

Практическое задание для ФНМ, Весна 2012.

Файл с дифрактограммой: *InOF.raw* (WinXPow), *InOF.xyd* (двухколоночный ASCII – конвертированный RAW).

Синтез образца: порошок оксид индия (In_2O_3) фторировали с помощью избытка XeF_2 при 350 °C (запаянная медная ампула). Полученный образец представляет собой белый тонкодисперсный порошок.

Результаты исследования: по данным SEM + EDX – однородный химический контраст, присутствуют In, O и F, количественный анализ затруднителен. При проведении ДТА образец при 650 °C необратимо переходит в известную модификацию InOF (PDF#70-1294), переход экзотермический, потерей/увеличением массы не сопровождается.

Условия регистрации дифрактограммы: геометрия «на просвет» (ω - 2θ), первичный монохроматор SiO_2 (101), $\theta_M=13.32^\circ$, излучение $\text{CuK}\alpha_1$, шаг съемки $0.01^\circ 2\theta$, угловой диапазон 3 - $120^\circ 2\theta$.

Некоторые замечания: Наибольшая сложность в решении данной структуры – аккуратный выбор пространственной группы по погасаниям. Но, честно говоря, я бы рекомендовал «обойти гору» и найти изоструктурное соединение. Вне зависимости от выбранного Вами метода решения помните, что кислород и фтор очень похожи по кристаллохимическому поведению (иногда даже совместно занимают одни и те же атомные позиции), и практически неотличимы по данным рентгеновской дифракции на порошке.