

АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ МЕТОДОМ УЛЬТРАМАЛОУГЛОВОГО РЕНТГЕНОВСКОГО РАССЕЯНИЯ

В. В. Абрамова^a, А. С. Синицкий^{a}, Н. А. Григорьева^b, С. В. Григорьев^c, Д. В. Белов^d,
А. В. Петухов^d, А. А. Мистонов^b, А. В. Васильева^c, Ю. Д. Третьяков^a*

*^aМосковский государственный университет им. М. В. Ломоносова
119991, Москва, Россия*

*^bСанкт-Петербургский государственный университет
198504, Санкт-Петербург, Россия*

*^cПетербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова Российской академии наук
188300, Гатчина, Ленинградская обл., Россия*

*^dDebye Institute, Utrecht University
3584 СН Utrecht, the Netherlands*

Поступила в редакцию 11 июня 2008 г.

Представлены результаты исследования структуры образцов пленочных инвертированных опалов на основе оксида железа (III) методом ультрамалоугового рентгеновского рассеяния. Показано, что исследованные фотонные кристаллы имели ГЦК-структуру с дефектами упаковки, причем количество последних может быть различным для разных образцов. Разработанный метод позволяет легко различить образцы с преимущественной двойникованной ГЦК-структурой и образцы с последовательностью слоев близкой к идеальной ГЦК-структуре. Наблюдаемые различия в структуре образцов, полученных в одинаковых условиях, связаны с вероятностным характером формирования слоев при самосборке коллоидных кристаллов, использовавшихся в качестве темплатов для синтеза инвертированных опалов. Описанный метод анализа структуры фотонных кристаллов является универсальным и может быть эффективно использован для исследования инвертированных опалов на основе различных материалов, коллоидных кристаллов, а также трехмерных фотонных кристаллов других типов.

PACS: 42.70.Qs, 41.60.Ap, 61.05.cf

1. ВВЕДЕНИЕ

Фотонные кристаллы (ФК, photonic crystals) — это упорядоченные структуры со строго периодической модуляцией диэлектрической проницаемости на субмикронном масштабе [1]. В последнее время ФК привлекают все большее внимание исследователей в связи с возможностью их использования в качестве основы для создания высокоэффективных светоизлучающих элементов, низкопороговых лазеров, волноводов нового типа, сверхбыстрых оптических переключателей и других перспективных

устройств. Однако практическое применение ФК ограничивается отсутствием универсальных и доступных методов их синтеза. В настоящее время в качестве одних из наиболее перспективных методов синтеза ФК рассматриваются подходы, основанные на самосборке коллоидных частиц [2]. Однако структурные дефекты, которые возникают в полученных таким образом ФК, неизбежно приводят к ухудшению их оптических свойств [3–5]. В связи с этим огромное количество работ было посвящено разработке методов синтеза ФК на основе коллоидных частиц с низким содержанием дефектов [6–8]. При этом решению сопутствующей задачи — разработке методов анализа дефектности ФК — до сих пор уделялось существенно меньшее внимание.

*E-mail: sinitsky@inorg.chem.msu.ru

Периодические структуры, образованные плотноупакованными коллоидными сферическими частицами (коллоидные кристаллы), часто называют опалами из-за аналогии с широко известными природными минералами схожего строения [9]. Опалы, в свою очередь, часто используются для синтеза инвертированных опалов (inverse opals) — структур, полученных в результате заполнения пустот между сферическими частицами некоторым веществом и последующего удаления микросфер. Согласно теоретическим расчетам, инвертированные опалы с ГЦК-структурой обладают более перспективными оптическими свойствами, чем опалы с аналогичной структурой [10, 11] — в частности, полная фотонная запрещенная зона открывается в их энергетическом спектре уже при соотношении показателей преломления $n_1/n_2 \approx 2.8$ [10]. Кроме того, если коллоидные кристаллы, как правило, собирают из монодисперсных микросфер на основе диоксида кремния или полистирола, то инвертированные опалы можно получить на основе самых разнообразных по своей химической природе материалов — металлов, неметаллов, полупроводников, оксидов и др. [12], что открывает широкие возможности для использования ФК данного типа в качестве основных компонентов самых разнообразных устройств — от высокоэффективных светоизлучающих элементов [5] и лазеров [13] до сверхбыстрых переключателей световых потоков [14] и фотоэлектрохимических ячеек [15]. В связи с этим настоящая работа, в первую очередь, была направлена на изучение структуры инвертированных опалов, хотя аналогичные подходы могут быть также использованы для анализа структуры коллоидных кристаллов, а также ФК других типов. В качестве объектов исследования использовали образцы инвертированных опалов на основе оксида железа (III).

Для ФК на основе упорядоченных коллоидных частиц характерны многие типы дефектов, известные для атомных, ионных или молекулярных кристаллов. Точечные дефекты (вакансии) часто наблюдаются на изображениях ФК, полученных методом сканирующей электронной микроскопии. Однако анализ этим методом протяженных дефектов (доменных стенок, дислокаций, плоскостей двойникования и др.) на практике оказывается весьма затруднительным [16].

Различные оптические методы, такие как лазерная дифракция [16–20] и метод колец Косселя [21, 22], также широко используются для анализа структуры ФК. В первом случае образец облучают сфокусированным лазерным пучком и анализируют

положение и интенсивность ярких рефлексов на полученных дифракционных картинах. Метод, основанный на наблюдении колец Косселя, заключается в изучении картин диффузного рассеяния, на которых могут наблюдаться темные линии (так называемые кольца Косселя), связанные с ослаблением интенсивности прошедшего излучения за счет дифракции на различных кристаллографических плоскостях ФК. Оба метода были эффективно использованы для анализа структуры коллоидных кристаллов, однако обладают рядом существенных недостатков. Картины лазерной дифракции можно наблюдать только в том случае, если период структуры больше длины волны лазерного излучения, что делает невозможным использование данного метода для анализа ФК с первой фотонной запрещенной зоной в видимом диапазоне спектра, которые, как правило, имеют периодичность менее 300 нм. Во многих случаях, например, при изучении пленочных инвертированных опалов, применение оптических методов может быть затруднено из-за существенного вклада поверхностного рассеяния. Наконец, использование оптических методов невозможно, если основным компонентом ФК является вещество, сильно поглощающее в видимом диапазоне спектра (например, оксид железа Fe_2O_3 , использовавшийся в настоящей работе). В частности, оптические методы практически неприменимы для исследования фотонных кристаллов на основе металлов [23, 24].

В настоящей работе мы показываем, что структура инвертированных кристаллов может быть успешно исследована методом ультрамалогоуглового рассеяния синхротронного излучения, который, очевидно, не имеет упомянутых выше ограничений.

2. ЭКСПЕРИМЕНТ

Инвертированные опалы были синтезированы темплатным методом [12]. На первом этапе сферические полистирольные частицы со средним диаметром 420 нм и относительным стандартным отклонением размеров от среднего менее 5% были синтезированы методом гетерофазной безэмульгаторной полимеризации стирола с использованием персульфата калия в качестве инициатора полимеризации [25]. На втором этапе на основе полученных частиц были выращены коллоидные кристаллы методом осаждения на вертикальную подложку [7, 26]. Полученные коллоидные кристаллы пропитывали насыщенным водно-спиртовым раствором (50% H_2O + 50% C_2H_5OH) нитрата железа (III),

высушивали на воздухе в течение суток, после чего нагревали со скоростью 0.1 град/мин до температуры 500 °С и изотермически отжигали в течение 10 ч. Температурная обработка приводила к удалению полистирола и упрочнению пористого оксидного каркаса. Согласно результатам рентгенофазового анализа (дифрактометр DRON-3М, $\text{CoK}\alpha$ -излучение), полученные образцы были однофазны и соответствовали кристаллическому гематиту.

Аттестацию образцов методом сканирующей электронной микроскопии проводили на микроскопе LEO SUPRA 50 VP при ускоряющем напряжении 5 кВ, изображения получали во вторичных электронах. Эксперименты по ультрамалоугловому рассеянию синхротронного излучения проводили на станции VM-26B DUBBLE Европейского центра синхротронных исследований (ESRF) в г. Гренобль, Франция; использовали установку, аналогичную описанной в работе [27]. Пучок синхротронного излучения с длиной волны $\lambda = 0.95 \text{ \AA}$ фокусировали составными отражающими линзами [28] на экран — 12-битную CCD-камеру (Photonic Science) с разрешением 4008×2671 ячеек при размере ячейки $22 \times 22 \text{ мкм}^2$. Образец устанавливали непосредственно за линзами на гониометре на расстоянии 8 м от детектора. Данная установка позволяет достичь углового разрешения порядка 5 мкрад, что соответствует примерно $3 \cdot 10^{-4} \text{ нм}^{-1}$.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1а представлено изображение фрагмента поверхности одного из коллоидных кристаллов на основе полистирольных микросфер со средним диаметром 420 нм, которые использовались в качестве шаблонов для синтеза инвертированных опалов Fe_2O_3 (рис. 1б). Хорошо видно, что инвертированный опал наследует упорядоченную структуру коллоидного кристалла, хотя среднее расстояние $a = 380 \text{ нм}$ между центрами соседних сферических пустот в матрице Fe_2O_3 несколько меньше среднего диаметра полистирольных микросфер, что связано с усадкой образца в процессе его отжига [20].

Важно отметить, что верхний плотноупакованный слой сферических пустот в оксидной матрице, наблюдаемый на рис. 1б, может соответствовать либо плоскости (111) ГЦК-решетки, где слои чередуются в порядке АВСАВС... , либо плоскости (0001) ГПУ-решетки с чередованием слоев АВАВАВ... , либо внешней поверхности упаковки, образованной произвольным чередованием плотноупакован-

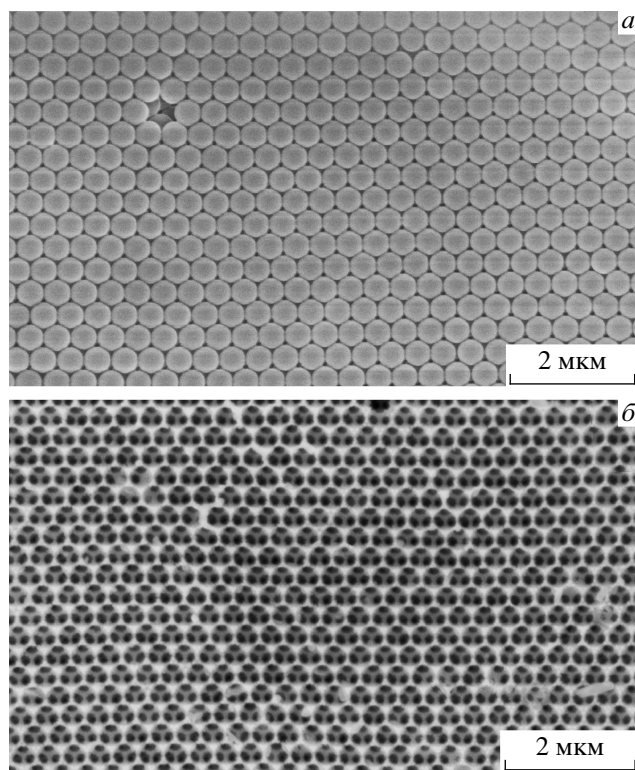


Рис. 1. Электронно-микроскопические изображения коллоидного кристалла на основе монодисперсных полистирольных микросфер (а) и инвертированного опала на основе Fe_2O_3 (б)

ных слоев (случайная ГПУ-упаковка). Согласно электронно-микроскопическим изображениям поперечного скола образца, толщина инвертированного опала составляла примерно 40 плотноупакованных слоев, параллельных подложке, однако полученные изображения не позволяли различить слои А, В и С, а значит, установить структуру ФК. Между тем, данная задача является чрезвычайно важной, поскольку ГЦК-структура является оптимальной для ФК, полученных методами самосборки [10], тогда как любые отклонения от «правильного» чередования слоев (АВСАВС...) негативно отражаются на оптических свойствах образцов.

Отметим, что в недавней работе [29] было показано, что для коллоидного кристалла небольшой толщины (3–5 слоев) участки образца с различной упаковкой (например, АВС и АСВ) можно различить методом оптической микроскопии. Однако данный метод эффективен в том случае, если коллоидный кристалл образован микросферами относительно большого размера, для которого в видимый диапазон попадают фотонные стоп-зоны высоких по-

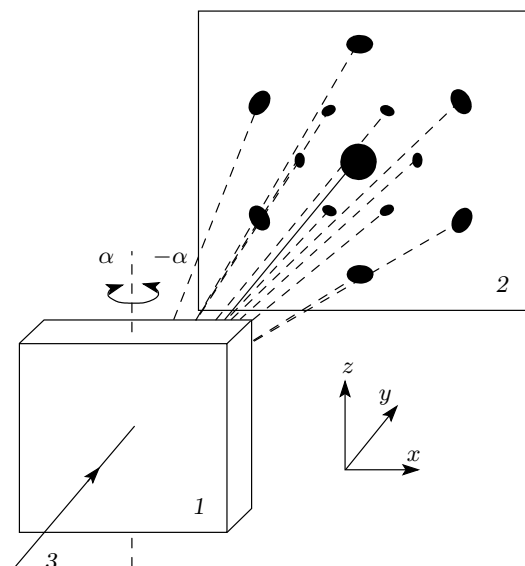


Рис. 2. Схема эксперимента: 1 — образец; 2 — детектор; 3 — пучок синхротронного излучения

рядков [30]. Кроме того, с увеличением числа N слоев количество возможных плотнейших упаковок растет как $m = 2^{N-2}$ ($N \geq 2$), что существенно усложняет анализ структуры коллоидного кристалла. В то же время анализ структуры ФК методом ультрамалоуглового рентгеновского рассеяния позволяет определять для исследуемого участка образца соотношение фрагментов с различным чередованием слоев безотносительно к его толщине и суммарному количеству различных фрагментов.

Для выявления дефектов упаковки в инвертированных опалах Fe_2O_3 мы получали дифракционные картины при различных углах поворота α образца вокруг вертикальной оси z , угол $\alpha = 0$ соответствовал нормальному падению излучения на поверхность ФК (рис. 2). На рис. 3 представлены дифракционные картины, полученные для одного из исследованных образцов. Хорошо видно, что при повороте ФК происходит изменение как общего вида дифракционной картины, так и относительной интенсивности различных рефлексов.

Природу наблюдаемых рефлексов можно объяснить следующим образом. Рассмотрим идеальный ФК с ГЦК-структурой и упаковкой типа ABCABC..., схема расположения узлов обратной решетки для него в проекции на плоскость xy показана на рис. 4. Если изобразить сферу Эвальда (сферу в обратном пространстве с радиусом $2\pi/\lambda$, где λ — длина волны излучения), то условие Брэгга–Вульфа будет выполняться для тех узлов

обратной решетки, которые окажутся на этой сфере. Поскольку при исследовании ФК методом ультрамалоуглового рассеяния синхротронного излучения длина волны λ много меньше периода ФК, кривизной сферы Эвальда можно пренебречь; поэтому на рис. 4 линию пересечения сферы с рассматриваемой плоскостью xy , содержащей узлы обратной решетки, можно считать прямой. Из рис. 4 видно, что для рассмотренного ГЦК-ФК с чередованием слоев ABCABC... должны наблюдаться дифракционные рефлексы при повороте образца на некоторые характерные углы. Например, при повороте образца на угол $\alpha = 19.5^\circ$ должен наблюдаться рефлекс $(11\bar{1})$, а при повороте на угол $\alpha = 54.7^\circ$ — рефлекс (220) . Поскольку для ГЦК-ФК с чередованием слоев ACBACB... узлы обратной решетки расположены симметрично относительно плоскости xz , для него рефлексы $(11\bar{1})$ и (220) должны наблюдаться соответственно при углах $\alpha = -19.5^\circ$ и $\alpha = -54.7^\circ$. Аналогичным образом можно показать, что для ГПУ-структуры должны наблюдаться рефлексы при углах поворота образца $\alpha = 0, \pm 27.9^\circ, \pm 46.7^\circ$, соответствующие рефлексам $(10-10)$, $(10-1\pm 1)$, $(10-1\pm 2)$.

Использование рис. 4 позволяет сделать важные выводы о структуре анализируемого инвертированного опала по дифракционным картинам, изображенным на рис. 3. Так, согласно рис. 4, для ГЦК-ФК с чередованием слоев ABCABC... при повороте образца на угол $\alpha = 54.7^\circ$ должен наблюдаться рефлекс (020) . Данный рефлекс действительно наблюдается и отмечен на рис. 3г. В то же время при повороте образца на угол $\alpha = 35.3^\circ$, согласно рис. 4, для идеального ГЦК-ФК мы не должны наблюдать вблизи «пропавшего» рефлекса (020) никакого интенсивного отражения. Однако в действительности такой рефлекс наблюдается (рис. 3в). Появление этого рефлекса можно объяснить присутствием в структуре инвертированного опала фрагментов типа ACBACB... — в этом случае при повороте образца на угол $\alpha = 35.3^\circ$ мы должны наблюдать рефлекс $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$. Таким образом, мы можем сделать вывод, что в анализируемом ФК одновременно присутствовали фрагменты как ABCABC..., так и ACBACB... По этой причине на рис. 3 мы используем различные обозначения для рефлексов, связанных с фрагментами либо ABCABC..., либо с ACBACB... в структуре ФК.

Отметим, что не все рефлексы можно отнести к ГЦК-решетке, некоторые из таких рефлексов отмечены на рис. 3а и 3б стрелками. При этом если рефлексы на рис. 3а могут относиться

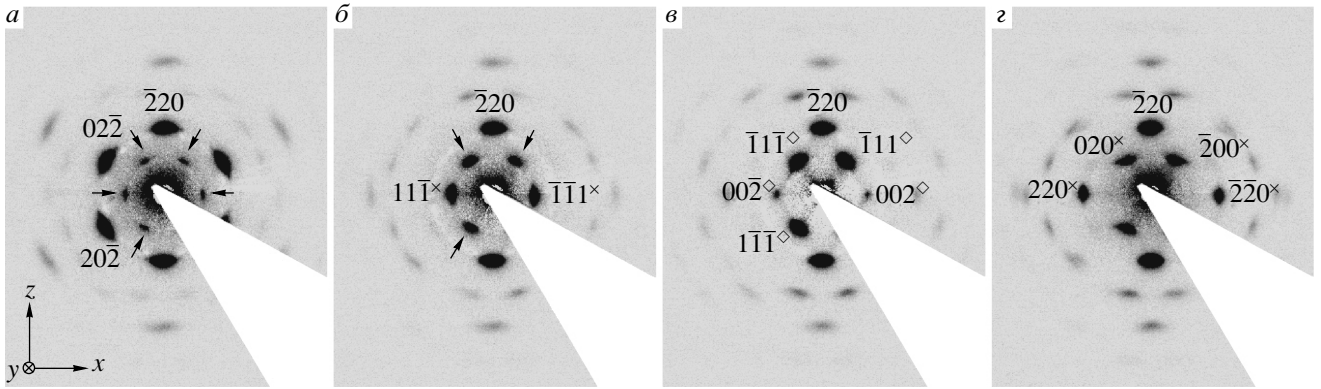


Рис. 3. Картины ультрамалогоугловой рентгеновской дифракции для образца инвертированного опала Fe_2O_3 при $\alpha = 0$ (а), 19.5° (б), 35.3° (в), 54.7° (г). Крестиками обозначены рефлексы, связанные с дифракцией на ГЦК-фрагментах с чередованием слоев АВСАВС..., ромбиками — с дифракцией на ГЦК-фрагментах с чередованием слоев АСВАСВ...; рефлексы, не отмеченные символами, характерны для обоих типов ГЦК-структуры. Стрелками обозначены рефлексы, которые нельзя отнести к ГЦК-структуре

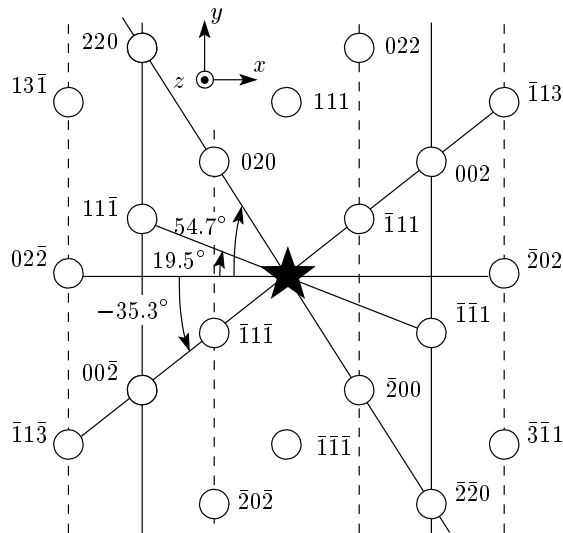


Рис. 4. Схема расположения узлов обратной решетки для ГЦК-структуры с чередованием плотноупакованных слоев АВСАВС... в проекции на горизонтальную плоскость xy и характерные углы дифракции. Звездочкой отмечен узел (000). В ГЦК-структуре расстояние между плоскостью, содержащей штриховые линии и узлы на ней, и плоскостью, содержащей остальные узлы, изображенные на рисунке, составляет $2\pi/a$ (a — диаметр сферической пустоты)

ся к ГПУ-структуре, то рефлексы на рис. 3б ни в предположении ГЦК-решетки, ни в предположении ГПУ-структуры ФК объяснить нельзя. Данные рефлексы, интенсивность которых относительно невысока, связаны с так называемыми бреггов-

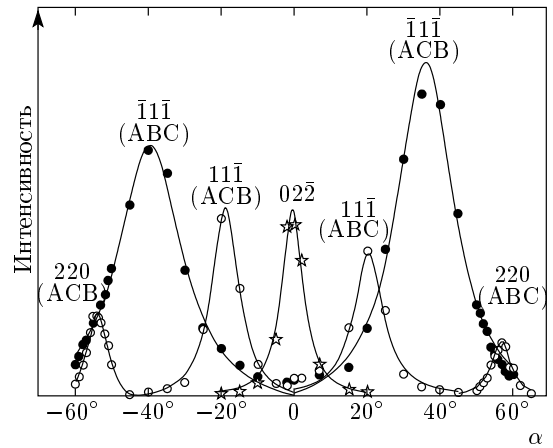


Рис. 5. Зависимости интенсивности различных дифракционных рефлексов от угла α поворота образца: точки — экспериментальные данные; линии — описание наблюдаемых пиков распределениями Лоренца

скими стержнями (Bragg rods), возникновение которых связано с наличием дефектов упаковки в структуре ФК [31, 32].

На рис. 5 представлены зависимости интенсивностей для некоторых рефлексов, наблюдаемых на рис. 3, от угла поворота образца. Соотношение плотноупакованных слоев в фрагментах АВСАВС... и АСВАСВ... можно оценить по отношению интегральных интенсивностей соответствующих пиков. Из отношений интенсивностей пиков $(11\bar{1})$ при углах $\alpha = 19.5^\circ$ (АВСАВС...) и $\alpha = -19.5^\circ$ (АСВАСВ...), пиков (220) при $\alpha = 54.7^\circ$

(АВСАВС...) и $\alpha = -54.7^\circ$ (АСВАСВ...), а также пиков ($\bar{1}1\bar{1}$) при $\alpha = -35.3^\circ$ (АВСАВС...) и $\alpha = 35.3^\circ$ (АСВАСВ...) можно сделать вывод, что соотношение плотноупакованных слоев в фрагментах АВСАВС... и АСВАСВ... в анализируемом образце инвертированного опала Fe_2O_3 составляло примерно 2 : 3. При этом отсутствие ярко выраженного максимума на угловой зависимости интенсивности рефлекса ($11\bar{1}$) для фрагментов АВСАВС... и АСВАСВ... (см. рис. 5) свидетельствует об отсутствии в структуре инвертированного опала значительного количества ГПУ-фрагментов, поскольку, как уже было отмечено ранее, для них при угле поворота образца $\alpha = 0$ должен наблюдаться рефлекс (10-10).

Полученный вывод, согласно которому исследованный образец имел ГЦК-структуру с дефектами упаковки, хорошо согласуется с результатами многочисленных экспериментальных работ (см., например, [3]). В то же время важно отметить, что метод ультрамалоуглового рентгеновского рассеяния позволяет получить существенно более детальную структурную информацию о каждом конкретном исследуемом образце и не только выявить преимущественную ГЦК-структуру, но и установить возможное присутствие как ГПУ-фрагментов, так и случайных ГПУ-фрагментов, а также узнать соотношение АВСАВС- и АСВАСВ-фрагментов. При этом если ГЦК-структура была характерна для всех исследованных в работе образцов инвертированных опалов Fe_2O_3 , то соотношение фрагментов АВСАВС:АСВАСВ было различным для разных ФК: наряду с образцами, для которых АВСАВС:АСВАСВ $\approx 1 : 1$, мы также наблюдали инвертированные опалы с одним преимущественным типом ГЦК-структуры. Очевидно, что наблюдаемые структурные различия связаны с вероятностным характером формирования слоев при самосборке коллоидных кристаллов, использовавшихся в качестве темплатов для синтеза инвертированных опалов. При этом с уменьшением количества слоев вероятность формирования в коллоидном кристалле доменов без дефектов упаковки возрастает.

Таким образом, с помощью метода ультрамалоуглового рентгеновского рассеяния можно различить образцы с преимущественной двойникованной ГЦК-структурой и образцы с последовательностью слоев близкой к идеальной ГЦК-структуре, оптические свойства которых должны существенно различаться [3]. Сравнение оптических свойств таких образцов требует дальнейших экспериментальных исследований.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе показано, что метод ультрамалоуглового рентгеновского рассеяния может быть эффективно использован для анализа структуры инвертированных опалов. В качестве примера представлены результаты исследования инвертированного опала Fe_2O_3 , согласно которым образец имел преимущественную ГЦК-структуру с соотношением фрагментов АВСАВС... и АСВАСВ... примерно равным 2 : 3, а также содержал области случайных ГПУ-структур. Другие образцы такого же состава также имели преимущественную ГЦК-структуру, но с индивидуальным соотношением АВСАВС:АСВАСВ, а также возможным присутствием небольших фрагментов ГПУ. Описанный метод анализа структуры ФК является универсальным и может быть эффективно использован для анализа инвертированных опалов на основе других материалов, коллоидных кристаллов, а также трехмерных ФК других типов. Кроме того, данный алгоритм, может быть использован для дифракционного анализа структуры ФК с использованием излучения другого типа, например, нейтронного и лазерного.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты №№ 07-03-92113, 08-03-00938), Государственных контрактов №№ 02.513.11.3185, 02.513.11.3186, 02.513.11.3352, а также Программы фундаментальных исследований Президиума Российской академии наук. Авторы работы благодарят Нидерландскую организацию научных исследований (NWO) за предоставленную возможность работы с пучком синхротронного излучения, а также персонал Голландско-Бельгийской станции DUBBLE (К. Квашнина и D. Detollenaere) за помощь в проведении синхротронного эксперимента.

ЛИТЕРАТУРА

1. S. G. Johnson and J. D. Joannopoulos, *Acta Mater.* **51**, 5823 (2003).
2. Y. Xia, B. Gates, Y. Yin, and Y. Lu, *Adv. Mater.* **12**, 693 (2000).
3. Yu. A. Vlasov, V. N. Astratov, A. V. Baryshev et al., *Phys. Rev. E* **61**, 5784 (2000).
4. E. Palacios-Lidon, B. H. Juarez, E. Castillo-Martinez, and C. Lopez, *J. Appl. Phys.* **97**, 063502 (2005).

5. M. Li, P. Zhang, J. Li et al., *Appl. Phys. B* **89**, 251 (2007).
6. S. H. Park, D. Qin, and Y. Xia, *Adv. Mater.* **10**, 1028 (1998).
7. P. Jiang, J. F. Bertone, K. S. Hwang, and V. Colvin, *Chem. Mater.* **11**, 2132 (1999).
8. A. L. Rogach, N. A. Kotov, D. S. Koktysh et al., *Chem. Mater.* **12**, 2721 (2000).
9. J. V. Sanders, *Nature* **204**, 1151 (1964).
10. K. Busch and S. John, *Phys. Rev. E* **58**, 3896 (1998).
11. В. В. Абрамова, А. С. Синицкий, Ю. Д. Третьяков, *Письма в ЖЭТФ* **86**, 370 (2007).
12. A. Stein, *Micropor. Mesopor. Mater.* **44–45**, 227 (2001).
13. L. K. Teh, C. C. Wong, H. Y. Yang et al., *Appl. Phys. Lett.* **91**, 161116 (2007).
14. В. Г. Голубев, Д. А. Курдюков, А. Б. Певцов и др., *Физика и техника полупроводников* **36**, 1122 (2002).
15. L. I. Halaoui, N. M. Abrams, and T. E. Mallouk, *J. Phys. Chem. B* **109**, 6334 (2005).
16. A. Sinitskii, V. Abramova, T. Laptinskaya, and Yu. D. Tretyakov, *Phys. Lett. A* **366**, 516 (2007).
17. R. M. Amos, J. G. Rarity, P. R. Tapster et al., *Phys. Rev. E* **61**, 2929 (2000).
18. A. V. Baryshev, A. A. Kaplyanskii, V. A. Kosobukin et al., *Phys. Rev. B* **70**, 113104 (2004).
19. D. R. E. Snoswell, C. L. Bower, P. Ivanov et al., *New J. Phys.* **8**, 267 (2006).
20. A. Sinitskii, V. Abramova, T. Laptinskaya, and Yu. Tretyakov, *Superlattices and Microstructures* **44**, 626 (2008).
21. T. Yoshimura and I. S. Sogami, *Phys. Rev. Lett.* **56**, 1609 (1986).
22. I. I. Tarhan and G. H. Watson, *Phys. Rev. Lett.* **76**, 315 (1996).
23. K. S. Napolskii, A. Sinitskii, S. V. Grigoriev et al., *Physica B* **397**, 23 (2007).
24. С. В. Григорьев, К. С. Напольский, Н. А. Григорьева и др., *Письма в ЖЭТФ* **87**, 15 (2008).
25. J. W. Goodwin, J. Hearn, C. C. Ho, and R. H. Ottewill, *Colloid and Polymer Sci.* **252**, 464 (1974).
26. A. S. Sinitskii, P. E. Khokhlov, V. V. Abramova et al., *Mendeleeev Comm.* **17**, 4 (2007).
27. A. V. Petukhov, J. H. J. Thijssen, D. C. 't Hart et al., *J. Appl. Crystallogr.* **39**, 137 (2006).
28. A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, and B. Lengeler, *Nature* **384**, 49 (1996).
29. E. Vekris, V. Kitaev, D. D. Perovic et al., *Adv. Mater.* **20**, 1110 (2008).
30. А. С. Синицкий, С. О. Климонский, С. В. Елисеева и др., *Письма в ЖЭТФ* **87**, 772 (2008).
31. A. V. Petukhov, D. G. A. L. Aarts, I. P. Dolbnya et al., *Phys. Rev. Lett.* **88**, 208301 (2002).
32. A. V. Petukhov, I. P. Dolbnya, D. G. A. L. Aarts et al., *Phys. Rev. Lett.* **90**, 028304 (2003).