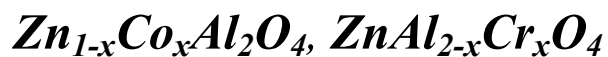


Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова

Факультет наук о материалах

Отчёт по десятинедельному практикуму

Синтез шпинелей состава



Работу выполнили

студенты 1-го курса

Долгополова Екатерина

Горчаков Дмитрий

Научные руководители:

Гаршев А.В.

Жиров А.И.

Брылев О.А.

Коренев Ю.М.

г. Москва 2009 год

Оглавление.

Оглавление	2
Введение	3
Литературный обзор	4
Цели и задачи	5
Экспериментальная часть	6
Синтез прекурсоров	6
О синтезе	6
Цинкаммонийный шенит	6
Кобальтаммонийный шенит	7
Магнийаммонийный шенит	7
Хромаммонийные квасцы	8
Синтез шпинелей	10
Метод механической гомогенизации	10
Метод осаждения с гидрокарбонатом натрия	10
Метод оксалатного соосаждения	10
Анализ полученных результатов	11
Итоги синтезов	12
Пожелания и благодарности	13
Приложения	14
Литература	16

Введение.

Шпинель — минерал кубической сингонии.

Среди очень разнообразных разновидностей шпинели различают:

- Благородную шпинель — прозрачные кристаллы шпинели, окрашенные в красивые цвета (если густой красный — то называют рубиновая шпинель, если розовый — рубин-балэ). Главные месторождения благородной шпинели — острова Цейлон, Борнео, Индия. Вместе с рубином благородная розовая шпинель добывается на высокогорном месторождении Кугеляль (Памир, Таджикистан).
- Обыкновенную шпинель, плеонаст или цейлонит — шпинель, с большим содержанием железа, тёмно-бурого, чёрного или тёмно-зелёного цвета. Встречается часто, иногда в очень больших кристаллах. В России много плеонаста на Урале, в Шишимских и Назямских горах.
- Хромовую шпинель — пикотит, чёрного цвета, часть алюминия замещена хромом.
- Ганит — цинковая шпинель, где магний замещён железом и цинком.

В древности ярко-красные шпинели не отличали от рубина (окрашенного хромом оксида алюминия Al_2O_3) и от граната-пиропа - карбункулом древних мог быть любой из этих трех камней. Ограненные шпинели способны как бы светиться в сумерках. Красный лал (рубиновая шпинель), прозрачный и чистый, напоминает рубин, иногда превосходит его по красоте и блеску, но уступает ему по твердости: стирается в углах и ребрах. Некоторые из знаменитых рубинов на поверку оказались красной шпинелью. Шпинель высокого качества является достаточно дорогим ювелирным камнем, обладающим сильным блеском при любом освещении. При искусственном или недостаточном освещении темные шпинели могут выглядеть мрачновато, а светлые как бы светятся изнутри

Литературный обзор.

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

Характерные свойства:

- высокая твердость (5—8 по минералогической шкале)
- химическая и термическая устойчивость
- магнитные свойства (в горных породах)
- высокотемпературные условия образования
- устойчивость к выветриванию
- сохранение в россыпях

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.

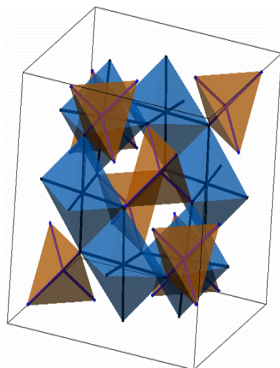


Рис.1 Графическое изображение шпинели

Графическое изображение шпинели представлено на рис.1. 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- Fe_2O_3).

Цели и задачи.

Основной целью нашей работы являлось получение твердых растворов состава $Zn_{1-x}Co_xAlO_4$, $ZnAl_{2-x}Cr_xO_4$. За основу была взята шпинель $ZnAl_2O_4$. В качестве замещающих ионов были взяты ионы Co^{2+} (замещение иона цинка в тетраэдрическом положении) и Cr^{3+} (замещение иона алюминия в октаэдрическом положении).

Перед нами были поставлены задачи:

- Получить твердые растворы состава $Zn_{1-x}Co_xAlO_4$, $ZnAl_{2-x}Cr_xO_4$
- Исследовать их истинность методом рентгено-фазового анализа
- Выявление наилучшего метода получения продуктов
- Исследование зависимости изменения окраски конечных соединений от концентрации иона-заместителя в структуре исходной шпинели.

Растворы были получены методами:

- механическая гомогенизация (прокаливание соответствующих прекурсоров под тягой на горелке)
- химическая гомогенизация (соосаждение соединений из раствора гидрокарбонатом натрия, аммиачным раствором)
- керамический метод

Этапы синтеза:

1) Получение прекурсоров

- цинкаммонийный шенит $Zn(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$
- кобальтаммонийный шенит $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$
- хромоаммонийные квасцы $NH_4Cr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$
- магнийаммонийный шенит

2) Гомогенизация прекурсоров:

- механическая (метод прокаливания)
- химическая (метод осаждения)

3) Спекание образцов в высокотемпературной печи

4) Анализ полученных результатов (РФА, расчет параметров решетки)

Экспериментальная часть.

Синтез прекурсоров.

О синтезе.

Для выполнения работы на практикуме требовалось 5 видов прекурсоров: цинкаммонийный, кобальтаммонийный и магнийаммонийный шениты, а также хромаммонийные и алюмоаммонийные квасцы. Из них алюмоаммонийные квасцы имелись на практикуме в готовом состоянии, остальные виды прекурсоров были синтезированы в ходе работ.

Любой из этих синтезов был основан на том, что растворимость конечных продуктов заметно ниже растворимостей реагентов при комнатной температуре, в связи с чем ко всем шенитам применима одна схема синтеза:

1. Приготавливались горячие насыщенные растворы реагентов, которые сливались в один химический стакан, после чего он помещался в кристаллизатор.

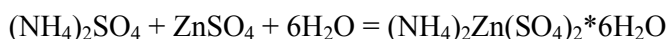
2. Стакан тёрли с внутренней стороны стеклянной палочкой для создания центров кристаллизации, что способствовало выпадению осадка, а раствор регулярно перемешивали для предотвращения слёживания продукта реакции.

3. Получившийся осадок фильтровали небольшим количеством дистиллированной воды или спирта на стеклянном фильтре для удаления растворимых примесей, содержащихся в маточнике, после чего перемещали при помощи металлического шпателя в отдельную чашку и оставляли на некоторое время до полного высыхания.

4. После высыхания вещество взвешивали и использовали для синтеза шпинелей, либо помещали в общую банку с этим веществом.

Синтез цинкаммонийного шенита.

Синтезу соответствует уравнение реакции:



$$M((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 132 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{ZnSO}_4) = 161.4 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{H}_2\text{O}) = 18 \text{ г/моль}$$

$$M((\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 401.4 \text{ г/моль}$$

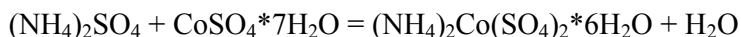
Поскольку был использован насыщенный раствор сульфата цинка, то необходимо было узнать количество сульфата цинка в нём. Температура в лаборатории 21 градус по Цельсию. При температурах 20 и 25 градусов Цельсия растворимость сульфата цинка составляет 54.1 и 58.0 г/100 мл воды соответственно. Тогда при 21 градусе по Цельсию растворимость сульфата цинка составляет приблизительно 55 г/100 мл воды. Изменением объёма при растворении можно пренебречь.

Для синтеза 50 г шенита требовалось 16.44 г $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ и 20.10 г ZnSO_4 , что соответствует 36.55 мл насыщенного раствора сульфата цинка. Сульфат аммония брался в 10-15% избытке для увеличения выхода продукта реакции, что также нивелировало погрешность вычисления.

Всего было произведено три синтеза: один в расчёте на 15 г шенита (пробный) и два в расчёте на 50 г шенита. После каждого из синтезов было получено 8.62, 37.77 и 38.28 г шенита соответственно. Выход продукта реакции составил 57.47%, 75.54% и 76.56% соответственно. Итого было получено 84.67 г цинкаммонийного шенита. Средний выход продукта составил 73.63%.

Синтез кобальтаммонийного шенита.

Синтезу соответствует уравнение реакции:



$$M((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 132 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 281 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{H}_2\text{O}) = 18 \text{ г/моль}$$

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

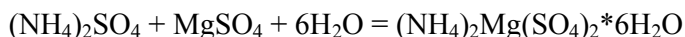
В данном случае трудность синтеза составило то, что на практикуме не было чистого семиводного кристаллогидрата сульфата кобальта, о чем можно было судить по различной окраске сульфата кобальта в верхней и нижней частях банки, к тому же вещество слежалось и было трудно его извлечь. По-видимому, часть воды испарилась. В связи с этим достоверно прогнозировать состав кристаллогидрата оказалось невозможным. Поэтому нельзя рассчитать реальный выход продукта реакции.

Для успешного синтеза пришлось брать сульфат аммония в заметном избытке. Каждый раз для синтеза бралось 20 г кристаллогидратов сульфата кобальта. Если считать, что в банке находился семиводный кристаллогидрат, то масса сульфата аммония должна составить 9.4 г. При первом синтезе было взято 10 г сульфата аммония. Было получено 12.69 г шенита кобальта.

Если считать, что кристаллогидрат одноводный, то требуется 15.26 г сульфата аммония. Следующие синтезы проводились исходя из расчёта 20 г кристаллогидратов сульфата кобальта и 15 г сульфата аммония. Выход продукта реакции заметно повысился. В последующем синтезе было получено 20.41 г шенита. В двух следующих – 43.01 г. Итого получено 76.11 г кобальтового шенита.

Синтез магнийаммонийного шенита.

Синтезу соответствует уравнение реакции:



$$M((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 132 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{MgSO}_4) = 120 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{H}_2\text{O}) = 18 \text{ г/моль}$$

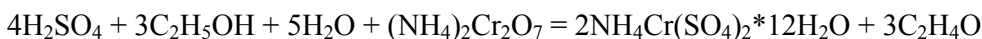
$$M((\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 360 \text{ г/моль}$$

Синтез проводился в расчёте на 20 г MgSO_4 , при этом требуемая масса сульфата аммония составляет 21.95 г. Теоретический выход продукта реакции 60 г. Сульфат аммония брался в 10% избытке.

В итоге после первого синтеза было получено 20.69 г шенита. В ходе двух других 46.77 г продукта. Выход продукта реакции составил 34.48% и 38.98% соответственно. Итого получено 67.46 г шенита. Средний выход продукта реакции составил 37.48%.

Синтез хромаммонийных квасцов.

Синтезу соответствует уравнение реакции:



$$M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 46 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{H}_2\text{O}) = 18 \text{ г/моль}$$

$$M((\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 252 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{C}_2\text{H}_4\text{O}) = 44 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{NH}_4\text{Cr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}) = 478 \text{ г/моль}$$

В данной реакции хром восстанавливается спиртом при участии серной кислоты, которая в данном случае выступает как в роли реагента, так и в роли катализатора, создавая хорошие условия для окисления спирта дихроматом. Чтобы хром восстановился полностью, необходимо создать для этого максимально комфортные условия, в связи с чем спирт и серная кислота берутся в двойном избытке, причём избыток спирта можно и увеличить, поскольку именно он является восстановителем. В действительности было взято дополнительно 20% избытка спирта (итого избыток составил 240%).

Для синтеза решено было взять 10,08 г дихромата аммония, поскольку это составляет ровно 0.04 моль. В таком случае без избытка спирта требуется 5.52 г, а серной кислоты 15.68 г. Проблема лишь в том, что вещества эти жидкие. Для синтеза использовались 70% серная кислота и 96% спирт. Тогда требуется 22.4 г серной кислоты (70%) и 5.75 г спирта (96%).

Для вычисления требуемых объёмов веществ были экспериментально измерены плотности исходных жидкостей: в колбу на весах заливался фиксированный объём раствора, затем он делился на разницу массы в ходе приливания жидкости. Выяснилось, что 30.9 мл серной кислоты (70%) весят 43.25 г, а 18,5 мл спирта (96%) весят 14,79 г. Погрешность массы 0.01 г, погрешность объёма 0.5 мл. Тогда плотности жидкостей равны 1.4 и 0.8 г/мл соответственно. С учётом требуемого двойного избытка требовалось 32 мл серной кислоты (70%) и 14.375 мл спирта (96%). Избыток спирта дополнительно увеличили на 20%, в итоге было взято 17.25 мл спирта (96%).

Поскольку требовалось снизить массовую долю серной кислоты в растворе для полного растворения дихромата аммония, по изначальной задумке было необходимо дополнительно $(15.68/0.4 - 22.4) \cdot 2 = 33.6$ мл воды при расчёте на 40% массовой доли серной кислоты. Для увеличения выхода продукта реакции было решено взять только 24 мл воды, что соответствовало 45.58% массовой доли серной кислоты. Этого тоже было достаточно для полного растворения дихромата аммония при нагревании. После охлаждения он не конденсировался, а значит, можно было осуществить следующую схему синтеза:

Ход синтеза:

Все работы с растворами проводятся под вытяжным шкафом.

1. Высыпать требуемую порцию дихромата аммония в стакан с фиксированным количеством воды и медленно разбавить серной кислотой до требуемой концентрации. При этом колба с реагентами держится в кристаллизаторе, а раствор в колбе регулярно перемешивается. При смешивании воды и серной кислоты выделяется энергия, из-за чего раствор нагревается, а дихромат аммония лучше растворяется в жидкости. Если дихромат не растворился до конца, то необходимо подогреть и перемешать раствор – от этого он растворится полностью. После этого необходимо охладить раствор в кристаллизаторе приблизительно до комнатной температуры.

2. По каплям приливаем спирт в раствор. Идёт выделение большого количества тепла,

поэтому стакан на время добавления спирта ставим в кристаллизатор. При заметном нагревании воды в кристаллизаторе прекращаем доливать спирт и обновляем воду.

3. Если всё сделано правильно, то раствор приобретёт тёмно-зелёную окраску и через некоторое время выпадает осадок. Чтобы он не слежался, следует регулярно перемешивать вещества в стакане.

4. Маточный раствор сливается в отдельную колбу и может быть повторно использован для синтеза квасцов после выпаривания. Осадок помещается на стеклянный фильтр и фильтруется очень малым количеством дистиллированной воды, а лучше спиртом, чтобы квасцы не растворялись.

5. Квасцы извлекаются при помощи металлического шпателя в чашечку, после чего их оставляют на некоторое время до высыхания. Затем они могут быть использованы при синтезе шпинелей или помещены в общую ёмкость для прекурсоров, имеющуюся на практикуме.

Всего было произведено два синтеза хроаммонийных квасцов. Теоретический выход продукта реакции составляет 38.24 г в расчёте на один синтез. В ходе двух синтезов было получено 11.35 и 11.49 г квасцов. Выход продукта реакции составил 29.68% и 30.05% соответственно. Всего получено 22.84 г квасцов. Средний выход продукта реакции составил 29.86%.

Синтез шпинелей.

Метод механической гомогенизации.

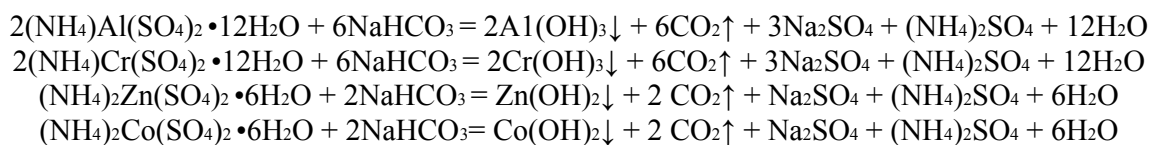
Для достижения лучшей гомогенизации смеси полученных шенитов были перетерты в ступке. После смесь прокаливалась на газовой горелке до прекращения выделения газов, которое было заметно невооруженным глазом. Так как прокаливанию подвергается смесь в собственной кристаллизационной воде, образовывался пузырь на поверхности расплава. Для равномерного прокаливания периодически тигли снимались с огня, остывали, смесь перетирались и прокаливались снова. После прекращения выделения газов смеси пересыпались в алундовые тигли и ставились в печь для высокотемпературной твердофазной реакции. Наибольшая часть шпинелей была получена именно этим способом, поскольку он является самым быстрым и удобным.

Метод химической гомогенизации.

Соосаждение с гидроксидом натрия.

В стакан с кипящей водой на магнитной мешалке высыпалась перемешанная и перетертая смесь необходимых квасцов и предварительно рассчитанное количество сухого гидрокарбоната натрия. Растворение сопровождалось бурным выделением газов и помутнением раствора. В осадок выпадали нерастворимые гидроксиды, карбонаты, гидрокарбонаты. Стакан с полученным раствором оставляли отстаиваться и охлаждаться. После отстаивания верхняя часть раствора сливалась для удаления остатков растворенного гидрокарбоната натрия, в раствор доливалась горячая дистиллированная вода, раствор перемешивался и оставлялся отстаиваться дальше. Пробу на сульфат- и карбонат-анионы проводили добавлением небольшого количества сульфата бария, который дает белый осадок с каждым из анионов. Раствор промывался до прекращения выпадения этого осадка. После полного промывания осадок фильтровался на бумажном фильтре и высушивался в печи, перетирались в ступке и отжигались на газовой горелке до полного прекращения выделения газов. После этого получившиеся смеси повторно перетирались и отжигались в печи.

Уравнения происходящих реакций:



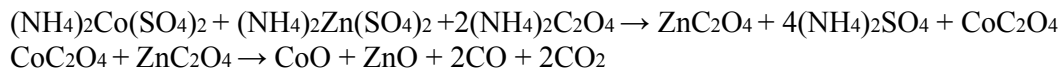
Оксалатное соосаждение.

Второй способ химической гомогенизации — оксалатное соосаждение. Суть этого способа заключается в получении смеси оксалатов цинка и кобальта и в ее дальнейшем прокаливании.

Необходимо приготовить два горячих раствора: первый — смесь шенитов кобальта и цинка, растворенной в дистиллированной воде; второй — раствор оксалата аммония. К раствору оксалата аммония приливался раствор шенитов. При этом наблюдалось выпадение осадка оксалатов кобальта и цинка. Полученный раствор, охлажденный на водяной бане, отфильтровывался на стеклянном фильтре с помощью вакуумного насоса. После этого отфильтрованный и высушенный осадок смешивался с алюмоаммонийными квасцами,

тщательно перетертый в ступке, прокаливался на газовой горелке до прекращения выделения газов. В итоге полученный порошок ставится в печь для дальнейшего прокаливания.

Происходившие реакции:



Анализ результатов.

В случае получения составов $ZnAl_{2-x}Cr_xO_4$ (замещение ионов алюминия ионами хрома в октаэдрическом положении) раствор приобретал темно-зеленый цвет, при прокаливании он светлел.

Cr	Al	Формула шпинели	Цвет
5,00%	95,00%	$Zn(Al_{0,95}Cr_{0,05})_2O_4$	светло-розовый
15,00%	85,00%	$Zn(Al_{0,85}Cr_{0,15})_2O_4$	ярко-розовый
25,00%	75,00%	$Zn(Al_{0,75}Cr_{0,25})_2O_4$	розово-серый
40,00%	60,00%	$Zn(Al_{0,6}Cr_{0,4})_2O_4$	светло-серый
45,00%	55,00%	$Zn(Al_{0,55}Cr_{0,45})_2O_4$	серо-зеленый
60,00%	40,00%	$Zn(Al_{0,4}Cr_{0,6})_2O_4$	бледно-зеленый
75,00%	25,00%	$Zn(Al_{0,25}Cr_{0,75})_2O_4$	зеленый
80,00%	20,00%	$Zn(Al_{0,2}Cr_{0,8})_2O_4$	болотный
90,00%	10,00%	$Zn(Al_{0,1}Cr_{0,9})_2O_4$	ярко-зеленый

При синтезе образцов $Zn_{1-x}Co_xAl_2O_4$ были получены мелкодисперсные порошки с синим оттенком, изменяющимся от нежно-голубого до темно-синего. Причем первоначальный порошок был розового цвета, при прокаливании приобретавший сиреневатый оттенок.

Образцы состава $Zn_{1-x}Co_xAlO_4$ были получены различными методами для сравнения изменения окраски конечного продукта.

Образец	Метод получения	Цвет
$Zn_{0,98}Co_{0,02}AlO_4$	механическая	
$Zn_{0,95}Co_{0,05}AlO_4$	механическая	
$Zn_{0,92}Co_{0,08}AlO_4$	химическая	
$Zn_{0,9}Co_{0,1}AlO_4$	химическая	
$Zn_{0,85}Co_{0,15}AlO_4$	механическая	
$Zn_{0,8}Co_{0,2}AlO_4$	механическая	
$Zn_{0,75}Co_{0,25}AlO_4$	химическая	
$Zn_{0,75}Co_{0,25}AlO_4$	механическая	
$Zn_{0,8}Co_{0,2}AlO_4$	химическая	

Из полученной таблицы видно, что цвет получающихся образцов не зависит от метода получения.

Итоги синтезов.

В ходе синтеза было получено 9 образцов шпинели состава $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ и 9 образцов $\text{ZnAl}_{2-x}\text{Cr}_x\text{O}_4$. Часть этих образцов была отдана на РФА и исследована подробнее.

Также были синтезированы 6 образцов состава $\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$, где x принимал значения 5%, 10%, 15%, 25%, 50% и 90%. Была также получена ринманнова зелень состава $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x$, где x принимал значения 5%, 10%, 50%, 66% и 90%. Для сравнения были синтезированы два образца $\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{O}$ и $\text{MgAl}_{1.8}\text{Cr}_{0.2}\text{O}_4$. К сожалению, из всех этих 13 образцов высокотемпературный отжиг успели пройти только 4: $\text{Mg}_{0.25}\text{Co}_{0.75}\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Zn}_{0.9}\text{Co}_{0.1}$, $\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{O}$ и $\text{MgAl}_{1.8}\text{Cr}_{0.2}\text{O}_4$. Поэтому правильно провести их цветовой анализ проблематично. Стоит лишь отметить, что образцы ринмановой зелени 5% и 10% ярко-зелёные, а остальные чёрные.

Пожелания и благодарности.

Пожелания:

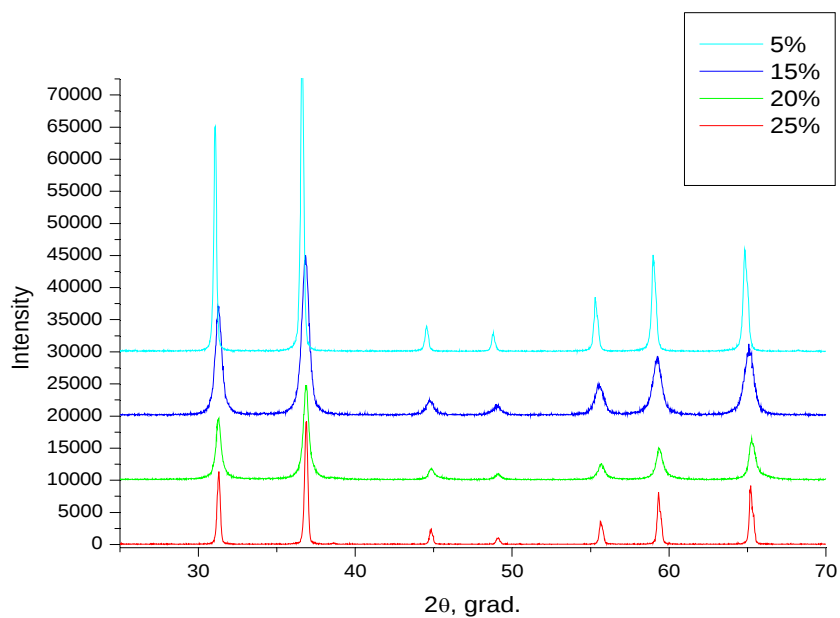
Исследовать как можно большее количество различных образцов системы и более четко установить цветовую зависимость.

Благодарности:

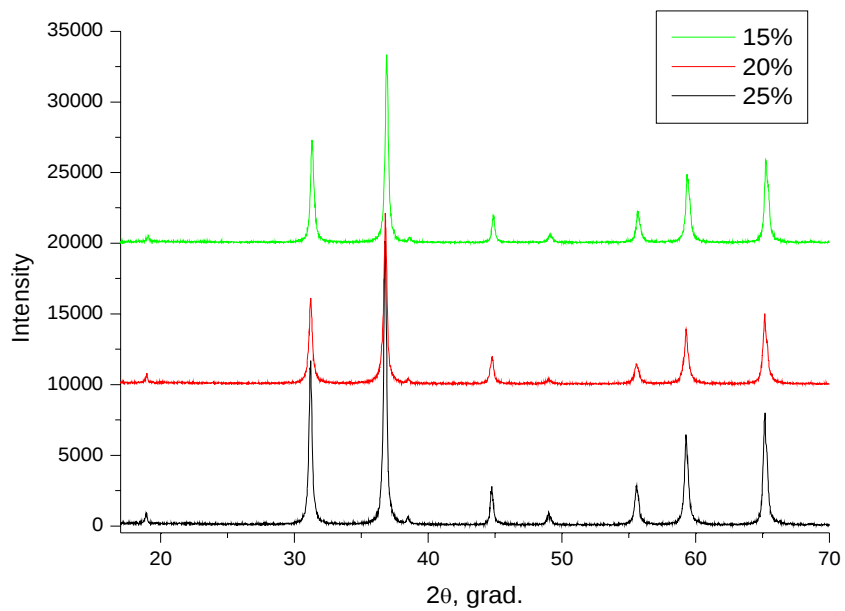
Спасибо нашим преподавателям Жирову Александру Ивановичу, Гаршеву Алексею Викторовичу, Брылеву Олегу Александровичу, Кореневу Юрию Михайловичу, а также всем сотрудникам практикума, которые оказывали нам помощь. Особую благодарность выражаем Гаршеву Алексею Викторовичу в проведении РФА.

Приложения.

Приложение 1. РФА образцов состава $\text{ZnAl}_{2-x}\text{Cr}_x\text{O}_4$.



Приложение 2. РФА образцов состава $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$.



Приложение 3. Расчет параметров кристаллической решетки.

<i>ZnAl_{2-x}Cr_xO₄</i>	
0,05	8,07
0,15	8,07
0,2	8,08
0,25	8,1
0,4	8,09
0,6	8,09
0,75	8,11
0,8	8,1
0,9	8,11

<i>Zn_{1-x}Co_xAl₂O₄</i>	
0,15	8,09
0,2	8,11
0,25	8,1

Литература.

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. Бердоносков, Д.О. Чаркин «Методическая разработка к практикуму: Начала химического эксперимента», изд-во МГУ, 2005

