

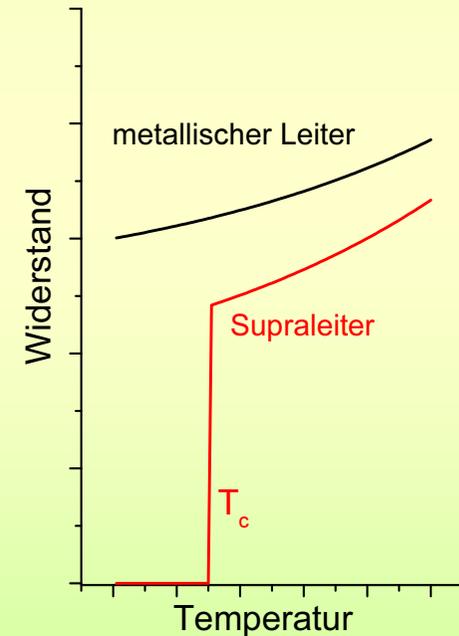
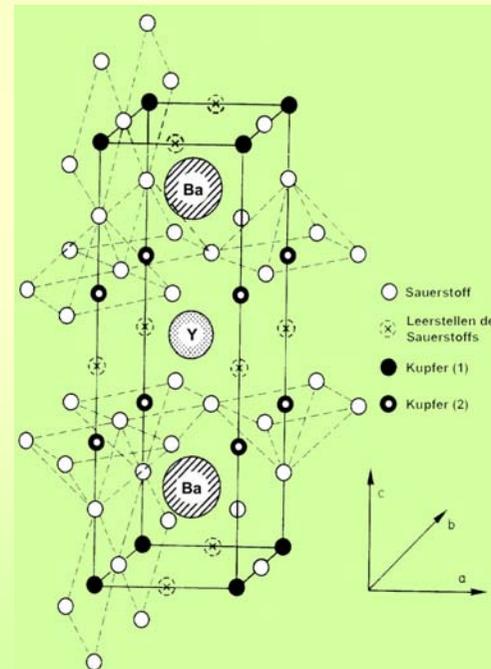
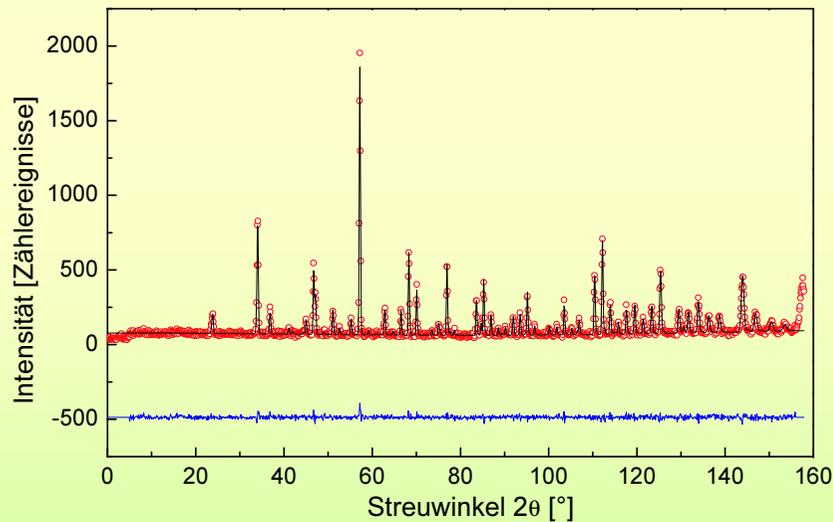
Structure POWder DIFFRACTometer
SPODI:
Strukturanalyse
mittels
Neutronen-Diffraktion und
-Kleinwinkelstreuung

M. Schlapp, M. Hölzel, R. Gilles, B. Krimmer, H. Boysen, H. Fueß



Strukturpulverdiffraktometer SPODI

- polykristalline Pulverproben und Werkstoffe
- Zusammensetzung, Phasenanalyse & Atompositionen
- Kristallitgrößen & Mikrospannungen
- Texturen



Diffraktogramm



Struktur



Eigenschaft

Neutronen vs. Röntgenbeugung

- große Probenvolumina (cm³)
- Probenumgebungen (T, B, σ)
- Magnetische Strukturen
- Isotopensensitivität
- sensitiv für Wasserstoff

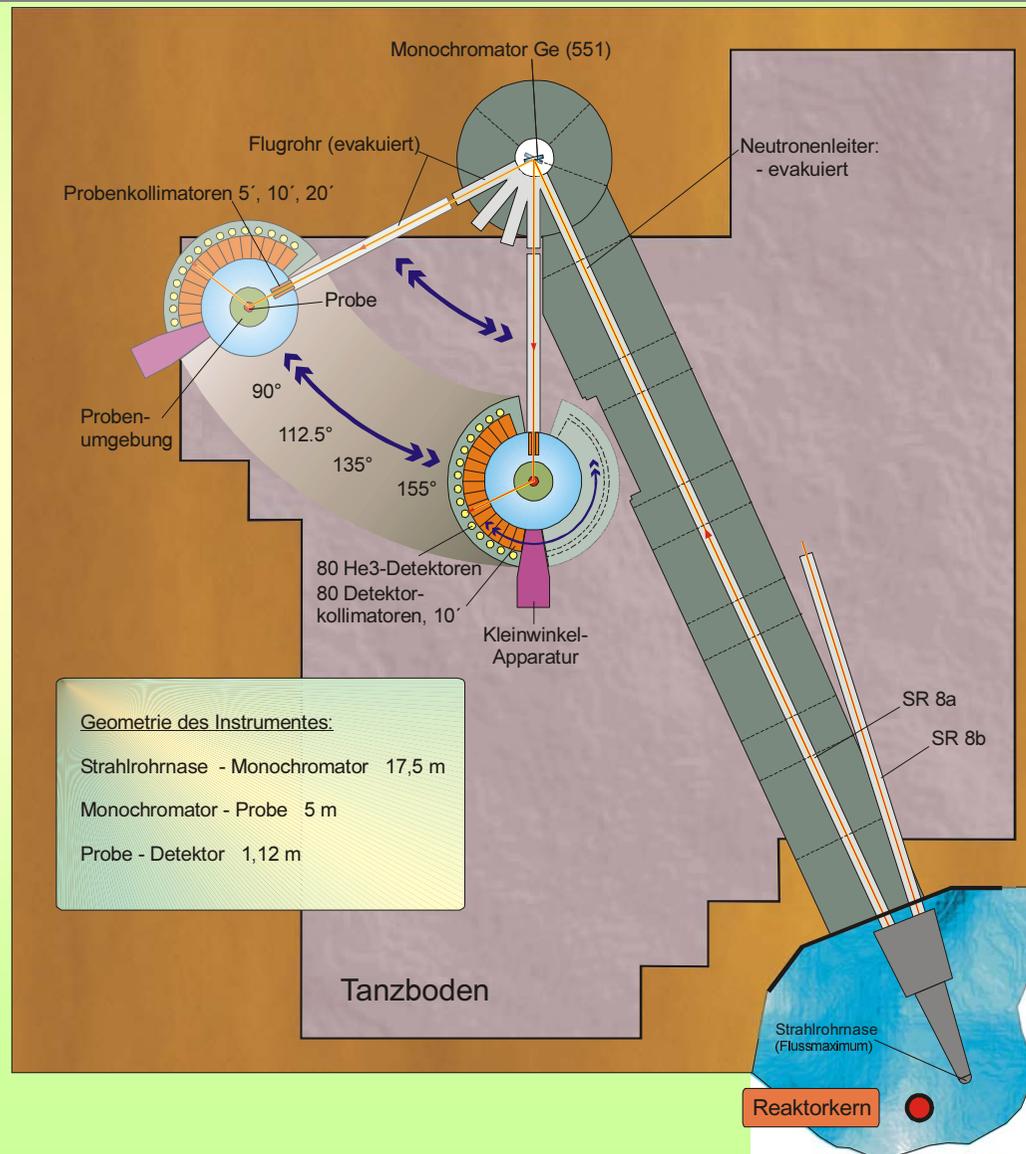
Neutronen = einzigartige Sonde

komplementär zu anderen Methoden

Scattering Cross Sections

x 10	σ_{tot} [barn]	element Z	σ_{tot} [barn]	x-ray	neutrons
·	0.66	H 1	1.76	·	·
·	24	C 6	5.55	·	·
●	416	Mn 25	1.75	●	·
●	450	Fe 26	11.22	●	·
●	522	Ni 28	13.30	●	●
●	1408	Pd 46	4.39	●	●
●	2986	Ho 67	8.06	●	●
●	5631	U 92	8.90	●	●

Prinzip des Strukturpulverdiffraktometers



Das Strukturpulverdiffraktometer SPODI



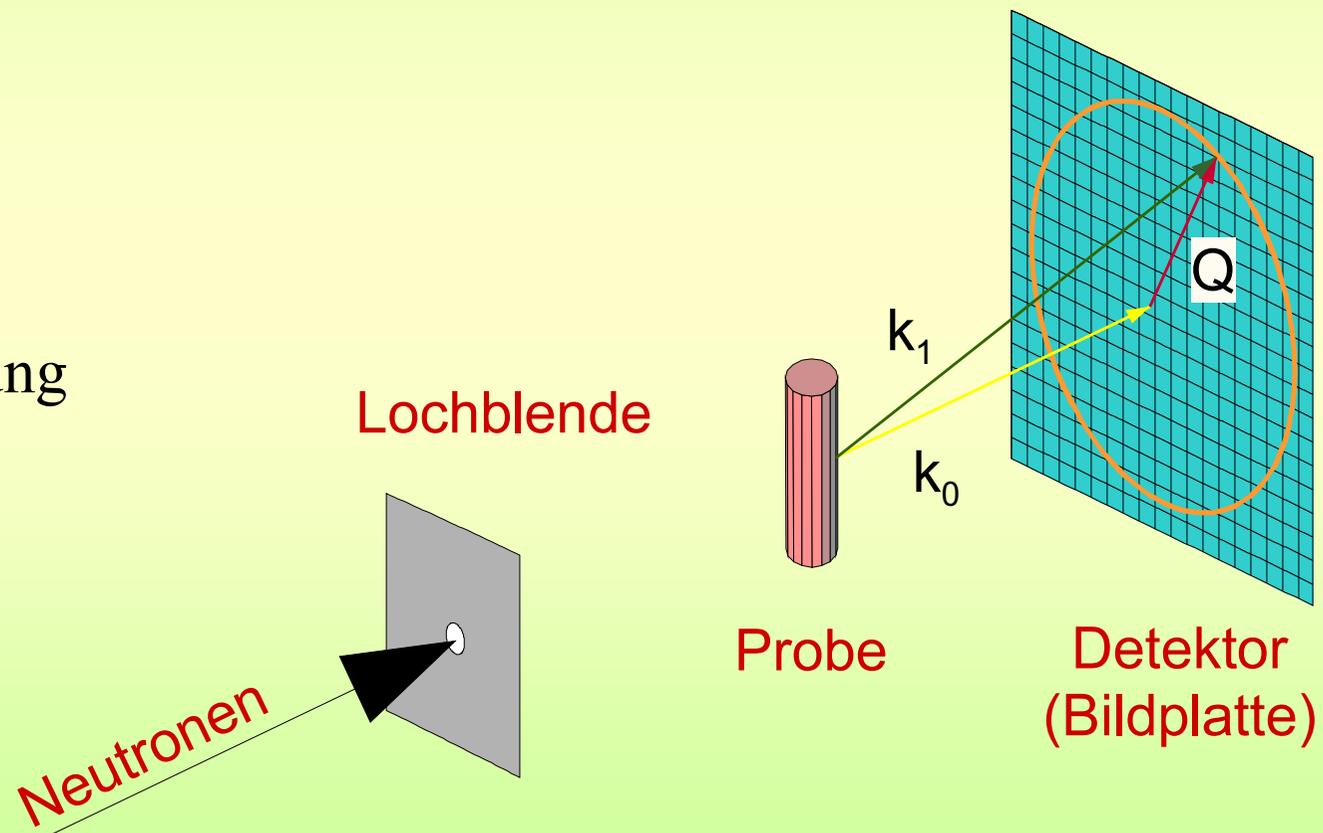
„3D-Puzzle“
Abschirmburg

Neutronen-Kleinwinkelstreuung am SPODI

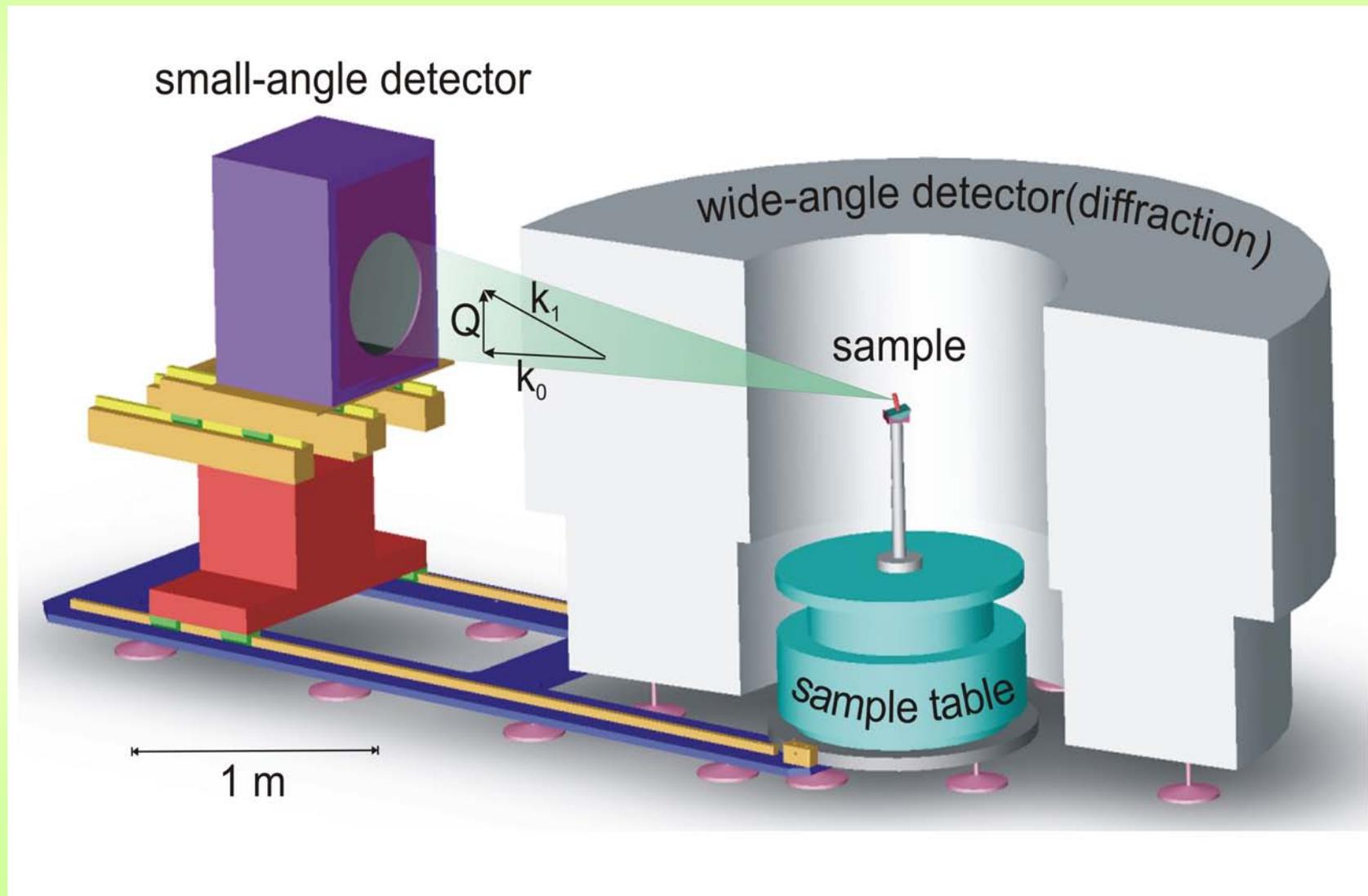
Einziges thermisches Pulverdiffraktometer mit Kleinwinkelstreuapparat

Anwendungen:

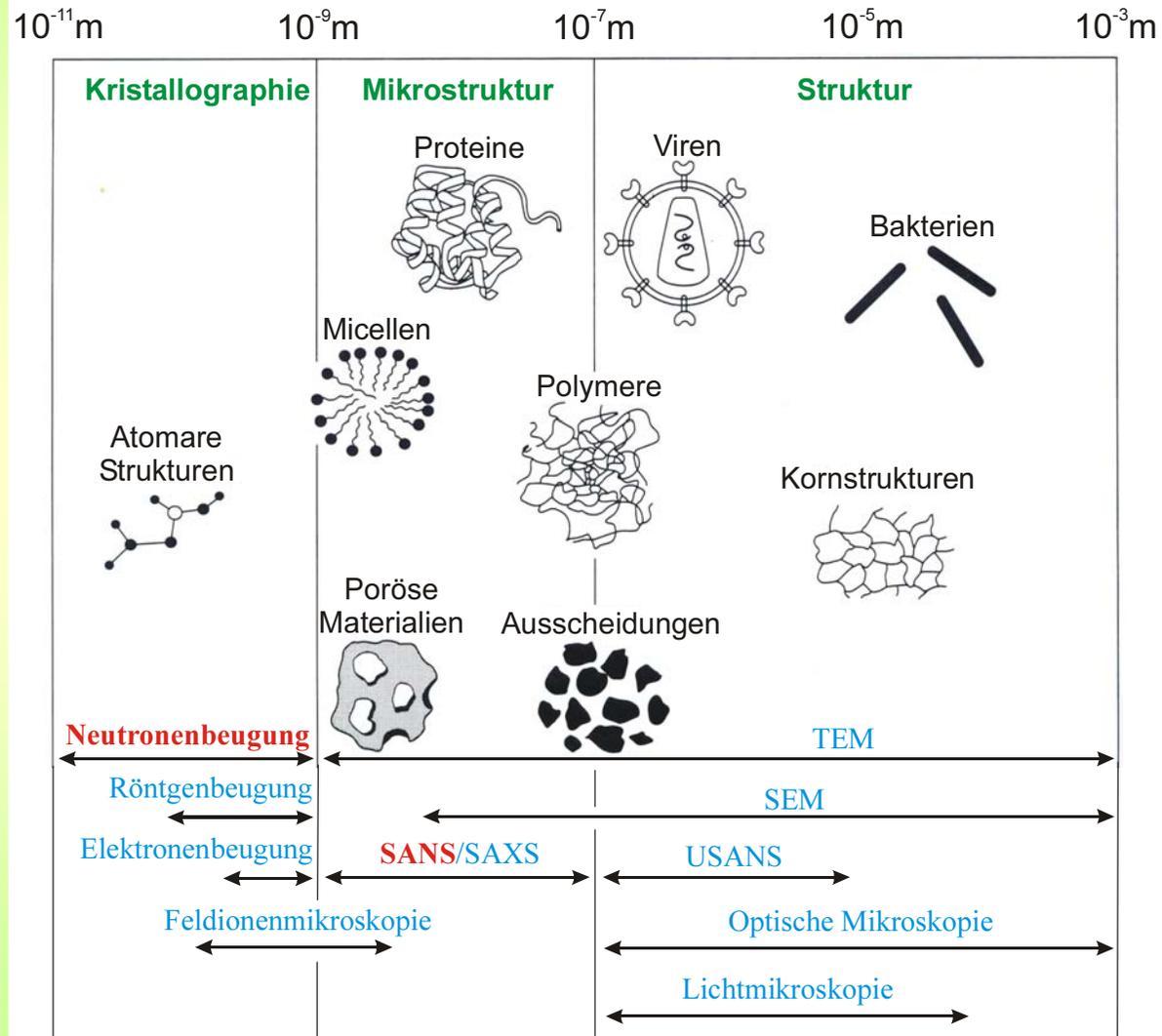
- Partikelgröße
- Größenverteilung
- Morphologie
- Textur
- Kristallinität



Neutronen-Kleinwinkelstreuung am SPODI



Vergleich der Untersuchungsmethoden



(Roger Pynn, Los Alamos Science Summer, 1990)

Probenumgebungen



Hochtemperaturofen

Temperaturbereich:
300K - 2100K

Closed-cycle Kryostat

Temperaturbereich:
2.8K – 300k

In Planung

Zugprüfmaschine

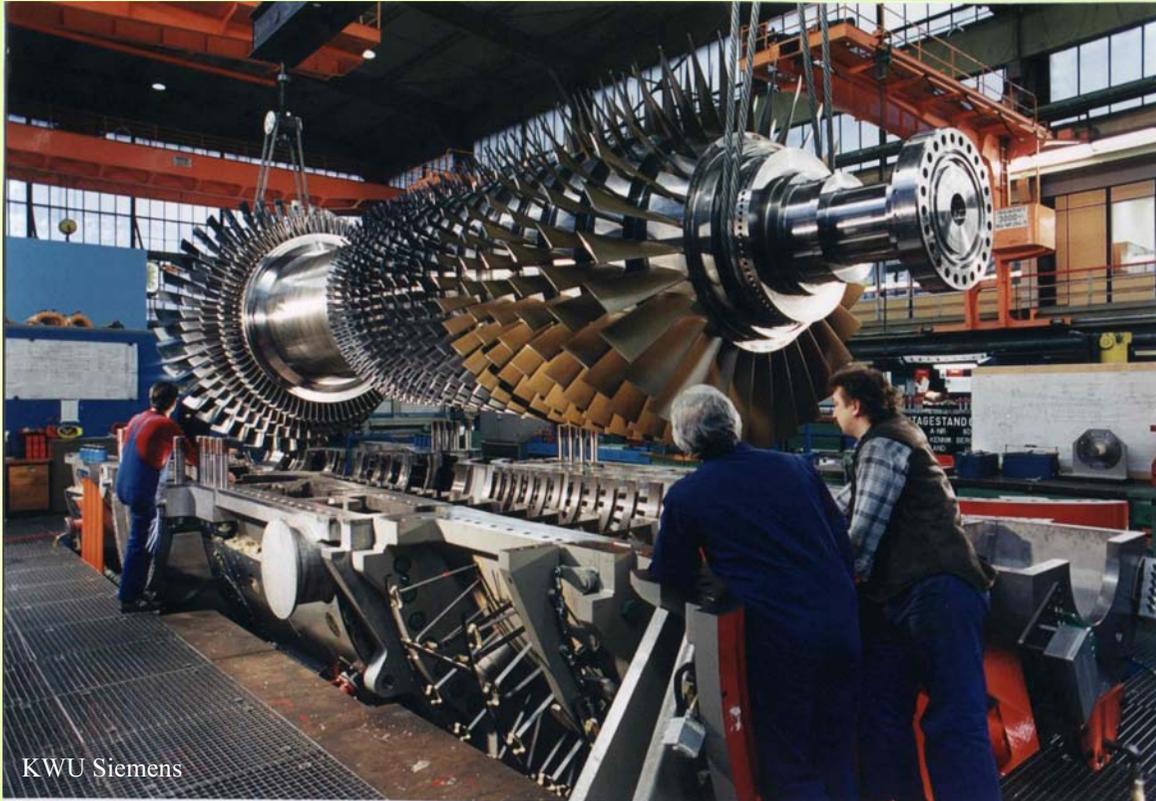
$$F_{\max} = 100 \text{ kN}$$

Magnet

$$B_{\max} = 6 \text{ T}$$



Anwendung: Superlegierung



Hochtemperaturbeständige Werkstoffe für Turbinen und Triebwerke

Anwendung: Superlegierung

➤ Neutronenstreuung → Struktur →
Verfestigung → Eigenschaften

Diffraktion:

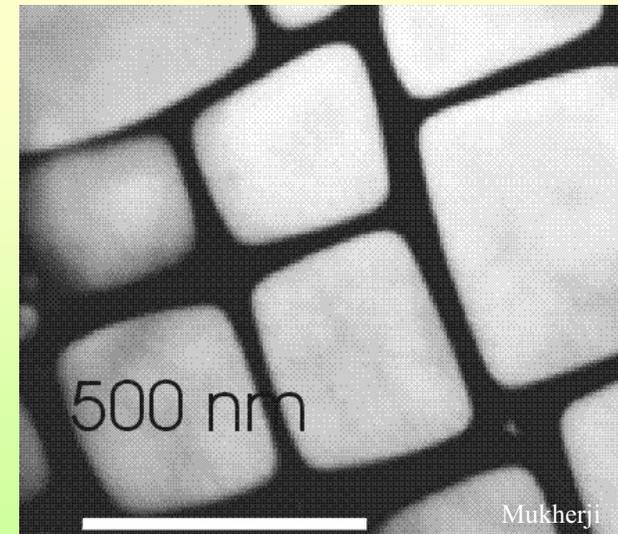
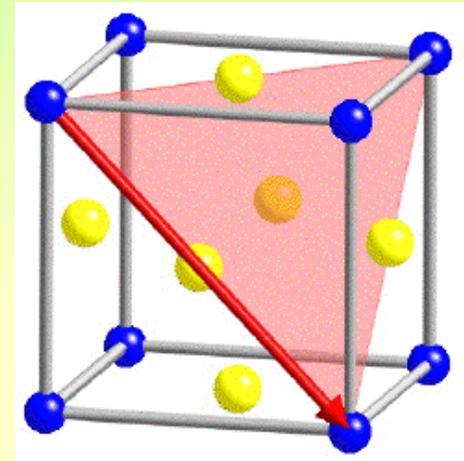
- ✓ Phasenanalyse
- ✓ Orientierung/Textur
- ✓ Gitterspannungen

Kleinwinkelstreuung:

- ✓ Partikelgrößenverteilung
- ✓ Morphologie

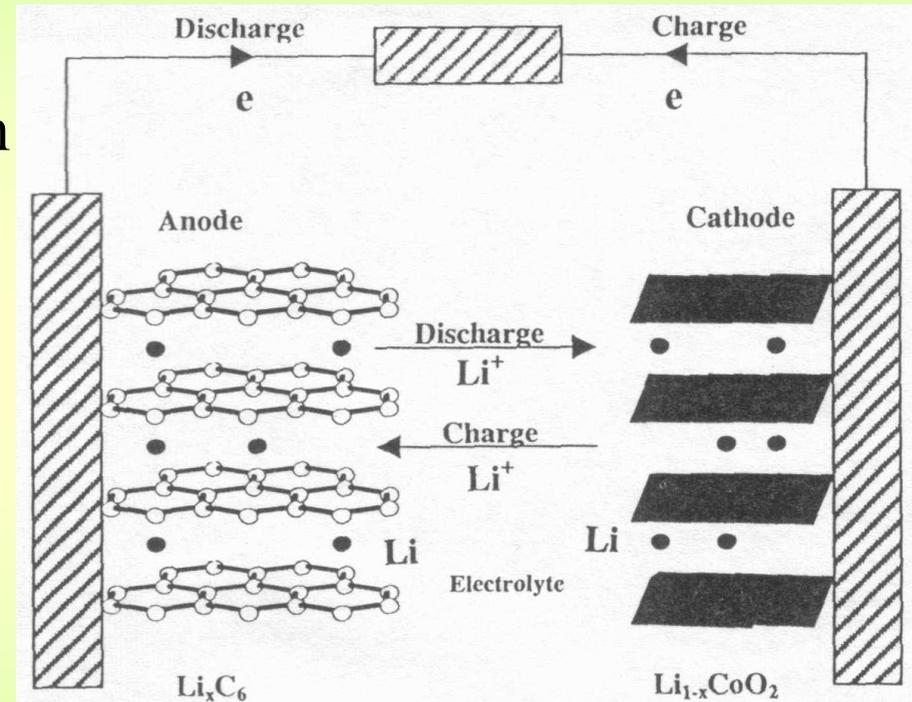
In-situ Untersuchung:

- ✓ Temperatur
- ✓ Zugspannung



Anwendung: Li-Ionen Batterie

- Hohe Energiedichte für mobile Anwendungen
- Strukturänderung bei Interkalation
- Leichte Elemente (Li, C) neben schweren (Co) nachweisbar
- In-situ Messung während Betrieb



Anwendung: Autoabgaskatalyse

➤ Katalytische Eigenschaft bestimmt durch Edelmetallpartikel auf Träger

Diffraktion:

- ✓ Zusammensetzung
- ✓ Phasenverteilung
- ✓ Struktur

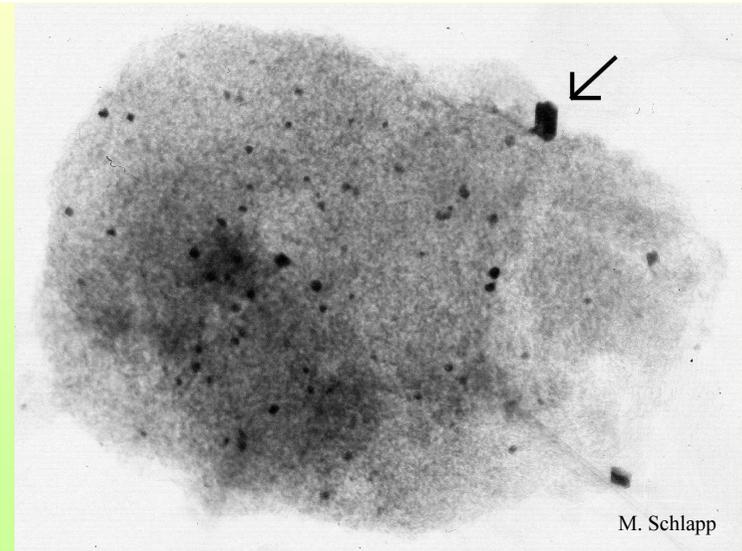
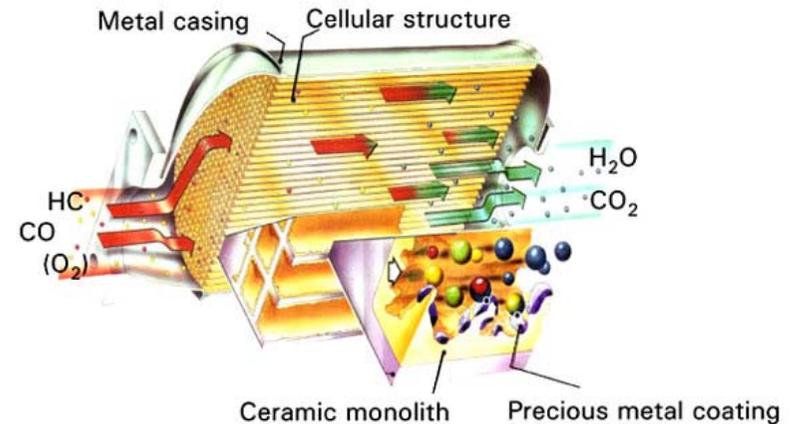
Kleinwinkelstreuung:

- ✓ Korngrößenverteilung, Morphologie

➤ Komplementär zu XRD, TEM, Elektronenbeugung, Gas-Sorption, ...

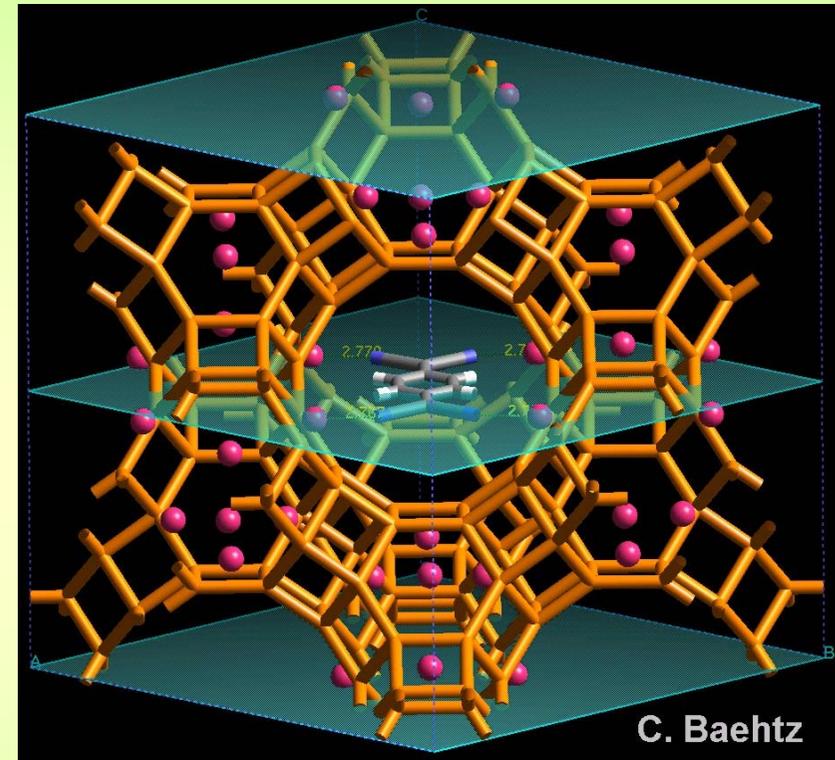
➤ In-situ Messung während Alterung

Oxidating catalytic converter principle



Anwendung: Zeolithe

- Wirt-Gast Systeme
- Katalyse (organische Synthese)
- MolekulfILTER



Weitere mögliche Forschungsthemen:

Hochtemperatur-Supraleiter, High-Tech Keramiken, magnetische Systeme (GMR), Wasserstoff-Speicher, Formgedächtnislegierungen,

...

Zusammenfassung

- Kenntnis Struktur ↔ Optimierung Werkstoffeigenschaften
- SPODI: Pulverproben und polykristalline Werkstoffe
- Probenumgebung
- Zusammensetzung, Phasenanalyse & Atompositionen
- Kristallit- und Partikelgrößen & Mikrospannungen
- Textur

Weitere Informationen:

Dr. Michael Schlapp

Tel: 089/289-14316

michael.schlapp@frm2.tum.de

www.frm2.tum.de/spodi