



## การสังเคราะห์ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนกัมมันต์จากฝักบัว สำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด

### The Synthesis of Activated Carbon Electrodes from Lotus Seedpods for Supercapacitor Application

ณัฐริกา บุญรักษา, สุริยา นองแก, คชรินทร์ ตังพานิช และ ขวัญฤทัย วงศาพรม<sup>\*</sup>

Nattarika Boonraksa, Suriya Nongkae, Khacharin Tangphanit and Kwanruthai Wongsaprom<sup>\*</sup>

หน่วยวิจัยวัสดุศาสตร์เชิงฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

Physical Materials Science Unit Research, Department of Physics, Faculty of Science, Mahasarakham University

Received : 28 February 2022

Revised : 19 September 2022

Accepted : 19 December 2022

#### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้เตรียมคาร์บอนกัมมันต์จากฝักบัว (AC-LS) ด้วยกระบวนการคาร์บอนไนเซชันและกระตุ้นที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C ตามลำดับ โครงสร้าง สัณฐานวิทยา พื้นผิวและสมบัติทางเคมีไฟฟ้า ของตัวอย่างถูกตรวจสอบด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), Raman spectroscopy (Raman), Field emission scanning electron microscope (FE-SEM), N<sub>2</sub> adsorption-desorption, Cyclic voltammetry (CV) และ Galvanostatic charge/discharge (GCD) คาร์บอนกัมมันต์ที่เตรียมได้ มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 631.90 m<sup>2</sup>/g และมีเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย 3.3 nm ส่งผลให้มีประสิทธิภาพในการกักเก็บประจุที่โดดเด่น (113 F/g ที่ 1A/g) ประสิทธิภาพและเสถียรภาพรอบในการใช้งานที่ดียเยี่ยม (96% ของการกักเก็บประจุจำนวน 1,000 รอบ ที่ 5 A/g) ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 6 M KOH ดังนั้นการสังเคราะห์คาร์บอนกัมมันต์จากฝักบัว ที่เป็นชีวมวล มีในธรรมชาติ มีต้นทุนต่ำและมีพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูง จึงเหมาะจะนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุยิ่งยวด

**คำสำคัญ :** คาร์บอนกัมมันต์ ; ฝักบัว ; คาร์บอนไนเซชัน ; ขั้วไฟฟ้า ; ตัวเก็บประจุยิ่งยวด



### Abstract

This research, prepared activated carbon from lotus seedpods (AC-LS) by carbonization and activation processes at 700, 800, and 900 °C, respectively. The structure, morphology, surface area, and electrochemical properties of the samples are investigated by X-ray Diffraction (XRD), Raman spectroscopy (Raman), Field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), N<sub>2</sub> adsorption-desorption, Cyclic voltammetry (CV) and Galvanostatic charge/discharge (GCD). The activated carbon exhibits a relatively high specific surface area of 631.90 m<sup>2</sup>/g and an average pores diameter of 3.3 nm. Such the sample shows outstanding capacitive performance (113 F/g at 1 A/g), good rate capability, and excellent cycling stability (96% of capacitance retention after 1,000 cycles at 5 A/g) in 6 M KOH electrolyte. Therefore, the synthesis of activated carbon from the lotus seedpods is that the biomass exists in nature, has a low cost, and high specific surface area. It has suitable to be applied as the electrode material for the supercapacitor.

**Keywords :** activated carbon ; lotus seedpods ; carbonization ; electrode, supercapacitors

## บทนำ

การพัฒนาแหล่งพลังงานที่ยั่งยืน มีความสำคัญอย่างยิ่งต่อการพัฒนาของโลก เนื่องจากวิกฤตพลังงานที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วและมลภาวะทางสิ่งแวดล้อมที่เลวร้ายลง ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitors) กำลังได้รับความสนใจอย่างมากในระดับสากล ว่าเป็นอุปกรณ์กักเก็บพลังงานสีเขียว ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากมีความหนาแน่นพลังงานสูง อัตราในการอัดและการคายประจุมีความเร็วเป็นพิเศษ มีอายุการใช้งานยาวนานและการใช้งานที่ปลอดภัย ซึ่งจะเป็นบทบาทที่โดดเด่นในการแก้ไขปัญหาพลังงานในอนาคต (Keyu & Bingqing, 2014)

ตัวเก็บประจุยิ่งยวด เป็นอุปกรณ์กักเก็บพลังงานเชิงเคมีไฟฟ้าที่มีความหนาแน่นของพลังงานไฟฟ้ามากกว่าตัวเก็บประจุแบบธรรมดาและจ่ายกำลังงานได้มากกว่าแบตเตอรี่ ถึงแม้ว่าตัวเก็บประจุยิ่งยวดจะไม่สามารถใช้ทดแทนแบตเตอรี่ได้ แต่เป็นส่วนช่วยเติมเต็มช่องว่างระหว่างแบตเตอรี่และตัวเก็บประจุแบบธรรมดา เพื่อตอบสนองความต้องการในการใช้พลังงานและกำลังงานที่หลากหลาย เช่น ใช้เป็นอุปกรณ์สำรองไฟฟ้าสำหรับเครื่องใช้ไฟฟ้า อุปกรณ์หน่วยความจำ (Memory) การกักเก็บพลังงานไฟฟ้าจากเซลล์แสงอาทิตย์และพลังงานลม (Montree, 2013) ตัวเก็บประจุยิ่งยวด แบ่งออกเป็น 3 ชนิด ชนิดแรกคือ ตัวเก็บประจุไฟฟ้าสองชั้น (Electric double-layer capacitors, EDLC) ที่ใช้คาร์บอนเป็นวัสดุขั้วไฟฟ้า ชนิดที่สองคือ ซูโดคาปาซิเตอร์ (Pseudocapacitors, PDC) ที่ใช้โลหะออกไซด์เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้า และชนิดที่สามคือ ไฮบริดคาปาซิเตอร์ (Hybridcapacitors) ที่เป็นการผสมระหว่าง EDLC และ PDC

คาร์บอนกัมมันต์ (Activated carbon, AC) เป็นวัสดุที่ใช้กันอย่างแพร่หลายสำหรับใช้เป็นขั้วไฟฟ้าของ EDLC เนื่องจากมีพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูง การนำไฟฟ้าค่อนข้างดีและมีเสถียรภาพทางเคมีสูง (Xueliang *et al.*, 2010) การผลิตคาร์บอนกัมมันต์ต้องผ่านขั้นตอนการเตรียม ได้แก่ การอบให้แห้ง จากนั้นนำมาทำให้เป็นถ่านชาร์ (Char) ขั้นตอนนี้เรียกว่า การคาร์บอนไนซ์ (Carbonization) เป็นการไพโรไลซิสแบบหนึ่ง โดยเผาวัสดุดิบที่อุณหภูมิ 200 – 500 °C เป็นการทำให้ได้ปริมาณคาร์บอนและวัสดุดิบมีรูพรุนเพิ่มสูงมากขึ้น ก่อนนำไปเข้าขั้นตอนการกระตุ้น ซึ่งมีอยู่ 2 วิธีคือ การกระตุ้นทางกายภาพ (Physical activation) โดยนำถ่านที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์มากระตุ้นโดยใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO<sub>2</sub>) เป็นตัวกระตุ้นที่อุณหภูมิประมาณ 600 – 950 °C และการกระตุ้นทางเคมี (Chemical activation) ที่เป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวและรูพรุนของวัสดุดิบด้วยการกระตุ้นโดยใช้สารเคมีที่อุณหภูมิการกระตุ้นประมาณ 400 – 600 °C ขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุดิบที่ใช้เตรียมคาร์บอนกัมมันต์ และสารเคมีที่ใช้ในการกระตุ้นที่นิยมใช้ส่วนมากจะมีสมบัติการดูดซับน้ำ ได้แก่ ZnCl<sub>2</sub> KOH และ H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> วัสดุที่นำมาเป็นวัสดุตั้งต้นในการผลิตคาร์บอนกัมมันต์ ส่วนมากจะเป็นชีวมวลทดแทน ซึ่งเป็นสิ่งสำคัญอย่างยิ่งในการลดต้นทุนการผลิต แต่ยังมีชีวมวลเพียงส่วนน้อยเท่านั้นที่ถูกนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นของคาร์บอนกัมมันต์ สำหรับใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าของ EDLC เช่น ต้นไผ่ (Hao *et al.*, 2015) ถั่วเหลือง (Conglai *et al.*, 2015) กะลามะพร้าว (Li *et al.*, 2013) ผักตบชวา (Kaiwen *et al.*, 2017) ฯลฯ ดังนั้นจึงมีการค้นหาชีวมวลตั้งต้นชนิดใหม่ที่มีราคาถูกและหาได้ง่ายในท้องถิ่น ซึ่งในงานนี้ได้นำ ผักบัว (Lotus seedpods, LS) มาเป็นชีวมวลตั้งต้นในการผลิตคาร์บอนกัมมันต์ บัว เป็นพืชน้ำยืนต้นและมีอย่างแพร่หลายในทุกภูมิภาค รากบัวและเมล็ดบัวได้รับการยกย่องว่าเป็นอาหารเพื่อสุขภาพที่ได้รับความนิยมมาก แต่ผักบัวมักถูกทิ้งไปอย่าง



เปล่าประโยชน์ ยกเว้นเมื่อบางครั้ง อาจใช้เป็นยาแผนโบราณในหมู่ห่ามเลือด อย่างไรก็ตามฝักบัวส่วนใหญ่ก็ยังคงกลายเป็นขยะของตลาดและบ้านเรือน จึงส่งผลให้ทรัพยากรที่ดีเสียไปและเป็นมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม ซึ่งในทางกลับกันนั้นฝักบัวมีปริมาณเส้นใยและออกซิเจนที่อยู่ภายในสูง จึงเหมาะที่จะนำมาเป็นชีวมวลตั้งต้นสำหรับผลิตคาร์บอนกัมมันต์ ที่มีราคาถูก และคุณสมบัติสมบูรณ์เช่นเดียวกับชีวมวลทดแทนตัวอื่น ๆ (Zhi-Qun *et al.*, 2005; Yong-Seo *et al.*, 2009; Yuqing *et al.*, 2010)

ดังนั้น ในงานนี้จึงได้สังเคราะห์คาร์บอนกัมมันต์จากฝักบัว (AC-LS) ด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชัน ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน (Argon) และกระตุ้น (Activation) ด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide) เป็นเวลา 30 นาที และประดิษฐ์ขั้วไฟฟ้าเพื่อศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของตัวอย่างให้มีประสิทธิภาพที่ดีและสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุยิ่งยวดได้ในอนาคต

### วิธีดำเนินการวิจัย

การสังเคราะห์คาร์บอนกัมมันต์จากฝักบัว เริ่มต้นจากนำเส้นใยฝักบัวมาล้างด้วยน้ำสะอาดและอบให้แห้ง จากนั้นนำมาเผาคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราความร้อน 4 °C ต่อนาที ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน และทำการกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เป็นเวลา 30 นาที หลังเสร็จสิ้นกระบวนการทั้งหมด นำคาร์บอนกัมมันต์ที่ได้จากฝักบัวทั้ง 3 เงื่อนไขอุณหภูมิ (AC-LS 700 °C, AC-LS 800 °C และ AC-LS 900 °C) ล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 2.5% และน้ำปราศจากไอออนจนค่า pH เป็นกลาง อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตัวอย่างที่ได้มีลักษณะเป็นผงสีดำ

ศึกษาโครงสร้างของตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD, Buker, Cu-K $\alpha$  radiation), เทคนิครามานสเปกโทรสโกปี (Raman spectroscopy, Raman, Senterra II) ศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมรรถนะสูง (Field emission scanning electron microscopy, FE-SEM, AURIGA) ศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry และ Galvanostatic charge/discharge (CV และ GCD, AUTOLAB) โดยตัวอย่างถูกตรวจสอบภายใต้ระบบสามขั้วไฟฟ้า ที่มีแผ่นแพลตทินัม (Pt plate) เป็นขั้วไฟฟ้าช่วย และ Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิค N<sub>2</sub> adsorption-desorption (TriStar II 3020)

### ผลการวิจัย

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) ที่มุมการเลี้ยวเบนระหว่าง 10° ถึง 90° แสดงดังภาพที่ 1a พบว่าทั้ง 3 ตัวอย่าง แสดงพีคการเลี้ยวเบนที่มีลักษณะฐานกว้าง 2 พีค ที่มุม 2 $\theta$  ประมาณ 23.5° และ 43.7° สอดคล้องกับระนาบ (002) (100) ของคาร์บอนกัมมันต์ (Chengshuai *et al.*, 2019) เมื่อเทียบกับไฟล์มาตรฐาน (JCPDS no. 75-1621) พบว่าเป็นรูปแบบของผลึกแกรไฟต์ ที่ไม่พบเฟสของสารอื่นเจือปน และนอกจากนี้ได้ทำการหาปริมาณ

ความเป็นผลึกแกรไฟต์ของตัวอย่างด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโคปี แสดงดังภาพที่ 1b พบพิกที่ตำแหน่งเลขคลื่นประมาณ  $1348\text{ cm}^{-1}$  และ  $1589\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงถึงความไม่เป็นระเบียบของผลึกแกรไฟต์ (D-disorder carbon) และความเป็นผลึกแกรไฟต์ (G-graphitic carbon) ตามลำดับ (Wentian *et al.*, 2013) เมื่อทำการวิเคราะห์หัตถ์ตราส่วนความเข้มของพิก D และ G ( $I_D/I_G$ ) ของตัวอย่าง AC-LS 700 °C, AC-LS 800 °C และ AC-LS 900 °C มีค่าเท่ากับ 1.95, 1.59 และ 1.88 ตามลำดับ ตัวอย่าง AC-LS 800 °C มีความสมบูรณ์ของผลึกแกรไฟต์มากกว่าตัวอย่างอื่น ๆ

การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของตัวอย่างด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมรรถนะสูง (FE-SEM) แสดงดังภาพที่ 2 พบว่าภายหลังกระบวนการการกระตุ้น ตัวอย่างมีความพรุนเพิ่มขึ้นและมีลักษณะพื้นผิวที่ขรุขระ ภาพที่ 2a และ 2b แสดงให้เห็นว่าคาร์บอนกัมมันต์ที่กระตุ้นที่อุณหภูมิ 800 °C (AC-LS 800 °C) มีความพรุนและการกระจายตัวของรูพรุนที่สม่ำเสมอมากกว่าคาร์บอนกัมมันต์ที่กระตุ้นที่อุณหภูมิ 700 °C (AC-LS 700 °C) และในภาพที่ 2c แสดงให้เห็นว่าคาร์บอนกัมมันต์ที่กระตุ้นที่อุณหภูมิ 900 °C (AC-LS 900 °C) รูพรุนเกิดความเสียหายและมีการแตกหักเป็นจำนวนมาก เนื่องมาจากการใช้อุณหภูมิที่สูง (Jiazhen *et al.*, 2018)

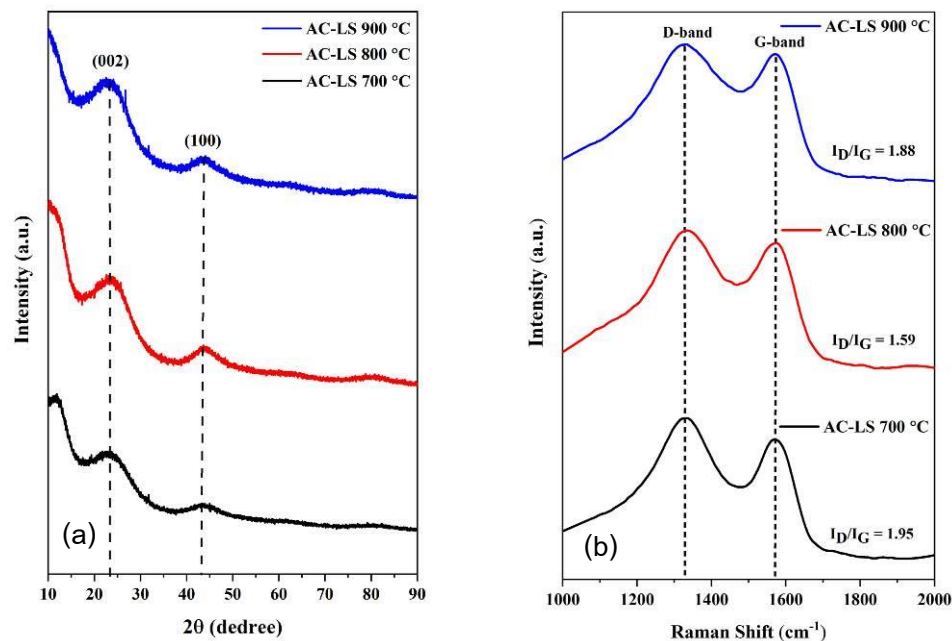


Figure 1 XRD patterns (a) Raman spectra (b) of AC-LS 700 °C, AC-LS 800 °C, and AC-LS 900 °C samples.



การตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิค BET ของตัวอย่าง AC-LS 800 °C แสดงดังภาพที่ 3 พบว่า AC-LS 800 °C แสดงเส้นโค้งการดูดซับหรือไอโซเทอมการดูดซับที่มีลักษณะเป็นเส้นโค้งแบบผสม ระหว่างเส้นโค้งประเภทที่ 1 ซึ่งบ่งบอกถึงการมีอยู่ของรูพรุนแบบ microporous (>2 nm) และประเภทที่ 4 ซึ่งพบรูพรุนที่ชัดเจนที่  $p/p_0$  เท่ากับ 0.43 โดยรูพรุนที่ประเภทที่ 4 บ่งบอกถึงลักษณะของรูพรุนแบบ mesoporous (2-50 nm) นอกจากนี้ยังบ่งชี้ให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของรูพรุนแบบ microporous ไปเป็นรูพรุนแบบ mesoporous ขนาดเล็ก (2 – 5 nm) (Jiazhen *et al.*, 2018) และในภาพแทรกที่ 4 แสดงการกระจายขนาดรูพรุนของตัวอย่าง พบว่าตัวอย่างมีรูพรุนหลักประกอบด้วย mesoporous ขนาดเล็ก (2-5 nm) และ mesoporous ขนาดใหญ่ (5-50 nm) โดยผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วยวิธี BJH พบว่า ตัวอย่างมีพื้นที่ผิวจำเพาะอยู่ที่ 631.90 m<sup>2</sup>/g ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย 0.75 cm<sup>3</sup>/g และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย 2.43 nm

การศึกษาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของตัวอย่างด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV) และ Galvanostatic charge/discharge (GCD) ผลการทดสอบพฤติกรรมการกักเก็บประจุไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV ที่ช่วงความต่างศักย์ -1 ถึง 0 ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) แสดงดังภาพที่ 4a พบว่า เส้นโค้ง CV ของตัวอย่าง AC-LS 700 °C, AC-LS 800 °C และ AC-LS 900 °C ที่อัตราการสแกน 5 mV/s มีรูปร่างเข้าใกล้สี่เหลี่ยมผืนผ้าและไม่แสดงเกิดการเกิดปฏิกิริยาเกิดขึ้น แสดงถึงลักษณะทั่วไปของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLC ที่มีการกักเก็บประจุอยู่บนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าและไม่เกิดปฏิกิริยาที่พื้นผิวเหมือนซูโดคาปาซิเตอร์ ผลการทดสอบความสามารถในการอัดและคายประจุด้วยเทคนิค GCD ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g แสดงดังภาพที่ 4b พบว่า ลักษณะการอัดและคายประจุของทั้งสามตัวอย่างมีความสมมาตรคล้ายรูปสามเหลี่ยม ซึ่งแสดงถึงลักษณะทั่วไปของตัวเก็บประจุยิ่งยวดแบบ EDLC ภาพที่ 4c คือกราฟแสดงการเปรียบเทียบค่าความจุจำเพาะของทั้งสามตัวอย่าง ที่ความหนาแน่นกระแสแตกต่างกัน จากกราฟจะเห็นว่าเมื่อความหนาแน่นกระแสเพิ่มขึ้น ค่าความจุจำเพาะจะมีค่าลดลง ซึ่งค่าความจุจำเพาะที่ความหนาแน่นกระแสแตกต่างกันของทั้งสามตัวอย่าง แสดงไว้ในตารางที่ 1 และภาพที่ 4d คือกราฟแสดงประสิทธิภาพการอัด-คายประจุของตัวอย่าง AC-LS 800 °C จำนวน 1,000 รอบ ที่ความหนาแน่นกระแส 5 A/g แสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพรอบในการใช้งานที่สูงถึงร้อยละ 96



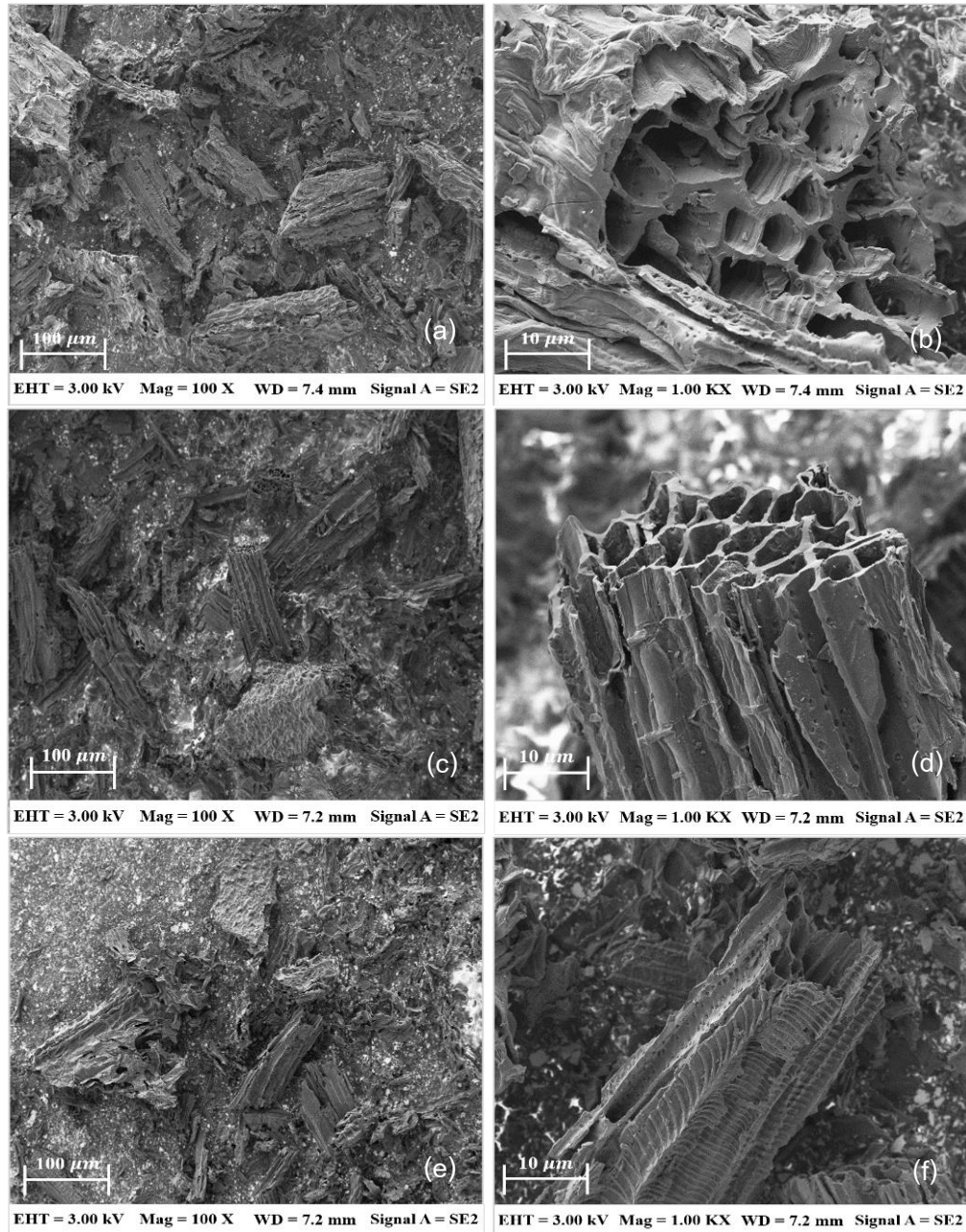


Figure 2 FE-SEM images of AC-LS 700 °C sample at magnification 100X (a) 1,000X (b), AC-LS 800 °C sample at magnification 100X (c) 1,000X (d), and AC-LS 900 °C sample at magnification 100X (e) 1,000X (f).

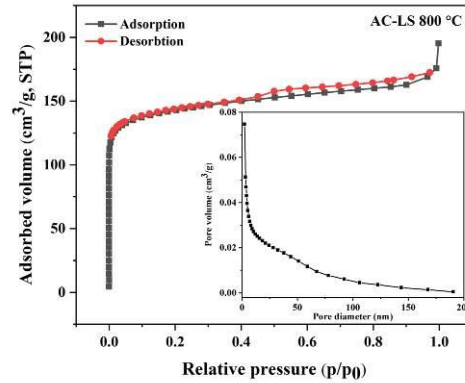


Figure 3  $N_2$  adsorption-desorption isotherms of AC-LS 800 °C sample.

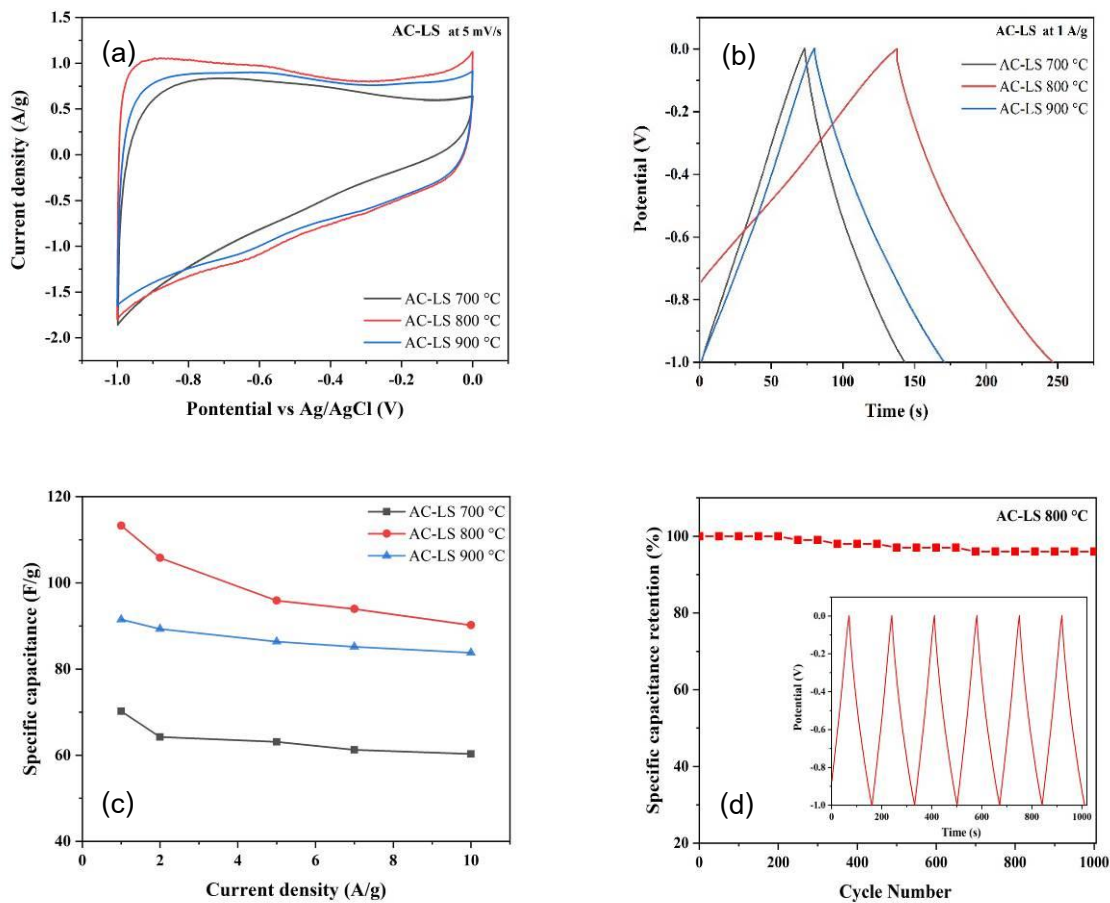


Figure 4 CV curves tested at a scan rate of 5 mV/s (a), GCD curves tested at a current density of 1 A/g (b), specific capacitance at different current density of all samples (c), and cycling performance of AC-LS 800 °C after 1,000 charge-discharge cycles at 5 A/g (d).





**Table 1** Specific capacitance of AC-LS 700 °C, AC-LS 800 °C, and AC-LS 900 °C electrodes at difference current density.

Current density (A/g)	Specific capacitance, $C_s$ (F/g)		
	AC-LS 700 °C	AC-LS 800 °C	AC-LS 900 °C
1	70.20	113.31	91.50
2	64.24	105.81	89.30
5	63.11	95.90	86.35
7	61.23	93.94	85.15
10	60.28	90.18	83.78

### วิจารณ์ผลการวิจัย

การสังเคราะห์คาร์บอนกัมมันต์จากฝักบัว ด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันและกระตุ้นที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C พบว่า ตัวอย่างทั้งสามแสดงพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่มุม  $2\theta$  ประมาณ  $23.5^\circ$  และ  $43.7^\circ$  สอดคล้องกับระนาบ (002) และ (100) ซึ่งที่ระนาบ (002) มีความเข้มของพีคและฐานที่กว้างกว่าระนาบ (100) บ่งบอกถึงการรวมตัวกันแบบสุ่มของกลุ่มคาร์บอนแกรไฟต์ที่ไม่เป็นระเบียบ และระนาบ (100) บ่งบอกถึงการมีอยู่ของคาร์บอนแกรไฟต์ที่มีอยู่เพียงเล็กน้อย (Marta and Antonio, 2013) ซึ่งสอดคล้องกับผลการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิค Raman ที่แสดงยอดพีคของตำแหน่งพีค D-band เลขคลื่นประมาณ  $1348\text{ cm}^{-1}$  และ G-band ที่เลขคลื่นประมาณ  $1589\text{ cm}^{-1}$  ตามลำดับ โดยความเข้มของพีค Graphite carbon (G-band) แสดงถึงการสั่นของระนาบคาร์บอนในโครงสร้างมีการสร้างพันธะแบบ  $sp^2$  บ่งบอกถึงความเป็นระเบียบของโครงสร้าง และสัมพันธ์กับโหมดการสั่นของโครงสร้างแกรไฟต์ (Graphite) ที่ต่ำกว่า ส่วน Disorder carbon (D-band) แสดงถึงการสั่นของระนาบคาร์บอนในโครงสร้างที่มีการสร้างพันธะแบบ  $sp^3$  บ่งบอกถึงความไม่เป็นระเบียบและความบกพร่องของโครงสร้าง (Wentian *et al.*, 2013) จากเส้นสเปกตรัม Raman เมื่อนำมาหาอัตราส่วนระหว่างความเข้มของพีค D-band และ G-band ( $I_D/I_G$ ) สามารถระบุได้ถึงโครงสร้างของอัตราส่วน  $sp^3/sp^2$  ของตัวอย่าง เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น อัตราส่วนความเข้มของ  $I_D/I_G$  จะมีค่าลดลง ทำให้การนำไฟฟ้าดีขึ้น ส่งผลให้มีค่าความจุจำเพาะสูงตาม (Bei *et al.*, 2016) ตัวอย่าง AC-LS 800 °C มีอัตราส่วนความเข้มของ  $I_D/I_G$  น้อยที่สุด ส่งผลให้มีค่าความจุจำเพาะสูงที่สุด อย่างไรก็ตามตัวอย่าง AC-LS 900 °C มีอัตราส่วน  $I_D/I_G$  ที่สูงกว่า น่าจะมีเหตุผลจากลักษณะโครงสร้างภายในของฝักบัวมีลักษณะเป็นเส้นใย จึงทำให้โครงสร้างเกิดการแตกหัก เสียหาย จากขบวนการที่อุณหภูมิสูง แสดงดังภาพถ่าย FE-SEM (ภาพที่ 2c)

เมื่ออุณหภูมิการเผาคาร์บอนในเซชันเพิ่มขึ้น ส่งผลทำให้ลักษณะสัณฐานวิทยาของตัวอย่างเกิดการเปลี่ยนแปลง จากภาพถ่าย FE-SEM ของตัวอย่างทั้งสาม พบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาคาร์บอนในเซชันสูงขึ้น ความพรุนตัวของตัวอย่างจะเพิ่มขึ้น

และมีการกระจายตัวของรูพรุนที่สม่ำเสมอขึ้น เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงถึง 900 °C ทำให้ตัวอย่างเกิดการแตกหัก สอดคล้องกับงานวิจัยของ Jiazhen และคณะ (Jiazhen *et al.*, 2018) ที่ได้สังเคราะห์คาร์บอนกัมมันต์จากกากชา ด้วยกระบวนการกระตุ้นทางกายภาพ ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C พบว่า ภายหลังจากกระตุ้นตัวอย่างมีความพรุนเพิ่มขึ้นและมีลักษณะพื้นผิวที่ขรุขระ ที่อุณหภูมิ 800 °C มีรูพรุนที่เพิ่มขึ้นจากอุณหภูมิ 700 °C และที่อุณหภูมิ 900 °C รูพรุนเริ่มเกิดการเสียหายและยุบตัวไปในที่สุด ซึ่งความเสียหายที่เห็นจากลักษณะสัญญาณวิทยานี้เป็นอีกหนึ่งสาเหตุที่สามารถบอกได้ว่า การที่ตัวอย่าง AC-LS 900 °C มีอัตราส่วน  $I_p/I_c$  ที่เพิ่มขึ้นนั้น เป็นผลมาจากโครงสร้างเกิดการเสียหายที่อุณหภูมิสูง ซึ่งส่งผลต่อการนำไฟฟ้าของตัวอย่าง

การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเผาคาร์บอนในเซชัน ส่งผลต่อสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของตัวอย่าง ซึ่งผลการตรวจสอบพฤติกรรม การกักเก็บประจุของตัวอย่างด้วยเทคนิค CV แสดงให้เห็นถึงพฤติกรรมการกักเก็บประจุแบบ EDLC รูปร่างกราฟมีลักษณะเข้าใกล้สี่เหลี่ยมผืนผ้ามากขึ้น เมื่ออุณหภูมิเผาคาร์บอนในเซชันสูงขึ้น การมีรูปร่างเป็นพื้นที่สี่เหลี่ยมขนาดใหญ่และเป็นสี่เหลี่ยมที่ชัดเจนของกราฟ CV แสดงถึงตัวอย่างนำไฟฟ้าได้ดีและมีค่าความจุจำเพาะที่สูง และยังแสดงให้เห็นถึงการแพร่กระจายที่ดีของประจุบนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้า (Kalpana *et al.*, 2006) สอดคล้องกับงานวิจัยของ Yueming และคณะ (Yueming and Xi, 2014) ซึ่งสังเคราะห์คาร์บอนกัมมันต์ผสมกับ ZnO ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล พบว่า เส้นโค้ง CV ของตัวอย่างมีรูปร่างเข้าใกล้สี่เหลี่ยมผืนผ้าและพื้นที่ภายในเส้นโค้ง CV เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาที่เพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า การที่ AC-LS 900 °C นำไฟฟ้าได้ดีและสัญญาณวิทยามีการแตกหัก ส่งผลทำให้เส้นโค้ง CV ของ AC-LS 900 °C มีขนาดที่เล็กลง จากเส้นโค้ง CV ของ AC-LS 800 °C มีขนาดของพื้นที่ภายในเส้นโค้งใหญ่และมีลักษณะใกล้เคียงสี่เหลี่ยมผืนผ้า ทำให้ตัวอย่าง AC-LS 800 °C มีค่าความจุจำเพาะสูงที่สุด ผลการตรวจสอบความสามารถในการอัดและคายประจุของตัวอย่างด้วยเทคนิค GCD พบว่าเส้นโค้งการอัดและคายประจุของตัวอย่างมีความสมมาตรคล้ายรูปสามเหลี่ยม เมื่อหาค่าความจุจำเพาะของตัวอย่างจากความชัน (Slope) ของเส้นโค้งการคายประจุ ตามสมการที่ 1 พบว่า AC-LS 800 °C มีค่าความจุจำเพาะสูงถึง 113.31 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g

$$C_s = \frac{I \times \Delta t}{m \times \Delta V} \quad (1)$$

โดยที่  $\Delta V$  คือช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า (V),  $m$  คือมวลของวัสดุขั้วไฟฟ้า (g),  $I$  คือกระแสที่ใช้ในการคายประจุ (A) และ  $\Delta t$  คือเวลาที่ใช้ในการคายประจุ (s) ซึ่งค่าความจุจำเพาะของทั้งสามตัวอย่าง ที่ความหนาแน่นกระแสแตกต่างกัน แสดงในตารางที่ 1 ค่าความจุจำเพาะมีค่าลดลงเมื่อความหนาแน่นกระแสเพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากกระแสสูงทำให้การอัดและคายประจุเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว การแพร่ของไอออนของสารละลายอิเล็กโทรไลต์บนพื้นผิวขั้วไฟฟ้าแพร่ได้น้อยและแพร่อยู่บนพื้นผิวชั้นนอกของขั้วไฟฟ้าเท่านั้น เนื่องจากมีเวลาในการแพร่ที่สั้น ส่งผลต่อค่าความจุจำเพาะที่ลดลง (Jie *et al.*, 2020)



อุณหภูมิในการเผาคาร์บอนในเซชันที่เหมาะสม ส่งผลให้ AC-LS 800 °C มีลักษณะโครงสร้างและสัณฐานวิทยาที่เอื้อต่อการนำไฟฟ้าและค่าความจุจำเพาะของตัวอย่างที่สูงสุด นอกจากนี้แล้ว ยังมีอีกเหตุผลหนึ่งที่ทำให้ AC-LS 800 °C มีประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าที่โดดเด่น คือการที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงและการมีรูพรุนแบบ mesoporous (2-50 nm) จำนวนมาก มีรูพรุนหลักประกอบด้วย mesoporous ขนาดเล็ก (2-5 nm) และ mesoporous ขนาดใหญ่ (5-50 nm) ซึ่งรูพรุนในช่วง 2-5 nm เป็นรูพรุนที่มีขนาดใหญ่กว่าไอออนของสารละลาย (0.7-1.8 nm) สามารถทำหน้าที่เป็นเส้นทางหลักของไอออนและอำนวยความสะดวกในการขนส่งไอออนของอิเล็กโทรไลต์ไปยังขั้วไฟฟ้าอย่างรวดเร็ว ในขณะที่รูพรุนในช่วง 5-50 nm สามารถทำหน้าที่เป็นที่กักเก็บของไอออนและลดระยะในการแพร่กระจายของไอออนจากอิเล็กโทรไลต์ภายนอกไปยังพื้นผิวภายในของขั้วไฟฟ้า (Bei *et al.*, 2016) ซึ่งเห็นได้ชัดว่า AC-LS 800 °C มีขนาดรูพรุนที่เหมาะสม ทำให้มีประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าที่ดีที่สุด

### สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ ประสิทธิภาพสำเร็จอย่างยิ่งในการสังเคราะห์คาร์บอนกัมมันต์จากผักบัว ด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C และกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ จากการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD และ Raman พบว่าตัวอย่างทั้งสามเงื่อนไขอุณหภูมิ มีลักษณะโครงสร้างที่มีการจัดเรียงตัวที่ไม่เป็นระเบียบ จากการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาคาร์บอนในเซชันสูงขึ้น ความพรุนตัวของตัวอย่างจะเพิ่มขึ้น เมื่อถึงจุดที่อุณหภูมิสูงเกินไป รูพรุนจะเกิดการแตกหักและเสียหาย ส่งผลต่อสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของตัวอย่าง โดยตัวอย่างทั้งหมดแสดงพฤติกรรมการกักเก็บประจุแบบ EDLC ซึ่งตัวอย่าง AC-LS 800 °C มีค่าความจุจำเพาะสูงสุด 113.31 F/g ที่ความหนาแน่นกระแส 1 A/g และเมื่อทำการอัดและคายประจุยาวนานถึง 1,000 ที่ความหนาแน่นกระแสสูงถึง 5 A/g พบว่า ประสิทธิภาพรอบในการทำงานดีเยี่ยมถึงร้อยละ 96 จากผลการวิจัยนี้ จะเป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อการพัฒนาคาร์บอนกัมมันต์จากวัสดุอื่น ๆ ที่มีอยู่ตามธรรมชาติและมีต้นทุนในการผลิตต่ำ เป็นประโยชน์ในการพัฒนาต่อยอดใช้เป็นขั้วไฟฟ้าของตัวเก็บประจุยิ่งยวดในอนาคต

### กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณห้องปฏิบัติการ Advanced Materials Physics Laboratories (AMP) มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี สำหรับความอนุเคราะห์ช่วยเหลือด้านเครื่องมือ อุปกรณ์ต่าง ๆ และทุนอุดหนุนการวิจัย ประเภทการวิจัยและงานสร้างสรรค์ สำหรับนิสิตระดับปริญญาตรี ประจำปีงบประมาณ 2564 คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม



### เอกสารอ้างอิง

- Bei, L., Xiahong, Z., Hongbiao, C., Yijiang, L., & Huaming, L. (2016). Promising porous carbons derived from lotus seedpods with outstanding supercapacitance performance. *Electrochimica Acta*, 208, 55-63.
- Chengshuai, C., He, W., Yunqiang, Z., Shulan, W., Xuan, L., & Li, L. (2019). Fabrication of Hierarchical Porous Carbon Frameworks from Metal-Ion-Assisted Step-Activation of Biomass for Supercapacitors with Ultrahigh Capacitance. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 7, 10763-10772.
- Conglai, L., Lili, J., Xiaoliang, W., Yuting, J., Deren, Y., Caikun, W., Tong, W., & Zhuangjun, F. (2015). Facile synthesis of functionalized porous carbon with three-dimensional interconnected pore structure for high volumetric performance supercapacitors. *Carbon*, 93, 412-420.
- Hao, C., Duo, L., Zhehong, S., Binfu, B., Shuyan, Z., & Limin, W. (2015). Functional biomass carbons with hierarchical porous structure for supercapacitor electrode materials. *Electrochimica Acta*, 18, 241-251.
- Jiazhen, Z., Anran, L., & Youcai, Z. (2018). Preparation and characterisation of activated carbon from waste tea by physical activation using steam. *Journal of the Air & Waste Management Association*, 68, 1269-1277.
- Jie, C., Die, Z., Wen-Ping, D., Zhen-Zhou, Z., Guo-Zhen, W., Jing-Ren, H., Hai-Bo, W., Peng, F., & Tian-Lei, S. (2020). Promising Rice-Husk-Derived Carbon/Ni(OH)<sub>2</sub> Composite Materials as a High-Performing Supercapacitor Electrode. *ACS Omega*, 5(46), 29896–29902.
- Kaiwen, Z., Yuanyuan, L., Ming, Z., Xi, Y., Mengyan, Z., Ling, S., & Jue, C. (2017). The porous carbon derived from water hyacinth with well-designed hierarchical structure for supercapacitors. *Journal of Power Sources*, 366, 270-277.
- Kalpana, D., Omkumar, K.S., Suresh Kumar, S., & Renganathan, N.G. (2006). A novel high power symmetric ZnO/carbon aerogel composite electrode for electrochemical supercapacitor. *Electrochimica Acta*, 52, 1309–1315.



- Keyu, X., & Bingqing, W. (2014). Materials and Structures for Stretchable Energy Storage and Conversion Devices. *Advanced Materials*, 26, 3592–3617.
- Li, S., Chungui, T., Meitong, L., Xiangying, M., Lei, W., Ruihong, W., Jie, Y., & Honggang, F. (2013). From coconut shell to porous graphene-like nanosheets for high-power supercapacitors. *Journal of Materials Chemistry A*, 1, 6462–6470.
- Marta, S., & Antonio, B.F. (2013). Fabrication of porous carbon monoliths with a graphitic framework. *Carbon*, 56, 155-166.
- Montree, S. (2013). Innovative Nanotechnology of Energy Storage: Supercapacitors. *Kasetsart Engineering Journal*, 26(85), 9-26. (in Thai)
- Wentian, G., Marta, Sevilla., Alexandre, Magasinski., Antonio, B.F., & Gleb, Y. (2013). Sulfur-containing activated carbons with greatly reduced content of bottle neck pores for double-layer capacitors: a case study for pseudocapacitance detection. *Energy & Environmental Science*, 6(8), 2465–2476.
- Xueliang, L., Changlong, H., Xiangying, C., & Chengwu, S. (2010). Preparation and performance of straw based activated carbon for supercapacitor in non-aqueous electrolytes. *Microporous and Mesoporous Materials*, 131, 303–309.
- Yong-Seo, P., Korsak, T., Teresa, K., Soon-Teck, J., Kyung-Sik, H., Buk-Gu, H., Ja-Yong, C., Jae-Gill, Y., Hyun-Ju, K., & Shela, G. (2009). Bioactive Compounds and Antioxidant and Antiproliferative Activities of Korean White Lotus Cultivars. *Journal of Medicinal Food*, 12(5), 1057-1064.
- Yueming L., & Xi, L. (2014). Activated carbon/ZnO composites prepared using hydrochars as intermediate and their electrochemical performance in supercapacitor. *Materials Chemistry and Physics*, 148(1-2), 380-386.





Yuqing, D., Haihui, Z., Feifei, X., Bijun, X., Xianwen, Y., Yong, W., & Yongsheng, Y. (2010). Inhibition effect of procyanidins from lotus seedpod on mouse B16 melanoma in vivo and in vitro. *Food Chemistry*, 122, 84–91.

Zhi-Qun, L., Bi-Jun, X., & Er-Ling, Y. (2005). Isolation, Characterization, and Determination of Antioxidative Activity of Oligomeric Procyanidins from the Seedpod of *Nelumbo nucifera* Gaertn. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53, 2441-2445.