

UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI BARI ALDO MORO ANNO ACCADEMICO 2016/17

DIPARTIMENTO INTERATENEO DI FISICA

Programma dell'insegnamento di Diffrazione di raggi X da polveri

Corso di Laurea Triennale in Scienza dei Materiali

SSD insegnamento Geo/06 CFU 7 ore lezione 24 ore eserc. 0 ore labor. 15

Finalità del corso: Lo scopo del corso è di fornire i principi basi della diffrazione di raggi X su materiali policristallini e di sviluppare le competenze scientifiche e strumentali per eseguire analisi quali e quantitative su miscele di polveri cristalline polifasiche.

Contenuti del corso (in dettaglio - lingua italiana - aggiungere righe se necessario)

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. 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.

Interpretazione di un pattern di diffrazioni da polveri

Riduzione dati: sottrazione del background, smoothing, stripping $K\alpha_2$. 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 sperimentale di un picco di Bragg. Fattore di struttura. Effetto del coefficiente di assorbimento di massa (effetto matrice). Metodo dell'addizione standard. Metodo dello standard interno. Metodo del Reference Intensity Ratio (RIR). Raffinamento Rietveld. Quantificazione della componente amorfa in una miscela policristallina. Metodo indiretti e diretti. Metodo del picco

N.B. Barrare quello che non interessa

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.

Contenuti del corso (in lingua inglese)

Fundamentals of Diffraction

The crystalline state, crystal symmetry and reciprocal lattice. Bragg's law. Ewald sphere. Origin of a diffraction pattern from powders.

Experimental techniques

Historical notes. Automatic diffractometer for polycrystalline samples. Bragg-Brentano geometry. X-ray sources: X-ray tube, synchrotron light, continuous and spallation neutron sources. Monochromatization and collimations of the primary and secondary beam: Soller, divergent and antiscattering slits. Point-, linear- and area-detectors. Neutron detectors. Sample preparation. Sources of errors. Data collection strategy.

Interpretation of a diffraction pattern

Data Reduction: background subtraction, smoothing, $K\alpha_2$ stripping. Peak search methods. Identification of the crystalline phases: Hanawaldt method and search and match methods. Crystallographic Databases. Indexing of a diffraction pattern and determination of the unit cell. Determination of the space group.

Quantitative analysis

Experimental diffraction intensities. Structure factors. Mass absorption coefficient: matrix effects. Method of standard additions. Method of internal standard. Reference Intensity Ratio method (RIR). Rietveld refinement. Quantification of the amorphous component. Indirect and direct methods. Method of single peak. Method of internal Standard. The external standard method. PONKCS method. Degree of crystallinity.

Application of diffraction X

XRD characterization of construction material: the case of Portland cement. Guided exercises: data collection, qualitative and the quantitative analysis. Use of the RIR and Rietveld methods.

N.B. Barrare quello che non interessa

Bibliografia

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. Zavaliy. Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials, 2nd Edition, Springer, New York, 2009 (Cap. da 1 a 3);

Lucidi delle lezioni.

modalità espletamento prova di esame (scritto, orale, scritto e orale, altro..)

orale

E-mail del docente e/o suoi collaboratori ernesto.mesto@uniba.it

ricevimento studenti: dalle 10 alle 12; presso l'ufficio del docente, ubicato nel dipartimento di Scienze della Terra e Geoambientali

nei giorni di martedì e giovedì; periodo dal 01/10/16 al 30/09/2017

Bari, 19.07.2016

Firma leggibile

Ernesto Mesto