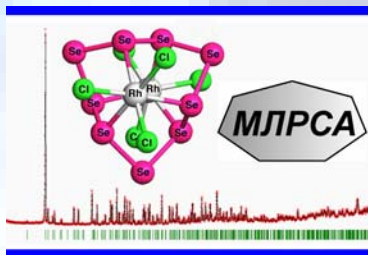


Львівський національний університет
імені Івана Франка
Хімічний факультет
Кафедра неорганічної хімії



III Школа молодих науковців “Дифракційні методи:

від ідеальної до реальної структури”

Рентгенівський дифракційний
метод полікристалу.
Фазовий аналіз

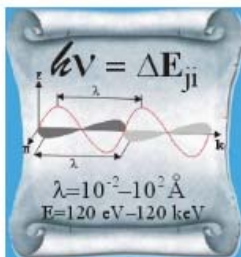
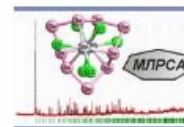
П.Ю. Демченко

м. Львів, 26–27.IX.2013

ЕТАПИ РОБОТИ

для рентгенівської дифрактометрії (метод полікристалу)

- Підготовка полікристалічного зразка до зйомки
- Зйомка зразка на дифрактометрі
- Первинна обробка дифракційного масиву: корекція на фон, поглинання, “сгладжування” дифрактограми – при потребі.
- Індексування дифрактограми
- Ідентифікація фаз методом рентгенівського фазового аналізу (РФА)
- Рентгеноструктурний аналіз (РСА): Розшифровка кристалічної структури речовини із невідомою структурою / уточнення кристалічної структури методом Рітвельда



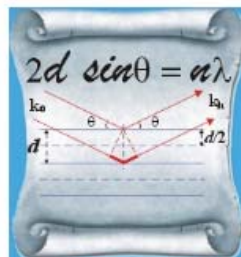
Про Лабораторію

Інформація про лабораторію, офіційні документи



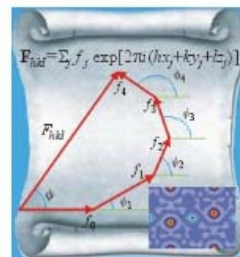
Персонал

Персонал лабораторії, організація та порядок проведення досліджень



Приклади

Опис та характеристики обладнання, приклади досліджень



Ресурси

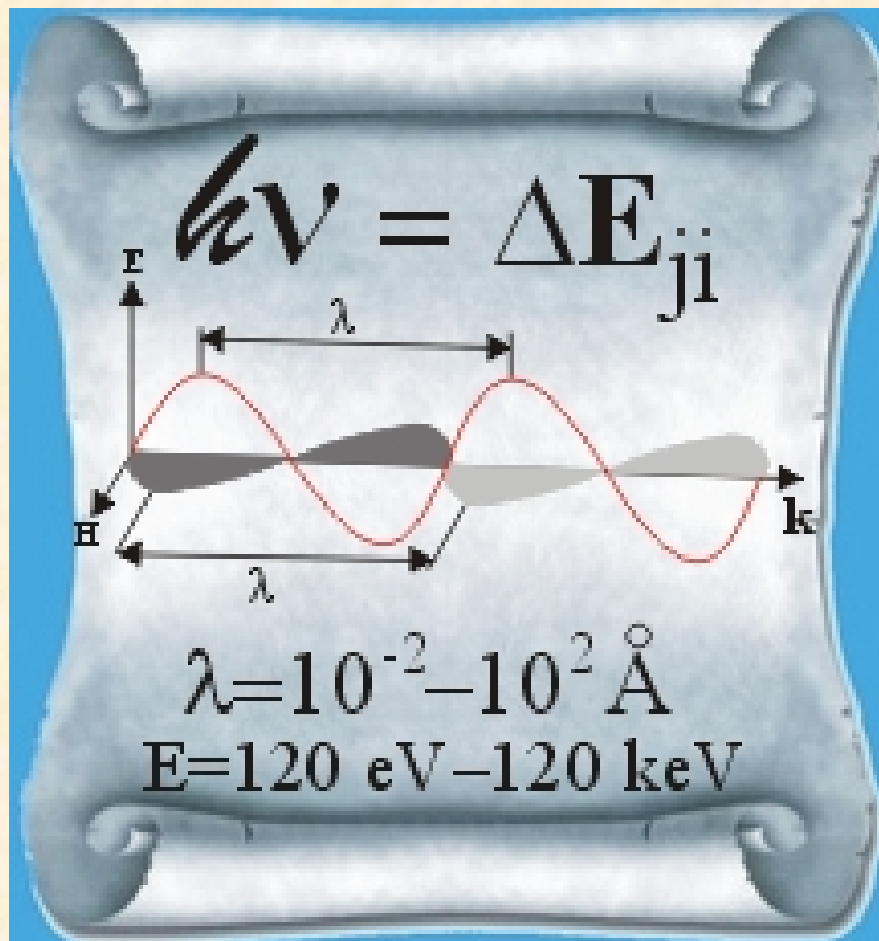
Посилання на корисні ресурси

STOE
STADI
P

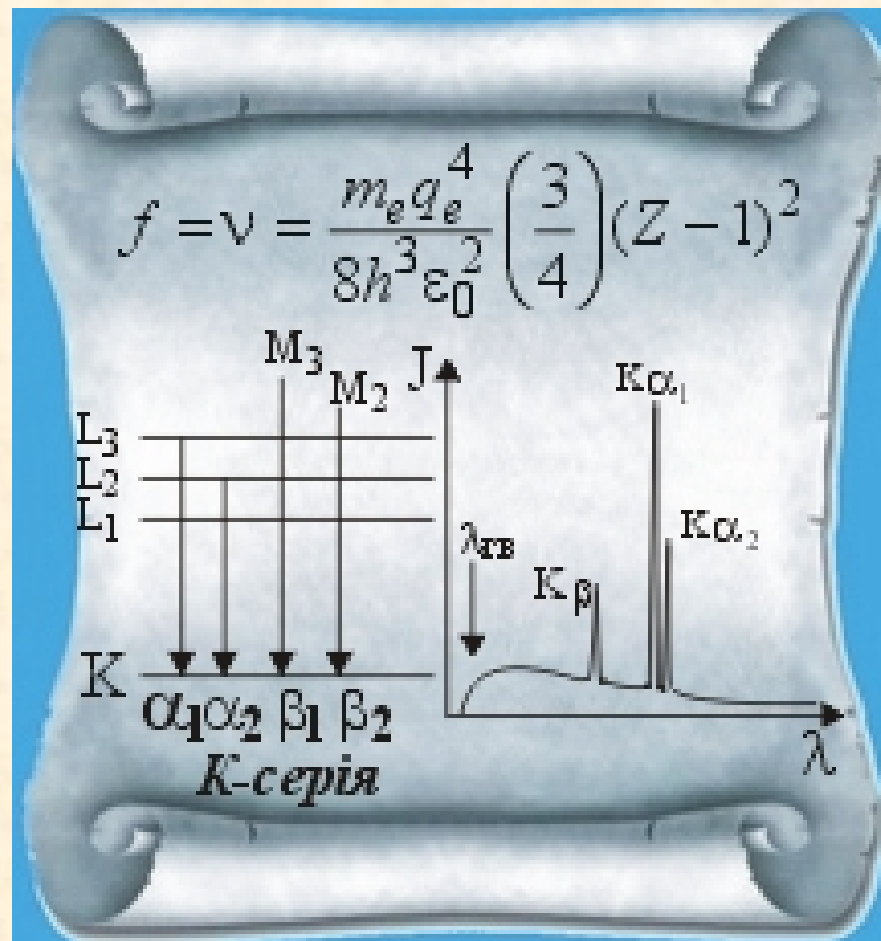
PRESENTATION

РЕНТГЕНІВСЬКА ДИФРАКТОМЕТРІЯ (МЕТОД ПОЛІКРИСТАЛУ)

Фундаментальні відомості

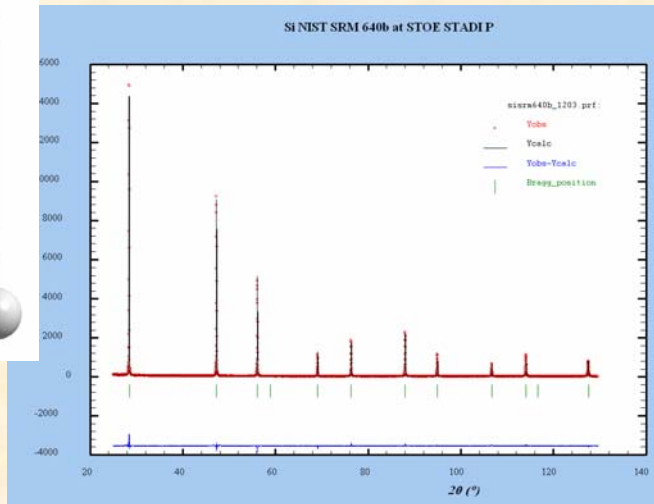
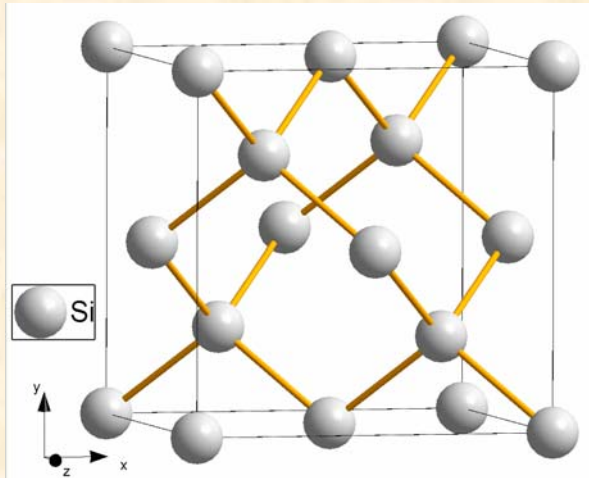


Рентгенівське випромінювання –
електромагнітна хвиля

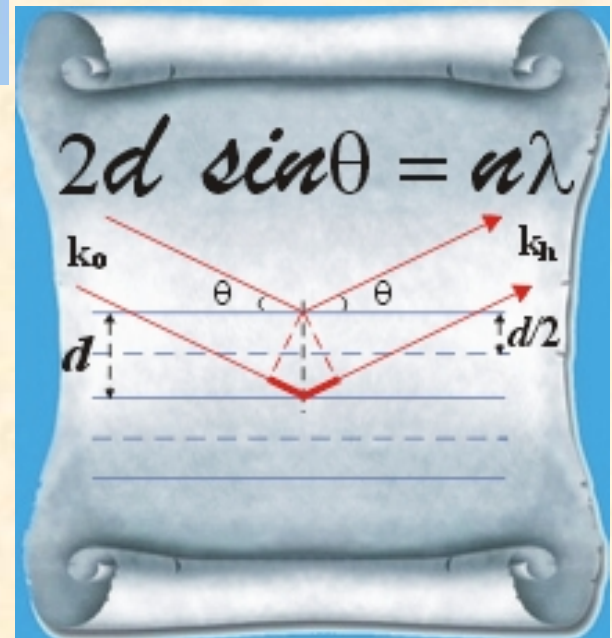
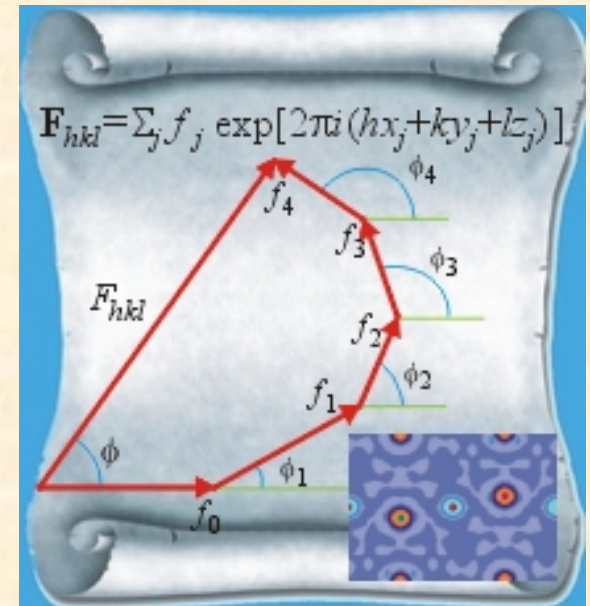


Виникає внаслідок зіткнення електронів,
що виходять із катоду із великими швидкостями,
з матеріалом аноду рентгенівської трубки

РЕНТГЕНІВСЬКА ДИФРАКТОМЕТРІЯ (МЕТОД ПОЛІКРИСТАЛУ)



Кожна речовина у кристалічному стані дає свою власну, індивідуальну дифракційну картину, яка є 1D-проекцією у випадку полікристалічного зразка. Ідентифікація речовини – рентгенівський фазовий аналіз **(РФА)**
Розшифровка та уточнення кристалічної структури – рентгеноструктурний аналіз **(РСА)**



ТИПОВІ СКЛАДОВІ ЧАСТИНИ РЕНТГЕНІВСЬКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ

Комплекс “STOE Transmission Diffractometer System STADI P”
(STOE AUTOMATED DIFFRACTOMETER FOR POWDER)

ГЕОМЕТРІЯ ДЕБАЯ–ШЕРРERA,
МОДИФІКОВАНА ГІНЬЄ
(на проходження)



STOE & Cie GmbH
Hilpertstraße 10
D 64295 Darmstadt

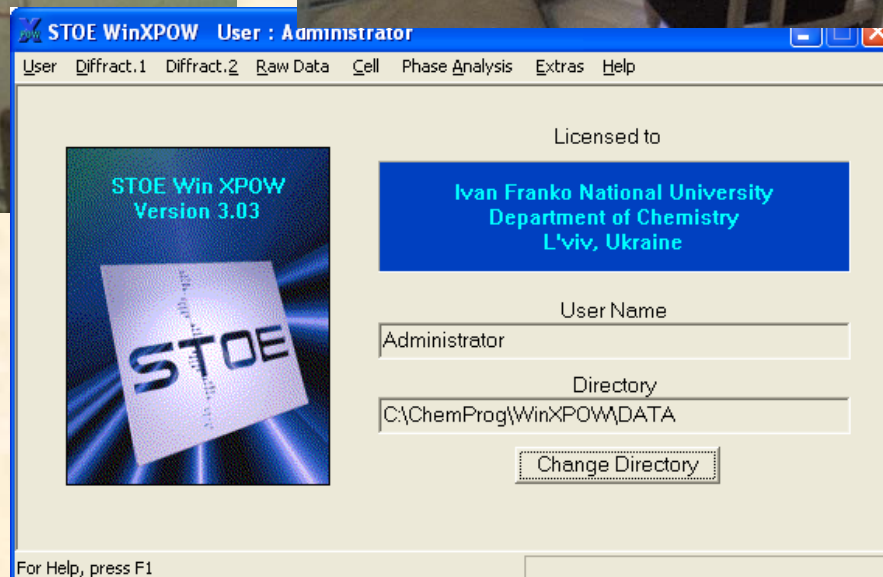
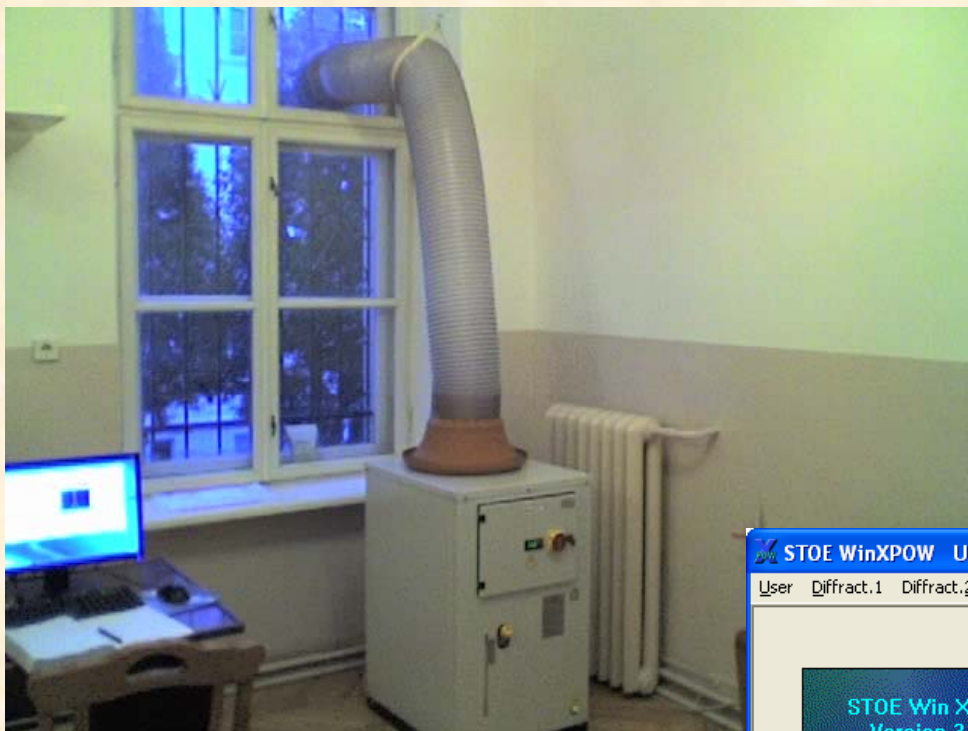
Рік заснування – 1887
Перші прилади – оптичні
гоніометри



Полікристальний дифрактометр ДРОН-4.07
ГЕОМЕТРІЯ БРЕГГА–БРЕНТАНО (на відбиття)

ТИПОВІ СКЛАДОВІ ЧАСТИНИ РЕНТГЕНІВСЬКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ

- система замкненої циркуляції та охолодження (агент - дистильована H_2O)
- системний блок з керуючою програмою "WinXPOW".



ТИПОВІ СКЛАДОВІ ЧАСТИНИ РЕНТГЕНІВСЬКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ



- **Високовольтний автоматичний генератор**

Seifert ID3003

$$U_{\max} = 60 \text{ kV}$$

$$I_{\max} = 80 \text{ mA}$$

$$P_{\max} = 3500 \text{ W}$$

Робочий режим:

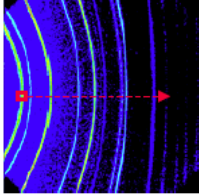
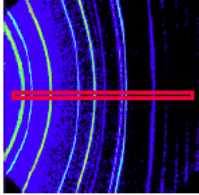
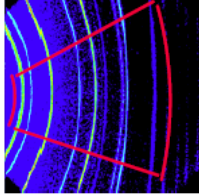
$$U = 40 \text{ kV}, I = 40 \text{ mA}$$



ТИПОВІ СКЛАДОВІ ЧАСТИНИ РЕНТГЕНІВСЬКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ

➤ Детектор



Scintillation detector	PSD	HI-STAR / CDD
		
<ul style="list-style-type: none">■ small spot measured■ scan necessary■ <u>long</u> measuring time	<ul style="list-style-type: none">■ large 2θ range measured simultaneously■ <u>medium</u> measuring time	<ul style="list-style-type: none">■ large 2θ and χ range measured simultaneously■ <u>very short</u> measuring times■ measurement of <u>oriented samples</u> and <u>very small sample amounts</u>



Інтерфейс дифрактометра та лінійного позиційно-чутливого детектора (linear Position Sensitive Detector, PSD)

ТИПОВІ СКЛАДОВІ ЧАСТИНИ РЕНТГЕНІВСЬКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ

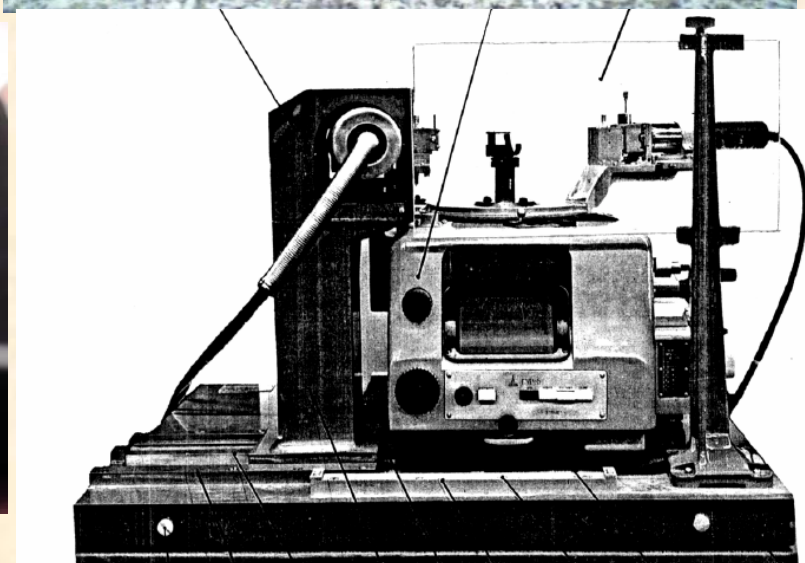
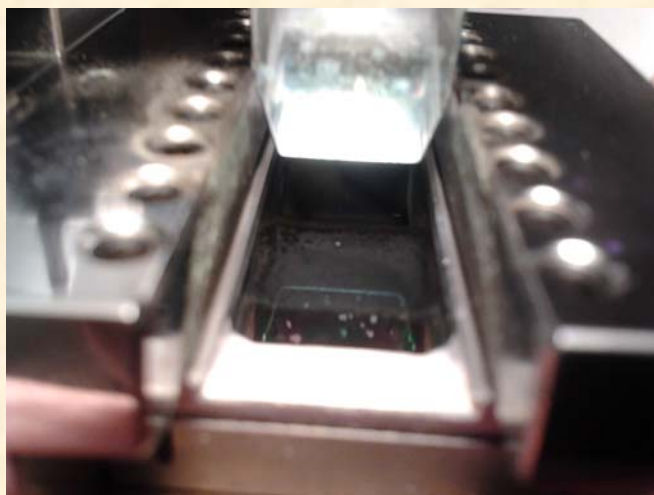
- Джерело іонізуючого випромінювання – рентгенівська трубка на 2 вікна



- Гоніометр



- Зігнутий Ge-монохроматор типу Іоганна



Складові комплексу “STOE Transmission Diffractometer System STADI P”

➤ Лінійний позиційно-чутливий детектор (linear Position Sensitive Detector, PSD)



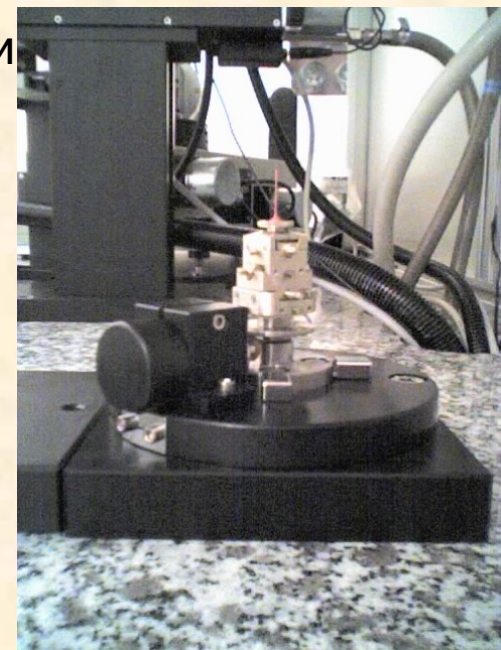
➤ Приставка на проходження



➤ CCD-відеокамера (мікроскоп)



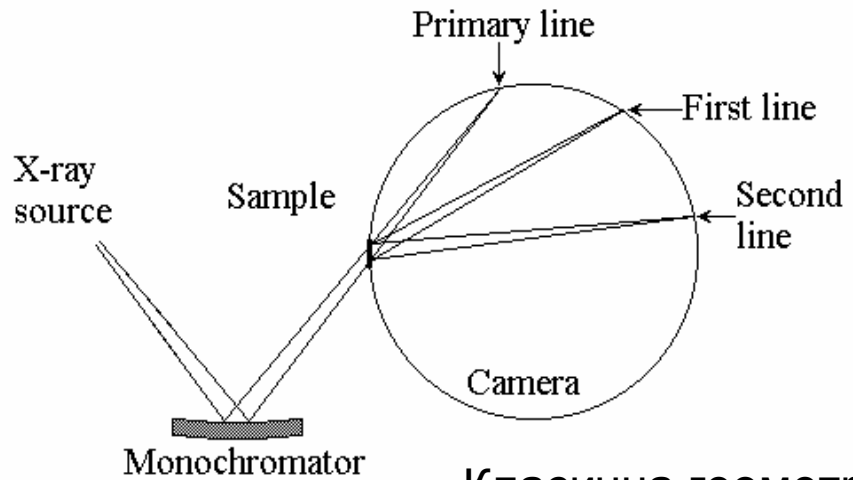
➤ Приставка на капіляри (Дебая-Шеррера)



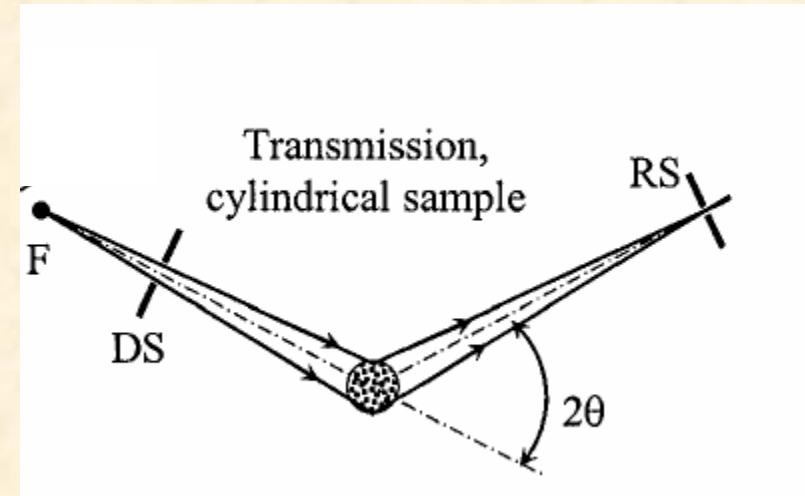
➤ Типова приставка на відбиття та набір щілин (геометрія Бреґґа-Брентано)



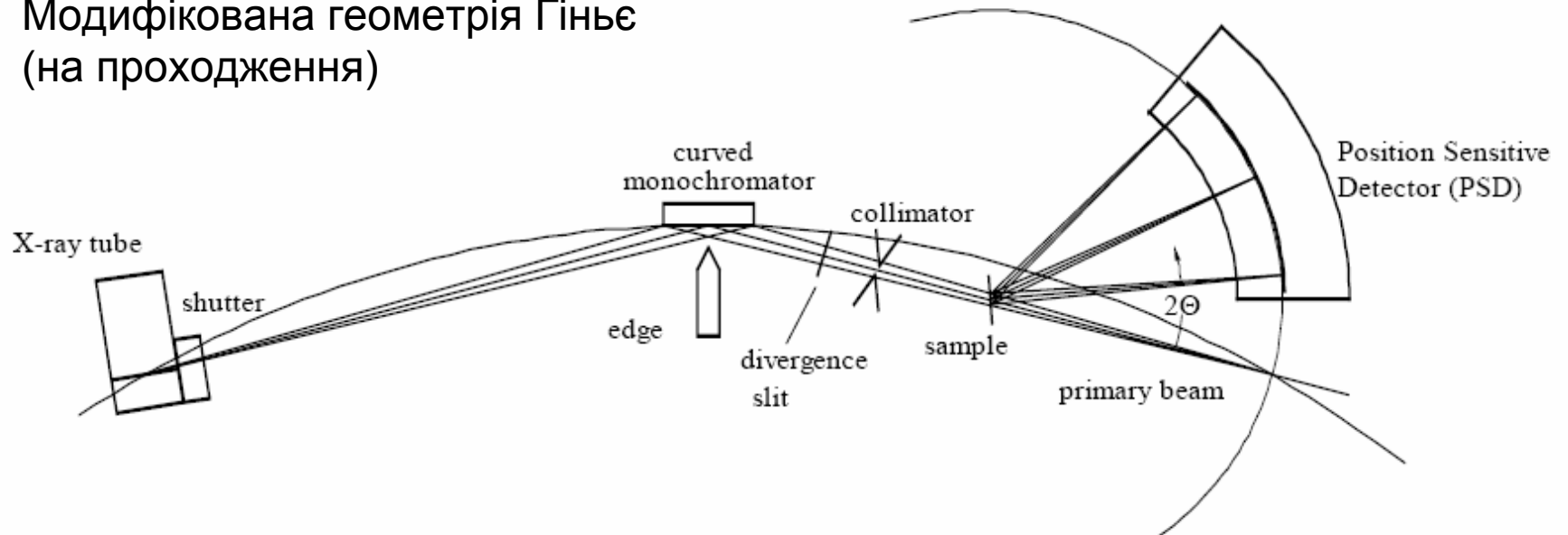
МОДИФІКОВАНА ГЕОМЕТРІЯ ГІНЬЕ “STOE Transmission Geometry”



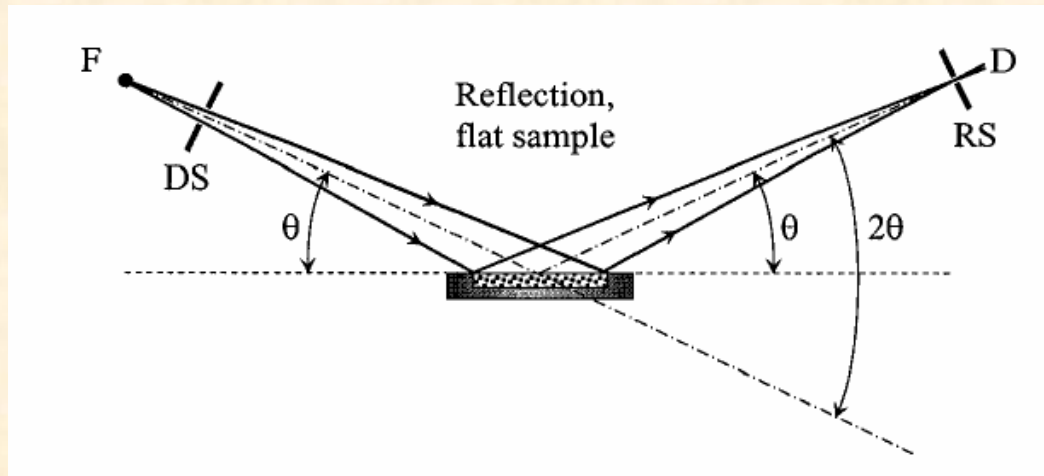
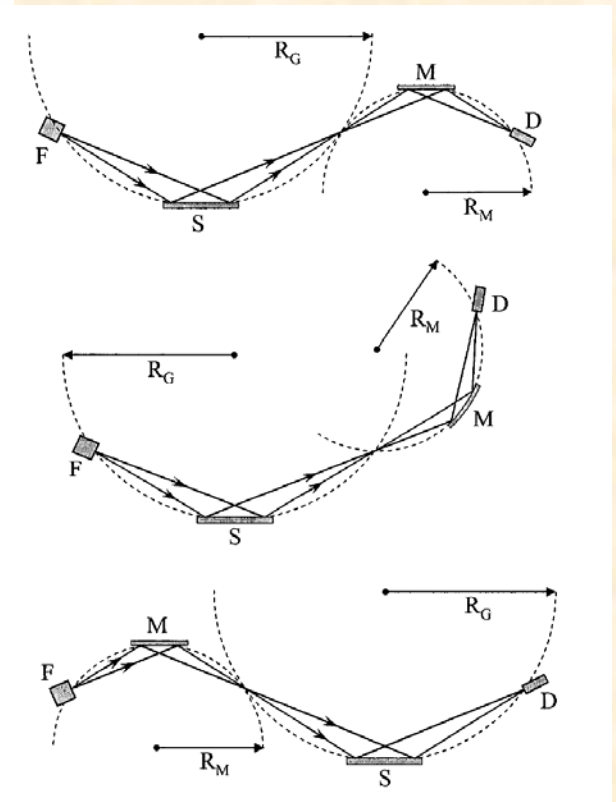
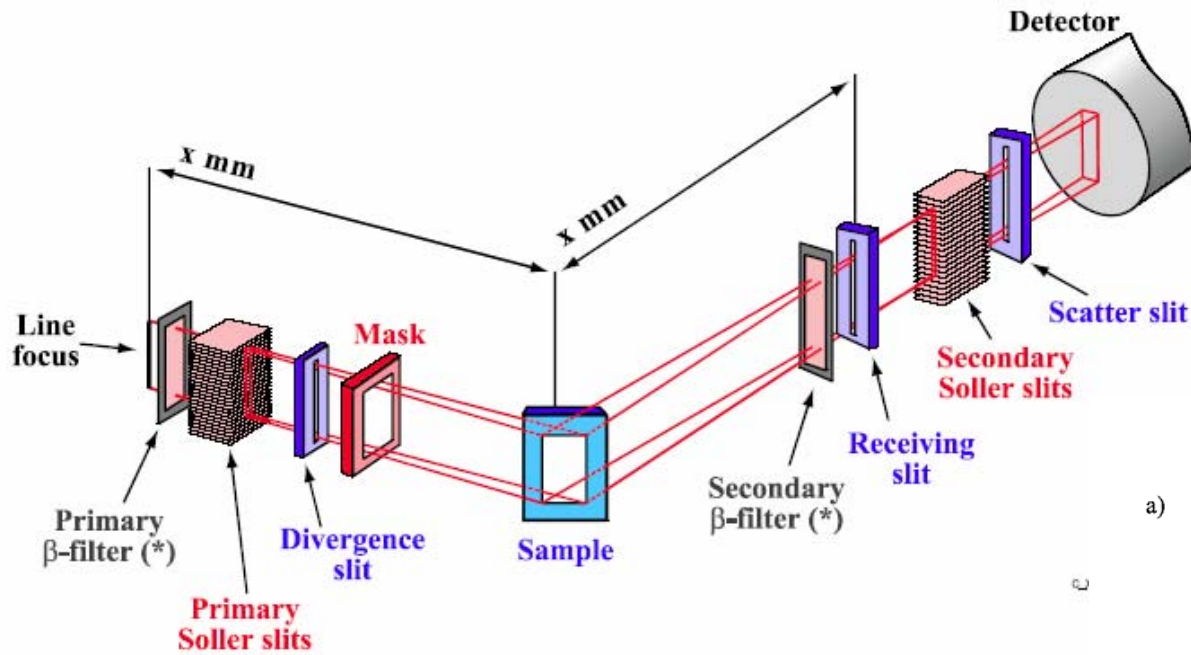
Класична геометрія Гінє



Модифікована геометрія Гінє (на проходженні)

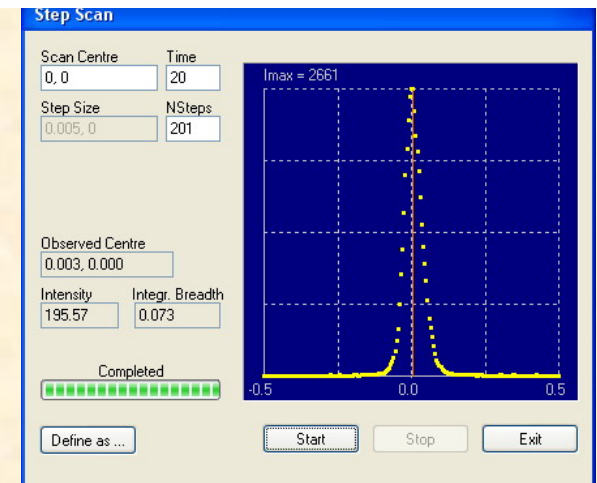
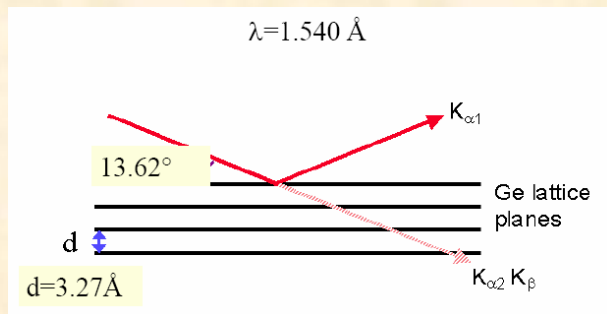
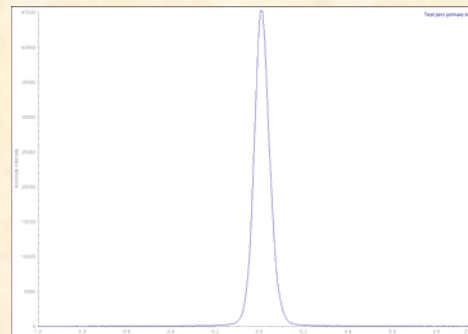
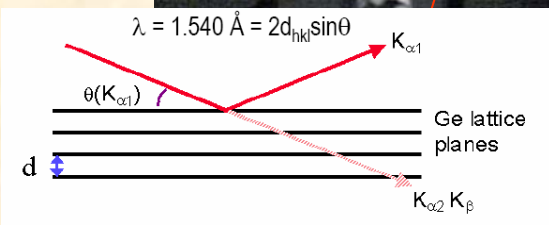
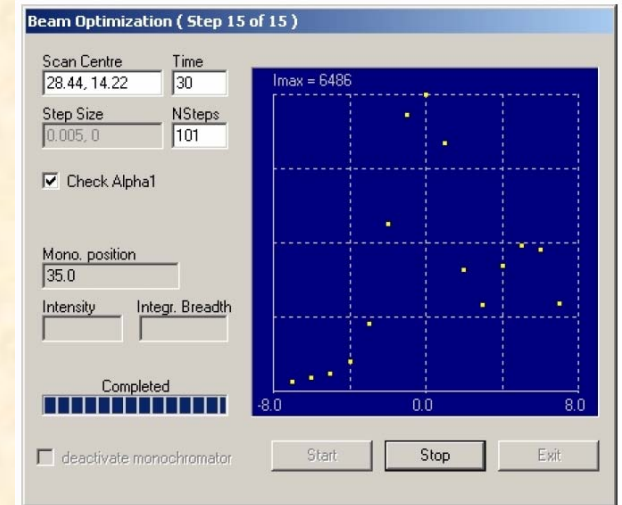
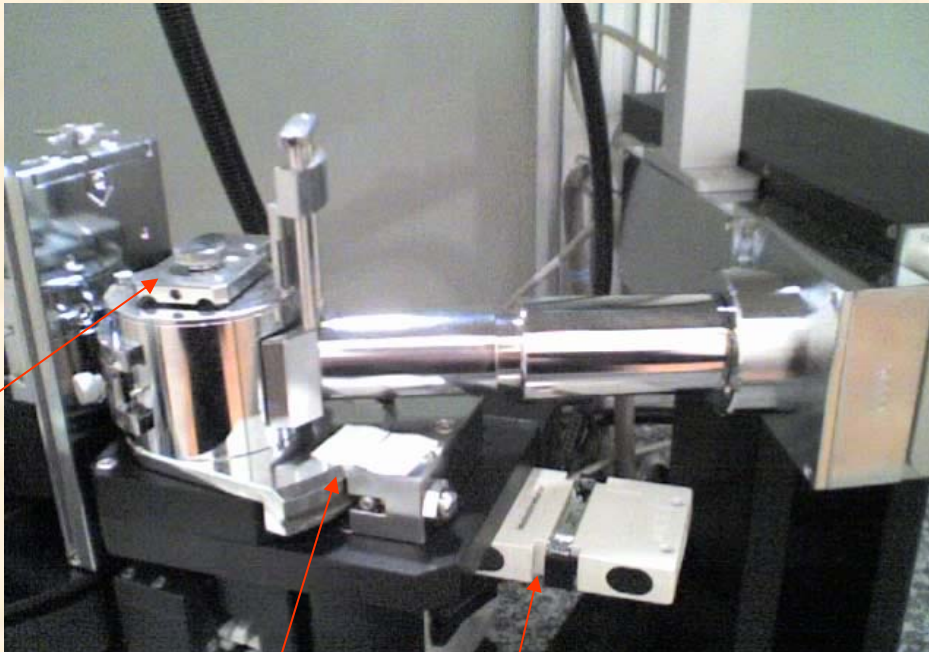


ГЕОМЕТРІЯ БРЕГГА-БРЕНТАНО (“на відбиття”)



ЮСТУВАННЯ ДИФРАКТОМЕТРА

Розділення дублету α_{1-2} , β , Виділення $K\alpha_1$ -лінії на максимальну інтенсивність та вузьку ширину піку FWHM



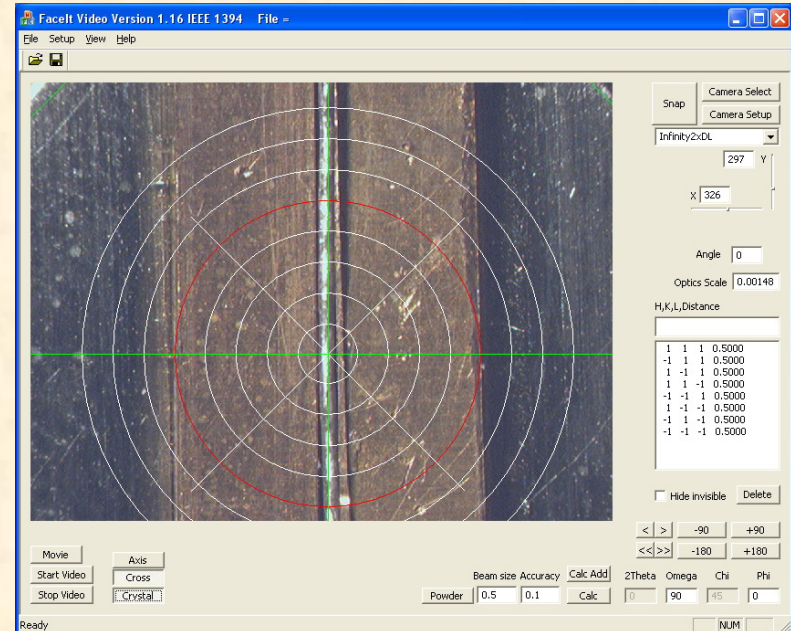
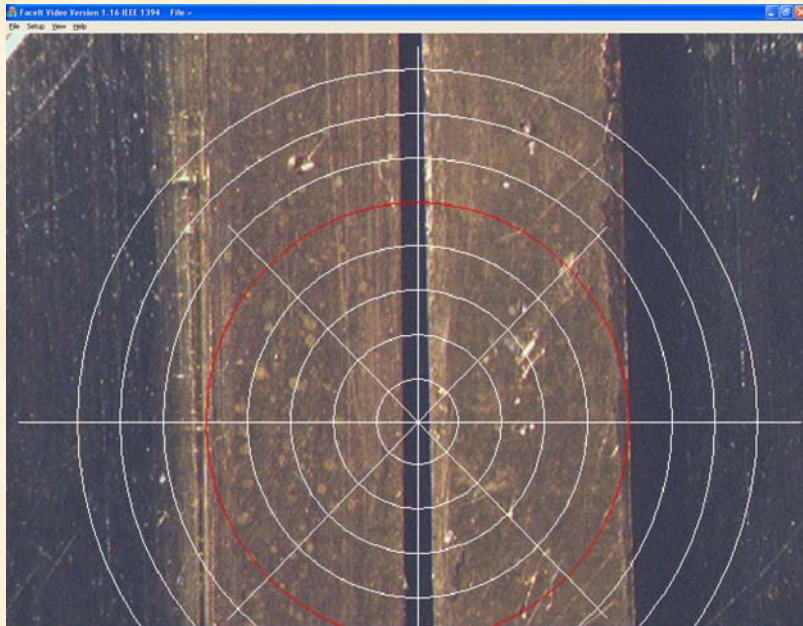
ЮСТУВАННЯ ДИФРАКТОМЕТРА

Суміщення осі гоніометра (дифрактометра) і первинного променя



Baseplate Moving Screw

Baseplate Fixing Screw



ЛІНІЙНИЙ ПОЗИЦІЙНО-ЧУТЛИВИЙ ДЕТЕКТОР PSD ТА ЙОГО КАЛІБРУВАННЯ

Calibration Parameters

Linear PSD Stepsize = 0.005

Calibration Curve (changed)

Calibration Peak: 28.443

First PSD Address: 1260

Last PSD Address: 2800

Measuring Time: 30

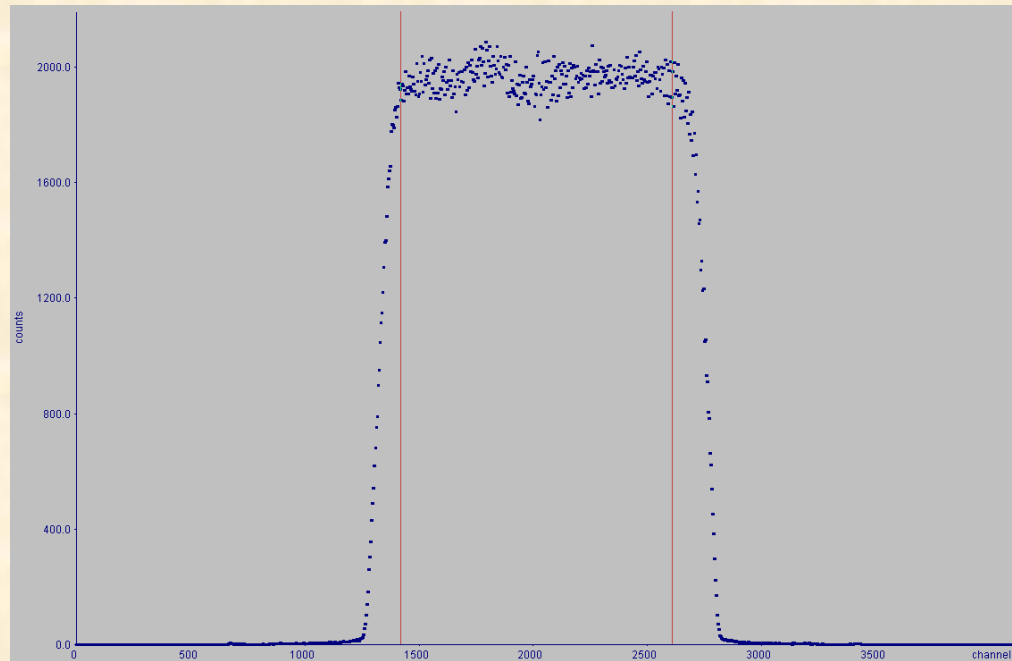
2Theta Interval: 0.1

Address Check (changed)

Position: 25

Omega Position: 14.221

OK Cancel



Measure Calibration Curve

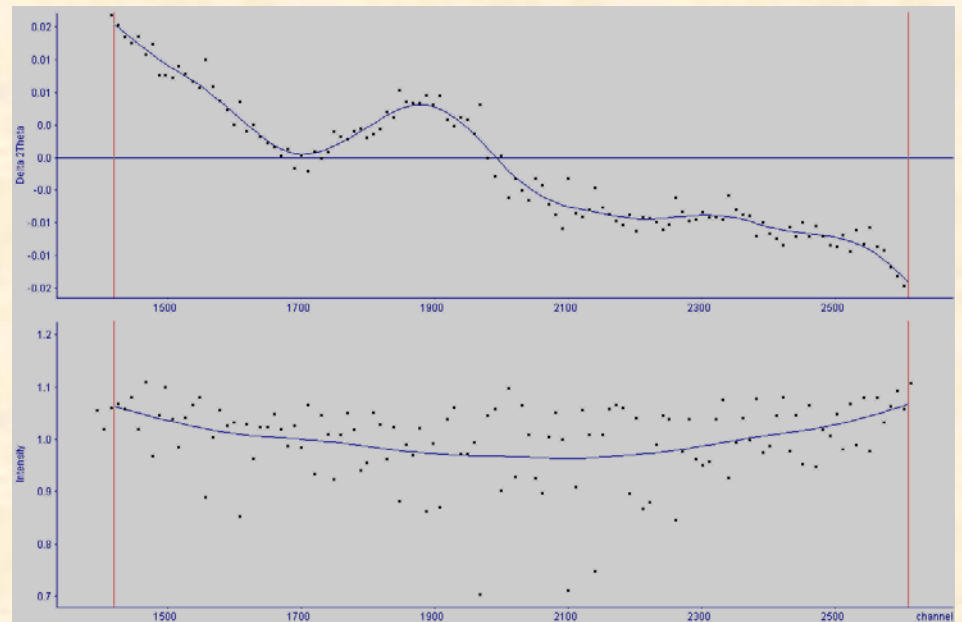
Imax = 225

Address	Position	Delta	Imax	Intensity
✗ 1245	28.368	0.000	---	---
✓ 1247	28.279	0.164	96	8.5
✓ 1269	28.286	0.157	165	24.9
✓ 1290	28.293	0.150	195	29.5
✓ 1311	28.299	0.144	195	25.5
✓ 1333	28.306	0.137	219	29.9
✓ 1354	28.314	0.129	203	27.9
✓ 1375	28.320	0.123	215	24.6
✓ 1396	28.324	0.119	210	28.6
✓ 1418	28.331	0.112	239	27.9
✓ 1439	28.336	0.107	233	27.3

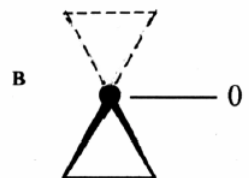
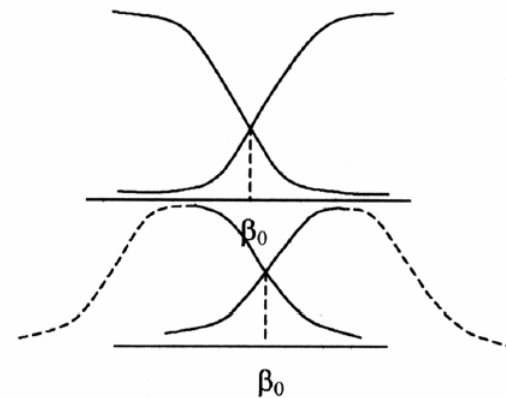
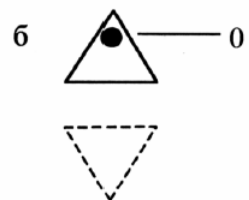
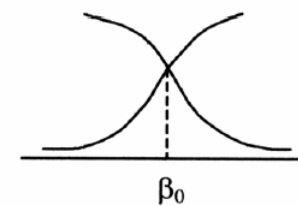
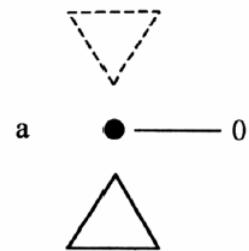
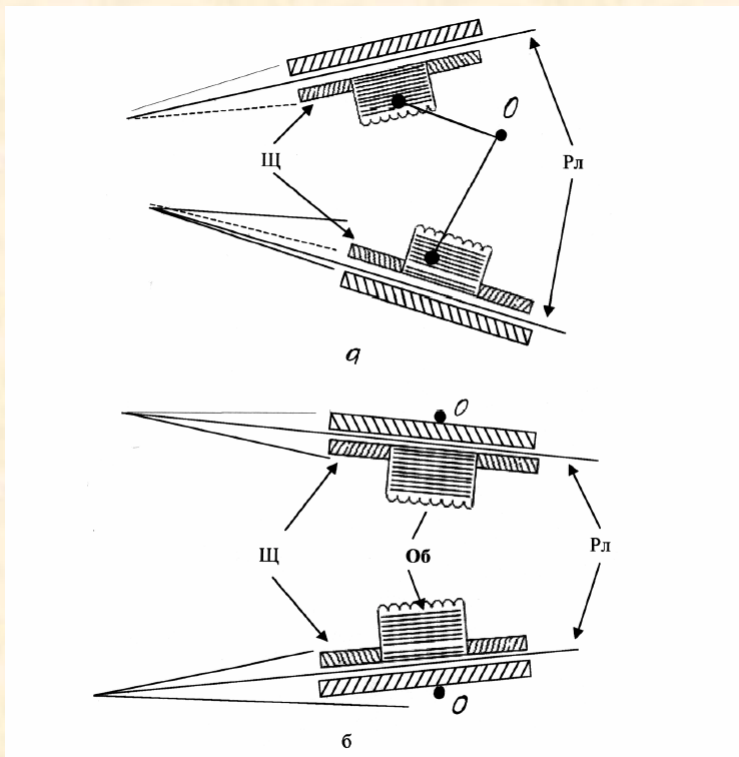
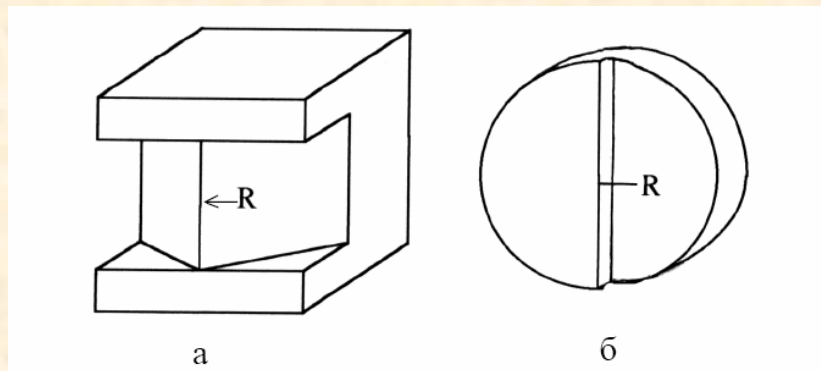
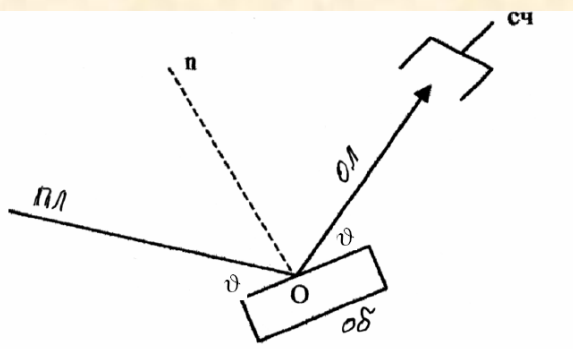
Measuring position 12 of 78 PSD Centre = 31.28

Progress: █ █ █ Measuring

Stop Measurement Exit



ЮСТУВАННЯ ДИФРАКТОМЕТРА ГЕОМЕТРІЯ БРЕГГА-БРЕНТАНО (“на відбиття”)



ФІНАЛЬНИЙ ЕТАП ЮСТУВАННЯ ТА КАЛІБРУВАННЯ – КОНТРОЛЬНА ТЕСТОВА ЗЙОМКА СТАНДАРТНИХ МАТЕРІАЛІВ NIST SRM



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material® 676

Alumina Internal Standard
for Quantitative Analysis by X-ray Powder Diffraction

This Standard Reference Material (SRM) consists of an alumina powder (corundum structure) intended primarily for use as an internal standard for quantitative analysis and I/I_c [1] (for a complete discussion of I/I_c , see [2]) determinations by X-ray powder diffraction. A unit of SRM 676 consists of approximately 20 g of powder bottled in an argon atmosphere.

Material Description: The powder consists of sub-micrometer equi-axial alumina grains that have been de-aggregated and calcined. The isometric form of the grains effectively eliminates preferred orientation effects in this powder. The de-aggregated state of this material ensures the homogeneity of test mixtures prepared by

Table 1. Certified Relative Intensity Data

Reflection (hkl)	Scan Angles		Relative Intensity	
	Low	High	Value	Uncertainty
012	23.9°	27.1°	57.96 ±	1.80
104	33.8°	36.5°	87.40 ±	0.65
110	36.5°	38.8°	36.32 ±	0.19
113	42.0°	45.0°	100.0 ±	----
024	50.7°	54.0°	47.18 ±	0.41
116	55.7°	58.9°	95.59 ±	1.21
124	65.1°	67.2°	36.02 ±	0.78
030	67.2°	69.6°	55.75 ±	1.26

Table 2. Certified Lattice Parameters of SRM 676

Lattice Parameter	nm	Å
a	0.475 919 ± 0.000 044	4.759 19 ± 0.000 44
c	1.299 183 ± 0.000 017 4	12.991 83 ± 0.000 174

Si NIST SRM 640b (1987 p.)

$a = 5.430940(35) \text{ \AA}$

$\lambda(\text{CuK}\alpha_1) = 1.5405981 \text{ \AA}$

$T = 298 \text{ K}$

Material	SRM Number	Certified for
Silicon	SRM 640b	d-value calibration
Fluoro-Phlogopite	SRM 675	d-value calibration
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	SRM 1976	intensity calibration, instrument alignment
LaB ₆	SRM 660	profile analysis
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	SRM 676	quantitative analysis
$\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4, \beta\text{-Si}_3\text{N}_4$	SRM 656	quantitative analysis
$\alpha\text{-Quartz}$	SRM 1978a	quantitative analysis
Cristobalite	SRM 1979a	quantitative analysis
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3, \text{ZnO}, \text{TiO}_2$	SRM 674a	quantitative analysis



National Bureau of Standards

Certificate

Standard Reference Material 640b

Silicon Powder $2\theta/d$ -Spacing Standard

for X-Ray Diffraction

This Standard Reference Material (SRM) was prepared for use as either an external or internal $2\theta/d$ -spacing calibration standard for powder diffractometry.

SRM 640b is a high-purity silicon powder prepared by grinding electronic grade silicon rods, followed by jet milling to reduce the particle size. The median particle size (d_{50}), based on a mass-weighted distribution as determined by x-ray sedimentation, is about 5 μm ; 95 percent of the particles on a mass basis have an average diameter less than 10 μm .

A total of 25 samples was mixed with tungsten and silver internal standards [1] and measured using two automated high angle goniometers. The $\text{CuK}\alpha_1$ peak position was determined by second derivative and profile fitting procedures and was then corrected for effects of thermal expansion. The peak positions were corrected for sample, instrumental, and physical aberrations (except refraction) through use of the internal standard lines [2]. The lattice parameter at 298.1 K of each of the 25 samples was obtained through a least squares refinement of the corrected 2θ values, using NBS*LSQR85, a version of the lattice parameter refinement program of Appleman and Evans [3]. The weighted average of the 25 lattice parameters, uncorrected for refraction, at 298.1 K is

ФІНАЛЬНИЙ ЕТАП ЮСТУВАННЯ ТА КАЛІБРУВАННЯ – КОНТРОЛЬНА ТЕСТОВА ЗЙОМКА СТАНДАРТНИХ МАТЕРІАЛІВ NIST SRM Суміщення робочої площини кювети з віссю гоніометра



Si NIST SRM 640b (1987 р.)

$$a = 5.430940(35) \text{ \AA}$$

$$\lambda(\text{CuK}\alpha_1) = 1.5405981 \text{ \AA}$$

$$T = 298 \text{ K}$$

Відтворюваність STOE STADI P

$$a = 5.43094(2) \text{ \AA}$$

$$a = 5.43093(3) \text{ \AA} \text{ – по Рітвельду}$$

Transmission Sample Holder

Приставка на проходження

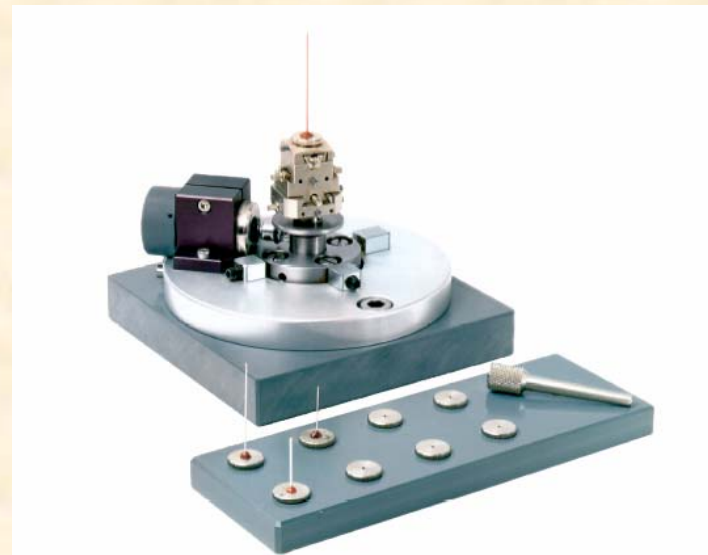
Інтервал $2\theta = 2.000 - 136.000$

Може бути використана і як приставка
на відбиття (схема Бреґґа-Брентано)

Інтервал $2\theta = 24.000 - 125.000$

Приставка на капіляри (схема Дебая-Шеррера)

Інтервал $2\theta = 2.000 - 96.000$



CAPILLARY
SAMPLE HOLDER

THE SEARCH OF A ZERO-POINT SHIFT IS UNSUCCESSFUL.

SOLUTION NUMBER 1 / 1

CUBIC SYSTEM

DIRECT PARAMETERS : A= 5.43094 VOLUME= 160.19
 STANDARD DEVIATIONS : 0.00002
 REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0003 deg. 2-theta

H	K	L	DOBS	DCAL	DOBS-DCAL	2TH.OBS	2TH.CAL	DIF.2TH.
1	1	1	3.13573	3.13559	0.00014	28.441	28.442	-0.001
2	2	0	1.92012	1.92014	-0.00002	47.303	47.303	0.001
3	1	1	1.63746	1.63750	-0.00004	56.124	56.122	0.002
4	0	0	1.35770	1.35774	-0.00004	69.132	69.130	0.002
3	3	1	1.24596	1.24595	0.00002	76.375	76.376	-0.001
4	2	2	1.10860	1.10859	0.00001	88.029	88.030	-0.001
3	3	3	1.04518	1.04519	-0.00001	94.954	94.952	0.001
5	1	1		1.04519	-0.00001		94.952	0.001
4	4	0	0.96008	0.96007	0.00002	106.706	106.708	-0.003
5	3	1	0.91800	0.91800	0.00000	114.092	114.092	0.000
6	2	0	0.85870	0.85871	0.00000	127.546	127.545	0.001

* NUMBER OF LINES

.- LINES INPUT = 10
 .- LINES INDEXED = 10
 .- LINES CALCULATED = 45

* MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES

<Q> = 0.1681E-04
 <DELTA(2-THETA)> = 0.1310E-02
 MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) = 0.2500E-01

* FIGURES OF MERIT

1.- M(10) = 896.6
 2.- F(10) = 169.6(0.0013, 45)

==> ATOM PARAMETERS:

Name	x	sx	y	sy	z	sz	B	sB	occ.
Si	0.12500(0)		0.12500(0)		0.12500(0)		0.802(32)		8.0

==> PROFILE PARAMETERS FOR PATTERN# 1

=> Cell parameters :

a	5.43093	0.00003
b	5.43093	0.00003
c	5.43093	0.00003
α	90.00000	0.00000
β	90.00000	0.00000
γ	90.00000	0.00000

=> overall scale factor : 0.000000444 0.000000004

=> Eta(p-v) or m(p-vii) : 0.19041 0.02362

=> Overall tem. factor : 0.00000 0.00000

=> Halfwidth parameters : 0.00713 0.00112

-0.00283 0.00166

0.01057 0.00051

=> Preferred orientation: 0.00000 0.00000

0.00000 0.00000

=> Asymmetry parameters : 0.04716 0.00642

0.01621 0.00291

0.00000 0.00000

0.00000 0.00000

=> X and y parameters : 0.00456 0.00044

0.00000 0.00000

=> Strain parameters : 0.00000 0.00000

0.00000 0.00000

0.00000 0.00000

0.00000 0.00000

=> Size parameters (G,L): 0.00000 0.00000

0.00000 0.00000

==> GLOBAL PARAMETERS FOR PATTERN# 1

=> Zero-point: 0.0000 0.0000

=> Background Polynomial Parameters ==>

34.9900 0.497443

-48.9926 2.14653

88.1037 3.98089

-86.0976 12.0132

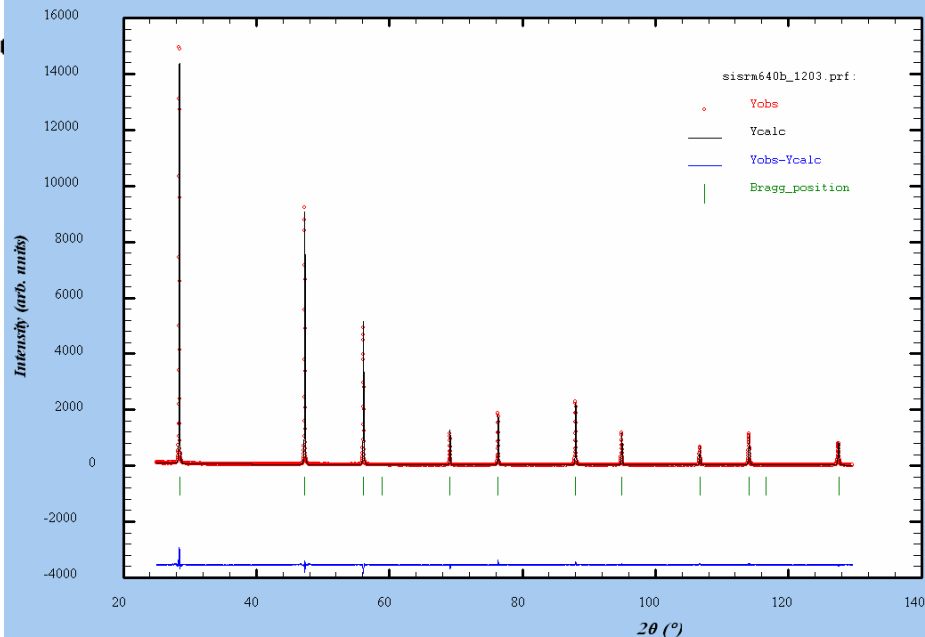
45.5579 13.7462

-10.5965 4.65819

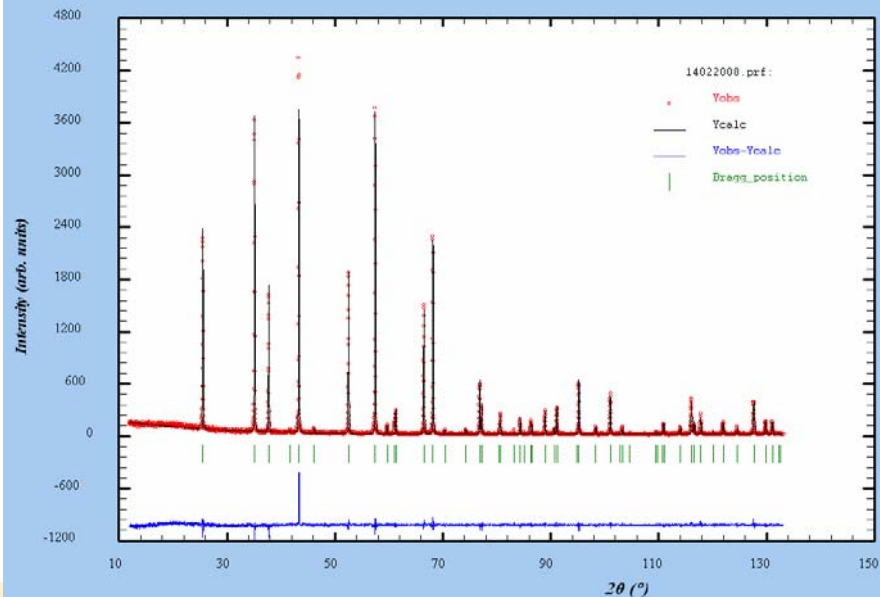
=> Cos(theta)-shift parameter : 0.0000 0.0000

=> Sin(2theta)-shift parameter : 0.0000 0.0000

Si NIST SRM 640b at STOE STADIP



Al2O3 SRM 676 standard measured at STOE STADIP



THE INTERNATIONAL CENTRE FOR DIFFRACTION DATA (USA) CERTIFICATED

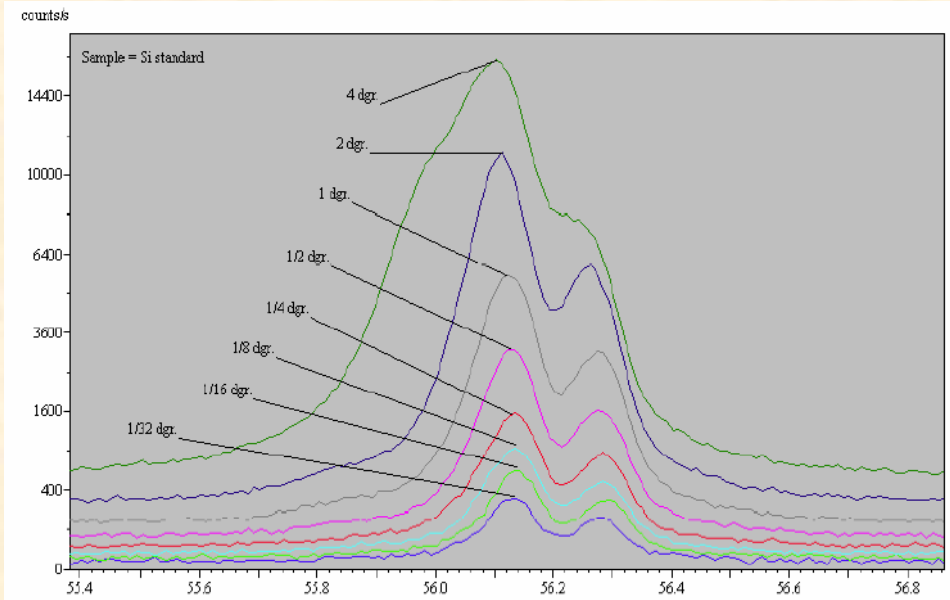


Grant # 05-06 Diffractometer STOE STADI P, # 6.11.KL 61249, 2006 year production.

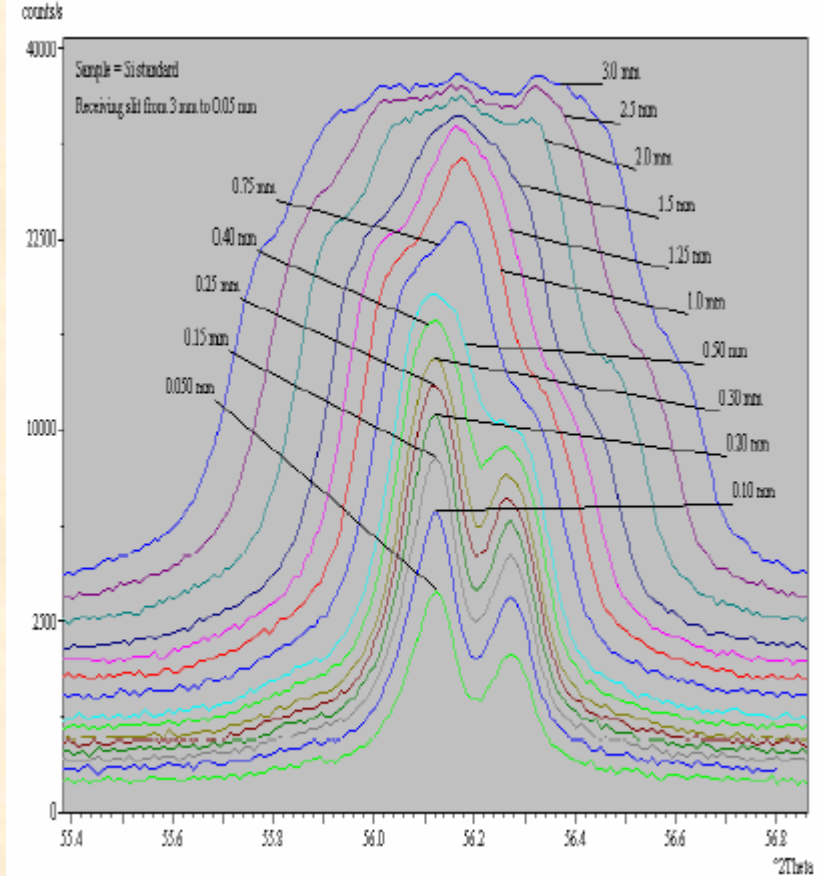
TECHNIQUE

RADIATION TYPE, SOURCE X-rays, Cu **λ VALUE USED** 1.540598 Å, $K\alpha_1$
 λ DISCRIM. (Filters Mono, Etc.) Primary beam, curved Ge Mono.
 λ DETECTOR (Film, Scint, Position Sensitive, etc.) mini PSD (linear)
INSTRUMENT DESCRIPTION (Type, Slit, etc.) 130 mm horizontal diffractometer STOE STADI P, Transmission mode (equivalent to Guinier geometry); distance from X-ray tube focus to monochromator 260mm, distance from sample to detector 220 mm; monochromator blade, horizontal slit system, vertical slit 6 mm, short collimator for transmission mode, vertical reducer slit 4 mm on PSD, a two sets of Soller Slits on primary beam and on PSD entrance window. **DIV= 0.3 REC=**
INSTRUMENTAL PROFILE BREADTH 0.095 **$^{\circ}2\theta$** 56.122 (Si) **TEMPERATURE ($^{\circ}$ K)** 296 \pm 0.5
SPECIMEN FORM/PARTICLE SIZE Powder, spread evenly on the transmission foil with diluted glue or vacuum grease / < 30 μ m
RANGE OF 2θ FROM **$^{\circ}2\theta$ TO** **$^{\circ}2\theta$** **SPECIMEN MOTION** Sample spinner
INTERNAL/EXTERNAL 2θ std (if any) Si SRM640b **LATTICE PARAMETER OF 2θ STD** 5.43094 Å
 2θ ERROR CORRECTION PROCEDURE sample shift refinement
INTENSITY MEAS. TECHNIQUE Step scan data **PEAK X INTEGRATED X**
MINIMUM INTENSITY THRESHOLD (IN RELATIVE INTENSITY UNITS)
INTENSITY STD USED α -Al₂O₃ SRM676 **$^{\circ}2\theta$'s OF INTENSITY** 43.350 <1 1 3 >
INTENSITY RATIO I/I_c **CONVERSION FACTOR IF CORUNDUM NOT USED**
RESOLUTION (FWHM) FOR THIS MATERIAL: **$^{\circ}2\theta$ AT** **$^{\circ}2\theta$**
 2θ REPRODUCIBILITY FOR THIS MATERIAL: **$^{\circ}2\theta$ AT** **$^{\circ}2\theta$**

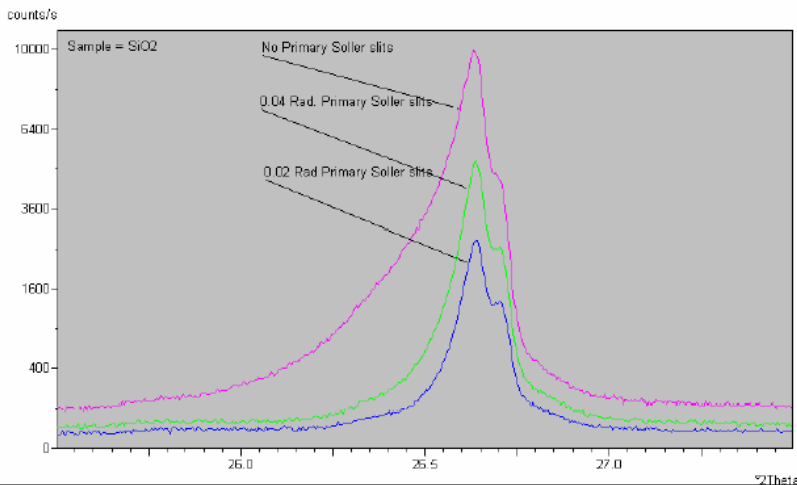
ПІДБІР ОПТИМАЛЬНИХ УМОВ ЗЙОМКИ ВПЛИВ ГЕОМЕТРІЇ ЩІЛИН



Вплив обмежувачих щілин (divergence slits) на формування та інтенсивність первинного променя

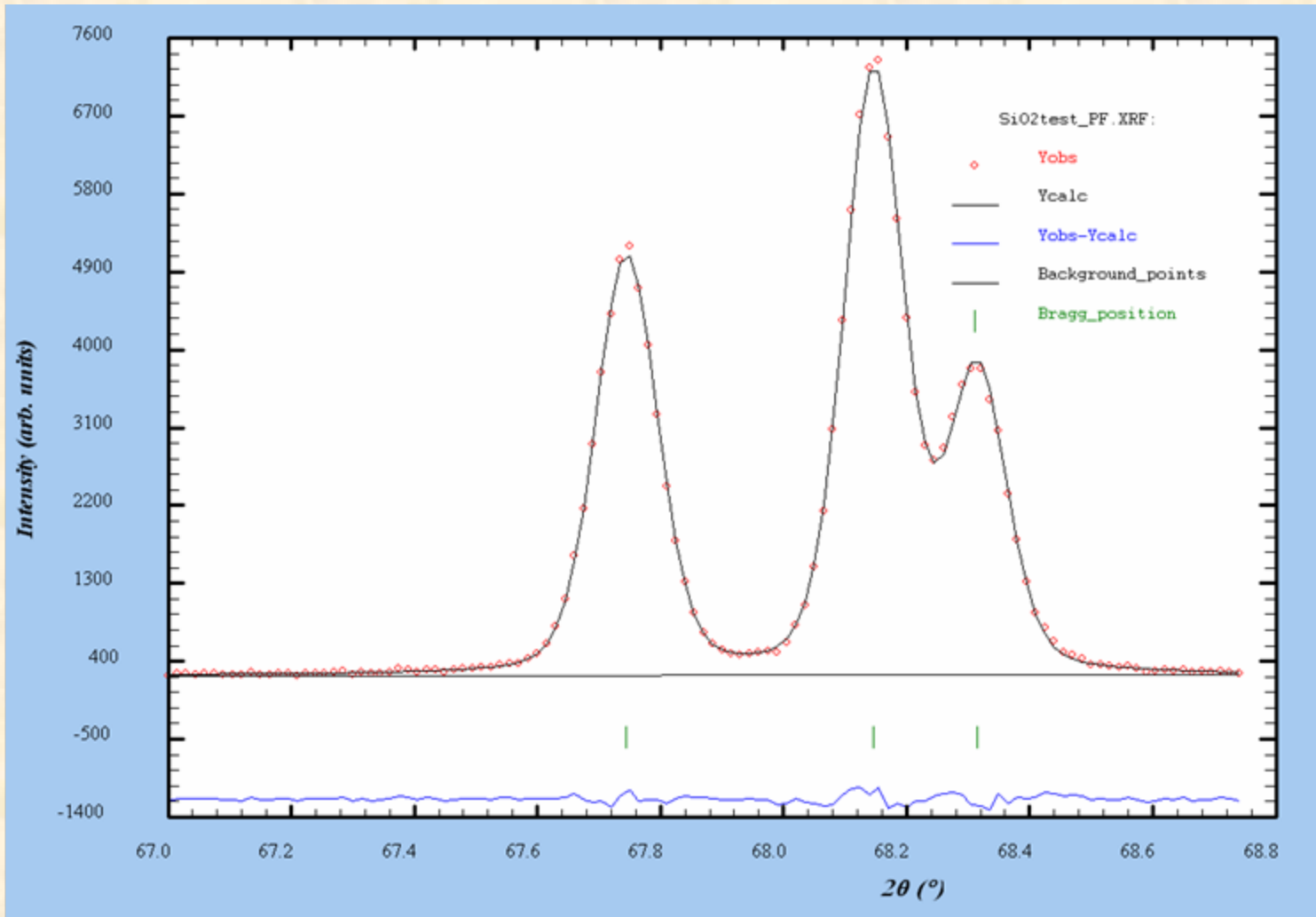


Приймальні щілини – для зменшення горизонтального розходження дифрагованого рентгенівського променя, підвищення роздільної здатності



Щілини Соллера – для зменшення вертикального розходження первинного та дифрагованого рентгенівських променів.

ПІДБІР ОПТИМАЛЬНИХ УМОВ ЗЙОМКИ ВПЛИВ НАЛАШТУВАННЯ МОНОХРОМАТОРА

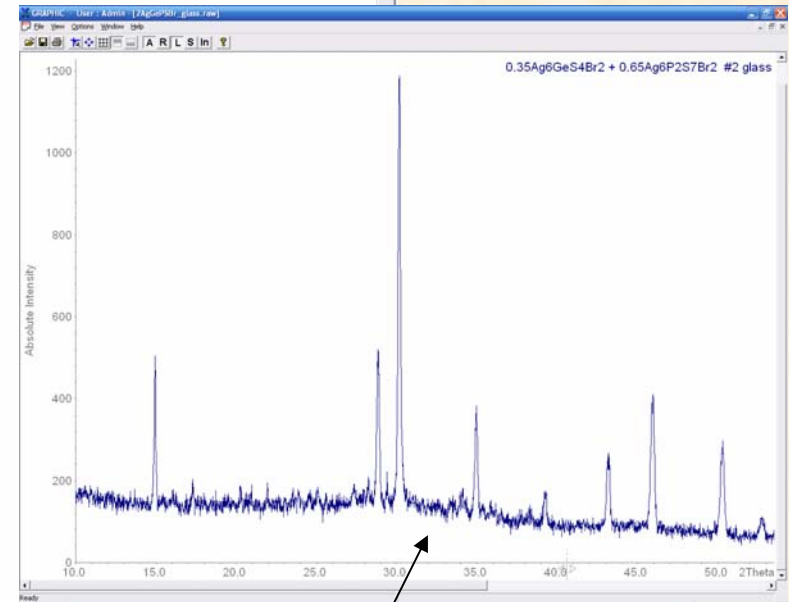
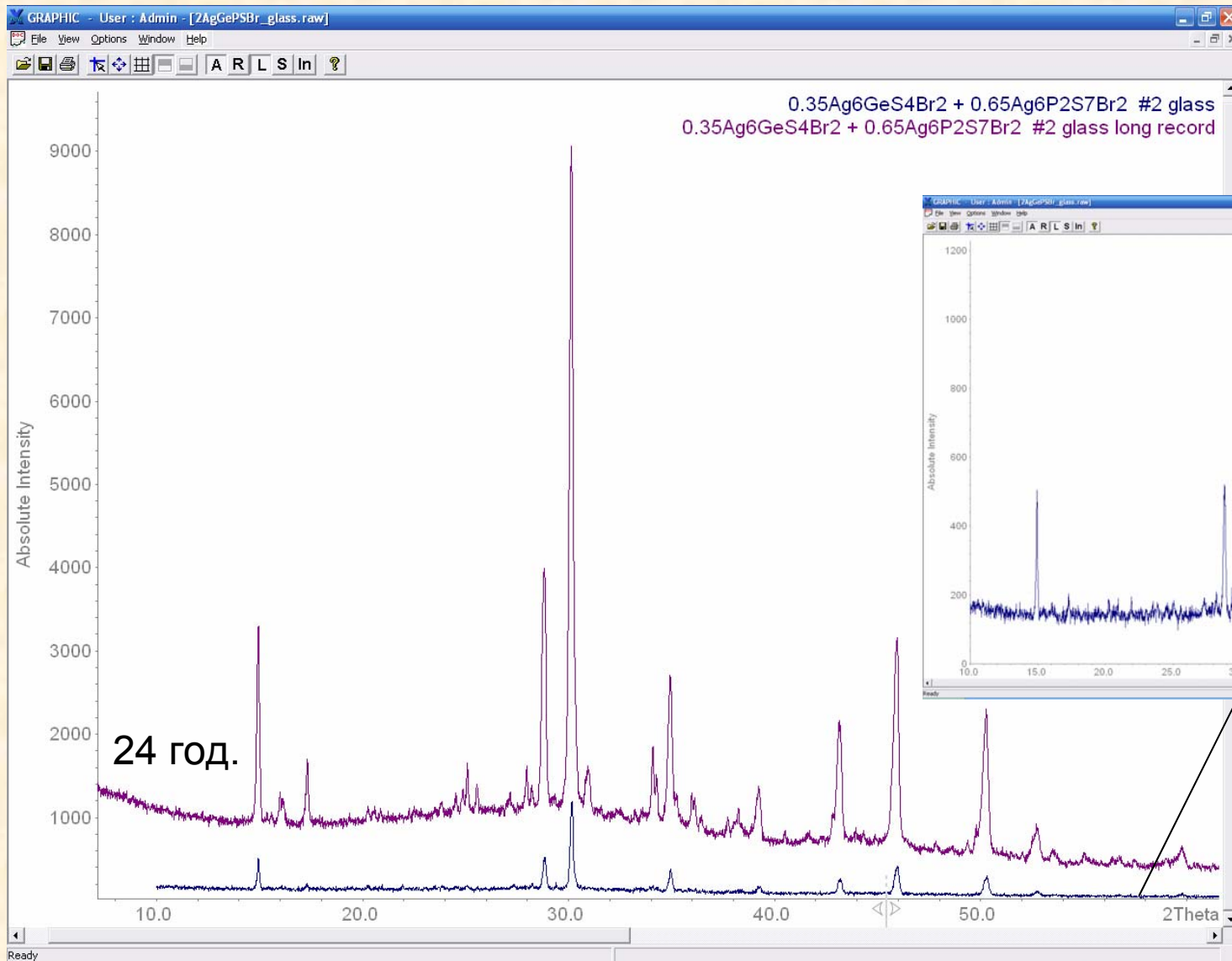


=> TITLE: SiO2test.dat

Position	Sigma	Intensity	Sigma	FWHM
67.745216	0.000313	684.35	5.00	0.120029
68.146980	0.000284	960.82	5.79	0.116211
68.315178	0.000457	471.40	4.28	0.114608

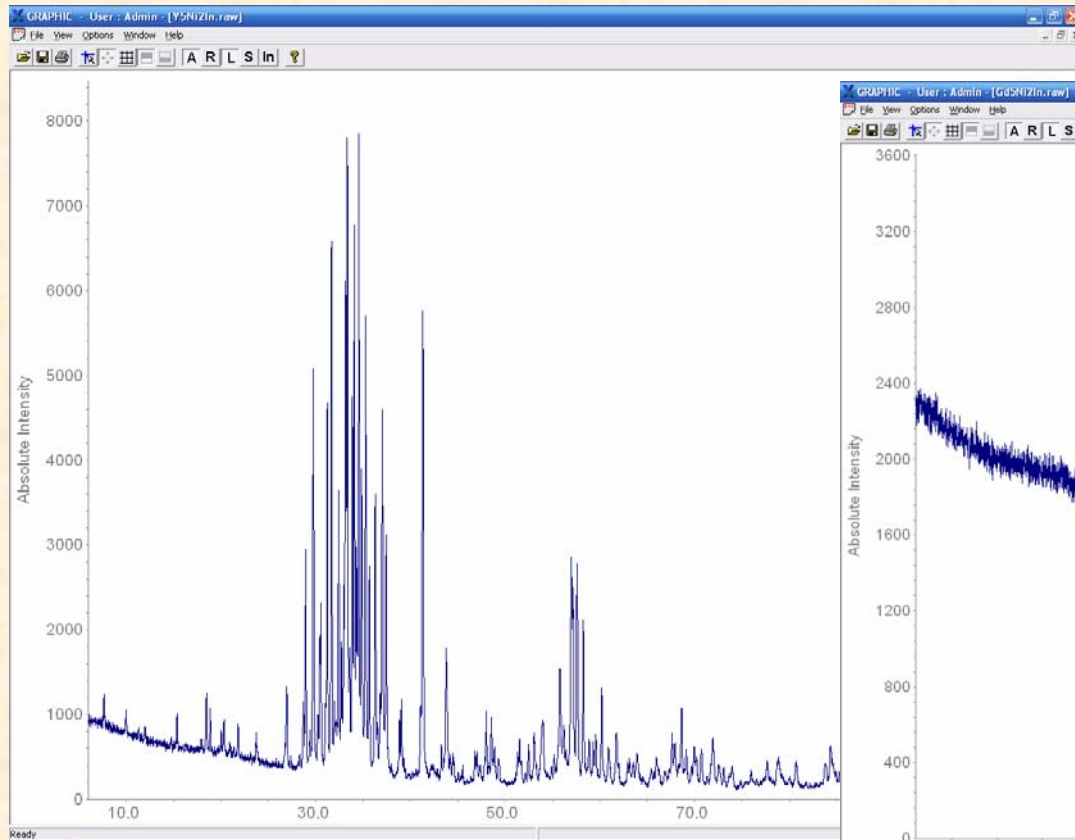
Розділення “триплету”
альфа-кварцу α -SiO₂
(оптимальне співвідношення
інтенсивність-роздільна здатність)

ВПЛИВ ТРИВАЛОСТІ ЗЙОМКИ НА ЯКІСТЬ

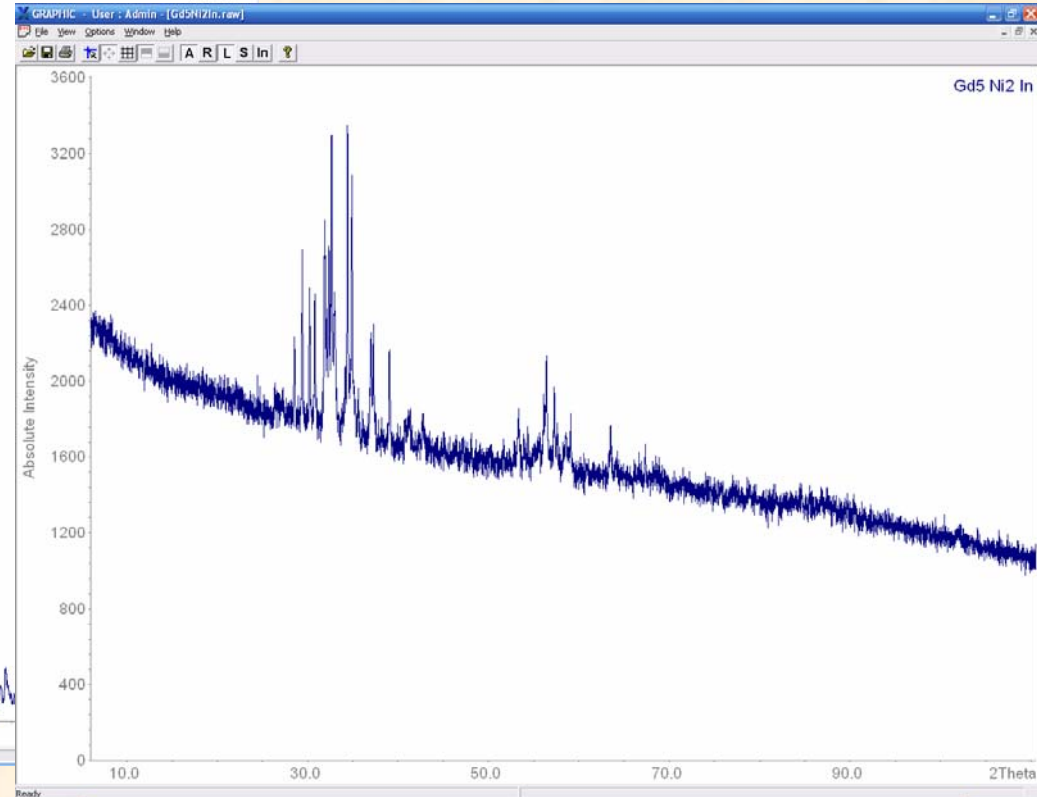


Середня тривалість високоякісної структурної зйомки – 2 доби

ВПЛИВ АБСОРБЦІЙНОГО ФАКТОРУ НА ЯКІСТЬ



Y_5Ni_2In

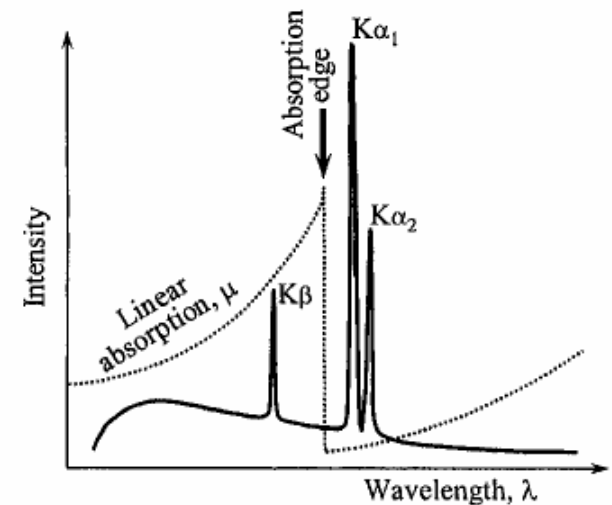


Gd_5Ni_2In

Дві ізоструктурні сполуки і якість отриманих дифрактограм (параметри зйомки ідентичні). Масовий коефіцієнт поглинання для $CuK\alpha$ (cm^2/g): Y – 134, Gd – 439)

ВПЛИВ АБСОРБЦІЙНОГО ФАКТОРУ

Element	Cr		Fe		Cu		Mo	
	K α	K β	K α	K β	K α	K β	K α	K β
H	0.412	0.405	0.400	0.396	0.391	0.388	0.373	0.370
He	0.498	0.425	0.381	0.335	0.292	0.268	0.202	0.197
...								
C	15.0	11.2	8.99	6.68	4.51	3.33	0.576	0.4
N	24.7	18.6	14.9	11.0	7.44	5.48	0.845	0.6
O	37.8	28.4	22.8	17.0	11.5	8.42	1.22	0.9
...								
Sc	516	403	332	256	180	137	20.8	14
Ti	590	444	358	277	200	152	23.4	16
V	96.5	479	399	309	219	166	26	18
Cr	86.8	67.0	492	385	247	185	29.9	21
Mn	97.5	75.3	61.6	375	270	207	33.1	23
Fe	113	86.9	71.0	54.3	302	232	37.6	27
Co	124	96.0	78.5	60.0	321	248	41.0	29
Ni	144	112	91.3	69.8	48.8	279	46.9	34
Cu	153	118	96.8	74.0	51.8	39.2	49.1	35
...								
Sr	328	256	210	161	113	85.9	90.6	67.2
Y	358	279	229	176	124	94.0	97.0	72.1
Zr	386	300	247	191	139	101	16.3	76.1
Nb	416	325	267	205	145	110	17.7	81.0
Mo	442	345	284	219	154	117	18.8	13.8



V.K. Pecharsky, P.Yu. Zavalij, Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials. Springer, 2005.

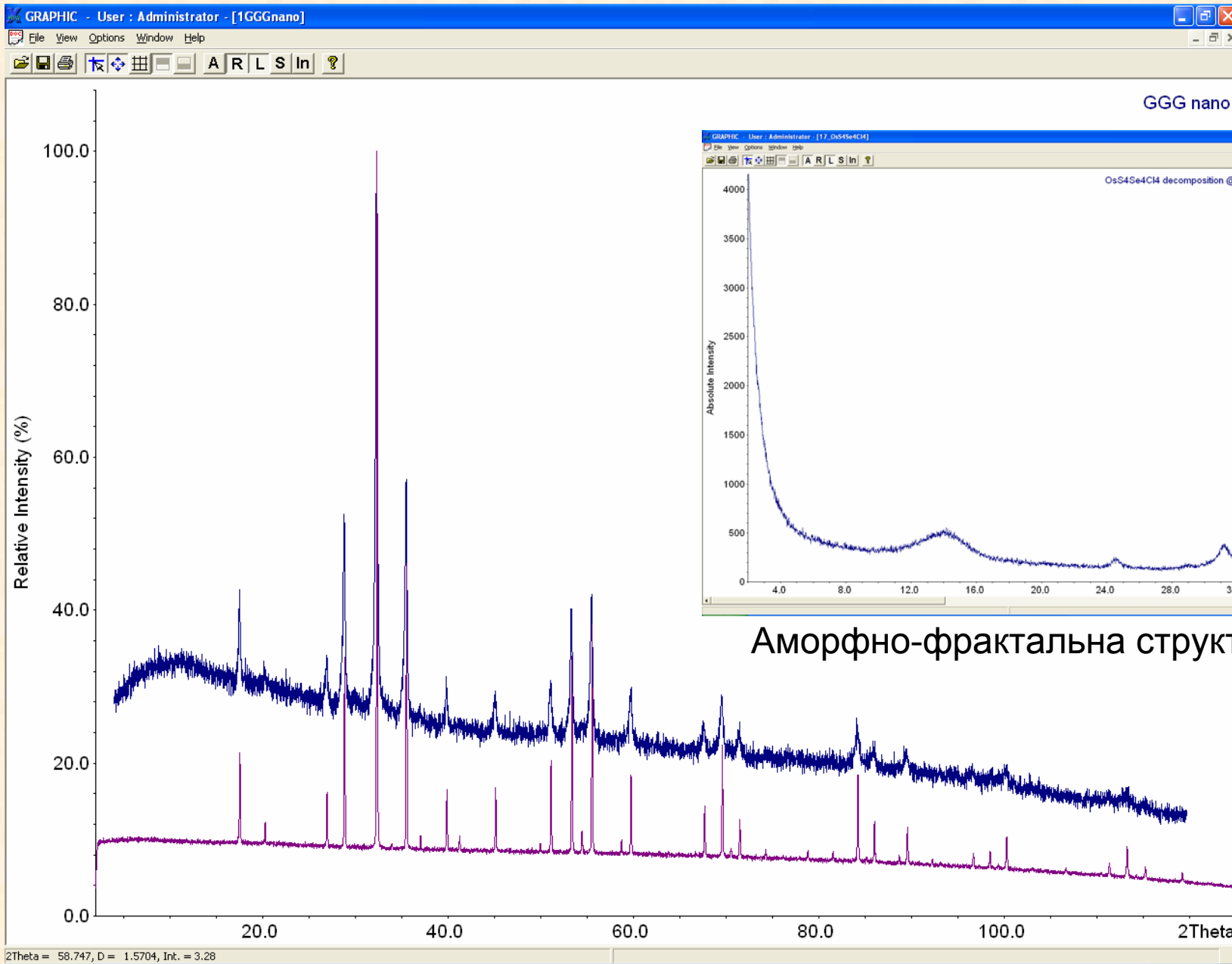
ВПЛИВ АБСОРБЦІЙНОГО ФАКТОРУ

4.2. X-RAYS

Table 4.2.4.3. Mass attenuation coefficients ($\text{cm}^2 \text{g}^{-1}$) (cont.)

Radiation	Energy (MeV)	17	18	19	20	21	22	23	24
		Chlorine	Argon	Potassium	Calcium	Scandium	Titanium	Vanadium	Chromium
Ag $K\beta_1$	2.494E-02	4.09E+00	4.56E+00	5.78E+00	6.92E+00	7.47E+00	8.43E+00	9.42E+00	1.09E+01
Pd $K\beta_1$	2.382E-02	4.67E+00	5.21E+00	6.60E+00	7.90E+00	8.53E+00	9.61E+00	1.07E+01	1.24E+01
Rh $K\beta_1$	2.272E-02	5.35E+00	5.96E+00	7.56E+00	9.04E+00	9.76E+00	1.10E+01	1.23E+01	1.42E+01
Ag $K\alpha$	2.210E-02	5.79E+00	6.46E+00	8.19E+00	9.79E+00	1.06E+01	1.19E+01	1.33E+01	1.54E+01
Pd $K\alpha$	2.112E-02	6.61E+00	7.37E+00	9.33E+00	1.12E+01	1.20E+01	1.36E+01	1.51E+01	1.75E+01
Rh $K\alpha$	2.017E-02	7.55E+00	8.42E+00	1.07E+01	1.27E+01	1.38E+01	1.55E+01	1.73E+01	1.99E+01
Mo $K\beta_1$	1.961E-02	8.20E+00	9.14E+00	1.16E+01	1.38E+01	1.49E+01	1.68E+01	1.87E+01	2.15E+01
Mo $K\alpha$	1.744E-02	1.15E+01	1.28E+01	1.62E+01	1.93E+01	2.08E+01	2.34E+01	2.60E+01	2.99E+01
Zn $K\beta_1$	9.572E-03	6.48E+01	7.14E+01	8.94E+01	1.05E+02	1.12E+02	1.25E+02	1.37E+02	1.55E+02
Cu $K\beta_1$	8.905E-03	7.95E+01	8.75E+01	1.09E+02	1.29E+02	1.37E+02	1.52E+02	1.66E+02	1.85E+02
Zn $K\alpha$	8.631E-03	8.69E+01	9.55E+01	1.19E+02	1.40E+02	1.49E+02	1.66E+02	1.81E+02	2.01E+02
Ni $K\beta_1$	8.265E-03	9.81E+01	1.08E+02	1.34E+02	1.58E+02	1.67E+02	1.86E+02	2.03E+02	2.27E+02
Cu $K\alpha$	8.041E-03	1.06E+02	1.16E+02	1.45E+02	1.70E+02	1.80E+02	2.00E+02	2.19E+02	2.47E+02
Co $K\beta_1$	7.649E-03	1.22E+02	1.34E+02	1.66E+02	1.95E+02	2.06E+02	2.27E+02	2.50E+02	2.93E+02
Ni $K\alpha$	7.472E-03	1.30E+02	1.43E+02	1.77E+02	2.08E+02	2.20E+02	2.40E+02	2.66E+02	3.18E+02
Fe $K\beta_1$	7.058E-03	1.52E+02	1.67E+02	2.07E+02	2.42E+02	2.56E+02	2.77E+02	3.09E+02	3.85E+02
Co $K\alpha$	6.925E-03	1.61E+02	1.76E+02	2.18E+02	2.55E+02	2.69E+02	2.91E+02	3.25E+02	4.08E+02
Mn $K\beta_1$	6.490E-03	1.92E+02	2.10E+02	2.60E+02	3.03E+02	3.19E+02	3.45E+02	3.85E+02	4.80E+02
Fe $K\alpha$	6.400E-03	2.00E+02	2.18E+02	2.70E+02	3.14E+02	3.32E+02	3.58E+02	3.99E+02	4.92E+02
Cr $K\beta_1$	5.947E-03	2.44E+02	2.66E+02	3.28E+02	3.82E+02	4.03E+02	4.44E+02	4.79E+02	6.70E+02
Mn $K\alpha$	5.895E-03	2.50E+02	2.72E+02	3.36E+02	3.91E+02	4.12E+02	4.57E+02	4.89E+02	6.86E+02
Cr $K\alpha$	5.412E-03	3.16E+02	3.42E+02	4.21E+02	4.90E+02	5.16E+02	5.90E+02	7.47E+02	8.68E+02
Ti $K\beta_1$	4.932E-03	4.04E+02	4.38E+02	5.38E+02	6.24E+02	6.52E+02	8.54E+02	9.65E+02	1.12E+03
Ti $K\alpha$	4.509E-03	5.11E+02	5.56E+02	6.80E+02	7.81E+02	8.08E+02	1.09E+03	1.23E+03	1.43E+03
		25	26	27	28	29	30	31	32
		Manganese	Iron	Cobalt	Nickel	Copper	Zinc	Gallium	Germanium
Ag $K\beta_1$	2.494E-02	1.21E+01	1.38E+01	1.51E+01	1.74E+01	1.83E+01	2.02E+01	2.14E+01	2.31E+01
Pd $K\beta_1$	2.382E-02	1.37E+01	1.57E+01	1.72E+01	1.98E+01	2.08E+01	2.30E+01	2.43E+01	2.62E+01
Rh $K\beta_1$	2.272E-02	1.57E+01	1.79E+01	1.96E+01	2.26E+01	2.38E+01	2.62E+01	2.77E+01	2.98E+01
Ag $K\alpha$	2.210E-02	1.70E+01	1.94E+01	2.12E+01	2.44E+01	2.56E+01	2.82E+01	2.98E+01	3.21E+01
Pd $K\alpha$	2.112E-02	1.93E+01	2.20E+01	2.41E+01	2.77E+01	2.91E+01	3.20E+01	3.38E+01	3.64E+01
Rh $K\alpha$	2.017E-02	2.20E+01	2.51E+01	2.74E+01	3.15E+01	3.30E+01	3.63E+01	3.84E+01	4.13E+01
Mo $K\beta_1$	1.961E-02	2.38E+01	2.71E+01	2.96E+01	3.40E+01	3.57E+01	3.93E+01	4.15E+01	4.46E+01
Mo $K\alpha$	1.744E-02	3.31E+01	3.76E+01	4.10E+01	4.69E+01	4.91E+01	5.40E+01	5.70E+01	6.12E+01
Zn $K\beta_1$	9.572E-03	1.70E+02	1.92E+02	2.06E+02	2.33E+02	2.40E+02	3.59E+02	3.85E+02	4.22E+02
Cu $K\beta_1$	8.905E-03	2.07E+02	2.32E+02	2.48E+02	2.79E+02	3.92E+02	4.38E+02	4.70E+02	5.14E+02
Zn $K\alpha$	8.631E-03	2.24E+02	2.52E+02	2.69E+02	3.02E+02	4.27E+02	4.77E+02	5.12E+02	5.59E+02
Ni $K\beta_1$	8.265E-03	2.51E+02	2.81E+02	3.00E+02	4.53E+02	4.80E+02	5.37E+02	5.76E+02	6.30E+02
Cu $K\alpha$	8.041E-03	2.70E+02	3.02E+02	3.21E+02	4.88E+02	5.18E+02	5.79E+02	6.21E+02	6.79E+02
Co $K\beta_1$	7.649E-03	3.06E+02	3.42E+02	4.81E+02	5.60E+02	5.94E+02	6.64E+02	7.12E+02	7.78E+02

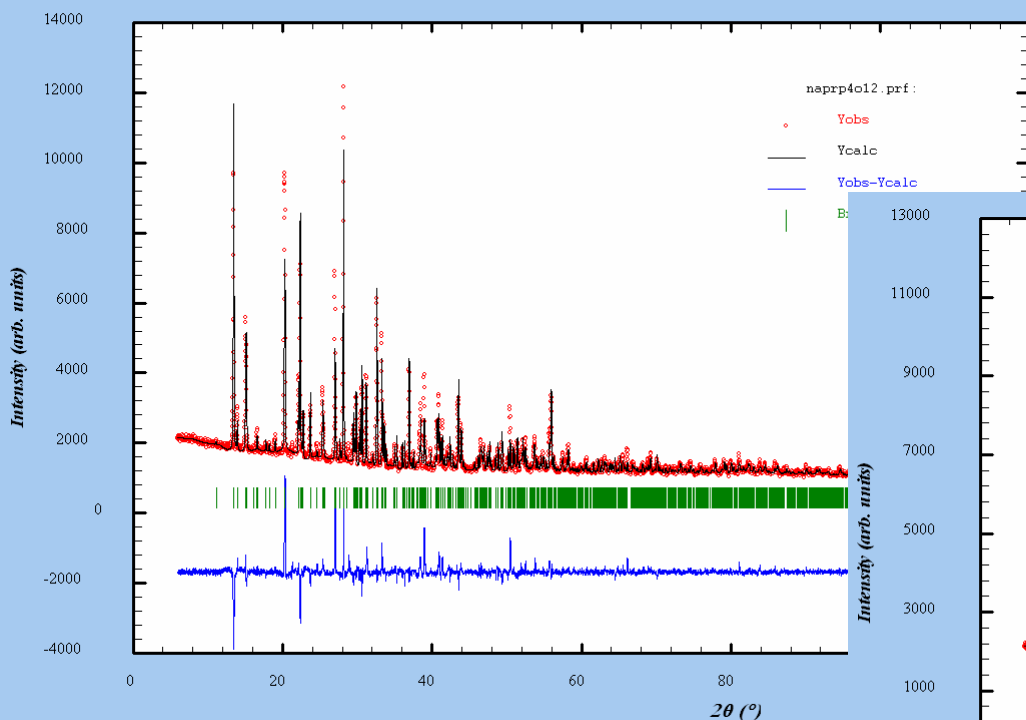
ВПЛИВ СТУПЕНЯ КРИСТАЛІЧНОСТІ



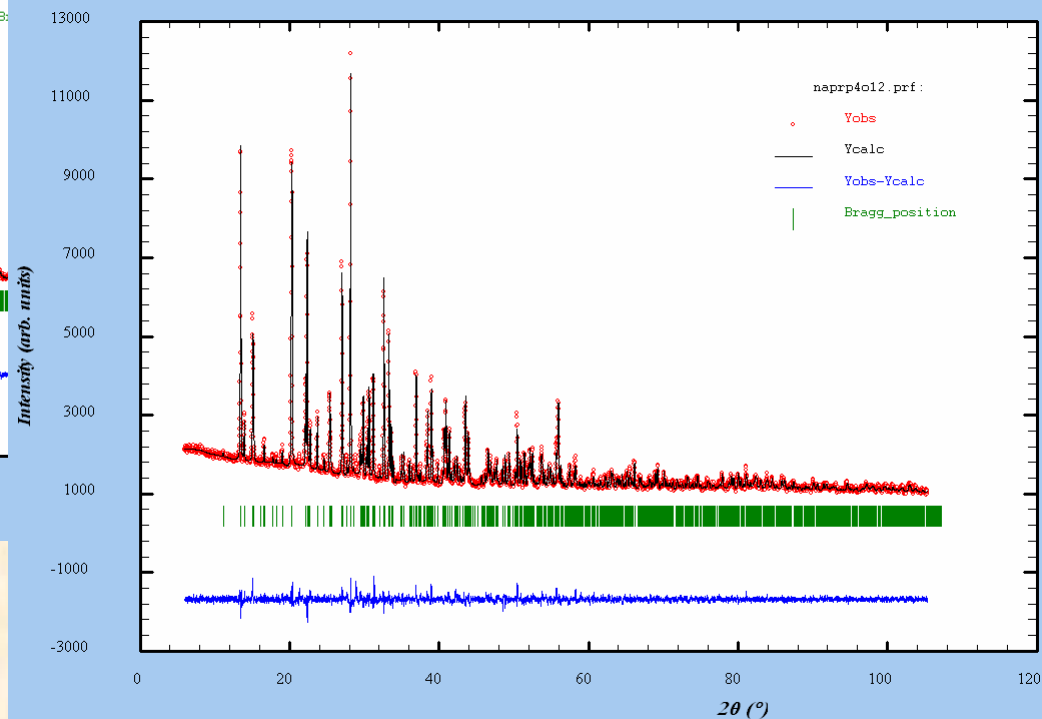
Аморфно-фрактальна структура

ВПЛИВ ТЕКСТУРИ

NaPrP4O12 at STOE STADIP



Уточнення без текстури



Уточнення із врахуванням текстури

Складний поліфосфат $\text{NaPrP}_4\text{O}_{12}$ із
слоїстою структурою

ПГ $P 1 2_1/c 1$

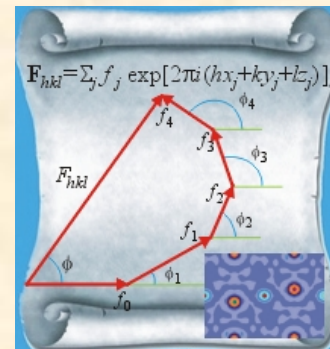
$a=7.22526(6)$ $b=13.13416(15)$

$c=12.26449(18)\text{\AA}$ $\beta=125.6692(9)^\circ$

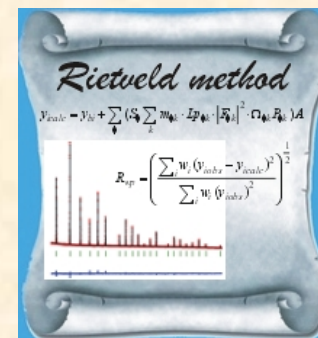
Pref-hkl		March-Dollase(r)			Fraction	
0.00	0.00	1.00	1.9454	0.0379	0.2974	0.0120
0.00	1.00	1.00	1.8175	0.0112	0.7026	0.0000

ПРАКТИЧНІ ПРИКЛАДИ

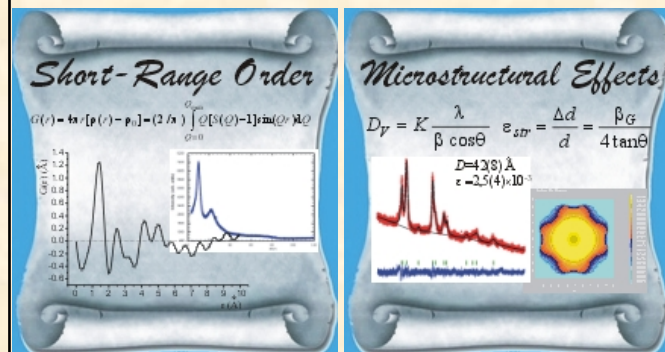
I. Рентгеноструктурний аналіз по методу полікристалу полягає у розшифруванні кристалічної структури нової або відомої сполуки із даних порошкової рентгенівської дифракції, з отриманням інформації про дальній порядок у речовині (сингонія, параметри елементарної комірки, просторова група, координати та координаційне оточення атомів, міжатомні віддалі тощо).



II. Рентгенівський фазовий аналіз із повним уточненням кристалічної структури по методу Рітвельда дозволяє якісно і кількісно оцінити фазовий склад зразків, їх чистоту (що особливо важливо у плані досліджень фізичних властивостей), параметри зміщення атомів, кристалохімічні дефекти та спліт-позиції тощо.



III. Мікроструктурний аналіз дозволяє отримати інформацію про ближній порядок у речовині (RDF, FSDP); параметри кристалічності на нано- та мікрорівні (розміри доменів когерентного розсіювання, внутрішні напруги у ґратці); переважачу орієнтацію зерен фази, композитність матеріалу тощо.



I. РОЗШИФРОВКА КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ (РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ПО МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ)

COMMUNICATION

www.rsc.org/chemcomm | ChemComm

The first nonaselenium ring†

Pavlo Yu. Demchenko,^a Roman E. Gladyshevskii,^{*a} Sergei V. Volkov,^b Oleg G. Yanko,^b
Lyudmila B. Kharkova,^b Zoya A. Fokina^b and Andrey A. Fokin^c

Received 2nd March 2010, Accepted 21st April 2010

First published as an Advance Article on the web

DOI: 10.1039/c0cc00192a

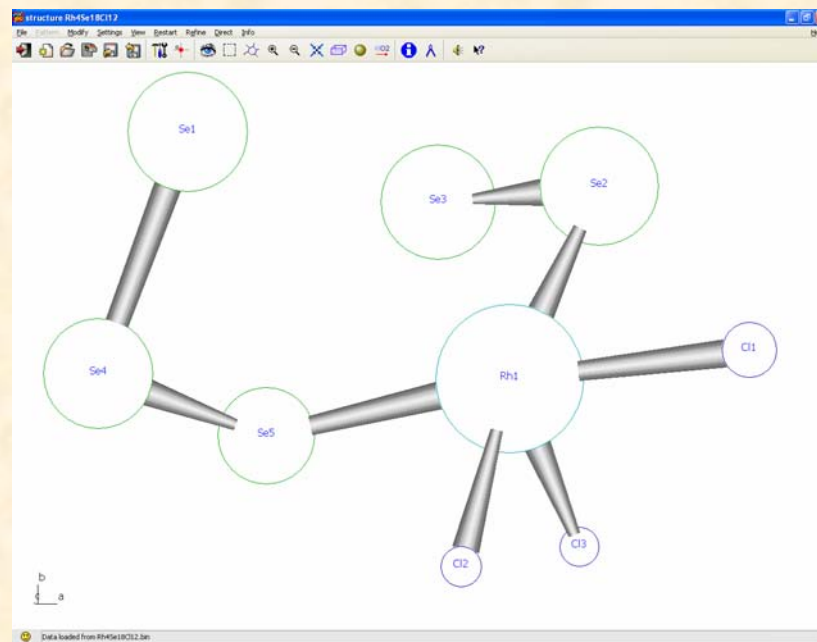
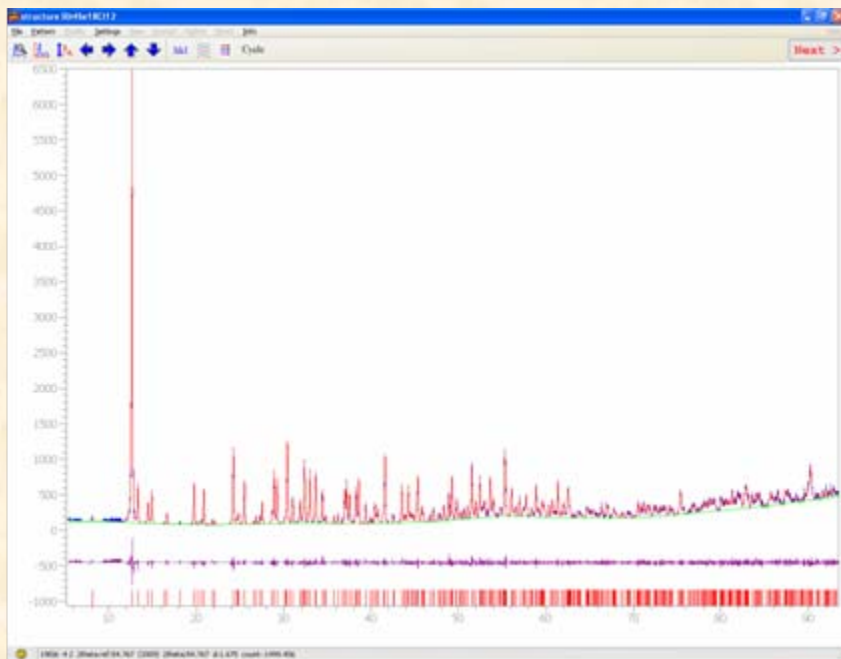
The reaction of Se_2Cl_2 with $\text{RhCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ at 100 °C gives dirhodium nonaselenium hexachloride $\text{Rh}_2\text{Se}_9\text{Cl}_6$. The structure exhibits the first Se_9 ring observed to date.

The electronic properties of the chalcogen elements vary dramatically from insulating sulfur to metallic polonium, through selenium and tellurium, which represent typical semiconductors. The properties of bulk selenium are to a large

with excess Se_2Cl_2 at 100 °C and was characterized by elemental analysis, IR, Raman and XES spectroscopy (ESI).†

The crystal structure of **1** was solved *ab initio* and refined from X-ray powder diffraction data (ESI).†† The selenium atoms are interconnected *via* covalent bonds ($\delta = 2.358\text{--}2.437$ Å) to form Se_9 rings in “crown” conformation. The coordination polyhedron around the Rh atoms is a distorted octahedron $\text{Rh}[\text{Cl}_3\text{Se}_3]$ formed by three selenium atoms on one side

IF = 6.38



Formula / name	Rh ₂ Se ₉ Cl ₆ / dirhodium nonaselenium hexachloride
Space group – Wyckoff sequence / Pearson symbol	I4 ₁ /a (No. 88, setting 2) – f ⁸ e / t/136
Structure type	Rh ₂ Se ₉ Cl ₆
M _r / Z	1129.16 / 8
Lattice parameters a, c (Å)	12.20346(9), 23.7125(3)
Cell volume V (Å ³)	3531.38(6)
F ₀₀₀ (electrons)	3984
Calculated density D _x (g/cm ³)	4.248
Absorption coefficient μ (Cu Kα) (mm ⁻¹)	44.52
Specimen shape / particle morphology	Cylinder (12×0.5×0.25 mm) / loose powder, grain size < 0.04 mm, orange-red
Data collection temperature T (K)	297(1)
Diffractometer	STOE STADI P (Debye-Scherrer mode)
Radiation, wavelength λ (Å)	Cu Kα ₁ , 1.540598
Angular range for data collection / Increment (°2θ)	3.000≤2θ≤93.495 / 0.015
Linear PSD step (°2θ) / Time (sec/step)	0.210 / 200
Number of measured reflections	833
Number of refined parameters	83
Half width parameters η ₀ , U, V, W	0.696(5), 0.055(3), -0.033(2), 0.0211(4)
Asymmetry parameters As1, As2	0.105(1), 0.0193(5)
Reliability factors:	
R _B = Σ I _{obs} - I _{calc} / Σ I _{obs}	0.0282
R _F = Σ F _{obs} - F _{calc} / Σ F _{obs}	0.0203
R _p = Σ y _i - y _{c,i} / Σy _i	0.0532
R _{wp} = [Σw _i y _i - y _{c,i} ² / Σw _i y _i ²] ^{1/2}	0.0698
R _{exp} = [n - p / Σw _i y _i ²] ^{1/2}	0.0599
χ ² = {R _{wp} / R _{exp} } ²	1.36

I. РОЗШИФРОВКА КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ

(РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ПО МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ)

Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic displacement parameters for Rh₂Se₉Cl₆

Site	Wyckoff position	x	y	z	U_{eq}^* (Å ²)
Rh1	16f	0.1407(3)	0.1403(3)	0.38981(12)	0.032(2)
Se1	16f	0.0078(4)	0.3958(4)	0.32462(17)	0.036(3)
Se2	16f	0.0319(4)	0.1572(3)	0.47444(17)	0.039(3)
Se3	16f	0.3269(3)	0.1709(4)	0.12904(17)	0.037(3)
Se4	16f	0.3571(4)	0.0812(4)	0.04184(16)	0.041(3)
Se5	8e	0	1/4	0.2589(2)	0.036(4)
Cl1	16f	0.0964(8)	0.0386(9)	0.2011(4)	0.048(8)
Cl2	16f	0.1279(8)	0.0113(7)	0.0658(4)	0.044(8)
Cl3	16f	0.3766(7)	0.5526(6)	0.0930(3)	0.028(6)

* U_{eq} is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor, which is used in single-crystal methods.

I. РОЗШИФРОВКА КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ

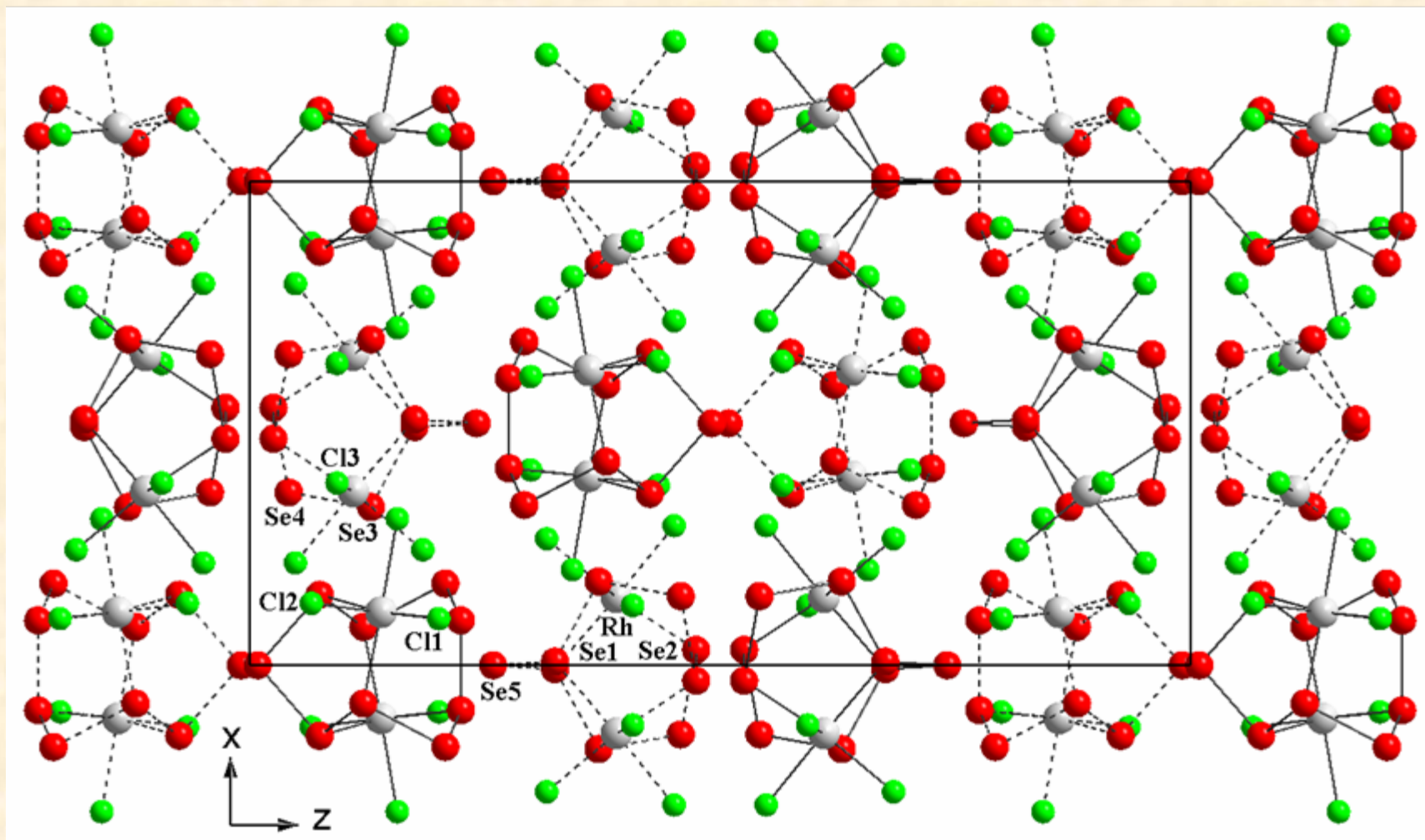
(РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ПО МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ)

Anisotropic displacement parameters (\AA^2) for $\text{Rh}_2\text{Se}_9\text{Cl}_6$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
Rh1	0.039(2)	0.023(2)	0.032(2)	0.0116(18)	0.0009(18)	-0.0008(17)
Se1	0.036(3)	0.032(3)	0.039(3)	0.003(3)	0.012(3)	0.004(3)
Se2	0.040(4)	0.023(3)	0.054(3)	0.011(3)	0.011(3)	0.003(3)
Se3	0.032(4)	0.042(3)	0.038(3)	-0.002(2)	0.004(3)	-0.009(3)
Se4	0.046(4)	0.031(3)	0.046(3)	-0.002(3)	0.009(3)	-0.004(3)
Se5	0.057(5)	0.031(5)	0.020(4)	0.004(4)	0	0
Cl1	0.042(8)	0.058(8)	0.043(9)	-0.016(7)	-0.002(6)	-0.004(6)
Cl2	0.025(7)	0.026(7)	0.081(10)	-0.007(5)	0.004(7)	-0.029(7)
Cl3	0.047(7)	0.022(6)	0.015(6)	-0.015(6)	0.010(6)	0.004(5)

The anisotropic displacement factor exponent takes the form $-2\pi^2 [h^2\mathbf{a}^*2U_{11} + \dots + 2kl\mathbf{b}^*\mathbf{c}^*U_{23}]$.

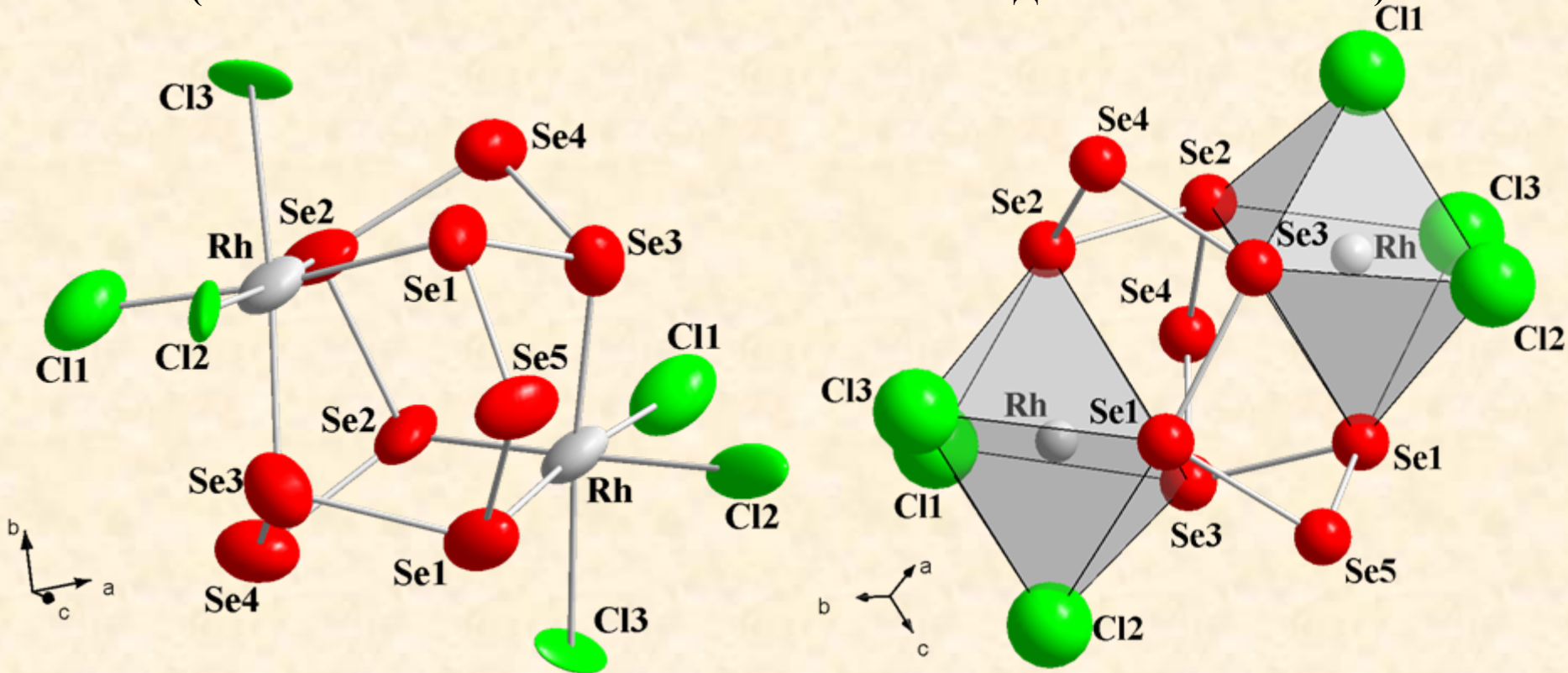
I. РОЗШИФРОВКА КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ (РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ПО МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ)



Projection of the crystal structure of the $\text{Rh}_2\text{Se}_9\text{Cl}_6$ compound on the (010) plane showing packing of formula units – isolated structural fragments $\text{Rh}_2\text{Se}_9\text{Cl}_6$. The solid lines show the fragments with centres at $y \sim 3/4$ and the dashed lines show the fragments with centres at $y \sim 1/4$. (DIAMOND graphic).

I. РОЗШИФРОВКА КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ

(РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ПО МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ)



The formula unit of dirhodium nonaselenium hexachloride: molecule $\text{Rh}_2\text{Se}_9\text{Cl}_6$ with displacement ellipsoids drawn at the 85 % probability level. (DIAMOND graphic).

The molecule of $\text{Rh}_2\text{Se}_9\text{Cl}_6$ with emphasized Se_9 -ring and $\text{Rh}[\text{Cl}_3\text{Se}_3]$ distorted octahedra.

Coordination polyhedra are distorted octahedra $\text{Rh}[\text{Cl}_3\text{Se}_3]$ (CN = 6), non-coplanar triangles $\text{Se}[\text{Se}_2\text{Rh}]$ (CN = 3); non-collinear two-atom environment $\text{Se}[\text{Se}_2]$ for CN = 2 and single atom for CN = 1.

I. РОЗШИФРОВКА КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ (РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ПО МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ)

ISSN 0020-1685, *Inorganic Materials*, 2010, Vol. 46, No. 6, pp. 590–597. © Pleiades Publishing, Ltd., 2010.
Original Russian Text © A.G. Mikolaichuk, N.V. Moroz, P.Yu. Demchenko, L.G. Akselrud, R.E. Gladyshevskii, 2010, published in *Neorganicheskie Materialy*, 2010, Vol. 46, No. 6, pp. 666–673.

Phase Relations in the Ag_8SnS_6 – Ag_2SnS_3 – AgBr System and Crystal Structure of $\text{Ag}_6\text{SnS}_4\text{Br}_2$

A. G. Mikolaichuk, N. V. Moroz, P. Yu. Demchenko, L. G. Akselrud, and R. E. Gladyshevskii

Franko National University, ul. Kirila i Mefodiya 8, Lviv, 79005 Ukraine

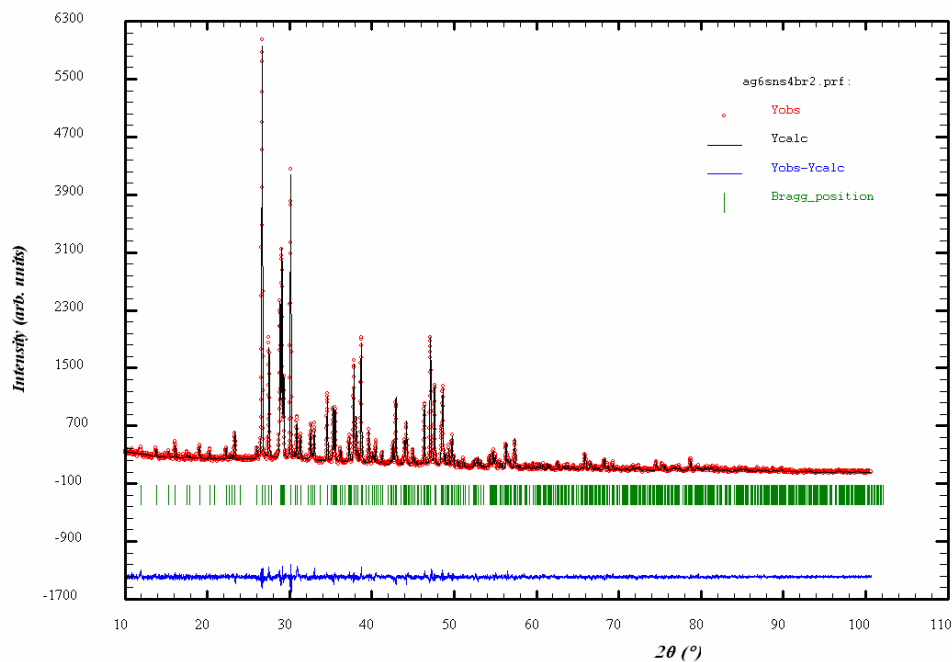
e-mail: riv018@i.ua

Received July 15, 2009

IF = 0.45

Abstract—The T – x phase diagram of the Ag–Sn–S–Br system has been studied in the composition region Ag_8SnS_6 – Ag_2SnS_3 – AgBr , and a compound of composition $\text{Ag}_6\text{SnS}_4\text{Br}_2$ has been identified. $\text{Ag}_6\text{SnS}_4\text{Br}_2$ has a new structure, closely related to that of $\text{Ag}_6\text{GeS}_4\text{Br}_2$: sp. gr. $Pnma$, $a = 6.67050(10)$, $b = 7.82095(9)$, $c = 23.1404(3)$ Å, $Z = 4$, $R_B = 0.0519$, $R_{wp} = 0.0782$, $\chi^2 = 1.36$.

DOI: 10.1134/S0020168510060051



Solution and refinement of the crystal structure by powder method for new superionic compound $\text{Ag}_6\text{SnS}_4\text{Br}_2$ of new structure type (recording at STOE transmission (modified Guinier) geometry).

I. РОЗШИФРОВКА КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ

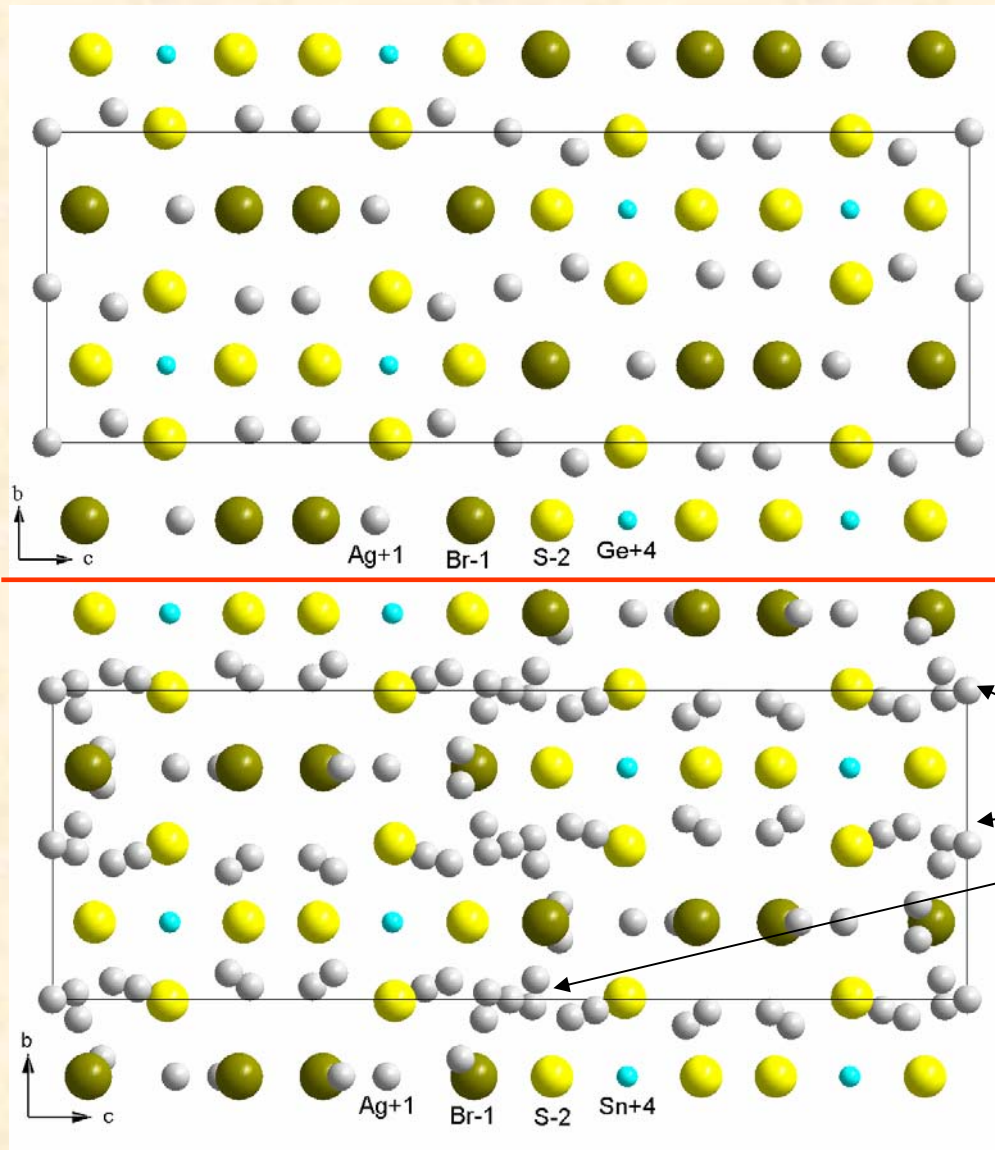
(РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ПО МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ)

Атом	Позиція	x	y	z	U_{iso}^* (Å ²)	G
Sn	4c	0.0044(6)	1/4	0.12827(16)	0.0181(11)	1
S1	8d	0.2886(13)	0.5049(11)	0.3743(4)	0.027(3)	1
S2	4c	0.207(2)	1/4	0.0462(7)	0.056(6)	1
S3	4c	0.2100(19)	1/4	0.2093(6)	0.022(4)	1
Br1	4c	0.1515(8)	1/4	0.7041(2)	0.0272(19)	1
Br2	4c	0.1836(9)	1/4	0.5392(3)	0.039(2)	1
Ag1	8d	0.027(3)	0.0849(19)	0.3073(9)	0.012(4)	0.226(12)
Ag2	8d	0.0728(8)	0.0405(7)	0.2842(3)	0.0278(15)	0.717(12)
Ag3	8d	0.088(7)	0.022(6)	0.4754(20)	0.017(14)	0.063(5)
Ag4	8d	0.484(3)	0.035(3)	0.0930(16)	0.044(8)	0.205(19)
Ag5	8d	0.4961(11)	0.0587(7)	0.0662(5)	0.0300(15)	0.704(17)
Ag6	8d	0.574(3)	0.064(3)	0.5283(12)	0.049(7)	0.172(6)
Ag7	8d	0.5791(15)	0.1935(19)	0.5539(4)	0.045(5)	0.274(6)
Ag8	4c	0.0396(9)	1/4	0.8156(3)	0.039(2)	0.714(6)
Ag9	4c	0.462(2)	1/4	0.6346(7)	0.022(4)	0.277(5)
Ag10	4a	0	0	0	0.019(6)	0.183(10)



I. РОЗШИФРОВКА КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ

(РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ПО МЕТОДУ ПОЛІКРИСТАЛУ)



Структурний тип
 $\text{Ag}_6\text{GeS}_4\text{Br}_2$
(впорядкований)

$\text{Ag}_6\text{SnS}_4\text{Br}_2$
(невпорядкований
по іонам срібла)

I, II. РОЗШИФРОВКА і УТОЧНЕННЯ КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ, ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ

IF = 2.39

Journal of Alloys and Compounds 509 (2011) 8862–8869

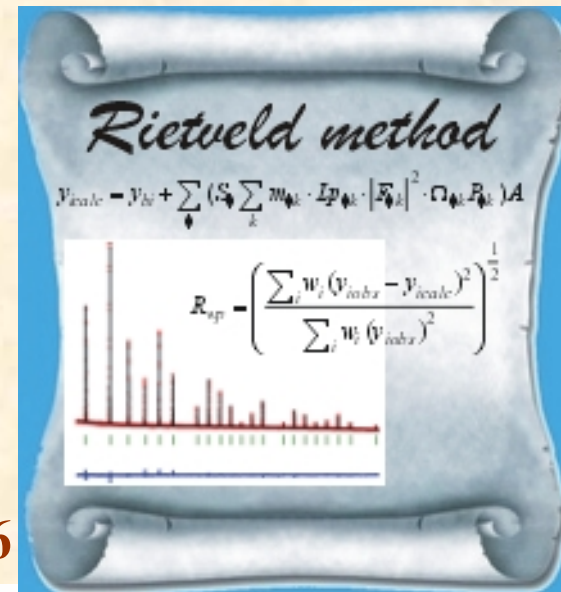
Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Alloys and Compounds

journal homepage: www.elsevier.com/locate/jallcom



ELSEVIER



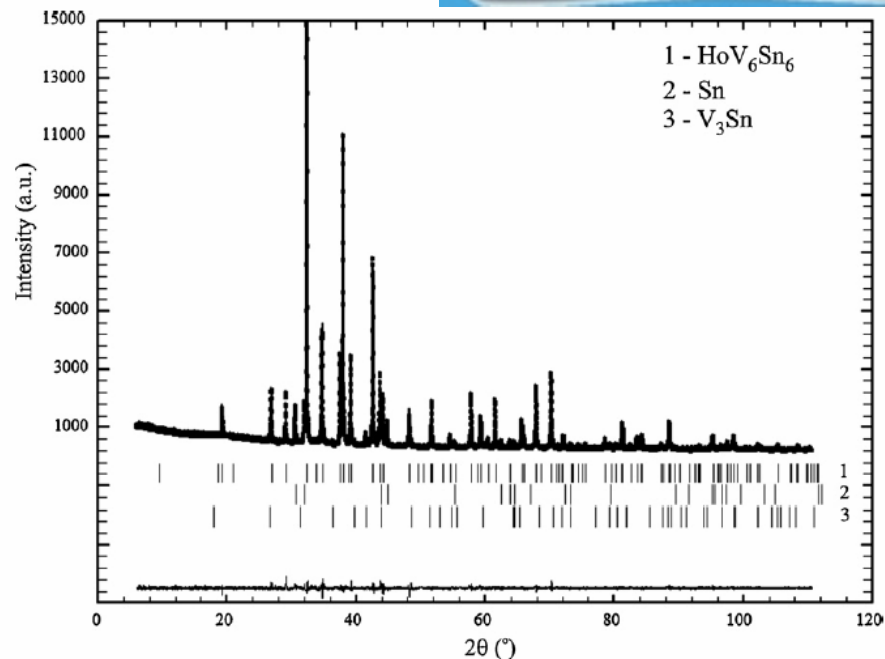
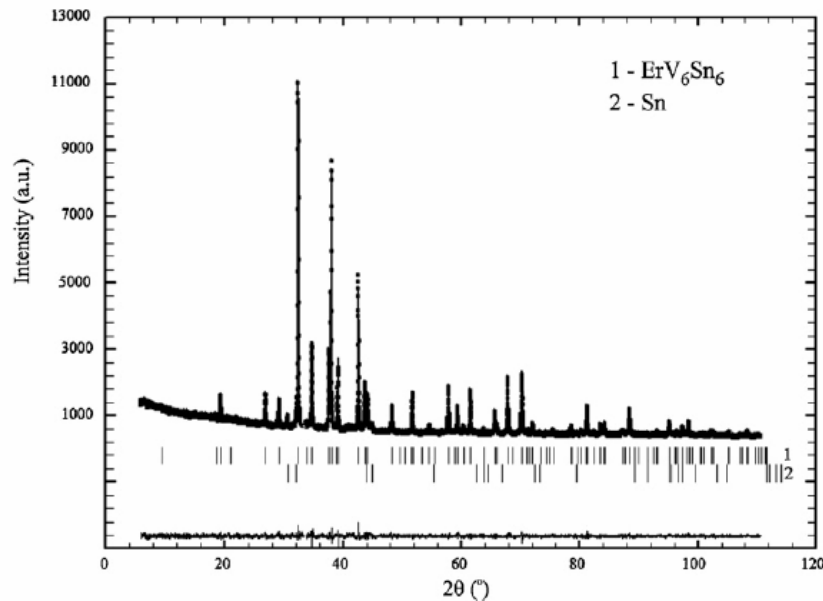
Peculiarities of component interaction in {Gd, Er}-V-Sn Ternary systems at 870 K and crystal structure of RV_6Sn_6 stannides

L. Romaka^{a,*}, Yu. Stadnyk^a, V.V. Romaka^b, P. Demchenko^a, M. Stadnyshyn^a, M. Konyk^a

^a Inorganic Chemistry Department, Ivan Franko Lviv National University, Kyryla and Mefodiya str. 6, 79005 Lviv, Ukraine

^b Department of Materials Engineering and Applied Physics, Lviv Polytechnic National University, Ustyianovycha Str. 5, 79013 Lviv, Ukraine

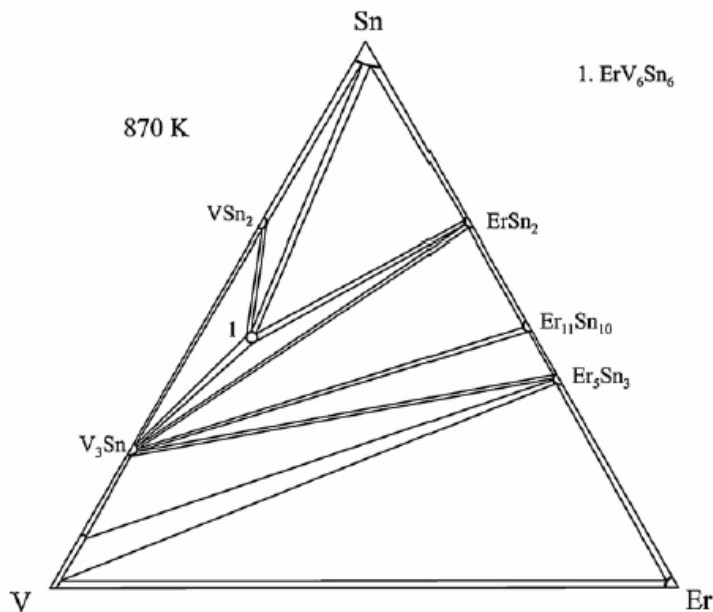
RV_6Sn_6



I, II. РОЗШИФРОВКА і УТОЧНЕННЯ КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ, ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ

Experimental details and crystallographic data for RV_6Sn_6 (R= Y, Gd, Dy, Ho, Er, Tm, Lu).

Formula	YV_6Sn_6	GdV_6Sn_6	DyV_6Sn_6	HoV_6Sn_6	ErV_6Sn_6	TmV_6Sn_6	LuV_6Sn_6
Space group – Wyckoff sequence/Pearson symbol	$F6/mmm - iedca/hP13$	$F6/mmm - ic^2dcb/hP16-3$					
Structure type	$HfFe_6Ge_6$	$SmMn_6Sn_6$					
M/Z	1106.81/1	1175.16/1	1180.41/1	1182.84/1	1185.17/1	1186.84/1	1192.88/1
Lattice parameters a, c (nm)	0.55232(7) 0.91860(1)	0.55322(3) 0.91949(7)	0.55197(8) 0.91859(3)	0.55164(1) 0.91819(7)	0.55191(2) 0.91869(8)	0.55077(1) 0.91756(5)	0.55024(2) 0.91707(7)
Cell volume V (nm ³)	0.2426(9)	0.2437(1)	0.2423(8)	0.2419(8)	0.2423(4)	0.2410(5)	0.2404(6)
Calculated density D_x (g/cm ³)	7.573	8.006	8.086	8.116	8.120	8.175	8.237
Specimen shape/particle morphology/color		Flat sheet (8 mm x 8 mm x 0.1 mm)/loose powder, grain size <0.04 mm/dark-gray					
Linear PSD step (2θ)/time (s/step)	0.480/375	0.480/600	0.480/400	0.480/375	0.480/375	0.480/375	0.480/375
Number of measured reflections	94	94	94	94	94	94	94
Number of refined parameters	16	17	17	17	17	17	17
Reliability factors							
$R_1 = \sum F_{obs} - F_{calc} / \sum F_{obs} $	0.0373	0.0374	0.0213	0.0231	0.0269	0.0176	0.0253
$R_F = \sum F_{obs} - F_{calc} / \sum F_{obs} $	0.0427	0.0296	0.0227	0.0255	0.0324	0.0188	0.0259
$R_p = \sum y_i - y_{c,i} / \sum y_i$	0.0407	0.0304	0.0336	0.0400	0.0341	0.0489	0.0520
$R_{wp} = [\sum w_i (y_i - y_{c,i})^2 / \sum w_i y_i^2]^{1/2}$	0.0549	0.0420	0.0434	0.0537	0.0438	0.0689	0.0718
$R_{exp} = [(n - p) / \sum w_i y_i^2]^{1/2}$	0.0415	0.0270	0.0391	0.0439	0.0385	0.0529	0.0554
$\chi^2 = (R_{wp}/R_{exp})^2$	1.75	2.42	1.23	1.49	1.29	1.70	1.68
Content of RV_6Sn_6 /impurities phases (wt.%)	91.4(5)/ β -Sn 4.7(1)/ V_3Sn (Mg_3Cd -type) 3.9(3)	81.5(4)/ β -Sn 10.2(1)/ Gd_2O_3 4.6(1)/ $GdSn_3$ ($AuCu_3$ -type) 3.7(1)	92.3(5)/ β -Sn 4.2(1)/ Dy_2O_3 1.8(1)/ V_3Sn (Mg_3Cd -type) 1.7(1)	91.8(4)/ β -Sn 5.0(1)/ V_3Sn (Mg_3Cd -type) 3.2(1)	98.0(6)/ β -Sn 2.0(1)	90.6(5)/ β -Sn 4.9(1)/ Tm_2O_3 2.1(1)/ $TmSn_2$ ($ZrSi_2$ -type) 2.4(1)	85.1(5)/ β -Sn 8.5(1)/ Dy_2O_3 1.1(1)/ V_3Sn (Mg_3Cd -type) 5.3(1)



I, II. РОЗШИФРОВКА і УТОЧНЕННЯ КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ, ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ

Site	R	Wyckoff position	x	y	z	B_{iso} (nm ²)	G
V	Y	6i	1/2	0	0.2518(2)	0.53(4)	1
	Gd				0.2499(3)	0.53(5)	
	Dy				0.2502(3)	0.38(5)	
	Ho				0.2515(2)	0.35(4)	
	Er				0.2505(3)	0.24(5)	
	Tm				0.2493(3)	0.33(5)	
	Lu				0.2486(3)	0.30(5)	
R1	Y	1a	0	0	0	1.18(7)	1
	Gd					0.98(7)	0.932(2)
	Dy					0.87(6)	0.914(2)
	Ho					1.70(6)	0.936(2)
	Er					1.15(7)	0.893(2)
	Tm					0.77(5)	0.957(2)
	Lu					0.55(5)	0.962(2)
R11	Gd	1b	0	0	1/2	0.98(7)	0.068(2)
	Dy					0.87(6)	0.086(2)
	Ho					1.70(6)	0.064(2)
	Er					1.15(7)	0.107(2)
	Tm					0.77(5)	0.043(2)
	Lu					0.55(5)	0.038(2)
	Y					1.23(4)	1
Sn1	Gd	2e	0	0	0.33375(15)	0.73(5)	0.9411(12)
	Dy				0.3346(2)	0.53(4)	0.9070(11)
	Ho				0.33316(16)	0.50(4)	0.9329(10)
	Er				0.33203(17)	0.44(5)	0.8966(12)
	Tm				0.3320(2)	0.48(4)	0.9585(11)
	Lu				0.33170(19)	0.42(5)	0.9660(11)
	Gd				0.3305(2)	0.73(5)	0.0589(12)
Sn11	Dy	2e	0	0	0.16684(16)	0.53(4)	0.0930(11)
	Ho				0.16797(17)	0.50(4)	0.0671(10)
	Er				0.1680(2)	0.44(5)	0.1034(12)
	Tm				0.16830(19)	0.48(4)	0.0415(11)
	Lu				0.1695(2)	0.42(5)	0.0340(11)
	Y				0.51(4)		
	Gd				0.27(5)		
Sn2	Dy	2d	1/3	2/3	1/2	0.27(4)	1
	Ho					0.33(4)	
	Er					0.27(5)	
	Tm					0.37(4)	
	Lu					0.45(5)	
	Y					0.32(3)	
	Gd					0.29(5)	
Sn3	Dy	2c	1/3	2/3	0	0.28(4)	1
	Ho					0.25(4)	
	Er					0.35(5)	
	Tm					0.31(4)	
	Lu					0.40(5)	



II. РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ і УТОЧНЕННЯ КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ

IF = 2.55

IOP PUBLISHING

JOURNAL OF PHYSICS: CONDENSED MATTER

J. Phys.: Condens. Matter 22 (2010) 485503 (6pp)

doi:10.1088/0953-8984/22/48/485503

Crystal structure and luminescence properties of $\text{LiY}_{0.9}\text{Ce}_{0.1}\text{P}_4\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$ phosphor

T Shalapska¹, G Stryganyuk^{1,2}, A Gektin², P Demchenko¹,
A Voloshinovskii¹ and P Dorenbos³

Table 1. Crystallographic data for $\text{LiY}_{0.9}\text{Ce}_{0.1}\text{P}_4\text{O}_{12}$ polyphosphate.

Phase	$\text{LiY}_{0.9}\text{Ce}_{0.1}\text{P}_4\text{O}_{12}$
Structure type	$\text{LiNdP}_4\text{O}_{12}$
Pearson symbol, Z	<i>mS</i> 72, 15
Space group–Wyckoff sequence	<i>C</i> 12/ <i>c</i> 1- <i>f</i> ⁸ <i>e</i> ²
Cell parameters (Å)	<i>a</i> = 16.2570(3) <i>b</i> = 7.02698(10) <i>β</i> = 126.0219(14)° <i>c</i> = 9.5755(2)
Cell volume (Å ³)	884.72(3)
Angular range for data collection (deg)	6.000 ≤ 2θ ≤ 124.545
Number of measured reflections	723
Number of refined parameters	54
Half width parameters <i>U</i> , <i>V</i> , <i>W</i>	0.067(4), -0.030(3), 0.0175(5)
Reliability factors	
$R_B = \sum I_{\text{obs}} - I_{\text{calc}} / \sum I_{\text{obs}}$	0.1095
$R_F = \sum F_{\text{obs}} - F_{\text{calc}} / \sum F_{\text{obs}} $	0.0626
$R_p = \sum y_i - y_{c,i} / \sum y_i$	0.0798
$R_{\text{wp}} = [\sum w_i y_i - y_{c,i} ^2 / \sum w_i y_i^2]^{1/2}$	0.1287
$R_{\text{exp}} = [n - p] / \sum w_i y_i^2]^{1/2}$	0.0363
$\chi^2 = \{R_{\text{wp}} / R_{\text{exp}}\}^2$	12.56

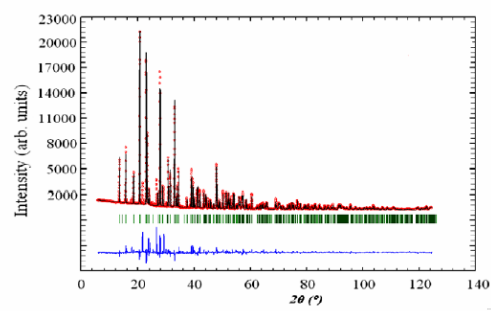


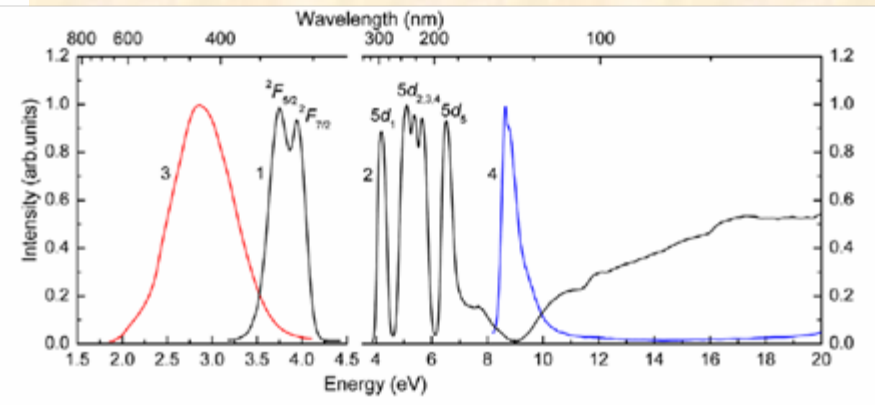
Figure 1. X-ray powder diffraction pattern from $\text{LiY}_{0.9}\text{Ce}_{0.1}\text{P}_4\text{O}_{12}$ measured with Cu Kα1 radiation. The experimental data (red circles) and the calculated profile (solid line through the circles) are presented together with the calculated Bragg positions (vertical ticks and difference curve (blue solid line below)).

Table 2. Atomic position and displacement parameters for $\text{LiY}_{0.9}\text{Ce}_{0.1}\text{P}_4\text{O}_{12}$.

Site	Wyckoff	x	y	Z	<i>B</i> _{iso} (Å ²)
Li	4e	0	0.699(7)	1/4	0.9(6)
Y ^a	4e	0	0.2016(4)	1/4	1.22(6)
P1	8f	0.1482(4)	0.1517(8)	0.1015(7)	1.9(1)
P2	8f	0.3610(4)	0.0566(8)	0.3353(7)	1.5(1)
O1	8f	0.1140(8)	0.279(2)	0.5376(14)	1.6(3)
O2	8f	0.1262(8)	0.117(2)	0.2377(13)	1.5(3)
O3	8f	0.1638(8)	0.381(2)	0.0865(13)	1.2(2)
O4	8f	0.2554(9)	0.0804(14)	0.1621(12)	0.3(2)
O5	8f	0.4273(7)	0.4135(15)	0.0777(14)	1.5(3)
O6	8f	0.4359(8)	0.0106(14)	0.3066(14)	1.6(3)

^aY ≡ 0.900(10)Y + 0.100(15)Ce.

Якісний і кількісний рентгенівський фазовий аналіз особливо важливий для ідентифікації чистої запланованої фази у зразках для подальших вимірювань фізичних властивостей



with a 2θ step of 0.015° with the following settings: PSD step 0.480° 2θ, accumulation time 300 s/step.
Preliminary data processing, and phase analyses from XRD patterns were performed using the STOE WinXPOW (version 2.21) program package [6]. The crystal structure was refined from powder diffraction data using the FullProf.2k program (version 4.00) [7] of WinPLOTR software [8] and a pseudo-Voigt profile function. The crystallographic data were standardized with the program Structure Tidy [9].

II. РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ і УТОЧНЕННЯ КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ

IOP PUBLISHING

JOURNAL OF PHYSICS D: APPLIED PHYSICS

J. Phys. D: Appl. Phys. 43 (2010) 405404 (7pp)

doi:10.1088/0022-3727/43/40/405404

Photon cascade luminescence from Pr³⁺ ions in LiPrP₄O₁₂ polyphosphate

IF = 2.54

T Shalapska¹, G Stryganyuk^{1,2}, Yu Romanyshyn¹, D Trots³,
P Demchenko¹, A Gektin², A Voloshinovskii¹ and P Dorenbos⁴

Якісний і кількісний рентгенівський фазовий аналіз особливо важливий для ідентифікації чистої запланованої фази у зразках для подальших вимірювань фізичних властивостей

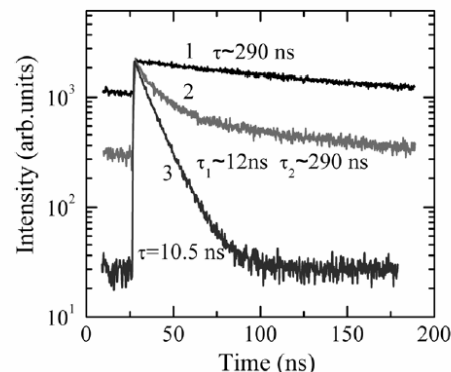
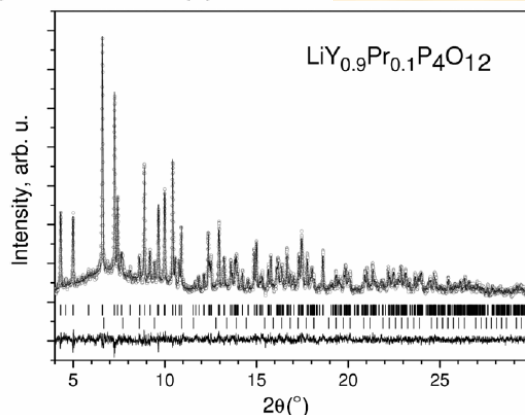


Figure 3. Decay kinetics curves of Pr³⁺ 4f_{5d}-4f₂ luminescence for LiPr₄O₁₂: curve 1— $\lambda_{em} = 405$ nm, $T = 10$ K; curve 2— $\lambda_{em} = 230$ nm, $T = 10$ K and curve 3— $\lambda_{em} = 230$ nm, $T = 300$ K ($\lambda_{exc} = 180$ nm).

Compound	LiPrP ₄ O ₁₂	LiY _{0.9} Pr _{0.1} P ₄ O ₁₂
Structure type	LiNdP ₄ O ₁₂	LiNdP ₄ O ₁₂
Pearson symbol, Z	<i>mS</i> 72, 15	<i>mS</i> 72, 15
Space group—Wyckoff sequence	<i>C</i> 12/ <i>c</i> 1-f ⁸ <i>e</i> ²	<i>C</i> 12/ <i>c</i> 1-f ⁸ <i>e</i> ²
Cell parameters (Å)	<i>a</i> = 16.4724(2) <i>b</i> = 7.074 11(7) <i>c</i> = 9.786 40(12) β = 126.2551(8)	<i>a</i> = 16.2661(8) <i>b</i> = 7.0239(2) <i>c</i> = 9.5716(4) β = 126.105(4)
Cell volume (Å ³)	919.599(19)	883.55(6)
Number of measured reflections	495	
Number of refined parameters	48	
Reliability factors:		
$R_B = \sum I_{obs} - I_{calc} / \sum I_{obs}$	0.0533	
$R_F = \sum F_{obs} - F_{calc} / \sum F_{obs} $	0.0541	
$R_p = \sum y_i - y_{c,i} / \sum y_i$	0.0322	
$R_{wp} = [\sum w_i y_i - y_{c,i} ^2 / \sum w_i y_i^2]^{1/2}$	0.0514	
$R_{exp} = [n - p / \sum w_i y_i^2]^{1/2}$	0.0303	
$\chi^2 = \{R_{wp} / R_{exp}\}^2$	2.87	



III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ

Mol. Cryst. Liq. Cryst., Vol. 536: pp. 65/[297]-71/[303], 2011
Copyright © Taylor & Francis Group, LLC
ISSN: 1542-1406 print/1563-5287 online
DOI: 10.1080/15421406.2011.538345



IF = 0.58

Structure, Electrical and Luminescent Properties of the Polyaniline–GaSe Hybrid Nanocomposites

O. I. AKSIMENTYEVA,¹ P. YU. DEMCHENKO,¹
V. P. SAVCHYN,² AND O. A. BALITSKII²

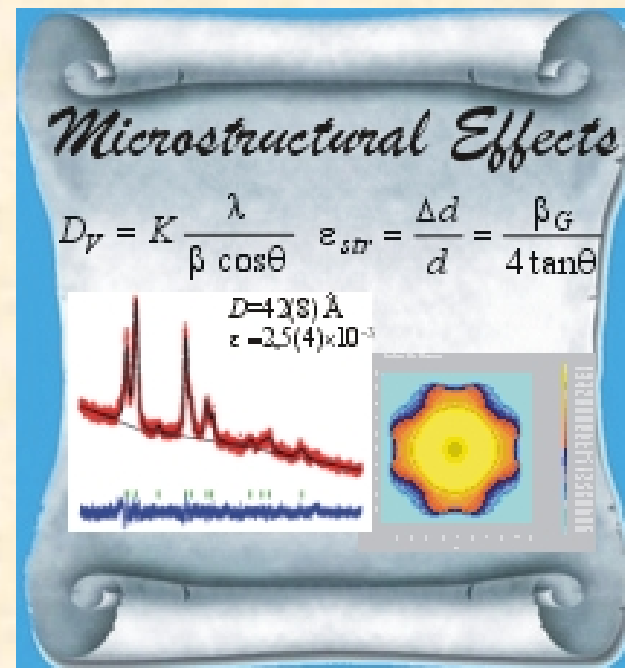
¹Chemical Department of Ivan Franko National University of Lviv,
Lviv, Ukraine

²Department of Electronics of Ivan Franko National University of Lviv,
Lviv, Ukraine

A connection between the structure and the electrical and luminescent properties of polyaniline (PANI)–GaSe hybrid nanocomposites is investigated.

By XRD and conductivity measurements, we have found that the nanocomposite is formed only in the interval of GaSe contents 8–22.5%. The addition of GaSe decreases the conductivity by 5–7 orders, by preserving the semiconductor behavior. The emission bands in GaSe–PANI nanocomposites are essentially shifted as compared with those in pure GaSe. The XRD investigation indicates a decrease in the average size of GaSe crystallites during the formation of the composite. A mechanism of interaction of polyaniline with gallium selenide nanoplates is proposed.

Keywords Cathode luminescence; conductivity; GaSe; nanocomposite; polyaniline; X-ray diffraction



IF = 2.73

Nanoscale Research Letters

SpringerOpen

This Provisional PDF corresponds to the article as it appeared upon acceptance. Fully formatted PDF and full text (HTML) versions will be made available soon.

The chemical exfoliation phenomena in layered GaSe-polyaniline composite

Nanoscale Research Letters 2013, 8:29 doi:10.1186/1556-276X-8-29

Olena Igorivna Aksimentyeva (aksimen@ukr.net)
Pavlo Yuriyovich Demchenko (demchenko@franko.lviv.ua)
Volodymyr Pavlovich Savchyn (savchyn@electronics.wups.lviv.ua)
Olexiy Alexandrovich Balitskii (balitskii@electronics.wups.lviv.ua)

III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ

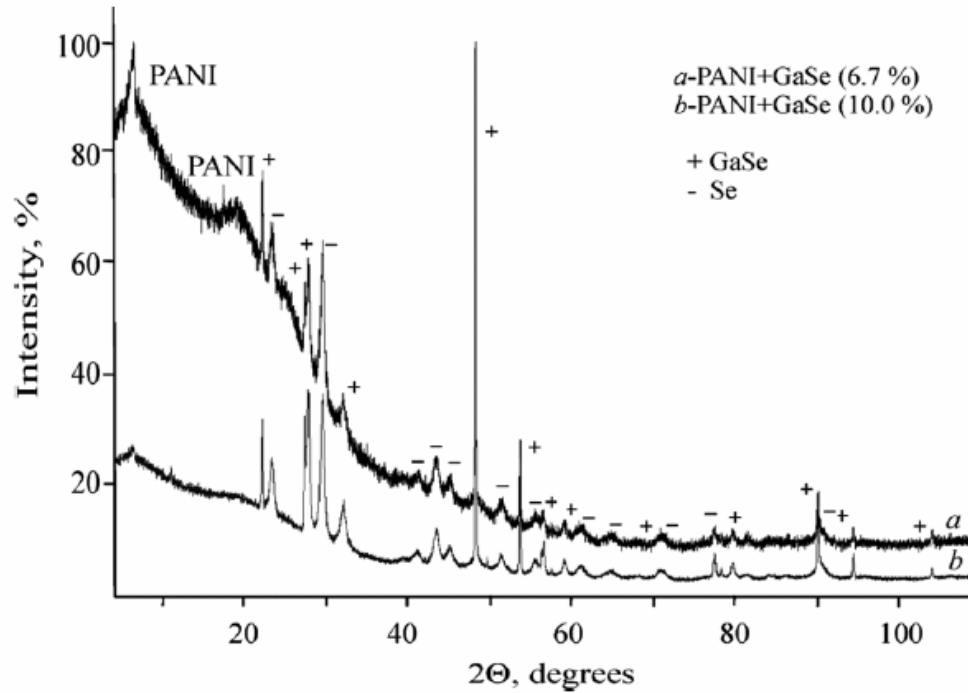


Figure 2. XRD powder patterns of PANI-GaSe nanocomposites.

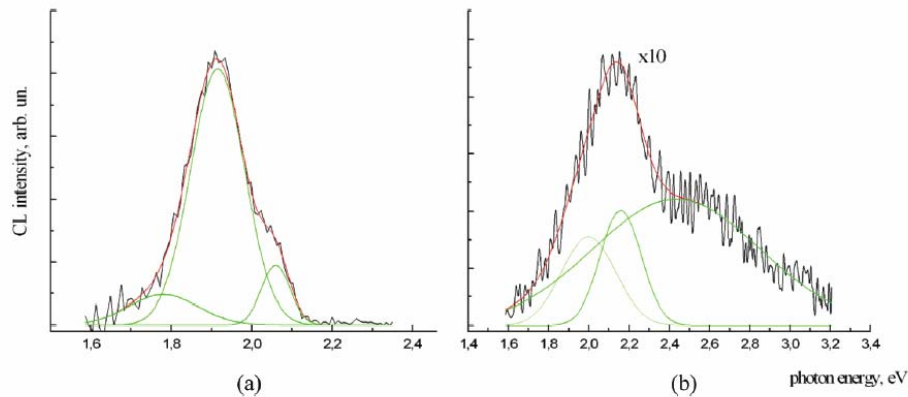
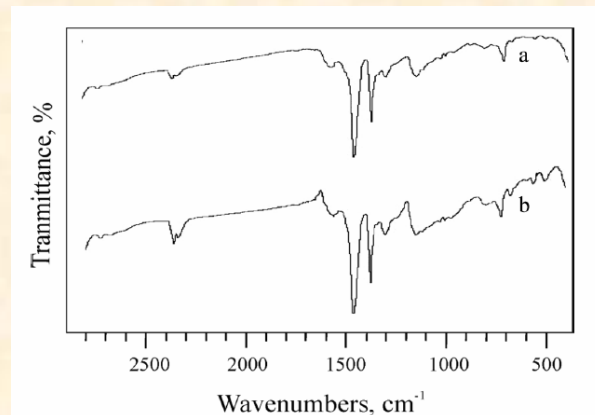


Figure 4. CL spectra of bare ultrasonically prepared GaSe particles (a) and GaSe-PANI(TSA) nanocomposites (b).



III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ

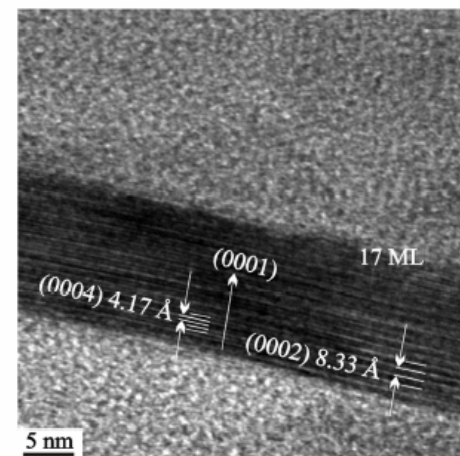
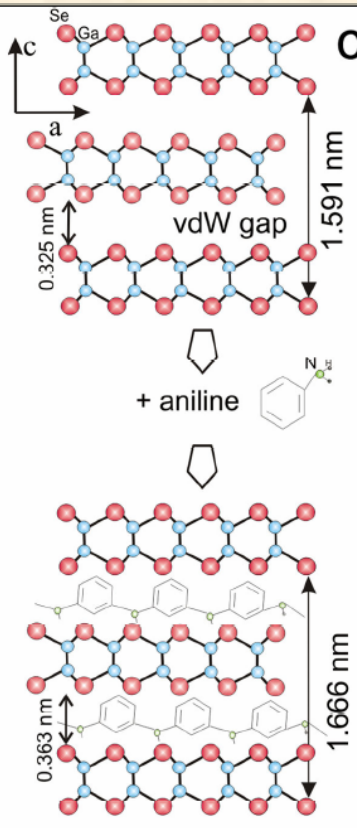
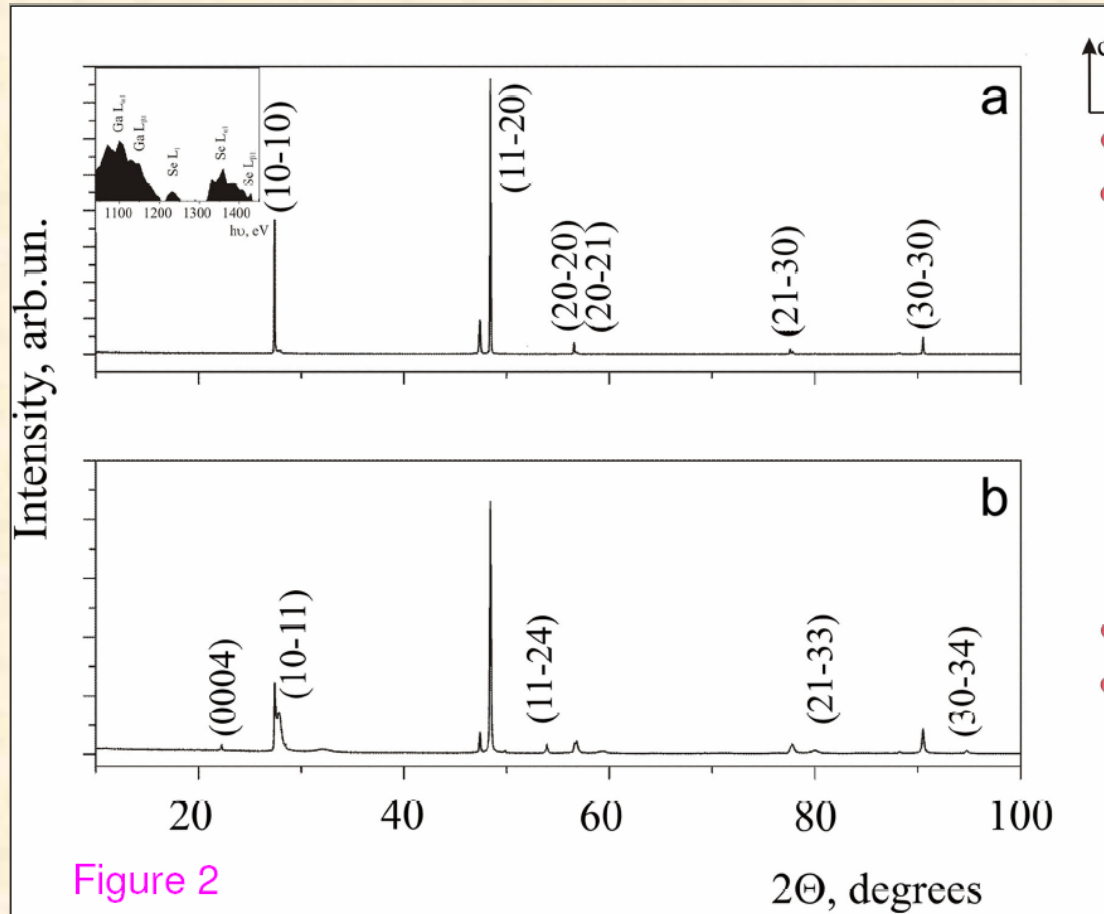


Figure 2

III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ

IF = 2.11

Materials Research Bulletin 48 (2013) 916–919



Contents lists available at SciVerse ScienceDirect

Materials Research Bulletin

journal homepage: www.elsevier.com/locate/matresbu



Short communication

Synthesis and characterization of luminescent aluminium selenide nanocrystals

O.A. Balitskii ^{a,*}, P.Yu. Demchenko ^b, E. Mijowska (Borowiak-Palen) ^c, K. Cendrowski ^c

^aDepartment of Electronics, Lviv Ivan Franko National University, Dragomanov Str., 50, 79005 Lviv, Ukraine

^bDepartment of Chemistry, Lviv Ivan Franko National University, Kyryla and Mefodyia 6, 79005 Lviv, Ukraine

^cCentre of Knowledge Based Nanomaterials and Technologies, Institute of Chemical and Environmental Engineering, West Pomeranian University of Technology, 10, Pułaskiego Str., Szczecin 70-322, Poland

ARTICLE INFO

Article history:

Received 10 July 2012

Received in revised form 8 November 2012

Accepted 9 November 2012

Available online 20 November 2012

ABSTRACT

We propose the synthesis and characterization of colloidal aluminium selenide nanocrystals using trioctylphosphine as a solvent. The nanoparticles have several absorption bands in the spectral region 330–410 nm and are bright UV-blue luminescent, which is well demanded in light collecting and emitting devices, e.g. for tuning their spectral characteristics to higher energy solar photons.

© 2012 Elsevier Ltd. All rights reserved.

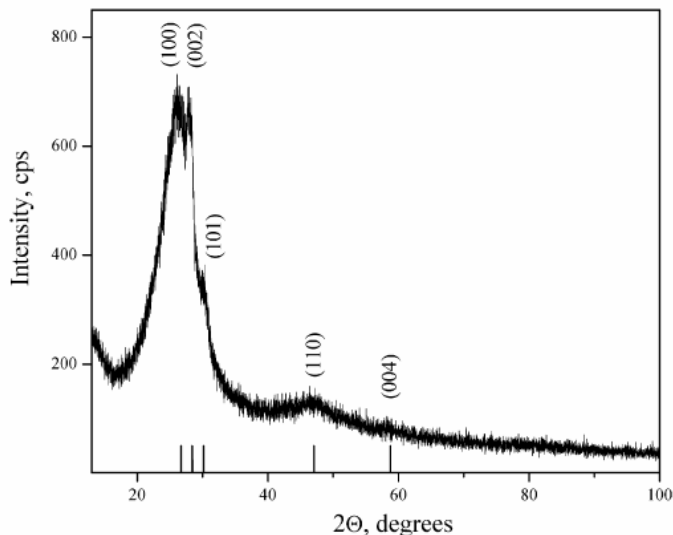


Fig. 2. XRD pattern of the aluminium selenide nanoparticles (the lines indicate the positions of theoretical wurtzite Al_2Se_3 reflexes).

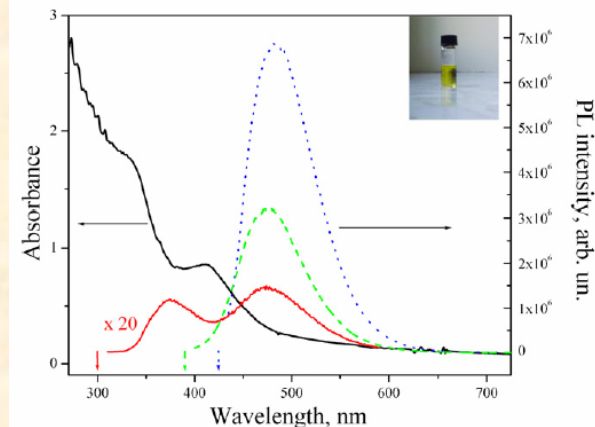
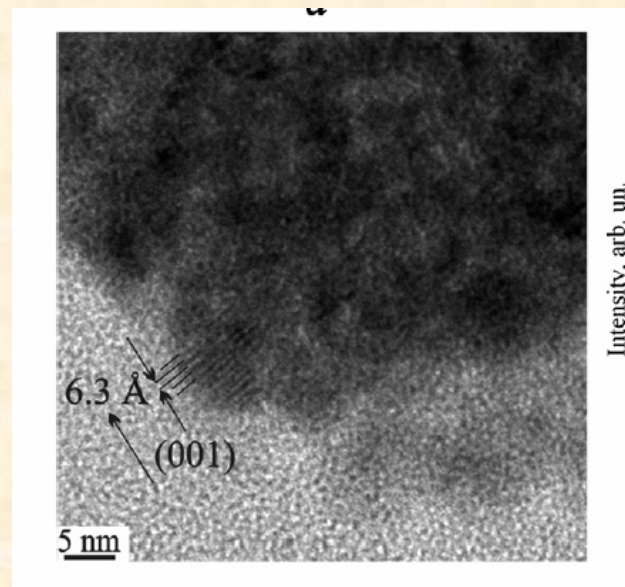


Fig. 1. UV-vis absorbance, PL spectra (the respective excitation wavelengths for the PL measurements are marked by arrows) and photograph (insert) of the as-prepared aluminium selenide nanoparticles.



III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ

IF = 0.51

Vol. 123 (2013)

ACTA PHYSICA POLONICA A

No. 1

Solid-State Catalysts Based on Bentonites and Pd(II)-Cu(II) Complexes for Low-Temperature Carbon Monoxide Oxidation

T.L. Rakitskaya^{1a}, T.A. Kiose¹, A.M. Zryutina¹, R.E. Gladyshevskii², A.S. Truba¹, V.O. Vasylechko², P.Yu. Demchenko², G.V. Gryshouk², and V.Ya. Volkova¹

¹Faculty of Chemistry, Odessa I.I. Mechnikov National University, 2, Dvoryanskaya St., 65082, Odessa, Ukraine;

²Faculty of Chemistry, Ivan Franko National University of Lviv, 6, Kyrylo and Methodij St., 79005, Lviv, Ukraine

^a TLR@onu.edu.ua

Structural Properties and Temperature Behaviour of Optical Absorption Edge in Polycrystalline ZnO:X (Cu,Ag) Films

B. KULYK^{a,*}, V. FIGÀ^b, V. KAPUSTIANYK^a, M. PANASYUK^a, R. SERKIZ^a AND P. DEMCHENKO^c

^aScientific-Technical and Educational Center of Low Temperature Studies, Scientific and Educational Center "FRACTAL", Department of Physics, Ivan Franko National University of Lviv Dragomanova Str., 50, UA-79005 Lviv, Ukraine

^bDepartment of Chemistry, University of Palermo, Viale delle Scienze — ed. 17, 90128 Palermo, Italy

^cDepartment of Inorganic Chemistry, Ivan Franko National University of Lviv Kyryla i Mefodiya Street, 6, UA-79005 Lviv, Ukraine

(Received April 30, 2012)

Silver- and copper-doped ZnO films were prepared by radio-frequency magnetron sputtering on glass substrates. The influence of dopants content on the structural, morphological properties as well as on evolution of the optical absorption edge was considered. It has been found that Ag- and Cu-doped ZnO films are characterized by wurtzite crystalline structure with the preferred direction of crystalline orientation (002). The sizes of grains within the films were found to be dependent on the type of dopant. The temperature evolution of the optical absorption edge is described by the modified Urbach rule that reflects polycrystalline nature of the material. The corresponding parameters concerning electron- (exciton-) phonon interaction, phonon energies and temperature changes of the band-gap were determined and analysed.

IF = 0.40

Keywords: catalysis, bentonites, Pd(II)-Cu(II) complexes, carbon monoxide, oxidation.

Abstract. The results of testing of Pd(II)-Cu(II)/Bent catalyst samples in the reaction of CO oxidation with air oxygen are presented. Bentonites from three Ukrainian deposits: Gorbskoye, Dashukovskoye, and Kirovogradskoye were used as supports. Natural bentonites, their modified forms, and the catalysts based on them were characterized by X-ray diffraction phase analysis, FT-IR spectroscopy, and chemical analysis. It has been found that the activity of Pd(II)-Cu(II)/Bent catalysts increases with increasing amorphous silica content and with decreasing pH of their water suspensions.

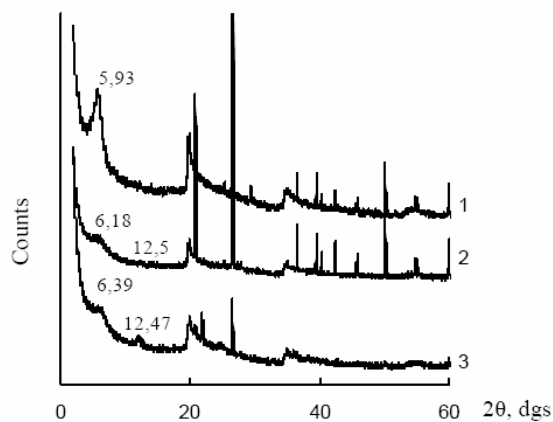


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of the samples of natural bentonites: 1 – N-Bent(D); 2 – N-Bent(K); 3 – N-Bent(G)

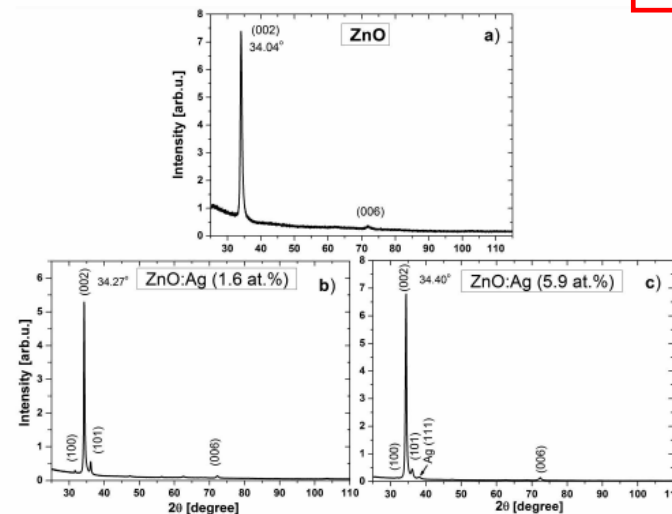


Fig. 1. XRD spectra of ZnO films: (a) ZnO undoped, (b) ZnO:Ag(1.6 at.%), (c) ZnO:Ag(5.9 at.%).

III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ

Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics, 2010. V. 13, N 1. P. 87-90.

PACS 61.43.Dq, 61.72.Dd, 68.35.Dv, 76.30.Mi

IF ~ 0.2

Changes in the state of paramagnetic centers and lattice parameter of micro-structured Si under the influence of weak magnetic field

V.V. Trachevsky¹, L.P. Steblenko², P.Y. Demchenko³, O.V. Koplak², A.M. Kuryliuk², A.K. Melnik¹

¹*G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, NAS of Ukraine,
36, Vernadsky Ave., 03142 Kyiv, Ukraine*

²*Physics Department, Taras Shevchenko Kyiv National University,
2, Academician Glushkov Ave., 03680 Kyiv, Ukraine; e-mail: koplak_o@ukr.net*

³*I. Franko Lviv National University, Chemistry Department,
6, Kyrylo and Mefodiy str., 79005 Lviv, Ukraine*

Abstract. In this work, the influence of weak magnetic field on structure-dependent properties of micro-structured Si was determined. The researches of EPR-spectra inherent to micro-structured Si showed the presence of the spectral line at $H \sim 3500$ Oe that appears from centers with the g-factor $g \sim 2.0010$ (p_b - centers). Intensity of the determined spectral line decreases twice after magnetic processing. The observed redox processes and evolution of defect structure are interpreted as the influence of magnetic field on micro-structured Si. Calculations made using the data of X-ray diffractometric researches showed an essential decrease of internal strains and respective increase of the lattice parameter in micro-structured Si samples after magnetic processing in the weak magnetic field.

Keywords: silicon, structural defects, magnetic field, oxidation.

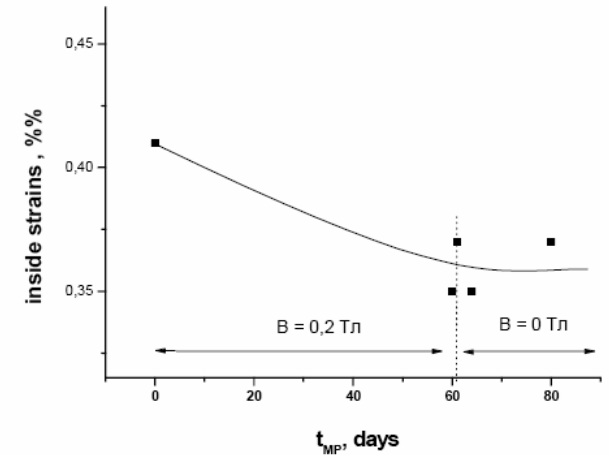


Fig. 2. Change of the internal strains in MS Si crystals stimulated by magnetic processing, duration of which was $t_{MP} = 60$ days.

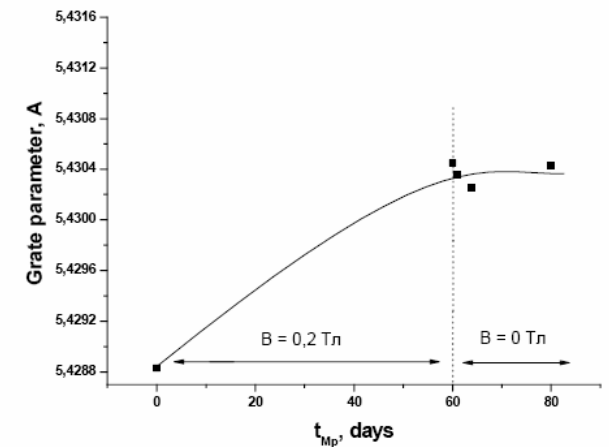


Fig. 3. Change of the lattice parameter in MS Si stimulated by magnetic processing, duration of which was $t_{MP} = 60$ days.

III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ



FSDP-related correlations in γ -irradiated chalcogenide semiconductor glasses: The case of glassy arsenic trisulphide $g\text{-As}_2\text{S}_3$ revised

M. Shpotyuk^{a,b,w}, O. Shpotyuk^{a,c}, R. Golovchak^d, P. Demchenko^e

^a Scientific Research Company "Garnat", 202 Stryjska Street, Lviv 79031, Ukraine

^b Lviv Polytechnic National University, 12 Bandery Street, Lviv 79013, Ukraine

^c Jan Długosz University, 13/15 al. Armii Krajowej, Częstochowa 42200, Poland

^d Lehigh University, 5 East Packer Avenue, Bethlehem, PA 18015, USA

^e Ivan Franko National University of Lviv, 6 Kyryla Er Mojdziya Street, Lviv 79005, Ukraine

IF = 1.52

ARTICLE INFO

Article history:

Received 10 April 2013

Received in revised form

7 June 2013

Accepted 28 June 2013

Available online 4 July 2013

Keywords:

A. Glasses

A. Chalcogenides

C. X-ray diffraction

D. Optical properties

D. Radiation damage

ABSTRACT

Influence of high-energy γ -irradiation on the FSDP in XRD pattern is investigated at the example of $g\text{-As}_2\text{S}_3$. Spectroscopic measurements in the fundamental optical absorption edge regions were used to characterize the value of γ -induced changes through the observed darkening effect. It is concluded that γ -irradiation with ~ 3 MGy dose does not produce any detectable changes in the FSDP parameters, but leads to the appearance of satellite peaks at the left and right sides of the FSDP. Detailed analysis allows attributing of these peaks to crystalline As_2O_3 and S phases, which appear at the surface of $g\text{-As}_2\text{S}_3$ after prolonged γ -irradiation. Some correlations with the value of γ -induced optical changes in $g\text{-As}_2\text{S}_3$ were detected only for pre-FSDP.

© 2013 Elsevier Ltd. All rights reserved.

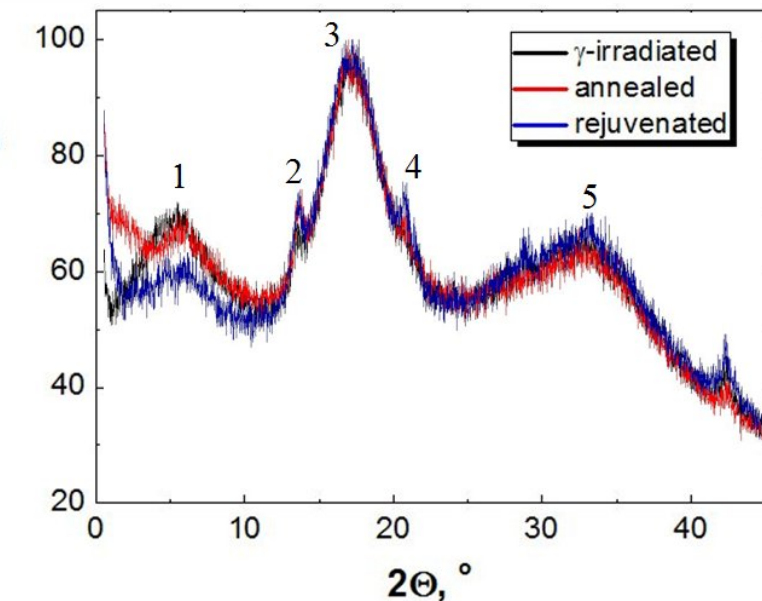
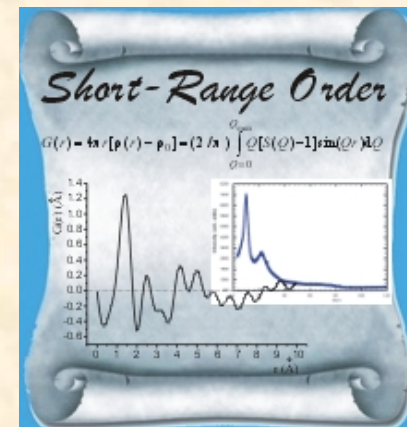


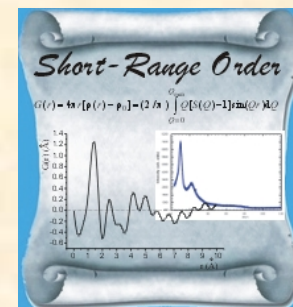
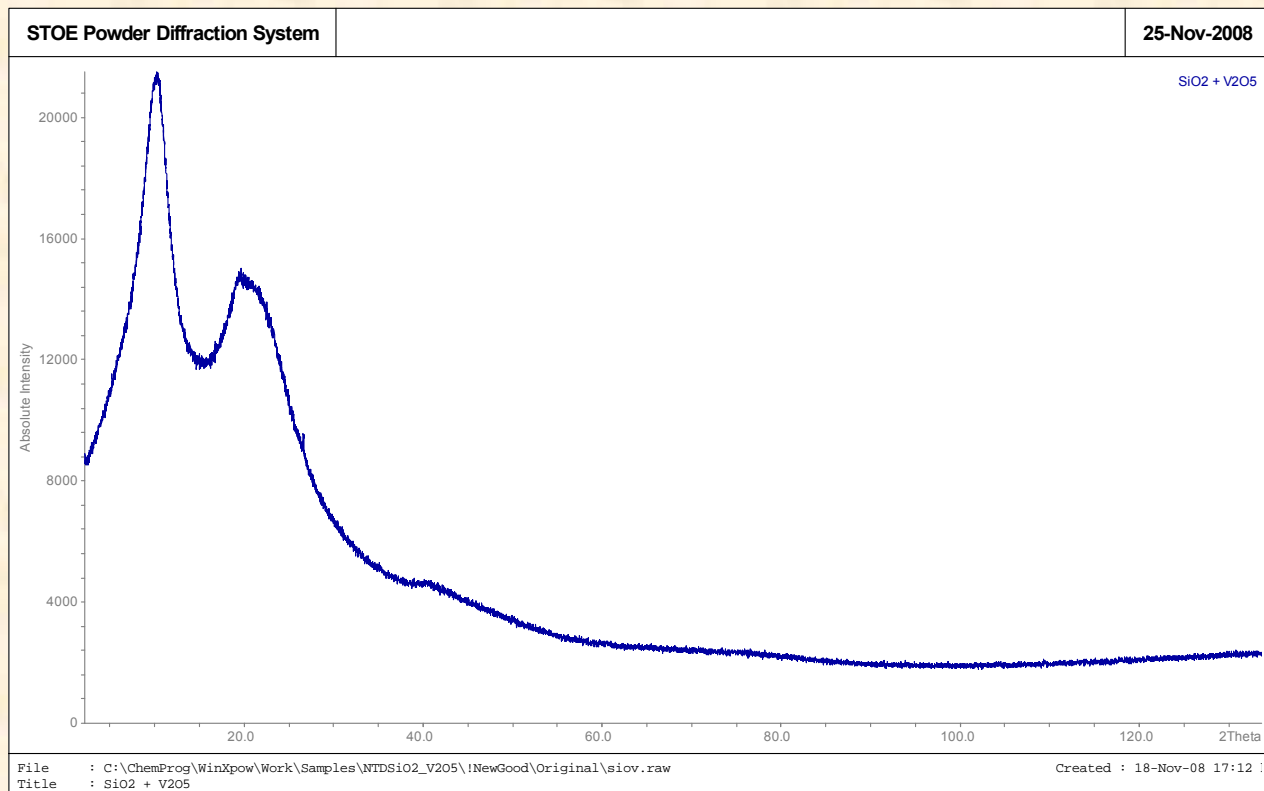
Table 1. Numerical parameters of XRD peaks in $g\text{-As}_2\text{S}_3$ in dependence on samples prehistory.

Peak #	Prehistory	$2\theta, ^\circ$	FWHM, $^\circ$	$Q, \text{Å}^{-1}$	$\Delta Q, \text{Å}^{-1}$	$R, \text{Å}$	$L, \text{Å}$
2	γ -irradiated	14.0	0.8	0.99	0.06	6.34	108.0
	annealed	14.0	0.8	0.99	0.06	6.33	106.1
	rejuvenated	13.9	1.0	0.99	0.07	6.37	88.5
3	γ -irradiated	17.5	4.1	1.24	0.29	5.06	21.63
	annealed	17.5	4.1	1.24	0.29	5.06	21.66
	rejuvenated	17.5	4.2	1.24	0.30	5.07	21.06
4	γ -irradiated	21.3	2.1	1.50	0.15	4.18	42.95
	annealed	21.2	1.9	1.50	0.13	4.19	46.80
	rejuvenated	21.2	2.1	1.50	0.15	4.19	42.55

Table 2. Numerical parameters of pre-FSDP in $g\text{-As}_2\text{S}_3$ in dependence on samples prehistory.

Prehistory	$2\theta, ^\circ$	FWHM, $^\circ$	$Q, \text{Å}^{-1}$	$\Delta Q, \text{Å}^{-1}$	$R, \text{Å}$	$L, \text{Å}$
γ -irradiated	5.9	4.1	0.42	0.29	14.96	21.52
annealed	6.5	2.6	0.46	0.19	13.58	33.89
rejuvenated	6.3	3.6	0.44	0.25	14.14	24.74

III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ



Functional Materials 16, No.4 (2009)

© 2009 — STC "Institute for Single Crystals"

Structure features and paramagnetic centres in oxide nanopowders

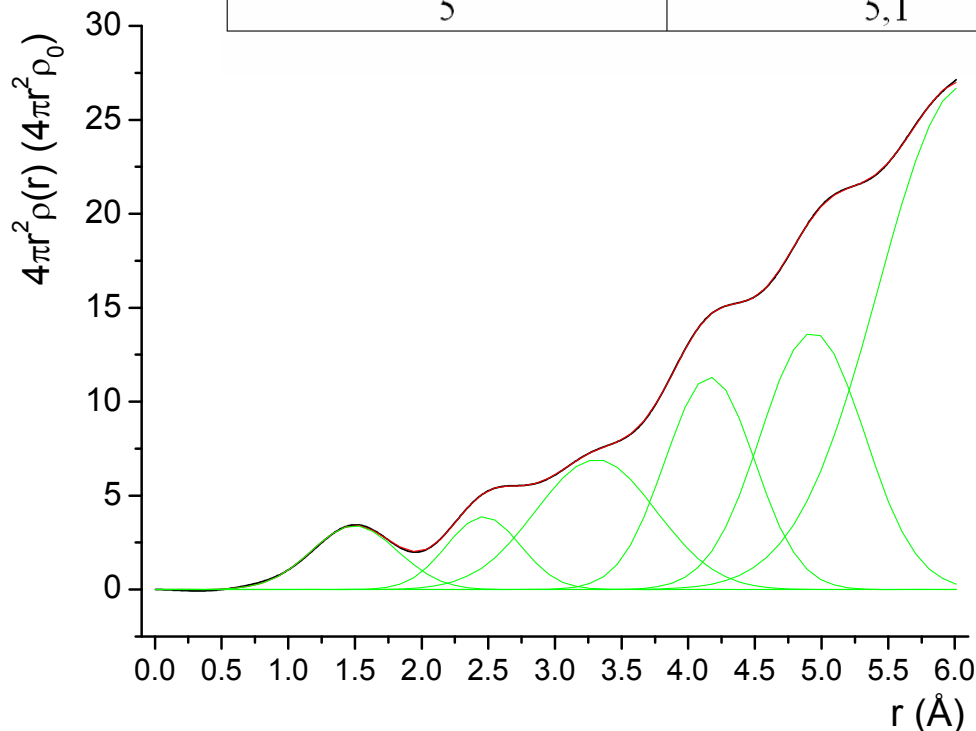
V.N.Shevchuk, D.I.Popovych^{}, Yu.N.Usatenko^{**},
P.Yu.Demchenko^{***}, R.Ya.Serkiz^{**}*

Short-range order, microstructural investigations – study of short-range order parameters for amorphous sample SiO₂ (90 %) + V₂O₅ (10%) (materials for catalysis), crystalline ZnO and SiO₂.

III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ

Таблиця 1 – параметри ближнього порядку, визначені з експериментальної загальної функції радіального розподілу атомної густини (ФРРА) для зразка $\text{SiO}_2 + \text{V}_2\text{O}_5$ (90/10 ваг. %).

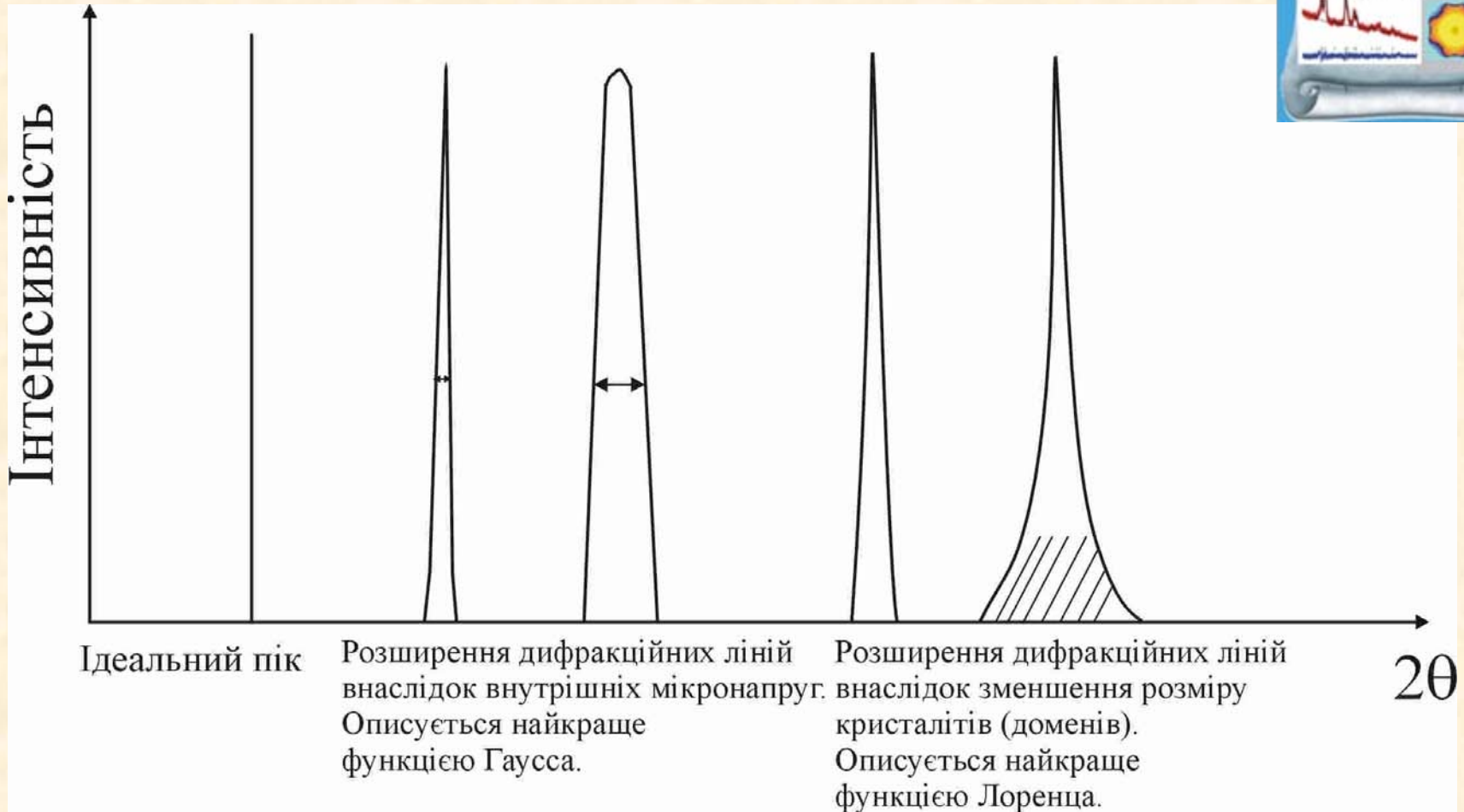
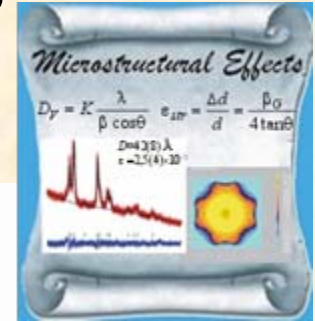
j координаційна сфера (номер піку (максимуму функції))	r_j , Å Радіус координаційної сфери	N_j координаційне число (кількість сусідів атома) (площа під піком)
1	1,508(2)	2,84(5)
2	2,550(8)	4,7(4)
3	3,336(5)	7,8(2)
4	4,24	~ 10
5	5,1	~ 16



$$f_{\text{норм}} = \frac{N_j}{2\pi\sigma_j} \exp\left[-\frac{(x - r_j)^2}{\sqrt{2\sigma_j}}\right]$$

Рисунок 1 – опис загальної функції радіального розподілу атомної густини (ФРРА) для зразка $\text{SiO}_2 + \text{V}_2\text{O}_5$ (90/10 ваг. %) кривою Гауса.

III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ



ВИЗНАЧЕННЯ РОЗШИРЕННЯ ЛІНІЙ

➤ Ширина дифракційної лінії може бути оцінена за допомогою більше ніж одного критерію. Є 2 найбільш загальні параметри ширини піку:

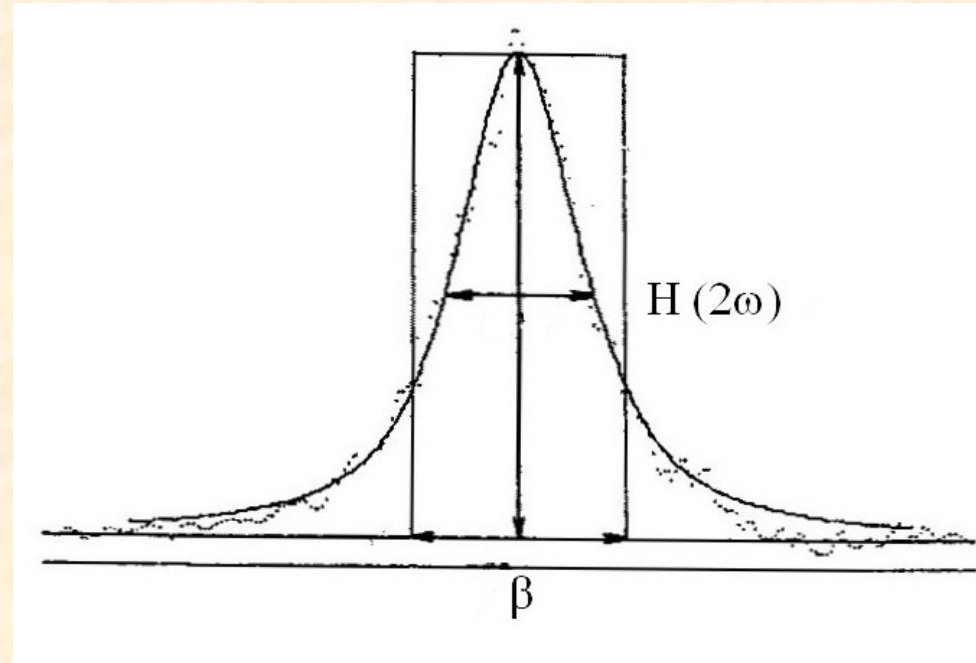
- Повна ширина на половині максимуму (**Full Width at Half-Maximum – FWHM** ($H, 2\omega$))
Це ширина піку на висоті $\frac{1}{2}$ від його максимальної інтенсивності
 $FWHM(2\theta) = (U \tan^2\theta + V \tan\theta + W)^{1/2}$
- Інтегральна ширина (**Integral Breadth** β)
Це ширина прямокутника з висотою і площею, рівними висоті і площі дифракційного піку

$$\beta = A / I(0),$$

де A – площа піку, $I(0)$ – висота піку

- **Фактор форми піку** $\phi = 2\omega / \beta \leq 1$

➤ Більшість програм для профільного аналізу та опису профілю (**profile fitting programs**) дають лише значення FWHM, однак для коректного опису ефекту розширення ліній від розмірів кристалітів та мікронапруг **необхідно використовувати інтегральну ширину β** як одиницю виміру ширини дифракційного піку.



III. МІКРОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ

sp52_PF_IPC - Notepad

File Edit Format View Help

=> Data file name: C:\ChemProg\FullProf_Suite\Work\SizeStrain\lmethod Profile Fitting\sp52.DAT

Instrumental resolution function is defined :
intrinsic profile components can be determined.

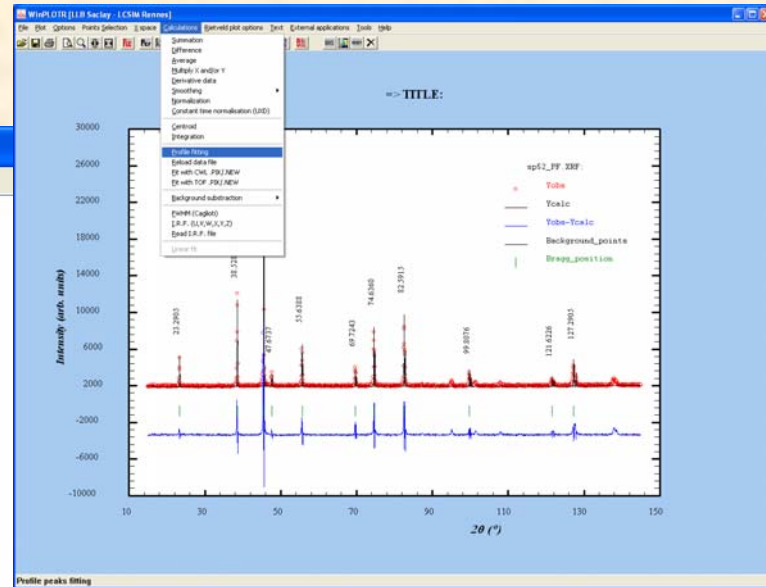
IRF: $HCI^{**2} = U \cdot \tan^{**2}(\theta) + V \cdot \tan(\theta) + W$
 $HLi = X \cdot \tan(\theta) + Y / \cos(\theta) + Z$
 with: U = 0.0060; V = -0.0037; W = 0.0057
 X = 0.0017; Y = 0.0000; Z = 0.0000

The following items are output:

d* : reciprocal distance, HCo, HCl: observed and instrumental Gaussian FWHM
 HLo, HLi: observed and instrumental Lorentzian FWHM
 betaG*, betaL*, beta*: Gaussian, Lorentzian and total Sample Integral Breadth
 "beta*" is calculated using the De Keijser formula (J.Appl.Cryst. 1982, 15, 308-31)
 Integral breadths (Beta*) are given in reciprocal lattice units (1/angstroms) x 1000
 Apparent sizes are given in the same units as lambda (angstroms) (Scherrer Formula)
 Apparent size = 1/beta*
 Max_strain (%) = 1/2 beta*_strain * d(hkl)

Position max_strain	d*	HCo	HCl	HC	HLo	HLi	HL	BetaCo*	BetaGi*	BetaG*	BetaLo*	BetaLi*	BetaL*	Beta*	beta*/(d*)**2	(beta*/d*)**2	app_size
23.2758	0.2084	0.1310	0.0718	0.1095	0.0103	0.0004	0.0099	1.2309	0.6749	1.0294	0.1422	0.0049	0.1373	1.1182	25.7502	28.80	894.26
2.6831																	
38.5034	0.3406	0.1401	0.0714	0.1205	0.0110	0.0006	0.0104	1.2689	0.6470	1.0916	0.1466	0.0080	0.1386	1.1812	10.1811	12.03	846.62
1.7339																	
45.4993	0.3995	0.1460	0.0718	0.1271	0.0114	0.0007	0.0107	1.2924	0.6358	1.1252	0.1493	0.0093	0.1400	1.2156	7.6174	9.26	822.63
1.5215																	
47.6449	0.4172	0.1481	0.0721	0.1294	0.0116	0.0008	0.0108	1.3003	0.6327	1.1360	0.1502	0.0098	0.1405	1.2267	7.0461	8.64	815.20
1.4700																	
55.6090	0.4819	0.1569	0.0733	0.1387	0.0123	0.0009	0.0114	1.3317	0.6222	1.1774	0.1539	0.0113	0.1426	1.2695	5.4673	6.94	787.73
1.3172																	
69.6937	0.5903	0.1770	0.0773	0.1592	0.0139	0.0012	0.0127	1.3939	0.6091	1.2538	0.1610	0.0138	0.1472	1.3488	3.8713	5.22	741.40
1.1425																	
74.6096	0.6261	0.1856	0.0794	0.1678	0.0145	0.0013	0.0132	1.4170	0.6064	1.2806	0.1637	0.0146	0.1491	1.3768	3.5124	4.84	726.33
1.0995																	
82.5714	0.6816	0.2018	0.0838	0.1835	0.0158	0.0015	0.0143	1.4549	0.6041	1.3235	0.1681	0.0159	0.1521	1.4216	3.0599	4.35	703.41
1.0428																	
95.0850	0.7622	0.2338	0.0936	0.2143	0.0183	0.0019	0.0164	1.5146	0.6061	1.3880	0.1750	0.0178	0.1572	1.4893	2.5639	3.82	671.45
0.9770																	
99.8010	0.7902	0.2486	0.0985	0.2283	0.0195	0.0020	0.0174	1.5366	0.6086	1.4110	0.1775	0.0185	0.1590	1.5135	2.4238	3.67	660.73
0.9577																	
101.3867	0.7993	0.2540	0.1003	0.2333	0.0199	0.0021	0.0178	1.5439	0.6097	1.4185	0.1784	0.0187	0.1597	1.5214	2.3812	3.62	657.30
0.9517																	
107.8660	0.8350	0.2785	0.1089	0.2563	0.0218	0.0023	0.0195	1.5732	0.6150	1.4480	0.1818	0.0195	0.1622	1.5525	2.2266	3.46	644.11
0.9296																	
121.6122	0.9018	0.3484	0.1349	0.3212	0.0273	0.0031	0.0242	1.6306	0.6313	1.5035	0.1884	0.0211	0.1673	1.6113	1.9813	3.19	620.62
0.8934																	
127.2918	0.9257	0.3878	0.1502	0.3576	0.0304	0.0034	0.0269	1.6521	0.6397	1.5232	0.1909	0.0217	0.1692	1.6323	1.9049	3.11	612.65
0.8817																	
137.9085	0.9641	0.4898	0.1909	0.4511	0.0383	0.0044	0.0339	1.6880	0.6578	1.5545	0.1950	0.0226	0.1725	1.6656	1.7919	2.98	600.37
0.8638																	

>> Average apparent size and standard deviation (anisotropy): 720.32 (90.42)
 >> Average max strain and standard deviation (anisotropy) : 1.2310 (0.4655)



РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ (РФА): ДЕТАЛЬНИЙ РОЗГЛЯД

<http://www.lnu.edu.ua/Subdivisions/relra/page5.html>

Корисні ресурси

International Union of Crystallography

www.iucr.org

<http://www.iucr.org/resources/data>

<http://www.iucr.org/resources/other-directories/software>

Сайт Міжнародної Співки Кристалографів – журнали, монографії, Міжнародні Кристалографічні Таблиці, словники та навчальні матеріали, онлайн-сервіс перевірки досліджених структур по сіф-файлу, найбільш повний каталог баз даних та програмного забезпечення у галузі фізико-хімії твердого тіла.

The International Centre for Diffraction Data (ICDD)

www.icdd.com

Сайт Міжнародного Центру Дифракційних Даних – провідної організації у галузі порошкової дифрактометрії. Найновіші дослідження, журнали, освітні матеріали, програми та гранти.

The Collaborative Computational Project (CCP14)

www.ccp14.ac.uk

Сайт розробників програмного забезпечення для структурного аналізу. Освітні матеріали, каталог програм із вільним доступом для академічних установ.

Вибране програмне забезпечення

[Software of Institute of Crystallography, Bari](http://www.ba.ic.cnr.it/content/software)

<http://www.ba.ic.cnr.it/content/software>

[Crystal Impact](http://crystalimpact.com/)

<http://crystalimpact.com/>

[FullProf Suite](http://www.ill.eu/sites/fullprof/)

<http://www.ill.eu/sites/fullprof/>

[WinCSD](http://www.wincsd.eu/)

<http://www.wincsd.eu/>

РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ (РФА): ДЕТАЛЬНИЙ РОЗГЛЯД

Вибрана програма – **Powder Cell**

Kraus W. PowderCell for Windows (version 2.4) / W. Kraus, Nolze G. // Berlin: Federal Institute for Materials Research and Testing, 1999.

Вільний доступ для завантаження:

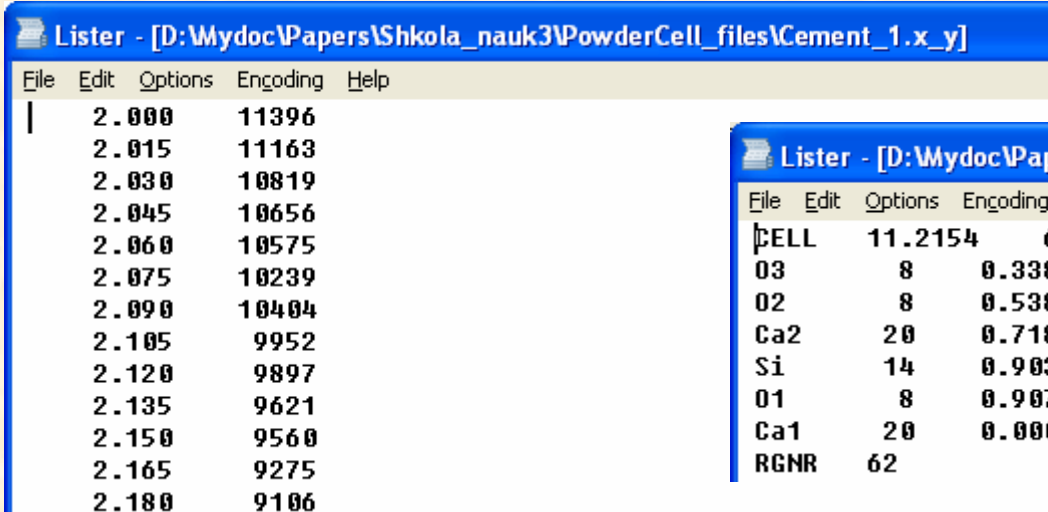
http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/powdcell/a_v/v_1/powder/e_cell.html

КЛАСИЧНИЙ МЕТОД

Масив експериментальних інтенсивностей та кутів відбить (у різноманітних форматах – найбільш поширений ASCII)

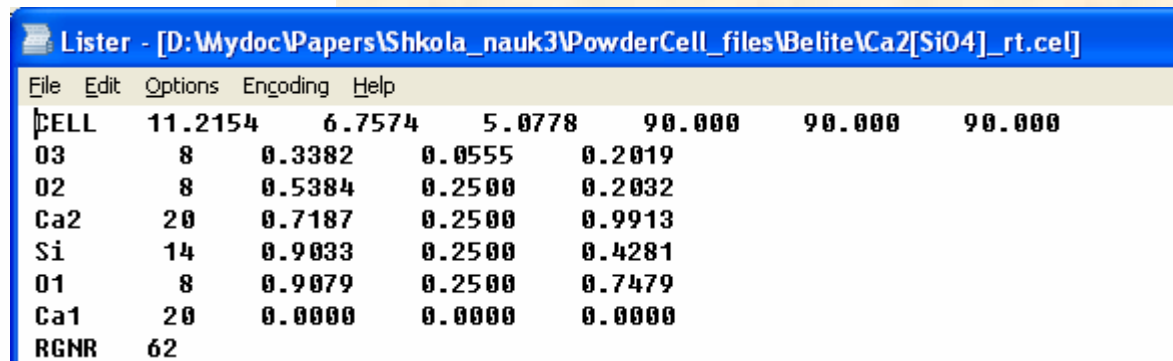
Вхідний структурний файл для розрахунку теоретичної дифрактограми

- Просторова група
- Параметри елементарної комірки
- Координати атомів



Lister - [D:\Mydoc\Papers\Shkola_nauk3\PowderCell_files\Cement_1.x_y]

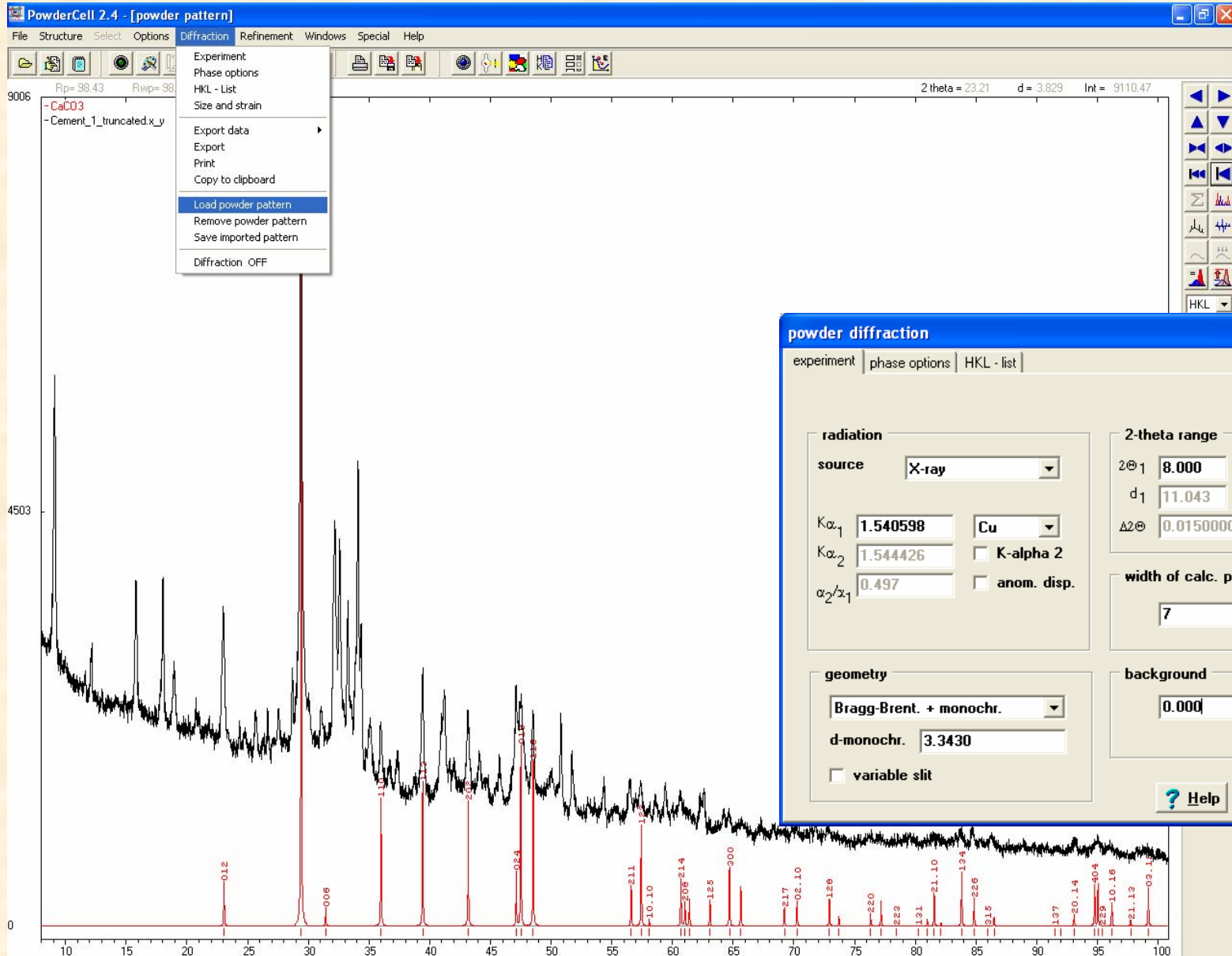
File	Edit	Options	Encoding	Help
2.000	11396			
2.015	11163			
2.030	10819			
2.045	10656			
2.060	10575			
2.075	10239			
2.090	10404			
2.105	9952			
2.120	9897			
2.135	9621			
2.150	9560			
2.165	9275			
2.180	9106			



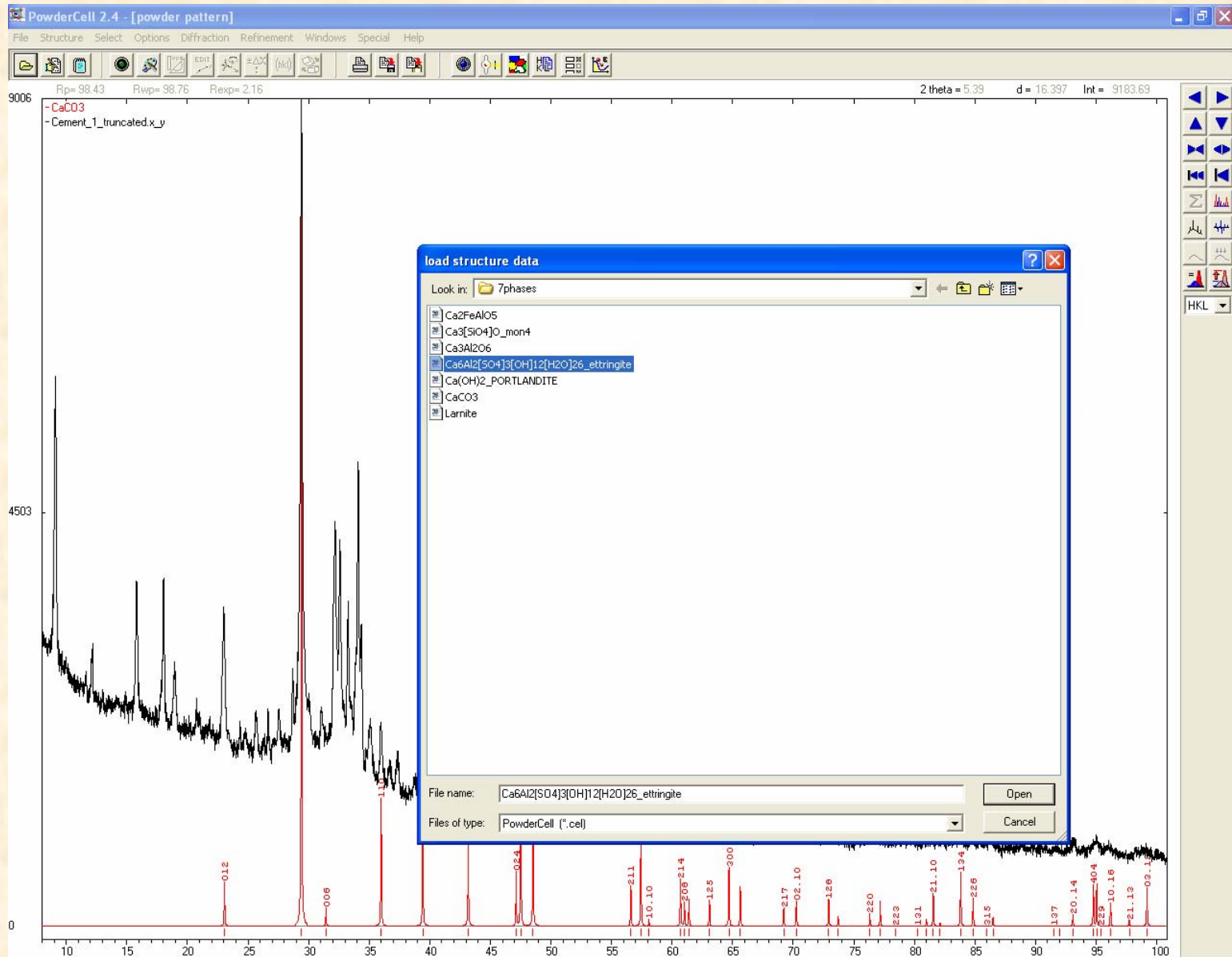
Lister - [D:\Mydoc\Papers\Shkola_nauk3\PowderCell_files\Belite\Ca2[SiO4]_rt.cel]

File	Edit	Options	Encoding	Help
CELL	11.2154	6.7574	5.0778	90.000 90.000 90.000
O3	8	0.3382	0.0555	0.2019
O2	8	0.5384	0.2500	0.2032
Ca2	20	0.7187	0.2500	0.9913
Si	14	0.9033	0.2500	0.4281
O1	8	0.9079	0.2500	0.7479
Ca1	20	0.0000	0.0000	0.0000
RGNR	62			

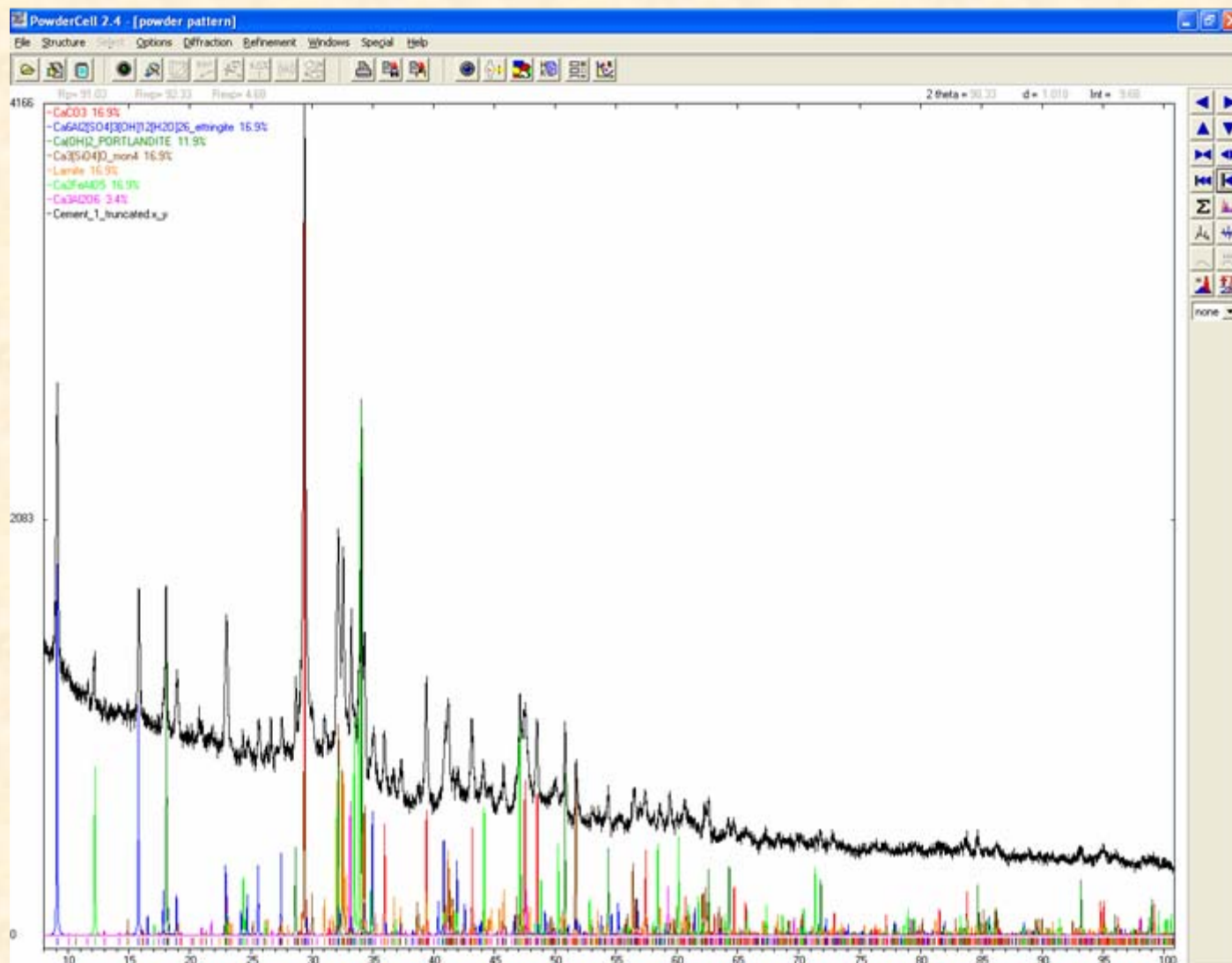
РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ



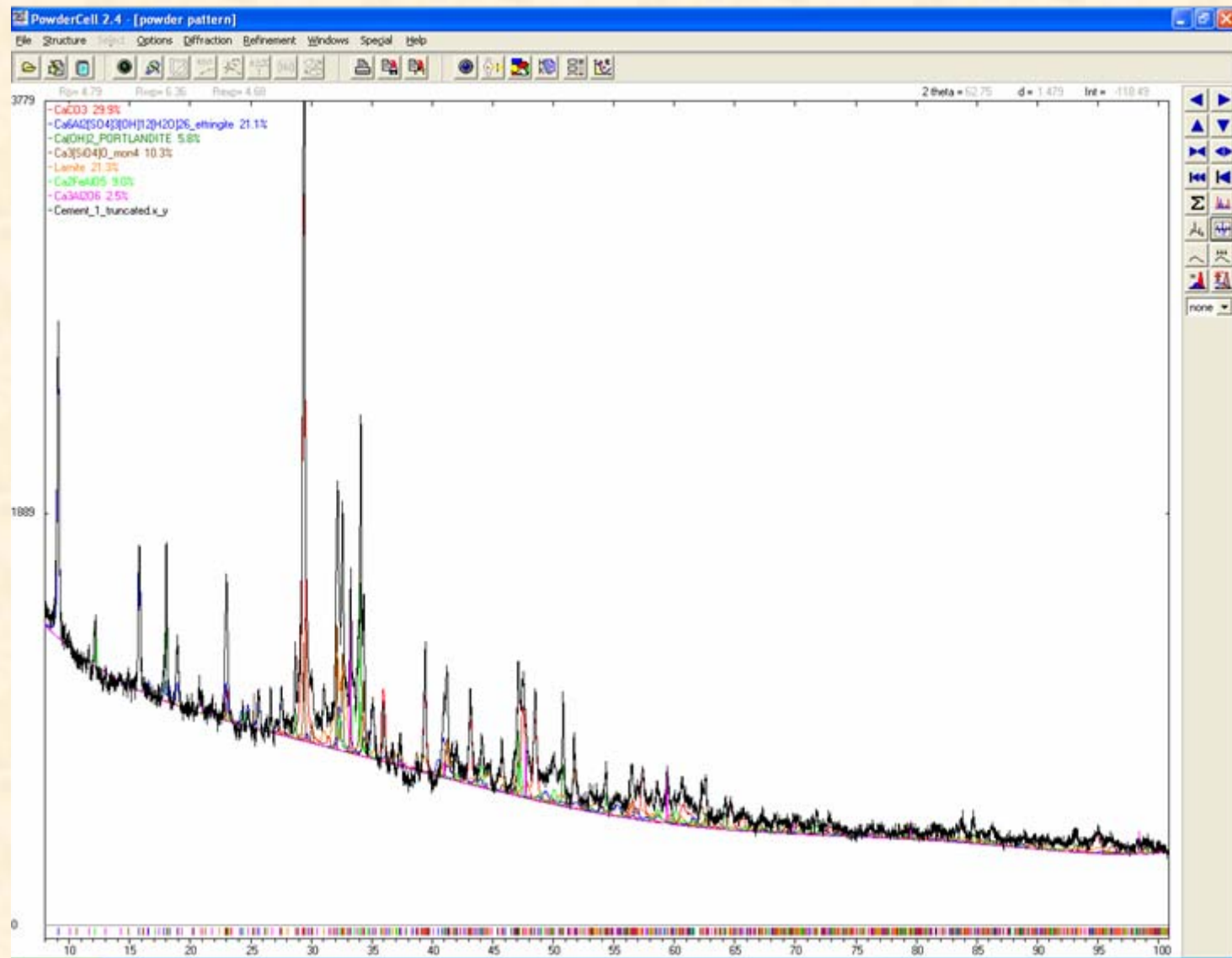
РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ



РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ



РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ



РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ

Таблиця 1 – Фазовий склад та кристалографічні параметри фаз у зразку портландцементу № 1

Фаза	Вміст, ваг. %	Структурний тип, просторова група	Параметри елементарної комірки, Å		
			<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>
CaCO ₃ кальцит	29.93	CaCO ₃ <i>R-3c</i>	4.9894	–	17.0544
Ca ₆ [Al(OH) ₆] ₂ (SO ₄) ₃ ×26H ₂ O ettringite	21.08	Ca ₃ Al[SO ₄] _{1.5} [OH] ₆ [H ₂ O] ₁₃ <i>P6₃/mcm</i>	11.2068	–	10.6882
Ca(OH) ₂ portlandite	5.83	Mn(OH) ₂ <i>P-3m1</i>	3.5901	–	4.9149
Ca ₃ SiO ₅ alite	10.34	Ca ₃ [SiO ₄] ₂ O <i>C1m1</i>	12.2541	7.0386 β=116.037°	9.2950
Ca ₂ SiO ₄ belite	21.34	Ca ₂ [SiO ₄] larnite <i>P2₁/n</i>	5.5047	6.7592 β=94.226°	9.3216
Ca ₂ FeAlO ₅ celite	9.02	Ca ₂ (Fe _{0.5} Al _{0.5}) ₂ O ₅ brownmillerite <i>Ima2</i>	14.5560	5.5346	5.3445
Ca ₃ Al ₂ O ₆ celite	2.46	Ca ₃ Al ₂ O ₆ <i>Pa-3</i>	15.2310	–	–

Приклад фінального результату якісного та кількісного фазового аналізу

РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ (РФА) МЕТОД ІДЕНТИФІКАЦІЇ ЧЕРЕЗ БАЗИ ДАНИХ

1 випадок: дифрактометричний комплекс із програмним забезпеченням має інтегровану базу даних.

Приклади комерційних баз даних: PDF-2, PDF-4 від ICDD, ICSD, CSD

The screenshot shows the ICDD website with a navigation menu and a sidebar. The main content area is titled 'PDF Product Overview' and features a large green banner for 'The Powder Diffraction File & Related Products'. Below the banner, there is a section for 'The Powder Diffraction File - Purchase PDF Products' which includes a release note for the 2013 data set.

ICDD
The International Centre for Diffraction Data

2013-2014 ICDD SALES CATALOG

PDF Product Overview

The Powder Diffraction File & Related Products

The Powder Diffraction File - Purchase PDF Products

Release 2013 of the Powder Diffraction File (PDF) contains 778,883 unique material data sets. Each data set contains diffraction, crystallographic and bibliographic data, as well as experimental, instrument and sampling conditions, and select physical properties in a common standardized format. PDF databases use a Sybase® relational database platform integrated with JAVA™ for point and click data mining, rapid searches, and sorts for all materials and materials' systems. All ICDD databases use an integrated editorial quality review for all data sets. **This is the only crystallographic database that evaluates the**

The top screenshot shows the ICSD website with a blue header and a grid of product information. The bottom screenshot shows the CCDC website with a white header and a large image of a crystal structure.

ICSD
Inorganic Crystal Structure Database

ICSD - Inorganic Crystal Structure Database

FIZ Karlsruhe provides the scientific and industrial community with the world's largest database for completely identified inorganic crystal structures, ICSD, containing about 161,000 peer-reviewed data entries including their atomic coordinates dating back to 1913.

As the world's leading provider of scientific information on inorganic crystal structures, we take full responsibility for database production, maintenance and quality control, and we ensure that the ICSD database and our software solutions meet the highest possible quality standards.

At present, the ICSD contains:

- 1,716 crystal structures of the elements
- 30,968 records for binary compounds
- 40,640 records for ternary compounds
- 56,730 records for quaternary and quinary compounds
- About 122,000 entries (76%) have been assigned a structure type
- There are currently 6,357 structure prototypes

Detailed information on the ICSD may be found in the [scientific manual](#).

New Features: ICSD Web

- Enhanced search functionality, easy to use and intuitive search interface
- New and updated information, which ICSD includes complete bibliographic information

CCDC
The Cambridge Crystallographic Data Centre (CCDC) is dedicated to the advancement of chemistry and crystallography for the public benefit through providing high quality information, software and services.

Chemists in academic institutions and commercial operations around the world rely on the CCDC to deliver the most comprehensive and rigorous molecular structure information and powerful insights into their research.

The CCDC is a non-profit organisation and a registered charity, supported entirely by software subscriptions from its many users. The CCDC compiles and distributes the Cambridge Structural Database (CSD), the world's repository of experimentally determined organic and metal-organic crystal structures. It also develops knowledge bases and applications which enable users quickly and efficiently to derive huge value from this unique resource.

На прохання по e-mail можуть висилати окремі файли структур або експериментальних дифрактограм безкоштовно.

РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ (РФА) МЕТОД ІДЕНТИФІКАЦІЇ ЧЕРЕЗ БАЗИ ДАНИХ

2 випадок: використання вільних для доступу баз даних, створення власної бази даних

Приклади вільних баз даних: AMCSD, Crystallography Open Database (COD)

American Mineralogist Crystal Structure Database

This site is an interface to a crystal structure database that includes every structure published in the American Mineralogist, The Canadian Mineralogist, European Journal of Mineralogy and Physics and Chemistry of Minerals, as well as selected datasets from other journals. The database is maintained under the care of the Mineralogical Society of America and the Mineralogical Association of Canada, and financed by the National Science Foundation.

Mineral
Author
Chemistry Search
Cell Parameters and Symmetry
Diffraction Search
General Search
Search Results

Logic Interface AND OR
Viewing (About file formats) amc long form amc short form cif
Download amc cif diffraction data

People Extra

Number of files downloaded since Apr 3, 2000: 327947346
Data Last Updated: September 21, 2013
Web Page Last Updated: September 22, 2008
This page has been accessed 3030736 times.
Also see our complete list of minerals and complete list of authors.
This material is based upon work supported by the National Science Foundation under Grant Nos. EAR-012782, and EAR-0622371. Any opinions, findings, and conclusions or recommendations expressed in this material are those of the authors and do not necessarily reflect the views of the National Science Foundation.

Crystallography Open Database

COD Home
Home
What's new?

Accessing COD Data
Browse
Search

Add Your Data
Deposit your data
Manage depositions
Manage/release
prepublications

Documentation
COD Wiki
Obtaining COD
Citing COD
COD Mirrors
Advices to donors

Open-access collection of crystal structures of organic, inorganic, metal-organic compounds and minerals, excluding [biopolymers](#)

All data on this site have been placed in the public domain by the contributors.

News
Rigaku issues a new search-match database with powder patterns from COD. [Read more](#)

COD Advisory Board thanks [The Research Council of Lithuania](#) for their financial support of the publication "[Crystallography Open Database \(COD\): an open-access collection of crystal structures and platform for world-wide collaboration](#)".
[Nucleic Acids Research](#), (2012) [PDF version](#)

We thank [Crystal Impact GbR](#) for their financial support of the publication "[Crystallography Open Database - an open-access collection of crystal structures](#)".
[J. Appl. Crystallogr.](#) (2009) [PDF version](#)

Currently there are 235894 entries in the COD.

РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ (РФА) МЕТОД ІДЕНТИФІКАЦІЇ ЧЕРЕЗ БАЗИ ДАНИХ

Пакет програм – Match! (доступною є демо-версія)

<http://crystalimpact.com/match/download.htm>

CRYSTAL IMPACT About us Diamond Endeavour Match! Pearson's CD

About Match!
Function list...
Brochure...
References...

Get Match!
Order Now
Demo Version
Evaluate Match! with a time-limited demo version **free-of-charge**.
Reference Patterns
Download reference patterns calculated from the COD **free-of-charge**.
Videos

Support
Updates...
Tips & Tricks...
Known bugs...
Frequently Asked Questions...

Support for version 1
Updates...
Download...
Tips & Tricks...
Known bugs...
Frequently Asked Questions...

Match!
Phase Identification from Powder Diffraction

Match! is an easy-to-use software for phase identification from powder diffraction data. It compares the diffraction pattern of your sample to a database containing reference patterns in order to identify the phases which are present. Additional knowledge about the sample like known phases, elements or density can be applied easily.

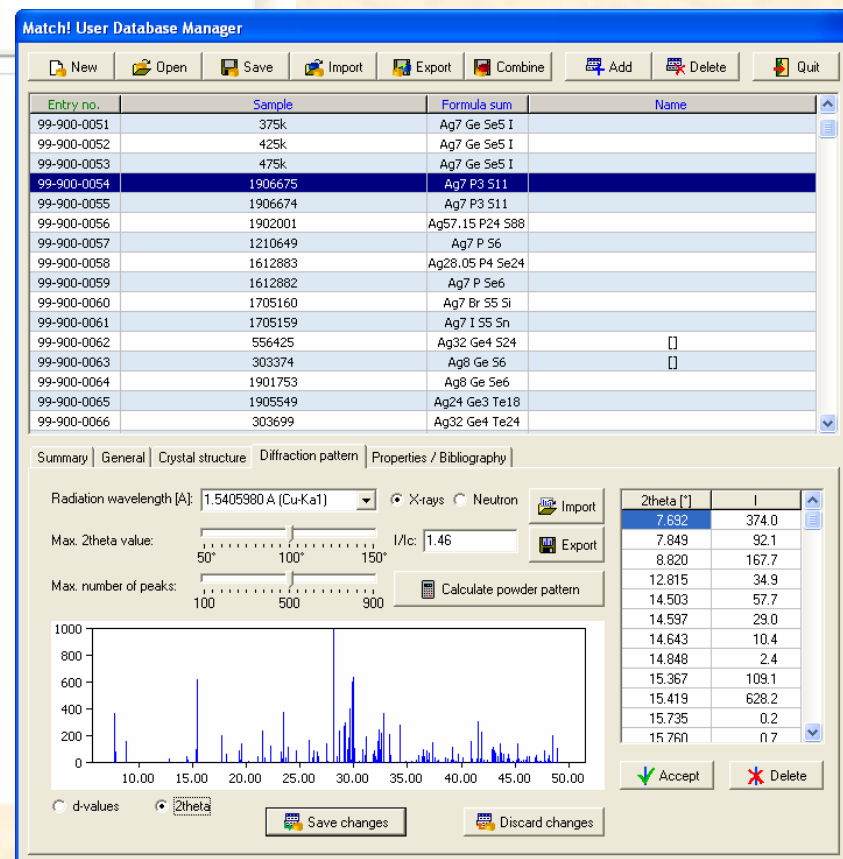
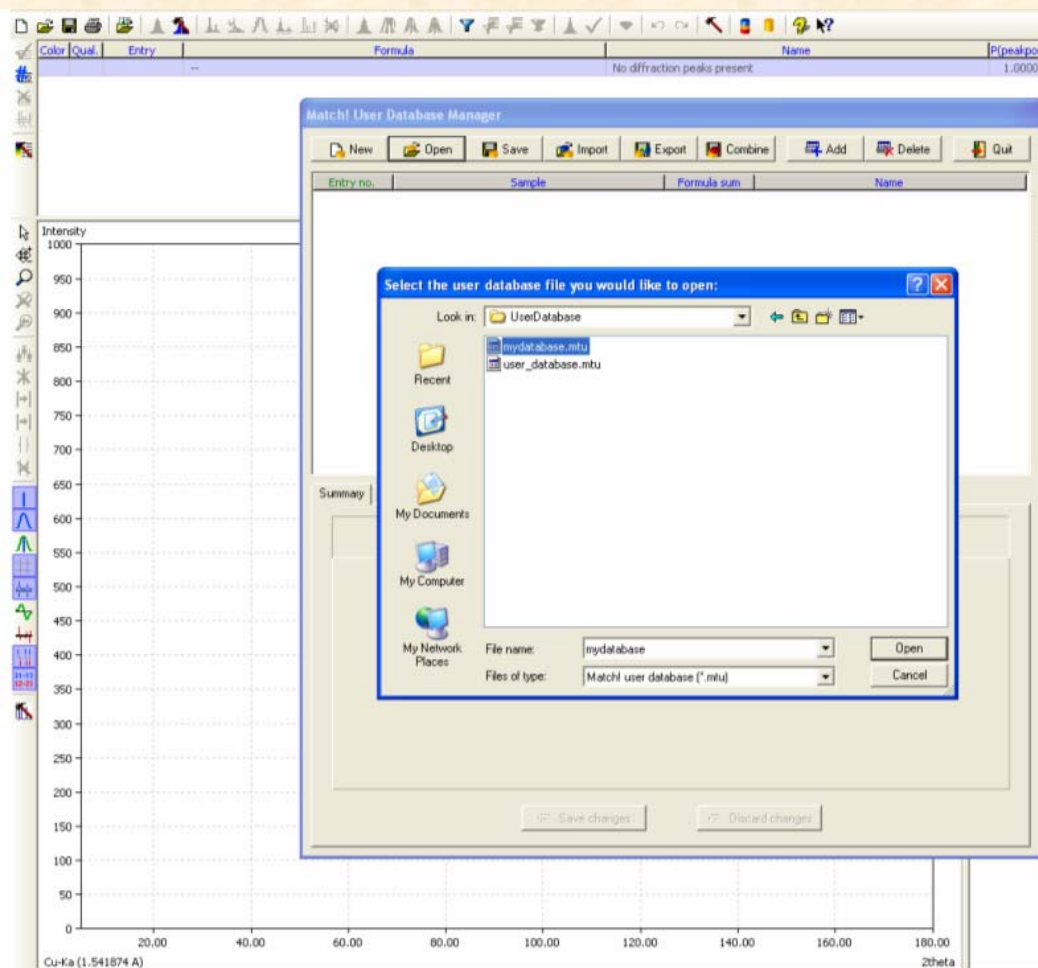
In addition to this **qualitative analysis**, a **quantitative analysis** (using Rietveld refinement) can be performed as well. You can easily **setup and run Rietveld refinements** from within Match!, with the actual calculations being performed automatically, using the well-known program FullProf (by J. Rodriguez-Carvajal) in the background. Match! provides a **gentle introduction into Rietveld refinement**, from fully automatic operation to the "Expert" mode. The software runs natively on **Windows, Mac OS X and Linux**.

10 years of Match!
Read the **development history**, take a look at a 'secret' prototype of Match! 2, and share our ideas and thoughts behind the software.

Match! News
September 23, 2013
Today we celebrate the **10th anniversary of Match!** with a **new tutorial video** and a **discount for updates**.
September 12, 2013
The **new Match! version 2.1.2** provides minor improvements as well as several bug fixes. **More...**
July 26, 2013
In the new **maintenance release 1.11g** of Match! several issues affecting the user database manager and some other bugs have been fixed. **More...**
April 23, 2013
A **new release of the COD reference database** (now containing more than

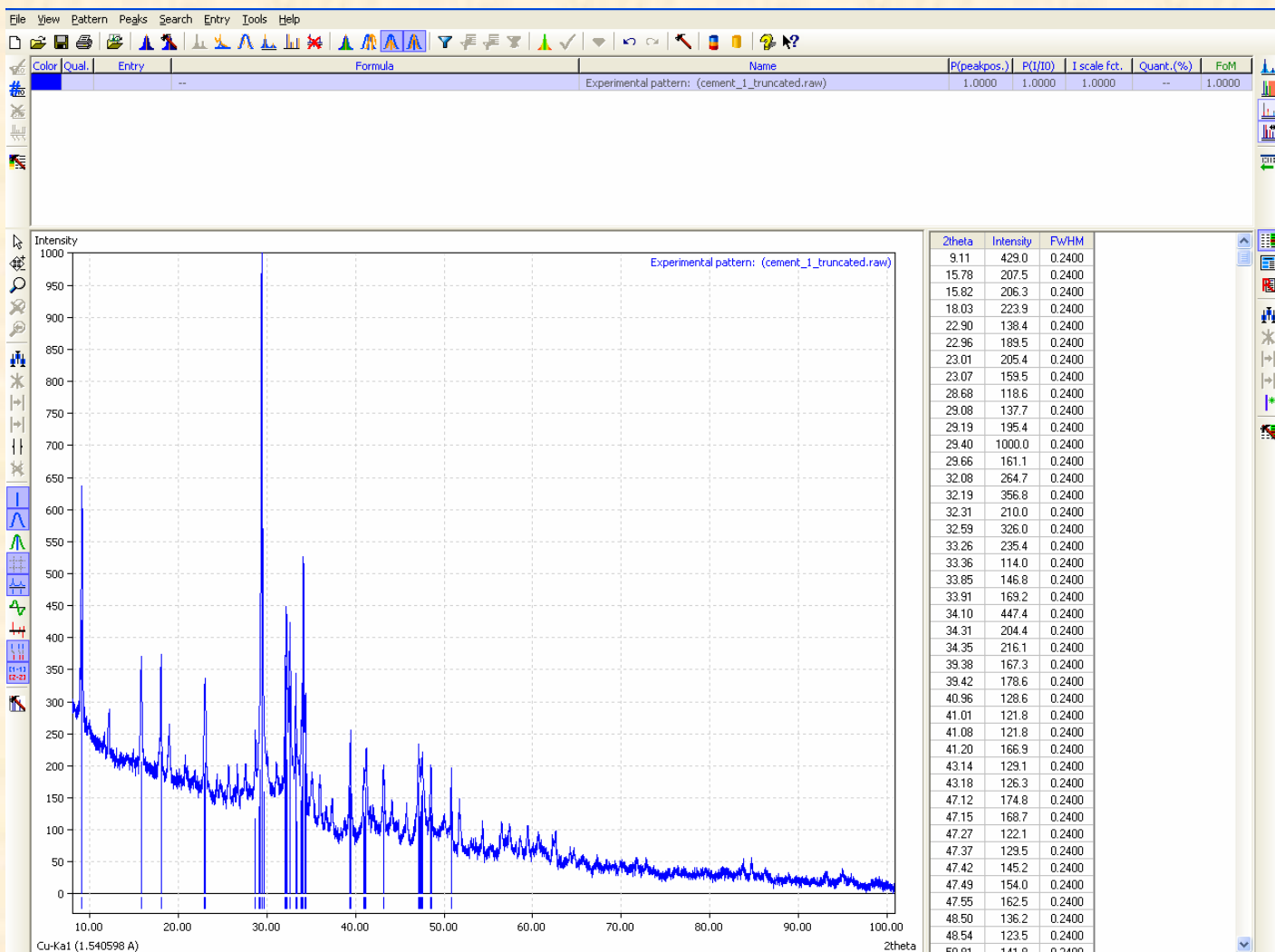
As reference database, you can apply the included **free-of-charge COD database** and/or **ICSD/Retrieve** (if you have a valid licence), use any **ICDD PDF** product, and/or create a user database based on your own

РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ (РФА) МЕТОД ІДЕНТИФІКАЦІЇ ЧЕРЕЗ БАЗИ ДАНИХ



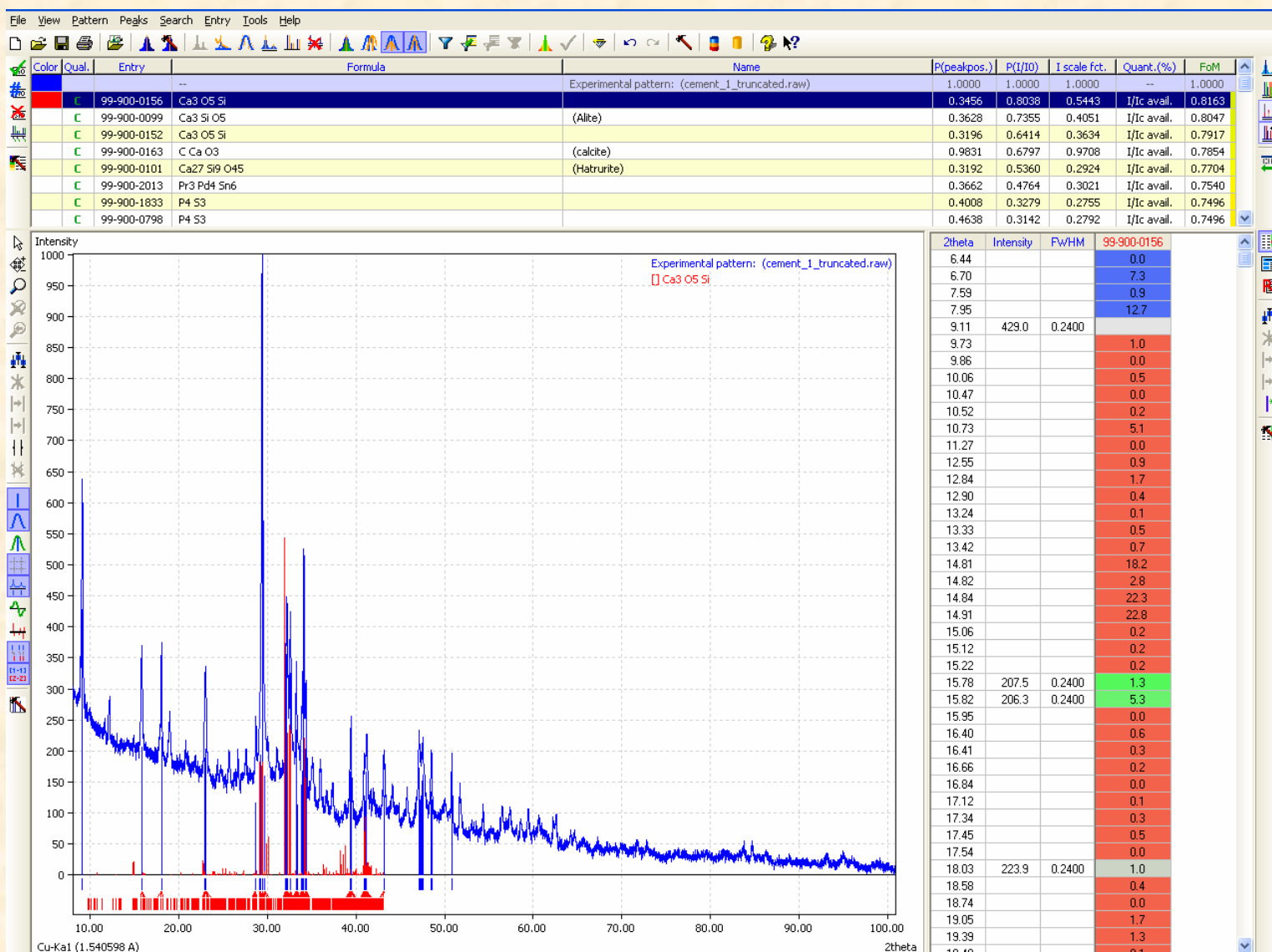
Вигляд і вибір власної бази даних

РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ (РФА) МЕТОД ІДЕНТИФІКАЦІЇ ЧЕРЕЗ БАЗИ ДАНИХ



Пошук дифракційних максимумів, profile fitting

РЕНТГЕНІВСЬКИЙ ФАЗОВИЙ АНАЛІЗ (РФА) МЕТОД ІДЕНТИФІКАЦІЇ ЧЕРЕЗ БАЗИ ДАНИХ



Вибір фаз-кандидатів