

Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова
Факультет наук о материалах

Отчет по десятинедельному практикуму

Синтез неорганических красителей
на основе оксидной системы
 $\text{CoO-MgO-Al}_2\text{O}_3$

(“Бесик”)

Выполнили:

Балахонов С.

Битнер Н.

Вишняков Д.

Научные руководители:

Баранов А.И.

Жиров А.И.

МОСКВА
2004

Оглавление

Постановка задачи.....	3
Литературный обзор.....	3
Описание практической части.....	8
1. СИНТЕЗ ПРЕКУРСОРОВ.....	8
2. ОКСАЛАТНОЕ СООСАЖДЕНИЕ.....	10
3. ГИДРОКАРБОНАТНОЕ СООСАЖДЕНИЕ.....	12
4. ТВЕРДОФАЗНЫЙ СИНТЕЗ.....	13
Рентгено-фазовый анализ полученных веществ.....	19
Литература.....	21
Приложение1 Результаты РФА, выполненные в камере Гинье	22
Приложение2 Результаты РФА, выполненные на дифрактометре «ДРОН 3 М».....	25
Расход веществ.....	26

Постановка задачи

В качестве задания нам был предложен синтез шпинелей $Mg_xCo_{1-x}Al_2O_4$, $Mg_xCo_{1-x}O$ и $Mg_{0.4}Al_{1.2}O_{2.2}$, и выявление взаимосвязи между окраской соединений и их составом.

Цвета синтезированных образцов должны совпадать с цветами государственного флага России (белый, синий, красный), так называемым “Бесиком”.

На основании анализа литературных данных мы убедились в существовании твердых растворов искомого цвета.

Литературный обзор

Вещества общего состава $Mg_xCo_{1-x}Al_2O_4$, предложенные для синтеза нашей группе, относятся к классу шпинелей. Давно известны и хорошо исследованы вещества $MgAl_2O_4$ и $CoAl_2O_4$ (“Тенарова синь”).

Термин «шпинельная структура» происходит от названия минерала $MgAl_2O_4$, который кристаллизуется в кубической системе. Среди природных минералов различают благородную, обыкновенную, хромовую, цинковую шпинели; некоторые разновидности считаются драгоценными камнями.

Структура шпинели была впервые изучена Брэггом и Нишикава, ее элементарная ячейка содержит восемь «молекул» $(AlI, B2 III)O_4$. Относительно

большие ионы кислорода образуют гранецентрированную кубическую решетку. В такой плотно упакованной кубической структуре существуют два вида пустот (мест): тетраэдрические и октаэдрические, окружение которых состоит из четырех и шести ионов кислорода соответственно. На каждые 32 атома кислорода с плотнейшей упаковкой приходится 32 октаэдрические и 64 тетраэдрические пустоты, но в пространственной группе шпинели существуют эквивалентные позиции только для 8 атомов с тетраэдрической и 16 атомов с октаэдрической координацией. Поэтому было бы естественно в тетраэдрические позиции поместить атомы А, а в октаэдрические – атомы В.

В шпинели MA_2O_4 , где $M = Mg, Fe, Co, Mn$ или Zn , имеют именно такую структуру, но у некоторых шпинелей атомы А и В расположены по-другому. В таких структурах восемь тетраэдрических позиций заняты не атомами А, а половиной атомов В; оставшая половина атомов В вместе с атомами А статистически размещена по 16 октаэдрическим позициям. Такие «обращенные» шпинели обычно обозначают формулой $B(AB)O_4$, чтобы отличить их от шпинелей первого типа AB_2O_4 .

Тип шпинели характеризуется параметром λ , который равен доле атомов В, находящихся в тетраэдрических пустотах; в некоторых работах используется степень инверсии ($y=2\lambda$). Для обычной шпинели $\lambda = 0$, для обращенной $\lambda = 1$.

Параметр λ может иметь и промежуточные значения, и для данной шпинели necessarily постоянен, а в некоторых случаях может меняться при соответствующей термической обработке.

Для описания структуры удобно разделить элементарный куб с ребром a на восемь октантов с ребрами, равными $\frac{1}{2} a$, как показано на рис.1. Анионы (ионы кислорода) размещаются одинаково во всех октантах. Каждый октант содержит четыре аниона, которые образуют тетраэдр, как показано на рис. 2. Ребро гранецентрированного куба, образованного ионами кислорода, равно $\frac{1}{2} a$. Октанты в элементарной ячейке, которые имеют только одно общее ребро, в отношении расположения катионов идентичны (см. рис. 1). На рис. 2 показано положение ионов в двух смежных октантах; видно, что тетраэдрические узлы в одном из октантов находятся в его центре и в четырех из восьми вершин. В смежном октанте центральное место ионом металла не занято, но половина угловых мест заполнена.

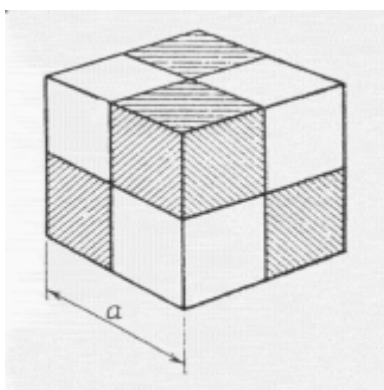
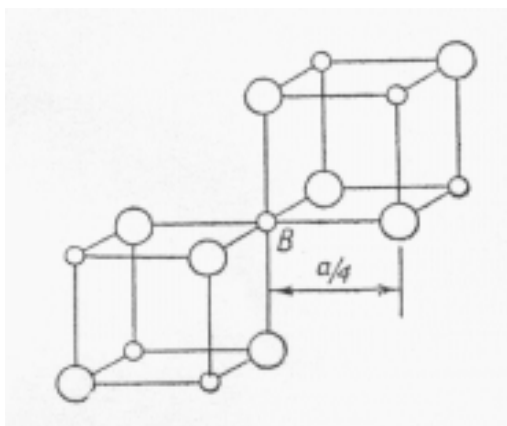


Рис 1 Схематическое изображение элементарной ячейки шпинельной структуры.

Четыре иона металла располагаются на четырех пространственных диагоналях в положениях, аналогичных, но противоположных (относительно центра куба)



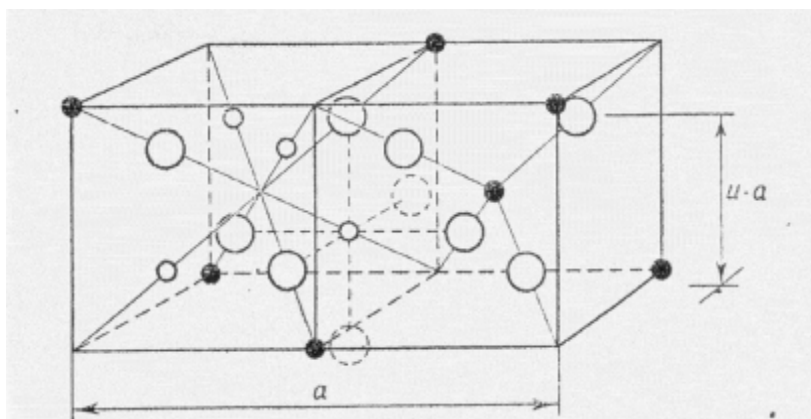
положениям ионов кислорода, то есть на расстояниях, равных одной четверти длины диагонали от вершины куба. Поэтому кислород и «октаэдрические» ионы металла в этом октанте образуют куб с ребром $\frac{1}{2}a$.

Рис. 2. Ближайшее окружение катиона, находящегося в октаэдрическом узле шпинельной структуры. Большие кружки - ионы кислорода, малые кружки - ионы металла в октаэдрических узлах.

Окружение иона, находящегося в тетраэдрическом узле, другими ионами имеет строго кубическую симметрию. Этого нельзя сказать об окружении иона в октаэдрическом узле. Окружение «октаэдрических» ионов в идеальной решетке имеет кубическую симметрию в отношении ионов кислорода и не имеет такой симметрии в отношении ближайших ионов металла, что демонстрирует рис. 3.

Рис. 3. Два октанта шпинельной структуры.

Большими светлыми кружками обозначены ионы кислорода, малыми светлыми



и черными ионы металла в октаэдрических и тетраэдрических узлах соответственно.

CoAl_2O_4 имеет структуру нормальной шпинели, а MgAl_2O_4 обращен на 88%, т.е. атомы магния занимают 1/8 часть тетраэдрических пустот.

Существуют системы MgO-CoO непрерывного ряда твердых растворов, для которых установлена линейная зависимость размера элементарной ячейки от количества кобальта в системе. На основании исследования термодинамических свойств $\text{Mg}_x\text{Co}_{1-x}\text{O}$ было установлено положительное отклонение активностей от 1. Отрицательный знак энтропии смешения указывает на тенденцию к упорядочению в системе.

На основании приведенных в этой работе данных нами были проведены синтезы веществ, описанных ниже. В этой работе также было упомянуто о существовании линейной зависимости размера элементарной ячейки от количества.

Что касается других бинарных разрезов нашей трехкомпонентной системы, то наличие твердых растворов Al_2O_3 в MgAl_2O_4 при процентном содержании Al_2O_3 в системе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ более 93% (т.н. $\delta 1$ ($a=b=7.940$ $c=7.800$ и $\delta 2$ $a=a_0=7.945$ $b=2a_0=15.89$ $c=1.473$ -фазы с модулированной шпинельной структурой), при содержании Al_2O_3 <50% образуется сугубо нестехиометрическая смесь $\text{MgO} + \text{MgAl}_2\text{O}_4$. В разрезе $\text{CoO-Al}_2\text{O}_3$ обнаружена узкая область существования твердого раствора вблизи CoO и широкая у шпинели $\text{CoO} \cdot n \text{Al}_2\text{O}_3$.

Описание практической части

В процессе работы были опробованы два принципиально различных метода синтеза: вердофазный синтез, оксалатное соосаждение и карбонатное соосаждение.

Для успешного проведения синтеза, были первоначально заготовлены следующие прекурсоры:

магнийаммонийный шенит $((\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2) \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

и кобальтаммонийный шенит $((\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2) \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$.

В наличие также были алюмоаммонийные квасцы $(\text{NH}_4)\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$.

1. Синтез прекурсоров.

1.1. Синтез прекурсора $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$.

Ввиду сомнения в чистоте имевшегося в наличии кобальтового шенита, было принято решение провести синтез шенитов самостоятельно.

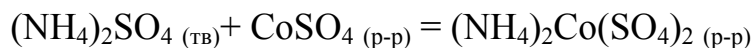
Для этого из имевшегося в наличии кристаллогидрата сульфата кобальта $\text{CoSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ был приготовлен при температуре около 70°C раствор сульфата кобальта (0,076 моль), к которому был добавлен в соответствии со стехиометрическим соотношением сульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. После чего раствор был подвергнут охлаждению в кристаллизаторе, и, в соответствии с тем, что растворимость кобальтаммонийного шенита падает с уменьшением температуры,

	20 °C	60 °C
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$	26,6	37,1
$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	25,2	35,3
$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	26,6	35,5
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	43	46,8
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$	15,23	26,02
$\text{MgSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	7,18	21,07
$\text{CoSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	11,5	25,1

Таблица растворимости в воде используемых солей (в процентах по массе)

был получен осадок, высушенный на стеклянном фильтре. После, шенит был высушен в чашке Петри в течение трёх суток.

Выход продукта, по сравнению с теоретическим, рассчитанным на основе уравнения реакции

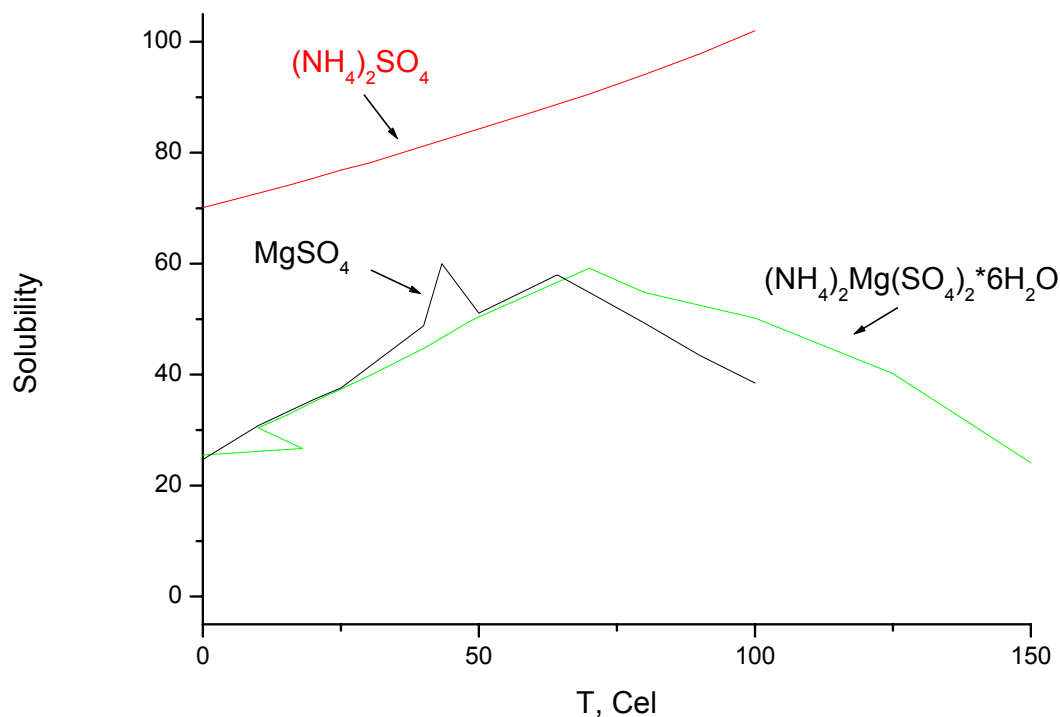


составил 70,107%. Таким образом, из 13.148г $\text{CoSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ и 10.032г $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ было получено 20.984г. шенита $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (вместо теоретических 30.000г).

1.2. Синтез прекурсора $(\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

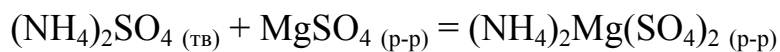
Синтез был проведен аналогично описанному в предыдущем разделе. В качестве исходных веществ были использованы кристаллогидрат сульфата

магния ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) и сульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.



Ориентировочно, необходима масса продукта 15 г. Предполагаемый выход реакции 50 %. Следовательно, расчет ведем для 30 г. продукта.

В результате реакции кристаллогидрата сульфата магния $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ с сульфатом аммония по уравнению



из 20.418г $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и 10.956г $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ было получено 23.032г шенита $(\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ из 30.000г. теоретических. Таким образом, выход составил 76,773%.

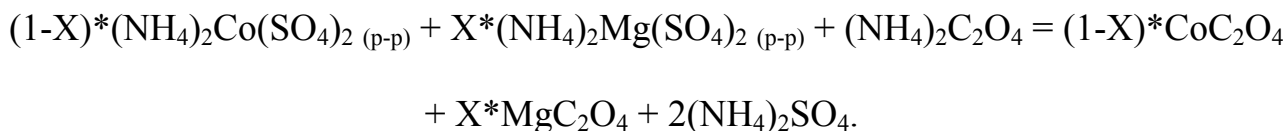
2. Оксалатное соосаждение.

Данный метод, наряду с карбонатным соосаждением имеет целый ряд преимуществ перед твердофазным синтезом, главнейшее из которых, это отсутствие необходимости в высокотемпературном прокаливании образцов.

Для получения шпинелей методом оксалатного соосаждения был выбран образец, содержащий 55% CoO 45% MgO то есть отвечающий составу $Mg_{1,8}Co_{2,2}O_4$.

Суть метода состоит в следующем:

выпадение малорастворимого оксалата переменного состава $Mg_xCo_{1-x}(C_2O_4)$, из которого при дальнейшем прокаливании улетучивается CO_2 , оставляя оксид состава $Mg_xCo_{1-x}O$. В нашем случае $x=0.45$, а соответственно был приготовлен раствор, содержащий 1г. $(NH_4)_2Mg(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (2.77 ммоль) и 0.366г $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (0.92ммоль), к которому был в избытке прибавлен оксалат аммония $(NH_4)_2C_2O_4$ массой 1г (9.43 ммоль), что составляет очевидный избыток по сравнению с получаемым согласно реакции



После выпадения осадка полученная смесь была отфильтрована на стеклянном фильтре, перетёрта, и помещена в тигель для дальнейшего разложения путем прокаливании в пламени газовой горелки.

После чего смесь была еще раз перетерта и прокалена на воздуходувной горелке с целью разложения оксалатов до соответствующих оксидов. В

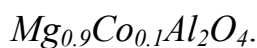
результате было получено вещество розово-фиолетового цвета. Подробнее о нём в разделе "обсуждение результатов".

3. Гидрокарбонатное соосаждение.

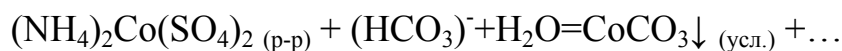
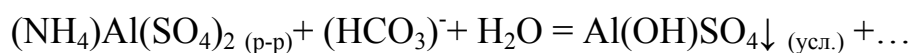
Методология данного способа ничем не отличается от ранее предложенного оксалатного соосаждения, однако этот метод имеет то преимущество, что при его использовании несколько более высоким получается практический выход продукта, что связано, по-видимому, с тем, что карбонаты имеют меньшую по сравнению с оксалатами растворимость. Методом гидрокарбонатного соосаждения был получен образец, содержащий

5% CoO 45% MgO 50% Al₂O₃ ,

то есть отвечающий формуле



Аналогично ранее описанному способу синтез проводился в согласии с уравнением реакции:



Для проведения реакции был приготовлен раствор, содержащий

- ✓ 2,4915г. $(NH_4)Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (5,5 ммоль),
- ✓ 0,1086г $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (0,275ммоль) и
- ✓ 0,889 г. $Mg(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (2,47 ммоль),

к которому был в избытке 10% прибавлен карбонат аммония

✓ 1,9118г NH_4HCO_3 (24,2 ммоль).

При смешивании веществ необходимо было поддерживать температуру раствора около 100°C . Затем, осадок промывался горячей водой до исчезновения пробы на посторонние ионы.

Полученная смесь была отфильтрована на бумажном фильтре, высушена, сначала при комнатной температуре, а потом- в сушильном шкафу, перетерта, и помещена в тигель для дальнейшей прокалки на газовой горелке.

После чего смесь была еще раз перетерта и прокалена на воздуходувной горелке с целью разложения карбонатов до соответствующих оксидов.

В результате было получено вещество бело-голубого цвета. Подробнее о нем в разделе "обсуждение результатов".

Данным методом также был синтезирован образец $\text{Mg}_{0.45}\text{Co}_{0.55}\text{Al}_2\text{O}_4$.

4. Твердофазный синтез.

Этот метод, несмотря на кажущуюся сложность, обусловленную необходимостью прокалки образцов при сравнительно высоких температурах (до 1200°C), имеет свои преимущества, обусловленные, прежде всего тем, что в данном случае отсутствует необходимость в приготовлении растворов и последующей кристаллизацией продукта из них.

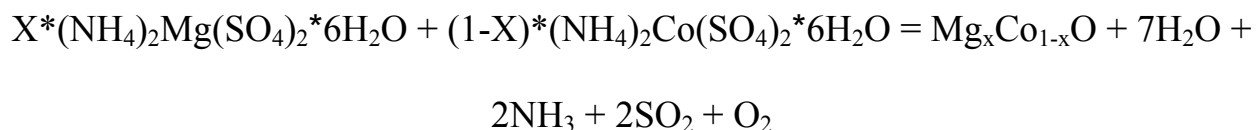
Еще одним преимуществом данного метода, по сравнению с соосаждением, является крайне высокий практический выход продукта, обусловленный отсутствием необходимости в фильтровании маточных растворов. В качестве

базовой методики, применявшейся при твердофазном синтезе, был использован следующий алгоритм:

- 1) тщательная гомогенизация заранее сформированной смеси, отвечающей составу получаемого соединения,
- 2) прокаливание смеси в фарфоровых тиглях на газовой горелке (Т до 500°C) с целью удаления легко летучих примесей (например, воды, входящей в состав кристаллогидрата),
- 3) прокаливание в алоундовом тигле на воздуходувной горелке (Т до 750°C) с целью разложения шенитов до соответствующих оксидов,
- 4) отжиг в печи при температуре 1200°C в течение 2 часов.

Рассмотрим сначала бинарный разрез CoO-MgO трехкомпонентной системы CoO-MgO-Al₂O₃.

Общую реакцию, протекающую в процессе твердофазного синтеза можно описать следующим уравнением:



Методом твердофазного синтеза были получены соединения следующего состава:

- Co_{0.7}Mg_{0.3}Al₂O₄,
- Co_{0.4}Mg_{0.6}Al₂O₄

- $\text{Co}_{0.55}\text{Mg}_{0.45}\text{O}$
- $\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{O}$
- $\text{Co}_{0.4}\text{Mg}_{0.6}\text{O}$
- $\text{Mg}_{0.4}\text{Al}_{1.2}\text{O}_{2.2}$

$\text{Co}_{0.7}\text{Mg}_{0.3}\text{Al}_2\text{O}_3$ (35% CoO 15% MgO 50% Al_2O_3)

Для синтеза было взято:

0.324 г. $(\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0.09 ммоль),

0.830 г. $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0.21 ммоль) и

2,718 г. $(\text{NH}_4)\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (6 ммоль).

По итогам описанной выше процедуры было получено вещество голубого цвета.

Подробнее о нем в разделе "обсуждение результатов".

$\text{Co}_{0.4}\text{Mg}_{0.6}\text{Al}_2\text{O}_4$ (20% CoO 30% MgO 50% Al_2O_3)

Для синтеза было взято:

0,648 г. $(\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1,8 ммоль),

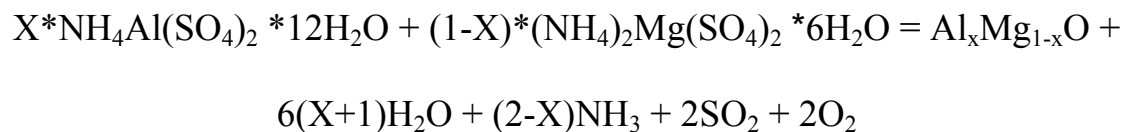
0,474 г. $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1,2 ммоль) и

2,718 г. $(\text{NH}_4)\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (6 ммоль).

По итогам описанной выше процедуры было получено вещество синего цвета.

Подробнее о нем в разделе "обсуждение результатов".

Рассмотрим теперь бинарный разрез $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ трехкомпонентной системы $\text{CoO-MgO-Al}_2\text{O}_3$. Общую реакцию, протекающую в процессе твердофазного синтеза можно описать следующим образом:



$\text{Co}_{0,55}\text{Mg}_{0,45}\text{O}$ (55% CoO 45% MgO)

Для синтеза было взято:

1,296 г. $(\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (3.6 ммоль) и

1,736 г. $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (4.4 ммоль).

По итогам описанной выше процедуры было получено розового цвета.

Подробнее о нем в разделе "обсуждение результатов".

$\text{Co}_{0,2}\text{Mg}_{0,8}\text{O}$ (20% CoO 80% MgO)

Для синтеза было взято:

3,168 г. $(\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (8.8 ммоль) и

0.869 г $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (2,2 ммоль)

По итогам описанной выше процедуры было получено вещество сиреневого цвета.

Подробнее о нем в разделе "обсуждение результатов".

$Co_{0,3}Mg_{0,7}O$ (30% CoO 70% MgO)

Для синтеза было взято:

2,52 г. $(NH_4)_2Mg(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (7 ммоль) и

1,185 г. $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (3 ммоль)

По итогам описанной выше процедуры было получено 0,5 г. $Co_{0,3}Mg_{0,7}O$.

В результате было получено вещество светло-розового цвета. Подробнее о нем в разделе "обсуждение результатов".

$Co_{0,5}Mg_{0,5}O$ (50% CoO 50% MgO)

Для синтеза было взято:

1,62 г. $(NH_4)_2Mg(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (4,5 ммоль) и

1,778 г. $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (4,5 ммоль)

По итогам описанной выше процедуры было получено вещество ... цвета.

Подробнее о нем в разделе "обсуждение результатов".

Завершая рассмотрение бинарных разрезов необходимо отметить синтез фазы

$Mg_{0,4}Al_{1,2}O_{2,2}$ (60% Al_2O_3 40% MgO)

Для синтеза было взято:

1 г. $(NH_4)_2Mg(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (2,77 ммоль) и

0,366 г. $(NH_4)Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (0,92 ммоль)

По итогам описанной выше процедуры было получено вещество белого цвета. Подробнее о нем в разделе «обсуждение результатов».

Рентгенофазовый анализ полученных веществ.

В качестве основного (и единственного доступного) способа определения, как фазового состава, так и структурных параметров полученных веществ, являлся РФА, выполненный в камере Гинье и на дифрактометре «ДРОН 3 М».

Данные обрабатывались программой WinXpow ver1.04. В число необходимых для идентификации параметров были внесены d , 2Θ , $h k l$, int , абсолютная погрешность ($d(obs)-d(calc)$), тип ячейки, размер ячейки, группа симметрии (если возможно), ну и, разумеется, согласие с данными, описанными в литературе (полученные результаты прилагаются).

Были получены (для системы $MgO-CoO$) соединения следующего состава:

N	$Mg_xCo_{1-x}O$ X, %	Цвет	Имя файла STOE
1	45	Розовый	Co3
2	50	Серо-фиолетовый	FTS4
3	70	Светло-розовый	FTS1
4	80	Сиреневый	FTS5

Для системы $\text{MgO-CoO-Al}_2\text{O}_3$ получены следующие соединения:

N	$\text{Mg}_x\text{Co}_{1-x}\text{Al}_2\text{O}_4$ X, %	Цвет	Имя файла STOE
1	30	Темно-синий	FTS3
2	55	Синий	FTS6
3	60	Ярко-синий	FTS2

В данную таблицу не вынесены вещества с процентным содержанием $\text{CoO} < 10\%$. Во-первых, в силу слабовыраженной цветовой изменчивости, во-вторых, в силу того, что отличие значений размеров элементарной ячейки от размеров ячейки MgO находятся вне пределов разрешающей способности дифрактометра (равной 0.3°).

Также были синтезированы следующие вещества:



Вещество розового цвета. РФА не был произведен.



Для данного образца возможна только констатация того, что оно обладает белым цветом.



Для данного образца возможна только констатация того, что оно обладает синим цветом.

Данные РФА показали, что получены практически монофазные образцы.

Список литературы

1. Holgersson Karlsson. Zeitschrift fur Anorganische und Allgeneine Chemie, 182,255 (1929)
2. J. Phys.; Condens. Matter, 4, 1543 (1992)
3. J. Solid State Chem., 52, 187 (1984)
4. “Диаграммы состояния систем тугоплавких оксидов. Справочник.” Вып. 5. Двойные системы. “Наука”, Ленинград, 1985, Часть1, стр.123, 157, Часть2 стр. 75.
5. Г. И. Гесс. “Основанія чистой химіи ”, СП-б, 1840, стр. 256
6. О. Кагур “Курсъ элементарной общей химіи”, “Общественная польза”, СП-б, 1863, стр. 407
7. Ф. Коттон, Дж. Уилкинсон “Современная неорганическая химия”, “Мир”, Москва, 1969, т. 3, стр. 50-77, 278-292,
8. Ю.Д. Третьяков, Л.И. Мартыненко, А. Н. Григорьев, А.Ю. Цивадзе. “Неорганическая химия”, “Химия”, Москва, 2001, стр. 390-442
9. Практикум по неорганической химии (под ред. В. П. Зломанова), изд - во МГУ, 1994.

Приложение 1.

Результаты РФА, выполненные в камере Гинье.

1. $\text{Mg}_{0.45}\text{Co}_{0.55}\text{O}$ (Co3)

№ линии	L	d	I
1	105.250	2.4382	7
2	117.192	2.1110	10
3	155.985	1.4915	10
4	180.708	1.2720	6
5	188.624	1.2175	5

2. $\text{Co}_{0.3}\text{Mg}_{0.7}\text{O}$ (FTS1)

№ линии	L	D	I/I ₀
1	89.398	2.4404	8
2	101.319	2.1136	10
3	139.975	1.4944	10
4	164.790	1.2730	4
5	172.648	1.2187	4

3. $\text{Co}_{0.4}\text{Mg}_{0.6}\text{Al}_2\text{O}_4$ (FTS2)

№ линии	L	D	I/I ₀
1	95.234	2.8565	1
2	106.206	2.4417	5

3	117.442	2.1301	4
4	122.200	2.0223	3
5	151.093	1.5591	1
6	163.040	1.4301	1

4. $\text{Co}_{0.7}\text{Mg}_{0.3}\text{Al}_2\text{O}_4$ (FTS3)

№ линии	L	D	I/Io
1	95.343	2.8567	1
2	106.389	2.4392	3
3	117.516	2.1307	4
4	122.238	2.0235	1
5	151.502	1.5551	1
6	163.026	1.4308	3

5. CoMgO_2 (FTS4)

№ линии	L	D	I/Io.
1	36.749	2.4436	5
2	42.691	2.1163	10
3	61.963	1.4964	7
4	74.258	1.2762	4
5	78.167	1.2218	5

6. $\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{O}$ (FTS5)

№ линии	L	D	I/lo.
1	86.658	2.4458	9
2	98.562	2.1169	10
3	137.039	1.4973	8
4	161.546	1.2775	6
5	169.448	1.2226	5

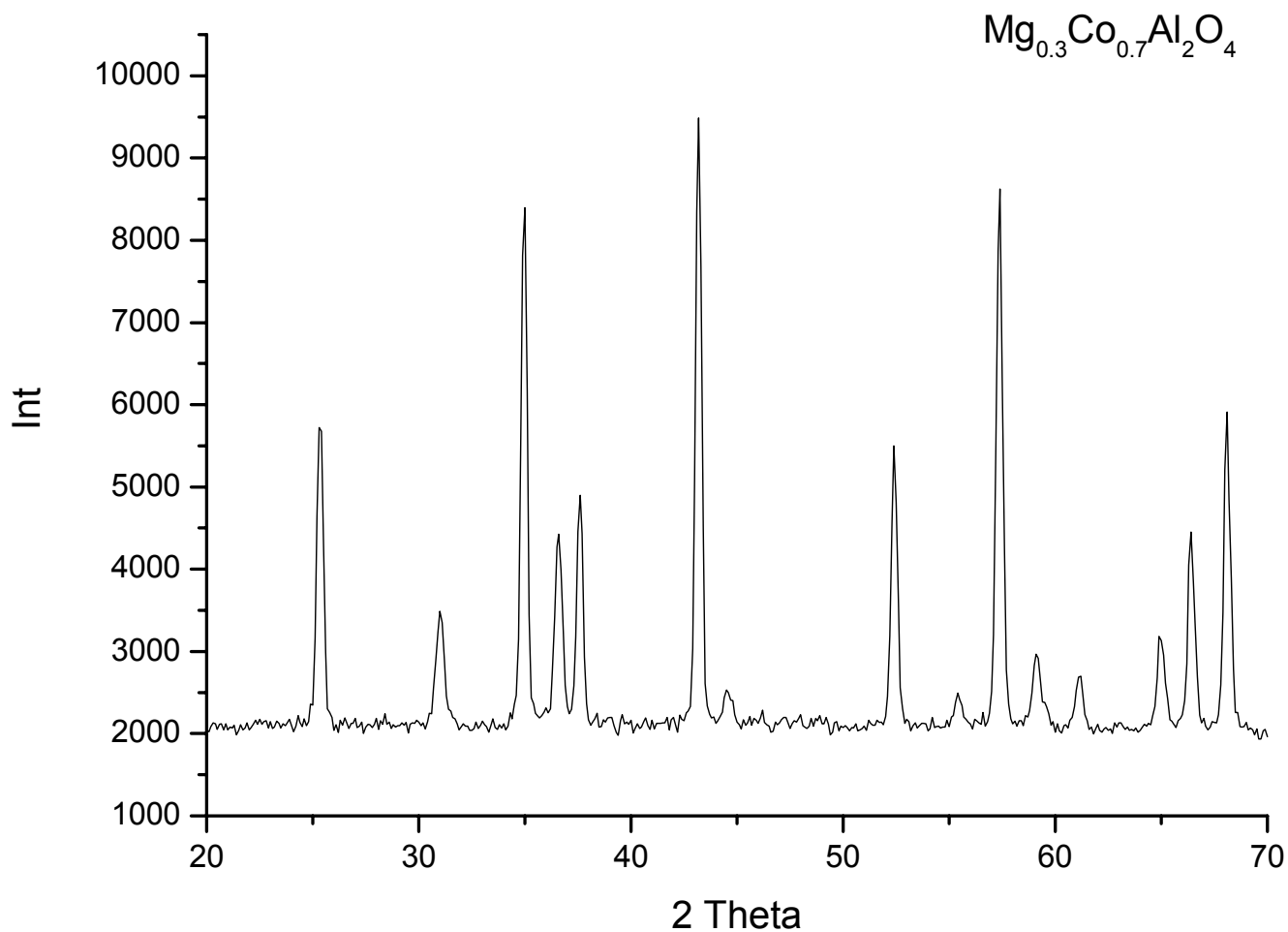
7.Co_{0.45}Mg_{0.55}Al₂O₄(FTS6).

№ линии	L	D	I/lo.
1	67.477	3.4742	3
2	78.698	2.8645	5
3	86.615	2.5519	4
4	89.792	2.4455	7
5	91.950	2.3784	4
6	101.648	2.1194	2
7	103.081	2.0861	4
8	121.377	1.7428	1
9	127.337	1.6561	1
10	131.390	1.6025	2
11	134.725	1.5612	2
12	146.536	1.4330	5
13	149.566	1.4040	4
14	152.940	1.3734	4

Приложение 2

Результаты РФА, выполненные на дифрактометре «ДРОН 3 М».

1. $\text{Mg}_{0.3}\text{Co}_{0.7}\text{Al}_2\text{O}_4$



P. S.

Потрачено веществ:

$\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - 6г.

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ - 8г.

$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ - 6г.

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ - 6г.

Отдано веществ:

$(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - 8г.

$(\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - 4г.