

## Термические превращения ферроцена $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$ при давлении 10 ГПа и температурах до 2200 К<sup>1)</sup>

С. С. Старчиков<sup>a2)</sup>, В. А. Заяханов<sup>a</sup>, И. А. Троян<sup>a</sup>, А. А. Быков<sup>b</sup>, К. М. Булатов<sup>b</sup>, А. Л. Васильев<sup>a,c</sup>,  
Д. С. Перекалин<sup>d</sup>, Н. И. Снегирёв<sup>a,e</sup>, Е. С. Куликова<sup>e</sup>, В. А. Давыдов<sup>f</sup>, И. С. Любунин<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова, Курчатовский комплекс кристаллографии и фотоники, Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, 119333 Москва, Россия

<sup>b</sup> Научно-технологический центр уникального приборостроения РАН, 117342 Москва, Россия

<sup>c</sup> Московский физико-технический институт, 141700 Долгопрудный, Россия

<sup>d</sup> Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН, 119991 Москва, Россия

<sup>e</sup> Курчатовский комплекс синхротронно-нейтронных исследований, Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, 123182 Москва, Россия

<sup>f</sup> Институт физики высоких давлений им. Л. Ф. Верещагина, 142190 Троицк, Москва, Россия

Поступила в редакцию 20 марта 2024 г.

После переработки 28 марта 2024 г.

Принята к публикации 1 апреля 2024 г.

В камерах с алмазными наковальнями исследованы особенности термических превращений ферроцена  $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$  при давлении 10 ГПа в условиях лазерного нагрева до 2200 К. Получены карты распределения температуры на образце в процессе нагрева. Методами рентгеновского фазового анализа, просвечивающей электронной микроскопии и мессбауэровской спектроскопии изучены структура и свойства продуктов превращения. Установлено, что характерной особенностью превращений ферроцена при лазерном нагреве является одновременное образование наночастиц кристаллических фаз железа ( $\alpha$ -Fe) и карбида железа ( $\text{Fe}_7\text{C}_3$ ). Присутствие  $\alpha$ -Fe в продуктах термических превращений ферроцена при высоких давлениях ранее не наблюдалось. Обсуждаются возможные механизмы одновременного образования этих наночастиц в процессах превращения ферроцена.

DOI: 10.31857/S1234567824090064, EDN: JZVFTB

**1. Введение.** Наночастицы карбидов железа  $\text{Fe}_7\text{C}_3$  и  $\text{Fe}_3\text{C}$ , инкапсулированные в углеродные оболочки, обладают высокой биосовместимостью. Кроме того, они могут управляться внешним магнитным полем и поэтому представляют новый тип платформ для биомедицинских применений [1].

Такие наночастицы могут быть получены при разложении молекул ферроцена  $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$  при высоком давлении и высокой температуре (ВДВТ) [2, 3], и в зависимости от условий синтеза, могут обладать различными магнитными свойствами. Поэтому изучение фазовых превращений в ферроцене в условиях ВДВТ представляет важную и актуальную задачу.

Известно, что на диаграммах состояния ферроцена могут быть выделены три принципиально различные области. Первая из них, которая характе-

ризуется низкими значениями давления и температуры, соответствует различным конформациям молекул в моноклинной фазе ферроцена [4–7]. Вторая область соответствует появлению полимеризованных состояний металлорганических соединений [8]. Третья область  $P$ - $T$  фазовой диаграммы связана с разложением исходных молекул ферроцена в условиях ВДВТ. Именно эта область представляет особый интерес для материаловедов, так как в процессе разложения ферроцена происходит образование новых материалов, обладающих уникальными структурой и свойствами. В частности, проведенные ранее исследования превращений  $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$  в камерах высокого давления типа “Тороид” показали, что при давлении 8 ГПа и температурах до 1870 К ферроцен преобразуется в аморфные наночастицы карбидов железа переменного состава, а также наночастицы кристаллических фаз карбидов железа  $\text{Fe}_7\text{C}_3$  и  $\text{Fe}_3\text{C}$ . Было установлено, что наночастицы  $\text{Fe}_7\text{C}_3$  и  $\text{Fe}_3\text{C}$  могут

<sup>1)</sup> См. дополнительный материал к данной статье на сайте нашего журнала [www.jetpletters.ac.ru](http://www.jetpletters.ac.ru)

<sup>1)</sup> e-mail: [sergey.s.starchikov@gmail.com](mailto:sergey.s.starchikov@gmail.com)

быть инкапсулированы в углеродные либо сложные по составу многослойные оболочки [9–12].

Для получения наноматериалов в процессе разложения ферроцена весьма перспективной является область давлений порядка 10 ГПа и температур около 2200 К. Это связано с тем, что при этих условиях в двухкомпонентной системе Fe-C образуется бинарная смесь карбида железа  $Fe_7C_3$  и алмаза. Можно было бы ожидать формирование управляемых люминесцентных наночастиц при разложении ферроцена в этих условиях. Подобные материалы важны для систем адресной доставки лекарств, для проведения магнитно-резонансной томографии и лечебной локальной гипертермии. Однако, фазовые превращения в ферроцене  $Fe(C_5H_5)_2$  при таких давлениях и температурах ранее не исследовались.

Целью настоящей работы было изучить термические превращения ферроцена при давлении 10 ГПа в камерах высокого давления с алмазными наковальнями (КВД) при лазерном нагреве образца до 2200 К.

**2. Экспериментальные методы.** Синтез ферроцена проводили методом по аналогии с предложенным в работе [13]. Детальное описание дано в дополнительных материалах.

Известно, что при исследовании железосодержащих соединений эффект Мёссбауэра может наблюдаться только на ядрах  $^{57}Fe$ . В природном железе содержится лишь около 2 % такого “мёссбауэровского” изотопа, что делает невозможным проведение мёссбауэровских исследований микрообразцов в КВД. В нашей работе при синтезе ферроцена использовался реактив  $Fe_2O_3$ , обогащенный по изотопу  $^{57}Fe$  до 96 %.

Для проведения экспериментов при высоком давлении изготовлены алмазные наковальни с размером каллеты 600 мкм. Использовалась вольфрамовая гаскета толщиной 60 мкм, в которой выполнено отверстие диаметром 180 мкм. В отверстие гаскеты (рабочий объем КВД) помещался порошок ферроцена  $Fe(C_5H_5)_2$  с толщиной слоя около 45 мкм. Между ферроценом и наковальней помещался слой порошка MgO толщиной 5–10 мкм, который одновременно служил средой, передающей давление, и теплоизолятором с высокой температурой плавления (при 8.7 ГПа около 4150 К [14]).

Давление на образце контролировалось по сдвигу высокочастотного края рамановского пика от алмазной наковальни [15] с помощью монохроматора/спектрографа Princeton Instruments Acton SP2500. В качестве источника возбуждения использовался твердотельный лазер с диодной накачкой и длиной волны 671 нм. Установлено, что неод-

нородность давления на образце была не более  $\pm 0.2$  ГПа.

Лазерный нагрев образца осуществлялся с помощью УНУ [16–18]. Инфракрасное лазерное излучение с длиной волны 1064 нм создавалось одноименным (TEM00) волоконным лазером производства IPG Photonics. Излучение фокусировалось на поверхности ферроцена в пятно диаметром 25–30 мкм. Нагрев образца осуществлялся в непрерывном режиме в течение 20 с. Детальное описание установки для лазерного нагрева дано в дополнительных материалах.

Рентгеновский фазовый анализ полученных образцов выполнен на экспериментальной станции “Белок-РСА” Курчатовского источника синхротронного излучения (Курчатовский комплекс синхротронно-нейтронных исследований НИЦ “Курчатовский институт”, Москва, Россия) [19]. Съемка производилась на двумерный детектор Rayonix SX165. Длина волны синхротронного излучения составляла 0.75 Å.

Исследования методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) проводились с использованием микроскопа Osiris TEM/STEM (Thermo Fisher Scientific, США), оснащенного высокоугловым кольцевым темнопольным (HAADF) детектором (Fischione, США). После обработки ферроцена в условиях ВДВТ образец извлекался из КВД. Для исследований методом ПЭМ пластинка (ламель) вырезалась из этого образца с помощью фокусированного ионного пучка в двухлучевом растровом электронно-ионном микроскопе Scios (Thermo Fisher Scientific, США).

Мёссбауэровские спектры на ядрах  $^{57}Fe$  получены сначала при высоком давлении на образце в камере с алмазными наковальнями (после лазерного нагрева), а затем при атмосферном давлении (после разгрузки и открытия КВД). Точечный радиоактивный источник гамма-излучения  $^{57}Co(Rh)$  находился при комнатной температуре. Калибровка изомерных сдвигов проведена по спектру стандартного поглотителя  $\alpha$ -Fe. Модельная обработка спектров проводилась с помощью компьютерной программы SpectrRelax [20].

### 3. Экспериментальные исследования термических превращений в ферроцене.

**3.1. Расчет пространственного распределения температуры.** Для оценки градиента температуры на образце в процессе лазерного воздействия был проведен расчет пространственного распределения температуры по методике, детально описанной в работе [18].

При включении лазерного воздействия процесс нагрева характеризуется скачкообразным возрастанием оптического сигнала, регистрируемого мультиспектральной камерой (см. детали в дополнительных материалах). Установлено, что процесс нагрева становится более однородным по прошествии 5–7 с, и после этого можно корректно производить расчет пространственного распределения температуры. С течением времени, наблюдается уменьшение зоны нагрева образца (рис. 1). Можно сделать вывод, что в начале лазерного нагрева теплопроводность образца выше, и при этом происходит нагрев большой области вокруг лазерного пятна. Максимальная температура в зоне нагрева составляла  $2200\text{ K} \pm 3\%$  (рис. 1).

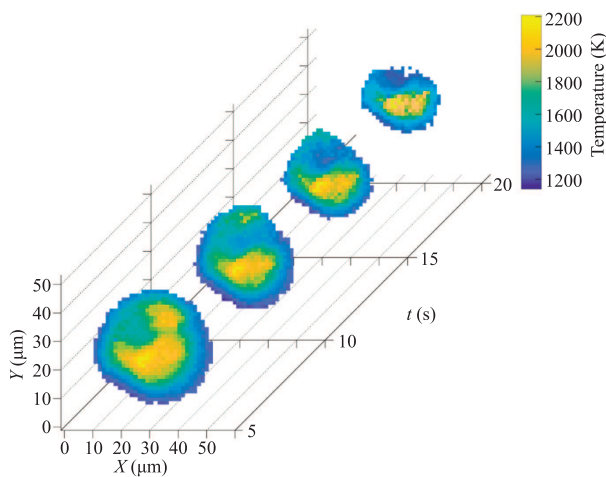


Рис. 1. (Цветной онлайн) Распределение температуры на поверхности ферроцена в КВД в разные моменты времени

**3.2. Рентгеновский фазовый анализ.** Рентгеновская дифрактограмма образца после его извлечения из КВД представлена на рис. 2. Под дифрактограммой приведены штрих диаграммы соединений, обнаруженных в образце по результатам фазового анализа.

Максимумы отражения на дифрактограмме существенно уширены, что может быть связано с диффузным рассеянием на частицах малого размера. Максимум в области углов  $2\theta$  около  $13^\circ$  соответствует отражению от плоскостей (002) графитоподобного углерода.

Рефлексы в диапазоне углов  $2\theta$   $18^\circ$ – $26^\circ$  характерны для ромбической фазы  $\text{Fe}_7\text{C}_3$  и  $\alpha$ -Fe. В этой области углов  $2\theta$  также обнаружены рефлексы, которые могут быть связаны с отражениями от углеродных слоев с двумерным и трехмерным типом упорядочения. Кроме того, наблюдаются максимумы от кубических фаз FeO при  $17.3^\circ$  (111),  $20.1^\circ$  (200),  $28.5^\circ$

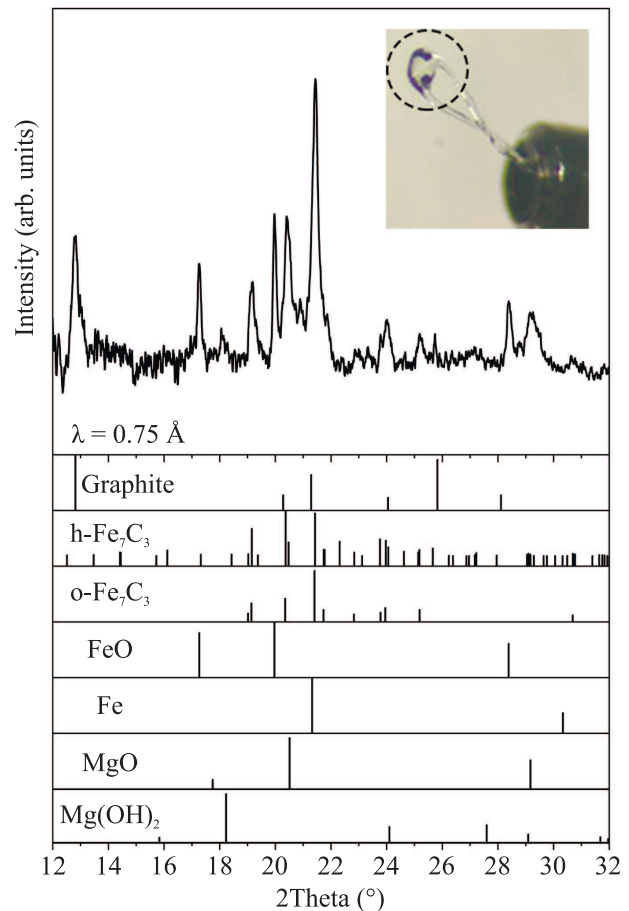


Рис. 2. (Цветной онлайн) Рентгенограмма образца и штрих диаграммы наиболее вероятных соединений. На вставке пунктиром показан микрообразец размером около 40 мкм на держателе. Штрих диаграммы построены по данным базы ICDD: графит (PDF # 00-023-0064),  $\alpha$ - $\text{Fe}_7\text{C}_3$  (PDF # 01-075-1499),  $h$ - $\text{Fe}_7\text{C}_3$  (PDF # 00-017-0333), FeO (PDF # 00-006-0615),  $\alpha$ -Fe (PDF # 00-006-0696), MgO (PDF # 00-004-0829),  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  (PDF # 00-044-1482).

(220) и MgO при  $20.5^\circ$  (200),  $29.2^\circ$  (220). Присутствие в образце MgO, по всей видимости, связано с тем, что этот материал использовался в качестве термоизолирующего слоя в КВД.

**3.3. Просвечивающая/растровая электронная микроскопия и энергодисперсионный рентгеновский микроанализ.** Результаты исследований методами просвечивающей/растровой электронной микроскопии (П/РЭМ) и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭРМ) представлены на рис. 3 и 4. Темнопольное ПРЭМ изображение (с регистрацией электронов, рассеянных на большие углы) представлено на рис. 3а. Светлый контраст, обусловленный наиболее тяжелыми атомами в

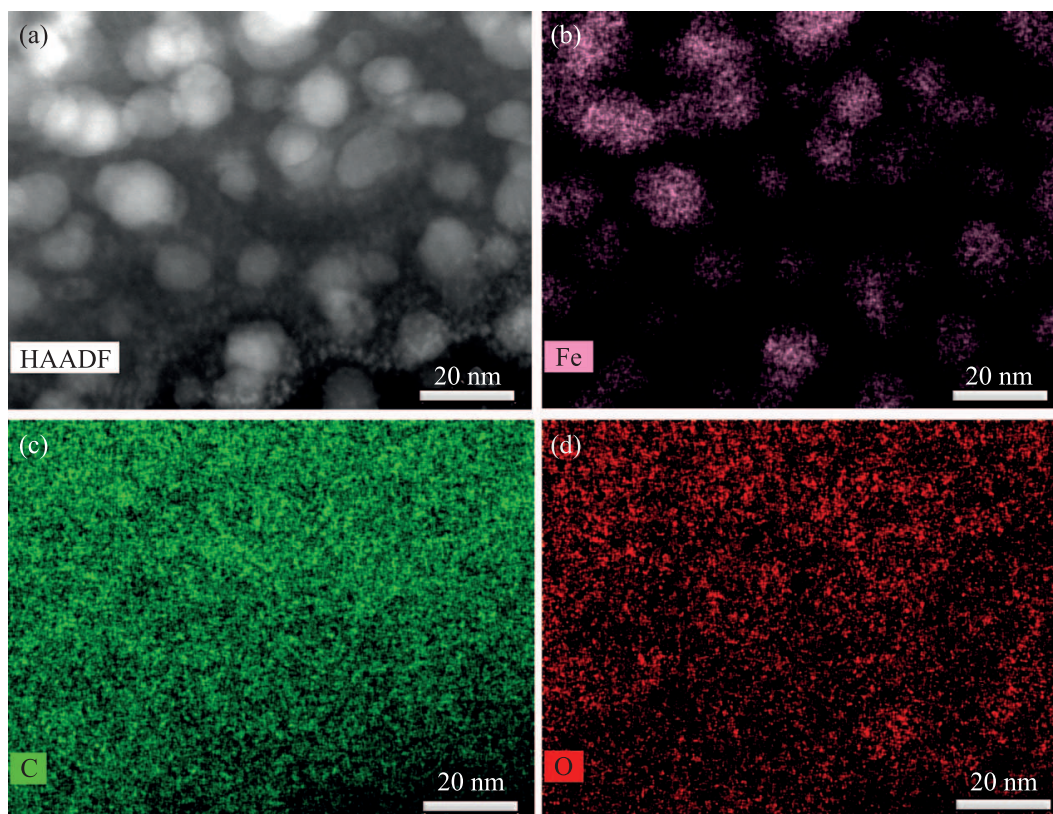


Рис. 3. (Цветной онлайн) (a) – Темнопольное ПРЭМ изображение наночастиц образца, полученное регистрацией электронов, рассеянных на большие углы. Карты распределения элементов микрообразца из КВД после ВДВТ обработки ферроцена: (b) – Fe; (c) – C и (d) – O

образце, свидетельствует, что образец состоит из наночастиц Fe сферической формы с характерным размером 10–20 нм. Этот вывод подтверждают и результаты ЭРМ элементного картирования, представленные на рис. 3b–d. Распределение железа Fe на рис. 3b полностью повторяет ПРЭМ изображения наночастиц на рис. 3a. Углерод C распределен однородно (рис. 3c). На карте распределения кислорода O (рис. 3d) наблюдается дисперсность, но она не связана с наночастицами Fe и могла возникнуть от остатков порошка MgO (термоизолирующего слоя в КВД), а не от оболочки  $FeO_x$  железосодержащих наночастиц.

Светлопольное ПЭМ изображение группы наночастиц Fe, полученных при ВДВТ обработке ферроцена, представлено на рис. 4a. Можно отметить достаточно малую дисперсность наночастиц. Кроме наночастиц, в образце обнаружены нановолокна углерода, которые отчетливо различаются на ПЭМ изображениях, полученных с высоким разрешением (ВР ПЭМ) (рис. 4b). Часть углеродных волокон ассоциируется с наночастицами Fe, для примера они показаны стрелками с цифрами “1”. Другие, располагающи-

еся отдельно от наночастиц, показаны стрелками с цифрами “2”. ВР ПЭМ изображение отдельной наночастицы, представлено на рис. 4c, квадратом выделена область анализа кристаллической решетки наночастицы. Подробное изучение изображения с применением Фурье-анализа (рис. 4d) однозначно показало совпадение с кристаллической решеткой объемноцентрированной кубической решеткой Fe, наблюдаемой в проекции [001]. ВР ПЭМ изображение участка кристаллической решетки наночастицы после фильтрации (рис. 4e) демонстрирует квадратную сетку с периодичностями 0.2 нм. На изображении наночастицы (рис. 4c) отчетливо видно, что часть ее поверхности сопряжена с многослойной графеновой оболочкой, толщиной в 6–8 слоев с характерным межплоскостным расстоянием 0.34 нм, другая часть с аморфным углеродом.

3.4. Мёссбауэровская спектроскопия. На рисунке 5 показаны мёссбауэровские спектры образца, полученные в КВД при давлении 10.1 ГПа после лазерного воздействия (a), а также после разгрузки и открытия КВД при атмосферном давлении (b). Спектры получены при температуре 295 К.

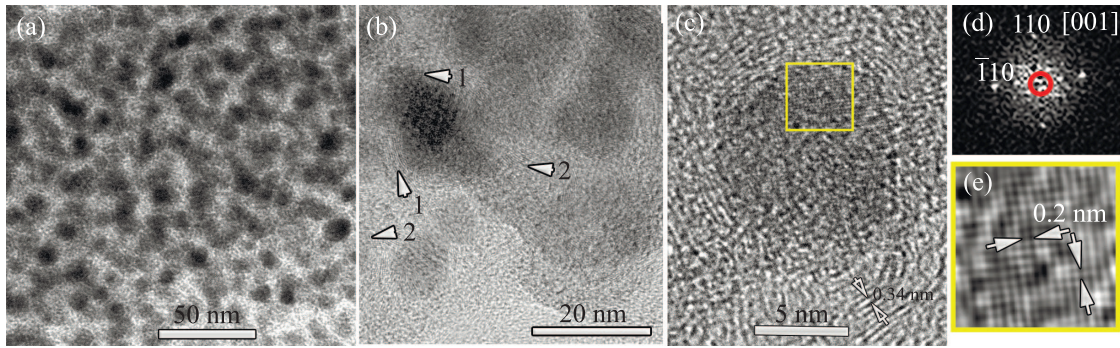


Рис. 4. (Цветной онлайн) Изображение наночастиц Fe, полученных при ВДВТ обработке ферроцена: (a) – светлорольное ПЭМ изображение; (b) – ВР ПЭМ изображение наночастиц. Стрелками с цифрами обозначены углеродные волокна, ассоциированные с наночастицами Fe (1) и располагающимися отдельно от наночастиц (2); (c) – ВРПЭМ изображение отдельной наночастицы. Квадратом выделена область анализа кристаллической решетки наночастицы. (d) – Двумерный спектр Фурье от выделенной на рис. 4с области. Спектр совпадает с электрограммой от ОЦК-Fe в проекции [001]; (e) – ВР ПЭМ изображение участка кристаллической решетки наночастицы после фильтрации

**Таблица 1.** Параметры сверхтонкого взаимодействия для различных компонент, полученные в результате модельной обработки экспериментальных мёссбауэровских спектров.  $\delta$  – изомерный сдвиг,  $\Delta$  – квадрупольное расщепление в дублетах,  $\varepsilon$  – квадрупольный сдвиг в секстетах,  $H_{hf}$  – сверхтонкое магнитное поле на ядрах  $^{57}\text{Fe}$

	Компонента	$\delta$ , мм/с	$\Delta$ , мм/с	$\varepsilon$ , мм/с	$H_{hf}$ , Тл
10.1 ГПа	$\text{Fe}_7\text{C}_3$ (1)	0.21 (2)	–	–0.03 (2)	17.84 (15)
	$\text{Fe}_7\text{C}_3$ (2)	0.18 (1)	–	0.08 (1)	14.19 (10)
	$\text{Fe}_7\text{C}_3$ (3)	0.28 (2)	–	–0.19(5)	19.46 (50)
	$\alpha\text{-Fe}$	0.09 (4)	–	0.33 (4)	28.40 (16)
	$\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$	0.35 (1)	2.20 (1)	–	–
	$(\text{MgFe})_{1-x}\text{O}$	0.71 (2)	0.73 (20)	–	–
1 атм	$\text{Fe}_7\text{C}_3$ (1)	0.23 (1)	–	–0.02 (1)	20.31 (6)
	$\text{Fe}_7\text{C}_3$ (2)	0.19 (1)	–	0.12 (1)	16.22 (3)
	$\text{Fe}_7\text{C}_3$ (3)	0.30 (2)	–	–0.18 (2)	22.53 (14)
	$\alpha\text{-Fe}$	0.05 (2)	–	–0.05 (2)	32.62 (8)
	$\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$	0.43 (1)	2.36 (1)	–	–
	$(\text{MgFe})_{1-x}\text{O}$	0.80 (1)	0.76 (16)	–	–

Для анализа экспериментальных спектров использовалась модель, состоящая из нескольких парциальных компонент, соответствующих магнитоупорядоченным и парамагнитным состояниям атомов железа. Полученные в результате модельной обработки параметры сверхтонкого взаимодействия для этих компонент представлены в табл. 1.

Мёссбауэровские спектры образца при давлении 10.1 ГПа и при атмосферном давлении могут быть описаны одинаковым набором парциальных компонент. При атмосферном давлении, три магнитных секстета с параметрами изомерного сдвига  $\delta$  в диапазоне 0.18–0.30 мм/с и сверхтонкими магнитными полями  $H_{hf} = 16.0$ –22.5 Тл соответствуют фазе карбида железа  $\text{Fe}_7\text{C}_3$ . Параметры малоинтенсивного секстета  $\delta = 0.05$  мм/с,  $\varepsilon = -0.05$  мм/с и  $H_{hf} = 32.62$  Тл соответствуют фазе железа  $\alpha\text{-Fe}$ .

Анализ параметров парамагнитных компонент показывает, что один из дублетов связан с ионами железа в фазе ферроцена, его параметры  $\delta = 0.43$  мм/с и  $\Delta = 2.36$  мм/с. Второй дублет, со сверхтонкими параметрами  $\delta = 0.80$  мм/с и  $\Delta = 0.76$  мм/с характерен для атомов железа  $\text{Fe}^{2+}$  в фазе вюститита  $\text{Fe}_{1-x}\text{O}$  [21]. Необходимо отметить большую ширину резонансных линий этого дублета ( $\approx 1.6$  мм/с). Учитывая, что по результатам рентгеновского анализа в образце обнаружены фазы MgO и FeO, можно предположить, что второй дублет соответствует смеси твердых растворов  $(\text{MgFe})_{1-x}\text{O}$  различного состава. Наличие этих фаз в образце вероятно объясняется тем, что в процессе тепловой обработки в структуру MgO (термоизолирующий слой в КВД) могут встраиваться ионы железа  $\text{Fe}^{2+}$  [22].

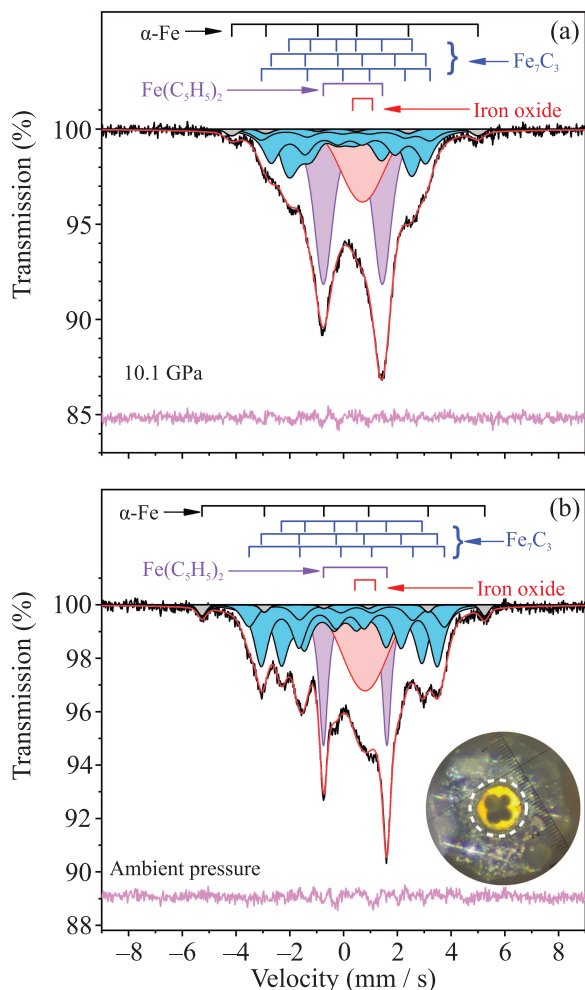


Рис. 5. (Цветной онлайн) Мёссбауэровские спектры образца при давлении 10.1 ГПа после лазерного воздействия (а), а также после разгрузки и открытия КВД при атмосферном давлении (б). На вставке показана микрофотография образца (выделен пунктирной линией) в отверстии гаскеты

**4. Результаты и их обсуждение.** По результатам комплексного анализа установлено, что при давлении 10 ГПа в условиях лазерного нагрева до 2200 К твердофазными продуктами превращения ферроцена являются наночастицы кристаллических фаз карбида железа  $Fe_7C_3$  и железа  $\alpha$ -Fe, инкапсулированные в углеродные оболочки и диспергированные в углеродной матрице. Углеродная оболочка и матрица состоит из аморфного и графитоподобного углерода. В ней встречаются фрагменты двух- и трехмерно упорядоченных углеродных слоев. Также, в малой концентрации присутствует смесь оксидов железа и магния.

Обращает на себя внимание некоторое различие в фазовом составе образца, определенное по результатам рентгеновских, электронно-микроскопических

и мёссбауэровских исследований. Это связано с тем, что рентгеновский анализ и электронная микроскопия проводились (локально) на отдельных микрочастицах образца, извлеченных из КВД. Метод мёссбауэровской спектроскопии позволил получить данные со всего вещества в отверстии гаскеты.

Обнаруженные фазы являются продуктами конденсации и “вторичного” структурного упорядочения компонентов из “маточной” среды, в качестве которой выступают продукты разложения ферроцена. В образце, полученном в настоящей работе при давлении 10 ГПа и температуре 2200 К, одновременно присутствуют наночастицы железа и карбида железа. Сосуществование этих фаз не наблюдалось в работах по термической обработке ферроцена при 8 ГПа в области температур до 1870 К, а также при фотоллизе ферроцена при температурах  $\sim 2100$ –3000 К [11, 23, 24].

Одновременное присутствие фаз железа и карбида железа можно объяснить из следующих соображений. Известно, что термоиндуцируемая фрагментация молекул ферроцена начинается с разрыва связей C-H, затем – C-C, и в последнюю очередь – Fe-C [24]. Появление частиц железа можно объяснить разрывом всех связей в молекуле ферроцена. В этом случае в “маточной” среде присутствуют химически не связанные атомы железа, конденсация которых и приводит к образованию наночастиц  $\alpha$ -Fe. В свою очередь, образование карбидов железа указывает на присутствие в “маточной” среде кластеров Fe-C. Поэтому, можно предположить существование в КВД двух типов реакционных зон, отличающихся составом “маточной” среды. Предположительный вариант расположения этих зон показан на рис. 6.

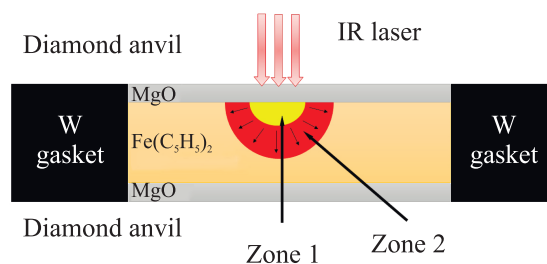


Рис. 6. (Цветной онлайн) Схема лазерного нагрева ферроцена  $Fe(C_5H_5)_2$  в КВД. Диаметр сфокусированного лазерного пятна составлял 25–30 мкм

На рисунке 6 желтым и красным цветом схематически показаны верхняя (приповерхностная) и нижняя зоны нагрева образца.

Верхняя зона относится к области повышенных температур, в которой происходит термо-, а, возможно, и фото-индуцируемый разрыв связей Fe-C.

В этом случае, как описано выше, в “маточной” среде присутствуют химически несвязанные атомы железа. Конденсация этих атомов приводит к образованию наночастиц  $\alpha$ -Fe.

Нижняя зона характеризуется более низкими температурами, при которых фрагментация ферроцена не сопровождается полным разрывом связей Fe-C. Конденсация металлсодержащих компонентов “маточной” среды в этом случае приводит к образованию карбида  $Fe_7C_3$ .

Таким образом, различие в фазовом составе продуктов разложения ферроцена при 2200 К и давлении 10 ГПа, по сравнению с описанным в работах [11, 23, 24], связано с различием составов “маточной” среды в этих экспериментах.

Отметим, что в отличие от результатов исследования двухкомпонентной системы Fe-C [25] при схожих давлениях и температурах, в нашем образце не было обнаружено фазы алмаза. Данный факт может быть объяснен специфическими особенностями образования алмаза в двух (Fe-C)- и трех (Fe-C-H)-компонентной ростовых системах. Проведенные нами предварительные эксперименты указывают, что образование алмаза при разложении ферроцена происходит при более высоких давлениях.

**Закключение.** В камере высокого давления с алмазными наковальнями при давлении 10 ГПа проведена серия экспериментов по разложению ферроцена  $Fe(C_5H_5)_2$  в условиях лазерного нагрева до 2200 К. Выполнен расчет пространственного распределения температуры на образце при нагреве. Установлено, что основными компонентами продуктов превращения ферроцена при указанных условиях являются наночастицы кристаллических фаз карбида железа  $Fe_7C_3$  и железа  $\alpha$ -Fe. Эти наночастицы диспергированы в матрице из графитоподобного и аморфного углерода. Одновременное присутствие в образце наночастиц железа и карбида железа связано с наличием двух температурных зон в камере высокого давления, отличных по составу “маточной” среды.

Авторы благодарны к.ф.-м.н. В. В. Артемову и к.х.н. А. Г. Ивановой (Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники, НИЦ “Курчатовский институт”) за помощь в проведении работы.

Лазерный нагрев был выполнен на Уникальной научной установке “Лазерный нагрев в ячейках высокого давления” на базе Научно-технологического центра уникального приборостроения РАН [507563, <https://unu.ntsc.ru/>].

**Финансирование работы.** Работа в основном выполнена при поддержке Российского научного

фонда за счет гранта # 22-72-00060. Рентгенодифракционные исследования термоизолирующего слоя в камере высокого давления проведены в рамках выполнения государственного задания НИЦ “Курчатовский институт”.

**Конфликт интересов.** Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

1. I. Alieva, I. Kireev, A. Rakhmanina, A. Garanina, O. Strelkova, O. Zhironkina, V. Cherepaninets, V. Davydov, V. Khabashesku, V. Agafonov, and R. Uzbekov, *Nanosyst. Physics, Chem. Math.* **7**, 158 (2016).
2. V. A. Davydov, V. N. Agafonov, T. Plakhotnik, and V. N. Khabashesku, *Funct. Diam.* **3**, 2193212 (2023).
3. R. Bagramov, V. Filonenko, I. Zibrov, E. Skryleva, B. Kulnitskiy, V. Blank, and V. Khabashesku, *Materials (Basel)* **16**, 7063 (2023).
4. D. Paliwoda, M. Hanfland, and A. Katrusiak, *J. Phys. Chem. C* **123**, 25719 (2019).
5. D. Paliwoda, K. Kowalska, M. Hanfland, and A. Katrusiak, *J. Phys. Chem. Lett.* **4**, 4032 (2013).
6. A. V. Kuzmin, K. P. Meletov, and M. A. Faraonov, *J. Phys. Chem. C* **126**, 3688 (2022).
7. A. V. Kuzmin, K. P. Meletov, S. S. Khasanov, and M. A. Faraonov, *J. Phys. Chem. C* **125**, 16576 (2021).
8. P. Gain, R. Jana, and A. Datta, *J. Phys. Chem. A* **125**, 3362 (2021).
9. S. S. Starchikov, V. A. Zayakhanov, A. L. Vasiliev, I. S. Lyubutin, A. O. Baskakov, Y. A. Nikiforova, K. O. Funtov, M. V. Lyubutina, L. F. Kulikova, V. N. Agafonov, and V. A. Davydov, *Carbon N.Y.* **178**, 708 (2021).
10. S. S. Starchikov, V. A. Zayakhanov, I. S. Lyubutin, A. L. Vasiliev, M. V. Lyubutina, N. K. Chumakov, K. O. Funtov, L. F. Kulikova, V. N. Agafonov, and V. A. Davydov, *Appl. Surf. Sci.* **615**, 156269 (2023).
11. A. O. Baskakov, I. S. Lyubutin, S. S. Starchikov, V. A. Davydov, L. F. Kulikova, T. B. Egorova, and V. N. Agafonov, *Inorg. Chem.* **57**, 14895 (2018).
12. V. Davydov, A. Rakhmanina, H. Allouchi, C. Autret, P. Limelette, and V. Agafonov, *Fullerenes, Nanotub. Carbon Nanostructures* **20**, 451 (2012).
13. G. Wilkinson, *Org. Synth.* **36**, 31 (1956).
14. T. Kimura, H. Ohfuji, M. Nishi, and T. Irifune, *Nat. Commun.* **8**, 15735 (2017).
15. Y. Akahama and H. Kawamura, *J. Appl. Phys.* **100**, 043516 (2006).
16. K. M. Bulatov, A. A. Bykov, M. I. Gaponov, P. V. Zinin, I. B. Kutuza, A. A. Machihin, and Y. V. Mantrova, *Физические основы приборостроения* **6**, 72 (2017).

17. P. V. Zinin, A. A. Bykov, A. S. Machikhin, I. A. Troyan, K. M. Bulatov, Y. V. Mantrova, V. I. Batshev, M. I. Gaponov, I. B. Kuzuza, S. V. Rashchenko, V. B. Prakaopenka, and S. K. Sharma, *High Press. Res.* **39**, 131 (2019).
18. K. M. Bulatov, P. V. Zinin, A. S. Machikhin, and I. B. Kuzuza, *Light Eng.* **30**, 79 (2022).
19. R. D. Svetogorov, P. V. Dorovatovskii, and V. A. Lazarenko, *Cryst. Res. Technol.* **55**, 1900184 (2020).
20. M. E. Matsnev and V. S. Rusakov, *AIP Conf. Proc.* **1489**, 178 (2012).
21. C. Wilkinson, P. D. Battle, D. A. O. Hope, A. K. Cheetham, and G. J. Long, *Inorg. Chem.* **23**, 3136 (1984).
22. V. G. Bhide and B. R. Tambe, *J. Mater. Sci.* **4**, 955 (1969).
23. K. Elihn, L. Landström, O. Alm, M. Boman, and P. Heszler, *J. Appl. Phys.* **101**, 034311 (2007).
24. K. Elihn and K. Larsson, *Thin Solid Films* **458**, 325 (2004).
25. O. T. Lord, M. J. Walter, R. Dasgupta, D. Walker, and S. M. Clark, *Earth Planet. Sci. Lett.* **284**, 157 (2009).