

**СОВРЕМЕННЫЕ РЕНТГЕНДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ**Громилов С.А.ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск,  
Россия*grom@niic.nsc.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11\_09**

В докладе представлен обзор современных методов рентгенодифрактометрического анализа кристаллических образцов (моно- и поликристаллических) в приложении к задачам аналитической химии. Наиболее распространенными методами являются рентгеноструктурный анализ (далее РСтА) и рентгенофазовый анализ (далее РФА).

Основная задача РФА – определение фазового состава, т.е. идентификация кристаллических фаз, содержащихся в образце. Такой анализ обычно предполагает использование базы рентгенографических данных PDF-2 [1], которая объединяет экспериментальные и теоретические дифрактограммы ранее изученных фаз. Однако, для впервые синтезируемых фаз достаточно часто возникает ситуация, когда рентгенографические данные для уже известной фазы с известной кристаллической структурой не внесены в соответствующие базы ICSD [2] и CSD [3]. Такая ситуация требует самостоятельного построения теоретической дифрактограммы и включения ее в процесс обработки, ряд современных программ позволяют это делать в полуавтоматическом режиме. Отнесение всех дифракционных линий, присутствующих на дифрактограмме, означает, что РФА успешно проведен (для однофазных образцов, с определенными оговорками, это означает определение состава образца). При проведении рутинной съемки на стандартном лабораторном дифрактометре обычно удается зафиксировать фазы, представленные в смеси с другими до 1% вес. Более тщательные эксперименты (увеличенное время накопления) позволяют улучшить этот показатель на 1-2 порядка. Дальнейший прогресс обеспечен приходом современных источников рентгеновского излучения (микрофокусные трубки, трубки с жидким или вращающимся анодом, синхротронное излучение) и двумерных детекторов. В ряде случаев, это предполагает съемку в схеме Дебая-Шеррера и приготовление образца с размерами до 1 мм, что требует проведения дополнительных съемок для изучения представимости изученного образца относительно всей массы синтезированного продукта. Под количественным РФА понимают определение весовых (или объемных) долей определенных фаз в смеси. Основные ошибки здесь связаны с приготовлением образца, в котором кристаллиты всех анализируемых фаз должны быть хаотично разориентированы. Специальные методики приготовления смесей исследуемых образцов с эталонами позволяют определять содержание конкретной фазы (или нескольких фаз) даже если идентификацию других фаз (в том числе и аморфных) провести не удалось.

Современные лабораторные дифрактометры и программное обеспечение позволили существенно повысить точность проведения РСтА, как моно-, так и поликристаллов. В первую очередь это относится к определению заселенности позиций атомами нескольких сортов. Особо сложные задачи возникают при уточнении составов фаз, входящих в смесь. В этом случае просто данных о составе образца недостаточно и требуется привлечение других современных методов, в первую очередь электронной микроскопии.

**Список литературы**

1. Powder Diffraction File. PDF-2. International Centre for Diffraction Data, USA.
2. Inorganic Crystal Structure Database. D-1754. Eggenstein-Leopoldshafen, Germany.
3. F.H. Allen. Acta Crystallogr., **2002**, B58(3-1), 380–388.