

# Особенности формирования дифракционных картин кристаллами металлофуллеренов

© А.Н. Дроздов, А.С. Вус, В.Е. Пуха, А.Т. Пугачев

Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт»,  
Харьков, Украина

E-mail: drozdov@kpi.kharkov.ua

(Поступила в Редакцию в окончательном виде 15 февраля 2010 г.)

Приведены результаты исследования особенностей формирования дифракционных картин ГЦК-кристаллами металлофуллереновых клатратов. Показано, что наличие примеси в пустотах кристаллов фуллерита существенным образом влияет на соотношение интенсивностей рентгеновских отражений. Установлены закономерности перераспределения интенсивностей дифракционных пиков при заполнении атомами металлов междоузельных и внутримолекулярных пустот ГЦК-кристалла фуллерита.

Работа выполнена в рамках государственной темы „Синтез, структура и свойства пленок C<sub>60</sub> и композиций на их основе“.

## 1. Введение

Особое место в материаловедении фуллеренов занимает направление, связанное с синтезом и изучением свойств металлофуллеренов, среди которых наиболее исследованными являются фуллериды на основе щелочных и щелочно-земельных элементов [1]. В зависимости от метода легирования примесные атомы могут размещаться как в междоузельных пустотах решетки фуллерита, так и во внутримолекулярных полостях молекул C<sub>60</sub>, формируя упорядоченные структуры, несвойственные данному веществу в чистом виде [2–5]. Однако в настоящее время в литературе отсутствуют достоверные сведения о структуре так называемых клатратных металлофуллеренов на основе металлов, химически не взаимодействующих с фуллереном [6–8].

Логично предположить, что свойства клатратов в основном должны определяться изменением решеточных колебательных спектров взаимно влияющих друг на друга подрешеток компонентов, а не переносом заряда с атомов металла на фуллеритовую матрицу, как в случае фуллеридов, образованных щелочными и щелочно-земельными элементами. В связи с этим анализ структуры металлофуллереновых клатратов в первую очередь требует определения концентрации металлической компоненты в них и установления типа пустот кристалла фуллерита, преимущественно заполненных примесными атомами.

Анализ литературы показывает, что специфика формирования дифракционных картин от металлофуллеренов с клатратной структурой в настоящее время недостаточно изучена и требует более детального анализа. Таким образом, необходимость идентификации структуры металлофуллереновых клатратов обуславливает важность и актуальность работ по изучению особенностей формирования дифракционных картин такими объектами.

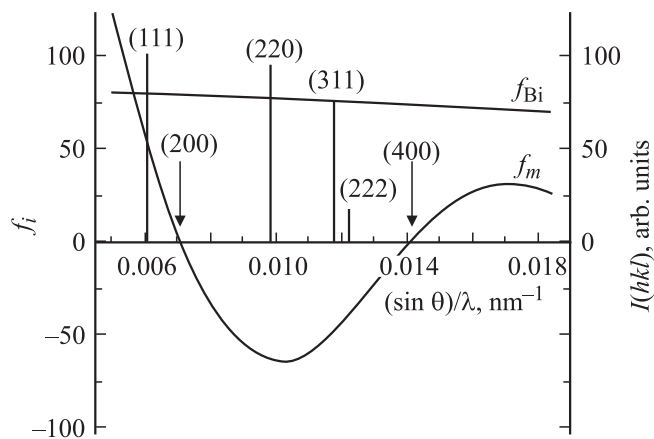
## 2. Краткие теоретические сведения об особенностях рентгеноструктурного анализа материалов на основе фуллерена C<sub>60</sub>

При анализе дифракционных картин от кристаллов фуллерита необходимо учитывать ряд особенностей, связанных со сферичностью молекулы C<sub>60</sub> и ее размерами. В литературе описан подход к рассмотрению дифракционных картин от фуллерита через суперпозицию молекулярного формфактора (МФФ) и интерференционной функции Лауэ [9,10]. В случае ориентационного беспорядка молекул C<sub>60</sub> МФФ описывается выражением

$$f_m = 60f_C [\sin(\pi D/d_{hkl})/(\pi D/d_{hkl})], \quad (1)$$

где  $f_C$  — атомный фактор рассеяния углерода,  $D$  — диаметр молекулы C<sub>60</sub> ( $D = 7.1 \text{ \AA}$ ),  $d_{hkl}$  — межплоскостное расстояние.

Большой диаметр молекулы фуллерена приводит к тому, что в отличие от атомных факторов рассеяния, значения которых монотонно убывают, оставаясь положительными, МФФ C<sub>60</sub> испытывает сильные осцилляции уже на малых углах, что обуславливает появление погасаний для серии отражений  $(2h, 0, 0)$  кубической решетки (рис. 1). Кроме того, как видно из рис. 1, любые изменения параметра элементарной ячейки фуллерита соответствуют смещению узла обратной решетки в области распределения молекулярного формфактора, и интенсивность соответствующего отражения закономерно возрастает или уменьшается. Таким образом, существует связь между периодом кубической решетки и интенсивностью дифракционных линий. Поскольку изменение параметра решетки может быть вызвано наличием примеси в кристалле фуллерита, изменение соотношения интенсивностей дифракционных линий и



**Рис. 1.** Профили функций рассеяния молекулы фуллерена ( $f_m$ ), атомы висмута ( $f_{Bi}$ ) и штрих-рентгенограмма ГЦК-фуллерита.

появление отражений серии (200) позволяет качественно оценить степень чистоты фуллерита. В [9] в качестве чувствительного к малым изменениям периода решетки параметра предложено использовать соотношение  $I_{220}/I_{111}$ . Однако если размер внедряемых атомов меньше размера междоузельной поры, то в отсутствие взаимодействия между атомами примеси и молекулами фуллерена параметр решетки фуллерита может остаться неизменным. Кроме того, авторы [9] не учитывали, что при достаточно большом количестве заполненных междоузельных позиций атомы второго компонента формируют новую подрешетку, дифракция от которой также должна давать вклад в суммарную амплитуду рассеяния. Причем в случае легирования фуллерита атомами с большим атомным фактором рассеяния этот вклад может оказаться весьма существенным.

### 3. Методика

3.1. Выбор модельных объектов для изучения структуры металлофуллеренов. Исследование закономерностей формирования дифракционных картин от металлофуллереновых клатратов удобно проводить на модельных системах  $C_{60}-Vi$  и  $C_{60}-Ag$ , в структуре которых атомы металла расположены с периодичностью, несвойственной для данного вещества в чистом виде. Критериями выбора легирующих компонентов служили простота интерпретации экспериментальных дифрактограмм и возможность проводить их сравнение с расчетными данными для модельных структур. Так, висмут был выбран как элемент с большим атомным множителем рассеяния, который может дать заметный вклад в интенсивность дифракционных линий даже при небольших концентрациях. Кроме того, инертность висмута по отношению к углероду позволяет пренебречь процессами искажения кристаллической

решетки фуллерита вследствие его полимеризации, образования химических соединений и пр. Для формирования металлофуллереновых клатратов предпочтительны ионно-плазменные методы, применение которых может позволить осуществить внедрение ионов как в решетку фуллерита, так и во внутреннюю полость молекул  $C_{60}$  [11]. При этом с учетом размера атомов висмута предпочтительно формирование фуллеридов двух видов: ГЦК-фуллерид с атомами висмута в октаэдрических междоузлиях и ГЦК-фуллерид, в узлах решетки которого находятся эндоэдральные молекулы  $Vi@C_{60}$ . Серебро выбрано как элемент, размеры которого позволяют заполнять систему тетраэдрических междоузлий ГЦК-решетки фуллерита.

3.2. Методика синтеза и исследования структуры чистых и легированных висмутом пленок фуллерита. Нетекстурированные поликристаллические пленки системы  $C_{60}-Vi$  для рентгенодифракционных исследований были получены следующим образом. На первом этапе синтеза были сформированы пленки чистого фуллерита толщиной порядка  $1 \mu m$  путем конденсации в вакууме молекулярного потока  $C_{60}$ , испаренного из эффузионной ячейки Кнудсена. Осаждение проводилось на пластины кремния, покрытые естественным аморфным окислом, при температуре  $T_s = 100^\circ C$ . Для нанесения пленок использовался фуллереновый порошок чистотой 99.9%. Перед нанесением пленок фуллерен прогревался в камере при температуре  $300^\circ C$  в течение нескольких часов. Откачка камеры осуществлялась при помощи ионно-гетерного насоса орбитронного типа. Давление остаточных газов в процессе эксперимента не превышало  $5 \cdot 10^{-4}$  Па.

Непосредственно после конденсации пленок  $C_{60}$  осуществлялось легирование фуллерита путем бомбардировки его поверхности низкоэнергетичными ионами висмута. Источником ионов служила плазма вакуумной дуги, сепарированная от нейтральной компоненты (капли, микрочастицы, нейтральный пар) при помощи криволинейного плазмоведа. Облучение фуллерита проводилось ионами висмута со средней энергией  $E_{Vi} = 100$  eV при полуширине их энергетического распределения около 12 eV [12]. При этом, как следует из [13], процессы фрагментации углеродного каркаса молекул  $C_{60}$  практически не наблюдаются.

Структура полученных чистых и легированных висмутом фуллереновых конденсатов исследовалась методом рентгеновской дифрактометрии в излучении медного анода в режиме  $\theta-2\theta$ -сканирования на дифрактометре ДРОН 3М. Наличие и интегральное содержание висмута в пленках определяли по интенсивности аналитической линии  $Vi_{La}$  в спектре рентгеновской флуоресценции на спектрометре „Спрут-2“.

В случае идеального мозаичного кристалла или кристаллического порошка при одинаковых условиях измерений по схеме Дебая абсолютная интенсивность

Выражения для структурных множителей и значения множителей повторяемости для ГЦК-кристаллов металлофуллереновых клатратов

Параметр		<i>hkl</i>			
		111	200	220	311
A1	$F^2$	$16f_m^2$	$16f_m^2$	$16f_m^2$	$16f_m^2$
	$(F^*)^2$	$16(f_m + cf_{Me})^2$	$16(f_m + cf_{Me})^2$	$16(f_m + cf_{Me})^2$	$16(f_m + cf_{Me})^2$
B1	$F^2$	$16(f_m - cf_{Me})^2$	$16(f_m + cf_{Me})^2$	$16(f_m + cf_{Me})^2$	$16(f_m - cf_{Me})^2$
C1	$F^2$	$16f_m^2$	$16(f_m - 2cf_{Me})^2$	$16(f_m + 2cf_{Me})^2$	$16f_m^2$
+/-	$f_m$	+	0	-	-
	$f_{Me}$	+	+	+	+
<i>H</i>		8	6	12	24

дифрагированного излучения может быть приближенно рассчитана из соотношения [14]

$$I_{hkl} = PLGHF^2. \quad (2)$$

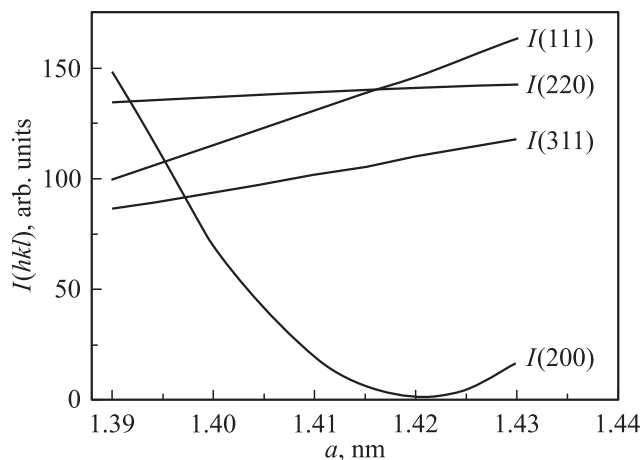
где *P* — поляризационный множитель, *L* — множитель Лоренца, *G* — геометрический множитель условий съемки, *H* — множитель повторяемости,  $F^2$  — структурный множитель, причем  $PLG = (1 + \cos^2 2\theta) / (\sin^2 \theta \cdot \cos \theta)$ ,  $\theta$  — угол сканирования.

#### 4. Результаты

4.1. Теоретический анализ особенностей дифракции рентгеновского излучения кристаллами металлофуллеренов. Условно металлофуллерены с клатратной структурой можно рассматривать либо как твердые растворы внедрения, в узлах кристаллической решетки которых находятся молекулы фуллерена, а в междуузельных позициях — атомы легирующего компонента, либо, если атомы примеси внедрены во внутренние полости молекул фуллерена, как твердые растворы замещения, содержащие молекулы двух сортов:  $C_{60}$  и  $Me@C_{60}$ . В случае стопроцентного заполнения пустот того или иного типа в кристалле фуллерита расположение молекул и атомов металла соответствует координатам атомов в стандартных структурных типах кубической системы. Так, ГЦК-решетка, составленная из эндоэдральных молекул  $Me@C_{60}$ , и ГЦК-решетка чистого фуллерита соответствуют структурному типу меди (A1). ГЦК-фуллерид с атомами металла в октаэдрических междуузлиях соответствует структурному типу NaCl (B1). ГЦК-фуллерид с атомами металла в тетраэдрических междуузлиях соответствует структурному типу  $CaF_2$  (C1) [14,15]. Таким образом, входящие в выражение (2) значения структурных множителей  $F^2$  и множителей повторяемости *H* для модельных структур на основе фуллерита будут аналогичны значениям для соответствующих им стандартных структурных типов кубической системы. Однако в качестве центров рассеяния в таких системах будут выступать молекулы  $C_{60}$ ,  $Me@C_{60}$  и отдельные атомы

металла с соответствующими значениями МФФ молекул и атомных факторов рассеяния. При этом важно отметить, что уменьшение концентрации легирующего компонента, приводящее к неполному заполнению междуузельных или внутримолекулярных пустот, можно рассматривать как растворение вакансий по способу замещения в металлической или молекулярной подрешетке соответственно. Исходя из представлений, описанных в [16], рассеяние рентгеновских лучей таким реальным раствором эквивалентно рассеянию идеальным однокомпонентным кристаллом, состоящим из неких эффективных рассеивающих центров, величина фактора рассеяния которых в линейном приближении пропорциональна коэффициенту заполнения ( $0 < c < 1$ ) компонентами узлов соответствующих подрешеток в реальном кристалле. Так, для металлофуллеренов с различным содержанием эндоэдральных молекул  $Me@C_{60}$  значение МФФ рассеивающих центров может быть представлено как  $(1 - c)f_m + c(f_m + f_{Me}) = (f_m + cf_{Me})$ . Для металлофуллеренов с атомами металла в междуузельных пустотах МФФ молекул  $C_{60}$  будет иметь постоянное значение  $f_m$ , а величина фактора рассеяния внедренного компонента составит  $f_{Me}$ . Таким образом, можно считать, что при уменьшении коэффициента заполнения пустот фуллерита атомами легирующего компонента структурные типы металлофуллеренов остаются неизменными. Однако при определении величины  $F^2$  следует учитывать, что по мере увеличения параметра  $\sin \theta / \lambda$  функция молекулярного рассеяния фуллерена  $f_m$  проходит через нулевое значение и меняет знак в отличие от атомных факторов рассеяния, остающихся положительными. Значения структурных множителей  $F^2$  и знаки функций рассеяния компонентов для главных рентгеновских отражений модельных фуллеридов с кубической решеткой представлены в таблице.

Из таблицы видно, что величина структурного множителя  $(F^*)^2$  для фуллеридов, содержащего молекулы  $Me@C_{60}$ , определяется алгебраической суммой функций рассеяния молекулы  $C_{60}$  и легирующего компонента. Таким образом, инкапсуляция атомов металла во внутреннюю полость молекул  $C_{60}$  должна приводить к увеличению интенсивности отражения (111), а также



**Рис. 2.** Интенсивность дифракционных максимумов как функция параметра решетки фуллерита. Значения  $I(200)$  умножены на 100.

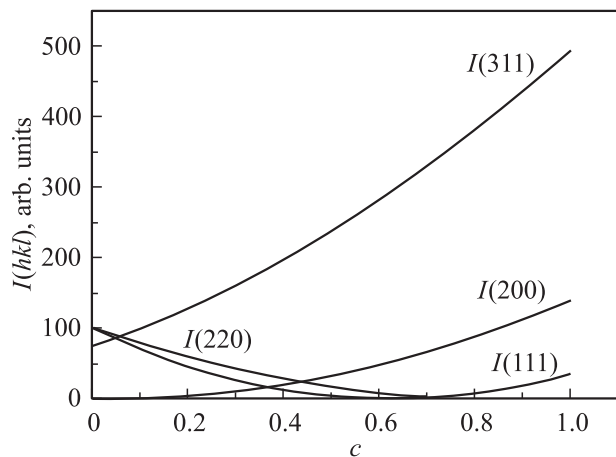
к появлению рефлекса (200). В то же время интенсивности линий (220) и (311) должны уменьшиться, так как функция молекулярного рассеяния  $C_{60}$  на соответствующих данным отражениям углах принимает отрицательные значения.

В случае заполнения атомами примеси октаэдрических пустот решетки фуллерита уменьшаться должны интенсивности отражений (111) и (220), а интенсивности отражений (200) и (311) должны увеличиваться.

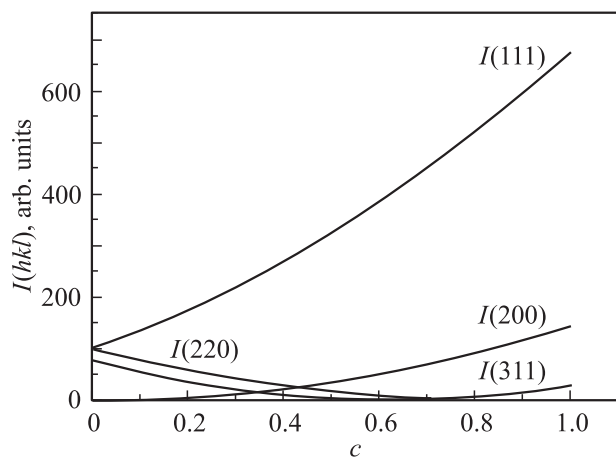
При формировании структуры, в которой атомы примеси расположены в тетраэдрических междуузлиях, отражения (111) и (311) остаются неизменными, в то время как интенсивность отражения (220) должна снижаться.

С целью количественного описания влияния внедренной в фуллерит примеси на вид дифракционной картины были теоретически рассчитаны и построены зависимости интенсивностей рентгеновских отражений от параметра решетки для чистого ГЦК-фуллерита (рис. 2), а также концентрационные зависимости интенсивностей рентгеновских отражений для модельных систем, ГЦК-фуллерид с атомами висмута в октаэдрических междуузлиях кристаллической решетки (рис. 3), ГЦК-фуллерид, сформированный из эндоэдральных молекул  $Bi@C_{60}$  (рис. 4), и ГЦК-фуллерид с атомами серебра в тетраэдрических междуузлиях кристаллической решетки (рис. 5). При расчете зависимостей, приведенных на рис. 3–5, принималось, что параметр решетки легированных фуллеритов имеет постоянное значение и равен  $a = 14.2 \text{ \AA}$ .

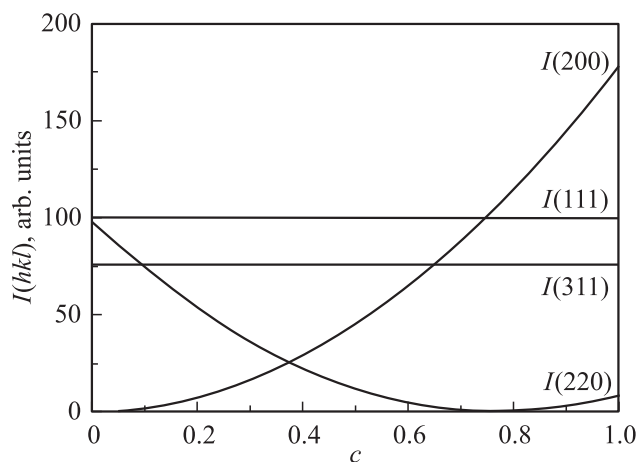
Как видно из рис. 2, изменение параметра решетки чистого фуллерита в различной степени влияет на интенсивности основных максимумов, что приводит к изменению соотношений между этими интенсивностями и появлению отражения (200). При этом наиболее чувствительным к изменению параметра решетки является отношение интенсивностей линий  $I_{111}/I_{220}$ , которое при увеличении параметра решетки от  $a = 13.9$  до  $14.3 \text{ \AA}$



**Рис. 3.** Зависимость интенсивности дифракционных максимумов от коэффициента заполнения октаэдрических пустот ГЦК-кристалла фуллерита атомами висмута.



**Рис. 4.** Зависимость интенсивности дифракционных максимумов от доли эндоэдральных молекул в ГЦК-решетке металлофуллерена.



**Рис. 5.** Зависимость интенсивности дифракционных максимумов от коэффициента заполнения тетраэдрических пустот ГЦК-кристалла фуллерита атомами серебра.

изменяется в интервале 0.74–1.14. Полученные расчетным путем соотношения интенсивностей рентгеновских отражений для чистого фуллерита и их зависимости от параметра решетки находятся в хорошем соответствии с экспериментальными данными рентгеновской дифракции от поликристаллических пленок  $C_{60}$ , а также с литературными данными [9], что указывает на возможность применения выбранной методики расчета для построения теоретических дифрактограмм от поликристаллов модельных фуллеридов и анализа их структуры.

При заполнении структурных полостей кристалла фуллерита атомами металла вид дифракционных картин существенно изменяется (рис. 3–5). Следует обратить внимание на то, что для ряда рефлексов концентрационные зависимости интенсивности не являются монотонными. Если принять, что в чистом ГЦК-фуллерите с параметром решетки  $a = 14.2 \text{ \AA}$  значение интенсивности отражения (111) равно  $I_{111} = 100\%$ , то с увеличением коэффициента заполнения октаэдрических пор интенсивность данного отражения уменьшается до нуля при  $c \approx 0.6$ , а затем снова увеличивается до  $I_{111} \approx 35\%$  при  $c = 1$  (рис. 3). Аналогичным образом меняется интенсивность отражения (220), значение которой достигает нуля при  $c \approx 0.8$ , а при заполнении всех октаэдрических пустот составляет  $I_{220} \approx 2.41\%$ . Повышение содержания висмута в октаэдрических порах фуллерита приводит к появлению отражения (200), интенсивность которого достаточно сильно растет, достигая величины  $I_{200} = 138\%$  при  $c = 1$ . Также существенно повышается интенсивность рефлекса (311): от 75% при  $c = 0$  до 494% при  $c = 1$ , в результате чего данное отражение становится самым сильным.

В фуллериде, содержащем эндоэдральные молекулы  $Bi@C_{60}$ , в интервале  $0 < c < 1$  интенсивность отражения (111) растет от  $I_{111} = 100\%$  до  $I_{111} \approx 675\%$  (рис. 4). Концентрационная зависимость интенсивности рефлекса (311) проходит через минимум в точке  $c \approx 0.6$  ( $I_{311} = 0\%$ ), после которого интенсивность данного отражения повышается до  $I_{311} = 23.3\%$  при  $c = 1$ . Интенсивности отражений (220) и (200) изменяются так же, как и в случае заполнения атомами висмута октаэдрических междуузлий. При этом на дифракционной картине от фуллерида, полностью состоящего из эндоэдральных молекул фуллерена, наиболее интенсивными должны быть отражения серии (111) и (200).

В ГЦК-фуллериде системы  $Ag-C_{60}$  с атомами металла в тетраэдрических междуузлиях концентрационные зависимости интенсивностей отражений (220) и (200) аналогичны соответствующим зависимостям в описанных выше модельных системах, в то время как интенсивности отражений (111) и (311) остаются неизменными во всем концентрационном интервале (рис. 5). Такой ход зависимостей приводит к тому, что при  $c = 1$ , что соответствует составу  $Ag_2C_{60}$ , интенсивность рефлекса (200) составляет  $I_{200} \approx 180\%$  и данное отражение является самым сильным.

Анализ зависимостей, приведенных на рис. 2–5, показал, что интенсивности рентгеновских отражений от металлофуллеренов в общем случае определяются суперпозицией вкладов в интенсивность, связанных как с изменением параметра решетки фуллеритовой матрицы, так и с формированием подрешетки примесных атомов. Причем в случае легирования фуллерита атомами с большим фактором рассеяния вклад примесной подрешетки в интенсивность рефлексов является определяющим. При этом характер перераспределения интенсивностей дифракционных максимумов указывает на тип пустот, преимущественно заполненных атомами примеси, а величина соотношения между интенсивностями различных рефлексов определяется концентрацией примеси, внедренной в решетку. Для фуллеридов со структурным типом меди либо  $NaCl$  наиболее чувствительным параметром к концентрации примеси является отношение интенсивностей отражений (111) и (311), а для фуллеридов со структурным типом  $CaF_2$  — отношение  $I_{(111),(311)}/I_{(220),(200)}$  или  $I_{(220)}/I_{(200)}$ .

4.2. Экспериментальные данные изучения состава и структуры металлофуллереновых конденсатов системы  $C_{60}-Bi$ . По данным рентгеновского флуоресцентного анализа пленки фуллерита, облученные ионами висмута, представляют собой металлофуллереновые конденсаты с интегральным соотношением атомов висмута и молекул фуллерена, равным  $N_{Bi}/N_{C_{60}} \approx 1$ . Экспериментальные дифрактограммы исследуемых образцов (рис. 6) содержат отражения на углах, соответствующих межплоскостным расстояниям кристаллов висмута и ГЦК-фуллерита, что указывает на формирование двухфазной структуры пленок. Однако соотношение интенсивностей рефлексов от ГЦК-фазы данного композита не соответствует характерным значениям для чистого фуллерита. На основе расчетов, описанных в разделе 4.1, был проведен анализ результатов дифрактометрии данных образцов. Тот факт, что

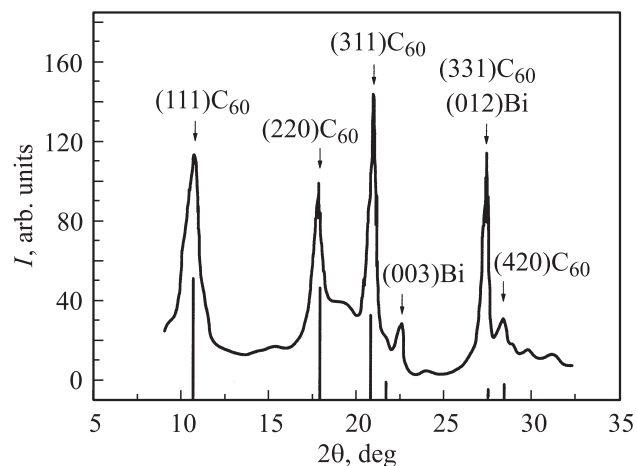


Рис. 6. Экспериментальная дифрактограмма пленки фуллерита, легированной атомами висмута, и штрих-рентгенограмма чистого ГЦК-фуллерита.

наиболее сильной линией на дифрактограмме (рис. 6) является отражение (311), свидетельствует о формировании структуры, в которой часть атомов висмута занимает октаэдрические пустоты ГЦК-кристалла фуллерита. Исходя из величины соотношения  $I_{(111)}/I_{(311)} \approx 0.7$  была проведена оценка коэффициента заполнения висмутом октаэдрических пустот кристалла фуллерита, по результатам которой значение коэффициента заполнения составило  $c \approx 0.1$ .

## 5. Заключение

На основе теории рассеяния проведен анализ особенностей дифракции рентгеновских лучей модельными системами металлофуллереновых клатратов, образованных в результате заполнения атомами легирующего компонента октаэдрических, тетраэдрических и внутримолекулярных пустот ГЦК-кристалла фуллерита. Показано, что формирование легирующим компонентом периодических структур, задаваемых матрицей фуллерита, приводит к значительному изменению соотношения интенсивностей рентгеновских рефлексов, характер и величина которого в общем случае определяется параметром решетки, типом преимущественно формируемой структуры фуллерита, сортом легирующих частиц и концентрацией заполненных атомами металла пустот кристалла фуллерита.

На основе установленных закономерностей проведен анализ структуры конденсированных пленок фуллерита, облученных потоком ускоренных ионов висмута с энергией  $\sim 100$  eV. Экспериментально обнаружено, что ионное облучение приводит к насыщению фуллерита атомами висмута, которые при результирующем соотношении компонентов в пленке  $N_{\text{Bi}}/N_{\text{C}_{60}} \approx 1$  преимущественно сегрегированы в виде отдельной фазы. Однако часть атомов висмута размещается в октаэдрических пустотах ГЦК-кристалла фуллерита, образуя металлофуллереновый клатрат с интегральным коэффициентом заполнения пор, равным  $c \approx 0.1$ .

## Список литературы

- [1] А.В. Елецкий, Б.М. Смирнов. УФН **165**, 9, 977 (1995).
- [2] L. Forro, L. Mihaly. Rep. Prog. Phys. **64**, 649 (2001).
- [3] T. Braun, H. Rausch. Chem. Phys. Lett. **237**, 443 (1995).
- [4] P. Reinke, P. Oelhafen. J. Chem. Phys. **116**, 22, 9850 (2002).
- [5] T. Ohtsuki, K. Masumoto, K. Ohno, Y. Maruyama, Y. Kawazoe, K. Sueki, K. Kikuchi. Phys. Rev. Lett. **77**, 17, 3522 (1996).
- [6] N. Ke, W.Y. Cheung, S.P. Wong, S.Q. Peng. Carbon **35**, 6, 759 (1997).
- [7] W. Zhao, Y. Li, L. Chen. Solid State Commun. **92**, 4, 313 (1994).
- [8] Т.Л. Макарова, В.Г. Мелехин, И.Т. Серенков, В.И. Сахаров, И.Б. Захарова, В.Э. Гасумянц. ФТТ **43**, 7, 1336 (2001).
- [9] Е.В. Шулаков, Р.А. Диланян, О.Г. Рыбченко, В.Ш. Шехтман. Кристаллография **41**, 1, 39 (1996).
- [10] I.F. Mikhailov, V.E. Pukha, O.V. Sobol', V.V. Varganov. Functional Mater. **10**, 2, 266 (2003).
- [11] V. Bernshtein, I. Oref. Phys. Rev. A **63**, 043 201 (2001).
- [12] В.Е. Пуха, И.Ф. Михайлов, А.Н. Дроздов, Л.П. Фомина. ФТТ **47**, 572 (2005).
- [13] А.Н. Дроздов, А.С. Вус, В.Е. Пуха, Е.Н. Зубарев, А.Т. Пугачев. ФТТ **51**, 1034 (2009).
- [14] Л.И. Миркин. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. Физматлит, М. (1961). 863 с.
- [15] Я.С. Уманский, Ю.А. Скаков, А.Н. Иванов, Л.Н. Расторгуев. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. Металлургия, М. (1982). С. 602.
- [16] М.А. Кривоглаз. Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. Наука, М. (1967).