

อ่อนลมี กมลอินทร์ : การสังเคราะห์และศึกษาอิน-ซิฟด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของลิเทียมเหล็กซิลิเกตเซรามิกสำหรับลิเทียมไอออนแบตเตอรี่ (SYNTHESIS AND IN-SITU X-RAY ABSORPTION SPECTROSCOPY STUDY OF LITHIUM IRON SILICATE CERAMICS FOR LI-ION BATTERIES) อาจารย์ที่ปรึกษา : รองศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม ศรีหล่มสัก, 132 หน้า.

สารประกอบลิเทียมเหล็กซิลิเกต ($\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$) เป็นวัสดุตัวเลือกหนึ่งสำหรับวัสดุทำขั้วไฟฟ้าบวกของแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนรุ่นใหม่ เนื่องจากมีความจุไฟฟ้าจำเพาะสูง (ความจุไฟฟ้าในทางทฤษฎีเท่ากับ 330 mAh.g^{-1}) มีค่าโวลต์เหมาะสมต่อการนำไปใช้งาน วัสดุนี้มีราคาไม่แพง และมีลักษณะที่เสถียรทางความร้อนสูง ในงานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์วัสดุ $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ ด้วยวิธี hydrothermal synthesis, sol-gel method และ solid-state reactions พบว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ด้วยวิธี sol-gel method ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ให้สมบัติเคมีไฟฟ้าดีกว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์จากวิธี hydrothermal synthesis หรือ solid-state reactions ตัวอย่างที่สังเคราะห์ด้วยวิธี sol-gel method สามารถให้ความจุไฟฟ้าจำเพาะได้ถึง 205 mAh.g^{-1} ในระหว่างการชาร์จรอบแรก โครงสร้างผลึกวิเคราะห์อย่างละเอียดโดยใช้วิธี Rietveld พบว่าตัวอย่างมีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก อยู่ในกลุ่มโครงสร้างของ $P2_1$ โดยตัวอย่างที่สังเคราะห์ด้วยวิธี sol-gel method ใช้เทคนิคอิน-ซิฟสเปกโทรสโกปีการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ในการศึกษาการเปลี่ยนแปลงสถานะออกซิเดชันของเหล็กระหว่างการเปลี่ยนเฟสในขณะการทำงานที่สมบูรณ์ทางเคมีไฟฟ้า ผลที่ได้พบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะออกซิเดชันของเหล็กจาก $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$ ที่ 3.29 V และ $\text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}^{3+/4+}$ ที่ 4.48 V ในระหว่างกระบวนการชาร์จ บ่งบอกว่าลิเทียมไอออนต่อสูตรหนึ่งหน่วยนี้สามารถถูกดึงออกไปจากโครงสร้างได้มากกว่า 1 ตัว ทำให้สถานะออกซิเดชันของเหล็กนี้จะเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องจาก 2+ ไปสู่สถานะที่มีออกซิเดชันสูงกว่าในระหว่างกระบวนการชาร์จ เป็นสิ่งที่เชื่อถือได้สำหรับการชาร์จที่ให้ความจุไฟฟ้าสูงในวัสดุนี้

สาขาวิชา วิศวกรรมเซรามิก
ปีการศึกษา 2556

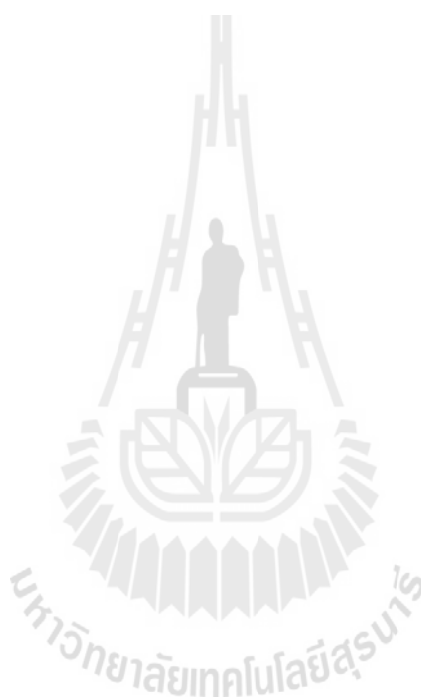
ลายมือชื่อนักศึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ONLAMEE KAMON-IN : SYNTHESIS AND IN-SITU X-RAY
ABSORPTION SPECTROSCOPY STUDY OF LITHIUM IRON SILICATE
CERAMICS FOR LI-ION BATTERIES. THESIS ADVISOR : ASSOC.
PROF. SUTHAM SRILOMSAK, Ph.D., 132 PP.

Li-ION BATTERIES/ $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ /XANES/EXAFS/ELECTROCHEMICAL
PROPERTIES

Lithium iron silicate ($\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$) is a potential candidate for use as a cathode material for next generation Li-ion batteries. This is due to its high specific capacity (theoretical capacity of 320 mAh.g^{-1}), proper voltage value, inexpensive raw materials, and high thermal stability. In this work, $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ materials were synthesized via hydrothermal synthesis, a sol-gel method and solid-state reactions. It was found that samples synthesized using a sol-gel method at 650°C possessed better electrochemical properties than samples made via either hydrothermal synthesis or solid-state reaction. The sol-gel sample delivered up to 205 mAh.g^{-1} specific capacity during the first charge cycle. Crystal structure refinements using the Rietveld method showed that the sample has a monoclinic structure with $P2_1$ space group. In-situ X-ray absorption spectroscopy was done on the sol-gel sample to study the oxidation state of Fe during phase transformation while electrochemically cycling. The results showed that the oxidation state of Fe changes from $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$ at 3.29 V and $\text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}^{3+/4+}$ at 4.48 V during charging. This indicates that more than one Li-ion per unit formula can be extracted from this structure. This continuous increase in the Fe oxidation state

from 2+ to higher valences during the charging process is responsible for the high charge capacity observed in this material.



School of Ceramic Engineering

Academic Year 2013

Student's Signature _____

Advisor's Signature _____

Co-Advisor's Signature _____

Co-Advisor's Signature _____

Co-Advisor's Signature _____