



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115161663 A

(43) 申请公布日 2022. 10. 11

(21) 申请号 202210816912.0

(22) 申请日 2022.07.12

(71) 申请人 北京科技大学

地址 100083 北京市海淀区学院路30号

(72) 发明人 齐俊杰 张志恒 张硕研 李猷

王骏琦 杨启超

(74) 专利代理机构 北京市广友专利事务所有限

责任公司 11237

专利代理师 张仲波

(51) Int. Cl.

C25B 1/04 (2021.01)

C25B 11/091 (2021.01)

权利要求书1页 说明书11页 附图7页

## (54) 发明名称

一种MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的合成方法

## (57) 摘要

一种MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的合成方法,属于纳米材料技术领域。先将钼源和硫源溶于去离子水中,形成溶液;再向溶液中加入TaS<sub>2</sub>纳米片和NMP溶液,超声后得到混合物,再向混合物中加入碳布电极,使碳布电极浸入混合物中,再将混合物和碳布电极转移到反应釜中,再将密封的反应釜放入鼓风干燥箱中,进行水热反应,反应釜冷却后,取出碳布电极,得到生长有MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的碳布电极。通过该合成方法制备的MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料成本低、导电性好,能有效的降低电化学反应中电荷转移电阻,且还具有优异的电荷载流子迁移率,以及较低的塔菲尔斜率,将其应用作为电催化剂时,存在更多的促进电荷传输的界面,增加了活性位点的比表面积,表现出优异的电催化性能,提高析氢的效率。



1. 一种 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的合成方法,其特征在于,包括:  
步骤S1、将钼源和硫源溶于去离子水中,形成溶液;  
步骤S2、向所述溶液中加入 $\text{TaS}_2$ 纳米片,超声混合后得到混合物;  
步骤S3、向所述混合物中加入碳布电极,使碳布电极浸入所述混合物中;  
步骤S4、将所述混合物和碳布电极转移到反应釜中;  
步骤S5、将密封的反应釜放入鼓风干燥箱中,进行水热反应;  
步骤S6、所述反应釜冷却后,取出所述碳布电极,得到生长有 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极。
2. 根据权利要求1所述的合成方法,其特征在于,所述钼源为钼酸钠或钼酸铵,所述的硫源为硫脲。
3. 根据权利要求1所述的合成方法,其特征在于,所述步骤S1中,钼元素与硫元素的摩尔比为1:0.5-2.5。
4. 根据权利要求1所述的合成方法,其特征在于,所述步骤S2中,钼元素与钽元素的摩尔比为5~20:1。
5. 根据权利要求1所述的合成方法,其特征在于,还包括:在步骤S2之前,将 $\text{TaS}_2$ 粉末在去离子水中进行超声处理,得到 $\text{TaS}_2$ 纳米片。
6. 根据权利要求1所述的合成方法,其特征在于,还包括:在步骤S3之前,对所述碳布电极进行预处理;  
所述预处理包括:  
将质量分数为10%的硝酸溶液和质量分数为10%的硫酸溶液按体积比为3:1混合,得到混合酸溶液;  
将所述碳布电极放入所述混合酸溶液后,常温浸泡一定时间后取出;  
将取出的所述碳布电极放置在盛有去离子水的容器中超声振荡,去除所述碳布电极上残留的硫酸和硝酸。
7. 根据权利要求1所述的合成方法,其特征在于,所述步骤S4中,将所述混合物和所述碳布电极转移到不锈钢反应釜中;步骤S5中,将密封的所述反应釜放入 $180^\circ\text{C}\sim 220^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱中保温20h~24h,进行水热反应。
8. 根据权利要求1所述的合成方法,其特征在于,还包括:在步骤S6之后的以下步骤:  
步骤S7、依次使用去离子水和乙醇对所述碳布电极进行清洗;  
步骤S8、将清洗后的所述碳布电极放入真空干燥箱中保温烘干;  
步骤S9、在所述碳布电极冷却至室温后,在所述碳布电极表面滴加Nafion溶液并自然风干。
9. 根据权利要求1所述的合成方法,其特征在于,还包括:在步骤S6之后的以下步骤:  
步骤S10、将所述反应釜中的剩余溶液进行离心分离,得到黑色沉淀物;  
步骤S11、依次使用去离子水和乙醇对所述黑色沉淀物进行清洗;  
步骤S12、将清洗后的所述黑色沉淀物放入真空干燥箱中保温烘干;  
步骤S13、将烘干后的所述黑色沉淀物收集,在研钵中研磨至混合均匀,得到 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料。

## 一种MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的合成方法

### 技术领域

[0001] 本发明公开涉及纳米材料技术领域,尤其涉及一种MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料及其合成方法。

### 背景技术

[0002] 氢气(H<sub>2</sub>)是可再生和清洁的,作为所有化学燃料中最高能量密度(142MJ/kg)的高效能载体,因此被认为是最有前途的绿色能源之一。大规模的可持续制氢需要一种具有良好自然丰度的合适电催化剂。

[0003] 现有技术中,通常使用铂(Pt)作为电催化剂,发明人发现,尽管铂(Pt)具有出色的电催化稳定性和效率,但其低丰度和高成本严重限制了其广泛的适用性。

### 发明内容

[0004] 有鉴于此,本公开实施例提供了一种MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料及其合成方法,将MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料作为析氢反应的催化剂,能够提高析氢的效率,降低成本。

[0005] 第一方面,本公开实施例提供了一种MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料及其合成方法,采用如下技术方案:

[0006] 所述MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的合成方法包括:

[0007] 步骤S1、将钼源和硫源溶于去离子水中,形成溶液;

[0008] 步骤S2、向所述溶液中加入TaS<sub>2</sub>纳米片和NMP溶液,超声混合后得到混合物;

[0009] 步骤S3、向所述混合物中加入碳布电极,使所述碳布电极浸入所述混合物中;

[0010] 步骤S4、将所述混合物和碳布电极转移到反应釜中;

[0011] 步骤S5、将密封的反应釜放入鼓风干燥箱中,进行水热反应;

[0012] 步骤S6、所述反应釜冷却后,取出所述碳布电极,得到生长有MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的碳布电极。

[0013] 可选地,所述钼源为钼酸钠或钼酸铵,所述的硫源为硫脲。

[0014] 可选地,所述步骤S1中,钼元素与硫元素的摩尔比为1:0.5-2.5。

[0015] 可选地,所述步骤S2中,钼元素与钽元素的摩尔比为5~20:1。

[0016] 可选地,所述合成方法还包括:在步骤S2之前,将TaS<sub>2</sub>粉末在去离子水中进行超声处理,得到TaS<sub>2</sub>纳米片。

[0017] 可选地,所述合成方法还包括:在步骤S3之前,对所述碳布电极进行预处理;

[0018] 所述预处理包括:

[0019] 将质量分数为10%的硝酸溶液和质量分数为10%的硫酸溶液按体积比为3:1混合,得到混合酸溶液;

[0020] 将所述碳布电极放入所述混合酸溶液后,常温浸泡一定时间后取出;

[0021] 将取出的所述碳布电极放置在盛有去离子水的容器中超声振荡,去除所述碳布电极上残留的硫酸和硝酸。

[0022] 可选地,所述步骤S4中,将所述混合物和所述碳布电极转移到不锈钢反应釜中;步骤S5中,将密封的所述反应釜放入180℃~220℃鼓风干燥箱中保温20h~24h,进行水热反应。

[0023] 可选地,所述合成方法还包括:在步骤S6之后的以下步骤:

[0024] 步骤S7、依次使用去离子水和乙醇对所述碳布电极进行清洗;

[0025] 步骤S8、将清洗后的所述碳布电极放入真空干燥箱中保温烘干;

[0026] 步骤S9、在所述碳布电极冷却至室温后,在所述碳布电极表面滴加Nafion溶液并自然风干。

[0027] 可选地,所述合成方法还包括:在步骤S6之后的以下步骤:

[0028] 步骤S10、将所述反应釜中的剩余溶液进行离心分离,得到黑色沉淀物;

[0029] 步骤S11、依次使用去离子水和乙醇对所述黑色沉淀物进行清洗;

[0030] 步骤S12、将清洗后的所述黑色沉淀物放入真空干燥箱中保温烘干;

[0031] 步骤S13、将烘干后的所述黑色沉淀物收集,在研钵中研磨至混合均匀,得到MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料。

[0032] 第二方面,本公开实施例提供一种MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料,所述复合材料使用以上任一项所述的MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的合成方法进行合成。

[0033] 本发明提供了MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料及其合成方法,该合成方法包括:先将钼源和硫源溶于去离子水中,形成溶液;再向溶液中加入TaS<sub>2</sub>纳米片和NMP溶液,超声混合后得到混合物,再向混合物中加入碳布电极,使碳布电极浸入混合物中,再将混合物和碳布电极转移到反应釜中,再将密封的反应釜放入鼓风干燥箱中,进行水热反应,反应釜冷却后,取出碳布电极,得到生长有MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的碳布电极。一方面,通过该合成方法制备的MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料不仅具有良好的导电性,能够有效的降低电化学反应中电荷转移电阻,而且还具有优异的电荷载流子迁移率,进而具有较低的塔菲尔斜率,将其应用作为电催化剂时,存在更多的促进电荷传输的界面,并且MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>纳米片的小尺寸增加了活性位点的比表面积,因而表现出优异的电催化性能,提高析氢的效率。另一方面,MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的成本显著低于Pt,还可以降低成本。

[0034] 上述说明仅是本公开技术方案的概述,为了能更清楚了解本公开的技术手段,而可依照说明书的内容予以实施,并且为了让本公开的上述和其他目的、特征和优点能够更明显易懂,以下特举较佳实施例,并配合附图,详细说明如下。

## 附图说明

[0035] 为了更清楚地说明本公开实施例的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本公开的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其它的附图。

[0036] 图1为本公开实施例提供的合成方法的流程图一;

[0037] 图2为本公开实施例提供的合成方法的流程图二;

[0038] 图3为本公开实施例提供的合成方法的流程图三;

[0039] 图4为本公开实施例提供的拉曼图谱;

[0040] 图5为本公开实施例提供的X射线衍射图谱;

- [0041] 图6为本公开实施例体系的X射线光电子能谱；  
[0042] 图7a为本公开实施例提供的极化曲线；  
[0043] 图7b为本公开实施例提供的图6a的局部放大图；  
[0044] 图8a为本公开实施例提供的扫描电子显微镜图像；  
[0045] 图8b为本公开实施例提供的图7a的局部放大图。

### 具体实施方式

[0046] 下面结合附图和实施方式对本公开作进一步的详细说明。可以理解的是，此处所描述的具体实施方式仅用于解释相关内容，而非对本公开的限定。另外还需要说明的是，为了便于描述，附图中仅示出了与本公开相关的部分。

[0047] 需要说明的是，在不冲突的情况下，本公开中的实施方式及实施方式中的特征可以相互组合。下面将参考附图并结合实施方式来详细说明本公开的技术方案。

[0048] 除非另有说明，否则示出的示例性实施方式/实施例将被理解为提供可以在实践中实施本公开的技术构思的一些方式的各种细节的示例性特征。因此，除非另有说明，否则在不脱离本公开的技术构思的情况下，各种实施方式/实施例的特征可以另外地组合、分离、互换和/或重新布置。

[0049] 这里使用的术语是为了描述具体实施例的目的，而不意图是限制性的。如这里所使用的，除非上下文另外清楚地指出，否则单数形式“一个(种、者)”和“所述(该)”也意图包括复数形式。此外，当在本说明书中使用术语“包含”和/或“包括”以及它们的变型时，说明存在所陈述的特征、整体、步骤、操作、部件、组件和/或它们的组，但不排除存在或附加一个或多个其它特征、整体、步骤、操作、部件、组件和/或它们的组。还要注意的，如这里使用的，术语“基本上”、“大约”和其它类似的术语被用作近似术语而不用作程度术语，如此，它们被用来解释本领域普通技术人员将认识到的测量值、计算值和/或提供的值的固有偏差。

[0050] 发明人发现，由两种不同种类的二维纳米片堆积形成的新型二维复合结构，不仅具有新颖性质，而且在电催化析氢方面具有优异性能。例如 $\text{MoS}_2$ 纳米片和 $\text{MoSe}_2$ 纳米片通过水热法制备形成的复合材料，相比于单独的 $\text{MoS}_2$ 和 $\text{MoSe}_2$ 纳米片具有更加优异的电催化性能。

[0051] 由于2H- $\text{MoS}_2$ 和2H- $\text{TaS}_2$ 的晶体结构相同，晶格常数相近，晶格失配率小，可以很容易的缝合在一起，形成复合材料，所以认为构建 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料可能具有的独特性能，在改善 $\text{MoS}_2$ 的导电性的同时，还可以获得更高的电催化析氢性能。

[0052] 在该复合材料当中， $\text{TaS}_2$ 的1T相比2H相更具催化活性，因为金属性能会降低电荷转移阻力，并且它还具有优秀的基面活性， $\text{MoS}_2$ 的氢气产生速率(或周转频率，TOF)受到限制，因为其催化活性在很大程度上限制于边缘部位，而整体基面则相对惰性。因此，裸露的活性边缘在HER反应中起重要作用。该结构的形成为氢的吸附提供了更多的活性位，可以推测在复合材料中，存在更多的促进电荷传输的界面。

[0053] 基于以上分析，本公开实施例提供了一种 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的合成方法，具体地，如图1所示，该 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的合成方法包括：

[0054] 步骤S1、将钼源和硫源溶于去离子水中，形成溶液。

[0055] 可选地,钼源为钼酸钠或钼酸铵,硫源为硫脲。

[0056] 可选地,步骤S1中,钼元素与硫元素的摩尔比为1:0.5、1:1、1:1.5、1:2或1:2.5,也即得到的 $\text{MoS}_2$ 可以为 $\text{MoS}_2$  (Mo:S=1:0.5)、 $\text{MoS}_2$  (Mo:S=1:1)、 $\text{MoS}_2$  (Mo:S=1:1.5)、 $\text{MoS}_2$  (Mo:S=1:2)或 $\text{MoS}_2$  (Mo:S=1:2.5)。

[0057] 示例性地,在步骤S1中可以将质量为294~309mg的钼源,以及质量为57~285mg的硫源溶于20mL去离子水中,置于磁力搅拌器上搅拌30min,形成澄清溶液。进一步地,可以选择步骤S1形成的溶液中钼源物质的量为1.5mmol。

[0058] 步骤S2、向溶液中加入 $\text{TaS}_2$ 纳米片和NMP溶液,超声混合后得到混合物。

[0059] 可选地,步骤S2中加入的 $\text{TaS}_2$ 纳米片的量满足:钼元素与钽元素的摩尔比为5~20:1,例如,5:1、6:1、7:1、8:1、9:1、10:1、12:1、14:1、16:1、18:1或20:1。这个范围的摩尔比可以使 $\text{MoS}_2$ 纳米花在生长的时候能够有效包覆 $\text{TaS}_2$ 纳米片。步骤S2中加入的NMP溶液的量1~5mL。加入这个范围内的溶液可以使得生成的材料更牢固的吸附在碳布上。

[0060] 示例性地,当步骤S1中加入如上质量的钼源和硫源时,步骤S2加入质量为18~74mg的 $\text{TaS}_2$ 和3mL的NMP溶液。进一步地,超声时间为10~20min。

[0061] 可选地,本公开实施例中 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的合成方法还包括:在步骤S2之前,将 $\text{TaS}_2$ 粉末在去离子水中进行超声处理,得到 $\text{TaS}_2$ 纳米片。示例性地,为得到具有之前所述质量的 $\text{TaS}_2$ 纳米片,可以将质量为18~74mg的 $\text{TaS}_2$ 粉末在5~10mL去离子水中超声处理24~36h。超声处理的目的是将 $\text{TaS}_2$ 块体粉碎成大小约为几百纳米的纳米片层,以进一步增加活性位点,提高催化性能。

[0062] 步骤S3、向混合物中加入碳布电极,使碳布电极浸入混合物中。

[0063] 步骤S3中选择碳布电极的原因在于:碳布电极的导电性好,电阻率小于 $5\text{m}\Omega/\text{cm}^2$ ,并且相对亲水,相比于泡沫镍电极来说,碳纤维较为稳定,不易于与实验材料发生反应,适合生长材料,相比于玻碳电极来说,碳布电极质地柔软,强度高不易断裂,更加适合作为催化剂的载体。

[0064] 可选地,本公开实施例中 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的合成方法还包括:在步骤S3之前,对碳布电极进行预处理,以提高其表面活性,处理后不仅可以使得负载物在碳布电极上均匀生长,并且能够实现与水系电解液的充分接触,提高电催化剂的催化性能。

[0065] 示例性地,以上预处理包括:

[0066] 将质量分数为10%的硝酸溶液和质量分数为10%的硫酸溶液按体积比为3:1混合,得到混合酸溶液;

[0067] 将碳布电极放入混合酸溶液后,常温浸泡一定时间(如24~36h)后取出;

[0068] 将取出的碳布电极放置在盛有去离子水的容器(如烧杯)中超声振荡(如10~15min,重复2~3次),去除碳布电极上残留的硫酸和硝酸。

[0069] 步骤S4、将混合物和碳布电极转移到反应釜中。

[0070] 可选地,步骤S4中,将混合物和碳布电极转移到不锈钢反应釜中。不锈钢反应釜的内胆可以为聚四氟乙烯内胆,不锈钢反应釜的容积为50mL,混合物和碳布电极转移到不锈钢反应釜中后,其所占体积不超过不锈钢反应釜容积的80%。

[0071] 步骤S5、将密封的反应釜放入鼓风干燥箱中,进行水热反应。

[0072] 可选地,步骤S5中,将密封的反应釜放入180~220℃鼓风干燥箱中保温20~24h,

进行水热反应。以上温度和时间范围能使得反应进行更为充分,并且更容易生长出纳米花形貌的 $\text{MoS}_2$ ,更加容易包覆住 $\text{TaS}_2$ 纳米片,同时在电催化析氢过程中不容易脱落,并且能提供更多的活性位点,提高电催化性能。

[0073] 步骤S6、反应釜冷却后,取出碳布电极,得到生长有 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极。

[0074] 可选地,如图2所示,本公开实施例中 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的合成方法还包括:在步骤S6之后的以下步骤:

[0075] 步骤S7、依次使用去离子水和乙醇对碳布电极进行清洗。

[0076] 例如,用去离子水清洗2~6次,乙醇清洗1~3次。在步骤S7中,去离子水和乙醇清洗可以去除碳布电极表面容易脱落的粉末和杂质。

[0077] 需要说明的是,在步骤S6之后的步骤中,碳布电极上必然附着有 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料,对碳布电极进行何种操作,必然意味着对 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料进行该种操作。

[0078] 步骤S8、将清洗后的碳布电极放入真空干燥箱中保温烘干。

[0079] 例如,碳布电极放入50~70℃真空干燥箱中保温6~8h。步骤S8中,真空干燥箱干燥可以去除碳布电极中的水分,也使得碳布电极更加的稳定。

[0080] 步骤S9、在碳布电极冷却至室温后,在碳布电极表面滴加Nafion溶液并自然风干。

[0081] 例如,在碳布电极表面滴加10~15 $\mu\text{L}$ 的Nafion溶液后自然风干。步骤S9中滴加Nafion溶液自然风干之后可以形成高分子膜,具有选择透过性,同时在吸水之后只允许氢离子通过,对碳布电极起到了保护作用。

[0082] 可选地,如图3所示,本公开实施例中 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的合成方法还包括:在步骤S6之后的以下步骤:

[0083] 步骤S10、将反应釜中的剩余溶液进行离心分离,得到黑色沉淀物。

[0084] 步骤S11、依次使用去离子水和乙醇对黑色沉淀物进行清洗。

[0085] 例如,用去离子水清洗2~6次,乙醇清洗1~3次。

[0086] 步骤S12、将清洗后的黑色沉淀物放入真空干燥箱中保温烘干。

[0087] 例如,将清洗后的黑色沉淀物放入50~70℃真空干燥箱中保温6~8h。

[0088] 步骤S13、将烘干后的黑色沉淀物收集,在研钵中研磨至混合均匀,得到 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料。

[0089] 例如,在玛瑙研钵中充分研磨至混合均匀。

[0090] 需要说明的是,步骤S7~S9可以在步骤S10~S13之前执行,也可以之后执行,也可以同时执行,此处不进行限定。

[0091] 本公开实施例中的 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的合成方法具有如下技术优势:

[0092] 一方面,通过该合成方法制备的 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料不仅具有良好的导电性,能够有效降低电化学反应中电荷转移电阻,而且还具有优异的电荷载流子迁移率,进而具有较低的塔菲尔斜率,将其应用作为电催化剂时,存在更多的促进电荷传输的界面,并且 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 纳米片的小尺寸增加了活性位点的比表面积,因而表现出优异的电催化性能,提高析氢的效率。

[0093] 另一方面, $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的成本显著低于Pt,还可以降低成本。然而,分层的过渡金属族硫属化物结构很有吸引力。研究表明,分层结构中较大的活动区域形成会产生

较大的边缘,这是实现卓越电催化水分解性能的关键活动面。

[0094] 此外,本公开实施例提供一种 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料,复合材料使用以上任一项的 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的合成方法进行合成。

[0095] 本公开实施例中可以将附着在碳布电极上的 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料作为电催化剂,进行电化学测试。

[0096] 示例性地,电化学测试包括以下步骤:

[0097] a、电化学测试在一个标准的三电极测试系统中进行,其中生长有 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极作为工作电极,铂片电极作为对电极, $\text{Ag}/\text{AgCl}$ 电极作为参比电极, $0.5\text{M H}_2\text{SO}_4$ 溶液作为电解液;

[0098] b、在CHI660E电化学工作站上进行测试。

[0099] 在此步骤中可以进行线性扫描伏安测试、循环伏安测试和电化学阻抗谱测试中的一种或几种。其中,进行线性扫描伏安测试时,在相对于可逆氢电极的电势扫描范围为 $0\sim-1.2\text{V}$ ,扫描速率为 $5\text{mV}/\text{s}$ 。

[0100] 测试结果表明, $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料作为析氢反应的催化剂,表现出优异的催化性能, $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 性能最佳,在 $10\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下过电位为 $87\text{mV}$ ,塔菲尔斜率为 $63\text{mV}/\text{dec}$ ,由循环伏安曲线得出电化学活性面积为 $145.74\text{mF}/\text{cm}^2$ ,由电化学阻抗谱得出的电荷转移电阻为 $3.25\Omega$ ,催化性能高于其他比例的 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 的催化性能,而 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:0.5)/\text{TaS}_2$ 、 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1.5)/\text{TaS}_2$ 、 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:2)/\text{TaS}_2$ 和 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:2.5)/\text{TaS}_2$ 的过电位分别为 $238\text{mV}$ 、 $193\text{mV}$ 、 $166\text{mV}$ 和 $212\text{mV}$ 。

[0101] 为了便于本领域技术人员更加清楚地了解本公开实施例中的 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的性能优势及其合成方法,下面本公开实施例以几个具体实施例进行说明。

[0102] 实施例1

[0103] 本实施例中的 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的制备过程包括:

[0104] (1) 将 $294\text{mg}$ 的 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 和 $57\text{mg}$ 的 $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ 溶于 $20\text{mL}$ 去离子水中,置于磁力搅拌器上搅拌 $30\text{min}$ ,形成澄清溶液,溶液中钼与硫的摩尔比为 $1:1$ 。

[0105] (2) 将 $73\text{mg}$ 的 $\text{TaS}_2$ 粉末在 $10\text{mL}$ 的去离子水中超声处理 $24\text{h}$ ,然后往a溶液中加入超声处理后的 $\text{TaS}_2$ 纳米片和 $3\text{mL}$ 的NMP溶液,使混合物中钼与钽的摩尔比为 $5:1$ ,超声 $20\text{min}$ 后混合均匀得到混合物。

[0106] (3) 将质量分数为 $10\%$ 的硝酸和 $10\%$ 的硫酸溶液按体积比为 $3:1$ 混合,将碳布电极放入后常温浸泡 $24\text{h}$ 后取出,放置在盛有去离子水的烧杯中超声振荡 $20\text{min}$ ,以充分去除碳布电极上的硫酸和硝酸;往(2)中的混合物中加入处理后的碳布电极,使其浸入混合物当中,转移到 $50\text{mL}$ 的聚四氟乙烯内胆中,盖紧盖子之后装入不锈钢反应釜中拧紧密封,将密封的反应釜放入 $200^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱中保温 $24\text{h}$ 。

[0107] (4) 将(3) 水热反应所得到的反应釜冷却,取出碳布电极,得到生长有 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:0.5)/\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极,分别用去离子水清洗 $3$ 次、乙醇清洗 $3$ 次,得到的碳布电极放入 $60^\circ\text{C}$ 真空干燥箱中保温 $8\text{h}$ ,在冷却到室温后,在碳布电极表面滴加 $15\mu\text{L}$ 的Nafion溶液后自然风干。

[0108] (5) 将(3) 水热反应所得到的反应釜中的剩余溶液离心分离,得到的黑色沉淀分别用去离子水清洗 $3$ 次、乙醇清洗 $3$ 次后,放入 $60^\circ\text{C}$ 真空干燥箱中保温 $8\text{h}$ ,然后将产物收集,在

玛瑙研钵中充分研磨至混合均匀,得到 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:0.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料粉末。

[0109] 图4示出了实施例1中的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:0.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料粉末的拉曼图谱,从图4可知,实施例1所获得的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:0.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 粉末在 $389.9\text{cm}^{-1}$ 和 $413.6\text{cm}^{-1}$ 处的特征峰基本与2H型 $\text{MoS}_2$ 一致,在 $111.2\text{cm}^{-1}$ 、 $122.9\text{cm}^{-1}$ 、 $145.7\text{cm}^{-1}$ 、 $194.5\text{cm}^{-1}$ 、 $278.4\text{cm}^{-1}$ 和 $335.3\text{cm}^{-1}$ 处的特征峰基本与1T型 $\text{MoS}_2$ 一致,在 $91.1\text{cm}^{-1}$ 和 $307.9\text{cm}^{-1}$ 处的特征峰基本与 $\text{TaS}_2$ 一致。

[0110] 图5示出了实施例1中的 $\text{MoS}_2$ / $\text{TaS}_2$ 复合材料粉末的X射线衍射图谱,从图5可知,实施例1所获得的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:0.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 粉末的XRD图与标准卡片#37-1492的硫化钼2H型相吻合,在 $9.9^\circ$ 处的衍射峰与标准卡片#21-0569相吻合,与标准卡片#80-0685的硫化钼2H型相吻合,图5中 $\text{MoS}_2$ 的(100)峰型平缓说明平面方向生长较差, $\text{TaS}_2$ 的(002)峰较为明显,(004)、(006)和(008)峰减弱说明大部分 $\text{TaS}_2$ 块体已经被超声成纳米片。

[0111] 将步骤(4)中制备得到的生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:0.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极,其作为催化剂进行电化学测试(以进行线性扫描伏安测试为例),包括以下步骤:

[0112] 生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:0.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极作为工作电极,铂片电极作为对电极,Ag/AgCl电极作为参比电极,0.5M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液作为电解液;

[0113] 在CHI660E电化学工作站上进行线性扫描伏安测试,在相对于可逆氢电极的电势扫描范围为 $0\sim-1.2\text{V}$ ,扫描速率为 $5\text{mV/s}$ 。

[0114] 图7a示出了扫描得到的极化曲线,图7b为图7a的局部( $x(-0.6\sim 0.1)$   $y(-100\sim 10)$ )放大图,在 $10\text{mA/cm}^2$ 的电流密度下过电位为 $238\text{mV}$ ,即制备的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:0.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料作为析氢反应的催化剂,过电位为 $238\text{mV}$ 。

[0115] 实施例2

[0116] 本实施例中的 $\text{MoS}_2$ / $\text{TaS}_2$ 复合材料的制备过程包括:

[0117] (1) 将 $294\text{mg}$ 的 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 和 $114\text{mg}$ 的 $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ 溶于 $20\text{mL}$ 去离子水中,置于磁力搅拌器上搅拌 $30\text{min}$ ,形成澄清溶液,溶液中钼与硫的摩尔比为 $1:1$ 。

[0118] (2) 将 $73\text{mg}$ 的 $\text{TaS}_2$ 粉末在 $10\text{mL}$ 的去离子水中超声处理 $24\text{h}$ ,然后往a溶液中加入超声处理后的 $\text{TaS}_2$ 纳米片和 $3\text{mL}$ 的NMP溶液,使混合物中钼与钽的摩尔比为 $5:1$ ,超声 $20\text{min}$ 后混合均匀得到混合物。

[0119] (3) 将质量分数为 $10\%$ 的硝酸和 $10\%$ 的硫酸溶液按体积比为 $3:1$ 混合,将碳布电极放入后常温浸泡 $24\text{h}$ 后取出,放置在盛有去离子水的烧杯中超声振荡 $20\text{min}$ ,以充分去除碳布电极上的硫酸和硝酸;往(2)中的混合物中加入处理后的碳布电极,使其浸入混合物当中,转移到 $50\text{mL}$ 的聚四氟乙烯内胆中,盖紧盖子之后装入不锈钢反应釜中拧紧密封,将密封的反应釜放入 $220^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱中保温 $24\text{h}$ 。

[0120] (4) 将(3)水热反应所得到的反应釜冷却,取出碳布电极,得到生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极,分别用去离子水清洗 $3$ 次、乙醇清洗 $3$ 次,得到的碳布电极放入 $60^\circ\text{C}$ 真空干燥箱中保温 $8\text{h}$ ,在冷却到室温后,在碳布电极表面滴加 $15\mu\text{L}$ 的Nafion溶液后自然风干。

[0121] (5) 将(3)水热反应所得到的反应釜中的剩余溶液离心分离,得到的黑色沉淀分别用去离子水清洗 $3$ 次、乙醇清洗 $3$ 次后,放入 $60^\circ\text{C}$ 真空干燥箱中保温 $8\text{h}$ ,然后将产物收集,在玛瑙研钵中充分研磨至混合均匀,得到 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料粉末。

[0122] 图7a和图7b示出了实施例2中的生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电

极的扫描电子显微镜的图像,从图7a和图7b可知,实施例2所获得的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 复合材料在碳布上呈现出由纳米片形成的纳米花,提供了较多的活性位点。

[0123] 图4示出了实施例2中的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 复合材料粉末的拉曼图谱,从图4可知,实施例2所获得的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 粉末在 $389.9\text{cm}^{-1}$ 和 $413.6\text{cm}^{-1}$ 处的特征峰基本与2H型 $\text{MoS}_2$ 一致,在 $112.2\text{cm}^{-1}$ 、 $124.4\text{cm}^{-1}$ 、 $149.3\text{cm}^{-1}$ 、 $196.6\text{cm}^{-1}$ 、 $281.4\text{cm}^{-1}$ 和 $337.8\text{cm}^{-1}$ 处的特征峰基本与1T型 $\text{MoS}_2$ 一致,在 $91.1\text{cm}^{-1}$ 和 $304.3\text{cm}^{-1}$ 处的特征峰基本与 $\text{TaS}_2$ 一致。

[0124] 图5示出了实施例2中的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 复合材料粉末的X射线衍射图谱,从图5可知,实施例2所获得的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 粉末的XRD图与标准卡片#37-1492的硫化钼2H型相吻合,与标准卡片#21-0569相吻合,与标准卡片#80-0685的硫化钼2H型相吻合,图5中 $\text{MoS}_2$ 的(100)峰型尖锐说明平面方向生长较好, $\text{TaS}_2$ 的(002)峰较为明显,(004)、(006)和(008)峰减弱说明大部分 $\text{TaS}_2$ 块体已经被超声成纳米片。

[0125] 图6示出了实施例2中的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 复合材料粉末的X射线光电子能谱,从图6a可知,实施例2所获得的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 粉末中含有Mo,S,Ta,C和O元素。从图6b可知,特征峰位于约 $231.9(\text{Mo } 3d_{3/2})$ 和 $228.8\text{eV}(\text{Mo } 3d_{5/2})$ 处,对应于1T- $\text{MoS}_2$ ,与2H- $\text{MoS}_2$ 相比显示出明显的降档(峰值约 $232.8(\text{Mo } 3d_{3/2})$ 和 $229.6\text{eV}(\text{Mo } 3d_{5/2})$ ),这也证实了实施例2所获得的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 粉末中存在 $\text{Mo}^{4+}$ 离子。从图6c可知,位于 $163.8$ 和 $161.9\text{eV}$ 的两个峰值分别分配给2H相位的 $\text{S } 2p_{3/2}$ 和 $\text{S } 2p_{1/2}$ 。而在 $162.9$ 和 $161.6\text{eV}$ 处出现的另外两个特征与 $\text{MoS}_2$ 的1T相有关。相对于2H相,1T相的Mo和S的XPS特征峰在较低结合能侧(约 $1.0\text{eV}$ )确定。所以实施例2所获得的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 粉末具有1T-2H杂化结构,其中1T相 $\text{MoS}_2$ 的含量高达 $65.5\%$ 。除此之外, $226.4\text{eV}$ 处还有另一个结合能峰值( $\text{S } 2s$ )。获得的 $\text{S } 2p_{3/2}$ 和 $\text{S } 2p_{1/2}$ 峰归因于 $\text{S}^{2-}$ 的存在,而 $\text{Ta } 4f_{7/2}(21.9\text{eV})$ 和 $\text{Ta } 4f_{5/2}(24.7\text{eV})$ 峰(图6d)对应于 $\text{Ta}^{4+}$ 。在粉末中, $\text{TaS}_2$ 的比例很小,因此 $\text{Ta } 4f$ 光谱的强度不如 $\text{Mo } 3d$ 和 $\text{S } 2p$ 的光谱强度高。此外,考虑到金属 $\text{TaS}_2$ 的氧化敏感性, $26.1$ 和 $28.0\text{eV}$ 处的额外峰值归因于 $\text{Ta}^{5+}$ 的存在。

[0126] 图8示出了实施例2中的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 复合材料粉末的扫描电子显微镜图像。从图8可知生成的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 复合材料在碳布上呈现出由纳米片组合而成的纳米花的形貌,提供了更多的活性位点。

[0127] 将步骤(4)中制备得到的生长有 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极,其作为催化剂进行电化学测试(以进行线性扫描伏安测试为例),包括以下步骤:

[0128] 生长有 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极作为工作电极,铂片电极作为对电极, $\text{Ag}/\text{AgCl}$ 电极作为参比电极, $0.5\text{M H}_2\text{SO}_4$ 溶液作为电解液;

[0129] 在CHI660E电化学工作站上进行线性扫描伏安测试,在相对于可逆氢电极的电势扫描范围为 $0\sim-1.2\text{V}$ ,扫描速率为 $5\text{mV}/\text{s}$ 。

[0130] 图7a示出了扫描得到的极化曲线,图7b为图7a的局部( $x(-0.6\sim 0.1)$   $y(-100\sim 10)$ )放大图,在 $10\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下过电位为 $87\text{mV}$ ,即制备的 $\text{MoS}_2(\text{Mo}:\text{S}=1:1)/\text{TaS}_2$ 复合材料作为析氢反应的催化剂,表现出优异的催化性能,过电位为 $87\text{mV}$ ,催化性能高于其他比例的 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的催化性能。

[0131] 实施例3

[0132] 本实施例中的 $\text{MoS}_2/\text{TaS}_2$ 复合材料的制备过程包括:

[0133] (1) 将 $294\text{mg}$ 的 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 和 $171\text{mg}$ 的 $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ 溶于 $20\text{mL}$ 去离子水中,置于磁力搅拌器

上搅拌30min,形成澄清溶液,溶液中钼与硫的摩尔比为1:1。

[0134] (2) 将73mg的 $\text{TaS}_2$ 粉末在10ml的去离子水中超声处理24h,然后往a溶液中加入超声处理后的 $\text{TaS}_2$ 纳米片和3mL的NMP溶液,使混合物中钼与钽的摩尔比为5:1,超声20min后混合均匀得到混合物。

[0135] (3) 将质量分数为10%的硝酸和10%的硫酸溶液按体积比为3:1混合,将碳布电极放入后常温浸泡24h后取出,放置在盛有去离子水的烧杯中超声振荡20min,以充分去除碳布电极上的硫酸和硝酸;往(2)中的混合物中加入处理后的碳布电极,使其浸入混合物当中,转移到50ml的聚四氟乙烯内胆中,盖紧盖子之后装入不锈钢反应釜中拧紧密封,将密封的反应釜放入220℃鼓风干燥箱中保温24h。

[0136] (4) 将(3) 水热反应所得到的反应釜冷却,取出碳布电极,得到生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极,分别用去离子水清洗3次、乙醇清洗3次,得到的碳布电极放入60℃真空干燥箱中保温8h,在冷却到室温后,在碳布电极表面滴加15 $\mu\text{L}$ 的Nafion溶液后自然风干。

[0137] (5) 将(3) 水热反应所得到的反应釜中的剩余溶液离心分离,得到的黑色沉淀分别用去离子水清洗3次、乙醇清洗3次后,放入60℃真空干燥箱中保温8h,然后将产物收集,在玛瑙研钵中充分研磨至混合均匀,得到 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料粉末。

[0138] 图4示出了实施例3中的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料粉末的拉曼图谱,从图4可知,实施例4所获得的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 粉末在388.2 $\text{cm}^{-1}$ 和413.6 $\text{cm}^{-1}$ 处的特征峰基本与2H型 $\text{MoS}_2$ 一致,在117.3 $\text{cm}^{-1}$ 、130.0 $\text{cm}^{-1}$ 、155.5 $\text{cm}^{-1}$ 、200.9 $\text{cm}^{-1}$ 、286.4 $\text{cm}^{-1}$ 和342.7 $\text{cm}^{-1}$ 处的特征峰基本与1T型 $\text{MoS}_2$ 一致,在90.0 $\text{cm}^{-1}$ 和308.2 $\text{cm}^{-1}$ 处的特征峰基本与 $\text{TaS}_2$ 一致。

[0139] 图5示出了实施例3中的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料粉末的X射线衍射图谱,从图5可知,实施例3所获得的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 粉末的XRD图与标准卡片#37-1492的硫化钼2H型相吻合,与标准卡片#21-0569相吻合,与标准卡片#80-0685的硫化钼2H型相吻合,图5中 $\text{MoS}_2$ 的(100)峰型尖锐说明平面方向生长较好, $\text{TaS}_2$ 的(002)峰较为明显,(004)、(006)和(008)峰减弱说明大部分 $\text{TaS}_2$ 块体已经被超声成纳米片。

[0140] 将步骤(4)中制备得到的生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极,其作为催化剂进行电化学测试(以进行线性扫描伏安测试为例),包括以下步骤:

[0141] 生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极作为工作电极,铂片电极作为对电极,Ag/AgCl电极作为参比电极,0.5M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液作为电解液;

[0142] 在CHI660E电化学工作站上进行线性扫描伏安测试,在相对于可逆氢电极的电势扫描范围为0~-1.2V,扫描速率为5mV/s。

[0143] 图7a示出了扫描得到的极化曲线,图7b为图7a的局部(x(-0.6~0.1) y(-100~10))放大图,在10mA/ $\text{cm}^2$ 的电流密度下过电位为193mV,即制备的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:1.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料作为析氢反应的催化剂,过电位为193mV。

[0144] 实施例4

[0145] 本实施例中的 $\text{MoS}_2$ /TaS<sub>2</sub>复合材料的制备过程包括:

[0146] (1) 将294mg的 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 和228mg的 $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ 溶于20mL去离子水中,置于磁力搅拌器上搅拌30min,形成澄清溶液,溶液中钼与硫的摩尔比为1:2。

[0147] (2) 将73mg的 $\text{TaS}_2$ 粉末在10ml的去离子水中超声处理24h,然后往(1)溶液中加入

超声处理后的TaS<sub>2</sub>纳米片和3mL的NMP溶液,使混合物中钼与钽的摩尔比为5:1,超声20min后混合均匀得到混合物。

[0148] (3) 将质量分数为10%的硝酸和10%的硫酸溶液按体积比为3:1混合,将碳布电极放入后常温浸泡24h后取出,放置在盛有去离子水的烧杯中超声振荡20min,以充分去除碳布电极上的硫酸和硝酸;往(2)中的混合物中加入处理后的碳布电极,使其浸入混合物当中,转移到50ml的聚四氟乙烯内胆中,盖紧盖子之后装入不锈钢反应釜中拧紧密封,将密封的反应釜放入200℃鼓风干燥箱中保温22h。

[0149] (4) 将(3) 水热反应所得到的反应釜冷却,取出碳布电极,得到生长有MoS<sub>2</sub> (Mo:S=1:2) /TaS<sub>2</sub>复合材料的碳布电极,分别用去离子水清洗3次、乙醇清洗3次,得到的碳布电极放入60℃真空干燥箱中保温8h,在冷却到室温后,在碳布电极表面滴加15μL的Nafion溶液后自然风干。

[0150] (5) 将(3) 水热反应所得到的反应釜中的剩余溶液离心分离,得到的黑色沉淀分别用去离子水清洗3次、乙醇清洗3次后,放入60℃真空干燥箱中保温8h,然后将产物收集,在玛瑙研钵中充分研磨至混合均匀,得到MoS<sub>2</sub> (Mo:S=1:2) /TaS<sub>2</sub>复合材料粉末。

[0151] 图4示出了实施例4中的MoS<sub>2</sub> (Mo:S=1:2) /TaS<sub>2</sub>复合材料粉末的拉曼图谱,从图4可知,实施例4所获得的MoS<sub>2</sub> (Mo:S=1:2) /TaS<sub>2</sub>粉末在389.9cm<sup>-1</sup>和411.7cm<sup>-1</sup>处的特征峰基本与2H型MoS<sub>2</sub>一致,在120.2cm<sup>-1</sup>、131.2cm<sup>-1</sup>、153.0cm<sup>-1</sup>、204.0cm<sup>-1</sup>、293.3cm<sup>-1</sup>和344.3cm<sup>-1</sup>处的特征峰基本与1T型MoS<sub>2</sub>一致,在87.4cm<sup>-1</sup>和307.9cm<sup>-1</sup>处的特征峰基本与TaS<sub>2</sub>一致。

[0152] 图5示出了实施例4中的MoS<sub>2</sub> (Mo:S=1:2) /TaS<sub>2</sub>复合材料粉末的X射线衍射图谱,从图5可知,实施例4所获得的MoS<sub>2</sub> (Mo:S=1:2) /TaS<sub>2</sub>粉末的XRD图与标准卡片37-1492的硫化钼2H型相吻合,与标准卡片#21-0569相吻合,与标准卡片80-0685的硫化钼2H型相吻合,图5中MoS<sub>2</sub>的(100)和(110)峰型尖锐说明平面方向生长较好,TaS<sub>2</sub>的(002)峰较为明显,(004)、(006)和(008)峰减弱说明大部分TaS<sub>2</sub>块体已经被超声成纳米片。

[0153] 将步骤(4)中制备得到的生长有MoS<sub>2</sub> (Mo:S=1:2) /TaS<sub>2</sub>复合材料的碳布电极,其作为催化剂进行电化学测试(以进行线性扫描伏安测试为例),包括以下步骤:

[0154] 生长有MoS<sub>2</sub> (Mo:S=1:2) /TaS<sub>2</sub>复合材料的碳布电极作为工作电极,铂片电极作为对电极,Ag/AgCl电极作为参比电极,0.5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>溶液作为电解液;

[0155] 在CHI660E电化学工作站上进行线性扫描伏安测试,在相对于可逆氢电极的电势扫描范围为0~-1.2V,扫描速率为5mV/s。

[0156] 图7a示出了扫描得到的极化曲线,图7b为图7a的局部(x(-0.6~0.1) y(-100~10))放大图,在10mA/cm<sup>2</sup>的电流密度下过电位为166mV,即制备的MoS<sub>2</sub> (Mo:S=1:2) /TaS<sub>2</sub>复合材料作为析氢反应的催化剂,过电位为166mV。

[0157] 实施例5

[0158] 本实施例中的MoS<sub>2</sub>/TaS<sub>2</sub>复合材料的制备过程包括:

[0159] (1) 将294mg的(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>和285mg的CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S溶于20mL去离子水中,置于磁力搅拌器上搅拌30min,形成澄清溶液,溶液中钼与硫的摩尔比为1:1。

[0160] (2) 将73mg的TaS<sub>2</sub>粉末在10ml的去离子水中超声处理24h,然后往a溶液中加入超声处理后的TaS<sub>2</sub>纳米片和3mL的NMP溶液,使混合物中钼与钽的摩尔比为5:1,超声20min后混合均匀得到混合物。

[0161] (3) 将质量分数为10%的硝酸和10%的硫酸溶液按体积比为3:1混合,将碳布电极放入后常温浸泡24h后取出,放置在盛有去离子水的烧杯中超声振荡20min,以充分去除碳布电极上的硫酸和硝酸;往(2)中的混合物中加入处理后的碳布电极,使其浸入混合物当中,转移到50ml的聚四氟乙烯内胆中,盖紧盖子之后装入不锈钢反应釜中拧紧密封,将密封的反应釜放入220℃鼓风干燥箱中保温24h。

[0162] (4) 将(3) 水热反应所得到的反应釜冷却,取出碳布电极,得到生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:2.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极,分别用去离子水清洗3次、乙醇清洗3次,得到的碳布电极放入60℃真空干燥箱中保温8h,在冷却到室温后,在碳布电极表面滴加15 $\mu\text{L}$ 的Nafion溶液后自然风干。

[0163] (5) 将(3) 水热反应所得到的反应釜中的剩余溶液离心分离,得到的黑色沉淀分别用去离子水清洗3次、乙醇清洗3次后,放入60℃真空干燥箱中保温8h,然后将产物收集,在玛瑙研钵中充分研磨至混合均匀,得到 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:2.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料粉末。

[0164] 将步骤(4)中制备得到的生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:2.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极,其作为催化剂进行电化学测试(以进行线性扫描伏安测试为例),包括以下步骤:

[0165] 生长有 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:2.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料的碳布电极作为工作电极,铂片电极作为对电极,Ag/AgCl电极作为参比电极,0.5M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液作为电解液;

[0166] 在CHI660E电化学工作站上进行线性扫描伏安测试,在相对于可逆氢电极的电势扫描范围为0~-1.2V,扫描速率为5mV/s。

[0167] 图7a示出了扫描得到的极化曲线,图7b为图7a的局部( $x(-0.6\sim 0.1)$   $y(-100\sim 10)$ )放大图,在10mA/cm<sup>2</sup>的电流密度下过电位为212mV,即制备的 $\text{MoS}_2$  ( $\text{Mo}:\text{S}=1:2.5$ )/ $\text{TaS}_2$ 复合材料作为析氢反应的催化剂,过电位为212mV。

[0168] 在本说明书的描述中,参考术语“一个实施例/方式”、“一些实施例/方式”、“示例”、“具体示例”、或“一些示例”等的描述意指结合该实施例/方式或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含于本申请的至少一个实施例/方式或示例中。在本说明书中,对上述术语的示意性表述不必针对的是相同的实施例/方式或示例。而且,描述的具体特征、结构、材料或者特点可以在任一个或多个实施例/方式或示例中以合适的方式结合。此外,在不相互矛盾的情况下,本领域的技术人员可以将本说明书中描述的不同实施例/方式或示例以及不同实施例/方式或示例的特征进行结合和组合。

[0169] 本领域的技术人员应当理解,上述实施方式仅仅是为了清楚地说明本公开,而并非是对本公开的范围进行限定。对于所属领域的技术人员而言,在上述公开的基础上还可以做出其它变化或变型,并且这些变化或变型仍处于本公开的范围。

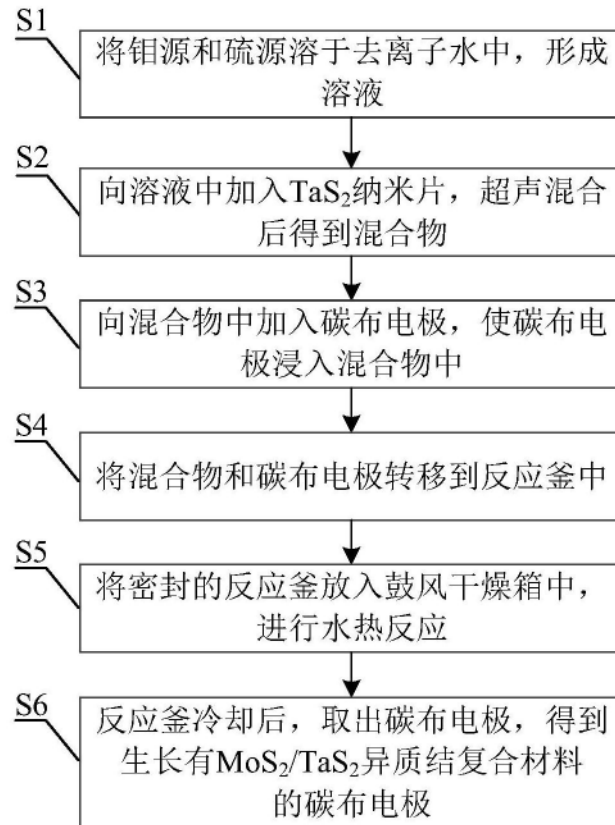


图1

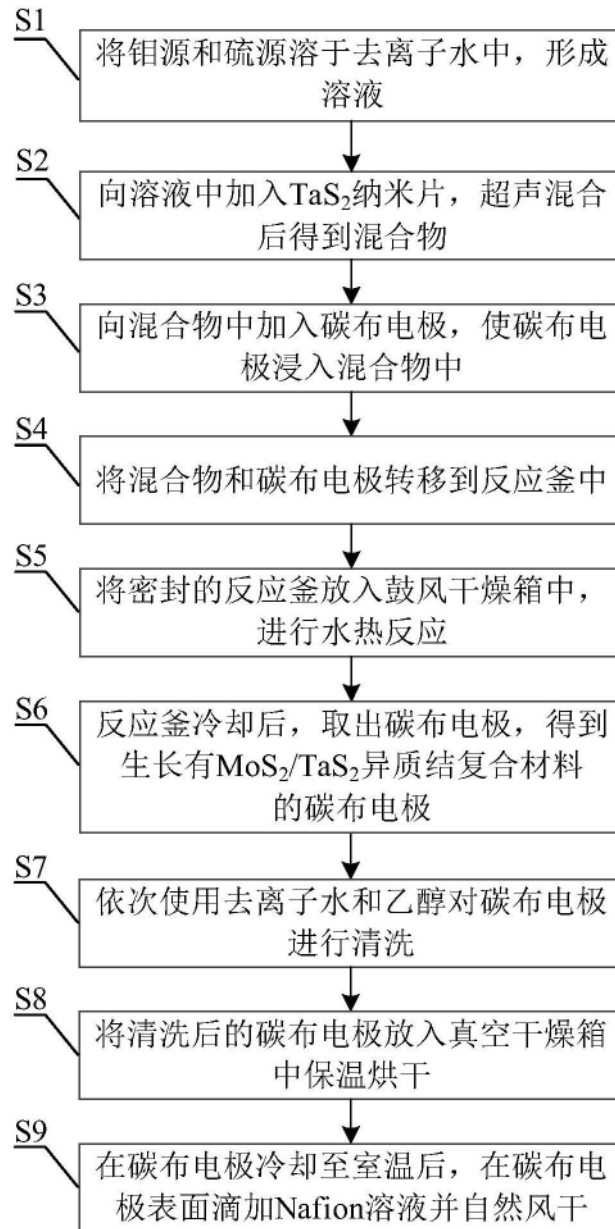


图2

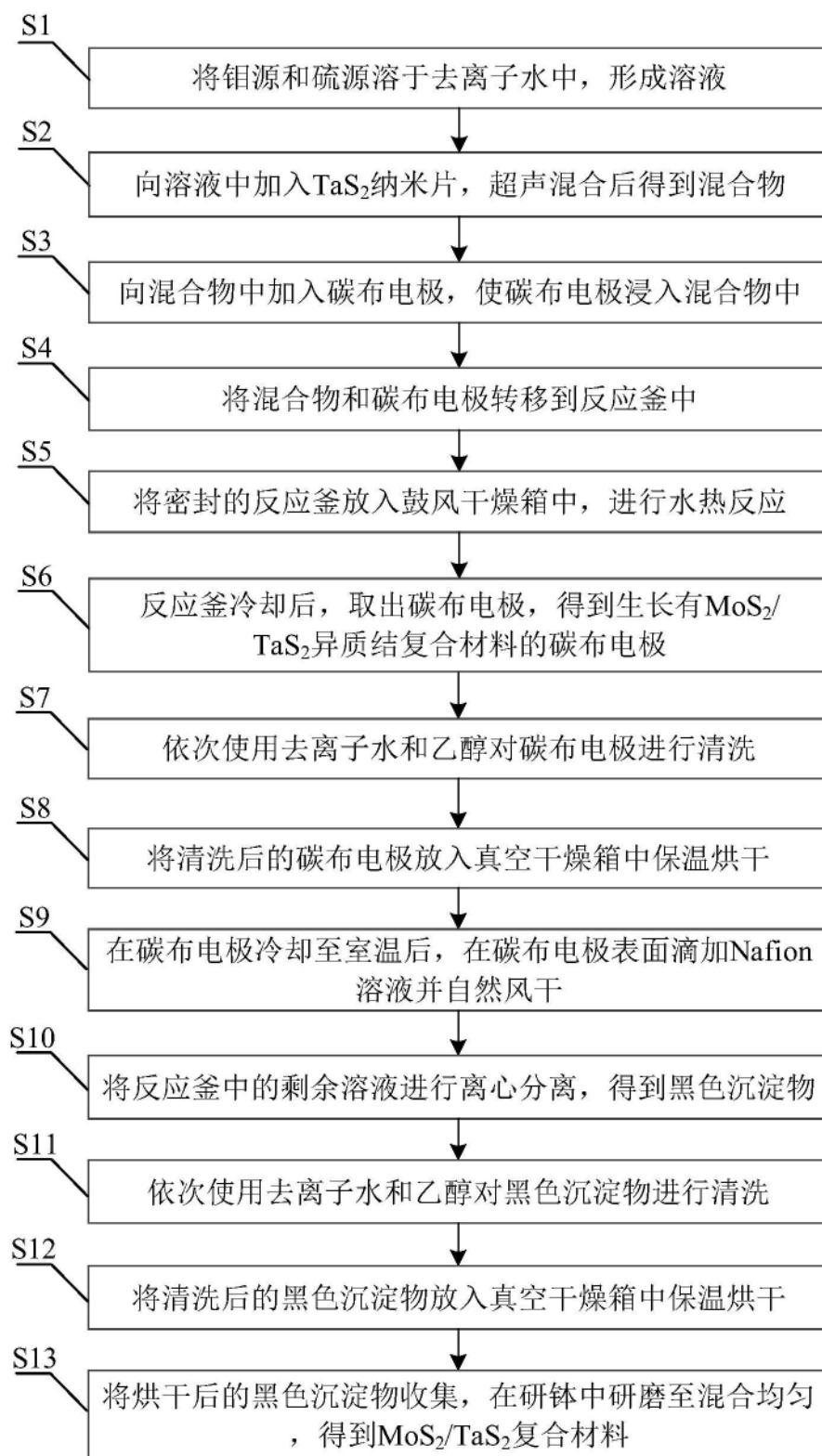


图3

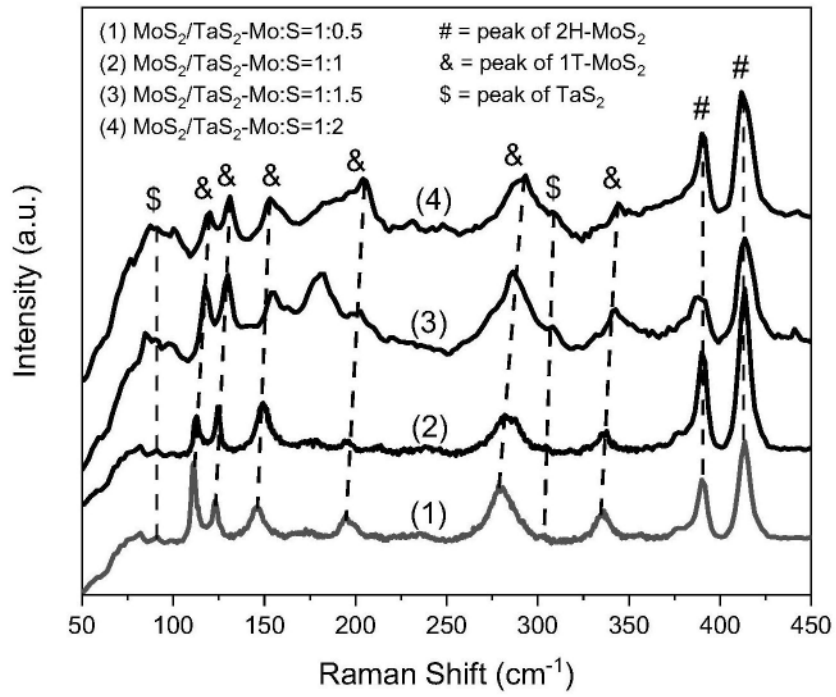


图4

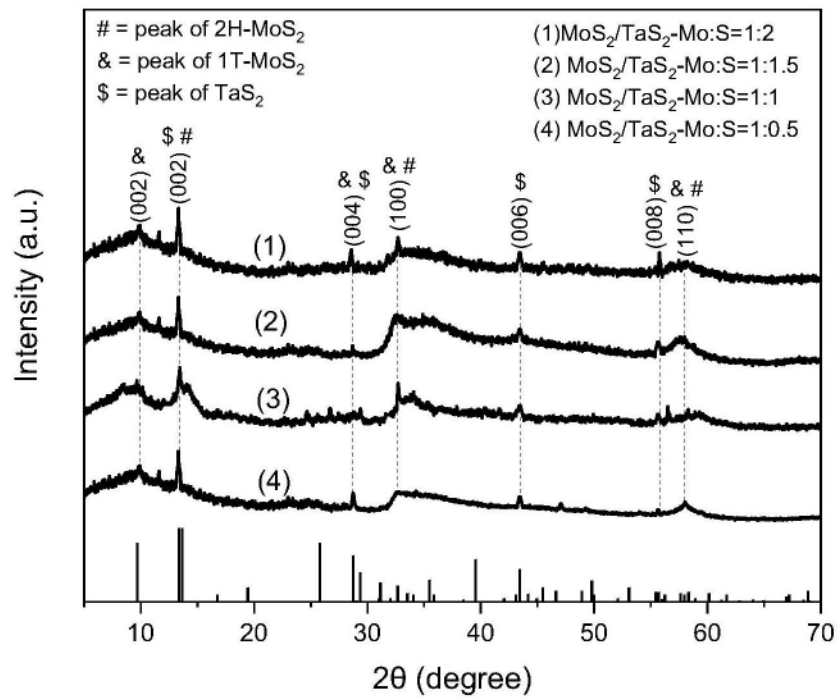


图5

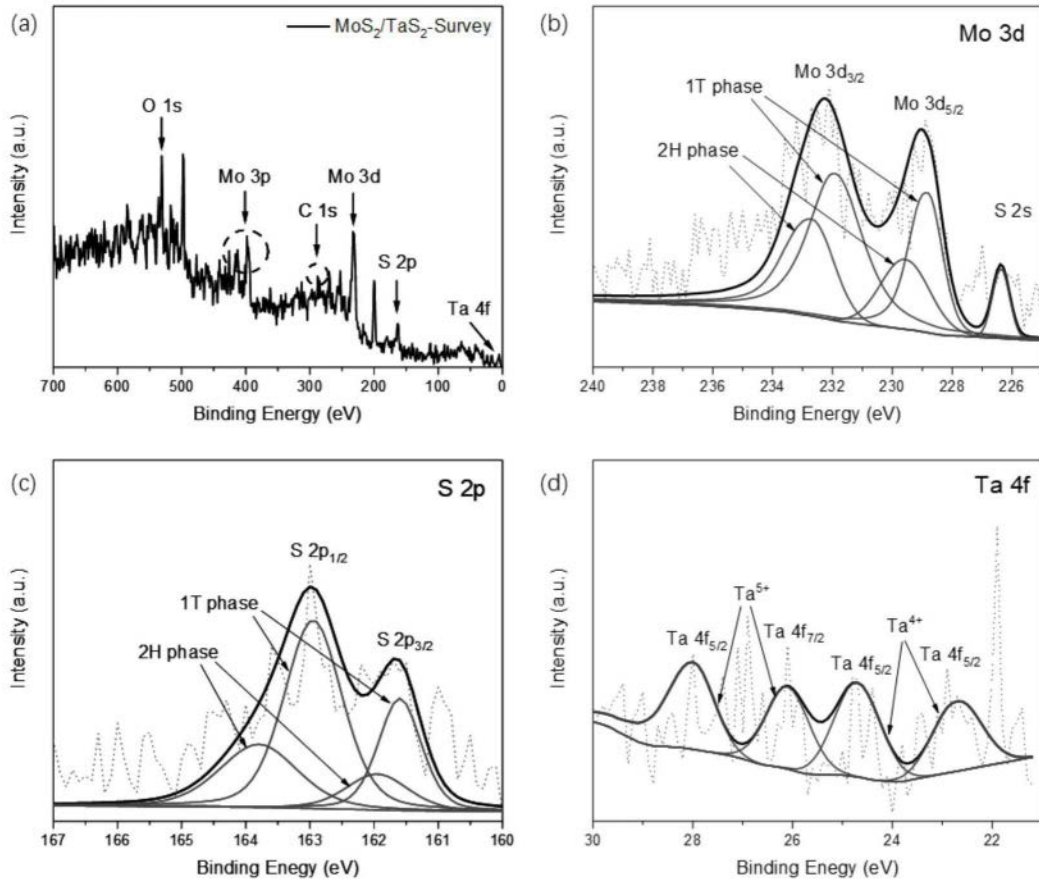


图6

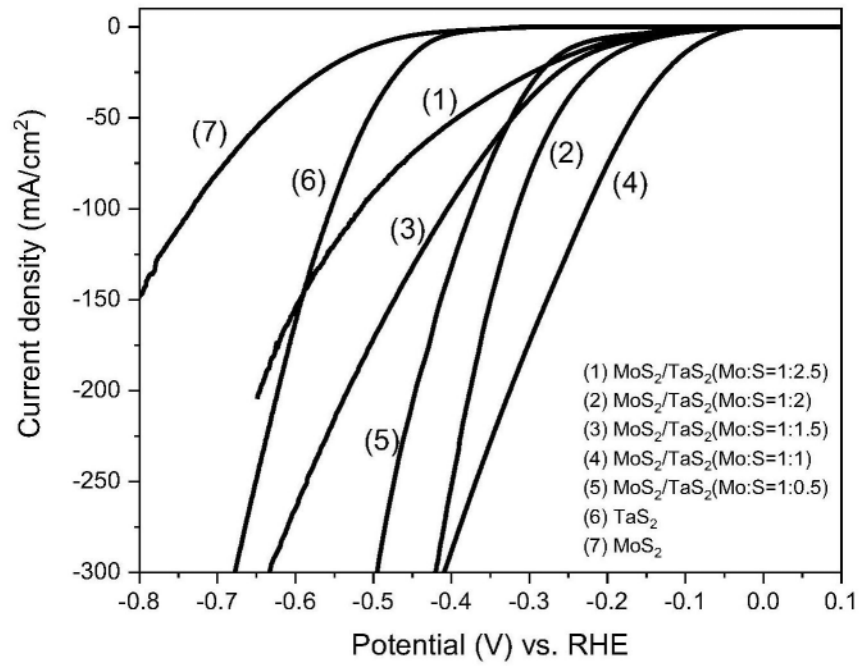


图7a

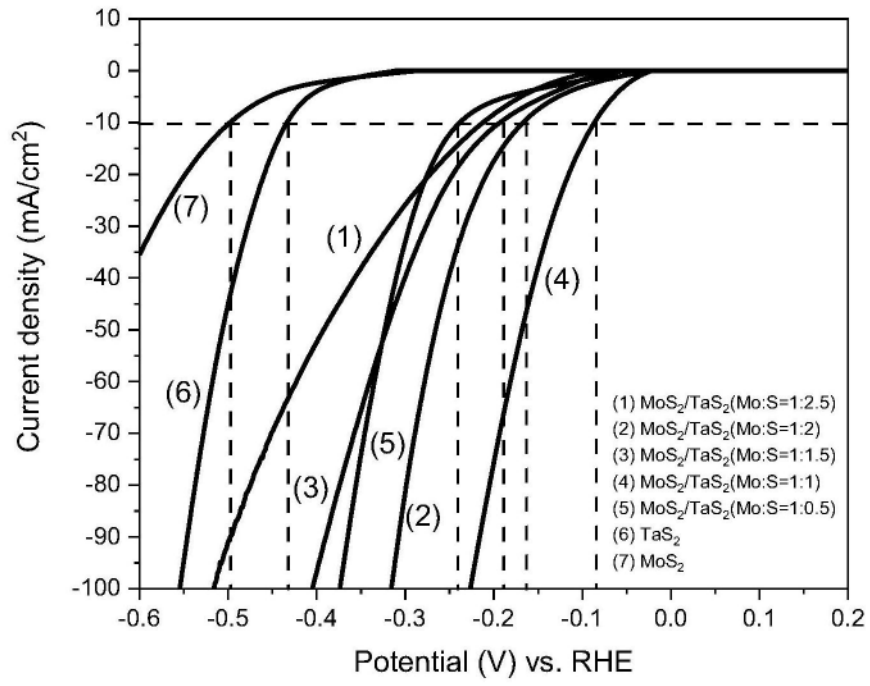


图7b

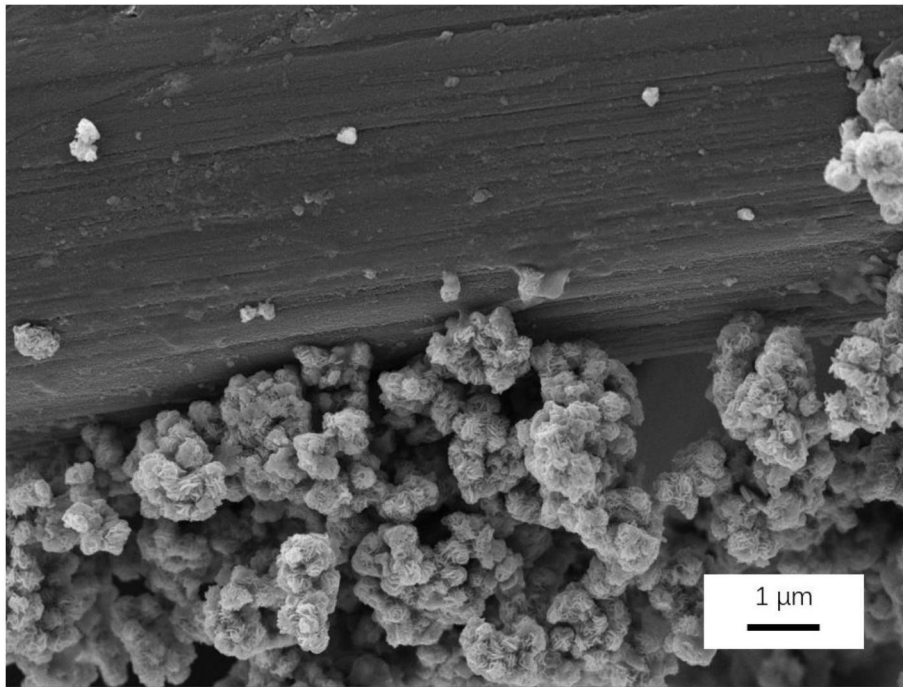


图8a

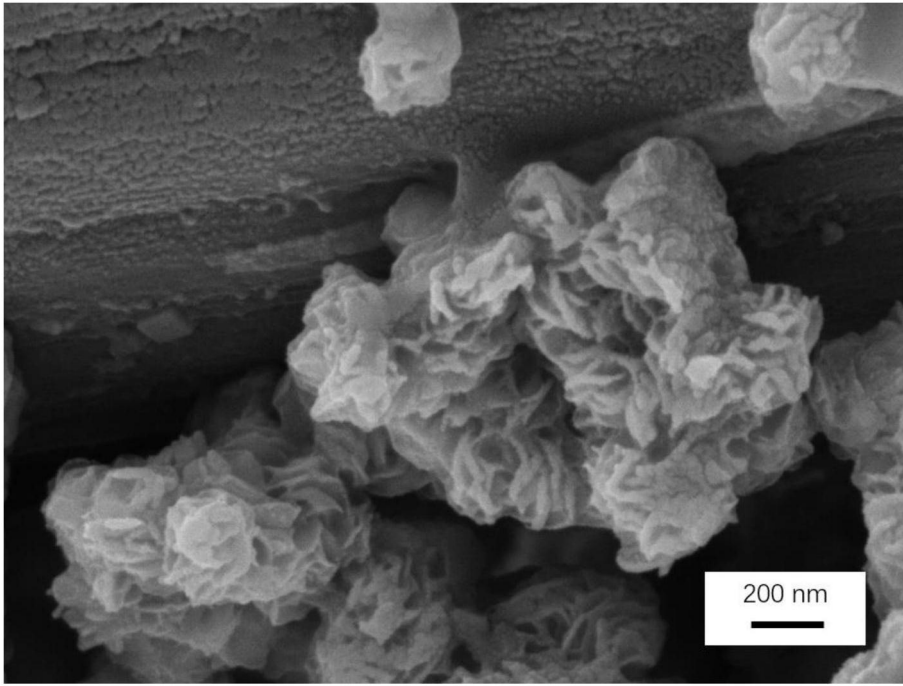


图8b