Principali informazioni sull'insegnamento	
Titolo insegnamento	CRISTALLOGRAFIA CON LABORATORIO
Corso di studio	SCIENZA E TECNOLOGIA DEI MATERIALI L-30
Crediti formativi	6
Denominazione inglese	CRYSTALLOGRAPHY WITH LABORATORY
Obbligo di frequenza	Secondo regolamento didattico
Lingua di erogazione	ITALIANO

Docente responsabile	*Ernesto Mesto*	*ernesto.mesto@uniba.it*

Dettaglio crediti formativi	Ambito disciplinare	SSD	Crediti
	Affine ed integrativo	GEO/06	6

Modalità di erogazione	Periodo di erogazione	Anno di corso	Modalità di erogazione
	II° semestre	2°	Lezioni frontali (32h) Laboratorio (30h)

Organizzazione della didattica	Ore totali	Ore di corso	Ore di studio individuale
	150	62	88

Calendario	Inizio attività didattiche	Fine attività didattiche
	Secondo Reg. Didattico	Secondo Reg. Didattico

Syllabus	
Obiettivi	Acquisire conoscenze di base sullo stato solido cristallino e sulla diffusione dei raggi X da cristallo singolo. Realizzare un esperimento per la raccolta della figura di diffrazione di un materiale cristallino ed elaborarne i risultati in modo da derivare la struttura cristallina del materiale investigato.
Prerequisiti	Concetti di base di: chimica generale, elettromagnetismo, calcolo matriciale e vettoriale.
Risultati di apprendimento previsti	• *Conoscenza e capacità di comprensione* Conoscenza della definizione di stato cristallino, delle simmetrie che in esso operano e degli aspetti di base della diffrazione X su cristallo singolo. Conoscenza sui parametri descrittivi di una struttura cristallina. • *Conoscenza e capacità di comprensione applicate* Capacità di effettuare autonomamente una determinazione strutturale su un cristallo singolo. Abilità informatiche in rapporto alla elaborazione di pattern di diffrazioni X da cristallo singolo. • *Autonomia di giudizio* Valutare criticamente la qualità di una determinazione strutturale. Interpretazione di una struttura cristallina. • *Abilità comunicative* Capacità di espressione nella presentazione e divulgazione delle

	proprie conoscenze con linguaggio scientifico appropriato in lingua italiana; Presentazione dei risultati ottenuti da una determinazione strutturale su cristallo singolo; capacità di inserirsi in modo rapido ed efficace negli ambienti di lavoro e in laboratori di ricerca scientifica. • *Capacità di apprendere* Apprendimento, trasferimento e adattamento di procedure sperimentali di diffrazione X e di elaborazioni digitali di pattern di diffrazione da cristallo singolo.
Contenuti in breve	Struttura e simmetria cristallina, principi e applicazione della diffrazione X da cristallo singolo, determinazione strutturale.
Programma in dettaglio	**La cristallografia nella scienza dei materiali** Introduzione al corso. Esempi dei contributi che la cristallografia può dare in diversi ambiti scientifici quali: la scienza dei materiali, la mineralogia, la chimica, le scienze della terra, la fisica dello stato solido, i beni culturali e gli studi planetari. Cenni sulla correlazione tra la struttura cristallina e le proprietà del materiale. Cenni storici sulla nascita e lo sviluppo della cristallografia: da Teofrasto a Bragg. **Stato cristallino e simmetria** Definizione di cristallo e di periodicità traslazionale. Reticolo cristallino e cella elementare. Vettore di reticolo cristallino. Descrizione matematica di un cristallo. Operatori di simmetria operanti nello stato cristallino. Centro di simmetria. Assi di rotazione, di inversione, di rototraslazione e di rotoriflessione. Piani di simmetria e slittopiani. Classi di simmetria. Sistemi cristallini. Celle di Bravais. Direzioni e piani cristallografici. Indici di Miller. Gruppo spaziale: notazione di Herman-Mauguin. Derivazione dal simbolo del gruppo spaziale del: diagramma del gruppo, delle posizioni equivalenti per simmetria, delle posizioni degli elementi di simmetria, delle posizioni speciali e dell'unita asimmetrica. Tavole internazionali di cristallografia. **Diffrazione dei raggi X nei cristalli** Onde elettromagnetiche piane e sferiche. I raggi X. Dualismo onda-particella. Diffusione alla Thompson e alla Compton. Analogia tra la diffrazione dei raggi X e quella della luce visibile. Diffusione da due diffusori puntuali e da un filare di N diffusori equispaziati. Legge di Laue e di Bragg. Reticolo reciproco. Proprietà di un vettore di reticolo reciproco. Relazione tra spazio diretto e reciproco. Matrice metrica. Sfera di Ewald e sfera limite. Intensità di un effetto di diffrazione. Interferenza tra onde diffuse. Diffusione di un singolo elettrone atomico. Diffusione di un atomo: fattore di diffusione atomico e sue dipendenze dal numero atomico, dalla temperatura e

	dal □ di Bragg. Fattore termico. Fattore di struttura e sua relazione con la densità elettronica della cella elementare. Legge di Friedel e classe di Laue. Effetto degli operatori di simmetria nello spazio reciproco: riflessi a fase ristretta ed estinti sistematicamente. **Il problema della fase** Relazione tra fattore di struttura e densità elettronica. Descrizione della densità elettronica attraverso una serie di Fourier: sintesi di Fourier. Origine del problema della fase. Messa in scala dei riflessi col diagramma di Wilson. Soluzione del problema della fase. Sintesi Patterson e metodo dell'atomo pesante. Sezioni di Harker. Metodi diretti: relazioni □1 e □2. Invarianti di struttura e seminvarianti di struttura. Metodo della carica fluttuante. **Il raffinamento strutturale** Metodo dei minimi quadrati lineari: matrice delle equazioni normali, delle incognite e degli osservabili. Matrice di covarianza. Risoluzione del problema dei minimi quadrati non-lineari attraverso l'approssimazione in serie di Taylor e la minimizzazione per piccoli aggiustamenti degli shift dei parametri raffinati. Parametri raffinabili in raffinamento strutturale. Constraints e restraints. Figure di merito del raffinamento. **Tecniche sperimentali di diffrazione dei raggi X** Teoria cinematica e dinamica. Intensità misurata di un effetto di diffrazione e sua dipendenza dal fattore: di struttura, di Lorentz, di polarizzazione, di assorbimento e decadimento. Diffrattometri automatici. Goniometro a tre e a quattro cerchi, con geometria euleriana o kappa. Sorgenti di raggi X: tubo a raggi x e luce di sincrotrone. Spettro di emissione di un tubo a raggi X: radiazione continua e caratteristica. Monocromatizzazione e collimazione di un fascio X. Detector: puntuali e areali. Fasi di un esperimento di diffrazione X: selezione, montaggio e allineamento del cristallo singolo. Valutazione del comportamento in diffrazione del cristallo. Determinazione della cella elementare. Raccolta delle intensità diffratte. Riduzione dati: integrazione, affinamento dei parametri di cella e correzione per l'assorbimento. Determinazione del gruppo spaziale. **Esperienze di Laboratorio** Raccolta dati su un cristallo singolo. Determinazione della cella elementare. Riduzione dati. Determinazione del gruppo spaziale. Raffinamenti strutturali guidati su cristalli organici, inorganici, con gruppo spaziale ambiguo e con disordine strutturale.

Testi di riferimento	C. Giacovazzo, H. L. Monaco, G. Artioli, D. Viterbo, M. Milanesio, G. Gilli, P. Gilli, G. Zanotti, G. Ferraris. Fudamentals of Crystallography, 3rd Edition, Oxfrod University Press, 2011. V. K. Pecharsky and P.Z. Zavalij. Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials, 2nd Edition, Springer, New york, 2009 (Cap. da 1 a 3); C. Hammond. The basic of crystallography and diffraction, 3rd Edition, Oxfrod University Press, 2009. W. Massa. Crystal stucture determination, 2nd Edition, Springer, Berlin, 2004.
Note ai testi di riferimento	Solo alcuni capitoli
Metodi didattici	Lezioni frontali con slide ed esperienze di laboratorio collettive ed individuali.
Metodi di valutazione	Esame orale (100%)
Criteri di valutazione	• *Conoscenza e capacità di comprensione* Livello minimo per il superamento dell'esame: conoscenza e derivazioni delle classi di simmetria cristalline e dei diagrammi dei gruppi spaziali. Conoscenza del fattore di struttura. Livello intermedio: conoscenza delle leggi della diffrazione: Legge di Laue, Bragg, ed Ewald. Conoscenza delle relazioni tra spazio diretto e reciproco. Parametri da cui dipende l'intensità di un riflesso ed effetto degli operatori di simmetria sullo spazio reciproco. Conoscenza sugli apparati sperimentali utilizzati per raccogliere la figura di diffrazione X di un cristallo singolo. Conoscenza de passaggi sperimentali necessari per eseguire una raccolta dati. Livello superiore: conoscenza dettagliata del fattore di struttura e della sue dipendenze dai parametri strutturale ed ambientali. Conoscenza dettagliata della riduzione dati e della correzione degli errori sperimentali commessi durante la raccolta della figura di diffrazione. Conoscenza del problema della fase e dei metodi usati per la sua soluzione. Applicazione del metodo dei minimi quadrati non lineari per eseguire un raffinamento strutturale. • *Autonomia di giudizio* Per il livello intermedio: analizzare criticamente la qualità di una determinazione strutturale. Per il livello superiore: relazionare i parametri della struttura con alcune proprietà del materiale. • *Abilità comunicative* Per tutti i livelli: utilizzo della corretta terminologia scientifica,

	relativa alle conoscenze richieste per i tre livelli. Avere la proprietà di linguaggio per discutere gli argomenti trattati nel corso. • *Capacità di apprendere* Nello svolgimento dell'esame, si inizieranno a sondare le conoscenze dello studente sulla simmetria cristallina. Quindi saranno proposti argomenti con un grado di approfondimento crescente al fine di stabilire a quale livello di conoscenze, fondamentale, intermedio e superiore, sia pervenuta la capacità di apprendimento dello studente.
Altro	Saranno elargiti 2 punti di «premio velocità» sul voto finale per gli studenti che supereranno l'esame entro la sessione di Luglio 2020. 1 punto di «premio velocità» per coloro che supereranno l'esame entro la sessione di Settembre 2020.