

УДК 537.9

АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ БРАЗИЛЬСКОГО ГРАФИТА ПОСРЕДСТВОМ МЕТОДОВ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ, РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ И ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА С СИНХРОННОЙ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ КАЛОРИМЕТРИЕЙ

© 2025 г. М. В. Солонинкина^{a, b, *}, Д. В. Логинов^a, С. А. Мошкалев^c, Н. Н. Рожкова^b

^aПетрозаводский государственный университет, Петрозаводск, 185910 Россия

^bКарельский научный центр РАН, Петрозаводск, 185910 Россия

^cCentre for Semiconductor Components and Nanotechnology (CCS Nano),
University of Campinas (UNICAMP), Campinas 13083-870, Brazil

*e-mail: mas31393@yandex.ru

Поступила в редакцию 26.11.2024 г.

После доработки 11.01.2025 г.

Принята к публикации 11.01.2025 г.

Приведены результаты рентгенографического исследования образца бразильского графита. При индифференцировании дифрактограммы и в результате качественного рентгенофазового анализа установлено, что бразильский графит содержит три фазы углерода, две из которых принадлежат гексагональному графиту (α -графиту) и одна — ромбоэдрическому графиту (β -графиту), что подтверждают данные синхронного термического анализа. Определены и уточнены параметры элементарной ячейки каждой фазы. Расчет условных концентраций фаз в образце методом наименьших квадратов показал, что условная концентрация эталона 47-1155 (база данных JCPDS) в образце составила 66%, эталона 1-646 — 21.3%, а эталона 2-456 — 12.6%. При помощи растровой электронной микроскопии изучена топология поверхности образца, представляющая собой чешуйчатую структуру с большим количеством мелких частиц размером не более 5 мкм. Определены количественные характеристики ближнего порядка, которые показали, что структура бразильского графита близка к структуре гексагонального графита в рамках погрешностей.

Ключевые слова: графит, бразильский графит, природный графит, чешуйчатый графит, рентгеновская дифракция, рентгенофазовый анализ, синхронный термический анализ, растровая электронная микроскопия, топология поверхности, характеристики ближнего порядка.

DOI: 10.31857/S1028096025040026, EDN: FBRSAА

ВВЕДЕНИЕ

Большая часть органической составляющей Земли включает углерод, который является важным связующим звеном между различными областями химии, физики и геологии. Одна из самых распространенных форм углерода — графит, который состоит из слоев графена, соединенных слабыми ван-дер-ваальсовыми взаимодействиями [1]. Стоит отметить, что в мире добывают около 1.6 млн. т в год природного графита, а крупнейшими разработчиками графитовых месторождений

являются такие страны, как Китай, Мадагаскар, Мозамбик, Бразилия, Индия, Россия [2]. Бразилия занимает четвертое место в мире по добыче и производству графита, ведущими производителями представлены частные компании, главными из которых считают Extrativa Metalquimica и Nacional de Graphite [3]. Природный графит, как правило, делится на три класса в зависимости от геологических условий, в которых он встречается, и структуры: аморфный, жильчатый, или свинцовый, и чешуйчатый [4]. Благодаря уникальной атомной структуре и, как следствие, различным

физико-химическим свойствам графит широко применяется в огнеупорном производстве [5–8], литейной промышленности и производстве тиглей [9–11], производстве литий-ионных батарей [12, 13], атомной отрасли [14–16], производстве смазок и покрытий [17–19], при получении новых классов материалов с уникальными комбинированными свойствами [20], в медицине [21–23] и других отраслях.

Интерес к исследованию углеродсодержащих материалов постоянно растет вместе с развитием новых методов исследования, включая рентгеновскую дифракцию, которая позволяет достоверно определить структуру исследуемых материалов.

В работе проведен анализ структуры бразильского графита при помощи комплексного подхода методами рентгеновской дифракции, растровой электронной микроскопии и синхронного термического анализа. Задачи, которые были поставлены при исследовании, заключались в проведении рентгеноструктурного анализа образца, определении индексов дифракционных отражений hkl и параметров элементарной ячейки, а также проведении синхронного термического анализа с целью выявления наличия минеральных примесей в образце.

Стоит отметить, что комплексно изучают природный бразильский графит также ученые-геологи, которые исследуют вопросы его происхождения и метаморфизма [24–26]. Настоящая работа продолжает эти исследования, поскольку анализируемый бразильский графит является очищенным продуктом, свободным от примесей.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА И МАТЕРИАЛЫ

В работе исследовали образец природного графита, перерабатываемого и поставляемого компанией Nacional de Grafite, Brazil (Nacional de Grafite Ltda, Itacerperica, MG, Brazil) [27]. Образец представлял собой готовый продукт, известный на рынке и ранее использованный для получения многослойного графена и исследования графитовых нанопластинок, изготовленных жидкофазным расслоением с помощью ультразвука [28, 29].

Исследования были проведены в учебно-научной лаборатории рентгеноструктурного анализа и компьютерного моделирования Петрозаводского государственного университета (ПетрГУ, Петрозаводск, Россия) на автоматизированном дифрактометре ДРОН-3 (MoK $_{\alpha}$ -излучение,

$\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$, монохроматор — кристалл пиролического графита). Рентгеновские дифракционные картины снимали в автоматическом режиме в интервалах углов рассеяния 2° – 70° с шагом 0.2° и 70° – 145° с шагом 0.5° , время экспозиции в точке 10 с. Съемки проводили в геометрии на просвет. Образец помещали на дифрактометр так, чтобы его поверхность находилась на оси вращения гониометра, и подвергали облучению. Обработку полученных дифрактограмм, расчет s -взвешенных интерференционных функций и кривых парных функций осуществляли методом Уоррена–Финбака, подробно методика описана в [30]. Экспериментальные кривые распределения интенсивности рассеяния $I_{\text{изм}}(2\theta)$ усредняли по восьми съемкам. В экспериментальные кривые распределения интенсивности рассеяния $I(2\theta)$ были введены поправки на комптоновское рассеяние, поляризацию, поглощение и переведены в электронные единицы.

На основе кривой $I(s)$ была рассчитана функция $H(s)$, которая представляет собой s -взвешенную интерференционную функцию рассеяния $H(s)$:

$$H(s) = si(s)\exp(-\alpha^2 s^2)g^{-2}(s), \quad (1)$$

где s — длина дифракционного вектора, $i(s)$ — интерференционная функция рассеяния, $g^{-2}(s)$ — фактор обострения, повышающий контрастность $i(s)$ при больших значениях s , $\exp(-\alpha^2 s^2)$ — фактор затухания, вводимый для уменьшения влияния ошибок эксперимента при больших значениях s . Затем по кривым $H(s)$ рассчитывали кривые распределения парных функций $D(r)$, характеризующие распределение электронной плотности в материале:

$$D(r) = 2\pi^2 r \rho_e \sum_j Z_j + \int_0^{s_{\max}} H(s) \sin(sr) ds, \quad (2)$$

где r — радиус координационной сферы; ρ_e — средняя электронная плотность; Z_j — число электронов в атоме; s_{\max} — модуль дифракционного вектора, соответствующий максимальному значению θ , ограничивающему область измерения на данном излучении; $H(s)$ — интерференционная функция.

На основе кривых распределения парных функций $D(r)$ для исследуемых образцов были рассчитаны радиусы координационных сфер r_{ij} , их размытие σ_{ij} и координационные числа N_{ij} . Для расчета в первом приближении были приняты радиусы координационных сфер r_i , рассчитанные для гексагонального графита, кристаллическая

структура которого хорошо изучена и представляет собой плотнейшую двухслойную гексагональную упаковку [31].

Фазовый состав образца определяли с помощью синхронного термического анализа на приборе STA 449 F1 Jupiter (NETZSCH) в лаборатории физико-химических исследований наноматериалов (КарНЦ РАН, Петрозаводск, Россия) при скорости нагрева 10 град/мин на воздухе, максимальная температура нагрева достигала 1200°C. Обработка кривых термогравиметрии (ТГ) и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) была выполнена с использованием программного обеспечения Proteus.

Топологию поверхности исследуемого образца характеризовали с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Hitachi SU1510 в наноцентре Петрозаводского государственного университета (ПетрГУ, Петрозаводск, Россия). Образец, фиксированный в кювете с использованием токопроводящей углеродной ленты, снимали в режиме детектирования вторичных электронов в высоком вакууме, позволяющем исследовать структуру поверхности образца.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В ходе рентгенографического исследования была получена дифрактограмма образца (рис. 1). Наряду с узкими пиками наблюдается выраженный аморфный фон, который может быть обу-

словлен размером входящих в вещество частиц. Индиферирование дифрактограммы исследуемого образца проводили при помощи программного комплекса PDWin. Фазовый состав вещества качественно определяли путем сравнения дифрактограммы образца с дифрактограммами чистых (гомогенных) фаз из международной базы данных JCPDS. Сравнивали межплоскостные расстояния. Было установлено, что бразильский графит состоит из трех фаз (табл. 1), в то время как в природном бразильском графите доминирует одна фаза — гексагональная. При расчете условных концентраций методом наименьших квадратов определено, что условная концентрация эталона 47-1155 в образце составила 66%, эталона 1-646 — 21.3%, а эталона 2-456 — 12.6%.

Учитывая многофазность образца, параметр элементарной ячейки рассчитывали отдельно для каждой фазы. Выбирали пики, соответствующие конкретной фазе, вносили сингонию и параметры элементарной ячейки эталонной фазы из базы данных и уточняли ее параметры, а также индексы отражений hkl . В табл. 2 приведены характеристики пиков после уточнения фаз, которые присутствуют в образце. На рис. 2 представлена проиндиферированная дифрактограмма образца и указаны пики присутствующих фаз.

Данные, полученные при рентгеноструктурном анализе, также подтверждает синхронный термический анализ, в ходе которого было установлено, что образец бразильского графита много-

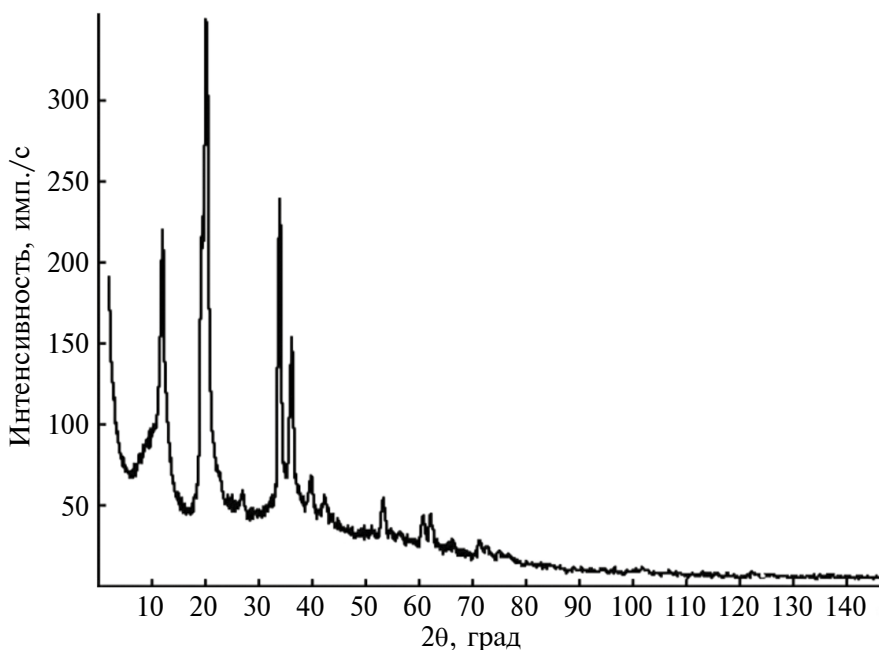


Рис. 1. Дифрактограмма бразильского графита.

Таблица 1. Результаты качественного анализа

Образец	Качественный анализ				Параметры структуры	
	Фазовый состав	Номер карточки эталонной фазы	Сингония	Параметры элементарной ячейки, Å	Параметры элементарной ячейки фаз образца, Å	Уточненные параметры элементарной ячейки фаз образца, Å
Бразильский графит	C	47-1155	Ромбоэдрическая ($R\bar{3}m$)	$a = 2.52$ $\alpha = 43.24^\circ$	$a = 2.52$ $\alpha = 43.24^\circ$	$a = 2.38748$ $\alpha = 48.195^\circ$
	C	1-646	Гексагональная ($P6_3/mmc$)	$a = 2.47$ $c = 6.8$	$a = 2.47$ $c = 6.8$	$a = 2.45751$ $c = 6.86636$
	C	2-456	Гексагональная ($P6_3mc$)	$a = 2.456$ $c = 6.696$	$a = 2.456$ $c = 6.696$	$a = 2.45687$ $c = 6.68007$

Таблица 2. Характеристики пиков после уточнения

$2\theta_{\max}$, град	I_{\max} , имп./с	d , Å	$2\theta_{\text{сг}}$, град	I_{int}	Фаза	hkl
11.1991	9.2	3.6344	11.0664	353.9	Гексагональная ¹	—
11.9048	121.7	3.4197	11.8972	1199.3	Гексагональная ²	002
19.1977	152.8	2.1267	19.3028	1313.8	Ромбоэдрическая	111
20.0182	273.9	2.0404	20.1265	2387.8	Гексагональная ²	101
21.0466	16.4	1.9417	21.1362	320.0	Ромбоэдрическая	10 10
26.6743	10.5	1.5373	26.6549	128.5	Гексагональная ¹	103
33.5937	196.3	1.2272	33.6368	1459.3	Гексагональная ²	110
35.8176	93.0	1.1533	35.8674	839.1	Ромбоэдрическая	112
39.3957	21.1	1.0521	39.4525	215.4	Гексагональная ²	201
42.0040	12.1	0.9895	42.0553	188.5	Гексагональная ¹	114
52.6839	23.2	0.7992	52.9926	388.7	Гексагональная ¹	211
60.0601	20.3	0.7086	60.3194	235.2	Гексагональная ²	201
61.5448	19.4	0.6931	61.8223	260.5	Гексагональная ²	118
70.5849	11.9	0.6138	70.5952	86.2	Гексагональная ²	220
71.1943	6.6	0.6092	71.2040	47.8	Гексагональная ²	222

Примечание. Гексагональная¹ — эталонная фаза 2-456, гексагональная² — эталонная фаза 1-646, ромбоэдрическая — эталонная фаза 47-1155.

фазный — включает три углеродные фазы, две из которых графитовые, и не содержит минеральных примесей. На рис. 3 приведена термограмма исследуемого образца. В области значений от 30 до 200°C с максимумом в точке $T = 200^\circ\text{C}$ на кривой ТГ наблюдается потеря массы 2.4%, которая соответствует содержанию свободной воды в образце, и на кривой ДСК присутствует небольшой перегиб. Точка 200°C соответствует также началу

следующего фазового перехода, который четко виден по изменению массы на кривой ТГ и по снижению максимума на кривой ДСК. На термограмме наблюдается двухступенчатая потеря массы: 11.17% которая соответствует аморфному углероду и 86.64.% — графиту. Две фазы графита характеризуются максимумами на ДСК кривой при 832.5 и 876.5°C соответственно. Кривая ДСК первой фазы графита имеет плечо при более низ-

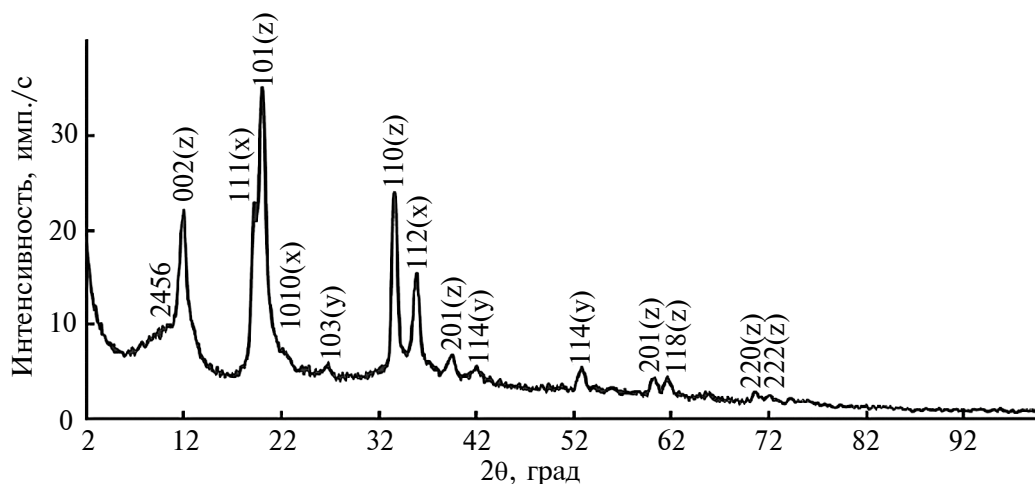


Рис. 2. Проиндифицированная дифрактограмма образца бразильского графита, фазы: ромбоэдрическая (x); гексагональная¹ (y); гексагональная² (z).

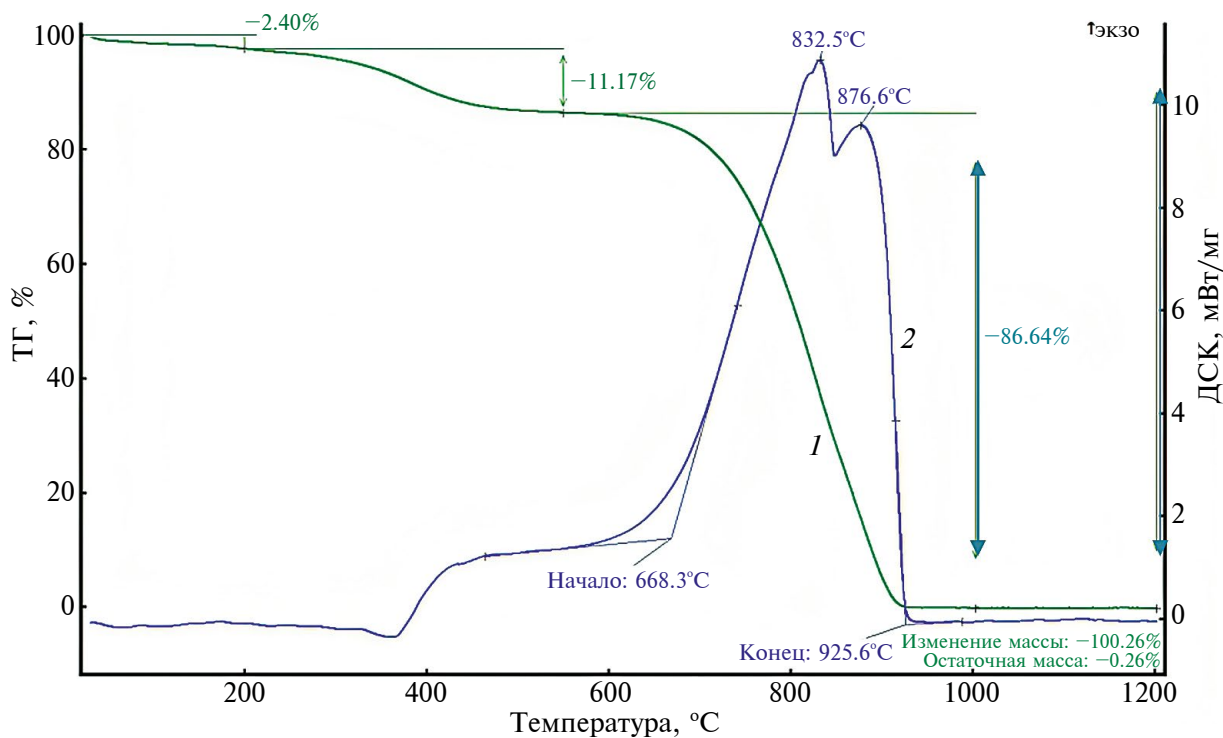


Рис. 3. Термограммы (кривые ТГ (1) и ДСК (2)) образца бразильского графита (на воздухе).

ких температурах, что свидетельствуют о присутствии в образце третьей углеродной фазы. Началу и концу выгорания углерода на кривой ДСК соответствуют температуры $T_n = 668.3$ и $T_k = 925.6^\circ\text{C}$.

По данным РЭМ поверхность образца обладает чешуйчатой структурой. Обилие мелких частиц (рис. 4) с размером, не превышающим 5 мкм, вероятнее всего, вносит вклад в аморфную составляющую на дифрактограмме образца. Одной из возможностей РЭМ является определение

элементного состава в микрообъеме образца в ходе рентгеноспектрального анализа. Он показал большое содержание углерода в образце (75.84 мас. %). Рентгеноспектральный анализ позволил определить элементы, входящие в состав вещества, для точного исследования структуры образца методом Уоррена—Финбака [27].

По кривым распределения парных функций $D(r)$ для исследуемого образца были рассчитаны радиусы координационных сфер r_{ij} , их размытие

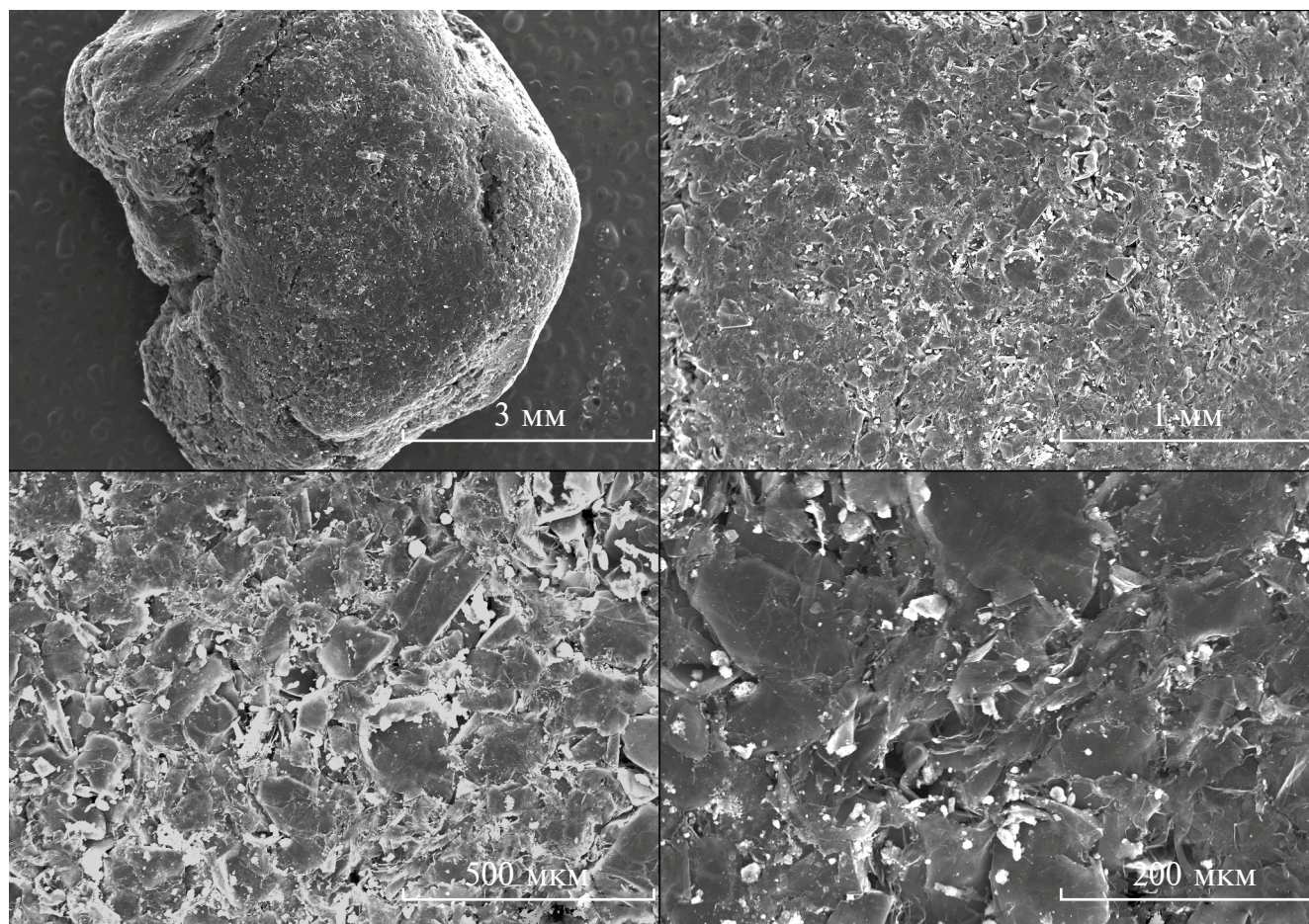


Рис. 4. Топология поверхности исследуемого образца.

σ_{ij} и координационные числа N_{ij} . Основываясь на качественном рентгенофазовом анализе (табл. 2), а также на анализе литературных источников, за входные данные для расчета ближнего порядка в первом приближении принимали радиусы координационных сфер r_{ij} , соответствующие гексагональному графиту. Кристаллическая структура гексагонального графита хорошо изучена и представляет собой плотнейшую двухслойную упаковку [31].

На рис. 5 представлены подбираемая и экспериментальная парные функции распределения $D(r)$ для исследуемого образца. Стоит подчеркнуть, что кривая $D(r)$ представляет собой результат суперпозиции индивидуальных максимумов в отличие от вещества с идеальной структурой, когда каждый радиус координационной сферы отражается отдельно. Полученные данные r_{ij} , N_{ij} , σ_{ij} сведены в табл. 3. Степень несоответствия подобранной $D_{\text{подоб}}(r)$ и экспериментальной кривой $D_{\text{эксп}}(r)$ для образца составила менее 1%.

Радиус первой координационной сферы бразильского графита, который соответствует наименьшему расстоянию в углеродном кольце, сдвинут в область больших значений по сравне-

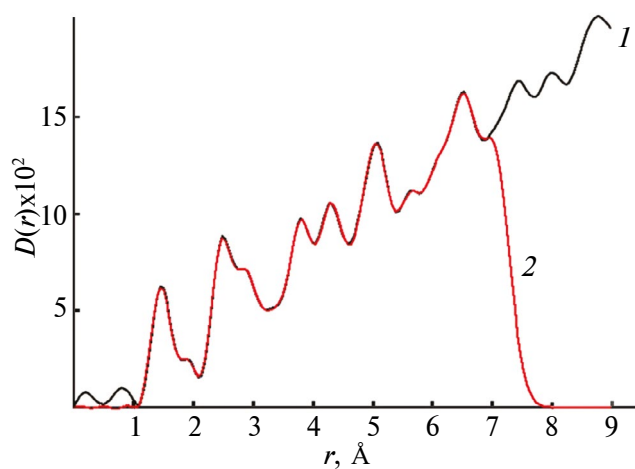


Рис. 5. Экспериментальная (1) и подобранная (2) кривые распределения парных функций $D(r)$ для образца бразильского графита.

Таблица 3. Радиусы r_{ij} , размытие σ_{ij} координационных сфер и координационные числа N_{ij} для бразильского графита

Графит гексагональный			Бразильский графит		
№ сферы	r_{ij} , Å	N_{ij}	r_{ij} , Å	s_i , Å	N_i
1	1.42	3.0	1.45	0.0	5.5 ± 0.1
			1.85	0.18	3.8 ± 0.1
2	2.46	6.0	2.47	0.12	13.9 ± 0.2
3	2.84	3.0	2.91	0.24	19.2 ± 0.1
4	3.35	1.0	3.39	0.11	9.7 ± 0.1
5	3.68	15.0	3.77	0.12	22.0 ± 0.2
6	4.27	21.0	4.3	0.32	51.2 ± 0.4
7	5.01	30.0	5.07	0.33	81.3 ± 0.6
8	5.41	6.0	5.5	0.12	7.6 ± 0.1
9	5.67	3.0	5.69	0.16	34.4 ± 0.7

нию с гексагональным графитом и составляет 1.45 Å, что может говорить об увеличении углеродного кольца. Остальные радиусы координационных сфер бразильского графита в рамках размытия схожи со значениями для гексагонального графита, что подтверждает факт наличия двух гексагональных фаз графита в образце. Наблюдается резкий рост координационных чисел N_{ij} для всех сфер по сравнению с гексагональным графитом (табл. 3). Вклад в увеличение координационных чисел могут вносить частицы микро- и нанометрового размера. Также на это может влиять изгиб графеновых сеток и их разориентация относительно друг друга. Результаты исследований природного бразильского графита [24–26] и образца, который представляет собой готовый продукт, полученный из природного бразильского графита, не противоречат друг другу.

ВЫВОДЫ

В ходе рентгенографического исследования была получена дифрактограмма образца, которая представляет аморфно-кристаллическую картину рассеяния. При проведении качественного рентгенофазового анализа было установлено, что в образце присутствуют три фазы углерода, две из которых принадлежат гексагональному графиту, что подтверждают данные синхронного термического анализа. Дифрактограмма проиндексирована и определены параметры элементарной ячейки каждой фазы.

По данным РЭМ структура поверхности образца чешуйчатая, с большим количеством мелких частиц микронного размера, не превышающего 5 мкм. По данным синхронного термического анализа содержание графита — 86.64%, аморфного углерода — 11.17%.

Исходя из расчетов параметров ближнего порядка по структуре бразильский графит близок к гексагональному графиту в рамках погрешностей, но наблюдается резкий рост координационных чисел. Это может свидетельствовать о наличии в образце большого количества частиц нанометрового размера, а также об изгибе (вспучивании) графеновых сеток и неоднородности фазового состава образца.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена в рамках госзадания КарНЦ РАН FWME-0222-2019-0065.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Burchell T.D., Pavlov T.R. // Comprehensive Nuclear Materials. Elsevier, 2020. P. 355.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.11777-1>
2. Петров Е.И., Тетенькин Д.Д. Государственный доклад “О состоянии и использовании минераль-

- но-сырьевых ресурсов Российской Федерации в 2021 году”. Москва, 2022.
<https://gd2021.data-geo.ru/>
3. Кононов В.А. // Новые огнеупоры. 2021. Т. 1. № 3. С. 3.
<https://doi.org/10.17073/1683-4518-2021-3-3-10>
 4. Логинов Д.В., Лешок А.В., Солонинкина М.В. // Порошковая металлургия. Республиканский межведомственный сб. науч. трудов. Минск, 2022. С. 73.
https://elibrary.ru/download/elibrary_50242694_49073922.pdf
 5. Чайка Е.Ф., Марясов И.Г., Платонов А.А. // Новые огнеупоры. 2017. № 10. С. 9.
<https://newogneup.elpub.ru/jour/article/viewFile/690/681>
 6. Kashcheev I.D., Zemlyanoi K.G., Ust'yantsev V.M., Potomrtsev S.A. // Refract. Ind. Ceram. 2016. V. 56. P. 577.
<https://doi.org/10.1007/s11148-016-9891-z>
 7. Фоменко С.М., Толендиулы С., Акишев А., Рахым Н.Т., Бекджанова М.Т. // Горение и плазмохимия. 2023. Т. 21. № 4. С. 237.
[https://doi.org/10.18321/crc21\(4\)237-247](https://doi.org/10.18321/crc21(4)237-247)
 8. Бабаханова З.А., Рузимова Ш.У., Тургунов Ш.Х. // Universum: технические науки. 2017. № 2. С. 71.
https://elibrary.ru/download/elibrary_28408315_36215798.pdf
 9. Алимухамедов Ш.П., Юнусов С.З., Турсунов Н.К., Туракулов М.Р. // Механика и технология. 2023. № 2 (11). С. 179.
<https://cyberleninka.ru/article/n/sovershenstvovanie-tehnologii-polucheniya-sinteticheskogo-chuguna-v-indukcionnoy-tigelnoy-pechi>
 10. Дядин Ю.А. // Соросовский образовательный журнал. 2000. Т. 6. № 10. С. 43.
<http://www.priroda.ru/upload/iblock/59f/file.pdf>
 11. Чернявей А.Н. // Химия твердого топлива. 2008. № 2. С. 42.
https://elibrary.ru/download/elibrary_10331698_99306161.pdf
 12. Asenbauer J., Eisenmann T., Kuenzel M., Kazzazi A., Chen Z., Bresser D. // Sustainable En. Fuels. 2020. T. 4. № 11. С. 5387.
<https://doi.org/10.1039/D0SE00175A>
 13. Колобов М.Ю., Братков И.В., Гущина Т.В., Чагин О.В. // Современные наукоемкие технологии. Региональное приложение. 2023. № 2 (74). С. 79.
<https://doi.org/10.6060/snt.20237402.0008>
 14. Duan S., Wu X., Wang Y., Feng J., Hou S., Huang Z., Shen K., Chen Y., Liu H., Kang F. // New Carbon Mater. 2023. V. 38. № 1. P. 73.
[https://doi.org/10.1016/S1872-5805\(23\)60717-6](https://doi.org/10.1016/S1872-5805(23)60717-6)
 15. Поддубный А.Н. // Литье и металлургия. 2023. № 4. С. 33.
<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-4-33-42>
 16. Петрунин В.В., Маров И.В., Скородумов С.Е., Виленский О.Ю., Бажутов Н.Л., Голубева Д.А. // Атомная энергия. 2020. Т. 129. № 1. С. 43.
<https://j-atomicenergy.ru/index.php/ae/article/view/3202>
 17. Jin H., Zhou K., Ji Z., Chen Y., Lu L., Ren Y., Xu C., Duan S., Li J., Hou S.E. // Friction. 2020. V. 8. P. 684.
<https://doi.org/10.1007/s40544-019-0293-3>
 18. Лазарчик М.В., Лешок А.В., Роговой А.Н. // Матер. 14 Междунар. науч.-практ. конф. “Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка”. Минск, 9–11 сентября 2020. С. 230.
https://elibrary.ru/download/elibrary_44155788_49962441.pdf
 19. Болсуновская Т.А., Ефимочкин И.Ю., Севостьянов Н.В., Бурковская Н.П. // Тр. ВИАМ. 2018. № 7 (67). С. 69.
<https://doi.org/10.18577/2307-6046-2018-0-7-69-77>
 20. Duan S., Wu X., Zeng K., Tao T., Huang Z., Fang M., Liu Y., Min X. // Carbon. 2020. V. 159. P. 527.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2019.12.091>
 21. Hasan H.M., Abdoon F.M. // Tamjeed J. Healthcare Eng. Sci. Technol. 2023. V. 1. № 2. P. 44.
<https://doi.org/10.59785/tjhest.v1i2.43>
 22. Преснова Г.В., Булко Т.В., Шумянцева В.В., Рубцова М.Ю. // Вестн. Моск. ун-та. Сер. 2. Химия. 2023. Т. 64. № 5. С. 468.
<https://doi.org/10.55959/MSU0579-9384-2-2023-64-5-468-477>
 23. Куприянова В.А., Бирюкова Н.В. // Матер. XXXV Междунар. науч.-практ. конф. “Современное образование: актуальные вопросы, достижения и инновации”. Пенза, 5 мая 2020. С. 122.
https://elibrary.ru/download/elibrary_42782354_77281319.pdf
 24. Vieira F., Cisneros I., Rosa N.G., Trindade G.M., Mohallem N.D.S. // Carbon. 2006. V. 44. № 12. P. 2590.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2006.05.043>
 25. Miranda D.A., de Oliveira Chaves A., Campello M.S., de Moraes Ramos S.L.L. // Int. Geol. Rev. 2019. V. 61. № 15. С. 1864.
<https://doi.org/10.1080/00206814.2018.1564073>
 26. Rezende L.C., Chaves A.O., Ramos S.L.L.M. // Brazilian J. Geol. 2021. V. 51. P. e20200083.
<https://doi.org/10.1590/2317-4889202120200083>
 27. Nacional de Graphite. <https://www.grafite.com> (Дата обращения: 19.01.2024)
 28. Alaferdov A.V., Gholamipour-Shirazi A., Canesqui M.A., Danilov Y.A., Moshkalev S.A. // Carbon. 2014. V. 69. P. 525.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.12.062>
 29. Alaferdov A.V., Savu R., Canesqui M.A., Kopelevich Y.V., da Silva R.R., Rozhkova N.N., Pavlov D.A., Usov Y., de Trindade G.M., Moshkalev S.A. // Carbon. 2018. V. 129. P. 826.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2017.12.100>
 30. Алешина Л.А., Фофанов А.Д. Рентгеноструктурный анализ аморфных материалов: учеб. пособие. Петрозаводск: Изд-во ПГУ, 1987. 88 с.
 31. Кузьмичева Г.М. Теория плотнейших шаровых упаковок и плотных шаровых кладок. М.: МИТХТ, 2000. 43 с.

Structural Analysis of Brazilian Graphite by X-Ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy and Thermogravimetric Analysis with Simultaneous Differential Scanning Calorimetry

M. V. Soloninkina^{1, 2, *}, D. V. Loginov¹, S. A. Moshkalev³, N. N. Rozhkova²

¹*Petrozavodsk State University, Petrozavodsk, 185910 Russia*

²*Karelian Research Center RAS, Petrozavodsk, 185910 Russia*

³*Centre for Semiconductor Components and Nanotechnology (CCS Nano),
University of Campinas (UNICAMP), Campinas 13083-870, Brazil*

**e-mail: mas31393@yandex.ru*

The results on X-ray analysis of Brazilian graphite sample are presented. During diffraction pattern indexing and qualitative X-ray phase analysis, it has been found that Brazilian graphite contains three phases of carbon, two of which belong to hexagonal graphite (α -graphite) and one to rhombohedral graphite (β -graphite), which is confirmed by simultaneous thermal analysis. The unit cell parameters of each phase have been determined and refined. Calculations of conditional phase concentrations in the sample by the least squares method have shown that the conditional concentration of 47-1155 standard (JCPDS database) in the sample is 66%, 1-646 standard is 21.3%, and 2-456 standard is 12.6%. Using scanning electron microscopy, the sample surface topology has been studied, which is a flake structure with a large number of particles, the size of which does not exceed 5 μm . The quantitative characteristics of the short-range order have been determined, which have shown that the structure of Brazilian graphite is close to hexagonal graphite within the error limits.

Keywords: graphite, Brazilian graphite, natural graphite, flake graphite, X-ray diffraction, X-ray phase analysis, simultaneous thermal analysis, scanning electron microscopy, surface topology, short-range order characteristics.