

DOI: 10.13718/j.cnki.xdzk.2017.01.019

NiSe₂ 的合成制备及其电化学性能^①

陈 斌, 李尔沙, 冯鹏元, 彭泽平

西南大学 物理科学与技术学院, 重庆 400715

摘要: 采用溶剂热法在一缩二乙二醇(C₄H₁₀O₃)中一步合成二硒化镍纳米材料, 反应中添加十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)和聚乙烯吡咯烷酮(PVP)为表面活性剂. 利用 X 射线衍射仪(XRD)、场发射扫描电子显微镜(FESEM)、能谱仪(EDS)和拉曼光谱对产物进行了表征, 利用电化学工作站对其电化学性能进行测试. 结果表明, 形貌规则的多面体和树枝状的产物被成功合成制备. 通过控制镍硒比($n(\text{Ni}):n(\text{Se})$)、反应时间和反应温度以合成不同形貌的二硒化镍.

关 键 词: 溶剂热合成; 二硒化镍; 八面体

中图分类号: O612.6

文献标志码: A

文章编号: 1673-9868(2017)01-0119-09

Ni(3d⁸4s²)自身的价电子排布使其能形成具有优异导电性的材料^[1]. 而 Ni 与 Se 在电负性上的微小差异, 使 Ni 与 Se 可以形成种类繁多的硒化镍化合物^[2]. 研究表明, 在常温下, 硒化镍化合物有 3 种稳定的相: NiSe₂, Ni_{1-x}Se($x=0\sim0.15$), Ni₃Se₂^[3]. 硒化镍化合物具有良好的电学和磁学性质^[4-6], 这引起了人们极大的研究兴趣. 在过去的几十年, 人们将大量的时间和精力投入到硒化镍化合物的研究之中^[7-9], 已经尝试了用多种方法制备硒化镍化合物, 包括固相合成^[10]、分子前体^[11]、直接元素反应^[12]、超声合成^[13]和机械合金化^[14]. 不同形貌和结构特征的硒化镍化合物被制备出来^[3, 15-20], 并被运用到电导^[21]、太阳能电池^[9]、锂离子电池^[4]和能量存储^[6]等领域.

YUAN B X 等人^[16]在实验中改变油胺与 1-十八烷烯的物质的量之比得到不同晶体结构的 NiSe₂; ZHANG W B 等人^[20]以 NiCl₂·6H₂O 和 Se 粉为原料, 在反应釜中经高温高压反应得到了形貌规则的八面体 NiSe₂, 从实验和理论两方面研究了 NiSe₂ 的性质, 给出了 NiSe₂ 的不同形貌模型; ZHANG G Q 等人^[22]在 EG 溶液中加入 0.6 g 表面活性剂聚乙烯吡咯烷酮(PVP), 利用柯肯达尔效应诱导合成中空球形的硒化镍化合物, 并对硒化镍相应的性质进行了研究. 然而, 这些合成方法条件苛刻, 要么溶剂毒性大, 要么设备专业化太强, 局限性明显. 目前, 溶剂热法合成硒化镍化合物因其设备简单, 原材料易得, 操作安全, 溶剂毒性低, 环境污染小, 而得到广泛应用. 在此背景下, 本研究使用一缩二乙二醇(DEG)为溶剂, 改变 Ni 与 Se 的原料配比、反应温度和反应时间, 制备出了不同形貌的硒化镍半导体纳米材料, 运用场发射扫描电子显微镜(FESEM)、X 射线衍射仪(XRD)的拉曼光谱对所得产物进行表征, 利用能谱仪(EDS)分析产物的成分, 利用电化学工作站^[23]测试了其性能.

① 收稿日期: 2016-01-07

基金项目: 国家自然科学基金青年项目(21101128); 西南大学博士基金(SWU111010).

作者简介: 陈 斌(1989-), 男, 湖北安陆人, 硕士研究生, 主要从事过渡金属二硫化物方面的研究.

通信作者: 彭泽平, 副研究员.

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

六水合氯化镍($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 分析纯); 二氧化硒(SeO_2 , 化学纯); 十六烷基三甲基溴化铵($\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$, 分析纯); 聚乙烯吡咯烷酮(K-30, $(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$); 一缩二乙二醇($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$, 化学纯); 氢氧化钠(NaOH , 分析纯). 以上试剂均购自上海国药试剂厂, 反应之前未经进一步提纯.

数显智能控温磁力搅拌器(巩义市予华仪器有限责任公司, SZCL-2); 场发射扫描电子显微镜(FESEM, JEOL, JSM-7100F); X 射线衍射仪(XRD, 岛津 XRD-7000); LabRAM ARAMIS 型拉曼光谱仪(Horiba Jobin Yvon 公司); 电化学工作站(CHI660D, 上海辰华仪器公司)

1.2 样品制备

将 0.237 g $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 0.1110 g SeO_2 加入到 25 mL 三颈圆底烧瓶中, 再加入 10 mL DEG 配制成混合溶液. 将三颈圆底烧瓶放在磁力搅拌器上, 常温搅拌 30 min 之后开始加热, 令溶液温度在 210°C 保持 2 h 后停止加热, 继续搅拌溶液直至其冷却至室温. 把冷却后的溶液依次转入离心管, 在离心机上以 14 800 r/min 的转速离心 2 min 得到产物. 用无水乙醇将产物离心洗净.

1.3 SEM, XRD 及拉曼光谱表征

采用日本电子株式会社 JSM-7100F 型场发射电子扫描显微镜(FESEM)观察样品的形貌; 采用英国 Oxford 能谱仪测量样品的组成成分;

采用日本岛津 XRD-7000 型 X 射线衍射仪(XRD)对产品进行形貌和结构分析, 测试条件为: 靶电压 40 kV, 靶电流 30 mA, $\text{Cu K}\alpha$ 辐射, $\lambda = 0.154\,056\text{ nm}$, 采样间隔 0.02° , 扫描范围 $20 \sim 70^\circ$, 扫描速度 $2^\circ/\text{min}$, 用连续扫描方式收集数据.

室温拉曼光谱测试的激发波长为 633 nm, 激光功率是 0.34 mW, 实验使用 100 倍的物镜, 采集数据积分时间为 30 s.

1.4 电化学性能测试

采用三电极体系在 6 mol/L KOH 溶液中对样品进行循环伏安、恒流充放电测试. 活性物质电极、铂电极、Ag/AgCl 电极分别作为工作电极、对电极和参比电极. 工作电极的制备方法为: 将质量分数为 80% 的活性物质(NiSe_2)、10% 的炭黑和 10% 的聚偏氟乙烯树脂(PVDF)均匀混合, 加入适量的氮甲基吡咯烷铜(NMP), 在磁力搅拌器上搅拌 12 h, 然后将混合好的活性物质均匀涂敷在不锈钢片上, 并在恒温干燥鼓风箱中于 60°C 干燥 24 h. 剪取 1 cm^2 含有活性物质的不锈钢片作为工作电极(每一个工作电极的活性物质的质量控制在约 1 mg), 循环伏安和恒流充放电测试在 CHI660D 电化学工作站上进行, 循环伏安区间电位为 $0.1 \sim 0.5\text{ V}$ (vs Ag/AgCl 电极), 扫速为 50 mV/S , 恒流充电电流密度为 3 A/g , 恒流放电的电流密度分别为 0.01, 0.05, 0.1, 1, 4 A/g.

2 结果与讨论

2.1 产物的 SEM, XRD, EDS 及拉曼光谱分析

图 1(a)是 NiSe_2 产物的 SEM 图, 可以看出产物为大小均一的多面体, 直径约为 $1.1\text{ }\mu\text{m}$, 由大小不一的多面体相互堆积而成. 图 1(b)是该 NiSe_2 产物的 XRD 图谱. 对衍射峰进行标定, 发现产物为立方晶系, 并且是纯相、无杂峰的, 与 NiSe_2 (JCPDS 65-1843) 相吻合; 衍射峰峰形尖锐, 峰强度较高, 说明产物的结晶度高. 图 1(c)的能谱图表明该产物中只含有 Ni 和 Se 两种元素, 无其他杂质. 图 1(d)是 NiSe_2 产物所对应的室温拉曼光谱图, 只观察到 214 cm^{-1} 处的拉曼峰. 黄铁矿型立方结构的 NiSe_2 , 通常有 5 个振动模式($\text{Ag} + \text{Eg} + 3\text{Tg}$), 由于 Ni 原子处于体系的反转中心, 因此只有 Se—Se 原子对具有拉曼振动活性. 214 cm^{-1} 拉曼峰属于 Se—Se 的 Ag 振动模式, 与文献报道一致^[18].

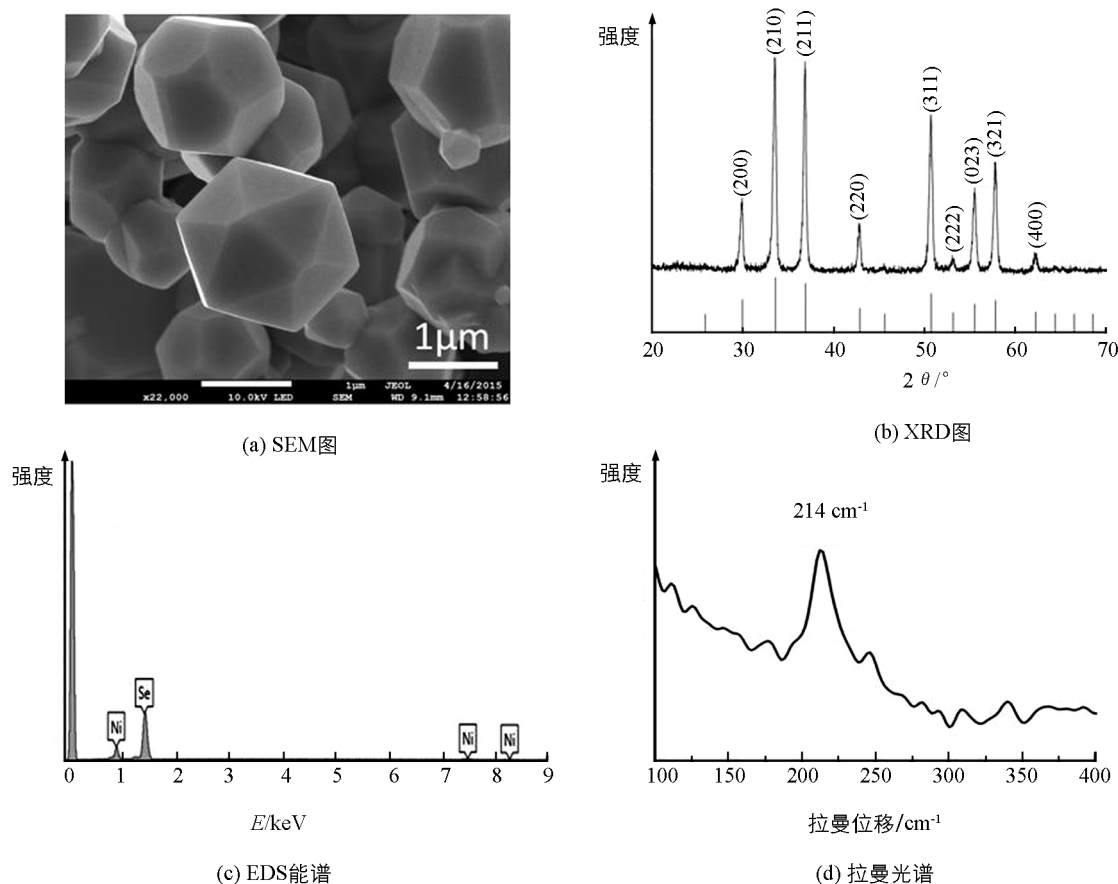


图 1 样品的 SEM, XRD, EDS 及拉曼光谱

2.2 镍硒比 ($n(\text{Ni}) : n(\text{Se})$) 对产物形貌的影响

在 NiSe_2 的典型制备条件下, 将反应时间设为 3 h, 调整镍硒比, 合成制备出不同形貌的 NiSe_2 . 图 2(e) 是不同镍硒比值下产物的 XRD 图谱, 可以看出, 当 $n(\text{Ni}) : n(\text{Se})$ 为 0.5 时, 有许多杂质衍射峰, 该条件下对应的产物 SEM 图(图 2(a))显示, 产物的形貌、大小不均一, 同时混杂着一维棒状结构; 当 $n(\text{Ni}) : n(\text{Se})$ 的值为 1.2, 1.5, 2 时, 产物的 XRD 图谱只有 23.5° 的杂质衍射峰, 对照 $\text{Se}(\text{JCPDS } 73-0465)$, 推断杂峰为硒(400)峰, 此 3 种情况下所得产物的 SEM 图(图 2(b)–(d))显示, 产物的形貌由表面光滑的多面体经粗糙的球体, 过渡到树枝状. 据此可知, NiSe_2 的形貌及晶相对反应物原料的配比比较敏感, 改变 $n(\text{Ni}) : n(\text{Se})$ 的比值, 可以得到不同形貌、晶相的 NiSe_2 化合物.

在 NiSe_2 的典型制备条件下, 反应时间定为 1 h, 对比 210°C 和 240°C 时所得产物. 反应温度为 210°C 时, 产物主要为球形(图 3(a)), 直径 $1\sim 2\ \mu\text{m}$, 这与图 2c 中产物相近. 当反应温度为 240°C 时, 有较多的树枝状出现(图 3(b)), 形状规则. 较高的反应温度有利于热力学稳定相的形成^[16]. 树枝状具有确定的规则形状, 而球形是由许多多面体的棱角堆积而成, 热力学性质很不稳定, 在高温下转变为树枝状.

2.3 表面活性剂对产物形貌的影响

液相合成无机纳米材料, 表面活性剂对化合物的合成具有抗粘作用, 这改变了化合物表面原有的生长速率, 导致不同形貌的产物生成. 实验中, 可以通过改变表面活性剂的种类与用量来有效调控 NiSe_2 的形貌和大小. 反应温度为 240°C , 反应时间为 2 h 的 NiSe_2 的典型制备条件下, 依次添加零表面活性剂、0.1 g PVP、0.1 g 十六烷基三甲基氯化铵(CTAB). 实验得到如图 4(a)–(c)中所示形貌的产物, 产物形貌分别是多面体、类球体和树枝状. 实验结果很好地印证了表面活性剂对产物形貌的影响.

在众多的表面活性剂中, PVP 以其优异独特的性能, 广泛应用于金属、半导体纳米材料等的合成中. 如图 5 所示, 仅改变 PVP 的剂量可以得到不同尺寸大小的 NiSe_2 产物. 当加入 0.1 g PVP 时, 八面体的大

小在 400~600 nm 之间(图 5(a)); 而加入 0.5 g PVP 时, 尺寸大小集中在 500 nm 左右(图 5(b)). PVP 很好地发挥了其对离子的抗粘作用.

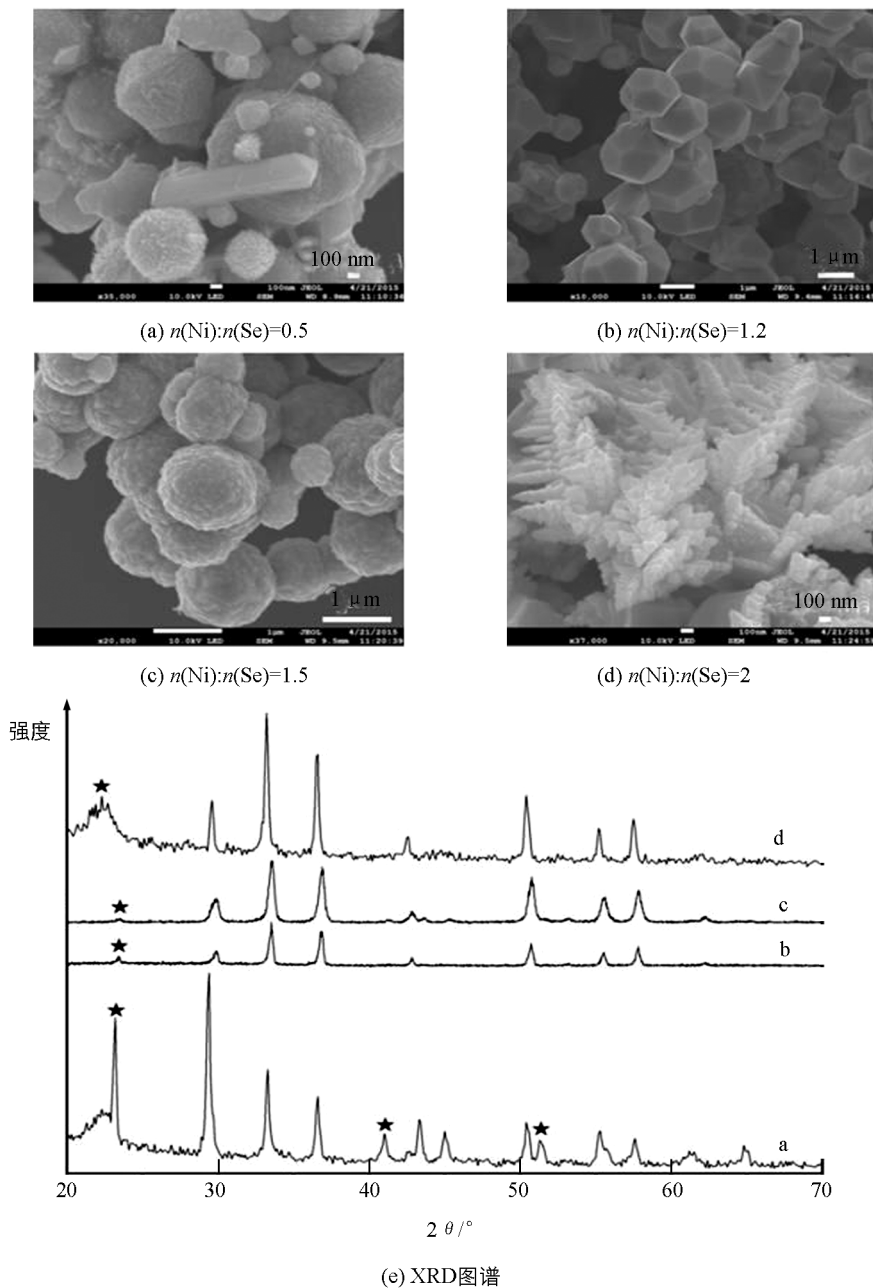
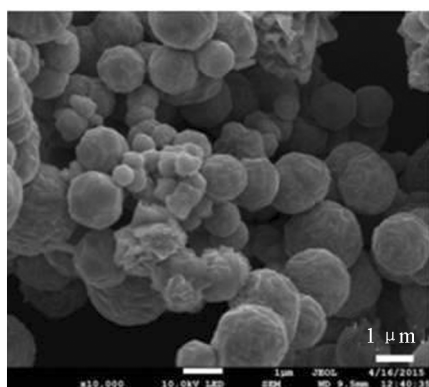


图 2 不同 $n(\text{Ni}):n(\text{Se})$ 比所得产物的 SEM 图及其 XRD 图谱

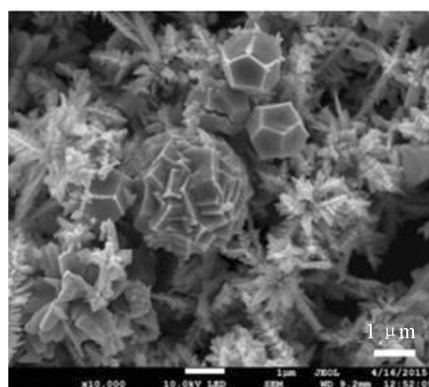
2.4 反应时间对产物的影响

在 NiSe_2 的典型制备条件下, 仅改变反应时间, 考察不同反应时间对产物的影响. 当反应时间为 4 h 时, 产物中有片状、棒状等形貌(图 6(a)); 其 XRD 图谱(图 6(d)曲线 a)中含有杂峰, 峰值较低, 此时的产物纯度不高; 反应时间为 8 h 时, 产物为大小近似相同的多面体(图 6(b)); 继续延长反应时间至 14 h, 产物主要是八面体, 大小较为均一(图 6(c)). 可以看出, 随着反应时间的延长, 杂质峰减少, 且峰值增高, 此时 NiSe_2 的纯度较高(图 6(d)曲线 b, c). 按照吉布斯-乌尔夫原理, 在同样条件下, 晶体的各个面常常以不同速率生长, 生长速率快的面倾向于消失. 立方相 NiSe_2 的晶面离子密度从大到小依次为: $\{111\}$, $\{100\}$, $\{110\}$, 各晶面的生长速度从小到大的次序为: $\gamma\{111\}$, $\gamma\{100\}$, $\gamma\{110\}$. 因此, 生长速率最快的(110)面最先消失, 在其减小的过程中, 与(111), (100)面共同构成图 6(b)中的多面体. (100)面消失后, 生长速率最

慢的(111)面保留下来,形成图 6(c)中的八面体.

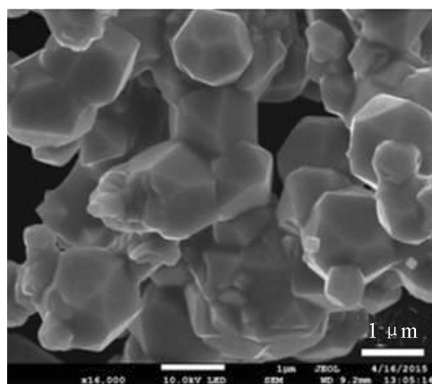


(a) 210 °C

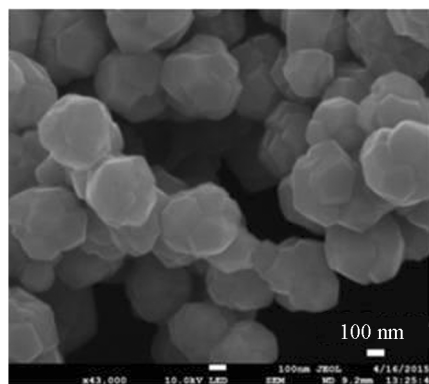


(b) 240 °C

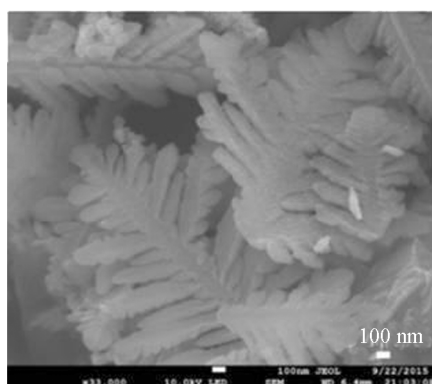
图 3 不同反应温度下所得产物的 SEM 图



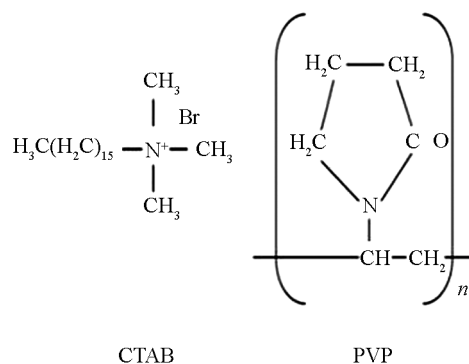
(a) 无



(b) PVP



(c) CTAB



(d) CTAB与PVP的分子结构示意图

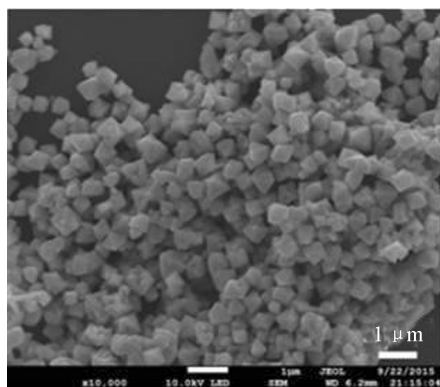
图 4 不同表面活性剂作用下所得产物的 SEM 图以及 CTAB 和 PVP 的分子式结构图

2.5 反应机理

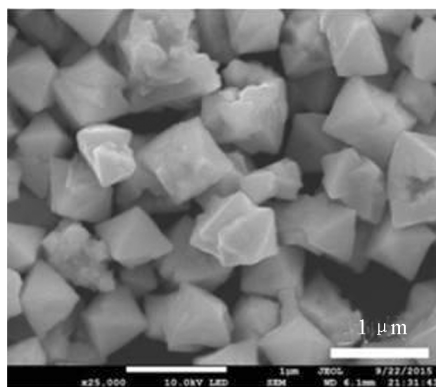
NiSe₂ 化合物形成过程中涉及到的主要的化学式为:



从实验可以推断,随着反应时间的延长或是反应温度的升高,最终的产物形貌倾向于生成八面体或是树枝状,其生长机理可用图 7 表述.

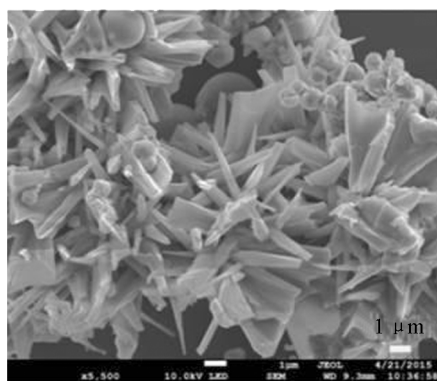


(a) 0.1 g

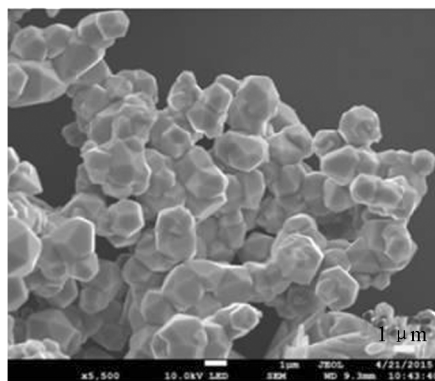


(b) 0.5 g

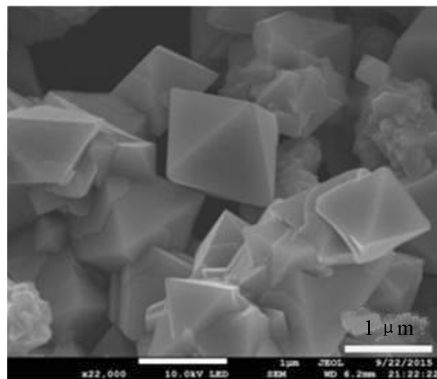
图 5 不同 PVP 的量对反应物形貌影响的 SEM 图



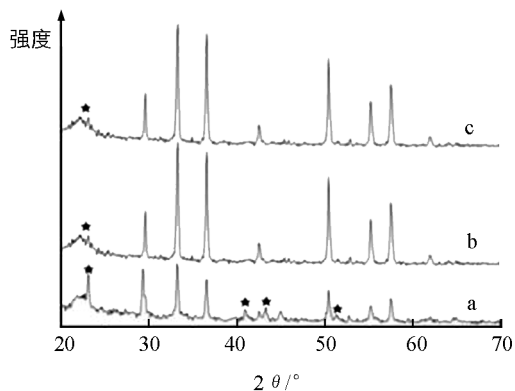
(a) 4 h



(b) 8 h



(c) 14 h



(d) XRD图谱

图 6 不同反应时间所得产物的 SEM 图

在合成制备 NiSe_2 的过程中, SeO_2 首先在高温下被 DEG 还原为 Se(化学式(1)). 由于反应条件的不同, 所还原得到的 Se 的形貌也不同, 主要是球形、一维纳米线或纳米管. 当 Se 微纳米球生成时, 以 Se 颗粒为球心, Ni^{2+} 附着其上形成硒化镍纳米晶体(图 7(a) 过程 1), 中间过量未反应的 Se 转变为 Se^{2-} 和 SeO_3^{2-} 溶于溶液中(图 7(a) 过程 2 和化学式(2)), 硒化镍纳米晶体进一步反应生成多面体形硒化镍化合物(图 7(a) 过程 3 和化学式(3)). 随着反应的继续, 物质结构自我调节以使其表面自由能更小而生成八面体产物(图 7(a) 过程 4).

若改变反应的初始条件, 例如当反应温度为 $240\text{ }^\circ\text{C}$ 时, SeO_2 反应可生成棒状结构的 Se(图 7(b)), Se 与 Ni^{2+} 反应生成 NiSe_2 团聚成颗粒附着在 Se 棒上(图 7(b) 过程 1), 随着反应的继续, 颗粒逐渐转变为树

枝结构的分支(图 7(b)过程 2), 最后生成了树枝状的化合物(图 7(b)过程 3).

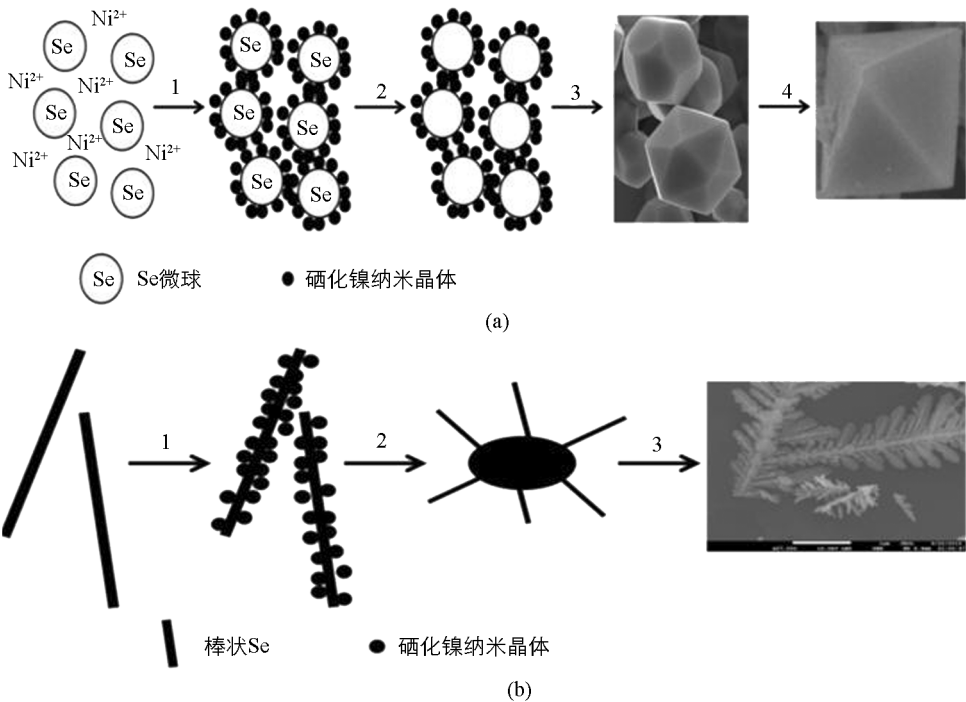


图 7 NiSe₂ 化合物形成机制示意图

2.6 电化学性能

由于 Se 具有多种价态, 如 Se⁰, Se²⁻, Se⁴⁺ 和 Se⁶⁺, 而 Ni 则有 Ni⁰, Ni²⁺ 价态, 因此硒化镍化合物的电极反应比较复杂. 图 8(a)是 NiSe₂ 产物采用三电极体系在碱性溶液中测得的循环伏安曲线. 循环伏安区区间电位为 0.1~0.5V(相对于 Ag/AgCl 电极), 扫速为 50 mV/s. 如图 8(a)所示, 循环伏安曲线中出现了一对典型的氧化还原峰, 0.355 V 对应的是氧化峰, 0.265 V 对应的是还原峰, 这对应于典型的法拉第赝电容曲线特性. 二硒化镍的可逆电化学反应为:

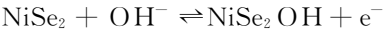


图 8(b)是样品的恒电流充放电曲线, 通过公式 $C = \frac{I \Delta t}{m \Delta U}$ (I (mA) 为放电电流, Δt (s) 为放电时间, ΔV (V) 为放电时电压的变化, m (mg) 是活性物质的质量) 可以计算出, 产物在电流密度为 4.0 A/g 时的电容值为 40.0 F/g, 说明产物具有一定的电容特性.

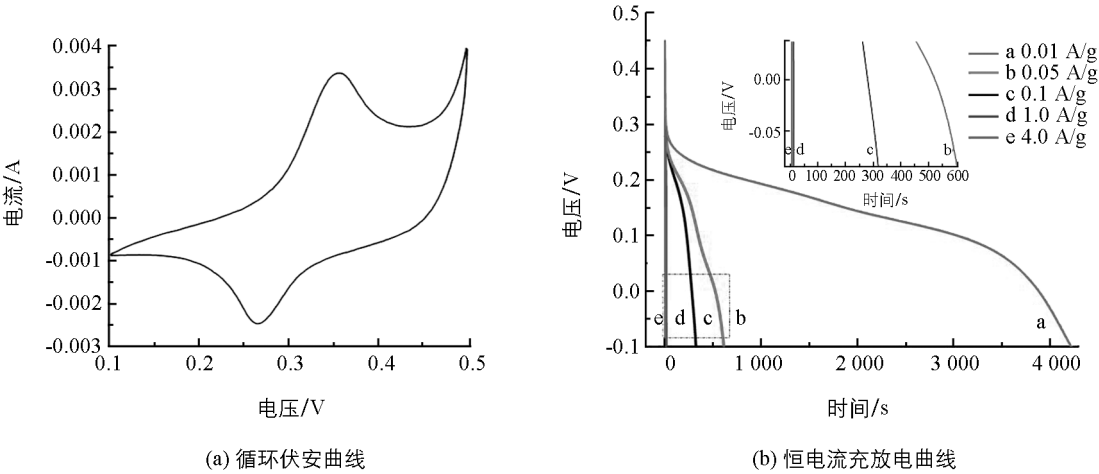


图 8 产物的循环伏安曲线和恒电流充放电曲线

3 结 论

实验以 $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 SeO_2 为 Ni 源和 Se 源, 使用溶剂热法在 DEG 中一步合成制备了粒径为 400~500 nm 的八面体、直径 1.1 μm 左右的多面体、长度 4 μm 左右的树枝状等形貌的硒化镍化合物. 用 SEM, XRD 及拉曼光谱对产物进行了表征, 同时用 EDS 测定了产物的元素. 实验发现, 反应时间、反应温度、表面活性剂的使用、镍硒比均对产物形貌有重大影响. 实验还探究了硒化镍化合物的生成机制, 反应过程中先生成 Se 球或棒状 Se, 然后生成硒化镍纳米晶体, 进一步反应生成 NiSe_2 . 测试了 NiSe_2 产物的电化学性能, 表明其具有典型的赝电势电容器特性.

参考文献:

- [1] 杨彩凤, 秦丽溶, 赵建伟, 等. 泡沫镍负载 Cu/CuO 微纳结构的制备及其对抗坏血酸的检测研究 [J]. 西南大学学报(自然科学版), 2015, 37(5): 112—117.
- [2] WANG W Z, GEN G Y, YAN P, et al. A Novel Mild Route to Nanocrystalline Selenides at Room Temperature [J]. J Am Chem Soc, 1999, 121(6): 4062—4063.
- [3] ZHUANG Z B, PENG Q, ZHUANG J, et al. Controlled Hydrothermal Synthesis and Structural Characterization of a Nickel Selenide Series [J]. Chemistry, 2006, 12(1): 211—217.
- [4] MI L W, SUN H, DING Q, et al. 3D Hierarchically Patterned Tubular NiSe with Nano-/Microstructures for Li Ion Battery Design [J]. Dalton Transactions, 2012, 41(40): 12595—12600.
- [5] PAPKE B L, TUTUNJIAN P N. Applications of ^{13}C NMR to Predict Low Temperature Viscosity Performance of Base Oils [J]. Tribotest, 2006, 12(3): 211—222.
- [6] XUE M Z, Fu Z W. Lithium Electrochemistry of NiSe_2 : A New Kind of Storage Energy Material [J]. Electrochemistry Communications, 2006, 8(2): 1855—1862.
- [7] HAN Z H, YU S H, LI Y P, et al. Convenient Solvothermal Synthesis and Phase Control of Nickel Selenides with Different Morphologies [J]. Chem Mater, 1999, 11(9): 2302—2304.
- [8] FAN H, ZHANG M F, ZHANG X W, et al. Hydrothermal Growth of NiSe_2 Tubular Microcrystals Assisted by PVA [J]. J Cryst Growth, 2009, 311(20): 4530—4534.
- [9] GONG F, XU X, LI Z Q, et al. NiSe_2 as an Efficient Electrocatalyst for a Pt-Free Counter Electrode of Dye-Sensitized Solar Cells [J]. Chem Commun, 2013, 49(14): 1437—1439.
- [10] PARKIN I P. Solid State Metathesis Reaction For Metal Borides, Silicides, Pnictides and Chalcogenides: Ionic or Elemental Pathways [J]. Chem Soc Rev, 1996, 25(3): 199—207.
- [11] BRENNAN J G, SIEGRIST T, KWON Y U, et al. Steigerwald $\text{Ni}_{23}\text{Se}_{12}(\text{PEt}_3)_{13}$. An Intramolecular Intergrowth of NiSe and Ni [J]. J AM CHEM SOC, 1992, 114(26): 10334—10338.
- [12] DUSASTRE V, OMAR B, PARKIN I P, et al. Convenient, Room-Temperature, Amine-Assisted Routes to Metal Sulfides, Selenides and Tellurides [J]. J Chem Soc, Dalton Trans, 1997, 231(19): 3505—3508.
- [13] GE J P, LI Y D. Ultrasonic Synthesis of Nanocrystals of Metal Selenides and Tellurides [J]. J Mate Chem, 2003, 13(4): 911—915.
- [14] CAMPOS C E M, de LIMA J C, GRANDI T A, et al. Nucleation and Growth of Nanocrystalline Pyrite Nickel Diselenide by Mechanical Alloying [J]. Solid State Communications, 2003, 128(6/7): 229—234.
- [15] CHEN S G, ZENG K, SONG Y D, et al. Systematical Shape Evolution of Hexagonal NiSe Crystals Caused by Mixed Solvents and Ammonium Chloride [J]. J Cryst Growth, 2012, 358: 57—63.
- [16] YUAN B X, LUAN W L, TU S T. One-Step Solvothermal Synthesis of Nickel Selenide Series: Composition and Morphology Control [J]. Cryst Eng Comm, 2012, 14(6): 2145—2151.
- [17] SHI W D, ZHANG X, CHE G B. Hydrothermal Synthesis and Electrochemical Hydrogen Storage Performance of Porous Hollow NiSe Nanospheres [J]. Int J Hydrogen Energ, 2013, 38(17): 7037—7045.
- [18] LI J, JIN Z G, LIU T, et al. Chemical Synthesis of MSe_2 (M=Ni, Fe) Particles by Triethylene Glycol Solution Process

- [J]. Cryst Eng Comm, 2014, 16(30): 6819–6822.
- [19] YU X, SUN W D, CHU Y. One-Pot Solvothermal Synthesis and Properties of 1D NiSe and $\text{NiSe} - \text{Ni}_3\text{S}_2$ Alloyed Compound Nanorod Arrays [J]. New J Chem, 2014, 38(1): 70–76.
- [20] ZHANG W B, CHEN S G, ZENG K. Tuning the Crystal Shape of Materials by Chemical Potential: a Combined Theoretical and Experimental Study for NiSe_2 [J]. RSC Adv, 2014, 4(26): 13395–13404.
- [21] WANG X, ZUANG J, PENG Q, et al. A General Strategy for Nanocrystal Synthesis [J]. Nature, 2005, 437(7055): 121–124.
- [22] ZHANG G Q, WANG W, YU Q X, et al. Facile One-Pot Synthesis of PbSe and NiSe_2 Hollow Spheres: Kirkendall-Effect-Induced Growth and Related Properties [J]. Chem Mater, 2009, 21(5): 969–974.
- [23] 潘陈玉洁, 郭秋萍, 王黎阳, 等. 氢氧化镍纳米片的制备及其超级电容性能 [J]. 西南师范大学学报(自然科学版), 2015, 40(1): 34–38.

Synthesis of NiSe_2 and Its Electrochemical Properties

CHEN Bin, LI Er-sha, FENG Peng-yuan, PENG Ze-ping

School of Physical Science and Technology, Southwest University, Chongqing 400715, China

Abstract: NiSe_2 nanomaterials were successfully synthesized via a simple mild solvothermal method by using cetyl-trimethyl ammonium bromide (CTAB) and polyvinyl pyrrolidone (PVP) as the surfactants. In the process, diethylene glycol (DEG) was used as solvent, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ as Ni source and SeO_2 as Se source. The structure and morphology of the products were characterized by an X-ray diffractometer (XRD), field emission scanning electron microscopy (FESEM), energy disperse spectroscopy (EDS) and Raman spectroscopy. Their electrochemical performance was tested by electrochemical workstation. The results indicated that uniform polyhedron and dendritic products were successfully synthesized. The influences of the mole ratio of $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ to SeO_2 , and reactive time and temperature on the size and morphology of NiSe_2 were investigated.

Key words: solvothermal synthesis; nickel diselenides; octahedron

责任编辑 潘春燕

