

文章编号: 1001-3849(2000)02-0009-03

# 不锈钢上电沉积活性铂

施晶莹<sup>1</sup>, 肖秀峰<sup>2</sup>, 朱则善<sup>2</sup>, 胡文云<sup>3</sup>, 陈衍珍<sup>3</sup>

(1. 福建省泉州高等师范专科学校 化学系, 福建 泉州 362000; 2. 福建师范大学 化学系, 福建 福州 350007; 3. 厦门大学 化学系, 福建 厦门 361005)

**摘要:** 采用低毒、较缓和条件下预处理不锈钢基底, 在电沉积过程中引入超声波振荡技术, 并筛选出最佳电流密度组合进行电沉积, 制备出与基底粘结牢固、析氢电催化性能高的不锈钢镀铂电极。从电极的双层电容值可推出电极活性的改善主要归因于表面粗糙度的增加。

**关键词:** 不锈钢; 活性; 超声波; 电沉积

**中图分类号:** TQ153.19      **文献标识码:** A

## Electrodeposition of Active Platinum on Stainless Steel

SHI Jing-ying<sup>1</sup>, XIAO Xiu-feng<sup>2</sup>, ZHU Ze-shan<sup>2</sup>, HU Wen-yun<sup>3</sup>,  
CHEN Yan-zhen<sup>3</sup>

(1. Dept. of Chem., Quanzhou Teachers College for Professional Training, Quanzhou 362000, China, 2. Dept. of Chem., Fujian Teachers Training Univ., Fuzhou 350007, China; 3. Dept. of Chem., Xiamen Univ. Xiamen 361005, China)

**Abstract** The substrate of stainless steel was pretreated under low toxic and moderate conditions. Ultrasonic agitation technology was employed in the process of electrodeposition. In addition, the optimal combination of current densities was selected. As a result, platinum plated stainless steel electrode which not only was adherent to the substrate but also possessed excellent electrocatalytic property for HER was prepared. It can be deduced from the measured values of the double layer capacity of the electrode that the improvement of the electrode activity was mainly due to the increase in surface roughness of the electrode.

**Keywords** stainless steel; active platinum; ultrasonic; electrodeposition

收稿日期: 1999-09-10

基金项目: 厦门大学固体表面物理化学国家重点实验室资助课题 (9501)

作者简介: 施晶莹 (1973-), 女, 福建永春人, 物理化学专业硕士, 福建泉州高等专科学校化学系, 助教, 研究方向为电化学。

钛基镀铂电极已有许多报道<sup>[1-5]</sup>,而不锈钢是一种高强度抗腐蚀且价格低廉(尤其相对钛而言)的金属材料。目前不锈钢镀铂电极尚未见文献报道。本文研究低毒、较缓和条件下预处理不锈钢去除其表面钝化膜的方法,并在铂的电沉积过程中采用超声波振荡技术,改善了镀层与基底的粘结力,得到牢固高活性不锈钢镀铂电极,可望用于微传感器。

## 1 实验

### 1.1 仪器

HPD-1 恒电位仪, CQ-50型超声波清洗器, CHI660 电化学测量系统用于电极性能测试, HITACHI S-520 型扫描电镜观察镀层形貌, VGESCA-LAB MKII 电子能谱仪对镀层表面及深层作元素及成分分析。

### 1.2 不锈钢基底预处理及电沉积过程

不锈钢基底( $\varnothing$  0.6 mm)镀前经金相砂纸打磨抛光,化学除油,在 300 g/L NaOH 溶液中煮沸约 1 h 和用混合酸(含少量硝酸的体积比为 1:4 的盐酸水溶液)酸洗 20~30 min 后进行水洗,超声波清洗(5 min),热水清洗和冷水清洗。清洗后的不锈钢基底室温下在 25%~30%  $H_2SO_4$  中以 30~50 mA/cm<sup>2</sup> 阳极活化 1~2 min 后用二次蒸馏水清洗,然后放入 H 型电解槽在上述超声波清洗器中进行振荡电沉积。

电解液组成:  $3.3 \times 10^{-2}$  mol/L 氯铂酸,  $3.3 \times 10^{-2}$  mol/L 醋酸铅, 0.5 mol/L 盐酸, 电流密度 10~60 mA/cm<sup>2</sup>。

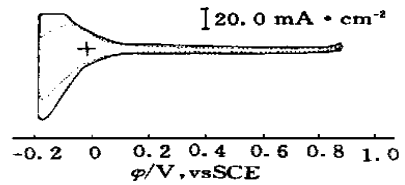
### 1.3 电极活性测量

采用三电极系统, 0.5 mol/L  $H_2SO_4$  作电解液, 研究电极即上述不锈钢镀铂电极, 辅助电极为铂片, 参比电极为饱和甘汞电极(文中所标电位均相对于此电极)。测试条件: 扫描电位 -0.2~0.9 V, 扫速 0.1 V/s, 以 -0.2~-0.15 V 电位区氢吸附电量表征电极活性<sup>[6]</sup>。

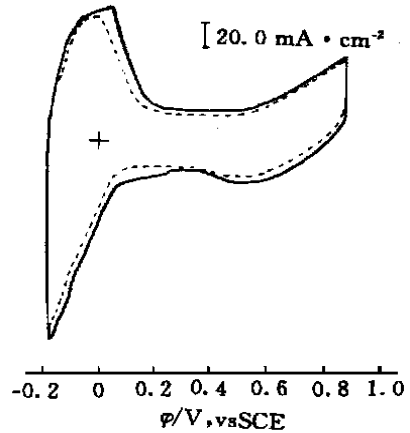
## 2 结果与讨论

### 2.1 超声波振荡的技术效果

图 1 示出, 不锈钢镀铂采用超声波振荡技术后所得的电极活性提高 2 倍, 将制备好的电极搁置振荡 3 min 后, 其活性仅衰减 10%, 而未采用超声波振荡的电极活性却衰减 35%。



a) 无超声波振荡



b) 有超声波振荡

— 电沉积电极  
- - - 搁置振荡 3 min 后电极

图 1 镀铂电极循环伏安图

### 2.2 电流密度的选择

在相同沉积电量下, 电流密度在 30~60 mA/cm<sup>2</sup> 之间变化时, 应用较小电流密度所得电极活性比较大电流密度(60 mA/cm<sup>2</sup>)的高(如图 2), 但当电极经受 60 min 的振荡后, 电流密度为 60 mA/cm<sup>2</sup> 所得电极活性衰减最少, 也就是镀层与基底粘结力最佳(表 1)。

表 1 不同电流密度下的铂电极振荡衰减数据(%)

衰减测试	电流密度 (mA/cm <sup>2</sup> )			
	30	40	50	60
振荡 3 min	10	12	20	11
振荡 60 min	47	46	79	27

由此得出制备电极的最佳电流密度, 即先以小电流密度沉积, 后改换大电流密度沉积的方法。

### 2.3 最佳电流密度组合的电极活性

在超声波振荡下, 以 30 mA/cm<sup>2</sup> 的电流密度电沉积 30 min, 后继续以 60 mA/cm<sup>2</sup> 电流密度沉积 5 min, 从所得电极的 SEM 图(图 3)可以看出, 镀层晶粒更加细小均匀。根据 XPS 镀层成分分析, 采用 Ar<sup>+</sup> 溅射测得镀层不同位置的各元素的相对百分含

量如表 2所示。

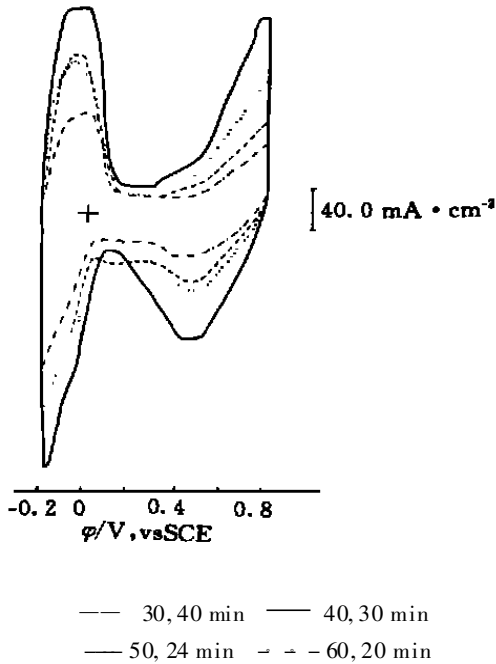
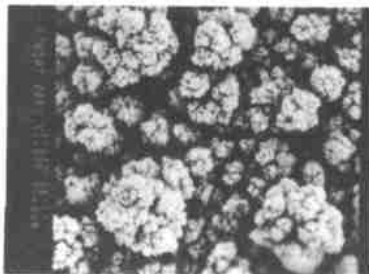
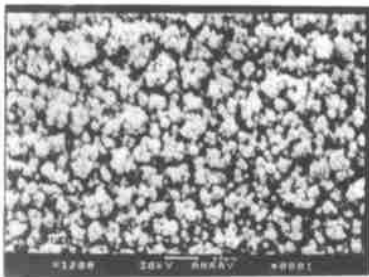


图 2 不同电流密度的镀铂电极循环伏安图



a)无超声波振荡



b)有超声波振荡

图 3 镀铂电极的扫描电镜图

其双层电容值为  $1.40 \times 10^3 \text{ F/cm}^2$  (由图 4 数据求出)是光亮铂电极的 350倍,与氢吸附结果相符,说明电极活性的改善可主要归因于表面粗糙度的增加。

在  $100 \text{ mA/cm}^2$  电流密度下,酸性介质中,经 50 h 长期通断电实验,电极活性仅衰减 8%,表明该工艺条件所得电极结合力强,性能稳定。

表 2 镀层不同深度的各元素相对百分含量 (%)

镀层深度	元素名称		
	Pt	Cl	Pb
表面	97.01	2.99	含量
Ar 溅射 10 s	99.22	0.78	极少
继续溅射 50 s	99.54	0.46	未检出

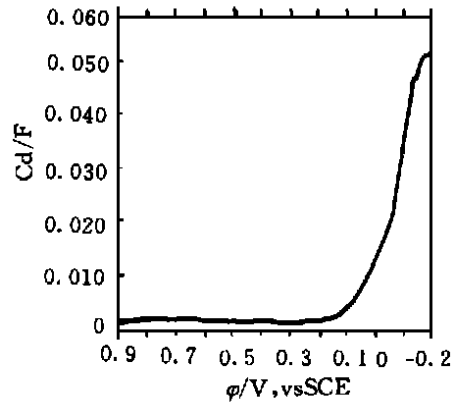


图 4 镀铂电极的双层电容曲线

### 3 结 论

采用超声波振荡技术进行电沉积可提高电极活性,在最佳电流密度组合下可制备牢固高活性不锈钢镀铂电极,并具有一定的电化学稳定性

#### 参考文献:

- [1] 中国科学院福建物质结构研究所二部金属腐蚀与防护组. 钛镀铂工艺及其阳极性能的研究 [J]. 金属腐蚀与防护, 1976, 1: 44~ 49.
- [2] 朱松然, 向国朴. 钛基脉冲镀铂 [J]. 电镀与精饰, 1986, 8(5): 3~ 7.
- [3] 向国朴, 张永慧. 钛基电刷镀铂 [J]. 化学世界, 1991, 32(9): 392~ 394.
- [4] 栾永勤, 全小文. 不溶性阳极 钛网镀铂的研究 [J]. 电镀与精饰, 1990, 12(12): 10~ 11.
- [5] 肖秀峰, 朱则善, 陈衍珍, 等. 高活性钛镀铂电极 [J]. 电化学, 1996, 2(4): 435~ 438.
- [6] Felhan A m, Spiro M. Platinized platinum electrode [J]. Chem. Rev., 1971, 71(2): 177~ 193.