สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)
Synchrotron Light Research Institute (Public Organization)
เอกสารความรู้ (knowledge documents)

ประเภทเอกสาร

- ☑ TR: รายงานเชิงเทคนิค (TECHNICAL REPORT)
- ☐ TN: รายงานเชิงเทคนิค (ฉบับย่อ) (TECHNICAL NOTE)
- ☐ MN: คู่มือการดำเนินงาน (Operation Manual) / คู่มือการใช้งาน (Instruction Manual) / แผนปฏิบัติการ (Operation Plan)

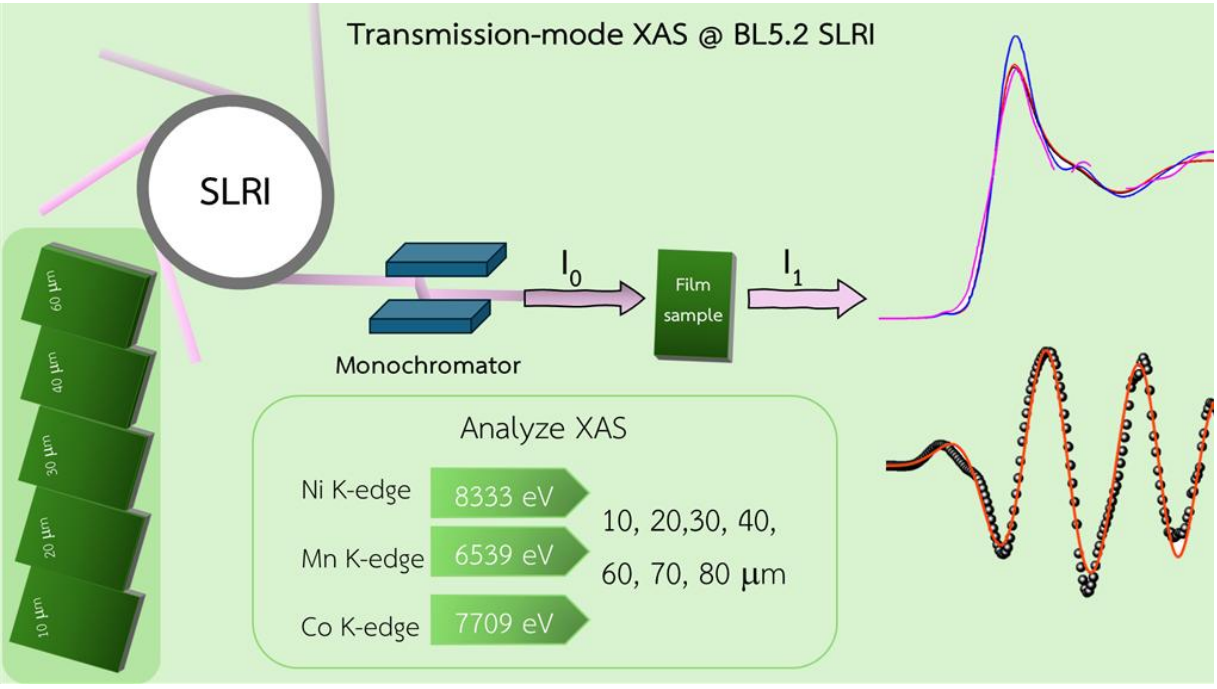
หมายเลขเอกสาร(For QDS) **KM Document No.**	SLRI-TR-2026-098
ชื่อเรื่อง **Title**	การหาความหนาที่เหมาะสมของขั้วไฟฟ้า NMC สำหรับการวิเคราะห์ XAS ในโหมดส่องผ่าน
ชื่อฝ่าย **Department**	ฝ่ายวิจัยและประยุกต์ใช้แสงซินโครตรอน
วันที่เผยแพร่ **Release date**	30 เมษายน 2569
ระดับการเปิดเผยข้อมูล **Level of Disclosure**	☐ ข้อมูลในรายงานเป็นความลับ (Undisclosed)
	☐ เปิดเผยข้อมูลเฉพาะภายในฝ่ายหรือส่วนงาน (Information can be disclosed within department/section)
	☐ เปิดเผยข้อมูลได้สำหรับพนักงานของสถาบันฯ และอนุญาตให้บันทึกข้อมูลเข้าเป็นส่วนหนึ่งของระบบ Knowledge Management ภายในสถาบันฯ (Information can be disclosed for SLRI staffs and can be part of SLRI's Knowledge Management System)
	☑ เปิดเผยข้อมูลได้เพื่อเป็นองค์ความรู้สาธารณะ เช่นเว็บไซต์ของสถาบันฯ (Information is available for public)
คำสำคัญ **Keyword**	โหมดส่งผ่าน XAS, ขั้วไฟฟ้า, ความหนาตัวอย่าง

รายชื่อผู้จัดทำรายงานหรือผู้ดำเนินโครงการ (Name)	**ส่วนร่วมในการปฏิบัติงานในโครงการ Responsible tasks in the project**
ดร.จินตหรา ปัดชาสี	วางแผน ควบคุม ตรวจสอบการผลการทดสอบ และเขียนรายงานผลการทดลอง
ดร.พินิจ กิจขุนทด	วางแผน และตรวจสอบการผลการทดสอบ
ดร.วันวิสา ลิ้มพิรัตน์	วางแผน และตรวจสอบการผลการทดสอบ
นายสมบูรณ์ทรัพย์ รอดพร	เตรียมอุปกรณ์และปฏิบัติการทดลอง
นายภาสุวัฒน์ ไพศาล	เตรียมอุปกรณ์และปฏิบัติการทดลอง

บทคัดย่อ

การวิเคราะห์โครงสร้างเชิงอิเล็กทรอนิกส์และโครงสร้างเฉพาะที่ของวัสดุขั้วไฟฟ้าในแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy; XAS) จำเป็นต้องอาศัยการเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ข้อมูลที่ถูกต้องและเชื่อถือได้ โดยเฉพาะในการวัดในโหมดส่องผ่าน (Transmission mode; TM-mode) ซึ่งความหนาของตัวอย่างมีผลโดยตรงต่อคุณภาพของสเปกตรัมที่ได้ งานนี้มุ่งเน้นการปรับความเหมาะสมของความหนาขั้วไฟฟ้า NMC สำหรับการวัด XAS ในโหมด TM-mode ที่ระบบลำเลียงแสงที่ 5.2 (BL5.2) สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน) โดยศึกษาผลของความหนาที่แตกต่างกันต่อรูปร่างของสเปกตรัม XANES และคุณภาพของสัญญาณ EXAFS

ขั้วไฟฟ้า NMC ถูกเตรียมในหลายระดับความหนาเพื่อให้ครอบคลุมช่วงค่าการดูดกลืนที่เหมาะสมตามกฎ Beer-Lambert ผลการวัดแสดงให้เห็นว่าตัวอย่างที่มีความหนาน้อยเกินไปให้สัญญาณดูดกลืนต่ำและมีอัตราส่วนสัญญาณต่อสัญญาณรบกวนสูง โดยพบว่าช่วงความหนาที่เหมาะสมอยู่ที่ประมาณ 40-60 μm ในขณะที่ตัวอย่างที่มีความหนามากเกินไปก่อให้เกิดการอิ่มตัวของสัญญาณและการบิดเบือนของรูปร่างสเปกตรัมบริเวณขอบการดูดกลืนแสง ความหนาที่เหมาะสมสามารถให้ edge jump ที่ชัดเจน รักษารูปร่างของ XANES ได้อย่างถูกต้อง และให้คุณภาพสัญญาณ EXAFS ที่เพียงพอสำหรับการวิเคราะห์เชิงโครงสร้าง ผลการศึกษานี้เน้นย้ำถึงความสำคัญของการปรับความหนาขั้วไฟฟ้าให้เหมาะสมก่อนการวัด XAS ในโหมด Transmission และแสดงให้เห็นว่าการเตรียมตัวอย่างหลายระดับความหนาเป็นแนวทางที่จำเป็นในการยืนยันความถูกต้องของข้อมูล XAS สำหรับวัสดุขั้วไฟฟ้า NMC งานนี้จึงเป็นแนวทางเชิงเทคนิคสำหรับการออกแบบและเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์ XAS ของวัสดุแบตเตอรี่ที่มีความแม่นยำและเชื่อถือได้



คำสำคัญ: โหมดส่งผ่าน XAS, ขั้วไฟฟ้า, ความหนาตัวอย่าง

1. บทนำ

วัสดุขั้วแคโทดตระกูล NMC ($LiNi_xMn_yCo_zO_2$) เป็นหนึ่งในวัสดุหลักของแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนที่ถูกใช้อย่างแพร่หลายในเชิงพาณิชย์ เนื่องจากให้สมดุลที่เหมาะสมระหว่างความจุ ความเสถียร และสมรรถนะด้านอัตราการคายประจุ การทำความเข้าใจบทบาทของธาตุทรานซิชันเมทัลแต่ละชนิด ได้แก่ นิกเกิล (Ni) แมงกานีส (Mn) และโคบอลต์ (Co) ซึ่งมีส่วนร่วมแตกต่างกันต่อกลไกการเก็บและคายประจุ จึงมีความสำคัญอย่างยิ่งต่อการอธิบายสมรรถนะและพฤติกรรมการเสื่อมสภาพของขั้วไฟฟ้า NMC ในระหว่างการใช้งานจริง โดยเฉพาะการเปลี่ยนแปลงสถานะออกซิเดชันและโครงสร้างเฉพาะที่รอบอะตอมของธาตุเหล่านี้

เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy; XAS) เป็นเทคนิคที่เหมาะสมอย่างยิ่งสำหรับการศึกษาสมบัติดังกล่าว เนื่องจากสามารถให้ข้อมูลเชิงองค์ประกอบและเชิงอะตอมของธาตุเป้าหมายได้โดยตรง การวัดที่ขอบดูดกลืนของ Ni K-edge Mn K-edge และ Co K-edge ช่วยให้สามารถติดตามการเปลี่ยนแปลงสถานะออกซิเดชันผ่านส่วนของ X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) และศึกษาข้อมูลโครงสร้างเฉพาะที่ เช่น ระยะพันธะและจำนวนอะตอมเพื่อนบ้าน ผ่านส่วนของ Extended X-ray Absorption Fine Structure (EXAFS) ได้อย่างเป็นระบบ ดังนั้น XAS จึงเป็นเครื่องมือสำคัญในการเชื่อมโยงสมบัติระดับอะตอมของขั้วไฟฟ้า NMC เข้ากับสมรรถนะทางไฟฟ้าเคมีของแบตเตอรี่

ในการวัด XAS สามารถเลือกโหมดการตรวจวัดได้หลายรูปแบบ โดยโหมดส่องผ่าน (Transmission mode) เป็นโหมดพื้นฐานที่ให้ข้อมูลเชิงปริมาณที่ตรงไปตรงมา เนื่องจากเป็นการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ส่งผ่านตัวอย่างโดยตรง ทำให้สามารถคำนวณสัมประสิทธิ์การดูดกลืนได้ตามกฎ Beer-Lambert และมีความเสี่ยงต่อความเพี้ยนของสเปกตรัมจากปรากฏการณ์ self-absorption น้อยกว่าโหมดฟลูออเรสเซนซ์ อย่างไรก็ตาม TM- mode มีข้อกำหนดที่เข้มงวดด้านการเตรียมตัวอย่าง โดยเฉพาะในกรณีของขั้วไฟฟ้า NMC ที่อยู่ในรูปแบบชั้นเคลือบบนแผ่นอลูมิเนียม (Al foil) ซึ่งองค์ประกอบทั้งหมดในระบบ เช่น วัสดุหลัก ตัวนำไฟฟ้า และสารยึดเกาะ ล้วนมีส่วนร่วมต่อการดูดกลืนรังสีเอกซ์ที่วัดได้

ปัญหาสำคัญที่พบในการวัด XAS TM-mode ของขั้วไฟฟ้า NMC บน Al foil คือ ความหนาของชั้นขั้วไฟฟ้าและผลของการดูดกลืนจากแผ่นอลูมิเนียมรองรับ หากชั้นขั้วไฟฟ้าบางเกินไป ค่าการดูดกลืนที่ขอบ Ni K-edge Mn K-edge และ Co K-edge จะต่ำ ส่งผลให้ edge jump ไม่ชัดเจนและมีอัตราส่วนสัญญาณต่อสัญญาณรบกวนสูง โดยเฉพาะในข้อมูล EXAFS ช่วง k สูง ในทางตรงกันข้าม หากชั้นขั้วไฟฟ้าหนาเกินไป ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ส่งผ่านอาจลดลงมากจนเข้าใกล้ระดับสัญญาณรบกวน ทำให้เกิดการอิ่มตัวของสัญญาณและการบิดเบือนของรูปร่างสเปกตรัมบริเวณ near-edge ซึ่งส่งผลกระทบโดยตรงต่อการตีความสถานะออกซิเดชันจาก XANES และความน่าเชื่อถือของการฟิตพารามิเตอร์โครงสร้างจาก EXAFS นอกจากนี้ ความหนาที่เหมาะสมสำหรับการวัด Ni K-edge อาจไม่เหมาะสมสำหรับ Mn หรือ Co K-edge เนื่องจากค่าการดูดกลืนและพลังงานรังสีที่แตกต่างกันของแต่ละธาตุ

จากข้อจำกัดดังกล่าว การกำหนดความหนาที่เหมาะสมของขั้วไฟฟ้า NMC ที่เคลือบบน Al foil จึงเป็นประเด็นเชิงเทคนิคที่จำเป็นสำหรับการวัด XAS ในโหมดส่องผ่าน โดยเฉพาะในงานที่ต้องการวัดหลาย K-edge ภายในตัวอย่างเดียว การมีแนวทางที่ชัดเจนสำหรับการเลือกหรือปรับความหนาจะช่วยเพิ่มความน่าเชื่อถือของข้อมูล XANES และ EXAFS ลดความคลาดเคลื่อนในการเปรียบเทียบข้อมูลระหว่างธาตุ และเพิ่มประสิทธิภาพในการใช้เวลา beamtime ดังนั้น งานนี้จึงมุ่งเน้นการหาความหนาที่เหมาะสมของขั้วไฟฟ้า NMC ที่เคลือบบน Al foil สำหรับการวิเคราะห์ XAS ในโหมดส่องผ่าน โดยทำการวัดที่ขอบดูดกลืน Ni K-edge Mn K-edge และ Co K-edge และประเมินผลกระทบของความหนาที่แตกต่างกันต่อคุณภาพสเปกตรัมทั้งในส่วน XANES และ EXAFS เพื่อสรุปเป็น

แนวทางเชิงปฏิบัติสำหรับการเตรียมตัวอย่างขั้วไฟฟ้า NMC ที่เหมาะสมต่อการวัด XAS แบบ TM อย่างเป็นระบบและสามารถนำไปใช้งานได้จริง

2. วัตถุประสงค์

2.1 เพื่อศึกษาผลของความหนาขั้วไฟฟ้า NMC532 ($LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$) ต่อคุณภาพสเปกตรัม XAS ในโหมดส่องผ่าน

2.2 เพื่อประเมินช่วงความหนาที่ให้สัญญาณเหมาะสมต่อการวิเคราะห์ XANES (เช่น edge jump และรูปร่าง near-edge)

2.3 เพื่อประเมินช่วงความหนาที่ให้คุณภาพสัญญาณเพียงพอสำหรับการวิเคราะห์ EXAFS (เช่น สัญญาณในช่วง k สูงและความเสถียรในการฟิต)

2.4 เพื่อเสนอแนวทางเชิงเทคนิคในการเตรียมขั้วไฟฟ้า NMC532 หรืออื่นๆ สำหรับการวัด XAS ในโหมดส่องผ่านที่สามารถทำซ้ำและใช้งานได้จริง

3. แนวคิด/ทฤษฎี/หลักการ

การศึกษานี้อาศัยหลักการทางฟิสิกส์ของการดูดกลืนรังสีเอกซ์และแนวคิดการวิเคราะห์ข้อมูล X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) เป็นกรอบในการออกแบบการทดลองและการตีความผล โดยเฉพาะการวัดในโหมดส่องผ่าน (Transmission mode; TM-mode) ซึ่งความหนาของตัวอย่างมีผลโดยตรงต่อค่าการดูดกลืนและคุณภาพของสเปกตรัมที่ได้ งานนี้จึงเลือกใช้หลักการ Beer-Lambert law ร่วมกับแนวคิดการประเมินคุณภาพสัญญาณ XANES และ EXAFS เพื่อกำหนดเกณฑ์ความหนาที่เหมาะสมของขั้วไฟฟ้า NMC ที่เคลือบบน Al foil สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

3.1 แนวความคิดหรือทฤษฎีที่เกี่ยวข้องที่นำมาใช้ในการศึกษา

หลักการพื้นฐานของการวัด XAS ในโหมดส่องผ่านอธิบายได้ด้วยกฎ Beer-Lambert ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบตัวอย่าง (I_0) ความเข้มของรังสีที่ส่งผ่าน (I) และสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของวัสดุ ($\mu(E)$) ตามสมการ

$$\mu(E)t = \ln\left(\frac{I_0}{I}\right)$$

โดยที่ t คือความหนาของตัวอย่าง สมการนี้แสดงให้เห็นว่าค่าการดูดกลืนที่วัดได้ขึ้นกับทั้งองค์ประกอบของวัสดุและความหนาของตัวอย่างโดยตรง ในทางปฏิบัติ การเลือกความหนาที่เหมาะสมจะต้องทำให้ค่าการดูดกลืนบริเวณขอบการดูดกลืน (absorption edge) อยู่ในช่วงที่ระบบตรวจวัดยังคงตอบสนองเชิงเส้น เพื่อให้ได้สเปกตรัมที่สามารถวิเคราะห์เชิงปริมาณได้อย่างถูกต้อง

ในการวิเคราะห์ข้อมูล XAS สเปกตรัมสามารถแบ่งออกเป็นสองส่วนหลัก ได้แก่ X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) และ Extended X-ray Absorption Fine Structure (EXAFS) โดย XANES มีความไวต่อสถานะออกซิเดชันและสภาพแวดล้อมเชิงอิเล็กทรอนิกส์ของอะตอมดูดกลืน ขณะที่ EXAFS ให้ข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างเฉพาะที่ เช่น ระยะพันธะ จำนวนอะตอมเพื่อนบ้าน และความไม่เป็นระเบียบเชิงโครงสร้าง ความหนาของตัวอย่างที่ไม่เหมาะสมสามารถส่งผลต่อทั้งสองส่วนนี้แตกต่างกัน กล่าวคือ ตัวอย่างที่บางเกินไปอาจให้ edge jump ที่ต่ำและสัญญาณรบกวนสูง ทำให้การระบุแนวโน้มการเปลี่ยนแปลง near-edge และการฟิต EXAFS มีความไม่แน่นอน

สูง ในขณะที่ตัวอย่างที่หนาเกินไปอาจทำให้ความเข้มของรังสีที่ส่งผ่านลดลงมากจนเกิดการอิ่มตัวของสัญญาณและการบิดเบือนรูปร่างของสเปกตรัม

สำหรับขั้วไฟฟ้า NMC ที่เคลือบบน Al foil ความหนาที่เหมาะสมต้องพิจารณาร่วมกันทั้งการดูดกลืนของชั้นขั้วไฟฟ้าเองและการดูดกลืนจากแผ่นรองรับอะลูมิเนียม นอกจากนี้ การวัดหลาย K-edge ภายในตัวอย่างเดียว (Ni Mn และ Co K-edge) ยังเพิ่มความซับซ้อน เนื่องจากแต่ละธาตุมีพลังงานรังสีและสัมประสิทธิ์การดูดกลืนที่แตกต่างกัน ทำให้ความหนาที่เหมาะสมสำหรับธาตุหนึ่งอาจไม่เหมาะสมสำหรับอีกธาตุหนึ่ง แนวคิดสำคัญของงานนี้จึงอยู่ที่การประเมิน “ช่วงความหนาที่ยอมรับได้” ซึ่งยังคงให้คุณภาพข้อมูล XANES และ EXAFS ที่ดีสำหรับทุก K-edge ที่ต้องการศึกษา

3.2 ผลการวิจัยหรือผลงานอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยด้านการประยุกต์ใช้ XAS กับวัสดุขั้วไฟฟ้าแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนจำนวนมากได้รายงานถึงความสำคัญของการเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสม โดยเฉพาะความหนาของตัวอย่างสำหรับการวัดในโหมดส่องผ่าน งานก่อนหน้าหลายฉบับชี้ให้เห็นว่าการเลือกความหนาที่ทำให้ค่าการดูดกลืนบริเวณ absorption edge อยู่ในช่วงที่เหมาะสม เป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อความถูกต้องของการวิเคราะห์สถานะออกซิเดชันจาก XANES และความเสถียรของการฟิตพารามิเตอร์โครงสร้างจาก EXAFS

ในกรณีของวัสดุแคโทดตระกูล NMC งานวิจัยส่วนใหญ่ให้ความสำคัญกับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของ Ni K-edge เนื่องจากนิกเกิลมีบทบาทหลักต่อความจุของแบตเตอรี่ อย่างไรก็ตาม งานที่รายงานการวัดหลายช่วงพลังงาน K-edge (Ni, Mn และ Co) ในโหมดส่องผ่านบนขั้วไฟฟ้าที่เคลือบบน Al foil ยังมีจำนวนจำกัด โดยเฉพาะในแง่ของการเปรียบเทียบผลกระทบของความหนาต่อคุณภาพสเปกตรัมของแต่ละธาตุอย่างเป็นระบบ งานบางส่วนรายงานว่าความหนาที่เหมาะสมสำหรับ Ni K-edge อาจทำให้ Mn หรือ Co K-edge มี edge jump ต่ำเกินไป หรือในทางกลับกัน ความหนาที่เหมาะสมสำหรับ Mn และ Co อาจทำให้สัญญาณของ Ni ใกล้เข้าสู่สภาวะอิ่มตัว

นอกจากนี้ รายงานเชิงเทคนิคจากแหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอนหลายแห่งยังระบุว่า การเตรียมตัวอย่างหลายระดับความหนาเป็นแนวทางมาตรฐาน (best practice) สำหรับการตรวจสอบความน่าเชื่อถือของข้อมูล XAS โดยเฉพาะในโหมดส่องผ่าน เพื่อแยกผลกระทบที่เกิดจากสมบัติของตัวอย่างออกจากผลกระทบเชิงเครื่องมือและเงื่อนไขการวัด อย่างไรก็ตาม แนวทางดังกล่าวมักถูกกล่าวถึงในเชิงปฏิบัติ มากกว่าการสรุปเป็นเกณฑ์เชิงเทคนิคที่สามารถนำไปใช้ซ้ำได้โดยตรง

จากการทบทวนผลงานที่เกี่ยวข้องข้างต้น แสดงให้เห็นว่ายังมีช่องว่างในการศึกษาผลของความหนาขั้วไฟฟ้า NMC ที่เคลือบบน Al foil ต่อคุณภาพข้อมูล XAS ในโหมดส่องผ่าน โดยเฉพาะในกรณีของการวัดหลาย K-edge ภายในตัวอย่างเดียว งานนี้จึงมุ่งเติมเต็มช่องว่างดังกล่าว ด้วยการประเมินผลของความหนาที่แตกต่างกันต่อสเปกตรัม XANES และ EXAFS ของ Ni Mn และ Co อย่างเป็นระบบ เพื่อเสนอแนวทางเชิงเทคนิคที่สามารถนำไปใช้จริงในการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวัด XAS ในโหมดส่องผ่าน

4. วิธีการดำเนินงาน

การศึกษานี้ดำเนินงานโดยอาศัยการเตรียมขั้วไฟฟ้า NMC ที่มีความหนาแตกต่างกัน และทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) ในโหมดส่องผ่าน เพื่อประเมินผลของความหนาต่อคุณภาพของ

ข้อมูล XANES และ EXAFS ที่ขอบดูดกลืน K-edge ของ Ni, Mn และ Co ขั้นตอนการดำเนินงานประกอบด้วยการเตรียมตัวอย่าง การวัด XAS และการวิเคราะห์ข้อมูล ดังรายละเอียดต่อไปนี้

4.1 การเตรียมตัวอย่างขั้วไฟฟ้า NMC

ขั้วไฟฟ้า NMC ถูกเตรียมโดยใช้วัสดุหลัก $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ผสมกับสารนำไฟฟ้า (carbon additive) และสารยึดเกาะ (binder) ในอัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับการใช้งานเป็นขั้วแคโทดของแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน ส่วนผสมดังกล่าวถูกกระจายตัวในตัวทำละลายจนได้สารแขวนลอย (slurry) ที่มีความสม่ำเสมอ จากนั้นนำไปเคลือบบนแผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์ (Al foil) ด้วยวิธีการเคลือบที่ควบคุมความหนาได้

เพื่อศึกษาผลของความหนาต่อคุณภาพข้อมูล XAS ขั้วไฟฟ้า NMC ถูกเตรียมในหลายระดับความหนา นั่นคือ 10, 20, 30, 40, 60, 70, 80 μm (ไม่รวมความหนาของ Al foil) โดยควบคุมปริมาณการเคลือบและความหนาหลังการทำให้แห้ง ความหนาของชั้นขั้วไฟฟ้าถูกวัดและบันทึกเพื่อใช้เป็นข้อมูลอ้างอิงในการวิเคราะห์ผล ทั้งนี้ ตัวอย่างถูกตัดให้มีขนาดเหมาะสมกับระบบการวัดแบบส่องผ่าน และตรวจสอบความสม่ำเสมอของชั้นเคลือบก่อนนำไปทำการทดลอง

4.2 การวัด XAS TM-mode

การวัด XAS ดำเนินการใน TM-mode โดยวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ก่อนผ่านตัวอย่าง (I_0) และหลังผ่านตัวอย่าง (I_1) เพื่อคำนวณค่าการดูดกลืนตามกฎ Beer-Lambert การทดลองมุ่งเน้นการวัดที่ขอบดูดกลืน Ni K-edge Mn K-edge และ Co K-edge ซึ่งเป็นธาตุทรานซิชันหลักในวัสดุ NMC

สำหรับแต่ละตัวอย่าง ทำการเก็บสเปกตรัม XAS ครอบคลุมช่วงพลังงานบริเวณก่อนขอบดูดกลืน (pre-edge) บริเวณ near-edge และช่วงพลังงานสูงกว่าขอบดูดกลืนเพื่อให้ได้ข้อมูล EXAFS ที่เพียงพอ การวัดถูกทำซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้งเพื่อประเมินความเสถียรและความสามารถในการทำซ้ำของข้อมูล ทั้งนี้ เงื่อนไขการวัดถูกควบคุมให้คงที่สำหรับทุกความหนา เพื่อให้สามารถเปรียบเทียบผลกระทบของความหนาได้โดยตรง

4.3 การประเมินคุณภาพข้อมูลและการวิเคราะห์ XANES

ข้อมูล XAS ที่ได้ถูกนำมาประมวลผลเบื้องต้นด้วยการปรับเส้นฐาน (background subtraction) และการทำ normalization เพื่อเปรียบเทียบสเปกตรัมระหว่างตัวอย่างที่มีความหนาแตกต่างกัน การวิเคราะห์ XANES มุ่งเน้นการพิจารณารูปร่างของสเปกตรัม near-edge ตำแหน่งของขอบดูดกลืน (edge position) และความชัดเจนของ edge jump ซึ่งใช้เป็นตัวชี้วัดคุณภาพข้อมูลและความเหมาะสมของความหนาสำหรับการติดตามการเปลี่ยนแปลงสถานะออกซิเดชันของ Ni Mn และ Co การเปรียบเทียบข้อมูล XANES ระหว่างตัวอย่างที่มีความหนาต่างกันช่วยให้สามารถประเมินได้ว่าความหนาใดให้สเปกตรัมที่มีความเสถียรและมีการบิดเบือนน้อยที่สุด ซึ่งเป็นเงื่อนไขสำคัญสำหรับการตีความเชิงอิเล็กทรอนิกส์อย่างถูกต้อง

4.4 การวิเคราะห์ข้อมูล EXAFS

ข้อมูล EXAFS ถูกแปลงข้อมูลจากฟังก์ชั่นพลังงานไปยังฟังก์ชั่นเวกเตอร์คลื่น (k-space) และทำการคูณด้วยค่าน้ำหนักที่เหมาะสม (k-weighting) เพื่อเน้นสัญญาณในช่วงพลังงานสูง จากนั้นทำการแปลงฟูเรียร์ (Fourier transform) เพื่อได้ข้อมูลในฟังก์ชั่นระยะทาง (R-space) คุณภาพของข้อมูล EXAFS ถูกประเมินจากความชัดเจนของ oscillation ในช่วง k สูง ความต่อเนื่องของสัญญาณ และความเสถียรของผลการฟิตพารามิเตอร์เชิงโครงสร้าง เช่น ระยะพันธะและจำนวนอะตอมรอบข้าง การเปรียบเทียบผล EXAFS จากตัวอย่างที่มีความหนาต่างกันถูกใช้เป็นเกณฑ์ในการพิจารณาความหนาที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เชิงโครงสร้างของขั้วไฟฟ้า NMC ในโหมดส่องผ่าน

4.5 ความหนาที่เหมาะสม

ผลจากการวิเคราะห์ข้อมูล XANES และ EXAFS ถูกพิจารณาเพื่อสรุปช่วงความหนาของขั้วไฟฟ้า NMC ที่ให้ข้อมูล XAS ในโหมดส่องผ่านที่มีคุณภาพเหมาะสม ทั้งในด้านความถูกต้องเชิงอิเล็กทรอนิกส์และความน่าเชื่อถือของข้อมูลเชิงโครงสร้าง แนวทางที่ได้จากการศึกษานี้ถูกนำเสนอเป็นกรอบเชิงเทคนิคสำหรับการเตรียมตัวอย่างขั้วไฟฟ้า NMC ที่สามารถนำไปใช้ซ้ำได้ในการทดลอง XAS ในอนาคต

5. ผลลัพธ์ และอภิปรายผล

ผลของความหนาขั้วไฟฟ้า NMC ต่อคุณภาพข้อมูล X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) ในโหมดส่องผ่าน โดยพิจารณาทั้งข้อมูลเชิงปริมาณจากค่า edge jump และข้อมูลเชิงคุณภาพจากรูปร่างของสเปกตรัม XANES ที่ขอบดูดกลืนของ Ni Mn และ Co K-edge เพื่อให้สอดคล้องกับวัตถุประสงค์ของงานในการกำหนดช่วงความหนาที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เชิงอิเล็กทรอนิกส์และเชิงโครงสร้างของขั้วไฟฟ้า NMC ที่มีสูตรเคมี $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ จากผลการทดลอง พบว่าความหนาของขั้วไฟฟ้ามีผลอย่างชัดเจนต่อค่าการดูดกลืน รอยต่อบริเวณขอบการดูดกลืน และความเสถียรของรูปร่างสเปกตรัม โดยความหนาที่ต่ำเกินไปทำให้ค่า edge jump ต่ำและสัญญาณมีความไม่แน่นอนสูง ขณะที่ความหนาที่สูงมากช่วยเพิ่มค่า edge jump แต่ในบางกรณีอาจเริ่มส่งผลต่อความเหมาะสมของการวิเคราะห์แบบส่องผ่านเมื่อพิจารณาร่วมระหว่างหลาย K-edge ภายในตัวอย่างเดียว

5.1 ผลของความหนาขั้วไฟฟ้า NMC ต่อคุณภาพสเปกตรัม XAS ในโหมดส่องผ่าน

ผลการคำนวณค่า edge jump ของตัวอย่างที่มีความหนาแตกต่างกันแสดงให้เห็นแนวโน้มที่สอดคล้องกันในทุก K-edge กล่าวคือ เมื่อความหนาของขั้วไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ค่า edge jump มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับกฎ Beer-Lambert ที่ระบุว่าค่าการดูดกลืนของตัวอย่างแปรผันตามความหนา ดังนั้นเมื่อปริมาณสารดูดกลืนในแนวลำแสงเพิ่มขึ้น ความแตกต่างของสัมประสิทธิ์การดูดกลืนก่อนและหลังขอบการดูดกลืนจึงเด่นชัดมากขึ้น

สำหรับ Ni K-edge ค่า edge jump เพิ่มจาก 0.18 ที่ความหนา 10 μm เป็น 0.29, 0.40, 0.73, 1.02 และ 1.04 ที่ความหนา 20, 30, 40, 60, 70 และ 80 μm ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าช่วงความหนาต่ำกว่า 20 μm ยังให้ค่าการดูดกลืนที่ค่อนข้างต่ำ ขณะที่ช่วง 30-40 μm ให้ edge jump ที่ชัดเจนและอยู่ในระดับที่เหมาะสมต่อการวิเคราะห์ XANES ในโหมดส่องผ่าน

สำหรับ Mn K-edge ค่า edge jump เพิ่มจาก 0.16 ที่ 10 μm เป็น 0.25, 0.35, 0.67, 0.86 และ 0.92 ที่ 20, 30, 40, 60 และ 80 μm ตามลำดับ แนวโน้มนี้ใกล้เคียงกับ Ni K-edge แต่ค่ารวมต่ำกว่าเล็กน้อยในทุกช่วงความหนา สะท้อนว่าที่ความหนาเท่ากัน สัญญาณของ Mn จะอ่อนกว่า Ni บ้าง แต่ยังคงตอบสนองต่อการเพิ่มความหนาอย่างเป็นระบบ

สำหรับ Co K-edge ค่า edge jump เพิ่มจาก 0.09 ที่ 10 μm เป็น 0.08, 0.12, 0.22, 0.29 และ 0.30 ที่ 20, 30, 40, 60 และ 80 μm ตามลำดับ แม้แนวโน้มโดยรวมจะเพิ่มขึ้นเมื่อความหนาเพิ่มขึ้น แต่ค่าที่ได้ยังค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับ Ni และ Mn โดยเฉพาะในช่วง 10-40 μm ซึ่งบ่งชี้ว่า Co K-edge เป็นขอบดูดกลืนที่ให้สัญญาณอ่อนที่สุดภายใต้สภาวะการเตรียมตัวอย่างและเงื่อนไขการวัดเดียวกัน อย่างไรก็ตาม พบว่าที่ความหนา 20 μm ค่า edge jump ของ Co K-edge (0.08) มีค่าต่ำกว่าที่ความหนา 10 μm (0.09) ซึ่งไม่เป็นไปตามแนวโน้มการเพิ่มขึ้นตามกฎ Beer-Lambert โดยตรง ความคลาดเคลื่อนดังกล่าวอาจเกิดจากปัจจัยเชิงการทดลอง เช่น ความไม่สม่ำเสมอของความหนาชั้นเคลือบในระดับไมโคร ความคลาดเคลื่อนในการจัดวางตัวอย่างในแนวลำแสง หรือผลกระทบจากกระบวนการ normalization ของข้อมูล อย่างไรก็ตาม เมื่อพิจารณาแนวโน้มโดยรวมของทุกความหนา

พบว่าค่า edge jump ของ Co K-edge ยังคงเพิ่มขึ้นตามความหนาอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้นค่าที่เบี่ยงเบนนี้จึงไม่ส่งผลกระทบต่อข้อสรุปหลักของงานวิจัย

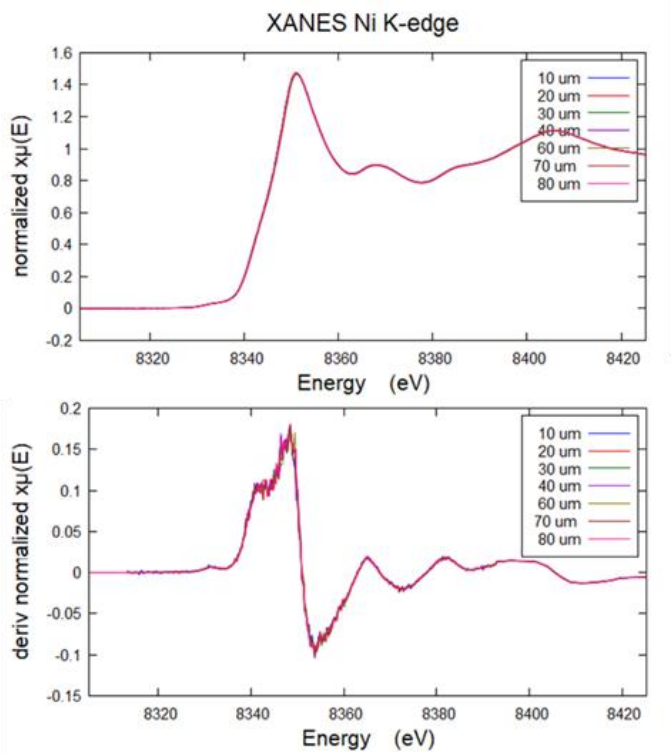
เมื่อพิจารณาร่วมกัน พบว่าลำดับความเข้มของค่า edge jump เป็นไปในทิศทางเดียวกันเกือบทุกความหนา คือ ***Ni K-edge > Mn K-edge > Co K-edge***

แนวโน้มดังกล่าวสามารถอธิบายได้จากองค์ประกอบของวัสดุที่ใช้ คือ $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ซึ่งมีสัดส่วนเชิงสโตอิชิโอเมทรีของ Ni Mn และ Co เท่ากับ 0.5 0.3 และ 0.2 ตามลำดับ โดย Ni มีปริมาณมากที่สุดจึงให้สัญญาณการดูดกลืนเด่นชัดที่สุด ขณะที่ Co มีปริมาณต่ำสุดทำให้ค่า edge jump ต่ำที่สุด ทั้งนี้ ค่า edge jump ไม่ได้ขึ้นกับองค์ประกอบอย่างเดียว แต่ยังขึ้นกับพลังงานของ K-edge การดูดกลืนพื้นหลังจาก Al foil รวมถึงการกระเจิงและการดูดกลืนจากส่วนประกอบอื่นในขั้วไฟฟ้า เช่น carbon additive และ binder ด้วย ผลการทดลองในส่วนนี้ชี้ให้เห็นอย่างชัดเจนว่า ความหนาของตัวอย่างเป็นปัจจัยหลักที่กำหนดความแรงของสัญญาณ XAS และหากต้องการวิเคราะห์หลาย K-edge ภายในตัวอย่างเดียว จำเป็นต้องเลือกช่วงความหนาที่ทำให้ธาตุที่มีสัดส่วนต่ำอย่าง Co ยังให้สัญญาณเพียงพอ ขณะเดียวกันต้องไม่ทำให้ธาตุที่มีสัดส่วนสูงกว่าอย่าง Ni ให้สัญญาณสูงเกินความเหมาะสม

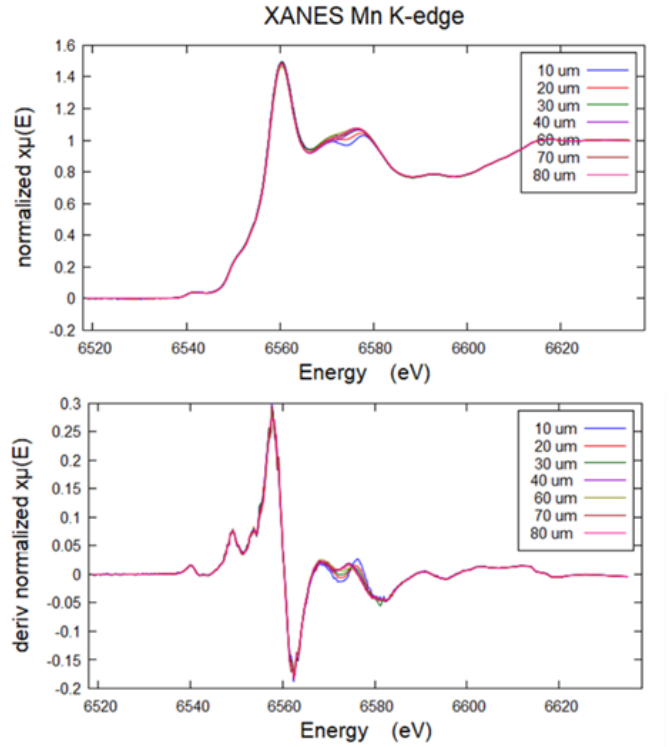
นอกจากนี้ ควรพิจารณาผลของแผ่นรองรับอะลูมิเนียม (Al foil) ซึ่งมีส่วนร่วมต่อการดูดกลืนรังสีเอกซ์ โดยเฉพาะที่ช่วงพลังงานต่ำกว่า เช่น Mn และ Co K-edge ซึ่งมีพลังงานต่ำกว่า Ni K-edge ทำให้สัญญาณของ Mn และ Co ถูกลดทอนมากกว่าในสภาวะเดียวกัน ผลกระทบดังกล่าวส่งผลให้ค่า edge jump ของ Mn และ Co ต่ำกว่า Ni อย่างมีนัยสำคัญ นอกเหนือจากผลของสัดส่วนองค์ประกอบเพียงอย่างเดียว ดังนั้น ในการเลือกความหนาที่เหมาะสมจึงจำเป็นต้องพิจารณาทั้งองค์ประกอบของวัสดุและผลของการดูดกลืนพื้นหลังจาก Al foil ร่วมกัน

ตารางที่ 1 ค่า edge jump ของสเปกตรัม XAS สำหรับ Ni, Mn และ Co K-edge ของขั้วไฟฟ้า NMC ($LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$) ที่ความหนาต่างกัน (10-80 μm) จากการวัดในโหมดส่องผ่าน โดยใช้เป็นตัวชี้วัดคุณภาพสัญญาณการดูดกลืนรังสีเอกซ์

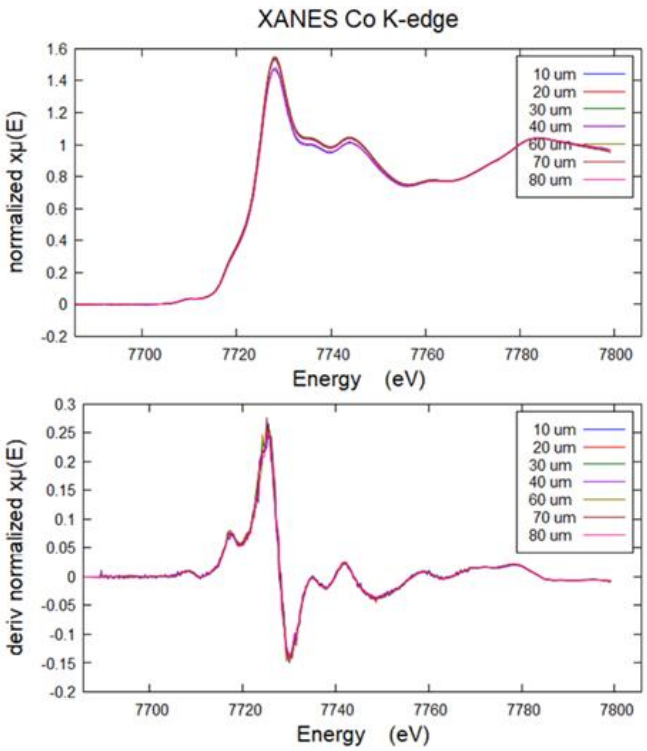
	ค่า edge jump		
Sample	Ni K-edge	Mn K-edge	Co K-edge
10 um	0.18	0.16	0.09
20 um	0.29	0.25	0.08
30 um	0.40	0.35	0.12
40 um	0.73	0.67	0.22
60 um	1.02	0.86	0.29
70 um	1.04	0.92	0.30
80 um	0.96	0.86	0.29



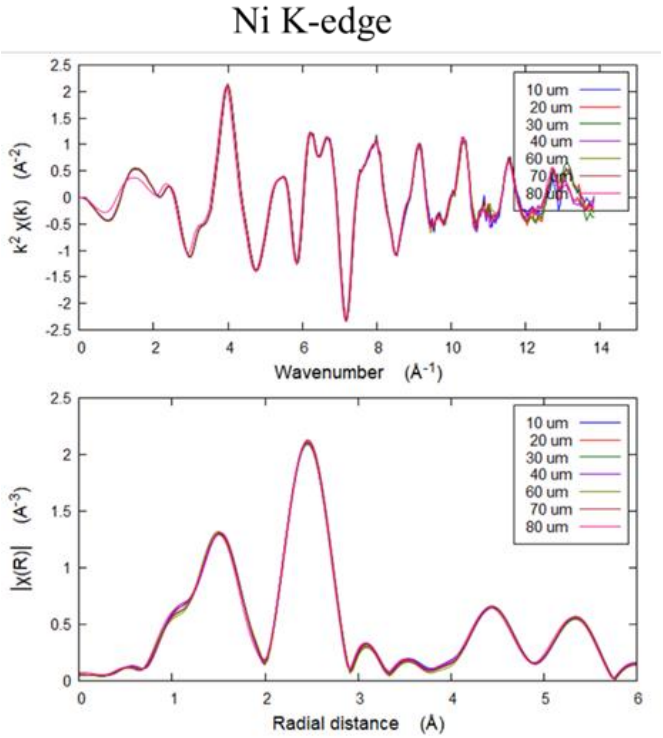
รูปที่ 1 สเปกตรัม XANES ที่ขอบดูดกลืน Ni K-edge ของขั้วไฟฟ้า $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ที่มีความหนาต่างกัน (10-80 μm) จากการวัดในโหมดส่องผ่าน



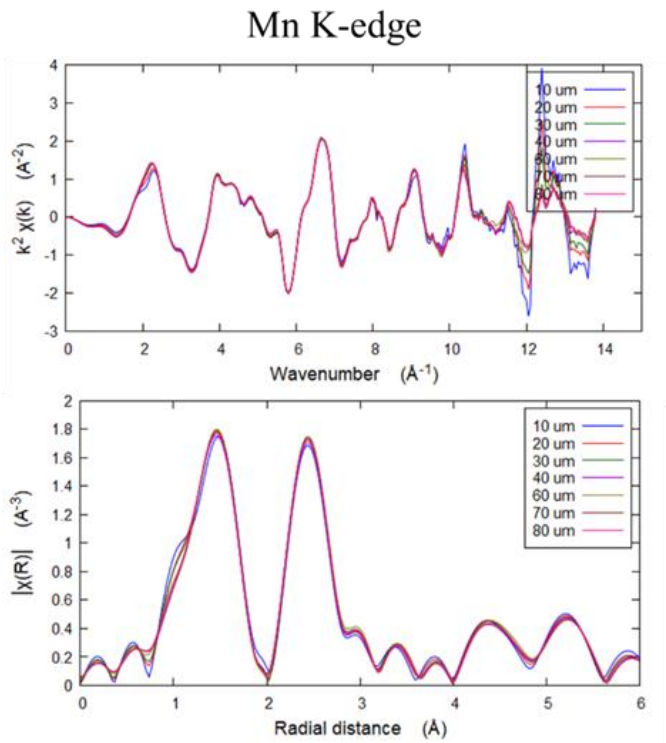
รูปที่ 2 สเปกตรัม XANES ที่ขอบดูดกลืน Mn K-edge ของขั้วไฟฟ้า $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ที่มีความหนาต่างกัน (10-80 μm) จากการวัดในโหมดส่องผ่าน



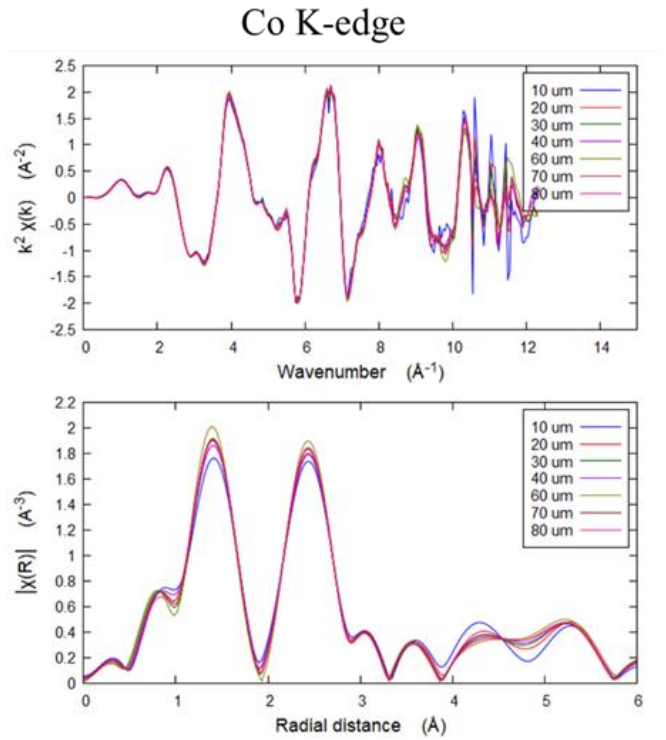
รูปที่ 3 สเปกตรัม XANES ที่ขอบดูดกลืน Co K-edge ของขั้วไฟฟ้า $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ที่มีความหนาต่างกัน (10-80 μm) จากการวัดในโหมดส่องผ่าน



รูปที่ 4 สเปกตรัม EXAFS ที่ขอบดูดกลืน Ni K-edge ของขั้วไฟฟ้า $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ที่มีความหนาต่างกัน (10-80 μm) ในรูปของ $k^2\chi(k)$(ด้านบน) และ I $\chi(R)$ Iหลังการแปลงฟูเรียร์ (ด้านล่าง) จากการวัดในโหมดส่องผ่าน



รูปที่ 5 สเปกตรัม EXAFS ที่ขอบดูดกลืน Mn K-edge ของขั้วไฟฟ้า $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ที่มีความหนาต่างกัน (10-80 μm) ในรูปของ $k^2\chi(k)$(ด้านบน) และ I $\chi(R)$ Iหลังการแปลงฟูเรียร์ (ด้านล่าง) จากการวัดในโหมดส่องผ่าน



รูปที่ 6 สเปกตรัม EXAFS ที่ขอบดูดกลืน Co K-edge ของขั้วไฟฟ้า $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ที่มีความหนาต่างกัน (10-80 μm) ในรูปของ $k^2\chi(k)$(ด้านบน) และ I $\chi(R)$ Iหลังการแปลงฟูเรียร์ (ด้านล่าง) จากการวัดในโหมดส่องผ่าน

5.2 การวิเคราะห์ XANES ที่ Ni K-edge

จากกราฟ XANES ของ Ni K-edge พบว่าสเปกตรัมของตัวอย่างทุกความหนามีแนวโน้มโดยรวมคล้ายกัน ทั้งในตำแหน่งของขอบการดูดกลืน รูปร่างของ white line และลักษณะของ Post-edge แสดงให้เห็นว่าเมื่อทำ normalization แล้ว สภาวะเชิงอิเล็กทรอนิกส์โดยรวมของ Ni ในตัวอย่างแต่ละความหนาไม่ได้แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ อันเป็นผลจากการที่วัสดุพื้นฐานเป็นองค์ประกอบเดียวกันและถูกเตรียมภายใต้เงื่อนไขเดียวกัน อย่างไรก็ตาม แม้รูปร่างรวมของสเปกตรัมจะใกล้เคียงกัน แต่เมื่อพิจารณาร่วมกับค่า edge jump พบว่าความหนาที่น้อยมาก เช่น 10 และ 20 μm ให้สัญญาณที่ยังไม่เด่นชัดพอสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณอย่างมั่นใจ โดยเฉพาะเมื่อจะใช้เปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยของ edge position หรือความเข้มของ white line ระหว่างตัวอย่างต่างสภาวะ เช่น charged/discharged state ในงานประยุกต์ด้านแบตเตอรี่จริง ค่า edge jump ของ 10 และ 20 μm ซึ่งอยู่ที่ 0.18 และ 0.29 ตามลำดับ จัดว่ายังน้อย ทำให้การแยกความแตกต่างเชิงละเอียดอาจมีความไม่แน่นอน เมื่อเพิ่มความหนาเป็น 30 μm ค่า edge jump เพิ่มเป็น 0.40 และเริ่มให้สัญญาณที่ชัดขึ้น แต่ยังไม่เด่นพอเมื่อเทียบกับช่วง 40 และ 80 μm ซึ่งให้ค่า 0.73 และ 1.02 ตามลำดับ โดยในช่วงดังกล่าวสเปกตรัมมีความเสถียร รูปร่าง near-edge คมชัด และเหมาะต่อการวิเคราะห์เชิงเปรียบเทียบมากกว่า สำหรับความหนา 70 μm ค่า edge jump ของ Ni K-edge อยู่ที่ 1.04 ซึ่งใกล้เคียงกับตัวอย่าง 60 μm มาก แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มความหนาจาก 60 เป็น 70 μm ไม่ได้ช่วยเพิ่มคุณภาพสัญญาณของ Ni อย่างเด่นชัดอีกต่อไป กล่าวคือสัญญาณเริ่มเข้าสู่ช่วงที่ผลตอบแทนจากการเพิ่มความหนาน้อยลง เมื่อพิจารณาเชิงปฏิบัติ ช่วง 60-70 μm จึงไม่ได้ให้ข้อได้เปรียบชัดเจนเหนือช่วง 40-60 μm ดังนั้น สำหรับการวิเคราะห์ Ni K-edge ในโหมดส่องผ่าน ความหนาที่เหมาะสมควรอยู่ในช่วงที่ให้ค่า edge jump ประมาณ 0.7-1.0 ซึ่งจากผลการทดลองนี้ตรงกับความหนาประมาณ 40-60 μm โดยเป็นช่วงที่ให้สมดุลระหว่างความชัดเจนของสัญญาณและความเสถียรของรูปร่าง XANES ได้ดีที่สุด

5.3 การวิเคราะห์ XANES ที่ Mn K-edge

ผลการวิเคราะห์ XANES ของ Mn K-edge แสดงแนวโน้มคล้ายกับ Ni K-edge กล่าวคือ ตำแหน่งขอบการดูดกลืนและรูปร่างของสเปกตรัมโดยรวมมีความใกล้เคียงกันในทุกความหนา แสดงให้เห็นว่าสถานะเคมีของ Mn ในตัวอย่างแต่ละหนามีความสม่ำเสมอ อย่างไรก็ตาม ความแตกต่างของความหนาส่งผลต่อความเด่นชัดของสัญญาณอย่างชัดเจน ในช่วงความหนาน้อยๆ 10-20 μm ค่า edge jump ของ Mn มีค่าเพียง 0.16 และ 0.25 ตามลำดับ ซึ่งค่อนข้างน้อยหรับการนำไปใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณ โดยเฉพาะหากต้องการเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยของสเปกตรัม near-edge หรือใช้เป็นข้อมูลตั้งต้นในการประเมินพฤติกรรมของ Mn ระหว่างการทำงานของแบตเตอรี่ แม้สเปกตรัมจะยังแสดงแนวโน้มพื้นฐานได้ แต่ระดับสัญญาณดังกล่าวยังไม่เหมาะสมต่อการสรุปผลที่ต้องการความแม่นยำสูง เมื่อเพิ่มความหนาเป็น 30 μm ค่า edge jump เพิ่มเป็น 0.35 ซึ่งถือว่าดีขึ้น แต่ยังไม่ชัดเจนเท่าช่วง 40-60 μm โดยที่ความหนา 40 μm ให้ค่า edge jump เท่ากับ 0.67 และเพิ่มเป็น 0.86 และ 0.92 ที่ 60 และ 70 μm ตามลำดับ ช่วงนี้จึงเป็นช่วงที่ข้อมูล Mn K-edge มีความน่าเชื่อถือมากขึ้นอย่างชัดเจน นอกจากนี้ จากกราฟ XANES ของ Mn K-edge พบว่าช่วงใกล้ white line และ shoulder หลัง edge มีการซ้อนทับของสเปกตรัมค่อนข้างดีในตัวอย่างที่มีความหนามากกว่า 40 μm ซึ่งบ่งชี้ว่าการเพิ่มความหนาช่วยให้ข้อมูลเสถียรขึ้นโดยไม่ก่อให้เกิดความเพี้ยนเด่นชัดในช่วง near-edge ดังนั้น หากพิจารณาเฉพาะ Mn K-edge ความหนาที่เหมาะสมสามารถขยายไปได้ถึง 70 μm อย่างไรก็ตาม เมื่อพิจารณาร่วมกับ Ni และ Co K-edge จำเป็นต้องใช้เกณฑ์ที่สมดุลมากกว่า สรุปได้ว่า สำหรับ Mn K-edge ความหนาที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ XANES อยู่ในช่วง 40-60 μm

และอาจยอมรับได้ถึง 70 μm หากเน้น Mn เป็นหลัก แต่สำหรับการวัดร่วมหลายธาตุ ช่วง 40-60 μm ยังคงเหมาะสมที่สุด

5.4 การวิเคราะห์ XANES ที่ Co K-edge

ผลการวิเคราะห์ Co K-edge เป็นส่วนสำคัญที่สุดของงานนี้ในเชิงการเลือกความหนา เนื่องจาก Co เป็นธาตุที่มีสัดส่วนน้อยที่สุดในสูตร $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ และจากข้อมูลจริงพบว่า Co K-edge ให้ค่า edge jump น้อยที่สุดในทุกช่วงความหนา ดังนั้น Co จึงเป็นตัวกำหนดข้อจำกัดเชิงปฏิบัติของการเลือกความหนาตัวอย่างจากกราฟ XANES ของ Co K-edge พบว่ารูปร่างสเปกตรัมมีความแตกต่างกันระหว่างความหนาต่าง ๆ มากกว่าที่สังเกตใน Ni และ Mn โดยเฉพาะบริเวณ white line และช่วงหลัง edge ที่มีการแยกของเส้นสเปกตรัมเด่นชัดกว่า สะท้อนว่าคุณภาพสัญญาณของ Co มีความไวต่อความหนามากกว่า และการเลือกความหนาที่ไม่เหมาะสมอาจทำให้การตีความข้อมูล Co มีความไม่แน่นอนสูง ในตัวอย่างที่มีความหนา 10 และ 20 μm ค่า edge jump อยู่ที่ 0.09 และ 0.08 ซึ่งต่ำมากและแทบไม่เหมาะกับการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ส่วนที่ 30 μm ค่า edge jump เพิ่มเป็น 0.12 แต่ยังต่ำเกินไปเมื่อเทียบกับระดับที่ต้องการสำหรับการติดตามการเปลี่ยนแปลงรายละเอียดของ XANES สำหรับตัวอย่าง 40 60 และ 70 μm ค่า edge jump เพิ่มเป็น 0.22, 0.29 และ 0.30 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มความหนาช่วยเพิ่มคุณภาพสัญญาณของ Co อย่างชัดเจน แต่แม้ที่ 70 μm ค่า edge jump ก็ยังไม่สูงมากนักเมื่อเทียบกับ Ni และ Mn ผลดังกล่าวชี้ให้เห็นว่า หากต้องการวัด Co K-edge ในตัวอย่าง NMC แบบเคลือบบน Al foil ด้วยโหมดส่องผ่าน การเลือกความหนาต้องโน้มไปทางช่วงที่หนากว่าเพื่อชดเชยสัญญาณที่อ่อนกว่า อย่างไรก็ตาม หากเพิ่มความหนามากเกินไปอาจเริ่มไม่เหมาะสมต่อ Ni K-edge ซึ่งให้สัญญาณแรงกว่าอยู่แล้ว ดังนั้น Co K-edge จึงเป็นธาตุที่ทำให้ต้องหาค่าประนีประนอมของความหนาในการวัดหลาย K-edge ภายในตัวอย่างเดียว

5.5 อภิปรายผลผ่านสูตรเคมี $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$

การนำสูตรเคมีของวัสดุเข้ามาพิจารณาช่วยให้สามารถอธิบายผลการทดลองได้ชัดเจนยิ่งขึ้น วัสดุที่ใช้ในงานนี้คือ $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ซึ่งประกอบด้วย Ni Mn และ Co ในสัดส่วน 0.5 0.3 และ 0.2 ตามลำดับ ภายใต้ความหนาตัวอย่างเดียวกัน จำนวนอะตอมดูดกลืนของ Ni ที่อยู่ในแนวลำแสงจึงมีมากที่สุด รองลงมาคือ Mn และ Co แนวโน้มนี้สะท้อนออกมาโดยตรงในค่าที่วัดได้ กล่าวคือ Ni K-edge ให้ค่า edge jump สูงที่สุดในทุกช่วงความหนา ขณะที่ Mn อยู่ในระดับปานกลาง และ Co น้อยที่สุด การที่ Co มีค่า edge jump น้อยกว่าธาตุอื่นอย่างชัดเจนไม่ได้หมายความว่าคุณภาพการเตรียมตัวอย่างของ Co ต่ำกว่า แต่เป็นผลที่สอดคล้องกับองค์ประกอบเชิงสโตอิชิโอเมทรีของวัสดุร่วมกับความแตกต่างของพลังงาน K-edge และปัจจัยการดูดกลืนพื้นหลังจากตัวอย่างจริงที่เคลือบบน Al foil ประเด็นนี้มีความสำคัญมากต่อการออกแบบการทดลอง TM-XAS สำหรับวัสดุหลายธาตุ เพราะแสดงให้เห็นว่า “ความหนาที่ดีที่สุด” ไม่ได้ถูกกำหนดจากธาตุที่ให้สัญญาณดีอยู่แล้ว เช่น Ni แต่ต้องอาศัยการพิจารณาจากธาตุที่ให้สัญญาณต่ำกว่า เช่น Co ด้วย หากออกแบบความหนาโดยอิงจาก Ni เพียงอย่างเดียว อาจเลือกตัวอย่างที่บางเกินไปสำหรับ Co และทำให้ไม่สามารถใช้ข้อมูล Co K-edge ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ดังนั้น ผลของงานนี้จึงไม่เพียงแต่บอกว่าความหนามีผลต่อ edge jump เท่านั้น แต่ยังชี้ให้เห็นว่าการเลือกความหนาสำหรับวัสดุ NMC จำเป็นต้องพิจารณาองค์ประกอบของวัสดุอย่างชัดเจน โดยเฉพาะเมื่อมีความต้องการวัดหลาย K-edge ในตัวอย่างเดียวกัน

อย่างไรก็ตาม ยังสามารถกล่าวได้ว่า Co K-edge เพียงธาตุเดียว ช่วงความหนาที่สูงกว่า 60 μm จะให้ผลดีกว่าในเชิงความชัดเจนของสัญญาณ แต่เมื่อพิจารณาร่วมกับข้อจำกัดจาก Ni และ Mn ความหนา 60 μm จึงเป็นจุดที่เหมาะสมเชิงปฏิบัติที่สุด และ 40 μm ยังพอใช้งานได้ในกรณีที่ต้องการสมดุลกับ K-edge อื่น นอกจากการพิจารณาเชิงคุณภาพแล้ว ยังสามารถประเมินคุณภาพของข้อมูล EXAFS ในเชิงปริมาณได้จากช่วงค่า k ที่สามารถใช้งานได้

(usable k-range) โดยพบว่าตัวอย่างที่มีความหนาน้อยกว่า 30 μm ให้สัญญาณที่มีสัญญาณรบกวนสูงในช่วง k มากกว่า 10 $Å^{-1}$ ทำให้ไม่สามารถใช้ข้อมูลในช่วง k สูงสำหรับการฟิตพารามิเตอร์เชิงโครงสร้างได้อย่างน่าเชื่อถือ ในทางตรงกันข้าม ตัวอย่างที่มีความหนาในช่วง 40-60 μm แสดงสัญญาณ oscillation ที่มีความต่อเนื่องและเสถียรจนถึงช่วง k ประมาณ 12-14 $Å^{-1}$ ซึ่งเพียงพอสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างเฉพาะที่ เช่น การหาค่าระยะพันธะ (bond distance) และจำนวนอะตอมเพื่อนบ้าน (coordination number) เมื่อพิจารณาใน R-space จากผลการแปลงฟูเรียร์ พบว่าพีคหลักที่สัมพันธ์กับพันธะโลหะ-ออกซิเจน (M-O) และโลหะ-โลหะ (M-M) มีความคมชัดและแยกได้ชัดเจนมากขึ้นในช่วงความหนาดังกล่าว แสดงให้เห็นว่าความหนาในช่วง 40-60 μm ให้คุณภาพข้อมูล EXAFS ที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เชิงโครงสร้าง

5.6 การกำหนดช่วงความหนาที่เหมาะสมสำหรับการวัดหลาย K-edge

เมื่อพิจารณาผลการทดลองร่วมกันของทั้ง 3 K-edge (Ni, Mn และ Co) พบว่าความหนาของขั้วไฟฟ้าในแต่ละช่วงให้ข้อดีและข้อจำกัดที่แตกต่างกันอย่างชัดเจน ดังนี้

1. ความหนา 10-20 μm ค่า edge jump ของทุกธาตุยังอยู่ในระดับต่ำ โดยเฉพาะ Co K-edge ซึ่งมีมีค่าต่ำอย่างมีนัยสำคัญ จึงไม่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณ แม้จะสามารถใช้พิจารณาแนวโน้มของสเปกตรัมโดยรวมได้ แต่ยังไม่เพียงพอสำหรับงานที่ต้องการความแม่นยำสูง

2. ความหนา 30 μm สัญญาณของ Ni และ Mn ดีขึ้นเมื่อเทียบกับช่วงก่อนหน้า อย่างไรก็ตาม Co K-edge ยังคงให้ค่า edge jump น้อย ทำให้ยังไม่เหมาะสำหรับการวิเคราะห์หลาย K-edge พร้อมกัน ความหนาช่วงนี้จึงถือเป็นจุดเริ่มต้นที่อาจใช้งานได้สำหรับบางธาตุ แต่ยังไม่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์แบบครบองค์ประกอบ

3. ความหนา 40 μm ค่า edge jump ของ Ni และ Mn เพิ่มขึ้นเข้าสู่ช่วงที่เหมาะสม ขณะที่ Co เริ่มให้สัญญาณในระดับที่สามารถนำมาวิเคราะห์ได้ ความหนานี้จึงถือเป็นค่าน้อยสุดที่เริ่มเหมาะสมสำหรับการวัดหลาย K-edge ร่วมกัน

4. ความหนา 60 μm ค่า edge jump ของ Ni และ Mn อยู่ในระดับดีมาก และ Co K-edge ให้สัญญาณสูงขึ้นอย่างชัดเจนเมื่อเทียบกับ 40 μm โดยไม่พบความเพี้ยนของรูปร่าง XANES อย่างมีนัยสำคัญ ความหนาช่วงนี้จึงให้สมดุลที่ดีที่สุดระหว่างทั้งสามธาตุ

5. ความหนา 70 μm แม้ Co K-edge จะให้ค่า edge jump สูงสุด แต่ค่า edge jump ของ Ni และ Mn ไม่ได้เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญจาก 60 μm อีกทั้งการเพิ่มความหนาอาจเพิ่มความเสี่ยงต่อการลดทอนคุณภาพสัญญาณในโหมดส่องผ่าน ดังนั้นจึงไม่ให้ประโยชน์เพิ่มเติมอย่างชัดเจนในเชิงปฏิบัติ

จากผลการวิเคราะห์ทั้งหมด สามารถสรุปได้ว่า ช่วงความหนาที่เหมาะสมสำหรับการวัด TM-XAS ของขั้วไฟฟ้า $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ อยู่ที่ประมาณ 40-60 μm โดยความหนาใกล้ 60 μm ให้สมดุลของสัญญาณที่ดีที่สุดสำหรับการวัด Ni, Mn และ Co K-edge พร้อมกัน ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าความหนาของขั้วไฟฟ้าเป็นพารามิเตอร์สำคัญที่มีผลโดยตรงต่อความน่าเชื่อถือของข้อมูล XAS ในโหมดส่องผ่าน และไม่ใช่เพียงตัวแปรทางกายภาพของชั้นเคลือบเท่านั้น ในเชิงปฏิบัติ แนวคิดเรื่อง “ค่าความหนาที่สมดุลสำหรับทุก K-edge” เป็นปัจจัยสำคัญโดยเฉพาะในกรณีของวัสดุหลายองค์ประกอบที่มีธาตุส่วนน้อย เช่น Co ซึ่งมักเป็นตัวจำกัดคุณภาพของข้อมูล ช่วงความหนาดังกล่าวจึงสามารถใช้เป็นเกณฑ์มาตรฐานเบื้องต้นสำหรับการออกแบบการทดลอง TM-XAS ในวัสดุหลายองค์ประกอบที่มีลักษณะคล้ายกัน

5.7 แนวทางเชิงเทคนิคสำหรับการเตรียมตัวอย่าง TM-XAS

จากผลการทดลอง สามารถสรุปเป็นแนวทางเชิงเทคนิคสำหรับการเตรียมตัวอย่างขั้วไฟฟ้า NMC สำหรับการวัด XAS ในโหมดส่องผ่านได้ดังนี้

1. ช่วงค่า edge jump ที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

- Ni K-edge: ประมาณ 0.7-1.0
- Mn K-edge: ประมาณ 0.6-0.9
- Co K-edge: มากกว่า 0.25

2. ความหนาที่แนะนำสำหรับการวัดหลาย K-edge ควรอยู่ในช่วงประมาณ 40-60 μm โดยความหนาใกล้ 60 μm ให้สมดุลที่ดีที่สุดระหว่างสัญญาณของ Ni, Mn และ Co

3. ข้อจำกัดด้านความหนาต่ำ ความหนาน้อยกว่า 30 μm ไม่เหมาะสม เนื่องจากให้สัญญาณต่ำ โดยเฉพาะที่ Co K-edge ซึ่งเป็นธาตุที่มีสัดส่วนต่ำ

4. ข้อจำกัดด้านความหนาสูง ความหนามากกว่า 70 μm ไม่ได้ช่วยเพิ่มคุณภาพข้อมูลอย่างมีนัยสำคัญ และอาจเพิ่มความเสี่ยงต่อการสูญเสียคุณภาพสัญญาณในโหมดส่องผ่าน

5. หลักการเลือกความหนาสำหรับวัสดุหลายองค์ประกอบ ควรพิจารณาความหนาโดยอิงจากธาตุที่ให้สัญญาณต่ำที่สุด (limiting element) เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ข้อมูลของทุก K-edge ได้อย่างเหมาะสม

ทั้งนี้ ช่วงความหนาที่เหมาะสมที่ได้จากการศึกษานี้เป็นผลจากเงื่อนไขการทดลองเฉพาะ เช่น ระบบลำเลียงแสงและองค์ประกอบของตัวอย่าง ดังนั้น สำหรับวัสดุหรือเงื่อนไขการวัดที่แตกต่างกัน ช่วงความหนาที่เหมาะสมอาจมีการเปลี่ยนแปลงได้เล็กน้อย จึงควรใช้ค่าที่ได้จากงานนี้เป็นแนวทางเบื้องต้น และควรมีการทดสอบตัวอย่างในหลายระดับความหนาเพิ่มเติมเพื่อยืนยันความเหมาะสมในแต่ละกรณี แนวทางนี้สอดคล้องกับหลักการ Beer-Lambert และข้อกำหนดของการวัดในโหมดส่องผ่านที่ต้องรักษาความเป็นเชิงเส้นของการดูดกลืน

6. สรุปผล

การศึกษาผลของความหนาขั้วไฟฟ้า NMC ต่อคุณภาพข้อมูล XAS ในโหมดส่องผ่าน (Transmission mode) โดยใช้วัสดุ $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ที่เคลือบบนแผ่น Al foil และทำการวัดที่ขอบดูดกลืน K-edge ของ Ni Mn และ Co เพื่อกำหนดช่วงความหนาที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เชิงอิเล็กทรอนิกส์และเชิงโครงสร้าง

ผลการทดลองแสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าความหนาของขั้วไฟฟ้ามีผลโดยตรงต่อค่าการดูดกลืนและคุณภาพของสเปกตรัม XAS โดยเมื่อความหนาเพิ่มขึ้น ค่า edge jump ของทุกธาตุมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามกฎ Beer–Lambert อย่างไรก็ตาม ความหนาที่เพิ่มขึ้นไม่ได้ส่งผลดีต่อคุณภาพข้อมูลเสมอไป เนื่องจากตัวอย่างที่บางเกินไปให้สัญญาณต่ำและมีความไม่แน่นอนสูง ขณะที่ตัวอย่างที่หนามากแม้จะให้ค่า edge jump สูง แต่ไม่จำเป็นต้องเพิ่มคุณภาพข้อมูลอย่างมีนัยสำคัญสำหรับทุก K-edge จากการวิเคราะห์ XANES พบว่า ความหนาที่น้อยกว่า 30 μm ให้ค่า edge jump ต่ำ โดยเฉพาะที่ Co K-edge ซึ่งไม่เหมาะสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ในขณะที่ช่วงความหนา 40-60 μm ให้สเปกตรัมที่มีความเสถียร รูปร่าง near-edge ชัดเจน และค่า edge jump อยู่ในระดับที่เหมาะสมสำหรับทั้ง Ni และ Mn K-edge พร้อมทั้งให้สัญญาณของ Co K-edge ที่เพียงพอสำหรับการวิเคราะห์ เมื่อพิจารณาร่วมกันทั้งสาม K-edge พบว่าความแตกต่างของค่า edge jump เป็นไปตามลำดับ Ni > Mn > Co ซึ่งสอดคล้องกับสัดส่วนของธาตุในสูตร $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ โดย Co เป็นธาตุที่ให้สัญญาณต่ำที่สุดและเป็นปัจจัยจำกัดในการเลือกความหนาที่เหมาะสมสำหรับการวัดหลาย K-edge ในตัวอย่างเดียว

จากผลการทดลองทั้งหมด สามารถสรุปได้ว่า ช่วงความหนาที่เหมาะสมสำหรับการวัด XAS ในโหมดส่องผ่านของขั้วไฟฟ้า NMC คือประมาณ 40-60 μm โดยความหนาใกล้ 60 μm ให้สมดุลที่ดีที่สุดระหว่างความชัดเจนของสัญญาณและความเหมาะสมของข้อมูลสำหรับ Ni Mn และ Co K-edge ผลการศึกษานี้เน้นย้ำถึงความสำคัญของการควบคุมความหนาตัวอย่างในการวัด XAS ในโหมดส่องผ่าน และแสดงให้เห็นว่าการเลือกความหนาที่เหมาะสมควรพิจารณาทั้งองค์ประกอบของวัสดุและคุณภาพสัญญาณของธาตุทุกชนิดร่วมกัน โดยเฉพาะในกรณีของวัสดุหลายองค์ประกอบ เช่น NMC นอกจากนี้ แนวทางที่ได้จากงานนี้สามารถนำไปใช้เป็นกรอบเชิงเทคนิคสำหรับการเตรียมตัวอย่างขั้วไฟฟ้าในงาน XAS อื่น ๆ รวมถึงการออกแบบการทดลองที่ต้องการความแม่นยำสูง เช่น การวัดแบบ in situ หรือ operando ในอนาคต

7. กลุ่มผู้ใช้ประโยชน์

ความหนาที่เหมาะสมของขั้วไฟฟ้า NMC สำหรับการวิเคราะห์ XAS ในโหมดส่องผ่าน สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้กับบุคลากรหลายกลุ่ม ทั้งในด้านการเตรียมตัวอย่าง การออกแบบการทดลอง การวิเคราะห์ข้อมูล และการประยุกต์ใช้งานในงานวิจัยและพัฒนา โดยเฉพาะงานที่เกี่ยวข้องกับวัสดุแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนและการใช้เทคนิค XAS ที่แหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอน

7.1 นักวิจัยและนักวิทยาศาสตร์ที่ใช้เทคนิค XAS

กลุ่มผู้ใช้ประโยชน์หลักของรายงานนี้ ได้แก่ นักวิจัย นักวิทยาศาสตร์ และผู้ปฏิบัติงานที่ใช้เทคนิค XAS ในการศึกษาสมบัติเชิงอิเล็กทรอนิกส์และโครงสร้างเฉพาะที่ของวัสดุ โดยเฉพาะผู้ที่ทำการวัดในโหมดส่องผ่าน (Transmission mode) รายงานนี้สามารถใช้เป็นแนวทางในการเลือกความหนาตัวอย่างที่เหมาะสมก่อนการทดลองจริง ช่วยลดความเสี่ยงในการได้ข้อมูลที่มีคุณภาพต่ำจากตัวอย่างที่บางหรือหนาเกินไป และช่วยเพิ่มความน่าเชื่อถือของผลการวิเคราะห์ XANES และ EXAFS สำหรับนักวิจัยที่ศึกษาวัสดุหลายธาตุภายในตัวอย่างเดียว เช่น วัสดุตระกูล NMC ที่ประกอบด้วย Ni, Mn และ Co รายงานนี้ยังมีประโยชน์ในการทำความเข้าใจว่าความหนาตัวอย่างที่เหมาะสมจำเป็นต้องเป็น “ค่ากลางที่สมดุล” สำหรับทุก K-edge ไม่ใช่พิจารณาเฉพาะธาตุใดธาตุหนึ่งเท่านั้น

7.2 นักวิจัยด้านวัสดุแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน

นักวิจัยที่ทำงานเกี่ยวกับวัสดุขั้วไฟฟ้าสำหรับแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน โดยเฉพาะวัสดุแคโทดตระกูล NMC, NCA, LCO หรือวัสดุออกไซด์หลายองค์ประกอบอื่น ๆ สามารถใช้ผลจากรายงานนี้เป็นแนวทางในการเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์ด้วย XAS ได้โดยตรง รายงานนี้ช่วยให้ทราบว่าความหนาของขั้วไฟฟ้าเป็นปัจจัยสำคัญต่อคุณภาพข้อมูล และการเลือกความหนาที่เหมาะสมจะช่วยให้สามารถติดตามการเปลี่ยนแปลงสถานะออกซิเดชันของธาตุทรานซิชันเมทัลได้อย่างถูกต้องมากขึ้น นอกจากนี้ แนวทางที่ได้จากรายงานยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้กับการออกแบบการทดลองเพื่อศึกษาวัสดุในสภาวะต่าง ๆ เช่น ตัวอย่างก่อนและหลังชาร์จ-คายประจุ ตัวอย่างหลังการเสื่อมสภาพ หรือการวัดแบบ in situ / operando ในอนาคต ซึ่งต้องการความแม่นยำของข้อมูล XAS เป็นอย่างมาก

7.3 บุคลากรประจำระบบลำเลียงแสงและผู้ให้บริการเครื่องมือวิทยาศาสตร์

บุคลากรประจำ beamline และผู้ให้บริการเครื่องมือวิเคราะห์ที่เกี่ยวข้องกับ XAS สามารถใช้รายงานนี้เป็นข้อมูลอ้างอิงในการให้คำแนะนำแก่ผู้ใช้บริการเกี่ยวกับการเตรียมตัวอย่างก่อนเข้ามาทดลองจริง โดยเฉพาะที่ระบบลำเลียงแสงที่รองรับการวัด XAS ในโหมดส่องผ่าน รายงานนี้ช่วยให้การให้คำปรึกษามีความเป็นระบบมากขึ้น และสามารถอธิบายต่อผู้ใช้ได้อย่างชัดเจนว่าทำไมการควบคุมความหนาตัวอย่างจึงมีผลต่อคุณภาพข้อมูลโดยตรง อีกทั้งยังสามารถใช้เป็นข้อมูลประกอบในการวางแผน beamtime ให้มีประสิทธิภาพมากขึ้น ลดเวลาที่

สูญเสียไปกับการทดลองซ้ำจากตัวอย่างที่เตรียมมาไม่เหมาะสม และช่วยเพิ่มอัตราความสำเร็จของการเก็บข้อมูลที่ใช้งานได้จริง

7.4 นักศึกษาและผู้เริ่มต้นใช้เทคนิค XAS

นักศึกษาในระดับปริญญาตรี ปริญญาโท ปริญญาเอก รวมถึงผู้เริ่มต้นใช้เทคนิค XAS สามารถใช้รายงานนี้เป็นเอกสารอ้างอิงเชิงปฏิบัติ เพื่อทำความเข้าใจความสัมพันธ์ระหว่างการเตรียมตัวอย่างกับคุณภาพของข้อมูล XAS รายงานนี้มีประโยชน์ในฐานะกรณีศึกษา (case study) ที่แสดงให้เห็นอย่างเป็นรูปธรรมว่าปัจจัยพื้นฐานอย่าง “ความหนาตัวอย่าง” สามารถส่งผลต่อการตีความข้อมูลเชิงอิเล็กทรอนิกส์และเชิงโครงสร้างได้อย่างไร ดังนั้น รายงานนี้จึงสามารถใช้ประกอบการเรียนการสอน การฝึกอบรมผู้ใช้ใหม่ หรือการเตรียมบุคลากรก่อนเข้ารับการทดลองที่แหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอน

7.5 วิศวกรและผู้พัฒนากระบวนการผลิตขั้วไฟฟ้า

กลุ่มวิศวกรกระบวนการ นักวิจัยพัฒนา หรือผู้ปฏิบัติงานในห้องปฏิบัติการที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมขั้วไฟฟ้าสำหรับแบตเตอรี่ สามารถใช้ผลจากรายงานนี้ในการเชื่อมโยงระหว่าง “กระบวนการเคลือบขั้วไฟฟ้า” กับ “ความเหมาะสมต่อการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคขั้นสูง” กล่าวคือ หากต้องมีการเตรียมตัวอย่างเพื่อส่งตรวจด้วย XAS ข้อมูลจากรายงานนี้สามารถช่วยกำหนดช่วงความหนาที่ควรเคลือบหรือเตรียมเป็นพิเศษ เพื่อให้สอดคล้องกับข้อกำหนดของการวัดแบบส่องผ่าน ในมุมนี้ รายงานไม่ได้มีประโยชน์เฉพาะด้านการวิเคราะห์เท่านั้น แต่ยังช่วยให้การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบขั้นสูงมีประสิทธิภาพมากขึ้น และลดการสิ้นเปลืองวัสดุและเวลาในการเตรียมตัวอย่างซ้ำ

7.6 หน่วยงานวิจัยและพัฒนาในภาคอุตสาหกรรม

กลุ่มอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องกับการผลิตแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน วัสดุขั้วไฟฟ้า หรือวัสดุพลังงานขั้นสูง สามารถใช้แนวทางจากรายงานนี้เป็นข้อมูลสนับสนุนในการออกแบบการวิเคราะห์วัสดุของตนเอง โดยเฉพาะในกรณีที่ต้องส่งตัวอย่างเข้าวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XAS ที่แหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอน รายงานนี้ช่วยให้ผู้ใช้อุตสาหกรรมเข้าใจข้อกำหนดเบื้องต้นของตัวอย่างที่เหมาะสม และช่วยลดความเสี่ยงในการได้ผลวิเคราะห์ที่คลาดเคลื่อนจากข้อจำกัดด้านการเตรียมตัวอย่าง นอกจากนี้ รายงานยังสามารถใช้ประกอบการตัดสินใจในการประเมินคุณภาพวัสดุ การเปรียบเทียบวัสดุจากหลายสูตรการผลิต หรือการศึกษาสาเหตุของการเสื่อมสภาพของขั้วไฟฟ้าในผลิตภัณฑ์จริง

7.7 ผู้พัฒนางานวิจัยต่อยอดและงานวิจัยในอนาคต

รายงานนี้สามารถใช้เป็นข้อมูลตั้งต้นสำหรับผู้ที่ต้องการต่อยอดงานวิจัยในหลายทิศทาง เช่น การศึกษาความเหมาะสมของความหนาสำหรับวัสดุชนิดอื่น การวัดในโหมดฟลูออเรสเซนซ์ การศึกษาตัวอย่างแบบ pellet หรือ powder การวัดแบบ in situ/operando หรือการขยายผลสู่การพัฒนามาตรฐานการเตรียมตัวอย่างสำหรับ XAS ในวัสดุพลังงานชนิดต่าง ๆ ผลจากงานนี้จึงไม่ได้จำกัดเฉพาะวัสดุ $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ เท่านั้น แต่ยังเป็นแนวทางเชิงเทคนิคที่สามารถใช้เป็นต้นแบบในการศึกษาวัสดุที่มีลักษณะคล้ายกันได้อีกด้วย

7.8 ข้อเสนอแนะในการนำไปใช้ประโยชน์

เพื่อให้เกิดประโยชน์สูงสุดจากรายงานนี้ ควรนำผลที่ได้ไปใช้เป็นแนวทางเบื้องต้นในการเตรียมตัวอย่างก่อนการวัดจริง โดยเฉพาะการควบคุมความหนาของขั้วไฟฟ้าให้อยู่ในช่วงที่เหมาะสมสำหรับการวัดหลาย K-edge ร่วมกัน สำหรับกรณีของวัสดุ $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ ในรายงานนี้ พบว่าช่วงความหนาประมาณ 40-60 μm เหมาะสมต่อการวัดในโหมดส่องผ่าน และความหนาใกล้ 60 μm ให้สมดุลที่ดีที่สุดระหว่าง Ni, Mn และ Co K-edge ดังนั้น บุคลากรที่เกี่ยวข้องสามารถนำข้อสรุปดังกล่าวไปใช้ในการวางแผนเตรียมตัวอย่าง การออกแบบการทดลอง

และการให้คำปรึกษาแก่ผู้ใช้งาน เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์และเพิ่มความน่าเชื่อถือของผลการทดลองในอนาคต

เอกสารอ้างอิง

Calvin, S. (2013). *XAFS for Everyone*. CRC Press.

J. J. Rehr & R. C. Albers (2000) Theoretical approaches to x-ray absorption fine structure. Rev. Mod. Phys. **72**, 621.

M. Giorgetti & L. Stievano (2017) X-Ray Absorption Spectroscopy Study of Battery Materials. X-ray Characterization of Nanostructured Energy Materials by Synchrotron Radiation.

Newville, M. (2014). Fundamentals of XAFS. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 78(1), 33-74.

R. Qiao, A. Wray, J.H. Kim, N.P.W. Pieczonka, S.J. Harris, W. Yang (2020) Direct experimental probe of the Ni(II)/Ni(III)/Ni(IV) redox evolution in LiNi0.5Mn1.5O4 electrodes. Angewandte Chemie 132(49).

Y. Naoaki, Y. Kazuhiro, M. Seung-Taek, N. Izumi, K. Shinichi (2011) Detailed Studies of a High-Capacity Electrode Material for Rechargeable Batteries, Li_2MnO_3-$LiCo_{1/3}Ni_{1/3}Mn_{1/3}O_2$. Journal of the American Chemical Society. 133(12) 4404-4419.