

СОСТАВ АМОРФНЫХ Fe, Ni и Co ПОКРЫТИЙ ПО ДАННЫМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ И ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Фишгойт Л.А., Выходцева Л.Н., Сафонов В.А.

Химический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, кафедра общей химии, кафедра электрохимии

Аморфные покрытия из металлов триады железа широко применяются в различных областях техники. Они отличаются высокой коррозионной стойкостью, каталитической и электрокаталитической активностью в ряде процессов и т.д. Применение электрохимических методов получения таких покрытий из гипофосфит-содержащих растворов дает возможность варьировать скорость процесса осаждения, что, в свою очередь, позволяет регулировать отдельные свойства получаемых покрытий.

Электрохимический синтез проводился в гальваностатическом режиме из растворов, составы которых приведены в таблице. Плотность катодного тока составляла 30-40 мА/см². Рабочим электродом служила медная пластина. После включения заданной плотности катодного тока, потенциал вначале резко падает за счет увеличения толщины осажденного слоя, а затем устанавливалось примерно постоянное его значение.

Составы растворов для электрохимического осаждения аморфных покрытий.

Осаждаемый металл	Состав раствора
Ni	(1) 0.1M NiSO ₄ ·7H ₂ O + 0.3M NaH ₂ PO ₂ + 0.1M Na ₃ cit + 0.3M NH ₃
Co	(2) 1M CoCl ₂ + 0.3M NaH ₂ PO ₂ + 0.1M HCl
Fe	(3) 1M FeCl ₃ + 0.25M NaH ₂ PO ₂ + 0.05M KF

Элементный состав электрохимически синтезированных осадков, толщина которых составляла не менее 5 мкм, контролировался микрорентгеноспектральным анализом. Осадки содержали значительные количества фосфора. Для определения химического состояния фосфора в образцах, а также для идентификации их фазового состава использовались метод рентгеновской дифракции (XRD) и один из вариантов метода рентгеновской эмиссионной спектроскопии (valence-to-core XES). Последние исследования проводились в Европейском центре синхротронного излучения (ESRF, Гренобль) на линии ID26. Анализировались свежесформированные осадки и отожженные в вакууме при 200, 400 и 800°C. В осадках из растворов **(1)** – **(3)** выявлены соответственно фазы: Ni и Ni₃P; Co и Co₂P; Fe и Fe₂P. Из сопоставления данных XRD и XES следует, что термообработка приводит лишь к агрегации наночастиц, входящих в состав осадков. Фазовый состав покрытий при этом не изменяется.