

Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова
Факультет Наук о Материалах

Отчёт по десятинедельному практикumu

“Синтез оксидных систем $ZnO-NiO-Al_2O_3$, $ZnO-Cr_2O_3-Al_2O_3$ и $ZnO-M^{III}_2O_3$ ”.

Работу выполнили студенты первого курса ФНМ

Чепиков Всеволод

Курносов Никон

Под руководством:

Коренева Ю.М.

Жирова А.И.

Москва, 2007 г.

Оглавление

Введение.....	стр. 3
Экспериментальная часть.....	стр. 5
Получение цинкаммонийного шенита.....	стр. 5
Получение никельаммонийного шенита.....	стр. 5
Получение хромаммонийных квасцов.....	стр. 5
Получение шпинелей состава $Zn_{1-x}Ni_xAl_2O_4$	стр. 6
Спекание.....	стр. 6
Соосаждение.....	стр. 7
Получение шпинелей состава $Zn(Al_{1-x}Cr_x)_2O_4$	стр. 8
Соосаждение.....	стр. 8
Спекание.....	стр. 9
Получение $Zn_{0.9}Co_{0.05}Ni_{0.05}Al_2O_4$	стр. 10
Получение шпинелей состава $Ni^{+2}M^{+3}_2O_4$ ($M=Fe, Cr, Al$) методом спекания.....	стр. 11
Получение $NiFe_2O_4$	стр. 11
Получение $NiCr_2O_4$	стр. 11
Получение $NiAl_2O_4$	стр. 11
Результаты.....	стр. 11
Выводы.....	стр. 15
Пожелания.....	стр. 15
Список литературы.....	стр. 16

I. Введение

Целью нашей работы было получение оксидных систем $\text{ZnO-NiO-Al}_2\text{O}_3$, $\text{ZnO-Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$ различного состава и систем $\text{NiO-M}_2\text{O}_3$, где $\text{M}=\text{Fe, Al, Cr}$. Все эти соединения имеют структуру шпинели.

В общем случае шпинели имеют формулу AB_2O_4 , где $\text{A} - \text{Mg, Zn, Ni, Fe}^{2+}, \text{Mn, Co}$, а $\text{B} - \text{Al, Cr, Fe}^{3+}, \text{Mn, Ti}^{4+}, \text{V}^{3+}$. Структура шпинели, впервые изученная Брэггом и Нишикава, состоит из ГЦК решётки ионов O^{2-} , в которой катионы A занимают одну восьмую часть тетраэдрических пустот, а катионы $\text{B} -$ половину октаэдрических пустот (см. рис 1). Иногда формулу шпинели записывают как $\text{A}[\text{B}_2]\text{O}_4$, в квадратные скобки заключены катионы, находящиеся в октаэдрической позиции. Существует также обращённая шпинель, в которой катионы расположены согласно формуле $\text{B}[\text{AB}]\text{O}_4$.

Таблица 1: Фактор заселённости λ для ряда шпинелей. [Д. Шрайвер, П. Эткинс., Неорганическая химия, т. 2. М: издательство "Мир", 2004.]

A	Mg^{2+} d^0	Mn^{2+} d^5	Fe^{2+} d^6	Co^{2+} d^7	Ni^{2+} d^8	Cu^{2+} d^9	Zn^{2+} d^{10}
B							
Al^{3+}, d^0	0	0	0	0	0,38	0	
Cr^{3+}, d^3	0	0	0	0	0	0	0
Fe^{3+}, d^5	0,45	0,1	0,5	0,5	0,5	0,5	0
Mn^{3+}, d^4	0						0
Co^{3+}, d^6					0		0

Фактором заселённости λ шпинели называют долю атомов B , которые расположены в тетраэдрических пустотах. Максимальное значение λ составляет 0,5 (для обращённой шпинели), минимальное – 0 (для нормальной).

Параметр λ не обязательно постоянен, в некоторых случаях он может зависеть от термической обработки. Так например, шпинель NiAl_2O_4 имеет структуру $\text{Al}_{0,66}\text{Ni}_{0,34}[\text{Ni}_{0,66}\text{Al}_{1,34}]\text{O}_4$, для других шпинелей известные значения приведены в таблице 1.

В нашей работе с целью определения λ были получены образцы NiAl_2O_4 , NiCr_2O_4 , NiFe_2O_4 .

Для всех минералов характерна высокая твёрдость (от 5 до 8 баллов по минералогической шкале), термическая и химическая устойчивость. Многие другие

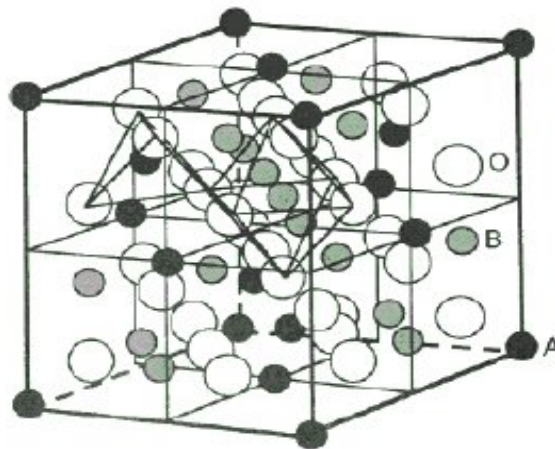


Рис. 1: Структура шпинели.
А - тетраэдрические позиции,
В - октаэдрические позиции,
О - анионы кислорода.

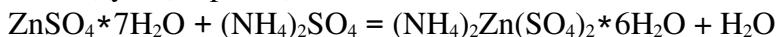
свойства такие, как плотность, отражательная способность, твёрдость, параметры элементарной ячейки, электрические и магнитные свойства существенно зависят от состава и распределения катионов и заметно колеблются в пределах каждой группы.

Существуют различные способы получения твёрдых растворов. В нашей работе использовался высокотемпературный твёрдофазный синтез из оксидов, которые были получены методом спекания и методом соосаждения гидроксидов. Для получения различных оттенков цветов и исследования их зависимости от состава (структуры), от метода получения и температуры отжига. Для исследования полученных образцов применялся метод рентгенофазного анализа (РФА).

Экспериментальная часть

Получение цинкаммонийного шенита

Цинкаммонийный шенит был получен взаимодействием кристаллогидрата сульфата цинка с сульфатом аммония по следующей реакции:



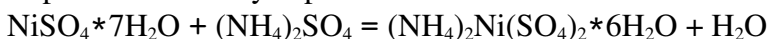
Для этого в двух стаканах объёмом 100 мл приготовили насыщенные растворы $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (28.64 г., 0.1 моль) и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (13.17 г., 0.1 моль) в воде по их растворимости при 100 °С (202 г. на 100 г. воды у $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и 102 г. на 100 г. воды у $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$). Затем доведённые до температуры кипения растворы слили в один стакан объёмом 200 мл, который затем поставили охлаждаться в кристаллизатор с водой (см рис. 1). Выпавший белый осадок отфильтровали на фильтре Шотта. В результате было получено 38.12г. вещества, после сушки которого окончательно получено 32.91г.(выход: 82.275%) шенита.



Рис. 1: Получение цинкаммонийного шенита

Получение никельаммонийного шенита

Никельаммонийный шенит получали из кристаллогидрата сульфата никеля и сульфата аммония.



По данным о растворимости (375 г. на 100 г. у $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и 102 г. на 100 г. у $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) при 100 °С $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ были растворены в воде в стаканах объёмом 100 мл. Затем растворы нагрели и слили в стакан объёмом 200мл. После этого стакан поставили в кристаллизатор с холодной водой. При этом наблюдалось выпадение зелёного осадка. Осадок был отфильтрован. Масса отфильтрованного вещества составила 23.45г.. После сушки он сократилась до 20.28г.

Получение хромаммонийных квасцов

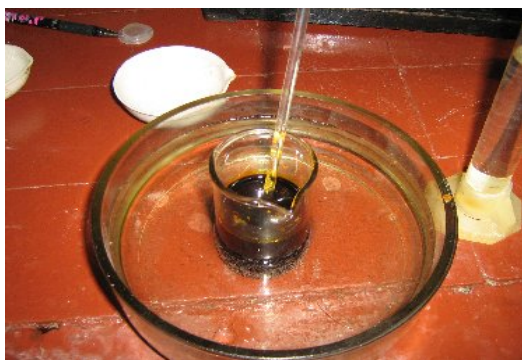
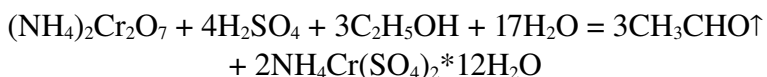


Рис. 2: Получение хромаммонийных квасцов

В фарфоровую чашечку поместили $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (15.816г., 0.06моль). Затем бихромат растворили в 44.5 мл воды. После этого к раствору бихромата добавили H_2SO_4 (20.5 мл), раствор покраснел и стал прозрачным. После этого к раствору по каплям добавляли этиловый спирт (22мл.).



Наблюдалось изменение цвета раствора на чёрный

(см. рис. 2), он стал непрозрачным и нагрелся, при этом происходило выделение CH_3CHO (необходимо прикрыть тягу: запах). Для контроля температуры (не более 40°C) стакан был поставлен в кристаллизатор с холодной водой. Выпавший осадок был отфильтрован, взвешен и высушен. Масса квасцов до сушки составила 33.03г., после – 29.83г..

Получение шпинелей состава $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{O}_4$

Были получены шпинели состава $\text{Zn}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Zn}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Zn}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{Al}_2\text{O}_4$ методом совместного спекания и соосаждения.

Спекание.

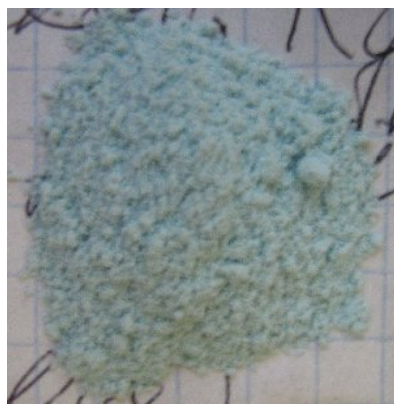
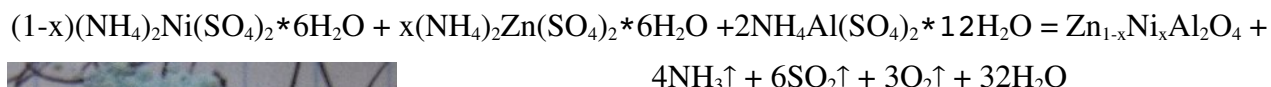


Рис. 3: $\text{Zn}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{Al}_2\text{O}_4$, полученный спеканием (1200°C)

Необходимые массы (см. Таблицу 1) цинкаммонийного, никельаммонийного шенитов и алюмоаммонийных квасцов были взвешены и перетёрты вместе в фарфоровой ступке. Затем в фарфоровом тигле под тягой происходило прокаливание. При этом происходило выделение газа, вещества расплавились и приобретали сине-зелёную окраску (см. рис. 4). При затвердевании цвет изменился на бело-жёлтый в случае 20%, жёлто-бежевый – 60%, жёлто-серый – 40%,



Рис. 4: Получение $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{O}_4$

затем вещество было извлечено из тигля и перетёрто в фарфоровой ступке, после чего снова помещено в фарфоровый тигель и прокалено на горелке, при этом цвет не изменился. Затем в алундовом тигле происходило на воздуходувной горелке. Происходило выделение газа (в случае 60% обильное). Затем тигель поставили в печь на отжиг на 900°C и на 1200°C . В результате было получено 6 образцов (см. Таблицу 2, рис. 3 и рис. 21).

Вещества	$\text{Zn}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{Al}_2\text{O}_4$	$\text{Zn}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{Al}_2\text{O}_4$	$\text{Zn}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{Al}_2\text{O}_4$
масса цинкаммонийного шенита	1.771	1.338	0.896
масса никельаммонийного шенита	0.432	0.870	1.315
масса алюмоаммонийных квасцов	5.047	5.085	5.123

Таблица 1: Массы цинкаммонийного, никельаммонийного шенитов и алюмоаммонийных квасцов в расчёте на 1 г. продукта.

Соосаждение.

Этим методом также были получены образцы $Zn_{0,8}Ni_{0,2}Al_2O_4$, $Zn_{0,6}Ni_{0,4}Al_2O_4$, $Zn_{0,4}Ni_{0,6}Al_2O_4$. Для этого нужные массы квасцов и шенитов (см. Таблицу 1) были взвешены и перетёрты вместе с содой (в избытке) в ступке. Затем в стакан объёмом 1 л. с 700 мл. воды, предварительно нагретой до кипения, а поставленный на магнитную мешалку происходило всыпание маленькими порциями содержимого ступки. Было измерено pH, оно



Рис. 6: $Zn_{0,6}Ni_{0,4}Al_2O_4$.

составляло от 8-9 до

10. После

отключения

магнитной мешалки

происходило

постепенное

выпадение белого хлопьевидного осадка. После полного

осаждения раствор был

декантирован. При этом из

декантированной части брались

две пробы с нитратом бария:

одну, из которых подкисляли

соляной кислотой. Затем к осадку происходило приливание горячей воды. Описанная выше процедура повторялась три-четыре раза (пока пробы не оказывались чистыми). После этого осадок был оставлен фильтроваться через бумажный фильтр. Затем фильтр (при необходимости) был высушен в сушильном шкафу, и осадок, цвет которого во всех случаях был светло-зелёный, был с него аккуратно удалён и перетёрт в ступке, а затем в алундовом тигле прокалён на горелке, для удаления остатков воды, и поставлен в печь на прокаливание. Также было получено 6 образцов (см. Таблицу 2 и рис. 5, 6, 7).

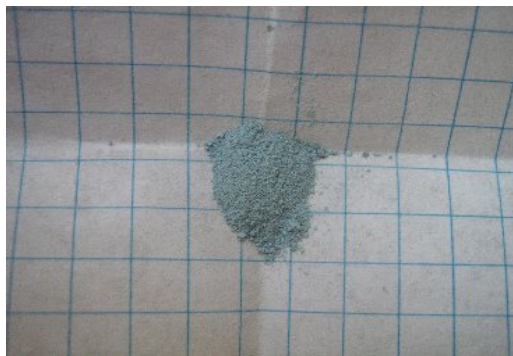


Рис.5: $Zn_{0,8}Ni_{0,2}Al_2O_4$.



Рис. 7: $Zn_{0,4}Ni_{0,6}Al_2O_4$.

вещество		После 900 °С.		После 1200 °С		Выход
		Цвет	Масса	Цвет	Масса	
20% Ni	спекание	бело-голубой	0,09	светло-голубой	0,51	75%
	соосаждение	бело-голубой	0,11	светло-голубой	0,1	82%
40% Ni	спекание	сине-голубой	0,09	голубой	0,27	72%
	соосаждение	синий	0,12	голубой	0,15	82%
60% Ni	спекание	сине-голубой	0,08	синий	0,25	82,5%
	соосаждение	синий	0,11	синий	0,19	91%

Таблица 2: Цвет, масса и процент выхода образцов методом спекания и соосаждения.

Получение шпинелей состава $Zn(Al_{1-x}Cr_x)_2O_4$

Шпинели состава $Zn(Al_{0.9}Cr_{0.1})_2O_4$, $Zn(Al_{0.7}Cr_{0.3})_2O_4$, $Zn(Al_{0.5}Cr_{0.5})_2O_4$ получали двумя способами: соосаждением и совместным спеканием.

Соосаждение.

Необходимые массы веществ (см. Таблицу 3) были взвешены и вместе с избытком соды перетёрты в ступке. Затем в стакан объёмом 1 л налили 700 мл воды и нагрели её до температуры кипения. В поставленный на магнитную мешалку стакан маленькими порциями всыпали вещества, при этом бралась проба pH, он был слабо щелочной. При этом проходили реакции осаждения:



<i>Вещество</i>	$Zn(Al_{0.9}Cr_{0.1})_2O_4$	$Zn(Al_{0.7}Cr_{0.3})_2O_4$	$Zn(Al_{0.5}Cr_{0.5})_2O_4$
масса цинкаммонийного шенита	2,13	2,025	1,989
масса хромаммонийных квасцов	1,017	1,737	2,88
масса алюмоаммонийных квасцов	4,32	3,19	2,16

Таблица 3: Массы цинкаммонийного, хромаммонийных квасцов и алюмоаммонийных квасцов в расчёте на 1 г. продукта.

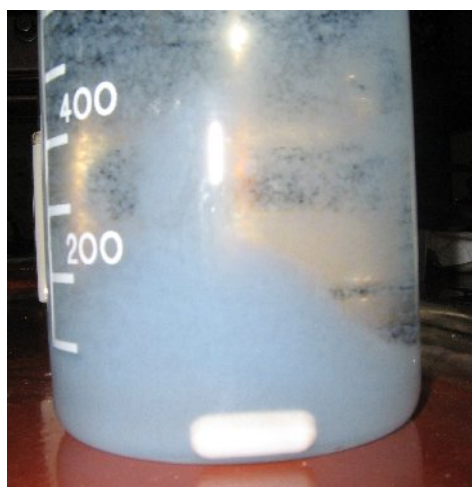


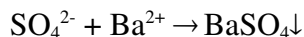
Рис. 8: Получение $Zn(Al_{1-x}Cr_x)_2O_4$ методом соосаждения.

Наблюдалось образование пены, раствор помутнел и приобрел бело-синюю окраску. После выключения мешалки осадок стал оседать в виде хлопьев (см. рис. 8). Когда осадок полностью осел, верхний слой воды был слит. В 2 предварительно приготовленные пробирки помещалась проба из слитой части раствора, нитрат бария и одну из пробирок подкисляли HCl. Нитрат бария добавляли для определения содержания сульфат-иона (пробу полагали отрицательной, если наблюдалось лишь слабое помутнение



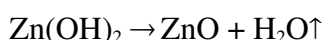
Рис. 9: 30% Cr после 900°C.

раствора):



Соляную кислоту добавляли для определения содержания карбонат-иона. Затем 700 мл вскипячённой воды влили в стакан с осадком. Эту операцию повторяли до тех пор пока пробы не оказывались чистыми. Затем происходило фильтрование осадка на бумажном фильтре, который вместе с осадком был помещен в сушильный шкаф, а затем вещество был перетёрто в ступке, прокалено в алундовом тигле (при этом цвет изменялся с нежно-голубого (10%), голубого (30%), синего (50%) на темно-зелёный (чем больше процентное содержание хрома, тем темнее)) и поставлено в печь на отжиг на 900°C и на 1200°C.

Реакции разложения гидроксидов до оксидов:



Всего было получено 6 образцов (см. Таблицу 4)

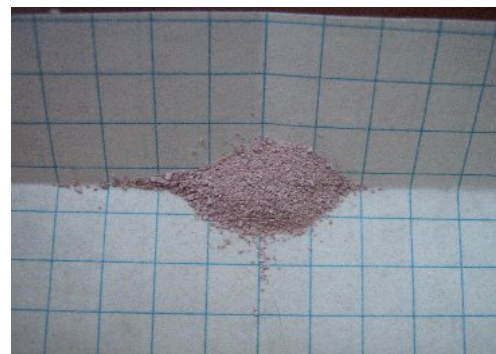


Рис. 10: $\text{Zn}(\text{Al}_{0.9}\text{Cr}_{0.1})_2\text{O}_4$.

вещество	После 900°C.		После 1200°C		Выход
	Цвет	Масса	Цвет	Масса	
10% Cr	тёмно-красно-коричневый	0,12	ярко-розовый (см. рис. 10)	0,11	92%
30% Cr	зелёный (см. рис. 9)	0,14	серый	0,12	78,8%
50% Cr	светло-розовый	0,1	серо-зелёный (см. рис. 17)	0,12	67%

Таблица 4: Результаты получения шпинелей состава $\text{Zn}(\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x)_2\text{O}_4$ методом соосаждения.

Спекание.

Необходимые навески веществ (см. Таблицу 3) были взвешены и перетёрты в ступке. После перетирания они были всыпаны в фарфоровый тигель и прокалены на горелке, при этом происходило изменение цвета (см. Таблицу 5)



Рис. 11: 50% Cr, полученные методом спекания

<i>вещество</i>	Изменение цвета при прокаливании
10% Cr	сине-зелёная жидкость→тёмно-зелёное вещество с розовым блеском→серо-зелёный→серый→розово-серый.
30% Cr	серо-голубой→сине-зелёная жидкость→серо-розовый→розово-серый
50% Cr	зелёная жидкость→зелёноватый с розовым блеском→серо-розовый
70% Cr	тёмно-зелёная жидкость→зелёный с розовым блеском→серо-светло-зелёный с сиреневым оттенком→серо-сиреневый→серо-зелёный→тёмно-зелёно-серый→серый

Таблица 5: Изменение цвета при прокаливании.

После первичного прокалывания образцы были перетёрты в ступке и затем снова прокалены (сначала в фарфоровом тигле на обычной горелке, потом в алундовом на воздуходувной). Когда выделение газа и изменение цвета перестали наблюдаться, тигель был убран с горелки и поставлен в печь. После отжига в печи было получено 6 образцов, данные о цвете и массе которых приведены в таблице 6.



Рис. 12: $Zn(Al_{0,9}Cr_{0,1})_2O_4$ методом спекания.

<i>вещество</i>	после 900°С.		После 1200°С		Выход
	Цвет	Масса	Цвет	Масса	
10% Cr	розовый	0,06	ярко-розовый (см. рис. 12)	0,14	80%
30% Cr	серо-розовый	0,11	светло серый	0,10	88%
50% Cr	серо-сизый	0,12	тёмно серый (см. рис. 11)	0,10	88%
70% Cr	серый	0,09	серо-зелёный	0,15	96%

Таблица 6: Результаты получения итинелей состава $Zn(Al_{1-x}Cr_x)_2O_4$ методом спекания.

Получение $Zn_{0,9}Co_{0,05}Ni_{0,05}Al_2O_4$

Образец получали методом совместного спекания, для этого взяли цинкаммонийный шенит (0,49 г.), кобальтаммонийный и никельаммонийный шениты (оба – по 0,027 г.), алюмоаммонийные квасцы (1,23 г.), перетёрли их



Рис. 13: $Zn_{0,9}Co_{0,05}Ni_{0,05}Al_2O_4$

вместе в ступке и прокалили на горелке.



Рис. 14: $Zn_{0,9}Co_{0,05}Ni_{0,05}Al_2O_4$

Наблюдения: плавится и приобретает фиолетово-сиреневую окраску, при затвердевании приобретает светло-сиреневый цвет с блеском, бело-сиреневое после перетирания в ступке и прокаливании на воздушодувной горелке.

После печки: светло-голубой (0,06 г.) после $900^{\circ}C$ (см. рис. 14) и синий (0,16 г.) после $1200^{\circ}C$ (см. рис. 13).

Выход: 88%.

Получение шпинелей состава $Ni^{+2}M^{+3}_2O_4$ ($M=Fe, Cr, Al$) методом спекания

Получение $NiFe_2O_4$

Никельаммонийный шенит (0,42 г., $1,06 \cdot 10^{-3}$ моль) и железоаммонийные квасцы (0,516 г.) перетёрли вместе в ступке и затем в фарфоровом тигле происходило их прокаливании. Цвет изначально был зелёно-жёлтым, но спустя некоторое время стал меняться на жёлтый (существенно ярче, чем для других никельсодержащих шпинелей), плавления практически не наблюдалось, было лишь выделение газов. После перетирания в ступке во второй раз и прокаливании на горелке цвет стал постепенно меняться на жёлто-коричневый, а при прокаливании на воздушодувной горелке (в алундовом тигле) образец приобрёл коричнево-жёлтую окраску (масса составила 0,22 г.). После прокаливании при $1200^{\circ}C$ в печи было получено коричнево-чёрное вещество (см. рис. 18) массой 0,21 г. (84%).

Получение $NiCr_2O_4$

Никельаммонийный шенит (0,435 г., $1,1 \cdot 10^{-3}$ моль) и хромаммонийные квасцы (1,26 г., $2,6 \cdot 10^{-3}$ моль) перетёрли вместе в ступке и прокалили в фарфоровом тигле. При прокаливании на горелке вещество приобрело вначале сине-зелёную окраску (плавилось), затем стало приобретать серо-коричневую окраску. До прокаливании в печи (при $1200^{\circ}C$) масса составила 0,32 г.. В результате получено 0,24 г. (96%). Цвет у вещества зелёный (см. рис. 20).

Получение $NiAl_2O_4$

Никельаммонийный шенит (0,56 г., $1,41 \cdot 10^{-3}$ моль) и железоаммонийные квасцы (1,275 г.) перетёрли вместе в ступке, а затем фарфоровом тигле происходило их прокаливании. При прокаливании изменения цвета происходили схожие с теми, что наблюдались при получении шпинелей состава $Zn_{1-x}Ni_xAl_2O_4$. До прокаливании 0,18 г.. Получено после прокаливании в печи при $1200^{\circ}C$ 0,18 г. вещества (72%), цвет – голубой (см. рис. 19).

Результаты

Были получены шпинели различного состава, причём лучшие выходы достигались методом совместного соосаждения. Цвет образцов в системе $ZnO-NiO-Al_2O_3$ меняется от светло-голубого к синему, сине-зелёному, а в системе $ZnO-Cr_2O_3-Al_2O_3$ от светло-розового к серому, серо-

зелёному.

РФА образцов из системы $\text{ZnO-Cr}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ с процентным содержанием хрома 30 %, полученных спеканием и соосаждением представлены на графиках 1 и 2 соответственно. Как видно, полученный спеканием образец является более гомогенным, нежели полученный соосаждением.

Этот вывод был сделан на основе сравнения РФА нашего образца с образцом, который был получен и исследован в [5].

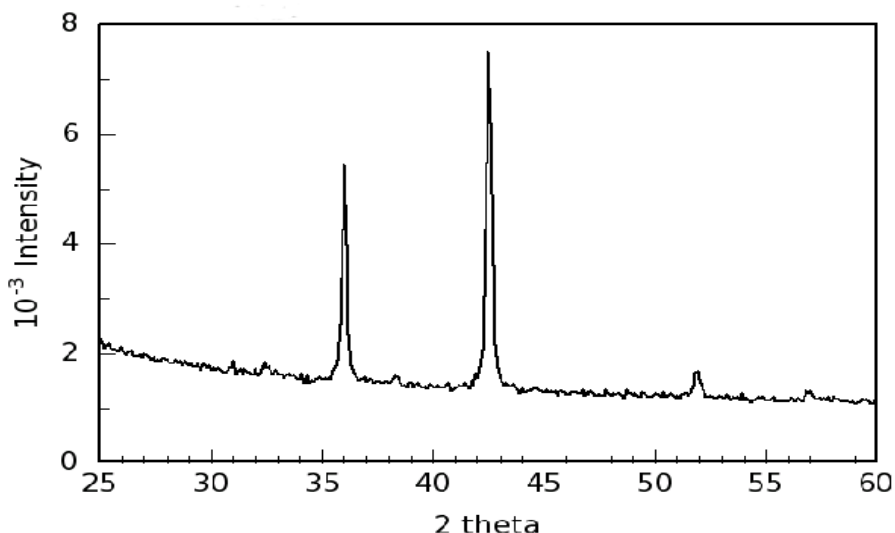


График 1: РФА образца $\text{Zn}(\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3})_2\text{O}_4$, полученного спеканием.



Рис. 16: фотография образца $\text{Zn}(\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3})_2\text{O}_4$, полученного соосаждением.



Рис. 15: фотография образца $\text{Zn}(\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3})_2\text{O}_4$, полученного спеканием.

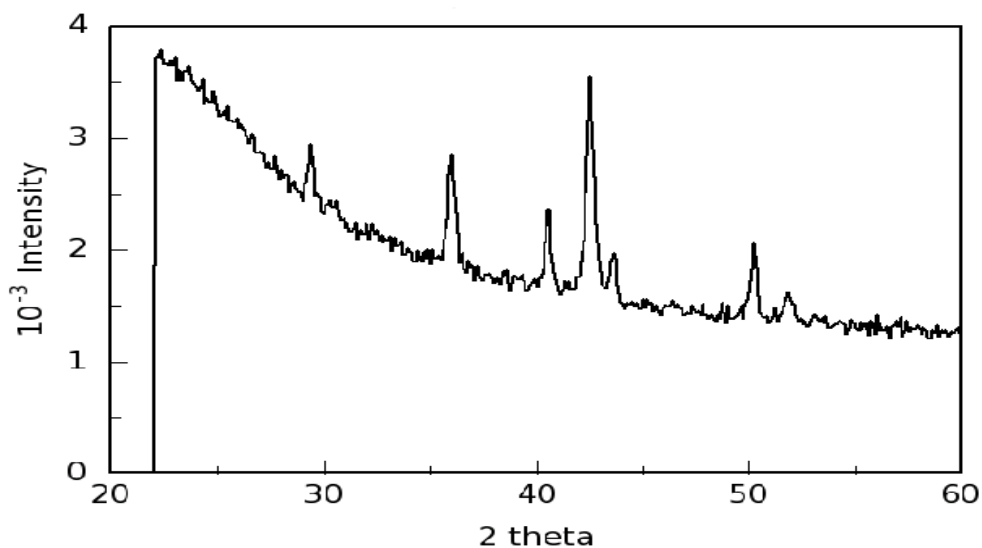


График 2: РФА образца $\text{Zn}(\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3})_2\text{O}_4$, полученного соосаждением.

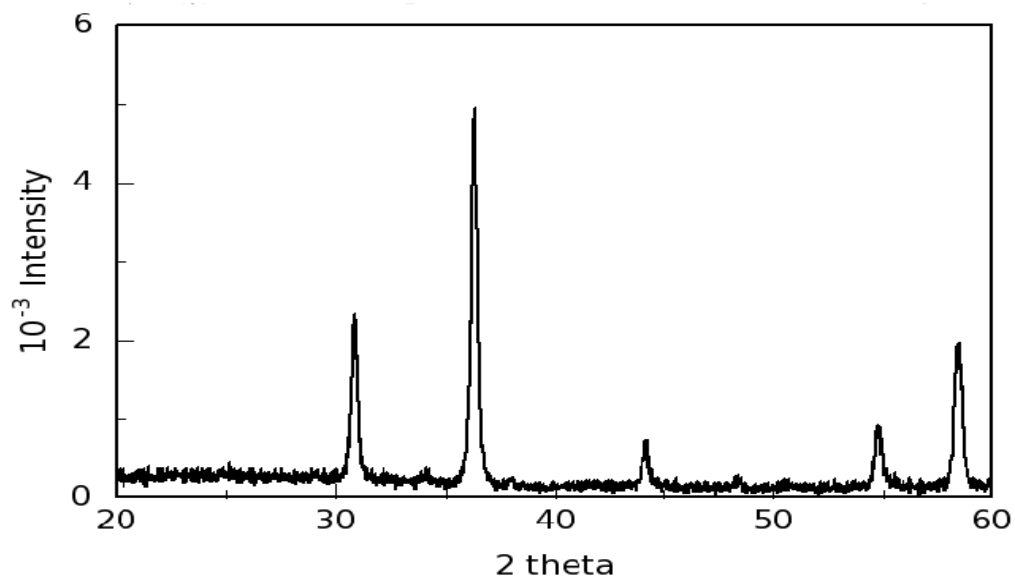


График 3: $\text{Zn}(\text{Al}_{0.5}\text{Cr}_{0.5})_2\text{O}_4$, соосаждение, 1200°C.



Рис. 17: $\text{Zn}(\text{Al}_{0.5}\text{Cr}_{0.5})_2\text{O}_4$, соосаждение.

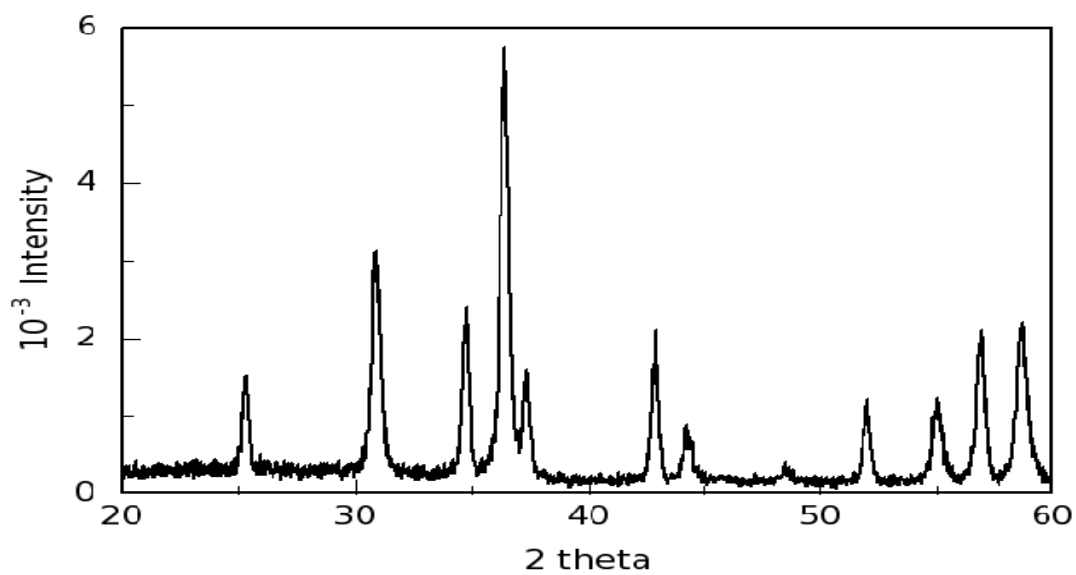


График 4: $\text{Zn}(\text{Al}_{0.5}\text{Cr}_{0.5})_2\text{O}_4$, соосаждение, 900°C.

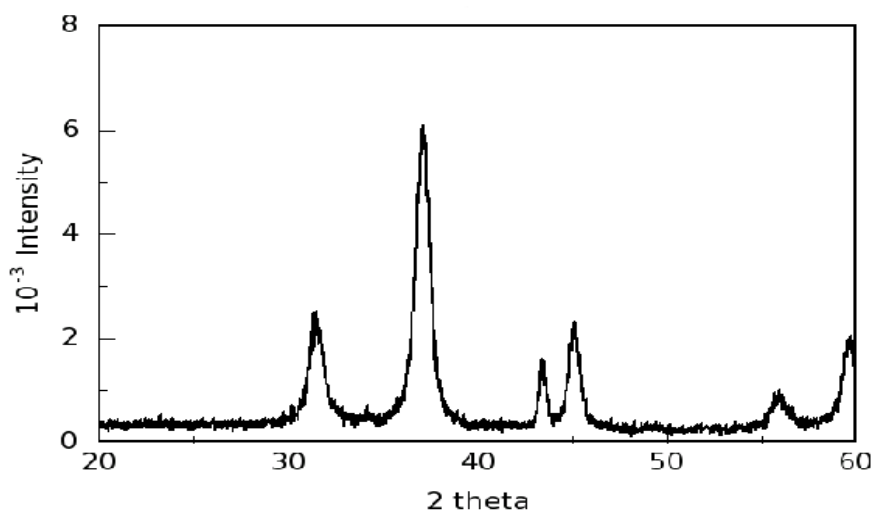


График 5: РФА $Zn_{0.4}Ni_{0.6}Al_2O_4$, полученного спеканием.

Большой интерес, на наш взгляд, представляют образцы состава $Ni^{+2}M^{+3}_2O_4$ ($M=Fe, Cr, Al$), поэтому нами были сделаны РФА этих образцов (графики 6, 7, 8). Видимо, наименьшая гомогенизация наблюдается в случае $NiCr_2O_4$. Согласно литературным данным для РФА образцов (излучение CoK_{α} , длина волны $\lambda = 1,78892 \text{ \AA}$) наблюдается следующая

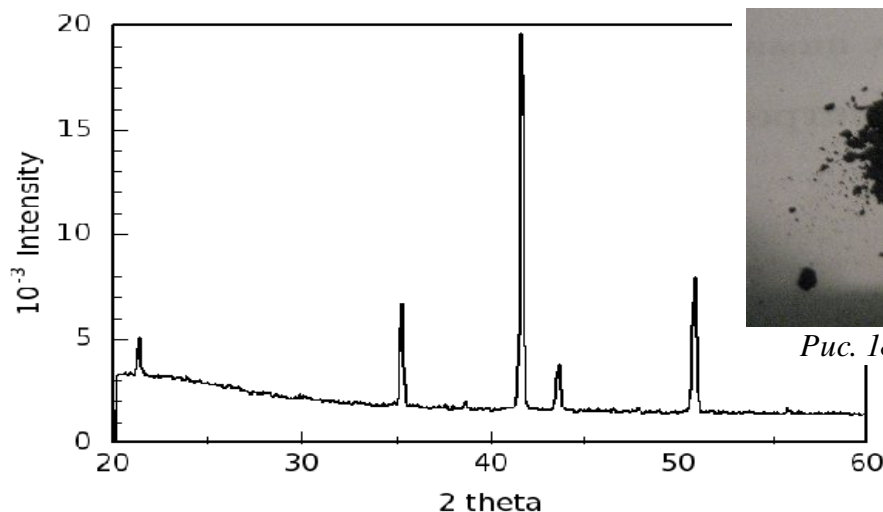


Рис. 18: фотография $NiFe_2O_4$.

зависимость интенсивности (в %) от 2θ :

1) Для $NiAl_2O_4$: 22,181 – 20%, 36,635 – 20%, 43,252 – 100%.

График 6: РФА образца $NiFe_2O_4$.



Рис. 19: фотография $NiAl_2O_4$.

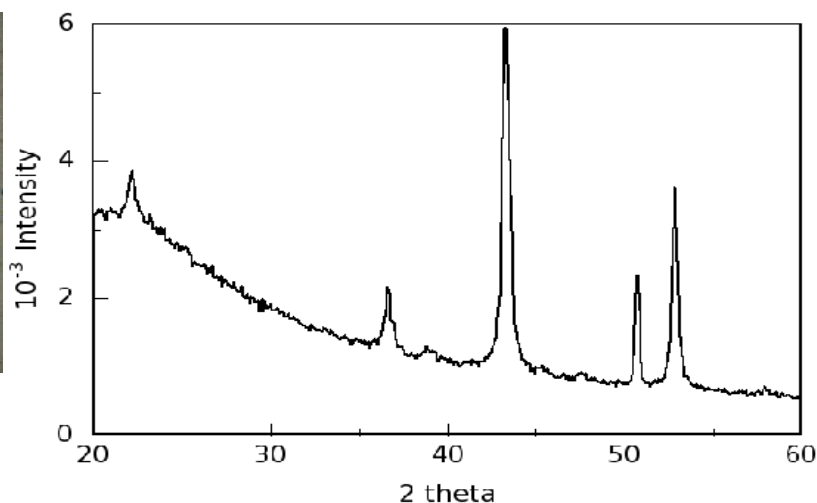


График 7: РФА образца $NiAl_2O_4$.

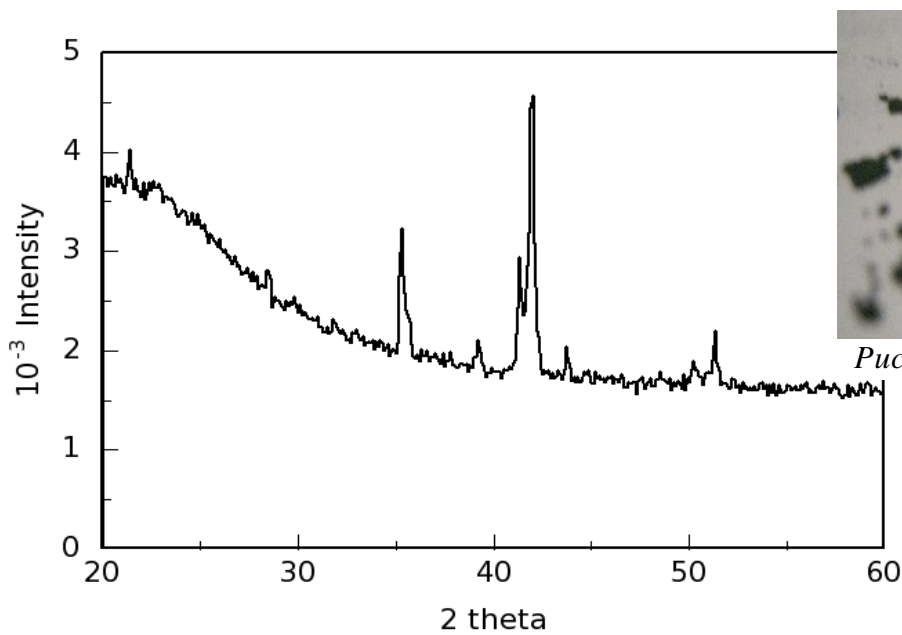


График 8: РФА образца NiCr_2O_4 .



Рис. 20: фотография NiCr_2O_4 .

2. Для ZnAl_2O_4 : 22,084 – 3%, 36,436 – 84%, 43,047 – 100%.

В ходе практикума разбита одна фарфоровая чашка.

Сдано:

19,85 г. цинкаммонийного шенита,

14,89 г. никельаммонийного шенита,

12,24 г. хромаммонийных квасцов.

Выводы

- 1) Получены различными способами шпинели состава $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ и $\text{Zn}(\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x)_2\text{O}_4$.
- 2) Было установлено, что при увеличении x цвет в шпинельной системе $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ меняется от светло-голубого к синему (сине-зелёному).

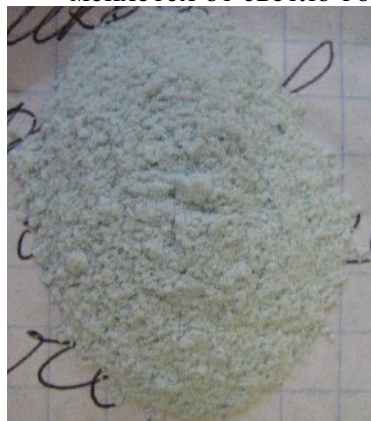


Рис. 21: $\text{Zn}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{Al}_2\text{O}_4$.

- 3) Было установлено, что при увеличении x цвет в шпинельной системе $\text{Zn}(\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x)_2\text{O}_4$ меняется от светло-розового к серому и серо-зелёному.
- 4) Установлено, что метод соосаждения гидроксидов увеличивает процентный выход конечного продукта.

Пожелания

- 1) Исследовать шпинели на основе никеля и олова.
- 2) Заранее готовить образцы к РФА.
- 3) Исследуйте шпинель состава $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$.

Список литературы:

1. Д. Шрайвер, П. Эткинс., Неорганическая химия, т. 2. М: издательство "Мир", 2004.
2. А. Вест., "Химия твёрдого тела", М: издательство "Мир", 1988.
3. Справочник химика (т. 3). М: Химия, 1965.
4. А. Уэллс. Структурная неорганическая химия.
5. Козьменкова А., Чеботаева Г. Отчёт по десятинедельному практикуму "Синтез и исследование свойств соединений на основе оксидной системы $\text{ZnO-CoO-Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$ ". 2006.
6. Дё В., Саматов И. Отчёт по десятинедельному практикуму "Синтез и свойства систем ZnO-NiO , $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$ ". 2006.
7. Капитанова О., Романчук А. Отчёт по десятинедельному практикуму "Исследование системы $\text{ZnO-NiO-Al}_2\text{O}_3$ ". 2005.
8. Евдокимов П., Кочергинская П., Яшук Т. Отчёт по десятинедельному практикуму "Синтез шпинели общего вида $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ и $\text{ZnAl}_{2-2x}\text{Cr}_{2x}\text{O}_4$ ". 2005.
9. Дымшакова А., Филиппов Я. Отчёт по десятинедельному практикуму "Синтез шпинели общего вида $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ ". 2004.