

บทที่ 5 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพของตัวเก็บพลังงานชนิดใหม่กับ ทังสเตนไดรอกไซด์

สารผสมระหว่างวานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5) กับไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่อัตราส่วนเชิงโมลและอุณหภูมิที่เหมาะสม มีแนวโน้มที่จะเป็นตัวเก็บพลังงานชนิดใหม่ ที่มีประสิทธิภาพในการเก็บพลังงานในระบบตัวเก็บพลังงานที่ใช้แสงที่สามารถเก็บพลังงานได้ โดยประสิทธิภาพในการเก็บพลังงานจะศึกษาในแง่ของอัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บอิเล็กตรอน (Initial charging rate) และความสามารถในการเก็บประจุของแผ่นฟิล์ม (Film capacity) เปรียบเทียบกับ TiO_2 และ V_2O_5 ซึ่งเป็นสารดั้งเดิม อีกทั้งเปรียบเทียบกับตัวเก็บพลังงานเดิม (WO_3)

การวิเคราะห์ความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอนโดยวิธีทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemistry) ด้วยเครื่อง Potentiostat โดย การทดลองจะแบ่งออกเป็น 3 ตอน

1. ศึกษาอัตราส่วนของตัวเก็บพลังงานกับตัวประสาน (Binder) ที่เหมาะสม
2. ศึกษาสภาวะในการเตรียมสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ ร่วมกับตัวประสานที่เหมาะสม
3. การทดสอบความสามารถในการเก็บประจุเปรียบเทียบกับ WO_3

5.1 วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 ศึกษาอัตราส่วนของตัวเก็บพลังงานกับตัวประสาน (Binder) ที่เหมาะสม

ในการทดลองหาอัตราส่วนที่เหมาะสมนี้ จะใช้ทังสเตนไดรอกไซด์ (WO_3) เป็นตัวแทนของตัวเก็บพลังงาน และตัวประสานที่ใช้คือ Poly Ethylene Glycol (PEG) มวลโมเลกุล 10,000 กรัม/โมล การเตรียมฟิล์มทำโดยปรับอัตราส่วนโดยโมลของตัวเก็บพลังงานกับ PEG ดังนี้ 313:1 313:2 313:3 และ 313:4 นำสารที่เตรียมผสมตามอัตราส่วนที่คำนวณได้ใส่ในหลอดทดลอง จากนั้นเติมกรด HNO_3 2 หยด Triton-X100 1 หยด และน้ำปราศจากไอออน (Deionized Water) 0.4 มิลลิลิตร ผสมสารให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่อง Ultrasonic Bath สารที่เตรียมได้ไปเคลือบบนกระจก ITO glass ด้วยวิธีการ Spin coating ด้วยอัตราเร็ว 1,500 rpm จากนั้นนำแผ่นฟิล์มที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ $450^\circ C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ฟิล์มที่ได้ถูกนำไปวิเคราะห์อัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บอิเล็กตรอน และความสามารถในการเก็บประจุของแผ่นฟิล์ม เช่นเดียวกันกับการทดลองในบทที่ 3 ตอนที่ 1 ข้อ 2)

ตอนที่ 2 ศึกษาสภาวะในการเตรียมสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ ร่วมกับตัวประสานที่เหมาะสม

สารผสมระหว่าง $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ เตรียมจากการผสมโซลไททาเนียม (วิธีเตรียมเช่นเดียวกับทดลองในบทที่ 2 ตอนที่ 3 ข้อ 1)) กับวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่มีขายทางการค้า โดยปรับอัตราส่วนโดยโมลของ $TiO_{2(syn)}:V_2O_5$ เท่ากับ 10:0.1, 10:1 และ 10:1.5 จากนั้นสารผสมจะถูกเผาที่อุณหภูมิ 450, 500, $550^\circ C$ จะได้ผงของสารผสมระหว่าง $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ นำผงที่เตรียมได้ผสมกับตัวประสานแทน WO_3 ตามอัตราส่วนที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองตอนที่ 1 จากนั้นนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปหาความสามารถในการเก็บประจุเช่นเดียวกันกับบทที่ 3 ตอนที่ 1 ข้อ 2)

บทที่ 5 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพของตัวเก็บพลังงานชนิดใหม่กับ ทังสเตนไดรอกไซด์

สารผสมระหว่างวานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5) กับไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่อัตราส่วนเชิงโมลและอุณหภูมิที่เหมาะสม มีแนวโน้มที่จะใช้เป็นตัวเก็บพลังงานชนิดใหม่ ที่มีประสิทธิภาพในการเก็บพลังงานในระบบตัวเก็บพลังงานที่ใช้แสงที่สามารถเก็บพลังงานได้ โดยประสิทธิภาพในการเก็บพลังงานจะศึกษาในแง่ของอัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บอิเล็กตรอน (Initial charging rate) และความสามารถในการเก็บประจุของแผ่นฟิล์ม (Film capacity) เปรียบเทียบกับ TiO_2 และ V_2O_5 ซึ่งเป็นสารดั้งเดิม อีกทั้งเปรียบเทียบกับตัวเก็บพลังงานเดิม (WO_3)

การวิเคราะห์ความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอนโดยวิธีทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemistry) ด้วยเครื่อง Potentiostat โดย การทดลองจะแบ่งออกเป็น 3 ตอน

1. ศึกษาอัตราส่วนของตัวเก็บพลังงานกับตัวประสาน (Binder) ที่เหมาะสม
2. ศึกษาสภาวะในการเตรียมสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ ร่วมกับตัวประสานที่เหมาะสม
3. การทดสอบความสามารถในการเก็บประจุเปรียบเทียบกับ WO_3

5.1 วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 ศึกษาอัตราส่วนของตัวเก็บพลังงานกับตัวประสาน (Binder) ที่เหมาะสม

ในการทดลองหาอัตราส่วนที่เหมาะสมนี้ จะใช้ทังสเตนไดรอกไซด์ (WO_3) เป็นตัวแทนของตัวเก็บพลังงาน และตัวประสานที่ใช้คือ Poly Ethylene Glycol (PEG) มวลโมเลกุล 10,000 กรัม/โมล การเตรียมฟิล์มทำโดยปรับอัตราส่วนโดยโมลของตัวเก็บพลังงานกับ PEG ดังนี้ 313:1 313:2 313:3 และ 313:4 นำสารที่เตรียมผสมตามอัตราส่วนที่คำนวณได้ใส่ในหลอดทดลอง จากนั้นเติมกรด HNO_3 2 หยด Triton-X100 1 หยด และน้ำปราศจากไอออน (Deionized Water) 0.4 มิลลิลิตร ผสมสารให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่อง Ultrasonic Bath สารที่เตรียมได้ไปเคลือบบนกระจก ITO glass ด้วยวิธีการ Spin coating ด้วยอัตราเร็ว 1,500 rpm จากนั้นนำแผ่นฟิล์มที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ $450^\circ C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ฟิล์มที่ได้ถูกนำไปวิเคราะห์อัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บอิเล็กตรอน และความสามารถในการเก็บประจุของแผ่นฟิล์ม เช่นเดียวกันกับการทดลองในบทที่ 3 ตอนที่ 1 ข้อ 2)

ตอนที่ 2 ศึกษาสภาวะในการเตรียมสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ ร่วมกับตัวประสานที่เหมาะสม

สารผสมระหว่าง $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ เตรียมจากการผสมโซลไททาเนียม (วิธีเตรียมเช่นเดียวกับทดลองในบทที่ 2 ตอนที่ 3 ข้อ 1)) กับวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่มีขายทางการค้า โดยปรับอัตราส่วนโดยโมลของ $TiO_{2(syn)}:V_2O_5$ เท่ากับ 10:0.1, 10:1 และ 10:1.5 จากนั้นสารผสมจะถูกเผาที่อุณหภูมิ 450, 500, $550^\circ C$ จะได้ผงของสารผสมระหว่าง $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ นำผงที่เตรียมได้ผสมกับตัวประสานแทน WO_3 ตามอัตราส่วนที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองตอนที่ 1 จากนั้นนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปหาความสามารถในการเก็บประจุเช่นเดียวกันกับบทที่ 3 ตอนที่ 1 ข้อ 2)

ตอนที่ 3 การทดสอบความสามารถในการเก็บประจุเปรียบเทียบกับ WO_3

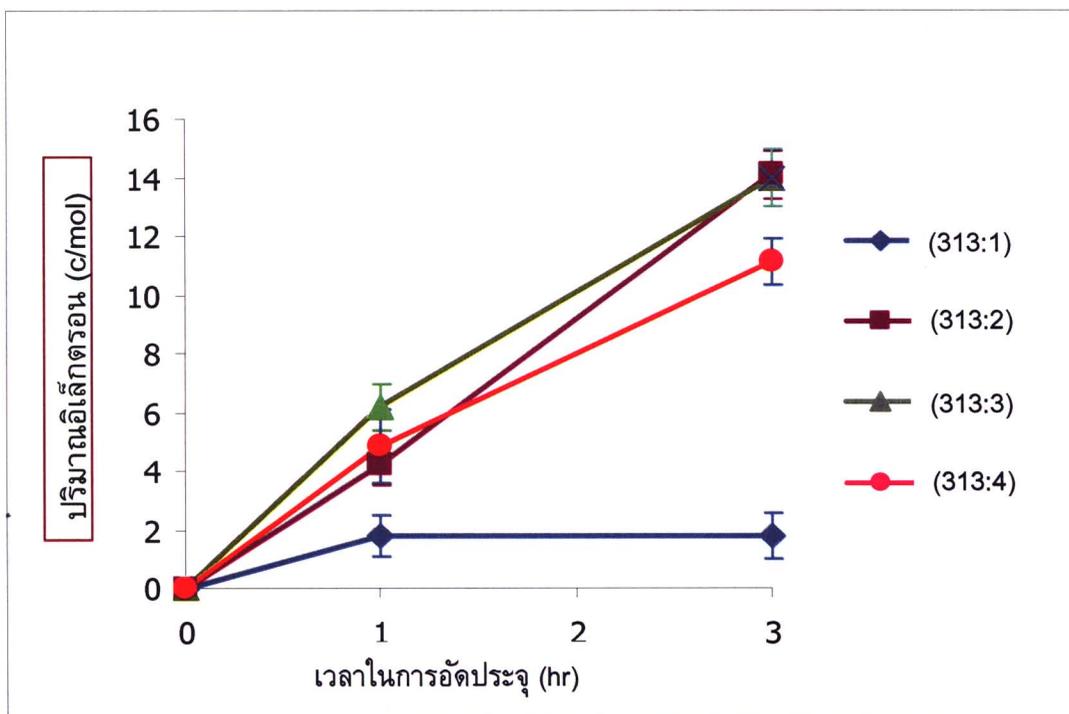
เตรียมฟิล์มเช่นเดียวกันกับตอนที่ 2 แล้วใช้ TiO_2 , WO_3 และ V_2O_5 ผสมกับตัวประสานแทน WO_3 ตามอัตราส่วนที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองตอนที่ 1 จากนั้นนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปหาความสามารถในการเก็บประจุเช่นเดียวกันกับบทที่ 3 ตอนที่ 1 ข้อ 2)

5.2 ผลการทดลอง

ตอนที่ 1 ศึกษาอัตราส่วนของตัวเก็บพลังงานกับตัวประสาน (Binder) ที่เหมาะสม

ในการเตรียมฟิล์มของตัวเก็บพลังงานเคลือบลงบนกระจก ITO นั้น เนื่องจากตัวเก็บพลังงานเป็นของแข็งจึงจำเป็นต้องใช้ตัวประสาน (สารที่มีองค์ประกอบของซิลิกา) เพื่อยึดตัวเก็บพลังงานติดกับกระจก ITO ดังนั้น การทดลองหาอัตราส่วนระหว่างตัวเก็บพลังงาน : ตัวประสาน ที่เหมาะสม ทำโดยการเลือกใช้ทั้งสเดนไดรออกไซด์ (WO_3) เป็นตัวแทนของตัวเก็บพลังงาน และใช้ Poly Ethylene Glycol (PEG) เป็นตัวประสาน ปรับอัตราส่วนโดยโมลของ WO_3 : PEG ดังนี้ 313:1 313:2 313:3 และ 313:4 แล้วนำของผสมที่ได้ไปเคลือบบนกระจก ITO แผ่นฟิล์มที่ได้เผาที่อุณหภูมิ $450^\circ C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

การทดลองหาปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมภายในตัวเก็บพลังงาน ทำโดยการควบคุมความศักย์ไฟฟ้าของฟิล์มด้วยเครื่อง Potentiostat ให้มีค่า $-0.4 V$ vs. $Ag/AgCl$ ในช่วงเวลาหนึ่งๆ จากนั้นใช้วิธี Galvanostat (การวัดการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ของฟิล์มโดยควบคุมอัตราการไหลของกระแสไฟฟ้าคงที่) วัดการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ของฟิล์ม เพื่อนำไปคำนวณหาค่าปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมภายในฟิล์ม ผลการทดลองดังรูป 5.1



รูปที่ 5.1 ปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมภายในตัวเก็บพลังงานที่มีตัวประสานในอัตราส่วนต่างๆ

การปรับอัตราส่วนของตัวเก็บพลังงาน : ตัวประสาน ทำโดยควบคุมปริมาณตัวเก็บพลังงานคงที่ ดังนั้น ปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมในตัวเก็บพลังงานในแต่ละอัตราส่วนควรมีค่าใกล้เคียงกัน

จากรูปที่ 5.1 พบว่า หลังจากฟิล์มถูกอัดประจุเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ฟิล์มที่อัตราส่วน 313:1 จะมีปริมาณอิเล็กตรอนสะสมภายในฟิล์ม ~2 C/mol ซึ่งมีค่าน้อยกว่า ฟิล์มที่อัตราส่วน 313:2, 313:3 และ 313:4 ซึ่งมีปริมาณอิเล็กตรอนสะสมใกล้เคียงกัน ~5 C/mol และเมื่อเวลาในการอัดประจุนานขึ้นเป็น 3 ชั่วโมง ปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมภายในฟิล์มที่อัตราส่วน 313:1 มีปริมาณอิเล็กตรอนสะสมภายในฟิล์ม ~2 C/mol ในขณะที่ ฟิล์มที่อัตราส่วน 313:2 และ 313:3 มีปริมาณเพิ่มขึ้นเป็น ~14 C/mol แสดงให้เห็นว่า ฟิล์มที่อัตราส่วน 313: 1 มีปริมาณตัวประสานที่น้อยเกินไป จึงทำให้การเกาะติดของตัวเก็บพลังงานบนกระจกไม่ดี ซึ่งส่งผลโดยตรงต่อความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอน สำหรับฟิล์มที่อัตราส่วน 313:4 พบว่า ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์ม ~11 C/mol ซึ่งมีค่าน้อยกว่าฟิล์มที่อัตราส่วน 313:2 และ 313:3 แสดงให้เห็นว่าการเติมตัวประสานที่มากเกินไปนั้น ทำให้ความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอนลดลง อาจเนื่องมาจากค่าความต้านทานรวมของแผ่นฟิล์มเพิ่มขึ้น ดังนั้น โครงการวิจัยนี้จะคำนึงถึงค่าดำเนินการในการเตรียมฟิล์ม จึงเลือกใช้อัตราส่วนตัวเก็บพลังงาน : ตัวประสาน เท่ากับ 313: 2 เพื่อทำการทดลองต่อไป

ตอนที่ 2 ศึกษาสภาวะในการเตรียมสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ ร่วมกับ ตัวประสานที่เหมาะสม

สภาวะในการเตรียมสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ จะส่งผลโดยตรงต่อคุณสมบัติของสารประกอบที่เตรียมได้ ซึ่งในที่นี้จะศึกษาผลกระทบของอัตราส่วนโดยโมล $TiO_{2(syn)}:V_2O_5$ และอุณหภูมิในการเผาสารประกอบ โดยทำการปรับอัตราส่วนโดยโมลของ $TiO_{2(syn)}:V_2O_5 = 10:0.1, 10:1.0, 10:1.5$ และอุณหภูมิในการเผา = 450, 500 และ 550 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

สารประกอบของ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ ที่สังเคราะห์ได้ จะถูกนำไปใช้เป็นตัวเก็บพลังงานชนิดใหม่ โดยใช้อัตราส่วนของ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$: ตัวประสาน เท่ากับ 313:2 และนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 450 °C การทดลองหาปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมภายในตัวเก็บพลังงาน ทำโดยวิธีการควบคุมศักย์ไฟฟ้าของฟิล์มด้วยเครื่อง Potentiostat และใช้เทคนิค Galvanostat เช่นเดียวกับการทดลองตอนที่ 1

การวิเคราะห์ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์ม ดังตารางที่ 5.1 พบว่า สารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ เตรียมที่อัตราส่วน 10:0.1 สามารถเก็บประจุได้เพิ่มขึ้น เมื่อเวลาในการอัดประจุเพิ่มขึ้น ในขณะที่ สารประกอบเตรียมที่อัตราส่วน 10:1.0 และ 10:1.5 ไม่สามารถเก็บประจุได้ แม้เพิ่มเวลาในการอัดประจุ

ตารางที่ 5.1 ความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอนของสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ เตรียมที่อัตราส่วน โดยโมลต่างๆ โดยเผาฟิล์มที่ 450°C

เวลาในการอัดประจุ (hr)	ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมเฉลี่ยในฟิล์ม ที่มีสารประกอบของ ($TiO_{2(syn)}-V_2O_5$) (C/mol)		
	10 : 0.1	10 : 1.0	10 : 1.5
1	0.8	x	x
3	3.5	x	x
5	4.8	x	x

หมายเหตุ x หมายถึง ศักย์ไฟฟ้าของฟิล์มในช่วงการคายประจุเริ่มต้นมีค่ามากกว่า -0.1 V vs. Ag/AgCl

หากเปรียบเทียบความสามารถในการเก็บประจุของฟิล์มที่มีเพียง V_2O_5 อย่างเดียว พบว่า V_2O_5 ไม่สามารถเก็บประจุได้ในสภาวะดังกล่าว และฟิล์มที่มีเพียง TiO_2 อย่างเดียวมีความสามารถในการเก็บประจุได้เพียงเล็กน้อยเท่านั้น (~ 0.2 C/mol) นั้นแสดงให้เห็นว่า การเตรียมของผสมระหว่าง $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ น่าจะเกิดสารประกอบใหม่เกิดขึ้น เนื่องจากสารประกอบมีความสามารถในการเก็บประจุได้ จึงเลือกใช้อัตราส่วนโดยโมลของ $TiO_{2(syn)}:V_2O_5$ เท่ากับ 10:0.1 เพื่อทำการทดลองหาผลกระทบบของอุณหภูมิในการเผาสารประกอบต่อไป

การศึกษาผลกระทบบของอุณหภูมิในการเผาสารประกอบ ทำโดยการนำสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ เตรียมที่อัตราส่วนโดย 10:0.1 มาเผาที่อุณหภูมิ 450, 500 และ 550 °C จากนั้น วิเคราะห์ความสามารถในการเก็บประจุ โดยเขียนความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมในฟิล์ม (C/mol) กับเวลาในการอัดประจุ (hr) เพื่อวิเคราะห์หาค่าอัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บประจุ และค่าความจุของฟิล์ม

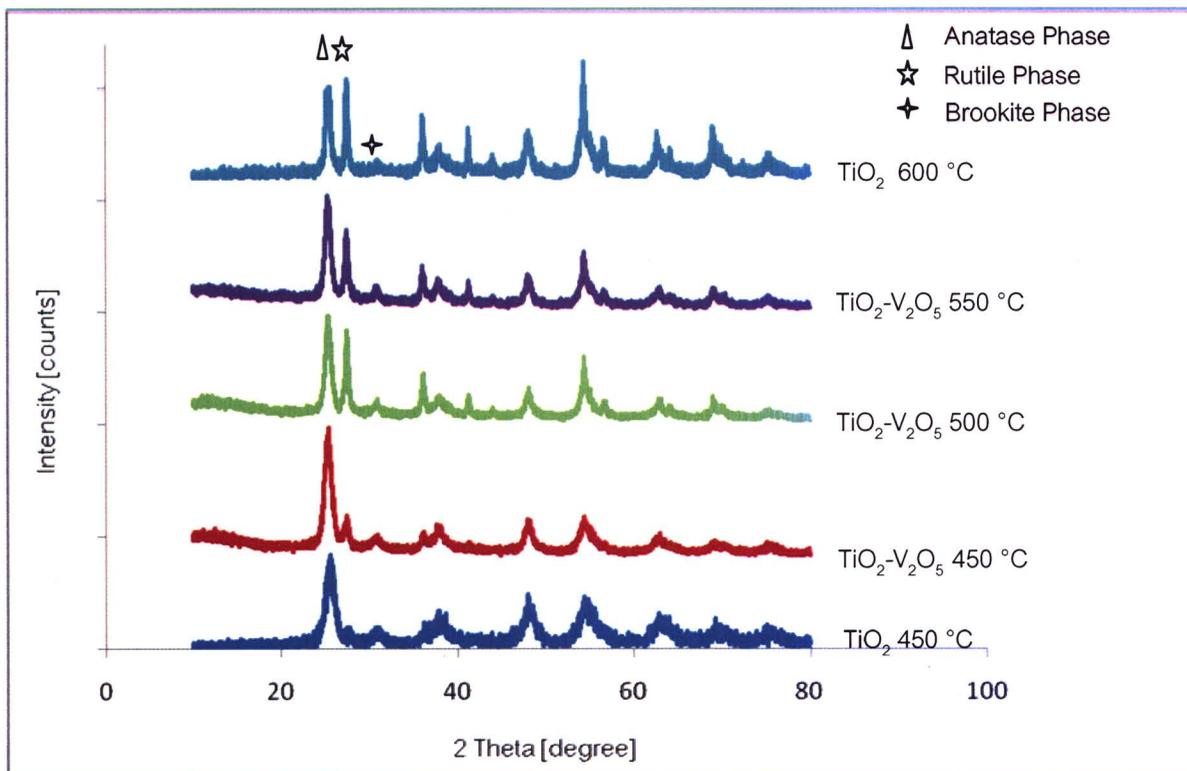
เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ พบว่า อัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บประจุ และค่าความจุของฟิล์มมีค่าสูงขึ้น โดยมีค่าอัตราเร็วในการเก็บประจุสูงสุด 21.3 C/mol.hr และมีค่าความจุของฟิล์มสูงสุด 33.0 C/mol ที่อุณหภูมิ 550°C (ตารางที่ 5.2) ที่เป็นเช่นนี้อาจเป็นเพราะ การเปลี่ยนโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์จากอนาเทสเป็นรูไทล์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้วานาเดียมเพนทอกไซด์สามารถละลายในไททาเนียมไดออกไซด์ (Solid solution) ได้มากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Habel และคณะ³⁶ ที่พบการเกิดสารประกอบของ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ เมื่อเติมวานาเดียมเพนทอกไซด์ 3-5 mol% ในโครงสร้างรูไทล์ของไททาเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 525-550°C เพื่อยืนยันสมมติฐานดังกล่าวข้างต้น สารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ จะถูกนำไปทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพต่อไป

ตารางที่ 5.2 ความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอนของสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ เตรียมที่อัตราส่วนโดยโมล 10:0.1 มีอุณหภูมิในการเผาต่างๆ

สารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ เผาที่อุณหภูมิ (°C)	อัตราเร็วในการเก็บประจุ (C/mol.hr)	ค่าความจุของฟิล์ม (C/mol)
450	0.8	4.8
500	2.5	6.3
550	21.3	33.0

การวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพด้วยเครื่อง X – ray Diffractometer (XRD)

การวิเคราะห์ผลของ XRD เป็นการวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ โดยการนำสาร TiO_2 ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล นำมาเจือปนกับวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่ได้จากการค้า และนำไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆกัน สารที่ได้จะมีลักษณะเป็นผง และนำสารที่ได้ไปวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง XRD



รูปที่ 5.2 โครงสร้างของสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})}-\text{V}_2\text{O}_5$ และ TiO_2 ที่อุณหภูมิต่างๆ

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD (รูปที่ 5.2) พบว่า เมื่ออุณหภูมิในการเผาสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})}-\text{V}_2\text{O}_5$ (10:0.1) สูงขึ้น จะพบโครงสร้างรูไทล์ชัดเจนยิ่งขึ้น และเมื่อคำนวณสัดส่วนโดยมวลของโครงสร้างอนาเทส : รูไทล์ : บรูคไคท์ (A: R: B)³⁷ ดังแสดงในตารางที่ 5.3

ตารางที่ 5.3 เปอร์เซ็นต์โดยมวลของโครงสร้างอนาเทส : รูไทล์ : บรูคไคท์ (A:R:B)

ชนิดสาร	อุณหภูมิ (°C)	เปอร์เซ็นต์โดยมวล (%)		
		อนาเทส	รูไทล์	บรูคไคท์
TiO_2	450	81	9	10
	600	50	21	29
$\text{TiO}_2-\text{V}_2\text{O}_5$	450	75	12	14
	500	55	33	11
	550	64	29	7

หมายเหตุ การคำนวณเปอร์เซ็นต์โดยมวลของอนาเทส : รูไทล์ : บรูคไคท์ (A:R:B) ดังแสดงในภาคผนวก ข.

จากตารางที่ 5.3 พบว่า ที่อุณหภูมิ 450°C อนุภาค TiO_2 ที่เตรียมจากวิธีเช่นเดียวกันกับ TiO_2 ที่ผสมอยู่กับ V_2O_5 จะมีเปอร์เซ็นต์โดยมวลของรูไทล์เพียง 9% ในขณะที่สารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})}-\text{V}_2\text{O}_5$ มีโครงสร้างรูไทล์สูงถึง 12% จะเห็นว่าการเจือ V_2O_5 ส่งผลให้การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของอนาเทสเป็นรูไทล์เกิดขึ้นได้ในอุณหภูมิต่ำลง หรือกล่าวได้ว่า การเจือ V_2O_5 ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง

จากอนาเทสเป็นรูไทล์ได้มากขึ้น ที่อุณหภูมิการเผาเดียวกัน อย่างไรก็ตาม ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย XRD ไม่พบโครงสร้างของ V_2O_5 เนื่องจากการเจือปน V_2O_5 ในปริมาณที่น้อย

ตารางที่ 5.4 ผลกระทบของอุณหภูมิที่มีต่อขนาดอนุภาคของแต่ละโครงสร้าง TiO_2 ชนิดต่างๆ

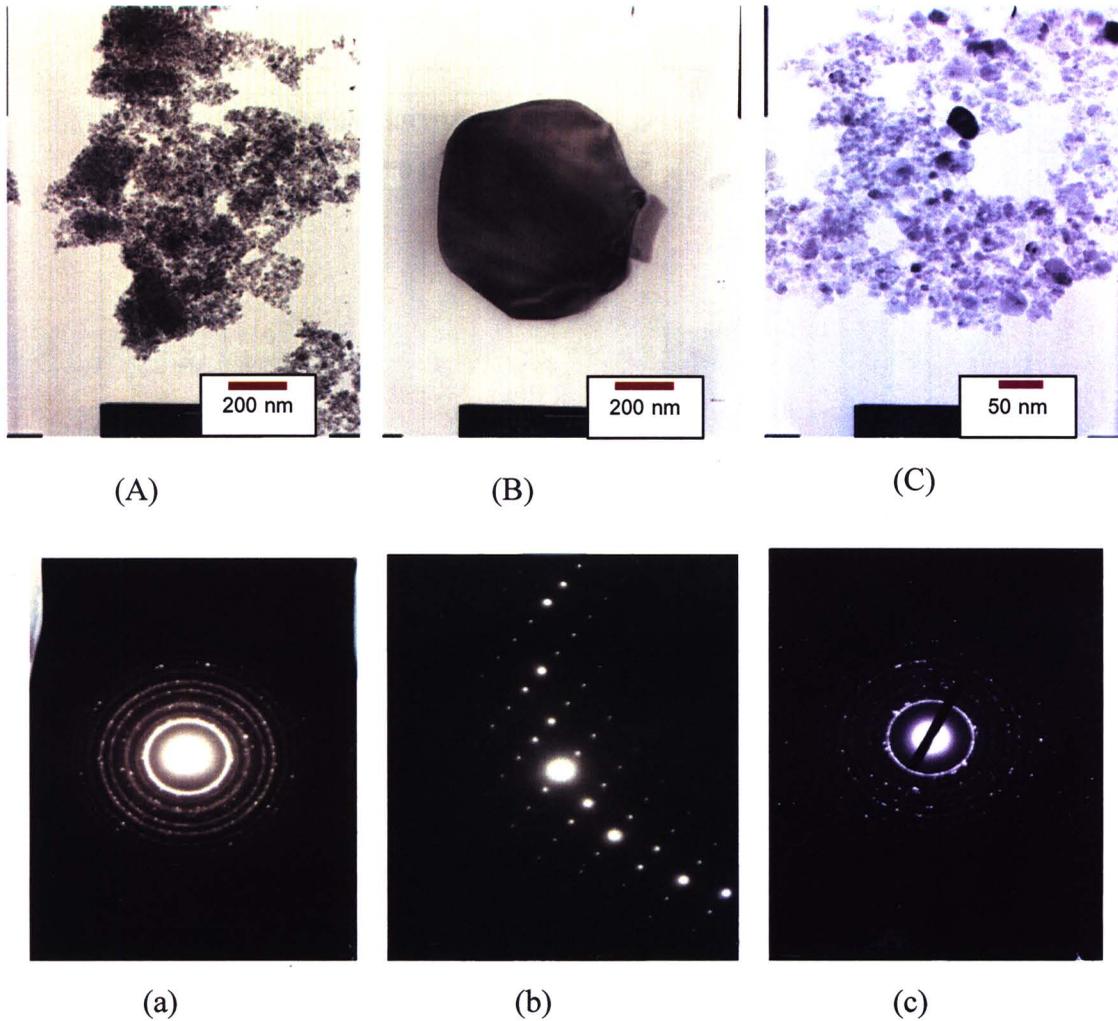
ชนิดสาร	อุณหภูมิ (°C)	ขนาดอนุภาค (nm)		
		อนาเทส	รูไทล์	บรูคไคท์
TiO_2	450	5.9	6.6	14.1
	600	7.0	12.8	10.7
$TiO_{2(syn)}-V_2O_5$	450	7.6	13.2	15.1
	500	9.1	16.0	22.6
	550	9.2	16.4	37.1

หมายเหตุ การคำนวณหาขนาดของอนุภาคได้จากสมการ Scherrer ดังแสดงในภาคผนวก ก.

หากพิจารณาขนาดอนุภาค (Crystal size) ซึ่งคำนวณจากสมการ Scherrer³⁸ จากตารางที่ 5.4 พบว่า ที่อุณหภูมิ 450°C ขนาดของโครงสร้างรูไทล์ในสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ มีขนาดใหญ่กว่าโครงสร้างรูไทล์ในอนุภาค TiO_2 ประมาณ 2 เท่า นั่นอาจเพราะ การเจือ V_2O_5 ทำให้เกิดการแทรกตัวของอนุภาค V_2O_5 ในโครงสร้างรูไทล์ ทำให้โครงสร้างรูไทล์มีขนาดใหญ่ขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาสูงขึ้น พบว่า โครงสร้างรูไทล์ของสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ มีขนาดใหญ่ขึ้นด้วย นั่นหมายความว่า สารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ เกิดขึ้นได้ดีหรือมีปริมาณสูงขึ้นที่อุณหภูมิสูง ซึ่งสอดคล้องกับความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอนของสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ ซึ่งมีค่ามากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น

ยิ่งไปกว่านั้น การวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ (10:0.1) ด้วย TEM พบว่า TiO_2 มีขนาดอนุภาค ~10 nm (รูปที่ 5.3A) ส่วนอนุภาคของ V_2O_5 มีขนาดใหญ่ ~800 nm (รูปที่ 5.3B) ในขณะที่ สารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ มีขนาดและลักษณะแตกต่างจากสารทั้งสอง (รูปที่ 5.3C) และเมื่อพิจารณา Diffraction Patterns พบว่าสารประกอบ $TiO_{2(syn)}-V_2O_5$ มี pattern (รูปที่ 5.3c) แตกต่างจาก Diffraction Patterns ของ TiO_2 (รูปที่ 5.3a) และ V_2O_5 (รูปที่ 5.3b) แสดงให้เห็นว่า การนำโซลโททาเนียมไดออกไซด์มาผสมกับ V_2O_5 ในอัตราส่วนที่เหมาะสม น่าจะเกิดเป็นสารประกอบชนิดใหม่

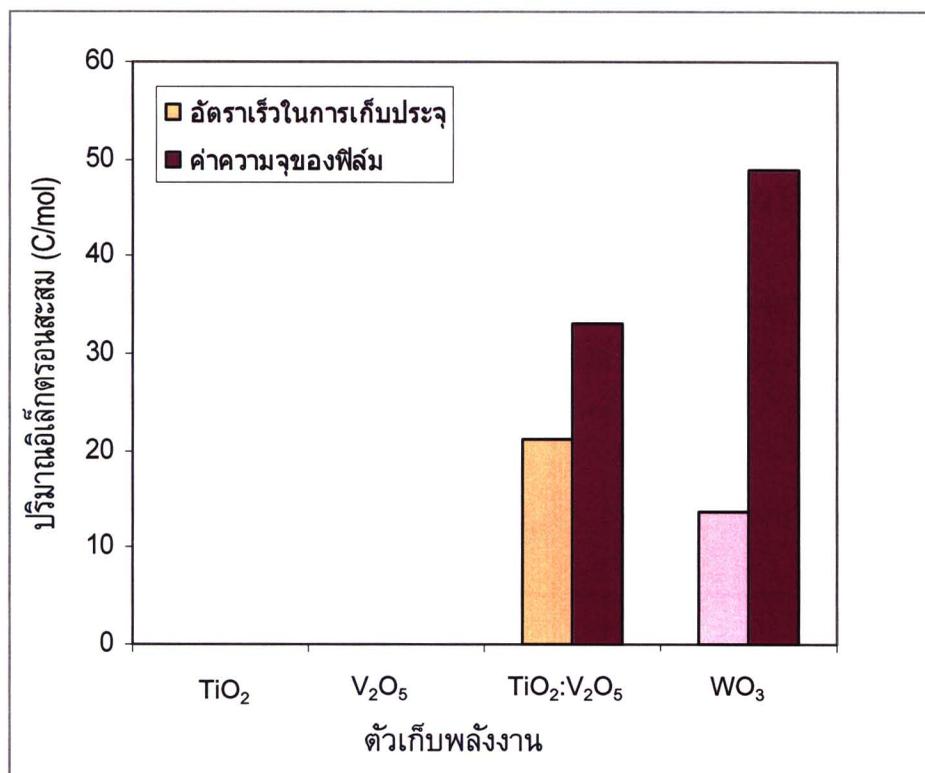




รูปที่ 5.3 รูปร่างและขนาดอนุภาคของสารจากเครื่อง TEM
 (A), (B), (C) แสดง ขนาดอนุภาคของ TiO_2 , V_2O_5 และ $\text{TiO}_2\text{-V}_2\text{O}_5$ ตามลำดับ
 (a), (b), (c) แสดง Diffraction Patterns ของ TiO_2 , V_2O_5 และ $\text{TiO}_2\text{-V}_2\text{O}_5$ ตามลำดับ

ตอนที่ 3 การทดสอบความสามารถในการเก็บประจุเปรียบเทียบกับ WO_3

การศึกษาความสามารถในการเก็บประจุของสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})}\text{-V}_2\text{O}_5$ (เตรียมที่อัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 10:0.1 และเผาที่อุณหภูมิ 550°C) เปรียบเทียบกับ WO_3 โดยเน้นศึกษาอัตราเร็วในการเก็บประจุและค่าความจุของฟิล์ม (รูปที่ 5.4)



รูปที่ 5.4 ความสามารถในการเก็บประจุของตัวเก็บพลังงานชนิดต่างๆ

พบว่าสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})} - \text{V}_2\text{O}_5$ (10:0.1) มีอัตราเร็วในการเก็บประจุสูงสุด 21.3 C/mol.hr และมีค่าความจุของฟิล์มสูงสุด 33.0 C/mol ในขณะที่ WO_3 ซึ่งเป็นตัวเก็บพลังงานดั้งเดิม มีอัตราเร็วในการเก็บประจุ 13.8 C/mol.hr และมีค่าความจุของฟิล์ม 49 C/mol แม้ว่าค่าความจุของสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})} - \text{V}_2\text{O}_5$ จะน้อยกว่า WO_3 อย่างไรก็ตาม สารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})} - \text{V}_2\text{O}_5$ มีอัตราเร็วในการเก็บประจुरวดเร็วกว่า WO_3 ยิ่งไปกว่านั้น สารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})} - \text{V}_2\text{O}_5$ มีความสามารถในการเก็บประจุที่โดดเด่นกว่าสารตั้งต้นเดิม คือ TiO_2 และ V_2O_5

5.3 สรุปผลการทดลอง

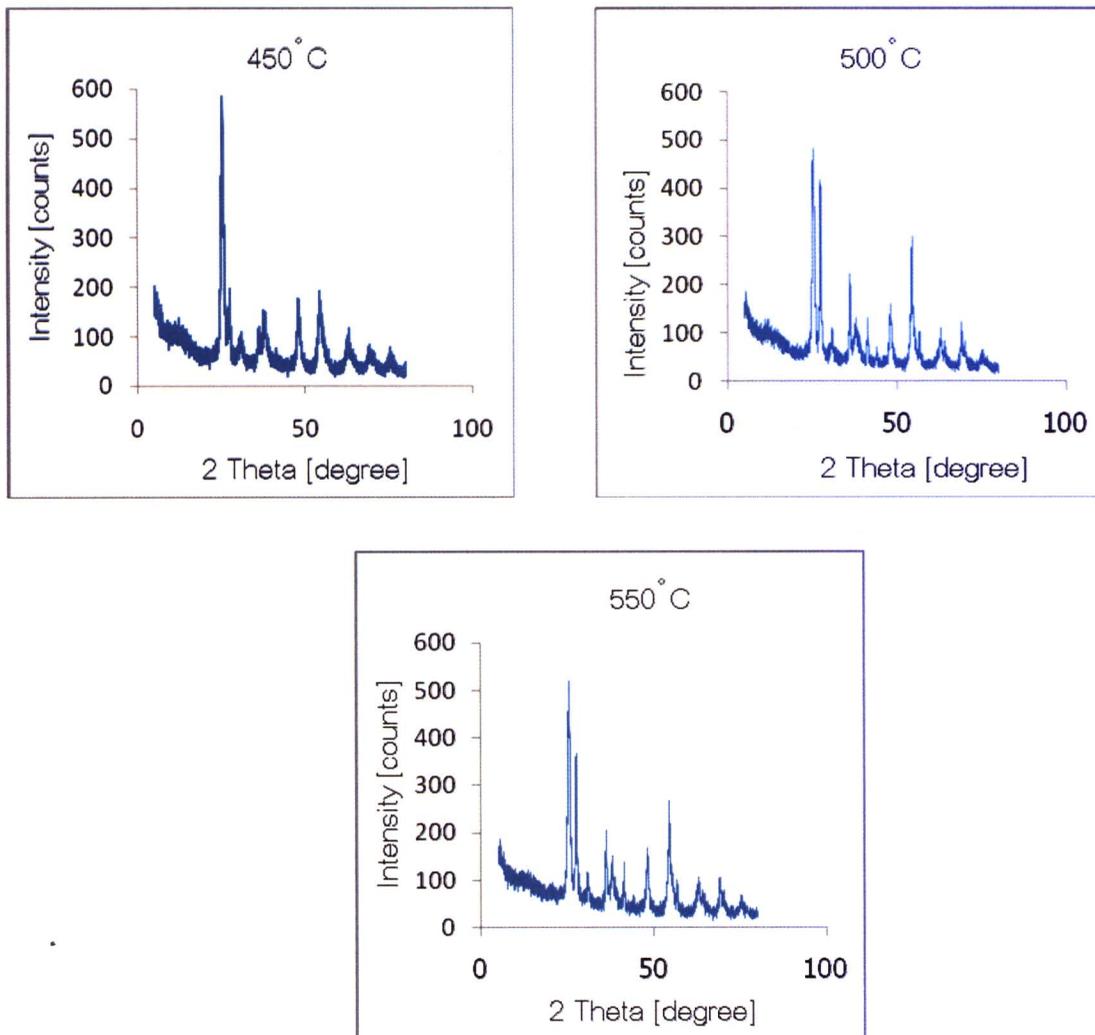
การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})} - \text{V}_2\text{O}_5$ โดยใช้อัตราส่วนของตัวเก็บพลังงาน:ตัวประสาน ที่เหมาะสมซึ่งมีค่าเท่ากับ 313:2 มาใช้ในการเตรียมฟิล์ม พบว่าที่อัตราส่วนโดยโมล $\text{TiO}_{2(\text{syn})}:\text{V}_2\text{O}_5$ เท่ากับ 10:0.1 และมีอุณหภูมิในการเผา 550°C เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารประกอบดังกล่าวเพื่อใช้เป็นตัวเก็บพลังงาน โดยสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})} - \text{V}_2\text{O}_5$ มีอัตราเร็วในการเก็บประจุสูงสุด 21.3 C/mol.hr และมีค่าความจุของฟิล์มสูงสุด 33.0 C/mol และเมื่อเปรียบเทียบความสามารถในการเก็บประจุกับ WO_3 พบว่าสารประกอบดังกล่าวมีค่าความจุของฟิล์มเพียง 67% ของค่าความจุของ WO_3 อย่างไรก็ตาม อัตราเร็วในการเก็บประจุของสารประกอบดังกล่าวเร็วกว่า WO_3 ถึง 35%

ภาคผนวก ข

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบ $\text{TiO}_2 - \text{V}_2\text{O}_5$ (10:0.1)

การวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})} - \text{V}_2\text{O}_5$ (10:0.1) ซึ่งการเตรียมทางเชิงกล โดยนำสาร TiO_2 ได้มาจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซล - เจล ผสมกับวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่ได้จากการค้า และนำไปวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD)

กราฟแสดงผลการวิเคราะห์โครงสร้างสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})} - \text{V}_2\text{O}_5$ (10:0.1) โดยใช้เครื่อง XRD



รูปที่ ข.1 โครงสร้างของสารประกอบ $\text{TiO}_{2(\text{syn})} - \text{V}_2\text{O}_5$ ที่อัตราส่วนโดยโมล (10:0.1) เผาที่อุณหภูมิต่างๆ

ตาราง ข.1 ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

อุณหภูมิ (°C)	Phase	FWHM	2 Theta
450	Anatase	1.055110	25.3710
	Rutile	0.613598	27.4274
	Brookite	0.540000	30.9400
500	Anatase	0.883374	25.4102
	Rutile	0.504691	27.5116
	Brookite	0.360000	30.9400
550	Anatase	0.880090	25.3945
	Rutile	0.493329	27.4961
	Brookite	0.220000	31.0600

ตัวอย่างแสดงการคำนวณขนาดและอัตราส่วนของโครงสร้างผลึกรูปแบบต่างจากเครื่อง XRD
ตอนที่ 1 ก หาขนาดโครงสร้างผลึกอนาเทสของสารประกอบ $TiO_2-V_2O_5$ ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส
 จากสมการ scherrer

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (ข.1)$$

โดยที่

- D คือ ขนาดของอนุภาค (nm)
- β คือ ความกว้างของพีค ที่ครึ่งหนึ่งของความสูง ในหน่วยเรเดียน (Radians)
- k คือ ค่าคงที่ ซึ่งสัมพันธ์กับรูปร่างของผลึก ($k = 0.89$)
- λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้ ($Cu, K_{\alpha} = 0.15405 \text{ nm}$)
- θ คือ ค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's Angle)

วิธีการคำนวณ β

จาก

$$\beta = \frac{(FWHM)(3.14)}{180} \quad (ข.2)$$

ซึ่ง FWHM = 1.05511

$$\therefore \beta = \frac{(1.05511)(3.14)}{180}$$

$$= 0.01841 \text{ radian}$$

วิธีการคำนวณ $\cos \theta$

จาก

$$2\theta = 25.371$$

$$\theta = \frac{25.371}{2} = 12.6855$$

$$\therefore \cos \theta = \cos \left[\frac{(12.6855)}{180} \times 3.14 \right] = 0.9756$$

แทนค่าลงในสมการ ข.1

$$D = \frac{0.89 \times 1.54056}{(0.01841 - 0.0015615) \times 0.9756 \times 10}$$
$$= 8.3433 \text{ nm}$$

∴ ขนาดโครงสร้างผลึกอานาเทสที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ 8.3433 nm

ตอนที่ 2 ก หาเปอร์เซ็นต์โดยมวลของโครงสร้าง อานาเทส : รูไทล์ : บรูคไคท์

จากสูตรการคำนวณ

$$W_A = \frac{K_A A_A}{K_A A_A + A_R + K_B A_B} \quad (\text{ข.3})$$

$$W_R = \frac{A_R}{K_A A_A + A_R + K_B A_B} \quad (\text{ข.4})$$

$$W_B = \frac{K_B A_B}{K_A A_A + A_R + K_B A_B} \quad (\text{ข.5})$$

โดยที่

W_A, W_R, W_B	คือ	เศษส่วนมวลอานาเทส, รูไทล์, บรูคไคท์ ตามลำดับ
A_A, A_R, A_B	คือ	ความสูงของพีคมวลอานาเทส, รูไทล์, บรูคไคท์ ตามลำดับ
K_A, K_B	คือ	ค่าคงที่ซึ่งเท่ากับ 0.886, 2.721 ตามลำดับ

หาค่า A_A , A_R และ A_B

จากการ Fityk ค่า A_A มีค่าเท่ากับ 493.696

ค่า $2\theta = 26.2951$ แต่เนื่องจากการ Fityk จะมีการซ้อนทับของพีค 2 ชั้น

ดังนั้น

$$\text{ค่า } A_A = 493.6960 - (2 \times 26.2951)$$
$$= 441.1058$$

จากการ Fityk

$$\text{ค่า } A_R = 61.29528$$

$$\text{ค่า } A_B = 26.2790$$

แทนค่าลงในสมการ ข.3 ข.4 และ ข.5

$$W_A = \frac{0.886 \times 441.1058}{(0.886 \times 441.1058) + 61.2951 + (2.721 \times 26.2796)}$$
$$= 0.746378 \approx 0.75$$

$$\therefore \%W_A = 75 \%$$

$$W_R = \frac{61.2951}{(0.886 \times 441.1058) + 61.2951 + (2.721 \times 26.2796)}$$
$$= 0.11706 \approx 0.12$$

$$\therefore \%W_R = 12 \%$$

$$W_B = \frac{2.721 \times 26.2796}{(0.886 \times 441.1058) + 61.2951 + (2.721 \times 26.2796)}$$
$$= 0.136562 \approx 0.14$$

$$\therefore \%W_R = 14 \%$$