



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2012147712/28, 09.11.2012

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
09.11.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 09.11.2012

(43) Дата публикации заявки: 20.05.2014 Бюл. № 14

(45) Опубликовано: 20.07.2014 Бюл. № 20

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2100594 C1, 27.12.1997. RU 2030574 C1, 10.03.1995. RU 2004786 C1, 15.12.1993. RU 2130118 C1, 10.05.1999. RU 2159331 C1, 20.11.2000. SU 1827541 A1, 15.07.1993. WO 2009/155269 A2, 23.12.2009. JP 5141970 A, 08.06.1993

Адрес для переписки:

119991, Москва, В-296, ГСП-1, Ленинский пр-кт,
65, РГУ нефти и газа имени И.М. Губкина, отд.
защиты интел. собств-ти

(72) Автор(ы):

Перельман Лев Теодорович (US),
Агранат Михаил Борисович (RU),
Винокуров Владимир Арнольдович (RU),
Гетманский Михаил Данилович (RU),
Мурадов Александр Владимирович (RU),
Ситников Дмитрий Сергеевич (RU),
Харионовский Владимир Васильевич (RU),
Гущин Павел Александрович (RU),
Иванов Евгений Владимирович (RU),
Новиков Андрей Александрович (RU),
Котелев Михаил Сергеевич (RU),
Бардин Максим Евгеньевич (RU),
Викторов Андрей Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования "Российский
государственный университет нефти и газа
имени И.М. Губкина" (RU)

(54) СПОСОБ ДИАГНОСТИКИ ДЕФЕКТОВ НА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЯХ

(57) Реферат:

Изобретение относится к методам неразрушающего контроля и предназначено для определения дефектов и трещин на поверхности металлического оборудования и трубопроводов. На поверхность контролируемого объекта наносят напылением наночастицы золота цилиндрической формы длиной не более 100 нм и с толщиной слоя, обеспечивающей заполнение полостей потенциальных трещин, после чего производят сушку поверхности с последующим удалением с нее слоя напыления. Затем осуществляют построчное сканирование поверхности объекта лучом фемтосекундного лазера и одновременно регистрируют

интенсивность сигнала двухфотонной люминесценции в каждой исследуемой области с фиксированием местоположения указанной области, соответствующего координате объекта, и формируют двумерный массив значений интенсивности сигнала двухфотонной люминесценции с получением карты распределения интенсивностей свечения наночастиц, возбуждаемых лазерным излучением. Изобретение позволяет диагностировать поверхностные дефекты в металлоконструкциях с обеспечением ранней диагностики дефектов. 2 з.п. ф-лы, 7 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 522 709** (13) **C2**

(51) Int. Cl.

G01N 21/88 (2006.01)

B82Y 35/00 (2011.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2012147712/28, 09.11.2012

(24) Effective date for property rights:
09.11.2012

Priority:

(22) Date of filing: 09.11.2012

(43) Application published: 20.05.2014 Bull. № 14

(45) Date of publication: 20.07.2014 Bull. № 20

Mail address:

119991, Moskva, V-296, GSP-1, Leninskij pr-kt, 65,
RGU нефти i gaza imeni I.M. Gubkina, otd. zashchity
intel. sobstv-ti

(72) Inventor(s):

Perel'man Lev Teodorovich (US),
Agranat Mikhail Borisovich (RU),
Vinokurov Vladimir Arnol'dovich (RU),
Getmanskij Mikhail Danilovich (RU),
Muradov Aleksandr Vladimirovich (RU),
Sitnikov Dmitrij Sergeevich (RU),
Kharionovskij Vladimir Vasil'evich (RU),
Gushchin Pavel Aleksandrovich (RU),
Ivanov Evgenij Vladimirovich (RU),
Novikov Andrej Aleksandrovich (RU),
Kotelev Mikhail Sergeevich (RU),
Bardin Maksim Evgen'evich (RU),
Viktorov Andrej Sergeevich (RU)

(73) Proprietor(s):

federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Rossijskij
gosudarstvennyj universitet нефти i gaza imeni
I.M. Gubkina" (RU)

(54) DIAGNOSTICS OF FLAWS ON METAL SURFACES

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: gold cylindrical nanoparticles not over 100 nm in length are sprayed onto surface of tested object, depth of the ply of said particles allowing the filling of cavities of would-be fractures. Then, said surface is dried to remove sprayed ply therefrom. Then, object surface is subjected to non-interlaced scan by fs-laser beam. At a time, intensity of two-photon luminescence signal is registered in every area under analysis

to fix the location of said area corresponding to object coordinate. 2D array of two-photon luminescence signal intensities is formed to produce the map of distribution of nanoparticle luminescence intensities excited by laser radiation.

EFFECT: possibility to reveal surface defects for their early detection.

3 cl, 7 dwg

Изобретение относится к методам неразрушающего контроля, в частности, к определению дефектов и трещин на поверхности металлического оборудования и трубопроводов.

Известен способ неразрушающего контроля, заключающийся в подготовке объекта
5 контроля, съемке и наблюдении объекта на участках оптического диапазона от крайнего ультрафиолетового излучения до дальнего инфракрасного излучения с помощью сверхширокополосного зеркального оптического объектива, причем в процессе
наблюдения фиксируют изображение объекта контроля с использованием, по меньшей мере, одного матричного приемника в, по меньшей мере, одной камере с возможностью
10 одновременной или отдельной работы камер, и передают полученную информацию о контролируемом объекте с помощью интерфейса на ЭВМ, расшифровывают и анализируют полученное изображение, оценивают результаты контроля и определяют техническое состояние объекта (RU 2394227, 2008).

В известном решении для уменьшения влияния дифракционного предела предложено
15 получать изображение объекта в ультрафиолетовой области спектра (от 220 нм).

Недостатком способа является технологическая сложность изготовления сверхширокополосного зеркального оптического объектива, способного обеспечить построение изображения на матричном приемнике с пространственным разрешением 220 нм. Для построения изображения в инфракрасном диапазоне длин волн требуется
20 применение специализированных приемников излучения, например, тепловизоров. Разрешающая способность метода в ИК-диапазоне на 2 порядка ниже, чем в ультрафиолетовом, в силу упомянутых фундаментальных ограничений. К числу недостатков относятся также высокая стоимость сверхширокополосного зеркального оптического объектива, а также матричного приемника излучения в ИК-области спектра,
25 низкая экономическая эффективность, необходимость вакуумирования тракта от исследуемого объекта до матричного приемника.

Известен способ обнаружения дефектов на поверхности, используемый для обнаружения на поверхности контролируемых объектов дефектов различного происхождения, заключающийся в том, что световое излучение направляют на
30 поверхность перемещаемого объекта, зону облучения контролируемого объекта формируют путем пересечения световых потоков направленного излучения с площадью нормальной проекции каждого из них, большей площади максимальной проекции объекта, от не менее трех идентичных источников, расположенных в пространстве равноудаленно друг от друга и от центра пересечения световых потоков,
35 контролируемый объект перемещают равномерно и прямолинейно через зону облучения, регистрируют рассеянные объектом световые потоки фотоприемниками с площадью рабочей поверхности, равной или большей площади нормальной проекции светового потока, при этом каждый из фотоприемников расположен равноудаленно от соответствующего источника в ходе светового потока. Зарегистрированные световые
40 потоки преобразуют в дискретные электрические сигналы (например, квантованием по уровню), измеряют величины оценок корреляционных моментов между случайными значениями сигналов на каждой паре фотоприемников, получая, таким образом, ряд величин оценок корреляционных моментов с количеством членов ряда, определяемым числом возможных сочетаний пар фотоприемников. Ранжируя его по возрастанию или
45 по убыванию, получают непрерывно возрастающий или непрерывно убывающий ряд величин оценок корреляционных моментов (RU 2165612, 2000).

Недостатком указанного способа является сложный математический аппарат интерпретации получаемых данных, применимый для идеально ровной поверхности,

оценку о наличии дефекта делают по отклонению величин оценок корреляционных моментов от величин оценок корреляционных моментов, предварительно вычисленных для бездефектной поверхности, которое {отклонение} будет присутствовать при любой неровности поверхности (шероховатости). Еще одним недостатком способа является необходимость вычисления величин оценок корреляционных моментов для бездефектной поверхности, которые отличаются у контролируемых объектов разных типов. Кроме того, данный способ позволяет по рассеянию излучения установить факт наличия дефекта на поверхности контролируемого объекта, но не позволяет оценить размеры и положение дефектов и их количество.

Известен способ измерения рельефа наноразмерной проводящей поверхности с фотонным элементным анализом материала, включающий определение 3-D профиля полупроводниковой или металлической поверхности при приближении по вертикальной координате Z зонда с металлическим наноострием, при этом облучают поверхность под наноострием зонда, перестраиваемым по длине волны оптическим излучением в диапазоне от ИК до УФ с постоянной спектральной мощностью излучения, фиксируют значение длины волны $\lambda_{\text{тр}}$, соответствующее границе резкого возрастания величины туннельного тока, и определяют материал полупроводника или металла по значению величины энергетической ширины запрещенной зоны полупроводника E_g или работы выхода A электронов из металла в локальной области поверхности (RU 2426135, 2010).

Недостатком рассматриваемого способа является низкая скорость сканирования поверхности образца, обусловленная сложностью управления наноострием зонда и конечной скоростью его перемещения по вертикальной координате Z в наноразмерных масштабах (игла должна «успевать» отслеживать изменение высоты профиля поверхности при перемещении образца, в противном случае произойдет столкновение с поверхностью и выход иглы кантилевера из строя). Скорость сканирования в устройствах типа атомно-силового микроскопа не превышает 1 мм/сек.

Из известных технических решений наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ определения поверхностных дефектов, заключающийся в нанесении на поверхность изделия нанопасты фотолюминофора, в качестве которого могут использоваться $\text{Gd}_2\text{O}_3:\text{Eu}$, $(\text{Cd},\text{Sr})\text{TiO}_3:\text{Pr}$, $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$, $\text{Y}_2\text{O}_3\text{S}:\text{Eu}$, $\text{Zn}(\text{Ga},\text{Al})_2\text{O}_4:\text{Mn}$, $\text{Y}_3(\text{Al},\text{Ga})_5\text{O}_{12}:\text{Tb}$, $\text{Y}_2\text{SiO}_5:\text{Tb}$, $\text{ZnS}:\text{Cu},\text{Al}$, $\text{Y}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$, ZnGa_2O_4 , $\text{ZnS}:\text{Ag},\text{Cl}$, после чего излишки пасты стираются с поверхности таким образом, чтобы паста люминофора оставалась только в глубине трещин, и далее образец подвергается воздействию рентгеновского излучения, в результате чего частицы люминофоров возбуждаются и люминесцируют на характерной длине волны. Люминесцирующее излучение детектируется с помощью фотоприемника и об обнаружении дефектов судят по наличию или отсутствию люминесцирующего излучения (US 2009180587, 2009).

Однако применение нанолюминофоров для обнаружения микротрещин накладывает ряд ограничений на эффективное использование известного способа.

Во-первых, способ ограничен возможностью фиксирования микротрещин и позволяет обнаруживать дефекты крупных размеров, т.е. так называемых усталостных трещин.

Во-вторых, отсутствие зависимости оптических свойств частиц фосфора от их размеров и геометрии не позволяет определять размеры трещин.

Указанные недостатки являются следствием того, что квантовый выход вторичного излучения наночастиц при любом способе возбуждения будет значительно выше излучения люминофора.

В-третьих, получение фотолуминофоров является достаточно энергозатратным процессом, поскольку их получают спеканием в печи при температурах выше 1000°C в течение нескольких часов.

Задачей настоящего изобретения является создание способа диагностики
5 поверхностных дефектов, обеспечивающего раннюю диагностику дефектов и трещин на металлических поверхностях.

Поставленная задача достигается тем, что в способе диагностики дефектов на металлических поверхностях предварительно на поверхность контролируемого объекта наносят напылением наночастицы золота цилиндрической формы длиной не более 100
10 нм и с толщиной слоя, обеспечивающей заполнение полостей потенциальных трещин, после чего производят сушку поверхности с последующим удалением с нее слоя напыления, затем осуществляют построчное сканирование поверхности объекта лучом фемтосекундного лазера и одновременно регистрируют интенсивность сигнала двухфотонной люминесценции в каждой исследуемой области с фиксированием
15 местоположения указанной области, соответствующего координате объекта, затем формируют двумерный массив значений интенсивности сигнала двухфотонной люминесценции с получением карты распределения интенсивностей свечения наночастиц, возбуждаемых лазерным излучением, выделяют на полученной карте области с максимальным значением интенсивности свечения, по которому судят о наличии
20 трещины, при этом по спектрам вторичного излучения и разности координат крайних точек области свечения определяют размер трещины, а по форме области свечения судят о геометрии трещины.

Предпочтительно использовать фемтосекундный лазер инфракрасного диапазона спектра.

25 Целесообразно построчное сканирование поверхности объекта осуществлять с шагом $\sim 10^{-6}$ - 10^{-7} м.

Достижимый технический результат заключается в расширении функциональных возможностей способа за счет обеспечения обнаружения трещин минимальных размеров, т.е. на стадии их зарождения за счет возможности фиксирования наночастиц при малых
30 их концентрациях, получении одновременно информации о координате трещины, ее размере и геометрических характеристиках, а также в уменьшении энергозатрат.

Сущность способа заключается в следующем.

Для обеспечения ранней диагностики дефектов и трещин используют наночастицы золота цилиндрической формы размером не более 100 нм, которые благодаря своим
35 геометрическим характеристикам и параметрам обладают свойством плазмонного резонанса.

В зависимости от размеров и формы наночастиц, они имеют характерные пики на спектре поглощения. Благодаря этим пикам можно однозначно определить наличие микротрещин при их даже незначительном содержании.

40 Использование наночастиц золота цилиндрической формы длиной не более 100 нм позволяет заполнять трещины нанометровых (субмикронных) размеров, т.е. на стадии их зарождения и осуществлять раннюю диагностику их образования.

Благодаря своей химической природе, наночастицы золота инертны к окислению кислородом воздуха и долгое время сохраняют свою структуру. Их получение проходит
45 при комнатной температуре, что снижает энергозатраты в процессе синтеза по сравнению с фотолуминофорами.

Наночастицы золота обладают наиболее высоким квантовым выходом и мощностью излучения (количеством фотонов, высвечиваемых в единицу времени).

Наночастицы обладают свойством значительно изменять пропускание, отражение, поглощение и излучение на определенных частотах спектра электромагнитного излучения. Эти частоты однозначно связаны с размерами наночастиц, имеющих форму стержня (цилиндра), а точнее с отношением длины стержня к его диаметру.

5 Таким образом, по спектрам поглощения, отражения или излучения наночастиц, нанесенных на поверхность образца, можно идентифицировать дефекты и по концентрации наночастиц определенных размеров более точно (с нанометровым/ субмикронным разрешением) определять размеры наночастиц, заполняющих дефекты на поверхности образца, и, следовательно, и минимальные размеры самих дефектов.

10 Способ осуществляют следующим образом.

Наночастицы золота наносят на поверхность исследуемого образца путем распыления их раствора, после чего поверхность подвергают сушке. Далее с поверхности механически удаляются излишки наночастиц, которые прикрепились вне микротрещин. В результате наночастицы золота остаются только в микротрещинах.

15 Способ предусматривает визуальный контроль поверхности образца (для выбора исследуемой области на образце) либо с помощью видеокамеры, либо глазами оператора с целью выбора области сканирования. Затем осуществляют построчное сканирование поверхности объекта лучом фемтосекундного лазера. Наночастицы с вышеуказанными геометрическими параметрами возбуждаются излучением фемтосекундного лазера и
20 релаксируют за счет свойств плазмонного резонанса в свое основное состояние с испусканием фотонов преимущественно в видимой части спектра. Эти фотоны регистрируются приемником излучения, и по наличию, либо отсутствию данного оптического сигнала может быть сделан вывод о присутствии на поверхности исследуемого образца микротрещины, заполненной наномаркерами золота.

25 Спектр поглощения наночастиц имеет два явно выраженных пика, соответствующих поперечному и продольному плазмонному резонансам. Характеристики кластеров (их длина и соотношение сторон цилиндра) предварительно подбираются таким образом, чтобы частота плазмонного резонанса совпадала или была близка к частоте возбуждающего фемтосекундного лазерного излучения.

30 Другими словами, длина волны излучения лазерного источника должна приходиться на максимум поглощения наночастиц. В этом случае при фиксированной энергии лазерного импульса поглотится большая его часть (чем при отсутствии оптимизации параметров кластеров под длину волны источника), что обеспечит пропорционально больший оптический отклик наночастиц в виде более яркого сигнала люминесценции.

35 Например, для лазерного излучения с длиной волны 1048 нм, подбирают наночастицы золота, для которых продольная мода на их спектре поглощения стремится к этому значению, что соответствует наностержням золота с соотношением длины к диаметру цилиндра примерно 5,5-6,5.

Для возбуждения наночастиц лазерное излучение фокусируется на поверхности
40 мишени. Размер области фокусировки определяется параметрами как лазерного излучения, так и оптической системы фокусировки (диаметр лазерного пучка, длина волны лазерного излучения, световой диаметр оптической системы, фокусное расстояние оптической системы). Требуемым условием фокусировки является достижение значения плотности мощности на поверхности образца, обеспечивающего возбуждение излучения
45 двухфотонной люминесценции в наночастицах. При этом диаметр лазерного пятна на поверхности мишени может принимать значения от сотен нанометров до десятков микрометров. Минимальный размер определяется дифракционными свойствами лазерного излучения, а максимальный - требуемым значением плотности мощности.

Применение в качестве возбуждающего излучения фемтосекундного лазера инфракрасного диапазона спектра позволяет лучше селективировать излучение наночастиц по спектральному составу.

Объектив оптической системы используется для сбора излучения двухфотонной люминесценции, эмитируемого наночастицами в телесный угол 4π стерадиан. Для регистрации рекомендуется применение объектива с числовой апертурой, близкой к 1.

Собранное излучение наночастиц фокусируется на приемник излучения. Интенсивность излучения наночастиц определяет амплитуду сигнала на приемнике излучения. Причем при построчном сканировании поверхности образца лазерным лучом существует однозначное соответствие между координатами лазерного луча на поверхности образца и моментом времени на временной зависимости, регистрируемой приемником излучения с временным разрешением.

Шаг сканирования поверхности лазерным лучом и размер лазерного пятна определяют пространственное разрешение предлагаемого способа. Предпочтительно осуществлять сканирование с шагом равным диаметру лазерного пятна на поверхности образца. В этом случае обеспечивается оптимальная скорость процесса и достигается пространственное разрешение, определяемое размером лазерного пятна. Для измерения ширины трещины, составляющей от нескольких десятков до нескольких сотен нанометров, используется анализ спектрального состава излучения наночастиц, подробно изложенный в Примере 2.

После регистрации излучения наночастиц формируют двумерный массив значений интенсивности сигнала двухфотонной люминесценции, который представляет собой карту пространственного распределения интенсивностей свечения, выделяют на полученной карте области с максимальным значением интенсивности свечения, по которой судят о наличии трещины. При отсутствии трещин карта представляет собой равномерное (гладкое) поле, а в случае наличия микротрещин на поверхности образца карта будет содержать яркие области, позволяющие получить информацию о расположении (координате), размерах и форме трещин.

При этом по разности координат крайних точек области свечения определяют размер трещины, а по форме области свечения судят о геометрии трещины.

Яркость области свечения определяется концентрацией наночастиц на поверхности мишени.

Применение фемтосекундного лазера инфракрасного диапазона спектра существенно расширяет спектральный диапазон работы прибора (до 950 нм), поскольку обеспечивает лучшую спектральную селекцию излучения наночастиц и позволяет избежать засветки приемника лазерным излучением.

В качестве приемника излучения наночастиц может быть использован приемник с временным разрешением. Сочетание такого приемника с блоком аналого-цифрового преобразователя позволяет регистрировать динамику изменения сигнала от нанокласеров (осциллограмму).

Ниже приведены примеры конкретной реализации предлагаемого способа, которые иллюстрируются рис.1-6.

На рис.1 представлено изображение поверхности образца с искусственно сформированными микроканавками, на рис.2 приведены микрофотографии поверхности мишени с искусственно сформированными микроканавками, заполненными наночастицами: а) при лазерном воздействии вне области микроканавки (излучении люминесценции наночастиц отсутствует), б) при лазерном воздействии в области микроканавки, на рис.3 показан модельный образец для диагностики микротрещин на

металлической поверхности, на рис.4 показана карта распределения интенсивности свечения наночастиц на поверхности образца, на рис.5 приведена карта распределения интенсивности свечения наночастиц на поверхности образца с маркерами, обозначающими границы верхней области свечения, на рис.6 приведены изображения наночастиц с различным соотношением длины к диаметру: а-1,5, б-2, с-2,5, на рис.7 показан спектр поглощения K (отражение $R=1-K$) золотых наночастиц (стержней) в относительных единицах с соотношением размеров: а-1,5, б-2, с-2,5.

Пример 1

Для подтверждения работоспособности метода обнаружения микротрещин было проведено точечное воздействие лазерного излучения в область поверхности пластины из стали марки Х70 с нанесенными наночастицами золота с пиком продольного плазмонного резонанса на спектре поглощения в области 700 нм, соответствующего соотношению длины к диаметру $\sim 2,3$. На поверхности стального образца ионным пучком были сформированы микроканавки различающиеся длиной (от 70 до 100 мкм) и шириной (от 0,5 до 3 мкм).

Изображение поверхности образца, полученное с помощью электронного микроскопа JEOL 2100, представлено на рис.1.

На поверхность контролируемого образца наносили напылением наночастицы золота цилиндрической формы с толщиной слоя, обеспечивающим заполнение полостей потенциальных трещин, затем удалили слой напыления с поверхности.

Поверхность образца подсвечивалась источником видимого излучения (лампа накаливания). Изображение поверхности регистрировалось на ПЗС-камере.

На рис.2 а) представлено изображение поверхности в видимой области спектра (повернуто на 90 градусов). Область лазерного воздействия указана стрелкой.

Лазерное возбуждение наночастиц стимулировало генерацию оптического вторичного излучения (люминесценцию) наночастиц в области лазерного воздействия. Данное излучение фокусировалось на приемник излучения (ПЗС-камеру). На рис.2 б) видно, что при воздействии лазерным излучением на микроканавку, содержащую наночастицы, в последних стимулировалась генерация вторичного излучения (рис.2 б) - яркая область на изображении обозначена стрелкой.

Пример 2

Для получения двумерного распределения интенсивности излучения двухфотонной люминесценции наночастиц золота был просканирован модельный образец, который представлял из себя пластину из стали марки Х70 размером 15×10×2,7 мм с искусственно сформированными микроканавками разной ширины. Металлическую пластину отполировали и с помощью сфокусированного ионного пучка нарезали микроканавки размерами 70×0,5, 80×1, 90×2, 100×3 мкм. Далее на поверхность распылили раствор синтезированных наностержней золота, дающих пик продольного плазмонного резонанса на спектре поглощения в области 700 нм, что соответствует соотношению длины к диаметру наностержней примерно 2,3. Поверхность пластины с нанесенными наностержнями золота высушили, а затем механически удалили не попавшие в микроканавки наночастицы с помощью фильтровальной бумаги. На рис.3 представлена фотография полученного образца для исследования.

В данном примере было использовано излучение фемтосекундного лазера (длина волны 1048 нм, длительность импульса 110 фс, частота следования импульсов 71 МГц). Лазерное излучение фокусировалось на поверхности образца в область размером 0,5 мкм. Плотность энергии на поверхности образца составила $6 \cdot 10^{10}$ Вт/см².

Воздействие лазерного излучения на наночастицы стимулировало генерацию

вторичного излучения (люминесценцию) наночастиц в видимом спектральном диапазоне. Это излучение фокусировалось на одноканальный приемник излучения - фотоэлектронный умножитель (МЭЛЗ, ФЭУ-85), преобразующий световой поток в электрический сигнал. Амплитуда сигнала пропорциональна световому потоку, фокусируемому на приемник излучения.

На поверхности образца была задана область исследования, соответствующая границам изображения на рис.1, что составило 132×100 мкм. Исследование проводилось методом сканирования лазерным лучом в границах исследуемой области.

Сканирование образца лазерным лучом осуществлялось построчно в горизонтальном направлении. Шаг сканирования по вертикали составил 0,5 мкм (определялся диаметром лазерного пятна на поверхности образца).

В результате сканирования одной строки формировался одномерный массив, содержащий информацию об интенсивности вторичного излучения наночастиц. При сканировании заданной области высотой 100 мкм в общей сложности было получено $n=100/0.5 \text{ мкм} = 200$ одномерных массивов.

Из полученного набора одномерных массивов формировался двумерный массив. Число строк в данном двумерном массиве соответствовало числу полученных одномерных массивов. Сформированный двумерный массив содержал информацию о пространственном распределении по поверхности образца интенсивности вторичного излучения наночастиц. При этом координата элемента данного массива имеет жесткую привязку к координатам на поверхности образца.

Полученное двумерное распределение представляет собой карту распределения интенсивности свечения (рис.4) наночастиц на поверхности образца.

Яркие участки на рисунке соответствуют областям скопления наночастиц на поверхности образца. В данном примере яркие области имеют форму линий и соответствуют канавкам на поверхности исследованного образца. Яркость изображения пропорциональна концентрации наночастиц в соответствующем месте на поверхности образца. Таким образом, по яркой области на изображении можно определить наличие микротрещины.

Оценка размера микротрещины осуществляется следующим образом:

Размерность сформированного двумерного массива составляет (264, 200), т.е. 264 на 200 элементов (или пикселей) по горизонтали и вертикали соответственно. Размер отсканированной области на поверхности образца составляет 132×100 мкм. Таким образом, приращение координаты массива на единицу (или на 1 пиксель) соответствует смещению на поверхности образца на 0.5 мкм. Т.е. формула для пересчета координаты элемента двумерного массива в координату на поверхности отсканированной области образца (в мкм) выглядит следующим образом

$$N_{\text{мкм}} = 0.5 \cdot N_{\text{пикс}},$$

где $N_{\text{мкм}}$ - координата точки, выраженная в мкм, $N_{\text{пикс}}$ - координата элемента массива, выраженная в пикселях.

Иначе говоря, коэффициент масштаба при пересчете координаты из пикселей в мкм равен

$$K = 5 \text{ мкм/пиксель}.$$

На рис.5 маркерами D1 и D2 обозначены крайние точки верхней (наименее протяженной) области свечения наночастиц. В скобках указаны координаты элементов двумерного массива. За начало координат выбран левый верхний край двумерного массива, представляющего собой карту распределения интенсивностей свечения наностержней. Так, точка D1 массива имеет координаты 19 и 23 по горизонтали и

вертикали соответственно. Точка D2 массива имеет координаты 159 и 23 по горизонтали и вертикали соответственно.

Протяженность исследуемой области свечения определяется разностью координат крайних точек области D2-D1 и составляет $159-19=140$ пикселей. Воспользовавшись
5 приведенным выше коэффициентом масштаба, можно определить протяженность области свечения на поверхности образца - 70 мкм. Следовательно, длина микротрещины, имеющей форму линии и заполненной наночастицами, составляет 70 мкм. Ширина рассмотренной области свечения составляет 1 пиксель, что соответствует 0.5 мкм на поверхности мишени. Полученный размер соответствует размеру верхней
10 микроканавки, сформированной на поверхности тест-объекта.

Однако в данном примере размер лазерного пятна составлял ~ 0.5 мкм, что ограничило пространственное разрешение способа на уровне ~ 0.5 мкм, а следовательно, трещины меньшего размера также будут иметь ширину 0.5 мкм.

Определение поперечного размера трещины нанометрового размера осуществляется
15 по спектрам вторичного излучения наночастиц (поглощения, рассеяния, люминесценции), поскольку спектральный состав излучения однозначно соотносится с геометрическими характеристиками наночастиц.

Поверхность объекта покрывается наночастицами с различным (заранее известным) соотношением длины к диаметру. Процедуры подготовки образца аналогичны
20 изложенной ранее.

Составляется карта свечения образца по описанному выше способу. По составленной карте свечения наночастиц лазерный луч перемещается на трещину.

После этого поверхность образца возбуждается не лазерным излучением, а излучением источника широкого спектрального диапазона в видимой области
25 (простейший пример - лампа накаливания).

В качестве приемника излучения используется приемник со спектральным разрешением (например, спектрометр), регистрирующий состав вторичного излучения.

Изображения наночастиц, полученные с помощью электронного микроскопа с соотношением длины к диаметру 1.5-2,5, и примеры спектров их поглощения
30 представлены на рис.6 и 7 соответственно. Как видно из рис.7 определенной геометрии наночастицы соответствует определенный пик в регистрируемом спектре. При нанесении на поверхность образца раствора, содержащего различные наночастицы, пики на регистрируемых спектрах будут размытыми. Однако практический интерес представляет правая (длинноволновая) граница пика, соответствующая частицам с наибольшим
35 соотношением длины к диаметру. Данная величина характеризует максимально крупные наночастицы золота, которые по своим габаритам смогли проникнуть в трещину нанометровых размеров. В случае нанесения на поверхность наночастиц золота диаметром 15 нм, крайний правый пик на рисунке 7 соответствует длине наночастицы 37.5 нм. Таким образом, можно сделать вывод, что ширина трещины составляет ~ 40
40 нм.

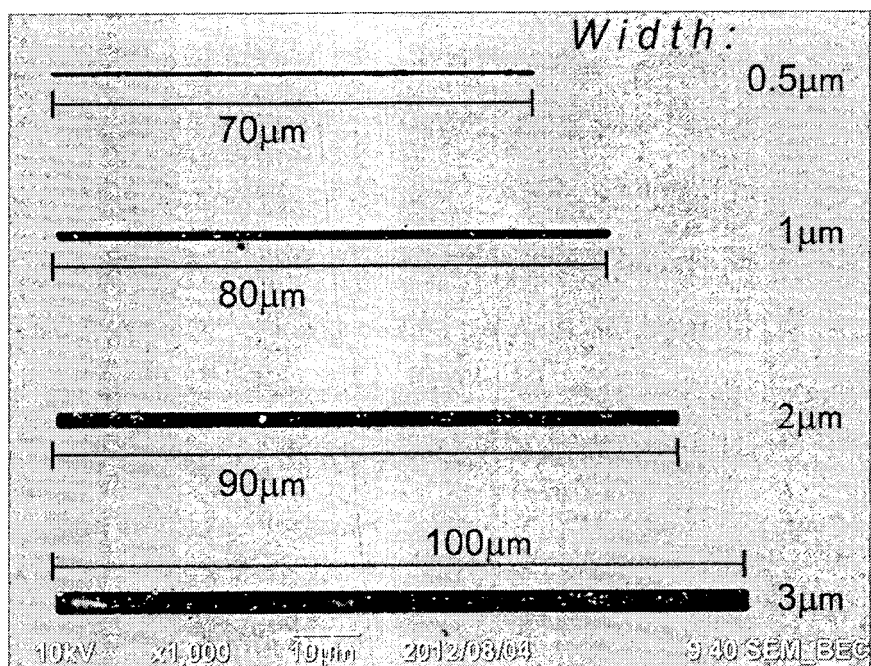
Формула изобретения

1. Способ диагностики дефектов на металлических поверхностях, заключающийся в том, что предварительно на поверхность контролируемого объекта наносят
45 напылением наночастицы золота цилиндрической формы длиной не более 100 нм и с толщиной слоя, обеспечивающей заполнение полостей потенциальных трещин, после чего производят сушку поверхности с последующим удалением с нее слоя напыления, затем осуществляют построчное сканирование поверхности объекта лучом

фемтосекундного лазера и одновременно регистрируют интенсивность сигнала двухфотонной люминесценции в каждой исследуемой области с фиксированием местоположения указанной области, соответствующего координате объекта, после чего формируют двумерный массив значений интенсивности сигнала двухфотонной люминесценции с получением карты распределения интенсивностей свечения наночастиц, возбуждаемых лазерным излучением, выделяют на полученной карте области с максимальным значением интенсивности свечения, по которому судят о наличии трещины, при этом по спектрам вторичного излучения и разности координат крайних точек области свечения определяют размеры трещины, а по форме области свечения судят о ее геометрии.

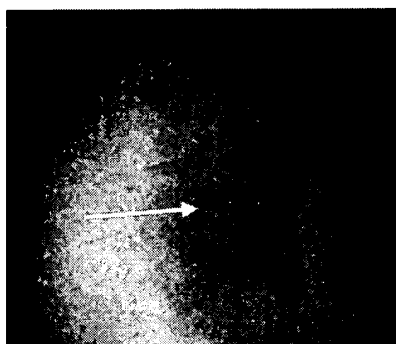
2. Способ по п.1, отличающийся тем, что используют фемтосекундный лазер инфракрасного диапазона спектра.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что построчное сканирование поверхности объекта осуществляют с шагом сканирования $\sim 10^{-6}$ - 10^{-7} м.

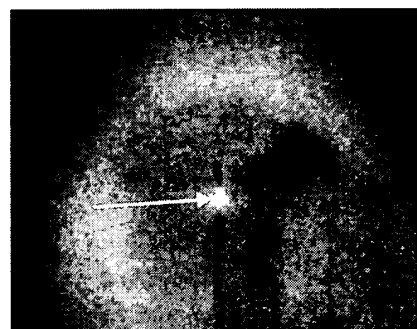


Изображение поверхности образца с искусственно сформированными микроканавками.

Рис. 1



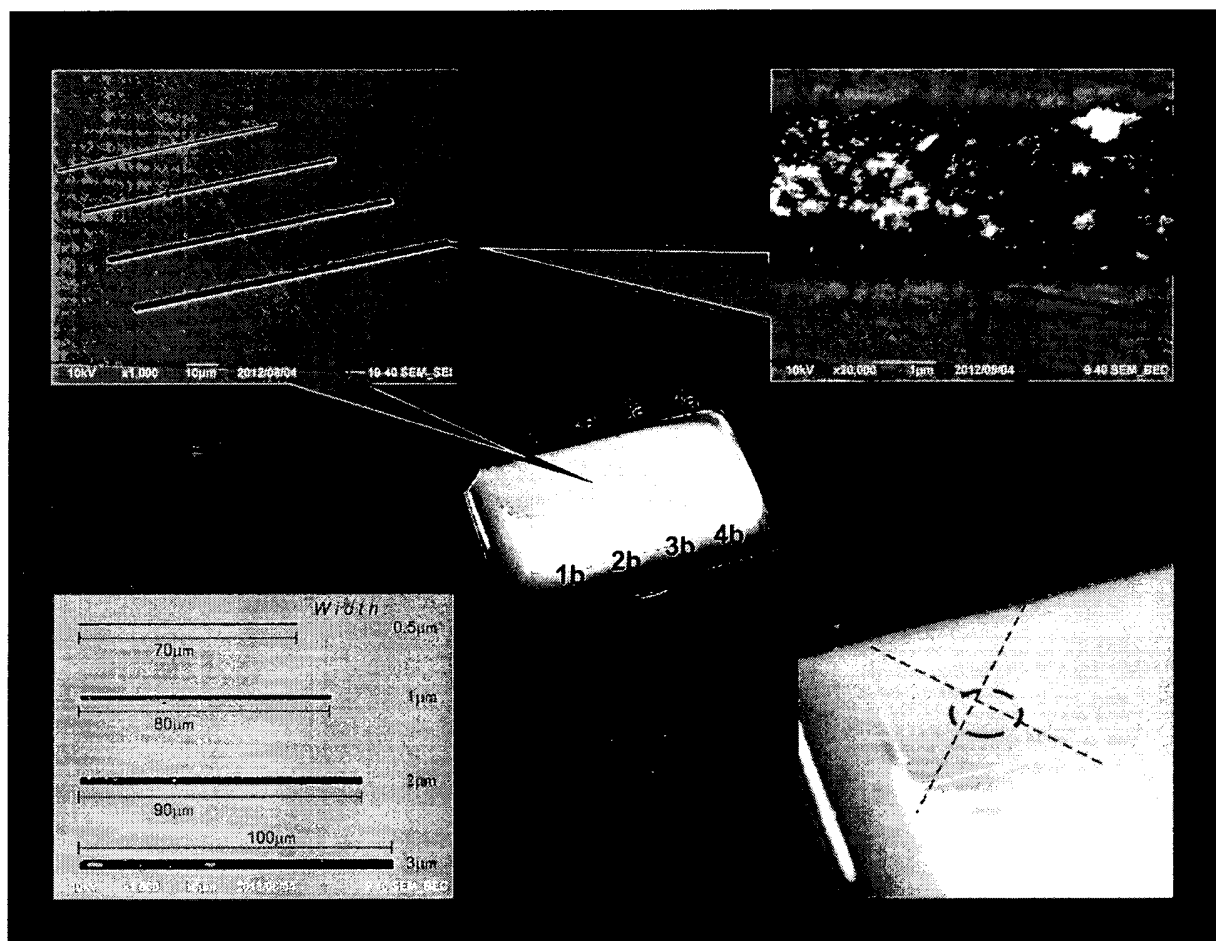
а)



б)

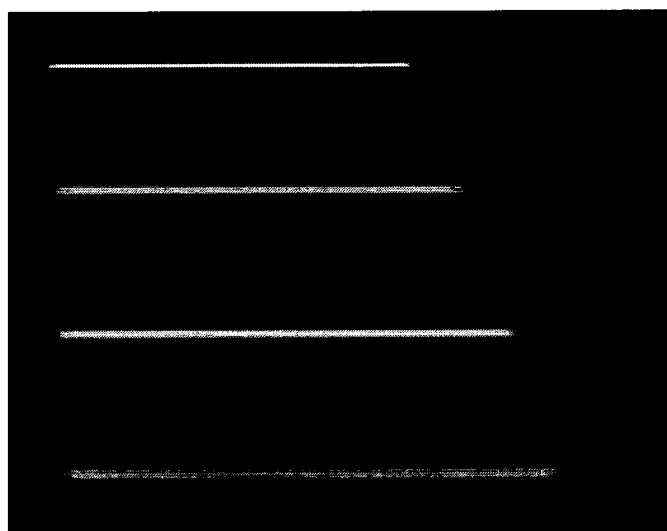
Микрофотографии поверхности мишени с искусственно сформированными микро-канавками, заполненными наночастицами: а) лазерное воздействие вне области микро-канавки, б) лазерное воздействие в области микро-канавки.

Рис. 2



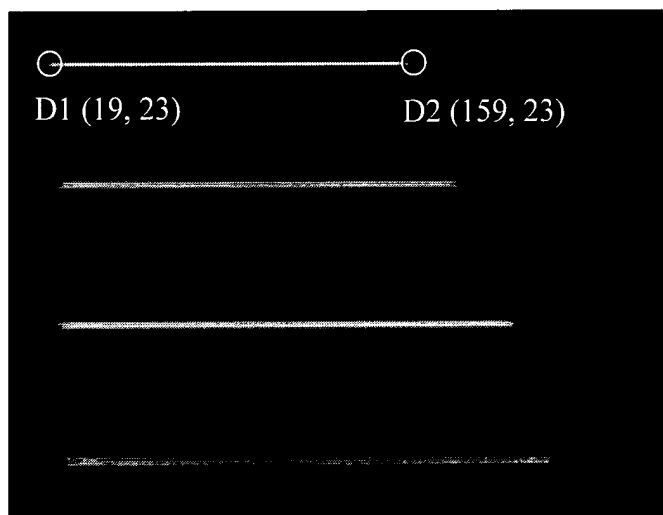
Модельный образец для диагностики микротрещин на
металлической поверхности

Рис. 3



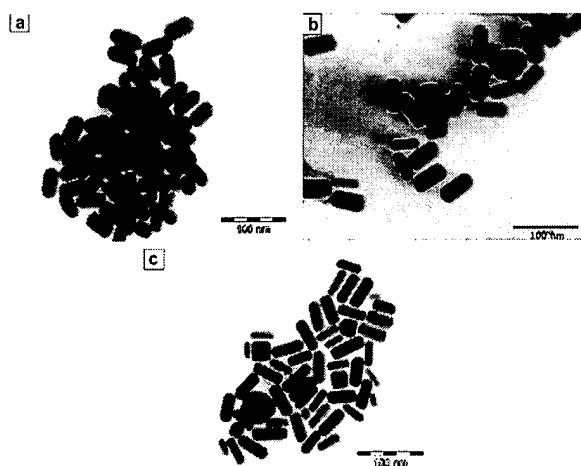
Карта распределения интенсивности свечения наночастиц
на поверхности образца.

Рис. 4



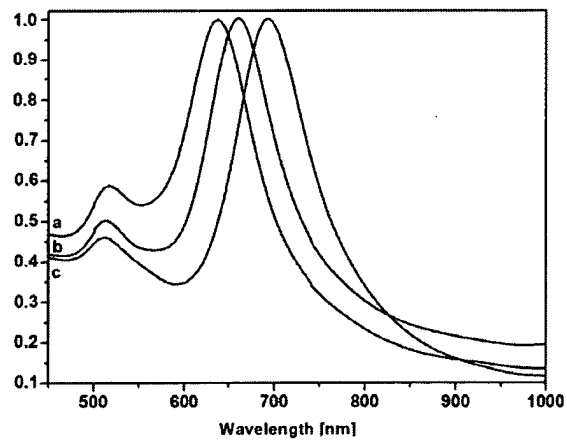
Карта распределения интенсивности свечения наночастиц на поверхности образца с маркерами, обозначающими границы верхней области свечения

Рис. 5



Изображения наночастиц с различным соотношением длины к диаметру: а - 1,5, b - 2, с - 2,5. б)

Рис. 6



Спектр поглощения K (отражение $R = 1 - K$) золотых наночастиц (стержней) в относительных единицах с соотношением размеров: а - 1.5, b - 2, с - 2,5.

Рис.7