

DMSO中 Y-Co合金膜的电化学制备^{*}

何山 刘冠昆 童叶翔 王宇

(中山大学化学与化学工程学院, 广州 510275)

关键词 共沉积, 恒电位, Y-Co, DMSO

分类号 O 641.4

稀土合金作为功能材料, 广泛地应用在磁、光、核及超导材料领域. 目前一般采用高温或低温熔盐电解及真空镀的方法来制备稀土及其合金材料. 如果能在室温下通过电沉积的方法制备稀土合金, 则便于控制合金组成, 可大大提高它的功效和扩大应用领域. 但是, 氢的析出使稀土很难从水溶液中沉积出来. 近年来在一些极性非质子溶剂如二甲基甲酰胺 (DMF)、二甲基亚砜 (DMSO) 等中制备稀土及其合金膜亦有不少报道^[1-3]. 本文研究了从 YCl_3-CoCl_2-DMSO 中制备 Y-Co合金膜的条件, 并制得有金属光泽的银灰色稀土合金膜.

1 实验部分

1.1 仪器与药品 无水 YCl_3 由 Y_2O_3 ($w > 99.99\%$) 与 NH_4Cl (AR) 反应制得; $CoCl_2$ (AR) 于 $120^\circ C$ 真空脱水处理; 支持电解质 $LiClO_4$ (AR) 经真空 $180^\circ C$ 脱水处理; DMSO (CP) 用 0.4 nm 分子筛干燥数日后减压蒸馏处理.

实验采用三电极系统, 工作电极为 Cu 丝, Pt 片作为辅助电极, 用双盐桥系统连接的饱和甘汞电极 (SCE) 作为参比电极. 使用 HDV-7C 恒电位仪, HD-1A 低频超低频信号发生器, 3086 X-Y 函数记录仪用作电化学测量. EDAX, XRD 分析沉积的组成和形态. 实验在氩气氛下进行, 文中所用电势均相对于 SCE.

1.2 CV 曲线的测定和沉积 在电解池中加入 $0.05\text{ mol/L } CoCl_2-0.2\text{ mol/L } LiClO_4-DMSO$ 溶液, 测定 CV 曲线 (图 1a); 然后在上述溶液中加入 YCl_3 使其浓度为 0.05 mol/L , 测定 CV 曲线 (图 1b). 然后换用 Cu 电极 (0.5 cm^2), 分别选取 $-1.30, -2.20, -2.90\text{ V}$ 进行恒电位电解, 45 min 后取出, 电极表面沉积出一层有金属光泽的银灰色沉积物.

2 结果与讨论

由图 1a 可知, $CoCl_2$ 在 DMSO 中出现 2 个还原峰, 而从图 1b 可知: YCl_3 和 $CoCl_2$ 在 DMSO 中出现 3 个还原峰, 从 EDAX 分析可知, 在沉积电位分别为 $-1.30, -2.20, -2.90\text{ V}$ 处电解所得 Y-Co 合金中 w_Y 依次为 $8.73\%, 10.89\%, 42.11\%$. 沉积电位与沉积物中稀土含量关系如图 2 所示. 同时可观察到当沉积层中 w_Y 越高时所获得的沉积层质量相对来说越差. 在本实验条件下, 进行恒电位电解时电位应控制在 -2.20 V 内进行. 控制电位为 -1.850 V

* 广东省自然科学基金 (960002) 资助项目

收稿日期: 1998-07-02 何山 男, 30岁, 讲师.

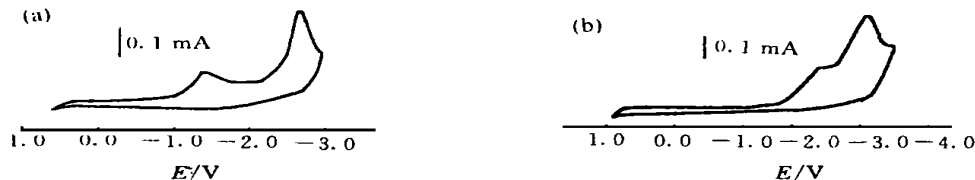


图 1 CoCl_2 (a) 和 $\text{YCl}_3 + \text{CoCl}_2$ (b) 在 DMSO 溶液的循环伏安图

Fig. 1 The CV curve of CoCl_2 (a) and $\text{YCl}_3 + \text{CoCl}_2$ (b)

$A(\text{Cu}) = 0.10 \text{ cm}^2$; 扫描速率 = 100 mV/s ; $\theta = 29^\circ\text{C}$

进行恒电位电解, 可共沉积得到有金属光泽的银灰色稀土合金膜. 图 3 为该条件下稀土合金膜的表面扫描电镜图 (放大 35 倍), 其中镀层中 $w(\text{稀土})$ 为 10.8%.

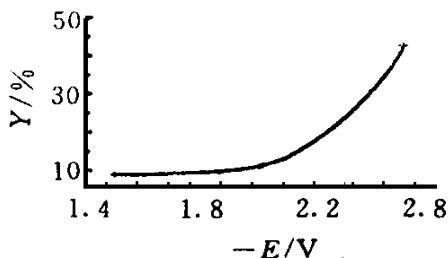


图 2 镀层中 w_Y 与沉积电位的关系

Fig. 2 Relations between mass fraction of Y and deposits potential

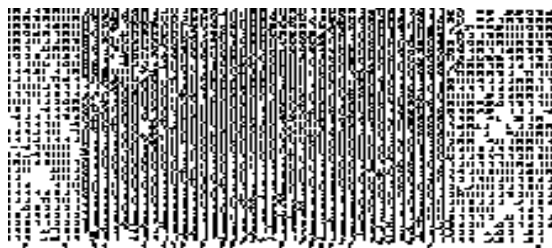


图 3 沉积物表面扫描电镜图

Fig. 3 SEM images of the surface of deposits

参 考 文 献

- 1 Sato Y, Tamazawa T, Takshishi M, et al. Electrolytic preparation of Sm-Co thin films and their magnetic properties. *Plating and Surface Finishing*, 1993(3): 72
- 2 Matsuda Y, Fujii T, Yoshimoto M, et al. Pulsed electrodeposition of Dy-Fe. *J Alloys and Compounds*, 1993, 193-23
- 3 Kumbhar P P, Lokhande C D. Electrodeposition of Yttrium from a nonaqueous bath. *Metal Finishing*, 1995(4): 28

Preparation for Y-Co Alloy Film in DMSO

He Shan* Liu Guankun Tong Yexiang Wang Yu

Abstract The codeposition of Y-Co on Cu electrodes was investigated in DMSO containing YCl_3 , CoCl_2 at room temperature. Potentiostatic electrolysis was used to prepare films of various Y contents. EDAX, XRD indicated that silver gray, lustrous and strongly adhering film on Cu was obtained by Potentiostatic electrolysis at -1.85 V (vs SCE) in $0.10 \text{ mol/L YCl}_3 - 0.10 \text{ mol/L CoCl}_2 - \text{DM SO}$ solution.

Keywords codeposition, potentiostatic electrolysis, DMSO, Y-Co alloy

* School of Chemistry and Chemical Engineering, Zhongshan University, Guangzhou 510275, China