

# Refraktions-Interface-Radiographie

Manfred P. HENTSCHEL, Andreas KUPSCH, Axel LANGE, Bernd R. MÜLLER  
BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung  
BAM-8.5 „Mikro-ZfP“, 12200 Berlin, Kontakt: manfred.hentschel@bam.de

**Kurzfassung.** Nanoskalige Strukturen und Grenzflächen bestimmen zunehmend die Funktionalität moderner Materialien und Bauteile und erfordern ihre zerstörungsfreie Charakterisierung mit angepasster Ortsauflösung. Dazu sind wegen der passenden Wellenlängen Röntgen-Refraktionsverfahren einsetzbar. Die resultierende Kleinwinkelstreuung verursacht lokal große Intensitäten, die durch Umlagerung oder Fokussierungseffekte das Primärstahlniveau übersteigen können. Mit monochromatischer Synchrotronstrahlung an homogenen Musterproben einfacher Geometrien (Platten und Zylinder) wird die Dominanz der Refraktionsintensität gegenüber der Totalreflexion dargestellt. Der Refraktionseffekt kann für Einstrahlwinkel bis zu einigen Grad genutzt werden; die typischen Streuwinkel liegen in der Größenordnung von Bogensekunden bis -minuten. Darüber hinaus wird die Bestimmung der inneren Oberflächen, Poren und Nanorisse auch orientierungsspezifisch mit Laborausrüstungen demonstriert.

## Einführung

Seit der Entdeckung der Wellennatur des Lichtes von Ch. Huygens [1] ist bekannt, dass Festkörper elektromagnetische Wellen aufgrund der Brechung ablenken, die verursacht wird von der Phasenschiebung durch die veränderte Lichtgeschwindigkeit. Mehr als 200 Jahre später wurde dieses Phänomen auch für Röntgenstrahlen entdeckt [2], jedoch ein weiteres Jahrhundert kaum beachtet. Trotz der im Unterschied zu sichtbarem Licht sehr kleinen Ablenkwinkel (Brechungsindex nahe Eins) ist das angesichts eines „Strefaktors“ von 100 % bemerkenswert.

1987 haben Hentschel *et al.* [3] die Röntgenbrechung an zylindrischen Objekten wie Glas- und Polymerfasern sowie Metalldrähten quantitativ mit einer Streuformel beschrieben, welche die Intensitätsverteilung bis zum kritischen Winkel der Totalreflexion bei einigen Bogenminuten angibt. In der Folge wurde diese Entdeckung für die Entwicklung der Refraktions-Topographie zur zerstörungsfreien Charakterisierung spezifischer Oberflächen genutzt [4, 5]. Dieses Abtastverfahren detektiert typischerweise die Kleinwinkelstreuung mit einer konventionellen Kratky-Streukammer [6] der traditionellen Kristallographie.

Die direkte Abbildung der inneren Oberflächen-Struktur und Kantenartefakte auf einen 2D-Detektor haben Müller *et al.* [7] mit einem Analyse-Kristall hoher Winkelselektivität für die monochromatische Synchrotron Refraktions-Tomographie entwickelt. Die Kantenartefakte allein haben Wilkins *et al.* [8] in der hochauflösenden polychromatischen Radiographie bei großen Probe-Detektor-Abständen beobachtet und mit einem „Phasenkontrast“ begründet. Andere Autoren bevorzugen die Interpretation der Kanteneffekte als Fresnel-Beugung [9]. Die klassischen analytischen Verfahren der kohärenten Kleinwinkelstreuung nach Guinier und Porod werden wegen der kleinen



Streuintensitäten der Dipolstrahlung hier nicht als relevant für die Kanten-Artefakte in der Radiographie betrachtet [10, 11].

Außer mit Röntgenstrahlen wird von Strobl *et al.* [12] auch in der Neutronenradiographie von Kantenartefakten aufgrund von Brechung und Totalreflexion berichtet. Um das analoge Verhalten von Röntgenstrahlen zu demonstrieren, präsentieren wir die Messung der Ablenkung monochromatischer Synchrotronstrahlung an einfachen Querschnitten homogener Objekte (wie Platten und Zylinder) innerhalb der typischen Streubereiche für die Phänomene der Brechung und der Totalreflexion.

## 2. Röntgenrefraktion an ebenen Oberflächen

Die refraktionsbedingte Ablenkung von Röntgenstrahlen tritt auf, wenn diese Grenzflächen (Risse, Poren, Partikel, Phasengrenzen) durchdringen, ähnlich wie sichtbares Licht von transparenten Linsen oder Prismen beeinflusst wird. Dieser röntgenoptische Effekt tritt nur bei kleinen Streuwinkeln bis zu einigen Bogenminuten auf, da der Brechungsindex nahe Eins ist, typisch  $n \approx 1 - 10^{-6}$ . Ist  $\delta$  der Realteil des komplexen Brechungsindex  $n$ ,  $\rho$  die Elektronendichte und  $\lambda$  die Röntgenwellenlänge, dann ist

$$n = 1 - \delta \quad (1)$$

mit  $\delta \approx \rho \cdot \lambda^2$  und  $\delta \approx 1,3 \cdot 10^{-6}$  für Glas bei 20 keV-Strahlung (ohne den Imaginärteil für die Absorption). Das führt nur für kleine Einstrahlwinkel von wenigen Graden an der Eintrittsoberfläche zu messbaren Ablenkwinkeln.

Analog zur sichtbaren Optik wird die Richtungsänderung eines Strahlenbündels beim Durchdringen planer Grenzflächen vom Snelliusschen Brechungsgesetz beschrieben, in modifizierter Form:

$$\cos \beta_1 / \cos \beta_2 = n \quad (2)$$

mit  $\beta_1$  als Einstrahlwinkel an der Oberfläche (im Gegensatz zum üblichen komplementären Normalenwinkel),  $\beta_2$  als Austrittswinkel und  $n$  als Brechungsindex des Materials (Abb. 1, links). Die Strahlablenkung (als "Refraktionswinkel") an einer Grenzfläche ist somit

$$\theta = \beta_1 - \beta_2 \quad (3)$$

und mit (2)

$$\theta = \beta_1 - \arccos(\cos \beta_1 / n) \quad (4)$$

Der Einstrahlwinkel  $\beta_1$  ergibt sich als Funktion des Refraktionswinkels  $\theta$

$$\beta_1 = \arctan\left[\left(\frac{1}{n} \times \sin \theta\right) - \cot \theta\right] \quad (5)$$

(Abb. 1, rechts). Totalreflexion tritt für sehr kleine Einstrahlwinkel unterhalb des kritischen Winkels  $\beta_{crit}$  ein wenn  $\beta_2$  Null wird. Gleichungen (1) und (2) ergeben dann

$$\beta_{crit} = \sqrt{2\delta} = 0,5 \theta_{crit} \quad (6)$$

da der Abstrahlwinkel sich wie an einem Spiegel verdoppelt.

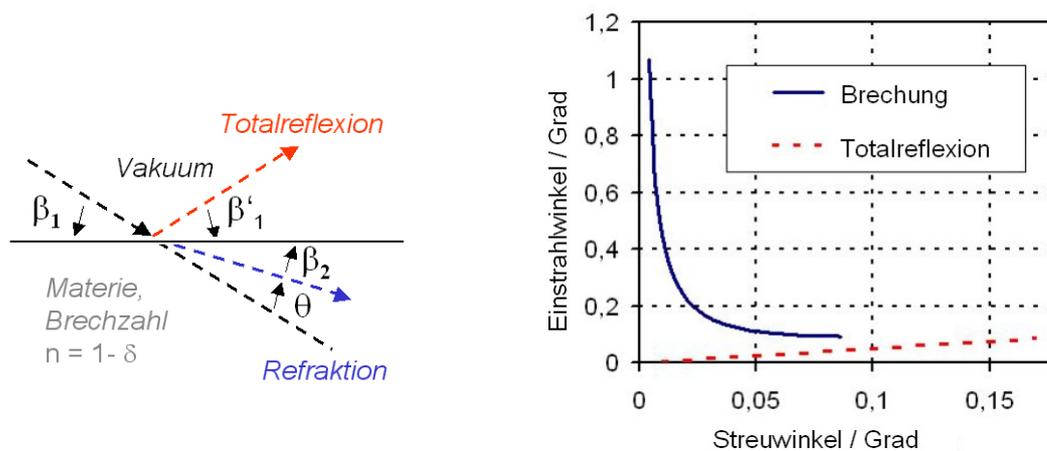


Abb. 1: Strahlableitung durch Brechung und Totalreflexion an ebenen Grenzflächen; links: Strahlgeometrie mit einfallendem Strahl  $\beta_1$ , gebrochenem Strahl  $\beta_2$ ,  $\beta'_1$  für die Totalreflexion und  $\theta$  für den Refraktions-Streuwinkel; rechts: Streuwinkelverlauf nach Gleichung (5)

Für die experimentelle Überprüfung des Brechungsgesetzes wird die winkelabhängige Strahlableitung durch Brechung und Totalreflexion mit paralleler Synchrotronstrahlung von 20 keV an einer Glasplatte durchgeführt, die sukzessive um den Winkel  $\omega$  im Bereich von  $\pm 1$  Grad verdreht wird. Die Platte mit  $1 \times 5 \text{ mm}^2$  Querschnitt befindet sich 186 mm vor einem Detektor mit  $14.5 \mu\text{m}$  großen Pixeln, der als Zeilendetektor ortsabhängig die Strahlintensität der Primärstrahlung und der überlagerten abgelenkten Strahlung registriert (Abb. 2, links). Die projizierten Intensitätsverteilungen sind als Ort/Winkel-Topogramm zeilenweise in vertikaler Abfolge für die einzelnen Einstrahlwinkel  $\beta_1$  im rechten Teil der Abb. 2 dargestellt. Die Einstrahlwinkel der Oberflächen entsprechen den Kippwinkeln der Glasplatte.

Der zentrale senkrechte Balken repräsentiert den Schatten der absorbierenden Platte. Die hellen Streifen nahe des Schattens zeigen die zur Primärstrahlung zusätzliche Intensität der refraktiv von den Glasoberflächen abgelenkten Strahlung. Der Funktionsverlauf der Brechungsintensität nach Gleichung (5) und Abb. 1, rechts ist im blau gestrichelten Rahmen markiert (Abb. 2, rechts, schwarz gestrichelt). Der Abstand des Helligkeitsmaximums vom Schattenrand der Platte entspricht dem Ablenkwinkel  $\beta_2$  des ausfallenden Strahls. Die Intensitätsverläufe mit den wesentlich größeren Ablenkwinkeln bei kleinen Einstrahlwinkeln betreffen die Totalreflexion und sind asymmetrisch zum Nullwinkel, weil nur mit positivem Einstrahlwinkel möglich (entsprechend links).

Die unterschiedlichen Winkelbereiche der Brechung und der Totalreflexion zeigen sich auch in der vertikal integrierten Intensitätsverteilung am oberen Rand des Ort/Winkel-Topogramms in Abb. 2. Der Intensitätsabfall am kritischen Winkel der Totalreflexion bei 10,5 Bogenminuten ergibt nach Gleichung (6) direkt das Brechungsindex-Dekrement  $\delta \approx 1,3 \cdot 10^{-6}$ , wie es (auf 10 keV umgerechnet) bereits 1924 von Larsson angegeben wurde [2]. Weiterhin zeigt die in Abb. 2 nach links projizierte Intensitätsverteilung über dem Einstrahlwinkel  $\beta_1$  mit dem blau schraffierten Anteil den vielfach größeren Refraktionsanteil gegenüber der rot schraffierten Totalreflexion an, eine bisher in der Festkörperphysik kaum beachtete Tatsache.

Angesichts der Tatsache, dass seit Huygens [1] das Phänomen der Lichtbrechung an Grenzflächen durch Interferenz von phasenverschobenen Wellen verstanden wird und der Übereinstimmung der Intensitätsverteilungen von Abb. 2 mit den entsprechenden Gesetzen der Optik, ist die Analogie beider elektromagnetischer Strahlungsbereiche offensichtlich. In

diesem Sinne ist die von Wilkins *et al.* in den 90er Jahren eingeführte Vorstellung des Phasenkontrastes [8] für die Röntgenstrahlung im Prinzip richtig und beruht auf dem historischen Refraktionseffekt.

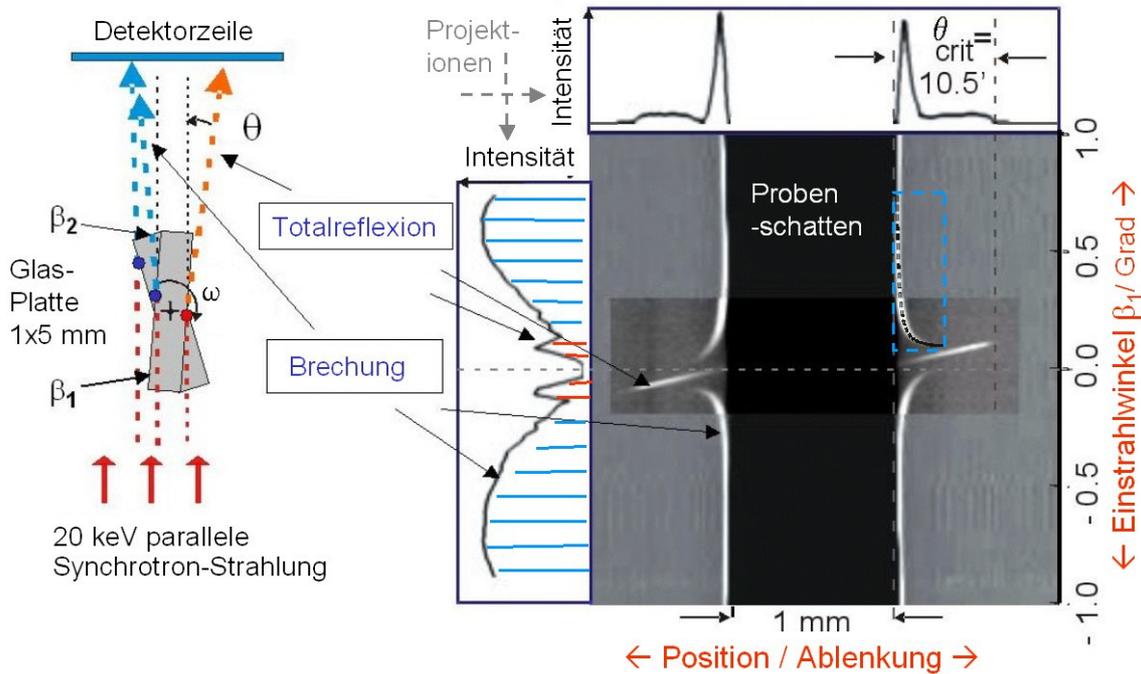


Abb. 2: Röntgenoptische Ablenkung von 20 keV Synchrotron-Strahlung durch Brechung und Totalreflexion an einer  $1 \times 5 \text{ mm}^2$  Glasplatte; links: Bestrahlung der Platte vor einem Zeilendetektor und Strahlwege unter zwei exemplarischen Kippwinkeln  $\omega$ ; rechts: Ort/Winkel-Topogramm der Intensitätsverteilungen (hell) als Grauwerte an Detektorpositionen in Zeilen und Einstrahlwinkeln in Spalten, zentraler Proben-Schatten, blau gerahmte Refraktionsfunktion nach Gleichung (5), hohe Refraktionsintensitäten am Probenschatten, große Ablenkung der Totalreflexion bei kleinen Einstrahlwinkeln

### 3. Röntgen-Refraktions-Effekt an Zylinderkanten

Grenzflächen von Materialien und ihren Mikrostrukturen sind im Allgemeinen nicht derart planar wie in Abb. 2 betrachtet, und die gekrümmten Oberflächen von Partikeln und Fasern fokussieren oder defokussieren die Röntgenstrahlung. Im Gegensatz zum sichtbaren Licht werden parallele Röntgenstrahlen an konvexen Oberflächen defokussiert, da der Brechungsindex  $n < 1$  ist. Beispielsweise zeigt Abb. 3 die divergente Wirkung von zylindrischen Linsen als Kleinwinkelstreuung in einer konventionellen "Pinhole-Kammer": Ein paralleles Bündel Glasfasern lenkt einen Cu-K- $\alpha$  (8 keV) Fadenstrahl um einige Bogenminuten ab. Wie an optischen Linsen tritt beim Durchqueren von Fasern und Partikeln an beiden Grenzflächen Brechung in die gleiche Richtung auf (Abb. 3, Insert). Die orientierte Intensitätsverteilung auf dem Äquatorstreifen des Röntgenfilms ist von einem Primärstrahlfänger in der Mitte unterbrochen.

Wegen der punktsymmetrischen Intensitätsverteilung lässt sich nicht ohne weiteres unterscheiden, ob es sich um Beugung oder Brechung handelt. Erst die asymmetrische Strahlablenkung einer teilbestrahlten Einzelfaser beweist die Refraktion (Abb. 3, oben links). Die im Allgemeinen nicht mögliche Unterscheidbarkeit von Brechung und Beugung macht somit Fehlinterpretationen in der konventionellen Interpretation der Röntgen-Kleinwinkelstreuung, insbesondere in der Erforschung von Fasern aller Art, unvermeidlich.

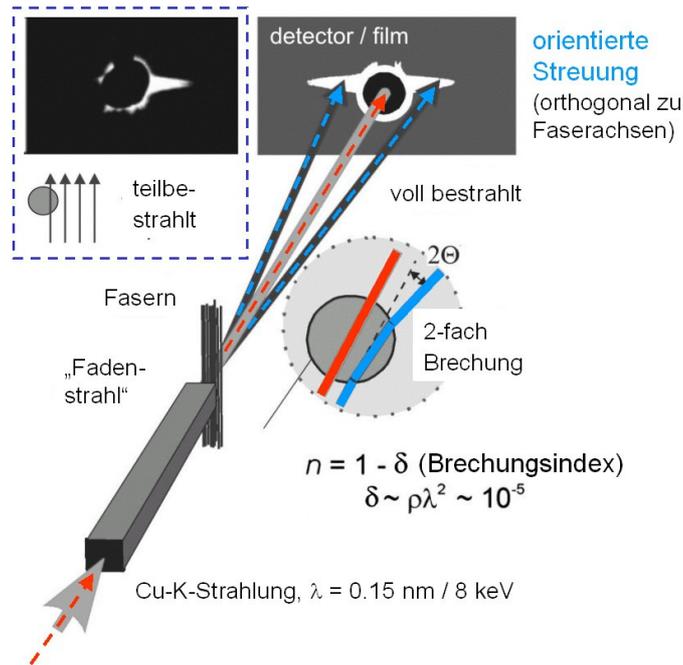


Abb. 3: Orientierte refraktive Kleinwinkelstreuung von Glasfasern;  $n$  Brechungsindex,  $\delta$  Realteil von  $n$ ,  $\lambda$  Wellenlänge, asymmetrische Streuung von teilbestrahlter Faser (oben links)

Das Streuprofil von Zylindern - die Verteilungsfunktion der Intensität über dem Ablenkwinkel - ist bis auf den Brechungsindex wegen der immer identischen Winkelverteilung von Kreisscheiben eine universelle Funktion, unabhängig vom Faserdurchmesser. Die Streukurven von Kunststoff- und Glasfasern sowie Metalldrähten sind deshalb nach Normierung auf den kritischen Winkel der Totalreflexion gut übereinstimmend (Abb. 4) und entsprechen der theoretisch zu erwartenden Intensitätsverteilung eines Zylinders nach den Regeln der geometrischen Optik, wie in Abb. 4, links angegeben [3].

**Intensitätsverteilung eines Zylinders:**

$$I_R^*(2\theta') = \frac{J_0 \cdot 2R}{\delta} \sin^3 \left( \arctan \frac{\delta}{\theta'} \right) \cong \frac{J_0 \cdot 2R \cdot \delta^2}{\theta'^3}$$

- |                    |                    |
|--------------------|--------------------|
| $J_0$              | Bestrahlungsdichte |
| $R$                | Faserradius        |
| $2\theta'$         | Streuwinkel        |
| $n$                | Brechungsindex     |
| $\delta = (1 - n)$ | Realteil von $n$   |

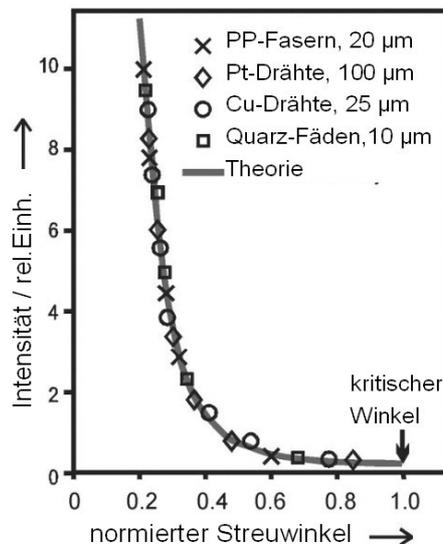


Abb. 4: Theoretische refraktive Streufunktion eines Zylinders und experimentelle Intensitätsverteilung von unterschiedlichen zylindrischen Streuern nach Normierung auf den kritischen Winkel der Totalreflexion (nach [3]).

Für die Auswirkungen von refraktiven Streueffekten in radiographischen Abbildungen sind jedoch Winkel- und Ortsauflösung entscheidend. Oft werden diese wegen beschränkter Abbildungsqualität nur als schwache sogenannte „Kantenartefakte“ wahrgenommen.

Die präzise Untersuchung der Abweichungen der Intensitätsverteilung vom idealen Schwächungsprofil eines Zylinderquerschnitts wird mit paralleler Synchrotronstrahlung von 20 keV an einem PMMA(Polyacryl)-Zylinder von 75 mm Durchmesser im Bereich einer tangentialer Einstrahlung durchgeführt, wie in Abb. 5, links dargestellt. Das Radiogramm wird in 350 mm Entfernung von einem 1k-Detektor mit 4,3  $\mu\text{m}$  Ortsauflösung registriert. Dies entspricht einer Winkelauflösung von 2 Bogensekunden. In dem resultierenden Radiogramm erscheint außerhalb der Zylinderkante eine etwa 30 %-ige Überhöhung der Einstrahlintensität  $I_0$ . Das daraus ermittelte Intensitätsprofil ergibt eine Reichweite des Überschingers von etwa 100  $\mu\text{m}$  und entspricht einem Streuwinkel von 1 Bogenminute.

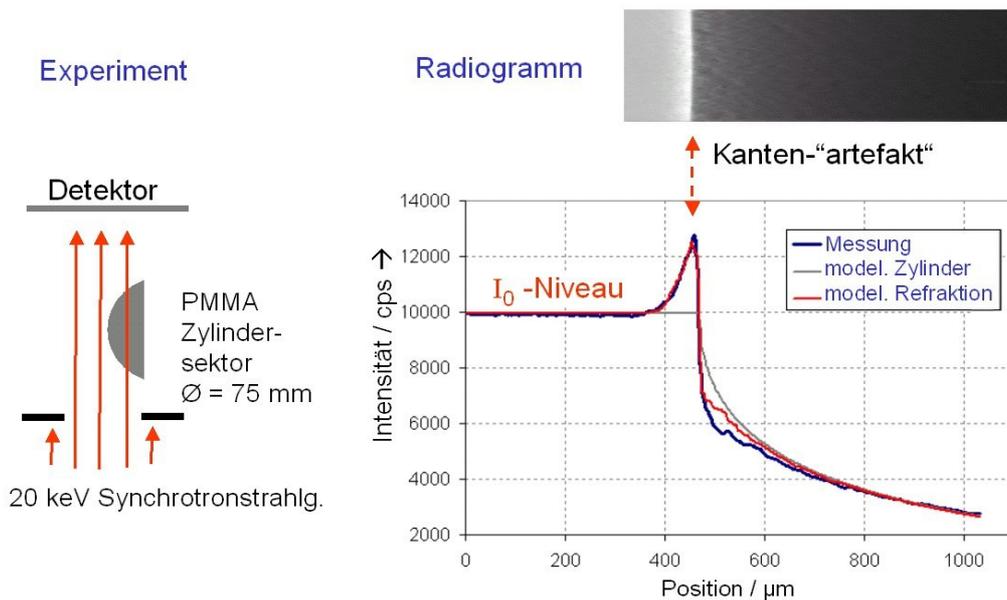


Abb. 5: Hochaufgelöste radiographische Abbildung einer Zylinderkante mit refraktionsbedingter Überhöhung der Primärintensität; links: experimentelle Anordnung mit dem Detektor 350 mm hinter der Probe; rechts: Radiogramm, Intensitätsprofil der Messung eines Modellzylinders und der Refraktions-Modellierung

Um diesen „Kantenartefakt“ als einfachen Refraktionseffekt einer Zerstreulinse zu modellieren, wird das ideale Schwächungsprofil des Zylinders nach Gleichung (4) modifiziert, indem an allen Positionen, im Inneren des Zylinders beginnend, die Intensitätswerte je nach Einstrahlwinkel sukzessive nach außen umgelagert werden. Die Übereinstimmung der modellierten Refraktionsintensität mit der Messung ist im Außenbereich des Zylinders offensichtlich. Damit ist der beobachtete Kanteneffekt als Refraktionseffekt quantitativ bestätigt.

Für die Kantendetektion schwacher Absorber ist der Refraktionseffekt oftmals als vorteilhaft erwähnt worden, allerdings behindert er die präzise Lokalisierung von Kanten und die korrekte Schwächungsabbildung erheblich. Eine erste Maßnahme zur Beseitigung der Intensitätsüberschwinger von Paganin *et al.* mit der „Phase Retrieval“ Prozedur betrifft allerdings Umlagerungen mit einer Reichweite von einem Pixel [13], und liegt somit weit unterhalb der hier erforderlichen 30 Pixel. Erhebliche Verbesserungen auf Basis der Gleichung (4) sind hier notwendig.

#### 4. Quantitative Nutzung der Röntgen-Refraktion

Jenseits der Erkenntnisse über die Natur von refraktionsbedingten radiographischen Kantenartefakten und ihren Korrekturmöglichkeiten ergeben sich Nutzungsmöglichkeiten der Röntgenrefraktion für die Detektion von inneren Material- Grenzflächen auch unterhalb der Auflösungsgrenzen der Abbildung. Die ortsaufgelöste Messung von spezifischen Oberflächen durch Risse und Poren und deren Orientierungsverteilung ist auch ohne die individuelle Identifizierung der einzelnen Grenzflächen anhand der Röntgen-Refraktion möglich und seit zwei Dekaden erprobt [16]. Das wird realisiert durch separate Detektion der Transmissionsintensität eines Probekörpers und der Streuintensität, apparativ ein Standard der Kleinwinkelstreuung (SAXS) in der analytischen Kristallographie, wird jedoch anders interpretiert.

Dazu wird eine Abtastanordnung mit Röntgen-Feinstrukturrohre und Kratky-Kammer eingesetzt, um definierte Streuwinkel und Ortsauflösung zu erreichen. Die Streukammer erhält eine Transmissions-Streufolie für die Messung der Strahlschwächung durch einen zusätzlichen Szintillations-Detektor und einen Mikromanipulator für die Probe (Abb. 6). Für stabile Messbedingungen bleibt die Winkeleinstellung des Streudetektors während der Probenabtastung und für die spätere Kalibrierung unverändert, mit einer typischen Untergrenze von etwa 40 Bogensekunden. Eine relative spezifische Oberfläche des durchstrahlten Probenmaterials wird dann durch einen Refraktionswert  $C$  ermittelt [5]:

$$C = \frac{1}{d} \cdot \left( \frac{I_R \cdot I_{A0}}{I_{R0} \cdot I_A} - 1 \right) \quad (7)$$

Die Intensitäten  $I_R$  und  $I_{R0}$  sind die Streuintensitäten des Refraktionsdetektors, jeweils mit und ohne Probe,  $I_A$  an  $I_{A0}$  die des sogenannten Absorptionsdetektors für die geschwächte Transmissionsintensität,  $d$  ist die Durchstrahlungslänge der Probe. Außer von der Materialauswahl ist der Refraktionswert  $C$  nur vom Streuwinkel und der Wellenlänge abhängig.

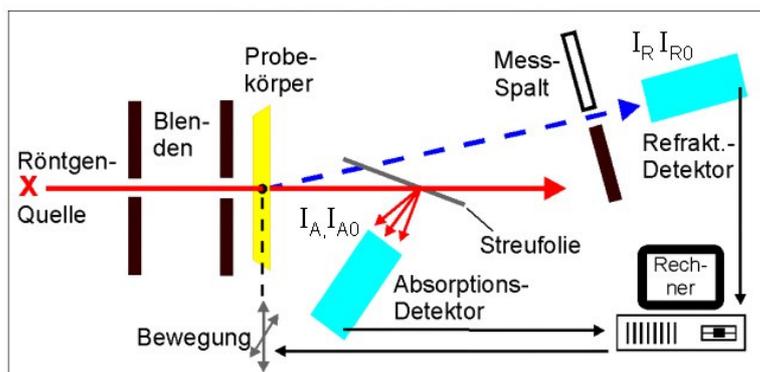


Abb. 6: Refraktions-Scanner bestehend aus Kleinwinkel-Streukammer mit Doppelspalt-Kollimation, Proben-Manipulator und zwei Detektoren für Leer- und Proben-Messungen

Die absolute spezifische Oberfläche  $\Sigma$  (Oberflächendichte, Oberfläche pro Volumen) wird durch Vergleichsmessung mit einem bekannten Kalibrierstandard ermittelt (bei konstanter Wellenlänge und Streuwinkel) [14].

Der Nachweis eines linearen Zusammenhangs zwischen dem Refraktionswert  $C$  nach Gleichung (7) und der spezifischen Oberfläche  $\Sigma$  wird an dicht gepackten Kugeln mit Durchmessern von  $0,25 \mu\text{m}$  bis  $8 \mu\text{m}$  geleistet. Auch mit unterschiedlich schwächenden Materialien unterschiedlicher Brechungsindizes bleibt die Linearität nach Normierung auf

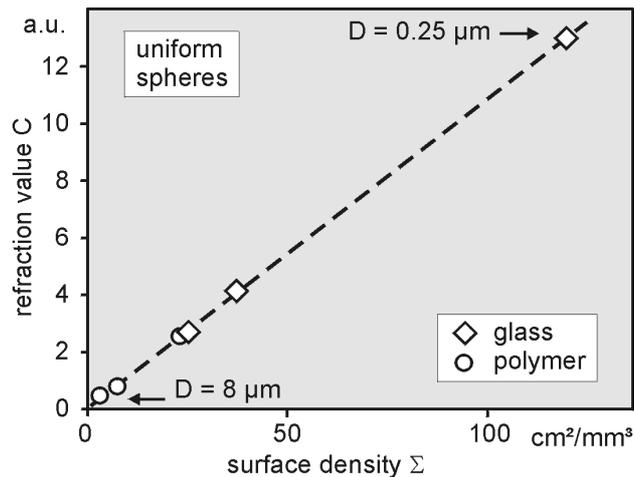


Abb. 7: Refraktionswert  $C$  als lineare Funktion der geometrisch definierten spezifischen Oberfläche von dicht gepackten Mikrokugeln mit Durchmessern von  $0,25 \mu\text{m}$  bis  $8 \mu\text{m}$ .

den Brechungsindex über zwei Größenordnungen erhalten (Abb. 7). Die Messzeit pro Probe beträgt nur wenige Sekunden.

Über die Bestimmung der spezifischen Oberflächen hinaus können mit der Röntgen-Refraktion auch Phasengrenzen, Mikro- und Nanorisse sowie ihre Orientierungsverteilung aus den Streueigenschaften vermessen werden, ohne jedes einzelne Streuteilchen zu identifizieren, wie im Prinzip bei allen Streu- und Spektraluntersuchungen. Derartige Messungen sind vor allem mit Referenzproben aussagekräftig. Über die Bestimmung von Mittelwerten hinaus, bietet jedoch die orts aufgelöste Refraktions-Topographie weitere Möglichkeiten für die Materialforschung.

Inhomogenitäten der Dichte, aber auch bezüglich der Risskonzentration, der Porosität oder der Partikelgröße von Werkstoffen können versagensrelevant sein. Ihre Messbarkeit ist daher für die makroskopischen Eigenschaften und die Lebensdauer dieser Komponenten von großem Interesse. Deshalb bietet die zerstörungsfreie orts aufgelöste Messbarkeit derartiger Mikrostruktur-Parameter neuartige Einblicke. Dazu wird der Probekörper mit einem Mikromanipulator bezüglich der Transmissions- und Refraktionsintensität im Primärstrahl abgetastet, wie in Abb. 6 prinzipiell angegeben.

Beispielhaft für die unterschiedlichen Informationen von Radiographie und Refraktions-Topographie wird ein Vergleich an monodispersen, dicht gepackten Mikroglaskugeln mit den Radien  $R_1 = 0,25 \text{ mm}$  und  $R_2 = 1,2 \text{ mm}$  durchgeführt. In Abb. 8, oben sind schematisch die unterschiedlichen Partikel in einer Durchstrahlungsküvette mit dem Grenzbereich beider Sorten dargestellt. Darunter zeigt das Transmissions-Radiogramm in Falschfarbendarstellung die gleiche Schwächung der  $17,5 \text{ keV Mo-K}$ -Strahlung für die Partikel mit fünffachem Durchmesser, da die gleiche Packungsdichte bzw. Porosität vorliegt. In Abb. 8, unten ergibt das 2D-Refraktions-Topogramm die 5-fach größere spezifische Oberfläche im Bereich der kleineren Partikel, entsprechend dem Radienverhältnis  $R_2/R_1$ .

Die lokalen Schwankungen in den Radiogrammen beruhen nicht auf Messrauschen, sondern auf Unregelmäßigkeiten in der Porosität und der spezifischen Oberfläche. Die orts aufgelöste Information über Porosität und (indirekt) auch die Partikelgröße erfolgt somit ohne die bildhafte Abbildung der einzelnen Partikel. Wegen der aus Kugelgröße und Porosität bekannten spezifischen Oberfläche kann eine derartige Kalibrierprobe für die Röntgen-Refraktometrie eingesetzt werden.

### Proben-Parameter:

Porosität  $p = 0.5$   
Durchmesser

$D_1 = 0.25 \text{ mm}$   
 $D_2 = 1,2 \text{ mm}$

### Schwächung

Transmissions-Intensität  $I$   
(unabhängig von  $D_n$ )

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu_{lin} \cdot d(1-p)}$$

### Refraktion:

spezifische Oberfläche

$$\Sigma_n = (1-p) \frac{6}{D_n}$$

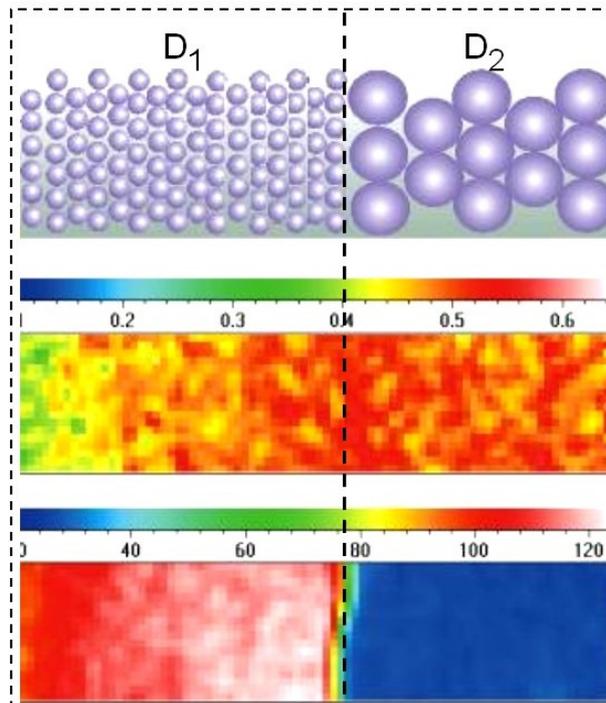


Abb. 8: Vergleich von monodispersen dichten Packungen von Mikro-Glaskugeln mit den Radien  $R_1=0.25 \mu\text{m}$  und  $R_2=1.2 \mu\text{m}$ ; oben: Durchstrahlungsküvette mit Grenzbereich der beiden Partikelgrößen, schematisch; Mitte: Transmissions-Radiogramm mit gleicher Schwächung der 17,5 keV Mo-K-Strahlung für beide Partikelgrößen wegen gleicher Packungsdichte bzw. Porosität; unten: 2D-Refraktions-Topogramm mit 5-fach größerer spezifischer Oberfläche des Bereichs kleinerer Partikel entsprechend dem Radienverhältnis  $R_2/R_1$

Über die Messbarkeit der spezifischen Oberflächen hinaus können durch die Wahl der Probenorientierung auch die orientierungsabhängigen Grenzflächenverteilungen ermittelt werden, eine direkte Folge der in Abb. 3 gezeigten anisotropen Streuung von Fasern. Das hat sich insbesondere bei der Bestimmung der Einzelfaser-Enthftung in Faserkompositen [4] aufgrund von Materialermüdung und Impact-Schäden sowie der Unterscheidung von Längs- und Querrissen[15] bewährt.

## 5. Fazit

Refraktionseffekte von Grenzflächen sind mit den dargestellten Untersuchungen physikalisch zweifelsfrei analog zur optischen Brechung interpretierbar. Sie treten in der Radiographie mit zunehmend höherer Ortauflösung der Detektoren und kleinerem Röhrenbrennfleck sowie Synchron-Parallelstrahlen verstärkt auf, mit zweierlei Konsequenzen.

Zum Einen bewirken sie Fehlweisungen in der Abbildung von Kantenpositionen in der Radiographie und abweichende Schwächungskoeffizienten in der Nähe von Rissen und anderen Grenzflächen. Für ihre Beseitigung sind keine befriedigenden Kompensationsmethoden bekannt, außer bei geringster Reichweite von einem Pixel [13].

Zum Anderen verbessert sich der Kontrast an Grenzflächen von wenig schwächendem Material, allerdings um den Preis nichtlinearer Schwächung und Unschärfen. Bei Vergrößerung des Probe-Detektor-Abstandes kann der Kontrast wegen der refraktiven Strahlaufweitung verstärkt werden. Die Bezeichnung „Phasenkontrast“ ist hier nicht ganz falsch, weil das gängige physikalische Erklärungsmodell von der (phasenrelevanten) Interferenz von Wellen ausgeht [1], aber sie ist eventuell irreführend, weil die Strahlablenkung

ignoriert wird und nicht dem gleich benannten Phasenkontrast in der Mikroskopie entspricht.

Die messtechnische Trennung von Primär- und refraktiver Streustrahlung ermöglicht jedoch mit der Refraktions-Topographie die quantitative Abbildung der spezifischen Oberflächen von Nano- und Mikrostrukturen ohne Einschränkung der Grenzflächenabstände bis zu wenigen Nanometern.

## Referenzen

1. C. Huygens: *Traité de la lumière, où sont expliquées les causes de ce qui luy arrive dans la reflexion et dans la refraction, et particulièrement dans l'etrange refraction du cristal d'Islande*; Pierre van der Aa, Leiden (1690).
2. A. Larsson, M. Siegbahn, I. Waller: Der experimentelle Nachweis der Brechung von Röntgenstrahlen, *Naturwissenschaften* **12** (1924) 1212-1213.
3. M.P. Hentschel, R. Hosemann, A. Lange, B. Uther, R. Brückner: Röntgenkleinwinkelbrechung an Metalldrähten, Glasfäden und hartelastischem Polypropylen, *Acta Cryst. A* **43** (1987) 506-513.
4. M.P. Hentschel, K.-W. Harbich, A. Lange: Non-destructive evaluation of single-fiber debonding in composites by x-ray refraction, *NDT & E International* **27** (1994) 275-280.
5. K.-W. Harbich, M.P. Hentschel, J. Schors: X-ray refraction characterization of nonmetallic materials, *NDT&E International* **34** (2001) 297-302.
6. O. Kratky: *Small Angle X-ray Scattering*, edited by O. Glatter and O. Kratky. Academic Press, London (1982).
7. B.R. Müller, A. Lange, M. Harwardt, M.P. Hentschel, B. Illerhaus, J. Goebbels, J. Bamberg, F. Heutling: Refraction computed tomography, *MP Materials Testing* **46** (2004) 314-319.
8. S.W. Wilkins, T.E. Gureyev, D. Gao, A. Pogany, A.W. Stevenson: Phase-contrast imaging using polychromatic hard X-rays, *Nature* **384** (1996) 335-338.
9. P. Modregger, D. Luebbert, P. Schaefer, R. Koehler, T. Weitkamp, M. Hanke, T. Baumbach: Fresnel diffraction in the case of an inclined image plane, *Optics Express* **16** (2008) 5142-5149.
10. A. Guinier, G. Fournet: *Small-Angle Scattering of X-Rays*, Wiley, 1955
11. G. Porod: Die Roentgenkleinwinkelstreuung von dichtgepackten kolloiden Systemen, *Kolloidzeitschrift* **124** (1951) 83-114.
12. M. Strobl, N. Kardjilov, A. Hilger, G.Kuehne, G.Frei, I.Manke: High-resolution investigations of edge effects in neutron imaging: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* **604** (2009) 640-645.
13. D. Paganin, S.C. Mayo, T.E. Gureyev, P.R. Miller, S.W. Wilkins: Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous object, *Journal of Microscopy* **206** (2002) 33-40.
14. G. Tzschichholz, G. Steinborn, M.P. Hentschel, A. Lange, P. Klobes: Characterisation of porous titania yttrium oxide compounds by mercury intrusion porosimetry and X-ray refractometry, *Journal of porous materials* **18** (2011) 83-88.
15. B.R. Müller, A. Lange, M. Harwardt, M.P. Hentschel: Synchrotron-based micro-CT and refraction-enhanced micro-CT for non-destructive materials characterisation, *Advanced engineering materials* **11** (2009) 435-440.
16. B.R. Müller, M.P. Hentschel: Micro-diagnostics: X-ray and synchrotron techniques, in: H. Czichos (Hrsg.): *Handbook of technical diagnostics - Fundamentals and application to structures and systems*, Chapter 14, pp. 287-300; Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2013).