

## การศึกษาขั้วตัวเก็บประจุไฟฟ้าความจุสูงจากเส้นใยนาโนคาร์บอนจากการไพโรไลซิส ของแบคทีเรียเซลลูโลส

### The Study of Supercapacitor Electrode from Carbon Produce by Bacterial Cellulose

หญทัย เนื่ออ่อน (Haruthai Nau-on)\* ดร.สุปรีย์ พิณีจสุนทร (Dr.Supree Pinitsoontorn)\*\*

ดร.วิยะดา มงคลธนาธิกร (Dr.Wiyada Mongkolthanaruk)\*\*\*

#### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้วัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาไพโรไลซิส (Pyrolysis) ต่อค่าความจุไฟฟ้าของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่ผลิตจากแบคทีเรียเซลลูโลส โดยใช้แผ่นเส้นใยที่มีการควบคุมการผลิตภายใต้เงื่อนไขเดียวกัน โดยใช้ตัวแปรอุณหภูมิ 5 เงื่อนไขคือ 700 800 900 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส เผาภายใต้บรรยากาศอาร์กอนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และวัดค่าความจุไฟฟ้าของคาร์บอนที่อุณหภูมิต่างกัน ผลการศึกษาพบว่าได้ค่าความจุไฟฟ้าเป็น 13, 51, 54, 71 และ 73 F/g ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่าค่าความจุไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาไพโรไลซิสซึ่งจะสามารถนำไปปรับปรุงประสิทธิภาพขั้วตัวเก็บประจุของคาร์บอนจากแบคทีเรียเซลลูโลสต่อไปได้

#### ABSTRACT

The objective of this work is to study the effect of the pyrolysis temperatures on the electrical capacities of carbon nanofibers derived from bacterial cellulose. The experiment used fiber sheets which are controlled under the same conditions of production five temperature conditions: 700 800 900 1000 and 1100 Celsius degrees here used for pyrolysis, burned under the argon atmosphere for 2 hours. The electrical capacity of the carbon at different temperatures was measured. The results showed that the electrical capacities were 13, 51, 54, 71 and 73 F /g, respectively. The electricity capacity increased with the pyrolysis temperature which can improve the efficiency of supercapacitor electrode from bacterial cellulose carbon.

**คำสำคัญ:** ขั้วตัวเก็บประจุไฟฟ้าความจุสูง คาร์บอนจากแบคทีเรีย

**Keywords:** Supercapacitor, Bacterial cellulose carbon

\* นักศึกษา หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์และนาโนเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

\*\* รองศาสตราจารย์ สาขาวิชาวัสดุศาสตร์และนาโนเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

\*\*\* ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิชาจุลชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

## บทนำ

ในปัจจุบันด้วยจำนวนประชากร เทคโนโลยีและสิ่งอำนวยความสะดวกที่เพิ่มมากขึ้นทุกปี ส่งผลให้มีความต้องการใช้พลังงานที่สูงขึ้นเพราะนอกจากการใช้พลังงานไฟฟ้าพื้นฐานในครัวเรือนของแล้ว ยังมีความต้องการใช้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์พกพาส่วนบุคคลเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งอุปกรณ์เหล่านี้จำเป็นต้องมีตัวกักเก็บพลังงานเอาไว้ใช้งานนอกสถานที่ เช่น โทรศัพท์มือถือ แล็ปท็อปคอมพิวเตอร์ สมาร์ทวอตช์ หรือแม้แต่รถยนต์ที่ใช้เชื้อเพลิงขับเคลื่อนก็จะต้องมีบางส่วนที่ต้องใช้พลังงานไฟฟ้าที่ถูกเก็บไว้ อุปกรณ์กักเก็บพลังงานที่นิยมใช้ส่วนใหญ่คือแบตเตอรี่ แต่เนื่องจากแบตเตอรี่ต้องใช้เวลาชาร์ตนาน และจ่ายไฟปริมาณคงที่ซึ่งอาจไม่เหมาะกับอุปกรณ์บางชนิดที่ต้องการพลังงานสูงในครั้งเดียวและใช้เวลาชาร์ตเพียงเวลาสั้นๆ จึงจำเป็นต้องใช้ตัวเก็บประจุไฟฟ้าเนื่องจากตัวเก็บประจุไฟฟ้าในปัจจุบันสามารถเก็บประจุได้จำนวนเล็กน้อย พลังงานที่ปลดปล่อยออกมาจึงมีปริมาณเล็กน้อยมาก มีค่าเป็นระดับไมโครฟารัด จึงต้องใช้ตัวเก็บประจุความจุสูงสำหรับงานที่ต้องใช้พลังงานสูง

ตัวเก็บประจุไฟฟ้าความจุสูง (Supercapacitor) เป็นอุปกรณ์กักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่มีค่าความจุต่อน้ำหนัก (Specific capacitance) สูงและมีอายุการใช้งาน (Cycle life) ที่ยาวนานสามารถนำไปใช้กับอุปกรณ์ไฟฟ้าได้หลายประเภท เช่น ในระบบเบรกรถยนต์ที่จะกักเก็บพลังงานกลที่แปลงเป็นพลังงานไฟฟ้าไว้ได้ (Regenerative braking) (Kobsiriphat, 2014) อุปกรณ์สำรองไฟในอุปกรณ์ไฟฟ้าต่างๆ วัสดุที่ทำตัวเก็บประจุแบบกลุ่มวัสดุคาร์บอน เช่น กลุ่มคาร์บอนจากแอคติเวทคาร์บอน (Activated carbon) ได้ค่าความจุประมาณ 40 F/g (Huang, 2003). แต่อย่างไรก็ตามสำหรับการใช้งานในอุปกรณ์ที่ต้องการพลังงานสูง เช่น แขนกลยกของหรือเครื่องมือในโรงงานอุตสาหกรรมหนักยังต้องการพัฒนาความหนาแน่นพลังงาน (Energy density) ที่สูงอยู่มาก จึงต้องศึกษาวัสดุที่ให้ค่าความจุสูงต่อไป นอกจากนี้การใช้คาร์บอนจากแหล่งธรรมชาติแต่ยังคงให้สมบัติทางไฟฟ้าที่ดีเท่ากับคาร์บอนทางการค้า (Commercial supercapacitors) ก็เป็นอีกวัสดุหนึ่งที่น่าสนใจเพราะจะได้ทั้งค่าความจุสูงและประหยัดทรัพยากรธรรมชาติ เช่น การกลั่นแอสซีทตัวเก็บประจุไฟฟ้าความจุสูงจากแหล่งคาร์บอนธรรมชาติกามะพร้าวทำให้เป็นแอคติเวทคาร์บอน (activated carbon) ซึ่งทำให้ได้ค่าความจุถึง 64 F/g (Natalia, 2013) หรือ เช่น การกลั่นแอสซีทตัวเก็บประจุไฟฟ้าความจุสูงจากเซลลูโลสจากแบคทีเรียที่ให้ค่าความจุสูงถึง 77 F/g (Chen, 2013)

เซลลูโลสจากแบคทีเรีย (Bacterial cellulose, BC) เป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเลี้ยงแบคทีเรียด้วยน้ำตาลและได้เป็นวัสดุเส้นใยนาโนโครงข่ายสามมิติ หรือที่เห็นกันทางการค้าคือวุ้นมะพร้าว (Nata de coco) ที่สามารถผลิตได้จากกระบวนการหมักน้ำมะพร้าวในโรงงาน เส้นใยนาโนที่ได้จะมีอัตราส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางสูง มีความหนาแน่นเส้นใยต่อปริมาตรสูง และปราศจากลิกนินหรือสารอื่นที่มักพบในเซลลูโลสจากพืช เส้นใยนาโนมีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลักจึงทำให้เมื่อผ่านกระบวนการเผาไพโรไลซิส (Pyrolysis) เพื่อกำจัดไฮโดรเจน และออกซิเจนแล้วจะเหลือเพียงคาร์บอนที่ยังคงรูปเป็นเส้นใยนาโนอยู่ ดังนั้นจึงอาจกล่าวได้ว่าเซลลูโลสจากแบคทีเรีย เป็นแหล่งคาร์บอนจากธรรมชาติที่ทั้งผลิตง่าย ต้นทุนต่ำและมีพื้นที่ผิวสูงจากการซ้อนทับของเส้นใยนาโนขนาดเล็ก จึงเป็นวัสดุที่น่าสนใจที่จะนำมาพัฒนาเป็นขั้นตัวเก็บประจุไฟฟ้าความจุสูง

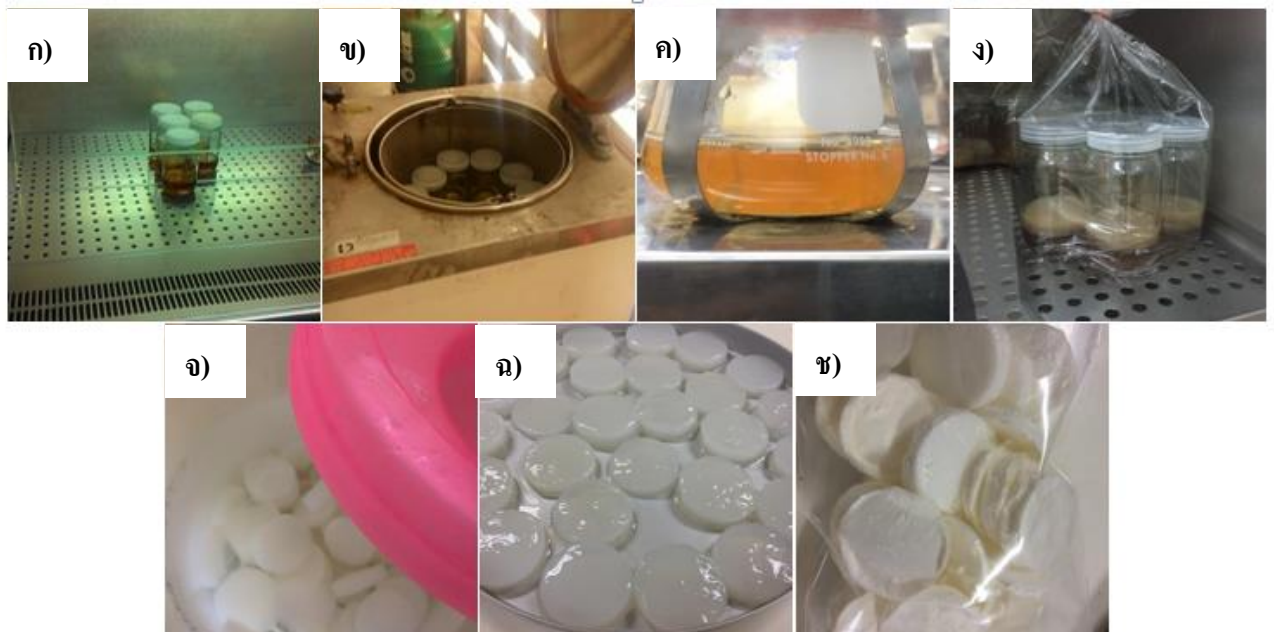
## วัตถุประสงค์การวิจัย

วัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาไพโรไลซิส (Pyrolysis) ที่อุณหภูมิ 700 800 900 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสต่อค่าความจุไฟฟ้าของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่ผลิตจากแบคทีเรีย

## วิธีการวิจัย

### 1. การเตรียมเซลล์จากแบคทีเรีย

- 1) เตรียมอาหารเหลวสำหรับเลี้ยงเชื้อ (D-glucose 10 %, Yeast 1% โดยน้ำหนักน้ำ DI) (ภาพที่ 1ก)
- 2) ใส่ขวดอาหารในหม้อนึ่งฆ่าเชื้อโรค (Autoclave) เพื่อฆ่าเชื้อเจือปน (ภาพที่ 1ข)
- 3) ลงเชื้อ(ภาพที่ 1ค) และบ่มในตู้บ่มเลี้ยงเชื้อ (Incubator) อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 14 วัน (ภาพที่ 1ง)
- 4) ล้างน้ำตาลและเชื้อออกจากแผ่นเซลล์ โดยการต้มที่ 100 องศาเซลเซียส และแช่ด้วย NaOH
- 5) ล้างด้วยน้ำ DI จนมีค่า PH เป็นกลางและแผ่นขาวใส (ภาพที่ 1จ)
- 6) ทำแห้งโดยวิธีการทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze drying) (ภาพที่ 1ซ)



ภาพที่ 1 แสดงขั้นตอนการเตรียมเซลล์จากแบคทีเรียขั้นที่ 1-6

### 2. การเตรียมแผ่นคาร์บอนนาโนไฟจากแบคทีเรียเซลล์

- 1) นำแผ่นเซลล์ที่ได้จากการทำแห้งไปเผาไพโรไลซิส (Pyrolysis) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อัตรา 5 องศาเซลเซียส ต่อนาที ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน โดยใช้เงื่อนไขอุณหภูมิที่ต่างกัน 5 อุณหภูมิ ได้แก่ 700 800 900 1000 1100 องศาเซลเซียส ซึ่งจะใช้สัญลักษณ์เป็น BC-700 BC-800 BC-900 BC-1000 BC-1100 ตามลำดับ ซึ่งจะได้อแผ่นคาร์บอนจากเซลล์ดังภาพที่ 2ข



ภาพที่ 2 การเตรียมแผ่นคาร์บอนนาโนไฟเบอร์ โดยใช้แผ่นเซลล์โลสจากแบคทีเรียก่อนการเผา (ก) และหลังเผา (ข)

### 3. ศึกษาลักษณะเฉพาะของชิ้นงาน

ในงานวิจัยนี้จะใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) เพื่อถ่ายภาพเส้นใยคาร์บอนจากการเผาในแต่ละอุณหภูมิเพื่อศึกษาลักษณะและขนาดของเส้นใยที่ต่างกัน

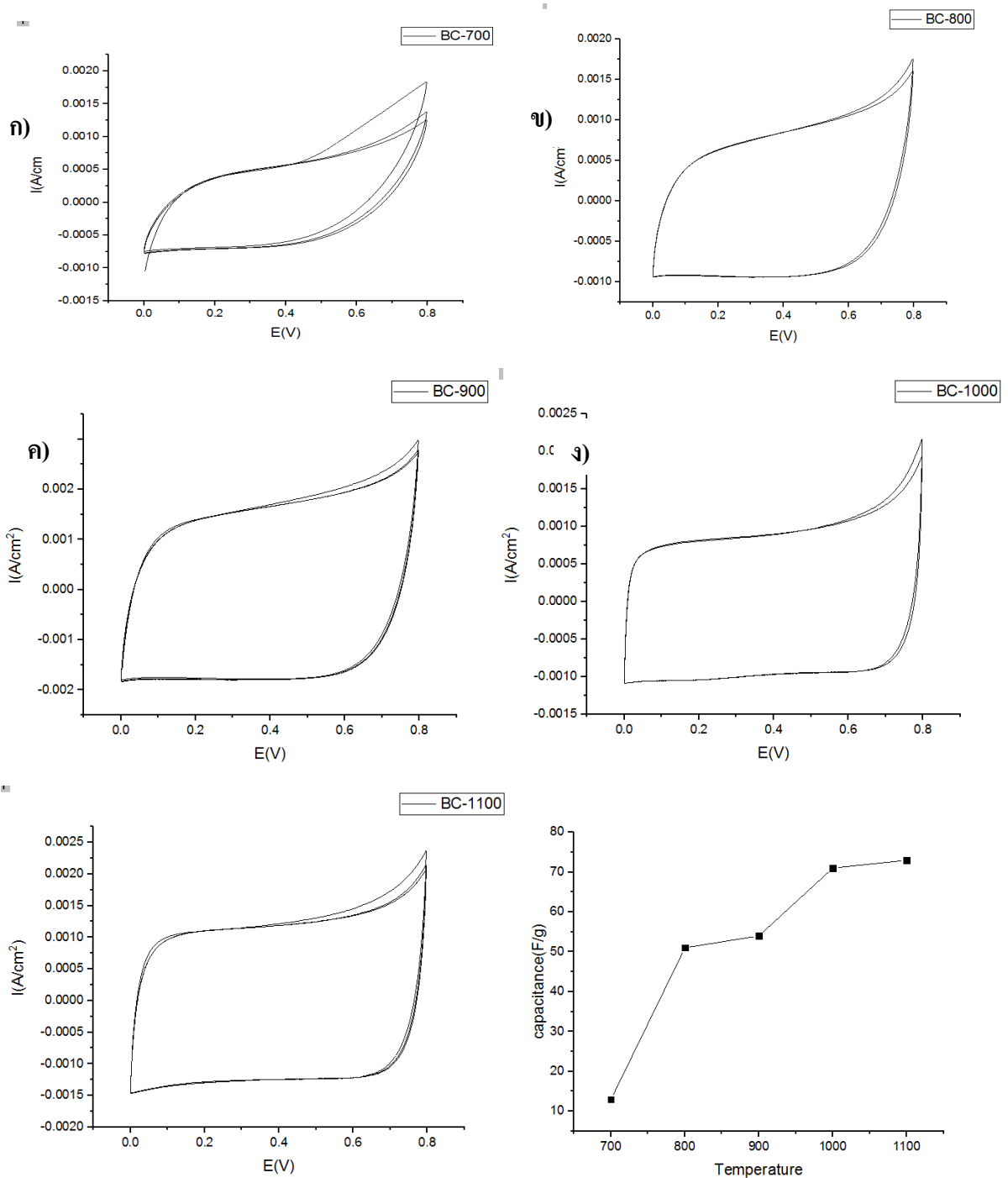
เทคนิคการอัด – คายประจุ (Charge – discharge) (Grammy Instrument Reference 3000, USA) เป็นเทคนิคที่ใช้วัดค่าความจุ (Capacitance) ของตัวเก็บประจุความจุสูง โดยการจ่ายกระแสไฟฟ้าคงที่แก่ระบบเข้าและออกจากตัวเก็บประจุ และวัดความต่างศักย์เวลาอัดและคายประจุเทียบกับเวลา นำกราฟ V-T ไปคำนวณหาค่า C (Capacitance) ซึ่งเป็นอีกหนึ่งวิธีการวัดค่าความจุไฟฟ้าในการทดลอง

เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry) (Grammy Instrument Reference 3000, USA) เป็นการวัดอัตราการเกิดปฏิกิริยาของตัวเก็บประจุ มีส่วนประกอบ 3 อย่างคือ 1) ขั้วทำงาน (Working electrode, WE) คือสารที่ต้องการวิเคราะห์ 2) ขั้วเคาน์เตอร์ (Counter electrode, CE) เป็นขั้วให้ปฏิกิริยาเกิดครบวงจร 3) ขั้วอ้างอิง (Reference electrode, RE) คือ ขั้วที่ใช้เทียบศักย์ไฟฟ้า โดยการวัดจะให้อัตราศักย์ไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นต่อเวลา (Scan rate) และวัดกระแสที่ศักย์ต่าง ๆ กราฟ Cyclic Voltammetry (CV) ที่ได้จะเป็นความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ขั้วทำงาน กับความต่างศักย์เปรียบเทียบกับขั้วเคาน์เตอร์และขั้วอ้างอิง สามารถนำไปหาค่าความจุไฟฟ้าได้

#### ผลการวิจัย

##### 1. ค่าความจุไฟฟ้าจากเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry)

จากผลการทดลอง กราฟ CV ของเส้นใยคาร์บอนที่ได้จากการเผาไฟโรไลซิสที่ต่างกัน 5 อุณหภูมิ (700-1100) จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส กราฟ CV จะมีลักษณะรีขาค่อนข้างไม่ (ภาพที่ 3ก) ซึ่งกราฟ CV ตามอุดมคติจะมีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมชัดเจนแสดงถึงการอัดและคายประจุที่เท่ากัน ไม่สูญเสียประจุไปตอนคายประจุ และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ที่ 800-1100 (ภาพที่ 3ข-3จ) จะมีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมชัดเจนขึ้นเรื่อย ๆ และจากการคำนวณค่าความจุ  $C = \frac{I}{\Delta V} \Delta t$  ที่อุณหภูมิ (700-1100) จะได้ 13, 51, 54, 71 และ 73 F/g ตามลำดับ (ดังภาพที่ 3ฉ) ซึ่งแสดงแนวโน้มการเพิ่มของค่าความจุตามอุณหภูมิ

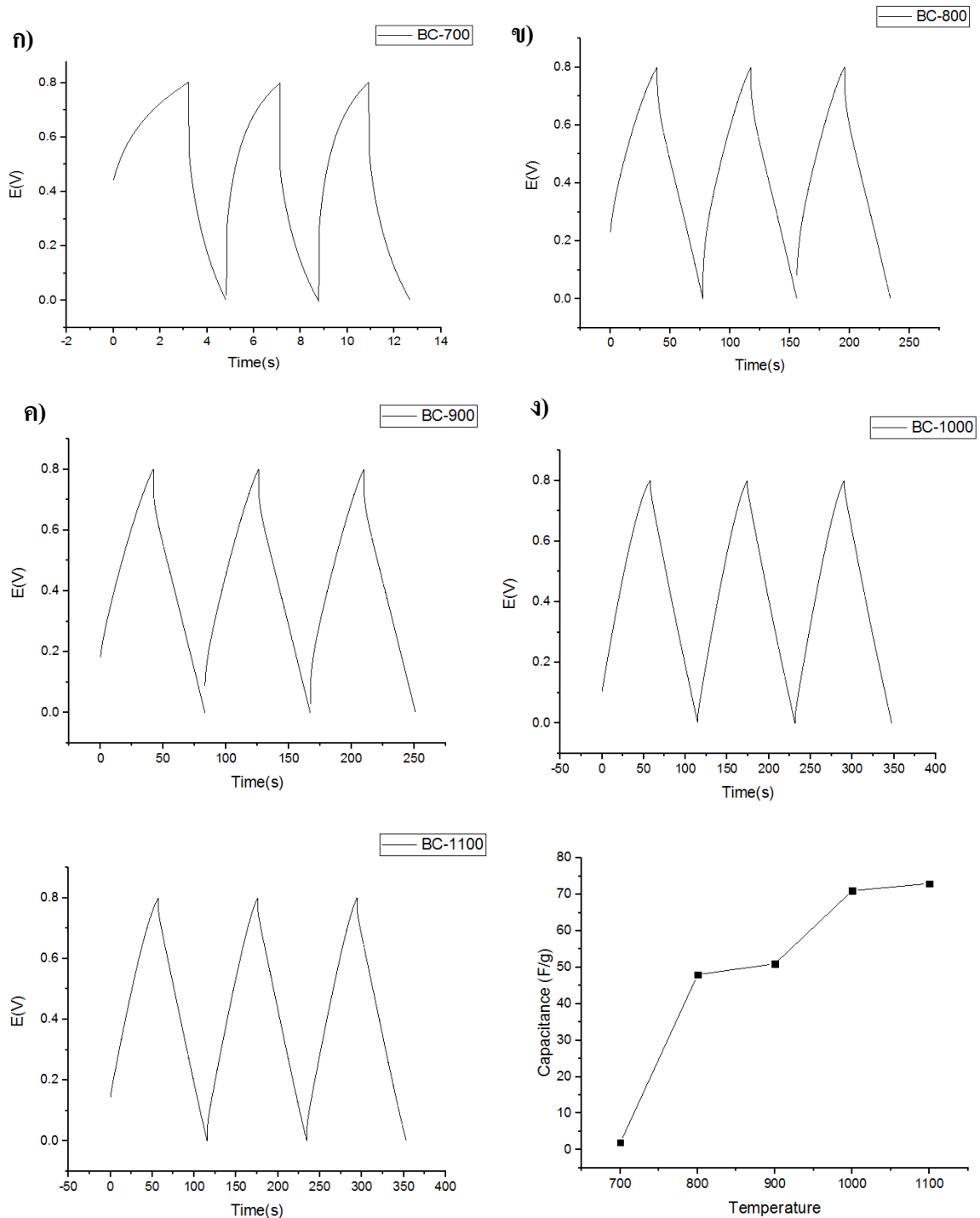


ภาพที่ 3 กราฟ CV ของเส้นใยคาร์บอนที่ได้จากการเผาไพโรไลซิสที่ 700-1100

## 2. ค่าความจุไฟฟ้าจากเทคนิคการอัด – คายประจุ (Charge – discharge)

จากผลการทดลอง กราฟ CD ของเส้นใยคาร์บอนที่ได้จากการเผาไพโรไลซิสที่ต่างกัน 5 อุณหภูมิ (700-1100) จะเห็นว่าที่อุณหภูมิค่า 700 องศาเซลเซียส กราฟ CD จะมีกราฟการคายประจุที่ไม่สมมาตรกับการอัดประจุการสูญเสียประจุระหว่างการคายประจุไปมาก (ภาพที่ 4ก) ซึ่งกราฟ CD ตามอุดมคติจะมีลักษณะเป็นสามเหลี่ยมชัดเจนแสดงถึงการอัดและคายประจุที่เท่ากันไม่สูญเสียประจุไปตอนคายประจุ และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ที่ 800-1100 (ภาพที่ 4ข-4จ) จะมี

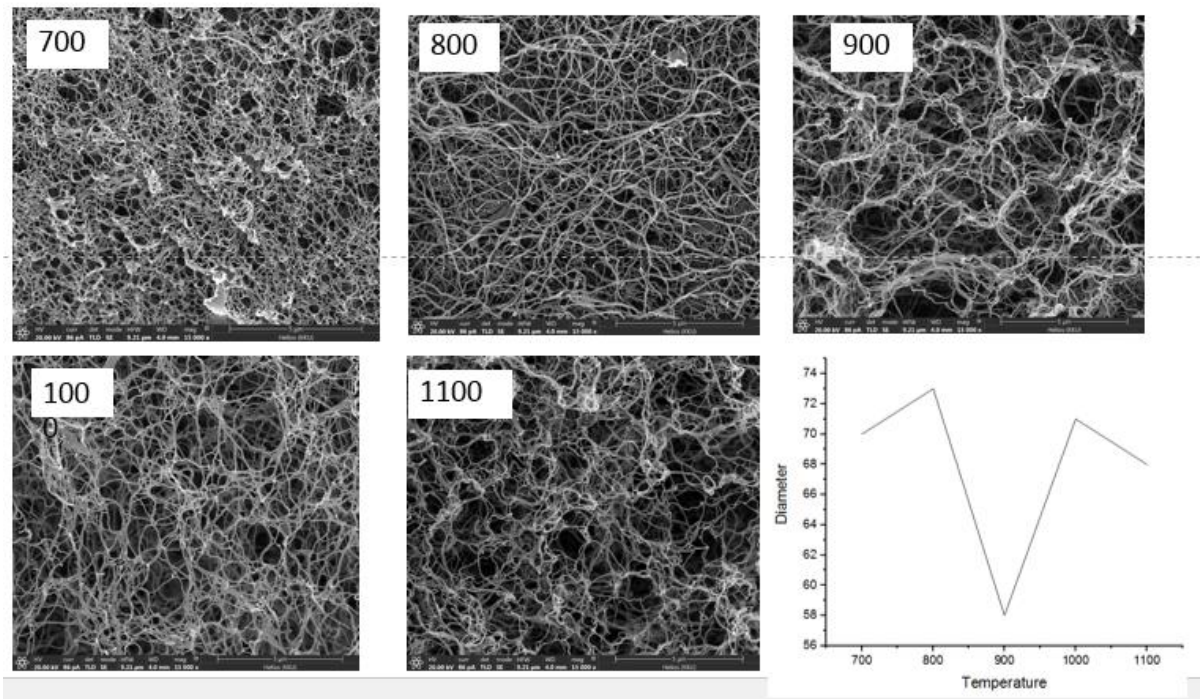
ลักษณะเป็นสามเหลี่ยมชัดเจนขึ้นเรื่อย ๆ และจากการคำนวณ  $C = \frac{I \cdot \Delta t}{\Delta V}$  ค่าความจุ ที่อุณหภูมิ (700-1100) 3, 48, 51, 71 และ 73 F/g ตามลำดับ (ดังภาพที่ 4ก) ซึ่งแสดงแนวโน้มการเพิ่มของค่าความจุตามอุณหภูมิ



ภาพที่ 4 กราฟ CD ของเส้นใยคาร์บอนที่ได้จากการเผาไพโรไลซิสที่ 700-1100

### 3. เส้นใยคาร์บอนจากการเผาในแต่ละอุณหภูมิเพื่อศึกษาลักษณะและขนาดของเส้นใย

จากภาพถ่าย SEM จะเห็นว่าที่อุณหภูมิต่ำ 700 (ภาพที่ 5ก) เส้นใยจะมีรูพรุนที่น้อยกว่าการเผาที่อุณหภูมิสูงกว่าที่ 1100 (ภาพ 5ฉ) ที่จะมรูพรุนที่มากกว่าซึ่งอาจส่งผลให้การเผาที่อุณหภูมิต่ำกว่ามีค่าความจุที่น้อยกว่าอย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาภาพ 5ข ซึ่งเป็นกราฟแสดงผลการวัดขนาดเส้นใยในแต่ละอุณหภูมิจะเห็นว่าไม่เป็นแนวโน้มตามอุณหภูมิแต่จะค่าเฉลี่ยอยู่ที่ 70 นาโนเมตร



ภาพที่ 5 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยคาร์บอนที่ได้จากการเผาไพโรไลซิสที่ 700-1100

#### อภิปรายและสรุปผลการวิจัย

ค่าความจุไฟฟ้าที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ของตัวอย่างที่เผาด้วยอุณหภูมิ 700 800 900 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส คือ 13, 51, 54, 71 และ 73 F/g ตามลำดับ

ค่าความจุไฟฟ้าที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ของตัวอย่างที่เผาด้วยอุณหภูมิ 700 800 900 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส คือ 3, 48, 51, 71 และ 73 F/g ตามลำดับ

จากภาพถ่าย SEM เส้นใยคาร์บอนในการเผาแต่ละอุณหภูมิขนาดของเส้นใยที่ใกล้เคียงกันที่ประมาณ 70 นาโนเมตรซึ่งจากผลการทดลองขนาดเส้นใยที่ไม่มีความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิ 700 และ 1100 แต่กลับให้ค่าความจุไฟฟ้าที่ต่างกันอย่างมากคือ 13 และ 73 F/g ซึ่งเพิ่มขึ้นมากเป็น 5 เท่า ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิการเผาไม่ส่งผลต่อขนาดเส้นใยคาร์บอนจากแบคทีเรีย

สำหรับปัจจัยที่ส่งผลต่อความจุไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ อาจเป็นเพราะการนำไฟฟ้าที่ของเส้นใยที่เผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นเนื่องจากเซลลูโลสจะเริ่มกลายเป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ดังนั้นการเผาที่อุณหภูมิสูง 700-1100 จะทำให้มีปริมาณคาร์บอนมากขึ้นตามอุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้น ทำให้เส้นคาร์บอนมากกว่าการนำไฟฟ้าดี และทำให้ค่าความจุไฟฟ้าเพิ่มขึ้นตามมา

### กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ Thailand Research Fund (TRF) ร่วมกับ Khon Kaen university (RSA5980014), The Institute of Nanomaterials Research and Innovation for Energy (IN-RIE), Khon Kaen University and the Nanotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of science and Technology, NANOTEC สำหรับทุนสนับสนุนงานวิจัยนี้ และขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ และภาควิชาจุลชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ที่ให้ความอนุเคราะห์ในด้านสถานที่ และเครื่องมือวิเคราะห์ในการทำวิจัยในครั้งนี้

### เอกสารอ้างอิง

- Chen L F. Bacterial-Cellulose-Derived Carbon Nanofiber@MnO<sub>2</sub> and Nitrogen-Doped Carbon Nanofiber Electrode Materials : An Asymmetric Supercapacitor with High Energy and Power Density. *Adv Mater*, v.25; 2013.
- Huang X W, Xie Z W, He X. Q, Sun H. Z, Ton C, Xie D. M. Electric double layer capacitors using activated carbon prepared from pyrolytic treatment of sugar as their electrodes. *Synthetic Metals*, v.135–136; 2003.
- Kobsiriphat W. Supercapacitors. *TEMCA Magazine* 2014; 2(21): 75-78.
- Natalia M . Activated carbon derived from natural sources and electrochemical capacitance of double layer capacitor. *Indian Journal of chemical Technology*, v.20; 2003.