

有机溶剂 DMF中钴与镨的共沉积^{*}

刘建平 童叶翔 刘冠昆 谷历文 杨绮琴

(中山大学物理化学研究所, 广州 510275)

关键词 共沉积, 循环伏安法, 恒电位电解

分类号 O 646

稀土合金材料有许多特殊功能如磁性、磁光、超导。特别是非晶态稀土合金薄膜更受人们重视。目前主要采用真空蒸镀等方法来制备, 但所需仪器、设备要求很高, 操作条件严格。电化学沉积具有设备简单, 操作条件易控制等优点, 是一种实用而有效的方法。然而在水溶液体系中, 由于氢气的析出影响沉积而难以进行, 所以使用疏质子有机溶剂是一种值得探索的新路径, 这方面的工作所见报道较少。印度学者曾报道过镨的沉积^[1]。本文采用了高氯酸镨与钴进行共沉积研究, 在铜电极上得到 Pr-Co 的沉积物。此项工作尚未见报道。

1 实验部分

1.1 仪器与药品 按文献 [2]方法制备高氯酸镨。氯化钴 (AR) 加热到 120℃除去结晶水。支持电解质高氯酸四丁基铵 (TBAP) 按文献 [3]制备与纯化, DMF (AR) 使用前用活化的 0.4 nm 分子筛干燥数日并蒸馏提纯。实验用水均为二次蒸馏水。

使用 HDV-7C 型恒电位仪, DCD-1 型信号发生器, 308 型 X-Y 记录仪。实验采用三电极系统, 铜丝为工作电极, 铂片为辅助电极, 饱和甘汞电极 (SCE) 为参比电极。测定之前通入高纯氩气 30 min, 并在氩气保护下进行实验。

1.2 CV 曲线的测定和沉积 在自制的电解池中加入 20 mL DMF 和 0.1 mol L⁻¹ TBAP, 再依次加入 0.01 mol L⁻¹ CoCl₂, 0.01 mol L⁻¹ 的高氯酸镨, 并在每次加入后测定循环伏安曲线得图 1 和 2。然后换用铜片 (0.5 cm²), 分别选取 +1.48 V, +1.92 V 进行电解, 35 min 后取出, 电极表面均有一层蓝黑色沉积物。

2 结果与讨论

从图 1 可知, CoCl₂ 在 DMF 中出现 3 个还原峰, 而从图 2 可知: 第三还原峰的起峰单位更正, 峰高增加; 又从 EDAX 分析可知: +1.48 V 的沉积物 k% 为: Co 32.37, Pr 0.47, Cu 67.16; +1.92 V 的沉积物 k% 为: Co 31.10, Pr 33.94, Cu 41.60。因此, 后一电位更有利于 Co 与 Pr 的共沉积。

^{*} 广东省自然科学基金 (960002) 资助项目

收稿日期: 1996-12-03 刘建平, 男, 30岁, 硕士

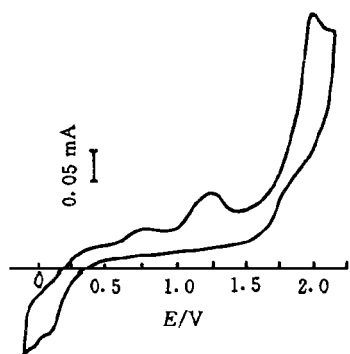
图 1 CoCl_2 在 DMF中的循环伏安曲线

Fig. 1 DMF+ 0.1 mol L^{-1} TBAP+ 0.01 mol L^{-1} CoCl_2

WE: Cu, CE: Pt, RE: SCE, $\nu = 100 \text{ mV/s}$

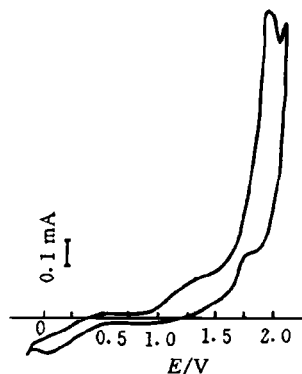
图 2 CoCl_2 和 $\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3$ 在 DMF中的循环伏安曲线

Fig. 2 DMF+ 0.1 mol/L TBAP+ 0.01 mol/L CoCl_2 + 0.01 mol/L $\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3$

WE: Cu, CE: Pt, RE: SCE, $\nu = 100 \text{ mV/s}$

参 考 文 献

- 1 Kumbhar P P, Lokhande C D. Electrodeposition of dysprosium from a nonaqueous bath. Metal Finishing, 1994, 11: 70~ 72
- 2 Makoto Aihara, Seizo Misumi. Polarographic studies of some lanthanoids(III) in N,N-dimethylacetamide. Bulletin of the Chemical Society of Japan, 1973, 46 175~ 178
- 3 Kolthoff I M, Coetzee I F. Polarography in acetonitrile. J Am Chem Soc, 1957, 9 870

Coelectrodeposition of Praseodymium and Cobalt in DMF

Liu Jianping* Tong Yexiang Liu Guankun Gu Liwen Yang Yiqin

Abstract Coelectrodeposition of praseodymium and cobalt in the DMF has been studied by cyclic voltammetry and potentiostatic electrolysis. Blue-black uniform deposit has been obtained (w %: Co 31. 10, Pr 33. 94, Cu 41. 60), and the X-ray diffraction shows that the deposit is noncrystalline.

Keywords electrodeposition, cyclic voltammetry, potentiostatic electrolysis

* Institute of Physical Chemistry, Zhongshan University, Guangzhou 510275