

НЕОРГАНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ
И НАНОМАТЕРИАЛЫ

УДК 546.261:28+546.832:27

ВОЗДЕЙСТВИЕ СВЕРХЗВУКОВОГО ПОТОКА АЗОТА
НА КЕРАМИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ Ta_4HfC_5-SiC

© 2023 г. Е. П. Симоненко^{а, *}, Н. П. Симоненко^а, А. Ф. Колесников^б, А. В. Чаплыгин^б,
Е. К. Папынов^с, О. О. Шичалин^с, А. А. Белов^с, И. А. Нагорнов^а,
А. С. Мокрушин^а, Н. Т. Кузнецов^а

^аИнститут общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Ленинский пр-т, 31, Москва, 119991 Россия

^бИнститут проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, пр-т Вернадского, 101, корп. 1, Москва, 119526 Россия

^сДальневосточный федеральный университет, п. Аякс, 10, о. Русский, Владивосток, 690922 Россия

*e-mail: ep_simonenko@mail.ru

Поступила в редакцию 02.12.2022 г.

После доработки 23.12.2022 г.

Принята к публикации 25.12.2022 г.

Изучено поведение керамического материала Ta_4HfC_5-30 об. % SiC под воздействием сверхзвукового потока диссоциированного азота, что необходимо для оценки перспектив применения подобных материалов в бескислородных газовых средах при температурах $>1800^\circ C$. Установлено, что в результате нагрева поверхности до $\sim 2020^\circ C$ через несколько минут наблюдается уменьшение температуры до $\sim 1915^\circ C$ с последующим медленным снижением до $1881^\circ C$. Вероятно, это связано с протекающими на поверхности химическими процессами и формированием чрезвычайно шероховатой микроструктуры. Определена скорость уноса, показано, что ни при вводе образца в высокоэнтальпийную струю азота, ни при резком охлаждении (падение температуры на $\sim 880^\circ C$ за 9–10 с) не наблюдается растрескивания образца или отслоения приповерхностной области. Данные РФА и Раман-спектроскопии позволяют говорить о полном удалении из поверхностного слоя карбида кремния и преобразовании сложного карбида тантала-гафния в соответствующий нитрид.

Ключевые слова: сверхтугоплавкий карбид, TaC, HfC, SiC, высокоэнтальпийный поток азота, индукционный плазмотрон

DOI: 10.31857/S0044457X22602358, **EDN:** FNAJSC

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы вновь растет интерес к созданию керамических материалов на основе сверхтугоплавких карбидов, преимущественно монокарбидов (MC) элементов IV и VB-групп [1–7]. Вероятно, это связано с возможностью повысить трещиностойкость за счет образования так называемых “керамических высокоэнтальпийных сплавов” – твердых растворов изоструктурных монокарбидов металлов, число компонентов в которых должно быть $>4-5$ [8–16]. Тем не менее, высокая практическая значимость для использования в бескислородной среде наблюдается для менее многокомпонентной системы TaC–HfC [17–24], для которой свойственны рекордно высокие температуры плавления [25–28]. В связи с высокими температурами плавления MC (преимущественно в интервале $3000-4000^\circ C$ [29, 30]) и особенностями химической связи в структуре кубических карбидов для получения достаточно плотных образцов требуется использовать повышенные температуры консолидации

($2000-2200^\circ C$), что приводит к негативному явлению роста зерен формирующейся керамики. Данное обстоятельство ведет к разработке методов более низкотемпературной реакционной консолидации [22, 31], а также к использованию высокодисперсных спекающих или модифицирующих компонентов, например, нанокристаллического карбида кремния.

Помимо положительного влияния на протекание процесса консолидации [32, 33], введение SiC может способствовать улучшению механических свойств керамических материалов на основе карбидов тантала-гафния [34–38], а также в некоторой мере повысить стойкость такого рода материалов к окислению. Например, в исследовании [34] для материалов Ta_4HfC_5 показано, что введение в их состав 10 об. % SiC позволяет повысить относительную плотность с 98.8 до 99.6% при их изготовлении методом свободного спекания при температуре $2100^\circ C$. Модифицирование же 30 об. % карбида кремния позволяет в 2.2 раза повысить теплопроводность и на 21% – вязкость разруше-

ния. Для образцов состава Ta_4HfC_5 —27 об. % SiC, полученных методом реакционного спекания, отмечено увеличение на 45.9% трещиностойкости и на 23.5% прочности на изгиб [35].

Применение искрового плазменного спекания для изготовления столь тугоплавкой керамики имеет неоспоримые преимущества благодаря высоким скоростям нагрева и свойственному для данного метода механизму спекания [8, 39–42]. Сочетание подходов реакционного искрового плазменного спекания и введения в состав керамики Ta_4HfC_5 30 об. % нанокристаллического карбида кремния позволило в нашей предыдущей работе улучшить процесс консолидации материала и его стойкость к окислению в потоке воздуха в интервале температур 25–1400°C, а также под воздействием лазерного излучения в воздушной атмосфере [33]. Однако основное применение материалов на основе сверхтугоплавких карбидов металлов системы TaC—HfC предполагается под воздействием высоких температур (>1800–2000°C) в бескислородных газовых средах, включая высокоскоростные газовые потоки. В связи с этим крайне важной является разработка экспериментальных подходов моделирования поведения полученных материалов в результате нагрева сверхзвуковыми потоками условно химически нейтральных газов, например, в потоке частично диссоциированного азота. Особенно перспективными такие исследования выглядят в плане разработки материалов для авиакосмической техники, поскольку состав атмосферы на различных космических телах существенно отличается от атмосферы Земли, например, атмосфера Титана, являющегося спутником Сатурна, на 98.4% состоит из азота [43, 44].

Целью настоящей работы является изучение химических процессов, протекающих на поверхности керамического материала Ta_4HfC_5 —30 об. % SiC под воздействием сверхзвукового потока диссоциированного азота.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В работе использовали следующие реактивы: пентахлорид тантала $TaCl_5$ (99.99%, Ланхит, Россия), тетраэтоксисилан $Si(OC_2H_5)_4$ марки “ос. ч.” (ЭКОС-1, Россия), бакелитовый лак ЛБС-1 (Карболит, Россия), муравьиную кислоту CH_2O_2 (>99%, Спектр-Хим, Россия), 1-бутанол C_4H_9OH (>98%, Химмед, Россия), изоамиловый спирт $C_5H_{11}OH$ (>98%, ЭКОС-1, Россия).

Керамический материал Ta_4HfC_5 —30 об. % SiC получали с помощью реакционного искрового плазменного спекания композиционного порошка Ta_2O_5 —HfO₂—C—SiC, методики получения исходного порошка и керамических образцов подробно описаны в [33]. Контролируемый гидро-

лиз синтезированных прекурсоров ($Ta(OC_4H_9)_4$ и $[Hf(O_2C_3H_7)(OC_5H_{11})_3]$) осуществляли в присутствии в растворе диспергированного порошка SiC и полимерного источника углерода (фенолформальдегидная смола — бакелитовый лак). После гелеобразования, сушки и карбонизации ксерогеля (600°C, 2 ч, динамический вакуум) полученный высокодисперсный порошок Ta_2O_5 —HfO₂—C—SiC загружали в графитовые пресс-формы и направляли на искровое плазменное спекание (ступенчатый нагрев, максимальная температура спекания 1800°C, время выдержки 5 мин, давление 20.7 МПа, динамический вакуум). Относительная плотность керамического материала Ta_4HfC_5 —30 об. % SiC составляла $73 \pm 1\%$.

Реакционное искровое плазменное спекание композиционного порошка проводили на установке SPS-515S фирмы Dr.Sinter-LABTM (Япония).

Рентгенограммы полученного керамического материала и его поверхности после воздействия сверхзвукового потока диссоциированного азота записывали на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Advance (излучение CuK_{α} , разрешение 0.02° при накоплении сигнала в точке в течение 0.3 с). Рентгенофазовый анализ (РФА) выполняли с применением программы MATCH! — Phase Identification from Powder Diffraction, Version 3.8.0.137 (Crystal Impact, Germany), база данных Crystallography Open Database (COD).

Раман-спектры регистрировали на спектрометре комбинационного рассеяния SOL Instruments Confotec NR500 (объектив 40×/0.75, лазер 532 нм). Во избежание окислительных процессов мощность на образцах не превышала 2 мВт.

Исследование поведения керамики при воздействии на нее высокоэнтальпийного сверхзвукового потока азота выполняли на 100-киловаттном высокочастотном индукционном плазмотроне ВГУ-4. Для этого применяли водоохлаждаемое коническое сопло с диаметром выходного сечения 50 мм; расстояние от выходного сечения сопла до образца составляло 30 мм, массовый расход азота — 3.6 г/с. Давление в камере находилось в интервале 8.5 – 8.8×10^2 Па. Образец, представляющий собой цилиндр диаметром 15 мм и толщиной 2.6 мм, закрепляли в водоохлаждаемой модели, геометрия которой подробно описана в работах [45–48]. Образцы устанавливали на трении в гнезде водоохлаждаемого калориметра, зазор заполняли гибкой теплоизоляцией на основе SiC и углеволокна с целью минимизации тепловых потерь.

Измерение усредненной температуры поверхности нагретого образца в его центральной области (диаметр области визирования ~5 мм) проводили с применением инфракрасного пирометра Mikron M770S в режиме пирометра спектрального отношения (температурный интервал 1000–

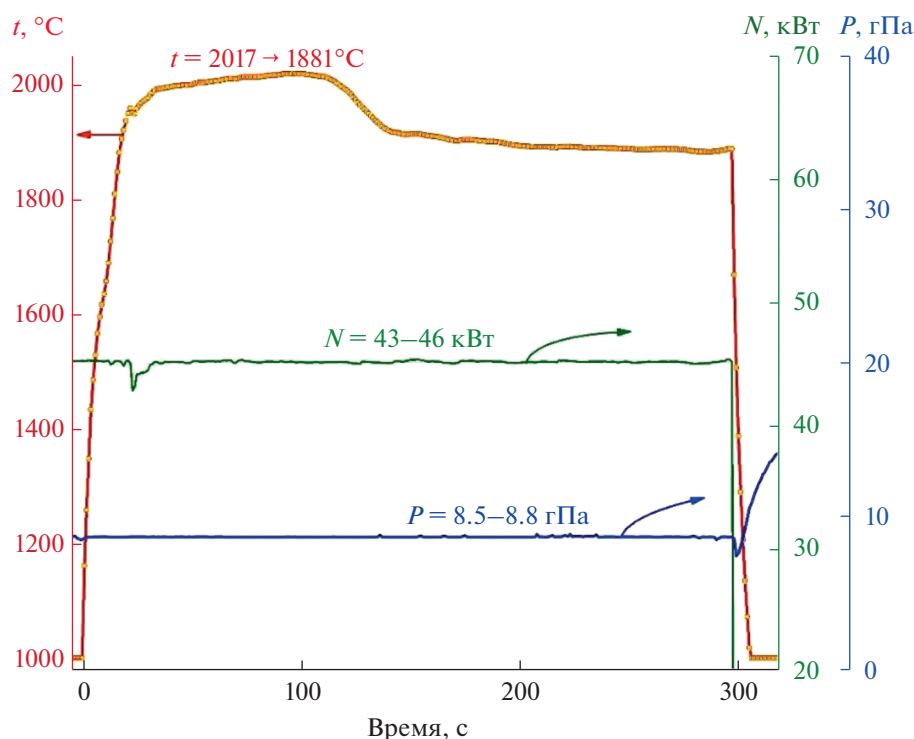


Рис. 1. Изменение средней температуры поверхности образца (t) в ходе термохимического воздействия при фиксированных мощности анодного питания (N) и давлении (P) в барокамере плазмотрона.

3000°C). Точность измерений пирометра в этом диапазоне температур составляла $\pm 15^\circ\text{C}$. Изучение распределения температур по поверхности образца в ходе воздействия на него высокоэнтальпийных струй азота проводили с использованием термовизора Тандем VS-415U. Запись термоизображений выполняли при установленном значении спектрального коэффициента излучения ϵ_λ (на длине волны 0.9 мкм), равном 1, поскольку в ходе воздействия предполагали изменение ϵ_λ . Коррекция к реальным значениям средних температур центральной области, определенная с использованием пирометра спектрального отношения, позволила оценить значения спектрального коэффициента излучения и его изменение в ходе воздействия. Методика определения теплового потока к лицевой поверхности образца подробно описана в [46].

Исследование особенностей микроструктуры поверхности полученных материалов до и после воздействия сверхзвукового потока диссоциированного азота осуществляли методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на трехлучевой рабочей станции NVision 40 Carl Zeiss с ускоряющим напряжением 1 и 20 кВ.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Закрепленный в водоохлаждаемой модели керамический образец вводили в высокоэнтальпийную струю при мощности анодного питания плазмотрона (N) 45 кВт и далее выдерживали при фиксированных условиях в течение 5 мин (300 с). На рис. 1 показано изменение средней температуры поверхности образца (по данным пирометра спектрального отношения) в ходе воздействия сверхзвуковой струи диссоциированного азота. Видно, что на начальном этапе нагрева (>35 – 38 с) отмечается установление температуры порядка 1990–2017°C (с небольшой тенденцией к росту), в то время как во временном интервале 100–143 с происходит достаточно резкое уменьшение температуры на 100 град до $\sim 1915^\circ\text{C}$ с последующим медленным снижением до 1881°C (на 300 с воздействия).

Изучение распределения температуры по поверхности керамического образца (рис. 2) с использованием термовизора показало, что на первых секундах воздействия отмечается большое различие данного параметра в центре и в периферических регионах. Так, на 14 с после введения образца в струю диссоциированного азота перепад температур достигает $\sim 350^\circ\text{C}$. Однако уже на 22–23 с происходит некоторое выравнивание температурного поля: разница температур между

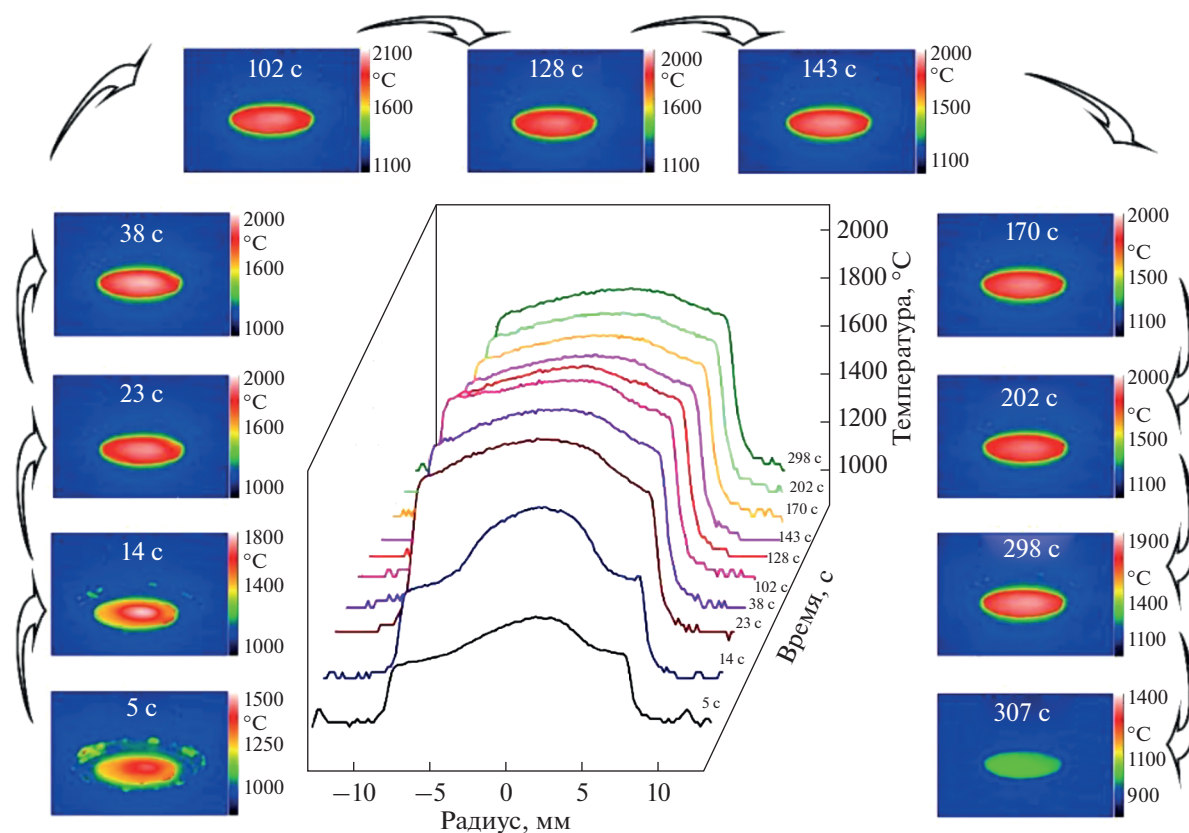


Рис. 2. Распределение температуры вдоль диаметра образца и соответствующие тепловые изображения в различные моменты воздействия.

центром и краями образца не превышает 220°C , а на 300 с данный параметр снижается до 145°C .

Сопоставление данных по средним температурам в центральной части образца, полученных с применением ИК-пирометра спектрального отношения и термовизора, позволило оценить изменение спектрального коэффициента излучения в ходе воздействия. Установлено, что в начале воздействия (ориентировочно до 100–120 с) значение данного параметра находится в интервале 0.75–0.83, а далее наблюдается рост ϵ_{λ} выше 0.9. Вероятно, это связано с протекающими на поверхности химическими процессами и абляцией.

Тепловой поток к поверхности образца, измеренный с помощью калориметра [47], в момент выключения установки (300 с) составляет 172 Вт/см^2 , а интегральный коэффициент излучения, полученный из сопоставления данных пирометра полного излучения “Кельвин” и пирометра спектрального отношения Mikron M770S, равен $\epsilon_t = 0.72$. Тепловой поток к поверхности образца в момент достижения максимальной температуры 2017°C (106 с) составляет 168 Вт/см^2 , при этом интегральный коэффициент излучения равен $\epsilon_t = 0.52$. Таким образом, тепловой поток к поверх-

ности образца при постоянной мощности ВЧ-генератора плазмотрона также практически постоянный для характерных точек эксперимента. Аналогично спектральному коэффициенту излучения отмечается тенденция к росту интегрального коэффициента излучения поверхности в ходе воздействия высокоэнтальпийного потока азота.

После завершения процесса нагрева при натекании в барокамеру воздуха происходит охлаждение образца: снижение средней температуры поверхности с 1881 до значения $<1000^{\circ}\text{C}$ происходит в течение 9–10 с. Потеря массы образца в результате воздействия на него сверхзвукового потока диссоциированного азота составляет $\sim 1\%$, соответствующая скорость уноса — $3.7 \times 10^{-3} \text{ г см}^{-2} \text{ мин}^{-1}$.

Рентгенофазовый анализ поверхности образца после термохимического воздействия на нее показал (рис. 3), что в результате эксперимента происходит значительное изменение химического и фазового состава. В частности, отсутствуют рефлексы исходных фаз сложного карбида тантала-гафния состава Ta_4HfC_5 [20, 49, 50] и карбида кремния [51]. Основной фазой на поверхности керамики Ta_4HfC_5 –30 об. % SiC является нитрид тантала-гафния (на основе высокотемпературной гексагональной фазы TaN [52]). Полнопрофиль-

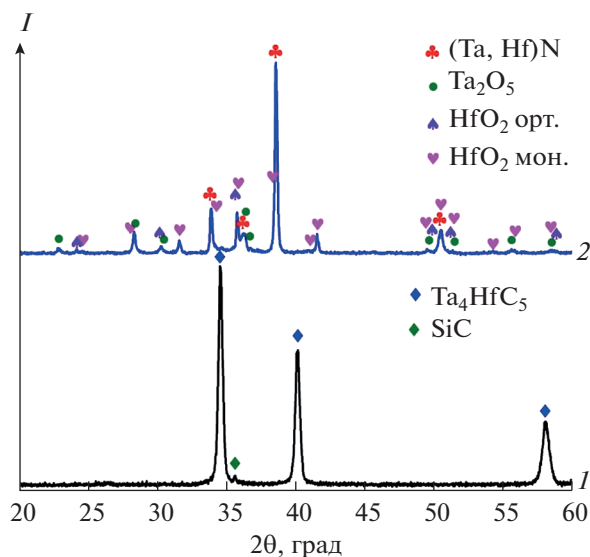


Рис. 3. Рентгенограммы поверхности исходного образца состава Ta₄HfC₅–30 об. % SiC (1) и после воздействия на него потока диссоциированного азота (2).

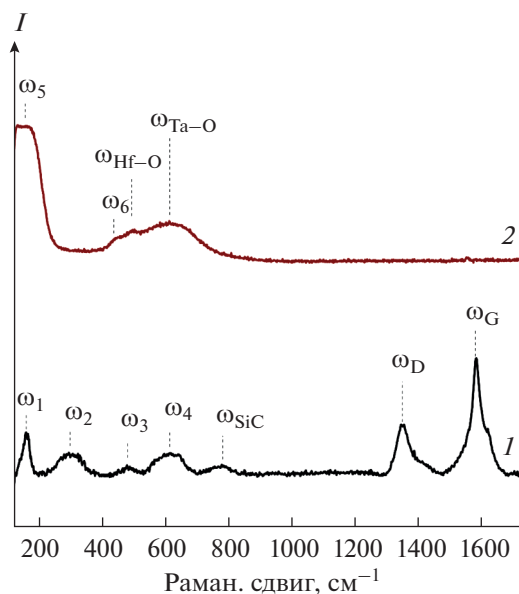


Рис. 4. Раман-спектры поверхности исходного образца Ta₄HfC₅–30 об. % SiC (1) и после воздействия на него сверхзвукового потока диссоциированного азота (2).

ным методом Ритвельда с применением программного обеспечения TOPAS рассчитаны значения параметров кристаллической решетки TaN на базе пр. гр. симметрии $R\bar{3}m$ гексагональной сингонии. Значения составили: $a = 3.0523$ и $c = 4.9523$ Å, что несколько отличается от справочных величин ($a = 3.0500$ и $c = 4.9400$ Å). Следует отметить, что расчетное значение параметра a отличается незначительно, в то время как параметр c гораздо больше приведенного в литературе. Данный факт может быть связан с частичной заменой атомов тантала в кристаллической решетке TaN атомами гафния и формированием дефектной структуры по оси c , что подтверждается смещением самого интенсивного рефлекса к рефлексу (200) кубической фазы HfN ($\sim 39^\circ$). Рефлексов кубических фаз HfN [53], Hf₃N₄ [54] и сложного нитрида TaHfN₂ [55] на рентгенограмме не найдено. Помимо гексагонального (Ta, Hf)N после воздействия на образец потока диссоциированного азота при температуре ~ 1880 – 2020°C на поверхности присутствуют примеси оксидов тантала(V) [56] и гафния, причем для HfO₂ характерно одновременное присутствие двух кристаллических модификаций – моноклинной [57] и орторомбической [58]. Наличие на поверхности керамического материала Ta₂O₅ и HfO₂, вероятно, связано со взаимодействием не остывшего до конца материала с натекающим в барокамеру плазмотрона воздухом после завершения эксперимента.

Поскольку внешний вид поверхности образца после воздействия существенно меняется (бронзовый цвет изменился на бархатно-черный), для проверки гипотезы существования на поверхно-

сти аморфного углерода, образовавшегося при деструкции карбидов металлов, состав поверхностного слоя был изучен также с помощью Раман-спектроскопии (рис. 4). Исходный образец керамического материала Ta₄HfC₅–30 об. % SiC имеет характерные Раман-моды карбидов тантала и гафния ω₁–ω₄, максимумы которых находятся при ~ 162 , 305, 484 и 615 см⁻¹ соответственно, что хорошо согласуется с представленными в [59] данными по характерным наборам мод первого порядка для карбидов тантала и гафния. Дополнительно в Раман-спектрах присутствует мода ω_{SiC} (TO) при 783 см⁻¹, относящаяся к SiC, а также моды ω_D и ω_G при 1348 и 1583 см⁻¹, отвечающие различным формам углерода [60]. Полученные D- и G-моды могут относиться как к остаточному аморфному углероду, так и к углероду в составе карбидов кремния, гафния и тантала.

После воздействия на образец струи диссоциированного азота Раман-спектр поверхности претерпевает значительные изменения. Характерные для исходного спектра моды ω₁–ω₄, ω_{SiC}, ω_D и ω_G, соответствующие карбидам тантала-гафния, кремния и углероду, отсутствуют. Мода ω₁ для керамики Ta₄HfC₅–30 об. % SiC становится уширенной и трансформируется в моду ω₅ с размытым максимумом при 136–177 см⁻¹. Подобные изменения, вероятно, связаны с образованием нитрида тантала-гафния на поверхности образца, для которого характерны моды с максимумами, попадающими в этот диапазон, а также мода ω₆ при ~ 440 см⁻¹ [54, 61, 62]. Дополнительно

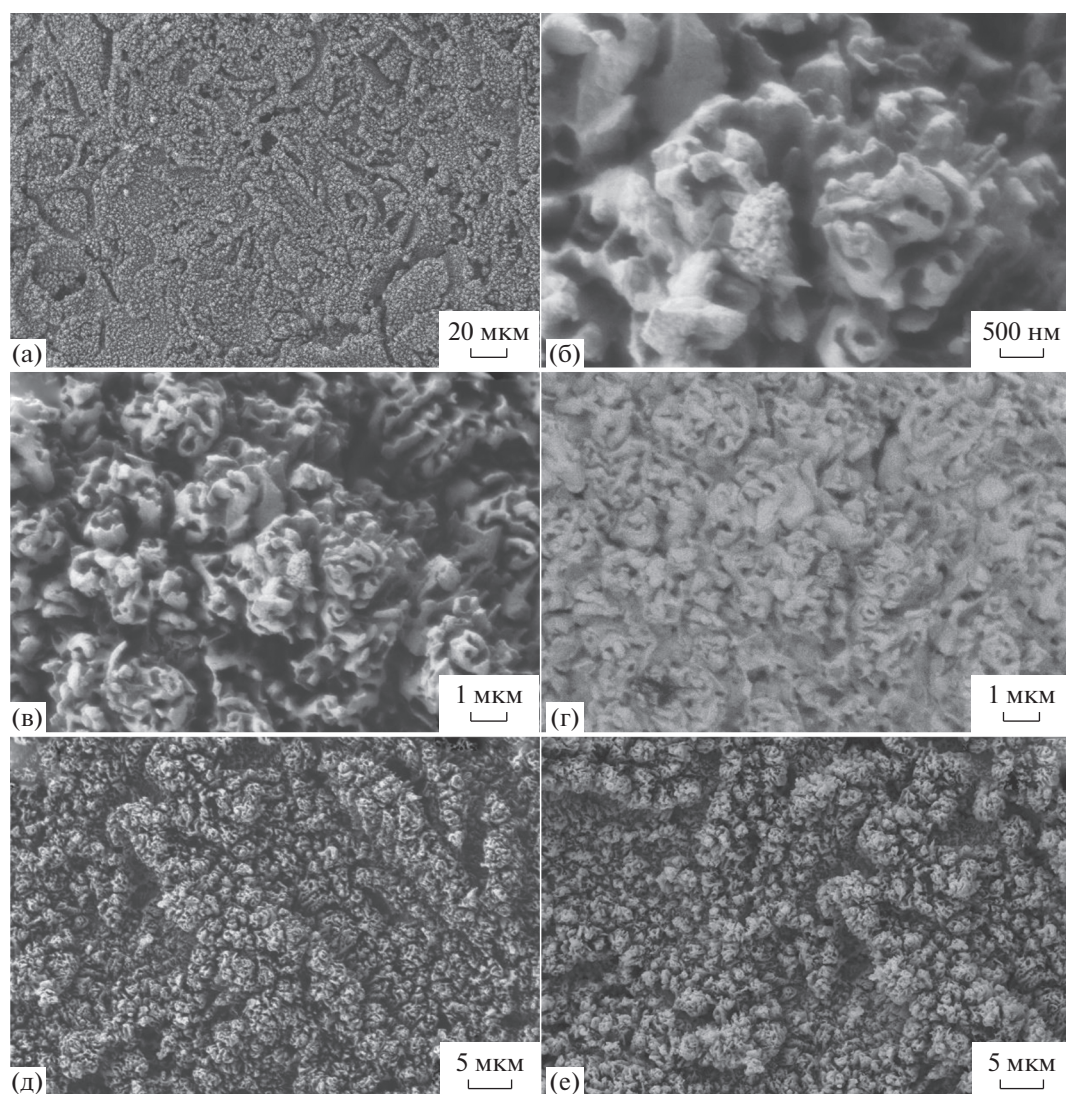


Рис. 5. Микроструктура поверхности керамического образца Ta_4HfC_5 –30 об. % SiC после воздействия на него потока диссоциированного азота по данным РЭМ: а–в, д, е – по данным детектора вторичных электронов, г – в режиме контраста по среднему атомному номеру; а–д – ускоряющее напряжение 1 кВ, е – 20 кВ.

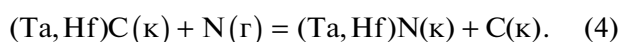
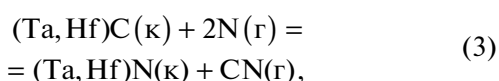
в спектре присутствуют моды $\omega_{\text{Hf-O}}$ и $\omega_{\text{Ta-O}}$ с максимумами при ~ 501 и 614 см^{-1} , относящиеся к моноклинному HfO_2 [63] и $\beta\text{-Ta}_2\text{O}_5$ [64]. Наличие большого уширенного гало в диапазоне $400\text{--}750 \text{ см}^{-1}$ может быть также связано с образованием нитрида тантала-гафния, для которого характерна уширенная оптическая полоса (O) в указанном диапазоне [61, 62]. Полное отсутствие в спектрах D- и G-мод углерода может свидетельствовать об отсутствии на поверхности аморфного углерода (как продукта взаимодействия карбидов металлов с атомарным азотом).

Исследование микроструктуры поверхности образца Ta_4HfC_5 –30 об. % SiC после воздействия на него сверхзвукового потока диссоциированного азота выполнено с применением растровой

электронной микроскопии (рис. 5). Видно, что поверхность претерпела существенные изменения: она полностью покрыта очень пористыми агрегатами, по структуре схожими с кораллами. Размер агрегата можно оценить в интервале 2–5 мкм, что касается пор, то их размер различается от 200–400 до 50–80 нм. Такое увеличение удельной площади поверхности по сравнению с исходным образцом, который при общей пористости $27 \pm 1\%$ состоит из плотных спеченных непористых зерен размером $< 1 \text{ мкм}$, может приводить к значимому изменению оптических свойств, включая и коэффициент излучения.

Резюмируя полученные данные, необходимо констатировать, что под воздействием высокоскоростного потока диссоциированного азота, хоть и с низкой скоростью, происходит деграда-

ция ультравысокотемпературного керамического материала, связанная не только с абляцией под воздействием плазмы, но и с протекающими химическими процессами. Наиболее вероятные реакции карбида кремния с атомарным азотом (уравнения (1), (2)) отвечают образованию газообразного кремнийсодержащего продукта SiN (присутствие на поверхности твердого Si₃N₄ не установлено ни с применением РФА, ни с помощью Раман-спектроскопии) и газообразного CN (уравнение (1)). При этом протекание реакции (2) с образованием в конденсированной фазе углерода экспериментально не доказано.



Взаимодействие сверхтугоплавкого карбида тантала-гафния с атомарным азотом, судя по данным РФА, также связано с формированием нитридной фазы в конденсированном состоянии (уравнения (3), (4)). При этом более вероятно протекание реакции с образованием газообразного циана (уравнение (3)), т. к. на поверхности использованными методами анализа не удалось установить присутствие углерода.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изучено поведение керамического материала на основе сверхтугоплавкого карбида тантала-гафния Ta₄HfC₅, модифицированного 30 об. % высокодисперсного карбида кремния, под воздействием сверхзвукового потока диссоциированного азота с помощью высокочастотного индукционного плазмотрона ВГУ-4. Показано, что на второй–третьей минуте воздействия происходит относительно быстрое (в течение 45 с) уменьшение средней температуры поверхности с 2017 до ~1915°С с последующим медленным снижением до 1881°С, что может быть связано с изменением химического состава поверхности.

Изучение фазового состава методами РФА и Раман-спектроскопии позволяет констатировать удаление карбида кремния из поверхностного слоя керамики Ta₄HfC₅–30 об. % SiC и превращение кубического сложного карбида тантала-гафния в гексагональную фазу нитрида (Ta, Hf)N благодаря воздействию химически активного атомарного азота при температуре ~1880–2020°С. Формирование в результате такого воздействия на поверхности образца высокопористого слоя продуктов реакции с кораллоподобной микроструктурой может также способствовать повыше-

нию спектральной и интегральной излучательной способности, что наблюдалось на третьей минуте эксперимента.

Выполненное исследование показало перспективность полученного керамического материала Ta₄HfC₅–30 об. % SiC для применения при температурах >1800°С в бескислородных газовых средах.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 20-03-00502). Эксперимент на ВЧ-плазмотроне ВГУ-4 частично поддержан государственным заданием Института проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН (грант № АААА-А20-120011690135-5, модифицирование измерительных систем плазмотрона). Изучение микроструктуры и фазового состава образцов выполнено с применением оборудования ЦКП ФМИ ИОНХ РАН, функционирующего при поддержке государственного задания ИОНХ РАН в области фундаментальных научных исследований.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *He R., Fang L., Han T. et al. // J. Eur. Ceram. Soc.* 2022. V. 42. № 13. P. 5220. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.06.039>
2. *Calzolari A., Oses C., Toher C. et al. // Nat. Commun.* 2022. V. 13. № 1. P. 5993. <https://doi.org/10.1038/s41467-022-33497-1>
3. *Esmaili M.M., Mahmoodi M., Mokhtarzade A. et al. // J. Mater. Eng. Perform.* 2022. V. 31. № 9. P. 7719. <https://doi.org/10.1007/s11665-022-06766-9>
4. *Kelly J.P., Vakharia V.S., Novitskaya E. et al. // Adv. Eng. Mater.* 2022. V. 24. № 8. P. 2200026. <https://doi.org/10.1002/adem.202200026>
5. *Geng X., Xu W., Huang X. et al. // J. Am. Ceram. Soc.* 2022. V. 105. № 7. P. 4942. <https://doi.org/10.1111/jace.18416>
6. *Savvatimskiy A.I., Onufriev S.V., Valyano G.V. et al. // Ceram. Int.* 2022. V. 48. № 14. P. 19655. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.03.102>
7. *Shcherbakov V.A., Gryadunov A.N., Semenchuk I.E. et al. // Int. J. Self-Propagating High-Temperature Synth.* 2022. V. 31. № 2. P. 57. <https://doi.org/10.3103/S1061386222020091>
8. *Jin X., Hou C., Zhao Y. et al. // Ceram. Int.* 2022. V. 48. № 23. P. 35445. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.08.147>
9. *Wang P., Xu Z., Qin B. et al. // Vacuum.* 2022. V. 205. P. 111464. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2022.111464>

10. Cheng Z., Lu W., Chen L. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2022. V. 42. № 13. P. 5280.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.05.068>
11. Zhao S. // J. Eur. Ceram. Soc. 2022. V. 42. № 13. P. 5290.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.05.046>
12. Li Z., Chen L., Chang F. et al. // Ceram. Int. 2022. V. 48. № 20. P. 30826.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.07.036>
13. Xia M., Lu N., Chen Y. et al. // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2022. V. 107. P. 105859.
<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2022.105859>
14. Mao H.-R., Dong E.-T., Jin S.-B. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2022. V. 42. № 10. P. 4053.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.03.054>
15. Schwind E.C., Reece M.J., Castle E. et al. // J. Am. Ceram. Soc. 2022. V. 105. № 6. P. 4426.
<https://doi.org/10.1111/jace.18400>
16. Guo W., Hu J., Ye Y. et al. // Ceram. Int. 2022. V. 48. № 9. P. 12790.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.01.149>
17. Wolfe D.E., Albert P.E., Ryan C.J. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2022. V. 42. № 2. P. 327.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.10.014>
18. Zou X., Ni D., Chen B. et al. // J. Am. Ceram. Soc. 2021. V. 104. № 12. P. 6601.
<https://doi.org/10.1111/jace.18007>
19. Zhang Y., Li S., Li N. et al. // J. Alloys Compd. 2021. V. 884. P. 161040.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.161040>
20. Simonenko E.P., Ignatov N.A., Simonenko N.P. et al. // Russ. J. Inorg. Chem. 2011. V. 56. № 11. P. 1681.
<https://doi.org/10.1134/S0036023611110258>
21. Simonenko E.P., Simonenko N.P., Petrichko M.I. et al. // Russ. J. Inorg. Chem. 2019. V. 64. № 11. P. 1317.
<https://doi.org/10.1134/S0036023619110196>
22. Simonenko E.P., Simonenko N.P., Lysenkov A.S. et al. // Russ. J. Inorg. Chem. 2020. V. 65. № 3. P. 446.
<https://doi.org/10.1134/S0036023620030146>
23. Simonenko E.P., Simonenko N.P., Gordeev A.N. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2021. V. 41. № 2. P. 1088.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.10.001>
24. Simonenko E.P., Simonenko N.P., Nagornov I.A. et al. // Russ. J. Inorg. Chem. 2021. V. 66. № 12. P. 1887.
<https://doi.org/10.1134/S0036023621120172>
25. Agte C., Alterthum H. // Z. Techn. Phys. 1930. V. 6. P. 182.
26. Andrievskii R.A., Strel'nikova N.S., Poltoratskii N.I. et al. // Powder Met. Ceram. 1967. V. 6. № 1. P. 65.
<https://doi.org/10.1007/BF00773385>
27. Cedillos-Barraza O., Manara D., Boboridis K. et al. // Sci. Rep. 2016. V. 6. № 1. P. 37962.
<https://doi.org/10.1038/srep37962>
28. Savvatimskiy A.I., Onufriev S.V., Muboyadzhyan S.A. // J. Eur. Ceram. Soc. 2019. V. 39. № 4. P. 907.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.11.030>
29. Pierson H.O. // Handbook of Refractory Carbides and Nitrides: Properties, Characteristics, Processing and Applications, Park Ridge: Noyes Publications, 1996.
30. Самсонов Г.В. // Тугоплавкие соединения. Справочник по свойствам и применению. М.: Металлургияздат, 1963.
31. Shapkin N.P., Papynov E.K., Shichalin O.O. et al. // Russ. J. Inorg. Chem. 2021. V. 66. № 5. P. 629.
<https://doi.org/10.1134/S0036023621050168>
32. Sun J., Zhao J., Chen Y. et al. // Composites, Part B: Eng. 2022. V. 231. P. 109586.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109586>
33. Simonenko E.P., Simonenko N.P., Papynov E.K. et al. // Ceramics Int. 2023. V. 49. № 6. P. 9691–9701.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.11.140>
34. Zhang B., Yin J., Chen J. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2018. V. 38. № 4. P. 1227.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.10.025>
35. Zhang B., Yin J., Huang Y. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2018. V. 38. № 16. P. 5610.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.08.021>
36. Zhang H., Akhtar F. // Ceramics. 2020. V. 3. № 3. P. 359.
<https://doi.org/10.3390/ceramics3030032>
37. Vinci A., Zoli L., Sciti D. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2019. V. 39. № 4. P. 780.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.11.017>
38. Zhang C., Zhang Y., Cao K. et al. // Ceram. Int. 2021. V. 47. № 5. P. 6463.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.09.229>
39. Rana D., Balani K. // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2023. V. 110. P. 106024.
<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2022.106024>
40. Xu J., Zhao F., He S. et al. // J. Am. Ceram. Soc. 2022. V. 105. № 6. P. 3838.
<https://doi.org/10.1111/jace.18380>
41. Sharma S.K., Chaudhary K., Gupta Y. et al. // Int. J. Appl. Ceram. Technol. 2022. V. 19. № 3. P. 1691.
<https://doi.org/10.1111/ijac.13993>
42. Liu C., Wang A., Tian T. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2021. V. 41. № 15. P. 7469.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.07.047>
43. Gordeev A.N., Kolesnikov A.F., Sakharov V.I. // Fluid Dyn. 2017. V. 52. № 6. P. 786.
<https://doi.org/10.1134/S0015462817060076>
44. Carandente V., Savino R., Esposito A. et al. // Exp. Therm. Fluid Sci. 2013. V. 48. P. 97.
<https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2013.02.012>
45. Kolesnikov A.F., Lukomskii I.V., Sakharov V.I. et al. // Fluid Dyn. 2021. V. 56. № 6. P. 897.
<https://doi.org/10.1134/S0015462821060070>
46. Kolesnikov A.F., Kuznetsov N.T., Murav'eva T.I. et al. // Fluid Dyn. 2022. V. 57. № 4. P. 513.
<https://doi.org/10.1134/S0015462822040061>
47. Lukomskii I.V., Chaplygin A.V., Kolesnikov A.F. // A device for measuring the heat flux to the surface of a material heated in a jet of high-enthalpy gas to a high temperature, Patent RU 205572, 2021.
48. Simonenko E.P., Simonenko N.P., Kolesnikov A.F. et al. // Materials (Basel). 2022. V. 15. № 23. P. 8507.
<https://doi.org/10.3390/ma15238507>
49. Feng L., Kim J.-M., Lee S.-H. et al. // J. Am. Ceram. Soc. 2016. V. 99. № 4. P. 1129.
<https://doi.org/10.1111/jace.14144>

50. *Jiang J., Wang S., Li W.* // *J. Am. Ceram. Soc.* 2016. V. 99. № 10. P. 3198.
<https://doi.org/10.1111/jace.14436>
51. *Burdick C.L., Owen E.A.* // *J. Am. Chem. Soc.* 1918. V. 40. № 12. P. 1749.
<https://doi.org/10.1021/ja02245a001>
52. *Wyckoff R.W.G.* // *Cryst. Struct.* 1963. V. 1. P. 85.
53. *Rudy E.* // *Metall. Mater. Trans. B.* 1970. V. 1. № 5. P. 1249.
<https://doi.org/10.1007/BF02900238>
54. *Zerr A., Miehe G., Riedel R.* // *Nat. Mater.* 2003. V. 2. № 3. P. 185.
<https://doi.org/10.1038/nmat836>
55. *Gatterer J., Dufek G., Ettmayer P. et al.* // *Monatsh. Chem. – Chem. Mon.* 1975. V. 106. № 5. P. 1137.
<https://doi.org/10.1007/BF00906226>
56. *Aleshina L.A., Loginova S.V.* // *Crystallogr. Reports.* 2002. V. 47. № 3. P. 415.
<https://doi.org/10.1134/1.1481927>
57. *Whittle K.R., Lumpkin G.R., Ashbrook S.E.* // *J. Solid State Chem.* 2006. V. 179. № 2. P. 512.
<https://doi.org/10.1016/j.jssc.2005.11.011>
58. *Ohtaka O., Yamanaka T., Kume S.* // *J. Ceram. Soc. Japan.* 1991. V. 99. № 1153. P. 826.
<https://doi.org/10.2109/jcersj.99.826>
59. *Wipf H., Klein M.V., Williams W.S.* // *Phys. Status Solid.* 1981. V. 108. № 2. P. 489.
<https://doi.org/10.1002/pssb.2221080225>
60. *Tallo I., Thomberg T., Kurig H. et al.* // *Carbon.* 2014. V. 67. P. 607.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.10.034>
61. *Stoehr M., Shin C.-S., Petrov I. et al.* // *J. Appl. Phys.* 2007. V. 101. № 12. P. 123509.
<https://doi.org/10.1063/1.2748354>
62. *Valletti K.* // *J. Vac. Sci. Technol., A: Vacuum. Surfaces. Film.* 2009. V. 27. № 4. P. 626.
<https://doi.org/10.1116/1.3136858>
63. *Wu R., Zhou B., Li Q. et al.* // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2012. V. 45. № 12. P. 125304.
<https://doi.org/10.1088/0022-3727/45/12/125304>
64. *Devan R.S., Ho W.-D., Wu S.Y. et al.* // *J. Appl. Crystallogr.* 2010. V. 43. № 3. P. 498.
<https://doi.org/10.1107/S002188981000796X>