ขวัญตา ศิวะวงศ์เกษม : การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของวัสดุแมงกานีสออกไซด์และท่อไทเทเนียมไทเทเนต เพื่อประยุกต์ใช้ในตัวเก็บประจุยิ่งยวด (SYNTHESIS AND ELECTROCHEMICAL STUDY OF MnO_2-TITANIUM TITANATE NANOTUBES (TNTs) FOR SUPERCAPACITOR APPLICATION.) อาจารย์ที่ปรึกษา : ศาสตราจารย์ ดร.สันติ แม้นศิริ, 125 หน้า.

ไฟฟ้าเคมี/ แมงกานีสออกไซด์/ ท่อนาโนไทเทเนต/ ตัวเก็บประจุยิ่งยวด

การศึกษาวัสดุแมงกานีสออกไซด์และท่อไทเทเนียมไทเทเนตเพื่อใช้เป็นวัสดุขั้วอิเล็กโทรดในตัวเก็บประจุยิ่งยวด แมงกานีสออกไซด์และท่อไทเทเนียมไทเทเนตได้จากการสังเคราะห์ด้วยสารตั้งต้น ท่อไทเทเนียมไทเทเนตและสารละลายด่างทับทิมที่ถูกให้ความร้อนในหม้ออัดไอด้วยอุณหภูมิแตกต่างกัน ศึกษาผลของอุณหภูมิที่เหมาะสมโดยเริ่มที่ 60 80 100 125 และ 150 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง เงื่อนไขอุณหภูมิที่ให้สมบัติที่ดีที่สุดจะถูกนำไปใช้สำหรับศึกษาผลของปริมาณแมงกานีสออกไซด์ที่เหมาะสมต่อท่อไทเทเนียมไทเทเนต ซึ่งกำหนดได้จากความเข้มข้นของสารละลายด่างทับทิมคือ 0.005 0.01 และ 0.05 โมลาร์ วัสดุท่อไทเทเนียมไทเทเนตได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง จากผงไทเทเนียมไดออกไซด์ร่วมกับสารละลายโซดาไฟที่ความเข้มข้นสูง การวิเคราะห์และศึกษาลักษณะโครงสร้างทางสัณฐานด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้ เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ การส่องกราดและส่องผ่านด้วยกล้องลำแสงอิเล็กตรอนพร้อมศึกษาธาตุองค์ประกอบด้วยการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ สารตัวอย่างถูกกระตุ้นด้วยพลังงานแสงช่วงแสงอินฟาเรด และเทคนิคการกระตุ้นสารตัวอย่างด้วยรังสีเอ็กซ์เพื่อวัดค่าพลังงานพันธะ ศึกษาสมบัติการดูดซับบนพื้นผิว ด้านสมบัติทางไฟฟ้าเคมีอธิบายด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี หลักการอัดและคายประจุ และการวัดค่าอิมพีแดนซ์จากการจ่ายสัญญาณไฟฟ้ากระแสสลับฟังก์ชันไซน์

ที่อุณหภูมิสังเคราะห์ 60 องศาเซลเซียส พบว่าโครงสร้างสารตัวอย่างสามารถแยกเฟสของไทเทเนียมไทเทเนตและแมงกานีสออกไซด์ได้ชัดเจน เริ่มมีการรวมเฟสที่ 80-100 องศาเซลเซียส จากนั้นเริ่มเปลี่ยนที่ 125 องศาเซลเซียส และมีการเปลี่ยนเฟสอย่างชัดเจนที่ 150 องศาเซลเซียส เฟสเหล่านี้สัมพันธ์ไปถึงลักษณะทางสัณฐานคือ เมื่อเกิดเฟสร่วมกันอย่างสมบูรณ์จะพบว่าแม้แมงกานีสออกไซด์บางส่วนจะเกาะตามท่อแต่ยังมีกระจายอยู่ตามช่องว่างระหว่างท่อไทเทเนตด้วยโดยที่

อุณหภูมิต่ำนั้นไม่พบ เมื่ออุณหภูมิการสังเคราะห์สูงขึ้นจะมีการเปลี่ยนรูปร่างและขนาดอย่างชัดเจน คำนวณหาค่าพื้นที่ผิวดูดซับจำเพาะ ปริมาตรและขนาดรูพรุนของวัสดุสารตัวอย่างทั้งหมด หมู่ฟังก์ชันที่เกาะบนพื้นผิวและในโครงสร้างของสารให้ผลว่ามีโมเลกุลของน้ำร่วมอยู่ในโครงสร้างแมงกานีสออกไซด์และท่อนาโนไทเทเนตจริง สถานะออกซิเดชั่นของธาตุแมงกานีสกับไทเทเนียม คือ Mn^{4+} และ Ti^{4+} เนื่องจากมีพื้นที่ผิวที่ดูดซับสูงทำให้สารตัวอย่างที่อุณหภูมิสังเคราะห์ 80 องศาเซลเซียส แสดงสมบัติทางไฟฟ้าเคมีในโหมดไซคลิกโวลแทมเมตรีกับช่วงเวลาการคายประจุที่กว้างกว่าเงื่อนไขอื่น ค่าการกักเก็บประจุในเงื่อนไขนี้จึงคำนวณได้ค่าสูงในตัวอย่างทั้งหมด แต่ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 100 องศาเซลเซียส นั้นมีความเสถียรสูงสุดเนื่องจากมีขนาดและปริมาตรรูพรุนใหญ่กว่าเงื่อนไขอื่น จากนั้นอุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 80 องศาเซลเซียสนี้ถูกใช้สำหรับการสังเคราะห์เพื่อศึกษาอัตราส่วนร่วมของการเพิ่มขึ้นของแมงกานีสออกไซด์ พบว่าเมื่อปริมาณแมงกานีสออกไซด์มากขึ้นพื้นที่ผิวดูดซับกลับลดลง และมีค่าการกักเก็บประจุเพิ่มขึ้นกับมีความเสถียรที่ 1000 รอบดีขึ้นด้วย แสดงถึงประสิทธิภาพการกักเก็บประจุของแมงกานีสออกไซด์ที่ดีกว่าท่อนาโนไทเทเนียมไทเทเนต

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สาขาวิชาฟิสิกส์ ลายมือชื่อนักศึกษา ปริญญา

ปีการศึกษา 2561 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

KWUNTA SIWAWONGKASEM : SYNTHESIS AND ELECTROCHEMICAL STUDY OF MnO_2-TITANIUM TITANATE NANOTUBES (TNTs) FOR SUPERCAPACITOR APPLICATION THESIS ADVISOR : PROF. SANTI MAENSIRI, D.Phil. 125 PP.

ELECTROCHEMICAL/ MnO_2/ TITANATE NANOTUBES/ SUPERCAPACITOR

Manganese oxide-Titanium Titanate nanotubes (MnO_2-TNTs) were used as electrode materials for supercapacitor applications. The synthesis process of MnO_2-TNTs is TNTs treated with $KMnO_4$ solution media by hydrothermal method. The reaction temperature varies on 60, 80, 100, 125, and 150 °C for 24 h. That optimization of reaction temperature was chosen to synthesis in composition ratios effect. The concentrate of $KMnO_4$ solution are 0.005M, 0.01M, and 0.05M used to MnO_2 variation on TNTs.

TNTs precursor were synthesized by hydrothermal method at 130°C for 24 h. Anatase TiO_2 and highly concentrated of NaOH use as TNTs product then decorated with hierarchically MnO_2. MnO_2-TNTs were characterized by x-ray diffraction technique (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDX), transmission electron microscopy (TEM), Fourier transform infrared (FTIR), x-ray photoelectron spectroscopy (XPS), and Brunauer-Emmett-Teller (BET) method. Electrochemical properties were investigated in order to the performance of electrode materials to application of supercapacitor. Cyclic voltammetry (CV), galvanostatic charge discharge (GCD) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) were used for explaining the capacitive behavior and

specific capacitance. The effect of hydrothermal temperature exhibits composition of $H_2Ti_2O_5 \cdot H_2O$ and Birnessite-type MnO_2 on phase formation of MnO_2-TNTs. The phase compositions are gradually completely with 60-100°C and have change of phase with 125-150°C. These phase formations were presented that many MnO_2 in the space between nanotubes and shape of MnO_2 was changed at high temperature treatment. All of samples include with water adsorbed on surface and structure consist of hydroxyl group. However, the surface chemical composition and oxidation state showed Ti^{4+} and Mn^{4+} in all conditions. Because the highest specific surface area. CV and GCD results show best in 80°C hydrothermal temperature. At 80°C showed highest specific capacitance whereas 100°C had good capacity retention. All of composition ratios effect were synthesized at 80°C reacting temperature. The phase formations showed main peak is birnessite type MnO_2 with increase of MnO_2 content. Even though, BET surface area decreasing with high MnO_2 contents. The specific capacitances increase and high stability which caused by electrochemical effective of MnO_2.

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

School of Physics

Academic Year 2018

Student' Signature Kuwinta

Advisor' Signature