

УДК 006.91:[620.179.4:621.793.8]

## РАЗРАБОТКА И АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ АДГЕЗИОННОЙ ПРОЧНОСТИ ХРОМОВОГО ПОКРЫТИЯ НА ПОДЛОЖКЕ ИЗ ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА

*К.В. Ожмегов, Н.В. Сычева, Я.Е. Енина, А.С. Заводчиков,  
М.А. Илюхина, А.А. Кабанов*

*АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара», Москва*

*В работе представлены результаты исследования адгезионной прочности хромового покрытия на оболочке из сплава Zr-1%Nb в зависимости от режима испытания, геометрии индентора и его состояния, положения образца и способа его крепления. Был разработан алгоритм проведения измерений при испытаниях по определению адгезионной прочности покрытия исследуемых образцов, в т.ч. определен режим испытаний (диапазон нагрузки, скорость приложения нагрузки, длина царапины) и рассмотрены критерии определения критических нагрузок, описаны влияющие факторы условий испытаний. В соответствии с установленным алгоритмом проведения испытаний были оценены метрологические характеристики методики измерений.*

Ключевые слова: Методика измерений, адгезионная прочность, хромовое покрытие, оболочка, сплав Zr-1%Nb, аттестация, метрологические характеристики.

## DEVELOPMENT AND CERTIFICATION OF MEASUREMENT PROCEDURE FOR ADHESION STRENGTH OF CHROMIUM COATING ON A ZIRCONIUM ALLOY SUBSTRATE

*K.V. Ozhmegov, N.V. Sycheva, Y.E. Enina, A.S. Zavodchikov,  
M.A. Ilyukhina, A.A. Kabanov*

*JSC A.A. Bochvar High-Technology Research Institute of Inorganic Materials, Moscow*

*The paper presents the results of studying the adhesion strength of a chromium coating on a Zr-1%Nb alloy cladding depending on a test mode, indenter geometry and conditions, test specimen mounting. An algorithm for adhesion strength testing of given specimens has been developed, which includes an optimal test mode (load range, loading rate, scratch length), criteria for determination of critical scratch load values, description of influential test conditions factors. Metrological characteristics of the measurement procedure were evaluated in accordance with the created test algorithm.*

Keywords: Measurement procedure, adhesion strength, chromium coating, fuel cladding, Zr-1%Nb alloy, certification, metrological characteristics.

## **Введение**

Применение защитных коррозионностойких покрытий на поверхности оболочки твэла является вопросом повышения безопасности твэлов активных зон реакторов. На Ростовском блоке АЭС проходят испытания экспериментальные оболочки твэлов с хромовым покрытием, нанесенным в условиях НИУ «МЭИ». По аналогичной технологии в условиях АО ЧМЗ изготавливаются опытные партии оболочек твэлов с хромовым покрытием.

Применительно к условиям АО ЧМЗ потребовалось уточнить методику адгезионной прочности хромового покрытия оболочек из сплава циркония в части определения влияния параметров режимов испытания (скорость приложения нагрузки, скорость царапания и др.) на получаемые результаты измерений адгезионной прочности, а также в части установления оптимального режима испытаний.

В современной литературе недостаточно данных о влиянии вышеуказанных параметров на результаты скретч тестирования для трубчатых образцов, а также для системы хромовое покрытие-подложка из циркониевого сплава. Отсутствует информация о методологии проведения эксперимента, в том числе о креплении трубчатого образца, определении верхней точки окружности, влиянии скорости нагружения на критические нагрузки и критерии их определения. Методологическая часть исследовательских работ [1-10] включает в себя тип оборудования (микро/макро скретч тестер), тип индентора и диапазон изменения приложенной нагрузки. В [1-10] описаны исследования покрытий CrN, SiC, TiN, AlCrMoNbZr, Ti<sub>2</sub>AlC, нанесенных на образцы с плоской поверхностью, с использованием индентора Роквелла С (алмаз) с радиусом от 100 до 200 мкм и индентора Виккерса в диапазоне нагрузки от 0,01 до 150 Н, со скоростью от 5 до 100 Н/мин.

Стандарт ASTM C1624-05 [11] рассматривает данные вопросы применительно к керамическим покрытиям. Он не применим напрямую к металлическим покрытиям, однако его возможно взять за основу в части способа подготовки к исследованиям, диагностирования состояния индентора и критериев определения критических нагрузок.

Целью работы являлась разработка методики измерений адгезионной прочности хромового покрытия на оболочках из сплава циркония, которая с необходимой точностью обеспечивает технический контроль качества готовых изделий.

## **Материалы и методы**

Методика измерений адгезионной прочности разработана на основе метода склерометрического исследования – процесса измерений прочности царапанием различных материалов и покрытий при внедрении индентора на глубину нескольких микро- или нанометров.

Параллельно нанесению царапины происходит запись акустической эмиссии, снимаются показания с датчиков силы трения и глубины пенетрации. Затем оператор при помощи программного обеспечения представляет результаты испытаний в виде графических зависимостей изменения величины нормальной нагрузки  $F_n$ , силы трения  $F_t$ , акустической эмиссии  $A_e$ , глубины пенетрации  $P_d$  от длины царапины с приложением панорамного изображения царапины и определяет критические нагрузки:

–  $L_{c1}$  – нагрузка, при которой наступает частичное растрескивание покрытия в процессе испытания;

–  $L_{c2}$  – нагрузка, при которой наступает повреждение покрытия (отслаивание и/или выкрашивание) в процессе испытания ( $L_{c2}$  соответствует значению адгезионной прочности покрытия);

–  $L_{c3}$  – нагрузка, при которой наступает полное разрушение покрытия в процессе испытания.

Использованный в исследовании макро скретч тестер, кроме оснащения датчиками силы трения, акустической эмиссии и глубины пенетрации, оборудован оптикой для проведения металлографического анализа с увеличением 50, 200 и 500 крат.

При проведении испытаний возможно использовать различные типы инденторов. При разработке методики исследовалось влияние инденторов типа Роквелл и Виккерс на величину адгезионной прочности.

Для исследований были использованы образцы цилиндрической формы (трубчатые образцы), длиной не более 30 мм, из сплава циркония Zr-1%Nb с двумя вариациями хромового покрытия – пластичное и менее пластичное.

## Результаты и обсуждение

### *Влияние крепления образца на качество измерений*

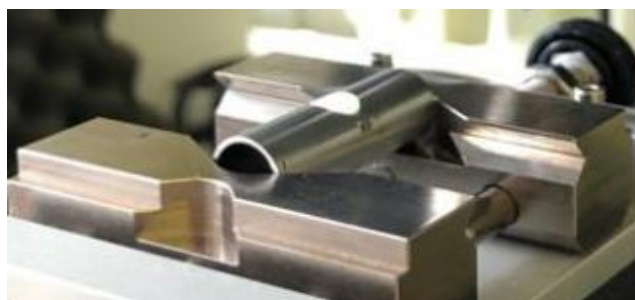
При разработке алгоритма проведения испытаний была выполнена серия экспериментов с различным положением образца в захватах.

По результатам экспериментов выявлено, что при креплении образца цилиндрической формы параллельно захватам (рис. 1а) в процессе царапания при нормальной нагрузке  $F_n$  более 50 Н образец мог смещаться до 2-3 мм в направлении царапания. Кроме того, при фиксации образца таким образом отмечалась его упругая деформация. В связи с этим от данного крепления образца решено было отказаться.

Было принято решение о закреплении образца цилиндрической формы перпендикулярно захватам (рис. 1б), при этом длина образца должна обеспечивать его крепление со стороны торцов. Такой вид крепления препятствует деформации образца и его смещению во время царапания. Кроме того, специальный профиль захвата располагает образец в направлении царапания.



а)



б)

*Рис. 1. Варианты положения образца в захватах:*

*а) крепление образца параллельно захватам; б) крепление перпендикулярно захватам*

Стоит отметить, что перпендикулярное крепление рекомендуется применять при условии, что торцы при изготовлении образца были выполнены перпендикулярно главной оси трубчатого образца и параллельно друг другу. В противном случае образец будет отцентрован неверно, что затруднит нанесение царапины.

С учетом геометрических параметров креплений (захватов), используемых при испытании, оптимальной является длина образца не более 30 мм.

### ***Влияние скорости на величину критических нагрузок***

Влияние режима испытаний на величину критических нагрузок было исследовано на двух вариациях хромового покрытия – пластичном и менее пластичном. Эти покрытия различаются типами событий разрушения, происходящими с увеличением нормальной нагрузки до 100 Н: на менее пластичном покрытии, помимо трещин и задигов, наблюдается преимущественно выкрашивание, а на пластичном – отслоение.

Отмечено, что с повышением скорости приложения нагрузки от 50 до 200 Н/мин на пластичном покрытии ухудшаются условия трения, что приводит к налипанию металла на индентор и преждевременному наступлению  $L_{c1}$  и  $L_{c2}$ , а также к снижению качества сканирования профиля поверхности. Рекомендуемым значением скорости приложения нагрузки для определения критических нагрузок является 50 Н/мин.

Однозначного влияния повышения скорости с 50 до 100 Н/мин при исследовании менее пластичного покрытия не установлено. Это связано с тем, что адгезия такого покрытия значительно меньше, и для него существуют более значимые факторы, влияющие на критические нагрузки, например морфология исходной поверхности. Вместе с тем рекомендуется проводить исследования при скорости 50 Н/мин, так как при большей скорости снижается качество сканирования профиля поверхности.

### ***Определение верхней точки окружности***

Проведение исследований образцов цилиндрической формы с использованием оптики требует точного определения верхней точки окружности цилиндра для расположения на ней царапины. Программным обеспечением макро скретч тестера не

предусмотрена функция автоматического поиска верхней точки окружности, а визуальная регулировка положения индентора оператором может привести к отклонению вектора приложения нагрузки, действующей по направлению к внутренней стороне испытываемого объекта цилиндрической формы, от нормали к поверхности.

На рис. 2 представлен пример панорамного изображения царапины при отклонении от нормали к поверхности, составляющего ~0,5 мм. При этом получается изображение царапины, на котором затруднен поиск событий, соответствующих критическим нагрузкам, а также возможно изменение площади контакта поверхности индентора и образца, что может привести к грубым промахам.



*Рис. 2. Пример изображения царапины при некорректном определении верхней точки окружности цилиндрического образца*

С целью установления верхней точки окружности цилиндра предлагается перед началом испытаний определить область индентирования с использованием микроскопа при увеличении 50 крат: выставить оптический прицел на середину освещенного участка образца и, оставаясь на том же фокусном расстоянии, в режиме позиционирования перевести образец под индентор. Такой порядок действий позволяет выставить индентор с минимальным отклонением от нормали к цилиндрической поверхности.

### ***Влияние оснастки на величину критических нагрузок***

Влияние состояния индентора на получаемые результаты испытаний было установлено при проведении исследований в диапазоне нагрузки от 1 до 200 Н на одном и том же образце из сплава Zr-1%Nb с хромовым покрытием: одно испытание проводилось с индентором, на поверхности которого отмечались налипания металла (рис. 3а), второе – с индентором без налипаний металла, т.е. после проведения очистки индентора (рис. 3б). Наличие налипаний металла было выявлено под оптическим микроскопом при увеличении 50 крат.

Отмечено, что в результате налипаний металла на индентор условия трения при испытании были в ~4 раза хуже, что привело к преждевременному разрушению покрытия. При использовании индентора без налипаний покрытие на образце не было разрушено.

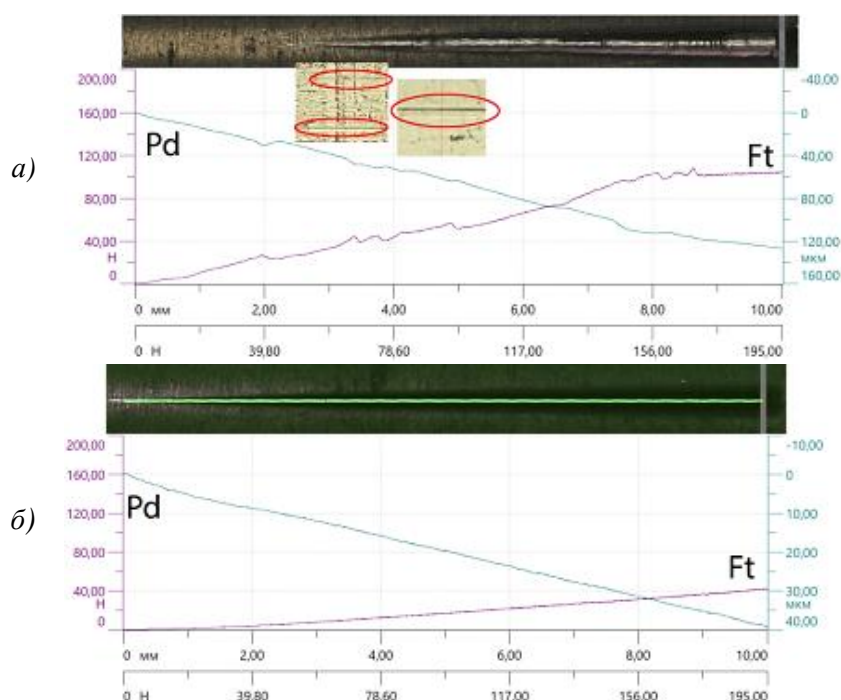


Рис. 3. Результаты измерений адгезионной прочности хромового покрытия на подложке из сплава Zr-1%Nb: а) отмечены налипания на инденторе; б) индентор без налипаний

Также отмечено, что при каждом испытании образца с хромовым покрытием до нормальной нагрузки 100 Н происходит налипание на индентор. В связи с этим после каждого индентирования необходимо проводить очистку рабочей поверхности индентора шлифовальной бумагой P2000 с последующей протиркой изопропиловым или этиловым спиртом.

Было проведено исследование влияния типа индентора (Роквелл или Виккерс) на величину критических нагрузок. При применении индентора типа Виккерс на пластичном покрытии с начала царапины (при нормальной нагрузке 2-3 Н) появляются рванины, которые с увеличением нагрузки увеличиваются (рис. 4), что значительно усложняет идентификацию событий, соответствующих критическим нагрузкам. В связи с этим при проведении испытаний рекомендуется использовать тип индентора Роквелл.

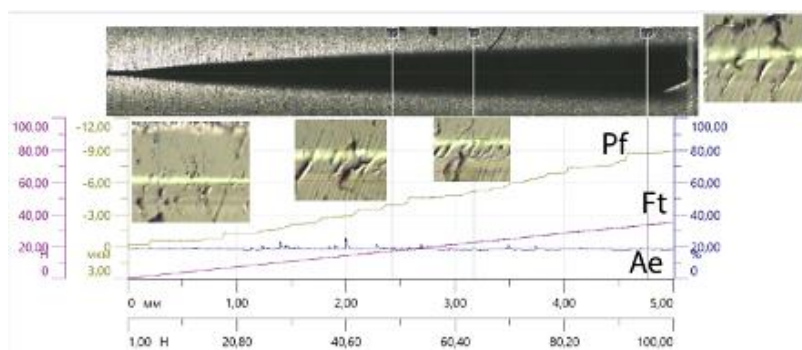


Рис. 4. Результаты измерений адгезионной прочности хромового покрытия на подложке из сплава Zr-1%Nb с использованием индентора типа Виккерс

**Критерии определения критических нагрузок по акустической эмиссии Ae, силе трения Ft, глубине пенетрации Pd, морфологии поверхности Pf**

При поиске событий, соответствующих критическим нагрузкам, возможно использование информации, полученной с помощью датчиков макро скретч тестера и его программного обеспечения: графические зависимости изменения величины силы трения Ft, акустической эмиссии Ae, глубины пенетрации Pd от длины царапины L.

На рис. 5а и 5б приведены результаты испытаний образцов с менее и более пластичными покрытиями соответственно. У менее пластичного покрытия события разрушения сопровождаются акустической эмиссией, изменение которой можно обнаружить на кривой  $Ae = f(L)$  по характерным пикам. Наличие области растрескивания у пластичного покрытия не отражается на форме кривой  $Ae = f(L)$ . Таким образом, при работе с пластичными покрытиями данные об акустической эмиссии не являются достаточно информативными для обнаружения критических нагрузок.

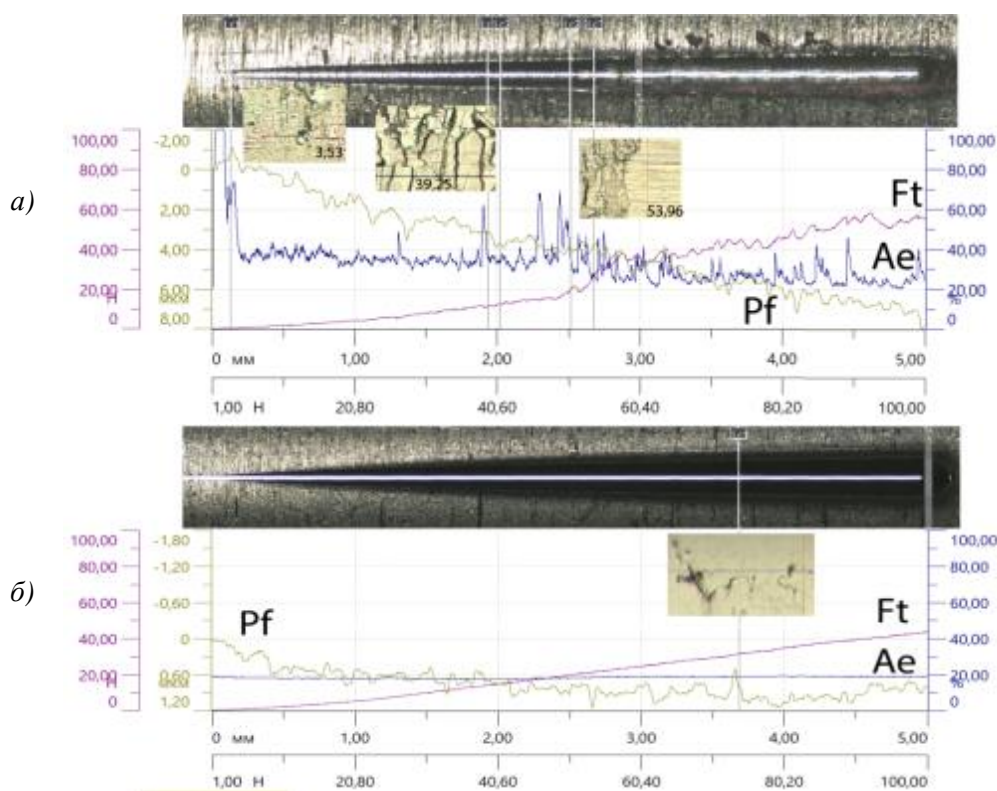


Рис. 5. Результаты измерений адгезионной прочности хромового покрытия на подложке из сплава Zr-1%Nb: а) менее пластичное покрытие; б) пластичное покрытие

Для облегчения поиска критических нагрузок при исследовании покрытий также могут быть использованы данные с датчиков силы трения и глубины пенетрации. Однако, как и с датчиком акустической эмиссии, их данные более информативны для менее пластичных (более хрупких) покрытий.

Изменение наклона кривой  $F_t = f(L)$  также может свидетельствовать о нарушении покрытия. В соответствии с рис. 6а, отображающим результаты испытания менее пластичного покрытия, область изменения угла наклона кривой  $F_t = f(L)$  соотносится с нарушением покрытия на панорамном изображении царапины. Датчик глубины пенетрации также фиксирует изменение наклона кривой  $P_d = f(L)$  в области нарушения покрытия.

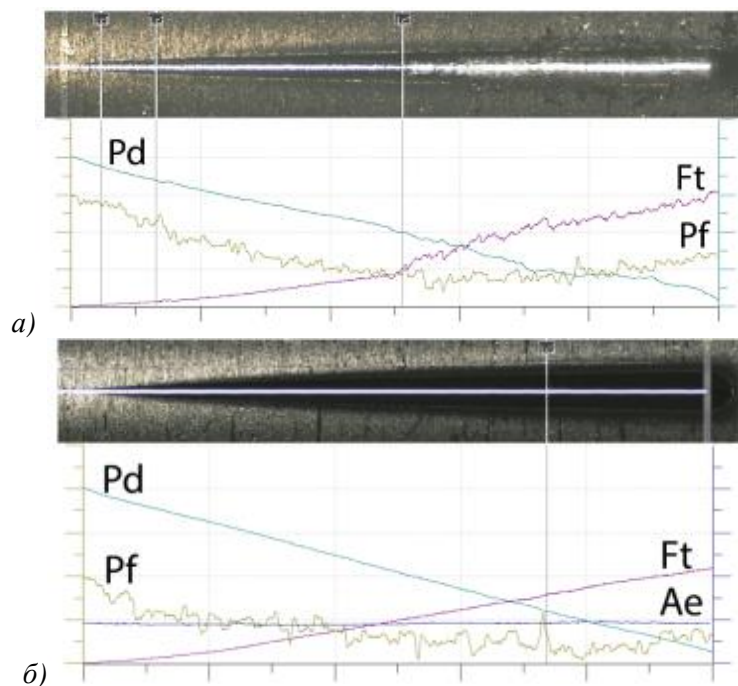


Рис. 6. Результаты измерений адгезионной прочности хромового покрытия на подложке из сплава Zr-1%Nb: а) менее пластичное покрытие; б) пластичное покрытие

В случае с пластичным покрытием события разрушения могут совершенно не отражаться на кривых  $F_t = f(L)$  и  $P_d = f(L)$  (рис. 6б). В такой ситуации оператору следует обратить внимание на кривую профиля  $P_f = f(L)$ : при прохождении неровностей, как правило, критические нагрузки могут фиксироваться по её виду. В случае, представленном на рисунке 6б, была зафиксирована критическая нагрузка  $L_{c2}$  по характерному пику на кривой  $P_f = f(L)$ .

### **Определение критических нагрузок с использованием металлографического способа**

Эффективным способом определения областей, где происходит нарушение покрытия, является металлографический способ с использованием оптики. Отмечено, что для определения критической нагрузки  $L_{c1}$  данным способом целесообразно использовать увеличение 500 крат, а для  $L_{c2}$  и  $L_{c3}$  – 500 или 200 крат. Кроме того, необходимо использовать скретч-атлас, включающий набор изображений типичных событий разрушения, соответствующих критическим нагрузкам. Примеры

изображений, характеризующих критические нагрузки, приведены на рис. 7: менее пластичное покрытие разрушается преимущественно путем растрескивания и выкрашивания, в то время как пластичное покрытие с увеличением трения отслаивается.

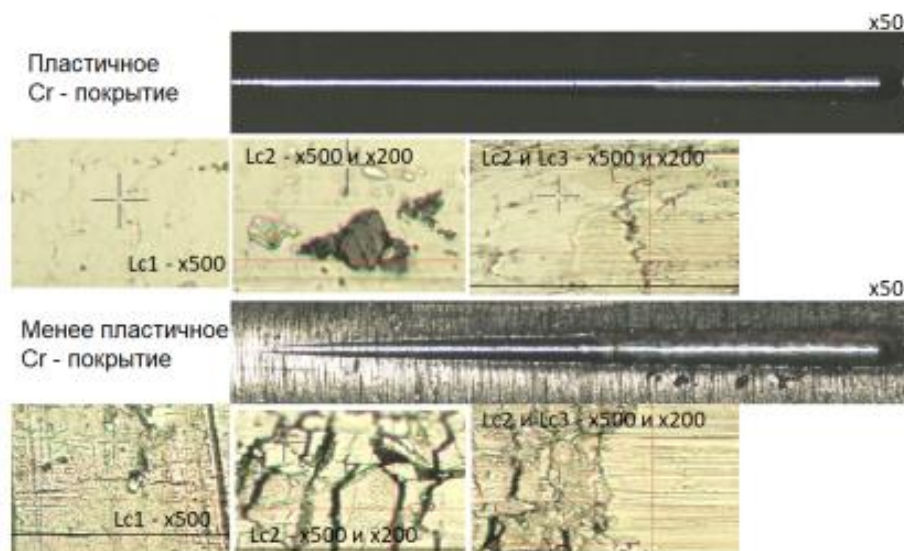


Рис. 7. Результаты определения критических нагрузок с использованием скретч-атласа

Определенную сложность при металлографическом анализе представляет схожесть внешнего вида поверхностей подложки и покрытия. Критические нагрузки  $Lc_2$  и  $Lc_3$ , как правило, представляются задиrom – механическим повреждением подложки, происходящим вследствие отслаивания или выкрашивания покрытия. Задиры на подложке из сплавов циркония характеризуются множественными линиями скольжения в направлении нанесения царапины. Поэтому перед началом работы с системой покрытие-подложка рекомендуется провести оптические исследования задира на образце цилиндрической формы из сплава циркония без покрытия.

***Факторы, влияющие на результат измерений при испытаниях, и их оценка в рамках аттестации методики измерений***

На основании результатов проведенных исследований были установлены условия определения адгезионной прочности хромового покрытия оболочки твэла: способ крепления образца (перпендикулярное крепление), скорость приложения нагрузки (50 Н/мин), способ определения верхней точки окружности, тип применяемого индентора (индентор Роквелл) и способ очистки индентора от налипаний металла, алгоритм поиска критических нагрузок с использованием данных, получаемых от датчиков акустической эмиссии, силы трения и глубины пенетрации в сочетании с металлографическим методом (по скретч-атласу, в котором приведены изображения недопустимого состояния покрытия).

После определения условий испытаний были выполнены исследования для оценки влияющих факторов на получаемый результат измерений адгезионной прочности покрытия. Такими факторами, влияющими на результат, являются: квалификация оператора (фактор 1), воспроизводимость условий испытаний при измерениях (фактор 2) и однородность объектов измерений, т.е. однородность покрытия (фактор 3). В связи с тем, что три фактора взаимосвязаны, необходимо было поставить эксперимент таким образом, чтобы выделить один фактор, на количественную оценку которого было бы минимизировано, а, в лучшем случае, исключено влияние оставшихся двух факторов. Учитывая специфику объекта измерений и возможности программного обеспечения макро скретч тестера, в качестве такого независимого фактора (далее – базисный фактор) был выбран фактор 1. Количественная оценка фактора 1  $\theta_{\phi 1}$  была произведена путем проведения специального эксперимента в условиях сходимости: один и тот же профиль подвергшейся испытаниям поверхности был аналитически обработан различными операторами, при этом условия испытания фиксированы, т.е. влияние фактора воспроизводимости нивелировано, а влияние фактора однородности объекта также незначимо, т.к. операторы смотрят один и тот же профиль. В фокус-группе операторов был так называемый «эталонный оператор», обладающий высокой квалификацией для проведения измерений при испытаниях по данной методике. Количественная оценка  $\theta_{\phi 1}$  была проведена по двум алгоритмам:

- 1) на одном объекте осуществлялось нанесение царапины и определялась минимальная критическая нагрузка  $L_{c2}$  различными операторами;
- 2) на втором объекте после нанесения царапины различными операторами проводился поиск не менее 5 критических событий, начиная с наиболее раннего.

Значение фактора  $\theta_{\phi 1}$  по первому алгоритму рассчитывалось по формуле:

$$\theta_{\phi 1} = \max\{|\bar{F}_i - F_{\text{эт } i}|\}, \quad (1)$$

где  $\bar{F}_i$  – среднеарифметическое значение адгезионной прочности, определенное операторами для  $i$ -го события, Н, рассчитываемое как

$$\bar{F}_i = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J F_{ij}, j=1, \dots, J; J=3; \quad (2)$$

где  $F_{ij}$  – адгезионная прочность, заявленная  $j$ -м оператором для  $i$ -го события, Н;  
 $F_{\text{эт } i}$  – адгезионная прочность, заявленная «эталонным оператором» для  $i$ -го события, Н.

Значение  $\theta_{\phi 1}$ , оцененное по первому алгоритму, составило 4,38 Н.

Оценка фактора  $\theta_{\phi 1}$  по второму алгоритму заключалась в построении гистограммы, показывающей частоту обнаружения критического события операторами в зависимости от значения нагрузки (рис. 8). В соответствии с рис. 8 при обнаружении одного критического события высока вероятность обнаружить другое критическое

событие рядом, и средний размах между обнаруженными критическими событиями составляет около 5 Н, т.е.  $\theta_{\phi 1} = 5$  Н.

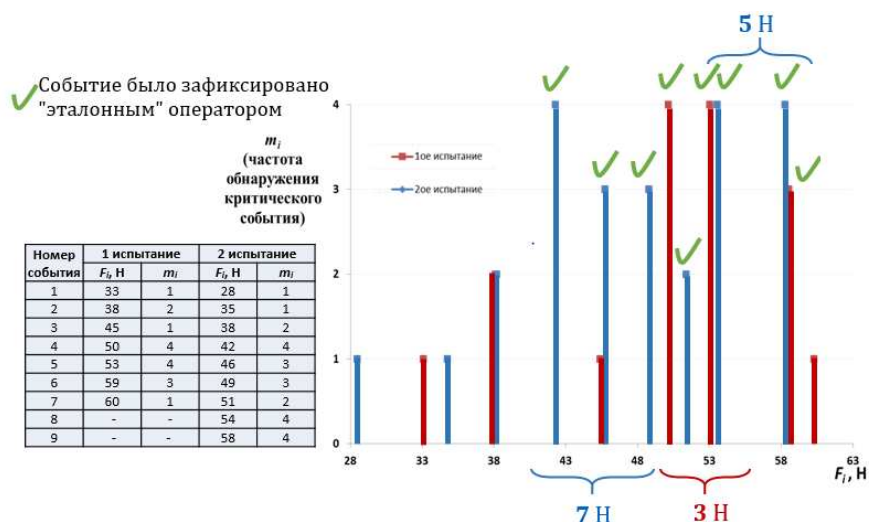


Рис. 8. Оценка фактора  $\theta_{\phi 1}$  по второму алгоритму

С учетом применения «консервативного» подхода, обозначенного в пункте 7.9 приказа Госкорпорации «Росатом» от 31.10.2013 №1/10-НПА [12], за значение фактора  $\theta_{\phi 1}$  было принято 5 Н.

Оценка фактора 2  $\theta_{\phi 2}$  была проведена при условии  $\theta_{\phi 1} = \text{const}$  в соответствии с 6.5 ГОСТ Р 8.997-2021 [13] по формуле

$$\theta_{\phi 2} = \frac{1}{2} \left| \frac{F_{max} - F_{min}}{f_{max} - f_{min}} \right| \Delta_{\phi}, \quad (3)$$

где  $F_{max}, F_{min}$  – значения адгезионной прочности покрытия, полученные при максимальном  $f_{max}$  и минимальном  $f_{min}$  значении влияющего фактора (скорости изменения прикладываемой нагрузки) соответственно.

Значение фактора  $\theta_{\phi 2}$  составило 2,9 Н.

Было принято, что количественная оценка фактора 3  $\theta_{\phi 3} \rightarrow 0$ , так как однородность реальных объектов измерений должна обеспечиваться их технологией изготовления. При этом однородность покрытия оболочки зависит от конкретной реализации вакуумного напыления: качества используемой подложки (материал подложки, шероховатость, чистота обработки поверхности подложки, др.) и режима напыления (температура испарения, температура подложки, расположение источника напыления, скорость осаждения, коэффициент распыления, пространственное распределение потока при испарении и др.). В качестве критерия однородности покрытия можно косвенно использовать норматив оперативного контроля частичной воспроизводимости  $D$ , который заключается в вычислении размаха между максимальным и минимальным значениями адгезионной прочности, полученными

после проведения трех испытаний ( $n=3$ ), и его сравнении с установленным значением норматива  $D$  ( $D=15$  Н при  $P=0,90$ ). Невыполнение норматива может свидетельствовать о грубом промахе или об изменении объекта измерений, при этом грубый промах может быть исключен при повторном проведении контрольного измерения в рамках контроля частичной воспроизводимости ( $n=3$ ). В случае изменения объекта измерений значение количественной оценки однородности покрытия оболочки должно быть оценено повторно, поскольку оно зависит от технологии напыления.

После количественной оценки влияющих факторов была установлена общая суммарная погрешность измерений  $\pm\Delta(n)$  адгезионной прочности хромового покрытия оболочки твэла из сплава циркония Zr-1%Nb при  $n=3$  и доверительной вероятности  $P=0,95$ . Значение общей суммарной погрешности  $\pm\Delta(n)$  составило 11 Н.

### Выводы

Для определения значений критических нагрузок коллективом авторов был разработан строгий порядок действий, включающий в себя установку образца, определение области для индентирования, алгоритм подготовки и проверки качества оснастки, алгоритм проведения испытаний и интерпретацию полученных результатов испытаний. Установлено, что подтверждение обнаруженных событий, соответствующих критическим нагрузкам, необходимо осуществлять металлографическим способом с использованием разработанного скретч-атласа недопустимого состояния покрытия (выкрашивание, отслоение, задир).

Результаты проведенных исследований были использованы при разработке методики определения адгезионной прочности хромового покрытия на образцах труб из сплава Zr-1%Nb с использованием макро скретч тестера.

В рамках аттестации методики определения адгезионной прочности хромового покрытия на подложке из сплава Zr-1%Nb был предложен усовершенствованный итерационный подход при количественной оценке взаимосвязанных влияющих факторов при соблюдении требований ГОСТ Р 8.932-2022 [14] и ГОСТ Р 8.997-2021 [13]: сначала был выделен базисный фактор, который при определенных условиях (в рамках данной измерительной задачи это были условия сходимости) минимально зависит от остальных факторов, но при этом существенно влияет на все остальные подлежащие количественной оценке факторы, а затем после получения количественной оценки базисного фактора  $\theta_{\phi 1}$  была выполнена количественная оценка оставшихся влияющих факторов, являющихся функциями от аргумента  $\theta_{\phi 1}$ . Это позволило осуществить корректную оценку влияющих факторов и исключить необоснованное завышение систематической составляющей погрешности методики. Помимо этого, было установлено значение общей суммарной погрешности методики измерений.

**Список литературы**

1. Свойства хромовых покрытий, нанесенных различными методами на циркониевый сплав Э110 / А.А. Якушкин, В.М. Борисов, В.Н. Трофимов // *Функциональные покрытия и обработка поверхности. Физика и химия обработки материалов.* – 2021. – №2. – С 42-50.
2. A comparative study on high-temperature air oxidation of Cr-coated E110 zirconium alloy deposited by magnetron sputtering and electroplating / D.V. Sidelov, C. Poltronieri, M. Bestetti, M.G. Krinitcyn, V.A. Grudin, E.B. Kashkarov // *Surface and Coatings Technology* 433 (2022) 128134.
3. The formation of stable hydrogen impermeable TiN-based coatings on zirconium alloy Zr1%Nb / E.B. Kashkarov, N.N. Nikitenkov, Yu.I. Tyurin et al. // *Conf. Series: Materials Science and Engineering.* – 2015.– №81. – P. 1-6.
4. Hydrogen Sorption Kinetics of SiC-Coated Zr-1Nb Alloy / E.B. Kashkarov, M.S. Syrtanov, T.L. Murashkina et al. // *Coatings.* – 2019.– T. 9. – №31.
5. Mechanical and chemical properties of PVD and cold spray Cr-coatings on Zircaloy-4 / Rajnikant V. Umretiya, Barret Elward, Donghwi Lee et al. // *Journal of Nuclear Materials.* – 220. – №541.
6. Changes in adhesion of CrN coatings on Zr-1%Nb alloy substrates preliminary irradiated with high-intense pulsed ion beams / V.A. Tarbov, M. Slobodyan, S. Pavlov, et al. // *High Temperature Material Processes.* – 2022. – №26. – P. 7-19.
7. Sintered Silicon Carbide composites deposited on zirconium alloy substrates in air and Ar atmosphere – Part I: Evaluation of scratch adhesion and tribology properties / B.K. Aforu, A.M. Lider, O.A. Ismail et al. // *Materials Letters.* – 2022. – №306.
8. Protective Cr coatings with CrN/Cr multilayers for zirconium fuel claddings / D.V. Sidelev, S.E. Ruchkin, M.S. Syrtanov et al. // *Surface & Coatings Technology.* – 2022. – №433.
9. Preparation, structure, and properties of an AlCrMoNbZr high-entropy alloy coating for accident-tolerant fuel cladding / W. Zhanga, R. Tangc, Z.B. Yang et al. // *Surface & Coatings Technology.* – 2018. – №347. – P. 13-19
10. Cold spray deposition of Ti2AlC coatings for improved nuclear fuel cladding / Benjamin R. Maier, Brenda L. Garcia-Diaz, Benjamin Hauch et al. // *Journal of Nuclear Materials.* – 2015. – №466. – P. 712-717.
11. ASTM C1624-05 (Reapproved-2010) Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing, P. 29
12. Приказ Госкорпорации «Росатом» от 31.10.2013 №1/10-НПА «Об утверждении метрологических требований к измерениям, эталонам единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, их составным частям, программному обеспечению, методикам (методам) измерений, применяемым в области использования атомной энергии»
13. ГОСТ Р 8.997-2021 Государственная система обеспечения единства измерений. Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик измерений в области использования атомной энергии, //М.: Стандартинформ. – М., 2021. – 82 с.
14. ГОСТ Р 8.932-2022 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к методикам (методам) измерений в области использования атомной энергии. Основные положения, //М.: Российский институт стандартизации – М., 2022. – 28 с.