

Abstract of the thesis presented to the Senate of Universiti Malaysia Terengganu
in fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science

**ELECTRICAL, STRUCTURAL AND ION TRANSPORT PROPERTIES OF
2-HYDROXYETHYL CELLULOSE DOPED WITH DODECYLTRIMETHYL
AMMONIUM BROMIDE SOLID BIOPOLYMER ELECTROLYTES**

NUR YASMIN BINTI ABU BAKAR

2020

Main supervisor : Ts. Khadijah Hilmun Binti Kamarudin, PhD
Faculty : Faculty of Science and Marine Environment, UMT
Co-supervisor : Professor Ts. Mohd Ikmar Nizam Bin Haji Mohamad Isa, PhD
Faculty : Faculty of Science and Technology, USIM

In this study, the preparation of 2-hydroxyethyl cellulose – dodecyltrimethyl ammonium bromide (2-HEC – DTAB) solid biopolymer electrolytes (SBE) films in varied composition of DTAB (0 – 15 wt.%) were done using solution casting technique. The electrical, structural and ionic transport properties of SBE films were characterized using Electrical impedance spectroscopy (EIS), X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and Transference number measurement (TNM). Composition-dependent ionic conductivity at room temperature revealed a low ionic conductivity of $(6.42 \pm 0.49) \times 10^{-7}$ S/cm (pure 2-HEC) and maximum ionic conductivity of $(2.80 \pm 0.97) \times 10^{-5}$ S/cm (9 wt.% DTAB). Temperature-dependent ionic conductivity of the SBE films demonstrated an Arrhenius behavior where the ionic conductivity increase linearly with temperature $R^2 \sim 1$. The activation energy (E_a) of the SBE films was found to decrease with an increase in the ionic conductivity, hence suggesting a non-Debye behavior. FTIR analysis also revealed that an interaction occurred between the H^+ of $[N^+-(CH_3)_3]$ from DTAB and the C-H of the 2-HEC chain. The overlapping peak of ~ 2927 cm^{-1} and ~ 2810 cm^{-1} were further assessed using the FTIR deconvolution technique to investigate the contact and free ion of the SBE films. The XRD analysis

revealed an amorphous nature of the SBE films except for sample 9 wt. % - 15 wt. % which exhibited a semi-crystalline structure. The XRD deconvolution was carried out to determine the percentage of crystallinity ($\%X_c$) and the result showed 34.02 %, 70.58 %, and 79.45 % for sample 9 wt. %, 12 wt. % and 15 wt. %, respectively. The ionic transport study revealed that the ionic mobility, μ , and the diffusion coefficient, D was directly proportional to the ionic conductivity of the SBE films. The TNM confirmed that the SBE is a proton conductor. Based on the polarization technique, the mobile species were further confirmed to be predominantly influenced by proton (H^+) where ion conduction mechanism followed the small polaron hopping (SPH) conduction model. From this research, it was concluded that the sample with 9 wt. % of DTAB showed the best conduction ion and can be applied in battery fabrication.

Abstrak tesis yang dikemukakan kepada Senat Universiti Malaysia Terengganu sebagai memenuhi keperluan untuk Ijazah Sarjana Sains

**CIRI – CIRI ELEKTRIK, STRUKTUR DAN PEMINDAHAN ION
ELEKTROLIT BIOPOLIMER PEPEJAL 2-HIDROKSJETIL SELULOSA
DIDOPKAN DENGAN DODESILTRIMETIL AMONIUM BROMIDA**

NUR YASMIN BINTI ABU BAKAR

2020

Penyelia utama : Ts. Khadijah Hilmun Binti Kamarudin, PhD

Fakulti : Fakulti Sains dan Sekitaran Marin, UMT

Penyelia bersama : Professor Ts. Mohd Ikmar Nizam Bin Haji Mohamad Isa, PhD

Fakulti : Fakulti Sains dan Teknologi, USIM

Dalam kajian ini, 2-hidroksietil selulosa – dodesiltrimetil amonium bromida elektrolit biopolimer pepejal filem (SBE) telah dihasilkan dalam pelbagai komposisi DTAB (0 – 15 %) menerusi teknik penuangan larutan. Analisis pencirian elektrik, struktur dan pemindahan ion dalam filem SBE telah dijalankan dengan menggunakan spektroskopi impedans elektrik (EIS), belauan sinaran-x (XRD), transformasi fourier inframerah (FTIR) dan pengukuran pemindahan nombor (TNM). Kekonduksian ion yang bergantung kepada komposisi pada suhu bilik menunjukkan keadaan kekonduksian ionik terendah $(6.42 \pm 8.49) \times 10^{-7}$ S/cm (2-HEC asli) dan mencapai kekonduksian ionik maksimum $(2.80 \pm 0.97) \times 10^{-5}$ S/cm (9% DTAB). Kekonduksian ionik filem SBE yang bergantung kepada suhu menunjukkan tingkah laku Arrhenius di mana kekonduksian ionik meningkat secara linear dengan suhu bersamaan dengan regrasi $R^2 \sim 1$. Tenaga pengaktifan (E_a) filem SBE didapati berkurangan selari dengan peningkatan kekonduksian ionik dan ini menunjukkan perilaku bukan Debye. Analisis FTIR menunjukkan interaksi antara H^+ daripada $[N^+-(CH_3)_3]$ dari rangkaian DTAB C-H dari 2-HEC. Puncak yang bertindih pada ~ 2927 cm^{-1} dan 2810 cm^{-1} diambil untuk dikaji lebih lagi dengan menggunakan teknik dekonvolusi FTIR untuk menyelidiki ion terkontak dan ion bebas dalam filem

SBE. Analisis XRD mendedahkan sifat amorfus bagi filem SBE kecuali bagi sampel 9 wt. % - 15 wt. % yang mempamerkan struktur semi-kristal. Teknik dekonvolusi XRD digunakan untuk menentukan peratusan kristal ($\%X_c$) yang mana menunjukkan 34.02%, 70.58% dan 79.45% masing – masing untuk sampel 9wt. %, 12wt. % dan 15wt. %. Kajian pencirian ionik mendedahkan pergerakan ion, μ dan pekali resapan, D adalah berkadar terus dengan kekonduksian ionik dalam filem SBE. TNM mengesahkan bahawa SBE adalah konduktor proton. Berdasarkan teknik polarisasi, sebahagian besar spesies mudah alih menunjukkan bahawa ia dipengaruhi oleh proton (H^+) yang mana mekanisme pengaliran ion mengikuti model konduksi lompatan polaron kecil (SPH). Daripada kajian ini, dapat disimpulkan bahawa sampel dengan 9wt. % DTAB menunjukkan ion konduksi terbaik yang boleh digunakan dalam fabrikasi bateri.