



# Corso di Laurea in **SCIENZA E TECNOLOGIA DEI MATERIALI**

Triennale – L30

Principali informazioni sull'insegnamento	
Denominazione dell'insegnamento	<b>CRISTALLOGRAFIA CON LABORATORIO</b>
Corso di studio	SCIENZA E TECNOLOGIA DEI MATERIALI L-30
Anno di corso	2021-2022
Crediti formativi universitari (CFU) / European Credit Transfer and Accumulation System (ECTS):	: 6
SSD	
Lingua di erogazione	ITALIANO
Periodo di erogazione	II° semestre, II° Anno
Obbligo di frequenza	No

Docente	
Nome e cognome	Ernesto Mesto
Indirizzo mail	<a href="mailto:ernesto.mesto@uniba.it">ernesto.mesto@uniba.it</a>
Telefono	+390805442597
Sede	Dipartimento di Scienze della Terra e Geoambientali
Sede virtuale	<a href="http://www.geo.uniba.it/mesto.html">http://www.geo.uniba.it/mesto.html</a>
Ricevimento (giorni, orari e modalità)	Orario di ufficio, previo appuntamento via e-mail

Syllabus	
<b>Obiettivi formativi</b>	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.
<b>Prerequisiti</b>	Concetti di base di: chimica generale, elettromagnetismo, calcolo matriciale e vettoriale.
<b>Contenuti di insegnamento (Programma)</b>	<p><b>La cristallografia nella scienza dei materiali</b></p> <p>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.</p> <p><b>Stato cristallino e simmetria</b></p> <p>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</p>



# Corso di Laurea in **SCIENZA E TECNOLOGIA DEI MATERIALI**

Triennale – L30

*simmetria, delle posizioni speciali e dell'unità 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  $\theta$  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**

*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  $\Sigma 1$  e  $\Sigma 2$ . 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 raffinati 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:*



# Corso di Laurea in **SCIENZA E TECNOLOGIA DEI MATERIALI**

Triennale – L30

	<p><i>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.</i></p> <p><b>Esperienze di Laboratorio</b></p> <p><i>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.</i></p>
<b>Testi di riferimento</b>	<p><i>C. Giacovazzo, H. L. Monaco, G. Artioli, D. Viterbo, M. Milanesio, G. Gilli, P. Gilli, G. Zanotti, G. Ferraris. <i>Fundamentals of Crystallography</i>, 3rd Edition, Oxford University Press, 2011.</i></p> <p><i>V. K. Pecharsky and P.Z. Zavalij. <i>Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials</i>, 2nd Edition, Springer, New York, 2009 (Cap. da 1 a 3).</i></p> <p><i>C. Hammond. <i>The basic of crystallography and diffraction</i>, 3rd Edition, Oxford University Press, 2009.</i></p> <p><i>W. Massa. <i>Crystal structure determination</i>, 2nd Edition, Springer, Berlin, 2004.</i></p>
<b>Note ai testi di riferimento</b>	<i>Solo alcuni capitoli e/o sezioni indicati a lezione.</i>

<b>Organizzazione della didattica</b>			
<b>Ore</b>			
Totali	Didattica frontale	Pratica (laboratorio, campo, esercitazione, altro)	Studio individuale
150	32	30	88
<b>CFU/ETCS</b>			
6	4	2	

<b>Metodi didattici</b>	

<b>Risultati di apprendimento previsti</b>	
<b>Conoscenza e capacità di comprensione</b>	<i>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.</i>
<b>Conoscenza e capacità di comprensione applicate</b>	<i>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.</i>
<b>Competenze trasversali</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Autonomia di giudizio</i> <i>Valutare criticamente la qualità di una determinazione strutturale. Interpretazione di una struttura cristallina.</i></li> <li>• <i>Abilità comunicative</i></li> </ul>



# Corso di Laurea in SCIENZA E TECNOLOGIA DEI MATERIALI

Triennale – L30

	<p>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.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacità di apprendere in modo autonomo</li> </ul> <p>Apprendimento, trasferimento e adattamento di procedure sperimentali di diffrazione X e di elaborazioni digitali di pattern di diffrazione da cristallo singolo.</p>
--	--

Valutazione	
Modalità di verifica dell'apprendimento	Esame orale (100%)
Criteri di valutazione	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Conoscenza e capacità di comprensione</b> <u>Livello minimo per il superamento dell'esame:</u> conoscenza e derivazioni delle classi di simmetria cristalline e dei diagrammi dei gruppi spaziali. Conoscenza delle leggi della diffrazione: Legge di Laue, Bragg, ed Ewald. Conoscenza del fattore di struttura. <u>Livello intermedio:</u> 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. <u>Livello superiore:</u> conoscenza dettagliata del fattore di struttura e delle 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 affinamento strutturale.</li> <li>• <b>Autonomia di giudizio</b> <u>Per il livello intermedio:</u> analizzare criticamente la qualità di una determinazione strutturale. <u>Per il livello superiore:</u> relazionare i parametri della struttura con alcune proprietà del materiale.</li> <li>• <b>Abilità comunicative</b> <u>Per tutti i livelli:</u> 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.</li> <li>• <b>Capacità di apprendere</b> 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.</li> </ul>
Criteri di misurazione dell'apprendimento e di attribuzione del voto finale	<p>Il raggiungimento del livello minimo comporterà un voto finale tra 18-20. Il raggiungimento del livello intermedio comporterà un voto finale tra 21-26. Il raggiungimento del livello superiore comporterà un voto finale tra 27-30.</p>



Corso di Laurea in  
**SCIENZA E TECNOLOGIA  
DEI MATERIALI**

Triennale – L30

<b>Altro</b>	Saranno elargiti 2 punti di «premio velocità» sul voto finale per gli studenti che supereranno l'esame entro la sessione di luglio e 1 punto di «premio velocità» per coloro che supereranno l'esame entro la sessione di settembre dell'anno accademico in cui si è tenuto il corso.