

SL1

CONTRIBUTION TO THE CRYSTALLOGRAPHY OF Ag-Pd CHALCOGENIDES**F. Laufek^{1,4}, A. Vymazalová¹, M. Drábek¹, D. A. Chareev², A. V. Kristavchuk^{2,3}
J. Drahokoupil⁴**¹*Czech Geological Survey, Geologická 6, 152 00 Praha 5, Czech Republic*²*Institute of Experimental Mineralogy RAS, 142 432 Chernogolovka, Russia*³*University of Dubna, Universitetskaja 19, 141 980 Dubna, Russia*⁴*Institute of Physics of the AS CR, v.v.i., Na Slovance 2, 182 21, Praha 8, Czech Republic
frantisek.laufek@geology.cz*

The chalcogenides of Ag and Pd occur in nature as minerals or poorly characterized phases in various geological environments. The Ag-Pd tellurides can be found in association with mafic or ultramafic igneous rocks in complexes like Sudbury (Canada), Norilsk (Russia) or Salt Chuck intrusion (USA) among many other deposits [1]. The Ag-Pd selenide $\text{Ag}_2\text{Pd}_3\text{Se}_4$ (known as a mineral chrisstanleite) was observed e.g. from carbonate veins in Torquay (England), from Tilkerode in eastern Harz Mountains (Germany) and in uranium mineralization in Předbořice (Czech Republic) [1]. The Ag-Pd sulphides were reported from the Duluth Complex [2] and Norilsk (Russia) [3]. In order to understand the formation of these minerals and phases at natural conditions and predict possible new minerals, the systems Ag-Pd-S/Se/Te were experimentally investigated at selected temperatures. The evacuated silica glass tube technique was used for the synthesis of all phases. The experimental products were investigated by means of optical and electron microscopy, electron microanalysis, powder and single-crystal X-ray diffraction techniques.

Up to date, twelve Ag-Pd chalcogenides ($\text{Ag}_4\text{Pd}_3\text{Te}_4$, $\text{Pd}_{14}\text{Ag}_2\text{Te}_9$, $(\text{Pd},\text{Ag})_3\text{Te}$, $(\text{Pd},\text{Ag})_8\text{Te}_3$, $(\text{Pd},\text{Ag})_4\text{Te}$; $\text{Ag}_2\text{Pd}_3\text{Se}_4$, AgPd_3Se , $(\text{Ag},\text{Pd})_{22}\text{Se}_6$, $\text{Ag}_7\text{Pd}_{73}\text{Se}_{20}$; Ag_2PdS , $\text{Ag}_2\text{Pd}_3\text{S}$, $\text{Ag}_3\text{Pd}_{13}\text{S}_4$) have been synthesised and most of them have been structurally characterized. One new mineral (lukkulaisvaaraite - $\text{Pd}_{14}\text{Ag}_2\text{Te}_9$) has been also de-

scribed. The research revealed strong different coordination preferences of palladium and silver in these compounds. While the palladium atoms prefer the square planar or octahedral coordination, the silver atoms show larger variability in their coordination environments. The character of crystal structures also varies from the three-dimensional framework structures to the phases with a layered structure. Compounds with strong metallic behaviour were also observed. The number of direct Pd-Pd, Ag-Ag and Pd-Ag contacts is a function of the metal:chalcogen ratio. The limits of Ag for Pd substitution were extensively studied at various temperatures. In the Ag-Pd-Te and Ag-Pd-Se systems, the Ag for Pd substitution occurs in compounds with high metal: Se(Te) ratio. The maximal range of this substitution (i.e. 34 - 56 wt. % of Ag) was detected for the $(\text{Ag},\text{Pd})_{22}\text{Se}_6$ solid solution. Relevant analogical structures containing Cu and alkali metals will be discussed.

1. L. J. Cabri: The geology, geochemistry, mineralogy and beneficiation of the platinum-group elements. Canadian Institute of Mining, 2002.
2. M. J. Sevenson and S. A. Hauck, S.A. *Natural Resources Research Institute, University of Minnesota, Duluth*, (2003) *Technical Report, NRRI/TR-2003/37*, 2010.
3. S. F. Sluzhenikin, *Russian J. General Chem.* 81(6), 1288, 2010.

SL2

MOLECULAR SIMULATION OF LAYERED STRUCTURES**M. Pospíšil, P. Kovář, A. Tesař***Charles University in Prague, Faculty of Mathematics and Physics, Ke Karlovu 3, 121 16 Prague 2
pospasil@karlov.mff.cuni.cz*

We solved the structure of various kinds of alcohol (methanol and ethanol is presented) into Sr phosphonate layers [1] with summary formula $\text{Sr}(\text{C}_6\text{H}_5\text{PO}_3) \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot \text{CH}_3\text{OH}$ ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, respectively) by molecular simulations methods [2, 3]. These calculations are suitable for studying of various arrangements and positions of the methanol (ethanol) molecules in the interlayer space of the Sr host layer to obtain a detail view into mutual interactions between phenol rings of Sr layers and methanol (ethanol) in the large superstructures. Samples were prepared, described and experimentally characterized at The Joint Laboratory of SSCH at

the University Pardubice and results from experimental measurements were used as a base for procedure preparation and for verification of simulation results [4, 5].

Parameterization and building of the layers was done on the base of single crystal data. Supercell of $2a \ 2b \ 1c$ was prepared and space group was changed for calculation from Pn21a (Pbcn for ethanol) to P1. Strontium layers except of phenol rings were kept rigid and methanol (ethanol) molecules were without any constraints. Water molecules were not inserted into calculation for methanol and several

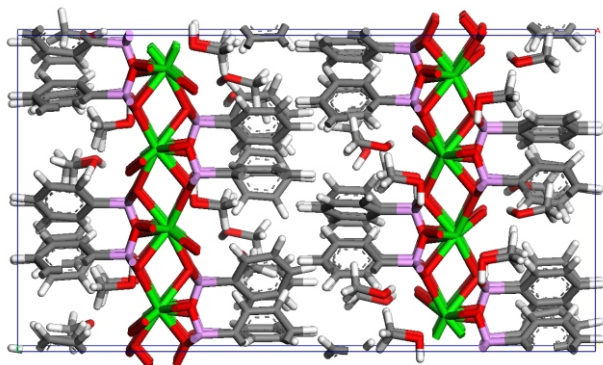


Figure 1. $2a \times 2b \times 1c$ supercell of $32 \times [\text{Sr}(\text{C}_6\text{H}_5\text{PO}_3) \cdot \text{CH}_3\text{OH}]$ along y-axis view. Sr is green, P is pink, O is red, C is grey and H is white.

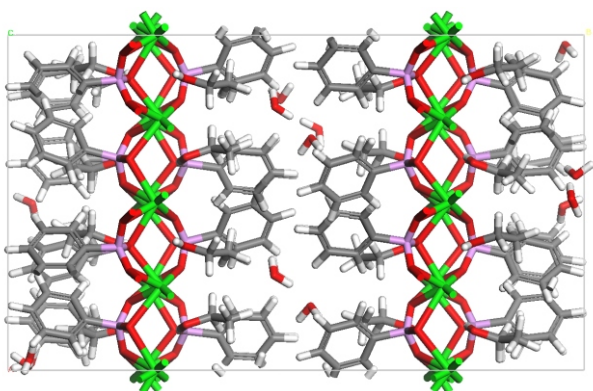


Figure 2. $2a \times 2b \times 1c$ supercell of $32 \times [\text{Sr}(\text{C}_6\text{H}_5\text{PO}_3) \cdot (7/16)\text{H}_2\text{O} \cdot \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}]$ along z-axis view. Sr is green, P is pink, O is red, C is grey and H is white.

water molecules were calculated for structure with ethanol. Model was optimized in Compass force field [6] and charges were calculated by Charge equilibration approach [7]. Nonbonding energy was calculated by Ewald summation method [8] with accuracy 0.001 kcal/mol, cutoff 0.6 nm. Calculation was run for various initial positions and arrangements of methanol (ethanol and water) molecules with respect to Sr atoms. They were partially immersed into Sr cavities or placed just above Sr atoms in initial models. Several optimization procedures were tested with different values of pressure or temperature, values of

convergence parameters, etc. The procedures and models with good agreement between calculated and experimental results are presented for two types of Sr layers.

The figure 1 shows the $2a \times 2b \times 1c$ supercell of Sr type I with the most probable arrangement of methanol and with minimum energy $E = -22168$ kcal/mol ($E_{\text{coul}} = -23845$ kcal/mole; $E_{\text{vdw}} = -794$ kcal/mol; $E_{\text{valence}} = 2516$ kcal/mol; $E_{\text{valence-crossterm}} = -45$ kcal/mol) and with cell parameters: $2a = 15.6153$ Å; $2b = 17.1918$ Å; $c = 28.4910$ Å; $\alpha = \beta = \gamma = 90.00$ deg. Experimentally determined cell values: $a = 7.9270(6)$ Å; $b = 8.6110(6)$ Å; $c = 28.333(2)$ Å; $\alpha = \beta = \gamma = 90.00$ deg.

The figure 2 shows the $2a \times 2b \times 1c$ supercell of Sr type II with the most probable arrangement of ethanol. For example minimum energy related to interaction between ethanol and surroundings: $E = -456$ kcal/mol ($E_{\text{coul}} = -497$ kcal/mol; $E_{\text{vdw}} = -102$ kcal/mol; $E_{\text{valence}} = 186$ kcal/mol; $E_{\text{valence-crossterm}} = -43$ kcal/mol) and with cell parameters: $2a = 17.28$ Å; $2b = 29.62$ Å; $c = 15.80$ Å; $\alpha = \beta = \gamma = 90.00$ deg. Experimentally determined cell values: $a = 8.640(3)$ Å; $b = 29.627(4)$ Å; $c = 7.859(2)$ Å; $\alpha = \beta = \gamma = 90.00$ deg.

1. A. Clearfield, K. Demadis, *Metal Phosphonate Chemistry: From Synthesis to Applications*, Cambridge, RSC Publishing, 2012.
2. Materials Studio Modeling Environment, Release 4.3 Documentation, Accelrys Software Inc., San Diego, 2003.
3. P. Comba, T.W. Hambley, *Molecular Modeling of Inorganic Compounds*, Weinheim, New York, Basel, Cambridge, Tokyo, VCH, 1995.
4. V. Zima, J. Svoboda, L. Beneš, K. Melánová, M. Trchová, *Solid State Sci.*, **8**, (2006), 1380.
5. V. Zima, J. Svoboda, L. Beneš, K. Melánová, M. Trchová, J. Dybal, *J. Solid State Chem.*, **180**, (2007), 929.
6. H. Sun, *The Journal of Physical Chemistry B*, **102**, (1998), 7338.
7. A.K. Rappé, W.A.III Goddard, *J. Phys. Chem.*, **95**, (1991), 3358.
8. P.P. Ewald, *Ann Phys (Leipzig)*, **64**, (1921), 253.

This work was supported by the Czech Science Foundation Project No. P106/14-13368S.

Determination of amorphous fraction in partially crystalline materials**URČOVÁNÍ AMORFNÍHO PODÍLU V ČÁSTEČNĚ KRYSALICKÝCH MATERIÁLECH****M. Čerňanský***Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, Česká republika
cernan@fzu.cz*

Stanovení krystalického a amorfního podílu je společným problémem u všech materiálů, ve kterých mohou koexistovat amorfní a krystalické fáze. Obsah amorfních fází v neúplně krystalických látkách je důležitou charakteristikou těchto materiálů, protože řada fyzikálních a technologických vlastností značně závisí právě na amorfním podílu. Difrakční analýza je jedinou přímou metodou k určení podílu krystalických a amorfních fází. Podstatou této metody je rozdělení difrakčního záznamu na části odpovídající krystalickým fázím a na části odpovídající amorfní fázi. Přitom však působí velmi nepříznivě ta skutečnost, že difrakční záznam obsahuje řadu rušivých informací, jakou je záznam difrakce spojitého spektra primárního svazku, rozptylu primárního záření na vzduchu, okrajích clon vymezujících primární svazek, nekoherentního rozptylu atd.

K eliminaci zmíněných parazitních vlivů je zpravidla nutné provést další měření bez měřeného vzorku za jinak naprosto stejných podmínek. Dodržení stejných experimentálních podmínek je nutné také při kalibraci měření. Numerické určení procenta krystalické nebo amorfní fáze v měřeném vzorku totiž vyžaduje srovnání s nějakým standardem. Zde se často užívá další úplně krystalický vzorek. Kromě dalšího měření za naprosto stejných podmínek však úplně krystalický standard může vést i k jiným problémům. Především u některých materiálů může být velmi obtížné, ne-li nemožné, připravit úplně krystalický vzorek, který by obsahoval fáze se stejnou strukturou, jaké jsou v částečně zkrystalizovaném vzorku. Během krystalizace měřeného vzorku totiž mohou vznikat metastabilní fáze, které se nakonec v úplně krystalickém standardu vůbec nevyskytují.

Jedním z řešení je použití úplně amorfního standardu [1]. Zde však je důležité to, aby se chemické složení amorfní fáze během krystalizace neměnilo. V opačném případě by se intenzita difrakce od amorfní fáze měnila nejen proto, že se mění její zastoupení ve vzorku, ale také díky změně jejího chemického složení. To je zvláště nežádoucí v případech, kdy se v amorfní fázi mění obsah těžkých prvků, které mají velkou rozptylovou schopnost [2].

Dalším možným řešením je použití některé z metod, vycházejících ze strukturně nezávislých naměřených a vypočtených charakteristik difrakce [3]. Je nutné zdůraznit, že všechny způsoby stanovení amorfního podílu vyžadují velmi přesná měření a mimořádně pečlivou eliminaci parazitních vlivů. Použití klasické fotografické detekce difraktovaného záření u těchto způsobů není vhodné. Všeobecně se doporučuje použít monochro-

matické záření, pokud je to možné taky vakuovou komůrku a výpočtem provést korekci na nekoherentní rozptyl [4].

Splnění výše zmíněných požadavků se zatím realizovalo především sestavením vhodných experimentálních zařízení. Jednalo se o Goppelovu komůrku s fotografickou registrací difraktovaného záření [5], sestávající z větší měřicí komůrky, uvnitř které byla menší kalibrační komůrka. Analogii Goppelovy komůrky s elektronickou registrací záření [5] navrhl Alexandr se spolupracovníky. Další uspořádání s difraktometrem a monitorem navrhli Krimm a Stein [6]. I v současnosti, díky zobrazovacím foliím, může být velmi užitečná komůrka navržena Kochanovskou a Sochůrkem [7], umožňující zhotovení řady snímků za přesně stejných expozičních a vyvolávacích podmínek.

Z teorie kvantitativní fázové analýzy je známé, že intenzita difrakčních maxim je v prvním přiblížení přímo úměrná koncentraci příslušné krystalické fáze ve směsi a totéž platí pro intenzitu koherentního rozptylu amorfní fází [2]. Vzhledem k tomu, že koeficienty této úměrnosti jsou pro různé fáze (a pro různé reflexe) jiné, neudává poměr intenzit krystalické a amorfní fáze přímo numerickou hodnotu amorfního podílu. Často se však definuje stupeň krystalinity R a index krystalinity X_c jako podíl intenzit difrakčních maxim od krystalické (I_c) a amorfní (I_a) fáze [8]

$$R = I_a/I_c, \quad X_c = I_c/(I_c + KI_a) = 1/(1 + KR), \quad (1)$$

kde R je poměr intenzit amorfní a krystalické fáze a K je konstanta. Pro relativní porovnání může být položena rovna 1. Do vztahů (1) se obvykle dosazují integrální intenzity, pokud by intenzity maximální nebyly přesnější.

K převodu veličiny X_c na absolutní procento krystalické x_c , resp. amorfní x_a fáze ve vzorku je nejlepší použít standard úplně krystalický, nebo úplně amorfní. V principu je možné použít vzorek se známým obsahem amorfní nebo krystalické fáze za podmínky, že struktury amorfní a krystalické fáze v měřeném vzorku i ve standardu jsou stejné. Existují také metody určující amorfní podíl současně u dvou [9] nebo více vzorků [10] umožňující získat absolutní procento amorfní nebo krystalické fáze bez standardů.

V principu existují dva základní způsoby na určení amorfního podílu x_a [2]. V tom prvním se určí koncentrace všech krystalických fází, většinou metodou vnitřního standardu. Amorfním podílem je pak rozdíl součtu koncentrací krystalických fází od jedničky. Při druhém způsobu určení obsahu amorfní fáze se určuje veličina c_a přímo. Tento způsob je založen na skutečnosti, že intenzita



koherentního rozptylu od amorfni fáze je přímo úměrná jejímu obsahu ve vzorku. Křivka amorfniho rozptylu obsahuje jedno nebo několik rozmytých maxim, obvykle v oblasti nižších úhlů rozptylu. Měření intenzity v tomto případě vyžaduje náročnou experimentální techniku, protože na rozptyl amorfni fáze se superponuje rozptyl spojitého spektra vzorkem, rozptyl vzduchu, nekoherentní rozptyl a difuzní rozptyl od tepelného pohybu atomů a od jejich statických vysunutí z pravidelných poloh. Je žádoucí použít krystalový monochromátor.

Na přímé určení amorfniho podílu jsou v podstatě dvě metody – s pomocí standardů nebo bezstandardová. S pomocí standardu se amorfni podíl určí podle vztahu [11]

$$c_a = 1 - [(I_{a0} - I_a)/(I_{a0} - I_b)], \quad (2)$$

kde I_{a0} je intenzita rozptylu úplně amorfni standardem při určitém pevném úhlu 2θ , I_a je intenzita rozptylu sledovaným, měřeným vzorkem pod stejným úhlem a I_b je intenzita rozptylu směsi krystalických fází, která má chemické složení stejné jako amorfni standard. Úhel 2θ se vybírá tak, aby rozptyl amorfni fáze byl dost výrazný a současně aby krystalické fáze neměly v daném místě nějakou reflexi. Měření vzorku neobsahujícího amorfni fázi je nutná k započtení pozadí způsobeného výše zmíněnými příčinami.

Bezstandardová metoda na přímé určení amorfniho podílu - podobně jako celá obecná teorie určování amorfniho podílu - je založena na zákoně zachování intenzity rozptylu [12], [13], který tvrdí že intenzita koherentního rozptylu zprůměrována přes celý reciprokový prostor, nezávisí na struktuře objektu. Pokud tedy je intenzita dopadajícího rentgenového záření konstantní, je integrální intenzita záření koherentně rozptýleného stejným množstvím látky stejná, bez ohledu na její vnitřní strukturu, zejména bez ohledu na to, jaký je poměr množství krystalické a amorfni fáze.

K experimentálnímu určení amorfniho podílu existuje několik metod. Metoda Goppela a Arlmana [5] je založena na vztahu

$$x_a = \frac{1}{t'} \frac{I'_a}{I'_R} / \frac{1}{t} \frac{I_a}{I_R}, \quad (3)$$

kde I_a , resp. I'_a je intenzita amorfniho maxima úplně, resp. částečně amorfniho vzorku, I_R , resp. I'_R je intenzita reflexe standardu odpovídající intenzitě I_a , resp. I'_a , t , resp. t' je tloušťka úplně, resp. částečně amorfniho vzorku.

Metoda určení indexu krystalinity [8] vychází přímo z jeho definičního vztahu (1), kdy se určí podíl intenzity difrakčního maxima krystalické fáze a součtu intenzit difrakčních maxim amorfni a krystalické fáze. Předpokládá se, že lze snadno rozlišit intenzity difraktované od amorfni a od krystalické části vzorku. K převodu na absolutní procento lze využít např. měření specifických objemů amorfni fáze V_a , krystalické fáze V_c a měřeného vzorku V_x [8]

$$x_c = [(V_a - V_x)/(V_a - V_c)] \cdot 100\%. \quad (4)$$

Poslední vztah tak umožňuje kalibraci mezi relativní veličinou X_c a absolutní veličinou x_c , t. j. určit K v (1).

Metodu měření diferencí intenzity [5], [8], [13] lze použít v případě širšího měřeného intervalu, ve kterém se vyskytuje několik výrazných difrakčních maxim. Rozlišení na difrakci od amorfni fáze a krystalické fáze je v tomto případě zpravidla těžce proveditelné. Změří se proto dva referenční vzorky – jeden s velmi vysokou krystalinitou (krystalický standard - c) a druhý s velmi nízkou krystalinitou (amorfni standard - a) z téže látky jakou je měřený vzorek - u . Ve stejných bodech téhož intervalu měření se určí difference mezi normalizovanými hodnotami intenzit: $(I_u - I_a)$ a $(I_c - I_a)$. "Integrální" index krystalinity je pak definován vztahem

$$X_c = [(I_u - I_a)/(I_c - I_a)], \quad (5)$$

kde sumace probíhají podle řady vybraných hodnot difrakčních úhlů 2θ ve zvoleném intervalu. K převodu na absolutní procento krystalické, resp. amorfni fáze je nutné další měření, podobně jako u předchozí metody. Metoda měření diferencí intenzity má kromě již zmíněné integrální verze ještě korelační modifikaci. Závislost hodnot $y = (I_u - I_a)$ na $x = (I_c - I_a)$ se aproximuje přímkou, jejíž směrnice X_c je "korelační" index krystalinity.

Metoda Hermansa a Weidingera [5], [9] je opět vhodná v případě kdy lze rozlišit výrazné difrakční maximum krystalické fáze od difrakce fáze amorfni, ale v tomto případě je výsledkem absolutní hodnota, resp. absolutní procento krystalické a amorfni fáze. Základním předpokladem je, že se struktura fází vznikajících při krystalizaci nemění. Pak je možné užít ke kalibraci další vzorek, který nemusí být ani úplně krystalický ani úplně amorfni, dokonce nemusí být u něj známý podíl krystalických a amorfni fáze. Označíme-li totiž x jako krystalický podíl v prvním měřeném vzorku a y krystalický podíl v druhém měřeném vzorku, je zřejmé $(1 - x)$, resp. $(1 - y)$ podíl amorfni fáze v prvním resp. druhém vzorku. Číslo $A = x/y$ pak může znamenat podíl integrálních intenzit dané difrakce krystalů u obou měřených vzorků a číslo $B = (1 - x)/(1 - y)$ se určí spíše jako podíl výšek prvního difrakčního maxima od amorfni fáze u obou měřených vzorků, protože hodnoty integrálních intenzit u amorfni fáze by mohly být zatíženy většími chybami. Uvedené definice čísel A , B lze považovat za soustavu dvou rovnic pro dvě neznámé x , y , jejichž řešením vychází

$$x = (A - AB)/(A - B), \quad y = (1 - B)/(A - B). \quad (6)$$

Z toho lze v principu určit absolutní procento krystalických a amorfni fází obou vzorků. Vyžaduje to však opět přesná měření za naprosto stejných podmínek u obou vzorků.

Regresní metoda [5], [10] spočívá v proložení přímky přes body o souřadnicích $x = I_a$, $y = I_c$ odpovídajících jednotlivým vzorkům. Tato přímka vytíná na ose I_c hodnotu I_{100c} odpovídající úplně krystalickému vzorku a podobně na ose I_a hodnotu I_{100a} odpovídající úplně amorfni vzorku. Označíme-li $K = I_{100c} / I_{100a}$, vychází pro absolutní hodnotu krystalického podílu [5]

$$x_c = 1 / [1 + (K/R)], \quad (7)$$

kde R je stupeň krystalinity. Předností této metody je, že nepotřebuje žádný standard. Je jen nutné mít několik vzorků s různým, i když neznámým, stupněm krystalizace.

Rulandova metoda [5], [8], [14] respektuje skutečnost, že difuzní rozptyl od teplotního pohybu atomů a od jejich statických vysunutí z pravidelných poloh, t. j. od nedokonalostí mřížky v krystalické části vzorku, nelze jednoduše odečíst od naměřených intenzit. Ruland [14] proto navrhl, aby se při výpočtu celkové intenzity od krystalické části vzorku použily strukturní faktory F_D , které by zohledňovaly odchylky atomů z jejich pravidelných poloh. Formálně to znamená, že v příslušných rovnicích se namísto čtverců atomových rozptylových faktorů f^2 objeví F_D^2 , což lze popsat zavedením funkce neuspořádanosti D . Pro nedokonalosti krystalové mřížky prvního druhu, u kterých se zachovává pořádek na dlouhou vzdálenost, navrhl Ruland [15] tvar $D = \exp(-ks^2)$, což dobře popisuje neuspořádanost od tepelného pohybu atomů a jejich statických vysunutí z pravidelných poloh. Pro nedokonalosti mřížky druhého druhu, u kterých se pořádek na dlouhou vzdálenost ztrácí, jako je to např. u parakrystalů, se doporučuje [15]

$$D = [2 \exp(-as^2)] / [1 + \exp(-as^2)].$$

Pro krystalický podíl pak namísto

$$x_c = \frac{\int_0^{\max} s^2 I_c(s) ds}{\int_0^{\max} s^2 I(s) ds} \text{ vychází vztah } x_c = \frac{\int_0^{\max} s^2 I_c ds}{\int_0^{\max} s^2 I ds} = \frac{\int_0^{\max} s^2 f^2 ds}{\int_0^{\max} s^2 f^2 D ds}$$

kde středování čtverců atomových rozptylových faktorů je provedeno přes různé druhy atomů.

Metoda založená na strukturně nezávislých charakteristikách rozptylu vychází z průběhu $J(\theta)$ intenzity difraktované amorfni části vzorku, který je nutné určit z difrakčního záznamu. Následně se spočte

$$\bar{J} = \frac{\int_0^{\max} J(\theta) \sin^2 \theta \cos \theta d\theta}{\int_0^{\max} \sin^3 \theta d\theta}$$

a

$$\bar{J}_n = \frac{\int_0^{\max} f_i^2(\theta) m_i \sin^2 \theta \cos \theta d\theta}{\int_0^{\max} \sin^3 \theta d\theta}$$

kde θ_{\max} je maximální hodnota úhlu dosažena v experimentu. Levá veličina souvisí s amorfni fází a pravá, spočtena pomocí zákona o zachování intenzity, je celková intenzita nezávislého rozptylu všech atomů vzorku bez interference. Podíl levé a pravé veličiny se rovná amorfni podílu.

1. L. Červinka & J. Dusil, *J. Non-Crystal. Solids*, 21 (1976) 125-136.
2. L. S. Zevin & L. L. Zavjalova: Količestvennyj rentgenografičeskij fazovij analiz, Moskva 1974. Nedra. s. 42-45.
3. A. S. Kagan & V. M. Snovidov, *Zav. Lab.*, 31 (1965) 573-576.
4. L. I. Mirkin: Spravočnik po rentgenostrukturnomu analizu polikristallov, Moskva 1961. Fizmatgiz. s. 27-28.
5. L. E. Alexander: X-Ray Diffraction Methods in Polymer Science, New York 1969. Wiley. pp. 137-197.
6. S. Krimm & R.S. Stein, *Rev. Sci. Instrum.*, 22 (1951) 920-925.
7. A. Kochanovská & A. Sochůrek, *Papír a celuloza*, 9 (1954) 84-87.
8. J. E. Spruiell & E. S. Clark: *in Methods of Experimental Physics: Polymers.*, Vol. 16, Part B, ed. R.A. Fava. New York 1980. Academic Press. pp. 114-127.
9. P. H. Hermans & A. Weidinger, *J. Appl. Phys.*, 19 (1948) 491-506.
10. G. Challa, P.H. Hermans & A. Weidinger, *Makromol. Chem.*, 56 (1962) 169-178.
11. S. M. Ohlberg, & D. V. Strickler, *J. Am. Ceram. Soc.*, 45 (1962) 170-171.
12. B. K. Vajnštejn: Difrakcija rentgenovych lučej na cepnyh molekulach, Moskva 1963. Izdatel'stvo AN-SSSR.
13. M. Kakudo & N. Kasai: X-Ray Diffraction by Polymers, Tokyo – Amsterdam 1972. Kodansha – Elsevier.
14. W. Ruland, *Acta Cryst.*, 14 (1961) 1180-1185.
15. W. Ruland, *Polymer*, 5 (1964) 89-102.