

Московский государственный университет
им. М. В. Ломоносова

Химический факультет

*Получение и свойства гидроксохлорида железа (III),
текстурированного в полые шарообразные
макрочастицы*

Курсовая работа студента
1XX группы
XXXXXXXX

Руководитель: доцент, к. х. н.
XXXXXXXX

Преподаватель: к. х. н. XXXXXX

Москва XXXX

Оглавление

1. Введение	3
2. Литературный обзор	5
2.1. Гидроксидные фазы железа (III)	5
2.2. Гидроксохлоридные фазы железа (III)	6
2.3. Гидроксоформы других солей железа (III)	7
3. Экспериментальная часть	8
3.1. Синтез макротекстурированного гидроксохлорида железа (III)	8
3.2. Электронно-микроскопическое исследование образцов	8
3.3. Определение содержания в образцах хлорид-ионов	9
3.4. Рентгенофазовый анализ	14
3.5. Термогравиметрический анализ	15
4. Обсуждение результатов	18
5. Выводы	19
6. Список литературы	20

Введение

Свойства материалов зависят не только от их внутренней структуры, но и от того, какова текстура материала. Изучению текстуры различных материалов посвящено огромное число исследований. Однако в последнее время внимание стало привлекать не только микротекстурирование материалов (масштаб которого обычно составлял 10-20 мкм), но и его макротекстурирование, т.е. искусственное создание таких макротекстур, масштаб которых составляет от долей миллиметра до 2 - 4 миллиметров.

В качестве модельного материала, на примере которого предполагалось изучить влияние макротекстурирования на свойства материала, в лаборатории гетерогенных процессов выбрали гидроксид железа(III). Гидроксид железа - широко используемый на практике материал (в качестве сорбента, наполнителя и т.д.). Кроме того, при нагревании гидроксида железа легко получить другой важный материал - оксид железа(III) Fe_2O_3 . Наконец, при нагревании гидроксида железа в восстановительной атмосфере получают порошки железа, используемые как катализатор и т.п.

Для макротекстурирования гидроксида железа(III) был выбран метод, связанный с формированием слоя гидроксида железа на поверхности капель раствора хлорида железа(III) за счёт введения этих капель на определённое время в атмосферу аммиака.

Исследования, выполненные в лаборатории ранее, показали, что при восстановлении таких полых частиц водородом при температуре от $380^{\circ}C$ до $750^{\circ}C$ получаемое α -железо находится в двух формах. Доминирующей формой выступает форма, связанная с образованием при восстановлении бесформенных частиц α -железа с размером 0.5 - 3 мкм. Но, кроме этой формы, постоянно возникает и вторая форма - нитевидные частицы α -железа длиной до 150 - 200 мкм и диаметром около 1 мкм (рис.1).

Возможно, что формирование нитеобразных частиц железа связано с особенностями состава и строения исходных макротекстурированных частиц гидроксохлорида железа. Поэтому в данной работе была поставлена цель - синтезировать и выявить важнейшие характеристики полых макротекстурированных частиц гидроксохлорида железа(III).

В качестве методов исследования были выбраны: химический анализ (метод прямой потенциометрии с использованием хлорсеребряного электрода), рентгенофазовый анализ и дифференциально-термический гравиметрический анализ. Кроме того, поверхность полых макрочастиц была охарактеризована по данным электронно-микроскопического анализа, а их качественный состав - по данным рентгенофлюоресцентного микроанализа.

a

Рис. 1. Нитеобразные частицы α -железа, образующиеся при восстановлении водородом полых макротекстурированных частиц гидроксохлорида железа (III)

Температуры восстановления:

а - 500°C ; б - 600°C

Литературный обзор

1. Гидроксидные фазы железа(III)

В литературе не существует единого мнения по поводу состава, строения и свойств гидроксидных фаз, получаемых при осаждении различными основаниями из солей железа(III).

Так, в работе [12] сообщено, что при действии аммиака на растворы солей железа(III) выпадает в осадок некристаллизующийся гидроксид железа(III) в виде объёмистого геля светло-бурого цвета, содержание воды в котором обычно больше, чем соответствует формуле $\text{Fe}(\text{OH})_3$. С момента образования это вещество начинает дегидратироваться, причём процесс дегидратации идёт непрерывно и прекращается в тот момент, когда состав соединения отвечает формуле $\text{FeO}(\text{OH})$ [12].

В других источниках можно найти несколько другой вариант описания процесса осаждения: там указано, что при действии аммиака на раствор солей Fe^{3+} образуется оксид трёхвалентного железа в виде красно-бурого осадка, из которого образуются гели с различным содержанием воды [11]. Как видно из вышесказанного, общим является мнение, что гидроксидным фазам железа(III) свойственна интенсивная дегидратация.

Также в литературе имеются данные об образовании при действии оснований на растворы солей железа (III) осадков нестехиометрических основных солей. Так, например, при действии аммиака на раствор сульфата железа (III) образуется осадок, состав которого отвечает формуле $\text{NH}_4\text{Fe}_3(\text{OH})_6(\text{SO}_4)_2$ [1]. Это вещество называют ярозитом. В ярозите ион аммония при определенных значениях рН может легко замещаться протоном [3]. При проведении осаждения не аммиаком, а раствором КОН, состав осадка изменяется лишь качественно - вместо иона аммония в осадке содержится ион K^+ [4].

Однако, при проведении осаждения различными осадителями (NH_3 , КОН, NaOH) одинаковой концентрации, молярные соотношения входящих в состав осадка ионов не изменяются [5].

Гораздо более существенное влияние на состав осадков оказывают условия проведения осаждения. Так, при приливании раствора КОН к раствору $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, полученное вещество содержит больше сульфат - ионов, чем осадок, полученный при проведении реакции в обратной последовательности [2].

Гидроксохлоридные фазы железа (III)

При образовании осадка в растворе, в котором присутствуют ионы хлора, в состав образующегося вещества непременно входит хлор. Хлорсодержащие оксо- и гидроксо соли Fe^{3+} могут быть получены различными путями. Так, сообщено о получении фазы, содержащей оксихлорид железа(III), путём окисления кислородом воздуха смеси $\text{Fe}(\text{OH})\text{Cl}$ и $\text{Fe}(\text{OH})_2$ в растворе, содержащем хлорид аммония. Авторы предполагают, что состав осадка приблизительно выражается формулой $3\text{Fe}(\text{OH})_2 \cdot \text{FeOCl} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ [15]. Соединения подобного типа в литературе называются «Green Rust» (зелёная ржавчина) из-за того, что они содержат одновременно двух- и трёхвалентное железо [21, 22]. Упоминается также термическая нестабильность соединений подобного типа: при нагревании они переходят в Fe_3O_4 [16]. Фаза «Green Rust» может быть стабилизирована в присутствии хлорид- или сульфат ионов, которые, однако не очень прочно с ней связаны.

В присутствии достаточно большого количества воды Green Rust обменивает стабилизирующие её анионы на гидроксо-группы, наличие которых ускоряет переход этой фазы в гидратированные оксидные формы, менее растворимые, а, следовательно, более устойчивые [14, 17, 18, 19].

Также сообщено об образовании различных двойных солей, содержащих как ионы аммония и трёхвалентное железо, так и воду: $2\text{NH}_4\text{Cl} \cdot \text{FeCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{NH}_4\text{Cl} \cdot \text{FeCl}_3$, $\text{NH}_4\text{Cl} \cdot 2\text{FeCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{NH}_4\text{Cl} \cdot 4\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [20].

FeOCl имеет тёмно-коричневую окраску, как и все основные соли трёхвалентного железа. При нагревании до 300°C он постепенно разлагается:



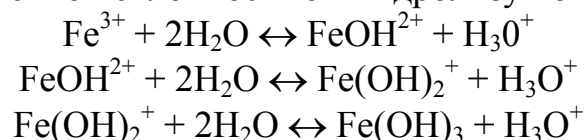
При более высоких температурах начинает возгоняться хлорид железа FeCl_3 [10, 11, 13].

В общем, оксихлоридные фазы трёхвалентного железа гораздо более устойчивы к изменениям среды, чем гидроксофазы: они растворяются только в растворах сильных кислот, таких, как H_2SO_4 , HCl , HNO_3 . В процессе старения гидроксидные фазы железа(III) переходят, отщепляя относительно слабо связанную кристаллизационную воду, в оксо-соли [9]. В результате получается смесь аморфной и кристаллической фаз.

Выполнено количественное определение содержания данных фаз на различных этапах старения гидрогелей $\text{Fe}(\text{III})$ [7]. При старении гидроксохлоридных фаз происходит постепенный переход сначала в α - FeOOH (гётит), а затем в α - Fe_2O_3 [8].

Гидроксоформы других солей железа (III)

Существует большое количество различных соединений трёхвалентного железа, в состав которых, помимо самого железа, входят атомы кислорода, водорода, хлора, серы, азота и многих других соединений. Разнообразие химии гидроксо- и оксосоединений железа (III) объясняется, во-первых, большим сродством атома железа к кислороду, во-вторых, очень малым значением произведений растворимости его гидроксо солей, и, в-третьих, ярко выраженной склонностью к гидролизу иона Fe^{3+} :



И, несмотря на то, что гидролизом по второй и третьей ступени можно, в принципе, пренебречь (из-за малости значений соответствующих констант), именно присутствием в растворе гидроксидных форм трёхвалентного железа объясняют бурую окраску водных растворов его солей [10].

Помимо ярозита, к соединениям, содержащим гидроксидную фазу трёхвалентного железа более или менее стехиометрического состава, можно отнести и описанный в литературе аморфный основной сульфат $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$. Он образуется при приливании раствора осадителя в избыток раствора сульфата трёхвалентного железа [2].

В литературе также было описано осаждение гидроксофазы железа (III) аммиаком из раствора $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. При этом ионы NO_3^- содержатся в гидроксофазе в составе кристаллов NH_4NO_3 , расположенных на поверхности, и анионов NO_3^- , входящих в структуру первичных частиц. При высушивании образца данного вещества часть структурно связанных анионов переходит в растворённые в воде соединения. Отмечается также, что при многократном промывании и сушке этого вещества не было обнаружено грубодисперсной фазы $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [6].

Таким образом, можно заключить, что, несмотря на то, что число исследований в области химии гидроксо- и оксосоединений трёхвалентного железа достаточно велико, существует ещё много вопросов, ответ на которые может быть получен только в итоге новых экспериментальных исследований. В данной работе поставлена задача синтезировать и охарактеризовать основной хлорид железа(III), образующийся на поверхности капель концентрированного водного раствора хлорида железа(III) при внесении этих капель в атмосферу аммиака.

Экспериментальная часть

1. Синтез макротекстурированного гидроксохлорида железа(III)

Предварительно готовили, исходя из гидратированного хлорида железа(III) марки х.ч., 30%-ный водный раствор этого соединения. Далее 1-2 мл полученного раствора набирали в пластмассовый шприц. Шприц закрепляли в штативе, затем выдавливали из него каплю раствора и вводили её в стеклянную пробирку с отводом, на дно которой предварительно было налито 5-10 мл 25%-ного раствора аммиака. Через 5-7 минут каплю раствора, покрытую твёрдой тёмно-коричневой коркой, вынимали, осторожно отделяли от шприца и переносили на предметное стекло.

Далее каплю в течение 1-2 минут выдерживали в этиловом спирте для удаления воды, затем промывали ацетоном и полученные полые частицы сушили на воздухе при комнатной температуре до постоянной массы. Как показали результаты измерения массы частиц, изменение массы (при погрешности весов ± 0.5 мг) прекратилось на восьмые сутки высушивания.

Масса отдельной частицы составила около 7 мг, с колебаниями в пределах от 5 до 10 мг. Размеры частиц составляли примерно 4-5 мм, отверстие в них (место прикрепления к шприцу) было диаметром около 1.5-2.5 мм. Толщина стенок частиц равна 0.1-0.2 мм.

В качестве образцов сравнения использовались образцы гидроксида железа(III), приготовленные смешиванием водных растворов аммиака и FeCl_3 . При этом в одном случае раствор аммиака приливали к избытку раствора FeCl_3 . Формирование осадка при этом проходило в условиях избытка Cl^- ионов в растворе. В другом случае, наоборот, к избытку раствора FeCl_3 приливали раствор NH_3 . В этих условиях осадок формировался при избытке аммиака в растворе.

Далее осадок отделяли, промывали, как было описано выше, и сушили на воздухе.

2. Электронно-микроскопическое исследование образцов

Поверхности полых частиц исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа марки «Amrey» (США). Предварительно образцы напыляли в вакууме слоем Pt-Pd, толщиной 5-8 нм. Для измерений образцы помещали в вакуумированную камеру электронного микроскопа и, после достижения требуемого вакуума, наблюдали поверхности образцов. Типичный вид поверхности образца показан на рис. 2.

С помощью микроанализатора (площадь анализируемого участка около 1 мкм²), которым снабжён микроскоп «Amrey», определили качественный состав полученных полых частиц. По полученным данным, частицы состоят из железа, хлора и кислорода (водород не определялся). Таков же качественный состав образцов гидроксида железа(III) обоих типов.

3. Определение содержания в образцах хлорид-ионов

Для определения содержания хлора в образцах был использован метод прямой потенциометрии с использованием хлорсеребряного электрода. В качестве образцов сравнения использовались образцы, полученные при сливании растворов NH₃ и FeCl₃.

Предварительно точно взвешенные на аналитических весах навески образцов сравнения, полых частиц и Fe(NO₃)₃·9H₂O растворили в 30%-ном растворе азотной кислоты. Далее полученные растворы были нейтрализованы 25%-ным раствором NaOH до начала выпадения осадка гидроксофазы. Титрование проводилось пипетками, точность которых составляла ± 0.02 мл.

Количественные характеристики данной стадии приведены в табл. 1.

Таблица 1

Количественные характеристики растворения навесок образцов в HNO₃ и их нейтрализации NaOH

номер бюкса	вещество, которое содержится в бюксе	масса навески, мг	масса раствора HNO ₃ , взятая для растворения навески, мг	масса раствора NaOH, взятая для нейтрализации, мг
1	полые частицы	7.7	2.2	2.8
2	осадок, полученный при избытке NH ₃	8.9	2.5	3.0
3	осадок, полученный при избытке FeCl ₃	17.0	4.8	6.2
4	Fe(NO ₃) ₃ * 9H ₂ O	66.9	6.2	6.3

Рис. 2. Внешний вид полых шарообразных частиц
(по данным электронно - микроскопического анализа)

Далее в шесть отдельных бюксов было перенесено при помощи пипеток по 0.5 г раствора, находившегося в бюксе 4. Далее в каждый из этих бюксов прилили количество воды и раствора NaCl (с концентрацией Cl⁻ ионов 100 мкг/мл), необходимое для создания концентраций от 16 до 80 мкг Cl⁻ ионов в 1 мл раствора. Затем в каждый раствор добавили по 2.5 мл раствора NaCH₃COO.

Далее была измерена разность потенциалов Δφ между данными растворами и раствором сравнения, который был приготовлен из 2.0 мл H₂O, 0.5 мл раствора из бюкса 4 и 2.5 мл раствора NaCH₃COO (т.е. данный раствор не содержал Cl⁻). Данные, полученные на этом этапе - этапе построения калибровочного графика - приведены в таблице 2.

Таблица 2

Данные для построения калибровочного графика

номер бюкса	объём раствора NaCl, мл; C _{Cl⁻} =100 мкг/мл	объём воды, мл	m _{p-ра} из бюкса 4	Объём раствора NaCH ₃ COO, мл	Суммарный объём, мл	C _{Cl⁻} , мкг/мл	Δφ, мВ
1	2.0	0.0	0.5	2.5	5.0	80	200
2	1.5	0.5	0.5	2.5	5.0	60	206
3	1.0	1.0	0.5	2.5	5.0	40	214
4	0.8	1.2	0.5	2.5	5.0	32	219
5	0.6	1.4	0.5	2.5	5.0	24	224
6	0.4	1.6	0.5	2.5	5.0	16	230
7	0.0	2.0	0.5	2.5	5.0	0	*

По полученным данным с использованием метода наименьших квадратов была получена зависимость разности потенциалов растворов от концентрации Cl^- -ионов в этих растворах:

$$\Delta\varphi, \text{ мВ} = -0.46C_{\text{Cl}^-}, \text{ мкг/мл} + 234.82 \text{ мВ} \quad (\text{I})$$

Далее был построен график этой функции - калибровочный график (рис. 3)

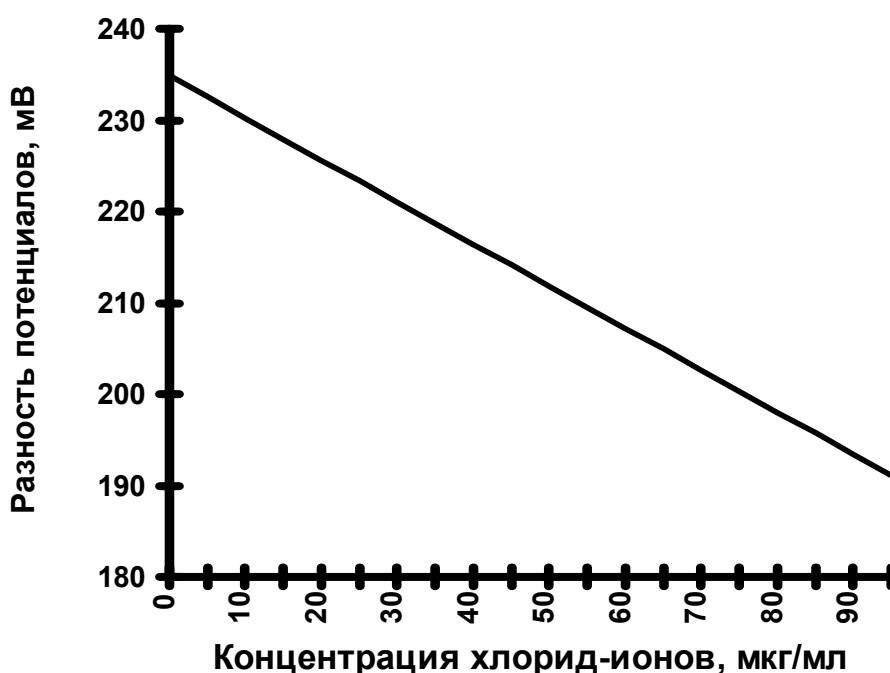


Рис. 3. Калибровочный график для определения концентрации хлорид-ионов

Следующим этапом анализа было определение содержания хлорид-ионов в растворах, полученных при растворении и последующей нейтрализации образцов (бюксы 1, 2, 3). Для этого в пятнадцать бюксов было перенесено определённое количество растворов образцов. Объёмы колебались от 0.1 до 0.5 мл.

В каждый из бюксов был прилит такой объём раствора $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ (бюкс 4, табл. 1), чтобы суммарный объём пробы в бюксе составил 0.5 мл. Затем в бюксы прилили по 2.0 мл воды и 2.5 мл раствора NaCH_3COO . Таким образом, суммарный объём каждой пробы составил ровно 5.0 мл.

Далее по изложенной выше методике были измерены разности потенциалов между растворами проб и раствором сравнения (бюкс 7, табл. 2). Исходные и полученные данные этого этапа приведены в табл.3.

Таблица 3

Результаты определения разности потенциалов между растворами образцов и раствором сравнения

Номер бюкса	Объём раствора образца, мл	Объём раствора $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ из бюкса 4, табл. 1, мл	Объём воды, мл	Объём раствора CH_3COONa , мл	$\Delta\phi$, мВ
<i>Полые частицы (бюкс 1, табл. 1)</i>					
1	0.20	0.30	2.00	2.50	229
2	0.30	0.20	2.00	2.50	219
3	0.35	0.15	2.00	2.50	215
4	0.40	0.10	2.00	2.50	210
5	0.50	0.00	2.00	2.50	208
<i>Вещество, полученное при избытке аммиака (бюкс 2, табл. 1)</i>					
1	0.20	0.30	2.00	2.50	226
2	0.25	0.25	2.00	2.50	222
3	0.30	0.20	2.00	2.50	217
4	0.35	0.15	2.00	2.50	216
5	0.40	0.10	2.00	2.50	214
<i>Вещество, полученное при избытке FeCl_3 (бюкс 3, табл. 1)</i>					
1	0.10	0.40	2.00	2.50	229
2	0.20	0.30	2.00	2.50	218
3	0.25	0.25	2.00	2.50	215
4	0.30	0.20	2.00	2.50	211
5	0.40	0.10	2.00	2.50	203

Далее, по полученным значениям разности потенциалов с использованием ранее построенного калибровочного графика (рис.3), были найдены значения концентраций Cl^- -ионов в растворах образцов. Затем было рассчитано процентное содержание хлора в исходных образцах. Окончательные результаты определения содержания хлора в образцах приведены в табл.4 и 5.

Таблица 4

Концентрация хлорид-ионов в растворах образцов

Номер бюкса	Вещество, раствор которого содержится в бюксе	Концентрация хлорид-ионов в растворе, мкг/мл
1*	полые частицы	40.5
2	осадок, полученный при избытке NH_3	34.4
3	осадок, полученный при избытке FeCl_3	42.7

* - номера бюксов приведены в соответствии с табл. 1.

Таблица 5

Содержание хлора в исходных навесках образцов

Способ осаждения фазы	Содержание хлора, масс. %
Действие газообразного аммиака на каплю раствора FeCl_3	17.0
Приливание раствора аммиака к избытку раствора FeCl_3	24.6
Приливание раствора FeCl_3 к избытку раствора аммиака	11.6

4. Рентгенофазовый анализ

Рентгенофазовый анализ основан на явлении дифракции рентгеновских лучей при прохождении их через кристаллический образец. Дифракционная картина для каждого кристаллического вещества индивидуальна, и поэтому по данным дифрактограммы можно провести фазовый анализ вещества.

Съёмку дифрактограмм проводили на дифрактометре ДРОН-3 с кобальтовым анодом. По дифрактограмме находили значения углов 2Θ для наблюдаемых максимумов и отвечающие им относительные интенсивности.

Далее, с помощью таблиц Гиллера [23] переходили к значениям межплоскостных расстояний d . Найденные значения d сравнивали с наборами межплоскостных расстояний для ожидаемых в образце фаз.

Оказалось, что все найденные значения d принадлежат фазе NH_4Cl (табл. 6). Фазу NH_4Cl можно обнаружить в образце, полученном при комнатной температуре, а также в этом же образце, но предварительно выдержанном при температуре 160°C .

В образце, прокалённом при температуре 240°C , фазу NH_4Cl обнаружить не удалось (рис. 4).

Таблица 6

Определение межплоскостных расстояний в образцах (данные дифрактограмм)

$2\theta,^\circ$	$\theta,^\circ$	$I, \text{мм}$	$I_{\text{отн}}$	$d, \text{Å}$
<i>Полые шарообразные частицы</i>				
26.8	13.40	16	23	3.8624
38.2	19.10	70	100	2.7355
46.7	23.35	7	10	2.2584
47.3	23.65	7	10	2.2314
49.2	24.60	6	8	2.1502
50.7	25.35	3	4	2.0907
55.2	27.6	5	6	1.9320
62.3	31.15	4	6	1.7304
69.0	34.50	10	14	1.5803
<i>Вещество, полученное при избытке аммиака</i>				
26.7	13.35	7	16	3.8766
38.2	19.10	45	100	2.7355
40.2	20.10	6	13	2.6046
55.2	27.60	5	11	1.9320
68.8	34.40	5	11	1.5844

Таблица 6
(продолжение)

Вещество, полученное при избытке хлорид-ионов				
26.7	13.35	15	21	3.8766
38.2	19.10	72	100	2.7355
46.8	23.40	17	24	2.2538
55.0	27.50	10	14	1.9385
68.8	34.40	10	14	1.5844
Кристаллический NH_4Cl (Съемка проводилась на медном аноде)				
23.0	11.50	105	26.3	3.8667
29.5	14.75	5	1.3	3.0278
32.7	16.35	400	100.0	2.7385
40.6	20.30	40	10.0	2.2220
47.0	23.50	90	22.5	1.9333
53.0	26.50	55	13.8	1.7277
58.6	29.30	140	35.0	1.5752
68.7	34.35	35	8.8	1.3662
73.4	36.70	18	4.5	1.2899
78.0	39.00	35	8.8	1.2250
82.8	41.40	8	2.0	1.1662
87.3	43.65	6	1.5	1.1168
91.7	45.85	5	1.3	1.0744
96.0	48.00	32	8.0	1.0373

5. Термогравиметрический анализ

Термогравиметрический анализ проводили под руководством ст. н. сотр. М.А.Прокофьева. Использованы термовесы, аналогичные по характеристикам выпущенным фирмой «Perkin-Elmer». Чувствительность определения массы составляла 10^{-5} г, точность регулировки температуры $\pm 0.5^\circ C$. Скорость нагревания составляла $10^\circ/\text{мин}$. Масса каждого использованного образца была примерно 100 мг.

Каждую полученную интегральную кривую (рис. 5) для дифференцирования представляли в виде совокупности 40000 точек. Дифференциальные кривые приведены также на рис. 5.

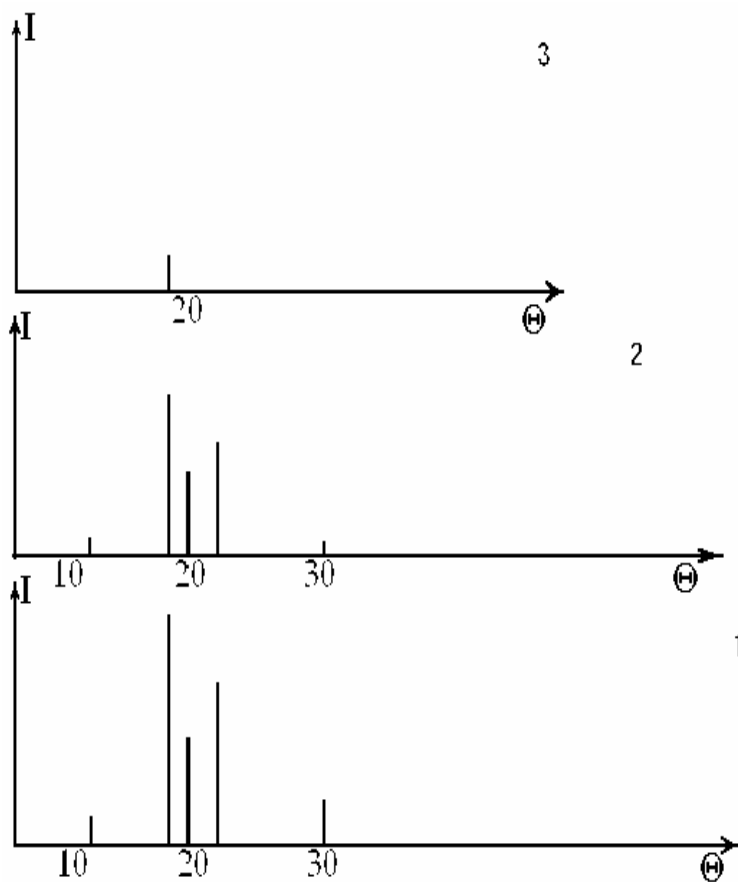


Рис. 4. Штрихграммы образцов макрочастиц:
 1 - исходный образец;
 2-образец, выдержанный 1 час при 170°С
 3-образец, выдержанный 1 час при 250°С

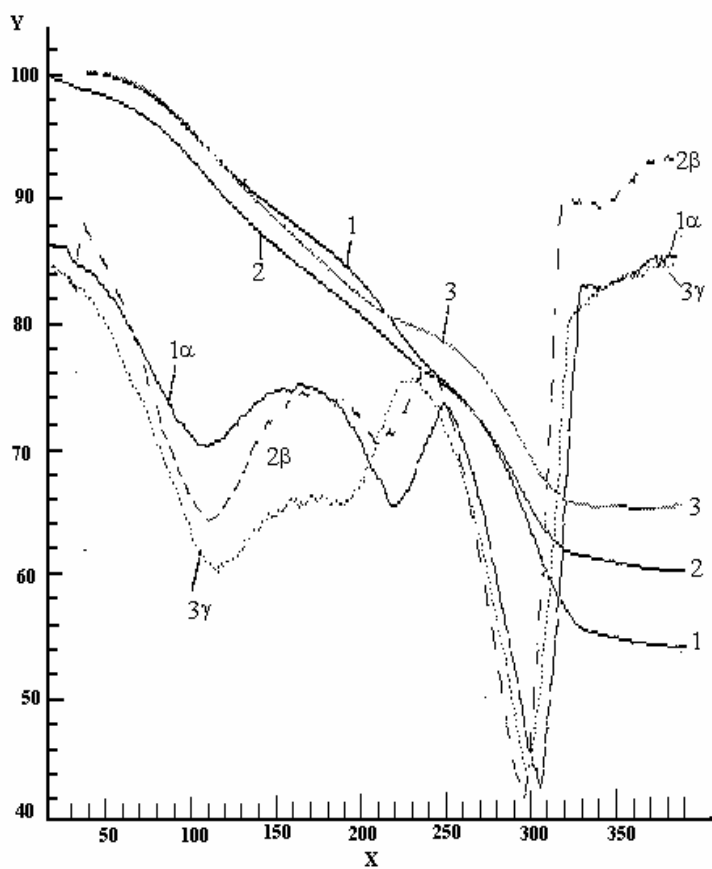


Рис. 5. Интегральные (1-3) и дифференциальные (1 α , 2 β , 3 γ) кривые потери массы образцами гидроксохлорида железа

1 - образец сравнения; получен при избытке в растворе ионов Cl^-

2 - полые макротекстурированные частицы

3 - образец сравнения; получен при избытке аммиака в растворе

Обсуждение результатов

Из полученных данных можно сделать следующие заключения о составе полых макрочастиц. Полые частицы в основном представляют собой гидратированную аморфную фазу гидроксида железа (III), в которой имеется примесь оксихлоридной формы, и фазы хлорида аммония.

При 80 - 170°C происходит удаление из образцов воды. При этом в области температур 80 - 100°C, вероятно, удаляется слабо связанная адсорбционная вода. При температуре выше 100°C происходит удаление химически связанной воды, входившей в состав OH⁻ - групп гидроксида.

При 170-250°C происходит сублимация из образцов NH₄Cl. Об этом свидетельствуют как данные ТГА, так и полученные дифрактограммы. Однако на этой стадии полного удаления хлора из образцов не происходит - всего в образце полых частиц содержится 17 масс. % Cl, а удаляется с NH₄Cl около 12 масс. %. Часть хлора остается в составе рентгеноаморфного при этих условиях вещества, состав которого можно условно передать формулой FeO_xCl_y. Возможно, последующее разложение этого вещества в водороде с образованием летучего FeCl₃ и приводит к появлению тех нитей α-железа, которые показаны на рис. 1.

Полученные данные свидетельствуют и о том, что состав твердого гидроксохлорида железа (III) заметно зависит от условий осаждения. Состав полых частиц, как свидетельствуют результаты анализа, оказывается как бы промежуточным между составом образцов гидроксохлорида, полученных в условиях избытка аммиака и хлорид - ионов.

Выводы

1. При взаимодействии газообразного аммиака и капли раствора FeCl_3 получены полые шарообразные макрочастицы.
2. Состав и текстура полученных макрочастиц отличаются от аналогичных характеристик осадков, полученных при взаимодействии раствора FeCl_3 с избытком раствора аммиака и при приливании раствора аммиака к избытку раствора FeCl_3 .
3. Условия проведения осаждения непосредственным образом влияют на текстуру, состав и свойства получаемых веществ.

Список литературы

1. Маргулис Е. В. , Савченко Л. А. , Шокарев М. М. , Бейсекеева Л. И. , Вершинина Ф. И. // Журн. неорган. химии. 1975 г., т. 20, с. 972
2. Маргулис Е. В. , Савченко Л. А. , Шокарев М. М. , Бейсекеева Л. И. , Вершинина Ф. И. // Журн. неорган. химии. 1975 г., т. 20, с. 1872
3. Маргулис Е. В. , Гецкин Л. С. , Запускалова Н. А. // Журн. неорган. химии. 1977 г., т. 22, № 5, с. 1362-1365
4. Маргулис Е. В. , Гецкин Л. С. , Запускалова Н. А. , Бейсекеева Л. И. // Журн. неорган. химии. 1976 г., т.20, с. 1818
5. Маргулис Е. В. , Гецкин Л. С. , Запускалова Н. А. , Бейсекеева Л. И. // Журн. неорган. химии. 1977 г., т. 22, № 4
6. Криворучко О. П. , Буянов Р. А. , Тараненко В. К. , Золотовский Б. П. // Кинетика и катализ. 1975 г., т.16, №6, с. 1591-1594
7. Малахов В. В. , Криворучко О. П. , Локотко Л. Ф. , Трухачёва В. А. , Буянов Р. А. // Кинетика и катализ. 1978 г., №2, с. 447-452
8. Золотовский Б. П. , Криворучко О. П. , Буянов Р. А. // Вопросы кинетики и катализа, Иваново, 1978 г., с. 101-104
9. Криворучко О. П. , Золотовский Б. П. , Буянов Р. А. , Зайковский В. И. , Сулина Г. Б. // Кинетика и катализ, 1977 г., т. 18, №1, с. 207-211
10. Спицын В. И. , Мартыненко Л. И. Неорганическая химия. Изд-во Московского университета, 1994 г. , т.2, с. 250
11. Реми Г. Курс неорганической химии. М.: Мир, 1966 г., т.2, с. 293
12. Неницеску К. Д. Общая химия. М.: Мир, 1968 г. , стр. 664
13. Некрасов Б. В. Основы общей химии. М.: Химия, 1973 г., т. 2, с. 370, доп. 232
14. Vins J., Subrt J., Zapletal V., Hanousek F. // Collection Czechoslovak Chem. Commun., 1987, v. 52, p. 93-102
15. Feitknecht W. ,Kellner G. // Z. Anorg. Allg. Chem.,1950, Bull 262, N 1, s. 61
16. Solcova A. , Subrt J. , Vins J. , Hanousek F. , Zapletal V. , Tlaskal J. // Collection Czechoslovak Chem. Commun., 1981, v. 46, p. 3049
17. Bernal D. , Dasgupta D. R. , Mackay A. L. // Clay Miner, 1959, bull. 4, s. 15
18. Derie R. , Ghodsi M. // Ind. Chem. Belg., 1972, N 37, p. 731
19. Detournay J. , de Miranda L. , Derie R. // Corros. Sci., 1975, v. 15, p. 295
20. Gmelins Haundbuch der Anorganischen Chemie, 8 aufl., S. N. 59, Berlin, 1932, s. 995-999
21. Feiknecht W.// Helv. Chim. Acta, 1941, bull. 24, s. 676
22. Allman R.// Chimia, 1970, bull 24, s. 99
23. Гиллер Я. Л. Таблицы межплоскостных расстояний. М.: Недра, 1966 г., т. 1-2