

ДИФРАКЦИЯ И РАССЕЯНИЕ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

УДК 53.08

УЧЕТ ФОНА В НЕЙТРОННОМ ЭКСПЕРИМЕНТЕ
С 2D ПОЗИЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫМ ДЕТЕКТОРОМ

© 2025 г. Н. Н. Исакова^{1,*}, А. И. Калюканов¹, И. П. Макарова², В. Т. Эм¹

¹Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия

²Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники
НИЦ “Курчатовский институт”, Москва, Россия

*E-mail: Isakova_NN@nrcki.ru

Поступила в редакцию 06.02.2025 г.

После доработки 14.02.2025 г.

Принята к публикации 17.02.2025 г.

Предложена методика измерения и учета фона в нейтронном монокристалльном эксперименте при работе с позиционно-чувствительным детектором, позволяющая увеличить отношение интегральных интенсивностей к стандартному отклонению $I/\sigma(I)$ для дифракционных отражений и таким образом включить в массив экспериментальных данных отражения, которые не соответствовали условию $I/\sigma(I) > 3$, считались слабыми и не учитывались при выполнении кристаллографических расчетов. Методика апробирована на экспериментальных данных при проведении структурных исследований монокристалла $\text{Cs}_4(\text{HSO}_4)_3(\text{H}_2\text{PO}_4)$ на станции МОНД реактора ИР-8 (НИЦ КИ).

DOI: 10.31857/S0023476125030017, EDN: BERGAG

ВВЕДЕНИЕ

Методы нейтронографии, основанные на рассеянии нейтронов на ядрах атомов, успешно применяются для исследований кристаллической структуры материалов, состоящих одновременно из легких и тяжелых атомов, в первую очередь водородсодержащих или близких по номеру элементов, а также для других задач, решение которых затруднено при использовании рентгеновского излучения.

В случае нейтронной монокристалльной дифракции монокристаллический нейтронный пучок имеет меньшую интенсивность по сравнению с рентгеновским или синхротронным излучением, и интенсивность дифракционных отражений может быть настолько мала, что стандартные методы обработки данных не будут их включать в кристаллографические расчеты.

Однако определение интегральных интенсивностей слабых дифракционных отражений и включение их в расчеты также важно, поскольку они содержат информацию для структурного анализа. Кроме того, количество отражений, регистрируемых при нейтронной монокристалльной дифракции, может быть существенно меньше, чем при использовании рентгеновского или синхротронного излучения. Поэтому в отличие от рентгеновского и синхротронного экспериментов при

использовании нейтронного метода сохранение в массиве экспериментальных данных каждого отражения важно для последующего корректного уточнения модели структуры.

Два важных параметра, которыми можно охарактеризовать дифракционные отражения, – это соотношение сигнал/фон и соотношение $I/\sigma(I)$, где I – интегральная интенсивность отражения, а $\sigma(I)$ – стандартное отклонение этой величины. При низкой интенсивности дифракционных отражений и высоком уровне фона низкое соотношение сигнал/фон не позволяет корректно определить, действительно ли наблюдается пик или только флуктуации фона в пределах статистики. От уровня фона также будет зависеть значение $\sigma(I)$, как будет показано далее, а значит, и соотношение $I/\sigma(I)$. При высоком фоне соотношение $I/\sigma(I)$ для слабых отражений будет занижено, что приведет к занижению значимости или потере слабых отражений при последующей обработке данных [1].

Учет фона в экспериментальных данных позволяет повысить соотношение $I/\sigma(I)$ для слабых отражений и включить их интегральные интенсивности в последующую обработку данных. Разработана методика учета фона, которая позволяет при работе с позиционно-чувствительным детектором в условиях высокого фона и низкой интенсивности дифракционных максимумов включить в

структурный анализ отражения с первоначальной оценкой $I/\sigma(I) < 3$, не искажая их интегральные интенсивности.

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ УЧЕТА ФОНА

Поскольку измерение нейтронного рассеяния подразумевает подсчет событий (т.е. захват нейтрона детектором) в заданном интервале времени, и события эти происходят независимо, статистика счета детектора описывается распределением Пуассона [2], что было подтверждено экспериментально для детекторов типа image plate [3].

Интенсивность дифракционного отражения (I_s) определяется как разность между полной (регистрируемой) интенсивностью отражения (I_p) и интенсивностью фона (I_{bg}) (рис. 1):

$$I_s = I_p - I_{bg}. \quad (1)$$

Чем ниже соотношение пик/фон, тем сложнее подобрать алгоритм определения границ пика [4]. Интегральная интенсивность в случае двумерного детектора будет определяться как сумма всех точек (пикселей), входящих в область отражения.

Для расчета дисперсии и среднеквадратичного отклонения интегральной интенсивности за величину уровня фона (I_{bg}) принимают уровень фона вне пика, зарегистрированный детектором. Тогда дисперсия интегральной интенсивности отражения:

$$\sigma^2(I_s) = \sigma^2(I_p) + \sigma^2(I_{bg}). \quad (2)$$

На практике количество точек, измеренных в области фона, и количество точек внутри пика может не совпадать, тогда вводят дополнительный коэффициент f , для того чтобы привести величины I_{bg} и I_p к одному счету:

$$f = N_p/N_{bg}, \quad (3)$$

где N_p и N_{bg} – количество точек в области пика и в области фона соответственно, и

$$\sigma^2(I_s) = \sigma^2(I_p) + f\sigma^2(I_{bg}). \quad (4)$$

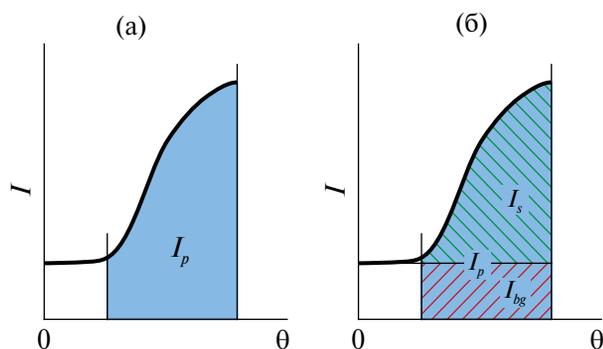


Рис. 1. Регистрируемая полная интенсивность I_p (а) и интенсивность дифракционного отражения (интегральная интенсивность) I_s (б).

Принимая во внимание распределение Пуассона, получим

$$\sigma^2(I_s) = I_p + fI_{bg}. \quad (5)$$

Однако величина I_p содержит в себе величину сигнала I_s и уровень фона под пиком:

$$\sigma^2(I_s) = I_s + I_{bg1} + fI_{bg2}, \quad (6)$$

где I_{bg1} – интенсивность фона под пиком, I_{bg2} – интенсивность фона вне пика. Таким образом, значение уровня фона вносит существенный вклад в определение величины $\sigma(I)$, и высокие значения фона всегда будут приводить к высоким значениям $\sigma(I)$. Обычно для кристаллографических расчетов используют только отражения, для которых $I/\sigma(I) > 3$, но при высоком уровне фона такой порог отсеет слабые отражения, посчитав их флуктуациями фона. В ходе обработки данных этот порог может быть снижен, однако его сильное снижение (в случае слабых отражений соотношение $I/\sigma(I)$ может лежать в пределах $\sim 1.2-1.7$) приводит к риску включения в обработку “пустых” отражений, т.е. действительно флуктуаций фона, а не реальных дифракционных максимумов.

На практике при обработке данных в значение $\sigma(I)$ также вносят различные поправки, зависящие от конкретного алгоритма рабочей программы. Конечный результат соотношения $I/\sigma(I)$ будет варьироваться в зависимости от используемой программы и не будет некой фиксированной величиной, определенной для каждого отражения [1]. Величина $\sigma(I)$ служит лишь оценкой релевантности включения конкретного отражения в последующий структурный анализ. А для проведения непосредственно структурного анализа более важным будет сохранение соотношений между интегральными интенсивностями дифракционных отражений. То есть важно сохранить корректное определение интегральных интенсивностей как сильных, так и слабых отражений.

В ходе эксперимента детектор фиксирует рассеяние нейтронов, включающее в себя когерентное (и некогерентное) рассеяние на образце и фоновое рассеяние нейтронов, не связанное с образцом. Фоновое рассеяние нейтронов не несет никакой информации о структуре образца и может быть удалено из экспериментальных данных.

В одной из существующих методик для учета фона предварительно проводят его измерения в два этапа: сначала с пустым держателем образца, а затем, установив на место образца абсолютно непрозрачный для нейтронов “образец”, чтобы учесть фоновое рассеяние нейтронов, которое проходит через образец, прежде чем детектор его зарегистрирует. Однако если между источником нейтронов и образцом нет никакого оборудования (например, криостата), то такое двухэтапное сканирование будет излишним.

При вычитании фона из экспериментальных данных главная задача — сохранить реальные интегральные интенсивности дифракционных отражений. Для этого необходимо знать точное распределение фона на экспериментальном кадре, т.е. максимально снизить ошибку измерения фоновых значений. Сделать это можно, улучшив статистику измерений. Время экспозиции увеличить нельзя, поскольку оно привязано к условиям эксперимента. Наиболее подходящим решением является увеличение количества измерений каждой точки фона. Тогда, если каждое значение точки фона будет измерено n раз и усреднено по всем измерениям, дисперсия фона будет снижена в n раз. Такой подход позволит уменьшить увеличение дисперсии конечных значений при вычитании фона из экспериментальных данных.

РЕАЛИЗАЦИЯ ПРЕДЛОЖЕННОЙ МЕТОДИКИ

Дифрактометр МОНД [5], предназначенный для нейтронной дифрактометрии монокристаллов, установлен на горизонтальном экспериментальном канале реактора ИР-8 Курчатовского института и оснащен четырехкружным гониометром с полным эйлеровым кольцом и позиционно-чувствительным детектором типа image plate Mar345 (производство marXperts). Детектор имеет большое окно сканирования (диаметр чувствительной пластины детектора 345 мм, что дает телесный угол 0.75 рад при расстоянии образец–детектор 250 мм), и в ходе эксперимента не проводится отдельное сканирование каждого отражения, а сканируется сразу некоторая область обратного пространства. Стратегия эксперимента заключается в последовательных φ -сканированиях с шагом 1° в диапазоне от 0° до 180° при различных установочных углах детектора по углу 2θ . Пример кадра, полученного во время эксперимента, показан на рис. 2.

Экспериментальный кадр, считанный с позиционно-чувствительного детектора, в общем случае представляет собой числовую двумерную матрицу, каждое значение которой соответствует интенсивности, измеренной определенным пикселем детектора. В зависимости от формата файлы помимо числовой матрицы могут содержать данные об условиях эксперимента (углы гониометра, время экспозиции и т.д.). Задача сводится к тому, чтобы, определив значение фона в каждой точке детектора, вычесть его из значения, полученного для этого же пикселя в ходе эксперимента.

Если некогерентное рассеяние на образце достаточно мало, то оно не будет вносить существенный вклад в картину фона. Тогда для измерения фона достаточно исключить образец из эксперимента. Снять образец с прибора для этого не представляется возможным, поскольку он установлен на гониометрической головке, которая является

окружением образца, и ее нельзя снять с прибора, не нарушив фоновую картину. Поэтому был выбран вариант, когда образец закрывается маской из кадмия (материала, практически непрозрачного для тепловых нейтронов), а затем воспроизводится схема эксперимента. Таким образом, при сохранении всех параметров эксперимента (времени экспозиции, окружения образца, положения осей прибора) можно воспроизвести картину фона и зафиксировать значение фона отдельно от когерентного рассеяния нейтронов на образце.

Средняя линия фона, измеренного таким образом, совпадает со средней линией фона, полученной в ходе эксперимента. Это говорит о том, что фон от образца очень мал и не вносит существенный вклад в общую картину фона.

Для каждого положения осей прибора, которые используются в ходе эксперимента, проводят по 60 измерений фона. Количество кадров, необходимых для измерения фона, было выбрано исходя из того, что при дальнейшем увеличении количества сканирований усредненные значения существенно не меняются. После набора достаточного количества сканирований фона для текущей схемы эксперимента значения в каждой точке, т.е. для каждого пикселя детектора, усредняются по всем набранным кадрам. Таким образом, при сохранении всех параметров эксперимента статистика измерения фона увеличивается, а дисперсия измерения фоновых значений снижается в 60 раз. Такое измерение фона необходимо проводить для каждого положения детектора и конфигурации окружения образца. При работе с точечным детектором это потребовало бы больших временных затрат, поскольку нужно было бы измерять фон для каждого дифракционного отражения отдельно. Но в случае позиционно-чувствительного

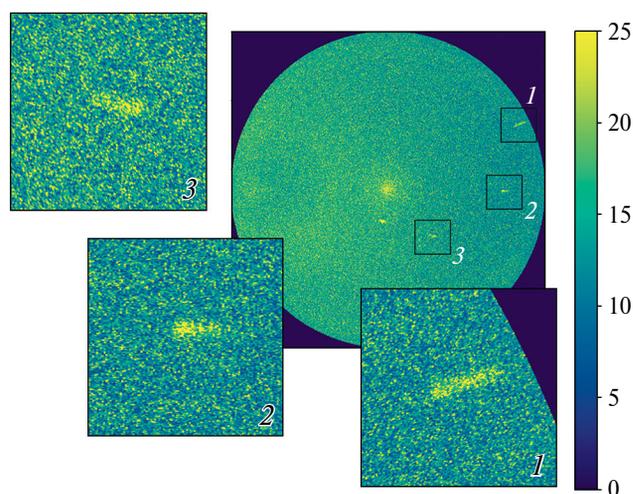


Рис. 2. Экспериментальный кадр, считанный с детектора mar345. На вставках — увеличенные изображения слабых отражений.

детектора с большим окном сканирования достаточно измерить фон единожды при выставлении заданных углов эксперимента и использовать полученные значения для всех экспериментальных данных, полученных при этих углах.

На кадрах с измеренным фоном (рис. 3) видно неравномерное распределение фонового излучения по площади детектора. При считывании интегральных интенсивностей, полученных при таком распределении фона по поверхности детектора, будет наблюдаться разное соотношение $I/\sigma(I)$ для отражений одинаковой интенсивности, но считанных с разных областей детектора.

Получив карту распределения фона по усредненным значениям, можно вычесть эти значения из экспериментальных данных. После полного вычитания фона средняя линия фона окажется близка к нулю, а часть значений перейдет в отрицательную область. Чтобы этого избежать [6] и не исказить положение средней линии, фон перед вычитанием уменьшают на небольшую константу. Таким образом, не допускается появление отрицательных значений и не искажаются интегральные интенсивности дифракционных отражений.

После удаления большей части фона экспериментальные данные имеют более низкие значения фона, но шум данных (шум детектора и электроники) и их статистический разброс при этом сохраняются. Один из наиболее эффективных способов избавления от шума – это сглаживание данных. Существует

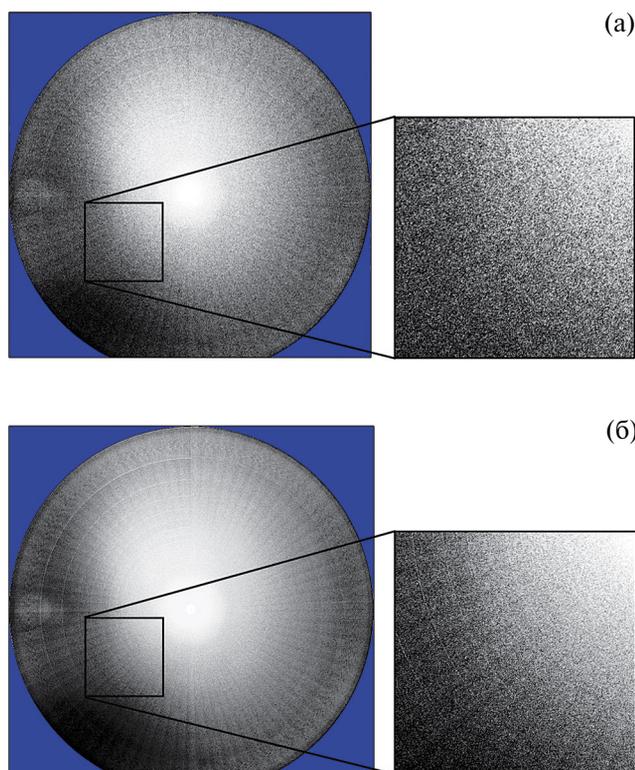


Рис. 3. Усреднение фона по 10 (а) и 60 (б) кадрам.

несколько методов сглаживания, применяемых к данным такого типа: медианное сглаживание, скользящее среднее, взвешенное скользящее среднее, экспоненциальное скользящее среднее, метод Савицкого–Голея (основанный на методе наименьших квадратов), преобразование Фурье, свертки по Гауссу. Методы скользящего среднего хорошо работают в том случае, когда нужно сохранить интегральные интенсивности пиков [7]. Кроме того, при выборе минимального окна сглаживания все рассмотренные методы показывают практически одинаковый эффект шумоподавления. Исходя из этого был выбран наиболее простой и в данном случае эффективный метод простого скользящего среднего, адаптированный под двумерный массив данных. В случае одномерного массива данных при таком сглаживании в окне из выбранного количества точек вычисляют среднее, которое считают сглаженным значением для центральной точки. Минимальное окно сглаживания составляют три точки, где k_i – центральная точка, а $k_{(i-1)}$ и $k_{(i+1)}$ – соседние с ней точки, и каждое среднее значение k'_i будет

$$k'_i = \frac{k_{(i-1)} + k_i + k_{(i+1)}}{3}. \quad (7)$$

Для двумерного массива данных этот алгоритм был применен к значению каждого пикселя детектора, взяв за окно сглаживания ближайшее окружение этого пикселя, как показано на рис. 4.

Применение такого метода фильтрации шумов приводит к сдвигу максимумов на $(n - 1)/2$ точек. В случае двумерного массива максимум сдвигается по двум направлениям и, несмотря на то что точка усредняется по девяти значениям, в каждом

	$k_{[i-1,j-1]}$	$k_{[i-1,j]}$	$k_{[i-1,j+1]}$	
	$k_{[i,j-1]}$	$k_{[i,j]}$	$k_{[i,j+1]}$	
	$k_{[i+1,j-1]}$	$k_{[i+1,j]}$	$k_{[i+1,j+1]}$	

Рис. 4. Применение метода скользящего среднего для двумерного массива данных.

направлении сдвиг будет составлять один пиксель (т.е. один пиксель по диагонали). Режим сканирования упомянутого выше детектора определяет размер пикселя 0.15 мм, размер дифракционных отражений составляет несколько миллиметров (~30–80 пикселей в сечении отражения в зависимости от направления сечения). Такое смещение

максимумов не вносит существенных ошибок в определение угловых положений отражений.

Применение сглаживания пиков позволяет снизить разброс значений в каждой точке, при этом сохранив интегральные интенсивности дифракционных отражений. Конечный результат обработки данных показан на рис. 5.

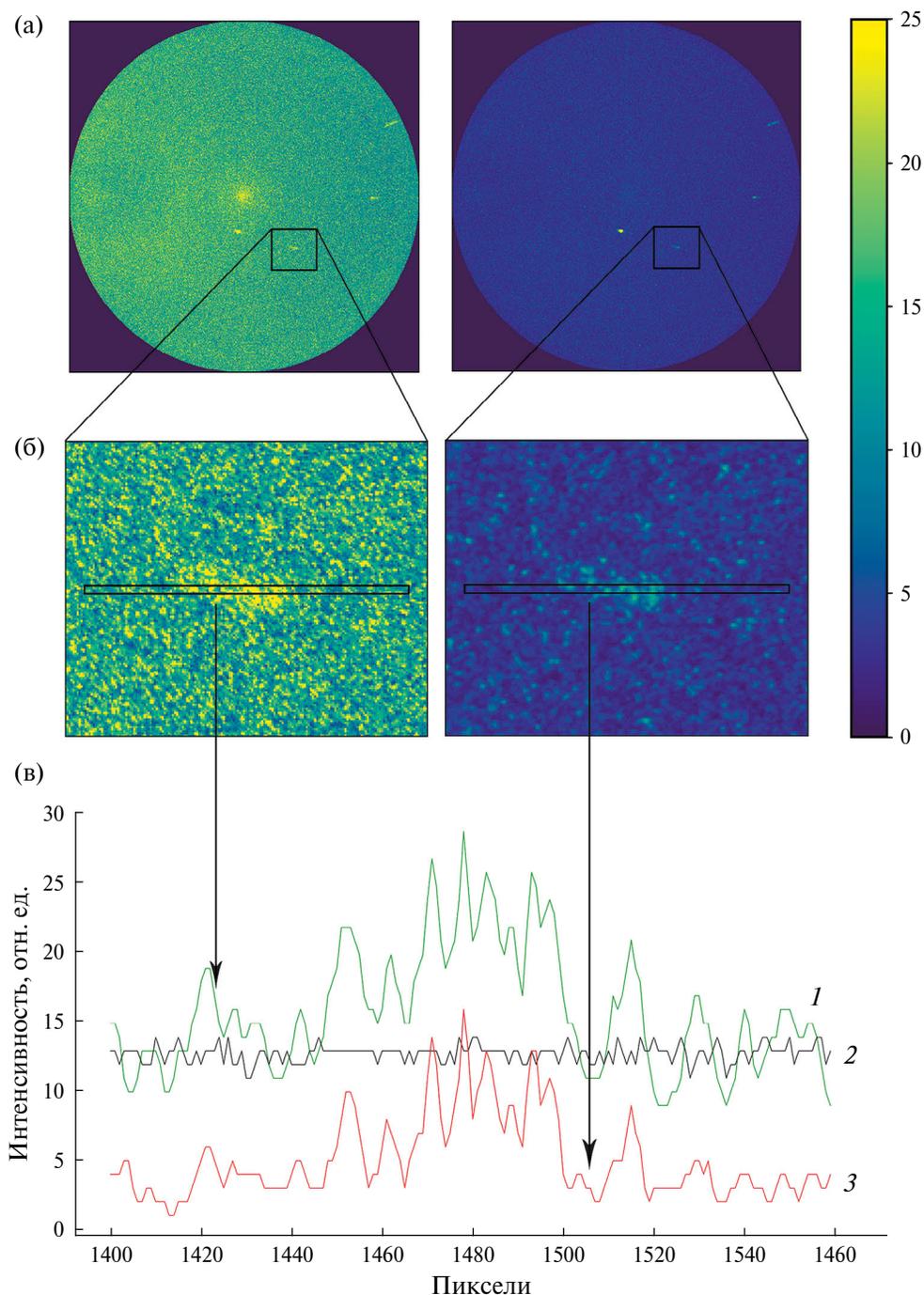


Рис. 5. Зарегистрированный кадр до вычета фона (слева) и после (справа) (а); область отражения до вычета фона (слева) и после (справа) (б); профиль отражения до вычета фона (1), усредненный фон (2) и профиль отражения после вычета фона (3) (в).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Предложенная методика была апробирована на экспериментальных данных, полученных на станции МОНД реактора ИР-8 (НИЦ КИ) при проведении структурных исследований монокристалла $Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$. Эти монокристаллы являются представителями семейства суперпротоновиков $M_mH_n(AO_4)_{(m+n)/2} \cdot nH_2O$ ($M = K, Rb, Cs, NH_4$; $AO_4 = SO_4, SeO_4, HPO_4, HAsO_4$), исследования которых направлены на установление закономерных связей между составом, атомной структурой и физико-химическими свойствами [8].

Поскольку уникальные свойства кристаллов-суперпротоновиков обусловлены системой динамически разупорядоченных водородных связей, особое внимание при исследовании их атомной структуры уделяют локализации атомов водорода и характеристике систем водородных связей. Монокристаллическая нейтронная дифракция является методом, который позволяет получать уникальную информацию об атомном строении таких водородсодержащих материалов.

Экспериментальные данные, собранные в ходе монокристаллического нейтронного эксперимента, первоначально были обработаны без применения разработанной методики учета фона и фильтрации шумов, описанной выше. Определение пространственной группы и параметров элементарной ячейки проводили в программе DIRAX [9], а сбор интегральных интенсивностей и индентификацию дифракционных отражений осуществляли с помощью программы EVAL14 [10]. Для выполнения

кристаллографических расчетов использовали комплекс программ JANA2006 [11]. Выполненные исследования кристаллов $Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$ [12] позволили уточнить их структурные параметры, локализовать атомы водорода и охарактеризовать систему водородных связей.

Однако после применения разработанной методики удалось включить в массив экспериментальных данных значительное количество слабых отражений, не учтенных при первом уточнении структуры, и существенно повысить точность измерений интенсивности дифракционных отражений [13]. После учета фона и применения фильтрации шумов количество независимых отражений, использованных для структурного анализа, увеличилось в ~1.8 раза: 525 независимых отражений на 106 уточняемых параметров по сравнению с 293 отражениями первоначально (табл. 1). Сбор интегральных интенсивностей проводили также с помощью программы EVAL14, а уточнение структуры – с использованием кристаллографического комплекса программ JANA2006. Увеличение количества отражений и повышение точности экспериментальных нейтронных данных позволило для всех атомов уточнить позиционные параметры и параметры тепловых колебаний в анизотропном приближении с высокой точностью, получить распределение ядерной плотности в кристаллах, установить локализацию атомов водорода на трех типах водородных связей в структуре, включая не полностью заселенные позиции H на разупорядоченных водородных связях (табл. 2, 3, рис. 6), а также продемонстрировать корреляцию атомной

Таблица 1. Основные кристаллографические характеристики, данные нейтронографического эксперимента и результаты уточнения структуры монокристалла $Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$

	$Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$ [12]	$Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$ [13]
T, K	293	
Размеры образца, мм	$0.8 \times 1.0 \times 2.5$	
Сингония, пр. гр., Z	Моноклинная, $C2/c$, 3	
$a, b, c, \text{Å}$	19.95(3), 7.856(9), 8.980(10)	
β , град	100.12(2)	
$V, \text{Å}^3$	1386(3)	
$D_x, \text{г} \cdot \text{см}^{-3}$	3.306	
Дифрактометр	МОНД	
Излучение, $\lambda, \text{Å}$	Нейтроны, 1.06	
θ_{\max} , град	41.94	
Число отражений: измеренных/независимых с $I > 3\sigma(I), R_{\text{int}}$	4046/293, 0.11	4046/525, 0.08
Число уточняемых параметров	106	
R, wR, S	0.127, 0.139, 3.50	0.112, 0.134, 3.54
$\Delta\rho_{\min}/\Delta\rho_{\max}, \text{фм} \cdot \text{Å}^{-3}$	-0.87/0.94	-0.23/0.23

Таблица 2. Позиции, заселенность позиций (q), координаты (x/a , y/b , z/c), эквивалентные изотропные параметры тепловых колебаний (U , Å²) базисных атомов структуры кристалла Cs₄(HSO₄)₃(H₂PO₄)*

Атом	Позиция Уайкова	q	x/a	y/b	z/c	U
Cs1	4e	1.0	0.5	0.392(4)	0.25	0.020(12)
			0.5	0.401(2)	0.25	0.048(6)
Cs2	8f	1.0	0.3230(6)	0.143(3)	0.385(2)	0.046(11)
			0.3245(5)	0.131(2)	0.382(1)	0.061(5)
S1	8f	1.0	0.1615(13)	0.870(8)	0.557(5)	0.07(2)
			0.1588(9)	0.870(4)	0.569(2)	0.076(11)
P	4e	0.75	0.5	0.905(6)	0.25	0.03(2)
			0.5	0.899(3)	0.25	0.039(8)
S2	4e	0.25	0.5	0.905(6)	0.25	0.03(2)
			0.5	0.899(3)	0.25	0.039(8)
O1	8f	1.0	0.4435(6)	0.797(3)	0.167(2)	0.041(9)
			0.4426(5)	0.800(2)	0.171(1)	0.068(5)
O2	8f	1.0	0.5249(5)	0.019(3)	0.140(1)	0.030(8)
			0.5254(4)	0.020(2)	0.1376(9)	0.052(4)
O3	8f	1.0	0.1668(6)	0.766(3)	0.721(2)	0.044(9)
			0.1663(4)	0.770(2)	0.717(1)	0.063(5)
O4	8f	1.0	0.1482(10)	0.742(4)	0.443(3)	0.079(15)
			0.1493(8)	0.747(2)	0.449(1)	0.079(6)
O5	8f	1.0	0.1032(6)	0.984(3)	0.559(2)	0.047(9)
			0.1025(5)	0.984(2)	0.557(1)	0.064(5)
O6	8f	1.0	0.2214(8)	0.962(3)	0.571(2)	0.063(11)
			0.2229(6)	0.960(2)	0.576(2)	0.087(6)
H1	8f	1.0	0.394(1)	0.246(5)	0.741(3)	0.07(2)
			0.388(1)	0.239(4)	0.742(2)	0.10(1)
H2	4b	0.75	0	0.5	0	0.04(2)
			0	0.5	0	0.029(9)
H3	8f	0.5	0.227(3)	0.704(11)	0.467(10)	0.15(5)
			0.208(4)	0.706(10)	0.450(3)	0.15(3)

*Приведены данные из [12] (первая строка) и [13] (вторая строка).

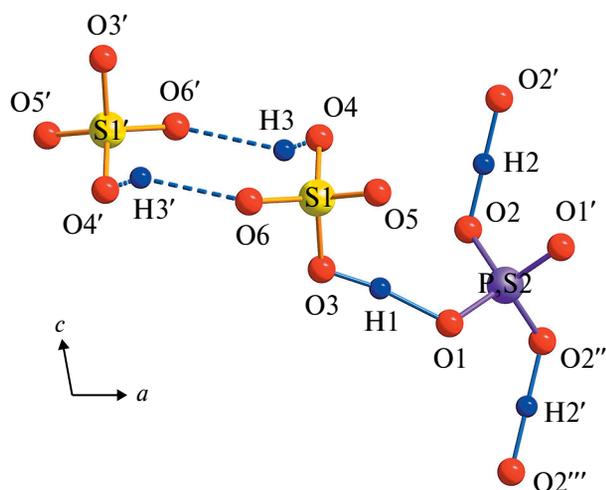


Рис. 6. Основной мотив структуры кристаллов Cs₄(HSO₄)₃(H₂PO₄). Показаны водородные связи, в том числе с динамически разупорядоченными позициями H3.

Таблица 3. Параметры водородных связей в кристалле Cs₄(HSO₄)₃(H₂PO₄), межатомные расстояния (Å) и углы (град)*

O—H...O	O—H	H...O	O—O	∠O—H—O
O3—H1...O1	1.32(3)	1.32(3)	2.61(2)	163(3)
	1.22(3)	1.39(3)	2.61(2)	170(2)
O2—H2—O2'	1.27(1)	1.27(1)	2.55(2)	180
	1.260(8)	1.260(8)	2.52(1)	180
O4—H3...O6	1.58(6)	1.73(8)	3.08(3)	137(4)
	1.21(8)	1.94(8)	3.07(2)	152(6)

*Приведены данные из [12] (первая строка) и [13] (вторая строка).

структуры, характеристик поверхностных слоев и анизотропии протонной проводимости.

Обработка нейтронного монокристалльного эксперимента является нетривиальной задачей и требует индивидуального подхода в зависимости от внешних условий эксперимента и используемого оборудования. Сегодня не существует универсального решения, а есть множество методов, разработанных под конкретные станции и задачи. Однако развитие методики обработки данных наравне с развитием методики эксперимента позволяет решать все более сложные задачи и получать необходимую информацию даже при низких потоках нейтронных пучков и слабо отражающих кристаллических образцах.

Работа выполнена в рамках государственного задания НИЦ “Курчатовский институт”. Экспериментальные нейтронографические исследования проведены на оборудовании УНУ НИК ИР-8.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Henn J., Meindl K. // *Acta Cryst. A*. 2010. V. 66. P. 676. <https://doi.org/10.1107/s0108767310038808>
2. Калашикова В.И., Козодаев М.С. Детекторы элементарных частиц. М.: Наука, 1966. 407 с.
3. Wilkinson C., Lehmann M.S., Meilleur F. et al. // *J. Appl. Cryst.* 2009. V. 42. P. 749. <https://doi.org/10.1107/s0021889809024856>
4. Straasø T., Mütter D., Sørensen H.O., Als-Nielsen J. // *J. Appl. Cryst.* 2013. V. 46. P. 663. <https://doi.org/10.1107/s0021889813006511>
5. Калюканов А.И., Исакова Н.Н. // Тез. докл. конф. по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред. Екатеринбург, 25–28 сентября 2023 г. С. 88.
6. Boothroyd A. T. // *Principles of Neutron Scattering from Condensed Matter*. Oxford University Press, 2020. P. 343. <https://doi.org/10.1093/oso/9780198862314.003.0010>
7. Kalambet Y.A., Kozmin Y.P., Samokhin A.S. // *Analytics Russia*. 2017. V. 5. P. 88. <https://doi.org/10.22184/2227-572X.2017.36.5.88.101>
8. Makarova I., Grebenev V., Dmitricheva E. et al. // *Acta Cryst. B*. 2016. V. 72. P. 133. <https://doi.org/10.1107/s2052520615023069>
9. Duisenberg A.J.M. // *J. Appl. Cryst.* 1992. V. 25. P. 92. <https://doi.org/10.1107/S0021889891010634>
10. Duisenberg A.J.M., Kroon-Batenburg L.M.J., Schreurs A.M.M. // *J. Appl. Cryst.* 2003. V. 36. P. 220. <https://doi.org/10.1107/S0021889802022628>
11. Petricek V., Dusek M., Palatinus L. // *Z. Krist.* 2014. V. 229. P. 345. <https://doi.org/10.1515/zkri-2014-1737>
12. Makarova I.P., Isakova N.N., Kalyukanov A.I., Komornikov V.A. // *Crystallography Reports*. 2023. V. 68. P. 1055. <https://doi.org/10.1134/s1063774523600795>
13. Makarova I.P., Isakova N.N., Kalyukanov A.I. et al. // *Acta Cryst. B*. 2024. V. 80. P. 201. <https://doi.org/10.1107/s2052520624003470>

METHODOLOGY FOR ACCOUNTING OF BACKGROUND IN A NEUTRON EXPERIMENT WITH A 2D POSITION-SENSITIVE DETECTOR

N. N. Isakova^{a,*}, A. I. Kalyukanov^a, I. P. Makarova^b, V. T. Em^a

^aNational Research Center “Kurchatov Institute” 123182, Moscow, 1 Akademika Kurchatova pl.

^bShubnikov Institute of Crystallography, Kurchatov Complex of Crystallography and Photonics, National Research Center “Kurchatov Institute”, Moscow, Russia 119333, 59 Leninsky pr.

*E-mail: Isakova_NN@nrcki.ru

Abstract. A methodology for measuring and taking into account the background in a neutron single-crystal experiment with a position-sensitive detector is proposed. This methodology makes it possible to increase the ratio of integrated intensities to the standard deviation $I/\sigma(I)$ for the diffraction reflection intensities and include in the array of experimental data the weak reflections that previously did not meet the condition $I/\sigma(I) > 3$, and were not taken into account in crystallographic calculations. The methodology was tested on experimental data during structural studies of a $\text{Cs}_4(\text{HSO}_4)_3(\text{H}_2\text{PO}_4)$ crystals on the MOND diffractometer at the IR-8 reactor of the National Research Center “Kurchatov Institute”.