

Laboratorio di Scienza e Tecnologia dei Materiali

Università di Trento, a.a. 2005/06

Luca Lutterotti

Luca.Lutterotti@ing.unitn.it

Ufficio 250, tel. 0461-882414

Programma del corso

- Crediti dell'insegnamento: 5 (circa 50-60 ore tra lezioni e laboratorio); 6 crediti aggiungendo altre 10 ore in laboratorio
- Obiettivi del corso: Il corso si prefigge l'obiettivo di introdurre gli studenti alla pratica di laboratorio nel settore materiali, con particolare attenzione sia alle tecniche di produzione che di caratterizzazione tipiche del laboratorio.

Programma del corso

- Introduzione alla pratica di laboratorio
- Pianificazione dell'esperienza
- Esercitazione in laboratorio: scienza e tecnologia del vetroceramico
- Preparazione report

Introduzione alla pratica di laboratorio

- Circa 5 ore
- Pianificazione del lavoro
- Tecniche di analisi
- Pratica di laboratorio
- Preparazione report finale

Pianificazione dell'esperienza

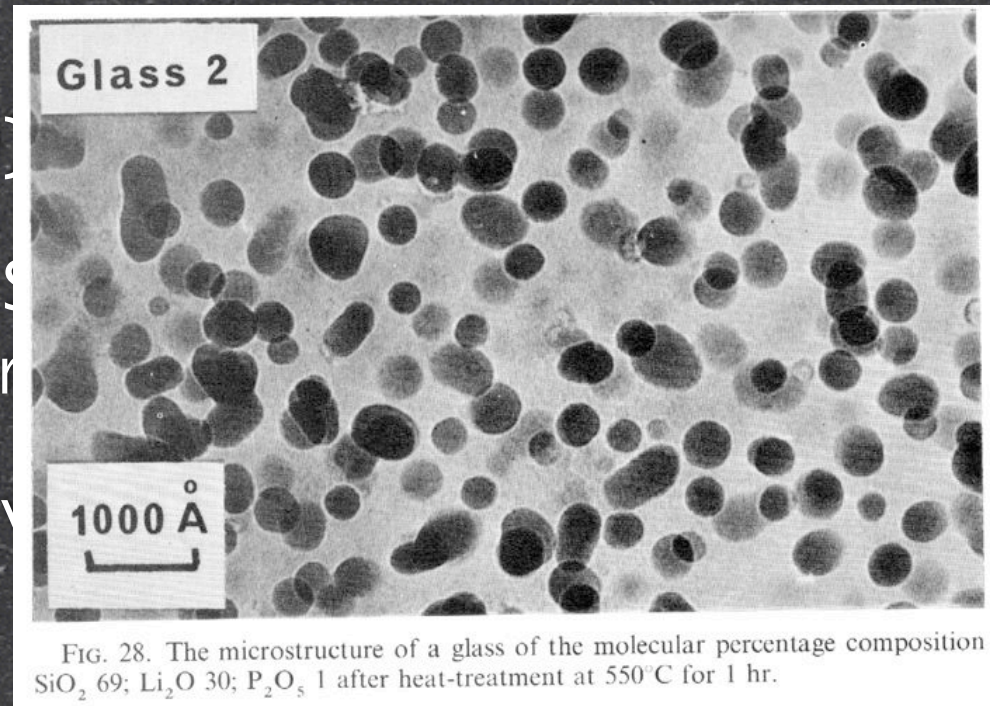
- Circa 5 ore
- Presentazione lavoro da condurre
- Obiettivo generale e obiettivi specifici
- Suddivisione in gruppi di lavoro
- Piano di lavoro e tempi (GANTT)

Esercitazione in laboratorio

- Circa 40 (+10) ore
- Esperienza - Scienza e tecnologia del vetroceramico
- Preparazione vetroceramico:
 - Preparazione miscela vetro
 - Fusione e formatura (colata)
 - Trattamenti termici

Esercitazione in laboratorio

- Circa 40 (+10)
- Esperienza - S del vetroceram
- Preparazione v
 - Preparazione
 - Fusione e formatura (colata)
 - Trattamenti termici



Esercitazione in laboratorio

• Caratterizzazione vetroceramico:

- Misura densità

- Misura cristallizzazione (XRD)

- Misura DTA/DSC

- Caratterizzazione al microscopio

• Misura proprietà meccaniche:

- Misura durezza

- Misura tenacità

- Misura coeff. espansione termico

- Modulo elastico ?

Discussione e report

- Circa 4-5 ore
- Discussione risultati e confronto
- Indicazioni preparazione report
- Impostazione preparazione report
- Come presentare i risultati finali

Modalità d'esame e votazione

- Preparazione e consegna report finale (comprensivo di una copia del quaderno di laboratorio)
- Preparazione e presentazione orale dei risultati
- Votazione: 50% report - 50% presentazione

Materiale didattico

- Copia presentazioni
- Fotocopie e stampati (normative, ASTM, etc.)
- Bibliografia specifica sull'esperienza e tecniche di laboratorio. Verrà presentata man mano.
- Materiale in rete a: <http://www.ing.unitn.it/~luttero/laboratoriomateriali>

Pianificazione del lavoro


- Stabilire l'obiettivo generale del lavoro
- Fissare gli obiettivi specifici
- Determinare le fasi del lavoro
- Fissare i tempi (GANTT)
- Prevedere la fase di discussione e verifica
- Utilizzo dei risultati

IL GANTT

Gantt diagram/man power

Semesters (3 Months each)												Man Power									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	REC 1	IND 2	HES 3	HES 4	REC 5	IND 6	IND 7	TOT		
WP1	Project management	[Gantt bar]										15									15
WP2	Methodology development	[Gantt bar]												12	8			1	1		22
	T2.1 Methodology definitions	[Gantt bar]																			
	T2.2 Methodologies integration	[Gantt bar]																			
	T2.3 Testing and verification	[Gantt bar]																			
WP3	Expert system implementation	[Gantt bar]										2		18	12			7	7	46	
	T3.1 System layout definition	[Gantt bar]																			
	T3.2 Program implementation	[Gantt bar]																			
	T3.3 Testing and user customization	[Gantt bar]																			
WP4	Instrument installation	[Gantt bar]										6		4				10	10	31	
	T4.1 Instrument building	[Gantt bar]																			
	T4.2 Expert system integration	[Gantt bar]																			
	T4.3 Installation and assessment	[Gantt bar]																			
WP5	Sample preparation and qualification	[Gantt bar]											6		10	14				18	
	T5.1 Silicides	[Gantt bar]																			
	T5.2 Metallization	[Gantt bar]																			
	T5.3 Ferroelectrics materials	[Gantt bar]																			
	T5.4 Thin silicon oxides	[Gantt bar]																			
WP6	Analysis & comparison of qualified samples	[Gantt bar]										10	2	4	10	10				36	
	T6.1 Thin silicon oxides	[Gantt bar]																			
	T6.2 Ferroelectric materials	[Gantt bar]																			
	T6.3 Silicides characterisation	[Gantt bar]																			
	T6.4 Comparison with competitive techniques	[Gantt bar]																			
WP7	Problem solving of process engineering	[Gantt bar]										7	2	1						10	
	T7.1 Metallisation characterisation	[Gantt bar]																			
	T7.2 New processes development	[Gantt bar]																			
WP8	Dissemination	[Gantt bar]										4	1	6	6	6	6	6	6	35	
TOTAL MAN/MONTH											44	11	45	46	30	24	24	224			
In year 1											12	5	24	16	10	10	10	87			
In year 2											20	6	16	20	16	12	12	102			

Tecniche di analisi

 Misura densità

 XRD

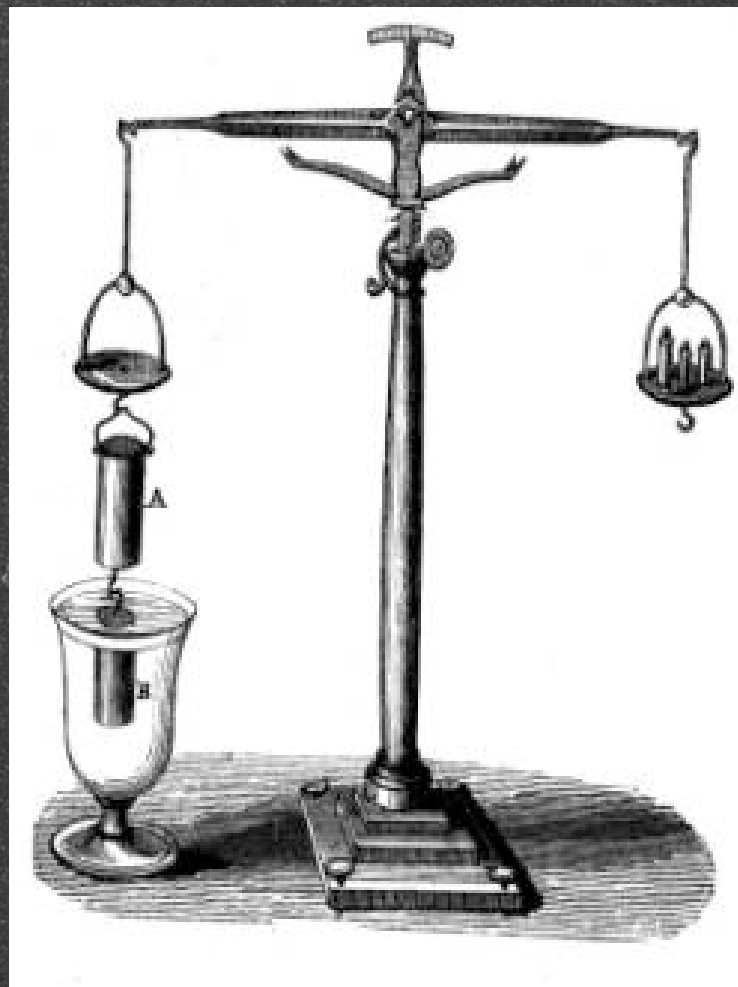
 DSC/DTA

 Microscopie, TEM

 DMA/TMA

 Indentazioni

Misura densità: la bilancia idrostatica



Misura densità

- Principio di Archimede: $W_s = W_a / V_s$
(W_s =densità campione, V_s =volume campione)
- Pesata in aria (W_a)
- Taratura bilancia o misura del filo+supporto in acqua ($W_w = 0$)
- Pesata in acqua (W_l), il peso reale sarà $W_r = W_l - W_w$
- Archimede: $W_a - W_l = R_l * V_s$
(R_l =densità liquido)


Densità: home-work

- Da completare per il giorno della misura della densità
- Controllare:
 - Il ruolo della porosità aperta
 - Il ruolo della porosità chiusa
- Come si può determinare la densità teorica (come se fosse priva di porosità?)

XRD (X-ray Diffraction)

- Identificare fasi (amorfe, cristalline e polimorfi)
- Quantificare le quantità relative (anche amorfo/cristallino)
- Determinare le dimensioni del dominio cristallino e difetti (cristalliti e microstrain)
- Caratteristiche cristallografiche (parametri di cella, occupazioni atomiche)

XRD

 Presentazione generale XRD

XRD fasi

- Preparazione campione
- Collezione spettro
- Identificazione fasi (search-match)
- Analisi quantitativa di fase (Rietveld - Maud)
- Analisi cristalliti-microstrain (Rietveld - Maud)

XRD: home-work

- Scaricare Maud (versione 2.0, <http://www.ing.unitn.it/~maud>)
- Eseguire tutorial per analisi quantitativa
- Eseguire tutorial per determinazione funzione strumentale
- Entro l'inizio delle analisi in diffrazione (da stabilire nella pianificazione)

DTA/DSC

- Determinare i coefficienti di espansione termica
- Individuare trasformazioni e/o reazioni
- Determinare le variazioni di energia associate
- Individuare la nucleazione e la cristallizzazione

DTA/DSC

- Presentazione generale DTA/DSC
(Prof. Di Maggio)

Microscopie/TEM

- Controllare la microstruttura
- Determinare/verificare il grado di cristallizzazione
- Individuare i precipitati
- Verificare le dimensioni dei precipitati
- Verificare l'inizio nucleazione/cristallizzazione

TEM: Transmission Electron Microscopy

- Importante la preparazione del campione
- Presentazione generale TEM (Prof. S. Gialanella/Gloria Ischia, più avanti)

Pratica di laboratorio

- Rispettare le norme di laboratorio
- Sistematicità nel lavoro
- Il quaderno di laboratorio
- Alcune note aggiuntive:
 - Preparazione bibliografica
 - Conoscere la tecnica
 - Verificare la normativa

Il quaderno di laboratorio

- Tiene traccia del lavoro svolto
- Annota le procedure, problemi riscontrati, soluzioni trovate
- Vengono annotate nuove idee, esperimenti
- Permette di risalire all'origine di un problema
- Ha funzione "ricordo" per il materiale (campioni, files, dati etc.)

Il quaderno di laboratorio

- Importante per chi continuerà il lavoro successivamente
- Fondamentale nelle dispute (brevetti)
- Viene firmato da chi esegue gli esperimenti, analisi etc.
- Ogni fine giornata dal capo laboratorio
- Ogni strumento ha in genere un suo quaderno d'uso

Preparazione report finale

- Gli obiettivi del report finale:
 - Non è quello di “prendere un buon voto”
 - Ma archiviare il lavoro fatto e renderlo “leggibile” a chi potrebbe farne un uso successivo
- Cosa deve contenere il report finale
 - Risultati? Sì!
 - Dati? Sì e no.

Il report finale

- Chiarire gli obiettivi del lavoro
- Illustrare la base scientifica di partenza del problema
- Illustrare l'approccio scientifico alla risoluzione del problema
- Presentare le tecniche di laboratorio e metodologie utilizzate
- Discutere le analisi condotte
- Mostrare i risultati raggiunti

Il contenuto del report finale

- Titolo
- Riassunto (scopo del lavoro e risultati raggiunti)
- Introduzione (obiettivi e motivazioni del lavoro, la rilevanza dello stesso rispetto alle conoscenze attuali)
- Parte metodologica (base scientifica di partenza del problema e approccio metodologico seguito); riguardante solo il lavoro fatto.

Il contenuto del report finale

- Parte sperimentale (descrizione strumenti ed esperimenti eseguiti; metodi di analisi utilizzati). Qui non vanno messi dati e/o risultati!
- Analisi dei dati e discussione (qui vanno riportati i risultati e la loro discussione; non vanno messi i dati grezzi, ma la loro elaborazione)

Il contenuto del report finale

- Discussione finale e conclusioni (qui vanno riassunti i risultati principali)
- Bibliografia (relativamente al lavoro svolto; ogni referenza deve essere referenziata nel testo; no referenze generiche)
- Appendice (riportare in un'appendice calcoli svolti o procedure di analisi particolari in modo da non appesantire il testo)

Che tipo di report?

- Prendere a riferimento lavori scientifici su riviste
- Presentare pdf e stampato, gradito anche formato aggiuntivo html (facoltativo)
- I reports verranno messi in rete locale
- Non report lunghi, ma ben fatti!

Home-work

- Entro la lezione successiva!
- Dividersi in gruppi (circa 3 persone per gruppo)
- Ricordarsi di fare gruppi omogenei, i gruppi lavoreranno cooperativamente (evitate cose tipo un gruppo intero di “sperimentali” o di “teorici”).
- Per ogni gruppo nominare: coordinatore, addetto relazioni pubbliche, archiviatore

Compiti specifici

- **Coordinatore:**
 - coordina il lavoro del gruppo
 - coordina tempi di laboratorio
 - si coordina con gli altri coordinatori
- **Addetto relazioni pubbliche:**
 - responsabile pubblicazione risultati intermedi
 - scambia dati e risultati con gli altri gruppi
- **Archiviatore:**
 - responsabile del “quaderno di laboratorio”
 - responsabile materiale