

# L'analisi della tessitura nei materiali e film sottili

Luca Lutterotti

Università degli Studi di Trento

Dipartimento di Ingegneria dei Materiali e  
Tecnologie Industriali

# Parte I

## teoria e analisi

- ⌚ Introduzione alla tessitura
- ⌚ Tecniche di analisi
- ⌚ Figure polari e spettri di diffrazione
- ⌚ L'analisi quantitativa: i metodi
- ⌚ L'analisi dei risultati
- ⌚ Esempio di analisi

# Tessitura ed anisotropia



Legno: robusto  
parallelamente alle fibre

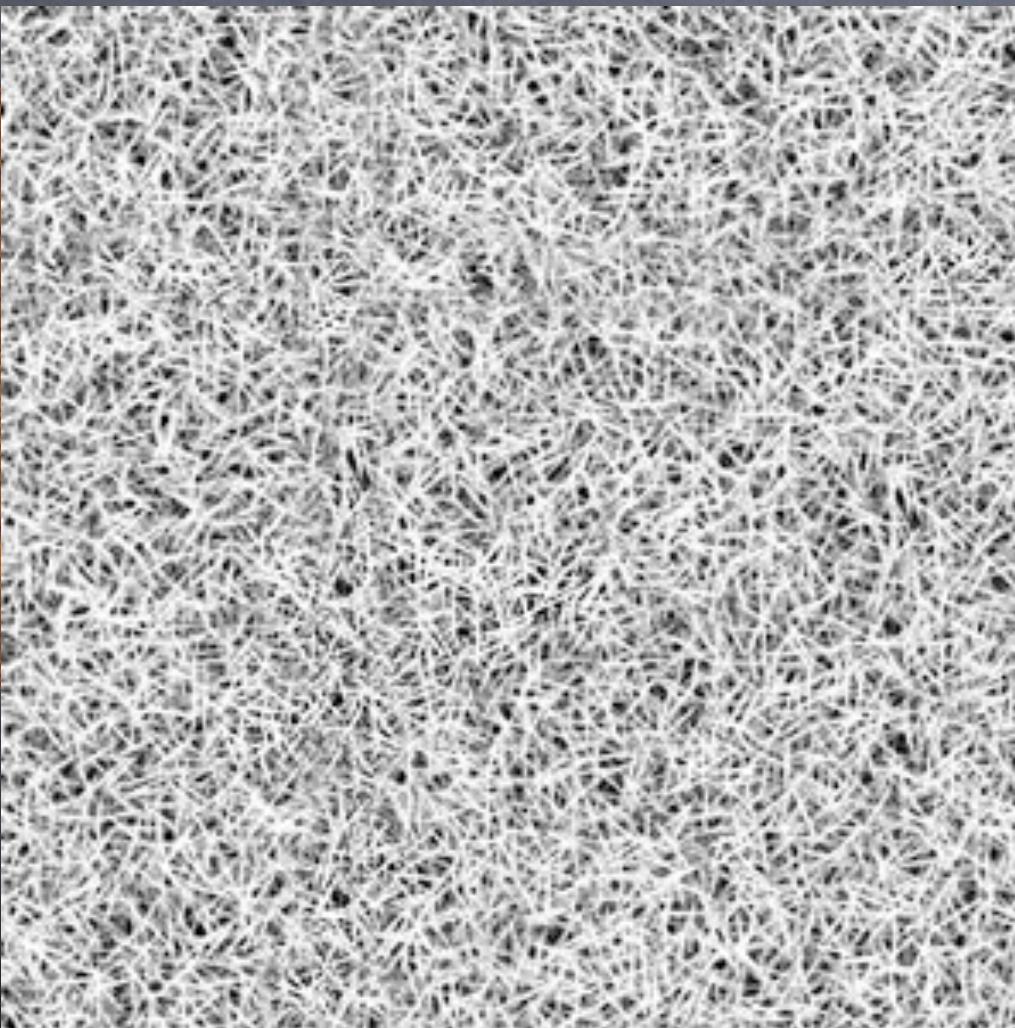
# Tessitura ed anisotropia



Tessuti: in genere  
bidirezionali



# Tessitura ed anisotropia



Tessuto random

# Tessitura cristallografica



Roccia lunare random (Apollo 12)

Colore differente = orientazione cristallografica differente

# Tessitura cristallografica



Roccia lunare random (Apollo 12)

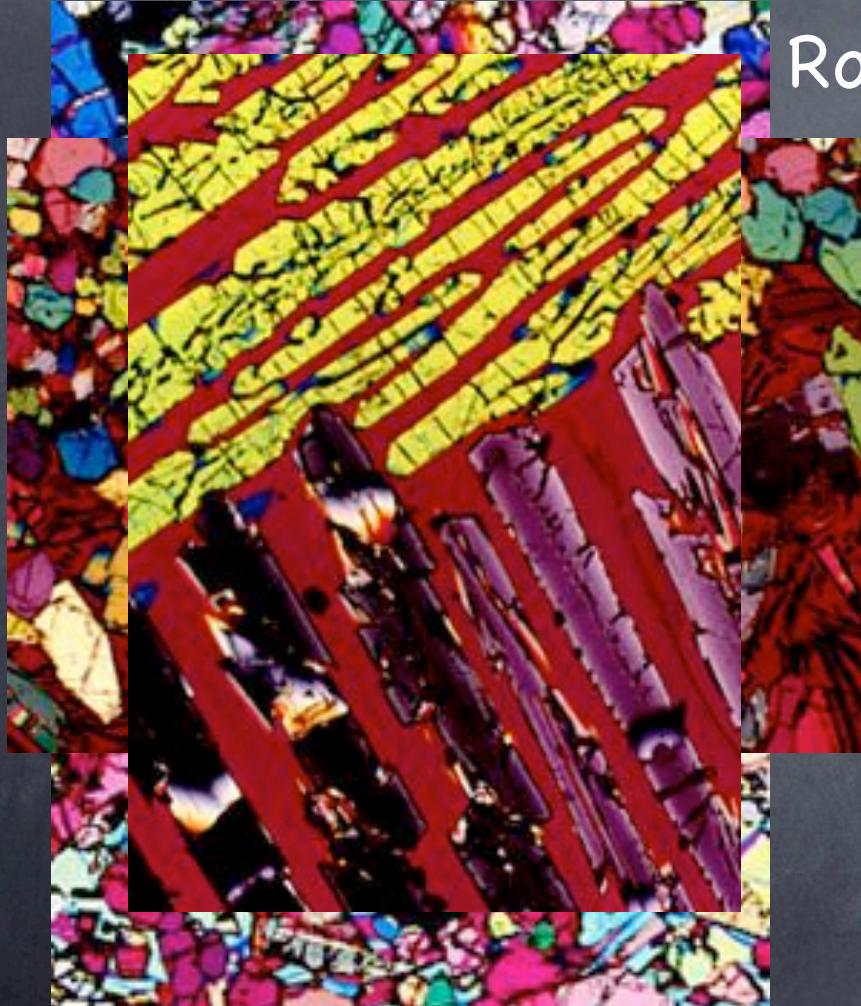


Tessitura porfiritica



Colore differente = orientazione cristallografica differente

# Tessitura cristallografica

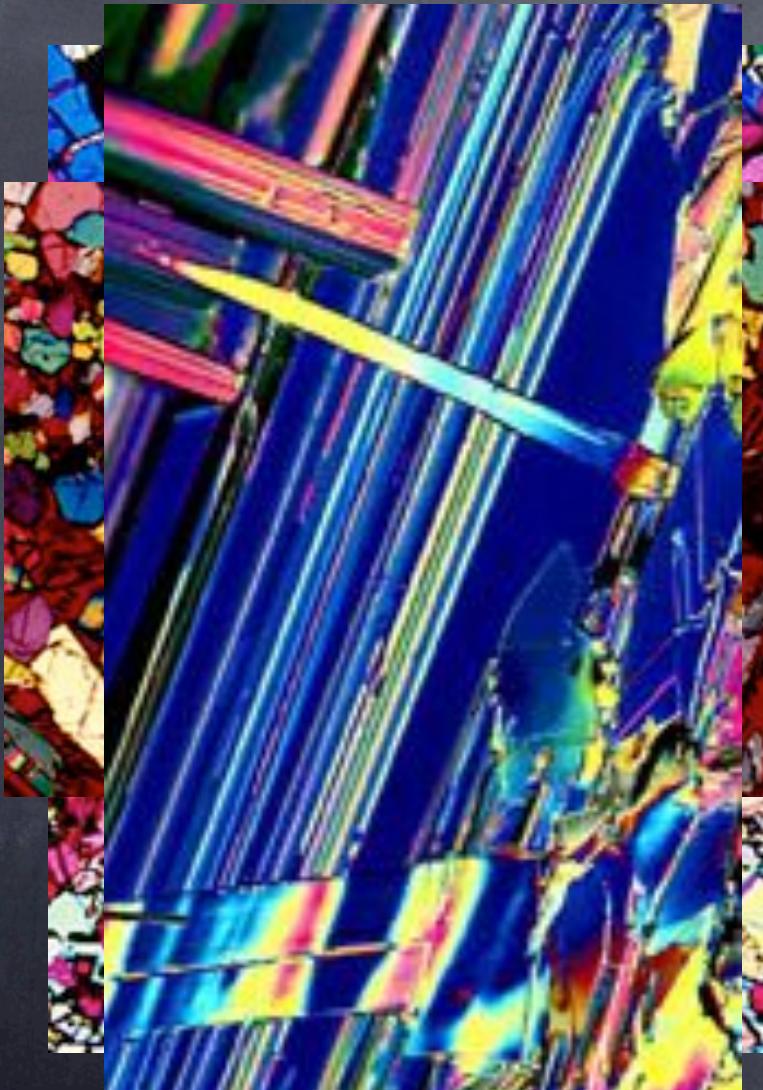


Roccia lunare random (Apollo 12)

Tessitura porfiritica  
Dendriti da solidificazione

Colore differente = orientazione cristallografica differente

# Tessitura cristallografica



Roccia lunare random (Apollo 12)

Tessitura porfiritica  
Dendriti da solidificazione

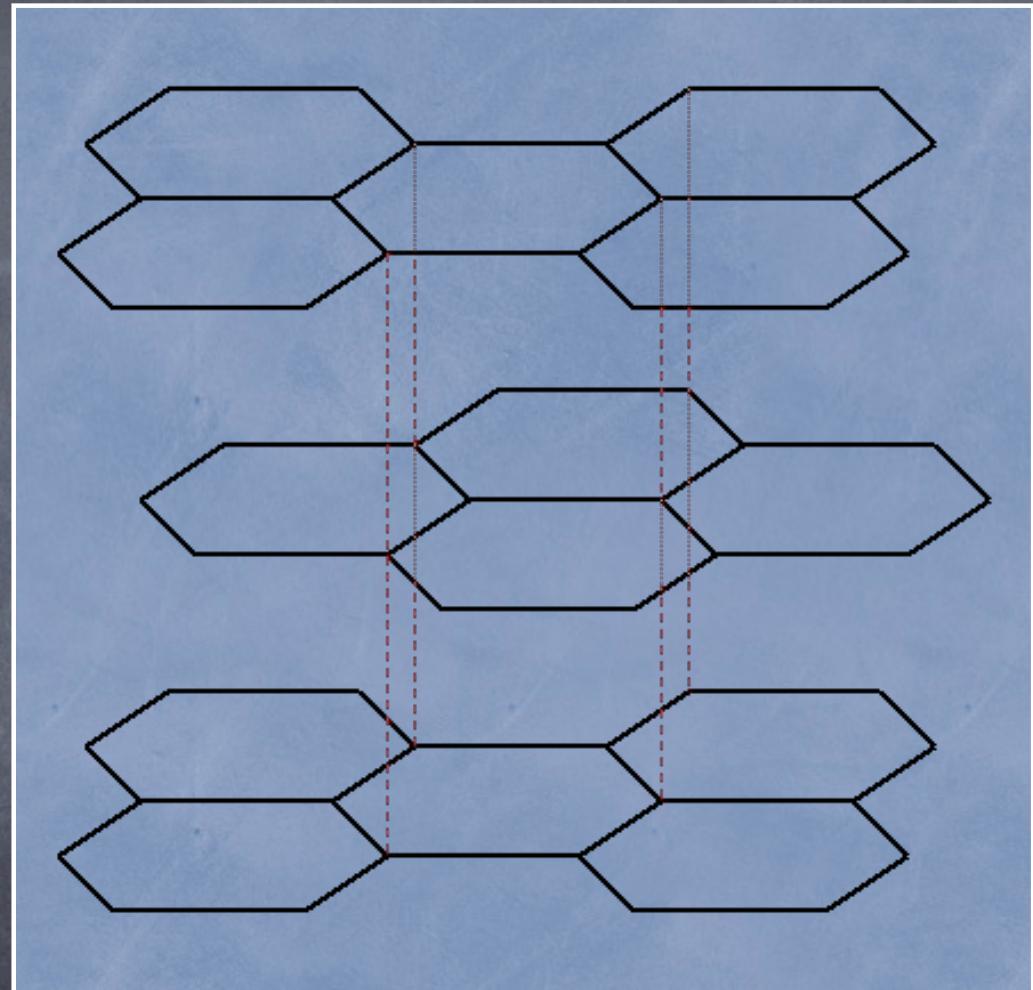
Grani a piattello con orientazione  
ab per il superconduttore ceramico  
 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}\text{Cu}_2\text{O}_x$

Colore differente = orientazione cristallografica differente

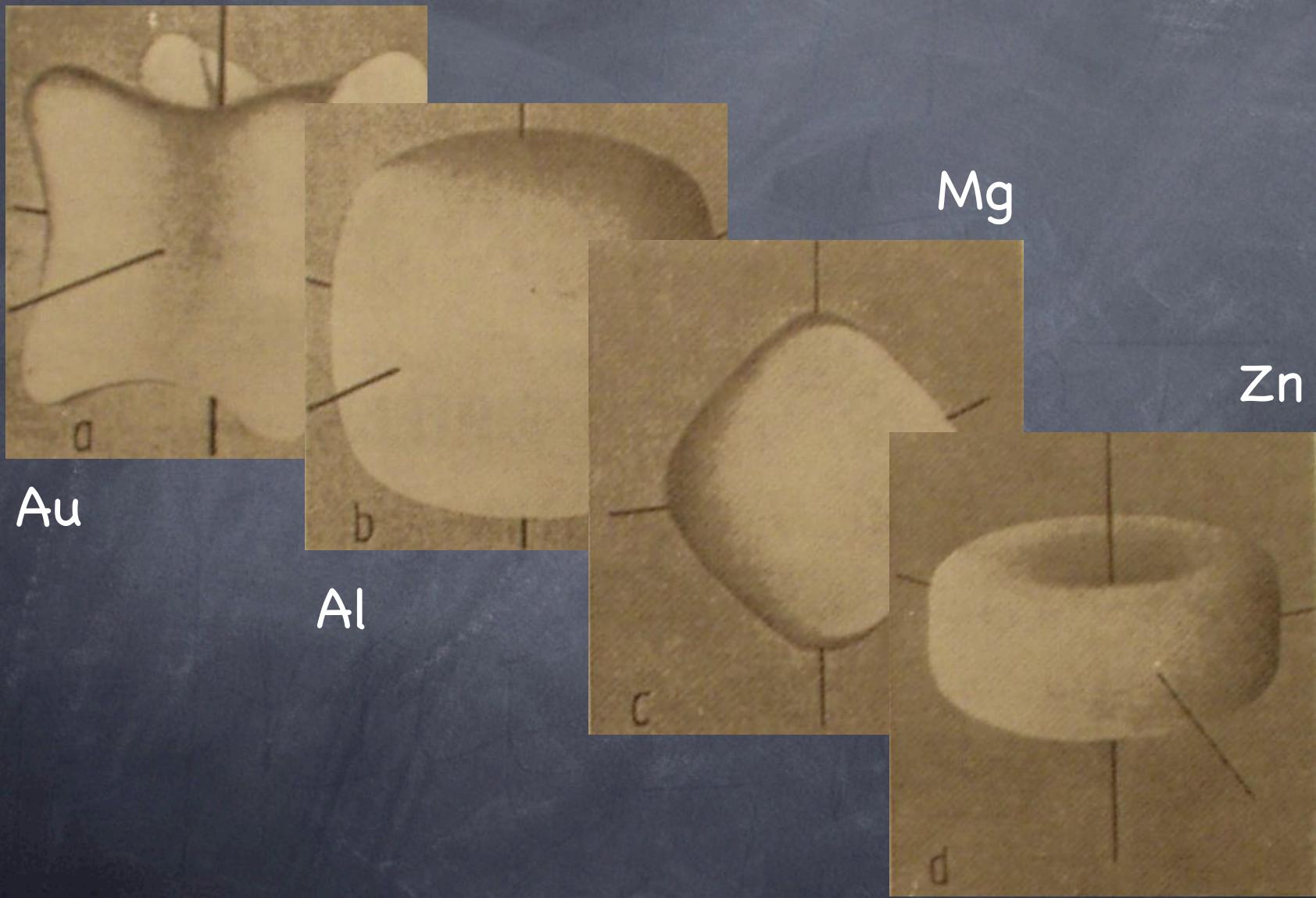
# Anisotropia singolo cristallo: la grafite

Anisotropia per:

- ⦿ Proprietà elettriche
- ⦿ Proprietà meccaniche:  
modulo elastico, frattura,  
deformazione....
- ⦿ Espansione termica
- ⦿ Conducibilità termica
- ⦿ Proprietà magnetiche
- ⦿ .....



# Anisotropia del tensore elastico



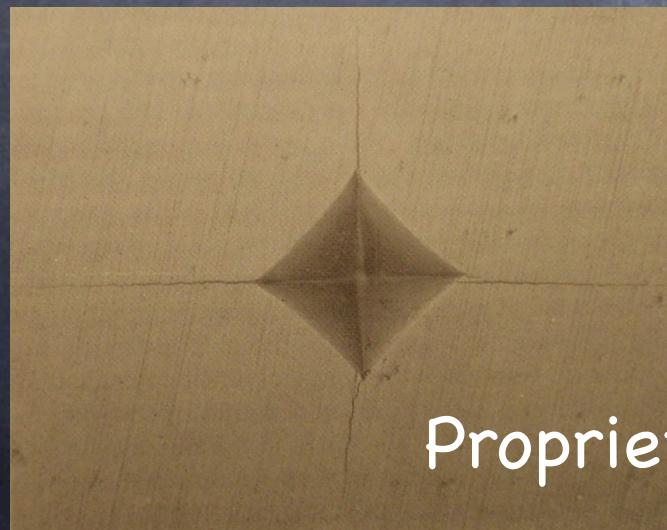
# Anisotropia proprietà macroscopiche



+



=



# Definizioni

ODF: Funzione di Distribuzione delle Orientazioni,  $f(g)$

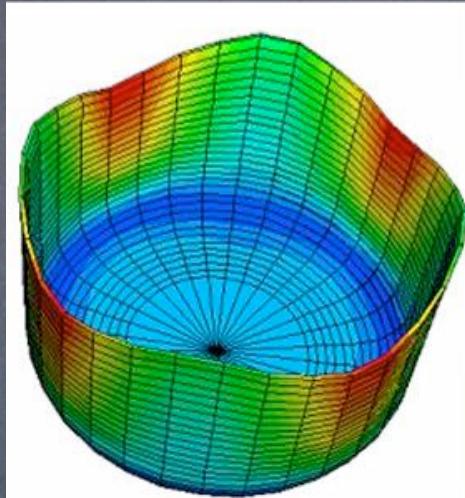
$$f(g)\Delta g = \frac{\Delta V(g)}{V}$$

Proprietà macroscopiche:  
es. tensore elastico,  $C$

$$\overline{C^{-1}}^a = \int_G C^{-1}(g)f(g)dg$$

# Esempi importanza della tessitura

Il problema delle orecchie

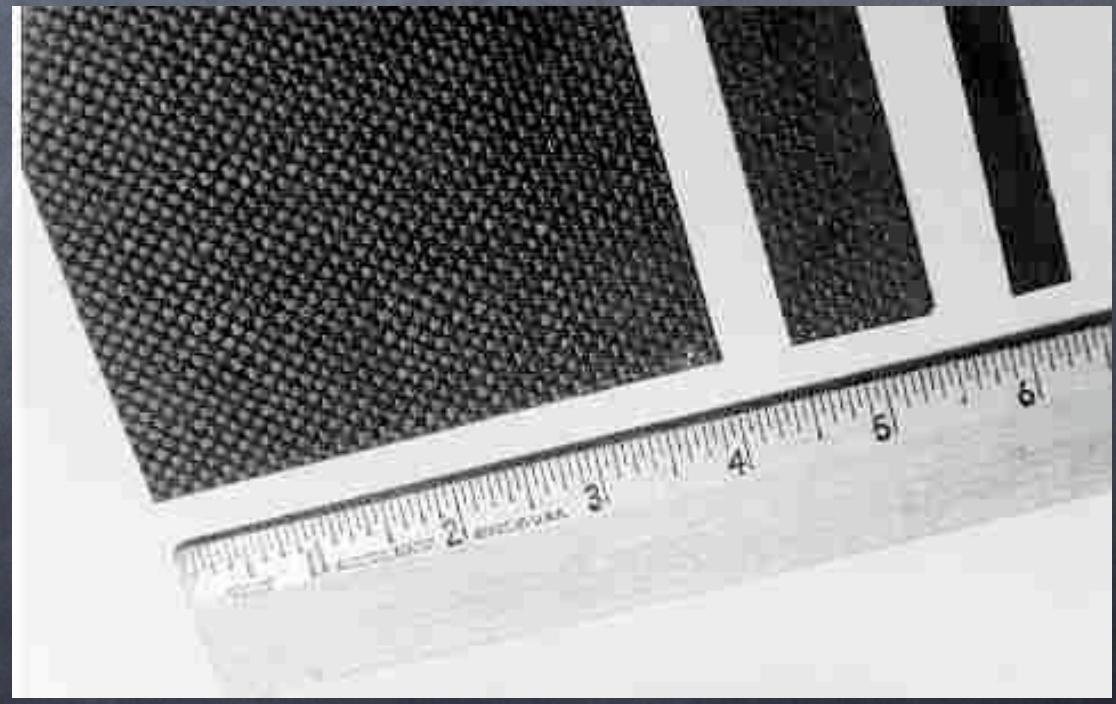


Tessitura  
ottimizzata

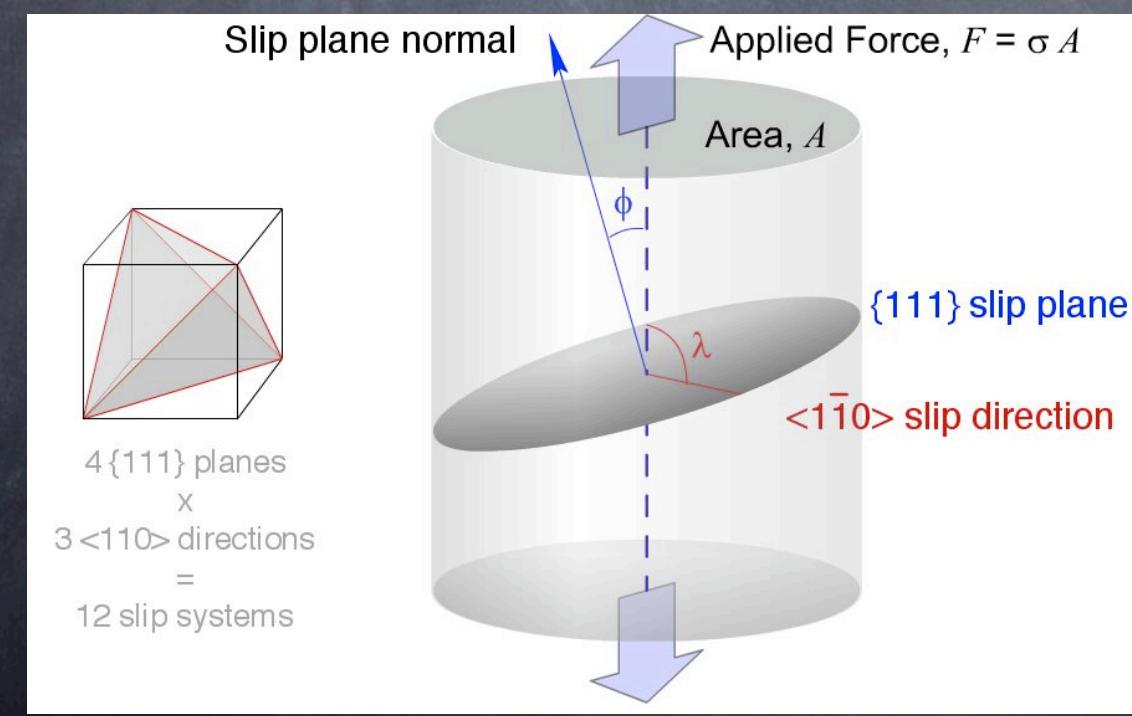
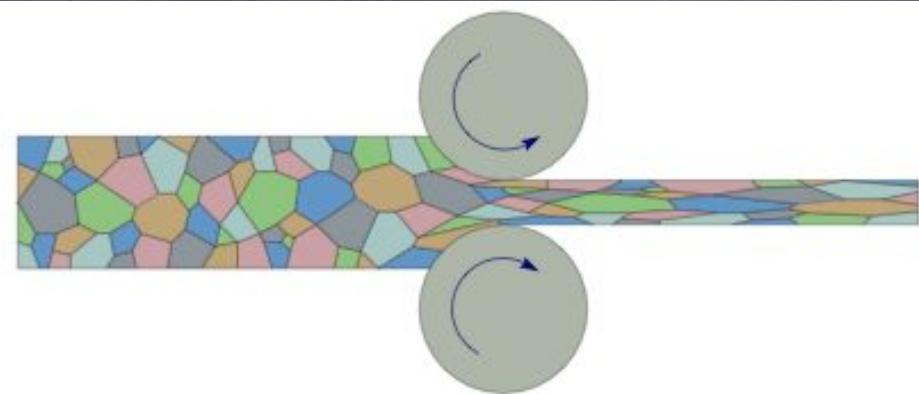
# Proprietà meccaniche

- Rigidezza
- Deformazione,  
def. a rottura
- Creep
- Frattura
- Tenacità
- Sforzi residui
- Fatica
- .....

Fibre orientate, monocrystalline  
e compositi

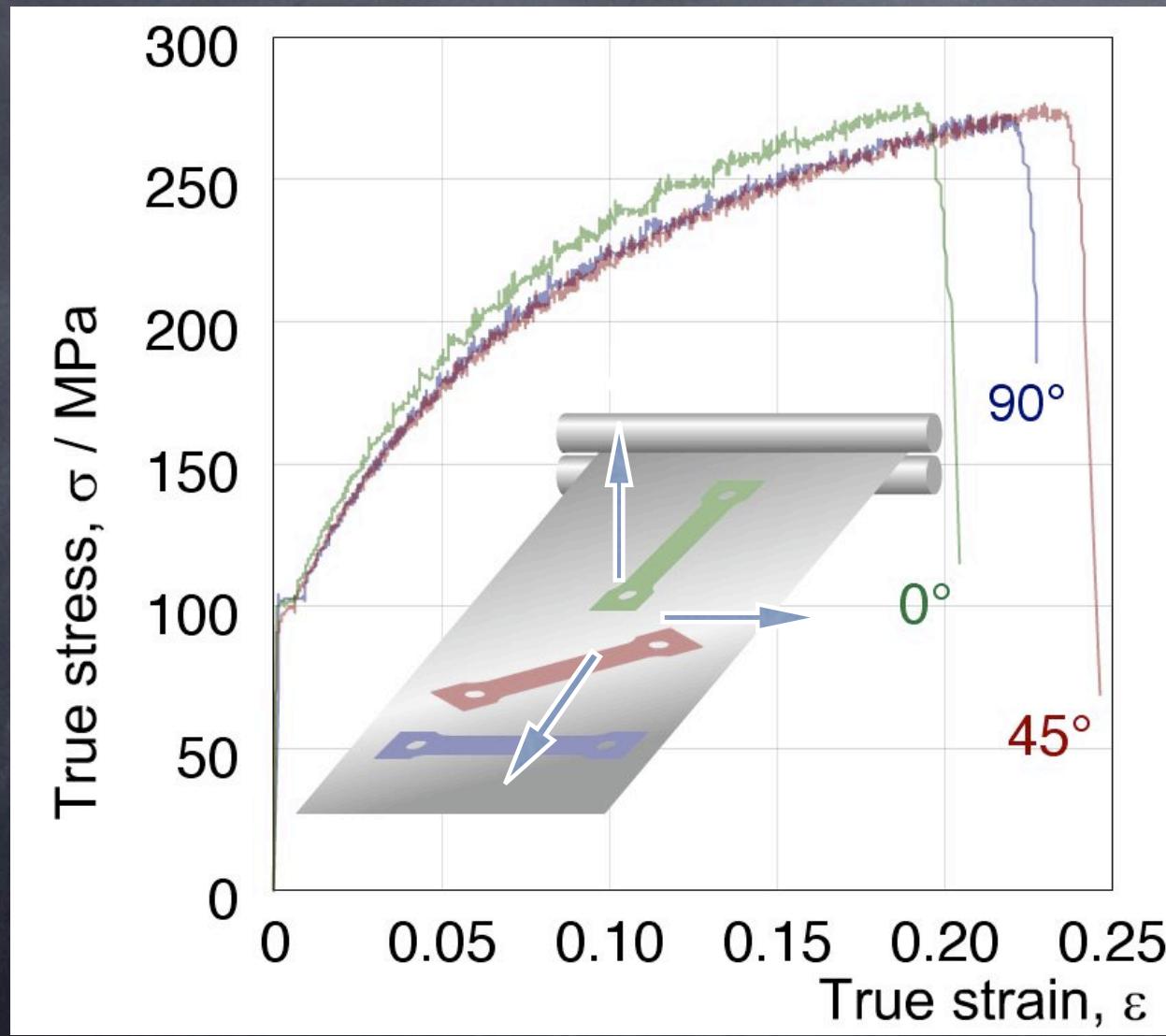


# Metalli, leghe e laminazioni



Una deformazione  
plastica direzione  
induce tessitura

## Laminati in alluminio (lega)



# Palette per turbine aeronautiche

Il problema: alta T, creep

Materiale: superlegghe base Ni, Co

Il creep agisce preferenzialmente sul  
bordo grano perpendicolare allo sforzo



Paletta policristallina



Solidificata direzionalmente

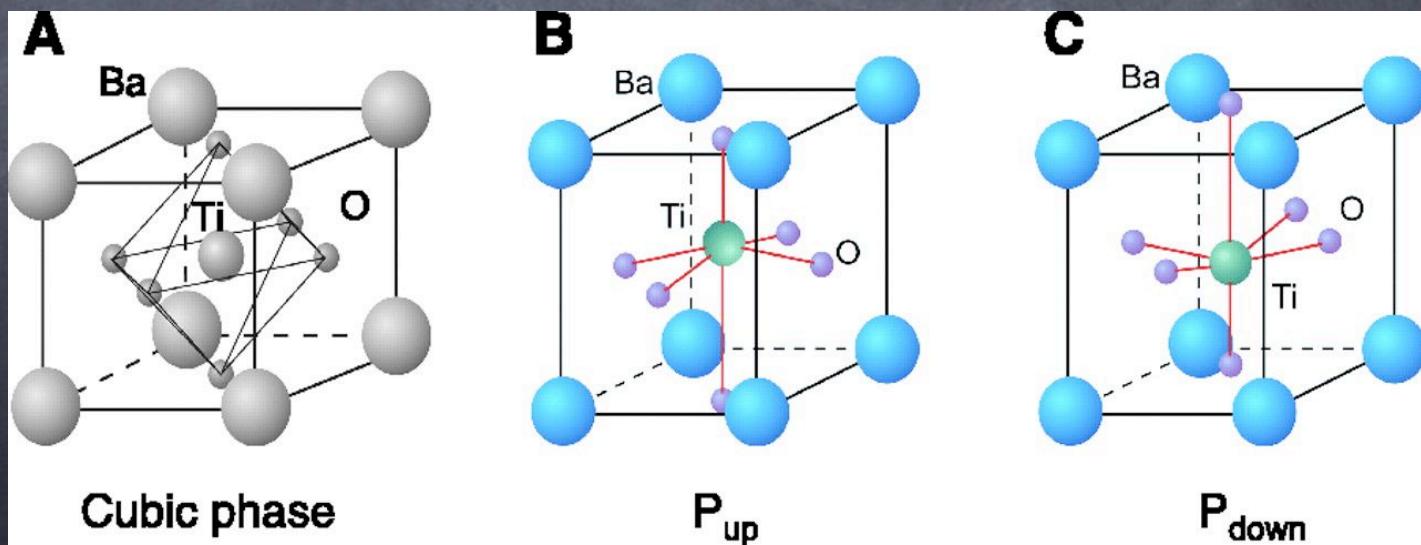


Singolo cristallo

# Proprietà elettriche e magnetiche

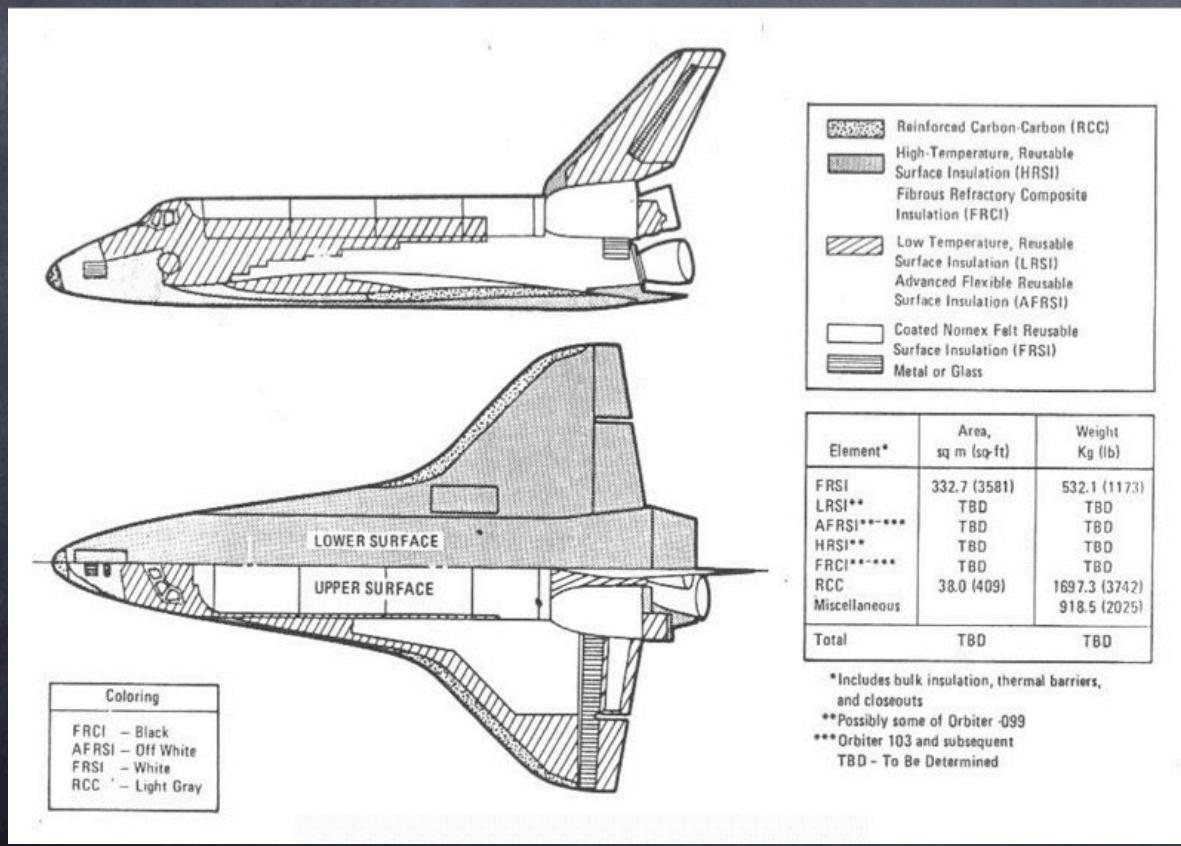
- ⦿ Superconduttori
- ⦿ Semiconduttori
- ⦿ Microchip, elettronica
- ⦿ Masse magnetiche per trasformatori
- ⦿ Memorie non volatili
- ⦿ ....

Ferroelettrici



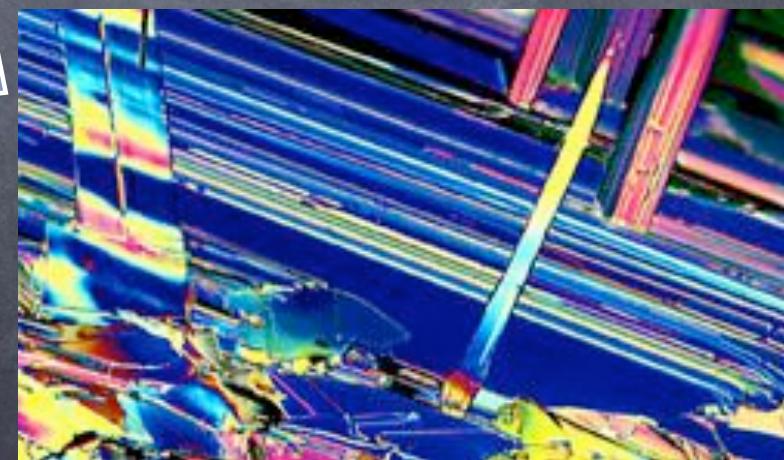
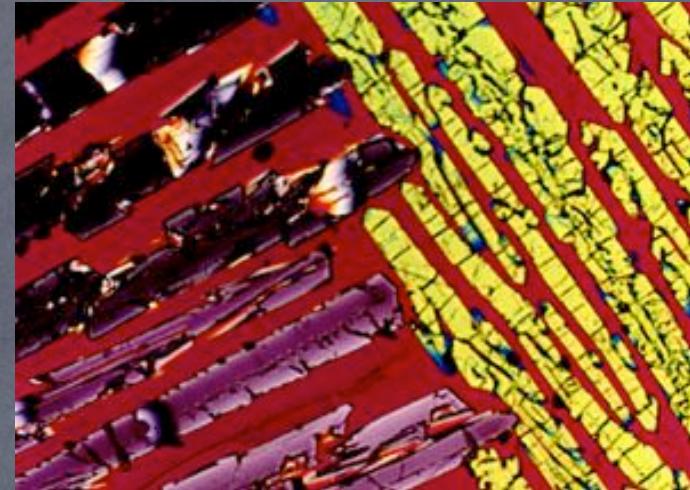
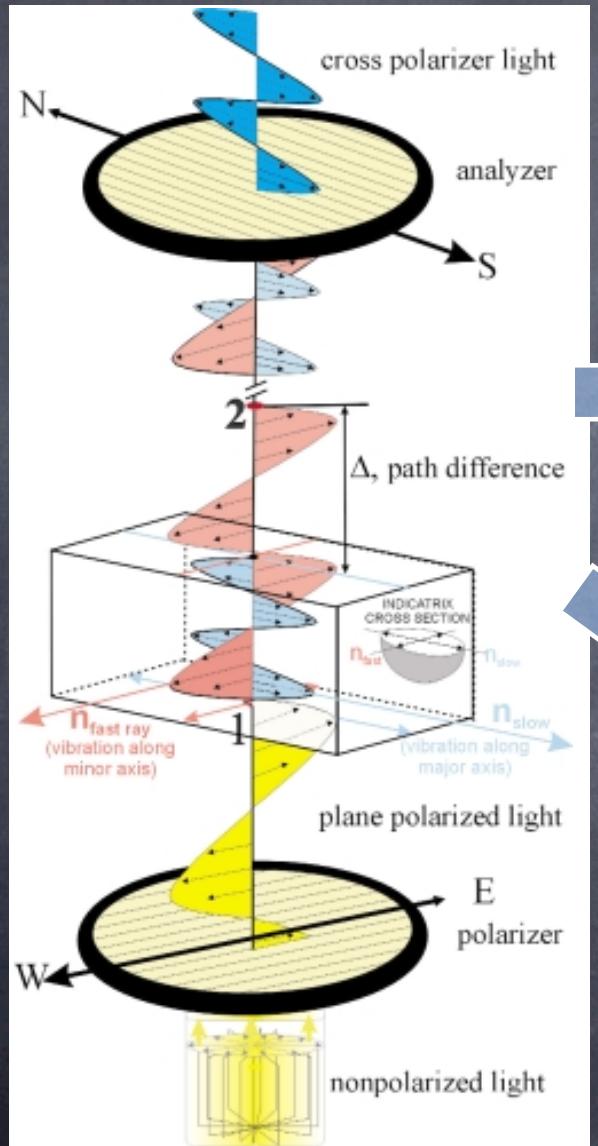
# Proprietà termiche anisotrope

## Rivestimento TPS dello Shuttle in carbon-carbon



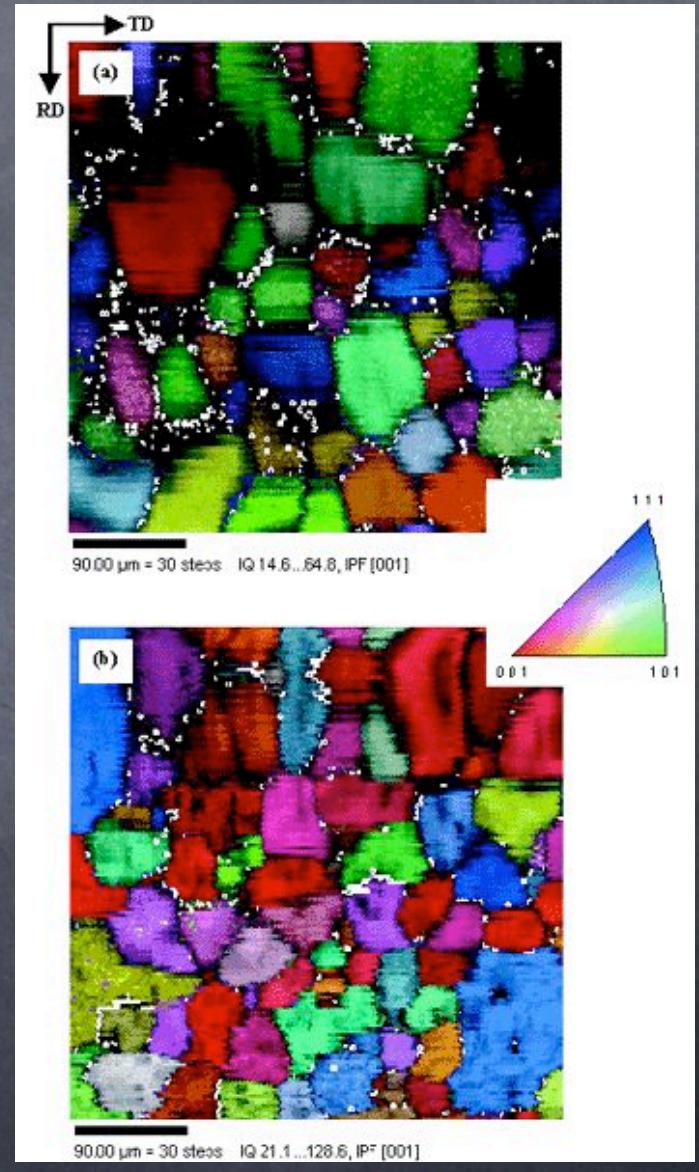
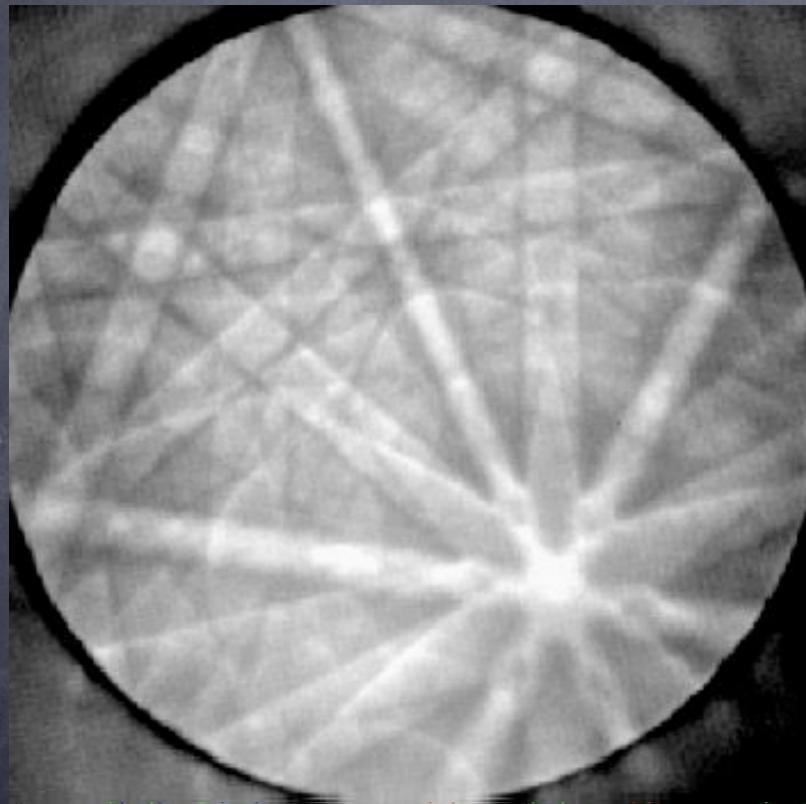
# Tecniche di analisi

# Microscopio polarizzatore



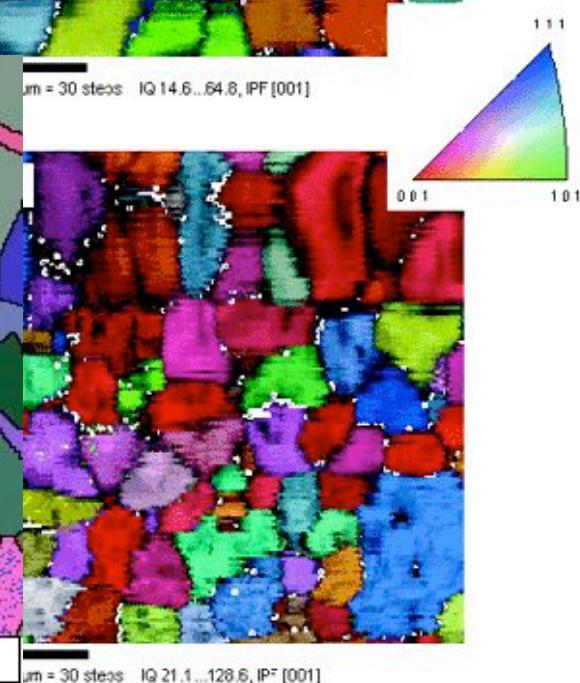
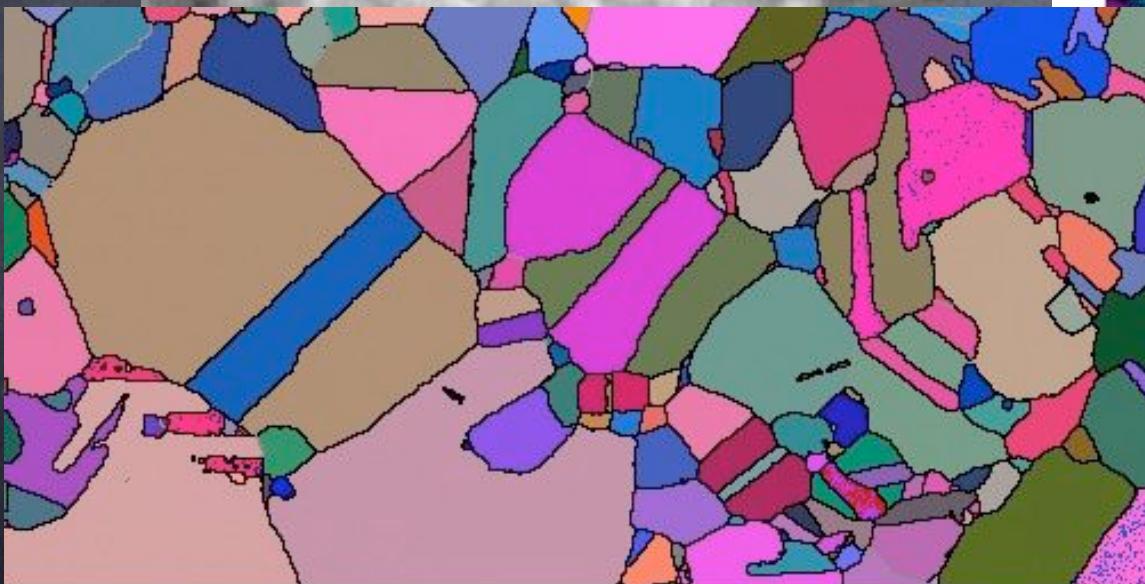
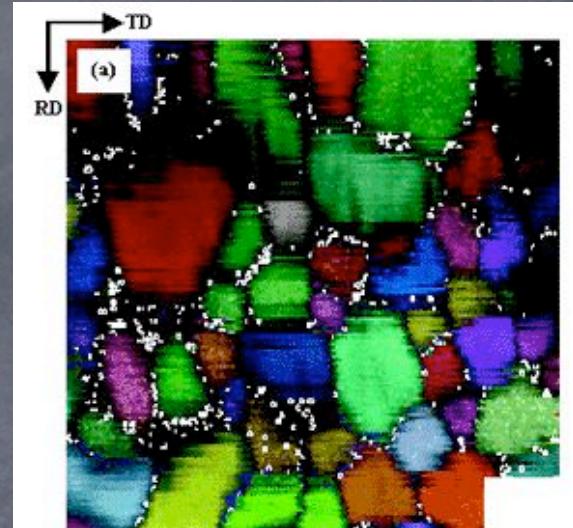
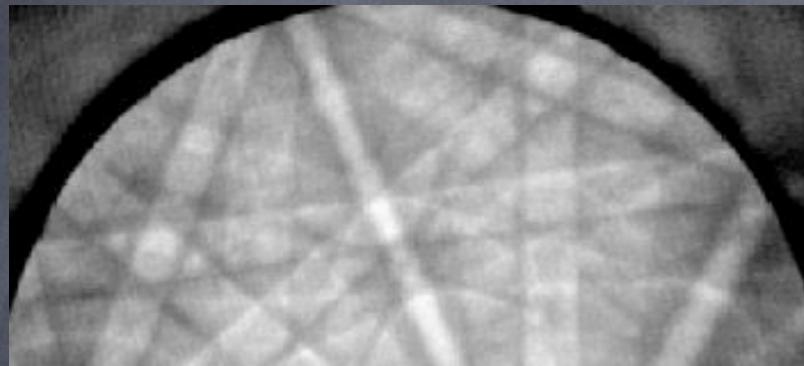
# Microscopio elettronico a scansione: EBSD

EBSD pattern

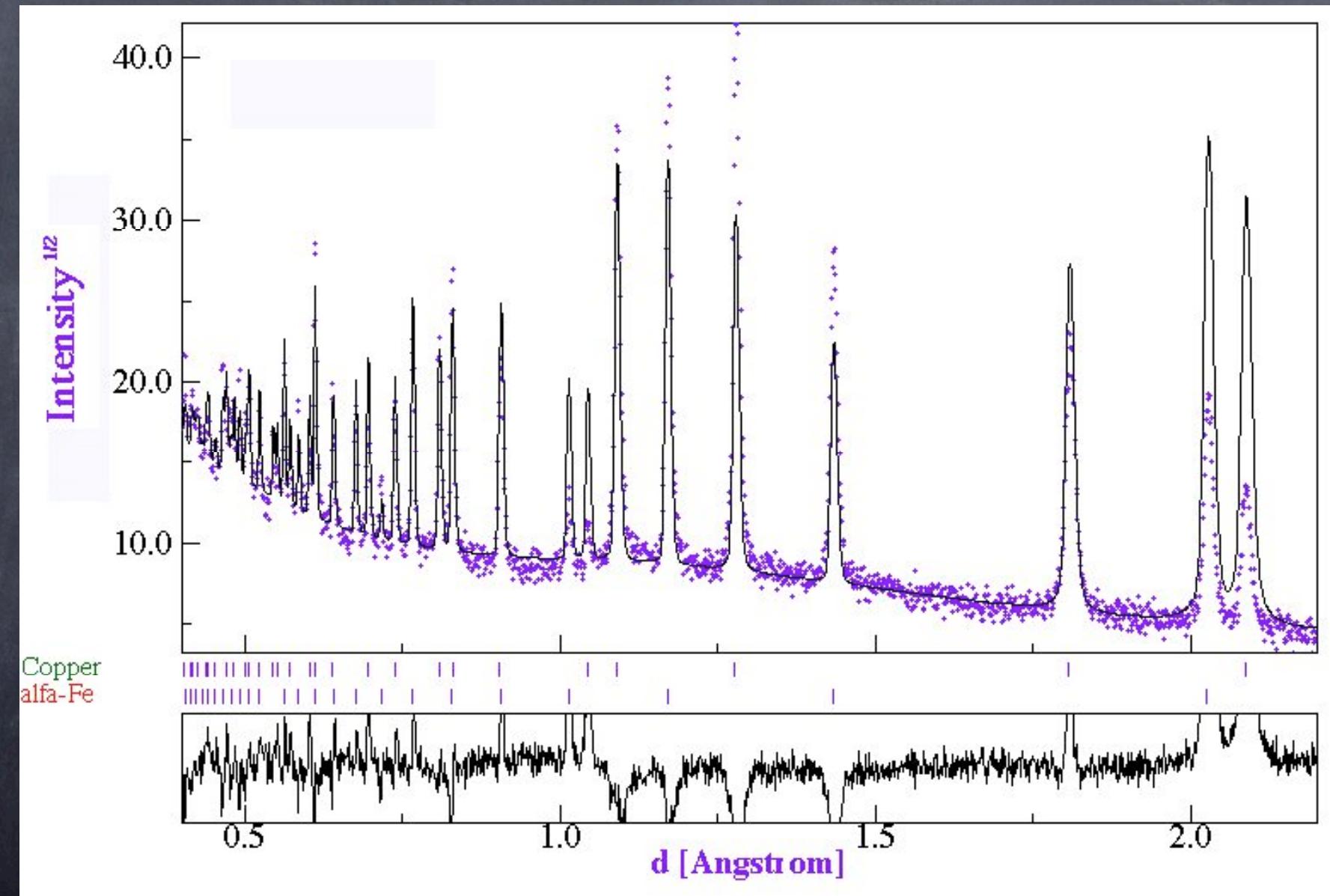


# Microscopio elettronico a scansione: EBSD

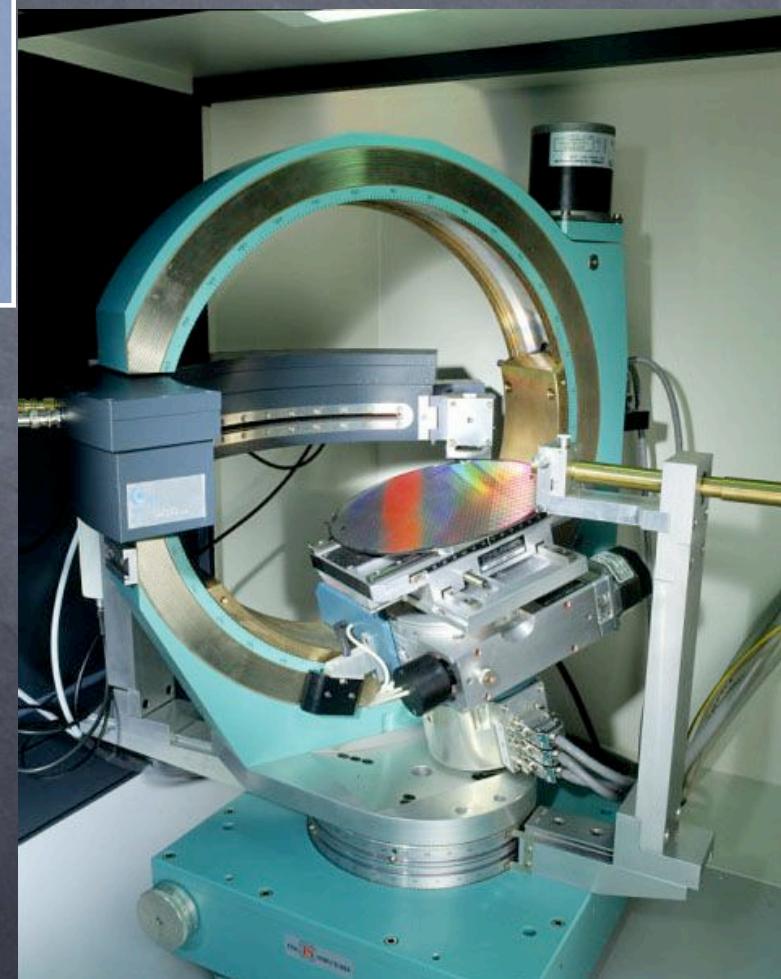
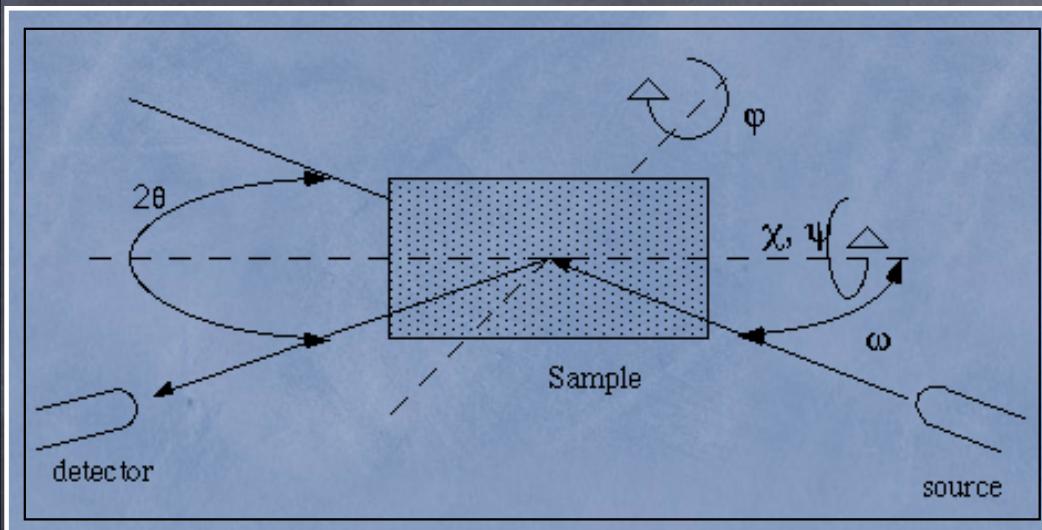
EBSD pattern



# Diffrazione



# La misura della tessitura



# I rivelatori

- ⦿ Rivelatori puntuali: scintillatori, proporzionali
- ⦿ Rivelatori lineari e curvi
- ⦿ Rivelatori ad area: CCD, Image Plate



# Come si ottiene la ODF? La funzione delle orientazioni?

Analisi quantitativa

ODF,  $f(g)$

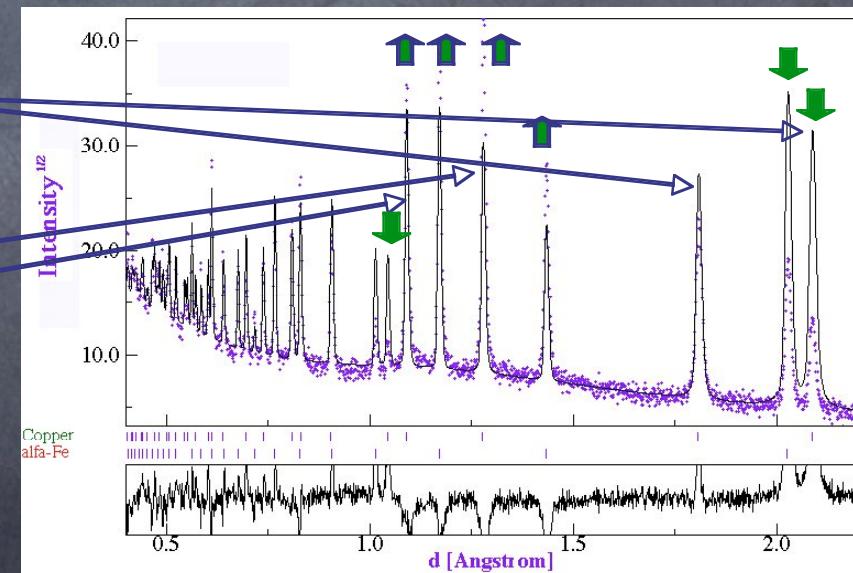
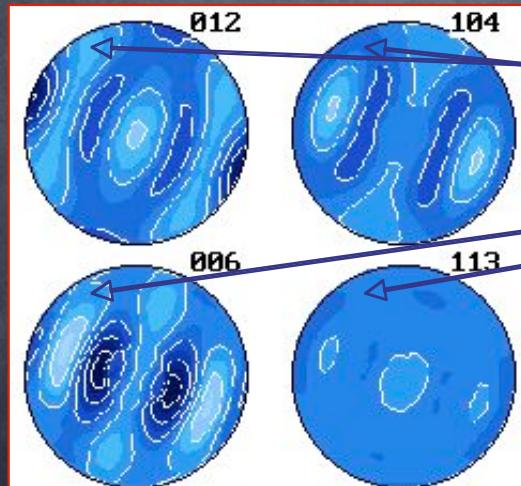
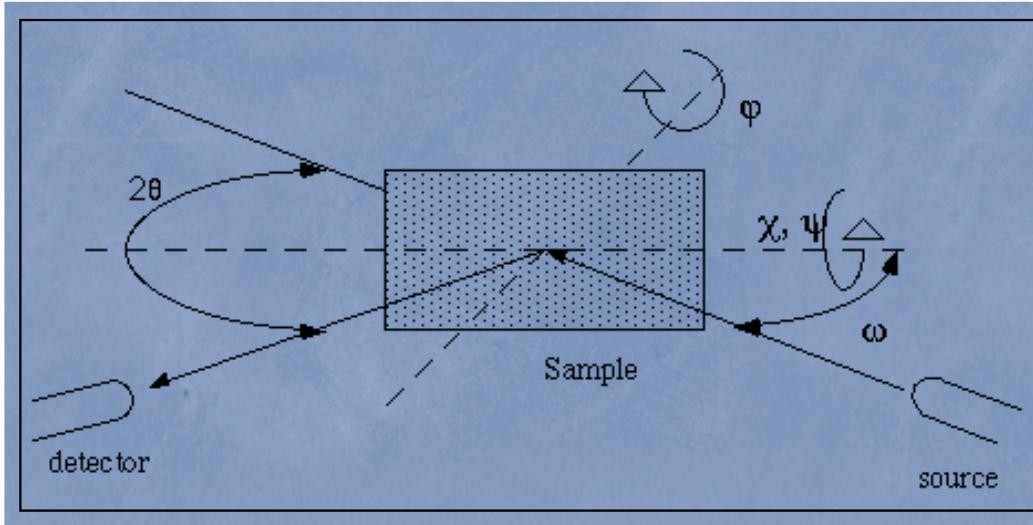


Figure polari

Spettri

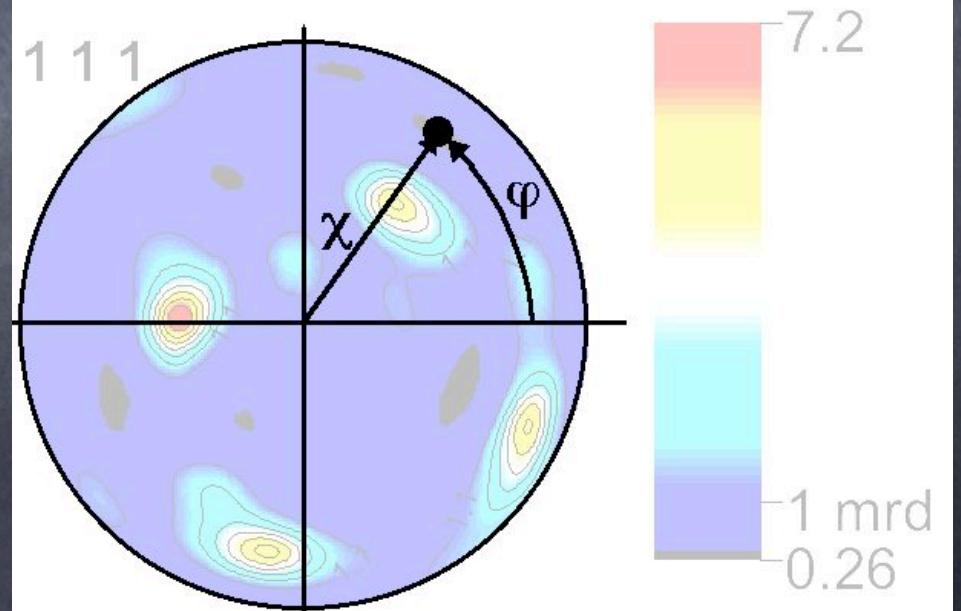
## La figura polare



$$P_k(\chi, \phi) = \int_{\varphi} f(g, \varphi) d\varphi$$

Proporzionale  
al volume di grani

Intensità di un riflesso  
in funzione del tilting  
del campione



# Metodi di analisi quantitativa

Come si determina la ODF ?

$$P_k(\chi, \phi) = \int_{\varphi} f(g, \varphi) d\varphi$$

P() è l'intensità che misuriamo (figure polari e/o spettri)  
f() è la funzione da determinare

- ② Si stabilisce una forma funzionale per f() e si inverte analiticamente (espansione in serie di armoniche, funzioni standard....)
- ② Si discretizza la funzione f() nello spazio e si determina il valore di f() nelle celle tramite l'eq. e algoritmi numerici (WIMV, entropia....)

## Metodo tradizionale (figure polari)

- ⦿ Misura figure polari per riflessi separati
- ⦿ Analisi tramite metodo delle armoniche oppure WIMV
- ⦿ Vantaggi:
  - ⦿ Metodo relativamente semplice, analisi veloci
- ⦿ Svantaggi:
  - ⦿ Solo per composti semplici (cubici, esagonali) e monofasici
  - ⦿ Richiede correzioni se non si colleziona il picco completo

## Metodo tessitura da spettri (Rietveld/texture)

- ⦿ Si collezionano diversi spettri (completi) ruotando il campione in diverse posizioni
- ⦿ Si analizzano gli spettri tramite “fitting” ai minimi quadrati e si ricava direttamente la ODF ( $f(g)$ )
- ⦿ Vantaggi:
  - ⦿ non ci sono limitazioni date da complessità struttura e/o presenza di più fasi
  - ⦿ non occorrono correzioni
  - ⦿ si utilizzano efficacemente strumenti moderni (rivelatori ad area, PSD)
- ⦿ Svantaggi: tempi di calcolo, analisi

# Parte II

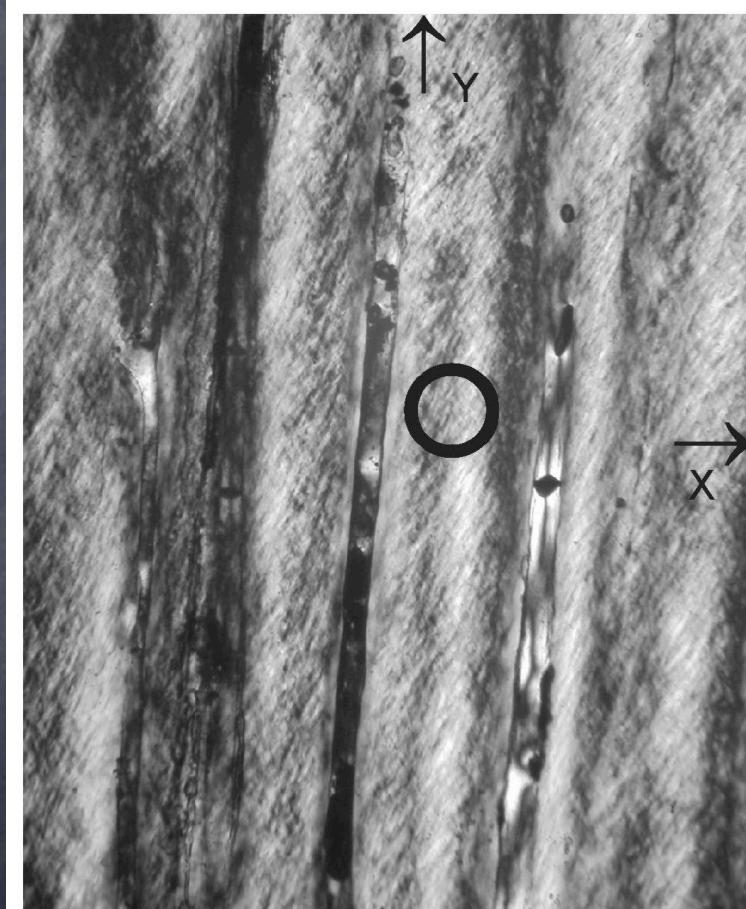
## Esempi di analisi

- ⌚ Metalli e compositi: Cu-Fe, Kryptonite
- ⌚ Scienze della terra: olivine
- ⌚ Film sottili: memorie di massa, elettronica
- ⌚ Polimeri: film polimerici
- ⌚ Biomateriali: tendine dinosauro, scaglia salmone
- ⌚ Beni culturali: monete, asce preistoriche

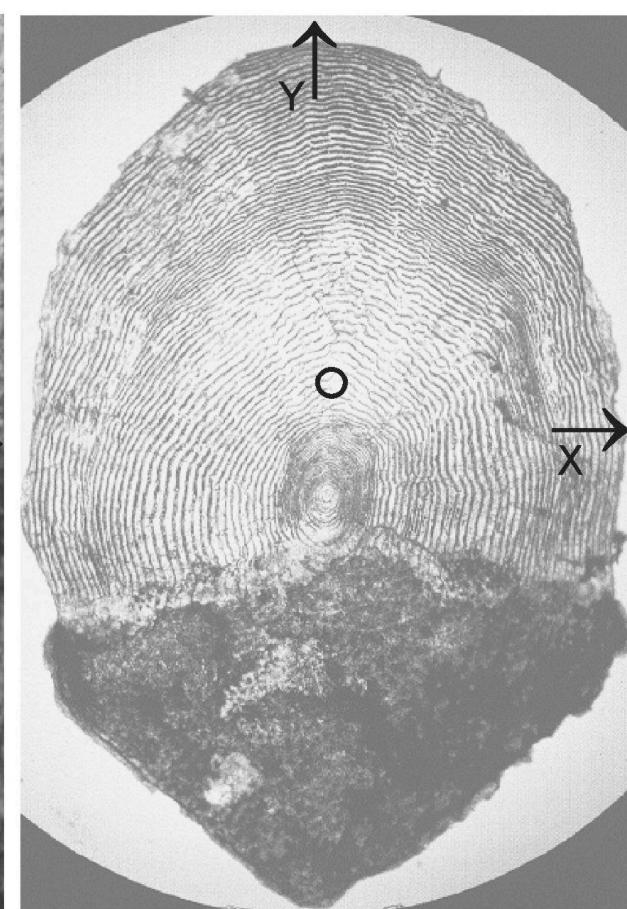
Metalli-compositi.pdf

Film-polimeri.pdf

# Biomateriali: Tendine di dinosauro e scaglia di salmone

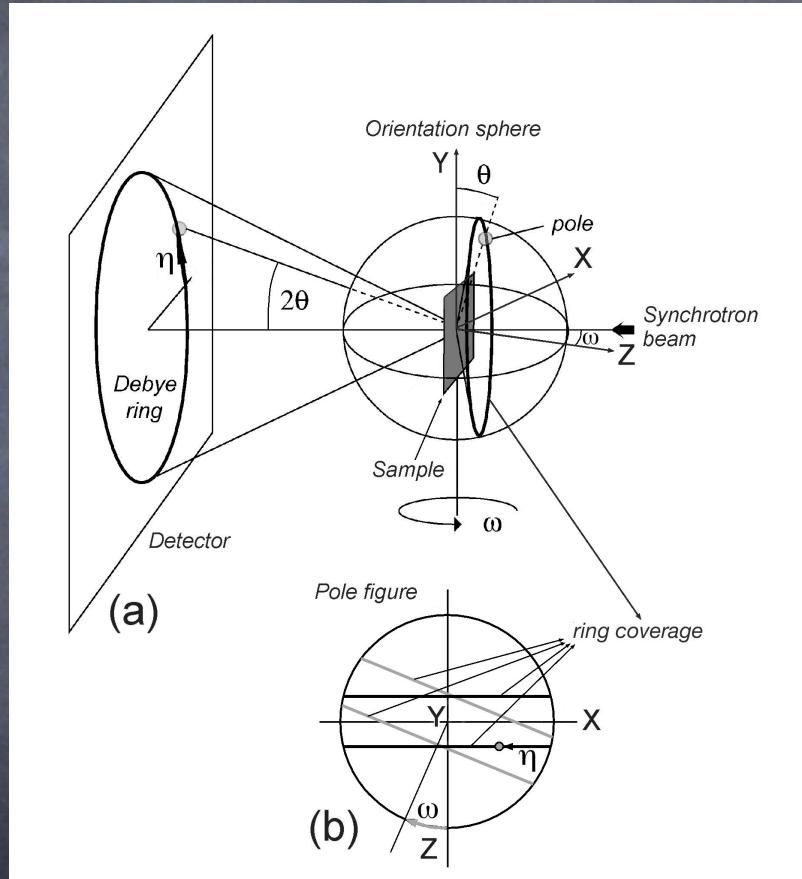


(a)



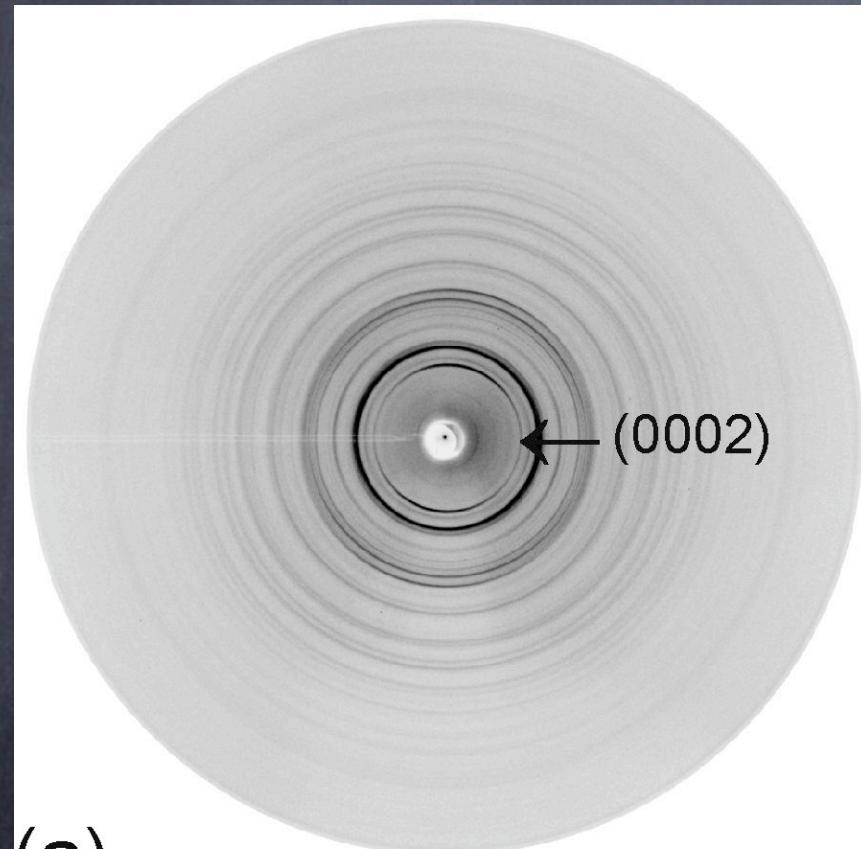
(b)

# Misura tendine a APS, Argonne National Lab Image Plate detector



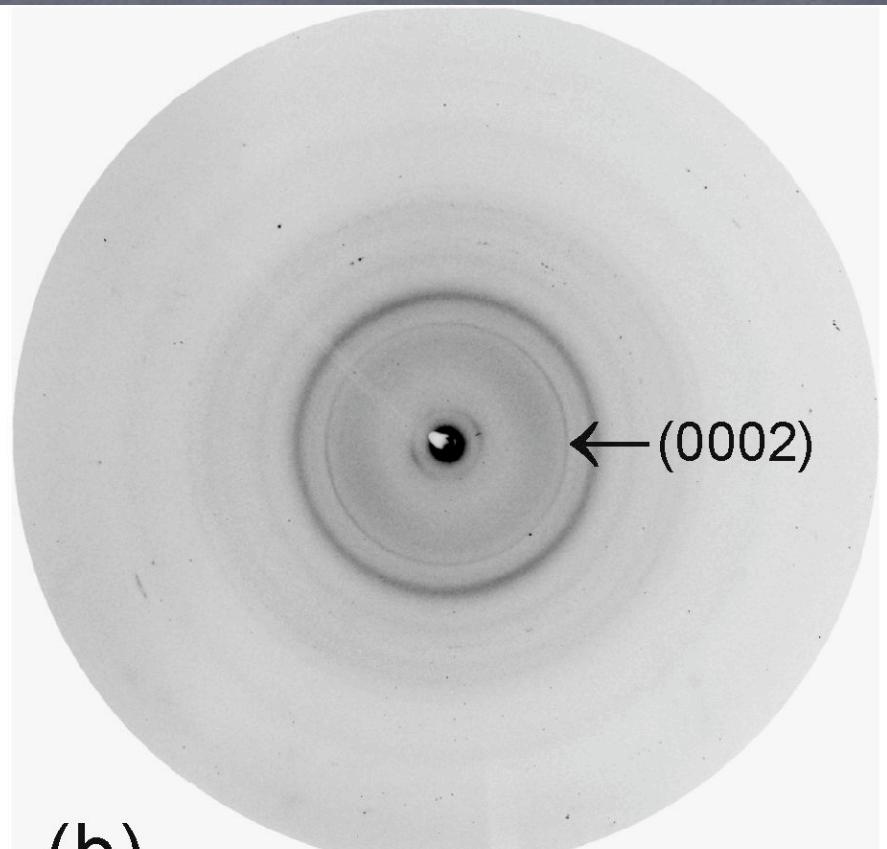
Misura scaglia all'ESRF, ID13, Grenoble  
configurazione analoga, CCD detector

Due delle immagini raccolte  
(26 per tendine, 5 per la scaglia)



(a)

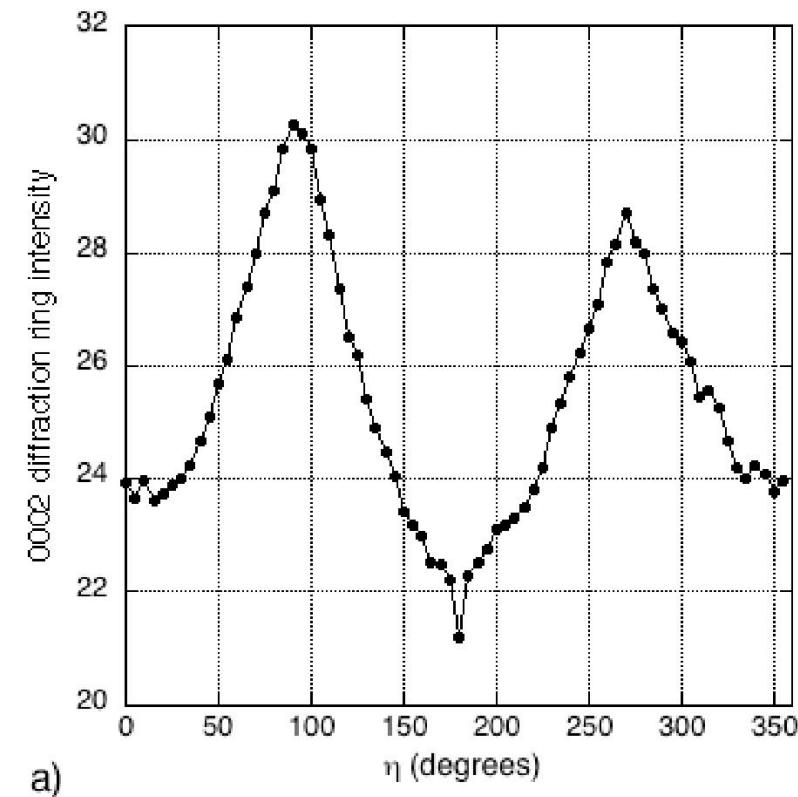
Tendine dinosauro



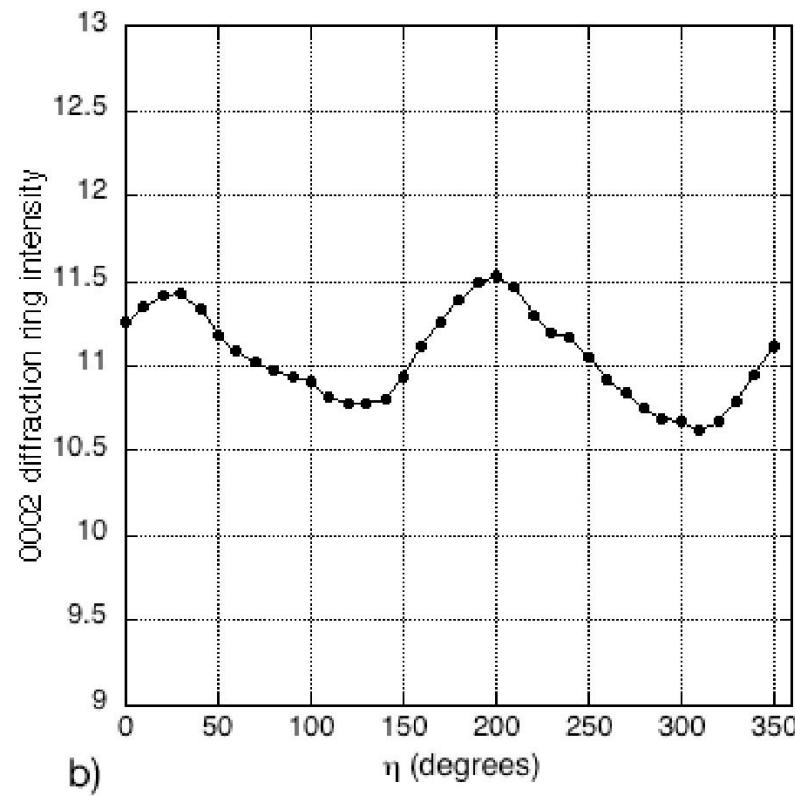
(b)

Scaglia salmonе

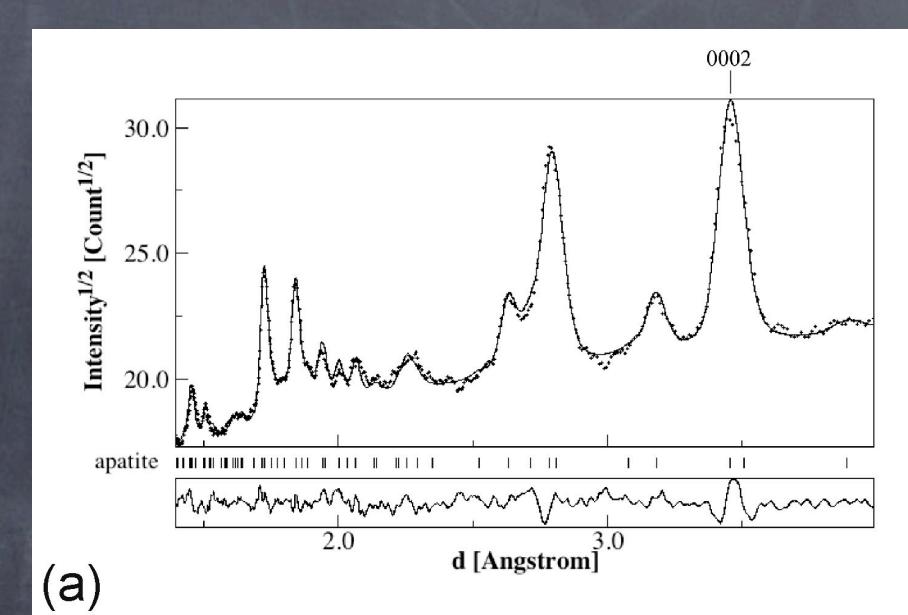
# Variazione intensità lungo il cerchio di diffrazione corrispondente al riflesso 0002



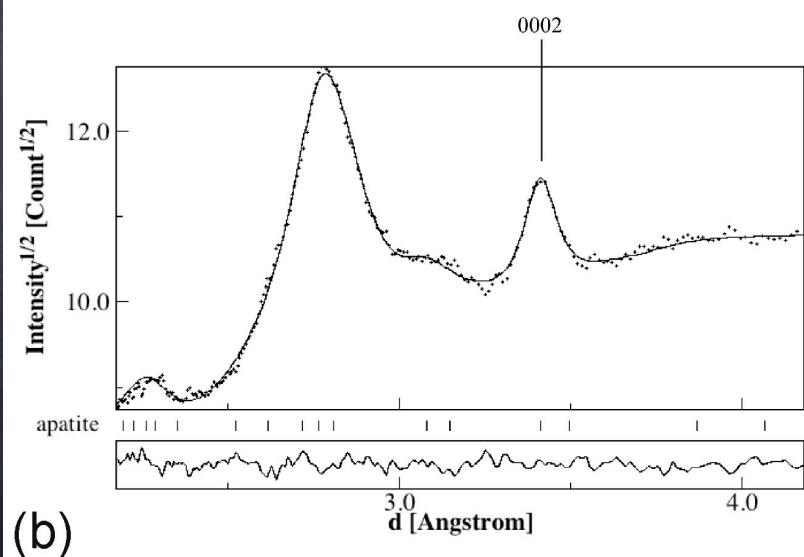
Tendine dinosauro



Scaglia salmone

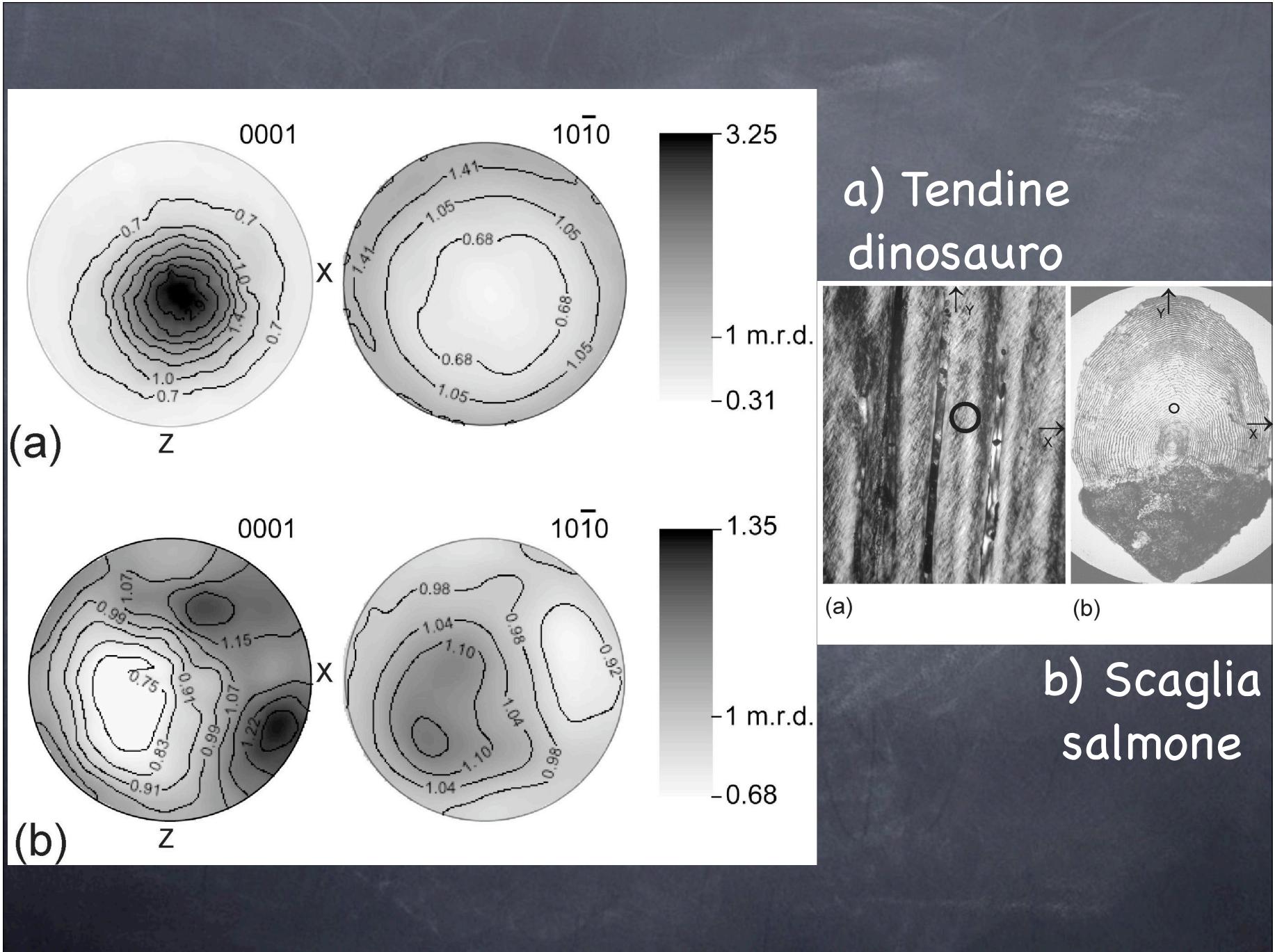


Tendine dinosauro



Spettri e fitting  
(idrossiapatite)

Scaglia salmone



# Beni culturali

- ⌚ Monete greche d'argento stampate: originali o riconiate?
- ⌚ Asce in rame preistoriche: quale processo di produzione? Quale uso?

Moneta autentica  
Mesembria, Mar Nero,  
450-350 a.C.

Moneta riconiata  
forgiatura moderna  
Varna, Bulgaria



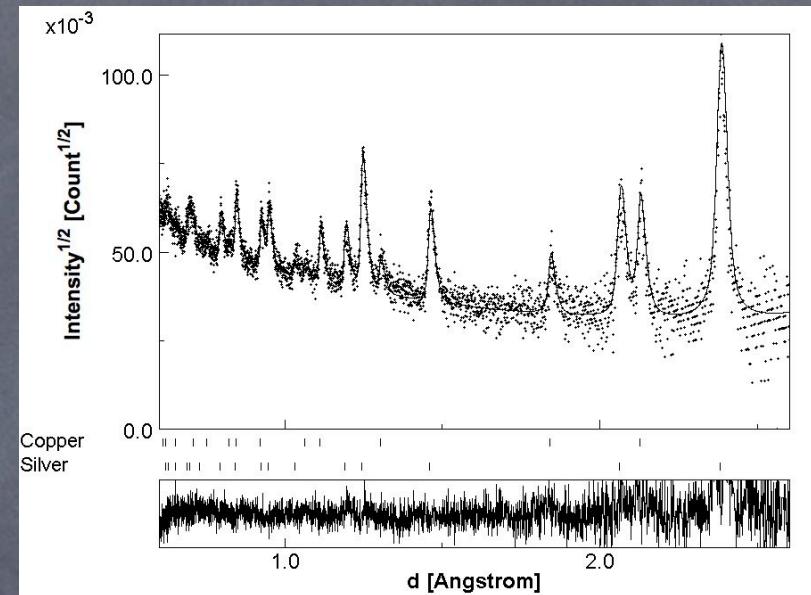
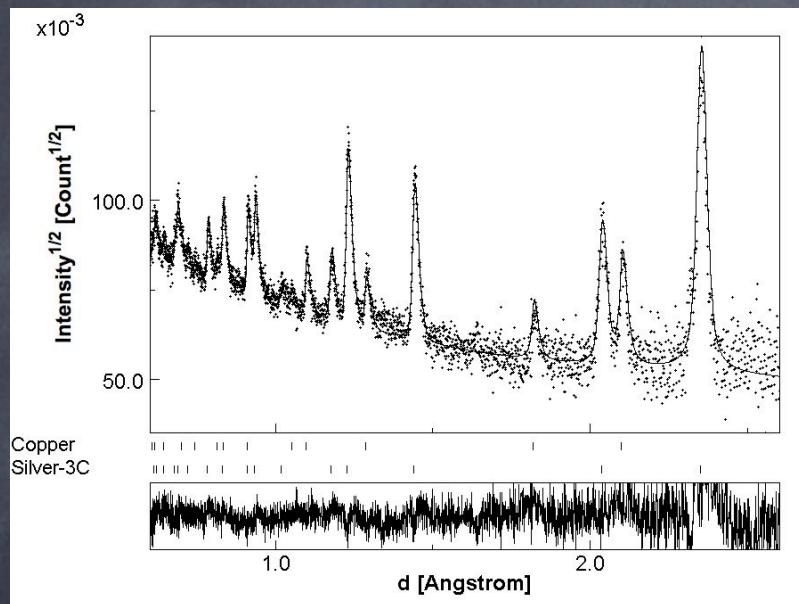
Monete greche

# Misure diffrazione neutronica, LANSCE, Los Alamos

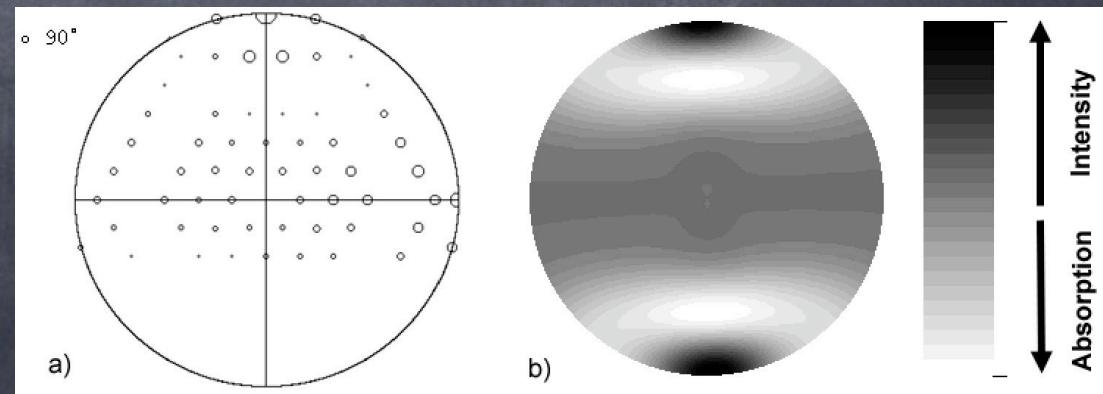
2B

Spettri di diffrazione

2A

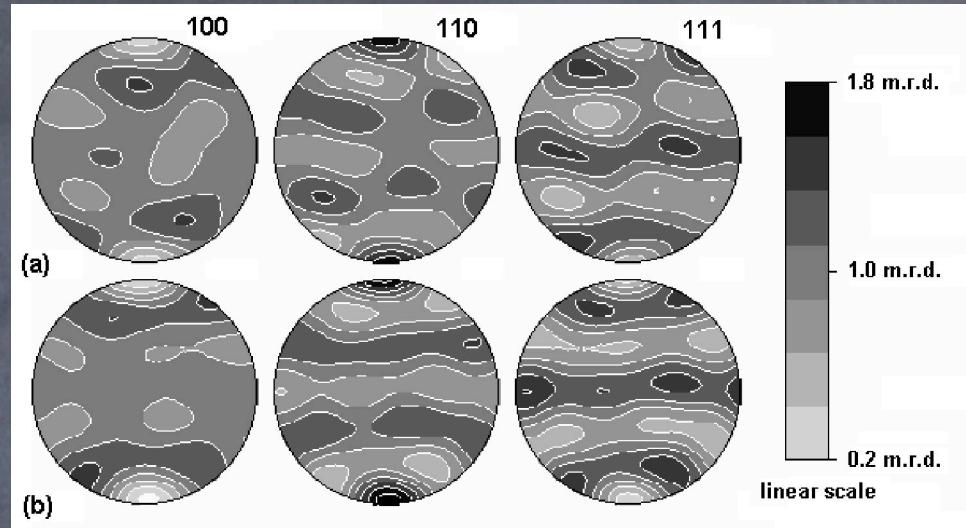


Copertura figura polare e correzione assorbimento



# Argento

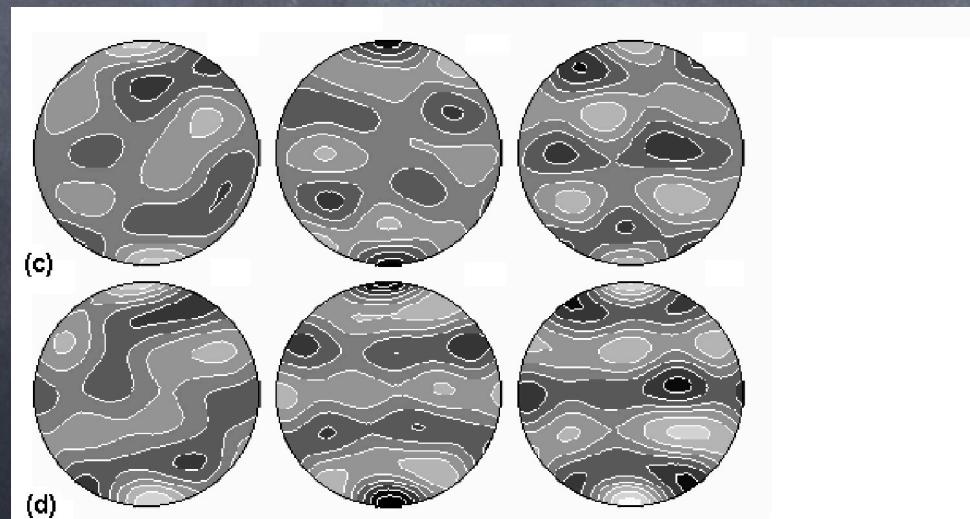
2A



2B

rame

2A



2B

## Conclusioni

Purtroppo in questo caso la tessitura è molto debole (le differenze minime) e non permette di distinguere tra i due processi produttivi

# Otzi

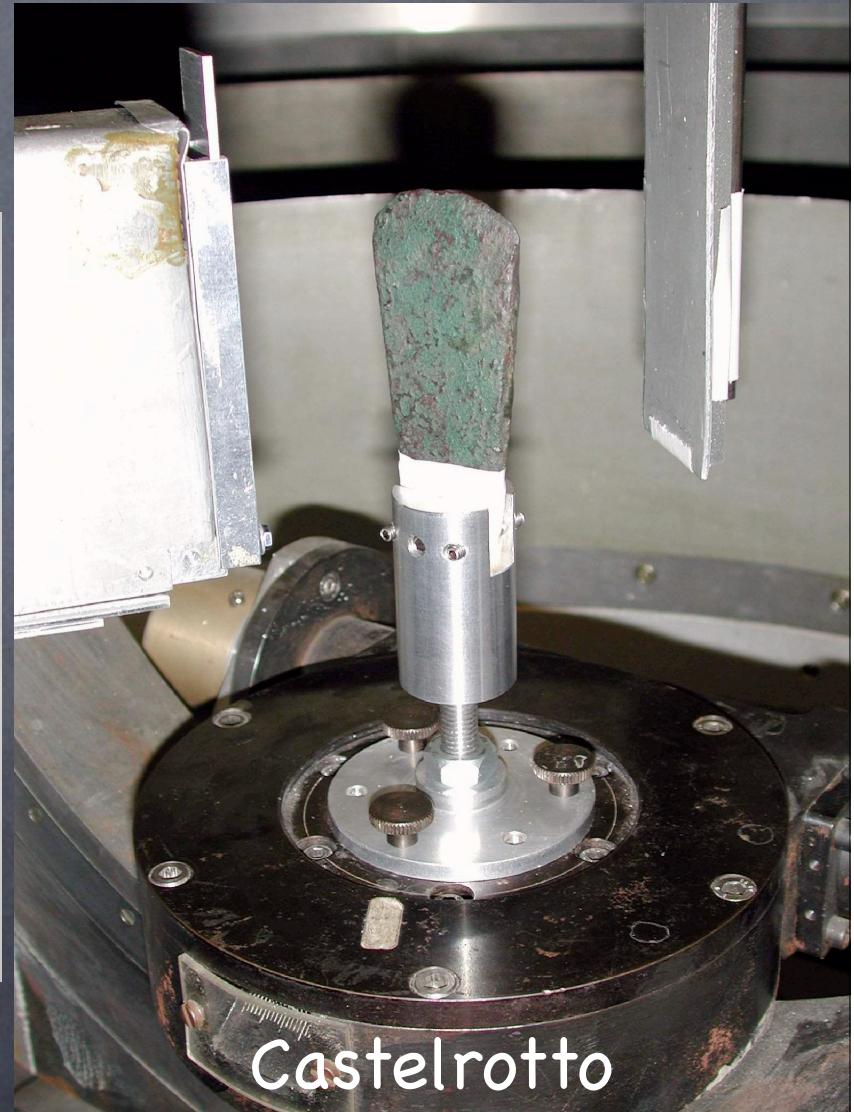


# Asce in rame preistoriche

Il problema generale: capire la conoscenza metallurgica dell'epoca nella zona alpina e prealpina

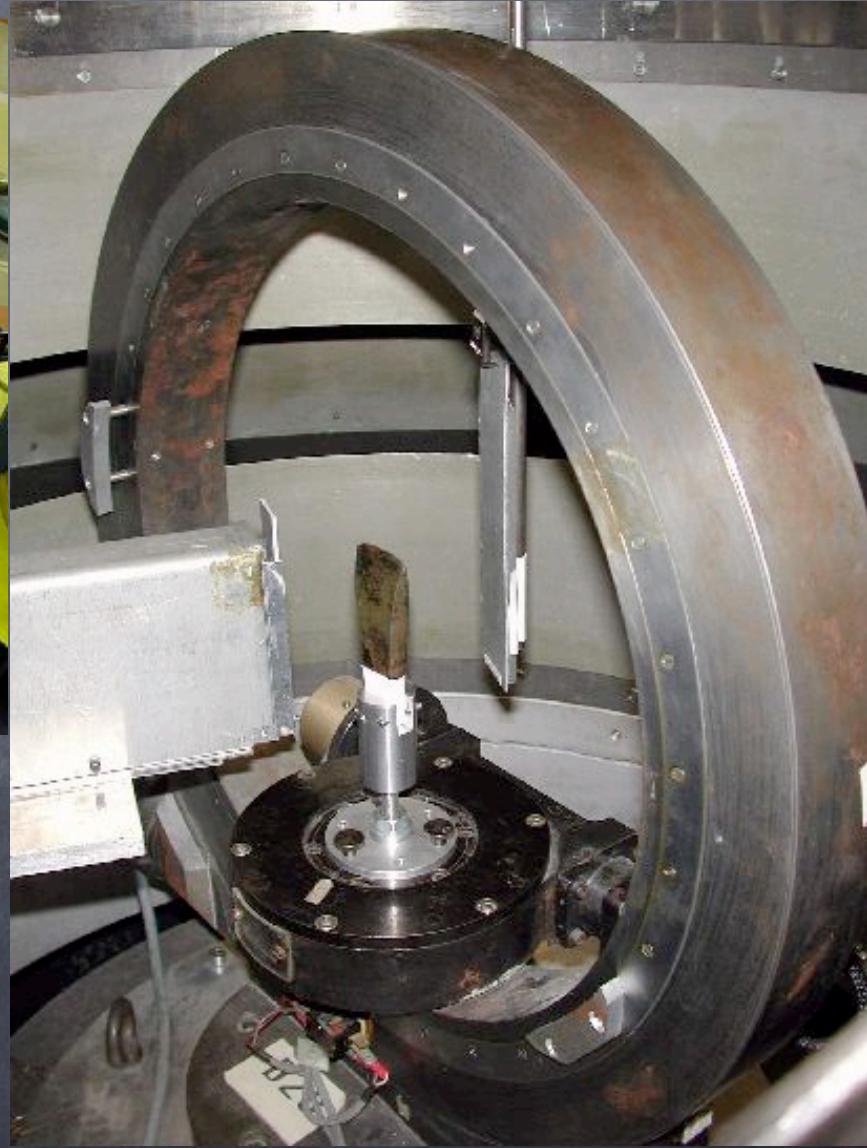
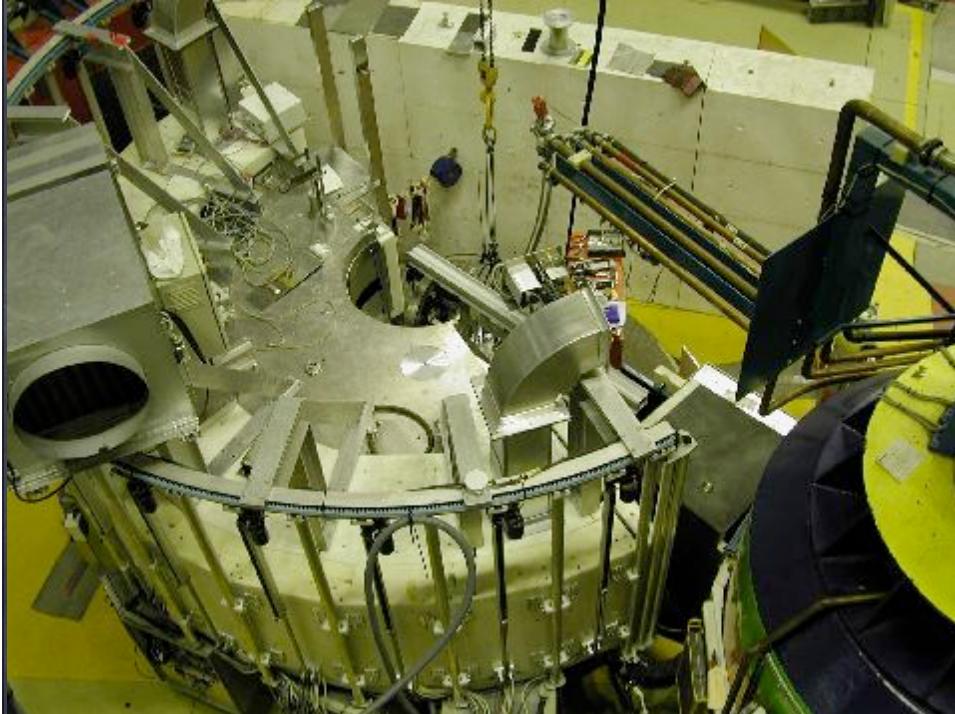


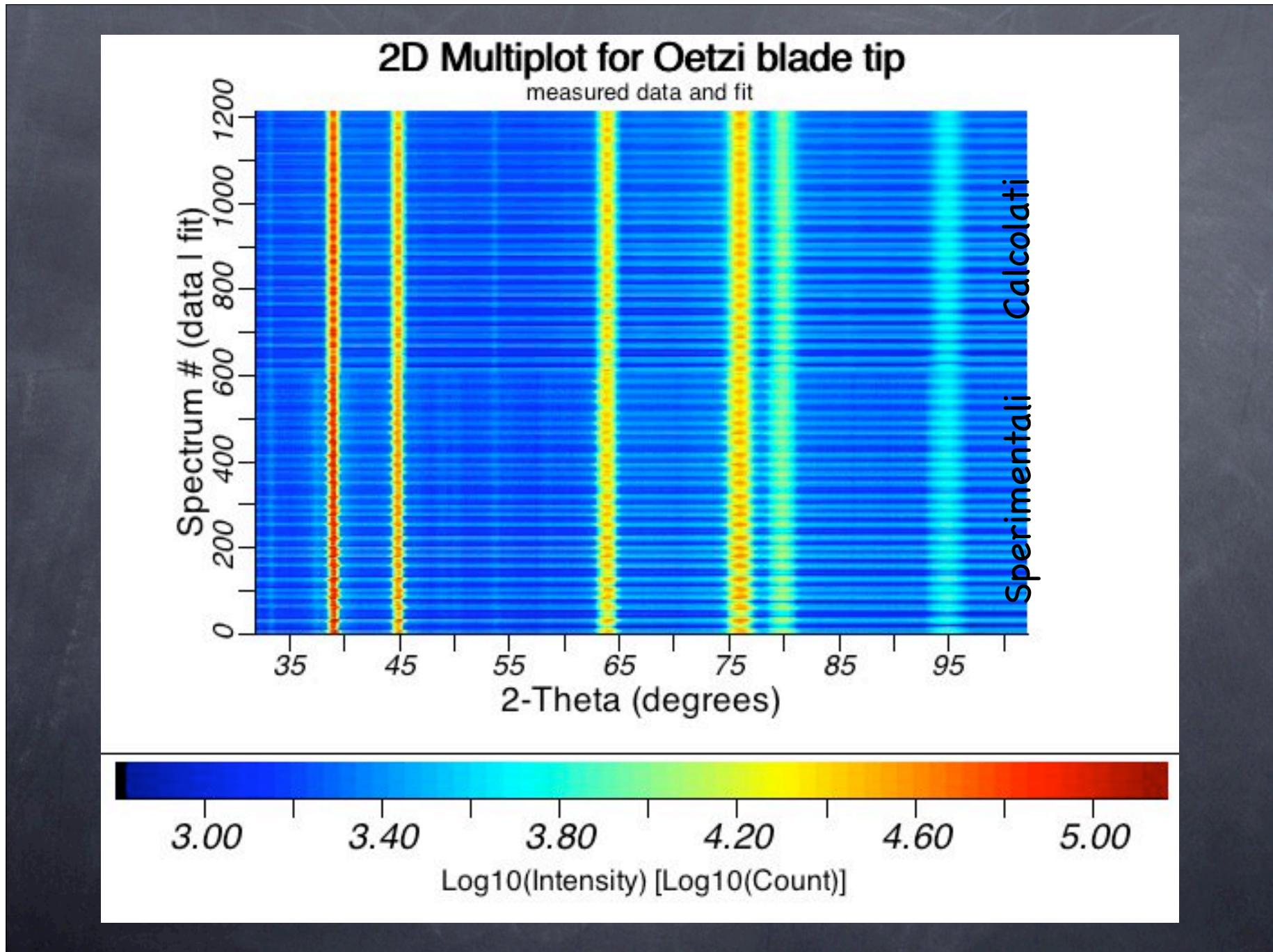
Simulaun



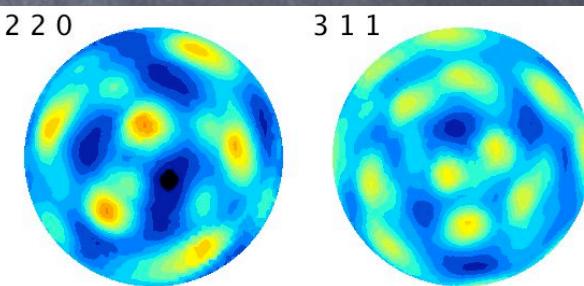
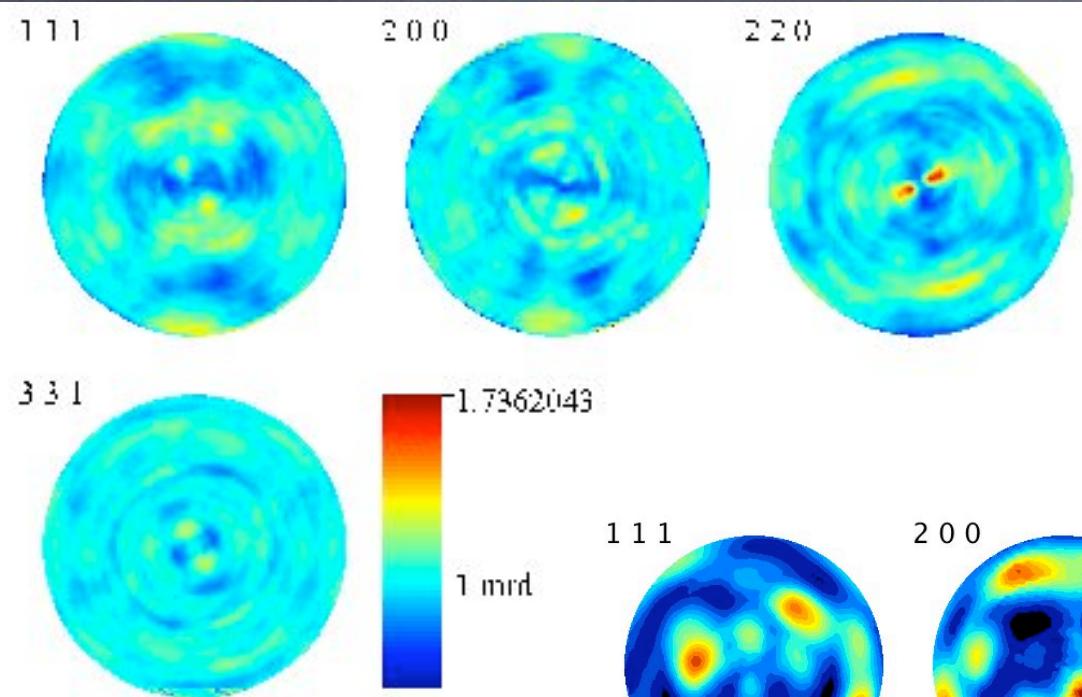
Castelrotto

# Misure in diffrazione neutronica ILL, D20, Grenoble

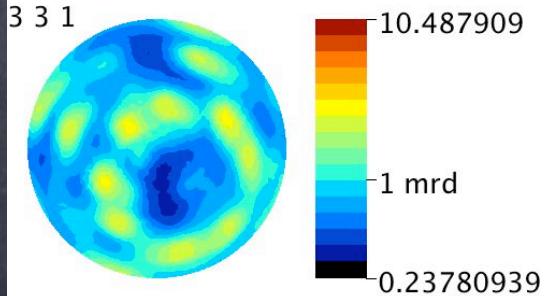




# Otzi-Simulaun



# Castelrotto



Futuro?

Il ch.mo Prof. Artioli si è procurato altre 28 asce  
preistoriche da analizzare.....

