

文章编号: 0529-6579 (1999) 03-0119-02

尿素-NaBr 低温熔盐体系中 Er-Co 合金的电沉积^{*}

刘莉治, 刘 鹏, 童叶翔, 杨绮琴

(中山大学 化学与化学工程学院, 广东 广州 510275)

关键词: 尿素-KBr; Er-Co 合金; 电沉积

中图分类号: O 641.4 文献标识码: A

稀土元素内层 4f 电子的数目从 0 ~ 14 逐个填充, 造成它们之间在光学、磁学、电学性能上出现明显差异. 衍生出种类繁多的高新材料^[1]. 稀土-铁族金属合金具有优良的磁性、磁光性并可应用于磁性元件及磁光记录材料, 目前多采用蒸镀和激光溅射法制备. 但设备成本高、生产效率低, 而电沉积法无疑是解决这一问题的良好途径. 高温熔盐^[2,3]和有机溶剂中^[4]电沉积稀土-铁族金属合金膜已有报导; 选择尿素-NaBr 低温熔盐体系, 其共熔点为 336 K, 通过诱导共沉积得到了 Er-Co 非晶态膜, 晶化后转化为 Er-Co 合金膜.

1 实验部分

CoCl₂ 由 CoCl₂·6 H₂O (AR) 在 393 K 减压脱水而得, ErCl₃ 由 Er₂O₃ 与 NH₄Cl 在 623 K 反应制备. Pt 作研究电极, 辅助电极为光谱纯石墨, 参比电极为 Ag| 尿素-NaBr ($x=0.1$). 在铜片 ($w=99.9\%$) 上恒电位电解. 使用 DCD-1 型低频-超低频讯号发生器, HDV-7B 恒电位仪, 3086X-Y 函数记录仪, 在控温及氩气气氛下进行电化学测量.

经恒电位电解的合金化电极在除去表面盐分后, 用电子能谱和 X-射线衍射分析其组成和物相.

2 结果和讨论

图 1a 是 Pt 电极在尿素-NaBr-CoCl₂ 中的 CV 曲线, 负扫时出现一阴极峰, 起波电位为 -0.25 V, 回扫有一个阳极溶出峰, 阴极峰电位与阳极峰电位相差较大, 因此该电极反应为不可逆过程. 恒电位电解后沉积物进行 X-射线能谱分析 (EDAX), 表明所得沉积物为 Co, 故可推断该电极反应是 $\text{Co(II)} + 2\text{e} = \text{Co}$. 图 1b 是 Pt 电极在尿素-NaBr-CoCl₂-ErCl₃ 中的 CV 曲线, 阴极峰起波电位与图 1a 相近, 但峰电流明显增大. 恒电位电解所得沉积物 EDAX 分析知其组成为 Co 和 Er, 因此, 此时钕钴发生了诱导共沉积.

以铜片为研究电极, 在 -0.65 V 下恒电位电解 10 min, 可得与基体结合良好银白色有金属光泽的沉积膜, 扫描电镜观察发现沉积膜均匀、致密. EDAX 分析可知其组成为 Co ($w=88\%$)-Er ($w=12\%$). 根据 Co-Er 相图, 沉积膜在惰性气氛下 873 K 加热, 使 Co-Er

* 基金项目: 国家自然科学基金 (29273150) 资助项目

收稿日期: 1999-03-23

作者简介: 刘莉治, 女, 1977 年生, 硕士研究生.

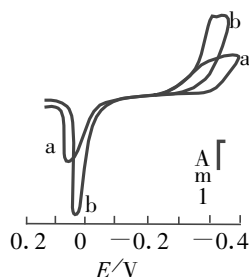


图 1 Pt 电极在低温熔盐中的 CV 曲线

Fig. 1 Cyclic voltammetry on Pt electrode in urea-NaBr molten

a 尿素-NaBr-CoCl₂; b 尿素-NaBr-CoCl₂-ErCl₃

373 K; $\nu = 100 \text{ mV/s}$ 参比电极为 Ag| 尿素-KBr

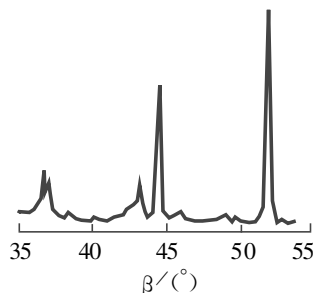


图 2 Er-Co 合金膜的 X-射线衍射图

Fig. 2 X-ray diffraction pattern after potentiostatic electrolysis in urea-NaBr-CoCl₂-ErCl₃ molten at 373 K, Cu electrode

沉积膜由非晶态转化为 Co-Er 合金晶态, 然后对其进行 X-射线衍射分析 (图 2). 衍射峰 ($\beta = 51.8^\circ, 40.4^\circ$) 属于金属 Co, 而衍射峰 ($\beta = 43.1^\circ, 36.8^\circ$) 属于 Co₃Er, 表明在低共熔点为 336 K 的尿素-NaBr 低温熔盐体系中, 可通过诱导共沉积简便地得到了稀土-铁族金属非晶态膜, 根据合金二元系相图, 选择适宜的晶化温度可转化为相应的稀土-铁族金属合金膜, 为电化学方法制备稀土合金材料提供一种简便易行、能耗小、电解效率高、稀土含量和合金物相易调控的新方法.

参考文献:

- [1] 杨绮琴, 童叶翔. 电化学方法制备稀土材料及稀土在电化学的应用 [J]. 电化学, 1998, 4 (2): 111.
- [2] YANG Q Q, LIU G K, TONG Y X, et al. Electrodeposition of rare earth metals (Gd, Sm, Ho, Pr...) and their alloys [J]. Rare Metals, 1996, 15 (1): 59.
- [3] TONG Y X, LIU G K, YANG Q Q, et al. Preparation of yttrium-barium-copper ternary master alloy by electrolysis from molten fluoride-oxide [J]. J Rare Earths, 1995, 1394: 271.
- [4] 刘鹏, 童叶翔, 杨绮琴, 等. *p*-甲苯磺酸稀土-有机溶剂体系中电沉积 Eu-Co 和 Nd-Co [J]. 中山大学学报 (自然科学版), 1998, 37 (1): 131.

Electrodeposition on Formation of Er-Co Alloy in Urea-NaBr Molten

LIU Li-zhi^{*}, LIU Peng, YONG Ye-xiang, YANG Qi-qin

Abstract: The cyclic voltammetry was used to study the electrode process of Er (III) and Co (II) reduced on Pt cathode in molten urea-NaBr system at 373 K. The intermetallic compounds of Er-Co forms at first and then the metallic Er deposits in sequence by electroreduction. The electrode process of Er (III) and Co (II) codeposited on Cu electrode in the molten urea-NaBr-CoCl₂-ErCl₃ system has been studied.

Keywords: Er-Co alloy; electrodeposition; urea-NaBr-CoCl₂-ErCl₃ melt

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