

## АДГЕЗИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКРЫТИЙ И МЕТОДЫ ИХ ИЗМЕРЕНИЯ

В.М. Лунёв, О.В. Немашкало

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”  
Украина*

Поступила в редакцию 26.02.2010

В работе проанализированы информационные потоки за 1980 – 2009 г. на основе Баз Данных MSCI, INIS, и Inspec по результатам исследований прочности сцепления покрытий с подложкой и методы ее измерения. Проведенный анализ показывает, что основными методами, применяемыми для определения адгезии, являются метод отрыва покрытия от подложки и метод царапания. На долю последнего приходится ~70% применений. Наиболее высокие значения прочности сцепления получены при осаждении покрытий из плазмы вакуумного дугового разряда при предварительной очистке поверхности подложек высокоэнергетичными ионами осаждаемого материала (310 МПа для пленок никеля на подложках из ковара).

**Ключевые слова:** покрытия, адгезия, отрыв, царапание, наноиндентирование.

У роботі проаналізовані інформаційні потоки за 1980 – 2009 р. на основі Баз Даних MSCI, INIS, і Inspec за результатами досліджень міцності зчеплення покриттів із підкладкою і методи її вимірювання. Проведений аналіз показує, що основними методами, вживаними для визначення адгезій, є метод відриву покриття від підкладки і метод шкрябання. На долю останнього припадає ~70% застосувань. Найбільш високих значень міцності зчеплення було набуто при осадженні покриттів із плазми вакуумного дугового розряду при попередньому очищенні поверхні підкладок високоенергетичними іонами осадженого матеріалу (310 Мпа для плівок нікелю на підкладках із ковару).

**Ключові слова:** покриття, адгезія, відрив, шкрябання, наноіндетация.

The paper presents the analysis of information flows for 1980 to 2009, relying on the MSCI, INIS and Inspec Databases related to the investigations into the bond strength of coatings to the substrate and the methods of adhesion strength measurement. The analysis shows the method of coating separation from the substrate and the scratching method to be the basic methods applied for determining adhesion. About 70% of applications fall on the scratching method. The highest adhesion strengths were obtained when the coatings were deposited from the vacuum arc discharge plasma with a preliminary cleaning of substrate surfaces by high-energy ions of the material deposited (310 MeV for nickel films on kovar substrates).

**Keywords:** coating, adhesion, detachment, scratching, nanoindentation.

Одной из важнейших характеристик покрытий является прочность их сцепления с подложкой. В большинстве работ по получению пленок изучаются не только их структура, фазовый состав, механические характеристики и т.д., но и адгезионные свойства.

Применяемые в промышленности методы контроля прочности сцепления основаны на таких методиках как крацевание, изгиб, растяжение, нанесение сетки царапин и т.д. [1]. Однако эти методы не дают количественных значений величины прочности сцепления. Для количественного определения прочности сцепления используют метод прямого отрыва пленки от подложки [2 – 11], либо сдвига относительно последней [5]. С этой целью к поверхности пленки приклеивают либо припаивают металлические стержни, к которым затем прикладывается растягивающее усилие. К недостатку данного метода следует отнести вероятность проникновения материала

припоя либо клея на границу раздела пленка-подложка и изменения характеристик сцепления. В случае прямого отрыва разрыв обычно начинается в точке, где локальное напряжение превышает локальную прочность. В этом случае, естественно, результаты измерения усилий отрыва нельзя отнести к определенной площади. Однако, для оценки работоспособности покрытия вполне достаточно отнести усилия отрыва к проекции площади отрыва на плоскость перпендикулярную действующей силе. При определении прочности сцепления методом сдвига усилие направлено на слой покрытия касательно поверхности подложки.

Для определения адгезионной прочности покрытий методом отрыва без применения клеевых соединений и пайки используют метод штифтов [3, 12, 13]. Суть этого метода состоит в следующем. В конусообразное от-

верстие матрицы свободно помещают штифт конусообразной формы (рис. 1).

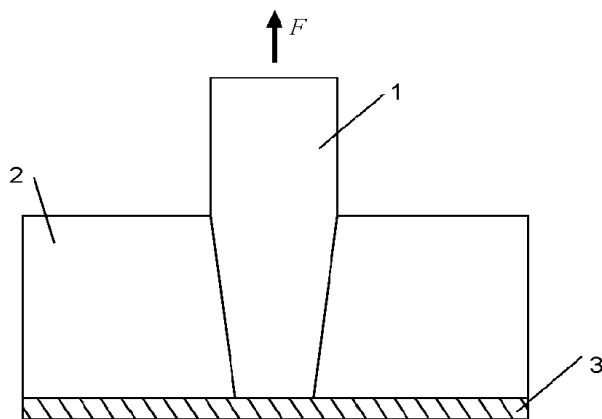


Рис. 1. Определение прочности сцепления покрытий методом штифтов: 1 – штифт, 2 – матрица, 3 – покрытие.

После этого одновременно на торец штифта и поверхность матрицы наносят покрытие. Для определения адгезионной прочности к штифту прикладывают силу. Под действием этой силы происходит отрыв одной части пленки от торцевой поверхности штифта, в то время как другая ее часть служит своеобразной опорой. Прочность сцепления оценивают по формуле:  $\sigma = F/\pi r^2$ , где  $F$  – сила отрыва, а  $r$  – радиус торца штифта. Однако, этот метод имеет ряд недостатков. Он применим, в основном, для толстых пленок ( $\geq 100$  мкм). Для тонких пленок происходит неравномерный отрыв штифта от пленки и ее прорыв. При испытании хрупких покрытий с высокой адгезией наблюдается разрыв в узком кольцевом зазоре, который прилегает к периметру штифта.

Существует также метод, основанный на возбуждении продольных колебаний ультразвуковой частоты в металлическом цилиндре, на торец которого нанесено покрытие [14]. Отрыв покрытия от поверхности металла происходит в момент, когда сила, возникающая в покрытии и вызываемая колебаниями частоты, превышает силы сцепления. Вместе с тем, этот метод из-за сравнительной сложности не нашел широкого применения.

Для определения прочности сцепления покрытий и их физико-механических свойств используют также метод царапания [6, 7, 15 – 39]. Царапающие устройства по конструкции, как правило, аналогичны тому, которое было использовано в работе [15]. Это устройство (рис. 2) состоит из коромысла, на одном конце которого размещено царапающее острие (индентор). Нагрузка на индентор соз-

дается с помощью добавочных грузов. Вначале вся система балансируется так, что индентор лишь слегка касается подложки с покрытием, размещенной на горизонтальном столе. Во время передвижения стола происходит сцарапывание пленки.

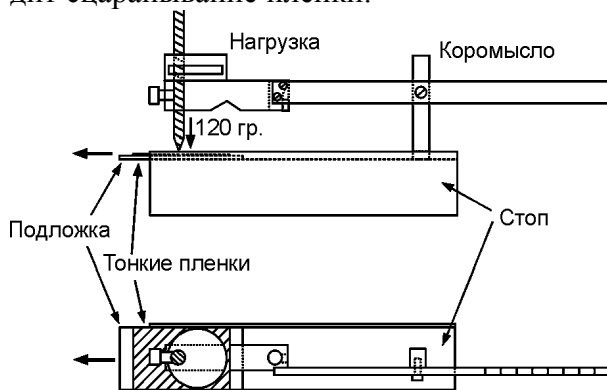


Рис. 2. Схема устройства для измерения адгезионных характеристик покрытий методом царапания [15].

В большинстве царапающих устройств использовались алмазные инденторы конической формы с радиусом закругления вершины в пределах от  $\sim 13$  мкм [25] до 400 мкм [24]. Скорость перемещения индентора составляла, как правило, несколько мм в минуту (3, 7 [30], 10 [24] и др.).

Момент сцарапывания пленки определялся микроскопически, а также при помощи регистрации акустоэмиссионного сигнала, появляющегося при сцарапывании пленок из хрупких материалов [24]. Метод царапания является наиболее простым и быстрым способом оценки адгезионных характеристик. Однако, несмотря на широкое его применение, имеются трудности в количественной оценке прочности сцепления. Как правило, прочность сцепления характеризуют величиной вертикальной (критической) нагрузки на острие, при которой происходит сцарапывание пленки.

При испытании адгезии царапанием образующаяся тончайшая канавка (в зависимости от таких факторов как твердость материала покрытия и подложки, толщина пленки, вертикальная нагрузка на острие и от некоторых параметров, связанных с условиями испытаний) может быть получена в результате [31]:

- пластического деформирования материала покрытия без разрушения (пластически смятая, выдавленная царапина);
- пластического деформирования с последующим срезанием тончайшей стружки;

– хрупкого разрушения, практически без пластического деформирования со скалыванием тончайших участков (сколотая царапина).

Первый и второй случай образования царапины типичны для пластических материалов, а третий для хрупких, таких как, например, нитриды и карбиды переходных металлов.

В настоящей работе проанализированы опубликованные в литературе результаты исследований прочности сцепления покрытий, полученные разными методами на подложках из различных материалов и влияние на прочность способов предварительной очистки их поверхности.

В зависимости от степени загрязнения применяют такие методы очистки как хими-

ческое травление, шлифовка, полировка, промывка в растворах для удаления загрязнений органического происхождения (при наличии таковых), промывка в спирте, либо комбинацию таких методов. Непосредственно перед осаждением покрытий применяют также очистку подложки бомбардировкой высокоэнергетичными ионами. К наиболее широко применяемым методам получения покрытий следует отнести гальванический [2], химический [3], осаждение из порошков металлов в плазменных струях [10, 11], метод газотранспортных реакций [9], магнетронный и вакуумно-дуговой [2 – 5].

В табл. 1 приведены характерные для данных методов значения прочности сцепления покрытий. Из приведенных данных следует,

Таблица 1

Методы получения покрытий и прочность их сцепления с подложкой, определенная методом отрыва

Материал покрытия	Материал подложки	Способ очистки поверхности подложки	Метод получения покрытий	Толщина покрытий, мкм	Способ соединения покрытия с оправкой	Прочность сцепления $\sigma$ , МПа	Литература
Cu	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	промывка	вакуумно-дуговой	≥ 5	пайка	35	[3]
Ti		очистка ионами кислорода		2		до 101	[4]
Cu	сталь	химическое травление + очистка ионами осаждаемого металла ( $V = -3\text{кВ}$ , $I_g = 175-280\text{ А}$ )	вакуумно-дуговой	10	пайка	240	[2]
	ковар					220	
	Мо					120	
	монель					330	
Ni	ковар					310	
Al	AlN	ионная очистка	в.ч. магнетрон	–		127*	[5]
Ti				–		120*	
Al	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	промывка	магнетрон	4 – 5	клей	23	[3]
Zr	сапфир		электронно-лучевой + облучение ионами N + в ускорителе (130 - 150 кэВ)	200 нм	пайка	> 75	[6]
Ti, Zr	нитрид кремния		электронно-лучевой + облучение ионами N + в ускорителе (400 кэВ)	200 – 300 нм		> 40	[7]
Ti + Ni	алмаз		Ti термическим испарением + Ni гальванический	–		140	[8]
W	Ni		газотранспортный из гексафторида вольфрама	–		100 – 120	[9]
Ni	сталь		из порошков в плазменной струе	–	клей	74	[10]
W	Cu			–	–	135	[11]
Cu	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		химический	3 – 4	клей	25	[3]
Cu	Mo		гальванический	–	пайка	220	[2]

\* – метод сдвига

что самые высокие значения прочности сцепления реализуются при осаждении покрытий ионно-плазменными методами [2, 4, 5], причем существенную роль играет предварительная очистка напыляемой поверхности бомбардировкой высокоэнергетичными ионами. Так, для вакуумно-дуговых покрытий на металлических подложках, предварительно очищенных бомбардировкой ионами осаждаемого металла ( $V = -3\text{ кВ}$ ;  $I_g = 175 - 280\text{ А}$ ) прочность сцепления для меди на стали составила 240 МПа, коваре – 220 МПа, на монели – 330 МПа, а для никеля на коваре – 310 МПа [2].

В ряде работ адгезионные характеристики покрытий с определением прочности сцепления методом отрыва также изучались методом царапания и сравнивались [6, 7].

Так, в работе [6] при помощи электронно-лучевого метода осаждались покрытия из циркония на сапфир. Толщина покрытий составляла 200 нм.

После этого образцы облучались в ускорителе ионами азота с энергией  $\sim 140\text{ КэВ}$ . При этих энергиях глубина имплантированных ионов была почти равной толщине пленки. Было установлено, что для необлученных образцов и дозах  $\leq 10^{15}\text{ см}^{-2}$  прочность сцепления, определенная методом отрыва, и критическая нагрузка при сцарапывании пленки составляют, соответственно, 25 МПа и 10 Г (рис. 3). При увеличении дозы прочности сцепления, характеризуемая этими величинами, возрастает и при дозе  $\sim 10^{17}\text{ см}^{-2}$  достигает значений равных 75 Мпа и 1 кГ.

Таким образом, величина адгезии, характеризуемая значением критической нагрузки при сцарапывании пленки, позволяет оптимизировать технологические процессы получения покрытий по таким параметрам, как режимы их осаждения, способ подготовки поверхности подложки и т.д. и оценивать их качество. Испытания царапанием проводились для различного типа покрытий, как на металлических подложках, так и на подложках из диэлектрических материалов. Ниже приведены работы иллюстрирующие возможность данного метода.

Так, в работе [30] испытаниями царапанием были определены силы адгезии пленок Cu

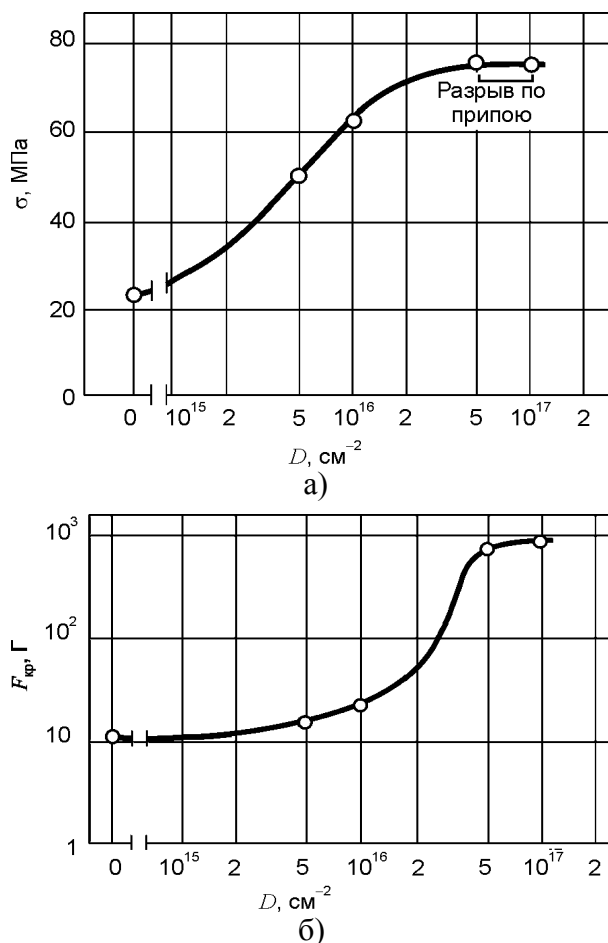


Рис. 3. Прочность сцепления циркониевых покрытий с подложкой из сапфира, определенная методом отрыва – а) и царапанием – б), в зависимости от дозы облучения ионами азота.

толщиной 200 нм на стали, полученных магнетронным распылением. Часть подложек была механически полирована и сразу покрывалась медью. Другие после полировки очищались ионным травлением в среде аргона и только после этого металлизировались. Было установлено, что без ионной очистки критическая нагрузка составляла  $< 1\text{ Г}$ . С увеличением времени ионного травления до 10 мин. критическая нагрузка возрастала до 10 Г. Дальнейшее увеличение времени травления до 20 мин. приводило к ее снижению до 9 Г.

В работе [26] исследовалась адгезия пленок Cu и Ti толщиной 0,1 – 0,3 мкм на подложках из различных материалов (стекло, Ni, Cu и Al). Покрытия осаждались электронно-лучевым методом, магнетронным и обычным вакуумным испарением. Одновременно с испарением материала электронным лучом покрытие бомбардировалось ионами Ag из источника типа Кауфмана при энергии ионов

0,2 – 2 кэВ. Наилучшие результаты получены при осаждении покрытий с одновременной бомбардировкой ионами. Критическая нагрузка при царапании  $\text{Cu}$  пленки на стекле составила 20,4 Г, в то время как при обычном вакуумном испарении и с использованием магнетронного метода она равнялась, соответственно, 14,2 и 4,9 Г.

В работе [24] исследовалось влияние радиуса закругления острия конического индентора на критические нагрузки при исследовании царапанием покрытий из  $\text{TiN}$  и  $\text{CrN}$ , полученных вакуумно-дуговым методом, на металлических подложках различной твердости. Было установлено, что для инденторов с радиусом закругления острия  $r$  в интервале от 100 до 400 мкм критическая нагрузка изменяется как  $r^m$  ( $m > 1$ ). Индекс  $m$  для данных покрытий слабо зависел от твердости материала подложки. Так, для покрытий из  $\text{TiN}$  толщиной 2,2 мкм он увеличивался от 1,16 до 1,2 с изменением твердости подложки от 2 до 8 ГПа.

Рядом авторов полученные значения критических нагрузок были использованы для определения сил адгезии в Па, хотя предложенные ими модели многие считают сверхупрощенными [7, 27 – 29].

Так, в работе [28] методом царапания определялась адгезия пленок  $\text{Ag}$ ,  $\text{Au}$ ,  $\text{Sn}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Zr}$ ,  $\text{Al}$  толщиной до 0,3 мкм на подложках из кремния, стекла, полистирола и т.д. Пленки получались методом испарения в вакууме. Перед осаждением покрытий подложки очищались в тлеющем разряде. В процессе царапания пленок измерялись горизонтальная сила  $F$  при такой вертикальной нагрузке, когда на следе от индентора оставалась чистая подложка. Предполагалось, что горизонтальная сила  $F$  состоит из суммы трех составляющих. Первая составляющая  $F_1$  есть сила, возникающая при царапании пленки, вторая  $F_2$  затрачивается на полное сцарапывание пленки до подложки (сила адгезии) и третья  $F_3$  есть сила, действующая на индентор при его движении по подложке без покрытия, т.е.

$$F = F_1 + F_2 + F_3. \quad (1)$$

Сила  $F_2$  выражалась в виде:

$$F_2 = \frac{1}{4} \sigma \pi d^2, \quad (2)$$

где  $d$  – ширина царапины,  $\sigma$  – прочность сцепления на единицу поверхности. Сила  $F_1$  вычислялась по уравнению:

$$F_1 = dhH, \quad (3)$$

где  $h$  – толщина пленки и  $H$  – твердость материала покрытия. Прочность сцепления покрытия с подложкой определялась по формуле:

$$\sigma = \frac{4(F - F_3 - dhH)}{\pi D^2}. \quad (4)$$

Определенные таким образом силы адгезии изменялись в зависимости от материала подложки и покрытия. Так, например, для пленок  $\text{Ag}$  на подложках из кремния, стекла и  $\text{NaCl}$  она составила 430, 320 и 8,5 МПа, что больше значений, характерных для диэлектрических материалов исследованных методом отрыва (см. табл. 1). Такие же более высокие значения сил адгезии были получены в работах [7, 27, 29].

В работе [27] методом царапания исследовалась адгезия покрытий как из чистых металлов –  $\text{Al}$ ,  $\text{Cr}$ ,  $\text{Au}$ , так и из нитридов и оксидов –  $\text{TiN}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  и др. толщиной до 800 нм. Покрытия осаждались в магнетронных системах, химическим методом и испарением из жидкой фазы. По величине критической нагрузки проводилась оценка величины адгезии в Па. Использовалась та же модель, что и в работе [28] и аналогичная ей [29]. Было установлено, что прочность сцепления на подложках из стекла изменяется от ~2,7 ГПа для  $\text{Al}$  до ~2 ГПа для  $\text{SiO}_2$  и до 1 ГПа для  $\text{Au}$ . Результаты подсчета по этим моделям практически совпадают.

В приведенных работах при оценке адгезии использовались известные из литературы характеристики физико-механических свойств материалов покрытия и подложки – микротвердость покрытия [28], коэффициенты Пуассона и модуль Юнга [27]. Вместе с тем, при царапании в тончайших слоях металла возможно упрочнение за счет пластической деформации (наклепа) [31] и усилия, затрачиваемые на деформацию материала покрытия, будут выше значений рассчитанных по коэффициентам, характеризующим физико-механические свойства материалов (4). Возможен также процесс схватывания кон-

татирующих поверхностей в результате налипания частиц металла на индентор и возрастания коэффициента трения. Повидимому эти обстоятельства и приводят при расчетах к более высоким значениям адгезионных характеристик.

В работе [32] методом царапания исследовались образцы из стали Р6М5 с покрытиями из нитрида титана, полученными вакуумно-дуговым методом с различным фазовым составом и структурой. Для этого при напылении изменяли давление азота в камере от  $9 \cdot 10^{-3}$  до 2 Па. При царапании происходил прорыв пленки до обнажения подложки и отслоение покрытия. Коэффициент адгезии  $HSC$  рассчитывался по отношению площади сколов вокруг царапины  $S_{СК}$  к площади царапины  $S_{Ц}$ :

$$HSC = \frac{S_{СК}}{S_{СК} + S_{Ц}} \quad (5)$$

Микрофотографии царапин на покрытии приведены на рис. 4 [32].

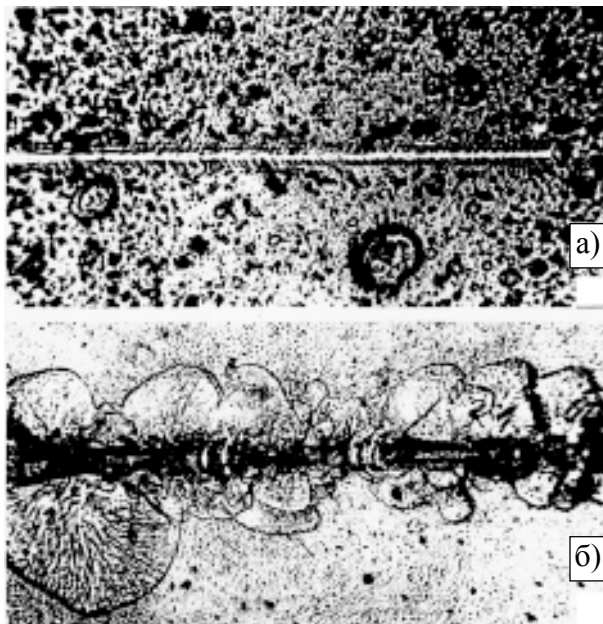


Рис. 4. Микрофотографии царапин на поверхности покрытий TiN, нанесенных на склерометре: а) –  $HSC = 1$  – высокая адгезия; б) –  $HSC = 0,17$  – адгезия минимальная.

Было установлено, что при низких давлениях азота коэффициент адгезии максимален ( $HSC = 1$  при  $p = 2 \cdot 10^{-1}$  Па). С увеличением давления азота, когда состав TiN близок к стехиметрическому, коэффициент адгезии уменьшается до  $0,25 - 0,35 HSC$ . Характерно,

что изменение адгезионных свойств с давлением азота находится в обратной зависимости от изменения стойкости инструмента с покрытием TiN при резании. Таким образом, оценка адгезионных характеристик покрытий методом царапания позволяет оптимизировать технологические параметры получения пленок.

Непрерывное уменьшение характерных размеров электронных и микро-наномеханических систем, пленочных покрытий и других продуктов нанотехнологий сделало актуальным разработку методов исследования их физико-механических свойств (твёрдость, модуль Юнга, износостойкость, величина адгезии пленок и т.д.) в наномасштабе [37, 38]. Лидером таких испытаний является наноиндентирование. Этот метод пригоден для решения разнообразных физических задач и выяснения фундаментальных закономерностей поведения нанометровых приповерхностных слоев и субмикронных объемов разных материалов. При исследовании адгезии пленок используют наноинденторы конической формы, либо в виде длинного тонкого лезвия. К индентору прикладывают нормальную нагрузку и одновременно перемещают его вдоль поверхности пленки (царапание).

Величину адгезии выражают в виде удельной работы отслаивания  $G$  пленки от подложки. Так, в работе [38] для определения адгезии использовалось уравнение:

$$G = \frac{(F_r)^2 h}{\pi r^4 E}, \quad (6)$$

где  $F_r$  – критическая горизонтальная сила начала отрыва пленки от подложки,  $r$  – радиус царапины в момент начала отслаивания,  $h$  – толщина пленки,  $E$  – модуль Юнга. В работе [37] приведены значения адгезии металлических пленок (Cu, Au, Nb) к подложкам из  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , измеренных методом индентирования. В зависимости от материала покрытия и подложки она изменяется от  $\sim 0,5$  до  $4 \text{ Дж/м}^2$ . Сравнение этих данных с теоретическими (термодинамической удельной энергией адгезии) показывает их удовлетворительное согласие [37, 40].

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

Проведенный анализ литературных данных показывает, что основными методами определения адгезии является метод отрыва покрытия от подложки и метод царапания. Метод отрыва применяют, в основном, для толстых пленок, а царапания для тонких. На долю последнего приходится ~70% применений. Если в методе отрыва прочность сцепления определяется в МПа, то при царапании величину адгезии характеризуют критической нагрузкой при которой происходит отслоение пленки. Критическая нагрузка позволяет оптимизировать технологические процессы получения покрытий по таким параметрам как режимы их осаждения, способ подготовки поверхности и т.д. и оценивать их качество. Кроме того, метод царапания дает возможность заменить разрушающие макроиспытания на разовых образцах неразрушающими на одном. В зависимости от способа получения покрытий и подготовки поверхности подложек прочность сцепления, определенная методом отрыва, находилась в интервале от ~20 до ~30 МПа. Наилучшие результаты получены после предварительной очистки поверхности подложек высоко-энергетичными ионами. Так, для покрытий из никеля, осажденных из призмы вакуумно-дугового разряда на подложки из кобальта, поверхность которых предварительно очищалась ионами осаждаемого материала, прочность сцепления составила ~310 МПа.

**ЛИТЕРАТУРА**

1. Покрытия металлические и неметаллические, неорганические. Методы контроля. ГОСТ 9.302-88.
2. Гринченко В.Т., Капралова Н.А., Кудряшев Н.И., Левин А.М. Нанесение металлических пленок на подложки из различных материалов вакуумным плазменно-дуговым методом, неорганические материалы//Рос. Ак. Наук. – 1992. – Т. 28, № 8. – С. 1630-1634.
3. Schmidbauer S., Hahn J., Richter F. Adhesion of metal coatings on ceramics deposited by different techniques//Surface and Coatings Technology. – 1993. – Vol. 59. – P. 325-329.
4. Piekoszenwski J., Krajewski A. et al. Brazing of alumina ceramics modified by pulsed plasma beams combined with arc PVD treatment//Vacuum. – 2003. – Vol. 70. – P. 307-312.
5. Sheng Zhu, W. Wlosinski. Joining of AlN ceramic to metals usings sputtered Al or Ti films// Journal of Materials Processing Technology. – 2001. – Vol. 109. – P. 277-282.
6. Shoji Noda, Haruo Doi, Osami Kamigaito. Metal-ceramic surface composites formed by a high energy ion irradiation and their mechanical properties//Radiat. Phys. Chem. – 1987. – Vol. 30, Iss 4. – P. 253-261.
7. Shoji Noda, Haruo Doi et al. Improvement for adhesion of thin metal films on ceramics by ion bombardment and application to metal-ceramic joining//Journal of materials science letters. – 1986. – Vol. 5. – P.381-383.
8. Wang Y.H., Wang H.X. et al. Brazing of Ti/Ni-coated Diamond//Key Engineering Materials Vols. – 2001. – Vol. 202-203. – P. 147-150.
9. Sokolov V.K., Yu.M. et. al. Adhesion strength of coating of fluoride-reduced tungsten with nickel//Tsvetnye-Metal. Korolev ly-USSR. – 1983, Iss 11. – P. 66-67.
10. Pershin V., Lufitha M. et. al. Effect of substrate temperature on Adhesion Strength of plasma-sprayed nickel coatings//Journal of Thermal Spray Technology. – 2003. – Vol. 12 (3). – P. 370-376.
11. Костиков В.И., Шестерин Ю.А. и др. Свойства плазменных вольфрамовых покрытий//Физика и химия обработки материалов. – 1982. – № 6. – С. 47-51.
12. Зимон А.Д. Адгезия пленок и покрытий. – М.: Химия, 1977. – 351 с.
13. Liao Yi-de, Li Zhuang-yun, Tang Guo-qun. Evaluation for adhesion strength of coating and substrate by burying beforehand specimen//Journal of Wuhan University of Technology Mater Sci Ed. – 2003. – Vol. 18, Iss 1. – P. 31-35.
14. Демиденко Л. М. Высокоогнеупорные композиционные покрытия. – М.: Металлургия, 1979. – 216 с.
15. Kikuchi A., Baba S., Kinbara A. Measurements of the adhesion of evaporated metal films. III// Journal of the Vacuum Society of Japan. – 1984. – Vol. 27, Iss 5. – P. 448-451.
16. Westergard R., Svahn F. et. al. Novel load-carrying layers to support low-friction PVD-coatings//Surface and Coatings technology. – 2003. – Vol. 176, Iss 1. – P. 14-22.
17. Matyunin V.M., Volkov P.V. et. al. Determination of the mechanical properties and adhesion strength of ion-plasma coatings using sclerometry//Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov. – 2002. – Iss 3. – P. 36-39.
18. Sui J.H., Cai W. Formation of ZrO<sub>2</sub> coating on the NiTi alloys for improving their surface pro-

- perties//Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms.–2006. – Vol. 251 (2). – P. 402-406.
19. Yonekura D., Murakami R.I. Influence of ion-bombardment on critical load of CrN deposited onto aluminum-alloy by arc ion plating method. P. 1//International Journal of modern Physics. – 2006.– Vol. 20, Iss 25-27, Sp Iss. – P. 3842-3847.
  20. Al-Olayyan Y., Fuchs G., Baney R., Tulenko J. The effect of Zircaloy-4 substrate surface condition on the adhesion strength and corrosion of SiC coatings//Journal of Nuclear Materials. – 2005. – Vol. 346, Iss 2-3. – P. 109-119.
  21. Jyh-Wei Lee, Shih-Kang Tien, Yu-Chu Kuo. The effects of pulse frequency and substrate bias to the mechanical properties of CrN coatings deposited by pulsed DC magnetron sputtering//Thin Solid Films. – 2006. – Vol. 494, Iss 1-2. – P. 161-167.
  22. Youming Liu, Liuhe Li, Xun Cai, Qiulong Chen, Ming Xu, Yawei Hu, Tik-Lam Cheung, Shek C., Paul K. Chu. Effects of pretreatment by ion implantation and interlayer on adhesion between aluminum substrate and TiN film//Thin Solid Films. – 2005. – Vol. 493, Iss 1-2. – P. 152-159.
  23. Gonczy S.T., Randall N. An ASTM standard for quantitative scratch adhesion testing of thin, hard ceramic coatings//J. of Applied Ceramic Technology. – 2005. – Vol. 12, Iss 5. – P. 422-428.
  24. Ichimura H., Ishii Y. Effects of indenter radius on the critical load in scratch testing//Surf. and Coat. Techn. – 2003. – Vol. 165. – P. 1-7.
  25. Suzuki S. Internal stress and adhesion of thin films sputtered onto glass by an in-line sputtering system//Thin Solid Films. – 1999. – Vol. 351. – P. 194-197.
  26. Ektessabi A.M., Sato S., Kitamura H., Masaki Y. Simulation of ion beam assisted deposition-a comparison with experimental results//Vacuum. –1993. – Vol. 44, Iss 3-4. – P. 213-217.
  27. Akira Kinbara, Shigeru Baba, Eiji Kusano. Adhesion measurement of thin films on glass substrates by scratch method//Coatings Glass. – 1999. – P. 218-222.
  28. Benjamin P., Weaver C. Measurement of adhesion of thin films//Proceedings of the Royal Society A.–1960.– Vol. 254, Iss 1277. – P. 163-176.
  29. Hamilton G.M., Goodman L.E. The stress field created by a circular sliding contact//J. Appl. Mech. – 1966. – Vol. 33. – P. 371-376.
  30. Cailler M., Ouis A. et. all. Adhesion strength of copper thin-films to a E24 carbon steel: effect of substrate surface ion bombardment etching//J. Adhesion Sci. Technol. – 1993. – Vol. 7, Iss 2. – P.141-157.
  31. Маслов Е.Н. Теоретические основы процесса царапания металлов. – М.: Наука, 1968. – С. 24-44.
  32. Фукс-Рабинович Г.С., Моисеев В.Ф., Кацура А.А. и др. Использование метода склерометрии для определения адгезионных свойств ионно-плазменных покрытий//Заводская лаборатория. – 1990. – № 2. – С. 95-98.
  33. Akabane T., Sasajima Y., Onuki J. Nanoscratching of metallic thin films on silicon substrate: a molecular dynamics study//J. of Electronic Mater. – 2007. – Vol. 36, Iss 9. – P. 1174-1180.
  34. Arslan E., Baran Ç., Efeoglu I., Totik Y. Evaluation of adhesion and fatigue of MoS<sub>2</sub>-Nb solid-lubricant films deposited by pulsed-dc magnetron sputtering//Surf. and Coat. Techn. – 2008. – Vol. 202, Iss 11. – P. 2344-2348.
  35. Chua K., Shen Y.G. Mechanical and tribological properties of nanostructured TiN/TiBN multilayer films//Wear. – 2008. – Vol. 265, Iss 3-4. – P. 516-524.
  36. Zhou L.P., Wang M.P., Wang R., Li Z. et. all. Enhanced adhesion of Cu-W thin-films by ion-beam assisting bombardment implanting//Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2008. – Vol. 18, Iss 2. – P. 372-377.
  37. Головин Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикробъемах, тонких приповерхностных слоях и пленках (обзор)//Физика твердого тела. – 2008. – Т. 5, № 12. – С. 2113-2142.
  38. Burnett P.J., Rickerby D.S. The relationship between hardness and scratch adhesion//Thin Solid Films. – 1987. – Vol. 154, Iss 1-2. – P. 403-416.
  39. Takeno T., Shiota H., Sugawara T., Miki H., Takagi T. Highly adherent tungsten-containing diamond-like carbon (W-DLC) coating on a NiTi shape memory alloy under 10% tensile strain//Diamond and Related Materials. – 2009. – Vol. 18, Iss 2-3. – P. 403-406.
  40. Volinsky A., Moody N., Gerberich W. Interfacial toughness measurements for thin films on substrates//Acta Materialia. – 2002. – Vol. 50, Iss 3. – P. 441-466.