

10. Preparation and investigation of porous silicon nanoparticles for targeted drug delivery / Yu. M. Spivak, E. V. Maraeva, A. O. Belorus, A. V. Molchanova, N. R. Nig-

madzyanova // Smart Nanocomposites. 2014. Vol. 4, № 1. P. 115–118.

A. O. Belorus, E. V. Maraeva, Yu. M. Spivak
Saint-Petersburg state electrotechnical university «LETI»

MODERN METHODS FOR THE POROUS MATERIALS ANALYSIS. INVESTIGATION OF POROUS SILICON NANOPOWDERS USING OF CAPILLARY CONDENSATION METHOD

Various methods for studying the main porous materials parameters are considered and compared. The method of thermal desorption of nitrogen was applied for nano porous silicon powders; the peculiarities of its application are revealed. It is shown that most of the pores in the porous silicon correspond to the size less than 5 nm.

Porous materials, porous silicon, specific surface area, adsorption, desorption

УДК 53.082.6, 620.181

С. А. Марцынюков, Д. К. Кострин, В. В. Черниговский
Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)

А. А. Лисенков
Институт проблем машиноведения Российской академии наук

Физико-технические основы термических методов исследования свойств материалов и определения толщины покрытий

Рассмотрены физические основы термических методов исследования свойств материалов и определения толщины покрытий. Рассмотрена техническая реализация методов с использованием лазерного источника нагрева с регулируемой мощностью излучения. Продемонстрированы примеры определения температуры фазовых превращений и вычисления толщины формируемых покрытий.

Термический метод, фазовое превращение, нагрев материалов, лазерное излучение, толщина покрытий

Для теплофизического исследования материалов и определения толщины формируемых покрытий применяются комплексы, использующие источники излучения с регулируемой энергией воздействия на объект исследования [1]. Лазеры на основе газового разряда за счет высокого значения плотности потока энергии и высокой пространственной однородности обеспечивают уникальные технологические возможности в этом направлении. Наиболее широко с этой целью применяются молекулярные CO₂-лазеры с длиной волны излучения 10.6 мкм [2].

Термические методы анализа веществ и материалов развиваются в нескольких направлениях [3]. При этом основная задача заключается в расширении диапазона регулируемых температур, при которых производятся теплофизические исследования.

Фазовые превращения в материалах. У кристаллических веществ температура плавления ($T_{пл}$) постоянна, но зависит от строения и наличия примесных добавок. Аморфные тела фиксированную температуру плавления не имеют, такие свойства как плотность и вязкость при нагре-

ве изменяются непрерывно. Фазовый переход, наблюдающийся при температуре плавления, происходит с поглощением скрытой теплоты перехода (рис. 1, участок сосуществования твердой и жидкой фаз t_1-t_2). Учет теплоты фазового перехода Q_ϕ приводит к решению нелинейной краевой задачи теплопроводности (задача Стефана) [4].

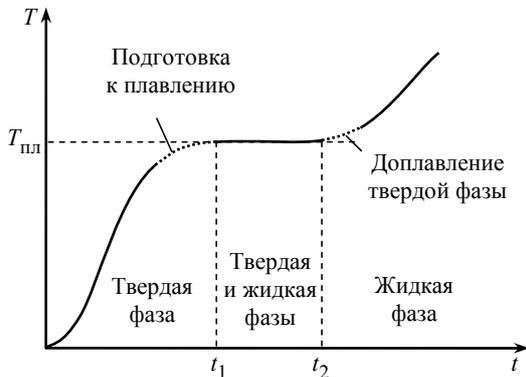


Рис. 1

Решением задачи Стефана является поиск соотношений для нахождения температурного поля $T(x, y, z, t)$, где x, y, z – координаты в пространстве, в твердой и жидкой фазах металла и скорости движения границы раздела фаз при продолжении действия на него излучения лазера. Постановка краевой задачи теплопроводности при учете плавления материала сложна, но некоторые допущения дают возможность получить ее решение в аналитическом виде. Для получения такого решения вводятся следующие допущения: теплофизические характеристики фаз не зависят от температуры; в жидкой фазе идет выравнивание температуры этой фазы до температуры плавления; считают время плавления таковым, чтобы не учитывать теплообмен гетерофазной структуры твердое тело–расплав с окружающей средой.

Чтобы объяснить постоянство температуры расплава на поверхности за время процесса плавления при воздействии лазера, можно воспользоваться другим подходом. Следуя анализу уравнения теплопроводности, увеличение глубины проплавления уменьшает подвод тепла к фронту фазового перехода и понижает скорость его перемещения. Также это вызывает перегрев поверхностных слоев расплава, что, в свою очередь, приводит к усилению конвективных потоков в расплаве. Интенсивность передвижения расплава оценивают по критерию Грасгофа. Оценки, выполненные для характерных значений параметров металлов, незначительных перегревов и сравнительно малых глубин проплавления представля-

ют, что в расплаве происходит его конвективное перемешивание. При таких условиях температура ванны расплава выравнивается, стремясь к температуре плавления, а перенос теплоты к границе фазового перехода интенсифицируется. Таким образом, скорость плавления быстро увеличивается, а глубина расплава стремится к предельному для данной плотности потока значению.

Условия нагрева вещества при исследовании фазовых превращений. Согласно предположению Фурье, количество теплоты d^2Q_τ , которое проходит через элемент изотермической поверхности dS за промежуток времени $d\tau$, пропорционально температурному градиенту $\partial T/\partial x$:

$$d^2Q_\tau = -\lambda(\partial T / \partial x)dSd\tau,$$

где λ – коэффициент теплопроводности.

При лазерном нагреве микрообразцов важную роль играет мощность лазера ($P_\text{л}$), так как от нее зависит и скорость нарастания dT/dt , и максимально достигаемая температура (T_max). Необходимая мощность лазера определяется мощностью, идущей на нагрев образца ($P_\text{н}$), мощностью теплового отвода ($P_\text{т}$) и мощностью, затрачиваемой на фазовые превращения ($P_\text{ф}$):

$$\alpha_\text{п}P_\text{л} = P_\text{н} + P_\text{т} + P_\text{ф},$$

где $\alpha_\text{п}$ – коэффициент поглощения образца.

Мощность, идущая на нагрев образца, равна

$$P_\text{н} = c_\text{уд}\rho_\text{уд}V \frac{dT}{dt},$$

где $c_\text{уд}$ и $\rho_\text{уд}$ – удельные теплоемкость и плотность образца; V – объем образца.

Мощность теплоотвода определяется как

$$P_\text{т} = P_\text{к} + P_\text{и} + P_\text{д},$$

где $P_\text{к}$ – мощность, отводимая конвекцией; $P_\text{и}$ – мощность, теряемая за счет излучения; $P_\text{д}$ – мощность, отводимая за счет теплопроводности держателя образца. Будем считать, что выбрана оптимальная конструкция держателя, так что $P_\text{д} \ll (P_\text{к} + P_\text{и})$, тогда

$$P_\text{т} \approx P_\text{к} + P_\text{и}.$$

Мощность, отводимая конвекцией [5]

$$P_\text{к} = \alpha_\text{т}S(T - T_0),$$

где α_T – коэффициент теплоотдачи; S – площадь поверхности образца; T_0 – температура окружающей среды. Мощность, теряемая за счет излучения, определяется по закону Стефана–Больцмана:

$$P_{\text{и}} = \varepsilon \sigma S(T^4 - T_0^4).$$

Здесь ε – интегральный коэффициент излучения; σ – постоянная Стефана–Больцмана.

Для того чтобы оценить максимальную мощность лазера, необходимую для нагрева образца, необходимо рассмотреть установившийся режим, т. е. $dT/dt = 0$ и значит $P_{\text{н}} = 0$. Следовательно, мощность лазера определяется как

$$P_{\text{л}} = (P_{\text{к}} + P_{\text{и}})/\alpha_{\text{п}}.$$

Результаты расчета необходимой мощности лазера в зависимости от достигаемой температуры образца представлены на рис. 2 для следующих исходных данных: образец представляет собой цилиндр с диаметром и высотой, равными 1 мм; $T_0 = 293$ К; $\alpha_{\text{п}} = 0.8$; $\varepsilon = 0.5$.

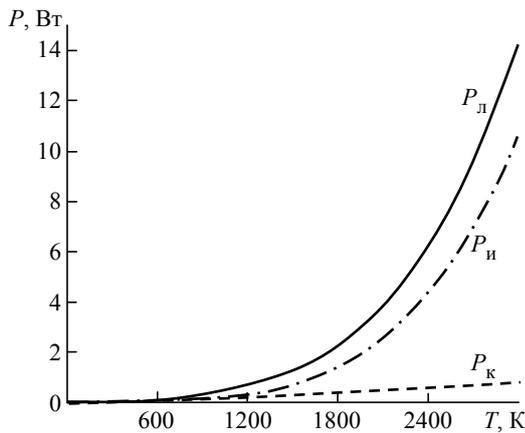


Рис. 2

Оценим скорость нагрева образца лазерным излучением:

$$\alpha_{\text{п}} P_{\text{л}} = c_{\text{уд}} \rho_{\text{уд}} V \frac{dT}{dt} + \alpha_T S(T - T_0) + \varepsilon \sigma S(T^4 - T_0^4);$$

$$\frac{dT}{dt} = \frac{\alpha_{\text{п}} P_{\text{л}} - \alpha_T S(T - T_0) - \varepsilon \sigma S(T^4 - T_0^4)}{c_{\text{уд}} \rho_{\text{уд}} V}. \quad (1)$$

Расчет температуры нагрева по соотношению (1) производился численно с помощью программного пакета MathCAD. Оценка времени нагрева стеклянного образца ($c_{\text{уд}} = 1$ Дж/(г · К) и $\rho_{\text{уд}} = 2.65$ г/см³) лазерным излучением мощностью 5 и 10 Вт представлена на рис. 3.

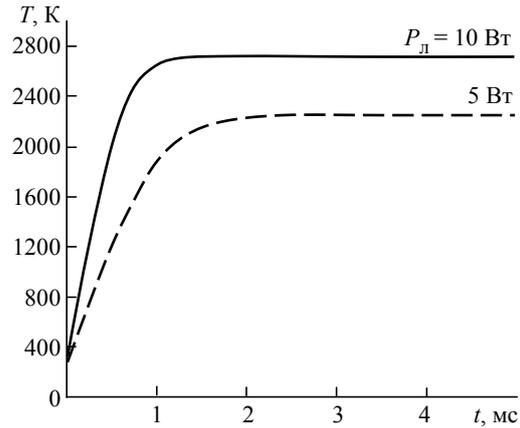


Рис. 3

В процессе нагрева температура образца достигает своего максимального значения, так при мощности излучения лазера 5 Вт время достижения максимальной температуры 2280 К составляет порядка 2.25 мс, а при мощности лазера 10 Вт нагрев до температуры 2760 К происходит за 1.5 мс. Так как нагрев образца происходит за миллисекунды, то процесс повышения температуры необходимо растянуть по времени, что может быть достигнуто управлением выходной мощностью излучения лазера.

Комплекс для исследования фазовых превращений в материалах. Кинетика структурно-фазовых превращений регистрируется на кривых нагревания (см. рис. 1) по достижении температуры фазовых переходов при использовании внешнего источника с управляемым характером излучения. Комплекс для исследования фазовых превращений в материалах (рис. 4) состоит из двух основных частей: блока нагрева исследуемого образца и блока измерения и визуального наблюдения [6].

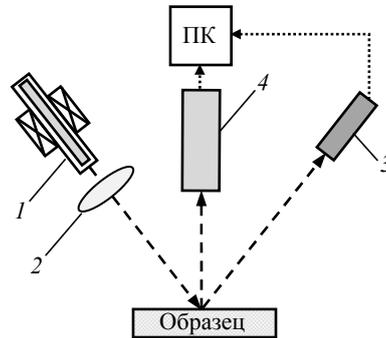


Рис. 4

В качестве нагревательного блока выступает модернизированный CO₂-лазер 1 [7]–[11]. Для направления и фокусировки луча используется система зеркал и линз 2. Измерительное устройство – это пирометр 3 [12], работа которого осно-

вана на фиксации температуры объекта по его собственному инфракрасному излучению в области спектрального диапазона 2.0...3.1 мкм, данные с которого поступают в персональный компьютер (ПК). Пирометр адаптирован для работы в широком температурном диапазоне и позволяет с малой инерционностью непрерывно фиксировать температуру. В состав пирометра входит длиннофокусная оптика, позволяющая наводить его на обрабатываемую зону исследуемого образца.

Для визуального наблюдения используются микроскоп и видеокамера 4, позволяющие контролировать превращения в исследуемом образце, обусловленные ростом температуры. Для того чтобы продукты распыления и испарения не попали на окуляр микроскопа и не вывели его из строя, на нем закреплено защитное стекло. К объективу микроскопа присоединена видеокамера, передающая визуальное состояние поверхности исследуемого образца в ПК.

Размер площадки на кривых нагревания (см. рис. 1, участок t_1-t_2) зависит в основном от значения внутренней энергии, полученной при структурно-фазовом переходе: чем больше значение теплоты, тем будет длиннее наблюдаемый участок и тем точнее можно определить температуру плавления вещества. Точность измерения также существенно зависит от скорости нагревания.

На ПК установлена программа, благодаря которой по значениям выходного сигнала пирометра определяются значения температуры исследуемого образца. ПК позволяет представлять одновременно результаты исследования в виде зависимости температуры от времени и изменение поверхности исследуемого образца во время исследования, кроме того, результаты исследования сохраняются в базу данных.

При исследованиях фазовых переходов необходимо правильно выбирать режим нагрева и четко фиксировать температуру [13].

Условия нагрева для измерения толщины покрытий. Согласно механизму теплопередачи от одной части тела тепловой энергии к другой принимается количество теплоты, которое передается от горячей части тела с температурой T_1 к его холодной части с температурой T_2 . Этот процесс теплопередачи записывается в виде

$$Q = c_{уд}m(T_2 - T_1),$$

где m – масса образца.

Рассмотрим принципы теплопроводности в одномерном приближении для неограниченной среды. В ней происходит распространение потока тепла в направлении оси x , а через боковую поверхность объекта тепло не поступает [14]. Пусть параметры среды изменяются в направлении x и времени t , тогда плотность потока тепла q есть зависимость от координаты и времени $q(x, t)$. В бесконечной среде представим цилиндр и будем рассматривать бесконечно малый участок длиной dx и площадью поперечного сечения S .

Количество тепла, которое поступает в направлении x , через поперечное сечение цилиндра S за время dt , будет равно $q(x)Sdt$. Количество теплоты, уходящее за время dt через противоположное основание цилиндра, будет $q(x+dx)Sdt$. Тогда полное количество тепла, проходящее за время dt на участке цилиндра dx , будет равно

$$[q(x) - q(x+dx)]Sdt = (\partial q / \partial x)Sdxdt.$$

С другой стороны, это тепло определяется выражением

$$c_{уд}dTdm,$$

где $dm = \rho_{уд}Sdx$ – приращение массы цилиндра. Приравняв обе формулы для тепла и сделав преобразование, получим:

$$\rho_{уд}c_{уд} \partial T / \partial t = \partial q / \partial x. \quad (2)$$

Рассмотрим в бесконечной однородной пластине толщиной d распространение тепла. С одной стороны пластины поддерживается температура T_1 , а с другой – температура T_2 , причем $T_1 > T_2$. Поток тепла будет пропорционален разности температур $\Delta T = T_1 - T_2$ и обратно пропорционален толщине пластины d . Тогда в данном случае можно записать поток тепла в следующем виде:

$$q = \lambda \Delta T / d. \quad (3)$$

Значение теплопередачи за счет теплопроводности зависит от градиента температуры, т. е. от отношения $\Delta T / \Delta x$ разности температур на концах цилиндра к расстоянию между ними. Также она зависит от площади поперечного сечения цилиндра и коэффициента теплопроводности материала, который характеризует способность вещества проводить тепло, и в общем случае зависит от температуры, структуры, влажности, плотности и давления.

Предположим, что пластина бесконечно тонкая, ось x направлена в сторону уменьшения температуры: $d = dx$; $T_1 = T(x)$; $T_2 = T(x + dx)$, таким образом:

$$\frac{T_2 - T_1}{d} = \frac{T(x + dx) - T(x)}{dx} = \frac{\partial T(x)}{\partial x}.$$

Тогда формула (3) перейдет в запись вида

$$q = -\lambda \Delta T / d. \quad (4)$$

Соотношение (4) выведено из предположения, что ось x направлена в сторону уменьшения температуры. Это соотношение есть закон теплопроводности Фурье; знак «минус» указывает на то, что теплота распространяется в направлении, противоположном градиенту температуры.

С учетом $\rho_{уд}, c_{уд}, \lambda$ уравнение (2) принимает вид

$$\rho_{уд} c_{уд} \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \frac{\partial^2 q}{\partial x^2},$$

если коэффициент температуропроводности $a = \lambda / (\rho_{уд} c_{уд})$, тогда

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \frac{\partial^2 q}{\partial x^2}.$$

Решение задач по распространению тепла в средах связано с решением уравнения параболического типа [15]. Для определения единственности решения параболического уравнения в конечной области D , ограниченной поверхностью S , необходимо определить начальные и граничные условия с учетом:

- геометрических параметров, характеризующих размеры и форму тела, в котором происходит процесс;

- физических параметры, характеризующих физические свойства тела (теплопроводность, плотность, теплоемкость, мощность внутренних источников тепла и т. д.).

Начальные и граничные условия задаются физической постановкой задачи. Начальное условие задается следующим образом: $T(r, t)_{t=0} = T(r)$. Граничные условия в зависимости от температурного режима на границах могут быть различными.

Источник воздействует на поверхность однослойного образца, создавая постоянный тепловой

поток, который постепенно нагревает эту поверхность (рис. 5, а). Воздействие постоянного 1 и импульсного 2 теплового потока одинаковой интегральной мощности P_1 представлено на рис. 5, б.

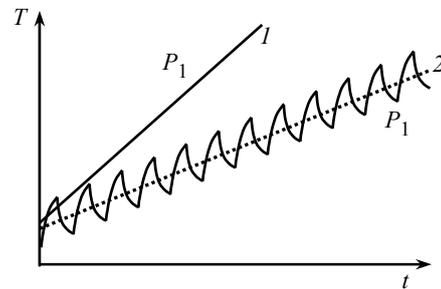
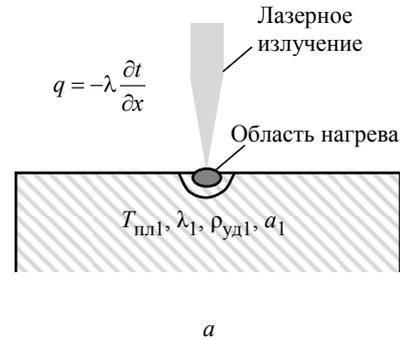


Рис. 5

Если нагреваемая поверхность двухслойного образца имеет конечный размер толщины, а сама находится в металлическом контакте с основанием (рис. 6, а), то тепло поступает в материал с тепловой волной, проходящей расстояние x за время t . По мере поступления тепла от источника тепловая волна достигает границы раздела двух сред. При этом считаем, что тепловой контакт пленки с подложкой идеален (адгезия пленки и подложки идеальна), а это означает равенство температур и тепловых потоков на границе их раздела. Мощность тепловыделения в пленке равномерно распределена по сечению, неизменна по толщине пленки и постоянна в течение всей длительности воздействия.

Если эта поверхность теплоизолированная, то скорость распространения тепла на границе тормозится и фиксируется повышение температуры в зоне нагрева (рис. 6, б, линия 1). Если же нет, то температура будет быстрее отводиться от покрытия и температурный рост замедлится (рис. 6, б, линия 2).

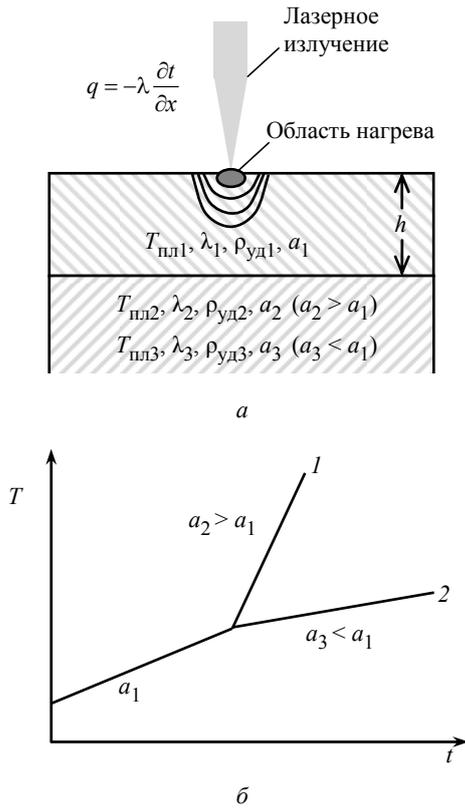


Рис. 6

В этом случае на границе раздела двухслойного материала с произвольным начальным распределением рассматриваются граничные условия четвертого рода и неоднородные несимметричные граничные условия первого рода на внешних границах, когда на границе тела задана температура поверхности. Для каждого слоя записывается свое уравнение температуропроводности:

$$\frac{\partial T_1(x, y, z, t)}{\partial t} = a_1 \Delta T_1(x, y, z, t);$$

$$\frac{\partial T_2(x, y, z, t)}{\partial t} = a_2 \Delta T_2(x, y, z, t),$$

а на границе раздела ставятся условия:

$$-\lambda_1 \frac{\partial T_1(x, y, z, t)}{\partial z} \Big|_{z=h} = -\lambda_2 \frac{\partial T_2(x, y, z, t)}{\partial z} \Big|_{z=h};$$

$$T_1(x, y, z, t) \Big|_{z=h} = T_2(x, y, z, t) \Big|_{z=h},$$

где h – граница раздела (толщина покрытия).

Проведем анализ тепловых процессов в нагреваемом теплопроводящем покрытии на теплоизолирующей подложке. Допустим, подложка имеет столь малую по сравнению с покрытием теплопроводность, что ею можно пренебречь. При малых временах нагрева глубина прогрева покрытия $x = \sqrt{at}$ будет гораздо меньше, чем толщины покрытия. Таким образом, в начале нагрев покры-

тия может быть рассмотрен как нагрев монолитного образца с неограниченной толщиной. Пусть нагрев производится лазерным пучком, имеющим гауссово распределение радиусом r . Тогда может быть использована следующая формула для определения температуры в центре пучка [16]:

$$T_{11}(0, 0, t) = T_1 = \frac{\alpha_{\text{п}} I_s r}{\lambda \sqrt{\pi}} \operatorname{arctg} \left[\left(\frac{4at}{r^2} \right)^{1/2} \right], \quad (5)$$

где $T_{11}(0, 0, t)$ – температура на поверхности в центре пучка ($z = 0; r = 0$); I_s – плотность падающей мощности. По мере прогрева покрытия глубина становится соизмеримой с толщиной и поэтому необходимо другое математическое выражение для температуры [16]:

$$T_{12}(0, 0, t) = T_2 = \frac{\alpha_{\text{п}} I_s r^2}{4\lambda h} \ln \left[1 + \frac{4at}{r^2} \right]. \quad (6)$$

Переход от выражения (5) к выражению (6) носит плавный характер (рис. 7). Для его определения целесообразнее рассматривать не ход $T = f(t)$, а изменение скорости роста температуры во времени.

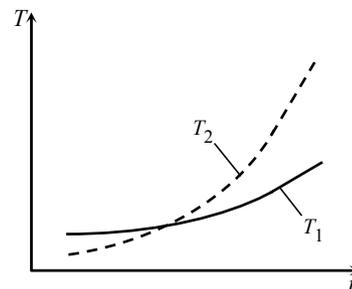


Рис. 7

Продифференцируем выражения (5) и (6) по времени:

$$\frac{dT_{11}}{dt} = \frac{\alpha_{\text{п}} I_s \sqrt{a}}{\lambda \sqrt{\pi}} \frac{1}{1 + (4at/r^2)} \frac{1}{\sqrt{t}},$$

$$\frac{dT_{12}}{dt} = \frac{\alpha_{\text{п}} I_s a}{\lambda h} \frac{1}{1 + (4at/r^2)}. \quad (7)$$

На основе (7) можно составить вспомогательную функцию:

$$F_i = \frac{\lambda}{\alpha_{\text{п}} I_s \sqrt{a}} \left[1 + \frac{4at}{r^2} \right] \frac{dT_{1i}}{dt}, \quad (8)$$

где $i = 1, 2$. Очевидно, что $F_1 = (\pi t)^{-1/2}$, а $F_2 = a^{1/2} / h = \text{const}$. Отсюда возникает относительно простой способ нахождения h .

Одновременно с началом нагрева покрытия малоинерционный приемник излучения фиксирует значение непрерывно растущей температуры поверхности, далее с помощью ПК в реальном времени берется производная dT/dt и рассчитывается значение вспомогательной функции F_i по (8). Когда оно становится постоянным (время t_1 на рис. 8), определяется значение $F_1 = F_2$ и рассчитывается h как $h = a^{1/2}/F_2$ [17]. В соответствии с физикой явлений с ростом h значение F_2 уменьшается и время, по истечении которого тепловой поток достигает теплоизолирующей подложки, растет. Естественно, что после этого момента времени скорость роста температуры становится больше, чем это было бы в случае монолитного образца.

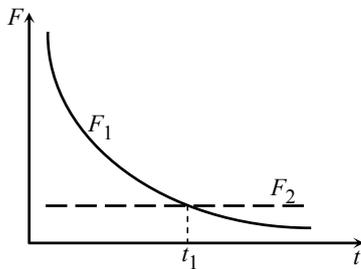
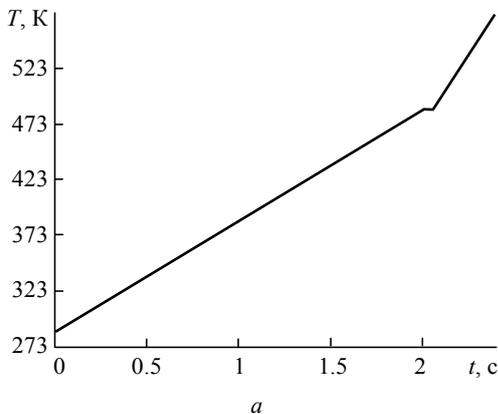


Рис. 8

Минимальная толщина покрытия, которая может быть оценена по данной методике, определяется параметрами покрытия и приемником инфракрасного излучения, так как он имеет определенное время срабатывания t_{\min} :

$$h_{\min} = (a\pi t_{\min})^{1/2}.$$

Для примера рассмотрим покрытие карбида хрома CrC ($\rho_{\text{уд}} = 6.68 \cdot 10^3$ кг/м³; $c_{\text{уд}} = 0.54$ Дж/(г · К); $\lambda = 19.1$ Вт/(м · К); $a = 5.24 \times 10^{-6}$ м²/с), нанесенное на теплоизоляционную



а

керамику. Тогда, принимая t_{\min} приемника инфракрасного излучения равным $5 \cdot 10^{-4}$ с, получим $h_{\min} = 90$ мкм.

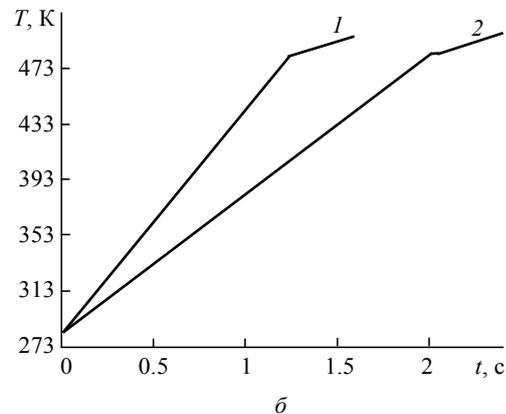
Максимальная толщина покрытия может быть определена из вида функции $F_1 = f(t)$. Как следует из рис. 8, с ростом времени крутизна этой функции падает, что будет затруднять фиксацию момента, когда F_1 становится постоянной. Если положить, что минимальное наблюдаемое относительное изменение функции $\Delta F_1 / F_1 = \gamma$, то максимально допустимое время измерений определяется как $t_{\max} = \Delta t / (2\gamma)$. Так как $\Delta t = t_{\min}$, то $h_{\max} = (a\pi t_{\max})^{1/2} = [a\pi t_{\min} / (2\gamma)]^{1/2}$. Для приведенного примера, считая, что $\gamma = 1\%$, максимальная толщина измеряемого покрытия будет равна 640 мкм.

Необходимую мощность лазера можно оценить из выражения (5):

$$I_s = \frac{T_{\max} \lambda \sqrt{\pi}}{\alpha_{\pi} r \arctg\left(\sqrt{4at / r^2}\right)}. \quad (9)$$

Комплекс для измерения толщины покрытий. Данный комплекс по конструкции аналогичен рассмотренному ранее (см. рис. 4) [18]–[20]. С его помощью были получены экспериментальные зависимости нагрева образцов карбида хрома, нанесенного на керамическую подложку (рис. 9, а) и подложку из стали (рис. 9, б).

Видно, что пока тепловая волна не достигнет границы раздела двух сред, температура возрастает линейно. При достижении тепловой волной границы раздела материалов наблюдается изменение хода графика. После этого, если поверхность теплоизолированная, то скорость распространения тепла на границе тормозится и фикси-



б

Рис. 9

руется повышение температуры в зоне нагрева (рис. 9, а); в ином случае температура будет быстрее отводиться от покрытия и температурный рост замедлится (рис. 9, б). Также на рис. 9, б представлены зависимости для разной толщины покрытия: 1 – 140 мкм; 2 – 200 мкм.

Рассмотренные методы термического анализа свойств материалов и определения толщины покрытий расширяют возможности технологическо-

го контроля и диагностики при получении пленок и покрытий неорганических веществ. При использовании лазерного источника с управляемым характером излучения данные методы позволяют исследовать кинетику структурно-фазовых переходов неорганических материалов с высокой температурой плавления, а также определять толщину относительно толстых покрытий с достаточно высокой точностью.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Уэндландт У. Термические методы анализа. М.: Мир, 1978. 527 с.
2. Елохин В. А., Жданов И. Г. Методы модуляции излучения CO₂-лазеров // Науч. приборостроение. 2003. Т. 13, № 3. С. 46–51.
3. Шаймарданов Р. Лазер CO₂: гибкое, надежное и испытанное средство // Фотоника. 2011. Т. 28, № 4. С. 8–12.
4. Либиссон М. Н., Яковлев Е. Б., Шандыбина Г. Д. Взаимодействие лазерного излучения с веществом (силовая оптика). СПб.: Изд-во СПбГУ ИТМО, 2011. 184 с.
5. Михеев М. А., Михеева И. М. Основы теплопередачи. М.: Энергия, 1977. 344 с.
6. Свидетельство на полезную модель № 20968 РФ, МПК G01N25/02, 21/39. Установка для визуально-термического исследования фазовых превращений в неорганических материалах / В. И. Альмяшев, В. В. Гусаров, С. А. Марцынюков, В. В. Черниговский. Опубл. 10.12.2001. Бюл. № 34.
7. Марцынюков С. А. Исследование влияния электромагнитного управления на условия существования разряда в лазере на углекислом газе // Изв. СПбГЭТУ «ЛЭТИ». 2013. № 4. С. 13–17.
8. Марцынюков С. А., Кострин Д. К. Моделирование, разработка и исследование электромагнитной системы для управления мощностью лазера на углекислом газе // Изв. вузов России. Радиоэлектроника. 2014. Вып. 1. С. 50–54.
9. Электромагнитное управление мощностью излучения лазера на углекислом газе / С. А. Марцынюков, В. В. Черниговский, М. С. Демидович, А. А. Лисенков // Вакуумная техника и технология. 2014. Т. 23, № 1. С. 167–169.
10. Пат. на полезную модель № 125780 РФ, МПК H01S3/10 (2006.01). Газоразрядный CO₂-лазер / В. В. Черниговский, С. А. Марцынюков. Опубл. 10.03.2013. Бюл. № 07.
11. Пат. на полезную модель № 126206 РФ, МПК H01S3/10 (2006.01). Газоразрядный CO₂-лазер / В. В. Черниговский, С. А. Марцынюков. Опубл. 20.03.2013. Бюл. № 08.
12. Кострин Д. К., Ухов А. А. Датчики в электронных устройствах. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2013. 240 с.
13. Термические константы веществ: справ.: в 10 т. Т. 1 / под ред. акад. В. П. Глушко. М.: ВИНТИ, 1965. 185 с.
14. Технологические лазеры: справ.: в 2 т. Т. 1 / под ред. Г. А. Абильситова. М.: Машиностроение, 1991. 432 с.
15. Цаплин С. В. Теплопроводность: Интегральные преобразования Фурье и Лапласа. Самара: Изд-во Самар. гос. ун-та, 2011. 190 с.
16. Дьюли У. Лазерная технология и анализ материалов. М.: Мир, 1986. 504 с.
17. Тепловой метод измерения толщины покрытия // М. С. Демидович, С. А. Марцынюков, В. В. Черниговский, А. А. Лисенков // Вакуумная техника и технология. 2014. Т. 23, № 1. С. 170–171.
18. Марцынюков С. А., Черниговский В. В. Измерение толщины металлических покрытий оптическим способом // Изв. СПбГЭТУ «ЛЭТИ». 2012. № 8. С. 25–29.
19. Измерение толщины покрытий, формируемых из металлической плазмы вакуумно-дугового разряда / А. А. Лисенков, С. А. Марцынюков, И. В. Сабуров, В. В. Черниговский // Изв. СПбГЭТУ «ЛЭТИ». Сер. Физика твердого тела и электроника. 2006. Вып. 2. С. 48–54.
20. Марцынюков С. А., Черниговский В. В. Исследование возможности измерения толщины защитных покрытий с помощью радиационной фотометрии // Вакуумная техника и технология. 2001. Т. 11, № 4. С. 171–173.

D. K. Kostrin, S. A. Martsinukov, V. V. Chernigovskiy
Saint-Petersburg state electrotechnical university «LETI»

A. A. Lisenkov
Institute of Problems of Mechanical Engineering

PHYSICAL AND TECHNICAL PRINCIPLES OF THE THERMAL METHODS OF RESEARCH OF MATERIALS PROPERTIES AND DETERMINATION OF COATINGS THICKNESS

In this article physical principles of thermal methods of research of materials properties and determination of thickness of coatings are covered. Technical implementation of methods using laser source of heating with adjustable emissive power is considered. Examples of determination of temperature of phase transformations and computation of thickness of inorganic materials coatings are shown.

Thermal method, phase transformation, heating of materials, laser radiation, thickness of coatings