

Zerstörungsfreie Charakterisierung der oxidativen Schädigung faserverstärkter 2D-C/C- Keramiken mit Hilfe der Röntgen-Refraktions-Topographie

Jörg BECKMANN, Axel LANGE, Michael HARWARDT, Manfred P. HENTSCHEL,
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin

Kurzfassung. Kohlenstofffaser verstärkte Kohlenstoffe werden während ihres Gebrauches an Luft zwischen 600°C und 1000°C korrodiert. Um zu überprüfen, ob die Röntgerefraktionsmethode als zerstörungsfreies Prüfverfahren die bei der Oxidation auftretenden morphologischen Änderungen im Probekörper signifikant nachweisen können, wurden bei 630°C oxidativ geschädigte gasphaseninfiltrierte C/C Keramiken untersucht. Anhand eines Kugelmodells werden die aus dem Experiment ableitbaren Größen der spezifischen Oberfläche und Porosität erläutert. Die experimentellen Ergebnisse konnten nachweisen, dass infiltrierten C/C Keramiken während einer oxidativen Belastung aufgrund des lokal unterschiedlichen Oxidationsverhaltens eine ausgeprägte Kern Schale Struktur ausbilden.

Motivation

Kohlenstofffaser verstärkte Kohlenstoffe (CFC oder C/C) werden wegen des geringen Gewichtes und der hervorragenden thermischen und mechanischen Eigenschaften als hochtemperaturbeständige Leichtbauteile in der Luft- und Raumfahrt seit Jahrzehnten eingesetzt. Während des Gebrauchs der C/C - Werkstoffe bei Temperaturen zwischen 600°C und 1000°C tritt eine ausgeprägte Gaskorrosion des Kohlenstoffs in oxidierender Umgebung (z.B. Luft) auf. C/C Keramiken werden unter anderem in der Hochtemperaturtechnik, Glasindustrie im Automobilbau sowie in der Raum- und Luftfahrt eingesetzt. Während des Gebrauchs unterliegen solche Keramiken Temperatur- und Umweltbelastungen, die einer oxidativen Schädigung förderlich sind. Ein effektiver Bauteilschutz soll durch das Einbringen von Oxidationsschutzsystemen erreicht werden. Da die Wirksamkeit des Schutzes zumeist nicht hinreichend bekannt ist, sind Kenntnisse zum Alterungsverhalten infolge einer im Material ablaufenden Oxidation dringend erforderlich. Vor allem müssen die thermomechanischen und thermochemischen Eigenschaften der Keramiken während einer vom Hersteller garantierten Lebensdauer gewährleistet werden. Die Festigkeitseigenschaften eines C/C Werkstoffs werden letztendlich von den mechanischen Eigenschaften des Fasermaterials, der Matrix – Faser Anbindung (Interface), der Morphologie und Verteilung der Mikrorisse und Poren in der Matrix bestimmt. Morphologische Änderungen der einzelnen Verbundkomponenten durch die im Material ablaufende Oxidation können demzufolge das mechanische Eigenschaftsbild drastisch ändern und zum Bauteilversagen führen. Die Röntgen-Refraktions-Topographie [1] ist ein zerstörungsfreies Röntgendurchstrahlungsverfahren, mit der Faserablösungen in polymeren Verbundmaterialien nach mechanischen Belastungen [1] oder innere Porositäten von Keramiken [2] quantitativ bewertet wer-

den konnten. Folgerichtig ergab sich die Frage, ob mit dem Topographieverfahren die Auswirkungen und der Verlauf eines oxidativen Materialabbaus in einem C/C Verbunden bei unterschiedlichen Schädigungsgraden nachgewiesen werden können? Zu diesem Zweck wurden gasphaseninfiltrierte langfaserverstärkte 2D-C/C- Keramiken an der BAM untersucht.

Materialoxidation

Zur Ermittlung des Oxidationseigenschaften des C/C Probenmaterials wurde anfänglich das thermische Verhalten von einer Probenserie im Luftstrom bis 1225 °C mittels simultaner TGA DTA und gekoppelter massenspektroskopischer Gasanalyse untersucht [3]. Da die Aufheiz- und Abkühlphase das Oxidationszeitverhalten des zu untersuchenden Probenmaterials nicht signifikant verfälschen sollte, wurde für die weiteren Temperungsuntersuchungen zum oxidativen Abbau eine Lufttemperatur von 630°C gewählt. Zur Herstellung unterschiedlich geschädigter C/C Keramiken wurden die gelieferten Proben in einem vorgewärmten HARAEUS Wärmeluftofen bei 630°C entsprechend der vorgegebenen Zeit getempert und anschließend an Luft abgekühlt. Im Anschluss daran sind die Röntgen-Refraktions-Topographischen Untersuchungen bei Raumtemperatur durchgeführt worden. Nach Beendigung der Versuche wurde die Temperung bei 630°C unter Luft am selben Material fortgesetzt.

Röntgen-Refraktions-Topographie

Die Röntgen-Refraktions-Topographie ist ein spezielles Messverfahren, das die Kleinwinkelstreuung durch Brechung von Röntgenstrahlen in heterogenen Materialien an inneren Grenzflächen zwischen strukturierten Materialbereichen unterschiedlicher Elektronendichte oberhalb einer Größenordnung von 50 nm [4] nutzt. In Analogie zur Lichtbrechung wirken für die Röntgenstrahlung die Grenzflächen wie Prismen und Linsen. Wegen des nahe eins liegenden Brechungsindex ($n \approx 1-10^{-5}$) muss bei sehr kleinen Streuwinkeln von wenigen Bogenminuten gemessen werden. Die Strahlenablenkung ist nur messbar, wenn der einfallende Strahl mit der Grenzflächennormale einen kleinen Winkel einschließt. Im Fall von Rissen, sphärischen Partikeln, Fasern oder Poren beträgt dieser bei der Verwendung von $\text{Cu}_{K\alpha}$ etwa 2 Grad [2]. Weil bei sphärischen Strukturen die inneren Grenzflächenorientierungen zum einfallenden Röntgenstrahl (mit Ausnahme zylindrischer Objekte und Risse) unabhängig von der äußeren Probenorientierung sind, kann der Anteil des Refraktionssignals direkt auf den Partikelquerschnitt zurückgeführt werden.

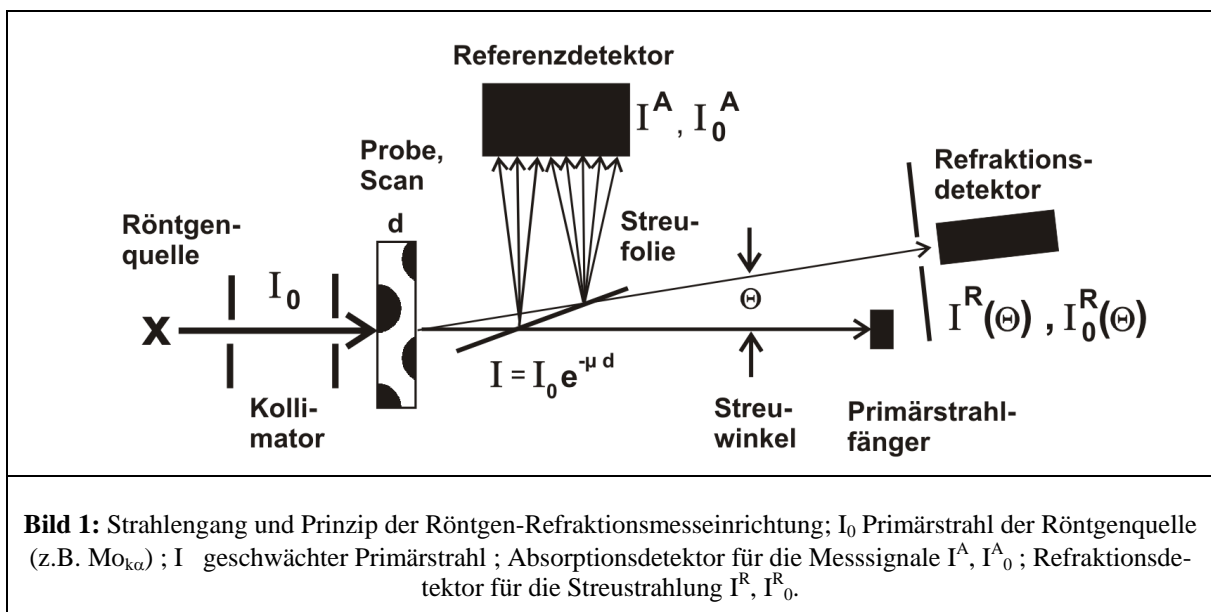
Befinden sich sphärische Partikel unterschiedlicher Größe im bestrahlten Probenvolumen, dann lässt sich mit der Refraktometrie ein mittlerer Partikeldurchmesser und damit ein Mittelwert der inneren Oberflächendichten für das durchstrahlte Probenvolumenelement ermitteln.

Messaufbau

Um die relativen inneren Oberflächen orts aufgelöst von der Keramik detektieren zu können, wurde folgender in Bild 1 schematisch gezeigter Versuchsaufbau gewählt. Die Messeinrichtung ist mit einer Feinfokus Röntgenröhre mit Mo Strahlung (RTW-GmbH) ausgerüstet und ist nach dem Prinzip der Kleinwinkel-Streukammer nach Kratky konstruiert, um die Kollimation der Primärstrahlung I_0 zu einem linienförmigen Strahlenbündel und die Einstellung eines fest vorgegebenen Streuwinkelbereiches zu realisieren. Mittels eines PC

gesteuerten X-Y Manipulators lassen sich die in der Probenhalterung befindlichen Keramikstücke senkrecht zum kollimierten Strahlengang punktwise abtasten. Da sich die Intensitäten der Primärstrahlung (I_0) und der von der Probe geschwächte Strahlung (I) mit dem gewählten Versuchsaufbau an der Stelle $\theta = 0$ nicht direkt bestimmen lassen, befindet sich hinter der Probe eine Streufolie, die eine zur horizontal einfallenden Strahlung proportionale Streustrahlung ($I^A_0 = c \cdot I_0$; $I^A = c \cdot I$) erzeugt. Zwei an unterschiedlichen Positionen befindliche Szintillationsdetektoren, dessen Pulse synchron von jeweils einer Zählerkarte im Rechner aufgenommen und zeitgemittelt im Computer abgelegt werden, erfassen die Intensitäten der Strahlung oberhalb der Streufolie (Absorptionsdetektor) und hinter einem während der Messung unverändert gelassenen Messspalt, dessen Höhe einem fest vorgegebene Streuwinkel θ_m entspricht (Refraktionsdetektor).

Während eines Scannprozesses steuert ein PC die Probenposition und Messwerterfassung. Als Messergebnis erhält man eine Ergebnismatrix, die jeder Probenposition einen Messwert $I_{x,y}^A$ und $I_{x,y}^R$ zuordnet. Bestimmt man zusätzlich die Strahlungsintensitäten I_0^A und I_0^R ohne Probenmaterial, lassen sich die Ortsverteilung der relativen inneren Oberflächendichte ξ und die relative Dichte innerhalb der Probe ermitteln.



Bestimmung der relativen innere Oberflächendichte und relativen Dichte

Betrachtungen zur Röntgenkleinwinkelbrechung an vertikal zur horizontal einfallenden Strahlung orientierten Fasern hatten einen Intensitätsverlauf in Abhängigkeit vom Streuwinkel auf dem Äquator berechnen und experimentell nachweisen können. Für die Brechung an einer Kugel gilt unter Berücksichtigung der Tatsache, dass ein zum Primärstrahl rotationssymmetrisches Streubild vorliegt in guter Näherung nach [4]

$$I_*^R(\theta) \cong R \cdot I^A \cdot K(\rho_e^2, \lambda^4, \theta^{-4}) \quad (1)$$

R ist der Kugelradius. K ist ein Faktor der durch den Streuwinkel θ , Elektronendichteunterschied zum Umgebungsmaterial ρ_e und die Wellenlänge λ bestimmt wird [5]. $I_*^R(\theta)$ ist die über das Absorptionssignal I_A vorliegende zusätzliche Streuintensität für einen vorgegebenen Streuwinkel θ .

Im Experiment werden der Strahlenquerschnitte und der Streuwinkel fest vorgegeben und Gleichung 1 vereinfacht sich zu

$$I_*^R(\theta) = I^R - I^A = d \cdot C \cdot I^A \quad (2)$$

C ist der durch die Apparatekonstante k und innere Oberflächendichte ξ bestimmte Refraktionswert (Gleichung 3).

Die innere Oberflächendichte beschreibt das Verhältnis der inneren Oberfläche zum Streuvolumen. Die inneren Oberfläche ist die Summe aller im Volumenelement existierenden inneren Oberflächen (z.B. N Kugeln mit einem Radius R) und Grenzflächen. Das Volumenelement wird vom Primärstrahlprofil und der Probendicke d bestimmt. Bei Umstellung der Gleichung 2 und Berücksichtigung der Untergrundstrahlungskorrektur für die Absorptions- und Refraktionsdetektoren erhält man folgende in Gleichung 3 gegebene Vorschrift zur Berechnung der relativen inneren Oberflächendichte C_m .

$$C_m = \frac{1}{d} \cdot \left[\frac{I^R}{I^A} \cdot \frac{I_0^A}{I_0^R} - 1 \right] = k\xi \quad (3)$$

C_m beschreibt das Intensitätsverhältnis. Wird C_m an ähnlich gearteten Probekörpern mit bekannten inneren Oberflächendichten ermittelt, dann kann die Apparatekonstante k kalibriert werden. Sie ist notwendig, um die innere Oberflächendichte ξ des Probenmaterials quantitativ beschreiben zu können.

Beobachtungen zur Änderung der relativen Oberflächendichte innerhalb einer Probe oder eines Probensatzes sind jedoch in den meisten Fällen völlig ausreichend für die Beantwortung der Fragestellungen bezüglich der Materialeigenschaftsänderung.

Durchdringt Röntgenstrahlung einen Probekörper der Dicke d, dann wird sie entsprechend des Absorptionsgesetzes in Gleichung (4) geschwächt.

$$I^A = I_0^A \cdot e^{-\mu_m \rho d} \quad (4)$$

μ_m ist der Massenabsorptionskoeffizient, ρ ist die Materialdichte, d die Probendicke.

Bei Kenntnis des Massenabsorptionskoeffizienten μ_m für das jeweilige Material des Probekörpers und dessen Dicke d lässt sich durch Umstellung der Gleichung (4) folgende Form zur röntgenographischen Dichtebestimmung angeben.

$$\rho = \frac{1}{d\mu_m} \cdot \ln \left(\frac{I_0^A}{I^A} \right) \quad (5)$$

Gleichung (5) verdeutlicht, dass der Logarithmus der Absorptionsintensität direkt einer relativen Dichtegröße eines Stoffes oder bzw. eines Materials mit bestimmter isotrop verteilter Stoffzusammensetzung zugeordnet werden kann, vorausgesetzt, die Probendicke innerhalb des Scannbereiches und das Grundmaterial selbst erfährt keine signifikanten Änderungen.

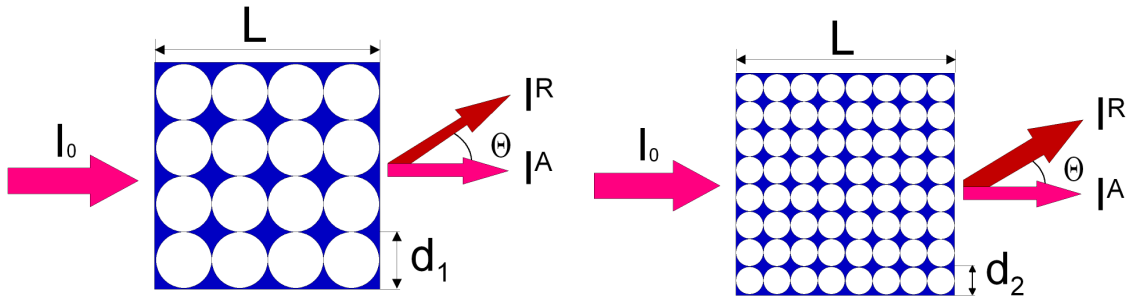


Bild 2: Kugelmodell zur Beschreibung der Porosität und innere Oberflächendichte für zwei unterschiedliche Kugeldurchmesser

Zur Verdeutlichung der Materialparameter innere Oberfläche und Porosität wird ein in Bild 2 dargestelltes Modell vorgestellt. In einem dem durchstrahlten Volumen $V_{ges} = L^3$ entsprechenden Einheitswürfel seien N gleichartige Kugel mit einem Radius $R_k = D_k/2$ in einer Matrix kubisch angeordnet. Das Kugelmateriale (z.B. Luft) und die Matrix (z.B. Kohlenstoff) haben einen Elektronendichteunterschied ρ_e . Die Porosität p und innere Oberflächendichte ξ berechnen sich entsprechend der Gleichungen (6) und (7).

$$p = 1 - \frac{V_m}{V_{ges}} = \frac{\sum V_k}{\sum V_k + V_m} = 1 - \frac{\mu_{\rho M}}{\mu_{\rho_0 M}} \quad (6)$$

V_m und $\sum V_k$ beschreiben das von der Matrix bzw. den Kugeln eingenommene Volumen im betrachteten durchstrahlten Volumen V_{ges} .

$\mu_{\rho M}$ - ist der Absorptionskoeffizient der porösen Keramik

$\mu_{\rho_0 M}$ - bezeichnet den Absorptionskoeffizient des kompakten Referenzmaterials, in dem das zu vergleichende Element (z.B. Kohlenstoff) bzw. Stoffverbindung mit einer Dichte ρ_0 vorliegt.

$$\xi = \frac{\sum S_k}{\sum V_k} \quad (7)$$

S_k ist die Oberfläche einer Kugel

In Bild 2 werden zwei unterschiedliche Situationen dargestellt. Die Anordnung der Kugeln erfolgte in beiden Fällen gleichartig, lediglich die Anzahl der Kugeln im Streuvolumen wurde infolge der Halbierung des Kugeldurchmessers verachtfacht. Berechnet man für die zwei unterschiedlichen Situationen die Porosität und die innere Oberflächendichte, so ist zu beobachten, dass die Porosität unabhängig vom Kugeldurchmesser $p = \pi/6$ beträgt. Im Gegensatz dazu wird die innere Oberflächendichte vom Kugeldurchmesser beeinflusst und nimmt jeweils einen vom Radius abhängigen Wert $\xi = 6/(2R_k)$ ein.

Das Modell verdeutlicht die Vorteile der Refraktionsmethode. Mit ihr können bei Kenntnis der sphärischen Form gleichzeitig Aussagen zum Volumenanteil und Größe im Streuvolumen abgeschätzt werden.

Versuchsdurchführung

Zur Charakterisierung der oxidativen Schädigung in der C/C Keramik mit der Refraktionsmethode wurde eine Probenhalterung entwickelt, die eine reproduzierbare Einspannung und Probenführung während der Refraktionsmessung gewährleistet. Dieser Aufwand war notwendig, da die Probekörper nach vorgegebener Schädigung wiederholt zerstörungsfrei charakterisiert werden mussten. Das Probenmaterial wurde flächenförmig in mit einer Schrittweite von 50 μm und 3 mm in vertikaler bzw. horizontaler Richtung abgetastet. Die Wahl der Schrittweite ergab sich aus dem Profil des kollimierten Strahlerbündels von 0,06 mm x 3 mm. Die Messzeit am Ortspunkt betrug 3 Sekunden.

Ergebnisse

Bild 3 zeigt ein repräsentatives Beispiel für die ortsaufgelöste Darstellung des Absorptionskoeffizienten eines nach 8 Stunden bei 630°C geschädigten Prüflings.

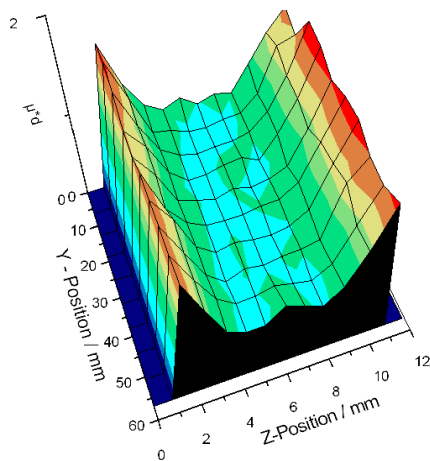


Bild 3: [μd] Topogramm einer C/C Keramik, nach 8 h bei 630°C in Luft.

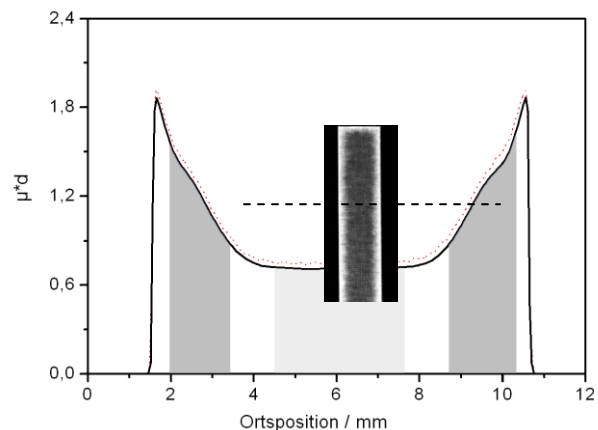


Bild 4: [μd] – Querschnittsprofil, aus Bild 3 durch arithmetische Mittelung entlang der Probenlängsachse.

Trotz des oxidativen Angriffs war die äußerlich gemessene Probendicke in allen Fällen konstant und betrug 6 mm. Unter dieser Voraussetzung können die beobachteten Änderungen des Logarithmus der Intensitätsverhältnisse des Absorptionssignals als eine relative Absorptionsgröße bzw. Dichte interpretiert werden. Das Bild 3 zeigt im Inneren der Probe Gebiete mit geringer Absorption (hier μd), die von Außenbereichen hoher Absorption begrenzt werden. Zur weiteren Bewertung der Ergebnisse wurde anfänglich das zweidimensionale Flächenprofil entlang der Probenlängsachse gemittelt. Als Ergebnis erhält man ein Bild 4 dargestelltes Absorptionsprofil über den Querschnitt. In der Regel waren drei charakteristische Kurvenabschnitte im Querschnittsprofil zu beobachten. Zwei Flanken und ein Plateau. Zur weiteren Quantifizierung wurde über die in Bild 4 schematisch dargestellten Bereiche entsprechend der Gleichung 8 ein weiteres mal die μd - Werte gemittelt. Da die beiden Flanken sich radiographisch nur unwesentlich unterschieden, wurden zur weiteren Beschreibung des Materialverhaltens die Flankenwerte arithmetisch gemittelt.

$$\langle \mu \cdot d \rangle_i = \left[\frac{\int_{z_a}^{z_e} (\mu \cdot d) dz}{(z_e - z_a)} \right] \quad (8)$$

Bild 5 zeigt die aus den relativen Veränderungen der Absorptionskoeffizienten nach Gleichung 6 berechneten Porositäten in Abhängigkeit von der Oxidationszeit bei 630°C. Durch die zunehmende Zersetzung des Kohlenstoffs im Testkörper während der Luftbelastung bei 630°C nehmen die Porositäten sowohl im Kern- als auch im Schalenbereich zu. Die Auswirkung der Oxidation auf die Änderungen der relativen inneren Oberflächen wird in den Bildern 6 und 7 dokumentiert.

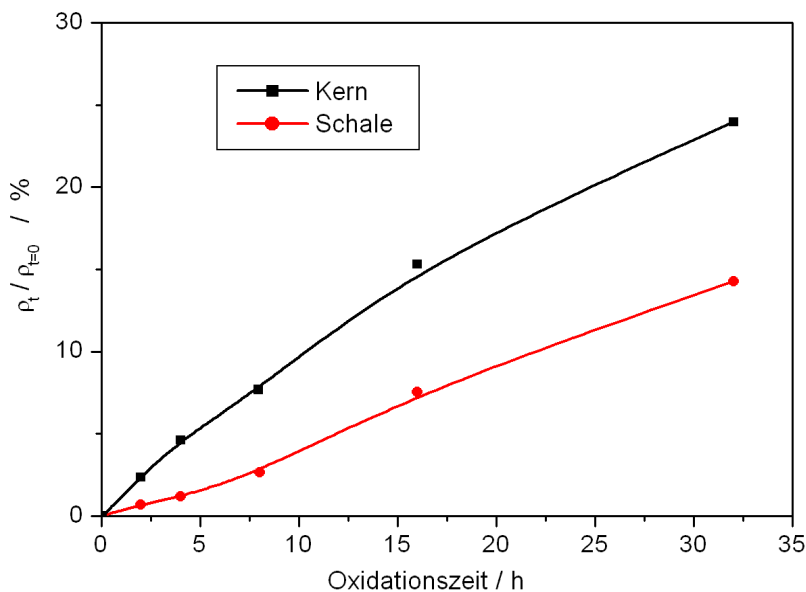


Bild 5: Relative Porositätszunahme einer gasphaseninfiltrierten C/C Keramik in Abhängigkeit von der Oxidationszeit bei 630°C.

Im Gegensatz zum Absorptionstopogramm verdeutlicht die Ortsauflösung der relativen inneren Oberfläche eine anfänglich isotrope Verteilung der inneren Streuobjekte in der Probe. Erst infolge des oxidativen Angriffs verändern sich die inneren Oberflächendichten an den Rändern des Materials und im Inneren in unterschiedlicher Art und Weise.

Diskussion der Ergebnisse

C/C- Keramiken verfügen über eine poröse Oberfläche, die durch eine Gasphaseninfiltration versiegelt werden. Sowohl die Versiegelung selbst als auch die dafür verwendeten Antioxidanzien (Stoffe, die den Sauerstoff binden) sollen als ein Oxidationsschutzsystem fungieren. Aus dem Absorptionsprofil der Proben lassen sich die örtliche Verteilung und Eindringtiefe des Infiltrationsmittels signifikant nachweisen.

Der Infiltrationsprozeß ist mit der Refraktionsmessung dagegen in der Situation vor der Schädigung nicht nachweisbar. Die inneren Oberflächen im Material sind, wie in Bild 6 gezeigt, anfänglich isotrop verteilt. Die mit Luft oder Antioxidanzien gefüllten Poren verhalten sich bezüglich der Elektronendichteunterschiede zum Kohlenstoff ähnlich und liefern demzufolge keinen signifikanten Refraktionssignalkontrast. Während des oxidativen Angriffs werden der im Matrixmaterial und in der Kohlenstofffaser befindliche Kohlenstoff zu CO_2 sowie das in die Keramik eingebrachte Oxidationsschutzmittel oxidiert. Die Oxidation hat dabei in der Schale (infiltrierter Bereich) und im Kern (unfiltrierten Bereich) unterschiedliche Auswirkungen. Das Absorptionssignal zeigt eine Zunahme der Porosität infolge des chemischen Materialabbaus in allen Bereichen der Probe, wobei diese im Kern drastischer verläuft als in der Schale. Anhand der relativen Abnahme des Absorptionskoeffizienten mit der Oxidationszeit konnte nachgewiesen werden, dass im Probeninneren nach 4 Stunden 5% des Materials oxidiert wurde. Im Gegensatz dazu liegt die gleiche Situation im geschützten Bereich erst nach 16 h vor. Eine drastische Abnahme der inneren Oberfläche im Kern durch die Zunahme der Porengröße ist bereits nach etwa 4 Stunden Oxidationslast zu beobachten.

Das Refraktionssignalverhältnis im Kern verringert sich nach 8h um 15%. Der Kernbereich ist wegen der Antioxidanzien besser geschützt und bleibt nach etwa 4 Stunden immer noch stabil. Eine Zunahme der Refraktion bei gleichzeitiger Materialabnahme ist nur im Kernbereich zu beobachten. Ursache für die Zunahme kann die Ausbildung von zusätzlichen Poren oder die Zunahme der Elektronendichte durch die chemische Reaktion des Oxidationsmittels (Verfärbung der Oberfläche wurde beobachtet) oder auch durch zusätzliche Faserenthftung infolgedes bevorzugten oxidativen Abbau der Faserumgebung (Interface, Matrix) hervorgerufen worden sein.

Die Ergebnisse in den Bildern 5 und 7 zeigen eindeutig, dass die chemische Zersetzung des Kohlenstoffs während des Luftangriffs bei 630°C im Inneren der Probe trotz Oxidations-

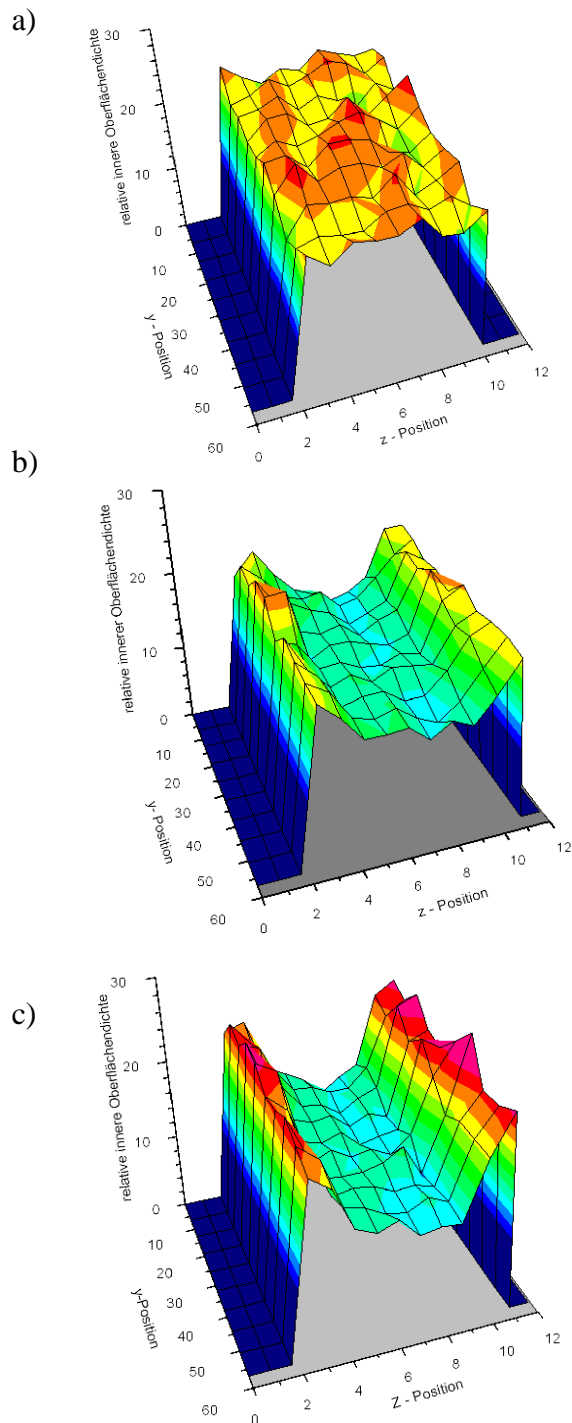


Bild 6: Topogramm der relativen Oberflächendichte einer gasphaseninfiltrierten C/C Keramik
a) ohne; b) 8 h Oxidation; c) 32 h Oxidation; bei 630°C .

schutz nicht verhindert werden kann. Der Materialabbau findet nicht wie anfänglich erwartet von Außen nach Innen statt. Der an der Probenoberfläche eingebrachte Oxidationsschutz verlangsamt den Degradationsprozess und führt zur Ausbildung einer Kern- Schale - Struktur. Im Prozess der oxidativen Belastung wird der Kern wegen der zunehmenden Porosität immer weniger mechanisch belastbar. Eine Bestimmung des Schädigungsgrades aus einer visuellen Oberflächenbetrachtung ist unpassend für derartig hergestellte Keramiken und würde zu eine fatalen Unterschätzung führen.

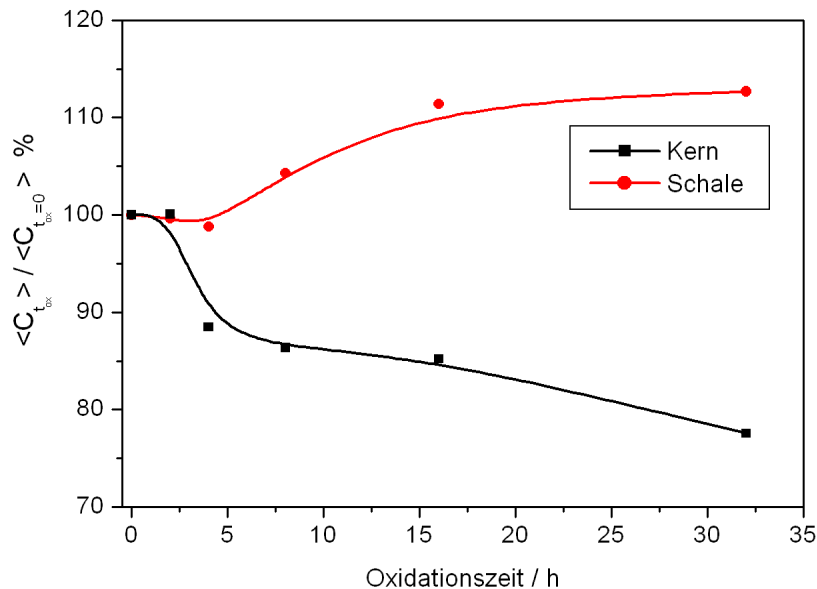


Bild 7: Relative Änderung der Oberflächendichte in Abhängigkeit von der Oxidationszeit einer gasphaseninfiltrierten C/C Keramik

Schlussfolgerungen

Die Röntgerefraktionsmethode wurde zur Untersuchung der C/C Keramiken eingesetzt, um zu überprüfen, ob mit diesem zerstörungsfreien Prüfverfahren morphologische Änderungen im Probekörper signifikant nachgewiesen werden können.

Zur Interpretation der Ergebnisse wurde ein einfaches Kugelmodell vorgestellt. Mit dessen Hilfe konnte die Auswirkungen morphologischer Änderungen auf die detektierbaren Intensitätsgrößen (Absorption, Refraktion) diskutiert werden.

Die Bestimmung des Schädigungsgrades von gasphaseninfiltrierten C/C Keramiken wurde aus den berechneten Refraktions- und Absorptionswert abgeleitet.

Anhand der Ergebnisse konnte nachgewiesen werden, dass infiltrierten C/C Keramiken während einer oxidativen Belastung aufgrund des unterschiedlichen Oxidationsverhaltens eine ausgeprägte Kern Schale Struktur ausbilden, ganz im Gegensatz zu den bisher diskutierten Vorstellungen.

Danksagung

Die Autoren danken der Schunk Kohlenstofftechnik GmbH für die Bereitstellung der C/C Keramiken

Literatur

- /1/ Hentschel, M.P.; Harbich, K.W.: Einzelfaserhaftung in Kompositen. Materialprüfung 35 (1993) 3, S. 63-67
- /2/ Harbich, K.W.; Klobes, P.; Hentschel, M.P.: Microstructural characterization of porous materials by two dimensional X-ray refraction topography. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 214 (2004) S. 225-229
- /3/ Beckmann, J.; Schultze; D. Finn; M., Harwardt; M., Rehmer, B.: Einfluß der oxidativen Schädigung auf das Elastizitätsverhalten infiltrierter faserverstärkter 2D-C/C- Keramiken. Buch: 14. DGM-Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, 2.- 4.7.2003 (2003), 361-366; Hrsg.: H.-P. Degischer / Wiley-VCH; ISBN 3-527-30762-1
- /4/ Hentschel, M.P.; Lange, A.; Harbich, K.W.; Ekenhorst, D.; Schors J.V.: Röntgenographische Verfahren. Materialprüfung 40 (1998) 5, S. 170-171
- /5/ Hentschel, M.P.; Hosemann, R.; Lange, A.; Uther, B.; Brückner, R.: Röntgenkleinwinkelbrechung an Metalldrähten, Glasfäden und hartelastischem Polypropylen. Acta Cryst. A43 (1987) S. 506- 513