ISSN 1561-2430 (Print) ISSN 2524-2415 (Online) УДК 538.9+539.23 https://doi.org/10.29235/1561-2430-2024-60-4-344-352

Поступила в редакцию 04.08.2024 Received 04.08.2024

В. А. Кукареко¹, А. В. Кушнеров¹, Н. Н. Попок²

¹Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь ²Полоцкий государственный университет имени Евфросинии Полоцкой, Новополоцк, Республика Беларусь

ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВАКУУМНО-ДУГОВЫХ ПОКРЫТИЙ TIN, НАНЕСЕННЫХ НА СТАЛЬ 9ХС

Аннотация. Исследовано влияние отжига при 350–500 °C на структурно-фазовое состояние, нанотвердость, модуль упругости и критическую нагрузку отслаивания Lc вакуумно-дуговых покрытий TiN, нанесенных на подложку из предварительно отожженной стали 9XC. Установлено, что в покрытии TiN содержатся фазы TiN и Ti. Нанотвердость покрытия составляет 29 ГПа, а модуль упругости – 485 ГПа. Сделано заключение, что повышенные значения нанотвердости и модуля упругости покрытия связаны с присутствием в нем большого количества дефектов кристаллической решетки. Показано, что по мере увеличения температуры отжига покрытия от 350 до 500 °C значения нанотвердости и модуля упругости покрытий TiN уменьшаются, при этом регистрируется увеличение параметра кристаллической решетки, а также уменьшение плотности дислокаций и диспергирование TiN. Увеличение параметра кристаллической решетки TiN при отжиге покрытия связано с образованием в нем вакансионных комплексов. Установлено, что в результате отжига покрытий TiN нагрузка его отслаивания увеличивается от 12,8 до 21,1 Н. Следовательно, возрастание нагрузки отслаивания покрытия при отжиге связано с образованием оксидной пленки, которая препятствует зарождению (генерированию) дислокаций при внедрении и перемещении индентора в покрытии и, таким образом, замедляет образование микротрещин на границе покрытия и подложки.

Ключевые слова: вакуумно-дуговое покрытие TiN, отжиг, структура, нанотвердость, модуль упругости, нагрузка отслаивания

Для цитирования. Кукареко, В. А. Влияние отжига на структурно-фазовое состояние и физико-механические свойства вакуумно-дуговых покрытий ТiN, нанесенных на сталь 9ХС / В. А. Кукареко, А. В. Кушнеров, Н. Н. Попок // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-мат. навук. – 2024. – Т. 60, № 4. – С. 344–352. https://doi.org/10.29235/1561-2430-2024-60-4-344-352

Vladimir A. Kukareko¹, Andrei V. Kushnerou¹, Nikolai N. Popok²

¹The Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus ²Euphrosyne Polotskaya State University of Polotsk, Novopolotsk, Republic of Belarus

INFLUENCE OF ANNEALING ON THE STRUCTURAL-PHASE STATE AND PHYSICAL-MECHANICAL PROPERTIES OF VACUUM-ARC TIN COATINGS APPLIED TO 90CrSi STEEL

Abstract. The effect of annealing at 350–500 °C on the structural-phase state, nanohardness, elastic modulus and critical peel load Lc of vacuum-arc TiN coatings deposited on a substrate made of pre-annealed 90CrSi steel was investigated. It has been established that the coating contains TiN and Ti phases. The nanohardness of the coating is 29 GPa, and the elastic modulus is 485 GPa. It was concluded that the increased values of the nanohardness and coating elastic modulus are associated with the presence of a large number of crystal lattice defects in it. It is shown that as the annealing temperature of the coating increases from 350 to 500 °C, the values of the nanohardness and elastic modulus of TiN coatings decrease, while an increase in the crystal lattice parameter, as well as a decrease in the dislocation density and TiN dispersion are recorded. An increase in the crystal lattice parameter of TiN during annealing of the coating is associated with the formation of vacancy complexes in it. It was found that as a result of annealing TiN coatings, the peeling load increases from 12.8 to 21.1 N. It was concluded that the increase in the uncleation (generation) of dislocations during the introduction and movement of the indenter in the coating and, thus, slows down the formation of microcracks at the boundary of the coating and the substrate.

Keywords: vacuum-arc deposition of TiN, annealing, phase composition, nanohardness, elastic modulus, peeling load

For citation. Kukareko V. A., Kushnerou A. V., Popok N. N. Influence of annealing on the structural-phase state and physical-mechanical properties of vacuum-arc TiN coatings applied to 90CrSi steel. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-matematychnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physics and Mathematics series*, 2024, vol. 60, no. 4, pp. 344–352 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-2430-2024-60-4-344-352

[©] Кукареко В. А., Кушнеров А. В., Попок Н. Н., 2024

Введение. Технологии вакуумного напыления (PVD) широко применяются для формирования покрытий различного функционального назначения, обеспечивающих повышение эксплуатационной стойкости инструмента, износо- и коррозионной стойкости рабочих поверхностей деталей машин, работающих в условиях абразивного и адгезионного изнашивания, ударно-циклических нагрузок, а также воздействия высоких температур и агрессивных сред. Наиболее эффективным способом формирования требуемых свойств поверхностных слоев материала является нанесение износостойких покрытий [1–3]. Методы физического осаждения позволяют реализовать процессы формирования покрытий при низких температурах [4, 5], что обеспечивает возможность их применения для инструментальных сталей.

В настоящее время для повышения срока службы инструмента хорошо зарекомендовали себя керамические покрытия из нитридов титана, имеющие улучшенные эксплуатационные характеристики (твердость, износостойкость, коррозионная устойчивость) благодаря формированию в них нанокристаллической структуры [6, 7] и высокой плотности дефектов кристаллической решетки [8]. Перспективным способом получения наноструктурных покрытий считаются методы вакуумно-дугового осаждения [4, 5, 9]. Важной характеристикой покрытий, существенно влияющей на их эксплуатационные свойства, является адгезия к подложке [10]. Для улучшения физико-механических характеристик нанокомпозитных покрытий может применяться отжиг [11]. Вместе с тем влияние температуры отжига на структуру покрытий и их адгезию к подложке изучено недостаточно. В связи с этим целью настоящей работы является исследование влияния температуры отжига на структурно-фазовое состояние, нанотвердость, модуль упругости и нагрузку отслаивания покрытий TiN, нанесенных на отожженную сталь 9XC.

Материалы и методы исследования. Объектом исследования являются образцы покрытий TiN, сформированных методом вакуумно-дугового осаждения на подложках из предварительно отожженной стали 9XC (твердость 270 HV 10). Нанесение покрытий проводилось на специализированной установке модели PVM-0,5FN. Режим нанесения: ток – 85 A, температура – 190 °C, давление – $3 \cdot 10^{-3}$ МПа, время нанесения покрытия – 30 мин. Толщина покрытий составляет ~3–4 мкм. Распыляемая мишень – титан BT1-0.

Термическая обработка покрытий проводилась в муфельной печи SNOL 7,2/1100 в окислительной атмосфере при температурах 350, 400, 450 и 500 °C с изотермической выдержкой в течение 1 ч.

Рентгеноструктурный анализ фазового состава покрытий проводился на дифрактометре POWDIX 600 в монохроматизированном CoK_{α} излучении при напряжении 30 кВ и анодном токе 10 мА. Съемки осуществлялись в непрерывном режиме со скоростью 0,01 град/с. Для расшифровки фазового состава использовалась картотека PDF-2. Обработка данных рентгеноструктурного анализа проводилась с помощью автоматизированных программных комплексов Crystallographica Search-Match и High Score Plus Demo.

Расчет величины физического уширения дифракционных линий, плотности дислокаций и размеров субзерен в покрытиях осуществлялся с использованием метода аппроксимации [12, 13].

Нанотвердость и модуль упругости покрытий измерялись на нанотвердомере Nano Hardness Tester (NHT2) фирмы CSM Instruments по методике Оливера и Фарра [14, 15] с применением алмазного индентора Берковича. Нагрузка на индентор составляла 5 г.

Для определения нагрузки отслаивания (*Lc*) покрытий TiN от подложки проводились испытания методом скретч-тестирования на трибометре MFT-5000. К поверхности образца с покрытием подводился индентор Роквелла (алмазный наконечник с радиусом при вершине 20 мкм и углом 120°). Далее индентор перемещался по испытуемой поверхности и одновременно прикладывалась постепенно увеличивающаяся нагрузка в пределах от 1 до 50 Н. В результате испытаний на поверхности покрытия формировалась канавка (царапина) переменной глубины. Нагрузка отслаивания покрытия от подложки определялась по регистрируемой прибором серии высокоамплитудных всплесков акустической эмиссии [16, 17].

Результаты и их обсуждение. Сформированное на подложке из отожженной стали 9ХС вакуумно-дуговое покрытие в исходном состоянии содержит нитридную фазу TiN с ГЦК-ре-

шеткой типа NaCl и титан Ti с ГПУ-решеткой (рис. 1, *a*). Присутствие на дифрактограмме линий от фазы Ti обусловлено наличием капельной фракции в распыляемом при формировании покрытия титане. На рентгеновской дифрактограмме также регистрируются дифракционные линии от стальной подложки (α -Fe, Fe₃C), что связано с относительно малой толщиной покрытия (\leq 5 мкм). Параметр кристаллической решетки фазы TiN составляет *a* = 0,4248 нм (a_{TiN} = 0,4244 нм [18]). Дифракционные линии от нитридной фазы TiN сильно уширены. В частности, величина физического уширения дифракционной линии 111 от фазы TiN равна $\beta_{111} \approx 14 \cdot 10^{-3}$ рад. Нанотвердость покрытия TiN составляет *H* ≈ 29 ГПа, а модуль упругости – *E* = 485 ГПа (таблица).

Фазовый состав, параметр кристаллической решетки (a_{TiN}) и величина физического уширения дифракционной линии 111 от фазы TiN (β₁₁₁), отношения tgθ₂₂₂/tgθ₁₁₁, β₂₂₂/β₁₁₁, secθ₂₂₂/secθ₁₁₁, нанотвердость (H) и модуль упругости (E) вакуумно-дуговых покрытий TiN

Phase composition, lattice parameter (a_{TiN}) and the magnitude of the physical broadening of the 111 diffraction line from TiN phase (β_{111}) , ratio $tg\theta_{222}/tg\theta_{111}$, β_{222}/β_{111} , $sec\theta_{222}/sec\theta_{111}$, nanohardness (*H*) and elastic modulus (*E*) of vacuum-arc coatings TiN

Термообработка	Фазовый состав	<i>а</i> _{тіN} , нм	$\beta_{111} \cdot 10^{-3}$, рад	β_{222}/β_{111}	Н, ГПа	<i>Е</i> , ГПа
Исходное состояние	TiN, Ti	0,4248	14,0	2,76	29,0	485
350 °С, 2 ч		0,4249	14,0	2,70	25,3	470
400 °С, 2 ч		0,4249	14,0	2,70	25,3	430
450 °С, 2 ч		0,4251	13,3	2,16	13,4	250
500 °С, 2 ч		0,4256	12,1	2,16	9,7	220

Примечание. $tg\theta_{222}/tg\theta_{111} = 2,72$; $sec\theta_{222}/sec\theta_{111} = 1,36$.

Поскольку величина отношения значений физического уширения β линий 222 и 111 от фазы TiN соответствует отношению тангенсов углов рассеяния дифракционных линий: $\beta_{222}/\beta_{111} \approx zg\theta_{222}/tg\theta_{111} \approx 2,70$, то причиной уширения дифракционных линий от нитридной фазы являются сформировавшиеся в ней при осаждении дефекты кристаллической решетки (дислокации и вакансии [12, 19]). Плотность дислокаций в покрытии TiN, определенная на основании данных по величине физического уширения [12] дифракционных линий 111, составляет $\rho = 5,72 \cdot 10^{13}$ см⁻². Повышенная плотность дефектов кристаллической решетки и вызванных ими микроискажений является, по нашему мнению, причиной высоких значений твердости и модуля упругости покрытия, сформированного при относительно низких температурах осаждения [20].

В результате отжига покрытий регистрируется изменение их цвета от соломенного (350 °C) до фиолетового (500 °C), что свидетельствует об образовании на поверхности покрытия тонкой оксидной пленки субмикронной толщины [21]. Отжиг при 350-500 °С (1 ч) нанесенного на предварительно отожженную сталь 9XC покрытия TiN не приводит к изменениям в его фазовом составе. На рис. 1, *b* представлена характерная рентгеновская дифрактограмма, полученная от покрытия TiN, подвергнутого отжигу при температуре 500 °С. В приведенной выше таблице представлены значения нанотвердости (H) и модуля упругости (E) покрытий TiN после различных режимов отжига, а также данные по фазовому составу покрытия, параметрам кристаллической решетки фазы TiN (*a*_{TiN}) и величинам физического уширения дифракционной линии 111 от фазы TiN (β₁₁₁). Можно видеть, что в результате отжига при 450-500 °C регистрируется существенное увеличение значений параметра кристаллической решетки фазы TiN от 0,4248 до 0,4256 нм (см. таблицу). Увеличение параметра кристаллической решетки TiN в результате отжига может быть связано с уменьшением в покрытии концентрации вакансий и образованием вакансионных комплексов – бивакансий [22]. В частности, результаты компьютерного моделирования и экспериментальные данные, опубликованные в [22], показали, что образование бивакансий приводит к растягивающей деформации кристаллической ячейки, что сопровождается увеличением значений параметра последней. Таким образом, образование при отжиге покрытия TiN вакансионных комплексов (бивакансий) может вызывать деформацию, растягивающую кристаллическую решетку и увеличивающую ее параметр. Уровни значений нанотвердости (Н) и модуля



Рис. 1. Характерные фрагменты рентгеновских дифрактограмм (CoK_α) поверхностного слоя вакуумно-дугового покрытия TiN, осажденного на сталь 9XC (*a*) и подвергнутого отжигу при 500 °C в течение 1 ч (*b*)

Fig. 1. Characteristic fragments of X-ray diffraction patterns (CoK_a) of the surface layer of TiN vacuum-arc coating deposited on 90CrSi steel (*a*) and annealed at 500 °C, 1 hour (*b*)

упругости (*E*) покрытий TiN в результате отжига понижаются (см. таблицу) и после отжига при 500 °C уменьшаются от H = 29,0 ГПа и E = 485 ГПа до H = 9,7 ГПа и E = 220 ГПа. В случае низких температур отжига (350–400 °C) у покрытий сохраняются высокие значения твердости и модуля упругости (см. таблицу), а также высокий уровень плотности дислокаций ($\rho = 5,33 \cdot 10^{13}$ см⁻²).

После отжига покрытий при 450 и 500 °С значения величин отношений физических уширений дифракционных линий 222 и 111 от фазы TiN снижаются и находятся между отношением тангенсов и секансов углов рассеяния (см. таблицу). Снижение значений отношения β_{222}/β_{111} обусловлено уменьшением плотности дислокаций ρ и формированием субзеренной (ячеистой) структуры из хаотически распределенных дислокаций и их скоплений [12, 19]. При этом, в случае отжига покрытия TiN при 500 °С, рассчитанный из значений физического уширения дифракционных линий размер областей когерентного рассеяния (субзерен) составляет 6 нм, а плотность дислокаций – $\rho = 1,62 \cdot 10^{13}$ см⁻². Таким образом, в результате отжига покрытия TiN при 350–500 °С происходят существенные изменения его структурного состояния. Представляет интерес исследование влияние отжига на такую важную характеристику покрытия, как нагрузка отслаивания, которая в значительной степени определяет эксплуатационные свойства покрытий [23].

На рис. 2 представлены характерные результаты проведения скретч-тестирования для покрытий TiN в виде графиков зависимости приложенной нагрузки на индентор (DAQ.Fz), коэффициента трения (DAQ.COF) и акустической эмиссии (DAQ.AE) от продолжительности (нагрузки) испытаний (Timestamp). Нагрузка отслаивания (*Lc*) покрытия TiN от подложки из стали 9XC определялась по нагрузке, приводящей к генерированию серий импульсов акустической эмиссии. В исходном (неотожженном) состоянии покрытия величина *Lc* равнялась 12,8 Н. Коэффициент трения покрытия TiN составлял $f \approx 0,25$. При увеличении нагрузки вдавливания происходило увеличение коэффициента трения до $f \approx 0,30-0,55$, что связано с внедрением индентора в материал подложки. В дальнейшем, по мере возрастания нагрузки, значение *f* сохраняется на этом уровне до конца испытаний. В результате отжига вакуумно-дуговых покрытий TiN, нанесенных на предварительно отожженную сталь 9XC, нагрузка отслаивания увеличивается от *Lc* = 12,8 H до *Lc* = 21,1 H (отжиг при 500 °C) (рис. 3).

По нашему мнению, регистрируемое увеличение нагрузки отслаивания покрытий в результате их отжига может быть связано либо с взаимной диффузией атомов покрытия и подложки, либо с образованием на поверхности TiN тонкого слоя оксидов. Вместе с тем данные рентгено-



Рис. 2. Характерные зависимости коэффициента трения (DAQ.COF), акустической эмиссии (DAQ.AE) и нагрузки на индентор (DAQ.Fz) от времени испытаний (Timestamp) для вакуумно-дуговых покрытий TiN, осажденных на сталь 9XC: *a* – исходное состояние; *b* – отжиг при 500 °C

Fig. 2. Characteristic dependences of friction coefficient (DAQ.COF), acoustic emission (DAQ.AE) and load on the indenter (DAQ.Fz) on test time (Timestamp) for TiN vacuum-arc coatings deposited on 90CrSi steel: a is an initial state; b is annealing at 500 °C



Рис. 3. Зависимость нагрузки отслаивания от температуры отжига покрытий TiN, осажденных на сталь 9ХС

Fig. 3. Dependence of peeling load on annealing temperature of TiN coatings deposited on 90CrSi steel



Рис. 4. Схема возникновения скоплений дислокаций и формирования трещин отслаивания на границе покрытия и подложки при внедрении и перемещении в покрытии алмазного индентора: *a* – случай покрытия без оксидной пленки; *b* – покрытие с оксидной пленкой

Fig. 4. Scheme of the occurrence of dislocation accumulations and the formation of peeling cracks at the boundary of the coating and substrate, during the introduction and movement of a diamond indenter in the coating: a - coating without oxide film; b - coating with oxide film

структурного анализа не подтверждают диффузионного переноса атомов из покрытия в подложку при температуре 350–500 °С. В частности, после отжига при 500 °С не регистрируется образование новых интерметаллидных фаз, что указывало бы на диффузию атомов титана в железную подложку. В связи с этим возможной причиной замедленного зарождения трещин отслаивания (увеличение нагрузки отслаивания) при испытаниях отожженных покрытий, по нашему мнению, является образование на их поверхности тонкого слоя оксидов титана, которые препятствуют зарождению на поверхности покрытия дислокаций при внедрении индентора и тем самым тормозят их накопление на границе между покрытием и подложкой, что, в свою очередь, замедляет образование микротрещин на границе покрытия и подложки (рис. 4). Косвенным подтверждением указанного заключения может выступать обнаруженное в [24] повышение износостойкости твердосплавного инструмента, подвергнутого низкотемпературной термогидрохимической обработке в кипящем водном растворе оксидов переходных металлов (TiO₂ + MoO₃).

Заключение. Исследовано влияние отжига на структурно-фазовое состояние, нанотвердость, модуль упругости и критическую нагрузку отслаивания вакуумно-дуговых покрытий TiN, нанесенных на подложку из отожженной стали 9XC. Установлено, что в фазовом составе покрытия TiN регистрируются фазы TiN и Ti. Нанотвердость покрытия составляет 29 ГПа, а модуль упругости – 485 ГПа. Сделано заключение, что высокие значения нанотвердости покрытия TiN обусловлены присутствием в нем большого количества дефектов кристаллической решетки. Показано, что в результате отжига покрытия TiN регистрируется увеличение значений параметра кристаллической решетки, а также уменьшение физического уширения дифракционных линий от фазы TiN. Установлено, что возрастание значений параметра решетки TiN при отжиге связано с образованием вакансионных комплексов. Нанотвердость и модуль упругости покрытий TiN по мере увеличения температуры отжига уменьшаются, что вызвано снижением плотности дефектов кристаллической решетки. Выявлено, что в результате отжига покрытий TiN значение нагрузки отслаивания увеличивается от 12,8 до 21,1 Н. Сделано заключение, что увеличение адгезионной прочности покрытий связано с образованием на их поверхности оксидной пленки, которая препятствует зарождению (генерированию) дислокаций в покрытии и тормозит образование микротрещин на границе покрытия и подложки.

Список использованных источников

1. Кирюханцев-Корнеев, Ф. В. Научные и технологические принципы нанесения покрытий методами физического и химического осаждения: методы получения и исследования покрытий / Ф. В. Кирюханцев-Корнеев. – М.: МИСиС, 2015. – 57 с.

2. Табаков, В. П. Тонкопленочные многослойные покрытия побеждают трещины / В. П. Табаков, М. Ю. Смирнов, А. В. Циркин // Сборник научно-популярных статей – победителей конкурса РФФИ 2006 года / Рос. фонд фундам. исслед. – М.: Природа, 2007. – Вып. 10. – С. 476–485.

3. The effect of steel substrate pre-hardening on structural, mechanical, and tribological properties of magnetron sputtered TiN and TiAlN coatings / F. F. Komarov [et al.] // Wear. – 2016. – Vol. 352–353. – P. 92–101. https://doi.org/10.1016/j. wear.2016.02.007

4. Емельянов, В. А. Вакуумно-плазменные способы формирования защитных и упрочняющих покрытий / В. А. Емельянов, И. А. Иванов, Ж. А. Мрочек. – Минск: Бестпринт, 1998. – 234 с.

5. Дороднов, А. М. О физических принципах и типах вакуумных технологических устройств / А. М. Дороднов, В. А. Петросов // Журн. техн. физики. – 1981. – Т. 5, № 3. – С. 504–524.

6. Musil, J. Hard nanocomposite coatings: Thermal stability, oxidation resistance and toughness / J. Musil // Surf. Coat. Technol. – 2012. – Vol. 207. – P. 50–65. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.05.073

7. Gleiter, H. Nanocrystalline materials / H. Gleiter // Prog. Mater. Sci. – 1989. – Vol. 33, № 4. – P. 223–315. https://doi. org/10.1016/0079-6425(89)90001-7

8. Валиев, Р. 3. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р. 3. Валиев, И. В. Александров – М.: Логос, 2000. – 272 с.

9. Вакуумно-плазменные покрытия на основе многоэлементных нитридов / Н. А. Азаренков [и др.] // Металлофизика и новейшие технологии. – 2013. – Т. 35, № 8. – Р. 1061–1084.

10. Константинов, В. М. Адгезия покрытий Ті-N на модифицированной стальной подложке / В. М. Константинов, Г. А. Ткаченко, А. В. Ковальчук // Металлургия: Респ. межведомств. сб. науч. тр. – Минск, 2014. – Вып. 35. – С. 272–281.

11. Effect of annealing on the micromorphology and corrosion properties of Ti/SS thin films / S. Rezaee [et. al.] // Superlattices Microstruct. – 2020. – Vol. 146. – Art. ID 106681. https://doi.org/10.1016/j.spmi.2020.106681

12. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я. С. Уманский [и др.]. – М.: Металлургия, 1982. – 632 с.

13. Иванов, А. С. Рентгенография металлов / А. С. Иванов. – Пермь: Изд-во Перм. нац. исслед. политехн. ун-та, 2014. – 77 с.

14. Oliver, W. C. An Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and dis-placement sensing indentation experiments / W. C. Oliver, G. M Pharr // J. Mater. Res. – 1992. – Vol. 7. – P. 1564–1583. https://doi. org/10.1557/jmr.1992.1564

15. Oliver, W. C. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / W. C. Oliver, G. M Pharr // J. Mater. Res. – 2004. – Vol. 19. – P. 3–20. https://doi. org/10.1557/jmr.2004.19.1.3

16. Трегубов, И. М. Адгезионная прочность композитных покрытий на основе железа / И. М. Трегубов, М. Ю. Смолякова, М. А. Каширин // Вестн. Воронеж. гос. техн. ун-та. – 2016. – Т. 12, № 4. – С. 92–96.

17. Определение адгезионной прочности Мо–Ті–N и Мо–Си–N покрытий на установке «скретч-тестер» / В. М. Анищик [и др.] // Приборы и методы измерений. – 2015. – № 1 (10). – С. 81–86.

18. Гольдшмидт, Х. Д. Сплавы внедрения: в 2 вып.: пер. с англ. / Х. Д. Гольдшмидт. – М.: Мир, 1971. – Вып. 1. – 424 с.

19. Кривоглаз, М. А. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах / М. А. Кривоглаз. – Киев: Наук. думка, 1983. – 408 с.

20. Musil, J. Hard and superhard nanocomposite coatings / J. Musil // Surf. Coat. Technol. – 2000. – Vol. 125, № 1–3. – P. 322–330. https://doi.org/10.1016/s0257-8972(99)00586-1

21. Яресько, С. И. Нанопленка оксидов металлов зоны лазерной обработки инструментальных сталей и их влияние на работоспособность металлорежущего инструмента / С. И. Яресько // Физ. мезомеханика. – 2004. – Т. 7, спец. вып., ч. 2. – С. 216–219.

22. Влияние закалочных дефектов и примесных атомов на параметры кристаллической решетки α-Fe / В. П. Филиппова [и др.] // Изв. РАН. Сер. физ. – 2019. – Т. 83, № 11. – С. 1576–1584. https://doi.org/10.1134/s0367676519100090

23. Ремнев, Г. Е. Повышение стойкости твердосплавного инструмента методом предварительной обработки мощным ионным пучком и осаждения нитрид-титановго покрытия / Г. Е. Ремнев, В. А. Тарбоков // Физ. мезомеханика. – 2004. – Т. 7, спец. вып., ч. 2. – С. 329–332.

24. Витязь, П. А. Упрочнение твердого сплава методом термогидрохимической обработки / П. А. Витязь, А. А. Шматов, О. Г. Девойно // Докл. Нац. акад. наук Беларуси. – 2013. – Т. 57, № 1. – С. 113–117.

References

1. Kiryukhantsev-Korneev F. V. Scientific and Technological Principles of Application of Coated Methods of Physical and Chemical Influence: Methods of Production and Research, Protected. Moscow, NUST MISIS Publ., 2015. 57 p. (in Russian).

2. Tabakov V. P., Smirnov M. Yu., Tsirkin A. V. Thin film multilayer coatings eliminate cracks. *Sbornik nauchno-populyarnykh statei - pobeditelei konkursa RFFI 2006 goda* [Collection of popular science articles – winners of the 2006 RFBR competition]. Moscow, Priroda Publ., 2007, iss. 10, pp. 476–485 (in Russian).

3. Komarov, F. F., Konstantinov V. M., Kovalchuk A. V., Konstantinov S. V., Tkachenko H. A. The effect of steel substrate pre-hardening on structural, mechanical, and tribological properties of magnetron sputtered TiN and TiAlN coatings. *Wear*, 2016, vol. 352–353, pp. 92–101. https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.02.007

4. Emel'yanov V. A., Ivanov I. A., Mrochek Zh. A. Vacuum-plasma Methods for the Formation of Protective and Strengthening Coatings. Minsk, Bestprint Publ., 1998. 234 p. (in Russian).

5. Dorodnov A. M., Petrosov V. A. On the physical principles and types of vacuum technological devices. *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki = Technical Physics*, 1981, vol. 5, no. 3, pp. 504–524 (in Russian).

6. Musil J. Hard nanocomposite coatings: Thermal stability, oxidation resistance and toughness. *Surface and Coatings Technology*, 2012, vol. 207, pp. 50–65. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.05.073

7. Gleiter H. Nanocrystalline materials. Progress in Materials Science, 1989, vol. 33, № 4, pp. 223-315. https://doi. org/10.1016/0079-6425(89)90001-7

8. Valiev R. Z., Aleksandrov I. V. Nanostructured Materials Obtained by Severe Plastic Deformation. Moscow, Logos Publ., 2000. 272 p. (in Russian).

9. Azarenkov N. A., Sobol' O. V., Beresnev V. M., Pogrebnyak A. D., Kolesnikov D. A., Turbin P. V., Toryanik I. N. Vacuum-Plasma Coatings Based on the Multielement Nitrides. *Metallofizika i Noveishie Tekhnologii = Metallophysics and Advanced Technologies*, 2013, vol. 35, pp. 1061–1084 (in Russian).

10. Konstantinov V. M., Tkachenko G. A., Koval'chuk A. V. Adhesion of Ti-N coatings on a modified steel substrate. *Metallurgiya: respublikanskii mezhvedomstvennyi sbornik nauchnykh trudov* [Metallurgy: republican interdepartmental collection of scientific works]. Minsk, 2014, iss. 35, pp. 272–281 (in Russian).

11. Rezaee S., Arman A., Jurečka S., Korpi A. G., Mwema F., Luna C., Sobola D. [et. al.] Effect of annealing on the micromorphology and corrosion properties of Ti/SS thin films. *Superlattices and Microstructures*, 2020, vol. 146, art. ID 106681. https://doi.org/10.1016/j.spmi.2020.106681

12. Ivanov A. N., Rastorguev L. N., Skakov Yu. A., Umanskii Ya. S. Crystallography, Radiography and Electron Microscopy. Moscow, Metallurgiya Publ., 1982. 632 p. (in Russian).

13. Ivanov A. S. *Radiography of Metals*. Perm, Perm National Research Polytechnic University Publ., 2014. 77 p. (in Russian).

14. Oliver W. C., Pharr G. M. An Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and dis-placement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 1992, vol. 7, pp. 1564–1583. https://doi. org/10.1557/jmr.1992.1564

15. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 2004, vol. 19, pp. 3–20. https://doi.org/10.1557/jmr.2004.19.1.3

16. Tregubov I. M., Smolyakova M. Yu., Kashirin M. A. The adhesion strength of the composite coatings based iron. *Vestnik Voronezhskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Tekhnologii materialov* [Bulletin of Voronezh State Technical University. Materials technologies], 2016, pp. 92–96 (in Russian).

17. Anischik V. M., Kuleshov A. K., Uglov V. V., Rusalsky D. P., Syschenko A. F. Measurement of adhesion strength of Mo-Ti-N and Mo-Cu-N coatings using "scratch-tester" device. *Pribory i metody izmerenii = Devices and Methods of Measurements*, 2015, no. 1 (10), pp. 81–86 (in Russian).

18. Goldschmidt H. J. Interstitial Alloys. New York, Springer, 1967. 632 p. https://doi.org/10.1007/978-1-4899-5880-8

19. Krivoglaz M. A. *Diffraction of X-rays and Neutrons in Nonideal Crystals*. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1983. 408 p. (in Russian).

20. Musil J. Hard and superhard nanocomposite coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2000. vol. 125, no. 1–3, pp. 322–330. https://doi.org/10.1016/s0257-8972(99)00586-1

21. Yaresko S. I. Nanofilms of metal oxides of laser action zone of tool steels and their effect on working capacity of metal-cutting tools. *Fizicheskaya mezomekhanika = Physical Mesomechanics*, 2004, vol. 7, S2, pp. 216–219 (in Russian).

22. Filippova V. P., Blinova E. N., Sundeev R. V., Glezer A. M., Zhukov O. P., Neumoin K. V., Basov S. V. Influence of quenching defects and impurity atoms on the α -Fe crystal lattice parameters. *Izvestiya RAN. Seriya fizicheskaya = Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2019, vol. 83, no. 11, pp. 1576–1584 (in Russian). https://doi.org/10.1134/s0367676519100090

23. Remnev G. E., Tarbokov V. A. The increase of hard-alloy tool durability by method of pretreatment with the help of high-power ion beam and deposition of nitride-titanium coating. *Fizicheskaya mezomekhanika = Physical Mesomechanics*, 2004, vol. 7, S2, pp. 329–332 (in Russian).

24. Vitiaz P. A., Shmatov A. A., Devoino O. G. Strengthening of hard alloy by the thermos-hydrochemical treatment method. *Doklady Natsional'noi akademii nauk Belarusi = Doklady of the National Academy of Sciences of Belarus*, 2013, vol. 57, no. 1, pp. 113–117 (in Russian).

Информация об авторах

Кукареко Владимир Аркадьевич – доктор физико-математических наук, профессор, начальник Центра структурных исследований и трибо-механических испытаний материалов и изделий машиностроения, Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 12, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: v_kukareko@mail.ru

Кушнеров Андрей Викторович – научный сотрудник Центра структурных исследований и трибо-механических испытаний материалов и изделий машиностроения, Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 12, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: kushnerou@mail.ru

Попок Николай Николаевич – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой технологии и оборудования машиностроительного производства, Полоцкий государственный университет имени Евфросинии Полоцкой (ул. Блохина, 29, 211440, Новополоцк, Республика Беларусь). E-mail: n.popok@psu.by

Information about the authors

Vladimir A. Kukareko – Dr. Sc. (Physics and Mathematics), Professor, Chief of the Center of Structural Research and Tribo-Mechanical Testing of Materials and Mechanical Engineering Products, The Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus (12, Akademicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: v kukareko@mail.ru

Andrei V. Kushnerou – Researcher of the Center of Structural Research and Tribo-Mechanical Testing of Materials and Mechanical Engineering Products, The Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus (12, Akademicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: kushnerou@mail.ru

Nikolai N. Popok – Dr. Sc. (Engineering), Professor, Head of the Department of Technology and Equipment of Machine-building Industry, Euphrosyne Polotskaya State University of Polotsk (29, Blokhin Str., 211440, Novopolotsk, Republic of Belarus). E-mail: n.popok@psu.by