

Capitolul V. ANALIZE MACRO-MICROSCOPICE

5.1. Analiza macroscopică - aspecte teoretice

5.2. Analiza suprafețelor de rupere sau de solidificare

5.1. Analiza macroscopică - aspecte teoretice

Analiza macroscopică constă din examinarea cu ochiul liber, cu lupa sau stereomicroscopul (mărire maximă 50x), a aspectului exterior al pieselor sau al unei suprafețe special pregătite.

Examinarea macroscopică trebuie să constituie prima etapă a unei analize metalografice. Ea cere un minim de pregătire și dă informații privind natura materialului, particularitățile structurii de turnare, caracterul și calitatea prelucrării ulterioare ce conferă forma și proprietățile finale (deformare plastică, aşchiere, sudare, tratamente termice sau termochimice, etc.), caracterul ruperii și cauzele acesteia.

Totodată analiza macroscopică permite alegerea zonelor din piesa studiată, care trebuie ulterior supusă unei analize microscopice mai amănunțite.

Studiul macroscopic se poate efectua pe suprafețe de rupere (casuri), de solidificare sau pe suprafețe șlefuite și atacate cu un reactiv.

5.2. Analiza suprafețelor de rupere sau de solidificare

Natura materialului

Informații privind calitatea materialului se pot obține prin corelarea *culorii* cu densitatea, proprietățile magnetice, rezistența la coroziune a materialului. Astfel, Cu are culoarea roșie; alamele cu max. 10% Zn, bronzurile cu Sn, Pb sau Be – roșiatică; alamele cu mai mult de 10% Zn, bronzurile cu Al – galben, galben – verzui; aluminiul și nichelul – gri deschis, puțin mai închis oțelul; zincul – gri albăstrui; fonta-albă, staniul – alb argintiu; fontele cenușii – gri închis. În casura proaspătă a fontelor cenușii, grafitul se desprinde ca un praf negru, unsuros.

După *densitate*, materialele metalice sunt: ultraușoare ($r < 2 \text{ g/cm}^3$): Mg, Be; ușoare ($2 < r < 4$): Al, Si; semiușoare ($4 < r < 6$): Ti, V, Ge; grele ($6 < r < 10$): Zn, Sn, Cr, Mn, Fe, Co; foarte grele ($10 < r < 15$): Ag, Pb, Hg; deosebit de grele ($r > 15$): Au, Pt, Os.

După proprietățile *magnetice*, materialele pot fi:

- *diamagnetice*, slab respinse de câmpul magnetic: Cu, Au, Ag, Zn;
- *paramagnetice*, slab atrase de câmpul magnetic: Al, Bn, Mg, Pt, Cr, Ti, oțel inoxidabil austenitic etc;
- *feromagnetice*, puternic atrase de câmpul magnetic: Fe, Co, Ni și aliajele lor, feritele, etc.

După *rezistența la coroziune*, exprimată prin viteza de coroziune, materialele: se pot clasifica în: necorodabile ($v < 0,001$ mm/an); stabile ($v < 0,05$ mm/an); corodabile ($v > 1$ mm/an).

Materialele necorodabile și stabile se acoperă cu o peliculă de reacție protectoare; cele corodabile formează un strat poros de reacție ce evoluează în timp. Astfel, probele din oțel inoxidabil sunt necorodabile în atmosferă normală. până la 780°C .

Structura și defectele de solidificare

În casura unui lingou se poate urmări structura acestuia. Se disting trei zone cu granulație diferențiată: zona exterioară cu granulație fină, zona columnară dendritică și zona centrală cu grăunți echiaxiali mari. Extinderea acestor zone depinde de compoziția chimică și condițiile de turnare. Astfel, structura echiaxială cu bune proprietăți de deformare este favorizată de prezența impurităților, viteze lente de răcire, agitarea topiturii (fig. 3.1).

Secțiunea longitudinală prin lingou pune în evidență defectele de solidificare. La un oțel necalmat ($\text{Si} < 0,07\%$), *retasura* (golul de contracție) este dispersată în masa metalică (fig.3.2.a). La un oțel calmat ($\text{Si} > 0,17\%$), retasura este concentrată, închisă printr-o punte, ca în figura 3.2.b.

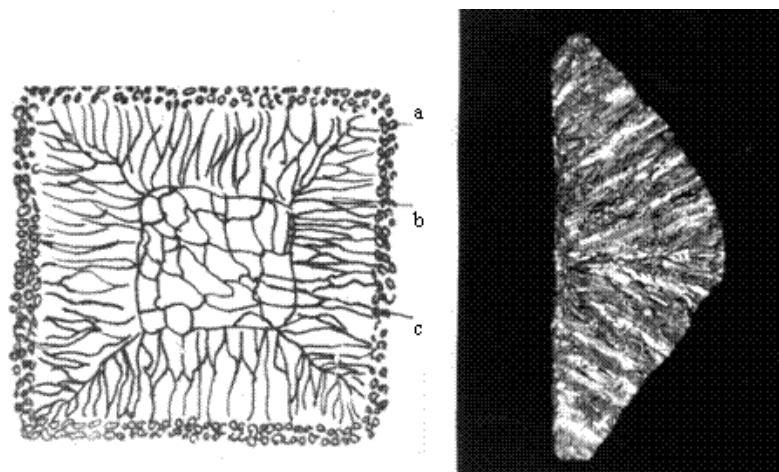


Fig. 3.1. Secțiune transversală printr-un lingou.

a-zona grăunților echiaxiali fini; b-zona grăunților columnari; c-zona grăunților echiaxiali grosieri

În jurul retasurii se adună impuritățile, determinând neomogenități chimice – *segregații*, care se disting cu ochiul liber prin cloritul diferit de al masei metalice.

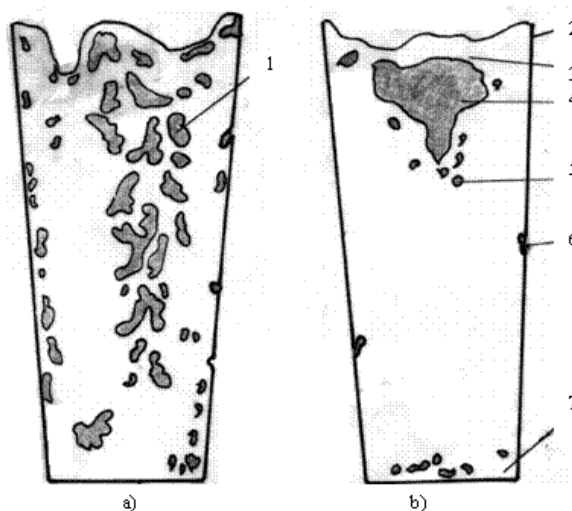


Fig. 3.2. Secțiune longitudinală în lingou.

a-oțel necalmat; b-oțel calmat.

1-retasură dispersată; 2-cap lingou; 3-punte; 4-retasură concentrată; 5-sufluri; 6-pori; 7-picior lingou;

La oțelul calmat în jurul retasurii apar *suflurile*, goluri datorate gazelor (CO_2 , N_2 , H_2) neevacuate. La oțelul necalmat se formează o coroană de sufluri marginale la baza lingoului (fig. 3.3). Suflurile au suprafața neoxidată și se sudează la laminare sau forjare. Cele care comunică cu exteriorul – *porii* – au suprafața oxidată și nu se pot suda.(fig. 3.2).

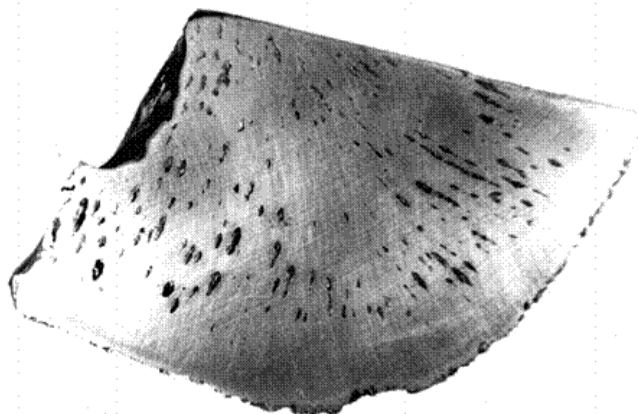


Fig. 3.3. Coroana de sufluri marginale într-un lingou din oțel necalmat

Retasurile, suflurile și porii sunt defecte de compactitate, care dacă nu sunt eliminate prin tăiere, decojire, deformare, pot constitui amorse de fisuri, crăpături, ruperi, care se amplifică în timpul deformării plastice.

În retasura unor lingouri se poate constata prezența unor formațiuni arborescente numite *dendrite*. Suprafața lor de solidificare evidențiază că, în condiții de răcire rapidă și nedirijată, creșterea grăunților cristalini are loc arborescent după direcții preferențiale de creștere.

Caracterul și cauzele ruperii

Ruperea poate interveni voit pe epruvete de încercări mecanice sau prin avariarea unor piese. Analiza macroscopică are ca scop interpretarea comportării materialului încercat sau stabilirea cauzelor avariei. În acest ultim caz, este necesară asamblarea cu grijă a fragmentelor, pentru a nu provoca abraziuni pe suprafețele cercetate. Factorii care trebuie luați în considerație sunt: deformarea asociată ruperii, aspectul suprafeței de rupere, coroziunea produsă, numărul, mărimea și localizarea fragmentelor.

Ruperea se poate produce la aplicarea unei suprasarcini sau este progresivă sub sarcini mici și variabile – rupere prin oboseală.

Ruperea la suprasarcină poate fi ductilă sau fragilă. *Ruperea ductilă* este însoțită de deformare plastică prealabilă și are aspect mat, fibros. La o epruvetă de tracțiune din oțel recopt cu 0.2 % C, se observă gătuirea epruvetei și ruperea tip con – cupă. Ruperea la încovoiere prin șoc produce o suprafață puternic deformată, aspră.

Ruperea fragilă – nu prezintă deformare plastică prealabilă și are aspect cristalin, strălucitor, grosier. La epruvetele de tracțiune sau de reziliență, suprafața de rupere este plană iar la sollicitarea la torsiune este elicoidală, (fig.3.6).

Caracterul ruperii este influențat de: compoziția chimică, structură, tratamentul termic aplicat, stare de tensiuni, temperatură etc.

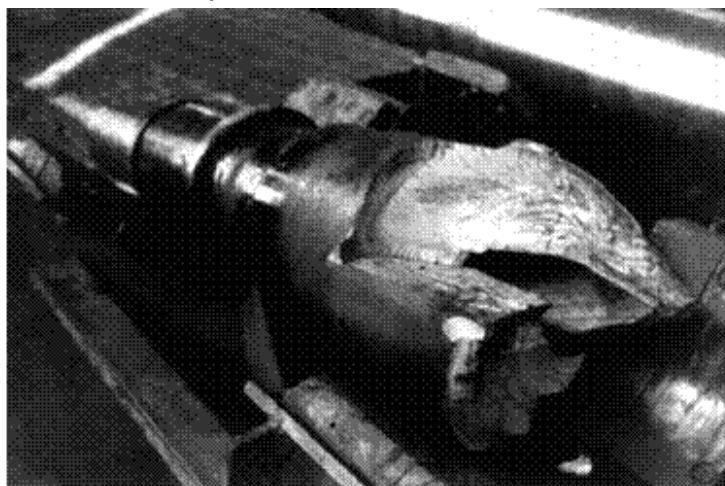


Fig.3.6. Arbore rupt prin sollicitare la torsiune

Un oțel turnat sau călit are rupere fragilă. Același oțel după normalizare sau îmbunătățire se comportă ductil. Un oțel silicios are în casura unei epruvete Charpy (pentru determinarea rezilienței) o rupere fragilă, datorită granulației grosiere și alierii cu siliciu. Alierea unui oțel cu elemente carburigene, cu efect de finisare a granulației, mărește ductilitatea. Un oțel rapid aliat cu wolfram (marca Rp 3), în stare călită, prezintă ruptură “tip porțelan”.

Majoritatea oțelurilor prezintă temperatură de tranziție ductil – fragil sub care materialul se comportă fragil. În fig. 3.5. se prezintă probe de reziliență din oțel de cazane K52 normalizat, sollicitate la diferite temperaturi. Se observă la “-20 °C” temperatura de tranziție T_D , cu 50% casură fibroasă și 50% cristalină.

Prezența unor defecte de solidificare sau de la prelucrările ulterioare (picături reci, sufluri, segregatii, incluziuni nemetalice, fisuri) favorizează ruperea fragilă prematură. Fisuri cu efect de fragilizare pot apare la răcirea rapidă în timpul călirii, recunoscute prin decolorarea suprafeței de rupere în cursul revenirii ulterioare. De asemenea, hidrogenul absorbit la încălzirea pieselor în atmosferă de H_2 , sau la decaparea în medii acide determină apariția fulgilor cu efect de fragilizare. Fulgii sunt microfisuri, care au aspect de pete strălucitoare în suprafața de rupere (fig. 3.7).

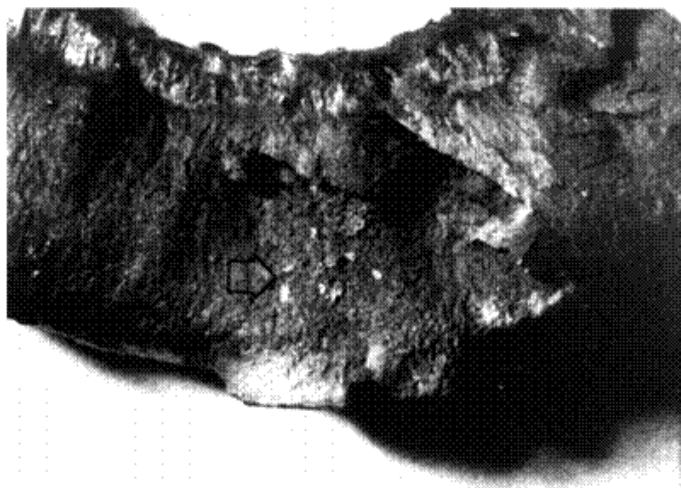


Fig. 3.7. Aspectul fulgilor în suprafața de rupere

Aspectul unei *ruperi prin oboseală* este apropiat de cel fragil, deoarece îi este asociată o mică deformare plastică. Suprafețele de rupere sunt relativ netede. Deoarece ruperea este progresivă piesele supuse la oboseală au în general o suprafață de rupere caracteristică pe care se disting următoarele zone(fig.3.8):

-*amorsa de fisură* care poate fi un concentrator de tensiune: incluziune nemetalică, neregularitate superficială, microfisuri de călire etc.

-*zona ruperii în exploatare*, mai netedă, cu linii de așteptare, cu aspect de dune de nisip, care indică propagarea intermitentă a fisurii. Cu cât fisura avansează liniile de așteptare se măresc și se distanțează, astfel încât localizarea celor mai mici linii indică amorsa de fisurare;

-*zona ruperii statice*, cu aspect cristalin mai grosier, fibros care se produce atunci când secțiunea devine subcritică.

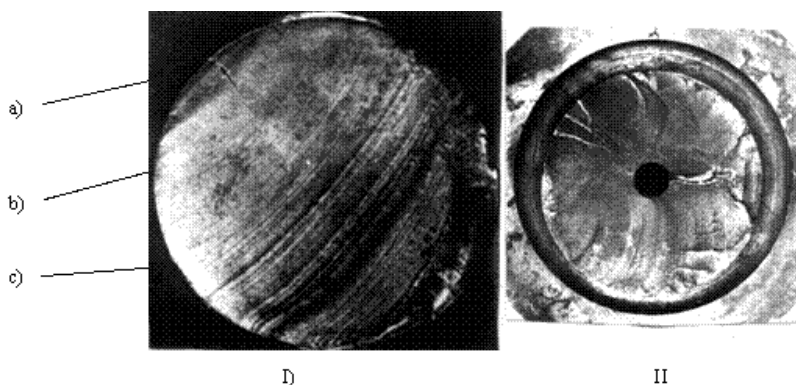


Fig.3.8. Arbori ruți prin oboseală.

I)-Arbore rupt prin Incovoiere rotativă; II)-Arbore rupt prin torsiune.

a) amorsa de fisură ; b) casura de rupere în exploatare ; c)-casura de rupere statică ;

Mărimea stratului carburat

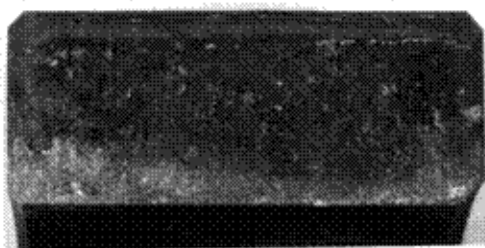


Fig. 3.9. Strat carburat într-o rolă de pod rulant

Îmbogățirea superficială în carbon modifică aspectul suprafeței de rupere. Astfel o rolă de pod rulant carburată și călită prezintă un strat superficial cu ductilitate mai redusă, cu aspect mat și granulație fină asociat cu un miez tenace, ductil cu aspect fibros. Stratul carburat se observă mai clar prin încălzire la $300 \square 350 \square \text{C}$, când miezul se acoperă cu o peliculă de oxid albastru deschis, iar stratul carburat albastru mai închis (fig.3.9).

1.2.2. Analiza macroscopică pe suprafețe șlefuite și atacate cu reactiv

Analiza macroscopică se execută pe suprafețe care au fost supuse unei prelucrări mecanice pentru obținerea unei suprafețe plane, apoi șlefuire pe hârtie metalografică (granulație min.200) și atac cu un reactiv adecvat scopului urmărit, conform STAS 4203-74 și STAS 11961-83 (tabel 3.1). Se pot pune în evidență: neomogenitățile chimice, discontinuitățile de material (porozități sufluri, fisuri) structura primară dendritică, liniile de deformare plastică, neomogenitățile chimice și structurale introduse de tratamentul termic sau termochimic, structura și defectele îmbinărilor sudate, etc.

a) Segregațiile.

Neomogenitățile chimice apărute în procesul solidificării determină neomogenități de structură și de proprietăți. La oțeluri prezintă interes segregația carbonului și a elementelor însoțitoare dăunătoare: sulfur și fosforul.

Segregația carbonului se evidențiază prin atac cu reactivul nital 5%. Zonele mai bogate în carbon apar mai întunecate (fig.3.10).

Cu ajutorul *amprentei Baumann* se fixează pe hârtie fotografică *segregația sulfurului*, conform STAS 7839-67.

Hârtia fotografică cu bromură de argint, de tip contrast, subțire, mată, se introduce pentru 2 minute într-o soluție de 5% H_2SO_4 în apă distilată. Se scoate, se scurge și se îndepărtează excesul de acid prin tamponare cu hârtie de filtru. Se așează pe o suprafață plană cu fața gelatinoasă deasupra.

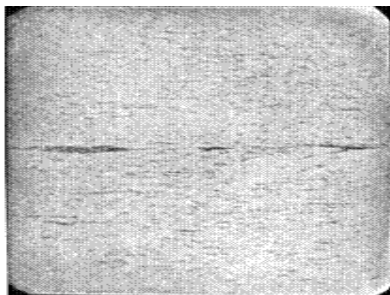


Fig. 3.10. Segregația carbonului. (atac cu nital 5%)



Fig. 3.12. Segregația fosforului și linii de deformare plastică evidențiate cu reactiv Oberhoffer

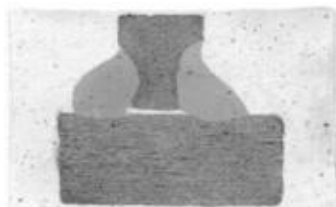


Fig. 3.11. Segregația sulfurului evidențiată prin amprente Baumann

Tabel 3.1. Reactivi pentru analiza macroscopică (STAS 11961-83)

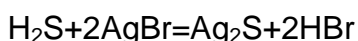
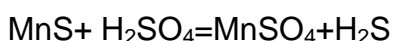
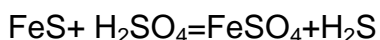
Nr. Crt	Reactiv	Conditii de atac	Utilizari
1	BAUMANN A: H_2SO_4 (1.84) 2-5% Apă distilată rest B: Tiosulfat Na: 200g Metabisulfat Na: 38g Apă 1 l	Hârtia fotografică este imersată 2 min. în soluția A, după care se așează în contact cu suprafața probei 30s-5min. Apoi se spală, se fixează 5min. în soluția B și se spală 15 min. cu curent de apă.	Pune în evidență segregația sulfurului
2	OBERHOFFER Clorură cuprică 1g Clorură stanoasă 0,5g Clorură ferică 30ml HCl (1,19) 50ml Apă distilată 520ml Alcool etilic 500ml	Proba lustruită este imersată în soluție până la acoperirea cu un strat roșu de cupru. După atac se spală cu alcool și puțin HCl.	Pune în evidență segregația fosforului. În câmp luminos, zonele bogate în P apar galbene strălucitoare pe fond întunecat, mat. În lumina obică efectul este invers.
3	HEYN Clorură cuprică amoniacală	Durata de atac 1-5 min. Cuprul depus se înlătură cu un tampon	Pune în evidență segregația P (zone cafenii) și C (zone

	10g Apă distilată 120ml	sub jet de apă.	negre)
4	FRY nr. 4 Clorură cuprică 90g HCl (1.19) 120ml Apă distilată 100ml	Încălzirea probei 5-30 min. la 200-250°C lustruire și atac prin ștergere. Spălare în alcool sau soluție HCl 1:1 pt. înlăturarea cuprului.	Pune în evidență linii de alunecare și urme de deformare în oțeluri cu %C scăzut.
5	IATEVICI HCl 3ml H ₂ SO ₄ 12ml Apă distilată 50ml	Temperatura 72-82°C, timp de atac 15-45 min.	Pune în evidență orientarea fibrelor, segregatii, porozități, incluziuni, strat durificat, pete moi la călire, la oțeluri, inclusiv inoxidabil.
6	NITAL HNO ₃ (1.4) 5ml Alcool etilic 95 ml	Durata de atac 1-5 min. apoi proba se introduce 1s în soluție 10% HCl	Adâncimea stratului cementat, decarburat, călit superficial, suduri.
7	ADLER Clorură cuprică amoniacală 3g Clorură ferică 15g HCl (1.19) 50cm ³ Apă distilată 25ml	Se dizolvă clorura cuprică, apoi HCl și la urmă clorura ferică. Atacul se face prin imersie, apoi spălare și uscare în aer cald	Pune în evidență structura și zona influențată termic a cusăturilor sudate din oțeluri carbon și slab aliate.
8	NISSNER A: HCl (1.19) B: Ferocianuri de K 20%	Hârtia fotografică îmbibată în soluția A se aplică pe proba lustruită, 2min. Developarea hârtiei în sol. B, 10 min.	Pune în evidență oxizii care se colorează albastru închis
9	HNO ₃ (1.4) 4- 10ml Apă distilată 90- 96 ml	Imersie sau tamponare 5-25 min. la 20°C	Evidențiază sufluri, porozități, fisuri, fulgi, suduri de oțeluri carbon și slab aliate
10	HCl (1.19) 100ml Apă 100ml	Durata de atac 5-45 min. la 60-80°C	Macroanaliza semifabricatelor din oțel. Excepție cele austenitice, feritice.

11	HCl (1.19) 100ml HNO ₃ (1.4) 10 sau 100ml Apă 100ml	Durata de atac:5-10min. la 60-70□	Macrostructura la oțeluri rezistente la coroziune și refractare, oțeluri austenitice
12	HCl (1.19) 40ml HNO ₃ (1.4) 40ml HF 10ml Apă distilată 150ml	Durata de atac:1-10 min. la 20□ C	Macrostructura în aliaje de Al
13	Clorură ferică 10ml HCl (1.19) 30ml Apă distilată 120ml	Durata de atac:2-5 min. la 20□ C	Macrostructura în aliaje de Cu și Ni.

Proba bine șlefuită, se degresează în alcool și se usucă, după care se aplică pe fața sensibilă a hârtiei, 30 secunde □ 5minute, evitând alunecarea. După ridicarea probei, hârtia fotografică se spală în curent de apă, se introduce în soluția de fixare 5 min., după care se spală 15 min. în curent de apă și apoi se usucă pe o suprafață plană.

Reacțiile care au loc sunt următoarele:



Segregația sulfurului este evidențiată de sulfura de argint, sub formă de pete și puncte de culoare cafenie închisă (fig. 3.11).

Dacă proba are dimensiuni mari, se aplică hârtia fotografică pe suprafața probei. Bulele de gaz care se formează între hârtie și probă se elimină cu un rulou de cauciuc sau cu o baghetă de sticlă. În caz contrar, pe hârtie apar pete luminoase ce denaturează analiza.

Dacă este necesară executarea mai multor amprente pe această probă, se impune îndepărtarea unui strat de minimum 0.5 mm după fiecare amprentă.

Reactivul Oberhoffer pune în evidență *segregația fosforului*. Proba lustruită este imersată în soluția de atac (compoziția din tabel 3.1) până la acoperirea cu un strat roșu de cupru, apoi este spălată în alcool. Privită în lumină perpendiculară, prezintă zonele bogate în fosfor galbene strălucitoare pe fond întunecat (fig.3.12).

Reactivul Heyn, evidențiază *segregația carbonului și fosforului*. După atac 1÷5 min., proba se spală pentru înlăturarea cuprului depus. Zonele bogate în carbon apar întunecate, cele bogate în fosfor apar cafenii. Se recomandă pentru oțeluri cu mai puțin de

0.6%C. La creșterea conținutului de C, depunerea de cupru se îndepărtează greu de pe probă.

b) Discontinuități de material

Pentru determinarea defectelor care perturbă continuitatea materialului semifabricat se folosesc reactivi cu acțiune profundă, conform STAS 11961-83 (tabel 3.1). Se pun astfel în evidență porozități, segregatii, sufluri, solidificare în straturi, benzi de culoare deschisă, fulgi, etc.

c) Identificarea procedului de fabricație

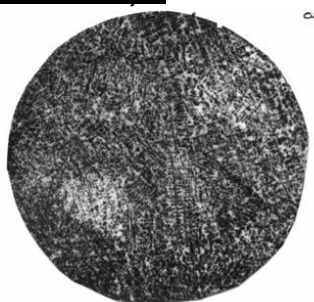


Fig. 3.13. Segregația dendritică în oțel turnat

Neomogenitatea chimică relevată prin macroanaliză permite identificarea procedului de fabricație al pieselor: turnare, forjare sau așchiere. Piesa turnată prezintă structură dendritică specifică. Prin atac cu o soluție 5÷10% acid azotic în apă distilată se relevă structura dendritică de turnare în oțelurile cu conținut redus în carbon, elemente de aliere și elemente dăunătoare. Zonele axiale ale dendritelor sunt atacate mai intens decât cele interaxiale (fig. 3.13).

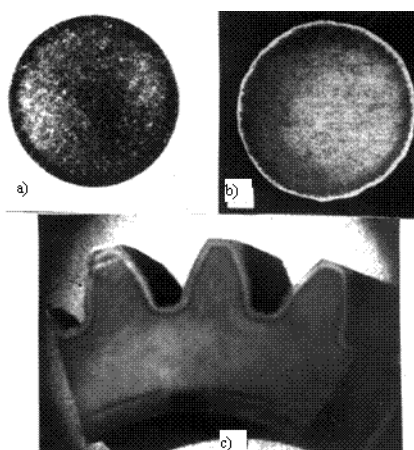


Fig. 3.15. Macroscopia unei piese: a) carburată, b) decarburată, c) calitate superficială. (atac cu nital 5%)

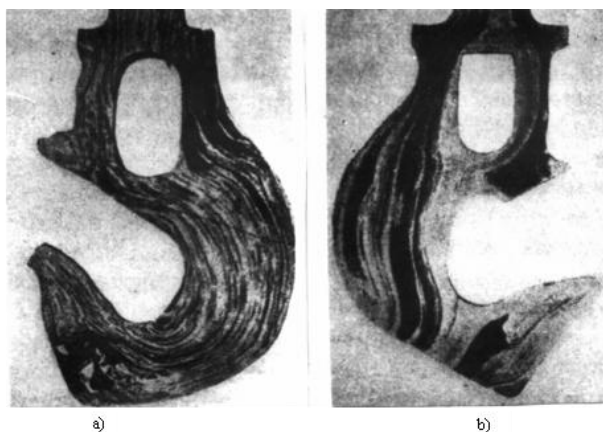


Fig.3.14. Linii de deformare plastică la un cârlig de macara forjat (a) și prelucrat prin aşchiere (b).

Oțelul forjat sau laminat relevă o structură fibroasă, ca urmare a atacării mai intense a zonelor cu segregatii și incluziunilor alungite după direcția de curgere a metalului. Pieseile obținute prin deformare plastică au continuitatea fibrajului (fig.3.14.a) spre deosebire de cele aşchiate la care fibrajul este întrerupt (fig.3.14.b). Deoarece rezistența, plasticitatea, tenacitatea sunt ridicate de-a lungul fibrelor, se urmărește ca la piesele solidificate dinamic cu sarcini mari (arbori cotiți, bieie, cârlige de macara, etc.) tensiunile maxime din exploatare să fie de-a lungul fibrelor.

d).Mărimea stratului tratat termic sau termochimic

Prin atac cu nital 5% se evidențiază mărimea stratului carburat (fig. 3.15.a) de culoare mai întunecată, a stratului decarburat (fig.3.15.b) sau a stratului călit superficial (fig.3.15.c) de culoare mai deschisă față de miezul piesei.

e).Calitatea îmbinărilor sudate

Epruvete cu secțiune transversală sau longitudinală a cordonului de sudură, șlefuite, sunt introduse în reactiv Adler (tabel 3.1) sau nital 5÷10% până la apariția imaginii cusăturii. Se diferențiază materialul de bază, zona influențată termic la sudare, cordonul de sudură și eventuale defecte: pori, fisuri, etc. La sudarea în mai multe straturi se observă ordinea de depunere a acestora (fig.3.16).

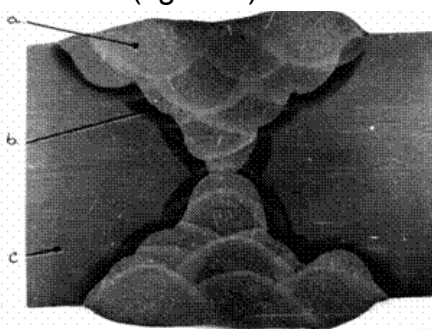


Fig.3.16. Macroscopia unei îmbinări sudate: a) materialul de bază ; b) zona influențată termic la sudare, c) cordonul de sudură (atac cu nital 5%)

1.3. Condiții de lucru

-Metoda de lucru: analiza macroscopică;

-Aparatură: lupă, stereomicroscop, magnet permanent;

-Reactivi: pentru amprenta Baumann, Nital 5%, soluție Cu_2SO_4 ;

-Materiale: hârtie metalografică de granulație 200-400, hârtie fotografică, hârtie de filtru;

- Probe macro: oțel turnat, forjat, laminat, sudat, carburat, călit superficial;
- Probe fractografice: epruvete de tracțiune, reziliență, torsiune, piese carburate rupte prin oboseală, lingouri.

3.4. Mod de lucru

Se vor analiza macroscopic suprafețele de rupere și de solidificare de la probele existente în laborator.

Se vor determina experimental: segregatia sulfurului, și carbonului, calitatea sudurilor și a tratamentelor termice (călire superficială, decarburare) și termochimice (carburare).

2. Analiza microscopica

2.1 Microscopia Roentgen

Pentru a obține informații structurale cât mai detaliate și mai profunde despre obiectele (probele) cercetate se utilizează pe larg **microscopia Roentgen**, bazată pe difracția radiației Roentgen (radiației X). Abaterea în cristale a unităților structurale de la repartizarea lor periodică duce la schimbarea direcției și a intensității radiației X care, fiind înregistrată pe filmul fotografic, redă *topograma* obiectului de investigare. Metodele microscopice Roentgen permit studierea atât a defectelor individuale, cât și a defectelor în ansamblu. Ele se folosesc pe larg pentru investigarea monocristalelor semiconductoare cu densitatea dislocațiilor relativ mică

$$\rho_{disl} \leq 10^6 \text{ cm}^{-2}$$

2.1.1. Metoda Lang

Dacă cristalul va fi supus acțiunii unui fascicul de radiație Roentgen paralel și monocromatic de secțiune suficient de mare astfel, încât cristalul se va afla în poziția reflectoare, atunci "*reflexul*" va avea dimensiunile acestuia și va reda structura lui interioară. În cazul surselor obișnuite de radiație Roentgen și cristalelor comparativ subțiri pentru care se respectă condiția $\mu x < 1$, unde μ este coeficientul liniar de atenuare, x – grosimea cristalului, Lang a propus următorul montaj care poartă denumirea de metoda Lang. Raza fină monocromatică de radiație Roentgen (fig.2.1.) cade pe cristalul fixat în poziția reflectoare. Pentru obținerea unei rezoluții maxime în direcția Bragg, care este determinată de setul lungimilor de undă din componența radiației S, se utilizează numai componenta $K_{\alpha 1}$. Separarea componentei $K_{\alpha 2}$ se realizează prin instalarea în calea fasciculului primar a paravanului S_1 cu o fantă îngustă. Fanta în paravanul S_2 , care servește ca protecție pentru pelicula fotografică contra fasciculului primar, lasă să treacă numai fasciculul difractat. În scopul obținerii imaginii a întregului cristal, acestuia și concomitent peliculei fotografice li se comunică o mișcare de du-te-vino (baleiaj) în direcția paralelă cu suprafața cristalului (fig.68). Astfel se obține imaginea – **microroentgenograma (topograma)** întregului cristal.

În cazul când cristalul conține o imperfecțiune, de exemplu dislocația, atunci la trecerea undei prin ea va apărea un defazaj în raport cu unda ce nu întâlnește imperfecțiunea. Asemenea contrast de fază modifică imaginea locului respectiv pe topogramă (peliculă fotografică) în raport cu alte regiuni ale cristalului.

În metoda Lang sectoarele deformate ale rețelei se manifestă ca regiuni de **intensitate majorată** (pe pelicula fotografică regiunile de **înnegrire majorată**).

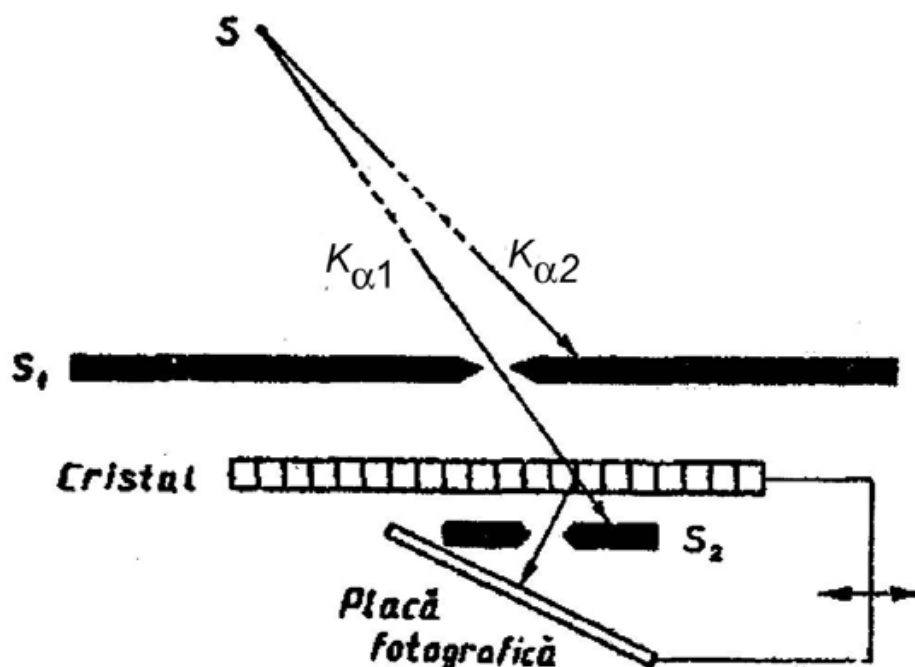


Fig.2.1. Metoda topografiei Roentgen după Lan

Majorarea intensității razelor reflectate de sectoarele deformate ale rețelei se explică prin reducerea influenței **extincției primare**. În vecinătatea liniilor de dislocații rețeaua spațială deformată se comportă asemănător cristalului de mozaic ideal, în care fenomenul extincției primare lipsește și din acest motiv razele reflectate de această regiune sunt mai intense în raport cu razele reflectate de alte regiuni mai perfecte. Contrastul de acest tip se numește **contrast de extincție**.

Contrastul maxim al dislocațiilor (înnegrire maximă) pe microroengenograme de difracție (topograme) se obține la reflexie de la cele mai deformate plane, adică când **vectorul Burgers \mathbf{b}** este perpendicular pe planul reflector. În cazul acesta se respectă condiția:

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{H}_{hkl} = 1$$

unde \mathbf{H}_{hkl} este vectorul rețelei reciproce a planului reflector (reflexia utilizată). La reflexiile pe planele în care se află vectorul Burgers, când se respectă condiția

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{H}_{hkl} = 0$$

contrastul dislocațiilor nu se observă. Considerentele menționate se folosesc la determinarea vectorului Burgers al dislocațiilor: se **obțin topograme pentru câteva reflexii**. Topograma cu contrastul maxim se obține la reflexia pe planul, vectorul rețelei reciproce al căreia coincide cu direcția vectorului Burgers. Pentru a ne imagina aranjarea spațială a dislocațiilor este necesar să se obțină topograme ale reflexiilor de tipul hkl și $h\bar{k}l$.



Fig. 2.2. Topografia siliciului deformat, obținută după metoda lui Lang

Prin metoda Lang dislocațiile individuale pot fi evidențiate numai în cazul când densitatea acestora în probă nu depășește 10^6 cm^{-2} .

În fig.2.2 este prezentat un exemplu de structură cu dislocații evidențiate prin metoda Lang. Pe topogramă se observă imaginea izvorului de dislocații (izvorul Frank-Read) în cristalul de siliciu deformat prin răsucire. În ultimul timp la aplicarea metodei Lang în calitate de sursă se utilizează radiația Roentgen sincrotronă ce contribuie la o reducere considerabilă a timpului de expozitie (secunde) și permite studiul proceselor modificării structurii reale la deformare, tranzițiilor de fază, tratării cu radiații, diverselor tratări tehnologice ale cristalelor.

2.1.2. Metoda Borrmann

Pentru studierea imperfecțiunilor în cristale cu absorbție sporită ($\mu x \gg 1$, unde μ este coeficientul de atenuare al radiației X, x – grosimea cristalului) o largă utilizare a căpătat una dintre cele mai sensibile metode ale microroentgenogafiei de difracție – metoda Borrmann.

Metoda Borrmann se bazează pe **efectul de trecere anomală a fascicului monocromatic Roentgen prin cristal, dacă acesta se află în poziția reflectoare**. Efectul se explică prin faptul că fasciculul monocromatic incident pe cristal formează în interiorul acestuia unde cvasistaționare A și B defazate cu π (fig.2.3). Dacă fasciculul primar S_0 formează cu setul de plane (hkl) ale cristalului unghiul Bragg θ , atunci pentru una dintre unde A ventrele se vor afla între plane (nodurile vor coincide cu planele atomice), iar pentru altă undă B ventrele vor coincide cu planele reflectoare (nodurile se vor afla între plane). Ca rezultat va avea loc trecerea anomală a primei unde A și absorbția puternică (anomală) a celei de-a doua unde B. Prima undă aproape că nu se va absorbi. La o grosime suficientă a cristalului unda a doua va suferi o absorbție completă, iar prima undă va trece fără absorbție. La ieșirea din cristal prima undă se va diviza în două fascicule: transmis și difractat.

Formarea în cristalul suficient de gros a două câmpuri de undă și absorbția unui câmp se explică prin *teoria dinamică* a difracției. În cristalul subțire aceste câmpuri vor interfera și fenomenul trecerii anormale prin acesta a razelor Roentgen (*efectul Borrmann*) nu se va observa.

Efectul Borrmann mai poate fi explicat prin analogia cu **fenomenul de canelare** a particulelor. Să ne imaginăm că cristalul este tăiat după planul reflector astfel încât între ambele jumătăți se formează o fisură (fig. 2.4). Dacă fasciculul nimerește în această fisură sub unghiul Bragg, atunci în urma reflexiilor succesive pe ambele jumătăți ale cristalului, care pot fi considerate niște oglinzi, fasciculul se va deplasa și va ieși în două direcții ca fascicule de intensități egale aproape fără pierderi de energie.

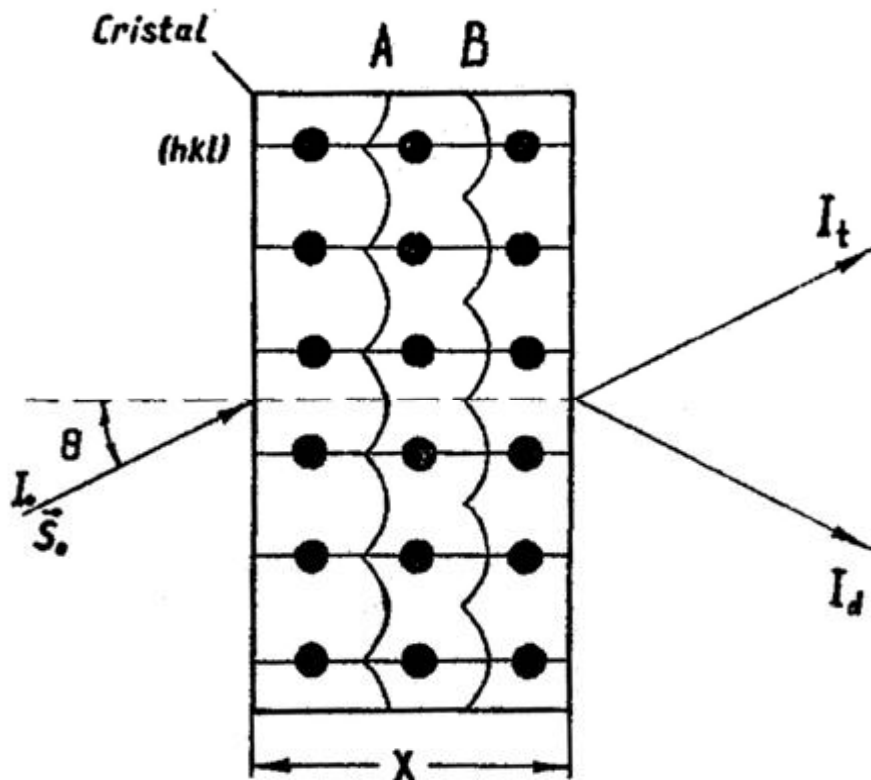


Fig. 2.3. Modelul fizic al efectului Borrmann

Orice distorsiuni ale rețelei, care conduc la devierea elementelor acesteia în raport cu planele reflectoare, de exemplu, existența dislocațiilor reduc efectul anomal de trecere a radiației Roentgen. Deci, aceste defecte se vor traduce pe microroentgenograme prin apariția domeniilor de intensitate redusă. Existența dislocațiilor dereglează structura cristalină (apar extraplane) și ca urmare are loc majorarea locală a coeficientului de absorbție. Pe microroentgenogame liniile de dislocații se vor obține mai luminoase în raport cu fondul.

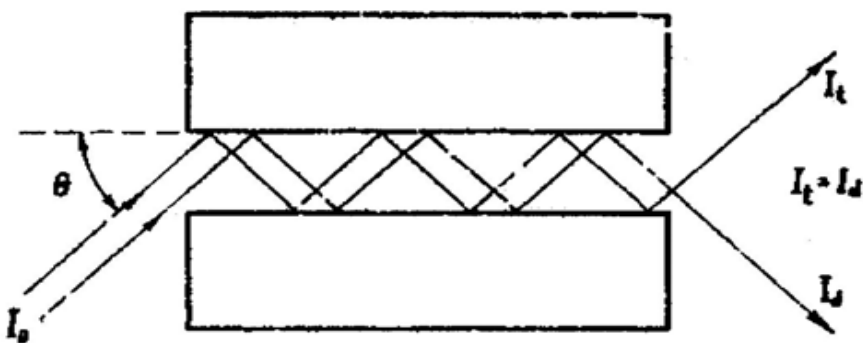


Fig. 2.4. Ilustrația analogiei dintre canalizarea particulei și efectul Borrmann.

În fig.2.5 este prezentată schema de fotografiere prin metoda Borrmann. Proba se va fixa în poziția reflectoare pentru planele normale la suprafața acesteia. Filmul se va instala sau distanța de la cristal sau în imediata lui suprafață. În primul caz se vor observa separat fasciculele transmise și difractate, în al doilea caz - aceste fascicule se vor suprapune. În fața filmului se poate instala un paravan astfel încât pe film se va înregistra numai fasciculul transmis.

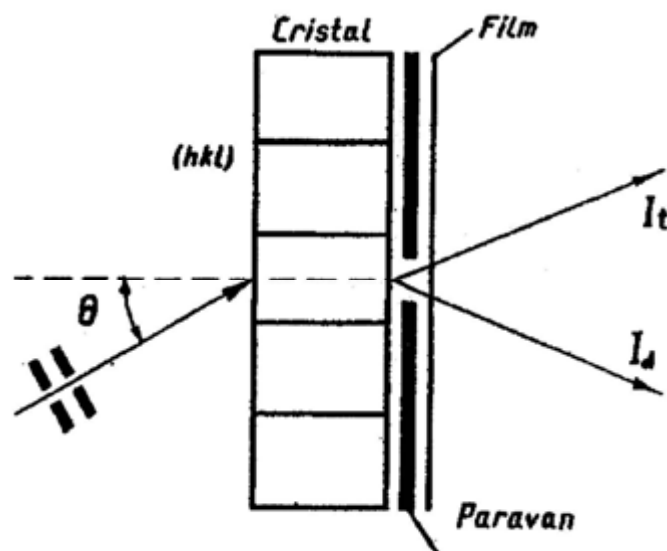


Fig.2.5. Metoda topografiei Roentgen după Borrmann

În scopul studierii întregului volum al cristalului acesta este deplasat menținând neschimbată orientarea lui în raport cu fasciculul primar.

Efectul Borrmann este una dintre cele mai sensibile metode a microrentgenografiei de difracție și se utilizează pe larg la evidențierea dislocațiilor, segregărilor și impurităților care distorsionează rețeaua cristalului și creează domenii de înalte tensiuni locale. Gradul de relevare a dislocațiilor prin metoda Borrmann depinde atât de densitatea acestora în cristal, care nu trebuie să depășească 10^6 cm^{-2} , cât și de poziția vectorului Burgers. Contrastul dislocațiilor va fi maxim atunci când vectorul Burgers al acestora va fi perpendicular pe planul reflector. Direcțiile vectorului Burgers al dislocațiilor se stabilesc prin compararea microrentgenogramelor obținute pe diferite reflexii ca și în metoda Lang.

2.2. Microscopia electronica

4.2.1. Bazele fizice ale microscopiei electronice

În "*Microscopia optică*" cea mai fină structură poate fi redată exact cu ajutorul microscopului optic numai în cazurile când dimensiunile elementelor structurale nu depășesc mărimea $k\lambda/A$, unde λ - lungimea de undă a radiației utilizate pentru iluminarea obiectului; k - constantă; A - apertura numerică a obiectivului. Din expresia pentru rezoluția limită rezultă cele două căi de îmbunătățire a acesteia: *sau se micșorează lungimea de undă a radiației utilizate, sau se mărește apertura numerică*. În microscopul optic rezoluția limită este de ordinul 2000 Å, deoarece lungimea de undă minimă pentru lumina vizibilă constituie aproximativ 4000 Å, iar apertura numerică maximă atinge valoarea 1,4.

În anul 1923 Louis de Broglie **afirmă că orice particulă în mișcare are și o comportare ondulatorie**. Ulterior această ipoteză a fost confirmată prin numeroase experimente. S-a stabilit că legătura dintre lungimea de undă asociată λ și impulsul p al particulei este dată de relația:

$$\lambda = \frac{h}{p}$$

unde h - constanta lui Planck.

Pentru particulele încărcate, accelerate la o diferență de potențial U , este rațional să se exprime impulsul p prin diferența de potențial. Totodată este necesar să se analizeze două cazuri.

Nerelativist, când viteza particulei încărcate $v \ll c$ (c – viteza luminii în vid). Atunci

$$p = m_0 e U$$

Dacă în formula lui de Broglie constantele h , m_0 și e se înlocuiesc cu valorile numerice respective pentru electron, atunci se obține expresia:

$$\lambda = 12,26 A / U^{1/2}$$

unde λ – lungimea de undă asociată electronului în Å; U – tensiunea acceleratoare în V.

Relativist, când viteza particulei încărcate $v < c$. Atunci

$$p = c \left[m_0^2 + eU / c^2 \right]^{1/2}$$

Pentru electronul relativist se obține

$$\lambda = 12,26 A / \left[1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} \cdot U \right]^{1/2}$$

Factorul din parantezele rotunde reprezintă corecția relativistă. Ea trebuie luată în considerare atunci când valoarea tensiunii acceleratoare U devine apropiată de valoarea 106V.

Din formulele obținute se vede că lungimea de undă asociată electronului în mișcare se micșorează cu mărirea tensiunii acceleratoare. Prin urmare, capacitatea de rezoluție poate fi mărită utilizând electroni accelerați pentru formarea imaginii obiectelor. Aparatele, în care se utilizează electronii accelerați pentru studiul structurii corpurilor, se numesc **microscopoe electronice**. După principiul de construcție și funcționare ele se clasifică în câteva tipuri:

- microscopoe electronice de transmisie (MET);
- microscopoe electronice cu baleiaj (MEB);
- microscopoe electronice cu reflexie (MER);
- microscopoe electronice cu emisie (MEE).

Principalul avantaj al microscopului electronic față de cel optic este înalta capacitate de rezoluție, în MET contemporane cu tensiunea acceleratoare de câțiva MV se atinge 1Å.

2.2.2. Principiul de funcționare al microscopului electronic de transmisie

Principalele părți componente ale microscopului electronic de transmisie sunt:

- sistemul de iluminare;
- sistemul de proiecție;
- sistemul de înregistrare;

- sistemul de înaltă tensiune;
- sistemul de vid.

În fig.2.6 este prezentată schema optică pentru formarea imaginii obiectului în MET cu trei trepte de mărire (**în regimul de observație a microstructurii obiectului**).

Proba AB , studiată în fasciculul electronic transmis, este plasată în apropierea lentilei electromagnetice obiectiv 4. Imaginea mărită $A'B'$, formată de obiectiv se numește prima imagine intermediară. Ea, servește în calitate de obiect pentru lentila electromagnetică intermediară 6, care formează a doua imagine intermediară $A''B''$. Apoi imaginea $A''B''$ este mărită de lentila electromagnetică proiector 7, care formează imaginea finală $A'''B'''$ a obiectului AB pe ecranul fluorescent sau pe placa fotografică 8. Imaginea finală mărită poate fi modificată reglând curentul lentilei intermediare sau al lentilei proiector.

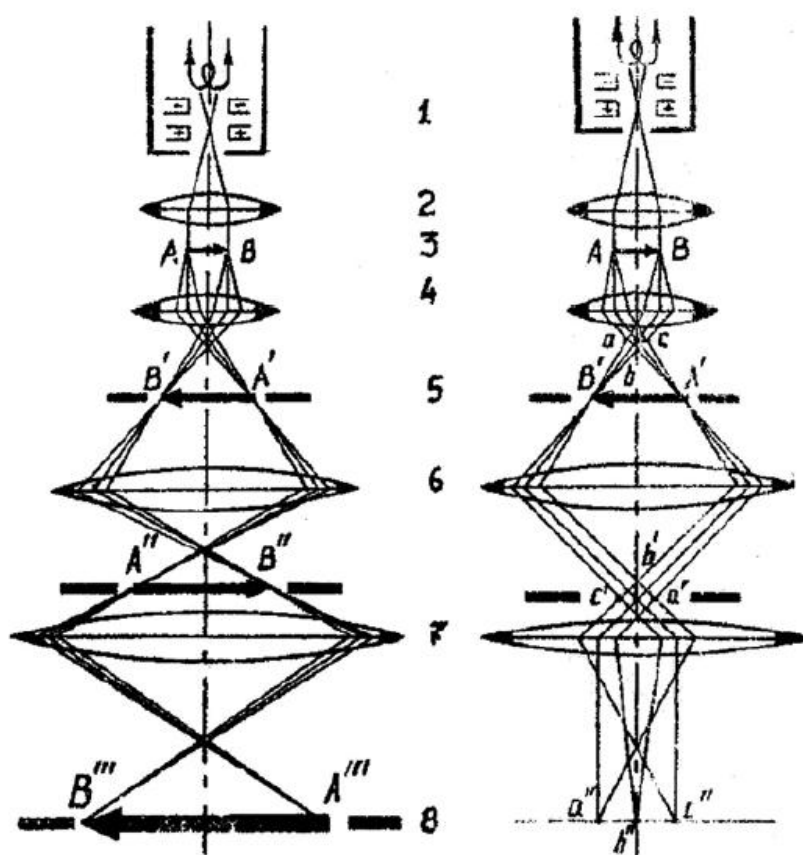


Fig.2.6. Schema de principiu a microscopului electronic prin transmisie: a – regim de formare a imaginii; b – regim de microdifracție; 1 – sursă de electroni; 2 – lentilă-condensor; 3 – obiect; 4 – lentilă-obiectiv; 5 – diafragmă colectoare; 6 – lentilă intermediară; 7 – lentilă de proiectare; 8 – ecran fluorescent sau placă fotografică

În MET contrastul imaginii este condiționat de intensitatea undelor asociate electronilor reflectați conform legii lui Bragg, pe diferite sectoare ale probei-folie de studiu. Cu ajutorul diafragmei apertură a lentilei obiectiv electronii reflectați sunt reținuți și aceștia nu participă la formarea imaginii. În acest caz imaginea este formată numai de fasciculul

direct și de electronii împrăștiați neelastici la unghiuri mici. Această formă de reprezentare a imaginii se numește **image în câmp luminos**, iar contrastul – **prin difracție**.

Dacă prin înclinarea sistemului de iluminare sau prin deplasarea respectivă a diafragmei apertură, fasciculul difractat (reflecat conform legii lui Bragg) este dirijat pe axa lentilei obiectiv, atunci imaginea obiectului va fi formată de razele reflectate. Așa formă de reprezentare a imaginii se numește **image în câmp întunecat**.

Obținerea în MET a imaginilor în câmp luminos și în câmp întunecat se completează una pe alta și permite a judeca cu o mare certitudine despre microstructura obiectului studiat.

În MET poate fi obținut tabloul de difracție de la sectoarele mici ale obiectului – microdifractograma. Pentru aceasta trebuie de micșorat puterea optică a lentilei intermediare și de făcut posibil ca planul focal posterior al lentilei obiectiv să fie focalizat pe ecran. În acest caz pe ecran se va observa tabloul de difracție a electronilor de la sectorul translucid al probei, plasată în planul de formare a primei imagini intermediare (vezi în fig.73 **mersul razelor în MET în regimul microdifracției**).

Obținând microdifractograma, se poate de legat particularitățile structurii probei, evidențiate pe microfotografie, cu cristalografia acesteia. Afară de aceasta, microdifractograma poate fi utilizată pentru identificarea fazelor în proba cu structură eterogenă.

2.2.3. Principiul de funcționare al microscopului electronic cu baleiaj

La interacțiunea fasciculului de electroni cu proba - țintă apar numeroase efecte fizice care servesc ca surse de diverse tipuri de semnale. La ele se referă radiația X, catodoluminiscenta, electronii reflectați, absorbiți, secundari, transmiși și Auger, curentul indus de sonda electronică și tensiunea electromotoare indusă de sarcină.

Semnalele formate de detectoarele respective se amplifică și se utilizează la dirijarea strălucirii ecranului tubului catodic (TC). Pentru fiecare punct al probei există un punct pe ecranul TC strălucirea căruia este condiționată de semnalul detectorului obținut ca rezultat al interacției sondei electronice cu proba.

Dacă interacția ar fi aceeași în toate punctele probei, atunci pe ecranul TC ar fi o strălucire uniformă, în realitate, din cauza variației proprietăților locale ale probei, interacția fasciculului electronic în diferite locuri ale probei este diferită.

Dacă în două puncte P_1 și P_2 semnalul S este diferit după valoare, atunci spunem că există contrast între imaginile acestor puncte, iar măsura contrastului este mărimea

$$C = S_1 - S_2 / S_{med} = \Delta S / S_{med}$$

unde S_1 și S_2 sunt semnalele în punctele 1 și 2; S_{med} este nivelul semnalului mediat pentru toate punctele.

Asupra caracterului de interacție al fasciculului cu proba pot influența topografia, componența chimică, structura cristalină, câmpul electric și magnetic și alte proprietăți ale probei. Deoarece caracterul de interacție variază de la un punct la alt punct al suprafeței probei semnalele formate de detectori, prin urmare și strălucirea punctelor respective pe ecranul TC, de asemenea vor varia. Asupra formării imaginii influențează fiecare semnal de interacție al electronilor cu proba. Aceste semnale în microscopia electronică cu baleiaj se utilizează pentru obținerea informației despre componența calitativă și cantitativă a

substanței, despre proprietățile fizice, fizico – chimice și cristalochimice ale acesteia. Unele semnale (emisia electronică secundară, catodoluminiscenta, curentul indus de sonda electronică) se utilizează pentru studiul dispozitivelor cu semiconductori în regimurile static și dinamic.

Principiul de funcționare a MEB este prezentat în schema – bloc din fig.2.7. Fasciculul de electroni este format de tunul electronic 1. La ieșirea din tunul electronic diametrul minim al fasciculului, în cazul utilizării catodului de wolfram de forma săgeții (termoemitor), constituie aproximativ 10 μm , iar în cazul utilizării emiterului autoelectronic (de forma unui ac) - mai puțin de 10 μm . Apoi fasciculul electronic cu energia în intervalul 0,1 – 50 keV (în dependență de tensiunea acceleratoare) este focalizat cu una dintre cele două lentile condensor 2, este deflectat în rastru cu ajutorul a două perechi de bobine deviatoare 3, prin care de la un generator 4 se avansează curent în formă de dinți de ferestrău și în cele din urmă este focalizat în forma de sondă de diametru mic (de obicei mai mic de 10 nm) pe proba 6 de către lentila obiectiv 5. Imaginea obiectului va fi obținută în regimul electronilor secundari 7 sau cu ajutorul electronilor incidenți reflectați 8.

Electronii secundari smulși din probă sau electronii incidenți reflectați nimeresc în câmpul electric al colectorilor 13 și 14 respectiv și sunt captați de aceștia. Fiind amplificat de amplificatorul 21, videosemnalul este avansat la modulatorul TC 22 cu o deflectare sincronă a fasciculului de către bobinele deviatoare 3 alimentate cu curent de la generatorul 4.

Semnalul video în prealabil (pînă la avansarea la TC) poate fi prelucrat de un dispozitiv videocontrol al MEB pentru majorarea raportului semnal/zgomot al contrastului imaginii, înregistrarea cadrului etc. În MEB moderne dirijarea fasciculului se realizează cu ajutorul computerului. Sonda electronică, fiind fixată pe o durată mică de timp, pe o regiune mică a suprafeței probei, prin salt este deplasată pe o altă regiune.

Particularitatea caracteristică a imaginilor obținute în MEB, în comparație cu cele optice, este marea adîncime a clarității: aproximativ cu două ordine de mărime mai mare decît într-un microscop optic obișnuit. Acest efect "*pozitiv*" este condiționat de cel "*negativ*" - de marea aberație sferică a lentilelor electromagnetice, care micșorează apertura unghiulară a fasciculului electronic.

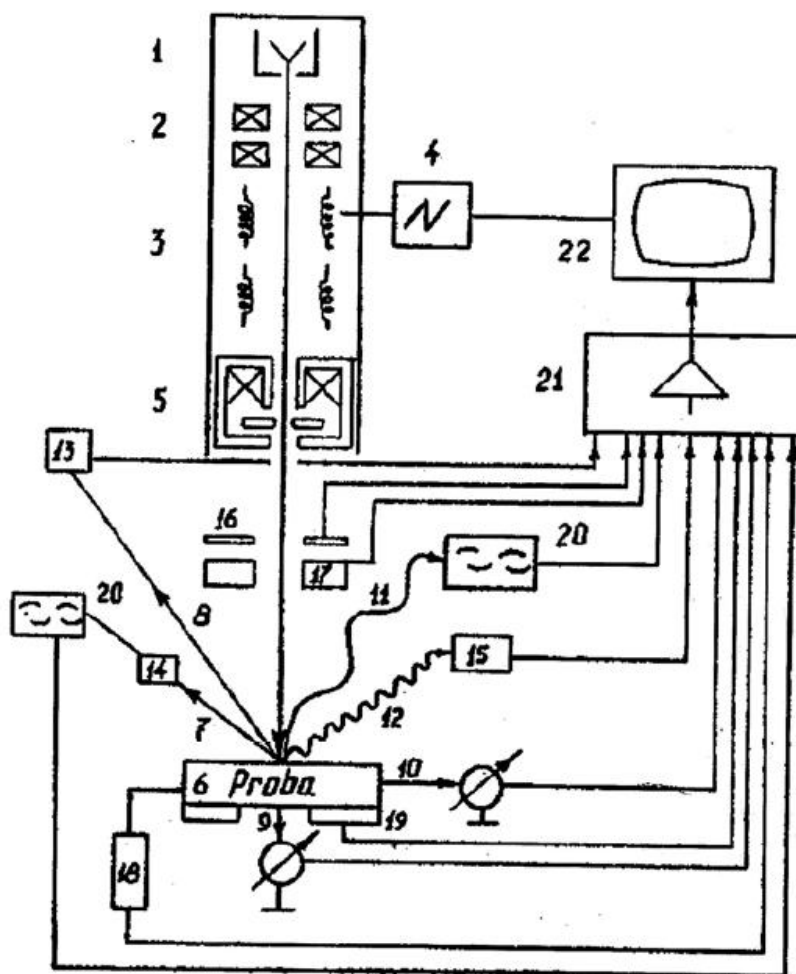


Fig.2.7. Schema-bloc a coloanei și formarea imaginii în MEB:

- 1 – tun electronic; 2 – lentile-condensor; 3 – bobine deviatore;
 4 – generator de deflectare; 5 – lentilă-obiectiv; 6 – probă;
 7 – electroni secundari; 8 – electroni primari reflectați;
 9 – electroni transmiși; 10 – electroni absorbiți; 11 – luminiscentă
 catodică; 12 – radiație X; 13,14,15 – detectori de electroni secundari,
 primari reflectați și de radiație X; 16 – detector de TEM indusă de
 sarcină; 17 – rezonator de ultraînaltă frecvență; 18 – înregistrator
 DLTS; 19 – piezotransformator; 20 – fotomultiplicator;
 21 – videoamplificator; 22 – tub catodic

Formarea imaginii în MEB "*punct cu punct*" (dimensiunea "punctului" aproximativ corespunde diametrului sondei electronice pe probă) esențial simplifică interpretarea imaginilor obținute în acesta față de cele obținute în MET, care se formează, practic, în același moment cu interferența fasciculelor electronice, transmise prin diferite "*puncte*" ale probei. Transformarea informației despre starea suprafeței probei în cod temporal permite utilizarea diverselor metode radiotehnice la prelucrarea videosemnalului: de a îngusta sau a lărgi banda de transmisiune, de a îmbunătăți raportul semnal/zgomot, de a realiza transformarea neliniară a semnalului (așa-numita corecția – Y) pentru îmbunătățirea contrastului imaginii etc.

Datorită acestor particularități de obținere a videosemnalului și de formare a imaginii MEB au o largă utilizare în diverse domenii ale științei și tehnicii contemporane.

Una dintre importante performanțe ale MEB reprezintă numeroasele moduri de obținere a informației despre probă, fiind rezultatul varietăților mecanismelor fizice de interacție a fasciculului electronic cu corpul solid (fig.74).

2.3. Microscopia tunel cu baleiaj

Microscopia tunel cu baleiaj (MTB) a fost fondată în anul 1981 de către laureații premiului Nobel G. Binnig și G. Rohrer. Ea oferă posibilitatea de a analiza atom cu atom, adică de a traversa periodic rînd cu rînd întregul sector supus examinării al obiectului de studiu. Astfel s-au realizat progrese în vederea cunoașterii lumii atomilor separați în orice substanță fără a o distruge.

Principiul de funcționare al MTB comparativ este simplu: către suprafața de studiu se apropie un ac pînă cînd între probă și ac nu se va crea un curent de tunel (fig. 2.8). Cu ajutorul

computerului se dirijează deplasarea acului, menținîndu-se constantă distanța ac - probă sau curentul de tunel. Raza de curbură a vîrfului ascuțit (de obicei din wolfram) este mai mică de 1000 Å, spațiul de lucru (de la vîrfului acului pînă la suprafața examinată a probei) este de circa 3 Å, tensiunea de lucru între ac și probă este aproximativ de 0,1... 10 V, curentul de tunel, de obicei, se află în limitele 0,1... 10 nA și variază aproximativ cu ordinul de mărime la variația spațiului de lucru cu 1 Å.

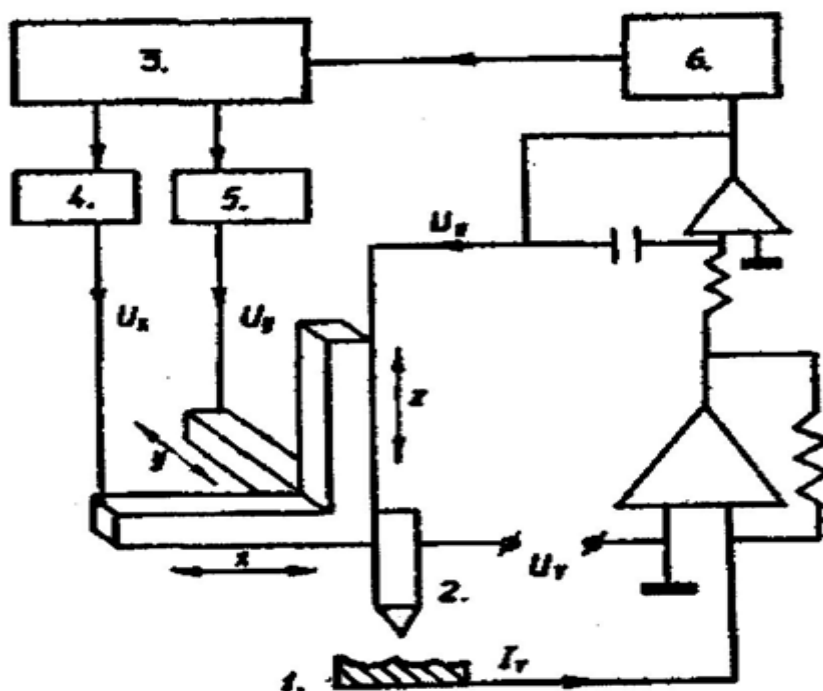


Fig.2.8. Schema-bloc a MTB: 1 – probă; 2 – ac; 3 – computer; 4, 5, 6 – convertizoare analoge-digitale

Curentul de tunel în fond "cordonă" între cei mai apropiați atomi ai acului și probei, fapt ce conduce la o rezoluție a MTB "pe orizontală" (în planul suprafeței examinate) de

ordinul dimensiunilor atomice – circa 1 Å. Datorită dependenței exponențiale a probabilității de tunelare de distanța ac-probă r

$$W = \exp \left[-\frac{2r}{h} \sqrt{2m_0 U} \right]$$

unde m_0 – masa electronului; h – constanta lui Planck; U – înălțimea barierei de potențial, rezoluția MTB "pe verticală" atinge 10^{-2} Å. Decicu ajutorul acestui aparat se poate localiza un volum de aproximativ 10^{-2} Å³.

Inventarea microscopului tunel cu baleiaj a lărgit esențial limitele de utilizare a microscopiei cu baleiaj. Din punctul de vedere al aplicațiilor în domeniul fizicii corpului solid și al microelectronicii cu semiconductori MTB prezintă interes prin faptul că posedă un înalt grad de rezoluție (pînă la 1 Å) și poate funcționa atît în vid cît și în medii lichide și gazoase, inclusiv poate servi drept sursă de informație despre microrelieful suprafeței examinate, spectrele stărilor electronice, investigarea proceselor de creștere a peliculelor și de generare a defectelor etc. Acest aparat poate fi combinat cu MEB astfel încît ambele se completează unul pe altul. Dacă MTB se utilizează nu în regimul curentului de tunel, ci în regimul emisiei autoelectronice, atunci acesta poate fi transformat într-un analog al MEB cu energii mici ale fasciculului: la energia de 15 eV rezoluția unui astfel de "MEB fără lentile" este aproximativ de 30 Å. Pot fi studiate de asemenea oscilațiile curentului ce apar în spațiul ac-probă, fiind similare cu undele electronice staționare, emisia fotonilor, mecanismele de excitare ale plasmonilor etc.

MTB face posibilă trasarea desenelor în diapazonul de dimensiuni **nanometrice**, adică crearea **nanotehnologiei**.

2.4. Microscopia de forță atomică

O varietate a MTB prezintă microscopul de forță atomică (MFA). Acesta înregistrează forțe de interacțiune Van der Waals foarte mici (mai mici de 1nN) între ac și probă. Aceste forțe descresc cu distanța r proporțional cu r^{-8} (pentru doi atomi separați). Rezoluțiile MFA și MTB sunt de același ordin de mărime. Principiul de funcționare a MFA este ilustrat în fig.2.9: devierea microresortului (microconsolei) pe care este fixat acul-detector al interacțiunii de forță (aici - granulă de diamant), este controlată după curentul de tunel între cel de-al doilea ac și partea opusă a microresortului (adică regimul obișnuit de funcționare a MFA). Pentru controlul poziției microresortului se mai utilizează metodele interferometriei laser și înregistrarea variațiilor capacității. Microresorturile, în majoritatea cazurilor, sunt confecționate dintr-un strat de SiO₂ pe Si prin metoda microtehnologiei care asigură o rezoluție mai bună de 2,5 Å.

Spre deosebire de MTB, cu ajutorul căruia pot fi studiate numai probe cu conductivitate sporită, MFA oferă posibilitatea de a studia și obiecte dielectrice. Dacă acul-detector de forță este confecționat dintr-un material feromagnetic, atunci MFA permite a studia și structura magnetică a probelor, în special a pereților de domenii. Deosebirea fundamentală de principiu dintre MTB și MFA constă în aceea că MTB redă convoluția electronică și topografică a structurii probei, iar MFA - o oarecare sumă de poziții ale atomilor, legăturilor acestora și interacțiunii cu acul de baleiaj.

Afară de MFA deja sunt elaborate și alte varietăți ale MTB: aparate cu surse ionice, ascuțișul cărora este confecționat din metal lichid, cu micropipete de baleiaj, cu înregistrarea undelor termice etc., rezoluția cărora este apropiată de rezoluția MTB. MTB

și MFA se utilizează la studiul undelor densității de sarcină în cristale, structurii supraconductorilor, la detectarea frecvențelor optice ținând cont de caracterul neliniar al caracteristicii tensiune-curent a contactului ascuțiș-suprafață de examinare, la înregistrarea diferitelor radiații (spectroscopia izocromatică, fluorescență și luminiscentă).

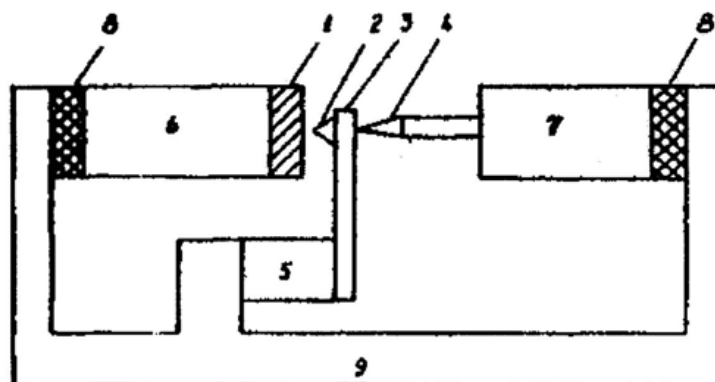


Fig.2.9. Schema microscopului de forță atomică: 1 – proba; 2 – ascuțișul MFA; 3 – microresort sensibil; 4 – ascuțișul MTB pentru controlul poziției microresortului; 5 – piezoelement pentru punerea în funcțiune a ascuțișului MFA; 6, 7 – piezoanalizoare ale MFA și MTB; 8 – garnitura amortizor; 9 – carcasă de aluminiu

MTB se combină cu MEB și cu alte aparate și instalații de supravizor, cu microscopie ionice cu efect de câmp, cu microscopie de reflexie, cu instalații pentru difracția electronilor lenti etc. MFA poate fi utilizat la studiul proprietăților de suprafață ale structurilor dielectrice și la măsurarea potențialelor. Sensibilitatea accesibilă la măsurarea capacităților este de 10-22 F. Se disting incluziuni ale dielectricului pe substratul de siliciu și se măsoară distribuția potențialelor pe joncțiunea p-n cu o rezoluție submicronică. Se detectează până și salturile de potențial de ordinul 1 μV condiționate de electronii împrăștiați la granițele granulelor.

Inventarea microscopului tunel cu baleiaj a deschis o nouă etapă în dezvoltarea științei pe scară mondială. Au luat naștere cele mai moderne ramuri ale științelor tehnologice și mai întâi de toate **nanotehnologia**, care oferă posibilitatea de a elabora instalații nanotehnologice și de a începe crearea din atomi separați a unor structuri cu mulți atomi, care este imposibil să fie obținute prin metode microtehnologice. Au fost create primele **nanoscoape**, care oferă posibilitatea de a vedea și a înțelege fenomene necunoscute până în prezent. Au fost puse bazele **nanoelectronicii**.

BIBLIOGRAFIE

1. Iuliu Pop, Mircea Crișan. **Fizica corpului solid și a semiconductorilor**. Editura Didactică și Pedagogică, București 1983.
2. B.K. Vainștein. **Cristalografia modernă. Vol 1**. Editura Științifică și Enciclopedică, București 1989.

3. Kittel Ch. **Introducere în fizica corpului solid.** Editura Tehnică, București 1972.
4. C. Pumnea, I. Dina, Fl. Sarescu, M. Dumitru, I. Niculescu. **Tehnici speciale de analiză fizico-chimică a materialelor metalice.** Editura tehnică, București 1988.
5. I. Sirotin, M. Sascolskaia. **Fizica cristalelor.** Editura tehnică, București 1981.
6. C. Gheorghieș. **Controlul structurii fine a metalelor cu radiații X.** Editura tehnică, București 1990.