



05.02.07 – технология и оборудование механической и физико-технической обработки

АДГЕЗИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТОНКОПЛЕНОЧНОГО ПОКРЫТИЯ, ОСАЖДАЕМОГО ПРИ ФИНИШНОМ ПЛАЗМЕННОМ УПРОЧНЕНИИ

✉ ¹**Тополянский Павел Абрамович**, канд. техн. наук, доцент, ООО «Плазмацентр», Санкт-Петербург, Россия, E-mail: topoljansky@mail.ru

Ермаков Сергей Александрович, канд. техн. наук, доцент, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия

Тополянский Андрей Павлович, генеральный директор, ООО «Плазмацентр», Санкт-Петербург, Россия,

Аннотация.

Рассмотрена методология определения адгезионных характеристик тонкопленочных покрытий, наносимых из паровой фазы и используемых для защиты деталей от износа и коррозии. Изучение адгезионных свойств наряду с определением толщины, элементного состава, структуры, физико-механических, трибологических характеристик, а также коэффициента износа позволяет оценить и выбрать оптимальное покрытие и технологию его нанесения для конкретного промышленного приложения. На примере исследования алмазоподобного покрытия DLC Pateks системы a-C:H/a-SiOCN, осаждаемого при финишном плазменном упрочнении, произведена оценка адгезионных характеристик по ISO 20502:2005 методом скретч-тестирования и по ISO 26443:2008 путем вдавливания алмазного индентора Роквелла. Первые испытания связаны с определением нагрузки, при которых глубина вхождения индентора в композицию покрытие-подложка перестаёт плавно расти, что характеризует момент разрушения покрытия. Отношение нагрузки на ин-

ADHESION CHARACTERISTICS OF THIN FILM COATING DEPOSITED AT FINAL PLASMA HARDENING

✉ ¹**Topolyansky Pavel Abramovich**, cand. tech. sci., associate professor, "Plasma Center", St. Petersburg, Russia. E-mail: topoljansky@mail.ru

Ermakov Sergey Alexandrovich cand. tech. sci., associate professor, the Great St. Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg, Russia, RF

Topolyansky Andrey Pavlovich general director, "Plazmacer", St. Petersburg, Russia, RF

Annotation.

The methodology for determining adhesion characteristics of thin-film coatings applied from the vapor phase and used to protect parts against wear and corrosion has been considered. The study of adhesion properties, along with determination of thickness, composition of elements, structure, physical-mechanical, and tribological characteristics, as well as wear coefficient, allows evaluating and selecting the optimal coating and best technology for its application for a specific industrial application. On the example of studying DLC Pateks diamond-like coating of aC:H/a-SiOCN system deposited during final plasma hardening, adhesion characteristics were assessed according to ISO 20502:2005 by scratch testing and according to ISO 26443:2008 by indentation of Rockwell diamond indenter. The first tests were performed to determine the load at which the depth of penetration of the indenter into the coating - substrate composition stops growing smoothly, which characterizes the moment of destruction of the coating. The ratio of the load on the indenter, determined at the

дентор, определенной в момент окончания прохождения толщины покрытия, к нагрузке появления первых трещин или отслоений в этих испытаниях условно названо коэффициентом адгезии. Исследовано влияние толщины покрытия на коэффициент адгезии. Испытания, связанные с использованием укола алмазным индентором Роквелла качественно оценивают адгезионные свойства покрытия путем сравнения полученного и нормированного отпечатков. Результаты исследований доказали повышенные адгезионные характеристики покрытия DLCPateks.

Ключевые слова: ПОКРЫТИЕ, АДГЕЗИЯ, АДГЕЗИОННАЯ ПРОЧНОСТЬ, СКРЕТЧ ТЕСТ, ФИНИШНОЕ ПЛАЗМЕННОЕ УПРОЧНЕНИЕ.

end of the passage of the coating thickness, to the load of occurrence of the first cracks or delamination, in these tests is conventionally called the adhesion coefficient. The influence of the coating thickness on the adhesion coefficient has been studied. The tests associated with the use of a Rockwell diamond indenter punch qualitatively evaluate the adhesion properties of the coating by comparing the obtained and normalized impressions. The results of the tests proved improved adhesion characteristics of DLCPateks coating.

Keywords: COATING, ADHESION, ADHESIVE STRENGTH, SCRATCH TEST, FINISH PLASMA HARDENING.

¹ Автор для ведения переписки

1 Состояние вопроса исследования и актуальность работы

Износостойкие тонкопленочные (толщиной до 10 мкм) покрытия в большинстве случаях предназначены для повышения надежности и долговечности инструмента и деталей машин, работающих в условиях износа и коррозии [1-3]. Время службы таких покрытий зависит от их свойств и конкретных условий эксплуатации, которые могут быть самыми разнообразными.

Выбор материала покрытия и технологии его нанесения основываются, например, на получении:

- необходимой толщины покрытия по параметрам шероховатости исходной подложки [4];
- оптимального элементного состава и структуры покрытия, обеспечивающего для конкретных условий эксплуатации повышенную надежность и долговечность упрочненной детали [5];
- эффективных трибологических характеристик поверхностного слоя с покрытием – низких значений коэффициента трения, длительности приработки, тепловыделения при трении [6, 7];
- оптимальных физико-механических свойств поверхностного слоя с покрытием – твердости, модуля упругости, упругого восстановления [8, 9];
- низкого коэффициента износа покрытия, определяемого в условиях микроабразивного изнашивания [10, 11].

Несмотря на важность изучения вышеперечисленных характеристик не менее ответственным является анализ адгезионных свойств наносимого покрытия, так как надежное сцепление покрытия с основой является определяющим условием долговременной эксплуатации деталей и инструмента. В связи с существованием большого количества вариантов наносимых покрытий и отсутствием отечественных стандартов разработка методологии и правил сертификации покрытий по оценке их адгезионных характеристик является актуальной задачей.

Адгезия тонкопленочных покрытий

Адгезия (лат. *adhaesio* – прилипание) – процесс сцепления находящихся в контакте двух отличных по составу тел с образованием межатомных связей, который обуславливается силами притяжения и оценивается сопротивлением разделению, отрыву или разрушению

контактирующих тел [12-14]. Процесс сцепления и образования связей, одинаковых по химическому составу тел, носит название когезия. Адгезия покрытия связана с взаимодействием молекул и атомов материалов покрытия и подложки и образованием межмолекулярных и химических связей, число которых зависит от площади фактического контакта. Количественной мерой адгезии покрытий является адгезионная прочность, которая характеризуется как усилие, затрачиваемое на разделение тел или отрыв покрытия, при конкретной схеме нагружения, отнесенное к единице площади [15]. Также адгезия покрытия может оцениваться нагрузкой, приводящей к трещинообразованию и разрушению покрытия [16]. Важно отметить, что адгезионная прочность помимо истинной адгезии зависит от способа отрыва или разрушения покрытия, нарушения его целостности и когезии. При адгезионных испытаниях возможен как адгезионный отрыв по границе раздела покрытие-подложка, так и когезионный отрыв, когда разрушение происходит по покрытию. Существует также смешанный адгезионно-когезионный отрыв покрытия. Основное влияние на величину адгезионной прочности оказывают физико-химические процессы, происходящие на границе раздела покрытие – подложка. К ним относятся химическое взаимодействие и механическое зацепление, адсорбция молекул на границе раздела фаз, взаимная диффузия молекул контактирующих тел и другие. Физико-химические процессы инициируются повышением температуры и зависят от длительности контакта покрытия с поверхностью подложки в процессе осаждения.

Известны теории, обосновывающие процесс адгезии [17, 18]:

- адсорбционная, согласно которой процесс формирования связей между покрытием и подложкой определяется адсорбцией молекул покрытия к поверхности подложки, при этом адсорбционные процессы имеют место при формировании покрытия из жидкого состояния;
- диффузионная, характеризующая адгезию взаимной растворимостью покрытия и подложки, подвижностью молекул, природой и числом связей, приходящихся на единицу площади фактического контакта покрытия и подложки;
- микрореологическая, связанная с заполнением впадин шероховатости, пор и трещин поверхности, увеличением площади фактического контакта и, следовательно, числа связей между покрытием и подложкой;
- электрическая, согласно которой покрытие и подложку представляют обкладками электрического конденсатора, а процесс их разъединения – раздвижением обкладок конденсатора.

На адгезионную прочность влияет ряд основных свойств покрытий, а также технологических условий их осаждения [19, 20]:

- тип химической связи между атомами материала покрытия. Неметаллические материалы, наиболее часто используемые в качестве износостойких покрытий, по типу химической связи подразделяются на металлические, ковалентные и ионные. Бориды, карбиды и нитриды переходных металлов, например TiN, CrN, ZrN, TiC, ZrC, WC, TiB₂, имеют преимущественно металлическую связь; V₄C, BN, SiC, Si₃N₄, AlB₂, AlN, алмаз представляют собой материалы с ковалентной связью; оксиды Al₂O₃, TiO₂, SiO₂, ZrO₂ имеют ионную связь. Более высокой адгезионной прочностью к металлическим поверхностям обладают материалы с ковалентной связью, а также отдельные бориды и карбиды.
- структура покрытия. Наибольшую адгезионную прочность имеют наноструктурированные и аморфные покрытия, обеспечивающие за счет наноразмерных эффектов повышение физико-химической активности, реакционной способности, способствующие увеличению фактической площади контакта с подложкой и, соответственно, большему количеству образуемых связей.
- механизм конденсации покрытия. Известны два механизма конденсации покрытия: пар-кристалл и пар-жидкость-кристалл. Оптимальным по адгезионным характеристикам является покрытие, которое формируется по схеме пар-жидкость-кристалл, так как в этом случае увеличивается количество связей с подложкой за счет проникновения материала покрытия во все труднодоступные полости и дефекты поверхности.

– толщина покрытия. Толщина осаждаемого покрытия оказывает влияние на внутренние напряжения в зоне перехода покрытие-подложка и когезионную прочность и является параметром оптимизации.

– скорость осаждения покрытия. Для повышения адгезионных характеристик скорость осаждения, определяемая параметрами процесса, концентрацией реакционных газов и молекулярного потока, должна обеспечивать получение наиболее эффективных мультислойных наноструктурированных и аморфных покрытий.

– шероховатость поверхности подложки. С первого взгляда адгезионная прочность покрытия может быть повышена за счет увеличения параметров шероховатости подложки и, соответственно, большей площади межмолекулярного взаимодействия. Но при этом надо учитывать, что фактическая площадь контакта от номинальной составляет, примерно, десятые и даже сотые доли процента. Кроме этого, адгезионная прочность зависит от смачиваемости подложки, на которую оказывает влияние шероховатость этой поверхности. Также с учетом эксплуатационных свойств, например, износостойких для тонкопленочных покрытий повышенная шероховатость ведет к увеличению адгезионной составляющей износа и снижению износостойкости. Поэтому исходная шероховатость подложки – это оптимизационный параметр.

– гидрофильность поверхности подложки. При осаждении покрытий в результате затвердевания слоя жидкости на подложке, покрытие формируется путем растекания и слияния капель с последующим образованием сплошной жидкой пленки. Растеканию предшествует смачивание жидкими каплями поверхности подложки. С уменьшением краевого угла смачивания адгезионная прочность покрытия к подложке повышается, что связано с увеличением площади фактического контакта, заполнению трещин и с ростом числа связей.

– температура поверхности подложки. Существует критическая температура подложки, равная $1/3 T_{пл}$, где $T_{пл}$ – температура плавления материала покрытия, ниже которой конденсация осуществляется по более эффективному с точки зрения адгезии механизму пар-жидкость-кристалл, а при температурах выше нее действует механизм пар-кристалл. С другой стороны, очень низкие температуры подложки не обеспечивают удаления адсорбированной влаги с поверхности подложки и уменьшают адгезионные характеристики. С повышением температуры и длительности её воздействия инициируются физико-химические процессы в контакте покрытие – подложка.

– наличие жировых пленок и других загрязнений поверхности подложки. С уменьшением загрязнений поверхности наблюдается рост адгезионной прочности наносимых покрытий, поэтому процессы обезжиривания являются необходимой технологической операцией.

– оксидные пленки на поверхности подложки. На металлических поверхностях в большинстве случаев присутствуют оксидные пленки. При этом образование рыхлой оксидной пленки на подложке обуславливает низкую адгезионную прочность наносимого покрытия. Допустимая на сталях оксидная пленка имеет толщину 25-30 нм и формируется при температуре нагрева порядка 250 °С. Более высокая температура нагрева подложки способствует образованию толстой и рыхлой оксидной пленки.

– относительная влажность воздуха. Влияние относительной влажности воздуха обусловлено проникновением влаги в зазор между формирующимся покрытием и подложкой в результате адсорбции и капиллярного проникновения. Основной причиной снижения адгезионной прочности покрытий при наличии влаги на поверхности подложки является расклинивающее давление тонкого слоя жидкости в зазоре между покрытием и подложкой. Поэтому принципиально важной технологической операцией при нанесении покрытий является обезвоживание поверхности или ее предварительный подогрев.

– окружающая среда. В условиях формирования покрытий происходит адсорбция газов из окружающей среды. Наличие кислорода и озона в воздушной среде способствует окислению поверхности металлических подложек, что может приводить к активизации диффузионных процессов, особенно при повышенных температурах. Окисление поверхно-

сти способствует повышению адгезионной прочности покрытий, содержащих оксидные соединения.

Методология оценки адгезионной прочности тонкопленочных покрытий.

Несмотря на большую практическую значимость, многие из вопросов адгезии покрытий не могут быть решены теоретически и требуют экспериментальных исследований [21]. Адгезионная прочность покрытий определяется, как правило, в процессе их разрушения путем приложения силы. Даже при этом требуется учитывать отдельные особенности измерений, например, влияние напряженного состояния границы покрытие – подложка.

В связи с отсутствием отечественных стандартов, связанных с измерением количественных характеристик адгезионной прочности тонкопленочных покрытий, целесообразно использовать метод скретч тестирования на основе международных стандартов ISO 20502:2005, ASTM C1624-05 (2010), DIN EN 1071-3-2005 или метод вдавливания индентора Роквелла по международным стандартам ISO 26443:2008, DIN 4856:2018-02, Verein Deutscher Ingenieure Normen VDI 3198.

Скретч тестирование – это метод оценки адгезии покрытий путем анализа царапин, сделанных алмазным индентором в условиях приложения к нему постоянной или возрастающей нагрузки, перпендикулярной к испытываемой поверхности. Метод способствует разрушению покрытия и нарушению его целостности за счет упруго – пластических деформаций от вдавливания индентора, трения при контактировании алмаза с материалом покрытия и подложки, остаточных внутренних напряжений, присутствующих в покрытии.

Методика испытаний подходит для оценки адгезионных характеристик, например, керамических покрытий толщиной до 20 мкм. В большинстве случаев данный метод связан с определением критической нормальной силы, при которой происходит начало разрушения покрытия (образование трещин и сколов) при продольном перемещении и переменном усилии нагружения алмазного индентора Роквелла [22-23]. В отдельных случаях разрушение покрытия может характеризоваться появлением первых трещин или отслоений в покрытии. Величина критической нормальной силы, при которой возникает разрушение покрытия, зависит не только от адгезионной прочности покрытия, но также от скорости увеличения прикладываемой нормальной силы к индентору, его скорости перемещения, износа самого алмазного индентора, шероховатости покрытия и подложки.

Близким аналогом данных испытаний является метод царапания или склерометрии [24-26].

При скретч тестировании адгезионная прочность характеризуется моментом разрушения покрытия и нагрузкой, при которой глубина вхождения индентора в композицию «покрытие – подложка» перестаёт плавно расти. Критическая нормальная сила, при которой появляются первые разрушения покрытия, идентифицируется по резкому изменению глубины внедрения индентора за счет его попадания в трещину или на отколовшуюся часть покрытия. Отношение силы на индентор, определенной в момент окончания прохождения толщины покрытия, к силе на индентор при которой появляются первые трещины или отслоения, условно можно назвать коэффициентом адгезии. По аналогии с коэффициентом трения и коэффициентом износа, чем меньше коэффициент адгезии, тем выше адгезионная прочность нанесенного покрытия. При скретч тестировании с использованием алмазного индентора Берковича дополнительно возможно измерение толщины покрытия, сканирование профиля зоны разрушения, определение глубины внедрения индентора, измерение акустического сигнала и визуализация царапины [27].

Использование скретч тестирования целесообразно проводить для сравнительной оценки адгезионных свойств одинаковых по химическому составу покрытий равной толщины, наносимых одним и тем же технологическим процессом при использовании одного и того же материала и вида образца с одинаковыми физико-механическими свойствами и параметрами шероховатости, а также при идентичности условий эксперимента. Данные исследования проводят, например, при оптимизации режимов нанесения конкретного покрытия. При

этом скретч тестирование не характеризует тип разрушения – адгезионный или адгезионно – когезионный [28].

В качестве оборудования для скретч тестирования, в основном, применяется прибор типа твердомера Роквелла, оснащенный дополнительным перемещением индентора и изменением приложенной нагрузки во времени [29]. Также для нанесения царапин и их измерений могут использоваться нанотвердомеры с индентором Виккерса и Берковича.

Для качественной оценки адгезии керамических покрытий толщиной до 20 мкм путем вдавливания индентора Роквелла разработан стандарт ISO 26443:2008. В результате укола индентором на испытуемом образце вокруг отпечатка происходит локальная упруго – пластическая деформация, которая вызывает разрушение покрытия. Предполагается, что между видом зоны упруго – пластической деформации и сцеплением покрытия существует корреляционная связь, на основании которой можно судить об адгезионной прочности покрытия [30-32]. Отпечаток и прилегающая к нему зона исследуется на предмет образования трещин и отслоений с помощью оптического микроскопа с увеличением не менее 200 крат. Адгезионные характеристики покрытий оцениваются по наличию отслаивания покрытия и сколов, площади вспучивания, характеру зоны вспучивания (равномерности, видом рельефа) [33]. Методология и прибор для образования отпечатка должен соответствовать требованиям стандарта по определению твердости методом Роквелла. Индентор необходимо регулярно проверять оптическими средствами на отсутствие сколов и других повреждений.

Оценка адгезионных свойств покрытий осуществляется путем сравнения полученного и нормированного отпечатка из 4 классов по ISO 26443:2008 (рис. 1) и из шести вариантов (HF1 – HF6) по DIN 4856:2018-02 или норм VDI 3198 (рис. 2).

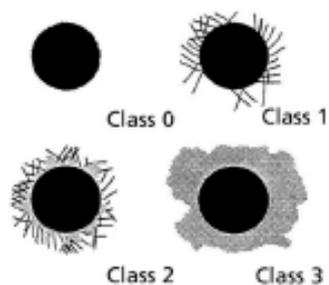


Рисунок 1 – Нормируемые классы отпечатков по ISO 26443:2008

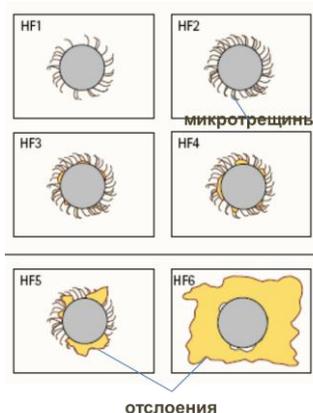


Рисунок 2 – Варианты нормированных отпечатков по виду разрушения покрытия по DIN 4856:2018-02 и VDI 3198

Анализ действительных отпечатков и их сравнение с нормированными является субъективным фактором исследователя, но он также может быть выполнен с помощью программного обеспечения обработки изображений и замера площади отслоений относительно длины окружности отпечатка.

Технологии осаждения тонкопленочных покрытий и их виды

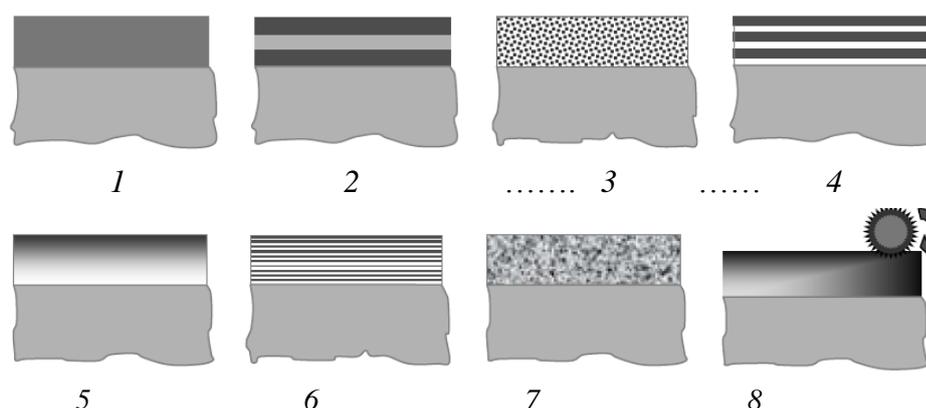
Значительное влияние на адгезию тонкопленочных покрытий оказывают методы их нанесения, которые подразделяются на две основные группы. Первые – вакуумные процессы физического осаждения покрытий из паровой или газовой фазы (PVD), где исходные твердые материалы за счет испарения или распыления переводятся в газовую фазу для взаимодействия с реакционными газами с последующей конденсацией продуктов этих реакций на подложке. Вторые – в основном, безвакуумные процессы химического осаждения покрытий

из паровой или газовой фазы (CVD), в которых исходные газы подвергаются термическому разложению, вступают в реакции между собой и обеспечивают прохождение гетерогенных химических реакций на поверхности подложки.

Методы нанесения покрытий также классифицируются по характеру движения потока частиц к подложке – на корпускулярный поток заряженных частиц и газодинамический поток движущегося пара как сплошной среды. Для конденсационных технологий и корпускулярных потоков в PVD процессах все подложки должны проходить тщательную предварительную подготовку, которая включает химическую очистку, прогрев и обработку в плазме, травление верхнего адсорбированного слоя подложки. Для безвакуумных CVD процессов с использованием газодинамических потоков движущегося пара за счет прохождения химических реакций предварительная подготовка может проводиться с меньшей тщательностью (например, без травления поверхностного слоя).

Анализ влияния методов и режимов нанесения покрытий на их адгезию показал, что в этих технологиях предварительная подготовка деталей связана не только с очисткой поверхности, но и с её модификацией, изменением микрорельефа и активацией при воздействии направленного потока ионизированных и возбужденных частиц, инфракрасного, видимого и ультрафиолетового излучения [3].

На адгезию оказывает влияние различный дизайн покрытия (рис. 3) [1].



1 – однослойные однокомпонентные, 2 – многослойные многокомпонентные, 3 – мультикомпонентные, 4 – мультислойные, 5 – градиентные, 6 – со структурой сверхрешетки, 7 – наноструктурные или аморфные, 8 – адаптивные

Рисунок 3 – Варианты дизайна тонкопленочных покрытий

На адгезионную прочность оказывает влияние микроструктура покрытия, которая определяется температурным режимом нагрева подложки, составом газовой атмосферы и другими параметрами процесса осаждения (рис. 4) [1].



Рисунок 4 – Микроструктура PVD покрытия в зависимости от отношения $T/T_{пл}$ и давления газа, где T – температура детали в процессе нанесения покрытия, $T_{пл}$ – температура плавления материала покрытия

Адгезионные свойства зависят от образования связей между формируемым покрыти-

ем и подложкой, число которых определяется площадью фактического контакта, параметрами шероховатости подложки, методами нанесения покрытий, температурно-временными и другими характеристиками [34].

Говорить об истинной адгезии можно только в том случае, если разрушение происходит строго по линии раздела покрытие – подложка, имеющей резкую границу изменения свойств (рис. 5, *а*). Такая граница образуется при отсутствии взаимного проникновения химических элементов покрытия и подложки. Кроме того, в области контакта не должны возникать новые фазы за счет химических реакций (рис. 5, *з*). При этом адгезионная прочность должна быть меньше прочности сцепления молекул, как покрытия, так и подложки (когезии). В отдельных случаях резкая граница перехода покрытие-подложка отсутствует из-за процессов диффузии отдельных элементов материалов подложки и покрытия (рис. 5, *б*), значительной шероховатости и возможности механического зацепления на границе раздела (рис. 5, *в*), при использовании промежуточных слоев покрытий (рис. 5, *з*). В приведенных вариантах (рис. 5, *б-з*), при определении адгезионной прочности можно говорить только об адгезионно - когезионном типе отрыва покрытия.

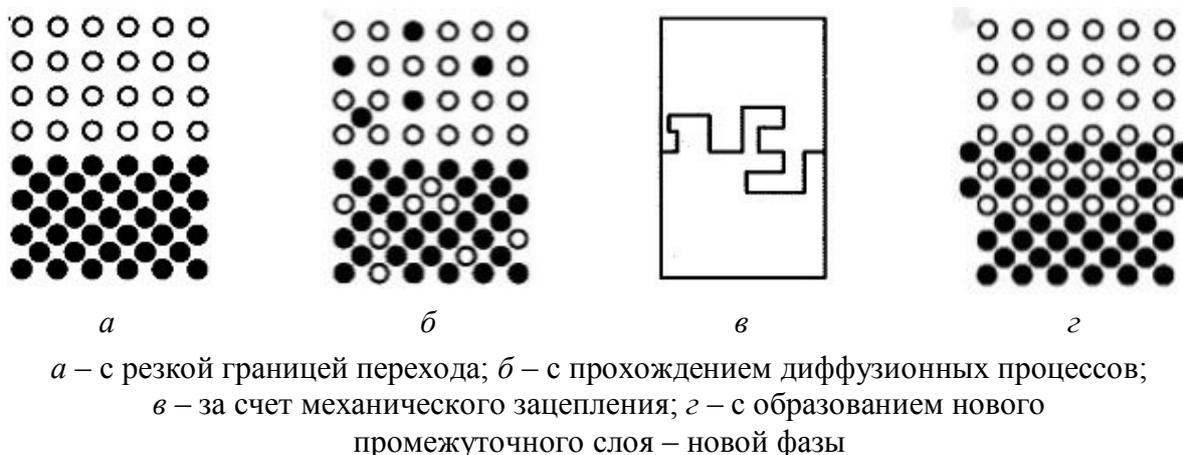


Рисунок 5 – Варианты адгезионных связей между покрытием и подложкой

Важно отметить, что из четырех приведенных вариантов адгезионной связи только диффузионная модель границы покрытие – подложка (рис. 5, *б*) характеризуется максимальными значениями адгезионной прочности [35]. Диффузионный переход имеет постепенное изменение химического состава в области границы за счет проникновения элементов одного или обоих контактирующих тел (покрытие – подложка) и уменьшения концентрации механических напряжений, в отличие от резкой границы, где имеет место резкий скачок характеристик материалов. Адгезионная прочность покрытия к развитой поверхности (с большим параметром шероховатости) (рис. 5, *в*) несколько выше, чем к менее шероховатой поверхности и ровной границе перехода (рис. 5, *а*). В варианте (рис. 5, *з*) предполагается образование новой фазы в приграничной области за счет химической реакции, при этом критерием возможности протекания химических реакций является более отрицательная величина изобарно-изотермического потенциала ΔG . Зарождение новой фазы может также сопровождаться диффузионным процессом проникновения отдельных элементов образованной фазы как в подложку, так и в покрытие.

Известно, что CVD-покрытия имеют более высокие адгезионные характеристики к подложке, чем PVD-покрытия, именно за счет прохождения диффузионных процессов или образования промежуточного слоя [36, 37].

Финишное плазменное упрочнения (ФПУ) с нанесением тонкопленочных покрытий

ФПУ – это безвакуумный и бескамерный процесс плазмоструйного осаждения тонкопленочного покрытия из газовой фазы при использовании малогабаритного плазмохимического реактора с одновременной плазменной активацией реакционного газа и ло-

кального участка поверхности изделия, на который наносится покрытие. Нагрев изделий при ФПУ не превышает $150\text{ }^{\circ}\text{C}$. В результате ФПУ на рабочих поверхностях образуется неметаллическое аморфное многослойное покрытие с низким коэффициентом трения, повышенной микротвердостью, химической инертностью, гидрофильностью, высокой жаростойкостью и диэлектрическими характеристиками. Для нанесения данных покрытий используются жидкие прекурсоры на основе элементоорганических и неорганических жидкостей семейства СЕТОЛ, суммарный годовой расход которых при односменной работе оборудования составляет примерно 0,5 литра. Покрытия при ФПУ являются аморфно-кристаллическими или аморфными, благодаря использованию прекурсоров, имеющих в своем составе элементы – аморфизаторы (такие как бор и кремний), а также в связи с высокими скоростями охлаждения наносимого покрытия, равными (10^{10} - 10^{12}) К/с [38].

Основным принципом нанесения тонкопленочных покрытий при ФПУ, взятым за основу данной технологии, является разложение паров жидких легкоиспаряющихся химических реагентов, вводимых в дуговой плазмотрон, с последующим прохождением плазмохимических реакций и образованием покрытия на изделии.

Процесс протекает в несколько стадий: создание устойчивого потока плазмы дугового разряда с использованием в качестве плазмообразующего газа аргона и плазмотрона косвенного действия; испарение жидких химических реагентов в объеме специального питателя и перенос их паров совместно с дополнительным потоком инертного газа в образованную ранее плазму дугового разряда; получение в дуговом канале плазмотрона косвенного действия паро-плазменного потока, содержащего возбужденные атомы, молекулы, радикалы, положительно и отрицательно заряженные ионы, электроны, кластеры; прохождение плазмохимических реакций компонентов паровой фазы в плазме дугового разряда с образованием новых соединений и перенос продуктов реакций плазменной струей к подложке; конденсация продуктов реакций на подложке с одновременным тепловым воздействием факела плазменной струи на поверхность изделия; прохождение взаимодействия между адсорбированными осажденными продуктами реакций на подложке, приводящего к зарождению и росту покрытия.

Эти же этапы присутствуют и в методах физического осаждения покрытий из паровой фазы в вакууме (методы PVD). Но в отличие от них метод ФПУ позволяет реализовывать все эти стадии образования покрытия при температуре и давлении окружающей среды без применения вакуумных камер. Кроме того, износостойкие покрытия, наносимые в вакууме методами PVD на подложку с температурой поверхности менее $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ обычно имеют низкую адгезию.

Эффективность использования ФПУ основана на возможности локального нанесения покрытия в заданной зоне. Одним из эффективных покрытий, наносимых методом ФПУ, является алмазоподобное покрытие DLCPateks системы a-C:H/a-SiOCN.

Адгезионные характеристики покрытий после ФПУ.

Для определения адгезионных характеристик использовались образцы из инструментальных сталей У8, Х12М и Р6М5, прошедшие механическую и термическую обработку (HRC 58-62), а также операцию шлифования и полирования (рис. 6). Образцы проходили ультразвуковую очистку в щелочном растворе. На одну из торцовых поверхностей наносились покрытия DLCPateks с различной толщиной (длительностью нанесения покрытий). Покрытия наносились на роботизированном комплексе финишного плазменного упрочнения при постоянном режиме.

Метод скретч тестирования.

Скретч тестирование проводилось с использованием нанотвердомера «НаноСкан-3D» при переменной контролируемой нагрузке на алмазный индентор Берковича в форме трехгранной пирамиды от 200 мкН до 20 мН на длине пути (длина царапин) не более 100 мкм. Скорость перемещения индентора – 1 мкм/с. Радиус закругления острия индентора – не более 100 нм. Позиционирование индентора при царапании – гранью вперед. На каждый образец наносилось по три царапины. Условия окружающей среды при испытаниях: температура воздуха – $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, относительная влажность – $50\% \pm 10\%$. Нагрузка появления первых трещин определялась по графику изменения глубины внедрения индентора от перемещения.

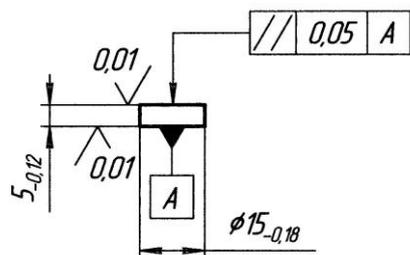


Рисунок 6 – Образец для исследования адгезионных характеристик

На рисунке 7 изображена царапина, полученная на сканирующем зондовом микроскопе нанотвердомера на образце из стали Р6М5 с покрытием DLCPateks толщиной порядка 0,5 мкм. Нагрузка на индентор, при которой появилось разрушение покрытия F_2 , составила 6,25 мН (рис. 8), при его заглублении в композицию покрытие – подложка 1,68 мкм (рис. 9). При этом глубина вхождения индентора превысило толщину покрытия практически в три раза. Коэффициент адгезии для данного образца – $K_a = F_1/F_2$, где $F_1=0,2$ мН, составляет 0,032.

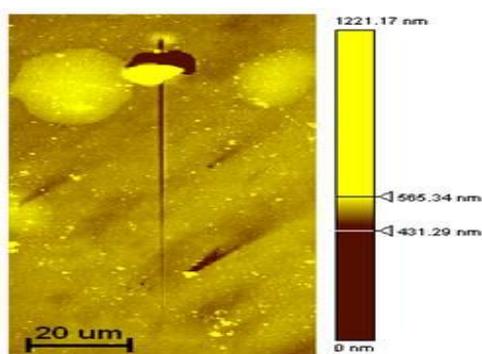


Рисунок 7 – Изображение трехмерного рельефа поверхности с покрытием DLCPateks и вид царапины, полученной методом скретч тестирования

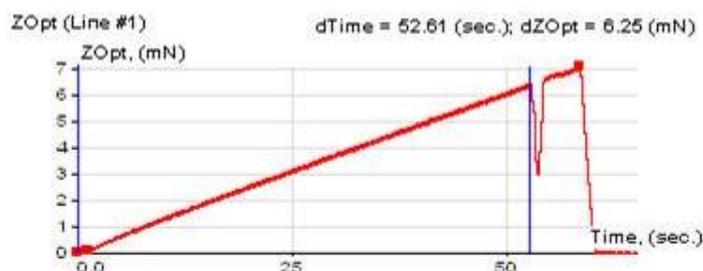


Рисунок 8 – Зависимость нагрузки на индентор от времени испытаний

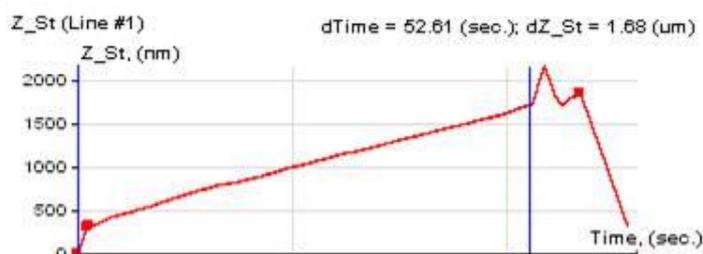


Рисунок 9 – Изменение заглубления индентора со временем

На рисунке 10 приведены микрофотографии царапин, протоколы профиля для измерения толщины покрытия и профиль зоны разрушения, полученных при скретч тестировании образцов с покрытием DLCPateks разной толщины на стали Р6М5. В таблице 1 представлены результаты измерений и расчета коэффициента адгезии, полученных для покрытий разной толщины, где F_1 – нагрузка на индентор, определенная в момент окончания прохождения

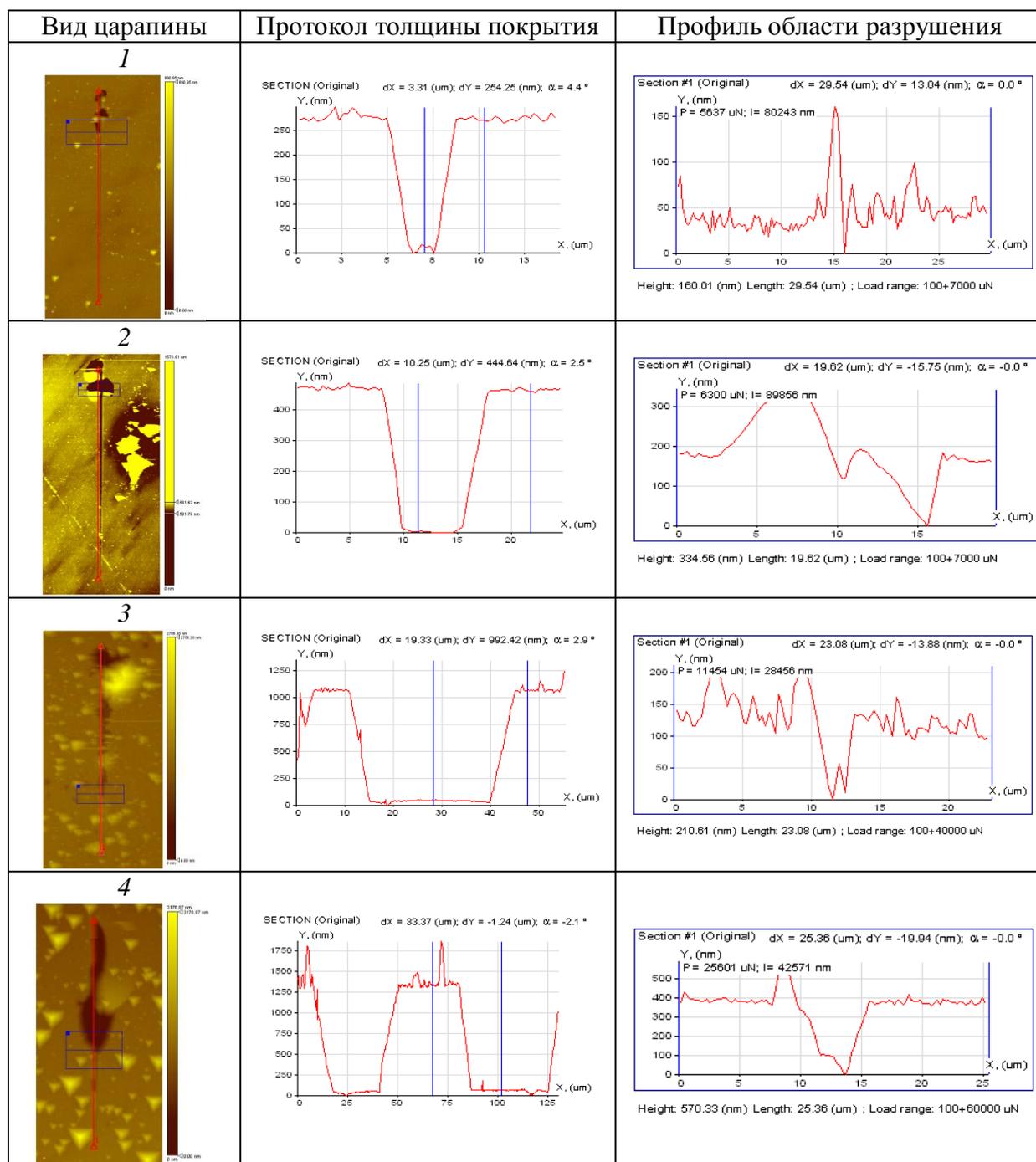


Рисунок 10 – Микрофотографии и протоколы скретч тестирования

Таблица 1 – Результаты измерений и расчета при скретч тестировании

№	Толщина покрытия, нм	F_2 , мН	F_1 , мН	K_a
1	265±10	5,9±0,3	0,2±0,1	0,03
2	460±20	6,2±0,34	0,2±0,1	0,03
3	960±70	11,0±2,6	0,2±0,1	0,02
4	1255±20	20,8±6,0	0,2±0,1	0,01

толщины покрытия, F_2 – нагрузка появления первых трещин или отслоений. Назначение данных исследований связано с определением оптимальной толщины покрытия по адгезионным характеристикам при отработке технологии упрочнения металлорежущего инструмента.

В соответствии с данными исследованиями выявлено, что максимальная нагрузка разрушения соответствует толщине покрытия, равной 1-1,2 мкм.

Метод вдавливания индентора Роквелла.

Оценка адгезионных свойств покрытия DLCPateks, нанесенного при ФПУ, производилась путем изучения отпечатков полученных с помощью прибора для измерения твердости по методу Роквелла типа 2140 TP. Вдавливание в композицию покрытие – подложка производилось алмазным конусом с углом при вершине 120° (радиус закругления 0,2 мм) и общей нагрузке 1500 Н. Целью данных исследований являлось определение влияния на адгезионные характеристики материала подложки, температуры предварительного и сопутствующего подогрева при ФПУ и толщины покрытия. Температура поверхности образцов при ФПУ варьировалась от комнатной до 200 °С, а толщина покрытия – от 0,05 до 2,7 мкм. Покрытие наносилось на образцы из термообработанных (HRC 58-62) инструментальных сталей У8, Х12М и Р6М5 (табл. 2).

Вид полученных отпечатков изучался с помощью оптической микроскопии при увеличении × 200. Отпечатки состоят из внутреннего круга, образованного заглублением алмазного конуса в основу материала и наружного кольца с измененной поверхностью материала, ограниченного окуляром микроскопа. Диаметр отпечатков на образцах составлял 0,45-0,5 мм.

Таблица 2 – Время нанесения и толщина покрытия в зависимости от температуры подогрева и материала подложки

Маркировка и материал подложки	Температура предварительного и сопутствующего подогрева образцов, °С	Время нанесения покрытия, с / толщина покрытия, мкм				
У1, У2, У3, У4, У5 (сталь У8)	20-30	2,7/0,05	5,4/0,1	8,1/0,2	10,8/0,25	13,5/0,35
У6, У7, У8, У9, У10 (сталь У8)	60-100	2,7/0,05	8,1/0,2	13,5/0,35	21,6/0,45	32,4/0,8
Х1, Х2, Х3, Х4, Х5 (сталь Х12М)	180-200	13,5/0,35	21,6/0,45	32,4/0,8	48,6/1,2	67,5/1,6
Р1, Р2, Р3, Р4, Р5 (сталь Р6М5)	180-200	32,4/0,8	48,6/1,2	67,5/1,6	94,5/1,9	135/2,7

Как показали исследования, на всех образцах отсутствуют явные сколы и отслоение покрытия. Зона перехода от внутреннего круга черного цвета к области упруго-пластической деформации покрытия достаточно ровная без следов вздутия. Упруго-пластическая зона на отпечатках имеет измененный цвет, а на отдельных образцах – сетку трещин. Наружная кромка упруго-пластической зоны на большинстве образцов ограничена окружностью, что свидетельствует о равномерности и идентичности свойств нанесенного покрытия.

При нанесении покрытия одинаковой толщины на различные материалы подложки имеется тенденция изменения вида упруго-пластической зоны (рис. 11). На стали У8 она имеет мелкую сетку трещин, на сталях Х12М и Р6М5 – измененную по цвету поверхность. На стали Р6М5, площадь упруго – пластической зоны на 15 % больше, чем на стали Х12М.

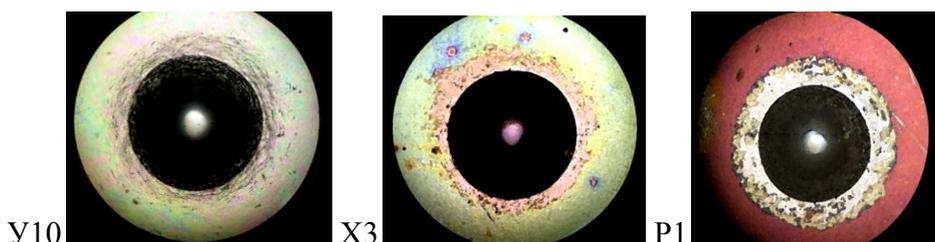


Рисунок 11 – Микрофотографии отпечатков с покрытием DLC Pateks одинаковой толщины 0,8 мкм на разных сталях: Y10 – сталь У8, X3 – сталь Х12М, P1 – сталь Р6М5 (см. табл. 2)

Площадь упруго – пластической зоны на образцах из одного и того же материала – стали Р6М5, но с разной толщиной покрытия от 1,2 до 2,7 мкм имеет практически равные значения (рис. 12).

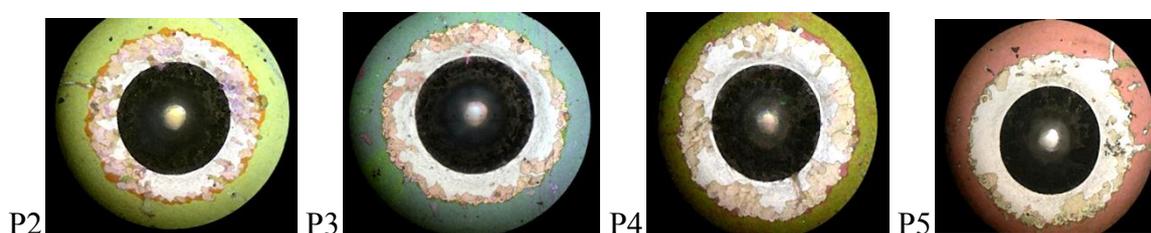


Рисунок 12 – Микрофотографии отпечатков с покрытием DLC Pateks разной толщины на одинаковой подложке из стали Р6М5: P2 – 1,2 мкм, P3 – 1,6 мкм, P4 – 1,9 мкм, P5 – 2,7 мкм (см. табл. 2)

Отпечатки одинаковых покрытий толщиной 0,35 мкм, нанесенных на сталь У8 при комнатной температуре и при предварительном и сопутствующем подогреве 60-100 °С, имеют практически одинаковые площади упруго - пластических зон в виде мелких трещин, как и отпечаток покрытия, нанесенного при предварительном и сопутствующем подогреве 180-200 °С на сталь Х12М (рис. 13).

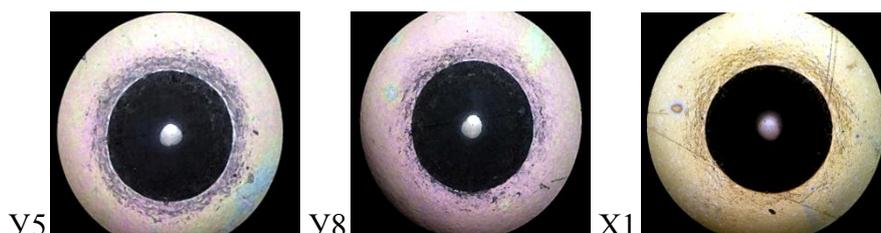


Рисунок 13 – Микрофотографии отпечатков с покрытием DLC Pateks толщиной 0,35 мкм на стали У8 при разных температурах осаждения: Y5 – 20-30 °С, Y8 – 60-100 °С, и на стали Х12М (образец X1) при температуре 180-200 °С (см. табл. 2)

Проведенные исследования отпечатков, полученных путем вдавливания конусного индентора Роквелла, продемонстрировали возможность анализа адгезионных характеристик покрытия DLC Pateks. На большинстве исследуемых образцов отпечатки покрытия DLC Pateks соответствуют 2 и 3-ему классам по ISO 26443:2008, а по DIN 4856:2018-02 и VDI 3198 – видам разрушения - HF2 и HF4.

Результаты исследований и их обсуждение

Адгезионные характеристики алмазоподобного покрытия DLC Pateks толщиной 1-1,2 мкм, нанесенного на сталь Р6М5, определенные методом скретч тестирования характеризуются

ются коэффициентом адгезии 0,03. Исследование толщины покрытия DLC Pateks (0,05-2,7 мкм), предварительного и сопутствующего подогрева (30-200 °С) и материала подложки (сталь У8, Х12М и Р6М5) на адгезионные свойства покрытия при вдавливании алмазного индентора Роквелла показали их незначительное влияние.

Использованные методы определения адгезионных характеристик могут применяться при отработке технологии нанесения тонкопленочных покрытий для конкретных промышленных приложений.

Список литературы

1 Donald M. Mattox. Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing. Published by Elsevier Inc. – 2010. – p. 771.

2 Hugh O. Pierson. Handbook of Chemical Vapor Deposition (CVD). Published by Elsevier Inc. – 2010. – p. 458.

3 Наноструктурные покрытия / Под ред. Кавалейро А., Хоссон Д. Техносфера. – 2011. – 752 с.

4 Тополянский, П. А. Выбор оптимальной толщины покрытия при финишном плазменном упрочнении / П. А. Тополянский, А. П. Тополянский, Н. А. Соснин, С. А. Ермаков // *Металлообработка*. – 2010. – № 3. – С. 44-50.

5 Тополянский, П. А. Исследование структуры и элементного состава поверхности металла после финишного плазменного упрочнения / П. А. Тополянский, С. А. Ермаков, А. П. Тополянский // *Металлообработка*. – 2020. – № 3. – С. 35-46.

6 Канаев, А. Т. Сертификация материалов и покрытий по трибологическим характеристикам / А. Т. Канаев, П. А. Тополянский, А. П. Тополянский, С. А. Ермаков, С. К. Бийжанов, Е. Н. Решоткина // *Вестник Евразийского национального университета им. Л. Н. Гумилева. Сер. Технические науки и технологии*. – 2018. – № 2 (123). – С. 73-81.

7 Тополянский, П. А. Аттестация трибологических свойств упрочняющих тонкопленочных покрытий / П. А. Тополянский, А. П. Тополянский, С. А. Ермаков, А. В. Дунаев, К. С. Поджарая // *Трение и смазка в машинах и механизмах*. – 2014. – № 8. – С. 20-29.

8 Шарифуллин, С. Н. Финишное плазменное упрочнение и восстановление деталей топливной аппаратуры / С. Н. Шарифуллин, П. А. Тополянский, С. А. Ермаков, А. П. Тополянский // *Металлообработка*. – 2018. – № 4 (106). – С. 28-39.

9 Тополянский, П. А. Сертификация материалов и покрытий по физико-механическим характеристикам поверхностного слоя / П. А. Тополянский, А. П. Тополянский, С. А. Ермаков, А. Т. Канаев, С. К. Бийжанов, Т. Е. Сарсембаева // *Вестник современных исследований*. – 2018. – № 10-1 (25). – С. 354-366.

10 Канаев, А. Т. Сертификация материалов и покрытий по параметрам микроабразивного изнашивания / А. Т. Канаев, П. А. Тополянский, С. А. Ермаков, А. П. Тополянский // *Вестник науки Казахского агротехнического университета им. С. Сейфуллина*. – 2017. – №2 (93). – С. 111-119.

11 Тополянский, П. А. Испытания покрытий металлорежущего инструмента на микроабразивное изнашивание / П. А. Тополянский // *Станочный парк*. – 2017. – № 3. – С. 21-24.

12 Дерягин, Б. В. Кротова Н. А., Смилга В. П. Адгезия твердых тел / Б. В. Дерягин, Н. А. Кротова, В. П. Смилга – М. : Наука. – 1973. – 279 с.

13 Аппен, А. А. Температурустойчивые неорганические покрытия / А. А. Аппен. – Л. Химия. – 1974. – 296 с.

14 Зимон, А. Д. Адгезия пленок и покрытий / А. Д. Зимон. – М. : Химия. – 1977. – 352 с.

15 Лунёв, В. М. Адгезионные характеристики покрытий и методы их измерения / В. М. Лунёв, О. В. Немашкало // *ФИП PSE*. – 2010. т. 8. – № 1. – С. 64-71.

16 Mittal, K. L. Adhesion measurement of thin films. *Electrocomponent Science and Technology*. 1976. Vol. 3. – pp. 21-42.

17 Палатник, Л. С. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок / Л. С. Палатник, М. Я. Фукс, В. М. Косевич. – М. : Наука. – 1972. – 320 с.

18 Дудчак, В. П. Теоретические предпосылки к исследованию адгезионной прочности полимерных композиционных покрытий с основой / В. П. Дудчак // *Electrical surface treatment methods*. – 2003. – Vol. 39. – Issue 1. – С. 27-30.

19 *Adhesion Measurement of Films and Coatings*. Vol. 1. K. L. Mittal (Ed.). 1995. VSP BV. – 455 p.

20 *Adhesion Measurement of Films and Coatings*. Vol. 2. K. L. Mittal (Ed.). 2001. VSP BV. – 351 p.

21 Лунёв, В. М. Адгезионные характеристики покрытий и методы их измерения / В. М. Лунёв, О. В. Немашкало // *ФП ФИП PSE*. – 2010. – т. 8. – № 1. – С. 64-71.

22 Белов, В. К. Определение адгезионных характеристик покрытий с использованием современного скретч теста. Часть 1. Возможности использования современного скретч теста для определения адгезионных свойств покрытий / В. К. Белов, Е. В. Губарев, О. В. Кривко, А. В. Папшев, Н. Г. Гофман, Э. Г. Самородова // *Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации*. – 2020. – т. 76. – № 2. – С. 143-152.

23 Анищик, В. М., Определение адгезионной прочности Mo-Ti-N и Mo-Cu-N покрытий на установке «Скретч-тестер» / В. М. Анищик, А. К. Кулешов, В. В. Углов, Д. П. Русальский, А. Ф. Сыщенко // *Приборы и методы измерений*. – 2015. – № 1 (10). – С. 81-86.

24 Склерометрия. Теория, методика, применение испытаний на твердость царапанием / Под ред. М. М. Хрущева. – 1968. – М. : Наука – 220 с.

25 Булычев, С. И. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора / С. И. Булычев, С. И. Алехин – М. : Машиностроение. – 1990. – 223 с.

26 Фукс-Рабинович, Г. С. Использование метода склерометрии для определения адгезионных свойств ионно-плазменных покрытий / Г. С. Фукс-Рабинович, В. Ф. Моисеев, А. А. Кацура // *Заводская лаборатория*. – 1990. – № 2. – С. 95-98.

27 Усеинов, А. Механические свойства сверхтонких углеродных алмазоподобных покрытий / А. Усеинов, К. Гоголинский // *Наноиндустрия*. – 2010. – № 5. – С. 54-56.

28 Львова, Н. А. Алгоритмы обработки изображений царапин в методе склерометрии / Н. А. Львова, К. С. Кравчук, И. А. Широков // *Физика твердого тела*. – 2013. – т. 55. – вып. 8. – С. 1570-1577.

29 Трегубов, И. М. Адгезионная прочность композитных покрытий на основе железа. / И. М. Трегубов, М. Ю. Смолякова, М. А. Каширин // *Вестник Воронежского государственного технического университета*. – 2016. т. 12. – № 4. – С. 92-96.

30 Nectarios Vidakis, Aristomenis Antoniadis, N. Bilalis. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. *Journal of Materials Processing Technology*. 2003. 143-144(1). – pp. 481-485.

31 Hatic D., Cheng X., Weibel T., Rauhut M., Hagen H. Rockwell adhesion test – Approach to standard modernization. *The Gap between Visualization Research and Visualization Software*. 2020. – pp. 29-31.

32 Hatic D., Cheng X., Stephani T., Rauhut M. Use of machine learning for automatic Rockwell adhesion test classification based on descriptive and quantitative features. *Surface and Coatings Technology*. October 2021. 427(3) : 127762.

33 Азаренков, Н. А. Особенности разрушения силицидных покрытий при динамических механических нагрузках / Н. А. Азаренков, С. В. Литовченко, В. М. Береснев, В. А. Чишкала, Л. В. Гравнова, С. И. Огиенко // *ФИП PSE*. – 2012. – т. 10. – № 4. – С. 411-417.

34 Углов, А. А. Адгезионная способность пленок / А. А. Углов, Л. М. Анищенко, С. Е. Кузнецов – М. : Радио и связь. – 1987. – 104 с.

35 Хокинг, М. Металлические и керамические покрытия : Получение, свойства и применение / М. Хокинг, В. Васантасри, П. Сидки. – М. : Мир. – 2000. – 516 с.

36 Киреев, В. Ю. Технологии микроэлектроники. Химическое осаждение из газовой фазы / В. Ю. Киреев, А. А. Столяров – М. : Техносфера. – 2006. – 192 с.

37 Васильев, В. Химическое осаждение из газовой фазы стеклообразных тонких

пленок / В. Васильев – LAP LAMBERT. – 2018. – 388 с.

38 Соснин, Н. А. Плазменные технологии. Руководство для инженеров / Н. А. Соснин, С. А. Ермаков, П. А. Тополянский – Изд-во Политехнического ун-та. СПб. : – 2013. – 406 с.

References

1 Donald M. Mattox. Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing. Published by Elsevier Inc. – 2010. – p. 771

2 Hugh O. Pierson. Handbook of Chemical Vapor Deposition (CVD). Published by Elsevier Inc. – 2010. – p. 458

3 Nanostructured coatings / Ed. Cavaleiro A., Hosson D. Technosphere. – 2011. – 752 p.

4 Topolyansky, P. A. Choice of the optimal coating thickness for finishing plasma hardening / P. A. Topolyansky, A. P. Topolyansky, N. A. Sosnin, S. A. Ermakov // Metal processing. – 2010. – №. 3. – P. 44-50.

5 Topolyansky, P. A. Research of the structure and elemental composition of the metal surface after finishing plasma hardening / P. A. Topolyansky, S. A. Ermakov, A. P. Topolyansky // Metal processing. – 2020. – №. 3. – P. 35-46.

6 Kanaev, A. T. Certification of materials and coatings for tribological characteristics / A. T. Kanaev, P. A. Topolyansky, A. P. Topolyansky, S. A. Ermakov, S. K. Biyzhanov, E. N. Reshotkina // Bulletin of the Eurasian National University. L. N. Gumilyov. Ser. Engineering science and technology. – 2018. – №. 2 (123). – S. 73-81.

7 Topolyansky, P. A. Certification of tribological properties of hardening thin-film coatings / P. A. Topolyansky, A. P. Topolyansky, S. A. Ermakov, A. V. Du-naev, K. S. Lean // Friction and lubrication in machines and mechanisms. – 2014. – № 8. – P. 20-29.

8 Sharifullin, S N Finishing plasma hardening and restoration of parts of fuel equipment / S N Sharifullin, P A Topolyanskiy, S A Ermakov, A P Topolyanskiy // Metal processing. – 2018. – №. 4 (106). – S. 28-39.

9 Topolyansky, P. A. Certification of materials and coatings by physical and mechanical characteristics of the surface layer / P. A. Topolyansky, A. P. Topolyansky, S. A. Ermakov, A. T. Kanaev, S. K. Biyzhanov, T. E. Sarsembaeva // Bulletin of modern research. – 2018. – №. 10-1 (25). – S. 354-366.

10 Kanaev, A. T. Certification of materials and coatings by the parameters of microabrasive wear / A. T. Kanaev., P. A. Topolyansky, S. A. Ermakov, A. P. Topolyansky // Science Bulletin of the Kazakh Agrotechnical University named after S. Seifullin. – 2017. – №. 2 (93). – S. 111-119.

11 Topolyansky, P. A. Microabrasive wear testing of metal-cutting tool coatings / P A Topolyansky // Machine park. – 2017. – №. 3. – P. 21-24.

12 Deryagin B. V., Krotova N. A., Smilga V. P. Adhesion of solids / B V Deryagin, N A Krotova, V P Smilga – M. : Science. – 1973. – 279 p.

13 Appen, A. A. Temperature-resistant inorganic coatings / A. A. Appen. – L. Chemistry. – 1974. – 296 p.

14 Zimon, A. D. Adhesion of films and coatings / A. D. Zimon. – M. : Chemistry. – 1977. – 352 p.

15 Lunev, V M Adhesion characteristics of coatings and methods of their measurement / V M Lunev, O V Nemashkalo // FIP PSE. – 2010. vol. 8. – №. 1. – P. 64-71.

16 Mittal, K. L. Adhesion measurement of thin films. Electrocomponent Science and Technology. 1976. Vol. 3. – pp. 21-42.

17 Palatnik, L S The mechanism of formation and substructure of condensed films / L S Palatnik, M. Ya. Fuks, V M Kosevich. – M. : Science. – 1972. – 320 p.

18 Dudchak, V P Theoretical prerequisites for the study of the adhesive strength of polymer composite coatings with a base / V P Dudchak // Electrical surface treatment methods. – 2003. – Vol. 39. – Issue 1. – P. 27-30.

- 19 Adhesion Measurement of Films and Coatings. Vol. 1. K. L. Mittal (Ed.). 1995. VSP BV. – 455 p.
- 20 Adhesion Measurement of Films and Coatings. Vol. 2. K. L. Mittal (Ed.). 2001. VSP BV. – 351 p.
- 21 Lunev, V M Adhesion characteristics of coatings and methods of their measurement / V M Lunev, O V Nemashkalo // FIP FIP PSE. – 2010. – v. 8. – №. 1. – P. 64-71.
- 22 Belov, V K Determination of adhesive characteristics of coatings using modern scratch test. Part 1. Possibilities of using a modern scratch test to determine the adhesive properties of coatings / V. K. Belov, E. V. Gubarev, O. V. Krivko, A. V. Papshev, N. G. Gofman, E. G. Samorodova // Ferrous metallurgy. Bulletin of scientific, technical and economic information. – 2020. – v. 76. – №. 2. – S. 143-152.
- 23 Anishchik, V M Determination of the adhesion strength of Mo-Ti-N and Mo-Cu-N coatings on the "Scratch-tester" installation / V M Anishchik, A K Kuleshov, V V. Uglov, D. P. Rusalsky, A. F. Syshchenko // Instruments and methods of measurements. – 2015. – №. 1 (10). – S. 81-86.
- 24 Sclerometry. Theory, technique, application of hardness tests by scratching / Ed. M. M. Khrushchova. – 1968. – M. : Nauka – 220 p.
- 25 Bulychev, S I Testing of materials by continuous indentation of the indenter / S I Bulychev, SI Alekhin – M. : Mechanical engineering. – 1990. – 223 p.
- 26 Fuchs-Rabinovich, G. S. Using the sclerometry method to determine the adhesion properties of ion-plasma coatings / G S Fuks-Rabinovich, V F Moiseev, A A Katsura // Factory laboratory. – 1990. – №. 2. – S. 95-98.
- 27 Useinov, A. Mechani Chemical properties of ultra-thin carbon diamond-like coatings / A. Useinov, K. Gogolinsky // Nanoindustriya. – 2010. – №. 5. – P. 54-56.
- 28 Lvova, N A Algorithms for image processing of scratches in the sclerometry method / N A Lvova, K S Kravchuk, I A Shirokov // Solid State Physics. – 2013. – t. 55. – issue. 8. – S. 1570-1577.
- 29 Tregubov, I M Adhesion strength of iron-based composite coatings. / I. M. Tregubov, M. Yu. Smolyakova, M. A. Kashirin // Bulletin of the Voronezh State Technical University. – 2016. vol. 12. – №. 4. – P. 92-96.
- 30 Nectarios Vidakis, Aristomenis Antoniadis, N. Bilalis. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. Journal of Materials Processing Technology. 2003. 143-144 (1). – pp. 481-485.
- 31 Hati'c D., Cheng X., Weibel T., Rauhut M., Hagen H. Rockwell adhesion test – Approach to standard modernization. The Gap between Visualization Research and Visualization Software. 2020. – pp. 29-31.
- 32 Hatic D., Cheng X., Stephani T., Rauhut M. Use of machine learning for automatic Rockwell adhesion test classification based on descriptive and quantitative features. Surface and Coatings Technology. October 2021.427 (3) : 127762.
- 33 Azarenkov, N. A. Features of the destruction of silicide coatings under dynamic mechanical loads / N. A. Azarenkov, S. V. Litovchenko, V. M. Beresnev, V. A. Chishkala, L. V. Gravnova, S. And Ogienko // FIP PSE. – 2012. – v. 10. – №. 4. – P. 411-417.
- 34 Uglov, A. A. Adhesion of films / A. Uglov, L. M. Anischenko, S. E. Kuznetsov – M. : Radio and communication. – 1987. – 104 p.
- 35 Hawking, M. Metallic and ceramic coatings : Production, properties and application / M. Hawking, V. Vasantasri, P. Sidki. – M. : Mir. – 2000. – 516 p.
- 36 Kireev, V. Yu. Technologies of microelectronics. Chemical deposition from the gas phase / V. Yu. Kireev, A. A. Stolyarov – M. : Technosphere. – 2006. – 192 p.
- 37 Vasiliev, V. Chemical deposition from the gas phase of glassy thin films / V. Vasiliev – LAP LAMBERT. – 2018. – 388 p.
- 38 Sosnin, N. A. Plasma technologies. A guide for engineers / N. A. Sosnin, S. A. Ermakov, P. A. Topolyansky – Publishing house of the Polytechnic University. SPb. : – 2013. – 406 p.