

Московский Государственный Университет имени М.В.Ломоносова

ОТЧЁТ ПО ДЕСЯТИНЕДЕЛЬНОМУ ПРАКТИКУМУ

Исследование системы $\text{MgO-CoO-Al}_2\text{O}_3$

Выполнили:

Пелипенко И.И.

Орлова М.С.

Научные руководители:

Зайцев Д.Д.

Жиров А.И.

Вересов А.Г.

Корнев Ю.М.

Москва 2006г.

Содержание

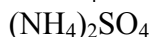
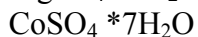
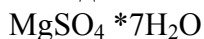
Введение.....	3
План работы.....	4
Методы синтеза	4
Оксалатный метод.....	4
Гидрокарбонатное осаждение.....	4
Твердофазный синтез	5
Теория твердых растворов.....	6
Шпинели	6
Теория симметрии кристаллов шпинели.....	7
Обсуждение результатов.....	10
Гинье	12
Результаты РФА	12
Список используемых ресурсов и литературы	13

Введение

В качестве темы для первого практикума нам было предложено работать в системе $\text{MgO-CoO-Al}_2\text{O}_3$. Это предоставляет нам великолепную возможность поработать с такими понятиями в химии как твердые растворы. Работая в данной системе, мы сталкиваемся с веществами, обладающими кристаллическими решетками типа шпинели. В процессе работы наша цель установить зависимость окраски соединений от их химического состава.

План работы

Исходные вещества:



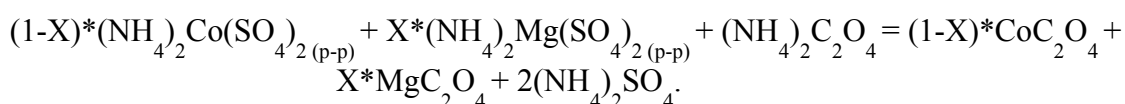
В качестве продуктов синтеза выбраны вещества с общей формулой $\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ ($0 < x < 1$). Предполагается, что вещества с подобным составом будут иметь окраску от белого (благородная шпинель, $x = 0$), до насыщенного синего цвета («тенарова» синь, $x = 1$). После предварительных расчетов приступаем к получению необходимых для синтеза реактивов: шенитов кобальта и магния (вещества состава $(\text{NH}_4)_2\text{M}(\text{SO}_4)_2$ где $\text{M} = \text{Mg}, \text{Co}$ (в нашем случае)). Для их получения требуется приготовить горячие насыщенные растворы сульфатов необходимых металлов и аммония. Растворы доводят до кипения и сливают в один стакан. Далее проводится насильственная кристаллизация, путем охлаждения в водяной бане и постоянном помешивании. В результате подобных действий выпадает осадок (чем сильнее охладить, тем больше осадка выпадет). После охлаждения следует отфильтровать смесь. Полученный осадок выложить в фарфоровую плошку и дать высохнуть. Таким образом, получаем уже готовые к синтезу шпинелей вещества. Далее следует непосредственный синтез продуктов.

Методы синтеза

Оксалатный метод

Суть метода состоит в следующем:

Выпадение малорастворимого оксалата переменного состава $\text{Mg}_x\text{Co}_{1-x}(\text{C}_2\text{O}_4)_2$, из которого при дальнейшем прокаливании улетучивается CO_2 , оставляя оксид состава $\text{Mg}_x\text{Co}_{1-x}\text{O}$. Проходит реакция:

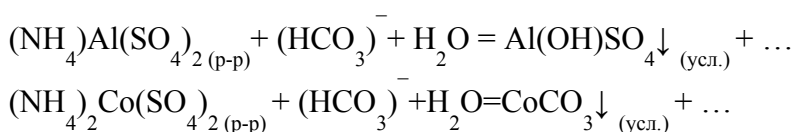


После выпадения осадка полученная смесь фильтруется на стеклянном фильтре, перетирается, и помещается в тигель для дальнейшего разложения путем прокаливании в пламени газовой горелки, после чего смесь еще раз перетирается и прокаливается на воздуходувной горелке с целью разложения оксалатов до соответствующих оксидов.

Гидрокарбонатное осаждение

Методология данного способа ничем не отличается от ранее предложенного оксалатного осаждения, 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.

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



Для проведения реакции взвешивается необходимое количество шенитов магния и кобальта, алюмоаммонийных квасцов. Порошки смешиваются и перетираются. К полученной

смеси добавляется сода (количество считается в молярных соотношениях: на двухвалентный металл берется 2 части соды, на трехвалентный – 3; + 20%). Смешивать вещества следует осторожно, так как они могут начать реагировать друг между другом, что загубит эксперимент.

Греется большое количество воды. Горячая вода переносится на магнитную мешалку, где в нее добавляют полученную ранее смесь. Готовый раствор снимается с мешалки. При смешивании веществ необходимо поддерживать температуру раствора около 100 °С. Затем, осадок промывается горячей водой до исчезновения пробы на посторонние ионы.

Полученная смесь фильтруется на бумажном фильтре, сушится (сначала при комнатной температуре, а потом в сушильном шкафу), перетирается, и помещается в тигель для дальнейшей прокалики на газовой горелке.

После чего смесь еще раз перетирается и прокаливается на воздуходувной горелке с целью разложения карбонатов до соответствующих оксидов.

Твердофазный синтез

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

Еще одним преимуществом данного метода, по сравнению с осаждением, 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 °С) с целью удаления легко летучих примесей (например, воды, входящей в состав кристаллогидрата);
- 3) отжиг в печи при температуре 900 °С в течение 2 часов.

Теория твердых растворов

Твёрдые растворы, твёрдые фазы переменного состава, в которых атомы различных элементов смешаны в известных пределах или неограниченно в общей кристаллической решётке. Растворимость в твёрдом состоянии свойственна всем кристаллическим твёрдым телам. В большинстве случаев эта растворимость ограничена узкими пределами, но известны системы с непрерывным рядом твердых растворов (например, Cu – Au, Ti – Zr, Ge – Si, GaAs – GaP). По существу все кристаллические вещества, известные как «чистые» или «особо чистые», являются твердыми растворами с очень малым содержанием примесей, поскольку абсолютная чистота практически недостижима. В природе широко распространены твердые растворы минералов. Наличие широкой области твердых растворов на основе соединений или главным образом металлов имеет громадное значение в технике, так как образующиеся при этом сплавы отличаются более высокими механическими, физическими и др. свойствами, чем исходные компоненты. При распаде твердых растворов сплавы приобретают новые, часто особые свойства.

Примесные атомы или атомы легирующих элементов могут образовывать с матрицей основного кристалла либо твердого раствора замещения, либо твердого раствора внедрения; это зависит в основном от двух факторов: размерного и электрохимического. Известны два полуэмпирических правила Юм-Розери, согласно которым твердый раствор замещения образуются лишь теми атомами, которые, во-первых, имеют близкие по размерам радиусы (отличающиеся не более чем на 15%, а в случае твёрдых растворов на основе Fe – не более чем на 8%) и, во-вторых, электрохимически подобны (находятся не слишком далеко друг от друга в ряду напряжений). Твердые растворы внедрения образуются в тех случаях, когда размеры атомов компонентов существенно отличаются друг от друга и возможно внедрение атомов одного сорта в пустоты (междоузлия) кристаллической решётки, образованной атомами другого сорта. Образование подобных твердых растворов типично для растворения в металлах таких неметаллов, как бор, кислород, азот и углерод. Твердые растворы как замещения, так и внедрения могут быть либо неупорядоченными – со статистическим распределением атомов в решётке, либо частично или полностью упорядоченными – с определённым расположением атомов разного сорта относительно друг друга. Полностью упорядоченные твердые растворы принято называть сверхструктурными. В некоторых случаях в твердых растворах атомы одного сорта могут стремиться к объединению, образуя скопления, которые, в свою очередь, могут определённым образом ориентироваться или упорядоченно распределяться. Экспериментальные данные об упорядочении твердых растворов получают в основном при изучении диффузного рассеяния рентгеновских лучей. Твердые растворы, находящиеся в термодинамическом равновесии, в макроскопическом масштабе можно считать истинно гомогенными; однако при этом они не обязательно гомогенны при рассмотрении в атомном масштабе. Наряду с двумя основными типами твердых растворов – замещения и внедрения – может быть выделен и третий тип – твердые растворы вычитания, образованные вакантными узлами кристаллической решётки. Существуют и неметаллические системы, которые относят к твердым растворам, обладающие весьма ценными свойствами и широко используемые в современной технике, например полупроводники и ферриты.

Шпинели

Формула главного представителя группы шпинели – $MgAl_2O_4$. Название, вероятно, происходит от лат. «спинелла» – маленький шип, что связано с октаэдрической формой кристаллов. Цвет – зеленовато-синий, от синего до черного, розовый, красный (обусловлен примесями). Встречается преимущественно в форме октаэдрических кристаллов (другие простые формы редки) обычно небольших размеров. Менее распространены изометрические зерна и зернистые агрегаты. У реальных кристаллов шпинели обычно наиболее развита одна или пара противоположных граней октаэдра. При этом шпинелевые двойники приобретают характерный треугольно-пластинчатый облик с раздвоенными (входящими) углами. Окраска шпинели опре-

деляется в основном изоморфной примесью Fe^{2+} (плеонаст и герцинит – зелено-бурая до черной), Fe^{3+} (хлоршпинель – травяно- и оливково-зеленая), Fe^{2+} , Fe^{3+} , и Cr (пикотит – желто-зеленая, зеленая), Zn (ганошпинель – зеленовато-синяя, темно-синяя). Типичный минерал магнезиальных скарнов, ассоциирующий с форстеритом, энстатитом, диопсидом, кальцитом и др. В основном минералы группы шпинели присутствуют в качестве акцессорных в основных изверженных породах, некоторых пегматитах, метаморфизованных глинозёмистых осадочных породах и глинозёмсодержащих ксенолитах в изверженных породах, а также в контактово-метаморфических известняках. При их разрушении образуются пески, содержащие шпинель (Шри-Ланка, Бирма). Герцинит обычно встречается в богатых железом и обеднённых кремнекислотой глинозёмистых контактовых роговиках и их ксенолитах, в гранулитах, метаморфизованных пироксенитах и ультраосновных породах. Ганит распространён мало, известен в гранитных пегматитах. Галаксит редок.

Магнетит широко распространён как неотъемлемый акцессорный минерал изверженных пород и присутствует в составе так называемых черных песков, образованных при их разрушении. Также он нередко встречается совместно с ильменитом в породах габбровой серии (Эггерсунн, Норвегия, ЮАР), а в ассоциации с апатитом – в сиенит-порфирах известного месторождения Кируна в Швеции. Вследствие метоморфизма магнетит образуется в пластовых кремнистых железных рудах докембрийского возраста. Часто содержит титан. Отмечается в фумарольных отложениях Долины Десяти Тысяч Дымов на Аляске. Франклинит является основным минералом цинковых месторождений, залегающих в кристаллических известняках во Франклин-Фернас, Нью-Джерси. Другие члены подгруппы магнетита редки.

Хромит неизменно связан с перидотитами (или с развитыми по ним серпентинитами), норитами и анортозитами. Его сегрегации в магматических породах часто имеют форму латерально выдержанных слоёв, аккумулирующих большие запасы хромита. Крупные месторождения находятся на Урале, ЮАР, Зимбабве, Кубе и т.д.

Ульвошпинель встречается практически только в виде микроскопических выделений в магнетите. Эти очень тонкие выделения, развивающиеся по двум плоскостям под прямым углом друг к другу, образуют так называемую коробчатую или тканевую структуру, которая наблюдается в шлифах. Маггемит является продуктом окисления магнетита.

Прозрачная разновидность минерала – благородная шпинель – является драгоценным камнем. Крупные (размер по ребру более 10 мм) непрозрачные трещиноватые кристаллы розовой шпинели используются как коллекционный материал. Находки такого материала связаны преимущественно с магнезиальными скарнами (месторождение Кухилал на Памире). Наибольший интерес представляют образцы кальцифиров, содержащие мелкие прозрачные кристаллы розово-красной шпинели в ассоциации с оранжевым дравитом и клиногумитом. Коллекционное значение имеют также крупные (5–10 см), хорошо ограненные кристаллы шпинели темно-синего и черного цвета, включенные в кальцифиры (Алданский р-он Якутии). Очень декоративны штудфы кристаллов шпинели и диопсида в белой или розовой кальцитовых массе. Прекрасные кристаллы темно-зеленой и черной хлоршпинели в ассоциации с диопсидом, гранатом, везувианом, хлоритами встречаются в хлоритовых скарнах (месторождения Шишимское и Назямские горы в Челябинской обл.).

Теория симметрии кристаллов шпинели

1) В группу шпинелей входят сложные оксиды с общей формулой AB_2O_4 , где $\text{A} = \text{Mg}^{2+}$, Fe^{2+} , иногда Zn^{2+} , Mn^{2+} , Be^{2+} , а $\text{B} = \text{Fe}^{3+}$, Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{3+} . Минералы группы шпинели имеют некоторые общие свойства. Большинство из них кристаллизуется в кубической сингонии. Все эти минералы образуют хорошо ограненные кристаллы октаэдрического габитуса. У них наблюдается высокая твердость, отсутствует спайность, они химически и термически устойчивы. Для всех шпинелидов характерны высокотемпературные условия образования. В поверхностных условиях большинство их устойчиво и сохраняется в россыпях.

2) Кристаллическая структура шпинели $MgAl_2O_4$. В основе структуры нормальной шпинели $MgAl_2O_4$ – трехслойная плотнейшая упаковка атомов O, на которую указывают слагающие всю структуру гранецентрированные кубы. Характер заполнения 1/2 октаэдрических и 1/8 тетраэдрических пустот этой упаковки атомами Al и Mg соответственно приводит к тому, что элементарная ячейка структуры минерала оказывается составленной из восьми малых F-кубов. Длина ребра элементарной ячейки около 0,8 нм. В такой увосьмиренной элементарной ячейке атомы Mg располагаются по "алмазному" закону. Это легко увидеть, если первый атом Mg поместить в ближайшую к началу координат тетраэдрическую пустоту.

Подобное расположение $[MgO_4]$ -тетраэдров задает структуре шпинели пространственную группу с координатными клино плоскостями d, отвергая при этом координатные зеркальные плоскости пространственной группы, описывающей симметрию чистой кубической плотнейшей упаковки, и сохраняя общие для обеих групп: тип решетки Браве, диагональные зеркальные плоскости и оси 3-го порядка, т.е. кубическую симметрию всей структуры.

Переместив начало координат в первый (исходный) атом Mg (000) и приведя к нему высоты (координаты z) остальных атомов (Mg и O), увидим, что атомы Al располагаются в такой новой большой ячейке в незанятых атомами Mg октантах. При чем четверки из атомов Al дополняют свободные от атомов Mg кислородные тетраэдры до кубов. Положения атомов Al подчиняются задаваемым атомами Mg клиноплоскостям d. Таким образом, пространственной группой, описывающей симметрию структуры шпинели, будет группа, в которой позиции атомов Mg, находящиеся в тетраэдрическом окружении атомов O, наследуют симметрию тетраэдра, т.е. точечную группу, атомы Al оказываются в centrosимметричных позициях, атомы O – в моновариантных позициях на осях 3-го порядка.

Акцентируя внимание при описании структурного типа Шпинели (AB_2O_4) на мотиве заполнения октаэдрических и тетраэдрических пустот кубической плотнейшей упаковки из атомов кислорода, т.е. рассматривая ее полиэдрическую модель, легко обнаружить перпендикулярные осям 3-го порядка октаэдрические слои, заполненные атомами Al по «шпинелевому» закону и чередующиеся с антишпинелевыми слоями (заполнена 1/4 октаэдрических пустот), что подтверждает отношение $Al : O = 1 : 2$ в химической формуле соединения. При этом одиночные Al-октаэдры «антишпинелевого» слоя садятся на треугольные «посадочные площадки», образованные ребрами трех Al-октаэдров предыдущего шпинелевого слоя. Тройки же ребер верхней грани одиночных октаэдров являются также общими с ребрами троек Al-октаэдров, но уже следующего шпинелевого слоя. Таким образом, два ближайших шпинелевых слоя оказываются связанными точками инверсии, совпадающими с центрами одиночных октаэдров антишпинелевого слоя. Основаниями Mg-ортотетраэдров, расположенных в антишпинелевых слоях, служат треугольные грани пустых октаэдров из шпинелевого слоя. Вершины тетраэдров, противоположные их основаниям, являются общими для трех Al-октаэдров выше- и нижележащих шпинелевых слоев. Таким образом, пустой октаэдр-шпинелевого слоя оказывается между антипараллельными гранями двух Mg-тетраэдров, связанных один с другим второй системой центров инверсии, расположенных в этих пустых октаэдрах. Ближайшие друг к другу шпинелевые слои смещены косо расположенной к ним трансляцией, являющейся ребром примитивного ромбоэдра – ребром основной ячейки гранецентрированного куба. Пространственная схема пересечения пустот очень сложна. Пересечение слоёв катионов цепочками октаэдров происходит в направлениях (110). Связи в структуре шпинели смешанные, ионно-ковалентные. В проекции полиэдрической модели структуры шпинели на плоскость, перпендикулярную оси 3-го порядка, хорошо видны зеркальные плоскостисимметрии, пересекающиеся вдоль этой оси. В итоге обнаруживается пространственной группы, являющаяся в данном случае подгруппой кубической пространственной группы. Кристаллическая структура шпинели $MgAl_2O_4$: а – проекция ху структуры минерала; выделены Mg-тетраэдры; б – общий вид структуры; в – график пр. гр. $Fd\bar{3}m(O1k)$ с нанесенными на него атомами Mg, Al и O; г – шпинелевый октаэдрический слой; д – фрагмент структуры в проекции на плоскость (111); способ сочленения шпинелевого и антишпинелевого слоев; е – идеализированная постройка из Al-октаэдров в структурном типе шпинели.

Ионы O^{2-} находятся приблизительно в плотнейшей кубической упаковке. Ячейка содержит тетраэдрические пустоты, число которых 64 (узлы А), и октаэдрические пустоты в количестве 32 (узлы В). Восемь узлов А и 16 узлов В занимают катионы, расположенные таким образом, что ряды заполненных ими октаэдров, соединённых между собой рёбрами, вытягиваются вдоль одной диагонали куба, связываясь в цепочки за счёт занятых тетраэдров. В результате образуется один слой. Тетраэдры соединяют его с октаэдрами соседнего слоя, который располагается вдоль другой диагонали грани куба. Четыре таких слоя образуют элементарную ячейку. Каждый атом кислорода является общим для двух октаэдров и одного тетраэдра. Катионы представлены двумя типами: A^{2+} и B^{3+} . В нормальной шпинели катионы A^{2+} находятся в узлах А, а B^{3+} - в узлах. Однако существует обращенная шпинель, у которой $8B^{3+}$ располагаются в узлах А, а $(8A^{2+} + 8B^{3+})$ беспорядочно распределены по углам В. Выбор между этими двумя способами расположения атомов определяется энергией входящих в структуру ионов, стабилизирующей кристаллическое поле решётки. Второй вариант реализуется в тех случаях, когда больший из двух катионов занимает тетраэдрические узлы, нарушая обычное правило. Как в нормальных, так и в обращенных шпинелях остаются незаполненные катионами пустоты обоих сортов. Кроме того, существует ряд шпинелей, промежуточных между нормальными и обращенными.

3) Исследована низкотемпературная (20–400 °С) экзоэмиссия отрицательных зарядов со сложных оксидов, имеющих структуру перовскитов состава $X^{3+} Y^{2+} O_3$ ($X^{3+} = La$; $Y^{2+} = Co, Mn, Ni$) и структуру шпинели $X^{2+} Y_2^{3+} O_4^{2-}$ ($X^{2+} = Cu$; $Y^{3+} = Fe, Co, Cr$). Найдены корреляции между каталитической активностью в реакциях окисления СО, этилбензола и пропилена и эмиссионной способностью оксидов. Обсуждена роль слабосвязанного кислорода и ионов переменной валентности в процессах экзоэмиссии и окислительного катализа сложными оксидами. Благодаря этим исследованиям стало возможным применение шпинели, как катализатора в окислительном катализе ненасыщенных ациклических углеводородов. Структура шпинели характерна для ряда неметаллических магнитных кристаллов, обладающих сочетанием полупроводниковых и магнитных свойств, использующихся в технике сверхвысоких частот и запоминающих устройствах ЭВМ.

4) Исследован процесс синтеза $MgAl_2O_4$ из оксида магния и гидроксида алюминия в атмосфере паров воды $P = 20$ МПа в интервале температур 380 - 400 в присутствии активирующих добавок ионов $Cr(VI)$. Методами рентгенофазового и рентгенографического анализов и электронной спектроскопии установлено, что процесс диффузии и гомогенного распределения ионов магния по структуре промежуточной фазы синтеза – бемита лимитируется степенью разупорядочения кристаллической решетки последнего. Введение в реакционную систему ионов $Cr(VI)$ способствует возникновению дополнительных нарушений в структуре бемита, облегчая процессы диффузии и перестройки глиноземной матрицы. Процесс завершается стабилизацией ионами магния кубической кислородной подрешетки, возникающей при образовании кристаллической структуры шпинели.

5) Изучена возможность получения алюмомagneзиальной шпинели с высокими показателями свойств по энергосберегающей технологии и с учетом утилизации ультрадисперсного каустика. Методом одностадийного синтеза спеканием плотного брикета на основе промышленных порошков каустика и глинозема получали шпинельные материалы различных составов: стехиометрическую шпинель и шпинели с избытком обоих компонентов. Для интенсификации процессов шпинелеобразования и спекания были использованы различные комплексные добавки (химические и керамические) в количестве от 1 до 10 % масс. Влияние используемых добавок на спекание и физико-механические свойства брикетов зависело от соотношения компонентов в формовочной смеси. Полное образование шпинели в брикетах установлено при температуре 1650 °С.

Обсуждение результатов

В результате десятидневного практикума были получены вещества следующих составов:

а) Твердофазный метод:

1. $\text{Mg}_{0.1}\text{Co}_{0.9}\text{Al}_2\text{O}_4$
2. $\text{Mg}_{0.2}\text{Co}_{0.8}\text{Al}_2\text{O}_4$
3. $\text{Mg}_{0.3}\text{Co}_{0.7}\text{Al}_2\text{O}_4$
4. $\text{Mg}_{0.4}\text{Co}_{0.6}\text{Al}_2\text{O}_4$
5. $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{Al}_2\text{O}_4$
6. $\text{Mg}_{0.6}\text{Co}_{0.4}\text{Al}_2\text{O}_4$
7. $\text{Mg}_{0.7}\text{Co}_{0.3}\text{Al}_2\text{O}_4$
8. $\text{Mg}_{0.8}\text{Co}_{0.2}\text{Al}_2\text{O}_4$
9. $\text{Mg}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{Al}_2\text{O}_4$
10. MgAl_2O_4

б) Метод карбонатного осаждения:

1. $\text{Mg}_{0.8}\text{Co}_{0.2}\text{Al}_2\text{O}_4$
2. $\text{Mg}_{0.7}\text{Co}_{0.3}\text{Al}_2\text{O}_4$
3. $\text{Mg}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{Al}_2\text{O}_4$

в) Метод оксалатного осаждения:

1. $\text{Mg}_{0.1}\text{Co}_{0.9}\text{O}_2$
2. $\text{Mg}_{0.2}\text{Co}_{0.8}\text{O}_2$
3. $\text{Mg}_{0.3}\text{Co}_{0.7}\text{O}_2$
4. $\text{Mg}_{0.4}\text{Co}_{0.6}\text{O}_2$
5. $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{O}_2$
6. $\text{Mg}_{0.6}\text{Co}_{0.4}\text{O}_2$
7. $\text{Mg}_{0.7}\text{Co}_{0.3}\text{O}_2$
8. $\text{Mg}_{0.8}\text{Co}_{0.2}\text{O}_2$
9. $\text{Mg}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{O}_2$

Как и ожидалось, вещества с общей формулой $\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ обладают синей окраской разной насыщенности. Чем больше в составе шпинели кобальта, тем более тёмный и насыщенный у неё цвет.

Методом карбонатного осаждения было получено три образца, два из которых имели зелёную окраску. Возможно это произошло в результате того, что дистиллированная вода, которой промывались эти два образца содержала ионы кальция. Образец с синей окраской не промывался, и сразу был отфильтрован.

Методом оксалатного осаждения был получен ряд веществ плавно меняющих свою окраску от нежно-розового то черного цвета (чем меньше кобальта, тем окраска светлее). В результате опыта стало ясно, что образцы с содержанием оксида кобальта больше 50% получать не имеет смысла. Образцы подобных составов слишком темные и внешне практически не отличаются друг от друга. Поэтому имея дело с подобными составами требуются дополнительные анализы, чтобы быть наверняка уверенными в том, что получилось именно то, что требовалось. К сожалению, мы такие анализы проводить не стали, остановив свое внимание на веществах с составами, содержащими меньшее процентное количество оксида кобальта.

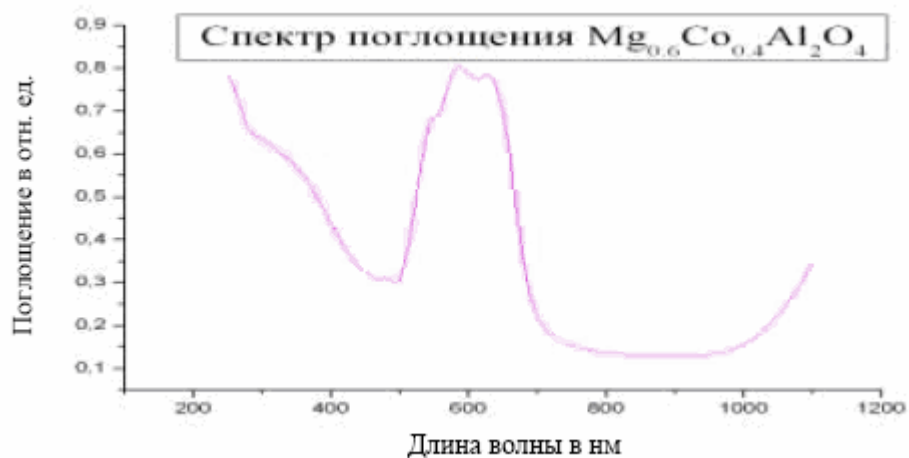
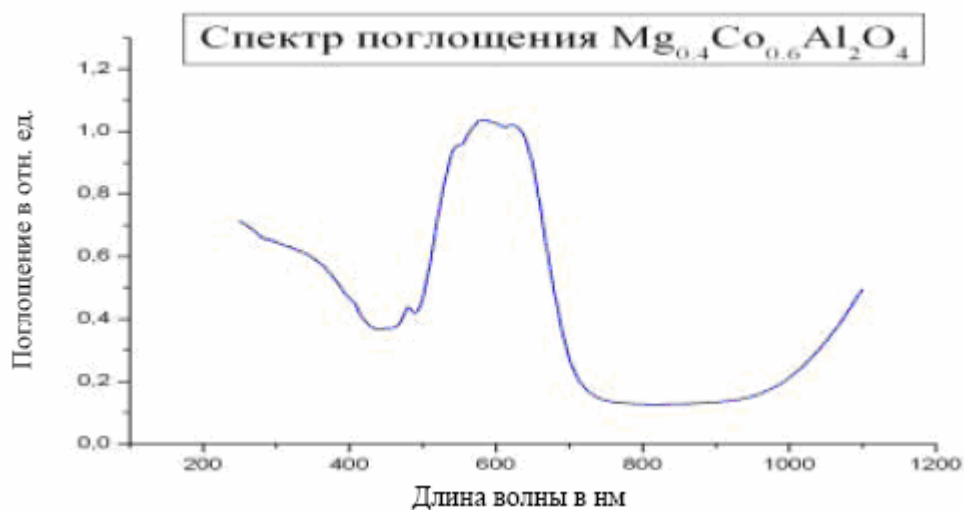
Как показала практика, магний очень легко замещается на кобальт. Поэтому при получении наших шпинелей требуется высокая точность в расчетах. Пренебрегая сотым граммом, мы получаем в лучшем случае двухфазовый образец. В худшем отклоняемся от выбранной линии, уходя в вещества зеленых оттенков.

Шпинели требуют к себе аккуратного отношения. Во время прокаливания веществ на горелках кобальт может окислиться до трехвалентного состояния, что повлияет в дальнейшем на структуру образца.

В конце практикума сдано веществ:

Шенита магния – 5,05 г

Шенита кобальта – 23,62 г

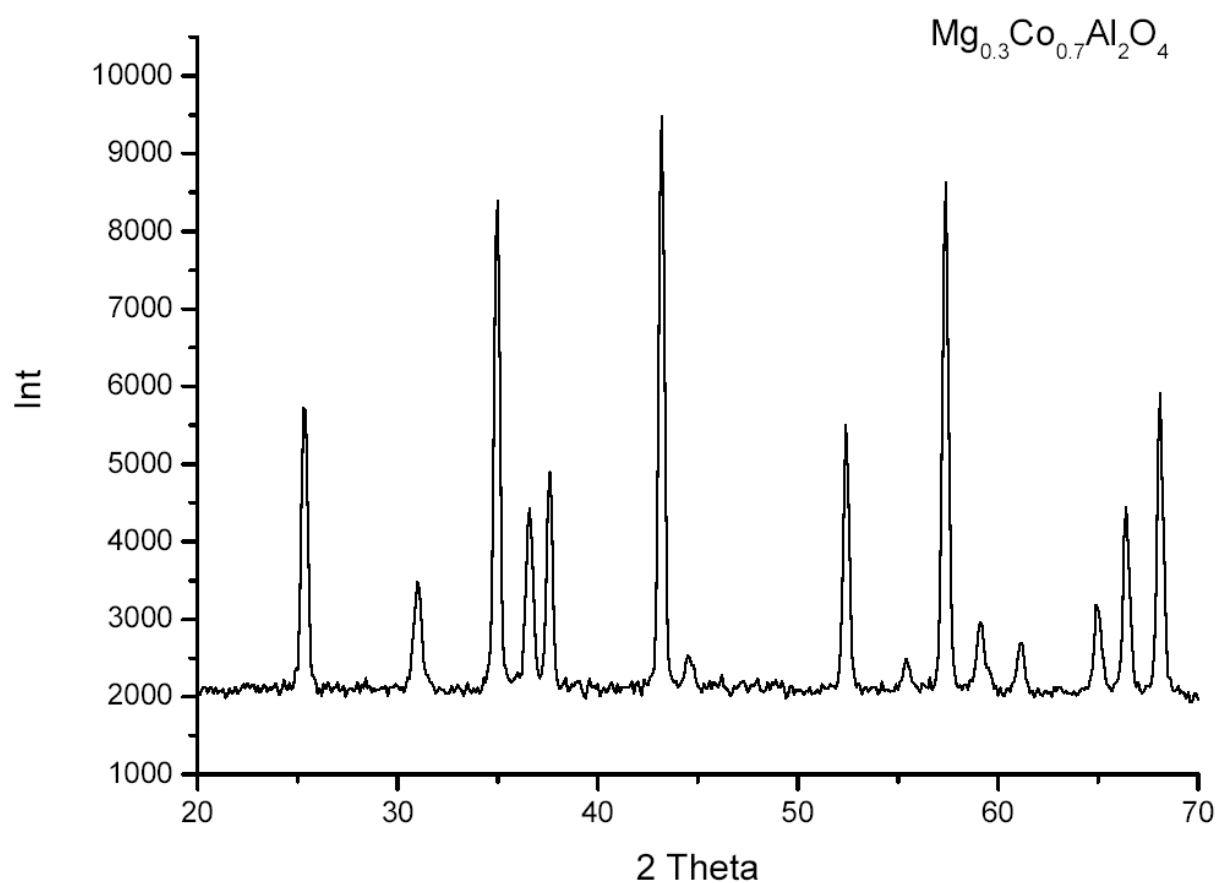


Гинье

$\text{Mg}_{0.6}\text{Co}_{0.4}\text{Al}_2\text{O}_4$

№ 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

Результаты РФА (выполнено на «Дрон 3М»)



Литература

1. Неофициальный сайт Геологического факультета МГУ
2. Официальный сайт Российской Академии Физических Наук.
3. Официальный сайт Физического факультета МГУ
4. Официальный сайт Физического факультета ВГУ
5. Шаскольская М. П. Кристаллография – М. Высшая школа 1977.
6. Электронные периодические издания Российской Академии Физических Наук
7. Официальный сайт ювелиров России