

Esperienza di Laboratorio: XRD

Tommaso Raffaelli

2025-01-09

INDICE

1	Introduzione	2
2	Materiali e tecniche sperimentali	2
2.1	Legge di Bragg	3
3	Dati ottenuti	3
3.1	Cell indexing	4
4	Conclusione	5

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 è stato 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 (2θ). 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.

Componenti:

- 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 rivelatore sono montati su un goniometro, che ruota il campione e il rivelatore sincronizzandoli per rispettare la geometria richiesta dalla legge di Bragg.
- Rivelatore; Il rivelatore misura l'intensità dei raggi X diffratti a diversi angoli (2θ). Questo produce un diffrattogramma, che è una rappresentazione grafica dell'intensità dei raggi in funzione dell'angolo.

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

Funzionamento: La macchina genera raggi X tramite un tubo a raggi X che vengono collimati, per aumentare l'accuratezza dell'angolo di incidenza, questi colpiscono il rivelatore che misura la intensità dei raggi arrivati ad esso.

2.1 Legge di Bragg

La legge di Bragg è matematicamente espressa come:

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

Dove:

- θ : angolo del fascio incidente
- λ : lunghezza d'onda dei raggi X
- d : distanza fra due piani del reticolo cristallino

La legge permette di collegare l'angolo di diffrazione (θ) e le caratteristiche della radiazione (λ) 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 DATI OTTENUTI

Dalla macchina otteniamo essenzialmente una tabella che mette in relazione:

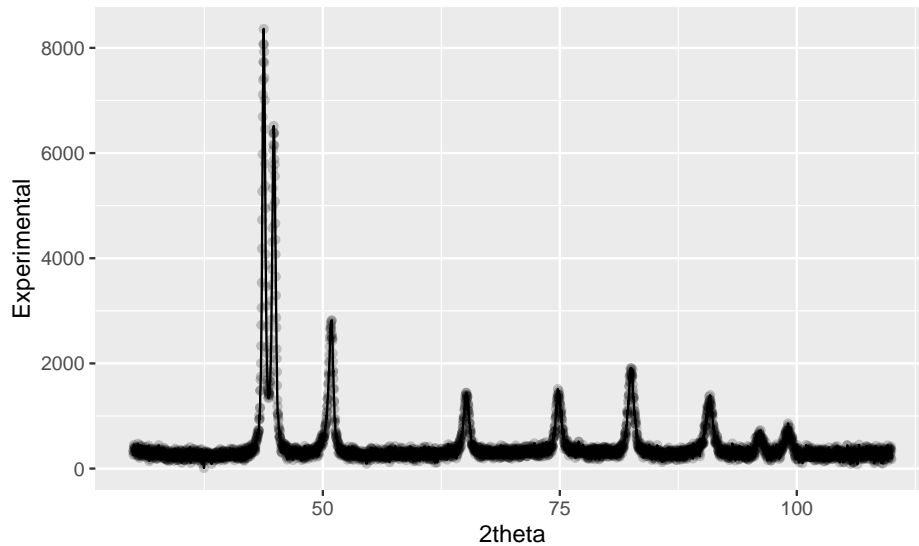
1. l'angolo di incidenza 2θ
2. il valore ricavato dall'rivelatore *Experimental*

Nel caso del campione utilizzato in questa esperienza di laboratorio la tabella ha dimensione 4012×2 quindi per questioni di spazio farò vedere i primi elementi di essa.

Tabella 3.1. Testa tabella dei dati ottenuti

X2theta	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

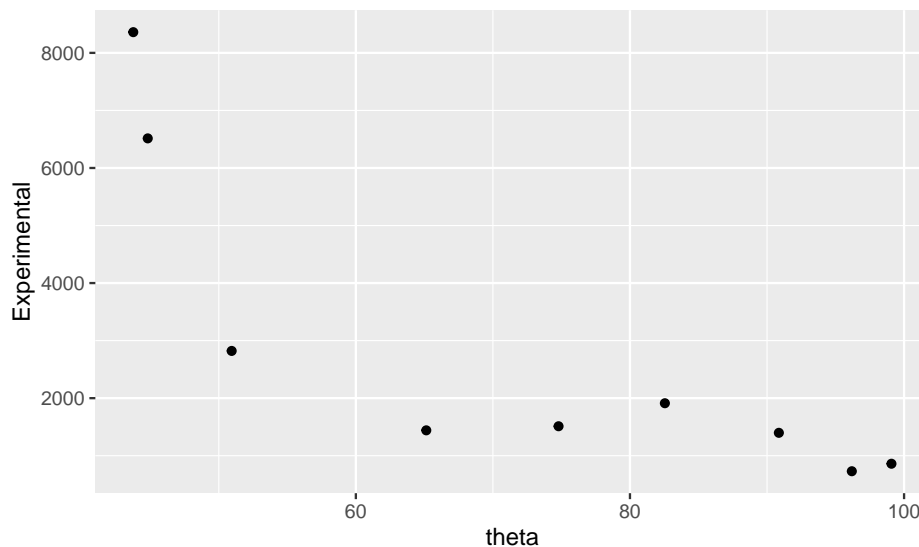
Dalla tabella facendo un plot punto per punto possiamo ottenere quello che è il diffrattogramma del campione che stiamo analizzando



Guardando il diffrattogramma si possono notare alcuni picchi ben definiti, questi rappresentano gli angoli di incidenza per cui i raggi X hanno fatto interferenza costruttiva alla posizione del rivelatore.

3.1 Cell indexing

Indexing è il processo usato per determinare la dimensione della cella unitaria dalla posizione dei picchi del diffrattogramma



Nel caso del campione osservato in laboratorio otteniamo 9 picchi, sapendo che gli indici di miller sono numeri interi piccoli, tramite la seguente relazione:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

possiamo ricavare per tentativi gli indici di Miller h , k e l

Tabella 3.2. Cell indexing

theta	Exp	d_spacing	a_d
43.7608	8360.27	-3.5062973	0.6699869
44.8178	6514.35	1.0386526	7.6352483
50.9399	2820.92	1.2335804	5.4128860
65.1386	1440.85	1.0392705	7.6261715
74.7905	1511.79	-1.3490363	4.5260205
82.5479	1911.90	1.0108107	8.0616528
90.8637	1397.68	3.2080119	0.8003719
96.1882	730.13	0.8260916	12.0700042
99.0798	860.23	-0.7758452	13.6840179

Tabella 3.3. Cell indexing

picco	h	k	l
1	1	0	0
2	3	1	0
3	2	1	0
4	2	2	0
5	2	0	0
6	2	0	2
7	0	1	0
8	2	2	2
9	3	3	0

4 CONCLUSIONE

L'esperimento di laboratorio condotto con la tecnica di diffrazione a raggi X (XRD) ha fornito risultati significativi nell'analisi della struttura cristallina del campione in esame. Attraverso la raccolta e l'interpretazione del diffrattogramma, è stato possibile determinare le distanze interplanari caratteristiche del materiale e identificare le fasi cristalline presenti, consentendo di confermare le ipotesi iniziali oppure di rivelare dettagli inaspettati sulla composizione e la struttura del campione.

Questa attività ha evidenziato l'importanza dell'XRD come strumento analitico versatile e affidabile, indispensabile per lo studio delle proprietà cristallografiche dei materiali. In particolare, ha mostrato come la combinazione di una metodologia sperimentale rigorosa e un'analisi dati accurata permetta di ottenere informazioni fondamentali per la ricerca e lo sviluppo in ambiti come la scienza dei materiali.

Inoltre, l'esperienza in laboratorio ha offerto un'opportunità concreta di applicare conoscenze teoriche a un caso pratico, approfondendo la comprensione delle tecniche di caratterizzazione strutturale. Questa applicazione pratica ha sottolineato l'importanza di competenze sia teoriche che sperimentali per affrontare con successo le sfide della ricerca scientifica e tecnologica moderna.