

УДК 544.653

ПРИМЕНЕНИЕ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ ТОНКИХ ПЛЕНОК Cd-Ni

Хоботова В.Н., студентка гр. Х-111, V курс

Научный руководитель: Иванова Н.В., к.х.н., доцент

Научный консультант: Воропай А.А., ведущий инженер

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение

высшего профессионального образования

«Кемеровский государственный университет»

г. Кемерово

Известны различные методы получения тонких пленок: электролитическое и химическое осаждение, вакуумное напыление, направленная кристаллизация. Электролитическое получение двойных металлических систем обладает рядом неоспоримых преимуществ перед другими методами неорганического синтеза тем, что позволяет изменять в широких пределах химический и фазовый состав, структуру и морфологию получаемых фаз, не требует реагентов-восстановителей, кроме того, электролитический метод является более экономичным. Однако в процессе электрохимического осаждения нескольких металлов из разбавленных растворов на поверхности электрода могут возникать сложные многокомпонентные осадки, в состав которых наряду с отдельными элементами могут быть включены продукты их взаимодействия: твердые растворы, интерметаллические и химические соединения. Изучение особенностей фазового состава подобных систем и возможности регулирования их свойств при варьировании условий синтеза необходимо проводить в режиме *in situ* методом, способным детектировать исследуемые фазы с чувствительностью на уровне нанограммовых количеств. Методом выбора в данном случае является вольтамперометрия с использованием твердых инертных электродов. Двухкомпонентные системы на основе переходных металлов являются материалами с высокими магнитными и каталитическими характеристиками, а тонкопленочные материалы этого класса рассматриваются в числе наиболее перспективных.

Целью настоящей работы явилось вольтамперометрическое исследование процессов электролитического осаждения тонкопленочных структур на основе никеля и кадмия индивидуально и в составе двойных систем на подложке из графита и стеклоуглерода, а также создание и тестирование проточной ячейки для проведения электрохимических экспериментов по электроосаждению металлов.

Работа проводилась методом вольтамперометрии с использованием полярографа ПУ-1 в трехэлектродном режиме. Индивидуальное окисление и

восстановление кадмия и никеля осуществляем методом инверсионной вольтамперометрии при использовании в качестве фонового электролита 0,1 М раствора $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$. В выбранных условиях были получены вольтамперные кривые окисления кадмия и никеля, на которых наблюдаются аналитические сигналы в виде пиков при потенциалах -720 мВ и -420 мВ. Изменение потенциала накопления в более положительную область приводит к уменьшению токов пиков окисления, поэтому эксперимент следует проводить при начальном потенциале -1,6 В. Зависимости величин аналитических сигналов от концентрации вводимого компонента линейны в диапазоне $(0,2-10) \cdot 10^{-5}$ моль/л.

Исследование процессов электроокисления тонкопленочных систем никель-кадмий методом анодной инверсионной вольтамперометрии показало наличие интерметаллических соединений, характеризующихся пиками окисления при потенциалах $E_1 = -0,44\text{В}$, $E_2 = -0,57\text{В}$, $E_3 = -0,73\text{В}$. В зависимости от соотношения концентраций ионов никеля и кадмия изменяется фазовый состав электролитического осадка, что приводит к перераспределению величин пиков, в некоторых случаях это приводит к их существенному наложению с регистрацией суммарных максимумов тока (рис.1).

Электрохимический синтез тонкопленочных систем проводили при двух различных временах накопления: 40 и 180 секунд при неизменных концентрациях компонентов. После проведения экспериментов следует отметить, что при времени накопления 180 секунд пики окисления фаз, составляющих бинарный осадок, более выражены и имеют лучшее разрешение, нежели при накоплении 40 секунд, кроме того, пропорционально времени возрастают абсолютные количества всех фаз.

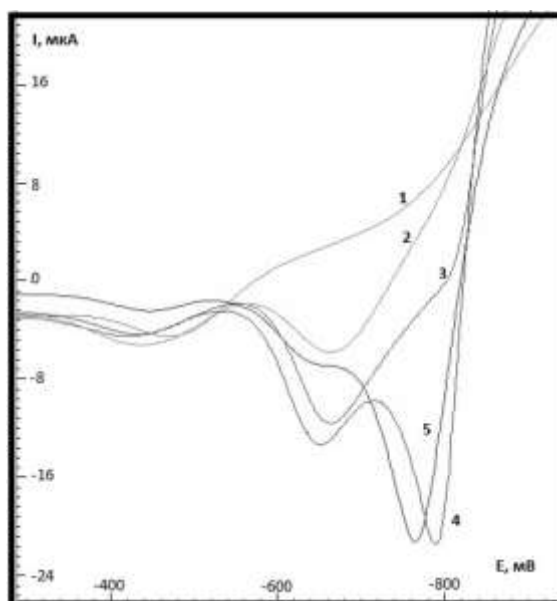


Рис.1. Вольтамперные кривые окисления бинарной системы $\text{Ni} \rightarrow \text{Cd}$, $c(\text{Ni}^{2+}), 10^{-5}$ моль/л: 1–0,2; $c(\text{Cd}^{2+}), 10^{-5}$ моль/л: 1–1; 2–3; 3–5; 4–7; 5–8.

Из этого следует вывод, что для дальнейшей работы оптимальным временем накопления является 180 с. Увеличение потенциала от -1,8 до -0,5 В с шагом в 0,2 В для бинарной системы Ni-Cd приводит к последовательному исчезновению пиков, соответствующих интерметаллическим фазам.

Одной из задач работы являлась разработка и тестирование проточной ячейки для исследования характеристик биметаллической системы в условиях смены фонового электролита. Кратность смены фонового электролита выбиралась экспериментально, критерием достижения оптимального значения являлось отсутствие ионов металлов в растворе. Для проверки работоспособности ячейки сначала был произведен ряд экспериментов по индивидуальному накоплению кадмия. Сравнивались токи пиков до и после смены фонового электролита, установлено, что они различаются незначимо. Это свидетельствует о том, что проточный режим может быть использован для дальнейшей работы.

При окислении бинарного осадка никель-кадмий с поверхности стеклоуглеродного электрода в проточных условиях установлено наличие трех анодных пиков при потенциалах $E_1 = -0,44$ В, $E_2 = -0,57$ В, $E_3 = -0,73$ В. Наблюдаемая картина полностью соответствует полученной ранее в ходе эксперимента, проведенного в стационарной электролитической ячейке. Видно, что при данном соотношении кадмия и никеля идет формирование трех дополнительных пиков в более положительной области, относительно пика окисления чистого кадмия, что свидетельствует о формировании трех различных фаз, следовательно, состав бинарного осадка при замене электролита сохраняется.