

# Untersuchung der Integrität von glasfaserverstärkten Zahnstiften mittels Synchrotron-Röntgenrefraktion

Bernd Randolph MÜLLER<sup>1</sup>, Ana Prates SOARES<sup>2</sup>, Andreas KUPSCH<sup>1</sup>, Daniel BAUM<sup>3</sup>,  
Bernhard HESSE<sup>4</sup>, Paul ZASLANSKY<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, 12200 Berlin

<sup>2</sup> Charité Universitätsmedizin, 14195 Berlin

<sup>3</sup> Zuse Institut, 14195 Berlin

<sup>4</sup> Xploraytion GmbH, 10625 Berlin

Kontakt E-Mail: bernd.mueller@bam.de

**Kurzfassung.** Die Integrität der Verstärkungsfasern in Komposit-Zahnstiften ist entscheidend für die Biegefestigkeit und die langfristige Haftung am Zement in den Wurzelkanälen. Es wurde vermutet, dass die Integrität von glasfaserverstärkten Zahnstiften durch das Beschleifen während der zahnmedizinischen Behandlung beeinträchtigt wird. Eine Beschädigung der Fasern führt zu einer erheblichen strukturellen Schwächung über den gesamten Stiftdurchmesser. Glasfragmente, die durch den Kontakt mit dem Zahnbohrer entstehen, können sich vom Stift lösen und die Haftfähigkeit erheblich verringern. Mit Hilfe hochauflösender Synchrotron-Röntgen-Refraktions-Radiographie (SXRR) konnte das Ausmaß der Schäden zuverlässig identifiziert und charakterisiert werden.

Dazu wurden die Glasfaserstifte sowohl im Herstellungszustand als auch nach der Bearbeitung mit einem Diamantbohrer untersucht. Die Datensätze wurden zur Visualisierung und Quantifizierung der morphologischen Charakteristika intakter und durch das Beschleifen beschädigter Regionen analysiert. Sie zeigen Schäden im bearbeiteten Bereich (z. B. Brüche, Splitter und Risse) sowie herstellungsbedingte Inhomogenitäten der Fasern mit einer signifikanten Zunahme der inneren Oberflächen in Probenregionen, die durch das Beschleifen beschädigt wurden.

## Einführung

Glasfaserzahnstifte sind Verbundwerkstoffe aus axial ausgerichteten Glasfasern, die in eine Polymermatrix eingebettet sind. In der Zahnmedizin werden Glasfaserzahnstifte als flexible und leichte Verstärkungen zur Unterstützung postendodontischer Restaurationen verwendet. Die Zahnstifte werden für die Zahnrestauration nach einer Wurzelkanalbehandlung und einer umfangreichen Zerstörung des Zahngewebes, z. B. durch Karies, verwendet [1]. Die Stifte werden in den gereinigten Wurzelkanal eingesetzt und mit diesem verklebt, wo sie zur mechanischen Verankerung der künstlich wiederhergestellten Zahnkronen beitragen. Glasfaserstifte haben sich sowohl wegen ihrer ästhetischen Vorteile als auch wegen ihres günstigen Elastizitätsmoduls, das dem des Zahnsubstrats angepasst ist, durchgesetzt [2]. Eine solche Modulanpassung führt zu geringeren Spannungsunterschieden zwischen dem natürlichen und dem künstlichen Zahnmaterial, wenn es beim Kauen zyklisch belastet wird.



Glasfaserstifte werden in der Regel in Standardlängen und -dicken in Massenproduktion hergestellt. Zur Anpassung an die unterschiedliche biologische Anatomie der Zahnwurzel muss entweder der Zahn oder der Stift beschnitten werden. Das Wegschneiden von gesundem Zahngewebe zur Aufnahme eines Stiftes schwächt die Zahnschicht, was die Behandlungsprognose gefährden und verschlechtern kann [3]. Eine konservativere Lösung, die von Zahnärzten bevorzugt wird, ist das Beschneiden und Beschleifen des Stiftes, vor allem in der Länge [4, 5]. Am häufigsten werden Glasfaserstifte mit einem Hochgeschwindigkeits-Diamantschleifer beschnitten [6]. Um die hervorragenden mechanischen Eigenschaften zu erhalten, muss der Stift jedoch strukturell intakt bleiben [5, 6]. Die Auswirkungen des Beschneidens von Glasfaserstiften sind nur unzureichend erforscht [7], insbesondere in Bezug auf die Langzeitbeständigkeit bei zyklischer Belastung (Kauen), obwohl davon ausgegangen werden kann, dass sich Fehler in der Stiftstruktur negativ auf die Zahnprognose auswirken. Zur Bewertung der physikalischen Eigenschaften von Zahnstiften, einschließlich Festigkeit, Elastizitätsmodul und Bruchfestigkeit, wurden verschiedene experimentelle Methoden angewandt [8]. Die Bewertung der inneren Integrität des Stiftes ist jedoch eine Herausforderung, insbesondere wenn es um die Suche nach kausalen Zusammenhängen zwischen strukturellen Defekten und dem Versagen der Restauration geht [1, 8]. Die Erfassung von Fehlern in Zahnstiften wurde bisher hauptsächlich durch serielles Schneiden von Proben und durch Bildgebung mit verschiedenen Mikroskopen durchgeführt [2, 9-11]. Daher ist es schwierig zu beurteilen, wie viel von dem, was bisher berichtet wurde, auf die Probenpräparation zurückzuführen ist, insbesondere auf das Auftreten diffuser Schäden.

Für die zerstörungsfreie Bewertung von faserverstärkten Stiften gibt es mehrere etablierte Untersuchungsmethoden [12]. An erster Stelle steht die absorptionsbasierte Röntgen-Computertomographie, da sie 3D-Bilder der gestörten Struktur erzeugt. Sie ermöglicht die Korrelation zwischen strukturellen Defekten und potenziellen Fehlern [13]. Die Matrix und die Glasfasern weisen typischerweise eine geringe Absorption auf und sind in der Regel in Röntgenbildern transparent. Häufig sind in die Matrix Füllstoffpartikel mit schweren Elementen eingelagert, die die Sichtbarkeit des Stiftes bei der Röntgenaufnahme mit medizinischen Röntgenröhren erhöhen.

Die Auflösung solcher CT-Aufnahmen ist auf ca. 1  $\mu\text{m}$  begrenzt, was nicht ausreicht, um kleine, submikroskopische Schäden in den Glasfasern selbst zu erkennen. Röntgenrefraktionsverfahren (XRR) [14-16] sind eine Gruppe von radiographischen und tomographischen Techniken, die die Fähigkeit zur Abbildung großer Sichtfelder (mehrere mm in Breite und Höhe) mit außergewöhnlicher Empfindlichkeit für kleine Defekte im Nanometerbereich kombinieren [17, 18]. Bei der Synchrotron-Röntgen-Refraktions-Radiographie (SXRR) wird eine auf einem Analysatorkristall basierende Bildgebung verwendet, die auch als "Diffraction Enhanced Imaging" (DEI) bezeichnet wird [19]. Mit Hilfe dieser Technik wird die durch Refraktion an inneren Grenzflächen (z.B. Risse und Poren) verursachte Ablenkung von Röntgenstrahlen von ihrer ursprünglichen Ausbreitungsrichtung detektiert [20-22]. Das Ziel der vorliegenden Studie ist die zerstörungsfreie Erforschung möglicher Schäden an Glasfaserzahnstiften nach einer zahnärztlichen Bearbeitung mit Diamantbohrern.

## **1. Materialien und Methoden**

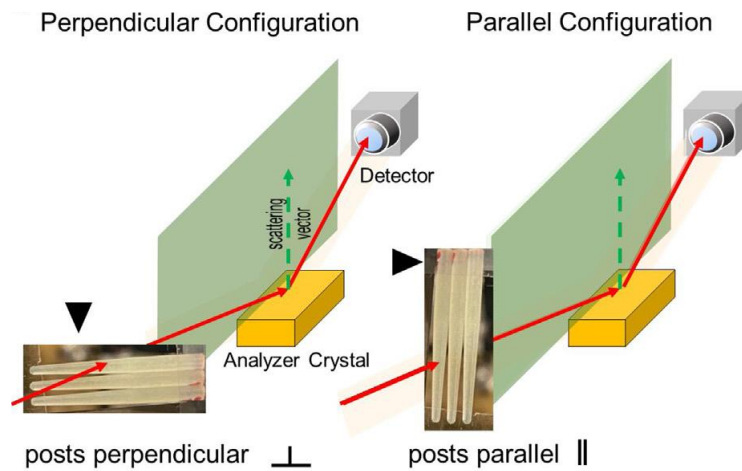
### *1.1 Probenmerkmale und -vorbereitung*

Glasfaserstifte wurden sowohl im intakten Zustand als auch nach dem Beschneiden untersucht. Die Glasfaserstifte (Dentin Post, ER System, Größe 090, Komet, Lemgo, Deutschland) bestehen aus einer Epoxidmatrix, Glasfasern und röntgendichten Füllstoffen (z. B. Bariumoxid), die zu einem konischen, 12 mm langen Stab geformt sind (Losnummer:

312850). Eine Probe diente als Kontrolle und wurde im intakten Zustand abgebildet ("Kontrollprobe"). Die beiden anderen Proben wurden mit einem zylindrischen Diamantschleifer mit regelmäßiger Körnung bearbeitet (Diamantschleifer n. 835.314, Brasseler, Lemgo, Deutschland) unter Verwendung eines Hochgeschwindigkeits-Handstücks, das (a) eine einzelne seitliche Rille quer über den Schaft des Stiftes ("gerillte" Probe) und (b) eine apikale Ausdünnung durch "Fasenformung" im schmalen Bereich nahe der Spitze ("gefaste" Probe) erzeugt. Die Luftkühlung wurde verwendet, da eine Benetzung des Stifts vermieden werden musste, um Artefakte bei der Röntgenbildgebung zu minimieren, die z. B. durch Verdunstung oder Probenbewegung aufgrund von Wasserdiffusion entstehen könnten. Jeder der Stifte wurde an der BAMline [23, 24] am BESSY II des Helmholtz-Zentrum Berlin, Deutschland, abgebildet. Für die SXRR-Messungen wurden die Proben in einem Diarahmen montiert (Abb. 1a).

### 1.2 Synchrotron-Röntgenrefraktionsradiographie (SXRR)-Messungen

Die Messungen wurden mit dem BAMline-SXRR-Setup durchgeführt, bei dem ein Si(111)-Analysatorkristall zwischen Probe und Detektor angeordnet ist. Für die Messungen wurden eine Photonenenergie von 30 keV und ein pco.1600-Kamerasystem ( $1600 \times 1200$  Pixel) mit einer nominalen Pixelgröße von  $4,08 \mu\text{m} \times 4,08 \mu\text{m}$  verwendet. Es ist jedoch zu beachten, dass der Messaufbau eine hohe Empfindlichkeit für Risse und Poren besitzt, die deutlich kleiner sind als die Pixelgröße. Die Richtung des auf den Analysatorkristall auftreffenden Strahls und die Richtung des vom Analysatorkristall reflektierten Strahls definiert die Streuebene (Abb. 1).



**Abb. 1.** Schematische Darstellungen des SXRR-Aufbaus an der BAMline. Die mit SXRR erzeugten Bilder, bei denen die interessierenden Merkmale deutlich kleiner als die nominale Pixelgröße sind, zeigen Intensitätsverteilungen, die von der Probenorientierung abhängen. Bei der SXRR werden die Proben (durch schwarze Pfeilspitzen gekennzeichnet) in zwei Orientierungen gemessen: mit der Stabachse senkrecht (links) und parallel (rechts) zur Streuebene (der grün gestrichelte Pfeil markiert den Streuvektor).

Der Analysatorkristall selektiert nur die Komponenten der durch Refraktion an inneren Grenzflächen abgelenkten Röntgenstrahlen, die sich innerhalb seiner Streuebene ausbreiten. Daher werden bei der SXRR die Proben in der Regel in zwei orthogonalen Ausrichtungen montiert, um die Ausrichtung der Defekte (Poren, Risse usw.) zu erkennen. Dementsprechend wurden die Glasfaserstifte in zwei orthogonalen Ausrichtungen gemessen (siehe Abb. 1). Die senkrechte Ausrichtung zur Streuebene ist empfindlich für innere Oberflächen, die parallel zur Längsachse des Glasfaserstiftes ausgerichtet sind (im Folgenden als "senkrechte Ausrichtung" bezeichnet); die parallele Ausrichtung zur

Streuebene ist empfindlich für innere Oberflächen, die senkrecht zur Achse des Stiftes ausgerichtet sind (im Folgenden als "parallele Ausrichtung" bezeichnet).

Der Analysatorkristall wurde in 41 Schritten mit einer Schrittweite von  $\Delta\theta = 0,0002^\circ$  um die Achse senkrecht zum Röntgenstrahl sowie der Kristallnormalen um den Bragg-Winkel ( $\theta_{\text{Bragg}} = 3.779^\circ$ ) gedreht. Nach jedem Schritt wird ein Bild der Probe aufgenommen. In jedem Pixel des Detektors entsteht so eine ortskorrelierte sogenannte Rocking-Curve. Die korrigierten Rocking-Curve-Bilder wurden mit einem Inhouse entwickelten Softwarecode auf Basis von LabView® analysiert, und die maximale sowie die integrale Intensität ( $I_{\text{max}}$  und  $I_{\text{int}}$ ) jeder Kurve (für jedes Pixel der Kamera) ermittelt und mit nachfolgenden Formeln der lokale Refraktionswert  $C \cdot d$  sowie die lokale Absorptionseigenschaft  $\mu \cdot d$  einer Probe der Dicke  $d$  berechnet:

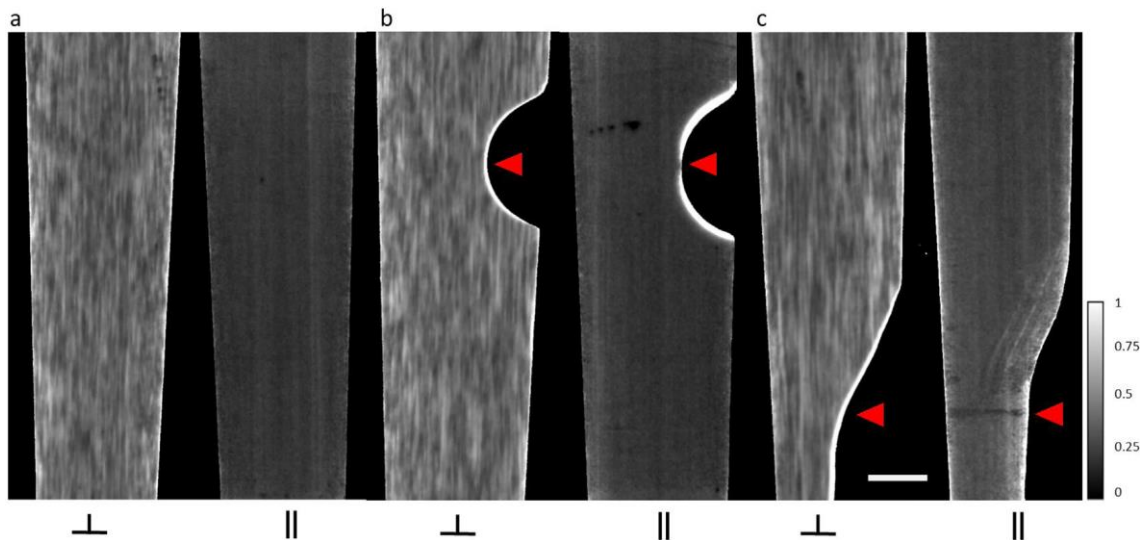
$$C \cdot d = 1 - \frac{I_{\text{max}} \cdot I_{\text{int},0}}{I_{\text{max},0} \cdot I_{\text{int}}} \quad (1)$$

$$\mu \cdot d = \ln \left( \frac{I_{\text{int},0}}{I_{\text{int}}} \right) \quad (2)$$

wobei der Index 0 für die Referenzmessung steht, die ohne Probe im Strahl durchgeführt wird.  $C$  ist proportional zur inneren spezifischen Oberfläche, d. h., der Oberfläche pro Volumeneinheit im Strahlengang. Um den Einfluss der Probendicke auf  $C$  zu eliminieren, ist es üblich, die Gleichung (1) durch die Gleichung (2) zu dividieren.  $C/\mu$  ergibt den normierten Refraktionswert (im Folgenden als "relative spezifische Oberfläche" bezeichnet).

## 2. Ergebnisse

Die SXRR-Bilder (Abb. 2) zeigen lokale Variationen der Größe der spezifischen Oberflächen der untersuchten Stifte, und heben die durch den Bohrer geschädigten Bereiche hervor. Die Größe der spezifischen Oberfläche wird als Grauwert dargestellt. Sie ist für alle drei Proben in der senkrechten Orientierung deutlich größer als in der parallelen Orientierung. Der Mittelwert in senkrechter Orientierung (Abb. 2a-c links) ist ca. viermal höher als der Mittelwert in paralleler Orientierung (Abb. 2a-c rechts). Der mittlere  $C/\mu$ -Wert des Kontrollstiftes beträgt etwa 0,38 und schwankt zwischen 0,27 in den dunklen und 0,67 in den helleren Streifen. Dunkle Streifen weisen auf Bereiche mit besserer Faser-Matrix-Bindung hin, helle Bereiche auf lokale Bindungsdefekte [21, 22]. Zu den typischen Herstellungsfehlern im Fasergehalt des Verbundwerkstoffs gehören Welligkeit und Fehlorientierungen [25]. In unidirektionalen Faserverbundwerkstoffen sind Fehlorientierungen unvermeidlich vorhanden [26] und können sogar als mögliche Spannungsrelaxationsstellen erwünscht sein. Die gerillten und abgeschrägten Proben zeigen Regionen, in denen die Struktur der Stifte durch den Kontakt mit dem Diamantbohrer gestört wurde. Bereiche, die mit dem Bohrer in Berührung kamen, zeigen große Grauwerte, die von einer hohen Dichte innerer Defekte und Risse herrühren. Die Ausdehnung der Schäden ist sowohl in paralleler als auch in senkrechter Orientierung sichtbar. Die Tatsache, dass die Stifte in der parallelen Orientierung (Abb. 2a-c rechts) größtenteils einen sehr niedrigen Grauwert von etwa 0,05 aufweisen, belegt, dass es fast keine inneren Inhomogenitäten gibt, die senkrecht zur Stiftachse orientiert sind. Dies bedeutet, dass sowohl die Matrix als auch die Glasfasern fehlerfrei sind und eine vernachlässigbare Menge von Poren und Rissen aufweisen. Dies gilt jedoch nicht für Bereiche, die mit dem Diamantbohrer in Berührung kamen. Die Schädigung der Glasfasern und der Matrix zeigt sich in einem enormen lokalen Anstieg der lokalen spezifischen Oberfläche (Grauwerte über 0,8). Die hellen Halos deuten darauf hin, dass die Schädigung ein Volumen umfasst, das sich mindestens in eine Tiefe von 50  $\mu\text{m}$  von der Stiftoberfläche erstreckt.



**Abb. 2.** Grauwertbilder der relativen spezifischen Oberfläche ( $C/\mu$ ), die aus SXRR-Messungen in senkrechter ( $\perp$ ) und paralleler ( $\parallel$ ) Ausrichtung der Zahnstifte relativ zur Streuebene des Analysatorkristalls (siehe Abb. 1) erhalten wurden. Man beachte den Grauwertunterschied (etwa Faktor 4) zwischen den beiden Ausrichtungen der einzelnen Proben, der durch den Beitrag der Faseroberfläche in senkrechter Orientierung erzeugt wird. Die Kontrollprobe (a) zeigt das typische Aussehen eines Stiftes im Anlieferungszustand. Intensitätsmuster, die der Faserstruktur des Stiftes entsprechen, erzeugen schwache vertikale Linien, die auf leichte Schwankungen in der Faserausrichtung sowie der Faser-Matrix-Haftung zurückzuführen sind. Die gerillte Probe (b) und die gefaste Probe (c) wurden mit einem Hochgeschwindigkeitszahnbohrer bearbeitet, wobei Material in den markierten Bereichen (rote Pfeile) entfernt wurde. Ein starkes helles Signal entlang der vom Bohrer betroffenen Oberfläche ist auf eine hohe lokale Konzentration neu gebildeter innerer Oberflächen zurückzuführen. Maßstabsbalken: 500  $\mu\text{m}$ .

### 3. Diskussion

Glasfaserstifte werden in standardisierten Formen und Größen hergestellt, wobei durchgehende Glasfasern verwendet werden. Im Herstellungszustand sind Fasern und Matrix sowie ihre Anbindung intakt, weshalb SXRR-Bilder der Stifte mit der Streuebene parallel zu den Fasern gleichmäßige, geringe Werte der relativen spezifischen Oberfläche ( $C/\mu$ ) zeigen. Die SXRR-Messungen, die empfindlich für die Ausrichtung der Defekte sind, zeigen in senkrechter Orientierung der Stifte zur Streuebene eine inhomogene Grauwertverteilung innerhalb aller drei Proben. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Fasern nicht zu 100 % parallel und äquidistant zueinander verlaufen und teilweise eine geringe Fehlorientierung aufweisen. Dies hat zur Folge, dass in einigen Bereichen mehr Fasern (= mehr Grenzflächen = helle Grauwerte), in anderen Bereichen mehr Matrix (= weniger Grenzflächen = dunkle Grauwerte) im durchstrahlten Volumen auftreten. Solche Bilder zeigen Inhomogenitäten in der Bindung zwischen Fasern und Matrix mit einer Größe, die weit unter der nominalen Auflösung liegt. Eine gleichmäßige Haftung zwischen Matrix und Fasern ist für die Materialintegrität jedoch unerlässlich [27]. Die vom Bohrer berührten Bereiche beider beschliffener Proben wiesen eine höhere relative spezifische Oberfläche auf, die charakteristisch für Schadensregionen in Verbundwerkstoffen ist, wie bereits früher berichtet [21, 22]. Um Stifte an Zähne mit unterschiedlicher Anatomie optimal anzupassen, werden sie jedoch beschliffen. Die mit dem Bohrer bearbeiteten Bereiche führen zu Riss- und Splitterbildung in den Fasern. Das synchrotronbasierte SXRR-Bildgebungsverfahren zeigt die destruktiven Auswirkungen des Diamantbohrens auf die Integrität des glasfaserverstärkten Stiftes. Die Ergebnisse verdeutlichen das Potenzial von SXRR zur Bewertung der Struktur und Schädigung von glasfaserverstärkten Verbundwerkstoffen.

## 4. Schlussfolgerung

Es wurde über die zerstörungsfreie Charakterisierung von endodontischen Glasfaserstiften berichtet. Die durch Beschneiden der Stifte verursachten Schäden an den Glasfasern wurden abgebildet und quantifiziert. Damit wurde die Hypothese bestätigt, dass SXRR zur Identifizierung und Charakterisierung von Defekten in Zahnfaserstiften sehr gut geeignet ist. Aufgrund des Ausmaßes der Schäden und der möglichen Folgen für die Integrität der Restauration sollte ein Beschneiden der Glasfaserstifte vermieden werden. Die hier gezeigten Details können für die zukünftige Bewertung der Eigenschaften von Defekten auf Grund von strukturellen oder mechanischen Eingriffen genutzt werden.

## Finanzierung

Die vorliegende Arbeit ist Teil eines Promotionsprojekts und wurde durch das Elsa-Neumann-Stipendium des Landes Berlin finanziert.

## Danksagung

Wir danken den Kolleginnen und Kollegen des HZB für ihre Unterstützung sowie den BAM-Kollegen Henning Markötter, Ralf Britzke und Michael Sintschuk für ihre Hilfe während der Strahlzeit an der BAMline und PD Dr. Kerstin Bitter (Charité) für die Unterstützung bei den zahnmedizinischen Präparationen.

## Referenzen

- [1] V.R. Novais, R.B. Rodrigues, P.C. Simamoto-Júnior, C.S. Lourenc\_o, C.J. Soares, Correlation between the mechanical properties and structural characteristics of different fiber postsystems., *Braz Dent J* 27 (2016) 46-51.
- [2] B. Duret, F. Duret, M. Reynaud, Long-life physical property preservation and postendodontic rehabilitation with the Composipost, *Compendium of continuing education in dentistry*. (Jamesburg, N.J. : 1995). Supplement 20 (1996) S50-6.
- [3] N.R. Stankiewicz, P.R. Wilson, The ferrule effect: a literature review, *International Endodontic Journal* 35(7) (2002) 575-581.
- [4] M.G. Borges, A.L. Faria-e-Silva, P.C.F. Santos-Filho, F.P. Silva, L.R.M. Martins, M.d.S. Menezes, Does the Moment of Fiber Post Cutting Influence on the Retention to Root Dentin?, *Brazilian Dental Journal* 26(2) (2015) 141-145.
- [5] G. Plotino, N.M. Grande, C.H. Pameijer, F. Somma, Influence of surface remodelling using burs on the macro and micro surface morphology of anatomically formed fibre posts, *International Endodontic Journal* 41(4) (2008) 345-355.
- [6] S. Grandini, P. Balleri, M. Ferrari, Scanning Electron Microscopic Investigation of the Surface of Fiber Posts After Cutting, *Journal of Endodontics* 28(8) (2002) 610-612.
- [7] G.K.R. Pereira, M. Lançanova, V.F. Wandscher, O.B. Kaizer, I. Limberger, M. Özcan, L.F. Valandro, Fiber-matrix integrity, micromorphology and flexural strength of glass fiber posts: Evaluation of the impact of rotary instruments, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 48 (2015) 192-199.
- [8] F. A. Alharbi, D. Nathanson, S.M. Morgano, N.Z. Baba, Fracture resistance and failure mode of fatigued endodontically treated teeth restored with fiber-reinforced resin posts and metallic posts in vitro, *Dental Traumatology* 30(4) (2014) 317-325.
- [9] V. Alonso de la Peña, I.L. Darriba, M. Caserío Valea, F. Guitián Rivera, Mechanical properties related to the microstructure of seven different fiber reinforced composite posts, *J Adv Prosthodont* 8(6) (2016) 433-438.
- [10] A.A. Abdulmajeed, T.O. Närhi, P.K. Vallittu, L.V. Lassila, The effect of high fiber fraction on some mechanical properties of unidirectional glass fiber-reinforced composite, *Dental Materials* 27(4) (2011) 313-321.

- [11] F. Seefeld, H.-J. Wenz, K. Ludwig, M. Kern, Resistance to fracture and structural characteristics of different fiber reinforced post systems, *Dental Materials* 23(3) (2007) 265-271.
- [12] I. Hakim, D. Schumacher, V. Sundar, S. Donaldson, A. Creuz, R. Schneider, J. Keller, C. Browning, D. May, M.A. Ras, N. Meyendorf, Volume Imaging NDE and Serial Sectioning of Carbon Fiber Composites, 44th Annual Conference on Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation (QNDE), Provo, UT, 2017.
- [13] B. Yu, R.S. Bradley, C. Soutis, P.J. Withers, A comparison of different approaches for imaging cracks in composites by X-ray microtomography, *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 374(2071) (2016) 20160037.
- [14] M.P. Hentschel, R. Hosemann, A. Lange, B. Uther, R. Bruckner, Röntgenkleinwinkelbrechung an Metalldrahten, Glasfäden und hartelastischem Polypropylen, *Acta Crystallographica Section A* 43(4) (1987) 506-513.
- [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(6) (2009) 435-440.
- [16] B.R. Müller, M.P. Hentschel, Micro-diagnostics: X-ray and synchrotron techniques, in: H. Czichos (Ed.), *Handbook of technical diagnostics - Fundamentals and application to structures and systems*, Springer, Berlin Heidelberg, 2013, pp. 287-300.
- [17] B.R. Müller, R.C. Cooper, A. Lange, A. Kupsch, M. Wheeler, M.P. Hentschel, A. Staude, A. Pandey, A. Shyam, G. Bruno, Stress-induced microcrack density evolution in  $\beta$ -eucryptite ceramics: Experimental observations and possible route to strain hardening, *Acta Materialia* 144 (2018) 627-641.
- [18] A. Kupsch, B.R. Müller, A. Lange, G. Bruno, Microstructure characterisation of ceramics via 2D and 3D X-ray refraction techniques, *Journal of the European Ceramic Society* 37(5) (2017) 1879-1889.
- [19] D. Chapman, W. Thomlinson, R.E. Johnston, D. Washburn, E. Pisano, N. Gmür, Z. Zhong, R. Menk, F. Arfelli, D. Sayers, Diffraction enhanced x-ray imaging, *Physics in Medicine and Biology* 42(11) (1997) 2015-2025.
- [20] A. Kupsch, A. Lange, M.P. Hentschel, Y. Onel, T. Wolk, A. Staude, K. Ehrig, B.R. Müller, G. Bruno, Evaluating Porosity in Cordierite Diesel Particulate Filter Materials, Part 1 X-Ray Refraction, *Journal of Ceramic Science and Technology* 4(4) (2013) 169-175.
- [21] M.P. Hentschel, K.W. Harbich, A. Lange, Nondestructive evaluation of single fibre debonding in composites by X-ray refraction, *NDT & E International* 27(5) (1994) 275-280.
- [22] M.P. Hentschel, D. Ekenhorst, K.-W. Harbich, A. Lange, J. Schors, New X-Ray Refractography for Nondestructive Evaluation of Advanced Materials, in: R.E. Green (Ed.), *Nondestructive Characterization of Materials VIII*, Springer US, Boston, MA, 1998, pp. 409-416.
- [23] W. Görner, M.P. Hentschel, B.R. Müller, H. Riesemeier, M. Krumrey, G. Ulm, W. Diete, U. Klein, R. Frahm, BAMline: the first hard X-ray beamline at BESSY II, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 467-468 (2001) 703-706.
- [24] A. Rack, S. Zabler, B.R. Müller, H. Riesemeier, G. Weidemann, A. Lange, J. Goebbels, M. Hentschel, W. Görner, High resolution synchrotron-based radiography and tomography using hard X-rays at the BAMline (BESSY II), *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 586(2) (2008) 327-344.
- [25] M. Mehdikhani, L. Gorbatiikh, I. Verpoest, S.V. Lomov, Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance, *Journal of Composite Materials* 53(12) (2018) 1579-1669.
- [26] S.C. Barwick, T.D. Papathanasiou, Identification of fiber misalignment in continuous fiber composites, *Polymer Composites* 24(3) (2003) 475-486.
- [27] F. Zicari, E. Coutinho, R. Scotti, B. Van Meerbeek, I. Naert, Mechanical properties and micro-morphology of fiber posts, *Dental Materials* 29(4) (2013) e45-e52.