

Rissentwicklung in CFK-Laminaten nachgewiesen durch *in situ* Röntgen- Refraktion

Andreas KUPSCH¹, Volker TRAPPE¹, Bernd R. MÜLLER¹, Giovanni BRUNO¹
¹ Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin

Kontakt E-Mail: andreas.kupsch@bam.de

Kurzfassung. In Leichtbauanwendungen sind Materialien mit geringen Dichten und hohen Festigkeiten gefragt. Insbesondere Faser-Kunststoff-Verbunde (FKV) erfüllen diese Anforderungen und werden zunehmend für Strukturbauteile eingesetzt. Die Oberflächen moderner Rotorblätter von Windkraftanlagen werden aus FKV gefertigt. Das Versagen dieser Materialien hat massiven Einfluss auf die Einsatzfähigkeit der gesamten Windkraftanlage. Daher ist die Kenntnis des Versagensverhaltens dieser Komponenten unter statischer und zyklischer Belastung von großem Interesse, um die Betriebsbeanspruchung abzuschätzen. Im Idealfall wird die Schadensentwicklung unter Betriebslast mit zerstörungsfreien *in-situ*-Prüfverfahren ermittelt.

Hier berichten wir über die Beobachtung der Rissentwicklung in Carbon-Faser-verstärkten Kunststoffen (CFK) unter kontinuierlicher Zugbelastung durch *in-situ*-Synchrotron-Röntgenrefraktionsradiographie. Eine selbst entwickelte elektromechanische Zugprüfmaschine mit einem Kraftbereich bis zu 15 kN wurde in den Strahlengang an der BAMline (BESSY II) integriert. Da in herkömmlichen (Absorptions-) Radiographien Defekte wie Zwischenfaserbrüche oder Faser-Matrix-Enthftung keinen ausreichenden Kontrast verursachen, wird zur Kontrastanhebung die Röntgenrefraktion benutzt. Hier wird das sogenannte Diffraction Enhanced Imaging (DEI) angewandt, um Primär- und gebrochene Strahlung mit Hilfe eines Analysatorkristalls zu trennen. Diese Technik ermöglicht schnelle Messungen mit einem Gesichtsfeld von einigen Quadratmillimetern (hier: 14 mm × 7.2 mm) und ist ideal für *in-situ* Untersuchungen. Die Bildgebung und der Zugversuch erfolgen mit einer Bildfrequenz von 0.7 s⁻¹ und einer Dehnrate von 0.00055 s⁻¹. Bei 0°/90° Faserlage treten die ersten Zwischenfaserrisse bei 380 MPa (Dehnung 0.8 %) auf. Vor dem Versagen bei ca. 760 MPa (Dehnung 2.0 %) beobachten wir die Ausbildung eines nahezu äquidistanten Rissmusters (Risse in ca. 1 mm Abstand), das sich im geschädigten Zustand über die gesamte Probe erstreckt.

Einführung

Faser-Kunststoff-Verbunde (FVK, mit Kohlenstoff- oder Glasfasern) sind vielseitig einsetzbar: Sie haben sich im Flugzeugbau etabliert, sind in Rotorblättern von Windkraftanlagen weit verbreitet und werden zunehmend im Automobilbau verwendet. Das geringe Gewicht in Verbindung mit der hohen Festigkeit machen diese Werkstoffklasse für moderne Leichtbauanwendungen sehr attraktiv. Generell sind FVK von wachsendem Interesse für Strukturbauteile in Leichtbaukonstruktionen, deren Versagen den Gebrauch und die Betriebssicherheit stark beeinträchtigt. Daher ist die Kenntnis des Versagensverhaltens



unter statischer und zyklischer Belastung von großem Interesse, um die Betriebsfestigkeit abzuschätzen und die Leistungsfähigkeit verschiedener Materialien zu vergleichen.

Die Kenntnis der räumlichen und zeitlichen Entwicklung von Rissen ist sowohl für den Hersteller als auch für den Kunden von Verbundwerkstoffen von Interesse, um die Lebensdauer des Materials abschätzen zu können. Bei transparenten glasfaserverstärkten Kunststoffen (GFK) wurde das Verhalten vor und während des Bruchs mit gängigen optischen Systemen mit einer Auflösung im Megapixelbereich erfolgreich aufgezeichnet [1, 2]. Während das Auftreten der (ersten) Risse in GFK mit sichtbarem Licht untersucht werden kann, ist es nicht geeignet, die Entwicklung von Mikrorissen bei hohen Belastungen oder zyklischer Beanspruchung zu charakterisieren. Da die (integrale) Intensität des durchgelassenen Lichts nicht proportional zu der durch Mikrorisse verursachten inneren Oberfläche pro Volumen ist, muss die Anzahl der Risse durch Bildanalyse ermittelt werden [3, 4]. In einer vergleichenden Studie wurde das Zwischenfaser-Versagen in GFK mit Hilfe der Röntgenrefraktions-Topographie untersucht [5, 6]. Diese Technik überwindet die Nachteile der Absorptionsverfahren für sichtbares Licht, die von der Art und Größe der Risse abhängen. Getrennte Risse konnten abgebildet und die innere (spezifische) Oberfläche durch Berechnung des sogenannten Refraktionswertes, C_m , bestimmt werden [5]. Ebenso können mit dieser Technik Lamine vor und nach dem Imprägnieren quantitativ analysiert werden, zum Beispiel für unterschiedliche mittlere Faserfilamentdurchmesser bei gleichem Faservolumengehalt.

1. Material und Methoden

1.1 Proben

Die CFK-Proben wurden aus 2 Lagen eines 400 g/m² Köpergewebes und 4 Lagen eines 200 g/m² Fasergeleges hergestellt, die jeweils aus Tenax-E HTA40 E1, 6K-Garn (400tex) bestanden (Abbildung 1). In beiden Fällen war die Stapelreihenfolge symmetrisch und ausgeglichen. Bei den Fasergelegen wurden die Kohlefaserrovings durch ein 34tex Glasfasergarn fixiert. Das verwendete Matrixsystem war Huntsman Araldite® LY 556 / Aradur® 917 / Accelerator DY 070. Die CFK-Platten wurden mittels Resin Transfer Moulding (RTM) hergestellt und Zugstäbe mit einer Länge von 140 mm, einer Breite von 10 mm und einer Dicke von 1.1 mm ausgeschnitten und geprüft. Auf die 0°/90°-Proben wurde ein Aufleimer zum Einspannen aufgebracht. Aufgrund der hohen Poissonzahl des -45°/+45°-Laminats tritt der Bruch auch ohne Aufleimer in der Mitte der Proben auf. Es wurden 0°/90°- und 45°/+45°-Lamine jeder textilen Verstärkung untersucht. Der Faservolumengehalt beträgt in beiden Laminaten 41%.

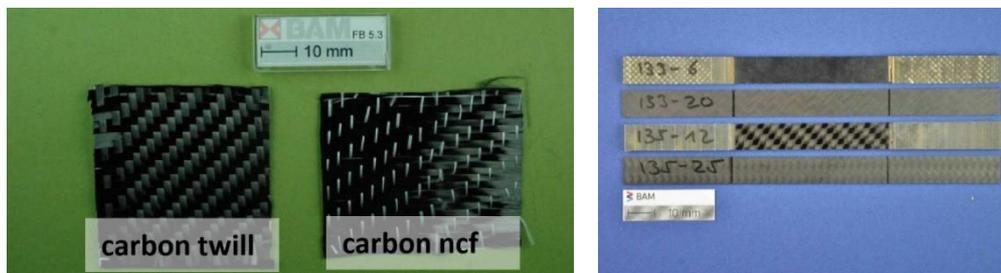


Abb. 1. Textile Halbzeuge zur Probenpräparation: Kohlefaserweben (twill) und -gelege (ncf) (links) und Foto der hergestellten Proben (rechts): Gelege (oben) und Gewebe (unten). Proben mit 0°/90° Faserorientierung wurden mit Aufleimern hergestellt.

Tabelle 1. Gewebeart und Faserorientierung relativ zur Lastrichtung der untersuchten Proben.

	0°/90°	-45°/+45°
Fasergelege (ncf)	133-3	133-17
2 × 2 Fasergewebe (twill)	135-10	135-18

1.2 Röntgenrefraktion - Diffraction Enhanced Imaging

Bildgebende Röntgenrefraktionstechniken (XRR) wurden vor einigen Jahrzehnten eingeführt [7] und werden sowohl für die Materialcharakterisierung als auch für die zerstörungsfreie Prüfung erfolgreich eingesetzt [8], um die relative innere spezifische Oberfläche (d.h. die Oberfläche pro Volumeneinheit, bezogen auf einen Referenzzustand) einer Probe zu ermitteln. Sie sind daher geeignet, Inhomogenitäten in faserverstärkten Kunststoffen, wie Risse, Fasern und Faserenthaltungen zu untersuchen.

In völliger Analogie zu sichtbarem Licht werden Röntgenstrahlen gebrochen, wenn sie auf Grenzflächen zwischen Materialien unterschiedlicher Dichte treffen, wie z. B. bei Rissen, Poren und Partikeln in einem Material. Allerdings ist der Röntgenbrechungsindex kleiner als eins. Daher ist das optische Verhalten invers [9], so dass Strukturen wie Poren fokussierend wirken. Da das Brechungsdekrement für Röntgenstrahlen in der Größenordnung von 10^{-7} bis 10^{-5} liegt, lassen sich röntgenoptische Effekte nur unter sehr kleinen Ablenkungswinkeln von einigen Bogensekunden bis -minuten beobachten. XRR liefern Signale von Poren und Rissen, sobald diese eine bestimmte Größe oder Öffnung von einigen Röntgenwellenlängen überschreiten. Die tatsächlich erreichbare Auflösung von Einzelobjekten wird durch die Pixelgröße des Detektorsystems begrenzt. Objekte unterhalb der Auflösungsgrenze lassen sich nur nachweisen, wenn sie in einer gewissen Population auftreten, die das Refraktionssignal über das Rauschniveau heben. Diese Information wurde in verschiedenen Materialien mit mikrostrukturellen Veränderungen korreliert und in mikromechanische Modelle umgesetzt [10-18]. In jüngeren Studien wurden XRR-Messungen tomographisch verwendet [19, 20] und mit *in-situ* -Wärmebehandlungen [21] kombiniert.

Die hier vorgestellten Synchrotron-XRR-Experimente (SXRR) wurden an der BAMline [22-24] am Helmholtz-Zentrum Berlin durchgeführt. Durch Einsatz eines Doppelkristall- (Si (111)) Monochromators (DCM) trifft ein kollimierter monochromatischer Röntgenstrahl (Energiebandbreite 0.2 %) auf die Probe. Die Strahlenergie wurde hier auf 25 keV eingestellt. Ein Flachdetektor in Kombination mit einem Linsensystem und einem 50 μm dicken CdWO₄-Szintillatorschirm lieferte eine Pixelgröße von $7.2 \times 7.2 \mu\text{m}^2$, wodurch ein Gesichtsfeld von etwa $14 \times 7.2 \text{ mm}^2$ erfasst wurde. Der Primärstrahl wurde durch ein Spaltsystem auf das Sichtfeld eingeeengt, um das Hinterleuchten des Detektors zu minimieren [25, 26]. Die Belichtungszeit für jedes Bild betrug 1 Sekunde (plus 0.4 s Auslesezeit). Um eine ausreichende Zählrate pro Pixel zu erreichen, wurde ein 4×4 Pixel-Binning verwendet (d.h. effektive Pixelgröße $28.8 \times 28.8 \mu\text{m}^2$).

In den nachfolgend beschriebenen Untersuchungen wurde die Diffraction Enhanced Imaging (DEI) -Technik [27, 28] eingesetzt. Im Gegensatz zu absorptionsbasierten radiographischen Messungen wurde ein Si(111)-Analysator-Einkristall (AC) im Strahlengang zwischen der Probe und dem Kamerasystem platziert. Der Kristall wird so im Röntgenstrahl positioniert, dass die Bragg-Bedingung erfüllt ist (Bragg-Winkel $\theta_B = 4.537^\circ$ bei 25 keV) und der Primärstrahl (ohne Probe) vollständig zum Detektor reflektiert wird. Röntgenstrahlen, die an den inneren Oberflächen der Probe (z. B. an Rissen) gebrochen werden, verletzen die Bragg-Bedingung. Daher werden sie nicht reflektiert und erzeugen einen zusätzlichen Kontrast (vgl. Abb. 2 a) und b)). Wird der Analysator-Kristall um einen kleinen

Winkel (typischerweise 10^{-4}°) aus der Bragg-Position ausgelenkt, erfolgt eine Kontrastumkehr: der Primärstrahl wird ausgeblendet und nur ein Teil der gebrochenen Strahlen wird zum Detektor reflektiert (vgl. Abb. 2 b) und c)).

1.3 In-situ Zugversuche

Ein Zugprüfstand mit einem elektromechanischen Antrieb und einem hydraulischen Spannsystem wurde in den DEI-Aufbau an der BAMline integriert (Abbildung 3). Die kompakte Belastungsvorrichtung wurde speziell für die *in-situ*-Zugbelastung und zyklische Belastung in einem Labor-Röntgenprüfstand entwickelt und hergestellt. Die maximale Belastbarkeit beträgt +/-15 kN. Im Laboraufbau muss die Belastung der FRP in Belastungsschritten erfolgen, da jeder Scan der Probe über eine Stunde dauert. An der BAMline wurden die Zugversuche mit einer typischen Aktuatorgeschwindigkeit von 2 mm/min durchgeführt, wie in den Normen für quasistatische Zugversuche vorgegeben [29]. Die typischen Spannungs-Dehnungs-Kurven aus den Tests sind in Abbildung 4 dargestellt. In Tabelle 2 sind einige mechanische Eigenschaften der untersuchten Proben (aus den Zugversuchen) zusammengefasst.

Die Bildgebung und der Zugversuch waren nicht synchronisiert. Etwa 15 Sekunden nach Beginn der kontinuierlichen Bildgebung wurde die Zugspannungsmaschine in den weggesteuerten Modus versetzt. Sie zeichnete die Verschiebung (Dehnung) und die aufgebrachte Kraft als Funktion der Zeit auf.

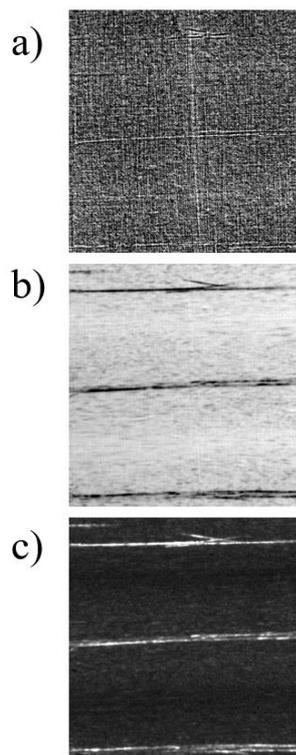


Abb. 2. Vergleich des Absorptions- (a) und Refraktionskontrasts einer vorbelasteten CFK-Probe (Gelege, $\sigma_{\max}=530$ MPa). Bild (b) wurde in Bragg-Stellung des AC aufgenommen, Bild (c) in einer ausgelenkten Position des AC.

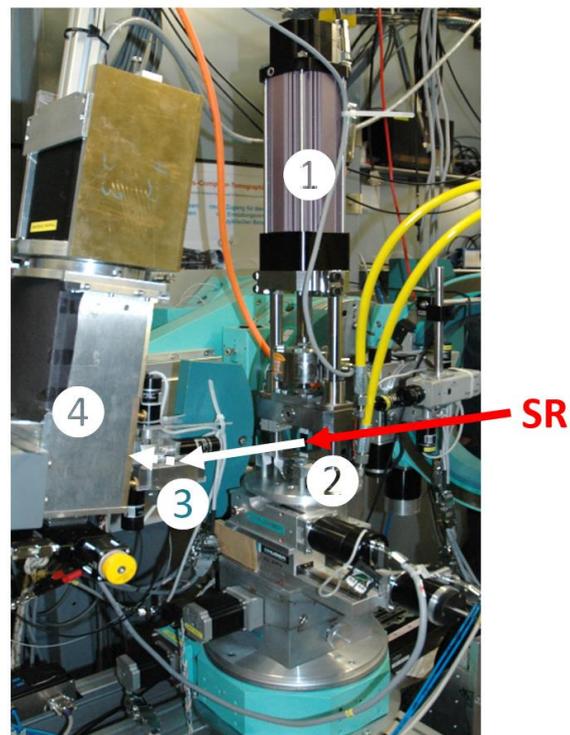


Abb. 3. Versuchsaufbau – Synchrotronstrahlung (SR, monochromatisch), Zugvorrichtung (inkl. Aktuator, Kraftmessdose und Einspannung, 1), Zugprobe (2), Analysatorkristall (3), Flachdetektor (4).

Tabelle 2: Zusammenstellung der Ergebnisse aus den Zugversuchen mit der Zugfestigkeit UTS , der Bruchdehnung ε_r und dem Elastizitätsmodul E .

Probe	Typ	Faserorientierung	UTS / MPa	ε_r / %	E / GPa
133-3	Gelege	$0^\circ/90^\circ$	760	2.0	44.5
133-17	Gelege	$-45^\circ/+45^\circ$	138	6.3	9.7
135-10	Gewebe	$0^\circ/90^\circ$	620	1.8	41.2
135-18	Gewebe	$-45^\circ/+45^\circ$	148	8.9	9.6

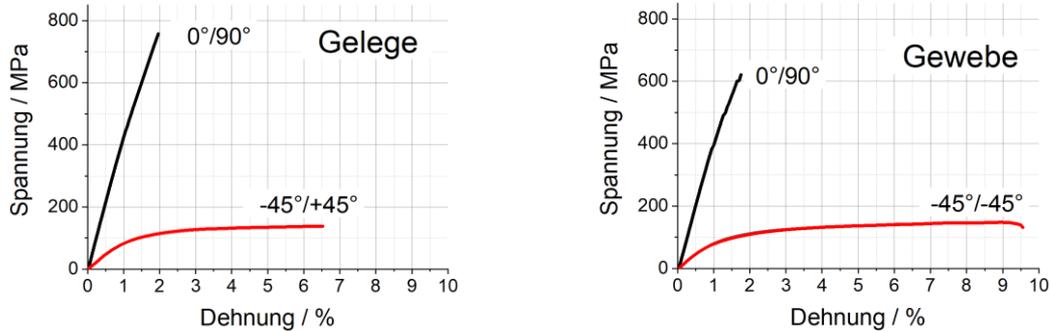


Abb. 4. Spannungs-Dehnungs-Kurven der Gelege- (links) und Gewebeprouben (rechts).

2. Ergebnisse

2.1 Fasergelege (NCF)

Abbildung 5 zeigt ausgewählte Bilder des Zugversuchs an einem $0^\circ/90^\circ$ -Gelege (Probe 133-3). Da die Proben nicht eingekerbt sind und das Gesichtsfeld nur 10 % der freien Länge der Probe beträgt, tritt der Bruch rein zufällig im Gesichtsfeld auf.

Das 35tex-Glasfaserbindegarn verursacht einen Absorptionskontrast, da die Dichte des Glases ($\rho = 2.55 \text{ g/cm}^3$) ist deutlich höher als die des Komposits (entsprechend dem Faservolumengehalt von 41 % - $\rho = 1.4 \text{ g/cm}^3$) ist. Aufgrund der Orientierungsempfindlichkeit der Röntgenrefraktion ist der Kontrast der horizontalen Glasfasergarne im Vergleich zu den senkrecht orientierten verstärkt (Absorption plus Refraktion im Vergleich zur reinen Absorption). Die Dehnung der Proben ist an der Verschiebung der Bindefäden erkennbar.

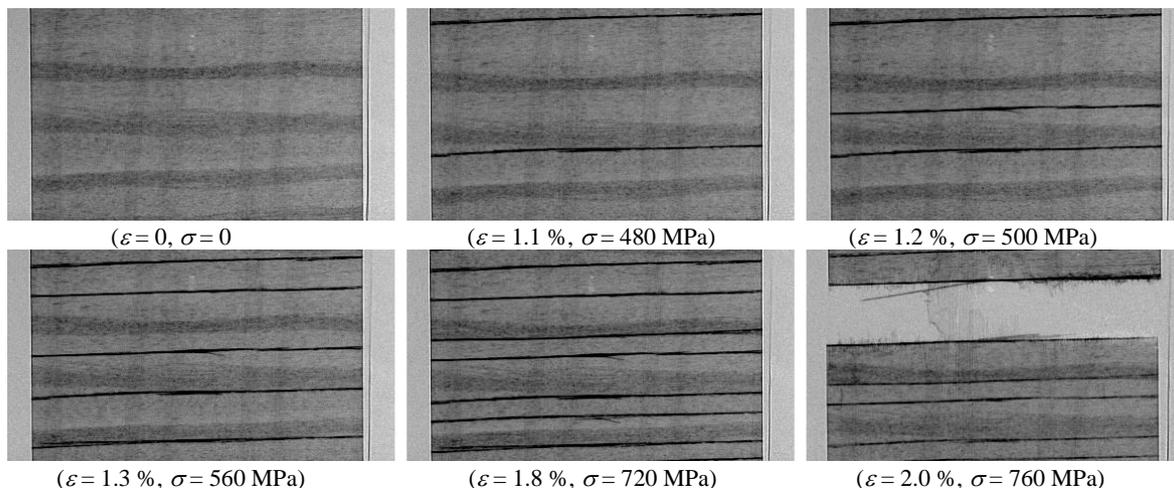


Abb. 5. Ausgewählte SXRR-Aufnahmen des Zugversuchs an der Gelege-Probe 133-3: Beginn des Versuchs, das anschließende Auftreten von 90° -Zwischenfaserrissen bis zum Erreichen einer gesättigten Rissdichte und der Bruch. Die Bilder entsprechen einer Größe von $11 \times 7.2 \text{ mm}^2$. Die jeweilige Dehnung (ε) und Spannung (σ) ist unter jedem Teilbild angegeben.

Vor dem Auftreten der ersten Risse ($\sigma = 380$ MPa) zeigt sich die Dehnung des Glasfaser-garns. Die Probe folgt in einem linear-elastischen Spannungs-Dehnungs-Verhalten (Elasti-zitätsmodul 44.4 GPa). Aufgrund der zunehmenden Anzahl von Querrissen nimmt die Steifigkeit der Probe bei 1 % Dehnung jedoch leicht ab (Abbildung 4 links). Es werden nur 90°-Risse zwischen den Fasern beobachtet. Sobald solche Risse entstehen, überqueren sie sofort die gesamte Breite der Gelege-Probe. (Die Zeitauflösung erlaubt es nicht, den Ort der Entstehung zu lokalisieren.) In einem Zwischenzustand bilden sie ein unregelmäßiges Muster mit 1 mm und 2 mm Abstand. Da die nachfolgenden Risse die 2-mm-Lücken symmetrisch ausfüllen, beobachten wir vor dem Bruch ein regelmäßiges Muster mit 1 mm Abstand, was der gesättigten Rissdichte bei quasistatischer Belastung entspricht [2]. Die Querdehnung ist vernachlässigbar. Nach dem Bruch bleiben die Risse aufgrund des Versagens der 0°-Faser mit geringerem Kontrast sichtbar, was auf eine reduzierte Rissöffnung aufgrund der Entlastung hindeutet. Wie oben erwähnt, reicht eine transversale Rissöffnung von einigen nm aus, um den Refraktionskontrast zu erzeugen.

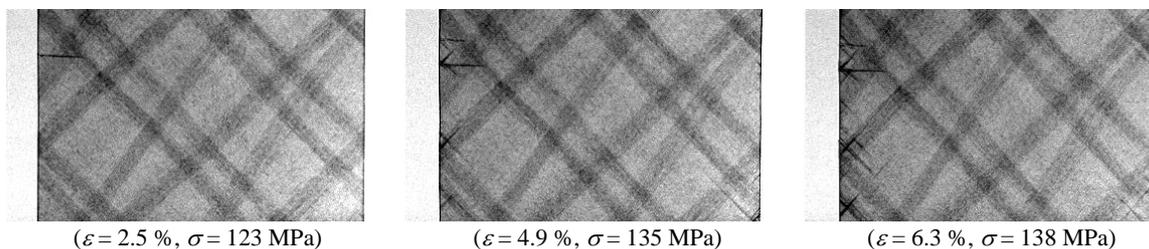


Abb. 6. Ausgewählte SXRR-Aufnahmen des Zugversuchs an der Gelege-Probekörper 133-17: der erste 90°-Riss, die ersten 45°-Zwischenfaserrisse und die Schädigung vor dem Bruch.

Abbildung 7 zeigt ausgewählte Bilder des Zugversuchs an dem -45°/+45°-Gelege (Probekörper 133-17). Auch hier ist vor dem Auftreten der ersten Risse (bei 123 MPa) die Dehnung der Glasfasergarne erkennbar: sie resultiert in einer Faserrotation von etwa 2°. Das -45°/+45°-Gelege zeigt ein nichtlineares viskoelastisch-plastisches Spannungs-Dehnungs-Verhalten [1] (E-Modul 9.7 GPa) aufgrund des starken Einflusses der Polymermatrix bis zur Bruchdehnung (von etwa 6.3 %). Die ersten beobachteten Risse sind 90°-Risse in der Nähe der freien Kanten und erstrecken sich über etwa 10 % der Probenbreite. Sie entstehen in der Matrix an Kreuzungspunkten von Faserbündeln, wo die Epoxidmatrix agglomeriert. Bei höherer Dehnung (etwa 5 %) setzt die Bildung von 45°-Zwischenfaserrissen an den Probenkanten ein. Bis zum Bruch werden keine Risse beobachtet, die sich über die gesamte Breite der Probe im Sichtfeld erstrecken.

2.2 Fasergewebe (Twills)

Abbildung 7 zeigt ausgewählte Bilder einer 0°/90°-Gewebe-Probekörper (133-10) unter Zugbelastung. Die leichte horizontale Aufhellung wird durch die horizontalen Kohlenstoff-faserbündel verursacht und ist auf den Refraktionskontrast zurückzuführen. Die senkrecht verlaufenden Fasern sind nicht zu erkennen [5, 6]. Der erste Riss entsteht bei 340 MPa in der Mitte eines Faserbündels. Nachfolgende Risse werden ebenfalls innerhalb von Faserbündeln erzeugt, wo das lokale Faservolumen hoch ist. Im Gegensatz zu den Gelege-Kompositen breiten sich die Risse aufgrund der senkrecht gewebten Faserbündel nicht spontan über die gesamte Probenbreite aus. Mit zunehmender Belastung wächst etwa die Hälfte der Risse über die gesamte Probenbreite. Die Rissdichte im gesättigten Zustand ist geringer als im CFK-Gelege. Im annähernd linear-elastischen Spannungs-Dehnungs-Verhalten nimmt jedoch die Steifigkeit mit zunehmender Querrissbildung leicht ab (0°/90°-Gewebe in Abbildung 4

rechts). Ungeachtet der geringeren Festigkeit und Steifigkeit (im Vergleich zu den Gelegen) zeigt das CFK-Gewebe eine deutlich höhere Schädigungstoleranz bis zum Versagen.

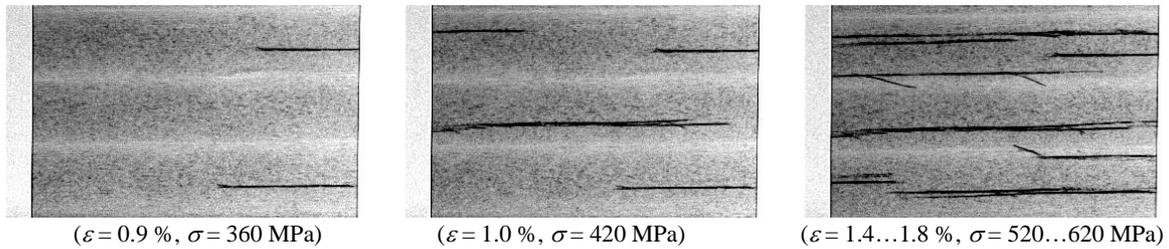


Abb. 7. Ausgewählte SXRR-Aufnahmen des Zugversuchs der Gewebeprobe 135-10 zeigen die ersten 90°-Teil-Risse, Risswachstum und den ersten Riss, der die Probenbreite durchquert, sowie das Rissmuster bei 520 MPa, das bis zum Bruch bei 620 MPa nahezu unverändert bleibt.

Die Rissbildung in der -45°/+45°-Gewebeprobe (Probe 135-18, Abbildung 8) beginnt bei etwa 5 % Dehnung. Die ersten beobachteten Risse sind 45°-Zwischenfaserrisse durch Scherung mit begrenzter Länge an den freien Kanten. Mit zunehmender Last bilden sich 90°-Risse in den matrixreichen Bereichen nahe den Kanten, vorzugsweise an den Kreuzungspunkten existierender 45°-Risse. Sie durchqueren jedoch bis zum Bruch nicht die gesamte Probenbreite. Die Gesamtrissdichte ist geringer als in beiden 0°/90°-Proben.

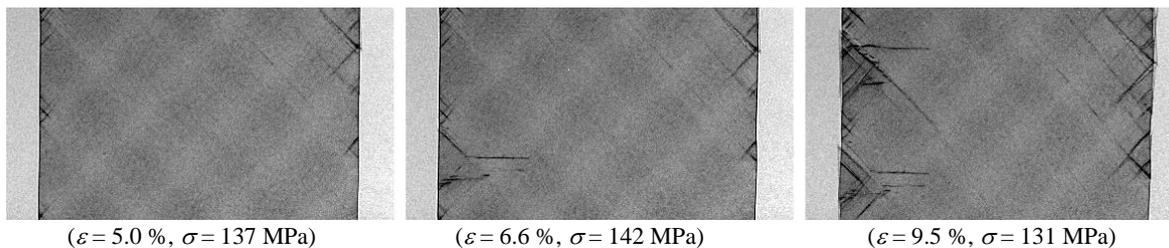


Abb. 8. Ausgewählte SXRR-Bilder des Zugversuchs der Gewebeprobe 135-18, die die ersten 45°-Zwischenfaserrisse, den ersten 90°-Riss und ein gewachsenes Rissmuster zeigen, das bis zum Bruch bei 131 MPa nahezu unverändert bleibt.

3. Schlussfolgerung

Wir haben die Rissentwicklung in unterschiedlich präparierten Carbon-Faser-verstärkten Kunststoffen (CFK) durch *in-situ*-Röntgenrefraktion ohne Kontrastmittel verfolgt. Die verschiedenen Proben zeigten ein deutlich unterschiedliches mechanisches Verhalten, das hauptsächlich auf die Faserorientierung zurückzuführen ist: Komposite mit 0°/90° orientierten Fasern zeigen ein linear-elastisches Verhalten und sie versagen bei etwa 2 % Dehnung, während Komposite mit -45°/+45° orientierten Fasern ein viskoelastisch-plastisches Verhalten zeigen und bei deutlich höherer Dehnung (6 bis 10 %) versagen. Rissentstehung und -wachstum hängen in erster Linie von der Art des Fasertextils ab: in Gelegen breiten sich mehrere Risse über die gesamte Probenbreite aus, während in Geweben die Risse durch die Bindungsfäden in ihrer Ausbreitung behindert werden. Daher weisen Gewebe eine geringere Festigkeit und Steifigkeit, aber eine deutlich höhere Schadenstoleranz auf. Die vergleichsweise geringe Steifigkeit der 0°/90°-Gewebe ist auf den geringen Faser-volumengehalt von 41 % zurückzuführen. Das beobachtete Zwischenfaserversagen ist analog zum Verhalten glasfaserverstärkter Kunststoffe (GFK). Die Risse bleiben nach dem Bruch sichtbar, wenn auch mit geringerem Kontrast, d.h. SXRR ist für Risse mit sehr kleiner Öffnung empfindlich, die mit Röntgenabsorptionsverfahren bei vergleichbarer räumlicher Auflösung nicht nachweisbar sind.

Referenzen

- [1] V. Trappe, K.W. Harbich, *Int. J. Fatigue* **28** (2006) 1187.
- [2] A. Müller, V. Trappe, S. Hickmann, H.P. Ortwein, Investigation of the infinite life of fibre-reinforced plastics using X-ray refraction topography for the *in-situ*, nondestructive evaluation of microstructural degradation, in *Fatigue of Materials at Very High Numbers of Loading Cycles* ed. H.J. Christ (2018) Springer, Wiesbaden, 417-439.
- [3] T.J. Adam, P. Horst, Very high cycle fatigue testing and behavior of GFRP cross and angle-ply laminates, in *Fatigue of Materials at Very High Numbers of Loading Cycles* ed. H.J. Christ (2018) Springer, Wiesbaden, 511-532.
- [4] S. Adden, P. Horst, *Compos. Sci. Technol.* **66** (2006) 626.
- [5] V. Trappe, S. Hickmann, H. Sturm, *Mater. Test.* **50** (2008) 615.
- [6] V. Trappe, M.P. Hentschel, H. Ivers, *Proc. 16th Europ. Conf. of Fracture* (2006) Springer, New York, 900.
- [7] M.P. Hentschel, R. Hosemann, A. Lange, B. Uther, R. Brückner, *Acta Cryst. A* **43** (1987) 506.
- [8] B.R. Müller, M.P. Hentschel, Micro-diagnostics: X-ray and synchrotron techniques, in *Handbook of technical diagnostics - Fundamentals and application to structures and systems*. ed. H. Czichos (2013) Springer, Berlin, Heidelberg, 287-300.
- [9] S. Evsevlev, B.R. Müller, A. Lange, A. Kupsch, *Nucl. Instrum. Meth. A* **916** (2019) 275.
- [10] A. Kupsch, A. Lange, M.P. Hentschel, Y. Onel, T. Wolk, A. Staude, K. Ehrig, B.R. Müller, G. Bruno, *J. Ceram. Sci. Tech.* **4** (2013) 169.
- [11] A. Kupsch, B.R. Müller, A. Lange, G. Bruno, *J. Eur. Ceram. Soc.* **37** (2017) 1879.
- [12] B.R. Müller, R.C. Cooper, A. Lange, A. Kupsch, M. Wheeler, M.P. Hentschel, A. Staude, A. Pandey, A. Shyam, G. Bruno, *Acta Mater.* **144** (2018) 627.
- [13] J. Nellesen, R. Laquai, B.R. Müller, A. Kupsch, M.P. Hentschel, N.B. Anar, E. Soppa, W. Tillmann, G. Bruno, *J. Mater. Sci.* **53** (2018) 6021.
- [14] R. Laquai, F. Gouraud, B.R. Müller, M. Huger, T. Chotard, G. Antou, G. Bruno, *Materials* **12** (2019) 1017.
- [15] E. Mack, R. Laquai, B.R. Müller, O. Helle, D. Sebold, R. Vaßen, G. Bruno, *J. Am. Ceram. Soc.* **102** (2019) 6163.
- [16] M. Erdmann, A. Kupsch, B.R. Müller, M.P. Hentschel, U. Niebergall, M. Böhning, G. Bruno, *J. Mater. Sci.* **54** (2019) 11739.
- [17] D. Schob, R. Roszak, I. Sagradov, H. Sparr, M. Ziegenhorn, A. Kupsch, F. Léonard, B.R. Müller, G. Bruno, *Arch. Mech.* **71** (2019) 507.
- [18] D. Schob, I. Sagradov, R. Roszak, H. Sparr, R. Franke, M. Ziegenhorn, A. Kupsch, F. Léonard, B.R. Müller, G. Bruno, *Eng. Frac. Mech.* **229** (2020) 106841.
- [19] R. Laquai, T. Schaupp, A. Griesche, B.R. Müller, A. Kupsch, A. Hannemann, T. Kannengiesser, G. Bruno, *Adv. Eng. Mater.* **24** (2022) 2101287.
- [20] A. Zocca, B.R. Müller, R. Laquai, A. Kupsch, F. Wieder, S. Benemann, J. Wilbig, J. Günster, G. Bruno, *Ceram. Int.* **49** (2023) 12672.
- [21] I. Serrano-Munoz, I. Roveda, A. Kupsch, B.R. Müller, G. Bruno, *Mater. Sci. Eng. A* **838** (2022) 142732.
- [22] A. Rack, S. Zabler, B.R. Müller, H. Riesemeier, G. Weidemann, A. Lange, J. Goebbels, M.P. Hentschel, W. Görner, *Nucl. Instrum. Meth. A* **467-468** (2008) 586.
- [23] W. Görner, M.P. Hentschel, B.R. Müller, H. Riesemeyer, M. Krumrey, G. Ulm, W. Diete, U. Klein, R. Frahm, *Nucl. Instrum. Meth. A* **467-468** 703.
- [24] H. Markötter, B.R. Müller, A. Kupsch, S. Evsevlev, T. Arlt, A. Ulbricht, S. Dayani, G. Bruno, *Adv. Eng. Mater.* (2023).
- [25] A. Lange, M.P. Hentschel, A. Kupsch, B.R. Müller, *Int. J. Mater. Res.* **103** (2012) 174.
- [26] A.M. Al-Falahat, A. Kupsch, M.P. Hentschel, A. Lange, N. Kardjilov, H. Markötter, I. Manke, *Rev. Sci. Instrum.* **90** (2019) 125108.
- [27] D. Chapman, W. Thomlinson, R.E. Johnston, D. Washburn, E. Pisano, N. Gmür, Z. Zhong, R. Menk, F. Arfelli, D. Sayers, *Phys. Med. Biol.* **42** (1997) 2015.
- [28] F. Arfelli, A. Astolfo, L. Rigon, R.H. Menk, *Sci. Rep.* **8** (2018) 362.
- [29] ISO 527-1:2012-06 Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundsätze (2012) Beuth, Berlin.