# **ВЕСТНИК ЮГОРСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИВЕРСИТЕТА** 2020 г. Выпуск 2 (57). С. 7–18

DOI: 10.17816/byusu20200207-18 УДК 665.65

Работа выполнена в рамках проектов РФФИ №18-08-01475 и 18-08-01152.

А. В. Долматов

# МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ В ПРОЦЕССАХ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА (ОБЗОР)

В работе приведен обзор современных методов изучения динамики структурообразования материалов. Выполнен анализ возможностей методов динамической электронной микроскопии и оптических методов контроля структурно-фазового состояния материалов в высокотемпературных быстропротекающих процессах. Рассмотрены методы пирометрии в области СВС, газотермического напыления покрытий и аддитивного синтеза изделий из металла и керамики. Представлен обзор нового бесконтактного метода измерения температуры и спектральной степени черноты материалов. Приведены результаты теоретических и экспериментальных исследований, направленных на реализацию подхода пирометрического контроля структурообразования в высокотемпературных процессах. Приведен пример комплексных исследований динамики структурных образований: металл-кислород, металл-углерод – на поверхности фольги вольфрама, молибдена и тантала, нагреваемой электрическим током в инертной газовой среде. В нем результаты пирометрических исследований сопоставлены с микроструктурой и микроэлементным составом фаз замороженных образцов. В завершении работы приведен вывод о рациональной организации контроля структурообразования в процессах высокотемпературного синтеза с точки зрения построения системы автоматического регулирования.

Ключевые слова: CBC, газотермическое напыление, аддитивный синтез, фаза, структура, температура, динамическая электронная микроскопия, тепловизионная съемка, степень черноты, материал.

## A. V. Dolmatov

### METHODS OF CONTROL OF STRUCTURE FORMATION IN THE PROCESSES OF HIGH-TEMPERATURE SYNTHESIS (REVIEW)

The paper provides an overview of modern methods for studying the dynamics of structure formation of materials. The analysis of the possibilities of dynamic electron microscopy methods and optical methods for controlling the structural-phase state of materials in high-temperature fastflowing processes is carried out. Methods of pyrometry in the field of SHS, gas-thermal spraying of coatings, and additive synthesis of metal and ceramic products are considered. A review of a new non-contact method for measuring the temperature and spectral degree of blackness of materials is presented. The results of theoretical and experimental studies aimed at implementing the approach of pyrometric control of structure formation in high-temperature processes are presented. An example is given of complex studies of the dynamics of structural formations: metal-oxygen, metalcarbon, on the surface of a tungsten, molybdenum and tantalum foil heated by electric current in an inert gas medium. It compares the results of pyrometric studies with the microstructure and microelement composition of the phases of frozen samples. At the end of the work, a conclusion is drawn on the rational organization of the observation of structure formation in high-temperature synthesis processes from the point of view of constructing an automatic control system. The work was carried out within the framework of the RFBR projects No. 18-08-01475 and 18-08-01152. Key words: SHS, thermal spraying, additive synthesis, phase, structure, temperature, dynamic electron microscopy, thermal imaging, degree of blackness, material.

#### Введение

В быстропротекающих процессах создания материалов важно понимание механизмов реорганизации вещества и стадий, на которых можно эффективно осуществлять внешнее воздействие для управления качеством конечного продукта. Регулирование процессов в технологиях самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) материалов, газотермического напыления (ГТН) функциональных покрытий, прямого лазерного построения готовых изделий из металла и керамики возможно при решении таких задач контроля, как идентификация фазового состояния вещества или перехода между состояниями, измерение характерной температуры перехода, определение свойств материала до и после превращения. Причем в случае автоматического регулирования указанные задачи должны решаться в режиме реального времени.

Характерные особенности технологий CBC, ГТН и лазерного построения металлических и керамических изделий: температура формирования продукта – 800–5000 К; дисперсность исходных веществ (характерный размер реакционных областей) – 1–100 мкм; время протекания (наблюдения) явления – 0.1–100 мкс – предъявляют высокие требования к способу контроля структурно-фазовой динамики материала в процессе синтеза.

Цель данной работы заключалась в сравнении известных методов контроля структурообразования в материалах, выявлении их достоинств при наблюдении высокотемпературных быстропротекающих процессов и выборе стратегии разработки нового измерительного подхода для внедрения в системы автоматического управления.

## Обзор методов

В области контроля структурообразования разработку 4D электронной микроскопии под руководством Ahmed H. Zewail заслуженно назвали революционной [1]. Возможность следить за поведением атомных или молекулярных систем во времени, видеть их отклик на внешнее воздействие дает несравненно больше информации, чем анализ только начальной и конечной фазы материала. Развитие средств субпикосекундной электрографии, сверхбыстрой электронной дифракции, сверхбыстрой электронной кристаллографии, сверхбыстрой электронной микроскопии и 4D электронной томографии позволяет наблюдать физические процессы с фемтосекундным разрешением по времени и субангстремным разрешением по пространству. Выполнены интереснейшие исследования динамики структуры электронных оболочек молекул, процесса расталкивания электронного сгустка фемтосекундной длительности, процесса колебания кристаллической решетки, фазового перехода в тонких пленках, отклик наноматериалов на импульсное освещение или нагрев и др. [2–6].

В аддитивных технологиях, ГТН и методе СВС оценку качества изготавливаемого изделия в режиме реального времени можно дать, если отслеживать значительную долю актов взаимодействия отдельных частиц, в которых наблюдаются стадии соударения, деформации, нагрева, плавления, кристаллизации и остывания. Проконтролировать каждый из этих процессов не способна даже сверхбыстрая электронная микроскопия – по той причине, что она осуществляет не прямую съемку акта структурообразования в веществе, а реконструирует динамику этого процесса на основе статистических изображений его различных стадий. Для этого трансмиссионные электронные микроскопы имеют два источника. Первый из них формирует лазерный или электронный импульс, который воздействует на объект исследования, как правило, нагревая его. Второй источник после заданной временной задержки генерирует электронный сгусток фемтосекундной длительности, который, проходя сквозь образец, формирует сигнал, попадающий на ПЗС-детектор. Однако для накопления детектором изображения приемлемого уровня сигнала требуется повторить синхронную работу первичного и вторичного источников от 100 до 10000 раз, после чего будет получено статистическое изображение одной фазы нагрева образца. Изменяя время задержки между импульсами первичного и вторичного источников, создается серия подобных изображений, отражающих различные фазы нагрева. Прецизионная синхронизация источников позволяет реконструировать физический процесс с фемтосекундным разрешением [7].

В работе [8] приведен обзор результатов и история применения динамической электронной микроскопии и динамической дифрактографии в области CBC. Ее содержание позволяет сделать следующие выводы. Организация процесса высокотемпературного синтеза внутри электронного микроскопа – очень сложная задача. Для регистрации процесса горения нужны сверхчувствительные детекторы, которые могли бы регистрировать электронное изображение микроструктуры образца за более короткое время, чем время реакции. Объектом исследования может выступать модельная реакционная ячейка или многослойная нанопленка. Рентгеновские дифрактографы имеют сравнительно слабый источник, который не позволяет получать более 10 снимков в секунду. Интенсивность синхротронного источника излучения на несколько порядков выше, чем у рентгеновского. Это позволяет получать дифрактограммы с разрешением порядка 0.1–1 мс. При этом глубина проникновения излучения в массивный образец составляет 10–50 мкм, а приемлемый уровень сигнала на детекторе может быть получен при облучении области 5х5 мм. На многослойной Ni-Al фольге толщиной 30 мкм при фокусировке синхротронного пучка в пятно диаметром 60 мкм может быть получено дифракционное кино с наилучшим разрешением 55 мкс.

В целом анализ применения методов динамической электронной микроскопии и динамической дифрактографии в области СВС материалов показывает, что их использование в настоящее время возможно только на уровне научных исследований. При этом наиболее распространенным является использование дифрактографии рентгеновского излучения, обладающего наименьшей разрешающей способностью среди рассмотренных подходов. Исследования фазовой динамики в СВС на синхротроне являются дорогими и требуют предварительной подготовки на более простых рентгеновских установках. Применение динамической электронной микроскопии в научных исследованиях скорее экзотика, чем повседневная реальность. Следует также отметить, что интенсивные пучки излучения, воздействующие на экспериментальный образец в ходе наблюдения динамики фаз и микроструктуры материала, могут вносить серьезное возмущение в процесс СВС. Использование рассмотренных выше методов в областях газотермического напыления и аддитивного синтеза изделий из металла и керамики представляет собой на порядок более сложную задачу, и примеры научных исследований на их основе автором не обнаружены.

В области оптического контроля структурообразования в CBC применяют видеокамеры, которые позволяют отслеживать динамику топографии реакционной системы в течение всех циклов превращений [9]. Для этого используют лазерную подсветку, интенсивность которой сравнима с интенсивностью теплового излучения реагирующей системы. В ряде случаев по резкому изменению уровня сигнала на кадрах видеосъемки в условиях лазерной подсветки удается обнаружить в волне горения разные фазовые компоненты [10]. Однако такие наблюдения являются в основном бинарными, когда низкие уровни сигнала сопоставляются с одной фазой, а высокие – с другой. В таком подходе индикатором фазы материала выступает его поглощательная способность. К недостаткам метода с лазерной подсветкой можно отнести два фактора. Во-первых, тепловое излучение в этом методе выступает в роли шума, затрудняя установление взаимосвязи между уровнем регистрируемого сигнала и фазой, т. к. интенсивность теплового излучения, кроме фазы, зависит еще от температуры. Во-вторых, повышенная интенсивность лазерного излучения (например, на порядок или два превосходящая тепловую составляющую) способствует идентификации нескольких фаз вещества в поле изображения, но может существенно влиять на ход процесса CBC в зоне реакции.

В области контроля температуры процесса CBC наиболее популярными являются измерения на основе вольфрам-рениевых термопар BP5/20 диаметром 10, 50, 100 мкм. Погрешность измерений в волне CBC данным методом составляет около 10–50 градусов, разрешение по времени – около 0,1 мс [8]. Известные экспериментальные исследования с применением яркостной пирометрии в области CBC позволяют контролировать температуру с пространственным разрешением до 10 мкм и временным 1 мкс [11]. Однако из-за неопределенности коэффициента излучения реагирующего образца точность измерения температуры хуже, чем у термопары. Использование тепловизоров дальнего инфракрасного диапазона (длина волны 2–5 мкм) для CBC оказалось неэффективным из-за низкой частоты съемки – около 30 кадров в секунду. В настоящее время появились быстродействующие модели (до 15000 кадров в секунду), но для работы с разрешением 10 мкм они требуют дорогостоящей инфракрасной оптики и специальных окон для наблюдения за процессом (флюорит, NaCl) [8].

Очень перспективными для массового применения в технологиях аддитивного и высокотемпературного синтеза в качестве средств контроля динамики фазы материала и его температуры являются скоростные тепловизионные камеры видимого и ближнего инфракрасного диапазона. По своей сути они также работают в 4D-континууме (две пространственные координаты, интенсивность теплового излучения и время). Наилучшее сочетание пространственного и временного разрешения имеют монохромные камеры технического зрения (соответственно 1-10 мкм и 1-100 мкс). В комплексе с процессорами параллельной обработки данных и машинным обучением они становятся передовым средством исследования быстропротекающих процессов в дисперсных системах [12–14]. Узкополосный светофильтр в оптическом тракте камеры превращает каждый фотоэлемент ее матричного сенсора в отдельный канал яркостной пирометрии, а регулярная структура сенсора и высокоскоростная съемка позволяют следить за динамикой поля температуры. Причем метод яркостной пирометрии, работающий в области Вина, имеет наибольшую чувствительность среди методов бесконтактного температурного контроля. Его недостаток состоит в необходимости определять абсолютный уровень сигнала, на который оказывают влияние свойства исследуемого объекта и характеристики измерительного тракта прибора. Как правило, наиболее отрицательным фактором выступает излучательная способность исследуемых материалов, которая может изменяться в физико-химическом процессе из-за структурно-фазовых превращений и искажать уровень измеряемой температуры. Реализация пирометрии спектрального отношения на основе цветных или системы пространственно совмещенных камер не позволяет решить эту проблему окончательно. Слабая температурная чувствительность метода спектральных отношений дает погрешность около 50 градусов при наблюдении феномена СВС [9; 10]. В потоках напыления неконтролируемое излучение плазмы и высокий квантовый шум детектируемого сигнала от быстро двигающихся частиц приводят к погрешности измерения температуры на уровне 10–25 %, а зачастую дают просто абсурдные результаты [15–17].

Подход спектральной пирометрии основан на измерении температуры по форме спектра теплового излучения [18]. Его преимущество перед вышеописанным методом заключается в возможности обнаружения и блокировки линий резонансного излучения, большой выборке регистрируемых данных из области визирования (выборка на 3–4 порядка превосходит количество измерений в методе спектральных отношений), а также инвариантности измеряемой температуры к излучательной способности материала в приближении серого тела. Однако на современном этапе развития оптоэлектронных приборов реализовать данный метод в системах регистрации двумерных изображений быстропротекающих процессов невозможно. Гиперспектральные камеры строят изображения либо с помощью сканирования области визирования, либо последовательной регистрацией набора монохромных снимков на разных длинах волн [19; 20]. Это является принципиальным ограничением, которое не позволяет им контролировать процессы с разрешением лучше 500–100 мс.

В потоке газотермического напыления величина сигнала от отдельной частицы практически не регулируется временем экспозиции КМОП или ПЗС-сенсора, а зависит от времени

прохождения объекта мимо фотоэлемента, которое составляет доли или единицы микросекунд. С учетом спектрального разложения оптического излучения соотношение сигнал – шум в большинстве случаев измерения температуры объекта методом спектральной пирометрии стремится к единице. Лучшие результаты подход спектральной пирометрии дает в интегральных методах контроля запыленных высокотемпературных потоков, когда анализируется суммарный тепловой спектр от всего ансамбля частиц дисперсной фазы. Известные способы редукции и подгонки спектра в области Вина позволяют восстанавливать температурное распределение дисперсной фазы для потока напыления в целом, без пространственной и временной локализации [21; 22]. Однако и они испытывают проблемы, связанные с низкой температурной чувствительностью и неустойчивостью решений к шуму. Приемлемый уровень погрешности достигается только при оценке единственной температуры. В ряде работ показано, что для ансамбля частиц с одинаковыми оптическими свойствами и равномерным температурным распределением по суммарному тепловому спектру в области Вина с вероятностью 0.95 будет определена максимальная температура дисперсной фазы [23; 24].

### Пирометрический контроль структурообразования

В 2017 году с участием автора запатентован новый метод бесконтактного измерения температуры – метод спектрально-яркостной пирометрии (СЯП) [25]. СЯП объединяет в средствах измерения лучшие качества яркостной и спектральной пирометрии: высокую температурную чувствительность и точность определения опорной (единственной) температуры. Наиболее значимым свойством СЯП является самокалибровка средства измерения в режиме in situ, т. е. калибровка осуществляется по объекту исследования в процессе наблюдения за ним. Оно позволяет отказаться от процедуры калибровки по специальным температурным эталонам или, наоборот, расширить спектр материалов и процессов для калибровки вторичных пирометров путем сравнения их показаний с данными прибора на базе метода СЯП [26; 27].

Подход СЯП реализован в тепловизионной системе YuNA (Yugra – Novosibirsk – Altai) (рис. 1), нацеленной на определения свойств конденсированной фазы потоков ГТН и аддитивного синтеза [28]. В работах [29–33] представлены результаты исследования пространственных распределений скорости и температуры частиц в стационарных потоках, генерируемых напылительным оборудованием различного типа, мощности и производителя.





Рисунок 1 – Определение системой YuNA параметров конденсированной фазы потока напыления плазмотрона ПНК-50 [28]

#### А. В. Долматов

Метод СЯП, совмещающий два принципиально отличных способа пирометрии, обладает еще одним интересным качеством. Дополнительная калибровка средств измерения на базе СЯП по эталону яркостной температуры делает возможной бесконтактную оценку спектрального коэффициента излучения (спектральной степени черноты) объекта наблюдения. В работе [34] показано, что такая оценка – яркостно-спектральный коэффициент излучения (ЯСКИ)  $\varepsilon_s(\lambda, T)$  – совпадает со спектральным коэффициентом излучения материала  $\varepsilon_o(\lambda, T)$  на участке спектра, где величина  $\varepsilon_o$  не зависит от длины волны:

$$\frac{\varepsilon_s(\lambda_b, T)}{\varepsilon_o(\lambda_b, T)} = \exp\left(\lambda_b \cdot \left(\frac{d(\ln \varepsilon_o(\lambda, T))}{d\lambda}\right)_{\lambda_b}\right),\tag{1}$$

здесь  $\lambda_b$  – длина волны излучения в канале яркостной пирометрии, Т – температура. Анализ справочных данных о спектральной степени черноты материалов с помощью формулы (1) показывает, что у многих из них в диапазоне температур 1200–2500 К на участке спектра от 300 до 1100 нм можно найти отрезок, где систематическая ошибка ЯСКИ не превышает 5 % (рис. 2).



Рисунок 2 – Справочные данные по спектральному коэффициенту излучения вольфрама (a) и систематическая ошибка ЯСКИ вольфрама (б) [34]

Фундаментальные причины зависимости  $\varepsilon_{\alpha}(\lambda,T)$  материалов от длины волны и температуры кроются в строении вещества, его структурном и фазовом составе. У непрозрачных материалов эта величина будет определяться микро- и макроструктурой поверхности кристалла либо взаимодействием атомов в приповерхностном слое расплава. При достижении температуры фазового перехода, как правило, скачком меняются структурные свойства материала, а, следовательно, также резко должна измениться их спектральная степень черноты или ее поведение при дальнейшем изменении температуры. Эта идея лежит в основе пирометрического контроля структурообразования с помощью ЯСКИ. Для проверки описанного подхода авторами работы [35] создан экспериментальный комплекс с контролем ЯСКИ в локальной области диаметром 50-100 мкм с частотой до 100 кГц в температурном диапазоне 1000-4000 К. Эксперимент включал стационарный нагрев электрическим током в инертной газовой среде образцов фольги вольфрама, молибдена и тантала со степенью чистоты металла 99.95 %. Смысл данного воздействия заключался в том, чтобы заставить примесные атомы углерода, кислорода и азота диффундировать в приповерхностный слой образца с образованием там твердых растворов и химических соединений с металлом, нагреть сформировавшиеся системы до температуры фазового перехода и проследить за поведением ЯСКИ.

Детали исследований и основные результаты пирометрического контроля структурообразования представлены в работах [34–37]. Увеличение мощности источника тока в эксперименте вызывало перестройку температурного поля на поверхности образца. Все измерения температуры и ЯСКИ производились после завершения переходных процессов.

В опытах с молибденовой фольгой установлено, что в разных измерительных зонах на оси образца, параллельной линиям тока, скачок спектрального коэффициента излучения наблюдался при различной мощности источника, но на одной и той же температуре (рис. 3).



Рисунок 3 – Идентификация фазового перехода по поведению ЯСКИ

Данный факт показывает, что с высокой вероятностью причиной скачка ЯСКИ является фазовый переход, хотя вариация по измерительным зонам величины перепада и поведения ЯСКИ говорят о наличии других факторов, влияющих на абсолютное значение спектрального коэффициента излучения образца. Однако их мощность значительно ниже, чем у фазового превращения, и они не способны маскировать его.

При нагреве вольфрамовой фольги в температурном диапазоне 1450–2050 К на контролируемой поверхности наблюдалась эволюция нитевидных кристаллов и полусферических образований. При этом величина ЯСКИ активно изменялась, а ее абсолютная величина существенно отличалась от справочных данных для чистого вольфрама. За пределами указанного температурного диапазона изменения структуры поверхности образца отсутствовали, а отклонение ЯСКИ от спектрального коэффициента излучения вольфрама не превышало 2– 4 % (рис. 2 a, 4).

Стационарность поля температуры и фазового состава в эксперименте позволила авторам выполнить комплексные исследования. В них были сопоставлены данные локальных пирометрических измерений при различной мощности тепловыделения с микроструктурой и микроэлементным составом фаз замороженных образцов, изученных на электронном микроскопе. Для интерпретации результатов эксперимента на танталовых образцах использовались фазовые диаграммы систем: Та-О и Та-С. С помощью кривой ЯСКИ обнаружены 5 характерных температур и построены вероятные траектории состояния материала в области наблюдения, соответствующие процессу нагрева образца (рис. 5).



Рисунок 4 – Тепловизионные изображения (размер кадра 2х2.9 мм) эволюции структурных образований на поверхности вольфрамовых образцов с измеренными значениями температуры и ЯСКИ на длине волны 725 нм [37]



Рисунок 5 – Определение характерных температур структурно-фазовых переходов и построение вероятных траекторий состояния вещества на поверхности танталовых образцов [37]

 $T_0$  – температура насыщения поверхностного слоя образца примесными атомами О и С. На основании анализа фазовой диаграммы Ta-O сделан вывод, что T<sub>1</sub> соответствует температуре плавления эвтектики α-Ta(O)+α-Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. В расплаве стало возможным растворение примесных атомов С из соседних областей и возникновение изотермического сгорания с образованием газообразных оксидов углерода, которые покидают образец. Снижение концентрации O и С вследствие горения ведет к образованию твердого раствора α-Ta(O) и снова запускает процесс накопления примесных атомов на поверхности образца. Резкое уменьшение ЯСКИ образца тантала при температуре T<sub>2</sub> соответствует неравновесному переходу α-Ta(O) → α-Ta(O) + L2. T<sub>3</sub> соответствует фазовому переходу α-Ta(O) + L2(65 ат. %) → α-Ta(O) + L1(43 ат. %). При нагреве до T<sub>4</sub> на поверхности образца инициировались фазовые колебания. Дальнейшее увеличение мощности тепловыделения в образце привело к увеличению частоты колебаний «жидкость – твердое», но не способствовало превышению температурного порога T<sub>4</sub>. Причиной разрушения образца, по мнению авторов, стала его сильная эрозия и охрупчивание. Ошибка измерения в эксперименте температур T<sub>1</sub>, T<sub>3</sub>, T<sub>4</sub> методом СЯП с использованием ЯСКИ составила менее 1 %.

#### Выводы

Среди рассмотренных методов 4D электронная микроскопия имеет наилучшее пространственное и временное разрешение для исследования динамики структурных свойств материалов. Однако такое разрешение характерно для реконструкции эволюции явления из статистических изображений его различных стадий. В случае прямой диагностики временное разрешение динамической электронной микроскопии ограничивается чувствительностью твердотельных приемников изображения и зависит от мощности электронного пучка. Повышение временного разрешения требует увеличения мощности пучка, что отрицательно сказывается на качестве исследования процессов, особенно в химически реагирующих системах. Такой пучок способен вносить существенное возмущение в развитие наблюдаемого явления. В области контроля процессов высокотемпературного синтеза современные средства динамической электронной микроскопии ограниченно применяются для научных исследований СВС, но их невозможно использовать в системах автоматического управления процессами ГТН и аддитивного синтеза изделий из металла и керамики.

Оптические средства способны осуществлять косвенный контроль структурно-фазовой динамики. При этом в качестве посредника ими используется поглощательная или излучательная способность материалов. По временному разрешению оптические методы сопоставимы со средствами электронной микроскопии в случае прямой диагностики синтеза продукта. Однако их можно применить для большего спектра технологий высокотемпературного синтеза материалов и изделий, использовать как в области научных исследований, так и для разработки систем автоматизированного управления.

По мнению автора, на современном этапе развития приборов наилучшего качества контроля структурообразования в процессах высокотемпературного синтеза можно добиться за счет интеграции методов электронной микроскопии и оптической пирометрии. Первый подход обеспечит определение структурных свойств для дискретного набора фазовых состояний, которые возможны на траекториях синтеза материала. Второй выявит реализуемую траекторию синтеза, позволит исследовать динамику широкого круга высокотемпературных процессов и построить систему их автоматического регулирования.

#### Литература

1. Нобелевский лауреат создал первый 4D-микроскоп. – Текст : электронный // Время электроники. – URL: http://www.russianelectronics.ru/leader-r/news/9318/doc/27941/ (дата обращения: 14.05.2020).

2. Tomographic imaging of molecular orbitals / J. Itatani [et al.]. – Nature. – 2004. – Vol. 432. – P. 867–871.

3. Space charge effects in ultrafast electron diffraction and imaging / Z. Tao [et al.] // Journal of Applied Physics. -2012. -Vol. 111, No 4. -P. 044316.

4. Zewail, A. H. 4D ultrafast electron diffraction, crystallography, and microscopy / A. H. Zewail // Annual Review of Physical Chemistry. – 2006. – № 57. – P. 65–103.

5. Ultrafast Electron Diffraction / V. A. Lobastov [et al.] // Ultrafast Optics IV : Selected Contributions to the 4th International Conference on Ultrafast Optics, Vienna, Austria / editors F. Krausz [et al.]. – New York : Springer, 2004. – P. 419–435.

6. Zewail, A. H. 4D Electron Microscopy : Imaging in Space and Time / A. H. Zewail, J. M. Thomas. – London : Imperial College Press, 2010. – 346 p.

7. Сверхбыстрая электронная дифракция и электронная микроскопия: современное состояние и перспективы / А. А. Ищенко, С. А. Асеев, В. Н. Баграташвили. – Текст : непосредственный // УФН. – 2014. – № 184. – С. 681–722.

8. Рогачев, А. С. Горение для синтеза материалов: введение в структурную макрокинетику / А. С. Рогачев, А. С. Мукасьян. – Москва : ФИЗМАТЛИТ, 2012. – 398 с. – ISBN 978-5-9221-1441-7. – Текст : непосредственный.

9. Капиллярные гидродинамические явления в процессе без газового горения / А. И. Кирдяшкин, В. Д. Китлер, В. Г. Саламатов. – Текст : непосредственный // Физика горения и взрыва. – 2007. – Т. 43. – № 6. – С. 31–39.

10. Особенности структурной динамики высокотемпературных металлотермических процессов на примере системы FeO-Al-A12O3 / А. И. Кирдяшкин, В. Д. Китлер, В. Г. Саламатов, Р. А. Юсупов. – Текст : непосредственный // Физика горения и взрыва. – 2008. – Т. 44. – № 1. – С. 80–84.

11. New procedure of high-rate brightness pyrometry for studying the SHS processes / D. A. Garkol', P. Y. Gulyaev, V. V. Evstigneev, A. B. Mukhachev. – Текст : непосредственный // Физика горения и взрыва. – 1994. – Т. 30. – № 1. – C. 72–77.

12. Рябченко, И. К. Программно-аппаратная реализация модуля обработки изображений потока частиц в составе интеллектуальной цифровой видеокамеры / И. К. Рябченко, А. И. Постоев, В. И. Иордан. – Текст : непосредственный // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2013. – Т. 56. – № 8-3. – С. 342–347.

13. Ермаков, К. А. Система оптического контроля скорости и температуры частиц в технологиях газотермического напыления // Вестник Югорского государственного университета / К. А. Ермаков, А. В. Долматов, И. П. Гуляев. – Текст : непосредственный // 2014. – № 2 (33). – С. 56–68.

14. Исследования гомогенной и гетерогенной плазмы методами спектроскопии и скоростной визуализации / Т. Ш. Белялетдинов, С. В. Горячев, В. В. Щербаков, В. Ф. Чиннов. – Текст : непосредственный // Вестник МЭИ. – 2009. – № 4. – С. 61–69.

15. Mauer, G. Detection of Melting Temperatures and Sources of Errors Using Two-Color Pyrometry During In-Flight Measurements of Atmospheric Plasma-Sprayed Particles / G. Mauer, R. Vassen, D. Stover // International Journal of Thermophysics. -2008. - N 29. - P. 764-786.

16. SprayWatch Systems // AEROMAC. – URL: http://www.aeromac.com.sg/index.html (Дата обращения: 25.04.2020).

17. NIRSensor//SprayWerxTechnologies. –URL:http://www.spraywerx.com/equipment/nir-sensor/ (Дата обращения: 15.05.2020).URL:

18. Магунов, А. Н. Спектральная пирометрия (обзор) / А. Н. Магунов. – Текст : непосредственный // Приборы и техника эксперимента. – 2009. – № 4. – С. 5–28.

19. Шведов, А. Гиперспектральные сенсоры компании IMEC. Решения для высококачественного спектрального анализа / А. Шведов. – Текст : электронный // Фотоника : научнопроизводственная компания. – URL: http://www.npk-photonica.ru/images/giperspektralnyesensory-kompanii-imec-pdf163406.pdf (Дата обращения: 14.05.2020). 20. Гиперспектральные регистрирующие системы видимого и ближнего ИК диапазонов на основе акустооптических фильтров / М. М. Мазур, В. Н. Шорин, В. М. Епихин [и др.]. – Текст : непосредственный // Сборник тезисов докладов научно-технической конференции «Гиперспектральные приборы и технологии». – Красногорск : КОНТЕНАНТ, 2013. – С. 35–38.

21. Иордан, В. И. Редукция температурного распределения частиц гетерогенных потоков методом «обращения» их интегрального теплового спектра / В. И. Иордан, А. А. Соловьев. – Текст : непосредственный // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Физико-математические науки. – 2010. – Т. 2. – № 98. – С. 85–95.

22. A New Sensor System for Industrial Combustion Monitoring and Control using UV Emission Spectroscopy and Tomography / R. Obertacke, H. Wintrich, F. Wintrich, A. Leipertz // Combustion Science and Technology. – 1996. – Vol. 121. – P. 133–151.

23. Магунов, А. Н. Спектральная пирометрия объектов с неоднородной температурой / А. Н. Магунов. – Текст : непосредственный // Журнал технической физики. – 2010. – Т. 80. – № 7. – С. 78–82.

24. Русин, С. П. Восстановление температуры непрозрачных тел по спектру теплового излучения: использование относительной излучательной способности для выбора оптимального спектрального участка / С. П. Русин. – Текст : непосредственный // Теплофизика и аэромеханика. – 2013. – Т. 20. – № 5. – С. 643–659.

25. Способ спектрально-яркостной пирометрии объектов с неоднородной температурой поверхности : Патент № 2616937, МПК G01J 5/50 : № 2015123315 : заявл. 17.06.2015 : опубл. 18.04.2017 / И. П. Гуляев, А. В. Долматов, П. Ю. Гуляев, М. П. Бороненко. – 12 с. – Текст : непосредственный.

26. Control of dispersed-phase temperature in plasma flows by the spectral-brightness pyrometry method / A. V. Dolmatov, I. P. Gulyaev, P. Y. Gulyaev, V. I. Jordan. – DOI 10.1088/1757-899X/110/1/012058// IOP Conference Series : Materials Science and Engineering. – Tomsk, 2016. – P. 012058.

27. Gulyaev, I. P. Spectral-brightness pyrometry: Radiometric measurements of non-uniform temperature distributions / I. P. Gulyaev, A. V. Dolmatov. – DOI 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2017.09.084 // International Journal of Heat and Mass Transfer. – 2018. –  $N_{2}$  116. – P. 1016–1025.

28. Gulyaev, I. P. Diagnostic system YuNA for disperse phase properties control in plasma and laser powder deposition processes / I. P. Gulyaev, A. V. Dolmatov. – DOI 10.1088/1742-6596/1115/3/032072 // Journal of Physics : Conference Series. – 2018. – № 1115(3). – P. 032072.

29. Dolmatov, A. V. The optical control system of dispersed phase properties in thermal spray process / A. V. Dolmatov, I. P. Gulyaev, V. I. Jordan. – DOI10.1088/1757-899X/81/1/012041 // IOP Conference Series : Materials Science and Engineering. – 2015. – Vol. 81(1). – P. 012041.

30. Arc-plasma wire spraying: an optical study of process phenomenology / I. P. Gulyaev, A. V. Dolmatov, P. Y. Gulyaev [et al.]. – DOI 10.1007/s11666-015-0356-6 // Journal of Thermal Spray Technology. – 2015. – Vol. 24(8). – P. 1566–1573.

31. Anomalous high-velocity outbursts ejected from the surface of tungsten microdroplets in a flow of argon-air plasma / I. P. Gulyaev, A. V. Dolmatov, P. Y. Gulyaev [et al.]. – DOI 10.1088/1757-899X/110/1/012057 // IOP Conference Series : Materials Science and Engineering. – 2016. – Vol. 110. – P. 012057.

32. Analysis and optimization of gas-thermal spray process in terms of condensed phase velocity and temperature / A. V. Dolmatov, I. P. Gulyaev, V. I. Kuzmin [et al.]. – DOI 10.1134/S0869864317010097 // Thermophysics and Aeromechanics. – 2017. – Vol. 24(1). – P. 83–94.

33. Сверхзвуковые плазменные потоки в процессах нанесения покрытий и получения дисперсных материалов / В. И. Кузьмин, И. П. Гуляев, Е. Е. Корниенко [и др.]. – Текст : непосредственный // Климовские чтения – 2016: перспективные направления развития

авиадвигателестроения : сборник докладов международной научно-технической конференции. – 2016. – С. 309–316.

34. Долматов, А. В. Оценка спектральной степени черноты материалов средствами оптической пирометрии / А. В. Долматов, И. В. Милюкова, А. Э. Алиев.]. – Текст : непосредственный // Высокопроизводительные вычислительные системы и технологии. – 2018. – Т. 2. – № 1. – С. 147–155.

35. Пирометрические исследования структурообразования в процессе стационарного нагрева вольфрама / А. В. Долматов, И. В. Милюкова, А. М. Пургин, И. М. Исакова // Современные научные исследования и инновации. – 2016. – № 12 (68). – С. 281–290.

36. Автоматизированный комплекс пирометрического контроля структурообразования в материалах / А. В. Долматов, И. В. Милюкова, И. М. Исакова, А. В. Калачев. – Текст : непосредственный // Многоядерные процессоры, параллельное программирование, ПЛИС, системы обработки сигналов. – 2017. – Т. 1. – № 7. – С. 172–183.

37. Dolmatov, A. V. Investigation of structure formation in thin films by means of optical pyrometry / A. V. Dolmatov, I. V. Milyukova, P. Y. Gulyaev. – DOI 10.1088/1742-6596/1281/1/012010 // Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – Vol. 1281. – P. 012010.