



การเตรียมอิเล็กทรอนิกส์จากไฟโบรอินเพื่ออุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์



อัศวินท์ พیمانทิสากร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

2568

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยบูรพา

การเตรียมอิเล็กทรอนิกส์จากไฟโบรอินเพื่ออุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์



อัศวินท์ พิমানทิสากร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

2568

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยบูรพา



PREPARATION OF FIBROIN ELECTROLYTE FOR ELECTROCHROMIC DEVICES



AKARAWIN PIMARNTHISAKORN

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF  
THE REQUIREMENTS FOR MASTER DEGREE OF ENGINEERING  
IN CHEMICAL ENGINEERING  
FACULTY OF ENGINEERING  
BURAPHA UNIVERSITY

2025

COPYRIGHT OF BURAPHA UNIVERSITY



คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์และคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ได้พิจารณา  
วิทยานิพนธ์ของ อัครวิทย์ พิมาณทิสากร ฉบับนี้แล้ว เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตาม  
หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ของมหาวิทยาลัยบูรพาได้

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก

.....

(รองศาสตราจารย์ ดร.ไพลิน เกาตระการวิวัฒน์)

..... ประธาน

(รองศาสตราจารย์ ดร.จตุพร วุฒิกนกกาญจน์)

..... กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.สร้อยพัทธา สร้อยสุวรรณ)

..... กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ไพลิน เกาตระการวิวัฒน์)

..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ณยศ คุรุกิจ โกลศล)

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.....

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยบูรพา อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ  
การศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ของมหาวิทยาลัย  
บูรพา

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(รองศาสตราจารย์ ดร.วิทวัส แจ่มเยี่ยม)

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.....

63910178: สาขาวิชา: วิศวกรรมเคมี; วศ.ม. (วิศวกรรมเคมี)

คำสำคัญ: พอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์/ ไฟโบรอิน/ อุปกรณ์อิเล็กโทรโครมิก/ ค่าการนำไอออน  
 อัครวิทย์ พิมานทิสากร : การเตรียมอิเล็กโทรไลต์จากไฟโบรอินเพื่ออุปกรณ์อิเล็กโทรโครมิก. (PREPARATION OF FIBROIN ELECTROLYTE FOR ELECTROCHROMIC DEVICES) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: พลิน เกตระการวิวัฒน์ ปี พ.ศ. 2568.

ภาวะโลกร้อนเป็นสาเหตุหลักที่ทำให้อุณหภูมิของโลกเพิ่มสูงขึ้น ส่งผลให้การใช้พลังงานไฟฟ้าสำหรับเครื่องปรับอากาศในอาคารเพิ่มสูงขึ้น กระจกอัจฉริยะที่กระตุ้นด้วยไฟฟ้าสามารถควบคุมการส่องผ่านของแสงและความร้อนเข้ามาภายในอาคาร ทำให้การใช้พลังงานลดลง อิเล็กโทรไลต์เป็นส่วนประกอบสำคัญของกระจกอัจฉริยะที่กระตุ้นด้วยไฟฟ้าที่มีประสิทธิภาพ ในงานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมอิเล็กโทรไลต์จากไฟโบรอินที่ได้จากไหม โดยปัจจัยการเตรียมที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอินและค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ ได้แก่ สัดส่วนโดยน้ำหนักของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอเนต อุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลาย (20-50 องศาเซลเซียส) ปริมาณเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต (ร้อยละ 3-12 โดยน้ำหนัก) ความหนาของอิเล็กโทรไลต์ (100-600 นาโนเมตร) และวิธีการขึ้นรูปอิเล็กโทรไลต์ (Casting และ Electrospinning) พบว่า การเพิ่มปริมาณโพรพิลีนคาร์บอเนตในอิเล็กโทรไลต์ส่งผลให้สัดส่วนโครงสร้างผลึกเบตาซีทลดลงพร้อม ๆ กับการเพิ่มขึ้นของค่าการนำไอออน การลดอุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลาย ทำให้ปริมาณน้ำในอิเล็กโทรไลต์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้น การเพิ่มปริมาณเกลือลิเทียมเพิ่มขึ้นจะทำให้ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้น เช่นเดียวกับการเพิ่มความหนาของอิเล็กโทรไลต์ส่งผลให้ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม ความหนาที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ค่าการส่องผ่านของแสงลดลง แม้ว่าวิธีการขึ้นรูปอิเล็กโทรไลต์ด้วยวิธี Electrospinning จะมีโครงสร้างผลึกเบตาซีทลดลง แต่การมีปริมาณเกลือในโครงสร้างที่น้อยกว่า จึงทำให้วิธีการขึ้นรูปด้วยวิธี Casting จะมีค่าการนำไอออนสูงกว่า อิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมด้วยวิธีการ Casting ประกอบด้วยไฟโบรอินร่วมกับโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 25:75 โดยน้ำหนัก และเกลือลิเทียม 42.56 มิลลิกรัม (คิดเป็นร้อยละ 12) ระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส จะมีค่าการนำไอออนและค่าการส่องผ่านของแสงที่เหมาะสมสำหรับกระจกอัจฉริยะที่กระตุ้นด้วยไฟฟ้า โดยอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้มีความหนา  $100 \pm 8$  ไมโครเมตร มีค่าการส่องผ่านแสงในช่วง 400-1100 นาโนเมตร เท่ากับร้อยละ 88.04 และมีค่าการนำไอออนเท่ากับ  $2.77 \times 10^{-4}$  S/cm เมื่อนำไปประกอบเซลล์อิเล็กโทรโครมิก (glass/ITO/WO<sub>3</sub>/electrolyte/ITO/glass) พบว่า ภายหลังจากป้อนศักย์ไฟฟ้า -2.5 V กระจกสามารถลดค่าการส่องผ่านแสง 5 และ 11 เปอร์เซ็นต์ ในช่วง 400-800 และในช่วง 800-1100 นาโนเมตร

ตามลำดับ ทำให้มีค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีเท่ากับ 36.0 และ 102.6 ตารางเซนติเมตรต่อลูกอมบี้  
ตามลำดับ โดยอิเล็กทรอนิกส์ยังคงมีประสิทธิภาพสูงถึง 90 เปอร์เซ็นต์ของประสิทธิภาพเริ่มต้น  
ภายหลังจากการใช้งาน 200 รอบ



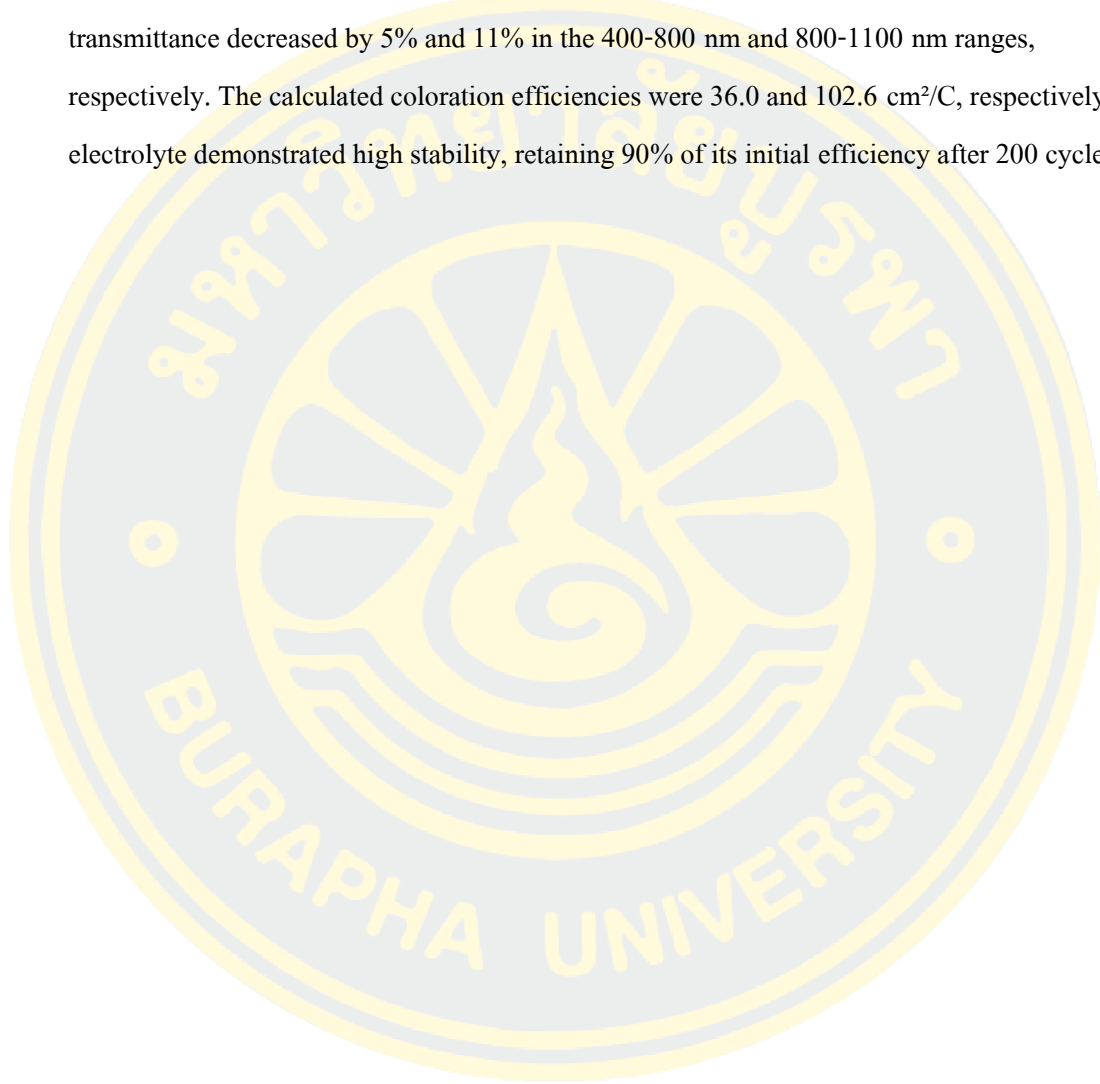
63910178: MAJOR: CHEMICAL ENGINEERING; M.Eng. (CHEMICAL ENGINEERING)

KEYWORDS: POLYMER ELECTROLYTE/ FIBROIN/ ELECTROCHROMIC DEVICE/ IONIC CONDUCTIVITY

AKARAWIN PIMARNTHISAKORN : PREPARATION OF FIBROIN ELECTROLYTE FOR ELECTROCHROMIC DEVICES. ADVISORY COMMITTEE: PAILIN NGAOTRAKANWIWAT, 2025.

The rise in Earth's temperature caused by global warming is a primary reason contributing to increased electricity consumption for air conditioning in buildings. Electrochromic glass is a promising solution for regulating the penetration of light and heat into buildings, consequently reducing electricity demands. The electrolyte plays a crucial role in the performance of electrochromic glass. This research focuses on the preparation of electrolytes made from fibroin extracted from silk. Several parameters affecting the fibroin structure and ionic conductivity were investigated, including the ratio of fibroin to propylene carbonate (25-75 wt%), solvent evaporation temperature (20–50 °C), the amount of lithium perchlorate salt (3–12 wt%), the thickness of the electrolyte (100–600 nm) and electrolyte fabrication methods (Casting and Electrospinning). The results showed that a higher amount of additional propylene carbonate diminished a fraction of the  $\beta$ -sheet structure, leading to higher ionic conductivity. Additionally, a lower solvent evaporation temperature resulted in a higher water content in the electrolyte, thereby facilitating greater ionic conductivity. A higher lithium salt content in the electrolyte enhanced the ionic conductivity. An increase in electrolyte thickness can also enhance ionic conductivity; however, it may reduce light transmission through the electrolyte. Although the fabrication of fibroin electrolyte by the electrospinning method lowered the fraction of  $\beta$ -sheet structure, its lower salt content in electrolyte affected a decrease in ionic conductivity compared to that prepared by the casting method. The optimal electrolyte prepared via casting method, providing superior ionic conductivity and high optical transmittance, consisted of a fibroin to propylene carbonate weight ratio of 25:75, 42.56 mg of lithium perchlorate (12 wt%), and solvent evaporation at 20 °C. The result electrolyte exhibited a thickness of  $100 \pm 8$  nm, a light

transmittance of 88.04% in the range of 400-1100 nm, and ionic conductivity of  $2.77 \times 10^{-4}$  S/cm. Furthermore, the performance of electrochromic glass assembled with the electrolyte (glass/ITO/WO<sub>3</sub>/electrolyte/ITO/glass) was evaluated. After applying -2.5 V, the light transmittance decreased by 5% and 11% in the 400-800 nm and 800-1100 nm ranges, respectively. The calculated coloration efficiencies were 36.0 and 102.6 cm<sup>2</sup>/C, respectively. The electrolyte demonstrated high stability, retaining 90% of its initial efficiency after 200 cycles.



## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงได้ เนื่องจากได้รับความอนุเคราะห์อย่างสูงจากรองศาสตราจารย์ ดร. ไพฑูริ เกาตระกูลวิวัฒน์ อาจารย์ที่ปรึกษาและคณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำปรึกษารวมไปถึงการแก้ไขข้อบกพร่อง ตลอดจนการดำเนินงานเสร็จสมบูรณ์ ขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร. จตุพร วุฒิกนกกาญจน์ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์และ รองศาสตราจารย์ ดร. สร้อยพัทธา สร้อยสุวรรณ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่สละเวลามาให้คำแนะนำ ตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องในการทำงานวิจัยนี้เพื่อให้งานวิจัยนี้สำเร็จได้อย่างสมบูรณ์

ขอขอบคุณการสนับสนุนงบประมาณในการวิจัย จากโครงการผู้ช่วยวิจัยระดับบัณฑิตศึกษา ระยะที่ 3 (Graduate Research Assistantship : GRA Phase 3) หน่วยวิจัยพัฒนาเทคโนโลยีและนวัตกรรมพลังงานทางเลือกเพื่อภาคอุตสาหกรรม และทุนอุดหนุนการวิจัยและนวัตกรรม งบประมาณด้านวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม ประเภท Fundamental Fund ประจำปีงบประมาณ 2565-2566 เรื่อง “อิเล็กทรอนิกส์จากไหมเพื่อใช้ในกระจกอัจฉริยะที่กระตุ้นด้วยไฟฟ้า สำหรับอาคารประหยัดพลังงานและเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม” ที่ให้การสนับสนุนเงินทุนในงานวิจัยฉบับนี้

อัศวินท์ พิมานทิสากร

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย .....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	ฉ
กิตติกรรมประกาศ .....	ช
สารบัญ .....	ฅ
สารบัญตาราง .....	ฉ
สารบัญภาพ .....	ฉ
บทที่ 1 .....	1
บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา .....	1
วัตถุประสงค์ของงานวิจัย .....	5
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
ขอบเขตงานวิจัย.....	6
บทที่ 2 .....	7
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	7
ไฟโบรอิน .....	7
การวิเคราะห์โครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอิน.....	10
การแปรรูปเส้นใยไฟโบรอินให้อยู่ในรูปแบบสารละลาย.....	13
วิธีการขึ้นรูปไฟโบรอิน .....	13
การขึ้นรูปเส้นใยด้วยวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต.....	14
อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ โทร โครมิก .....	15
หลักการการทำงานของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ โทร โครมิก .....	16

พอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์ .....	17
กลไกการเคลื่อนที่ของไอออนในโครงข่ายพอลิเมอร์ .....	18
การวิเคราะห์ค่าการนำไอออนด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า .....	19
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	21
บทที่ 3 .....	24
วิธีการดำเนินงานวิจัย .....	24
สารเคมี เครื่องแก้ว และอุปกรณ์ .....	24
แผนการดำเนินงาน .....	26
วิธีการทดลอง .....	27
บทที่ 4 .....	33
ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง .....	33
บทที่ 5 .....	59
สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ .....	59
บรรณานุกรม .....	61
ภาคผนวก .....	66
ประวัติย่อของผู้วิจัย .....	73

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2-1 องค์ประกอบหมู่อะมิโนของไฟโบรอินจากไหม.....	8
2-2 หมู่เอไมด์และช่วงความยาวคลื่นของการดูดกลืนของโครงสร้างทุติยภูมิแต่ละชนิด .....	11
2-3 ตำแหน่งเลขคลื่นที่สัมพันธ์กับโครงสร้างแต่ละรูปแบบของไฟโบรอิน ในช่วง Amide I .....	12
3-1 ปริมาณขององค์ประกอบของอิเล็กโทรไลต์แข็งที่เตรียมด้วยวิธี Casting.....	29
4-1 องค์ประกอบของสารละลายที่มีส่วนประกอบของไฟโบรอิน โพรพิลีนคาร์บอนेट และเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต.....	34
4-2 ค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสีของ ECs เมื่อใช้อิเล็กโทรไลต์แบบเหลวและแบบแข็ง.....	57

## สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2-1 โครงสร้างของไหมและโครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอิน.....	7
2-2 การจัดเรียงตัวของหมู่อะมิโนภายในเส้นใยไฟโบรอิน.....	9
2-3 โครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอินแบบ (ก) เกลียวแอลฟา (ข) ผลึกเบตาชีท.....	9
2-4 ค่าการดูดกลืนแสงของไฟโบรอินวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR.....	11
2-5 การตัดช่วง Amide I ของไฟโบรอินเพื่อหาสัดส่วน โครงสร้างทุติยภูมิ.....	12
2-6 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับขึ้นรูปเส้นใยด้วยวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต .....	14
2-7 ส่วนประกอบของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ โทโร โครมิก .....	15
2-8 กลไกการเคลื่อนที่ของลิเทียมไอออนภายในโครงข่ายพอลิเมอร์.....	19
2-9 การวิเคราะห์ค่าการนำไอออนด้วยเทคนิค EIS ก) วงจรไฟฟ้าสมมูล (Equivalent circuit) สำหรับการเคลื่อนที่ของไอออนในอิเล็กโทรไลต์ ข) กราฟ Nyquist plot และ ค) กราฟ Bode plot.....	20
2-10 ภาพ SEM ของไฟโบรอินที่เตรียมด้วยเทคนิคต่างกัน (ก) พื้นผิว และ (ข) ภาพตัดขวาง เมื่อ เตรียมด้วยเทคนิค Electrospinning (ค) พื้นผิว และ (ง) ภาพตัดขวาง เมื่อ เตรียมด้วยเทคนิค Lyophilization.....	23
3-1 แผนการดำเนินงาน .....	26
3-2 ค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออนที่ใช้ในการล้างเส้นใยไฟโบรอิน ที่จำนวนการล้างใดๆ .....	27
3-3 ค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออนที่ใช้ในการล้างเส้นใยไฟโบรอิน ที่จำนวนครั้งในการล้างใดๆ .....	28

## สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4-1 สเปกตรัม FTIR ของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอนเนต โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 40 °C ที่ช่วงความยาวคลื่น 2400-400 $\text{cm}^{-1}$ .....	35
4-2 สเปกตรัม FTIR ของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอนเนต โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 40 °C ที่ช่วงความยาวคลื่น 1750-1450 $\text{cm}^{-1}$ .....	36
4-3 โครงสร้างไฟโบรอินที่มีการทำพันธะกับลิเทียมไอออน.....	36
4-4 รูปแบบ XRD ของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอิน (SF) และมีโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 (SF+PC) และที่มีการผสมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg (SF+PC+LiClO <sub>4</sub> ).....	37
4-5 เทอร์โมแกรม DSC ของ (ก) ฟิล์มไฟโบรอินและ (ข) อิเล็กโทรไลต์จากไฟโบรอิน.....	38
4-6 Nyquist plot และวงจรสมมูล (Equivalent circuits) ของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอนเนต โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 40 °C.....	39
4-7 ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอนเนต โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 40 °C.....	40
4-8 สัดส่วนของโครงสร้างทุติยภูมิของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอนเนต โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 40 °C .....	40
4-9 เทอร์โมแกรม TGA และ 1st derivative ของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอิน (SF) และมีโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 (SF+PC) และที่มีการผสมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg (SF+PC+LiClO <sub>4</sub> ).....	43

## สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4-10 สัดส่วนของโครงสร้างทุติยภูมิของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ที่มีการระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20-50 °C .....	44
4-11 เทอร์โมแกรม TGA ของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ที่มีการระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20-50 °C .....	44
4-12 ค่าการนำไอออนและปริมาณน้ำที่มีอยู่ในอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ที่มีการระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20-50 °C .....	45
4-13 ค่าการส่องผ่านแสงของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ระเหยตัวทำละลายที่ 20 °C ที่มีความหนาต่างๆ ในช่วงความยาวคลื่น 200-1100 นาโนเมตร เปรียบเทียบกับกระจกอินเดียมทินออกไซด์.....	47
4-14 ค่าการนำไอออนที่สัมพันธ์กับค่าการส่องผ่านแสงของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ระเหยตัวทำละลายที่ 20 °C ที่มีความหนา 100-600 nm.....	47
4-15 ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 โดยการเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตปริมาณต่างๆ ระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 และ 40 °C..	49
4-16 สัณฐานวิทยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM (ก) ไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค Electrospinning (SF-E) (ข) ไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค Casting (SF-C) .....	50
4-17 สเปกตรัม FTIR ของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากไฟโบรอิน โพรพิลีนคาร์บอนเนต และเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต ที่ช่วงความยาวคลื่น 1750-1450 cm <sup>-1</sup> .....	51
4-18 สัดส่วนของโครงสร้างรูปแบบต่างๆ ของอิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยเทคนิค Electrospinning และ Casting .....	51

## สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4-19 ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยเทคนิค Electrospinning และ Casting .....	52
4-20 การวิเคราะห์ Cyclic voltammetry ของเซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ประกอบด้วยชั้น WO <sub>3</sub> และชั้น ITO และมีการบรรจุ (ก) อิเล็กโทรไลต์แบบเหลว (ข) อิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง.....	54
4-21 รั้อยตะการส่องผ่านแสงของเซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ประกอบด้วยชั้น WO <sub>3</sub> และชั้น ITO ในช่วงความยาวคลื่น 200-1100 nm โดยใช้ (ก) อิเล็กโทรไลต์แบบเหลว (ข) อิเล็กโทรไลต์ แบบแข็ง (ค) เซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ใช้กระจกอินเดียมทินออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้าและใช้ อิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง.....	56
4-22 เติดยรภาพในการเคลื่อนที่ของไอออนของอิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง.....	58

## บทที่ 1

### บทนำ

#### ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การใช้พลังงานไฟฟ้าทั่วโลกมีแนวโน้มสูงขึ้น ซึ่งเป็นปัญหาที่ส่งผลกระทบต่อโลกเป็นอย่างมาก ในแง่ของการปลดปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากการผลิตกระแสไฟฟ้าด้วยเชื้อเพลิงฟอสซิล โดยในปี 2019 มีการใช้พลังงานไฟฟ้าสูงถึง 22,847 TWh คิดเป็น 1.13 เท่าของการใช้ไฟฟ้าในปี 2015 อีกทั้งการใช้ไฟฟ้าในส่วนของอาคารบ้านเรือน มีค่าสูงถึงประมาณร้อยละ 30-40 ของการใช้พลังงานไฟฟ้าทั้งหมดในแต่ละปี (Agency, 2021) ซึ่งพลังงานไฟฟ้าที่ใช้ภายในอาคารบ้านเรือน สำหรับให้แสงสว่างและปรับอากาศภายในอาคาร รวมกันมากกว่าร้อยละ 50 (Nundy et al., 2021) ของปริมาณการใช้ไฟฟ้าในส่วนของอาคารบ้านเรือน เนื่องจากภาวะโลกร้อน (Global warming) ทำให้บรรยากาศมีอุณหภูมิสูงขึ้น อีกทั้งความร้อนจากแสงอาทิตย์ที่สามารถส่องผ่านกระจกที่ติดตั้งกับอาคารบ้านเรือน ยิ่งส่งผลให้การใช้พลังงานไฟฟ้าสำหรับเครื่องปรับอากาศภายในอาคารมีค่าสูงขึ้น

การติดตั้งกระจกอัจฉริยะ (Smart windows) เป็นทางเลือกหนึ่งในการควบคุมแสงและความร้อนจากแสงอาทิตย์เข้าสู่อาคาร ทำให้การใช้พลังงานภายในอาคารสำหรับเครื่องปรับอากาศลดลง เนื่องจากกระจกสามารถเปลี่ยนสมบัติเชิงแสง ได้แก่ การส่องผ่านของแสงที่มองเห็นได้ (Visible) และแสงช่วงอินฟราเรด (Infrared, IR) ภายหลังจากการถูกกระตุ้นจากภายนอก โดยกระจกอัจฉริยะสามารถแบ่งออกได้เป็นหลายประเภทขึ้นอยู่กับสิ่งที่ใช้กระตุ้น เช่น กระจกที่กระตุ้นด้วยความร้อน (Thermochromic glass) กระจกที่กระตุ้นด้วยแสง (Photochromic glass) และกระจกที่กระตุ้นด้วยไฟฟ้า (Electrochromic glass) (Ke et al., 2018) โดยกระจกที่กระตุ้นด้วยความร้อนและแสงเป็นกระจกที่ผู้อยู่อาศัยภายในอาคารไม่สามารถควบคุมการส่องผ่านของแสงและความร้อนได้ด้วยตนเอง อาศัยเพียงสภาวะแวดล้อมภายนอกในการกระตุ้นให้กระจกเปลี่ยนสมบัติ ในทางกลับกัน กระจกที่กระตุ้นด้วยไฟฟ้าเป็นการตอบสนองความต้องการในการใช้งานของผู้อยู่อาศัย โดยสามารถปรับศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนเข้าไปให้กับกระจกได้โดยตรง ซึ่งการใช้กระจกนี้สามารถลดการใช้พลังงานภายในอาคารได้ร้อยละ 10-30 เมื่อเทียบกับหน้าต่างที่มีการติดตั้งมู่ลี่ และลดการใช้พลังงานได้ร้อยละ 50-75 เมื่อเทียบกับหน้าต่างธรรมดาที่ไม่มีมู่ลี่ (Tällberg et al., 2019) เนื่องจากช่วยลดการส่องผ่านของแสงและความร้อน

กระจกอัจฉริยะที่กระตุ้นด้วยไฟฟ้า (Electrochromic smart window, ECs) เป็นกระจกอัจฉริยะที่ได้รับความนิยม เนื่องจากสามารถควบคุมการเปลี่ยนแปลงสมบัติเชิงแสง (Optical properties) ของกระจกได้ (Tällberg et al., 2019) และใช้พลังงานในการกระตุ้นที่ต่ำ อีกทั้งมีการพัฒนาอย่างต่อเนื่อง จนสามารถผลิตพลังงานให้กับตัวเอง โดยไม่ต้องใช้พลังงานภายนอกในการกระตุ้น (Jia et al., 2021) โดยส่วนประกอบหลักของ ECs ประกอบไปด้วย ชั้นกระจกใส (Glass substrate) ชั้นสารประกอบโปร่งใสที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดี (Transparent conducting oxide, TCO) ชั้นตัวเก็บประจุ (Ion storage, IS) ชั้นอิเล็กโทรไลต์ (Ion conducting electrolyte) ชั้นวัสดุอิเล็กโทรโครมิก (Electrochromic, EC) โดยการเปลี่ยนแปลงสมบัติเชิงแสงของกระจกเกิดจากการป้อนศักย์ไฟฟ้าไปยังกระจก ทำให้เกิดความต่างศักย์ระหว่างชั้นตัวเก็บประจุและชั้นวัสดุอิเล็กโทรโครมิก จึงเกิดการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนระหว่างชั้นทั้งสอง ในขณะเดียวกัน จะเกิดการเคลื่อนที่ของไอออนที่อยู่ภายในชั้นอิเล็กโทรไลต์ไปยังชั้นตัวเก็บประจุและชั้นวัสดุอิเล็กโทรโครมิก เพื่อให้สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ ส่งผลให้ชั้นตัวเก็บประจุและชั้นวัสดุอิเล็กโทรโครมิกเกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติเชิงแสง

ชั้นอิเล็กโทรไลต์ เป็นส่วนที่สำคัญสำหรับอุปกรณ์ ECs เป็นแหล่งจ่ายไอออนให้มีการเคลื่อนที่ระหว่างชั้นตัวเก็บประจุและชั้นวัสดุอิเล็กโทรโครมิก โดยไอออนที่ใช้กับอุปกรณ์ ECs ขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุชั้นวัสดุอิเล็กโทรโครมิก ซึ่งส่วนมากจะใช้ไฮโดรเจนไอออนและลิเทียมไอออนในการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ โดยอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสมสำหรับการใช้งานในอุปกรณ์ ECs จะมีค่าการนำไอออนในช่วง  $10^{-4} - 10^{-7}$  S/cm และมีค่าการนำไฟฟ้าต่ำ ( $< 10^{-12}$  S/cm) (Thakur et al., 2012) อีกทั้งชั้นอิเล็กโทรไลต์ช่วยไม่ให้เกิดการลัดวงจรไฟฟ้า เนื่องจากการสัมผัสกันของชั้นตัวเก็บประจุและชั้นวัสดุอิเล็กโทรโครมิก โดยชั้นอิเล็กโทรไลต์มีหลายรูปแบบและหลายภูมิภาค เช่น ของเหลว (Liquid electrolyte) เจล (Gel electrolyte) ของแข็ง (Solid electrolyte) และพอลิเมอร์ (Polymer electrolyte) การใช้อิเล็กโทรไลต์รูปแบบของเหลวและเจล ส่งผลให้เกิดปัญหาการกัดกร่อนที่วัสดุชั้นวัสดุอิเล็กโทรโครมิก และเกิดการรั่วไหลเมื่ออุปกรณ์ ECs มีการเสียหาย ทำให้อิเล็กโทรไลต์ในรูปแบบของแข็งและพอลิเมอร์ได้รับความสนใจ เนื่องจาก การเตรียมขนาดใหญ่ทำได้ง่าย สามารถใช้เป็นแผ่นกั้น (Separator) เพื่อป้องกันการลัดวงจร มีช่วงอุณหภูมิในการใช้งานกว้าง และมีโครงสร้างที่เป็นแบบอสัณฐาน (Amorphous) เพื่อให้ไอออนสามารถเคลื่อนที่ได้ง่าย

การเตรียมอิเล็กโทรไลต์จากพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์จากปิโตรเลียมเพื่อนำมาใช้ในอุปกรณ์ ECs เช่น พอลิเอทิลีนออกไซด์ (Poly(ethylene oxide), PEO) ซึ่งมีค่าการนำไอออนเพียง  $10^{-4} - 10^{-8}$  S/cm เนื่องจากมีโครงสร้างมีความเป็นผลึกสูง แม้จะเพียงพต่อการนำมาใช้ในอุปกรณ์ ECs แต่ค่าการนำไอออนที่สูงขึ้น จะส่งเสริมให้การเปลี่ยนสมบัติเชิงแสงภายหลังการกระตุ้นด้วยไฟฟ้าเกิดได้

ดียิ่งขึ้น ในขณะที่อิเล็กโทรไลต์เตรียมจากพอลิเมทิลเมทาคริเลต (Poly (methyl methacrylate), PMMA) จะมีค่าการนำไอออนสูงถึง  $10^{-2}$  S/cm เนื่องจากโครงสร้างอสัณฐานส่งเสริมการเคลื่อนที่ของไอออน (Ion mobility) ได้ดี (Thakur et al., 2012) แต่การใช้พอลิเมอร์จากปิโตรเลียมนั้นส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม กรรมวิธีในการได้มาส่งผลให้เกิดการปลดปล่อยแก๊สเรือนกระจกสู่ชั้นบรรยากาศ ซึ่งเป็นสาเหตุที่สำคัญในการเกิดภาวะโลกร้อน และเมื่อสิ้นอายุการใช้งานพอลิเมอร์จากปิโตรเลียมไม่สามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ ทำให้ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมหากกำจัดไม่ถูกวิธี

พอลิเมอร์จากธรรมชาติได้รับความสนใจเพื่อนำมาประยุกต์ใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์ เนื่องจากโครงสร้างที่มีความหลากหลาย มีมากในธรรมชาติ และสามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ ทำให้ไม่ส่งผลกระทบต่อสภาวะแวดล้อม (Varshney & Gupta, 2011) เช่น ไคโตซาน (Chitosan) ที่มีการนำมาผสมกับพอลิเอทิลีนออกไซด์ (PEO) และเกลือลิเทียม Bis (trifluoromethylsulfonyl) imide (LiTFSI) มีค่าการนำไอออนประมาณ  $10^{-6}$  S/cm เซลลูโลส (Cellulose) ที่มีการเติมเกลือลิเทียมไตรฟลูออโรโรมีเทนซัลโฟเนตและกลีเซอรอลร้อยละ 58 เพื่อให้เกิดโครงสร้างอสัณฐานมากขึ้น ให้ค่าการนำไอออนเท่ากับ  $1.07 \times 10^{-5}$  S/cm ที่อุณหภูมิ  $30^{\circ}\text{C}$  (Varshney & Gupta, 2011) อย่างไรก็ตาม ปัจจุบันไคโตซานและเซลลูโลสถูกนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมจำนวนมาก ราคาค่อนข้างแพง ดังนั้น การหาแหล่งพอลิเมอร์จากธรรมชาติแหล่งใหม่ที่มีความสามารถในการนำมาใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์จึงเป็นความท้าทายในการวิจัย

ไฟโบรอิน (Fibroin) เป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติประเภทโปรตีน สังกะหะที่ได้จากรังไหม (Cocoon) ที่ผ่านการกำจัดกากไหม (Sericin) ออก และมีโครงสร้างเป็นแบบกึ่งอสัณฐาน ประกอบด้วยเกลียวแอลฟา ( $\alpha$ -helix) และแรนดอมคอยล์ (Random coil) และมีโครงสร้างบางส่วนเป็นแบบพลิกเบตาชีท ( $\beta$ -sheet) ซึ่งสามารถปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของโครงสร้างได้ ผ่านกระบวนการทางกายภาพและเคมี (Johari, Moroni, & Samadikuchaksaraei, 2020) จึงทำให้สามารถนำมาประยุกต์ใช้หลากหลาย เช่น ทางการแพทย์ ใช้เป็นวัสดุห่อหุ้มเพื่อใช้ในการขนส่งยา (Zhao, Li, & Xie, 2015) ทางวิศวกรรมเนื้อเยื่อ ใช้เป็นวัสดุในการปิดแผล (Sun, Gregory, Tomeh, & Zhao, 2021) และใช้เป็นวัสดุสำหรับอุปกรณ์ทางไฟฟ้าเคมี (Zhu et al., 2016) และยังสามารถใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์สำหรับอุปกรณ์ ECs ได้อีกด้วย (Pereira et al., 2016) อีกทั้งประเทศไทยมีเศษไหมเหลือทิ้งจำนวนมากถึง 300 – 400 ตันต่อปี และไม่มีมีการนำไปใช้ประโยชน์อย่างเต็มที่ โดยส่วนมากจะนำไปกำจัดทิ้งโดยการเผา ซึ่งก่อให้เกิดมลพิษในอากาศ

ปัจจัยที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอินเพื่อใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์สำหรับอุปกรณ์ ECs ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายไฟโบรอินและระยะเวลาที่ใช้ในการแห้ง โดยสารละลาย

ไฟโบรอินที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักเมื่อปล่อยแห้งที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 12-72 ชั่วโมง พบว่าโครงสร้างที่ได้เป็นแบบอสัณฐานและฟิล์มละลายน้ำได้ แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็นร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก ปล่อยแห้งที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 12-48 ชั่วโมง ยังคงพบโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานและฟิล์มละลายน้ำได้ อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มเวลาในการแห้งเป็นเวลา 72-96 ชั่วโมง พบว่าโครงสร้างเปลี่ยนเป็น โครงสร้างผลึกและฟิล์มไม่สามารถละลายน้ำได้ (Lu et al., 2010) เนื่องจากการจับตัวของพอลิเมอร์จำเป็นต้องใช้ระยะเวลาในการจัดเรียงตัว เมื่อมีเวลาในการจัดเรียงตัวมากขึ้น พอลิเมอร์จะสามารถจัดเรียงตัวเป็น โครงสร้างแบบผลึกได้มากยิ่งขึ้น อีกทั้งความเข้มข้นของสารละลายยังส่งผลต่อการจับตัวกันของโครงสร้างระหว่าง โมเลกุลของสายโซ่โปรตีน ซึ่งทำให้ โมเลกุลมีแนวโน้มในการรวมกันสร้าง โครงสร้างที่มีความเป็นระเบียบมากยิ่งขึ้น นอกจากนั้นแล้ว อุณหภูมิที่ใช้ในการอบแห้งส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอิน โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 50 °C ส่งผลให้อัตราส่วนของโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีต ( $\beta$ -sheet) เพิ่มขึ้นร้อยละ 30 เมื่อเทียบกับการอบแห้งที่อุณหภูมิห้อง (Tretinnikov & Tamada, 2001) ยิ่งไปกว่านั้น วิธีการขึ้นรูปของไฟโบรอิน ด้วยวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning) ทำให้ฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างที่มีความพรุน (Degree of porosity) ถึงร้อยละ 68 และมีสัดส่วนของโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีต ( $\beta$ -sheet) ต่ำกว่าฟิล์มที่เตรียมได้จากวิธีหล่อ (Casting) ร้อยละ 5 (Pereira et al., 2018) ซึ่งส่งผลต่อค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์

ปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการใช้งานเป็นอิเล็กโทรไลต์ เช่น ชนิดของเกลือ โดยมีงานวิจัยที่ศึกษาเกลือ 3 ชนิด ได้แก่ ลิเทียมเฮกซะฟลูออโรโรฟอสเฟต ( $\text{LiPF}_6$ ) ลิเทียม Bis (trifluoromethylsulfonyl) imide ( $\text{LiTFSI}$ ) และลิเทียมเปอร์คลอเรต ( $\text{LiClO}_4$ ) โดยใช้โพรพิลีนคาร์บอเนต (Propylene carbonate, PC) เป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้น 0.5 M ใช้วัสดุทดสอบเป็น ทังสเตนไดรอกไซด์ ( $\text{WO}_3$ ) และนิกเกิลออกไซด์ ( $\text{NiO}$ ) พบว่าเกลือ  $\text{LiPF}_6$  มีการเคลื่อนที่ของไอออนได้ดีเหมาะสมสำหรับใช้ร่วมกับขั้ว  $\text{NiO}$  แต่ไม่เหมาะสมสำหรับใช้กับ  $\text{WO}_3$  เนื่องจากการเคลื่อนที่ของไอออนน้อยที่สุด และเมื่อทดสอบการลดลงของแรงดันไฟฟ้า (Memory effect) ของวัสดุเมื่อไม่ได้มีการจ่ายพลังงานพบว่า ความสามารถในการส่องผ่านของแสงลดลงร้อยละ 10 เมื่อเวลาผ่านไป 1 ชั่วโมง โดยเกลืออีก 2 ชนิดมีการเปลี่ยนแปลงของการส่องผ่านของแสงน้อยกว่าร้อยละ 10 และมีเสถียรภาพในการใช้งานที่ต่ำกว่าเกลือเมื่อเทียบกับเกลืออีก 2 ชนิด หลังจากการใช้งาน 10,000 รอบ (Wei et al., 2017) นอกจากชนิดของเกลือ ปริมาณของเกลือที่เติมลงไปในตัวรองรับยังส่งผลต่อค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ โดยเมื่อเติมเกลือ  $\text{LiTFSI}$  ลงไปในอิเล็กโทรไลต์แบบเจลที่ปริมาณร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก พบว่าค่าการนำไอออนมีค่าเท่ากับ 0.5 mS/cm ซึ่งสูงกว่าการเติมเกลือที่ ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ถึง 5 เท่า อย่างไรก็ตาม การเติมเกลือที่มากเกินไป (ร้อยละ

60 โดยน้ำหนัก) จะทำให้ค่าการนำไอออนลดลงเหลือเพียง 0.4 mS/cm เนื่องจากการรวมตัวกลับของไอออนเกลือ (Kumar et al., 2014) อีกทั้งความหนาของอิเล็กโทรไลต์ยังส่งผลต่อความต้านทานของอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งเมื่อความหนาของอิเล็กโทรไลต์เท่ากับ 100  $\mu\text{m}$  จะมีค่าการนำไอออนเท่ากับ 45 mS/cm แต่เมื่อความหนาเพิ่มเป็น 800  $\mu\text{m}$  จะมีค่าการนำไอออนเหลือเพียง 10 mS/cm (Zhang et al., 2020)

จากการศึกษาพบว่า ไฟโบรอินถูกใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์สำหรับอุปกรณ์ ECs โดยใช้เกลือ 2 ชนิด ได้แก่ ลิเทียมเตตระฟลูออโรโบรเอต ( $\text{LiBF}_4$ ) และ ลิเทียม Bis (trifluoromethylsulfonyl) imide ( $\text{LiTFSI}$ ) ที่อัตราส่วน 0.25 mg ต่อไฟโบรอิน 0.7 ml ซึ่งมีค่าการนำไอออนประมาณ  $10^{-9}$  S/cm ซึ่งยังมีค่าต่ำกว่าช่วงที่เหมาะสมสำหรับอุปกรณ์ ECs และมีสัดส่วนโครงสร้างแบบฟลิกเบตาชีท ( $\beta$ -sheet) เพิ่มขึ้นร้อยละ 10 เทียบกับไฟโบรอินที่ไม่เติมเกลือ (Pereira et al., 2016) งานวิจัยนี้จึงได้ทำการพัฒนาพอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์ที่ทำจากไฟโบรอิน โดยศึกษาสภาวะในการเตรียมและวิธีการขึ้นรูปของไฟโบรอิน ซึ่งเป็นปัจจัยที่สำคัญที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอินให้มีความเหมาะสม โดยมีสมมติฐานว่าโครงสร้างของไฟโบรอินที่มีความเป็นอสัณฐานจะส่งผลดีต่อการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ และศึกษาปริมาณเกลือลิเทียมและความหนาที่เหมาะสมกับไฟโบรอินที่ส่งผลต่อการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ เพื่อใช้สำหรับสำหรับกระจกอัจฉริยะที่กระตุ้นด้วยไฟฟ้า

### วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาปัจจัยในการเตรียมอิเล็กโทรไลต์แข็งจากไฟโบรอินประกอบด้วย อุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลาย เทคนิคในการขึ้นรูปของไฟโบรอิน สัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอเนต ปริมาณเกลือลิเทียมและความหนาของอิเล็กโทรไลต์ ที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอินและส่งผลต่อค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์แข็ง เพื่อให้ได้อิเล็กโทรไลต์แข็งที่มีค่าการนำไอออนในช่วง  $10^{-4} - 10^{-7}$  S/cm ซึ่งเหมาะสมสำหรับอุปกรณ์ ECs

### ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทราบถึงปัจจัยในการเตรียมอิเล็กโทรไลต์แข็งจากไฟโบรอินประกอบด้วย อุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลาย เทคนิคในการขึ้นรูปของไฟโบรอิน สัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอเนต ปริมาณเกลือลิเทียมและความหนาของอิเล็กโทรไลต์ ที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอินและส่งผลต่อค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์แข็ง เพื่อให้ได้อิเล็กโทรไลต์แข็งที่มีค่าการนำไอออนในช่วง  $10^{-4} - 10^{-7}$  S/cm ซึ่งเหมาะสมสำหรับอุปกรณ์ ECs

2. การเพิ่มมูลค่าให้ของเหลือทิ้งทางการเกษตร และลดการปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จากการเผาของเหลือทิ้งทางการเกษตร

### ขอบเขตงานวิจัย

#### ตัวแปรควบคุม

1. กระจกอัจฉริยะที่กระตุ้นด้วยไฟฟ้า (Electrochromic smart window, ECs)

#### ประกอบด้วย

1.1 ชั้นกระจกใส (Glass substrate) และชั้นสารประกอบโปร่งใสที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดี (Transparent conducting oxide, TCO) ซึ่งงานวิจัยนี้จะใช้กระจกเคลือบอินเดียม-ทินออกไซด์ (Indium-tin oxide coated glass)

1.2 ชั้นวัสดุอิเล็กโทโครมิก (Electrochromic, EC) จะเป็นฟิล์ม  $WO_3$  สังเคราะห์จากวิธีโซล-เจล โดยใช้โซเดียมทั้งสเตรตเป็นสารตั้งต้น (Junsukhon & Ngaotranwivat, 2019)

1.3 ชั้นอิเล็กโทโรไลต์ (Ion conducting electrolyte) จะเตรียมจากไฟโบรอินที่ได้เตรียมจากไหมพันธุ์ j-108

2. ก๊าซที่ใช้ในการเติมลงไปให้อิเล็กโทโรไลต์ คือแก๊สลิเทียมเปอร์คลอเรต

3. การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีของอิเล็กโทโรไลต์แข็งที่เตรียมได้ ได้แก่

3.1 วิเคราะห์โครงสร้างของไฟโบรอินด้วยเทคนิค ATR/FTIR

3.2 วิเคราะห์ความเป็นผลึกของไฟโบรอินด้วยเทคนิค XRD

3.3 วิเคราะห์ค่าการนำไอออนด้วยเทคนิค EIS

3.4 วิเคราะห์ลักษณะของฟิล์มและการกระจายตัวของเกลือด้วยเทคนิค SEM

3.5 วิเคราะห์การส่องผ่านของแสงของอิเล็กโทโรไลต์ที่เตรียมได้และอุปกรณ์ ECs ด้วย

เทคนิค UV-Vis Spectrophotometer

3.6 วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

3.7 วิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วด้วยเทคนิค DSC

#### ตัวแปรปรับ

1. อุณหภูมิที่ใช้ในการทำให้แห้งของไฟโบรอิน ที่ 20 – 50 °C

2. เทคนิคในการขึ้นรูปไฟโบรอิน ได้แก่ Casting และ Electrospinning

3. ร้อยละโดยน้ำหนักของเกลือลิเทียมในอิเล็กโทโรไลต์ในช่วงร้อยละ 3 – 12

4. ร้อยละโดยน้ำหนักของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอนเตในช่วงร้อยละ 25 – 75

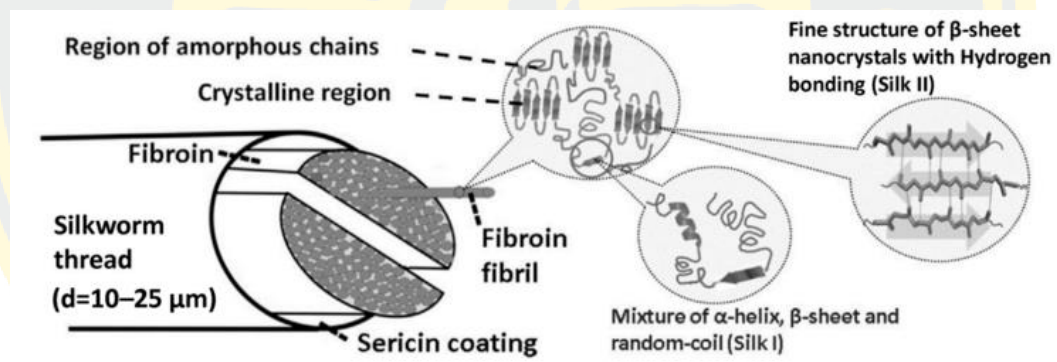
5. ความหนาของอิเล็กโทโรไลต์ในช่วง 100 – 600  $\mu\text{m}$

## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### ไฟโบรอิน

เส้นใยไฟโบรอินได้จากกรรมวิธีการนำเส้นใยไหมมากำจัดส่วนที่เป็นกาว (Sericin) ซึ่งคิดเป็นสัดส่วนร้อยละ 25-30 โดยน้ำหนัก จะเหลือส่วนที่เป็นเส้นใย ซึ่งจะเรียกว่า เส้นใยไฟโบรอิน (Fibroin) ซึ่งคิดเป็นร้อยละ 70-75 โดยน้ำหนัก โดยไฟโบรอินจะมีโครงสร้างเป็นแบบกิ่งอัสฐาน แสดงดังภาพที่ 2-1 ภายในโครงสร้างประกอบด้วยสายโซ่หนัก (H-chain, ~360 kDa) และสายโซ่เบา (L-chain, ~26 kDa) เชื่อมต่อกันโดยพันธะไดซัลไฟ (Disulfide bond) ที่ตำแหน่ง C-terminal ของสายโซ่หนัก ทำให้เกิดการซ้อนทับของสายโซ่เบาและหนัก และยังมีโครงสร้างของไกลโคโปรตีน (Glycoprotein P25, ~25 kDa) อีกด้วย ซึ่งไฟโบรอินจากไหมจะมีอัตราส่วนของสายโซ่หนัก เบา และไกลโคโปรตีน เท่ากับ 6 : 6 : 1 (Qi et al., 2017)



ภาพที่ 2-1 โครงสร้างของไหมและโครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอิน (Qi et al., 2017)

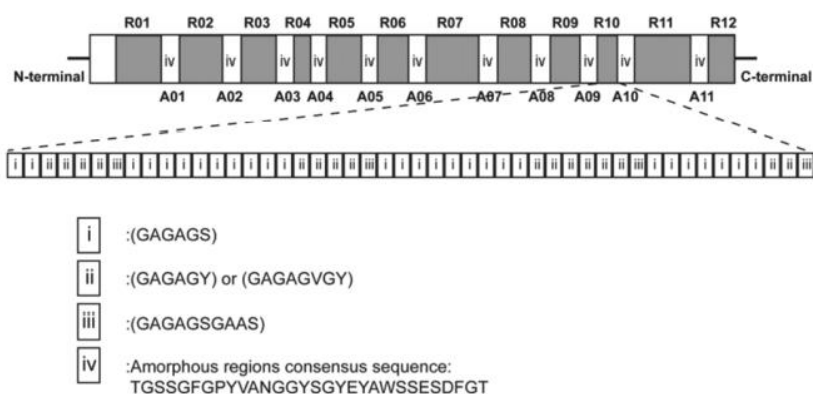
โครงสร้างปฐมภูมิ (Primary structure) ของไฟโบรอินประกอบด้วยหมู่เอมิโนของสายโซ่หนัก มีหมู่เอมิโนหลัก 5 ชนิด คือ ไกลซีน (Gly) อะลานีน (Ala) เซอรีน (Ser) ไทโรซีน (Tyr) วาลีน (Val) และมีหมู่เอมิโนอื่น ๆ อีกหลายชนิด แสดงสัดส่วนดังตารางที่ 2-1 โดยที่โครงสร้างหลักจะเป็นการจัดเรียงกันของหมู่เอมิโนแบบซ้ำๆ 12 โดเมนหลักที่มีความไม่ชอบน้ำ และ 11 โดเมนที่มีความชอบน้ำ (Koh et al., 2015) และในแต่ละโดเมนจะมีหน่วยย่อยแบ่งเป็น 4 แบบ คือ

- 1) โครงสร้างแบบ GAGAGS ซึ่งจะพบได้เป็นส่วนมากของบริเวณที่เป็นแบบผลึก
- 2) โครงสร้างแบบ GAGAGV, GAGAGY และ GAGAGVGY ซึ่งจะพบในบริเวณที่เป็นโครงสร้างแบบกิ่งผลึก
- 3) เป็นส่วนที่มีความคล้ายกับส่วนที่ 1) แต่จะมีการจัดเรียงแบบ AAS ซึ่งมักจะพบที่ตำแหน่งสุดท้าย

ของ C-terminal และ 4) ตำแหน่งของกลุ่มอะมิโนที่จัดเรียงตัวกันเป็นแบบอสัณฐาน เช่น TGSSGFGPYVANGGYSGYEYAWSESDFGT แสดงดังภาพที่ 2-2 (Asakura, Okushita, & Williamson, 2015)

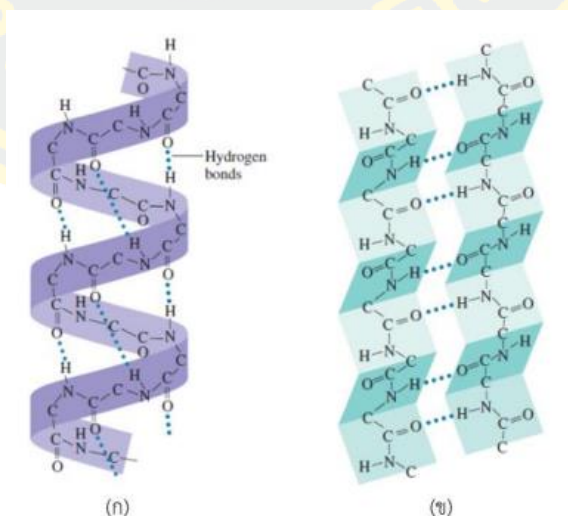
ตารางที่ 2-1 องค์ประกอบหมู่ะมิโนของไฟโบรอินจากไหม (Sashina, Bocek, Novoselov, & Kirichenko, 2006)

หมู่ะมิโน	ร้อยละโดยโมล (mol%)		
	สายโซ่หนัก	สายโซ่เบา	ทั้งหมด
ไกลซีน (Glycine)	49.4	10.0	42.9
อะลานีน (Alanine)	29.8	16.9	30.0
เซอรีน (Serine)	11.3	7.9	12.2
ไทโรซีน (Tyrosine)	4.6	3.4	4.8
วาลีน (Valine)	2.0	7.4	2.5
กรดแอสปาร์ติก (Aspartic acid)	0.65	15.4	1.9
กรดกลูตามิก (Glutamic acid)	0.70	8.4	1.4
ทรีโอนีน (Threonine)	0.45	2.8	0.92
ฟีนิลอะลานีน (Phenylalanine)	0.39	2.7	0.67
เมไทโอนีน (Methionine)	-	0.37	0.37
ไอโซลิวซีน (Isoleucine)	0.14	7.3	0.64
ลูซีน (Leucine)	0.09	7.2	0.55
โพรลีน (Proline)	0.31	3.0	0.45
อาร์จินีน (Arginine)	0.18	3.8	0.51
ฮิสติดีน (Histidine)	0.09	1.6	0.19
ไลซีน (Lysine)	0.06	1.5	0.38



ภาพที่ 2-2 การจัดเรียงตัวของหมู่อะมิโนภายในเส้นใยไฟโบรอิน (Asakura et al., 2015)

โครงสร้างแบบทุติยภูมิ (Secondary structure) ของไฟโบรอินแบ่งออกได้เป็น 3 แบบคือ Silk I, Silk II และ Silk III โดยที่โครงสร้างแบบ Silk I เป็นโครงสร้างที่อยู่ภายในกึ่งกลางของต่อมไหม (Silkworm glands) ซึ่งมีความเสถียรต่ำ สามารถละลายน้ำได้ (Nguyen et al., 2019) มีรูปแบบของโครงสร้างเป็นแบบแรนดอมคอยล์ (Random coil) และโครงสร้างแบบอสัณฐาน ในรูปแบบของเกลียวแอลฟา ( $\alpha$ -helix) (Asakura et al., 2015) โครงสร้างแบบ Silk II เป็นโครงสร้างของไฟโบรอินที่เกิดหลังจากการขึ้นรูป โดยมีโครงสร้างเป็นแบบผลึกเบตาชีท ( $\beta$ -sheet) และโครงสร้างแบบ Silk III เป็นโครงสร้างที่มีรูปแบบเป็นโซ่เกลียวซึ่งพบได้ที่พื้นผิวของไฟโบรอินระหว่างน้ำและอากาศ (Air/water interface) โดยลักษณะโครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอินแสดงดังภาพที่ 2-3

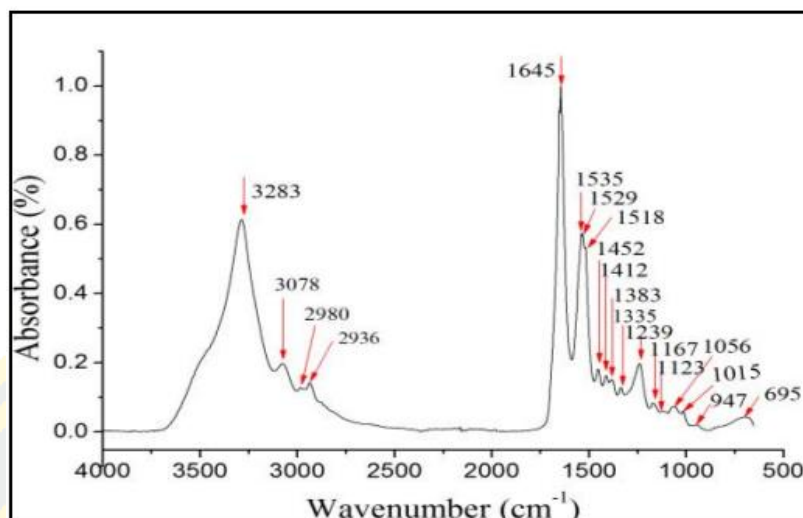


ภาพที่ 2-3 โครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอินแบบ (ก) เกลียวแอลฟา (ข) ผลึกเบตาชีท

โครงสร้างผลึกของเส้นใยไฟโบรอินถูกศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD) และเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (Nuclear Magnetic Resonance, NMR) โดยจากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่าการจัดเรียงตัวของหมู่อะมิโน ไกลซีนและอะลานีนนั้น สร้างพันธะกันด้วยพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่เอไมด์ มีการจัดเรียงตัวกัน 2 แบบ คือสายโซ่โปรตีนเชื่อมกันแบบขนาน ( $\beta$ -strands parallel) และสายโซ่โปรตีนเชื่อมกันแบบไม่ขนาน ( $\beta$ -strands antiparallel) โดยแต่ละแบบจะมีระยะห่างของพันธะไฮโดรเจนที่ไม่เท่ากัน คือ 2.97 และ 2.76 Å ตามลำดับ ซึ่งโดยทั่วไปจะพบแบบไม่ขนาน (Antiparallel) มากกว่าเนื่องจากมีความเสถียรมากกว่า และแต่ละด้านจะมีส่วนหาง 2 แบบ คือ ด้านที่เป็นหมู่ไกลซีน (-H) และด้านอะลานีน (-CH<sub>3</sub>) เมื่อมาเชื่อมกันเป็นกลุ่มก้อน ( $\beta$ -sheet) จะใช้ด้านที่มีหมู่ฟังก์ชันแบบเดียวกันหันเข้าหากัน โดยระยะห่างระหว่างชั้นของด้านไกลซีนและอะลานีนเท่ากับ 3.7 และ 5.5 Å ตามลำดับ ซึ่งเมื่อจัดเรียงตัวแล้วจะมีลักษณะเป็นแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) (Koh et al., 2015)

### การวิเคราะห์โครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอิน

โครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอินสามารถวิเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier-transform infrared spectroscopy, FTIR) ซึ่งจะเป็นการวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงในแต่ละช่วงความยาวคลื่น โดยตัวอย่างของไฟโบรอินที่มีการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค FTIR แสดงดังภาพที่ 2-4 โดยตำแหน่งการดูดกลืนของหมู่เอไมด์ (Amide) ของไฟโบรอินแสดงดังตารางที่ 2-2 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าช่วง Amide I จะแสดงรูปแบบโครงสร้างของไฟโบรอินได้ครบถ้วน การศึกษาสัดส่วนโครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอิน จึงได้นำเอาช่วง Amide I มาทำการวิเคราะห์ แสดงดังภาพที่ 2-5 โดยช่วงความยาวคลื่นที่แสดงถึงโครงสร้างทุติยภูมิแต่ละแบบ แสดงดังตารางที่ 2-3 โดยการคำนวณหาสัดส่วนโครงสร้างไฟโบรอินจะคำนวณจากสัดส่วนพื้นที่ใต้กราฟของโครงสร้างแต่ละแบบเทียบกับพื้นที่ใต้กราฟทั้งหมด



ภาพที่ 2-4 ค่าการดูดกลืนแสงของไฟโบรอินวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR

(Kamalha et al., 2013)

ตารางที่ 2-2 หมู่เอไมด์และช่วงความยาวคลื่นของการดูดกลืนของโครงสร้างทุติยภูมิแต่ละชนิด

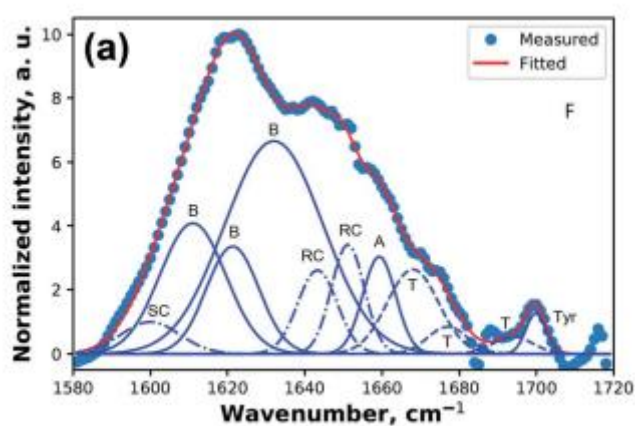
(Kamalha, Zheng, Zeng, & Fredrick, 2013)

ลักษณะ โครงสร้าง	หมู่เอไมด์และความยาวคลื่น (cm <sup>-1</sup> )		
	I (CO stretch)	II (NH deformation)	III (CN stretch, NH bends)
α-helix	1648-1660	1540-1550	1304-1313
β-sheet	1625-1640, 1690 weak	1520-1530	1219-1245
β-turns	1660-1685		1265-1291
Random coil	1625-1660, 1640-1648	1520-1545	1257-1258
310-helix	1660-1670		1265-1291

ตารางที่ 2-3 ตำแหน่งเลขคลื่นที่สัมพันธ์กับโครงสร้างแต่ละรูปแบบของไฟโบรอิน ในช่วง Amide I (Kaewpirom & Boonsang, 2020)

ช่วงเลขคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	ลักษณะโครงสร้าง
1605-1615	(Tyr) side chains/aggregated strands
1616-1621	Aggregated beta-strands/beta-sheets (weak) <sup>a</sup>
1622-1627	Beta-sheets (strong) <sup>a</sup>
1628-1637	Beta-sheets (strong) <sup>b</sup>
1638-1646	Random coils/extended chains
1647-1655	Random coils
1656-1662	Alpha-helices
1663-1670	Turn
1671-1685	Turn
1686-1696	Turn
1697-1703	Beta-sheets (weak) <sup>a</sup>

หมายเหตุ <sup>a</sup>Intermolecular beta-sheets. <sup>b</sup>Intramolecular beta-sheets.



ภาพที่ 2-5 การตัดช่วง Amide I ของไฟโบรอินเพื่อหาสัดส่วนโครงสร้างทุติยภูมิ (Kaewpirom & Boonsang, 2020)

## การแปรรูปเส้นใยไฟโบรอินให้อยู่ในรูปแบบสารละลาย

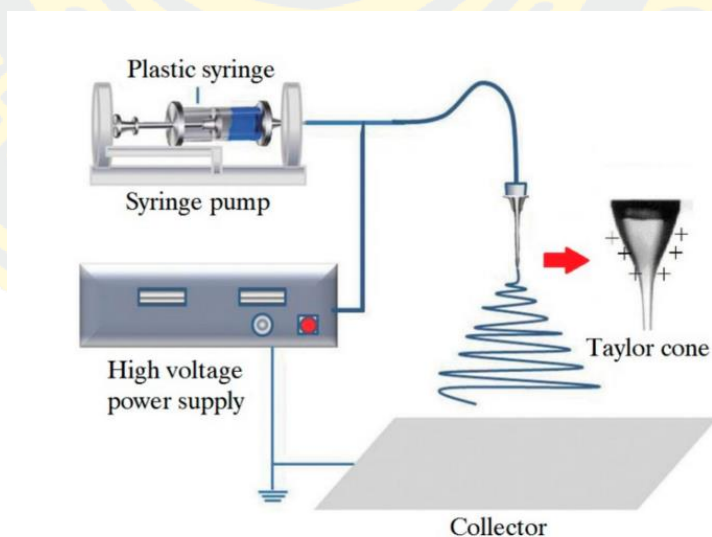
เส้นใยไฟโบรอินเกิดจากการลอกส่วนที่เป็นกาวออกจากเส้นใยไหม ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 0.2 %w/v หรือยูเรียความเข้มข้น 8 M เส้นใยไฟโบรอินไม่สามารถละลายน้ำ หรือ สารละลายออร์แกนิกทั่วไป เนื่องจากมีพันธะไฮโดรเจนและมีลักษณะ โครงสร้างเป็นผลึกที่แข็งแรง แต่สามารถละลายได้ในสารละลายกรดเข้มข้นสูง เช่น ฟอสฟอริก (Phosphoric) ฟอर्मิก (Formic) และซัลฟิวริก (Sulfuric) หรือสารละลายออร์แกนิกหรือเกลือออร์แกนิกความเข้มข้นสูง เช่น ลิเทียมโบรไมด์ ( $\text{LiBr}$ ) แคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2$ ) (Sashina, Bochek, Novoselov, & Kirichenko, 2006) หรือเกลือที่มีประจุลบจำพวก  $\text{Cl}^-$   $\text{Br}^-$  และ  $\text{SCN}^-$  หรือแม้กระทั่งการใช้สารละลายที่มีหมู่เมทิลลิมาโซเลียม (Methylimidazolium) ซึ่งเป็นสารจำพวกของเหลวไอออนิก (Ionic liquids, IL) (Volkov, Ferreira, & Cavaco-Paulo, 2015) หลักการสำคัญในการทำลายด้วยตัวทำละลายคือโมเลกุลหรือไอออนของประจุลบที่สามารถให้อิเล็กตรอนแก่หมู่เอไมด์หรือหมู่อะมิโนของไฟโบรอิน โดยทั่วไปมักจะใช้สารละลาย  $\text{LiBr}$  9.3M ซึ่งใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย และใช้อุณหภูมิ  $60^\circ\text{C}$  ในการละลายไฟโบรอิน หลังจากกระบวนการละลายมักจะต้องนำมาทำการไดอะไลซิส (Dialysis) เพื่อกำจัดตัวไอออนของ  $\text{LiBr}$  หรือในบางงานวิจัยจะใช้สารละลายแคลเซียมคลอไรด์และเอทานอล ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $\text{CaCl}_2/\text{EtOH}/\text{water}$  เท่ากับ 1 : 2 : 8 (H.-Y. Wang & Zhang, 2013)

## วิธีการขึ้นรูปไฟโบรอิน

ไฟโบรอินสามารถมีได้หลายลักษณะขึ้นอยู่กับวิธีการขึ้นรูป เช่น ไฮโดรเจล (Hydrogel) เส้นใย (Fibers) ฟองน้ำ (Sponges) ท่อ (Tubes) แผ่นฟิล์ม (Films) และอนุภาคนาโน (Nanoparticles) (Rockwood et al., 2011) ซึ่งโครงสร้างแต่ละแบบจะมีรูปร่าง ความเป็นรูพรุนที่แตกต่างกัน และยังส่งผลต่อสัดส่วนของโครงสร้างทุติยภูมิ ลักษณะทางกายภาพและทางเคมีที่แตกต่างกัน ทำให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้หลายรูปแบบ เช่น อนุภาคนาโนและไมโครถูกนำไปประยุกต์ใช้กับงานวิจัยทางการแพทย์ เป็นการนำไฟโบรอินไปเคลือบยา หรือถูกนำไปทำเป็นพลาสติกรีดแผล (Qi et al., 2017) ลักษณะรูปร่างแบบฟองน้ำ ถูกนำไปประยุกต์ใช้ทางด้านวิศวกรรมเนื้อเยื่อ (Volkov et al., 2015) ลักษณะรูปร่างแบบฟิล์มและเส้นใย ถูกนำไปประยุกต์ใช้หลายด้าน เช่น การนำไปใช้เป็นตัวคั่น (Separator) ในแบตเตอรี่ลิเทียม และมีการนำไปขึ้นรูปเป็นอิเล็กโทรไลต์แบบแข็งสำหรับอุปกรณ์ทางไฟฟ้าเคมี ซึ่งการขึ้นรูปด้วยวิธีหล่อ (Casting) และวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning) ส่งผลต่อความเป็นรูพรุนของโครงสร้างและลักษณะโครงสร้าง ทำให้ความสามารถการแพร่ผ่านของไอออนต่างกัน (Pereira et al., 2018)

## การขึ้นรูปเส้นใยด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

กระบวนการผลิตเส้นใยด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning) มีอุปกรณ์ที่สำคัญด้วยกัน 3 ชิ้น ได้แก่ แหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง (High voltage DC supply) หลอดบรรจุสารละลายพอลิเมอร์ที่ติดเข็มโลหะ (Syringe with metal needle) ที่ต่อกับเครื่องควบคุมการให้สารละลายโดยใช้กระบอกฉีด (Syringe pump) และวัสดุรองรับ (Collector) แสดงดังภาพที่ 2-6 โดยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning) เป็นการให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงแก่สารละลายพอลิเมอร์ โดยจะทำการต่อศักย์ไฟฟ้าบวกไว้ที่ปลายเข็มโลหะและศักย์ศูนย์ (Ground) ไว้ที่วัสดุรองรับ เมื่อให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ปลายเข็มโลหะ ส่งผลให้เกิดแรงผลักทางไฟฟ้า โดยเมื่อแรงผลักทางไฟฟ้ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลาย จะทำให้สารละลายที่ปลายเข็มโลหะยืดออกเป็นรูปร่างทรงกรวย เรียกว่า กรวยเทเลอร์ (Taylor cone) และเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าจนถึงค่าวิกฤตจะเกิดแรงขับเคลื่อนให้สารละลายพุ่งออกมาเป็นลำ พุ่งไปยังวัสดุรองรับ (Chen et al., 2019) ทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดระดับนาโนเมตร ส่งผลให้มีค่าอัตราส่วนของพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง โดยมีตัวแปรที่ส่งผลต่อเส้นใยที่เกิดขึ้น เช่น ชนิดของวัสดุพอลิเมอร์ ความหนืดของสารละลาย แรงตึงผิวของสารละลาย ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ให้ อัตราการป้อนสารละลาย และระยะห่างระหว่างปลายเข็มโลหะถึงวัสดุรองรับ เป็นต้น

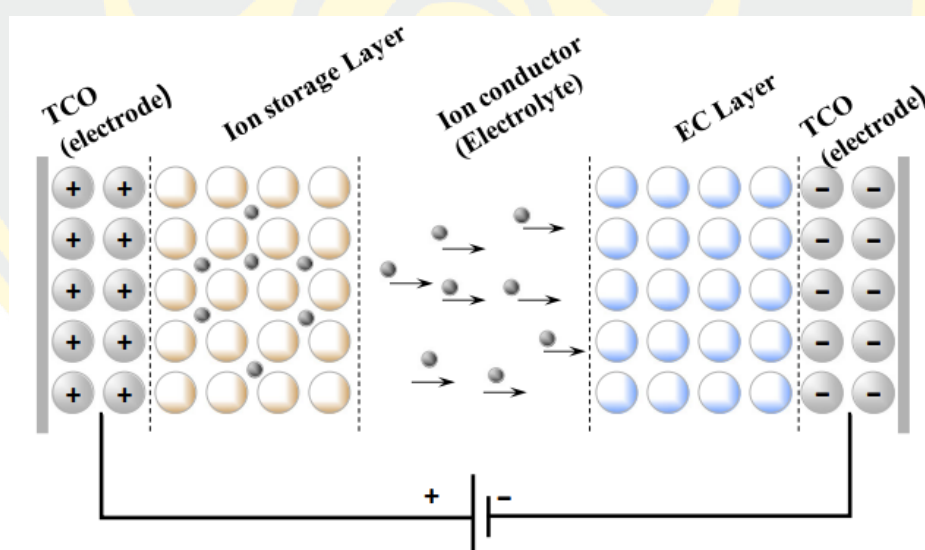


ภาพที่ 2-6 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับขึ้นรูปเส้นใยด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Chen et al., 2019)

## อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์

ปรากฏการณ์อิเล็กทรอนิกส์เกิดจากวัสดุที่สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติเชิงแสง (Optical properties) ของวัสดุ โดยทั่วไปแล้วอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์มีส่วนประกอบทั้งหมด 5 ส่วน คือ ชั้นกระจกใส (Glass substrate) ชั้นสารประกอบโปร่งใสที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดี (Transparent conducting oxide, TCO) ชั้นตัวเก็บประจุ (Ion storage, IS) ชั้นอิเล็กโทรไลต์ (Ion conducting, electrolyte) และชั้นวัสดุอิเล็กทรอนิกส์ (Electrochromic, EC) ประกอบอยู่ด้วยกัน แสดงดังภาพที่ 2-7 โดยการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติเชิงแสงจะเกิดขึ้นเมื่อ มีการเคลื่อนที่ของประจุไปมาระหว่างชั้น EC และ IS ที่มีชั้นอิเล็กโทรไลต์คั่นกลาง โดยการเคลื่อนที่ของประจุเกิดจากการให้สนามไฟฟ้าแก่ชั้น TCO (Patel et al., 2017)

วัสดุที่ใช้เป็นชั้น TCO สำหรับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์จะต้องเป็นวัสดุที่โปร่งใสเพื่อไม่ให้กระทบกับความสามารถในการเปลี่ยนสีของวัสดุ EC และไม่ส่งผลต่อการส่องผ่านของแสง โดยส่วนมากจะใช้วัสดุสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) เช่น อินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ฟลูออรีนเจือทินบุกออกไซด์ (FTO) และ อลูมิเนียมเจือสังกะสีออกไซด์ (Al-ZnO) เป็นต้น



ภาพที่ 2-7 ส่วนประกอบของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ (Patel et al., 2017)

วัสดุที่ใช้เป็นชั้น EC มักจะเป็นออกไซด์ของโลหะทรานซิชันที่มีเลขออกซิเดชันได้หลายค่า โดยหลักๆ แล้วถูกแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ 1) วัสดุที่มีการเปลี่ยนแปลงเมื่อได้รับอิเล็กตรอน (ปฏิกิริยารีดักชัน) เช่น ทังสเตนไดรอกไซด์ ( $\text{WO}_3$ ) ไทเทเนียมไดออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$ )

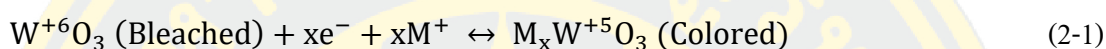
และ 2) วัสดุที่มีการเปลี่ยนสีเมื่อสูญเสียอิเล็กตรอน (ปฏิกิริยาออกซิเดชัน) เช่น นิกเกิลออกไซด์ (NiO) อิริเดียมไดออกไซด์ (IrO<sub>2</sub>) ในขณะที่ชั้น IS เป็นชั้นของวัสดุที่สามารถกักเก็บไอออนได้และต้องไม่มีสีหรือสามารถเปลี่ยนสีเมื่อเกิดปฏิกิริยา โดยทั่วไปมักจะใช้วัสดุที่มีการเปลี่ยนสีเมื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน เช่น นิกเกิลออกไซด์ (NiO) วานาเดียมออกไซด์ (V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) หรือการใช้วัสดุที่มีการผสมกันของไอออนหลายชนิด เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ร่วมกับวานาเดียมออกไซด์ (TiO<sub>2</sub>-V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) ทั้งสแตนด์โตรออกไซด์ร่วมกับลิเทียมออกไซด์และเฟอร์ไรต์ออกไซด์ (WO<sub>3</sub>-Li<sub>2</sub>O-FeO) เป็นต้น

วัสดุที่ใช้เป็นชั้นอิเล็กโทรไลต์จะอยู่ตรงกลางระหว่างชั้น EC และ IS ต้องเป็นวัสดุที่สามารถแพร่ผ่านไอออนได้ดี ( $10^{-4} - 10^{-7}$  S/cm) และต้องเป็นฉนวนทางไฟฟ้า ( $< 10^{-12}$  S/cm) (Thakur et al., 2012) มีความโปร่งใสในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการ มีเสถียรภาพในการใช้งานด้านเคมีไฟฟ้าที่ดี อิเล็กโทรไลต์สามารถอยู่รูปแบบของเหลว เจล หรือของแข็ง โดยส่วนมากไอออนที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยามี 2 ชนิด คือ ไฮโดรเจนไอออน (H<sup>+</sup>) และลิเทียมไอออน (Li<sup>+</sup>) ซึ่งในงานวิจัยช่วงแรกจะใช้อิเล็กโทรไลต์เป็นแบบของเหลวโดยใช้ตัวทำละลายจำพวกออร์แกนิกที่มีขี้ผึ้ง เช่น อะซิโตไนไตรล์ (Acetonitrile) ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (Dimethylformamide, DMF) และ โพรพิลีนคาร์บอเนต (Propylene carbonate, PC) เป็นต้น และการพัฒนาเติมสารเติมแต่งอื่นๆ เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติด้านต่างๆ เพื่อให้มีความปลอดภัยและความเสถียรในการใช้งาน ต่อมาได้มีการพัฒนาอิเล็กโทรไลต์แบบแข็งเพื่อลดปัญหาการรั่วไหลของอิเล็กโทรไลต์เมื่อเกิดการแตกหักของอุปกรณ์และลดการกัดกร่อนวัสดุชั้น EC เมื่อใช้แบบของเหลวและเจล โดยวัสดุที่นำมาใช้จะเป็นวัสดุจำพวกของแข็งอนินทรีย์ เช่น ลิเทียมไนโอเบต (LiNbO<sub>3</sub>) ลิเทียมเมตาบอเรตร่วมกับลิเทียมซัลเฟต (LiBSO) และลิเทียมฟลูออโรโรลูมินเนต (LiAlF<sub>4</sub>) หรือวัสดุพอลิเมอร์ออร์แกนิกกึ่งแข็ง โดยจะแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ 1) พอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolytes) ซึ่งค่าการนำไอออน (Ionic conductivity) ขึ้นอยู่กับปริมาณน้ำภายในโครงสร้างของอิเล็กโทรไลต์ หากไม่มีน้ำจะไม่สามารถนำไอออนได้ เช่น แนฟฟิออน (Nafion<sup>®</sup>) กรดพอลิสไตลีนซัลโฟเนต (Polystyrene sulfonic acid) เป็นต้น 2) พอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์ (Polymer electrolytes) ซึ่งจะมีเกลือลิเทียมละลายอยู่ เช่น พอลิเอทิลีนออกไซด์ (PEO) พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) เป็นต้น (Mortimer, 2011)

### หลักการการทำงานของอุปกรณ์อิเล็กโทรโครมิก

ปรากฏการณ์ทางอิเล็กโทรโครมิกเกิดจากการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมีของวัสดุอิเล็กโทรโครมิกเมื่อได้รับพลังงานจากแหล่งจ่ายภายนอก ดังภาพที่ 2-7 แล้วเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox reactions) ซึ่งส่งผลต่อสมบัติเชิงแสงของวัสดุนั้นๆ การเปลี่ยนแปลงสมบัติของวัสดุแต่ละ

ชนิด มีการเปลี่ยนแปลงที่แตกต่างกัน เช่น ทั้งสเดนไตรออกไซด์ ( $\text{WO}_3$ ) จะมีการเปลี่ยนสีเมื่อเกิดปฏิกิริยารีดักชัน โดยเปลี่ยนเลขออกซิเดชันจาก  $\text{W}^{+6}$  เป็น  $\text{W}^{+5}$  ดังสมการที่ (2-1) ซึ่งจะเปลี่ยนสีจากโปร่งใสหรือเหลืองอ่อนเป็นสีน้ำเงินเข้มเมื่อได้รับอิเล็กตรอนพร้อม ๆ กับการรับไอออน ( $\text{M}^+$ ) ซึ่งไอออนที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาร่วมกับ  $\text{WO}_3$  มีได้หลายชนิด เช่น ไฮโดรเจนไอออน ( $\text{H}^+$ ) ลิเทียมไอออน ( $\text{Li}^+$ ) โซเดียมไอออน ( $\text{Na}^+$ ) และโพแทสเซียมไอออน ( $\text{K}^+$ ) ในขณะที่นิกเกิลออกไซด์ ( $\text{NiO}$ ) ที่มีการเปลี่ยนแปลงสมบัติเชิงแสงเมื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ดังสมการที่ (2-2) โดยมีการเปลี่ยนสีจากโปร่งใสเป็นสีน้ำตาลเข้ม



### พอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์

พอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์ (Polymer electrolyte, PE) คืออิเล็กโทรไลต์ที่มีเกลือละลายอยู่ในภายในโครงสร้างของพอลิเมอร์ ซึ่งปราศจากตัวทำละลายทำให้สามารถปรับใช้ได้กับอุปกรณ์ไฟฟ้าเคมีหลายรูปแบบ เช่น แบตเตอรี่ (Batteries) เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cells) ตัวเก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitors) และกระจกอิเล็กโทรโครมิก (Electrochromic windows) หรือใช้สำหรับอุปกรณ์ทางเคมีไฟฟ้าที่ต้องการประกอบเป็นแบบแข็งทั้งหมด (All solid-state electrochemical devices) พอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์มีข้อดีหลายประการ เช่น การขึ้นรูปที่ง่าย เมื่อประกอบแล้วทำให้อุปกรณ์มีน้ำหนักเบา สามารถทำหน้าที่เป็นตัวเป็นตัวแยก (Separator) เพื่อป้องกันการลัดวงจร มีความแข็งแรง สามารถใช้ได้ในช่วงอุณหภูมิกว้าง ลดปัญหาความเสถียรทางเทอร์โมไดนามิกส์ ป้องกันการรั่วไหลของอิเล็กโทรไลต์และการกัดกร่อนของวัสดุ EC เป็นต้น (Thakur et al., 2012)

โดยพอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์จะแบ่งออกเป็น 4 ประเภท คือ 1) พอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง (Solid polymer electrolytes) เป็นการละลายเกลือลงไปยังโครงสร้างของพอลิเมอร์ และขึ้นรูปโดยใช้วิธีการระเหยตัวทำละลายออก (Solvent evaporation coating techniques) หลักการเคลื่อนที่ของไอออนในพอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์แบบแข็งจะเกิดการเคลื่อนที่ของไอออนไปตามพื้นที่ว่างภายใน โครงสร้างของพอลิเมอร์ที่อยู่ในรูปแบบอสัณฐาน 2) พอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์แบบเจล (Gel polymer electrolytes) เป็นการเติมตัวพลาสติกไซเซอร์ (Plasticizers) ซึ่งช่วยให้พอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์มีโครงสร้างแบบอสัณฐานมากขึ้น ลดการรวมตัวกันของไอออนที่อยู่ในโครงสร้าง และลดอุณหภูมิในการเปลี่ยนสถานะเป็นยางของพอลิเมอร์ (Glass transition temperature,  $T_g$ )

(Pradhan, Choudhary, & Samantaray, 2008) หรือการเติมตัวทำละลายไปในพอลิเมอร์ เพื่อให้อยู่ในรูปแบบเจล ซึ่งจะส่งผลดีในเรื่องของการแพร่ผ่านไอออนได้ดี แต่จะมีข้อเสียในเรื่องของความแข็งแรง 3) พอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolytes) พอลิเมอร์จะมีประจุในตัวเองโดยจะทำพันธะโควาเลนต์กับโครงสร้างของพอลิเมอร์ โดยไอออนที่เคลื่อนที่จะเป็นไอออนบวกเคลื่อนที่ในพอลิเมอร์จากธรรมชาติจำพวก โปรตีน (Proteins) พอลิแซคคาไรด์ (Polysaccharides) และกรดไรโบนิวคลีอิก (Ribonucleic acid, RNA) 4) คอมโพสิตพอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์ (Composite Polymer electrolytes, CPEs) เป็นการเติมสารจำพวกอินทรีย์ ให้กับอิเล็กโทรไลต์แบบเจล เพื่อส่งเสริมคุณสมบัติทางเคมีและทางกลให้แก่อิเล็กโทรไลต์แบบเจล

### กลไกการเคลื่อนที่ของไอออนในโครงข่ายพอลิเมอร์

การเคลื่อนที่ของลิเทียมไอออนในโครงข่ายพอลิเมอร์แบบอสัณฐาน เกิดจากไอออนจะเคลื่อนที่ผ่านปริมาตรอิสระ (Free-volume) จากสายพอลิเมอร์หนึ่งไปยังอีกสายพอลิเมอร์หนึ่ง เช่น การเคลื่อนที่ของลิเทียมไอออนในโครงข่ายของพอลิเอธิลีนออกไซด์ (Polyethylene oxide, PEO) แสดงดังภาพที่ 2-8 การเคลื่อนที่ของไอออนลิเทียมจะเกิดในตำแหน่งเชิงซ้อนระหว่างหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้วโครงข่ายพอลิเมอร์ ร่วมกับการเกิดการขยับของโครงข่ายของพอลิเอธิลีนออกไซด์ โดยลักษณะการเคลื่อนที่ของไอออนเปรียบเสมือนการเคลื่อนที่ผ่านพื้นที่ที่มีพฤติกรรมกึ่งของเหลว (Quasi-liquid behavior) โดยที่การเกิดพันธะของลิเทียมไอออนกับอะตอมของออกซิเจนในกลุ่มของอีเธอร์มีลักษณะเหมือนกับการเกิดพันธะของไอออนลิเทียมกับสารกลุ่มคาร์บอนเตในอิเล็กโทรไลต์แบบเหลว ซึ่งไอออนจะมีการกระโดด (Hopping) ภายในสายโซ่หรือระหว่างสายโซ่ภายใต้สนามไฟฟ้า

ค่าการนำไอออนในโครงข่ายพอลิเมอร์แบบอสัณฐานถูกอธิบายโดยโมเดลของ Vogel-Tammann-Fulcher (VTF) ตามสมการที่ (2-3) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าพอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์จะมีประสิทธิภาพที่ดีขึ้น เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass transition temperature,  $T_g$ ) ของพอลิเมอร์ลดลง ซึ่งกลไกการเคลื่อนที่ของไอออนนี้สามารถปรับใช้กับพอลิเมอร์ชนิดอื่นที่มีหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้ว เช่น  $-C=O$  ในโพลีคาร์บอนเต  $-CN$  ในโพลีอะคริโลไนไตรล์  $-NR$  ในโพลีเอไมด์ หรือพอลิเมอร์ชนิดอื่นๆ

$$\sigma \sim \exp \left[ \frac{-B}{(T-T_0)} \right] \quad (2-3)$$

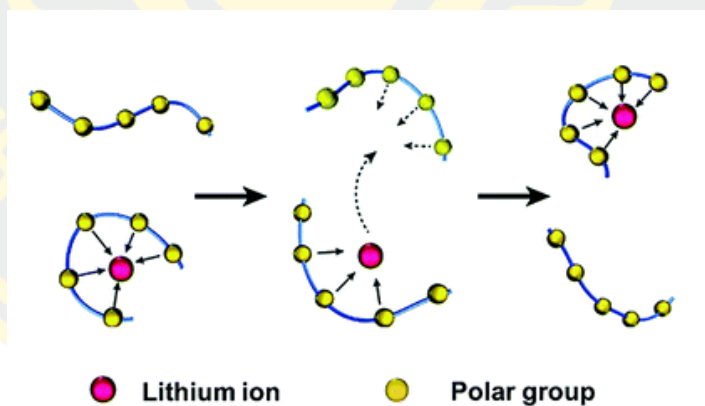
โดยที่  $\sigma$  คือ การค่าการนำไอออน (S/cm)

B คือ พลังงานก่อกัมมันต์ปรากฏ (Apparent activation energy, ( $E_a/k$ ))

$T_0$  คือ อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วสมดุล (Equilibrium glass-transition temperature, ( $T_g-50$  °C))

T คือ อุณหภูมิ ณ ขณะนั้น

การเคลื่อนที่ของไอออนผ่านโครงข่ายพอลิเมอร์ที่เป็นผลึก ไอออนจะมีการเคลื่อนที่ได้ช้ากว่าเนื่องจากโครงข่ายพอลิเมอร์ในรูปแบบผลึกขยับได้ช้ากว่าและมีช่องว่างน้อยกว่า โดยภายใต้สนามไฟฟ้า ไอออนจะมีการเคลื่อนที่โดยการเคลื่อนที่จากหลุมฟังก์ชันหนึ่งไปยังหลุมฟังก์ชันใกล้เคียงภายในสายโซ่พอลิเมอร์หรือข้ามสายโซ่มากกว่าจะมีการเคลื่อนที่ไปกับโครงข่ายพอลิเมอร์ที่มีการเคลื่อนไหว (Segmental motion)



ภาพที่ 2-8 กลไกการเคลื่อนที่ของลิเทียมไอออนภายในโครงข่ายพอลิเมอร์ (Fu, Li, Zhou, & Guo, 2022)

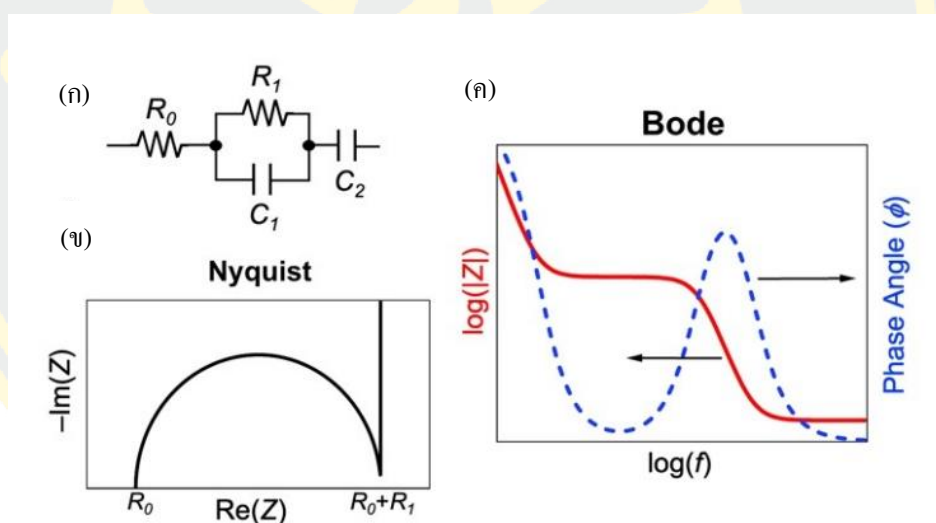
**การวิเคราะห์ค่าการนำไอออนด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า**

การวิเคราะห์ค่าการนำไอออนด้วยเทคนิค Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) เป็นการวิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงของศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าที่

เกิดขึ้นในรูปแบบของฟังก์ชันไซน์ (sine) ซึ่งจะเกิดขึ้นในแอมพลิจูด (Amplitude) และเฟส (Phase) ที่ต่างกัน โดยการวิเคราะห์ที่ความถี่ต่างๆ ทำให้ได้ค่าอิมพีแดนซ์ที่เป็นฟังก์ชันกับเวลาคือ ค่าอิมพีแดนซ์ ( $Z(t)$ ) ซึ่งเป็นค่าตัวเลขเชิงซ้อน (Complex) ระหว่าง ค่าจริง ( $\text{Re}(Z)$ ,  $Z'$ ) และค่าจินตภาพ ( $\text{Im}(Z)$ ,  $Z''$ ) แสดงดังสมการที่ (2-4)

$$Z(t) = \frac{E(t)}{j(t)} = \frac{|\Delta E| \sin(\omega t)}{|\Delta j| \sin(\omega t + \Delta t)} \quad (2-4)$$

กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ EIS โดยปกติจะแสดงออกในรูปแบบของของกราฟไนควิสต์ (Nyquist plot) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าจริงและจินตภาพ และกราฟโบเด (Bode plot) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความถี่ ค่าอิมพีแดนซ์ และเฟส แสดงดังภาพที่ 2-9 ซึ่งสามารถนำไปวิเคราะห์ร่วมกับวงจรสมมูล (Equivalent circuit) เพื่อวิเคราะห์ค่าการนำไอออนได้



ภาพที่ 2-9 การวิเคราะห์ค่าการนำไอออนด้วยเทคนิค EIS ก) วงจรไฟฟ้าสมมูล (Equivalent circuit) สำหรับการเคลื่อนที่ของไอออนในอิเล็กโทรไลต์ ข) กราฟ Nyquist plot และ ค) กราฟ Bode plot (Vadhva et al., 2021)

ค่าการนำไอออน (Ionic conductivity) เป็นค่าที่แสดงถึงประสิทธิภาพของอิเล็กโทรไลต์ ในการวิเคราะห์จะใช้เทคนิค EIS ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ค่าความต้านทาน (Impedance) ของอิเล็กโทรไลต์ที่ความต่างศักย์ (Potential) ต่างๆ มักจะวิเคราะห์ตั้งแต่ช่วง  $0.1-10^5$  Hz เมื่อทำการวิเคราะห์จะ

ได้ค่าออกมาในรูปแบบของความถี่ (Frequency) และแสดงออกมาเป็นกราฟไนควิสต์ (Nyquist plot) โดยเซลล์ที่ใช้ในการทดสอบค่าการนำไอออน จะต้องเป็นเซลล์สมมาตร (Symmetric cell) ที่ประกอบด้วยอิเล็กโทรไลต์ตัวอย่างอยู่ตรงกลางระหว่างขั้วไฟฟ้า 2 ด้าน ที่ทำจากวัสดุป้องกัน (Blocking electrode) โดยวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าจะต้องเป็นวัสดุที่มีความเป็นตัวนำที่สูง เช่น ทอง, แพลตตินัม และสแตนเลส จากนั้นค่าที่ได้จะต้องนำมาทำการคำนวณร่วมกับวงจรสมมูลแสดงดังภาพที่ 2-9 (ก) โดยวงจรสมมูลนั้นจะเป็นการต่อขนานของตัวต้านทาน (Resistance,  $R_1$ ) กับตัวเก็บประจุ (Capacitor,  $C_1$ ) เป็นตัวแทนของอิเล็กโทรไลต์ ต่ออนุกรมกับตัวต้านทาน ( $R_0$ ) ซึ่งแสดงถึงความต้านทานที่เกิดจากการสัมผัสระหว่างขั้วไฟฟ้าและอิเล็กโทรไลต์ และต่ออนุกรมกับตัวเก็บประจุ ( $C_2$ ) ซึ่งเป็นตัวแทนของวัสดุที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้า จากนั้นนำค่าที่ได้ไปคำนวณตามสมการที่ 2-5 เพื่อให้ได้ค่าการนำไอออน

$$\sigma = \frac{l}{R_b A} \quad (2-5)$$

โดยที่  $\sigma$  คือ ค่าการนำไอออน (S/cm)  
 $l$  คือ ความหนาของอิเล็กโทรไลต์ (cm)  
 $R_0$  คือ ความต้านทานภายใน (Bulk resistance,  $\Omega$ )  
 $A$  คือ พื้นที่หน้าตัดของอิเล็กโทรไลต์ ( $\text{cm}^2$ )

### งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

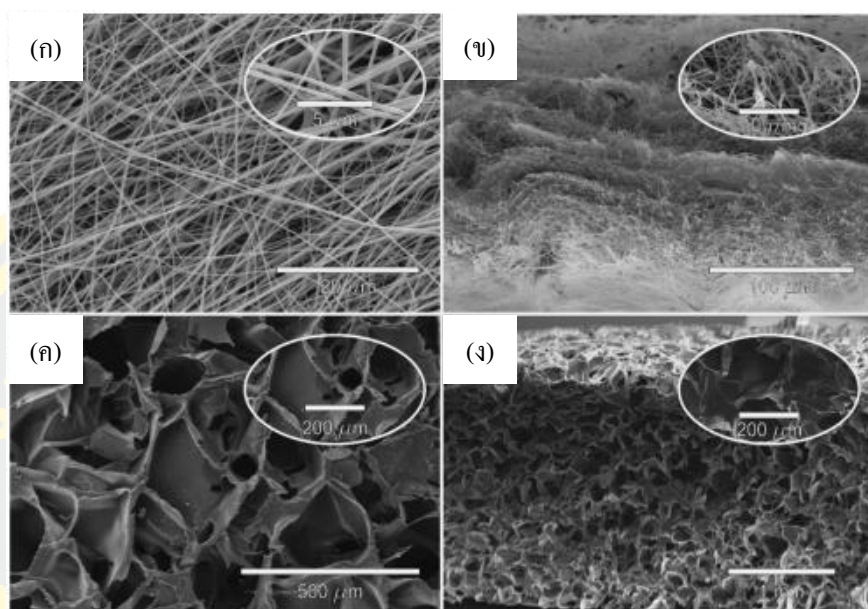
Rui F. P. Pereira และคณะ (Pereira et al., 2016) ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการพัฒนาไฟโบรอินเป็นอิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง เพื่อใช้สำหรับอุปกรณ์อิเล็กโทรโครมิก โดยมีการปรับชนิดของเกลือที่เติมลงไปคือ LiTFSI (Lithium bis(trifluoromethanesulfonyl)imide) และ  $\text{LiBF}_4$  (Lithium tetrafluoroborate) ที่อัตราส่วนไฟโบรอิน 0.7 ml ต่อลิเทียมไอออน 0.25 mg และเติมกลีเซอรอล 26.4 mg พบว่าการเติมเกลือ LiTFSI ส่งผลให้โครงสร้างของไฟโบรอินมีสัดส่วนของโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีท ( $\beta$ -sheet) ถึงร้อยละ 50 และมีค่าการนำไอออนประมาณ  $10^{-9}$  s/cm ที่อุณหภูมิ 30 °C และเมื่อนำมาประกอบเป็นเซลล์อิเล็กโทรโครมิก โดยใช้ฟิล์ม  $\text{WO}_3$  และ  $\text{CeO}_2\text{-TiO}_2$  ที่เคลือบบนกระจก ITO เป็นขั้วไฟฟ้า พบว่ามีค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (Coloration efficiency, CE) เท่ากับ  $39 \text{ cm}^2/\text{C}$  ที่ตำแหน่งความยาวคลื่น 633 nm และมีเสถียรภาพในการใช้งาน

สูงถึง 5160 รอบ สามารถลดการส่องผ่าน (Transmittance) ของแสงลงได้ร้อยละ 5 ที่ตำแหน่งความยาวคลื่น 633 nm

Tânia C. D. Fernandes และคณะ (Fernandes et al., 2020) ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการพัฒนาอิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง โดยใช้ไฟโบรอินเป็นวัสดุรองรับ ร่วมกับการเติมกลีเซอรอล (Glycerol) ไดมethyl ซัลฟอกไซด์ (Dimethyl sulfoxide, DMSO) และ 1-บิวทิล-3-เมทิลลิมีดาโซเลียมเฮกซะฟลูออโรฟอสเฟต (1-butyl-3-methylimidazolium hexafluorophosphate, ([Bmim]PF<sub>6</sub>)) ซึ่งเป็นของเหลวไอออนิก พบว่าการเติม DMSO ส่งผลให้ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้นจาก 10<sup>-7</sup> เป็น 10<sup>-5</sup> S/cm และเมื่อเติมของเหลวไอออนิกลงไปร้อยละ 15 ส่งผลให้ค่าการนำไอออนเท่ากับ 10<sup>-3</sup> S/cm และการเติม DMSO และของเหลวไอออนิก ยังส่งผลให้โครงสร้างของไฟโบรอินมีจุดยอดที่ตำแหน่ง 1699 และ 1622 cm<sup>-1</sup> แสดงถึงโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีต ( $\beta$ -sheet) เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ATR/FT-IR พบว่าความเป็นผลึกที่เพิ่มมากขึ้นของไฟโบรอินเมื่อเติมกลีเซอรอล

Rui F.P. Pereira และคณะ (Pereira et al., 2018) ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการพัฒนาไฟโบรอินเพื่อให้เป็นตัวกั้น (Separators) สำหรับแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน พบว่าการขึ้นรูปไฟโบรอิน 3 วิธีคือ Solvent-casting Lyophilization และ Electrospinning ส่งผลต่อลักษณะรูปร่าง รูพรุน และโครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอิน ซึ่งวิธี Electrospinning จะให้รูปร่างแบบเส้นใย และวิธี Lyophilization มีลักษณะเป็นฟองที่มีรูพรุน แสดงดังภาพที่ 2-10 โครงสร้างของไฟโบรอินมีปริมาณของ  $\beta$ -sheet เท่ากับร้อยละ 20 และ 35 ตามลำดับ และความเป็นรูพรุน (Degree of porosity) ของวิธี Electrospinning มีค่าเท่ากับร้อยละ 68 ซึ่งสูงกว่าวิธี Lyophilization ซึ่งมีความเป็นรูพรุนเท่ากับร้อยละ 60

Youxiu Wei และคณะ (Wei et al., 2017) ได้ศึกษาชนิดของเกลือลิเทียมที่ใช้กับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์โครมิก โดยใช้ WO<sub>3</sub> และ NiO เป็นวัสดุชั้นอิเล็กโทรโครมิกและชั้นตัวเก็บประจุ และได้มีการเปรียบเทียบเกลือลิเทียม 3 ชนิด ได้แก่ ลิเทียมเฮกซะฟลูออโรฟอสเฟต (LiPF<sub>6</sub>) ลิเทียม Bis (trifluoromethylsulfonyl) imide (LiTFSI) และลิเทียมเปอร์คลอเรต (LiClO<sub>4</sub>) โดยใช้ โพรพิลีนคาร์บอเนต (Propylene carbonate, PC) เป็นตัวทำละลายที่มีความเข้มข้น 0.5 M พบว่าเมื่อใช้กับวัสดุ NiO เกลือ LiPF<sub>6</sub> มีการเคลื่อนที่ของไอออนได้ดีที่สุด แต่เมื่อใช้กับ WO<sub>3</sub> กลับมีการเคลื่อนที่ของไอออนได้แย่ที่สุด และเมื่อทดสอบการลดลงของแรงดันไฟฟ้า (Memory effect) ของวัสดุเมื่อไม่ได้มีการจ่ายพลังงานพบว่า ความสามารถในการส่องผ่านของแสงลดลงร้อยละ 10 เมื่อเวลาผ่านไป 1 ชั่วโมง ซึ่งต่างจากเกลืออีก 2 ชนิดที่มีการเปลี่ยนแปลงของการส่องผ่านของแสงน้อยมาก และมีเสถียรภาพของการทำงานที่ต่ำเกลือเมื่อเทียบกับเกลืออีก 2 ชนิด ซึ่งใช้งานได้ถึง 10,000 รอบโดยที่มีการเปลี่ยนแปลงของการส่องผ่านของแสงไม่ถึงร้อยละ 10



ภาพที่ 2-10 ภาพ SEM ของไฟโบรอินที่เตรียมด้วยเทคนิคต่างกัน (ก) พื้นผิว และ (ข) ภาพตัดขวาง เมื่อเตรียมด้วยเทคนิค Electrospinning (ค) พื้นผิว และ (ง) ภาพตัดขวาง เมื่อเตรียมด้วยเทคนิค Lyophilization (Pereira et al., 2018)

A. Junsukhon และ P. Ngaotrakanwivat ได้ทำการศึกษาการเตรียมฟิล์มคอปเปอร์ซัลไฟด์ (Copper sulfide, CuS) ร่วมกับทังสเตนไตรออกไซด์ (Tungsten trioxide, WO<sub>3</sub>) เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการใช้เป็นกระจกที่สามารถเปลี่ยนคุณสมบัติเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง (Photochromic glass) พบว่าการเตรียม WO<sub>3</sub> ด้วยวิธีโซลเจล (Sol-gel method) และทำให้แห้งในสถานะไนโตรเจน ที่อุณหภูมิห้อง ส่งผลให้โครงสร้างของ WO<sub>3</sub> เป็นแบบบอสันฐาน ส่งผลให้ฟิล์มสามารถเปลี่ยนจากใสเป็นสีน้ำเงินเข้มเมื่อฉายแสงยูวีที่ความเข้มแสง 5 mW/cm<sup>2</sup> มีค่าการเปลี่ยนสี ( $\Delta C$ ) เท่ากับ 55 และเมื่อเตรียมร่วมกับ CuS ที่อัตราส่วนโดยโมลของ CuS:WO<sub>3</sub> เท่ากับ 1:0.4 ส่งผลให้ค่าการเปลี่ยนสีเพิ่มสูงขึ้นถึง 1.2 เท่า

### บทที่ 3

## วิธีการดำเนินงานวิจัย

### สารเคมี เครื่องแก้ว และอุปกรณ์

#### สารเคมี

1. ไหมพันซ์ J-108
2. โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )
3. ลิเทียมโบรไมด์ (Lithium bromide, LiBr)
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)
5. น้ำยาล้างกระจก (Micro-90)
6. โซเดียมทังสเตต (Sodium tungstate,  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
7. กรดไนตริก (Nitric acid,  $\text{HNO}_3$  65%)
8. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide,  $\text{H}_2\text{O}_2$ )
9. พอลิเอทิลีน ไกลคอล (Polyethylene glycol, PEG) MW 2,000
10. กรดฟอร์มิก (Formic acid,  $\text{HCOOH}$  98%)
11. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water, DI water Resistivity  $18.2 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ )
12. ลิเทียมเปอร์คลอเรต (Lithium perchlorate,  $\text{LiClO}_4$ )
13. โพรพิลีนคาร์บอเนต (Propylene carbonate, PC)

#### เครื่องแก้วและอุปกรณ์

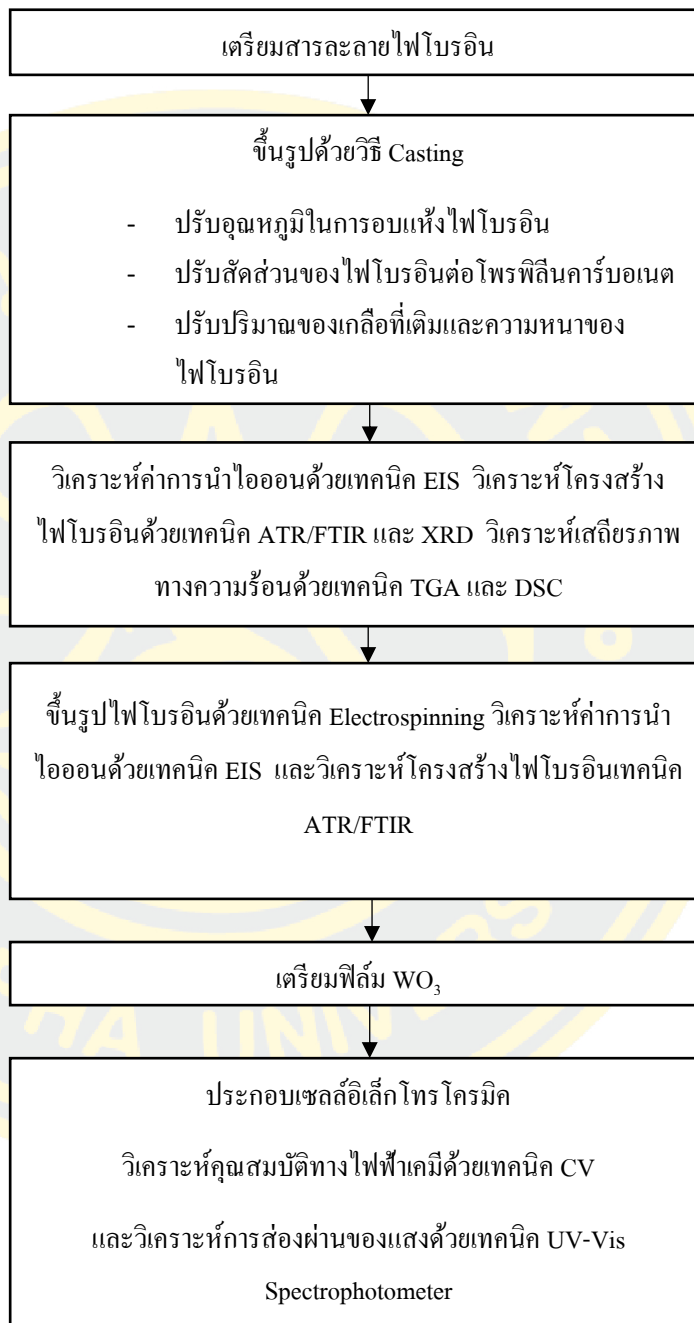
1. บีกเกอร์ (Beaker)
2. เมมเบรน (3,500 Molecular weight cut-off)
3. กระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ (ITO glass)
4. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
5. แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
6. เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 5 ตำแหน่ง (Analytical balance)
7. เครื่องกวนสารพร้อมเตาให้ความร้อน (Hot plate and magnetic stirrer)
8. เครื่องวัดค่าการนำไฟฟ้า (Conductivity meter) ยี่ห้อ Eutech รุ่น CON 700
9. ไมโครปิเปต (Micro pipette)
10. เครื่องเป่าลมแห้ง (Air blower)

11. อ่างอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath)
12. ตู้เคลือบแห้ง (Drying chamber)
13. เตาอบ (Oven)
14. แหล่งกำเนิดแสงอัลตราไวโอเล็ต (UV light source)
15. เครื่องเคลือบผิววัสดุแบบหมุนเหวี่ยง (Spin coater) ยี่ห้อ Laurell รุ่น WS-650MZ-

## 23NPPB

16. เครื่อง Potentiostat ยี่ห้อ Autolab รุ่น PGSTAT204
17. อลูมิเนียมฟอยล์ (Aluminium foil)
18. ฟ้าขาวบาง
19. หลอดฉีดยา (Syringe) และเข็มฉีดยา (Injection needle)
20. เครื่องควบคุมการไหลของสารละลาย (Syringe pump)
21. เครื่องกำเนิดไฟฟ้าสัณยสูง (High-voltage) รุ่น ES30P-20W/DDPM
22. เครื่องอัลตราโซนิกแบบโพรบ (Ultrasonic probe dispersion equipment)
23. เครื่อง Potentiostat ยี่ห้อ Autolab รุ่น PGSTAT302N
24. เครื่อง FTIR รุ่น Nicolet iS50 FT-IR
25. เครื่อง XRD รุ่น Bruker D2 PHASER
26. เครื่อง UV-Vis Spectrophotometer รุ่น Agilent Cary60
27. เครื่อง TGA รุ่น Mettler Toledo TGA/DSC 3+
28. เครื่อง DSC รุ่น Mettler Toledo DSC3

## แผนการดำเนินงาน



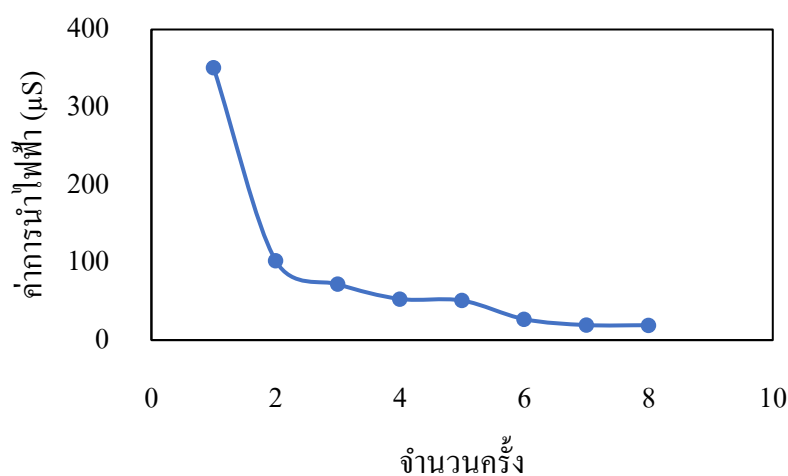
ภาพที่ 3-1 แผนการดำเนินงาน

## วิธีการทดลอง

การทดลองดำเนินงานตามแผนงานดังภาพที่ 3-1 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

### การเตรียมสารละลายไฟโบรอิน

1. นำรังไหมมาทำการตัดเป็นชิ้นเล็กๆ เพื่อให้ง่ายต่อการลอกกาวไหม
2. เตรียมสารละลาย  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ความเข้มข้น 0.02 M ปริมาตร 2 L และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ  $80 - 90\text{ }^{\circ}\text{C}$
3. ชั่งรังไหมที่ตัดแล้วปริมาณ 40 g ใส่ลงไปในสารละลายข้อ 2 เป็นเวลา 1 h จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำ DI จากนั้นทำซ้ำเป็นจำนวน 2 ครั้ง
4. นำไหมที่ผ่านการต้มแล้ว มาซักด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยในทุกครั้งจะทำการวัดค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออน และจะทำการหยุดล้างเมื่อค่าการนำไฟฟ้ามีค่าน้อยกว่า  $20\text{ }\mu\text{S}$  ผลการทดลองดังภาพที่ 3-2 แสดงให้เห็นว่าในการล้างเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการล้างครั้งที่ 1 วัดค่าการนำไฟฟ้าได้ถึง  $351\text{ }\mu\text{S}$  ซึ่งแสดงให้เห็นว่ายังมีสารละลาย  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  อยู่ เมื่อทำการล้างต่อไป ค่าการนำไฟฟ้ามีค่าลดลง และเมื่อล้างครั้งที่ 7 ค่าการนำไฟฟ้าเหลือเพียง  $19.4\text{ }\mu\text{S}$  เท่านั้น จากนั้นจึงได้ทำการล้างต่อไปอีก 1 ครั้งเพื่อทำการเช็คค่าการนำไฟฟ้า พบว่าในการล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนครั้งที่ 8 วัดค่าการนำไฟฟ้าได้  $19.2\text{ }\mu\text{S}$  จึงได้ทำการหยุดล้าง และนำเส้นใยไฟโบรอินที่ได้ตากทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นเมื่อนำเส้นใยที่ได้ชั่งน้ำหนักพบว่า ร้อยละโดยน้ำหนักของเส้นใยไฟโบรอินที่ได้ คิดเป็นร้อยละ 71.45 ของน้ำหนักรังไหมเริ่มต้นที่นำมาทำการล้างกาวไหม (น้ำหนักที่เหลือควรคิดเป็นร้อยละ 75 - 80 ของน้ำหนักเริ่มต้น)

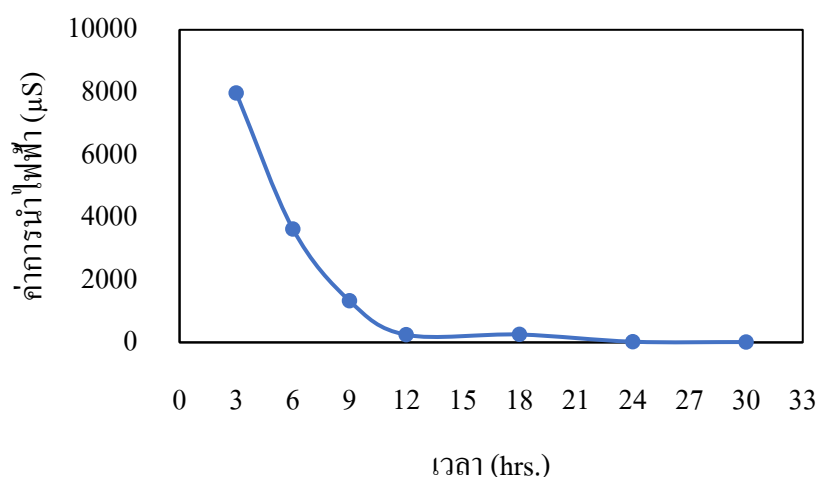


ภาพที่ 3-2 ค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออนที่ใช้ในการล้างเส้นใยไฟโบรอินที่จำนวนครั้งในการล้างใดๆ

5. เตรียมสารละลาย LiBr ความเข้มข้น 9.3 M โดยเตรียมปริมาตรคิดเป็นอัตราส่วน ไฟโบรอิน 1 g ต่อสารละลาย 4 ml โดยควบคุมอุณหภูมิของสารละลายช่วง 70 – 80 °C

6. นำไฟโบรอินละลายโดยใช้สารละลายในข้อ 5 โดยหลังจากใส่ไฟโบรอินลงไป ทั้งหมดแล้ว ทำการให้ความร้อนต่อไปเป็นเวลา 1 h จะได้สารละลายไฟโบรอิน

7. นำสารละลายไฟโบรอินจากข้อ 6 บรรจุลงในเมมเบรน (3,500 Molecular weight cut-off) ไดอะไลซิสด้วยน้ำปราศจากไอออนเพื่อกำจัด LiBr โดยทำการเปลี่ยนน้ำทุกๆ 3 ชั่วโมง จำนวน 4 ครั้ง จากนั้นเปลี่ยนน้ำทุกๆ 6 ชั่วโมง ทำการวัดค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออนหลังผ่านการแช่เมมเบรน โดยให้ค่าที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับน้ำปราศจากไอออนเริ่มต้น (1.18  $\mu\text{S}$ ) โดยจากผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 3-3 พบว่าในช่วง 12 ชั่วโมงแรก ค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออน ที่ผ่านการแช่เมมเบรน มีค่าอยู่ในช่วง 200-8000  $\mu\text{S}$  จากนั้นเมื่อทำการเปลี่ยนน้ำทุกๆ 6 ชั่วโมง พบว่าค่าการนำไฟฟ้ามีค่าลดลงอย่างต่อเนื่อง โดยเมื่อเวลาในการไดอะไลซิสผ่านไป 30 ชั่วโมง พบว่าค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออนที่ผ่านการแช่เมมเบรนเหลือเพียง 12  $\mu\text{S}$  ซึ่งใกล้เคียงกับค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออนเริ่มต้น จึงได้ทำการหยุดการไดอะไลซิส เมื่อนำสารละลายไฟโบรอินที่ผ่านการไดอะไลซิสมาทำการวัดค่าความเข้มข้นพบว่า สารละลายที่ได้มี ร้อยละ 5-7 โดยน้ำหนัก



ภาพที่ 3-3 ค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออนที่ผ่านการแช่เมมเบรนที่มีสารละลายไฟโบรอินที่เวลาใดๆ

8. นำสารละลายไฟโบรอินที่ผ่านการดึง LiBr ออกแล้ว ทำการกรองเพื่อนำสิ่งสกปรกที่อยู่ในสารละลายออก จากนั้นนำไปเก็บที่อุณหภูมิ 4 °C หากยังไม่ได้นำมาใช้งาน

#### การเตรียมอิเล็กโทรไลต์แบบแข็งด้วยวิธีหล่อ (Casting)

1. ชั่ง LiClO<sub>4</sub> โดยคิดจากร้อยละ โดยน้ำหนักของ LiClO<sub>4</sub> ต่อน้ำหนักแห้งของแผ่นฟิล์ม โดยคำนวณน้ำหนักจากความเข้มข้นของสารละลายไฟโบรอิน และให้น้ำหนักแห้งของแผ่นฟิล์มเท่ากับ 0.32 g ที่อัตราส่วนร้อยละ 3 – 12 โดยน้ำหนัก นำมาละลายด้วยโพรพิลีนคาร์บอเนต โดยปริมาณขององค์ประกอบต่างๆ แสดงดังตารางที่ 3-1
2. ทำการผสมสารละลายในข้อ 2 ลงในสารละลายไฟโบรอิน นำไป sonication ด้วยหัว probe ความถี่ 10 kHz เป็นเวลา 2 min
3. นำสารละลายจากข้อ 2 เทลงบนจานเพาะเชื้อ จากนั้นทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 20 – 50 °C โดยควบคุมช่วงอุณหภูมิ  $\pm 0.5$  °C เป็นเวลา 24 h

ตารางที่ 3-1 ปริมาณขององค์ประกอบของอิเล็กโทรไลต์แข็งที่เตรียมด้วยวิธี Casting

ชื่อตัวอย่าง	ไฟโบรอิน (ml)	โพรพิลีนคาร์บอเนต (ml)	เกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต (mg)
25PC	3.22	0.07	21.28
50PC	2.15	0.13	21.28
75PC	1.07	0.2	21.28

หมายเหตุ ปริมาณของไฟโบรอินคิดจากสารละลายความเข้มข้นร้อยละ โดยน้ำหนัก 6.98 และเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตร้อยละ โดยน้ำหนัก 6.24

#### การเตรียมอิเล็กโทรไลต์แบบแข็งด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning)

1. นำสารละลายไฟโบรอินที่เตรียมไว้ทำการขึ้นฟิล์มด้วยวิธี Casting โดยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำฟิล์มที่ได้ใส่ในโถดูดควบคุมความชื้น (Desiccator) เป็นเวลา 12 h จะได้ฟิล์มไฟโบรอิน
2. นำฟิล์มไฟโบรอินจากข้อ 1 ปริมาณ 0.4 g ละลายด้วยกรดฟอร์มิก (Formic acid, 98%) เป็นเวลา 3 h จะได้สารละลายไฟโบรอินปริมาตร 2 ml
3. นำสารละลายไฟโบรอินจากข้อ 2 บรรจุในหลอดฉีดยาขนาด 5 ml ใช้เข็มเบอร์ 18 บน Syringe pump โดยปลายเข็มต่อกับเครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้า และมีภากรองรับอยู่ด้านหน้าเข็ม โดย

ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับฉากรองรับเท่ากับ 10 cm อัตราการป้อนของสารละลายไฟโบรอินเท่ากับ 0.5 ml/h และความต่างศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 22 kV เป็นเวลา 4 h

#### การเตรียมฟิล์มทั้งสแตนไดรออกไซด์

- นำกระจก ITO แช่น้ำยาล้างกระจก แล้วนำไปแช่ในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 h จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำ DI จากนั้นเป่าให้แห้ง
- นำกระจกจากข้อ 1 แช่ในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 3 M แล้วนำไปแช่ในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 h จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำ DI จากนั้นเป่าให้แห้ง
- นำกระจกจากข้อ 2 อบที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 15 min
- ชั่ง  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ปริมาณ 5 g แล้วใส่ลงในน้ำ DI ปริมาตร 50 ml
- หยด  $\text{HNO}_3$  ความเข้มข้นร้อยละ 65 ลงในสารละลายข้อ 1. ปริมาตร 20 ml
- ล้างตะกอนที่เกิดขึ้นด้วยน้ำ DI จำนวน 10 ครั้ง
- เติม  $\text{H}_2\text{O}_2$  ปริมาตร 10 ml ลงในสารละลาย จากนั้นนำไปกวนด้วยเครื่องกวนสารเป็นเวลา 2 h จากนั้นนำไปวางไว้ในตู้ควบคุมความชื้นที่ 20 %RH เป็นเวลา 48 h จะได้ Sol  $\text{WO}_3$
- นำ Sol  $\text{WO}_3$  เคลือบลงบนกระจก ITO โดยวิธี Casting แล้ววางให้แห้งในสภาวะไนโตรเจน

#### การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางไฟฟ้าเคมี

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางไฟฟ้าเคมีจะแบ่งออกเป็น 2 ส่วนคือ 1) การวิเคราะห์หือเล็กโทโรไลต์ และ 2) การวิเคราะห์เซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ประกอบด้วยอิเล็กโทรไลต์และฟิล์ม  $\text{WO}_3$

#### การวิเคราะห์หือเล็กโทโรไลต์

- นำอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้ขนาด 1x1 cm ประกอบด้วยกระจก ITO ทั้ง 2 ด้านโดยให้แต่ละด้านเหลือด้านที่ไม่โดนอิเล็กโทรไลต์เพื่อหนีบขั้วไฟฟ้า
- นำกระจกที่ประกอบอิเล็กโทรไลต์ต่อเข้ากับเครื่อง Potentiostat จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV โดยใช้ช่วงความต่างศักย์ -3 ถึง 3 V และ Scan rate เท่ากับ 100 mV/s

#### การวิเคราะห์เซลล์อิเล็กโทรโครมิก

- นำอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้ประกอบด้วยกระจก ITO ที่เคลือบด้วยฟิล์ม  $\text{WO}_3$  และอีกด้านใช้กระจก ITO โดยให้แต่ละด้านเหลือด้านที่ไม่โดนอิเล็กโทรไลต์เพื่อหนีบขั้วไฟฟ้า
- นำเซลล์อิเล็กโทรโครมิกต่อเข้ากับเครื่อง Potentiostat โดยให้ฟิล์ม  $\text{WO}_3$  เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode) และกระจก ITO เป็นขั้วไฟฟ้าตรงข้าม (Counter electrode) จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV โดยใช้ช่วงความต่างศักย์ -3 ถึง 3 V และ Scan rate 100 mV/s เพื่อหาตำแหน่งในการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของเซลล์อิเล็กโทรโครมิก

3. วิเคราะห์ค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี (Coloration efficiency) ของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ โครโมโครมิก ด้วยเทคนิค Chrono amperometry โดยให้ค่าความต่างศักย์ในการเกิดปฏิกิริยาที่ได้จากข้อ 2 แก่เซลล์อิเล็กทรอนิกส์ โครโมโครมิก จากนั้นคำนวณหาค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี

#### การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมี

##### 1. วิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มไฟโบรอินด้วยเทคนิค FTIR

1.1 วิเคราะห์ตัวอย่างด้วยโหมด Total reflection (ATR) ในช่วง  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  โดยตั้งค่าความถี่ในการสแกนที่ 64 สแกนต่อ  $2\text{ cm}^{-1}$

1.2 ข้อมูลที่ได้จะถูกนำมา Deconvolution ด้วยโปรแกรม origin 2023 ในช่วง  $1580 - 1720\text{ cm}^{-1}$

1.3 การวิเคราะห์หาค่าสัดส่วนโครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอินทำโดยใช้ข้อมูลอ้างอิงในตารางที่ 2-3

2. วิเคราะห์สัณฐานวิทยาของฟิล์มและการกระจายตัวของเกลือลิเทียมด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย  $3000\times$  และ  $6000\times$

##### 3. วิเคราะห์ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิค EIS

3.1 การวิเคราะห์จะทำการประกอบเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบ 2 ขั้วโดยใช้ขั้วไฟฟ้าเป็นกระจกอินเดียมทินออกไซด์ (ITO glass) ประคบด้วยอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้และเชื่อมต่อเข้ากับเครื่อง Potentiostat (Autolab PGSTAT302N)

3.2 วิเคราะห์โดยใช้ฟังก์ชัน Impedance spectroscopy โดยตั้งค่า ช่วงความถี่การสแกน  $100\text{ Hz}$  ถึง  $1\text{ MHz}$  แอมพลิจูด  $10\text{ mV}$  จำนวนความถี่ 10 จุด และรูปแบบคลื่นไซน์

4. วิเคราะห์การส่องผ่านของแสงของอิเล็กโทรไลต์และอุปกรณ์ ECs ด้วยเทคนิค UV-Vis Spectrophotometer

4.1 ติดตั้งอิเล็กโทรไลต์ที่ช่องวัดตัวอย่าง โหมดร้อยละการส่องผ่านของแสง

4.2 ตั้งค่าความเร็วในการวัด  $540.5\text{ nm/min}$  ในช่วง  $200-1100\text{ nm}$

5. วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิค TGA ที่ช่วงอุณหภูมิ  $30-500\text{ }^{\circ}\text{C}$  อัตราการให้ความร้อน  $10\text{ }^{\circ}\text{C/min}$

6. วิเคราะห์ความเป็นผลึกของไฟโบรอินด้วยเทคนิค XRD ที่  $2\text{ theta}$  ช่วง  $5-35$  องศา

7. วิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วด้วยเทคนิค DSC โดยใช้เทคนิค heating cooling cycle ภายใต้สภาวะแก๊สไนโตรเจน ที่มีอัตราการให้ความร้อน  $10\text{ }^{\circ}\text{C/min}$  โดยทำในช่วงอุณหภูมิ  $0$  ถึง  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  โดยในรอบการให้ความร้อนที่ 1 จะเป็นการระเหยน้ำและความชื้นที่อยู่

ภายในอิเล็กโทรไลต์ และการให้ความร้อนรอบที่ 2 ทำเพื่อหาตำแหน่งของอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass transition temperature,  $T_g$ ) ของอิเล็กโทรไลต์



## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ศึกษาปัจจัยในการเตรียมอิเล็กโทรไลต์แข็งจากไฟโบรอินที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอินและส่งผลต่อค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์แข็งที่มีส่วนประกอบของไฟโบรอิน โดยมีปัจจัยที่ศึกษาดังนี้ อุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลาย เทคนิคในการขึ้นรูปของไฟโบรอิน สัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอเนต ปริมาณเกลือลิเทียมและความหนาของไฟโบรอิน

#### ผลของสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอเนตที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอินและค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์

การเตรียมอิเล็กโทรไลต์แข็งจากไฟโบรอินสำหรับอุปกรณ์อิเล็กโทรโครมิกจำเป็นต้องเติมเกลือ ซึ่งในที่นี้เลือกใช้เกลือที่มีลิเทียมไอออนเป็นส่วนประกอบสำหรับเข้าร่วมในปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันของขั้ว  $WO_3$  เนื่องจากลิเทียมไอออนมีขนาดเล็กสามารถเข้าไปทำปฏิกิริยาได้ง่าย โดยกลไกการเปลี่ยนสมบัติเชิงแสงของขั้ว  $WO_3$  ดังสมการที่ (2-1) อิเล็กโทรไลต์แข็งจากไฟโบรอินประกอบด้วยไฟโบรอินซึ่งมีรูปแบบกิ่งออสัญฐานทำให้การเคลื่อนที่ของไอออนลิเทียมนั้นเกิดขึ้นได้ยาก การเติมพลาสติกไซเซอร์ (Plasticizer) เช่น โพรพิลีนคาร์บอเนตจึงเป็นตัวเลือกที่ช่วยให้ค่าการนำไอออนเพิ่มสูงขึ้นได้ เนื่องจากส่งเสริมให้โครงสร้างของพอลิเมอร์มีรูปแบบอสัญฐานมากขึ้น อีกทั้งโพรพิลีนคาร์บอเนตมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูง (64.4 ที่  $25^\circ C$ ) จะช่วยให้การแตกตัวของคู่ไอออนเกลือที่ใส่ลงไปนั้นดียิ่งขึ้น (Kuo et al., 2013)

การทดลองเตรียมอิเล็กโทรไลต์ที่ปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอเนต ทำโดยการนำโพรพิลีนคาร์บอเนตปริมาตร 0.2 ml ละลายเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg นำมาผสมร่วมกับสารละลายไฟโบรอินอัตราส่วนร้อยละ 25 50 และ 75 โดยน้ำหนัก แสดงองค์ประกอบของสารละลายดังตารางที่ 4-1 นำสารละลายที่ได้ผสมโดยใช้คลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic processor) เป็นเวลา 2 min จากนั้นเคลือบด้วยวิธีการหล่อ (Casting) ลงบนงานเพาะเชื้อที่เคลือบด้วยพลาสติก PVC พื้นที่หน้าตัด  $12.56 \text{ cm}^2$  นำไปอบที่อุณหภูมิ  $40^\circ C$  เป็นเวลา 24 h

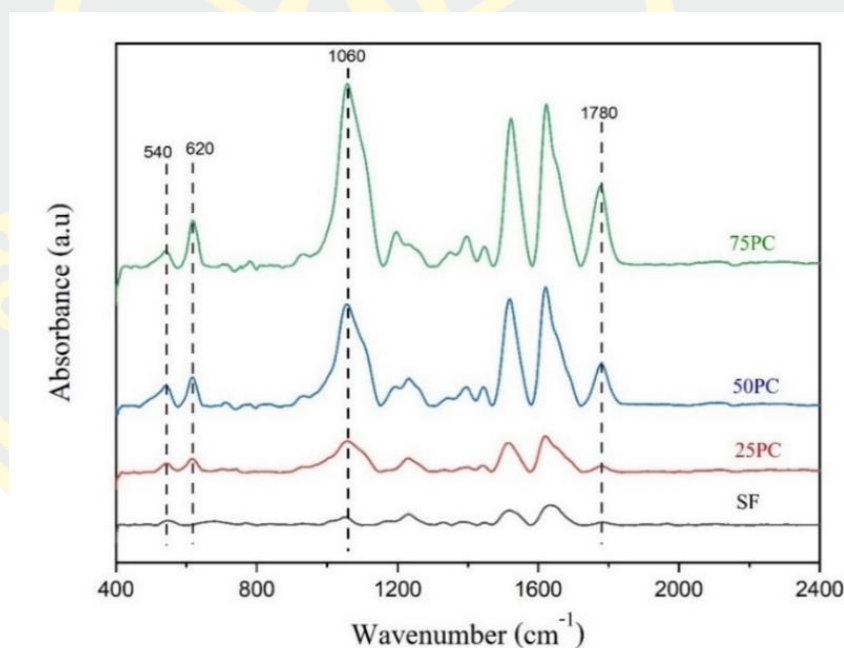
ตารางที่ 4-1 องค์ประกอบของสารละลายที่มีส่วนประกอบของไฟโบรอิน โพรทีนคาร์บอนเนตและเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต

ชื่อตัวอย่าง	ร้อยละโดยน้ำหนัก		เกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต (mg)
	ไฟโบรอิน	โพรทีนคาร์บอนเนต	
SF	100	0	0
25PC	75	25	21.28
50PC	50	50	21.28
75PC	25	75	21.28

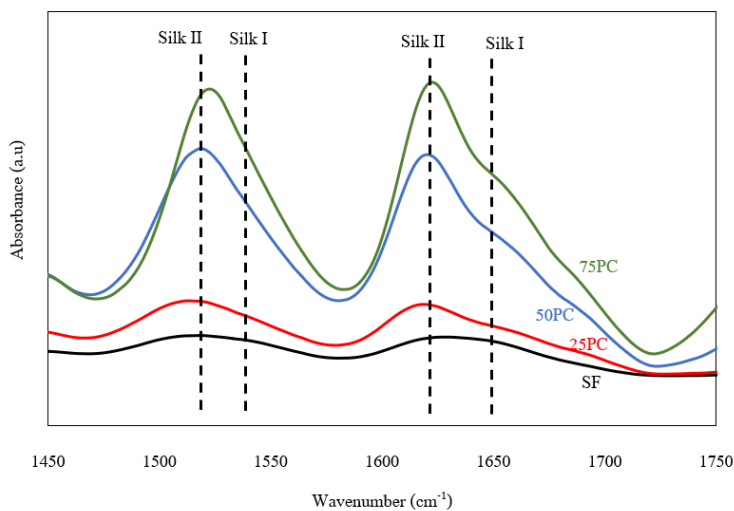
ตัวอย่างที่เตรียมได้ถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) เพื่อตรวจสอบโครงสร้าง พบว่าตัวอย่าง 25PC 50PC และ 75PC พบพีกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 540 และ 620  $\text{cm}^{-1}$  แสดงถึงตำแหน่งของไอออนลบ  $\text{ClO}_4^-$  และคู่อิออนของ  $\text{Li}^+$  กับ  $\text{ClO}_4^-$  ของเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต ในขณะที่พีกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1060 และ 1780  $\text{cm}^{-1}$  แสดงถึงตำแหน่งพันธะ C-O-C และ C=O ของโพรทีนคาร์บอนเนต ซึ่งพบในตัวอย่างที่มีการผสมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตและโพรทีนคาร์บอนเนตในทุกอัตราส่วน แสดงดังภาพที่ 4-1 และเมื่อวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของโปรตีนที่เป็นองค์ประกอบของไฟโบรอินในช่วงตำแหน่งเลขคลื่น 1700-1600 และ 1600-1500  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงถึงตำแหน่งของ Amide I และ Amide II แสดงดังภาพที่ 4-2 พบว่าพีกที่เกิดขึ้นของตัวอย่าง SF พบพีกในช่วงตำแหน่ง 1630 และ 1520  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงให้เห็นว่าลักษณะโครงสร้างของไฟโบรอินที่เตรียมได้ มีโครงสร้างทุติยภูมิเป็นแบบ Silk I แสดงถึงรูปแบบโครงสร้างแบบแรนดอมคอยล์ (Random coil) และเกลียวแอลฟา ( $\alpha$ -helix) ร่วมกับ Silk II แสดงถึงรูปแบบโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีท ( $\beta$ -sheet)

การผสมไฟโบรอินร่วมกับโพรทีนคาร์บอนเนตและเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต (25PC 50PC และ 75PC) พบว่าพีกที่แสดงถึงโครงสร้างแบบ Silk II มีลักษณะสูงขึ้น แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของไฟโบรอินมีลักษณะเป็นผลึกเบตาชีท ( $\beta$ -sheet) มากขึ้น ซึ่งเกิดจากหมู่อะมิโนของไฟโบรอิน เช่น เซอริน ไทโรซีน กรดแอสปาทิก เป็นต้น ซึ่งมีหมู่คาร์บอนิล (C=O) หรือไฮดรอกซิล (OH) ที่สามารถเกิดพันธะกับลิเทียมไอออน และหมู่อะมิโน เช่น ไลซีน อาร์จินิน ที่มีอะตอมไนโตรเจนที่สายโซ่ซึ่งสามารถเกิดพันธะกับลิเทียมไอออนได้ ดังนั้นการเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต ซึ่งมีลิเทียมไอออน สามารถเกิดพันธะกับอะตอมของออกซิเจนและไนโตรเจน ทำให้

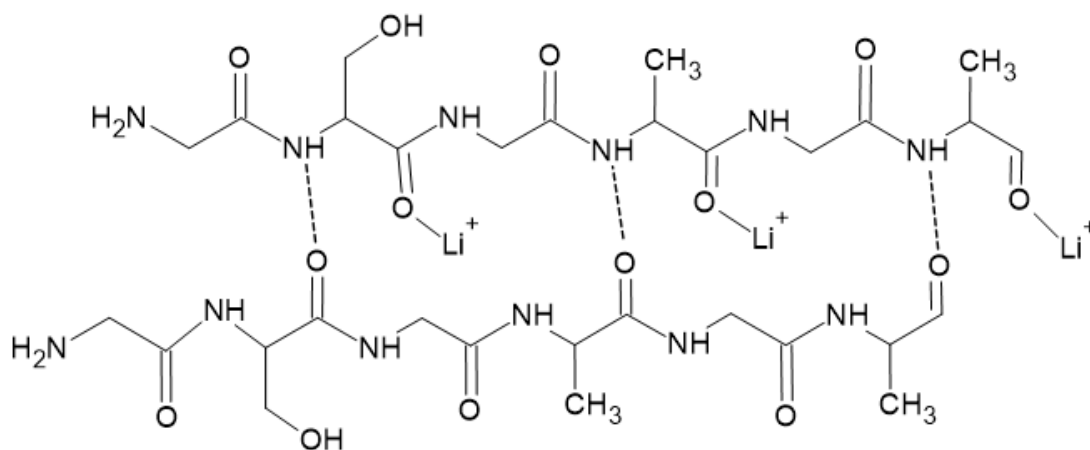
โครงสร้างของไฟโบรอินมีการเปลี่ยนแปลงเป็นแบบผลึกเบตาชีต ( $\beta$ -sheet) มากขึ้น (Pereira et al., 2016) แสดงดังภาพที่ 4-3 ซึ่งส่งผลให้โครงสร้างของไฟโบรอินมีการเปลี่ยนแปลงจากโครงสร้างแบบแรนดอมคอยล์ (Random coil) ไปเป็นโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีต ( $\beta$ -sheet) และเมื่อนำตัวอย่างอิเล็กโทรไลต์มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-Ray diffraction analysis (XRD) แสดงดังภาพที่ 4-4 พบว่าฟิล์มไฟโบรอิน (SF) ไม่ปรากฏพีก ซึ่งแสดงถึงความเป็นอสัณฐานของฟิล์ม เมื่อเติมโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 โดยน้ำหนัก (SF+PC) พบว่าปรากฏพีกเล็กที่ตำแหน่ง  $18.9^\circ$  และเมื่อเพิ่มองค์ประกอบของเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตพบว่าพีกมีการเลื่อนไปที่ตำแหน่ง  $20.5^\circ$  และพีกมีลักษณะที่สูงขึ้น ซึ่งพีกที่ปรากฏน่าจะเป็นพีกของโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีต ( $\beta$ -sheet) ของไฟโบรอินซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัย (Fernandes et al., 2020) การปรากฏพีกนี้เป็นการยืนยันว่าการใส่เกลือในอิเล็กโทรไลต์ส่งผลให้โครงสร้างของไฟโบรอินมีการเปลี่ยนแปลงจากโครงสร้างแบบอสัณฐานไปเป็นโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีต ( $\beta$ -sheet) มากขึ้น



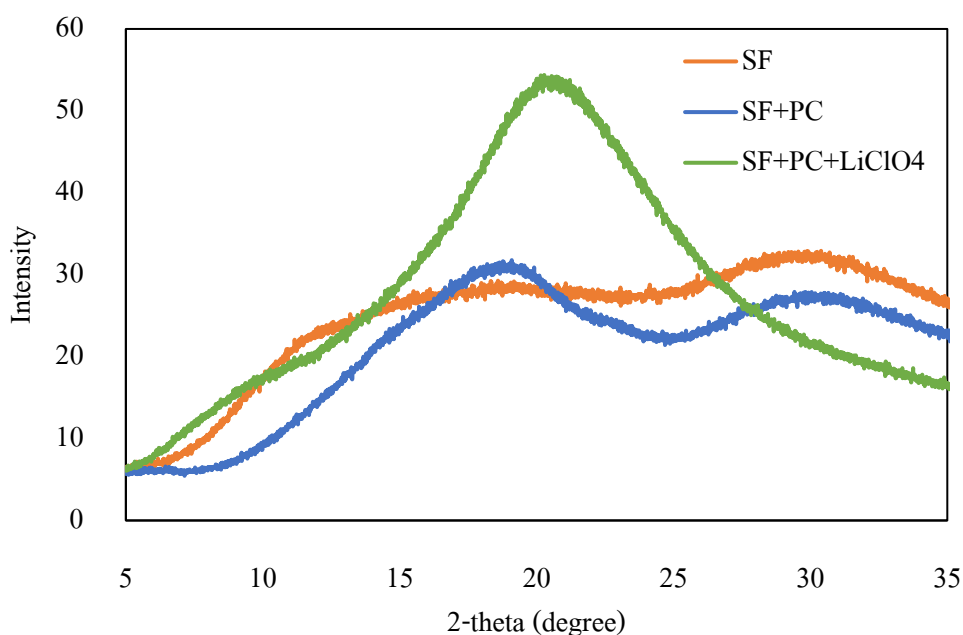
ภาพที่ 4-1 สเปกตรัม FTIR ของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอนเนต โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ  $40^\circ\text{C}$  ในช่วงความยาวคลื่น  $2400\text{-}400\text{ cm}^{-1}$



ภาพที่ 4-2 สเปกตรัม FTIR ของเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อ โพรพิลีนคาร์บอเนต โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 40 °C ในช่วงความยาวคลื่น 1750-1450  $\text{cm}^{-1}$



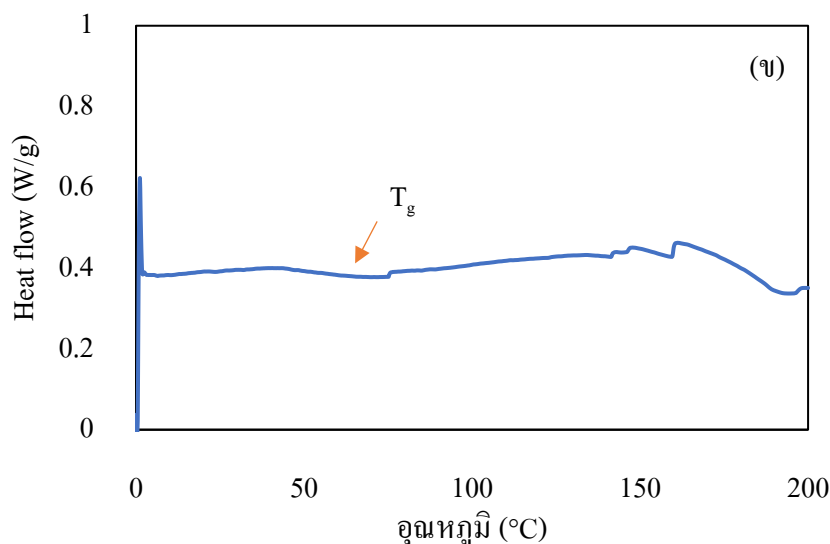
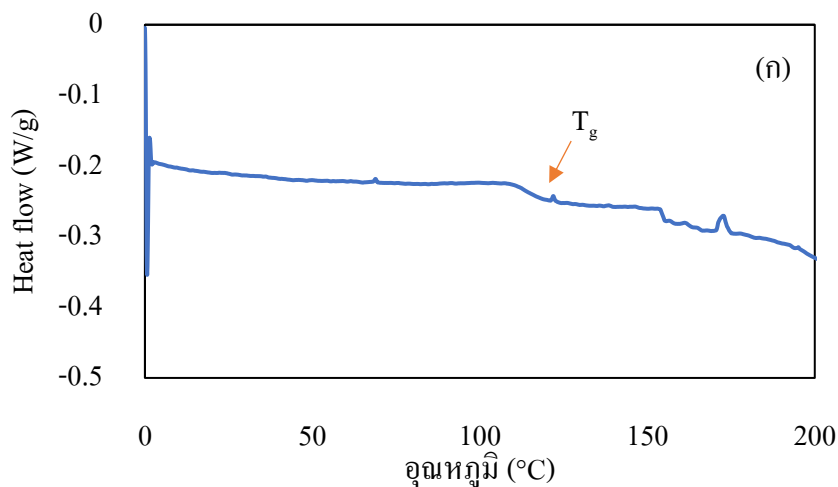
ภาพที่ 4-3 โครงสร้างไฟโบรอินที่มีการทำพันธะกับลิเทียมไอออน



ภาพที่ 4-4 รูปแบบ XRD ของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอิน (SF) และมีโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 75 (SF+PC) และที่มีการผสมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg (SF+PC+LiClO4)

เสถียรภาพทางความร้อนของอิเล็กโทรไลต์ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) โดยใช้เทคนิค Heating cooling cycle ภายใต้สภาวะแก๊สไนโตรเจนที่มีอัตราการให้ความร้อน  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  โดยทำที่ช่วงอุณหภูมิ 0 ถึง  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  โดยในรอบการให้ความร้อนที่ 1 เป็นการเพิ่มอุณหภูมิจาก 0 ถึง  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  เพื่อระเหยน้ำและความชื้นที่อยู่ภายในอิเล็กโทรไลต์ และการให้ความร้อนรอบที่ 2 เป็นการเพิ่มอุณหภูมิจาก 0 ถึง  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  เพื่อหาตำแหน่งของอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass transition temperature,  $T_g$ ) ของอิเล็กโทรไลต์ เนื่องจากการอยู่ร่วมกันของโพรพิลีนคาร์บอเนต ซึ่งเป็นสารจำพวกพลาสติกไซเซอร์ (Plasticizer) และวัสดุพอลิเมอร์สามารถส่งผลให้อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิเมอร์ลดลง ส่งผลให้พอลิเมอร์มีความยืดหยุ่นมากขึ้น ช่วยให้ไอออนสามารถเคลื่อนที่ได้ดียิ่งขึ้น (Gupta, 2019)

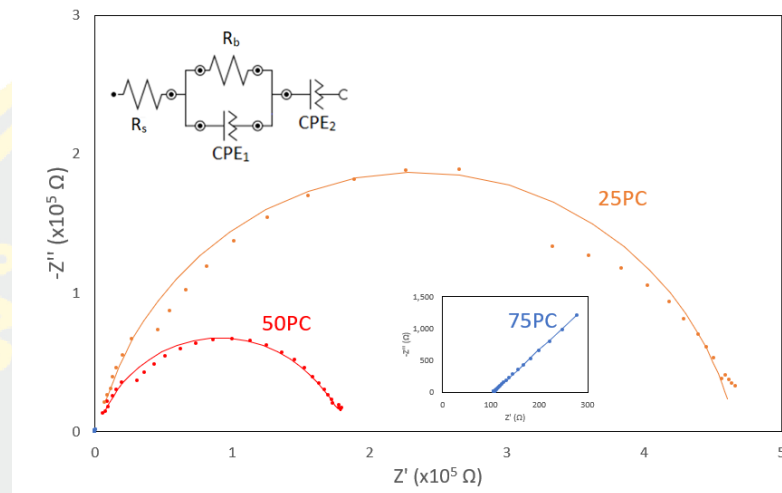
เมื่อวิเคราะห์ตัวอย่างของอิเล็กโทรไลต์ พบว่าฟิล์มไฟโบรอินมีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วที่ตำแหน่งตำแหน่ง  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  แสดงดังภาพที่ 4-5 (ก) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ได้ศึกษาอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของไฟโบรอิน (Yazawa, 2016) เมื่อเพิ่มองค์ประกอบของ โพรพิลีนคาร์บอเนตและเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต พบว่าตำแหน่งของอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของไฟโบรอินลดลงเหลือเพียง  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  แสดงดังภาพที่ 4-5 (ข) แสดงให้เห็นว่าโพรพิลีนคาร์บอเนตสามารถแสดงคุณสมบัติพลาสติกไซเซอร์เมื่ออยู่ร่วมกับไฟโบรอิน



ภาพที่ 4-5 เทอร์โมแกรม DSC ของ (ก) ฟิล์์มไฟโบรอินและ (ข) อิเล็กโทรไลต์จากไฟโบรอิน

การวิเคราะห์ค่าการนำไอออน (Ionic conductivity) ของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค Electrochemical impedance spectroscopy ที่ช่วงความถี่  $10^5 - 100$  Hz โดยใช้กระจกอินเดียมทินออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานและขั้วไฟฟ้าอ้างอิง แสดงเป็น Nyquist plot และนำมาคำนวณร่วมกับวงจรสมมูล (Equivalent circuit) ของความต้านทานชนิดต่างๆ ดังภาพที่ 4-6 โดยวงจรสมมูลจะเป็นการต่อขนานกันของความต้านทาน ( $R_b$ ) ขนานกับตัวเก็บประจุ (Constant phase element, CPE<sub>1</sub>) ซึ่งเป็นตัวแทนของอิเล็กโทรไลต์แข็ง จากนั้นต่ออนุกรมกับตัวเก็บประจุ CPE<sub>2</sub> เป็นตัวแทนของกระจกอินเดียมทินออกไซด์ และต่ออนุกรมกับความต้านทาน ( $R_s$ ) เป็นตัวแทนของความต้านทานระหว่างชั้นกระจกอินเดียมทินออกไซด์และชั้นอิเล็กโทรไลต์แข็ง (Baharun et al.,

2018) นำค่าที่ได้มาคำนวณเป็นค่าการนำไอออนตามสมการที่ 2-5 โดยค่าพื้นที่หน้าตัดของอิเล็กโทรไลต์เท่ากับ 1 ตารางเซนติเมตร และค่าความหนาเฉลี่ยของอิเล็กโทรไลต์เท่ากับ  $100 \pm 8$  ไมโครเมตร

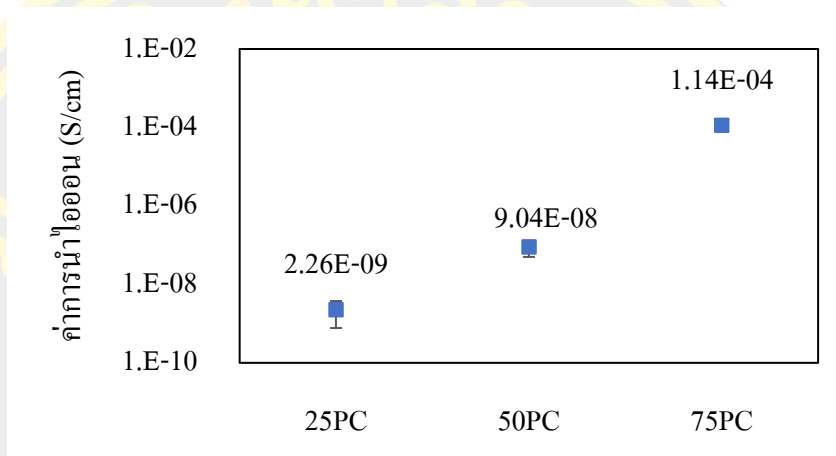


ภาพที่ 4-6 Nyquist plot และวงจรสมมูล (Equivalent circuits) ของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอนเนตโดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$

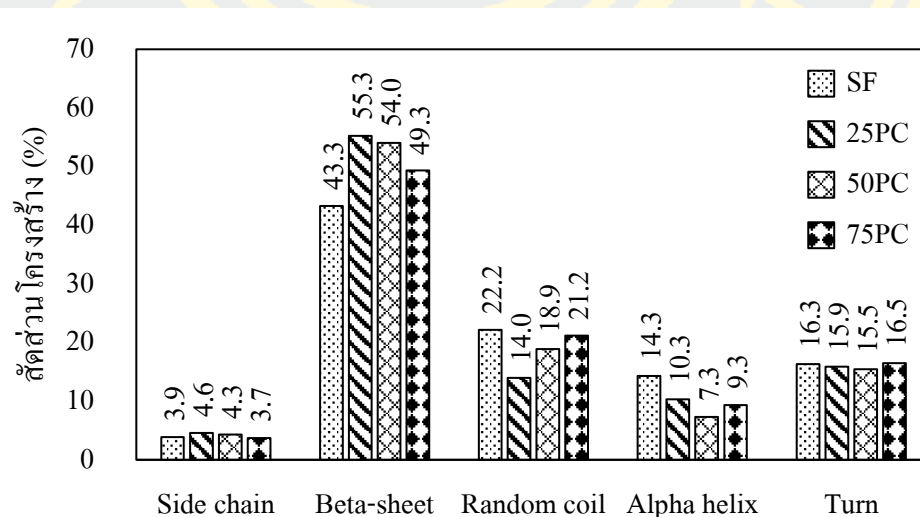
ผลการวิเคราะห์ค่าการนำไอออนแสดงดังภาพที่ 4-7 และสัดส่วนของโครงสร้างของไฟโบรอินแสดงดังภาพที่ 4-8 พบว่าอิเล็กโทรไลต์ที่มีโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 25 มีค่าการนำไอออนเท่ากับ  $2.26 \pm 1.5 \times 10^{-9}$  S/cm และสัดส่วนโครงสร้างแบบผลึกเบตาซีหรือร้อยละ 55.3 เมื่อเพิ่มสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 50 มีค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้นเท่ากับ  $9.04 \pm 0.4 \times 10^{-8}$  S/cm และมีสัดส่วนโครงสร้างแบบผลึกเบตาซีลดลงเหลือร้อยละ 54 และเมื่อเพิ่มสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 มีค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้นเท่ากับ  $1.14 \pm 0.17 \times 10^{-4}$  S/cm และมีสัดส่วนโครงสร้างแบบผลึกเบตาซีเท่ากับร้อยละ 49.3 การเพิ่มขึ้นของโพรพิลีนคาร์บอนเนตน่าจะส่งผลให้เกิดการปฏิสัมพันธ์ (Interaction) ระหว่างไอออนบวกของ  $\text{Li}^+$  กับอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวของพันธะ  $\text{C}=\text{O}$  ของโพรพิลีนคาร์บอนเนตส่งผลโครงสร้างไฟโบรอินเกิดความยืดหยุ่น (Flexibility) ทำให้ไอออน  $\text{Li}^+$  สามารถเคลื่อนที่ได้ดียิ่งขึ้น (Das & Ghosh, 2015) ส่งผลให้ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้น และการเพิ่มสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอนเนตส่งผลให้เกิดปริมาตรอิสระ (Free-volume) ของไฟโบรอินส่งผลให้สัดส่วนโครงสร้างแบบผลึกเบตาซีของไฟโบรอินลดลง อย่างไรก็ตามสัดส่วน

โครงสร้างผลึกแบบเบตาชีท ( $\beta$ -sheet) แสดงให้เห็นว่าค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์แข็งที่มีปริมาณเกลือเท่ากับสัมพันธ์กับโครงสร้างเบตาชีท ( $\beta$ -sheet)

ดังนั้นสัดส่วนของไฟโบรอินต่อ โพรพิลีนคาร์บอเนตที่เหมาะสม ที่ส่งผลให้โครงสร้างของไฟโบรอินมีสัดส่วนผลึกเบตาชีทที่น้อยที่สุดและมีค่าการนำไอออนสูงที่สุด คือ โพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 75



ภาพที่ 4-7 ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อ โพรพิลีนคาร์บอเนต โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 40 °C



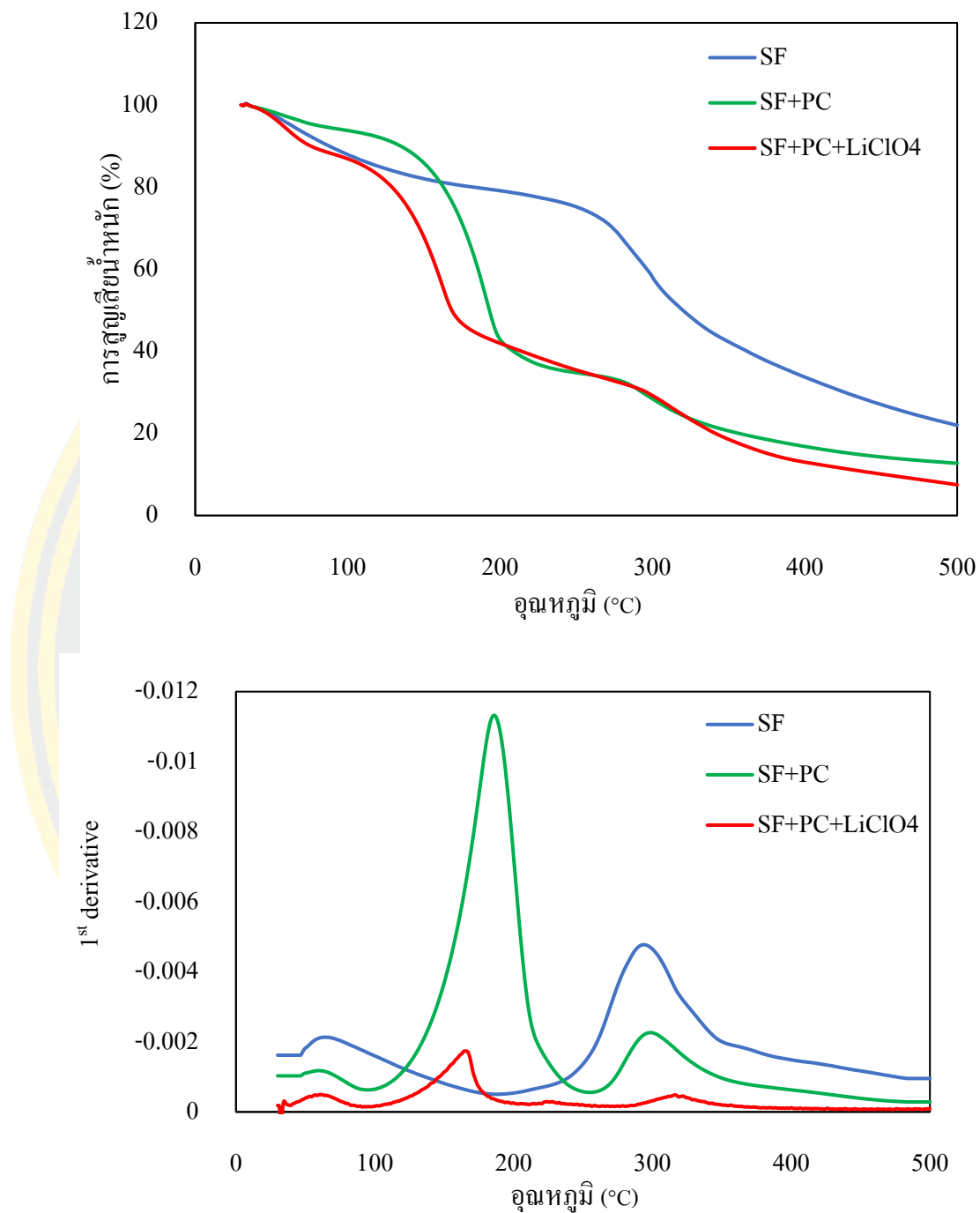
ภาพที่ 4-8 สัดส่วนของ โครงสร้างทุติยภูมิของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากการปรับสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอเนต โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg และอบอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 40 °C

## ผลของอุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลายที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอินและค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์

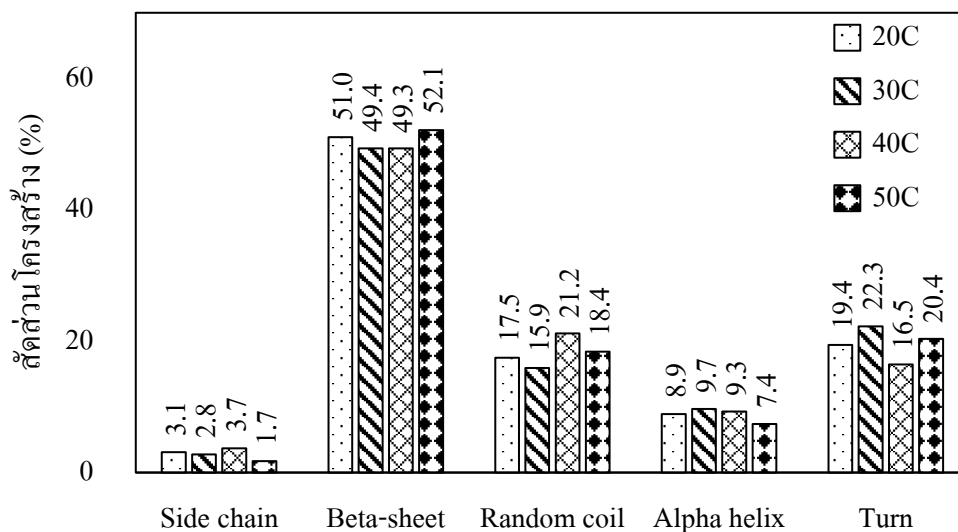
นอกจากการเติมโพรพิลีนคาร์บอเนตที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอิน การปรับอุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลายของไฟโบรอิน ยังส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอิน โดยเมื่ออุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลายสูงขึ้น ส่งผลให้โครงสร้างของไฟโบรอินเปลี่ยนแปลงเป็นผลึกมากขึ้น (Tretinnikov & Tamada, 2001) และเวลาที่ใช้ในการระเหยตัวทำละลายที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอิน โดยเมื่อใช้เวลาในการระเหยตัวทำละลายมากขึ้น ส่งผลให้โครงสร้างของไฟโบรอินเปลี่ยนแปลงเป็นผลึกมากขึ้น (Lu et al., 2010)

การศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลายในสารละลายไฟโบรอินที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอิน ทำโดยการนำสารละลายไฟโบรอิน ผสมร่วมกับโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 75 และเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg จากนั้นเคลือบลงบนจานเพาะเชื้อที่เคลือบด้วยพลาสติก PVC พื้นที่หน้าตัด 12.56 cm<sup>2</sup> นำไปอบที่อุณหภูมิ 20-50 °C เป็นเวลา 24 h จากนั้นนำฟิล์มที่แห้งแล้วทำการวิเคราะห์โครงสร้างของไฟโบรอินด้วยเทคนิค Fourier transform infrared Spectroscopy (FTIR) เพื่อหาสัดส่วนของโครงสร้างทุติยภูมิ พบว่าการระเหยตัวทำละลายในช่วงอุณหภูมิ 20-50 °C ไม่ส่งผลให้โครงสร้างผลึกเบตาซีทของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้มีลักษณะที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากใช้เวลาในการระเหยตัวทำละลายเท่ากัน โดยมีสัดส่วนโครงสร้างแบบผลึกเบตาซีทช่วงร้อยละ 49.3-52.1 แสดงดังภาพที่ 4-10 แต่อย่างไรก็ตามเมื่อวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) ในช่วงอุณหภูมิ 30-500 °C อัตราการให้ความร้อน 10 °C/min แสดงดังภาพที่ 4-9 โดยทำการวิเคราะห์ช่วงการสูญเสียของน้ำหนักของอิเล็กโทรไลต์ที่มีองค์ประกอบต่างกัน เพื่อหาช่วงการสูญเสียของน้ำหนักแต่ละองค์ประกอบ พบว่าฟิล์มไฟโบรอิน (SF) พบช่วงการสูญเสียน้ำหนัก 2 ช่วงที่อุณหภูมิ 65 และ 295 °C เกิดจากการระเหยของโมเลกุลน้ำที่อยู่ในโครงข่ายของพอลิเมอร์ เนื่องจากสารละลายไฟโบรอินมีน้ำเป็นตัวทำละลาย (Fernandes et al., 2020) และการสลายตัวของไฟโบรอิน ตามลำดับ เสถียรภาพทางความร้อนของอิเล็กโทรไลต์แข็งที่มีโพรพิลีนคาร์บอเนต (SF+PC) พบว่ามีช่วงการสูญเสียน้ำหนัก 4 ช่วง ได้แก่ 65 187 224 และ 295 โดยการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิ 187 °C เกิดจากการระเหยของโมเลกุลน้ำที่ถูกกักเก็บโดยโพรพิลีนคาร์บอเนต และเกลือลิเทียมและอาจรวมถึงโพรพิลีนคาร์บอเนตบางส่วน (Ahmad & Isa, 2016) และการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิ 224 °C เป็นการระเหยของโพรพิลีนคาร์บอเนต (จุดเดือด 242 °C) ซึ่งสามารถเกิดในอุณหภูมิที่ต่ำลงได้เนื่องจากอยู่ร่วมกับสารชนิดอื่นจึงเกิดการระเหยในอุณหภูมิที่ต่ำกว่า จุดเดือดเมื่อเทียบกับโพรพิลีนคาร์บอเนตบริสุทธิ์ สำหรับอิเล็กโทรไลต์แข็งที่มีองค์ประกอบของ

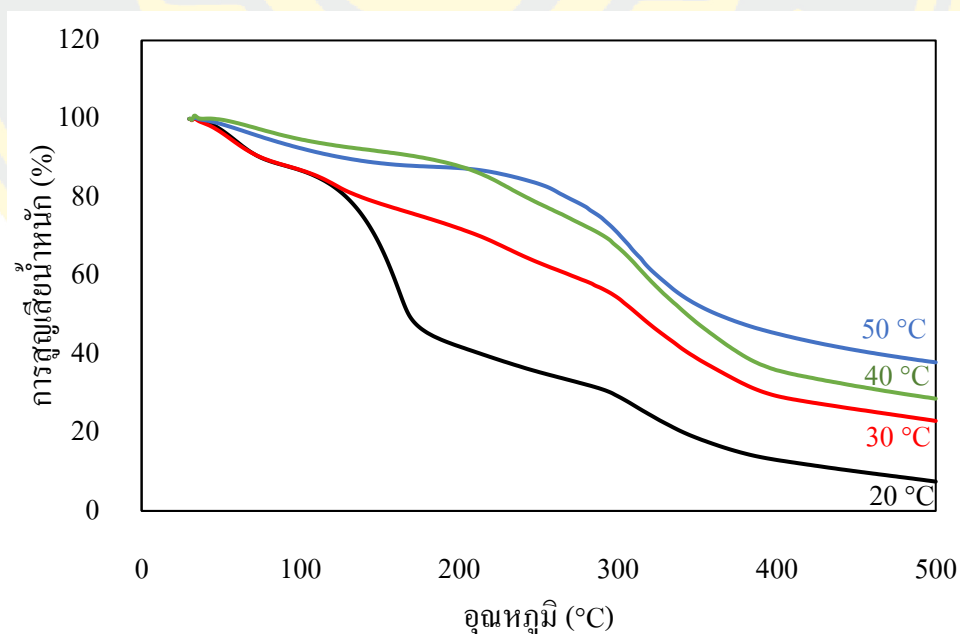
โพรพิลีนคาร์บอเนตและเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต (SF+PC+LiClO<sub>4</sub>) มีช่วงการสูญเสียน้ำหนัก เช่นเดียวกับการสูญเสียน้ำหนักของอิเล็กโทรไลต์ที่มีโพรพิลีนคาร์บอเนต (SF+PC) แต่ช่วงการสูญเสียน้ำหนักที่เกิดจากการระเหยของโมเลกุลน้ำมีร้อยละการสูญเสียน้ำหนักที่มากขึ้น เนื่องจากคุณสมบัติของเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต ที่มีความสามารถในการดูดน้ำในบรรยากาศได้ดี (Hygroscopic) และเมื่อศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิที่ใช้ในการระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20-50 °C แสดงดังภาพที่ 4-11 พบว่าตัวอย่างที่ระเหยตัวทำละลายในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 20 °C พบการสูญเสียน้ำหนัก 4 ช่วงที่อุณหภูมิ 61 166 227 และ 316 °C โดยมีการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 12.1 42.9 6.8 และ 24.4 ของน้ำหนักเริ่มต้น ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลายเป็น 30 °C พบว่าช่วงการลดลงน้ำหนักยังคงมี 4 ช่วง ที่อุณหภูมิ 58 124 230 และ 312 °C โดยมีการลดลงของน้ำหนักร้อยละ 12.4 14.8 10.2 และ 38.8 ของน้ำหนักเริ่มต้น เมื่อเทียบกับการระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 °C พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงของช่วงการลดลงของน้ำหนักช่วงที่ 2 โดยอุณหภูมิลดลงจาก 166 °C เป็น 124 °C และมีช่วงการสูญเสียน้ำหนักลดลงจากร้อยละ 42.3 เป็น 14.8 ของน้ำหนักเริ่มต้น ซึ่งเป็นไปได้ว่าเกิดจากการที่อุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลายที่สูงขึ้นส่งผลให้ความสามารถในการดูดซับน้ำของโพรพิลีนคาร์บอเนตและเกลือลิเทียมลดลง เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลายเป็น 40 °C พบช่วงการลดลงของน้ำหนักที่อุณหภูมิเดียวกับการระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 30 °C แต่การสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิ 124 °C ลดลงเหลือเพียงร้อยละ 8.9 ของน้ำหนักเริ่มต้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการระเหยตัวทำละลายเท่ากับ 50 °C พบช่วงการสูญเสียน้ำหนักเพียง 3 ช่วง ที่อุณหภูมิ 66 227 และ 310 °C โดยพบการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 12.1 11.4 และ 47.9 ของน้ำหนักเริ่มต้น



ภาพที่ 4-9 เทอร์โมแกรม TGA และ 1<sup>st</sup> derivative ของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอิน (SF) และมี โพรพิลีนคาร์บอนเนตร้อยละ 75 (SF+PC) และที่มีการผสมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg (SF+PC+LiClO4)



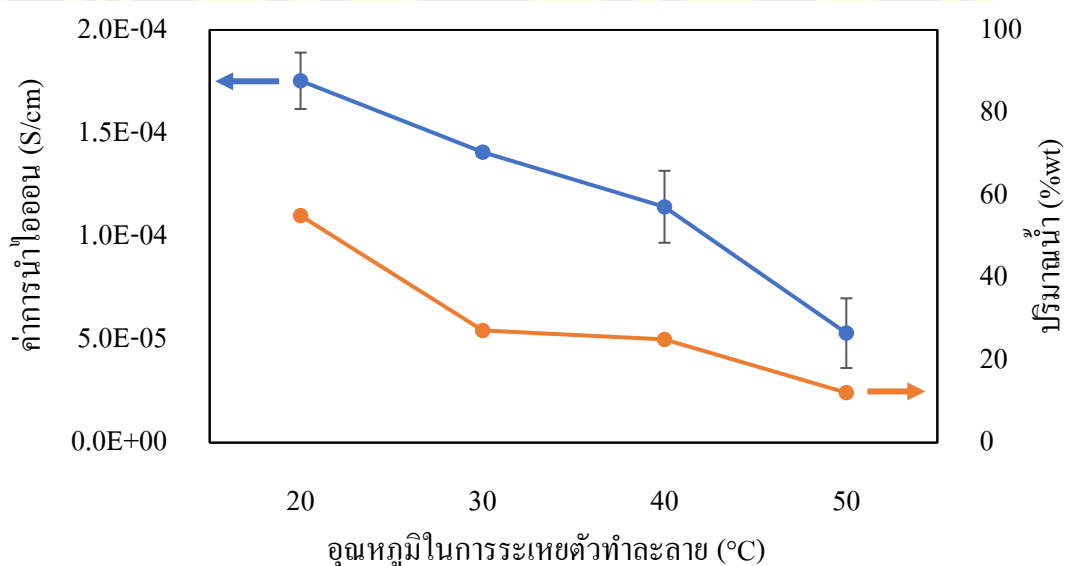
ภาพที่ 4-10 สัดส่วนของโครงสร้างทุติยภูมิของอเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีสัดส่วนของโพรฟิ ลีนคาร์บอนร้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ที่มีการระเหยตัวทำละลายที่ อุณหภูมิ 20-50 °C



ภาพที่ 4-11 เทอร์โมแกรม TGA ของอเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีสัดส่วนของโพรฟิ ลีนคาร์บอนร้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ที่มีการระเหยตัวทำละลายที่ อุณหภูมิ 20-50 °C

เมื่อวิเคราะห์ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมที่สภาวะการระเหยตัวทำละลาย 20-50 °C แสดงดังภาพที่ 4-12 พบว่าค่าการนำไอออนเท่ากับ  $1.75 \pm 0.14 \times 10^{-4}$   $1.41 \pm 0.02 \times 10^{-4}$   $1.14 \pm 0.17 \times 10^{-4}$  และ  $5.31 \pm 1.7 \times 10^{-5}$  ที่อุณหภูมิ 20 30 40 และ 50 °C ตามลำดับ ซึ่งการลดลงของค่าการนำไอออนสัมพันธ์กับปริมาณน้ำ (Water content) ของตัวอย่างที่เกิดจากการระเหยในช่วงการสูญเสียน้ำหนักช่วงที่ 1 และ 2 รวมกัน ซึ่งเท่ากับร้อยละ 55 27 25 และ 12 ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัย ที่ได้เตรียมอิเล็กโทรไลต์จากแป้ง (Starch) และทำการวิเคราะห์ค่าการนำไอออนที่มีปริมาณน้ำ (water content) ต่างๆ พบว่าการมีปริมาณน้ำที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ค่าการนำไอออนเพิ่มสูงขึ้น โดยเมื่อปริมาณน้ำอยู่ในช่วงร้อยละ 0.05 – 0.3 โดยน้ำหนัก ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้น  $10^4$  เท่า และช่วง 0.3-0.55 ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้น 10 เท่า เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาของน้ำกับ starch ทำให้การจับตัวของโครงสร้างของ starch อ่อนแอลงช่วยเพิ่มการเคลื่อนที่ของไอออนในสายโซ่พอลิเมอร์ ทำให้ไอออนสามารถเคลื่อนที่ได้ดีขึ้น (Ma et al., 2007) และการเตรียมไฟโบรอินในรูปแบบไฮโดรเจล ยังพบว่าปริมาณน้ำที่เพิ่มขึ้นยังส่งผลต่อการนำไอออนของตัวอย่าง โดยเมื่อความชื้น (%RH) เพิ่มสูงขึ้น ส่งผลให้ค่าการนำไอออนเพิ่มสูงขึ้น (Wang et al., 2020)

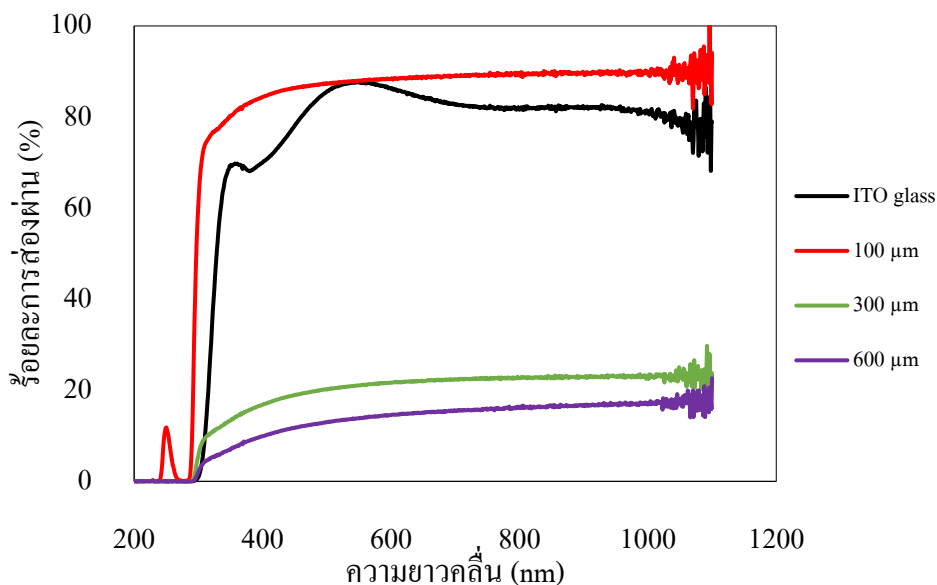
สรุปได้ว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการระเหยตัวทำละลายที่ส่งผลให้อิเล็กโทรไลต์มีค่าการนำไอออนสูงที่สุดคือ 20 °C



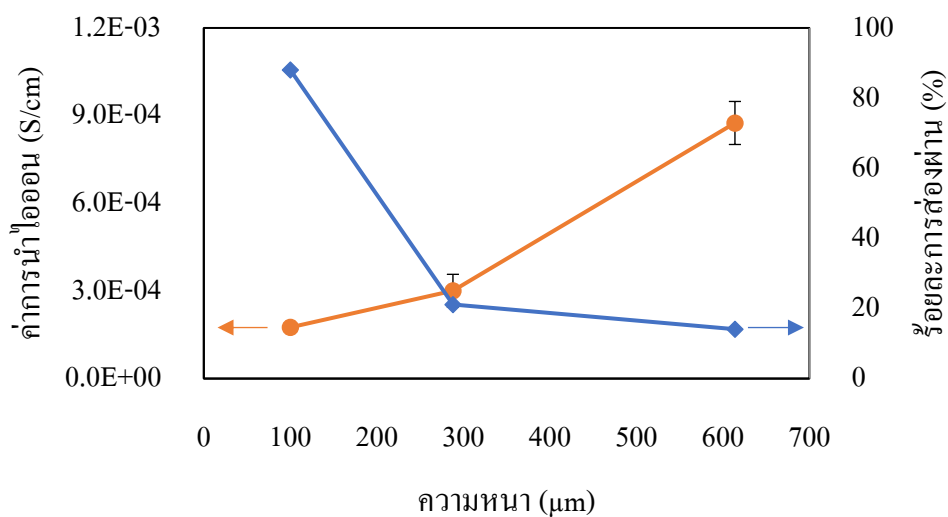
ภาพที่ 4-12 ค่าการนำไอออนและปริมาณน้ำที่มีอยู่ในอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอนเอตร้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ที่มีการระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20-50 °C

## ผลของความหนาของอิเล็กโทรไลต์ที่ส่งผลต่อค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์

การทดลองหาความหนาที่เหมาะสมของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากไฟโบรอินร่วมกับ โพรพิลีนคาร์บอเนต ทำโดยการเตรียมสารละลายที่มีสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 75 โดยน้ำหนัก ปริมาณเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตเท่ากับ 21.28 mg ระบุตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 °C การเพิ่มความหนาของอิเล็กโทรไลต์ทำโดยการเพิ่มปริมาณของสารละลายที่กล่าวไปข้างต้น โดยความหนาของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้ มีความหนาเท่ากับ  $100 \pm 8$   $288 \pm 11$  และ  $614 \pm 12$   $\mu\text{m}$  และอิเล็กโทรไลต์แข็งที่เตรียมได้นำมาวัดค่าการส่องผ่านของแสง (Transmission) ด้วยเทคนิค UV-vis Spectrophotometer ที่ช่วงความยาวคลื่น 200-1100 nm แสดงดังภาพที่ 4-13 พบว่าอิเล็กโทรไลต์ที่มีความหนา  $100 \pm 8$   $\mu\text{m}$  มีค่าการส่องผ่านแสงเฉลี่ยร้อยละ 88.04 ที่ช่วงความยาวคลื่น 400-1100 nm ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับกระจกอินเดียมทินออกไซด์ ที่มีค่าการส่องผ่านแสงเฉลี่ยร้อยละ 82.93 ที่ช่วงความยาวคลื่น 400-1100 nm เมื่อความหนาของอิเล็กโทรไลต์เพิ่มขึ้นพบว่าค่าร้อยละการส่องผ่านลดลง โดยเมื่อความหนาเท่ากับ  $288 \pm 11$  และ  $614 \pm 12$   $\mu\text{m}$  ทำให้ค่าการส่องผ่านของแสงลดลงเหลือเพียงร้อยละ 21.11 และ 14.08 ที่ช่วงความยาวคลื่น 400-1100 nm ตามลำดับ โดยที่ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่มีความหนา  $100 \pm 8$   $288 \pm 11$  และ  $614 \pm 12$   $\mu\text{m}$  เท่ากับ  $1.75 \pm 0.14 \times 10^{-4}$   $3.01 \pm 0.56 \times 10^{-4}$  และ  $8.75 \pm 0.74 \times 10^{-4}$  S/cm ตามลำดับ แสดงดังภาพที่ 4-14 อย่างไรก็ตามแม้ว่าการเพิ่มความหนาของ อิเล็กโทรไลต์ส่งผลให้ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้น แต่เมื่อคำนวณค่าการนำไอออนต่อหนึ่งหน่วยความหนาพบว่ามีความใกล้เคียงกัน แสดงให้เห็นว่า อิเล็กโทรไลต์ที่มีความหนาต่างๆ มีความสม่ำเสมอ (Uniform) แต่เมื่อความหนาของอิเล็กโทรไลต์แข็งเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ค่าการส่องผ่านแสงลดลง ซึ่งการนำอิเล็กโทรไลต์ใช้งานร่วมกับเซลล์อิเล็กโทรโครมิก อิเล็กโทรไลต์จำเป็นจะต้องมีค่าการส่องผ่านแสงที่ใกล้เคียงกับกระจกอินเดียมทินออกไซด์ ซึ่งใช้เป็นขั้วไฟฟ้าของเซลล์อิเล็กโทรโครมิก จึงสรุปได้ว่าอิเล็กโทรไลต์ที่มีความหนา  $100 \pm 8$  ไมโครเมตร เหมาะสมสำหรับนำไปใช้ร่วมกับเซลล์อิเล็กโทรโครมิก



ภาพที่ 4-13 ค่าการส่องผ่านแสงของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีโพรพิลีนคาร์บอนด้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ละเอียดทำละลายที่ 20 °C ที่มีความหนาต่างๆ ในช่วงความยาวคลื่น 200-1100 นาโนเมตร เปรียบเทียบกับกระจกอินเดียมทินออกไซด์

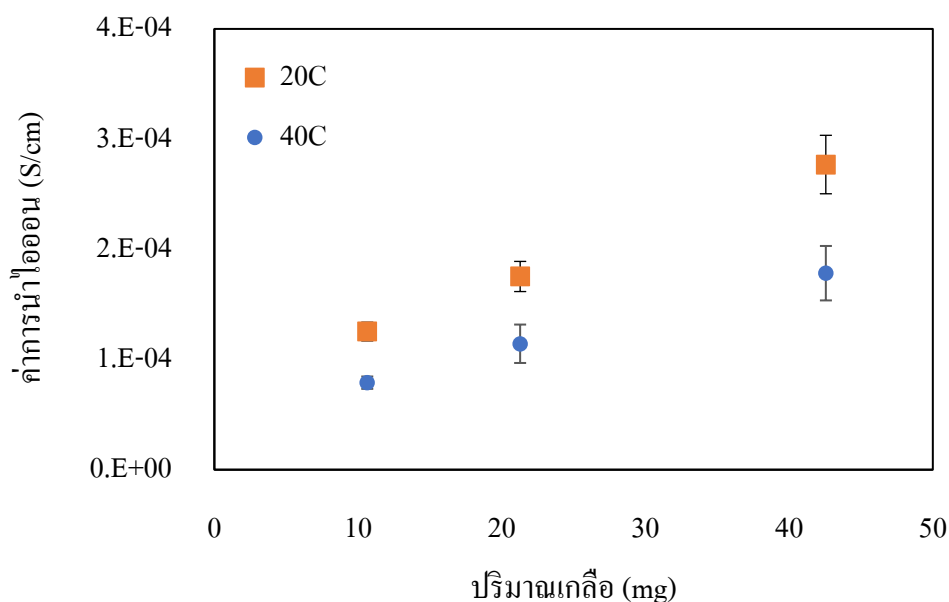


ภาพที่ 4-14 ค่าการนำไอออนที่สัมพันธ์กับค่าการส่องผ่านแสงของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีโพรพิลีนคาร์บอนด้อยละ 75 โดยเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต 21.28 mg ละเอียดทำละลายที่ 20 °C ที่มีความหนา 100-600 nm

## ผลของปริมาณเกลือลิเทียมที่ส่งผลต่อค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์

การเพิ่มขึ้นของปริมาณเกลือลิเทียมที่ละลายอยู่ในโครงข่ายของพอลิเมอร์ หมายถึงการเพิ่มขึ้นของปริมาณไอออนลิเทียมที่สามารถเคลื่อนที่ได้ แต่อย่างไรก็ดีการเพิ่มปริมาณของเกลือที่มากเกินไปจะส่งผลให้ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ลดลง เนื่องจากการก่อตัวของคู่อิออน (Ion pairs) และการเกิดพันธะระหว่างไอออนของเกลือและหมู่ฟังก์ชันของพอลิเมอร์ ทำให้เกิดการขัดขวางการเคลื่อนของไอออน (Ito et al., 2008) ดังนั้นจึงจำเป็นต้องหาปริมาณเกลือที่เหมาะสมสำหรับอิเล็กโทรไลต์แต่ละชนิด

การทดลองหาปริมาณเกลือที่เหมาะสมกับอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากไฟโบรอินร่วมกับโพรพิลีนคาร์บอเนต ทำโดยการเตรียมเตรียมสารละลายที่มีสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 75 โดยน้ำหนัก และทำการปรับปริมาณเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตปริมาณ 10.64 21.28 และ 42.56 mg ระบุตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 และ 40 °C จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่าการนำไอออน แสดงดังภาพที่ 4-15 พบว่าอิเล็กโทรไลต์ระบุตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 40 °C ปริมาณเกลือ 10.64 mg ทำให้อิเล็กโทรไลต์มีค่าการนำไอออนเท่ากับ  $7.9 \pm 0.56 \times 10^{-5}$  S/cm โดยเมื่อเพิ่มปริมาณเกลือเท่ากับ 21.28 และ 42.56 mg ทำให้ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้นเท่ากับ  $1.14 \pm 0.17 \times 10^{-4}$  และ  $1.78 \pm 0.25 \times 10^{-4}$  S/cm ตามลำดับ ในขณะที่อิเล็กโทรไลต์ที่ทำการระบุตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 °C พบว่าการเติมเกลือที่ปริมาณเกลือ 10.64 21.28 และ 42.56 mg ทำให้อิเล็กโทรไลต์มีค่าการนำไอออนเท่ากับ  $1.25 \pm 0.08 \times 10^{-4}$   $1.75 \pm 0.14 \times 10^{-4}$  และ  $2.77 \pm 0.26 \times 10^{-4}$  S/cm ตามลำดับ ซึ่งการเพิ่มขึ้นของค่าการนำไอออนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณเกลือลิเทียมเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัยที่มีการเตรียมอิเล็กโทรไลต์โดยมีการปรับร้อยละโดยน้ำหนักของเกลือ พบว่าการเพิ่มร้อยละของเกลือที่ 2.4-13 ส่งผลให้ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของจำนวนไอออนที่สามารถเคลื่อนที่ได้ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณเกลือมากกว่าร้อยละ 13 ส่งผลให้ค่าการนำไอออนลดลง เนื่องจากโครงข่ายพอลิเมอร์ที่มีการเคลื่อนไหว (Segment motion) เกิดได้ยากขึ้น และเกิดการรวมตัวกันของไอออน (Kumar et al., 2014) อย่างไรก็ตาม แม้ว่าแนวโน้มของค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ยังคงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มปริมาณของเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตเท่ากับ 51.19 mg เมื่อนำไประบุตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 °C พบว่าสารละลายอิเล็กโทรไลต์ไม่สามารถแห้งเป็นแผ่นฟิล์ม อาจเกิดจากปริมาณเกลือลิเทียมมากเกินไป ส่งผลให้เกลือดูดความชื้นจากบรรยากาศมากกว่าที่น้ำจะระเหยออกจากสารละลายได้ ส่งผลให้ไม่สามารถเพิ่มปริมาณของเกลือลิเทียมมากกว่า 42.56 mg ได้



ภาพที่ 4-15 ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่มีไฟโบรอินและมีโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 75 โดยการเติมเกล็ดลิเทียมเปอร์คลอเรตปริมาณต่างๆ ระบุตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 และ 40 °C

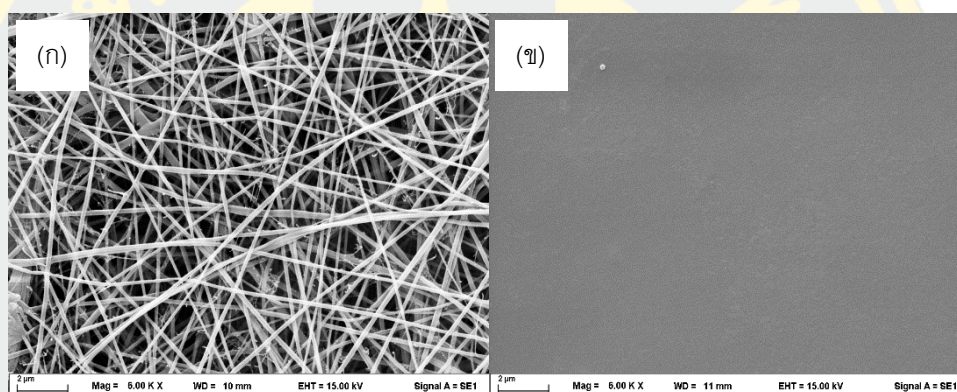
สรุปได้ว่าอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากไฟโบรอินร่วมกับโพรพิลีนคาร์บอเนต และเกล็ดลิเทียมเปอร์คลอเรต ด้วยวิธีการ casting ที่มีค่าการนำไอออนและค่าการส่องผ่านของแสงที่เหมาะสม ประกอบด้วยสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 25:75 โดยน้ำหนัก ปริมาณเกล็ดลิเทียม 42.56 mg (คิดเป็นร้อยละ 12) ระบุตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 °C โดยอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้มีความหนา  $100 \pm 8 \mu\text{m}$  มีค่าการส่องผ่านแสงในช่วง 400-1100 nm เท่ากับร้อยละ 88.04 และมีค่าการนำไอออนเท่ากับ  $2.77 \pm 0.26 \times 10^{-4} \text{ S/cm}$

### การเปรียบเทียบอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากวิธีการ Casting และ Electrospinning

การขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ทำโดยใช้สารละลายไฟโบรอิน ความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ละลายด้วยกรดฟอร์มิก สารละลายที่ได้บรรจุในท่อเข้ากับแหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ที่ 22 kV ไปยังฉากรองรับขนาด  $100 \text{ cm}^2$  ที่มีกระจกอินเดียมทินออกไซด์ติดอยู่ ซึ่งอยู่ห่างออกไป 10 cm ด้วยอัตราการป้อนสารละลาย 0.5 ml/h จะได้เส้นใยไฟโบรอินที่อยู่บนกระจกอินเดียมทินออกไซด์ จากนั้นนำไปแช่ในสารละลายโพรพิลีนคาร์บอเนต ที่มีเกล็ดลิเทียมเปอร์คลอเรตความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 10 min จากนั้นอบแห้งที่อุณหภูมิ 20 °C เป็นเวลา 24 h จะได้อิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยเทคนิค Electrospinning (SF-E) จากนั้น

ทำการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM วิเคราะห์โครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอินด้วยเทคนิค FTIR และวิเคราะห์ค่าการนำไอออนด้วยเทคนิค EIS เพื่อเปรียบเทียบกับอิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยเทคนิค Casting (SF-C)

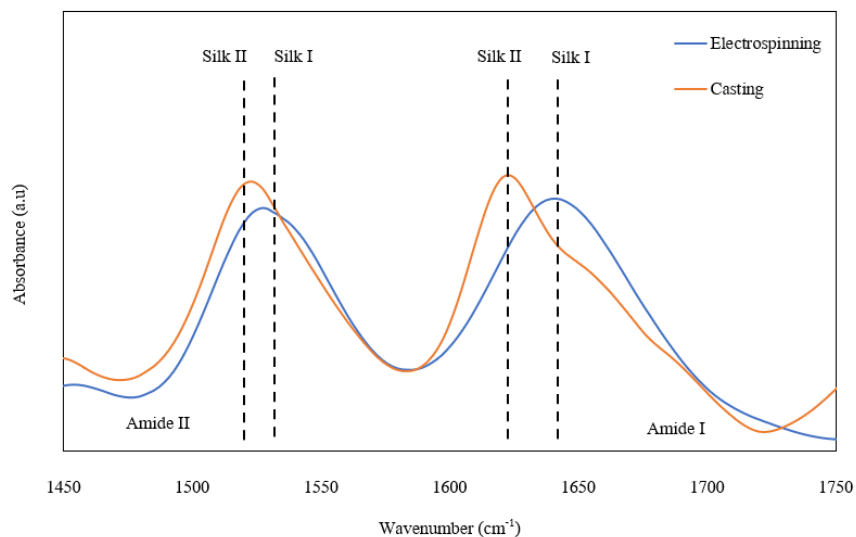
สัณฐานวิทยาของเส้นใยไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าเส้นใยที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 65 ถึง 250 nm และมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 139 nm และมีระดับความพรุน (Degree of porosity) เท่ากับร้อยละ 80 ดังภาพที่ 4-16 (ก) ซึ่งเมื่อเทียบกับการขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยเทคนิค Casting พบว่าฟิล์มไฟโบรอินที่ได้มีลักษณะพื้นผิวที่เรียบ แสดงดังภาพที่ 4-16 (ข)



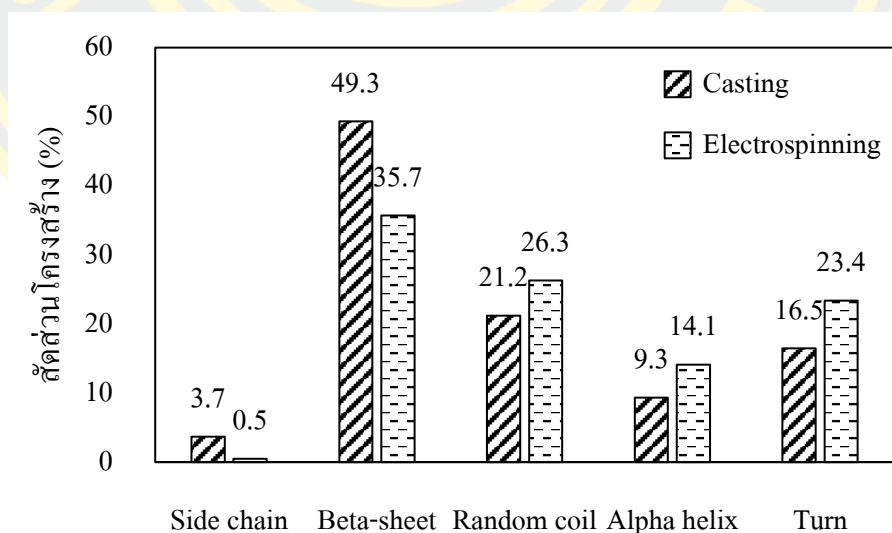
ภาพที่ 4-16 สัณฐานวิทยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM (ก) ไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค Electrospinning (SF-E) (ข) ไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค Casting (SF-C)

โครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอินถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR แสดงดังภาพที่ 4-17 พบว่าไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค Casting พบว่าในช่วงของ Amide I พบพีกที่ตำแหน่ง  $1620\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงถึงช่วงโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีท ( $\beta$ -sheet) แต่ไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต พบพีกที่ตำแหน่ง  $1640\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึงช่วงโครงสร้างแบบแรนดอมคอยล์ (Random coil) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่มีการเปรียบเทียบโครงสร้างของไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยวิธีหล่อและวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Pereira et al., 2018) เมื่อวิเคราะห์ถึงสัดส่วนโครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอิน แสดงดังภาพที่ 4-18 พบว่า สัดส่วนโครงสร้างของไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต มีโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีทเพียงร้อยละ 35.7 ซึ่งน้อยกว่าการขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยวิธีหล่อ ซึ่งมีสัดส่วนโครงสร้างแบบผลึกเบตาชีทร้อยละ 49.3 เนื่องจากการขึ้นรูปด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต สารละลายพอลิเมอร์ถูกระเหยตัวทำละลายอย่างรวดเร็วส่งผลให้เวลาการจับ

ตัวของโครงข่ายพอลิเมอร์นั้นสั้นกว่าวิธีหล่อ ส่งผลให้พอลิเมอร์มีลักษณะโครงสร้างเป็นรูปแบบอสัณฐานมากกว่า



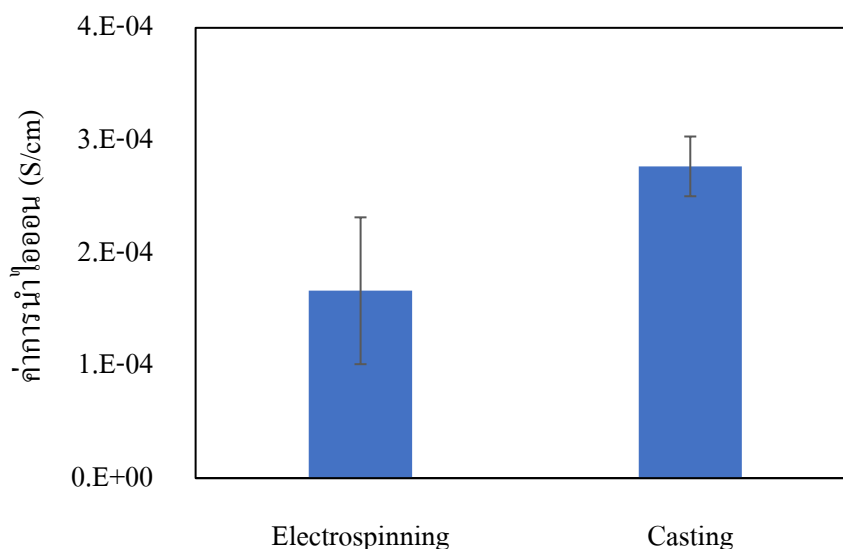
ภาพที่ 4-17 สเปกตรัม FTIR ของเส้นใยโพลีไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่เตรียมจากไฟโบรอิน โพรพิลีนคาร์บอนेट และเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตด้วยวิธีการขึ้นรูปที่แตกต่างกัน ในช่วงความยาวคลื่น 1750-1450  $\text{cm}^{-1}$



ภาพที่ 4-18 สัดส่วนของโครงสร้างรูปแบบต่างๆ ของอเล็กโพลีไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยเทคนิค Electrospinning และ Casting

ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ SF-E และ SF-C ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EIS แสดงดังภาพที่ 4-19 พบว่าค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ SF-E มีค่าการนำไอออนเท่ากับ  $1.66 \times 10^{-4}$  S/cm ซึ่งน้อยกว่าค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ SF-C ที่มีค่าเท่ากับ  $2.77 \times 10^{-4}$  S/cm ถึงแม้ว่าอิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (SF-E) จะมีความพรุนของไฟโบรอินที่มากกว่า แต่อย่างไรก็ดี เมื่อคำนวณปริมาณเกลือลิเทียมต่อปริมาตรของอิเล็กโทรไลต์ โดยคำนวณจากน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงของอิเล็กโทรไลต์หลังจากแช่ในสารละลายโพธิ์ลิคาร์บอนเนตที่มีเกลือลิเทียมละลายอยู่ พบว่ามีปริมาณเกลือลิเทียมต่อปริมาตรเท่ากับ  $97.33 \text{ mg/cm}^3$  ต่างจากอิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีหล่อ (SF-C) ซึ่งมีปริมาณเกลือลิเทียมต่อปริมาตรเท่ากับ  $338.85 \text{ mg/cm}^3$  ซึ่งมากกว่าถึง 2.48 เท่า แต่ค่าการนำไอออนที่ได้กลับมากกว่าเพียง 0.66 เท่า ถึงแม้ว่าการขึ้นรูปด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต จะให้อิเล็กโทรไลต์ที่มีความพรุนมากกว่า และสัดส่วนโครงสร้างแบบผลึกเบตาซีทน้อยกว่า (Pereira et al., 2018) แต่การที่อิเล็กโทรไลต์มีความพรุนมากส่งผลให้เกลือลิเทียมเกาะติดกับสายโซ่พอลิเมอร์ได้น้อย ส่งผลให้ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีพ่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตมีค่าน้อยกว่า

ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกอิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค Casting ไปประกอบเซลล์อิเล็กโทรโครมิกต่อไป

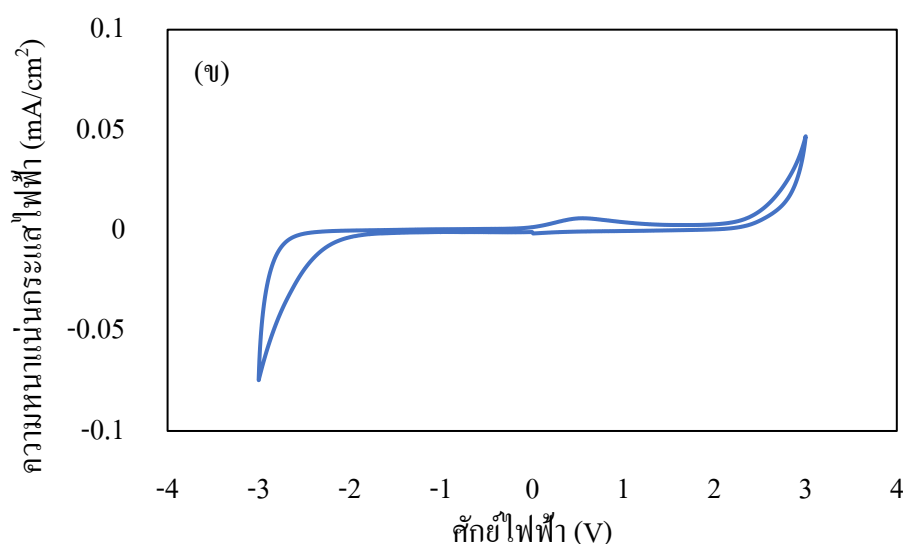
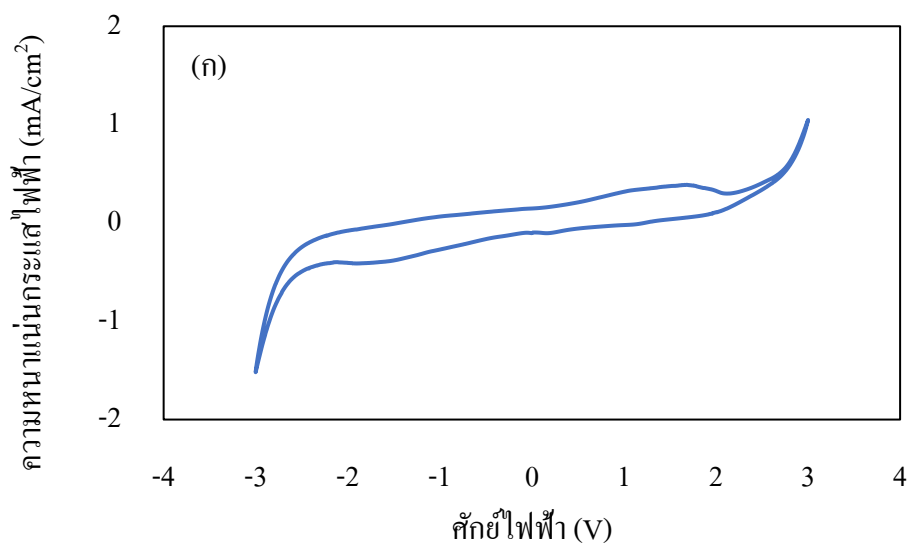


ภาพที่ 4-19 ค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปไฟโบรอินด้วยเทคนิค Electrospinning และ Casting

## ประสิทธิภาพของเซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ใช้อิเล็กโทรไลต์ที่มีส่วนประกอบของ ไฟโบรอินขึ้นรูปด้วยวิธี Casting

อิเล็กโทรไลต์แข็งที่เตรียม มีสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 75 โดยน้ำหนัก กลีโกลีเซียม 42.56 mg ทำการระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 °C จะได้อิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง ความหนา 100  $\mu\text{m}$  ถูกนำมาประกอบเข้าเป็นเซลล์อิเล็กโทรโครมิก โดยใช้ทั้งสองสแตนด์ออกไซด์ที่เคลือบบนกระจกอินเดียมทินออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานและกระจกอินเดียมทินออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้าตรงข้าม และเปรียบเทียบกับการใช้อิเล็กโทรไลต์แบบเหลวที่มีความเข้มข้นของกลีโกลีเซียมเท่ากัน (กลีเซียมเปอร์คลอเรตความเข้มข้น 2 M ละลายด้วยโพรพิลีนคาร์บอเนต)

เมื่อประกอบเป็นเซลล์อิเล็กโทรโครมิก ทำการวิเคราะห์ไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry) ของเซลล์อิเล็กโทรโครมิกในช่วงศักย์ไฟฟ้า -3 ถึง 3 V โดยใช้อัตราการสแกน (Scan rate) เท่ากับ 100 mV/s แสดงดังภาพที่ 4-20 พบว่าเซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ใช้อิเล็กโทรไลต์แบบเหลว เมื่อสแกนไปทางศักย์ไฟฟ้าด้านลบ จะเกิดพีคที่ตำแหน่งศักย์ไฟฟ้า -1.6 V ซึ่งเป็นตำแหน่งที่เกิดการปฏิกริยารีดักชันของทั้งสองสแตนด์ออกไซด์ เมื่อได้รับลิเทียมไอออน ส่งผลให้สีของ  $\text{WO}_3$  เปลี่ยนจากไม่มีสีเป็นสีน้ำเงิน และเมื่อสแกนไปทางศักย์ไฟฟ้าด้านบวก จะเกิดพีคที่ตำแหน่ง 0.8 V ซึ่งเป็นตำแหน่งในการเกิดปฏิกริยาออกซิเดชันของ  $\text{WO}_3$  เมื่อลิเทียมไอออนเคลื่อนที่ออกจาก  $\text{WO}_3$  ส่งผลให้เกิดการจางสีเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นไม่มีสี แต่เมื่อเปลี่ยนใช้อิเล็กโทรไลต์แบบแข็งพบว่าเกิดเพียงพีคของการเกิดปฏิกริยาออกซิเดชัน โดยไม่พบพีคการเกิดปฏิกริยารีดักชัน แต่อย่างไรก็ดียังพบการเปลี่ยนสีและจางสีของ  $\text{WO}_3$  จึงนำไปวิเคราะห์การส่องผ่านของแสงต่อไป

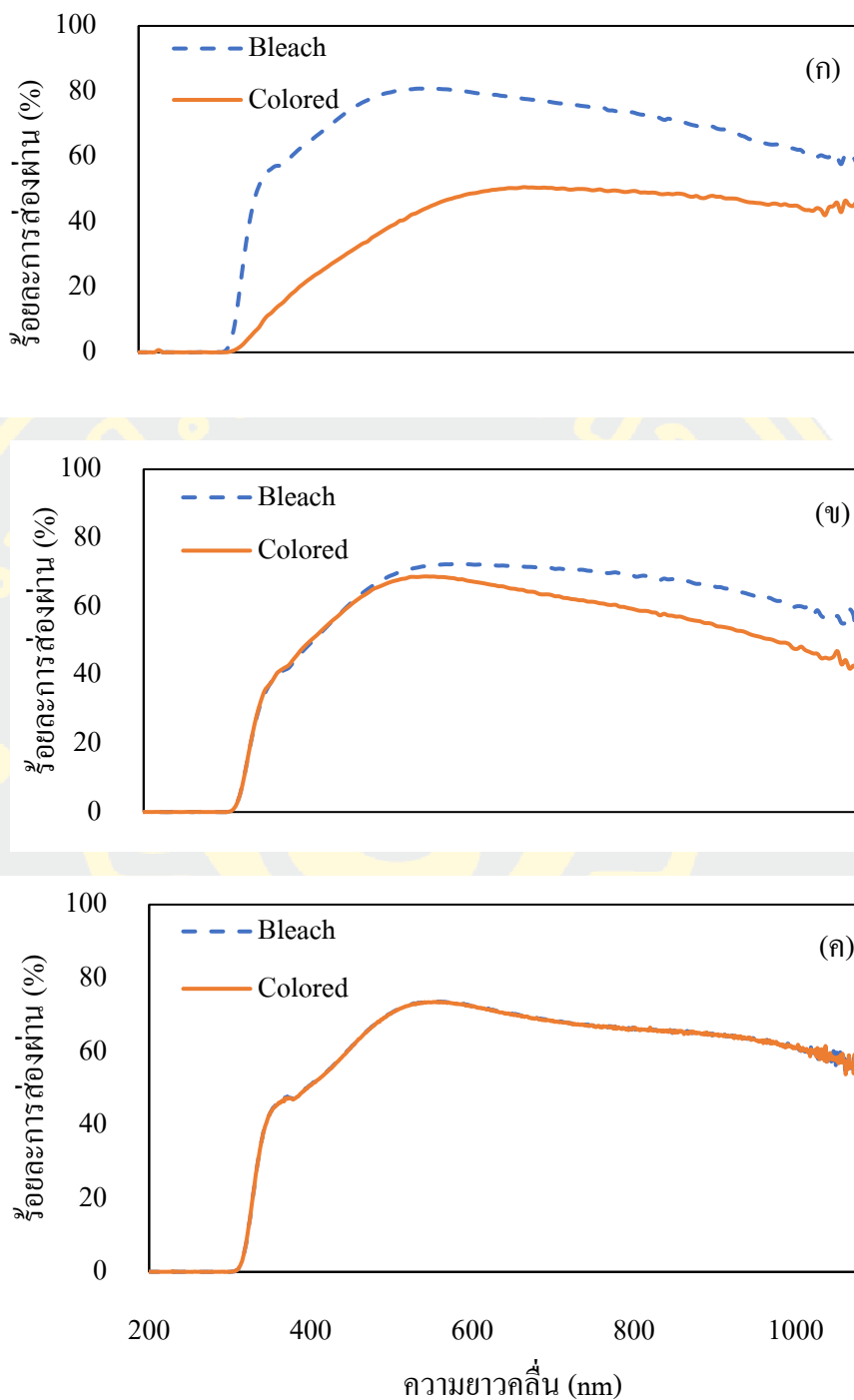


ภาพที่ 4-20 การวิเคราะห์ Cyclic voltammetry ของเซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ประกอบด้วยขั้ว WO<sub>3</sub> และขั้ว ITO และมีกรรจร (ก) อิเล็กโทรไลต์แบบเหลว (ข) อิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง

เมื่อทำการวิเคราะห์ค่าการส่องผ่านแสงของเซลล์อิเล็กโทรโครมิกด้วยเทคนิค UV-vis Spectrophotometer ในช่วงความยาวคลื่นแสง 200-1100 nm แสดงดังภาพที่ 4-21 พบว่าเมื่อใช้อิเล็กโทรไลต์รูปแบบเหลว ร้อยละการส่องผ่านแสงเฉลี่ยของเซลล์เริ่มต้นในช่วง 400-1100 nm เท่ากับ 72 ในขณะที่อิเล็กโทรไลต์แบบแข็งมีค่าร้อยละการส่องผ่านแสงเฉลี่ยเริ่มต้น (As-prepare) เท่ากับ 66 เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าแก่เซลล์ที่ -2.5 V เป็นเวลา 30 s ส่งผลให้ WO<sub>3</sub> มีการเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ส่งผลให้ร้อยละการส่องผ่านแสงเฉลี่ยลดลงเหลือเพียง 44 เมื่อใช้อิเล็กโทรไลต์แบบเหลว ในขณะที่อิเล็ก

โพลีโพรพิลีนแบบแข็งมีค่าร้อยละการส่องผ่านแสงเฉลี่ยเท่ากับ 58 กล่าวได้ว่าอิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบเหนียวมีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละการส่องผ่านแสงเฉลี่ยร้อยละ 28 ในขณะที่อิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบแข็งมีการเปลี่ยนแปลงร้อยละการส่องผ่านของแสงเฉลี่ยร้อยละ 8 ซึ่งอาจเกิดจากการเคลื่อนที่ของไอออนในอิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบแข็งนั้นเกิดได้ยากกว่าการเคลื่อนที่ของไอออนในอิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบเหนียว ทำให้ไอออนเคลื่อนที่ไปยังขั้วไฟฟ้าได้น้อยกว่า อีกทั้งวิเคราะห์ค่าการส่องผ่านแสงของเซลล์อิเล็กโพลีโพรพิลีนที่ใช้กระจกอินเดียมทินออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้า และใช้อิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบแข็ง พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละการส่องผ่านเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าแก่เซลล์ที่ตำแหน่งเดียวกับเซลล์อิเล็กโพลีโพรพิลีนที่มี  $WO_3$  เคลือบอยู่บนกระจกอินเดียมทินออกไซด์ ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าการเปลี่ยนแปลงของร้อยละการส่องผ่านแสง เกิดจากการเปลี่ยนแปลงสมบัติของ  $WO_3$  เมื่อได้รับศักย์ไฟฟ้า

เซลล์อิเล็กโพลีโพรพิลีนที่ประกอบด้วยฟิล์ม  $WO_3$  ที่เคลือบบนกระจกอินเดียมทินออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน และกระจกอินเดียมทินออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้าตรงข้าม โดยบรรจุอิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบเหนียวและแข็งถูกวิเคราะห์ประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (Coloration efficiency, CE) จากการวัดร้อยละการส่องผ่านของแสงด้วยเทคนิค UV-vis Spectrophotometer ในขณะที่ให้ศักย์ไฟฟ้าแก่เซลล์อิเล็กโพลีโพรพิลีนด้วยเทคนิคโครโนแอมเพอโรเมทรี (Chrono amperometry) จากนั้นทำการคำนวณประสิทธิภาพการเปลี่ยนสี (CE) โดยคำนวณจากร้อยละการดูดกลืนแสง (Optical density,  $\Delta OD$ ) ต่อค่าประจุไฟฟ้าที่ป้อน (Coulomb, Q) ค่าที่ได้แสดงดังตารางที่ 4-2 พบว่าเมื่อใช้อิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบเหนียวส่งผลให้เซลล์อิเล็กโพลีโพรพิลีนมีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละการส่องผ่าน ( $\Delta T$ ) ในช่วง 400-800 nm เท่ากับ 34 เปอร์เซ็นต์ คิดประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีได้เท่ากับ  $92.4 \text{ cm}^2/\text{C}$  ซึ่งเมื่อใช้อิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบแข็งพบว่าการเปลี่ยนแปลงของร้อยละการส่องผ่านแสง ( $\Delta T$ ) เท่ากับ 5 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเมื่อนำมาคำนวณค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีพบว่ามีค่าเท่ากับ 36.0 ซึ่งคิดเป็น 0.4 เท่าของอิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบเหนียว แต่เมื่อคำนวณค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีในช่วงความยาวคลื่นแสง 800-1100 nm พบว่าการใช้อิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบเหนียวมีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละการส่องผ่านเท่ากับ 20 เปอร์เซ็นต์ และมีค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีเท่ากับ 55.8 แต่เมื่อใช้อิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบแข็งพบว่าการเปลี่ยนแปลงของร้อยละการส่องผ่านเท่ากับ 11 เปอร์เซ็นต์ และมีค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีเท่ากับ 102.6 ซึ่งมากกว่าการใช้อิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบเหนียว แสดงให้เห็นว่าอิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบแข็งแม้จะมีประสิทธิภาพในการลดการส่องผ่านของแสงช่วงที่มองเห็นได้ ได้น้อยกว่าอิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบเหนียว แต่ช่วยลดการส่องผ่านของแสงช่วงอินฟราเรด ซึ่งเป็นช่วงแสงที่ทำให้เกิดความร้อน ได้มากกว่าอิเล็กโพลีโพรพิลีนแบบเหนียว



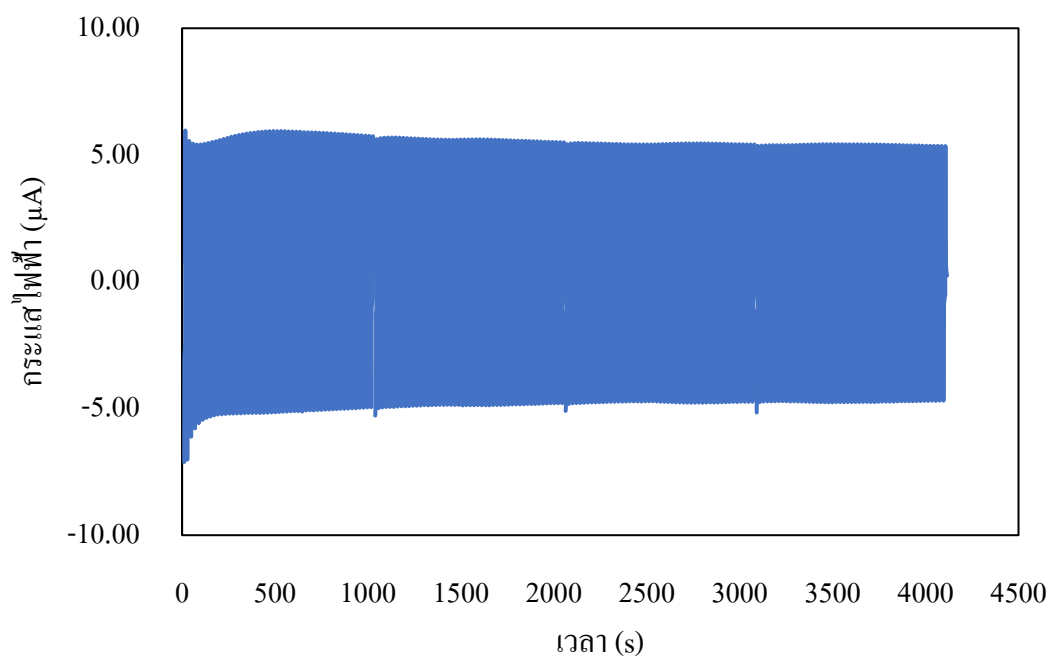
ภาพที่ 4-21 ร้อยละการส่องผ่านแสงของเซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ประกอบด้วยชั้น WO<sub>3</sub> และชั้น ITO ในช่วงความยาวคลื่น 200-1100 nm โดยใช้ (ก) อิเล็กโทรไลต์แบบเหลว (ข) อิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง (ค) เซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ใช้กระจกอินเดียมทินออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้าและใช้อิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง

ตารางที่ 4-2 ค่าประสิทธิภาพในการเปลี่ยนสี (Coloration efficiency) ของ ECs เมื่อใช้อิเล็กโทรไลต์แบบเหลวและแบบแข็ง

	wavelength (nm)	T <sub>color</sub> (%)	T <sub>bleach</sub> (%)	$\Delta T$ (%)	$\Delta OD$	Q (C/cm <sup>2</sup> )	CE (cm <sup>2</sup> /C)
เหลว	400-800	43	76	34	0.25	2.74x10 <sup>-3</sup>	92.4
	800-1100	47	66	20	0.15	2.74x10 <sup>-3</sup>	55.8
แข็ง	400-800	63	68	5	0.03	8.53x10 <sup>-4</sup>	36.0
	800-1100	51	63	11	0.09	8.53x10 <sup>-4</sup>	102.6

เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบ 2 ขั้ว โดยใช้กระจกอินเดียมทินออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้าและบรรจุอิเล็กโทรไลต์แข็ง จากนั้นนำมาทดสอบค่ากระแสไฟฟ้าเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าที่ตำแหน่ง -2.5 และ 1 V ซึ่งเป็นตำแหน่งในการเปลี่ยนสีและจางสีของเซลล์อิเล็กโทรโครมิก เป็นจำนวน 200 รอบ พบว่าค่ากระแสไฟฟ้ารอบที่ 200 ลดลงเหลือเพียงร้อยละ 90 เมื่อเทียบกับค่ากระแสไฟฟ้ารอบที่ 1 ซึ่งเกิดจากการที่ไอออนเคลื่อนที่ไปยังขั้วไฟฟ้าและไม่สามารถย้อนกลับไปออกมาได้ ส่งผลให้ค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้ลดลง อาจกล่าวได้ว่าอิเล็กโทรไลต์แข็งมีความเสถียรในการใช้งานอย่างน้อย 200 รอบ

อีกทั้งการคำนวณต้นทุนในการผลิตอิเล็กโทรไลต์จากไฟโบรอิน ด้วยวิธีการ casting ที่ประกอบด้วยสัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอนเอทร้อยละ 25:75 โดยน้ำหนัก ปริมาณเกลือลิเทียม 42.56 mg (คิดเป็นร้อยละ 12) ระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 20 °C โดยอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้มีความหนา 100±8 μm มีค่าการส่องผ่านแสงในช่วง 400-1100 nm เท่ากับร้อยละ 88.04 และมีค่าการนำไอออนเท่ากับ 2.77±0.26x10<sup>-4</sup> S/cm พบว่ามีต้นทุนเพียง 1.2 บาทต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งมีราคาที่ถูก และยังสามารถขจัดขยะที่เกิดจากเศษไหมเหลือทิ้งได้อีกด้วย



ภาพที่ 4-22 เกลียวกราฟในการเคลื่อนที่ของไอออนของอิเล็กโทรไลต์แบบแข็ง

BURAPHA UNIVERSITY

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยเป็นการศึกษาปัจจัยในการเตรียมอิเล็กโทรไลต์จากไฟโบรอิน ได้แก่ สัดส่วนของไฟโบรอินต่อโพรพิลีนคาร์บอเนต (ร้อยละ 25-75 โดยน้ำหนัก) อุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลาย (20-50°C) ความหนาของ อิเล็กโทรไลต์ (100-600  $\mu\text{m}$ ) ปริมาณเกลือ (ร้อยละ 3-12 โดยน้ำหนัก) และวิธีการขึ้นรูปอิเล็กโทรไลต์แข็ง (Casting และ Electrospinning) ที่ส่งผลต่อโครงสร้างของไฟโบรอิน และส่งผลต่อค่าการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ อีกทั้งอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้ถูกประกอบเป็นเซลล์อิเล็กโทรโครมิก สามารถสรุปได้ดังนี้

1. การศึกษาปัจจัยในการเตรียมอิเล็กโทรไลต์จากไฟโบรอิน ที่ส่งผลต่อสัดส่วนโครงสร้างแบบผลึกเบตาซีทของไฟโบรอิน พบว่า การเติมโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 25 และเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรต ส่งผลให้อิเล็กโทรไลต์มีโครงสร้างแบบผลึกเบตาซีทร้อยละ 55.3 ซึ่งสูงกว่าอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมจากไฟโบรอิน ซึ่งมีค่าเพียงร้อยละ 43.3 โดยการเพิ่มสัดส่วนของโพรพิลีนคาร์บอเนตเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 75 ส่งผลให้โครงสร้างแบบผลึกเบตาซีทลดลงเหลือเพียงร้อยละ 49.3 ในขณะที่ อิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค Electrospinning มีสัดส่วน โครงสร้างแบบผลึกเบตาซีทเท่ากับร้อยละ 35.7 ซึ่งน้อยกว่าอิเล็กโทรไลต์ที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค Casting ซึ่งมีสัดส่วน โครงสร้างแบบผลึกเบตาซีทเท่ากับร้อยละ 49.3

2. การศึกษาปัจจัยในการเตรียมอิเล็กโทรไลต์จากไฟโบรอิน ที่ส่งผลต่อค่าการนำไอออน พบว่า การเพิ่มโพรพิลีนคาร์บอเนต ในช่วงร้อยละ 25-75 โดยน้ำหนัก โดยมีการเติมเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก (21.28 mg) ทำให้ค่าการนำไอออนเพิ่มขึ้นเป็น  $1.14 \pm 0.17 \times 10^{-4}$  S/cm คิดเป็น  $10^4$  เท่า ของอิเล็กโทรไลต์ที่มีโพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก ในขณะที่ อุณหภูมิในการระเหยตัวทำละลายส่งผลต่อค่าการนำไอออน โดยอิเล็กโทรไลต์ที่ระเหยตัวทำละลายที่ 20 °C มีค่าการนำไอออนสูงสุด  $1.75 \pm 0.14 \times 10^{-4}$  S/cm ซึ่งมากกว่าการระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 50 °C ถึง 2 เท่า สำหรับการเพิ่มปริมาณเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตส่งผลให้ค่าการนำไอออนสูงขึ้น โดยเมื่อเพิ่มปริมาณเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตร้อยละ 12 โดยน้ำหนัก (42.56 mg) ทำให้ค่าการนำไอออนสูงถึง  $2.77 \pm 0.26 \times 10^{-4}$  S/cm คิดเป็น 1.1 เท่าของอิเล็กโทรไลต์ที่มีเกลือลิเทียมเปอร์คลอเรตร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก อีกทั้งการเพิ่มความหนาของอิเล็กโทรไลต์ส่งผลให้ค่าการนำไอออนสูงขึ้น อย่างไรก็ตาม การคำนวณค่าการนำไอออนต่อหนึ่งหน่วยความหนาพบว่า มีค่า

ไม่แตกต่างกัน และเมื่อความหนาของอิเล็กโทรไลต์แข็งมากกว่า  $100\ \mu\text{m}$  ส่งผลต่อค่าการส่องผ่านของแสงที่ลดลง ทำให้ไม่เหมาะสมในการนำมาใช้ร่วมกับอุปกรณ์อิเล็กโทรโครมิก

3. สภาวะเตรียมอิเล็กโทรไลต์แข็งที่เหมาะสมในการนำมาใช้ร่วมกับอุปกรณ์อิเล็กโทรโครมิก คือ ไฟโบรอินร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก โพรพิลีนคาร์บอเนตร้อยละ 75 โดยน้ำหนัก และเกลือลิเทียม  $42.56\ \text{mg}$  ระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ  $20\ ^\circ\text{C}$  ความหนาของอิเล็กโทรไลต์แข็ง  $100\ \mu\text{m}$  ทำให้มีค่าการนำไอออนเท่ากับ  $2.77 \times 10^{-4}\ \text{S/cm}$  และเมื่อประกอบอิเล็กโทรไลต์แข็งที่ได้ในเซลล์อิเล็กโทรโครมิกที่ประกอบด้วยขั้ว  $\text{WO}_3$  เคลือบบนกระจก ITO และกระจก ITO พบว่า ค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีในช่วงความยาวคลื่น  $400\text{-}800\ \text{nm}$  เท่ากับ 36 คิดเป็น 0.4 เท่าเมื่อเทียบกับอิเล็กโทรไลต์แบบเหลว และมีค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนสีในช่วงความยาวคลื่น  $800\text{-}1100\ \text{nm}$  เท่ากับ 103 คิดเป็น 1.8 เท่าเมื่อเทียบกับอิเล็กโทรไลต์แบบเหลว

#### ข้อเสนอแนะ

ควรปรับปรุงความพรุนของอิเล็กโทรไลต์แข็งที่เตรียมจากไฟโบรอินที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค Casting เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการเคลื่อนที่ของไอออน

## บรรณานุกรม

- Agency, I. E. (2021). World electricity final consumption by sector, 1974-2019. Retrieved from <https://www.iea.org/data-and-statistics/charts/world-electricity-final-consumption-by-sector-1974-2019>
- Ahmad, N., & Isa, M. (2016). Characterization of un-plasticized and propylene carbonate plasticized carboxymethyl cellulose doped ammonium chloride solid biopolymer electrolytes. *Carbohydrate polymers*, 137, 426-432.
- Asakura, T., Okushita, K., & Williamson, M. P. (2015). Analysis of the structure of Bombyx mori silk fibroin by NMR. *Macromolecules*, 48(8), 2345-2357.
- Baharun, N., Mingsukang, M., Buraidah, M., Woo, H., & Arof, A. (2018). *Electrical properties of plasticized sodium-carboxymethylcellulose (NaCMC) based polysulfide solid polymer electrolyte*. Paper presented at the 2018 20<sup>th</sup> International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON).
- Chen, K., Chou, W., Liu, L., Cui, Y., Xue, P., & Jia, M. (2019). Electrochemical sensors fabricated by electrospinning technology: An overview. *Sensors*, 19(17), 3676.
- Das, S., & Ghosh, A. (2015). Ionic conductivity and dielectric permittivity of PEO-LiClO<sub>4</sub> solid polymer electrolyte plasticized with propylene carbonate. *AIP Advances*, 5(2), 027125.
- Fernandes, T.C., Rodrigues, H.M., Paz, F.A., Sousa, J.F., Valente, A.J., Silva, M.M., de Zea Bermudez, V. and Pereira, R.F., (2020). Highly conducting bombyx mori silk fibroin-based electrolytes incorporating glycerol, dimethyl sulfoxide and [Bmim] PF<sub>6</sub>. *Journal of The Electrochemical Society*, 167(7), 070551.
- Fu, J., Li, Z., Zhou, X., & Guo, X. (2022). Ion transport in composite polymer electrolytes. *Materials Advances*, 3(9), 3809-3819.
- Gupta, S., & Varshney, P. K. (2019). Effect of plasticizer on the conductivity of carboxymethyl cellulose-based solid polymer electrolyte. *Polymer Bulletin*, 76(12), 6169-6178.
- Ito, B. I., Freitas, J. N. d., Paoli, M.-A. D., & Nogueira, A. F. (2008). Application of a composite polymer electrolyte based on montmorillonite in dye-sensitized solar cells. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 19, 688-696.

- Jia, X., Baird, E. C., Blochwitz-Nimoth, J., Reineke, S., Vandewal, K., & Spoltore, D. (2021). Selectively absorbing small-molecule solar cells for self-powered electrochromic windows. *Nano Energy*, *89*, 106404.
- Johari, N., Moroni, L., & Samadikuchaksaraei, A. (2020). Tuning the conformation and mechanical properties of silk fibroin hydrogels. *European Polymer Journal*, *134*, 109842.
- Junsukhon, A., & Ngaotranwivat, P. (2019). Effect of CuS: WO<sub>3</sub> ratio on the Photochromic properties of CuS-WO<sub>3</sub> film. *Materials Today: Proceedings*, *17*, 1780-1786.
- Kaewpirom, S., & Boonsang, S. (2020). Influence of alcohol treatments on properties of silk-fibroin-based films for highly optically transparent coating applications. *RSC advances*, *10*(27), 15913-15923.
- Kamalha, E., Zheng, Y. S., Zeng, Y. C., & Fredrick, M. N. (2013). *FTIR and WAXD study of regenerated silk fibroin*. Paper presented at the Advanced Materials Research.
- Ke, Y., Zhou, C., Zhou, Y., Wang, S., Chan, S. H., & Long, Y. (2018). Emerging thermal-responsive materials and integrated techniques targeting the energy-efficient smart window application. *Advanced functional materials*, *28*(22), 1800113.
- Koh, L.D., Cheng, Y., Teng, C.P., Khin, Y.W., Loh, X.J., Tee, S.Y., Low, M., Ye, E., Yu, H.D., Zhang, Y.W. and Han, M.Y. (2015). Structures, mechanical properties and applications of silk fibroin materials. *Progress in Polymer Science*, *46*, 86-110.
- Kumar, A., Otley, M. T., Alamar, F. A., Zhu, Y., Arden, B. G., & Sotzing, G. A. (2014). Solid-state electrochromic devices: relationship of contrast as a function of device preparation parameters. *Journal of Materials Chemistry C*, *2*(14), 2510-2516.
- Kuo, C.-W., Li, W.-B., Chen, P.-R., Liao, J.-W., Tseng, C.-G., & Wu, T.-Y. (2013). Effect of plasticizer and lithium salt concentration in PMMA-based composite polymer electrolytes. *International Journal of Electrochemical Science*, *8*(4), 5007-5021.
- Lu, Q., Hu, X., Wang, X., Kluge, J. A., Lu, S., Cebe, P., & Kaplan, D. L. (2010). Water-insoluble silk films with silk I structure. *Acta biomaterialia*, *6*(4), 1380-1387.
- Ma, X., Yu, J., He, K., & Wang, N. (2007). The effects of different plasticizers on the properties of thermoplastic starch as solid polymer electrolytes. *Macromolecular Materials and Engineering*, *292*(4), 503-510.
- Mortimer, R. J. (2011). Electrochromic materials. *Annual review of materials research*, *41*, 241-268.

- Nguyen, T.P., Nguyen, Q.V., Nguyen, V.H., Le, T.H., Huynh, V.Q.N., Vo, D.V.N., Trinh, Q.T., Kim, S.Y. and Le, Q.V. (2019). Silk fibroin-based biomaterials for biomedical applications: a review. *Polymers*, 11(12), 1933.
- Nundy, S., Mesloub, A., Alsolami, B. M., & Ghosh, A. (2021). Electrically actuated visible and near-infrared regulating switchable smart window for energy positive building: A review. *Journal of Cleaner Production*, 301, 126854.
- Patel, K., Bhatt, G., Ray, J., Suryavanshi, P., & Panchal, C. (2017). All-inorganic solid-state electrochromic devices: a review. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 21(2), 337-347.
- Pereira, R.F., Brito-Pereira, R., Goncalves, R., Silva, M.P., Costa, C.M., Silva, M.M., de Zea Bermudez, V. and Lanceros-Méndez, S. (2018). Silk fibroin separators: a step toward lithium-ion batteries with enhanced sustainability. *ACS applied materials & interfaces*, 10(6), 5385-5394.
- Pereira, R. F., Sentanin, F., Pawlicka, A., Gonçalves, M. C., Silva, M. M., & de Zea Bermudez, V. (2016). Smart windows prepared from Bombyx mori silk. *ChemElectroChem*, 3(7), 1084-1097.
- Pradhan, D. K., Choudhary, R., & Samantaray, B. (2008). Studies of dielectric relaxation and AC conductivity behavior of plasticized polymer nanocomposite electrolytes. *International Journal of Electrochemical Science*, 3(5), 597-608.
- Qi, Y., Wang, H., Wei, K., Yang, Y., Zheng, R.-Y., Kim, I. S., & Zhang, K.-Q. (2017). A review of structure construction of silk fibroin biomaterials from single structures to multi-level structures. *International journal of molecular sciences*, 18(3), 237.
- Rockwood, D. N., Preda, R. C., Yücel, T., Wang, X., Lovett, M. L., & Kaplan, D. L. (2011). Materials fabrication from Bombyx mori silk fibroin. *Nature protocols*, 6(10), 1612-1631.
- Sashina, E., Bochek, A., Novoselov, N., & Kirichenko, D. (2006). Structure and solubility of natural silk fibroin. *Russian journal of applied chemistry*, 79(6), 869-876.
- Sun, W., Gregory, D. A., Tomeh, M. A., & Zhao, X. (2021). Silk fibroin as a functional biomaterial for tissue engineering. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(3), 1499.
- Tällberg, R., Jelle, B. P., Loonen, R., Gao, T., & Hamdy, M. (2019). Comparison of the energy saving potential of adaptive and controllable smart windows: A state-of-the-art review and

- simulation studies of thermochromic, photochromic and electrochromic technologies. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 200, 109828.
- Thakur, V. K., Ding, G., Ma, J., Lee, P. S., & Lu, X. (2012). Hybrid materials and polymer electrolytes for electrochromic device applications. *Advanced materials*, 24(30), 4071-4096.
- Tretinnikov, O. N., & Tamada, Y. (2001). Influence of casting temperature on the near-surface structure and wettability of cast silk fibroin films. *Langmuir*, 17(23), 7406-7413.
- Vadhva, P., Hu, J., Johnson, M. J., Stocker, R., Braglia, M., Brett, D. J., & Rettie, A. J. (2021). Electrochemical impedance spectroscopy for all-solid-state batteries: Theory, methods and future outlook. *ChemElectroChem*, 8(11), 1930-1947.
- Varshney, P. K., & Gupta, S. (2011). Natural polymer-based electrolytes for electrochemical devices: a review. *Ionics*, 17(6), 479-483.
- Volkov, V., Ferreira, A. V., & Cavaco-Paulo, A. (2015). On the Routines of Wild-Type Silk Fibroin Processing Toward Silk-Inspired Materials: A Review. *Macromolecular Materials and Engineering*, 300(12), 1199-1216.
- Wang, H.-Y., & Zhang, Y.-Q. (2013). Effect of regeneration of liquid silk fibroin on its structure and characterization. *Soft Matter*, 9(1), 138-145.
- Wang, W., Liu, Y., Wang, S., Fu, X., Zhao, T., Chen, X., & Shao, Z. (2020). Physically cross-linked silk fibroin-based tough hydrogel electrolyte with exceptional water retention and freezing tolerance. *ACS applied materials & interfaces*, 12(22), 25353-25362.
- Wei, Y., Chen, M., Liu, W., Li, L., & Yan, Y. (2017). Electrochemical investigation of electrochromic devices based on NiO and WO<sub>3</sub> films using different lithium salts electrolytes. *Electrochimica Acta*, 247, 107-115.
- Yazawa, K., Ishida, K., Masunaga, H., Hikima, T., & Numata, K. (2016). Influence of water content on the  $\beta$ -sheet formation, thermal stability, water removal, and mechanical properties of silk materials. *Biomacromolecules*, 17(3), 1057-1066.
- Zhang, Y., Chen, R., Wang, S., Liu, T., Xu, B., Zhang, X., Wang, X., Shen, Y., Lin, Y.H., Li, M. and Fan, L.Z. (2020). Free-standing sulfide/polymer composite solid electrolyte membranes with high conductance for all-solid-state lithium batteries. *Energy Storage Materials*, 25, 145-153.

Zhao, Z., Li, Y., & Xie, M.-B. (2015). Silk fibroin-based nanoparticles for drug delivery.

*International journal of molecular sciences*, 16(3), 4880-4903.

Zhu, B., Wang, H., Leow, W. R., Cai, Y., Loh, X. J., Han, M. Y., & Chen, X. (2016). Silk fibroin

for flexible electronic devices. *Advanced Materials*, 28(22), 4250-4265.





ภาคผนวก



ภาคผนวก ก

ข้อมูลการทดลองหาค่าการนำไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์

ตารางภาคผนวก ก-1 ค่าความต้านทานที่ได้จากการฟิตวงจรไฟฟ้าสมมูลของอิเล็กทรอนิกส์ 75PC

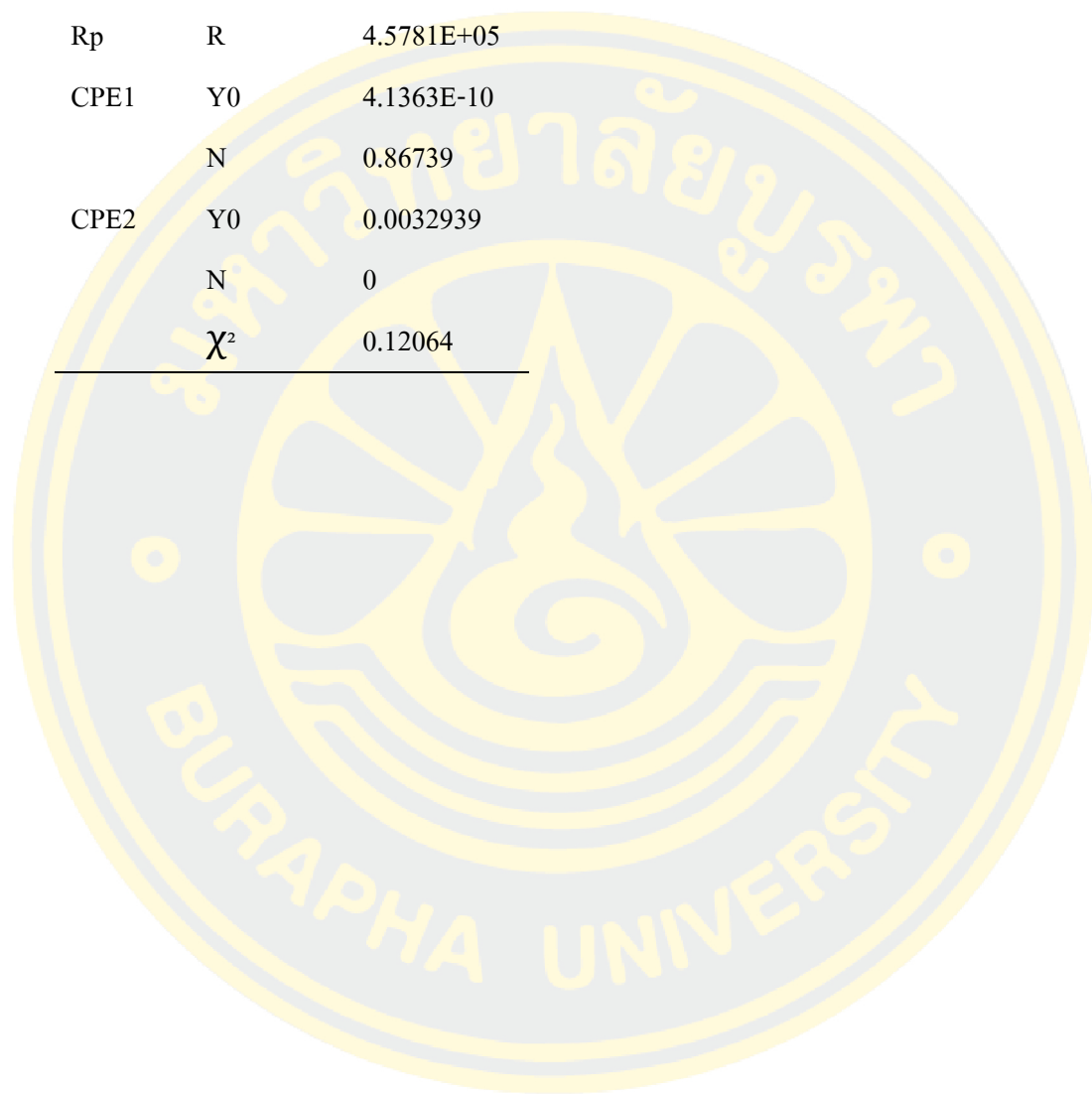
Element	Parameter	Value
Rs	R	0.64111
Rp	R	105.92
CPE1	Y0	1.6538E-06
	N	1.1
CPE2	Y0	2.3089E-06
	N	0.91146
	$\chi^2$	0.0008718

ตารางภาคผนวก ก-2 ค่าความต้านทานที่ได้จากการฟิตวงจรไฟฟ้าสมมูลของอิเล็กทรอนิกส์ 50PC

Element	Parameter	Value
Rs	R	1693
Rp	R	1.7742E+05
CPE1	Y0	1.244E-09
	N	0.82124
CPE2	Y0	9.4437E-07
	N	0.75189
	$\chi^2$	0.06274

ตารางภาคผนวก ก-3 ค่าความต้านทานที่ได้จากการฟิตวงจรไฟฟ้าสมมูลของอิเล็กทรอนิกส์ 25PC

Element	Parameter	Value
Rs	R	2016.2
Rp	R	4.5781E+05
CPE1	Y0	4.1363E-10
	N	0.86739
CPE2	Y0	0.0032939
	N	0
	$\chi^2$	0.12064





**ภาคผนวก ข**

วิธีการคำนวณราคาในการผลิตอิเล็กทรอนิกส์

### การคำนวณราคาอิเล็กทรอนิกส์

#### ราคาวัสดุ อุปกรณ์

1. ไซม	2000	บาท/กิโลกรัม
2. โซเดียมคาร์บอเนต ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )	7265	บาท/กิโลกรัม
3. ลิเทียมโบรไมด์ (LiBr)	4750	บาท/ลิตร
4. ลิเทียมเปอร์คลอเรต ( $\text{LiClO}_4$ )	10450	บาท/100กรัม
5. โพรพิลีนคาร์บอเนต (Propylene carbonate)	6445	บาท/ลิตร
6. Membrane (3,500 Molecular weight cut-off)	20000	บาท/15เมตร
7. DI membrane	15	บาท/ลิตร

หมายเหตุ ราคาสารเคมีอ้างอิงจาก Sigma-aldrich และค่าเงิน ณ วันที่ 29 พฤษภาคม 2566

#### ขั้นตอนการซักไซม คิดเป็นเงิน 622 บาท ได้ไฟโบรอิน 30 g

ไซม	40	g
โซเดียมคาร์บอเนต ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )	0.02	M
ต้มด้วยน้ำ DI ปริมาตร 2 ลิตร	3	ครั้ง
ซักด้วยน้ำ DI ครั้งละ 3 ลิตร	8	ครั้ง

#### ขั้นตอนการละลายไฟโบรอิน คิดเป็นเงิน 481 บาท ได้สารละลายไฟโบรอิน 100 ml

ไฟโบรอิน	10	g
ลิเทียมโบรไมด์ (LiBr)	35	ml
ไดอะไลซิส ด้วยน้ำ DI ครั้งละ 3 ลิตร	7	ครั้ง

#### ขั้นตอนการผสมและขึ้นรูปอิเล็กทรอนิกส์แข็ง คิดเป็นเงิน 6 บาท ได้อิเล็กทรอนิกส์พื้นที่หน้าตัด $12.5 \text{ cm}^2$

ไฟโบรอิน	1.2	ml
ลิเทียมเปอร์คลอเรต ( $\text{LiClO}_4$ )	42	mg
โพรพิลีนคาร์บอเนต	0.2	ml

### สูตรการคำนวณค่าไฟฟ้า

$$\text{จำนวนหน่วยต่อวัน (ยูนิต)} = \frac{\text{กำลังไฟฟ้า (วัตต์)} \times \text{จำนวนเครื่องใช้ไฟฟ้า}}{1000} \times \text{จำนวนชั่วโมงที่ใช้ใน 1 วัน}$$

หมายเหตุ คิดที่อัตราค่าไฟฟ้า 4.4 บาท/ยูนิต

การใช้ Hot plate & stirrer ที่ใช้กำลังไฟฟ้า 550 วัตต์ เป็นเวลา 8 ชั่วโมง คิดเป็นเงิน 29 บาท

รวมค่าใช้จ่ายทั้งหมดเพื่อให้ได้อิเล็กโทรไลต์แข็งพื้นที่หน้าตัด 3125 cm<sup>2</sup>

ค่าไฟ	29 บาท
สารละลายไฟโบรอินปริมาตร 300 ml	2066 บาท
ค่า membrane (3,500 Molecular weight cut-off)	120 บาท
ค่าลิเทียมเปอร์คลอเรต (LiClO <sub>4</sub> ) และ โพรพิลีน	
คาร์บอเนต (Propylene carbonate)	1420 บาท
รวมค่าใช้จ่ายทั้งหมดเป็นเงิน	3635 บาท

จากการคำนวณค่าวัสดุ อุปกรณ์และค่าไฟฟ้าที่ใช้ในการเตรียมอิเล็กโทรไลต์แข็ง พบว่าคิดเป็นเงินทั้งสิ้น 3,635 บาท ได้อิเล็กโทรไลต์แข็งพื้นที่หน้าตัด 3,125 cm<sup>2</sup>

## ประวัติย่อของผู้วิจัย

ชื่อ-สกุล	นายอัครวินท์ พิมานทิสากร
วัน เดือน ปี เกิด	3 พฤษภาคม 2541
สถานที่เกิด	กรุงเทพมหานคร
สถานที่อยู่ปัจจุบัน	2129/107 หมู่ที่ 4 ต.เทพารักษ์ อ.เมืองสมุทรปราการ จ.สมุทรปราการ 10270
ตำแหน่งและประวัติการ ทำงาน	นิสิตปริญญาโท
ประวัติการศึกษา	วิศวกรรมบัณฑิต(วิศวกรรมเคมี)

