอร์นำไฟฟ้ามักมีโครงสร้างทางเคมีเป็นคาร์บอนที่เรียงต่อกันเป็นสายโซ่โมเลกุลที่ต่อกันด้วยพันธะคอนจูเกต (π -Conjugated bond) คือในสายโซ่พอลิเมอร์จะประกอบด้วยพันธะเดี่ยวสลับกับพันธะคู่ การทำให้พอลิเมอร์นำไฟฟ้าได้หรือที่เรียกว่า “การโด๊ป” (Doping Process) ที่อาศัยการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน-ออกซิเดชันหรือปฏิกิริยาการเติมโปรตอน (Protonation) ซึ่งจะขึ้นกับชนิดของพอลิเมอร์ โดยทั่วไปแล้วพอลิเมอร์นำไฟฟ้าที่ผู้วิจัยนิยมศึกษา ได้แก่ พอลิอะนิลีน (Polyaniline: PAn) พอลิไพโรล (Polypyrrole: PPy) พอลิไทโอฟิน (Polythiophene: PTh) และพอลิอะเซทิลีน (Polyacetylene: PAc) ซึ่งมีโครงสร้างทางเคมีดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 โครงสร้างทางเคมีของพอลิเมอร์นำไฟฟ้าบางชนิดที่ยังไม่ผ่านกระบวนการโด๊ป [10]

กระบวนการโด๊ปจะทำให้พอลิเมอร์ทั่วไปที่มีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าหรือกึ่งตัวนำที่มีค่าการนำไฟฟ้าในช่วง 10^{-10} ถึง 10^{-5} S.cm⁻¹ เปลี่ยนเป็นวัสดุเสมือนโลหะที่มีค่าการนำไฟฟ้าในช่วง $1-10^4$ S.cm⁻¹ ได้ แต่ค่าการนำไฟฟ้าจะขึ้นกับชนิดของพอลิเมอร์ วิธีการสังเคราะห์ และชนิดของสารที่นำมาใช้ในกระบวนการโด๊ป เช่น พอลิอะเซทิลีนจะมีค่าการนำไฟฟ้าเทียบเท่ากับทองแดงได้ คือ $>10^5$ S.cm⁻¹ เมื่อโด๊ปด้วยไอโอดีน (Iodine: I₂) หรืออะซีนิกไตรฟลูออไรด์ (Arsenic trifluoride: AsF₃) เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถควบคุมระดับของการโด๊ป (Degree of Doping) ที่มีความสัมพันธ์กับค่าการนำไฟฟ้าได้อีกด้วย และที่สำคัญคือสภาพตัวนำและฉนวนไฟฟ้าของพอลิเมอร์สามารถผันกลับได้ [11] จะดังแสดงในรูปที่ 2.7

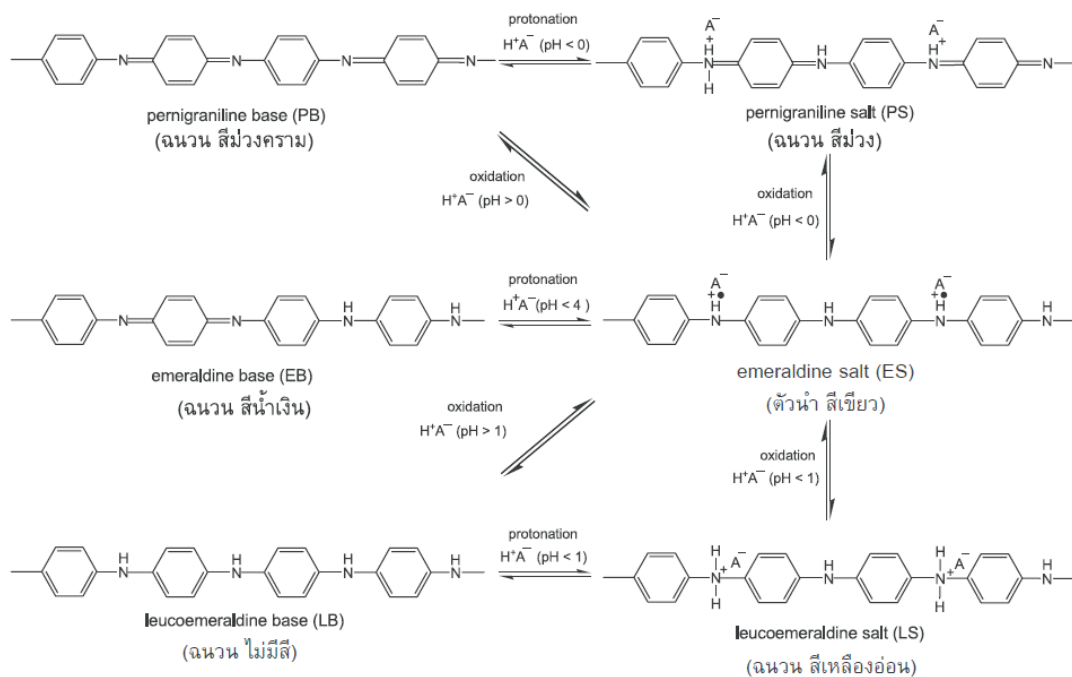


รูปที่ 2.7 การผันกลับได้ของกระบวนการโด๊ปพอลิเมอร์นำไฟฟ้า ตัวอย่าง คือ พอลิไพโรล (A⁻ คือ แอนไอออนของสารโด๊ป X⁺ คือ แคทไอออนในสารละลายอิเล็กโทรไลต์) [10]

พอลิเมอร์นำไฟฟ้าจึงจัดเป็นวัสดุที่ได้รับความสนใจอย่างมากสำหรับนักวิจัยเนื่องจากสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลายรูปแบบ เช่น ตัวเก็บประจุ (Capacitor) ตัวรับรู้ (Sensor) และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่าง ๆ เป็นต้น และนอกจากนี้ยังมีการนำพอลิเมอร์นำไฟฟ้าไปวิจัยเพื่อพัฒนาเป็นวัสดุชนิดใหม่ที่มีสมบัติและประสิทธิภาพการใช้งานที่ดีขึ้น เช่น การพัฒนาตัวเก็บประจุเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitor) เป็นต้น

2.2.1 พอลิอะนิลีน [10]

พอลิอะนิลีนเป็นพอลิเมอร์นำไฟฟ้าที่นิยมนำมาวิจัยและพัฒนามากที่สุดเนื่องจากมีคุณสมบัติเด่น คือสังเคราะห์ได้ง่ายทั้งวิธีทางไฟฟ้าและเคมี ราคาถูก ทนต่อสภาพแวดล้อมได้ดี และมีลักษณะเฉพาะที่พิเศษคือมีโครงสร้างทางเคมีที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์และปฏิกิริยากรด-เบส มากถึง 6 แบบ ดังแสดงในรูปที่ 2.8 แต่จากการศึกษาจะพบว่าโครงสร้างที่นำไฟฟ้าได้มีเพียงแบบเดียว คือ เกลือเอมเมอร์ลิติน (Emeraldine Salt: ES) ดังนั้นกระบวนการได้ไปจะสามารถเกิดได้จากปฏิกิริยาออกซิเดชันของลูโคเอมเมอร์ลิติน (Leucoemeraldine) และการเติมโปรตอนให้กับเบสเอมเมอร์ลิติน (Emeraldine Base: EB) โดยการทำปฏิกิริยากับกรดประเภทโปรโทนิค (Protonic Acid) จึงทำให้พอลิอะนิลีนมีสมบัติทั้งรีดอกซ์สวิตชิง (Redox Switching) และพีเอชสวิตชิง (pH Switching) นอกจากนี้ยังพบว่าโครงสร้างที่แตกต่างกันจะส่งผลให้เกิดสีที่แตกต่างกันด้วย เช่น เบสเอมเมอร์ลิติน (EB) สีน้ำเงิน เกลือเอมเมอร์ลิติน (ES) สีเขียว เพอร์นิกรานิลีน (PS) สีม่วงและลูโคเอมเมอร์ลิติน (LS) สีเหลืองอ่อน เป็นต้น



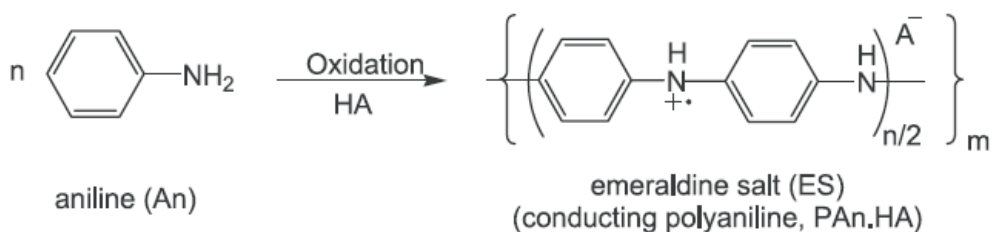
รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางเคมีของพอลิอะนิลีนแบบต่างๆ [10]

การนำพอลิอะนิลีนไปใช้งานจะพบว่ามีความข้อเสียที่สำคัญ คือ กระบวนการขึ้นรูปทำได้ยาก (Poor Processability) เพราะไม่สามารถหลอมหรือหล่อขึ้นรูป (Infusible และ Unmolding) และไม่ละลายในตัวทำละลายทั่วไป (Insoluble) เนื่องจากโครงสร้างหลักของสายโซ่พอลิเมอร์มีพันธะคู่ (π -Bond) อยู่มากทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ที่แข็งแรงมาก (π - π Interaction)

2.2.1.1 การสังเคราะห์พอลิอะนิลีน

พอลิอะนิลีนสามารถสังเคราะห์ได้ด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้า ซึ่งจะทำได้แผ่นฟิล์มพอลิเมอร์เคลือบติดบนผิวของขั้วอิเล็กโทรด ซึ่งจะสามารถนำไปใช้งานได้โดยตรง แต่วิธีการสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าจะมีข้อจำกัดมาก เช่น ขั้วอิเล็กโทรดต้องเป็นวัสดุที่สามารถนำไฟฟ้าได้เท่านั้น ขนาดและรูปร่างของขั้วอิเล็กโทรดต้องมีความเหมาะสมกับชุดเครื่องมือทางเคมีไฟฟ้าที่ใช้ในการศึกษา เป็นต้น ดังนั้นจึงเลือกใช้การสังเคราะห์ด้วยวิธีอื่น คือ การสังเคราะห์ด้วยวิธีทางเคมีซึ่งสามารถทำได้ง่าย ไม่มีข้อจำกัด และราคาถูกกว่าจึงได้รับความนิยมมากกว่าโดยการสังเคราะห์พอลิอะนิลีนด้วยวิธีทางเคมีจะนิยมใช้วิธีพอลิเมอไรเซชันแบบต่างเฟส (Hetero-phase polymerization) ที่มีน้ำเป็นตัวกลาง ทำให้พอลิเมอร์ที่ได้มีคุณภาพดีและสามารถลดการเกิดปัญหาจากตัวทำละลายอินทรีย์ที่ระเหยง่ายและมีพิษมากได้ด้วย โดยอะนิลีนมอนอเมอร์จะไม่ละลายน้ำแต่สามารถละลายได้ในสารละลายกรด เช่น

กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid: HCl) กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid: H₂SO₄) เป็นต้น เนื่องจากหมู่เอมีน (-NH₂) ในอะนิลีนมอนอเมอร์จะไปทำปฏิกิริยากับกรดโปรโทนิค (Protonic acid: HA) เกิดเป็นเกลือแอมโมเนียม (-NH₄⁺A⁻) และเมื่อทำปฏิกิริยากับสารออกซิไดซ์ (Oxidizing agent) หรือตัวริเริ่มปฏิกิริยา (Initiator) เช่น แอมโมเนียมเปอร์ออกซีไดซัลเฟต (Ammonium peroxydisulfate: (NH₄)₂S₂O₈) เฟอริกคลอไรด์ (Ferric chloride: FeCl₃) และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide: H₂O₂) เป็นต้น จะทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันดังแสดงในรูปที่ 2.9 ได้เป็นพอลิอะนิลีนในรูปแบบที่สามารถนำไฟฟ้าได้ คือ เกลือเอ็มเมอร์ลิตินที่มีสีเขียว เนื่องจากสังเคราะห์ในสารละลายกรดทำให้พอลิเมอร์อยู่ในสภาพที่ถูกโด๊ปและพอลิอะนิลีนที่เกิดขึ้นจะไม่ละลายในตัวกลาง แต่จะแขวนลอยอยู่และอยู่รวมกันเป็นตะกอนขนาดใหญ่ทำให้สามารถแยกพอลิเมอร์ออกจากสารละลายได้ด้วยวิธีการกรอง ซึ่งค่าการนำไฟฟ้าของพอลิอะนิลีนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการนี้จะมีค่าประมาณ 10⁻² ถึง 10² S.cm⁻¹ โดยปัจจัยที่ส่งผลต่อค่าการนำไฟฟ้า คือ สภาพะวะในการสังเคราะห์ เช่น อุณหภูมิ ความเข้มข้นของมอนอเมอร์และสารออกซิไดซ์ ชนิดของสารละลายกรดซึ่งใช้เป็นตัวกลางในการสังเคราะห์และเป็นสารที่ใช้ในกระบวนการโด๊ป เป็นต้น

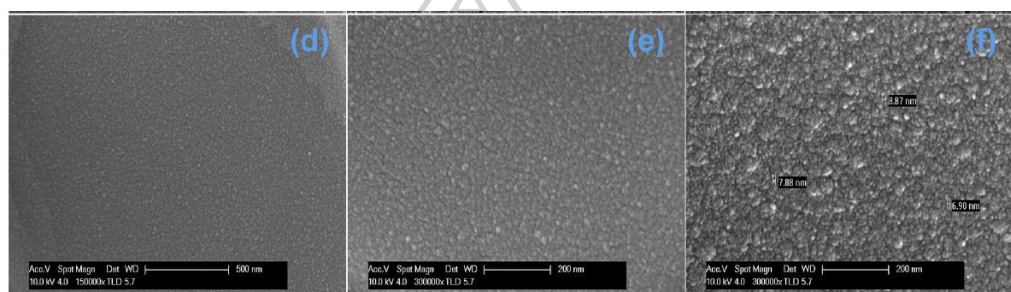


รูปที่ 2.9 การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของอะนิลีนมอนอเมอร์ [11]

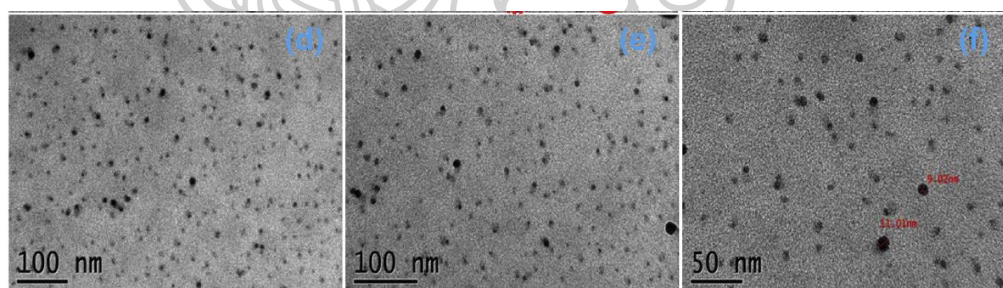
2.3 โลหะเงิน [2]

โลหะเงินจัดเป็นโลหะทรานซิชันที่มีสมบัติการนำไฟฟ้าและนำความร้อนได้ดีที่สุดในบรรดาโลหะทั้งหมด โดยจะสามารถเปลี่ยนแปลงเลขออกซิเดชันได้หลากหลายค่า ตั้งแต่ 0 ถึง +4 แต่จะพบว่าสารประกอบของโลหะเงินทั่วไปจะมีเลขออกซิเดชันเท่ากับ +1 ซึ่งการนำโลหะเงินมาผ่านกระบวนการสังเคราะห์เพื่อทำขั้วอิเล็กโทรดสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดนั้น จะสามารถช่วยลดค่าความต้านทานกระแสไฟฟ้า (Charge transfer resistance) ในขั้วอิเล็กโทรดได้ ทำให้ประจุไฟฟ้าเคลื่อนที่ผ่านขั้วอิเล็กโทรดได้ง่ายขึ้น ส่งผลให้เวลาที่ใช้ในการเก็บ-คายประจุไฟฟ้าลดลงและค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของตัวเก็บประจุยิ่งยวดมีค่าเพิ่มสูงขึ้น และนอกจากนี้โลหะเงินยังมีพื้นที่ผิวสูง

และสังเคราะห์ง่ายอีกด้วย โดยจากงานวิจัยของ Kuk Ro Yoon และคณะ [12] ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดจากวัสดุนาโนคอมพอสิตที่สังเคราะห์ระหว่างพอลิไพร์โรลและโลหะเงิน ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อซึ่งในการสังเคราะห์จะเริ่มจากการนำไพร์โรลมอนอเมอร์มาทำปฏิกิริยากับซิลเวอร์ไนเตรต (Silver nitrate: AgNO_3) ที่ทำหน้าที่เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาไพร์โรลออกซิเดชัน (Pyrrole oxidation) จนสุดท้ายจะได้อนุภาคนาโนเงิน (Silver nanoparticle: AgNPs) ที่เป็น Ag^0 กระจายตัวในพื้นที่ผิวของพอลิไพร์โรล โดยยืนยันผลจากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค FE-SEM และ FE-TEM ดังแสดงในรูปที่ 2.10 และ 2.11 ซึ่งจะส่งผลให้ประจุไฟฟ้าสามารถเคลื่อนที่ผ่านได้ดีขึ้น



รูปที่ 2.10 ภาพ FE-SEM ของ (d-f) PPy-Ag-IF nanocomposites [12]



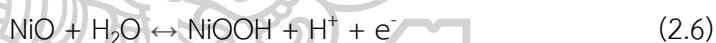
รูปที่ 2.11 ภาพ FE-TEM ของ (d-f) PPy-Ag-IF nanocomposites [12]

2.4 นิกเกิลออกไซด์ [13, 14]

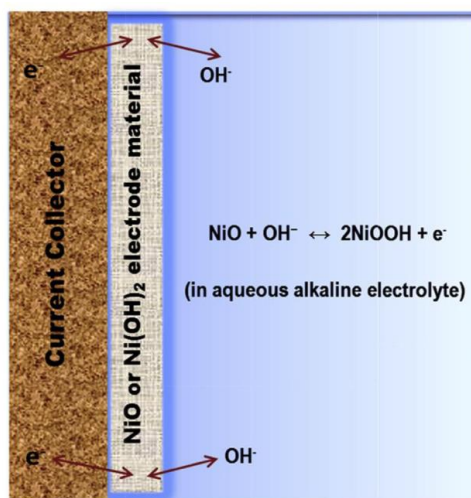
นิกเกิลออกไซด์จัดเป็นโลหะออกไซด์ที่น่าสนใจสำหรับตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์เนื่องจากสามารถใช้งานได้ง่าย มีความสามารถในการเก็บประจุสูง มีเสถียรภาพทางความร้อนและทางเคมีที่ดี และมีพฤติกรรมการเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์ ซึ่งการนำนิกเกิลออกไซด์มาทำขั้วอิเล็กโทรดสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดจะต้องคำนึงถึงคุณสมบัติดังต่อไปนี้

1. ออกไซด์ของโลหะต้องสามารถนำไฟฟ้าได้
2. โลหะควรเกิดขึ้นในสถานะออกซิเดชัน 2 สถานะขึ้นไป โดยจะสามารถอยู่ในช่วงความต่างศักย์เดียวกันได้
3. มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง
4. ในกระบวนการรีดักชัน ไอออนในสารละลายอิเล็กโทรไลต์สามารถไปแทนที่กันได้โดยอิสระในโครงข่ายออกไซด์ (Oxide lattice) และการจัดรอยต่อระหว่างตาข่ายเมื่อเกิดกระบวนการออกซิเดชัน

ประสิทธิภาพของขั้วอิเล็กโทรดสำหรับตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ที่ใช้ никเกิลออกไซด์จะถูกกำหนดโดยปฏิกิริยารีดอกซ์ของ NiO หรือ Ni(OH)₂ ในอิเล็กโทรไลต์อัลคาไลน์และสามารถกำหนดเป็นสมการที่ 2.5 และ 2.6 ซึ่งมีสองทฤษฎีหลักสำหรับการสร้าง NiO : ทฤษฎีที่หนึ่งจะพิจารณาว่ากระบวนการกักเก็บพลังงานเกิดขึ้นระหว่าง NiO และ NiOOH และทฤษฎีที่สองจะระบุว่า NiO เปลี่ยนเป็น Ni(OH) ในอิเล็กโทรไลต์อัลคาไลน์จากนั้นปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีจะเกิดขึ้นระหว่าง Ni(OH)₂ และ NiOOH ปฏิกิริยาทางเคมีของทฤษฎีทั้งสองจะแสดงได้ดังนี้



ในสองทฤษฎีนี้การออกซิเดชันของ Ni²⁺ เป็น NiOOH ผ่านการสูญเสียอิเล็กตรอนทำให้เกิดปฏิกิริยาซูเปอร์คาปาซิทีฟ (Supercapacitive) นักวิจัยส่วนใหญ่นิยมใช้ทฤษฎีที่หนึ่ง แต่ทฤษฎีที่สองก็เป็นที่ยอมรับเช่นกัน เนื่องจาก NiO จะรวมกับ OH ในอิเล็กโทรไลต์อัลคาไลน์เพื่อผลิต Ni(OH)₂ ซึ่งจะนำไปสู่ส่วนหนึ่งของความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า

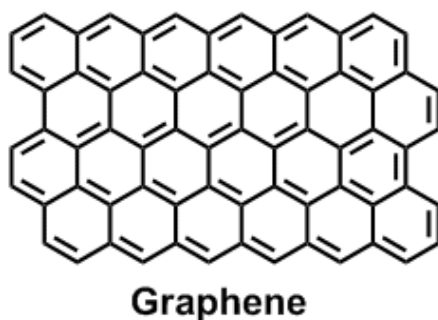


รูปที่ 2.12 กลไกการเก็บประจุของขั้วอิเล็กโทรดที่สังเคราะห์จาก NiO [13]

ปฏิกิริยาฟาราเดย์ (Faradaic reaction) ของพื้นผิวแสดงในรูปที่ 2.12 ในขั้วอิเล็กโทรดที่สังเคราะห์จาก NiO ดังที่กล่าวไว้ข้างต้น เนื่องจากในวัสดุตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ กระบวนการทางเคมีไฟฟ้าตามกฎของฟาราเดย์จะเกิดขึ้นเฉพาะบนพื้นผิวและพื้นผิวใกล้เคียงของ NiO ซึ่งคุณสมบัติและลักษณะพื้นฐานวิทยาของพื้นผิว ในเรื่องของกระจายตัว ขนาดของรูพรุนจะพบว่ามีบทบาทสำคัญในกระบวนการเก็บประจุ ซึ่งในงานวิจัยส่วนใหญ่จะมุ่งเน้นไปที่การศึกษากระบวนการสังเคราะห์ที่ส่งผลต่อลักษณะพื้นฐานวิทยา พื้นผิว การกระจายตัว และขนาดรูพรุนของวัสดุ [13]

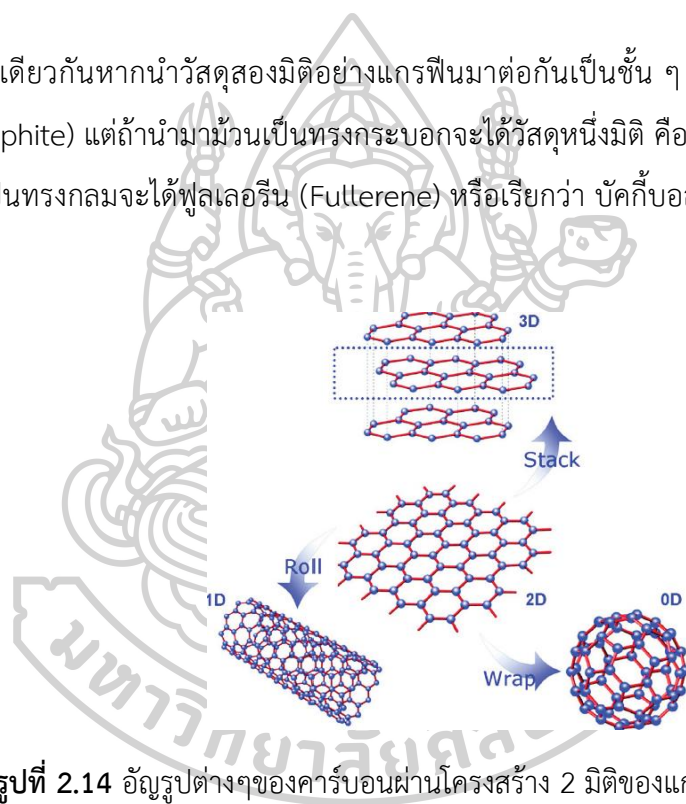
2.5 แกรฟีน [15]

แกรฟีน (Graphene) ถูกค้นพบโดยศาสตราจารย์ ดร.อังเดร ไกม์ (Andre Geim) และศาสตราจารย์ ดร.คอนสแตนติน โนโวเซลอฟ (Konstantin Novoselov) จากมหาวิทยาลัยแมนเชสเตอร์ สหราชอาณาจักรในปี ค.ศ. 2004 ซึ่งเป็นวัสดุที่ประกอบด้วยธาตุคาร์บอนเรียงตัวต่อกันเป็นวงหกเหลี่ยม (Hexagonal) ด้วยพันธะโคเวเลนต์ (Covalent bond) ที่มีความแข็งแรง และเชื่อมต่อกันเป็นโครงร่างลักษณะเหมือนกับรังผึ้ง ทำให้แกรฟีนมีความแข็งแรงกว่าเพชร และแข็งแรงกว่าเหล็กกล้าถึง 200 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 โครงสร้างของแกรฟีน [15]

ขณะเดียวกันหากนำวัสดุสองมิติอย่างแกรฟีนมาต่อกันเป็นชั้น ๆ ก็จะได้วัสดุสามมิติ คือ แกรไฟต์ (Graphite) แต่ถ้านำมาม้วนเป็นทรงกระบอกจะได้วัสดุหนึ่งมิติ คือ ท่อนาโนคาร์บอน และ ถ้าถูกห่อให้เป็นทรงกลมจะได้ฟูลเลอร์รีน (Fullerene) หรือเรียกว่า บัคกี้บอล (Buckyball) ดังแสดง ในรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 อัญรูปต่างๆของคาร์บอนผ่านโครงสร้าง 2 มิติของแกรฟีน [15]

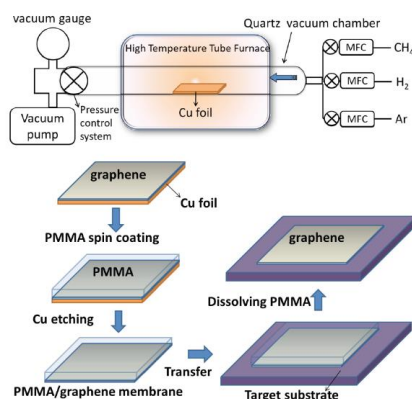
2.5.1 การสังเคราะห์แกรฟีน [16]

แกรฟีนที่ได้จากวิธีการลอกด้วยสก็อตเทปจะพบว่ามีขนาดเล็กและรูปร่างไม่สม่ำเสมอ ทำให้นักวิทยาศาสตร์พยายามคิดค้นวิธีการสังเคราะห์แกรฟีนให้มีขนาดใหญ่ขึ้น และสามารถควบคุมสมบัติได้จากโครงสร้าง โดยการสังเคราะห์ที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมจะมี 2 วิธี ดังนี้

วิธีที่ 1 การตกเคลือบด้วยไอเคมี (Chemical vapor deposition: CVD)

การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะเป็นการจัดเรียงตัวของอะตอมคาร์บอนบนแผ่นโลหะ โดยเริ่มจากปล่อยก๊าซมีเทนที่อุณหภูมิห้องเข้าไปในเตาเผา ซึ่งมีก๊าซไฮโดรเจนอยู่เล็กน้อย เมื่อก๊าซมีเทนสัมผัสกับ

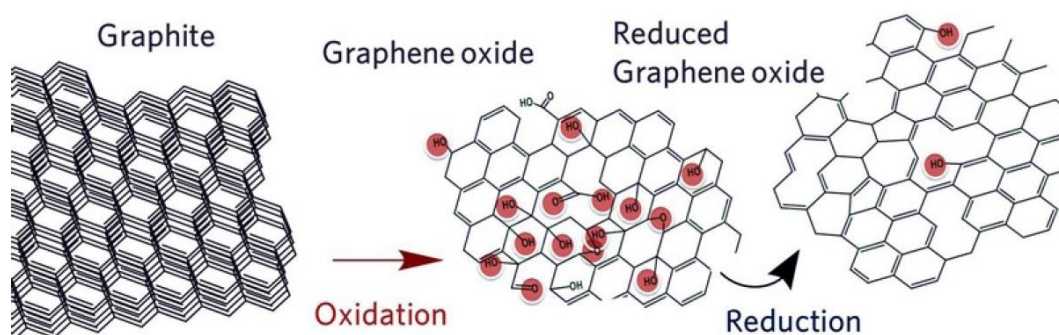
โลหะ เช่น ทองแดงหรือนิกเกิล ที่อุณหภูมิประมาณ 1000 °C จะเกิดการสลายตัวเหลือเพียงอะตอมของคาร์บอนเกาะอยู่บนแผ่นโลหะและจัดเรียงโครงสร้างเป็นแกรฟีนที่เหมาะสม ดังแสดงในรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 กระบวนการสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธีการตกเคลือบด้วยไอเคมี [15]

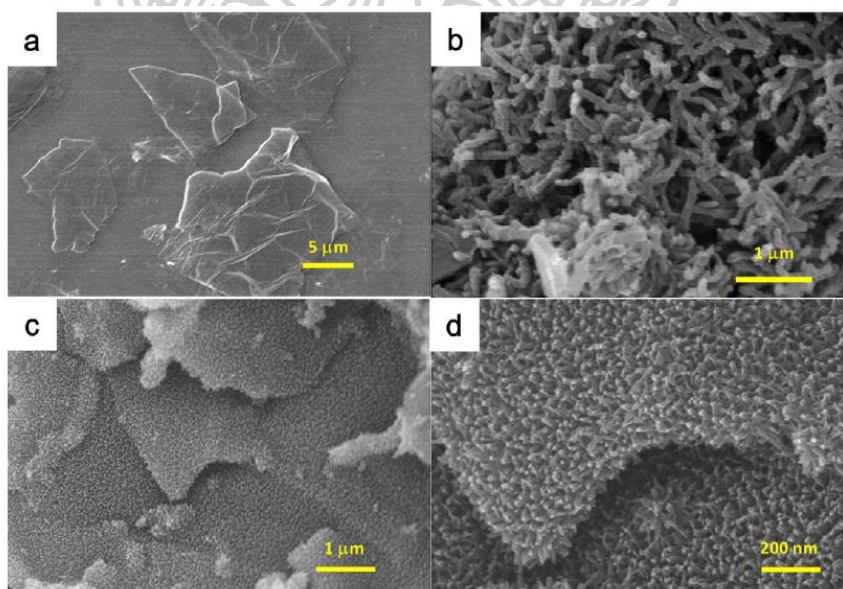
วิธีที่ 2 กระบวนการทางเคมี

การสังเคราะห์วิธีนี้จะเริ่มจากการออกซิไดซ์แกรไฟต์เพื่อให้เกิดหมู่ฟังก์ชันระหว่างชั้นของแกรไฟต์ ทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นของแกรไฟต์เพิ่มขึ้นจนห่างออกจากกัน (Exfoliation) และเรียกผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ว่า แกรไฟต์ออกไซด์ หรือ แกรฟีนออกไซด์ ซึ่งจะพิจารณาจากความหนาของวัสดุ โดยแกรฟีนออกไซด์ 1 ชั้นจะมีความหนาประมาณ 0.9 nm. จากนั้นทำปฏิกิริยารีดักชันเพื่อลดจำนวนหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนลง และยังเป็น การเพิ่มประสิทธิภาพการนำไฟฟ้าให้มากขึ้นด้วย จะได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่เรียกว่า แกรฟีน หรือ รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ดังแสดงในรูปที่ 2.16

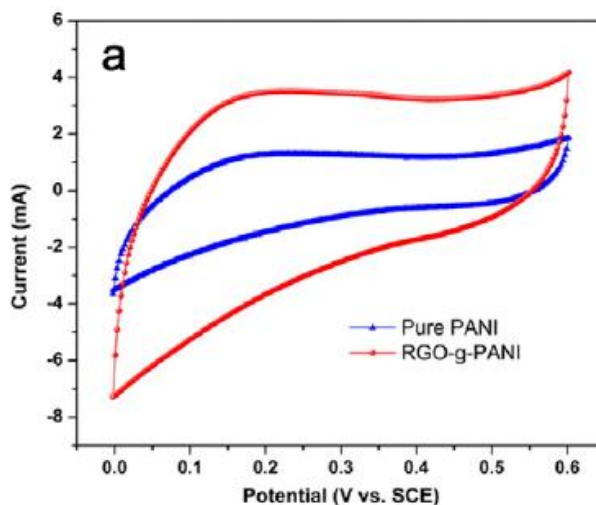


รูปที่ 2.16 กระบวนการสังเคราะห์รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ด้วยวิธีการกระบวนการทางเคมี [15]

ปัจจุบันได้มีการนำรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์มาใช้ในงานวิจัยต่างๆ มากมาย โดยเฉพาะงานวิจัยด้านไฟฟ้าเคมี ส่วนใหญ่จะนำรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์มาสังเคราะห์เป็นวัสดุนาโนคอมพอสิตร่วมกับวัสดุนำไฟฟ้าชนิดอื่นเพื่อใช้ทำขั้วอิเล็กโทรดสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด เนื่องจากรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์มีข้อดีที่หลากหลาย ได้แก่ มีพื้นที่ผิวที่สูง มีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้ดี กระบวนการสังเคราะห์ง่าย ทำได้ง่าย มีความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมต่ำ และที่สำคัญคือมีกลไกเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ ส่งผลให้ขั้วอิเล็กโทรดที่ได้จากการสังเคราะห์มีประสิทธิภาพและสมบัติทางไฟฟ้าเคมีที่ดีขึ้น ดังในงานวิจัยของ Van Hoa Nguyen และคณะ [17] ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการทำวัสดุคอมพอสิตพอลิอะนิลีนกราฟรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (RGO-g-PANI) ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการอย่างง่าย 2 ขั้นตอน โดย RGO ได้รับการปรับปรุงพื้นที่ผิวครั้งแรกด้วย 1,3-ไดอะมิโนโพรเพน (1,3-Diaminopropane) ซึ่งจะทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยากับหมู่ $-NH_2$ ของพอลิอะนิลีนได้ จากนั้นจะเข้าสู่กระบวนการต่อกิ่ง (Grafting) กับสายโซ่พอลิเมอร์ ส่งผลให้พื้นที่ผิวของ RGO ถูกปกคลุมด้วยชั้นบางๆ ของพอลิอะนิลีน แสดงในผลการศึกษาด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.17 โดยเมื่อนำวัสดุคอมพอสิตที่สังเคราะห์ได้ไปเตรียมเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดแล้วจะพบว่ามีความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าได้สูงขึ้นเมื่อเทียบกับพอลิอะนิลีนบริสุทธิ์ แสดงในผลการศึกษาด้วยเทคนิค CV ดังแสดงในรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.17 ภาพ SEM ของ (a) $GO-NH_2$, (b) pure PANI และ (c, d) RGO-g-PANI ที่กำลังขยายต่างกัน [17]



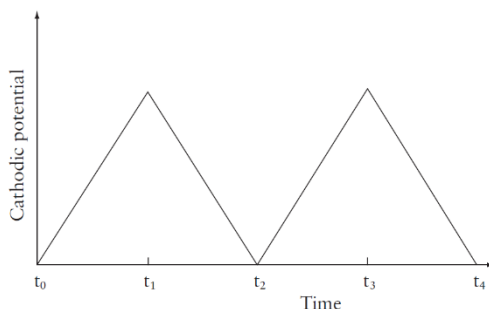
รูปที่ 2.18 กราฟ CV ของ Pure PANI และ RGO-g-PANI [17]

2.6 เทคนิคการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมี [18, 19]

เทคนิคการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมีเป็นเทคนิคทางวิทยาศาสตร์ที่มีมานานแล้ว ซึ่งมีการพัฒนาโดยตลอด ไม่ว่าจะเป็นการวิเคราะห์ที่เกี่ยวข้องกับสารในสถานะต่างๆ คือ ของแข็ง ของเหลว และก๊าซ เช่น กระบวนการวิเคราะห์ความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า วิเคราะห์ความเสถียรต่อการใช้งานเป็นรอบของขั้วไฟฟ้า เป็นต้น โดยเทคนิคการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ได้แก่ ไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry: CV) และกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (Galvanostatic charge-discharge: GCD)

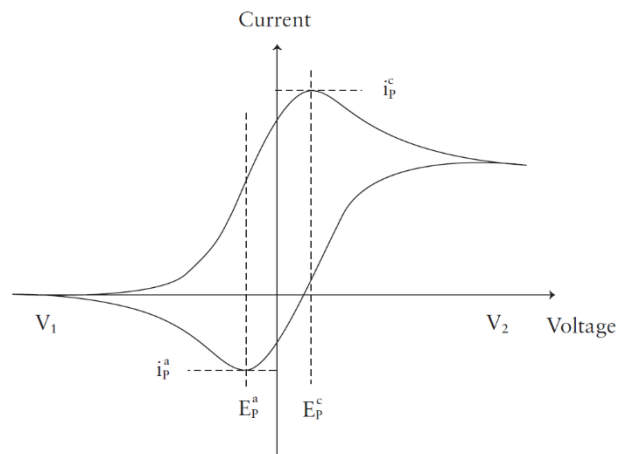
2.6.1 ไซคลิกโวลแทมเมตรี [20]

เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นของขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode: WE) หรือขั้วอิเล็กโทรดที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยเทียบกับศักย์ไฟฟ้า โดยจะมีการจ่ายความต่างศักย์ไฟฟ้าเข้าไปในระบบแบบวน (Loop) ซึ่งจะมีลักษณะเป็นสามเหลี่ยมดังแสดงในรูปที่ 2.19



รูปที่ 2.19 การจ่ายศักย์ไฟฟ้าเข้าไปในระบบแบบวน [7]

จากรูปที่ 2.19 จะพบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ค่าศักย์ไฟฟ้าจะค่อยๆ เพิ่มขึ้นด้วยอัตราเร็ว (Scan rate) คงที่ค่าหนึ่งจนถึงจุดสูงสุดที่เวลาเท่ากับ t_1 จากนั้นค่าศักย์ไฟฟ้าจะค่อยๆ ลดลงด้วยอัตราเร็วเท่าเดิมจนถึงค่าต่ำสุดที่เวลาเท่ากับ t_2 ซึ่งจากเวลา t_1 ไปจนถึง t_2 จะเป็นการสแกน 1 รอบ โดยจะมีลักษณะกราฟเป็นสามเหลี่ยมหน้าจั่ว เมื่อเริ่มสแกนโดยจ่ายศักย์ไฟฟ้าเข้าไปด้วยอัตราเร็วคงที่ จะพบว่าเริ่มมีกระแสไฟฟ้าเกิดขึ้น เมื่อค่าศักย์ไฟฟ้าถึงจุดสูงสุดก็จะพบว่าเกิดกระแสที่เป็นด้านบวกคือ กระแสแอโนดิก (Anodic current) ซึ่งเกิดจากอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากขั้วอิเล็กโทรดไปยังไอออนในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ และเมื่อลดการจ่ายศักย์ไฟฟ้าด้วยอัตราเร็วเท่าเดิมจะพบว่ากระแสไฟฟ้าจะค่อยๆ ลดลงจนถึงจุดต่ำสุด จะพบว่าเกิดกระแสไฟฟ้านด้านลบคือกระแสแคโทดิก (Cathodic current) ซึ่งเกิดจากการส่งผ่านอิเล็กตรอนในทางกลับกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.20 คือกราฟที่ได้จากการทดสอบไซคลิกโวลแทมเมตรีจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายเข้าสู่ระบบ โดยจะพบว่ากระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจะเกิดจากกระแสสองส่วน คือ กระแสเนื่องจากการอัดประจุไฟฟ้า (Charging current) และกระแสเนื่องจากการให้หรือรับอิเล็กตรอน หรือจะเรียกว่ากระแสที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์ (Faradaic current)



รูปที่ 2.20 กราฟที่ได้จากการทดสอบไซคลิกโวลแทมเมทรี [7]

ค่าที่ได้จากเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีสามารถนำมาคำนวณเพื่อหาค่าการเก็บประจุไฟฟ้าของวัสดุที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัย โดยจะใช้สมการที่ 2.7 และ 2.8 [2] ดังนี้

$$C_s = \frac{\int I dV}{\Delta V \times \rho \times m} = \frac{dt}{dV} \times \frac{1}{m} = \frac{Q}{m(E_2 - E_1)} \quad (2.7)$$

$$C_a = \frac{\int I dV}{\Delta V \times \rho \times A} = \frac{dt}{dV} \times \frac{1}{A} = \frac{Q}{A(V_2 - V_1)} \quad (2.8)$$

โดยที่ C_s คือ ค่าการเก็บประจุน้ำหนัก หน่วยฟารัดต่อกรัม (Specific capacitance: F/g)

C_a คือ ค่าการเก็บประจุต่อพื้นที่ หน่วยฟารัดต่อตารางเซนติเมตร (Areal capacitance: F/cm²)

I คือ ค่ากระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้น หน่วยแอมแปร์ (Current: A)

ρ คือ ค่าอัตราการเพิ่มขึ้นของศักย์ไฟฟ้า หน่วยโวลต์ต่อวินาที (Potential rate: V/s)

Q คือ ประจุไฟฟ้าทั้งหมดที่ผ่านไปยังขั้วไฟฟ้า หน่วยคูลอมบ์ (Charge: C)

m คือ น้ำหนักของวัสดุ หน่วยกรัม (Mass: g)

A คือ พื้นที่วัสดุ หน่วยตารางเซนติเมตร (Area: cm²)

$V_2 - V_1$ คือ ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่สแกนสูงสุดลบศักย์ไฟฟ้าต่ำสุด หน่วยโวลต์ (Potential range: V)

นอกจากนี้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรียังสามารถคำนวณค่าพลังงานจำเพาะและค่ากำลังจำเพาะของวัสดุที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัย โดยจะใช้สมการที่ 2.9 และ 2.10 [2] ดังนี้

$$E_s = \frac{C_s \times V^2}{2} \quad (2.9)$$

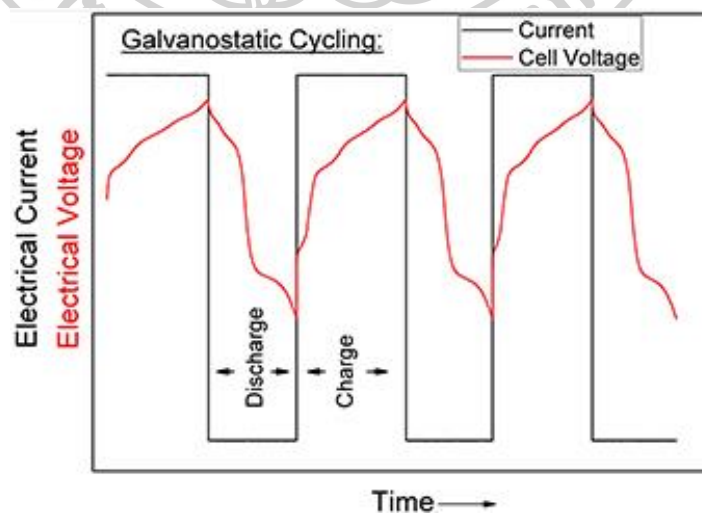
$$P_s = \frac{E_s}{t} \quad (2.10)$$

โดยที่ E_s คือ ค่าพลังงานจำเพาะของวัสดุ หน่วยวัตต์ต่อกิโลกรัม (Specific energy: W/kg)

P_s คือ ค่ากำลังจำเพาะของวัสดุ หน่วยวัตต์ต่อกิโลกรัม (Specific power: W/kg)

2.6.2 กัลป์วาโนสแทติกชาร์จ-ดิสชาร์จ [7, 21]

เทคนิคกัลป์วาโนสแทติกชาร์จ-ดิสชาร์จ หรือจะเรียกเทคนิคนี้ว่า เทคนิคการเก็บ-คายประจุไฟฟ้าเป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงศักย์ไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าทำงาน หรือขั้วอิเล็กโทรดที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยเมื่อเทียบกับเวลา ดังแสดงในรูปที่ 2.21 ซึ่งในการศึกษาจะทำการควบคุมกระแสไฟฟ้าให้คงที่ จากนั้นจะนำข้อมูลที่ได้อ้อมาคำนวณค่าการเก็บประจุไฟฟ้าตามสมการที่ 5 และ 6 นอกจากนี้ยังสามารถคำนวณค่าพลังงานจำเพาะและค่ากำลังจำเพาะของวัสดุได้ดังสมการที่ 2.7 และ 2.8

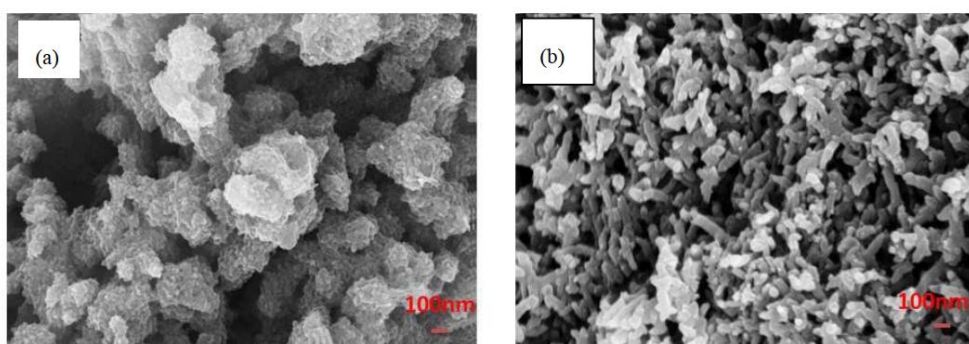


รูปที่ 2.21 กราฟที่ได้จากการทดสอบด้วยเทคนิคกัลป์วาโนสแทติกชาร์จ-ดิสชาร์จ [22]

2.7 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง (Review of related literature)

งานวิจัยของ Esah Hamzah และคณะ [23] ได้ทำการศึกษากระบวนการเตรียมเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันทั่วไปและกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ โดยในขั้นตอนการสังเคราะห์ของกระบวนการพอลิเมอไรเซชันทั่วไปจะนำอะนิลีนมอนอเมอร์มาละลายในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid: HCl) และนำแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต (Ammonium persulfate: $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) มาละลายในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริก จากนั้นกวนสารละลายที่เตรียมได้ด้วยความเร็วคงที่ และนำสารละลายแอมโมเนียมซัลเฟตใส่สารละลายอะนิลีนมอนอเมอร์ แล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 6 ชั่วโมง จะได้สารละลายสีเขียวเกือบดำ จากนั้นกรองและล้างด้วยอะซิโตนและน้ำกลั่นตามลำดับ สำหรับกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อจะทำการเตรียมสารละลาย 2 ระบบ ดังนี้ ระบบที่ 1 จะทำการเตรียมสารละลายในน้ำ (Aqueous phase) จะนำแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟตมาละลายในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริก ระบบที่ 2 จะเตรียมในสารละลายอินทรีย์ (Organic phase) จะนำอะนิลีนมอนอเมอร์มาละลายในไตรคลอโรมีเทน (Trichloromethane: CHCl_3) โดยแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต กรดไฮโดรคลอริก และไตรคลอโรมีเทนเป็นสารออกซิแดนต์ (Oxidant) สารเจือปน (Dopant) และตัวทำละลายอินทรีย์ (Organic solvent) ตามลำดับ จากนั้นทำการกวนสารละลายแต่ละระบบด้วยความเร็วคงที่เป็นเวลา 1 ชั่วโมง สารละลายที่มีสารออกซิแดนต์จะถูกถ่ายโอนไปยังสารละลายที่มีส่วนผสมของอะนิลีนอย่างช้าๆ เมื่อเวลาผ่านไปจะมีปฏิกิริยาเกิดขึ้นและพอลิอะนิลีนจะเริ่มก่อตัวขึ้นที่รอยต่อระหว่างสารละลาย 2 ระบบ ส่วนของเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนที่มีสีเขียวจะมีปริมาณเพิ่มขึ้นตามระยะเวลา จากนั้นเติมสารละลายในน้ำ หลังจากผ่านไป 24 ชั่วโมงเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนที่มีสีเขียวเกือบดำจะถูกกรองและล้างด้วยอะซิโตนและน้ำกลั่น จากนั้นจะทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งจากการศึกษากระบวนการเตรียมเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนทั้ง 2 วิธีจะพบว่าโดยทั่วไปการผลิตพอลิอะนิลีนจะมี 3 ขั้นตอน: (1) การก่อนิวเคลียสผลึก (Nucleation); (2) การเติบโตของนิวเคลียสขั้นที่ 1 (Initial growth); (3) การเติบโตของนิวเคลียสขั้นที่ 2 (Secondary growth) ในกระบวนการพอลิเมอไรเซชันทั่วไป เส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนจะเกิดขึ้นในขั้นการเติบโตของนิวเคลียสขั้นที่ 1 เนื่องจากสายโซ่ตรงของพอลิอะนิลีน ซึ่งการก่อตัวของเส้นใยนาโนจะเกิดขึ้นในขั้นการก่อนิวเคลียสผลึกและการเติบโตของนิวเคลียสขั้นที่ 1 จากนั้นเส้นใยนาโนจะทำหน้าที่เป็นศูนย์กลางการรวมตัวของนิวเคลียสสำหรับพอลิเมอไรเซชันต่อไปของมอนอเมอร์อะนิลีนอื่นๆ ซึ่งในความเป็นจริงแล้วขั้นการเติบโตของนิวเคลียสขั้นที่ 2 ของอนุภาคพอลิอะนิลีนจะนำไปสู่การก่อตัวของพอลิอะนิลีนที่มีรูปร่างผิดปกติ (Irregular

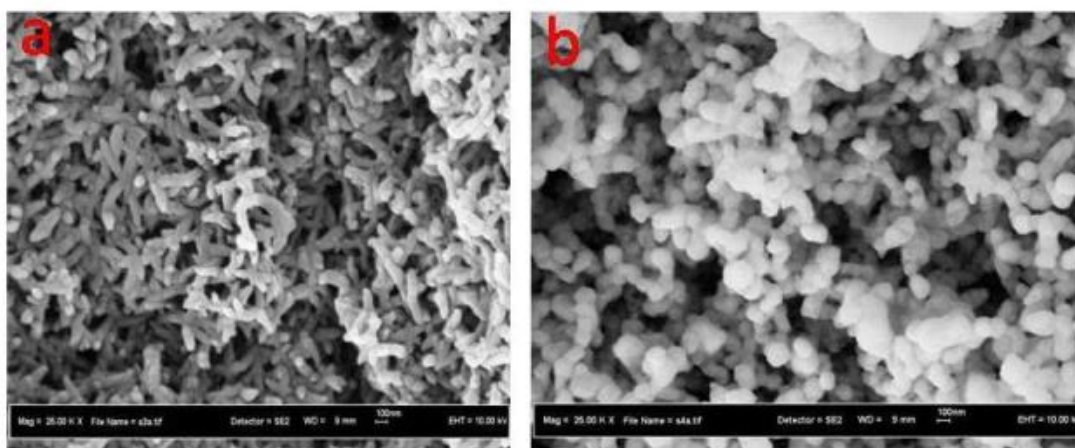
shape) ในระดับไมโคร แสดงดังรูปที่ 2.22 (a) ในทางตรงกันข้ามกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อจะพบว่าผลิตภัณฑ์ขั้นสุดท้ายจะปรากฏในรูปแบบของนาโนไฟเบอร์ แสดงดังรูปที่ 2.22 (b) ซึ่งในกระบวนการนี้การก่อตัวเริ่มต้นของเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนจะไม่อยู่ภายใต้การพอลิเมอไรเซชันต่อ สำหรับลักษณะที่เกิดขึ้นได้มีการอธิบายว่าขั้นตอนการเติบโตของนิวเคลียสขั้นที่ 2 จะถูกระงับและสร้างเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนเท่านั้น ปฏิสัมพันธ์อย่างรวดเร็วของอะนิลีนมอนอเมอร์กับสารออกซิแดนท์ และการเคลื่อนที่อย่างรวดเร็วของอะนิลีนมอนอเมอร์ผ่านสารละลายที่ใช้น้ำทำให้ไม่มีอะนิลีนมอนอเมอร์มาหลังจากการสร้างเส้นใยนาโนของ PANI และมีเพียงการเกิดเส้นใยนาโนเท่านั้น โดยไม่มีการเติบโตต่อไป ดังนั้นจากการศึกษากระบวนการเตรียมเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนทั้ง 2 กระบวนการจะพบว่ากระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อจะสามารถควบคุมเส้นผ่านศูนย์กลางและความสม่ำเสมอของเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนได้ ซึ่งเป็นสิ่งสำคัญที่จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพสูงสำหรับการใช้งานในด้านต่างๆ



รูปที่ 2.22 ภาพ FESEM ของ (a) Granular PANI ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันทั่วไป (b) PANI nanofiber ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ [23]

จากงานวิจัยของ Ahmad Abdolahi และคณะ [24] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตพอลิอะนิลีน – โลหะเงิน (PANI-Ag) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อเพื่อศึกษา ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุ โดยในขั้นตอนการสังเคราะห์จะเตรียมสารละลาย 2 ระบบ ได้แก่ ระบบที่ 1 ระบบของสารละลายอินทรีย์ โดยนำอะนิลีนมอนอเมอร์มาละลายในไตรคลอโรมีเทน และระบบที่ 2 ระบบของสารละลายในน้ำ จะนำแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟตและซิลเวอร์ไนเตรต (Silver nitrate: AgNO_3) มาละลายในสารละลายของกรดซัลฟูริก (Sulfuric acid: H_2SO_4) ทำการกวนสารละลายทั้ง 2 ระบบเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำสารละลายในน้ำเทใส่สารละลายอินทรีย์ แล้วทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง โดยจะสังเกตเห็นว่าบริเวณรอยต่อของสารจะมีการเปลี่ยนสีจากสีเขียว

สว่างเป็นสีเขียวเกือบดำ ซึ่งแสดงถึงการก่อตัวของ PANI-Ag จากนั้นนำสารละลายที่เกิดขึ้นบริเวณรอยต่อระหว่างชั้นของสารละลายทั้ง 2 ชนิดไปกรองและล้างด้วยน้ำกลั่นและอะซิโตนจนได้ส่วนของสารละลายใส ไม่มีสี และส่วนของตะกอนออกมา นำตะกอนที่ได้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง สุดท้ายจะได้วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag จากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค FESEM จะพบว่ารูป 2.23 (a) จะมีลักษณะเป็นเส้นใยนาโนของพอลิอะนิลีนบริสุทธิ์ที่เกิดจากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ และรูปที่ 2.23 (b) จะพบว่ารูปร่างแกนกลางของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag มีลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิต โดยอนุภาคเงินทำหน้าที่เป็นศูนย์กลางการเจริญเติบโตของพอลิอะนิลีนและอนุภาคเงินจะถูกปกคลุมด้วยชั้นของพอลิอะนิลีน และจะพบว่าขนาดเฉลี่ยของอนุภาคคอมโพสิตอยู่ในช่วง 100-120 นาโนเมตร

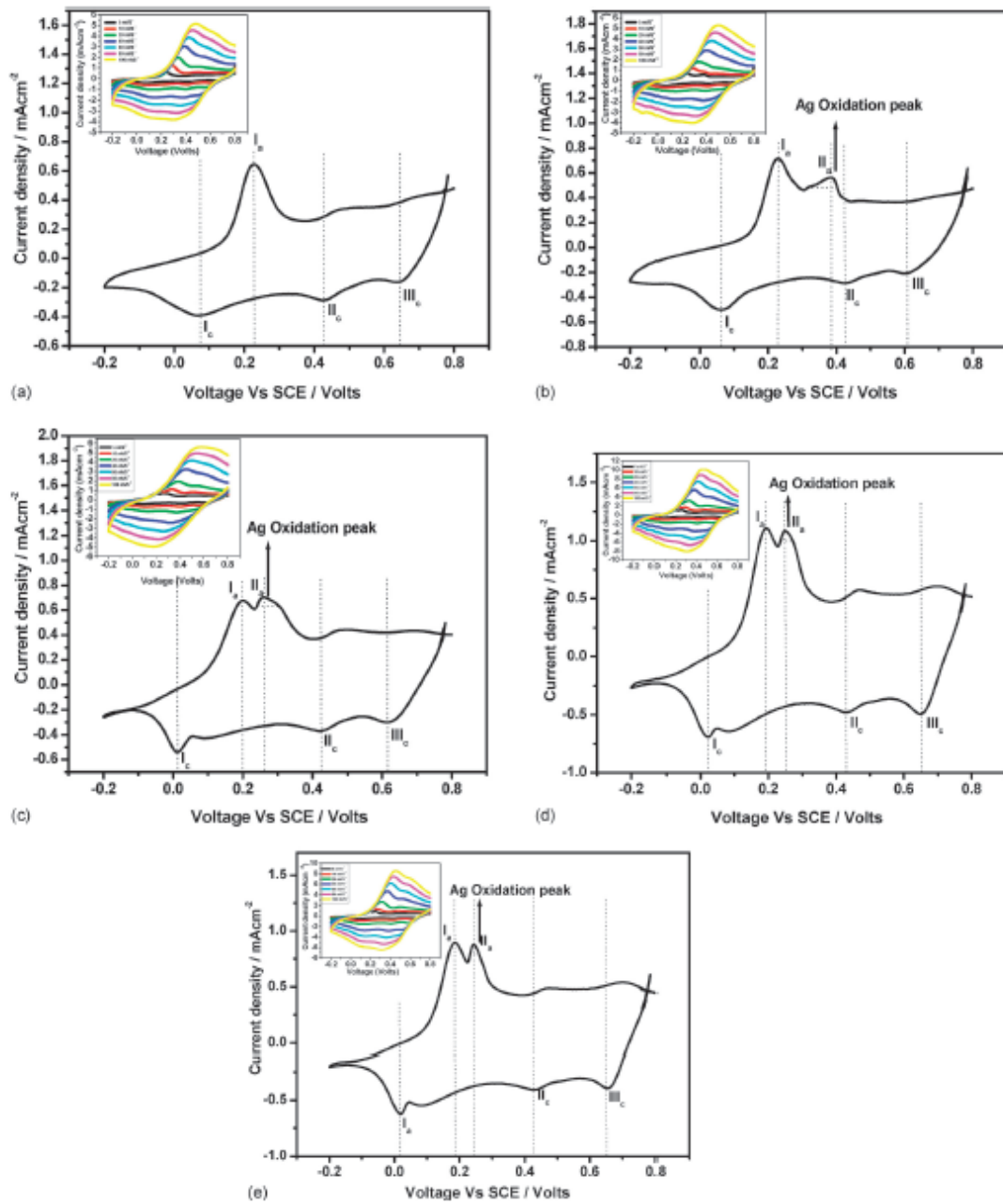


รูปที่ 2.23 ภาพ FESEM ของ (a) Polyaniline nanofiber (b) Polyaniline-silver composite [24]

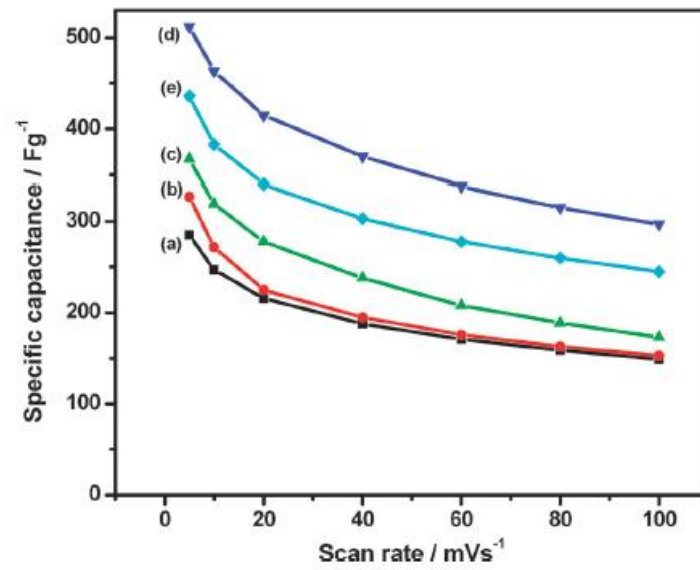
งานวิจัยของ P. S. Patil และคณะ [3] ได้ทำการสังเคราะห์ฟิล์มบางพอลิอะนิลีน (PANI) และพอลิอะนิลีนที่เจือด้วยโลหะเงิน (Ag/PANI) โดยการนำไปเคลือบบนพื้นผิวสแตนเลส (Stainless steel) ด้วยวิธีการเคลือบแบบจุ่ม (Dip coating) เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นโลหะเงินต่อค่าการเก็บประจุจำเพาะ (Specific capacitance) โดยจะศึกษาที่ความเข้มข้นของโลหะเงินเท่ากับ 0.3 ถึง 1.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งในกระบวนการสังเคราะห์จะเริ่มจากการเตรียมสารละลายพอลิอะนิลีนก่อน แล้วจึงนำซิลเวอร์ไนเตรตมาละลายในสารละลายพอลิอะนิลีน จากนั้นจึงเตรียมเป็นฟิล์มบางที่เคลือบบนอิเล็กโทรดสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยสามารถยืนยันผลการสังเคราะห์ได้จากเทคนิค FTIR, FT-Raman และ EDX และเมื่อนำไปทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV ดังแสดงในรูปที่ 2.24 จะพบว่าเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของโลหะเงินจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของ

พีคแอโนดิก (Anodic peak) และแคโทดิก (Cathodic peak) กล่าวคือเกิดการเปลี่ยนแปลงของพีค การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน โดยค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Current density) จะ เพิ่มขึ้นตั้งแต่ 0.6 ถึง 1.1 mAcm² สำหรับชิ้นงานตัวอย่าง PANIAg₀ ถึง PANIAg_{0.9} ตามลำดับ ซึ่งเป็น ผลมาจากเกิดการถ่ายโอนของอิเล็กตรอนที่เพิ่มขึ้นในระบบของ Ag/PANI ประกอบกับผลของการเติม โลหะเงินที่ทำหน้าที่เป็นสื่อกลางในการถ่ายเทประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ นอกจากนี้เมื่อ พิจารณาพื้นที่ใต้กราฟ CV ที่โลหะเงินความเข้มข้นต่างๆ พบว่า PANIAg_{0.9} จะมีพื้นที่ใต้กราฟมาก ที่สุดซึ่งบ่งบอกถึงความสามารถในการเก็บประจุที่ดีที่สุด เมื่อนำผลที่ได้จากกราฟ CV ไปคำนวณหาค่า การเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะดังแสดงในรูปที่ 2.25 จะพบว่าการเติมโลหะเงินที่มีความเข้มข้น 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะสูงที่สุด จากนั้นจะนำ PANIAg₀ และ PANIAg_{0.9} ไปศึกษาความเสถียรต่อการใช้งานเป็นรอบดังแสดงในรูปที่ 2.26 พบว่าที่การใช้งาน 2,000 รอบ PANIAg_{0.9} จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะลดลง 18% ซึ่งถือว่ามีความเสถียรต่อการใช้งานเป็นรอบที่ดี เมื่อเทียบกับของ PANIAg₀ ที่มีการลดลงของค่าการเก็บประจุจำเพาะถึง 31% และสุดท้ายเมื่อนำ PANIAg₀ และ PANIAg_{0.9} ไปศึกษาการเปลี่ยนแปลงศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาด้วยเทคนิค GCD ดัง แสดงในรูปที่ 2.27 จะพบว่าเมื่อนำผลที่ได้จากกราฟ GCD ไปคำนวณหาค่าพลังงานจำเพาะและค่า กำลังจำเพาะ PANIAg_{0.9} จะมีค่าสูงกว่า PANIAg₀ ทำให้สามารถสรุปได้ว่าฟิล์มบางที่สังเคราะห์จาก PANI และโลหะเงินความเข้มข้น 0.9 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก สามารถนำไปประยุกต์ใช้สำหรับตัวเก็บ ประจุยิ่งยวดได้

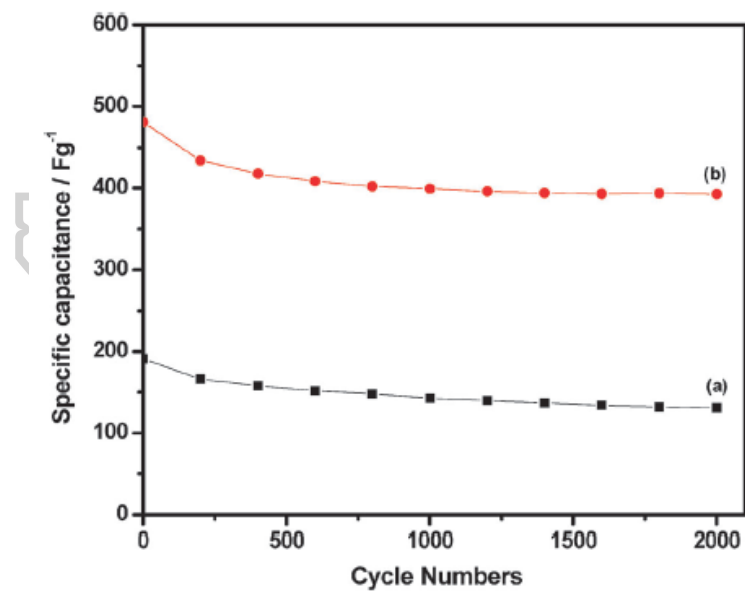




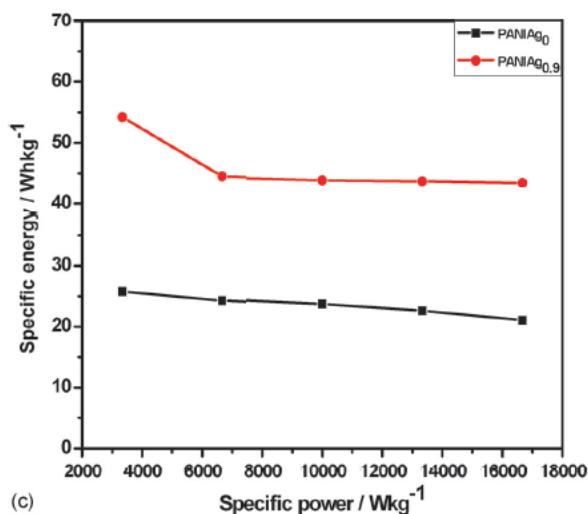
รูปที่ 2.24 กราฟ CV ของ (a) PANIAg₀, (b) PANIAg_{0.3}, (c) PANIAg_{0.6}, (d) PANIAg_{0.9} และ (e) PANIAg_{1.2} ในช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.2-0.8 V ที่ SCE เท่ากับ 5 mV s⁻¹ [3]



รูปที่ 2.25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับ Scan rate ของ (a) PANI/Ag₀, (b) PANI/Ag_{0.3}, (c) PANI/Ag_{0.6}, (d) PANI/Ag_{0.9} และ (e) PANI/Ag_{1.2} [3]



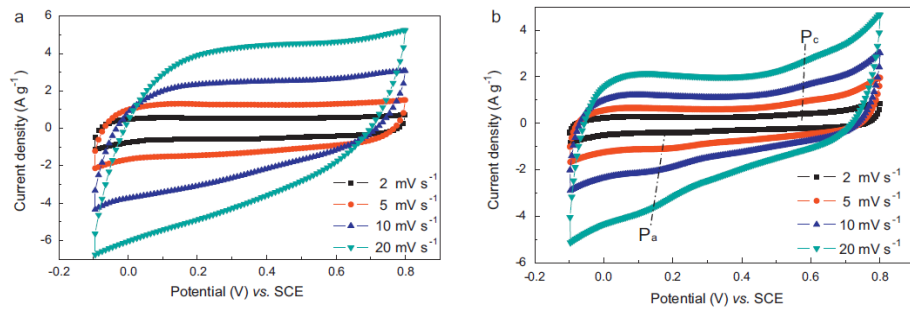
รูปที่ 2.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับ Cycle Numbers ของ (a) PANI/Ag₀ และ (b) PANI/Ag_{0.9} [3]



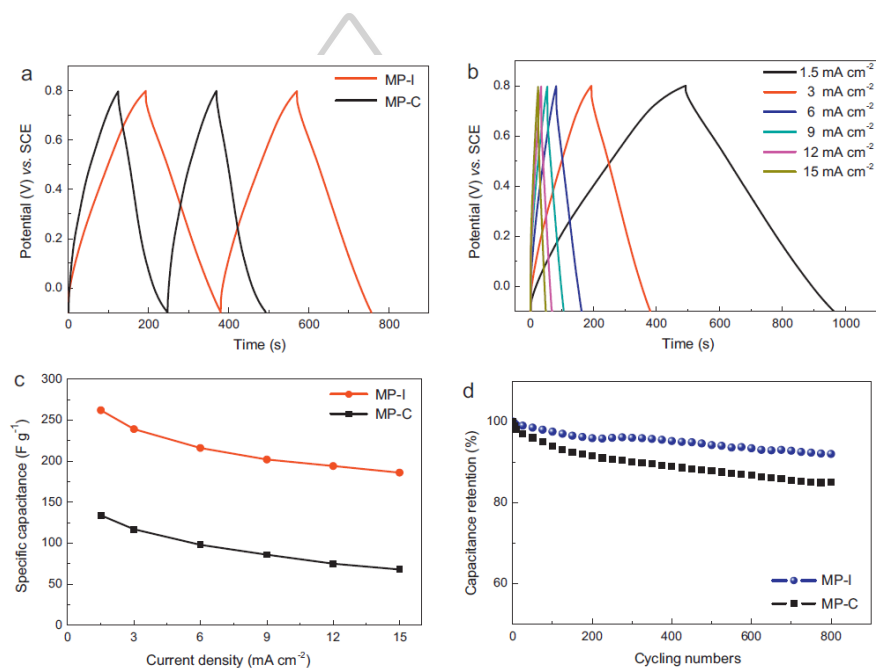
รูปที่ 2.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific energy กับ Specific power ของ PANIAg₀ และ PANIAg_{0.9} [3]

งานวิจัยของ Feiyu Kang และคณะ [4] ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต MnO₂/polyaniline (MP) ที่มีการเกิดรูพรุนลักษณะเมโซพอร์ัส (Mesoporous) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อและกระบวนการตกตะกอนร่วมทางเคมีเพื่อเปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างและสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตที่ใช้ทำขั้วอิเล็กโทรดสำหรับตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมี (Electrochemical capacitors) ซึ่งในการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวรอยต่อจะเตรียมสารละลาย 2 ระบบ ดังนี้ ระบบแรกเป็นสารละลายอินทรีย์ ที่ประกอบด้วยอะนิลีนมอนอเมอร์ละลายในไตรคลอโรมีเทน และระบบที่สองเป็นสารละลายในน้ำที่ประกอบด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate: KMnO₄) ละลายในน้ำกลั่น และมีการเติมกรดไฮโดรคลอริก เพื่อปรับ pH ให้มีค่าเท่ากับ 1 จากนั้นจะเทสารละลายในน้ำลงในสารละลายอินทรีย์อย่างช้าๆ เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาที่บริเวณรอยต่อ (Interface) ของสารละลายทั้ง 2 ชนิด ซึ่งในขั้นตอนนี้จะพบว่า MnO₄ จะถูกรีดิวซ์กลายเป็น MnO₂ ในลักษณะตะกอน สุดท้ายจะได้วัสดุคอมพอสิต MP-I และการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วมทางเคมีจะนำอะนิลีนมอนอเมอร์ละลายใน HCl และ KMnO₄ ละลายในน้ำกลั่น จากนั้นนำสารละลาย KMnO₄ มาทำให้เย็นลงและเติมสารละลายอะนิลีนและทำการคนเพื่อให้ได้เป็นสารละลายเนื้อเดียว แล้วนำสารละลายที่ได้ไปผสมกันในอุณหภูมิต่ำเป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นกรองเพื่อแยกตะกอนแล้วนำไปล้างด้วยน้ำกลั่น จากนั้นทำให้แห้งจะได้เป็นวัสดุคอมพอสิต MP-C ซึ่งจากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM

จะพบว่า MP-I มีลักษณะเป็นอนุภาคทรงกลมระดับไมโคร (Submicron spheres) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 300-600 nm. รวมตัวกันเนื่องจากพลังงานที่พื้นผิวของอนุภาคทรงกลมที่สูง ต่างจาก MP-C ที่มีลักษณะเป็นอนุภาครวมตัวกันอย่างหนาแน่น และเมื่อนำไปศึกษาด้วยเทคนิค TEM พบว่า MP-I จะมีลักษณะเป็นทรงกลมแบบกลวง เนื่องจากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวรอยต่อจะมีการเกิดปฏิกิริยากันอย่างช้าๆ บริเวณรอยต่อทำให้ที่มีความเป็นรูพรุนระดับ Mesoporous โดยยืนยันผลจากการทดสอบด้วยเทคนิค BET ต่างจาก MP-C ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมตันเกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่น และที่สำคัญคือการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วมทางเคมีจะได้ MnO_2 จากการตกตะกอนทำให้ได้ MnO_2 ปริมาณน้อยกว่าการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวรอยต่อที่ MnO_2 จะเกิดปฏิกิริยากับอะนิลีนมอนอเมอร์โดยตรง ต่อมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV ดังแสดงในรูปที่ 2.28 จะพบว่า MP-I มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ามากกว่า MP-C เนื่องจาก MP-I มีพื้นที่ผิวสัมผัสมากกว่า ทำให้มีพื้นที่ในการเก็บประจุไฟฟ้ามากกว่ารวมถึงยังมีความเป็นรูพรุนจึงทำให้ประจุไฟฟ้าในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ผ่านได้ง่ายขึ้นด้วย และจากการศึกษาด้วยเทคนิค GCD ดังแสดงในรูปที่ 2.29 เมื่อนำค่าที่ได้จากกราฟ GCD ไปคำนวณหาค่าการเก็บประจุจำเพาะจะพบว่า MP-I มีค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจำเพาะที่มากกว่า MP-C เนื่องจาก MP-I มีปริมาณ MnO_2 มากกว่า ทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสมากกว่า จึงส่งผลให้ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นตามปริมาณ MnO_2 และสุดท้ายศึกษาความเสถียรต่อการใช้งานเป็นรอบดังแสดงในรูปที่ 2.29 (d) จะพบว่า MP-I มีความสามารถในการเก็บประจุหลังจากใช้งาน 800 รอบที่ 93% ซึ่งถือว่ามีความเสถียรที่ดีกว่า MP-C ที่มีความสามารถในการเก็บประจุหลังจากใช้งาน 800 รอบเพียง 85% ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต MnO_2 /Polyaniline ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวรอยต่อจะทำให้ได้วัสดุคอมพอสิตที่มีสมบัติทางไฟฟ้าเคมีสูงกว่ากระบวนการตกตะกอนร่วมทางเคมี



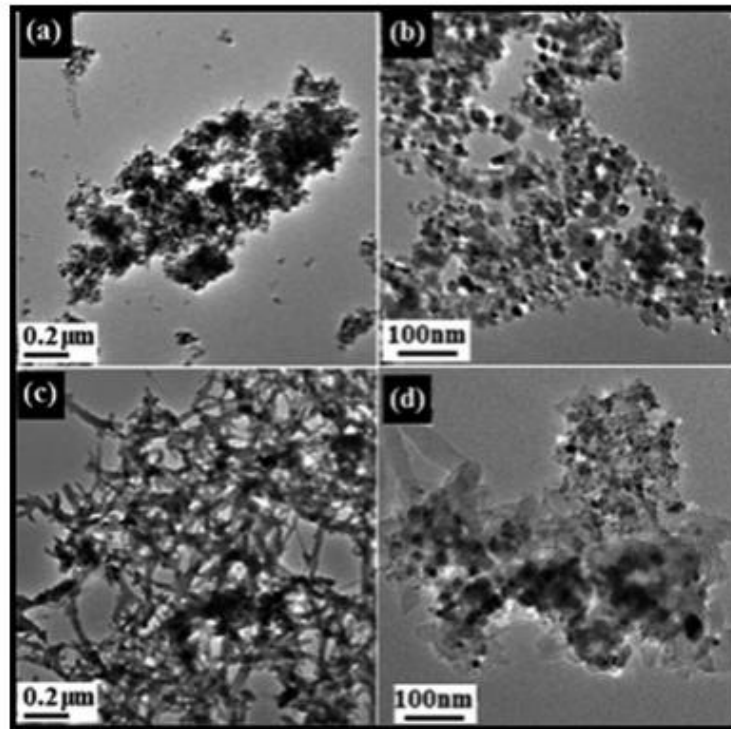
รูปที่ 2.28 กราฟ CV ของวัสดุคอมพอสิต (a) MP-I and (b) MP-C [4]



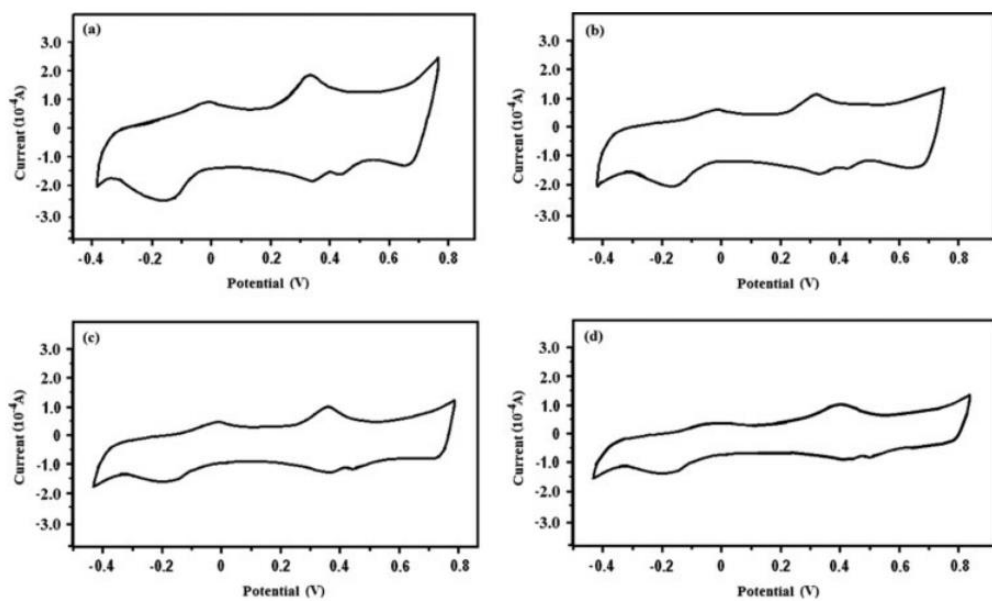
รูปที่ 2.29 (a) กราฟ GCD ของวัสดุคอมพอสิตที่ 3 mA cm^{-2} (b) กราฟ GCD ของ MP-I ที่ Current densities ต่างกัน (c) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับค่า Current density (d) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Capacitance retention กับ Cycle numbers ของวัสดุคอมพอสิตที่ 9 mA cm^{-2} [4]

งานวิจัยของ Swapan K. Dolui และคณะ [5] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุนาโนคอมพอสิต PANI/NiO ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อเพื่อศึกษาคุณสมบัติทางความร้อนและคุณสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตเทียบกับ PANI สำหรับการนำไปประยุกต์ใช้ในงานด้านอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งก่อนจะทำการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต จะทำการเตรียมอนุภาคนาโน NiO แบบผลึกเดี่ยวจากการสังเคราะห์นิกเกิล (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (Nickel (II) chloride

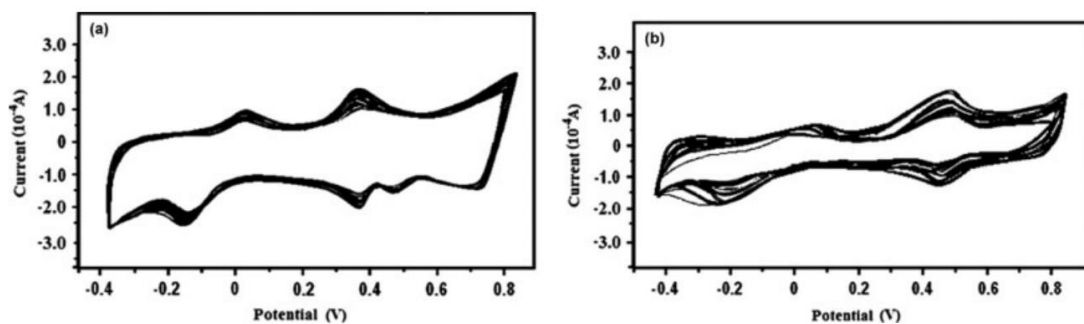
hexahydrate: $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ร่วมกับโซเดียมไบคาร์บอเนต (Sodium bicarbonate: NaHCO_3) ก่อน จากนั้นทำการสังเคราะห์วัสดุนาโนคอมพอสิต PANI/NiO โดยมีการเติมอนุภาค NiO โดยน้ำหนัก แตกต่างกัน คือ 1% 2% และ 3% ผ่านกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ จะเตรียม สารละลาย 2 ระบบ ดังนี้ ระบบแรกเป็นสารละลายอินทรีย์ (Organic phase) ที่ประกอบด้วย อะนิลีนมอนอเมอร์ละลายในไตรคลอโรมีเทน และระบบที่สองเป็นสารละลายในน้ำที่ประกอบด้วย อนุภาคนาโน NiO และแอมโมเนียมซัลเฟต (Ammonium sulfate: $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) ในสารละลายของ กรดไฮโดรคลอริก จากนั้นเทสารละลายในน้ำลงในสารละลายอินทรีย์อย่างช้าๆ เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาที่ บริเวณรอยต่อที่อุณหภูมิห้อง เมื่อเวลาผ่านไป 24 ชั่วโมงจะพบว่า มีชั้นฟิล์มสีดำเกิดขึ้นบริเวณผิว รอยต่อที่แสดงถึงการก่อตัวของ PANI/NiO จากนั้นทำการกรองและล้างด้วยอะซิโตนและน้ำกลั่น แล้วนำ PANI/NiO ที่ได้ไปอบแห้ง ซึ่งจากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค TEM ดัง แสดงในรูปที่ 2.30 จะพบว่ารูปที่ 2.30 (a) อนุภาคนาโน NiO ที่กำลังขยายต่ำ และ (b) อนุภาคนาโน NiO ที่กำลังขยายสูง จะแสดงอนุภาคทรงกลมที่รวมตัวกันเป็นโครงสร้าง รูปที่ 2.30 (c) วัสดุนาโน คอมพอสิต PANI/NiO (3%) ที่กำลังขยายต่ำ และรูปที่ 2.30 (d) วัสดุนาโนคอมพอสิต PANI/NiO (3%) ที่กำลังขยายสูง จะแสดงโครงสร้างคล้ายลวดของ PANI ซึ่งมีอนุภาคทรงกลมของ NiO ปะปน อยู่ด้วย นี่เป็นการยืนยันการก่อตัวของสายโซ่ PANI และอนุภาคนาโนของ NiO ที่ฝังอยู่ภายในโซ่ PANI แบบลวด เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนคอมพอสิตอยู่ที่ประมาณ 50–100 นาโนเมตร ต่อมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV ดังแสดงในรูปที่ 2.31 จะพบว่าวัสดุนาโน คอมพอสิต PANI/NiO (3%) มีความจุจำเพาะเท่ากับ 96.6 F g^{-1} ซึ่งสูงกว่า PANI บริสุทธิ์ โดยค่า ความจุจำเพาะจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณของอนุภาคนาโน NiO ที่เติม เนื่องจากอนุภาคนาโน NiO ในเมทริกซ์ PANI จะทำหน้าที่เป็นตัวรองรับการเติบโตของสายโซ่พอลิเมอร์ และปรับเปลี่ยน โครงสร้างจุลภาครวมถึงลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ส่งผลให้คุณสมบัติทางไฟฟ้าเคมีดีขึ้น คือ เพิ่มการนำไฟฟ้าและเพิ่มพื้นที่ผิวที่มีการใช้งานสำหรับการเกิดปฏิกิริยาทางไฟฟ้าเคมี และจาก การศึกษาความเสถียรต่อการใช้งานเป็นรอบดังแสดงในรูปที่ 2.32 จะพบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่าง มีนัยสำคัญในศักยภาพการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ และวัสดุนาโนคอมพอสิต PANI/NiO (3%) ก่อนข้าง เสถียรแม้จะใช้งานซ้ำ 100 รอบเมื่อเทียบกับ PANI บริสุทธิ์ ดังนั้นผลลัพธ์เหล่านี้สามารถบ่งบอกถึง ความเป็นไปได้ของการนำวัสดุนาโนคอมพอสิต PANI/NiO ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชัน ระหว่างผิวที่รอยต่อไปประยุกต์ใช้งานในด้านแบตเตอรี่แบบชาร์จไฟได้



รูปที่ 2.30 ภาพ TEM ของ (a) NiO ที่กำลังขยายต่ำ (b) NiO ที่กำลังขยายสูง (c) วัสดุนาโนคอมพอสิต PANI/NiO (3%) ที่กำลังขยายต่ำ (d) วัสดุนาโนคอมพอสิต PANI/NiO (3%) ที่กำลังขยายสูง [5]



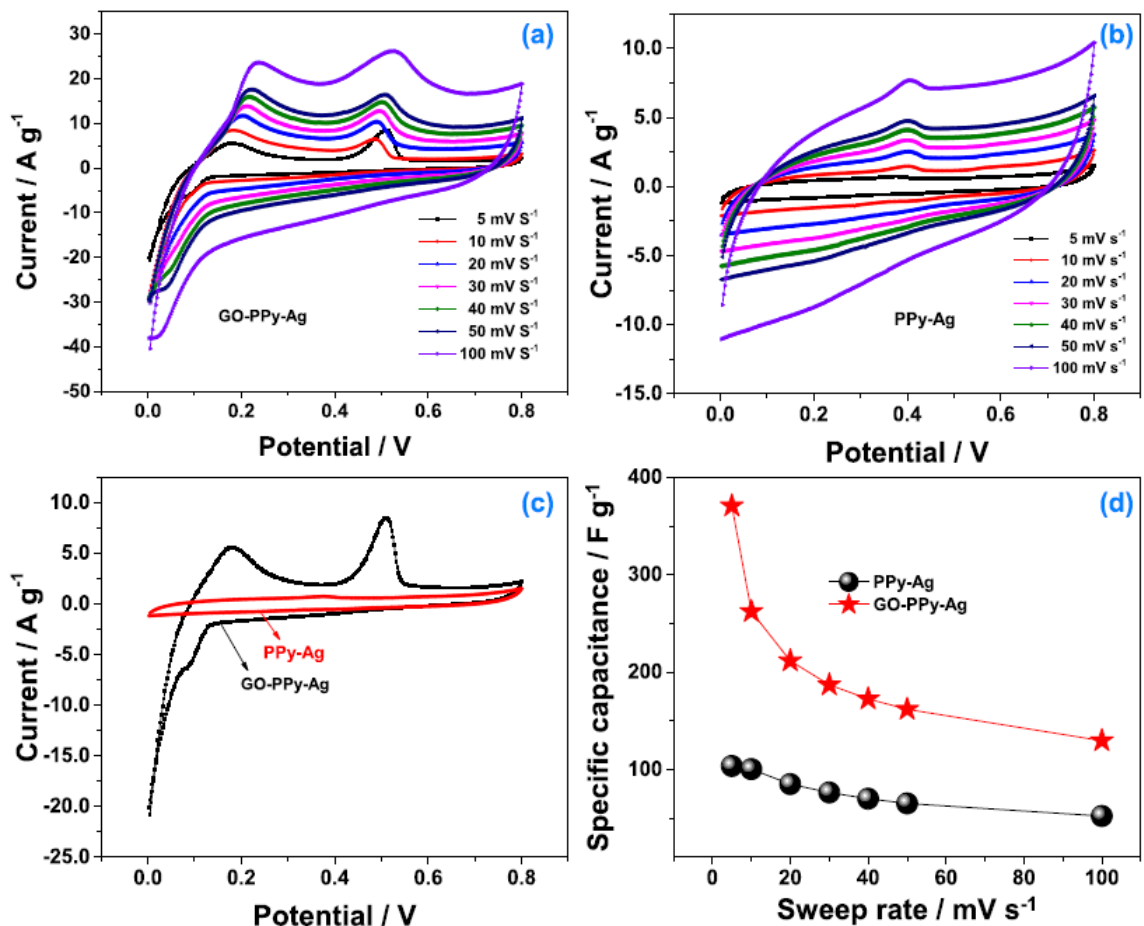
รูปที่ 2.31 กราฟ CV ของ (a) PANI/NiO (3%), (b) PANI/NiO (2%), (c) PANI/NiO (1%) composites และ (d) PANI ที่ scan rate เท่ากับ 100 mV s^{-1} [5]



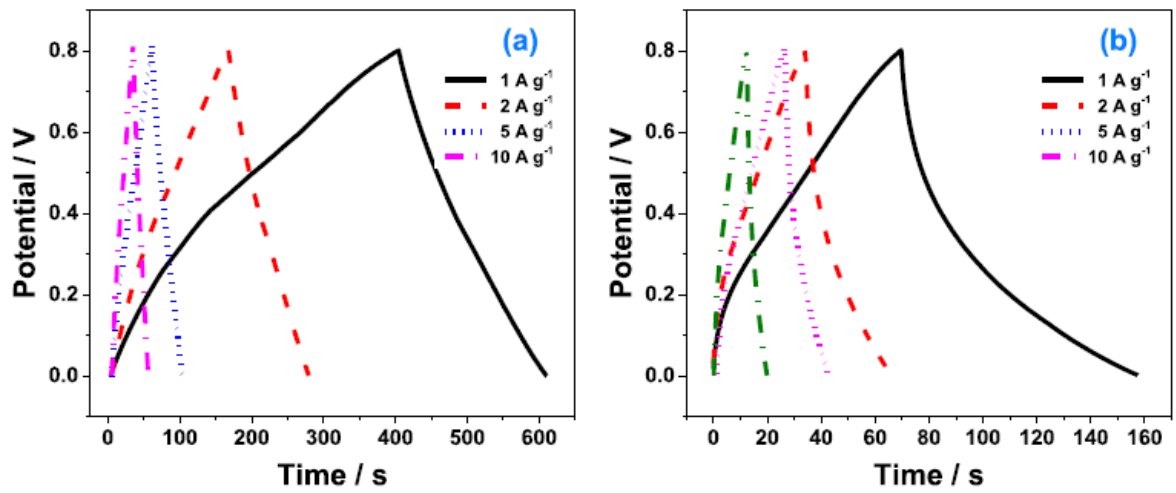
รูปที่ 2.32 กราฟ CV ของ (a) PANI/NiO (3%) และ (b) PANI ที่มีการทดสอบ 100 รอบ [5]

งานวิจัยของ Kuk Ro Yoon และคณะ [6] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุนาโนคอมพอสิตสามองค์ประกอบด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อโดยใช้แกรฟีนออกไซด์, ซิลเวอร์ไนเตรต และพิวโรลมอนอเมอร์เพื่อทำขั้วอิเล็กโทรดสำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวด ซึ่งจะเริ่มจากการเตรียมสารละลาย 2 ระบบ โดยระบบแรกจะเตรียมสารละลายอินทรีย์จากการนำพิวโรลมอนอเมอร์ 0.25 ml ละลายในโทลูอีน (Toluene: C_7H_8) 25 ml และระบบที่สองจะเตรียมสารละลายในน้ำโดยนำซิลเวอร์ไนเตรต 1.15 g และ แกรฟีนออกไซด์ 100 mg มากระจายตัวในน้ำมิลลิพอร์ (Millipore water) 50 ml จากนั้นจะนำสารละลายอินทรีย์เทใส่สารละลายในน้ำ และทิ้งไว้เป็นระยะเวลาหนึ่งเพื่อให้เกิดปฏิกิริยากันที่บริเวณชั้นรอยต่อระหว่างสารละลายทั้ง 2 ระบบ สุดท้ายจะได้ GO-PPy-Ag สำหรับนำไปเตรียมเป็นขั้วอิเล็กโทรดเพื่อใช้ในการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมี โดยจะสามารถยืนยันว่าสามารถสังเคราะห์วัสดุ GO-PPy-Ag ได้ด้วยเทคนิค FTIR, Raman, XRD และ XPS นอกจากนี้ยังพบว่าวัสดุนาโนคอมพอสิต PPy-Ag จะมีการกระจายตัวได้ดีบนพื้นผิวของแกรฟีนออกไซด์นาโนชีต (GO nanosheets) บ่งบอกว่าวัสดุนาโนคอมพอสิตสามองค์ประกอบ GO-PPy-Ag ประกอบไปด้วยแรงยึดเหนี่ยว π - π Stacking interaction ที่แข็งแรงระหว่างชั้นนาโนชีตของพันธะ SP-2 ของอะตอมคาร์บอนและโครงสร้างทางไฟฟ้าของพอลิพิวโรลในสายโซ่หลักจะพบว่ามีเกิดการเกิดคอนจูเกตขึ้น โดยยืนยันจากผลการศึกษาด้วยเทคนิค TEM และเมื่อศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV พบว่าค่าการเก็บประจุจำเพาะของ GO-PPy-Ag เท่ากับ 370.6 Fg^{-1} ซึ่งสูงกว่า 103.4 Fg^{-1} สำหรับ PPy-Ag ที่อัตราการสแกน 5 mV s^{-1} แสดงให้เห็นว่าพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าของค่าการเก็บประจุที่เพิ่มขึ้นอาจเกิดจากหลายปัจจัย ได้แก่ แกรฟีนออกไซด์นาโนชีตและอนุภาคนาโนของพอลิพิวโรล (PPy nanoparticles) มีส่วนช่วยในการขยายความยาวการเกิดคอนจูเกตของ GO-PPy-Ag ดังแสดงในรูปที่ 2.33 และจากรูปที่ 2.33 (c) พบว่าพื้นที่ใต้กราฟของ GO-PPy-Ag จะมีมากกว่า PPy-Ag ซึ่ง

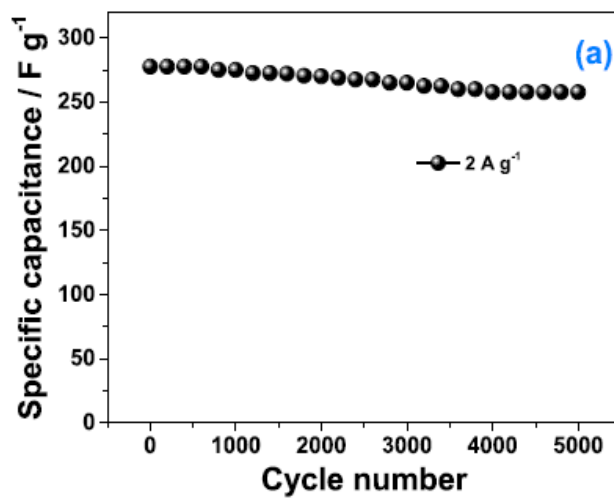
บ่งบอกถึงความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าที่มากกว่า จากนั้นนำไปศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเทคนิค GCD พบว่ากราฟ GCD ของ PPy-Ag และ GO-PPy-Ag แสดงพฤติกรรมที่ไม่เป็นเส้นตรง (Non-linear) ดังแสดงในรูปที่ 2.34 จึงสามารถสรุปได้ว่าเป็นพฤติกรรมแบบซูโดคาแพซิเตอร์และเมื่อนำค่าที่ได้จากกราฟ GCD ไปคำนวณหาค่าการเก็บประจุจำเพาะจะพบว่า GO-PPy-Ag มีค่าเท่ากับ 287.5 Fg^{-1} ซึ่งมียค่ามากกว่าของ PPy-Ag ที่มีค่าเท่ากับ 109.6 Fg^{-1} เนื่องจากผลที่เสริมฤทธิ์กันระหว่างพอลิไพร์โรล อนุภาคนาโนของเงินและแกรฟีนออกไซด์นาโนซีท สุดท้ายเมื่อนำไปศึกษาความเสถียรต่อการใช้งานเป็นรอบดังแสดงในรูปที่ 2.35 จะพบว่ามีความเสถียรภาพที่ดีหลังจากการใช้งานไป 5,000 รอบ จึงสรุปได้ว่า GO-PPy-Ag สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้



รูปที่ 2.33 กราฟ CV ของ (a) PPy-Ag, (b) GO-PPy-Ag ใน 1M H₂SO₄ (c) กราฟ CV ที่เกิดการซ้อนทับกันระหว่าง GO-PPy-Ag กับ PPy-Ag ที่ 5mV s⁻¹ และ (d) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Sweep rate กับค่า Specific capacitance ของ GO-PPy-Ag และ PPy-Ag [6]

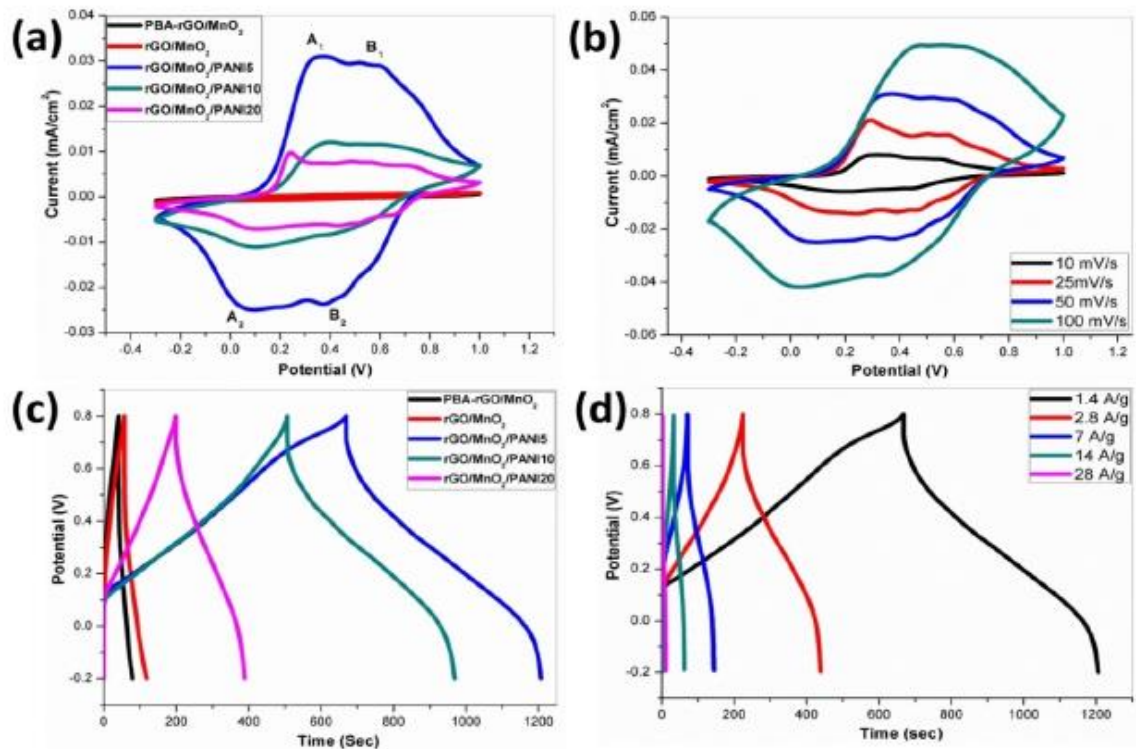


รูปที่ 2.34 กราฟ GCD ของ (a) GO-PPy-Ag และ (b) PPy-Ag ที่ Current density ต่างกัน [6]

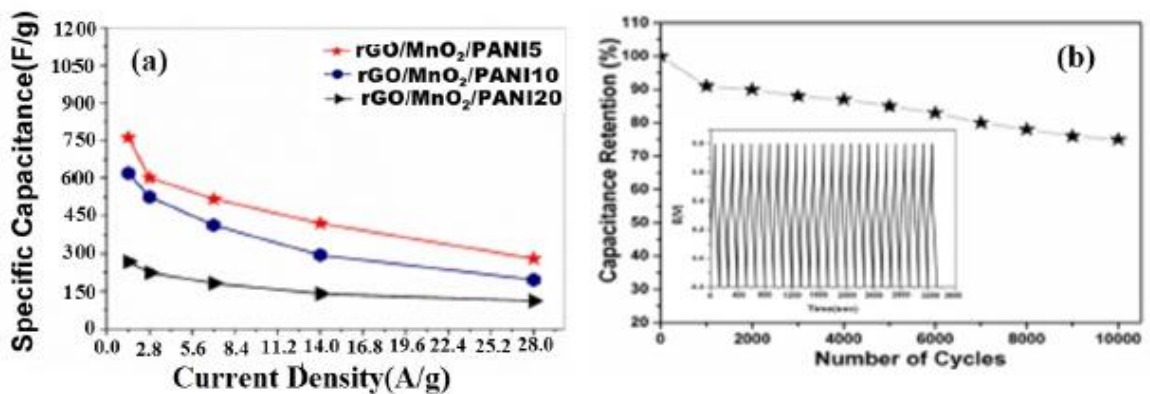


รูปที่ 2.35 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับ Cycle number ของ GO-PPy-Ag [6]

งานวิจัยของ Kumar Kuila และคณะ [25] ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์วัสดุนาโนคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างพอลิอะนิลีน แมงกานีสออกไซด์และรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (rGO/MnO₂/PANI) ซึ่งในการสังเคราะห์จะมี 3 ขั้นตอนดังนี้ เริ่มจากขั้นแรกเป็นการปรับปรุงพื้นผิวของ rGO ด้วยกรดไพรีนีนิวบิวทิลิก (Pyrenebutyric acid: PBA) และไฮดราซีน (Hydrazine) จะได้เป็น PBA-rGO ขั้นที่สองนำ PBA-rGO มาใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโน MnO₂ เพื่อให้ได้ PBA-rGO/MnO₂ และขั้นที่สามจะเป็นการสังเคราะห์ rGO/MnO₂/PANI ผ่านกระบวนการอินซิทูพอลิเมอไรเซชัน (In-situ polymerization) และในขั้นตอนนี้จะมีการล้าง PBA ด้วยเอทานอล (Ethanol) ซึ่งกระบวนการล้างนี้จะก่อให้เกิดโครงสร้างที่เป็นรูพรุนในพอลิอะนิลีนโดยสามารถยืนยันผลการสังเคราะห์ได้จากเทคนิค FTIR และ XRD เมื่อนำไปทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV และ GCD ดังแสดงในรูปที่ 2.36 จะพบว่ารูป (a) rGO/MnO₂/PANI5 จะมีค่ากระแสไฟฟ้าที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์สูงสุดและมีพื้นที่ใต้กราฟมากที่สุด บ่งบอกถึงความสามารถในการเก็บประจุที่ดีที่สุดเมื่อเทียบกับสูตรอื่น จากนั้นนำค่าที่ได้จากกราฟ GCD มาคำนวณค่าการเก็บประจุจำเพาะที่แสดงในรูปที่ 2.37 จะพบว่าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 1.4 A/g ตัวอย่าง rGO/MnO₂/PANI5, rGO/MnO₂/PANI10 และ rGO/MnO₂/PANI20 มีค่าการเก็บประจุจำเพาะ (Specific capacitance) เท่ากับ 762 F/g, 667 F/g และ 301 F/g ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่า rGO/MnO₂/PANI5 มีค่าการเก็บประจุจำเพาะมากที่สุดเนื่องจากมีโครงสร้างที่ทำให้ประจุไฟฟ้าในอิเล็กโทรไลต์ไหลผ่านได้ง่าย และยังพบว่าพื้นที่ผิวที่สูงที่สุดทำให้มีพื้นที่ในการเก็บประจุมากที่สุด สุดท้ายจะนำ rGO/MnO₂/PANI5 มาศึกษาความเสถียรต่อการใช้งานเป็นรอบดังแสดงในรูปที่ 2.37 (b) จะพบว่าหลังจากการใช้งาน 10,000 รอบ ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าจะลดลงเหลือ 75% ซึ่งถือว่ามีเสถียรที่ดีในการเก็บประจุไฟฟ้า ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า rGO/MnO₂/PANI5 สามารถนำไปประยุกต์ใช้สำหรับตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้



รูปที่ 2.36 (a) กราฟ CV ของวัสดุไฮบริดที่ 50 mV/s (b) rGO/MnO₂/PANI5 ที่ Scan rate ต่างกัน (c) GCD curve ของวัสดุไฮบริดที่ 1.4 A/g และ (d) rGO/MnO₂/PANI5 ที่ Current density ต่างกัน [25]



รูปที่ 2.37 (a) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Specific capacitance กับค่า Current density ของชิ้นงาน rGO/MnO₂/PANI (b) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Capacitance Retention กับ Number of Cycles ของ rGO/MnO₂/PANI5 และกราฟ GCD สำหรับ 25 Consecutive cycles ที่ Current density 7 A/g [25]

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. ปีกเกอร์
2. แ่งแก้ว
3. เครื่องชั่งสาร
4. แท่นให้ความร้อนพร้อมอุปกรณ์หมุนที่ใช้แท่งแม่เหล็ก (Hotplate stirrer)
5. ตู้อบสาร
6. ชุดกรองบุชเนอร์ (Buchner funnel filtration)
7. กระดาษกรอง
8. แผ่นแกรฟอยด์ (Grafoil)
9. ไมโครปิเปต

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. Aniline

ผู้ผลิต	: Sigma-Aldrich
สูตรทางเคมี	: $C_6H_5NH_2$
เกรด	: ACS reagent
ความบริสุทธิ์	: มากกว่า 99.5 %
ความหนาแน่น	: 1.022 g/mL ที่ 25 °C
น้ำหนักโมเลกุล	: 93.13 g/mol
2. Silver nitrate

ผู้ผลิต	: Poch SA
สูตรทางเคมี	: $AgNO_3$
เกรด	: PURE P.A., AR
ความบริสุทธิ์	: 99.9 %
น้ำหนักโมเลกุล	: 169.87 g/mol

3. Nickel(II) oxide

ผู้ผลิต	: Sigma-Aldrich
สูตรทางเคมี	: NiO
ลักษณะ	: ผงนาโนขนาดน้อยกว่า 50 นาโนเมตร
เกรด	: ACS reagent
ความบริสุทธิ์	: มากกว่า 99 %
น้ำหนักโมเลกุล	: 74.69 g/mol

4. Trichloromethane (Chloroform)

ผู้ผลิต	: RCI Labscan
สูตรทางเคมี	: CHCl ₃
เกรด	: AR (Meet A.C.S. Specifications)
ความบริสุทธิ์	: 99.8 %
น้ำหนักโมเลกุล	: 119.38 g/mol
ความหนาแน่น	: 1.479

5. น้ำกลั่น (Distilled Water)

6. Hydrochloric acid, 37%

ผู้ผลิต	: Sigma-Aldrich
สูตรทางเคมี	: HCl
เกรด	: ACS reagent
น้ำหนักโมเลกุล	: 36.46 g/mol
ความดันไอ	: 3.23 psi (21.1 °C)
ความบริสุทธิ์	: 36.5-38.0% (ACS specification)

7. Sulfuric acid, 95-97%

ผู้ผลิต	: Merck
สูตรทางเคมี	: H ₂ SO ₄
เกรด	: AR reagent
น้ำหนักโมเลกุล	: 98.07 g/mol
ความดันไอ	: 0.0001 hPa (20 °C)

ความบริสุทธิ์ : 95-97 %

8. Reduced graphene oxide

ผู้ผลิต : Haydale Technologies (Thailand) Company Limited

Appearance : Fluffy, Light Powder

สี : สีดำ

9. Carbon black

ผู้ผลิต : Cabot

สูตรทางเคมี : C

ลักษณะ : ผง

ความบริสุทธิ์ : มากกว่า 99.95% trace metals basis

น้ำหนักโมเลกุล : 12.01 g/mol

ขนาดอนุภาค : น้อยกว่า 500 nm (DLS)

ขนาดรูพรุน : 0.342 cm³/g

พื้นที่ผิวสัมผัส : 150-250 m²/g

ความหนาแน่น : 0.056 g/cm³ (Packing) หรือ 1.887 g/cm³ (Absolute, typical)

10. Polytetrafluoroethylene

ผู้ผลิต : Sigma-Aldrich

สูตรทางเคมี : (CF₂CF₂)_n

ลักษณะ : ละลายในน้ำ ความเข้มข้นร้อยละ 60

11. Ethanol

ผู้ผลิต : RCI Labscan

สูตรทางเคมี : C₂H₅OH

เกรด : AR reagent

ความบริสุทธิ์ : มากกว่า 99.0 %

น้ำหนักโมเลกุล : 46.07 g/mol

ความดันไอ : 59 hPa (20 °C)

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1 เครื่องมือที่ใช้ทดสอบสมบัติต่างๆ

3.2.1.1 เครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางเคมี

- เครื่อง Fourier-transform infrared spectrometer (FTIR) รุ่น VERTEX70 จากบริษัท BRUKER ประเทศเยอรมัน

3.2.1.2 เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี

- เครื่อง X-ray photoelectron spectroscope (XPS) จากบริษัท Kartos Analytical Ltd. รุ่น AXIS Ultra DLD ประเทศอังกฤษ

- เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) จากบริษัท SHIMADZU, Lab X รุ่น XRD 6100 ประเทศญี่ปุ่น

3.2.1.3 เครื่องมือสำหรับศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา

- เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) จากบริษัท TESCAN รุ่น MIRA3 ประเทศออสเตรเลีย

3.2.1.4 เครื่องมือสำหรับศึกษาพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุน

- เครื่อง Surface area and porosity analyzer (BET) จากบริษัท Micromeritics รุ่น TriStar II 3020 สหรัฐอเมริกา

3.2.1.5 เครื่องมือสำหรับศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมี

- เครื่อง Potentiostat/Galvanostat รุ่น PCSTAT-30 จากบริษัท Autolab ประเทศสวีเดน

3.3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้จะแบ่งเป็น 3 ตอน ดังนี้

ตอนที่ 1 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้าและโลหะทรานซิชัน คือ พอลิอะนิลีน-โลหะเงิน (PANI-Ag) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

ตอนที่ 2 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้าและโลหะทรานซิชัน คือ พอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์ (PANI-NiO) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

ตอนที่ 3 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้า โลหะทรานซิชัน และรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุคอมพอสิต

ตอนที่ 1 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้าและโลหะทรานซิชัน คือ พอลิอะนิลีน-โลหะเงิน (PANI-Ag) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

1. เตรียมสารละลาย 2 ระบบ ดังนี้ ระบบที่ 1 เตรียมสารละลายอินทรีย์โดยนำไตรคลอโรมีเทนและอะนิลีนมอนอเมอร์มาผสมกันในบีกเกอร์ และระบบที่ 2 เตรียมสารละลายในน้ำ โดยนำแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟตกับซิลเวอร์ไนเตรตผสมในสารละลายกรดซัลฟิวริกที่อยู่ในบีกเกอร์ ซึ่งจะมีอัตราส่วนระหว่างอะนิลีนมอนอเมอร์ 1 ส่วนต่อซิลเวอร์ไนเตรต 0.5 ถึง 2.5 ส่วน
2. ทำการกวนสารละลายทั้ง 2 ระบบเป็นเวลา 30 นาที
3. นำบีกเกอร์สารละลายในน้ำเทใส่บีกเกอร์สารละลายอินทรีย์ จากนั้นทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำสารละลายที่เกิดขึ้นบริเวณรอยต่อระหว่างชั้นของสารละลายทั้ง 2 ชนิดไปกรองและล้างด้วยอะซิโตนและน้ำกลั่นจนได้สารละลายใส ไม่มีสี
5. นำตะกอนที่ได้ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง
6. เมื่อเสร็จแล้วจะได้วัสดุคอมพอสิต คือ พอลิอะนิลีน-โลหะเงิน (PANI-Ag)

ตอนที่ 2 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้าและโลหะทรานซิชัน คือ พอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์ (PANI-NiO) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

1. เตรียมสารละลาย 2 ระบบ ดังนี้ ระบบที่ 1 เตรียมสารละลายอินทรีย์โดยนำไตรคลอโรมีเทนและอะนิลีนมอนอเมอร์มาผสมกันในบีกเกอร์ และระบบที่ 2 เตรียมสารละลายในน้ำ โดยนำแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟตกับนิกเกิลออกไซด์ผสมในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่อยู่ในบีกเกอร์ ซึ่งจะมีอัตราส่วนระหว่างอะนิลีนมอนอเมอร์ 1 ส่วนต่อนิกเกิลในนิกเกิลออกไซด์ 0.5 ถึง 2.5 ส่วน
2. ทำการกวนสารละลายทั้ง 2 ระบบเป็นเวลา 30 นาที
3. นำบีกเกอร์สารละลายในน้ำเทใส่บีกเกอร์สารละลายอินทรีย์ จากนั้นทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำสารละลายที่เกิดขึ้นบริเวณรอยต่อระหว่างชั้นของสารละลายทั้ง 2 ชนิดไปกรองและล้างด้วยอะซิโตนและน้ำกลั่นจนได้สารละลายใส ไม่มีสี
5. นำตะกอนที่ได้ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง
6. เมื่อเสร็จแล้วจะได้วัสดุคอมพอสิต คือ พอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์ (PANI-NiO)

ตอนที่ 3 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้า โลหะทรานซิชั่นและรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่ร่อยต่อ

ในตอนที 3 จะเลือกอัตราส่วนระหว่างพอลิอะนิลีนต่อโลหะทรานซิชั่นที่ทำให้สมบัติทางไฟฟ้าเคมีดีที่สุดมาเติมรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์เพื่อสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ พอลิอะนิลีน-โลหะเงิน-รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (PANI-Ag-RGO) และพอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์-รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (PANI-NiO-RGO)

1. เตรียมสารละลาย 2 ระบบ ดังนี้ ระบบที่ 1 เตรียมสารละลายอินทรีย์โดยนำไตรคลอโรมีเทนและอะนิลีนมอนอเมอร์มาผสมกันในบีกเกอร์ และระบบที่ 2 เตรียมสารละลายในน้ำ โดยนำแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต โลหะทรานซิชั่น และรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ผสมในสารละลายกรดที่อยู่ในบีกเกอร์ ซึ่งอัตราส่วนระหว่างอะนิลีนมอนอเมอร์ต่อโลหะทรานซิชั่น จะใช้อัตราส่วนที่เหมาะสมโดยดูจากผลการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีในตอนที 1 และ 2
2. ทำการกวนสารละลายทั้ง 2 ระบบเป็นเวลา 30 นาที
3. นำบีกเกอร์สารละลายในน้ำเทใส่บีกเกอร์สารละลายอินทรีย์ จากนั้นทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำสารละลายที่เกิดขึ้นบริเวณรอยต่อระหว่างชั้นของสารละลายทั้ง 2 ชนิดไปกรองและล้างด้วยอะซิโตนและน้ำกลั่นจนได้สารละลายใส ไม่มีสี และมีตะกอนออกมา
5. นำตะกอนที่ได้ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง
6. เมื่อเสร็จแล้วจะได้วัสดุคอมพอสิต คือ พอลิอะนิลีน-โลหะเงิน-รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (PANI-Ag-RGO) และพอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์-รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ (PANI-NiO-RGO)

3.2.2 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางเคมี

3.2.2.1 การศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอสิตด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)

นำตัวอย่างวัสดุคอมพอสิตที่มีลักษณะเป็นผงมาบดผสมรวมกับผง Potassium bromide (KBr) ที่อบไล่ความชื้นในอัตราส่วนประมาณ 1:9 จากนั้นนำผงที่ผสมรวมกันใส่ลงในชุดอัด แล้วนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกที่ความดันประมาณ 10,000 lb เป็นเวลา 1 นาที จนได้แผ่นกลมบางที่แสงสามารถส่องผ่านได้ โดยทดสอบในช่วงความยาวคลื่น 4000-400 cm^{-1} จำนวนสแกนทั้งหมด 32 ครั้ง



รูปที่ 3.1 เครื่อง Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)

3.2.2.2 การศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอสิตด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

นำตัวอย่างวัสดุคอมพอสิตที่มีลักษณะเป็นผงมาอัดด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก จากนั้นนำไปทดสอบด้วยเครื่อง XPS แล้วนำพลังงานพันธะที่ได้มาแปลงเป็นพันธะที่เกิดขึ้นภายในตัวอย่างที่ทำการทดสอบ



รูปที่ 3.2 เครื่อง X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

3.2.2.3 การศึกษาองค์ประกอบทางโครงสร้างของวัสดุคอมพอสิตด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)

เตรียมตัวอย่างที่จะนำไปทดสอบโดยการนำตัวอย่างวัสดุคอมพอสิตที่มีลักษณะเป็นผงมากระจายบนกระจกสไลด์ จากนั้นนำไปทดสอบด้วยเครื่อง XRD ที่ใช้สภาวะแรงดันไฟฟ้า (Voltage) 30 kV กระแสไฟฟ้า (Current) 20 mA ในช่วง $10^{\circ} - 80^{\circ}$ และอัตราเร็วในการสแกน $10^{\circ}/\text{นาที}$



รูปที่ 3.3 เครื่อง X-ray Diffraction (XRD)

3.2.2.4 การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิตด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)

เตรียมตัวอย่างที่จะนำไปทดสอบโดยการนำเทปคาร์บอนมาแปะลงบนสตัป 180° จากนั้นนำตัวอย่างวัสดุคอมพอสิตที่มีลักษณะเป็นผงมากระจายลงบนสตัปที่เตรียมไว้ แล้วนำไปศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาโดยไม่ต้องผ่านกระบวนการ Sputtering เนื่องจากตัวอย่างที่นำมาทดสอบสามารถนำไฟฟ้าได้ และจะทำการทดสอบภายใต้การให้ศักย์ไฟฟ้า 15 kV



รูปที่ 3.4 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM)

3.2.2.5 การศึกษาความเป็นรูพรุนของวัสดุคอมพอสิตตามทฤษฎีของ Brunauer–Emmett–Teller (BET)

นำตัวอย่างวัสดุคอมพอสิตที่มีลักษณะเป็นผงไปทดสอบด้วยเครื่อง BET ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน โดยทำการบรรจุใน Sample cell แล้วให้ความร้อนแก่ Sample cell ที่มีตัวอย่างและ Sample cell reference และทำให้ระบบเป็นสุญญากาศ จากนั้นจุ่ม Sample cell ลงในไนโตรเจนเหลว ทำการผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้าไปภายใน Sample cell จนความดันภายในภาชนะที่บรรจุตัวอย่างมีค่าคงที่ เครื่องมือวิเคราะห์จะทำการบันทึกค่าปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ตัวอย่างดูดซับได้และค่าความดันสัมพัทธ์ของตัวอย่าง จากนั้นจะนำค่าทั้ง 2 มาคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดของรูพรุนได้ [26] ดังสมการที่ 3.1

$$\frac{1}{W \left[\left(\frac{P_0}{P} - 1 \right) \right]} = \frac{1}{W_m C} - \frac{C-1}{W_m C} \left(\frac{P}{P_0} \right) \quad (3.1)$$

โดยที่	W	คือ	ปริมาณของแก๊ส N ₂ ที่ถูกดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์ P/P ₀
	W _m	คือ	ปริมาณของแก๊ส N ₂ ที่ถูกดูดซับเคลือบผิวของสารในลักษณะที่เป็นโมเลกุล ชั้นเดียว
	P	คือ	ความดันของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในขณะที่ทำการทดลอง (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

- P_0 คือ ความดันอิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)
- C คือ ค่าคงที่ที่ขึ้นอยู่กับพลังงานที่ใช้ในการดูดซับ



รูปที่ 3.5 เครื่อง Brunauer-Emmett-Teller (BET)

3.2.2.6 การศึกษาสมบัติไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV) และ Galvanostatic charge-discharge (GCD)

วิธีการเตรียมขั้วไฟฟ้าอิเล็กโทรดสำหรับการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมี

การวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO จะทำตามมาตรฐานที่มีการใช้ 3 อิเล็กโทรด ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode: WE) ขั้วไฟฟ้าช่วย (Counter electrode: CE) และขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode: RE) โดยใช้สารตัวอย่างเตรียมเป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน แผ่นแพลตินัมเป็นขั้วไฟฟ้าช่วย และ Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง โดยมีสารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 1 M เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งสำหรับเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (CV) จะทดสอบในช่วงความต่างศักย์ที่เหมาะสม ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 10 – 100 mV/s และเทคนิคัลบวาโนสแทติก ชาร์จ-ดิสชาร์จ (GCD) จะทดสอบที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 5 A/g ในช่วงศักย์ไฟฟ้าเดียวกัน

สำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้ามีวิธีการเตรียมดังนี้

1. เตรียมขั้วไฟฟ้าทำงาน โดยการผสม 80 wt% ของพอลิเมอร์คอมพอสิต (Polymer composite) และ 15 wt% ของอะเซทีลีนแบล็ค (Acetylene black) ในโกร่งบดสาร

ซึ่งในขั้นตอนนี้จะมีการเติมเอทานอลลงไปเล็กน้อย เพื่อให้สารผสมเข้ากันได้มากขึ้น จากนั้นบดผสมสารที่เป็นของเหลว

2. ทำการเติม 5 wt% ของพอลิไวนิลลิดีนฟลูออไรด์ (Polytetrafluoroethylene: PTFE) ที่ทำหน้าที่เป็นสารยึดเกาะ (Binder) ลงในสารผสมที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 แล้วทำการกวนผสมจนได้สารผสมที่มีลักษณะเป็นของเหลวข้นหนืด ซึ่งในขั้นตอนนี้จะทำการกวนผสมจนกว่าเอทานอลที่เติมลงไปจะระเหยจนหมด
3. นำสารผสมที่ได้ไปแช่ในขวดที่บรรจุเอทานอล
4. นำสารผสมปริมาณ 1-2 mg ปาดลงบนแผ่นแกรฟออยด์ที่มีขนาด 1.0×2.5 cm โดยแผ่นแกรฟออยด์ในขั้นตอนนี้จะผ่านกระบวนการอบแห้งและชั่งน้ำหนักก่อนปาดสารผสมแล้ว
5. นำขั้วไฟฟ้าทำงานที่ได้ไปอบแห้งเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนักหลังปาดสารผสมเพื่อหาค่าน้ำหนักของสารผสม โดยการนำน้ำหนักหลังปาดสารผสม - น้ำหนักก่อนปาดสารผสม
6. เตรียมขั้วไฟฟ้าอีก 2 ขั้ว ได้แก่ขั้วไฟฟ้าช่วยและขั้วไฟฟ้าอ้างอิงจะใช้ลวดแพลทินัม (Platinum wire) และซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) ตามลำดับ

การวิเคราะห์หาค่าการเก็บประจุจำเพาะ (Specific capacitance) จากกราฟ CV และ GCD สามารถคำนวณค่าได้ตามสมการที่ 3.2 และ 3.3 [6, 12] ดังนี้

$$C_{cv} = \frac{\int I dV}{2 \times m \times \Delta V \times SR} \quad (3.2)$$

$$C_{GCD} = \frac{I \Delta t}{\Delta V \times m} \quad (3.3)$$

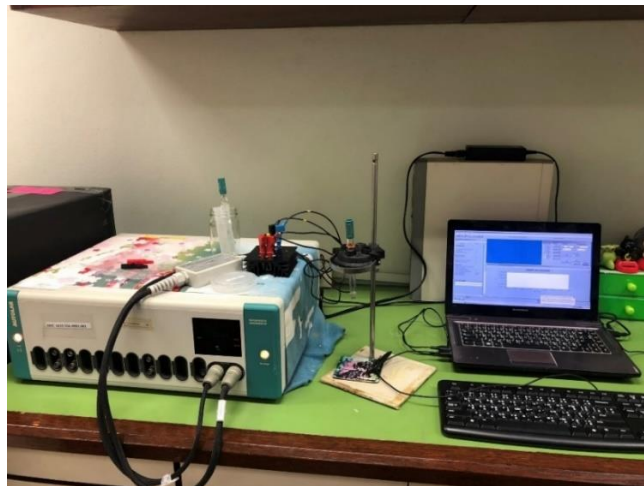
โดยที่ C_{cv} และ C_{GCD} คือ ค่าการเก็บประจุจำเพาะต่อน้ำหนักจากกราฟ CV และ GCD ในหน่วยฟารัดต่อกรัม (F/g)

$\int I dV$ คือ ค่าพื้นที่ (Integral area) ของกราฟ CV

m คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ทดสอบ หน่วยกรัม (g)

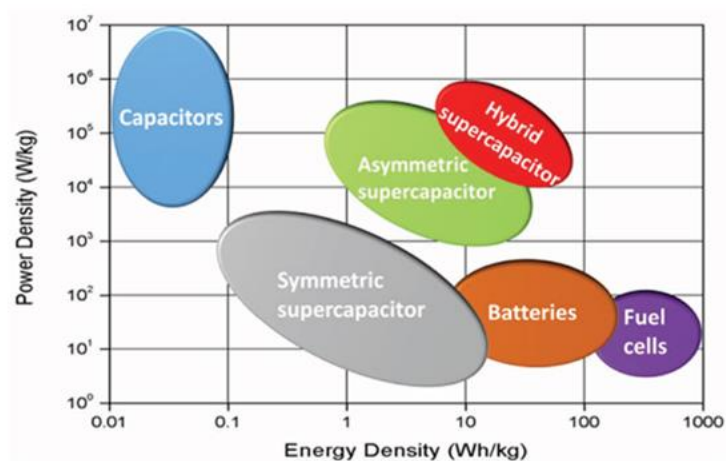
ΔV คือ ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ หน่วยโวลต์ (V)

SR	คือ	อัตราในการสแกนความต่างศักย์ หน่วยโวลต์ต่อวินาที (V/s)
I	คือ	กระแสไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมา หน่วยแอมแปร์ (A)
Δt	คือ	ช่วงเวลาที่คายประจุไฟฟ้า หน่วยวินาที (s)



รูปที่ 3.6 เครื่อง Potentiostat/Galvanostat

3.2.2.7 การศึกษาความเป็นไปได้ที่จะนำวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ คือ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO มาเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด [27]



รูปที่ 3.7 กราฟราโกเน่ย์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงานกับความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดต่างๆ [27]

จากรูปที่ 3.7 แสดงกราฟพาราโบลาที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นพลังงานกับความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดต่างๆ ซึ่งสามารถคำนวณค่าได้ตามสมการที่ 3.4 และ 3.5 [6, 12] ดังนี้

$$\text{Energy density ; ED} = \frac{0.5 \times C_{\text{GCD}} \times \Delta V^2}{3.6} \quad (3.4)$$

$$\text{Power density ; PD} = \frac{\text{ED} \times 3600}{\Delta t} \quad (3.5)$$

โดยที่	ED	คือ	ความหนาแน่นพลังงาน หน่วยวัตต์ชั่วโมงต่อกิโลกรัม (Wh/kg)
	PD	คือ	ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า หน่วยวัตต์ต่อกิโลกรัม (W/kg)
	C_{GCD}	คือ	ค่าการเก็บประจุจำเพาะต่อน้ำหนักจากกราฟ GCD ในหน่วยฟารัดต่อกรัม (F/g)
	ΔV	คือ	ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ หน่วยโวลต์ (V)
	Δt	คือ	ช่วงเวลาที่คายประจุไฟฟ้า หน่วยวินาที (s)

เมื่อกำหนดค่าความหนาแน่นพลังงานและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบแล้ว จะนำค่าที่ได้ไปสร้างกราฟพาราโบลาเพื่อศึกษาช่วงของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบว่าอยู่ในช่วงของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานชนิดใด

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้จะทำการปรับปรุงคุณสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของพอลิเมอร์นำไฟฟ้าทั่วไป คือ พอลิอะนิลีนที่มีค่าการนำไฟฟ้าต่ำ โดยการนำไปสังเคราะห์ร่วมกับโลหะทรานซิชันที่อัตราส่วนต่างๆ ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ ซึ่งจะทำการเปรียบเทียบโลหะทรานซิชัน 2 ชนิด คือ โลหะเงินและนิกเกิลออกไซด์ ที่ส่งผลต่อลักษณะสัญญาณวิทยาและสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุนาโนคอมพอสิต จากนั้นทำการเลือกอัตราส่วนที่ดีที่สุดมาสังเคราะห์ร่วมกับรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ เพื่อศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ ซึ่งในงานวิจัยนี้จะแบ่งเป็น 3 ตอนได้แก่

ตอนที่ 1 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้าและโลหะทรานซิชัน คือ พอลิอะนิลีน-อนุภาคโลหะเงิน (PANI-Ag) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

ตอนที่ 2 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้าและโลหะทรานซิชัน คือ พอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์ (PANI-NiO) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

ตอนที่ 3 สังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้า โลหะทรานซิชัน และรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

4.1 การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตพอลิอะนิลีน-อนุภาคโลหะเงิน (PANI-Ag) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

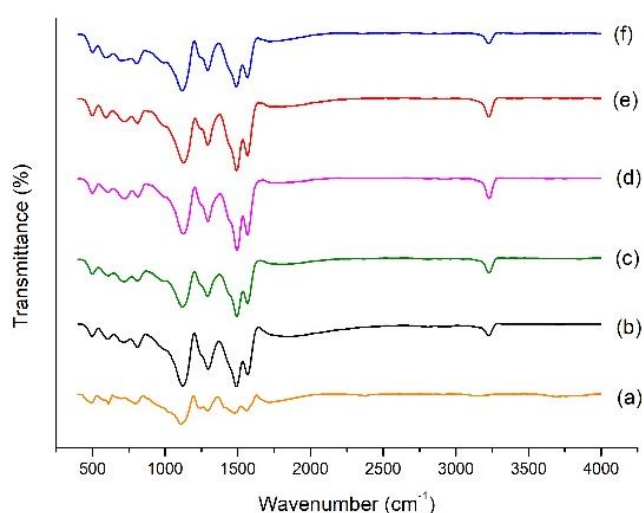
การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag จะใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักพอลิอะนิลีน 1 ส่วนต่อโลหะเงิน 0.5-2.5 ส่วน ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ โดยเมื่อสังเคราะห์เสร็จจะพบว่าวัสดุคอมพอสิตที่ได้จะมีลักษณะเป็นผงสีเขียวเกือบดำ ซึ่งบ่งบอกถึงรูปแบบพอลิอะนิลีนที่นำไฟฟ้า คือ เกลือเอ็มเมอร์ลดีน (Emeraldine Salt: ES) และยังพบอนุภาคสีเงินปนอยู่ด้วย ดังแสดงในรูปที่ 4.1 จากนั้นทำการศึกษาสมบัติต่างๆ ดังผลการทดลองต่อไปนี้



รูปที่ 4.1 วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

4.1.1 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)

รูปที่ 4.2 จะแสดง FTIR spectra เปรียบเทียบระหว่าง Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ โดยตารางที่ 4.1 แสดงตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectra ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ที่อัตราส่วนต่างๆ



รูปที่ 4.2 FTIR spectra ของ (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5

จากตารางที่ 4.1 ซึ่งแสดงพีค FTIR ของ Pure PANI จะพบตำแหน่งของพีคเอกลักษณ์ที่สำคัญดังเลขคลื่นต่อไปนี้ ที่ตำแหน่ง 1557 cm^{-1} และ 1478 cm^{-1} เป็นพีคเอกลักษณ์ที่บ่งบอกถึง C=N และ C=C stretching ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ Quinoid ring และ Benzenoid ring ในโครงสร้างของพอลิอะนิลีนตามลำดับ ที่ตำแหน่ง 1293 cm^{-1} บ่งบอกถึง C-N stretching และที่ตำแหน่ง 1102 cm^{-1} บ่งบอกถึง B-NH⁺=Q โดยพีคเอกลักษณ์ดังกล่าวสามารถยืนยันได้ว่าการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของ PANI ให้อยู่ในรูปแบบเกลือเอมเมอร์ลิติน (Emeraldine salt, ES) ซึ่งรูปแบบโครงสร้างเช่นนี้จะสามารถทำให้ PANI นำไฟฟ้าได้ [28] นอกจากนี้ยังพบพีคเอกลักษณ์ที่ตำแหน่ง 796 cm^{-1} และ 609 cm^{-1} บ่งบอกถึง C-H bending ของ Aromatic ring และ C-H stretching ของพอลิอะนิลีน ตามลำดับ [24]

จากตารางที่ 4.1 ซึ่งแสดงพีค FTIR ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ จะพบตำแหน่งของพีคเอกลักษณ์ที่สำคัญดังเลขคลื่นต่อไปนี้ ที่ตำแหน่ง $3224 - 3228\text{ cm}^{-1}$ บ่งบอกถึง O-H stretching ของ HNO₃ ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่าง AgNO₃ และน้ำ ที่ตำแหน่ง $1565 - 1566\text{ cm}^{-1}$ และ $1489 - 1494\text{ cm}^{-1}$ บ่งบอกถึง C=N และ C=C stretching ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ Quinoid ring Benzenoid ring ในโครงสร้างของพอลิอะนิลีน ที่ตำแหน่ง $1291 - 1295\text{ cm}^{-1}$ บ่งบอกถึง C-N stretching และจะพบว่าที่ตำแหน่ง $1119 - 1126\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นตำแหน่งของ B-NH⁺=Q ที่เกิดการเปลี่ยนแปลงไปยังตำแหน่งเลขคลื่นที่สูงขึ้น เนื่องจากเกิดการสั้นของสายโซ่ที่เกิดการโปรโทเนต ส่งผลให้พันธะมีพลังงานลดลงเมื่อเทียบกับ Pure PANI [28] โดยลักษณะข้างต้นเป็นผลมาจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง AgNO₃ และอะนิลีนมอนอเมอร์ จะทำให้ระหว่างเกิดปฏิกิริยา Ag⁺ ถูกรีดิวซ์ไปเป็น Ag⁰ [29] และหมู่ฟังก์ชัน -NH- ในสายโซ่พอลิเมอร์ถูกออกซิไดซ์ไปเป็น -N= ที่ตำแหน่ง $803 - 811\text{ cm}^{-1}$ และ $591 - 608\text{ cm}^{-1}$ จะบ่งบอกถึง C-H bending ของวงแหวนอะโรมาติกและ C-H stretching ของพอลิอะนิลีน ตามลำดับ

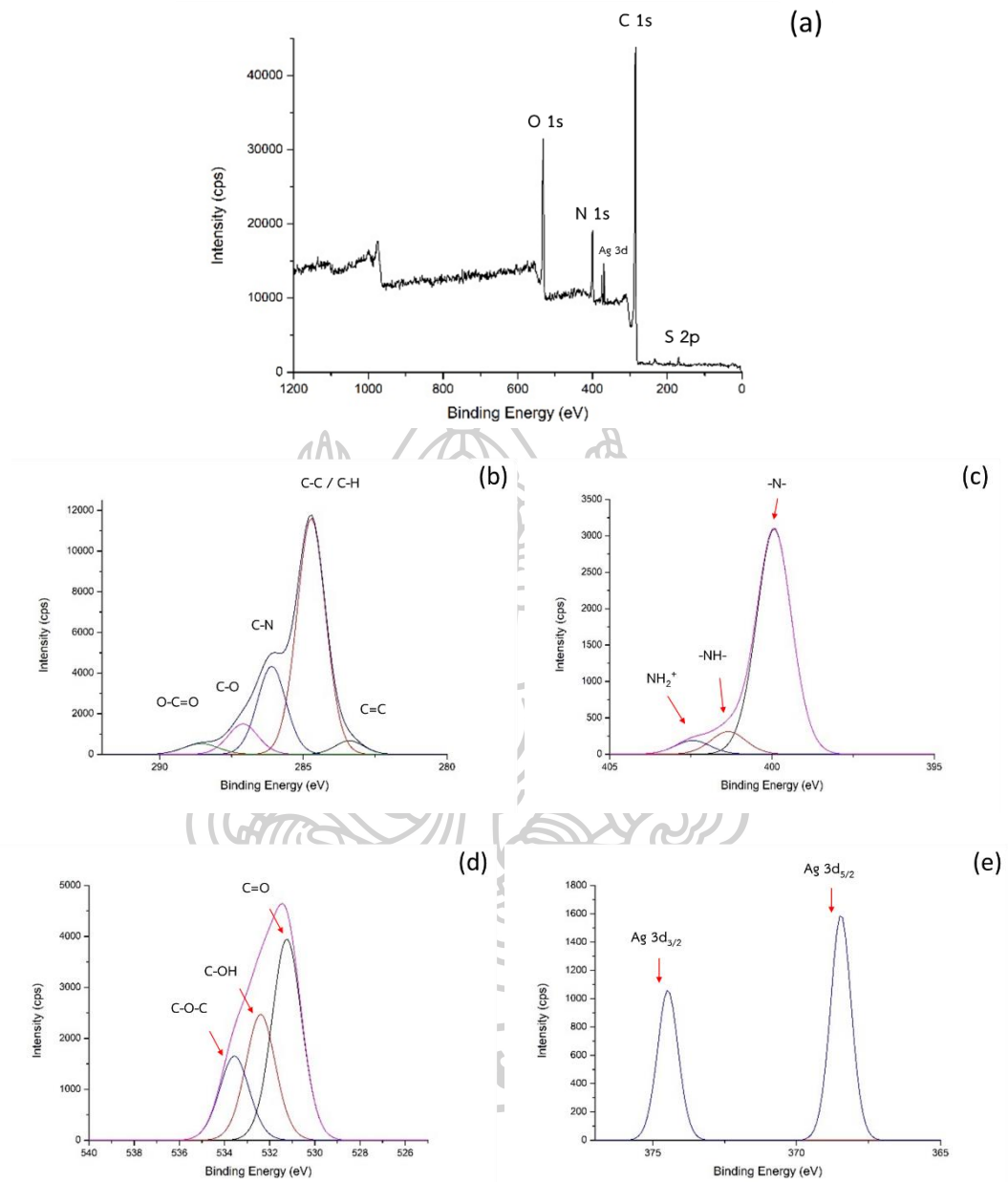
จากผลการทดสอบ FTIR จะสามารถยืนยันได้ว่าการเปลี่ยนแปลงรูปแบบของอะนิลีนมอนอเมอร์เป็นพอลิอะนิลีนรูปแบบเกลือเอมเมอร์ลิตินที่สามารถนำไฟฟ้าได้ และสามารถยืนยันได้ว่าการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง AgNO₃ และอะนิลีนมอนอเมอร์ในวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag [24]

ตารางที่ 4.1 ตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectra ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ที่อัตราส่วนต่างๆ

Functional group	Wavenumber (cm ⁻¹)					
	Pure PANI	PANI-Ag0.5	PANI-Ag1.0	PANI-Ag1.5	PANI-Ag2.0	PANI-Ag2.5
O-H stretching	-	3227	3227	3228	3226	3224
C=N	1557	1566	1566	1566	1565	1565
C=C stretching	1478	1490	1493	1494	1491	1489
C-N stretching	1293	1295	1291	1293	1293	1292
B-NH ⁺ =Q	1102	1120	1119	1123	1126	1119
C-H bending	796	808	810	811	809	803
C-H stretching	609	606	608	607	591	597



4.1.2 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

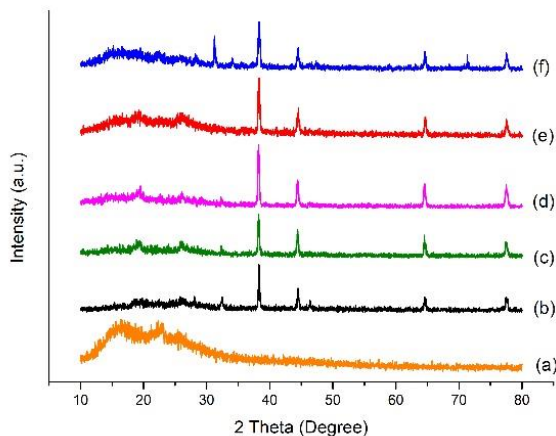


รูปที่ 4.3 XPS spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag (b) ช่วง C 1s (c) ช่วง N 1s (d) ช่วง O 1s และ (e) Ag 3d

รูปที่ 4.3 จะแสดง XPS spectra ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) ในช่วงพลังงาน 0-1200 eV เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของ PANI-Ag จะพบว่าเกิดพีคหลักที่บริเวณตำแหน่ง 170.00, 285.00, 369.00, 400.00 และ 532.00 eV ซึ่งเป็นสเปกตรัมของ S 2p, C 1s, Ag 3d, N 1s และ O 1s ตามลำดับ โดยมีปริมาณธาตุซัลเฟอร์ 1.62%, คาร์บอน 70.58%, ซิลเวอร์ 3.02%, ไนโตรเจน 8.74% และออกซิเจน 16.04% แสดงให้เห็นว่า PANI-Ag มีธาตุเหล่านี้เป็นองค์ประกอบ โดยการที่มีธาตุซัลเฟอร์เหลืออยู่ เป็นผลมาจากในขั้นตอนการปรับสภาพความเป็นกลางของวัสดุคอมพอสิตด้วยน้ำกลั่นและอะซิโตน อาจจะมีซัลเฟอร์จากกรดซัลฟิวริกหลงเหลืออยู่

รูปที่ 4.3 (b) เป็นผลการทดสอบที่ได้จากการสแกนอย่างละเอียดในช่วงพลังงานของการเกิดพันธะ C 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 5 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 283.38, 284.71, 286.09, 287.08 และ 288.57 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ C=C, C-C/C-H, C-N, C-O และ O-C=O ตามลำดับ [30] รูปที่ 4.3 (c) การเกิดพันธะ N 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 3 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 399.94, 401.36 และ 402.45 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ Quinoid imine (-N-), Benzenoid amine (-NH-) และ Positive charge nitrogen (NH_2^+) ตามลำดับ [30] รูปที่ 4.3 (d) การเกิดพันธะ O 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 3 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 531.23, 532.39 และ 533.56 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ C=O, C-OH และ C-O-C ตามลำดับ [31] และรูปที่ 4.3 (e) การเกิดพันธะ Ag 3d จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 2 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่ง 368.44 และ 374.46 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ Ag $3d_{5/2}$ และ Ag $3d_{3/2}$ ตามลำดับ [32, 33] ซึ่งการปรากฏของพีคดังกล่าวจะสามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ประสบความสำเร็จ โดยจะมีการเกิดพอลิอะนิลีนรูปแบบเกลือเอ็มเมอรัลดินที่สามารถนำไฟฟ้าได้ และอนุภาคโลหะเงิน (Ag^0) ซึ่งผลที่ได้จะสอดคล้องกับผลการทดสอบ FTIR

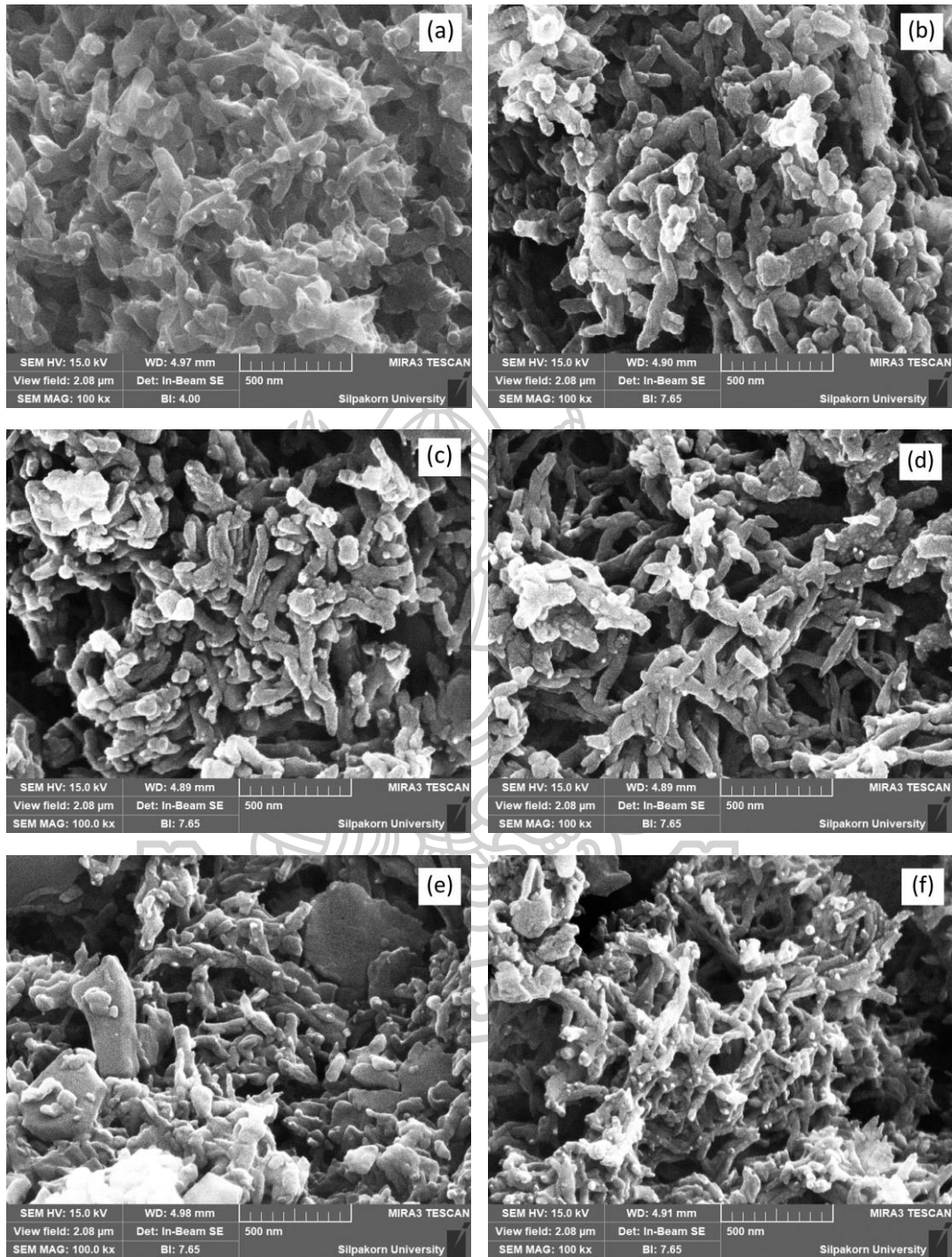
4.1.3 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)



รูปที่ 4.4 XRD diffractogram ของ (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5

รูปที่ 4.4 แสดง XRD diffractogram เปรียบเทียบระหว่างพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ จะพบว่า (a) พอลิอะนิลีนจะมีการปรากฏพีกที่มีลักษณะกว้างและมีความเข้มของพีกต่ำที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ $10-35^\circ$ ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะบ่งบอกถึงความเป็นเอกลักษณ์ของพอลิอะนิลีนที่มีลักษณะกึ่งผลึก (Semi-crystalline) และสำหรับ XRD diffractogram ของ (b-f) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ จะปรากฏพีกกว้างและมีความเข้มของพีกต่ำที่ 2θ เท่ากับ $10-35^\circ$ เช่นเดียวกับพอลิอะนิลีนและจะปรากฏพีกแหลมและมีความเข้มของพีกสูงที่ 2θ เท่ากับ 31.2° , 32.5° , 38.1° , 44.2° , 64.3° และ 77.50° จะแสดงถึงระนาบ (2 0 2), (1 1 1), (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0) และ (3 1 1) ตามลำดับ สอดคล้องกับ JCPDS file 04-0783 [28] ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะบ่งบอกถึงรูปแบบการเกิดผลึกแบบ Face centered cubic (FCC) ของอนุภาคโลหะเงินในรูปแบบ Ag_2O , Ag_2O และ Ag^0 ที่เกิดจากกระบวนการรีดิวซ์ของ $AgNO_3$ ที่ทำปฏิกิริยากับอะนิลีนมอนอเมอร์ผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ และจากผลการทดสอบ XRD จะสามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ประสบความสำเร็จ โดยพิจารณาจากการปรากฏของพีกที่แหลมที่บ่งบอกถึงอนุภาคโลหะเงินในรูปแบบต่างๆ และพีกที่กว้างจะบ่งบอกถึงพอลิอะนิลีน

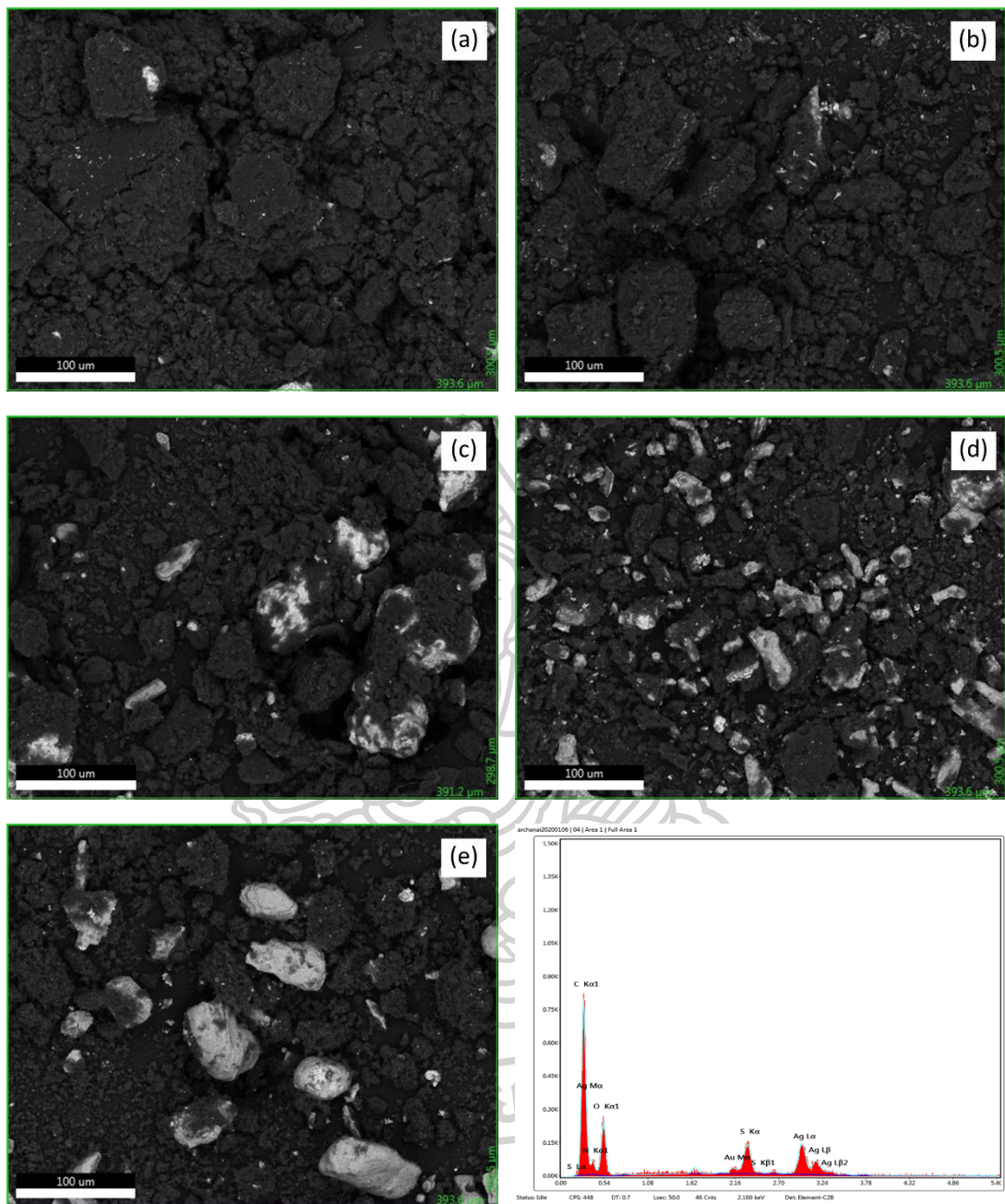
4.1.4 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)



รูปที่ 4.5 SEM images ของ (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5

รูปที่ 4.5 แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ใน

อัตราส่วนต่างๆ ซึ่งเป็นการศึกษาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ที่ความต่างศักย์ 15 kV และที่กำลังขยาย 100,000 เท่า เมื่อพิจารณา SEM image ของ Pure PANI (รูปที่ 4.5 (a)) จะพบว่า พอลิอะนิลีนที่สังเคราะห์ได้จากอะนิลีนมอนอเมอร์จะมีลักษณะเป็นเส้นใยนาโน (PANI nanofiber) ที่มีพื้นผิวขรุขระ [23] โดยลักษณะดังกล่าวเป็นผลมาจากกลไกการสังเคราะห์พอลิอะนิลีนที่เกิดผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ โดยปกติการสังเคราะห์พอลิอะนิลีนจะมีทั้งหมด 3 ขั้นตอน [34] ดังนี้ (1) การก่อนิวเคลียสผลึก (Nucleation) (2) การเติบโตของนิวเคลียสขั้นที่ 1 (Initial growth) และ (3) การเติบโตของนิวเคลียสขั้นที่ 2 (Secondary growth) ซึ่งการสังเคราะห์ผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อจะเกิดเพียงแค่ 2 ขั้นตอนแรกเท่านั้น โดยเริ่มจากการสร้างโอลิโกเมอร์ (Oligomer) ตัวแรกที่ 2D-space บริเวณผิวรอยต่อ จากนั้นจะทำให้เกิดการเติบโตเป็นโครงสร้างแบบแอนไอโซทรอปิก (Anisotropic) ที่มีลักษณะผลึกแบบเส้นใยนาโน ซึ่งการใช้กระบวนการนี้จะทำให้สามารถยับยั้งการเติบโตของนิวเคลียสขั้นที่ 2 ที่นำไปสู่การก่อตัวของพอลิอะนิลีนที่มีรูปร่างผิดปกติได้และยังสามารถควบคุมความสม่ำเสมอของเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนได้ [34] รูปที่ 4.5 (b) – (f) แสดง SEM images ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ จะพบว่ามีเกิดการเกิดเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนที่มีลักษณะขรุขระเช่นเดียวกับพอลิอะนิลีนโดยจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 90 – 100 นาโนเมตร และจะพบลักษณะของอนุภาคโลหะเงินถูกชั้นของเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนปกคลุมอยู่ เนื่องจากในกระบวนการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อจะมีลักษณะการก่อตัวของอะนิลีนมอนอเมอร์บนอนุภาคโลหะเงินที่ทำหน้าที่เป็นจุดศูนย์กลางการเติบโตของผลึก (Growth center) [12] เมื่อพิจารณาผลของการเติมอนุภาคโลหะเงินจะพบว่าการเติมอนุภาคโลหะเงินในปริมาณที่มากขึ้นจะส่งผลต่อช่องว่างที่เกิดขึ้นระหว่างเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีน ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุ

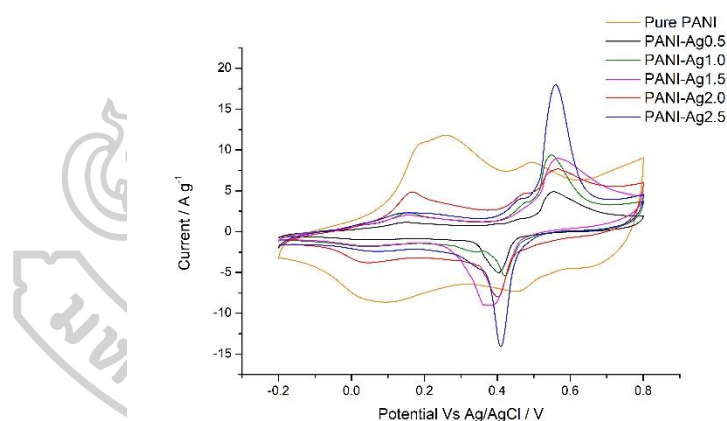


รูปที่ 4.6 BE images ของ (a) PANI-Ag0.5, (b) PANI-Ag1.0, (c) PANI-Ag1.5, (d) PANI-Ag2.0 (e) PANI-Ag2.5 และ (f) EDS spectrum ของ PANI-Ag2.0

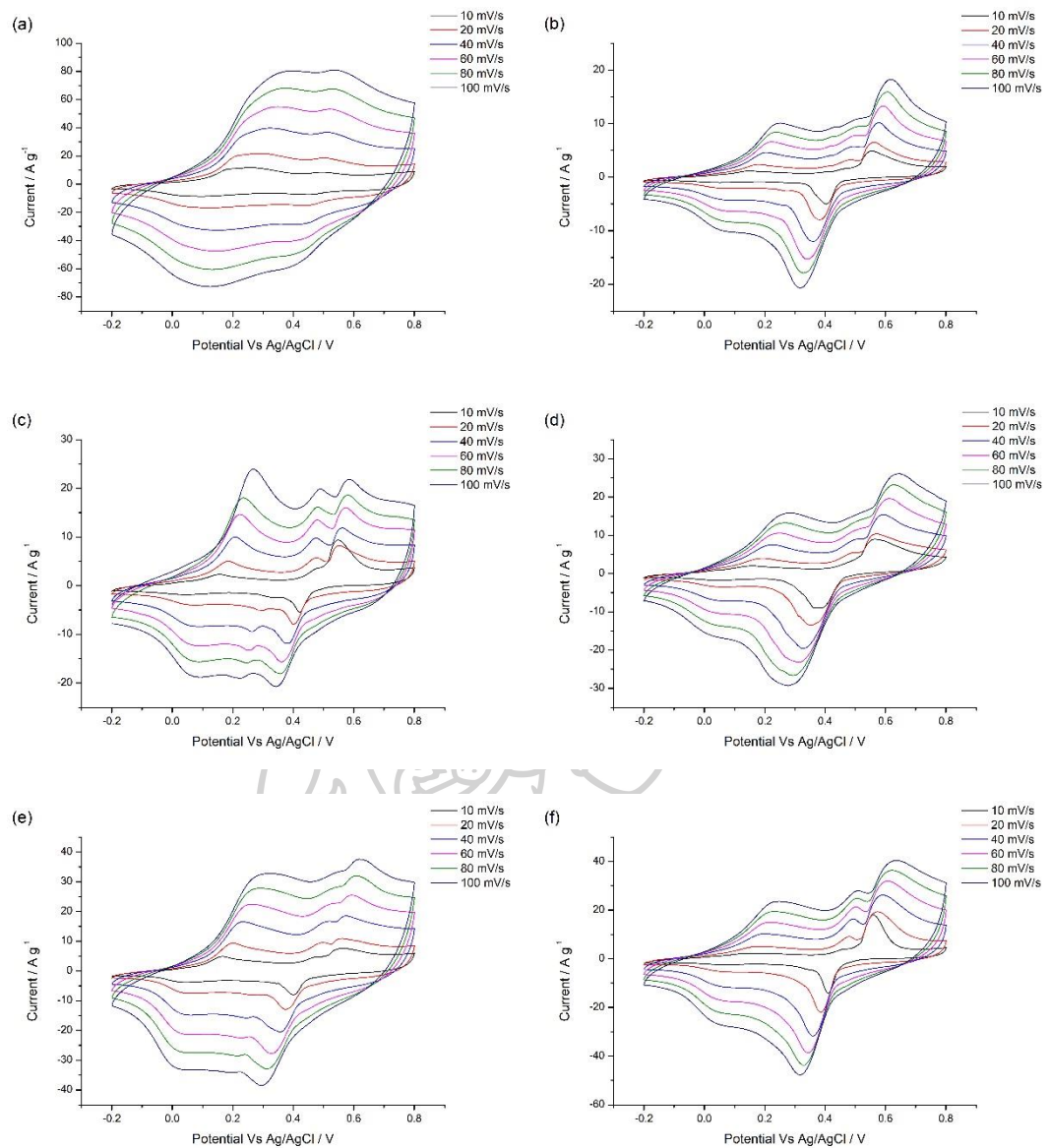
รูปที่ 4.6 แสดง BE image ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ โดยทำการศึกษาในโหมดการตรวจจับสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (Backscattered electron detector: BSE) ซึ่งความเข้มของสัญญาณ BSE จะขึ้นกับมุมที่ Primary electrons ตกใส่ตัวอย่าง และเลขอะตอมของธาตุที่ผิวตัวอย่าง [35] ซึ่งบริเวณที่ธาตุมีเลขอะตอมมากจะให้ภาพลักษณะสว่าง ส่วนบริเวณที่มีเลข

อะตอมน้อยจะให้ภาพลักษณะมืด ดังนั้นการใช้โหมด BSE จะทำให้สามารถดูลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคโลหะบนพื้นผิวของ พอลิอะนิลีนโดยโลหะซึ่งเป็นธาตุที่มีเลขอะตอมมากจะแสดงลักษณะของภาพที่สว่าง ส่วนพอลิอะนิลีนที่มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นคาร์บอนซึ่งเป็นธาตุที่มีเลขอะตอมน้อยจะแสดงลักษณะของภาพที่มืด ในรูปที่ 4.6 (a) – (e) จะแสดงการกระจายตัวของอนุภาคโลหะเงินบนเมทริกซ์ของพอลิอะนิลีน พบว่ารูปที่ 4.6 (d) PANI-Ag2.0 มีอนุภาคโลหะเงินขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5.17 – 41.53 ไมโครเมตร กระจายตัวดีบนเมทริกซ์ของพอลิอะนิลีน แต่เมื่อเติมอนุภาคโลหะเงินในปริมาณที่เพิ่มขึ้นดังรูปที่ 4.5 (e) PANI-Ag2.5 จะพบว่าเกิดการรวมตัวกันเป็นก้อนของอนุภาคโลหะเงิน ส่งผลให้เกิดการกระจายตัวที่ไม่ดี โดยลักษณะการกระจายตัวนี้จะส่งผลต่อสมบัติไฟฟ้าเคมีของวัสดุคานาโนคอมพอสิต ซึ่งจะพบว่าสอดคล้องกับผลการทดสอบ CV และ GCD และจากรูปที่ 4.6 (f) จะแสดง EDS spectrum ของ PANI-Ag2.0 ซึ่งบ่งบอกถึงปริมาณธาตุคาร์บอน ไนโตรเจน ออกซิเจน และโลหะเงินในวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag

4.1.5 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV)



รูปที่ 4.7 กราฟ CV ของ Pure PANI และวัสดุคานาโนคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s



รูปที่ 4.8 กราฟ CV ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5

ตารางที่ 4.2 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s

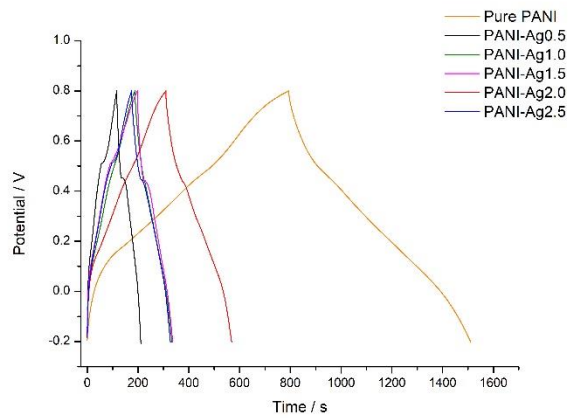
สารตัวอย่าง	ค่าการเก็บประจุจำเพาะ (F/g)					
	10 mV/s	20 mV/s	40 mV/s	60 mV/s	80 mV/s	100 mV/s
Pure PANI	601.40	594.54	564.94	534.61	505.41	482.06
PANI-Ag0.5	116.22	101.41	93.03	87.06	82.49	78.93
PANI-Ag1.0	190.22	160.58	147.35	139.47	128.93	124.06
PANI-Ag1.5	239.92	188.38	160.21	144.84	134.45	126.01
PANI-Ag2.0	306.61	278.06	256.02	239.34	226.19	215.72
PANI-Ag2.5	286.95	270.52	246.99	227.39	211.47	198.41

รูปที่ 4.7 แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (CV) ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่าลักษณะของกราฟ CV ของพอลิอะนิลีนมีรูปร่างใกล้เคียงกับสี่เหลี่ยมผืนผ้าสมมาตรซึ่งเป็นลักษณะการเก็บประจุเฉพาะตัวของตัวเก็บประจุแบบสองชั้น [36] และนอกจากนี้ยังพบว่าการเกิดพีคของปฏิกิริยาออกซิเดชัน (ด้านบนของกราฟ) ที่ตำแหน่ง 0.25 และ 0.49 V ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนสถานะของอะตอมไนโตรเจนในพอลิอะนิลีนกับโปรตอน (H^+) ในสารละลายกรด และพีคของปฏิกิริยารีดักชัน (ด้านล่างของกราฟ) ที่ตำแหน่ง 0.44 และ 0.09 V เกิดขึ้นเนื่องจากเป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ของอะตอมไนโตรเจน [2, 37] ซึ่งการเกิดพีคของปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันจะบ่งบอกถึงลักษณะการเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์

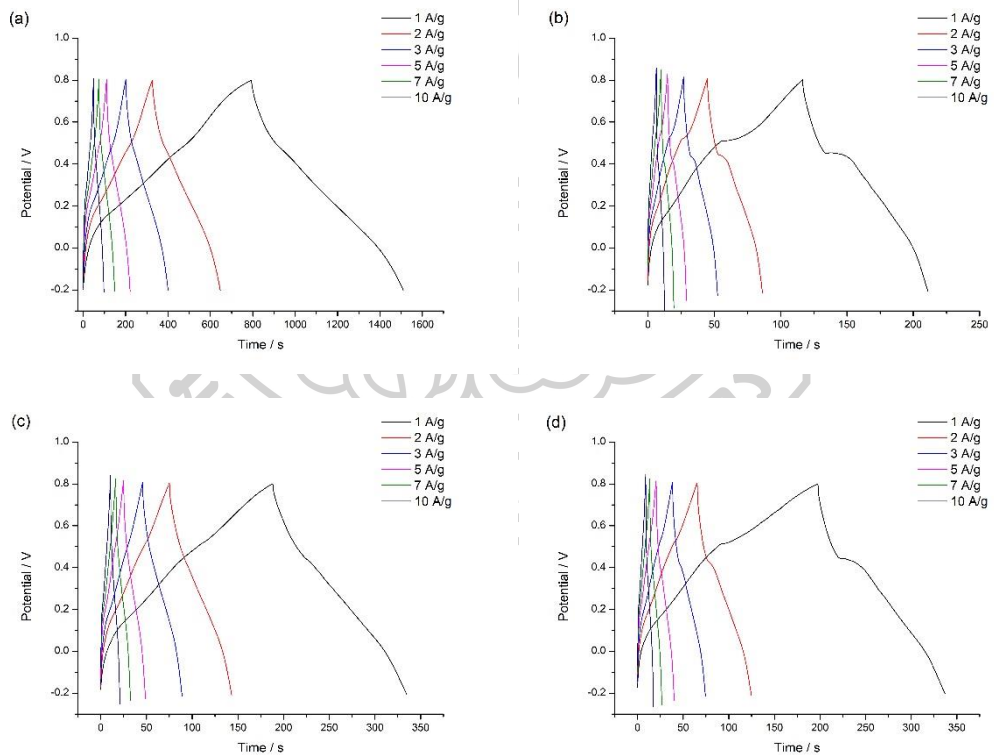
เมื่อพิจารณากราฟ CV ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ จะพบว่าไม่มีรูปร่างไม่เป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้าสมมาตร มีการเกิดพีคปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันของพอลิอะนิลีนเช่นเดียวกับพอลิอะนิลีน และนอกจากนี้จะมีการเกิดพีคปฏิกิริยาออกซิเดชันของโลหะเงินที่ตำแหน่ง 0.55 V ซึ่งบ่งบอกได้ว่า PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ จะมีลักษณะการเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์เพียงอย่างเดียวเท่านั้น และเมื่อนำพื้นที่ใต้กราฟ CV มาคำนวณตามสมการที่ 3.2 เพื่อหาค่าการเก็บประจุจำเพาะดังตารางที่ 4.2 จะพบว่า PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ คือ PANI-Ag0.5, PANI-Ag1.0, PANI-Ag1.5, PANI-Ag2.0 และ PANI-Ag2.5 มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณโลหะเงินเพิ่มขึ้น เท่ากับ 116.22, 190.22, 239.92, 306.61 และ 286.95 F/g ตามลำดับ ซึ่งพบว่า PANI-

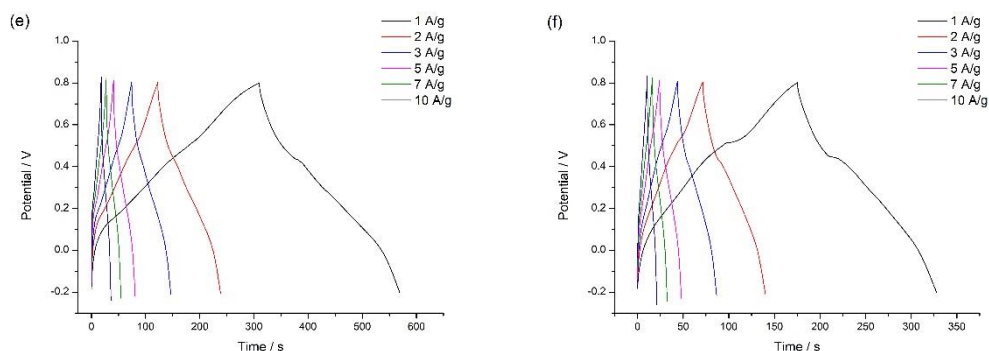
Ag₂O จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะมากที่สุด เนื่องจากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาจะพบว่า PANI-Ag₂O มีการกระจายตัวของอนุภาคโลหะเงินดีที่สุดในเมื่อเทียบกับอัตราส่วนต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.6 แต่เมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของพอลิอะนิลีนจะพบว่ามียุทธการเก็บประจุจำเพาะมากที่สุดเท่ากับ 1202.80 F/g ซึ่งมีค่ามากกว่า PANI-Ag₂O เนื่องจากในการสังเคราะห์ PANI-Ag ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ พบว่าโลหะเงินมีขนาดอนุภาคใหญ่มากเมื่อเทียบกับขนาดของเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีน ดังแสดงในผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM ของ PANI-Ag₂O ในรูปที่ 4.5 (e) ลักษณะดังกล่าวจะส่งผลให้พื้นที่ผิวหน้าของอนุภาคโลหะเงินมีความสามารถในการเก็บประจุลดลงและค่าการเก็บประจุจำเพาะที่ได้จึงมีค่าลดลงด้วย

รูปที่ 4.8 แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ CV ของพอลิอะนิลีนและ PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ มีการเกิดพีคปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันชัดเจน และมีแนวโน้มในทิศทางเดียวกัน คือมีการตอบสนองต่อค่ากระแสไฟฟ้าสูงขึ้น เมื่อให้อัตราเร็วในการให้ศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้น ซึ่งสามารถบ่งบอกได้ว่าพอลิอะนิลีนและ PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้และวัสดุสามารถตอบสนองต่อการให้และรับประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ [2] แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าต่างกัน ดังตารางที่ 4.3 จะพบว่าเมื่ออัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ค่าการเก็บประจุจำเพาะจะมีค่าลดลงเนื่องจากที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าสูง จะให้พลังงานอย่างรวดเร็ว นั่นหมายความว่าเกิดปฏิกิริยาที่รวดเร็วและไม่สมบูรณ์ ซึ่งแต่ละอะตอมจัดเรียงกันอย่างไม่เป็นระเบียบ ส่งผลให้กักเก็บประจุทำได้ไม่เต็มประสิทธิภาพ ต่างจากที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าต่ำ จะให้พลังงานอย่างช้าๆ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นไปอย่างช้าๆ และสมบูรณ์ โดยแต่ละอะตอมจะจัดเรียงกันอย่างเป็นระเบียบ ส่งผลให้การกักเก็บประจุทำได้เต็มประสิทธิภาพ [2]



รูปที่ 4.9 กราฟ GCD ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g





รูปที่ 4.10 กราฟ GCD ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่ กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 10 A/g (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 และ (f) PANI-Ag2.5

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าการเก็บประจุจำเพาะของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ใน อัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 10 A/g

สารตัวอย่าง	ค่าการเก็บประจุจำเพาะ (F/g)					
	1 A/g	2 A/g	3 A/g	5 A/g	7 A/g	10 A/g
Pure PANI	716.50	640.40	599.40	552.50	520.10	487.00
PANI-Ag0.5	94.50	83.20	77.10	73.00	67.90	66.00
PANI-Ag1.0	146.30	136.20	129.30	120.00	112.00	105.00
PANI-Ag1.5	139.30	130.86	108.60	99.00	92.40	86.00
PANI-Ag2.0	259.30	231.40	216.30	200.50	191.10	178.00
PANI-Ag2.5	152.90	137.40	128.40	119.00	112.70	105.00

รูปที่ 4.9 แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคัลบาวโนสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (GCD) เพื่อศึกษาค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้า ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่าเส้นโค้งของพอลิอะนิลีนและ PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ มีทั้งในส่วนของเส้นโค้งที่มีความชันใกล้เคียงกับเส้นตรงและในส่วนที่มีการเปลี่ยนแปลงของเส้นโค้งเกิดขึ้น ซึ่งจะบ่งบอกถึง

ลักษณะการเก็บประจุไฟฟ้าแบบลูกผสมที่เกิดจากการผสมกันระหว่างตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้น และตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ [6, 12] ที่เป็นผลสนับสนุนที่สอดคล้องกับลักษณะการเก็บประจุที่ศึกษาด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีดังรูปที่ 4.7 เมื่อพิจารณาเส้นโค้ง GCD ของ PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ จะพบว่ามึบริเวณเส้นกราฟที่มีลักษณะลาดเอียงไปตามแนวแกนเวลาเล็กน้อยที่บริเวณศักย์ไฟฟ้าประมาณ -0.4 V ที่เป็นช่วงศักย์ไฟฟ้าเดียวกันกับการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของพอลิอะนิลีนในกราฟ CV ดังรูปที่ 4.7 ซึ่งสามารถกล่าวได้ว่าอิทธิพลจากกลไกการเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์ ช่วยใช้เวลาในการคายประจุดีขึ้น แต่อย่างน้อยกว่าเวลาในการคายประจุของพอลิอะนิลีนเนื่องจากผลของขนาดอนุภาคโลหะเงินที่มีขนาดใหญ่ และเมื่อพิจารณาผลของการเพิ่มปริมาณโลหะเงินจะพบว่าเมื่อปริมาณโลหะเงินเพิ่มขึ้น เส้นโค้งการคายประจุจะลาดเอียงมากขึ้น ทำให้เวลาในการคายประจุเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน เมื่อนำค่าเวลาที่ใช้ในการคายประจุมาคำนวณตามสมการที่ 3.3 เพื่อหาค่าการเก็บประจุจำเพาะดังตารางที่ 4.3 จะพบว่า PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ คือ PANI-Ag0.5, PANI-Ag1.0, PANI-Ag1.5, PANI-Ag2.0 และ PANI-Ag2.5 มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณโลหะเงินเพิ่มขึ้น เท่ากับ 94.50, 146.30, 139.30, 259.30 และ 152.90 F/g ตามลำดับ ซึ่งจะพบว่า PANI-Ag2.0 จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะมากที่สุด แต่เมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของพอลิอะนิลีนจะพบว่ามึค่าการเก็บประจุจำเพาะมากที่สุดเท่ากับ 716.50 F/g ซึ่งมีค่ามากกว่า PANI-Ag2.0 เนื่องจากผลของขนาดอนุภาคโลหะเงินที่ใหญ่ จึงส่งผลให้ความสามารถในการเก็บประจุที่พื้นที่ผิวลดลง

รูปที่ 4.10 แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคัลบ์วาโนสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (GCD) เพื่อศึกษาค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้า ที่กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 1, 2, 3, 5, 7 และ 10 A/g ให้ค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ GCD ของพอลิอะนิลีนและ PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ มีแนวโน้มในทิศทางเดียวกัน นั่นคือ เมื่อให้กระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้น จะทำให้ระยะเวลาในการคายประจุไฟฟ้าลดลง และจะพบว่ามึการปรากฏของบริเวณพื้นที่ลาดเอียงที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์ชัดเจน แสดงให้เห็นว่า Pure PANI และ PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ สามารถตอบสนองต่อการให้และรับประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ [2] แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของพอลิอะนิลีนและ PANI-Ag ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าต่างกัันดังตารางที่ 4.4 จะพบว่าเมื่อให้กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นค่าการเก็บประจุจำเพาะจะมีค่าลดลง

ดังนั้นเมื่อพิจารณาจากผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี และเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ จะพบว่าวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ในอัตราส่วนพอลิอะนิลีน 1 ส่วนต่อโลหะเงิน 2 ส่วน จะเป็นอัตราส่วนที่ให้ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าดีที่สุด เนื่องจากเป็นอัตราส่วนที่ทำให้โลหะเงินเกิดการกระจายตัวบนเมทริกซ์ของพอลิอะนิลีนดีที่สุด ดังแสดงในการศึกษา ลักษณะสัณฐานวิทยา ดังรูปที่ 4.6 จึงเลือกวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 ไปทำการสังเคราะห์ร่วมกับ ไรตวิซ์แกรฟีนออกไซด์เพื่อศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO ต่อไป

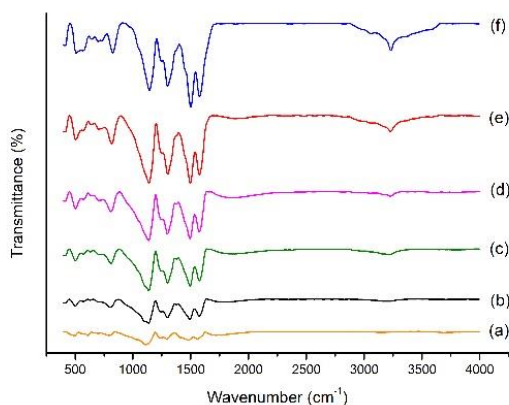
4.2 การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตพอลิอะนิลีน-นิกเกิลออกไซด์ (PANI-NiO) ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO จะใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักพอลิอะนิลีน 1 ส่วนต่อ นิกเกิล 0.5-2.5 ส่วน ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ พบว่าวัสดุคอมพอสิตที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะเป็นผงสีเขียวเกือบดำ ซึ่งบ่งบอกถึงรูปแบบพอลิอะนิลีนที่นำไฟฟ้า คือ เกลือเอ็มเมอรัลดีน (Emeraldine Salt: ES) และยังพบผงสีดำปนอยู่ด้วย ดังแสดงในรูปที่ 4.11 จากนั้นทำการศึกษาสมบัติต่างๆ ดังผลการทดลองต่อไปนี้



รูปที่ 4.11 วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

4.2.1 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)



รูปที่ 4.12 FTIR spectra ของ (a) Pure PANI (b) PANI-NiO0.5, (c) PANI-NiO1.0, (d) PANI-NiO1.5, (e) PANI-NiO2.0 และ (f) PANI-NiO2.5

รูปที่ 4.12 แสดง FTIR spectra เปรียบเทียบระหว่างพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ โดยตารางที่ 4.4 จะแสดงตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectrum ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ที่อัตราส่วนต่างๆ

ตารางที่ 4.4 แสดงตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectrum ของพอลิอะนิลีนจะพบตำแหน่งของพีคเอกลักษณ์ที่สำคัญดังเลขคลื่นต่อไปนี้ ที่ตำแหน่ง 1557 cm^{-1} และ 1478 cm^{-1} เป็นพีคเอกลักษณ์ที่บ่งบอกถึง C=N และ C=C stretching ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ Quinoid ring และ Benzenoid ring ในโครงสร้างของพอลิอะนิลีน ตามลำดับ ที่ตำแหน่ง 1293 cm^{-1} บ่งบอกถึง C-N stretching ที่ตำแหน่ง 1102 cm^{-1} บ่งบอกถึง B-NH⁺=Q ที่ตำแหน่ง 796 cm^{-1} และ 609 cm^{-1} บ่งบอกถึง C-H bending ของ Aromatic ring และ C-H stretching ของพอลิอะนิลีน ตามลำดับ [5, 28]

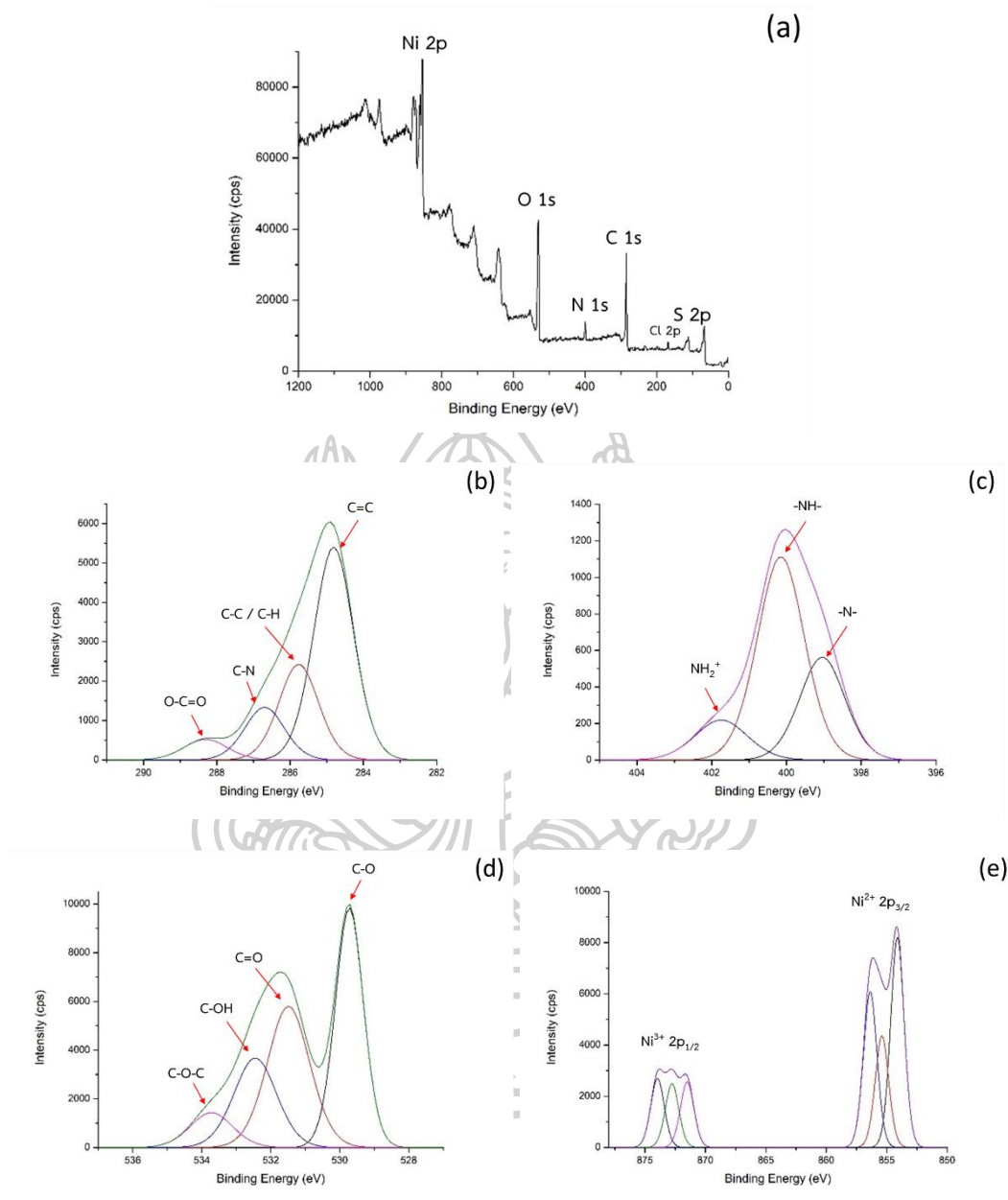
จากตารางที่ 4.4 แสดงตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ที่อัตราส่วนต่างๆ จะพบตำแหน่งของพีคเอกลักษณ์ที่ตำแหน่ง $3210.42 - 3231.06\text{ cm}^{-1}$ บ่งบอกถึง O-H stretching ที่ตำแหน่ง $1574 - 1575\text{ cm}^{-1}$ และ $1492 - 1500\text{ cm}^{-1}$ บ่งบอกถึง C=N และ C=C stretching ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ Quinoid ring และ Benzenoid ring ในโครงสร้างของพอลิอะนิลีน และจะพบว่าที่ตำแหน่ง $1135 - 1142\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นตำแหน่งของ B-NH⁺=Q ที่เกิดการเปลี่ยนแปลงไปยังตำแหน่งเลขคลื่นที่สูงขึ้น เนื่องจากเกิดการสั้นของสายโซ่ที่เกิดการโปรโทเนต [38] ส่งผลให้พันธะมีพลังงานลดลงเมื่อเทียบกับพอลิอะนิลีน

ในพอลิเมอร์คอมพอสิต PANI-NiO ยังพบพิกัดเอกลักษณ์ที่สำคัญ คือ ที่ตำแหน่ง 1297 – 1300 cm^{-1} บ่งบอกถึง C-N stretching ในโครงสร้าง Bipolaron ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดแรงยึดเหนี่ยว (Interaction) ระหว่าง PANI และ NiO ที่ตำแหน่ง 806 – 826 cm^{-1} บ่งบอกถึง C-H bending ในตำแหน่ง 1,4 disubstituted (para) ของ Benzene ring นอกจากนี้ยังพบพิกัดที่ตำแหน่ง 501 – 510 cm^{-1} ที่แสดงถึง Ni-O stretching โดยเมื่อเปรียบเทียบกับพิกัดของ Pure NiO ซึ่งจะพบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงเลขคลื่นจากเดิมที่ตำแหน่ง 472 cm^{-1} เป็น 501 – 510 cm^{-1} ซึ่งลักษณะดังกล่าวเป็นผลมาจากการสร้างพันธะร่วมกันระหว่าง Ni-O กับ N ของพอลิอะนิลีน [39] จากผลการทดสอบ FTIR จะสามารถยืนยันได้ว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปแบบของอะนิลีนมอนอเมอร์เป็นพอลิอะนิลีนรูปแบบเกลือเอ็มเมอร์ลิตินที่สามารถนำไฟฟ้าได้ และสามารถยืนยันได้ว่าการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง NiO และอะนิลีนมอนอเมอร์ในวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO

ตารางที่ 4.4 ตำแหน่งของพิกัดที่ปรากฏใน FTIR spectra ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ที่อัตราส่วนต่างๆ

Functional group	Wavenumber (cm^{-1})					
	Pure PANI	PANI-NiO0.5	PANI-NiO1.0	PANI-NiO1.5	PANI-NiO2.0	PANI-NiO2.5
O-H stretching	-	3210	3221	3227	3229	3231
C=N	1557	1574	1575	1574	1574	1575
C=C stretching	1478	1492	1493	1493	1496	1500
C-N stretching	1293	1297	1299	1299	1300	1300
B-NH ⁺ =Q	1102	1135	1136	1135	1138	1142
C-H bending	796	806	811	810	816	826
NiO crystal lattice	-	501	504	503	505	510

4.2.2 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

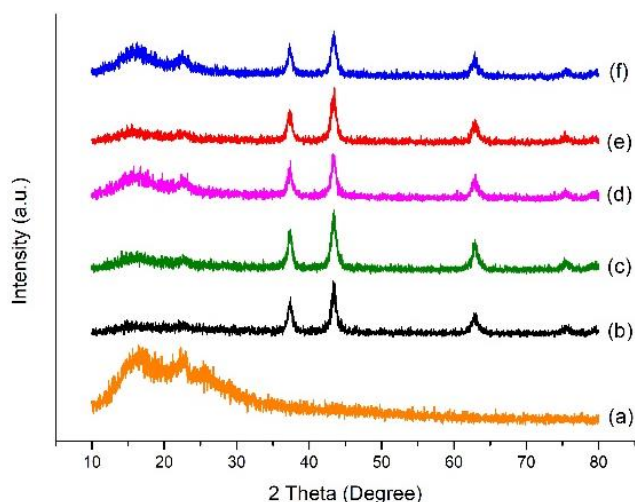


รูปที่ 4.13 XPS spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO (b) ช่วง C 1s (c) ช่วง N 1s (d) ช่วง O 1s และ (e) Ni 2p

จากรูปที่ 4.13 จะแสดง XPS spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) ในช่วงพลังงาน 0-1200 eV เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของวัสดุนาโนคอมพอสิต PANI-Ag จะพบว่าเกิดพีคหลักที่บริเวณตำแหน่ง 168.00, 199.00, 285.00, 399.00, 531.00 และ 854.00 eV ซึ่งเป็นสเปกตรัมของ S 2p, Cl 2p, C 1s, N 1s, O 1s และ Ni 2p ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO มีธาตุเหล่านี้เป็นองค์ประกอบ โดยที่มีปริมาณธาตุซัลเฟอร์ 1.82%, คลอรีน 1.14%, คาร์บอน 27.14%, ไนโตรเจน 3.46%, ออกซิเจน 19.57% และนิกเกิล 46.86% สำหรับธาตุซัลเฟอร์และคลอรีนอาจมาจากแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟตและกรดไฮโดรคลอริกหลงเหลืออยู่

รูปที่ 4.13 (b) เป็นผลการทดสอบที่ได้จากการสแกนอย่างละเอียดในช่วงพลังงานของการเกิดพันธะ C 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 4 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 284.81, 285.76, 286.70 และ 288.28 eV ซึ่งสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ C=C, C-C/C-H, C-N และ O-C=O ตามลำดับ [30] รูปที่ 4.13 (c) การเกิดพันธะ N 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 3 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 399.05, 400.16 และ 401.75 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ Quinoid imine (-N-), Benzenoid amine (-NH-) และ Positive charge nitrogen (NH_2^+) ตามลำดับ [30] รูปที่ 4.13 (d) การเกิดพันธะ O 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 4 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 529.72, 531.50, 532.47 และ 533.74 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ C-O, C=O, C-OH และ C-O-C ตามลำดับ [31] และรูปที่ 4.13 (e) การเกิดพันธะ Ni 2p จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 2 ช่วง โดยในช่วงแรกยอดพีคจะอยู่ที่ประมาณ 853.00 – 860.00 eV เกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 854.13, 855.41 และ 856.38 eV และช่วงที่สองพีคจะอยู่ที่ประมาณ 871.00 – 880.00 eV เกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 871.53, 872.78 และ 873.98 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ $\text{Ni}^{2+} 2p_{3/2}$ และ $\text{Ni}^{3+} 2p_{1/2}$ ตามลำดับ [39, 40] ซึ่งการปรากฏของพีคดังกล่าวจะสามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ประสบความสำเร็จ มีการเกิดพอลิอะนิลีนรูปแบบเกลือเอ็มเมอร์ลิตินที่สามารถนำไฟฟ้าได้ และนิกเกิลออกไซด์ที่อยู่ในรูปของ Ni^{2+} และ Ni^{3+} ซึ่งผลที่ได้จะสอดคล้องกับผลการทดสอบ FTIR

4.2.3 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)

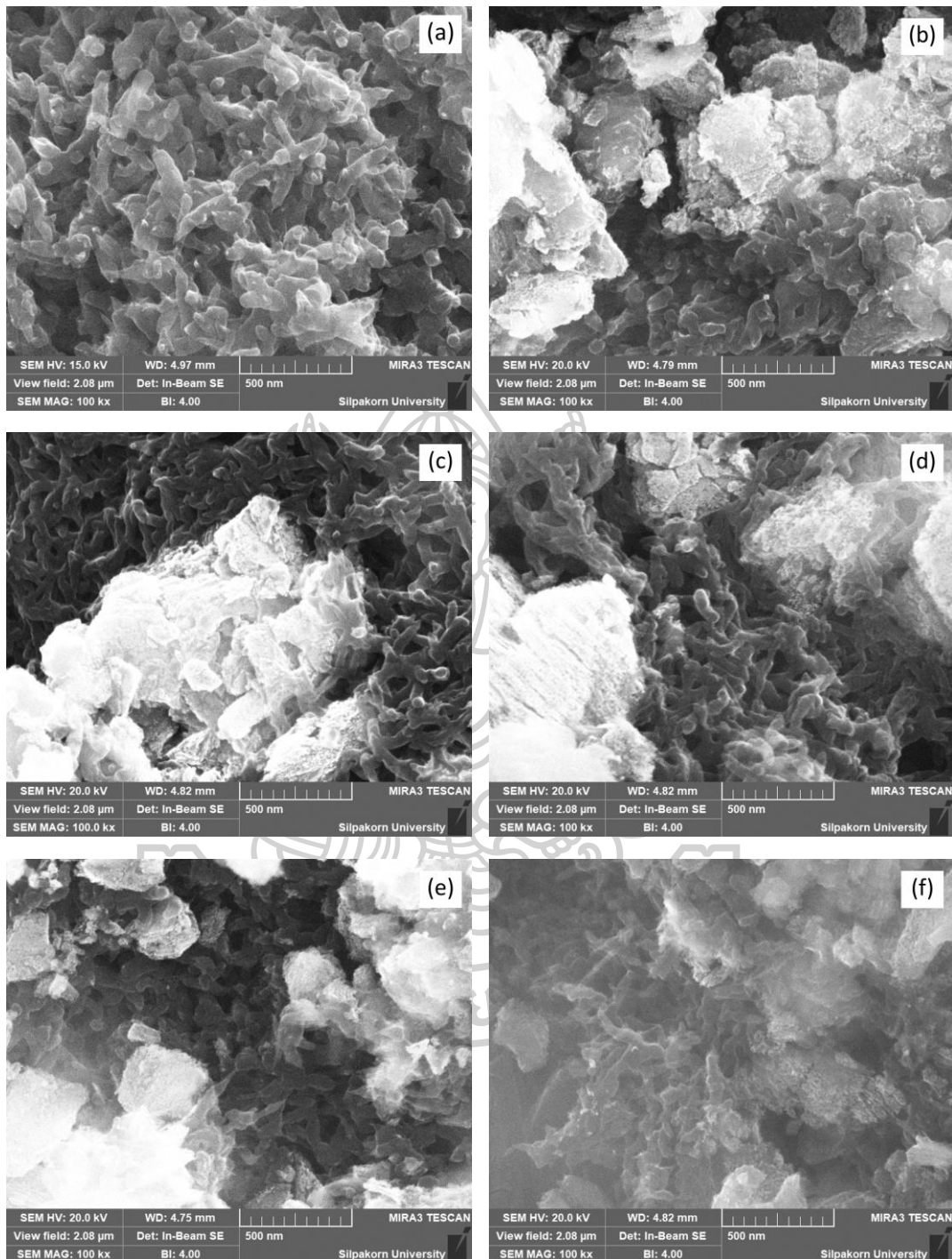


รูปที่ 4.14 XRD diffractogram ของ (a) Pure PANI (b) PANI-NiO0.5, (c) PANI-NiO1.0, (d) PANI-NiO1.5, (e) PANI-NiO2.0 และ (e) PANI-NiO2.5

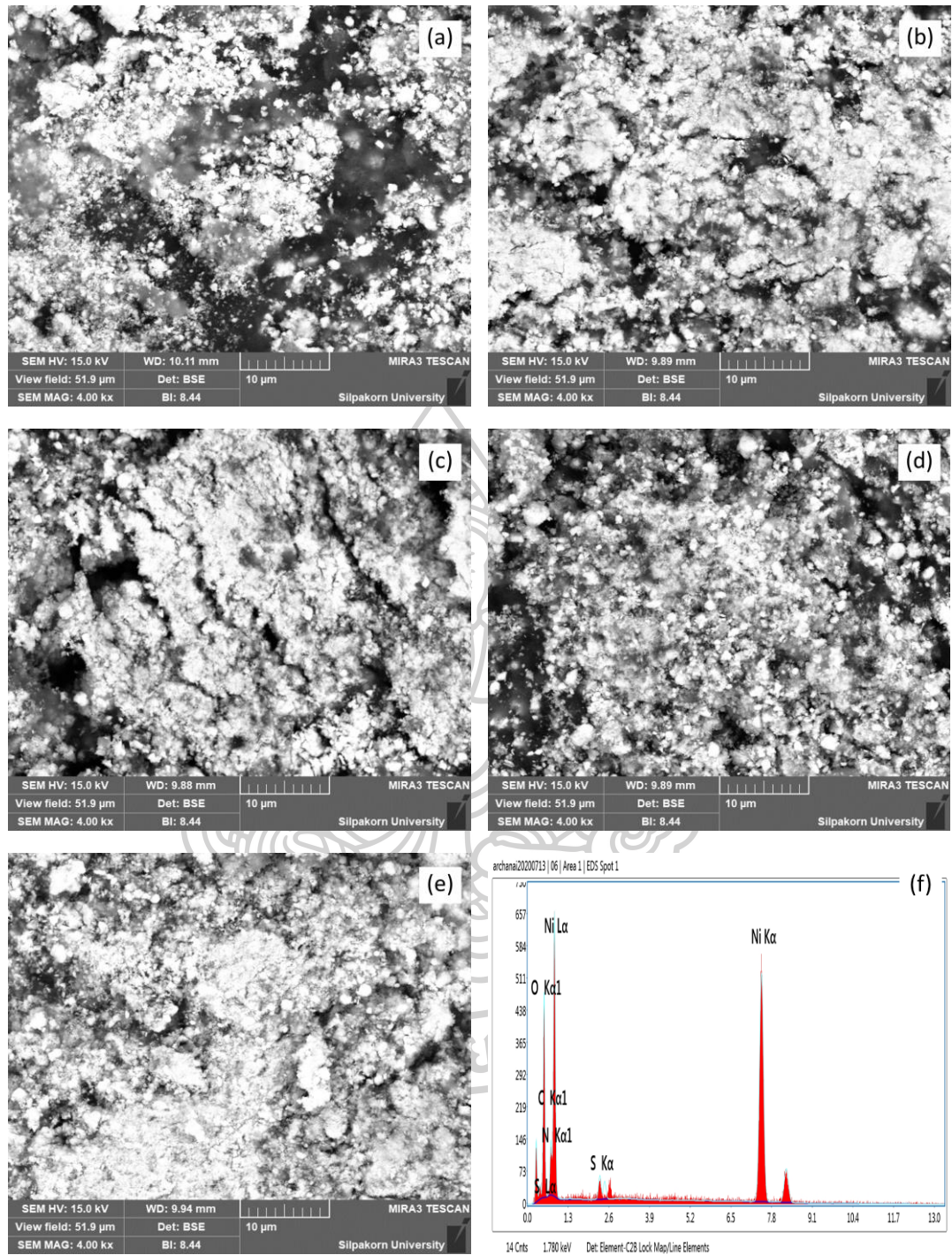
รูปที่ 4.14 แสดง XRD diffractogram เปรียบเทียบระหว่างพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ จะพบว่า (a) Pure PANI จะมีการปรากฏพีคที่มีลักษณะกว้างและมีความเข้มของพีคต่ำที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ $10-35^\circ$ ซึ่งแสดงถึงลักษณะกึ่งผลึกของพอลิอะนิลีน สำหรับ XRD diffractogram ของ PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ (b-f) จะปรากฏพีคกว้างและมีความเข้มของพีคต่ำที่ 2θ เท่ากับ $10-35^\circ$ เช่นเดียวกับ Pure PANI ซึ่งพีคดังกล่าวจะเกิดการเปลี่ยนแปลงตำแหน่งของ 2θ เล็กน้อย แสดงให้เห็นถึงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสายโซ่ของพอลิอะนิลีนและอนุภาคนาโนของ NiO ในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน

นอกจากนี้ในวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO จะปรากฏพีคที่แตกต่างพอลิอะนิลีนคือพีคที่มีลักษณะแหลมและมีความเข้มของพีคสูงที่ 2θ เท่ากับ 37.4° , 43.7° และ 62.5° แสดงถึงระนาบ (1 1 1), (2 0 0) และ (2 2 0) ตามลำดับ ที่เกิดจากการสะท้อนกลับของโครงสร้างผลึกของนิเกิลออกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับ JCPDS no. 47-1049 [39] โดยจากผลการทดสอบ XRD จะสามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ประสบความสำเร็จ

4.2.4 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)



รูปที่ 4.15 SEM images ของ (a) Pure PANI, (b) PANI-NiO0.5, (c) PANI-NiO1.0, (d) PANI-NiO1.5, (e) PANI-NiO2.0 และ (f) PANI-NiO2.5

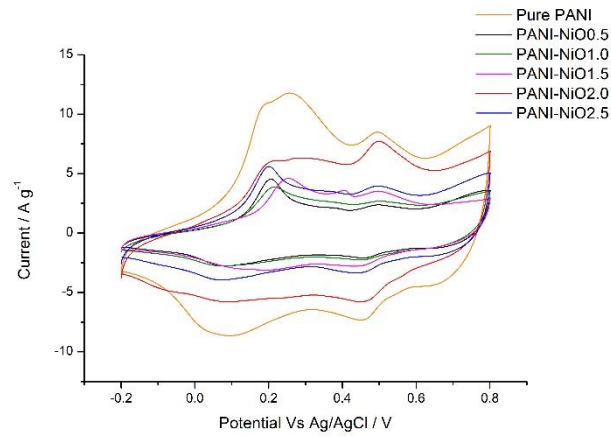


รูปที่ 4.16 BE images ของ (a) PANI-NiO0.5 (b) PANI-NiO1.0, (c) PANI-NiO1.5, (d) PANI-NiO2.0, (e) PANI-NiO2.5 และ (f) EDS spectrum ของ PANI-NiO2.0

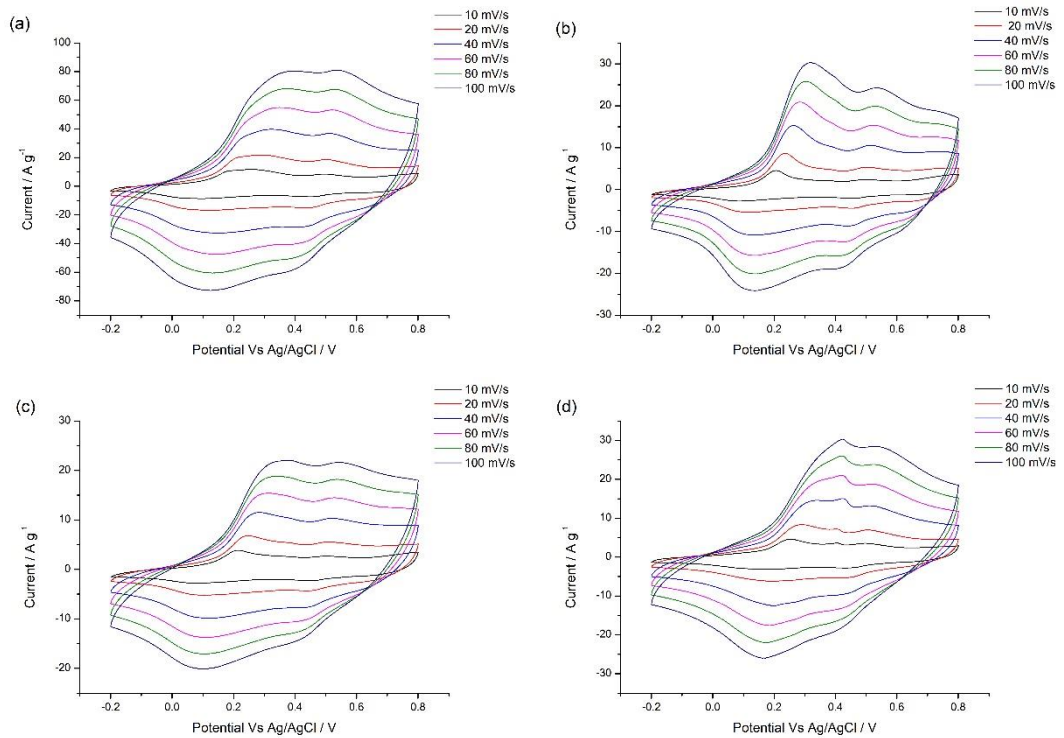
รูปที่ 4.15 แสดง SEM images ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ เป็นการศึกษาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ที่ความต่างศักย์ 20 kV และที่ กำลังขยาย 100,000 เท่า เมื่อพิจารณา SEM image ของ Pure PANI (รูปที่ 4.15 (a)) พบว่าพอลิอะนิลีนที่สังเคราะห์ได้จากอะนิลีนมอนอเมอร์จะมีลักษณะเป็นเส้นใยนาโนที่มีพื้นผิวขรุขระดังที่กล่าวไว้ข้างต้น [23] ในส่วนของรูปที่ 4.15 (b) – (f) จะแสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ที่อัตราส่วนต่างๆ จะพบเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนเช่นกัน โดยจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 60 – 100 นาโนเมตร นอกจากนี้ในตัวอย่างวัสดุคอมพอสิตยังพบอนุภาคทรงกลมของ NiO โดยลักษณะของอนุภาค NiO จะประกอบไปด้วย 2 ลักษณะ ได้แก่ส่วนแรกอนุภาคทรงกลมของ NiO จะเรียงตัวกันเป็นชั้น มีลักษณะคล้ายกับแผ่นระนาบและปกคลุมอยู่ด้านบนบนเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีน ในส่วนที่ 2 อนุภาค NiO จะมีการฝังตัวอยู่ในเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีน [41] ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุ

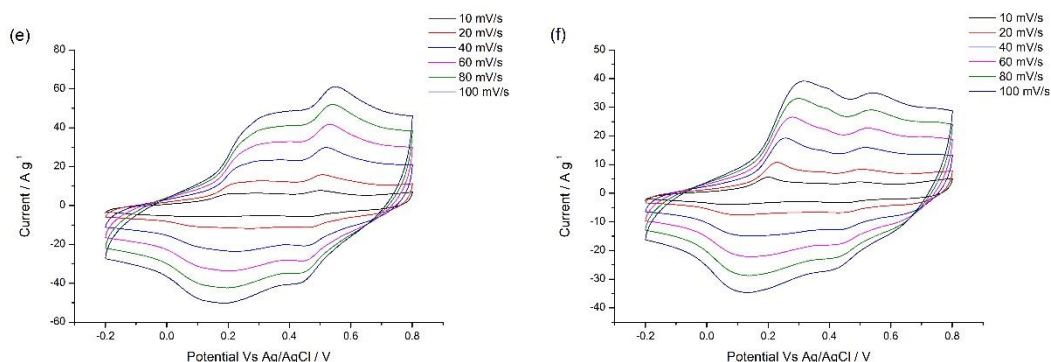
เมื่อพิจารณาผลของการเติมอนุภาคนาโน NiO จะพบว่า การเติมอนุภาคนาโน NiO ในปริมาณมากขึ้น ส่งผลให้เส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนถูกอนุภาคทรงกลมของ NiO ที่เรียงตัวกันเป็นชั้นปกคลุมมากขึ้นเช่นกัน และปริมาณที่มากเกินไปอาจส่งผลให้เกิดการรวมตัวกันของอนุภาคนาโน NiO ได้ ซึ่งลักษณะดังกล่าวสอดคล้องกับ BE images ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่แสดงในรูปที่ 4.16 โดยจะเห็นได้ว่าอนุภาคของ NiO ซึ่งเป็นตัวแทนของธาตุที่มีเลขอะตอมมากจะแสดงลักษณะของภาพที่สว่าง ในขณะที่ PANI ที่มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นคาร์บอนซึ่งเป็นธาตุที่มีเลขอะตอมน้อยจะแสดงลักษณะของภาพที่มืด [35] จากรูปจะเห็นว่าอนุภาคของ NiO มีการกระจายตัวอยู่บนเมทริกซ์ของพอลิอะนิลีน และเมื่อมีการเพิ่มปริมาณ NiO จะพบว่าอนุภาคเริ่มเกิดการรวมตัวกัน โดย PANI-NiO2.0 จะมีการกระจายตัวของอนุภาค NiO ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.48 – 2.88 ไมโครเมตร กระจายตัวบนเมทริกซ์ของพอลิอะนิลีน โดยมีการกระจายตัวที่ดีที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 4.16 (d) แต่เมื่อเติมอนุภาค NiO เพิ่มขึ้นดังรูปที่ 4.16 (e) PANI-NiO 2.5 จะพบว่าเกิดการรวมตัวกันเป็นก้อนของอนุภาค NiO ส่งผลให้เกิดการกระจายตัวที่ไม่ดี โดยลักษณะการกระจายตัวนี้จะส่งผลต่อสมบัติไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตซึ่งจะพบว่าสอดคล้องกับผลการทดสอบ CV และ GCD และจากรูปที่ 4.16 (f) จะแสดง EDS spectrum ของ PANI-NiO2.0 ซึ่งบ่งบอกถึงปริมาณธาตุคาร์บอน ไนโตรเจน ออกซิเจน และโลหะนิกเกิลในวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO

4.2.5 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV)



รูปที่ 4.17 กราฟ CV ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s





รูปที่ 4.18 กราฟ CV ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s (a) Pure PANI, (b) PANI- NiO0.5, (c) PANI- NiO1.0, (d) PANI- NiO1.5, (e) PANI- NiO2.0 และ (f) PANI- NiO2.5

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าการเก็บประจุจำเพาะของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s

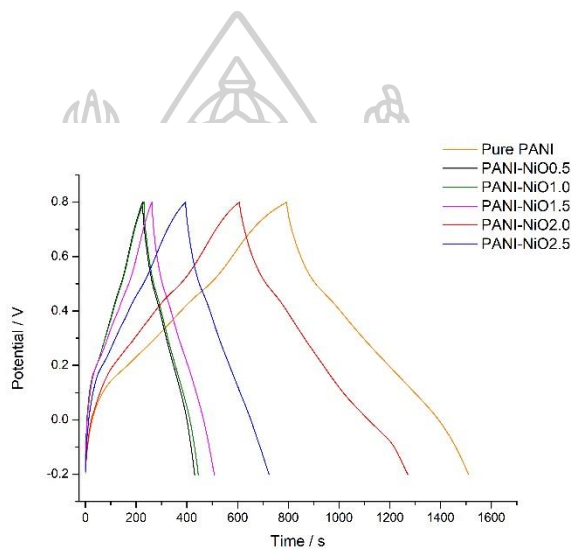
สารตัวอย่าง	ค่าการเก็บประจุจำเพาะ (F/g)					
	10 mV/s	20 mV/s	40 mV/s	60 mV/s	80 mV/s	100 mV/s
Pure PANI	601.40	594.54	564.94	534.61	505.41	482.06
PANI-NiO0.5	182.37	181.93	174.71	165.95	158.22	151.47
PANI-NiO1.0	195.68	182.63	165.69	152.00	141.09	132.58
PANI-NiO1.5	213.84	204.27	190.23	176.76	165.74	156.68
PANI-NiO2.0	440.48	424.48	397.68	371.40	348.63	329.12
PANI-NiO2.5	279.16	271.14	258.55	245.21	233.79	223.56

รูปที่ 4.17 แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (CV) ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่าลักษณะของกราฟ CV ของพอลิอะนิลีนมีรูปร่างใกล้เคียงกับสี่เหลี่ยมผืนผ้าสมมาตรและมีพีคการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 0.25 และ

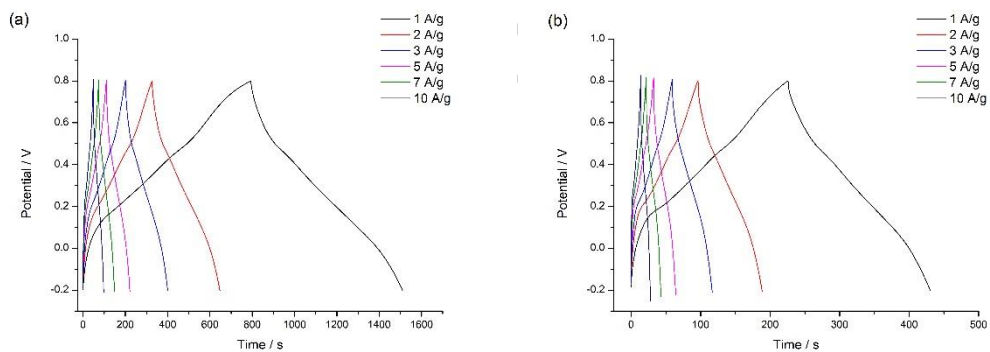
0.49 V และพีคของปฏิกิริยารีดักชันที่ตำแหน่ง 0.44 และ 0.09 V ซึ่งเป็นลักษณะการเก็บประจุเฉพาะตัวของตัวเก็บประจุแบบสองชั้นและแบบซูโดคาแพซิเตอร์ [2, 37] เมื่อพิจารณากราฟ CV ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ จะพบว่ามียูปร่างใกล้เคียงกับสี่เหลี่ยมผืนผ้าสมมาตร และมีการเกิดพีคปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ตำแหน่ง 0.28 และ 0.50 V และรีดักชันที่ตำแหน่ง 0.44 และ 0.07 V ของพอลิอะนิลีนเพียงอย่างเดียว เนื่องจากพอลิอะนิลีนให้ค่ากระแสไฟฟ้าที่สูงกว่านิเกิลออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ส่งผลให้เกิดการบิดเบ่งพีคปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันของนิเกิล [5, 41] ซึ่งจากรูปร่างของกราฟ CV จะสามารถบ่งบอกได้ว่าวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO มีลักษณะการเก็บประจุแบบลูกผสมระหว่างตัวเก็บประจุแบบสองชั้นและแบบซูโดคาแพซิเตอร์ เมื่อนำพื้นที่ใต้กราฟ CV มาคำนวณตามสมการ 3.2 เพื่อหาค่าการเก็บประจุจำเพาะดังตารางที่ 4.5 จะพบว่าวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ คือ PANI-NiO 0.5, PANI-NiO 1.0, PANI-NiO 1.5, PANI-NiO 2.0 และ PANI-NiO 2.5 มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณนิเกิลออกไซด์เพิ่มขึ้น เท่ากับ 182.37, 195.68, 213.84, 440.48 และ 279.16 F/g ตามลำดับ โดยพบว่า PANI-NiO 2.0 จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะมากที่สุด เนื่องจากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาจะพบว่า PANI-NiO2.0 มีการกระจายตัวของอนุภาคนิเกิลออกไซด์ดีที่สุดเมื่อเทียบกับอัตราส่วนต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.16 แต่เมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของพอลิอะนิลีนจะพบว่ามียูปร่างการเก็บประจุจำเพาะมากที่สุดเท่ากับ 601.40 F/g ซึ่งมีค่ามากกว่า PANI-NiO2.0 เนื่องจากในการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ นิเกิลออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะมีทั้งรูปแบบ Ni^{2+} และ Ni^{3+} ซึ่งโดยปกติแล้วรูปแบบที่เสถียรและดีที่สุดของนิเกิลออกไซด์จะอยู่ในรูป Ni^{2+} แต่การที่สังเคราะห์ได้ Ni^{3+} อาจส่งผลให้ความสามารถในการเก็บประจุลดลงและค่าการเก็บประจุจำเพาะที่ได้จึงมีค่าลดลงด้วย ดังแสดงในผลการศึกษาโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค XPS ของ PANI-NiO

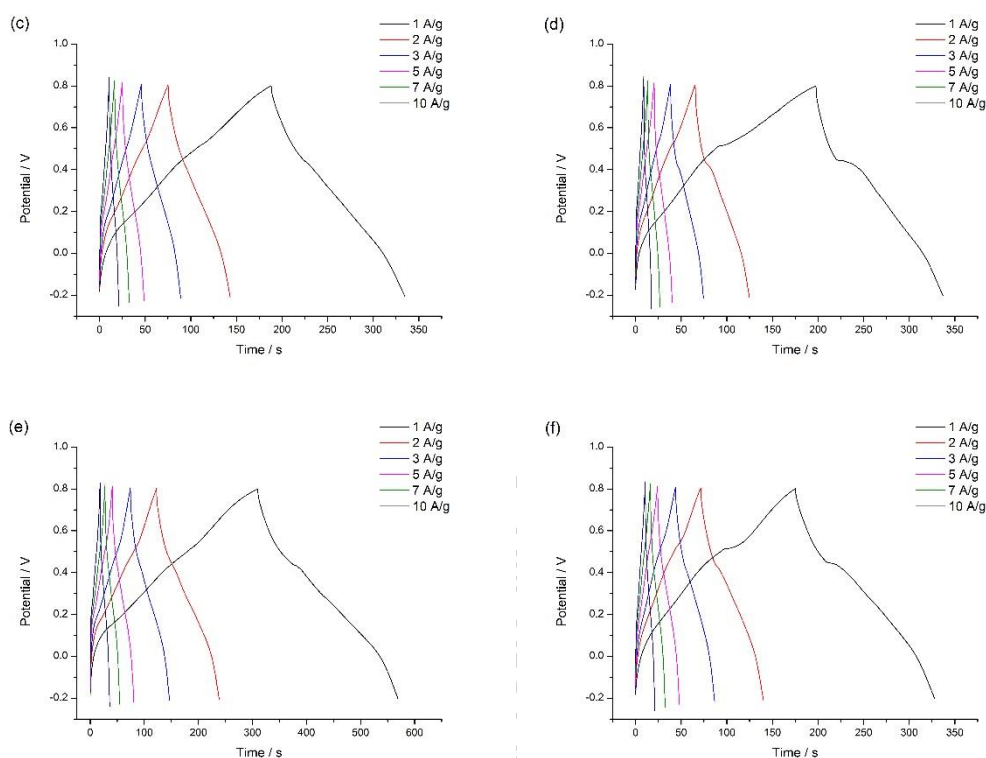
รูปที่ 4.18 แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (CV) ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ CV ของ Pure PANI และวัสดุนาโนคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ มีการเกิดพีคปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันไม่ค่อยชัดเจน และมีแนวโน้มในทิศทางเดียวกัน นั่นคือ มีการตอบสนองต่อค่ากระแสไฟฟ้าสูงขึ้น เมื่อให้อัตราเร็วในการให้ศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้น ซึ่งสามารถบ่งบอกได้ว่าพอลิอะนิลีนและ PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้และวัสดุสามารถตอบสนองต่อการให้

และรับประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ [2] แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของพอลิอะนิลีนและ PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าต่างกันดังตารางที่ 4.5 จะพบว่า เมื่ออัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ค่าการเก็บประจุจำเพาะจะมีค่าลดลงเนื่องจากที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าสูง จะให้พลังงานอย่างรวดเร็ว นั่นหมายความว่าเกิดปฏิกิริยาที่รวดเร็วและไม่สมบูรณ์ ซึ่งแต่ละอะตอมจะจัดเรียงกันอย่างไม่เป็นระเบียบ ส่งผลให้กักเก็บประจุทำได้ไม่เต็มประสิทธิภาพ ต่างจากที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าต่ำ จะให้พลังงานอย่างช้าๆ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นไปอย่างช้าๆ และสมบูรณ์ โดยแต่ละอะตอมจะจัดเรียงกันอย่างเป็นระเบียบ ส่งผลให้การกักเก็บประจุทำได้เต็มประสิทธิภาพ [2]



รูปที่ 4.19 กราฟ GCD ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g





รูปที่ 4.20 กราฟ GCD ของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 10 A/g (a) Pure PANI, (b) PANI- NiO0.5, (c) PANI- NiO1.0, (d) PANI- NiO1.5, (e) PANI- NiO2.0 และ (f) PANI- NiO2.5

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าการเก็บประจุจำเพาะของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 10 A/g

สารตัวอย่าง	ค่าการเก็บประจุจำเพาะ (F/g)					
	1 A/g	2 A/g	3 A/g	5 A/g	7 A/g	10 A/g
Pure PANI	716.50	640.40	599.40	552.50	520.10	487.00
PANI-NiO0.5	204.70	184.60	172.50	159.50	149.10	139.00
PANI-NiO1.0	214.00	187.40	172.50	153.00	140.70	127.00
PANI-NiO1.5	245.20	216.40	203.10	182.00	168.70	154.00
PANI-NiO2.0	633.90	553.20	498.30	436.00	396.20	358.00
PANI-NiO2.5	328.60	287.80	268.50	248.50	235.20	221.00

รูปที่ 4.19 แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของ Pure PANI และวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (GCD) เพื่อศึกษาค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้า ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่าเส้นโค้งของ พอลิอะนิลีนและ PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ มีส่วนที่มีการเปลี่ยนแปลงของเส้นโค้งเกิดขึ้นและส่วนที่เส้นโค้งมีความชันใกล้เคียงกับเส้นตรงซึ่งในส่วนนี้จะแสดงไม่ชัดเจน บ่งบอกถึงลักษณะการเก็บประจุไฟฟ้าแบบลูกผสมที่เกิดจากการผสมกันระหว่างตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นและตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ [41] ที่เป็นผลสนับสนุนที่สอดคล้องกับลักษณะการเก็บประจุที่ศึกษาด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีดังรูปที่ 4.17 เมื่อพิจารณาเส้นโค้ง GCD ของ PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ จะพบว่ามีบริเวณเส้นกราฟที่มีลักษณะลาดเอียงไปตามแนวแกนเวลาเล็กน้อยที่บริเวณศักย์ไฟฟ้าประมาณ 0.4 V ที่เป็นช่วงศักย์ไฟฟ้าเดียวกันกับการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของพอลิอะนิลีนในกราฟ CV ดังรูปที่ 4.19 ซึ่งสามารถกล่าวได้ว่าอิทธิพลจากกลไกการเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์ ช่วยให้เวลาในการคายประจุดีขึ้น แต่อย่างน้อยก็ใช้เวลาในการคายประจุของ Pure PANI เนื่องจากโครงสร้างนิเกิลออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์จะมีทั้งรูปแบบ Ni^{2+} และ Ni^{3+} และเมื่อพิจารณาผลของการเพิ่มปริมาณนิเกิลออกไซด์จะพบว่าเมื่อปริมาณนิเกิลออกไซด์เพิ่มขึ้น เส้นโค้งการคายประจุจะลาดเอียงมากขึ้น ทำให้เวลาในการคายประจุเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน เมื่อนำค่าเวลาที่ใช้ในการคายประจุมาคำนวณตามสมการ 3.3 เพื่อหาค่าการเก็บประจุจำเพาะดังตารางที่ 4.6 จะพบว่า PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ คือ PANI-NiO 0.5, PANI-NiO 1.0, PANI-NiO 1.5, PANI-NiO 2.0 และ PANI-NiO 2.5 มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณนิเกิลออกไซด์เพิ่มขึ้น โดยมีค่าเท่ากับ 204.70, 214.00, 245.20, 633.90 และ 328.60 F/g ตามลำดับ ซึ่งจะพบว่า PANI-NiO 2.0 จะมีค่าการเก็บประจุจำเพาะมากที่สุด แต่เมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของพอลิอะนิลีนจะพบว่ามีค่าการเก็บประจุจำเพาะมากที่สุดเท่ากับ 716.50 F/g ซึ่งมีค่ามากกว่า PANI-NiO 2.0 เนื่องจากผลของโครงสร้างนิเกิลออกไซด์จะมีทั้งรูปแบบที่มีความเสถียรสูงคือ Ni^{2+} และความเสถียรต่ำคือ Ni^{3+} อาจส่งผลให้ความสามารถในการเก็บประจุลดลง [39]

จากรูปที่ 4.20 แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของพอลิอะนิลีนและวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (GCD) เพื่อศึกษาค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้า ที่กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 1, 2, 3, 5, 7 และ 10 A/g ให้ค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ GCD ของพอลิอะนิลีนและ PANI-NiO ใน

อัตราส่วนต่างๆ มีแนวโน้มในทิศทางเดียวกัน คือเมื่อให้กระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้น จะทำให้ระยะเวลาในการคายประจุไฟฟ้าลดลง และจะพบว่ามีการปรากฏของบริเวณพื้นที่ลาดเอียงที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์ไม่ค่อยชัดเจน แสดงให้เห็นว่าพอลิอะนิลีนและ PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ สามารถตอบสนองต่อการให้และรับประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของพอลิอะนิลีนและ PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าต่างกันดังตารางที่ 4.6 จะพบว่าเมื่อให้กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นค่าการเก็บประจุจำเพาะจะมีค่าลดลง

ดังนั้นเมื่อพิจารณาจากผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี และเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ จะพบว่าวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO ในอัตราส่วนพอลิอะนิลีน 1 ส่วนต่อนิกเกิล 2 ส่วน จะเป็นอัตราส่วนที่ให้ค่าการเก็บประจุไฟฟ้าดีที่สุด เนื่องจากเป็นอัตราส่วนที่ทำให้เกิดการคายประจุที่รวดเร็วที่สุด การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา ดังรูปที่ 4.16 จึงเลือกวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0} ไปทำการสังเคราะห์ร่วมกับบริดจ์แกรฟีนออกไซด์เพื่อศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุสามองค์ประกอบ PANI-NiO-RGO ต่อไป



4.3 การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างวัสดุคอมพอสิตและรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบระหว่างพอลิเมอร์นำไฟฟ้า โลหะทรานซิชัน และรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ จะใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักพอลิอะนิลีน 1 ส่วน ต่อโลหะเงินหรือนิกเกิล 2 ส่วน ต่อรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ 1 ส่วน ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ พบว่า วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO ที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะเป็นผงสีเขียวเกือบดำผสมกับอนุภาคสีเงินและผงสีดำขนาดเล็ก ดังแสดงในรูปที่ 4.21 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO จะมีลักษณะเป็นผงสีเขียวเกือบดำผสมกับผงสีดำขนาดเล็ก ดังแสดงในรูปที่ 4.22 จากนั้นทำการศึกษสมบัติต่างๆ ดังผลการทดลองต่อไปนี้



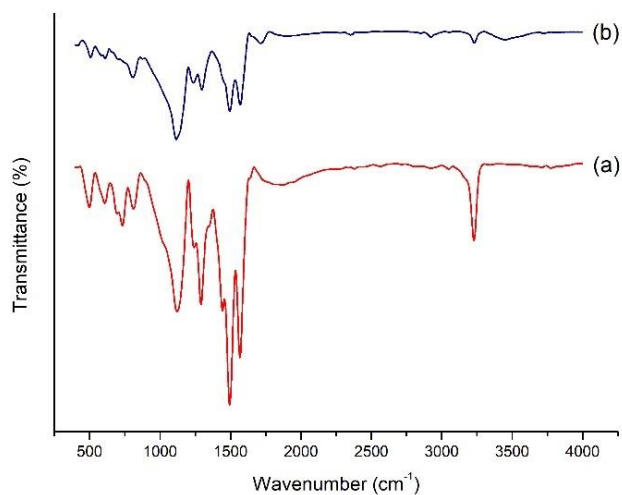
รูปที่ 4.21 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ



รูปที่ 4.22 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ

4.3.1 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)

4.3.1.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO



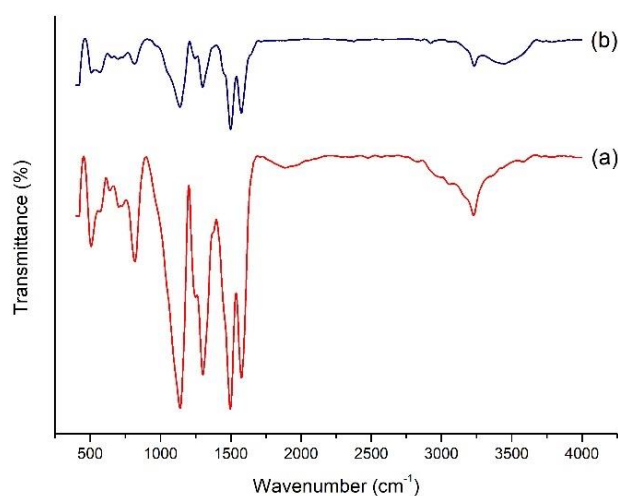
รูปที่ 4.23 FTIR spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO

ตารางที่ 4.7 ตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectra ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO

Functional group	Wavenumber (cm ⁻¹)	
	PANI-Ag2.0	PANI-Ag2.0-RGO
O-H stretching	3226	3230
C=N	1565	1568
C=C stretching	1491	1494
C-N stretching	1293	1296
B-NH ⁺ =Q	1126	1114
C-H bending	809	807
C-H stretching	591	608

ตารางที่ 4.9 แสดงพีค FTIR ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO จะพบตำแหน่งของพีคเอกลักษณ์ที่สำคัญคล้ายกัน แต่จะมีการเปลี่ยนแปลงเลขคลื่นเล็กน้อย เนื่องจากผลของการเกิดปฏิสัมพันธ์ระหว่าง PANI-Ag2.0 กับ RGO [42] ซึ่งจะปรากฏดังเลขคลื่นต่อไปนี้ ที่ตำแหน่ง 3230 cm^{-1} บ่งบอกถึง O-H stretching ของ HNO_3 ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่าง AgNO_3 และน้ำ ที่ตำแหน่ง 1568 cm^{-1} และ 1494 cm^{-1} บ่งบอกถึง C=N และ C=C stretching ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ Quinoid ring และ Benzenoid ring ในโครงสร้างของพอลิอะนิลีนตามลำดับ ที่ตำแหน่ง 1296 cm^{-1} บ่งบอกถึง C-N stretching และจะพบว่าที่ตำแหน่ง 1114 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งของ B-NH⁺=Q ที่ตำแหน่ง 811 cm^{-1} และ 607 cm^{-1} จะบ่งบอกถึง C-H bending ของวงแหวนอะโรมาติกและ C-H stretching ของพอลิอะนิลีนตามลำดับ [24, 28]

4.3.1.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO-RGO



รูปที่ 4.24 FTIR spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO2.0 และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO2.0-RGO

ตารางที่ 4.8 ตำแหน่งของพีคที่ปรากฏใน FTIR spectra ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO

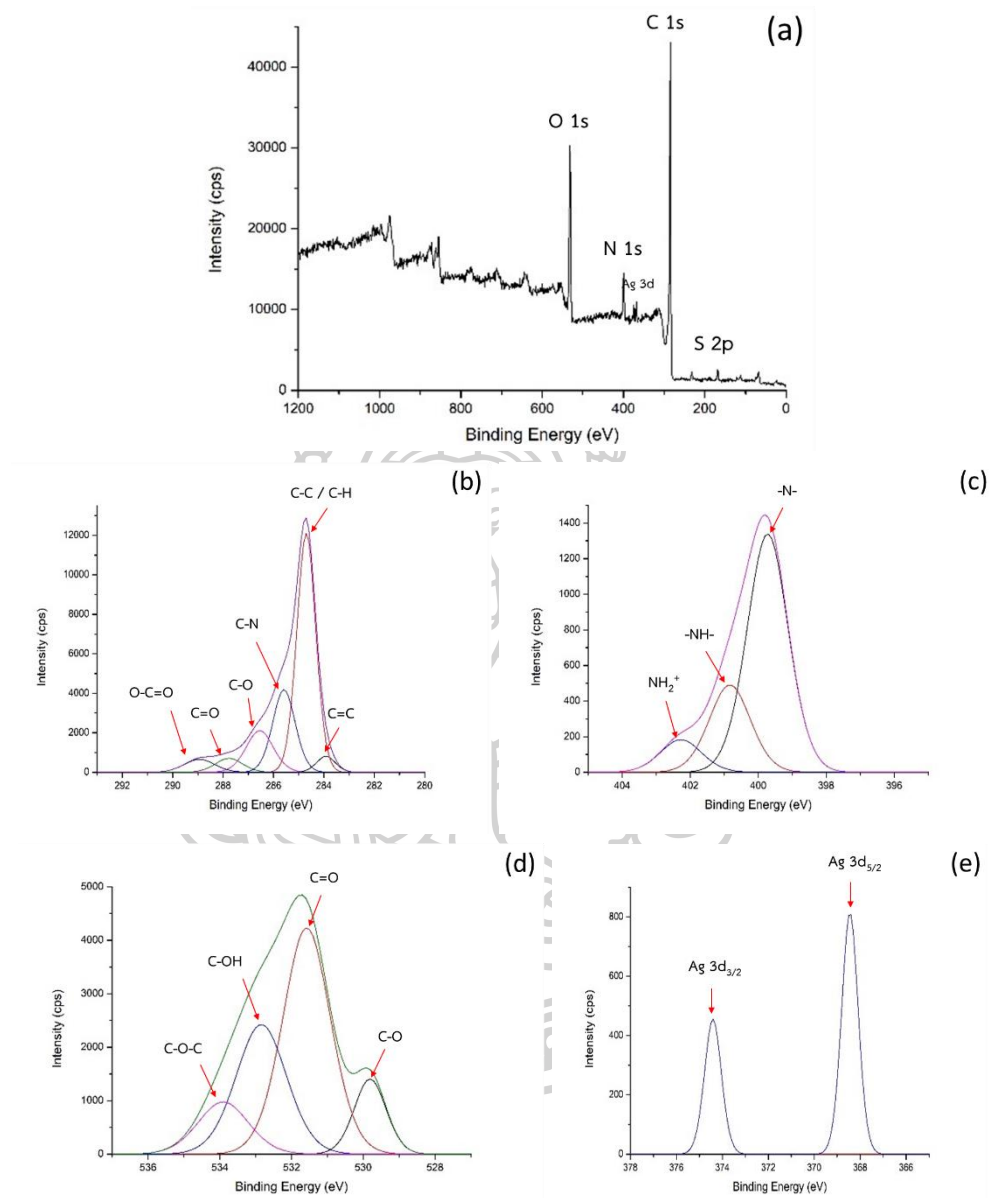
Functional group	Wavenumber (cm ⁻¹)	
	PANI-NiO _{2.0}	PANI-NiO _{2.0} -RGO
O-H stretching	3229	3233
C=N	1574	1574
C=C stretching	1496	1498
C-N stretching	1300	1299
B-NH ⁺ =Q	1138	1138
C-H bending	816	813
NiO crystal lattice	505	509

ตารางที่ 4.10 แสดงพีค FTIR ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO จะพบตำแหน่งของพีคเอกลักษณ์ที่สำคัญคล้ายกัน แต่จะมีการเปลี่ยนแปลงเลขคลื่นเล็กน้อย เนื่องจากผลของการเกิดปฏิสัมพันธ์ระหว่าง PANI-NiO_{2.0} กับ RGO [42] ซึ่งจะปรากฏดังเลขคลื่นต่อไปนี้ ที่ตำแหน่ง 3230 cm⁻¹ บ่งบอกถึง O-H stretching ที่ตำแหน่ง 1574 cm⁻¹ และ 1498 cm⁻¹ บ่งบอกถึง C=N และ C=C stretching ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ Quinoid ring และ Benzenoid ring ในโครงสร้างของพอลิอะนิลีน และจะพบว่าที่ตำแหน่ง 1138 cm⁻¹ ซึ่งเป็นตำแหน่งของ B-NH⁺=Q และพบพีคเอกลักษณ์ที่สำคัญ คือ ที่ตำแหน่ง 1299 cm⁻¹ บ่งบอกถึง C-N stretching ในโครงสร้าง Bipolaron ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างพอลิอะนิลีนและ NiO ที่ตำแหน่ง 813 cm⁻¹ บ่งบอกถึง C-H bending ในตำแหน่ง 1,4 disubstituted (para) ของ Benzene ring นอกจากนี้ยังพบพีคที่ตำแหน่ง 509 cm⁻¹ ที่แสดงถึง Ni-O crystal lattice [5, 28, 38]

จากผลการทดสอบ FTIR ไม่สามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag_{2.0}-RGO และ PANI-NiO_{2.0}-RGO ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อประสบความสำเร็จเนื่องจาก RGO คือคาร์บอนที่มีระนาบเพียง 1 ชั้น ทำให้โครงสร้างส่วนใหญ่มีองค์ประกอบเป็นคาร์บอน [43] ดังนั้นจึงต้องทำการศึกษาด้วยเทคนิคอื่นๆ ต่อไป

4.3.2 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

4.3.2.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO

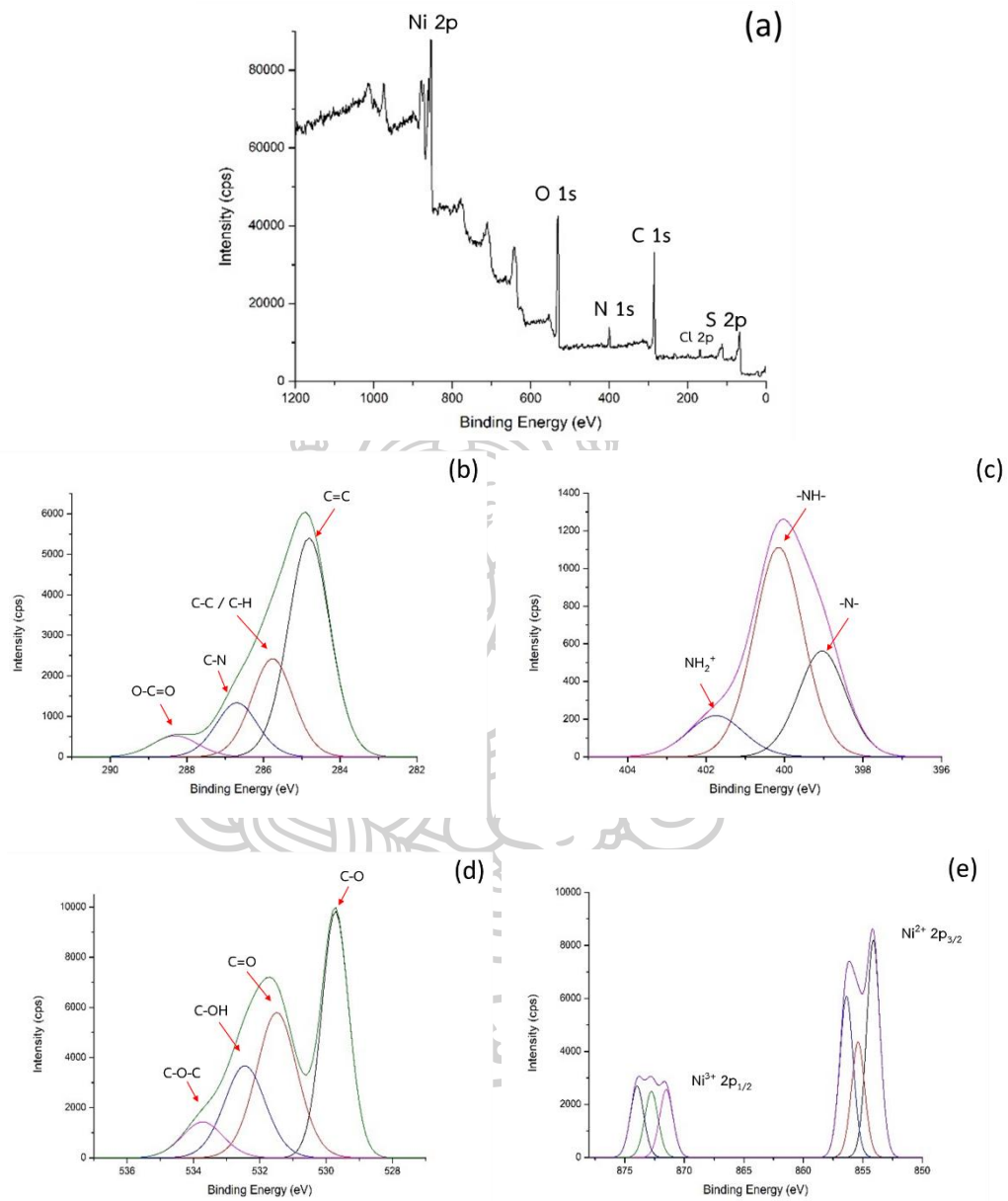


รูปที่ 4.25 spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO (b) ช่วง C 1s (c) ช่วง N 1s (d) ช่วง O 1s และ (e) Ag 3d

รูปที่ 4.25 แสดง XPS spectra ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วงพลังงาน 0-1200 eV เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO จะพบว่าเกิดพีคหลักที่บริเวณตำแหน่ง 168.00, 285.00, 368.00, 400.00 และ 532.00 eV ซึ่งเป็นสเปกตรัมของ S 2p, C 1s, Ag 3d, N 1s และ O 1s ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า PANI-Ag-RGO ประกอบไปด้วยธาตุซัลเฟอร์ 2.02%, คาร์บอน 67.87%, ซิลเวอร์ 1.22%, ไนโตรเจน 6.40% และออกซิเจน 16.82%

รูปที่ 4.25 (b) เป็นผลการทดสอบที่ได้จากการสแกนอย่างละเอียดในช่วงพลังงานของการเกิดพันธะ C 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 6 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 283.89, 284.67, 284.57, 286.56, 287.788 และ 288.92 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ C=C, C-C/C-H, C-N, C-O, C=O และ O-C=O ตามลำดับ [30] รูปที่ 4.25 (c) การเกิดพันธะ N 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 3 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 399.73, 400.84 และ 402.28 eV จะแสดงถึงพลังงานจากพันธะ Quinoid imine (-N-), Benzenoid amine (-NH-) และ Positive charge nitrogen (NH₂⁺) ตามลำดับ [30] รูปที่ 4.25 (d) การเกิดพันธะ O 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 4 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 529.80, 531.60, 532.82 และ 533.89 eV จะแสดงถึงพลังงานจากพันธะ C-O, C=O, C-OH และ C-O-C ตามลำดับ [31] และรูปที่ 4.25 (e) การเกิดพันธะ Ag 3d จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 2 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งดังนี้ 368.43 และ 374.41 eV จะแสดงถึงพลังงานจากพันธะ Ag 3d_{5/2} และ Ag 3d_{3/2} ตามลำดับ [32, 33] ซึ่งการปรากฏของพีคดังกล่าวจะสามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ประสบความสำเร็จ โดยจะพบว่าพีคที่ปรากฏมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับพีคของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ซึ่งจะบ่งบอกถึงการเกิดปฏิสัมพันธ์ระหว่าง PANI-Ag2.0 และ RGO

4.3.2.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO



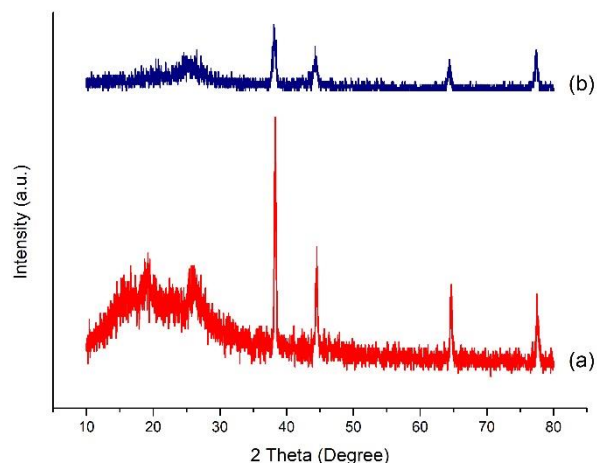
รูปที่ 4.26 XPS spectra ของ (a) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO
(b) ช่วง C 1s (c) ช่วง N 1s (d) ช่วง O 1s และ (e) Ni 2p

รูปที่ 4.26 แสดง XPS spectra ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วงพลังงาน 0-1200 eV เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO จะพบว่าเกิดพีคหลักที่บริเวณตำแหน่ง 168.00, 202.00, 285.00, 399.00, 530.00 และ 854.00 eV ซึ่งเป็นสเปกตรัมของ S 2p, Cl 2p, C 1s, N 1s, O 1s และ Ni 2p ตามลำดับ โดย PANI-NiO₂.0-RGO จะประกอบไปด้วยธาตุซัลเฟอร์ 1.27%, คลอรีน 0.29%, คาร์บอน 26.05%, ไนโตรเจน 2.45%, ออกซิเจน 17.28% และนิกเกิล 52.65%

รูปที่ 4.26 (b) เป็นผลการทดสอบที่ได้จากการสแกนอย่างละเอียดในช่วงพลังงานของการเกิดพันธะ C 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 4 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 284.74, 285.73, 286.80 และ 288.29 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ C=C, C-C/C-H, C-N และ O-C=O ตามลำดับ [30] รูปที่ 4.26 (c) การเกิดพันธะ N 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 3 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 398.76, 400.01 และ 401.47 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ Quinoid imine (-N-), Benzenoid amine (-NH-) และ Positive charge nitrogen (NH₂⁺) ตามลำดับ [30] รูปที่ 4.26 (d) การเกิดพันธะ O 1s จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 4 ชนิด โดยเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 529.78, 531.55, 532.58 และ 533.73 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ C-O, C=O, C-OH และ C-O-C ตามลำดับ [31] และรูปที่ 4.26 (e) การเกิดพันธะ Ni 2p จะพบว่าพีคที่ได้จากการทดสอบมีการซ้อนทับกันของพลังงานพันธะ 2 ช่วง โดยในช่วงแรกยอดพีคจะอยู่ที่ประมาณ 853.00 – 860.00 eV เกิดที่ตำแหน่งดังนี้ 854.16, 855.38 และ 856.44 eV และช่วงที่สองพีคจะอยู่ที่ประมาณ 871.00 – 880.00 eV เกิดที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ 871.54, 872.76 และ 873.87 eV จะสามารถเชื่อมโยงได้ว่าเป็นพลังงานจากพันธะ Ni²⁺ 2p_{3/2} และ Ni³⁺ 2p_{1/2} ตามลำดับ [39, 40] ซึ่งการปรากฏของพีคดังกล่าวจะสามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ประสบความสำเร็จ โดยจะพบว่าพีคที่ปรากฏมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับพีคของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO₂.0 ซึ่งจะบ่งบอกถึงการเกิดปฏิสัมพันธ์ระหว่าง PANI-NiO₂.0 และ RGO

4.3.3 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)

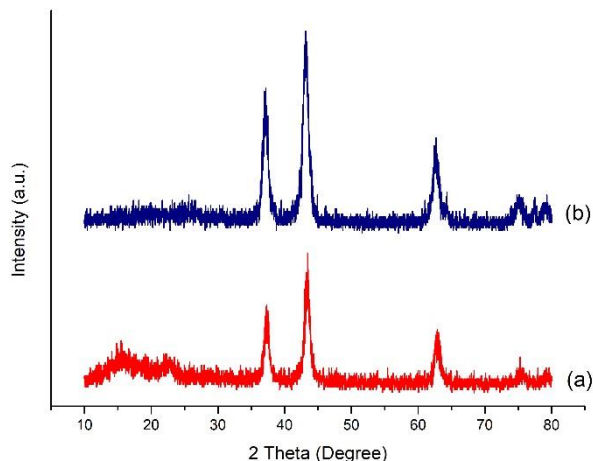
4.3.3.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO



รูปที่ 4.27 XRD diffractogram ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag₂O และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO

รูปที่ 4.27 แสดง XRD diffractogram เปรียบเทียบระหว่างวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag₂O และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO พบว่าการปรากฏพีกที่มีลักษณะคล้ายกันคือปรากฏพีกกว้างและมีความเข้มของพีกต่ำที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ $10-35^\circ$ ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะบ่งบอกถึงความเป็นเอกลักษณ์ของพอลิอะนิลีนที่มีลักษณะกึ่งผลึกและยังบ่งบอกถึงการมี RGO อยู่ในโครงสร้างของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO ด้วย โดย RGO คือคาร์บอนระนาบชั้นเดียวกับแกรไฟต์แต่ความเป็นระเบียบของโครงสร้างจะลดลงเนื่องจากการถูกรีดิวซ์ ส่งผลให้ RGO มีการปรากฏพีกกว้างที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 23.6° ระนาบผลึก (0 0 2) ซึ่งพีกดังกล่าวจะอยู่ในช่วงเดียวกับตำแหน่งพีกของพอลิอะนิลีน [43] และจะพบการปรากฏพีกแหลมและมีความเข้มของพีกสูงที่ 2θ เท่ากับ 31.2° , 32.5° , 38.1° , 44.2° , 64.3° และ 77.50° จะแสดงถึงระนาบ (2 0 2), (1 1 1), (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0) และ (3 1 1) ตามลำดับ สอดคล้องกับ JCPDS file 04-0783 [28] ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะบ่งบอกถึงการเกิดผลึกแบบ Face centered cubic (FCC) ของอนุภาคโลหะเงินในรูปแบบ AgO, Ag₂O และ Ag⁰

4.3.3.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO



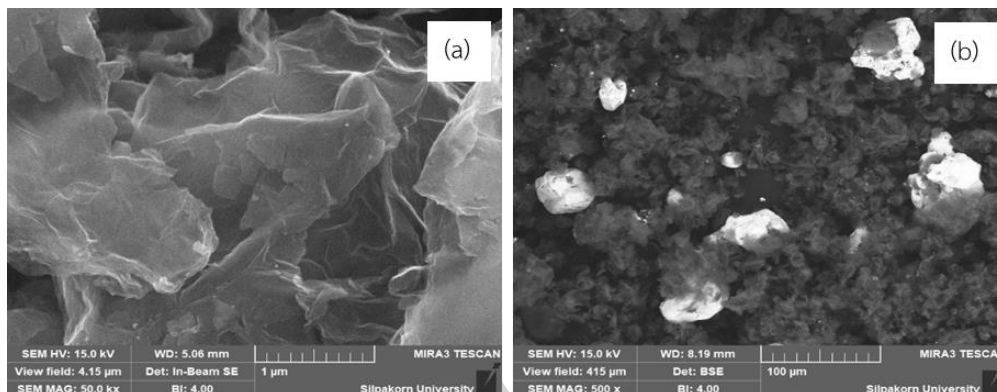
รูปที่ 4.28 XRD diffractogram ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0} และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI- NiO_{2.0}-RGO

รูปที่ 4.28 แสดง XRD diffractogram เปรียบเทียบระหว่างวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO จะพบว่ามีปรากฏการณ์ที่มีลักษณะคล้ายกัน คือปรากฏการณ์ที่มีลักษณะกว้างและมีความเข้มของพีคต่ำที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ $10-35^\circ$ ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะบ่งบอกถึงความเป็นเอกลักษณ์ของพอลิอะนิลีนที่มีลักษณะกิ่งผลึกและยังบ่งบอกถึงการมี RGO อยู่ในโครงสร้างของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO ด้วย เนื่องจากพีคของ RGO จะอยู่ในช่วงเดียวกับตำแหน่งพีคของพอลิอะนิลีน และจะพบการปรากฏพีคแหลมและมีความเข้มของพีคสูงที่ 2θ เท่ากับ 37.4° , 43.7° และ 62.5° แสดงถึงระนาบ (1 1 1), (2 0 0) และ (2 2 0) ตามลำดับ สอดคล้องกับ JCPDS no. 47-1049 [39, 44] ที่เกิดจากการสะท้อนกลับของโครงสร้างผลึกของนิกเกิลออกไซด์

จากผลการทดสอบ XRD จะพบว่ายังไม่สามารถยืนยันได้แน่ชัดว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag_{2.0}-RGO และ PANI-NiO_{2.0}-RGO ด้วยกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อประสบความสำเร็จเนื่องจากช่วงการปรากฏพีคของ RGO อยู่ในช่วงเดียวกับตำแหน่งพีคของพอลิอะนิลีน ทำให้ไม่สามารถบอกได้ชัดเจนว่าเป็นพีคของ RGO ดังนั้นจึงต้องทำการศึกษาด้วยเทคนิคอื่นๆ ต่อไป

4.3.4 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)

4.3.4.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO

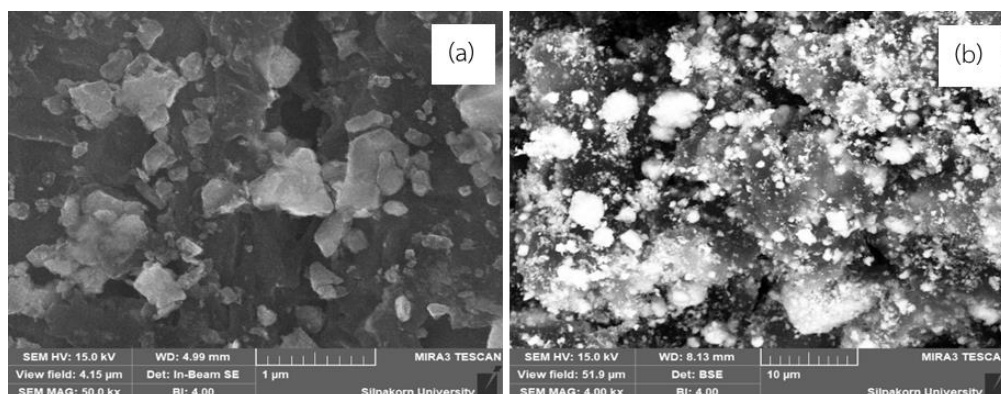


รูปที่ 4.29 ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ (a) SEM image ของ PANI-Ag2.0-RGO และ (b) BE images ของ PANI-Ag2.0-RGO

รูปที่ 4.29 (a) แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO เป็นการศึกษาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ที่ความต่างศักย์ 15 kV กำลังขยาย 50,000 เท่า พบว่า RGO จะมีลักษณะเป็นแผ่นบางซ้อนทับกันเป็นริ้ว และลักษณะทางพื้นผิวมีลักษณะขรุขระ สำหรับลักษณะเป็นริ้ว เกิดจากโครงสร้างของ RGO ที่เป็นแผ่นระนาบคาร์บอน 2 มิติ ซึ่งเมื่อเทียบกับลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 ดังรูปที่ 4.5 (e) จะพบว่า PANI-Ag2.0-RGO จะไม่มีการปรากฏของเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีน เนื่องจาก Polyaniline nanofibers จะถูก RGO ที่มีลักษณะเป็นแผ่นบางปกคลุมอยู่ [34, 42, 45] แต่ยังพบอนุภาคโลหะเงินเป็นที่มีลักษณะเป็นก้อนกลมฝังตัวอยู่ในแผ่นของ RGO ซึ่งลักษณะสัณฐานวิทยาเช่นนี้จะส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมี คือ จะช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสในการเก็บประจุไฟฟ้าให้มากขึ้น ส่งผลให้ค่าการเก็บประจุจำเพาะเพิ่มขึ้นด้วย ดังตารางที่ 4.9

รูปที่ 4.29 (b) แสดง BE image ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO โดยทำการศึกษาในโหมดการตรวจจับสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์จะพบว่าบริเวณที่มีลักษณะมืดจะบ่งบอกถึง RGO และ PANI ที่มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นคาร์บอน และบริเวณที่มีลักษณะสว่างจะบ่งบอกถึงอนุภาคโลหะเงินที่มีลักษณะเป็นก้อนทรงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 15.04 – 76.51 ไมโครเมตร กระจายอยู่บนพื้นผิวของ RGO และบางก้อนจะพบว่าการฝังตัวอยู่ใน RGO

4.3.4.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO



รูปที่ 4.30 ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ (a) SEM image ของ PANI-NiO₂.0-RGO และ (b) BE images ของ PANI-NiO₂.0-RGO

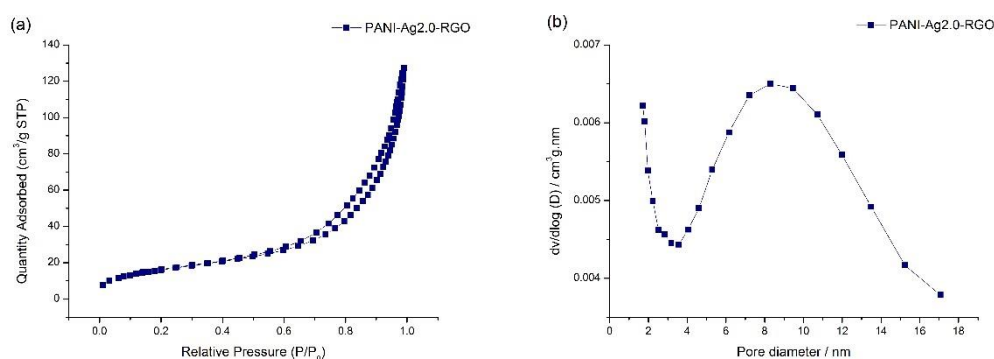
รูปที่ 4.30 (a) แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO เป็นการศึกษาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ที่ความต่างศักย์ 15 kV และที่กำลังขยาย 50,000 เท่า พบว่ามี RGO ลักษณะเป็นแผ่นบางซ้อนทับกัน และลักษณะทางพื้นผิวมีลักษณะขรุขระ แต่จะพบว่า RGO ไม่มีลักษณะเป็นริ้วซ้อนทับกันเหมือนกับวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂.0-RGO ดังรูปที่ 4.29 (a) เนื่องจากมีอนุภาคของนิกเกิลออกไซด์ที่มีรูปร่างเป็นทรงเหลี่ยมและทรงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.097 – 0.64 ไมโครเมตร กระจายตัวอยู่บนพื้นผิวที่มีลักษณะขรุขระ ส่งผลให้ไปขัดขวางการซ้อนทับกันของแผ่น RGO [46] ซึ่งลักษณะสัณฐานวิทยาเช่นนี้จะส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมี คือ จะทำให้พื้นที่ผิวสัมผัสในการเก็บประจุไฟฟ้าให้ลดลง ส่งผลให้ค่าการเก็บประจุจำเพาะลดลงด้วย ดังตารางที่ 4.11 และเมื่อเทียบกับลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO₂.0 ดังรูปที่ 4.15 (e) จะพบว่า PANI-NiO₂.0-RGO จะไม่มีการปรากฏของเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีน เนื่องจากเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีน จะถูก RGO ที่มีลักษณะเป็นแผ่นบางปกคลุมอยู่

รูปที่ 4.30 (b) แสดง BE image ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO โดยทำการศึกษาในโหมดการตรวจจับสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์จะพบว่าบริเวณที่มีลักษณะมืดจะบ่งบอกถึง RGO และพอลิอะนิลีน ที่มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นคาร์บอน และบริเวณที่มีลักษณะสว่างจะบ่งบอกถึงอนุภาคนิกเกิลออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นทรงเหลี่ยมและก้อนทรงกลม กระจายอยู่บนพื้นผิวของ RGO

ดังนั้นจากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM สามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO และ PANI-NiO₂-RGO ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อประสบความสำเร็จเนื่องจากการปรากฏ RGO ลักษณะเป็นแผ่นบางซ้อนทับกัน

4.3.5 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Gas Adsorption (BET)

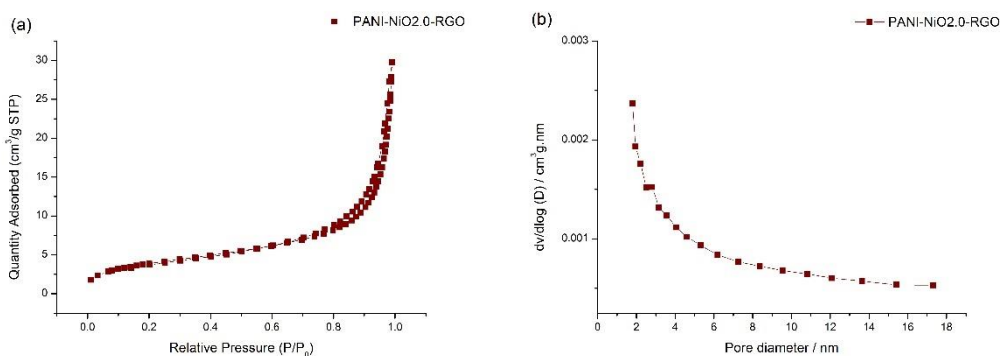
4.3.5.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO



รูปที่ 4.31 (a) ไอโซเทิร์มการดูดซับ และ (b) การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO

รูป 4.31 (a) แสดงไอโซเทิร์มการดูดซับของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO ที่ได้จากการศึกษาโครงสร้างของพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของวัสดุคอมพอสิตโดยใช้ทฤษฎีของ Brunauer-Emmett-Teller (BET) และ Barrett-Joyner-Halenda (BJH) ซึ่งจะอาศัยการดูดซับของแก๊สไนโตรเจนที่บริเวณผิวหน้าและบริเวณภายในรูพรุนของตัวอย่าง จะพบว่าลักษณะกราฟของ PANI-Ag₂O-RGO มีการเกิดฮิสเทอรีซิสลูป (Hysteresis loop) ซึ่งจะสอดคล้องกับไอโซเทิร์มชนิดที่ 4 (Isotherm type IV) ตามระบบ IUPAC จะบ่งบอกถึงการก่อตัวของโครงสร้างในระดับเมโซพอร์ส (Mesoporous) ที่มีรูพรุนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 2 – 50 nm และเมื่อพิจารณาพื้นที่ผิวจำเพาะจะพบว่า PANI-Ag₂O-RGO มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 56.81 m²/g สอดคล้องกับผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาดังรูปที่ 4.29 (a) จะพบว่ามีอนุภาคโลหะเงินฝังตัวใน RGO ที่มีลักษณะเป็นแผ่นบางซ้อนทับกันเป็นริ้ว จากรูปที่ 4.31 (b) แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ PANI-Ag₂O-RGO พบว่ามีขนาดรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 6.66 nm และปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.0861 cm³/g

4.3.5.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO



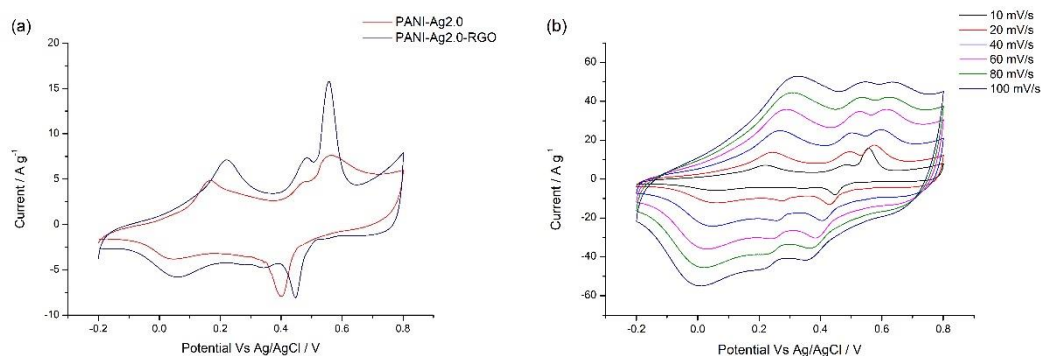
รูปที่ 4.32 (a) ไอโซเทิร์มการดูดซับ และ (b) การกระจายตัวของขนาดรูพรุน
ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO

รูป 4.32 (a) แสดงไอโซเทิร์มการดูดซับของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO จะพบว่าลักษณะกราฟมีการเกิดฮิสเทอรีซิสลูป ซึ่งจะสอดคล้องกับไอโซเทิร์มชนิดที่ 4 ตามระบบ IUPAC บ่งบอกถึงการก่อดั้วของโครงสร้างในระดับเมโซพอร์ส และเมื่อพิจารณาพื้นที่ผิวจำเพาะจะพบว่า PANI-NiO_{2.0}-RGO มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 13.70 m²/g สอดคล้องกับผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาตั้งรูปที่ 4.30 (b) จะพบว่าอนุภาคของนิกเกิลออกไซด์กระจายตัวบนแผ่น RGO ส่งผลให้เกิดการขัดขวางการซ้อนทับกันของแผ่น RGO จากรูปที่ 4.32 (b) แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ PANI-NiO_{2.0}-RGO พบว่ามีขนาดรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 6.98 nm และปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.0133 cm³/g

ดังนั้นเมื่อเปรียบเทียบผลการทดสอบด้วยเทคนิค Gas Adsorption ตามทฤษฎี BET และ BJH ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag_{2.0}-RGO และ PANI-NiO_{2.0}-RGO พบว่ามีขนาดรูพรุนเฉลี่ยใกล้เคียงกัน แต่ PANI-Ag_{2.0}-RGO จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนมากกว่า PANI-NiO_{2.0}-RGO เนื่องจากลักษณะสัณฐานวิทยาที่เกิดขึ้นมีลักษณะแตกต่างกัน ทำให้ส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตด้วย ดังแสดงในผลการทดสอบ CV และ GCD

4.3.6 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV)

4.3.6.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO



รูปที่ 4.33 กราฟ CV ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s

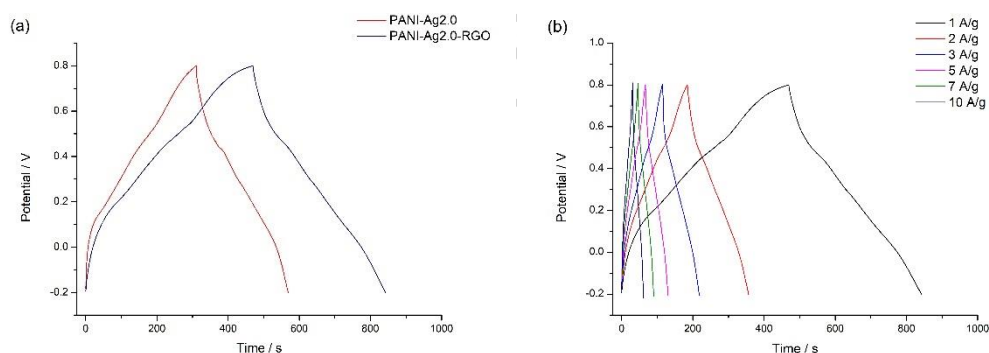
ตารางที่ 4.9 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s

สารตัวอย่าง	ค่าการเก็บประจุจำเพาะ (F/g)					
	10 mV/s	20 mV/s	40 mV/s	60 mV/s	80 mV/s	100 mV/s
PANI-Ag2.0	306.61	278.06	256.02	239.34	226.19	215.72
PANI-Ag2.0-RGO	394.85	393.51	378.48	374.48	353.09	340.48

รูปที่ 4.33 (a) แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีเปรียบเทียบระหว่างวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และวัสดุนาโนคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (CV) ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ CV ของ PANI-Ag2.0 และ PANI-Ag2.0-RGO มีรูปร่างใกล้เคียงกับสี่เหลี่ยมผืนผ้าสมมาตรซึ่งเป็นลักษณะการเก็บประจุเฉพาะตัวของตัวเก็บประจุแบบสองชั้น และนอกจากนี้ยังพบว่ามีการเกิดฟิคของปฏิกิริยาออกซิเดชันที่มีการเปลี่ยนแปลงจากตำแหน่ง 0.16, 0.46 และ 0.56 V ไปยังตำแหน่ง 0.22, 0.48 และ 0.56 V และฟิคของปฏิกิริยารีดักชันที่มีการเปลี่ยนแปลงจากตำแหน่ง 0.06 และ

0.41 V ไปยังตำแหน่ง 0.07 และ 0.44 V เนื่องจากปฏิสัมพันธ์ระหว่าง PANI-Ag₂O และ RGO ซึ่งการเกิดพีกของปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันจะบ่งบอกถึงลักษณะการเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์ [37, 42] และเมื่อนำพื้นที่ใต้กราฟ CV มาคำนวณตามสมการ 3.2 เพื่อหาค่าการเก็บประจุจำเพาะดังตารางที่ 4.9 จะพบว่า PANI-Ag₂O-RGO มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 394.85 F/g ซึ่งมีค่ามากกว่า PANI-Ag₂O ที่มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 306.61 F/g เนื่องจากผลการศึกษา ลักษณะสัณฐานวิทยา ดังรูปที่ 4.29 จะพบว่า การสังเคราะห์ PANI-Ag₂O ร่วมกับ RGO จะทำให้อนุภาคโลหะเงินฝังตัวในชั้นของ RGO และนอกจากนี้ RGO ที่มีลักษณะเป็นแผ่นบางจะไปปกคลุมเส้นใยนาโนพอลิอะนิลีนและชั้นของ RGO จะเกิดการซ้อนกันเป็นริ้ว ส่งผลให้พื้นที่ผิวสัมผัสในการเก็บประจุมีค่าเพิ่มขึ้น [42, 45]

จากรูปที่ 4.33 (b) แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO ด้วยเทคนิค CV ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ CV วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO มีการเกิดพีกปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันไม่ค่อยชัดเจน และมีแนวโน้มในทิศทางเดียวกัน คือมีการตอบสนองต่อค่ากระแสไฟฟ้าสูงขึ้น เมื่อให้อัตราเร็วในการให้ศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้น PANI-Ag₂O-RGO สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้และวัสดุสามารถตอบสนองต่อการให้และรับประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของ PANI-Ag₂O-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าต่างกันดังตารางที่ 4.9 จะพบว่า เมื่ออัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ค่าการเก็บประจุจำเพาะจะมีค่าลดลง [2]



รูปที่ 4.34 กราฟ GCD ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag₂O และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 10 A/g

ตารางที่ 4.10 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 10 A/g

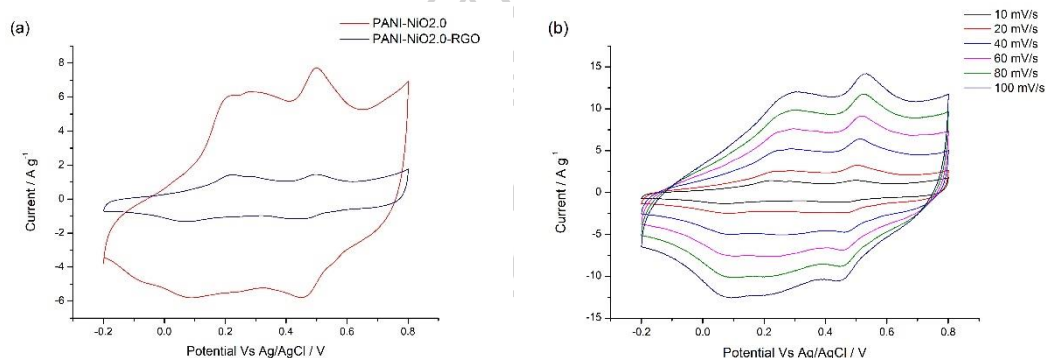
สารตัวอย่าง	ค่าการเก็บประจุจำเพาะ (F/g)					
	1 A/g	2 A/g	3 A/g	5 A/g	7 A/g	10 A/g
PANI-Ag2.0	259.30	231.40	216.30	200.50	191.10	178.00
PANI-Ag2.0-RGO	373.20	343.40	309.00	318.00	310.10	302.00

รูปที่ 4.34 (a) แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีเปรียบเทียบระหว่างวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ด้วยเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (GCD) เพื่อศึกษาค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้า ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่าเส้นโค้งของ PANI-Ag2.0 และ PANI-Ag2.0-RGO มีทั้งในส่วนของเส้นโค้งที่มีความชันใกล้เคียงกับเส้นตรงและในส่วนที่มีการเปลี่ยนแปลงของเส้นโค้งเกิดขึ้น ซึ่งจะบ่งบอกถึงลักษณะการเก็บประจุไฟฟ้าแบบลูกผสมที่เกิดจากการผสมกันระหว่างตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นและตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ [45] ที่เป็นผลสนับสนุนที่สอดคล้องกับลักษณะการเก็บประจุที่ศึกษาด้วยเทคนิค CV ดังรูปที่ 4.33 เมื่อพิจารณาเส้นโค้ง GCD ของ PANI-Ag2.0 และ PANI-Ag2.0-RGO จะพบว่ามึบริเวณเส้นกราฟที่มีลักษณะลาดเอียงไปตามแนวแกนเวลาเล็กน้อยที่บริเวณศักย์ไฟฟ้าประมาณ -0.4 V ที่เป็นช่วงศักย์ไฟฟ้าเดียวกันกับการเกิดปฏิกิริยารีดักชันในกราฟ CV ดังรูปที่ 4.29 ซึ่งสามารถกล่าวได้ว่าอิทธิพลจากกลไกการเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์ ช่วยให้เวลาในการคายประจุดีขึ้น [42] เมื่อนำค่าเวลาที่ใช้ในการคายประจุมาคำนวณตามสมการ 3.3 เพื่อหาค่าการเก็บประจุจำเพาะดังตารางที่ 4.10 จะพบว่า PANI-Ag2.0-RGO มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 373.20 F/g ซึ่งมึค่ามากกว่า PANI-Ag2.0 ที่มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 259.30 F/g เนื่องจากผลของการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0 ร่วมกับ RGO

จากรูปที่ 4.34 (b) แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag2.0-RGO ด้วยเทคนิค GCD เพื่อศึกษาค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้า ที่กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 1, 2, 3, 5, 7 และ 10 A/g ให้ค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ GCD ของ PANI-Ag2.0-RGO มีแนวโน้มในทิศทางเดียวกัน คือเมื่อให้

กระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้น จะทำให้ระยะเวลาในการคายประจุไฟฟ้าลดลง และจะพบว่ามีการปรากฏของบริเวณพื้นที่ลาดเอียงที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์ชัดเจน แสดงให้เห็นว่า วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO สามารถตอบสนองต่อการให้และรับประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ [2] แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของ PANI-Ag₂O-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าต่างกั้ดังตารางที่ 4.10 จะพบว่าเมื่อให้กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นค่าการเก็บประจุจำเพาะจะมีค่าลดลง

4.3.6.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO



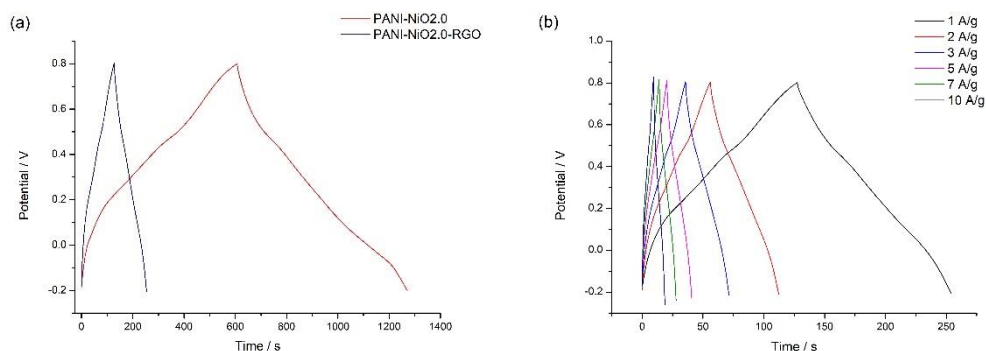
รูปที่ 4.35 กราฟ CV ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO₂.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s

ตารางที่ 4.11 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO₂.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 - 100 mV/s

สารตัวอย่าง	ค่าการเก็บประจุจำเพาะ (F/g)					
	10 mV/s	20 mV/s	40 mV/s	60 mV/s	80 mV/s	100 mV/s
PANI-NiO ₂ .0	440.48	424.48	397.68	371.40	348.63	329.12
PANI-NiO ₂ .0-RGO	90.39	91.58	93.08	91.20	88.87	86.35

รูปที่ 4.35 (a) แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีเปรียบเทียบระหว่างวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO₂.0 และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (CV) ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ CV ของ PANI-NiO₂.0 และ PANI-NiO₂.0-RGO มีรูปร่างใกล้เคียงกับสี่เหลี่ยมผืนผ้าสมมาตรซึ่งเป็นลักษณะการเก็บประจุเฉพาะตัวของตัวเก็บประจุแบบสองชั้น [5] และนอกจากนี้ยังพบว่ามี การเกิดพีคของปฏิกิริยาออกซิเดชันที่มีการเปลี่ยนแปลงจากตำแหน่ง 0.25 และ 0.49 V ไปยังตำแหน่ง 0.22 และ 0.50 V และพีคของปฏิกิริยารีดักชันที่มีการเปลี่ยนแปลงจากตำแหน่ง 0.10 และ 0.42 V ไปยังตำแหน่ง 0.06 และ 0.43 V เนื่องจากปฏิสัมพันธ์ระหว่าง PANI-NiO₂.0 และ RGO [46] ซึ่งการเกิดพีคของปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันจะบ่งบอกถึงลักษณะการเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์ และเมื่อนำพื้นที่ใต้กราฟ CV มาคำนวณตามสมการ 3.2 เพื่อหาการเก็บประจุจำเพาะดังตารางที่ 4.11 จะพบว่า PANI-NiO₂.0-RGO มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 90.39 F/g ซึ่งมีค่าน้อยกว่า PANI-NiO₂.0 ที่มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 440.48 F/g เนื่องจากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา ดังรูปที่ 4.30 จะพบว่าการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO₂.0 ร่วมกับ RGO จะทำให้อนุภาคของนิกเกิลออกไซด์ที่มีรูปร่างเป็นทรงเหลี่ยมและทรงกลม กระจายตัวอยู่บนพื้นผิวที่มีลักษณะขรุขระ ส่งผลให้ไปขัดขวางการซ้อนทับกันของแผ่น RGO ส่งผลให้พื้นที่ผิวสัมผัสในการเก็บประจุไฟฟ้าให้ลดลง ส่งผลให้ค่าการเก็บประจุจำเพาะลดลงด้วย [46]

จากรูปที่ 4.35 (b) แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ด้วยเทคนิค CV ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ CV วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO มีการเกิดพีคปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันชัดเจน และมีแนวโน้มในทิศทางเดียวกัน คือมีการตอบสนองต่อค่ากระแสไฟฟ้าสูงขึ้น เมื่อให้อัตราเร็วในการให้ศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้น PANI-NiO₂.0-RGO สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้และวัสดุสามารถตอบสนองต่อการให้และรับประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของ PANI-NiO₂.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าต่างกัันดังตารางที่ 4.11 จะพบว่าเมื่ออัตราการให้ศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ค่าการเก็บประจุจำเพาะจะมีค่าลดลง [2]



รูปที่ 4.36 แสดงกราฟ GCD ของ (a) วัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และ (b) วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 10 A/g

ตารางที่ 4.12 ค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 – 10 A/g

สารตัวอย่าง	ค่าการเก็บประจุจำเพาะ (F/g)					
	1 A/g	2 A/g	3 A/g	5 A/g	7 A/g	10 A/g
PANI-NiO _{2.0}	633.90	553.20	498.30	436.00	396.20	358.00
PANI-NiO _{2.0} -RGO	126.30	112.40	107.10	101.50	97.30	93.00

รูปที่ 4.36 (a) แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีเปรียบเทียบระหว่างวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0} และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO-RGO ด้วยเทคนิคัลบ์วาโนสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (GCD) เพื่อศึกษาค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้า ที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่าเส้นโค้งของ PANI-NiO_{2.0} และ PANI-NiO_{2.0}-RGO มีทั้งในส่วนของเส้นโค้งที่มีความชันใกล้เคียงกับเส้นตรงและในส่วนที่มีการเปลี่ยนแปลงของเส้นโค้งเกิดขึ้น ซึ่งจะบ่งบอกถึงลักษณะการเก็บประจุไฟฟ้าแบบลูกผสมที่เกิดจากการผสมกันระหว่างตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นและตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ ที่เป็นผลสนับสนุนที่สอดคล้องกับลักษณะการเก็บประจุที่ศึกษาด้วยเทคนิค CV ดังรูปที่ 4.35 เมื่อพิจารณาเส้นโค้ง GCD ของ PANI-NiO_{2.0} และ PANI-NiO_{2.0}-RGO จะพบว่าไม่มีบริเวณเส้นกราฟที่มีลักษณะลาดเอียงไปตามแนวแกนเวลาเล็กน้อยที่บริเวณศักย์ไฟฟ้าประมาณ -0.4 V ที่เป็นช่วงศักย์ไฟฟ้า

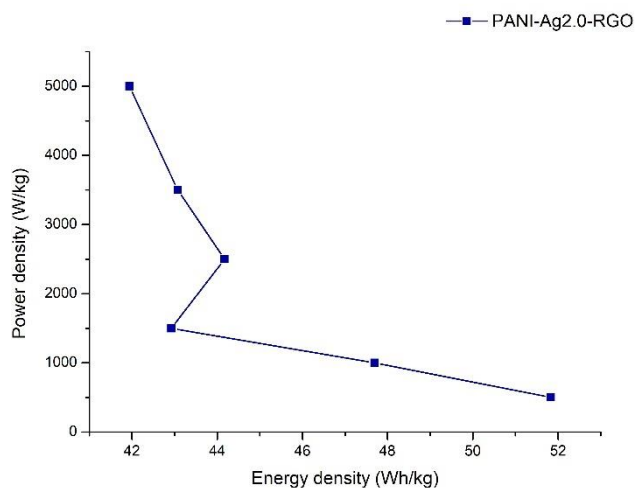
เดียวกันกับการเกิดปฏิกิริยารีดักชันในกราฟ CV ดังรูปที่ 4.31 ซึ่งสามารถกล่าวได้ว่าอิทธิพลจากกลไกการเก็บประจุแบบซูโดคาแพซิเตอร์ ช่วยให้เวลาในการคายประจุดีขึ้น เมื่อนำค่าเวลาที่ใช้ในการคายประจุมาคำนวณตามสมการ 3.3 เพื่อหาค่าการเก็บประจุจำเพาะดังตารางที่ 4.12 จะพบว่า PANI-NiO₂.0-RGO มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 126.30 F/g ซึ่งมิต่ำกว่า PANI-NiO₂.0 ที่มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเท่ากับ 633.90 F/g เนื่องจากผลของอนุภาคนิกเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จะอยู่ในรูปแบบ Ni²⁺ และ Ni³⁺ และผลของอนุภาคนิกเกิลออกไซด์ที่ไปขัดขวางการซ้อนทับกันของแผ่น RGO ส่งผลให้พื้นที่ผิวสัมผัสในการเก็บประจุไฟฟ้าให้ลดลง [39]

จากรูปที่ 4.36 (b) แสดงผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ด้วยเทคนิค GCD เพื่อศึกษาค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้า ที่กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 1, 2, 3, 5, 7 และ 10 A/g ให้ค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ากราฟ GCD ของ PANI-NiO₂.0-RGO มีแนวโน้มในทิศทางเดียวกัน คือเมื่อให้กระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้น จะทำให้ระยะเวลาในการคายประจุไฟฟ้าลดลง และจะพบว่ามีปรากฏของบริเวณพื้นที่ลาดเอียงที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์ชัดเจน แสดงให้เห็นว่า PANI-NiO₂.0-RGO สามารถตอบสนองต่อการให้และรับประจุไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO ที่อัตราการใช้ศักย์ไฟฟ้าต่างกันดังตารางที่ 4.12 จะพบว่าเมื่อให้กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นค่าการเก็บประจุจำเพาะจะมีค่าลดลง [2]



4.3.7 การศึกษาความเป็นไปได้ที่จะนำวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบมาทำเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดโดยพิจารณาจากกราฟราโกเน่

4.3.7.1 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO



รูปที่ 4.37 แสดงกราฟราโกเน่ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO

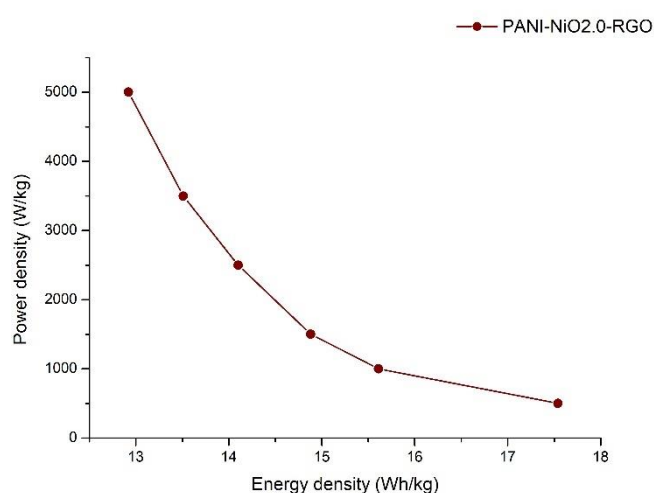
ตารางที่ 4.13 แสดงความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO

Current density (A/g)	Energy density (Wh/kg)	Power density (W/kg)
1	51.83	500
2	47.69	1000
3	42.92	1500
5	44.17	2500
7	43.07	3500
10	41.94	5000

โดยในการศึกษาความเป็นไปได้ที่จะนำ PANI-Ag₂O-RGO มาทำเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด จะพิจารณาจากกราฟราโกเน่ แสดงดังรูปที่ 4.37 พบว่าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเริ่มต้นคือ 1 A/g จะมีค่าความหนาแน่นพลังงานสูงที่สุดเท่ากับ 51.83 Wh/kg แต่จะมีค่าความหนาแน่นพลังงานไฟฟ้าต่ำที่สุดเท่ากับ 500 W/kg แต่เมื่อทดสอบที่ความ

หนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น คือ 10 A/g จะพบว่ามีค่าความหนาแน่นพลังงานต่ำเท่ากับ 41.94 Wh/kg แต่จะมีค่าความหนาแน่นพลังงานไฟฟ้าสูง คือ 5000 W/kg ดังนั้นจะสามารถกล่าวได้ว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ค่าความหนาแน่นพลังงานจะมีค่าลดลง แต่ค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้น [6, 12] ดังแสดงในตารางที่ 4.13 ซึ่งค่าที่ได้จะอยู่ในช่วงของอุปกรณ์กักเก็บพลังงานแบบผสมที่มีลักษณะการเก็บประจุไฟฟ้าผสมกันระหว่างตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นและตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ ทำให้สามารถยืนยันยืนยันความเป็นไปได้ในการนำ PANI-Ag₂O-RGO มาทำเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจูงยิวต์ได้

4.3.7.2 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO



รูปที่ 4.38 แสดงกราฟราโกเน่ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO

ตารางที่ 4.14 แสดงความหนาแน่นพลังงาน และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO

Current density (A/g)	Energy density (Wh/kg)	Power density (W/kg)
1	17.54	500
2	15.61	1000
3	14.88	1500
5	14.10	2500
7	13.51	3499
10	12.92	5001

โดยในการศึกษาความเป็นไปได้ที่จะนำ PANI-NiO₂.0-RGO มาทำเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด จะพิจารณาจากกราฟราโกเน่ แสดงดังรูปที่ 4.38 พบว่าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเริ่มต้นคือ 1 A/g จะมีค่าความหนาแน่นพลังงานสูงที่สุดเท่ากับ 17.54 Wh/kg แต่จะมีค่าความหนาแน่นพลังงานไฟฟ้าต่ำที่สุดเท่ากับ 500 W/kg ในขณะที่เมื่อทดสอบที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น คือ 10 A/g จะพบว่ามีค่าความหนาแน่นพลังงานต่ำเท่ากับ 12.92 Wh/kg แต่จะมีค่าความหนาแน่นพลังงานไฟฟ้าสูง คือ 5001 W/kg ดังนั้นจะสามารถกล่าวได้ว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ค่าความหนาแน่นพลังงานจะมีค่าลดลง [6, 12] แต่ค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้น แสดงดังตารางที่ 4.14 ซึ่งค่าที่ได้จะอยู่ในช่วงของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบผสมที่มีลักษณะการเก็บประจุไฟฟ้าผสมกันระหว่างตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นและตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์ ทำให้สามารถยืนยันความเป็นไปได้ในการนำ PANI-NiO₂.0-RGO มาทำเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ด้วยกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ เพื่อเปรียบเทียบอิทธิพลของปริมาณและชนิดของโลหะทรานซิชันที่มีต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมีจากนั้นจะทำการเลือกปริมาณที่เหมาะสมมาศึกษาการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO และ PANI-NiO-RGO ด้วยกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ เพื่อศึกษาอิทธิพลของการเติม RGO ที่มีต่อสมบัติทางไฟฟ้าเคมี และสุดท้ายทำการศึกษาความเป็นไปได้ที่จะนำวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบมาเป็นขั้วอิเล็กโทรดสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด โดยพิจารณาจากกราฟาโกเน่ ซึ่งจากการศึกษาสามารถสรุปผลการวิจัยได้ดังนี้

5.1.1 ลักษณะทางกายภาพของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag ที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ จะมีลักษณะเป็นผงสีเขียวเข้มเกือบดำผสมกับอนุภาคสีเงินและวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO จะมีลักษณะเป็นผงสีเขียวเข้มเกือบดำผสมกับผงสีดำละเอียด ซึ่งสามารถบ่งบอกได้เบื้องต้นว่าสิ่งที่ได้จากการสังเคราะห์คือ PANI รูปแบบ ES

5.1.2 การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ใน อัตราส่วนต่างๆ จะมีลักษณะเป็น Polyaniline nanofibers และจะมีอนุภาคโลหะเงินและนิกเกิลออกไซด์ที่อยู่ในรูปแบบ Ni^{2+} และ Ni^{3+} กระจายตัวและฝังตัวอยู่บนพื้นผิวของ Polyaniline nanofibers สำหรับอัตราส่วนที่เกิดการกระจายตัวดีที่สุดคือ PANI-Ag2.0 และ PANI-NiO2.0

5.1.3 สมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่า มีลักษณะการเก็บประจุแบบลูกผสม และ PANI-Ag2.0 และ PANI-NiO2.0 มีค่าการเก็บประจุจำเพาะสูงที่สุดเท่ากับ 306.31 F/g และ 440.48 F/g ตามลำดับ และค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้าที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g ในช่วงศักย์ไฟฟ้า -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่า PANI-Ag2.0 และ PANI-NiO2.0 มีค่าการเก็บประจุจำเพาะสูงที่สุด เท่ากับ 259.30 F/g และ 633.90 F/g ตามลำดับ

5.1.4 อัตราส่วนที่เหมาะสมต่อการนำวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag และ PANI-NiO ไปสังเคราะห์ ร่วมกับ RGO คือ PANI-Ag2.0 และ PANI-NiO2.0

5.1.5 การสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO และ PANI-NiO₂.0-RGO ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ สามารถยืนยันการเกิด PANI รูปแบบ ES และมีการเกิดอนุภาคโลหะและอนุภาคนิกเกิลออกไซด์ PANI-Ag₂O-RGO จะมีการฝังตัวของอนุภาคโลหะเงินใน RGO ที่มีลักษณะเป็นแผ่นบางซ้อนทับกันเป็นริ้ว และ PANI-NiO₂.0-RGO จะมีอนุภาคนิกเกิลออกไซด์กระจายตัวบน RGO ที่มีลักษณะเป็นแผ่นขรุขระ

5.1.6 PANI-Ag₂O-RGO และ PANI-NiO₂.0-RGO มีไอโซเทิร์มชนิดที่ 4 แสดงถึงโครงสร้างในระดับเมโซพอร์ส และ PANI-Ag₂O-RGO จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะขนาดและปริมาตรของรูพรุนมากกว่า PANI-NiO₂.0-RGO

5.1.7 สมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO และ PANI-NiO₂.0-RGO ที่อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s ในช่วงความต่างศักย์ -0.2 ถึง 0.8 V จะพบว่ามีลักษณะการเก็บประจุแบบลูกผสม เมื่อพิจารณาผลการเติม RGO พบว่า PANI-Ag₂O-RGO มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเพิ่มสูงขึ้น คือ 394.85 F/g ต่างจาก PANI-NiO₂.0-RGO ที่มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเพิ่มลดลง คือ 90.39 F/g และค่าเวลาที่ใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า-การคายประจุไฟฟ้าที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g และค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.8 V จะ พบว่า PANI-Ag₂O-RGO มีค่าการเก็บประจุจำเพาะเพิ่มขึ้นเท่ากับ 373.20 F/g และ PANI-NiO₂.0-RGO มี ค่าการเก็บประจุจำเพาะลดลงเท่ากับ 126.30 F/g

5.1.8 วัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO และ PANI-NiO₂.0-RGO เมื่อพิจารณาจากกราฟราโกลเน่ พบว่าอยู่ในช่วงตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบผสมที่มีลักษณะการเก็บประจุไฟฟ้าผสมกัน ระหว่างตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบ 2 ชั้นและตัวเก็บประจุไฟฟ้าแบบซูโดคาแพซิเตอร์

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 จากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM จะพบว่าวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag จะมีอนุภาคโลหะเงินที่ขนาดใหญ่มากเมื่อเทียบกับวัสดุนาโน ซึ่งเป็นผลมาจากวิธีการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ ส่งผลให้สมบัติทางไฟฟ้าเคมีที่ทดสอบด้วยเทคนิค CV และ GCD มีค่าการเก็บประจุจำเพาะต่ำกว่าเมื่อเทียบกับ Pure PANI ดังนั้น อาจจะทำการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการสังเคราะห์วัสดุนาโนคอมพอสิตวิธีอื่น เพื่อให้ขนาดของอนุภาคโลหะเงินมีขนาดอยู่ในช่วงของวัสดุนาโน (ขนาด 0.1-100 นาโนเมตร)

5.2.2 จากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM จะพบว่าวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0}-RGO จะมีการกระจายตัวของอนุภาค निकเกิลออกไซด์บน RGO ที่มีลักษณะเป็นแผ่น ขรุขระ จนไปขัดขวางการซ้อนทับกันของแผ่น RGO ส่งผลให้พื้นที่ผิวสัมผัสลดลงและสมบัติทางไฟฟ้าเคมีที่ทดสอบด้วยเทคนิค CV และ GCD มีค่าการเก็บประจุจำเพาะลดลงเมื่อเทียบกับ PANI-NiO ดังนั้นอาจจะต้องทำการศึกษาปริมาณที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ PANI-NiO ร่วมกับ RGO เนื่องจากถ้าปริมาณ NiO มากเกินไปจะทำให้ไปขัดขวางการซ้อนทับกันของ RGO

5.2.3 ในขั้นตอนการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีที่ทดสอบด้วยเทคนิค CV และ GCD ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO และวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO อาจจะต้องทำการศึกษาในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นเบสเพิ่มเติม เพื่อเปรียบเทียบกราฟ CV และ GCD กับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นกรด (ในผลการวิจัยใช้กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 1 M) เนื่องจาก NiO หากอยู่ในสถานะที่เป็นกรดอาจเกิดการกัดกร่อนและส่งผลให้ค่าที่ได้จากการทดสอบไม่เสถียรและเกิดความคลาดเคลื่อนได้

5.2.4 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุคอมพอสิตอาจจะต้องทำการศึกษาความเสถียรต่อการใช้งานเป็นรอบเพิ่มเติม เพื่อดูผลความคงทนของวัสดุเมื่อเกิดกระบวนการการเก็บ-คายประจุในระยะเวลาที่ยาวนาน

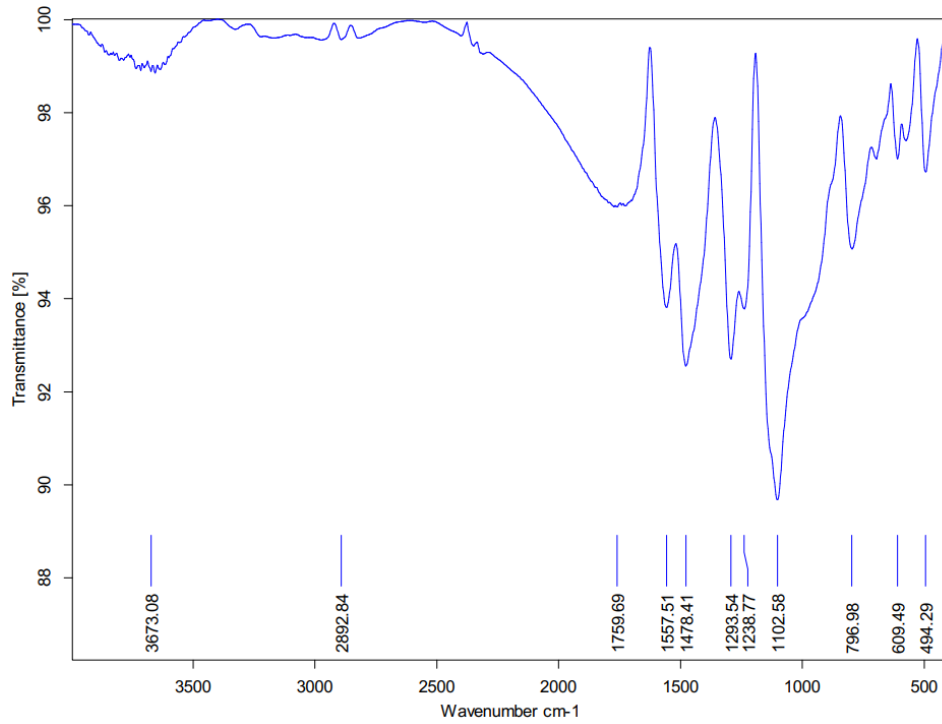




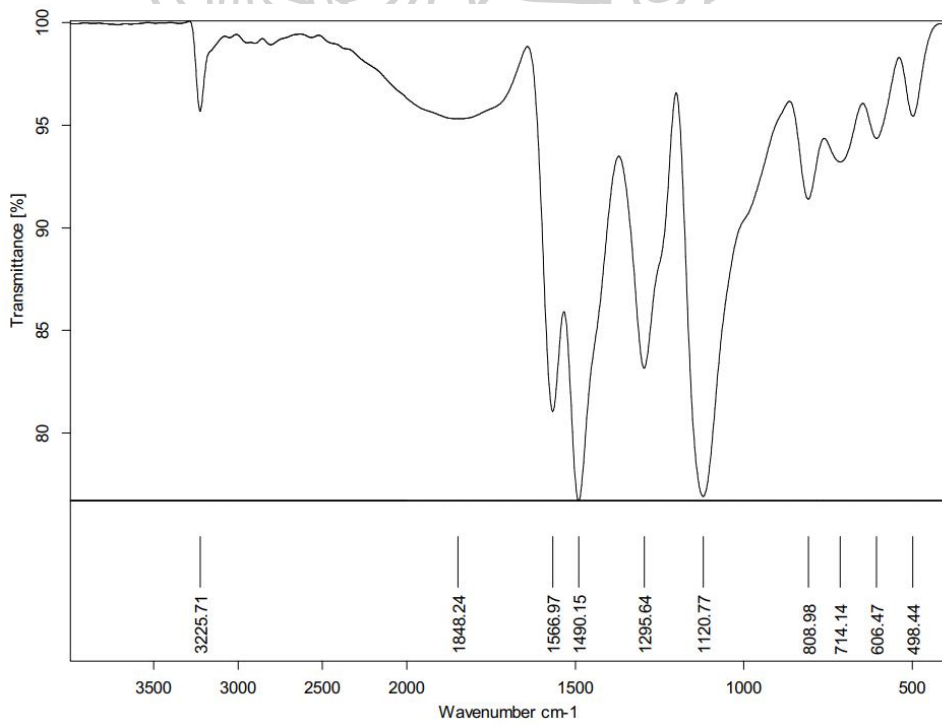


ภาคผนวก ก
ข้อมูลและผลการทดสอบต่างๆ

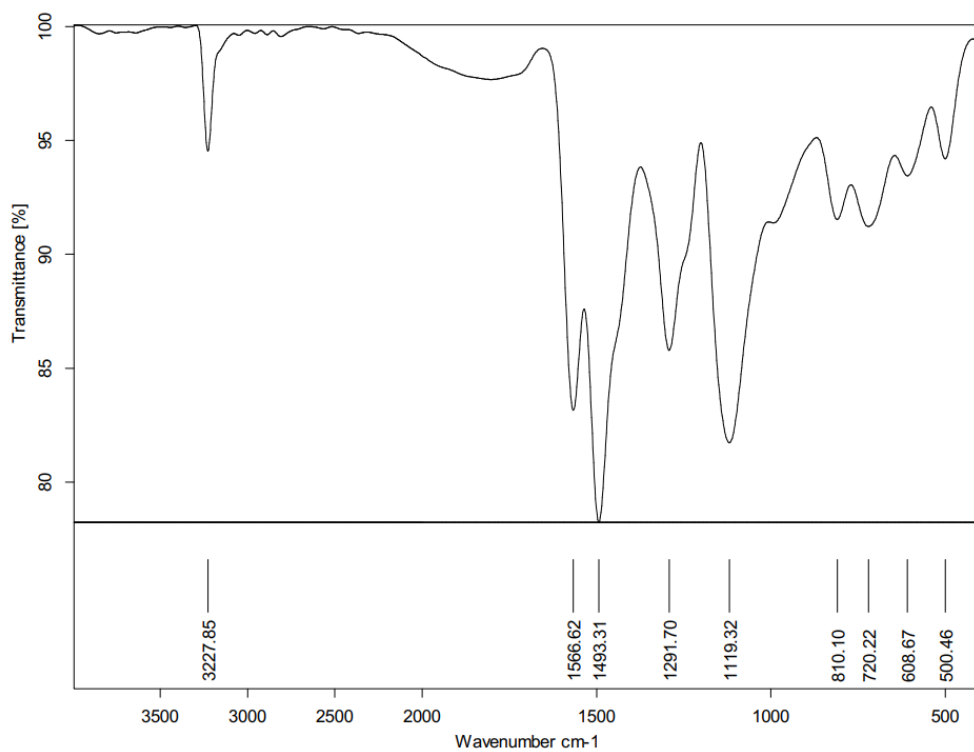
ภาคผนวก ก.1 แสดงข้อมูลที่ได้จากการศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค FTIR



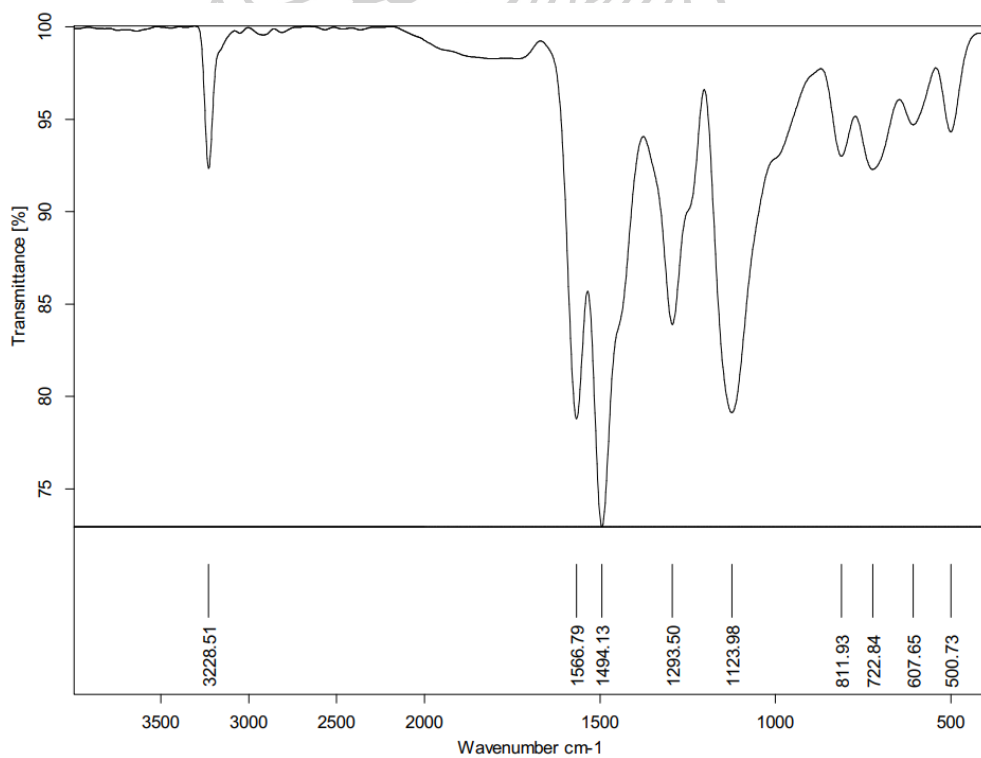
รูปผนวก ก-1 FTIR spectrum ของ Pure PANI



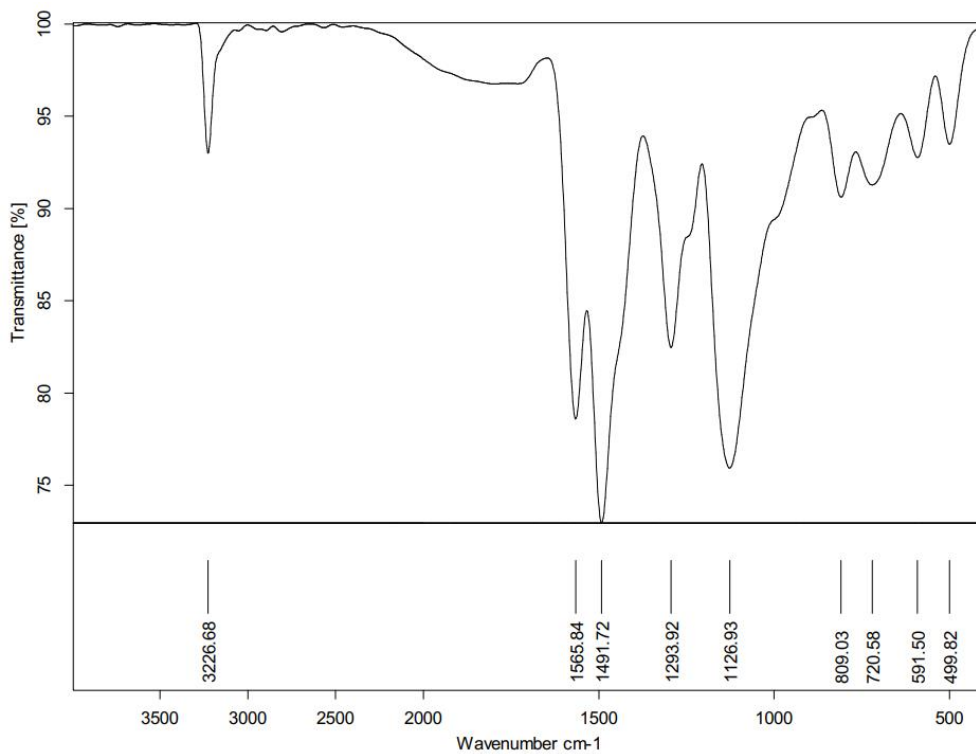
รูปผนวก ก-2 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอลิเมอร์ PANI-Ag0.5



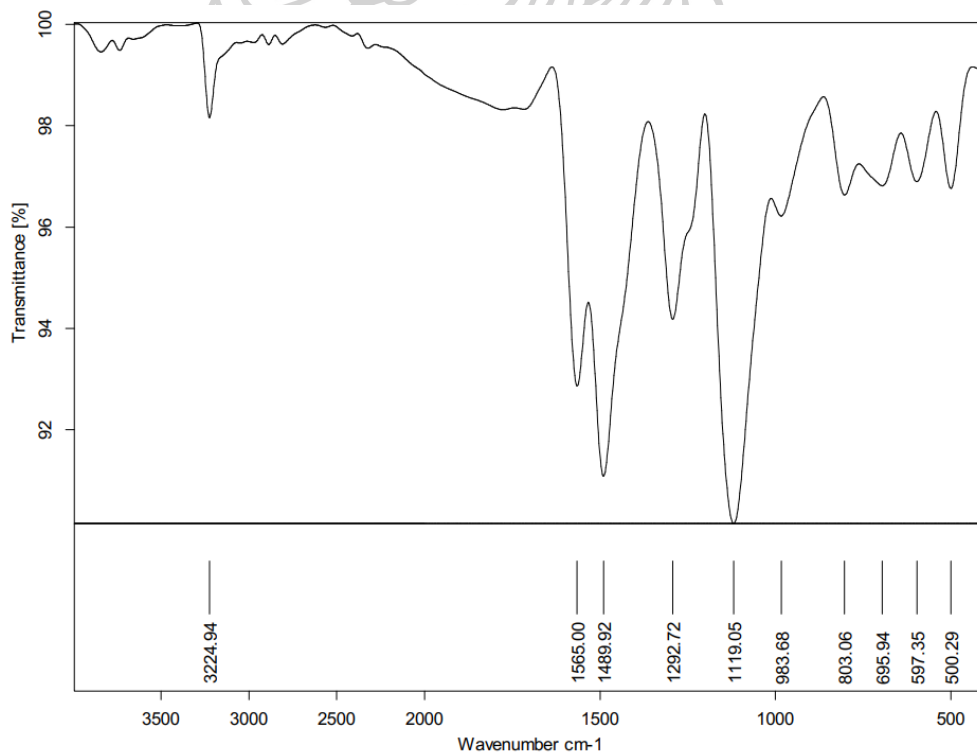
รูปผนวก ก-3 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag1.0



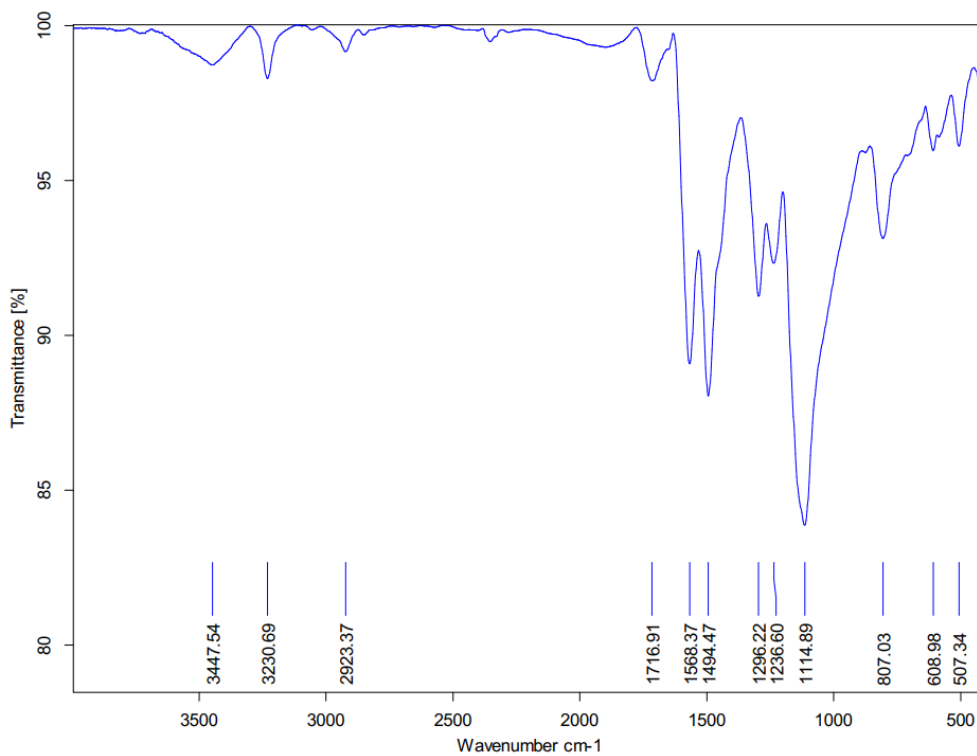
รูปผนวก ก-4 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag1.5



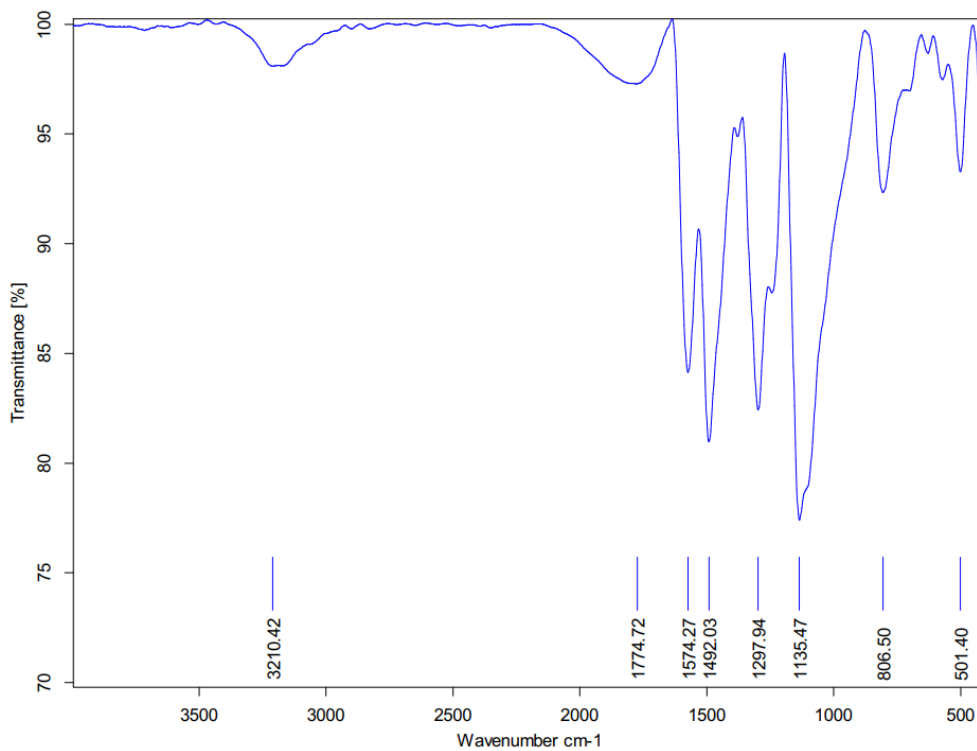
รูปผนวก ก-5 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag_{2.0}



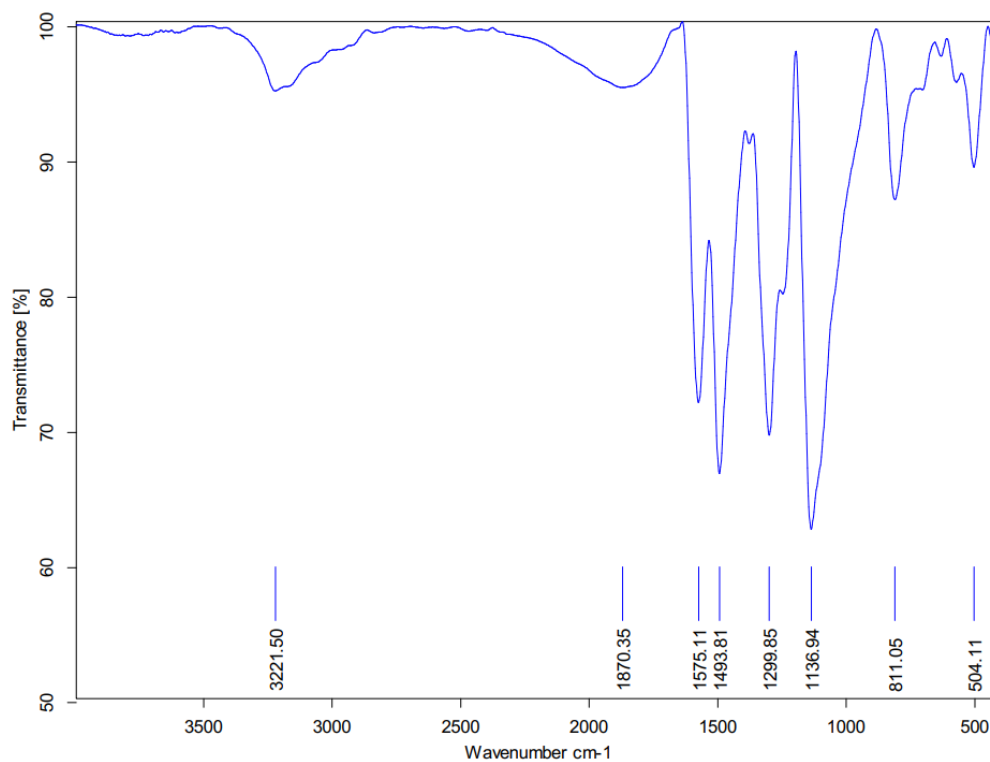
รูปผนวก ก-6 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag_{2.5}



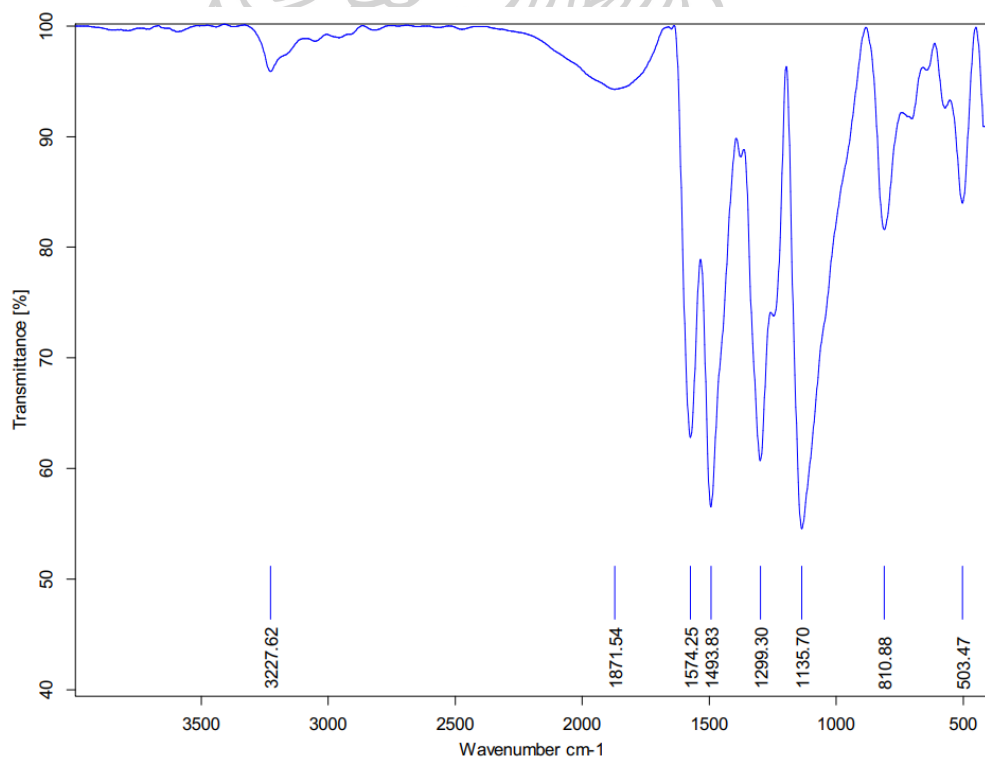
รูปผนวก ก-7 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag_{2.0}-RGO



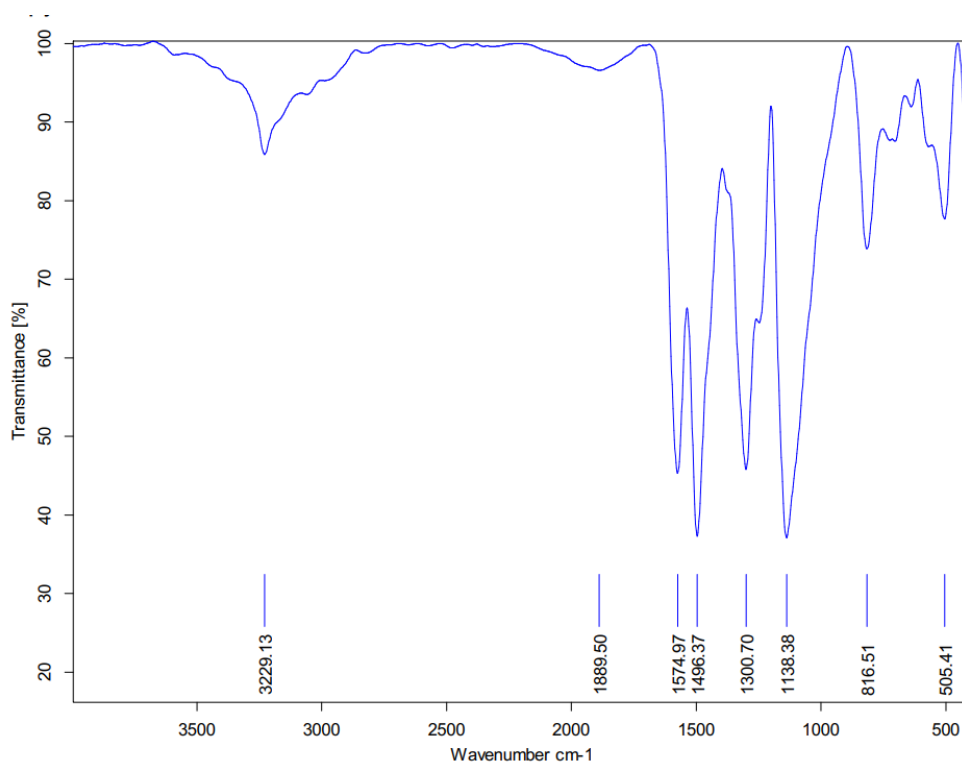
รูปผนวก ก-8 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{0.5}



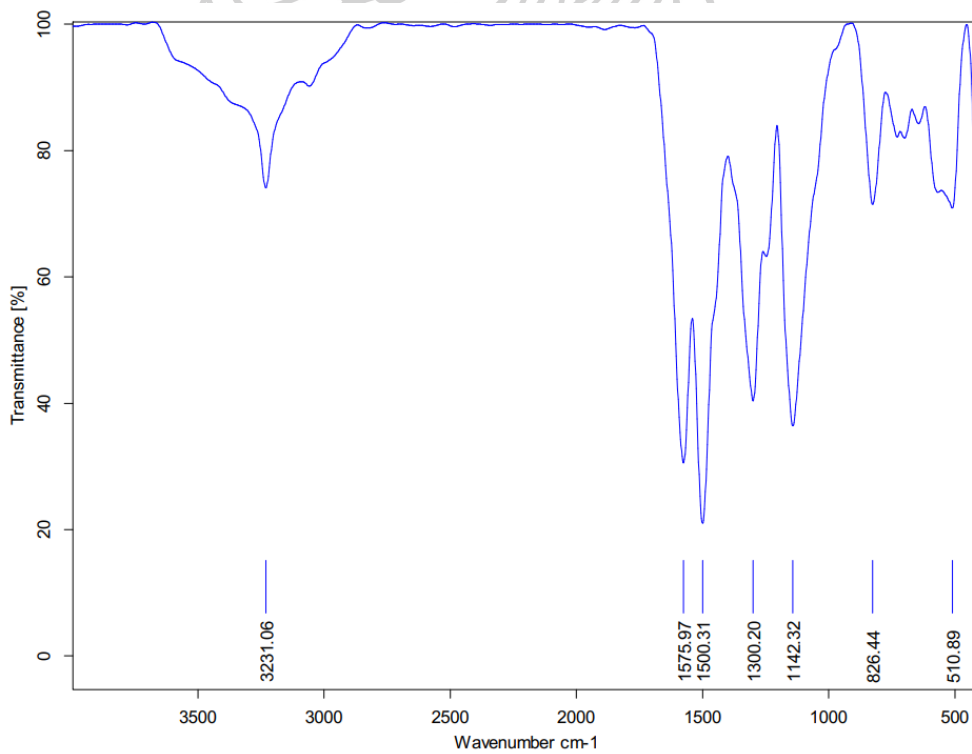
รูปผนวก ก-9 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO1.0



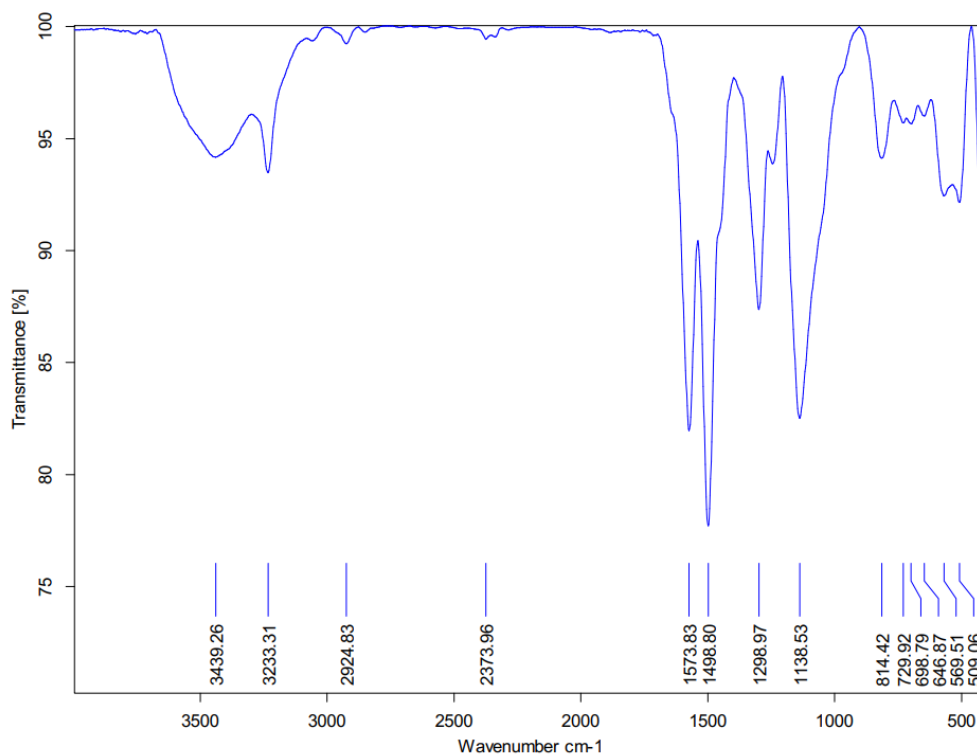
รูปผนวก ก-10 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO1.5



รูปผนวก ก-11 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0}



รูปผนวก ก-12 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.5}



รูปผนวก ก-13 FTIR spectrum ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO

ภาคผนวก ก.2 แสดงข้อมูลที่ได้จากการศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมพอสิตด้วยเทคนิค XPS

Quantification Report

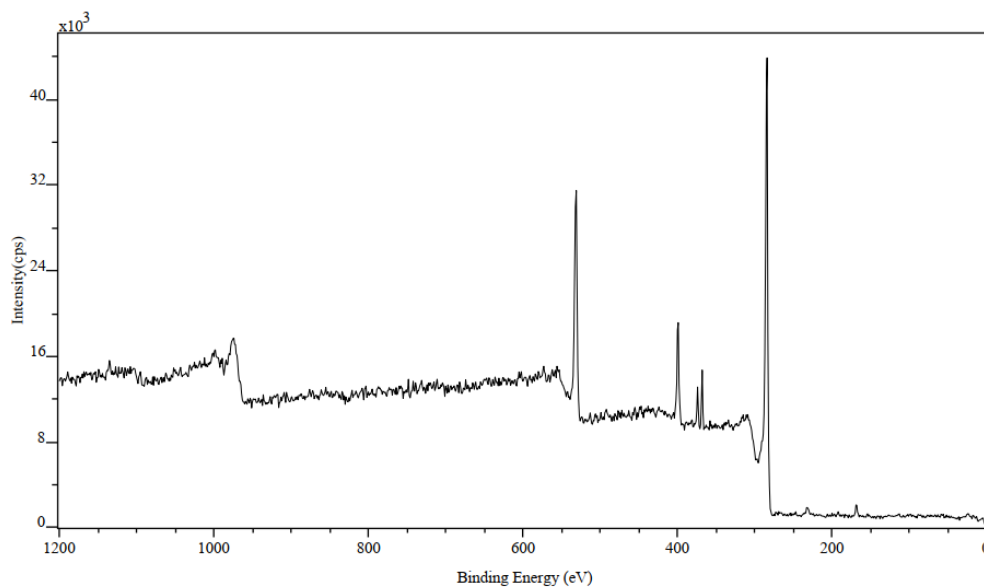
/C=/data/8-10-2020/8-10-2020_1.dset Wed Oct 14 14:28:56 2020

State : Angle Name : Position 3.1

Peak	Type	Position BE (eV)	FWHM (eV)	Raw Area (cps eV)	RSF	Atomic Mass	Atomic Conc %	Mass Conc %
O 1s	Reg	532.000	3.734	82800.0	0.780	15.999	13.22	16.04
N 1s	Reg	400.000	2.589	30640.0	0.477	14.007	8.23	8.74
Ag 3d	Reg	369.000	1.626	17115.0	5.987	107.878	0.37	3.02
C 1s	Reg	285.000	3.080	161125.0	0.278	12.011	77.52	70.58
S 2p	Reg	170.000	2.624	3415.0	0.668	32.065	0.67	1.62

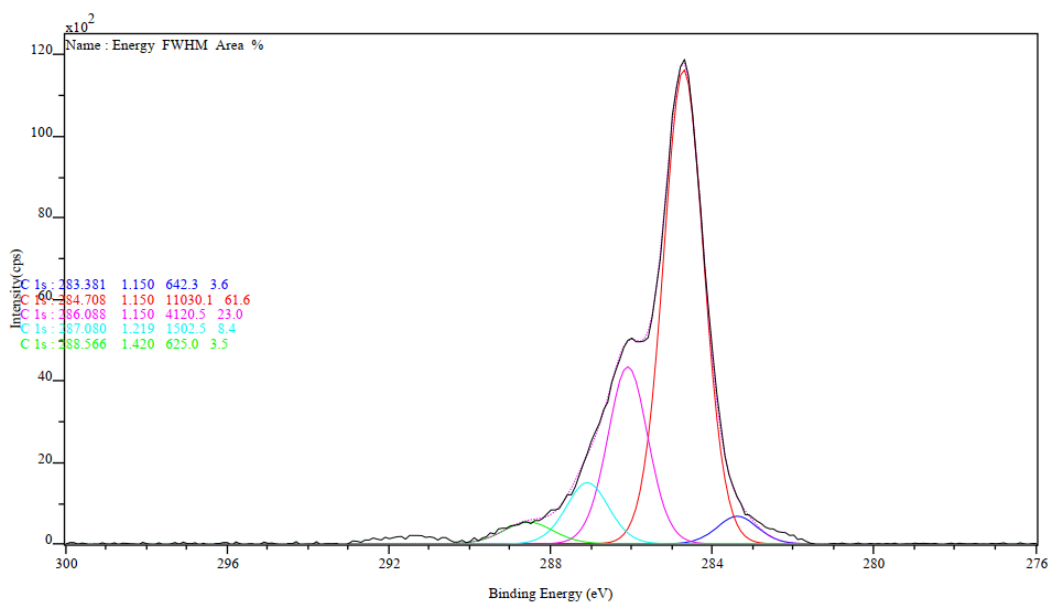
รูปผนวก ก-14 ข้อมูลปริมาณธาตุของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag_{2.0}

wide 3 re:28(8-10-2020_1)
 XPS Spectrum Lens Mode:Hybrid Resolution:Pass energy 80 Iris(Aper):slot(Slot)
 Acqn. Time(s): 121 Sweeps: 1 Anode:Mono(Al (Mono))(150 W) Step(meV): 1000.0
 Dwell Time(ms): 100 Charge Neutraliser :On Acquired On :20/10/08 15:10:41

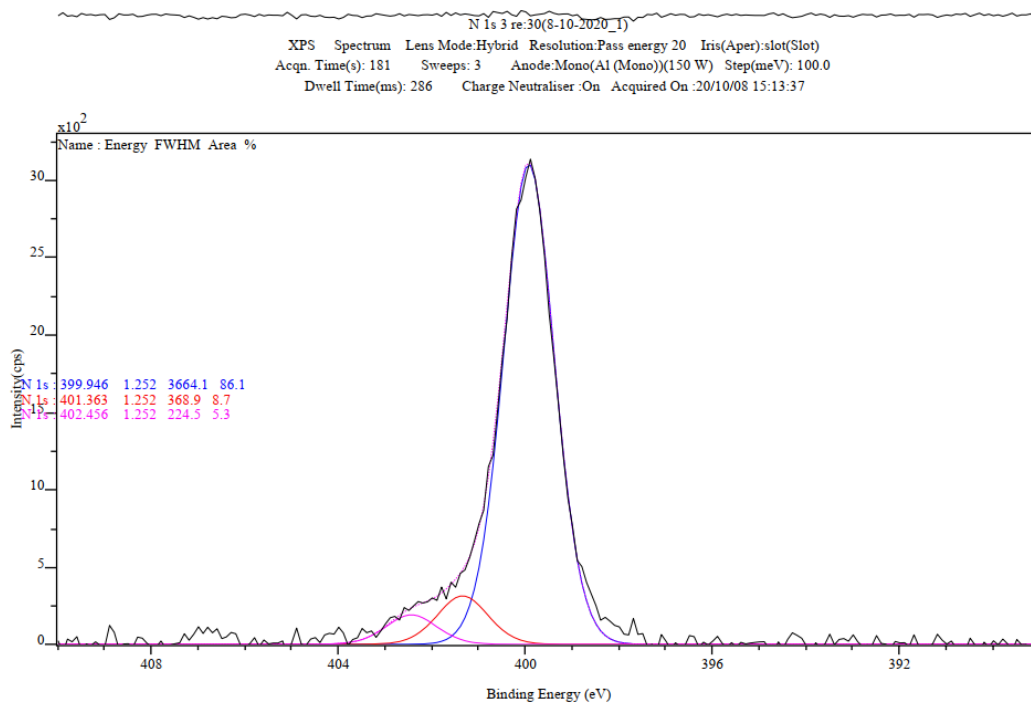


รูปผนวก ก-15 XPS spectrum ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0

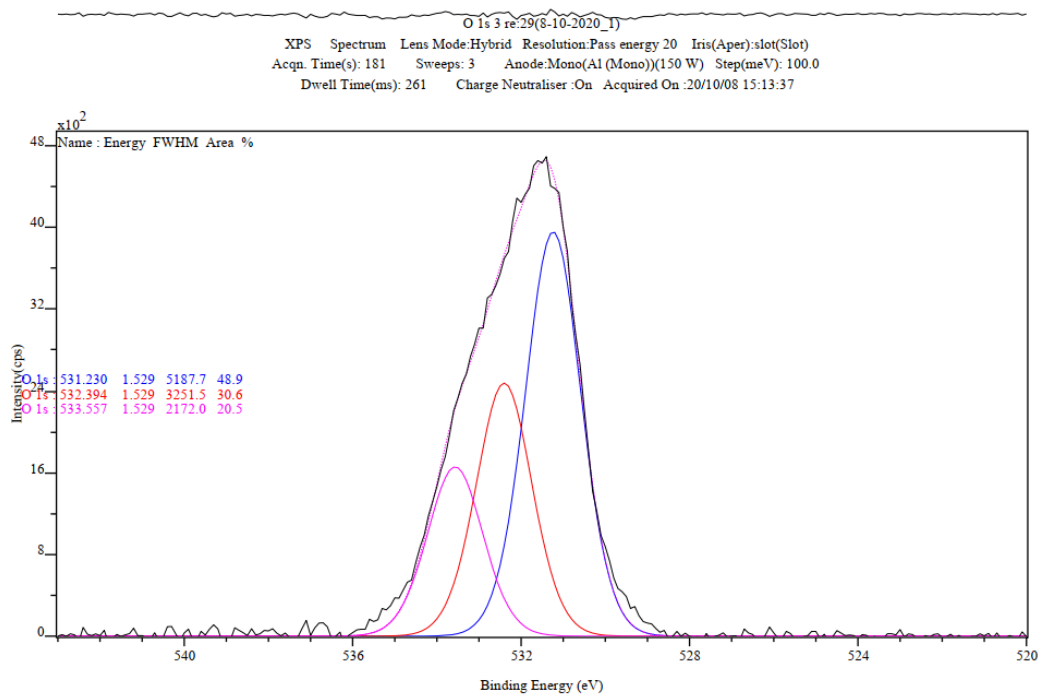
C 1s:32(8-10-2020_1)
 XPS Spectrum Lens Mode:Hybrid Resolution:Pass energy 20 Iris(Aper):slot(Slot)
 Acqn. Time(s): 181 Sweeps: 3 Anode:Mono(Al (Mono))(150 W) Step(meV): 100.0
 Dwell Time(ms): 250 Charge Neutraliser :On Acquired On :20/10/08 15:13:37



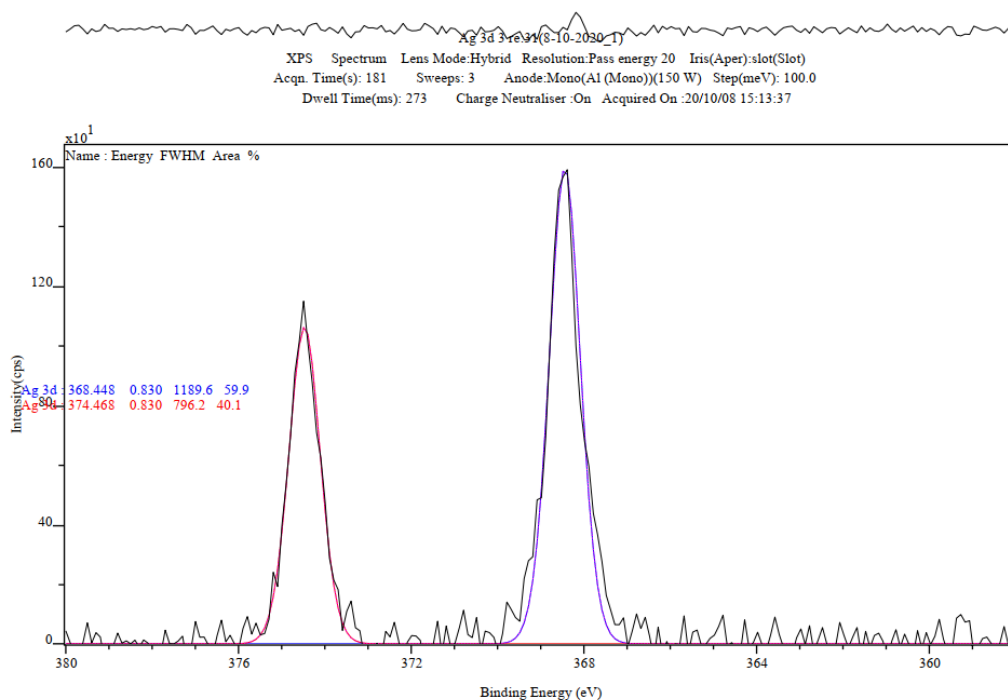
รูปผนวก ก-16 XPS spectrum ช่วง C 1s ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0



รูปผนวก ก-17 XPS spectrum ช่วง N 1s ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag₂O



รูปผนวก ก-18 XPS spectrum ช่วง O 1s ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag₂O



รูปผนวก ก-19 XPS spectrum ช่วง Ag 3d ของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0

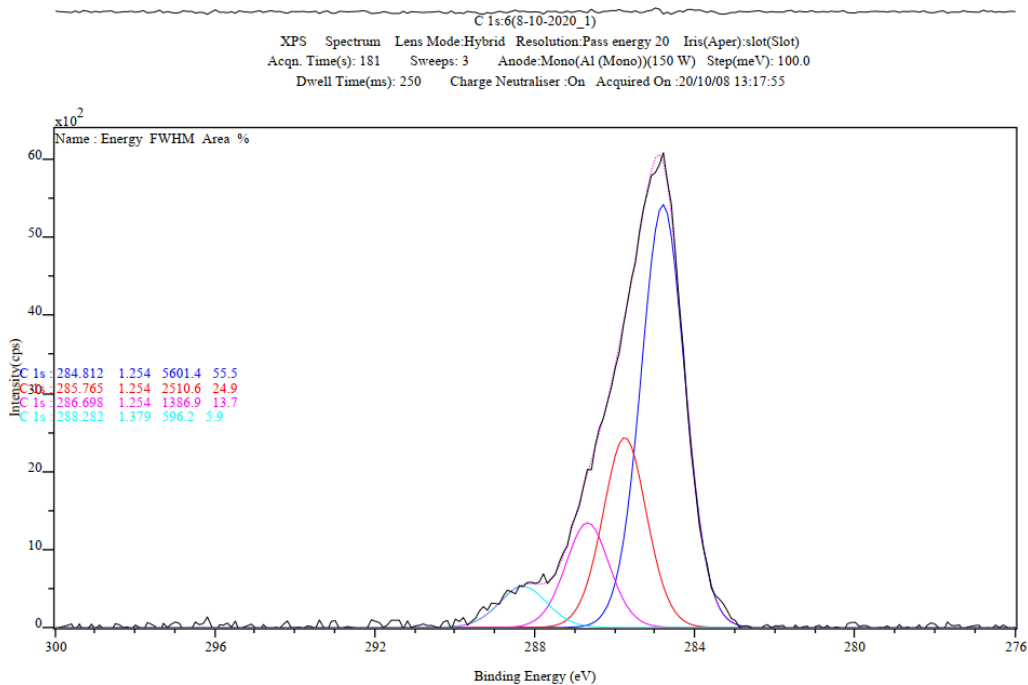
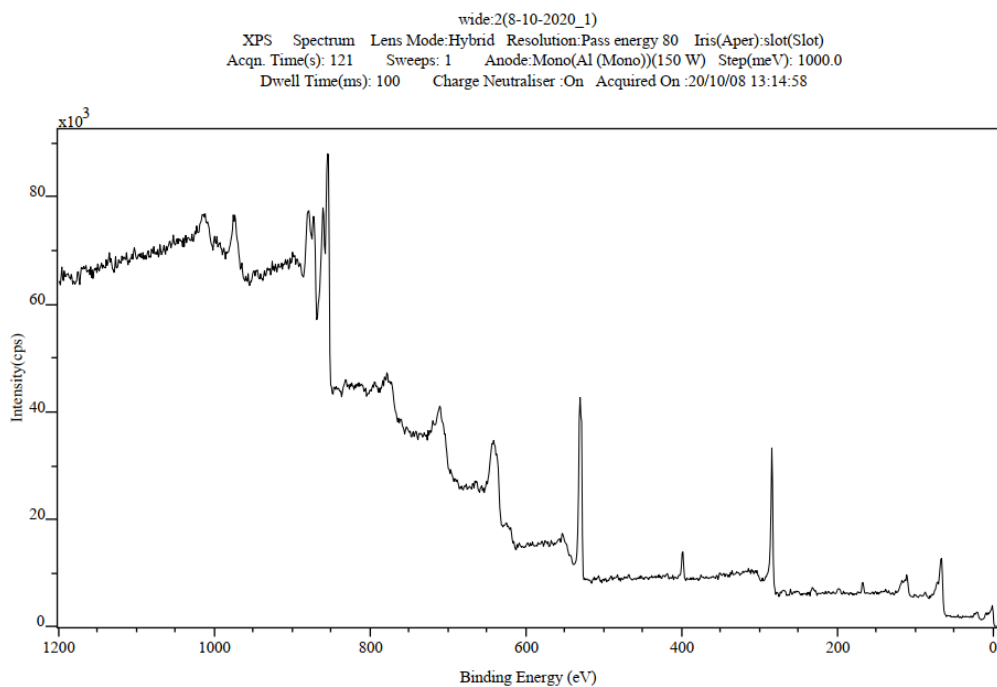
Quantification Report
/C:/data/8-10-2020/8-10-2020_1.dset

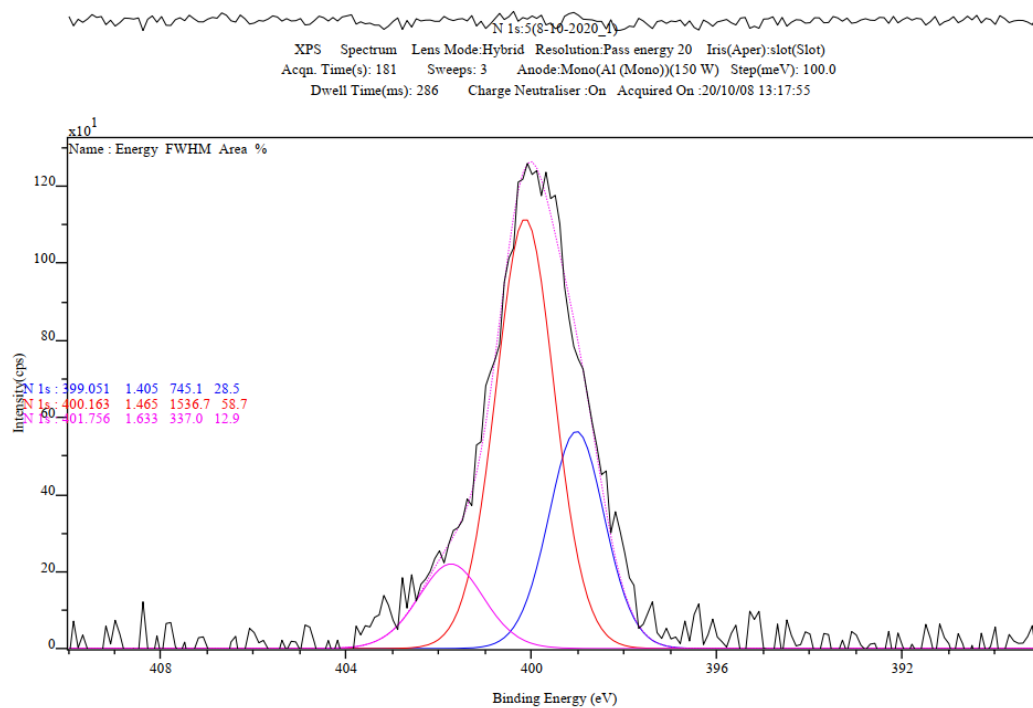
Wed Oct 14 14:22:29 2020

State : Angle Name : Position 1

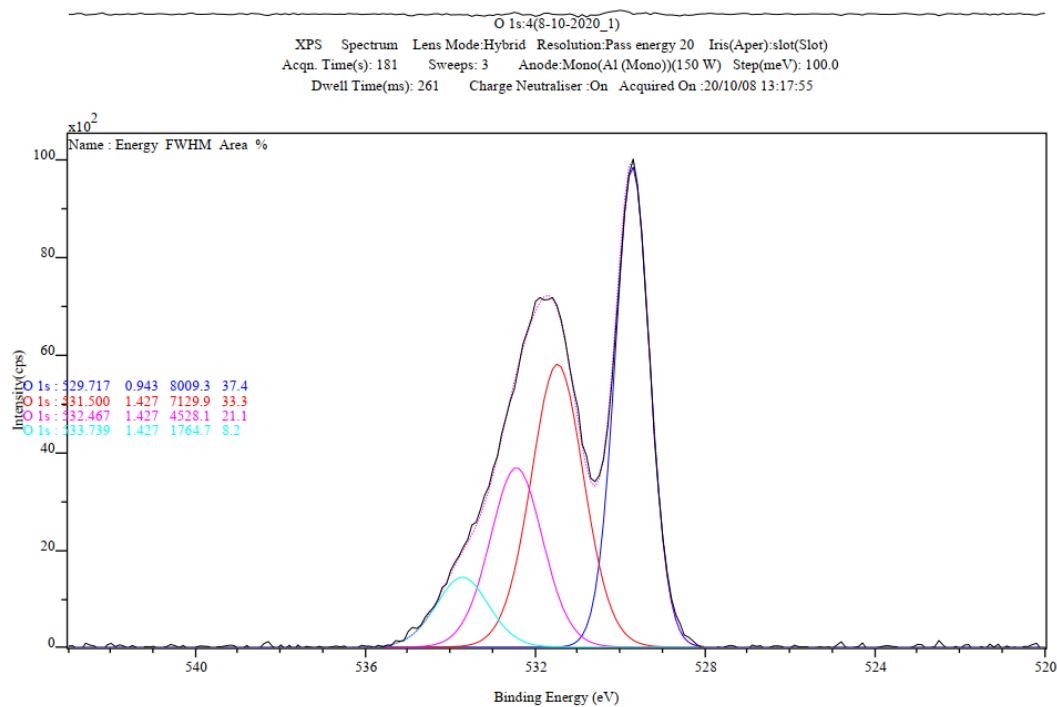
Peak	Type	Position BE (eV)	FWHM (eV)	Raw Area (cps eV)	RSF	Atomic Mass	Atomic Conc %	Mass Conc %
Ni 2p	Reg	854.000	5.151	551210.0	4.044	58.702	17.29	46.86
O 1s	Reg	531.000	4.479	153595.0	0.780	15.999	26.49	19.57
N 1s	Reg	399.000	2.916	18470.0	0.477	14.007	5.36	3.46
C 1s	Reg	285.000	2.777	94205.0	0.278	12.011	48.94	27.14
Cl 2p	Reg	199.000	4.784	4415.0	0.891	35.460	0.70	1.14
S 2p	Reg	168.000	2.884	5805.0	0.668	32.065	1.23	1.82

รูปผนวก ก-20 ข้อมูลปริมาณธาตุของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO2.0

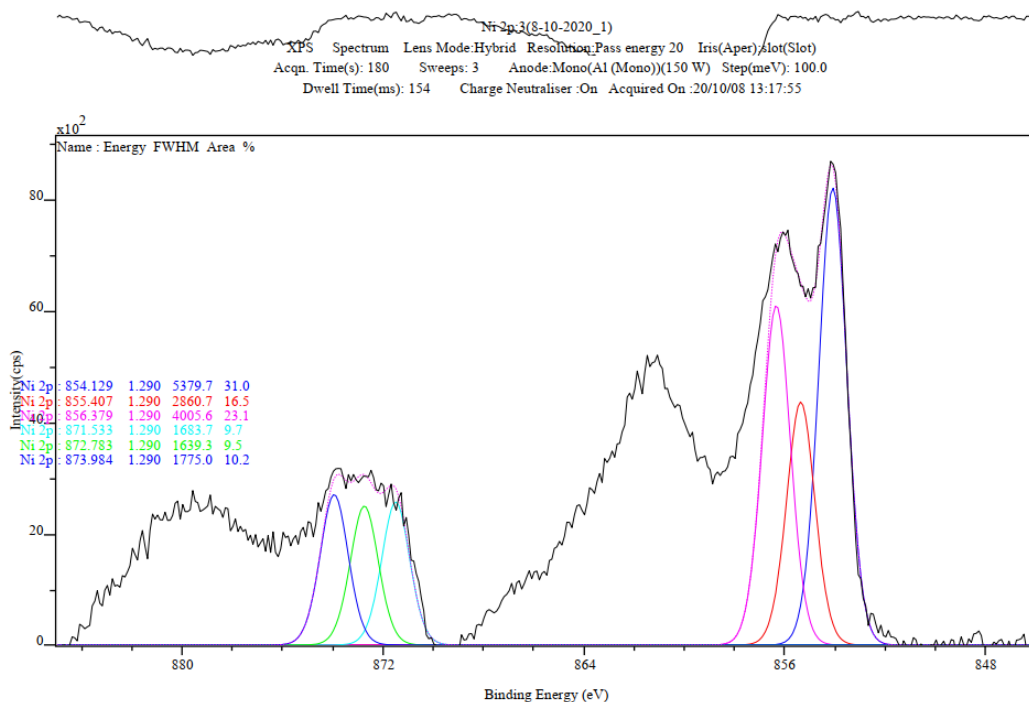




รูปผนวก ก-23 XPS spectrum ช่วง N 1s ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0}



รูปผนวก ก-24 XPS spectrum ช่วง O 1s ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0}



รูปผนวก ก-25 XPS spectrum ช่วง Ni 2p ของวัสดุคอมพอสิต PANI-NiO_{2.0}

Quantification Report

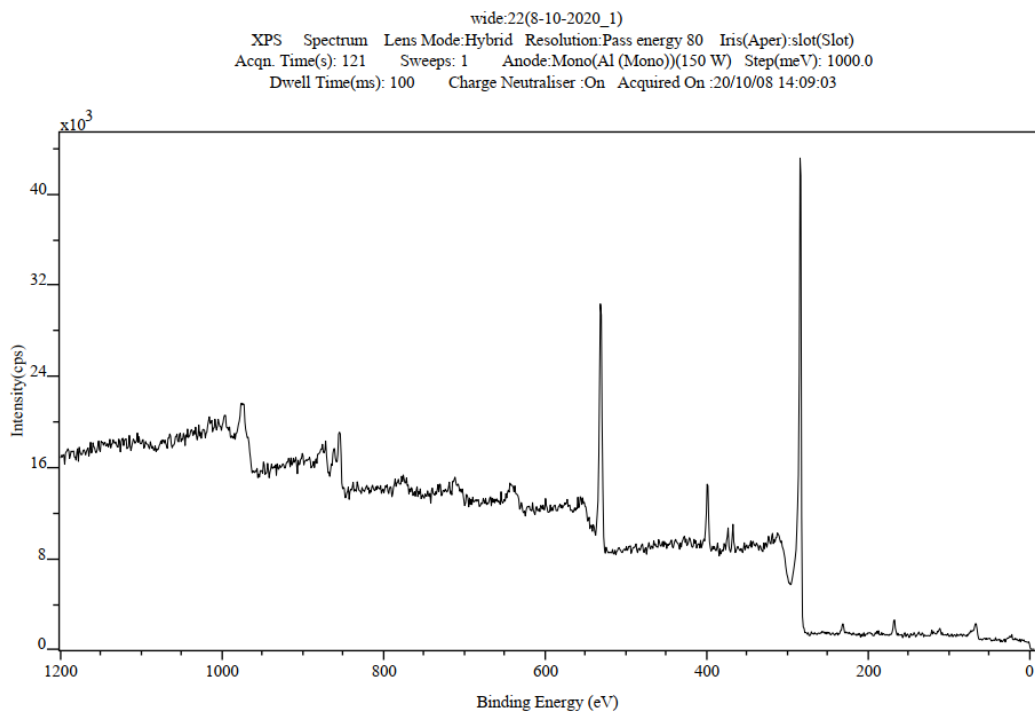
/C=/data/8-10-2020/8-10-2020_1.dset

Wed Oct 14 14:30:31 2020

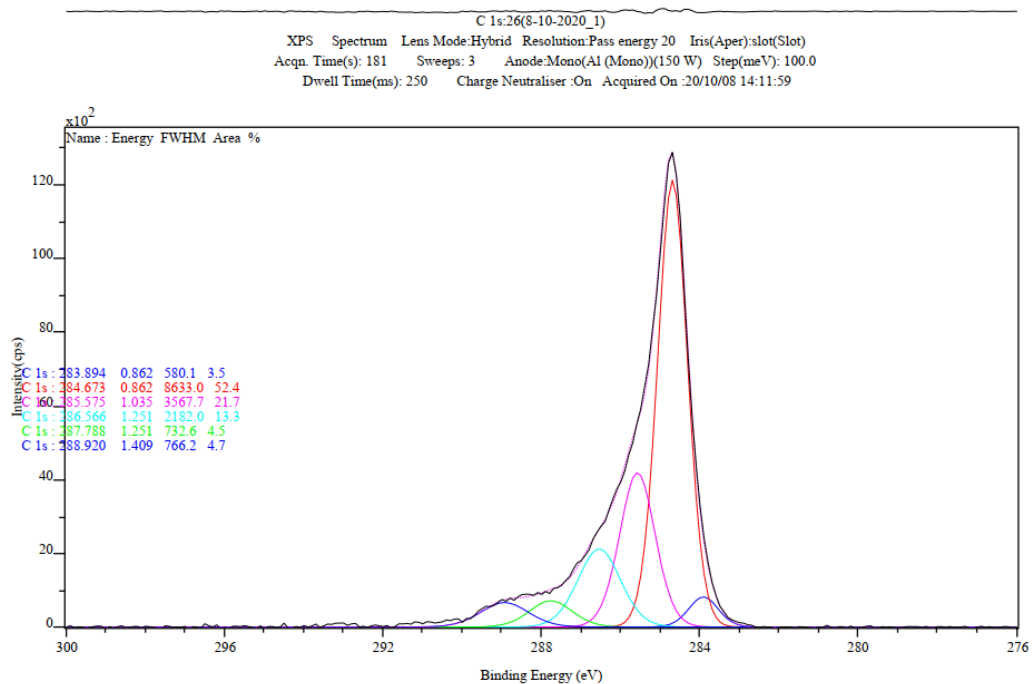
State : Angle Name : Position 4

Peak	Type	Position BE (eV)	FWHM (eV)	Raw Area (cps eV)	RSF	Atomic Mass	Atomic Conc %	Mass Conc %
Ni 2p	Reg	855.000	4.156	43740.0	4.044	58.702	1.32	5.68
O 1s	Reg	532.000	3.722	86485.0	0.780	15.999	14.34	16.82
N 1s	Reg	400.000	3.150	22345.0	0.477	14.007	6.23	6.40
Ag 3d	Reg	368.000	1.725	6875.0	5.987	107.878	0.15	1.22
C 1s	Reg	285.000	2.749	154300.0	0.278	12.011	77.09	67.87
S 2p	Reg	168.000	2.811	4230.0	0.668	32.065	0.86	2.02

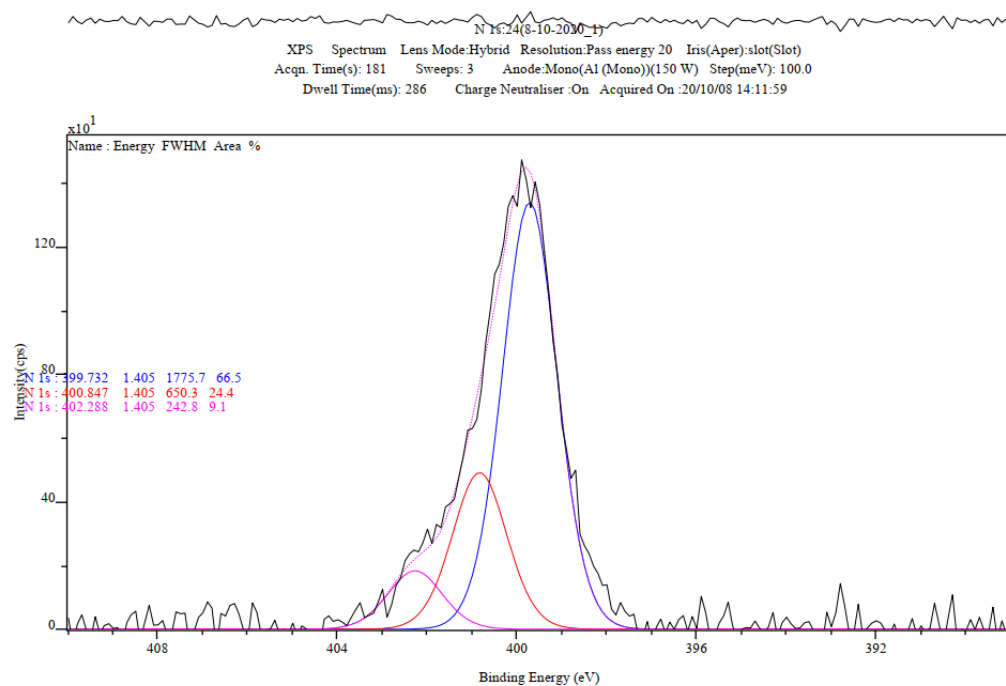
รูปผนวก ก-26 ข้อมูลปริมาณธาตุของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO



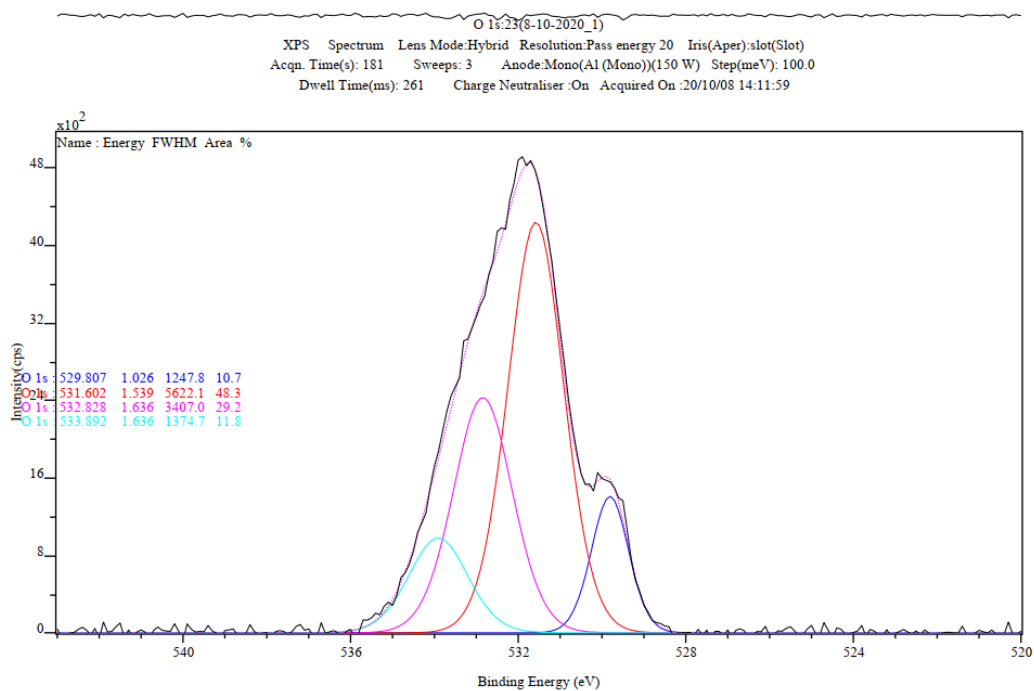
รูปผนวก ก-27 XPS spectrum ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO



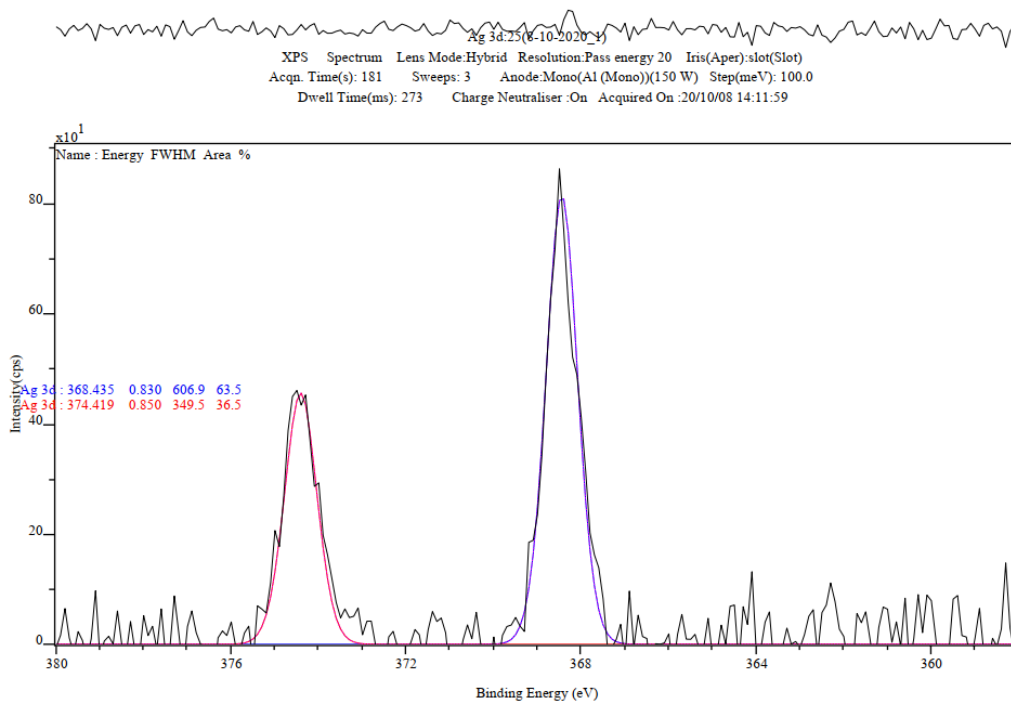
รูปผนวก ก-28 XPS spectrum ช่วง C 1s ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO



รูปผนวก ก-29 XPS spectrum ช่วง N 1s ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO



รูปผนวก ก-30 XPS spectrum ช่วง O 1s ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO



รูปผนวก ก-31 XPS spectrum ช่วง Ag 3d ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag₂O-RGO

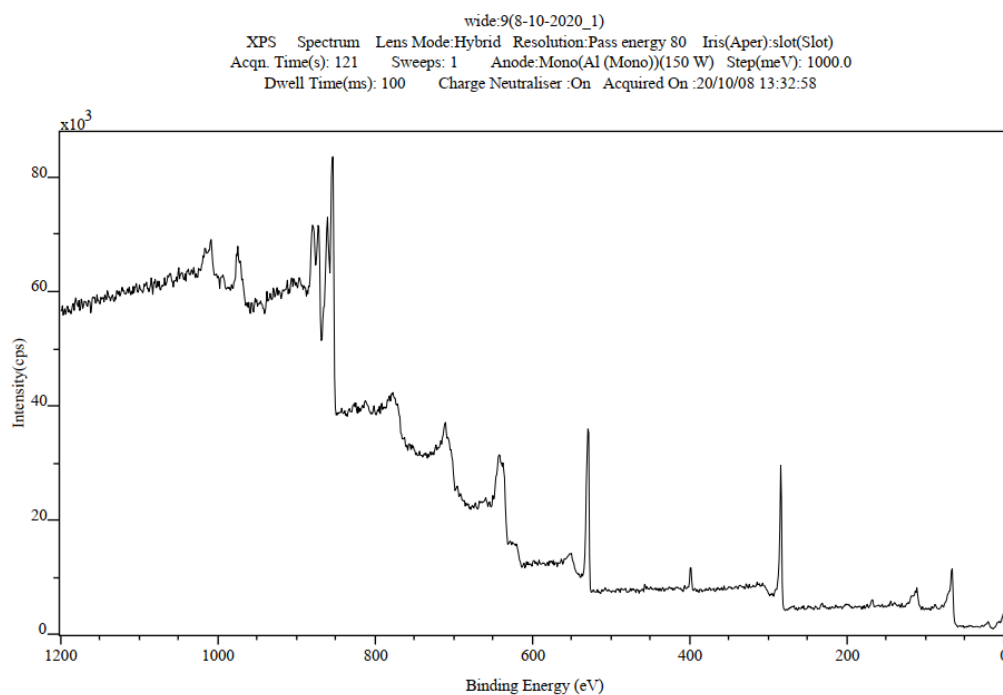
Quantification Report
/C=/data/8-10-2020/8-10-2020_1.dset

Wed Oct 14 14:27:00 2020

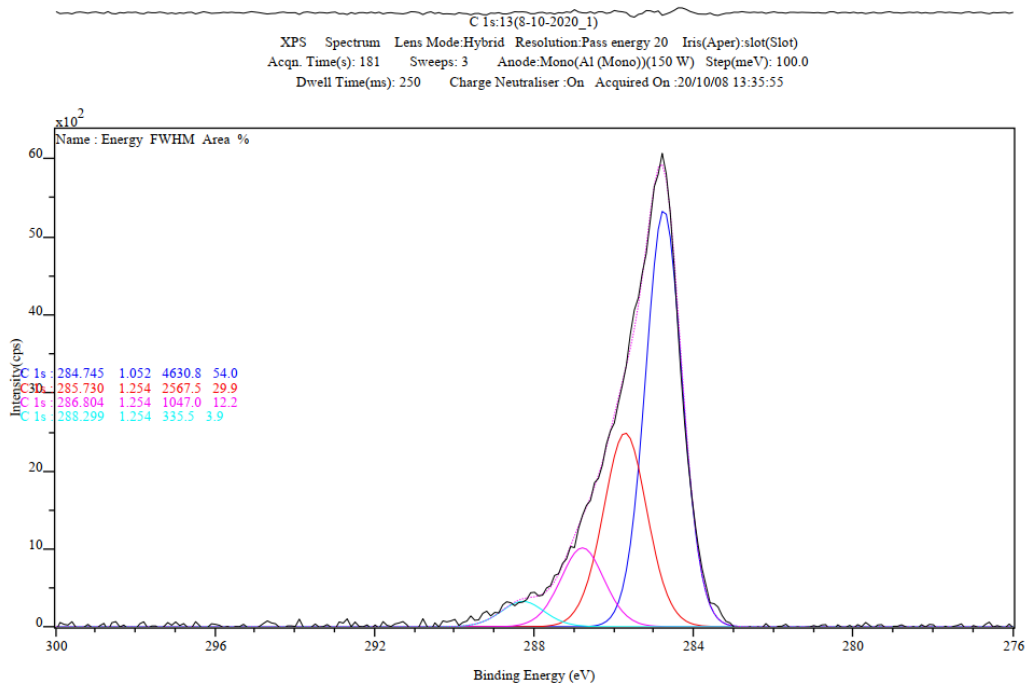
State : Angle Name : Position 2

Peak	Type	Position BE (eV)	FWHM (eV)	Raw Area (cps eV)	RSF	Atomic Mass	Atomic Conc %	Mass Conc %
Ni 2p	Reg	854.000	4.940	557525.0	4.044	58.702	20.53	52.65
O 1s	Reg	530.000	4.114	122030.0	0.780	15.999	24.72	17.28
N 1s	Reg	399.000	2.654	11770.0	0.477	14.007	4.01	2.45
C 1s	Reg	285.000	2.708	81390.0	0.278	12.011	49.64	26.05
Cl 2p	Reg	202.000	1.353	1025.0	0.891	35.460	0.19	0.29
S 2p	Reg	168.000	3.111	3660.0	0.668	32.065	0.91	1.27

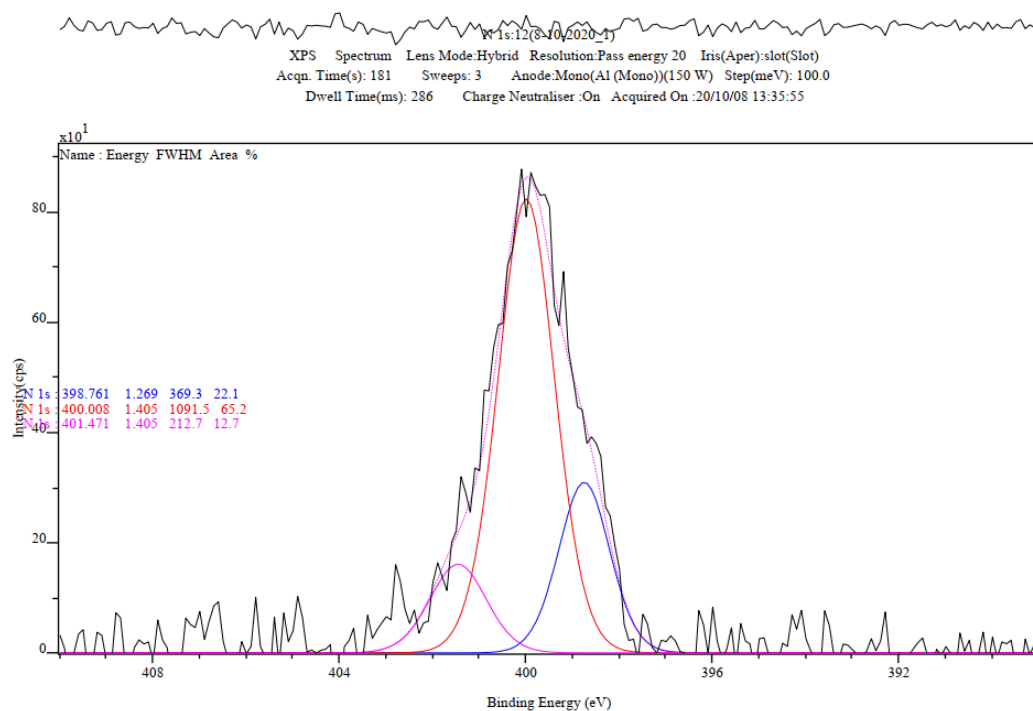
รูปผนวก ก-32 ข้อมูลปริมาณธาตุของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂-RGO



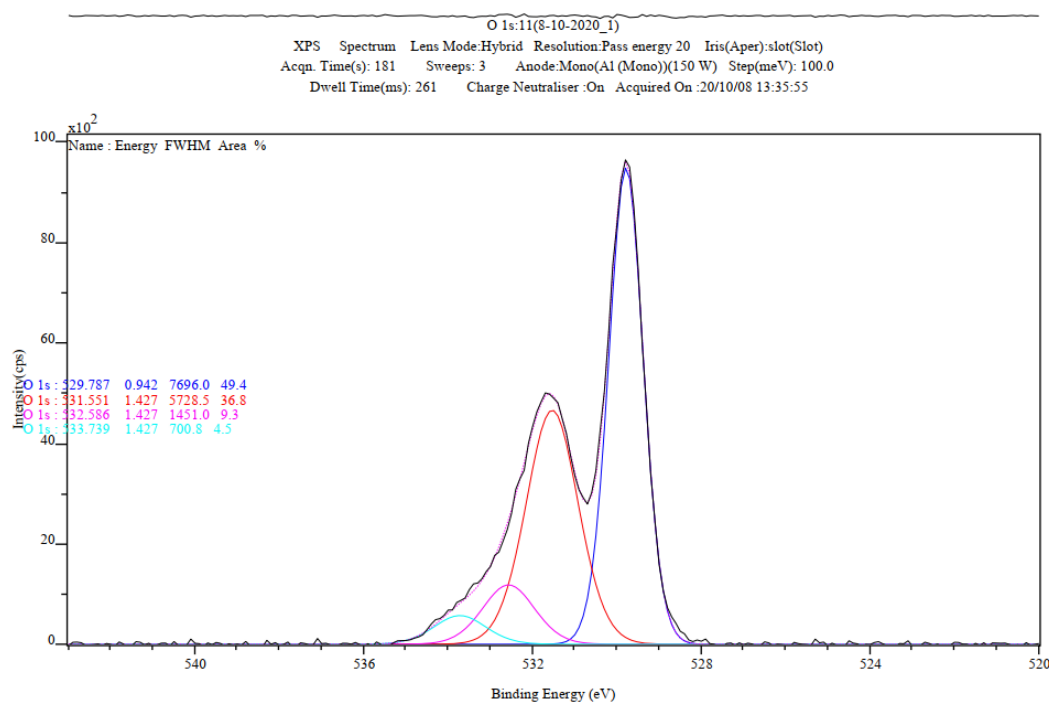
รูปผนวก ก-33 XPS spectrum ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO



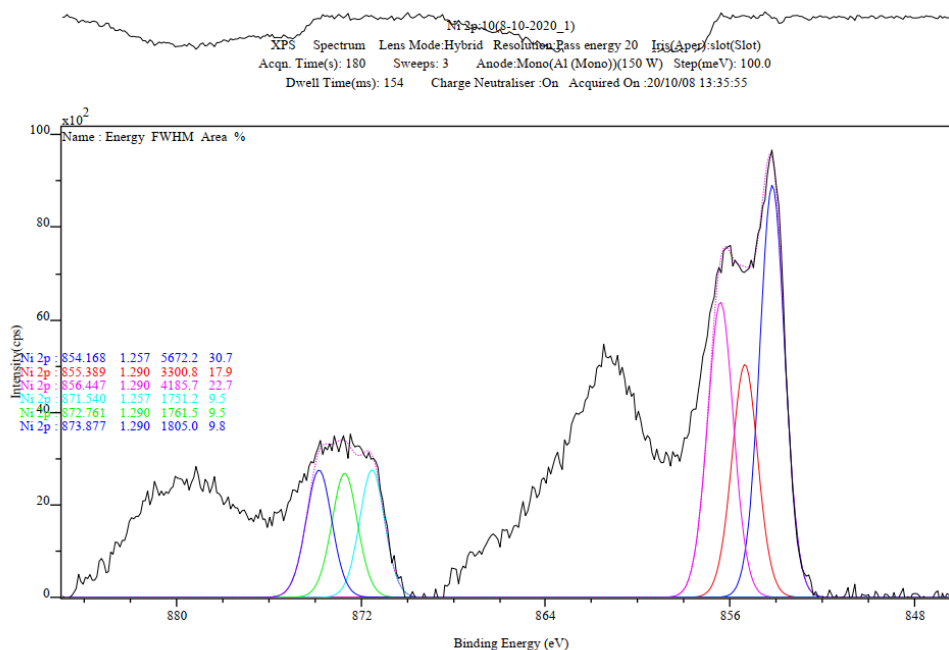
รูปผนวก ก-34 XPS spectrum ช่วง C 1s ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO



รูปผนวก ก-35 XPS spectrum ช่วง N 1s ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO



รูปผนวก ก-36 XPS spectrum ช่วง O 1s ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO₂.0-RGO



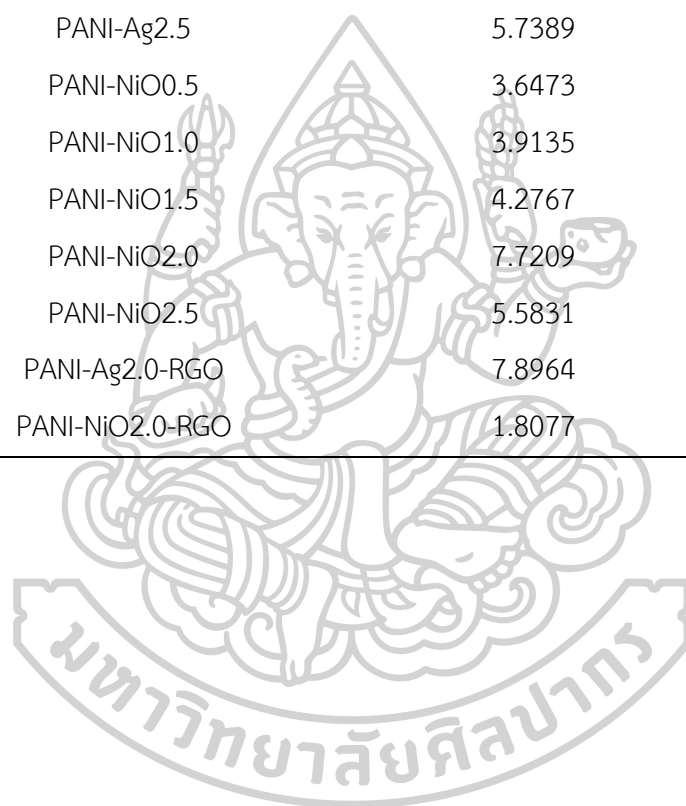
รูปผนวก ก-37 XPS spectrum ช่วง Ni 2p ของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-NiO_{2.0}-RGO

ตารางผนวก ก-1 น้ำหนักแผ่นแกรฟออยด์สำหรับทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV ในสูตรต่างๆ

ตัวอย่าง	น้ำหนักแผ่นแกรฟออยด์ (g)		
	ก่อนเคลือบสารตัวอย่าง	หลังเคลือบสารตัวอย่าง	สารตัวอย่าง
PANI	0.0475	0.0479	0.0004
PANI-Ag0.5	0.0451	0.0474	0.0023
PANI-Ag1.0	0.0500	0.0511	0.0011
PANI-Ag1.5	0.0464	0.0485	0.0021
PANI-Ag2.0	0.0505	0.0509	0.0004
PANI-Ag2.5	0.0523	0.0540	0.0017
PANI-NiO0.5	0.0483	0.0493	0.0010
PANI-NiO1.0	0.0515	0.0527	0.0012
PANI-NiO1.5	0.0476	0.0485	0.0009
PANI-NiO2.0	0.0505	0.0509	0.0004
PANI-NiO2.5	0.0454	0.0460	0.0006
PANI-Ag2.0-RGO	0.0455	0.0465	0.0010
PANI-NiO2.0-RGO	0.0479	0.0488	0.0009

ตารางผนวก ก2 ค่าพื้นที่ใต้กราฟ CV ที่ได้จากการ Integrate ในสูตรต่างๆ

ตัวอย่าง	ค่าพื้นที่ใต้กราฟ CV ที่ได้จากการ Integrate
PANI	12.0280
PANI-Ag0.5	2.3243
PANI-Ag1.0	3.8044
PANI-Ag1.5	4.7984
PANI-Ag2.0	6.1322
PANI-Ag2.5	5.7389
PANI-NiO0.5	3.6473
PANI-NiO1.0	3.9135
PANI-NiO1.5	4.2767
PANI-NiO2.0	7.7209
PANI-NiO2.5	5.5831
PANI-Ag2.0-RGO	7.8964
PANI-NiO2.0-RGO	1.8077





ภาคผนวก ข.1 แสดงวิธีการคำนวณค่าการเก็บประจุจำเพาะจากผลการทดสอบด้วยเทคนิค CV และ GCD

ตัวอย่างการคำนวณค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิต PANI-Ag2.0

สถานะที่ทดสอบ CV : ช่วงศักย์ไฟฟ้า -0.2 – 0.8 V, อัตราการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s

จากสมการ
$$C_{CV} = \frac{\int I dV}{2 \times m \times \Delta V \times SR}$$

แทนค่าในสมการ
$$C_{CV} = \frac{6.1322}{2 \times (1) \times (0.8 - (-0.2)) \times 10}$$

$$C_{CV} = 306.61 \text{ F/g}$$

คำอธิบายตัวแปรในสมการ

C_{CV} คือ ค่าการเก็บประจุจำเพาะต่อน้ำหนักจากกราฟ CV ในหน่วย ฟารัดต่อกรัม (F/g)

$\int I dV$ คือ ค่าพื้นที่ (Integral area) ของกราฟ CV

m คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ทดสอบ หน่วยกรัม (g)

ΔV คือ ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ หน่วยโวลต์ (V)

SR คือ อัตราในการสแกนความต่างศักย์ หน่วยโวลต์ต่อวินาที (V/s)

จากสมการจะสามารถหาค่าการเก็บประจุจำเพาะต่อน้ำหนักจากกราฟ CV ได้เท่ากับ 613.22 F/g จากการแทนค่าพื้นที่ใต้กราฟ CV ที่ได้จากการ Integrate (แสดงดังตารางผนวก ก.2) เท่ากับ 6.3122 ค่าน้ำหนักของสารตัวอย่างที่ทดสอบ เท่ากับ 1 เนื่องจากในขั้นตอนการสร้างกราฟ CV ได้ทำการหารน้ำหนักของสารในแกน Y (Current หน่วย A/g) แล้ว ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ เท่ากับ $0.8 - (-0.2) = 1 \text{ V}$ และอัตราในการสแกนความต่างศักย์ เท่ากับ 10 mV/s

ตัวอย่างการคำนวณค่าการเก็บประจุจำเพาะของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO

สถานะที่ทดสอบ GCD : ช่วงศักย์ไฟฟ้า -0.2 – 1 V, ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g

จากสมการ
$$C_{GCD} = \frac{I \times \Delta t}{\Delta V \times m}$$

แทนค่าในสมการ
$$C_{GCD} = \frac{1 \times (842.7 - 469.5)}{(0.8 - (-0.2)) \times 1}$$

$$C_{GCD} = 313.2 \text{ F/g}$$

คำอธิบายตัวแปรในสมการ

C_{gcd}	คือ ค่าการเก็บประจุจำเพาะต่อน้ำหนักจากกราฟ GCD ในหน่วยฟารัดต่อกรัม (F/g)
I	คือ กระแสไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมา หน่วยแอมแปร์ (A)
Δt	คือ ช่วงเวลาที่คายประจุไฟฟ้า หน่วยวินาที (s)
m	คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ทดสอบ หน่วยกรัม (g)
ΔV	คือ ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ หน่วยโวลต์ (V)

จากสมการจะสามารถหาค่าการเก็บประจุจำเพาะต่อน้ำหนักจากกราฟ GCD ได้เท่ากับ 313.2 F/g จากการแทนค่ากระแสไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมาเท่ากับ 1 A/g ช่วงเวลาที่คายประจุไฟฟ้าเท่ากับ $842.7 - 469.5 = 313.2$ s ค่าน้ำหนักของสารตัวอย่างที่ทดสอบ เท่ากับ 1 เนื่องจากในขั้นตอนการสร้างกราฟ GCD ค่ากระแสไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมาได้ทำการหารน้ำหนักสารตัวอย่างแล้วในหน่วย A/g และช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ เท่ากับ $0.8 - (-0.2) = 1$ V

ภาคผนวก ข.2 แสดงวิธีการคำนวณค่าความหนาแน่นพลังงาน

ตัวอย่างการคำนวณค่าความหนาแน่นพลังงานของวัสดุคอมพอสิตสามองค์ประกอบ PANI-Ag-RGO ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g

การคำนวณค่าความหนาแน่นพลังงานสามารถนำค่าการเก็บประจุจำเพาะที่ได้จากผลการทดสอบสมบัติไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค GCD มาแทนค่าในสมการดังนี้

จากสมการ	Energy density ; $ED = \frac{0.5 \times C_{GCD} \times \Delta V^2}{3.6}$
แทนค่าในสมการ	$ED = \frac{0.5 \times 313.2 \times (0.8 - (-0.2))^2}{3.6}$
	$ED = 51.83$ Wh/kg

คำอธิบายตัวแปรในสมการ

ED คือ ความหนาแน่นพลังงาน หน่วยวัตต์ชั่วโมงต่อกิโลกรัม (Wh/kg)

C_{GCD} คือ ค่าการเก็บประจุจำเพาะต่อน้ำหนักจากกราฟ GCD ในหน่วยฟารัดต่อกรัม (F/g)

ΔV คือ ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ หน่วยโวลต์ (V)

Δt คือ ช่วงเวลาที่คายประจุไฟฟ้า หน่วยวินาที (s)

จากสมการจะสามารถหาค่าค่าความหนาแน่นพลังงานได้เท่ากับ 51.83 Wh/kg จากการแทนค่าการเก็บประจุจำเพาะต่อน้ำหนักจากกราฟ GCD เท่ากับ 313.2 F/g และช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ เท่ากับ $0.8 - (-0.2) = 1 \text{ V}$

ภาคผนวก ข.3 แสดงวิธีการคำนวณค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า

ตัวอย่างการคำนวณค่าความหนาแน่นพลังงานของวัสดุคอมพอลิเมอร์ประกอบ PANI-Ag-RGO ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g

การคำนวณค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสามารถนำค่าความหนาแน่นพลังงานที่ได้จากผลการทดสอบสมบัติไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค GCD มาแทนค่าในสมการดังนี้

จากสมการ Power density ; $PD = \frac{ED \times 3600}{\Delta t}$

แทนค่าในสมการ $PD = \frac{51.83 \times 3600}{842.7 - 469.5}$

$$PD = 499.97 \text{ W/kg}$$

คำอธิบายตัวแปรในสมการ

PD คือ ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า หน่วยวัตต์ต่อกิโลกรัม (W/kg)

ED คือ ความหนาแน่นพลังงาน หน่วยวัตต์ชั่วโมงต่อกิโลกรัม (Wh/kg)

Δt คือ ช่วงเวลาที่คายประจุไฟฟ้า หน่วยวินาที (s)

จากสมการจะสามารถหาค่าค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าได้เท่ากับ 499.97 W/kg จากการแทนค่าความหนาแน่นพลังงาน เท่ากับ 51.83 Wh/kg ช่วงเวลาที่คายประจุไฟฟ้าเท่ากับ $842.7 - 469.5 = 313.2 \text{ s}$



ภาคผนวก ค.1 การประชุมวิชาการ International Conference on Engineering and
Industrial Technology (ICEIT2020)
บันทึกงานการประชุม (Proceeding)

IOP Conference Series: Materials Science and Engineering

PAPER • OPEN ACCESS

The preparation of composites between polyaniline-silver (PANI-Ag) via
interfacial polymerization

To cite this article: W Panloetparnich *et al* 2020 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **965** 012015

View the [article online](#) for updates and enhancements.

EXTENDED ABSTRACT DEADLINE: DECEMBER 18, 2020

ECS 239th ECS Meeting
with the 18th International Meeting on Chemical Sensors (IMCS)

May 30-June 3, 2021 **SUBMIT NOW →**

The preparation of composites between polyaniline-silver (PANI-Ag) via interfacial polymerization

W Panloetparnich¹, V Loryuenyong¹ and A Buasri^{1*}

¹Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Nakhon Pathom, 73000, Thailand

*Corresponding author: achanai130@gmail.com

Abstract. In this study, polyaniline-silver (PANI-Ag) composites between aniline monomer and Ag particles in silver nitrate were prepared via interfacial polymerization method at room temperature. The objective was to study the effects of mass ratios of aniline monomer to Ag particles in silver nitrate (1:0.5, 1:1, 1:1.5, 1:2 and 1:2.5) on the electrochemical properties. The characterization techniques included FTIR, XRD, SEM and EDAX. FTIR and XRD results presented the success of the synthesis of the composites and crystallization of the PANI-Ag composites due to the presence of silver. SEM and EDAX techniques indicated that polyaniline nanofibers were successfully covered on the Ag particles. The CV results showed the higher specific capacitance with increasing amounts of Ag particles.

1. Introduction

Nowadays, devices for storing electrical energy which are batteries and capacitors are widely used in electrical industries. However, the process of charge-discharge electricity in batteries take quite a long time and limiting the usage in many applications. Therefore, the researchers are currently interested in studying and developing the capacitors to be more capacitance and electrical energy storage. Capacitors can charge-discharge electricity very quickly than batteries. Generally, the electrodes are produced from carbon materials (carbon nanotubes (CNTs)), transition metal oxide (NiO, Co₃O₄, MnO₂, TiO₂, SnO₂ and CuO) [1-7] and conducting polymers are simple chemical and electrochemical synthesis, economical price and high environmental stability.

Among conductive polymer, polyaniline (PANI) has gained more attention to produce electrode due to there are 4 oxidation states (leucoemeraldine, emeraldine base, emeraldine salt and pernigraniline). It has high specific capacitance pseudocapacitor. Although conductive state of PANI is only green protonated emeraldine. On the other hand, PANI has lower conductivity than metal. Thus, the researchers try to improve electrical properties of PANI via metal doping method. Silver particle (Ag) is transition metal, there are high electrical properties and high surface area. After electrode synthesis, Ag particle can reduce electrical resistivity or charge transfer resistance. [8]

Therefore, different methods have been used to improve capacitors properties. In the Interfacial polymerization technique, the polymerization is occurred in immiscible organic/aqueous biphasic system. This technique no add surfactant, simply synthesize and variety of organic solvent. Recently, Mahesh D. Bedre et al. prepared PANI-Ag nanocomposites via employing interfacial polymerization using ammonium persulphate as an oxidizing agent. Resulting in the reduction of Ag⁺ to Ag⁰ and to



conducting emeraldine salt.[9] Ahmad Abdolahi et al. synthesized PANI-Ag composites with core-shell structure by interfacial polymerization method.[10] Kuk Ro Yoon et al. synthesized polypyrrole-silver (PPy-Ag) nanocomposites by aqueous polymerization (PPy-Ag-Aq) and interfacial polymerization (PPy-Ag-IF). The silver particles were dispersed in PPy-Ag-IF better than in PPy-Ag-Aq.[11]

In this research, the PANI-Ag composites use addition of Ag in PANI to reduce electrical resistance and to enhance the electrochemical properties. The transition metal particles are widely used due to the presence of unique magnetic, optical and catalytic properties. The electrodes was based on the current composite materials were prepared via interfacial polymerization by dispersing silver particles and aniline monomer in the water phase and inorganic phase, respectively. The objectives of this work is to study morphology and electrochemical properties of PANI-Ag composites.[10]

2. Experimental

2.1. Materials

Aniline monomer (LOBA CHEMIE PVT.LTD) purchased from India, silver nitrate (POCH) purchased from Poland, ammonium persulfate (Ajax Finechem Pty.Ltd) purchased from Poland Australia, chloroform (ACI Lacscan) purchased from Thailand and sulfuric acid (EMSURE GO made in Germany).

2.2. Synthesis of polyaniline-silver composites

The synthesis of composite materials between polyaniline and Ag particles from interfacial polymerization by preparing solutions with 2 systems. The first system is organic phase by put 0.36 ml of aniline monomer in 20 ml of chloroform and the second system is silver nitrate in distilled water by mixed 0.23 g of ammonium persulfate with 0.2 g of silver nitrate in 10 ml of sulphuric acid (1 M) after that mixed and stirred solution each system for 30 minutes. The mixing 2 systems, pour the second system into the first system and leave for interfacial polymerization for 24 hours then filtered and washed with acetone and distilled water. It will turn into a precipitate and colorless solution. Finally dried for 48 hours. PANI-Ag composites with different mass ratio of Ag particles in silver nitrate (1:0.5, 1:1, 1:1.5, 1:2 and 1:2.5).

2.3. Characterizations

PANI-Ag composites were characterized by fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) (NICOLET, Impact, United States), x-ray diffraction (XRD) (SHIMADZU, Lab X, XRD 6100, Japan), scanning electron microscopy (SEM) (MIRA3 TESCAN, Australia) of composites sputtered coated with Pd/Au.

2.4. Preparation and characterization of the electrode

The electrochemical analysis of PANI-Ag composites was carried out through the standard three-electrode cell configuration. The counter electrode was platinum wire, the reference electrode was Ag/AgCl and the working electrode was prepared by mixing 80 %w/w of the PANI-Ag composites, 10 %w/w of carbon black (Vulcan XC 72R) and 10 %w/w of polyvinylidene fluoride. The mixture was dissolved in 1-methyl-2-pyrrolidinone (NMP) solvent, then drop coated onto the glassy carbon electrode (GCE). The prepared GCE working electrode was dried at 80 °C for 24 hours to eliminate the solvent.[11] The CV test using DY2311 Potential (Digi-Ivy, Inc, United States) and the electrolyte was 1M H₂SO₄ solution and all the electrochemical analyses were tested at room temperature.

3. Results and discussion

3.1. Fourier transform infrared spectroscopy

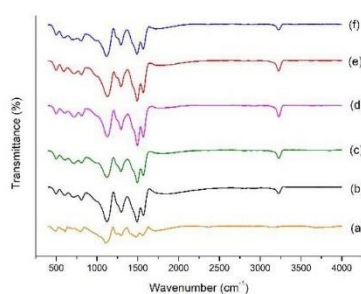


Figure 1. FTIR spectra of the PANI-Ag composites (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 and (f) PANI-Ag2.5.

The FTIR spectra of pure PANI and PANI-Ag composites were recorded and shown in Figure 1. Pure PANI and PANI-Ag composites has the main peaks at 1108.98 cm^{-1} , 1478.74 cm^{-1} and 1559.57 cm^{-1} associated with C=N and C=C stretching of quinoid and benzenoid rings in the polyaniline structure. The peak at about 3228.53 cm^{-1} is O-H stretching from HNO_3 and not presented in pure PANI. Based on FTIR results, it could be confirmed that polyaniline was successfully synthesized due to the characteristic peaks corresponding to emeraldine salt (ES) is 3138.82 cm^{-1} , 1559.57 cm^{-1} , 1478.74 cm^{-1} , 1294.30 cm^{-1} and 1238.45 cm^{-1} . [9,10]

3.2. X-ray diffraction

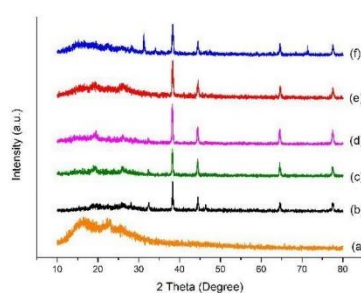


Figure 2. XRD patterns of the PANI-Ag composites (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 and (f) PANI-Ag2.5.

The XRD patterns of PANI-Ag composites are presented in Figure 2. The Figure 2a showed only broad peak at about 2θ value of $10\text{-}35^\circ$. This is the characteristic peak of PANI corresponded to amorphous nature of PANI. The results. In the PANI-Ag composites indicated the appearance of the FCC structure of

Ag particles, as indicated by the (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0) and (3 1 1) diffraction peaks (2θ) at 38.1° , 44.2° , 64.3° and 77.5° , respectively. As a result, All peak of PANI-Ag composite match with the **JCPDS file 04-0783** of Ag. [9]

3.3. Scanning electron microscopy

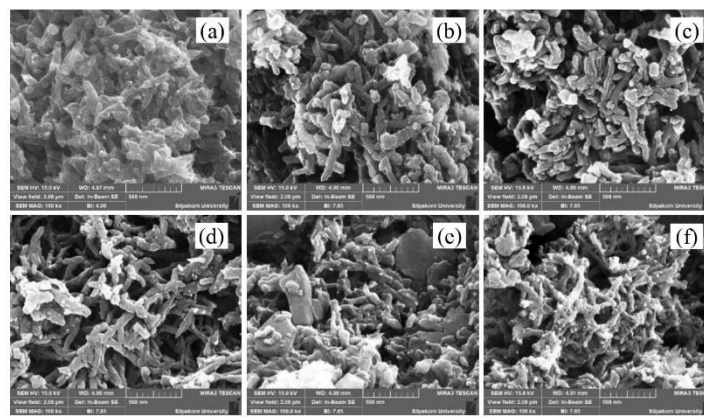


Figure 3. SEM images of the PANI-Ag composites (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 and (f) PANI-Ag2.5.

The morphology of PANI-Ag composites is shown in Figure 3. Normally, three stages are proposed in PANI synthesis: 1) nucleation, 2) initial growth, 3) secondary growth. Figure 3a, in interfacial polymerization form only PANI nanofiber in initial growth stage. It is proposed the secondary growth stage is suppressed due to the secondary growth stage leads to PANI in micro-size scale. [8] From Figure 3b-f shown the formation of polyaniline nanofibers with surface roughness. However, increasing Ag contents found more gap between polyaniline nanofibers. From Figure 3e, PANI-Ag2.0 exhibited the formation of polyaniline nanofibers and sheets. From Figure 3f, PANI-Ag2.5 found the smallest polyaniline nanofibers compared to other Ag contents. Thus, SEM images indicated the interfacial polymerization caused the formation of aniline monomer on Ag particles that act as the growth centers and Ag particles are covered with a layer of polyaniline nanofibers.[9,10]

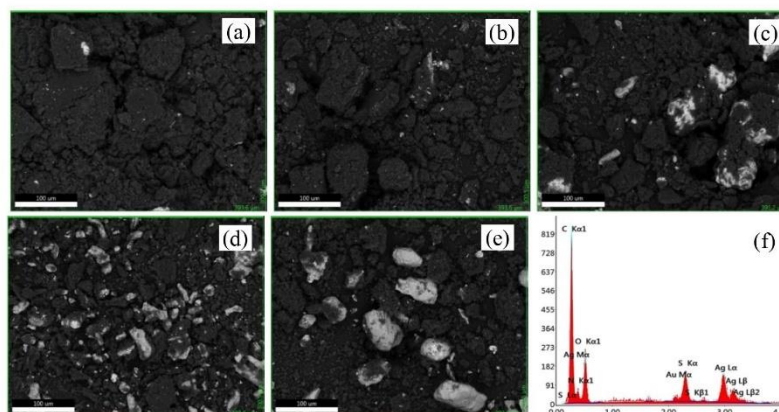


Figure 4. EDAX images of the PANI-Ag composites (a) PANI-Ag0.5, (b) PANI-Ag1.0, (c) PANI-Ag1.5, (d) PANI-Ag2.0 and (e) PANI-Ag2.5 and (f) EDAX mapping.

The study of elemental compositions using the EDAX technique are shown in Figure 4. From Figure 4a-c, presented the dispersion of Ag particles in PANI as a matrix. Figure 4d, PANI-Ag2.0 is the most dispersion and distribution and Figure 4e, PANI-Ag2.5 exhibited agglomeration of Ag particles in the PANI matrix because of Ag particles content increasing. The EDAX mapping, Figure 4f, presented %elements of carbon, nitrogen, oxygen and silver.[12]

3.4. Cyclic voltammetry

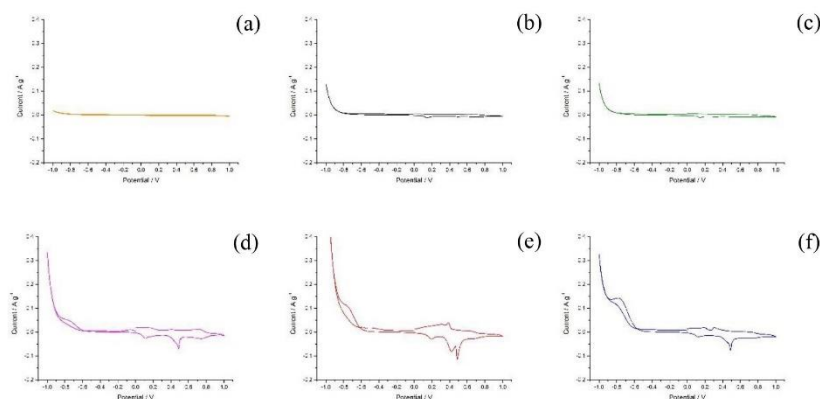


Figure 5. Cyclic voltammograms of the PANI-Ag composites (a) Pure PANI, (b) PANI-Ag0.5, (c) PANI-Ag1.0, (d) PANI-Ag1.5, (e) PANI-Ag2.0 and (f) PANI-Ag2.5 in 1M H₂SO₄

The results of the study of electrical properties of pure PANI and PANI-Ag composites using the CV technique are shown in Figure 5, at potential range of -1 to +1 V and using 1M H₂SO₄ as the electrolyte at scan rate is 50 mV/s. Figure 5a, pure PANI didn't presented redox reaction and low specific capacitance. Figure 5b-c, PANI-Ag0.5 and PANI-Ag1.0 presented only reduction reaction peak and no

oxidation reaction peak. In PANI-Ag composites synthesis when Ag particles content increasing, will show oxidation and reduction reaction peak that indicated transition metal (silver) can occur redox reaction which is pseudocapacitors characteristics. The composite materials in different Ag particles content, Ag particles content increasing found the area under the CV curves increasing and specific capacitance also increasing. The specific capacitances of PANI-Ag composites were calculated from equation 1[12], and the results were shown in Table 1:

$$C_{sp} = \frac{\int_{V_i}^{V_f} |I| dV}{2 \times \Delta V \times m \times SR} \quad (1)$$

Where the integral part in the numerator gives the area under the CV curve, ΔV is the potential range, I is the applied current, m is the weight of the deposited PANI-Ag composites on GCE and SR is scan rate.[12]

Table 1. Specific capacitance of the PANI-Ag composites with different mass ratio of Ag.

Composites	Specific capacitance (F/g)
Pure PANI	18.84
PANI-Ag0.5	58.84
PANI-Ag1.0	61.34
PANI-Ag1.5	185.17
PANI-Ag2.0	385.67
PANI-Ag2.5	276.94

4. Conclusion

The preparation of PANI-Ag composites with various silver contents was successful through the interfacial polymerization method. This could be confirmed by the FTIR results, which showed peaks attributed to the functional groups in the polyaniline structure and XRD analysis indicated the crystalline formation of Ag particles, which was confirmed by the presence of sharp peaks. The XRD broad peak suggested the amorphous nature polyaniline. In accordance with SEM micrographs, observed PANI formation in Ag particles which act as the growth centers. From studying the dispersion of Ag particles in PANI and compositions of elements with EDAX technique, it was found that PANI-Ag2.0 had the most dispersion and distribution. The results of EDAX were in consistent corresponding with CV technique. The specific capacitance of PANI-Ag2.0 was optimal with the value of 385.67 F/g.

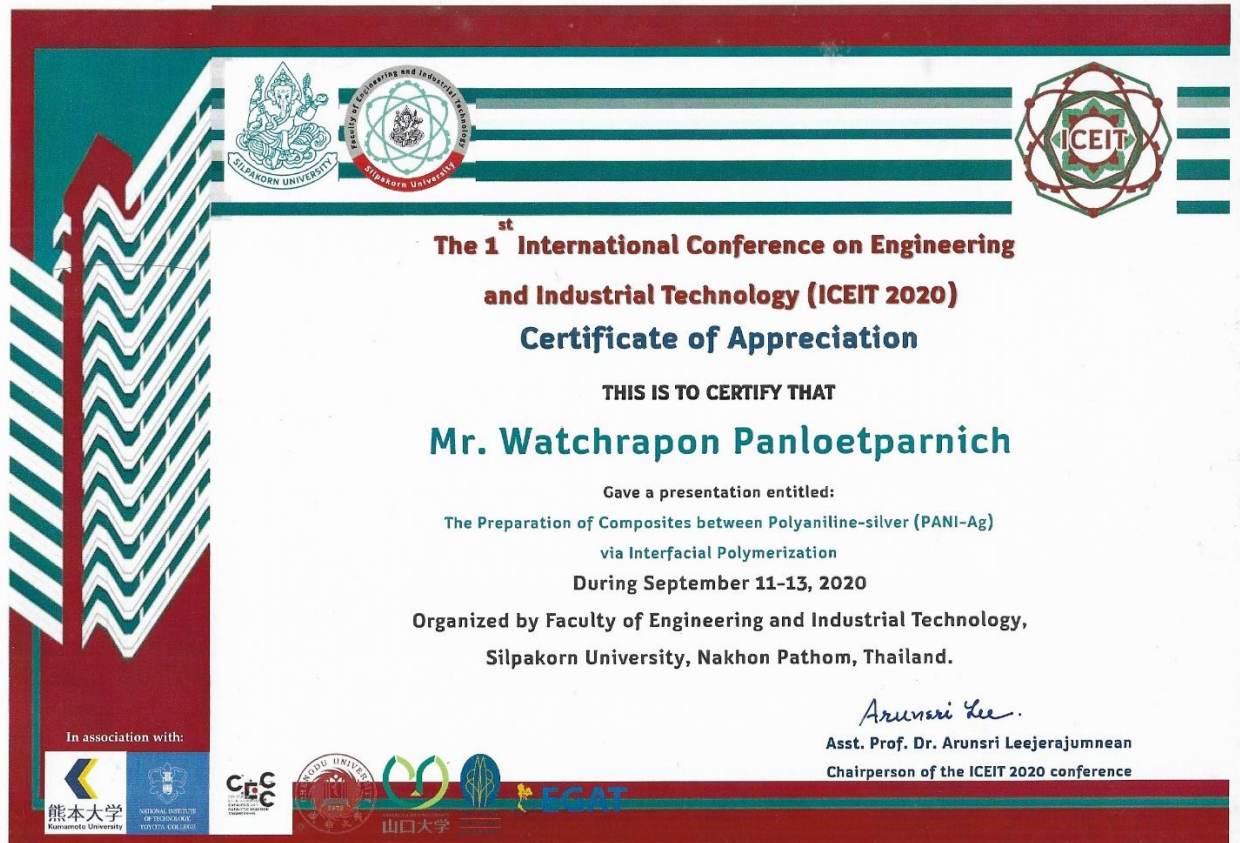
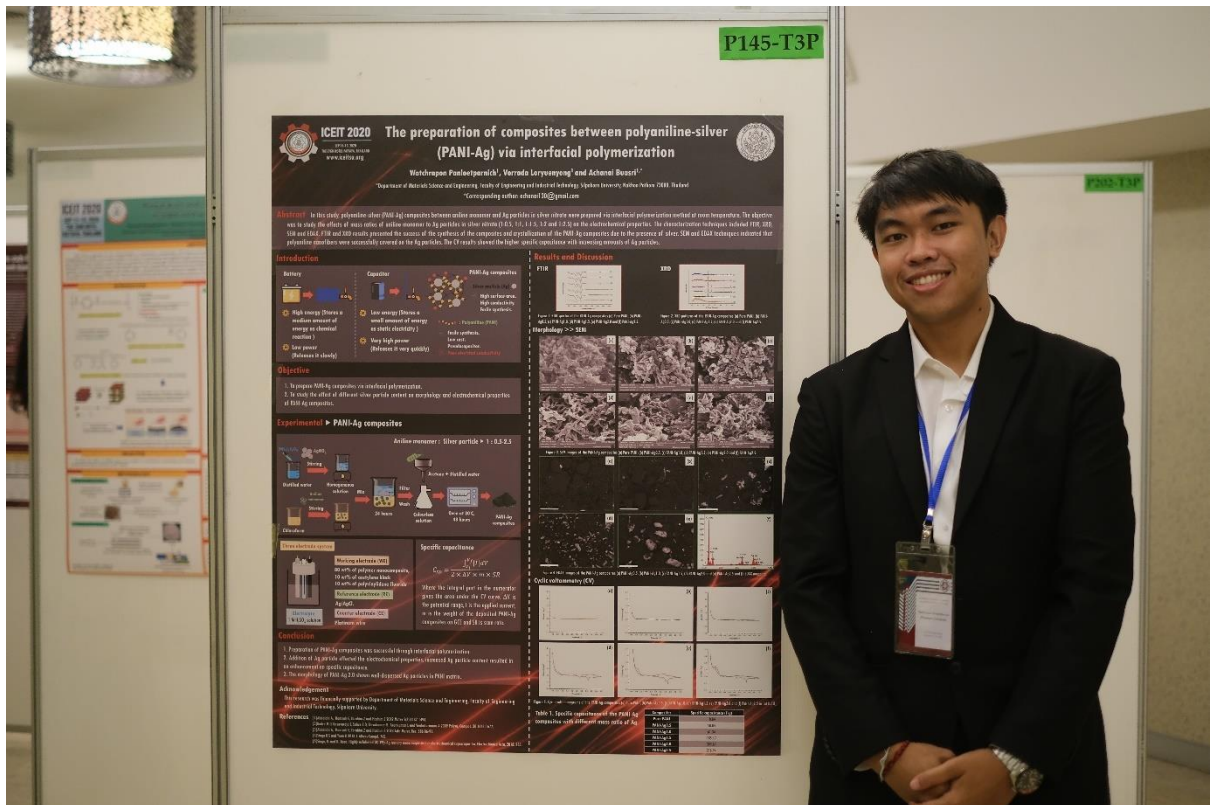
5. Acknowledgement

This research was financially supported by Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University.

References

- [1] Rhazi1 EI M, Majid S, Elbasri1 M, Salih1 F E, Oularbil L and Lafdi K 2018 *Int. Nano Lett.* **8** 79-99.
- [2] Bora C, Kalita A, Das D, Dolui S K and Mukhopadhyay P K 2014 *POLYM INT.* **63**.
- [3] Bedre M D, Deshpande R, Salimath B and Abbaraju V 2010 *INT J MIN MET MATER.* 2010 **52** 149-154.

- [4] Khawas K, Kumari P, Daripa S, Oraon R and Kuila B K 2017 *ChemistrySelect*. **2** 11783-11789.
- [5] Su H, Wang T, Zhang S, Song J, Mao C, Niu H, Jin B, Wu J and Tian Y 2012 *Solid State Sci.* **14** 677-681.
- [6] Prasanna B.P., Avadhani D.N., Vinuth Raj, Yogesh kumar K. and Raghu M.S. 2019 *SURRF.ENG.APPL* **55** 463-471.
- [7] Ates M, Serin M A, Ekmen and Ertas Y N 2015 *Polym. Bull.* **72**.
- [8] Abdolahi A, Hamzah E, Ibrahim Z and Hashim S 2012 *Mater* **5(8)** 1487-1494.
- [9] Bedre M D, Basavaraja S, Salwe B D, Shivakumar V, Arunkumar L and Venkataraman A 2009 *Polym. Compos.* **30** 1668-1677.
- [10] Abdolahi A, Hamzah E, Ibrahim Z and Hashim S 2013 *Adv. Mater. Res.* **686** 86-91.
- [11] Singu B S and Yoon K 2018 *J. Alloys Compd.* **742**.
- [12] Singu, B. and K. Yoon, *Highly exfoliated GO-PPy-Ag ternary nanocomposite for electrochemical supercapacitor*. *Electrochimica Acta*, 2018. **268**.



รายการอ้างอิง

1. การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย. เส้นทางสู่พลังงานสีเขียว ตอน พลังงานหมุนเวียน VS พลังงานสิ้นเปลือง. Available from: <http://www.leonics.co.th/html/th/aboutpower/greenway05.php>.
2. แก้วทรงพล, น., การพัฒนาพอลิอะนิลีนสำหรับตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมียิ่งยวดด้วยนาโนกราฟีนและโลหะเงิน. 2558.
3. Patil, D.S., et al., *Investigations on silver/polyaniline electrodes for electrochemical supercapacitors*. Physical Chemistry Chemical Physics, 2012. **14**(34): p. 11886-11895.
4. Wang, J.-G., et al., *Interfacial synthesis of mesoporous MnO₂/polyaniline hollow spheres and their application in electrochemical capacitors*. Journal of Power Sources, 2012. **204**: p. 236-243.
5. Bora, C., et al., *Preparation of polyaniline/nickel oxide nanocomposites by liquid/liquid interfacial polymerization and evaluation of their electrical, electrochemical and magnetic properties*. Polymer International, 2014. **63**.
6. Singu, B. and K. Yoon, *Highly exfoliated GO-PPy-Ag ternary nanocomposite for electrochemical supercapacitor*. Electrochimica Acta, 2018. **268**.
7. Kondawar, S., *Conducting Polymer Nanocomposites for Supercapacitors*. 2015: Smithers Information Limited.
8. Elcap. *Hierarchical classification of supercapacitors and related types*. Available from: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Supercapacitors-Overview.png>.
9. Jost, K., G. Dion, and Y. Gogotsi, *Textile energy storage in perspective*. Journal of Materials Chemistry A, 2014. **2**(28): p. 10776-10787.
10. พรพัฒน์กุล, ย., พอลิเมอร์นำไฟฟ้าพอลิอะนิลีนที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีดีสเพอร์ชันพอลิเมอร์ไรเซชัน. 2553.
11. Inzelt, G., *Conducting Polymers: A New Era in Electrochemistry*. 2008.
12. Singu, B.S. and K.R. Yoon, *Mesoporous polypyrrole-Ag nanocomposites for supercapacitors*. Journal of Alloys and Compounds, 2018. **742**: p. 610-618.
13. Kate, R.S., S.A. Khalate, and R.J. Deokate, *Overview of nanostructured metal*

- oxides and pure nickel oxide (NiO) electrodes for supercapacitors: A review.* Journal of Alloys and Compounds, 2018. **734**: p. 89-111.
14. Zhang, L., et al., *Nickel-based materials for supercapacitors.* Materials Today, 2019. **25**: p. 35-65.
 15. วิเศษสุวรรณภูมิ, ด.ศ., "แกรฟีนวัสดุ 2 มิติเพื่ออนาคต". 2560.
 16. Alam, S.N., N. Sharma, and L. Kumar, *Synthesis of Graphene Oxide (GO) by Modified Hummers Method and Its Thermal Reduction to Obtain Reduced Graphene Oxide (rGO)*.* Graphene, 2017. **06**(01): p. 1-18.
 17. Nguyen, V.H., et al., *Covalently bonded reduced graphene oxide/polyaniline composite for electrochemical sensors and capacitors.* Journal of Electroanalytical Chemistry, 2015. **758**: p. 148-155.
 18. มณฑา, น., การตรวจวัดปริมาณไกลโฟเสทในปัสสาวะโดยโวลแทมเมทรี. 2554.
 19. เละเซ็น, ด.ศ., et al., การพัฒนาชุดตรวจดีเอ็นเอจากกระบวนการพีซีอาร์เพื่อจาแนกสายพันธุ์ข้าว ปทุมธานี 1 กับพันธุ์ข้าวดอกมะลิ 105 ด้วยเทคนิคทางไฟฟ้าเคมี. 2558.
 20. Elgrishi, N., et al., *A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry.* Journal of Chemical Education, 2017. **95**(2): p. 197-206.
 21. Zhang, S. and N. Pan, *Supercapacitors Performance Evaluation.* Advanced Energy Materials, 2015. **5**(6).
 22. Technology, K.I.o., *Functional Coatings: Research Areas.*
 23. Abdolahi, A., et al., *Synthesis of Uniform Polyaniline Nanofibers through Interfacial Polymerization.* Materials, 2012. **5**: p. 1487-1494.
 24. Abdolahi, A., et al., *Facile Synthesis of Polyaniline-Silver Composites through Interfacial Polymerization.* Advanced Materials Research, 2013. **686**: p. 86-91.
 25. Khawas, K., et al., *Hierarchical Polyaniline-MnO₂-Reduced Graphene Oxide Ternary Nanostructures with Whiskers-Like Polyaniline for Supercapacitor Application.* ChemistrySelect, 2017. **2**: p. 11783-11789.
 26. จินดาวุฒิกุล, ส., การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ. วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ ปีที่ 60 ฉบับที่ 189
 27. S. Iro, Z., *A Brief Review on Electrode Materials for Supercapacitor.* International Journal of Electrochemical Science, 2016: p. 10628-10643.
 28. Bedre, M.D., et al., *Preparation and characterization of Pani and Pani-Ag*

- nanocomposites via interfacial polymerization*. Polymer Composites, 2009. **30**(11): p. 1668-1677.
29. de Barros, R.A. and W.M. de Azevedo, *Polyaniline/silver nanocomposite preparation under extreme or non-classical conditions*. Synthetic Metals, 2008. **158**(21-24): p. 922-926.
30. Shin, J.G., et al., *Synthesis of a Polyaniline Nanoparticle Using a Solution Plasma Process with an Ar Gas Bubble Channel*. Polymers (Basel), 2019. **11**(1).
31. Zhou, F., et al., *Polyaniline-derived nitrogen- and oxygen-decorated hierarchical porous carbons as an efficient electrode material for supercapacitors*. Journal of Solid State Electrochemistry, 2020. **24**(4): p. 951-959.
32. Larrude, D.G., M.E.H. Maia da Costa, and F.L. Freire, *Synthesis and Characterization of Silver Nanoparticle-Multiwalled Carbon Nanotube Composites*. Journal of Nanomaterials, 2014. **2014**: p. 1-7.
33. Senarathna, K.G.C. and R.M.G. Rajapakse, *Silver montmorillonite conducting polymer composite materials as low-cost oxygen reduction catalysts*. Journal of the National Science Foundation of Sri Lanka, 2019. **47**(4).
34. Zeng, F., et al., *Polyaniline nanostructures tuning with oxidants in interfacial polymerization system*. Progress in Natural Science: Materials International, 2015. **25**(5): p. 512-519.
35. Saghiri, M.A., et al., *Back-scattered and secondary electron images of scanning electron microscopy in dentistry: a new method for surface analysis*. Acta Odontol Scand, 2012. **70**(6): p. 603-9.
36. Im, S., et al., *Nanoparticle intercalation-induced interlayer-gap-opened graphene-polyaniline nanocomposite for enhanced supercapacitive performances*. Applied Surface Science, 2017. **412**: p. 160-169.
37. Paulraj, P., et al., *Single pot synthesis of polyaniline protected silver nanoparticles by interfacial polymerization and study its application on electrochemical oxidation of hydrazine*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2011. **377**(1-3): p. 28-34.
38. Shambharkar, B.H. and S.S. Umare, *Synthesis and characterization of polyaniline/NiO nanocomposite*. Journal of Applied Polymer Science, 2011.

- 122(3):** p. 1905-1912.
39. Azharudeen, A.M., et al., *Fabrication, characterization of polyaniline intercalated NiO nanocomposites and application in the development of non-enzymatic glucose biosensor*. Arabian Journal of Chemistry, 2020. **13(2):** p. 4053-4064.
 40. Salunkhe, P., M.A. A V, and D. Kekuda, *Investigation on tailoring physical properties of Nickel Oxide thin films grown by dc magnetron sputtering*. Materials Research Express, 2020. **7(1)**.
 41. Singu, B.S., S. Palaniappan, and K.R. Yoon, *Polyaniline–nickel oxide nanocomposites for supercapacitor*. Journal of Applied Electrochemistry, 2016. **46(10):** p. 1039-1047.
 42. Hong, X., et al., *Three-dimensional reduced graphene oxide/polyaniline nanocomposite film prepared by diffusion driven layer-by-layer assembly for high-performance supercapacitors*. Journal of Power Sources, 2017. **343:** p. 60-66.
 43. ศรีมุข, น., อ. สว่างพุกษ์, and อ. รอดเดชา, *ตัวเก็บประจุไฟฟ้าเคมียิ่งยวดของวัสดุผสมกราฟีนโลหะไฮดรอกไซด์ โลหะออกไซด์ และวัสดุโครงข่ายโลหะ-อินทรีย์*.
 44. Sun, B., et al., *Flower-like polyaniline–NiO structures: a high specific capacity supercapacitor electrode material with remarkable cycling stability*. RSC Advances, 2016. **6(50):** p. 43959-43963.
 45. Male, U., P. Srinivasan, and B.S. Singu, *Incorporation of polyaniline nanofibres on graphene oxide by interfacial polymerization pathway for supercapacitor*. International Nano Letters, 2015. **5(4):** p. 231-240.
 46. Ahmad, S., M.M. Ali Khan, and F. Mohammad, *Graphene/Nickel Oxide-Based Nanocomposite of Polyaniline with Special Reference to Ammonia Sensing*. ACS Omega, 2018. **3(8):** p. 9378-9387.



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	วัชรพล พันเลิศพานิชย์
วัน เดือน ปี เกิด	4 พฤษภาคม 2539
สถานที่เกิด	จังหวัดพิษณุโลก
วุฒิการศึกษา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วศ.บ.) ปีโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์
ที่อยู่ปัจจุบัน	300/429 หมู่ 7 ถนนพหลโยธิน ตำบลไม้งาม อำเภอเมืองตาก จังหวัดตาก
ผลงานตีพิมพ์	Watchrapon Panloetparnich, Achanai Buasri, Vorrada Loryuenyong “The preparation of composites between polyaniline-silver (PANI-Ag) via interfacial polymerization” International Conference on Engineering and Industrial Technology (ICEIT 2020), The ZIGN Hotel Pattaya, Chonburi, Thailand 11-13 September, 2020
รางวัลที่ได้รับ	พ.ศ. 2561 – 2562 (4 ภาคการศึกษา) ได้รับทุนการศึกษาและทุนนักศึกษาผู้ช่วยสอน จากภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร

