

## Materialcharakterisierung durch tiefenaufgelöste Röntgen-Diffraktometrie

J.V. Schors, M.P. Hentschel, A. Kupsch  
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

Moderne Werkstoffe treten zunehmend als Verbunde oder Komposite mehrerer Stoffe (Phasen) auf, um gezielt funktionale Eigenschaften zu erzielen. Prominente Beispiele sind Carbonfaser-Komposite (CFK) für Flugzeug-, Maschinenbau und Sportgeräte oder Glasfaser-Komposite (GFK) für den Fahrzeugbau. Derartige Komponenten sind hinsichtlich der erforderlichen lokalen Phasenverteilung und -orientierung zumeist den klassischen Verfahren der zerstörungsfreien Prüfung nicht zugänglich. Auch radiographische Methoden sind oft unzureichend, da die Materialdichten bzw. Schwächungskoeffizienten der enthaltenen Materialien oft nur geringe Unterschiede aufweisen, wie etwa in CFK. Eine Computer-Tomographie (CT) scheitert auch vielfach an der Bauform (z.B. Platten) der Komponenten.

Demgegenüber können die Verfahren der Röntgen-Streu-Topographie [1], die sich der klassischen Weitwinkel-Streuung bedienen, Abhilfe schaffen. Im Falle von dickwandigen Komponenten wurde für die tiefenaufgelöste Abbildung der Phasenverteilung die Röntgen-Mikroskopie entwickelt [2]. Neuerdings ermöglicht es das Verfahren der „Topographischen Diffraction“, orts- und tiefenaufgelöst winkeldispersive Spektren (Diffraktogramme) zu erhalten. Dabei kann es sich um mehr oder weniger ausgeprägte Vorzugsrichtungen der Reflexe handeln, wie sie beispielhaft in Abb. 1 als Debye-Scherrer-Diagramme dargestellt sind.

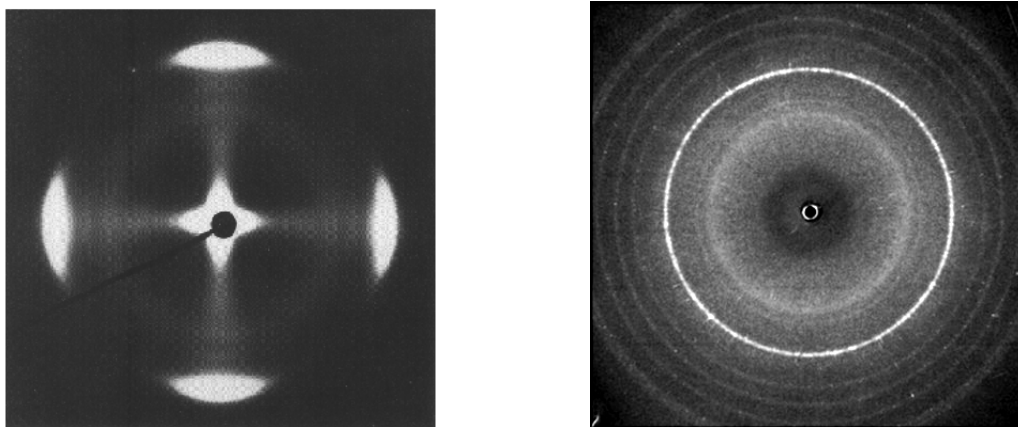
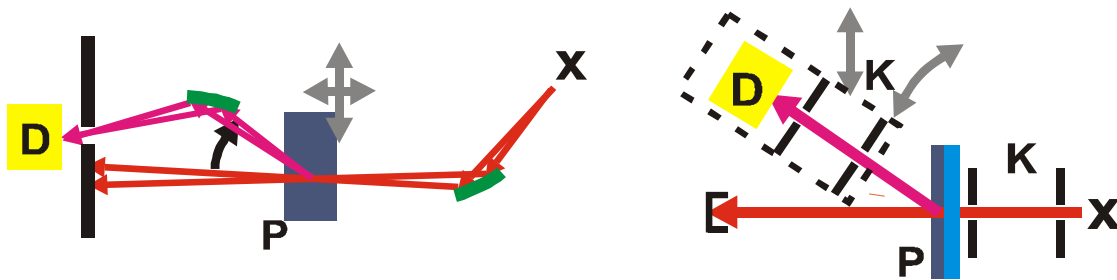


Abb. 1: Debye-Scherrer-Diagramme (monochromatische Mo-K- $\alpha$ -Weitwinkelstreuung, 18 keV, Flachkammer, Fadenstrahl); links: texturierte Streuung der Kohlenstofffasern eines 0°/90°-CFK-Laminats (002-Reflexe), rechts: isotropes Pulverdiffraktogramm von PPS (Thermoplast)

Für die beiden tiefenauflösenden Topographie-Verfahren wird eine Probe mit Hilfe eines Manipulator-Systems im kollimierten Röntgenstrahl verfahren. Für jedes Messvolumen (Messort) wird mit Hilfe eines detektorseitigen Kollimations-Systems die Streuintensität aufgenommen.

Die prinzipiellen Messanordnungen sind in Abb. 2 dargestellt, links die Röntgenbeugungs-Mikroskopie, rechts die Topographische Diffraction. In beiden Fällen dient als Strahlungsquelle eine Mo-Feinstruktur-Röntgenröhre mit Strichfokus (18 keV, Fächerstrahl). Ein Szintillationsdetektor (NaJ-Szintillator mit Photomultiplier) registriert die durch ein Kollimationssystem selektierte Streustrahlung.



**X:** Röntgenquelle, **K:** Kollimator, **P:** Probekörper, **D:** Detektor

Abb. 2: Tiefenauflösende Topographie-Verfahren, Prinzip; links: Röntgenbeugungs-Mikroskopie, rechts: Topographische Diffraction

Die Röntgenbeugungs-Mikroskopie wird bei festem Streuwinkel (für einen vorgeählten bekannten Reflex der zu selektierenden Phase) und einer ausgewählten Querschnittsfläche der Probe durchgeführt. Dadurch ergibt sich im Ergebnis ein flächiges Bild der Materialverteilung als transversaler Schnitt oder in der gewählten Tiefe. Abb. 3 zeigt z.B. die Verteilung der 90°-Lagen von Kohlenstofffasern in einem Komposit mit orthogonalen Faserrichtungen.



Abb. 3: Transversaler Schnitt durch ein 0°/90°-CFK-Laminat mittels Röntgenbeugungs-Mikroskopie; selektive Verteilung der 90°-Lagen der Kohlenstofffasern (hohe Faserdichte: dunkel)

Das Verfahren der Topographischen Diffraction erfordert bei feststehender Probe die Bewegung des Kollimations-Systems mit Spalten und Detektor und zwar senkrecht zur Primärstrahlachse, um jeweils unter jedem Streuwinkel die gesamte Tiefe des bestrahlten Volumens der Probe abzutasten. Aus dem kombinierten tiefen- und winkelabhängigen Intensitätsdatensatz entsteht nach einer Entzerrung die richtige Intensitäts-/Ortsverteilung.

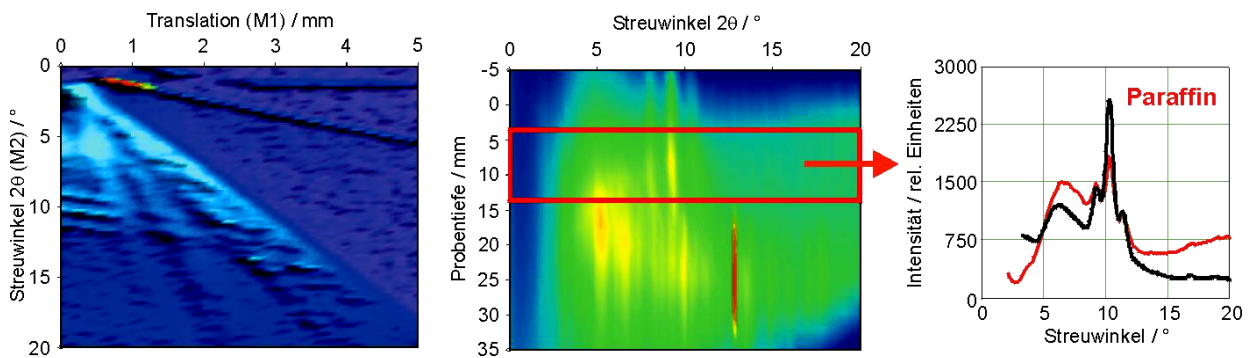


Abb. 4: Topographische Diffraction von drei Schichten (30 mm), außen Paraffin; links: Intensitäten wie gemessen, Mitte entzerrtes Ort/Winkel-Topogramm, rechts: Vergleich des Streu-Spektrums aus dem Topogramm mit dem Pulverdiffraktogramm von Paraffin

Abb. 4 zeigt links den Messdatensatz der Intensitäten aus der Abtastung von drei aufeinanderliegender Schichten von Paraffin, Olivenöl und Zucker, der eine verzerrte Ortsdarstellung und falsch gewichtete Intensitäten wiedergibt, in der Mitte die orts- und intensitätskorrigierte Darstellung der Spektren der drei Substanzen, oben Paraffin (Rahmen). Die in dem markierten Rahmen lokalisierten Paraffin-Intensitäten werden zwischen den Positionen 4 mm und 14 mm gemittelt und ihre Winkelverteilung in Abb. 4, rechts mit einem Debye-Scherrer-Spektrum einer isolierten Paraffinprobe verglichen. Die geringfügigen Abweichungen beeinträchtigen nicht die eindeutige Identifizierung der Materialkomponente als Paraffin. Der völlig andersartige Verlauf der Intensitäten außerhalb des markierten Rahmens ist offensichtlich.

Bei der neuartigen Methode der Topographischen Diffraction und der Röntgenbeugungs-Mikroskopie handelt es sich um Laborverfahren der zerstörungsfreien Materialcharakterisierung, die - bedingt durch die relativ weiche Röntgenstrahlung - vor allem für nichtmetallische Werkstoffe wie polymere Verbunde und Schäume sowie Keramik einsetzbar sind. Die geplante Erweiterung des Verfahren auf die dreidimensionale Ortsauflösung ist auch vielversprechend für die Materialanalyse unbekannter Objekte für sicherheitstechnische Fragestellungen oder geologische und meteoritische Proben.

1. M. P. Hentschel, B. R. Müller, A. Lange, K.-W. Harbich, J. Schors, O. Wald: New developments in X-ray topography of advanced non-metallic materials, *In-sight* 43 (2001) 10, S. 630-634.
2. J. D. Stephenson, M. P. Hentschel, A. Lange : Synchrotron radiation (hard) X-ray diffraction microscopy of carbon fibre reinforced plastic (CFRP), *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. B* 88, (1994) S. 287-292.