

Московский Государственный Университет
им. М.В. Ломоносова

Факультет наук о материалах

Отчет по десятинедельному практикуму: «Получение шпенелий
состава $Zn_{1-x}Ni_xAl_2O_4$, $Zn_{1-x}Co_xAl_2O_4$ и $Zn(Al_{1-x}Cr_x)_2O_4$ ».

Выполнили студенты 1 курса:

Плахова Т.В., Броцман В.А.

Руководители:

Коренев Ю.М.

Жиров А.И.

Брылев О.А.

Гаршев А.В.

Москва 2008

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....3

ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ.....4

ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....4

ПЛАН ЭКСПАРИМЕНТАЛНОЙ ЧАСТИ.....6

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ.....7

ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....13

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....14

ПРИЛОЖЕНИЕ.....15

ВВЕДЕНИЕ

«На правом берегу бурного Пянджа <...> находятся старинные „рубиновые копи“. Здесь в темных и низких подземных ходах добывался красный камень и слава его широко разлилась по всему Востоку...».

А.Е. Ферсман

Шпинель (лал). Камень небесных светил - Солнца, Венеры, Юпитера. Название этого камня пришло к нам из латинского языка, где слово *spinella* обозначало маленький шип. Это связано с внешним видом камня, форма кристаллов которого была чрезвычайно заострена.

В старинных русских описях и торговых книгах шпинель называли лалом, очевидно, за алый цвет. По преданию, именно лал первоначально украшал шапку Мономаха.

Красный является ведущим оттенком шпинели, но чаще встречаются камни, окрас которых неоднороден. Так, различают фиолетово-красные, оранжево-красные и розово-красные шпинели. Менее распространены шпинели иных оттенков. Например, желтые, голубые, зеленые и черные.

Как самостоятельный минерал шпинель стали классифицировать только 150 лет тому назад. До этого времени ее относили к рубинам. Поэтому розово-красную шпинель называли «рубин-балэ». Фиолетовые разности ошибочно именовали «восточным аметистом», а синие — «сапфир-шпинелью».

Основные месторождения: остров Шри-Ланка, Афганистан, Индия, а также Таиланд. Ювелирную шпинель добывают в Таджикистане и США. Такая разновидность минерала имеет практическую ценность, т.е. активно используется для изготовления украшений и различных поделок. Источником ювелирной шпинели являются, главным образом, россыпные месторождения.

ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ

Цель: исследование возможности образования твердых растворов на основе шпинели $\text{Zn Al}_2 \text{O}_4$.

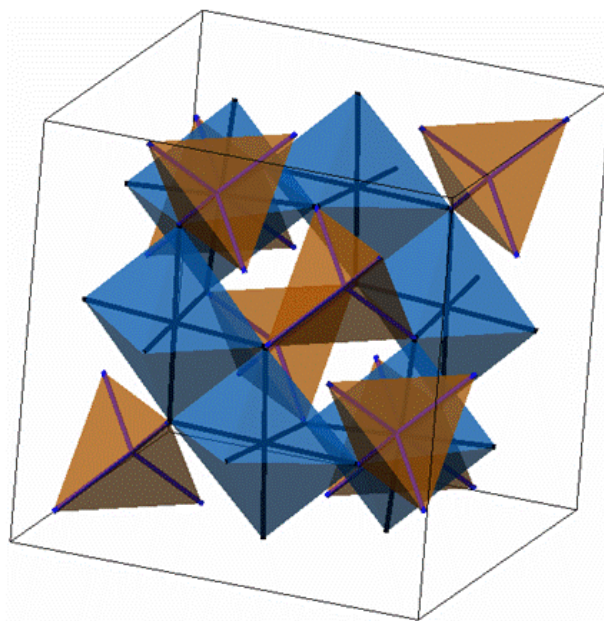
Задачи:

- Получение искусственных шпинелей структур: $\text{Zn}_{1-x} \text{Ni}_x \text{Al}_2 \text{O}_4$, $\text{Zn}_{1-x} \text{Co}_x \text{Al}_2 \text{O}_4$ и $\text{Zn} (\text{Al}_{1-x} \text{Cr}_x)_2 \text{O}_4$
- Использование методики механической и химической гомогенизации для получения конечных структур
- Исследование зависимости изменения окраски конечных соединений от концентрации иона-заместителя в структуре исходной шпинели
- Исследование полученных соединений методом рентгенофазового анализа (РФА)
- Выявление наилучшей методики получения продуктов

ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

Шпинель — минерал с формулой AB_2O_4 , где А — Mg, Zn, Mn, Fe(II), Co, Ni; В — Al, Fe(III), Cr, Mn, Ti(IV), V(III).

Для шпинелей характерны высокая твёрдость (5-8 по минералогической шкале, химическая и термическая устойчивость. Плотность, отражательная способность, твердость, параметры элементарной ячейки, магнитные и электрические свойства существенно зависят от характера распределения катионов и заметно колеблются в пределах каждой группы. Для всех видов характерны высокотемпературные условия образования, а в поверхностных условиях они устойчивы к выветриванию и сохраняются в россыпях. Шпинели - основные носители магнитных свойств горных пород. Многие шпинели применяются при производстве керамики, огнеупоров, термоустойчивых красок, в лазерных установках.



На данном рисунке представлено графическое изображение шпинели. Коричневым цветом выделены тетраэдры, синим октаэдры. В элементарной ячейке структуры шпинели - 32 аниона кислорода образуют плотнейшую кубическую упаковку с 64 тетраэдрическими пустотами (катионами занято 8) и 32 октаэдрическими (катионами занято 16). По характеру распределения катионов в занятых тетраэдрических и октаэдрических позициях структуры выделяют: нормальные (8 тетраэдров занято катионами A^{2+} , 16 октаэдров - катионами B^{3+}), обращенные (8 тетраэдров занято B^{3+} , 16 октаэдров - 8 B^{3+} и 8 A^{2+} , причём катионы B^{3+} и A^{2+} в октаэдрических пустотах могут распределяться как статистически, так и упорядоченно) и промежуточные шпинели.

Нормальная структура свойственна Mg_2O_4 , $ZnFe_2O_4$, $FeAl_2O_4$, $(Mn, Fe) Al_2O_4$ и др. Обращенная структура характерна для $FeFe_2O_4$, $MgFe_2O_4$, Fe_2TiO_4 и др. Известно большое число минералов с промежуточным типом структуры. К структурному типу шпинели относятся структуры некоторых сульфидов состава RX_2S_4 , где R^{2+} - Co, Ni, Fe, Cu, а X^{3+} - Co, Ni, Cr. Искажённую структуру шпинели имеет маггемит ($g\text{-}Fe_2O_3$).

ПЛАН ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ ЧАСТИ

Основной практической задачей нашей работы являлся синтез трёх видов шпинелей: $\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_2\text{O}_4$ и $\text{Zn}(\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x)_2\text{O}_4$.

Краткий план синтеза:

- Синтез прекурсоров (исходных веществ для получения шпинелей).

Вид шпинели	Прекурсоры
$\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_2\text{O}_4$	цинкаммонийный шенит $(\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ кобальтаммонийный шенит $((\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ алюмоаммонийные квасцы $(\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$
$\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_2\text{O}_4$	цинкаммонийный шенит $(\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ никельаммонийный шенит $((\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ алюмоаммонийные квасцы $(\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$
$\text{Zn}(\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x)_2\text{O}_4$	цинкаммонийный шенит $(\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ хромоаммонийные квасцы $(\text{NH}_4\text{Cr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$ алюмоаммонийные квасцы $(\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$

- Проведение процесса гомогенизации.
 - механическая гомогенизация (метод прокаливания)
 - химическая гомогенизация (метод карбонатного соосаждения)
- Спекание образцов в высокотемпературной печи (отжиг в печи на 900°C и 1200°C)

Последним этапом работы стал анализ цветовых оттенков полученных продуктов.

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

СИНТЕЗ ПРЕКУРСОРОВ

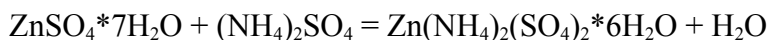
Для получения наших образцов нам понадобилось несколько видов квасцов и шенитов, а именно хромоаммонийные квасцы, алюмоаммонийные квасцы, а также кобальтовый, никелевый и цинковый шениты.

Синтез цинкаммонийного шенита — $\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$

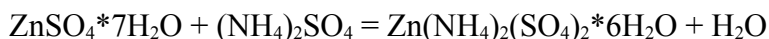
Для приготовления данного вещества мы воспользовались кристаллогидратом $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Приготовили горячий концентрированный раствор сульфата аммония и прилили к нему концентрированный раствор сульфата цинка, взятый при комнатной температуре. Раствор был медленно охлаждён до комнатной температуры. Растворимость шенита меньше растворимости сульфатов, поэтому при охлаждении выпадает белый осадок $\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Далее продукт был отфильтрован под водоструйным насосом и поставлен сушиться.

При смешивании протекала реакция:



Расчеты:



$$M(\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 401 \text{ г/моль}$$

$$\nu(\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 30/401 \text{ моль} = \nu(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,0075 \text{ моль}$$

$$\nu((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 0,075 \text{ моль}$$

$$m(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 21,5 \text{ г.}$$

$$m((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 9,9 \text{ г.}$$

Растворимость $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ при 20°C равна $165\text{г}/100\text{г}(\text{H}_2\text{O})$

$$V(\text{H}_2\text{O}) = 13 \text{ мл.}$$

Теоретический выход $m_{\text{теор}} = 30 \text{ г.}$

Практический выход составил $25,89 \text{ г.}$ шенита, значит

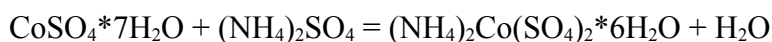
$$\eta = m_{\text{прак}}/m_{\text{теор}} = 25,89/30 = 0,86 \text{ (86\%)}$$

Синтез кобальтаммонийного шенита — $\text{Co}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$.

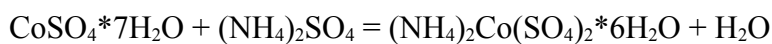
Использовались кристаллогидраты $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Кобальтаммонийный шенит получали аналогичным методом. Осадок, выпавший при охлаждении $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, имел розовый цвет, обусловленный наличием в соединении ионов кобальта.

При смешивании протекала реакция:



Расчеты:



$$M((\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 395 \text{ г/моль}$$

$$\nu((\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 30/395 \text{ моль} = \nu(\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,076 \text{ моль}$$

$$\nu((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 0,076 \text{ моль}$$

$$m((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 10 \text{ г.}$$

$$m(\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 20,29 \text{ г.}$$

Растворимость $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ при 20°C равна 87г/100г(H_2O)

$$V(\text{H}_2\text{O}) = 23 \text{ мл.}$$

Теорический выход $m_{\text{теор}} = 30 \text{ г.}$

Практический выход составил 17,83 г. шенита, значит

$$\eta = m_{\text{прак}}/m_{\text{теор}} = 17,83/30 = 0,58 \text{ (58\%)}$$

Алюмоаммонийные квасцы, хромоаммонийные квасцы и никелевый шенит были взяты из запасов практикума.

СИНТЕЗ ШПИНЕЛЕЙ

В таблицах 1, 2, 3 указаны массы навесок прекурсоров, необходимых для получения шпинелей вида: $\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Zn}(\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x)_2\text{O}_4$ - с различным содержанием Co, Ni и Cr соответственно.

X	Состав	$m((\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	$m((\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	$m(\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$
0,1	$\text{Co}_{0,1}\text{Zn}_{0,9}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,15	0,98	2,53
0,25	$\text{Co}_{0,25}\text{Zn}_{0,75}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,27	0,81	2,45
0,5	$\text{Co}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,59	0,62	2,71
0,65	$\text{Co}_{0,65}\text{Zn}_{0,35}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,71	0,39	2,53
0,8	$\text{Co}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,88	0,22	2,54

Таблица 1.

X	Состав	$m((\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	$m((\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	$m(\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$
0,5	$\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,55	0,56	2,53
0,6	$\text{Ni}_{0,6}\text{Zn}_{0,4}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,67	0,45	2,54
0,7	$\text{Ni}_{0,7}\text{Zn}_{0,3}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,77	0,34	2,53
0,8	$\text{Ni}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,88	0,22	2,54
0,9	$\text{Ni}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{Al}_2\text{O}_4$	0,99	0,11	2,54

Таблица 2.

X	Состав	$m(\text{NH}_4\text{Cr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$	$m((\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	$m(\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$
0,4	$\text{Zn}(\text{Al}_{0,6}\text{Cr}_{0,4})_2\text{O}_4$	0,94	0,99	1,34
0,5	$\text{Zn}(\text{Al}_{0,5}\text{Cr}_{0,5})_2\text{O}_4$	1,15	0,96	1,09
0,6	$\text{Zn}(\text{Al}_{0,4}\text{Cr}_{0,6})_2\text{O}_4$	1,32	0,92	0,83
0,7	$\text{Zn}(\text{Al}_{0,3}\text{Cr}_{0,7})_2\text{O}_4$	1,53	0,92	0,62
0,8	$\text{Zn}(\text{Al}_{0,2}\text{Cr}_{0,8})_2\text{O}_4$	1,61	0,84	0,76

Таблица 3.

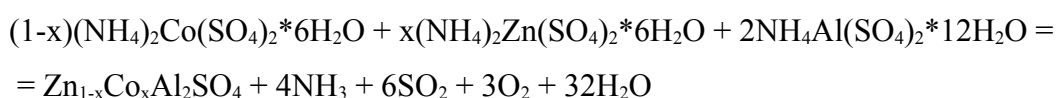
Получение шпинелей методом спекания.

- $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4 / \text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{O}_4$

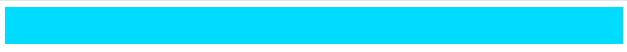
Для синтеза веществ с соответствующей общей формулой нам понадобились алюмоаммонийные квасцы цинкаммонийный шенит, кобальтаммонийный (для синтеза шпинелей с общей формулой $Zn_{1-x}Co_xAl_2O_4$) и никельаммонийный (для синтеза шпинелей с общей формулой $Zn_{1-x}Ni_xAl_2O_4$) шениты. Ион кобальта или никеля в данном случае замещает цинк в структуре шпинели, входя при этом в тетраэдрическое положение. В нужных пропорциях (см. Таблица 1, 2) порошки смешивались и перетирались в ступке (мы двигались в сторону увеличения концентрации красителя). В первую очередь отжиг смесей проводился на газовой горелке. Данный процесс осуществлялся под вытяжным шкафом, до прекращения выделения газов. В процессе отжига выделялся белый дым, очевидно смесь газов SO_2 , NH_3 и O_2 . Такое прокаливание происходит в собственной кристаллизационной воде, что приводит к образованию пузыря на поверхности расплава. Далее в алуновом тигле смесь прокаливали на воздушной горелке. Прокаливание происходит в кипящем слое, при этом смесь раскаляется докрасна. Полученные смеси повторно перетирали и отжигали в печи при температуре $900^\circ C$. Рентгенофазовый анализ не выявил наличия одной фазы. После этого все образцы серии были повторно помещены в печь для отжига при температуре $1200^\circ C$.

При синтезе образцов $Zn_{1-x}Co_xAl_2SO_4$ были получены мелкодисперсные порошки с синим оттенком, изменяющимся от нежно-голубого до пронзительно-синего

Общая реакция, протекавшая при методе твердофазного синтеза:



Выход продуктов реакции 58-64% от теоретического.

Состав образца.	Цвет.
$Co_{0,1}Zn_{0,9}Al_2O_4$	
$Co_{0,25}Zn_{0,75}Al_2O_4$	
$Co_{0,5}Zn_{0,5}Al_2O_4$	
$Co_{0,65}Zn_{0,35}Al_2O_4$	
$Co_{0,8}Zn_{0,2}Al_2O_4$	

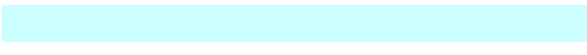
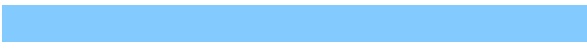
При синтезе образцов $Zn_{1-x}Ni_xAl_2SO_4$ были получены мелкодисперсные порошки светло-голубого цвета. Интенсивность голубого цвета постепенно увеличивалась с увеличением содержания никеля в шпинели.

Общая реакция, протекавшая при методе твердофазного синтеза:

$$(1-x) (\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + x(\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 2\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O} =$$

$$= \text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{SO}_4 + 4\text{NH}_3 + 6\text{SO}_2 + 3\text{O}_2 + 32\text{H}_2\text{O}$$

Выход продуктов реакции 65-70% от теоретического.

Состав образца.	Цвет.
$\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Al}_2\text{O}_4$	
$\text{Ni}_{0,6}\text{Zn}_{0,4}\text{Al}_2\text{O}_4$	
$\text{Ni}_{0,7}\text{Zn}_{0,3}\text{Al}_2\text{O}_4$	
$\text{Ni}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Al}_2\text{O}_4$	
$\text{Ni}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{Al}_2\text{O}_4$	

- $\text{Zn}(\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x)_2\text{O}_4$

Для синтеза веществ с соответствующей общей формулой нам понадобились алюмоаммонийные, хромоаммонийные квасцы и цинковый шенит. Ион Cr^{3+} замещает Al в октаэдрическое положение. В нужных пропорциях (см. Таблица 3) порошки смешивались и перетирались в ступке. Принцип синтеза не отличается от предыдущих двух.

Можно отметить, что при прокаливании на газовой горелке расплав приобретает окраску цвета молодой листвы. Окраска конечных продуктов не однотипна. Она изменяется от бледно-розового, через насыщенный розовый к зелёной.

Выход продуктов реакции составил 48-52% от теоретически возможного.

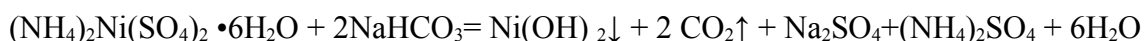
Состав образца.	Цвет.
$\text{Zn}(\text{Al}_{0,6}\text{Cr}_{0,4})_2\text{O}_4$	
$\text{Zn}(\text{Al}_{0,5}\text{Cr}_{0,5})_2\text{O}_4$	
$\text{Zn}(\text{Al}_{0,4}\text{Cr}_{0,6})_2\text{O}_4$	
$\text{Zn}(\text{Al}_{0,3}\text{Cr}_{0,7})_2\text{O}_4$	
$\text{Zn}(\text{Al}_{0,2}\text{Cr}_{0,8})_2\text{O}_4$	

Получение шпинели методом совместного соосаждения.

Данным методом были получены следующие шпинели: $\text{Zn}_{0,2}\text{Co}_{0,8}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Zn}_{0,2}\text{Co}_{0,5}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Zn}_{0,5}\text{Ni}_{0,5}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Zn}_{0,1}\text{Ni}_{0,9}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Zn}(\text{Al}_{0,4}\text{Cr}_{0,6})_2\text{O}_4$

В качестве осаждающего реагента мы использовали NaHCO_3

Навески исходных веществ брались те же что и для метода спекания. Количество NaHCO_3 рассчитывалось по уравнениям реакций, суммировалось и бралось в 20% избытке.



Смесь постепенно маленькими порциями засыпали в большой объем горячей воды ($T = 80-100^\circ\text{C}$, $V = 800-1000$ мл) при постоянном перемешивании на магнитной мешалке. При этом растворение сопровождалось бурной реакцией с выделением газов и паров и последующим помутнением раствора — выпадением различных нерастворимых соединений металлов (гидроксидов, карбонатов, гидрокарбонатов) в осадок.

Далее раствор оставляли отстаиваться и охлаждаться. После полного отстаивания хлопьевидного осадка верхний слой раствора был слит. Для удаления остатков растворенного гидрокарбоната натрия в раствор доливалась горячая дистиллированная вода в большом количестве. Раствор перемешивался и снова оставлялся отстаиваться. Эта процедура проводилась несколько раз для каждого раствора. Каждый раз бралась проба на наличие сульфат- и карбонат-анионов: часть раствора сливалась в пробирку с нитратом бария, который дает белый осадок с каждым из анионов. При наличии данного осадка раствор снова заливался горячей дистиллированной водой.

После полного вымывания анионов сульфата и карбоната из раствора он фильтровался на бумажном фильтре и высушивался в печи. Осадок перетирался в ступке, затем предварительно отжигался на газовой горелке. Отжиг проводился до полного прекращения выделения газов и паров. После этого получившиеся смеси повторно перетирались и отжигались в печи при $t = 1200^\circ\text{C}$.

Для шпинелей, общая формула которых $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ выход продуктов реакции 51-55% от теоретически возможного.

Для шпинелей, общая формула которых $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ выход продуктов реакции составил 53-61% от теоретически возможного.

Для шпинелей, общая формула которых $\text{Zn}(\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x)_2\text{O}_4$ выход продуктов реакции 42-46% от теоретически возможного.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

ВЫВОДЫ:

1. Методами химической и механической гомогенизации в общей сумме было получено 15 образцов составов: $Zn_{1-x}Ni_xAl_2O_4$, $Zn_{1-x}Co_xAl_2O_4$ и $Zn(Al_{1-x}Cr_x)_2O_4$
2. Прослежена зависимость окраски конечного соединения от концентрации замещающего иона
 - а) Для твёрдых растворов со структурой шпинели $Zn_{1-x}Ni_xAl_2O_4$ установлено, что окраска переходит от светло-голубой до сине-зелёной при увеличении x от 0,5 до 0,9
 - б) Для твёрдых растворов со структурой шпинели $Zn_{1-x}Co_xAl_2O_4$ установлено, что окраска переходит от голубого до насыщенного синего при увеличении x от 0,1 до 0,8
 - в) Для образцов, общая формула которых $Zn(Al_{1-x}Cr_x)_2O_4$, прослежена зависимость изменения окраски от концентрации; при возрастании концентрации от 0,4 до 0,8 бледно-розовая окраска становится более яркой, при дальнейшем возрастании концентрации розовый цвет меняет на буро-зеленый, а потом просто зеленый. Такая закономерность связана с тем, что при концентрации хрома около 0,8 проходит граница растворения и далее оксид хрома выпадает отдельной фазой.
3. Подтверждено предположение, что отжиг на 1200 градусов обеспечивает более полное уравнивание образцов, чем отжиг на 900 градусов.
4. Образцы, полученные методом соосаждения (по данным РФА) принципиально не отличаются от образцов полученных методом спекания. Однако выход реакции более высокий при получении сложных оксидов методом твердофазного синтеза.

Сдано:

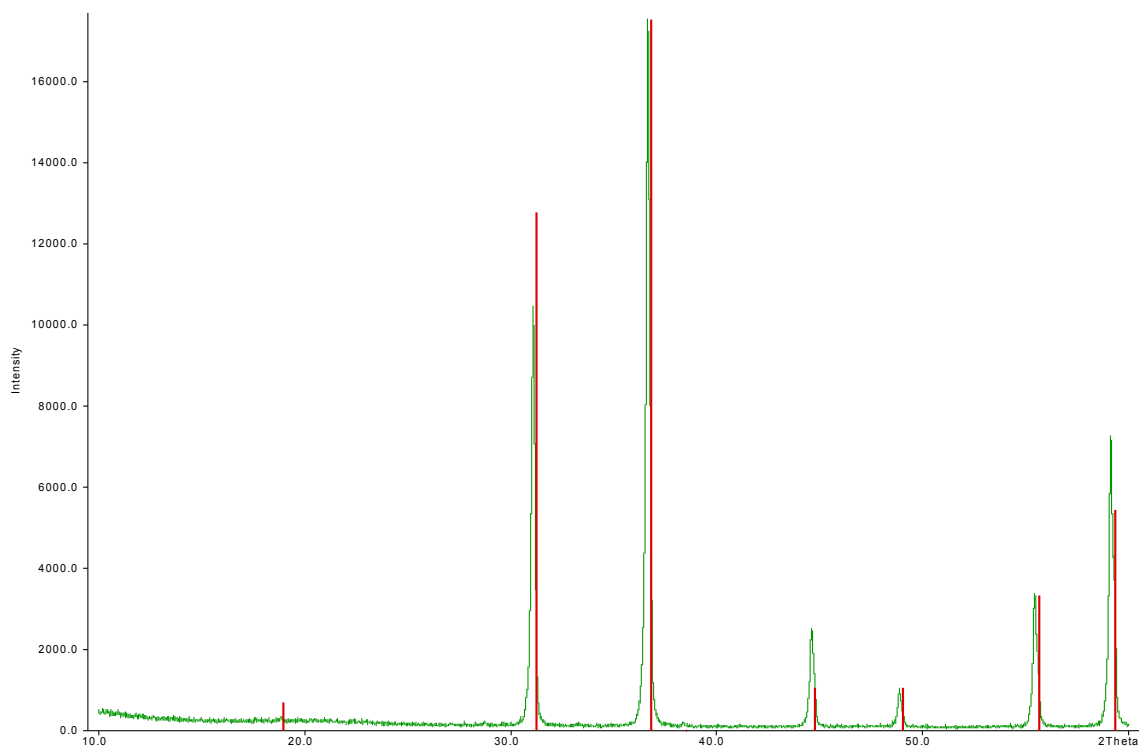
1. $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ — 15,79 г.
2. $(NH_4)_2Zn(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ — 13,27 г.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

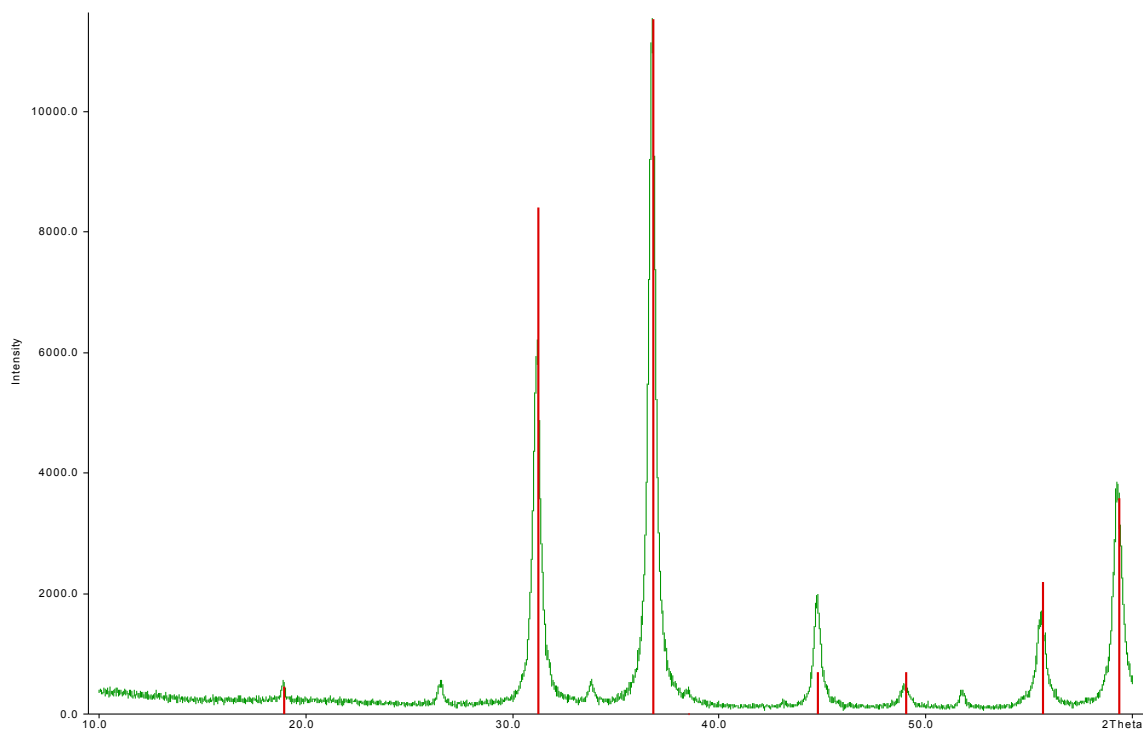
1. Минералы. Справочник. Т. 2, в. 3, М., 1967.
2. Практикум по неорганической химии. Под редакцией Ю.Д. Третьякова. И.Ц. «Академия», М, 2004.
3. Практикум по неорганической химии. Под редакцией В.П. Зломанова. Изд-во МГУ, М, 1994.
4. А.И. Баранов, П.С. Бердоносов, Д.О. Чаркин «Методическая разработка к практикуму: Начала химического эксперимента», изд-во МГУ, 2005

ПРИЛОЖЕНИЕ

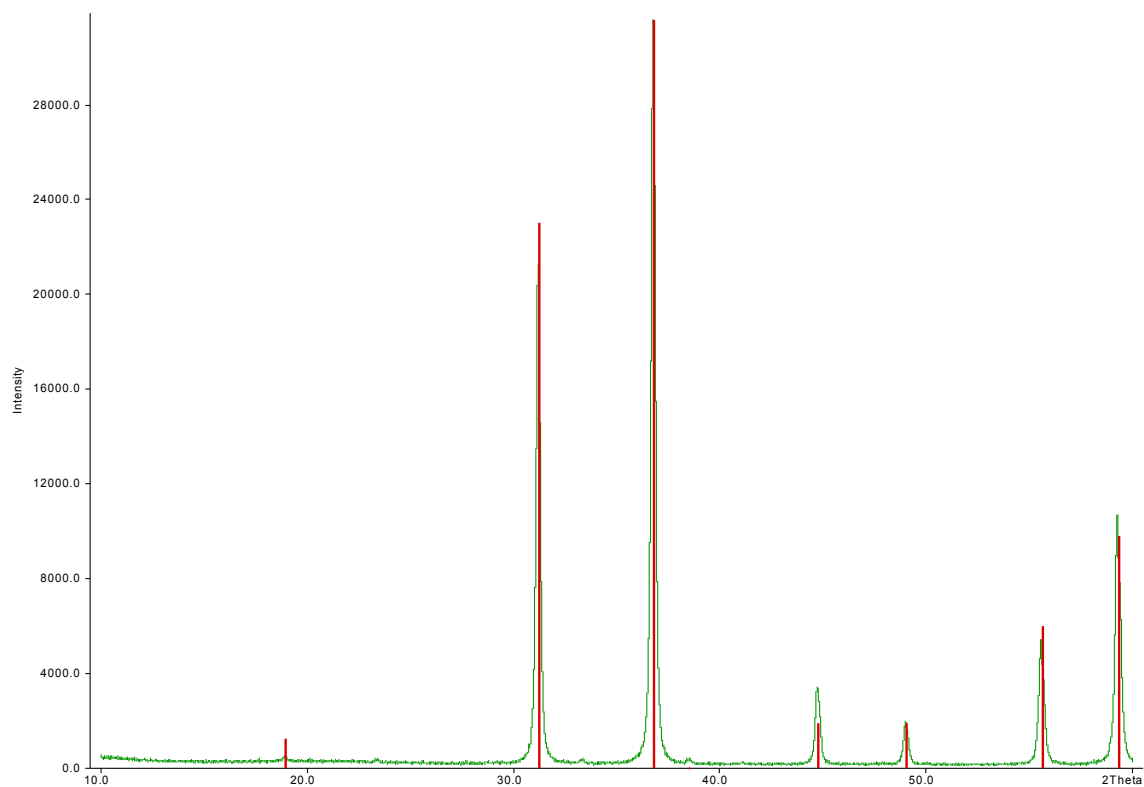
1. Рентгенофазовый анализ образца $\text{Zn}_{0,75}\text{Co}_{0,25}\text{Al}_2\text{O}_4$ (метод-сплавление, 1200°C), посторонние фазы отсутствуют.



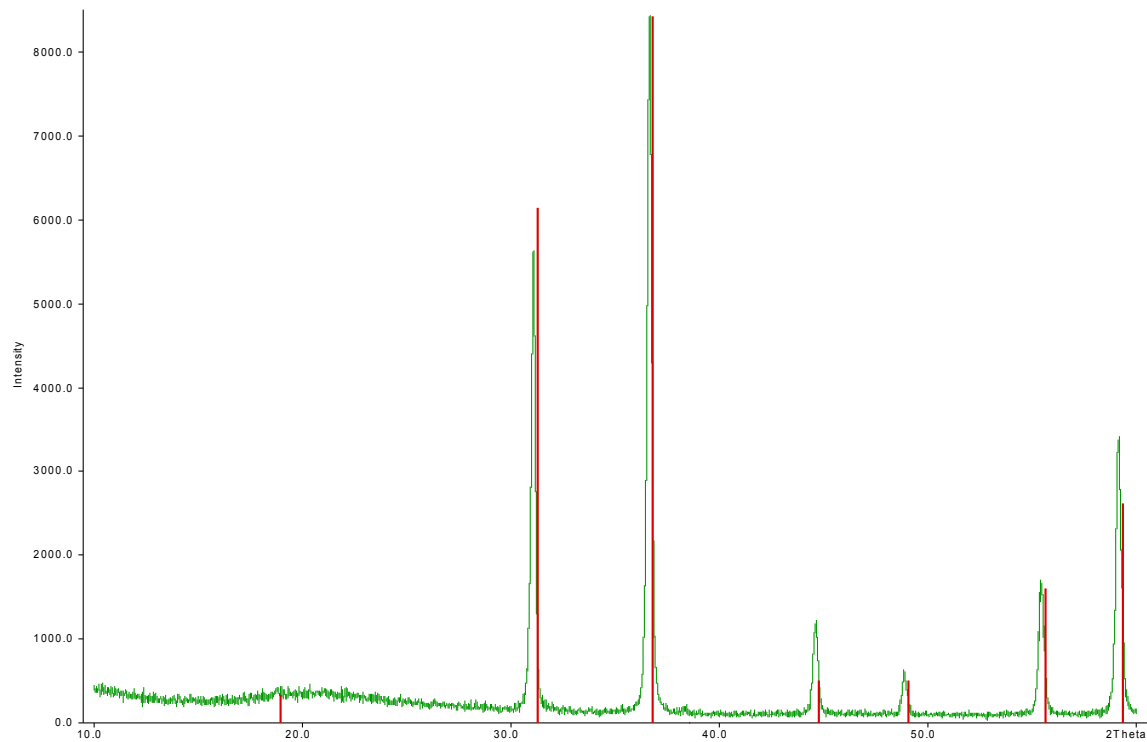
2. Рентгенофазовый анализ образца $\text{Zn}_{0,75}\text{Co}_{0,25}\text{Al}_2\text{O}_4$ (метод-сплавление, 900°C), посторонние фазы присутствуют. Не удалось определить их природу.



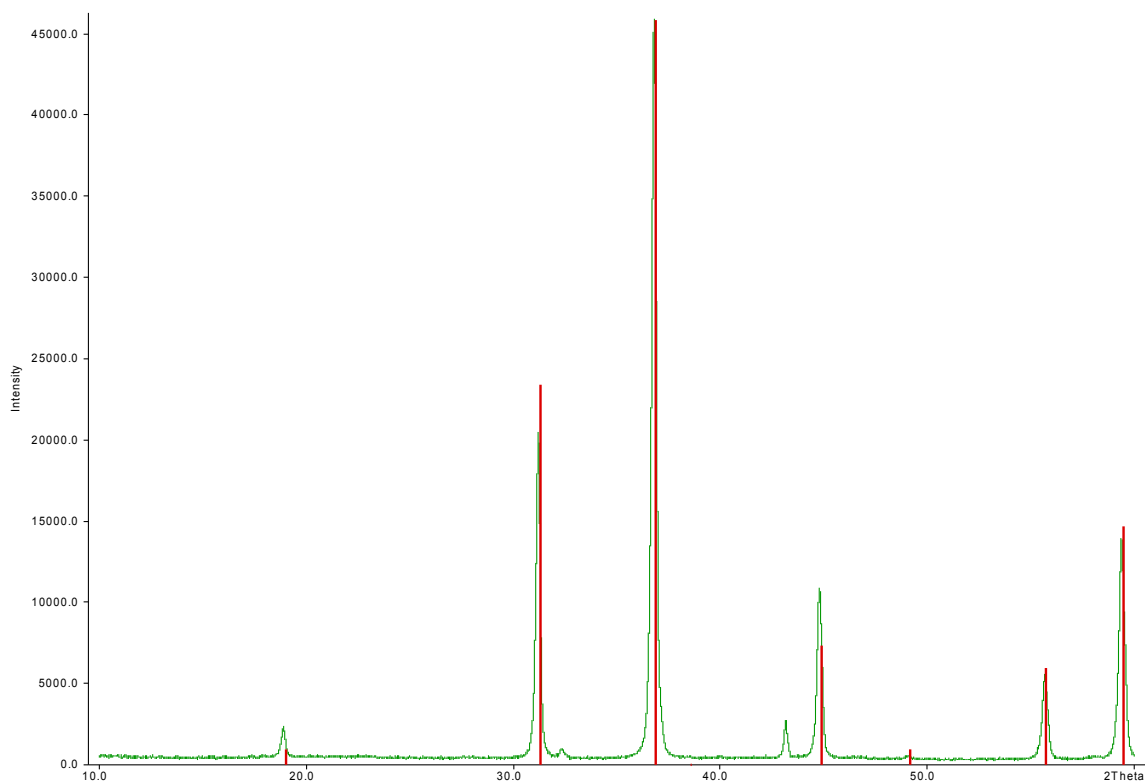
3. Рентгенофазовый анализ образца $\text{Zn}_{0,5}\text{Co}_{0,5}\text{Al}_2\text{O}_4$ (метод-сплавление, 1200°C),
посторонние фазы отсутствуют.



4. Рентгенофазовый анализ образца $\text{Zn}_{0,5}\text{Co}_{0,5}\text{Al}_2\text{O}_4$ (метод-соосаждение, 1200°C),
посторонние фазы отсутствуют.



5. Рентгенофазовый анализ образца $\text{Zn}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{Al}_2\text{O}_4$ (метод-сплавление, 1200°C), присутствует примесь твёрдого раствора на основе NiO.



6. Рентгенофазовый анализ образца $\text{Zn}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{Al}_2\text{O}_4$ (метод-сплавление, 900°C), присутствует примесь NiO (чётко выраженный пик).

