

**Дополнение «Дифракционные методы исследования»
к программе -минимум кандидатского экзамена
по специальностям 02.00.01 «Неорганическая химия»
и 02.00.04 "Физическая химия"
по химическим и физико-математическим наукам**

I. Основные понятия из теории симметрии кристаллов

1) Ближний и дальний порядок в структуре твердого тела и жидкости. Симметрия, операции и элементы симметрии. Точечные группы симметрии, их символика и классификация. Взаимодействие элементов симметрии.

2) Трансляции и координатные системы кристаллов. Кристаллическая решетка. Элементы симметрии, совместимые с решеткой. Сингонии. Решетки Бравэ, их типы, число, символика.

3) Пространственные (федоровские) группы симметрии, их классификация и символика, примеры. Индексы кристаллографической плоскости. Понятие об обратной решетке.

II. Общая кристаллохимия

4) Размер атомов и ионов. Системы атомных и ионных радиусов. Типы химической связи в кристаллах. Координационные полиэдры. Способы представления кристаллических структур.

5) Основные структурные мотивы: молекулярные (островные), цепочечные, слоистые, каркасные, координационные.

6) Принцип плотнейшей упаковки шаров, коэффициент упаковки. Важнейшие плотные и плотнейшие шаровые упаковки (ОЦК, ГЦК, ГПУ), типы пустот в них. Правила Полинга.

7) Понятие изоморфизма. Виды изоморфного замещения. Типы твердых растворов. Предел изоморфной замещимости, правило Юм-Розери. Правила Вегарда, Ретгерса.

8) Стехиометрические и нестехиометрические соединения. Полиморфизм, политипия. Изменения структуры при фазовых переходах. Сверхструктурное упорядочение.

III. Рентгеновская дифракция

9) Основные сведения о физике рентгеновских лучей: получение и свойства. Источники рентгеновского излучения. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Характеристическое излучение. Способы монохроматизации рентгеновского излучения.

10) Дифракция рентгеновских лучей. Уравнения дифракции Лауэ и Брэгга-Вульфа. Аппаратура для рентгеновского анализа и техника эксперимента. Способы регистрации рентгеновского излучения.

11) Отличие рентгенографического эксперимента для монокристалла и порошка. Исследования монокристаллов. Факторы, влияющие на интенсивность отражения. Структурная амплитуда. Погасания.

12) Методы расшифровки структуры. Параметры структурной модели, уточнение структуры. Критерии достоверности структурной модели.

13) Исследования поликристаллических образцов. Рентгеновские дифрактометры. Схема Брега-Брентано. Схема Дебая-Шеррера. Факторы, влияющие на интенсивность и профиль рефлексов.

14) Индицирование отражений. Качественный рентгенофазовый анализ. Расчет теоретических рентгенограмм. Использование метода порошка в рентгеноструктурном анализе. Метод Ритвельда (полнопрофильный анализ).

15) Нахождение параметров элементарной ячейки по рентгенограммам поликристаллических образцов. Источник ошибок в определении межплоскостных расстояний и параметров ячейки. Зависимость точности определения межплоскостных расстояний от угла отражения. Методы прецизионного определения параметров ячейки.

16) Применение порошковой рентгенографии в химии: изучение фазовых диаграмм, полиморфизма и др. Количественный фазовый анализ. Влияние текстуры на интенсивность линий. Чувствительность рентгенофазового анализа.

17) Анализ профилей дифракционных отражений. Влияние величины кристаллов и несовершенств решетки на вид рентгенограммы. Способы определения размеров кристаллов и микронапряжений.

18) Малоугловое рассеяние. Рассеяние на некристаллических веществах. Интенсивность рассеяния от неупорядоченных систем. Функция межатомных расстояний. Ближний порядок в аморфных телах.

IV. Специфика и структурные возможности электронографии и нейтронографии. EXAFS-спектроскопия

19) Электронная микроскопия. Взаимодействия электронов с веществом. Основные эффекты. Типы электронных микроскопов. Основные методы визуализации объектов в электронной микроскопии. Интерпретация изображений.

20) Просвечивающая электронная микроскопия. Сканирующая (растровая) электронная микроскопия. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним. Рентгеновский микроанализ (EDX). Локальный анализ состава по электронным спектрам.

21) Электронография. Дифракция электронов. Преимущества и недостатки электронной дифракции по сравнению с рентгеновской дифракции. Совместное использование электронной и рентгеновской дифракции для исследования новых соединений.

22) Нейтронография. Источники излучения. Специфика взаимодействия с веществом. Отличие от рассеяния электронов и рентгеновских лучей. Преимущества нейтронографии. Магнитная нейтронография.

23) EXAFS-спектроскопия. Физические основы. Методы исследования атомной структуры вещества по EXAFS-спектрам. Получение первичной структурной информации о новых химических соединениях. Преимущества и недостатки EXAFS-спектроскопии.

Рекомендуемая литература:

Чупрунов Е. В., Хохлов А. Ф., Фаддеев М. А. Кристаллография. М.: Изд-во физ.-мат. лит., 2000.

Бокий Г. Б. Кристаллохимия. М.: Наука, 1971.

Порай-Кошиц М. А. Основы структурного анализа химических соединений. М.: Высш. шк., 1982.

Пушаровский Д. Ю. Рентгенография минералов. М.: ЗАО «Геоинформмарк», 2000.

Пенкаля Т. Очерки кристаллохимии. Л.: Химия, 1974.

Вест А. Химия твердого тела. Теория и приложения: В 2-х т. М.: Мир, 1988.

Современная кристаллография / Под ред. Б. К. Вайнштейна. М.: Наука, 1979. Т. 1, 2.

Уэллс А. Структурная неорганическая химия: В 3-х т. М.: Мир, 1987.

Громилов С. А. Введение в рентгенографию поликристаллов. – Новосибирск: НГУ, 2009.

1. Мышляев М.М., Бушнев Л.С., Колобов Ю.Р.. Электронная микроскопия. – Томск: изд. ТГУ. 1990.

2. Хирш П. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. - М.: Мир, 1968.

3. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. – М.: Metallurgia, 1982. – 632 с.

Фетисов Г. В. Синхротронное излучение. Методы исследования структуры веществ. — М.: Физматлит, 2007. — 672 с.

Составил:

д.х.н. Шубин Ю.В.

Утверждено Ученым Советом ИНХ СО РАН