PENGARUH GRAIN ALIGNMENT TERHADAP RAPAT ARUS KRITIS SUPERKONDUKTOR YBa₂Cu₃O_{7-x}

Wisnu Ari Adi, E. Sukirman, Didin S. W., Grace Tj. Sulungbudi, M. Rifai M. dan Ridwan

Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) – BATAN Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang 15314

ABSTRAK

PENGARUH *GRAINALIGNMENT* **TERHADAP RAPAT ARUS KRITIS SUPERKONDUKTOR YBa**₂**Cu**₃**O**_{7,x}. Superkonduktor YBa₂Cu₃**O**_{7,x} telah disintesis dengan metoda *melt texture growth*. Strukturmikro dan struktur kristal sampel berturut-turut dikarakterisasi dengan SEM dan difraktometer neutron. Sedangkan rapat arus kritis sampel diukur dengan magnetometer SQUIDs. Data SEM menunjukkan adanya keteraturan sebagian butir-butir kristal pada arah tertentu. Analisis data difraksi neutron pada bidang [001] terjadi peningkatan *integrated intensity*. Hal ini menunjukkan bahwa keteraturan butir-butir kristal tersebut sejajar bidang *a-b*. Disimpulkan bahwa salah satu pendukung terjadinya peningkatan rapat arus kritis superkonduktor YBa₂Cu₃O_{7,x} adalah adanya keteraturan sebagian butir-butir kristal yang sejajar bidang *a-b*.

Kata kunci : melt texture growth, partial grain alignment, integrated intensity, rapat arus kritis

ABSTRACT

EFFECT OF GRAIN ALIGNMENT ON THE CRITICAL CURRENT DENSITY OF YBa₂Cu₃O_{7.x} SUPERCONDUCTOR. The YBa₂Cu₃O_{7.x} superconductor was synthesized by melt texture growth method. The micro- and crystal- structures of the sample were characterized by using scanning electron microscope (SEM) and neutron diffractometer, respectively. The critical current density of the sample was measured by SQUIDs magnetometer. SEM data show a partial grain alignment toward a certain direction. Analysis of neutron diffraction data occurred the increase on the [001] plane and the decrease on the [h00] dan [0k0] plane of integrated intensity. It is show that partial grain alignment is parallel to the *ab*-planes. It is concluded that one of support the critical current density enhancement of YBa₂Cu₃O_{7-x} superconductor is the existence a partial grain alignment parallel to the *ab*-planes.

Key words : melt texture growth, partial grain alignment, integrated intensity, critical current density

PENDAHULUAN

Salah satu syarat untuk aplikasi praktis superkonduktor adalah bahwa bahan tersebut harus memiliki rapat arus kritis (Jc) yang cukup tinggi dalam orde 10^3 - 10^6 A.cm⁻² pada suhu T = 77 K [1, 2]. Berangkat dari pemahaman bahwa Jc bukan sifat intrinsik superkonduktor, maka harga Jc bisa berubah-ubah bergantung pada strukturmikronya. Pada kenyataannya pengontrolan strukturmikro sangat sulit dilakukan, namun hasil pengembangan terbaru menunjukkan bahwa Jc tinggi bisa juga diperoleh dalam superkonduktor oksida sistem YBa₂Cu₃O_{7-x} dengan metoda melt texture growth (MTG), quench melt growth (QMG), dan melt powder melt growth (MPMG)[3, 4, 5].

Dari ketiga proses pelelehan tersebut, hal yang sangat menarik untuk dikaji dan dipahami adalah terjadi keteraturan butir-butir kristal (*partial grain alignment*). Pada penelitian terdahulu dengan menggunakan SEM [6], telah ditunjukkan adanya keteraturan sebagian butirbutir kristal ke suatu arah tertentu. Tujuan penelitian sekarang adalah menentukan arah keteraturan butir-butir kristal tersebut dengan menggunakan teknik difraksi neutron dan pengaruhnya terhadap rapat arus kritis superkonduktor YBa₂Cu₃O_{7.x}. Studi ini diawali dengan analisis proses *sintering* kemudian dilanjutkan kepada proses pelelehan. Proses pelelehan yang digunakan adalah *melt texture growth* (MTG).

BAHAN DAN TATA KERJA

Dalam penelitian ini disiapkan sampel superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ dengan metoda reaksi padatan [7]. Pelet ini selanjutnya disebut sampel $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ hasil proses *sintering*. Dalam hal ini disediakan 9 buah pelet *sintering* dengan berat masingmasing sekitar 5 gram, 6 buah pelet dilanjutkan dengan proses pelelehan.

Jurnal Sains Materi Indonesia Indonesian Journal of Materials Science

Proses pelelehan YBa₂Cu₃O_{7-x} dilakukan dengan metoda MTG sebagai berikut : 6 sampel YBa₂Cu₃O_{7,x} sisa hasil proses sintering di bakar di dalam tungku pada 1100°C selama 12 menit. Selama periode penahanan tersebut, cuplikan YBa₂Cu₂O₇, meleleh dan terurai menjadi Y₂BaCuO₅ (fasa-211) dan fasa cair. Kemudian sampel didinginkan ke 1000°C dengan laju 400°C/jam selanjutnya didinginkan secara lambat ke 900°C dengan variasi laju, yaitu: 10°C/jam, 20°C/jam, dan 40°C/jam dan terakhir didinginkan hingga suhu ruang dengan laju 60°C/jam dalam lingkungan udara. Selama proses pendinginan dari 1000°C, Y2BaCuO2 dan fasa cair bereaksi secara peritektik membentuk fasa-123 [6]. Sampel hasil proses pelelehan selanjutnya disebut MTGR-10, MTGR-20, dan MTGR-40 berturut-turut menyatakan laju pendinginan dari 1000°C ke 900°C sebesar 10, 20, dan 40°C/jam.

Pengamatan strukturmikro sampel dilakukan dengan bantuan SEM (*scanning electron microscope*). Sedangkan kualitas dan kuantitas fasa-fasa yang ada di dalam sampel diamati dengan teknik difraksi neutron. Alat yang digunakan adalah *Powder Diffractometer* (PD). Pengukuran pola difraksi sampel dilakukan dengan berkas neutron (panjang gelombang, 1 = 1,88 Å), *mode: step-scan*, lebar langkah : $0,1^{\circ}$, dan daerah sudut pengukuran : 39° - 89° . Sampel MTGR-20 dan MTGR-40 diukur dalam rentang sudut difraksi 53° - 60° . Sampel dipersiapkan dalam bentuk pelet dengan diameter rata-rata 2 cm dan ketebalan rata-rata 3 mm.

Data yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan metoda Rietveld. Karakterisasi SEM dan PD dilakukan di Puslitbang Iptek Bahan BATAN. Pengukuran rapat arus kritis Jc cuplikan diukur dengan cara memanfaatkan sifat magnet cuplikan tersebut, yaitu dengan menggunakan peralatan magnetometer SQUID. Pengukuran ini dilakukan di Universitas Tohoku, Sendai, Jepang. Magnetometer SQUID bekerja berdasarkan metoda induksi [8]. Sampel dipersiapkan dalam bentuk pelet dengan diameter rata-rata 6 mm dan ketebalan ratarata 1 mm dan diukur pada berbagai suhu, yaitu : antara 5 sampai 77 K dalam rentang medan magnet luar H dari 0 sampai 20 kOe. Data pengukuran ini dianalisis menggunakan model keadaan kritis Bean [5, 9] yaitu dengan persamaan Jc = 2DM/d, dimana DM dan d berturut-turut adalah magnetisasi dan ketebalan sampel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ memiliki struktur kristal ortorombik dengan parameter kisi a = 3,88293 Å; b = 3,82233 Å; c = 11,6901 Å; dan *space group* Pmmm (No. 47). Ciri yang menonjol dari superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ adalah struktur kristalnya yang berlapis. Struktur yang berlapis dalam superkonduktor sistem $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ secara umum berbentuk susunan selangseling antara kubus *perovskite* yang mengandung lapisan superkonduktif (*superconducting layer*) dan lapisan pemisah (*blocking layer*). Ada tiga *perovskite* yang bertumpuk (struktur *perovskite* memiliki rumus ABO₃). Lapisan pertama dan ketiga masing-masing adalah *perovskite* BaCuO₃ dan lapisan kedua adalah YCu (*perovskite* yang kekurangan oksigen) [7, 10, 11] seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1. Kehadiran lapisan Cu-O (kuprat) dalam struktur kristal superkonduktor sistem YBa₂Cu₃O_{7,x} merupakan ciri utama yang hingga kini dipercayai sebagai lapisan paling berperan dalam gejala superkonduktivitas. Lapisan ini berada pada bidang *a-b* (*ab plane*). Jumlah lapisan Cu-O ini bergantung pada stoikiometri bahan superkonduktor tersebut.



Gambar 1. Struktur yang berlapis dalam superkonduktor sistem $YBa_2Cu_3O_{7x}$ ^[7,10]

Oleh sebab itu, jika butir-butir kristalit teratur ke arah sejajar bidang a-b maka rapat arus kritis bahan akan meningkat. Untuk memperoleh keteraturan tersebut diperlukan grain alignment melalui proses pelelehan. Pada Gambar 2a, 2b, 2c, dan 2d berturut-turut ditunjukkan foto sampel hasil proses sintering, dan proses pelelehan menggunakan metoda melt texture growth melalui pendinginan lambat dengan laju 40 °C/jam, 20 °C/jam, dan 10 °C/jam. Tampak pada Gambar 2 adanya perubahan bentuk fisis dari strukturmikro superkonduktor ini, dari bentuk yang acak (random) menuju bentuk yang teratur. Sehingga dari pengamatan SEM pada sampel superkonduktor sistem YBa₂Cu₃O_{7-x} telah diperoleh informasi bahwa terjadi keteraturan butir-butir kristal sebagian dalam bahan (partial grain alignment). Menurut Murakami bahwa keteraturan butir-butir tersebut arahnya tegak lurus dengan sumbu c atau dengan kata lain partial grain alignment tersebut sejajar dengan bidang a-b [4, 5]. Dari analisis data yang dihasilkan oleh difraksi neutron pada bidang-bidang tertentu, yaitu bidang yang tegak lurus dengan bidang *a-b* (*ab plane*) atau bidang yang sejajar dengan sumbu c (c axis): [h00], [0k0], [hk0] dan bidang-bidang yang sejajar dengan bidang ab (ab plane) atau bidang yang tegak lurus dengan sumbu c : [001] terjadi perubahan integrated intensity yang sangat signifikan.

Pada Gambar 3 dan Gambar 4 berturut-turut merupakan hasil *refinement* (penghalusan) pola difraksi neutron superkonduktor sistem YBCO hasil proses Pengaruh Grain Alignment Terhadap Rapat Arus Kritis Superkonduktor YBa, Cu₃O_{7,2} (Wisnu Ari Adi)



Gambar 2. Struktur yang berlapis dalam superkonduktor sistem YBa₂Cu₃O_{7,x}^[7,10]

sintering (untuk sampel sintering) dan hasil proses melt texture growth (untuk sampel MTGR-10) dengan menggunakan metoda Rietveld. Pada kedua Gambar tersebut tampak pola difraksi hasil analisis menunjukkan adanya puncak-puncak yang berimpit dengan profil pola difraksi fasa-123. Untuk sampel sintering diperoleh faktor *R* adalah sebagai berikut : $R_{wp} = 6,14; R_p = 4,75; R_l = 1,72;$ $R_r = 0,95;$ dan S = 1,2174. Sedangkan untuk sampel MTGR-10 diperoleh faktor R adalah sebagai berikut : $R_{WP} = 12,33; R_P = 9,62; S = 1,279;$ untuk fasa-123 $R_I = 6,92;$ $R_{r} = 3,82$; dan untuk fasa-211 $R_{r} = 7,87$; $R_{r} = 4,46$. Harga dari faktor R ini terlihat cukup kecil (kurang dari harga 10), dan faktor S bernilai lebih kecil dari nilai standar *Rietveld* ($S_{\text{standar}} = 1,30$). Untuk itu dengan metoda pencocokan puncak-puncak difraksi dapat kita indikasikan bahwa sampel tersebut merupakan sampel YBCO fasa-123.

Kemudian kita bandingkan Gambar 3 dengan Gambar 4, terlihat adanya beberapa perbedaan yang cukup signifikan, misalnya muncul puncak-puncak baru yang terjadi pada pola difraksi neutron hasil pelelehan. Pada pengkajian ini akan kami ambil rentang sudut dari 53° sampai 60°. Pengambilan rantang sudut ini secara



Gambar 3. Pola difraksi neutron sampel Sintering



Gambar 4. Pola difraksi neutron sampel MTGR-10



Gambar 5. Pola difraksi neutron sudut 55° sampai 60° bidang (006), (200) dan (020)

ilmiah sudah mewakili pokok permasalahan yang akan kita kaji. Pada rentang sudut ini muncul puncak-puncak sampel superkonduktor YBCO fasa-123 pada bidang (006), (200), dan (020) yang berturut-turut mewakili bidang [001], yaitu bidang yang sejajar dengan *ab plane*, [h00] dan [0k0], yaitu bidang yang tegak lurus dengan *ab plane*. Dan pada Gambar 4 muncul puncak-puncak baru yang diindikasikan sebagai puncak-puncak milik superkonduktor YBCO fasa-211 [12]. Pembahasan lebih lanjut mengenai perubahan pada bidang-bidang ini dapat dilihat pada Gambar 5 dan 6.

Pada Gambar 5, tampak perubahan terjadi pada bidang [001] yaitu terjadi peningkatan *integrated intensity* pada sudut 56,4° dan bidang [h00] dan [0k0] terjadi penurunan *integrated intensity* berturut-turut pada sudut 57,9° dan 59,1°. Peningkatan *integrated intensity* maksimum bidang [001] dan penurunan *integrated intensity* maksimum bidang [h00] dan [0k0] terdapat pada sampel MTGR-10.

Untuk menjelaskan terjadinya keteraturan butirbutir kristal dalam bahan dan menuju ke arah mana keteraturan butir-butir tersebut terbentuk, menurut persamaan dari hamburan *Bragg* yang berkenaan dengan total *cross-section* dari sebuah inti kristal [13] adalah sebagai berikut :

$$\sigma_{c} = N \frac{\left(2\pi\right)^{3}}{\upsilon_{0}} \frac{2}{k} \sum_{\tau} \left|F_{N}\left(\tau\right)\right|^{2} \delta\left(\tau^{2} - 2k\tau \sin \frac{1}{2}\theta\right)$$

Dimana σ_c , N, υ_0 , k, F_N , τ , dan $\delta(\tau^2 - 2k\tau \sin \frac{1}{2}\theta)$ berturut-turut adalah total *cross-section*, jumlah inti kristal, volume unit sel, vektor gelombang neutron $(k = 2\pi/\lambda)$, faktor struktur unit sel, reciprocal lattice vectors, dan fungsi delta Dirac dari kaidah hukum Bragg. Dari persamaan tersebut menunjukkan bahwa jumlah intensitas hamburan merupakan total hamburan dalam sudut ruang detektor dari bidang hamburan tertentu yang memenuhi kaidah hukum Bragg. Jadi adanya peningkatan integrated intensity itu menunjukkan bahwa telah terjadinya keteraturan butir-butir kristal dalam bahan. Hal ini disebabkan karena total hamburan yang diterima oleh detektor dan yang memenuhi kaidah hukum Bragg tersebut cukup besar sebagai akibat dari arah hamburan tersebut yang teratur ke arah detektor. Namun apabila butiran-butiran kristal dalam bahan tersebut dalam kondisi acak (random) maka terjadi divergensi dari total hamburan yang diterima oleh detektor, sebagai akibatnya jumlah integrated intensity-nya menjadi kecil. Sedangkan arah dari keteraturan tersebut bergantung pada bidang mana terjadi peningkatan integrated intensity tersebut, dalam



Gambar 6. Pola difraksi neutron sudut 53° sampai 56° bidang (213) dan (600)

hal ini terjadi pada bidang [001]. Jadi dari sini dapat kita simpulkan bahwa telah terjadi keteraturan dalam butirbutir kristal (*grain alignment*) yang arahnya sejajar bidang *ab* (*ab plane*) atau tegak lurus dengan sumbu *c* (*c axis*).

Peningkatan dan penurunan integrated intensity fasa-123 ini seiring munculnya puncak fasa-211 dengan integrated intensity-nya terus meningkat pada bidang (213) dan (600) yang berturut-turut terletak pada sudut 54,1° dan 55,3° seperti yang diperlihatkan pada Gambar 6.Pada Gambar 6 tersebut menunjukkan bahwa munculnya fasa-211 merupakan akibat dari proses pendinginan lambat yang telah disebutkan di atas. Sebab pada suhu jauh di atas titik peritektik (≥1000 °C) terdapat dua fasa, yaitu Y₂O₂ dan fasa cair (campuran BaO dan CuO). Pada saat pendinginan, kedua fasa tersebut bereaksi membentuk fasa-211, seperti yang ditunjukkan pada persamaan reaksi berikut : $Y_2O_2 + (BaO + CuO)_1 \rightarrow$ Y₂BaCuO₅. Kemudian pada saat pendinginan lambat di bawah titik peritektik (≤1000 °C) fasa-211 bereaksi dengan fasa cair (BaCuO, dan CuO) membentuk fasa-123 dengan persamaan reaksi : $Y_2BaCuO_5 + (3BaCuO_2 + 2CuO)_1 \rightarrow$ 2YBa2Cu3O7-x, namun ternyata reaksi ini tidak sempurna karena proses quenching-nya kurang cepat sehingga bahan masih menyisakan fasa-211 [5]. Jadi dalam hal ini



Gambar 7. Hubungan Integrated Intensity bidang (006) fasa-123 dengan bidang (200) dan (020) fasa-123

diperlukan sekali pengontrolan munculnya fasa-211 di dalam matriks fasa-123.

Pengontrolan tersebut bisa melalui preparasi oksida penyusun dibuat berlebih (*excess*) atau dengan mengoptimalkan kembali proses *heat treatment*-nya. Dan munculnya fasa-211 ini ternyata efektif sebagai sumber *pinning* yang pada gilirannya dapat meningkatkan harga rapat arus kritis (*Jc*) bahan ini [14]. Secara kuantitas jumlah fasa-211 yang optimum di dalam matrik fasa-123 adalah sebesar 30 % agar didapatkan *Jc* yang cukup tinggi sampai orde 10^5 A.cm⁻² [2].



Gambar 8. Hubungan Integrated Intensity bidang (006) fasa-123 dengan bidang (213) dan (600) fasa-211

Untuk lebih jelasnya akan kita lihat hubungan antara peningkatan *integrated intensity* pada bidang $[00\ell]$ dan penurunan *integrated intensity* pada bidang [h00] dan [0k0] fasa-123 dengan peningkatan *integrated intensity* pada bidang (213) dan (600) fasa-211 berturutturut ditunjukkan pada Gambar 7, dan Gambar 8. Pada Gambar 7 dan 8 terlihat bahwa semakin kecil laju pendinginannya (*cooling rate*) semakin besar peluang keteraturan butir-butir kristal pada bidang $[00\ell]$ untuk fasa-123. Namun dengan semakin kecilnya laju pendinginan ini, ternyata pembentukan fasa-211 semakin besar seperti yang telah dijelaskan di atas.

Pada Gambar 9 merupakan kurva rapat arus kritis

(Jc) terhadap perubahan suhu (T). Pada gambar tersebut harga rapat arus kritis Jc untuk sampel sintering, MTGR-20, dan MTGR-10 berturut-turut adalah 2,57 x 10² A.cm⁻², 2,34 x 10³ A.cm⁻², dan 3,43 x 10³ A.cm⁻¹ ² yang diukur pada suhu T = 77 K dan tanpa medan magnet luar. Dari hasil estimasi tersebut terjadi peningkatan harga Jc dari proses sintering menuju proses pelelehan. Salah satu pendukung terjadinya peningkatan harga Jc tersebut adalah adanya keteraturan butir-butir kristal dalam arah sejajar dengan bidang a-b meningkat, yaitu bidang dimana lapisan Cu-O (kuprat) berada. Lapisan Cu-O (kuprat) dalam struktur kristal superkonduktor YBa₂Cu₃O_{7,x} merupakan lapisan yang paling berperan dalam gejala superkonduktivitas. Hal ini berarti arus yang mengalir menjadi semakin baik. Sehingga Jc tinggi dapat diperoleh dengan proses melt texture growth (MTG) ini. Jc yang paling tinggi terdapat pada sampel MTGR-10 yaitu proses melt texture growth dengan laju pendinginan (cooling rate) sebesar 10°C/jam.



KESIMPULAN

Telah terjadi keteraturan sebagian butir-butir kristal (*partial grain alignment*) pada sampel hasil proses *melt texture growth*, sebagai akibat dari pendinginan lambat (*slow cooling*) yang dilakukan pada saat *heat treatment* berlangsung. Keteraturan sebagian butir-butir kristal (*partial grain alignment*) ini mempunyai arah sejajar bidang *a-b* (*ab plane*) atau tegak lurus dengan sumbu *c* (*c axis*). Dengan keteraturan butir-butir kristal ini merupakan salah satu pendukung terjadinya peningkatan rapat arus kritis yang signifikan sebesar 15 kali dari 2,57 x 10² A.cm⁻² menjadi 3,43 x 10³ A.cm⁻² pada T = 77 K.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada DR Wuryanto sebagai anggota kelompok Superkonduktor Tc Tinggi atas segala nasehat dan bimbingannya, DR. Abarrul Ikram selaku Kepala Balai Spektrometri yang telah memberikan ijin dalam pemakaian alat Powder Diffractometer, DR. Setyo Purwanto, Prof. Yasuo Yamaguchi yang bersedia membantu dalam pengukuran sifat magnetik bahan, dan Ibu Ari Handayani yang telah membantu mengkarakterisasi sampel dengan menggunakan SEM, dan kepada DR. Aziz Khan Jahja., Drs. Nurdin Effendi, M.Sc., serta semua pihak yang telah membantu dalam kelancaran penulisan makalah ini.

DAFTARACUAN

- LARBALESTIER, D., BLAUGHER, R.D., SCHWALL, R.E., SOKOLOWSKI, R.S., SUENAGA, M.J.O. WILLIS, Power Applications of Superconductivity in Japan and Germany, WTC Panel Report, WTC Hyper-Librarian, September (1997).
- [2]. CHOI, C.H., ZHAO, Y., SORREL, C.C., LAROBINA, M., ANDRIKIDIS, C., *Physica C*, **269**, (1996). 306-312.
- [3]. JIN, S., TIEFEL, T.H., SHERWOOD, R.C., DAVIS, M.E., VAN DOVER, R.B., KAMMLOTT, G.W., FASTNACHT, R.A., AND KEITH, H.D., *Appl. Phys. Lett.* **52**, (1988).2074.
- [4]. MURAKAMI, M., MORITA, M., DOI, K., MIYAMOTO, K., Japanese Journal of Applied Physics, 28, (7) (1989). 1189-1194.
- [5]. MURAKAMI, M., Supercond. Sci. Technol., 5, (1992). 185-203.
- [6]. SUKIRMAN, E., WISNU, A.A., SALMAH, Sintesis Superkonduktor YBa₂Cu₃O_{7x} (Fasa-123) dengan Proses Pelelehan, Majalah BATAN, Vol. XXXIII, No. 1/2, Januari/Juli (2000).
- [7]. SUKIRMAN, E., Pengaruh Distribusi Kekosongan Oksigen pada Superkonduktivitas YBa₂Cu₃O₇, Thesis Master Fakultas Pasca Sarjana Universitas Indonesia, (1991).
- [8]. MUJAMILAH, RIDWAN, MUSLICH, M.R., PURWANTO, S., FEBRI, M.I.M., YOHANNES, A.M., SANTOSO, E., MUGIRAHARDJO, H., Vibrating Sample Magnetometer (VSM) tipe Oxford VSM1.2H, Seminar Nasional Bahan Magnet, ISSN 1411-7630, Serpong, 11 Oktober 2000.
- [9]. BEAN, C.P., Phys. Rev. Lett. 8, (1962) 250
- [10]. GERALD, B., GLAZER, A.M., Space Groups for Solid State Scientists, second edition, Academic Press, San Diego, (1990).
- [11]. BUCKEL, W., Superconductivity, VCH Publisher Inc., New York, (1991).
- [12]. BUTTNER, R.H., MASLEN, E.N., Acta Cryst., B49, (1993), 62-66.
- [13]. STEPHEN W. L., Theory of Neutron Scattering from Condensed Matter, Vol. 1, Nuclear Scattering, Clarendon Press, Oxford, (1984), 34-58.
- [14]. MINGHU, F., GANGJIN, H., MENG, C., ZHENKUAN, J., QIRUI, Z., Solid State Communications, 89, (2), (1994), 93-95.