

**КОНОНОВ**  
**Данила Валерьевич**

бакалавриат, Петрозаводский государственный университет  
(Петрозаводск, Российская Федерация)  
*DanilaKononov@outlook.com*

**КОЧАКОВ**  
**Алексей Владимирович**

бакалавриат, Петрозаводский государственный университет  
(Петрозаводск, Российская Федерация)  
*avkochakov@mail.ru*

## АПРОБАЦИЯ МЕТОДИКИ ОПТИМИЗАЦИИ МОНОХРОМАТОРА НА ОСНОВЕ HOPG

### Научный руководитель:

Логинов Дмитрий Владимирович  
Статья поступила: 16.12.2022;  
Принята к публикации: 28.01.2023;  
Опубликована: 15.04.2023

**Аннотация.** В статье представлена информация о корреляции данных нейтронной и рентгеновской мозаичности для кристаллов HOPG. Эти данные позволят повысить эффективность фокусировки нейтронных монохроматоров. В ходе работы было установлено, что методика позволяет оценивать пригодность кристаллов HOPG и то, что необходимы кристаллы высокого качества для лучшей апробации методики.

**Ключевые слова:** пиролитический графит, нейтронный монохроматор, рентгеновская дифракция, мозаичность, дефекты HOPG

**Для цитирования:** Кононов Д. В., Кочаков А. В. Апробация методики оптимизации монохроматора на основе HOPG // StudArctic Forum. 2023. Т. 8, № 1. С. 37—48.

Высокоориентированный пиролитический графит (Highly Oriented Pyrolytic Graphite, HOPG) является одним из самых распространённых материалов для построения нейтронных фокусирующих монохроматоров для нейтронографических приборов в силу своих высоких фокусирующих свойств, обусловленных структурой материала. Однако свойства материала очень сильно зависят от степени дефектности его структуры, а также от вида дефектов пирографита.

Целью проделанной работы является проверка методики определения дефектности кристаллов HOPG с целью увеличения эффективности нейтронных монохроматоров. Пиролитический графит - углеродный материал, обладающий гексогональной микродоменной (размером до 10 нм [Фиалков : 9]) структурой с хаотичной ориентацией вдоль одного слоя (оси а) и высокой ориентацией вдоль графитных слоёв (оси с) [Freund]. HOPG получается методом термомеханической обработки [Островский], который заключается в прессовании исходного углеродного материала под высоким давлением при нагреве электрическим током. Причинами дефектов пирографита могут являться: приложение давления при недостаточной температуре заготовки, дефектность исходного материала, недостаточное приложенное электрическое напряжение на заготовку [Шипков], недостаточная температура пиролиза.

Пирографит используется в монохроматорах, т.к. является эффективным оптическим элементом для выделения монохроматического излучения из пучков тепловых и холодных нейтронов, выходящих из среды с низким энергопотреблением через лучевые трубки [Freund].

Можно выделить несколько причин эффективности использования пирографита в качестве монохроматора:

1. Большая длина когерентного рассеяния и малые поперечные сечения некогерентности.
2. Строгоориентированная слоистая структура, что позволяет хорошо фокусировать пучок нейтронов.
3. Низкая расходимость пучка.

#### 4. Низкий удельный вес и высокая механическая прочность.

Необходимо рассмотреть параметры, влияющие на фокусирующие свойства пиролитического графита:

##### 1. Дефекты образца

Одним из главных дефектов является форма образца пирографита. В частности, образцы пирографита специально изготавливают не в виде бруска, а в виде клина и/или собирающей линзы (рис. 1), чтобы было возможно фокусировать пучок нейтронного излучения в необходимом направлении.

Пучок излучения отражается как от поверхности образца, так и от его обратной стороны. Если угол отражения от внутренней части образца отличается от угла отражения на его поверхности, то будет наблюдаться эффект расфокусировки пучка с увеличением уширения отражающих пиков, который называется «абберация глубины». [Freund : 3]

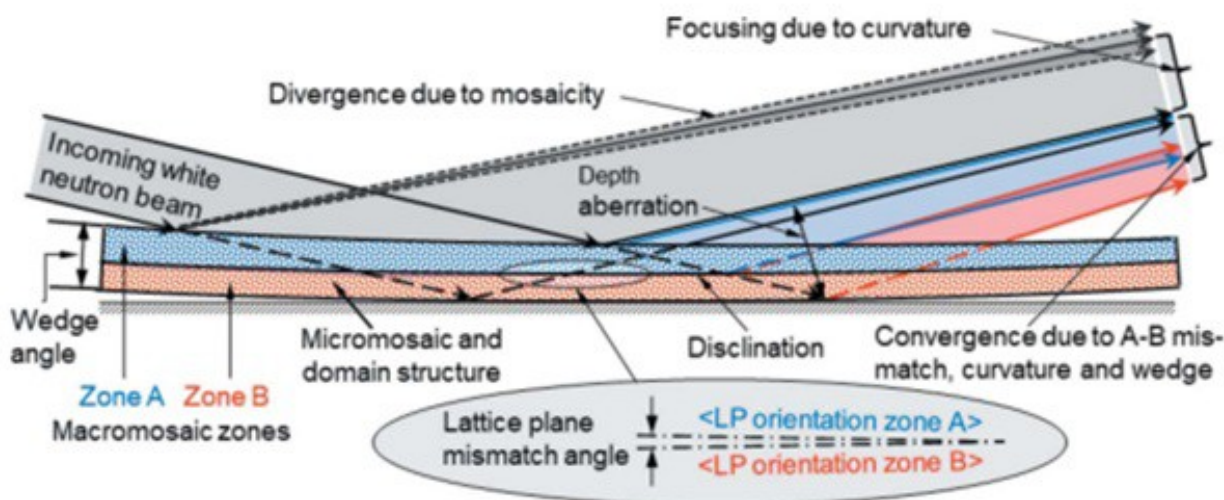


Рис. 1 Монохроматизация нейтронов изогнутым образцом НОРГ, схематически показывающая, как специфические деформации решетки влияют на свойства отраженного луча [Freund]

##### 2. Толщина образца

Образец с оптимальным значением толщины позволяет создать монохроматор, способный пропускать нейтроны с минимальным фоном, поскольку рассеяние в результате множественных, диффузных и паразитных процессов сводится к минимуму. Рост толщины кристалла относительно оптимального значения приводит к увеличению фонового загрязнения от отражённого луча. [Freund]

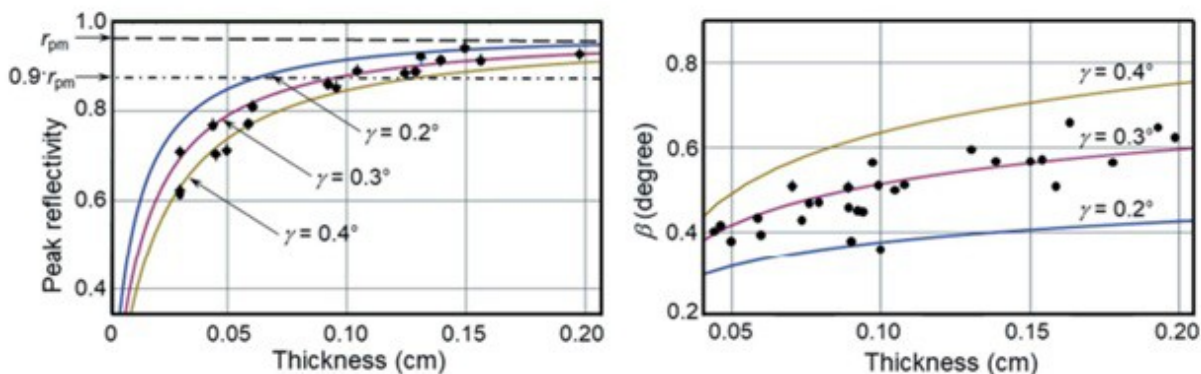


Рис. 2. Пиковая отражательная способность (слева) и ширина (справа) отражения НОРГ (002) в зависимости от толщины и истинной мозаичности [Freund]

Для определения толщины образца достаточно провести линейные измерения его размеров, тогда как для того, чтобы понять степень его дефектности, необходимо провести измерения мозаичности образца и рассчитать степень отклонения отражающих плоскостей образца от нормали. Это можно сделать с помощью методов рентгеновской дифракции.

Мозаичность – мера разброса ориентаций кристаллографических областей. Предлагаемая методика измерения [Freund] заключается в следующем:

Измерения производятся по 9 точкам образца пирографита размером  $5 \times 2 \text{ см}^2$  узким пучком излучения  $2 \times 1 \text{ мм}$  вдоль длины и вдоль ширины образца, с обеих сторон. Суммарно будет получена серия из 36 измерений диапазона измерения дифракционного максимума графита (002). По результатам измерений можно рассчитать следующие параметры:

1. Рентгеновская мозаичность образца – позволяет понять степень фокусировки пучка и отражающую способность. Чем она меньше – тем лучше будет сфокусирован пучок.

2. Радиус кривизны – позволяет понять «рельеф» отражающих плоскостей образца, чтобы установить образец в ту ячейку монохроматора, где он будет правильно фокусировать пучок излучения.

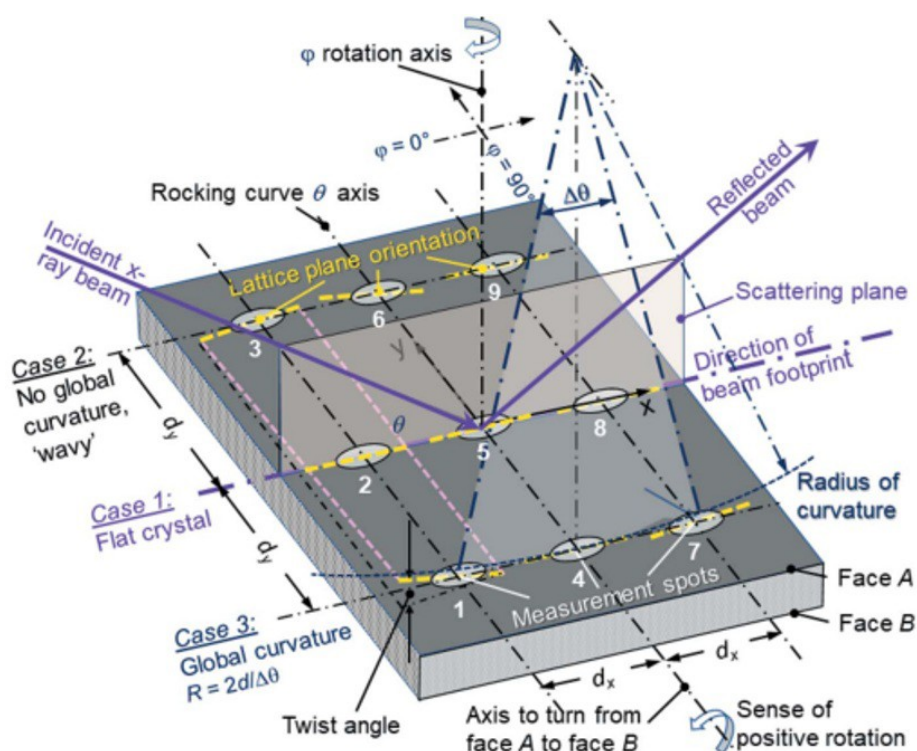


Рис. 3. Схема измерения образца пирографита [Freund]

Эксперимент, описанный в данной работе, состоит из двух этапов:

1. Отбор кристалла с наилучшими параметрами мозаичности и подробное его исследование.
2. Исследование образцов, измеренных на нейтронном излучении, с сопоставлением результатов.

В рамках первого этапа проводится съёмка, по методу Брэгга-Брентано, на дифрактометре Rigaku SmartLAB 26-ти образцов пиролитического графита, снятых с фильтров излучателей.

Образцы представляют собой кристаллы пиролитического графита размерами (длина×ширина×высота), в среднем:  $4 \times 2 \times 0.3 \text{ см}$ . Значение толщины колеблется от 2.5 до 3.5 мм. Поверхность большинства образцов испещрена трещинами (особенно глубоки продольные трещины), вмятинами и царапинами (на рабочей поверхности) от предыдущего использования в качестве фильтра излучения.

Кристаллы исследуются по 3-м точкам «блестящей» поверхности образца.

«Блестящая» поверхность пирографита отличается характерным металлическим блеском и переливом. Если определить «блестящую» сторону образца затруднительно, то проводится предварительная съёмка образца с двух сторон для определения его «блестящей» поверхности. «Блестящая» сторона отличается наибольшим значением интенсивности отражения рентгеновского пучка.

Далее полученные дифрактограммы по трём точкам загружаются в программу PDX-L для расчёта положения графитового пика, его интенсивности и полной ширины на половине высоты (ПШПВ).

Исходя из полученных результатов, можно предварительно судить о мозаичности кристалла исходя из значения ПШПВ, т.к. оно показывает то, насколько сильно (широко) кристалл рассеивает рентгеновское излучение, и, чем значение ПШПВ меньше, тем более сфокусировано отражается от кристалла пирографита пучок рентгеновского излучения, что говорит о лучшей мозаичности образца.

Методика измерений при отборе кристалла – Брэгг-Брентано [Трушин]. Условия съёмки на данном этапе эксперимента следующие:

- Тип рентгеновской трубки: кобальтовая ( $\lambda = 1.78892 \text{ \AA}$ )
- Ширина щели излучателя: 2 мм
- Ширина щели приёмника: 20 мм
- Площадь облучения: 2x2 мм<sup>2</sup>
- Интервал съёмки ( $2\theta$ ): 30.5 – 31.5 градус
- Шаг съёмки ( $2\theta$ ): 0.01 градус
- Время съёмки на шаг: 1 секунда

Результаты первого этапа работы:

Таблица 1

**Результаты обработки данных дифрактограмм, полученных при съёмке 26-ти образцов пиротического графита**

| №  | d(002), Å | FWHM( $\Theta$ )° | Int I( $\omega$ ), cps° | $\omega^\circ$ 1 point | $\eta(\omega)^\circ$ 1 point |
|----|-----------|-------------------|-------------------------|------------------------|------------------------------|
| 1  | 3.36137   | 0.0595            | 435460                  | 15.208                 | 1.247                        |
| 2  | 3.36097   | 0.0983            | 9046821                 | 15.695                 | 4.121                        |
| 3  | 3.35628   | 0.0671            | 202031                  | 15.205                 | 1.727                        |
| 4  | 3.35849   | 0.0546            | 6219433                 | 14.989                 | 1.124                        |
| 5  | 3.35584   | 0.0536            | 5464979                 | 15.292                 | 1.22                         |
| 6  | 3.36204   | 0.1037            | 6545851                 | 15.427                 | 3.45                         |
| 7  | 3.36326   | 0.0958            | 7884357                 | 13.344                 | 4.349                        |
| 8  | 3.35746   | 0.05309           | 5747836                 | 15.3341                | 0.8532                       |
| 9  | 3.36048   | 0.0991            | 8718188                 | 15.847                 | 2.083                        |
| 10 | 3.35567   | 0.0534            | 6264710                 | 15.46                  | 1.222                        |
| 11 | 3.35776   | 0.0552            | 7298974                 | 15.3352                | 0.9647                       |
| 12 | 3.36641   | 0.098             | 7777591                 | 16.495                 | 1.2306                       |
| 13 | 3.35786   | 0.0568            | 7272359                 | 14.847                 | 1.16                         |
| 14 | 3.35552   | 0.0557            | 6073994                 | 15.525                 | 1.084                        |
| 15 | 3.35724   | 0.0968            | 8431092                 | 15.642                 | 2.108                        |
| 16 | 3.3596    | 0.085             | 9126528                 | 15.393                 | 2.2149                       |
| 17 | 3.3562    | 0.0513            | 6099437                 | 15.659                 | 1.1921                       |
| 18 | 3.35837   | 0.0804            | 7096451                 | 15.4632                | 1.1431                       |
| 19 | 3.36112   | 0.0909            | 7536195                 | 15.7636                | 1.4704                       |
| 20 | 3.35883   | 0.0869            | 7728457                 | 15.4577                | 1.5911                       |
| 21 | 3.3663    | 0.0766            | 7475308                 | 16.235                 | 1.321                        |
| 22 | 3.3558    | 0.0527            | 6176080                 | 15.758                 | 1.02                         |
| 23 | 3.36041   | 0.1002            | 7471341                 | 14.711                 | 2.488                        |
| 24 | 3.35832   | 0.0772            | 6843007                 | 15.4666                | 0.9617                       |
| 25 | 3.35818   | 0.0787            | 7516608                 | 15.3742                | 1.1607                       |
| 26 | 3.36869   | 0.0963            | 9270366                 | 14.539                 | 2.118                        |

Результаты измерений 9 кристаллов показали, что кристаллы обладают завышенными значениями мозаичности на рентгеновском излучении, было принято решение о том, что в дальнейшем (в частности, ради экономии времени) будет исследоваться только центральная точка кристаллов пирографита.

В ходе исследования проводится измерение образца, обладающего наилучшей мозаичностью, в данном случае, это кристалл №8, по 9 точкам согласно схеме, представленной на рисунке №9 и в статье [Freund, 6].

В рамках второго этапа был избран метод фокусировки пучка – Parallel beam, который позволяет минимизировать расхождение пучка, а, следовательно, уменьшает приборную погрешность, что позволяет получить более точную картину мозаичности кристалла.

Суть данного метода заключается в том, что пучок попадает на образец не напрямую, а отразившись от зеркала; следовательно, он становится параллельным, и расхождение пучка минимизируется, что, в свою очередь, увеличивает точность измерения, но неизбежны потери части интенсивности.

Расходимость пучка после зеркала определяется солером (solar) (коллиматором) на излучателе и коллиматором на приёмнике (In-plane и Solar). Значение расходимости пучка, указанное на коллиматоре приёмника = 0.228 градусов. Ширина пучка на входе - 2 мм.

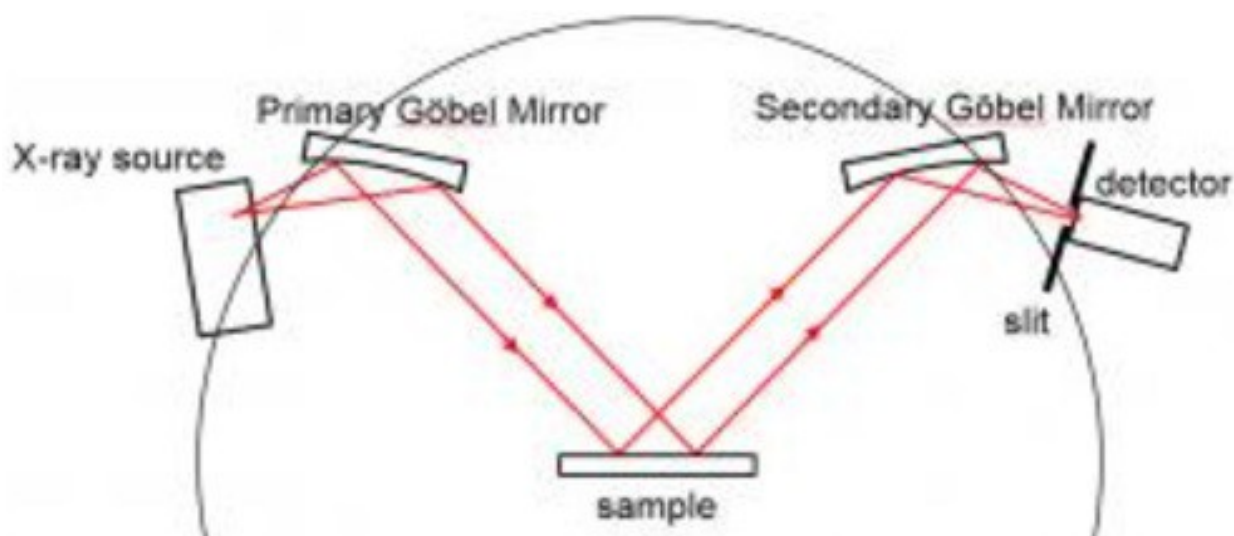


Рис. 4. Схема измерения Parallel beam [ywcmsci.yale.edu]

Таблица 2

**Результаты обработки данных дифрактограммы, полученной с кристалла №8 по результатам съёмки.**

| № point                                | Int I( $\omega$ ), cps° | $\omega^\circ$ | $\eta(\omega)^\circ$ | $\langle\omega\rangle^\circ$     | $\eta(\omega)^\circ$                   | R12, m | $\langle R\rangle$ , m     |
|----------------------------------------|-------------------------|----------------|----------------------|----------------------------------|----------------------------------------|--------|----------------------------|
| 8 кристалл вдоль длинного направления  |                         |                |                      |                                  |                                        |        |                            |
| 1                                      | 8819                    | 15.4994        | 0.8789               | $\langle\omega 147\rangle^\circ$ | $\langle\eta 147\rangle(\omega)^\circ$ | 5.0    | $\langle R 147\rangle$ , m |
| 2                                      | 10325                   | 15.2136        | 0.8672               | 15.4286                          | 0.7520                                 | 954.9  | 480.0                      |
| 3                                      | 12794                   | 15.5913        | 1.1107               |                                  |                                        |        |                            |
| 4                                      | 3512                    | 15.7490        | 0.6678               | $\langle\omega 258\rangle^\circ$ | $\langle\eta 258\rangle(\omega)^\circ$ | -13.7  | $\langle R 258\rangle$ , m |
| 5                                      | 5726                    | 15.5981        | 0.7052               | 15.2846                          | 0.7506                                 | -6.9   | -10.3                      |
| 6                                      | 9526                    | 15.3265        | 0.8139               |                                  |                                        |        |                            |
| 7                                      | 2804                    | 15.0374        | 0.7092               | $\langle\omega 369\rangle^\circ$ | $\langle\eta 369\rangle(\omega)^\circ$ | -36.2  | $\langle R 369\rangle$ , m |
| 8                                      | 3016                    | 15.0420        | 0.6794               | 15.3426                          | 1.0082                                 | -3.8   | -20.0                      |
| 9                                      | 1400                    | 15.1100        | 1.1000               | Среднее:                         | 0.8369                                 |        |                            |
| 8 кристалл вдоль короткого направления |                         |                |                      |                                  |                                        |        |                            |
| 1                                      | 3100                    | 15.7365        | 0.9031               | $\langle\omega 147\rangle^\circ$ | $\langle\eta 147\rangle(\omega)^\circ$ | 2.2    | $\langle R 123\rangle$ , m |
| 2                                      | 3729                    | 15.9200        | 0.9950               | 15.8018                          | 0.7935                                 | 2.5    | 2.4                        |
| 3                                      | 4470                    | 15.6770        | 0.9170               |                                  |                                        |        |                            |
| 4                                      | 1742                    | 15.8420        | 0.7647               | $\langle\omega 258\rangle^\circ$ | $\langle\eta 258\rangle(\omega)^\circ$ | 3.1    | $\langle R 456\rangle$ , m |
| 5                                      | 2246                    | 15.5637        | 0.8104               | 15.7416                          | 0.9660                                 | -9.9   | -3.4                       |
| 6                                      | 3177                    | 15.1350        | 0.9550               |                                  |                                        |        |                            |
| 7                                      | 1183                    | 15.8270        | 0.7128               | $\langle\omega 369\rangle^\circ$ | $\langle\eta 369\rangle(\omega)^\circ$ | 2.2    | $\langle R 789\rangle$ , m |
| 8                                      | 1651                    | 15.7411        | 1.0928               | 15.3943                          | 0.9392                                 | 5.7    | 4.0                        |
| 9                                      | 2016                    | 15.3710        | 0.9455               | Среднее:                         | 0.8996                                 |        |                            |

Обозначения: № – номер точки измерения по методике,  $\text{Int } I(\omega)$  – интегральная интенсивность дифракционного пика,  $\omega$  – положение дифракционного пика в обратном пространстве,  $\eta(\omega)$  – ПШПВ (мозаичность) по обратному углу, – среднее значения положения пиков для линий точек измерения,  $\langle\omega\rangle$  – среднее значение ПШПВ для линий точек измерения, R12 – значения радиуса кривизны отражающей поверхности для пар точек, – радиус кривизны отражающей поверхности для линии точек.

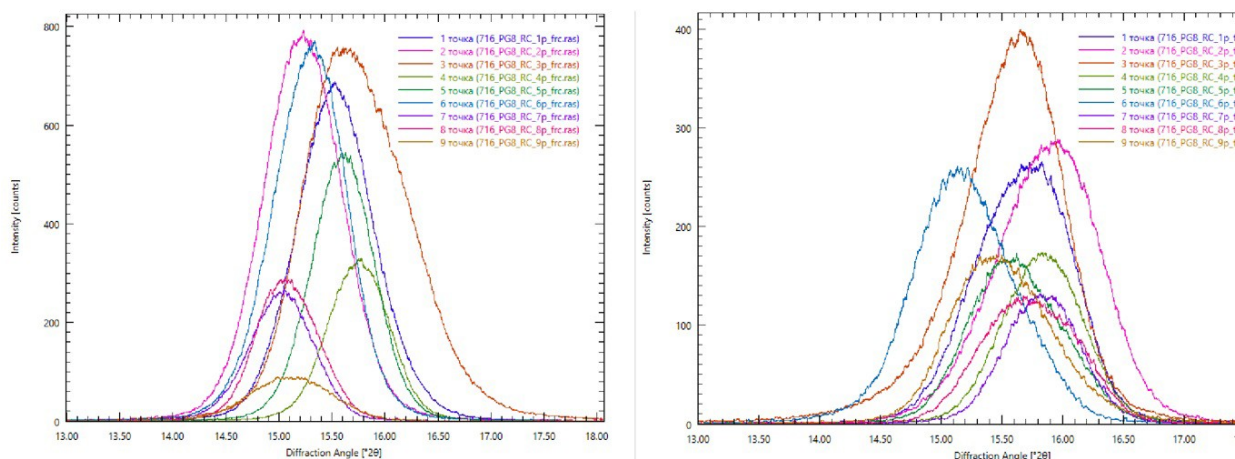


Рис. 5. Главный дифракционный максимум образца HOPG №8, измеренные вдоль (слева) и поперёк (справа) длины образца

Результаты второго этапа работы:

На данном этапе были исследованы образцы, предварительно измеренные на нейтронном излучении с длиной волны 2.4 Å. Они представляют собой кристаллы пиролитического графита размерами (длина×ширина×высота), в среднем: 5x2x0.2 см. Поверхность блестящая, также на ней имеется небольшое количество трещин, царапин и сколов. Методика исследования не менялась.

Таблица 3:

**Результаты обработки дифрактограмм кристалла №3, первая сторона.**

| № point                                | Int I(ω), cps° | ω°      | η(ω)°  | offset ω° | <ω>°              | η(ω)°      | R12, m | <R>, m    |
|----------------------------------------|----------------|---------|--------|-----------|-------------------|------------|--------|-----------|
| 3 кристалл вдоль длинного направления  |                |         |        |           |                   |            |        |           |
| 1                                      | 582271         | 15.2784 | 1.0514 | 13.4746   | <ω147>°           | <η147>(ω)° | -3.6   | <R147>, m |
| 2                                      | 486012         | 15.2381 | 1.0012 | 13.4669   | 15.1630           | 0.8706     | -1.7   | -2.7      |
| 3                                      | 478943         | 15.1283 | 0.8601 | 13.4674   |                   |            |        |           |
| 4                                      | 811933         | 15.2166 | 0.8976 | 13.4957   | <ω258>°           | <η258>(ω)° | -3.5   | <R258>, m |
| 5                                      | 752559         | 15.2309 | 0.8255 | 13.4905   | 15.1320           | 0.8223667  | -2.1   | -2.8      |
| 6                                      | 705621         | 15.1735 | 0.7466 | 13.4925   |                   |            |        |           |
| 7                                      | 807749         | 14.9939 | 0.6628 | 13.5003   | <ω369>°           | <η369>(ω)° | -2.6   | <R369>, m |
| 8                                      | 838863         | 14.9269 | 0.6404 | 13.4970   | 15.027867         | 0.7538333  | -1.7   | -2.1      |
| 9                                      | 819701         | 14.7818 | 0.6548 | 13.4935   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 0.8156 | ±0.0412   |
| 3 кристалл вдоль короткого направления |                |         |        |           |                   |            |        |           |
| 1                                      | 610842         | 15.6346 | 1.0746 | 13.4790   | <ω147>°           | <η147>(ω)° | 6.4    | <R123>, m |
| 2                                      | 480480         | 15.5839 | 0.9334 | 13.4711   | 15.3616           | 0.8882     | 2.3    | 4.3       |
| 3                                      | 523484         | 16.1215 | 1.2000 | 13.4799   |                   |            |        |           |
| 4                                      | 807846         | 15.3610 | 0.9338 | 13.4947   | <ω258>°           | <η258>(ω)° | -13.5  | <R456>, m |
| 5                                      | 711211         | 15.4977 | 0.8072 | 13.4915   | 15.3896           | 0.8070     | -14.8  | -14.2     |
| 6                                      | 617542         | 15.3750 | 0.7960 | 13.4970   |                   |            |        |           |
| 7                                      | 738073         | 15.0891 | 0.6561 | 13.4838   | <ω369>°           | <η369>(ω)° | -2.1   | <R789>, m |
| 8                                      | 926310         | 15.0871 | 0.6804 | 13.4967   | 15.5424           | 0.9293     | -2.2   | -2.2      |
| 9                                      | 963121         | 15.1307 | 0.7920 | 13.4942   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 0.8748 | ±0.0452   |

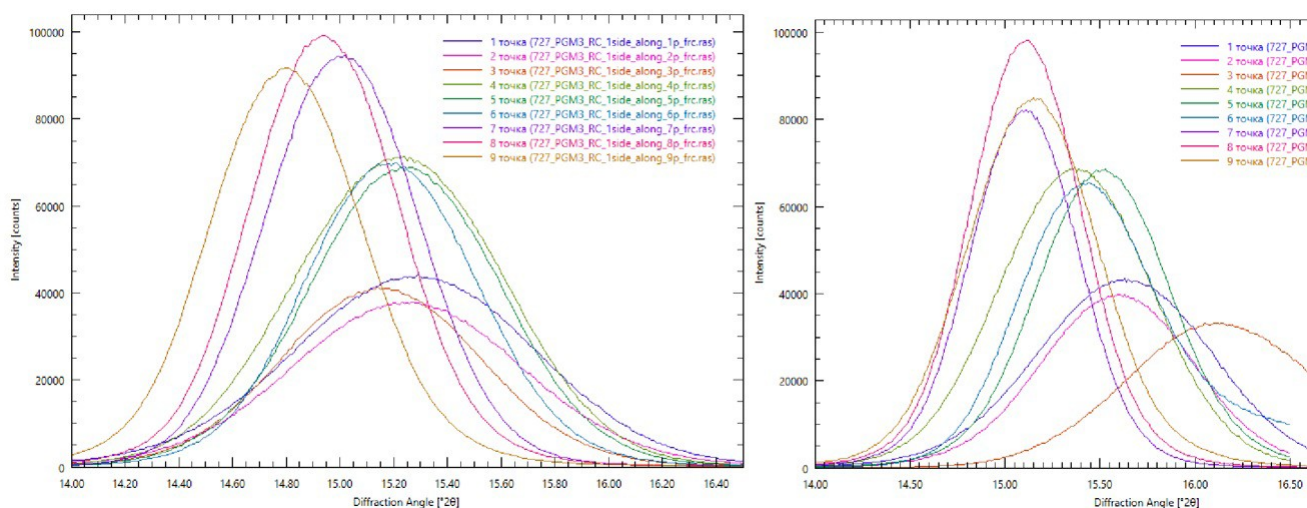


Рис. 6. Главный дифракционный максимум образца НОРG №3, первая сторона, измеренный вдоль (слева) и поперёк (справа) длины образца.

Таблица 4:

**Результаты обработки дифрактограмм кристалла №3, вторая сторона.**

| № point                                | Int I(ω), cps° | ω°      | η(ω)°  | offset ω° | <ω>°              | η(ω)°      | R12, m | <R>, m    |
|----------------------------------------|----------------|---------|--------|-----------|-------------------|------------|--------|-----------|
| 3 кристалл вдоль длинного направления  |                |         |        |           |                   |            |        |           |
| 1                                      | 562423         | 15.69   | 1.2418 | 13.4700   | <ω147>°           | <η147>(ω)° | 21.6   | <R147>, m |
| 2                                      | 675818         | 15.7832 | 1.366  | 13.4763   | 15.5134           | 1.1593     | -6.9   | 7.4       |
| 3                                      | 884886         | 15.9098 | 1.4181 | 13.4882   |                   |            |        |           |
| 4                                      | 634762         | 15.3352 | 1.0404 | 13.4755   | <ω258>°           | <η258>(ω)° | 8.0    | <R258>, m |
| 5                                      | 583136         | 15.3806 | 1.1354 | 13.4717   | 15.5276           | 1.2348     | -10.1  | -1.1      |
| 6                                      | -              | 15.378  | 1.1556 | 13.4745   |                   |            |        |           |
| 7                                      | 1023114        | 15.515  | 1.1958 | 13.4964   | <ω369>°           | <η369>(ω)° | 5.3    | <R369>, m |
| 8                                      | 1037667        | 15.419  | 1.203  | 13.4986   | 15.560267         | 1.2447667  | -8.3   | -1.5      |
| 9                                      | 1095272        | 15.393  | 1.1606 | 13.5034   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 1.2130 | ±0.0357   |
| 3 кристалл вдоль короткого направления |                |         |        |           |                   |            |        |           |
| 1                                      | 558928         | 16.1963 | 1.372  | 13.4793   | <ω147>°           | <η147>(ω)° | 2.0    | <R123>, m |
| 2                                      | 642489         | 15.6272 | 1.3671 | 13.4756   | 15.7548           | 1.1864     | 7.1    | 4.5       |
| 3                                      | -              | 15.576  | 1.439  | 13.4842   |                   |            |        |           |
| 4                                      | -              | 15.601  | 1.246  | 13.4588   | <ω258>°           | <η258>(ω)° | 8.9    | <R456>, m |
| 5                                      | 640656         | 15.5259 | 1.1402 | 13.4753   | 15.5279           | 1.1359     | 9.9    | 9.4       |
| 6                                      | 679289         | 15.5996 | 1.1766 | 13.4765   |                   |            |        |           |
| 7                                      | 885727         | 15.4671 | 0.9411 | 13.4913   | <ω369>°           | <η369>(ω)° | -18.3  | <R789>, m |
| 8                                      | 1045541        | 15.4307 | 0.9004 | 13.5004   | 15.4910           | 1.1818     | -6.3   | -12.3     |
| 9                                      | 1137526        | 15.2975 | 0.9298 | 13.5017   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 1.1680 | ±0.0214   |

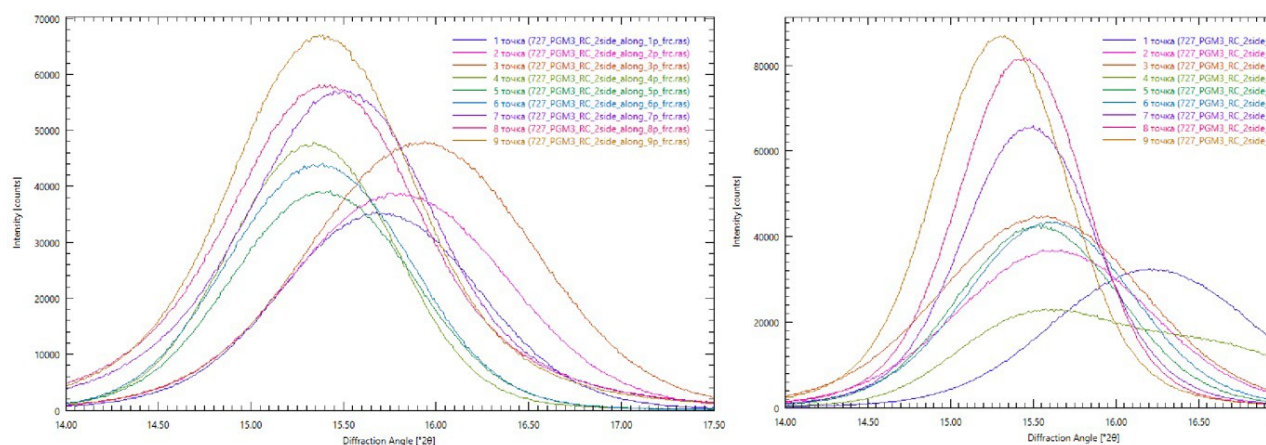


Рис. 7 Главный дифракционный максимум образца НОРG №3, вторая сторона, измеренный вдоль (слева) и поперёк (справа) длины образца.

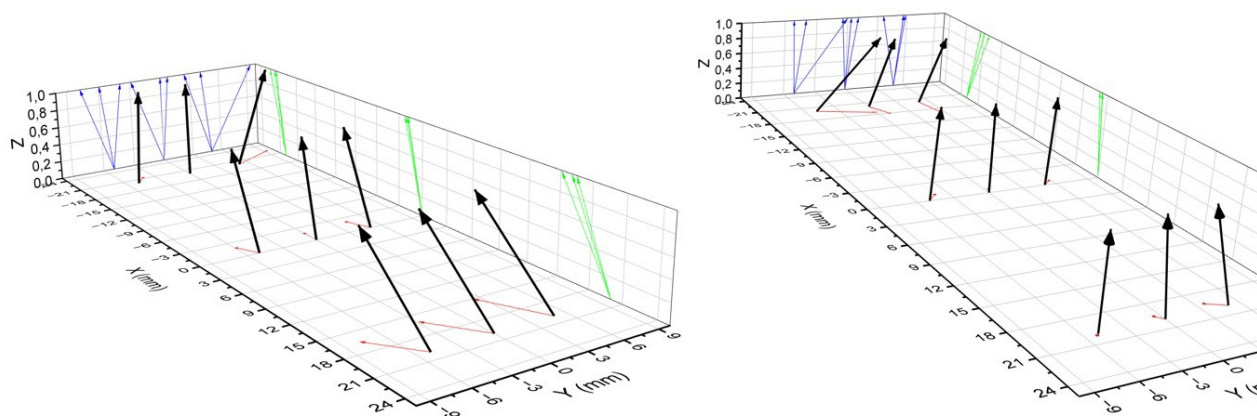


Рис. 8 Модель отклонения отражающих плоскостей от поверхности образца №3, первой (слева) и второй (справа) сторон, построенная в ПО Origin

Таблица 5:

**Результаты обработки дифрактограмм кристалла №8, первая сторона.**

| № point                                | Int I(ω), cps° | ω°      | η(ω)°  | offset ω° | ⟨ω⟩°              | η(ω)°      | R12, m | ⟨R⟩, m    |
|----------------------------------------|----------------|---------|--------|-----------|-------------------|------------|--------|-----------|
| 8 кристалл вдоль длинного направления  |                |         |        |           |                   |            |        |           |
| 1                                      | 850907         | 15.4182 | 0.7083 | 13.4957   | ⟨ω147⟩°           | ⟨η147⟩(ω)° | -21.1  | ⟨R147⟩, m |
| 2                                      | 738116         | 15.34   | 0.7529 | 13.4908   | 15.3654           | 0.8337     | -15.7  | -18.4     |
| 3                                      | 692056         | 15.13   | 0.883  | 13.4830   |                   |            |        |           |
| 4                                      | 677371         | 15.4751 | 0.798  | 13.4792   | ⟨ω258⟩°           | ⟨η258⟩(ω)° | -14.0  | ⟨R258⟩, m |
| 5                                      | 607714         | 15.5036 | 0.9093 | 13.4753   | 15.3451           | 0.9374     | -6.7   | -10.3     |
| 6                                      | 626574         | 15.5521 | 1.0178 | 13.4754   |                   |            |        |           |
| 7                                      | 759186         | 15.203  | 0.9949 | 13.4802   | ⟨ω369⟩°           | ⟨η369⟩(ω)° | -6.2   | ⟨R369⟩, m |
| 8                                      | 776186         | 15.1916 | 1.15   | 13.4780   | 15.350033         | 1.0578333  | -60.1  | -33.2     |
| 9                                      | 703159         | 15.368  | 1.2727 | 13.4733   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 0.9430 | ±0.0765   |
| 8 кристалл вдоль короткого направления |                |         |        |           |                   |            |        |           |
| 1                                      | 829709         | 16.009  | 0.716  | 13.5050   | ⟨ω147⟩°           | ⟨η147⟩(ω)° | 2.8    | ⟨R123⟩, m |
| 2                                      | 711823         | 15.6146 | 0.6906 | 13.4959   | 15.6273           | 0.7969     | 6.3    | 4.5       |
| 3                                      | 697715         | 15.6516 | 0.6912 | 13.4965   |                   |            |        |           |
| 4                                      | 557033         | 15.4623 | 0.7712 | 13.4755   | ⟨ω258⟩°           | ⟨η258⟩(ω)° | 33.3   | ⟨R456⟩, m |
| 5                                      | 577907         | 15.5416 | 0.8869 | 13.4768   | 15.5554           | 0.8735     | 18.2   | 25.7      |
| 6                                      | 592065         | 15.5048 | 1.023  | 13.4750   |                   |            |        |           |
| 7                                      | 722528         | 15.4107 | 0.9034 | 13.4849   | ⟨ω369⟩°           | ⟨η369⟩(ω)° | -39.9  | ⟨R789⟩, m |
| 8                                      | 705061         | 15.5101 | 1.0429 | 13.4790   | 15.4303           | 0.9796     | -5.6   | -22.7     |
| 9                                      | 653464         | 15.1344 | 1.2246 | 13.4722   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 0.8833 | ±0.0641   |

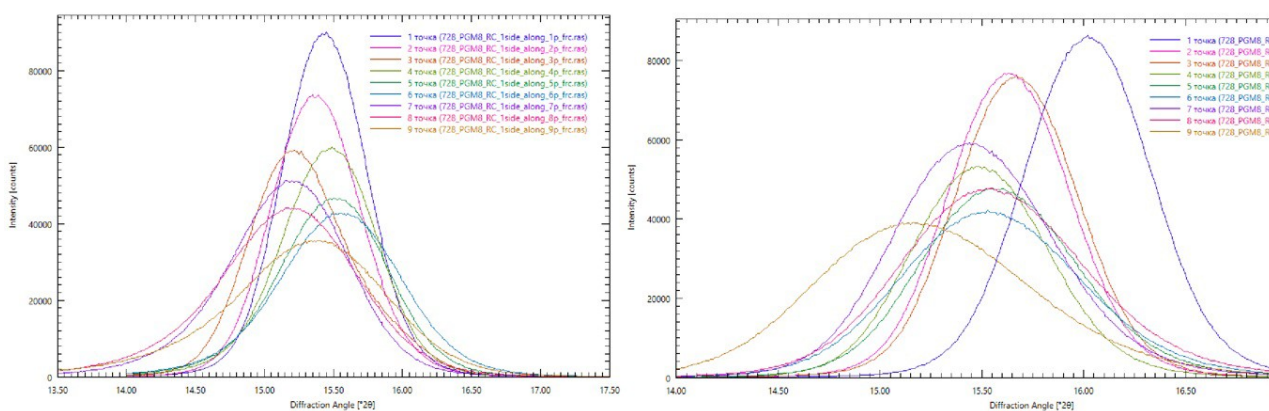


Рис. 9 Главный дифракционный максимум образца HOPG №8, первая сторона, измеренный вдоль (слева) и поперёк (справа) длины образца.

## Результаты обработки дифрактограмм кристалла №8, вторая сторона.

| № point                                | Int I( $\omega$ ), cps° | $\omega^\circ$ | $\eta(\omega)^\circ$ | offset $\omega^\circ$ | $\langle\omega\rangle^\circ$                  | $\eta(\omega)^\circ$                   | R12, m | $\langle R \rangle$ , m     |
|----------------------------------------|-------------------------|----------------|----------------------|-----------------------|-----------------------------------------------|----------------------------------------|--------|-----------------------------|
| 8 кристалл вдоль длинного направления  |                         |                |                      |                       |                                               |                                        |        |                             |
| 1                                      | 621151                  | 15.4483        | 0.7614               | 13.4809               | $\langle\omega 147\rangle^\circ$              | $\langle\eta 147\rangle(\omega)^\circ$ | -11.9  | $\langle R 147 \rangle$ , m |
| 2                                      | 416233                  | 15.2165        | 0.8223               | 13.4601               | 15.3167                                       | 0.7711                                 | -4.2   | -8.0                        |
| 3                                      | 411355                  | 15.3433        | 0.8777               | 13.4602               |                                               |                                        |        |                             |
| 4                                      | 705541                  | 15.3828        | 0.684                | 13.4943               | $\langle\omega 258\rangle^\circ$              | $\langle\eta 258\rangle(\omega)^\circ$ | -5.9   | $\langle R 258 \rangle$ , m |
| 5                                      | 709576                  | 15.4419        | 0.7757               | 13.4901               | 15.2729                                       | 0.7607667                              | -4.5   | -5.2                        |
| 6                                      | 708363                  | 15.4782        | 0.919                | 13.4896               |                                               |                                        |        |                             |
| 7                                      | 712740                  | 15.119         | 0.868                | 13.4986               | $\langle\omega 369\rangle^\circ$              | $\langle\eta 369\rangle(\omega)^\circ$ | -13.4  | $\langle R 369 \rangle$ , m |
| 8                                      | 697414                  | 15.1603        | 0.6843               | 13.4947               | 15.3373                                       | 0.81                                   | -5.5   | -9.4                        |
| 9                                      | 680525                  | 15.1904        | 0.6333               | 13.4916               | Среднее $\eta(\omega)^\circ \pm \delta\eta$ : |                                        | 0.7806 | $\pm 0.0196$                |
| 8 кристалл вдоль короткого направления |                         |                |                      |                       |                                               |                                        |        |                             |
| 1                                      | 543878                  | 16.0348        | 0.7291               | 13.4807               | $\langle\omega 147\rangle^\circ$              | $\langle\eta 147\rangle(\omega)^\circ$ | 1.8    | $\langle R 123 \rangle$ , m |
| 2                                      | 444995                  | 15.8499        | 0.8394               | 13.4705               | 15.6379                                       | 0.7100                                 | 1.8    | 1.8                         |
| 3                                      | 414399                  | 16.0674        | 0.9127               | 13.4674               |                                               |                                        |        |                             |
| 4                                      | 744269                  | 15.5895        | 0.7202               | 13.4957               | $\langle\omega 258\rangle^\circ$              | $\langle\eta 258\rangle(\omega)^\circ$ | 5.6    | $\langle R 456 \rangle$ , m |
| 5                                      | 722733                  | 15.7076        | 0.7872               | 13.4926               | 15.6927                                       | 0.7587                                 | 3.4    | 4.5                         |
| 6                                      | 694002                  | 15.7848        | 0.9706               | 13.4893               |                                               |                                        |        |                             |
| 7                                      | 695645                  | 15.2895        | 0.6808               | 13.4890               | $\langle\omega 369\rangle^\circ$              | $\langle\eta 369\rangle(\omega)^\circ$ | -9.9   | $\langle R 789 \rangle$ , m |
| 8                                      | 753418                  | 15.5206        | 0.6496               | 13.4951               | 15.7753                                       | 0.8541                                 | 419.2  | 204.7                       |
| 9                                      | 741403                  | 15.4737        | 0.679                | 13.4951               | Среднее $\eta(\omega)^\circ \pm \delta\eta$ : |                                        | 0.7743 | $\pm 0.0532$                |

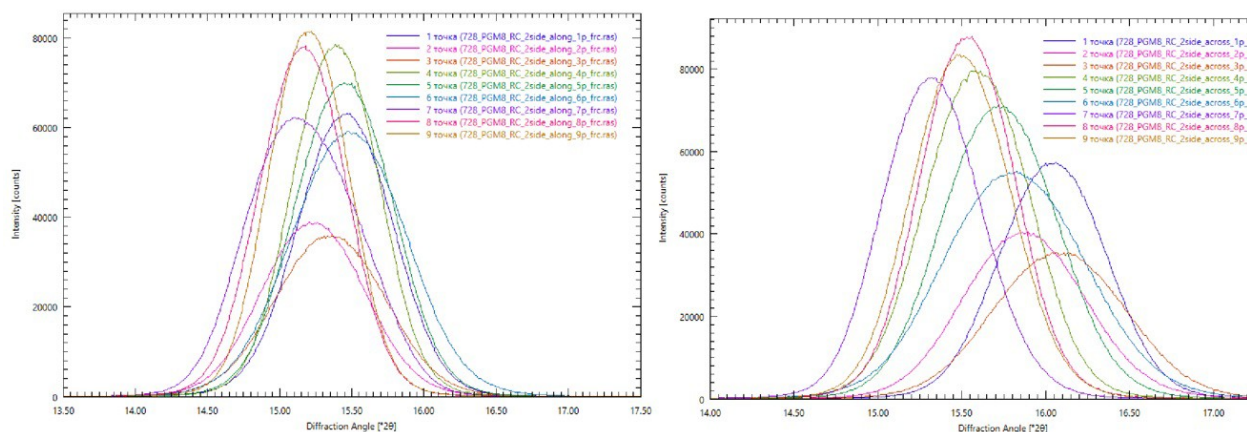


Рис.10. Главный дифракционный максимум образца НОРG №8, вторая сторона, измеренный вдоль длины образца

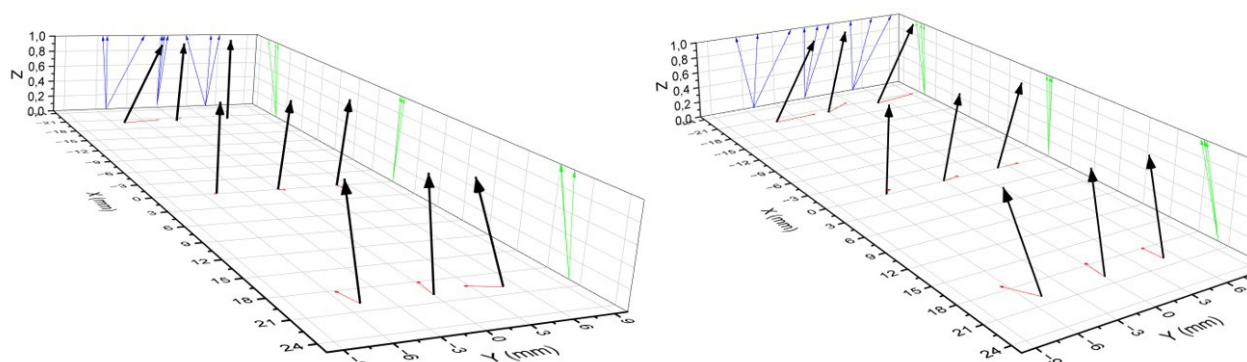


Рис. 11. Модель отклонения отражающих плоскостей от поверхности образца №8, первой (слева) и второй (справа) сторон, построенная в ПО Origin

Таблица 7

## Результаты обработки дифрактограмм кристалла №13, первая сторона.

| № point                                 | Int I(ω), cps° | ω°      | η(ω)°  | offset ω° | ⟨ω⟩°              | η(ω)°      | R12, m  | ⟨R⟩, m    |
|-----------------------------------------|----------------|---------|--------|-----------|-------------------|------------|---------|-----------|
| 13 кристалл вдоль длинного направления  |                |         |        |           |                   |            |         |           |
| 1                                       | 813940         | 15.5526 | 0.8429 | 13.5029   | ⟨ω147⟩°           | ⟨η147⟩(ω)° | 26.0    | ⟨R147⟩, m |
| 2                                       | 985182         | 15.636  | 0.999  | 13.5061   | 15.4641           | 0.8894     | -119.4  | -46.7     |
| 3                                       | 871150         | 15.6052 | 0.8981 | 13.5041   |                   |            |         |           |
| 4                                       | 657164         | 15.51   | 0.8206 | 13.4937   | ⟨ω258⟩°           | ⟨η258⟩(ω)° | 20.1    | ⟨R258⟩, m |
| 5                                       | 714765         | 15.4719 | 0.7367 | 13.5164   | 15.5125           | 0.8851     | -16.1   | 2.0       |
| 6                                       | 682935         | 15.3932 | 0.7882 | 13.4958   |                   |            |         |           |
| 7                                       | 561427         | 15.3297 | 1.0048 | 13.4841   | ⟨ω369⟩°           | ⟨η369⟩(ω)° | -1145.9 | ⟨R369⟩, m |
| 8                                       | 563033         | 15.4296 | 0.9196 | 13.4921   | 15.484133         | 0.8409667  | -12.9   | -579.4    |
| 9                                       | 543900         | 15.454  | 0.8366 | 13.4847   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 0.8718  | ±0.0206   |
| 13 кристалл вдоль короткого направления |                |         |        |           |                   |            |         |           |
| 1                                       | 766371         | 15.643  | 0.8325 | 13.5014   | ⟨ω147⟩°           | ⟨η147⟩(ω)° | 6.7     | ⟨R123⟩, m |
| 2                                       | 998810         | 15.618  | 0.921  | 13.5041   | 15.4948           | 0.8620     | 20.5    | 13.6      |
| 3                                       | 762341         | 15.4667 | 0.9261 | 13.4968   |                   |            |         |           |
| 4                                       | 632935         | 15.4614 | 0.8235 | 13.4919   | ⟨ω258⟩°           | ⟨η258⟩(ω)° | -9.7    | ⟨R456⟩, m |
| 5                                       | 718906         | 15.367  | 0.8277 | 13.5137   | 15.4706           | 0.8765     | -13.7   | -11.7     |
| 6                                       | 628666         | 15.5135 | 0.7795 | 13.4927   |                   |            |         |           |
| 7                                       | 588725         | 15.3799 | 0.93   | 13.4863   | ⟨ω369⟩°           | ⟨η369⟩(ω)° | -10.2   | ⟨R789⟩, m |
| 8                                       | 634485         | 15.4268 | 0.8807 | 13.4886   | 15.4254           | 0.8456     | -6.8    | -8.5      |
| 9                                       | 626746         | 15.2961 | 0.8312 | 13.4871   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 0.8614  | ±0.0105   |

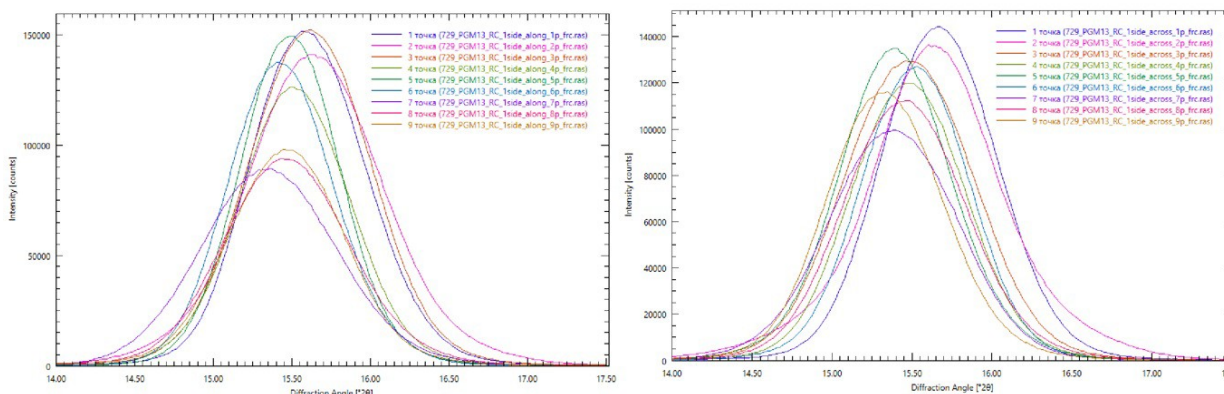


Рис. 12. Главный дифракционный максимум образца НОРГ №13, первая сторона, измеренные вдоль длины образца

Таблица 8

## Результаты обработки дифрактограмм кристалла №13, вторая сторона.

| № point                                 | Int I(ω), cps° | ω°      | η(ω)°  | offset ω° | ⟨ω⟩°              | η(ω)°      | R12, m | ⟨R⟩, m    |
|-----------------------------------------|----------------|---------|--------|-----------|-------------------|------------|--------|-----------|
| 13 кристалл вдоль длинного направления  |                |         |        |           |                   |            |        |           |
| 1                                       | 568085         | 15.2667 | 0.6254 | 13.5029   | ⟨ω147⟩°           | ⟨η147⟩(ω)° | -65.6  | ⟨R147⟩, m |
| 2                                       | 715570         | 15.402  | 0.633  | 13.5087   | 15.3140           | 0.6092     | -13.2  | -39.4     |
| 3                                       | 728034         | 15.2831 | 0.6264 | 13.4996   |                   |            |        |           |
| 4                                       | 528531         | 15.7044 | 0.5783 | 13.4944   | ⟨ω258⟩°           | ⟨η258⟩(ω)° | 71.0   | ⟨R258⟩, m |
| 5                                       | 614173         | 15.6553 | 0.5996 | 13.5244   | 15.3460           | 0.6106333  | -5.1   | 33.0      |
| 6                                       | 755686         | 15.4602 | 0.627  | 13.5014   |                   |            |        |           |
| 7                                       | 419938         | 14.971  | 0.6238 | 13.4660   | ⟨ω369⟩°           | ⟨η369⟩(ω)° | -6.7   | ⟨R369⟩, m |
| 8                                       | 329315         | 14.9807 | 0.5993 | 13.4502   | 15.2913           | 0.6305     | -4.5   | -5.6      |
| 9                                       | 434006         | 15.1306 | 0.6381 | 13.4713   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 0.6168 | ±0.0092   |
| 13 кристалл вдоль короткого направления |                |         |        |           |                   |            |        |           |
| 1                                       | 553896         | 15.1661 | 0.6124 | 13.4842   | ⟨ω147⟩°           | ⟨η147⟩(ω)° | -3.0   | ⟨R123⟩, m |
| 2                                       | 579601         | 15.244  | 0.724  | 13.5010   | 15.1622           | 0.6255     | -2.9   | -3.0      |
| 3                                       | 755718         | 15.1656 | 0.6482 | 13.4960   |                   |            |        |           |
| 4                                       | 435093         | 15.1356 | 0.6052 | 13.4755   | ⟨ω258⟩°           | ⟨η258⟩(ω)° | -2.1   | ⟨R456⟩, m |
| 5                                       | 614013         | 15.0365 | 0.596  | 13.5100   | 15.1198           | 0.6413     | -1.8   | -2.0      |
| 6                                       | 582132         | 15.016  | 0.687  | 13.4805   |                   |            |        |           |
| 7                                       | 545137         | 15.1848 | 0.659  | 13.4821   | ⟨ω369⟩°           | ⟨η369⟩(ω)° | -2.5   | ⟨R789⟩, m |
| 8                                       | 382166         | 15.0788 | 0.6038 | 13.4626   | 15.0025           | 0.6689     | -1.7   | -2.1      |
| 9                                       | 456581         | 14.826  | 0.6716 | 13.4741   | Среднее η(ω)°±δη: |            | 0.6452 | ±0.01579  |

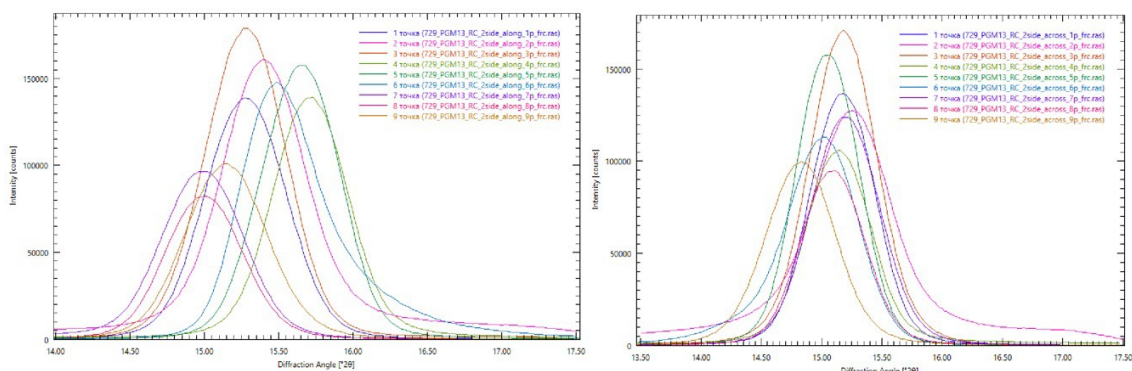


Рис. 13. Главный дифракционный максимум образца НОРГ №13, вторая сторона, измеренные вдоль длины образца

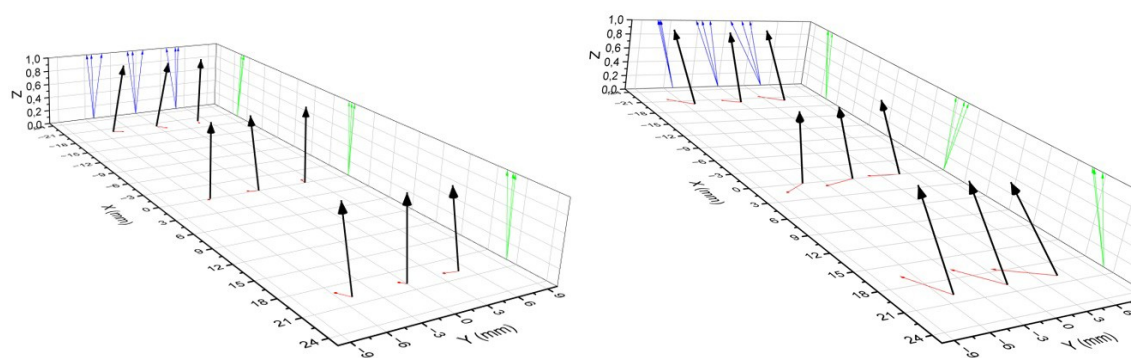


Рис. 14. Модель отклонения отражающих плоскостей от поверхности образца №13, вторая сторона, построенная в ПО Origin

В ходе первого этапа была изучена методика проведения оценки мозаичности НОРГ и пригодности их использования, в качестве компонента фокусирующего монохроматора, и на основе этой методики было проведено исследование образцов пиролитического графита. В качестве результата можно отметить следующее: образцы обладают неудовлетворительными показателями мозаичности структуры. Возможными причинами этого являются:

1. Дефекты поверхности образцов, что приводит к уменьшению интенсивности.
2. Неровный рельеф поверхности образцов, что приводит к расфокусировке пучка излучения.

Из всех образцов был выбран лучший, по характеристике рентгеновской мозаичности и исследован более подробно. Из результатов видно, что образец №8 обладает рентгеновской мозаичностью в 2.4 раза хуже, чем мозаичность образцов, предполагаемых для использования в фокусирующих монохроматорах.

Среднее значение рентгеновской мозаичности образца №8:  $\eta(\omega) = 0.90^\circ$

Среднее значение рентгеновской мозаичности эталона [Freund]:  $\eta(\omega) = 0.37^\circ$

Второй этап: Были изучены кристаллы лучшего качества, и для проверки методики, результаты измерений на дифрактометре были сравнены с результатами измерений на нейтронах:

Таблица 9

**Сравнение значений мозаичности при облучении нейтронным излучением и при облучении рентгеновским излучением**

| № кристалла | Сторона | $\eta(\omega)^\circ$ netr | $\eta(\omega)^\circ$ x-ray |
|-------------|---------|---------------------------|----------------------------|
| 3           | 1       | 0,53                      | 0,85                       |
|             | 2       | 0,6                       | 1,19                       |
| 8           | 1       | 0,53                      | 0,91                       |
|             | 2       | 0,55                      | 0,78                       |
| 13          | 1       | 0,58                      | 0,87                       |
|             | 2       | 0,6                       | 0,63                       |

Сравнение показывает, что рентгеновская мозаичность больше нейтронной – это не соответствует выбранной методике. Вероятно, это связано с дефектами поверхности образцов.

Резюмируя, можно сказать, что для корректной работы методики исследования мозаичности HOPG необходимо использовать кристаллы с минимальными поверхностными дефектами.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Искусственный графит / Островский В. С., Виргильев Ю. С., Костиков В. И., Шипков Н. Н. Москва : Металлургия, 1986. 272 с.

Рекристаллизованный графит / Шипков Н. Н., Костиков В. И., Демин А. В., Непрошин Е. М. Москва : Металлургия, 1979. 184 с.

Пирографит. Получение, структура, свойства. / Фиалков А. С., Бавер А. И., Сидоров Н. М., Чайкун М. И., Рабинович С. М., Усп. хим., 34:1 (1965), 132–153; Russian Chem. Reviews, 34:1 (1965), 46–58.

Рентгеновский фазовый анализ поликристаллических материалов / Трушин В. Н., Андреев П. В., Фаддеев М. А. Электронное учебно-методическое пособие. Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2012. 89 с.

Optimization of highly oriented pyrolytic graphite applied to neutron crystal optics / Freund, A. K., Qu, H., Liu, X., Crosby, M. & Chen, C. (2022). J. Appl. Cryst. 55, 247–257.

XRD Principle : [site] / The Yale West Campus Materials Characterization Core. [New Haven]. URL: <https://ywcmatsci.yale.edu/principle-0> (usage date: 10.12.2022).

Original article

**Danila V. KONONOV**

bachelor's degree, Petrozavodsk State University  
(Petrozavodsk, Russian Federation)  
*DanilaKononov@outlook.com*

**Alexey V. KOCHAKOV**

bachelor's degree, Petrozavodsk State University  
(Petrozavodsk, Russian Federation)  
*avkochakov@mail.ru*

### APPROBATION OF A METHOD FOR OPTIMIZING A MONOCHROMATOR BASED ON HOPG

**Scientific adviser:**

Dmitry V. Loginov  
Paper submitted on: 12/16/2022;  
Accepted on: 01/28/2023;  
Published on: 15/04/2023.

**Abstract.** The article presents information on the correlation of neutron and X-ray mosaicity data for HOPG crystals. These data will improve the focusing efficiency of neutron monochromators. In the course of the work, it was found that the technique makes it possible to evaluate the suitability of HOPG crystals and that high-quality crystals are needed for the best approbation of the technique.

**Keywords:** pyrolytic graphite, neutron monochromator, X-ray diffraction, mosaicity, HOPG defects

**For citation** Kononov D. V., Kochakov A. V. Approbation of a method for optimizing a monochromator based on HOPG. *StudArctic Forum*. 2023; 8(1): 37–48.