

ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ

УДК 548.55, 54.03, 54.022

ИССЛЕДОВАНИЕ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ КРИСТАЛЛОВ $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ НАПРАВЛЕНИЯ И СКОРОСТИ РОСТА

© 2019 г. М. В. Колдаева¹, Е. Б. Руднева^{1,*}, В. Л. Маноменова¹, А. Э. Волошин¹,
В. М. Масалов², А. А. Жохов², Г. А. Емельченко²

¹ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия

² Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

*E-mail: rudneva.lena@inbox.ru

Поступила в редакцию 22.04.2019 г.

После доработки 22.04.2019 г.

Принята к публикации 26.04.2019 г.

Выращены кристаллы $K_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (KNSH), $K_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (KCSH) и $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (KCNSH) традиционным и ускоренным методом. Измерены микротвердость и длины трещин при индентировании пирамидой Виккерса в зависимости от условий роста кристаллов в целях дальнейшего совершенствования их структуры и свойств. Показано, что с увеличением скорости роста коэффициент интенсивности напряжений кристаллов, характеризующий вязкость разрушения, меняется в зависимости от состава: для KCSH снижается, что связано с увеличением неоднородности; для KCNSH повышается, что объясняется снижением уровня как мозаичной, так и радиальной неоднородности; трещиностойкость сектора $\{110\}$ кристаллов KNSH снижается, а в секторе $\{001\}$ “медленного” кристалла изменения разнонаправлены, что объясняется высокой неоднородностью его состава.

DOI: 10.1134/S0023476119060092

ВВЕДЕНИЕ

Смешанные кристаллы $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (KCNSH) являются перспективным материалом для оптических фильтров УФ-диапазона [1–3]. Они обладают повышенной эффективностью фильтрации излучения из-за взаимного подавления паразитных полос пропускания шестиводных комплексов ионов никеля и кобальта в окрестностях $\lambda = 490$ и $\lambda = 710$ нм. Помимо этого, такие кристаллы обладают повышенной термической устойчивостью по сравнению с кристаллами индивидуальных компонентов [4, 5].

Главным недостатком этих кристаллов является сильная неоднородность состава, свойственная всем многокомпонентным кристаллам и приводящая к генерации высоких внутренних напряжений. По этой причине кристаллы KCNSH склонны к образованию трещин при механических воздействиях. Практически это проявляется как хрупкое разрушение материала при изготовлении из кристаллов оптических элементов. Возможны случаи растрескивания кристалла непосредственно в процессе роста.

Основными типами неоднородности являются зонарность и секториальность, возникающие вследствие вариации условий роста (температуры и пересыщения) и различия в коэффициентах захвата компонентов разными гранями кристалла.

Решение этих проблем достигается за счет обеспечения постоянства температуры и пересыщения в методе температурного перепада, роста только одной грани при выращивании кристаллов в формообразователях и подпиткой раствора по специально рассчитанному закону для компенсации вариаций состава кристалла в начальной переходной области [6, 7]. Комплекс приведенных мер позволяет существенно повысить стойкость смешанных кристаллов KCNSH к механическим воздействиям, тем не менее довольно часто наблюдается их растрескивание при шлифовке и полировке, чего практически не происходит при обработке однокомпонентных кристаллов KNSH и KCSH. Вероятной причиной этого является наличие в смешанных кристаллах таких специфических дефектов, как мозаичная микронеоднородность и радиальная неоднородность [8, 9]. При этом в [9] показано, что оба вида неоднородности уменьшаются при повышении переохлаждения раствора и скорости роста кристалла.

Целью данной работы являлось исследование трещиностойкости (вязкости разрушения) двух- и однокомпонентных кристаллов KCNSH, KNSH и KCSH под действием сосредоточенной нагрузки в зависимости от условий выращивания в целях дальнейшего совершенствования их структуры и свойств.

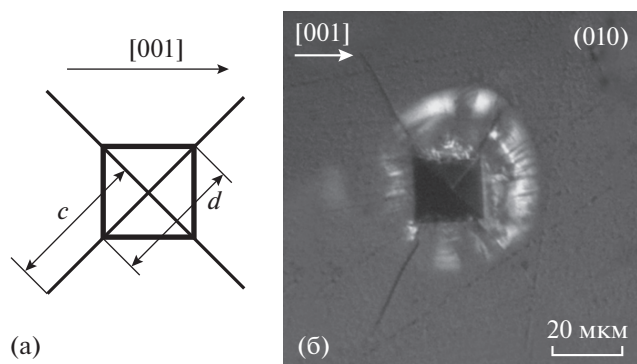


Рис. 1. Схематичное (а) и реальное (б) изображения отпечатка индентора; d — диагональ индентора, c — длина трещины. Фотография кристалла KCSH сделана в отраженном свете, нагрузка на индентор $P = 0.34$ Н.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Выращивание кристаллов. В качестве исходного сырья для выращивания кристаллов KNSH, KCSH и KCNSH использовались реагенты $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (х.ч.), $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (х.ч.), K_2SO_4 (reagent grade).

Кристаллы KNSH и KCSH выращивались из растворов с одинаковым пересыщением в кристаллизаторах объемом 5 л при снижении температуры традиционным и ускоренным методом. Кристаллы KCNSH на затравочных кристаллах с ориентацией поверхности $\{001\}$ и $\{110\}$ выращивали в формообразователях из растворов с соотношением массовых долей KCSH : KNSH = 1 : 2. Для выращивания использовали кристаллизационную установку, которая обеспечивала постоянный состав кристалла благодаря наличию системы подпитки раствора и отбора конденсата. Количественные значения скоростей подпитки и отбора конденсата приведены в [7]. Нормальные скорости роста граней $\{110\}$ и $\{001\}$ приведены в табл. 1.

Приготовление образцов. Образцы для определения микротвердости представляли собой (010)-срезы кристаллов KCSH, KNSH и KCNSH, распиленных нитяной пилой через затравку и отполированных на алмазном порошке до оптического качества. Индентирование пирамидой Виккерса для определения микротвердости H и длин трещин c проводилось в центре секторов роста граней $\{110\}$ и $\{001\}$ в месте, максимально удаленном от затравки. После завершения всех измерений для получения рентгеновской топограммы был приготовлен (010)-срез кристалла KNSH.

Метод определения трещиностойкости по данным индентирования. Вязкость разрушения или трещиностойкость отражает способность материала сопротивляться образованию трещин при действии механической нагрузки. Количественно это свойство характеризуется рядом специфических величин, в частности коэффициентом интенсивности напряжений K . По достижении им

критического значения K_{IC} рост трещины становится спонтанным и неограниченным. Выбор метода измерения K_C (вместо K_{IC}) по длине трещин c , образуемых около отпечатка при индентировании кристаллов пирамидой Виккерса обусловлен, в первую очередь, удобством его применения. Для хрупких анизотропных водорастворимых кристаллов недоступны стандартные способы испытаний на прочность, применяющиеся для металлов (например, ГОСТ 25.506-85). Поскольку целью работы является сравнение трещиностойкости кристаллов KCSH, KNSH и KCNSH, близких по кристаллической структуре и физическим свойствам, в частности, с практически одинаковой микротвердостью, ограничимся измерениями микротвердости, длин трещин c и оценкой K_C при одинаковых условиях эксперимента.

Индентирование пирамидой Виккерса и измерение диагонали восстановленного отпечатка d осуществлялись с помощью стандартной насадки к микроскопу Neophot-21. Длина трещин c измерялась при 500-кратном увеличении с использованием обычной оптической системы аналогичного микроскопа. При индентировании плоскости (010) кристалл размещался таким образом, чтобы измеряемая диагональ отпечатка была расположена к направлению $[001]$ под углом 45° . Именно при такой ориентации кристалла относительно индентора образуются трещины, выходящие из углов отпечатка $[10]$. На рис. 1 схематически показаны измеряемые величины и фото реальных отпечатков на примере кристалла KCSH.

Для выбора рабочей нагрузки для образцов KCSH, KNSH и KCNSH в секторе $\{110\}$ была проведена серия из пяти испытаний для каждой из нагрузок в диапазоне $P = 0.25$ – 0.7 Н. Дальнейшие измерения проводились при оптимальном усилии на индентор $P = 0.34$ Н, когда отношение c/a лежит в диапазоне 2.2–3.0 ($a = d/2$). Микротвердость рассчитывалась стандартным для пирамиды Виккерса способом. Усреднение d проводилось по 20 отпечаткам. За погрешность измерений принималась стандартная статистическая ошибка средней величины $\delta H = 2H(\delta d/d_{st})$, где d_{st} — статистическое среднее по выборке, а δd — стандартная ошибка среднего. В большинстве случаев δH не превышает 2%.

После индентирования и измерения микротвердости образец перемещался на другой микроскоп для измерения длин трещин c в зависимости от времени, прошедшего с момента нанесения отпечатков (0.5–5 ч). Усреднение c проводилось по выборке из 80 трещин (по четыре трещины около каждого отпечатка). Стандартная ошибка среднего δc составляла около 3% во всех случаях.

Метод рентгеновской топографии. Съемка кристалла KNSH проводилась методом проекционной рентгеновской топографии на установке

Таблица 1. Сводная таблица результатов

Сектор	Метод роста	Пересыщение, %	Ско- рость роста, мм/сут	H , ГПа	c , мкм	K_C , МПа $m^{1/2}$
KCSH {110}	Традиционный	0.5	0.50	0.987	30.01	0.119
	Ускоренный	1.7	2.20	0.944	35.50	0.095
	Разница при переходе к ускоренному методу, %			−4.4	18.3	−20.5
KCSH {001}	Традиционный	0.5	0.33	1.006	30.46	0.116
	Ускоренный	1.7	1.45	0.978	35.82	0.092
	Разница при переходе к ускоренному методу, %			−2.8	17.6	−20.5
Разница между секторами по отношению к {110}, %	Традиционные			1.93	1.50	−3.14
	Ускоренные			3.60	0.90	−3.07
KNSH {110}	Традиционный (I)	0.6	0.10	0.943	25.00	0.161
	Ускоренный	2.2	0.45	0.934	34.02	0.102
	Разница при переходе к ускоренному методу, %			−0.9	36.1	−36.7
KNSH {001}	Традиционный (IIa)	0.6	0.07	1.067	37.34	0.083
	Традиционный (IIb)	0.6	0.07	0.967	27.25	0.139
	Ускоренный	2.2	0.62	1.038	31.95	0.106
	Разница при переходе к уско- ренному методу (IIa), %			−2.7	−14.4	28.1
Разница между секторами по отношению к {110}, %	Разница при переходе к уско- ренному методу (IIb), %			7.3	17.2	−23.7
	Традиционный (I–IIa)			13.1	49.4	−48.5
	Традиционный (I–IIb)			2.5	9.0	−13.7
	Ускоренные			11.1	−6.1	4.2
KCNSh {110}	Традиционный	3.0 ($\Delta T = 0.2^\circ\text{C}$)	0.36	0.955	40.24	0.078
	Ускоренный	9.0 ($\Delta T = 0.5^\circ\text{C}$)	0.57	1.059	33.22	0.099
	Разница при переходе к ускоренному методу, %			10.9	−17.5	26.6
KCNSh {001}	Традиционный	3.0 ($\Delta T = 0.2^\circ\text{C}$)	0.66	0.971	41.34	0.074
	Ускоренный	3.0 ($\Delta T = 0.5^\circ\text{C}$)	1.10	0.969	33.22	0.103
	Разница при переходе к ускоренному методу, %			−0.2	−19.6	39.0
Разница между секторами по отношению к {110}, %	Традиционные			1.7	2.7	−4.8
	Ускоренные			−8.5	0.0	4.5

ДТС в излучении $\text{MoK}_{\alpha 1}$ на пластинки для ядер-
ных исследований с толщиной эмульсии 10 мкм.
Использовалось отражение от плоскостей (201) с
углом Брэгга $\theta = 6.5^\circ$.

РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис. 2 приведены результаты измерений
длин трещин c в зависимости от времени, про-
шедшего с момента нанесения отпечатков, для

трех монокристаллов KCSH, KNSH и KCNSh.
Круглыми точками отмечены данные для кри-
сталлов, выращенных традиционным, треуголь-
ными — ускоренным методом. Для каждого со-
става измерялись трещины в секторах роста гра-
ней {110} и {001}, результаты показаны на рис. 2
темными и светлыми значками соответственно.
Как видно на рис. 2, в выбранном диапазоне вре-
мен для всех трех составов длина трещин практи-

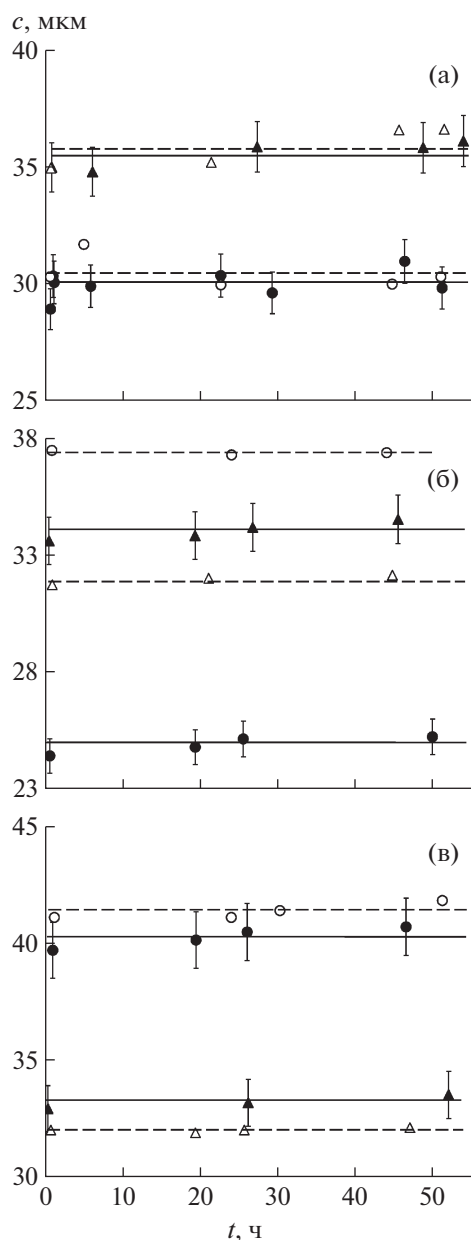


Рис. 2. Зависимость длины трещин c в кристаллах KCSH (а), KNSH (б) и KCNSH (в) от времени t , прошедшего после индентирования. Темные и светлые круглые точки — для кристаллов, выращенных традиционным методом. Темные и светлые треугольники — для кристаллов, выращенных ускоренным методом. Горизонтальные линии — среднее по измерениям, сделанным в разное время, сплошные — для сектора $\{110\}$, штриховые — для сектора $\{001\}$.

чески не меняется или меняется столь незначительно, что этим можно пренебречь. Это означает, что полное раскрытие и затормаживание трещин произошли уже в процессе индентирования и сразу после, что заняло не более чем 0.5 ч (1800 с). В стеклах смена характера роста длины трещин с быстрого на медленный после индентирования происходит при характерных временах

тоже около 2000 с [11]. Таким образом, к моменту начала измерений длин трещин все стадии их развития были завершены, внутренние напряжения зоны разрушения, сформированной вокруг отпечатка, уже закончили свое действие и все образцы находились в равных условиях. Результат усреднения всех измеренных в разное время длин трещин отображен на рис. 2 сплошными (сектор $\{110\}$) и штриховыми (сектор $\{001\}$) линиями. Стандартное отклонение при таком усреднении значительно ниже стандартной ошибки по отдельным выборкам. Именно эти усредненные значения c приведены в табл. 1 для дальнейшего сравнения.

Для расчета коэффициента вязкости разрушения K_C была использована эмпирическая формула для пирамиды Виккерса, полученная в [12] для ряда хрупких стекол и керамик:

$$K_C = (0.016 \pm 0.004) \sqrt{E/H} (P/c^{3/2}), \quad (1)$$

где E — модуль Юнга, H — микротвердость, c — длина трещины (рис. 1а), P — прилагаемая нагрузка на индентор (0.34 Н во всех проведенных экспериментах). Авторы не располагают литературными данными о величине E для кристаллов KCSH, KNSH и KCNSH, однако это затруднение можно обойти. Все кристаллы близки по структурным данным, одинаковым образом ориентированы относительно прилагаемой нагрузки и имеют близкую микротвердость. Поэтому для грубой оценки K_C было взято значение $E = 13H_{\text{ср}}$, где $H_{\text{ср}}$ — среднее значение микротвердости по всем измеренным результатам. Коэффициент 13 наиболее характерен для приведенных в [12] материалов. При сравнении полученных значений K_C с данными для других материалов [11–13] оказалось, что исследуемые монокристаллы имеют значительно меньший (в 7 и более раз) коэффициент вязкости разрушения.

В табл. 1 приведены полученные значения микротвердости H , длин трещин c и коэффициента вязкости разрушения K_C для разных секторов и скоростей роста кристаллов трех составов. Для наглядности относительная разница в параметрах, возникающая при смене скорости роста, выделена жирным шрифтом. Зависимость длины трещин от скорости роста также представлена на рис. 3, стрелками показаны переходы от традиционного к ускоренному методу роста.

При переходе к ускоренному росту в кристаллах KCSH длина трещин увеличивается на 18.3 и 17.6% для секторов $\{110\}$ и $\{001\}$ соответственно, а в кристаллах KCNSH, напротив, уменьшается на 17.5 и 19.6%. Однако для кристаллов обоих соединений различия H и c между секторами одного и того же образца незначительны для обоих методов роста.

В то же время в кристаллах KNSH измерения дали неоднозначные результаты. В кристалле, выращенном традиционным способом, вначале

были проведены измерения в областях I сектора {110} и IIa сектора {001}. Оказалось, что измеренная микротвердость различается на 13%, а длина трещин в области IIa (сектор {001}) значительно, на 49%, выше, чем в области I (сектор {110}) (рис. 3, табл. 1). При ускоренном методе роста разница между секторами в значениях микротвердости уменьшается незначительно, а изменения длин трещин меняют знак и уменьшаются по модулю — различие между секторами становится (–6)%.

В отличие от кристаллов KCSH и KCNSH, в которых при переходе к ускоренному росту длина трещин в разных секторах меняется одинаковым образом (либо уменьшается, либо увеличивается для обоих секторов), в кристалле KNSH ускорение роста приводит к разнонаправленным изменениям в секторах {110} и {001}, если сравнение проводится с точками I и IIa “медленного” кристалла (рис. 3). Причиной этого является очень большая разница между длинами трещин, измеренных в этих точках. При этом если для сектора {110} переход от традиционного к ускоренному способу соответствует направлению в изменении свойств кристалла KCSH, то для сектора {001} наблюдается противоположная тенденция.

Для проверки однородности свойств сектора {001} кристалла KNSH, выращенного традиционным способом, были проведены измерения в другой области этого сектора (точка IIb в табл. 1 и на рис. 3). В этом случае уменьшились различия между секторами, а изменение свойств при переходе к ускоренному росту пришло в согласие с данными по кристаллу KCSH.

На рис. 4 представлена рентгеновская топограмма образца “медленного” кристалла KNSH, на котором проводились измерения. Можно видеть, что область измерений I целиком располагается в пределах одной полосы роста S1, причем вариации параметра решетки в соседних полосах не очень велики, о чем говорит слабая интенсивность их контраста. Области измерений IIa и IIb также располагаются в пределах одной полосы S2, однако область IIa лежит вблизи границы B между полосами S2 и S3, тогда как область IIb находится вдали от нее.

Что касается кристаллов, выращенных ускоренным способом, то во всех случаях увеличение скорости роста выравнивает разбросы трещиностойкости как между секторами, так и между кристаллами разных составов, что видно по горизонтальной линии на рис. 3.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Наиболее логичным объяснением наблюдаемых результатов представляется их связь с уровнем внутренних напряжений в кристаллах. Так, в кристаллах KCSH при увеличении скорости роста существенно увеличивается как секториальная, так и зонарная неоднородность, что приводит к

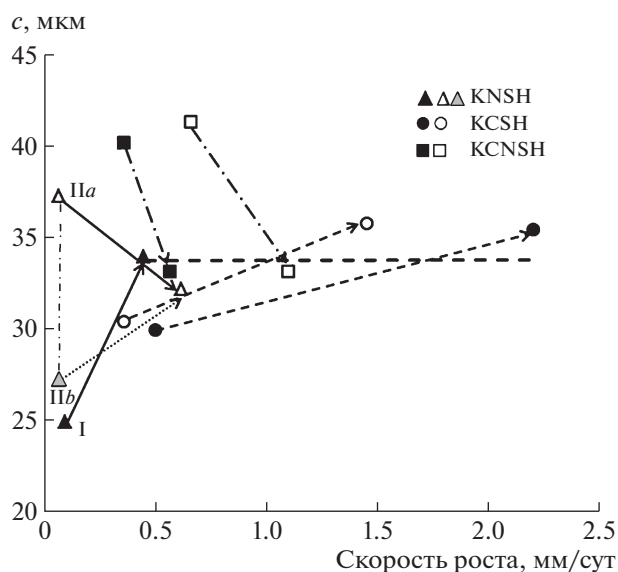


Рис. 3. Зависимость средних длин трещин c в кристаллах KNSH, KCSH и KCNSH от скорости роста для секторов {110} и {001} (темные и светлые точки соответственно). Стрелки отображают переходы от традиционного к ускоренному методу роста (сплошные — для KNSH, штриховые — для KCSH, штрихпунктирные — для KCNSH). Римские цифры соответствуют зонам, показанным на топограмме на рис. 4.

возрастанию в них уровня внутренних напряжений [14]. Этим объясняется снижение их трещиностойкости при увеличении скорости роста. В смешанных кристаллах — напротив, и данные исследования мозаичной микронеоднородности, и данные по радиальной неоднородности свидетельствуют об их уменьшении при увеличении скорости роста (пересыщения) [9]. Поэтому изначально низкая трещиностойкость “медленных” кристаллов KCNSH существенно повышается для “ускоренных”.

Что касается “аномального” поведения “медленного” кристалла KNSH, то, по всей видимости, проблема заключается в неоднородности его свойств.

При росте из растворов основным механизмом образования зонарной неоднородности является конкуренция вицинальных холмиков, когда при изменении пересыщения ступени более активного холмика закрывают поверхность менее активного. Поэтому на границе слоев, образованных ступенями от разных источников, параметр решетки меняется скачком [15]. На рис. 4 разница в контрасте изображений полос S2 и S3 указывает на высокое несоответствие параметров решетки. Качественная оценка уровня возникающих при этом упругих напряжений может быть дана следующим образом. Измерения контраста, выполненные в программе OriginPro 9.0.0, показывают, что вариации контраста между полосами S2 и S3 составляют ~17%. Тогда при угловой ширине дифракционного максимума в однокристалльной

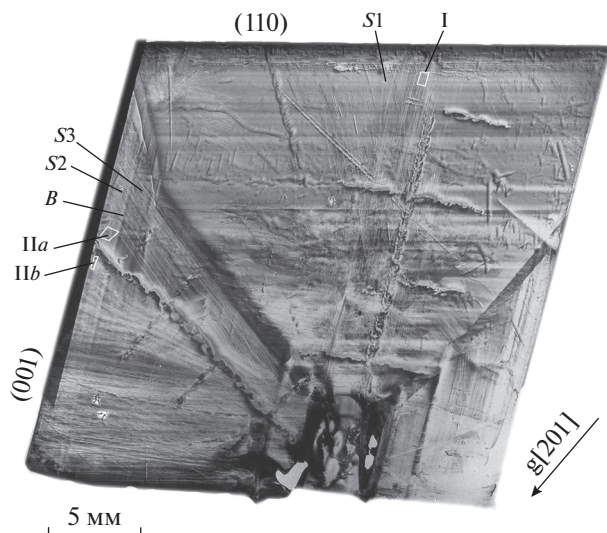


Рис. 4. Рентгеновская топограмма кристалла KNSH, выращенного традиционным способом. I, IIa и IIb — области, в которых проводились измерения, S1, S2, S3 — полосы роста, B — граница между полосами роста S2 и S3.

схеме 0.5° угловое смещение равно $\Delta\theta = 0.5^\circ \times 0.17 \approx 0.09^\circ$. При значении угла Брэгга $\theta = 6.5^\circ$ деформация Dd/d (d — межплоскостное расстояние) составляет $\Delta d/d = \Delta\theta \operatorname{ctg} \theta = 0.014$. Согласно принятой оценке $E = 13H_{\text{ср}}$, тогда возникающие в окрестности границы B (рис. 4) упругие напряжения $\sigma = EDd/d \sim 0.2$ ГПа. Это позволяет оценить неопределенность реально действующих в конкретном месте напряжений как 20%. При образовании трещин различие фона внутренних напряжений в локальных местах должно приводить к разбросу получаемых результатов, что и наблюдается на рис. 3 на примере KNSH. Возможно, деформации решетки в окрестности межзональной границы являются дополнительной причиной увеличения длины трещин s и, в соответствии с формулой (1), снижения $K_{\text{С}}$.

Зонарная неоднородность в данном кристалле представляет собой систему плоских слоев, перпендикулярных его поверхности на рис. 4. Соответственно релаксация упругих напряжений возможна только в одном направлении — по нормали к этим слоям, т.е. имеет место одномерное упругое состояние [16]. В этом случае с расстоянием упругие напряжения убывают довольно медленно, как $\sim 1/r$ (r — расстояние от границы B), и значительная часть участка IIa может находиться в области их действия.

В любом случае разброс данных в секторе {001} “медленного” кристалла KNSH показывает, что на результаты измерений сильно влияет однородность свойств кристалла. Этот вопрос требует дополнительных детальных исследований распределения трещиностойкости по поверхности об-

разцов при сопоставлении результатов с данными рентгеновской топографии.

ВЫВОДЫ

Проведено сравнительное исследование трещиностойкости кристаллов KCNSH, KCSH и KNSH. Обнаружено, что с увеличением скорости роста:

- трещиностойкость кристаллов KCSH снижается, что связано с увеличением их неоднородности (было показано ранее);
- трещиностойкость кристаллов KCNSH повышается, что объясняется снижением уровня как мозаичной, так и радиальной неоднородности при увеличении скорости роста (переохлаждения);
- трещиностойкость сектора {110} кристаллов KNSH снижается, а измерения, проведенные в секторе {001} “медленного” кристалла, приводят к разнонаправленным изменениям, что объясняется высокой неоднородностью его состава.

В целом этот результат подтверждает обнаруженные закономерности образования мозаичной и радиальной неоднородности в кристаллах KCNSH, а также указывает одно из направлений повышения трещиностойкости этих кристаллов.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант № 15-12-00030).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhuang X., Su G., He Y., Zheng G. // Cryst. Res. Technol. 2006. V. 41(10). P. 1031.
2. Polovinko I.I., Rykhlyuk S.V., Koman V.B., Karbovnyk I.D. // J. Appl. Spectrosc. 2009. V. 76(1). P. 116.
3. Васильева Н.А., Григорьева М.С., Гребенев В.В., Волошин А.Э. // Кристаллография. 2013. Т. 58. № 4. С. 630.
4. Руднева Е.Б., Маноменова В.Л., Колдаева М.В. и др. // Кристаллография. 2017. Т. 62. № 6. С. 937.
5. Руднева Е.Б., Маноменова В.Л., Сорокина Н.И. и др. // Письма в ЖЭТФ. 2018. Т. 108. № 12. С. 815.
6. Masalov V.M., Vasilyeva N.A., Manomenova V.L. et al. // J. Cryst. Growth. 2017. V. 475. P. 21.
7. Voloshin A.E., Manomenova V.L., Rudneva E.B. et al. // J. Cryst. Growth. 2018. V. 500. P. 98.
8. Григорьева М.С., Васильева Н.А., Артемов В.В., Волошин А.Э. // Кристаллография. 2014. Т. 59. № 2. С. 317.
9. Васильева Н.А., Руднева Е.Б., Маноменова В.Л. и др. // Кристаллография. 2019. Т. 64. № 5. С. 812.
10. Сизова Н.Л., Новикова Н.Е., Маноменова В.Л. и др. // Кристаллография. 2016. Т. 61. № 3. С. 425.
11. Deriano S., Jarry A., Rouxel T. et al. // J. Non-Cryst. Solids. 2004. V. 344. P. 44.
12. Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R., Marshall D.B. // J. Am. Ceram. Soc. 1981. V. 64. P. 533.
13. Gong J., Wang J., Guan Z. // J. Mater. Sci. 2002. V. 37. P. 865.
14. Руднева Е.Б., Маноменова В.Л., Волошин А.Э. // Кристаллография. 2018. Т. 63. № 6. С. 963.
15. Smolsky I.L., Voloshin A.E., Zaitseva N.P. et al. // Philos. Trans. R. Soc. London. A. 1999. V. 357. P. 2631.
16. Indenbom V.L., Kroupa F. // Czech. J. Phys. B. 1979. V. 29. № 4. P. 338.