

PDF – EIN NEUER ANSATZ ZUR STRUKTURBESTIMMUNG ENERGETISCHER MATERIALIEN

Paul Bernd Kempa, Michael Herrmann

Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie (ICT), J.-von-Fraunhofer-Str. 7,
D-76327 Pfinztal-Berghausen, E-mail: paul-bernd.kempa@ict.fraunhofer.de

Das Interesse an strukturellen Informationen von neuen energetischen Materialien, welche oft nano-kristallin, amorph, flüssig oder gelförmig sind, wächst in den letzten Jahren, da deren Eigenschaften oft von der Mikrostruktur beeinflusst werden. Beispiele energetischer Materialien, die am Fraunhofer ICT untersucht werden, sind vielfältig und umfassen Bestandteile von plastikgebundenen Explosivstoffen (PBX), Raketentreibmitteln oder Treibladungspulvern; wie zum Beispiel nanoporöse und nanostrukturierte Materialien, Binder, ionische Liquide, Geltreibstoffe und flüssige Explosivstoffe.

Es ist schwierig, oft sogar unmöglich, strukturelle Informationen von diesen Materialien mit den üblichen Beugungsmethoden zu erhalten, da diese keine scharfen Bragg Peaks, sondern nur breite diffuse Beugungspeaks (Halos) [1] liefern. Die Methode der „total scattering“, bei der Bragg- und diffuse Komponenten der Beugung gemeinsam analysiert werden, ist möglicherweise für diese Art von Problemen [2,3] bei energetischen Materialien geeignet.

Dieser Beitrag zeigt, dass es möglich ist strukturelle Informationen durch Analyse der Daten im realen Raum unter Ausnutzung einer Fourier-Transformation der gemessenen Beugungsdaten in die „atomic pair distribution function (PDF) [4]“ zu erhalten und vergleicht verschiedene Messsysteme und Strahlungsquellen. Die Tabelle 1 stellt die wichtigsten Kriterien einer guten PDF zusammen. In Tabelle 2 ist die Definition des Q-Wertes dargestellt und maximale Q-Wert für verschiedene Wellenlängen.

Tab. 1: Kriterien einer PDF

Hoher maximaler Q, Q_{\max}
Hoher 2 θ -Wert
Hoher Teilchenfluss
Hohe Q-Auflösung
Gute Zählstatistik @ hohem Q
Tiefe Temperatur
Tiefer und stabiler Untergrund vom Instrument

Tab. 2: Definition von Q

$Q = 4\pi (\sin\theta / \lambda)$
Cu: $Q_{\max} = 8 \text{ \AA}^{-1}$
Mo: $Q_{\max} = 17.4 \text{ \AA}^{-1}$
Ag: $Q_{\max} = 24 \text{ \AA}^{-1}$
Synchrotron: $Q_{\max} > 30 \text{ \AA}^{-1}$

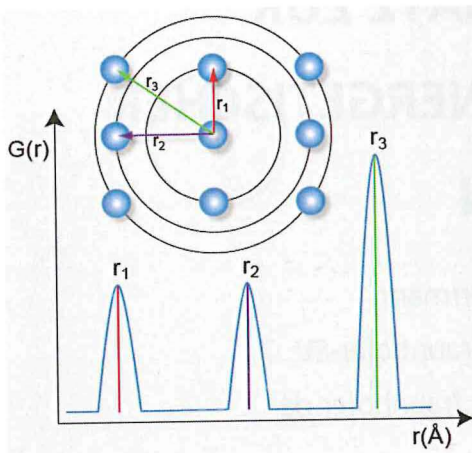


Abb. 1: Prinzip einer PDF

Das Prinzip einer PDF ist in Abbildung 1 gezeigt. Die inter-atomaren Abstände r_i ergeben Maxima in der PDF $G(r)$. Dabei gibt die Position den jeweiligen Abstand wieder, die Fläche bzw. Höhe der Peaks korrespondiert mit der Anzahl nächster Nachbarn, skaliert durch das Streuvermögen der jeweiligen Atome. Ferner gibt die Peak-Breite die Bindungslängenverteilung wieder.

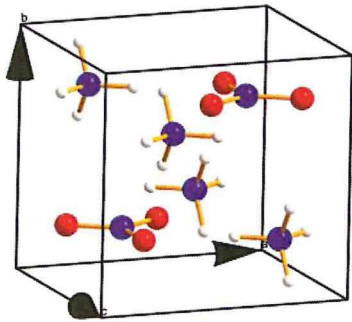


Abb. 2: Kristallstruktur von Ammoniumnitrat Phase IV

Als Beispiel für die Erstellung und Auswertung einer PDF wurde das energetische Material Ammoniumnitrat (NH_4NO_3) gewählt. Abbildung 2 zeigt die bei Raumtemperatur stabile Phase IV [5]. Sie kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe $Pnmm$ mit den Gitterkonstanten $a = 5,745$, $b = 5,438$ und $c = 4,942$ Å. Die Zahl der Formeleinheiten Z ist 2.

Ammoniumnitrat (AN) wird als Düngemittel verwendet, dient aber auch als Oxidationsmittel in Festtreibstoffen, Explosivstoffen und Gaserzeugungssystemen, z.B. in Airbags.

- [1] M. Herrmann, U. Förter-Barth, P. B. Kempa, Proc. 14th Seminar on New Trends in Research of Energetic Materials, NTREM, Pardubice, Czech Republic, 2011, pp 681-686
- [2] S. J. L. Billinge and M. G. Kanatzidis, Chem. Commun. (2004), 749-760
- [3] M. G. Tucker, M. P. Squires, M. T. Dove and D. A. Keen, J. Phys.: Condens. Matter (2001), **13**, 403-23
- [4] T. Egami and S. J. L. Billinge, *Underneath the Bragg Peaks: Structural Analysis of Complex Material*, Oxford: Pergamon, Elsevier, 2012
- [5] C. S. Choi, J. E. Mapes, and E. Prince, Acta Crystallogr. (1972), **B28**, 1357-1361