

РОСТ И ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЭВОЛЮЦИЯ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ
КРИСТАЛЛОВ $\text{Pr}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ ИЗ СЕМЕЙСТВА ЛАНГАСИТА© 2020 г. А. П. Дудка^{1,*}, А. М. Балбашов²¹ Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова ФНЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия² Национальный исследовательский университет “МЭИ”, Москва, Россия

* E-mail: dudka@crys.ras.ru

Поступила в редакцию 18.06.2019 г.

После доработки 03.10.2019 г.

Принята к публикации 03.10.2019 г.

Методом бестигельной зонной плавки выращены кристаллы $\text{Pr}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ из семейства лангасита. Проведено их рентгеноструктурное исследование при 16 температурах в диапазоне 94–293 К. Эксперимент ультравысокого разрешения при 94 К дал наиболее точную модель структуры: пр. гр. $P321$, $Z = 1$, $a = 8.07636(4)$, $c = 5.06586(2)$, $R1/wR2 = 1.192/1.185\%$ и $\Delta\rho_{\min}/\Delta\rho_{\max} = -0.93/+0.79$ э/Å³ для 3852 независимых рефлексов и 123 уточняемых параметров. По многотемпературным данным с использованием расширенных моделей Эйнштейна и Дебая оценена температурная эволюция параметров смещений атомов. Выделены статистические компоненты атомных смещений и определены характеристические температуры Эйнштейна и Дебая для атомов структуры. Структурные аномалии не обнаружены.

DOI: 10.31857/S0023476120020058

ВВЕДЕНИЕ

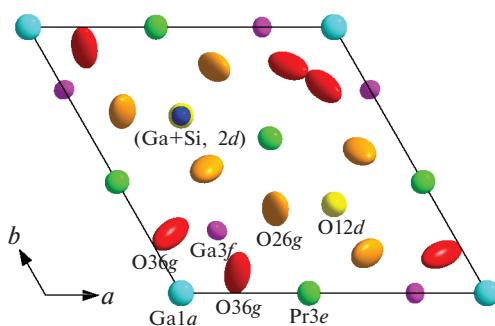
С момента своего открытия кристаллы семейства лангасита (структурный тип $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_4\text{O}_{14}$, $a \sim 8.5$, $c \sim 5.1$ Å, пр. гр. $P321$, $Z = 1$ [1, 2]) привлекают большое внимание исследователей благодаря разнообразию полезных физических свойств и большому количеству возможных составов.

Рассмотрим строение кристаллов семейства лангасита на примере исследуемого соединения $\text{Pr}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ (PGS). Четыре катионных позиции в кристаллах семейства лангасита A_3BCDO_{14} занимают в элементарной ячейке позиции Уайкова 3e ($A = \text{Pr}$, ось симметрии 2: обычно записан первым в химической формуле), 1a ($B = \text{Ga}$, пересечение осей симметрии 3 и 2), 3f ($C = \text{Ga}$, ось симметрии 2) и 2d ($D = \text{Si}$, ось симметрии 3). Три независимые позиции, одна частная позиция 2d (ось симметрии 3) и две общих 6g, заполнены атомами кислорода (рис. 1).

Кристаллы семейства лангасита используются для генерации лазерного излучения и как нелинейно-оптические элементы [3]. Они являются эффективными акустическими и пьезоэлектрическими материалами [4]. В последние годы большой интерес привлекли соединения этого семейства, содержащие магнитные катионы [5–7]. В частности, было обнаружено, что в лангаситах, содержащих ионы железа в позициях 3f, наблюдается антиферромагнитное упорядочение с темпе-

ратурой Нееля T_N около 30 К, что приводит к мультиферроидным свойствам таких соединений [8, 9].

Поиск соединений, обладающих нужными мультиферроидными характеристиками при нормальных условиях, пока не увенчался успехом. Получены свидетельства [10], что при повышении давления происходит перестройка структуры и, возможно, магнитное упорядочение в $\text{Ba}_3\text{NdFe}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ (Fe в позиции 3f). Исследования методом ядерного магнитного резонанса на ядрах галлия $^{69,71}\text{Ga}$ и кремния ^{29}Si в $\text{Nd}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ [11] – неодимовом аналоге лангасита $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ – об-

Рис. 1. Проекция структуры PGS на плоскость ab элементарной ячейки.

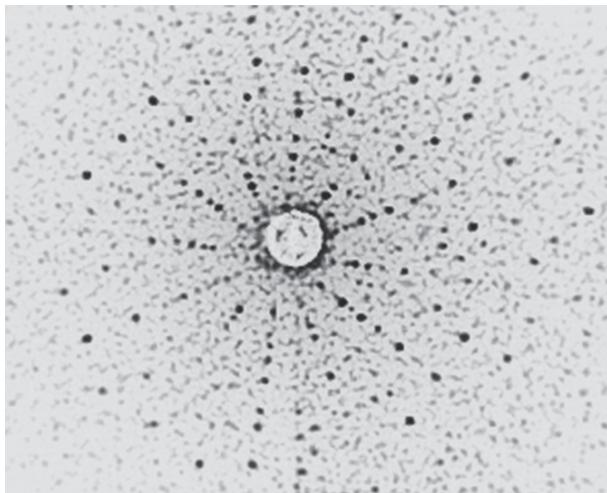


Рис. 2. Лауэграмма кристалла PGS.

наружили большой разброс в локальном окружении атомов неодима (позиция $3e$), который приводит к неупорядоченным обменным связям. В последние годы интенсивно исследуют [12, 13] магнитные свойства празеодимового аналога лангасита PGS, структура которого опубликована в [4, 14]. Однако мультиферроидных свойств у него также не обнаружено. Можно предположить, что для практического применения лангаситов, обладающих мультиферроидными свойствами, кристаллы должны обладать более сложной структурой. Было бы интересно вырастить кристалл, в котором сосуществуют две различные магнитные подсистемы – из атомов в позиции $3e$ и атомов в позиции $3f$.

Примером подобной системы являются ферробораты редкоземельных элементов, $R\text{Fe}_3(\text{BO}_3)_4$. Ферробораты характеризуются рядом выраженных мультиферроидных свойств [15, 16], в частности в них наблюдаются повышенная по сравнению с лангаситами температура перехода в магнитоупорядоченное состояние и зависимость температуры фазового перехода от заселенности позиции с редкоземельным элементом [17].

Наиболее совершенные лангаситы [18] выращены методом Чохральского. Соединения, содержащие железо в позиции $3f$, вырастить труднее, это сделано методом зонной плавки [19, 20]. Вероятно, соединения с двумя магнитными подсистемами проще вырастить таким же методом.

Из-за сложностей роста таких соединений первым шагом на пути их создания стал рост кристалла PGS, описанный в настоящей работе. Также в работе выполнены оценка дифракционного качества полученных кристаллов и поиск структурных предпосылок перехода в магнитоупорядоченное состояние. Для выявления аномалий, таких как неявные фазовые переходы, частичные

упорядочения и квантовые критические точки, использована программа DebyeFit, анализирующая атомные смещения [21]. Таким образом, целью настоящей работы являются рост монокристаллов PGS, сравнение атомного строения кристаллов в широком диапазоне температур и поиск аномалий в температурной динамике структурных параметров.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Рост монокристалла PGS. Кристаллы PGS выращены методом бестигельной зонной плавки на ростовой аппаратуре УРН-2-ЗП в воздушной среде. Исходные реагенты Pr_6O_{11} , Ga_2O_3 , SiO_2 (все квалификации ОСЧ) просушивали при температуре 200°C и взвешивали на электронных весах METTLER в нужных количествах в соответствии с химической формулой. Смешивание проводили в механическом миксере в течение 15 мин. Предварительный обжиг смеси выполняли на воздухе при температуре 1200°C в течение 6 ч. После измельчения смешанного продукта проводилось прессование стержней диаметром 10 мм и длиной 80 мм в оболочках из латексной резины в изостатическом прессе под давлением 1500 атм. Окончательный обжиг стержней выполняли при температуре 1250°C в течение 6 ч. После обжига механической обработкой изготавливались стержни цилиндрической формы диаметром 8 мм и длиной 70 мм с одним заостренным концом – это были заготовки для выращивания монокристаллов зонной плавкой со световым нагревом.

В качестве затравки использовали стержни сечением $3 \times 3 \text{ мм}^2$ и длиной 15 мм, вырезанные из монокристалла $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$. Затравки вырезали после рентгеновской ориентации кристалла на установке лауэ-съемки фирмы Photonic Science. Выращивание кристаллов проводили при следующих режимах: линейная скорость выращивания (синхронное движение затравки и питающего стержня) – 2 мм/ч, частота вращения кристалла – 30 об./мин, частота вращения питающего стержня – 1 об./мин, температура печи отжига кристалла в процессе выращивания – 1200°C. После выращивания кристалл дополнительной термообработке не подвергался. Типичные размеры выращенных монокристаллов: диаметр 4–7 мм, длина 40–50 мм. Качество выращенного монокристалла оценивали по структуре лауэграммы (рис. 2). Оценку блочности монокристалла проводили, проверяя совпадение лауэграмм, полученных с разных точек поперечного сечения кристалла.

Структура монокристалла PGS. Для повышения достоверности результатов дифракционного исследования образец PGS был обкатан в эллипсоид с диаметрами 0.36–0.39 мм. 16 Дифракцион-

ных экспериментов выполнены на дифрактометре Xcalibur с CCD-детектором EOS S2 (Rigaku Oxford Diffraction) при номинальных температурах 86, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200, 230, 260, 293 К. В соответствии с калибровкой [22] температура образца при съемке равна 94, 97, 107, 116, 125, 134, 143, 153, 162, 172, 181, 191, 201, 230, 260, 293 К. Эксперимент при 94 К (здесь и далее указана реальная температура) снят в ультравысоком разрешении до угла рассеяния $\theta = 74.5^\circ$, остальные – до $\theta = 48.5^\circ$.

Расчет интегральных интенсивностей проведен в программе CrysAlisPro [23]. Обработка данных включала в себя: учет геометрических особенностей съемки (поправка Лоренца) и коррекцию на поляризацию излучения; поправку на эффект теплового диффузного рассеяния [24]; калибровку дифрактометра [25]; коррекцию интенсивностей на поглощение излучения [26]; учет эффекта экстинкции смешанного типа в модели [27] и уточнение вклада половинной длины волны [28]. Введение всех коррекций и уточнение структурных параметров выполнены в программе ASTRA [29]. Синтезы Фурье электронной плотности построены с использованием программы Jana2006 [30]. Характеристические температуры Эйнштейна и статические смещения атомов рассчитаны по программе DebyeFit [21].

Все этапы исследования (подготовка образца, единственная установка образца во время всей экспериментальной серии, задание для съемки, обработка данных) были ориентированы на проведение единообразных операций для получения согласованных по температуре результатов. Детали сбора данных и уточнения структуры PGS приведены в табл. 1. Информация о структуре депонирована в Кембриджский банк данных (CCDC № 1967750).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Структура PGS уточнена в пр. гр. $P321$, $Z = 1$, в ангармоническом приближении смещений атомов. Достигнуты следующие критерии уточнения для исследования при 94 К: $R1/wR2 = 1.192/1.185\%$ и $\Delta\rho_{\min}/\Delta\rho_{\max} = -0.93/+0.79 \text{ э/}\text{\AA}^3$ для 3852 независимых рефлексов и 123 уточняемых параметров. Учет ангармонической составляющей смещений атомов имеет высокую статистическую значимость: возврат к гармонической модели повышает R -факторы уточнения до $R1/wR2 = 1.605/1.625\%$ и ухудшает остаточные пики на разностных фурье-синтезах до $\Delta\rho_{\min}/\Delta\rho_{\max} = -2.66/+2.34 \text{ э/}\text{\AA}^3$. Выбор ранга тензоров атомных смещений (6322443 в обозначениях [31]: смещения атомов $\text{Gd}(3e)$ имеют ангармонические компоненты до шестого ранга, $\text{Ga}(1a)$ – до третьего, $\text{O}1(2d)$ и $\text{O}2(6g)$ – до четвертого, а $\text{O}3(6g)$ – до третьего) сделан с помо-

Таблица 1. Кристаллографические характеристики, данные эксперимента и результаты уточнения модели структуры кристалла PGS при 94 К

$T, \text{ К (реальная)}$	94
$a, c, \text{ \AA}$	8.07636(4), 5.06586(2)
$V, \text{ \AA}^3$	286.165(2)
$\mu, \text{ mm}^{-1}$	24.27
Дифрактометр	Xcalibur EOS S2 CCD
Излучение; $\lambda, \text{ \AA}$	$\text{Mo}K_\alpha; 0.71073$
Тип сканирования	ω
Пределы h, k, l	$-21 \leq h \leq 21, -19 \leq k \leq 20,$ $-13 \leq l \leq 13$
$\theta_{\max}, \text{ град}$	74.5
Число измеренных рефлексов	29518
Избыточность*	7.44
$\langle \sigma(F^2)/F^2 \rangle$	0.0256
$R1_{\text{ycp}}(F^2)/wR2_{\text{ycp}}(F^2), \%$	3.49/6.17
Число рефлексов/параметров в уточнении	3852/123
$R1(F)/wR2(F), \%$	1.193/1.185
S	1.002
$\Delta\rho_{\min}/\Delta\rho_{\max}, \text{ э/}\text{\AA}^3$	-0.93/0.79

Примечание 1. Для остальных 15 экспериментов измерено по 8350–8380 рефлексов до угла разрешения $\theta_{\max} = 48.5^\circ$, уточнение завершено при $R1(|F|) \sim 1.5\text{--}1.7\%$ для 1700–1730 независимых рефлексов.

Примечание 2. $R1(|F|) = \sum |F_{\text{obs}}| - |F_{\text{calc}}| / \sum |F_{\text{obs}}|$; $wR2(|F|) = \sqrt{\sum w(|F_{\text{obs}}| - |F_{\text{calc}}|)^2 / \sum w(F_{\text{obs}})^2}$.

* Избыточность – отношение числа измеренных рефлексов к числу независимых рефлексов, используемых в уточнении.

щью эксперта ангармонического движения [32]. Следовательно, дифракционное качество PGS сопоставимо с качеством железосодержащих лан-гаситов [19, 20]. Координаты атомов и параметры атомных смещений кристалла PGS при реальной температуре 94 К даны в табл. 2 и 3.

Отклонения от теоретической температурной зависимости наблюдаемых параметров атомных смещений $u_{\text{obs}} = U_{\text{eq}}$ свидетельствуют о произошедшей [17] или потенциально возможной структурной перестройке. Программа DebyeFit [21] сравнивает многотемпературный набор $u_{\text{obs}}(T)$ с расчетными величинами $u_{\text{calc}}(T) = u_{\text{zero}} + u_{\text{static}} + u_{\text{temp}}(T)$, разделяя таким образом квантовые нулевые колебания u_{zero} , статические смещения атомов u_{static} и динамические тепловые колебания $u_{\text{temp}}(T)$. Также DebyeFit оценивает температуры Дебая (T_D) и Эйнштейна (T_E), характеризующие максимальные и средние частоты колебаний атомов соответственно.

Полученное в настоящей работе отличное согласование величин атомных смещений подтверждено низкими факторами расходимости модель–эксперимент: $R \sim 1\%$ (рис. 3, 4, табл. 4). Хо-

Таблица 2. Координаты, эквивалентные тепловые параметры U_{eq} , заселенности Q и эллипсоидальности ϵ [33] смещений атомов в кристалле PGS в ангармонической модели при 94 К

Атом	x/a	y/b	z/c	Q	$U_{eq}, \text{ \AA}^2$	ϵ
Pr(3e)	0.41811(2)	0	0	1.0	0.00699(3)	0.0187
Ga(1a)	0	0	0	1.0	0.0079(1)	0.0229
Ga(3f)	0.76482(1)	0	1/2	1.0	0.0061(1)	0.0146
(Ga + Si)(2d)	1/3	2/3	0.53513(3)	0.5 + 0.5	0.0051(2)	0.0044
O1(2d)	1/3	2/3	0.1973(6)	1.0	0.0113(8)	0.0137
O2(6g)	0.4665(3)	0.3168(3)	0.3117(4)	1.0	0.0150(5)	0.0413
O3(6g)	0.2222(4)	0.0766(4)	0.7612(4)	1.0	0.0164(2)	0.0594

Таблица 3. Характеристики смещений атомов $U_{ij} (\text{ \AA}^2)$ в кристалле PGS в ангармонической модели при 94 К

Атом	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
Атом	0.00833(4)	0.00915(5)	0.00378(3)	0.00457(3)	0.00026(2)	0.00052(5)
Pr(3e)	0.01004(4)	0.0100(3)	0.00370(3)	0.0050(3)	0.0	0.0
Ga(1a)	0.00546(2)	0.00635(3)	0.00667(2)	0.0032(4)	-0.001098(9)	-0.0022(3)
Ga(3f)	0.00545(3)	0.0055(4)	0.00439(3)	0.0027(4)	0.0	0.0
(Ga + Si)(2d)	0.0096(6)	0.010(1)	0.0148(8)	0.005(1)	0.0	0.0
O1(2d)	0.0119(5)	0.0178(9)	0.0163(5)	0.0083(6)	0.0078(4)	0.0077(4)
O2(6g)	0.0165(3)	0.0260(4)	0.0128(2)	0.0152(3)	0.0068(2)	0.0126(2)

Таблица 4. Температуры Эйнштейна и Дебая, среднеквадратичные значения статических сдвигов и нулевых колебаний в кристалле PGS

Атом, позиция	$T_E, T_D, \text{ K}$	$u_{static}, \text{ \AA}^2$	$u_{zero}, \text{ \AA}^2$	$R, \%$
Pr(3e), T_E	111.6(7)	0.00442(5)	0.00154	0.55
Ga(1a), T_E	160(2)	0.00707(8)	0.00218	0.48
Ga(3f), T_E	157(1)	0.00506(9)	0.00222	0.53
(Ga, Si)(2d), T_E	192(2)	0.00425(6)	0.00258	0.87
O1(2d), $T_E - T_D$	286(8)–500(13)	0.0111(4)	0.00530	1.97
O2(6g), $T_E - T_D$	283(5)–495(8)	0.0149(2)	0.00536	1.23
O3(6g), $T_E - T_D$	287(5)–504(9)	0.0150(2)	0.00527	1.18

рошая подгонка свидетельствует об отсутствии структурных аномалий. Некоторое отклонение от теоретической зависимости наблюдается для смещений атомов кислорода в области 130–140 К, но имеющихся данных для анализа недостаточно.

Необычной является почти совпадающая динамика смещений двух атомов кислорода O2(6g) и O3(6g), которые имеют разное окружение. Второй необычный момент – температуры Дебая для атомов кислорода довольно низкие. Максималь-

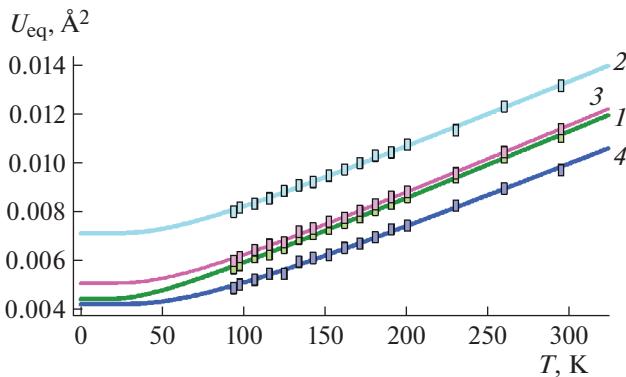


Рис. 3. Эквивалентные параметры смещений U_{eq} катионов: 1 – Pr(3e), 2 – Ga(1a), 3 – Ga(3f), 4 – (Ga + Si, 2d); точки – экспериментальные данные, сплошные кривые – подгонка экспериментальных параметров U_{eq} с помощью расширенной модели Эйнштейна.

ные частоты колебаний анионов не так сильно отличаются от средних частот, $T_D - T_E \approx 220$ К, следовательно, эти атомы не очень сильно связаны со своим дальним окружением. В целом отсутствие выраженных структурных аномалий при 94–293 К согласуется со слабым магнетизмом PGS, наблюдаемым лишь при сверхнизких температурах [12], и с тем, что основное состояние PGS определено как спиновая жидкость [13, 14].

ВЫВОДЫ

Методом бестигельной зонной плавки выращены монокристаллы PGS из семейства лангасита, содержащие магнитные ионы Pr^{3+} в позиции 3e. Кристаллы имеют достаточное дифракционное качество, и дело создания кристалла с двумя магнитными подсистемами в позициях атомов 3e и 3f имеет положительные перспективы. Выполнено многотемпературное рентгеноструктурное исследование PGS: 16 наборов данных получены в диапазоне температур 94–293 К на дифрактометре Xcalibur с CCD-детектором EOS S2. Эксперимент ультравысокого разрешения при 94 К использован для основной характеристизации структуры (пр. гр. P321, $Z = 1$, $a = 8.07636(4)$, $c = 5.06586(2)$, $R1/wR2 = 1.192/1.185\%$ и $\Delta\rho_{\min}/\Delta\rho_{\max} = -0.93/+0.79 \text{ э/}\text{\AA}^3$ для 3852 независимых рефлексов и 123 уточняемых параметров). По многотемпературным данным определены характеристические температуры Эйнштейна и Дебая для атомов структуры, а также выделены статические компоненты атомных смещений; это сделано впервые для кристаллов семейства лангасита. Результаты показывают, что структура, особенно катионная подрешетка, не имеет аномалий, что согласуется со слабым магнетизмом PGS [12–14].

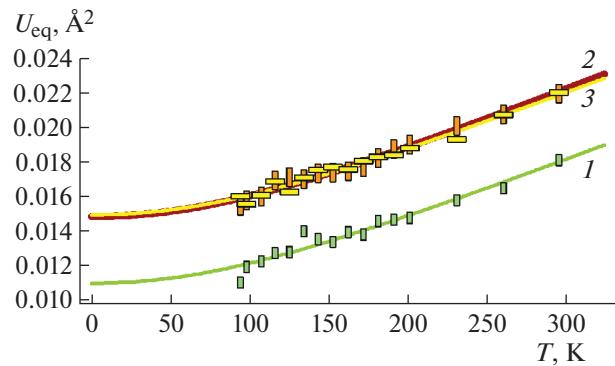


Рис. 4. Эквивалентные параметры смещений U_{eq} атомов кислорода: 1 – O1(2d), 2 – O2(6g), 3 – O3(6g); точки – экспериментальные данные, сплошные кривые – подгонка экспериментальных параметров U_{eq} с помощью расширенной модели Дебая.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по государственному заданию ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН при поддержке Министерства науки и высшего образования России (проект RFMEFI62119X0035).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Белохонева Е.Л., Белов Н.В. // Докл. АН СССР. 1981. Т. 260. № 6. С. 1363.
2. Белохонева Е.Л., Стефанович С.Ю., Писаревский Ю.В. и др. // Журн. неорган. химии. 2000. Т. 45. № 11. С. 1786.
3. Каминский А.А., Милль Б.В., Саркисов С.Э. // Физика и спектроскопия лазерных кристаллов. М.: Наука, 1986. С. 197.
4. Mill B.V., Pisarevsky Yu.V. // Proc. IEEE/EIA Intern. Frequency Control Symp., Kansas City, Missouri, USA, 2000. P. 133.
5. Ivanov V.Yu., Mukhin A.A., Prokorov A.S., Mill B.V. // Solid State Phenom. 2009. V. 152–153. P. 299.
6. Zhou H.D., Lumata L.L., Kuhns P.L. et al. // Chem. Mater. 2009. V. 21. P. 156.
7. Marty K., Bordet P., Simonet V. et al. // Phys. Rev. B. 2010. V. 81. P. 054416.
8. Lyubutin I.S., Naumov P.G., Mill' B.V. et al. // Phys. Rev. B. 2011. V. 84. P. 214425.
9. Pikan S.A., Lyubutin I.S. // Phys. Rev. B. 2012. V. 86. P. 4414.
10. Ivanova A.G., Troyan I.A., Starchikov S.S. et al. // 56th EHPRG Meeting, Aveiro, Portugal, 2–7 September 2018. Abstracts. P. 114.
11. Zorko A., Bert F., Bordet P. et al. // J. Phys.: Conf. Ser. 2009. V. 145. P. 012006.
12. Zhou H.D., Wiebe C.R., Yo Y.J. et al. // arXiv:cond-mat/0808.2819.

13. *Zorko A., Bert F., Mendels P. et al.* // arXiv:cond-mat/0912.4648.
14. *Lumata L.L., Besara T., Kuh P.L. et al.* // Phys. Rev. B. 2010. V. 81. 224416.
15. *Vasiliev A.N., Popova E.A.* // Low Temp. Phys. 2006. V. 32. P. 735.
16. *Kadomtseva M., Popov Yu.F., Vorob'ev G.P. et al.* // Low Temp. Phys. 2010. V. 36. P. 511.
17. *Smirnova E.S., Alekseeva O.A., Dudka A.P. et al.* // Acta Cryst. B. 2018. V. 74. P. 226.
18. *Дудка А.П.* // Кристаллография. 2016. Т. 61. № 2. С. 209.
19. *Dudka A.P., Balbashov A.V., Lyubutin I.S.* // Cryst. Growth Des. 2016. V. 16. P. 4943.
20. *Дудка А.П., Балбашов А.М., Любутин И.С.* // Кристаллография. 2016. Т. 61. № 1. С. 31.
21. *Dudka A.P., Bolotina N.B., Khrykina O.N.* // J. Appl. Cryst. 2019. V. 52. P. 690.
22. *Дудка А.П., Верин И.А., Смирнова Е.С.* // Кристаллография. 2016. Т. 61. № 4. С. 663.
23. *Rigaku Oxford Diffraction*, 2018, CrysAlisPro Software system, version 1.171.39.46, Rigaku Corporation, Oxford, UK.
24. *Дудка А.П., Рабаданов М.Х., Лошманов А.А.* // Кристаллография. 1989. Т. 34. Вып. 4. С. 818.
25. *Dudka A.* // J. Appl. Cryst. 2010. V. 43. № 6. P. 1440.
26. *Дудка А.П.* // Кристаллография. 2005. Т. 50. № 6. С. 1148.
27. *Becker P.J., Coppens P.* // Acta Cryst. A. 1974. V. 30. P. 129.
28. *Dudka A.* // J. Appl. Cryst. 2010. V. 43. № 1. P. 27.
29. *Dudka A.* // J. Appl. Cryst. 2007. V. 40. № 3. P. 602.
30. *Petricek V., Dusek M., Palatinus L.* // Z. Kristallogr. 2014. B. 229. № 5. S. 345.
31. *Дудка А.П., Миль Б.В.* // Кристаллография. 2011. Т. 56. № 3. С. 478.
32. *Дудка А.П.* // Кристаллография. 2008. Т. 53. № 2. С. 372.
33. *Дудка А.П., Миль Б.В.* // Кристаллография. 2014. Т. 59. № 5. С. 759.