

УДК 541.64:539.26

ОСОБЕННОСТЬ РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОГО ФАЗОВОГО СОСТАВА ФУЛЛЕРена C_{60}

© 2001 г. Ю. М. Королев*, В. В. Козлов*, В. М. Поликарпов**, Е. М. Антипов*

*Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиеva Российской академии наук
119991 Москва, Ленинский пр., 29

**Тамбовский государственный университет им. Р.Г. Державина
392622 Тамбов, Интернациональная ул., 33

Поступила в редакцию 25.10.2000 г.
Принята в печать 25.04.2001 г.

Анализ дифракционных спектров семи фуллеренов C_{60} показал присутствие трех фаз. Кристаллическая компонента обладает несовершенной структурой с псевдогексагональной или псевдокубической ячейкой. Впервые зафиксировано наличие двух аморфных фаз. Первая представляет собой указанную кристаллическую фазу, но обладает малым размером кристаллитов ($L = 40\text{--}20 \text{ \AA}$); вторая обусловлена присутствием одиночных, не связанных с кристаллическим компонентом молекул C_{60} . Последние характеризуются двумя широкими гало ($\Delta_1 = 7.5^\circ$; $\Delta_2 = 13^\circ$). Впервые проведен рентгенографический количественный фазовый анализ ряда образцов C_{60} и исследованы изменения их фазового состава при ИК-нагреве до 500°C .

В настоящее время возрос интерес к исследованию новых форм углерода, в частности к фуллеренам, среди которых наиболее известна простейшая система этого типа – фуллерен C_{60} . В публикациях [1–6] детально описаны накопленные сведения о его физико-химических и структурных характеристиках.

Молекула C_{60} имеет симметрию усеченного икосаэдра с точечной группой симметрии $m\bar{3}\bar{5}$ (I_h) и представляет собой комбинацию 20 гексагонов и 12 пентагонов. В реальной молекуле C_{60} существуют связи двух типов $C-C_{(6-6)}$ и $C-C_{(6-5)}$, находящиеся между соседними гексагонами и гексагоном и пентагоном. Согласно рентгенографическому и электронографическому исследованиям монокристаллов [1–3], длина связей $C-C_{(6-6)}$ и $C-C_{(6-5)}$ изменяется в диапазонах $1.386\text{--}1.401 \text{ \AA}$ и $1.434\text{--}1.456 \text{ \AA}$ соответственно. Изменение радиуса молекул C_{60} от 3.5 до 3.6 \AA также объясняется их нестабильным состоянием [1–5].

С помощью рентгеновских монокристалльных методов установлено [1], что C_{60} обладает кубическими структурами $\bar{P}a\bar{3}$ ($T < 260 \text{ K}$) и $Fm\bar{3}m$ ($T > 260 \text{ K}$). Параметр a гранецентрированной куби-

ческой ячейки (ГЦК) при 300 K равен 14.17 ± 0.01 и 14.198 \AA по данным работ [2] и [6] соответственно.

На основании расчета и индицирования дифракционного спектра порошка C_{60} установлены гексагональная плотная упаковка (ГПУ) и параметры элементарной ячейки [7] (табл. 1). Гексагональный габитус монокристаллов C_{60} на электронно-микроскопических снимках и микродифракция на монокристаллах также подтверждают большую вероятность ГПУ. Однако отмечается отсутствие сильного рефлекса (101), характерного для ГПУ, и уширение пиков спектра из-за дефектов структуры [7].

В работе [2] проанализированы дифрактограммы порошков C_{60} , полученные на рентгеновском синхротроне при 300 и 15 K и индицированные как $Fm\bar{3}m$ и $\bar{P}a\bar{3}$ соответственно. Сделано заключение о том, что растворитель может изменить кубическую структуру в ГПУ, а в некоторых случаях и низкосимметричную моноклинную и примитивную гексагональную структуры. В работе [6] исследовались пробы C_{60} , свободные от растворителя, C_{70} и других примесей; установлено, что структура является ГЦК с симметрией $Fm\bar{3}m$. Расхождение в интерпретации спектров порошков C_{60} объясняется большим количеством

E-mail: antipov@ips.ac.ru (Антипов Евгений Михайлович).

рефлексов, которые могут быть индексированы как для структуры ГЦК, так и для ГПУ [2]. Авторы [8] также склоняются в пользу ГЦК-структур, но для обоснования этой модификации был предложен полный ориентационный, а не мероэдриальный беспорядок. Данный подход хорошо объясняет исчезновение на дифрактограммах порошков рефлексов ($h00$) с четными h . Это подтверждается анализом интенсивностей рефлексов [2], относящихся к симметрии $Fm\bar{3}m$, которая могла возникнуть или от мероэдриального вращения, или из-за мероэдриального беспорядка $Fm\bar{3}m$ (т.е. наличия молекул с обеими ориентациями). Важно отметить, что ни в одной из перечисленных публикаций по исследованию порошков C_{60} не отмечается наличие диффузного рассеяния, свидетельствующего о более сложном фазовом составе системы, чем предполагалось изначально.

В настоящей работе исследована серия из семи образцов C_{60} с различной предысторией, полученных по методу [7]. На дифракционных спектрах зарегистрированы рефлексы кристаллической фазы, а также гало аморфных составляющих, локализованные в разных угловых областях и имеющие различную полуширину. Цель работы заключается в изучении рентгенографических характеристик кристаллической составляющей фуллереновой системы и установлении фазового состава ее компонентов методом рентгеновского количественного фазового анализа (РКФА). Еще одна цель – анализ поведения системы при ИК-нагреве.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Чистота C_{60} в пробах 1–4 (Институт металлоорганической химии им. Г.А. Разуваева, Нижний Новгород) составляла 99.9% и в образцах 5–7 (Институт проблем химической физики РАН) – не ниже 97%.

Рентгенографические исследования проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН-1.5 ($\text{Cu}K_\alpha$ -излучение) с ЭВМ ПР-14М и модернизированной коллимацией [9], позволяющей освободить дифракционный спектр от “паразитного” излучения, особенно в малоугловой области. В режиме съемки на отражение образцы исследовались в металлической кювете с рабочим объемом $17 \times 17 \times 1.5 \text{ mm}^3$. Так как пробы представляли собой сложные системы, состоящие из кристаллической и аморфной фаз, серия образцов с разным содержанием фаз позволила надежно провести РКФА с помощью метода Херманса–Вейдингера [10]. Структурные расчеты и индицирование рефлексов с учетом погасания осуществляли с помощью ЭВМ и программы “Powtool”.

Для изучения динамики фазовых изменений некоторые образцы нагревали в атмосфере аргона от 20 до 500°C с помощью ИК-излучения, интенсивность которого контролировали на установке, описанной в работе [11].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На дифракционном спектре исследуемых образцов (рис. 1) содержатся рефлексы кристаллической фазы и гало аморфных фаз. Кристаллическая компонента в образцах представлена последовательностью рефлексов с разной полушириной Δ . Если Δ составляет 0.4° – 0.7° , то рефлексы кристаллической фазы наблюдаются при углах θ до 25° . При $\Delta < 0.3^\circ$ фуллерен обладает более совершенной структурой, и пространственные рефлексы в количестве 35 присутствуют до $\theta = 50^\circ$ (табл. 1, образцы 1–3). В табл. 1 приведены рефлексы только с интенсивностью ≥ 1 по стобальной шкале. Отражения кристаллической фазы считались разрешенными, если расстояние между их серединами составляло не менее двух дифракционных полуширин пиков. В результате анализа дифракционных спектров удалось отобрать десять независимых рефлексов с $\theta > 20^\circ$, по которым были вычислены параметры ячеек. Изолированные рефлексы при $\theta > 40^\circ$ обеспечивали высокую точность $\pm 0.001 \text{ \AA}$.

Рефлексы образца 1, имеющего совершенную кристаллическую структуру (рис. 1), основываясь на данных работы [7], с высокой точностью индицировались в рамках ГПУ (табл. 1). Однако следует отметить, что сильный рефлекс (101) и отражение (100) отсутствуют в этом и других образцах, что связано с неупорядоченностью в упаковке молекул C_{60} в плоскостях, нормальных к оси c [2, 7]. На некоторых дифракционных спектрах (образец 1, рис. 1) зарегистрированы отдельные рефлексы ГЦК (табл. 1). Вероятно, соотношение фаз ГЦК и ГПУ зависит от технологии получения фуллерена, так как для монокристаллов C_{60} , изготовленных при заданном температурном градиенте в результате длительного осаждения [6], характерна кубическая структура, а для порошка C_{60} , полученного методом распыления графита в атмосфере аргона [7], типична несовершенная ГПУ, либо ГЦК-структура.

Таким образом, различные технологические процессы не исключают параллельной генерации двух структурных типов фуллеренов с преобладанием либо ГЦК, либо ГПУ. В частности, авторы [12], применив метод криосинтеза, получили дифракционный спектр фуллерита C_{60} , соответствующий “идеальной” ГПУ. На дифрактограмме в этом

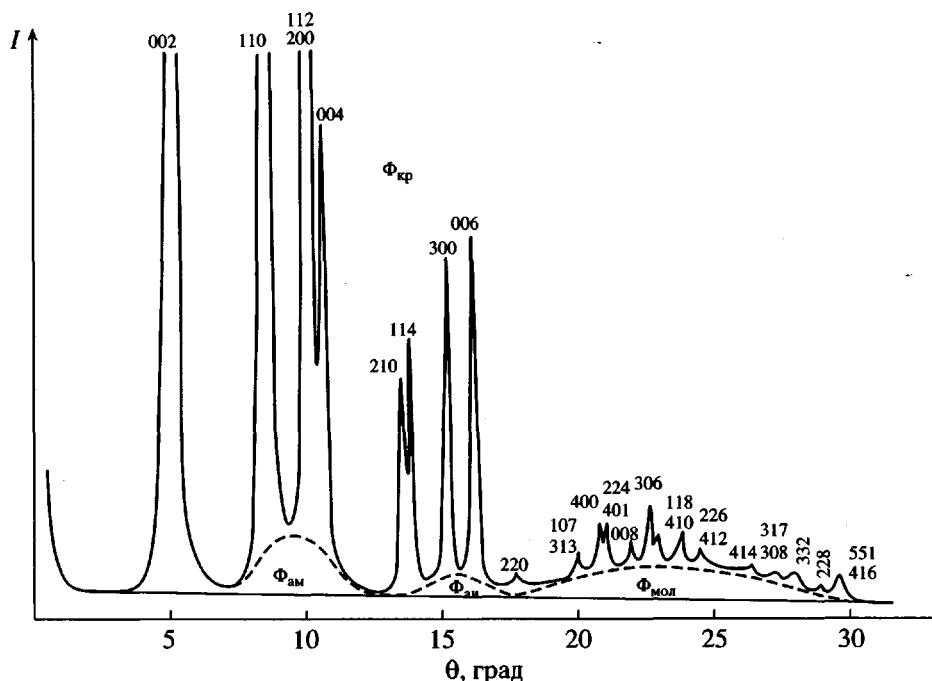


Рис. 1. Дифрактограмма фуллерена 1, имеющего три рентгенографические фазы.

случае четко регистрируются сильные рефлексы (100) и (101), а также рефлексы с индексами, отсутствующими в нашем случае и в работе [7].

С целью сравнительного анализа распределения рефлексов на дифракционных спектрах нами рассчитаны интенсивности для идеальных структур ГПУ и ГЦК в интервале межплоскостных расстояний d до 2.0 Å. Как следует из данных табл. 1, распределение экспериментальных интенсивностей I_s не совпадает по характеру с распределением расчетных интенсивностей I_p ни для ГПУ, ни для ГЦК-структур. Это подтверждает справедливость вывода работы [2] о несовершенстве кристаллической структуры C_{60} , полученного по методу [7]. Однако величины I_p для ГПУ удовлетворительно совпадают со значениями I_s для идеальной ГПУ-структурь, исследованной в работе [12].

Тем не менее, если, согласно данным [7], принять, что реализуется ГПУ, то области когерентного рассеяния образцов в разных кристаллографических направлениях (L_a и L_c) различны, что подтверждает ГПУ. Расчетные значения рентгеновской плотности ρ_p колеблются от 1.660 до 1.678 г/см³ (табл. 2), что хорошо согласуется с экспериментальной плотностью 1.65 ± 0.05 г/см³ [7]. При этом ρ_p для ГЦК ($a = 14.17$ Å) и ГПУ равны ~1.68 г/см³, несмотря на различие этих структур. Полезно отметить, что в образцах 5 и 7 присутству-

ют рефлексы кристаллических фаз (16; 9.5; 4.77 Å), которые исчезают при нагревании проб до 150°C. По-видимому, эти отражения соответствуют побочным соединениям, образующимся при взаимодействии с растворителями в процессе очистки C_{60} .

Как уже отмечалось, в литературе отсутствуют данные о наличии в дифракционных спектрах C_{60} аморфных гало в разных угловых диапазонах. Тщательный анализ полученных нами спектров C_{60} позволил установить, что спектры всех проб свидетельствуют о присутствии кроме кристаллической фазы еще двух аморфных составляющих.

Одна из аморфных фаз соответствует гало в области сильных рефлексов кристаллической фазы и также представляет собой эту фазу, но обладает малым размером кристаллитов с угловой полушириной 2°–4°. Слабые рефлексы в данном случае сливаются с сильными. По сути дела, в зависимости от размера кристаллитов одна и та же кристаллическая фаза разделяется на две составляющие с размером кристаллитов $L_k^1 = 360$ –170 Å и $L_k^2 = 40$ –20 Å. Как было отмечено в работе [7], более крупные монокристаллы обладают менее совершенной структурой. Очевидно, такие кристаллиты могут представлять собой мозаичные кристаллы малого размера, что и обуславливает уширение и слияние рефлексов. Что касается широких гало, расположенных в области больших дифракционных углов от 18° до 50° с максимумами

Таблица 1. Рентгенографическая характеристика фуллерена C₆₀

Гексагональная сингония D ₆ ⁴ h							Кубическая сингония Fm3m		
hkl	d _g *	d _p *	d _g	d _p	I _g	I _p	hkl	d _p	I _p
100	8.7	8.68	—	8.68	—	23	—	—	—
002	8.18	8.18	8.21	8.21	100	38	111	8.18	100
101	—	7.68	—	—	—	100	200	7.09	54
102				5.96		18			
110	5.01	5.01	5.03	5.01	85	24	220	5.01	46
200	4.28	4.28	4.30	4.34	70	35	311	4.27	59
112	—	—	—	4.28	—	21			
201	—	—	—	4.20	—				
004	4.11	4.09	4.11	4.10	20	7	222	4.09	17
—	—	—	—	3.84	—	6	400	3.54	8
210	—	—	3.26	3.278	6	19	331	3.25	25
211				3.215					
114	3.18	3.17	3.18	3.17	9	12	420	3.17	24
105	—	—	—	3.06	—	15			
122	—	—	—						
300	2.90	2.90	2.903	2.893	12	4	422	2.892	17
006	2.74	2.73	2.734	2.734	10	6	333	2.727	18
							511		
220	—	—	2.511	2.505	—	—	404	2.505	5
310	—	—	2.404	2.407	—	5	531	2.395	17
116				2.401					
304	—	—	—	2.364	—	5	442	2.362	10
125	—	—	—	2.320	—	6	600		
107	—	—	2.243	2.263	—	2	620	2.240	6
313				2.203		4			
400	—	—	2.166	2.168	2	4	533	2.161	6
401	—	—	2.140	2.151	1	5	622	2.135	5
224				2.137					
008	—	—	2.050	2.050	—	1	444	2.045	15
306	—	—	1.987	1.987	2	2	551	1.984	8
							711		
—	—	—	1.967	—	1	—	640	1.965	—
118	—	—	1.895	1.897	1	—	642	1.894	—
410				1.893					

* По данным [7] ($a = 10.02 \text{ \AA}$, $c = 16.36 \text{ \AA}$).

Таблица 2. Рентгенографические параметры ГПУ для фуллеренов C_{60} разных технологических партий

Образец, №	a , Å	c , Å	c/a	L_a , Å	L_c , Å	ρ_p , г/см ³	Содержание фаз, %		
							Φ_{kp}	Φ_{am}	Φ_{mol}
1	10.017	16.406	1.638	360	360	1.678	80	8	12
2	10.012	16.404	1.638	355	355	1.679	75	7	18
3	10.015	16.434	1.641	310	340	1.676	74	5	18
4	10.069	16.422	1.632	390	430	1.663	73	7	20
5	10.009	16.431	1.642	255	250	1.677	68	16	16
6	10.028	16.540	1.649	190	170	1.660	58	24	18
7	10.056	16.441	1.650	215	200	1.660	56	24	20

при $\theta \sim 23^\circ$ и $\sim 40^\circ$, то необходим особый подход к объяснению их природы. Мы предполагаем, что подобные гало являются результатом рентгеновского рассеяния на единичных атомах C_{60} .

Как известно, дифракционное рассеяние для жидкостей и аморфных тел рассчитывают на основе формулы Дебая [13]. Относительно несложный расчет интенсивностей возможен лишь для простых молекул. В данной работе для определения межатомных расстояний C–C в молекуле C_{60} с помощью этой формулы были произведены специальные вычисления. Для расчетов оптимальной структуры молекулы C_{60} использовалась программа, базирующаяся на методе механической модели молекулы [14].

Данный метод основан на принципе Борна–Оппенгеймера, согласно которому оптимальная структура цепи вычисляется методом атом–атомных потенциалов, исходя из представления внутренней потенциальной энергии в виде суммы

$$U = U_{cb} + U_{\text{угл}} + U_{\text{торс}} + U_{\text{невал}} + U_{\text{эл}},$$

где U_{cb} – энергия растяжения валентных связей; $U_{\text{угл}}$ и $U_{\text{торс}}$ – вклады, обусловленные отклонениями валентных и торсионных углов от равновесных значений, $U_{\text{невал}}$ – энергия невалентного взаимодействия всех атомов, описывающаяся либо потенциалом Леннард–Джонса, либо потенциалом Букингема, либо некоторым иным, и $U_{\text{эл}}$ – энергия электростатических взаимодействий. Установление оптимальной структуры заключается в поиске минимума величины U .

Исходная структура молекулы C_{60} задавалась как совокупность двух межатомных расстояний

1.39 и 1.44 Å соответственно для шестичленных и пятичленных циклов, согласно работам [1–3]. При поиске минимума энергии программа усреднила все межатомные расстояния до величины 1.41 Å, которая оказалась для молекулы C_{60} более вероятной, чем расстояния, заданные выше. На наш взгляд, такое решение структурной задачи является наиболее удачным, поскольку для данной молекулы одна и та же длина связи C–C может быть отнесена к фрагментам шестичленника и пятичленника, что существенно упрощает процедуру в целом.

Вычисление рассеяния единичной молекулой C_{60} ограничивается подстановкой в формулу Дебая всех межатомных расстояний r_i . Поместив начало координат в центр молекулы (рис. 2), мы сначала определили координаты всех атомов углерода. В табл. 3 представлены рассчитанные на основании этих координат величины всех межатомных расстояний и количество соответствующих связей. Число связей играло роль весового фактора в проводимых расчетах.

Как показало сравнение, характер распределения экспериментальной и рассчитанной интенсивностей рассеяния находится в одном и том же интервале брэгговских углов (рис. 3). При этом расчетная интенсивность гало с максимумом при $\theta = 23^\circ$, как и в случае эксперимента, вдвое больше интенсивности широкого гало с максимумом при $\theta = 40^\circ$. Полученные результаты свидетельствуют о правильности нашего предположения (значение R-фактора равно 5%) о том, что эти два широких гало генерируются одиночными молекулами C_{60} .

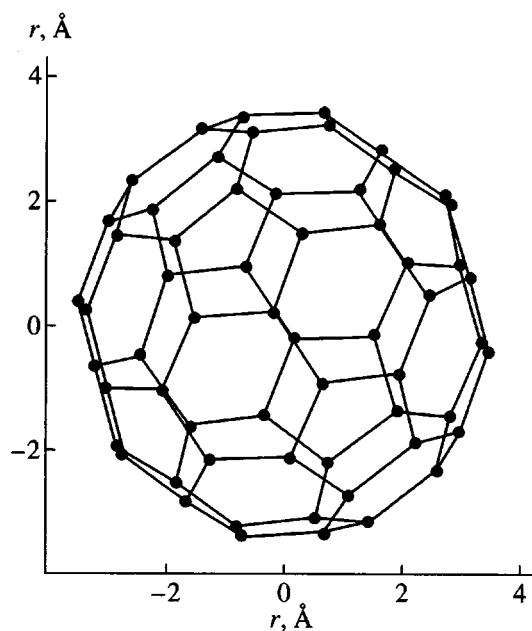


Рис. 2. Модель идеализированной молекулы фуллерена C_{60} .

Из результатов РКФА следует (табл. 2), что образцы с совершенной кристаллической структурой содержат максимальное количество кристаллической фазы Φ_{kp} и минимальное содержание аморфных компонентов – аморфной Φ_{am} и

Таблица 3. Межатомные расстояния в молекуле C_{60}

Длина связи, Å	Число связей
1.41	90
2.28	60
2.44	120
2.82	60
3.52	120
3.62	34
3.63	26
4.04	120
4.42	120
4.56	60
4.77	60
5.1	60
5.29	60
5.4	120
5.69	120
5.97	60
6.03	120
6.39	60
6.54	120
6.6	60
6.84	90
6.98	30

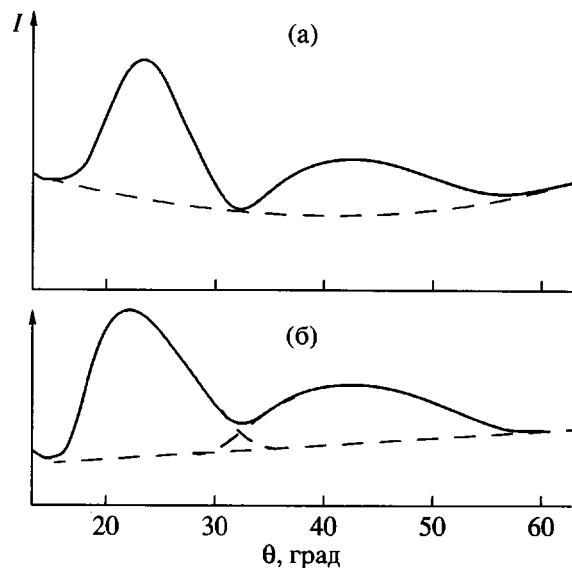


Рис. 3. Дифракционное рассеяние на свободных молекулах C_{60} : а – образец 1; б – результат расчета по формуле Дебая.

молекулярной Φ_{mol} фаз. Как правило, с уменьшением содержания Φ_{kp} соответственно увеличивается количество Φ_{am} и Φ_{mol} .

Проведено исследование влияния температуры на ряд фуллеритов; образцы 5 и 7 нагревали соответственно до 300 и 500°C. Анализ рентгенографических данных показывает (табл. 4), что до 300°C в обоих образцах происходит незначительный рост концентрации Φ_{kp} . В образце 5 содержание Φ_{am} и Φ_{mol} до 300°C практически не меняется, в то время как в образце 7 содержание Φ_{kp} и Φ_{mol} постепенно уменьшается при одновременном увеличении концентрации Φ_{am} . С повышением температуры отмечается некоторое увеличение параметров a (образцы 5, 7) и c (образец 7), а также рост L_a (образцы 5, 7) и L_c (образец 5). Наблюдается некоторая тенденция к уменьшению ρ_p с повышением температуры. Наконец, при 450°C начинается процесс сублимации фуллерита (образец 7), а при 500°C образец полностью возгоняется. Как было отмечено в работе [15], в термически обработанной композиции ПАН– C_{60} при повышении температуры до 600–800°C происходит образование новых кристаллических углеродных фаз. Эти фазы имеют ряд резких немногочисленных рефлексов, что исключает их идентификацию. Авторы [15] полагают, что такое явление связано с генерацией новых углеродных форм, при этом источником

Таблица 4. Влияние температуры на фазовый состав C_{60} и его рентгенографические характеристики согласно ГПУ

$T, ^\circ\text{C}$	Содержание фаз, %			$a, \text{\AA}$	$c, \text{\AA}$	$L_a, \text{\AA}$	$L_c, \text{\AA}$	$\rho, \text{г}/\text{см}^3$
	$\Phi_{\text{кр}}$	$\Phi_{\text{ам}}$	$\Phi_{\text{мол}}$					
Образец 5								
20	68	16	16	10.009	16.531	265	255	1.677
150	71	11	18	10.010	16.431	270	255	1.677
200	71	11	18	10.020	16.431	305	295	1.677
250	74	10	16	10.015	16.431	305	295	1.674
300	74	10	16	10.020	16.431	345	345	1.674
Образец 7								
20	56	24	20	10.056	16.441	215	200	1.661
150	60	24	16	10.049	16.450	255	215	1.662
250	61	27	12	10.088	16.480	215	215	1.646
300	59	29	12	10.056	16.470	240	215	1.658
350	56	28	16	10.088	16.500	240	215	1.644
400	51	33	16	10.082	16.480	255	200	1.648
450	54	39	7	10.005	~17	80	230	1.624

углерода является фуллерен, сублимирующийся при 500°C .

В результате проведенного рентгенографического исследования семи образцов фуллеренов C_{60} установлено, что все образцы содержат по крайней мере три фазы – кристаллическую и две аморфные. Кристаллическая фаза во всех изученных образцах C_{60} обладает несовершенной структурой, и ее правильнее именовать либо псевдогексагональной, либо псевдокубической. Одна из аморфных составляющих проявляется в виде гало с угловой полушириной 2° – 4° , что обусловлено малым размером областей когерентного рассеяния (кристаллитов). Вторая аморфная фаза представлена двумя широкими гало, которые имеют угловую полуширину соответственно 7.5° и 13° и представляют собой результат рентгеновского рассеяния на одиночных нескоррелированных молекулах C_{60} . Впервые определено количественное соотно-

шение указанных фаз в разных образцах и его изменение при ИК-нагреве до 500°C .

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Prassides K., Kroto H.W. // Phys. World. 1992. V. 4. P. 44.
2. Heyney P.A. The Fullerenes / Ed. by Kroto H.W., Fischer J.E., Cox D.E. London: Pergamon Press, 1993. P. 163.
3. Соколов В.И., Станкевич И.В. // Успехи химии. 1993. Т. 62. № 5. С. 455.
4. Rao C.N.R., Seshadri R., Govindaraj A., Sen R. // Mater. Sci. Eng. 1995. R15. P. 209.
5. Елецкий А.В., Смирнов Б.М. // Успехи физ. наук. 1995. Т. 165. № 9. С. 977.
6. Fleming R.M., Hessen B., Siegriest T., Kortan A.R., Marsh P., Tycko R., Dabbagh S., Haddon R.C. Fullerenes: Synthesis, Properties and Chemistry of Large Carbon Clusters / Ed. by Hammond G.S., Kuck V.J. Am. Chem. Soc. Symp. Ser. 1991. V. 481. P. 25.

7. Kratschmer W., Lamb L.D., Fostiropoulos K., Huffman D.R. // Nature. 1990. V. 347. P. 354.
8. Fisher J.E., Heiney P.A., McGinie A.R. // Science. 1991. V. 252. P. 1288.
9. Королев Ю.М. // Химия твердого тела. 1995. № 5. С. 99.
10. Hermans P.H., Weidinger A. // Makromol. Chem. 1961. B. 44–46. S. 24.
11. Земцов Л.М., Карпачева Г.П. // Высокомолек. соед. А. 1994. Т. 36. № 6. С. 919.
12. Архангельский И.В., Скокан Е.В., Великанов Ю.А., Чернышев В.В., Сидоров А.Н. // Докл. РАН. 1998. Т. 363. № 3. С. 464.
13. Debye P. // Phys. Z. 1930. B. 31. S. 142.
14. Бурнерт У., Эллинджер Н.Л. Молекулярная механика. М.: Мир, 1986. С. 364.
15. Zemtsov L.M., Karpacheva G.P., Kozlov V.V., Korolev Yu.M., Shulga M.V., Efimov O.N. // Molec. Mater. 1998. V. 10. P. 141.

The X-ray Phase Analysis of C₆₀ Fullerene

Yu. M. Korolev*, V. V. Kozlov*, V. M. Polikarpov, and E. M. Antipov***

*Topchiev Institute of Petrochemical Synthesis, Russian Academy of Sciences,
Leninskii pr. 29, Moscow, 119991 Russia

**Tambov State University,
Internatsional'naya ul. 33, Tambov, 392622 Russia

Abstract—Analysis of the X-ray diffraction spectra of seven C₆₀ fullerene samples showed the presence of three phases. The crystalline component has an imperfect structure with a pseudohexagonal or pseudocubic cell. For the first time, the presence of two amorphous phases was revealed. One represents the aforementioned crystalline phase but has a small crystallite size ($L = 40\text{--}20 \text{ \AA}$), and the other is due to the presence of lone C₆₀ molecules that are not bound to the crystalline component. These molecules are characterized by two broad halos ($\Delta_1 = 7.5^\circ\theta$; $\Delta_2 = 13^\circ\theta$). The quantitative X-ray phase analysis of some C₆₀ samples was first performed, and changes in their phase composition upon IR heating up to 500°C were studied.