



**UNIVERSITÀ DEGLI STUDI
DELL'INSUBRIA**

“Caratterizzazione strutturale di materiali funzionali”

Coordinatore: Prof. Norberto Masciocchi

Contatti: norberto.masciocchi@uninsubria.it

Keywords: Synthesis, X-ray Diffraction, Spectroscopy, Solid-state Materials, X-ray Total Scattering

Finalità: Sintesi e caratterizzazione strutturale avanzata di materiali funzionali microcristallini organici, inorganici o ibridi organici/inorganici tramite metodi di diffrazione di raggi X da polveri in condizioni ambientali o *in situ*, in laboratorio e presso *large scale facilities*. Sintesi e caratterizzazione strutturale e microstrutturale avanzata di nanomateriali funzionali tramite metodi di diffrazione di raggi X da polveri e di *X-ray Total Scattering*, in laboratorio e presso *large scale facilities*.

Localizzazione: Dipartimento di Scienza e Alta Tecnologia

Organizzazione: La *facility* integra una rete che unisce gruppi di ricerca con competenze multidisciplinari in Chimica e Scienze dei Materiali nonché risorse strumentali e tecnologiche avanzate. In ragione di ciò, la *facility* rappresenta un punto di riferimento per la ricerca e lo sviluppo di metodi di caratterizzazione strutturale e microstrutturale di materiali funzionali di elevato interesse negli ambiti energetico e per la sostenibilità ambientale, con potenziali ricadute negli ambiti accademico e industriale.

Collegamento con le Piattaforme Tecnologiche del CRIETT e le Piattaforme Scientifiche di Ateneo:

Piattaforma Tecnologica del CRIETT: *Analisi e caratterizzazione della materia*.

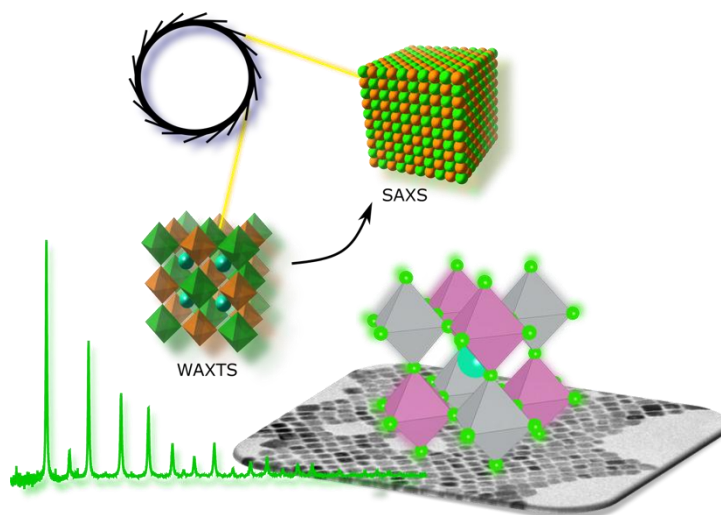
Piattaforma Scientifica: *Tecnologie per energia, salute e ambiente* nell'ambito dell'obiettivo focalizzato su materiali e nanomateriali.

Sottostruttura “Sintesi e Caratterizzazione tramite metodi di X-ray Total Scattering di materiali alla nanoscala”

Responsabile: Prof. ssa Federica Bertolotti

Contatti: federica.bertolotti@uninsubria.it

Keywords: Total scattering, nanomaterials, quantum dots, optoelectronic properties



La sottostruttura si occupa della preparazione e dello studio di materiali su scala nanometrica, e in particolare di semiconduttori colloidali noti come *quantum dots*. Questi materiali, grazie alle loro dimensioni estremamente ridotte, mostrano proprietà ottiche ed elettroniche uniche e di grande interesse per applicazioni tecnologiche avanzate. Il laboratorio è attrezzato per la sintesi in atmosfera controllata (azoto o argon) e dispone di strumentazione dedicata, come linee di Schlenk, pompe da vuoto e mantelli riscaldanti. Ciò consente di realizzare strategie peculiari di sintesi chimica (del tipo *hot injection* e *heat-up*) che permettono di controllare con precisione dimensione e forma dei nanocristalli. Questo controllo è fondamentale perché determina le proprietà di assorbimento ed emissione della luce, che possono essere regolate dall'ultravioletto al vicino infrarosso sfruttando il cosiddetto confinamento quantico e la modulazione composizionale.

Una volta sintetizzati, i materiali vengono analizzati mediante tecniche avanzate di scattering di raggi X nello *small* e *wide angle*, che consentono di investigarne la struttura atomica, la microstruttura, e la morfologia. L'analisi e la modellizzazione dei dati alla scala atomica, anche tramite lo sviluppo di un *software* open source (<https://debyeusersystem.github.io>) permettono di comprendere a fondo il legame tra struttura e proprietà, fornendo indicazioni cruciali per migliorare la sintesi e orientare le possibili applicazioni.

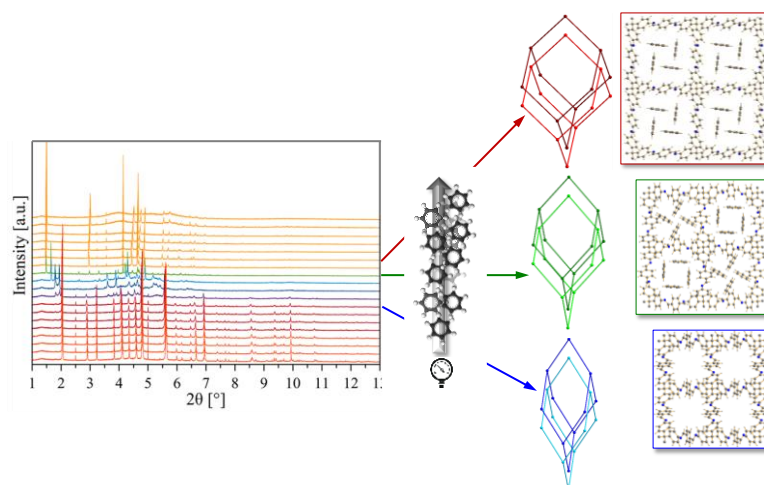
Attualmente, le attività di ricerca si concentrano in particolare su perovskiti alogenate di nuova generazione, incluse formulazioni prive di piombo (*lead-free*), e su *quantum dots* ternari a base di rame, materiali promettenti per applicazioni optoelettroniche sostenibili.

Sottostruttura “Sintesi e caratterizzazione di materiali funzionali microcristallini tramite metodi di diffrazione da polveri in condizioni ambientali o non ambientali”

Responsabile: Prof.ssa Simona Galli

Contatti: simona.galli@uninsubria.it

Keywords: (*In situ*) powder diffraction, functional materials, porous materials, structure-properties correlation



La sottostruttura si occupa prevalentemente di sintesi e caratterizzazione strutturale di materiali funzionali microcristallini di natura organica o ibrida organica/inorganica non porosi (*e.g.* composti o polimeri di coordinazione) o porosi (*e.g.* *framework* metallorganici, *framework* organici covalenti). Questi materiali possono trovare applicazione in ambiti differenziati, quali ottica non-lineare, magnetismo, catalisi eterogenea, immagazzinamento (selettivo) di vapori o gas, cattura ed eventuale riutilizzo di inquinanti (emergenti) dall'atmosfera o dalle acque, sensoristica. Le proprietà strutturali e funzionali di questi materiali possono essere strategicamente modulate in funzione di natura chimica e dimensioni delle loro unità costruttive organica e inorganica. In quanto alla sintesi, il laboratorio della sottostruttura è attrezzato per lavorare in atmosfera inerte (azoto o argon) e dispone di strumentazione *ad hoc*, quali linee di Schlenk, reattori per sintesi solvotermali, pompe da vuoto, agitatori magnetici e riscaldanti. In quanto alla caratterizzazione strutturale, la sottostruttura si avvale di metodi avanzati di diffrazione di raggi X da polveri, operando in condizioni ambientali o non ambientali, con strumentazione da laboratorio o presso *large scale facilities*. Con questo approccio, la sottostruttura effettua: *i*) la determinazione della struttura cristallina dei materiali sintetizzati, sintetizzati in autonomia, da gruppi di ricerca con cui sono in essere collaborazioni scientifiche o su impianti industriali; *ii*) la caratterizzazione, *inter alia*, di transizioni di fase, flessibilità strutturale, processi di adsorbimento-desorbimento, localizzazione dei siti primari di adsorbimento, interazioni adsorbente-adsorbato. In tal modo, contribuisce alla razionalizzazione delle proprietà funzionali osservate, con ricadute a breve termine sul materiale oggetto di studio e ricadute a medio-lungo termine sulla preparazione di materiali di nuova generazione per il contesto applicativo indagato. In generale, per la caratterizzazione esaustiva di un materiale allo stato solido la sottostruttura promuove un approccio multi-tecnica. Alla diffrazione da polveri vengono pertanto affiancate caratterizzazioni complementari rese possibili da strumenti

della *facility* (e.g. spettroscopia di fluorescenza di raggi X, misura di conducibilità e resistenza) o del CRIETT (e.g. analisi termogravimetrica, calorimetria differenziale a scansione, spettroscopia nella regione degli infrarossi, di emissione di fluorescenza, di assorbimento elettronico, di risonanza magnetica nucleare).

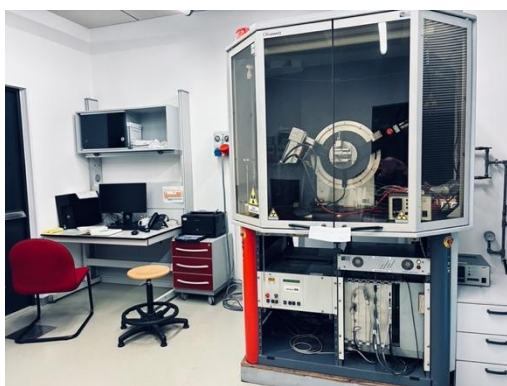
Pubblicazioni rilevanti (2022-2025):

- *Atomistic insights into halide double perovskite nanocrystals obtained by multistep synthesis and efficient compositional engineering*, N. Dengo, D.F. Macias-Pinilla, P. Anzini, M. Colombo, S. Virga, A. Brambilla, P.A. Zecca, D. Monticelli, F. Giannici, F. Bertolotti, ACS Nano 2025, 19, 30151.
- *A deep learning approach for quantum dots sizing from wide-angle X-ray scattering data*, L. Allara, F. Bertolotti, A. Guagliardi, npj Computational Materials 2024, 10, 54.
- *Size- and Temperature-Dependent Lattice Anisotropy and Structural Distortion in CsPbBr₃ Quantum Dots by Reciprocal Space X-ray Total Scattering Analysis*, F. Bertolotti, N. Dengo, A. Cervellino, M.I. Bodnarchuk, C. Bernasconi, I. Cherniukh, Y. Berezovska, S.C. Boehme, M.V. Kovalenko, N. Masciocchi, A. Guagliardi, Small Structures 2025, 5, 2300264.
- *Coupling to octahedral tilts in halide perovskite nanocrystals induces phonon-mediated attractive interactions between excitons*, N. Yazdani, M.I. Bodnarchuk, F. Bertolotti, N. Masciocchi, I. Fureraj, B. Guzelturk, B.L. Cotts, M. Zajac, G. Rainò, M. Jansen, S.C. Boehme, M. Yarema, M.-F. Lin, M. Kozina, A. Reid, X. Shen, S. Weathersby, X. Wang, E. Vauthey, A. Guagliardi, M.V. Kovalenko, V. Wood, A. M. Lindenberg, Nature Physics 2024, 20, 47.
- *Size segregation and atomic structural coherence in spontaneous assemblies of colloidal cesium lead halide nanocrystals*, F. Bertolotti, A. Vivani, F. Ferri, P. Anzini, A. Cervellino, M. I. Bodnarchuk, G. Nedelcu, C. Bernasconi, M.V. Kovalenko, N. Masciocchi, A. Guagliardi, Chemistry of Materials 2022, 34, 594.
- *Selective carbon dioxide versus nitrous oxide adsorption in cerium(IV) bithiazole and bipyridyl metal-organic frameworks* M. Pugliesi, M. Cavallo, C. Atzori, B. Garetto, E. Borfecchia, L. Donà, B. Civalleri, G. Tuci, G. Giambastiani, S. Galli, F. Bonino, A. Rossin, Advanced Functional Materials 2024, 2403017.
- *Investigating the dynamics of a soft crystalline COF during benzene and cyclohexane Adsorption by in situ powder X-ray diffraction*, A. Mauri, R. Vismara, M. Moroni, E. Roldán-Molina, J.A.R. Navarro, S. Galli, Small Science 2024, 4, 2400277.
- *Mercury clathration-driven phase transition in a luminescent bipyrazolate metal-organic framework: a multi-technique investigation*, M. Moroni, L. Nardo, A. Maspero, G. Vesco, M. Lamperti, L. Scapinello, R. Vismara, J.A.R. Navarro, D. Monticelli, A. Penoni, M. Mella, S. Galli, Chemistry of Materials 2023, 35, 2892-2903.
- *Impact of pore flexibility in imine-linked covalent organic frameworks on benzene and cyclohexane adsorption*, M. Moroni, E. Roldan-Molina, R. Vismara, S. Galli, J.A.R. Navarro, ACS Applied Materials & Interfaces 2022, 14, 40890.
- *Temperature-dependent nitrous oxide/carbon dioxide preferential adsorption in a thiazolium-functionalized NU-1000 metal-organic framework*, G. Mercuri, M. Moroni, S. Galli, G. Tuci, G. Giambastiani, T. Yan, D. Liu, A. Rossin, ACS Applied Materials & Interfaces 2021, 13, 58982.
- *Solvent Engineering for Scalable and Sustainable Fabrication of Lead-tin Perovskite Solar Cells*, L.J. Chen, F. Tavormina, L. Di Mario, M. Pitaro, G. Portale, N. Masciocchi, A. Guagliardi, M.A. Loi, Advanced Energy Materials 2025, 15, 202405941.
- *Modulating Trapping in Low-Dimensional Lead-Tin Halides for Energy-Efficient Neuromorphic Electronics*, L.J. Chen, S. Saleh, F. Tavormina, L. Di Mario, J.X. Li, Z.Q. Xie, N. Masciocchi, C.J. Brabec, B. Koldehofe, M.A. Loi, Advanced Materials 2025, 37, 2414430.
- *Crystal Orientation, Strain, and Microstrain of Perovskite Films in a Complex Compositional Parameter Space*, F. Tavormina, E. Quadri, P. Biagini, R. Po, R. Marrazzo, M.A. Loi, L. Barba, N. Masciocchi, A. Guagliardi, Chemistry of Materials 2024, 36, 8880.

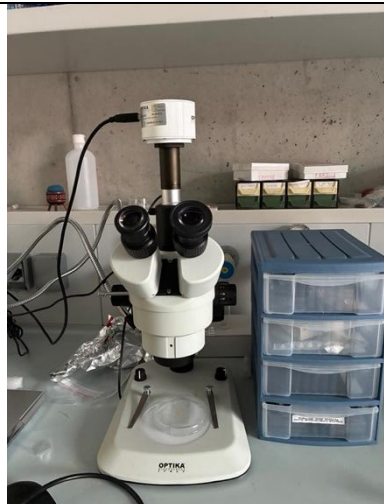
Strumentazioni disponibili



A) Diffratometro a raggi X per polveri. Lo strumento è in grado di misurare la figura di diffrazione di raggi X da polveri di campioni policristallini (in quantità min. 10^{-3} , max 1 cm^3), in condizioni ambientali, nell'intervallo $2-100^\circ 2\theta$. Dotato di un autocampionatore con sei alloggiamenti e di un rivelatore rapido PSD, esso viene tipicamente impiegato per l'analisi qualitativa delle fasi, per identificare la natura chimica, il grado di purezza e il grado di cristallinità di prodotti e intermedi di reazione, oltre che per l'analisi quantitativa delle stesse. Tempi di acquisizione tipici, da 10 min a 12 h, a seconda della tipologia di campione. Viene anche utilizzato per campioni di interesse mineralogico o forense, per la caratterizzazione di beni e manufatti storici, o di campioni di origine industriale. .



B) Diffratometro a raggi X per polveri ad alta risoluzione. Lo strumento è in grado di misurare la figura di diffrazione di raggi X ad elevata risoluzione da polveri di campioni policristallini (in quantità min. 10^{-3} , max 1 cm^3), massivi e film sottili in condizioni ambientali, a temperatura variabile (da temperatura ambiente fino a ca. 450°C) o in atmosfera inerte, nell'intervallo $3-145^\circ 2\theta$. Dotato di un di un rivelatore rapido PSD e di stage porta-campioni alternativi, esso viene tipicamente impiegato per l'analisi strutturale e microstrutturale, oltre che per la quantificazione di specie amorfe. Tempi di acquisizione tipici, da 10 min a 12 h, a seconda della tipologia di campione. Viene anche utilizzato per campioni di interesse farmaceutico, per la caratterizzazione di specie di interesse energetico-ambientale, oltre che in ambito industriale.



C) Imaging ottico. Sono disponibili diversi microscopi, ottici od interferometrici, con possibilità di acquisizione digitale delle immagini, che permettono la visualizzazione micrometrica e nanometrica di campioni liquidi o solidi e di film sottili, in condizioni ambientali. Le immagini raccolte possono essere analizzate, mediante *software* dedicati, in termini di angolo di contatto, rugosità superficiale e profilometria. Questi strumenti vengono anche comunemente utilizzati per campioni di interesse botanico e ambientale, nonché per la caratterizzazione di specie e dispositivi per l'industria fotovoltaica.



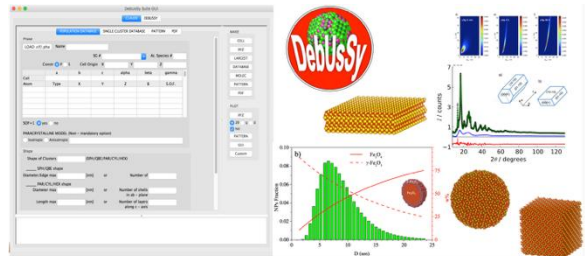
D) Trattamento e condizionamento dei campioni. Sono disponibili diversi moduli (essiccatori, *glove-box*, stufa, muffola, incubatore, liofilizzatore, mulino a palle, centrifuga, reattori per sintesi solvotermale, rampe per operare in ambiente inerte), per la sintesi, il trattamento e l'immagazzinamento di campioni in condizioni controllate. Ciò permette di mantenere i campioni in atmosfera e temperatura controllata, simulare l'invecchiamento (*shelf-life*), eliminare solventi residui, indurre transizioni di fase tramite reazioni solido-solido, *etc.* Essi vengono comunemente utilizzati per campioni di interesse farmaceutico, ambientale, per prodotti ed intermedi di sintesi organica ed inorganica, anche di interesse industriale.



E) Spettrometro a fluorescenza di raggi X. Lo strumento è in grado di misurare lo spettro di emissione di raggi X di campioni liquidi e solidi (quantità min. 10^{-3} , max 1 cm^3) in condizioni ambientali, nell'intervallo 2-18 keV. Dotato di un autocampionatore con dodici alloggiamenti e di un rivelatore rapido a dispersione di energia, esso viene tipicamente impiegato per l'analisi qualitativa degli elementi e l'eventuale e successiva per l'analisi quantitativa degli stessi. Tempi di acquisizione tipici, da 1 min a 30 min, a seconda della tipologia di campione. Oltre ad essere routinariamente impiegato per i materiali di cui si occupa la *facility*, può anche essere utilizzato per campioni di interesse mineralogico, forense, industriale o per la caratterizzazione di beni e manufatti storici.



F) Sistemi per la deposizione di film sottili. Sono disponibili diversi sistemi con controllo digitale dei parametri di deposizione, due per *spin coating* e uno per *blade coating*, quest'ultimo dotato di piastra riscaldante (fino a 150°C). Tempi di deposizione tipici, da 30 s a 5 min, a seconda della tipologia di campione. Vengono normalmente utilizzati per campioni di interesse applicativo (perovskiti per fotovoltaico, film di semiconduttori organici per optoelettronica, *coating* di inchiostri e pigmenti, *etc.*)



G) Software e database strutturali. Sono disponibili diversi programmi per l'analisi strutturale, da cristallo singolo, polveri, film sottili, nonché per configurazioni sperimentali differenziate (inclusi SAXS, GIWAXS, diffrazione da neutroni ed elettroni). Sono anche disponibili banche dati elettroniche di diverso tipo per il riconoscimento delle fasi, l'indicizzazione delle figure di diffrazione, l'analisi quantitativa, l'analisi termica, la visualizzazione di modelli strutturali molecolari e cristallini, il calcolo di deformazioni di vario tipo (*strain* indotto chimicamente o termicamente), la ricerca bibliografica nella letteratura scientifica e brevettuale.