

UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI

Facultatea Calculatoare, Informatică și Microelectronică,
Catedra „Microelectronică și Dispozitive cu Semiconductori”

I. Samusi

**ANALIZA
STRUCTURALĂ**
**metode difractometrice
și
microscopice**

manual

Chișinău
Editura
„TEHNICA” UTM
2006

CZU 621.382 (075.8)

S 18

Ion Samusi „Analiza structurală”, Chişinău: Editura „TEHNICA”, 2006 -138p.

Prezentul manual este scris conform programei analitice a cursului și cuprinde bazele cristalografiei structurale, metodele difractometrice (roentgenografia, electronografia și neutronografia), metodele microscopice (microscopia Roentgen, microscopia electronică prin transmisie și cu baleiaj, microscopia tunel și de forță atomică) de analiză structurală a substanțelor mono- și policristaline, straturilor de suprafață și a peliculelor.

Lucrarea poate fi de folos studenților care studiază Fizica corpului solid, Cristalofizica, Cristalochimia, Tehnologia metalelor; cercetătorilor din laboratoare de analiză structurală, masteranzilor, doctoranzilor.

Recenzenți: **Victor Şontea**, profesor universitar, doctor, șef-catedră „Microelectronică și Dispozitive cu Semiconductori”, U.T.M.;
Sergiu Şova, conferențiar, doctor, U.S.M.

Procesare computerizată: Igor Cojocaru

Coperta: Cristina Brodicico

Descrierea CIP a Camerei Naționale a Cărții

Samusi, Ion

Analiza structurală. Metode difractometrice și microscopice:
Man./Ion Samusi; Univ. Teh. A Moldovei. Fac. Calculatoare,
Inform. și Microelectronică. Catedra „Microelectronică și
Dispozitive cu Semiconductori. – Ch.: Editura „TEHNICA” UTM,
2006. – 138p.

Bibliogr. p. 137-138 (41 tit.)

ISBN 978-9975-910-01-9

200 ex

CZU 621.382(075.8)

ISBN 978-9975-910-01-9

© I. Samusi, 2006

CUPRINS

Prefață	5
CAPITOLUL I	7
Bazele cristalografiei structurale.....	7
1.1. Starea cristalină.....	7
1.2. Rețele (grupuri) Bravais.....	9
1.3. Simetria cristalelor	12
1.3.1. Elemente de simetrie.....	13
1.4. Clasificarea cristalelor.....	20
1.4.1. Singoniile cristalelor (sisteme de cristalizare)	20
1.4.2. Grupurile punctuale de simetrie.....	24
1.4.3. Grupurile spațiale de simetrie (grupurile Fiodorov)	27
1.5. Reprezentarea analitică a cristalelor	28
1.5.1. Indicii cristalografici	28
1.5.2. Rețeaua reciprocă.....	32
1.5.3. Calculul distanțelor și unghiurilor în cristale.....	33
1.6. Reprezentarea grafică a cristalelor.....	35
1.6.1. Zona cristalografică. Legea zonelor.....	35
1.6.2. Proiecții cristalografice. Rețeaua Wulf.....	37
CAPITOLUL II.....	40
Bazele teoriei difracției radiației Roentgen pe cristale ...	40
2.1. Componenta spectrală a radiației Roentgen. Legea lui Moseley	40
2.2. Interacțiunea radiației Roentgen cu substanța	43
2.3. Difracția radiației Roentgen pe cristale. Ecuația generală de interferență a lui Laue.....	46
2.4. Interpretarea grafică a ecuației generale de interferență Laue	49
2.5. Interpretarea difracției ca reflexie. Formula Bragg-Wulf.....	50
2.6. Împrăștierea radiației Roentgen de un electron.....	52
2.7. Împrăștierea razelor Roentgen de către atom. Amplitudinea atomică.....	53

2.8. Influența oscilațiilor termice a atomilor asupra intensității radiației Roentgen împrăștiate de cristal. Factorul de temperatură	56
2.9. Împrăștierea radiației Roentgen de către o celulă elementară. Amplitudinea de structură	57
2.10. Elemente de teorie cinematică a împrăștierii (difracție61i) radiației Roentgen pe cristale.....	61
CAPITOLUL III	65
Metode difractometrice de analiză structurală	65
3.1. Metodele roentgenografice de analiză structurală ...	65
3.1.1. Metoda Laue	65
3.1.2. Metoda monocristalului rotitor (Metoda oscilației). 73	
3.1.3. Metoda Debye-Scherrer	77
3.2. Metoda electronografică de analiză structurală	86
3.2.1. Bazele fizice ale metodei electronografice	86
3.2.2. Particularitățile principale ale metodei 86electronografice	91
3.2.3. Obținerea și descifrarea electronogramelor	95
3.3. Metoda neutronografică	108
3.3.1. Bazele fizice ale metodei neutronografice	108
3.3.2. Particularitățile de bază de împrăștiere a neutronilor de către atomi	112
CAPITOLUL IV	117
Metode microscopice de analiză structurală	117
4.1. Microscopia Roentgen	117
4.1.1. Metoda Lang	117
4.1.2. Metoda Borrmann	120
4.2. Microscopia electronică	123
4.2.1. Bazele fizice ale microscopiei electronice	123
4.2.2. Principiul de funcționare al microscopului electronic de transmisie	125
4.2.3. Principiul de funcționare al microscopului electronic cu baleiaj	127
4.3. Microscopia tunel cu baleiaj	131
4.4. Microscopia de forță atomică.....	133
BIBLIOGRAFIE	117

PREFAȚĂ

Microelectronica, radioelectronica, tehnica semiconductoarelor, lazerii, obținerea cristalelor pentru generarea fasciculelor puternice de radiație coerentă, obținerea și folosirea compușilor noi cu proprietăți de semiconductori, peliculelor monocristaline, substanțelor de o duritate pronunțată, supraconductorilor, substanțelor dotate cu proprietăți magnetice, optice și electrice etc. reprezintă cele mai cunoscute domenii de utilizare a realizărilor fizicii corpului solid.

Una din problemele primordiale ale fizicii corpului solid constă în obținerea substanțelor cu proprietăți dirijate.

Rezolvarea acestor probleme se efectuează prin studiul complex al proprietăților, compoziției și structurii corpului solid. Metodele actuale *difractometrice* (roentgenografia, electronografia și neutronografia) și *microscopice* (microscopia optică, Roentgen, electronică prin transmisie, cu baleiaj, microscopia tunel cu baleiaj și de forță atomică) constituie cele mai sigure mijloace de investigare a structurii corpurilor solide (cristaline). Ele sunt utile și la studiul structurii substanțelor amorfe, sticloase, lichide și gazoase.

În afară de problemele ce țin de determinarea structurii atomice a substanțelor, metodele sus-menționate sunt larg utilizate pentru identificarea substanțelor, determinarea compoziției de fază, studierea fenomenelor de cristalizare, tensiunilor interne, defectelor de structură, determinarea dimensiunilor microcristalelor (*cristalitelor*), care constituie policristalul, orientarea cristalelor masive, modificarea structurii în rezultatul prelucrării tehnologice și alte diverse probleme.

Aceasta implică pregătirea specialiștilor de înaltă calificare cu cunoștințe profunde în domeniul studiului și testării materialelor.

Manualul este structurat în 4 capitole și sunt prezentate noțiunile de bază ale cristalografiei structurale (cap I), difracției

radiațiilor Roentgen pe cristale (cap II), metodelor difractometrice de analiză structurală (roentgenografia, electronografia, neutronografia) (cap III) și metodele microscopice (microscopia Roentgen, microscopia electronică prin transmisie, electronică cu baleiaj, microscopia tunel cu baleiaj și de forță atomică) (cap IV).

Capitolele I, II (2.1. - 2.9.), III (3.1.) au fost traduse în limba română de către conf. univ., dr. Mihail Rusanovschi, cap.III (3.2., 3.3.) și IV de către conf. univ., dr. Nicolae Burbulea.

Sunt deosebit recunoscător D-lui șef de catedră „Microelectronică și Dispozitive cu Semiconductori” prof. univ., dr. Victor Șontea pentru sprijinul acordat pe tot parcursul pregătirii manualului către editare, care a studiat manuscrisul și a avut observări utile pentru îmbunătățirea lucrării.

Țin să aduc sincere mulțumiri D-lui conferențiar, doctor Sergiu Șova, care a studiat manuscrisul și a prezentat avizul asupra manualului.

Rămân recunoscător tuturor celor care îmi vor comunica părerile lor despre această lucrare.

Autorul

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.
7. C. Gheorghieș, L. Gheorghieș. **Controlul texturii metalelor cu radiații X**. Editura tehnică, București 1994.
8. C. Gheorghieș, L. Gheorghieș, R. Chirilă. **Röntgenocristalografie**. Culegere de probleme. Editura tehnică, București 1994.
9. I. Samusi, N. Burbulea, M. Nazarov. **Metode Microscopice de analiză structurală**. Chișinău U.T.M. 1996.
10. I. Samusi, M. Rusanovschi. **Practicum de analiză structurală**. Chișinău U.T.M. 1993.
11. Белов Н. В. **Структурная кристаллография**. М. Изд-во АН СССР 1951.
12. Попов Г. И., Шафранский И. И., **Кристаллография**. М.Гос. науч-техн. изд-во, 1955.
13. Чупрунов Е. В., Хохлов А. Ф., Фаддеев М. А. **Кристаллография**. М. Изд-во Физико-математической литературы, 2000.
14. **Задачи по кристаллографии**. Под ред. Проф. Е. В. Чупрунова и проф. А. Ф. Хохлова. М.,Физматлит, 2003.
15. **Кристаллография. Лабораторный практикум**. Под ред. Проф. Е. В. Чупрунова, М., Физматлит, 2005.

16. И. Д. Самусь. **Симметрия кристаллов, рентгеноструктурные методы исследования.** Кишинев КПИ, 1986.
17. Банн Ч. **Кристаллы и их роль в природе и науке.** М., «Мир», 1970.
18. Шубников А. В., Копцик В. А. **Симметрия в науке и искусстве.** М., Наука, 1972.
19. Блохин М. А. **Физика рентгеновских лучей.** М., Гозтехиздат, 1935.
20. Уманокий Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.И. **Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия.** М., Metallургия, 1982.
21. Бокий. Г. Б., Порай-Кошиц М. А. **Рентгеноструктурный анализ.** Т. 1, М., Изд-во МГУ, 1964.
22. Б. Я. Пинес. **Лекции по структурному анализу.** Изд-во Харьковского университета, Харьков, 1967.
23. Г. С. Жданов, А. С. Илюшин, С. В. Никитина. **Дифракционный и резонансный структурный анализ.** Москва «Наука», Главная редакция Физикоматематической литературы, 1980.
24. Гинье А. **Рентгенография кристаллов. Теория и практика.** М., Физматгиз, 1961.
25. Бублик В. Т., Дубровина А. Н. **Методы исследования структуры полупроводников и металлов.** М., Мемаллургия, 1978.
26. Д. М. Хейкер, Л. С. Зевин. **Рентгеновская дифрактометрия.** М., Физматгиз, 1963.
27. И. Д. Самусь, А. Ю. Кон. **Практикум по структурному анализу.** Кишинев, КПИ, 1973.
28. И. Д. Самусь, М. Е. Русановский. **Практикум по структурному анализу.** Кишинев, ТУМ, 1994.
29. Л. И. Миркин. **Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов.** М., ГИФМЛ, 1961.
30. З. Г. Пинскер. **Дифракция электронов.** Изд-во АН СССР, Москва, 1949, Ленинград.

31. Б. К. Вайнштейн. **Структурная электронография.** Изд-во АН СССР, Москва, 1956.
32. Д. Юз. **Нейтронная оптика.** Изд-во Иностранной литературы, Москва, 1955.
33. Дж. Бэкон. **Дифракция нейтронов.** Изд-во Иностранной литературы, Москва, 1957.
34. Ю. З. Нозик, Р.П. Озеров, К. Хенниг. **Структурная нейтронография.** Т. 1., Москва, Атомиздат, 1979.
35. **Практическая растровая электронная микроскопия.** Пер. с англ. Под редакцией Гоулдстейна Д. и Яковица Х. М., Мир, 1978.
36. Гоулдстейн Д. **Растровая электронная микроскопия и рентгеновский анализ.** М., Мир, 1984.
37. **Рентгеновская оптика и микроскопия.** Под редакцией Шмаля г., Рудольфа Д. М., Мир, 1987.
38. Бинниг Г., Рорер Г. **Сканирующая туннельная микроскопия.** У.Ф.Н., Е. 154, N2, 261-278, 1988.
39. Эдельман В. С. **Сканирующая туннельная микроскопия.** Приборы и техника эксперимента. N5, 25-49, 1989.
40. Маслова Н. С., Панов В. И. **Сканирующая туннельная микроскопия атомной структуры, электронных свойств и поверхностных химических реакций.** У.Ф.Н., Е. 154, И1, 185-195, 1989.
41. **Прямые методы исследования дефектов в кристаллах.** Пер. с англ. Под ред. Елистратова Ф.М., М., Мир., 1965.