Челябинский физико-математический журнал. 2025. Т. 10, вып. 4. С. 777–787.

УДК 546.26:543.442.3 DOI: 10.47475/2500-0101-2025-10-4-777-787

СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ УГЛЕРОДНОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ПЕКОВОГО КОКСА В ПРОЦЕССЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕРМООБРАБОТКИ

А. Г. Фазлитдинова[a], В. А. Тюменцев[b], И. П. Карих[c]

Челябинский государственный университет, Челябинск, Россия
[a]fazlitdinovaag@mail.ru, [b]tyum@csu.ru, [c]ivan_karix@mail.ru

Методами рентгеновской дифракции и спектроскопии комбинационного рассеяния исследована последовательность структурных преобразований углеродного материала, изготовленного на основе пекового кокса, в процессе высокотемпературной обработки в интервале температур 1100–2200 °C. Показано, что рекристаллизация углеродных материалов сопровождается формированием кристаллов графита через ряд промежуточных метастабильных состояний. Повышение температуры обработки от 1100 до ∼1800 °C стимулирует только процесс перекристаллизации наноструктурированного углеродного материала. Обнаружена температурная область (∼1900 °C), при которой происходит резкая перестройка структуры материала, проявляющаяся в существенных изменениях значений межплоскостного расстояния, размеров областей когерентного рассеяния и фазового состава углеродного материала.

Ключевые слова: *пековый кокс, графитация, рентгеноструктурный анализ, спектроскопия комбинационного рассеяния, тонкая структура.*

Введение

Графитированные углеродные материалы конструкционного назначения обладают рядом уникальных эксплуатационных свойств — химической и радиационной стойкостью, высокой тепло- и электропроводностью, низким коэффициентом трения — и способны работать при высоких температурах [1–4]. В качестве исходного прекурсора для производства графитированных материалов широко используют пековый кокс. Прокаленные при ∼800–1000 °C дисперсные пековые коксы, поступающие на стадию смешения с пековым связующим, содержат до 96.5 масс. % углерода, водорода — до 0.9 масс. %, серы — до 0.6 масс. %, азота — до 1.2 масс. %, кислорода — до 0.7 масс. % [5]. В процессе высокотемпературной обработки (карбонизации и графитации) происходит постепенное удаление летучих [6–8]. При температурах выше 1400 °C активируется процесс перекристаллизации наноструктурированных углеродных материалов на основе нефтяных или пековых коксов, наблюдается постепенное увеличение размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) и уменьшение межплоскостного расстояния d_{002} от ∼3.5 до 3.37–3.35 Å [1; 9; 10] (степень графитации материалов постепенно увеличивается [11]). Активные химические преобразования наноструктурированных углеродных материалов при высоких температурах могут оказывать существенное влияние на одновременно развивающуюся перекристаллизацию, стимулировать этот процесс. При этом

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта ФПНИ «ЧелГУ» (№ 2025/16).

изменение значения d_{002} от условий обработки может происходить ступенчато. Так, авторы [12–16] полагают, что в углеродных материалах могут формироваться метастабильные состояния, отличающиеся значением d_{002}. В [13] отмечается, что таким состояниям соответствуют межплоскостные расстояния d_{002} при значениях, равных 3.36, 3.37, 3.40, 3.425 и 3.44 Å. В работах [14; 15] на зависимостях d_{002} от условий обработки обнаружены плато при d_{002} 3.38, 3.40, 3.425, 3.44 и 3.55/3.68 Å. Возможность существования промежуточных углеродных фаз впервые была рассмотрена в работах В. Г. Нагорного [12]. Автором проанализированы возможные угловые сопряжения графитовых плоскостей, в результате которых могут сформироваться в углеродном материале области со следующими значениями межплоскостных расстояний: $d_{G0} = 0.365$ нм, $d_{G1} = 0.344$ нм (турбостратная структура), $d_{G2} = 0.3354$ нм (графитовая структура), $d_{G3} = 0.334$ нм. Формирование нескольких таких метастабильных состояний в углеродном материале обусловливает появление асимметрии дифракционных максимумов (002) и (004). Анализ профилей таких асимметричных максимумов позволяет получать новые данные о тонкой структуре углеродного материала [17–19].

Целью работы является исследование закономерностей изменения тонкой структуры пековых коксов в зависимости от температуры обработки методами рентгеновской дифракции и спектроскопии комбинационного рассеяния.

Объекты и методы исследования

Исследования проведены на образцах, изготовленных на пековом коксе, связующее ∼25 масс.% пека. Образцы углеродных материалов прошли термообработку в интервале температур от 1100 до 2200 °C. Скорость подъёма температуры до заданного значения составляла 300 град./ч, время изотермической выдержки — 3 часа.

Рентгеноструктурные исследования выполнены с помощью порошкового дифрактометра D8 ADVANCE в геометрии Брегга — Брентано (фильтрованное Cu Kα-излучение, сканирование θ/θ). Межплоскостные расстояния и размеры ОКР (L_{hkl}) определяли по центру тяжести и интегральной ширине дифракционных максимумов (предварительно проведено разделение дуплета Kα):

$$L_{hkl} = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos\theta}, \tag{1}$$

где λ — длина волны рентгеновского излучения CuKα_1 (1.5405 Å); β — интегральная ширина максимума; $k = 0.89$ — при вычислении средних размеров ОКР в направлении (002); $k = 1.84$ — при вычислении средних размеров ОКР в направлении (100).

Спектры комбинационного рассеяния регистрировали в широком спектральном диапазоне 350–4000 см$^{-1}$ с помощью лазерного спектрометра КР фирмы EnSpectr с длиной волны 532 нм. Для определения средних характеристик линий КР выполнено микрокартирование исследуемых образцов с шагом 50 мкм (∼50 измерений в точках каждого образца с шагом 50 мкм). Средние размеры ОКР (L_a, нм) в базисной плоскости определяли по формуле, предложенной в [20, 21]:

$$L_a = 2{,}4 \cdot 10^{-10} \cdot \lambda^4 \cdot \left(\frac{I_D}{I_G}\right)^{-1},$$

где λ — длина волны излучения (532 нм), I_D/I_G — отношение интенсивностей линий спектра D и G.

Обработку экспериментально наблюдаемых дифракционных максимумов проводили с помощью программного пакета OriginLab.

Экспериментальная часть

На рис. 1 приведены профили характерного для углеродного материала дифракционного максимума (002), полученные от образцов, прошедших высокотемпературную обработку в интервале от 1100 до 2200 °C. По центру тяжести и интегральной ширине таких асимметричных максимумов вычислены средние значения межплоскостных расстояний d_{002} и размеров областей когерентного рассеяния L_{002}.

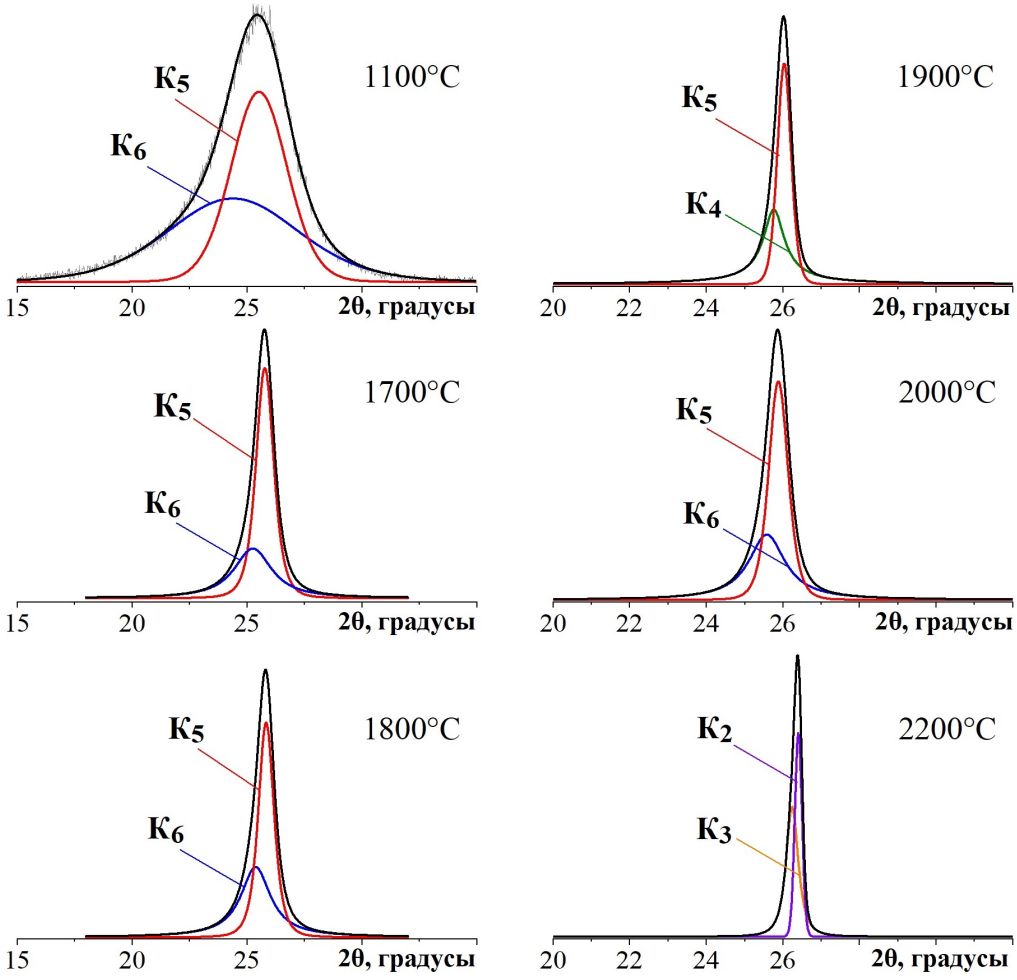

Рис. 1. Профили дифракционных максимумов (002) исследованных образцов углеродного материала на основе пекового кокса и результаты разделения максимума на симметричные компоненты

Как видно на рис. 2, по мере повышения температуры обработки до 1400 °C наблюдается уменьшение средних значений d_{002} от 3.56 до 3.48 Å. В интервале температур 1400–1800 °C средние значения d_{002} практически не изменяются. Дальнейшее уменьшение значений межплоскостного расстояния до 3.39 Å (температура ∼2200 °C) не монотонно. При температуре обработки ∼1900 °C, по сравнению с ∼2000 °C, происходят более активные структурные преобразования углеродного материала, сопровождающиеся существенным уменьшением среднего значения d_{002} и ростом средних размеров ОКР L_{002} до 3.45 Å и ∼ 12.5 нм соответственно. Среднее значение L_{002} углеродного материала достаточно плавно в интервале 1100–1800 °C увеличивается от ∼2.5 до ∼7.5 нм, а в результате обработки при ∼2200 °C возрастает до ∼22.5 нм.

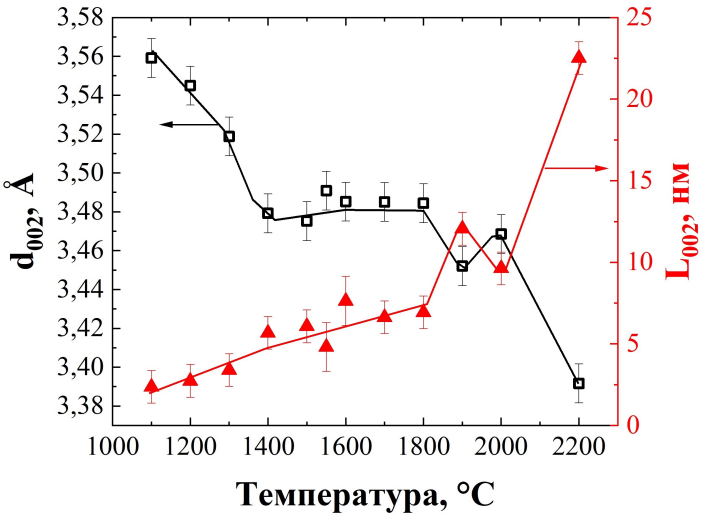

Рис. 2. Изменение средних значений межплоскостного расстояния (d_{002}) и средних размеров областей когерентного рассеяния (L_{002}) углеродного материала в процессе графитации

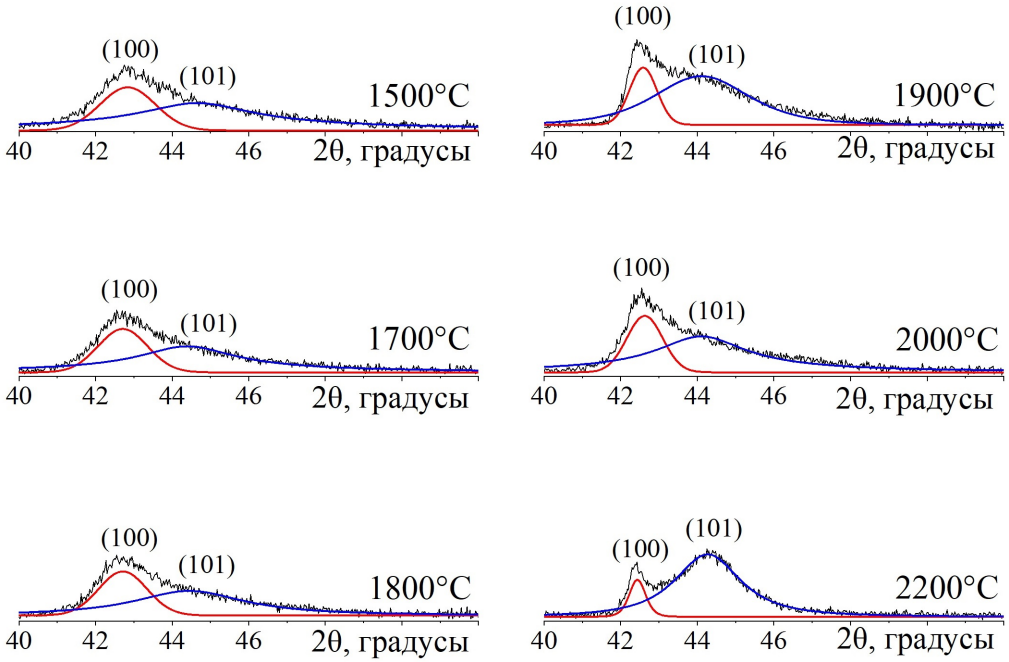

Рис. 3. Фрагменты рентгенограмм углеродного материала на основе пекового кокса, прошедших термообработку при 1500–2200 °C

Для определения средних размеров ОКР в азимутальной плоскости (L_{100}) были записаны рентгенограммы исследуемых углеродных материалов, прошедших термообработку при 1500 °C и выше, в диапазоне брэгговских углов от 40 до 52 градусов. На рентгенограммах образцов наблюдается широкий максимум, являющийся результатом наложения близко расположенных дифракционных максимумов (100) и (101) графита (брэгговские углы 2θ — ∼42.3 и ∼44.5 градуса соответственно, PDF № 01-089-7213). Для вычисления средних размеров ОКР L_{100} по формуле Шеррера (1) проведено разделение таких профилей на две компоненты, описываемые функциями Пирсона (рис. 3). По выделенной таким образом компоненте (100) определили центр тяжести, интегральную ширину максимумов и вычислили значения d_{100} и L_{100}. В образцах, прошедших термообработку в интервале 1500–1800 °C и 2000 °C, средние размеры ОКР L_{100} составляют ∼10–16 нм. В процессе изотермической выдержки при 1900 °C наблюдается более активная перекристаллизация материала, значение L_{100} увеличивается до 20 нм. После термообработки при 2200 °C средние размеры ОКР составляют ∼30 нм (рис. 4).

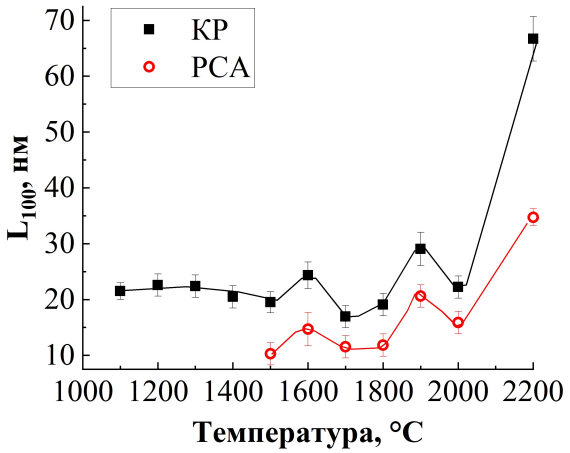

Рис. 4. Изменение средних значений размеров ОКР (L_{100}) углеродного материала в процессе термообработки, вычисленных по данным рентгеновской дифракции (РСА) и спектроскопии комбинационного рассеяния (КР)

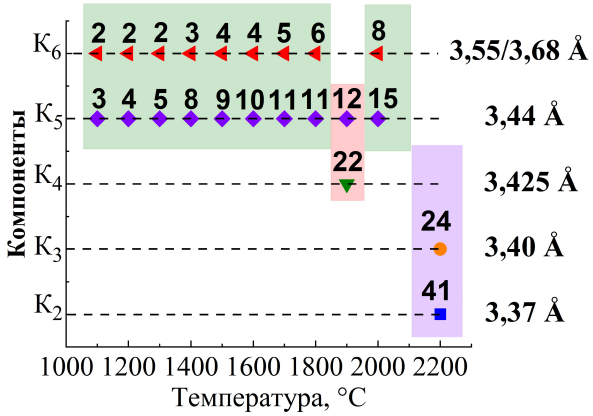

Рис. 5. Последовательность изменения компонентного состава и размеров L_{002} (указаны числами рядом с точками на графике) углеродного материала, изготовленного на основе пекового кокса, по мере повышения температуры обработки от 1100 до 2200 °C

Рассмотрим более детально изменение тонкой структуры углеродного материала в процессе высокотемпературной обработки. Дифракционный максимум (002) остаётся асимметричным на всех этапах термообработки (рис. 1), что, по-видимому, обусловлено структурной неоднородностью исследуемого материала. Аналогично работам [17–19] проведено разделение асимметричных профилей (002) на минимальное количество компонент, описываемых функцией Пирсона. Применительно к исследованному материалу асимметричные максимумы можно представить в виде суперпозиции двух симметричных компонент, коэффициент детерминации R^2= 0.9962–0.9997, рис. 1. Этим компонентам соответствуют метастабильные состояния со значениями межплоскостных расстояний d_{002}, близкими к таковым, приведённым в работах [13; 14; 16–19]. Так, в углеродном материале, прошедшем термообработку в температурном диапазоне от 1100 до 1800 °C, присутствуют метастабильные состояния K5 (d_{002} ~3.44 Å) и K6 (d_{002} ~3.55/3.68 Å), размеры ОКР L_{002} которых постепенно увеличиваются от 3 до 11 нм и от 2 до 6 нм соответственно, рис. 5. Компонентный состав образца изменяется после обработки при температуре 1900 °C.

Наряду с метастабильным состоянием K5 (средние размеры увеличились до ~12 нм) появляется состояние K4, которому соответствуют значения d_{002} ~3.425 Å и L_{002} ~22 нм. После обработки исходного образца при более высокой температуре 2000 °C в углеродном материале вновь регистрируются две компоненты K5 и K6, которым соответствуют значения L_{002} ~15 и 8 нм. В образце, прошедшем термообработку при 2200 °C, формируются новые метастабильные состояния K2 и K3, межплоскостные расстояния которых составляют d_{002} ~ 3,37 и ~ 3,40 Å, а размеры ОКР — ~41 и 24 нм соответственно.

Процесс структурных преобразований углеродного материала на основе пекового кокса исследован методом спектроскопии комбинационного рассеяния в более широком температурном интервале от 1100 до 2200 °C. На спектрах КР наблюдаются характерные для sp^2-углерода линии первого порядка D (в области ~1350 $см^{-1}$, «defects, disorder») и G (в области ~1580 $см^{-1}$, «graphite»), а также линия D' (~1620 $см^{-1}$) как плечо на линии G, которую связывают с дефектами решётки графита (рис. 6). После обработки при 1800 °C и выше появляется линия второго порядка 2D (в области ~2700 $см^{-1}$). Изменение параметров линий спектра КР исследуемых образцов приведено в таблице. Повышение температуры сопровождается уменьшением полуширины ($\Delta\nu_{1/2}$) линий, что обусловлено образованием

sp^2-углерода в образцах.

По результатам микрокартирования (выполнено ∼50 измерений в точках каждого образца с шагом 50 мкм) были вычислены средние значения соотношений интенсивностей линий D и G (I_D/I_G) и среднеквадратического отклонения $\sigma(I_D/I_G)$, см. таблицу.

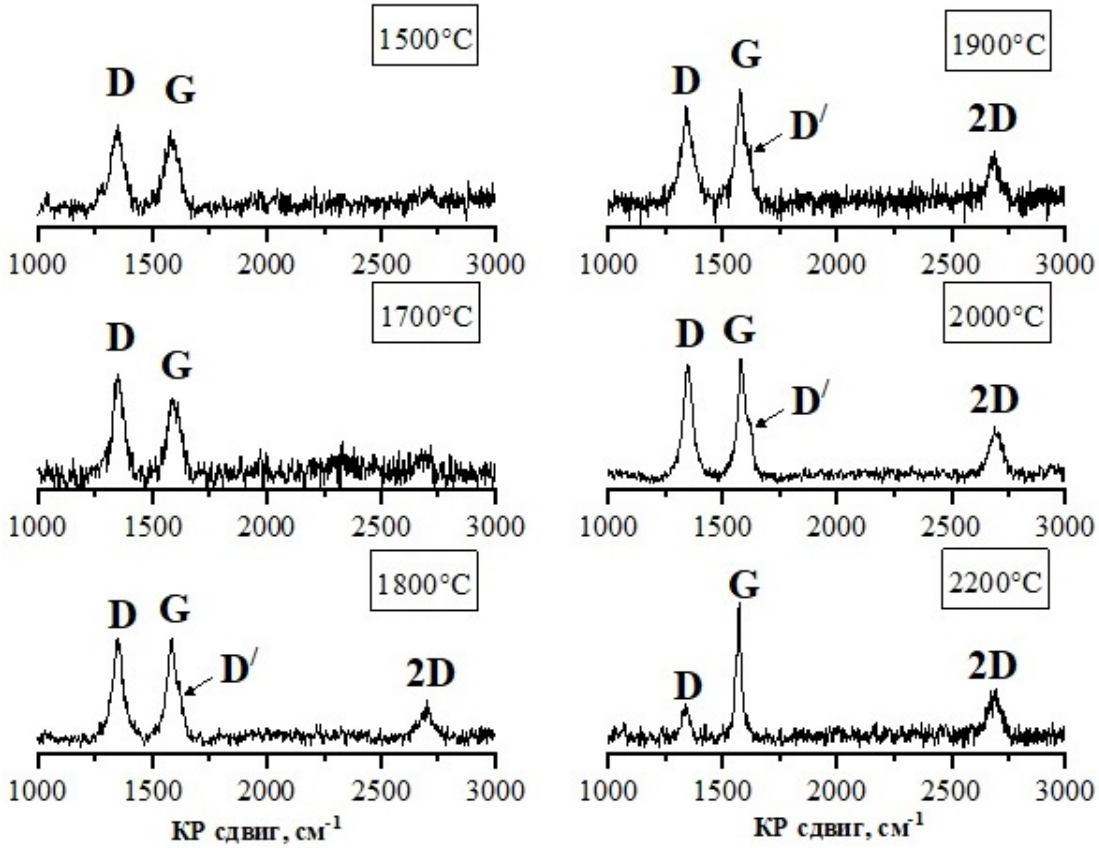

Рис. 6. Спектры КР углеродных композитов на основе пекового кокса, прошедших термообработку в интервале 1500–2200 °C

Положение (ν) и полуширина ($\Delta\nu_{1/2}$) линий D и G спектра КР, среднее значение (I_D/I_G) и среднеквадратическое отклонение (σ) величины степени разупорядоченности структуры исследуемых образцов углеродных материалов

T, °C	D		G		I_D/I_G	$\sigma(I_D/I_G)$
	ν, см$^{-1}$	$\Delta\nu_{1/2}$, см$^{-1}$	ν, см$^{-1}$	$\Delta\nu_{1/2}$, см$^{-1}$		
1100	1344.7	98.2	1590.8	79.2	0.89	0.07
1200	1343.9	73.5	1597.4	67.7	0.85	0.10
1300	1342.4	88.0	1584.7	79.7	0.86	0.08
1400	1344.4	71.9	1584.9	74.0	0.94	0.09
1500	1344.3	72.8	1583.7	76.3	0.99	0.08
1600	1348.7	53.4	1583.6	57.0	0.79	0.06
1700	1350.7	62.6	1592.8	67.6	1.14	0.12
1800	1349.2	66.9	1589.4	69.4	1.01	0.09
1900	1346.1	64.6	1543.7	54.9	0.66	0.15
2000	1350.1	50.9	1586.4	51.8	0.86	0.09
2200	1343.3	47.0	1571.2	26.6	0.29	0.05

Для углеродного материала, прошедшего обработку в температурном диапазоне при 1100–1500 °C, среднее значение I_D/I_G и величина $\sigma(I_D/I_G)$ составляют ∼0.90 и 0.08 соответственно. Интенсивность линии D в спектре КР уменьшилась после обработки углеродного материала при 1600 °C, в результате значение степени

разупорядоченности (отношение I_D/I_G) составило ∼0.79. Повышение температуры обработки до 1800 °C обусловливает увеличение значения I_D/I_G до ∼1.00. Резкое уменьшение значения степени разупорядоченности (отношения I_D/I_G) и увеличение среднеквадратического отклонения $\sigma(I_D/I_G)$ до ∼0.15 наблюдается у образца, прошедшего термообработку при 1900 °C. Это может быть обусловлено более активной перекристаллизацией наноструктурированного материала и формированием метастабильных состояний К5 и К4, которым соответствуют значения d_{002} ∼3.44 и 3.425 Å, а также L_{002} ∼12 и 22 нм соответственно. В процессе изотермической термообработки при более высокой температуре 2000 °C столь активной перекристаллизации наноструктурированного углеродного материала не наблюдается. Структурные преобразования активируются при 2200 °C — соотношение интенсивностей I_D/I_G и величина $\sigma(I_D/I_G)$ уменьшаются до ∼0.29 и 0.05 соответственно.

Заключение

Методами рентгеновской дифракции и спектроскопии комбинационного рассеяния исследована последовательность структурных преобразований углеродного материала, изготовленного на основе пекового кокса, в процессе высокотемпературной обработки в интервале температур 1100–2200 °C. Показано, что углеродный материал во всём исследованном температурном интервале изотермических обработок гетерогенен. По результатам анализа профиля асимметричного максимума (002) можно предполагать одновременное присутствие в образце двух метастабильных состояний. Повышение температуры обработки от 1100 до ∼1800 °C стимулирует только процесс перекристаллизации наноструктурированного углеродного материала (размеры ОКР L_{002} увеличились в ∼4 раза, L_{100} в ∼1.2 раза). При этом фазовый состав образцов не меняется — присутствуют метастабильные состояния К5 и К6, (d_{002} ∼3.44 и ∼3.55/3.68 Å). В процессе изотермической выдержки при ∼1900 °C наблюдается более активная по сравнению с ∼2000 °C перекристаллизация углеродного материала и формирование ОКР нового метастабильного состояния К4, которому соответствуют значения d_{002} ∼3.425 Å и L_{002} ∼22 нм. После термообработки при 2200 °C в углеродном материале формируются метастабильные состояния К2 и К3, d_{002} которых ∼3.37 и ∼3.40 Å соответственно.

Список литературы

1. **Liu F., Wang H., Xue L., Fan L., Zhu Zh.** Effect of microstructure on the mechanical properties of PAN-based carbon fibers during high-temperature graphitization // Journal of Materials Science. 2008. Vol. 43, no. 10. P. 4316–4322.

2. **Kurpaska L., Frelek-Kozak M., Wilczopolska M., et al.**, Structural and mechanical properties of different types of graphite used in nuclear applications // Journal of Molecular Structure. 2020. Vol. 1217. P. 128370.

3. **Liu H., Zhu Sh., Chang Y., Hou W., Han G.** Pitch-based carbon materials: a review of their structural design, preparation and applications in energy storage // New Carbon Materials. 2023. Vol. 38, no. 3. P. 459–473.

4. **Xu X., Cui L., Shi J., et al.** Effects of co-carbonization of medium and low temperature refined pitch and high temperature refined pitch on the structure and properties of needle coke // Journal of Analytical and Applied Pyrolysis. 2023. Vol. 169. P. 105783.

5. **Степаненко М. А., Брон Я. А., Кулаков Н. К.** Производство пекового кокса. Харьков : Металлургиздат, 1961.

6. **Legin-Kolar M., Radenovic A., Ugarkovic D.** Changes in structural parameters of different cokes during heat treatment to 2400 °C // Fuel. 1999. Vol. 78, no. 13. P. 1599–1605.
7. **Li Ch., Liu X., Zhou Zh., Dai Zh., Yang J., Wang F.** Effect of heat treatment on structure and gasification reactivity of petroleum coke // International Journal of Coal Science & Technology. 2016. Vol. 3, no.1. P. 53–61.
8. **Lee S., Hwang Y., Byun T., Ko J., Roh J.** Effect of heating rate, temperature, and residence time during graphitization on the mechanical and electrical properties of isotropic graphite blocks // Carbon. 2023. Vol. 208. P. 443–451.
9. **Zhao J., Yang L., Li F., Yu R., Jin C.** Structural evolution in the graphitization process of activated carbon by high-pressure sintering // Carbon. 2009. Vol. 47, no. 3. P. 744–751.
10. **Samoilov V. M., Verbets D. B., Bubnenkov I. A., et al.** Influence of graphitization conditions at 3000°C on structural and mechanical properties of high-modulus polyacrylonitrile-based carbon fibers // Inorganic Materials: Applied Research. 2018. Vol. 9, no. 5. P. 890–899.
11. **Бубненков И. А., Кошелев Ю. И., Швецов А. А., Бардин Н. Г., Макаров Н. А., Насибулин А. В.** Влияние изменения структурных параметров пекового кокса при термообработке на процесс взаимодействия с расплавом кремния // Новые огнеупоры. 2016. № 12. С. 20–25.
12. **Нагорный В. Г.** Некоторые типы дефектов структуры и процесс графитации углерода // Конструкционные материалы на основе углерода: сб. науч. тр. 1980. № 5. С. 36–46.
13. **Lachter J., Bragg R. H.** Interstitials in graphite and disordered carbons // Physical Review B. 1986. Vol. 33, no. 12. P. 8903–8905.
14. **Aladekomo J. B., Bragg R. H.** Structural transformations induced in graphite by grinding: Analysis of 002 x-ray diffraction line profiles // Carbon. 1990. Vol. 28, no. 6. P. 897–906.
15. **Shen T. D., Ge W. Q., Wang K. Y., et al.** Structural disorder and phase transformation in graphite produced by ball milling // NanoStructured Materials. 1996. Vol. 7, no. 4. P. 393.
16. **Vazquez-Santos M. B., Geissler E., Laszlo K., et al.** Comparative XRD, Raman, and TEM study on graphitization of PBO-derived carbon fibers // The Journal of Physical Chemistry C. 2012. Vol. 116, no. 1. P. 257.
17. **Тюменцев В. А., Фазлитдинова А. Г.** Взаимосвязь режимов получения и тонкой структуры углерода волокна // Журн. техн. физики. 2016. Т. 86, вып. 3. С. 62–69.
18. **Фазлитдинова А. Г., Тюменцев В. А.** Изменение тонкой структуры природного графита в процессе механического диспергирования // Рос. нанотехнологии. 2024. Т. 19, вып. 2. С. 214–200.
19. **Фазлитдинова А. Г., Тюменцев В. А.** Исследование структурных превращений высокосернистого углеродного материала в процессе графитации методами спектроскопии комбинационного рассеяния и рентгеноструктурного анализа // Изв. вузов. Сер. Химия и хим. технологии. 2024. Т. 67, вып. 10. С. 114–121.
20. **Cancado L. G., Takai K., Enoki T., et al.** General equation for determination of the crystalline size La of nanographite by Raman spectroscopy // Applied Physics Letters. 2006. Vol. 88. P. 163106.
21. **Pimenta M. A., Dresselhaus G., Dresselhaus M. S., Cancado L. G., Jorio A., Saito R.** Studying disorder in graphite-based systems by Raman spectroscopy // Physical Chemistry Chemical Physics. 2007. Vol. 9. P. 1276–1291.

Поступила в редакцию 12.09.2025.
После переработки 07.10.2025.

Сведения об авторах

Фазлитдинова Альфия Габдиловна, кандидат физико-математических наук, доцент, доцент кафедры физики конденсированного состояния, Челябинский государственный университет, Челябинск, Россия; e-mail: fazlitdinovaag@mail.ru.

Тюменцев Василий Александрович, доктор химических наук, профессор, профессор кафедры физики конденсированного состояния, Челябинский государственный университет, Челябинск, Россия; e-mail: tyum@csu.ru.

Карих Иван Павлович, студент физического факультета, Челябинский государственный университет, Челябинск, Россия; e-mail: ivan_karix@mail.ru.

Chelyabinsk Physical and Mathematical Journal. 2025. Vol. 10, iss. 4. P. 777–787.

DOI: 10.47475/2500-0101-2025-10-4-777-787

STRUCTURAL TRANSFORMATIONS OF CARBON MATERIALS BASED ON PITCH COKE DURING HIGH TEMPERATURE TREATMENT

A.G. Fazlitdinova[a], V.A. Tyumentsev[b], I.P. Karikh[c]

Chelyabinsk State University, Chelyabinsk, Russia
[a]fazlitdinovaag@mail.ru, [b]tyum@csu.ru, [c]ivan_karix@mail.ru

The sequence of structural transformations of a carbon material made on the basis of pitch coke during high-temperature treatment in the temperature range of 1100–2200°C was studied by X-ray diffraction and Raman spectroscopy methods. It was shown that recrystallization of carbon materials is accompanied by the formation of graphite crystals through a number of intermediate metastable states. Increasing the treatment temperature from 1100 to ∼1800°C stimulates only the recrystallization process of the nanostructured carbon material. A temperature range (∼1900°C) was found in which a sharp restructuring of the material structure occurs, manifested in significant changes in the values of the interplanar distance, the sizes of the coherent scattering regions and the phase composition of the carbon material.

Keywords: *pitch coke, graphitization, X-ray diffraction analysis, Raman spectroscopy, fine structure.*

References

1. **Liu F., Wang H., Xue L., Fan L., Zhu Zh.** Effect of microstructure on the mechanical properties of PAN-based carbon fibers during high-temperature graphitization. *Journal of Materials Science*, 2008, vol. 43, no. 10, pp. 4316–4322.
2. **Kurpaska L., Frelek-Kozak M., Wilczopolska M., et al.** Structural and mechanical properties of different types of graphite used in nuclear applications. *Journal of Molecular Structure*, 2020, vol. 1217, p. 128370.
3. **Liu H., Zhu Sh., Chang Y., Hou W., Han G.** Pitch-based carbon materials: a review of their structural design, preparation and applications in energy storage. *New Carbon Materials*, 2023, vol. 38, no. 3, pp. 459–473.
4. **Xu X., Cui L., Shi J., et al.** Effects of co-carbonization of medium and low temperature refined pitch and high temperature refined pitch on the structure and properties of needle coke. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 2023, vol. 169, p. 105783.
5. **Stepanenko M.A., Bron Ya.A., Kulakov N.K.** *Proizvodstvo pekovogo koksa* [Production of pitch coke]. Kharkov, Metallurgizdat, 1961. (In Russ.).
6. **Legin-Kolar M., Radenovic A., Ugarkovic D.** Changes in structural parameters of different cokes during heat treatment to 2400°C. *Fuel*, 1999, vol. 78, no. 13, pp. 1599–1605.
7. **Li C., Liu X., Zhou Z., Dai Z., Yang J., Wang F.** Effect of heat treatment on structure and gasification reactivity of petroleum coke. *International Journal of Coal Science & Technology*, 2016, vol. 3, no. 1, pp. 53–61.
8. **Lee S., Hwang Y., Byun T., Ko J., Roh J.** Effect of heating rate, temperature, and residence time during graphitization on the mechanical and electrical properties of isotropic graphite blocks. *Carbon*, 2023, vol. 208, pp. 443–451.

The studies were funded by projects of Scientific Research Support Fund of Chelyabinsk State University (№ 2025/16).

9. **Zhao J., Yang L., Li F., Yu R., Jin C.** Structural evolution in the graphitization process of activated carbon by high-pressure sintering. *Carbon*, 2009, vol. 47, no. 3, pp. 744–751.
10. **Samoilov V.M., Verbets D.B., Bubnenkov I.A., et al.** Influence of graphitization conditions at 3000°C on structural and mechanical properties of high-modulus polyacrylonitrile-based carbon fibers. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2018, vol. 9, no. 5, pp. 890–899.
11. **Bubnenkov I.A., Koshelev Yu.I., Shvetsov A.A., Bardin N.G., Makarov N.A., Nasibulin A.V.** Vliyaniye izmeneniya strukturnykh parametrov pekovogo koksa pri termoobrabotke na protsess vzaimodeystviya s rasplavom kremniya [Effect of changes in the structural parameters of pitch coke during heat treatment on the process of interaction with molten silicon]. *Novye ogneupory* [New refractories], 2016, no. 12, pp. 20–25. (In Russ.).
12. **Nagorny V.G.** Nekotorye tipy defektov struktury i protsess grafitatsii ugleroda [Some types of structural defects and the process of carbon graphitization]. *Konstruktsionnye materialy na osnove ugleroda* [Carbon-based structural materials], 1980, no. 5, pp. 32–46. (In Russ.).
13. **Lachter J., Bragg R.H.** Interstitials in graphite and disordered carbons. *Physical Review B*, 1986, vol. 33, no. 12, pp. 8903–8905.
14. **Aladekomo J.B., Bragg R.H.** Structural transformations induced in graphite by grinding: Analysis of 002 x-ray diffraction line profiles. *Carbon*, 1990, vol. 28, no. 6, pp. 897–906.
15. **Shen T.D., Ge W.Q., Wang K.Y., et al.** Structural disorder and phase transformation in graphite produced by ball milling. *NanoStructured Materials*, 1996, vol. 7, no. 4, p. 393.
16. **Vazquez-Santos M.B., Geissler E., Laszlo K., et al.** Comparative XRD, Raman, and TEM study on graphitization of PBO-Derived carbon fibers. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2012, vol. 116, no. 1, p. 257.
17. **Tyumentsev V.A., Fazlitdinova A.G.** Relation between the synthesis conditions and the fine structure of fiber carbon. *Technical Physics*, 2016, vol. 61, no. 1, pp. 380–387.
18. **Fazlitdinova A.G., Tyumentsev V.A.** Changes in the fine structure of natural graphite in the process of mechanical dispersion. *Nanobiotechnology Reports*, 2024, vol. 19, no. 1, pp. 89–95.
19. **Fazlitdinova A.G., Tyumentsev V.A.** Study of structural transformation of high-sulfur carbon materials during graphitization by Raman spectroscopy and X-ray diffraction analysis. *ChemChemTech*, 2024, vol. 67, no. 10, pp. 114–121.
20. **Cancado L.G., Takai K., Enoki T. et al.** General equation for determination of the crystalline size La of nanographite by Raman spectroscopy. *Applied Physics Letters*, 2006, vol. 88, p. 163106.
21. **Pimenta M.A., Dresselhaus G., Dresselhaus M.S., Cancado L.G., Jorio A., Saito R.** Studying disorder in graphite-based systems by Raman spectroscopy. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 2007, vol. 9, pp. 1276–1291.

Article received 12.09.2025.
Corrections received 07.10.2025.