



## (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110404540 A

(43)申请公布日 2019.11.05

(21)申请号 201910693473.7

(22)申请日 2019.07.30

(71)申请人 华中科技大学

地址 430074 湖北省武汉市洪山区珞喻路  
1037号

(72)发明人 王春栋 杨肇希 李志山

(74)专利代理机构 华中科技大学专利中心

42201

代理人 许恒恒 李智

(51) Int. Cl.

B01J 23/745(2006.01)

B01J 35/10(2006.01)

C25B 11/06(2006.01)

C25B 11/03(2006.01)

C25B 1/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页 附图3页

### (54)发明名称

一种镂空状铁硒衍生物催化剂的制备方法及其产物与应用

### (57)摘要

本发明属于电解水催化剂领域,具体公开了一种镂空状铁硒衍生物催化剂的制备方法及其产物与应用,其中制备方法包括以下步骤:(1)将导电基底与可溶二价铁盐、硒粉、还原剂和碱性溶液的混合水溶液一起进行水热反应,获得二硒化铁前驱体;(2)将生长有二硒化铁前驱体的导电基底置于碱性溶液中作为工作电极,插入参比电极和对电极后,通电并进行CV扫描,扫描循环次数不低于20次,即可在所述导电基底上得到镂空状铁氧化合物。本发明先利用水热反应得到具有镂空状形貌的铁硒化合物,再将铁硒化合物电化学活化最终得到铁氧化合物产物,与现有技术相比能够有效解决商业贵金属析氧催化剂在价格上的劣势及催化活性、稳定性等电催化特性不理想的技术问题。

S11: 将可溶铁盐, 硒粉, 还原剂和碱性溶液的混合水溶液和导电基底倒入水热反应器中进行水热反应, 从而获得铁硒化合物前驱体;

S12: 制成的生长在泡沫镍上的FeSe<sub>2</sub>前驱体取出, 并用去离子水和无水乙醇洗涤三至四次后干燥至少1小时以上, 再将前驱体置于碱性溶液中, 并在溶液中插入参比电极和对电极后, 通电并进行CV扫描, 循环次数为20次以上, 从而得到所需要的氧化铁。

1. 一种镂空状铁硒衍生物的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将导电基底与可溶二价铁盐、硒粉、还原剂和碱性溶液的混合水溶液一起进行水热反应,从而在该导电基底上获得二硒化铁前驱体,所述二硒化铁前驱体生长在所述导电基底上,且具有镂空状形貌;其中,所述可溶二价铁盐与所述硒粉两者的摩尔比为1:2~5,在所述混合水溶液中,可溶二价铁盐的浓度为 $0.05\sim 0.1\text{mol L}^{-1}$ ;所述还原剂用于还原所述硒粉,并且,所述硒粉的实际添加量大于与该还原剂相对应的、能够被该还原剂完全还原的硒粉的名义量,以确保该还原剂不还原铁;所述碱性溶液用于保证水热反应环境为碱性环境;所述水热反应的温度为 $120\sim 160^{\circ}\text{C}$ ,时间为12~16h;

(2) 将所述步骤(1)反应得到的生长有二硒化铁前驱体的导电基底取出后清洗干净,接着再将它置于碱性溶液中作为工作电极,并在该碱性溶液中插入参比电极和对电极后,通电并进行CV扫描,扫描循环次数不低于20次,即可在所述导电基底上得到镂空状铁氧化合物,该镂空状铁氧化合物即镂空状铁硒衍生物;其中,所述碱性溶液用于保持电化学反应过程中反应体系的pH为碱性。

2. 如权利要求1所述镂空状铁硒衍生物的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中,所述扫描的CV扫描速率为 $0.1\text{V/S}$ 。

3. 如权利要求1所述镂空状铁硒衍生物的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中,所述导电基底为导电玻璃基底或导电金属基底;优选的,所述导电金属基底为泡沫镍;

所述还原剂为水合肼,并且,在所述混合水溶液中水合肼体积浓度为 $0.14\sim 10\%$ ;

所述碱性溶液为氨水。

4. 如权利要求1所述镂空状铁硒衍生物的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中,所述清洗具体是采用去离子水和无水乙醇洗涤三至四次;优选的,在清洗干净后,所述生长有二硒化铁前驱体的导电基底还经过干燥处理,干燥处理的时间不低于1小时;

所述参比电极为银或氯化银电极,所述对电极为铂电极。

5. 一种铁硒化合物衍生的铁氧化合物,其特征在于,该铁氧化合物是利用如权利要求1-4任意一项所述制备方法制备得到的。

6. 如权利要求5所述铁硒化合物衍生的铁氧化合物,其特征在于,所述铁氧化合物具有镂空状的形貌,且其组成为面心立方结构。

7. 如权利要求5或6所述铁氧化合物作为水系电解液析氧催化剂的应用。

8. 如权利要求7所述应用,其特征在于,所述水系电解液具体为水系碱性电解液。

9. 如权利要求7所述应用,其特征在于,所述铁氧化合物是生长在导电基底上的,形成的整体用作电化学分解水中的催化剂。

## 一种镂空状铁硒衍生物催化剂的制备方法及其产物与应用

### 技术领域

[0001] 本发明属于新能源材料与电化学能量转换器件,尤其是电解水催化剂领域,更具体地,涉及一种镂空状铁硒衍生物催化剂的制备方法及其产物与应用,该镂空状铁硒衍生物催化剂即由铁硒化合物衍化的铁氧化合物。

### 背景技术

[0002] 水系电解液催化剂具有价格便宜、效率高、稳定性高、安全系数高和环保无污染等特点。这种水系电解液的催化剂在环境保护,催化产业和新能源产业等领域有广阔的应用前景。

[0003] 水系电解液催化剂的催化机理主要是以界面发生的氧化还原反应为基础来进行电荷、离子的传输从而电解水产生氧气。在传统电解水产业中,主要应用二氧化铱,二氧化钌等贵金属催化剂,但是由于其价格过于昂贵,效率也并不高,使得大规模工业化电解水产业受到了严重阻碍,同时使得氢能等相关新能源产业受到了严重的技术限制。

### 发明内容

[0004] 针对现有技术的以上缺陷或改进需求,本发明的目的在于提供一种镂空状铁硒衍生物催化剂的制备方法及其产物与应用,其中通过对制备方法整体流程工艺设计以及关键反应条件及参数(如水热反应的反应物种类及配比,电化学激动处理所采用的循环扫描次数等)进行改进,先利用水热反应得到具有镂空状形貌的铁硒化合物,再将铁硒化合物电化学活化最终得到铁氧化合物产物,与现有技术相比能够有效解决商业贵金属析氧催化剂在价格上的劣势及催化活性、稳定性等电催化特性不理想的技术问题,该制备方法简单、安全高效且可控。本发明产物主要可应用于新能源领域的电化学能量转换过程中,尤其可用于电化学电解水析氧析氢工艺中。

[0005] 为实现上述目的,按照本发明的一个方面,提供了一种镂空状铁硒衍生物的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0006] (1) 将导电基底与可溶二价铁盐、硒粉、还原剂和碱性溶液的混合水溶液一起进行水热反应,从而在该导电基底上获得二硒化铁前驱体,所述二硒化铁前驱体生长在所述导电基底上,且具有镂空状形貌;其中,所述可溶二价铁盐与所述硒粉两者的摩尔比为1:2~5,在所述混合水溶液中,可溶二价铁盐的浓度为 $0.05\sim 0.1\text{mol L}^{-1}$ ;所述还原剂用于还原所述硒粉,并且,所述硒粉的实际添加量大于与该还原剂相对应的、能够被该还原剂完全还原的硒粉的名义量,以确保该还原剂不还原铁;所述碱性溶液用于保证水热反应环境为碱性环境;所述水热反应的温度为 $120\sim 160^{\circ}\text{C}$ ,时间为12~16h;

[0007] (2) 将所述步骤(1)反应得到的生长有二硒化铁前驱体的导电基底取出后清洗干净,接着再将它置于碱性溶液中作为工作电极,并在该碱性溶液中插入参比电极和对电极后,通电并进行CV扫描,扫描循环次数不低于20次,即可在所述导电基底上得到镂空状铁氧化合物,该镂空状铁氧化合物即镂空状铁硒衍生物;其中,所述碱性溶液用于保持电化反

应过程中反应体系的pH为碱性。

[0008] 作为本发明的进一步优选,所述步骤(2)中,所述扫描的CV扫描速率为0.1V/S。

[0009] 作为本发明的进一步优选,所述步骤(1)中,所述导电基底为导电玻璃基底或导电金属基底;优选的,所述导电金属基底为泡沫镍;

[0010] 所述还原剂为水合肼,并且在所述混合水溶液中水合肼体积浓度为0.14~10%;

[0011] 所述碱性溶液为氨水。

[0012] 作为本发明的进一步优选,所述步骤(2)中,所述清洗具体是采用去离子水和无水乙醇洗涤三至四次;优选的,在清洗干净后,所述生长有二硒化铁前驱体的导电基底还经过干燥处理,干燥处理的时间不低于1小时;

[0013] 所述参比电极为银或氯化银电极,所述对电极为铂电极。

[0014] 按照本发明的另一方面,本发明提供了一种铁硒化合物衍生的铁氧化合物,其特征在于,该铁氧化合物是利用上述制备方法制备得到的。

[0015] 作为本发明的进一步优选,所述铁氧化合物具有镂空状的形貌,且其组成为面心立方结构。

[0016] 按照本发明的又一方面,本发明提供了上述铁氧化合物作为水系电解液析氧催化剂的应用。

[0017] 作为本发明的进一步优选,所述水系电解液具体为水系碱性电解液。

[0018] 作为本发明的进一步优选,所述铁氧化合物是生长在导电基底上的,形成的整体用作电化学分解水中的催化剂。

[0019] 通过本发明所构思的以上技术方案,与现有技术相比,充分结合水系电解液析氧催化剂的特点和需求,针对性地对析氧催化剂的制备进行重新设计,并对关键原料种类的选择、配比和工艺参数进行选择和优化,相应地获得了一种催化活性大幅提高镂空状铁硒衍化物组成的析氧催化剂,由此解决现有技术的商业贵金属析氧催化剂在价格上的劣势及催化活性、稳定性等电催化特性不理想的技术问题。通过本发明的制备方法能够提高铁基化合物对析氧反应的催化性能,有效增加在地壳中产量较高的铁元素在析氧催化剂中的应用。其用作析氧催化剂时,由于该化合物镂空状的微观结构,可以暴露出更多的活性位点,从而有很高的催化活性,该催化剂开启电压小,过电压在电流密度为 $10\text{mA cm}^{-2}$ 处为226mV,并具有较低的塔菲尔斜率( $41\text{mV dec}^{-1}$ )和良好的催化稳定性(36小时内,催化效率没有明显变化)等电化学性能。

[0020] 总体而言,通过本发明所构思的以上技术方案与现有技术相比,能够取得下列有益效果:

[0021] (1) 本发明采用一步水热法以及电化学激化的方法得到铁氧化合物,首先采用一步水热反应制备出具有均匀且致密镂空状形貌的铁硒化合物前驱体,再经过第二步电化学激活处理,在保持均匀且致密镂空状形貌不被破坏的前提下将前驱体激活成由良好稳定催化性能的铁氧化合物,制备方法简单、安全高效且可控;

[0022] (2) 本发明得到的铁硒衍化物具有面心立方结构的镂空状的形貌,通过一步水热法提升铁氧原子间的协同效应的方法来提高其催化活性,用作产氧催化剂时,由于该铁硒衍化物有镂空状形貌并有许多小孔,故暴露出更多的催化活性位点,有很高的催化活性,该催化剂开启电压小,过电压在 $10\text{mA cm}^{-2}$ 处为226mV,具有较低的塔菲尔斜率和良好的催化稳

定性等电化学性能。

[0023] 本发明尤其通过对水热反应参数条件进行优选控制,使得得到的二硒化铁前驱体中间产物具有良好的镂空状形貌。本发明通过控制水热反应所采用反应原料的具体种类及它们的配比,将可溶二价铁盐与硒粉两者的摩尔比控制为1:2~5,并使硒粉的实际添加量大于与该还原剂相对应的、能够被该还原剂完全还原的硒粉的名义量,以确保该还原剂不还原铁,并进一步优选将水热反应的温度控制为120~160℃、时间控制为12~16h,可确保在导电基底上形成具有镂空状形貌的二硒化铁前驱体。

[0024] 在后续对二硒化铁前驱体中间产物进行电化学激活处理时,通过控制电化学反应体系的pH值环境,将电化学反应过程中反应体系的pH值始终保持为碱性,并控制CV扫描的扫描循环次数使其不低于20次,能够在保留铁硒化合物镂空状的形貌特点的基础上,暴露更多的活性位点,从而提高了该铁硒衍化物的催化活性,当该铁硒衍化物催化析氧反应时使其过电压得到明显降低,使该镂空状铁氧催化剂尤其适用于电化学电解水析氧析氢工艺中。

## 附图说明

[0025] 图1是本发明提供的铁硒衍化物催化剂的制备方法实现流程图。

[0026] 图2是本发明实施例提供的采用一步水热法得到的铁硒化合物和激活后得到的铁氧化化合物的SEM图,其中,左图对应铁硒化合物,右图对应铁氧化化合物。

[0027] 图3为本发明实施例提供的采用一步水热法得到的铁硒化合物前驱体和激活后得到的铁氧化化合物的XPS图;其中,(a)图对应铁硒化合物前驱体,(b)图对应铁氧化化合物。

[0028] 图4是本发明实施例提供的铁硒化合物活化产生的铁氧化化合物与其他过渡金属硒化物衍生氧化物构成的催化剂及其泡沫镍的循环伏安曲线示意图。

[0029] 图5是本发明实例提供的由一步水热法制成的铁硒化合物活化产生的铁氧化化合物与其他过渡金属硒化物衍生氧化物构成的催化剂以及泡沫镍的塔菲尔斜率的曲线示意图。

[0030] 图6是本发明实例提供的由一步水热法制成的铁硒化合物电化学活化产生的铁氧化化合物催化稳定性的曲线示意图。

## 具体实施方式

[0031] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。此外,下面所描述的本发明各个实施方式中所涉及到的技术特征只要彼此之间未构成冲突就可以相互组合。

[0032] 针对现有商业催化剂作为催化剂的短板,本发明的目的在于提供一种稳定由铁硒化合物电化学活化产生的铁氧化化合物构成的析氧催化剂及其制备方法,旨在解决现有商业贵金属产氧催化剂的催化活性低,价格昂贵、稳定性差等问题。该制备方法,总体来说,是采用一步水热法及电化学激活的方式制备该铁硒衍化物,该方法主要包括以下步骤:一、采用第一步水热反应制备出镂空状形貌的硒化铁前驱体;二、电化学激活处理,将前驱体激活并转化为铁氧化化合物,同时其微观形状得以保留,从而使该氧化物具有良好的析氧反应催化活性。由于保留了铁硒化合物镂空状的形貌特点,从而暴露了更多的活性位点,提高了该铁

硒衍化物的催化活性,因此该铁硒衍化物催化析氧反应时使其过电压得到明显降低,根据我们所测得的电化学性能,证明本发明的这种新思路,新方法非常实用。

[0033] 本发明提供了一种镂空状铁氧催化剂的制备方法,具体来说,包括如下步骤:

[0034] (1) 将可溶二价铁盐,硒粉,还原剂和碱性溶液的混合水溶液和导电基底倒入水热反应器中进行水热反应,从而获得硒化铁前驱体;所述还原剂用于还原硒粉,碱性溶液用于保证反应环境为碱性环境。

[0035] 导电基底为导电玻璃或导电金属基底,导电基底,比如泡沫镍,泡沫铜等,水热反应的温度为120~160℃,时间为12~16h,温度和时间一定要严格控制以使材料形成镂空状的微观结构;其中可溶二价铁盐和硒粉摩尔比为1:2~5,且可溶二价铁盐的浓度为0.05~0.1mol L<sup>-1</sup>,为了确保铁离子不被还原,需要保证硒粉相对于还原剂是过量的;还原剂为水合肼,所述混合溶液中水合肼体积浓度为0.14~10%,水合肼为强还原剂,用于还原硒粉,使其在水热硒化反应过程中从零价降低至负二价,但是水合肼的量也不能太多,否则铁也会被还原,所以需要严格控制还原剂的用量;混合溶液中水合肼体积浓度例如可以为0.28%;所述碱性溶液可以为氨水,从而为反应环境提供碱性环境;可溶二价铁盐可为硫酸亚铁等。

[0036] (2) 将制成的生长在导电基底(如泡沫镍)上的FeSe<sub>2</sub>前驱体取出,并用去离子水和无水乙醇洗涤三至四次后干燥至少1小时以上,再将前驱体置于碱性溶液中,并在溶液中插入参比电极和对电极后,通电并进行CV扫描,循环次数为20次以上,从而得到所需要的铁氧化合物。其中所述碱性溶液用于保持反应过程中反应体系的pH为碱性。该步骤(2)中的干燥处理,是为了彻底去除去离子水,从而避免去离子水的掺入对碱性溶液浓度的影响,确保后续测试结果的准确性。

[0037] 参比电极为银或氯化银电极,对电极为铂电极;扫描速率可以为0.1V/S,扫描循环次数在20次以上(CV扫描采用电化学测试中既定的扫描条件),若未满20次,催化剂中会混有铁硒化合物前驱体,从而影响其催化性能;同时扫描仪器为可进行伏安循环测试的电化学工作站,比如标准化三电极配置的CHI 760E电化学工作站。铁氧化合物具有均匀镂空状形貌,其结构组成为面心立方。

[0038] 本发明提供了一种铁硒衍化物,按照上述制备方法制备得到,其具有均匀镂空状形貌,且其组成为面心立方结构。通过一步水热法得到铁硒化合物前驱体再由电化学激活的方法得到铁氧化合物,保留了其镂空状的微观形貌,从而其可以暴露更多活性位点,提高其催化活性,用作电化学水系碱性电解液产氧催化剂可是系统获得较小的开启电压--过电压(在10mAcm<sup>-2</sup>处),较低的塔菲尔斜率和良好的催化稳定性等电化学性能。用作水系碱性电解液析氧催化剂,1mol L<sup>-1</sup>的氢氧化钾中,在10mA cm<sup>-2</sup>处过电位为226mV,并且表现了48小时的催化稳定性。以下为实施例:

[0039] 实施例1:

[0040] 图1示出本实例提供的铁硒衍化物析氧催化剂的制备流程,包括如下步骤:

[0041] (1) 前驱体制备:裁剪一块尺寸为1cm×2cm的泡沫镍,依次按顺序经6mol L<sup>-1</sup>的盐酸,去离子水和酒精洗过后,放入60℃烘箱中烘干。接着,将1mmol七水硫酸亚铁、4mmol硒粉原材料溶于20mL去离子水中,接下来再向混合液中加入3mL水合肼以及6mL的氨水,最后将烘干的泡沫镍浸入混合液中,并进行12小时的120℃水热反应。最后清洗干燥得到前驱体。

[0042] (2) 电极的制备以及铁硒化合物的电化学活化:将铁硒化合物的前驱体再于温度设置为60℃的烘箱中干燥12小时后,剪切出1平方厘米的小片,得到电极。催化剂的电化学性能在三电极测试池里进行,银或氯化银作为参比电极,铂电极为对电极,电解液为1mol L<sup>-1</sup>的KOH溶液,然后启动测试池,进行伏安循环扫描,扫描循环为20次以上,从而得到铁氧化合物。图2示出了本发明实例提供的稳定的铁硒衍化物析氧催化剂的扫描电子显微镜图像;从图2可以看出其为均匀的镂空状的微观形貌。图3为铁硒化合物前驱体和激活后的铁氧化合物的XPS图,证明硒元素在激活后几乎完全消失。针对测试铁硒衍化物催化性能的循环伏安曲线如图4所示,由图中在10mA cm<sup>-2</sup>处对应的电位对比可知,由铁硒化合物活化产生的铁氧化合物与其他过渡金属硒化物衍生氧化物构成的催化剂和泡沫镍相比性能更加优越,证明处理后的镂空状铁硒衍化物相较于其他过渡金属硒化物衍生氧化物有良好的催化性能,这与图5恰好对应。塔菲尔斜率如图5所示,该铁硒衍化物的塔菲尔斜率测试为41mV dec<sup>-1</sup>,优于其他过渡金属硒化物衍生氧化物构成的催化剂和泡沫镍。如图6,表示不仅催化活性非常优越,而其稳定性也十分可观,为使其有可能成为商业生产中的析氧催化剂。

[0043] 综上所述,本发明采用一步水热法制备出具有均匀且致密的镂空状形貌的铁硒化合物前驱体,再经过电化学激活的方式在保持均匀且镂空状形貌不被破坏的前提下将前驱体氧化,使得催化活性得到极大提升,所得催化剂获得了较小的开启电压,过电压(在10mA cm<sup>-2</sup>处)较低的塔菲尔斜率和良好的催化稳定性等电化学性能。

[0044] 实施例2:

[0045] (1) 前驱体制备:裁剪一块尺寸为1cm×2cm的泡沫镍,依次按顺序经过6mol L<sup>-1</sup>盐酸,去离子水和酒精洗过后,放入60℃烘箱中烘干。接着,将1mmol硝酸亚铁、5mmol硒粉原材料溶于20mL去离子水中,接下来再向混合液中加入3mL水合肼以及6mL的氨水,最后将烘干的泡沫镍浸入混合液中,并进行12小时的120℃水热反应。最后清洗干燥得到前驱体。

[0046] (2) 电极的制备以及铁硒化合物的电化学活化:将铁硒化合物的前驱体再于60℃环境中干燥12小时后,剪切出1平方厘米的小片,得到电极。催化剂的电化学性能在三电极测试池里进行,银或氯化银作为参比电极,铂电极为对电极,电解液为1mol L<sup>-1</sup>的KOH溶液,然后启动测试池,进行伏安循环扫描,扫描循环为20次以上,从而得到铁氧化合物。再经电化学伏安测试可以得到该催化剂在10mA cm<sup>-2</sup>的电流密度下得到的过电位为226mV。

[0047] 实施例3

[0048] (1) 前驱体制备:裁剪一块尺寸为1cm×2cm的泡沫镍,依次按顺序经过6mol L<sup>-1</sup>盐酸,去离子水和酒精洗过后,放入60℃烘箱中烘干。接着,将1mmol硝酸亚铁、2mmol硒粉原材料溶于20mL去离子水中,接下来再向混合液中加入3mL水合肼以及6mL的氨水,最后将烘干的泡沫镍浸入混合液中,并进行12小时的120℃水热反应。最后清洗干燥得到前驱体。

[0049] (2) 电极的制备以及铁硒化合物的电化学活化:将铁硒化合物的前驱体再于60℃环境中干燥12小时后,剪切出1平方厘米的小片,得到电极。催化剂的电化学性能在三电极测试池里进行,银或氯化银作为参比电极,铂电极为对电极,电解液为1mol L<sup>-1</sup>的KOH溶液,然后启动测试池,进行伏安循环扫描,扫描循环为20次以上,从而得到铁氧化合物。再经电化学伏安测试可以得到该催化剂表现出良好的催化能力。

[0050] 实施例4

[0051] (1) 前驱体制备:裁剪一块尺寸为1cm×2cm的泡沫镍,依次按顺序经过6mol L<sup>-1</sup>盐

酸,去离子水和酒精洗过后,放入60℃烘箱中烘干。接着,将1mmol硝酸亚铁、2mmol硒粉原材料溶于10mL去离子水中,接下来再向混合液中加入3mL水合肼以及6mL的氨水,最后将烘干的泡沫镍浸入混合液中,并进行12小时的120℃水热反应。最后清洗干燥得到前驱体。

[0052] (2) 电极的制备以及铁硒化合物的电化学活化:将铁硒化合物的前驱体再于60℃环境中干燥12小时后,剪切出1平方厘米的小片,得到电极。催化剂的电化学性能在三电极测试池里进行,银或氯化银作为参比电极,铂电极为对电极,电解液为1mol L<sup>-1</sup>的KOH溶液,然后启动测试池,进行伏安循环扫描,扫描循环为20次以上,从而得到铁氧化合物。再经电化学伏安测试可以得到该催化剂具有良好的催化能力。

#### [0053] 实施例5

[0054] (1) 前驱体制备:裁剪一块尺寸为1cm×2cm的泡沫镍,依次按顺序经过6mol L<sup>-1</sup>盐酸,去离子水和酒精洗过后,放入60℃烘箱中烘干。接着,将1mmol硝酸亚铁、5mmol硒粉原材料溶于20mL去离子水中,接下来再向混合液中加入3mL水合肼以及6mL的氨水,最后将烘干的泡沫镍浸入混合液中,并进行16小时的120℃水热反应。最后清洗干燥得到前驱体。

[0055] (2) 电极的制备以及铁硒化合物的电化学活化:将铁硒化合物的前驱体再于60℃环境中干燥12小时后,剪切出1平方厘米的小片,得到电极。催化剂的电化学性能在三电极测试池里进行,银或氯化银作为参比电极,铂电极为对电极,电解液为1mol L<sup>-1</sup>的KOH溶液,然后启动测试池,进行伏安循环扫描,扫描循环为20次以上,从而得到铁氧化合物。再经电化学伏安测试可以得到该催化剂也具有良好的催化性能。

#### [0056] 实施例6

[0057] (1) 前驱体制备:裁剪一块尺寸为1cm×2cm的泡沫镍,依次按顺序经过6mol L<sup>-1</sup>盐酸,去离子水和酒精洗过后,放入60℃烘箱中烘干。接着,将1mmol硝酸亚铁、5mmol硒粉原材料溶于20mL去离子水中,接下来再向混合液中加入3mL水合肼以及6mL的氨水,最后将烘干的泡沫镍浸入混合液中,并进行16小时的160℃水热反应。最后清洗干燥得到前驱体。

[0058] (2) 电极的制备以及铁硒化合物的电化学活化:将铁硒化合物的前驱体再于60℃环境中干燥12小时后,剪切出1平方厘米的小片,得到电极。催化剂的电化学性能在三电极测试池里进行,银或氯化银作为参比电极,铂电极为对电极,电解液为1mol L<sup>-1</sup>的KOH溶液,然后启动测试池,进行伏安循环扫描,扫描循环为20次以上,从而得到铁氧化合物。再经电化学伏安测试可以得到该催化剂也具有良好的催化性能。

[0059] 上述实施例中,水热反应、电化学激活、及电解水应用均是在碱性环境下进行。

[0060] 本领域的技术人员容易理解,以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。



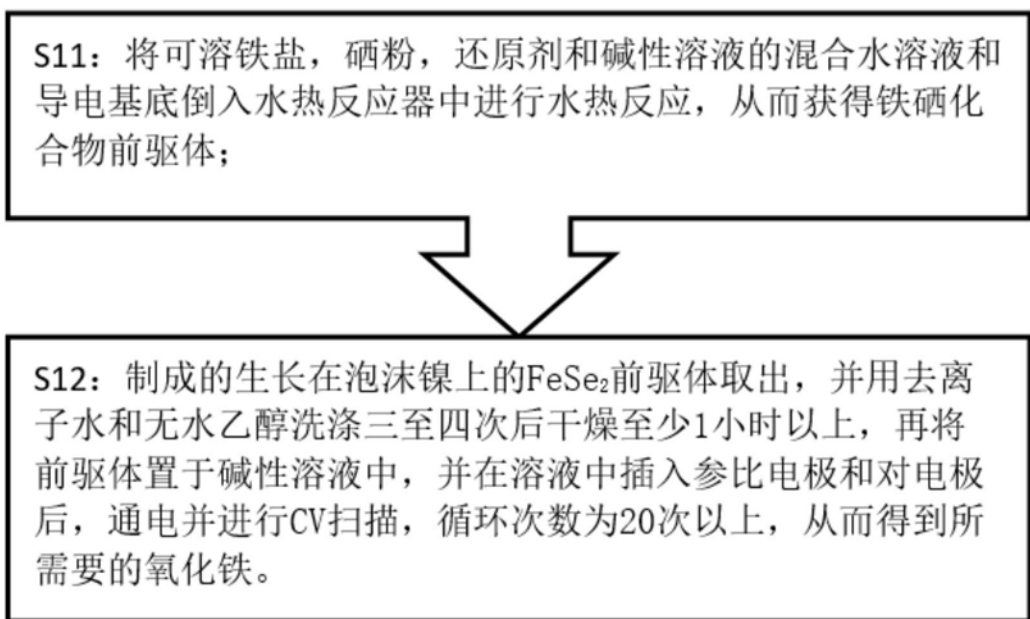


图1

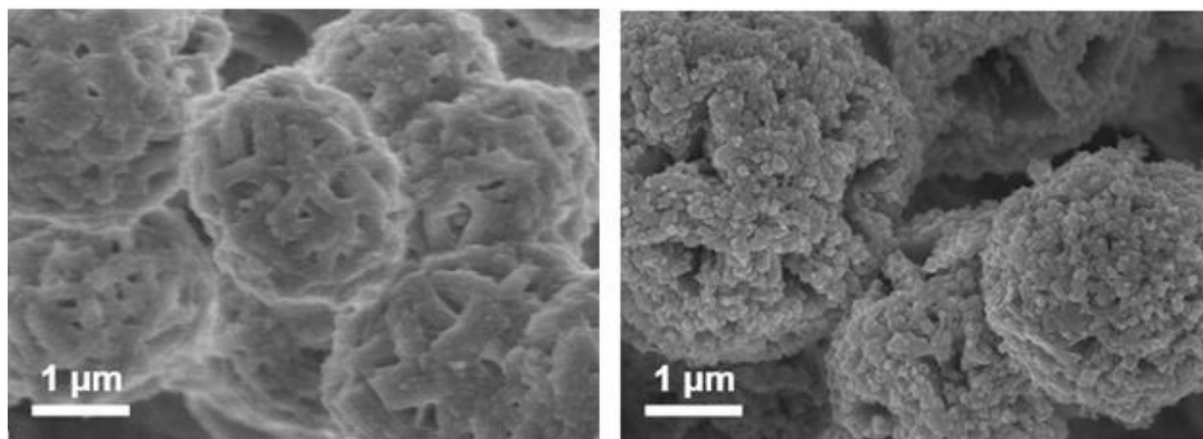


图2

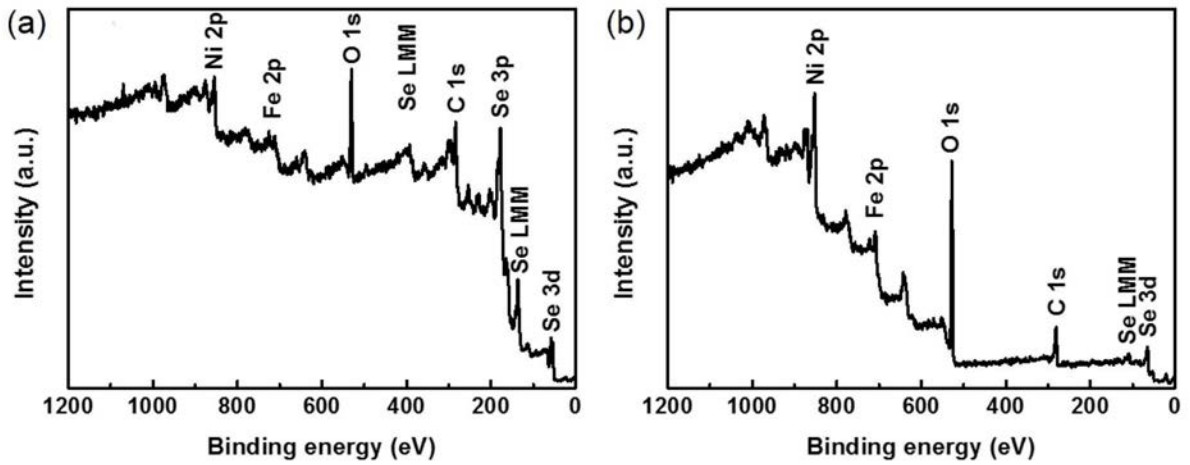


图3

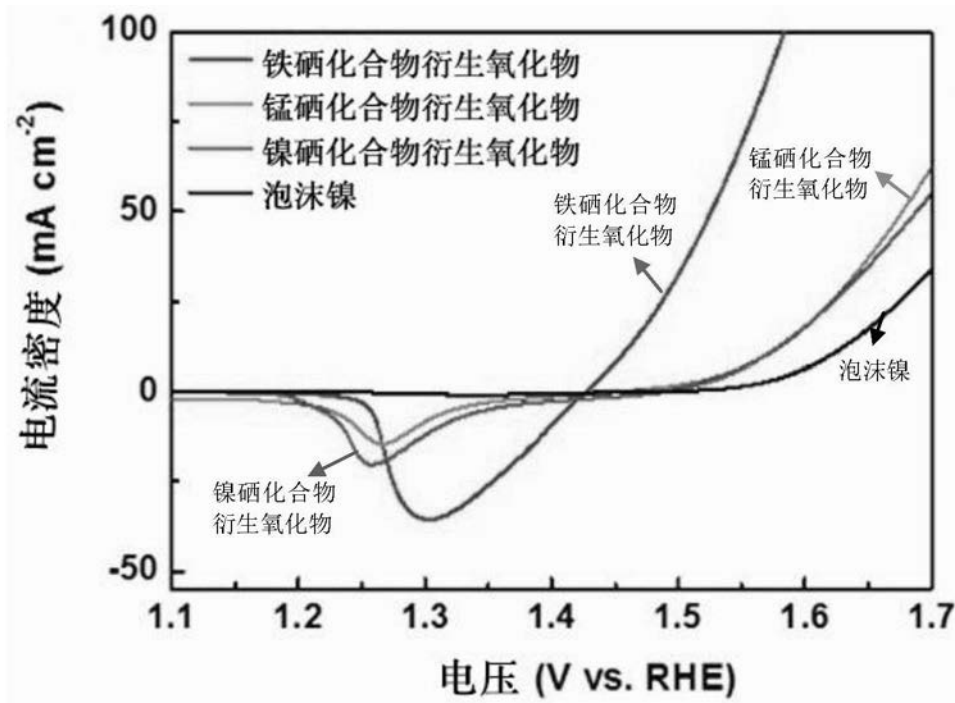


图4

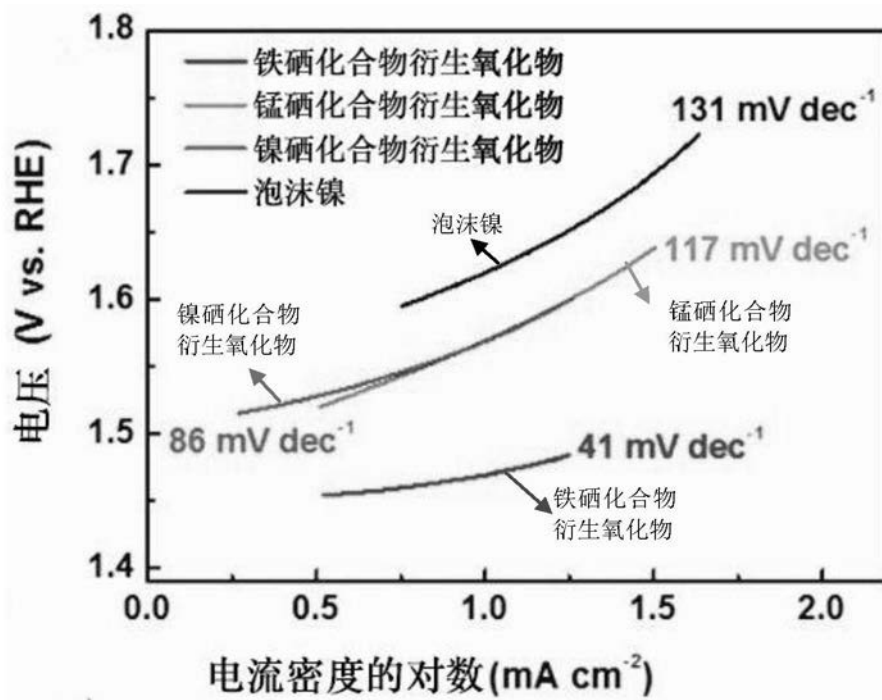


图5

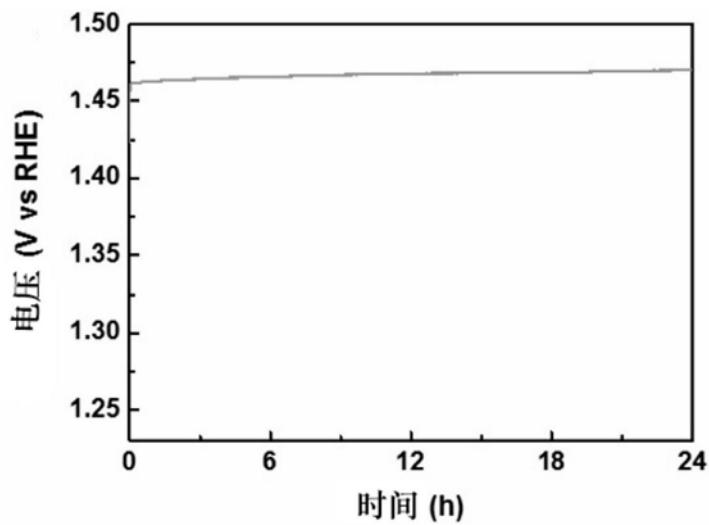


图6