

*Московский ордена Ленина, ордена Октябрьской
революции и Ордена трудового красного знамени
Государственный Университет им. М.В. Ломоносова*

Факультет наук о материалах

Отчет по десятидневному практикуму

Синтез и исследование шпинели состава



Синтез и исследование ринмановой

зелени $Zn_{1-x}Co_xO$

Руководители:

Жиров А. И.

Брылёв О. А.

Гаршев А. В.

Колесник И. В.

Студенты:

Зуев Д. М.

Паньшина Д. Д.

Москва 24.11.2010

Содержание

ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ РАБОТЫ.....	3
ВВЕДЕНИЕ.....	4
ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	7
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ.....	9
ВЫВОДЫ:.....	29
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	30
БЛАГОДАРНОСТИ.....	30

Цели и задачи работы

Задача нашей работы на десятидневном практикуме заключалась в следующем: получить смешанные оксиды, отвечающие общим формулам $Zn_{1-x}Co_xAl_2O_4$, $ZnAl_{(2-2x)}Cr_2xO_4$, а также $Zn_{1-x}Co_xO$, разными способами; исследовать полученные образцы с помощью рентгенофазового анализа и спектрального анализа.

Главной целью было получение навыков работы в практикуме и приобретение опыта в практической части неорганической химии. В данном отчете представлены способы, которыми мы осуществляли получение шпинелей и ринмановой зелени.



Рисунок 1. Ипанко, Махенге, Морогоро, Танзания. Кристалл 30х30х25 см, весом ~25 кг

Введение

Официально шпинель признана самостоятельным камнем не так давно. В древности красные шпинели, вероятно, редко отличали от рубина.



Рисунок 2. Примеры кристаллов со структурой шпинели:

Чистая шпинель бесцветна, но в природе такие камни встречаются очень редко. Вообще шпинель может быть практически любой — от бесцветной до черной. Качественная ювелирная шпинель встречается не часто. Ее вполне можно отнести к редким камням.

Ювелирными являются следующие разновидности:

- *рубиновая шпинель* — красная;
- *балэ-рубин* — розово-красная;
- *альмандиновая шпинель* — фиолетово-красная;
- *рубицелл* — оранжево-красная, желтая;
- *сапфировая шпинель* — синяя, голубая;
- *хлорошпинель* — ярко-зеленая;

- *плеонаст, цейлонит* — темно-зеленая;
- *ганошпинель* — синяя;
- *пикотит* — чёрная.

Шпинель получила свое название предположительно от латинского слова *spinelle* или *spina*, что означает маленький шип. По другим предположениям название шпинель происходит от греческого слова «спинос» — искра. На Руси шпинель часто называли «лалом». Предположительно в середине IX века на территории России на Памире была гора Лал, где добывался камень, отсюда и появилось такое название шпинели. Название «лал» также связывали с красивой красной разновидностью камня.

Знаменитая шпинель была найдена в месторождении на Памире. В 1986 году там был добыт крупный кристалл розовой шпинели массой в 5,1 кг. Два других великолепных кристалла массой по 520 каратов каждый хранятся в Британском музее естественной истории в Лондоне. Сокровищница иранского шаха в Тегеране хранит в себе две крупных шпинели красивого красного цвета, масса которых приблизительно составляет 500 каратов и 225 каратов. В Лувре хранится ограненная шпинель необычного оттенка красного цвета массой 105 каратов. В Нью-Йоркском Музее естественной истории выставлена еще одна красная шпинель массой 71,5 карат, найденная на Шри-Ланке. Несколько других восхитительных образцов шпинели находятся в Смитсоновском институте в Вашингтоне (США). Это цейлонская пурпурная шпинель весом 45,8 каратов и фиолетовая шпинель весом 29,7 каратов; бирманская индиговая шпинель массой 36,1 карат и красная в 34 карата.

Общие свойства

Для всех минералов характерны высокая твердость (5-8 по шкале Мооса), отсутствие спайности, химическая и термическая устойчивость. Шпинели - основные носители магнитных свойств горных пород. Плотность, отражательная способность, твердость, параметр элементарной ячейки, магнитные и электрические свойства существенно зависят от состава и характера распределения катионов и заметно колеблются в пределах каждой группы. Для всех шпинелидов характерны высокотемпературные условия образования, а в поверхностных условиях они устойчивы к выветриванию и сохраняются в россыпях.

Минералогически наиболее значимыми среди разнообразия шпинелидов являются:

Плеонаст, или *обыкновенная шпинель*, (син. - *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.

Благородная шпинель - прозрачные кристаллы шпинели, окрашенные в красивые цвета (густой красный называют "рубиновая шпинель", розовый - "рубин-балэ" или "лал"). Главные месторождения благородной шпинели - острова Цейлон (Шри-Ланка), Борнео, Индия. Вместе с рубином добывается на высокогорном месторождении Кухилал (Памир, Таджикистан).

Пикотит - хромовая шпинель чёрного цвета. Часть алюминия замещена хромом.

Ганит - цинковая шпинель, магний замещён железом и(или) цинком.

Литературный обзор

Ринманова зелень используется как краситель и является твердым раствором оксида кобальта (CoO) в оксиде цинка (ZnO). Общая формула $Zn_{1-x}Co_x$. Вещество, окрашенное в розовый цвет, имеет содержание CoO не менее 70% и представляет собой раствор оксида цинка в оксиде кобальта (решетка типа NaCl)

Шпинели (назв. от нем. "Spinell"), производные: шпинелиды, - группа минералов класса сложных окислов с общей формулой AB_2O_4 [или $A(A, B)O_4$], где А - Mg^{2+} , Fe^{2+} иногда Zn^{2+} , Mn^{2+} , Be^{2+} (возможны также Co, Ni; В - Al, Fe^{3+} , Cr, Mn, Ti^{4+} , V^{3+}), а В - Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{3+} , реже Ti^{4+} , V^{3+} . Минералы группы шпинели имеют некоторые общие свойства. Большинство из них кристаллизуется в кубической сингонии (в кристаллографии вид симметрии, в которую входят кристаллы, имеющие сходные элементы симметрии и характеризующиеся определенными геометрическими константами. Всего имеется семь сингоний: триклинная, моноклинная, ромбическая, тетрагональная, тригональная, гексагональная, кубическая) и образуют хорошо огранённые кристаллы октаэдрического габитуса (наружный вид кристаллов, определяемый преобладающим развитием граней тех или иных простых форм).

Кристаллохимическая характеристика

Шпинели представляют собой системы твёрдых растворов с широко развитым изоморфизмом катионов А и В. В зависимости от преобладания катиона В различают: алюмошпинели (собственно шпинель $MgAl_2O_4$, герцинит $FeAl_2O_4$, галаксит (Mn, Fe) Al_2O_4 , ганит $ZnFe_2O_4$), ферришпинели (магнезиоферрит $MgAl_2O_4$, магнетит, якобит $MnFe_2O_4$, франклинит $ZnFe_2O_4$, треворит), хромшпинелиды, титаношпинели (ульвешпинель, магнезиальный аналог ульвешпинели $MgTiO_4$ и др.) и ванадиошпинели (кульсонит FeV_2O_4). В пределах каждого изоморфного ряда смесимость минералов полная, а между членами различных рядов - ограниченная. Кристаллизуясь в кубической сингонии, образует в основном октаэдрические кристаллы. 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 ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$).

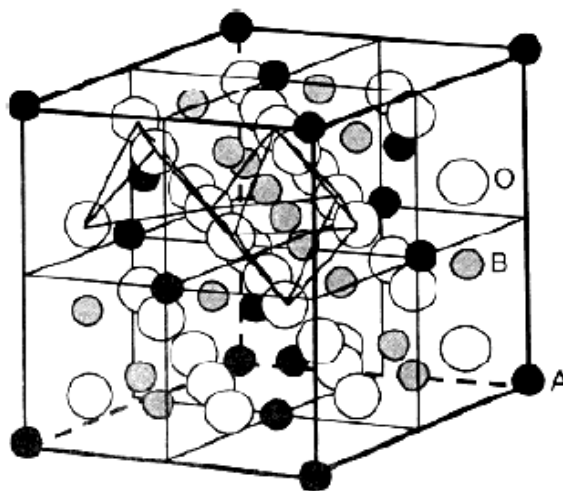


Рисунок 3. Структура шпинели

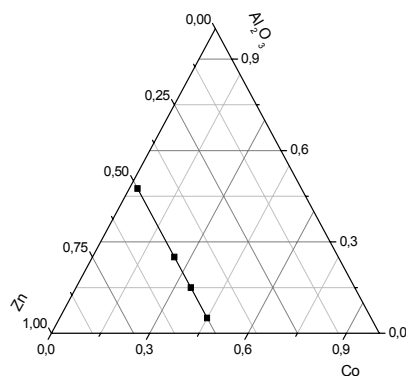
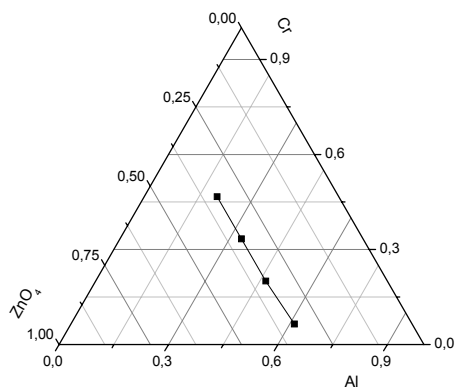
A – тетраэдрические позиции

B – октаэдрические позиции

O – анионы кислорода

Экспериментальная часть

Состав полученных образцов



Прекурсоры для синтеза шпинели:

В качестве исходных веществ для получения целевых продуктов использовались:

Шениты (общая формула: $(A^+)_2B^{2+}(SO_4)_2 \cdot 2H_2O$):

цинкаммонийный $(NH_4)_2Zn(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$,

кобальтаммонийный $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$;

Квасцы (общая формула: $A^+B^{3+}(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$):

алюмоаммонийные $NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$,

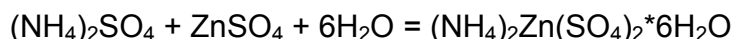
хромоммонийные $NH_4Cr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$;

Условия синтеза шпинели:

На практикуме имелись готовые алюмоаммонийные квасцы, остальные виды прекурсоров были синтезированы нами самостоятельно в ходе работы.

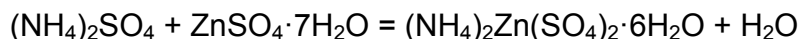
Синтез цинкаммонийного шенита.

Уравнение реакции:



Данный синтез основывался на том, что мы готовили насыщенные растворы $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ и $(NH_4)_2SO_4$ опираясь на данные о растворимости соответствующих солей в воде при температуре $100^\circ C$. Доведя растворы обеих солей до кипения, мы сливали их ($(NH_4)_2SO_4$ в $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$). Затем полученный раствор ставился в водяную баню для охлаждения. Образовавшийся осадок белого цвета отфильтровывался на стеклянном фильтре, а затем сушился на фильтровальной бумаге.

Расчеты:



	$(NH_4)_2Zn(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	$(NH_4)_2SO_4$
m	10 г	7.2 г	3.3 г
M	401 г/моль	288 г/моль	132 г/моль
v	0.025 моль	0.025 моль	0.025 моль

При $100^\circ C$: 102 г $(NH_4)_2SO_4$ содержится в 100 г воды (насыщенный раствор) 3.3 г - в x г воды

$$x = 3.3 \text{ г}; V(H_2O) = 3.3 \text{ мл}$$

При $100^\circ C$: 202 г $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ содержится в 100 г воды (насыщенный раствор) 7.2 г - в x г воды

$$x = 3.6 \text{ г}; V(H_2O) = 3.6 \text{ мл}$$

Всего было получено около 7,86 г шенита, что соответствует выходу приблизительно 80%.

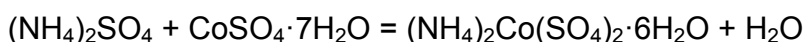
Теоретический выход $m(\text{теор.}) = 401 \cdot 0,025 = 10,025 \text{ г}$

Практический выход составил 7,86 г шенита, значит

$$\eta = m(\text{прак}) / m(\text{теор}) = 7,86 / 10,025 = 0,78 \text{ (78\%)}$$

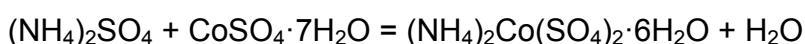
Синтез кобальтаммонийного шенита

Уравнение реакции:



Данный синтез основывался на том, что мы готовили насыщенные растворы $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, опираясь на данные о растворимости соответствующих солей в воде при температуре 100°C . Доведя растворы обеих солей до кипения, мы сливали их ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ в $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$). Затем полученный раствор ставился в водяную баню для охлаждения. Образовавшийся осадок розоватого цвета отфильтровывался на стеклянном фильтре, а затем сушился на фильтровальной бумаге.

Расчеты:



	$(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
m	10г	7,1г	3,3г
M	400г/моль	281г/моль	132 г/моль
v	0.025 моль	0.025 моль	0.025 моль

При 100°C : 102 г $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ содержится в 100 г воды (насыщенный раствор)

3.3 г - в x г воды

$$x = 3.3 \text{ г}; V(\text{H}_2\text{O}) = 3.3 \text{ мл}$$

При 100°C : 101.4 г $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ содержится в 100 г воды (насыщенный раствор)

7.1г - в x г воды

$$x = 7 \text{ г}; V(\text{H}_2\text{O}) = 7 \text{ мл}$$

Всего было получено около 7,12 г шенита, что соответствует выходу приблизительно 71%.

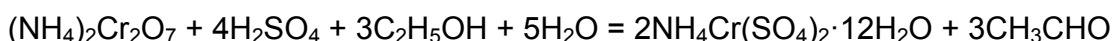
Теоретический выход $m(\text{теор}) = 400 \cdot 0,025 = 10 \text{ г}$

Практический выход составил 7,12г шенита, значит

$$\eta = m_{\text{прак}} / m_{\text{теор}} = 7,12/10, = 0,71(71\%)$$

3. Синтез хромаммонийных квасцов.

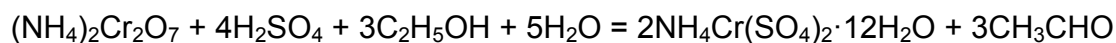
Уравнение реакции:



Для синтеза хромоаммонийных квасцов использовались дихромат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, серная кислота и этиловый спирт. Для получения насыщенного

раствора в стакан налили дистиллированную воду и растворили дихромат аммония. Затем под тягой к смеси добавляли концентрированную серную кислоту, взятую в 20% избытке по сравнению с теоретическим расчетом. При этом она стала оранжево-красного цвета. Далее в охлаждаемый раствор по каплям при постоянном перемешивании добавляли этиловый спирт. При данном процессе наблюдалось заметное повышение температуры раствора, изменение цвета на темно-фиолетовый и чувствовался запах уксусного альдегида. Раствор охладили до комнатной температуры, наблюдалось выпадение фиолетовых кристаллов из раствора. Полученный осадок высушили на стеклянном фильтре.

Расчеты:



	$2\text{NH}_4\text{Cr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	H_2SO_4	$(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
m	10г	-	-	2.64г
M	500г/моль	46г/моль	98г/моль	264г/моль
v	0.02 моль	0.03 моль	0.04 моль	0.01моль
V	-	1.8мл	2.23мл	-

При 80°C: 115 г $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ содержится в 100 г воды (насыщенный раствор)

2.64 г - в x г воды

$x = 2.3$ г; $V(\text{H}_2\text{O}) = 2.3$ мл

В результате было получено 6.27 г хромоаммонийных квасцов (выход 62.7%).

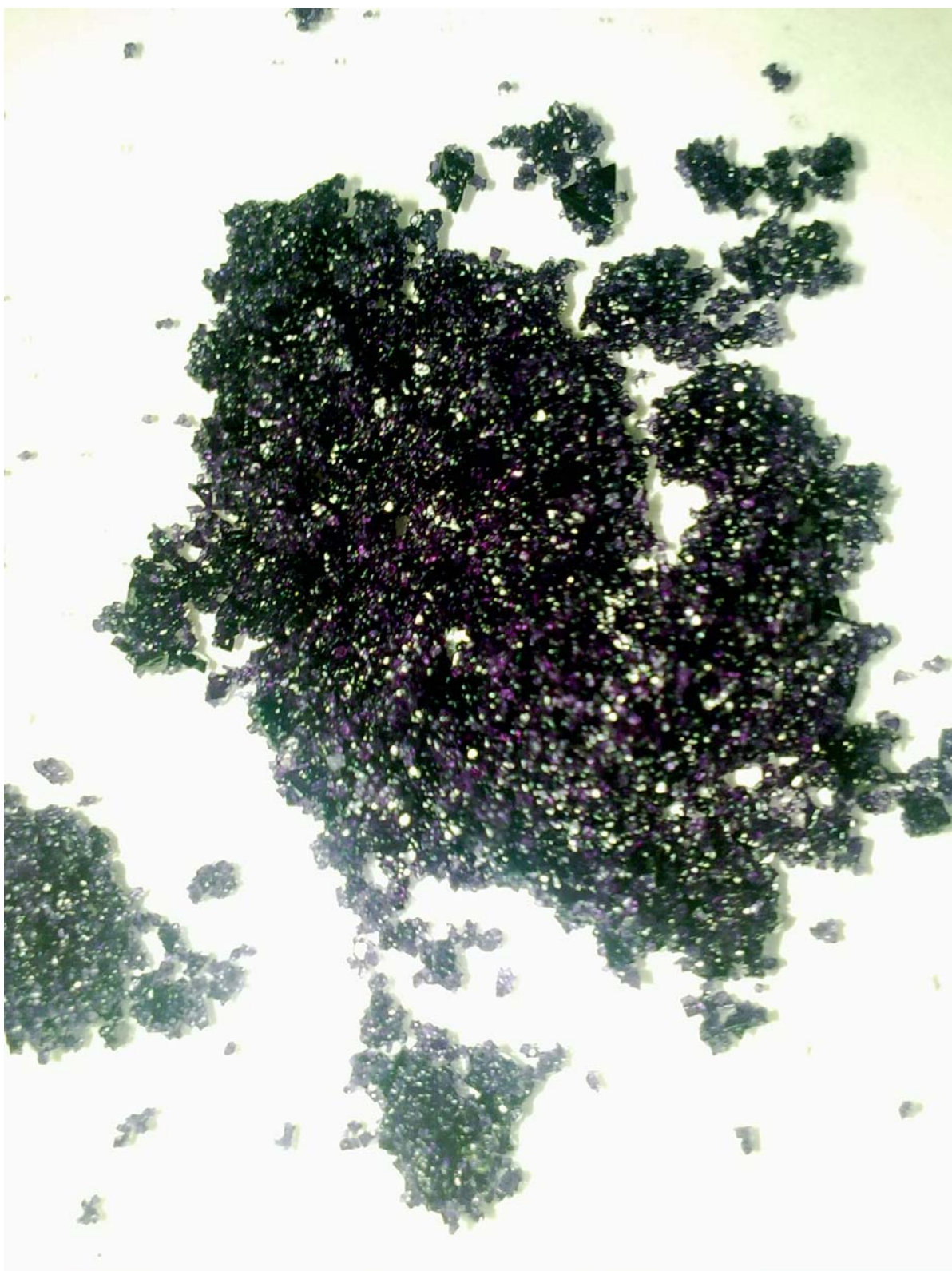


Рисунок 3. *Хромаммонийные квасцы.*

Синтез шпинелей

1. Механический способ.

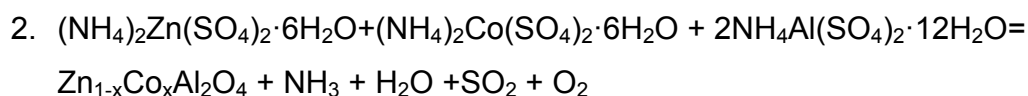
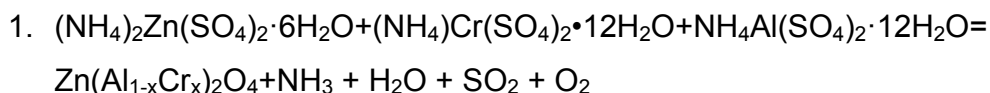
Главная суть этого синтеза заключается в том, что взятые нами прекурсоры, в качестве реагентов, при нагревании должны разлагаться до оксидов. Для достижения лучшей гомогенизации смеси полученных прекурсоров были перетерты в ступке. Далее смесь прокаливалась в три этапа.

1) Смесь прокаливалась в фарфоровом тигле на газовой горелке до прекращения выделения газов, которое было заметно невооруженным глазом. Так как прокаливание проходило в собственной кристаллизационной воде, то образовывался пузырь на поверхности расплава. Для равномерного прокаливания периодически тигли снимались с огня, остывали, смесь перетиралась и прокаливалась снова.

2) Смесь прокаливалась в алундовом тигле на воздуходувной горелке. Прокаливание проводили под тягой до тех пор, пока не прекращалось выделение газообразных продуктов и изменение цвета образца. После прокаливания образцы перетирали в ступке для лучшей гомогенизации.

3) Далее следовал обжиг в высокотемпературной печи при 900 и 1200 градусах.

Уравнения реакций синтеза:



2. Химический способ. (Соосаждение с гидроксидом натрия).

В кипящую воду при постоянном перемешивании на магнитной мешалке высыпали слегка перемешанную смесь квасцов и рассчитанного количества сухого гидрокарбоната натрия. Полученный хлопьевидный осадок гидроксидов многократно промывался дистиллированной водой, до полного удаления карбонат-ионов и сульфат-ионов из раствора. 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, перетирался в ступке и отжигался на газовой горелке до полного прекращения выделения газов. После этого получившиеся смеси повторно перетирались и отжигались в печи.

Уравнения реакций синтеза:

1. $2(\text{NH}_4)\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + 6\text{NaHCO}_3 = 2\text{Al}(\text{OH})_3\downarrow + 6\text{CO}_2\uparrow + 3\text{Na}_2\text{SO}_4 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 12\text{H}_2\text{O}$
2. $2(\text{NH}_4)\text{Cr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + 6\text{NaHCO}_3 = 2\text{Cr}(\text{OH})_3\downarrow + 6\text{CO}_2\uparrow + 3\text{Na}_2\text{SO}_4 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 12\text{H}_2\text{O}$
3. $(\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 2\text{NaHCO}_3 = \text{Zn}(\text{OH})_2\downarrow + 2\text{CO}_2\uparrow + \text{Na}_2\text{SO}_4 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 6\text{H}_2\text{O}$
4. $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 2\text{NaHCO}_3 = \text{Co}(\text{OH})_2\downarrow + 2\text{CO}_2\uparrow + \text{Na}_2\text{SO}_4 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 6\text{H}_2\text{O}$



Рисунок 4. $\text{Zn}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{Al}_2\text{O}_4$.



Рисунок 4. $ZnAl_{1.8}Cr_{0.4}O_4$.

Анализ результатов.

Нами были получены следующие образцы:

Формула шпинели	Метод получения	Цвет
$Zn_{0.9}Co_{0.1}Al_2O_4$	механический	
$Zn_{0.7}Co_{0.3}Al_2O_4$	механический	
$Zn_{0.5}Co_{0.5}Al_2O_4$	химический	
$ZnAl_{1.8}Cr_{0.4}O_4$	механический	
$ZnAl_{1.4}Cr_{0.6}O_4$	механический	
$ZnAlCrO_4$	химический	

Материалы для синтеза ринмановой зелени:

В качестве исходных веществ для получения целевого продукта использовались:

шениты:

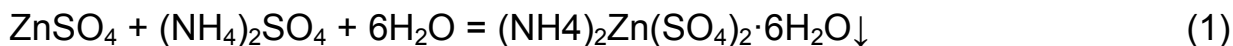
цинкаммонийный $(\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,
кобальтаммонийный $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;

реактивы:

сульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$,
оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Условия синтеза ринмановой зелени:

1. Получение цинкового шенита:



Были приготовлены насыщенные растворы сульфатов цинка и аммония, предварительно растертых в ступке. Для получения большего количества вещества следовало увеличить растворимость реагентов, что было достигнуто нагреванием растворов до температуры около 80°C . Затем растворы были слиты, сразу начали образовываться удлиненные белые кристаллы шенита. После того как раствор полностью охладился, и весь осадок выпал, раствор был отфильтрован на вакуумном фильтре. Всего было получено около 25 г шенита, что соответствует выходу приблизительно 80%.

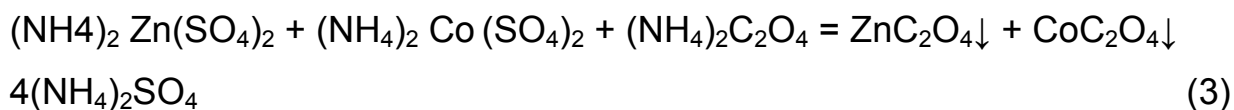
2. Получение кобальтового шенита



Методика получения кобальтового шенита аналогична методике получения цинкового шенита. Кристаллы шенита кобальта насыщенно розовые, рассыпчатые. Было получено около 7 г шенита, что соответствует выходу 72%.

3. Получение оксалатов

Смесь оксалатов цинка и кобальта была получена в одну стадию взаимодействием кобальтового и цинкового шенитов с оксалатом аммония:



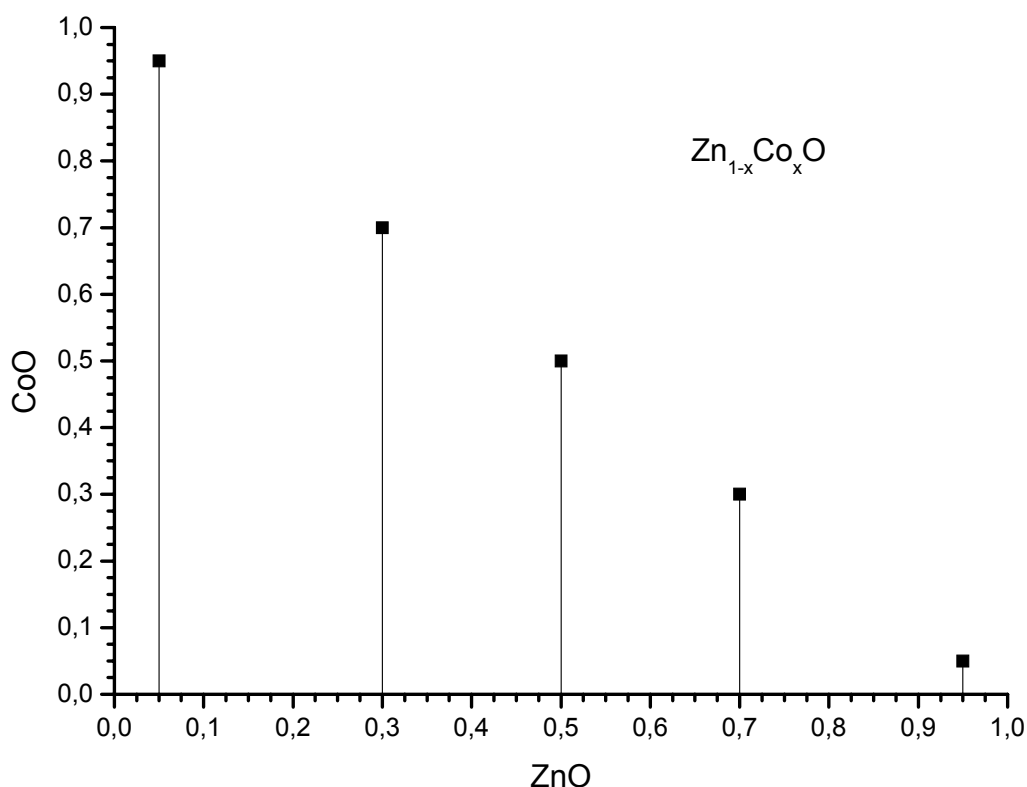
При нагревании были приготовлены насыщенные растворы шенитов цинка и кобальта с различными мольными соотношениями, а также насыщенный раствор оксалата аммония. После сливания растворов и охлаждения образовался розоватого оттенка осадок, который был затем отфильтрован на вакуумном фильтре. Осадок представлял собой смесь гидратов оксалатов цинка и кобальта.

4. Синтез ринмановой зелени



Смесь была прокалена на газовой горелке до полного ее перехода в темно-зеленый цвет. В процессе происходило разложение гидратов, выделялись сначала пары воды, а затем углекислый и угарный газы, образовывалась оксидная система. Цвет данных систем был более насыщенным, более ярким, нежели цвет систем, полученных спеканием шенитов. Затем для того, чтобы кристаллизовать системы, они были помещены в печь на 3 часа при температуре 900⁰С.

Полученные образцы:



Обсуждение результатов

Данные рентгенофазового анализа

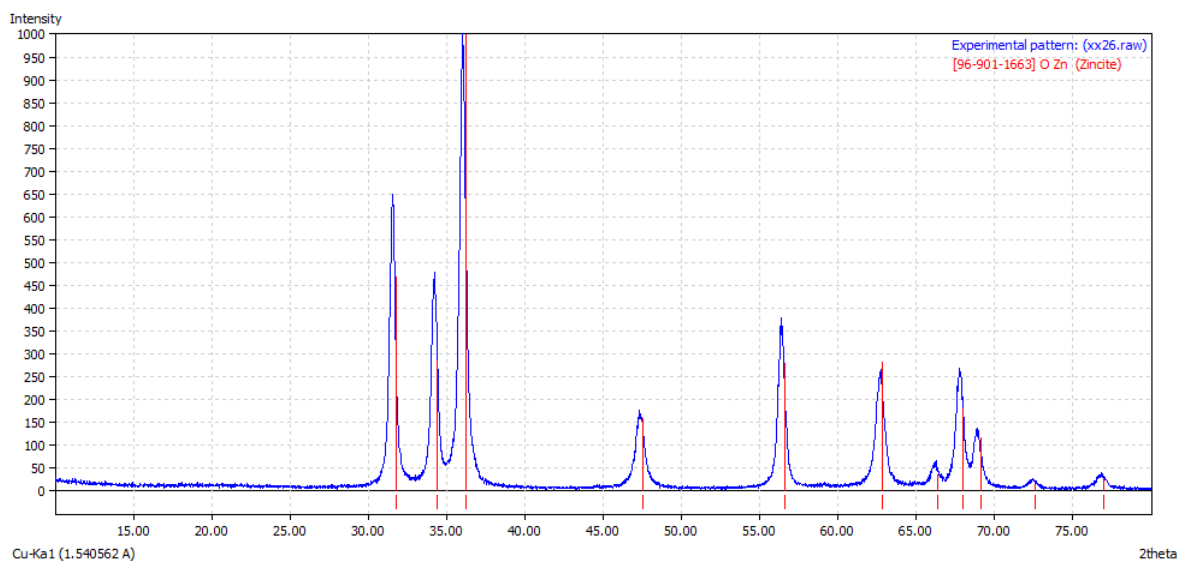


Рисунок 7. Дифрактограмма образца $Zn_{0,7}Co_{0,3}Al_2O_4$

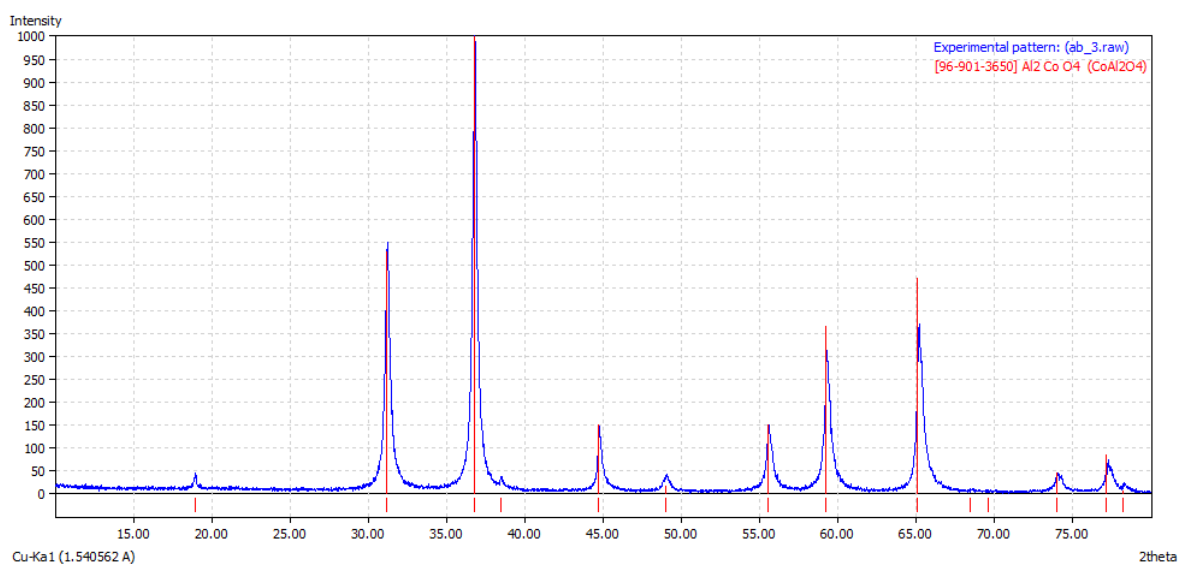


Рисунок 8. Дифрактограмма образца $Zn_{0,5}Co_{0,5}Al_2O_4$

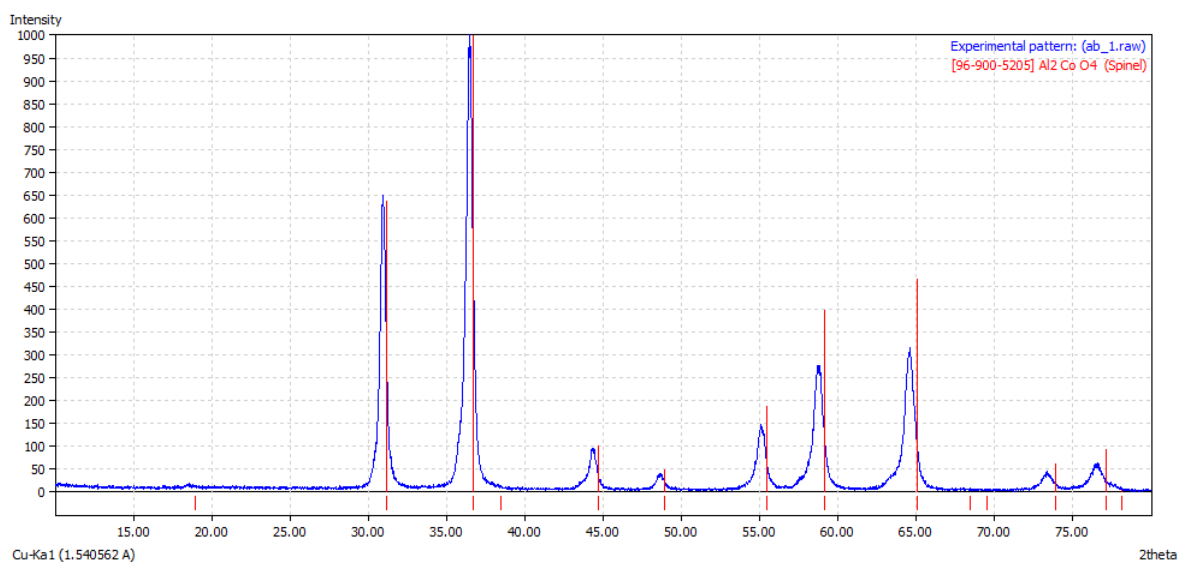


Рисунок 9. Дифрактограмма образца ZnAl_{1,4}Cr_{0,6}O₄

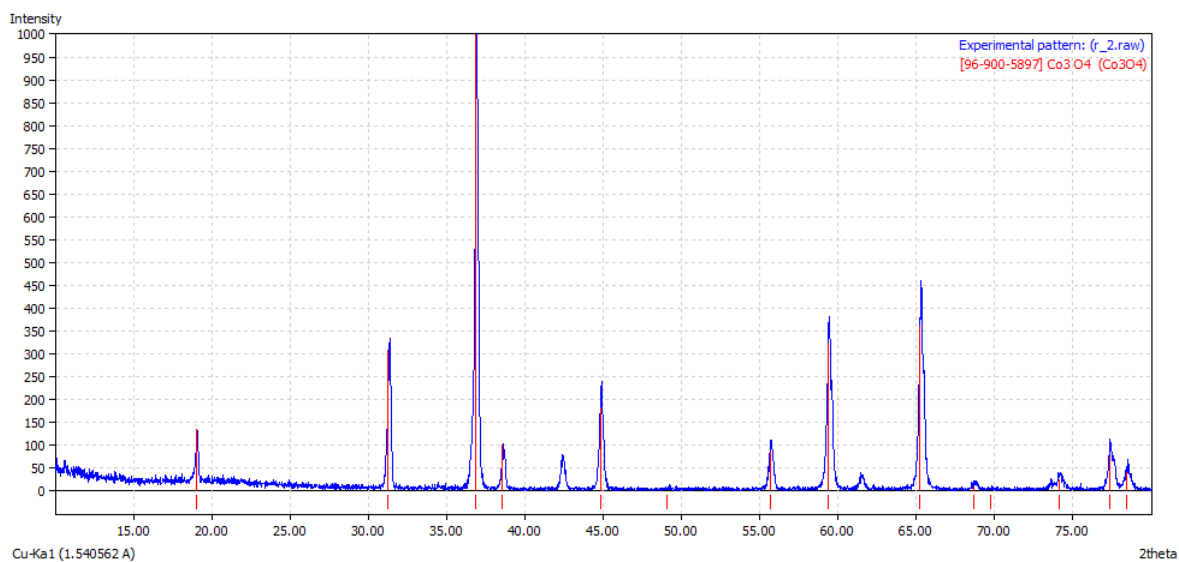


Рисунок 10. Дифрактограмма образца Zn_{0,05}Co_{0,95}O

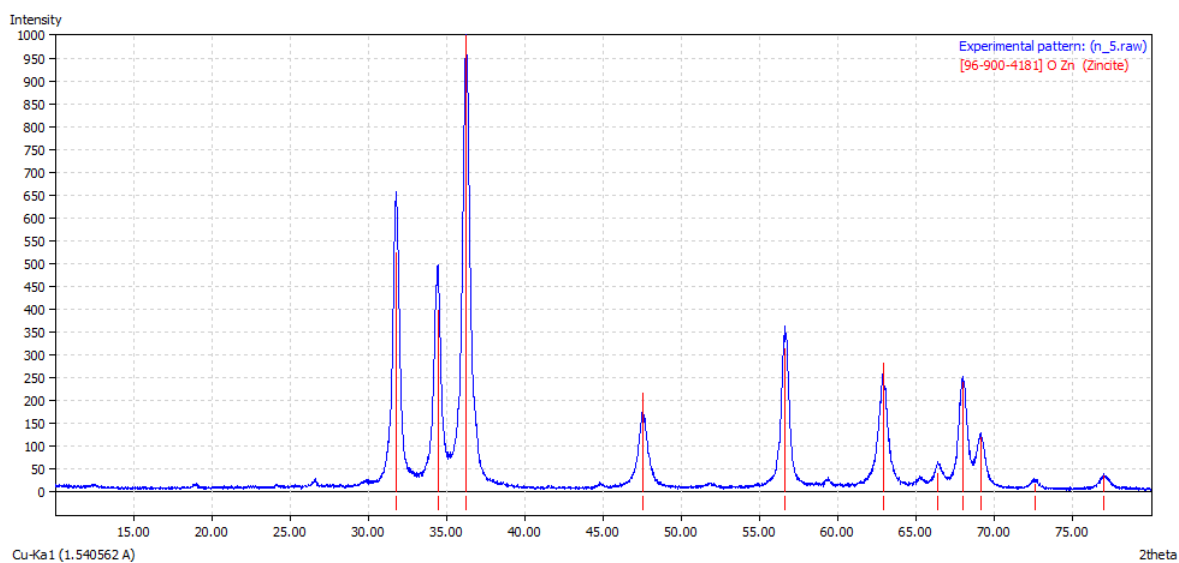


Рисунок 11. Дифрактограмма образца $Zn_{0,95}Co_{0,05}O_4$

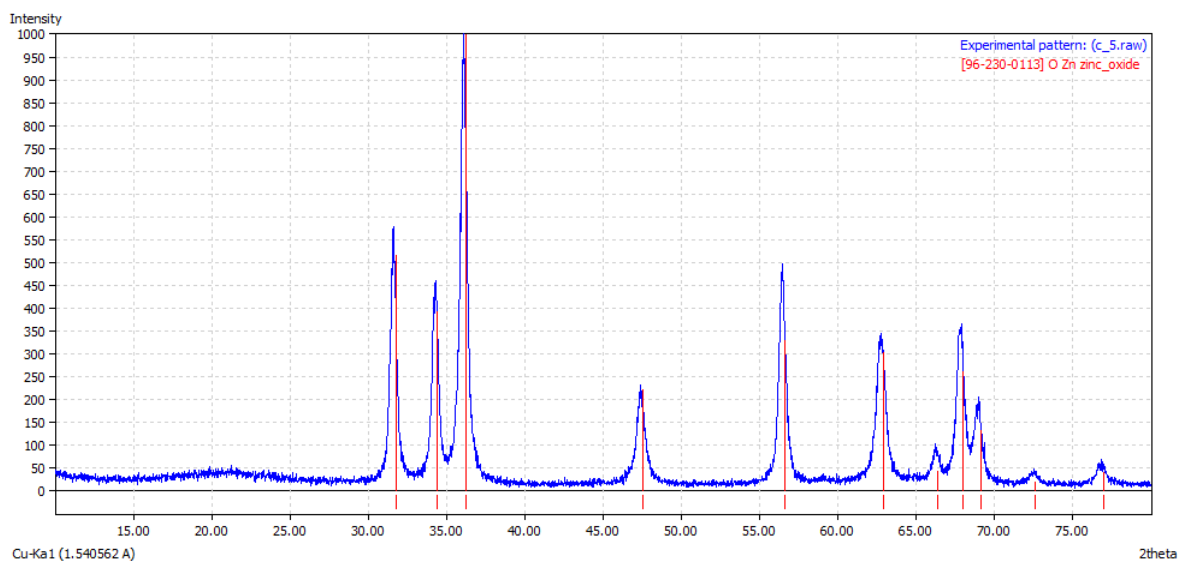


Рисунок 12. Дифрактограмма образца $Zn_{0,7}Co_{0,3}O$

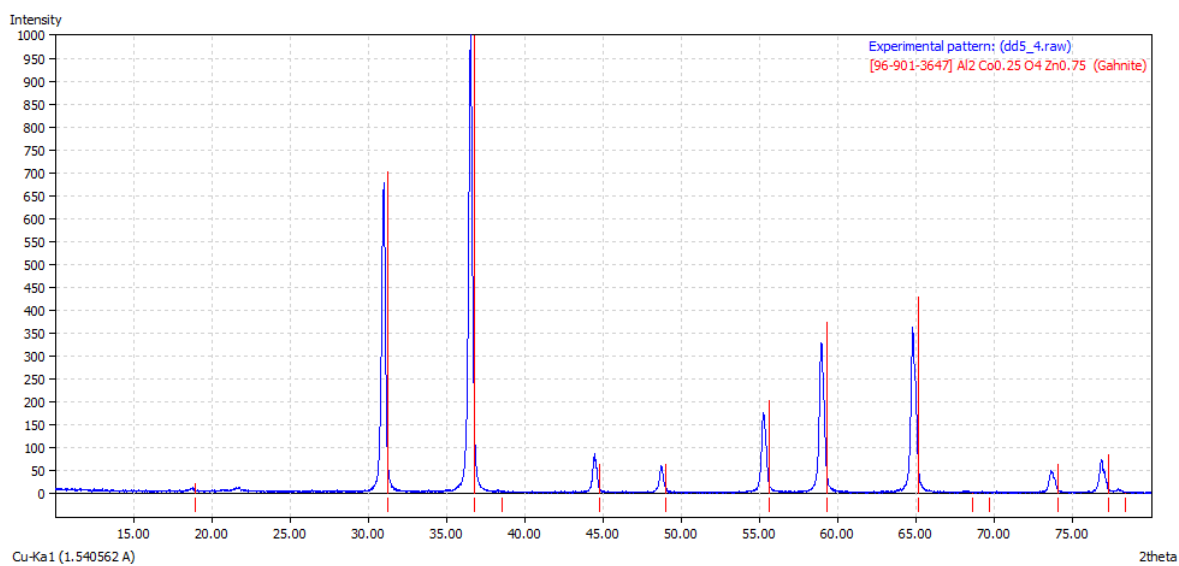


Рисунок 13. Дифрактограмма образца $ZnAl_{1.8}Cr_{0.2}O_4$

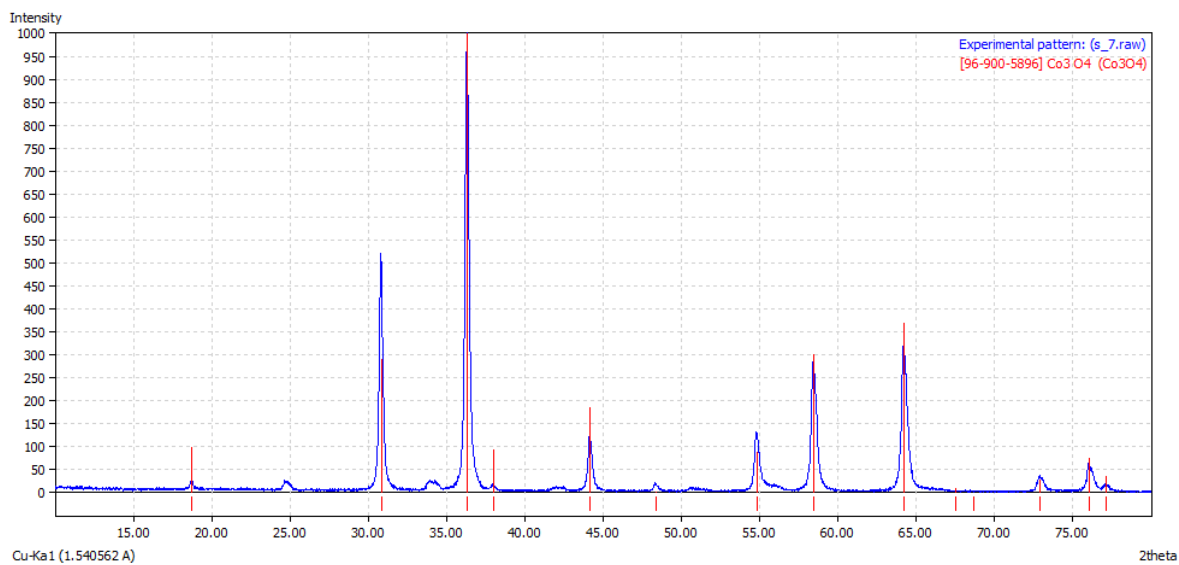


Рисунок 13. Дифрактограмма образца $ZnAlCrO_4$

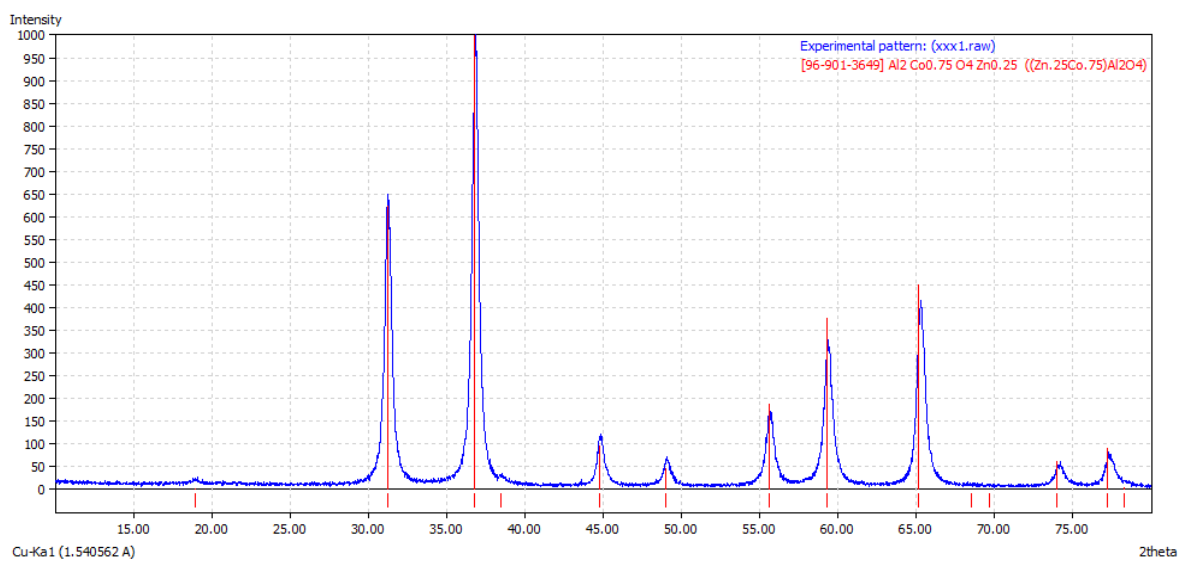


Рисунок 13. Дифрактограмма образца $Zn_{0,9}Co_{0,1}Al_2O_4$

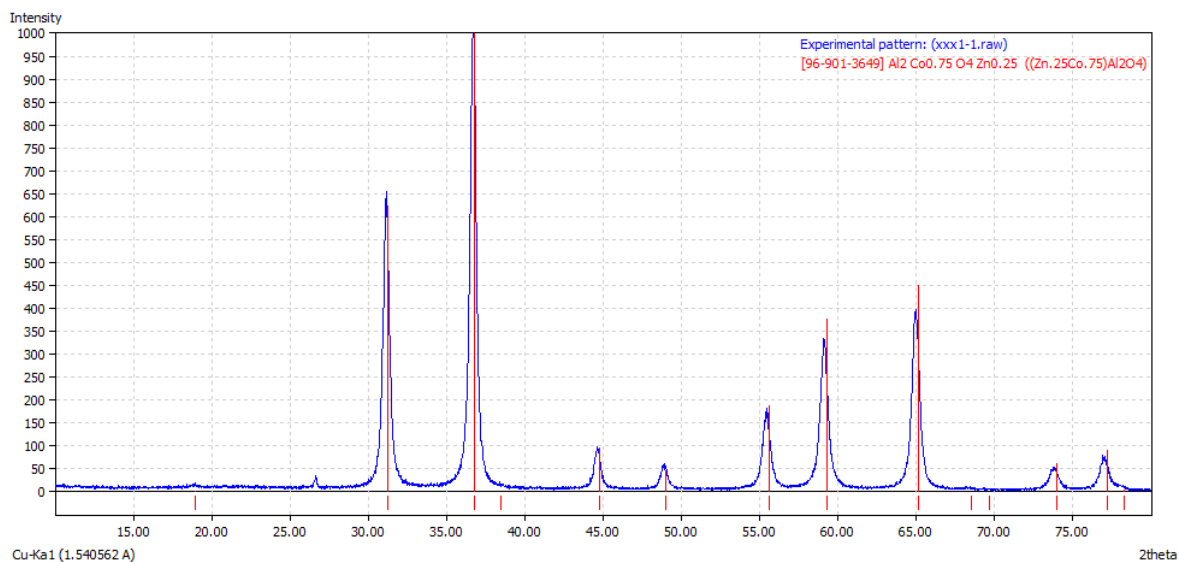


Рисунок 14. Дифрактограмма образца $ZnAl_{1,9}Cr_{0,2}O_4$

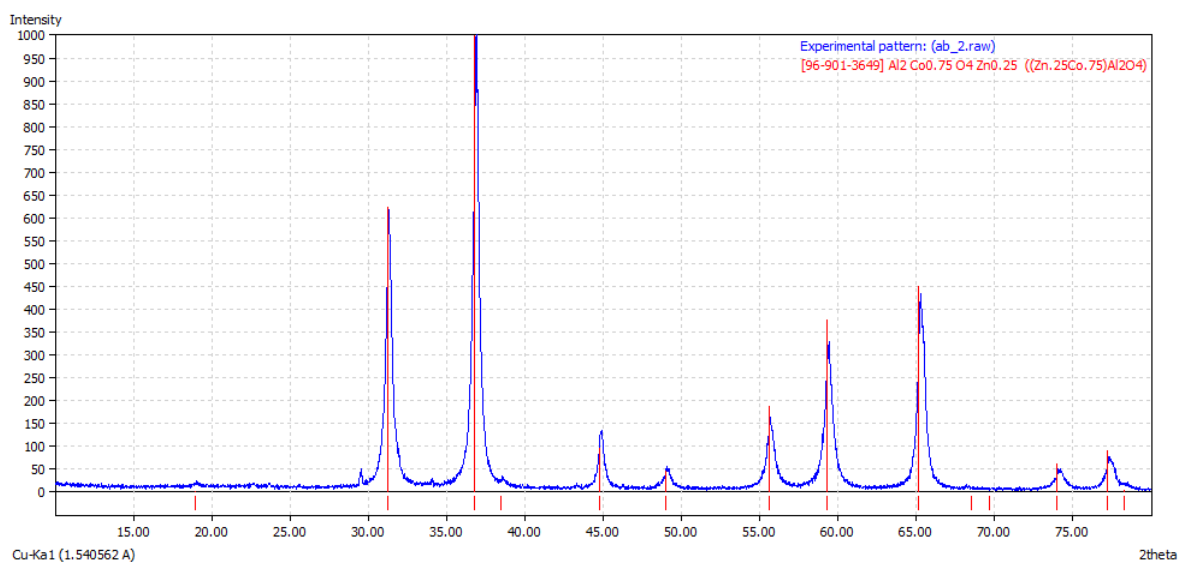


Рисунок 15. Дифрактограмма образца $Zn_{0,25}Co_{0,75}Al_2O_4$

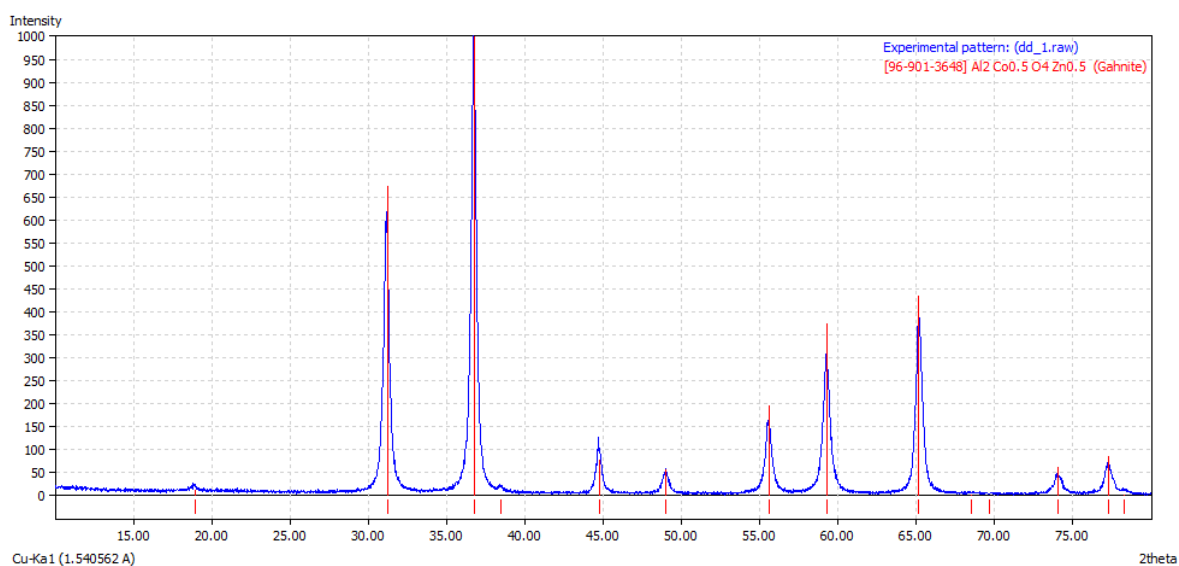


Рисунок 16. Дифрактограмма образца $Zn_{0,5}Co_{0,5}Al_2O_4$

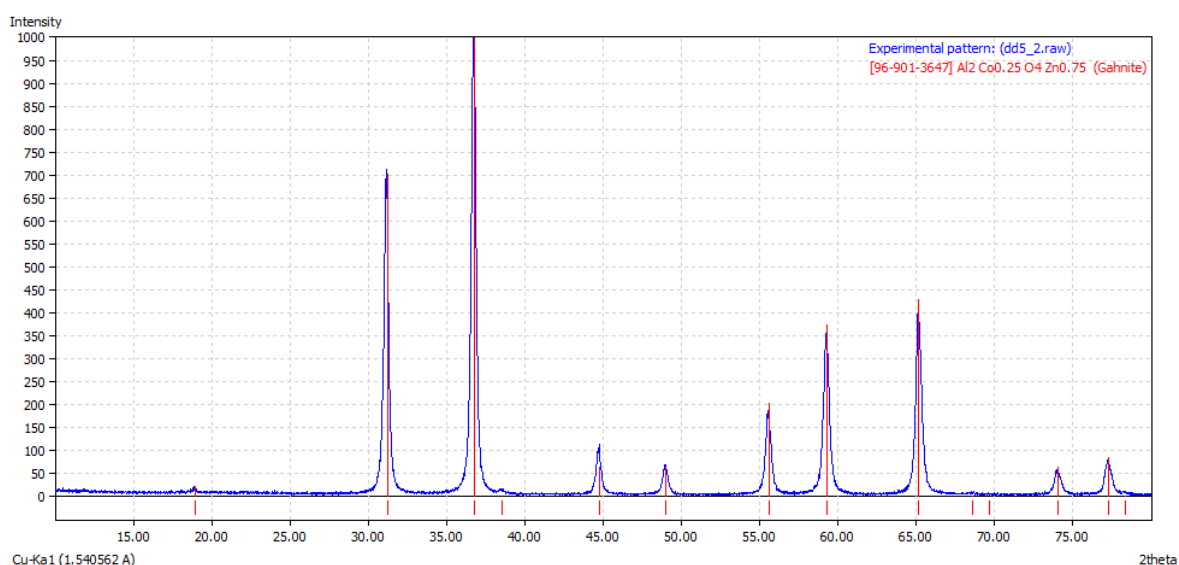


Рисунок 17. Дифрактограмма образца $Zn_{0,75}Co_{0,25}Al_2O_4$

Обработав, полученные данные рентгенофазового анализа логично сделать выводы о полученном составе целевых продуктов: они являются однофазными (за исключением образца $ZnAlCrO_4$), не считая незначительных шумов и соответствуют образцам из карточки программы для обработки экспериментальных данных – «Match!». Если обратить внимание на ширину пиков, то мы увидим, как меняется соотношение размера частиц в образце: чем больше ширина пика, тем более дисперсный раствор мы получаем (этот параметр зависит от области когерентного рассеивания). Если у нас на графике присутствуют лишние пики, то это значит, что в образце присутствуют посторонние примеси.

Дополнительно можно уточнить параметры кристаллической решетки образцов в программе «WinXpow» Расчёт произведён для кубической сингонии.

Таблица 1. Параметры кристаллической решетки

Состав продукта	Параметр образца из карточки программы WinXpow, a(Å)	Параметр полученного образца, a(Å)
$Zn_{0,25}Co_{0,25}Al_2O_4$	8,0945	8,0783(4)
$Zn_{0,5}Co_{0,5}Al_2O_4$	8,0928	8,1034(5)
$Zn_{0,75}Co_{0,25}Al_2O_4$	8,0914	8,0914(4)
$CoAl_2O_4$	8.1005	
$ZnAl_2O_4$	8.0854	

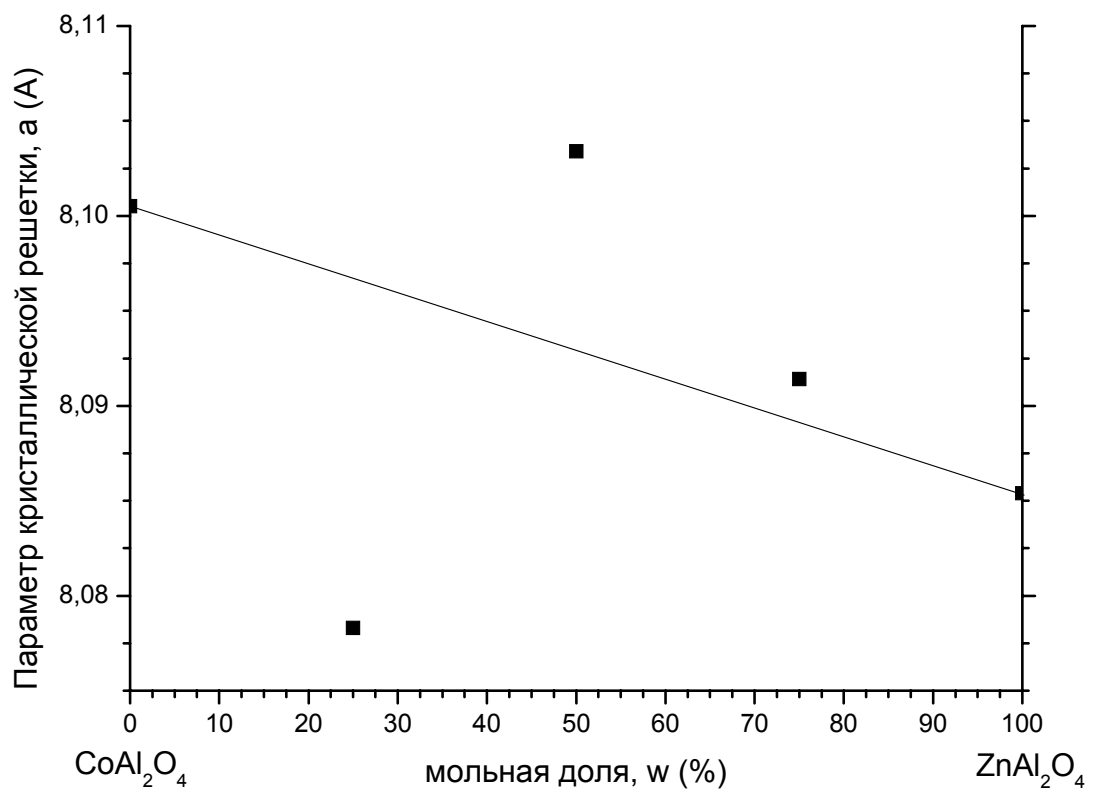
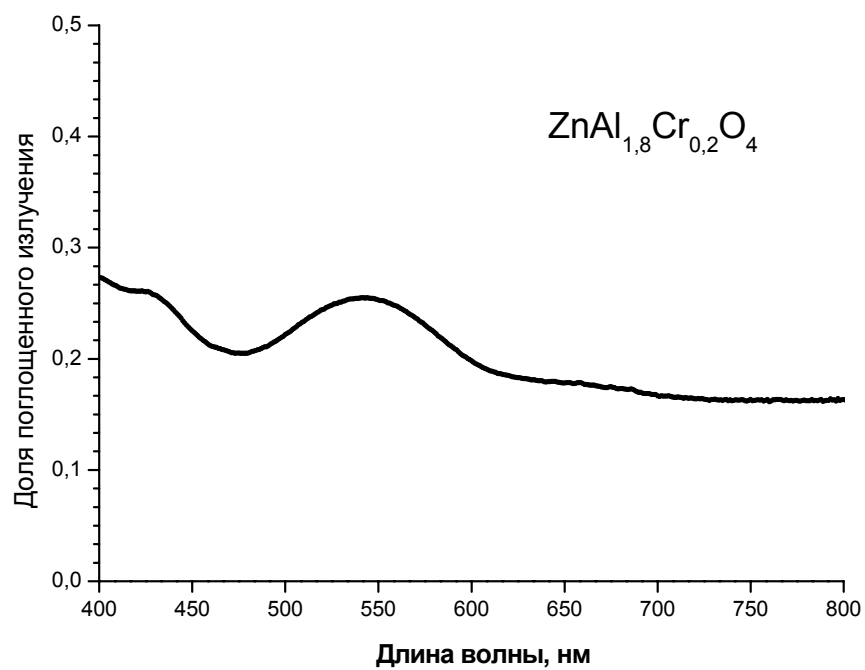
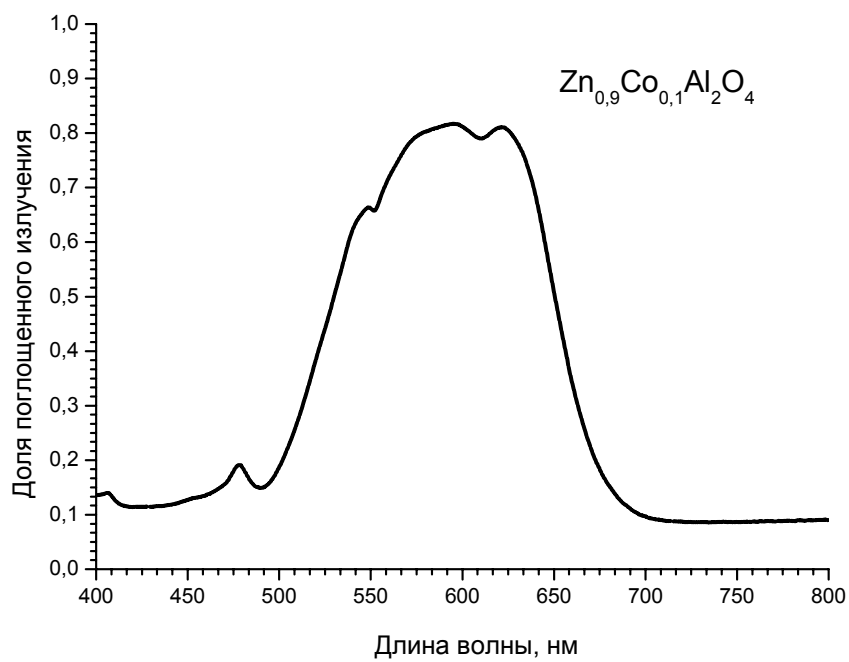
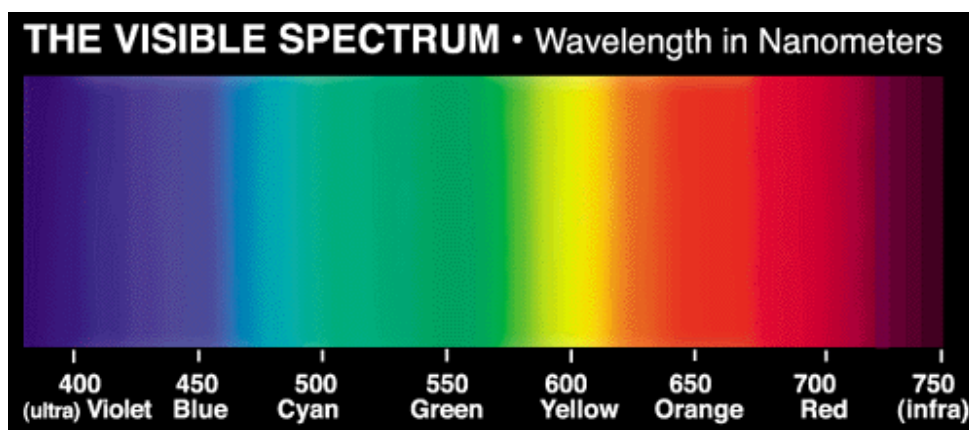


Рисунок 18. Химический закон линейной зависимости изменения параметра кристаллической решетки в твердых растворах оксидов: CoAl_2O_4 и ZnAl_2O_4 .

Очевидно, что погрешность изменения параметра кристаллической решетки между полученными образцами и образцами из литературных данных минимальна.

Данные спектрального анализа





По данным спектрального анализа можно сделать вывод, что спектру поглощения у первого образца ($Zn_{0,9}Co_{0,1}Al_2O_4$) соответствует широкий пик от 550 до 650 нм (следовательно, он ярко-голубого цвета); у второго образца ($ZnAl_{1,8}Cr_{0,2}O$) от 525 до 575 нм (следовательно, он оранжевого цвета). Также у первого образца доля поглощенного излучения составляет на максимальном пике около 85%, у второго только - 28%. Эти данные говорят нам, что цвет $Zn_{0,9}Co_{0,1}Al_2O_4$ ярче и насыщеннее, чем у $ZnAl_{1,8}Cr_{0,2}O$.

Выводы:

- Для образцов, полученных спеканием шенитов, выходы продукта были значительно выше, нежели для образцов, полученных спеканием оксалатов.
- Тем не менее, мы находим способ спекания оксалатов более эффективным по следующим причинам.
- Во-первых, он значительно проще и быстрее первого способа: оксалаты очень быстро прокаливаются на газовой горелке, продукт образуется сразу, в печь он помещается только для лучшей кристаллизации, чтобы можно было бы провести РФА.
- Во-вторых, цвет получаемого продукта оказывается заметно более ярким, насыщенным, что повышает качество продукта как красителя.
- В-третьих, научились синтезировать шпинели и ринманову зелень, а так же проводить анализ полученных образцов по данным РФА и спектрального анализа.

Список использованной литературы

1. Энциклопедия неорганических материалов, т. 2, К., 1977, с. 750-51;
2. Горная энциклопедия, т. 5, М., 1991, с. 435. Л. Ф. Борисенко.
3. У. А. Дир, Р. А. Хауи, Дж. Зусман Породообразующие минералы. Том 5. Несиликатные минералы. Группа Шпинели
4. Минералы. Справочник, т. 2, в. 3, М., 1967
5. “Общая и неорганическая химия”, Н.С. Ахметов. Издательство “Высшая школа”, 1988 год.
6. Практикум по неорганической химии, учебное пособие под ред. В.П. Зломанова. М.: МГУ, 1994.
7. Третьяков Ю.Д. и др. Неорганическая химия. Химия элементов. М.: Химия, 2001.
8. Справочник химика, т. 3, Издание 2-е. М.: “Химия”, 1965.

Благодарности

Выражаем благодарность Жирову А. И., Брылёву О. А., Гаршеву А. В., Колесник И.В., и всем, кто помог нам при выполнении данной работы.