

## О редакторе тематического блока докторе физико-математических наук Владимире Михайловиче Каневском



- *Руководитель отделения Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники Института кристаллографии*
- *Head of the Institute of Crystallography of Kurchatov Crystallography and Photonic Complex*
- *Заместитель председателя секции «Космическое материаловедение» Совета РАН по космосу*
- *Deputy Chairman of the Space Materials Science Section of RAS Council on Space*
- *Заведующий отделом ростовых технологий ИК РАН*
- *Head of the Growth Technology Department of IC RAS*
- *Заведующий лабораторией тонких пленок и неорганических наноструктур ИК РАН*
- *Chief of the laboratory of the Thin Films and Inorganic Nanostructures Growth*
- *Член редколлегии журналов Кристаллография», «Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования» «Нанотехнологии»*
- *Member of the Editorial Boards of Russian scientific journals “Crystallography reports”, “Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques”, “Nanotechnologies”*
- *Член оргкомитетов Российского симпозиума по растровой электронной микроскопии, Национальной конференции «Рентгеновское, синхротронное излучения, нейтроны и электроны для исследования наносистем и материалов», Национальной конференции по росту кристаллов*
- *Vice-Chairman of the «Cosmic material science» section of the RAS space commission, and Member of the following organizing committees: Russian symposium on scanning electron microscopy, National conference “X-ray, synchrotron radiations, neutrons and electrons for nanosystems and materials investigation”, National conference on crystal growth*

### Государственные награды, звания и премии

- *медаль ордена «За заслуги перед Отечеством» II степени (2022)*
- *Премия Правительства Российской Федерации в области науки и техники (2014)*

### Honours and awards

- *Medal of the Order «For Merit to the Fatherland», 2nd class (2022)*
- *The Russian Federation Government Award in the Field of Science and Techniques (2014)*



туры. Примером может являться широко исследуемый сегодня кристаллический класс перовскита, который является универсальной платформой для создания новых материалов, проявляющих самые разные физические свойства. Другим примером являются синтетические полимеры, без которых сегодня невозможно обойтись человеку.

Современное материаловедение как платформа для прогнозирования и получения новых функциональных материалов требует формирования современных представлений о структуре материалов с привлечением самых последних разработок в области инструментальных методов наблюдения и измерения параметров структуры. Современное оборудование для рентгеновских методов исследования, оптической, сканирующей, трансмиссионной, атомно-силовой микроскопии, дополненное спектроскопическими методиками по аналитическим возможностям, чувствительности и производительности позволяет проводить структурную диагностику микроструктур и наноматериалов. Более того, современные технические средства обеспечивают проведение лабораторных исследований структуры материалов, которые ранее считались возможными только на синхротронном излучении в международных центрах коллективного пользования.

Центр коллективного пользования «Структурная диагностика материалов» был создан в Институте кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН (в настоящее время – КККиФ НИЦ «Курчатовский институт») в 2002 г. Центр оснащен большим количеством современного рентгеновского, электронно-микроскопического, оптического и другого измерительного оборудования на котором можно проводить исследование структуры, состава и свойств широкого круга материалов: органические и неорганические кристаллы, пленки, многослойные, композитные, наноструктурированные материалы, биоактивные вещества, биомакромолекулы, белки, ассоциаты, вирусы и их компоненты. Огромное внимание в деятельности ЦКП уделяется метрологическому обеспечению оборудования.

В научных проектах, осуществляемых в рамках названной темы, продемонстрированы результаты применения структурной диагностики при идентификации структурных особенностей материалов и исследована взаимосвязь структуры с функциональными свойствами материалов. По результатам исследований в тематическом блоке настоящего выпуска представлены авторские статьи.

В статье И.С. Любутина с соавторами «Разработка технологии синтеза, выращивание и характеристика высокосовершенных монокристаллов на основе боратов железа для применения в качестве монохроматоров в синхротронных технологиях нового поколения» приведены результаты работы по синтезу и экспериментальным исследованиям монокристаллов на основе бората железа  $\text{FeBO}_3$ . Эти кристаллы применяются в качестве уникальных монохроматоров синхротронного излучения на установках «мегасайенс» нового поколения. В работе представлены наиболее яркие дости-

жения, полученные при выполнении работ по выращиванию и изучению свойств монокристаллов  $\text{FeBO}_3$ , а также обсуждаются новые направления и перспективы прикладного использования полученных результатов.

В статье А.А. Кулишова с соавторами «Особенности роста кристаллов линейных олигофенилов из пара» исследованы особенности образования и роста кристаллов линейных олигофенилов (от дифенила до *n*-сексифенила) в условиях парового физического транспорта. Для изучения процессов роста кристаллов были использованы два конструктивных варианта горизонтальных ростовых печей: однозонный с градиентным температурным полем (классический тип) и с двумя температурными зонами. Для исследуемых соединений определены условия для выращивания кристаллов в масштабе  $0.1 \div 1$  см. Установлено, что в условиях двузонного температурного поля при определенных значениях разности температур между горячей и холодной зонами удается получить более крупные кристаллы лучшего морфологического качества в сравнении с ростом в условиях однозонного градиентного температурного поля. Методами рентгеновской дифракции исследована кристаллическая структура выращенных монокристаллических пленок.

В статье Н.А. Архаровой с соавторами «Особенности нуклеации и роста монодисперсных наночастиц  $\text{NaYF}_4$ , полученных методом термолиза трифторацетатных прекурсоров» оптимизированы условия получения наночастиц  $\text{NaRF}_4$  (где R – редкоземельные элементы) с заданными структурными и размерными характеристиками путем варьирования технологических параметров в процессе термолиза трифторацетатных прекурсоров: температуры, длительности эксперимента и состава реакционной среды. Методом прямого отбора проб проведено исследование временных стадий роста частиц  $\text{NaRF}_4$  от этапа зародышеобразова-

ния до образования конечных нанокристаллов с помощью просвечивающей электронной микроскопии. Выявлены лимитирующие факторы процесса синтеза наночастиц как в кубической, так и гексагональной кристаллических фазах. Показана ключевая роль скорости нагрева реакционной смеси на начальной стадии синтеза на структурно-морфологические особенности образования нанообъектов. В статье обсуждаются вопросы фазовой трансформации наночастиц из метастабильной  $\alpha$ - в термодинамически стабильную  $\beta$ -фазу  $\text{NaRF}_4$  в процессе их синтеза указанным методом.

В статье А.В. Кошелева с соавторами «Подходы к массовому синтезу люминесцентных фторидных наноматериалов» приводятся результаты оптимизации методик массового синтеза фотолюминесцентных наночастиц  $\beta\text{-NaRF}_4$  ( $R = \text{Y, Er, Tm, Yb, Lu}$ ) в рамках технологических подходов «сверху–вниз» и «снизу–вверх». Отработаны технологические режимы высокоэнергетического помола поликристаллов  $\beta\text{-NaRF}_4$ , полученных направленной кристаллизацией расплава, для синтеза частиц в размерном диапазоне до 100 нм с массовым выходом до 2.5 г за один технологический процесс. Показано, что последующая процедура их термообработки в присутствии соответствующих трифторацетатных прекурсоров в среде высококипящих органических растворителей позволяет значительно повысить их фотолюминесцентные характеристики за счет пассивирования поверхности. Разработан и оптимизирован метод синтеза наночастиц  $\beta\text{-NaRF}_4$  за счет гетерогенной кристаллизации на ультрамелких затравочных кристаллах, позволяющий стабилизировать процесс роста, определяемый полиморфизмом данного класса соединений. Продемонстрирована эффективность данного метода для массового синтеза НЧ  $\beta\text{-NaRF}_4$  на основе «тяжелых» лантаноидов (до 50 г) со структурой «затравка@ядро@оболочка» в широком

размерном диапазоне с контролируемыми морфологическими и структурными характеристиками.

В статье И.С. Волчкова с соавторами «Взаимосвязь гранулометрического состава порошка алюминия со структурно-фазовым составом и свойствами покрытия  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{—AlN}$ , формируемого при воздействии электродуговой азотной плазмы» изучена взаимосвязь гранулометрического состава порошка алюминия со структурно-фазовым составом и свойствами покрытия  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{—AlN}$ , формируемого при воздействии электродуговой плазмы. Использовались порошки алюминия двух типов: микропорошок с размером частиц ~20–120 мкм и нанопорошок с размером частиц ~40–100 нм. Обнаружено, что покрытия, полученные из микропорошка алюминия, представляют собой агломераты чистого Al с вкраплениями кластеров AlN и  $\text{Al}_5\text{O}_6\text{N}$ . Покрытия, полученные из нанопорошка Al, содержат в своей основе  $\text{Al}_2\text{O}_3$  с вкраплениями агломератов AlN,  $\text{Al}_5\text{O}_6\text{N}$ , а также заметна доля непрореагировавшего алюминия. Морфология поверхности образцов отличается неоднородностью и пористостью. В процессе измерения микротвердости методом наноиндентирования была обнаружена корреляция с локальным фазовым составом поверхности. Наибольшей микротвердостью обладали фазы  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и AlN порядка  $9.097 \pm 0.324$  ГПа и  $17.800 \pm 0.674$  ГПа соответственно. Полученные результаты демонстрируют перспективность нанесения покрытий  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{—AlN}$  с использованием низкотемпературной плазмы для повышения эксплуатационной стойкости стальных конструкций.

В статье П.В. Крикуновой с соавторами «Инкапсулирование рибофлавина в альгинатные микрочастицы» показано, что включение рибофлавина в полимерные частицы является перспективным направлением в области разработки форм его доставки пролонгированного действия. Полиморфные формы рибофлавина – тип В/С и тип Р – инкапсулированы в частицы альгината натрия. При включении в альгинатную матрицу рибофлавина образует сферические сростки кристаллов, обладающих флуоресцентными свойствами. Концентрация рибофлавина в частицах, загруженных типом Р, в три раза выше, чем в частицах с рибофлавином В/С. Исследование высвобождения вещества показало пролонгированный характер релиза для частиц, загруженных рибофлавином типа Р.

В статье А.Е. Суханова с соавторами «Плоскопараллельные ячейки микрообъема для исследования структуры растворов биоорганических сильно поглощающих и слабо рассеивающих объектов на станции «БиоМУР» Курчатовского источника синхротронного излучения» разработаны и созданы ячейки микрообъема для исследования структуры растворов методом МУРР с использованием синхротронного излучения. Ячейки апробированы на станции «БиоМУР» Курчатовского источника синхротронного излучения. Проведен сравнительный анализ двумерных картин малоуглового рассеяния от стандартного капилляра и от разработанных ячеек, показавший существенное улучшение качества экспериментальных данных МУРР без необходимости усложне-



rials' structural features are demonstrated, and the relationship between structure and functional properties of the materials are studied. Authors' articles on the results of the research are presented in the thematic block of this issue.

In the article of I.S. Lubutin *et al.* "Synthesis Technology Development, Growth and Characterization of Highly Perfect Single Crystals Based on Iron Borates for Use as Monochromators in New Generation Synchrotron Technologies", the studies of synthesis and experimental research of monocrystals based on iron borate  $\text{FeBO}_3$  were carried out. These crystals are used as unique monochromators of synchrotron radiation on new generation MegaScience experimental units. In this paper, the most remarkable achievements obtained in the process of  $\text{FeBO}_3$  monocrystals growth and study of the properties are presented, as well as the discussion of new directions and prospects of practical applications of the obtained results.

In the article of A.A. Kulishov *et al.* "Features of Linear Oligophenyls Growth from Vapor", the features of formation and growth of linear oligophenyls (from diphenyl to *n*-sexyphe-nyl) in the conditions of physical vapor deposition. To study the processes of crystal growth, two constructional types of horizontal growth furnaces were used: single-zone furnace with temperature field gradient (classical type) and a furnace with two temperature zones. For the studied compounds, the conditions required to grow crystals in the scale range of 0.1÷1 cm were determined. It was established that in the conditions of two-zoned temperature field with certain temperature difference between hot and cold zones, it is possible to obtain larger crystals with better morphological quality, compared to the single-zone gradient temperature field. The crystal structure of obtained monocrystalline films was studied by X-ray diffraction methods.

In the article of N.A. Arkharova *et al.*, "Features of The Nucleation and Growth of Monodisperse Nanoparticles

$\text{NaYF}_4$  Obtained by the Method of Trifluoroacetate Precursors Thermolysis" the conditions of obtaining  $\text{NaRF}_4$  (R – rare earth elements) nanoparticles with specified structural and dimensional characteristics were optimized by changing technological parameters in the thermolysis process of trifluoroacetate precursors: temperature, experiment duration and the composition of the reaction medium. By the direct sampling method, a study of  $\text{NaRF}_4$  particles growth time stages from the nucleation to the formation of the final nanocrystals was performed by transmission electron microscopy. The limiting factors of the synthesis process of nanoparticles in both cubic and hexagonal crystallographic phases were identified. The key role of the influence of the heating rate of reaction medium during the initial synthesis stage on the structural and morphological features of the formation of nanoobjects is shown. The questions on the nanoparticles phase transformations from  $\text{NaRF}_4$  metastable  $\alpha$ -phase to the thermodynamically stable  $\beta$ -phase during the synthesis are discussed in the paper.

In the article of A.V. Koshelev *et al.*, "Approaches to the Mass Synthesis of Luminescent Fluoride Nanomaterials", the results of optimization of mass synthesis of photoluminescent  $\beta$ - $\text{NaRF}_4$  (R = Y, Er, Tm, Yb, Lu) nanoparticles methods are presented within the framework of "top-down" and "bottom-up" technological approaches. Technological conditions have been worked out for high-energy milling of  $\beta$ - $\text{NaRF}_4$  polycrystals obtained by the directional crystallization of melt for the synthesis of particles in the size range up to 100 nm and the mass yield up to 2.5 g per one technological process. It has been shown that the subsequent procedure of heat treatment of the samples in the presence of corresponding trifluoroacetate precursors in the environment of the high-boiling organic solvents allows to enhance the photoluminescent properties of particles due to the surface passivation. The method of  $\beta$ - $\text{NaRF}_4$  nanoparticle synthesis by heterogeneous crystallization on ultrafine seed crystals, stabilizing the growth process defined by polymorphism of the compounds type, has been developed and optimized. The efficiency of such method has been shown for mass synthesis of "heavy lanthanides"-based  $\beta$ - $\text{NaRF}_4$  nanoparticles (up to 50 g) with a structure of "seed@core@shell" in a wide range of sizes with controlled morphological and structural characteristics.

In the article of I.S. Volchkov *et al.*, "The Relationship between the Particle Size Distribution of Aluminium Powder and Structural-Phase Composition and Properties of the  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN Coating Formed under the Influence of Electric Arc Nitrogen Plasma", the relationship between granulometric composition of aluminium powder and structural and phase composition and properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN coating formed under the influence of electric arc nitrogen plasma has been studied. Two types of Al powder were used: micro-powder with a particle size of ~20–120  $\mu\text{m}$  and nano-powder with a particle size of ~40–100 nm. It was found that the coatings obtained from Al micro-powder are agglomerates of pure Al with inclusions of AlN and  $\text{Al}_5\text{O}_6\text{N}$  clusters. Coatings obtained from Al nano-powders are based on  $\text{Al}_2\text{O}_3$  with inclusions of AlN and  $\text{Al}_5\text{O}_6\text{N}$  clusters, as well as a

