

УДК 620.179.111.3

И.А. Тиунов, инженер, НИЛ «Центр нанодиагностики», РГУ нефти и газа имени И. М. Губкина; **М.Ю. Зиангирова**, к.т.н., инженер, НИЛ «Центр нанодиагностики», РГУ нефти и газа имени И. М. Губкина; **М.С. Котелев**, к.х.н., м.н.с., НИЛ «Центр нанодиагностики», РГУ нефти и газа имени И. М. Губкина; **Д.С. Колицын**, инженер, НИЛ «Центр нанодиагностики», РГУ нефти и газа имени И. М. Губкина; **М.В. Горбачевский**, инженер, НИЛ «Центр нанодиагностики», РГУ нефти и газа имени И. М. Губкина; **А.А. Новиков**, к.х.н., заведующий лабораторией, НИЛ «Центр нанодиагностики», РГУ нефти и газа имени И. М. Губкина

СЕЛЕКТИВНОЕ ПО РАЗМЕРУ ДЕТЕКТИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ ДЕФЕКТОВ ПРИ ПОМОЩИ ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ НАНОЧАСТИЦ ЗОЛОТА

Пенетрантные методы обнаружения поверхностных дефектов являются важной группой методов неразрушающего контроля [1]. Актуальной проблемой является разработка пенетрантных методов, позволяющих обнаруживать и различать по размерам дефекты менее дифракционного предела (от 200 до 350 нм для безымерсионного наблюдения в видимом диапазоне). В нашей работе продемонстрировано селективное по размеру контрастирование дефектов размерами от 130 нм при помощи наночастиц золота.

Ключевые слова: неразрушающий контроль, капиллярные методы, фотолюминесценция, наночастицы.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Модельные поверхностные дефекты были изготовлены на поверхности трубной стали класса прочности X70 при помощи травления сфокусированным ионным пучком (JIB-4501, Jeol, Япония). Модельные дефекты представляли собой канавки различной ширины: 2500, 400, 200 и 130 нм (рис. 1).

Для детектирования поверхностных дефектов были синтезированы наночастицы золота различного размера: 252 ± 45 нм [2] и 66 ± 8 нм [3]. Для обнаружения наночастиц на поверхности металла используется их фотолюминесценция, возбуждаемая фемтосекундным лазером в ИК-диапазоне. При этом спектры фотолюминесценции наночастиц содержат как пик второй гармоники лазера, генерируемой на поверхности наночастиц [4], так

и широкий фотолюминесцентный фон [5]. При сканировании образца фотолюминесценция наночастиц детектируется фотоэлектронным умножителем в виде интегрального сигнала. Процедура детектирования дефектов состоит из следующих шагов: обработка поверхности суспензией наночастиц золота размером 252 ± 45 нм, сканирование поверхности (получение карты фотолюминесценции), обработка того же участка поверхности суспензией наночастиц золота размером 66 ± 8 нм и повторное сканирование.

Для подтверждения наличия или отсутствия наночастиц в модельных дефектах поверхность металла была исследована при помощи сканирующей электронной микроскопии (JIB-4501, Jeol, Япония) после нанесения суспензии крупных наночастиц.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Обнаружение фотолюминесцентных наночастиц металлов может быть успешно проведено на поверхности других металлов, не обладающих люминесцентными свойствами при выбранном типе возбуждающего излучения. При этом достигается высокое соотношение сигнал/шум для построения карт фотолюминесценции, позволяющее детектировать даже одиночные наночастицы [6]. Вид спектров фотолюминесценции наночастиц золота показан на рисунке 2.

Анализируя карты фотолюминесценции наночастиц на поверхности исследуемого образца, можно сделать выводы о размещении и взаимной ориентации крупных дефектов.

Методом СЭМ (сканирующей электронной микроскопии) подтверждено, что наночастицы золота ди-

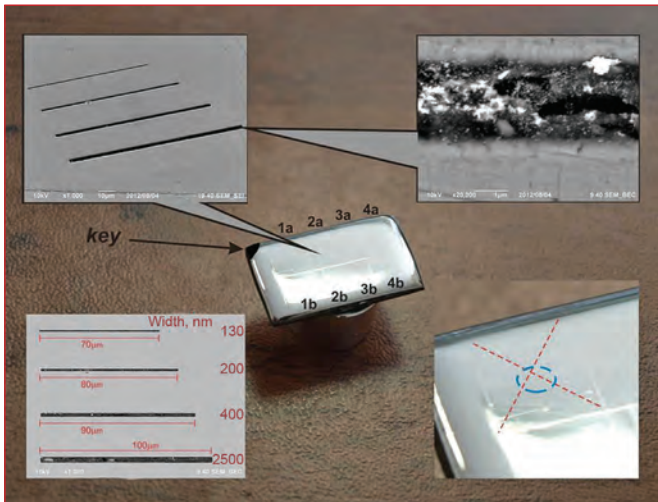


Рис. 1. Образец с модельными дефектами различной ширины: общий вид и микрофотографии модельных дефектов

аметром 252 ± 45 нм контрастируют дефект шириной 400 нм, также контрастируют дефект шириной 200 нм, но в меньшей степени, и практически не контрастируют дефект шириной 130 нм. Микрофотографии контрастированных модельных дефектов показаны на рисунке 3. Следует отметить, что благодаря селективному контрастированию дефектов по размерам отпадает необходимость в повышении пространственного разрешения детектора, что в дальнейшем позволит упростить и удешевить его конструкцию. Действительно, для экспрессного обследования образ-

ца с нанесенными наночастицами достаточно включения в конструкцию сканера фемтосекундного лазера, набора фильтров, объектива и фотоэлектронного умножителя. При этом размеры одного пикселя карты фотолюминесценции можно задавать диаметром пятна лазера и шагом сканирования при условии обеспечения достаточной мощности возбуждающего излучения в расчете на единицу площади поверхности исследуемого образца. Оснащение сканера фотолюминесценции достаточно мощным лазером обеспечит одновременно высокую экспрессность сканиро-

вания и высокую чувствительность метода – детектирование дефектов шириной раскрытия менее 1 мкм позволяет отнести разработанный метод к I классу чувствительности по ГОСТ 18442-80.

Таким образом, обработка поверхности стали наночастицами золота различного размера может быть использована для селективного по размеру детектирования поверхностных дефектов.

Работа осуществлена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках выполнения базовой части Государственного задания (проект № 1256).

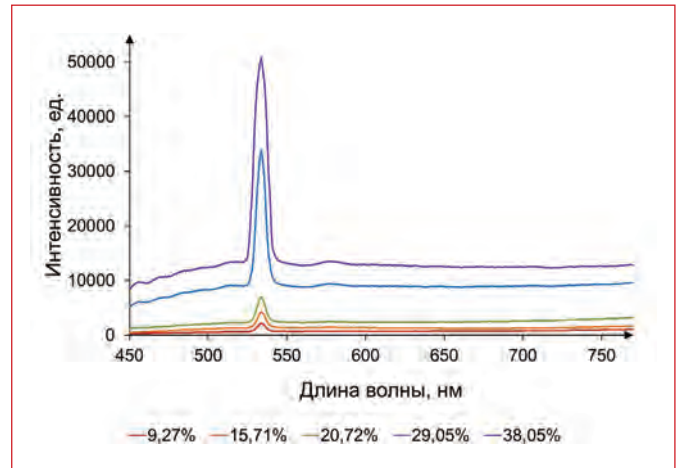


Рис. 2. Спектры фотолюминесценции наночастиц золота на поверхности металла при различной мощности возбуждающего лазерного излучения (указана мощность лазера в процентах от максимальной)

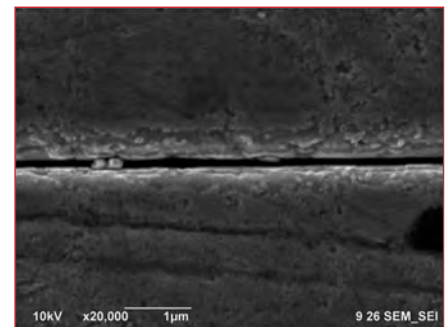
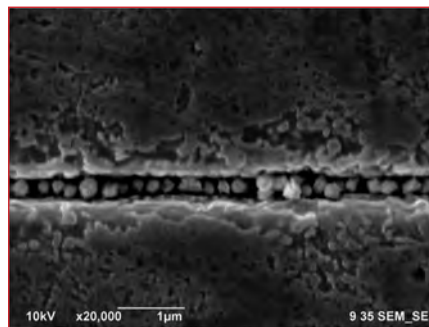
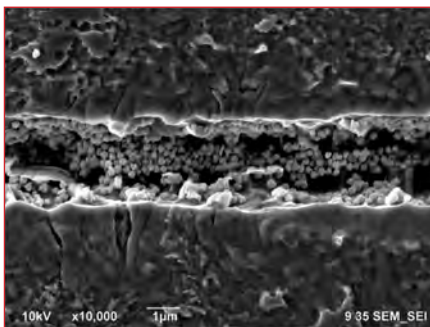


Рис. 3. Микрофотография СЭМ модельных дефектов шириной 2500 нм (А), 400 нм (Б) и 130 нм (В), контрастированных наночастицами золота размером 252 ± 45 нм

Литература:

1. Hernandez-Valle F., Clough A.R., Edwards R.S. Corrosion Science, 2014, 78, 335–342.
2. Bastus N.G., Comenge J., Puntès V. Langmuir, 2011, 27, 11098–11105.
3. Wang H., Halas N.J. Advanced Materials, 2008, 20, 820–825.
4. Hubert C., Billot L., Adam P.M. et al. Applied physics letters, 2007, 90, 181105.
5. Apell P., Monreal R., Lundqvist S. Physica Scripta, 1988, 38, 174–179.
6. Deng H.-D., Li G.-C., Dai Q.-F., Ouyang M., Lan S., Trofimov V.A., Lysak T.M. Nanotechnology, 2013, 24, 075201.