06

Состав, структура и механические свойства (Ti—Hf)N-покрытий на титановом сплаве

© В.М. Прохоров,^{1,2} Е.В. Гладких,^{1,2} Л.А. Иванов,¹ В.В. Аксененков,¹ А.Н. Кириченко¹

¹ Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов,

108840 Москва, Троицк, Россия

² Московский физико-технический институт (государственный университет)

141701 Долгопрудный, Россия

e-mail: pvm@tisnum.ru

Поступило в Редакцию 27 апреля 2018 г. В окончательной редакции 22 ноября 2018 г. Принято к публикации 6 декабря 2018 г.

Приведены результаты исследования состава, структуры и механических характеристик (твердости, модуля упругости) (Ti-Hf)N-покрытий с разным содержанием гафния (соотношением Ti : Hf). Образцы представляли собой пластины титанового сплава BT6, на которые методом магнетронного напыления наносились покрытия нитрида титана и гафния. Для определения зависимости характеристик покрытия от содержания Hf были приготовлены и исследовались образцы четырех номинальных составов: $(Ti_{0.9}Hf_{0.1})N$, $(Ti_{0.85}Hf_{0.15})N$, $(Ti_{0.8}Hf_{0.2})N$, и $(Ti_{0.7}Hf_{0.3})N$. Установлено распределение элементов по поверхности и по толщине покрытий; определены фазовый состав и зависимость параметров решетки нитрида титана от содержания Hf в покрытии. Методом инструментального индентирования измерены изменения по толщине твердости и модуля упругости покрытий. Максимальные значения твердости (~ 35 GPa) и модуля упругости (~ 500 GPa) получены у покрытий состава (Ti_{0.85}Hf_{0.15})N и (Ti_{0.8}Hf_{0.2})N. У покрытий этих же составов установлено наиболее равномерное распределение Hf по толщине.

DOI: 10.21883/JTF.2019.05.47472.173-18

Введение

Разработка новых наноструктурных покрытий с высокими значениями твердости (> 40 GPa), модуля упругости и с высокой термической стабильностью (> 1200°C), а также долговременной стабильностью, является одной из актуальных задач современного материаловедения. Основная область технического применения таких покрытий — это защита изделий с различным функциональным назначением: повышение трещиностойкости, износостойкости режущего инструмента, его твердости; улучшение термической, химической и радиационной стойкости изделий [1,2]. Практическое использование сверхтвердых наноструктурных покрытий ставит задачу расширения спектра защитных функций, а также их сочетания в одном материале покрытия.

Исследования физических причин высоких физикомеханических свойств наноструктурных материалов, в том числе покрытий, интенсивно проводятся в последние десятилетия многими коллективами ученых, которые вносят свой вклад в расширение области знаний материаловедения и физики твердого тела. В основе этих исследований лежит изучение состава и структурных особенностей покрытий, что связано с существованием для наноматериалов зависимости "состав-структура-дисперсность-свойство" [3,4]. Обзор методов изготовления и исследований структуры и свойств твердых и сверхтвердых нанокомпозитных покрытий представлен в [5].

Особое положение занимают покрытия на основе нитрида титана (TiN). Исследования таких покрытий на подложках различного типа интенсивно и широко ведутся различными коллективами и представлены в циклах работ Погребняка, Береснева, Колесникова и др. [6-13]. В этих исследованиях большой объем занимают работы по изучению свойств сверхтвердых наноструктурных покрытий нового типа на основе (Ti-Hf-Si)N и (Ti-Hf)N на подложках кремния и стали [8-13]. Получены сверхтвердые наноструктурные покрытия (пленки) с высокими физико-механическими свойствами. С помощью современных физических методов анализа и наноиндентирования были исследованы элементный, фазовый состав и морфология этих пленок в зависимости от параметров их изготовления. Установлены зависимости их твердости от размера зерен, от фазового состава пленок.

Исследованы триботехнические и механические свойства защитных нанокомпозитных покрытий Ti-Hf, (Ti-Hf)N и (Ti-Hf-Si)N, синтезированных вакуумнодуговым методом с применением BЧ стимуляции [12,14]. Покрытия Ti-Hf-Si-N обладают высокой твердостью H = (42-49) GPa и модулем упругости E = (400-520) GPa. Установлено, что коэффициент трения для покрытий Ti-Hf-Si-N составляет 0.736, а для Zr-Ti-Si-N — 0.705. В этих работах показано, что применение кремния в качестве легирующего элемента повышает твердость покрытий, а также улучшает их триботехнические характеристики. Важная область применения защитных покрытий на основе (Ti-Hf)N — это бактерицидные покрытия медицинских изделий из титана. Нитрид гафния, содержащийся в этих покрытиях, придает им бактерицидные, бактериостатические свойства и повышает микротвердость поверхности. В настоящее время известны работы, в которых используются покрытия с различной массовой долей элементов: w(Ti) 17–24%, w(Hf) 70–80% и w(N) 3–6%. Использование такого покрытия для титановых имплантов, испытывающих долговременный контакт с тканями живого организма, обеспечивает повышенную твердость и обладает бактериостатическими свойствами, препятствуя размножению патогенных микроорганизмов вблизи имплантата [15–17].

В настоящей работе представлены результаты исследований химического состава, фазового состава, структуры и механических характеристик (твердость, модуль упругости) (Ti-Hf)N-покрытий с разным содержанием гафния (соотношением Ti : Hf). Сделана оценка распределения по толщине покрытия химического состава и механических характеристик.

1. Образцы и методы исследований

Образцы представляли собой пластины титанового сплава ВТ-6 толщиной 3.0 mm (химический состав согласно ГОСТ 19807), на которые методом магнетронного распыления наносились покрытия нитрида титана и гафния. Антибиогенные покрытия из нитридов титана и гафния изготавливались в ЗАО "Биомедицинские технологии" на установке высокочастотного магнетронного осаждения покрытий "Энергокомплекс". При изготовлении катода для нанесения покрытия на изделие магнетронным методом в качестве материала использовался титано-гафниевый сплав. Для определения зависимости характеристик покрытия от содержания Hf были приготовлены и исследовались образцы покрытий $\sim 3.0\,\mu$ m четырех номинальных составов: $(Ti_{0.9}Hf_{0.1})$ N, $(Ti_{0.85}Hf_{0.15})$ N, $(Ti_{0.8}Hf_{0.2})$ N, и $(Ti_{0.7}Hf_{0.3})$ N.

Морфология поверхности и химический состав покрытий (Ti-Hf)N исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) JEM 7600F с приставками для анализа характеристических энергодисперсионного (EDS) и волнового дисперсионного (WDS) спектров химических элементов. EDS- и WDSспектры снимались с поверхности покрытий. При определении химического состава спектры снимались с площади трех СЭМ-изображений (кадров) поверхности каждого образца, и данные EDS и WDS усреднялись по отдельности. При EDS-измерениях использовались стандарты, изначально заложенные в СЭМ, а в случае WDS-измерений применялись внешние стандарты: $Hf-(La Hf_{15}kV), V-(Ka V_{15}kV), Ti-(Ka Ti_{15}kV),$ $Al_2O_3_{15} kV),$ N-(Ka BN 15 kVO-(Ka И C-(Ka C_15kV).

Также с помощью EDS анализировались зависимости химического состава по толщине покрытия. Для исследования распределения состава по толщине на образцах в виде пластин размером $10 \times 10 \times 3.0$ mm создавались пропилы по толщине с глубиной ~ 2.9 mm, и образец разламывался по этим пропилам. Затем создавались металлографические шлифы в сечении по толщине образца (т.е. по пропилу/разлому). Электронномикроскопические измерения как толщины покрытия, так и распределения состава по толщине покрытия проводилось на таких шлифах.

Рентгеновские спектры образцов были получены на дифрактометре EMPYREAN (PANalytical), в вертикальной геометрии θ –2 θ , излучение Cu $K\alpha$ 1 + 2. Образцы снимались в непрерывном режиме в диапазоне углов 2 θ от 10° до 110°, шаг сканирования 0.0262603° ($\Delta 2\theta$). Время экспозиции на точку составляло 100 s. Обработка рентгеновских спектров (дифрактограмм), микроструктурный анализ размеров кристаллитов (OKP) в изотропном приближении проводились с помощью многофукционального программного продукта MAUD (Material Analysis Using Diffraction) [18]. Расчеты проводились с применением стандартной стратегии ритвельдовского уточнения аппаратурных и структурных параметров [19].

Спектры комбинационного рассеяния света (КРС) исследуемых образцов были получены с использованием лазера с длиной волны $\lambda = 532$ nm и регистрировались в геометрии обратного рассеяния спектрометром Renishaw In Via Raman Microscope, оснащенным ССС-детектором. В процессе измерений использовался 50-кратный объектив, фокусировавший лазерный луч на поверхности образцов в виде пятна диаметром около 1 μ m.

Измерения распределения микротвердости (H) и модуля упругости (E) по толщине покрытия осуществлялись методом инструментального индентирования (ГОСТ Р 8.748-2011(ИСО 14577-1:2002)) на нанотвердомере "НаноСкан-4D" с пирамидой Берковича. На каждом из образцов был сделан косой шлейф. Ширина покрытия в косом шлейфе составила в зависимости от образца 25–35 μ m. Максимальная нагрузка на индентор составляла 10 mN, углубление индентора было приблизительно 120 nm на участках покрытия и 250 nm на участках подложки. Расстояние между "уколами" (испытаниями вдавливанием) составляло 2 μ m.

2. Результаты и обсуждение

2.1. Химический состав и распределение элементов

СЭМ-изображения поверхности 4-х образцов покрытия (Ti-Hf)N на сплаве титана ВТ-6 и химический состав поверхности представлены на рис. 1. С увеличением содержания Hf поверхность покрытия становится более дефектной с формированием протяженных и более ярко выраженных границ раздела областей поверхности. Образовавшаяся мелкозернистая структура покрытий

	Ti _{0.7} Hf _{0.3}	Ti _{0.8} Hf _{0.2}	Ti _{0.85} Hf _{0.15}	Ti _{0.9} Hf _{0.1}	
а	a 10 μm *2.000 15.0 kVEOL 3/3/2016 *2.000 15.0 kVEOL 3/3/2016 *2.000 15.0 kVEOL 3/3/2016 *2.000 15.0 kVEOL 3/3/2016 *2.000 15.0 kVEOL 3/3/2016		10 pm ×2.000 15.0 ky JEOL 3/4/2016 WD 8.0 mm JEOL 3/4/2016	10 pm *2.000 15.0 kV JEOL 3/4/2016 WD 8.0 mm SEM 9:52:18	
b	Element EDS WDS N 45.42 56.23 Ti 36.99 30.73 Hf 15.86 10.70 Sum 98.27 97.66 Ti Hf 2.33 2.87	Element EDS WDS N 49.47 57.42 Ti 38.03 33.55 Hf 10.57 7.15 Sum 98.07 98.12 Ti 3.60 4.69	Element EDS WDS N 48.39 57.55 Ti 40.46 34.92 Hf 8.55 5.89 Sum 97.40 98.36 Ti : Hf 4.73 5.93	Element EDS WDS N 51.31 58.45 Ti 41.66 36.86 Hf 5.68 4.02 Sum 98.65 99.33 Ti Hf 7.33 9.17	

Рис. 1. СЭМ-изображения морфологии поверхности (*a*), элементный состав, определенный методами EDS и WDS (в at.%) и соотношение Ti : Hf (*b*) (Ti-Hf)N-покрытий на сплаве титана BT-6.

свидетельствует о достаточно высокой скорости их осаждения.

Как следует из данных рис. 1, элементный анализ поверхности покрытия (Ti-Hf)N свидетельствует о соответствии химического состава заданному процентному содержанию Hf в покрытии. Анализ показал наличие и других элементов, среди которых во всех образцах имеются следы O($\sim 0.5\%$), Al($\sim 0.2\%$), Si($\sim 0.2\%$), V($\sim 0.3\%$) и Rb($\sim 0.5\%$). Наличие в химическом составе этих элементов определяется соответственно остаточными газами рабочей атмосферы (кислород), составом мишени и примесями подложки.

2.2. СЭМ-изображения и химический анализ по толщине покрытия

Для определения распределения основных элементов по толщине покрытия измерения EDS-спектров проводились в 5-6 точках, лежащих на линии, перпендикулярной к поверхности, и расположенных на различных расстояниях от поверхности покрытия. На рис. 2 представлены СЭМ-изображения шлифов покрытий образцов (Ti-Hf)N, на которых указаны лежащие на прямой линии точки, в которых снимались EDS-спектры (рис. 2, a), приведены EDS-спектры в точках, лежащих в середине сечения покрытия (точка 3, рис. 2, b) и в точках, лежащих в подложке вблизи поверхности раздела (точка 5, рис. 2, с), а также указаны значения концентрации основных элементов (Ti, Hf, N) покрытий (в at.%) в зависимости от расстояния от поверхности, средние значения с квадратичным отклонением и соотношение Ti : Hf (рис. 2, d). Измерения химического состава проводились на двух СЭМ-снимках в разных местах сечения, и эти данные практически совпадали.

Можно сделать вывод, что во всех покрытиях концентрации основных элементов равномерно распределены по толщине покрытия, за исключением точки, лежащей вблизи поверхности. В этой точке концентрация Hf и, в большей степени, N, понижена. Такая закономерность отмечалась и в работах [10,13], где, даже при толщине (Ti-Hf)N покрытия в 1–1.5 µm, подповерхностный слой был обеднен Hf и N. Наиболее вероятно, что это явление обусловлено формированием в приповерхностном слое тонкой пленки карбида алюминия [10] или другого металла, присутствующего в слое (в нашем случае концентрация A1 в покрытиях составляла 0.64, 0.29, 0.14, 0.13 at.%). В соединении (Ti_{0.7}Hf_{0.3})N углерод отсутствует, концентрация А1 максимальна (0.64 at.%) и концентрация Hf монотонно убывает с глубиной слоя покрытия. В других составах покрытий в приповерхностном слое (в точках 1) наблюдалось присутствие углерода ($\sim 7-10$ at.%), а также алюминия в концентрациях 0.21-0.29 at.%, и рубидия в концентрациях 0.72-1.42 at.%, причем в точках 2-4 углерод уже отсутствовал. Гораздо меньшие концентрации углерода (1.5-2.5 at.%) обнаружены на границе покрытия и подложки.

2.3. Структурные исследования

Рентгеноструктурные исследования фазового состава покрытий показали наличие только одной фазы: нитрида титана с ГЦК-решеткой типа NaCl, B1Fm3m [20]. На всех рентгенограммах, представленных на рис. 3, присутствуют дифракционные пики (111), (200), (220) и (222). Величина интенсивности пиков свидетельствует о том, что это однофазный поликристаллический нитрид титана. В табл. 1 отражена зависимость параметров решетки в (Ti-Hf)N-покрытиях от концентрации гафния.

Как известно [20], TiN (структурный тип NaCl) кристаллизуется в пространственной группе Fm3m с параметрами элементарной ячейки: a = 0.422 - 0.426 nm. Оценка размеров кристаллов по области когерентного



Рис. 2. СЭМ-изображения с указанием линий и точек, где снимались EDS-спектры (*a*), EDS-спектры в середине покрытий (*b*) и в подложках (*c*) и распределение основных элементов (N, Ti, Hf и Ti : Hf) по толщине для (Ti-Hf)N-покрытий (*d*). Последняя строка — среднее значение по первым четырем точкам/спектрам.

Таблица 1. Постоянные решетки в (Ti-Hf)N-покрытиях с разной концентрацией гафния

Hf	0.1	0.15	0.2	0.3	0.4 [7]	0.65 [7]	0.00 [20]
<i>d</i> (111) Å <i>a</i> (Å) Размер ОКР (nm)	2.502 4.334 23.1	2.510 4.347 22.7	2.516 4.358 17.1	2.527 4.377 14.7	4.35 9.5–10	4.43 4.0–4.5	4.26 34–40

рассеяния (ОКР) показала, что покрытия с большим содержанием Hf имеют меньший размер зерен.

Имеет место монотонное увеличение параметра кристаллической решетки нитрида титана—гафния с ростом содержания Hf. Согласно [16], это можно объяснить следующим образом. Покрытия из нитрида титана не являются идеально стехиометрическими вследствие широкой области гомогенности TiN, поэтому его свойства сильно зависят от количества азота в нитриде. Снижение концентрации азота, что установлено по данным СЭМ, приводит к формированию дефектной структуры, обусловленной недостатком атомов азота в металлической решетке. Кроме того, увеличение параметра решетки может свидетельствовать и о высоком уровне внутренних напряжений.

2.4. Результаты спектроскопии КРС

На рис. 4 представлены КРС-спектры, полученные при длине волны возбуждающего излучения 532 nm.

Рис. 3. Участки рентгеновских дифрактограмм (Ti-Hf)N-по-крытий с разной концентрацией гафния.



 $(I - (T_{10.9}Hf_{0.1})N, 2 - (T_{10.85}Hf_{0.15})N, 3 - (T_{10.8}Hf_{0.2})N, 4 - (T_{10.7}Hf_{0.3})N)$. Линия в области 2330 cm⁻¹ — азот (атмо-сфера).

Чистый TiN имеет структуру типа NaCl, и в спектре КРС проявляются полосы, связанные с плотностью состояний акустических мод (225 cm^{-1} (TA) и 310 cm^{-1} (LA)) и оптическая мода в области 540 cm^{-1} . В спектрах КРС исследованных образцов присутствуют полосы в области 220 (плечо), 272, 540, 805 и 1083 cm^{-1} . Полосы в области 220, 272 и 540 cm^{-1} принадлежат фазе (Ti-Hf)N со структурой типа NaCl (подобной чистому TiN). Наличие полос в области более 700 cm^{-1} может быть связано с появлением цепочек полиэдров [TiNx]. Полиэдрам [TiN5] соответствует полоса с максимумом в области 700 cm^{-1} , а [TiN4] — в области 840 cm^{-1} .

Введение Hf в структуру приводит к смещению полос в стороны больших волновых чисел. Так, полоса в

области 272 сm $^{-1}$ в образце $(Ti_{0.7}Hf_{0.3})N$ сдвигается в область 295 сm $^{-1}$ в образце $(Ti_{0.9}Hf_{0.1})N$. Сдвиг в сторону больших волновых чисел может быть связан с возникающими напряжениями в покрытии нитрида титана—гафния.

2.5. Механические свойства

На рис. 5 приведена фотография с изображением области измерений одного из образцов. Данные по зависимости твердости от координаты профиля приведены на рис. 6. На рис. 7 представлено изменение твердости



Рис. 5. Фотография области, в которой производилось индентирование. I — покрытие, 2 — подложка. Максимальная нагрузка на индентор 10 mN, углубление индентора ~ 120 nm на участках покрытия и 250 nm на участках подложки. Расстояние между "уколами" вдоль оси $Y \sim 2 \mu$ m. Отпечатки индентов явно видны только на подложке (3).



Рис. 6. Зависимость твердости образцов от координаты Y. Начало координат находилось на подложке, точка (0; 125) — на покрытии. Цифрами отмечены номера образцов $(1 - (Ti_{0.7}Hf_{0.3})N, 2 - (Ti_{0.85}Hf_{0.15})N, 3 - (Ti_{0.9}Hf_{0.1})N, 4 - (Ti_{0.8}Hf_{0.2})N).$

60 0 00

50000

40 0 00

Counts





Рис. 7. Зависимость твердости покрытия от расстояния от границы с подложкой. Цифрами отмечены номера образцов $(1 - (Ti_{0.7}Hf_{0.3})N, 2 - (Ti_{0.85}Hf_{0.15})N, 3 - (Ti_{0.9}Hf_{0.1})N, 4 - (Ti_{0.8}Hf_{0.2})N).$

Таблица 2. Результаты измерения твердости и модуля упругости (Ti-Hf)N-покрытий

Образец	Твердость подложки, Н, GPa	Твердость покрытия, Н, GPa	Модуль упругости подложки, Е, GPa	Модуль упругости покрытия, Е, GPa
$(Ti_{0.9}Hf_{0.1})N$	5.7 ± 0.6	32.7 ± 3.6	173 ± 30	397 ± 49
		(31.0 [9])		
(Ti _{0.85} Hf _{0.15})N	5.5 ± 0.8	34.9 ± 3.4	166 ± 22	504 ± 80
(Ti _{0.8} Hf _{0.2})N	6.0 ± 0.4	36.7 ± 3.5	181 ± 23	447 ± 75
$(Ti_{0.7}Hf_{0.3})N$	5.9 ± 0.8	33.4 ± 4.1	199 ± 29	431 ± 58

по толщине покрытия. Твердость падает по направлению к подложке на расстоянии менее $1 \,\mu$ m до границы с подложкой (сказывается влияние свойств подложки).

Усредненные результаты измерений значений твердости и модуля упругости по участкам подложки и покрытия приведены в табл. 2.

Значения твердости и модуля упругости покрытия в пределах погрешности одинаковы, не зависят от содержания Hf в покрытии при изученных соотношениях Ti : Hf и соответствуют значениям твердости, известным из литературных данных.

Однако, сопоставляя данные рис. 7 и табл. 2 с данными о распределении концентрации элементов Ті и Нf по толщине покрытия (рис. 2), можно обнаружить следующую закономерность: в образцах $(Ti_{0.8}Hf_{0.2})N$ и $(Ti_{0.85}Hf_{0.15})N$ твердость наиболее раномерно распределена по толщине (среднее квадратичное отклонение твердости ± 3.5 GPa у $(Ti_{0.8}Hf_{0.2})N$ и ± 3.4 GPa у $(Ti_{0.85}Hf_{0.15})N$, у этих же образцов Ti и Hf распределены

наиболее равномерно практически по всей толщине покрытия. У образцов $(Ti_{0.7}Hf_{0.3})N$ и $(Ti_{0.9}Hf_{0.1})N$ видна более выраженная неравномерность распределения твердости по толщине, у этих же образцов отмечена большая неравномерность распределения Ti и Hf (табл. 2).

Заключение

Приведены результаты исследования зависимости состава, структуры и механических характеристик (твердости, модуля упругости) от содержания Hf-покрытий (Ti-Hf)N на подложке из сплава титана BT-6. Изучено распределение химического состава по толщине покрытий. Впервые изучено распределение твердости по толщине покрытий с различным соотношением Ti : Hf. Установлено соответствие неоднородности распределения твердости по толщине покрытия с неоднородностью распределения Ti и Hf в покрытии. Максимальные значения твердости (~ 35 GPa) и модуля упругости (~ 500 GPa) получены у покрытий составов (Ti_{0.85}Hf_{0.15})N и (Ti_{0.8}Hf_{0.2})N. Покрытия этих составов характеризовались и наиболее равномерным распределением Ti и Hf по толщине.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ФГБНУ ТИСНУМ, поддержанного Минобрнауки России в рамках выполнения соглашения № 14.593.21.0007 от 28.08.2017, уникальный идентификатор соглашения RFMEFI5931X0007.

Список литературы

- Musil J. Properties of hard nanocomposite thin films. 2007. Chapters in book "Nanocomposite film and coating" / Eds S. Zhang, N. Ali. Imperial CollegePresse, Coven Garden London WC 29HF. London, UK, 2007. P. 281–328.
- [2] Андриевский Р.А., Глезер А.М. // УФН. 2009. Т. 179. № 4. С. 337–358. [Andrievski R.A., Glezer А.М. // (Strength of Nanostructures) Phys. Usp. 2009. Vol. 52. P. 315–336.] DOI: 10.3367/UFNr.0179.200904a.0337
- [3] Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. М.: Физматлит, 2009. 416 с.
- [4] Погребняк А.Д., Соболь О.В., Береснев В.М., Турбин П.В., Дуб С.Н., Кирик Г.В., Дмитренко А.Е. // Письма в ЖТФ. 2009. Т. 35. Вып. 19. С. 103-110.
- [5] Погребняк А.Д., Шпак А.П., Азаренков Н.А., Береснев В.М. // УФН. 2009. Т. 179. № 1. С. 35–64.
 [Pogrebnjak A.D., Shpak A.P., Azarenkov N.A., Beresnev V.M. // Phys. Usp. 2009. Vol. 52. Р. 29–54.]
 DOI: 10.3367/UFNe.0179.200901b.0035
- [6] Komarov F.F., Konstantiniv S.V., Pilko V.V., Pogrebnjak A.D., Kozak C., Opielak M. // Acta Phys. Polonica A. 2014. Vol. 125. N 6. P. 1292–1295.
- [7] Береснев В.М., Погребняк А.Д., Соболь О.В., Грудницкий В.В., Турбин П.В., Колесников Д.А., Толмачева Г.Н. // Физическая инженерия поверхности (ФИП PSE). 2010. Т. 8. Вып. 2. С. 124–129.
- [8] Грудницкий В.В., Смолякова М.Ю., Немченко У.С., Береснев В.М., Погребняк А.Д., Соболь О.В., Колесников Д.А., Турбин П.В., Каверин М.В. // Вопросы атомной науки и техники. 2011. № 6. С. 179–183.

- [9] Погребняк А.Д., Шпак А.П., Береснев В.М., Кирик Г.В., Колесников Д.А., Комаров Ф.Ф., Конарский П., Махмудов Н.А., Каверин М.В., Грудницкий В.В. // Письма в ЖТФ. 2011. Т. 37. Вып. 13. С. 91–97.
- [10] Погребняк А.Д., Пономарев А.Г., Колесников Д.А., Береснев В.М., Комаров Ф.Ф., Мельник С.С., Каверин М.В. // Письма в ЖТФ. 2012. Т. 38. Вып. 13. С. 57-64.
- [11] Колесников Д.А., Грудницкий В.В., Гриценко В.И., Дручинина О.А., Кирик Г.В., Махмуд А.М., Турбин П.В., Маликов Л.В., Прозорова М.С., Сердюк И.В., Рудюк А.М., Береснева Е.В. // Физическая инженерия поверхности (ФИП PSE). 2012. Т. 10. Вып. 1. С. 90–95.
- Pogrebnjak A.D. // J. Nanomaterials. 2013. Vol. 2013. Article ID 780125, 12 pages. http://dx.doi.org/10.1155/2013/780125
- [13] Торяник И.Н., Грудницкий В.В., Береснев В.М., Соболь О.В., Литовченко С.В., Турбин П.В., Сердюк И.В., Гончаров И.Ю. // Вопросы атомной науки и техники. 2014. № 2. С. 149–152.
- [14] Кульментьев А.И., Кульментьева О.П., Махмуд А.М. // Компрессорное и энергетическое машиностроение. 2011. № 2 (24). С. 36–39.
- [15] Васильев И.И., Усенко В.А., Гребенщикова М.М., Файзрахманов И.Ф., Миронов М.М. // Патент RU 2554773. http://www.findpatent.ru/patent/255/2554773.html
- [16] Манирамбона Ж.К. // Российский ветеринарный журнал (РВЖ-МДЖ). 2014. № 6. С. 9–11.
- [17] Андреев А.А., Костюк Г.И., Минаев Н.А. //Открытые информационные и компьютерные технологии. 2012. № 53. С. 71–78.
- [18] *Lutterotti L.* Material Analysis Using Diffraction (MAUD). 1997. http://www.Ing.unitn.it/~maud/
- [19] *Gualtieri A.F.* // J. Appl. Crystallography. 2000. Vol. 33. P. 267–278.
- [20] Самсонов Г.В., Виницкий И.М. Тугоплавкие соединения. М.: Металлургия, 1976. 560 с.