



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107740143 B

(45)授权公告日 2019.12.24

(21)申请号 201710904417.4

C25C 7/02(2006.01)

(22)申请日 2017.09.29

C25D 11/34(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 方胜凡

申请公布号 CN 107740143 A

(43)申请公布日 2018.02.27

(73)专利权人 武汉大学

地址 430072 湖北省武汉市武昌区八一路
299号

(72)发明人 汪的华 杜开发 郑开元 朱华

肖巍 毛旭辉 甘复兴

(74)专利代理机构 北京汇信合知识产权代理有

限公司 11335

代理人 张焕响

(51)Int.Cl.

C25B 11/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

一种具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极及其制备方法、应用

(57)摘要

本发明涉及一种具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极及其制备方法和应用,该铁基惰性阳极内层为纯铁或铁基合金外层为铁酸锂氧化物层,由纯铁或铁基合金在含锂熔融碳酸盐中电化学阳极氧化制备得到。本发明提供的铁基惰性阳极具有良好的电子导电性、优异的析氧催化性能、高的稳定性和良好的抗热震性,并且价格低廉易于加工,可用作以碳酸盐为主要成分的高温熔盐电解体系中稳定的析氧惰性阳极。

1. 一种具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极,其特征在于,所述铁基惰性阳极由铁基体或者铁基合金基体与包覆在基体表面的铁酸锂氧化层组成;所述铁酸锂氧化层由 LiFeO_2 、 LiFe_5O_8 中的至少一种构成;所述铁基合金基体中铁的质量分数大于51%,其余金属成分包括铝、钛、镁、铬、锰、镍、锡中的一种或多种;所述铁基惰性阳极的制备方法,包括以下步骤:以铁基体或者铁基合金基体为阳极,在含锂熔融碳酸盐中经电化学阳极氧化,得到具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极;其中阳极在含锂熔融碳酸盐中采用恒槽压电解或恒电位电解或恒电流电解的方式进行电化学阳极氧化,电解温度控制在 500°C - 1000°C 之间,电解时间控制在4分钟-100小时之间;

所述铁基惰性阳极用于电解体系,阳极得到氧气;

所述含锂熔融碳酸盐具体为 Li_2CO_3 - Na_2CO_3 - K_2CO_3 ,各组分的摩尔比依次为43.5:31.5:25。

2. 权利要求1所述具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极在以碳酸盐为主要成分的高温熔盐电解体系中的应用,其特征在于:熔盐中碳酸盐的质量分数不低于60%,其余成分为硅酸盐、硝酸盐、氯化物盐、氟化物盐、氧化物盐、氢氧化物盐中的一种或多种。

一种具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极及其制备方法、应用

技术领域

[0001] 本发明属于电化学技术领域,具体涉及一种具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 高温熔盐电解质以其高的离子传导速率、宽的电化学窗口等优点在冶金领域得到广泛应用。熔盐电解技术在冶炼金属中发挥重要作用,工业上铝、镁、稀土金属、碱金属和碱土金属的冶炼大多采用熔盐电解技术。近年来,用于冶金、资源和环境领域新的熔盐电解技术也不断出现,如熔融氧化物电解还原制备液态金属技术、熔盐电解固态氧化物冶金技术、熔融盐捕集CO₂并将其电化学转化为碳或一氧化碳与氧气的工艺,等等。涉及到的熔盐电解质体系包括氟化物盐、氯化物盐、氧化物盐、氢氧化物盐、碳酸盐等。

[0003] 传统的熔盐电解用阳极大多为消耗性石墨阳极,不但排放大量的二氧化碳,而且增加了电解体系的能耗,同时还会排放有毒气体,不能够满足现代工业体系节能环保的要求。开发能够在熔盐体系中稳定析氧的惰性阳极,来替代碳素阳极具有重要的意义。

[0004] 目前熔盐电解体系中研究较多的惰性阳极有贵金属阳极(如铂、金、钽)和陶瓷阳极(如二氧化锡、氧化钨、铁酸镍)。贵金属由于在地壳中丰度较低、价格昂贵,不适合应用于工业化生产。陶瓷由于其导电性差、抗热震性差、不方便加工与连接等缺点,也不便于工业化生产。金属材料以其好的电子导电性、优异的机械性能、好的抗热震性能、方便加工与连接等优点,被认为是最有希望的惰性阳极材料。但是熔融盐存在腐蚀性强、温度高、阳极氧化性强等特点,普通金属材料常常发生腐蚀或者活性溶解,不但造成阳极损坏而且污染阴极产品。针对特定的熔盐电解体系和技术发展的需求,提高价廉易得普通金属材料的阳极稳定性和析氧催化活性,是一个既具有巨大挑战性又具有重要实际意义的技术难题。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术存在的上述不足,提供一种具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极及其制备方法和在高温熔盐电解体系中的应用。相比于传统阳极材料,本发明提供的惰性阳极具有良好的电子导电性、优异的析氧催化性能、高的机械和化学稳定性、良好的抗热震性、低廉得价格并且易于加工等优点。为实现上述目的,本发明所采用的技术方案如下:

[0006] 一种具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极,由铁基体或者铁基合金基体与包覆在基体表面的铁酸锂氧化层组成。

[0007] 作为优选方案之一,所述铁基合金基体中铁的质量分数大于51%,其余金属成分包括铝、钛、镁、铬、锰、镍、锡中的一种或多种。

[0008] 优选的,所述铁酸锂氧化层由LiFeO₂、LiFe₅O₈中的至少一种构成。

[0009] 上述铁基惰性阳极的制备方法包括以下步骤:以铁基体或者铁基合金基体为阳极,在含锂熔融碳酸盐中经电化学阳极氧化,得到具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极。

[0010] 上述方案中,所述含锂熔融碳酸盐具体为碳酸锂,或者由碳酸锂与碳酸钾、碳酸钠、碳酸钙中的一种或多种混合形成的混盐。

[0011] 优选的,所述含锂熔融碳酸盐具体为 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$,各组分的摩尔比依次为43.5:31.5:25。

[0012] 上述方案中,阳极在含锂熔融碳酸盐中采用恒槽压电解或恒电位电解或恒电流电解的方式进行电化学阳极氧化,电解温度控制在 $500^\circ\text{C}\text{-}1000^\circ\text{C}$ 之间,电解时间控制在4分钟-100小时之间。

[0013] 上述具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极在以碳酸盐为主要成分的高温熔盐电解体系中的应用。

[0014] 上述方案中,熔盐中碳酸盐的质量分数不低于60%,其余成分为硅酸盐、硝酸盐、氯化物盐、氟化物盐、氧化物盐、氢氧化物盐中的一种或多种。

[0015] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:(1)与现有其他惰性阳极相比,本发明提供的具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极具有良好的电子导电性、优异的析氧催化性能、较高的耐腐蚀性能、高的稳定性、好的抗热震性、低廉的价格并且易于加工等优点;(2)该铁基惰性阳极制备方法简单,成本较低,适于工业化生产。

附图说明

[0016] 图1本发明提供的具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极结构示意图;

[0017] 图2本发明实施例1制备得到的铁基惰性阳极表面SEM图;

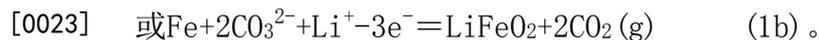
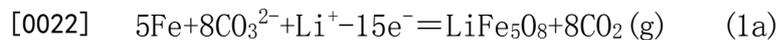
[0018] 图3本发明实施例1制备得到的铁基惰性阳极表面XRD图谱;

[0019] 图4本发明实施例1制备得到的铁基惰性阳极在熔融碳酸盐中电解时间-槽压关系曲线图。

具体实施方式

[0020] 为使本领域普通技术人员充分理解本发明的技术方案和有益效果,以下结合具体实施例进行进一步说明。

[0021] 普通金属在高温熔融盐电解体系中用作阳极时极易发生腐蚀,而陶瓷材料则可以很好的抵御这种腐蚀。本发明很好的结合了两种材料的优点,在铁及铁基合金表面制备了一层铁酸锂保护膜。具体的制备方法为:选择对铁腐蚀较弱的含锂熔融碳酸盐体系以及较易生成氧化膜的工作温度,以铁及铁基合金作为阳极进行阳极极化,在电极表面会生成一层铁酸锂氧化膜(图1),涉及到的反应如下:



[0024] 实施例1

[0025] 惰性阳极的制备: 650°C 条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$)熔盐作为电解质,将纯铁电极在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下进行恒电流阳极预氧化10min,制备得到具有铁酸锂保护膜的铁基惰性阳极。

[0026] 分别对制得的铁基惰性阳极进行了SEM和XRD测试,结果分别如图2-3所示。SEM图显示纯铁电极被一层致密的八面体结构氧化物晶体覆盖(图2),XRD分析测试表明表面氧化

膜的成分为 LiFe_5O_8 (图3)。由此证明,在上述条件下制备得到了具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的纯铁惰性阳极。

[0027] 高温熔盐电解实验:450℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) 熔盐作为电解质,以镍片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的纯铁电极做惰性阳极。在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,电解的过程中不间断通入二氧化碳气体,在阴极得到碳材料,阳极得到氧气。电解100h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定(图4),说明该惰性阳极在熔融碳酸盐中析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的纯铁惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0028] 实施例2

[0029] 惰性阳极的制备:700℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=62:38$) 熔盐作为电解质,以镍片为阴极,将Q235碳钢电极在2.2V槽电压下进行恒槽压阳极氧化2h,在该条件下制备得到了具有致密 LiFeO_2 保护膜的碳钢惰性阳极。

[0030] 高温熔盐电解实验:450℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) 熔盐作为电解质,以镍片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFeO_2 保护膜的碳钢电极做惰性阳极。在 $200\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,电解的过程中不间断通入二氧化碳气体,在阴极得到碳材料,阳极得到氧气。电解200h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定,说明该惰性阳极在熔融碳酸盐中析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFeO_2 保护膜的碳钢惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0031] 实施例3

[0032] 惰性阳极的制备:750℃条件下,以 Li_2CO_3 熔盐作为电解质,将310S不锈钢电极在0.7V (相对于 Ag/Ag^+) 的电位下进行恒电位阳极预氧化20min。该条件下制备得到了具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极。

[0033] 高温熔盐电解实验:650℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) 熔盐作为电解质,以氧化铁片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢电极做阳极。在 $250\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,在阴极得到单质铁,阳极得到氧气。电解20h过程中,该惰性阳极析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0034] 实施例4

[0035] 惰性阳极的制备:750℃条件下,以 Li_2CO_3 熔盐作为电解质,将310S不锈钢电极在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下进行恒电流阳极预氧化30min。该条件下制备得到了具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极。

[0036] 高温熔盐电解实验:550℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) +20wt% Na_2SO_4 熔盐作为电解质,以镍片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢电极做阳极。在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,电解的过程中不间断通入二氧化碳气体,在阴极得到碳硫复合材料,阳极得到氧气。电解100h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定,说明该惰性阳极在该体系中析氧能力强并且

能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3+20\text{wt}\%\text{Na}_2\text{SO}_4$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0037] 实施例5

[0038] 惰性阳极的制备:550℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) 熔盐作为电解质,将纯铁电极在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下进行恒电流阳极预氧化30min。该条件下制备得到了具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的纯铁惰性阳极。

[0039] 高温熔盐电解实验:400℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) +30wt%NaOH熔盐作为电解质,以镍片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的纯铁电极做阳极。在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,电解的过程中不间断通入二氧化碳气体和水蒸气,在阴极得到甲烷气体,阳极得到氧气。电解100h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定,说明该惰性阳极在该体系中析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的纯铁惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3+30\text{wt}\%\text{NaOH}$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0040] 实施例6

[0041] 惰性阳极的制备:550℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) 熔盐作为电解质,将Q235碳钢电极在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下进行恒电流阳极预氧化30min。该条件下制备得到了具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的碳钢惰性阳极。

[0042] 高温熔盐电解实验:450℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) +30wt%NaCl熔盐作为电解质,以镍片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的碳钢电极做阳极。在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,电解的过程中不间断通入二氧化碳气体,在阴极得到碳材料,阳极得到氧气。电解100h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定,说明该惰性阳极在该体系中析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的碳钢惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3+30\text{wt}\%\text{NaCl}$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0043] 实施例7

[0044] 惰性阳极的制备:750℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3=52:48$) 熔盐作为电解质,将310S不锈钢电极在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下进行恒电流阳极预氧化20min。该条件下制备得到了具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极。

[0045] 高温熔盐电解实验:900℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3+30\text{wt}\%\text{NaF}$ 熔盐作为电解质,以镍片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢电极做阳极。在2V槽压下进行恒槽压电解,电解的过程中不间断通入二氧化碳气体,在阴极得到碳材料,阳极得到氧气。电解100h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定,说明该惰性阳极在该体系中析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3+30\text{wt}\%\text{NaF}$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0046] 实施例8

[0047] 惰性阳极的制备:750℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) 熔盐作为电解质,将310S不锈钢电极在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下进行恒电流阳极预氧化40min。该条件下制备得到了具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极。

[0048] 高温熔盐电解实验:900℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3+39\text{wt}\%\text{K}_2\text{SiO}_3$ 熔盐作为电解质,以镍

片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢电极做阳极。在 $200\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,电解的过程中不间断通入二氧化碳气体并且定期添加二氧化硅,在阴极得到碳硅复合材料,阳极得到氧气。电解100h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定,说明该惰性阳极在该体系中析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3+39\text{wt}\%\text{K}_2\text{SiO}_3$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0049] 实施例9

[0050] 惰性阳极的制备:750℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3-\text{Na}_2\text{CO}_3-\text{K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) 熔盐作为电解质,将纯铁电极在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下进行恒电流阳极预氧化10min。该条件下制备得到了具有致密 LiFeO_2 保护膜的纯铁惰性阳极。

[0051] 高温熔盐电解实验:550℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3+10\text{wt}\%\text{LiNO}_3$ 熔盐作为电解质,以镍片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFeO_2 保护膜的纯铁电极做阳极。在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,电解的过程中不间断通入二氧化碳气体和氮氧化物气体,在阴极得到氮掺杂的碳材料,阳极得到氧气。电解100h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定,说明该惰性阳极在该体系中析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFeO_2 保护膜的纯铁惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3+10\text{wt}\%\text{LiNO}_3$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0052] 实施例10

[0053] 惰性阳极的制备:750℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3-\text{Na}_2\text{CO}_3-\text{K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) 熔盐作为电解质,将310S不锈钢电极在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下进行恒电流阳极预氧化20min。该条件下制备得到了具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极。

[0054] 高温熔盐电解实验:900℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3+10\text{wt}\%\text{Fe}_3\text{O}_4$ 熔盐作为电解质,以镍片做阴极,以制备得到的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢电极做阳极。在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,在阴极得到单质金属铁,阳极得到氧气。电解100h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定,说明该惰性阳极在该体系中析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFeO_2 保护膜的不锈钢惰性阳极在熔融 $\text{Li}_2\text{CO}_3+10\text{wt}\%\text{Fe}_3\text{O}_4$ 体系中具备高效、稳定的特点。

[0055] 实施例11

[0056] 惰性阳极的制备:650℃条件下,以 $\text{Li}_2\text{CO}_3-\text{Na}_2\text{CO}_3-\text{K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Li}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=43.5:31.5:25$) 熔盐作为电解质,将碳钢电极在 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度下进行恒电流阳极预氧化10min,该条件下制备得到了具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的碳钢惰性阳极。

[0057] 高温熔盐电解实验:750℃条件下,以 $\text{Na}_2\text{CO}_3-\text{K}_2\text{CO}_3$ (摩尔比 $\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3=59:41$) 熔盐作为电解质,以氧化镍片做阴极,以制备得到的具有具有致密 LiFe_5O_8 保护膜的碳钢做阳极。在 $200\text{mA}/\text{cm}^2$ 的阳极电流密度下进行恒电流电解,在阴极得到单质金属镍,阳极得到氧气。电解40h过程中,其槽电压比较小并且保持恒定,说明该惰性阳极在该体系中析氧能力强并且能够长时间保持稳定。本实施例所制备的具有致密 LiFeO_2 保护膜的碳钢惰性阳极在 $\text{Na}_2\text{CO}_3-\text{K}_2\text{CO}_3$ 体系中具备高效、稳定的特点。

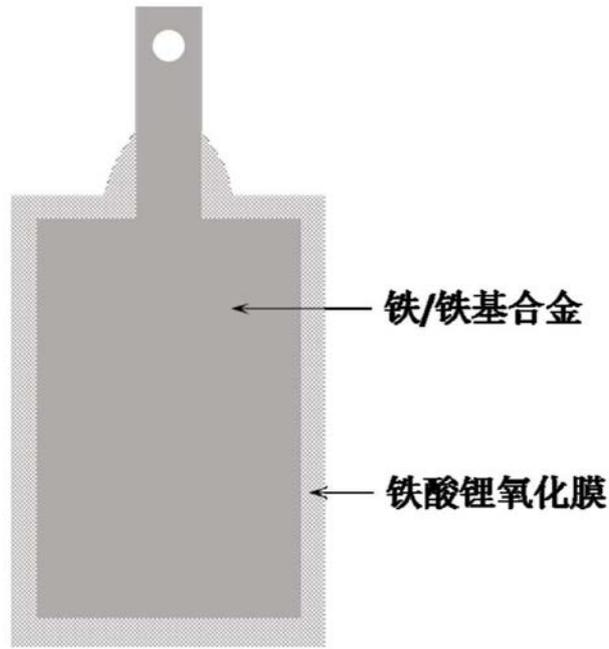


图1

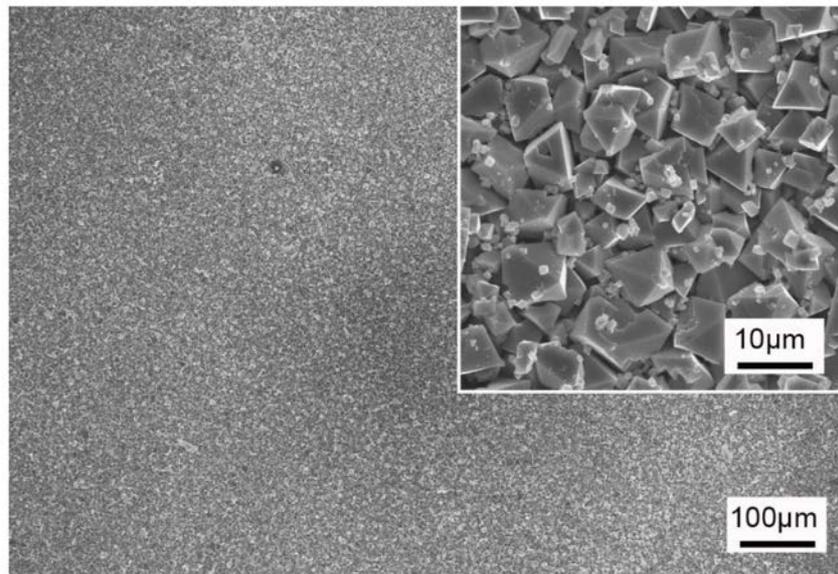


图2

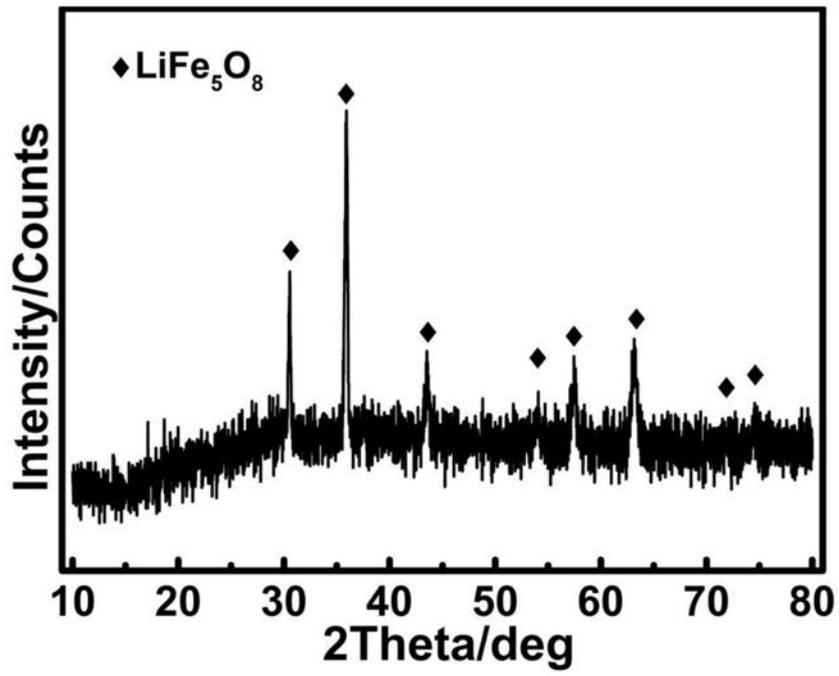


图3

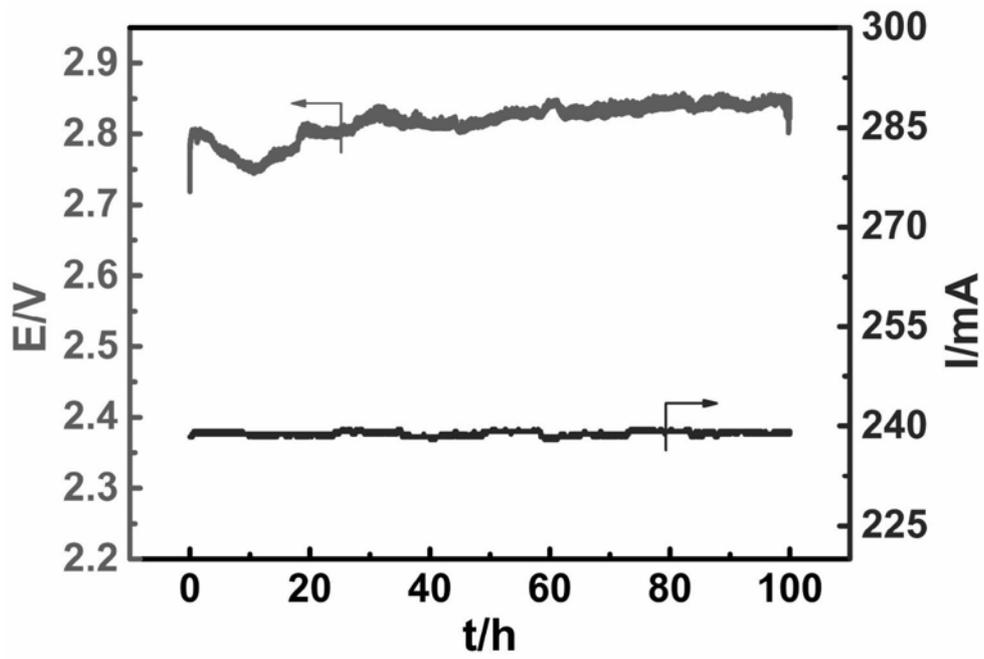


图4