

surate with the nuclear lattice. Generally the magnetic moment can be written as a combination of harmonic functions:

$$\mathbf{M}_i(x_4) = \mathbf{M}_{i0} \prod_{n=1}^N [\mathbf{M}_{ins} \sin(2nx_4) + \mathbf{M}_{inc} \cos(2nx_4)]$$

The superspace approach does not give a direct connection to irreducible representation analysis, as introduced by E.F. Bertaut [3]. For this reason we have also implemented a tool which can directly perform such an analysis in the Jana package. This part of the program is analogical to programs such as MODY [4], SARAh [5] and BasIReps [6]. New contribution of Jana is that the result of the representative analysis is transformed (see example in Fig.1) into (super)space magnetic group. Moreover all additional conditions (if any) necessary to assure selected irreducible representation are generated automatically and used during the refinement process. This makes possible to test all acceptable irreducible representation directly in terms of Laue symmetry and systematic extinctions.

The refined magnetic structure can be visualized by calling a suitable external drawing program from Jana2006. In

Fig. 2 an example of a refined magnetic structure is drawn by Diamond 3.0 [7].

The program has been already tested on several data sets from different sources (ILL, ISIS, PSI, ...). During the lecture more details will be presented about implementation of the magnetic option into Jana2006 and examples of already refined structures will be demonstrated.

1. M. Dušek, V. Petříček, M. Wunschel, R. E. Dinnebier, S. van Smaalen, *J. Appl. Cryst.*, **34**, (2001) 398.
2. P. M. de Wolf, T. Janssen, A. Janner A., *Acta Cryst.* A37 (1981) 625.
3. E. F. Bertaut, *Acta Cryst.* A24, (1968) 217.
4. P. Czapnik, W. Sikora, <http://www.ftj.agh.edu.pl/~sikora/modyopis.htm>.
5. A. S.Wills, *Physica B*, **276** (2000) 680.
6. J. Rodriguez-Carvajal, <http://www.ill.eu/sites/fullprof/php/reference.html>.
7. K.Brandenburg, Diamond 3.1f (2007).

SL13

MĚŘENÍ MONOKRYSTALŮ NA PRÁŠKOVÉM DIFRAKTOMETRU

J. Drahokoupil^{1,2}, J. Kopeček²

¹FJFI ČVUT, Trojanova 13, 120 00 Praha 2, ČR

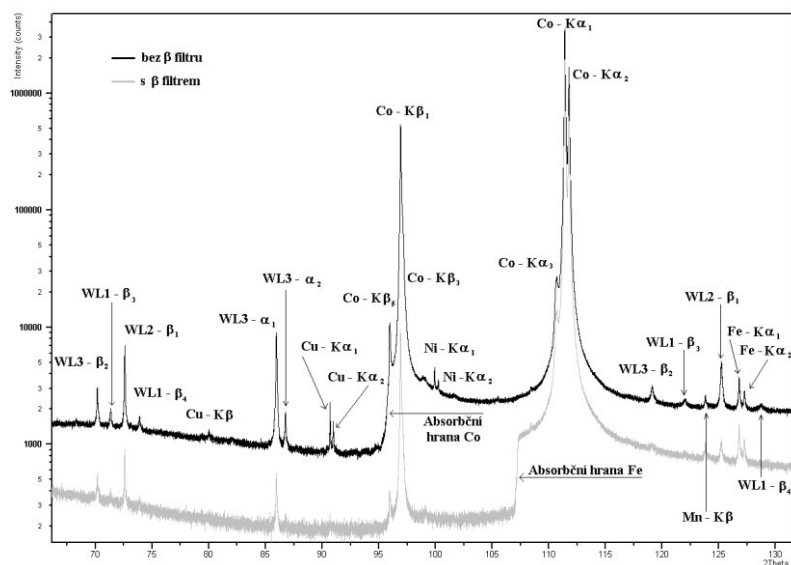
²Fyzikální ústav AV ČR, v.v.i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, ČR
jandrahokoupil@seznam.cz

S monokrystaly se v oblasti práškové difrakce setkáváme velmi zřídka. Při měření práškových dat je jejich výskyt spojen s obavami o výdrž detektoru a s jejich někdy až nečekanými projevy na práškový záznam. V následujících řádcích bude uvedeno několik příkladů měření s monokrystaly a už s jejich nežádoucím projevem či s jejich záměrným měřením.

V současné profilové analýze je tendence k modelování celého záznamu [1]. Nedílnou součástí této problematiky je i přístrojová funkce. Ta je krom jiného dána i spektrem

vlnových délek jdoucích z rtg lampy. Na obr. 1 je uveden difrakční záznam monokrystalu korundu, difraktující rovina 0012 (pro wolframové L-čáry na pravé straně obrázku i 0018) byla rovnoběžná s povrchem. Byl použit divergentní svazek v Bragově-Brentanově uspořádání s geometrií θ , Co lampa. Jsou zde zakresleny dvě křivky jedno pro měření s a bez beta filtru (Fe).

Taková to měření umožňují popsat spektrum vlnových délek po aplikaci různých optických prvků. Pro profilovou analýzu má v tomto případě největší význam



Obrázek 1. Část difrakční záznamu monokrystalu korundu Al_2O_3 . Spektrum vlnových délek a vliv filtru na vlnové spektrum.



měření a popis dubletu $K_{1,2}$. Další možnou aplikací by bylo použití nemonochromovaného spektra pro měření látek, které poskytují malé množství difrakčních linií. Tato měření by mohla poskytnout difrakci stejných difrakčních rovin v jiných difrakčních úhlech, případně i z různých hloubek vzorku díky závislosti absorpce na vlnové délce.

V případě tenkých vrstev rostlých na monokrystalech má uvědomění si skutečnosti, že na monokrystalu mohou difraktovat i jiné vlnové délky než hlavní dublet, význam pro interpretaci naměřených dat. Tyto parazitní difrakce na monokrystalovém substrátu mohou dosahovat stejných intenzit jako difrakce polykrystalické tenké vrstvy. K jejich odhalení může pomoci např. jejich šířka, viz. obr. 2.

Dalším předmětem našeho zájmu jsou precipitáty ve slitinách Fe Al(40%) C(1%), které způsobují praskání materiálu [2]. Z důvodu vyloučení hranic zrn na vznik a růst precipitátů, jsou tyto studovány i monokrystalové matrici FeAl.

Tato práce vznikla v rámci realizace projektů Grantové agentury České republiky, č. 106/07/0805 a č.

106/06/0019.

1. A. Kern, A.A. Coelho, R.W. Cheary, in *Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials*, edited by E.J. Mittemeijer & P. Scardi (Berlin: Springer), 2004, pp. 17-50.
2. R. S. Sundar, S. C. Deevi, *Mater. Sci. Engin. A*, (2003), 357:(1-2), 124.

SL14

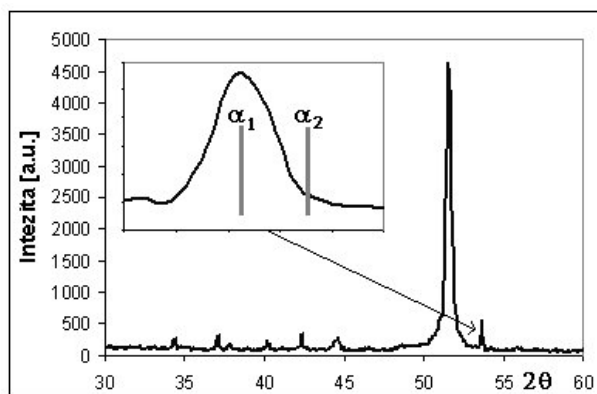
TRANSFORMACE NITI DRÁTŮ S TVAROVOU PAMĚTÍ PŘI DEFORMACI SLEDOVANÁ SYNCHROTRONOVÝM ZÁŘENÍM

Daniel Šimek^{1,2}, Petr Šittner¹, Petr Sedlák¹, Jan Pilch¹

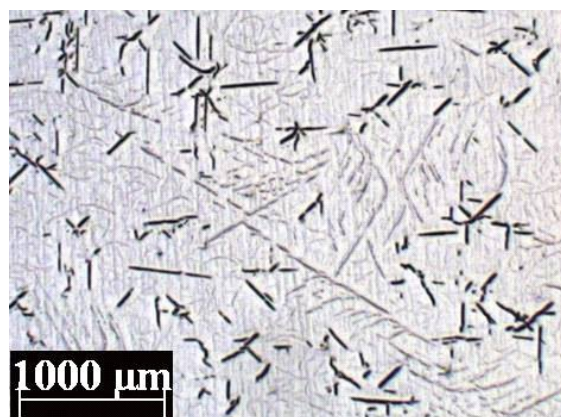
¹Fyzikální ústav AV ČR v.v.i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, oddělení kovů

²TU Freiberg, Gustav-Zeuner-Str. 5, D-09599 Freiberg, Institut für Werkstoffwissenschaft

Slitiny s tvarovou pamětí se vyznačují reverzibilní fázovou transformací mezi dvěma i více strukturami závislou na teplotě a napětí. V případě NiTi je teplota martenzitické transformace z vysokoteplotní austenitické (Pmm) do nízkoteplotní martenzitické (P21/m) fáze blízká pokojové teplotě. V závislosti na procesních podmínkách přípravy lze buďto dosáhnout superelastických materiálů (nízká teplota transformace) nebo slitiny s tvarovou pamětí (vyšší teplota). Deformace v martenzitickém stavu je snadná, nebo dochází k bezdifúzní (martenzitické) transformaci jednotlivých zrn martenzitu na jiné varianty s jinak orientovanými prvky symetrie – jedná se v podstatě o změnu přednostní orientace. Při přechodu do vyšších teplot se martenzit opět transformuje do austenitu a deformovaný vzorek dostává zpět svůj původní tvar. Teplota transformace stoupá s napětím, kterým jsou preferována martenzitická zrna příhodně orientovaná vůči napětí, respektive napětí potřebné k udržení deformovaného tvaru nad mezní (minimální) transformační teplotou narůstá. Při



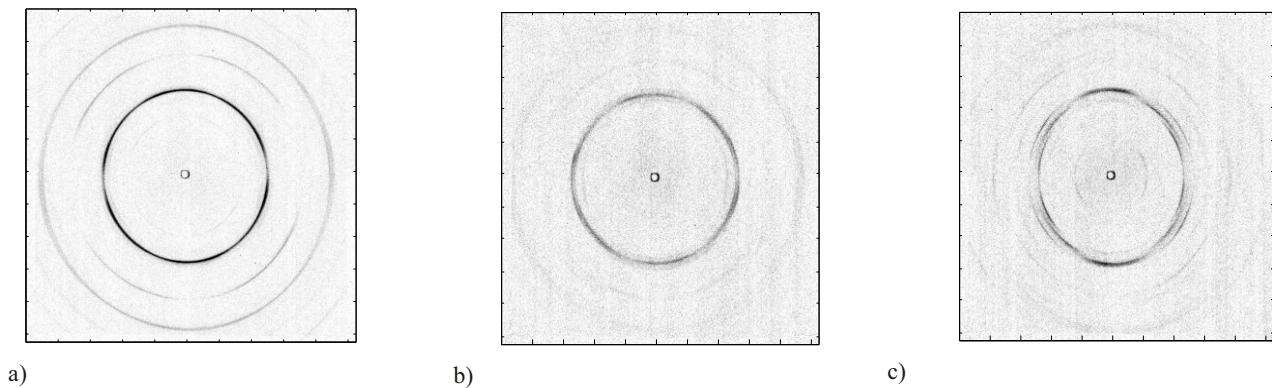
Obrázek 2. Difrakční záznam tenké vrstvy diamantu na monokrystalu Si. Detail je na parazitní difrakci od monokrystalu Si. Charakteristické pro tyto čáry je, že neobsahují dublet $K_{1,2}$ a v místě očekávané složky K_{2} není intenzita.



Obrázek 3. Precipitáty (světlejší čáry) a praskliny (tmavší čáry) v monokrystalu FeAl.

dalším růstu teploty a napětí (pokud je deformace vynucena formou) se po překročení meze elasticity austenitu namísto návratu do původního tvaru materiál transformuje v nezměněném tvaru a austenitický vzorek se zároveň deformuje do nového tvaru. Uvedený proces se nazývá *shape-setting*.

Pro provedené experimenty byly použity shape-settované vzorky tvaru vlnovkové pružiny. Natahování pružiny bylo v oblastech ohybů dosaženo na vnitřní straně tahového, na vnější pak tlakového napětí podél osy drátu; napětí pak vyvolávalo martenzitickou transformaci původně austenitické pružiny. Svazek rentgenového záření 40 keV ($\lambda = 0.31 \text{ \AA}$) fokusovaný na rozměr cca 15 μm procházel drátem o průměru 100 μm ve směru kolmém na rovinu zakřivení pružiny. Pružinou bylo možno pohybovat napříč svazkem s přesností 1 μm . Difrakční záznam byl snímán FReLoN kamerou s maticí 2048 \times 2048 bodů 30 s až 1 min. Rozdíl v difrakčních záznamech z různých oblastí pružiny je patrný z Obrázku 1.



Obrázek 1. Difrakční záznam pružiny v tahu uprostřed (a), na vnějším okraji záhybu (b) a na vnitřním okraji záhybu (c).

Záznamy byly simulovány a vyhodnocena závislost podílu jednotlivých variant martenzitu (rozdíl mezi Obr. 1b a 1c) na poloze při různých stupních deformace pružiny

spolu s napětím, které je úměrné elipticitě Debyeových kroužků.

SL15

PHASE ANALYSIS OF MULTIPLE ABSORBED AND DESORBED Zr-Fe-V BY HYDROGEN

P. Roupová, O. Schneeweiss

Institute of Physics of Material, Czech Academy of Science, v.v.i., Brno, Czech Republic, roupcova@ipm.cz

The commercial non-evaporable getter SAES St 707 with chemical composition (70 % Zr, 24.6 % V, and 5.4 % Fe) is using for protection vacuum systems sensitive to presence of hydrogen. We have investigated its phase stability during recharging by hydrogen with emphasis on the influence of impurity formed by residual gases in atmosphere (O_2 , CO_2 , H_2O).

The surface composition of the as-received getter exposed by surrounding atmosphere determined by XPS reported in [1-2] consists of the respective oxides of the getter compounds, i.e., ZrO_2 , VO_2 , and Fe_2O_3 . The getter activated at 500 °C in vacuum contained of metallic Zr and V with the small amount of oxygen and carbon bound at Zr and V surfaces. Subsequently, the getter was exposed to the D_2O vapour at different temperature and caused decomposition of water and its absorption. Iron had not an important role on this process. At high temperatures, diffusion of oxygen from the surface into the bulk occurred [2].

We have investigated structure and phase composition of the getter using X-ray powder diffraction (XRD) and Mössbauer spectroscopy (MS). XRD was performed using CoK radiation with qualitative analysis carried out by HighScore software and the JCPDS PDF-2 database. For a quantitative analysis of the XRD patterns we took HighScore plus with Rietveld structural models based on the ICSD database. ^{57}Fe Mössbauer spectra were measured in a standard transmission geometry using $^{57}Co/Rh$ source. Isomer shifts were referred relative to ^{-}Fe at room temperature. The computer processing of the spectra done by CONFIT package [3] yielded intensities (atomic fraction of Fe atoms) I of the components, their hyperfine inductions

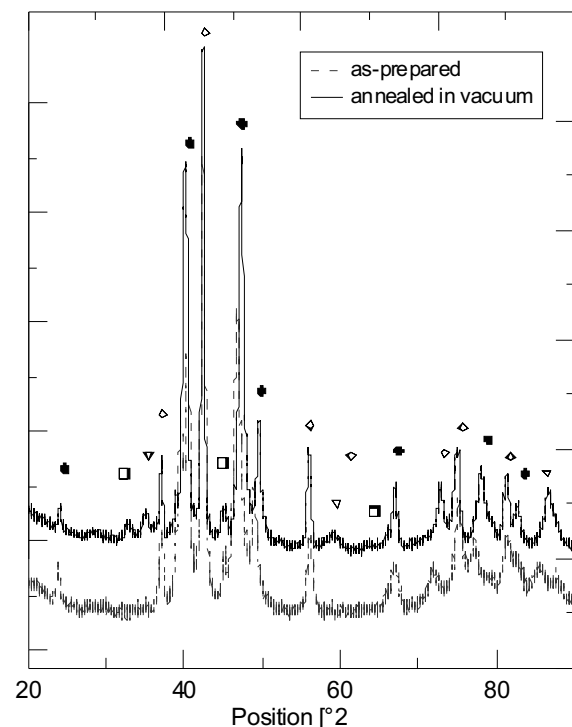


Figure 1. Getter – hydrogen uncharged state. (\diamond cubic C15 and hexagonal C14 Laves phases, \square monoclinic- ZrO_2 , \triangle cubic- ZrO_2).

B_{hf} , isomer shifts δ , quadrupole splittings Q , and quadrupole shifts s .

The getter was hydrided during annealing in H_2 (5N) at 550°C for 15 minutes and dehydrided in vacuum (10^{-2} Pa) at 550°C for 15 minutes. This procedure was applied one

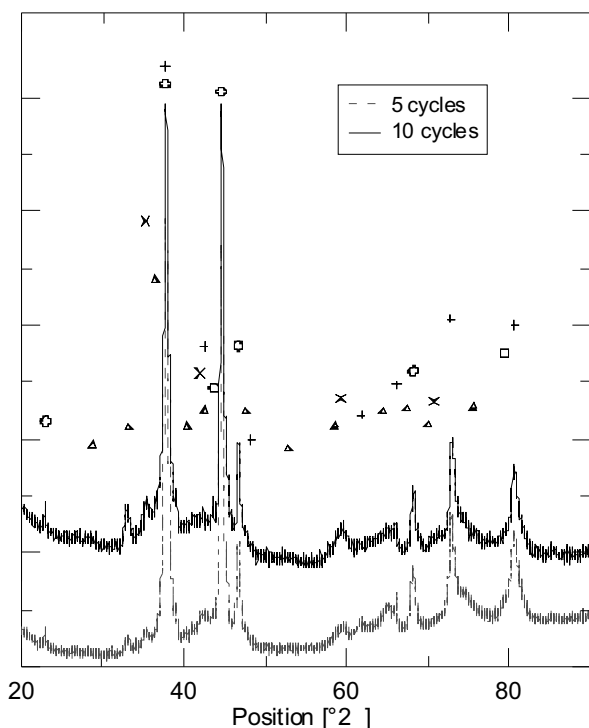


Figure 2. Getter - hydrogen charged state. (+ ZrH₂, o ZrV₂H_{3,6}, cubic-ZrO₂, monoclinic-ZrO₂).

times, five times and ten times in the same furnace without a contact with an oxygen containing (ambient) atmosphere. Finally the samples were removed from the furnace to an ambient atmosphere and XRD and MS experiments were performed. From XRD measurements cubic C15 and hexagonal C14 Laves phases were determined in the samples

SL16

VLIV REÁLNÉ STRUKTURY NA KVANTITATIVNÍ FÁZOVOU ANALYSU

J. Hamza¹, R. Čerstvý², F. Filuš³, P. Mazal⁴

¹*Nové technologie – Výzkumné centrum, Západočeská univerzita, 301 00, Plzeň*

²*Fakulta aplikovaných věd, Západočeská univerzita, 301 00, Plzeň*

³*Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Vysoká škola báňská, 708 33, Ostrava*

⁴*Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické, 616 69, Brno*

Nejdůležitějším zdrojem chyb (příčinou neurčitosti) kvantitativní rtg difrakční fázové analýsy [1, 2] je reálná struktura [3]. Ta ovlivňuje intenzitu difraktovaného záření a tento vliv není jednoduché (a někdy dokonce ani možné) odlišit od vlivu, který má na intenzitu difrakcí fázové složení [4–6]. Reálnou strukturou rozumíme velikost (velikostní distribuci) krystalků, jejich tvar (tvarovou distribuci), prostorové a směrové rozložení a rozličné strukturální defekty (odchylky od ideální krystalové struktury).

V předkládané práci ukazujeme, jak velice může ovlivnit intenzity difrakcí (a tedy, jak velké chyby kvantitativní rtg fázové analýsy může způsobit) textura. Na obr. 1-3 uvádíme difraktogramy čtyř vzorků hliníkové slitiny ISO EN 6082: MA1F, MB1F, MB2F, MC1F a v tab.1 integrální intenzity jednotlivých difrakcí hliníku určených z difraktogramů na obr.1. Z tabulky je patrné, že

annealed in vacuum (Figure 1) and ZrH₂ and ZrV₂H_{3,6} in hydrogen charged state. In the samples after 5 and 10 cycles a small amount of cubic and monoclinic ZrO₂ was observed (Figure 2). These phases were nucleated already during the first step of heat treatment in the vacuum and their amounts gradually increased by subsequent annealing. MS phase analysis of the sample after the annealing in vacuum revealed Zr(Fe, V)₂ phase (as mentioned in [4]) with the similar parameters as Zr₂Fe, and iron atoms in Zr-V matrix. In the charged state in the first step, ZrFeV hydrided phase [4] and residua of iron atoms in Zr-V matrix were observed. The content of the second phase was slightly increasing and its parameter was changed during hydriding and dehydriding cycles. After ten cycles, non-charged Zr(Fe, V)₂ phase was found. The Fe₂Zr which is insensitive to hydrogen charging [5] was not observed in the present material.

1. K. Ichimura, K. Ashida, K. Watanabe, *J. Vac. Sci. Technol. A* **3** (1985) 2, 346.
2. I. Vedel, L. Schlabbach, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **11**, (1993) 3, 539.
3. T. Žák, in *Mössbauer Spectroscopy in Materials Science*, edited by M. Miglierini and D. Petridis (Dordrecht: Kluwer), 1999, p. 385.
4. L. Rodrigo, J.A. Sawicki, *J. Nucl. Mater.* **265** (1999) 208.
5. M. Hara, R. Hayakawa, Y. Kaneko, K. Watanabe, *J. Alloys. Comp.* **352** (2003) 218.

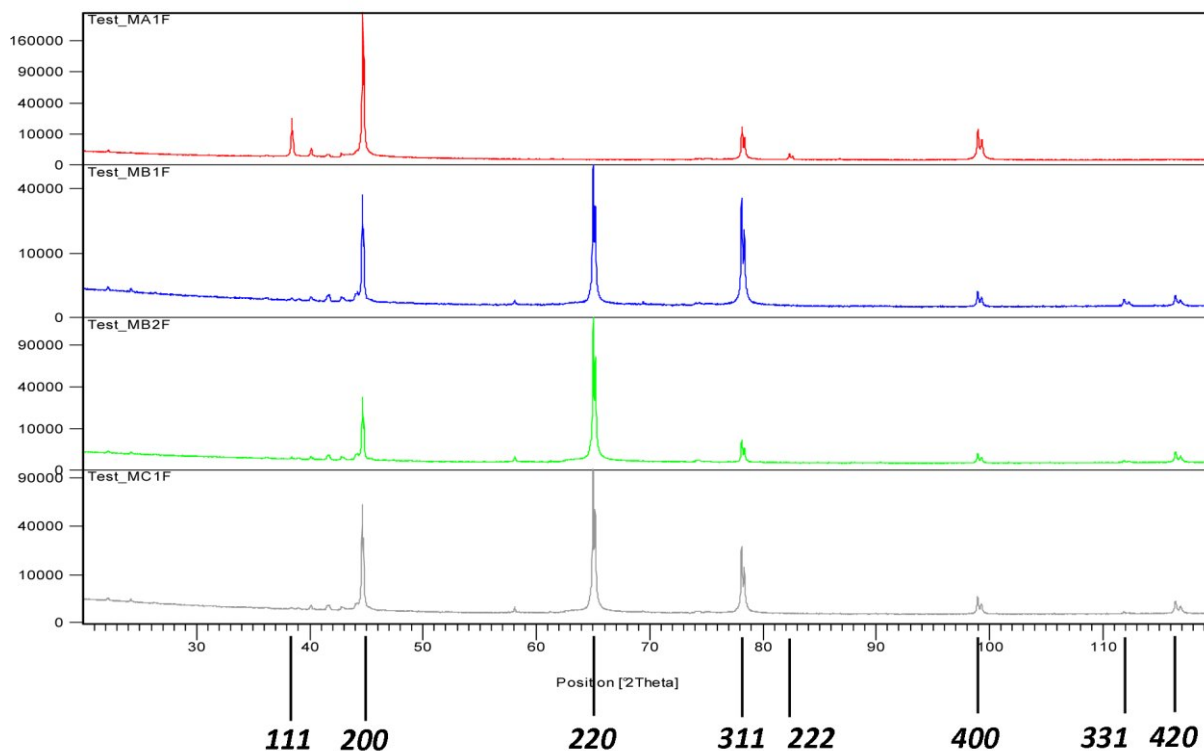
This work was supported by the Czech Ministry of Education, Youth and Sports (1M6198959201) and Academy of Sciences of the Czech Republic (AV0Z20410507).

v tomto případě nelze vliv textury účinně potlačit ani Harrisovou metodou [7, 8]. Textura, projevující se na difraktogramech, jak bylo ukázáno, výrazně ovlivňuje mechanické vlastnosti materiálu [9-11].

1. L. S. Zevin & G. Kimmel: *Quantitative X-ray Diffractometry*. New York 1995. Springer – Verlag.
2. B. L. Davis: *Reference Intensity Method of Quantitative Phase Analysis*. Rapid City, South Dakota 1988. South Dakota School of Mines and Technology.
3. J. Fiala, *Materials Science Forum*, **79-82** (1991) 27-34.
4. D. L. Bish & J.E. Post (eds): *Modern Powder Diffraction*. Washington 1989. The Mineralogical Society of America.
5. D. K. Smith in: *Defect and Microstructure Analysis by Diffraction*, R.L. Snyder, J. Fiala & H.J. Bunge (eds), 333-345. New York 1999. Oxford University Press.

Tabulka 1. Integrální intenzity jednotlivých difrakčních linií hliníku určené z difraktogramů vzorků MA1F, MB1F, MB2F, MC1F na obr. 1, vztažené k integrální intenzitě difrakční linie (200) příslušného difraktogramu (v levém sloupci) a jejich kumulativní součty (v pravém sloupci).

h k l	MA1F		MB1F		MB2F		MC1F	
111	98	98	0	0	0	0	0	0
200	1000	1098	1000	1000	1000	1000	1000	1000
220	0	1098	2013	3013	5339	6339	2130	3130
311	94	1192	1400	4413	241	6580	600	3730
222	7	1199	0	4413	0	6580	0	3730
400	110	1309	78	4491	79	6659	79	3809
331	0	1309	34	4525	11	6670	6	3815
420	0	1309	61	4586	125	6795	63	3878

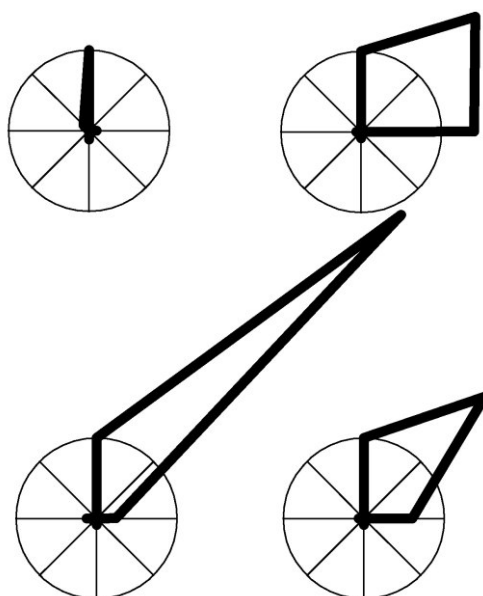


Obrázek 1. Difraktogramy vzorků MA1F, MB1F, MB2F, MC1F změřené na Braggově-Brentanově parafokusačním difraktometru pomocí záření CuK .

- B. L. Davis, D. K. Smith & M. A. Holomany, *Powder diffraction*, **4** (1989) 201-205.
- G. B. Harris, *Philosophical Magazine*, **43** (1952) 113-125.
- G. Wassermann, J. Grewen: *Texturen metalischer Werkstoffe*. Berlin 1962. Springer – Verlag.
- W. A. Wood: *The Study of Metal Structures and their Mechanical Properties*. New York 1971. Pergamon Press.
- J. Fiala, P. Mazal, M. Kolega in *NDE for Safety*, P. Mazal (ed), 73-80. Prague 2007. Brno University of Technology.
- P. Mazal, L. Pazdera, J. Fiala in *NDE in for Safety*, P. Mazal (ed), 169-174. Prague 2007. Brno University of Technology.



Obrázek 2. Difraktogramy vzorků MA1F, MB1F, MB2F, MC1F získané pomocí fotoregistrace v Braggově-Brentanově semifokusačním uspořádání (fokusační úhel 30° , záření FeK).



Obrázek 3. Difraktogramy vzorků MA1F, MB1F, MB2F, MC1F z obr. 1. překreslené do polárních souřadnic: 111-SZ, 200-S, 220-SV, 311-V, 222-JV, 400-J, 331-JZ, 420-Z; délka radiusvektoru vyjadřuje intenzitu příslušné difrakční linie, normalizovanou na intenzitu difrakce (200) daného difraktogramu.

SL17

STRUCTURE OF K_2TAF_7 AT 720 °C – A COMBINED USE OF SYNCHROTRON POWDER DATA AND SOLID STATE DFT CALCULATIONS

Ľubomír Smrčok¹, Michela Brunelli², Miroslav Boča¹ and Marian Kucharík¹

¹*Institute of Inorganic Chemistry, Slovak Academy of Sciences, Dúbravská cesta 9, SK-845 36 Bratislava, Slovak Republic,*

²*European Synchrotron Radiation Facility, B.P. 220, F-38043 Grenoble CEDEX, France*
uachsmrk@savba.sk

The structure of the title compound was optimized by energy minimization in the solid state using a plane waves DFT computation for which the lattice parameters were obtained by the LeBail technique from synchrotron X-ray powder diffraction data collected at 720 °C. Owing to the sample's corrosiveness, it had to be loaded in a thin-walled Pt capillary. It was found that the structure corresponds to that of the $-K_2TaF_7$ phase. The Ta atoms in the TaF_7 polyhedra are seven-fold coordinated by fluorine atoms positioned within 1.977 to 2.007 Å. The K atoms are surrounded by eleven (K1) and eight (K2) fluorine atoms. Every F atoms in the structure is surrounded by three K atoms. The F-K contact distances vary from 2.57 to 3.32 Å. It was shown that solid state DFT methods could be an accurate alternative to Rietveld refinement, providing a remedy to the chronic difficulty of standard powder refinements, which is the lack of information extractable from a powder pattern [1]. The size of problems tractable by solid state DFT methods running on a laboratory computer nowadays reaches ~500 1000 atoms per unit cell, depending on the level of approximation used by the computational method employed. These numbers well exceeds the widely accepted limits for unrestrained powder refinements, which frequently fail in providing accurate results even for the structures with much smaller numbers of atoms. More-

over, since theoretical calculations are frequently done in the $P1$ space group, simultaneous optimization of geometries of possibly symmetrically equivalent units within a unit cell provides a good measure of internal consistency of structure optimization and/or solution [2]. On the other hand, in practice some problems are encountered when treating structures with variable occupancies of the atomic sites, because the quantum physics/chemistry methods do not have any analogue to occupancy parameters routinely used in crystallography. Attempt to preserve occupational variability leads to computational supercells, which can easily cease to be tractable by the standard computational resources.

This work was partially supported by Slovak Grant Agency VEGA under the contracts 2/6179/26. We thank the European Synchrotron Radiation Facility ESRF, Grenoble, France, for provision of beam time on the high-resolution powder diffraction beam line ID31.

1. L. Smrčok, V. Jorík, E. Scholtzová, V. Milata, *Acta Cryst.*, **B63** (2007) 477-484.
2. L. Smrčok, M. Brunelli, M. Boča, M. Kucharík, *J. Appl. Cryst.* **41** (2008) 634-636.

SL18

CRYSTALLOGRAPHIC STUDY OF PYRITE RELATED PHASES: PtSnS, PtSnSe AND PtSnTe

F. Laufek¹, J. Plášil²

¹*Czech Geological Survey, Geologická 6, 152 00, Praha 5*

²*Charles University, Faculty of Science, Albertov 6, 128 43 Praha 2*
frantisek.laufek@geology.cz

This presentation is a continuation of our systematic investigations on crystal structures and selected physical properties of M-X-Ch compounds of nickel-group metals (M = Ni, Pd, Pt) and main group IV. and VI. elements (IV = Si, Ge, Sn; VI = S, Se, Te). These phases are of interest in materials science because of their possible thermoelectric applications. Moreover, as was mentioned by [1], many of these compounds show interesting structural features of the pyrite (FeS_2 , $Pa3$) type structural family. This is because the presence of X-X or X-Ch pairs and related ordering phenomena [1].

The ternary compounds PtSnS, PtSnSe and PtSnTe were synthesised from elements by conventional high temperature solid state reactions. Stoichiometric amounts of Pt (99.9%), Sn (99.99%), S (99.995%), Se (99.99%) and Te (99.99%) were sealed in evacuated silica tubes and heated for 800 °C for 1 day. Following this, the samples were ground using agate mortar and pestle, and sealed again and heated at 800 °C for one week. The resultant material was once again ground and heated at 800 °C for two weeks. Finally, the samples were quenched in cold water.

The existence of PtSnS, PtSnSe and PtSnTe compounds is given in [1]. Also a relationship of these phases

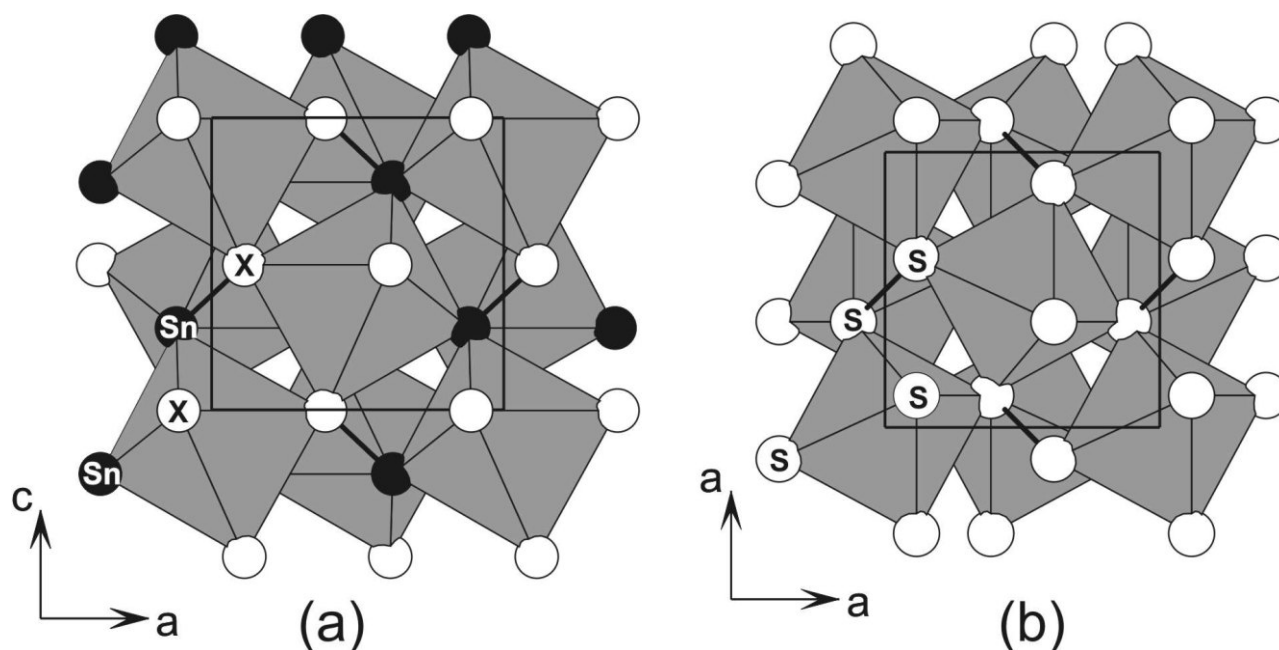


Figure 1. (a) Polyhedral representation of PtSnX ($X = \text{S, Se, Te}$) structures (space group $Pca2_1$) showing the $[\text{PtSn}_3\text{X}_3]$ octahedra and Sn-X pairs. (b) Structure of pyrite (FeS_2 , space group $Pa\bar{3}$) is shown for comparison.

to the pyrite structural family (more specifically to the cobaltite type) is proposed [1]. However, no structural details including atomic coordinates are given. Here we report a detailed structural study of title phases. As single crystals of sufficient quality were not available, the structural analyses were performed on powder samples. The structures of title compounds can be derived from the pyrite structure (FeS_2) replacing of S-S dumbbells by X-Ch anion pair. For similar structures three arrangements of the ordering of anionic atoms were proposed [1, 2]. One possibility corresponds to the ullmanite type structure (NiSbS , $P2_13$), which retains cubic symmetry. Another option of ordering of anionic atoms represents the cobaltite type structure (CoAsS , $Pca2_1$). Also an intermediate possible structure model was described in space group $R\bar{3}$ [1]. To determine which ordering scheme can be applied for PtSnS , PtSnSe and PtSnTe careful analysis of powder diffraction patterns was done. The powder diffraction patterns of title compounds and pyrite are very similar. However, the presence of additional diffractions indicating the ordering with respect to lowering symmetry and splitting of specific diffractions demonstrating deviations from cubic

lattice, revealed the CoAsS structure model for PtSnS , PtSnSe and PtSnTe . Final refinement was done by Rietveld method using FullProf program [3].

PtSnS , PtSnSe and PtSnTe display orthorhombic symmetry, space group $Pca2_1$. In these three compounds, Pt is surrounded by three Sn and X atoms showing distorted octahedral coordination. These $[\text{PtSn}_3\text{X}_3]$ octahedra are connected by corner-sharing. An important feature presents in the structure of title compounds is the existence of Sn-X pairs (Figure 1).

1. R. Weihrich, D. Kurowski, A.C. Stückl, S. Matar, F. Rau, T. Bernert, *J. Solid State Chem.*, **177**, (2004), 2591.
2. A.J. Foecker, W. Jeitschko, *J. Solid State Chem.*, **169**, (2001), 69.
3. J. Rodríguez-Carvajal, *FullProf.2k*, Laboratoire Léon Brillouin, France, 2006.

This study was supported by the Grant Agency of the Academy of Sciences of the Czech Republic (Project No. KJB 300130612) and by the internal project of the Czech Geological Survey (Project No. 323000).