

циала высшей школы (2008-2009)», проект 2.1.1.230.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Волкова А.А., Зинченко А.Д., Санин И.В., Таржанов В.И., Токарев Б.Б. // ФГВ. 1977. Т. 13. №5. С.760-766.
2. Таржанов В.И., Зинченко А.Д., Сдобнов В.И. и др. // ФГВ. 1996. Т. 32, №4. С.113-119
3. Быхало А.И., Жужукало Е.В., Ковальский Н.Г. и др. // ФГВ. 1985. Т. 21. №4. С.110-113.
4. Баум Ф.А., Державец А.С., Санасарян Н.Н. Термостойкие ВВ и их действие в глубоких скважинах. – М.: Недра. 1969. – 160 с.
5. Бутягин П.Ю. // Успехи химии. 1994. Т. 63. №

12. С.1031-1043.
6. Алиев И.И., Коварский А.Л., Бучаченко А.Л. // Химическая физика. 2007. Т. 26. №5. С.11-19.
7. Под редакцией Л.П. Орленко. Физика взрыва. Т.1. – М.: Физматлит. 2004. – 832 с.
8. Robert J. H. // J. Appl. Phys. 1976. Vol. 47, P. 2473-2482.
9. Под ред. А.А. Борисова. Сборник статей. Детонация и взрывчатые вещества – М.: Мир. 1981. – 392с.
10. А.М. Барановский. // ФГВ. 1990. Т. 26. С.62-64.

## РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕТРАТИОЦИАНОАТОМЕРКУРАТОВ (II) ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ДИМЕТИЛСУЛЬФОКСИДОМ (ДМСО) И ДИМЕТИЛФОРМАМИДОМ (ДМФА)

Н.А. Золотухина, Б.Г. Трясунов

*Рентгенографическим методом исследованы тетратиоцианатомеркураты (II) тяжелых металлов с ДМСО и ДМФА. Согласно результатам РФА подтверждается индивидуальность комплексов и их изоструктурность. Приведены дифрактометрические характеристики и штрихрентгенограммы веществ. Установлен состав координационных соединений.*

Анализ дифракционной картины, даваемой исследуемым образцом, позволяет качественно и количественно определить число и соотношение кристаллических фаз в различных твердофазных системах, а также межплоскостные расстояния и расчетным путем установить параметры элементарной ячейки [1 - 3].

Рентгенофазовый анализ (РФА) исследуемых порошков проведен на дифрактометре ДРОН - 2,0 на  $\text{CuK}\alpha$  - излучении. Образцы готовили прессованием мелкокристаллического порошка комплекса в кювету из кварцевого стекла. Расчет межплоскостных расстояний  $d$  (Å) выполнен в соответствии с [4].

При сопоставлении рентгенограмм исходных (рисунок 1) и полученных (рисунок 2, 3) веществ подтверждается индивидуальность комплексов. Соединения имеют достаточно сформированную кристаллическую структуру. Для тетратиоцианатомеркуратов (II) элементов семейства железа и IIB группы с ДМФА и ДМСО на рентгенограммах наблюдается одинаковая дифракционная картина, они содержат большое количество линий (средней и малой интенсивности) и закономерный сдвиг линий в зави-

симости от ионных радиусов атомов элементов. Значения межплоскостных расстояний в интервале 4,41-8,19 Å соответствуют наиболее интенсивным пикам.

Дифрактометрические характеристики комплексов представлены в таблице 1, а штрихрентгенограммы – на рисунках 1-3.

Результаты рентгенографического исследования гетероядерных комплексов показывают, что исследуемые координационные соединения изоструктурны тетратиоцианатомеркурату-(II)бис(диметилсульфоксид)никеля(II) [5], где атом никеля находится в окружении двух молекул ДМСО и четырех тиоцианатных групп, образуя при этом полиэдр в виде искаженного октаэдра с разными длинами связей Ni-O и Ni-N, а атом ртути находится в искаженном плоско-квадратном окружении четырех мостиковых тиоцианатных групп (SCN) имеют следующее строение:  $[(L)_2 \text{Me}^{II} (\text{NCS})_4 \text{Hg}]_n$ , где  $\text{Me}^{II} = \text{Fe}, \text{Co}, \text{Ni}, \text{Cu}, \text{Zn}, \text{Cd}$ , L = ДМСО, ДМФА.



Таблица 1  
Межплоскостные расстояния (d) и относительные интенсивности сигналов (I/I<sub>0</sub>) в комплексах

d, Å	I/I <sub>0</sub> , %	d, Å	I/I <sub>0</sub> , %		
<b>FeHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO</b>		<b>CoHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO</b>			
6,84	100	6,83	100		
5,58	75	5,53	87		
4,15	16	4,09	11		
3,63	40	3,62	55		
3,35	23	3,32	29		
2,35	37	2,31	23		
2,26	24	2,25	22		
2,12	11	2,10	12		
1,93	19	1,90	22		
1,84	8	1,81	11		
1,78	11	1,74	12		
1,65	10	1,64	12		
1,52	8	1,50	6		
<b>NiHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO</b>		<b>CuHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO</b>			
6,82	100	6,85	100		
5,49	68	5,58	66		
4,08	9	4,16	13		
3,60	45	3,61	38		
3,29	17	3,34	29		
2,28	20	3,27	12		
2,19	20	-	-		
2,09	8	2,11	13		
1,89	17	1,86	18		
1,80	13	1,77	7		
1,71	6				
1,63	7				
1,47	11				
<b>ZnHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO</b>		<b>CdHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO</b>			
6,86	100	6,90	100		
5,59	71	5,63	90		
4,13	13	4,19	18		
3,64	36	3,70	46		
3,36	25	3,41	21		
2,29	28	2,33	25		
2,12	14	-	-		
1,94	28	1,97	23		
1,84	10	-	-		
1,77	14	-	-		
1,66	14	-	-		
1,54	12	-	-		
1,34	5	-	-		
<b>FeHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMΦA</b>		<b>NiHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMΦA</b>			
8,18	81	8,11	68		
6,90	100	6,86	100		
5,33	71	5,31	40		
4,61	88	4,56	52		
4,43	68	4,39	46		
3,88	62	3,83	54		
3,03	59	3,02	33		
2,94	38	2,91	25		
2,66	56	2,65	34		
2,18	18	2,13	15		
<b>CuHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMΦA</b>		<b>ZnHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMΦA</b>		<b>CdHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMΦA</b>	
8,16	86	8,17	72	8,19	66
6,89	100	6,91	100	6,93	100
5,33	74	5,32	62	5,34	43
4,60	92	4,61	61	4,67	80
4,41	62	4,42	53	4,47	72
3,89	57	3,90	47	3,91	45
3,01	48	3,03	41	3,07	43
2,93	51	2,93	33	2,98	54
2,65	53	2,66	48	2,69	51
2,17	16	2,19	25	2,21	28

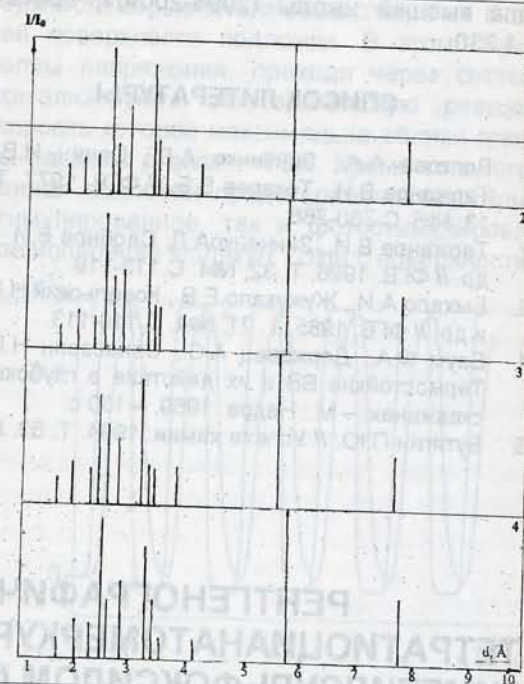


Рисунок 1. Штрихрентгенограммы комплексов: 1 – FeHg(SCN)<sub>4</sub>; 2 – CoHg(SCN)<sub>4</sub>; 3 – NiHg(SCN)<sub>4</sub>; 4 – ZnHg(SCN)<sub>4</sub>

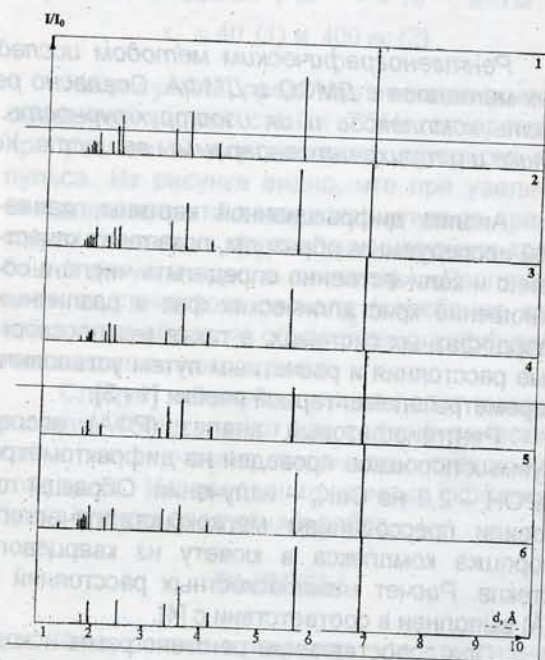


Рисунок 2. Штрихрентгенограммы комплексов:  
1 – FeHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO;  
2 – CoHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO;  
3 – NiHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO;  
4 – CuHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO;  
5 – ZnHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO;  
6 – CdHg(SCN)<sub>4</sub> · 2DMCO



# РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕТРАТИОЦИАНОМЕРКУРАТОВ (II) ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ДИМЕТИЛСУЛЬФОКСИДОМ (ДМСО) И ДИМЕТИЛФОРМАМИДОМ (ДМФА)

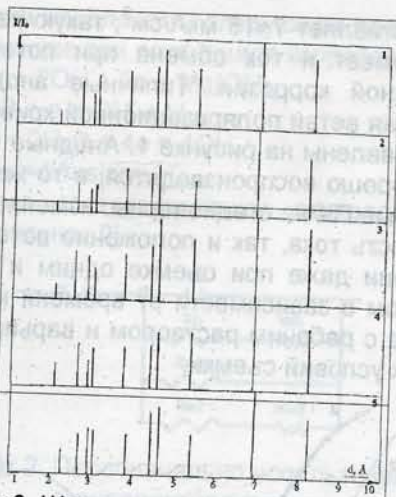


Рисунок 3. Штрихрентгенограммы комплексов:

- 1 –  $\text{FeHg}(\text{SCN})_4 \cdot 2\text{ДМФА}$ ;
- 2 –  $\text{NiHg}(\text{SCN})_4 \cdot 2\text{ДМФА}$ ;
- 3 –  $\text{CuHg}(\text{SCN})_4 \cdot 2\text{ДМФА}$ ;
- 4 –  $\text{ZnHg}(\text{SCN})_4 \cdot 2\text{ДМФА}$ ;
- 5 –  $\text{CdHg}(\text{SCN})_4 \cdot 2\text{ДМФА}$

## ЛИТЕРАТУРА

1. Powder Diffraction File, ASTM, Philadelphia, 1973.
2. Ковба Л.М. Рентгенофазовый анализ / Л.М. Ковба, В.К. Трунов. - М.: Изд-во МГУ, 1976. - с.232.
3. Липсон Г. Интерпретация порошковых рентгенограмм / Г. Липсон, Г. Стипл. - М.: Мир, 1972. - с. 384.
4. Гиллер Я.Л. Таблицы межплоскостных расстояний. - М.: Недра, 1966. - с. 65.
5. Черкасова Т.Г. // Журн. неорган. химии. - 2002. - Т. 47. № 3. - с. 433-436.

# ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ВВЕДЕНИЯ ВОДОРОДА В СПЛАВ МАГНИЯ AZ31 МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ИМПЕДАНСА

Д.С. Заболотский, А.Б. Шеин, Н.Е. Скрыбина

В работе изложены результаты исследования насыщения водородом сплава AZ31 из щелочного электролита методом электрохимического импеданса. Использование компактного электрода позволяет провести подробный теоретический анализ годографов импеданса. Установлено, что насыщение значительно меняет годограф импеданса уже через 30 минут (при плотности тока  $-5\text{мА}$ ). Результаты анализа изменений годографа находятся в согласии с данными поляризационных исследований, что позволило составить эквивалентную схему, дающую хорошее совпадение с экспериментом.

## ВВЕДЕНИЕ

Среди перспективных материалов для хранения водорода часто упоминается магний. Действительно, с точки зрения теоретической емкости 7,66% он выглядит весьма многообещающе. Тем не менее, существует множество препятствий на пути к его использованию. Главные – быстрое образование гидридной пленки на поверхности, блокирующей объем при высоких давлениях водорода, и относительно высокая температура разложения гидрида [1]. Всё это вынуждает использовать сложные системы для введения и извлечения водорода из сплавов магния.

Альтернативным способом введения водорода является электрохимический способ

введения, а часто используемая для этого среда – 6 М КОН или NaOH. В работах по исследованию насыщения водородом различных сплавов (в основном интерметаллидов Ti, Ni, Mg, Zr, Mn) из электролита, иногда используется метод электрохимического импеданса [2]. При этом импеданс измеряют на порошковых электродах, которые состоят из прессованных компонентов: исследуемого сплава, графита или полимеров, химически осажденной пленки Ni-P или частиц Cu. Естественно, что получающиеся спектры очень сложно снимать (в плане воспроизводимости) и интерпретировать. Например, можно найти работы, в которых рассматривается возможность использования соединений типа MgNi [3] в качестве отрицательного электрода для щелочных аккумуляторов.