

分类号: O61

密 级: 内部一年后开放

学 号: 20222307207

单位代码: 10759

石河子大学

博士学位论文



基于 MXene 的三维多孔电极及柔性超级电容器 性能研究

学 位 申 请 人	姬培龙
指 导 教 师	刘志勇 教授
申 请 学 位 类 别	工学博士
专 业 名 称	化学工程与技术
研 究 方 向	能源材料
所 在 学 院	化学化工学院

中国·新疆·石河子

2024 年 10 月

分类号: O61

密 级: 内部一年后开放

学 号: 20222307207

单位代码: 10759

石河子大学

博士学位论文



基于 MXene 的三维多孔电极及柔性超级电容器 性能研究

学 位 申 请 人	姬培龙
指 导 教 师	刘志勇 教授
申 请 学 位 类 别	工学博士
专 业 名 称	化学工程与技术
研 究 方 向	能源材料
所 在 学 院	化学化工学院

中国·新疆·石河子

2024 年 10 月

**Study on the performance of three-dimensional porous electrode and
flexible supercapacitor based on MXene**

A Dissertation Submitted to
Shihezi University
In Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of
Doctor of Engineering

By

Peilong Ji

(Chemical Engineering for Materials)

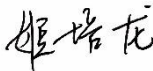
Dissertation Supervisor: **Prof. Liu Zhi-yong**

October, 2024

石河子大学学位论文独创性声明及使用授权声明

学位论文独创性声明

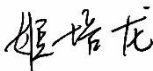
本人所呈交的学位论文是在我导师的指导下进行的研究工作及取得的研究成果。据我所知，除文中已经注明引用的内容外，本论文不包含其他个人已经发表或撰写过的研究成果。对本文的研究做出重要贡献的个人和集体，均已在文中作了明确的说明并表示谢意。

研究生签名： 


时间：2024年10月28日

使用授权声明

本人完全了解石河子大学有关保留、使用学位论文的规定，学校有权保留学位论文并向国家主管部门或指定机构送交论文的电子版和纸质版。有权将学位论文在学校图书馆保存并允许被查阅。有权自行或许可他人将学位论文编入有关数据库提供检索服务。有权将学位论文的标题和摘要汇编出版。保密的学位论文在解密后适用本规定。

研究生签名： 

时间：2024年10月28日

导师签名： 

时间：2024年10月28日

摘要

近年来,可穿戴电子产品取得了显著的进步,彻底改变了我们与技术的互动方式。从健身追踪器、智能手表到健康监测设备和增强现实眼镜,可穿戴设备已经成为我们日常生活中不可或缺的一部分。然而,将这些设备无缝集成到我们的日常生活中需要可靠和高效的能量存储系统。在各种储能器件中,超级电容器以其超快的充放电能力和长循环寿命而闻名,被视为下一代电子器件的理想电源。遗憾的是,传统的超级电容器具有刚性的结构,实现未来应用的可能性很小。为了超越这一局限,人们设计了各种功能更丰富、特性更新颖的柔性超级电容器,以扩展其应用范围。

MXenes 是最近发现的一类二维材料,由于其引人注目的表面特性和独特的结构,在许多领域得到了广泛的研究。例如, $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 由于其丰富的表面化学性质、高导电性和大比表面积,被报道为酸性电解质中理想的赝电容电极材料。然而, $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 单层由于氢键和范德华力相互作用,导致层间堆叠。在电化学应用中,这会降低电化学性能,因为离子的进入受到阻碍。其次, $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的赝电容机制通常归因于其独特的结构形态引起的表面氧化还原赝电容和插层赝电容的共同作用。有研究表明,通过优化 -O 末端基团与水合氢离子之间的可逆键合/脱键以及改变 Ti 的氧化态,可以提高 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的比电容。因此,对于 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 来说,影响其电化学性能的因素主要有以下三个:(1) 电极内部的离子可及性和离子传输效率;(2) 电极内部活性位点的数量;(3) 电极内部的电子传输效率。为了得到具有高比电容和高倍率性能的 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 电极,本文逐步从以上三个方面对 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 进行优化改性。通过构建三维分级多孔结构提高了 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 电极的离子传输效率。通过对 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 表面的末端基团进行改性,增加了活性位点的数量,提高了 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的赝电容。通过在 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的层间嵌入高导电性的碳量子点,提高了 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 电极的电子传输效率。具体研究内容如下:

(1) 锌辅助电沉积法诱导的三维多孔 MXene 电极 ($\text{Zn-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$) 的性能研究: 本章设计了一种可控的室温锌辅助电沉积法制备多孔 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 水凝胶的技术。在电凝胶过程中, $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 可以直接沉积在导电基底(例如碳布)上,形成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 水凝胶。通过随后的冷冻干燥则可以获得多孔 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 气凝胶电极,无需额外加入粘结剂。所制得的 $\text{Zn-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 具有三维多孔结构,这抑制了 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 纳米片的层间堆叠,从而暴露了更多的电化学活性位点。其次, $\text{Zn-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 的三维多孔结构意味着电解质离子具有快速的传输路径,确保了较高的传输效率。因此, $\text{Zn-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 电极具有优异的电化学性能 (2 mV s^{-1} 时 352 F g^{-1} , 1 V s^{-1} 时 73.3% 的电容保留率)。在功率密度为 104.85 W kg^{-1} 的情况下,组装的 $\text{Zn-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /碳布柔性对称超级电容器的能量密度达到了 11.65 Wh kg^{-1} 。该 $\text{Zn-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /碳布柔性对称超级电容器具有良好的循环稳定性(10000 次循环,电容保留率为 88.11%)。

(2) 锌模板法诱导的三维分级多孔 MXene 电极 ($\text{P-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$) 的性能研究: 本章遵循默里定律设计了一个自下而上的三维分级多孔 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 结构。与单尺度设计不同,这种三维结构跨越了微孔、介孔和大孔尺度。因此,暴露了更多的活性位点,缩短了电解质离子的传输途径,从而提

高了传输效率。由于这些因素，具有这种三维分级多孔结构的 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的电化学性能得到了全面的提高。制备的 P- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 电极具有良好的电化学性能（在 2 mV s^{-1} 下比电容为 378.8 F g^{-1} ，在 1 V s^{-1} 下电容保持率为 76.7%）。在功率密度为 120.8 W kg^{-1} 的情况下，组装的 P- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /碳布柔性对称超级电容器的能量密度达到了 13.42 Wh kg^{-1} 。该 P- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /碳布柔性对称超级电容器具有良好的循环稳定性（10000 次循环，电容保留率为 93.88%）。

(3) 锌模板还原法诱导的三维分级多孔富氧 MXene 电极 (P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$) 的性能研究：本章提出了一种制备三维分级多孔富氧 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的有效策略。首先，以 Zn 粉为模板，构建了具有微孔、介孔和大孔尺度的三维分级多孔结构。其次，用 Zn 粉作为金属还原剂，与 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 在 500°C 下进行煅烧，除去了 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 表面几乎所有的 -F 末端基团。最后，在酸洗除去过量 Zn 粉的过程中， $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的表面引入了大量的 -O 末端基团。并利用原位电化学拉曼光谱研究了 P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 的储能过程。这种构建的三维分级多孔富氧 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 暴露出更多的氧化还原活性位点（-O 末端基团），并为电解质离子的传输提供了更高效的途径。因此，作为超级电容器电极，P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 具有超高的比电容（ 2 mV s^{-1} 下 676.7 F g^{-1} 和 1 A g^{-1} 下 698.7 F g^{-1} ）和优异的速率性能（在 100 A g^{-1} 下电容保持率为 88.2%）。在 236.5 W kg^{-1} 的功率密度下，P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /碳布柔性对称超级电容器的能量密度达到了 32.8 Wh kg^{-1} 。

(4) 锌模板还原法诱导的三维分级多孔碳点插层富氧 MXene 电极 (P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\text{C}$) 的性能研究：本章设计了一种制备三维分级多孔碳点插层富氧 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的有效策略。首先，以 Zn 粉为模板，构建了跨越微孔、介孔和大孔尺度的三维分级多孔结构。其次，采用 Zn 粉作为金属还原剂。 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 上几乎所有的 -F 末端基团都可以在 500°C 下与金属 Zn 反应而消除，并且在随后的酸洗步骤中引入了大量的 -O 末端基团。最后，在煅烧过程中，引入 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 中的海藻酸钠 (SA) 在高温下转化为碳点，最终嵌入 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 片层之间。这种构建的三维分级多孔碳点插层富氧 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 具有更多的氧化还原活性位点（-O 末端基团），更快的层间电子传递速度以及更高效的离子传输路径。作为超级电容器电极，P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\text{C}$ 具有优异的倍率性能（在 100 A g^{-1} 下电容保持率为 89.5%）和超高比电容（在 2 mV s^{-1} 下 719.5 F g^{-1} 和在 1 A g^{-1} 下 737.5 F g^{-1} ）。组装的 P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\text{C}$ /碳布柔性对称超级电容器的能量密度为 37.4 Wh kg^{-1} 时，功率密度为 269 W kg^{-1} 。

关键词：柔性超级电容器； $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene；三维分级多孔结构；表面改性；超高比电容

Abstract

Wearable electronics have made significant advances in recent years, revolutionizing the way we interact with technology. From fitness trackers and smartwatches to health monitoring devices and augmented reality glasses, wearables have become an integral part of our daily lives. However, seamlessly integrating these devices into our daily lives requires reliable and efficient energy storage systems. Among various energy storage devices, supercapacitors are known for their ultra-fast charge and discharge capabilities and long cycle life, and are regarded as ideal power sources for next-generation electronic devices. Unfortunately, traditional supercapacitors have a rigid structure, and the possibility of realizing future applications is very small. In order to overcome this limitation, various flexible supercapacitors with more abundant functions and novel characteristics have been designed to expand their application range.

MXenes are a recently discovered class of two-dimensional materials that have been extensively studied in many fields due to their striking surface properties and unique structure. For example, $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene has been reported as an ideal pseudocapacitive electrode material in acidic electrolytes due to its rich surface chemistry, high conductivity and large specific surface area. However, the $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene monolayer is stacked between layers due to the interaction of hydrogen bonds and van der Waals forces. In electrochemical applications, this reduces electrochemical performance because the entry of ions is hindered. Secondly, the pseudocapacitance mechanism of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene is usually attributed to the joint action of surface redox pseudocapacitance and intercalation pseudocapacitance caused by its unique structural morphology. It has been shown that the specific capacitance of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene can be improved by optimizing the reversible bonding/debonding between the -O terminal group and the hydrated hydrogen ion and changing the oxidation state of Ti. Therefore, for $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene, there are three main factors affecting its electrochemical performance: (1) the ion accessibility and ion transport efficiency inside the electrode; (2) The number of active sites inside the electrode; (3) electron transport efficiency inside the electrode. In order to obtain $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene electrode with high specific capacitance and high magnification performance, the optimization and modification of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene are carried out step by step from the above three aspects. The ion transport efficiency of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene electrode was improved by constructing a three-dimensional hierarchical porous structure. By modifying the terminal groups on the surface of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene, the number of active sites is increased and the pseudocapacitance of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene is improved. The electron transport efficiency of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene electrode is improved by embedding highly conductive carbon quantum dots between the layers of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene electrode. The specific research contents are as follows:

(1) Study on the performance of three-dimensional porous MXene electrode ($\text{Zn-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$) induced by Zinc-assisted electrodeposition: This chapter designs a controllable room temperature zinc-assisted

electrodeposition technique for preparing porous $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene hydrogel. In the electrogel process, $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene can be deposited directly on a conductive substrate, such as carbon cloth, to form a $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene hydrogel. The porous $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene aerogel electrode can be obtained by subsequent freeze-drying without the need for additional binder. The prepared Zn- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ has a three-dimensional porous structure, which inhibits the interlayer stacking of the $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ nanosheets, thus exposing more electrochemically active sites. Secondly, the three-dimensional porous structure of Zn- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ means that the electrolyte ions have a fast transport path, ensuring a high transport efficiency. Therefore, the Zn- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ electrode has excellent electrochemical performance (352 F g^{-1} at 2 mV s^{-1} , 73.3% capacitance retention at 1 V s^{-1}). With a power density of 104.85 W kg^{-1} , the assembled Zn- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /carbon cloth flexible symmetric supercapacitor has an energy density of 11.65 Wh kg^{-1} . The Zn- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /carbon cloth flexible symmetric supercapacitor has good cycle stability (10000 cycles, capacitance retention rate of 88.11%).

(2) Study on the performance of three-dimensional hierarchical porous MXene electrode (P- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$) induced by zinc template method: In this chapter, a bottom-up three-dimensional hierarchical porous $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene structure is designed according to Murray's law. Unlike single-scale designs, this three-dimensional structure spans microporous, mesoporous, and macroporous scales. As a result, more active sites are exposed and the transport pathway of electrolyte ions is shortened, thus improving the transport efficiency. Due to these factors, the electrochemical performance of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene with this three-dimensional hierarchical porous structure has been comprehensively improved. The P- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ electrode has good electrochemical performance (specific capacitance is 378.8 F g^{-1} at 2 mV s^{-1} , capacitance retention is 76.7% at 1 V s^{-1}). At a power density of 120.8 W kg^{-1} , the assembled P- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /carbon cloth flexible symmetric supercapacitor has an energy density of 13.42 Wh kg^{-1} . The P- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /carbon cloth flexible symmetric supercapacitor has good cycle stability (10000 cycles, capacitance retention rate of 93.88%).

(3) Study on the performance of three-dimensional hierarchical porous oxygen-rich MXene electrode (P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$) induced by zinc template reduction method: An effective strategy for preparing three-dimensional hierarchical porous oxygen-rich $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene is proposed in this chapter. Firstly, a three-dimensional hierarchical porous structure with microporous, mesoporous and macroporous scales was constructed using Zn powder as a template. Secondly, Zn powder was used as a metal reducing agent and calcined with $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene at 500°C to remove almost all -F terminal groups on the surface of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene. Finally, a large number of -O terminal groups were introduced on the surface of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene during pickling to remove excess Zn powder. The energy storage process of P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ was studied by in-situ electrochemical Raman spectroscopy. This constructed three-dimensional hierarchical porous oxygen-rich $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene exposes more redox active sites (-O terminal groups) and provides a more efficient route for electrolyte ion transport. Therefore, as a supercapacitor electrode, P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ has extremely high

specific capacitance (676.7 F g^{-1} at 2 mV s^{-1} and 698.7 F g^{-1} at 1 A g^{-1}) and excellent rate performance (88.2% capacitance retention at 100 A g^{-1}). At the power density of 236.5 W kg^{-1} , the energy density of P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /carbon cloth flexible symmetric supercapacitor reaches 32.8 Wh kg^{-1} .

(4) Study on the performance of three-dimensional hierarchical porous carbon dots-intercalation oxygen-rich MXene electrode (P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\text{C}$) induced by zinc template reduction method: An effective strategy for preparing three-dimensional hierarchical porous carbon dots-intercalation oxygen-rich $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene is designed in this chapter. Firstly, a three-dimensional hierarchical porous structure spanning microporous, mesoporous and macroporous scales was constructed using Zn powder as a template. Secondly, Zn powder is used as metal reducing agent. Almost all of the -F terminal groups on $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene can be eliminated by reacting with metal Zn at 500°C , and a large number of -O terminal groups are introduced in the subsequent pickling step. Finally, during the calcination process, sodium alginate (SA) introduced into $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene is converted to carbon dots at high temperatures and finally embedded between the $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene sheets. This constructed three-dimensional hierarchical porous carbon dots-intercalation oxygen-rich $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene has more redox active sites (-O terminal groups), faster interlayer electron transfer rates, and more efficient ion transport paths. As a supercapacitor electrode, P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\text{C}$ has excellent rate performance (89.5% capacitance retention at 100 A g^{-1}) and ultra-high specific capacitance (719.5 F g^{-1} at 2 mV s^{-1} and 737.5 F g^{-1} at 1 A g^{-1}). The assembled P-OR- $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x/\text{C}$ / carbon cloth flexible symmetric supercapacitor has a power density of 269 W kg^{-1} when the energy density is 37.4 Wh kg^{-1} .

Key words: Flexible supercapacitor; $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene; Three-dimensional hierarchical porous structure; Surface modification; Ultra-high specific capacitance

目录

摘要.....	I
Abstract.....	III
第 1 章 绪论.....	1
1.1 引言.....	1
1.2 超级电容器简介.....	1
1.2.1 超级电容器的分类.....	3
1.2.1.1 电双层电容器 (EDLCs).....	3
1.2.1.2 赝电容器 (PCs).....	4
1.2.1.3 混合电容器.....	4
1.2.2 影响超级电容器电化学性能的因素.....	5
1.2.3 柔性超级电容器.....	6
1.2.3.1 纤维状柔性电极和柔性超级电容器.....	6
1.2.3.2 纸状柔性电极和柔性超级电容器.....	8
1.2.3.3 三维多孔柔性电极和柔性超级电容器.....	8
1.3 超级电容器电极材料.....	9
1.3.1 碳基电极.....	9
1.3.2 过渡金属氧化物电极.....	9
1.3.3 导电聚合物电极.....	10
1.3.4 复合材料电极.....	10
1.4 二维过渡金属碳/氮化物 MXenes.....	10
1.4.1 MXenes 的简介.....	10
1.4.2 MXenes 的合成方法.....	11
1.4.2.1 HF 刻蚀.....	12
1.4.2.2 酸/氟盐刻蚀.....	13
1.4.2.3 电化学刻蚀.....	14
1.4.2.4 熔盐刻蚀.....	15
1.4.2.5 其他刻蚀方法.....	16
1.4.2.6 自下而上的合成法.....	18
1.4.3 $Ti_3C_2T_x$ MXene 基复合材料.....	18
1.4.3.1 $Ti_3C_2T_x$ MXene-碳复合材料.....	18
1.4.3.2 $Ti_3C_2T_x$ MXene-金属氧化物复合材料.....	20

1.4.3.3 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene-导电聚合物复合材料	22
1.4.4 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的结构调制及其性能	25
1.4.5 基于 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的柔性超级电容器	25
1.5 本论文的研究意义、研究内容与技术路线	27
1.5.1 研究意义	27
1.5.2 研究内容	28
1.5.3 技术路线	30
第 2 章 实验药品、设备及测试方法	31
2.1 实验药品	31
2.2 实验设备	32
2.3 材料表征方法及设备	32
2.3.1 场发射扫描电子显微镜 (SEM)	32
2.3.2 透射电子显微镜 (TEM)	33
2.3.3 傅里叶变换红外光谱 (FTIR)	33
2.3.4 拉曼光谱仪 (Raman)	33
2.3.5 X 射线衍射仪 (XRD)	33
2.3.6 X 射线光电子能谱 (XPS)	33
2.3.7 比表面积和孔径分布测试 (BET)	33
2.4 电化学测试方法	34
2.4.1 循环伏安法 (CV)	34
2.4.2 恒流充放电 (GCD)	34
2.4.3 交流阻抗谱 (EIS)	34
第 3 章 锌辅助电沉积法诱导的三维多孔 MXene 电极的性能研究	35
3.1 引言	35
3.2 实验部分	36
3.2.1 $\text{Zn-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 电极的制备	36
3.2.1.1 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 悬浊液的制备	36
3.2.1.2 锌辅助电沉积: 三维多孔 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 气凝胶的制备	36
3.2.2 $\text{Zn-Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ /碳布柔性对称超级电容器的制备	37
3.3 结果与讨论	37
3.3.1 结构表征	37
3.3.1.1 SEM 和 TEM 分析	37
3.3.1.2 XRD 分析	39

3.3.1.3 FTIR 和 Raman 分析	39
3.3.1.4 XPS 分析	40
3.3.1.5 BET 分析	41
3.3.2 电化学性能表征	41
3.3.2.1 电极电化学性能表征	41
3.3.2.2 超级电容器电化学性能表征	46
3.4 结论	49
第 4 章 锌模板法诱导的三维分级多孔 MXene 电极的性能研究	51
4.1 引言	51
4.2 实验部分	52
4.2.1 P-Ti ₃ C ₂ T _x 电极的制备	52
4.2.1.1 Ti ₃ C ₂ T _x MXene 悬浊液的制备	52
4.2.1.2 Ti ₃ C ₂ T _x MXene 表面介孔的生成 (H-Ti ₃ C ₂ T _x)	52
4.2.1.3 三维分级多孔 Ti ₃ C ₂ T _x MXene 气凝胶的制备 (P-Ti ₃ C ₂ T _x)	53
4.2.2 P-Ti ₃ C ₂ T _x /碳布柔性对称超级电容器的制备	53
4.3 结果与讨论	53
4.3.1 结构表征	53
4.3.1.1 SEM 和 TEM 分析	53
4.3.1.2 离子扩散路径分析	56
4.3.1.3 XRD 分析	56
4.3.1.4 FTIR 和 Raman 分析	57
4.3.1.5 XPS 分析	58
4.3.1.6 BET 分析	60
4.3.2 电化学性能表征	60
4.3.2.1 电极电化学性能表征	60
4.3.2.2 超级电容器电化学性能表征	66
4.4 结论	69
第 5 章 锌模板还原法诱导的三维分级多孔富氧 MXene 电极的性能研究	71
5.1 引言	71
5.2 实验部分	72
5.2.1 P-OR-Ti ₃ C ₂ T _x 电极的制备	72
5.2.1.1 Ti ₃ C ₂ T _x MXene 悬浊液的制备	72
5.2.1.2 Ti ₃ C ₂ T _x MXene 表面介孔的生成	72