

# 将科研实验融入无机化学实验教学的探究 ——Pt 基催化剂的制备及其电解水性能测试

章青芳<sup>1</sup> 郝晓斌<sup>1</sup> 钱妮妮<sup>2</sup> 郑建东<sup>1</sup> 侯长平<sup>1,\*</sup>

1 滁州学院材料与化学工程学院 安徽滁州 239000; 2 南京引智科技有限公司 江苏南京 210000

**【摘要】**设计一个Pt基催化剂的制备及其电解水性能测试的本科生无机化学实验。首先,采用光控沉积法制备了Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub>纳米片阵列分散固定超细Pt团簇(Pt-NIS-NF)催化剂。对Pt-NIS-NF催化剂的性质进行一系列表征。本实验的实施有助于学生理解和掌握Pt基催化剂制备的技术路线,并能有效地应用于电解水过程。此外,该实验教学可帮助学生正确使用实验仪器,组装实验装置,更深入地理解表征仪器的工作原理,更好地掌握光控沉积、超声、离心等基本的无机化学实验方法。

**【关键词】**Pt基催化剂; 电解水; 无机化学; 实验教学

Integrate the scientific research experiment into the teaching of inorganic chemistry experiment

Preparation of---Pt based catalyst and testing of water electrolysis

Zhang Qifang<sup>1</sup>, Hao Xiaobin<sup>1</sup>, Chanini<sup>2</sup>, Zheng Jiandong<sup>1</sup>, Hou Changping<sup>1,\*</sup>

1 School of Materials and Chemical Engineering, Chuzhou University, Anhui, 239000

2 Nanjing Wisdom Technology Co., LTD., Jiangsu, Nanjing, 210000

**【Abstract】** Design the preparation of Pt based catalyst and the test of water performance. First, a Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> nanosheet array dispersed and fixed ultrafine Pt cluster (Pt-NIS-NF) catalyst was prepared by the light-controlled deposition method. A series of characterization of the properties of the Pt-NIS-NF catalyst. The implementation of this experiment can help students to understand and master the technical route of Pt based catalyst preparation, and can be effectively applied to the water lysis process. In addition, the experimental teaching can help students to correctly use the experimental instruments correctly, assemble the experimental devices, better understand the working principle of the characterization instruments, and better master the basic inorganic chemical experimental methods such as light-controlled deposition, ultrasound and centrifugation.

**【Key words】** Pt based catalyst; water; inorganic chemistry; experimental teaching

## 1.前言

无机化学实验是化学及相关专业的重要基础实验课程之一,是实验教学体系中的重要组成部分,是无机化学理论课程的延伸。旨在加强学生对化学反应的感性认识,进一步巩固和加深对无机化学基本理论和基础知识的理解;通过严格的化学实验基本操作和基本技能训练,学会使用一些常用无机化学实验仪器并独立进行实验操作;掌握元素和无机化合物的基本性质,熟悉无机化合物的一般制备、提纯和分析方法,熟练掌握基本的实验操作技能,为学习后续相关专业课程、参与实际工作和进行科学研究打下扎实的基础;初步锻炼学生独立进行实验、组织与设计实验、正确测定与处理实验数据的能力,培养学生严谨的科学态度、良好的实验操作和安全保护意识<sup>[1-3]</sup>。

以滁州学院为例,无机化学实验课程面向应用化学、化学工程与工艺、制药工程、高分子材料与工程、新能源与器件、土木工程、给排水科学与工程等专业的大学本科一年级700余名学生进行授课。目前,经济的快速发展使社会对高校人才质量的要求不断提高,地方本科院校紧密结合不断更新的人才需求,坚持“地方性、应用型、开放式、信息化”

办学定位,以社会经济发展需要、创新思维与实践能力为培养目标,将前沿的科研实验融入专业实验教学的研究与实践,在培养创新应用型人才方面占据重要地位。

氢能与其他能源相比,自身具备许多优点,选择更为简洁高效且环保的工业化制氢方法十分重要。目前受到人们广泛关注的是最具潜力的Pt基催化剂催化电解水制氢工艺。中国石油大学的范爱鑫<sup>[4]</sup>博士团队将少量的H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>溶液充分浸渍到FeNi-MOF双金属MOF的孔道中,再通过高温焙烧制备出石墨化碳层包裹的PtFeNi合金催化剂(PtFeNi@C)。PtFeNi@C催化剂表现出优异的催化活性和很小的Tafel斜率,是商业Pt/C催化剂质量活性的63倍。内蒙古工业大学李素文<sup>[5]</sup>采用硬模板法成功制备了Pt纳米颗粒负载的双金属碳化钨钨杂化还原氧化石墨烯(Pt/MoWC/rGO)复合纳米催化剂。此纳米催化剂大大提高了催化活性,是由于其为催化贡献了大量的活性位点。扬州大学曹正毅<sup>[6]</sup>成功制备出富氮掺杂多孔碳负载PtCo合金纳米颗粒的杂化催化剂(PtCo@Nc)。该催化剂在不同pH值电解液中都能表现出优异且稳定的HER活性。

本研究设计了一个Pt基催化剂的制备及其电解水性能测试的本科生无机化学实验,旨在对无机化学实验教学进行

创新探索。通过掌握 Pt 基催化剂制备的技术路线,帮助学生学会正确使用实验仪器,组装实验装置,更深入地理解表征仪器的工作原理,更好地掌握光控沉积、超声、离心等基本的无机化学实验方法。将科研实验融入无机化学实验教学的实施有利于培养学生的科学素养,为学生后续科研学习及工作实践奠定良好的基础。

## 2. 实验内容

在 Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> 纳米片上分散固定超细 Pt 团簇 (Pt-NIS) 应用

于碱性 HER 反应。以泡沫镍为衬底负载 Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> 纳米片。因为此步骤负载出来的复合结构具有一定的光电效应,对 Pt 团簇的光控沉积,实现 Pt 的分散锚定 (Pt-NIS-NF)。Pt-NIS-NF 在碱性电解质下 10 mA/cm<sup>2</sup> 的过电位为 539 mV,商用 Pt/C 催化剂过电位 292 mV。本实验成功制备了以泡沫镍为衬底的 Pt 位点支撑电极。

## 3. 实验设计

### 3.1 实验仪器

表 1 部分仪器名称与型号

仪器或设备名称	规格与型号	生产厂家
电化学工作站	CHI660E	上海晨华科技有限公司
超声清洗机	KQ5200DE	昆山市超声仪器有限公司
真空干燥箱	DZF6050	上海一恒科学仪器有限公司
高压反应釜	50mL	上海力辰科技有限公司
电子天平	FA224	上海舜宇恒平科学仪器有限公司

### 3.2 实验药品

表 2 部分药品名称与型号

药品名称	规格与型号	生产厂家
硫脲	分析纯	国药集团化学试剂有限公司
无水酒精	分析纯	上海沃凯生物技术有限公司
丙酮	分析纯	太仓沪试试剂有限公司
六水氯铂酸	分析纯	上海麦克林生化科技股份有限公司
盐酸	分析纯	昆山金城试剂有限公司
氢氧化钾	电子纯	上海麦克林生化科技股份有限公司
商用 Pt/C	分析纯	上海麦克林生化科技股份有限公司
Nafion 溶液	分析纯	上海麦克林生化科技股份有限公司

### 3.3 Pt 基催化剂的制备

NIS-NF 的合成: 将裁剪得到 1 × 2 cm 的长方形泡沫镍依次使用丙酮、盐酸、乙醇在室温下超声各洗涤 10 min, 确保清除干净表面的杂质和氧化层, 再将其置于真空干燥箱中烘干待用。将 0.08 g 硫脲溶于去离子水中 (约为 25 mL), 搅拌均匀后将溶液转移到 50 mL 含有洁净泡沫镍的反应釜中, 并在真空干燥箱中加热 (120℃) 12 h, 制得硫化的泡沫镍样品 (NIS-NF)。

Pt-NIS-NF 的合成: 配置 0.1 g/mL 的 H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub> 溶液, 取该溶液 50 μL 滴入 50 mL 去离子水中。将 NIS-NF 样品浸入该 H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub> 溶液中, 并在紫外灯光源照射下匀速搅拌 2 h, 然后置于干燥箱中室温下烘干一夜, 最终制得 Pt-NIS-NF 催化剂。

作为 Pt-NIS-NF 催化剂的参照, 将商用 Pt/C (4.8 mg) 催化剂溶解在丙酮、水、Nafion 的混合溶液中 (溶液体积比分别为 10: 10: 1), 并在室温超声下处理 20 min, 取其滴在洁净的泡沫镍上, 在干燥箱中室温下烘干一夜, 制得以泡沫镍为衬底的 Pt/C 催化剂。

### 3.4 电化学测试

本实验 HER 性能测试在三电极体系的电化学工作站上完成。其中, 石墨棒作为辅助电极、Ag/AgCl 电极作为参比电极、催化剂作为工作电极。同时, 为与本实验所制备的样

品进行比较, 商用 Pt/C 催化剂作为工作电极也进行测试。

## 4. 表征方法

催化剂的晶体结构由 Bruker D8 ADVANCE 型 X-射线衍射仪 (XRD) 基于 Cu 靶 (0.1541 nm) 测得, 扫描范围为 10-70°。催化剂的表面形貌由 JSM-6510LV 型扫描电子显微镜 (SEM) 测得。

## 5. 结果与分析

### 5.1 SEM 分析

从扫描电镜 (SEM) 图 1(a) 可以看出, 商业泡沫镍 (NF) 表面空隙较多, 并且结构立体, 上下贯通, 表面较为光滑干净。图 1(b) 是 NIS-NF 扫描电镜图, 此时已通过水热反应处理, 通过 SEM 可以看出泡沫镍上均匀附着片状 Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub>, 片状之间 Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> 也分布着均匀的孔隙。充满片状 Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> 附着泡沫镍的结构有着较大的表面, 除了可以用来传质和释放气体, 也为附着 Pt 提供了充足的场所, 使 Pt 团簇分散的更均匀。

### 5.2 XRD 分析

从 X 射线衍射图 (XRD) 图 1 是 Pt-NIS-NF 的 XRD 图

谱,证明实验室制备的样品上存在  $\text{Ni}_3\text{S}_2$  晶体,拥有特征峰  $19.6^\circ$ 、 $33.5^\circ$ 、 $38.9^\circ$  和  $52.2^\circ$ ,并且图谱上显示了 Ni 的特征峰  $44.7^\circ$  和  $52.2^\circ$ 。

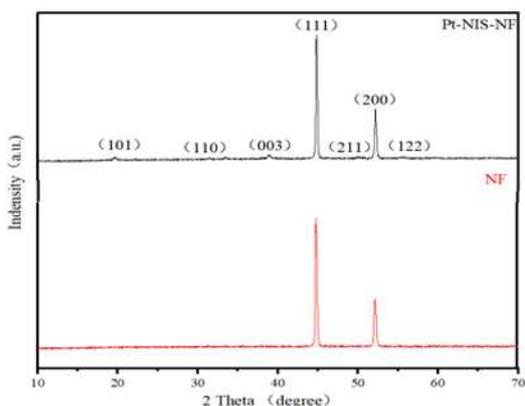


图1 XRD图

### 5.3 电催化产氢性能分析

本实验是在  $1\text{M KOH}$  为电解液的三电极体系中测量出电催化 HER 性能。为了与基准作比较,购买了商用  $20\%\text{wt Pt/C}$ ,对其进行处理。从得到的 LSV 曲线图可以看出,在电流密度为  $10\text{ mA/cm}^2$  下,商用 Pt/C 的过电位为  $292\text{ mV}$ ,而 Pt-NIS-NF 的过电位为  $539\text{ mV}$ 。Pt-NIS-NF 的过电位高于商用 Pt/C。Pt/C 和 Pt-NIS-NF 的 Tafel 斜率分别为  $53\text{ mV/dec}$  和  $89\text{ mV/dec}$ 。这表明它仍然符合碱性介质中的 Volmer-Tafel 机制。Pt-NIS-NF 的电化学性能略逊于 Pt/C。这是由于 Pt 负载在 NIS 上的过程中并不牢固,在实验过程中导致 Pt 脱落,没有良好的电化学性能。

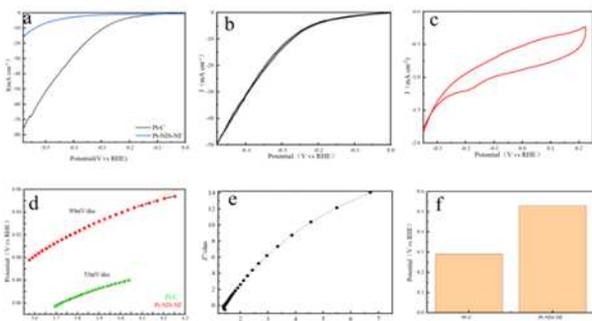


图2 (a)电催化性能 LSV 图;(b)Pt/C CV 图;(c)Pt-NIS-NF CV 图;(d) Tafel 图;(e) EIS 图;(f) 过电位图

从图 2 (a) LSV 曲线图可以看出,在电流密度为  $10\text{ mA/cm}^2$  下,商用 Pt/C 的过电位为  $292\text{ mV}$ ,Pt-NIS-NF 的过电位为  $539\text{ mV}$ 。从图 2 (b)(c) 可以明显看出 Pt/C 的面积

### 参考文献

- [1]刘敬肖,史非,张晶晶等.融合科研创新与设计的无机材料基础实验教学改革研究与实践[J].高教学刊,2024,3:146-149.
- [2]汪政熙.新时代背景下无机化学实验教学的创新探索[J].广州化工,2023,51,3:272-274.
- [3]温志慧,冯占恒,祁雪,邱晓航.大类招生背景下无机化学实验室管理的探索与实践[J].大学化学,2024,39(X):1-8.
- [4]范爱鑫.Pt 基纳米催化剂的制备及其电化学性能研究[D].中国石油大学(北京)2020.000070.
- [5]李素文.Pt 基纳米复合催化剂的制备及其甲醇电氧化性能研究[D].内蒙古工业大学,2023,000324.
- [6]曹正義.析氢反应铂位点配置及活性调控[D].扬州大学,2022.001185.

大于 Pt-NIS-NF 的面积,由此可得 Pt/C 的催化剂活性高于 Pt-NIS-NF。图 (d) Tafel 斜率图可以看出 Pt/C 的 Tafel 斜率为  $53\text{ mV/dec}$ ,而 Pt-NIS-NF 的 Tafel 斜率为  $89\text{ mV/dec}$ 。这表明此反应的决速步是 Tafel 步,且仍然符合碱性介质中的 Volmer-Tafel-HER 机制。由于实验室制备的样品 Pt-NIS-NF 上 Pt 含量小于经过处理的 Pt/C 样品,Pt-NIS-NF 的 HER 性能逊于 Pt/C。图 (e) EIS 曲线可以看出此反应受物质转移主导,电荷转移容易,物质转移较困难。图中第一个圆弧半径较小,说明吸附较容易,则电荷转移较容易。而直线较长,说明反应受物质转移主导,物质转移较困难。图 (f) 过电位柱状图可以看出 Pt/C 的过电位小于 Pt-NIS-NF 的过电位,由此可得 Pt/C 的催化性能优于 Pt-NIS-NF 的催化性能。由实验分析物质在电解液转移困难的原因有:(1) Pt 未完全负载到 NIS 孔道里;(2) 在电化学测试过程中, Pt 掉落至电解液中,无法转移;(3) 实验中,紫外灯的光源较弱或转速过快因此无法使 Pt 渗入  $\text{Ni}_3\text{S}_2$  中。

### 6.结论

综上所述,我们在析氢反应中通过光控沉积法成功制备了  $\text{Ni}_3\text{S}_2$  纳米片阵列分散固定超细 Pt 团簇。在电流密度为  $10\text{ mA/cm}^2$  时,商用 Pt/C 的过电位为  $292\text{ mV}$ ,而制备出的 Pt-NIS-NF 的过电位为  $539\text{ mV}$ 。Pt/C 的 Tafel 斜率为  $53\text{ mV/dec}$ ,而 Pt-NIS-NF 的 Tafel 斜率为  $89\text{ mV/dec}$ 。此实验提出了一种在电极上直接生长 Pt 活性位点的方法制备电解水催化剂。

### 7.教学探究

通过光控沉积法制备  $\text{Ni}_3\text{S}_2$  纳米片阵列分散固定超细 Pt 团簇 (Pt-NIS-NF) 催化剂,并用于电解水性能测试的研究,使学生了解并掌握了 Pt 基催化剂的制备方法及其原理,不同表征仪器的操作与应用。切实提高了学生实际动手操作能力,在实验过程中提出问题并解决问题,提高创新思维,培养团队合作精神。同时在对实验数据结果进行分析的过程中,学习如何运用化学和数据处理软件绘制各类图表。学习通过查阅相关文献资料对得出的实验数据进行分析讨论。获悉国内外相关领域的前沿科学研究,增强学生的专业使命感和民族责任感。