

Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова
Факультет наук о материалах

Отчёт по десятинедельному практикуму:
*Синтез и исследование ринмановой зелени $\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$,
шпинели состава $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$.*

Выполняли:

Гамзюков П.И.
Черноухов И.В.

Руководители:

Жиров А.И.
Брылёв О.А.
Трусов Л.А.

Москва
2015

Оглавление

Цели	3
Введение.....	4
Экспериментальная часть.....	6
Кобальтаммонийный шенит ($\text{Co}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$):	6
Цинкаммонийный шенит ($\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$):	7
Получение ринмановой зелени оксалатным методом.	8
Получение ринмановой зелени сульфатным методом.	10
Получение шпинели $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ гидрокарбонатным методом.	11
Получение шпинели $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ сульфатным методом.	12
Анализ веществ	13
$\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}$	13
$\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$	16
Выводы.....	18
Материальные затраты и приобретения.	19
Список использованной литературы	20
Благодарности.	21

Цели

Цели нашей работы были следующие:

- Получить базовые навыки работы в лаборатории
- Синтезировать ряд твердых растворов на основе ZnO-CoO и $\text{ZnAl}_2\text{O}_4 - \text{CoAl}_2\text{O}_4$ несколькими способами и определить преимущества и недостатки методов.
- Исследовать изменение окраски образцов в зависимости от состава
- Ознакомиться с методом рентгенофазового анализа и получить навыки обработки результатов РФА

Введение

Выбранные нами соединения являются различными твердыми растворами на основе бесцветных оксидов, представляющих собой так называемую матрицу, в которые вводятся добавки окрашенных ионов, называемых хромофорами (источниками окраски). В качестве хромофоров используют ионы переходных металлов (d- и f-элементов). Например, ионы Ni^{2+} , Pr^{3+} и U^{4+} придают многим материалам различные оттенки зеленого цвета, Sm^{2+} , Nd^{3+} и Mn^{4+} – красного, Yb^{2+} и Sm^{3+} – желтого, Mn^{2+} , Rh^{3+} и Er^{3+} – розового и т.д.; ионы Co^{2+} и Cr^{3+} , в зависимости от матрицы, могут окрашивать ее в различные цвета. Так, твердый раствор CoO в ZnO окрашен в зеленый цвет, а раствор CoAl_2O_4 в ZnAl_2O_4 – в синий.

Шпинели — минералы класса сложных оксидов общей формулы AB_2O_4 , где А - Mg^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} ; В - Al^{3+} , Mn^{3+} , Fe^{3+} , V^{3+} , Cr^{3+} , Ti^{4+} . Шпинели - системы твердых р-ров с широким изоморфизмом катионов А и В. В зависимости от содержания преобладающего катиона М различают группы: алюмошпинели, ферришпинели, хромошпинели, титаношпинели, ванадишпинели. Шпинели кристаллизуются в кубической сингонии, образуя главным образом октаэдрические кристаллы. Элементарная ячейка включает 32 аниона О, которые образуют плотнейшую кубическую упаковку с 64 тетраэдрическими (катионы занимают 8) и 32 октаэдрическими (занимают 16) пустотами (рис.1). По характеру распределения катионов в тетраэдрических позициях выделяют шпинели: нормальные (Н; 8 тетраэдров занято катионами A^{2+} , 16 октаэдров — катионами M^{3+}); обращенные (ОБ; 8 тетраэдров занято M^{3+} , 16 октаэдров - 8A^{2+} и 8M^{3+} , причем катионы A^{2+} и M^{3+} в октаэдрических пустотах могут распределяться как статистически, так и упорядоченно); промежуточные.

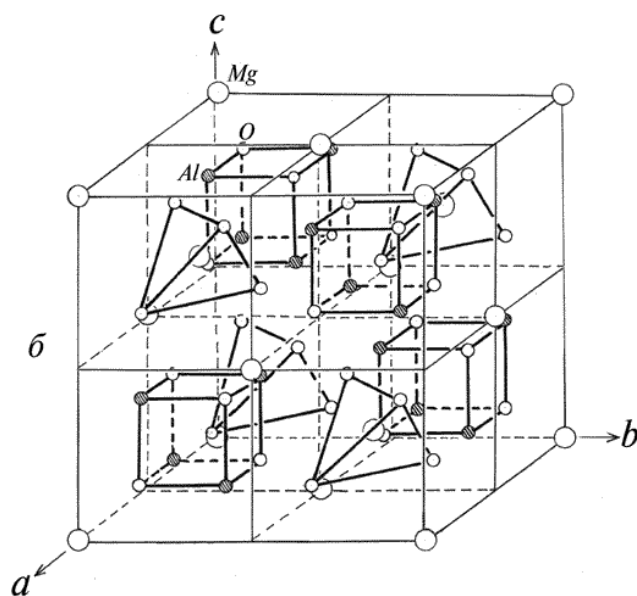


Рис. 1

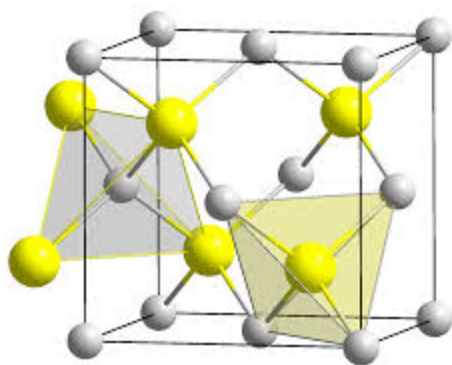


Рис.2

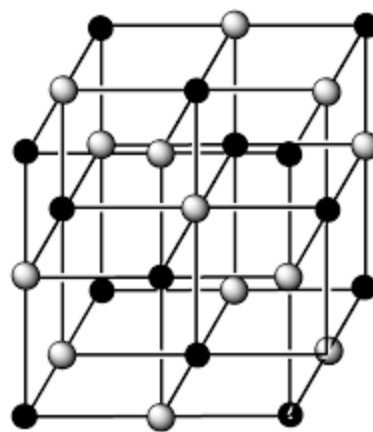


Рис.3

Ринманова зелень является твердым раствором оксида кобальта в оксиде цинка с общей формулой $Zn_{1-x}Co_xO$ при малых значениях x . Поскольку оксиды цинка и кобальта обладают разной кристаллической структурой (ZnO имеет структуру сфалерита (рис.2), CoO имеет структуру галита (рис.3.)) Поэтому эти соединения не образуют непрерывный ряд твердых растворов, и при значениях x , близких к 0,5, существует ряд твердых растворов на основе оксидов цинка и кобальта. При $x < 0,3$ образуется твердый раствор CoO в ZnO зеленого цвета, а при $x > 0,7$ (в восстановительной атмосфере) – твердый раствор ZnO в CoO розового цвета.

Синтез данных соединений и изучение их свойств актуальны, так как эти вещества являются достаточно низкотемпературными красителями для фарфора и керамики в целом. Зелень Ринмана способна давать достаточно большой спектр зелёного цвета, а шпинель на основе Zn-Co-Al-O – большой спектр синих оттенков, более того: она является хорошим аналогом тенаровой сини ($Co_xMg_{1-x}Al_2O_4$) с меньшей температурой спекания и сплавления.

Экспериментальная часть



Для получения шпинелей и твёрдых растворов на основе оксидов были предварительно синтезированы шениты (двойные сульфаты общей формулы $Me^I_2Me^{II}(SO_4)_2$). Шениты требуется получать, так как соответствующие им сульфаты двухзарядных металлов не являются весовыми формами.

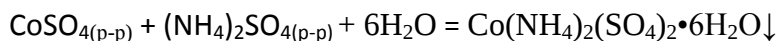
Образцы зелени Ринмана решено было отжигать при 1200°C , так как при данной температуре, согласно литературным данным¹, область твёрдых растворов данной оксидной системы больше, чем при 900°C . Аналогично, исходя из других литературных данных²,

шпинели решено было отжигать при 1200°C .

Вещества были синтезированы тремя методами: сульфатным, гидрокарбонатным, оксалатным.

Кобальтаммонийный шенит ($\text{Co}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$):

Гексагидрат двойного сульфата кобальта-аммония был получен из гептагидрата сульфата кобальта(II) и сульфата аммония. Сначала были взвешены соответствующие навески сульфатов (сульфат аммония с 10% избытком) и растворены в стаканах в минимальном количестве воды при нагревании ($\approx$ до $60-70^\circ\text{C}$, так как в этой области температур лежит точка максимальной растворимости сульфата кобальта). Далее в стакан с сульфатом кобальта приливался раствор сульфата аммония, получившийся раствор охлаждался до комнатной температуры. Выпавшие красно-оранжевые кристаллы фильтровались на фильтре Шотта. В таблице приведены расчёты и выход реакции.



п(шенита), моль	m($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), г	m($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), г	m выпавшая, г	w, %
0,2	56,23	29,08	65,42	82,75

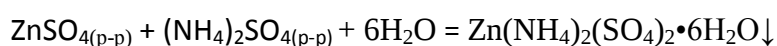
¹ Журнал неорганической химии, 2006, том 21, №12, с. 1-7 физико-химический анализ неорганических систем "Твёрдые растворы в системе Zn-Co-O : физико-химические свойства"

² Rebecca A. Ricciardo, The Ohio State University, Laboratory Experiment "The Synthesis and Characterization of Cobalt Spinel"

Цинкаммонийный шенит ($\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$):



Гексагидрат двойного сульфата цинка-аммония был получен из насыщенного раствора сульфата цинка (II) (отработанный раствор из аппарата Киппа) и сульфата аммония. Сначала была измерена плотность раствора сульфата цинка (II) и рассчитана его концентрация с использованием литературных данных³, взвешен и растворён сульфат аммония в минимальном количестве воды. После этого оба раствора нагревались почти до кипения, и в стакан с сульфатом цинка заливался раствор сульфата аммония, получившийся раствор охлаждался до комнатной температуры. Выпавшие кристаллы отфильтровывались на фильтре Шотта. В таблице приведены расчёты и выход реакции.



$\rho (\text{ZnSO}_4)$, г/мл	$C (\text{ZnSO}_4)$, моль/л	$V(\text{ZnSO}_4)$, мл	$n(\text{ZnSO}_4)$, моль	$m(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, г	$M(\text{реал.})$, г	w , %
1,437	3,27	700	2,289	332,79	767,59	83,47

Получение ринмановой зелени оксалатным методом.

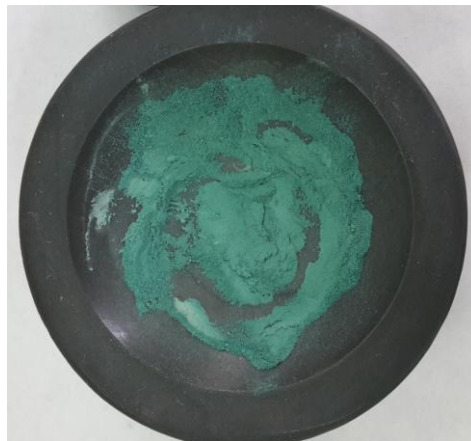


Для получения ринмановой зелени оксалатным методом использовались:

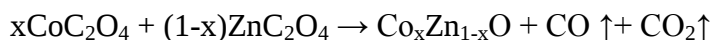
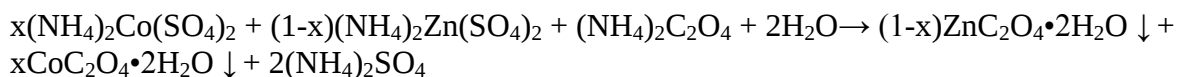
- Кобальтаммонийный шенит $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Цинкаммонийный шенит $(\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Были приготовлены навески шенитов из расчёта на синтез 0,01 моль соединения $\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$, где $x=1,2,3,4,5,10,20,25,30\%$. Взятые шениты были смешаны и растворены при нагревании в химическом стакане. В другом стакане растворяли при нагревании оксалат аммония. К полученному раствору медленно и при перемешивании стеклянной палочкой добавляли раствор солей переходных металлов. После отстаивания большую часть маточного раствора

сливали, а оставшуюся часть вместе с осадком переносили на фильтр Шотта, подключенный к колбе Бунзена с водоструйным насосом, где отсасывали маточный раствор и промывали осадок небольшим количеством этанола. Затем просушенный осадок переносили в фарфоровый тигель, прокаливали на горелке Теклю, причем при прокаливании происходило выделение газов и изменение окраски осадка с розовой на зеленую. Исходя из потери массы, можно утверждать, что после прокаливания оставалась смесь только оксидов. После него полученный порошок переносился в алундовый тигель и обжигался в печи при 1200°C . В таблице приведены расчетные данные, массы после прокаливаний, выходы реакций осаждения и потери масс при прокаливании. Выход образца 80% содержанием кобальта выше 100%, так как CoO окислился до Co_3O_4 , который имеет большую массу.



Реакции получения ринмановой зелени:



$\text{Co}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$									
% Co	$m(\text{Co}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	$m(\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	$m((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$	м осадка	выход №1 %	м после прок.	потеря т %	м печь	выход общ. %
1	0,0395	3,98	1,57	1,73	91,14	0,75	56,65	0,74	92,22
2	0,0791	3,94	1,57	1,69	89,16	0,73	56,8	0,74	89,83
3	0,1186	3,90	1,57	1,64	86,87	0,7	57,32	0,71	86,21
4	0,1581	3,86	1,57	1,75	92,23	0,74	57,71	0,74	91,21
5	0,1976	3,82	1,57	1,81	95,44	0,77	57,46	0,77	94,98
10	0,3953	3,62	1,57	1,66	87,66	0,71	57,23	0,72	87,93

20	0,7906	3,21	1,57	1,66	88,17	0,72	57,14	0,71	89,89
25	0,9882	3,01	1,57	1,68	89,17	0,75	58,1	0,76	94,01
30	1,1859	2,81	1,57	1,79	95,46	0,73	57,56	0,72	91,88
80	3,1623	0,80	1,57	1,72	93,23	0,8	54,65	0,78	102,3

Получение ринмановой зелени сульфатным методом.



Для получения ринмановой зелени сульфатным методом использовались:

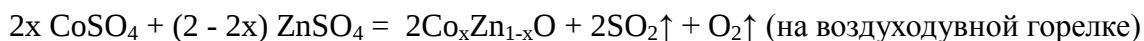
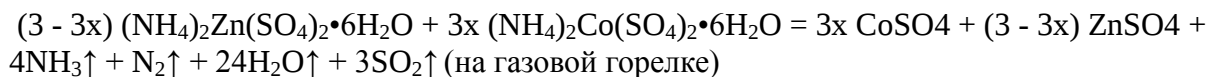
- Кобальтаммонийный шенит $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Цинкаммонийный шенит $(\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Были приготовлены навески шенитов из расчёта на синтез 0,25 г соединения $\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$, где $x=1,3,5,7\%$. Взятые шениты были смешаны и тщательно перетёрты в фарфоровой ступке, полученная смесь была перенесена в фарфоровый тигель и прокалена на горелке Теклю для разложения сульфата аммония и удаления кристаллизационной воды. Выделяющиеся газы окрашивали смоченную универсальную индикаторную бумагу в синий

цвет, что свидетельствовало о выделении аммиака, а по потере массы можно сделать вывод о том, что на газовой горелке не подверглись разложению только сульфаты переходных металлов. После прокаливании полученная спекшаяся смесь была отделена от стенок тигля, перенесена в фарфоровую ступку и перетерта. Потом порошок был пересыпан в алундовый тигель, после чего прокален на воздуходувной горелке для разложения сульфатов, причём наблюдалось выделение дыма. Газообразные продукты разложения окрашивали индикаторную бумагу в красный цвет, что подтверждало термическое разложение сульфатов. По потере массы можно судить о полном разложении сульфатов. После прекращения газовыделения тигель охлаждали и затем отдавался для отжига в печи при 1200 °С. В таблице приведены расчетные данные, массы после прокаливания, выходы реакций осаждения и потери масс при прокаливании.



Реакции:



$\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$										
% Co	m $\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$	m $(\text{Co}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	m $(\text{Zn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$	m ост.	m 1 прок	пот. m1 %	m 2 прок	пот. m2 %	m печь	выход %
1	0,25	0,0132	1,22	1,12	0,45	59,82	0,22	51,11	0,21	84
3	0,25	0,0396	1,2	1,14	0,46	59,65	0,23	50	0,23	92
5	0,25	0,0659	1,17	1,2	0,51	57,5	0,24	52,94	0,24	96
7	0,25	0,0923	1,15	1,21	0,48	60,33	0,24	50	0,23	92

Получение шпинели $Zn_{1-x}Co_xAl_2O_4$ гидрокарбонатным методом.



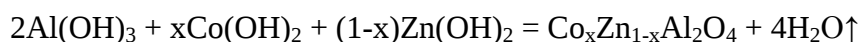
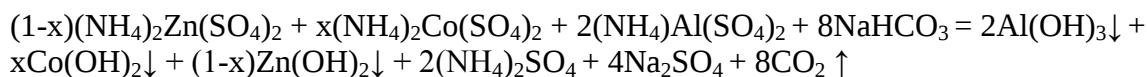
Для получения шпинели использовались:

- Цинкаммонийный шенит $(NH_4)_2Zn(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$
- Кобальтаммонийный шенит $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$
- Алюмоаммонийные квасцы $(NH_4)Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$
- Гидрокарбонат натрия $NaHCO_3$

Были приготовлены навески соединений в расчёте на 0,01 моль шпинели. Шениты и квасцы были перетёрты вместе в фарфоровой ступке, затем к ним был добавлен гидрокарбонат натрия. Полученная смесь высыпалась небольшими порциями в химический стакан с горячей водой, поставленный на магнитную мешалку, причём свежие порции добавлялись только после прекращения газовой выделения. После отстаивания осадка большая часть маточного раствора была слита, а остаток был залит горячей водой. Подобную процедуру декантации провели несколько раз до отрицательной пробы на сульфат-ион с раствором хлорида

бария. Далее осадок был профильтрован через бумажный фильтр, а позже высушен в сушильном шкафу при $\sim 140^\circ C$. Получившийся продукт, исходя из потери массы, представляет собой смесь карбонатов и гидроксидов. Далее он был перетёрт в фарфоровой ступке, помещён в фарфоровый тигель и прокалён на горелке Теклю, а затем перемещён в алундовый тигель и отдан для отжига в печь на $1200^\circ C$. В таблице приведены расчетные данные, массы после прокаливаний, выходы реакций осаждения и потери масс при прокаливании.

Реакции:



$Co_xZn_{1-x}Al_2O_4$									
%C о	$m(Co(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O)$	$m(Zn(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O)$	$m(NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O)$	$m(NaHCO_3)$	m осадка	m прок.	пот. m %	m печь	w, %
5	0,1976	3,82	9,07	7,39	1,92	1,32	31,25	1,31	71,73
10	0,3953	3,62	9,07	7,39	1,95	1,37	29,74	1,37	75,14
20	0,7906	3,21	9,07	7,39	2,02	1,33	34,16	1,33	72,86
30	1,1859	2,81	9,07	7,39	2	1,31	34,5	1,3	71,59
50	1,9765	2,01	9,07	7,39	1,92	1,34	30,21	1,34	74,55

Получение шпинели $Zn_{1-x}Co_xAl_2O_4$ сульфатным методом.



Для получения шпинели использовались:

- Цинкаммонийный шенит $(NH_4)_2Zn(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$
- Кобальтаммонийный шенит $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$
- Алюмоаммонийные квасцы $(NH_4)Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

Были приготовлены навески соединений в расчёте на 0,0025 моль шпинели, шениты и квасцы перетёрты вместе в фарфоровой ступке, полученная смесь перенесена в фарфоровый тигель, впоследствии прокалённый на горелке Теклю для разложения сульфата аммония

и удаления кристаллизационной воды. Выделяющиеся газы окрашивали смоченную водой универсальную индикаторную бумагу в синий цвет, что свидетельствует о выделении аммиака. Получившийся продукт, исходя из потери массы, представлял собой смесь сульфатов металлов. Полученная спекшаяся смесь была отделяли от стенок тигля, перетёрта в ступке и перемещена в алундовый тигель. Далее алундовый тигель был прокален на воздуходувной горелке для разложения сульфатов металлов. Получившийся продукт, исходя из потери массы, представлял собой смесь оксидов цинка, кобальта и сульфата. Образующиеся газообразные продукты окрашивали индикаторную бумагу в красный цвет, что подтверждало разложение сульфатов. После прекращения газовыделения тигель был охлаждён и отдан для прокаливания в печь на 1200 °С. По потере массы можно сказать о полном разложении сульфатов. В таблице приведены расчетные данные, массы после прокаливаний, выходы реакций осаждения и потери масс при прокаливании.

Реакции:

$(3 - 3x) (NH_4)_2Zn(SO_4)_2 \cdot 6H_2O + 3x (NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O + 6 AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O = 3Al_2(SO_4)_3 + 3x CoSO_4 + (3 - 3x) ZnSO_4 + 8NH_3 \uparrow + 2N_2 \uparrow + 102H_2O \uparrow + 6SO_2 \uparrow$ (на газовой горелке)

$2x CoSO_4 + (2 - 2x) ZnSO_4 = 2xCoO + (2 - 2x)ZnO + 2SO_2 \uparrow + O_2 \uparrow$ (на воздуходувной горелке)

$2Al_2(SO_4)_3 + 2xCoO + (2 - 2x)ZnO = 2Co_xZn_{1-x}Al_2O_4 + 6SO_2 \uparrow + 3O_2 \uparrow$ (в печи)

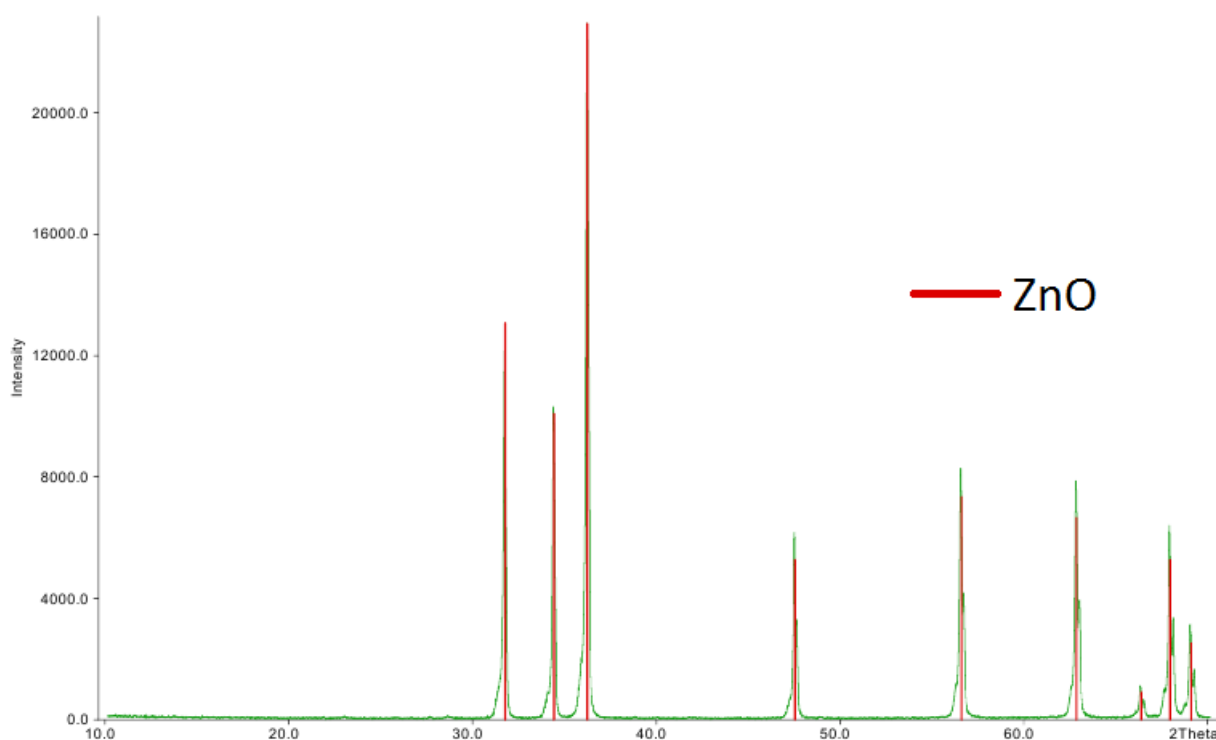
$Co_xZn_{1-x}Al_2O_4$											
%	nZnCoO	m($Co(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$)	m($Zn(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$)	m($AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$)	пот. m1 %	m1	пот. m2 %	m2	потеря печь	m печь	выход %
5	0,0025	0,05	0,95	2,27	63,45	1,2	25,23	1,01	59,41	0,41	89,6
10	0,0025	0,1	0,9	2,27	62,55	1,22	24,32	0,99	57,58	0,42	91,95
20	0,0025	0,2	0,8	2,27	61,89	1,25	26,82	1,12	61,61	0,43	94,48
30	0,0025	0,3	0,7	2,27	63,45	1,2	27,12	0,96	60,42	0,38	83,79
40	0,0025	0,4	0,6	2,27	63,78	1,18	24,13	1,05	60,95	0,41	90,73
50	0,0025	0,49	0,5	2,27	64,11	1,17	25,11	0,95	55,79	0,42	93,27

Анализ веществ

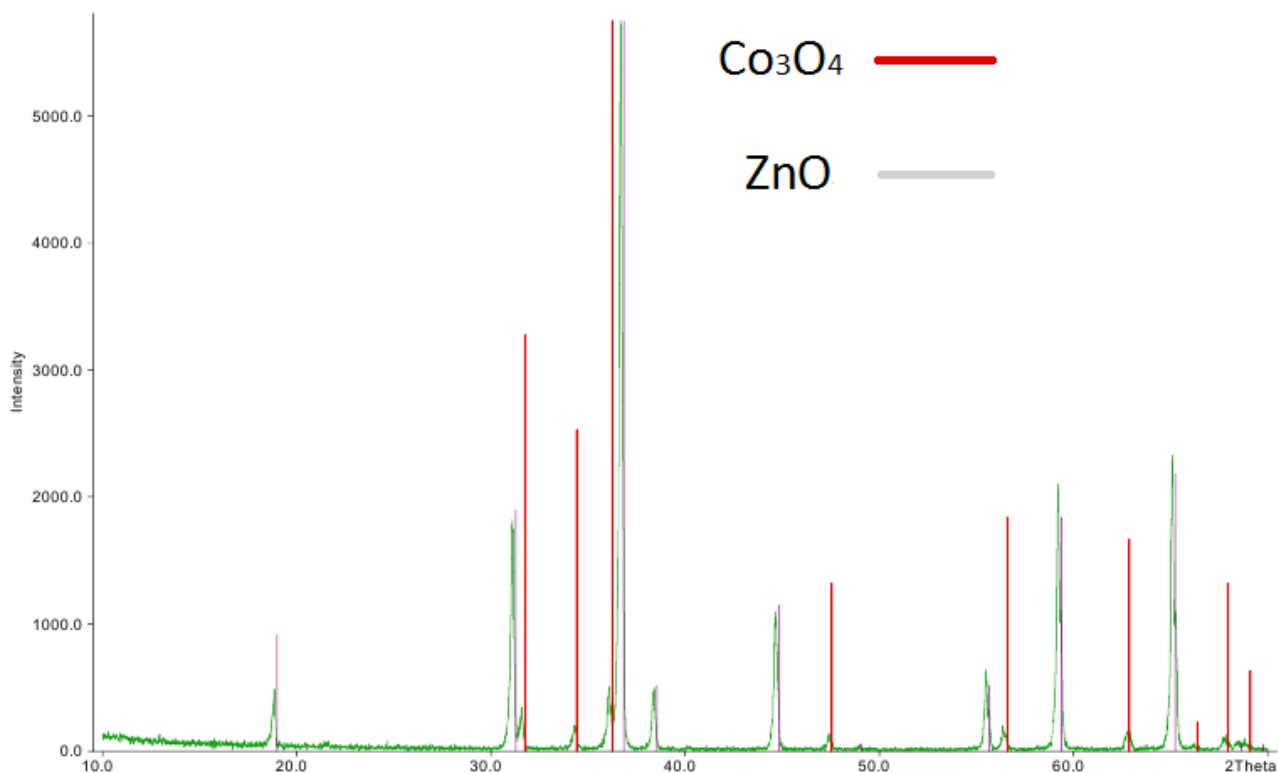
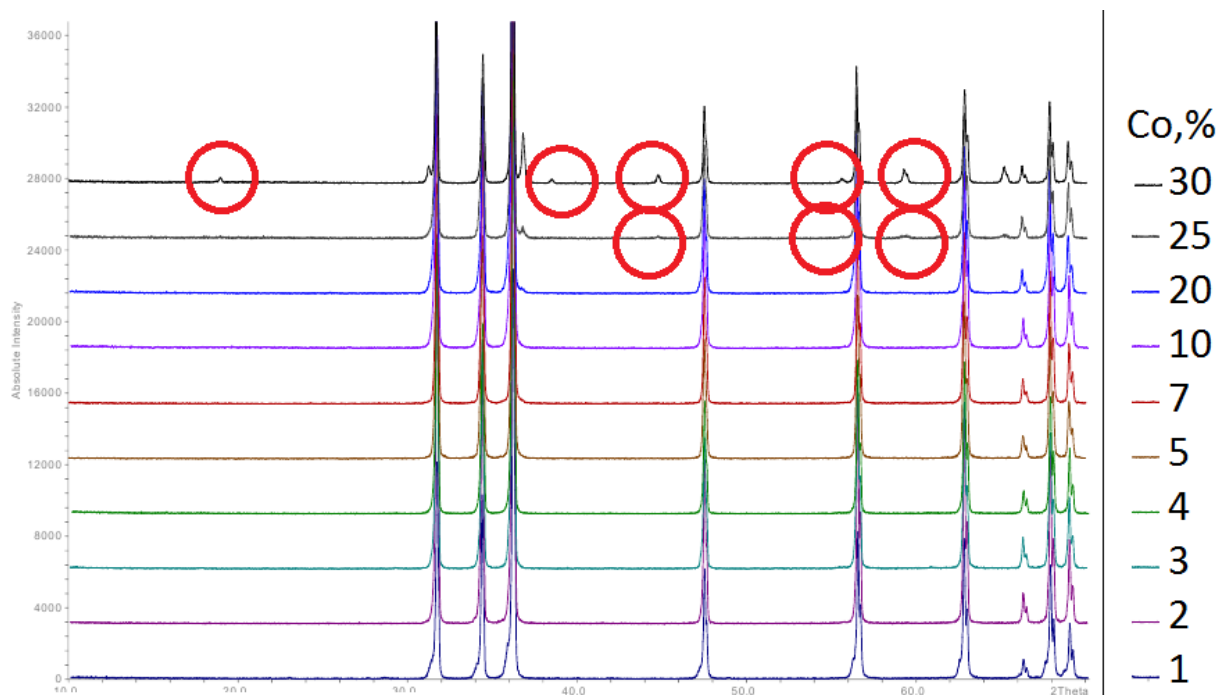
После обжига в печи все образцы были отданы на рентгенофазовый анализ (РФА). Полученные результаты обрабатывались с помощью программы WinXrow. Сначала все образцы были исследованы на однофазность, потом у некоторых из них были рассчитаны параметры решётки.

$\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}$

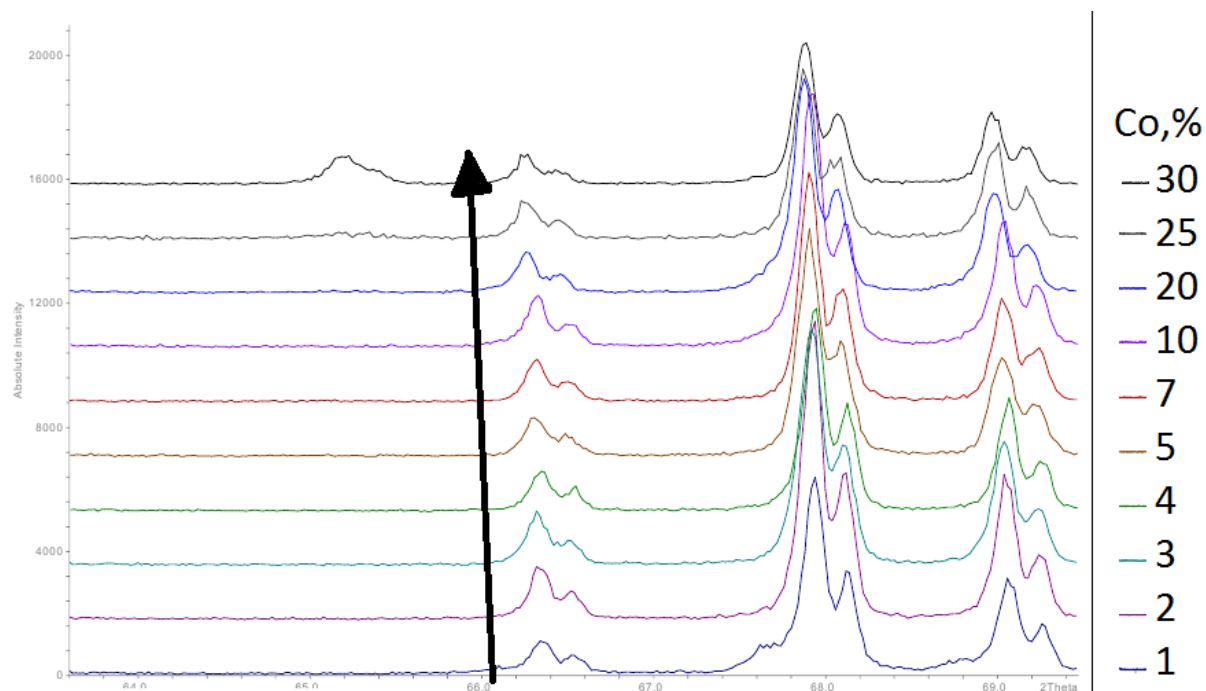
Были синтезированы образцы с мольной долей кобальта 1, 2, 3, 4, 5, 7, 10, 20, 25, 30, 80%. Образцы с содержанием кобальта меньше 25% оказались однофазными, из чего следует, что в данной области температур существуют твёрдые растворы $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}$.



Образцы же с большим содержанием кобальта загрязнены, видимо, Co_3O_4 . Значит, область твёрдых растворов свыше 25% не существует при данной температуре, обратное же замещение (замещать ZnO на CoO) невозможно, так как требуется инертная атмосфера и вместо твёрдых растворов CoO окисляется. Ниже приведены графики растворов 1-30% и 80%.



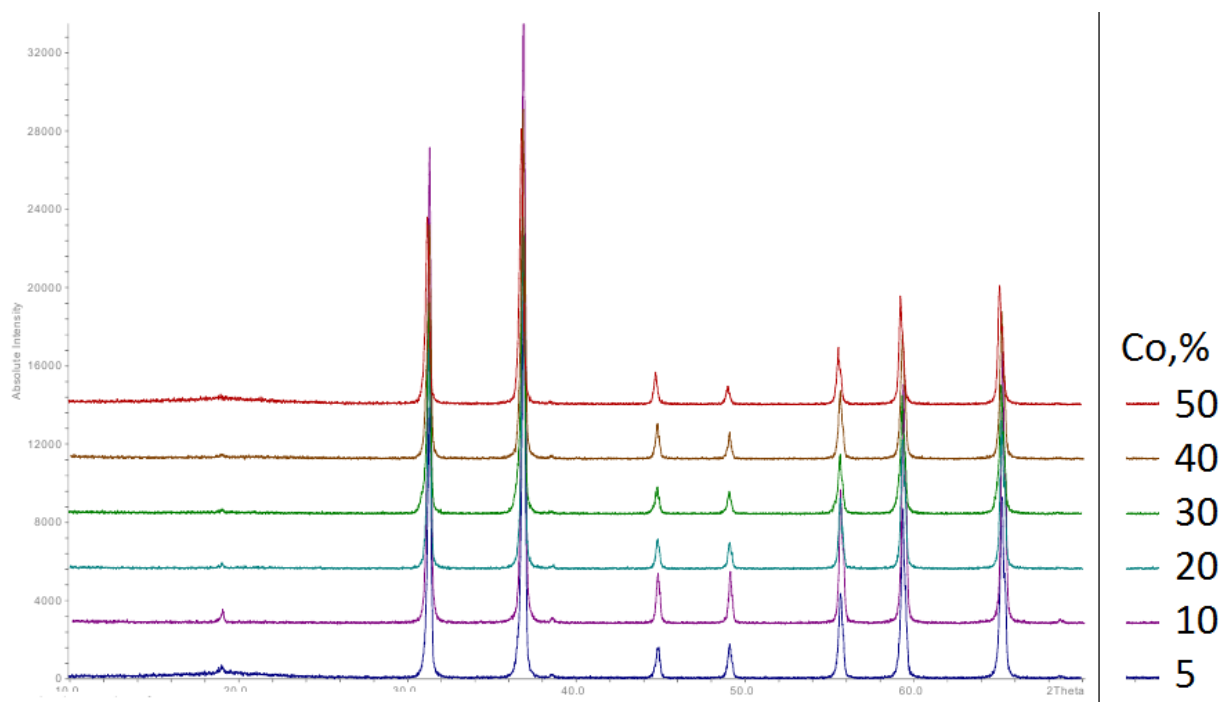
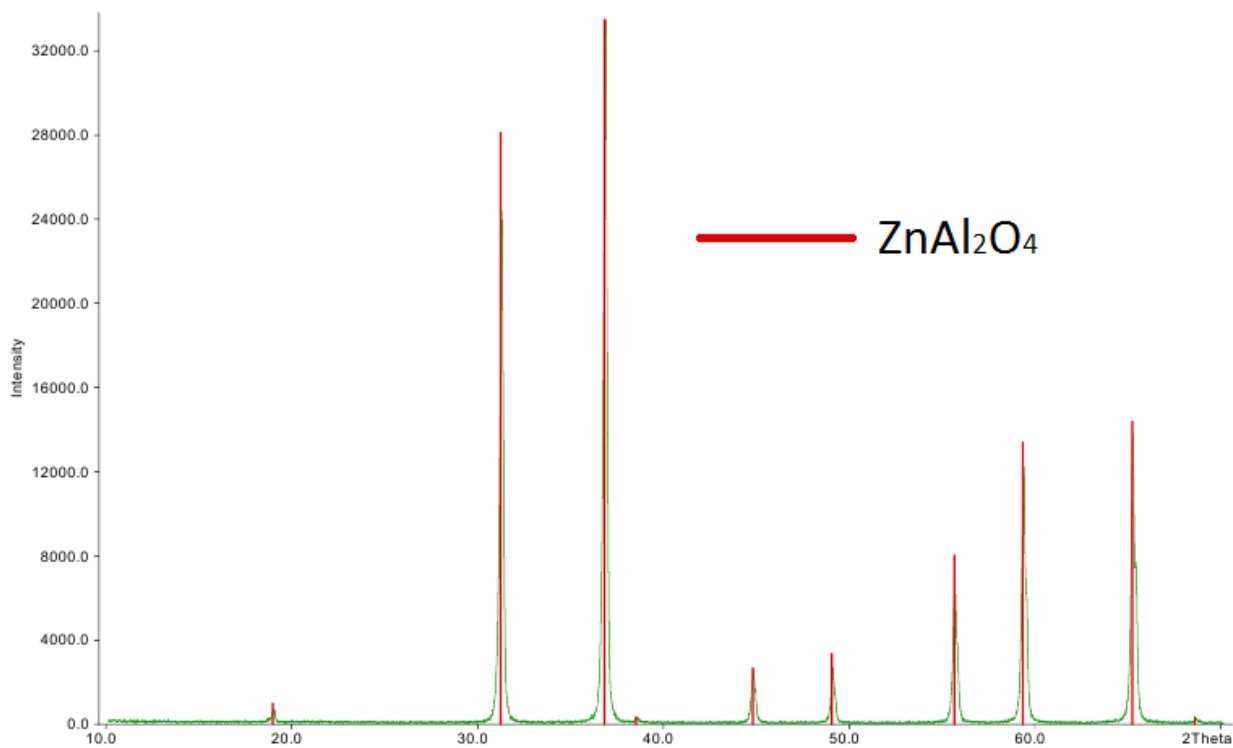
Если учесть сдвиг нуля, то при больших углах видно некоторое смещение пиков.



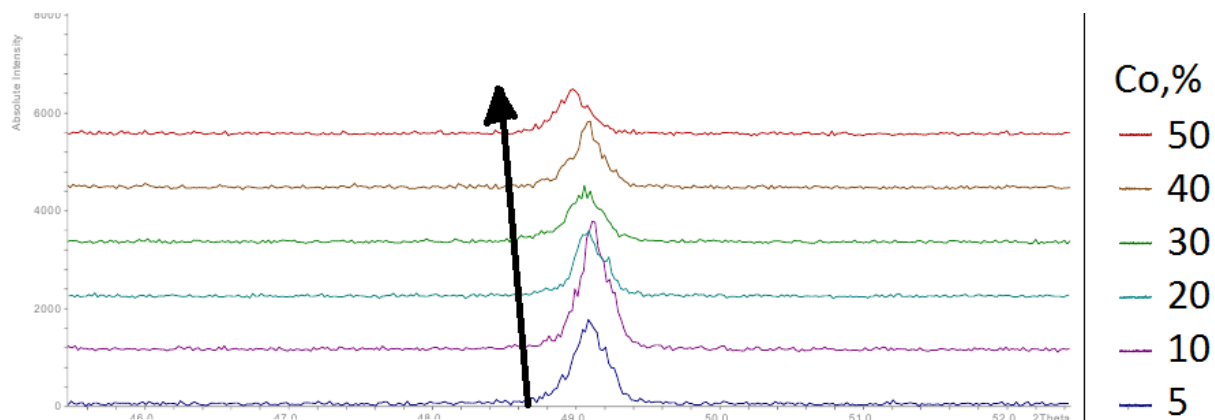
Это может косвенно указывать на замещение CoO на ZnO, так как ион кобальта больше иона цинка, то увеличивается параметр решётки и межплоскостное расстояние d , а значит, по условию Брегга-Вульфа $n\lambda = 2d\sin\theta$ синус должен уменьшиться $\Rightarrow \theta$ тоже должен уменьшиться, что можно проследить по графику.

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

Были синтезированы образцы с мольной долей кобальта 5, 10, 20, 30, 40, 50%. Все образцы оказались однофазными, из чего следует, что в данной области температур существуют твёрдые растворы $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{Al}_2\text{O}_4$. Ниже приведены графики этих растворов.

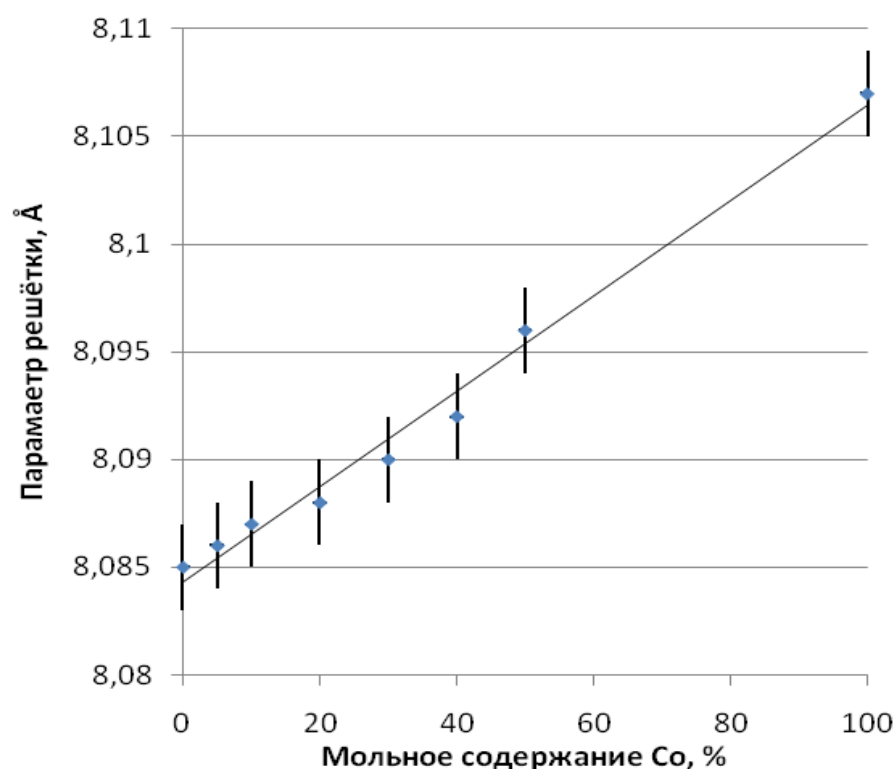


Если учесть сдвиг нуля, то при больших углах видно некоторое смещение пиков.



Это может косвенно указывать на замещение Zn^{+2} на Co^{+2} , так как ион кобальта больше иона цинка, то увеличивается параметр решётки и межплоскостное расстояние d , а значит, по условию Брегга-Вульфа $n\lambda = 2d\sin\theta$ синус должен уменьшиться $\Rightarrow \theta$ тоже должен уменьшиться, что можно проследить по графику.

Закон Вегарда примерно выполняется для данных шпинелей, но утверждать это однозначно нельзя из-за большой погрешности. Параметры решёток с 0 и 100% содержанием взяты из справочных данных библиотеки WinXrow. Погрешность составляет примерно 0,02 Å (из расчёта программы).



Содержание Co, %	0	5	10	20	30	40	50	100
a , Å	8,085	8,086	8,087	8,088	8,09	8,092	8,096	8,107

Выводы

Выводы к нашей работе стали следующие:

- Мы научились пользоваться химической посудой, взвешивать, осаждать или кристаллизовать некоторые вещества, фильтровать, высушивать и прокаливать их.
- В процессе получения практики были синтезированы твёрдые растворы на основе Zn-Co-O и Zn-Co-Al-O . Всеми тремя способами были получены однофазные образцы. Самым быстрым оказался оксалатный метод. При этом, порошок получался наиболее гомогенным, если происходило осаждение из горячего раствора (тогда частицы выпадающего вещества были меньше, чем при холодном) и происходило соосаждение (два оксалата, перетёртые в ступке, после прокаливания имели визуальную большую неоднородность, чем соосаждённые из раствора). Другие два метода обеспечивали не меньшую гомогенность. Эти методы лучше спекания оксидов тем, что по ним образуется более гомогенная смесь, и эта смесь имеет меньшую температуру спекания за счёт того, что при разложении оксалатов, гидроксидов или сульфатов образуются более активные оксиды.
- По наблюдениям можно сделать вывод: чем больше содержание иона-хромофора в твёрдом растворе – тем ярче окрашен образец.
- При обработке данных РФА мы установили, однофазны ли образцы, таким образом найдя для системы Zn-Co-O примерный предел растворимости CoO в ZnO при данных условиях обжига. Также мы научились с помощью программы WinXrow определять параметры кристаллической решётки однофазных образцов для системы Zn-Co-Al-O и смогли проверить справедливость закона Вегарда для неё.

Материальные затраты и приобретения.

Реактивов израсходовано:

- ≈ 60 граммов алюмоаммонийных квасцов
- ≈ 60 граммов цинкаммонийного шенита
- ≈ 15 граммов кобальтаммонийного шенита
- ≈ 40 граммов гидрокарбоната натрия
- ≈ 20 граммов моногидрата оксалата аммония

Реактивов синтезировано:

- ≈ 750 граммов цинкаммонийного шенита
- ≈ 65 граммов кобальтаммонийного шенита

Посуды разбито:

- 1 фарфоровый тигель
- 1 фильтр Шотта

Список использованной литературы

- Вест А. Химия твердого тела. М. : «Мир», 1988.
- Д.О.Чаркин, А.И.Баранов, П.С.Бердоносов. Методическая разработка к практикуму "Начала химического эксперимента"
- Никольский Б.П. Справочник химика, т. 3. Л. :«Химия», 1965
- Отчеты по 10-недельным практикумам прошлых лет
- Гл. ред.И.Л.Кнунянц, Н.С.Зефилов. Химическая энциклопедия. «Советская энциклопедия», 1998.

Благодарности.

Мы хотели бы выразить искреннюю благодарность:

- Жирову Александру Ивановичу за ценные указания и помощь в проведении исследований.
- Брылёву Олегу Александровичу, Трусову Льву Артемовичу за полезные советы.
- Дорофееву Сергею Геннадьевичу за отжиг образцов в печи.
- Лебедеву Василию Александровичу за проведение РФА.
- Береговой Галине Давыдовне, Смирнову Евгению Васильевичу за предоставление лаборатории, оборудования и реактивов.