

# Esperienza di Laboratorio: XRD

Tommaso Raffaelli

2024-12-03

## INDICE

<b>1</b>	<b>Introduzione</b>	<b>2</b>
<b>2</b>	<b>Materiali e tecniche sperimentali</b>	<b>2</b>
<b>3</b>	<b>Dati ottenuti</b>	<b>2</b>
3.1	Cell indexing . . . . .	3
3.2	Legge di Bragg . . . . .	4
3.3	Indici di Miller . . . . .	4
<b>4</b>	<b>Conclusione</b>	<b>4</b>

## ELENCO DELLE FIGURE

## 1 INTRODUZIONE

La diffrazione a raggi X (XRD) è una tecnica analitica fondamentale per lo studio dei materiali cristallini, utilizzata per determinare la struttura atomica o molecolare di un campione. L'obiettivo principale dell'esperimento è identificare il reticolo cristallino e le sue caratteristiche, come la simmetria e le dimensioni delle celle unitarie. Questa tecnica sfrutta l'interazione tra i raggi X e il reticolo cristallino: quando un fascio di raggi X colpisce il campione, viene diffratto secondo le condizioni della legge di Bragg.

Durante il laboratorio, un campione policristallino sarà sottoposto a un fascio di raggi X in un diffrattometro. Il risultato sarà un diffrattogramma, ovvero un grafico che rappresenta l'intensità dei raggi diffratti in funzione dell'angolo di diffrazione (2). Questo diffrattogramma permette di identificare le distanze interplanari e, attraverso il confronto con banche dati, di determinare la struttura cristallina e la fase del materiale.

L'esperimento fornisce una comprensione approfondita delle proprietà cristalline del materiale, che sono fondamentali per applicazioni in diversi settori, come la scienza dei materiali, la chimica e l'ingegneria.

## 2 MATERIALI E TECNICHE SPERIMENTALI

Una macchina per la diffrazione a raggi X (diffrattometro XRD) è progettata per analizzare la struttura cristallina dei materiali. Il suo funzionamento si basa sull'emissione di raggi X, la loro interazione con il campione, e la rilevazione delle radiazioni diffatte.

- **Sorgente di Raggi X:** La macchina genera raggi X focalizzati tramite un tubo a raggi X, in cui elettroni ad alta energia colpiscono un bersaglio metallico (solitamente rame o molibdeno), producendo radiazioni elettromagnetiche di lunghezza d'onda caratteristica.
- **Sistema di Collimazione:** I raggi X emessi sono collimati (orientati) in un fascio stretto per garantire che colpiscano il campione con un'incidenza precisa.
- **Campione:** Il campione, che può essere un solido policristallino, una polvere o un film sottile, è posizionato su un supporto e orientato per massimizzare l'interazione con il fascio.
- **Goniometro:** Il campione e il rilevatore sono montati su un goniometro, che ruota il campione e il rilevatore sincronizzandoli per rispettare la geometria richiesta dalla legge di Bragg.
- **Rilevatore:** Il rilevatore misura l'intensità dei raggi X diffratti a diversi angoli (2). Questo produce un diffrattogramma, che è una rappresentazione grafica dell'intensità dei raggi in funzione dell'angolo.
- **Analisi Dati:** I picchi osservati nel diffrattogramma corrispondono a specifiche distanze interplanari del cristallo. Attraverso algoritmi di analisi e il confronto con banche dati, è possibile determinare la fase e la struttura cristallina del materiale.

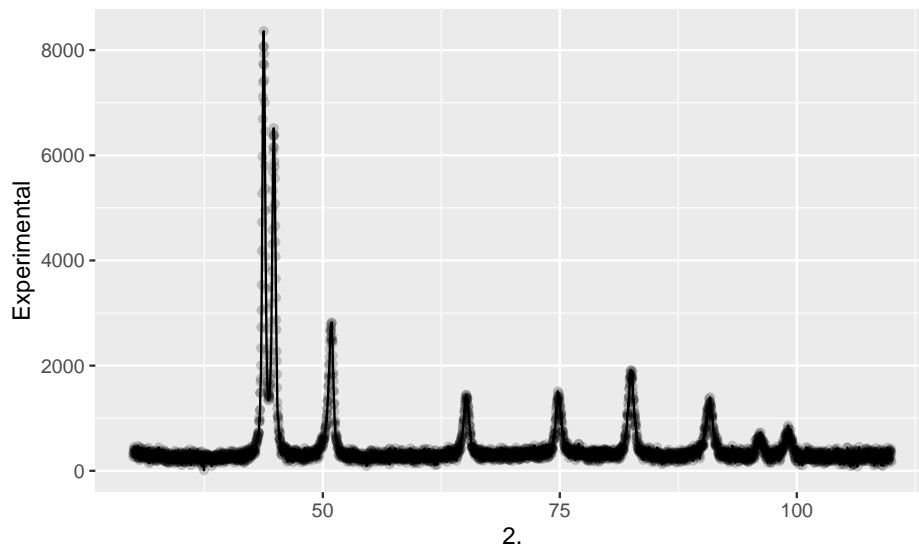
L'intero processo è altamente automatizzato e consente una rapida e precisa caratterizzazione strutturale dei materiali.

## 3 DATI OTTENUTI

Dalla macchina otteniamo un

Tabella 3.1. Campionamento generale

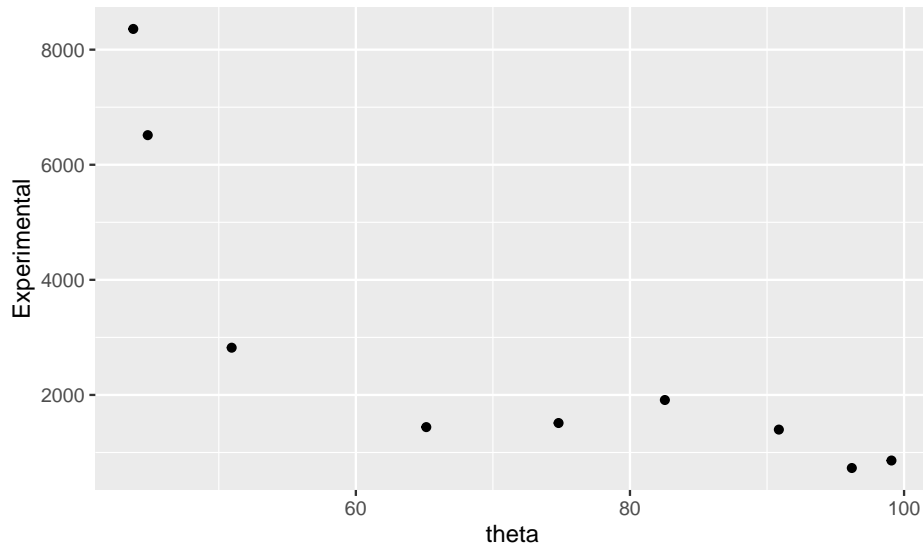
X2.theta	Experimental
30.0009	341.25
30.0208	263.33
30.0408	325.60
30.0607	417.02
30.0807	450.67
30.1006	387.85
30.1205	275.93
30.1405	311.55
30.1604	346.85
30.1804	393.16



### 3.1 Cell indexing

Guardando il grafico soprastante si possono notare 9 picchi che rappresentano gli angoli per cui la interferenza di raggi X è costruttiva, sapendo questo tramite la legge di Bragg possiamo calcolare la distanza interpalanare ( $d$ ) semplicemente invertendo la relazione  $\lambda = 2d \sin \theta$

Per prima cosa estraiamo i picchi



### 3.2 Legge di Bragg

La legge di Bragg è matematicamente espressa come:

$$\lambda = 2d \sin \theta$$

Dove:

- $\theta$ : angolo del fascio incidente
- $\lambda$ : lunghezza d'onda dei raggi X
- $d$ : distanza fra due piani del reticolo cristallino

La legge permette di collegare l'angolo di diffrazione ( $\theta$ ) e le caratteristiche della radiazione ( $\lambda$ ) con le distanze interplanari ( $d$ ) della struttura cristallina. Questo principio è alla base dell'analisi dei diffrattogrammi prodotti nelle tecniche XRD, consentendo di determinare la struttura atomica del materiale.

### 3.3 Indici di Miller

## 4 CONCLUSIONE