

# Diffrazione di raggi X da polveri

Docente (Ernesto Mesto, [ernesto.mesto@uniba.it](mailto:ernesto.mesto@uniba.it), ricevimento: lunedì ore 16-18, presso il Dipartimento di Scienze della Terra e Geoambientali, stanza n. 16, III piano):

a.a. 2015-2016, 2° semestre:

CFU (3A + 1L):

## Obiettivi del Corso

La diffrazione da polveri è una delle più diffuse tecniche di caratterizzazione dei materiali. Nell'arco degli ultimi 50 anni è stata tradizionalmente utilizzata come tecnica di routine per l'analisi qualitativa e quantitativa di fasi policristalline, per la misura accurata dei parametri di cella, per studi di tessitura ed orientazione preferenziale, per l'analisi dell'allargamento dei profili legato alle dimensioni ed alla deformazione interna dei cristalliti, per misure di stress residuo. Lo scopo del corso è quello di fornire le conoscenze teorico pratiche per condurre criticamente e con successo un'analisi qualitativa, quantitativa e strutturale su un materiale policristallino tramite la tecnica della diffrazione su polveri.

## Programma

### Fondamenti della diffrazione

Richiami sui concetti di stato cristallino, simmetria cristallina e reticolo reciproco. Legge di Bragg. Sfera di Ewald. Origine di un pattern di diffrazione da polveri. Informazioni ricavabili da un diffrattogramma.

### Tecniche sperimentali

Cenni storici. Diffrattometri automatici per polveri. Geometria Bragg-Brentano, Debye Scherrer e Guinier. Scansioni a riflessione e a trasmissione. Sorgenti di raggi X: tubo a raggi X e luce di sincrotrone. Sorgenti di neutroni: continue e a spallazione. Monocromatizzazione di un fascio X. Collimazione di un fascio X: slitte di Soller, divergenti e di antiscattering. Detectors di raggi X: puntuali, lineari e areali. Rivelatori di neutroni: a gas, a scintillazione, a semiconduttore. Preparazione del campione. Errori introdotti dal mal posizionamento del campione nel diffrattometro automatico. Errori strumentali. Strategia di raccolta dati.

### Analisi qualitativa di un pattern di diffrazioni da polveri

Riduzione dati: sottrazione del background, smoothing, stripping  $K_2$ . Metodi di peak search. Identificazione delle fasi cristalline presenti in un diffrattogramma. Metodo di Hanawalt. Metodi automatici. Database cristallografici. Indicizzazione di un diffrattogramma e determinazione della cella unitaria. Determinazione del gruppo spaziale.

### Analisi quantitativa sul pattern di diffrazione di una miscela polifasica

Intensità della diffrazione. Fattore di struttura. Analisi quantitativa: metodi diretti e indiretti. Metodo dell'addizione standard. Metodo dello standard interno. Metodo RIR (Reference Intensity Ratio). Raffinamento Rietveld. Quantificazione della componente amorfa in una miscela policristallina: metodi indiretti e diretti. Metodo del picco singolo. Metodo dello Standard interno. Metodo dello standard esterno. Metodo PONKCS. Grado di cristallinità.

### Applicazione della diffrazione X

Caratterizzazione XRD di materiali di interesse industriale nel settore dell'edilizia: il caso del clinker nella preparazione del cemento Portland. Esercizi guidati in laboratorio: raccolta dati con una miscela

polifasica di polveri, identificazioni delle fasi e analisi quantitativa col metodo RIR e di Rietveld.

### **Esperienze di Laboratorio**

Raccolta dati su miscugli policristallini e polifasici. Identificazioni delle fasi cristalline di una miscuglio. Analisi ponderale di una polvere con il metodo RIR e di Rietveld.

### **Modalità di valutazione**

Esame con voto

### **Materiale didattico**

Lucidi delle lezioni

C. Giacovazzo, H. L. Monaco, G. Artioli, D. Viterbo, M. Milanesio, G. Gilli, P. Gilli, G. Zanotti, G. Ferraris. Fundamentals of Crystallography, 3rd Edition, Oxford University Press, 2011;

V. K. Pecharsky and P.Z. Zavaliij. Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials, 2nd ed., Springer, New York, 2009 (Cap. da 1 a 3,)

C. Hammond. The basic of crystallography and diffraction, 3rd Edition, Oxford University Press, 2009