



Neuartige Sensoren zur Erfassung von Dehnungen in
Faserverbundwerkstoffen (Structural Health Monitoring)

von der Fakultät für Maschinenbau der
Technischen Universität Chemnitz

genehmigte

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktoringenieur
(Dr.-Ing.)

vorgelegt

von Dipl.-Ing. Thomas Mäder
geboren am 16. Juni 1978 in Erfurt

eingereicht am 03.02.2014

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Bernhard Wielage
Prof. Dr.-Ing. habil. Hans-Heinrich Gatzten

Chemnitz, den 13. September 2014



Gefördert aus Mitteln
der Europäischen Union

Europa fördert Sachsen.



Europäischer Sozialfonds

Investition in Ihre Zukunft

Mäder, Thomas

Thema

Neuartige Sensoren zur Erfassung von Dehnungen in Faserverbundwerkstoffen
(Structural Health Monitoring)

Dissertation an der Fakultät für Maschinenbau der Technischen Universität Chemnitz,
Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnik, Chemnitz, Januar 2015

231 Seiten

119 Abbildungen

9 Tabellen

237 Literaturzitate

Referat

Dehnungssensoren werden zur Überwachung von sicherheitsrelevanten Bauteilen, besonders in Bauteilen aus faserverstärkten Polymermatrixverbundwerkstoffen eingesetzt. Durch deren Integration in das Bauteilinnere werden sie vor schädigenden mechanischen sowie korrosiven Einwirkungen geschützt. Dies gewährleistet eine zuverlässige sowie dauerhafte Funktion. Verschiedene Ansätze zur Weiterentwicklung integrierbarer Dehnungssensoren werden international untersucht. Die Verringerung des Sensordurchmessers auf Abmaße im Bereich des Durchmessers von Verstärkungsfasern ist dabei ein bedeutendes Entwicklungsziel. Insbesondere bei der Integration in Bauteile aus faserverstärkten Kunststoffen sorgen zum Durchmesser von Fasern vergleichbare Sensordurchmesser für eine optimale Sensoranbindung. Die Bildung von Harznestern sowie schwächender Unstetigkeiten kann mittels dünner Sensoren verhindert werden. Dies gewährleistet eine artefaktfreie Dehnungsmessung. Drei verschiedene Ansätze für neuartige Dehnungssensoren mit kleinem Querschnitt wurden in dieser Arbeit untersucht.

Schlagworte

Kohlenstofffaser, Dehnungssensor, Structural Health Monitoring, Formgedächtnislegierung, Magnetostriktion, Villari-Effekt, Piezoresistivität, Dünnschichttechnologie, Physikalische Gasphasenabscheidung, Focused Ion Beam

Abstract

Strain sensors are used for structural health monitoring issues, certainly in parts with high safety requirements made of fibre-reinforced plastic composites. The integration of these sensors inside the parts protects them against any mechanical and corrosive impact. The sensor functionality can be enhanced by integration. There is a lot of international research effort to further develop strain sensors for integrating applications. Different approaches are currently pursued. This thesis presents the results of investigations on three different approaches for novel strain sensors. The main goal of these investigations was to minimise the sensor diameter down to the diameter of reinforcing fibres. The small diameter allows for an optimum and artefact free integration of the sensors. With a smaller diameter of the sensors the formation of resin nests and notches in the composite material structure can be prevented. The strain measurement and monitoring is enhanced and more reliable then.

Keywords

carbon fibre, strain sensor, structural health monitoring, shape memory alloy, magnetostriction, Villari effect, piezoresistivity, thin film technology, physical vapour deposition, focused ion beam

Prolog

Mein besonderer Dank gilt Herrn Professor Wielage für die Bereitstellung der umfangreichen Forschungsinfrastruktur und für die Schaffung der notwendigen Voraussetzungen und Strukturen zum kreativen wissenschaftlichen Arbeiten am Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnik. Bei Frau Dr. Daisy Nestler bedanke ich mich herzlich für ihre vielfältige Unterstützung beim Aufbau der technischen Anlagen und für ihr Vertrauen in die Machbarkeit der verfolgten Ideen. Herrn Dr. Herbert Mucha danke ich sehr für die Inspiration zum Thema und für die entscheidenden Impulse zum Einschlagen des Weges in die Arbeitsrichtung. Allen Kolleginnen und Kollegen danke ich für die gute und konstruktive Zusammenarbeit, die vielfältige Unterstützung und unzählige, wertvolle Gedanken.

Herrn Dr. Schurig, Herrn Michaelis und allen weiteren beteiligten Mitarbeitern der Physikalisch Technischen Bundesanstalt (PTB) Berlin danke ich für die Unterstützung bei den Arbeiten zum Draht-basierten Dehnungssensor. Ich danke Frau Dr. Sievers vom PTB Braunschweig für die von ihr durchgeführten MFM-Messungen. Herrn Maik Thiede danke ich herzlich für die durchgeführten Untersuchungen zur Vorbehandlung von Stahl in Vorbereitung einer Einbettung. Herrn Voigt und Herrn Wollschläger bin ich dankbar für die Unterstützung bei der Durchführung von mechanischen Zugversuchen an Drähten und Faser-verbunden mit eingebetteten Drähten.

Herrn Professor Gatzen, Herrn Professor Rissing, Herrn Dr. Wurz, Herrn Belski und Herrn Taptimthong vom IMPT Hannover danke ich vielmals für die gute Zusammenarbeit, den wissenschaftlichen Austausch, für alle Faserbeschichtungen und die Herstellung von magnetoelastischen Sensoren. Bei Frau Fritsche und Thomas Mehner möchte ich mich herzlich für die Unterstützung bei der Röntgenfeinstrukturanalyse und den erarbeiteten Ergebnissen von unterschiedlichen Probenmaterialien bedanken. Herrn Dr. Harry Podlesak, Frau Dr. Dagmar Dietrich und Frau Uta Faust danke ich für ihre Hilfe und ihre Tipps zur Elektronenmikroskopie. Ich bedanke mich bei Eckhard Rülke, Todor Sultani, Stefan Demmig und Clemens Ulbricht für die Unterstützung beim Aufbau der Versuchsanlage zur Faservereinzelnung sowie für die Unterstützung beim Finden von geeigneten Vereinzelnungsverfahren. Herrn Sternkopf und seinem Team der mechanischen Werkstatt des Instituts für Physik bin ich sehr dankbar für die Unterstützung bei der Fertigung von Vorrichtungen zum Halten und Charakterisieren von Einzelfasern. Frau Gläser und Frau Muhr danke ich für die Herstellung von materialografischen Schliffen von Drähten, Fasern und beschichteten Fasern. Die Suche und das Herausarbeiten der gewünschten Objekte waren nicht immer einfach. Mein Dank richtet sich zudem an Rene Janascheck, Steve Bartlog und Stefan Demmig für die Durchführung zahlreicher Einzelfaserzugversuche.

Bei Toni Böttger möchte ich mich für die anregenden Diskussionen zu einigen Problemen der Arbeit und über die Fragen des Lebens bedanken. Die Heißwasser- und Ingwer-versorgung war ebenso eine große Hilfe. Ein großes Dankeschön gilt Dr. Daniela Nickel für

Anregungen neben dem festgefahrenen Weg und die mütterliche Unterstützung durch kreatives Fragen. Einige Gedanken und Ideen hätten sonst nicht ihren Übergang ins Bewusstsein gefunden und wären vorerst verborgen geblieben.

Unschätzbar dankbar bin ich für die Hilfe und den Zuspruch meiner Frau, meiner Eltern, meiner Oma und meiner Familie. Sie haben mir für die Arbeit Zeit und den nötigen Raum zur Entfaltung gegeben.

Inhaltsverzeichnis

Prolog	iii
Symbolverzeichnis	ix
Akronyme	xi
Einleitung	1
1 Stand des Structural Health Monitoring	3
1.1 Structural Health Monitoring (SHM)	3
1.1.1 Definition des SHM	3
1.1.2 Motivation zum Einsatz des SHM	5
1.1.3 Anforderungen an das SHM	6
1.1.4 Anwendungsgebiete des SHM	8
1.2 SHM-System	9
1.2.1 Sensorik	10
1.2.2 Signal- und Datenübertragung	11
1.3 Stand der Dehnungssensortechnik	12
1.3.1 Piezoresistive Sensoren	15
1.3.2 Optische Fasersensoren	28
1.3.3 Piezoelektrische Sensoren	33
1.3.4 Dehnungssensoren aus Formgedächtnislegierungen	42
2 Zielstellung	45
3 Entwicklung von Spannungsgedächtnis-Dehnungssensoren	47
3.1 Grundlagen zu Gedächtnislegierungen für Dehnungssensoren	47
3.1.1 Prinzip der Phasenumwandlung	47
3.1.2 Eigenschaften und Anwendungen für Gedächtnislegierungen	51
3.2 Untersuchungen zu Spannungsgedächtnis-Dehnungssensoren	52
3.2.1 Probenauswahl und -vorbehandlung	52
3.2.2 Mechanische Zugversuche	53
3.2.3 Charakterisierung von Gefüge und Mikrostruktur	54
3.2.4 Magnetische Messungen	55
3.3 Untersuchungsergebnisse zu Spannungsgedächtnis-Dehnungssensoren	56
3.3.1 Druckscherversuche	56
3.3.2 Zugversuche an Sensordrähten	57
3.3.3 Einbettung von Sensordrähten	65
3.3.4 Zugversuche an CFK mit eingebetteten Sensordrähten	66
3.4 Zusammenfassung zum Drahtsensor	68

4	Vorarbeiten für faserbasierte Dehnungssensoren	69
4.1	Entwicklung eines Verfahrens zur Vereinzelung von Fasern	69
4.1.1	Herstellung von C-Faser-Bündeln	69
4.1.2	Verfahren zur Aufspreizung von Faserbündeln	70
4.1.3	Voruntersuchungen zur Vereinzelung von C-Fasern	71
4.1.4	Anlagenaufbau	73
4.1.5	Charakterisierung der Antriebe	76
4.1.6	Verwendete Materialien und Versuchsablauf	77
4.1.7	Ergebnisse der Bündelteilungsversuche	78
4.1.8	Zusammenfassung zur Faservereinzelung	84
4.2	Charakterisierung und Auswahl gegenwärtiger C-Fasern	85
4.2.1	Herstellung, Struktur und Eigenschaften von C-Fasern	85
4.2.2	Mechanische Charakterisierung	90
4.2.3	Elektrische Widerstände	97
4.2.4	Zusammenfassung	99
4.3	Verfahren zur thermomechanischen Behandlung	100
4.3.1	Verfahrensaufbau, Komponenten und Eigenschaften	100
4.3.2	Temperaturbeständige Fixierung von C-Fasern	103
4.3.3	Driftverhalten der Messgrößenaufnehmer	105
4.3.4	Zusammenfassung	108
5	Entwicklung magnetoelastischer C-Faser-Dehnungssensoren	109
5.1	Sensorprinzip	109
5.1.1	Magnetostriktion	109
5.1.2	Villari-Effekt	113
5.1.3	Messprinzipien zur Erfassung von Dehnungen	113
5.1.4	Stand der Anwendung der Magnetostriktion	115
5.1.5	Magnetoelastische Fasersensoren	116
5.2	Aufbau des Sensors und Herstellungsverfahren	117
5.2.1	Aufbau des Sensors	117
5.2.2	Herstellungsverfahren	118
5.3	Vorbehandlung von C-Einzelfasern	128
5.3.1	Auswahl einer geeigneten C-Faser	128
5.3.2	Untersuchungen zur Entschlichtung von C-Fasern	129
5.4	Charakterisierung von Schichteigenschaft und deren Herstellung	130
5.4.1	Methoden zur Schichtcharakterisierung	130
5.4.2	NiFe45/55-Schichten	132
5.4.3	Isolierende Schichten	140
5.4.4	Cu-Schichten	144
5.4.5	Zusammenfassung, optimierter Sensoraufbau und Prozessablauf . . .	150
5.5	Untersuchungen zur Spulherstellung mittels FIB	152
5.5.1	Charakterisierung von Abtragsraten	153
5.5.2	Spulherstellung	156
5.6	Charakterisierung der Sensoreigenschaften	159
5.7	Sensoreinbettung in Faserverbundwerkstoffe	161
5.7.1	Kontaktierung der Sensoren	163
5.8	Zusammenfassung zum magnetoelastischen Mikrodehnungssensor	164

6	Entwicklung piezoresistiver C-Faser-Dehnungssensoren	165
6.1	Sensorprinzip	165
6.2	Charakterisierung der piezoresistiven Eigenschaften von C-Fasern	166
6.2.1	Entwicklung der Versuchsanordnung	167
6.2.2	Piezoresistive Eigenschaften unterschiedlicher Fasertypen	173
6.3	Aufbau, Herstellung und Eigenschaften piezoresistiver Sensoren	181
6.3.1	Aufbau	181
6.3.2	Herstellung	182
6.3.3	Eigenschaften	184
6.4	Charakterisierung eingebetteter, piezoresistiver Sensoren	186
6.4.1	Grundlagen zur Einbettung in Faserverbunde	186
6.4.2	Kontaktierung von Einzelfasersensoren	188
6.4.3	Sensorintegration in GFK	190
6.4.4	Versuchsaufbau zur integrierten Dehnungsmessung	192
6.4.5	Ergebnisse der integrierten Dehnungsmessung	193
6.5	Zusammenfassung zum piezoresistiven Mikrodehnungssensor	195
7	Diskussion	197
8	Zusammenfassung	201
	Literaturverzeichnis	203
A	Anhang – Antriebscharakterisierung	225
A.1	Abwickelantrieb	225
A.2	Kreuzwickelantrieb	225
A.3	Aufwickelantrieb	227

Symbolverzeichnis

A_e	μm^2	Flächeninhalt des FIB-Abtragsgebiets. 153, 154
A_{FQ}	μm^2	Flächeninhalt kontaktierter Kohlenstofffaserquerschnitte. 98
A_0	μm^2	Ausgangsflächeninhalt einer Einzelfaser. 173
α_{Al}	K^{-1}	Längenausdehnungskoeffizient von Aluminium. 106
α_W	K^{-1}	Längenausdehnungskoeffizient von Wolfram. 106
B	T	magnetische Flussdichte. 111
d_0	μm	Ausgangsdurchmesser einer Einzelfaser. 173
δd	μm	Änderung des Faserdurchmessers. 173
δA	μm^2	Änderung des Querschnittsflächeninhalts einer Faser bei Belastung. 173
ΔF_A	mN	Änderung des Anzeigewertes der Kraft. 107
δl_{CF}	mm	Längenänderung einer Einzelfaser bei Dehnung. 173
Δl_G	mm	Gesamtlängenänderung des Kraftmesssystems. 107
ΔE_D	$\mu\text{m}/\text{mN}$	Maschinensteifigkeit. 107
ΔR_{CF}	Ω	absolute elektrische Widerstandsänderung gezogener C-Fasern. 173
$\delta R_{CF(\delta l \delta A)}$	Ω	geometrischer Anteil der absoluten elektrischen Widerstandsänderung gezogener C-Fasern. 173
e_{FIB}	$\mu\text{m}^3/\mu\text{As}$	Abtragsrate der FIB für Materialien. 154
ϵ	%	Dehnung. 15, 16, 173
ϵ_p	%	plastische Deformation. 49
$\vec{F}_{Aufwickel}$	N	Aufwickelkraft. 80, 81
\vec{F}_{quer}	N	Querkraft – wirksam bei der Bündelteilung. 80, 81
H	A/m	magnetische Feldstärke. 110, 111, 114
h_e	μm	Abtragstiefe. 154
I_I	pA	Strahlstrom (Ionenstrom) des FIB. 153, 154
k		k-Faktor – Sensitivität von Dehnungssensoren. 173
l_{Abzug}	mm	Abstand der Einlauföffnungen der Abzugsröhren. 81

$l_{Aufspalt}$	mm	Aufspalllänge – Länge der Strecke zwischen den Einlauföffnungen der Abzugsröhren bis zur Stelle der Faserbündelaufspaltung. 79, 81
l_{FA}	mm	Länge kontaktierter Kohlenstofffaserabschnitte. 98
l_0	mm	Ausgangslänge einer Einzelfaser. 173
λ		Magnetostriktion. 109
M_d	K	obere Grenztemperatur, ab welcher keine deformationsinduzierte Martensitbildung stattfindet. 49
μ	H/m	magnetische Permeabilität. 110, 111, 114
ν		Poissonzahl. 173
R_{CF0}	Ω	absoluter elektrischer Ausgangswiderstand einer Faser. 173
R_{FA}	Ω	absoluter elektrischer Widerstand kontaktierter Kohlenstofffaserabschnitte. 97
ρ	$\Omega\text{mm}^2/\text{m}$	spezifischer elektrischer Widerstand. 15, 16, 173
ρ_{CF}	$\Omega\text{mm}^2/\text{m}$	spezifischer elektrischer Widerstand von Kohlenstofffasern. 98
ρ_d	$\Omega\text{mm}^2/\text{m}$	spezifischer elektrischer Widerstand durch Streuung an statischen Defekten. 15, 16
ρ_g	$\Omega\text{mm}^2/\text{m}$	spezifischer elektrischer Widerstand durch Stöße der Leitungselektronen mit thermisch angeregten Gitterschwingungen. 15, 16
ρ_0	$\Omega\text{mm}^2/\text{m}$	spezifischer elektrischer Ausgangswiderstand einer Einzelfaser. 173
t_e	s	Bearbeitungszeit der FIB je Abtragsgebiet. 154

Abkürzungsverzeichnis

C-Fasern	Kohlenstofffasern. 21–27, 42, 45, 46, 69, 71, 72, 77, 84–100, 103, 105, 127–136, 138, 144, 146, 150, 152, 153, 164–168, 170, 173, 174, 179–181, 183–185, 196, 198, 202
CFK	Kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff. 27, 33, 38, 47, 53, 54, 56, 57, 65–67, 118, 128, 161, 162, 164–166, 196, 198, 199, 202
CNT	Kohlenstoffnanoröhrchen, engl. <i>carbon nanotube</i> . 13, 27
CVD	chemische Gasphasenabscheidung, engl. <i>chemical vapour deposition</i> . 30, 123
DC	Gleichspannung, engl. <i>direct current</i> . 119, 123
DMS	Dehnungsmessstreifen. 9, 11, 13, 16–18, 20, 25, 26, 32, 201
DMTA	Dynamisch-Mechanische Thermo-Analyse. 138
E-Modul	Elastizitätsmodul. 91, 95–97, 100, 128
EDXS	energiedispersive Röntgenspektroskopie. 130, 156
EFZM	Einzelfaserzugmodul. 91, 94, 103, 106–108, 131, 137, 167, 169, 196
EP-Harz	Epoxidharz. 191
FBG	Faser-Bragg-Gitter. 28–33, 42, 201
FEM	Finite-Elemente-Methode. 28, 117, 161
FGL	Formgedächtnislegierungen, engl. <i>shape memory alloys (SMA)</i> . 13, 42–44
FIB	fokussierter Ionenstrahl, engl. <i>Focused Ion Beam</i> . 119, 125–128, 130–132, 134, 140, 141, 144–146, 150–157, 164, 197, 202
FKV	Faser-Kunststoff-Verbunde. 44
GFK	Glasfaser-verstärkter Kunststoff. 48, 118, 166, 182, 188–196, 202
GMR	Riesenmagnetowiderstand, engl. <i>giant magnetoresistance</i> . 55, 59, 60, 68
HL-DMS	Halbleiter-Dehnungsmessstreifen. 18, 20, 21
kfz	kubisch-flächenzentriert. 47, 63
krz	kubisch-raumzentriert. 47, 50, 63, 65

LF	Niederfrequenz, engl. <i>low frequency</i> . 125, 140, 142
LMIS	Flüssigmetall-Ionenquelle, engl. <i>Liquid Metal Ion Source</i> . 126
MFM	Magnetkraftmikroskopie, engl. <i>magnetic force microscopy</i> . 56, 64, 68
PAN	Polyacrylnitril. 21, 23, 24, 69, 77, 85, 86, 88–93, 95–98, 174, 196, 198, 202
PE	Pseudoelastizität. 42, 43
PECVD	Plasma-unterstützte chemische Gasphasenabscheidung, engl. <i>plasma-enhanced chemical vapour deposition</i> . 119, 123–125, 142, 164, 202
PI	Polyimid. 183
PMC	Polymermatrixverbundwerkstoff. 27, 45
PVD	physikalische Gasphasenabscheidungsverfahren, engl. <i>physical vapour deposition</i> . 44, 119–122, 128, 146, 151, 152, 182, 183, 199, 202
PVDF	Polyvinylidenfluorid. 38–42, 201
PZT	Blei-Zirkonat-Titanat. 34–38, 41, 201
REM	Rasterelektronenmikroskop. 92–94, 98, 125, 126, 130–134, 136, 137, 140, 141, 143–145, 148, 150, 153–158, 184
RF	Radiofrequenz. 12, 125, 140, 142
RTEM	Rastertransmissionselektronenmikroskop. 131, 140, 141, 145, 146, 184
SHM	Structural Health Monitoring. 3–12, 34, 36, 201
TEM	Transmissionselektronenmikroskop. 89, 125, 132, 141
XPS	Röntgenphotoelektronenspektroskopie, engl. <i>X-ray photoelectron spectroscopy</i> . 56
XRD	Röntgenfeinstrukturanalyse, engl. <i>X-ray diffraction</i> . 55, 63, 65, 138, 140

Einleitung

Visionäre Ideen für zukünftige Produkte sind meist nicht direkt mit den verfügbaren Mitteln, insbesondere den existierenden Werkstoffen, umsetzbar. Zukunftsweisende Gedanken sind daher oft Treiber für die Entwicklung neuartiger Materialien. Ein gutes Beispiel sind die Ideen zum Flugzeug der Zukunft. Die Fa. Airbus hat 2010 Konzeptpläne zur Entwicklung neuartiger Werkstoffe bis zum Jahr 2050 vorgestellt. Aus diesen neuen Materialien sollen:

1. Flugzeugwände, die per Knopfdruck durchsichtig werden (durch Einsatz futuristischer Spezialkeramiken),
2. leichte und intelligente Flugzeugrümpfe (aus hochfesten, funktionalisierten Verbundwerkstoffen), die mittels Sensoren Haarrisse detektieren und defektheilende Materialien (Hightech-Klebstoffe) freisetzen bis hin zu
3. wartungsfreien Flugzeugtriebwerken hergestellt werden (Sta10).

Die aufgeführten, bisher nicht verfügbaren Wunschmaterialien können neben der abschließlich strukturbildenden Aufgabe, zusätzliche, nützliche Funktionen übernehmen. Angeregt durch von außen zugeführte Energie oder hervorgerufen durch innere Wandlungseffekte können sie verschiedene Eigenschaften signifikant verändern. Diesen sogenannten intelligenten Werkstoffen (engl. *smart materials*) ist dadurch eine Anpassung an sich verändernde Umgebungsbedingungen möglich.

Der derzeit in Verbindung mit der Klimadebatte hervorgerufene Drang nach einem effizienten Umgang mit Energie- und Materialressourcen ist mit enormen Anstrengungen zur Entwicklung hochfester Werkstoffe, mit einem geringen spezifischen Gewicht, verbunden. So will bspw. der Luftfahrtkonzern Airbus den CO₂-Ausstoß seiner Flugzeuge pro Passagier und Kilometer bis zum Jahr 2020 um die Hälfte verringern. Der Einsatz von Kohlenstofffaser-Verbundwerkstoffen wird zur Reduzierung von Flugzeugmassen vorangetrieben (Hen09, S. 2). Aus hochfesten Werkstoffen hergestellte Bauteile finden zunehmend Eingang in Alltagsanwendungen (Kfz, Sportgeräte, Prothesen). Eine Reduzierung des mit der Werkstoffbereitstellung und Verarbeitung verbundenen, hohen wirtschaftlichen Aufwands kann durch die Maximierung der Bauteillebensdauer erreicht werden. Die Bauteilsicherheit muss dabei dauerhaft gewährleistet sein. Unternehmen agieren deshalb bei der Einführung neuer Werkstoffe mit äußerster Vorsicht. Nach Bauteilüberlastungen infolge von Unfällen oder sonstigen unvorhergesehenen Zwischenfällen muss entschieden werden, ob das Bauteil zur Weiternutzung geeignet ist oder nicht. Zur Untersuchung und Beurteilung des Bauteilzustands sowie zur kontinuierlichen Überwachung des Belastungszustands stehen verschiedene Technologien zur Verfügung. Allerdings ist erst eine geringe Zahl dieser Technologien zur Anwendung in sicherheitsrelevanten Bereichen zugelassen. Insbesondere die Verfahren zur kontinuierlichen Überwachung (engl. *structural health monitoring*) werden derzeit unter großem Aufwand weiterentwickelt und perfektioniert (KS08). Intelligenten Werkstoffen gehört dabei die Zukunft. Das Fehlen notwendiger

Überwachungsverfahren zeigt sich in der aktuellen Diskussion über die Auslieferung von Flugzeugen mit einem hohen Anteil an Bauteilen aus Kohlenstofffaser-verstärkten Kunststoffen oder über Schäden an Rotoren für Windkraftanlagen. Es werden trotzdem Debatten über den Sinn des Entwicklungsaufwands für Überwachungsverfahren geführt. Hochfeste Werkstoffe verringern auf der einen Seite die Notwendigkeit der Überwachung. Doch auch diese Werkstoffe werden immer Fehler enthalten und machen damit den Einsatz von Überwachungsverfahren notwendig (AAT09, S. 8).

Die kontinuierliche Überwachung von Flugzeugteilen aus Kohlenstofffaser-Verbundwerkstoffen ist erforderlich, weil das Fortschreiten von Rissen schwer vorhersehbar ist. Klassische Prüfverfahren lassen sich nur sehr eingeschränkt einsetzen (Hen09, S. 2). Die Überwachung dient daher eindeutig zur Steigerung der Bauteilsicherheit. Der präventive Tausch von Flugzeugkomponenten ist derzeit gängige Praxis. Wird bei einem geringen Anteil von Bauteilen nach einer bestimmten Lebensdauer ein Defekt festgestellt, werden präventiv alle Teile des gleichen Typs nach dieser Zeit ausgetauscht. Im überwiegenden Fall ist der Tausch unnötig. Dieses Vorgehen ist vergleichbar mit dem hypothetischen Ersatz der Nieren aller 55-Jährigen, nur weil bei 0,1 % aller untersuchten Fälle eine krankhafte Niere gefunden wurde (BB07, S. 577). Dem Aufwand des präventiven Austauschs von Teilen und den daraus folgenden Kosten kann mit einer kontinuierlichen Überwachung begegnet werden. Unter dem Aspekt der immensen Kosten und dem enormen Energiebedarf zur Herstellung von Kohlenstofffasern (bis zu mehreren Hundert Euro pro kg und bis zu 165 kWh/kg) ist es zudem notwendig die Lebensdauer der Bauteile zu maximieren, damit sich der hohe Energieeinsatz bei der Herstellung rentiert (PP11, S. 378).

Basierend auf dem abzuleitenden Anwendungspotenzial für die Sensorisierung von Bauteilen sind die wirtschaftlichen Prognosen für die Branche nach Abschluss derzeit entwickelter Überwachungstechniken und deren erfolgreicher Zulassung sehr vielversprechend. Sieben Trillionen drahtlose Sensoren sollen 2017 im Einsatz sein (Hen09, S. 3).

Folgende Aufgabenbereiche erfordern auf dem beschriebenen Weg weitere Zuarbeit:

- Entwicklung von Sensortechnologien und Verringerung von Sensorabmaßen,
- Entwicklung von Verfahren zur Kontaktierung von Sensoren,
- Entwicklung integrierter Schaltkreise und Miniaturisierung der Elektronik,
- Entwicklung einer immanenten Energieversorgung (engl. *energy harvesting*) (BFG06).

Dem ersten Aspekt, der Entwicklung von neuartigen Sensortechnologien sowie der Verringerung der Sensorabmaße, widmet sich diese Arbeit. Die Entwicklung von Dehnungssensoren steht dabei im Vordergrund. Im folgenden Kapitel wird zunächst in das Themengebiet der Strukturüberwachung eingeleitet und der Stand der Dehnungssensortechnik dargestellt. Aus dem Stand der Technik wird anschließend der Forschungsbedarf und daraus die Zielstellung dieser Arbeit abgeleitet. Alle weiteren Kapitel befassen sich mit der Entwicklung dreier unterschiedlicher Sensortypen und den dabei erzielten Ergebnissen. Die Diskussion der erzielten Ergebnisse sowie eine Zusammenfassung bilden den Abschluss.

1 Stand des Structural Health Monitoring von Verbundwerkstoffen

1.1 Structural Health Monitoring (SHM)

Technologien zur kontinuierlichen Überwachung von Bauteilen, die unter dem Begriff Structural Health Monitoring (SHM) zusammengefasst werden, sind bereits sehr weit verbreitet. Im Zusammenspiel von Werkstoffwissenschaft, Maschinen- und Anlagenbau, Elektro- und Informationstechnik sowie Informatik hat sich ein eigenes, interdisziplinäres, wissenschaftliches Fachgebiet etabliert. Mit einer Vielzahl möglicher Anwendungen vor Augen, wurden verschiedene Überwachungsverfahren entwickelt. Dieses Kapitel soll einen Überblick zum SHM geben, das SHM definieren, Anforderungen und Anwendungsgebiete aufzeigen sowie einzelne Technologien vorstellen.

1.1.1 Definition des Structural Health Monitoring

Nach BRUNNER ist das SHM definiert als die kontinuierliche und automatische Überwachung von Tragstrukturen, Anlagen und Bauwerken zur Erhaltung deren Tragfähigkeit, Integrität, Funktionsfähigkeit und Gebrauchstauglichkeit (BFF09, S. 14). Nach FARRAR werden Verfahren zur Implementierung einer Schadenserfassungsstrategie in Luftfahrt-, Bauwerks- und Maschinenbauinfrastruktur als SHM bezeichnet. Das SHM beinhaltet dabei:

- Überwachung von Strukturen mittels periodischer Messungen,
- die Ermittlung schadensbefördernder Merkmale aus den Messdaten sowie
- die statistische Auswertung dieser Merkmale zur Bestimmung des aktuellen Systemzustands (FW07).

Eine weitere Definition von WORDEN bezieht sich bereits auf eine konkrete Art der Überwachung. Das SHM ist demnach relevant für Bauteilstrukturen wie Flugzeuge und Gebäude. Die Überwachung dieser Strukturen erfolgt on-line und deren Verhalten wird mit Hilfe eines Sensornetzwerks erfasst (WDB04, S. 86).

Aus diesen Ansätzen lässt sich eine allgemeine Definition ableiten. Das SHM dient der kontinuierlichen Überwachung des Zustandes von Materialbestandteilen, Teilen oder Baugruppen einer komplexen Struktur. Während des sachgemäßen Gebrauchs von Gütern treten, infolge von Alterungserscheinungen, Nutzungsbedingungen, durch wechselnde Umwelt- und Umgebungsbedingungen oder infolge anderer Zufallsereignisse,

Änderungen bzw. Schwankungen des Systemzustands auf. Diese sollen mittels SHM-Verfahren aufgenommen werden. Das SHM ermöglicht die Urteilsfindung, ob sich der Strukturzustand innerhalb vorgesehener Grenzen befindet. Die Grenzen wurden bei der Auslegung bzw. der Konstruktion der Struktur definiert. Technische Komponenten gewährleisten die Bereitstellung der erforderlichen Informationen. Mit Hilfe einer Datenspeicherung und einer zeitlich-abhängigen Aufzeichnung des Zustands ist es zudem möglich Prognosen zur Lebensdauer der Struktur zu erstellen. Das SHM bedient sich dauerhaft integrierter Sensoren sowie einem ständig installierten Signalübertragungs- und Signalverarbeitungssystem.

Der allgemeine Signalweg innerhalb eines SHM-Systems verläuft dabei nach folgendem Muster:

1. Auftreten eines Vorfalls bzw. einer Zustandsänderung,
2. physikalisches Phänomen, das im Zusammenhang mit der Zustandsänderung abläuft, tritt auf,
3. physikalischer Wandlungseffekt - nutzbar gemacht in einem Sensor - transformiert Energie bzw. Information der physikalischen Zustandsänderung in ein quantifizierbares Signal (häufig elektrisch),
4. Signalübertragung,
5. Signalerfassung und Signalverarbeitung.

Das SHM kann in unterschiedlichen Phasen des Struktur- bzw. Bauteillebens zum Tragen kommen. Folgende Aufgaben sind dabei zu erfüllen:

- Prozess- und Fertigungsüberwachung,
- Transport- und Handhabungsüberwachung,
- Anwendungs- und Einsatzüberwachung sowie
- Reparaturüberwachung.

Durch die unterschiedlichen Anwendungen und Anforderungen an den Einsatz von Strukturen ergibt sich die Notwendigkeit zur Überwachung verschiedener Zustandsgrößen (vgl. Abb. 1.1). Diese lassen sich wie folgt einteilen:

Abmessungsüberwachung: Die Überwachung von geometrischen Abmessungen ist bspw. bei Werkzeugen zur Einhaltung von Fertigungstoleranzen von Interesse. Der Ist-Zustand wird mit einem Soll-Zustand verglichen.

Material- bzw. Strukturzustandsüberwachung: Die Erfassung unterschiedlicher Materialzustände sowie strukturbedingter Eigenschaften ermöglicht Rückschlüsse auf dessen Beschaffenheit. Es ist bspw. möglich die Steifigkeit, die Eigenfrequenz, die Korrosion und die Zusammensetzung zu überwachen. Werden die notwendigen Vorgaben nicht mehr erfüllt, können Maßnahmen zur Instandhaltung oder zum Austausch ergriffen werden.

Belastungszustandsüberwachung: Verschiedene Kenngrößen erlauben eine Aussage über die Art und Höhe von auf Strukturen wirkenden Belastungen. Um Belastungen zu

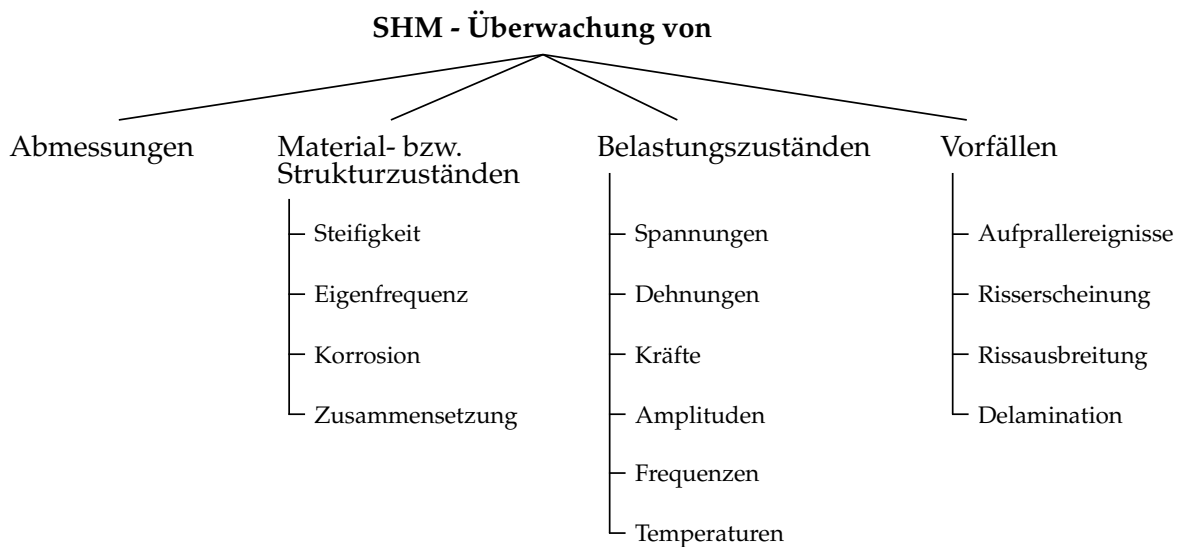


Abbildung 1.1: Überwachungsgrößen und Aufgaben des SHM

erfassen werden z. B. Spannungen, Dehnungen, Frequenzen, Kräfte, Amplituden und Temperaturen aufgezeichnet. Bei Überschreitung der bei der Auslegung definierten Belastungsgrenzen erlaubt diese Form der Überwachung einen korrigierenden Eingriff (Bauteilersatz, Belastungsanpassung, Reparatur).

Vorfallsüberwachung: Äußere Wirkungen können schlagartige innere Strukturveränderungen hervorrufen. Die Aufzeichnung von Aufprallereignissen, Risserscheinung, Rissausbreitung und Delamination ist wichtig zur Lokalisation von Fehlstellen und zur Gewinnung von objektiven Messwerten, für die Abwägung einer möglichen Grenzwertüberschreitung.

1.1.2 Motivation zum Einsatz des Structural Health Monitoring

Eine Vielzahl von Gründen zum Einsatz von SHM-Techniken lässt sich auf Basis einer Literaturstudie zusammenfassen.

- Das SHM ermöglicht den optimalen Einsatz von Strukturen. Dies schließt die optimale Lebensdauerausnutzung sowie den optimalen Material- und Energieeinsatz ein. Eine Verringerung der Kosten ist eine erhoffte Folge (FW07, FAH⁺08, WDB04).
- Der Einsatz von SHM-Techniken sorgt für die Minimierung der Ausfallzeiten.
- Durch SHM kann die Vermeidung katastrophaler Fehlerereignisse erreicht werden (FW07).
- Das SHM erlaubt die Optimierung der Instandhaltungsmaßnahmen. Regelmäßige Routinen können dabei durch eine bedarfsgesteuerte Instandhaltung ersetzt werden (FAH⁺08, WDB04). Es ist möglich den Aufwand von Demontearbeiten zur Überprüfung versteckter Bauteile zu reduzieren. Insgesamt ergibt sich für die Instandhaltung eine Verringerung des zeitlichen Arbeitsaufwands. Zudem kann

durch den Ausschluss subjektiver Fehleinschätzungen, nach Einführung objektiver Überwachungstechniken, die Bauteilsicherheit trotz reduzierter Instandhaltungsanstrengungen erhöht werden (BFF09).

- Das SHM sorgt zudem für eine Objektivierung der Zustandsgrößen und ermöglicht dadurch eine fundierte Entscheidungsfindung. Dies geht einher mit der Übertragung der Verantwortung vom Prüfer zum Konstrukteur bzw. zu den für das SHM-System Verantwortlichen.
- Diese Objektivierung ermöglicht eine sachliche Wertfeststellung bei gebrauchten Maschinen, Anlagen und Produkten (FAH⁺08, S. 1429).
- Durch den Wegfall von Sicherheitsvorgaben kann eine Optimierung der Gestaltung und Konstruktion bei verringertem Material- und Energieeinsatz erzielt werden (FAH⁺08, WDB04).
- Der sichere Weiterbetrieb überalterter Infrastruktur und alter Anlagen, die die ursprünglich vorgesehene Lebensdauer aufgrund ökonomischer Erwägungen bereits überschritten haben, kann unter Anwendung von SHM gewährleistet werden (FW07, S. 305).
- Die Realisierung von schadenstoleranten und dauerhaft zuverlässigen Strukturen ist durch den Einsatz von SHM möglich (WDB04).

1.1.3 Anforderungen an das Structural Health Monitoring

Eine Anforderung wird als „Erfordernis oder Erwartung, das oder die festgelegt, üblicherweise vorausgesetzt oder verpflichtend ist“ (Deu05, S. 19) definiert. Für das SHM besteht die Hauptanforderung darin, vor Fehlereintritt bzw. vor dem Versagen einer Struktur, kritische Zustände oder Schäden anzuzeigen. Die strukturelle Unversehrtheit eines Bauteils wird dabei mit Mitteln des SHM erfassbar gemacht. Anhand des Vergleichs objektiver Messdaten mit konstruktiven Vorgaben (Anforderungen), erfolgt die Einordnung des aktuellen Zustands der Struktur und damit eine Bewertung der Bauteilsicherheit. Auf diese Weise wird sichergestellt, dass das Bauteil den gegebenen Anforderungen genügt.

Anhand der offensichtlich vielfältigen Möglichkeiten, einen Schweregrad für die Kritikalität von Bauteilzuständen festlegen zu können, ergibt sich innerhalb der Terminologie eine hierarchische Struktur. Aufgrund der im allgemeinen Sprachgebrauch oft üblichen synonymen Verwendung der Begriffe Fehler, Defekt, Störung, Mangel und Schaden, ist zunächst eine genaue Definition für deren Anwendung im Kontext des SHM erforderlich.

Grundsätzlich lassen sich drei Ebenen zur Unterscheidung von Struktur- bzw. Materialzuständen einführen:

- 1. Ebene – Unstetigkeit, Irregularität, Defekt:** In der untersten Ebene sind alle Zustände einzuordnen, die unvermeidlich in jedem System zu finden sind. Alle Bauteile enthalten kleine, zumeist statistisch verteilte, die Funktion nicht beeinflussende Defekte. Abzuleiten aus der lateinischen Herkunft des Wortes Defekt (defectus: geschwächt (Wik11)) sind Schwächungen daher selbstverständlich. Lunker, Poren, Mikrorisse und andere Formen solcher Mikrodefekte sind unvermeidbarer Bestandteil von Bauteilen.

Solange ihr Auftreten und ihre Anzahl die mechanischen Eigenschaften einer Struktur nicht unter die konstruktiven Anforderungen absenkt, befindet sich das Bauteil in dem gewünschten, optimalen Zustand (WDB04, S. 95).

2. Ebene – Störung, Beschädigung, Schaden: Ein Bauteil wird in die zweite Ebene eingeordnet, wenn es bereits eine Beschädigung erhalten hat. Die zur Funktionsweise erforderlichen, gesetzten Anforderungen werden durch diese Beschädigung nicht verletzt (WDB04, S. 95). Ein Schaden bezeichnet die Änderung eines Materials oder von geometrischen Eigenschaften von Systemen, die dessen Leistungsfähigkeit nachteilig beeinflussen. Dies schließt die Änderung von Randbedingungen oder Grenzflächen zur Umgebung (Verbindung zur Umwelt) ein (FW07, S. 303). Schaden ist dabei nicht gleichbedeutend mit dem totalen Verlust der Gebrauchsfähigkeit eines Systems (FW07). Ein geschädigtes Bauteil funktioniert suboptimal, ist aber schadenstolerant (WDB04, S. 95). Die Widerstandsfähigkeit erlaubt eine weitere Nutzung abweichend von der optimalen Art und Weise (FW07).

3. Ebene – Fehler, Mangel: Eine befriedigende und den Anforderungen gerecht werdende Operation eines Bauteils ist bei Einordnung in die dritte Ebene nicht mehr gegeben. Die Änderung des Systems ist so stark, dass die Bauteilqualität dabei in einer unakzeptablen Weise vermindert wurde. Es sind zwingend Instandhaltungsmaßnahmen oder der Austausch des Bauteils erforderlich (WDB04, S. 95). In der Norm wird ein Fehler als „Nichterfüllung einer Anforderung (3.1.2)“ (Deu05, S. 27) bezeichnet. Die Definition des Mangels unterscheidet sich hierin von der des Fehlers durch den „Bezug auf einen beabsichtigten oder festgelegten Gebrauch“ (Deu05, S. 27). Aufgrund rechtlicher Konsequenzen wird in der Norm zu einem vorsichtigen Gebrauch des Begriffs „Mangel“ geraten (Deu05, S. 27). Das Eintreten eines Fehlers kann durch die stückweise bzw. schrittweise Aufsummierung von kleinen Zustandsänderungen über einen größeren Zeitraum, bspw. in Folge von Korrosion oder Materialermüdung, erfolgen. Ebenso ist der Schadenseintritt über einen kurzen Zeitraum durch regelmäßig auftretende, definierte Ereignisse (bspw. Betätigung einer Bremse) oder durch Addition von unvorhergesehenen Vorfällen (Auffahrunfall oder Erdbeben) möglich (FW07). Die wesentlichen Ursachen für den Ausfall von Systemen können Fehlbedienung, Überlastung, Verkettung ungünstiger, äußerer Zustände, Material- oder konstruktive Fehler sowie alterungsbedingte bzw. durch Korrosion hervorgerufene Änderung versagenswirksamer Materialeigenschaften sein (FAH⁺08, S. 1428).

Eine wesentliche Herausforderung des SHM, die bei der Entwicklung neuartiger Sensoren als Anforderung Beachtung findet, ist die Tatsache, dass Schäden zumeist lokal begrenzt Phänomene sind (FW07, S. 312). Aus diesem Grund muss eine optimale Verteilung einer notwendigen Anzahl an Sensoren, unter Einhaltung von Grenzen für die Bauteilmasse und den Energieverbrauch, erreicht werden (WDB04). Zur Gewährleistung einer unveränderten Bauteilmasse bei Sensorapplikation, ist die Minimierung der Sensorabmaße eine bedeutende Anforderung (AAT09, S. 8). Um bei Ausfall von Sensoren die Fehlererkennung aufrecht erhalten zu können, müssen Redundanzen beim SHM vorgesehen werden. Selbst-überwachende Sensoren oder Sensornetzwerke können zur Kontrolle der Funktionsweise der Sensoren eingesetzt werden. Eine weitere Anforderung an das SHM ist die Ermöglichung von Reparaturen und des Austausches des Systems bzw. von Komponenten. Die Überwachung durch das SHM sollte zudem so ununterbrochen wie möglich erfolgen,

um die Erfassung aller Vorfälle abzusichern (WDB04, S. 96). Bei der Entwicklung von Sensorsystemen ist daher auf die Minimierung der Abtastrate des Sensors zu achten. Infolge der weiteren Signalverarbeitung kommt es sonst zu einer erhöhten Reaktionszeit angeschlossener Aktor- oder Kontrollsysteme (AAT09, S. 8).

1.1.4 Anwendungsgebiete des Structural Health Monitoring

Das SHM hat in verschiedenen Anwendungsgebieten bereits einen festen Platz eingenommen. Große, komplexe und kostenintensive Bauwerke und Strukturen sollen eine lange Lebensdauer aufweisen. Deren intensive Nutzung bedingt das Eintreten unvorhergesehener, möglicherweise schadensauslösender Ereignisse. Um eine zuverlässige Nutzung dieser aufwendigen Investitionen sicherzustellen, sind in den Bereichen Luft- und Raumfahrt, Infrastruktur sowie bei maritimen Anwendungen verschiedene SHM-Techniken etabliert (Bol02, S. 1). Weitere Anwendungsgebiete erschließen sich aktuell in der Prothetik sowie in der Fahrzeugtechnik.

Im Bereich Infrastruktur wird die Einführung des SHM durch gesetzliche Vorgaben, die einen periodischen Nachweis für die strukturelle Intaktheit von Brücken vom Erbauer einfordern, vorangetrieben. Sowohl Forschungen als auch kommerzielle Entwicklungen von SHM-Systemen werden aus diesem Grund forciert (FW07, S. 308). Durch die Einführung des SHM eröffnen sich Kostensenkungspotenziale bei der Eisenbahn. Derzeit bestehende Vorschriften bedingen den regelmäßigen Ersatz von Baugruppen der Eisenbahn in festgelegten, starren Austauschintervallen. Der tatsächliche Zustand dieser Baugruppen spielt bei der Definition des Intervalls keine Rolle (FAH⁺08). SHM-Systeme bieten die Möglichkeit einer objektivierten Festlegung dieses Intervalls. Zur Überwachung der Infrastruktur kommt das SHM auch als instantane Lageerfassung bei extremen Ereignissen wie Erdbeben oder unvorhergesehenen, explosiven Belastungen zum Einsatz. Dies dient der Bereitstellung von belastbaren Zustandsdaten sowie von Aussagen über die Systemintegrität in Echtzeit (FW07, S. 304).

Die Entwicklung von Überwachungssystemen für die Luft- und Raumfahrt war und ist vom Problem der Erreichbarkeit bestimmter Strukturen getrieben. Schäden an außen liegenden Tragwerkstrukturen, bspw. bei Raumstationen infolge des Einschlags von Weltraumschrott, lassen sich schwer oder nur unter hohem Aufwand begutachten. Die Beurteilung des Zustandes dieser Elemente kann aber entscheidend für die weitere, sichere Nutzung sein. Am Space Shuttle der NASA dienten SHM-Methoden zur Kontrolle des Ermüdungszustands von Komponenten, die unterhalb des Hitzeschutzschilds einer wechselnden Temperaturbelastung ausgesetzt waren, aber gleichzeitig nicht durch konventionelle, nichtzerstörende Prüfverfahren erreicht und untersucht werden konnten (FW07). Der Drang nach effizienteren Flugzeugen, mit einem deutlich verringerten CO₂-Ausstoß, beschleunigt aktuell die Einführung von Faserverbundwerkstoffen im Bereich aeronautischer Anwendungen (Hen09, S. 2). Die geringere Schadenstoleranz dieses Werkstoffs macht gleichzeitig die Einführung von SHM-Systemen notwendig. Die Struktur der Boeing 787 Dreamliner besteht zu 50 % aus Verbundwerkstoffen. Um schwerwiegende Ausfälle dieser Strukturen zu vermeiden, ist es als erstes Flugzeug mit eingebetteten Sensoren zur Detektion von Einschlägen ausgestattet (BFG06, S. 19). Die Einführung

von Endlosfaser-verstärkten Werkstoffen, zum Bau eines leichten Treibstofftanks für eine wiederverwendbare Trägerrakete, war ebenfalls Motivation zur Entwicklung eines zuverlässigen Überwachungssystems zur Identifikation von Delamination innerhalb des wenig schadenstoleranten Materials. Hierfür kamen faseroptische Methoden zum Einsatz (FW07, S. 308). SHM-Systeme werden zukünftig in Flugzeugen zur Überwachung von Vogeleinschlag an Frontpartien, von statischen sowie von Eigenspannungen des Rumpfs aufgrund des Kabinendrucks, zur Überwachung des Risswachstums sowie von Eigenspannungen an Flügel- und Rumpfsktionen, von Belastungen durch Start- und Landemanöver sowie durch Bodenbewegungen und zur Überwachung der Flügelanbindung am Rumpf eingesetzt (YLSM05, S. 1438). Der Ausschluss von spontanem Mehrfachversagen ist ein zentrales Anliegen dieser Überwachung. Das stark beschleunigte Risswachstum, bei gleichzeitigem Vorliegen mehrerer Schadstellen, bedingt hierbei eine deutlich kürzere Lebensdauer im Vergleich zu einem einzelnen Riss und kann ein unerwartetes Bauteilversagen hervorrufen (z. B. Ablösung der Kabinendecke bei Flug 243, Boeing 737-200 – (Nat89)). Um solche Vorfälle zu vermeiden, werden Überwachungsverfahren eingesetzt (Bol02, S. 16).

Die Nutzung von SHM-Systemen wurde ebenso auf die Überwachung von Fertigungsprozessen ausgeweitet. Mit Hilfe eines faseroptischen Systems wurden sowohl die Infiltration von Harz als auch die anschließende Aushärtung des Matrixmaterials erfolgreich überwacht (LCD⁺06, S. 934). Die spätere Belastungsüberwachung kann von den eingebetteten Sensoren übernommen werden. In der Prothetik werden SHM-Systeme benötigt, um die Funktionsweise der Prothesen zu überwachen und um eine sensitive Regelung der integrierten Aktorik zu ermöglichen. Bein-, Knie-, Arm- und Handprothesen sind inzwischen mit aktiven Antriebskomponenten ausgestattet. Eine optimale Ansteuerung zur Anpassung des Gehverhaltens oder zur Ermöglichung von sensiblen Greifvorgängen ist nur durch die Überwachung anliegender Lasten erreichbar. Dehnungsmessstreifen (DMS)-basierte Methoden kommen hier derzeit zum Einsatz. Um eine dauerhafte Überwachung sicherzustellen, besteht für moderne Prothesen aus Verbundwerkstoffen daher eine Nachfrage nach eingebetteten Moment- bzw. Kraftsensoren (Wil10, S. 37).

1.2 Structural Health Monitoring-System

Eine vielfach genutzte Analogie ist der Vergleich zwischen den Nervensystemen von Lebewesen mit dem technischen System des SHM. Eine schier unendliche Zahl an Rezeptoren erfasst Lebensfunktionen und Umweltbedingungen von Lebewesen, wandelt durch Wechselwirkungseffekte die Zustandsinformation in ein übertragbares oder weiterleitbares Informationspaket (elektrisch, physikalisch oder chemisch), verarbeitet die übermittelte Information dezentral oder zentral und löst im Bedarfsfall eine Reizreaktion aus. Übertragen auf das SHM-System stellen die Sensoren in Bauteilen bzw. technischen Systemen die Rezeptoren dar. Diese erfassen Zustands- und Umweltdaten und wandeln diese in elektrisch übertragbare Impulse um. Prozessoren oder gar ein Zentralprozessor, verarbeiten diese Signale und lösen eine Reaktion aus (BS03, S. 16). Die Miniaturisierung von digitalen Prozessoren und drahtloser Datenübertragungstechnik erlaubt bereits die Einbettung kleiner Sensoren und Signal-verarbeitender Systeme in Bauteile. Aufwändige Verdrahtungen werden überflüssig (FAH⁺08, S. 1429). Das SHM-System ist somit wie das Nervensystem eines Lebewesens aus verschiedenen Komponenten aufgebaut.

Der Signalverlauf innerhalb eines solchen Systems folgt einem festgelegten Schema. Nach dem Wasserfall-Modell erfolgt der Reihenfolge nach 1. die Sensorabtastung, 2. eine Signalverarbeitung, 3. die Extraktion markanter Signalbestandteile, 4. die Musterverarbeitung, 5. die Einschätzung der Situation und 5. die Entscheidungsfindung (WDB04, S. 93). Diesem Pfad folgend erhöht sich der Wert des Signals und es nimmt der Informationsgehalt zu. Aus anfänglich eingelesenen Daten werden nützliche Informationen und verwertbares Wissen (Bal06). Zur Integration in Strukturen existiert eine Vielzahl geeigneter Sensoren. Dazu ergibt die Menge möglicher Verfahren zur Herstellung der Strukturen sowie zur Integration der SHM-Komponenten eine enorm große Zahl möglicher Kombinationen. Um zukünftig die Sensorierung von Strukturen effizient zu gestalten und den Aufwand von Energie- und Signalübertragung zu optimieren, ist ein modulares Design der SHM-Systeme erforderlich. Sensoren und Auswertungseinheiten müssen dabei noch festzulegenden Kriterien folgen (Bol02). Die Modularisierung verlangt zudem einen Standardisierungsprozess.

1.2.1 Sensorik

Unterschiedliche Messgrößen können durch Sensoren erfasst werden und an das SHM-System Signale liefern. Dehnung, Temperatur, Korrosion und Schäden (bspw. Delamination) sind wesentliche Bauteil- bzw. Systemparameter, die überwacht werden.

Bei Sensoren wird einerseits zwischen aktiven und passiven sowie andererseits zwischen intrinsischen und extrinsischen Sensoren unterschieden. Bei der aktiven Überwachung wird eine zusätzliche Aktivierung in die zu überwachende Struktur eingeleitet. Die Interaktion dieses eingetragenen Energieimpulses mit der Struktur, wird dann vom Sensor erfasst. Bei passiven Sensoren dient der Energieeintrag aus der Wechselwirkung zwischen Umwelt und überwachter Struktur direkt zur Generierung der Sensorausgabe (Bal06, S. 27). Die Funktion von Sensoren basiert dabei immer auf physikalischen Wandlungseffekten. In einem Sensor wird durch diesen Wandlungseffekt eine Energieform in eine andere überführt. Letztere ist bei Sensoren als Signal, häufig in Form eines elektrischen Impulses, weiterverbreitbar. Sensoren können so mit der Umwelt interagieren (Bal06, S. 27). Die Wandlung basiert generell auf speziellen Eigenschaften von Werkstoffen bzw. Materialien, die in dem Sensor eingesetzt werden. Materialien die Wandlungseffekte aufweisen, werden als intelligente Materialien (engl. *smart materials*) bezeichnet. Diese können entweder ihre Geometrie, ihren Schwingungszustand oder ihre mechanische Lastübertragungsfähigkeit kontrollieren (Bal06, S. 18–19). Bedeutende Vertreter sind piezoelektrische Materialien, Mikrofaserverbunde, bestimmte Kunststoffe, Formgedächtnislegierungen, elektro- und magnetostruktive Materialien, elektro- und magnetorheologische Flüssigkeiten und optisch nutzbare Fasern (AAT09, S. 1). Eine Einteilung in aktive und passive intelligente Materialien, in Abhängigkeit von ihrer Struktur, nach den zu wandelnden Größen sowie nach den möglichen Interaktionsmechanismen bei Oberflächeneinsatz oder im eingebetteten Zustand ist gebräuchlich (AAT09, S. 1). Aktive intelligente Materialien verfügen dabei über die Fähigkeit, ihre Geometrie bzw. ihre Materialeigenschaften beim Anlegen elektrischer, thermischer oder magnetischer Felder zu verändern. Die genannten Energieformen können dabei zumeist in mechanische Energie umgewandelt werden. Der inverse Fall ist ebenfalls möglich (AAT09, S. 2). Piezoelektrische Materialien, Formgedächtnislegierungen, elektrorheologische Fluide und magnetostruktive Materialien zeigen sehr ausgeprägte aktive

Wandlungseigenschaften. Sie eignen sich folglich sehr gut als Kraftaufnehmer oder Aktuatoren (AAT09, S. 2). Passiven intelligenten Materialien fehlt das Vermögen zur Wandlung von Energie. Sie verändern in Wechselwirkung mit der Umwelt ein Signal. Damit sind diese Materialien lediglich als Sensoren nutzbar. Faseroptische Materialien können dieser Gruppe intelligenter Materialien zugeordnet werden (AAT09, S. 2).

Die zwei wichtigsten Überwachungsgrößen für Leichtbaustrukturen sind strukturelle Belastungen und Schadensstatus - derzeit überwachbar, einerseits durch Dehnungssensoren sowie durch schallbasierte Aufzeichnungssysteme (Bol02, S. 17). Der Schaden wird dabei als eine auffindbare Verringerung des strukturellen Querschnitts bezeichnet. Verschleiß, Ermüdung oder Korrosion können zu Schäden führen, die in Form von Rissen, einer reduzierten Bauteildicke oder Abplatzungen sichtbar werden (Bol02, S. 19). Die schadensinduzierte Querschnittsreduktion ist überwachbar durch Messungen der Dehnung - bspw. durch DMS oder faseroptische Sensoren an Schadstellen. Die Schwingungsanalyse ist nur bei Schäden wirksam, die senkrecht zur durch Schwingung eingebrachten Spannung verlaufen. Die Erfassung akustischer Emissionen, ausgehend von der Schadstelle, ist bspw. in Form von Spannungswellen möglich. Alle drei Verfahren setzen eine ununterbrochene Überwachung, zur Sicherstellung der Schadenserfassung, voraus. Alternativ ist es möglich, eine zusätzliche Schallquelle in Form eines Aktors, als Impulsgeber zur Anregung von Schallwellen, einzusetzen. Schadstellen reflektieren diese und erzeugen auffindbare Muster. Diese Schadenserkennumsmethode kann zu beliebigen Zeitpunkten eingeschaltet werden. Allgemein kommen zur Schallerfassung hauptsächlich faseroptische oder piezoelektrische Sensoren zum Einsatz, die permanent appliziert oder in die Struktur integriert werden (Bol02, BFF09).

Die Erfassung der Dehnung von Bauteilen aus faserverstärkten Kunststoffen ist aktueller Forschungsgegenstand. Dehnungen sind bei bekanntem Querschnitt ein direktes Maß für die wirkende Belastung. Durch die Aufzeichnung der Belastungsgeschichte kann der Bauteilzustand beurteilt und die Bauteillebensdauer abgeschätzt werden. Faserbasierte Sensoren, sind als sehr bedeutsam für die Erfassung von Dehnungen in faserverstärkten, polymeren Verbundwerkstoffen anzusehen. Diese sind der Forschungsgegenstand dieser Arbeit. Eine Übersicht möglicher Verfahren zur Erfassung von Dehnungen in Strukturbauteilen gibt der Abschnitt 1.3.

1.2.2 Signal- und Datenübertragung

Die Übertragung der Sensorsignale zur weiteren Signalverarbeitung ist eine entscheidende Fragestellung für das SHM und für den Einsatz in Strukturen. Die meisten Sensoren geben ein analoges Signal aus. Dieses muss in ein digitales Signal umgesetzt werden, damit eine Weiterverarbeitung in diskreten Prozessoren möglich ist. Die Übertragung kann somit in Form des analogen Signals oder als digitales Signal, von einem Analog-Digital-Wandler (A/D-Wandler) aus, erfolgen. Für analoge Signale sind Übertragungslängen von bis zu 300 m möglich. Mit wachsender Kabellänge wird das Analogsignal dabei zunehmend verrauscht und verliert an Qualität (SFH⁺04, S. 84). Bei dieser Art der Übertragung verursacht der Installationsaufwand für Kabel 25 % der Kosten eines SHM-Systems (SKMR98). Die große Anzahl an Verbindungsleitungen zwischen den Sensoren und der Signalverarbeitungseinheit bei analoger, kabelgebundener Übertragung erfordert sehr komplexe

Hardware-Systeme. Daraus wird ersichtlich, dass der Preis der benötigten Ausrüstung den Einsatz von SHM durch ökonomische Randbedingungen ausbremsen kann (SFH⁺04, S. 87). Eine mögliche Lösung ist die Nutzung der digitalen Übertragung - bspw. über ein lokales Netzwerk (engl. *Local Area Network - LAN*). Das Ethernet LAN ersetzt dann dicke Bündel analoger Übertragungsleitungen und bietet eine sehr gute Beständigkeit gegenüber elektromagnetischen Interferenzen. Allerdings erfordert die Datenübertragung via Ethernet LAN eine zusätzliche Terminal-Einheit zwischen Netzwerk und Sensor inkl. CPU, A/D-Wandler, Speicher und Netzwerkkarte, um eine analoges Signal in ein digitales Signal zu wandeln und dem Protokoll entsprechend zu übertragen (Tod00).

Für die Integration von Leiterstrukturen in Bauteile existieren inzwischen flexible Lösungen, die in der Großserie zukünftig den Installationsaufwand deutlich minimieren können. An die Leiter in Strukturen, werden verschiedene Anforderungen gestellt. Sie sollen dauerhaft flexibel sein, eine große elektrische Zuverlässigkeit aufweisen, wiederholt elektrisch kontaktierbar sein, sich in Strukturen einflechten lassen und sich durch eine geringe elektrische Verlustleistung auszeichnen. Gedruckte Strukturen sind sehr elastisch und brechen nicht. Sie können diese Anforderungen erfüllen. Keramische Materialien wie Titanate und Mischungen daraus (bspw. Strontiumtitanat, Bariumtitanat) werden zum Drucken verwendet (Vol09, S. 1). Ganze, flexible Platinen können gedruckt werden. Ein Beispiel dafür ist Flex (Flexible Printed Circuits). Diese Leitervariante ist dünn, leicht, kompakt und hat eine nachgewiesene hohe Flexibilität mit hoher Lastwechselzahl (bis 6. Potenz) (Ste96).

Die kabellose Übertragung bietet eine Alternative zum Aufwand des Kabelverlegens. Aufgrund der damit einhergehenden Einbettung von Mikroprozessoren bzw. Controllern, wird der Signalverarbeitungsprozess ins Bauteil bzw. zu den Sensoren verlagert und der Rechenaufwand auf diese Weise bereits verteilt (SFH⁺04, S. 85). Die Nutzung von Radiofrequenz (RF)- oder Mobilfunkübertragungstechnik gehört für die drahtlose Übertragung von Sensorsignalen bereits zum Stand der Technik und wird für die Schadenüberwachung an Strukturen eingesetzt. Jeder Sensorknoten besteht dabei aus einem Mikrocontroller, einem drahtlos-arbeitenden Transmitter, einer Schaltung zur Datenerfassung, Aktoren und Sensoren. Jeder Knoten kann unabhängig Messdaten erfassen, lokal verarbeiten oder diese an eine zentrale Verarbeitungseinheit übermitteln (Mit00, SKMR98). Bei einem Beispielsystem wurde ein RF-Modul in Verbindung mit eingebetteten Rissensoren zur Überwachung des lokalen Rissfortschritts an Nieten benutzt (IZHS⁺00). Speziell bei Luftfahrtanwendungen, insbesondere zur Überwachung schwer erreichbarer, komplexer Bauteilzonen, ist die drahtlose Übertragung der Draht-gebundenen überlegen. So lassen sich große Mengen an Kabeln vermeiden und das Gesamtgewicht des SHM-Systems minimieren (Bol02, S. 33). Potenzial zur Miniaturisierung und Kostenreduktion besteht zukünftig durch die Entwicklung von MEMS-Sensoren (engl. *Micro-Electro-Mechanical Systems*) (SFH⁺04, S. 85).

1.3 Stand der Dehnungssensortechnik

Der Schwerpunkt dieser Arbeit liegt in der Entwicklung von Dehnungssensoren für hochfeste, polymere Faserverbundwerkstoffe. Zur Beschreibung der Notwendigkeit bzw. der Motivation für eine Weiterentwicklung ist zunächst die Darstellung des Standes der Technik, als Ausgangspunkt, erforderlich. In diesem Abschnitt werden die existierenden Technologien zur Messung von Dehnungen, die auch bei Faserverbundwerkstoffen Anwendung

finden, ausführlich beschrieben. Zu dieser Beschreibung zählen jeweils die Darstellung der zugrundeliegenden physikalischen Wandlungsprinzipien, die Erklärung der Herstellungsverfahren sowie die Darlegung der wesentlichen Eigenschaften.

Die bedeutendsten physikalischen Wandlungseffekte zur Messung von Dehnungen sind der **piezoresistive Effekt** (Änderung des elektrischen Widerstands) durch Änderungen innerhalb des Gitters im Material (DMS, bspw. aus Konstantan, Graphit) oder infolge einer Gittertransformation (Formgedächtnislegierungen (FGL)), der **magnetostriktive Effekt** (Änderung der magnetischen Permeabilität) und die Verschiebung der **Bragg-Wellenlänge** in speziellen optischen Fasern. Auch der **piezoelektrische Effekt** ist durch das gleichzeitige Auftreten einer Änderung der Kapazität für die Dehnungsmessung nutzbar. In Tabelle 1.1 werden die derzeit am häufigsten zur Einbettung in Faserverbunde verwendeten Dehnungssensoren verglichen.

Dehnungsmessstreifen (DMS) sind inzwischen als eine konventionelle Lösung mit Jahrzehnte langer Anwendungspraxis anzusehen. Sie sind kostengünstig und mit wenig Aufwand zu verwenden. Nachteilig ist, dass sie nur eine lokale Dehnungsmessung mit sehr grober Ortsauflösung der Dehnung erlauben (BFF09, S. 6), nur ein niederfrequentes Signal ausgeben und nur auf der Oberfläche sinnvoll appliziert werden können (SYL06, S. 757). Die elektrische Signalbindung der DMS birgt weitere geläufige Nachteile (elektrische Kontaktierung erforderlich, elektromagnetische Störanfälligkeit). **Formgedächtnislegierungen (FGL)** können als aktive Sensoren zur Überwachung der Dehnung eingesetzt werden. Es lassen sich große Kräfte und große Dehnungen erfassen. Das Signal ist, wie bei den DMS, ausschließlich niederfrequent. FGL-Sensoren können sowohl auf der Oberfläche appliziert als auch ins Bauteilinnere integriert werden (SYL06, S. 757). Allen auf der Änderung des elektrischen Widerstands beruhenden Sensorprinzipien ist der geringe messtechnische Aufwand zur Erfassung des Sensorsignals gemein. **Faseroptische Sensoren** sind vollkommen unempfindlich gegenüber elektromagnetischen Einflüssen und erzeugen bei entsprechenden Anwendungen keine zusätzlichen Blitzschutzprobleme. Sie weisen ein gutes Ortsauflösungsvermögen bei hoher Signalpräzision auf, erlauben eine multiple Dehnungsmessung an unterschiedlichen Stellen von Strukturen und können in diese eingebettet werden. Nachteilig ist, dass sie einen hohen Preis haben (BFF09, S. 6). **Piezoelektrische Sensoren** ermöglichen im Unterschied zu den voran genannten Sensoren die Aufzeichnung hochfrequenter Schwingungen, somit von Vibrationen. Für die Erfassung von Dehnungen sind diese aufgrund einer schlechten Dehnungsauflösung nur bedingt geeignet. Sie können aufgebracht oder ins Bauteil integriert werden und haben einen geringen Preis. Zur Messwertfassung ist eine elektrische Kontaktierung notwendig (SYL06, S. 757). Nanomaterialien werden für die Weiterentwicklung von Dehnungssensoren genutzt. Kohlenstoffnanoröhrchen, engl. *carbon nanotube* (CNT)s weisen eine sehr große Dehnungsempfindlichkeit auf und haben daher ein großes Potenzial zur Dehnungsmessung (DWW⁺10, S. 18–20).

Um möglichen Fehlerquellen durch das Auftreten von Spannungsspitzen, infolge von Kerbwirkungen, aus dem Weg zu gehen und um eine Sensorbeschädigung auszuschließen, sind Dehnungssensoren am besten in eine faserverstärkte Kunststoffstruktur einzubetten. Eine repräsentative Dehnungserfassung ist im Bauteilinneren am effektivsten sichergestellt (Sko02, S. 2501).

Tabelle 1.1: Übersicht zu gegenwärtig gebräuchlichen Dehnungssensoren zur Einbettung in Faserverbunde und wesentliche Eigenschaften (BFF09, Hof87, HMK09, Kes05, KET07, Lin12, RK08, SYL06, TOT71, WE06, WFC99, WSSG11)

Bezeichnung	physikal. Wandlungseffekt	Material	Herstellung	Form, Gestalttyp	min. Abmaße, Auflösungsvermögen, max. k-Fakt. (k_{max}), max. Dehn. (ϵ_{max})	Kontaktierung, Messwertersfassung	Bewertung
C-Faser-Bündel	Widerstandsänderung, Riss von Filamenten	PAN-C Fasern	wie C-Fasern	Faserbündel	400 Fasern mit $\varnothing 7 \mu\text{m}$ – endlos, Länge des kontakt. Bündels, $k_{max} = 1,9$, $\epsilon_{max} = \epsilon_{Faser}$ (2 %)	elektrisch, 2-Draht- o. 4-Draht-Messung, Brückenschaltung, Widerstandsmess.	robust, große Dehnung, geringe Sensitivität, beste Einbettung
Dehnungsmessstreifen (DMS)	Widerstandsänderung	Karma, Konstantan, Nichrome V, Pt-W	Foto-Ätz-Technik, Kontaktierung, Laminiert	Folie, Draht, flach, planar, mäandernd	0,4 mm x 1 mm, Fläche des DMS, $k_{max} = 4,5$, $\epsilon_{max} = 0,3 \%$	elektrisch, Brückenschaltung, Widerstandsmess.	preiswert, geringe Dehnung, schlechte Einbettung
Faser-Bragg-Gitter-Sensor (FBG)	Änderung der vom Bragg-Gitter (mod. Brechungsindex) reflekt. Frequenz bei Dehnung	Ge-dot. SiO ₂	Glasrohling via CVD, Faserziehen (Ziehturm), Gitterschreiben per UV-Laser, Beschichten	Glasfaser	$\varnothing: 100 \mu\text{m}$ – endlos, $k_{max} = 0,79$, $\epsilon_{max} = 4 \%$ (Zieht.), $\epsilon_{max} = 1 \%$ (zykl.)	optisch, Interrogator	präzise, große Dehnung, aufwendig, stationär einsetzbar
Polyvinylidenfluorid (PVDF)-Faser	piezoelektrischer Effekt (Ladungsverschiebung), Änderung der Kapazität	PVDF	Schmelzspinnen, Verstrecken, Polarisieren	PVDF-Fasern	$\varnothing 10 \mu\text{m}$, sub-Millimeter, $k_{max} = ?$, $\epsilon_{max} = 31 \%$ (Bruchdehnung)	elektrisch, Spannungsmessung, Kapazitätsmessung	geringe Temp.-beständ., geringer Preis, flexibel, gute Einbettung
Blei-Zirkonat-Titanat (PZT)-Faser-Sensor	piezoelektrischer Effekt (Ladungsverschiebung), Änderung der Kapazität	PZT	Sol-Gel-P, Spinnen, Trocknung, Pyrolyse, Einbettung, Zuschnitt, Kontaktierung, Polarisierung	Blättchen, flach, Fasern	1 mm x 3 mm, 0,5 mm dick, 20 - 30 μm (Fasern), $k_{max} = ?$, $\epsilon_{max} = 0,4 \%$	elektrisch, Spannungsmessung, Kapazitätsmessung	haupts. dynam. Messungen, geringe Dehnung, hohe Sprödigkeit, geringerer Preis
Stücksensor	Widerstandsänderung	Karma, Konstantan, Nichrome V, Pt-W	Drahtziehen, Einsticken des Drahts in Verstärkungstextil	Draht, mäandernd, geradlinig	$\varnothing: 25 \mu\text{m}$, Länge des kontakt. Drahts, $k_{max} = 4$, $\epsilon_{max} = 0,3 \%$	elektrisch, Brückenschaltung, Widerstandsmess.	gute Einbettung, geringe Dehnung

1.3.1 Piezoresistive Sensoren

Die Piezoresistivität bezeichnet den Effekt, dass sich infolge von mechanischen Spannungen der elektrische Widerstand eines Materials verändert. Sie ist bei Metallen und Halbleitern zu beobachten. Sowohl für Grundlagenuntersuchungen als auch für die Anwendung in Sensoren ist dieser Effekt äußerst interessant (Ami89, S. 369). Die Widerstandsänderung eines Materials infolge von Belastungen ist hierbei ein sehr gut geeigneter Wandlungseffekt zur Erfassung von Dehnungen.

In jedem Leitermaterial wird durch eine mechanische Beanspruchung (Zug- oder Druckbelastung), eine Änderung des elektrischen Widerstands hervorgerufen. Ein Teil dieser Widerstandsvariation beruht dabei auf der Veränderung der geometrischen Abmaße des Leitermaterials ($\epsilon(1 + 2\nu)$). Sowohl die Länge (Vergrößerung bei Zug) als auch der Querschnitt (Verringerung bei Zug) des Leiters passen sich an die mechanische Beanspruchung ϵ an. In Abhängigkeit des Materials kann die elektrische Widerstandsänderung zudem auf einer Änderung des spezifischen Widerstands ρ des Leiterwerkstoffes beruhen. Diese ist in Änderungen des atomaren bzw. kristallinen Zusammenhangs begründet (Hof87, S. 13–14). Gleichung 1.1 beschreibt diesen Zusammenhang auf mathematischem Weg (Hof87, S. 14).

$$\frac{dR}{R_0} = \epsilon(1 + 2\nu) + \frac{d\rho}{\rho} \quad (1.1)$$

Für die gebräuchlichen piezoresistiven Dehnungssensoren werden im Folgenden das jeweilige Wirkprinzip, der Herstellungsprozess sowie wesentliche Eigenschaften und gebräuchliche Anwendungen erläutert.

Piezoresistive Metalldehnungsmessstreifen (DMS)

Für Metalle existiert ein Modell zur Erklärung der Änderung des spezifischen Widerstands bei Dehnung. Sowohl die klassische Annahme als auch neuere Auffassungen tragen sinnvoll zu diesem Modell bei.

Physikalisches Wandlungsprinzip Die klassische Beschreibung des Ladungstransports in Metallen basiert auf der Theorie der Bewegung freier Elektronen in Festkörpern. Diese wird als Drude-Theorie bezeichnet (Dru00).

Die Leitungselektronen – Valenzelektronen mit geringer Bindung zum Kristallatom – tragen als freie Elektronen zum Elektronengas bei. Diese haben beim Materiedurchtritt eine freie Weglänge, in der sie weder vom Gitter noch von anderen Leitungselektronen gestört bzw. abgelenkt werden (Kit06, S. 150–151). Der effektive Widerstand setzt sich aufbauend auf diesen Gegebenheiten aus dem Widerstand ρ_g durch Stöße der Leitungselektronen mit thermisch angeregten Gitterschwingungen (Gitterphononen) sowie aus dem Widerstand ρ_d durch die Streuung an statischen Defekten (Fremdatome und Gitterfehler) zusammen (vgl. Abb. 1.2). Dieser Zusammenhang wird durch die MATTHIESENSENE Regel (Gleichung 1.2) mathematisch beschrieben (Kit06, S. 167–169).

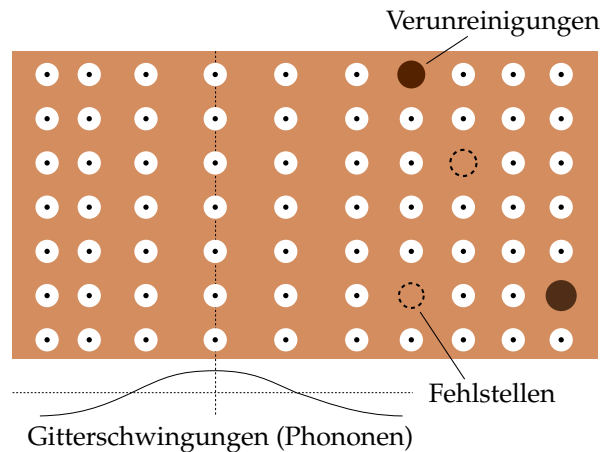


Abbildung 1.2: Modell zu den Ursachen des elektrischen Widerstands bei Metallen durch Stöße mit Gitterschwingungen sowie mit statischen Defekten nach (Kit06)

$$\rho = \rho_g + \rho_d \quad (1.2)$$

Wie kommt es nun zur Änderung des spezifischen Widerstands durch eine mechanische Belastung? Die freie Weglänge hängt zunächst, nach dem klassischen Modell des Ladungstransports, von der Amplitude der Gitterschwingung sowie dem Abstand zwischen den Atomen ab. Die Änderung der Schwingungsamplitude durch mechanische Einwirkung ist im Unterschied zur Änderung des Atomabstands wesentlich größer. Die Änderung des spezifischen Widerstands ist daher maßgeblich auf die Amplitudenänderung zurückzuführen (Bri22, S. 58). Aufgrund der Änderung des Atomabstands durch die elastische Verformung des Gitters wird der Übersprung freier Elektronen zusätzlich zu einem kleinen Betrag beeinflusst. Die freie Weglänge variiert durch die elastische Einwirkung. Ein geringerer Atomabstand bei Stauchung begünstigt den Übersprung und bei Dehnung wird, infolge der Erhöhung des Atomabstands, der Übergang des Leitungselektrons behindert (Bri22, S. 59).

Basierend auf der MATTHIESENSchen Regel wird im Fall einer mechanischen Zugbelastung die Zahl der Stöße mit Gitterschwingungen und statischen Defekten aufgrund deren höheren Dichte gesteigert. Der spezifische Widerstand nimmt proportional zu.

Abbildung 1.3 zeigt den Dehnungs-Widerstands-Verlauf verschiedener Metalle. Die angeführte Steigung S bezeichnet den Quotienten aus der relativen Widerstandsänderung $\Delta R/R_0$ sowie der Dehnung ϵ und somit den Anstieg am jeweiligen Kurvenabschnitt. Materialien mit einem Anstieg größer als zwei, sind gut zur Messung von Dehnungen geeignet. Ab diesem Anstieg weisen Materialien zumeist neben der geometrischen Widerstandsänderung eine Änderung des spezifischen Widerstands auf.

Im fertigen Dehnungssensor bzw. für den jeweiligen DMS wird der gleich Quotient als Empfindlichkeit des Sensors angegeben. Dieser Quotient trägt die Bezeichnung k -Faktor. Seine Berechnung erfolgt nach Gleichung 1.3 (Hof87, S. 61).

$$k = \frac{\Delta R/R_0}{\Delta l/l_0} = \frac{\Delta R/R_0}{\epsilon} \quad (1.3)$$

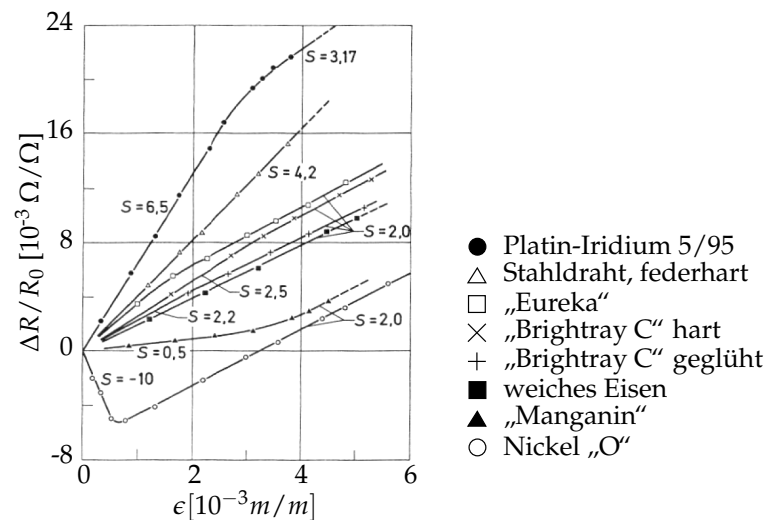


Abbildung 1.3: Dehnungs-Widerstands-Verlauf für ausgewählte Metalle nach (Ber59)

Typische Werkstoffe (Legierungen) für metallische DMS sind Konstantan (Massenanteil: 0,57 Cu und 0,43 Ni; k-Faktor: 2,05), Karma (Massenanteil: 0,73 Ni, 0,2 Cr, Rest Fe + Al; k-Faktor: 2,1), Nichrome V (Massenanteil: 0,8 Ni, 0,2 Cr; k-Faktor: 2,2) und Platin-Wolfram (Massenanteil: 0,92 Pt, 0,08 W; k-Faktor: 4,0) (Hof87, S. 62).

Herstellungsverfahren und Bauformen Grundsätzlich kann bei den metallischen DMS zwischen Draht- und Folien-DMS unterschieden werden (vgl. Abb. 1.4 a, b). Aktuell kommen vorrangig Folien-DMS zum Einsatz. Zur Fertigung von Folien-DMS wird eine Foto-Ätz-Technik verwendet, die sehr viele geometrische Gestaltungsspielräume bietet (vgl. Abb. 1.4 b, d). Eine mäanderförmige Führung der Leiterbahn ist in jedem Fall erforderlich, um einen ausreichend hohen Widerstand zu erreichen. Gebräuchliche Formen der geometrischen Leiterbahnführung sind Linear-DMS mit ausschließlich parallel angeordneten Leiterbahnen (Erfassung von Dehnungen in einer Achsenrichtung). Komplexere Anordnungen wie rotationssymmetrisch angeordnete Linear-DMS in Rosetten (Abb. 1.4 c) oder die Platzierung der Linear-DMS in bestimmten Winkeln auf einem Träger kommen ebenso vor.

Wesentliche Eigenschaften Der Einsatz von DMS ist durch deren langjährige und weit verbreitete Anwendung und die Herstellung in großen Stückzahlen sehr kostengünstig. DMS haben kleine Abmessungen und sind in unterschiedlichen Formen, angepasst an verschiedene Anwendungsanforderungen, verfügbar (Bau01, S. 4). Aufgrund der Tatsache, dass zwei Drähte pro Sensor benötigt werden, ergibt sich beim Einsatz mehrerer Sensoren ein hoher Verdrahtungsaufwand. Dies begrenzt die Einsatzbarkeit in bestimmten Bereichen (BB07, S. 579). DMS weisen eine geringe Langzeitstabilität auf. Dies schließt sie für den Einsatz in anspruchsvollen Umgebungen sowie im Dauereinsatz, bspw. bei Turbinen, aus (Ver03, S. 13). Die Lebensdauer der meisten DMS ist wegen der Ermüdung des Sensormaterials beschränkt auf 10^6 Zyklen. Zudem sind sie bei übermäßiger mechanischer Belastung über den elastischen Bereich sehr empfindlich und vertragen kein Überdehnen. Es ist möglich, dass sich die Sensorstrukturen bei starker Wechselbeanspruchung vom

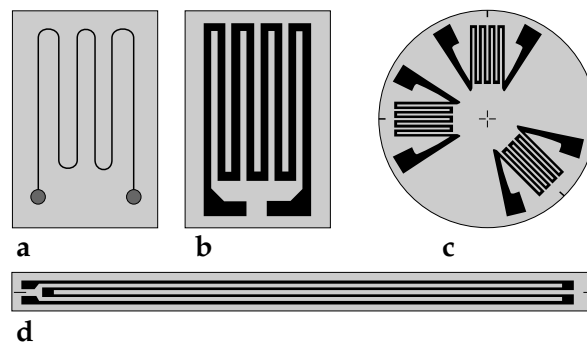


Abbildung 1.4: Bauformen von metallischen DMS: **a** Draht-DMS, **b** linearer Folien-DMS, **c** DMS-Rosette mit drei linearen Folien-DMS, **d** linearer DMS in länglicher Ausführung nach (Hof87, Kes05)

Trägermaterial ablösen. Ein weiterer Nachteil von DMS liegt im hohen zeitlichen Aufwand bei der Applizierung (Bau01, S. 4).

Anwendungen DMS finden in der Wägetechnik, Kraft-, Druck-, Drehmomentmesstechnik sowie bei der mechanischen Schwingungsanalyse und der Erfassung von Auslenkungen Anwendung. Eine weit verbreitete Anwendung ist die Nutzung von DMS in Kraftmessdosen (Bau01, S. 4).

Einbettungseignung in Faserverbunde Für die Fertigung von Bauteilen oder Komponenten mit integrierten DMS in Großserie, konnte bisher keine geeignete Fertigungstechnologie mit dem notwendigen hohen Automatisierungsgrad gefunden werden. Die Integration von DMS in Faserverbundwerkstoffe wird daher als nicht sinnvoll erachtet (KET07). Neben den fertigungstechnischen Aspekten, liegen in der mechanischen Anbindung und in der Auswirkung der Integration auf die mechanischen Eigenschaften des Laminates, weitere Nachteile in Bezug auf DMS. Durch den flächigen Aufbau der Trägerstruktur bildet ein eingebetteter DMS immer eine Störstelle im Laminat und verhindert die transversale Verbindung der Laminatlagen. Delamination an dieser Stelle kann ein vorzeitiges Versagen der Struktur zur Folge haben. Neben dem DMS ist die Einbettung zusätzlicher Leiter in den Verbund erforderlich. Diese stören überdies die Integrität der Struktur.

Piezoresistive Halbleiterdehnungsmessstreifen (HL-DMS)

Physikalisches Wandlungsprinzip Die Änderung des elektrischen Widerstands ist auch bei den Halbleiter-Dehnungsmessstreifen (HL-DMS) zur Erfassung von Dehnungen maßgebend. Im Unterschied zu den metallischen DMS, ist ein direkter Einfluss auf die Elektronenbeweglichkeit, Ursache der Piezoresistivität. Es sind lediglich zwei Prozent der Widerstandsänderung auf den geometrischen Beitrag zurückzuführen (Hof87, S. 15). Somit ist in HL-DMS die Widerstandsänderung aufgrund der Piezoresistivität (Änderung des spezifischen Widerstands) 50 mal größer als der Beitrag durch die Änderung der Abmaße (Kan91, S. 84). Der Messeffekt der HL-DMS wurde 1954 von SMITH entdeckt. Seine Ursache konnte

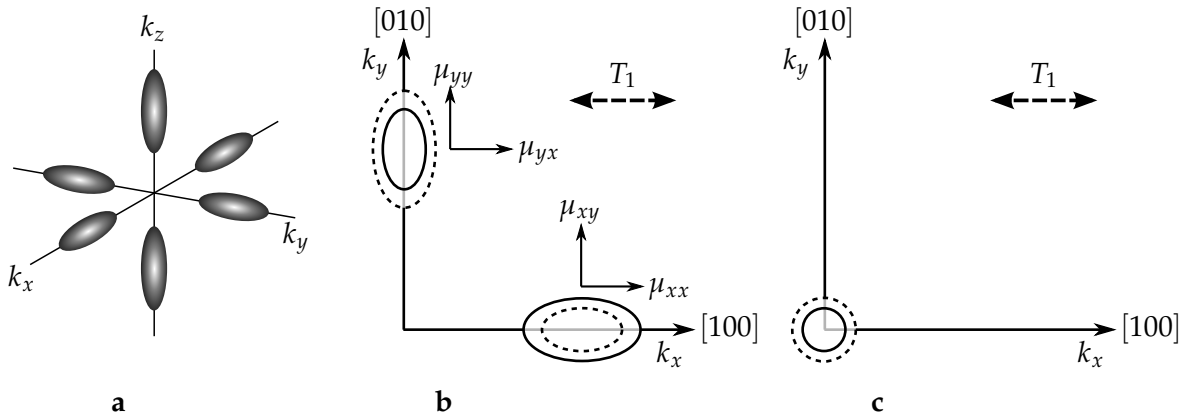


Abbildung 1.5: Modell zur Piezoresistivität von n-Si: **a** Sphäroide der Leitungsbandkanten (Kit06, S. 227), **b** $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 010 \rangle$ -Ellipsoide im Impulsraum mit gestrichelter Linie zur Verdeutlichung der Wirkung einer mechanischen Spannung in $\langle 100 \rangle$ -Richtung, **c** $\langle 001 \rangle$ -Ellipsoid im Impulsraum mit gestrichelter Linie zur Darstellung der Auswirkung einer mechanischen Spannung in $\langle 100 \rangle$ -Richtung (Smi54, Kan91)

auf Basis theoretischer Überlegungen der Struktur der Elektronenbänder in Halbleitermaterialien, ergründet werden (Smi54, S. 46).

Für n-Si wird das Modell der atomaren Vorgänge kurz erläutert. In Silizium formen sich die Leitungsbandkanten (Flächen konstanter Energie) nach dem Bändermodell zu Ellipsoiden. Die effektive Masse¹ der Elektronen in diesen Sphäroiden ist anisotrop ($m_{\parallel} > m_{\perp}$). Demnach ist die Beweglichkeit der Elektronen ebenso anisotrop ($\mu_{\perp} > \mu_{\parallel}$). Die Elektronenbeweglichkeit längs zur Sphäroidachse ist damit kleiner als quer dazu. Dies gilt unter der Voraussetzung das $L = \mu_{\perp} / \mu_{\parallel} = m_{\parallel} \tau_{\perp} / m_{\perp} \tau_{\parallel} \equiv m_{\parallel} / m_{\perp}$ sowie unter der Annahme, dass die Stoßzeiten $\tau_{\parallel} = \tau_{\perp}$ sind (Kan91, S. 84).

Allgemein ergibt sich die Leitfähigkeit σ ($\sigma = 1/\rho$) entlang der $[100]$ -Richtung des n-Si zu

$$\sigma = (n^{(1)}\mu_{\parallel} + n^{(2)}\mu_{\perp} + n^{(3)}\mu_{\perp})e \quad (1.4)$$

mit der Elementarladung eines Elektrons e und der Anzahl der Elektronen $n^{(i)}$ im i ten Sphäroid. Da im spannungsfreien Zustand alle Ellipsoide entkoppelt und gleichmäßig besetzt sind, verhält sich die Gesamtleitfähigkeit von n-Si mit einer Gesamtzahl leitender Elektronen (n_0 ($n^i = n = n_0/3$)) in diesem Zustand isotrop (vgl. Glg. 1.5) (Kan91, S. 84).

$$\sigma_0 = \frac{(1 + 2L)n_0 e \mu_{\parallel}}{3} \quad (1.5)$$

Durch die Beaufschlagung mit einer einachsigen mechanischen Belastung entlang der $[100]$ -Achse vergrößert sich die Leitungsbandkante auf der $[100]$ -Achse im n-Si (vgl. Abb. 1.5b). Gleichzeitig verringern sich diese auf den $[010]$ - und $[001]$ -Achsen (siehe Abb.

¹Die effektive Masse bezeichnet in einem Modell der Bewegung von Elektronen in einem Kristall unter Einwirkung eines äußeren Felds die scheinbare Masse eines Teilchens (bspw. eines Elektrons) wenn es sich statt im Kristall frei im Vakuum bewegen würde (Kit06, S. 220).

1.5 b + c). Elektronen werden von hohen Energieniveaus zu geringeren Energieniveaus transferiert. Dies bedingt eine Zunahme der Zahl der Elektronen mit einer größeren Beweglichkeit μ_{\perp} in $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Durch zusätzliches Anlegen eines elektrischen Feldes in gleicher Richtung sinkt daher der elektrische Widerstand in dieser (Kan91, S. 84). Bei positiver Dehnung ergibt sich somit eine negative Widerstandsänderung bei n-leitendem Silizium in der $\langle 100 \rangle$ -Achse. Dies ist gleichzeitig die stärkste Ausprägungsrichtung. Bei einer positiven Dehnung zeigt sich hingegen bei p-leitendem Silizium eine positive Widerstandsänderung in der $\langle 111 \rangle$ -Achse. Dies stellt ebenso die stärkste Ausprägung dar (Hof87, S. 16).

Herstellungsverfahren Das hauptsächlich zur Herstellung von HL-DMS verwendete Material ist Silizium. Si-Einkristalle sind dafür erforderlich. Das Ziehen von Einkristallen erfolgt bspw. nach dem Czochralsky-Verfahren. Zur Einstellung der erforderlichen Leitfähigkeit erfolgt die Dotierung. Die Dehnungsempfindlichkeit, somit die Widerstandsänderung in Abhängigkeit von der Dehnung, ist wesentlich von der Leitfähigkeit des Siliziums und damit vom Grad der Dotierung abhängig. Nach der Dotierung wird der Einkristall in Streifen mit einer Längsorientierung in Richtung der Gitterachse mit der größten Dehnungsempfindlichkeit zersägt (Hof87, S. 17). Es ist möglich die notwendige Verstärkungs- und Signalverarbeitungsschaltung auf dem Silizium in Form einer integrierten Schaltung aufzubringen. Der dehnungsempfindliche Bereich kann zudem durch die bekannten Verfahren der Mikroelektronik strukturiert werden (Kan91, S. 84). Es ist ebenso möglich HL-DMS über Sputterverfahren herzustellen und diese damit direkt auf die Oberfläche von Bauteilen aufzubringen (Bau01).

Wesentliche Eigenschaften HL-DMS zeichnen sich durch eine sehr große Dehnungsempfindlichkeit aus (Kan91, Kes05). Für die Messung sehr kleiner Dehnungen sind diese Sensoren daher ideal. Das aufgrund der hohen Empfindlichkeit gegebene, starke Signal ist insbesondere für den Einsatz von Dehnungssensoren im Einfluss von Störfeldern sinnvoll (Hof87, S. 9). Die Literaturangaben zur Linearität sind widersprüchlich. Während KANDA von einer guten Linearität spricht (Kan91, S. 83), weisen KESTER und HOFFMANN auf das Problem der Nichtlinearität bei HL-DMS hin (Kes05, Hof87). Als vorteilhaft werden des Weiteren die ausgezeichneten mechanischen Eigenschaften von Si hervorgehoben (Kan91, S. 83). Nachteilig wirkt sich bei HL-DMS die im Vergleich zu metallischen DMS vorhandene, starke Temperaturempfindlichkeit aus. Die Kompensation dieser Störgröße ist sehr aufwendig (Hof87, Kes05). Die Handhabbarkeit bei der Applizierung ist aufgrund der geringen Dehnbarkeit und der geringen Schadenstoleranz des Si vergleichsweise schwierig. HL-DMS sind zudem teurer als ihr metallischer Vergleich (Hof87, S. 9).

Anwendungen Auf Grundlage der Piezoresistivität von Halbleitern werden verschiedene kommerzielle Anwendungen umgesetzt. Eine Vielzahl an Druck-, Drehmoment-, Schwingungs- und Beschleunigungssensoren werden mit Hilfe dieser Materialien hergestellt (Ami89, S. 369).

Einbettungseignung in Faserverbunde Die planare Form von HL-DMS ist, vergleichbar zu den metallischen DMS, für die Integration in Faserverbundwerkstoffe ebenso problematisch. In Untersuchungen wurde festgestellt, dass eingebettete Sensorchips die Festigkeit

des Verbundes mindern und der Integrationsort gleichzeitig den Ursprung des Versagens darstellt. Diese Art Sensor ruft damit zusätzliche Fehlstellen hervor (GNN07). HL-DMS weisen zudem eine geringere Elastizität als Faserverbunde auf. Zugbelastungen können daher nicht direkt erfasst werden. Die elektrische Kontaktierung ist, wie bei allen piezoresistiven Sensoren, eine weitere Problematik. Leiterstrukturen müssen zusätzlich, wenn keine kabellose Signalübertragung auf dem Sensorchip untergebracht ist, in den Faserverbund integriert werden.

Kohlenstofffasern

Physikalisches Wandlungsprinzip Kohlenstofffasern (C-Fasern) besitzen eine elektrische Leitfähigkeit. Diese ist abhängig vom Fasertyp. Alle Fasertypen bestehen aus polykristallinem Graphit. Die Kristallite sind hochgradig in Faserlängsrichtung orientiert. Die Leitfähigkeit aller C-Faserarten ist im Vergleich zu idealem Graphit deutlich geringer. Der damit verbundene, höhere Widerstand ist auf die geringe Größe der Kristallite, den Übergangswiderstand von Kristallit zu Kristallit und den Streueffekt an den Kristallitgrenzen zurückzuführen (vgl. Abb. 1.6 a, b) (Ows70, S. 1625). Die starke Heterogenität der Mikrostruktur von C-Fasern (vgl. Abb. 1.6 c) bedingt allerdings, dass die Aufstellung eines passgenauen Modells zur Erklärung der elektrischen Leitfähigkeit der Fasern bisher nicht gelang (SVGK83). Die grobe Modellvorstellung zum hohen Widerstand, aufgrund des polykristallinen Charakters, lässt sich aber anhand einiger Beobachtungen untermauern. So ist bspw. davon auszugehen, dass Übergangskontakte zwischen den einzelnen Kristalliten eine lokale Erwärmung der Kontaktzone beim Fließen eines größeren Stroms verursachen. Einzelne Kontakte werden in der Folge bei einer Überhitzung dieser an Sauerstoffatmosphäre zerstört. Es konnte beobachtet werden, dass es zum Anstieg des elektrischen Widerstands mit der Zeit bei einem konstant fließenden Strom kommt und dass bei einem stärkeren Stromfluss ein verstärkter Anstieg des Widerstands auftritt (Ows70, S. 1625). Des Weiteren konnten ein paar grundsätzliche Verknüpfungen zwischen der Mikrostruktur, den mechanischen Eigenschaften sowie den elektrischen Eigenschaften nachgewiesen werden. Mit wenigen Ausnahmen zeigt sich eine sehr gute Korrelation zwischen E-Modul und elektrischem Widerstand (SVGK83, S. 839) – Fasertypen mit hohem E-Modul zeigen geringere elektrische Widerstände als Fasern mit geringem E-Modul (Ows70, S. 1618).

In verschiedenen Untersuchungen wurde beim elektrischen Widerstand der C-Fasern eine Abhängigkeit von der anliegenden mechanischen Dehnung gefunden (CO69, Ows70, BCR72, BPT97, WFC99, CC00). Sowohl Pech- als auch Polyacrylnitril (PAN)-basierte C-Fasern wurden untersucht. Für Torsionsbelastungen war bei untersuchten Fasertypen keine reproduzierbare Korrelation zur Änderung des elektrischen Widerstands nachweisbar (BCR72, S. 487–488). Bei niedermoduligen Fasertypen wurde durchgängig eine Widerstandserhöhung mit steigender Dehnung nachgewiesen (BCR72, WFC99). Bei Fasern des Typs T300 (PAN) war die reale Widerstandsänderung im Versuch nur geringfügig größer als die theoretische Widerstandsänderung durch die Änderung der geometrischen Abmaße des Faserabschnitts. Zur Überprüfung und Reproduktion dieser Angabe fehlt in der Veröffentlichung leider die zur Berechnung verwendete Querkontraktionszahl (WFC99, S. 791). Im Gegensatz dazu wurde bei hochmoduligen Fasern generell eine Widerstandsminderung bis zu einer Dehnung von 0,4 % beobachtet. Eine anschließende Erhöhung der

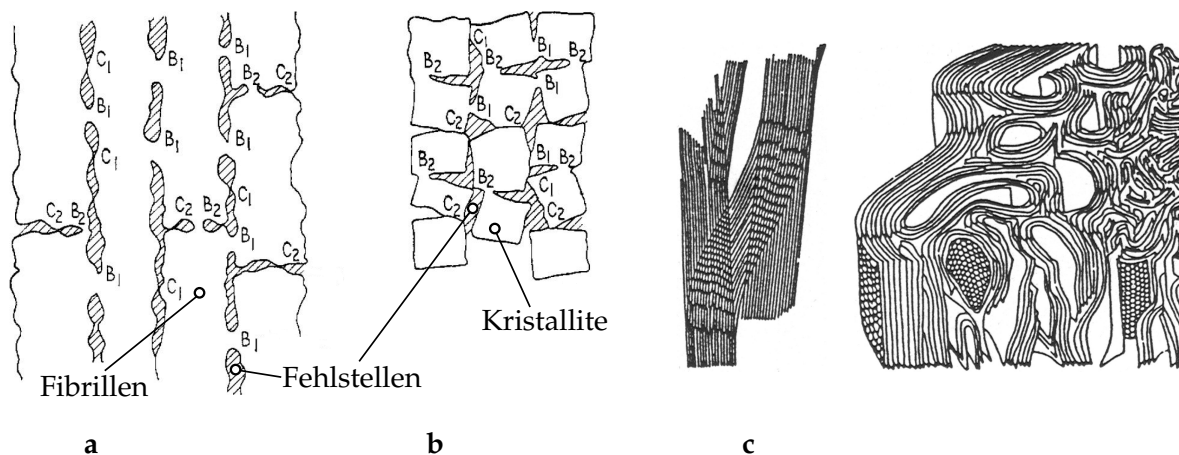


Abbildung 1.6: Modell zur Leitung elektrischen Stroms in C-Fasern in Abhängigkeit ihrer Mikrostruktur: Modellvorstellung einer fibrillären (a) sowie einer polykristallinen Mikrostruktur (b) mit stoffschlüssig verbundenen Fibrillen bzw. Kristalliten in Querrichtung (B_1) oder Längsrichtung (B_2) sowie mit Fibrillen- bzw. Kristallitoberflächenkontakten in Querrichtung (C_1) oder Längsrichtung (C_2), c Modell der Mikrostruktur von C-Fasern nach JOHNSON mit dem Verlauf graphitischer Ebenen (Joh87)

Dehnung führte entweder zu keiner weiteren Widerstandsänderung oder zu einer leichten Steigerung des Widerstands (BCR72, S. 487). Insbesondere bei hochmoduligen Fasern wurde eine Erhöhung des Anstiegs (1. Ableitung) der Widerstandsänderung bei höheren Dehnungen (ab ca. 0,5 %) beobachtet (Ows70, S. 1621). In den Untersuchungen von BLAZEWICZ ET AL. zeigte sich bei hochmoduligen Fasern eine negative Piezoresistivität. Die Reproduzierbarkeit der Korrelation zwischen Dehnung und elektrischem Widerstand ist für diese Fasertypen gering und von Faser zu Faser besteht eine große Streuung (Ows70, S. 1620). Alle Fasertypen, die große Kristallite und einen geringen Abstand der graphitischen Ebenen aufweisen, demonstrieren eine Minderung des elektrischen Widerstands bei Zugbelastung. Die Ausprägung der Piezoresistivität, wie schon andere spezifische Fasereigenschaften, hängt demnach ebenso von der Mikrostruktur ab (BPT97, S. 1617).

Zur Natur bzw. zum Mechanismus der Widerstandsänderung sowie über das tatsächliche Vorliegen von Piezoresistivität bei C-Fasern besteht keine vollständige Einigkeit. Wahrscheinlich tragen je nach Fasertyp unterschiedliche Mechanismen zur Piezoresistivität bei (BCR72, S. 488). Im Fall der niedermoduligen Fasertypen leistet die dehnungsbedingte Steigerung der Kristallitorientierung keinen Beitrag zur Piezoresistivität dieser C-Fasern (BCR72, S. 488). Der piezoelektrische Effekt scheidet als Ursache der Widerstandsänderung ebenso aus. In Messungen verschiedener Fasertypen wurde kein piezoelektrischer Effekt nachgewiesen. Die fehlende Piezoelektrizität begründet sich dabei in der überwiegenden Axialorientierung der Graphitebenen und wurde somit erwartet (BCR72, S. 487). BLAZEWICZ ET AL. führen die Widerstandsänderung bei niedermoduligen Fasertypen auf die geometrischen Ursachen zurück. Für Fasern mit einem hohen E-Modul wird von Änderungen in der Mikrostruktur ausgegangen (BPT97, S. 1615). Die Aufstellung eines umfassenden Modells zur Erklärung der Ursachen der Piezoresistivität von unterschiedli-

chen C-Fasertypen auf Grundlage ihrer Mikrostruktur ist nach BERG ET AL. nicht gelungen (BCR72, S. 487).

Auf Grundlage der Modellvorstellung für das Zustandekommen des im Vergleich zu reinem Graphit, höheren elektrischen Widerstands schlägt hingegen OWSTON eine Beschreibung der inneren Vorgänge für niedermodulige Fasern auf Mikroebene vor. Diese ist unter Hinzunahme aktueller Erkenntnisse zum mikrostrukturellen Aufbau von C-Fasern bis heute gut nachvollziehbar. Bei Dehnung einer Faser geraten die Verbindungen der Kristallite oder Fibrillen in Längsrichtung B_2 unter Zugbelastung und die Verbindungen in Querrichtung B_1 unter Scherung (vgl. Abb. 1.6 a, b). Der elektrische Widerstand beider Verbindungsarten steigt infolge dessen an. Die Oberflächenkontakte der Kristallite oder Fibrillen werden ebenso beeinflusst. Der Kontaktdruck von Kontakten in Längsrichtung C_2 verringert sich durch die Dehnung oder der Kontakt reißt gänzlich ab. Kontakte in Querrichtung C_1 werden verschoben und der Kontaktdruck wird durch die Dehnung der Faser ebenso beeinflusst. Auch die Kontakte erfahren dadurch eine Erhöhung des elektrischen Widerstands. Das Netz aus Leitungspfaden durch die C-Faser, welches direkte Wege oder Wege mit Quersprüngen einschließt, wird in der Folge unter Dehnung einen höheren Widerstand aufweisen (Ows70, S. 1624).

Für hochgradig orientierte Fasern mit einem hohen E-Modul schlägt OWSTON ebenfalls eine Beschreibung der inneren Vorgänge vor. Diese liefern eine grobe Erklärung für die Verringerung des elektrischen Widerstands dieser Fasern unter Dehnung. Unter der Voraussetzung, dass eine fibrilläre Kristallitstruktur in Faserlängsrichtung mit einer Verflechtung der Fibrillen vorliegt, kommt es unter Dehnung zu einer Verdichtung der Struktur. Diese Verdichtung bedingt eine gleichzeitige Erhöhung des Kontaktdrucks der Oberflächenkontakte der Kristallite quer zur Faserachse C_1 (vgl. Abb. 1.6 a, b). Der Übergangswiderstand in Querrichtung wird somit verringert. Unter der Annahme, dass der mit seitlichen Übersprüngen behaftete, indirekte Leitungspfad einen wesentlichen Beitrag zum erhöhten Widerstand der Fasern liefert, ist es folglich nachzuvollziehen, dass eine Dehnung eine Minderung des elektrischen Widerstands bewirkt (Ows70, S. 1625).

Bei der Untersuchung der Widerstandsänderung von Faserbündeln wurde ein anderer Effekt als Erklärung identifiziert. In diesem Fall beruht die Piezoresistivität hauptsächlich auf der Zahl gerissener Fasern. Zusätzlichen Einfluss haben die Änderungen der Geometrie des Bündels sowie die Variation des Faser-Faser-Kontakts (CC00, S. 2087). Die Widerstandsänderung ist auf dieser Grundlage nicht vollständig reversibel.

Herstellungsverfahren Die Herstellung von C-Fasern wird im Abschnitt 4.2.1 des Kapitels 4 behandelt und ist auf Seite 85 zu finden. Entscheidend für das Zustandekommen der Piezoresistivität bei einem Fasertyp ist dessen jeweilige Mikrostruktur. Zwischen der Mikrostruktur und der Herstellung von C-Fasern gibt es ein paar wesentliche Zusammenhänge. Für PAN-basierte Fasern wird die Grundlage der Orientierung der graphitischen Ebenen beim Verstrecken der PAN-Precursorfasern gelegt. Dies führt zu einer starken Ausrichtung der Polymermoleküle. Diese wird anschließend durch den Stabilisierungsschritt, einer Wärmebehandlung im Temperaturbereich zwischen 200°C und 230°C, fixiert. Bei Pech-basierten C-Fasern wird diese ursprüngliche Orientierung beim Schmelzspinnen der Fasern aus mesophasischem Pech erzielt. Durch die Stabilisierung nach dem Düsenaustritt wird diese primäre Orientierung ebenso eingefroren (FM98). Die weitere

Ausprägung der Kristallitorientierung sowie der Größe der Kristallite hängt bei allen Fasertypen insbesondere von der Wärmebehandlungstemperatur, mit maximalen Temperaturen bis 3000°C, bei der Graphitisierung ab. Mit steigender Wärmebehandlungstemperatur wird eine Maximierung der Orientierung, das Schließen von Gitterfehlstellen und die Vergrößerung der Kristallite erreicht. Dieser Zusammenhang wird durch das Modell von MARSH anschaulich verdeutlicht (ME89).

Wesentliche Eigenschaften Die elektrischen Eigenschaften der meisten untersuchten C-Fasern waren unabhängig von der Zeit sowie von der Dehnrage, sind daher vollständig reversibel (Ows70, S. 1622). Die Piezoresistivität ist positiv für C-Fasertypen mit relativ geringer Kristallitgröße und größerer Festigkeit (BPT97, S. 1617). Bei C-Fasern mit hohem E-Modul ist eine Verminderung der Widerstands mit der Dehnung die wahrscheinlichste Folge (BCR72, S. 486). Bei hochmoduligen Fasern besteht eine starke Variabilität der Widerstandsänderung von Faserprobe zu Faserprobe. Die Angabe eines Mittelwerts ist daher nicht sinnvoll möglich (BCR72, S. 486). Für die Dehnungssensitivität kann für PAN-basierte C-Einzelfasern ein maximaler k-Faktor von 1,8 bei einer Graphitisierungstemperatur von 1000°C angegeben werden (Ows70, S. 1618). Dies deckt sich mit den Erkenntnissen von BERG und WANG. Für niedermodulige Fasern (E-Modul von 228 GPa) lag der k-Faktor entweder bei 1,7 (BCR72, S. 488) oder im zweiten Fall bei den T300-Fasern (PAN-basiert) zwischen 1,8 und 1,9 (WFC99, S. 791). Als Richtwert wurde bei hochmoduligen Fasern (E-Modul von 379 GPa) ein k-Faktor von 0,7 ermittelt (BCR72, S. 488).

Im Fall der Faserbündel ist der k-Faktor abhängig von der Dehnung. Bei geringer Dehnung bis 1,5 % liegt dieser bei 1,43. Hohe Dehnungen (1,5 % bis 2 %) haben aufgrund der steigenden Zahl gerissener Fasern einen höheren k-Faktor zur Folge. Dieser erreicht dann einen Wert von 14,7 (CC00, S. 2084).

Anwendungen Die Anwendungsperspektiven von C-Fasern liegen in der Dehnungsmessung und somit in der Herstellung intrinsisch sensorierter Strukturen zur Überwachung von Überlasten oder von Schädigung (BCR72, S. 488). Die Änderung des Eigenwiderstands von Faserbündeln ist hierbei ein geeigneter Effekt zur Erfassung und Überwachung von Schäden in Strukturen. In Echtzeit können damit die Belastung und der Bauteilzustand während und nach einer Belastung ausgelesen werden (HMK11). Eine weitere Nutzung des beschriebenen Effekts ist für die Qualitätskontrolle bei der Fertigung von Faserverbundbauteilen denkbar. Sowohl die Eigenspannung eines Bauteils als auch die Aushärte- bzw. Tempertemperatur ließe sich damit während des Herstellungsprozesses überwachen (CC00, S. 2087).

Einbettungseignung in Faserverbunde Aufgrund der Tatsache, dass C-Fasern bereits als Verstärkungsfasern in faserverstärkten Kunststoffen eingesetzt werden, sind sie mit ihrer zusätzlichen Funktion als Sensoren hervorragend zur Einbettung in solche Verbunde geeignet. Durch die Integration von C-Faser-Dehnungssensoren sind negative Veränderung des Laminats nahezu vollständig auszuschließen. Matrixanhäufungen aufgrund von Dimensionsunterschieden und den dadurch auftretenden Freiräumen können sich nicht bilden. Ein Steifigkeitssprung oder die Inkompatibilität der maximalen Dehnung sind aufgrund

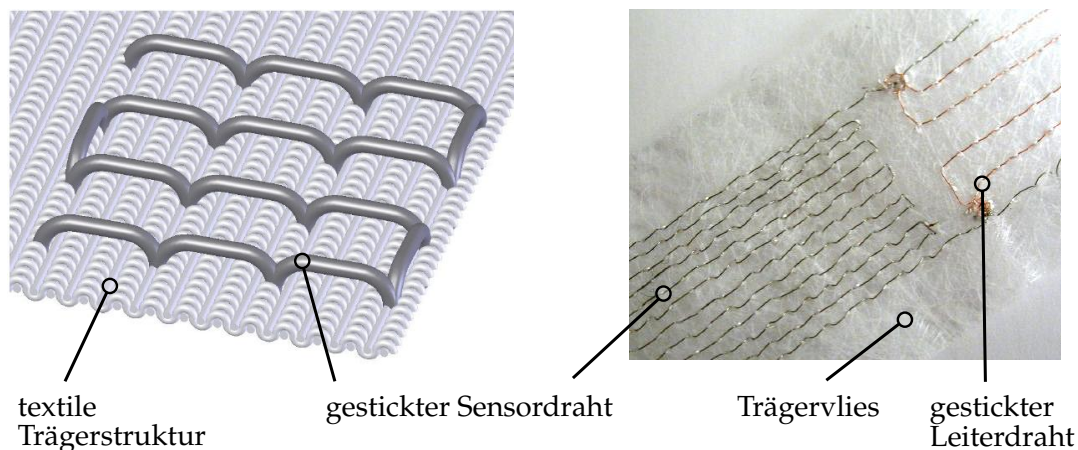


Abbildung 1.7: Piezoresistive, metallische Sticksensoren: **links** schematische Darstellung eines in eine textile Struktur eingestickten Sensordrahts, **rechts** Abbildung eines mit Sensordraht und Leiterdraht bestickten Glasvlies (KET07)

vergleichbarer mechanischer Eigenschaften zwischen den jeweils eingesetzten Fasern auch nicht gegeben. Bei der Einbindung in eine mit endlosen C-Fasern verstärkte Struktur ist es jedoch unumgänglich einen C-Einzelfasersensor elektrisch zu isolieren. Nur so ist der direkte Kontakt zu den umgebenden Verstärkungsfasern und damit eine Störung der Sensorfunktion zu unterbinden. Problematisch für die Integration von C-Faser-Dehnungssensoren ist die Fragestellung der elektrischen Kontaktierung. Zusätzliche Leiter und die Kontaktierungsstellen sind störende Elemente und mindern potenziell die mechanischen Eigenschaften der Struktur.

Sticksensoren

Physikalisches Wandlungsprinzip Das Sensorprinzip von gestickten Dehnungssensoren ist abhängig vom verwendeten, funktionellen Stickmaterial (Nahtmaterial). Es können metallische Drähte als auch Kohlenstofffaserbündel verstickt werden. Somit ist das physikalische Wandlungsprinzip der Piezoresistivität identisch zu dem der Metall-DMS bzw. C-Fasern. Lediglich die Form der Sensoreinbringung sowie die geometrischen Abmaße unterscheiden die Sticksensoren von DMS.

Herstellungsverfahren Zur Herstellung eines ebenen Dehnungssensors für die Integration in Faserverbundbauteile kommt ein großserienadäquates Stickverfahren zum Einsatz. Dabei ist es bspw. möglich einen Nichrome-Draht mit einem Durchmesser von $60\ \mu\text{m}$ zu verstickten. Der Draht kann mit diesem Verfahren auf ein separates, textiles Trägermaterial (z. B. Vliese) oder direkt auf die Verstärkungsstruktur aufgestickt werden (vgl. Abb. 1.7). Das zusätzliche Trägermaterial wird dann im Anschluss wie ein DMS in das Laminat integriert (KET07). Der Vorteil gegenüber DMS ist in diesem Fall die Durchtränkbarkeit des Trägermaterials und die dadurch zu gewährleistende homogene Matrixverteilung. Das Risiko einer Delamination von Lagen des Laminates im Bereich des Dehnungssensors ist damit geringer als im Fall der DMS.

Wesentliche Eigenschaften Durch einen direkten Vergleich in einem laminierten Biegebalken wurde in Versuchen die Leistungsfähigkeit von gestickten Dehnungssensoren mit der von kommerziellen DMS verglichen. Parallel in einem Biegebalken integrierte Sensoren zeigten im Signalverlauf eine gute Übereinstimmung. Aufgrund dieses Ergebnisses wird davon ausgegangen, dass sich die gestickten Strukturen sehr gut zur Informationsgewinnung zur Durchführung von Steuer- und Regelungsaufgaben eignen. Die erzielten Ergebnisse zeigten zudem eine hohe Reproduzierbarkeit. Je nach gewählter Position des Sensors in einer bestimmten Lage des Laminates konnten zudem die unterschiedlichen Belastungsrichtungen von einander unterschieden werden. Des Weiteren wird als vorteilhaft herausgestellt, dass sich die Sensoren maschinell sehr gezielt in textile Halbzeuge einbringen lassen (KET07).

Anwendungen Das vorgestellte Sensorprinzip durch Einbringung mittels Sticken ist noch nicht als Serienprodukt verfügbar. Es ist aber vorstellbar, dass diese Dehnungssensoren in großflächigen Faserverbundstrukturen zukünftig zum Einsatz kommen. Lohnenswert erscheint die Integration in Flügel von Windkraftanlagen sowie von Flugzeugen, in mit Faserverbunden armierte Betonstrukturen sowie anderen vergleichbaren Tragwerksstrukturen.

Einbettungseignung in Faserverbunde Die Einbettungseignung von Sticksensoren ist im Wesentlichen abhängig vom jeweils verwendeten Material. Bei einem metallischen Sensordraht ergibt sich zumeist eine starke Inkompatibilität der elastischen Eigenschaften im Vergleich zum Faserverbund. Die bisher gebräuchlichen metallischen Werkstoffe besitzen eine geringe elastische Dehnbarkeit. Im Fall einer häufig wechselnden Belastung, mit Dehnungen im Bereich weniger Prozent, ermüdet der Draht schnell, verliert seine Sensorfunktion und reißt schließlich. Zudem ergibt sich ein Sprung in der Steifigkeit zwischen Sensor und Verstärkungsfasern. Ein weiterer Nachteil liegt in den minimal verfügbaren Abmessungen solcher Drähte. Mit dem Drahtziehverfahren sind lediglich Durchmesser von kleinstens 25 µm zu erzielen. Der Dimensionsunterschied, im Vergleich zu den Verstärkungsfasern, kann die Bildung von Matrixanhäufungen zur Folge haben. Diese Art von Inhomogenität ist eine mögliche Ursache von frühzeitigen Delaminationen des Laminats. Eingestickte, piezoresistive Sensoren weisen ebenfalls die Problematik der elektrischen Kontaktierung auf. Elektrische Leiter müssen wiederum in den Faserverbund eingebracht werden.

Intrinsisch sensorierte Strukturen

Physikalisches Wandlungsprinzip Polymere Verbundwerkstoffe, welche C-Fasern als Verstärkungskomponente oder andere elektrisch leitfähige Verstärkungswerkstoffe enthalten, besitzen eine elektrische Leitfähigkeit. Durch den Kontakt der einzelnen Bestandteile der Verstärkungskomponente untereinander können sich Leitpfade, die das Fließen eines Stroms erlauben, ausbilden. Ein hinreichend hoher Gehalt an Verstärkungsmaterial ist für den gegenseitigen Kontakt eine notwendige Voraussetzung. Neben der elektrischen Leitfähigkeit wurde an diesen Werkstoffen eine Veränderlichkeit der Leitfähigkeit mit einer mechanischen Belastung entdeckt. Sowohl an Partikel- als auch an Kurzfasern sowie

Endlosfaser-verstärkten Polymermatrixverbundwerkstoffen (PMC) wurden zu diesem Effekt Untersuchungen durchgeführt (Sch02, TKO98). Die Anwendbarkeit von CNT ist in diesem Zusammenhang ebenfalls ein aktueller Forschungsgegenstand (PJW⁺10).

Wesentlich für die Änderung des Widerstands bei Partikel- und Kurzfaserverstärkung ist der Einfluss einer Dehnung auf den mechanischen Kontakt zwischen den einzelnen Verstärkungsbestandteilen. Bei Zugbelastung mindert sich der Kontaktdruck und der Widerstand steigt. Vergleichbar zur Widerstandsänderung durch Kristallitübergangskontakte innerhalb von C-Einzelfasern ist für den Effekt im kurzfaserverstärkten Polymer die Änderung des Abstands zwischen den Fasern bzw. die Veränderung der Kontaktstellen zwischen den Verstärkungsfasern verantwortlich (WFC99, S. 802).

Bei Kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen (CFK) zeigt sich ein vergleichbarer Effekt. Am CFK werden dazu Elektroden installiert. Diese ermöglichen die Überwachung von Delaminationen sowie der Rissbildung mit Hilfe der Widerstandsmessung. Eine Erhöhung des elektrischen Widerstands deutet dann auf das Auseinanderbrechen des Leitungsnetzwerks der elektrischen Leitpfade im CFK hin (MT06). Die Änderung der Anzahl der leitenden C-Fasern hat bei Belastung den größten Einfluss auf die elektrische Widerstandsänderung im Faserverbund mit C-Faser-Verstärkung (CC00, S. 2083). In der Steigerung der Faserorientierung sowie in der Verminderung der Eigenspannungen bei Zugbelastung wird ein weiterer Grund für die zu beobachtenden Widerstandsänderungen gesehen (WFC99, S. 802).

Herstellungsverfahren Die Herstellungsverfahren für intrinsisch sensorierte Faserverbunde sind identisch mit den Verfahren zur Herstellung nicht-sensorierter Strukturen. Es ist lediglich erforderlich die Bauteile entsprechend elektrisch zu kontaktieren. Das Aufbringen von Elektroden ist dafür zusätzlich erforderlich. Mit Hilfe der elektrochemischen Abscheidung von Kupfer gelang bereits die Herstellung der Elektroden. Diese wurden in Zeitstandsversuchen als zuverlässig validiert (Mat09).

Wesentliche Eigenschaften Ein Polymer-Metall-Kompositmaterial zeigt bspw. gute sensorische Eigenschaften. Diese sind auf den hohen Metallanteil (Massenanteil bis 90 %) und die gute Dispersion der Partikel durch ein spezielles Mischungsverfahren zurückzuführen. Durch Belastungen wird in diesem Material eine Änderung des elektrischen Widerstands hervorgerufen, welche über Elektroden erfasst werden kann (Ohl). Kurzfaserverstärktes Epoxydharz (Faservolumenanteil von 5,5 %) zeigt Widerstandsänderungen mit einem k-Faktor von 6 bis 23 unter Zug- sowie von 29 bis 31 unter Druckbelastung (WFC99, S. 802). CFK mit einem Faservolumengehalt von 58 % weist in Faserlängsrichtung bei Zugbelastung eine Widerstandsänderung mit einer Sensitivität (k-Faktor) von 212 bis 218 auf. Bei Messung der Widerstandsänderung in Dickenrichtung des Laminats beträgt der k-Faktor bei Längsbelastung lediglich 17 bis 24 (WFC99, S. 802).

Die kapazitiven Veränderungen durch Dehnung sind eher gering. Die Widerstandsänderung birgt die größte Dehnungssensitivität, somit die höchsten k-Faktoren. Ein klarer Vorteil intrinsisch sensorierter Verbunde liegt in der Vermeidung von Fehlstellen, da keine Sensoren mit anderen Dimensionen eingebracht werden. Die Änderung der elektrischen Leitfähigkeit ist abhängig von der Richtung des Laminates. Die Widerstandsänderung

in Längsrichtung ($(\frac{\Delta R}{R})_L$) und in Querrichtung ($(\frac{\Delta R}{R})_T$) unterscheiden sich somit (vgl. Gleichung 1.6) (Mat09).

$$\begin{Bmatrix} (\frac{\Delta R}{R})_L \\ (\frac{\Delta R}{R})_T \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} 2,49 & 0,43 \\ -0,42 & 2,38 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \epsilon_L \\ \epsilon_T \end{Bmatrix} \quad (1.6)$$

Der elektrische Widerstand von C-Faser-verstärkten Verbundwerkstoffen variiert mit der Temperatur dieses Materials. Grund für die Temperaturabhängigkeit sind die sich im Vergleich von Matrix und Verstärkung unterscheidenden Wärmeausdehnungskoeffizienten und die dadurch hervorgerufenen Änderungen des Kontaktdrucks sich berührender Fasern bei Änderung der Temperatur. Des Weiteren ist die Widerstandsänderung des Verbunds von der Änderung des Widerstands der Fasern beeinflusst. Diese Umstände erfordern die simultane Erfassung der Temperatur bei intrinsisch sensorierten Bauteilen (SA06, S. 405).

Anwendungen In der Überwachung des Bauteilzustands und der Echtzeit-Erfassung von Schäden liegt das größte Potenzial der intrinsisch sensorierten Strukturen (CC00). Zukünftig ist denkbar, dass sich mit dem Einsatz statistischer Verfahren Delamination, Matrixschädigung und Faserbruch von einander unterscheiden lassen (Mat09). Es lassen sich Defekte und der Ort des Defektes mittels eines gezielt verlegten C-Fasermessnetzes erfassen. Mit Hilfe einer Finite-Elemente-Methode (FEM)-Modells kann durch die Ermittlung der Dehnung innerhalb des Netzes das komplette Dehnungsfeld der Struktur bestimmt werden. Defekte rufen nun infolge des Versatzes des Lastpfades eine Verschiebung des Dehnungsfeldes hervor (MCHR12, S. 125).

1.3.2 Optische Fasersensoren

Unterschiedliche Effekte der Veränderung von Licht, auf dem Weg durch lichtleitende Glasfasern, lassen sich zur Strukturüberwachung verwenden. Bei der Brillouin-Streuung wird bspw. das Phänomen ausgenutzt, dass sich durch optische Fasern transmittiertes Licht an der von akustischen Wellen hervorgerufenen Veränderung der Glasfaser streut. Diese Streuung variiert mit der Veränderung von Temperaturen oder dem Belastungszustand der Lichtleitfaser und kann daher als Sensorsignal genutzt werden (ZW08, S. 145).

Faser-Bragg-Gitter-Sensoren

Faser-Bragg-Gitter (FBG)-Sensoren sind die bedeutendsten optischen Sensoren in Faserform (AAT09, S. 4). Die dafür genutzten optischen Fasern bestehen, ähnlich wie Lichtleitfasern, aus gezogenem Glas. Statt eines elektrischen Signals dient Licht als veränderliche Größe, welche unter anderem durch Dehnungen manipuliert wird.

Physikalisches Wandlungsprinzip Eine lichtleitende FBG-Faser besteht aus einem lichtleitenden Kern, einem konzentrisch darüber liegenden Fasermantel sowie einer abschließenden Beschichtung (vgl. Abb. 1.8 a). Sowohl Kern als auch Fasermantel bestehen aus

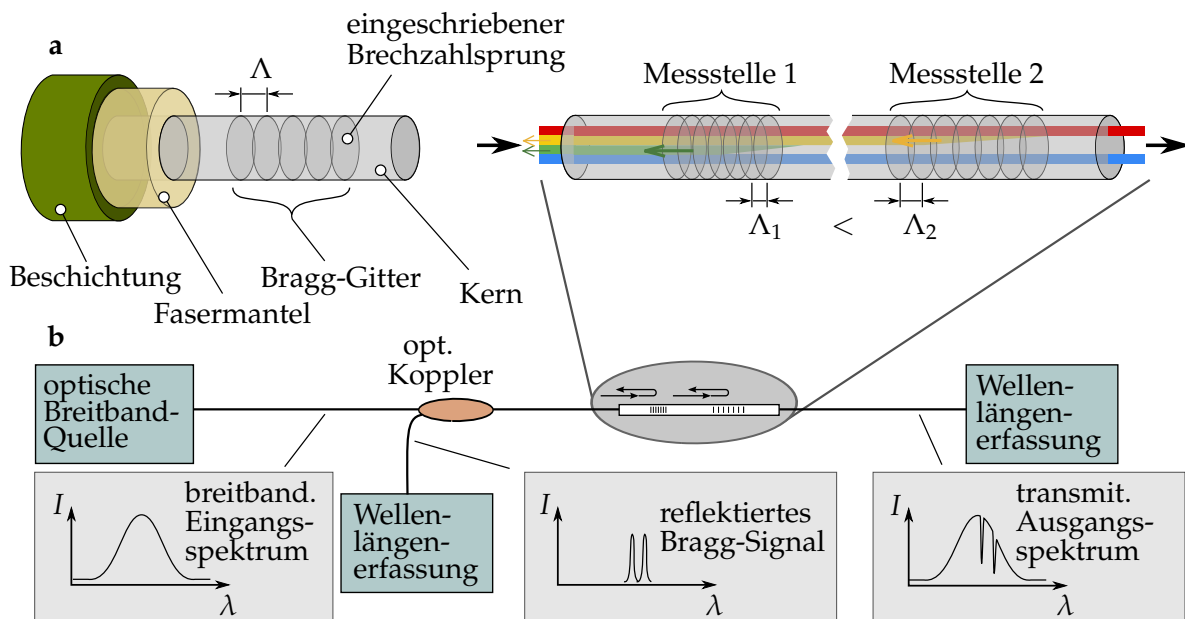


Abbildung 1.8: Aufbau und Funktionsweise von Faser-Bragg-Gitter-Sensoren nach (KDP⁺97, Rot11, WE06, Lin12): **a** Schema zum Aufbau einer Sensorfaser, **b** prinzipieller Aufbau eines Dehnungsmesssystem mit FBG-Sensoren und Vorgang der Bragg-Reflexion

reinem Quarzglas. Der Kern unterscheidet sich vom Mantel durch seine Dotierung in der elementaren Zusammensetzung und den daraus resultierenden optischen Eigenschaften. Meistens kommt Germanium als Dotand zum Einsatz. Dieses bewirkt einer Steigerung der Kernbrechzahl. Brechzahlunterschiede zwischen Kern und Mantel gewährleisten die Totalreflexion des im Inneren geführten Lichts und somit eine verlustfreie Lichtleitung (ZS02, S. 926). Der Werkstoff des Kerns ist so beschaffen (insbesondere durch die Dotierung mit Germanium), dass sein Brechungsindex durch Licht einer bestimmten Wellenlänge und bei ausreichender Energie verändert werden kann. Diese Eigenschaft wird als Photosensitivität bezeichnet (Lin12, S. 3–10). Das für den FBG-Sensor erforderliche Gitter kann aufgrund der Photosensitivität in den Kern eingeschrieben werden. Der Gesamtdurchmesser einer Lichtleitfaser liegt typisch im Bereich zwischen 120 μm und 250 μm . Der Kerndurchmesser variiert je nach Fasertyp im Bereich zwischen 10 μm und 100 μm . Dickere Kerndurchmesser erlauben die Transmission von Licht mit einem breitbandigen Spektrum (ZS02, S. 926). Die abschließende Schutzschicht ist nur wenige Mikrometer dick. Häufig handelt es sich dabei um ein Polymer. Dieses hat die Aufgabe das Eindiffundieren von Feuchtigkeit in das Glas zu verhindern. Feuchtigkeit führt zur Versprödung der Fasern und zum Verlust ihrer Funktion (Lin12, S. 3–4).

Um dem FBG-Sensor ein Signal zu entlocken, wird Licht mit breitbandigem Spektrum in diesen eingeleitet (vgl. Abb. 1.8 **b**). Ein einzelnes Bragg-Gitter reflektiert einen schmalbandigen Abschnitt des eingesendeten Lichts (Spektralbereich um die Bragg-Wellenlänge) und transmittiert den Rest mit fehlendem Abschnitt (KDP⁺97, S. 1442). Jeder ins Gitter eingeschriebene Brechzahlssprung reflektiert eine schwache Teilwelle. Durch den definierten Abstand der Gitterteilmarkierungen und aufgrund der Interferenz der Teilwellen (Teilwellen

summieren sich zu einer gegenläufigen Welle auf) ergibt sich die reflektierte Wellenlänge (Bragg-Wellenlänge λ_B) nach Gleichung 1.7 zum Produkte des zweifachen Gitterabstands (2Λ) mit dem Brechungsindex des Faserkernmaterials (n) (KDP⁹⁷).

$$\lambda_B = 2n\Lambda \quad (1.7)$$

Das Gitter wirkt wie ein Filter. Die zu reflektierende Wellenlänge wird durch den Gitterabstand vorgegeben. Alle anderen Wellenlängen treten ungehindert durch diesen hindurch (Lin12, S. 13). Die Bandbreite des Bragg-Reflexes ist dabei hauptsächlich abhängig von der Breite der einzelnen Gitterelemente (0,05 nm bis 0,5 nm) innerhalb der Gitter. Eine Irritation des Gitters (Ausdehnung infolge mechanischer Belastung oder Temperaturänderung) bewirkt eine Änderung des Gitterabstands Λ und dadurch eine Verschiebung der reflektierten Bragg-Wellenlänge (Bol02, S. 18). Infolge einer Temperaturänderung überwiegt eine weiterer Mechanismus. Eine Temperaturverschiebung hat zudem die Änderung der Brechzahl zur Folge. Die Verschiebung der Wellenlänge durch Brechzahländerung ist stärker als Änderung durch die thermische Ausdehnung (Verhältnis ca. 70/30). Nachfolgend wird der Zusammenhang zwischen äußerer Einflussgröße und Verschiebung der Bragg-Wellenlänge λ_B dargestellt (KDP⁹⁷, S. 1443):

$$\begin{aligned} \delta T = 1K &\implies \delta\lambda_B = 10 \text{ pm} \\ \frac{\delta L}{L} = 10^{-6} &\implies \delta\lambda_B = 1 \text{ pm (max. Auflösung)}. \end{aligned} \quad (1.8)$$

Die Aufzeichnung der Wellenlängenänderung kann über das reflektierte oder das transmittierte Signal erfolgen. Die Verschiebung der Wellenlänge des Bragg-Signals dient somit als Messsignal zur Überwachung von Messwerten mittels FBG-basierten Sensoren (KDP⁹⁷, S. 1442). Das Signal ist äußerst linear und hat sich bei der Dehnungsmessung sowie bei der Temperaturmessung bewährt (Bol02, S. 18). Vibrationen – Dehnungen mit hoher zeitlicher Auflösung – können ebenso erfasst werden (KDP⁹⁷, S. 1443).

Herstellungsverfahren Für die Herstellung von optischen Glasfasern über einen Ziehprozess wird zunächst ein geeigneter Quarzglas-Rohling benötigt. Dessen Herstellung erfolgt mit Hilfe eines Prozesses der chemischen Gasphasenabscheidung (CVD) (vgl. Abb. 1.9 a). Siliziumchlorid (SiCl_4) und Sauerstoff (O_2) werden durch das Innere eines Quarzrohrs geleitet. Durch die thermische Energie eines von Außen am Rohr entlang geführten Brenners kommt es zur Reaktion dieser beiden Gase. Siliziumdioxid (SiO_2) scheidet sich auf der Innenwand des Rohres ab und Chlorgas entweicht zusammen mit dem restlichen Sauerstoff gezielt aus dem Rohr. Die Dotierung mit Germanium wird ebenfalls über chemische Reaktionen in der Gasphase eingebracht. Das zunächst über einen längeren Zeitraum entstandene, dickwandige Rohr wird abschließend bei Temperaturen um die 2000°C durch die Wirkung von Oberflächenspannungen zu einem Stab kollabiert (Pet11).

Nun folgt die Formgebung des Rohlings zur Faser. Das verwendete Ziehturmverfahren (s. Abb. 1.9 b) kombiniert das Ziehen der optischen Faser mit dem Gitterschreibprozess. Der komplette Prozess verläuft in vertikaler Richtung von oben nach unten. Der Rohling (b)

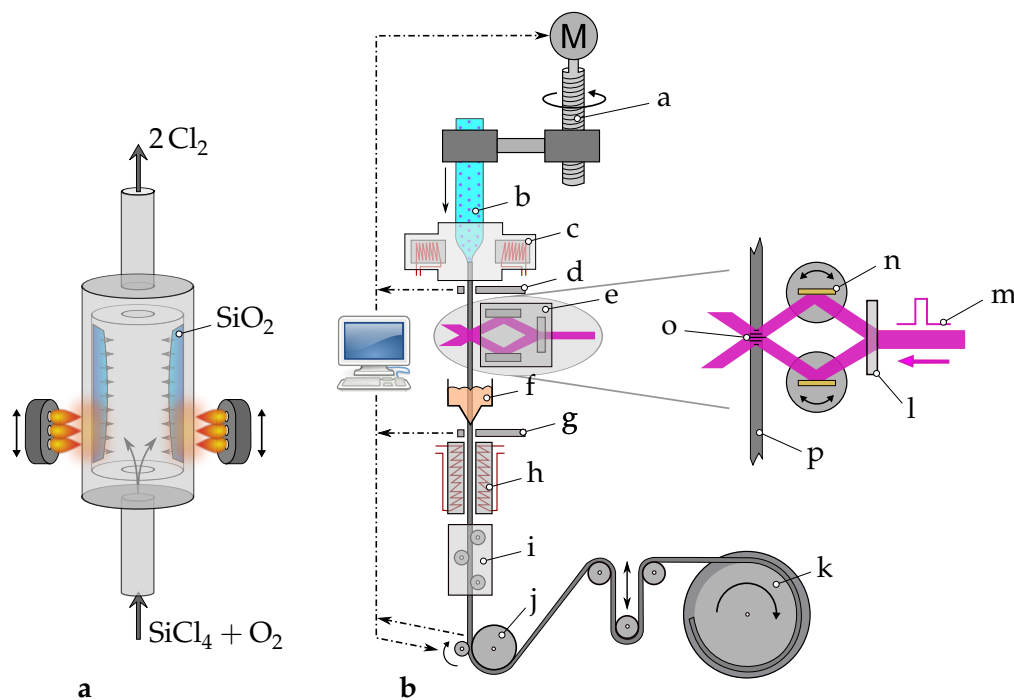


Abbildung 1.9: Herstellung von Faser-Bragg-Gitter-Sensoren nach (WE06, GNO08, Pet11, FBG12): **a** Herstellung der Vorform (Rohling) mittels CVD-Verfahren in einem Quarzrohr, **b** Ziehturmverfahren zur Herstellung von FBG-Sensoren - **a**...Vortrieb für den Rohling, **b**...Rohling, **c**...Ofen zum Anschmelzen des Rohlings, **d**...Durchmessererfassung, **e**...Talbot-Interferometer zum Einschreiben des Bragg-Gitters, **f**...Sensorbeschichtung (Ormocer, PI), **g**...Messung der Konzentrizität, **h**...Trocknung oder UV-Aushärtung für Beschichtung, **i**...Fadenkraftmessung, **j**...Messung der gespulten Faserlänge, **k**...Faseraufwicklung, **l**...Strahlteiler für, **m**...Laserimpuls, **n**...rotierbarer Spiegel, **o**...Interferenzmuster zum Einschreiben des Gitters in die, **p**...Glasfaser

wird als erstes im Ofenbereich erhitzt (c). Aus dem Preform wird die Faser ausgezogen. Die Faserdicke wird dabei über die Abzugsgeschwindigkeit reguliert. Anschließend wird in die Faser das Gitter aus sich abwechselnden Brechungsindizes mittels eines UV-Lasers eingeschrieben (e). Der Laserstrahl (m) wird dazu aufgespalten (l), über Spiegel (n) gelenkt und beide Teilstrahlen auf die Faser geleitet. Im Auftreffen bilden diese ein periodisches Interferenzmuster (o). Dieses Muster hat im für das jeweilige Gitter spezifischen Gitterabstand eine ausreichend große Energie (Amplitude des Laserlichts) um auf Grundlage der Photosensitivität der Quarzglasfaser das Einschreiben einer Brechzahländerung in genau diesem Gitterabstand zu ermöglichen. Nach dem Einschreiben des Gitters läuft die Faser durch ein Beschichtungsbad (f). Die Schicht wird in der Folge je nach verwendetem Beschichtungsmaterial durch Trocknung oder UV-Behandlung ausgehärtet (h). Die Gitterposition wird nun automatisch markiert und die Faser auf eine Trommel mit ausreichend großem Radius aufgewickelt (k) (FBG12).

Wesentliche Eigenschaften FBG-Sensoren weisen sich durch einige Vorteile aus. Sie haben, bezogen auf ihre Funktion, eine geringe Masse und haben sehr gute elastische Eigenschaften mit langer Lebensdauer. Bei einer zyklischen Belastung werden Dehnungen von 1 % von der Faser dauerhaft toleriert. Die maximale elastische Dehnung beträgt 4 % (WE06). Für die Dehnungsmessung weisen sie ein bedeutend besseres Dehnungsauflösungsvermögen auf als DMS (SYL06, S. 758). Ihr k-Faktor ist mit einem Wert von 0,79 im Vergleich zu DMS geringer (RK08). Sie sind elektrisch passiv und das Sensorsignal ist gegenüber elektrischen oder magnetischen Störeinflüssen in Form von Feldern immun. Der Energieeintrag durch den Sensor ist vernachlässigbar klein. Gegenüber kritischen Umgebungsbedingungen sind FBG-Sensoren tolerant und operieren in einem weiten Temperaturbereich (BB07, AAT09, Sma11). Aktuell ist durch die polymere Beschichtung (Ormocer) die maximale Einsatztemperatur auf 250°C festgelegt (WE06). Die Abmaße der Sensoren sind klein. Übliche Fasern weisen einen Durchmesser von 200 µm auf. Neuere Entwicklungen in Japan zielen auf die Verringerung des Durchmessers. Eine Reduzierung auf bis zu 52 µm Gesamtdurchmesser wurde erreicht (TOT71, Ish06). Für die Installation von FBG-Sensoren ist nur ein geringer Verdrahtungsaufwand erforderlich. In einem Sensor können durch die Multiplexierbarkeit mehrere Messstellen gleichzeitig untergebracht sein, welche sich durch einen exakt vorgegebenen, von einander verschiedenen Gitterabstand unterscheiden. Dies erlaubt eine eindeutige Zuordnung der Bragg-Reflexe zur jeweiligen Messstelle. Die maximale Zahl der möglichen Gitter und damit der Messpositionen ist abhängig von Breite des verwendeten Lichtspektrums. 20 oder mehr Messstellen sind möglich (KDP⁺97, S. 1443).

Die Fasern sind auf der anderen Seite leicht zerbrechlich, besitzen einen begrenzten Biegeradius und müssen aus diesem Grund vorsichtig gehandhabt werden (AAT09, S. 4). Ein weiterer Nachteil liegt in der fehlenden Reparierbarkeit von eingebetteten FBG-Sensoren. Es können im ungünstigen Fall bei einem Faserriss gleich mehrere Messstellen ausfallen (BB07, AAT09). Nachteilig für die mobile Anwendung in kleinen (Prothesen) bis mittelgroßen Strukturen (Fahrzeuge) ist zudem die Größe sowie der Preis der notwendigen Signalerzeugungs-, -erfassungs- und -auswertungselektronik. Sowohl Abmaße, Masse und Kosten sind für dieses Anwendungssegment zu groß bzw. hoch.

Anwendungen Für die Einbettung in Verbundwerkstoffe bieten sich die optischen Fasersensoren an. Dort können sie zur Strukturüberwachung sowie zur Erkennung von Schäden eingesetzt werden. Die Anwendung als Sensor für eine intelligente Flugzeughaut befindet sich in der Entwicklung. FBG-Sensoren werden zur Überwachung von Druck, Volumenstrom und Temperatur sowie zur Erfassung seismischer Aktivitäten im Bereich von Gas- und Ölpipelines verwendet. Auch in Brunnenbohranlagen kommen diese zum Einsatz (Ker00, AAT09). In der Energietechnik werden Kraftwerkgeneratoren, Gasturbinen und die Flügel von Windkraftanlagen überwacht. Für den mechanischen Test von Flugzeugkomponenten, wie Flügel und Rumpf von Airbus, taten die Sensoren bereits ihren Dienst. Für die Überwachung von Felsankern in Bergwerken und Tunneln sowie von Bauwerken (bspw. Brücken) spielen FBG-Sensoren eine Rolle. Zur Lastüberwachung bei der Oberleitungsübertragung von Strom in der Bahntechnik werden FBG-Sensoren in Anspruch genommen (WE06). Die Anwendung des Sensors im Rahmen eines Qualitätssicherungssystems für eine Punktschweißzange zur Kraftmessung wurde erfolgreich getestet. Das hohe Auflösungsvermögen für Temperaturänderungen und Dehnungen zeichnet sich dabei aus (Bur12).

Mit Hilfe von FBG-Sensoren können Einschläge und entstandene Schäden detektiert werden. Mit einer hohen zeitlichen Auflösung lassen sich abrupte Dehnungsänderungen für die Schadenserkenkung erfassen. Eine örtliche Auflösung der Einschlagstelle wird durch Aufnahme des zeitlichen Versatzes des Dehnungssignals bei Erfassung mit einer Vielzahl an Messstellen erreicht (TKST04, S. 1285). Das Vorliegen von Schäden ist mittels eines Vergleichs transmittierter Schallwellen, welche von einer aktiven Quelle ausgesandt werden, zu erreichen. Das aktuelle Signal wird dafür einem Referenzsignal (unbelasteter und schädigungsfreier Zustand) gegenübergestellt. FBG-Sensoren zeigen dabei zu piezoelektrischen Sensoren vergleichbare Eigenschaften und konnten erfolgreich Einschlagsschäden in CFK erfassen (TTUT04, S. 719). Delaminationen, als eine Art des Schadens, können auf diese Weise auch erfasst werden (TOT71, S. 978).

Einbettungseignung in Faserverbunde Optische Fasern sind gut zur Integration in endlosfaserverstärkte, polymere Verbundwerkstoffe geeignet. Die Einbettung von optischen Fasersensoren kann unter Umständen für den Faserverbund eine Verringerung der mechanischen Eigenschaften zur Folge haben. In frühen Versuchen kam es zu einer Reduzierung der transversalen Festigkeit um 50 % (CPS93). Aus diesem Grund liegt eine Kernfrage für die Integration von FBG-Sensoren in der Gewährleistung von Bedingungen zur Vermeidung der Rissinitiation durch diese Sensoren (Sko02, S. 2501). Weitere Untersuchungen zeigten, dass die Einbettung einer optischen Faser Grund für Spannungen und Dehnungskonzentrationen um die Faser, gewöhnlich begrenzt auf einen Bereich in der Größenordnung des Faserdurchmessers, ist. Die Einbettung führt dabei zu Harznestern, insbesondere wenn die umgebenden Fasern der Verstärkungsfaserlagen nicht parallel zur Sensorfaser liegen. Solche Harznester können der Ausgangspunkt für Delamination sein. Es besteht Konsens, dass die beschriebenen Spannungskonzentrationen zudem die Ermüdungslebensdauer optischer Fasern verringern (ZS02, S. 934). Eine Möglichkeit die Bildung von Harznestern und Defekten zu vermeiden liegt in der Anwendung von Fasern geringerer Durchmesser (Ish06, S. 33). Für Fasern mit einem Durchmesser kleiner als 100 μm ist der, nach Einbettung in einen Faserverbund bewirkte, Festigkeitsverlust vernachlässigbar (CPS93). Die Einbettung parallel zur Verstärkungsfaserrichtung hat nur geringfügig verminderte, mechanische Eigenschaften des Verbundes zur Folge und ist damit eine Grundbedingung für die zielführende Sensorintegration. SKONTORP kommt zum Ergebnis, dass die Einbettung optischer Fasern unter dieser Voraussetzung – sogar in kritischen und hochbelasteten Bereichen – keinen negativen Einfluss auf diese hat (Sko02, S. 2513).

1.3.3 Piezoelektrische Sensoren

Physikalisches Wandlungsprinzip piezoelektrischer Materialien Bei mechanischer Beanspruchung bestimmter Materialien (bzw. bestimmter Kristalle) kann die Bildung eines elektrischen Potentials beobachtet werden (Mar72, S. 1607). Weiterhin kann eine Korrelation zwischen der Höhe der Belastung und dem anliegenden Potential nachgewiesen werden. Phänomenologisch handelt es sich dabei um den direkten piezoelektrischen Effekt (AAT09, S. 2). Er tritt bei einer Reihe von keramischen und polymeren Materialien auf. Mikroskopisch ist der piezoelektrische Effekt auf eine Verschiebung der Ladungsdichte infolge der Positionsänderung von Atomen innerhalb der betreffenden Kristallstruktur

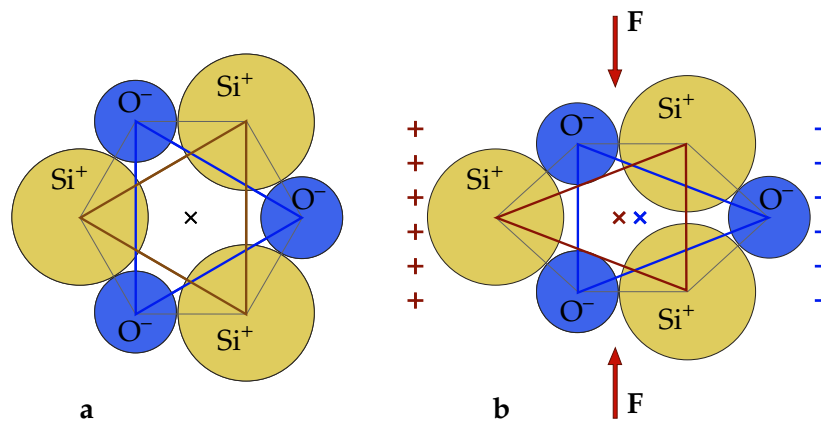


Abbildung 1.10: Mikroskopisches Grundprinzip des piezoelektrischen Effekts am Beispiel von Quarz (nach (HSF07)): **a** unbelasteter Quarzkristall – Ladungsverteilung ist symmetrisch, **b** belasteter Quarzkristall – verschobene Ladungsverteilung durch relative Verschiebung der Ionen im Kristall führt zu Nettopolarisierung

zurückzuführen (Mar72, S. 1612). Abbildung 1.10 verdeutlicht dies am Beispiel des Quarzkristalls.

Grundvoraussetzung für das Vorhandensein piezoelektrischer Eigenschaften ist ein nicht-zentrosymmetrisches Kristallsystem bei einem Material (Bol02, S. 19). In diesen Kristallsystemen existiert kein Symmetriezentrum innerhalb einer Elementarzelle. D. h., es gibt keinen Punkt an dem eine Spiegelung durch diesen Punkt zum identischen Aufbau der Elementarzelle und damit des Kristalls führt. Quarz besitzt ein trigonales Kristallsystem und erfüllt damit diese Voraussetzung. Die Elementarzelle bildet einen Tetraeder mit vier Sauerstoffatomen an den Ecken und einem Siliziumatom im Zentrum. Im unbelasteten Zustand existiert eine symmetrische Verteilung der Einzelladungen der Ionen Si^+ und O^- im Kristall (vgl. Abb. 1.10 a). Wird das Quarz nun belastet, verschieben sich die Atome zu einander und gleichzeitig ändert sich die Ladungsverteilung. Die Ladungsschwerpunkte der Summen der positiven sowie der negativen Ladungen sind nicht mehr deckungsgleich und liegen auseinander. Dadurch bildet sich zwischen beiden Punkten ein elektrisches Potenzial (vgl. Abb. 1.10 b). Aufsummiert über den kompletten Kristall kann diese Ladungsverschiebung direkt von der Oberfläche in Form einer Spannung abgenommen und gemessen werden. Nachweislich handelt es sich somit um einen Volumeneffekt (Mar72, S. 1612). Aus dieser Beschreibung ist außerdem abzuleiten, dass die Ausprägung der Piezoelektrizität von der Kristallrichtung abhängt. Weitere Varianten dieses Prinzips der Ladungsverschiebung werden im Folgenden, für im SHM gebräuchliche Sensormaterialien, erläutert.

Blei-Zirkonat-Titanat (PZT)

Blei-Zirkonat-Titanat (PZT)-Keramiken sind der gebräuchlichste piezoelektrische Werkstoff. Für die Überwachung von Verbundwerkstoffen wird PZT in unterschiedlichen Formen eingesetzt. In der voluminösen Form bzw. in Form von gestapelten Scheiben erfolgt zumeist der Einsatz auf der Oberfläche von Bauteilen. Für die Integration ins Innere von

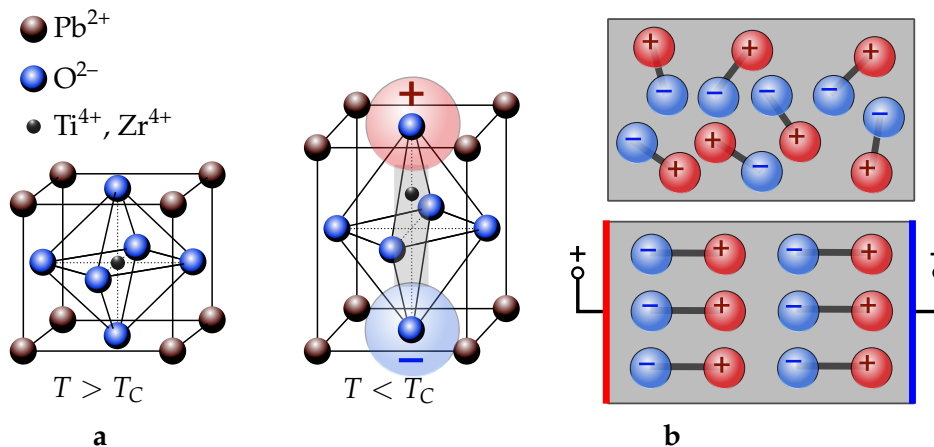


Abbildung 1.11: Kristallstruktur von Blei-Zirkonat-Titanat (PZT) und Vorgang der Polarisierung: **a** Perowskit-Struktur von PZT oberhalb (links) und unterhalb der ferroelektrischen Curie-Temperatur T_C – Ausbildung einer nicht-zentrosymmetrischen Struktur sowie einer Ladungsverschiebung pro Elementarzelle, **b** Polarisierung von PZT-Keramiken – spontane Polarisierung (oben) und gerichtete Polarisierung innerhalb eines starken elektrischen Feldes bei der Abkühlung von T_C führt zu Nettopolarisierung

Faserverbundstrukturen werden faserförmige PZT oder Sensoren auf Basis abgeschiedener PZT-Dünnschichten verwendet.

Physikalisches Wandlungsprinzip Aufgrund ihrer Zusammensetzung ($\text{PbZr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$) weisen PZT eine Perowskit-Struktur des Kristalls auf (RHB⁺04). Die Blei-Atome sind in der Elementarzelle der PZT kubisch angeordnet. Die Sauerstoffatome fügen sich kubischflächenzentriert ein und jeweils ein Titan- bzw. Zirkoniumatom liegt in der Raummitte. Titan- bzw. Zirkoniumatome nehmen die Position in der Raummitte nur bei Temperaturen über der ferroelektrischen Curietemperatur ein. Unterhalb dieser Temperatur kommt es zu einem leichten Auswandern, weg von der Zentralposition. Dadurch bildet sich eine Polarisierung bzw. ein Dipol aus (s. Abb. 1.11 a). Dies ist die bekannte Voraussetzung des nicht-zentrosymmetrischen Kristallgitters. Durch eine mechanische Belastung wird die relative Verteilung der Atome des Gitters weiter verschoben, es kommt zu einer erneuten Ladungsverschiebung und zum Aufbau eines Dipols. Dieser ist direkt proportional zur Stärke der Belastung und damit für Sensorzwecke nutzbar.

Herstellungsverfahren Die unterschiedlichen Domänen innerhalb der polykristallinen Struktur des PZT polarisieren ohne zusätzliche Einflüsse stochastisch, sodass sich die Dipole makroskopisch ausgleichen und bei Abkühlung unter die Curietemperatur keine Nettopolarisierung auftritt (s. Abb. 1.11 b oben). Der piezoelektrische Effekt tritt dann makroskopisch nicht in Erscheinung. Aus diesem Grund ist es erforderlich diese Werkstoffe zu polarisieren und die Domänendipole gleichsinnig auszurichten (Bol02, S. 19). Die Polarisierung von PZT erfolgt nach dem Sintern der Keramik sowie nach deren Kontaktierung. Bei gleichzeitiger Erwärmung der PZT nahe der Curietemperatur wird ein starkes elektri-

sches Feld (mehrere 10^6 V/m) angelegt und während der Abkühlung aufrecht erhalten. Auf diese Weise wird die remanente Polarisierung eingeprägt (WSS⁺96). Dieser Prozessschritt ist allen Sensorformen aus PZT gleich.

Die Herstellung von Belastungssensoren auf Basis von PZT-Fasern umfasst zuvor weitere Schritte. Im ersten Schritt werden Grünlingsfasern durch Verspinnen eines langzeitstabilen Sols, welches aus einem Sol-Gel-Prozess gewonnen wurde, bei einer Spinn temperatur von 130°C erzeugt. Dem folgt die Trocknung dieser Vorfaser bei Raumtemperatur über einen Tag und die anschließende Pyrolyse bei 600°C. Abschließend werden diese Fasern gesintert. Das Sintern läuft bei 850°C bis 950°C in geschlossenen Aluminiumoxidgefäßen unter Kontrolle des PbO-Partialdrucks ab (WSS⁺96, S. 569–570). Nachdem Fasern vorliegen, folgen die Herstellungsschritte für den eigentlichen Sensor. Zuerst werden die PZT-Fasern dazu parallel ausgerichtet. In diesem Zustand schließt sich die Infiltration mit Epoxydharz und dessen Autoklav-Aushärtung an. Anschließend erfolgt der Zuschnitt von Scheiben mit einer Dicke von 0,5 mm bis 1 mm. Die Abscheidung von Elektroden kann je nach Sensoraufbau an dieser Stelle oder bereits vor der Infiltration erfolgen. Bei quer-orientierten Sensoren wird nach dem Zuschnitt kontaktiert. Bei Nutzung der PZT-Fasern in Längsrichtung erfolgt die Aufbringung der Elektroden bereits vor der Infiltration. Für die Kontaktierung werden häufig Silber- oder Gold-Elektroden genutzt (GZ00, BFF09). Die Polarisierung ist in jedem Fall der letzte Schritt. Diese wird in Öl bei 80°C und einer Spannung von bspw. 5,5 kV/mm für zwei Stunden und bis zur Abkühlung auf 50°C, bei weiterhin angelegtem elektrischen Feld, durchgeführt (SHB⁺01, BFF09).

Wafer-basierte und durch Dünnschichtabscheidung erzeugte oder gedruckte PZT-Dünnschichten kommen ebenso in der SHM zum Einsatz. SMART[®] ist ein Folien-basiertes, fertig konfiguriertes, piezoelektrisches Sensornetzwerk (Ace). Die einzelnen Piezosensoren werden dafür zwischen zwei Polyimid-Folien, inklusive der erforderlichen Verdrahtung, einlaminiert. Die entstehende Struktur kann eingebettet oder auf die Bauteiloberfläche appliziert werden (Bol02, S. 20). Die Herstellung dieser Foliensensoren umfasst Druckverfahren, Strukturierungsprozesse, die Integration von fertigen Sensorelementen, das Laminieren der Folien unter Einwirkung höherer Temperaturen sowie den Zuschnitt und die Konfektionierung von Steckern oder anderen Signalübertragungselementen (LC02, S. 922).

Wesentliche Eigenschaften Die Fasern der Faser-basierten PZT-Sensoren haben aktuell einen Durchmesser im Bereich von 20 bis 30 µm. Die Dicke der infiltrierten Sensorblättchen beträgt minimal 0,5 mm. Die lateralen Abmessungen können je nach Anwendung variiert werden. Die parallele Ausrichtung der Fasern bedingt eine hohe Empfindlichkeit gegenüber mechanischen Einflüssen (0,001 - 2 ‰). Für den Sensor ist keine Stromversorgung erforderlich. Im Temperaturbereich zwischen -40°C und 80°C können diese betrieben werden (BFF09, Fra10). Die maximale Bruchdehnung von PZT-Fasern mit einem Durchmesser von 266 µm lag bei 0,42 %. Diese Fasern wiesen gleichzeitig eine Festigkeit von 68 MPa auf (KH04, S. 1990). Fasern dünnerer Durchmesser besitzen aufgrund des Faserparadoxons eine höhere Festigkeit. Werte von bis zu 300 MPa wurden für Fasern mit Durchmessern bis 30 µm ermittelt (WSS⁺96, S. 570). PZT-Elemente nehmen wenig Raum ein und haben eine geringe Masse. Die Vorteile ihrer Anwendung liegen außerdem in einer geringen Leistungsaufnahme sowie im geringen Preis. Ein nicht-lineares Verhalten und das Auftreten einer Hysterese bei großen Dehnungen oder erhöhten Temperaturen wirken sich nachteilig

auf die Sensoreigenschaften aus. Die geringe Dehnung, hohe Sprödigkeit und eine kurze Ermüdungslebensdauer werden von SU ET AL. weiterhin als wesentliche Einschränkungen für PZT-Sensoren angeführt (SYL06, S. 757).

Die Messung von statischen Lasten und von eher statischen Dehnungen ist mit PZT-Elementen nur eingeschränkt möglich. Das Ortsauflösungsvermögen ist dabei abhängig von der Sensorgröße. PZT-Sensoren auf Folien- bzw. Dünnschicht-Basis sind in unterschiedlichen Abmessungen verfügbar (AAT09, S. 2–3). Abmaße von 7 mm x 1,65 mm x 0,2 mm sind üblich (GZ00, S. 966). Die Sensorelemente sind bei einer Dicke von 0,2 mm bis zu einer Masse von 68 mg bei einem Preis von \$15 zu haben (GC05, S. 88). Die maximale Umgebungstemperatur für deren Anwendung liegt bei 180°C (PI 07).

Anwendungen Piezoelektrische Sensoren sind überwiegend zur Messung dynamischer Belastungen im Einsatz. Zur Einschlagserkennung bei Faserverbundstrukturen sind diese ideal geeignet (Bol02). Sowohl Einschlagsort, als auch Einschlagsenergie können mit Hilfe eines Modells errechnet werden (Cha). Die Erfassung von Schwingungen ist in einem weiten Frequenzbereich (0,1 bis 10000 Hz bei Faser-basierten PZT) möglich (BFF09, S. 9). Sie bieten sich dadurch zur strukturellen Überwachung von Windkraftanlagen und ebenen Strukturen an. Oft kommen aktive Verfahren, zur Überwachung mittels PZT, zum Einsatz. Die PZT-Elemente übernehmen dabei sowohl die Impulsgeber- als auch die Aufzeichnungsfunktion. Die Geräusch- und Schwingungsdämpfung bei Maschinen ist ein weiteres Anwendungsgebiet. Die zerstörungsfreie Prüfung in der Luftfahrt und automobile Anwendungen werden als Szenarien beworben (Fra10, S. 2). Für die Generation von Lamb-Wellen sowie zu deren Aufzeichnung werden die PZT-Elemente häufig verwendet (SYL06, S. 757). Die passive Erfassung von Rissentstehung und Rissausbreitung mittels der Überwachung akustischer Emissionen sind geläufige Anwendungen für Faserverbundstrukturen (GC05, S. 88–89). Verfahren zur Detektierung von Delamination befinden sich noch in Entwicklung, sind jedoch mittels PZT machbar (BG03). Die Überwachung der Harzaushärtung wurde bereits erfolgreich getestet. Infolge der Aushärtung des Harzes kommt es zur Änderung der Dämpfungs- und Impulsübertragungseigenschaften eines Faserverbundmaterials. Die aktive Überwachung erlaubt dadurch einen Einblick in den Aushärtungszustand eines Bauteils aus diesem Werkstoff (LC02).

Einbettungseignung in Faserverbunde In Bezug auf die Einbettungseignung von PZT-Sensoren ist eine differenzierte Betrachtung erforderlich. Voluminöse PZT-Elemente sind durch ihre große Masse und die Sprödigkeit für die Einbettung in Faserverbunde ungeeignet (Bol02, S. 20). Verschiedene PZT-Elemente sind gut zur Integration in Faserverbunde geeignet (SYL06, S. 757). Insbesondere Dünnschicht-, Folien- und auf Fasern basierende Elemente mit geringer Dicke können in Lamine eingebettet werden. Faser-basierte Sensoren erlauben eine moderate Biegung und die Applizierung in gekrümmte Bauteiloberflächen (bis 20 mm Krümmungsradius). Durch die Einbettung in Epoxydharz sind sie elektrisch isoliert und besitzen eine passende Kompatibilität zum Matrixmaterial (BFF09, S. 9). Ein dehnbare Netzwerk aus PZT-Sensorknoten wird für die Einbettung in Faserverbunde empfohlen. Leiterbahnen liegen in einer Mäander-Struktur vor und ermöglichen so eine ebene Dehnung des Netzwerks in beide Richtungen (Cha09). Geringe Querschnitte

dieser netzförmigen Sensorstruktur erlauben die Einbettung in Faserverbunde unter Vermeidung großer Matrixanhäufungen sowie unter Gewährleistung des interlaminaren Zusammenhalts der Faserverbundstruktur. Diese Sensorform der PZT wird im Vergleich mit anderen PZT-Sensoren in Bezug auf die Einbettung als besonders geeignet angesehen.

Es besteht eine Schwierigkeit in der Kompatibilität zwischen den mechanischen Eigenschaften des Faserverbundwerkstoffs mit denen des piezoelektrischen Materials von PZT-Elementen. Starke Unterschiede der mechanischen Eigenschaften erschweren die störungsfreie Einbettung bzw. bedingen eine vorzeitige Schädigung und den Ausfall der Sensoren (Bol02, S. 20). Einige piezoelektrische Sensoren besitzen keine ausreichende elektrische Isolierung. Bei deren Integration in CFK ist eine zusätzliche Isolierung erforderlich. Zum Schutz vor Kurzschlüssen kann die Sensoreinbettung bspw. zwischen separaten Glaslagen erfolgen. Eine mögliche Reduktion der Festigkeit sowie die ggf. erforderliche Querschnittserhöhung am Bauteil sind Nachteile dieses Vorgehens (LC02, S. 920).

Zur Untersuchung des Einflusses eingebetteter SMART[®]-Sensornetzwerke auf die strukturellen Eigenschaften des Verbundes wurden mechanische Versuche durchgeführt. Im Ergebnis zeigten eingebettete SMART[®]-Lagen einen lediglich vernachlässigbaren Einfluss auf die strukturellen Eigenschaften der Wirtsstruktur des Verbundwerkstoffes. Nur bei sehr sprödem Wirtsmaterial zeigte sich ein größerer Einfluss auf das Aufprallverhalten und ein erhöhter Schaden im Vergleich zur unbestückten Struktur. Der eingebettete Einsatz in Strukturanwendungen ist daher nach Meinung der Autoren bedenkenlos möglich (LC02, S. 924–930).

Polyvinylidenfluorid (PVDF)

Unter allen bekannten piezoelektrisch wirksamen Polymeren zeigt Polyvinylidenfluorid (PVDF) die stärkste piezoelektrische und pyroelektrische Wirkung (Lov83, S. 1115). Die Verschiebung von Dipolen ist auch bei diesem Material die Grundlage für den piezoelektrischen Effekt. Doch wie kommt es zu diesen starken Dipolen?

Physikalisches Wandlungsprinzip Zunächst besteht die Polymerkette aus dem Monomerglied $[CH_2 - CF_2]_n$ in welchem Fluor und Wasserstoff alternierend an die lineare Kohlenstoffkette gebunden sind (WSSG11, S. 296). Das Fluor-Atom hat eine nur geringfügig größere Ausdehnung als das Wasserstoff-Atom. In der Polymerkette stellt es somit keine gravierende Unstetigkeit dar. Die Bindung zum Kohlenstoff ist sehr stark polar. Dies ist der Grundbaustein für den bei Ferroelektrika erforderlichen Dipol und damit für die piezoelektrischen Eigenschaften dieses Polymers. PVDF ist sehr regulär aufgebaut und zeigt ein geringes Auftreten von Kopf-Kopf- und Schwanz-Schwanz-Verbindungen² der Monomerbausteine im Polymer. Das eher seltene Auftreten dieser Art von Fehlstellen begünstigt die Kristallisation. Konformationen³ mit geringster innerer Energie (Wechsel von trans (t) und gauche (g)) sowie durch äußere Einflüsse erzwungene Konformationen der Molekülketten (all-trans) sind möglich (vgl. Abb. 1.12 a, b). Die all-trans sowie die tg^+tg^- sind die am

²Der Monomerteil CH_2 wird als Kopf und CF_2 als Schwanz bezeichnet.

³Die räumliche Anordnung eines organischen Moleküls infolge der drehbaren Bindungen zwischen Kohlenstoffatomen wird als Konformation bezeichnet.

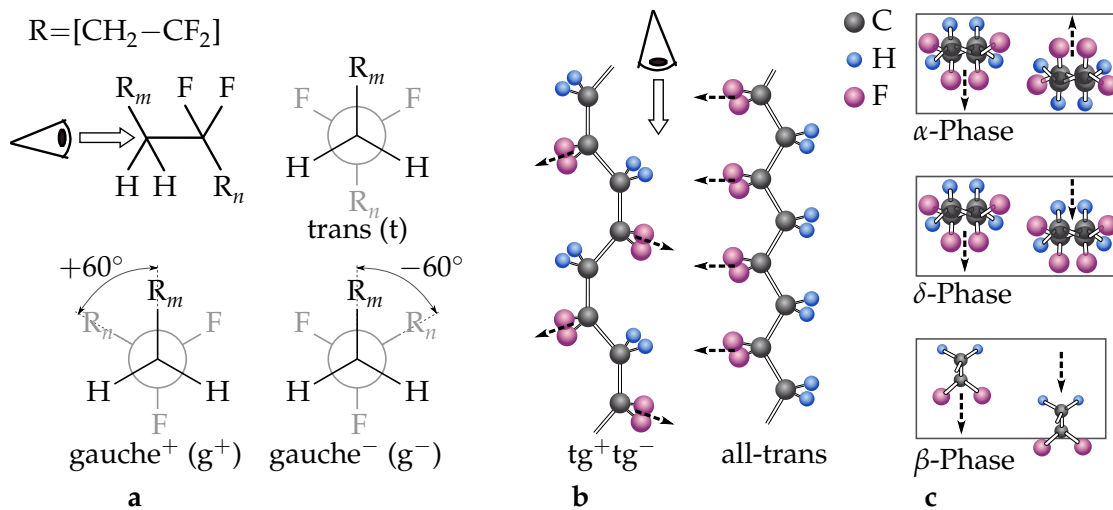


Abbildung 1.12: Aufbau und Struktur von PVDF nach (Lov83): **a** Monomerzusammensetzung mit Blickrichtung für die Newman-Projektionen der Grundelemente der Kettenkonformation (trans (t), gauche⁺ (g⁺), gauche⁻ (g⁻)), **b** häufigste Konformationen der PVDF-Kette (tg⁺tg⁻ und all-trans) mit Dipolen (Pfeile) und Blickrichtung für die Darstellung der Polymere in der Elementarzelle unterschiedlicher Phasen, **c** Elementarzellen der Phasen von PVDF mit ihren Dipolen (Pfeile)

häufigsten vorkommenden Konformationen. Diese zeigen, wegen der gleichmäßigen Ausrichtung der Dipole, die größten Polaritäten. Die polare Konformation der Polymerketten allein ist aber noch kein Garant für die Nettopolarität des Materials im Volumen. Durch die Anordnung im Kristall löschen sich die polaren Momente der Einzelketten häufig gegenseitig aus (Lov83, S. 1117). Vielfältige Anordnungsmöglichkeiten im Zusammenspiel der benachbarten Ketten sind beim PVDF gegeben und somit Voraussetzung für die Darstellung unterschiedlicher Phasen. Insgesamt kann das polymorphe Material vier unterschiedliche Kristallphasen bilden, welche in der Regel jeweils auch parallel vorkommen (WSSG11, S. 296).

Die im thermodynamischen Gleichgewicht entstehende α-Phase bedingt einen Auslöschungseffekt der Dipolmomente. Die α-Elementarzelle besteht aus zwei Ketten mit der Konfiguration tg⁺tg⁻ mit einer antiparallelen Ausrichtung der Fluor-Atome und somit der Dipolmomente (vgl. Abb. 1.12 c). Diese Phase entsteht beim Einfrieren von allen möglichen Temperaturen. Die δ-Phase kann durch Beaufschlagung von PVDF mit einem starken elektrischen Feld erzeugt werden. Im Feld richten sich die zuvor antiparallel vorliegenden Dipole der α-Phase gleichgesinnt aus und bilden einen Nettodipol (s. Abb. 1.12 c). Die Phase mit der größten Nettopolarität ist die β-Phase. Die Elementarzelle dieser Phase ist aus zwei parallelen Ketten mit der all-trans-Konformation aufgebaut. Deren Dipole sind gleichgesinnt ausgerichtet (vgl. Abb. 1.12 c). Die Anordnung von Wasserstoff- und Fluor-Atomen der benachbarten Ketten auf einer Ebene sorgt für eine stabile Kristallstruktur. Die Bildung dieser Phase ist nicht über eine Schmelzeabkühlung möglich. Nur durch Einwirkung mechanischer Spannungen bzw. elektrischer Felder wird die Bildung dieser Phase provoziert. Die Bildung der β-Phase wird im Wesentlichen durch eine erzwungene, mecha-

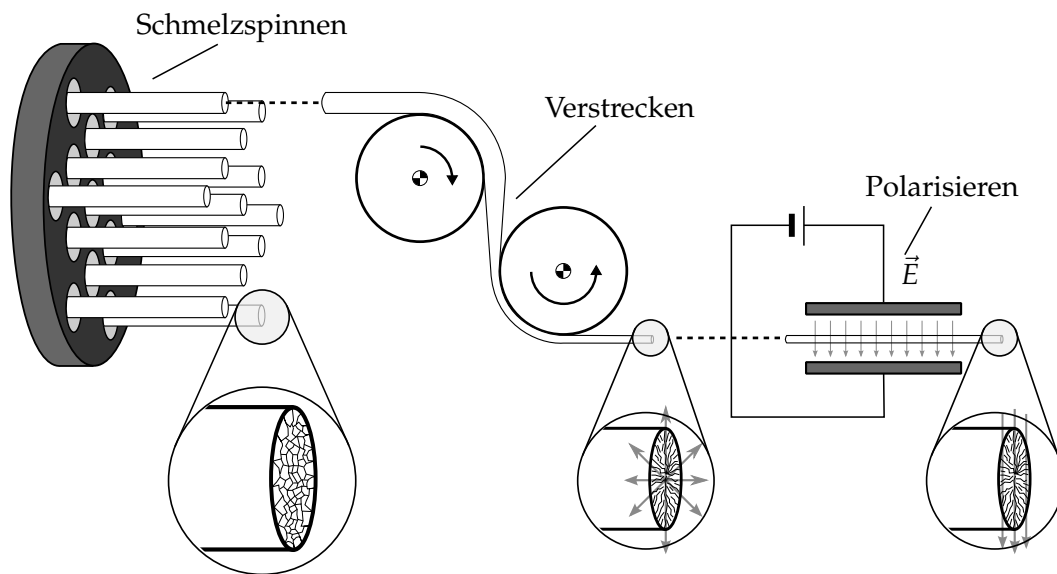


Abbildung 1.13: Herstellung und Struktur von PVDF-Fasern nach (Lov83, WSSG11): Schmelzspinnen von PVDF-Fasern erzeugt Sphärolithe der α -Phase, anschließendes Verstrecken bewirkt die Phasentransformation zur uniaxial ausgerichteten β -Phase und durch nachfolgende Polarisierung werden die Dipole parallel ausgerichtet - es entsteht eine Nettopolarisierung

nische Dehnung von PVDF bei leicht erhöhten Temperaturen (um 90°C) erwirkt. Um sich auszudehnen, besteht bei dieser Temperatur keine Möglichkeit des Abgleitens der Ketten auf einander. Die Längenänderung ist daher nur durch eine Änderung der Kettenkonformation zu all-trans, der gestrecktesten Variante (in 180° -Stellung zu einander), möglich.

Die Kristallisation in eine symmetrische, sphärische Vielkristall-Anordnung hat aber nach dem Verstrecken wiederum eine gegenseitige Auslöschung der Polarisierung der Einzelkristalle im größeren Volumen zur Folge. Daraus leitet sich die Notwendigkeit zur Polarisierung ab. Nach Bildung der β -Phase liegt eine statistische Verteilung der Dipole durch die Kristallisation vor. Durch eine gezielte Polarisierung, in einem von außen angelegten elektrischen Feld ($3 \cdot 10^7 \text{ V/m}$), wird die gleichmäßige Ausrichtung der Dipole erreicht und die größtmögliche Nettopolarisierung erzielt (Lov83, S. 1117).

Herstellungsverfahren Die wichtigsten Schritte des Herstellungsprozesses für piezoelektrisches PVDF sowie die Hintergründe wurden bereits erläutert. PVDF ist hierbei geeignet zum Spritzgießen, Folienziehen und zum Schmelzspinnen unter Anwendung thermoplastischer Verarbeitungsverfahren. Durch das Schmelzspinnen können PVDF-Fasern kleiner Durchmesser, welche zur Einbettung in Faserverbundwerkstoffe geeignet sind, gewonnen werden. Der verwendete Verfahrensablauf und die nach jedem Prozessschritt vorliegende Struktur des PVDF sind in Abbildung 1.13 dargestellt. Die Ausbildung der unpolaren α -Phase ist beim Verspinnen und der nachfolgenden Abkühlung gegeben. Beim Spinnen der Fasern entsteht bereits eine Vorzugsorientierung der Molekülketten in Richtung der Extrusionsachse. Die Transformation der unpolaren α -Phase in die β -Phase erfolgt mittels einer

anschließenden Verstreckung. Nach diesem Kaltverstrecken liegt die piezoelektrische Phase polykristallin, mit statistischer Verteilung der Dipole, vor. Durch eine nachfolgende Polarisierung bei einer Temperatur von ca. 80°C werden diese parallel ausgerichtet und das Material erhält seine remanente Nettopolarisierung. Das elektrische Feld wird dazu bis zur Abkühlung aufrecht gehalten. Im Fall von PVDF-Fasern erfolgen sowohl Polarisierung als auch Kontaktierung nach Einbettung in einen faserverstärkten Kunststoff (WSSG11, S. 297).

Wesentliche Eigenschaften PVDF zeichnet sich durch eine hervorragende chemische Stabilität sowie durch eine exzellente Biokompatibilität aus (WSSG11). Eine Temperatur ab 164°C erlaubt bereits eine verstärkte Kettenmobilität. Die Zwangsphase (β -Phase) geht dann zur Phase des thermodynamischen Gleichgewichts (α -Phase) über. Daher verliert PVDF zunehmend seine piezoelektrischen Eigenschaften oberhalb dieser Temperatur (SWS⁺11, S. 32). Die piezoelektrischen Konstanten von PVDF sind ausreichend groß, um eindeutige Signale für eine dynamische Dehnungsmessung zu generieren. An realen Bauteilen wurden unter Zugbelastung Oberflächenladungen von 11 pC/cm² und von 60,3 pC/cm² unter Biegebelastung gemessen. Dies entsprach, bezogen auf die kontaktierte Oberfläche, einem Potenzial von 1,35 V bzw. 7,39 V im Versuch (WSSG11, S. 299).

Geringe Kosten, eine deutlich größere Elastizität, verbunden mit einer einfacheren Handhabbarkeit, eine höhere Dimensionsstabilität und über der Zeit stabilere piezoelektrische Koeffizienten zeichnen PVDF gegenüber PZT aus (SYL06, S. 757). Die Zähigkeit des Materials und die enormen Freiheitsgrade bei der Formgebung mit thermoplastischen Verfahren werden als weitere Vorteile angeführt (Lov83, S. 1121). Die piezoelektrischen Eigenschaften zeigen zudem eine lineare Abhängigkeit von der Temperatur, was eine simple Kompensation erlaubt (Sat99). Ein hohes Ortsauflösungsvermögen für Dehnungen kann beim Einsatz von PVDF-Fasern durch das lokale Aufbringen von Elektroden erzielt werden und ist damit abhängig von der Größe und Anzahl der Kontakte. Die laterale Ortsauflösung liegt im Bereich von sub-Millimetern. Die Auflösung in Faserrichtung ist abhängig vom Abstand und von der Dichte der aufgebrachtten Elektroden (WSSG11, S. 299).

Anwendungen Die hauptsächliche Anwendung findet PVDF aufgrund der geringen Stellkräfte in Sensoren (SYL06, S. 757–758). Bspw. kann es für Dehnungssensoren benutzt werden (Sat99). Wegen seiner, im Vergleich zu Keramiken, geringen akustischen Impedanz gibt es zudem akustische Anwendungsmöglichkeiten, insbesondere in Luft und Wasser. Weitere Nutzungsbereiche erstrecken sich auf Druckschalter, Detektoren bei Druckern, Münzsensoren, auf die Einschlagsdetektion, medizinische Messungen sowie Drucktaster und Tastaturen (Lov83, S. 1121).

Einbettungseignung in Faserverbunde Im Gegensatz zu PZT-Elementen können PVDF-Folien gut auf gekrümmten und welligen Oberflächen aufgebracht und in Strukturen integriert werden (HLQS04, S. 335). PVDF-Fasern sind für die Einbettung in endlos-verstärkte Faserverbunde geeignet. Sie sind sehr flexibel und können so problemlos entlang gekrümmter Flächen eingebettet werden. Mit einer Bruchdehnung von 31 % besteht kein Risiko eines Bruchs der Sensoren vor den Verstärkungsfasern. Derzeit haben die Fasern einen

Durchmesser von 150 μm bei einem kreisrunden Querschnitt (WSSG11, S. 298). Dies ist vergleichbar zu FBG-Sensoren. Ähnliche Effekt wie bei deren Einbettung sind daher zu erwarten. Das Entstehen von Harznestern und Unstetigkeiten im Verbund kann nur bei kleineren Durchmessern ausgeschlossen werden. Laut mündlicher Aussage des Herstellerinstituts (WSSG11) ist die Herstellung von Fasern kleinerer Durchmesser möglich. Die Integration in Gewebe oder Gelege ist problemlos möglich. Einzig die elektrische Kontaktierung eingebetteter PVDF-Sensoren stellt, wie bei allen elektrisch arbeitenden Messverfahren, ein Problem dar. Elektrische Leiter müssen zusätzlich in den Verbund eingebracht werden und können diesen stören. Zudem müssen die PVDF-Fasern, in Kombination mit C-Fasern als Verstärkung, eine Isolierung erhalten. Dies bedeutet zusätzlichen Aufwand und ist bisher nicht befriedigend gelöst.

1.3.4 Dehnungssensoren aus Formgedächtnislegierungen

Physikalisches Wandlungsprinzip Bestimmte metallische Legierungen können sich nach einer Umformung an ihre Ausgangsform „erinnern“. Dieses Phänomen wird als Formgedächtniseffekt bezeichnet. Die gleiche Materialgruppe zeigt unter bestimmten Voraussetzungen „elastische“ Dehnungen von mehreren Prozent. Dieses Verhalten ist als Pseudoelastizität benannt. Der Formgedächtniseffekt und die Pseudoelastizität (PE) beruhen auf der martensitischen Phasenumwandlung. Bei dieser Transformation bewegen sich gleichzeitig Atome des Gitters wie in einem Schervorgang ohne dabei zu diffundieren. Die gegenseitige Nachbarschaft der Atome und in der Folge die Nahordnung des Gitters bleiben somit erhalten (WO99, S. 2–4). Der Vorgang ist vollständig reversibel und kann bei Temperaturen um die Raumtemperatur ablaufen. Nickel-Titan (NiTi) ist die derzeit am verbreitetsten eingesetzte FGL. Bei dieser wandelt sich die Hochtemperaturphase (Austenit) in die Tieftemperaturphase (Martensit) um (Sch12, S. 2). In Abhängigkeit der Materialzusammensetzung der jeweiligen Legierung ergeben sich unterschiedliche Phasenumwandlungstemperaturen (M_s , M_f und A_s , A_f) und Ausprägungen des Umwandlungseffekts. Insgesamt werden drei spezifische Effekte unterschieden – der Einwegeffekt, nach einem entsprechenden Training, der Zweiwegeffekt durch den Wechsel zwischen der martensitischen und der austenitischen Form durch eine Temperaturänderung sowie die PE. Die Phasenumwandlung kann dabei einerseits durch eine Temperaturänderung oder andererseits durch die Änderung der mechanischen Spannung hervorgerufen werden (Sch12, Mic04).

Bei der spannungsinduzierten Phasenumwandlung, bspw. ausgelöst durch eine einachsige Belastung, erfolgt die Transformation zum Martensit ab einer kritischen Spannung σ_{cM} (vgl. Abb. 1.14 li.). Hierbei handelt es sich um die bereits erwähnte PE. Das im spannungsfreien Zustand vorliegende Austenit (Punkt 1) erfährt zunächst eine rein elastische Verformung. Nach Erreichen von σ_{cM} werden auf einem Spannungsplateau ausgerichtete, spannungsinduzierte Varianten von Martensit gebildet. Bei Punkt 2 besteht die belastete Probe nur aus diesem Gefüge. Bei Fortsetzung der Belastung wird dieser Martensit zuerst rein elastisch verformt. Bei der Entlastung wird ab der (unteren) kritischen Spannung σ_{cA} die Rückumwandlung zum thermodynamisch stabileren Austenit initiiert. Dies ist möglich da die Probenzusammensetzung so eingestellt wurde, dass die Raumtemperatur oberhalb der zur vollständigen Umwandlung zum Austenit erforderlichen Temperatur A_f liegt. Die vollständige Rückumwandlung erfolgt ebenfalls auf einem Spannungsplateau

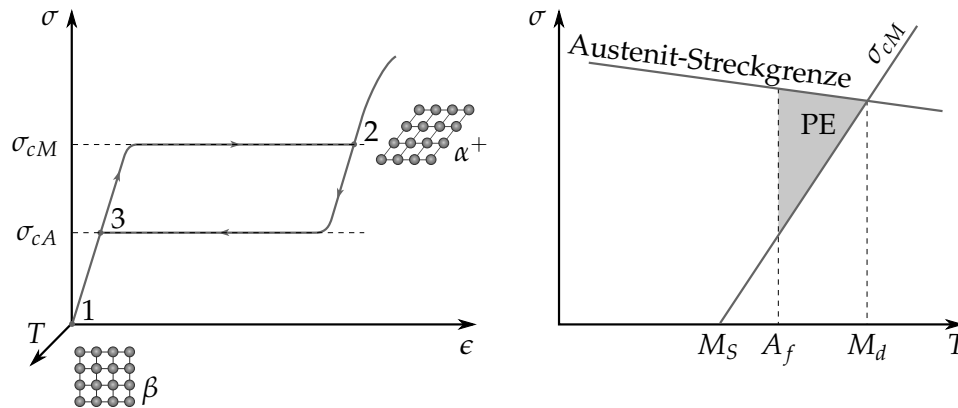


Abbildung 1.14: Spannungs-Dehnungs-Verlauf der PE (links) und pseudoelastisches Fenster (grau) im Spannungs-Temperatur-Raum (rechts) (Sch12)

bis zum Punkt 3. Die weitere Entlastung bis zum Ausgangspunkt 1 verläuft rein elastisch. Bleibende Dehnungen sind nicht zu verzeichnen. Keimbildung und Wachstum sind auch in diesem Fall wesentliche Mechanismen des Phasenumwandlungsprozesses. Die Ausbreitung lokaler Bänder sorgt dabei für eine heterogene Umwandlung (Sch12). Die kritischen Spannungen σ_{cM} und σ_{cA} variieren stark mit der Temperatur. Der temperaturabhängige Faktor liegt zwischen 5 MPa/K und 15 MPa/K (Sch12, S. 9).

PE liegt nur in einem begrenzten Bereich ("pseudoelastisches Fenster") vor (vgl. Abb. 1.14 re.). Auf der linken Seite wird dieser Bereich durch die zur vollständigen Umwandlung zum Austenit erforderlichen Temperatur A_f abgegrenzt. Bei Entlastung unterhalb dieser Temperatur ist die spannungsinduzierte Rückumwandlung unvollständig und es verbleiben Restverformungen. Die obere Schwelle wird durch die Streckgrenze des Austenits festgelegt. Die untere wird durch die kritische Spannung σ_{cM} definiert. Diese ist mindestens aufzubringen, um spannungsinduzierten Martensit zu erzeugen. Aufgrund der bereits beschriebenen Temperaturabhängigkeit der kritischen Spannung ergibt sich mit dem Zusammentreffen von Austenit-Streckgrenze und kritischer Spannung $\sigma_{cM}(T)$ im Schnittpunkt eine maximale Temperatur M_d oberhalb derer die Bildung spannungsinduzierten Martensits unmöglich ist. FGL mit hoher Austenit-Streckgrenze sind darauf aufbauend für die Realisierung von PE am besten geeignet. Kornfeinung, bspw. durch Kaltverformung, sowie Teilchenhärtung sind geeignete Maßnahmen zum Erreichen dieser (Sch12, S. 12–13).

Mit der Phasenumwandlung bei der PE ist linear zur Dehnung eine Änderung der elektrischen Leitfähigkeit der Probe verbunden (ALP97). Diese kann zur Erfassung von Dehnungen genutzt werden. Eine Temperaturänderung ruft allerdings ebenso eine starke Änderung des Widerstands hervor (Mic04, S. 250). Aktuelle Ergebnisse zeigen, dass die gleichzeitige Anwendung als Aktor und Sensor trotz dieses Umstands möglich ist (AFGAE01). Die Entstehung von Wärme infolge der wechselnden Phasenumwandlung bei größeren Deformationen und hohen Frequenzen wird als kritische Eigenschaft für solche Sensoren angesehen. Es ist notwendig den Abtransport dieser Wärme weg vom Sensor/Matrix-Interface sicherzustellen (Bol07, S. 202).

Herstellungsverfahren, wesentliche Eigenschaften und Anwendungen FGL können in Form von Drähten oder als funktionelle Schichten für sensorische Aufgaben eingesetzt werden. Zur Gewährleistung der Funktionsweise von FGL muss bei allen Herstellungsverfahren ein höchst mögliches Maß an Reinheit für die Bestandteile sichergestellt werden. Die Verarbeitung bei hohen Temperaturen, bspw. zum Schmelzen, erfolgt unter Schutzgas mit maximal verfügbarer Reinheit bzw. mindestens im Hochvakuum. Für die Herstellung funktioneller Schichten aus FGL kommen physikalische Gasphasenabscheidungsverfahren, engl. *physical vapour deposition* (PVD) zum Einsatz. Bei diesen kommt es zu einer Anreicherung von Ti. Diese muss durch eine Veränderung der Targetzusammensetzung angepasst werden (FGD⁺10, Cra10). Alle Bauteile oder Schichten aus FGL werden nach der Formgebung, zur Erzielung eines spezifischen Formgedächtniseffekts, einer Wärmebehandlung unterzogen. Der Einsatz als Sensor wurde bereits in Kombination mit einem neuronalen Netzwerk zur Verarbeitung der Widerstandsänderung erprobt. Ein mit einem Widerstandsmesssystem ausgestatteter FGL-Aktor konnte ohne zusätzlichen Sensor eine Zustellgenauigkeit von 70 µm erreichen (AFGAE01). FGL-Drähte wurden bereits erfolgreich zur Modifikation der Schwingungseigenschaften von Faser-Kunststoff-Verbunden eingesetzt (BPM⁺00, Hum01).

Einbettungseignung in Faserverbunde Zur Integration in Faserverbundwerkstoffe werden derzeit hauptsächlich FGL-Drähte genutzt. Diese sind trotz einiger Herausforderungen gut für die Einbettung geeignet. Ein entwickeltes Verfahren zur Integration von FGL-Drähten beinhaltet folgende Arbeitsschritte. Zuerst wird die erforderliche Vorspannung der FGL-Drähte mit Hilfe eines Rahmens, über welchen die Drähte gespannt werden, aufgebracht. Diese ist notwendig, um bei einer elastischen Verformung des Bauteils eine Verformung des Drahtes innerhalb des pseudoelastischen Bereichs zu erzielen. Auf diese Weise ist es möglich bei einem Sensor ein ausreichend großes Sensorsignal zu generieren. Anschließend erfolgt die Einbettung der Drähte in vorgespanntem Zustand in das Laminat des Bauteils und die Aushärtung (Bol00, Bol07). An mit diesem Verfahren hergestellten Verbundbauteilen kann, bspw. durch Anlegen eines Stroms und die damit erzielte Temperaturänderung der FGL-Drähte, die Steifigkeit verändert werden. Der Phasenumwandlungszustand des Drahtes kann durch die Messung seines elektrischen Widerstands überwacht werden (SMB⁺98, S. 3).

Herausforderungen für die Einbettung von FGL-Drähten liegen in der Erzeugung einer ausreichend großen Haftfestigkeit zwischen Draht und Verbund, um die Übertragung der Kräfte sicherzustellen. Die Anwendung entsprechender Oberflächenbehandlungen ist dazu erforderlich. Außerdem stellt der große Unterschied in der Steifigkeit zwischen Draht und Verstärkungsfasern eine bedeutende Unstetigkeit für den Verbund dar (Bol00, S. 96). Die über einen langen Zeitraum gehaltene, hohe Temperatur bei der Bauteilaushärtung könnte zudem eine plastische Veränderung der Drähte zur Folge haben (ŠS00, S. 17). Das bisher angewandte Verfahren ist zudem sehr arbeitsaufwendig und teuer. Weiterentwicklungen sind zur Realisierung einer Serienproduktion unerlässlich. Diese könnten bspw. die Drahtintegration auf der Ebene der Prepregherstellung einbeziehen (ŠS00, S. 17).

2 Zielstellung der Arbeit

In Systemen mit Leichtbaustrukturen, als tragende Elemente, werden aktuell entscheidende Funktionen (Kommunikation, Energieübertragung, Lastaufnahme) von voluminösen und störungsanfälligen Komponenten, mit großer Masse, übernommen (SOY⁺11). Werkstoffe sind derzeit in der Regel monofunktional. Sie nehmen entweder Lasten auf oder leiten Energie bzw. Informationen. Mit der steigenden Konzentration auf Energie- und Ressourceneffizienz sowie auf Leichtbau im Kontext der Systementwicklung, bietet sich durch den Einsatz multifunktionaler Werkstoffe, ein enormes Einsparpotenzial an Energie und Masse. Neuartige Verbundstrukturen können lasttragende, energiespeichernde und -übertragende sowie kommunizierende Funktionen in sich vereinen. Zur Umsetzung dieser Potenziale ist die Entwicklung neuartiger Werkstoffe und der Verfahren zu deren Herstellung, erforderlich (SOY⁺11). Einige Ansätze auf diesem Weg werden in der vorliegenden Arbeit verfolgt.

Wie in Kapitel 1 dargestellt, sind Sensoren zur kontinuierlichen Erfassung von Dehnungen in Verbundwerkstoffen verfügbar. Die existierenden Technologien weisen dabei einige, maßgebliche Nachteile auf. Die Ausrüstung von Bauteilen mit Dehnungssensoren ist daher für bestimmte Anwendungen ausgeschlossen. Optische Sensoren, die bspw. in Form von Glasfasern vorliegen, sind nur mit Durchmessern des mindestens zehnfachen Durchmessers von C-Fasern verfügbar. Aufgrund der Größe, können in der direkten Umgebung der Sensoren, bei deren Einbettung, Harznester entstehen. Diese reduzieren die Festigkeit in diesem Bereich. Zudem bewirken die Spannungskonzentrationen, um die eingebetteten optischen Fasern, eine Verringerung der Ermüdungslebensdauer der Sensoren (ZS02). Polymerbasierte, faserförmige Sensoren, die zwar mit kleinerem Durchmesser verfügbar sind, besitzen nur eine geringe Temperaturstabilität. Daher sind sie ungeeignet für getemperte oder im Autoklav gefertigte, faserverstärkte PMC. Faseroptische Sensoren benötigen außerdem, zum jetzigen Stand der Technik, eine vergleichsweise voluminöse Messelektronik. Die optische Kontaktierung ist zudem aufwendiger als eine elektrische.

Ein weiteres Kriterium zur Auslese ungeeigneter Sensortechnologien, ist das Auflösungsvermögen. Für die Erfassung von Dehnungen in mikroskopischen Skalenbereichen, ist derzeit nur die faseroptische Messung geeignet. Mit Hilfe eines eingewickelten Konstantandrahts kann nur eine mittlere Dehnung, über der kompletten Einbettlänge des Drahtes, bestimmt werden. Aussagen über die Belastung, eines in engen Grenzen definierten Teilbereiches eines Bauteils, können mit dieser Technik nicht getroffen werden. Weiterhin stehen piezoelektrische Körperschallsensoren zur Verfügung. Die Auflösung dieser Sensoren liegt im Bereich von Zentimetern. Sie erfassen hauptsächlich Einschläge oder die Amplitude von schlagartigen Änderungen des Belastungszustandes. Damit ist die Erfassung statischer Lasten nur eingeschränkt möglich.

Die Applizierung von flächigen Sensoren oder faserförmigen Sensoren mit großen Durchmessern ist, wie bereits beschrieben, mit Veränderungen der mechanischen Eigenschaften von Laminaten verbunden. Infolge von Kerbwirkungen, durch variierende Stei-

figkeiten zwischen Sensormaterial und Verstärkungsmaterial, treten Spannungsspitzen innerhalb des Verbundes auf. Die durch den Sensor gemessene Dehnung entspricht dann, aufgrund der geschilderten mechanischen Veränderung des Laminates, nicht den realen Dehnungen. Folglich entstehen bei der Messung Artefakte. Bei großen Sensordurchmessern bzw. flächigen Sensoren erhöht sich das Delaminationsrisiko zudem in der Umgebung des eingebrachten Sensors. Eine orts aufgelöste, die Dehnungszustände von Verstärkungsfasern erfassende Messung von Belastungen, ist mit Sensoren großer Durchmesser und flächigen Sensoren unmöglich. Viele Technologien beschränken sich, aus Mangel an geeigneten Verfahren zur automatischen Einbettung in Verbundwerkstoffe, auf das oberflächliche Aufbringen von Sensoren. Damit lassen sich jedoch nur Aussagen über Spannungen in der Bauteiloberfläche ermitteln. Es besteht eine erhöhte Gefahr einer mechanischen oder korrosiven Schädigung oberflächlich aufgetragener Sensoren. Zusätzliche Schutzvorkehrungen sind für diese Art der Applizierung erforderlich.

Aufgrund der angeführten Argumente ist die Verringerung des Sensordurchmessers das wesentliche Ziel der Arbeit. Die Entwicklung von Dehnungssensoren mit mikroskaliger Auflösung (Mikrodehnungssensoren) wird verfolgt. Eine schädigungs- und einflussfreie Erfassung von Dehnungen im Wirtsmaterial ist dabei das Ziel. Neuartige Ansätze zur Erfassung von Belastungen werden ergründet. Die Bereitstellung neuartiger Sensoren würde erstmals eine ortsauflösende in-situ-Erfassung der lokal wirksamen Belastungen erlauben. Dies sind wertvolle Informationen für die Berechnung der Eigenschaften kraftflussoptimierter Faserverbundwerkstoffe. Bei relativ geringem messtechnischen Aufwand werden lokale Belastungs- und Materialeigenschaften experimentell zugänglich. Diese dienen zukünftig der Verbesserung der Qualität mikroskopischer Modelle des Verbundwerkstoffverhaltens.

Folgende, von möglichen Anwendern verfasste und besonders für mobile Anwendungen wichtige, Anforderungen bedürfen bei der Entwicklung einer hohen Aufmerksamkeit:

- klein und leicht,
- einfach integrierbar,
- energiesparend,
- genau und linear,
- preisgünstig,
- langlebig, zuverlässig und robust,
- schockresistent und temperaturstabil zwischen -15°C und 60°C (Wil10).

Neben der Entwicklung der neuartigen Sensoren, sollen in dieser Arbeit, Voraussetzungen zur Herstellung sowie zur Charakterisierung von Mikrodehnungssensoren geschaffen werden. Die Entwicklung eines Verfahrens zur Faservereinzelung, die Entwicklung von kombinierten mechanischen Charakterisierungsverfahren, welche eine gekoppelte Aufzeichnung anderer physikalischer Vorgänge erlaubt, die Entwicklung von Verfahren zum gleichmäßigen Beschichten von C-Fasern mit funktionellen Schichten und die Entwicklung von Verfahren zur Nachbehandlung sowie zur Strukturierung von funktionellen Schichten auf C-Fasern sind abgeleitete Teilziele.

3 Entwicklung neuartiger Dehnungssensoren auf Grundlage von Gedächtnislegierungen

Zur Erfassung der Maximalwerte mechanischer Belastungen von Bauteilen bestehend aus CFK wurde ein neuartiges Sensorprinzip untersucht. Dieses macht sich die infolge einer spannungsinduzierten Gefügeumwandlung auftretende Änderung der magnetischen Eigenschaften bestimmter Materialien zu eigen. Dabei wurde speziell die Anwendbarkeit der spontanen Magnetisierung, welche durch die martensitische Gefügeumwandlung metastabiler Stähle hervorgerufen wird, als möglicher Sensoreffekt untersucht. In der Theorie funktioniert dieses Prinzip ohne die permanente Zuführung elektrischer Energie und ohne eine lückenlose Signalerfassung. Der Maximalwert der höchsten Belastung kann im Bedarfsfall ausgelesen werden. Alle bisher zur Belastungsüberwachung eingesetzten Verfahren sind auf den dauerhaften Anschluss einer Ausleseelektronik angewiesen und erzeugen damit einen zusätzlichen Geräteaufwand. Dieser hat ein höheres Bauteilgewicht und eine erhöhte Störanfälligkeit des Gesamtsystems zur Folge. Mit dem beschriebenen Verfahren ist die Vermeidung der Integration und Anbindung von Signalübertragungs- sowie von elektrischen Leitungen, welche einen hohen zusätzlichen Aufwand bedeuten, denkbar. Für ein einfaches, passives Sensorverfahren besteht ein hohes Anwendungspotenzial. Dies motiviert die vorliegenden Untersuchungen. In diesem Kapitel werden die Untersuchungen sowie die Ergebnisse zu diesem Prinzip dargestellt.

3.1 Gedächtnislegierungen für Dehnungssensoren – Grundlagen, Eigenschaften und Anwendungen

3.1.1 Physikalisches Wandlungsprinzip der Phasenumwandlung zur Dehnungsmessung

Materialien, welche eine Gefügeumwandlung bei mechanischen oder thermischen Belastungen aufweisen, können als Sensor und Aktor eingesetzt werden (Lag09, VV05, WT95). Die sensorische Anwendung ist möglich, da die Gefügeumwandlung die Änderung weiterer physikalischer Eigenschaften des Materials zur Folge hat (vgl. Abbildung 3.1). Das Grundprinzip der Dehnungserfassung mittels Formgedächtnislegierungen ist die Eigenschaft dieser Legierungen unter Dehnung bzw. anliegender mechanischer Spannung eine Phasentransformation vom Austenit zum Martensit zu vollziehen. In Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung, bspw. eines Stahls, befindet sich das Austenitgefüge (kubisch-flächenzentriert (kfz)) in einem metastabilen Zustand. Neben einem metastabilen Zustand existiert immer ein weiterer stabilerer Zustand. Durch die Zuführung von Energie, z. B. in mechanischer Form, wird eine Transformation zu diesem Zustand – in diesem Fall das thermodynamisch stabilere Martensit (kubisch-raumzentriert (krz)) – ermöglicht. Austenit ist

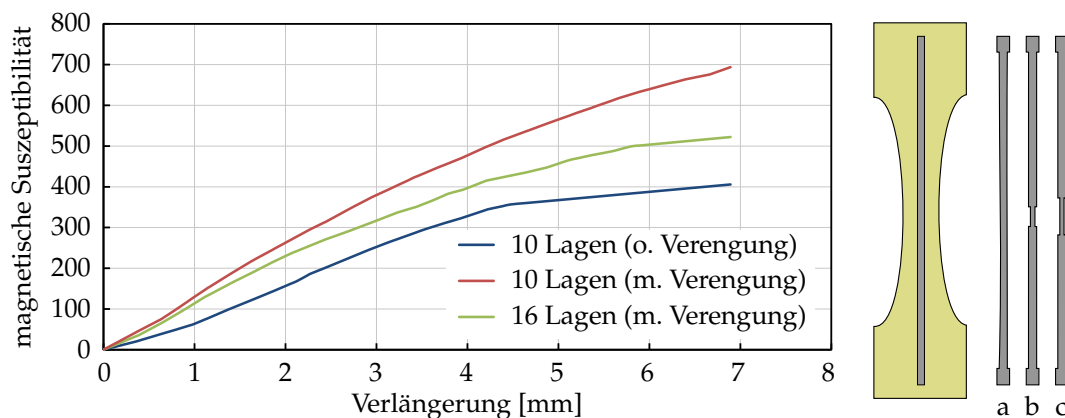


Abbildung 3.1: Nachdigitalisierte Darstellung der Änderung der magnetischen Suszeptibilität durch Dehnung von unterschiedlich beschaffenen Proben aus GFK mit eingebetteten Stahldrähten (s. rechts): 10 bzw. 16 Lagen Glasfasergewebe und Stahldraht mit (b, c) oder ohne Verengung (a) (nach (VV05, VV06))

eine paramagnetische Phase. Das Martensit hat ferromagnetische Eigenschaften. Die damit verbundene Änderung der magnetischen Eigenschaften wird als Sensoreffekt ausgenutzt. Die magnetische Suszeptibilität ist dabei laut VERIJENKO ein Maß für die erfahrene Dehnung. Dies ist darin begründet, dass die Martensitbildung proportional zur erfahrenen Dehnung bzw. zur zugeführten mechanischen Energie ist. Zudem ändert sich die magnetische Suszeptibilität proportional zum Martensitgehalt (VV05).

Unterschiedliche Mechanismen können die Bildung von Martensit hervorrufen. Welcher Mechanismus wirksam wird, ist von der Legierungszusammensetzung abhängig. Die Formierung von Martensit kann bei der Erstarrung aus der Schmelze, im festen Zustand durch eine Tieftemperaturbehandlung oder durch Verformungen verursacht werden (Hei04). Bei metastabilen, austenitischen Stählen kann die martensitische Umwandlung durch Verformung hervorgerufen werden (Tam82). Bei einer Verformung treten keine Diffusionsvorgänge auf. Die Umwandlung kann daher – atomar betrachtet – nicht auf dem Platzwechsel einzelner Atome beruhen. Es wird davon ausgegangen, dass gemeinsame Platzwechsel ganzer Atomgruppen in gekoppelter Bewegung die Transformation verursachen (vgl. Abbildung 3.2) (Tam82, Hei04). Die treibende Kraft für die gekoppelte Atombewegung als notwendige Aktivierungsenergie liegt im Eintrag mechanischer Spannungen (OC75, Tam82, GP09). Normalspannungen sowie Scherspannungen bewirken eine Umwandlung. Scherspannungen begünstigen die Transformation in jedem Fall. Im Fall von Normalspannungen kann in Abhängigkeit der Wirkungsrichtung sowohl ein unterstützender, als auch ein behinderender Einfluss vorliegen. Zugspannungen verstärken die Transformation. Einachsige Druckspannungen haben im Vergleich dazu einen verminderten Effekt. Die Torsion ist in ihrer Wirkung vergleichbar mit Druckspannungen (HSS82).

Die Umwandlung hin zur energetisch stabileren Phase erfolgt spontan und ausgehend von vorhandenen Keimen (OC75). Dabei wird zwischen der spannungsunterstützten Keimbildung und der verformungsinduzierten Keimbildung unterschieden. Infolge einer plastischen Deformation werden in der Theorie neue Umwandlungskeime gebildet. Diese ermöglichen eine weitere Martensitumwandlung (OC75). SCHUMANN unterscheidet beide

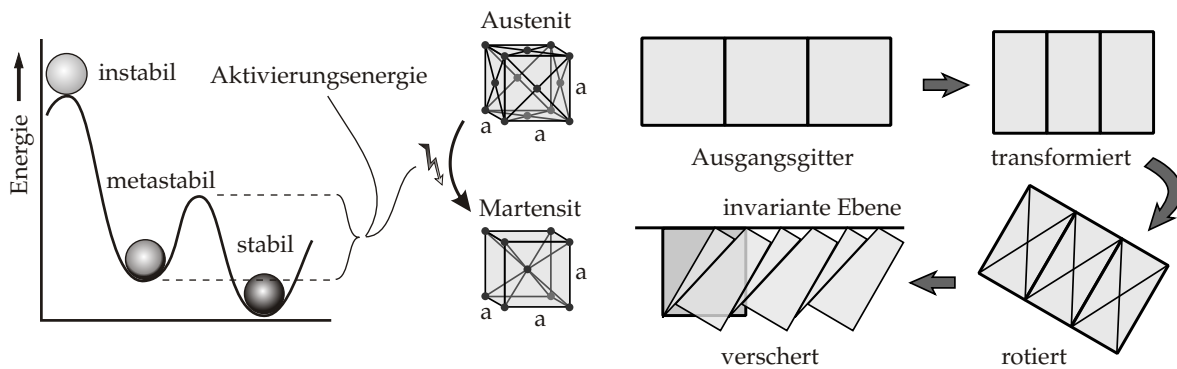


Abbildung 3.2: Erklärungsmodelle zum metastabilen Zustand sowie zur martensitischen Transformation anhand der Bildung einer invarianten Ebene: Transformation des Ausgangsgitters, Drehung (relativ zum Wirtsgitter) und makroskopische Abscherung (nach (Hai00)).

Mechanismen nach der Höhe der aufgewandten mechanischen Spannung. Danach kann von einer spannungsinduzierten Martensitbildung gesprochen werden, wenn die zur deformationsinduzierten Martensitbildung notwendigen Spannungen niedriger als die Fließspannung sind. Die Martensitbildung findet dann ohne plastische Deformation statt. Im umgekehrten Fall, wenn die erforderlichen Spannungen größer als die Fließspannung sind, wird vor der Martensitbildung eine plastische Deformation erzeugt. Dadurch entsteht Verformungsmartensit. Dieses Phänomen ist typisch für metastabile austenitische Stähle (SO09, S. 439).

Die Bildung von Martensit ist oberhalb einer Grenztemperatur M_d durch Deformation nicht mehr zu erzeugen. Die Höhe dieser Temperatur ist abhängig von der jeweiligen Legierung. Die Menge erzeugten Martensits kann über die Beziehung 3.1 in Abhängigkeit von der Materialtemperatur T sowie von der plastischen Deformation ϵ_p errechnet werden (SO09, S. 440).

$$\frac{V_M}{1 - V_M} = \exp[B \cdot \ln \epsilon + C(M_d - T)] \quad (3.1)$$

Der metastabile Zustand und die erforderliche Energie zur Initiierung der Martensitbildung können über die Legierungszusammensetzung manipuliert werden. Für sensorische Zwecke wird daher eine passende Zusammensetzung ausgewählt. Austenit weist einen bestimmten Widerstand gegen die Phasenumwandlung auf. Die Größe dieses Widerstands wird über die sogenannte Austenitstabilität definiert (Hei04). Bei Stählen haben Chrom und Nickel den größten Einfluss auf die Austenitstabilität. Stähle mit einem Massegehalt von weniger als 16 % Nickel sind nach einem Abschrecken von der Lösungsglüh-temperatur im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und der des flüssigen Heliums metastabil. Durch Verformungen ist bei diesen eine Martensittransformation zu erreichen (Hei04). Die Bildung stabiler Gefüge in Abhängigkeit vom Gehalt an Chrom und Nickel beim Stahl wurde umfangreich untersucht. STRAUSS und MAURER erarbeiteten als erste ein Diagramm, welches die Zusammenhänge dargestellt. Dieses wurde in der Folge verfeinert (Dil05). In Abbildung 3.3 ist das sogenannte MAURER-Diagramm dargestellt. Chrom hat aufgrund

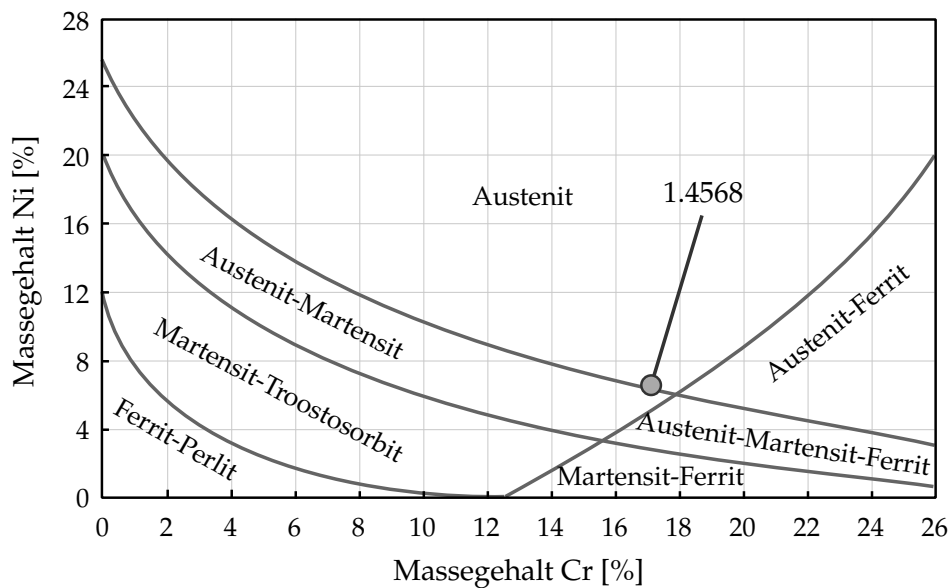


Abbildung 3.3: MAURER-Diagramm zur Darstellung des Zusammenhangs zwischen Cr- und Ni-Gehalt und den dabei gebildeten stabilen Phasen von Stählen (Dil05), 1.4568 ist die für die hier beschriebenen Untersuchungen ausgewählte Legierung (17 % Cr, 7 % Ni)

seiner krz-Struktur einen verstärkenden Einfluss auf die Martensitbildung. Dagegen sind Stickstoff und Mangan weitere Elemente die als Austenitstabilisatoren fungieren (VV05, S. 316).

Unterschiedliche magnetische Messgrößen können als Äquivalent zur Bestimmung des Umwandlungsgrades erfasst werden. An der Stahllegierung 1.4301 wurde, bspw. nach einer erfolgten martensitischen Umwandlung, eine spontane Magnetisierung gemessen. Die Stärke dieser Magnetisierung konnte dabei als vom jeweiligen Umformgrad abhängige Größe identifiziert werden (TEU⁺⁰¹). TAKAHASHI ET AL. beschreibt weiterhin, dass der ermittelte Magnetisierungseffekt zur indirekten Bestimmung der Versetzungsdichte, welche durch die Verformung beeinflusst wird, genutzt werden kann. Das Verfahren ist laut TAKAHASHI ET AL. geeignet zur zerstörungsfreien Prüfung dieses Materials. Die Koerzitivfeldstärke ist ebenfalls als Messgröße geeignet. Diese zeigte in den Untersuchungen eine nahezu lineare Abhängigkeit vom Umformgrad (vgl. Abb. 3.4) (TEU⁺⁰¹). HECKER ET AL. beschreiben die Messung der magnetischen Permeabilität zur Bestimmung des Martensitgehalts in verformten Proben des gleichen Stahls (HSS82). VERIJENKO ET AL. nutzen die magnetische Suszeptibilität als Messgröße für den Umwandlungsgrad (VV05).

Basierend auf den Rechercheergebnissen kann folgender Schluss gezogen werden. Die spontane Magnetisierung, die Magnetisierbarkeit (magn. Suszeptibilität), die magnetische Permeabilität als auch die Koerzitivfeldstärke sind geeignete Messgrößen zur Erfassung von Dehnungen.

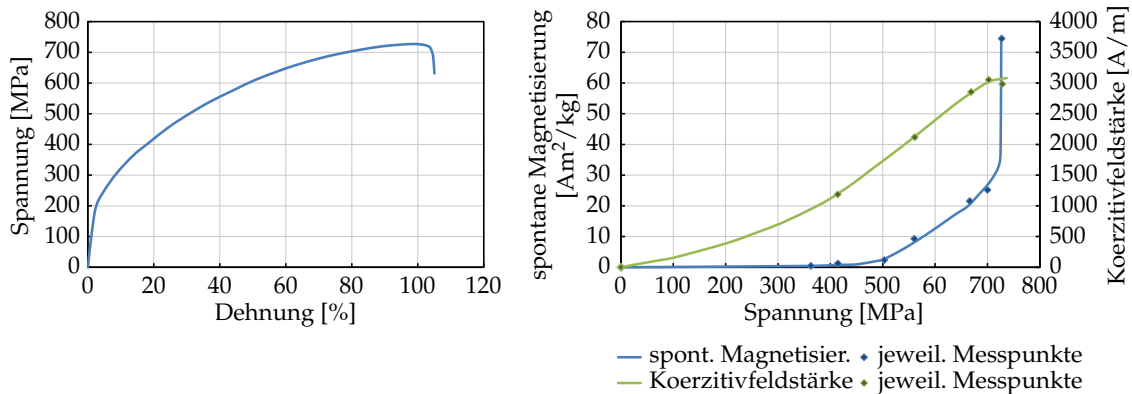


Abbildung 3.4: Nachdigitalisierte Darstellung des Spannungs-Dehnungs-Verlaufs (links) sowie der jeweils bei unterschiedlichen Belastungen erfassten spontanen Magnetisierungen bzw. Koerzitivfeldstärken (rechts) von 1.4301 (nach (TEU⁺01))

3.1.2 Eigenschaften und Anwendungen für Gedächtnislegierungen

Eigenschaften Die Gefügeumwandlung wird als kosteneffiziente Methode zur Bestimmung von Maximalbelastungen beschrieben und als robust dargestellt. Da es sich um ein passives System zur Erfassung von maximalen Dehnungen handelt, ist eine dauerhafte Stromversorgung nicht erforderlich. Die Stromversorgung ist nur während der Sensorauslesung notwendig. Ein System zur Signalspeicherung ist ebenfalls überflüssig. Die Dehnungsinformation ist im Material selbst gespeichert. Zur Herstellung der Endform einer Sensorstruktur aus dem beschriebenen Material ist eine elektrochemische bzw. funkenerosive Bearbeitung sehr gut geeignet (VV05).

Einbettungseignung in Faserverbunde Die Einbettung in faserverstärkte Verbundwerkstoffe ist möglich. Folien oder Drähte können dazu gut in Laminaten eingebracht werden (VV05). Die Verwendung von Drähten kleiner Durchmesser ist denkbar. Dadurch ließe sich eine Artefakt-freie Integration in der Verbund gewährleisten. Durch eine Oberflächenbehandlung der einzubettenden Materialien kann zudem die Haftung zum Faserverbund stark beeinflusst werden.

Anwendungen In zivilen Anwendungen, z. B. in Gebäuden und Brücken, kamen solche Legierungen bereits zur Überwachung zur Anwendung. Da die Umwandlung irreversibel ist, soll sie zur Bestimmung der höchsten je aufgetretenen Belastungen (Peak-Werte) ausgewählter Bauteilpositionen geeignet sein (WT95). Die Anwendung der martensitischen Gefügeumwandlung zur indirekten Messung der Versetzungsdichte in verformten Stählen ist ebenso denkbar. Auf diese Weise können, vor dem Auftreten von Rissen bzw. Bauteilschäden, Problemstellen mittels magnetischer Messungen zerstörungsfrei identifiziert werden (TEU⁺01, S. 213).

3.2 Untersuchungen zur Entwicklung von Spannungsgedächtnis-Dehnungssensoren

3.2.1 Probenauswahl und -vorbehandlung

Der Auswahlprozesses für einen geeigneten Stahl begann zunächst mit Vorversuchen. Der aus der Literatur bekannte Stahl 1.4301 wurde dabei mit dem Stahl 1.4568 verglichen. 1.4568 wurde für die Vorversuche ausgewählt, da die Legierungszusammensetzung (17 % Nickel, 7 % Chrom) metastabiles Verhalten und damit gute Umwandlungseigenschaften erwarten lässt. Im Maurer-Diagramm liegt dieser Stahl direkt am Übergang vom stabilen Austenit-Gebiet zum Austenit-Martensit-Gebiet (vgl. Abb. 3.3). Bei den Vorversuchen zeigten sich beim Stahl 1.4301 vergleichsweise geringe Umwandlungs- und Magnetisierungseffekte. Für die Untersuchungen zur Entwicklung von passiven Spannungsgedächtnis-Dehnungssensoren wurde daher der Stahl 1.4568 in Form von Drähten mit einem Durchmesser von 2 mm verwendet. Die Auswahl dieser Probenform erfolgte ebenfalls auf Grundlage von Vorversuchen. Die Bestimmung der Magnetisierung an Proben in Form dünnerer Drähte oder Folien erwies sich als äußerst schwierig. Proben dieser Formen zeigten zu geringe Intensitäten der Magnetisierung und einen hohen Anteil des Rauschens. Aus den magnetischen Messungen ließen sich aufgrund der schwachen Intensitäten keine eindeutigen Ergebnisse ableiten.

Der Stahldraht wurde in gerollter Form angeliefert. Die Herstellung der Drähte erfolgt mit Hilfe eines Drahtziehverfahrens. Da dieses Verfahren mit einem hohen Umformgrad verbunden ist, weist das Gefüge der angelieferten Drähte einen hohen verformungsbedingten Martensitgehalt auf. Für die unterschiedlichen Versuche sind gerade Drahtabschnitte erforderlich. Um diese zu erhalten, ist es zusätzlich notwendig die Drähte aus der gerollten Form gerade zu biegen. Durch diese plastische Verformung wird weiterer Martensit gebildet. Da als Ausgangsgefüge für die Untersuchungen Austenit benötigt wird, war eine Wärmebehandlung der verwendeten Drähte erforderlich. Um das gewünschte Austenit-Gefüge zu erzeugen und um eine Rücktransformation der bereits entstandenen martensitischen Gefügeanteile zu erreichen, wurden die Drähte einer Lösungsglühbehandlung unterzogen. Diese Wärmebehandlung erfolgte in Argon-Schutzgasatmosphäre bei 1150 °C. Dem schloss sich ein langsames Abkühlen der Proben an.

Neben den Zugversuchen an reinen Stahldrähten wurden ebenso in Faserverbunde eingebettete Drähte mechanisch charakterisiert. In Vorbereitung der Einbettung in Verbundwerkstoffproben erfolgte eine Oberflächenbehandlung der Drähte. Das Ziel dieser Behandlung lag in der Aktivierung der Stahloberfläche und der Erlangung hoher Haftfestigkeiten zum Faserverbund durch diese Aktivierung. Die Behandlung der Oberfläche wurde nach dem Lösungsglühen und direkt vor dem Einbetten durchgeführt.

Der erste Behandlungsschritt war die Reinigung der Drahtoberfläche mit Aceton. Evtl. vorliegende Verunreinigungen mit Öl oder sonstigen Anhaftungen sollten damit beseitigt werden. Dies ist notwendig um die vollständig Benetzung der zu behandelnden Oberfläche in den Folgeschritten zu garantieren. Anschließend folgte das Tauchen der Drähte in verschiedenen Beizen. Zur Ermittlung des geeignetsten chemischen Behandlungsverfahrens wurden folgende Beizen untersucht:

- oxidierend - mit 80 %iger Phosphorbeize für etwa 10 min,
- nichtoxidierend - mit 40 %iger Flusssäure für 3 min,
- nichtoxidierend elektolytisch - mit 30 %iger Schwefelsäure (anodisch) für 2 min sowie
- Mischbeize aus 65 % Salzsäure, 5 % Salpetersäure, 7 % Flusssäure für 6 min.

Abschließender Schritt der Oberflächenbehandlung war die nochmalige Reinigung mit Wasser und Aceton sowie die Trocknung unter einem warmen Luftstrom.

3.2.2 Mechanische Zugversuche

Zur gezielten Einstellung von definierten Verformungsgraden an den Probendrähte und zur Ermittlung des Spannungs-Dehnungs-Verlaufs unter dem Einfluss der martensitischen Transformation wurden Zugversuche an Drahtproben und an Faserverbundproben mit eingebetteten Drähten durchgeführt. Als Zugprüfeinrichtung kam für einen Teil der Drahtproben sowie für die Faserverbundproben eine Instron Universalprüfmaschine zum Einsatz. Auf diese Weise konnte für die Drähte Festigkeit, Streckgrenze und E-Modul ermittelt werden. Die definiert, bei unterschiedlichen maximalen Dehnungen, plastisch verformten Drähte wurden anschließend licht- und rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Die materialografische Präparation von Querschliffen war dafür zunächst erforderlich. Die nach der Präparation festgehaltenen Aufnahmen dienten der qualitativen Bestimmung des Umwandlungsgrades.

Daneben erfolgte die Durchführung von Zugversuchen an Drähten mit gestufter Spannungsbeaufschlagung durch Gewichte mittels eines speziellen Versuchsaufbaus aus Aluminium (s. Abb. 3.5 a). Der Grund für die Verwendung von Aluminium liegt in der Erkenntnis, dass die Klemmbacken der Universalprüfmaschine, welche eine Magnetisierung aufwiesen, durch diese eine ungewollte Magnetisierung der Drähte bewirkten. Mittels der Haltevorrichtung aus Aluminium konnte eine Aufmagnetisierung durch die Zugeinrichtung ausgeschlossen werden. Die Lastbeaufschlagung erfolgt durch Gewichte unterschiedlicher Masse. Diese werden der am Boden liegenden Gewichtaufnahme aufgelegt. Die Belastung der Probe wird durch das Anheben des gesamten Aufbaus mit Hilfe eines Krans erreicht.

In einer Versuchsreihe dieser Kampagne wurde die Belastung des Drahtes mit nur jeweils einem Gewicht unterschiedlicher Masse an je einer Probe vollzogen. Die Messung der Magnetisierung zur Bestimmung des Umwandlungsgrades erfolgte jeweils vor und nach jedem Belastungsversuch. Eine zweite Versuchsreihe beinhaltete Belastungsversuche mit gesteigerter Masse an einer einzelnen Probe. Die Messung der spontanen Magnetisierung erfolgte dabei vor dem Versuch und nach jeder erneuten und erhöhten Lastbeaufschlagung. Diese Versuche wurden an der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) in Berlin durchgeführt.

Faserverbundwerkstoffproben mit eingebetteten Drähten wurden als Flachprobe der Form E nach DIN 50125 – E 3 x 15 x 50 (Deu04) hergestellt (vgl. Abb. 3.5 b). Beim Faserverbundwerkstoff für diese Proben handelte es sich um CFK mit Epoxydharzmatrix. Der Draht wurde jeweils über die gesamte Länge der Flachprobe eingelegt. Ein Teil dieser Flachproben wurde zusätzlich gekerbt. Das Ziel der Untersuchung von querschnittsgeminderten Proben

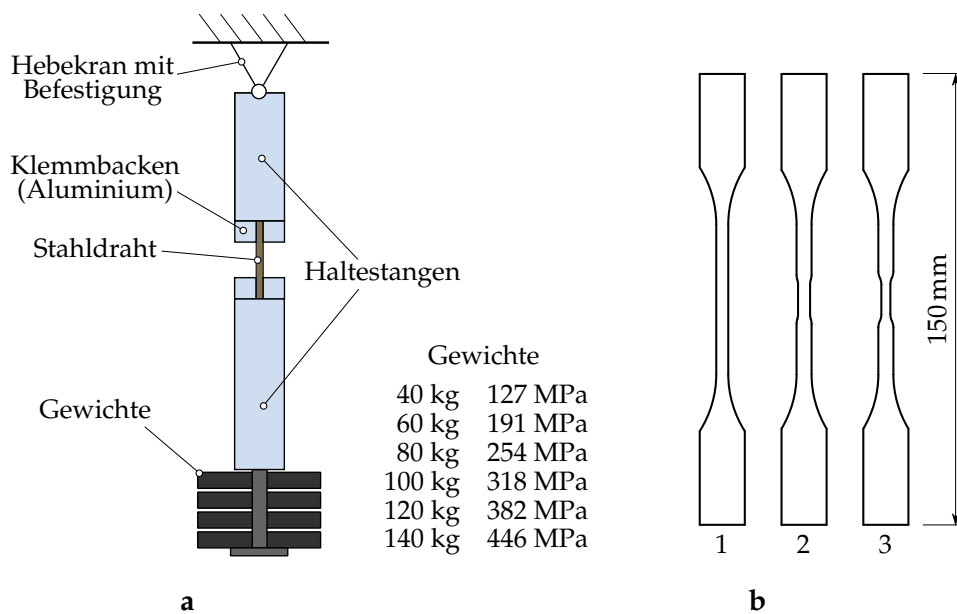


Abbildung 3.5: Mechanische Zugversuche an metastabilen Stahldrähten: **a** Versuchsaufbau zur Drahtbelastung unter Ausschluss magnetischer Felder mit Hilfe von variierten Gewichten (durchgeführt am PTB), **b** Probengeometrie von Zugproben aus CFK mit eingebetteten Stahldrähten im ungekerbten Zustand (1) sowie im leicht (2) und im stark (3) gekerbten Zustand

mit Kerb lag in der Verifikation der Drähte auf ihre Eignung als Dehnungssensor. Gekerbte Proben müssen das Umwandlungsmaximum im Bereich des kleinsten Querschnitts aufweisen. In der Theorie sollte sich daher die größte Magnetisierung im gekerbten Abschnitt der Proben zeigen.

In Ergänzung zu den Zugversuchen wurden mit Hilfe von Druckscherversuchen Haftfestigkeiten bestimmt. Das Interesse dieser Untersuchungen lag in der Ermittlung des Einflusses unterschiedlicher Vorbehandlungsverfahren des Sensormaterials auf die Haftung beim Verbinden dieses Materials mit dem Faserverbund. Es wurden Proben mit einer überlappenden Fugestelle hergestellt. Um die bei einseitig verbundenen, asymmetrischen Proben im Zugscherversuch auftretende Überlagerung einer Biegebelastung zu umgehen, wurde die Druckscherprüfung als Versuchsverfahren für die Proben ausgewählt. Der Aufbau der Prüfvorrichtung orientiert sich an den Vorgaben der ISO 15509 und wurde an der Professur Kunststoffverarbeitungstechnik umgesetzt (Bru05). Die Quantifizierung der Haftung der hybriden Verbindung war auf diese Weise anhand maximal erreichter Scherkräfte möglich.

3.2.3 Charakterisierung von Gefüge und Mikrostruktur

Zur Untersuchung der Gefügestände nach unterschiedlichen Belastungen kamen Methoden der Lichtmikroskopie und der Elektronenmikroskopie zum Einsatz. Im Anschluss an die materialografische Präparation von Querschnitten und Längsschnitten eingebetteter

und nicht eingebetteter Sensordrahtproben, welche im Zustand vor und nach Zugversuchen verwendet wurden, erfolgten die mikroskopischen Charakterisierungen. Das Ziel dieser Charakterisierung war die Bestimmung des Gefüges und der Gefügezusammensetzung aus Austenit und Martensit sowie die qualitative Bestimmung des Martensitgehalts vor dem Hintergrund der martensitischen Transformation durch plastische Verformung. Für die lichtoptischen Untersuchungen kam das inverse Auflichtmikroskops OLYMPUS GX51 zur Anwendung. Die REM-Untersuchungen wurden unter Verwendung der beiden Rasterelektronenmikroskope LEO 1455VP und NEON 40 EsB von Zeiss durchgeführt.

Die Gefügecharakterisierung wurde komplettiert durch das quantitative Verfahren der Röntgenfeinstrukturanalyse (XRD) nach der $\sin(2\psi)$ -Methode. Die offene Eulerwiege erlaubte dabei eine beliebige Probenpositionierung. Zudem wurde ein Sekundärstrahlmonochromator eingesetzt. Dieses Untersuchungsverfahren bietet die Möglichkeit Kristallstrukturuntersuchungen durchzuführen, vorliegende Kristallzustände zu ermitteln und so den Martensit- und Austenitgehalt quantitativ zu bestimmen. An Drahtproben wurden diese Untersuchungen vor und nach Belastungsversuchen vorgenommen. Die Proben wurden vorab im Längsschliff präpariert. Die Einbettung erfolgte mittels eines elektrisch leitfähigen, thermoplastischen Einbettmittels. Das Ziel dieser Untersuchungen war die Ermittlung des Umwandlungsgrads. Die Messungen erfolgten im Winkelbereich von 2Θ zwischen 40° und 100° mit einer Schrittweite von $0,02^\circ$. Mechanisch durch Zugbelastung beaufschlagte Drähte mit Lasten von 98 N/mm^2 , 127 N/mm^2 , 197 N/mm^2 , 255 N/mm^2 , 318 N/mm^2 und 800 N/mm^2 wurden untersucht.

3.2.4 Magnetische Messungen

Um die Auswirkung der martensitischen Transformation auf die Höhe der spontane Magnetisierung zu ermitteln, wurden magnetische Messungen durchgeführt. Für diese Messungen kamen sowohl Fluxgate- als auch GMR-Magnetometer zum Einsatz. Beim überwiegenden Teil handelte es sich um GMR-Messungen. Ein Fluxgate-Magnetometer besteht dabei aus einem ferromagnetischen Kern und um diesen gewickelten Spulen. Mit Hilfe der Spulen kann ein anliegendes Magnetfeld erfasst werden. Diese Anordnung hat aufgrund der erforderlichen Windungszahl für die Spulen und der erforderlichen Mindestgröße des Kerns einen erhöhten Platzbedarf. Dem gegenüber besitzt ein GMR-Magnetometer kleinere Abmaße. Unter Ausnutzung des Riesenmagnetowiderstand, engl. *giant magnetoresistance* (GMR), erfolgt die Messung magnetischer Felder bei einem GMR-Magnetometer direkt anhand der elektrischen Widerstandsänderung von wechselseitig abgedichteten, dünnen, ferromagnetischen und nicht-ferromagnetischen Schichten. Diese können sehr dicht an das zu vermessende Objekt herangeführt werden. Probenmagnetisierungen können so mit höherer Sensitivität aufgezeichnet werden.

Zur Vermeidung einer Messwertverfälschung infolge von Störfeldern erfolgten die Messungen innerhalb der magnetisch geschirmten Kabine BMSRI des PTB. Zum reproduzierbaren Führen der Sensoren über die Länge der gesamten Drahtprobe wurde ein elektromotorisch verfahrbarer Koordinatentisch verwendet. In einem Abstand von 2 mm wurde der Sensor über die Drahtoberfläche geführt. Dabei erfolgte die Erfassung der magnetischen Felder gleichzeitig in 3 Raumrichtungen. Messungen wurden an eingebetteten und blanken Stahldrähten jeweils vor und nach den Belastungsversuchen vorgenommen. In

den vorliegenden Untersuchungen wurde ausschließlich die spontane Magnetisierung als möglicher Sensoreffekt erfasst. Die spontane Magnetisierung vor und nach der Belastung wurde jeweils über der gesamten Länge der Drähte aufgezeichnet. Sowohl die Differenzen der Messwerte dieser beiden Zustände als auch die spontane Magnetisierung nach Belastung sowie die Mittelwerte der Beträge aller Messkurven wurden zwischen den einzelnen, unterschiedlich stark belasteten Proben verglichen. In Abhängigkeit der Belastung wurden so die Mittelwerte der Beträge der Magnetisierung und der aufsummierte Flächeninhalt unter der Magnetisierungskurve (Bereich zwischen 70 mm und 130 mm) abgetragen. Ziel dieser Untersuchungen war das Finden von Mustern der direkten Abhängigkeit von der Belastungsstärke.

Neben den Magnetometer-Messungen erfolgten zudem magnetische Detailuntersuchungen zur Erfassung der magnetischen Domänenstruktur mit Hilfe der gekoppelten Rasterkraft- und Magnetkraftmikroskopie. Bei der Magnetkraftmikroskopie (MFM) werden kleine Auslenkungen eines an einem Federarm befestigten Magneten (bzw. einer ferromagnetisch beschichteten Nadelspitze), welcher in einem sehr geringen Abstand (ca. 100 nm) über die Oberfläche einer Probe geführt wird, zur Ermittlung der mikroskopischen Magnetisierung einzelner Probenabschnitte genutzt. Auf diese Weise ist es möglich die Höhe der Magnetisierung und die geometrische Ausdehnung magnetischer Domänen zu bestimmen. Belastete und unbelastete Drahtproben wurden mit diesem Verfahren untersucht.

3.3 Untersuchungsergebnisse zu Spannungsgedächtnis-Dehnungssensoren

In diesem Abschnitt werden alle Ergebnisse zu den Untersuchungen mit metastabilen Stahl-drähten dargestellt. Der besondere Augenmerk liegt dabei auf der Eignung des Materials für sensorische Anwendungen zur Erfassung von maximalen Dehnungen bzw. Belastungen an Bauteilen. Ergebnisse zu mechanischen Zugversuchen, zur mikroskopischen Charakterisierung von Schlifflinien, zur Röntgenfeinstrukturanalyse sowie zur magnetischen Vermessung werden präsentiert.

3.3.1 Druckscherversuche

Im Vergleich der maximal erreichbaren Druckkräfte von geklebten Fügeverbindungen aus CFK und ausschließlich chemisch an der Oberfläche vorbehandeltem Stahl stach die Vorbehandlung mit einer Mischbeize durch die größte erreichte Haftung hervor. Eine nichtoxidierende Behandlung mit 40 %iger Flußsäure erreichte vergleichbare Werte und verbesserte die Haftung ebenso. Eine oxidierende Vorbehandlung der Stahloberfläche mit 80 %iger Phosphorbeize sowie eine nichtoxidierende, elektolytische Vorbehandlung mit 30 %iger Schwefelsäure (anodisch) hatten keine haftungsverbessernde Wirkung (vgl. Abb. 3.6). Zusätzlich durchgeführte Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS)-Messungen haben gezeigt, dass die sich im oxidierten Zustand ausbildende Passivschicht sehr hohe Anteile an Chrom und Nickel enthält (Thi07). Die Ausbildung dieser Passivschicht wird daher als

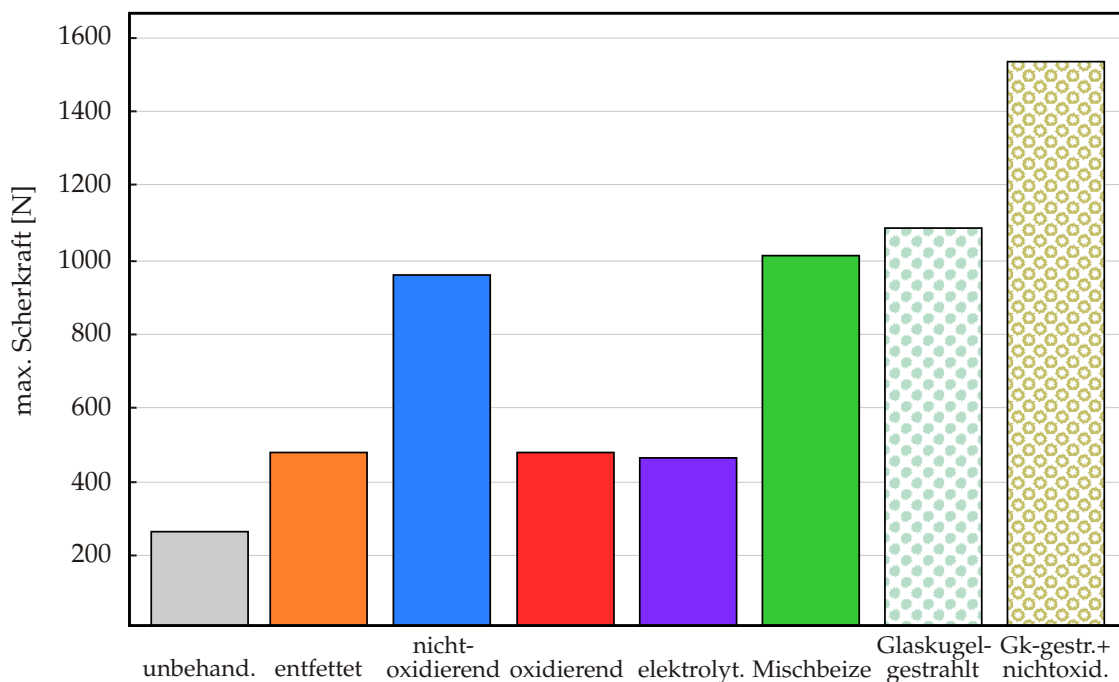


Abbildung 3.6: Aufstellung der maximalen Druckscherkräfte von gefügten Proben des Stahls 1.4568 mit CFK – Stahloberflächen wurden mit unterschiedlichen Verfahren zur Optimierung der Haftung vorbehandelt (nach (Thi07))

Ursache für die vergleichsweise geringe Haftung oxidierend behandelte Oberflächen angesehen. Die Passivschicht wird ebenso im unbehandelten Zustand vorliegen. Damit sind beide Zustände vergleichbar.

Die stärkste Form der Oberflächenaktivierung, mit den im Vergleich größten Scherkräften wurde durch das Glaskugelstrahlen und eine anschließende nichtoxidierende, chemische Behandlung erreicht (vgl. Abb. 3.6). Die Nutzung dieser Kombinationsbehandlung ist sicherlich für eine Vielzahl von Anwendungen interessant. Für die Anwendung bei der Einbettung potenziell als Dehnungssensor eingesetzter, metastabiler Drähte schließt sie sich allerdings aus. Die mechanische Oberflächenbehandlung des Strahlen und damit ebenso das kombinierte Verfahren bewirken durch den kinetischen Beschuss eine oberflächennahe, plastische Verformung des Stahls. Diese Verformung wird eine martensitische Transformation des Materials in diesem Bereich verursachen. Dies hätte eine Veränderung der magnetischen Eigenschaften und die Verfälschung der Belastungsaufzeichnung zur Folge. Das chemische Behandeln mit Mischbeize stellt daher für den potenziellen Sensor auf Basis der Untersuchungsergebnisse das geeignetste Oberflächenbehandlungsverfahren dar. Das nichtoxidierende Beizen mit Flußsäure würde alternativ nur eine geringfügig verminderte Wirkung zeigen und kann ebenso für die Sensordrähte genutzt werden.

3.3.2 Zugversuche an Sensordrähten

Die in Abbildung 3.7 dargestellte Aufnahme des kontinuierlichen Spannungs-Dehnungsverlaufs bei Zugbelastung der Drähte des Stahls 1.4568, welche mittels einer Zug-

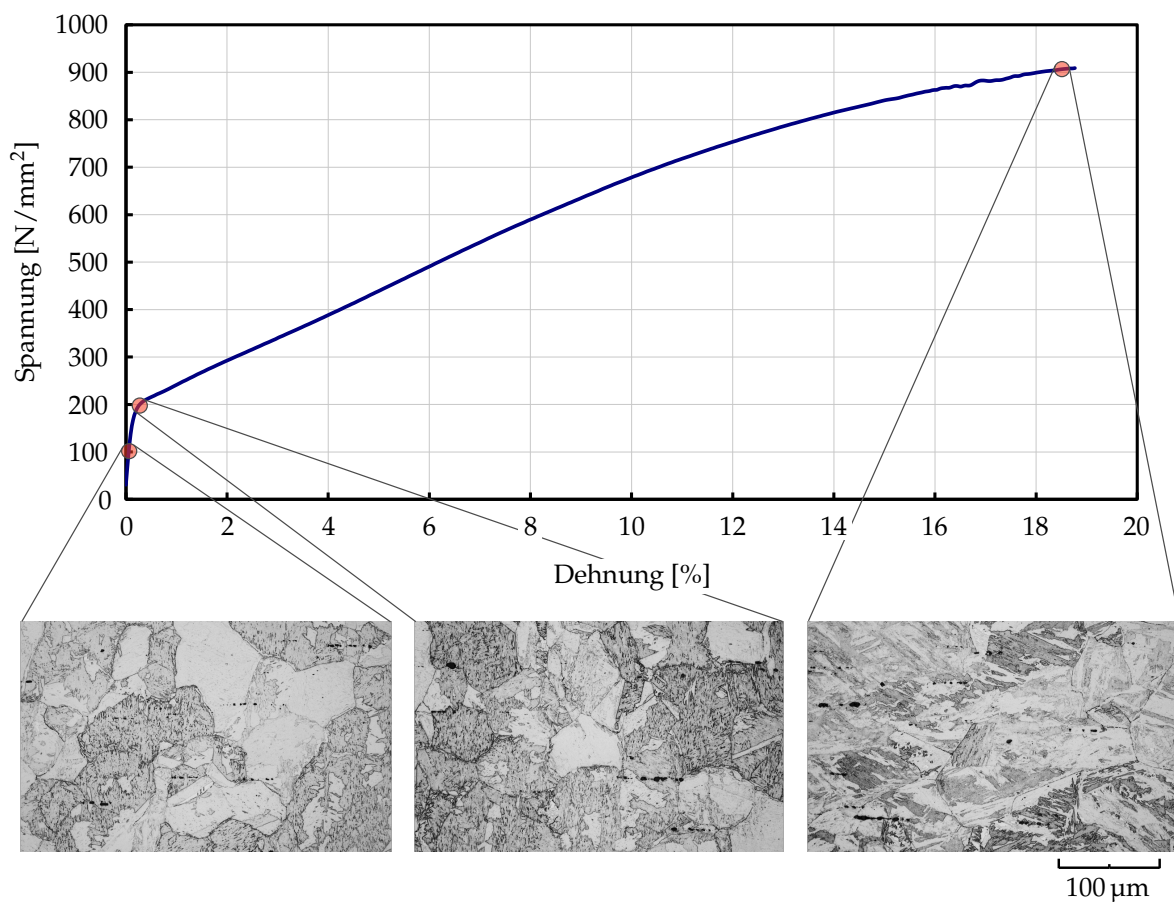


Abbildung 3.7: Typischer Spannungs-Dehnungs-Verlauf eines Zugversuchs an einem Draht des Stahls 1.4568 und lichtmikroskopische Gefügeabbilder von Querschliffen von an bis zu einer jeweils im Spannungs-Dehnungs-Verlauf abgetragenen maximalen Belastung gezogenen Drähten - bei größter Belastung zeigt sich starke Ausbildung von Martensitlamellen und deren Ausrichtung in Zugrichtung infolge plastischer Verformung

prüfmaschine erfasst wurde, zeigt sehr deutlich den Umwandlungsbereich. Am Anfang des Belastungsverlaufs ist der relativ kleine, rein elastische Bereich zu erkennen. Der Kurvenverlauf ist hier linear. Danach ist ein direkter Übergang zum ausgedehnten pseudoelastischen Bereich erkennbar. Dies ist anhand der vergleichsweise plötzlichen Änderung des Kurvenanstiegs zu identifizieren. Der pseudoelastische Bereich erstreckt sich von einer Dehnung von 0,3 % bis zu 8 % Dehnung. Der Kurvenverlauf ist hier ebenfalls linear. Innerhalb dieses Bereichs erfolgt die martensitische Transformation. Anhand der Bildung von Martensitlamellen, welche sehr deutlich in den Gefügeabbildern der Abbildung 3.7 zu sehen sind, wird dieser Vorgang verdeutlicht. Die martensitische Transformation ist bei diesem Material und unter Raumtemperatur irreversibel. Anschließend an den pseudoelastischen Bereich erfolgt die plastische Verformung des Materials bis zu einer maximalen Dehnung von 19 %. Dies ist an einem stetigen Abfall des Kurvenanstiegs wahrnehmbar.

Der ermittelte Dehnungsbereich der martensitischen Umwandlung stellt sich im Hin-

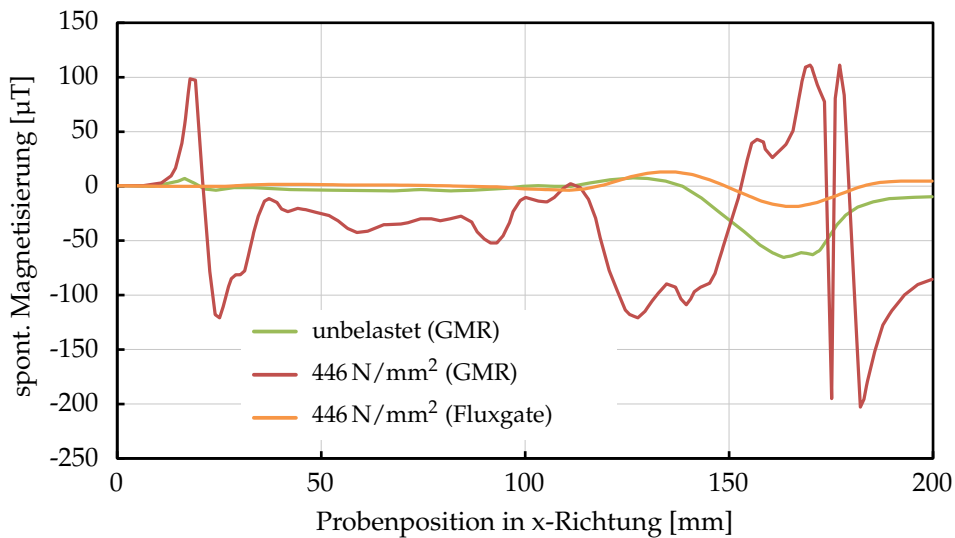


Abbildung 3.8: Darstellung der erfassten Magnetisierung in x-Richtung der Drahtproben vor und nach der Belastung - belastete Proben wurden mittels GMR- und Fluxgate-Magnetometer vermessen

blick einer sensorischen Anwendung als sehr günstig dar. Mit C-Fasern endlos verstärkte Verbundwerkstoffe weisen durch die Vorgabe der Bruchdehnung der Fasern eine maximale Dehnungen von 1,8 % auf (Toh11b). Bis zu dieser maximalen Dehnung ist bereits eine ausreichend starke Umwandlung des Drahtmaterials zu erwarten. Somit sollten sich infolge der Umwandlung magnetisch ausgeprägte, sensorische Effekte einstellen.

Magnetische Messungen

Bei magnetischen Messungen an in der Zugprüfmaschine belasteten Drähten war eine starke Magnetisierung der Einspannstellen zu beobachten. Die Magnetisierungen waren im Muster, unabhängig von der Stärke der Belastung, vergleichbar. Daraus wurde abgeleitet, dass die Einspannvorrichtungen der Zugprüfmaschine eine starke Nettomagnetisierung aufweisen und daher die Drahtproben beim Zugversuch magnetisieren. Eine unabhängige Erfassung der spontanen Magnetisierung war aus diesem Grund anhand der kontinuierlich belasteten Proben nicht möglich.

Die alternativ mit Hilfe einer Belastungseinrichtung aus Aluminium beanspruchten Drahtproben waren im Vergleich dazu für die Erfassung der spontanen Magnetisierung geeignet. Die an den dabei hergestellten, belasteten Drähten durchgeführten Magnetometermessungen zeigen, dass sich infolge einer Belastung eine spontane Magnetisierung der Drähte einstellt. In Abbildung 3.8 ist die infolge einer Belastung in Höhe von 446 N/mm^2 entstandene Magnetisierung dargestellt. Ein klarer Unterschied zwischen unbelastetem und belastetem Zustand ist für die GMR-Messungen erkennbar. Die ersten Magnetometeruntersuchungen haben zudem gezeigt, dass das Fluxgate-Verfahren für die Messungen an Drahtproben ungeeignet ist. Durch den Aufbau des Fluxgate ist der Abstand zur Probe bereits so groß, dass die Magnetisierung dieser nicht erfasst werden kann. Abbildung 3.8 zeigt das Messergebnis von GMR- und Fluxgate-Messungen im Vergleich. Die Fluxgate-Kurve

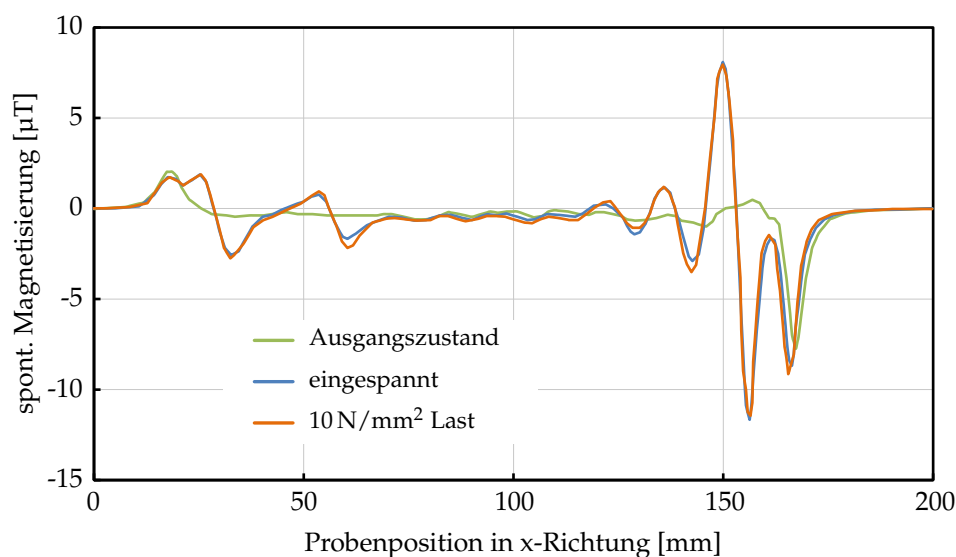


Abbildung 3.9: Darstellung der erfassten Magnetisierung in x-Richtung der Drahtproben vor und nach dem Einspannen ohne sowie mit zusätzlicher Zugbelastung

ist in ihrem Verlauf vergleichbar zur GMR-Kurve der Probe im unbelasteten Zustand. Die Fluxgate-Messungen wurden aus den angeführten Gründen nicht weiter verfolgt. Alle weiteren Messungen erfolgten daher nur mit dem GMR-Magnetometer.

In der Messreihe einer belasteten Drahtprobe in Abbildung 3.8 ist bereits eine sehr starke Magnetisierung der Probenrandbereiche wahrzunehmen. Aus dieser Beobachtung leitete sich die Frage ab, ob infolge der Einspannung der Proben bereits eine plastische Deformation auftritt und dadurch eine martensitische Umwandlung initiiert wird. Zudem gilt es zu klären wie hoch die spontane Magnetisierung ist, die durch das Einspannen hervorgerufen wird. Zur Untersuchung der Vorgänge beim Einspannen wurden magnetische Messungen an ausschließlich eingespannten Drahtproben sowie an schließend nochmals geringfügig belasteten Proben vorgenommen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 3.9 zu sehen.

Das Einspannen ruft eine über den Spannbereich (auf beiden Seiten jeweils 40 mm) hinausgehende spontane Magnetisierung hervor. Diese erreicht dem Betrag nach Werte von bis zu $12 \mu\text{T}$. Für die Auswertung der Messungen spontaner Magnetisierungen belasteter Proben ist daher nur der durch die Einspannung unbeeinflusste Mittenbereich relevant und aussagekräftig. Die weitere Belastung der gleichen Probe mit einer sehr kleinen Last (10 N/mm^2), durch Anhängen der Gewichtsaufnahmevorrichtung, bewirkte nur eine geringfügig veränderte, spontane Magnetisierung (vgl. Abb. 3.9). Die Wirkung der Masse der Gewichtsaufnahmevorrichtung auf die Magnetisierungsergebnisse kann daher für die Auswertung der Belastungsversuche vernachlässigt werden. Das wiederholte Ein- und Ausspannen kann dabei ebenso für die leichte Steigerung der Magnetisierung verantwortlich sein.

Bei Belastungen durch Zugkräfte ergeben sich im Vergleich zum Einspannen erhöhte Magnetisierungen. In Abbildung 3.10 sind die gemessenen, spontanen Magnetisierungen von unterschiedlich stark belasteten Drähten abgetragen. In den Probenrandbereichen treten erwartungsgemäß, aufgrund der Überlagerung von Zugbelastung und Einspannung,

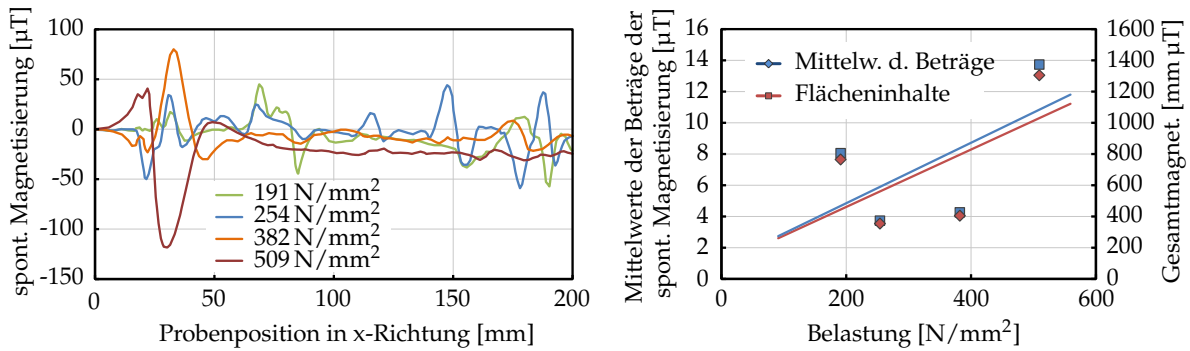


Abbildung 3.10: Darstellung der erfassten Magnetisierung in x-Richtung unterschiedlich stark belasteter Drahtproben

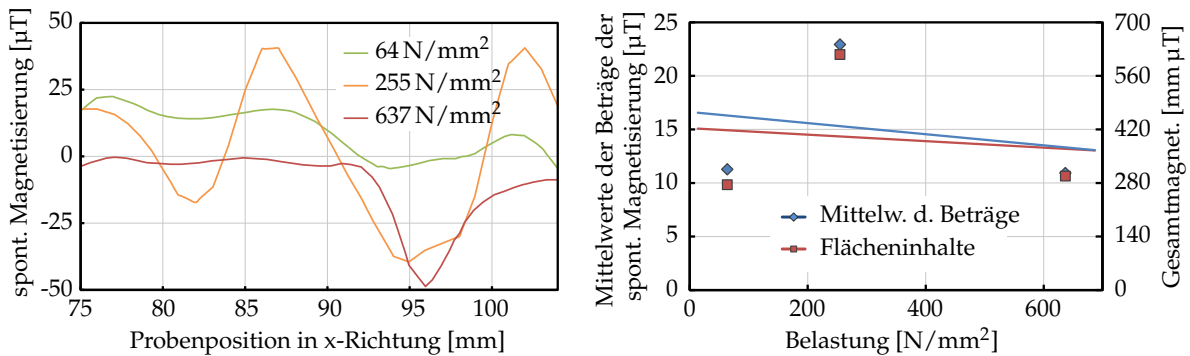


Abbildung 3.11: Darstellung der erfassten Magnetisierung in x-Richtung im Mittenbereich (75 mm bis 104 mm) einer mit steigender Last beaufschlagten Drahtprobe

die größten Magnetisierungen auf. Im Bereich zwischen 0 und 50 mm verhält sich diese Überlagerung auch korrelierend zur gesteigerten Zugbelastung. Für die restlichen Probenabschnitte ist eine vergleichbare Korrelation nicht zu erkennen. Insbesondere im von der Einspannung unbeeinflussten Probenmittenbereich (70 mm bis 130 mm) ist keine eindeutige Abhängigkeit zwischen Belastung und aufgezeichneter spontaner Magnetisierung wahrnehmbar. Das rechte Diagramm in Abbildung 3.10 stellt zum Einen die Mittelwerte der Beträge der Magnetisierung sowie den gesamten, aufsummierten Flächeninhalt unter der Kurve im Bereich zwischen 70 mm und 130 mm in Abhängigkeit der Belastung dar. Im Mittel (Trendlinien) ist dabei ein Anstieg erkennbar. Ein reproduzierbare Korrelation zwischen Zugbelastung und spontaner Magnetisierung ist aber nicht zu beobachten (vgl. Abb. 3.10 re.). Da die Zugbelastung in gleichem Maße auf die zwischen den Klemmböcken liegende Drahtlänge wirkt, ist von einer ebenso gleichmäßigen martensitischen Umwandlung auszugehen. Anhand der spontanen Magnetisierung kann diese Umwandlung jedoch nicht gesichert nachgewiesen werden.

Die magnetischen Messungen an einer einzelnen Drahtprobe, welche einer stufenwei-

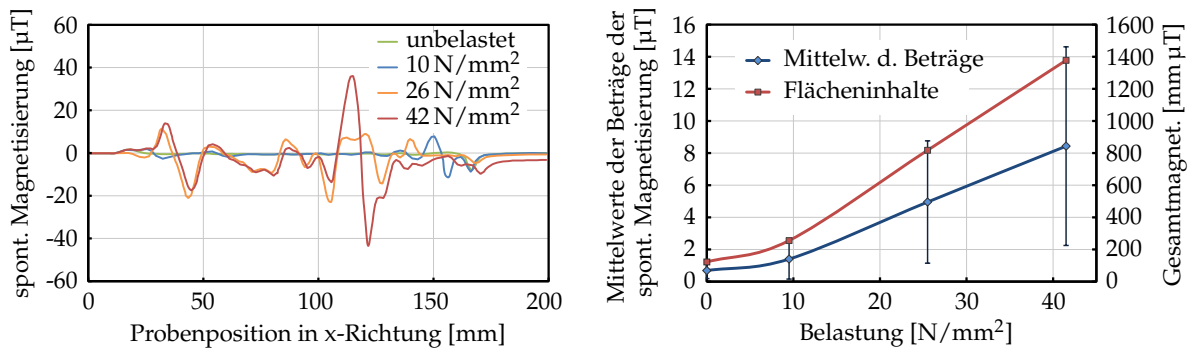


Abbildung 3.12: Darstellung der erfassten Magnetisierung in x-Richtung einer mit kleinen, stufenweise steigenden Lasten beaufschlagten Drahtprobe

se gesteigerten Belastung ausgesetzt wurde, zeigt ein vergleichbar uneindeutiges Bild. In Abbildung 3.11 sind das Ergebnis der Magnetisierungsmessung dieser Probe sowie deren mathematische Auswertung dargestellt. In diesem Ergebnisabbild wird nur der Mittenbereich der Probe gezeigt. Es kann eine deutliche Veränderung der Magnetisierung bei unterschiedlicher Belastung beobachtet werden. Der Kurvenverlauf der spontanen Magnetisierung ändert sich aber nach keinem erkennbaren Muster, scheinbar zufällig. Die Höhe der lokalen Magnetisierung über dem erfassten Abschnitt weist keinerlei Korrelation zur jeweiligen Belastung auf. Die Berechnungsergebnisse der Mittelwerte der Beträge sowie der Flächeninhalte unter den jeweiligen Kurven, welche im rechten Diagramm der Abbildung 3.11 zu sehen sind, lassen ebenso keine direkte Verbindung zur wirkenden Belastung erkennen. Dieses Ergebnis legt nahe, dass die spontane Magnetisierung nicht direkt mit der Höhe der Belastung korreliert.

Bei gestuft gesteigerter Belastung mit kleinen Lasten zeigte sich ein gegensätzliches Bild. Mit jeder Erhöhung der Last ist in der Magnetisierungsmessung eine Erhöhung der Maximalbeträge zu erkennen (vgl. Abb. 3.12). Die Steigerung der spontanen Magnetisierung erfolgt dabei jeweils in identischen Probenbereichen. Die einzelnen Kurven der Verteilung der spontanen Magnetisierung decken sich dabei im Ort der lokalen Maxima und Minima. Fraglich ist, ob dieses Muster durch die Zugbelastung oder die wiederkehrende Einklemmung der Proben und dadurch gesteigerte Einspannungsbelastung hervorgerufen wurde. Die zuvor durchgeführte Untersuchung zur Wirkungsweise der Einspannung zeigte nur eine geringe Steigerung der Magnetisierungsbeträge bei wiederholter Klemmung. Es ist denkbar, dass die Kombination aus leicht gesteigerter Zugbelastung und wiederholter Einklemmung zu einer Steigerung des plastischen Umformgrades und damit zu Steigerung der spontanen Magnetisierung führte. Die Mittelwerte der Beträge der einzelnen Kurvenverläufe sowie die aufsummierten Flächeninhalte unter den Kurvenbeträgen ergeben über der Belastung abgetragen für diesen Versuch eine lineare Korrelation zur Belastung (vgl. Abb. 3.12 *re.*). Als ein eindeutiger Nachweis für eine direkte Korrelation zur Belastung ist dieses Ergebnis nicht zu werten.

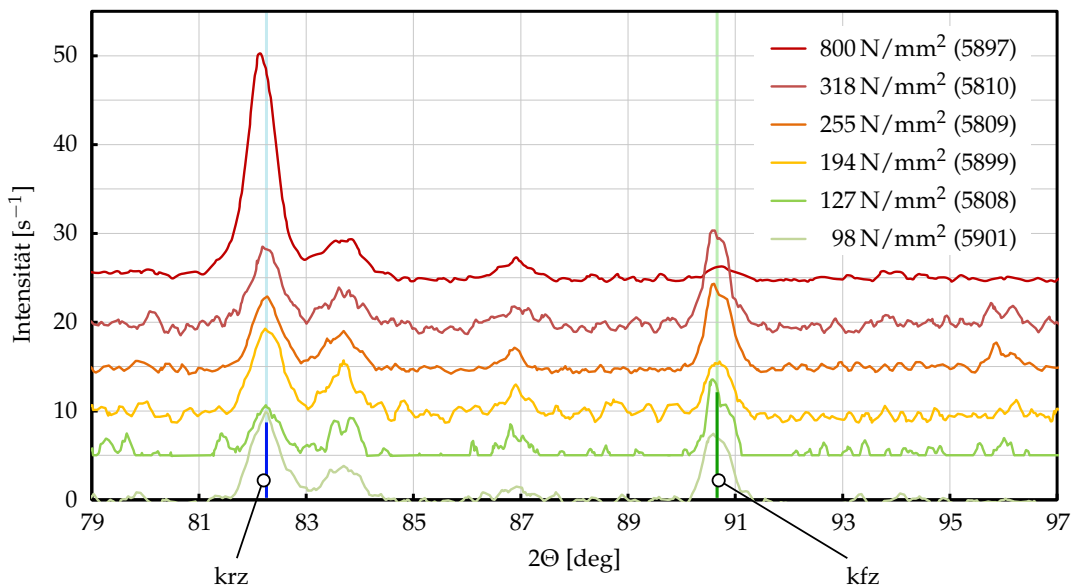


Abbildung 3.13: Ergebnisse von XRD-Untersuchungen an unterschiedlich stark belasteten Drähten des Stahls 1.4568 mit Lasten im Bereich zwischen 98 N/mm^2 und 800 N/mm^2 - geglättete und des Untergrunds entzogene Diffraktogramme im Winkelbereich 2Θ von 79° bis 97° und jeweils um 5 s^{-1} versetzt

Röntgenfeinstrukturanalyse

In den Messergebnissen der Röntgenfeinstrukturanalyse unterschiedlich stark gezogener Drahtproben konnten eine kfz- (Austenit) sowie eine krz- (Ferrit oder Martensit) Phase identifiziert werden. In Abbildung 3.13 ist die Intensitätsverteilung im Winkelbereich 2Θ zwischen 79° und 97° dargestellt. Dieser Winkelbereich wurde ausgewählt, da in diesem die belastungsabhängigen Intensitätsänderungen am deutlichsten hervortreten. Neben den kfz- und krz-Phasen können die verbliebenen Intensitätsmaxima den Reflexen von Graphit zugeschrieben werden. Diese sind auf den graphitischen Anteil im verwendeten Einbettmittel zurückzuführen. Für die verschieden stark belasteten Drahtproben sind variierende Phasenanteile in der Zusammensetzung aus kfz-krz zu erkennen. Texturen überlagern das Reflexabbild. Dadurch wird eine exakte Quantifizierung der Phasengehalte in den einzelnen Proben behindert. Die Probe mit der größten Belastung weist zum Einen den höchsten Anteil der krz-Phase sowie den geringsten Anteil der kfz-Phase auf. Gleichzeitig wurde an der krz-Phase dieser Probe ein leicht vergrößerter Gitterparameter ($2,872 \text{ \AA}$ – in allen anderen Proben $2,868 \text{ \AA}$) beobachtet. Dies deutet auf Eigenspannungen im Material hin. Da die Probe massiv plastisch verformt wurde und sich diese Verformung im Gefügeabbild anhand der Parallelausrichtung der Martensitlamellen in Belastungsrichtung deutlich abzeichnet (vgl. Abb. 3.7), ist das Vorliegen von Eigenspannungen eindeutig nachvollziehbar.

Für die Probe, welche einer Belastung bis zur halben Streckgrenze ausgesetzt und damit am geringsten belastet wurde, konnte eine bevorzugte Netzebenenlage (200) der krz-Phase parallel zur Probenoberfläche gefunden werden. Diese Vorzugslage kann mit dem Herstellungsprozess der Drähte, dem Drahtziehen, in Verbindung gebracht werden. Im Mittel ist eine Zunahme des kfz-Phasenanteiles von den höchst belasteten Proben hin zu den Proben,

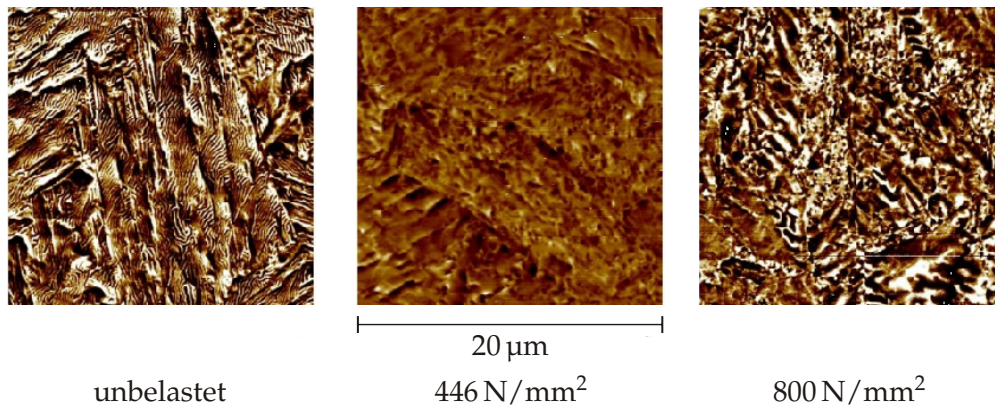


Abbildung 3.14: MFM-Abbilder von Längsschliffen unterschiedlich stark belasteter Drahtproben des Stahls 1.4568

die nur geringe Belastungen im Bereich der Streckgrenze oder unterhalb dieser erfahren haben, abschätzbar.

Eine eindeutige und von der Belastung abhängige Verschiebung des Phasenanteils ist in den ermittelten Diffraktogrammen nicht zu sehen. Die Röntgenfeinstrukturanalyse liefert damit keine eindeutige und für die verschiedenen Proben reproduzierbare Korrelation zwischen Belastung und gefundenem Phasenanteil. Die mittlere Änderung der Phasenverteilung deckt sich aber im Befund mit den Ergebnissen der mikroskopischen Gefügeuntersuchungen. Eine mögliche Ursache für das Fehlen einer eindeutigen Korrelation liegt im spontanen Auftreten der martensitischen Transformation. Über der Probenlänge läuft die Phasenumwandlung mit unterschiedlich starker Intensität, ausgehend von Keimen, ab. Für eine unvollständige Umsetzung ergibt sich damit einer variierende Verteilung des Umwandlungsgrades. In der Folge ist bei der Charakterisierung von Proben mit heterogen verteilter Umwandlungsgrade keine eindeutige Korrelation zwischen homogen verteilter Belastung und Phasenumwandlung zu finden. Für die Zahl der untersuchten Probenabschnitte war daher keine eindeutige, belastungsabhängige Korrelation nachzuweisen. Bei der martensitischen Umwandlung handelt es sich um einen chaotischen Vorgang. Erst auf makroskopischer Ebene oder durch Mittlung einer großen Zahl untersuchter Probenbereiche stellt sich vermutlich ein reproduzierbarer Zusammenhang zwischen Belastung und Umwandlungsgrad ein.

Magnetkraftmikroskopie

Durch Anwendung der MFM wurden mikroskopisch vorhandene, magnetische Domänen an Querschnitten aus unterschiedlich stark belasteten Drahtproben abgebildet. Mit Hilfe dieser Aufnahmen konnte eine weitere Dimension zur Beurteilung der martensitischen Umwandlungsvorgänge eröffnet werden. Änderungen der Größe, der Orientierung und der Struktur der magnetischen Domänen infolge der dehnungsinduzierten Transformation waren zu erfassen. In Abbildung 3.14 sind drei Aufnahmen der Schlitze von unterschiedlich belasteten Drahtproben zu sehen.

Im unbelasteten Zustand liegen lamellar aufgebaute, in Gruppen parallel angeordnete Domänen vor. Der Stahl besitzt ferromagnetische Eigenschaften. Das Lösungsglühen führt demnach nicht zu einem vollständigen Umsatz zu paramagnetischem Austenit. Dies deckt sich mit den Beobachtungen der XRD-Analyse. Hier wurden bereits bei sehr kleinen Belastungen unterhalb der plastischen Dehnung deutliche krz-Anteile gefunden. Diese sind ausgehend von der Kombination beider Ergebnisse nicht auf eine spannungsinduzierte Phasenumwandlung zurückzuführen. Vielmehr ist davon auszugehen, dass nach dem Lösungsglühen bereits krz-Anteile vorliegen.

In der mittleren Aufnahme, einer bis 446 N/mm^2 belasteten Drahtprobe, sind Änderungen des Aufbaus zu erkennen (vgl. Abb. 3.14). Die lamellare Struktur der Domänen ist nicht mehr zu erkennen. Die vorher klar zu erkennende Parallelanordnung geht etwas verloren, ist aber noch vorhanden. Dies ändert sich in der Aufnahme der höchst-belasteten Probe (Last von 800 N/mm^2). Die parallele Ausrichtung geht hier scheinbar vollständig verloren (s. Abb. 3.14). Die Domänen erscheinen kompakter, haben keinerlei lamellaren Aufbau und sind in ihrer Größe gewachsen. Eine verstärkte Ausprägung ferromagnetischer Eigenschaften infolge der Vergrößerung des krz-Anteils ist damit deutlich zu erkennen. Die Ausbildung einer makroskopisch wirksamen Magnetisierung kann damit erklärt werden.

3.3.3 Einbettung von Sensordrähten

Das Ergebnis der Einbettung eines Sensordrahts mit einem Durchmesser von 2 mm in CFK ist in Abbildung 3.15 zu sehen. Es wurde versucht den Laminataufbau so zu wählen, dass eine vollständige Faserverstärkung am Umfang des Drahtes vorliegt. In Längsrichtung des Drahtes wurden dafür neben den bis an den Draht reichenden Gewebelagen zusätzliche Roving-Abschnitte eingebracht.

Der beabsichtigte, homogen verstärkte Aufbau ist nicht durchgängig gelungen. Insbesondere in der Umgebung der querliegenden Faserabschnitte haben sich Harznester gebildet. Unterhalb der den Draht überdeckenden Faserlage und direkt angrenzend an den Draht hat sich ein Harznest mit einem Durchmesser von einem Viertel Millimeter gebildet. Die Dicke der bis an den Draht reichenden und den Durchmesser des Drahtes ausgleichenden Lagen (Kompensationsaufbau) reichte offensichtlich zur Bildung eines kompakten und homogenen Verbundes nicht aus. Die erste Decklage, welche Draht und Kompensationsaufbau gemeinsam überspannt, konnte sich im Übergangsbereich zwischen Draht und Laminat nicht vollständig an den Draht anlegen und damit das fehlende Material nicht ausgleichen.

Am Umfang des Drahtes, speziell im Bereich des Kompensationsaufbaus, hat sich zudem eine Harzzwischenschicht mit der Dicke des Vielfachen eines Einzelfaserdurchmessers gebildet. Diese stellt in Bezug auf die Lastübertragung vom Laminat in den Draht eine Schwachstelle dar. Im Anschluss an Zugversuche des Verbundes aus CFK und Draht waren im Bereich dieser Harzzwischenschicht Risse und Ablösungen zu erkennen (s. Abb. 3.15). Die Ausbildung eines Zwischenraums ist in diesem Bereich schwer zu verhindern. Es wäre notwendig den Lagenaufbau und die einzelnen Lagenabmessungen so zu wählen, dass sich die Lagen exakt an den Kreisquerschnitt des Drahtes anlegen. Beim Verpressen oder Vakuumsackverfahren besteht allerdings keinerlei Möglichkeit den Zwischenraum durch zusätzlichen Druck zu schließen. In Ebenenrichtung des Laminates ist das Aufbringen von

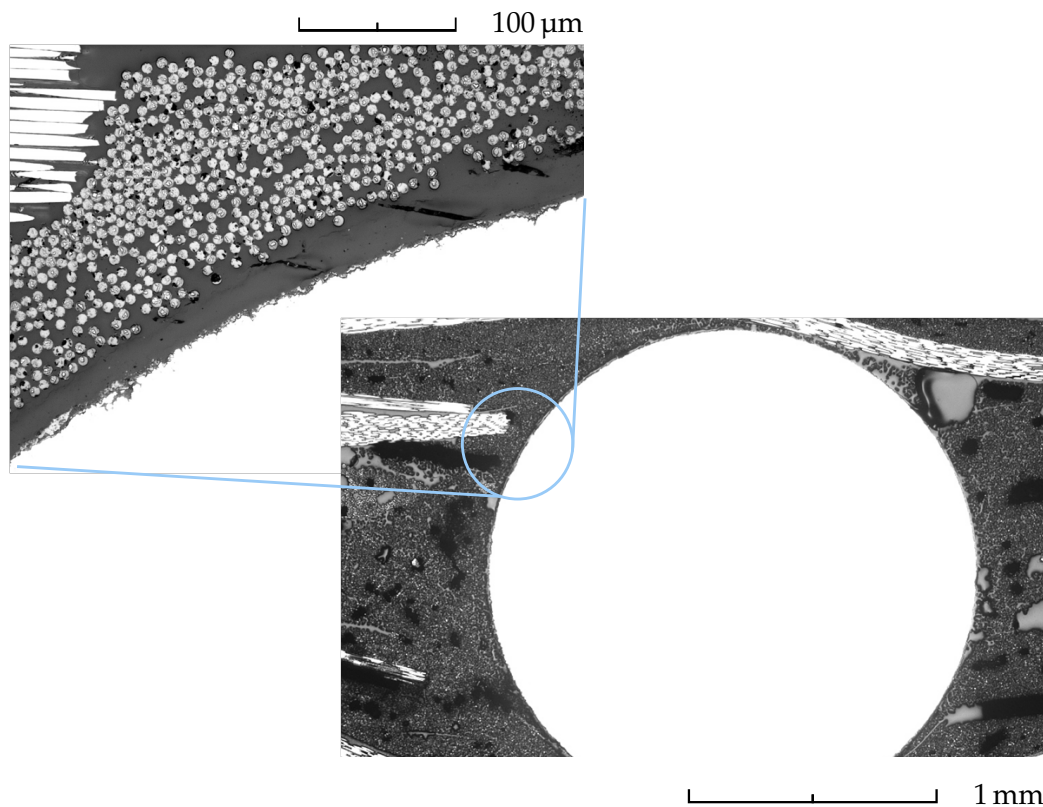


Abbildung 3.15: Lichtmikroskopische Aufnahmen eines Querschliffs von in CFK eingebettetem Sensordraht (Durchmesser 2 mm)

Kompressionsdrücken nur eingeschränkt möglich. Im Nahbereich der unter und über dem Draht liegenden Decklegen kam es zwischen den querliegenden Verstärkungsfasern und dem Draht zum direkten Kontakt. Hier kann der Druck durch Kompression vollständig angegriffen und den Kontakt zwischen Fasern und Draht herbeiführen.

Aus diesen Ergebnissen ist zu entnehmen, dass die Einbettung von Drähten großer Durchmesser mit einigen Schwierigkeiten und dem Einbringen von Fehlstellen in das Laminat verbunden ist. Harznester sind Ausgangspunkt für mechanische Eigenschaftssprünge, stellen Schwachstellen durch Spannungskonzentrationen dar und können damit das vorzeitige Versagen von Faserverbundbauteilen bewirken. Die Ausbildung von Einbettungsartefakten ist bei Dehnungssensoren großer Durchmesser nur schwer zu unterbinden oder sogar unmöglich. Dem Ziel der Entwicklung eines Dehnungssensors mit minimalem Durchmesser ist aus diesem Grund Nachdruck zu verleihen.

3.3.4 Zugversuche an CFK-Proben mit eingebetteten Sensordrähten

In Abbildung 3.16 sind die Ergebnisse der magnetischen Messungen an in CFK eingebetteten Stahldrähten (vgl. Abb. 3.15), welche im Verbund einer definierten Zugbelastung ausgesetzt wurden, dargestellt. Die jeweilige Magnetisierung ist dabei über dem jeweiligen Zug-

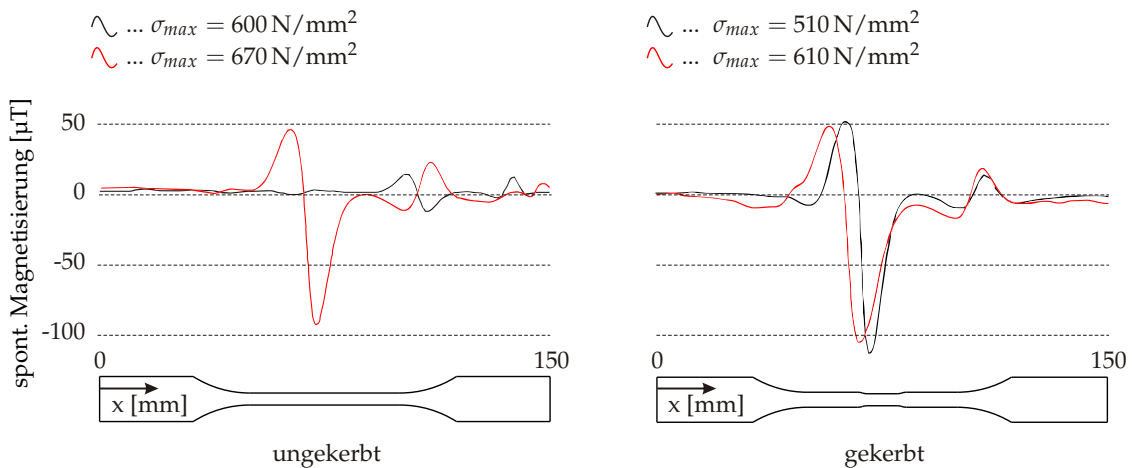


Abbildung 3.16: Vergleich der Magnetisierungsmesskurven ungekerbter (links - kleinster Querschnitt 4 mm x 3 mm) und gekerbter Zugproben (rechts - kleinster Querschnitt 3 mm x 3 mm) aus CFK mit eingebetteten Sensordrähten (Durchmesser 2 mm)

probenabschnitt abgetragen. Unterschiedliche Schlussfolgerungen können aus den ermittelten Messergebnissen abgeleitet werden. Im Mittel konnten die höchsten spontanen Magnetisierungen im Mittenbereich der Zugproben gefunden werden (vgl. Abb. 3.16). Aufgrund der Geometrie der Proben liegt die stärkste mechanische Belastung und damit die höchste Zugbelastung im Bereich des kleinsten Querschnitts. Die gefundene Korrelation zwischen dem Ort der Belastung und dem Auftreten einer spontanen Magnetisierung ist daher in Übereinstimmung mit den Messergebnissen der Drahtversuche. Keine eindeutige Korrelation zeigt sich hingegen für die Beziehung zwischen der Höhe der Magnetisierung und dem Grad der jeweiligen Belastung. Die Proben, welche der jeweils höheren Zugbelastung ausgesetzt waren, zeigen nicht gleichzeitig die höchsten Magnetisierungen (vgl. Abb. 3.16). Im Vergleich der Messergebnisse ungekerbter und gekerbter Zugproben zeigt sich jedoch eine erhöhte Magnetisierung im gekerbten Fall. Eine Spannungskonzentration könnte dabei für eine starke Umwandlung und gleichzeitig für eine erhöhte Magnetisierung verantwortlich sein.

Im direkten Vergleich der Probenmagnetisierungen verschiedener Zugproben fällt ein wiederkehrendes oder sehr ähnliches Magnetisierungsmuster, welches durch einen Umkehrpeak in der Probenmitte gekennzeichnet ist, auf. Dieses trat sowohl bei gekerbten als auch bei ungekerbten Zugproben auf (s. Abb. 3.16). Eine definierte Magnetisierung von umgewandelten Probenbereichen könnte dafür verantwortlich sein. Dies kann unter Umständen durch konstante magnetische Felder innerhalb der Universalprüfmaschine verursacht werden. Im Rahmen der Untersuchungen für diese Arbeit bestand keine Möglichkeit zur Durchführung von Zugversuchen unter Ausschluss magnetischer Einwirkungen. Eine abschließende Klärung der Ursachen für diese Magnetisierungsmuster konnte daher nicht gefunden werden.

3.4 Zusammenfassung zum Drahtsensor

Die spontane Magnetisierung des untersuchten, polykristallinen Materials nahm in Bezug zur Belastung keine absoluten, reproduzierbaren Werte an. Die Ausprägung der Magnetisierung erfolgte bei diesem Material heterogen und war stark von der Umgebung beeinflusst. Die heterogene Ausbildung einer Magnetisierung infolge einer Zugbelastung konnte anhand von Zugversuchen an reinen Drähten sowie an eingebetteten Drähten des Stahls 1.4568 aufgezeigt werden. Eine stufenweise Steigerung der Belastung an ein und dem selben Draht zeigte, dass das Magnetisierungsbild mit jeder weiteren Belastungssteigerung wechselt. Für große Lasten konnte dabei kein Hinweis auf eine eindeutige Korrelation zwischen der jeweils angelegten Last und der Höhe der Magnetisierung gefunden werden. Die Gefügewandlung an dem untersuchten Material ist sehr gut nachvollziehbar und zudem sehr ausgeprägt. In den Untersuchungen ließ sich eindeutig eine Änderung der magnetischen Eigenschaften bzw. der spontanen Magnetisierung infolge einer Zugbelastung nachweisen. GMR- und MFM-Messungen belegen dies ohne Zweifel.

Der Nachweis einer eindeutigen Abhängigkeit zwischen der Stärke dieser Belastung und der Änderung der spontanen Magnetisierung wurde in diesen Untersuchungen nicht erbracht. Es ist ersichtlich, dass sich nur unter großem Aufwand und durch Ausschluss verschiedener Umgebungseinflüsse reproduzierbare Ergebnisse ermitteln lassen. Für die Anwendung lassen sich umgebende Magnetfelder und eine dadurch hervorgerufene Magnetisierung niemals komplett ausschließen. Eine vollständige Bewertung für die Ausbildung der spontanen Magnetisierung im Belastungsfall erfordert insbesondere den Ausschluss von magnetischen Umgebungseinflüssen. Für eine spätere Anwendung würde sich dieser Aufwand jedoch nicht lohnen bzw. wäre aufgrund der Rahmenbedingungen eines Bauteilanwendungsszenarios von vornherein ausgeschlossen. Eine Anwendung der spontanen Magnetisierung im Fall des Sensormaterials Stahl 1.4568 zur Überwachung von Spitzenbelastungen wird aus diesem Grund ausgeschlossen.

Der Nachweis von Magnetisierungen erfordert ausreichend große Volumina ferromagnetischer Phasen. Dies lässt sich bei Drähten nur mit Durchmessern im Bereich von Millimetern garantieren. Die Einbettung von Drähten großer Durchmesser birgt verschiedene Schwierigkeiten. In durchgeführten Einbettungsversuchen konnte die Bildung von Harznestern und Hohlräumen nicht vermieden werden. Beide Erscheinungen bedingen eine Schwächung des betroffenen Laminats. Die Kraftübertragung auf den Draht kann dadurch außerdem nicht dauerhaft gewährleistet werden. Dicke Drähte sind daher zur Einbettung in Faserverbunde ungeeignet.

4 Vorarbeiten zur Entwicklung faserbasierter Dehnungssensoren

4.1 Entwicklung eines Verfahrens zur Vereinzelung von Fasern aus einem Bündel

Faserbasierte Sensoren können auf Basis von Einzelfasern, bspw. C-Fasern, hergestellt werden. Nach den üblichen Herstellungsprozessen (s. Abschn. 4.2.1), hauptsächlich über PAN und Pech als Precursor, liegen C-Fasern immer im Bündel (ab 400 Einzelfasern pro Bündel) vor und werden ausschließlich in dieser Form angeboten. C-Einzelfasern sind kommerziell nicht verfügbar. Es ist möglich Fasern manuell aus einem Bündel zu extrahieren. Die manuelle Vereinzelung ermöglicht die Bereitstellung von Einzelfasern mit Längen von bis zu 50 cm. Das Trennen von Hand erfordert dabei einen enormen Zeitaufwand. Für die von Hand gewonnenen Einzelfasern scheiden, wegen ihrer geringen Länge, effektive Beschichtungsprozesse im Rolle-zu-Rolle-Verfahren zur Applizierung funktionaler Schichten aus. Im Rahmen wissenschaftlicher Untersuchungen können manuell vereinzelte Fasern zur Funktionalisierung mittels Beschichtungen genutzt werden. Für die Umsetzung wirtschaftlicher Herstellungsprozesse für faserbasierte Sensoren ist aber die Bereitstellung endloser Kohlenstoffeinzelfasern erforderlich. Die komplexe Funktionalisierung von faserverstärkten, polymeren Verbundwerkstoffen mit integrierten, faserbasierten Sensoren ist nur auf diese Weise zu ermöglichen. Es ist daher notwendig ein automatisiertes Verfahren zur Vereinzelung von Fasern aus einem Bündel zu entwickeln. In Teilen wurde diese Entwicklung bereits in (MNSW12) beschrieben.

4.1.1 Herstellung von C-Faser-Bündeln

Die Herstellung von C-Fasern erfolgt generell in Bündeln parallel angeordneter Endlofasern (Rovings). Gebräuchliche Precursoren zur Faserherstellung sind Polyacrylnitril (für PAN-basierte C-Fasern) oder mesophasisches Pech (für Pech-basierte C-Fasern), welches zu Fasern gesponnen wird. Danach leiten sich zwei wesentliche Herstellungsrouten für C-Fasern ab, welche sich in einzelnen, wenigen Prozessschritten unterscheiden. Diese werden in Abschnitt 4.2.1 erklärt.

Allen Verfahren zur C-Faser-Herstellung gemeinsam sind mehrere Schritte einer Wärmebehandlung um alle Nicht-Kohlenstoffbestandteile aus der Faser zu entfernen. Diese Behandlungsschritte sind nur mit Bündeln wirtschaftlich zu realisieren. Dem jeweiligen Behandlungsverfahren werden alle Fasern des Bündels gleichzeitig unterzogen. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass Einzelfasern nur am Ausgang der Spinnöse bei der Extraktion der Precursorfaser vorliegen. Auf Grundlage der großtechnischen Herstellungsprozesse können aus diesen Gründen keine Einzelfasern bereitgestellt werden (FM98).

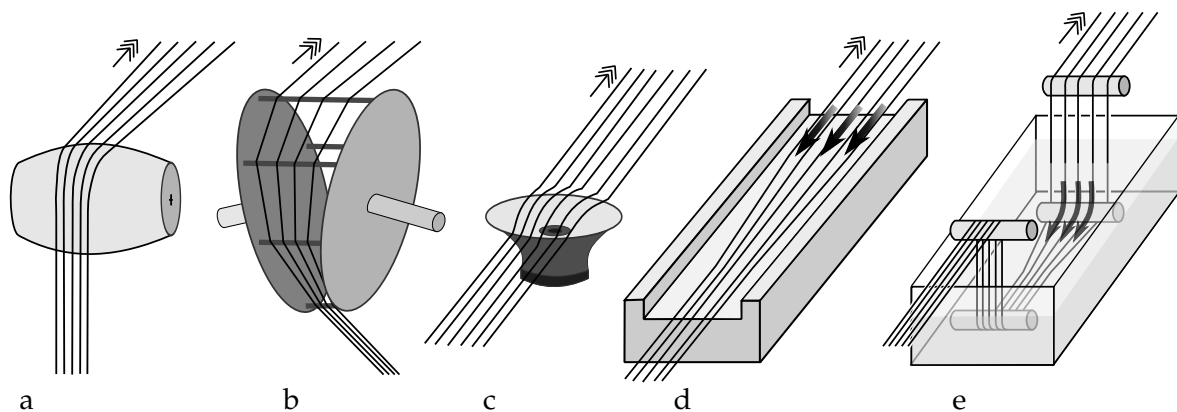


Abbildung 4.1: Schematische Darstellung von Prinzipien zum Aufspreizen von Faserbündeln: a) mechanisch mittels balliger Walze, b) mechanisch über im Winkel angeordnete, weitende Kreisscheiben, c) akustisch, d) pneumatisch mittels Gegenstrom, e) hydraulisch durch strömende Flüssigkeit (MNSW12)

Meistens folgt der genannten mehrstufigen Wärmebehandlung eine oxidative Oberflächenbehandlung der C-Faser-Bündel. Dem anschließend werden diese mit einer Schlichte beschichtet. Diese Schlichte ermöglicht die textile Verarbeitung der Bündel. Durch die unvernetzte Schlichte erfahren alle Fasern eine Adhäsion und werden an das Bündel fixiert. Abstehende, lose Faserenden werden dadurch vermieden. Die Schlichte dient des Weiteren zur Ausbildung kovalenter Bindungen zwischen Fasern und Polymermatrix bei der Herstellung von Verbundwerkstoffen (EHE08). Durch die Wahl der Schlichte kann die Faser-Matrix-Bindung beeinflusst werden. Die Auslieferung der C-Faser-Bündel erfolgt weitgehend mit Schlichte. Da die Schlichte die Abtrennung von Fasern verhindern soll, ist vor der Faservereinzelung eine Entschlichtung der Fasern erforderlich.

4.1.2 Verfahren zur Aufspreizung von Faserbündeln

Die Aufspreizung von Rovings wird zur textiltechnischen Verarbeitung von C-Faserbündeln genutzt. Es existiert bereits eine Vielzahl unterschiedlicher Verfahren zum Aufspreizen von Faserbündeln. Die Aufspreizung von C-Faserbündeln ist eine erste Vorstufe zur Vereinzelung von C-Endlosfasern. Die verschiedenen Methoden sind deswegen für den Vereinzelungsprozess von Interesse. Sie haben eine signifikante Spreizungswirkung und dienen daher als Grundlage zur Entwicklung eines Vereinzelungsverfahrens. Unterschiedliche physikalische Effekte werden zur Erzeugung dieser Spreizungswirkung verwendet. Durch mechanische (ID91, LBFG00), hydraulische (BPR89, GLL06), pneumatische (Dan74, MV92), akustische (Hal72, ID91) sowie elektrostatische (PEE93, KK99) Einwirkung können Spreizeffekte an Faserbündeln erzielt werden (vgl. Abb. 4.1).

Eine sehr effiziente Aufspreizung bzw. Teilung von Bündeln kann aufgrund einer formschlüssigen Führung einzelner Bündelteile mit Hilfe von mechanischen Einrichtungen erreicht werden. Das Führen eines Faserbündels über ballige Walzen bei anliegender Faserzugspannung ist ein mögliches Verfahren (siehe Abb. 4.1 a). Bei einem weiteren Verfahren werden zwei Kreisscheiben mit einem Winkel zueinander angeordnet (vgl. Abb. 4.1 b).

Auf dem gleichen Radius der beiden Scheiben werden feingliedrige Federn an deren Enden fest mit den beiden Kreisscheiben verbunden. Durch Rotation der beiden Scheiben, die über zwei Kreuzgelenke und entsprechende Wellen miteinander verbunden sind, werden die Federn wechselseitig auseinandergezogen. Ein Faserband wird an der Stelle des geringsten Abstandes der Scheiben auf die Federn aufgebracht und an der Stelle des größten Abstandes wieder abgezogen. Zusammen mit den Federn wird das Band aufgeweitet (bun73, LBF00). Die Zwangsführung sowie der direkte Kontakt zwischen Fasern und festen Körpern der Führungseinrichtungen bewirkt aber eine vergleichsweise hohe Faserschädigung. Da Faserschädigungen die Ausbeute endloser Fasern verringern bzw. die Gewinnung von Einzelfasern mit ausreichender Länge verhindern, werden für die Vereinzelung von Fasern mechanische Einrichtungen ausgeschlossen.

Durch die mitreißende Kraft strömender Flüssigkeiten kann ebenfalls eine sehr wirkungsvolle Aufspreizung von Bündeln erreicht werden. In einem flüssigen Medium werden lose Faserschlingen zwischen zwei Walzenpaaren so geführt, dass in die Schlinge eine Strömung eingebracht werden kann (vgl. Abb. 4.1 e). Durch die Anströmung der Fasern wird das Faserband gleichmäßig aufgeweitet (BPR89). Aufgrund der geringeren Spannungen infolge der Anströmung mit flüssigen Medien ist eine geringere Faserschädigung zu erwarten. Zur Umsetzung einer Faservereinzelungsmethode werden die hydraulischen Verfahren aus diesem Grund näher untersucht.

Es existieren verschiedene Ideen zur pneumatischen Aufweitung von Faserbündeln. In der Darstellung eines Patents erfolgt die Anströmung des Faserbands in Längsrichtung entgegengesetzt der Faserlaufrichtung. Ein Faserband läuft in einen geschlossenen Kasten ein. Am Bandausgang des Kastens befinden sich Druckluftdüsen die das Band zum Bandeingang hin anströmen (vgl. Abb. 4.1 d). Es erfolgt eine progressive Spreizung des Faserbandes (Dan74). Bei einem weiteren Verfahren wird das Faserband in einem geschlossenen Kasten mit einem Eingangs- und einem Ausgangsschlitz für das Band über eine ebene Platte mit Schlitzdüsen geführt. Durch das Band strömende Luft, die den Düsen entspringt, ruft eine Aufspreizung hervor. Das Band wird sozusagen von Luft durchkämmt (MV92). Pneumatischen Verfahren lassen eher eine geringe Wirkung erwarten. Unter anliegender Abzugsspannung müssen hohe Querkräfte aufgebracht werden. Hohe Strömungsgeschwindigkeiten sind daher voraussichtlich zur Erzeugung dieser Querkräfte für die pneumatische Spreizung erforderlich.

Von den akustischen Verfahren ist eher eine geringe Spreizwirkung zu erwarten. In Kombination mit anderen Verfahren können unterstützend eingesetzte, akustische Effekte die Gesamtspreizung steigern. Innerhalb der vorliegenden Arbeit werden akustische Effekte zunächst nicht untersucht.

4.1.3 Voruntersuchungen zur Vereinzelung von C-Fasern und zur Faserhandhabung

Basierend auf der Recherche wurden unterschiedliche Verfahrensvarianten, mit denen sich Spreizeffekte realisieren lassen, ausgesucht und in Voruntersuchungen evaluiert. Die Verfahren mit dem größten Vereinzelungspotenzial kamen anschließend zum Aufbau einer Vereinzelungsanlage zur Anwendung.

Es wurden zunächst verschiedene Trennprozesse und deren Vereinzelungswirkung untersucht (Ul07, Dem09, MNSW12). Die umfassende Versuchsstudie beinhaltete nachfolgende Arbeitspakete:

- Versuche mit gummierten Rollen, welche die Faserbündel im Acetonbad trennen,
- das Vereinzeln mit Hilfe von Aceton-befüllten U-Profilen,
- Versuche zur Einzelfaserseparation mittels Kanülenanordnung,
- Untersuchungen zum Auffächerungsverhalten von Bündeln, die im Aceton- und Wasserbad über Kämmen geführt wurden,
- Versuche zur Auffächerungswirkung durch Schwingungsanregung mit Hilfe eines Ultraschallbads oder durch Exzenteranordnungen sowie
- die Untersuchung der Vereinzelungswirkung von Strömungen (Luft oder flüssige Medien).

Verfahren zum Handhaben der Fasern wurden zusätzlich erarbeitet. Insbesondere das Aufspulen und das Führen der Fasern sowie der Faserbündel standen hierbei im Mittelpunkt.

Die Vereinzelungswirkung der zur gezielten Faservereinzelung untersuchten Verfahren ist mehrheitlich eher gering. Bei einigen Varianten zeigten sich schädliche Nebeneffekte. Gummierte Rollen, das Führen der Faserbündel durch ein mit Aceton gefülltes U-Profil sowie die direkte Separation einer Einzelfaser mit Hilfe einer Kanüle (Einfädeln und anschließendes Abziehen) zeigten unzureichende Effekte. Kämmen verursachen eine sehr starke Knäuelbildung. Diese zerstören das Faserbündel. Das Verhaken von herausstehenden Faserenden ist für die Bildung von Knäueln verantwortlich. Die Faserschlichte wurde bei den Versuchen als hinderlich für das Vereinzeln von C-Fasern identifiziert. Das Entschlichten ist aus diesem Grund ein notwendiger Vorbehandlungsschritt zur Faservereinzelung.

Schwingungen in einem Wasser- oder Acetonbad konnte eine Auffächerungswirkung bei den Fasern eines Bündels anregen. Niedrigere Frequenzen erzielten stärkere Effekte als Ultraschall. Die Stimulation einer Mikrobewegung der Fasern durch Ultraschall wurde beobachtet. Diese Anregungsform kann daher unterstützend zum Einsatz kommen.

Durch einen Luftstrom könnte keine zielführende Anregung einer Aufspaltung des Bündels erreicht werden. Evtl. ist die hier benutzte Strömungsgeschwindigkeit nicht ausreichend hoch gewählt worden. Die Idee des zur pneumatischen Teilung vorliegenden Patents (Dan74) kann daher unter den zur Anwendung gekommenen Randbedingungen nicht bestätigt werden. Die stärkste Vereinzelungswirkung wurde durch Anwendung hydraulischer Gegenströmungen in den Vorversuchen nachgewiesen. Dieses Ergebnis ist in Übereinstimmung mit den Angaben eines vorliegenden Patents (GLL06).

Auf Grundlage dieser Voruntersuchungen wurden geeignete Einrichtungen zur Weiterentwicklung des Vereinzelnverfahrens konstruiert und für die folgenden Untersuchungen genutzt. Außerdem konnten bei einer Literaturrecherche weitere Verfahren zur Separation von Teilbündeln sowie zur Entschlichtung gefunden werden (Kun04). Keine der gefundenen Veröffentlichungen bzw. Patente behandelt das Vereinzeln aus dem Bündel bis hin zu Einzelfasern. Während der Voruntersuchungen zur Faservereinzelung wurde ein sehr wirkungsvolles und zielführendes Aufspulprinzip ermittelt (Ul07).

Ziel der Untersuchungen zur Faservereinzelung ist es zunächst, ein Faserbündel kontinuierlich und ohne manuellen Eingriff zu teilen. Das Teilen ist als Vorstufe zum Vereinzeln anzusehen. Ein erfolgreicher Nachweis der Umsetzung einer automatischen Bündelteilung ist die Grundvoraussetzung für die Realisierbarkeit der Vereinzelung. Die Auslegung der Versuchsanlage erfolgte daher im ersten Schritt ausschließlich in Bezug auf die Teilung eines Bündels.

4.1.4 Anlagenaufbau

Die Beschreibung des Aufbaus der Versuchsanlage zur Faservereinzelung (MNSW12) bildet den Weg der Faser bzw. des Faserbündels ab. In Abbildung 4.2 a ist das Schema der Anlage dargestellt. Die nun folgenden Zahlenangaben in Klammern sind mit der Bezifferung in der Abbildung verknüpft. Zu Beginn des Faserwegs erfolgt die Abwicklung des Faserbündels (1). Die abzuwickelnden Fasern befinden sich dazu auf einer Spule (8) aus Stahl. Diese ist aus Stahl, um das thermische Entschichten der komplett bewickelten Spule zu ermöglichen. Das Bewickeln dieser Spule wird vorab mittels der Umspulkonfiguration der Vereinzelungsanlage durchgeführt. Die Aufwicklung (14) dient dabei dem Aufbau der Bündelspannung und rotiert die aufgesetzte Stahlspule. Die Kreuzwicklung (11) wird ebenso zum Umspulen eingesetzt.

Zur Abwicklung wird die Stahlspule von einem Elektromotor angetrieben und die Drehzahl kann durch die Variation der angelegten elektrischen Spannung eingestellt werden. Die Drehzahl des Motors wird durch ein Schneckengetriebe zur Spule übersetzt (2). Aufgrund der Selbsthemmungseigenschaft dieses Antriebs wird die Anlagendurchlaufgeschwindigkeit von der Abwicklung vorgegeben.

Danach läuft das Faserbündel (3) in die Trennsäule (5) ein. Bei dieser Säule handelt es sich um eine vertikal stehende Glasröhre. Der Fasereinlauf erfolgt von unten. Die Zuführung zum Einlauf ist über einen PTFE-Schlauch und eine bogenförmige Glasröhre, die über einen dichtenden Stopfen in die Trennsäule eingeführt wird, realisiert. Innerhalb der Trennsäule wird das Bündel durch ein Fluid (Wasser oder wahlweise Aceton zur Entschichtung) geführt. Über der kompletten Lauflänge der Säule schweben die Fasern frei in der Flüssigkeit und werden nur durch die Kraft der Aufwicklung gespannt. Die Lauflänge in der Röhre beträgt 1,83 m. Auf diesem Abschnitt können sich die Einzelfasern des Bündels neu ordnen und entsprechend der vorgegebenen Bündelteilung umsortieren.

Die Bündelhalbierung erfolgt durch einen geteilten Abzug über zwei separate Glasröhren (7) am oberen Ende und damit dem Ausgang der Säule. Diese werden wiederum von einem PTFE-Stopfen in ihrer Position in der Trennsäule gehalten. Zur Unterstützung der Bündelteilung wirkt eine Gegenströmung die aus einer zwischen den beiden Glasröhren liegenden Breitschlitzdüse (6) entspringt. Diese Düse sitzt ebenso fest im oberen Stopfen. Zusätzlich liegt eine Querströmung in Höhe der Teilungsstelle an. Mittels Flamme angeformte Rohröffnungen an der Glasröhre ermöglichen den Zu- und Abfluss der Querströmung. Die Entfernung von angesammelten Faserresten und die Steigerung der Teilungswirkung mittels einer alternierend angelegten Querströmung wird hierdurch erreicht. Der Volumenstrom von Gegenströmung und Querströmung wird durch eine Flügelpumpe (10) erzeugt. Die Drehzahl der Pumpe kann über einen Steller reguliert werden. Die Variation des Verhältnisses der Volumenströme zwischen Gegenströmung und Querströmung ist

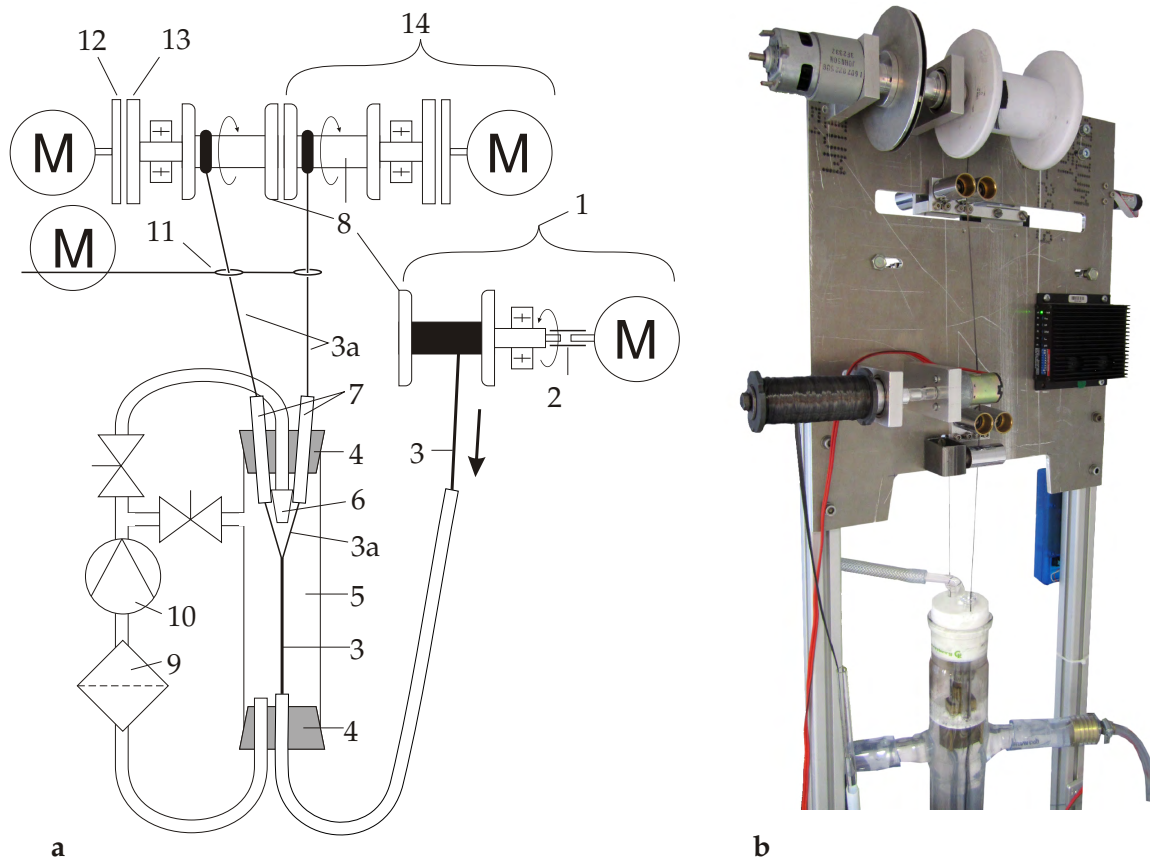


Abbildung 4.2: Schematische Darstellung des Anlagenaufbaus der Versuchsanlage zur Faservereinzelung (a) und fotografische Ansicht der Anlage (b) (Dem09, MNSW12)

über zwei jeweils vor den Düsensträngen angeordnete Ventile möglich. Vor dem Pumpeneinlass ist ein Siebfilter (9) mit einer Maschenweite von ca. einem Millimeter zur Abtrennung von losen Faserresten angeordnet.

Nach dem Durchlaufen der Glasröhren (7) werden die beiden Teilbündel (3a) über verchromte Rollen jeweils zur Aufwicklung geführt. Die Aufwicklung (14) der beiden Teilbündel erfolgt auf zwei separate Kunststoffspulen. Die Faserbündel werden dabei in Kreuzwicklung (11) abgelegt. Die Translationsbewegung wird durch einen Spindeltrieb, welcher mit einem linear geführten Schlitten verbunden ist, realisiert. Die Richtungsumkehr wird durch das Anfahren von Endtastern erreicht, welche durch eine logische Schaltung die Umpolung der Steuerspannung bewirken. Mit Hilfe von zwei parallel im Abstand von wenigen Millimetern angeordneten, verchromten Führungsrollen, die über einen Arm auf dem Linearschlitten befestigt sind, wird die Faserbündelführung über der Spule erreicht und so eine Faserüberkreuzung eingepreßt. Die Geschwindigkeit der Translationsbewegung kann dabei in gewissen Grenzen variiert werden. Der Antrieb der Aufwickelspulen erfolgt jeweils über Gleichstromelektromotoren, welche durch eine magnetische Wirbelstromkuppelung (12, 13) das Drehmoment auf die jeweiligen Kunststoffspulen übertragen. Durch Variation der Drehzahl der Motoren kann das Spulendrehmoment und damit die Zugkraft

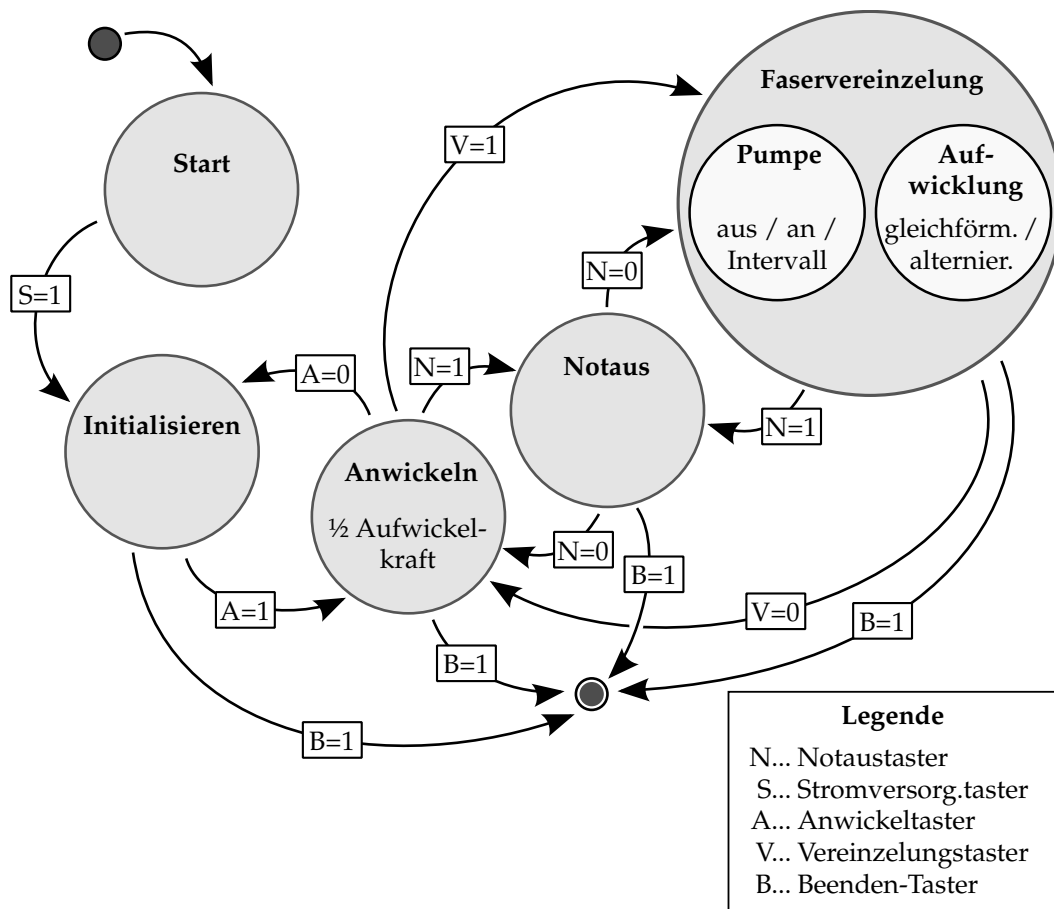


Abbildung 4.3: Zustandsübergangdiagramm der Software zur Steuerung der Faservereinzlungsanlage

am Teilbündel reguliert werden. Für beide Teilbündel können somit unterschiedliche Zugkräfte, in Zeittakten deutlich unter einer Sekunde, eingestellt werden.

Computersteuerung der Anlage

Alle Antriebe sind durch die Ansteuerung der jeweiligen Stromversorgungen über eine Digital-Analog-Schnittstelle mit einem Computer verbunden und somit mittels einer Software steuerbar. Die Programmierung der Steuersoftware erfolgte mittels LabView. Die Steuerung aller Antriebe, die Festlegung der Antriebsgeschwindigkeiten, der Abzugskräfte und der Pumpendrehzahl werden auf Grundlage der beschriebenen Hardware über die entwickelte Software realisiert. Im Programm ist ein endlicher Automat (bzw. Zustandsmaschine) umgesetzt, der verschiedene Zustände und Aktionen der Anlage und die Bedingungen zum Übergang von einem Zustand in einen anderen Zustand definiert (SSH92). Abbildung 4.3 zeigt das Zustandsübergangdiagramm des endlichen Automaten. Die Zustandsmaschine wurde mit Hilfe einer Case-Struktur in LabView umgesetzt (GM09, Gre12).

Folgende Zustände sind im endlichen Automaten der Anlagensteuerungssoftware im-

plementiert und werden erläutert:

Start: die Schnittstellen und Variablen werden initialisiert,

Initialisieren: alle Antriebe sind deaktiviert, Parameter können eingegeben und die Aktivierung der Stromversorgungen bestätigt werden,

Notaus: alle Antriebe sind deaktiviert,

Anwickeln: die Aufwicklung läuft konstant auf beiden Seiten mit der Hälfte des eingestellten Werts,

Faservereinzelung: laufender Vereinzelungsbetrieb, Abwicklung und Kreuzwicklung sind aktiv und Aufwicklung läuft mit voller, eingestellter Kraft – folgende Optionen sind innerhalb des Zustands außerdem wählbar:

ohne Pumpe: die Pumpe ist aus oder

mit Pumpe im Konstantbetrieb: die Pumpe läuft konstant mit der vorgegebenen Drehzahl oder

mit Pumpe im Intervallbetrieb: die Pumpe schaltet sich in einem vorgegebenen Intervall mit der vorgegebenen Drehzahl ein

und eine der folgenden Optionen:

mit konstanter Aufwicklung: die Aufwicklungskraft wird konstant gehalten oder

mit schwellender Aufwicklung: die Aufwicklungskraft variiert in einem vorgegebenen Intervall zwischen zwei verschiedenen Krafteinstellungen auf beiden Seiten gleichzeitig oder

mit wechselseitig schwellender Aufwicklung: die Aufwicklungskraft variiert in einem vorgegebenen Intervall zwischen zwei verschiedenen Krafteinstellungen im Wechsel auf beiden Seiten.

4.1.5 Charakterisierung der Antriebe

Die Geschwindigkeiten aller Antriebe werden mittels einer Digital-Analog-Schnittstelle der Firma Meilhaus (RedLab 3114 (Mei08)) über die Vorgabe von Steuerspannungen reguliert. Die Motoren von Aufwicklung und Abwicklung werden von Labornetzteilen versorgt, die über einen analogen Steuereingang verfügen. Über die angeführte Schnittstelle können mittels zweier Kanäle mit 0 V – 10 V sowohl die an den Motoren anliegende Spannung als auch der Strom eingestellt werden. Die Ansteuerung der Kreuzwicklung erfolgt ebenfalls über einen analogen Kanal mit 0 V – 10 V. Um mittels der Anlagensteuerungssoftware die Geschwindigkeit der Antriebe vorgeben zu können, ist es erforderlich die durch vorgegebene Steuerspannungen erreichten Geschwindigkeiten zu erfassen. Das kontinuierliche Verhältnis zwischen Steuerspannung und Geschwindigkeit bzw. Drehmoment oder Kraft im Fall der Aufwicklung ist so zu ermitteln. Die Erfassung dieser Antriebsparameter und das Ergebnis werden im Anhang A ausführlich dargestellt.

Die folgenden Gleichungen wurden wie beschrieben ermittelt und zur Programmierung der Antriebssteuerung verwendet. Gleichung 4.1 beschreibt das Verhältnis von Steuerspannung und Abwickelgeschwindigkeit. Die Abhängigkeit der Kreuzwickelgeschwindigkeit

von der Steuerspannung ist in Gleichung 4.2 dargestellt. Die kontinuierliche Beschreibung der Aufwickelkraft ist in Gleichung 4.3 zu finden.

$$v_{Abwickel} = 5,1409 U_{Steuer} - 0,739 \quad (4.1)$$

$$v_{Kreuzwickel} = -5,9821 U_{Steuer}^3 + 11,525 U_{Steuer}^2 + 5,6201 U_{Steuer} \quad (4.2)$$

$$F = 0,833 U_{Steuer} - 0,2264 \quad (4.3)$$

4.1.6 Verwendete Materialien und Versuchsablauf

PAN-basierte C-Fasern der Firma Toho Tenax (HTA-Fasern (Toh11b)) wurden für die Untersuchungen zur Wirksamkeit der Faservereinzelungsanlage genutzt. Für erste Versuche kamen verdrehte Bündel des Typs HTA5131 3K zum Einsatz. Sich daran anschließende Versuche erfolgten unter Verwendung unverdrellter Bündel des Fasertyps HTA40 E13 3K. Generell wurden die Fasern vor den Teilungsversuchen thermisch entschlichtet. Die Entschlichtung eines vorab auf eine Stahlspule umgespulten Bündels wurde jeweils im Rohrofen unter Ar-Schutzgasatmosphäre bei 600°C für eine Dauer von 30 min durchgeführt. Zur Umspülung eines Bündelabschnitts von der gelieferten Pappspule auf die Stahlspule der Vereinzelungsanlage kam die Umspülkonfiguration der Vereinzelungsanlage unter Verwendung der Kreuzwickleinrichtung zum Einsatz.

Die Spule mit dem entschlichteten Bündel ließ sich im Anschluss an die thermische Behandlung direkt auf die Abwicklungswelle, zur Zuführung des Bündels in den Teilungsprozess, aufstecken. Mit Hilfe eines Drahtes wurde das Faserbündel nun durch die Anlage gefädelt. Die erste Separierung der beiden Teilbündel erfolgte bei der Bündeleinfädung manuell. Die beiden Teilbündel wurden danach von Hand durch die Abzugsröhren (Abb. 4.2 a - 7) zur Aufwicklung geführt und an den Aufwickelspulen fixiert.

Bei den bisher durchgeführten Bündelteilungsuntersuchungen kam ausschließlich Wasser unter Zusatz eines Flüssigwaschmittels zur Verminderung der Oberflächenspannung als Trennfluid zum Einsatz. Die in einem ersten Teilungsschritt gewonnenen Teilbündel wurden für nachfolgende Teilungsschritte verwendet.

Unterschiedliche Betriebsmodi wurden zur Bestimmung günstiger Teilungsbedingungen untersucht. Es erfolgte die Untersuchung der Vereinzelungswirkung mit und ohne Gegenströmung sowie mit und ohne Querströmung. Der Anlagenbetrieb erfolgte anfangs ohne Filterung des Fluids. Während des Versuchsprogramms wurde ein Filter nachgerüstet und seine vermutete Wirkung verifiziert. Die Variation der Antriebsparameter (Aufwickelkraft, Kreuzwickelgeschwindigkeit, Abwickelgeschwindigkeit) diente der Ermittlung optimaler Prozessbedingungen. Unterschiedliche Betriebsarten der Aufwicklung wurden zur Maximierung der Aufspaltlänge (vgl. Abb. 4.4 a) betrachtet. Es erfolgten Tests zum kontinuierlichen Betrieb, zum schwellenden Betrieb und zum wechselseitig schwellenden Betrieb. Beim kontinuierlichen Betrieb wurde eine Aufwickelkraft zeitlich konstant aufrechterhalten. Im

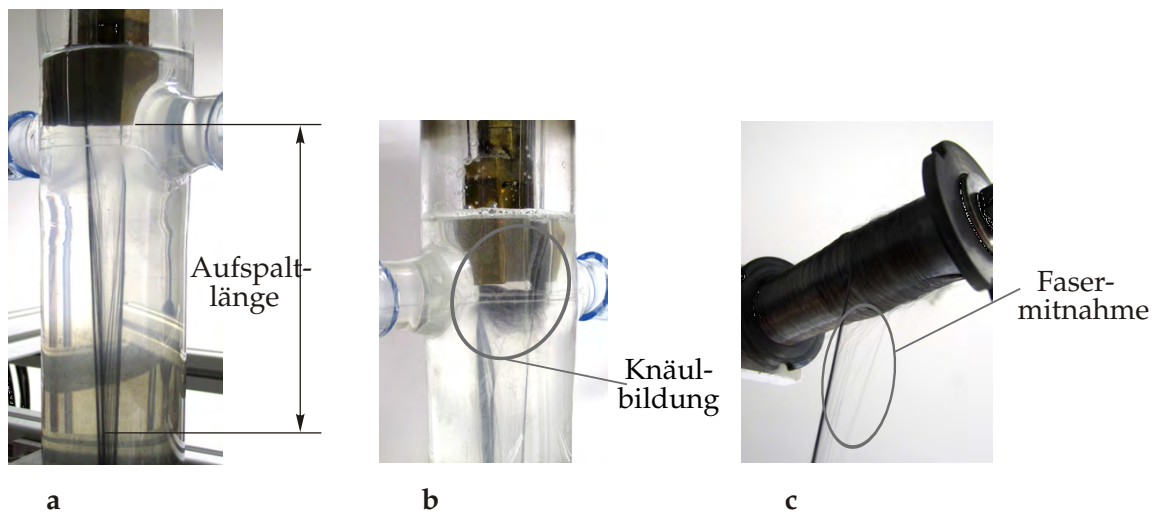


Abbildung 4.4: Beobachtete Effekte während der Bündelteilungsversuche, **a** Verdeutlichung der Aufspaltlänge, **b** Knäuelbildung unterhalb der Breitschlitzdüse, **c** Fasermitnahmeeffekt beim Abzug entschlichteter, wieder aufgewickelter Bündel (MNSW12)

schwellenden Betrieb erfolgte der Wechsel der Aufwickelkraft zwischen zwei vorgegebenen Kraftwerten mit einer jeweils vorgegebenen Periodendauer auf beiden Aufwickelseiten gleichmäßig. Im wechselseitig schwellenden Betrieb wurde dieser Modus im Wechsel zwischen beiden Aufwickelseiten durchgeführt, sodass jeder Antrieb jeweils um eine halbe Gesamtperiode versetzt zur anderen Aufwickelseite arbeitete.

Zur Untersuchung der Abhängigkeit zwischen Aufspaltlänge (vgl. Abb. 4.4 a) und Aufwickelkraft diente die Aufnahme von Messreihen. Eine Messreihe beinhaltet hierbei den Teilungsbetrieb ohne Pumpe und eine weitere den Betrieb mit Pumpe. Unter Vorgabe definierter Ströme wurden die jeweils erzielten Aufspaltlängen gemessen. Zu jeder Stromstärke erfolgten zur statistischen Absicherung vier Messungen der Aufspaltlänge. Auf Grundlage der vorliegenden Kalibrierung der Kraft (vgl. Abschn. 4.1.5) in Abhängigkeit der Stromstärke erfolgte anschließend die rechnerische Korrelation von Aufwickelkraft und Aufspaltlänge.

4.1.7 Ergebnisse der Bündelteilungsversuche

Anfänglich wurde die Umspulung und das Bündelteilen ohne Kreuzwicklung durchgeführt. Bei dieser Art des Aufwindens Pressen sich Teilbündel, Faserstränge bzw. Einzelfasern in die bereits aufgewundenen Faserlagen. Die Folge ist eine starke, wechselseitige Verhakung der Einzellagen. Das Abwickeln wird dadurch erschwert. Beim Wiederabwickeln reißen Teile des Bündels, die ohne Kreuzwicklung aufgespult wurden, auf und es kommt zur Zerstörung des Rovings (vgl. Abb. 4.4 c). Nur durch den Einsatz einer Kreuzwicklung kann das Verhaken vermieden werden. Mittels einer translatorisch oszillierenden Führung der Teilbündel über der Spule wird ein Winkelversatz zwischen den übereinander liegenden Windungen eingepägt. Die Einzelfasern überkreuzen sich und Parallellagen werden

verhindert (MNSW12).

In den nachfolgenden Versuchen zur Bündelteilung kam durchgängig die Kreuzwicklungseinrichtung zum Einsatz. Eine unzureichende Kreuzwicklung mit zu geringem Kreuzungswinkel hat trotzdem negative Auswirkungen auf die Wiederabwicklung. In einem Fall zeigte ein umgespulter Faserkörper eine fehlende Kreuzwicklung auf wickelkörpernahen Lagen. Faserstränge verhakten sich hierbei mit darunter liegenden Lagen. Dies führte beim Abspulen zum Zerreißen von Fasern und zum Abriss des kompletten Strangs. Die Qualität geteilter Bündel nimmt aufgrund unzureichender Kreuzwicklung wahrnehmbar ab. Mitnahmeeffekte von zerrissenen Fasern und die Bildung von Knäueln konnten beobachtet werden. Es ist daher notwendig einen vergrößerten Kreuzungswinkel zu erzeugen.

Verdrillte Rovings des Typs HTA5131 3K wurden für die ersten Bündelteilungsversuche verwendet. Im Laufe der Bündelteilung verstärkte sich die Verdrillung unterhalb der Aufspaltstelle. Entdrillte Teilstränge konnten zunächst abgezogen werden. Die Gesamtverdrillung des restlichen Bündels nahm aber gleichzeitig zu. Ab einer Lauflänge von ca. 20 m verhinderte die angesammelte Bündelverdrillung die weitere Bündelteilung. Eine Gegenrotation zur Verdrillung wäre notwendig gewesen, um die Teilung fortzusetzen. Eine Einrichtung zur Aufbringung einer Gegenrotation zur Auflösung der Verdrillung wurde nicht implementiert. Verdrillte Bündel konnten daher nur über eine begrenzte Lauflänge geteilt werden. Das kontinuierliche Teilen verdrillter Bündel ist ausschließlich unter Verwendung einer Entdrilleinrichtung möglich.

Aufspaltlänge und Bündelzusammenhalt

Die Aufspaltlänge l_{Aufspalt} wird als die vertikale Länge der Strecke zwischen den Einlauföffnungen der Abzugsröhren (s. Abb. 4.2 a - 7) bis zur Stelle der Faserbündelaufspaltung (vgl. Abb. 4.4 a) definiert. Die Einlauföffnungen haben einen Abstand von ca. 30 mm. Die mechanische Faserzugspannung wird wesentlich von der elektrischen Stromstärke der Aufwickelmotoren bestimmt. Durch eine vorhergehende Kalibrierung erfolgte die Zuordnung von Zugkräften zu fließenden Strömen. Eine Rotation der Antriebsseite der Magnetkuppelung aus dem Stillstand wird bei einer Betriebsspannung von 0,8 V erreicht. Dabei fließt ein Strom von 2,25 A. Dieser Strom bewirkt eine Aufwickelkraft von 0,34 N. Mit der aktuellen Konfiguration der Aufwicklung ist dies die minimal erreichbare Aufwickelkraft.

Anhand eines frisch eingezogenen, unverdrillten Faserbündels wurden für eine erste Abschätzung die zugehörigen Aufspaltlängen ermittelt. Bei der angegebenen Kraft von 0,34 N ergab sich eine Aufspaltlänge von ca. 900 mm. Bei Steigerung der Motorleistung bis ca. 6 A (dies entspricht einer Kraft von 1,29 N), vergrößerte sich die Aufspaltlänge bis auf ca. 1300 mm. Darüber hinaus blieb diese beim frisch eingezogenen Bündel konstant. Die Übergangswerte von 900 mm auf 1300 mm waren nicht eindeutig bestimmbar.

Im laufenden Bündelteilungsprozess ergaben sich verkürzte Aufspaltlängen. Diagramm 4.5 zeigt die Ergebnisse der Messreihenaufnahme zur Aufspaltlänge in Abhängigkeit der Aufwickelkraft. Die blauen Messpunkte stellen den Bündelteilungsprozess ohne Gegenströmung (ohne Pumpe) dar. Die roten Markierungen bilden den Verlauf der Aufspaltlänge über der Kraft bei gleichzeitig wirkender Gegenströmung (mit Pumpe) ab. Die jeweiligen Geraden sind die linearen Näherungen durch die Messpunkte. Beiden Messreihen ist zu

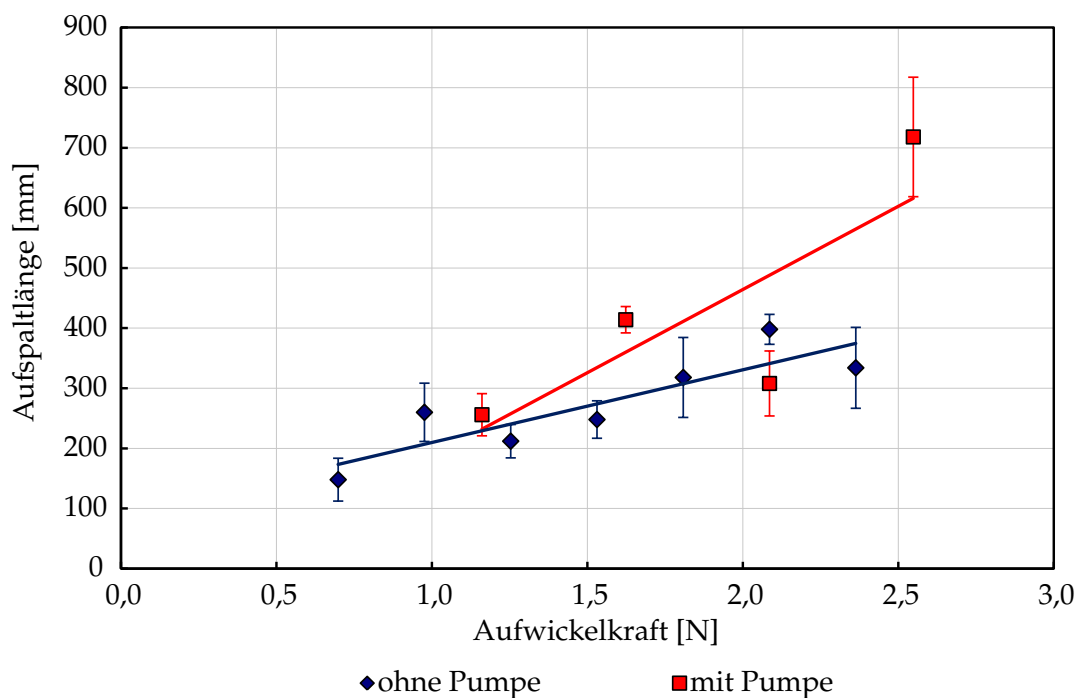


Abbildung 4.5: Diagramm zur Darstellung der Abhängigkeit zwischen Aufwickelkraft und erzielter Aufspaltlänge mit (mit Pumpe) und ohne (ohne Pumpe) zusätzlich wirkender Gegenströmung

entnehmen, dass die Aufspaltlänge mit der Aufwickelkraft zunimmt. Die Tendenz zeichnet sich eindeutig ab. Die Aufspaltlänge bei Gegenströmung unterliegt einer stärkeren Streuung als ohne Gegenströmung. Ohne Gegenströmung ergibt sich ein nahezu linearer Anstieg. Bei Gegenströmung können höhere Aufspaltlängen erreicht werden. Bei gleicher Aufwickelkraft ist die Aufspaltlänge mit Gegenströmung größer als ohne Gegenströmung.

Auf Basis der beschriebenen Messreihen ist es möglich die bei der Bündelaufteilung wirkende Querkraft und den Bündelzusammenhalt zu berechnen. Während des quasi-statischen Teilungsvorgangs besteht an der Aufspaltstelle ein Kräftegleichgewicht. Die Aufwickelkraft $\vec{F}_{Aufwickel}$ wirkt nicht vertikal sondern um einen spitzen Abzugswinkel verdreht an jedem Teilbündel. Die Summe der vertikalen Komponenten dieser beiden Kräfte wird vom vollen Bündel und der Abwicklung gegengehalten. Die horizontalen Komponenten der Aufwickelkräfte der beiden Teilbündel wirken entgegengesetzt. Diese werden als Querkraft \vec{F}_{quer} bezeichnet und nach Gleichung 4.4 berechnet.

$$\vec{F}_{quer} = \frac{l_{Abzug}}{2 \cdot \sqrt{\left(\frac{l_{Abzug}}{2}\right)^2 + l_{Aufspalt}^2}} \cdot \vec{F}_{Aufwickel} \quad (4.4)$$

An der Aufspaltstelle wirkt dieser Querkraft \vec{F}_{quer} die Kraft des Bündelzusammenhalts aufgrund der inneren Reibung des Bündels zwischen den Einzelfasern entgegen (vgl. Abb. 4.6). Dieses Kräftegleichgewicht ist maßgeblich für die vorliegende Aufspaltlänge. Erreicht im Teilungsprozess ein Bündelabschnitt mit höherer innerer Reibung die Aufspaltstelle,

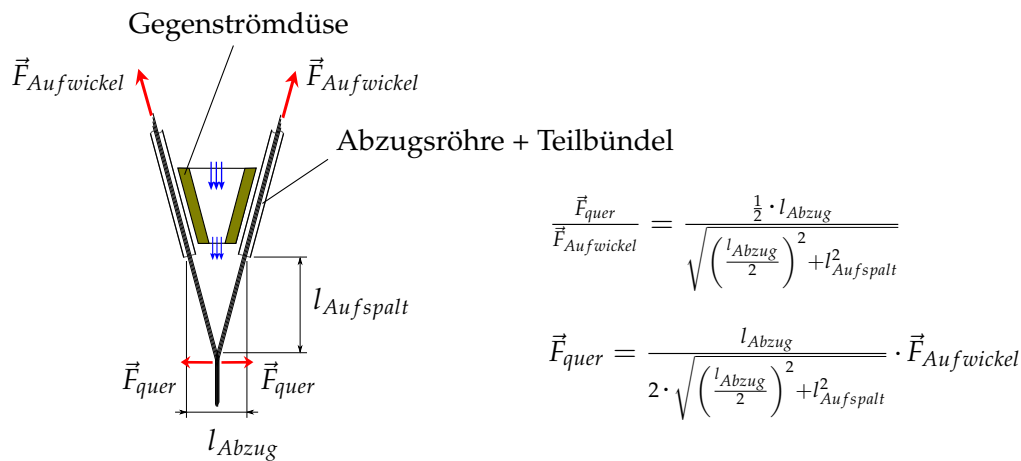


Abbildung 4.6: Ermittlung des Bündelzusammenhalts über den geometrischen Zusammenhang an der Aufspaltstelle - Querkraft \vec{F}_{quer} entspricht dem Bündelzusammenhalt und ergibt sich aus der Aufwickelkraft $\vec{F}_{Aufwickel}$, der Aufspaltlänge $l_{Aufspalt}$ und dem Abstand der Einlauföffnungen der Abzugsröhren l_{Abzug}

nimmt die Aufspaltlänge ab. Dabei vergrößert sich der Abzugswinkel und gleichzeitig die wirkende Querkraft, sodass das Bündel auseinandergezogen wird.

Die Messdaten zur Ermittlung der Abhängigkeit der Aufspaltlänge von der Aufwickelkraft wurden zur Bestimmung der Querkraft bzw. des Bündelzusammenhalts benutzt. In Diagramm 4.7 a sind die einzelnen Ergebnisse für die verschiedenen Aufwickelkräfte beim Betrieb ohne sowie mit Pumpe dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die Querkräfte keiner Korrelation unterliegen. Aufgrund der Ergebnisse wird davon ausgegangen, dass der Bündelzusammenhalt und damit die zur Teilung erforderlichen Querkräfte um einen Mittelwert streuen. Im Teilungsbetrieb ohne Gegenströmung konnte daher der mittlere Bündelzusammenhalt bestimmt werden (vgl. Diagr. 4.7 b). Dieser liegt für den untersuchten Fasertyp HTA40 E13 3K bei $0,082 \text{ N} \pm 0,016 \text{ N}$. Im Teilungsbetrieb mit Gegenströmung verringert sich die erforderliche Querkraft, was durch höhere Aufspaltlängen beobachtet werden kann. Die mittlere erforderliche Querkraft lag in der Messreihe bei $0,070 \text{ N} \pm 0,022 \text{ N}$. Die Differenz der Querkräfte zwischen beiden Betriebsarten kann als die Aufspaltwirkung der Gegenströmung angenommen werden. Bei maximaler Pumpleistung kann somit eine mittlere Aufspaltkraft von $0,012 \text{ N}$ erzielt werden.

Teilung unverdrillter Bündel

Ohne Gegenströmung kam es bei ersten Teilungsversuchen unverdrillter Bündel zur Bildung eines Bandes aus nicht abgezogenen Fasern quer über dem Ausgang der Breit-schlitzdüse (Gegenströmung). Der Abzug der Teilbündel bewirkte eine partielle Mitführung angesammelter Fasern und die Reduzierung angesammelten Materials. Diese Abführung konnte die Zuführung nicht aufwiegen. Die Ansammlung weiterer loser Faserreste hatte dann eine starke Behinderung eines Teilbündelabzugs zur Folge. Dies führte zum Riss des betroffenen Teilstrangs und zum Abbruch des Teilungsvorgangs.

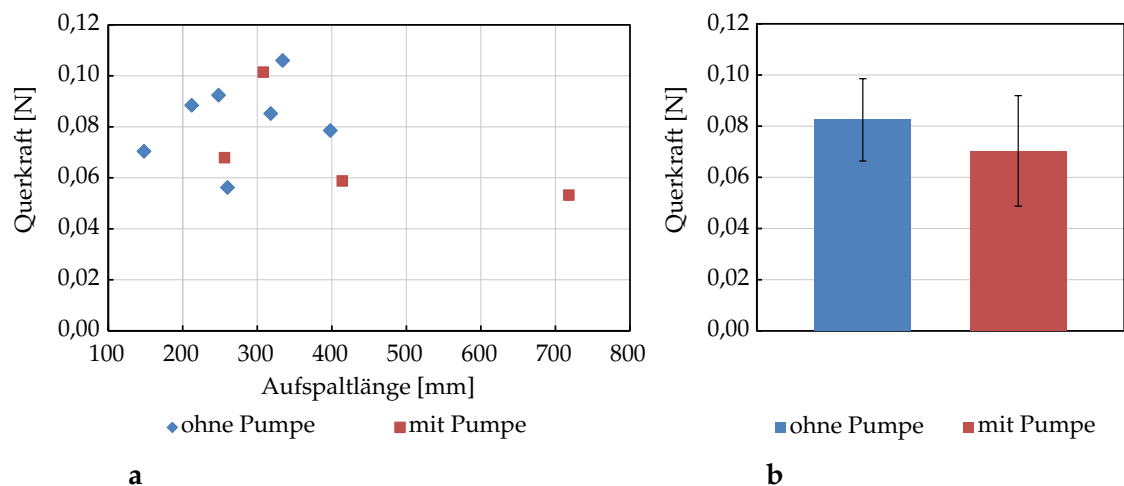


Abbildung 4.7: Diagramme zur Darstellung der zur Bündelteilung notwendigen Querkraft beim Betrieb ohne Pumpe (blau) sowie mit Pumpe bei maximaler Pumpleistung (rot), **a** Werte des Messreihen, **b** Mittelwerte der Querkräfte

Unter Verwendung der Gegenströmung bei mittlerer Pumpleistung und bei einer mittleren Aufwickelkraft (ca. 1,6 N) wurde eine kontinuierliche Bündelteilung erreicht. Im Vergleich zum Versuch ohne Gegenströmung war die Bildung eines Bands aus losem Fasermaterial unterhalb der Gegenstromdüse bei den genannten Bedingungen deutlich vermindert. Die Strömung bewirkte das Verwirbeln und Zerreißen von losen bzw. lockeren Fasern und verhinderte so deren Ansammlung.

Bei hohen Volumenströmen der Gegenströmung kam es zur Bildung von großen Knäuel bei schnellem Knäuelwuchs (siehe Abb. 4.4 b). Die Strömung induziert gleichzeitig eine Rotationsbewegung der Knäuel. Diese Knäuelrotation führte zur verstärkten Ansammlung von Fasern. Im hydraulischen System zirkulierende Faserreste, die aufgrund einer fehlenden Rückauffilterung nicht vom Wasser abgetrennt wurden, sammelten sich auf diese Weise unterhalb der Gegenstromdüse. Dies beförderte bzw. ermöglichte die Knäuelbildung. Über den Teilbündelabzug wurden einzelne Faserreste abgezogen. Die Ausbildung eines Faserbandes unterhalb der Gegenstromdüse, wie in den Versuchen ohne Gegenströmung, konnte unter den angeführten Bedingungen nicht beobachtet werden. Die Knäuel hatten teilweise eine negative Wirkung auf den Teilungsprozess. Sie bedingten das Zerreißen von einzelnen, noch im Bündel verhakten Fasersträngen. Große Knäuel können über den Teilbündelabzug mitgenommen werden. Diese haben das Potenzial die Abzugsröhre zu verstopfen. Das Verstopfen führt dann aufgrund einer zu hohen mechanischen Spannung im Teilbündel zum Verreißen des betroffenen Strangs und zum Abbruch des Teilungsprozesses.

Auf Grundlage der angeführten Beobachtungen wurden Modifikationen an der Vereinzelungsanlage vorgenommen, um die Knäuelbildung zu verhindern. Die Akkumulation von losen Faserresten in Knäuel aufgrund der freien Zirkulation der gelösten Fasern konnte durch die Installation eines groben Partikelfilters im Rückflusskanal, vor der Pumpe, erfolgreich vermieden werden. Um der Ansammlung von abgelösten Faserbüscheln sofort im Anschluss an deren Loslösung zu begegnen und um angesammeltes Fasermaterial abzu-

transportieren, wurde außerdem ein Querströmkanal am Trennzylinder angebracht. Dieser verläuft senkrecht zur Trennsäule und ist direkt unterhalb der Gegenstromdüse angeordnet. Die Position ist so gewählt, dass die erzeugte Querströmung direkt zwischen den bereits aufgespaltenen Teilbündeln hindurchtreten kann. Beide Einrichtungen bewiesen in der neuen Konfiguration der Vereinzlungsanlage ihre Wirksamkeit. Die Ansammlung von Fasern konnte durch die Einrichtungen ohne negative Auswirkungen auf den Teilungsprozess verhindert werden.

In nachfolgenden Versuchen wurde eine kontinuierliche Bündelteilung erzielt. Allerdings ergaben sich andersartige Nebeneffekte. Nach der Teilung einer Bündellänge von ca. 50 m zeigte sich eine Verdrillung des Rovings. Aus dem Bündel abstehende Fasern drehten sich im Trennzylinder, der Durchmesser des Rovings unterhalb der Aufspaltstelle nahm ab und die Aufspaltlänge reduzierte sich. Durch eine manuelle Rückstellung dieser Verdrillung vergrößerte sich die Aufspaltlänge signifikant. Über weitere ca. 50 m geteilter Bündelstrecke staute sich erneut eine Verdrillung auf. Diese löste sich aber selbstständig im fortgesetzten Teilungsbetrieb auf, was durch eine schlagartige Erhöhung der Aufspaltlänge auf 1000 mm zu erkennen war. Diese Beobachtung legt nahe, dass der laut Hersteller unverdrillte Roving eine geringe, abschnittsweise sowie gegenläufige Verdrillung aufweist. Es ist denkbar, dass die für die Herstellung bzw. Verarbeitung des Bündels erforderliche Reißlänge bzw. der Bündelzusammenhalt nur mit einer geringen Verdrillung zu erreichen ist.

Die Steigerung der Bündelaufspaltung bei geringerer Faserschädigung wurde durch die Dynamisierung des Aufwickelvorgangs verfolgt. Über eine wechselseitige oder einseitige Wegnahme bzw. Steigerung der Aufwickelkraft durch Abbremsung oder Beschleunigung wird die Teilbündelspannung variiert. Diese Variation führt zu einer Relativbewegung der Fasern des Teilbündels an der Aufspaltstelle gegenüber den Fasern des anderen Teilbündels. Infolge dieser Bewegung nimmt die Aufspaltlänge zu und das Teilungsergebnis wird verbessert. Zudem zerreißen weniger Fasern, wodurch sich die Knäuelbildung minimiert. Sowohl wechselseitige Abbremsung als auch die wechselseitige Beschleunigung der Antriebsseite der magnetischen Kupplung der Aufwicklung zeigten den gleichen Effekt.

Eine kontinuierliche und gleichmäßige Bündelteilung konnte in den beschriebenen Versuchen mit einer maximalen Abwickelgeschwindigkeit von 55 cm pro Minute erzielt werden.

Teilbündelhalbierung

In weiterführenden Versuchen wurden die erzeugten Teilbündel wiederum dem Bündelteilungsprozess zugeführt. Die Teilbündelhalbierung erfolgte bei Gegenströmung mit einer mittleren Pumpleistung. Hierbei zeigte sich eine verstärkte Ansammlung von Faserresten vor der Gegenstromdüse. Durch Anwendung der Querströmeinrichtung ließen sich diese teilweise entfernen. Die Aufspaltlänge erstreckte sich bei diesen Versuchen über die komplette Länge des Trennzylinders. Die Fasern eines Teilbündels besitzen eine geringe gegenseitige Verhakung und haben somit einen geringen Bündelzusammenhalt. Eine Verdrillung war in den durchgeführten Versuchen nicht nachweisbar. Es ist daher davon auszugehen, dass die Halbierung von vorgeteilten Bündeln deutlich einfacher zu realisieren ist, als die primäre Teilung.

Bei diesen Versuchen kam es allerdings zu Problemen bei der Abwicklung des vorge teilten Bündels. An den Spulenrändern, somit am Umkehrpunkt der Kreuzwicklung, waren abgelegte Einzellagen der Teilbündel ineinander verschlauft. Diese verhakten sich so stark ineinander, dass Teile des Bündels rissen (vgl. Abb. 4.4 c). Abgerissene Fasern wurden mitgenommen und so dem Prozess zugeführt. Sie bilden die Ursache für die verstärkte Ansammlung von Faserresten. In der Folge minderte dieser Effekt die Bündelqualität und behinderte die weitere Bündelteilung. Die Zahl fortlaufender Fasern verringerte sich und die Bündelstärke nahm nach wenigen Metern Lauflänge ab. Eine ununterbrochene Teilbündelhalbierung mit Lauflängen im zweistelligen Meterbereich war aus diesem Grund bisher nicht möglich.

Die Ursache der Verhakung ist in der Konstruktion der Kreuzwicklung zu suchen. Fadenführer und Spulenoberfläche bzw. die Oberfläche des jeweils aufgewickelten Fasermaterials haben einen Abstand von mehreren Zentimetern. Dieser Abstand wirkt wie ein Puffer für die Änderung des Wickelwinkels am Umkehrpunkt der Kreuzwicklung. Der Winkel ändert sich nicht sofort bei Richtungswechsel, sondern ändert sich langsam. Dies führt zu einer Parallelwicklung der Teilbündellagen und dadurch zur Verschlaufung dieser. Dieser Effekt kann durch eine Steigerung der Kreuzwickelgeschwindigkeit oder durch die Verringerung des Abstands zwischen Fadenführer und Spulenoberfläche erreicht werden. Zur Verringerung des beschriebenen Abstands ist allerdings die Verwendung von randlosen Spulen erforderlich. Um den angeführten, negativen Effekt zu beseitigen, sind daher weitere Umbauten an der Anlage erforderlich. Diese konnten bis zum jetzigen Zeitpunkt noch nicht vorgenommen werden. Weitere Untersuchungen werden daher folgen.

4.1.8 Zusammenfassung zur Faservereinzelung

Als Vorstufe zur kontinuierlichen und automatisierten Vereinzelung von C-Fasern aus einem Bündel wurde ein Verfahren zum Teilen von C-Faser-Bündeln entwickelt und untersucht. Die Aufspaltung beim Teilen beruht hauptsächlich auf der Querkraftkomponente der in spitzem Winkel wirkenden Aufwickelkraft, welche die Fasern des Bündels auseinander zieht. Mit der entwickelten Versuchsanlage ist es möglich unverdrillte C-Faser-Bündel kontinuierlich zu teilen. Durch eine Gegenströmung und eine schwellende Aufwickelkraft kann der Teilungsprozess gefördert werden. Eine Querströmungseinrichtung verhindert die Ansammlung von Faserresten und dadurch die vorzeitige Zerstörung der geteilten Bündel. Zum jetzigen Stand des Verfahrens ist es möglich durch die Teilung Bündel geringerer Feinheit zur Verfügung zu stellen. Diese können bspw. einem Beschichtungsprozess, welcher dünnere Bündel voraussetzt, zugeführt werden. Preisgünstigere Bündel großer Feinheit können unter Umständen in aufgeteilter Form in textilen Prozessen, wie dem Weben, weiterverarbeitet werden. Die Anwendung geteilter Bündel zur Erfassung von Dehnungen ist ebenso denkbar. Durch ihren kleineren Querschnitt weisen feinere Bündel einen höheren elektrischen Widerstand auf. Dieser wirkt sich positiv auf die Messung von Widerstandsänderungen bei Dehnungen aus.

4.2 Charakterisierung und Auswahl gegenwärtiger Kohlenstofffasern

C-Fasern sind aufgrund ihres gerichteten, kristallinen, graphitischen Aufbaus durch stark anisotrope Materialeigenschaften gekennzeichnet. Sie besitzen eine elektrische Leitfähigkeit, die in Abhängigkeit vom Fasertyp um den Wert der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit des natürlichen Graphits ($8 \Omega \text{mm}^2 \text{m}^{-1}$) variiert. C-Fasertypen aus zwei wesentlichen Herstellungsverfahren werden auf dem Markt angeboten. Die Produkte daraus sind entweder Pech- oder PAN-C-Fasern. Die maximale Festigkeit und Steifigkeit zeigen alle C-Fasern in ihrer Längsrichtung. Gleichzeitig dazu haben alle relevanten C-Fasern einen geringen Durchmesser (5–12 μm). Diese Eigenschaften weisen sie zur Verwendung als Grundmaterial für Mikrodehnungssensoren aus. Um ein ausreichendes Verständnis zum Verhalten der Fasern während der Funktionalisierung sowie im Einsatz zu erhalten und um in der Lage zu sein eine objektive Auswahl geeigneter Fasertypen zu treffen, sind zunächst grundlegende Kenntnisse über die Herstellung der Fasern, den resultierenden Faseraufbau und die damit verbundenen Eigenschaften notwendig.

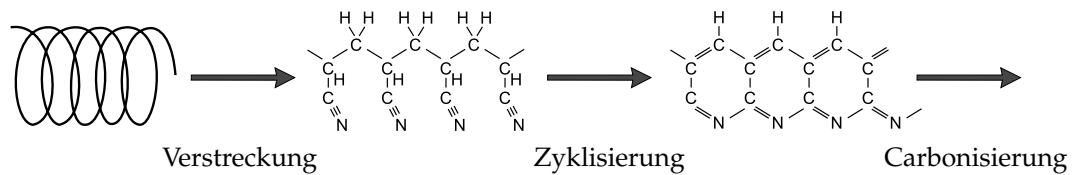
4.2.1 Herstellung, Struktur und Eigenschaften von C-Fasern

C-Fasern besitzen aufgrund ihrer kristallinen Struktur hohe Festigkeiten. Diese Mikrostruktur wird den Fasern, sowohl bei PAN- als auch Pechfasern, innerhalb des Herstellungsprozesses eingeprägt. Eine Molekülorientierung oder Parallelisierung der Kristallite zur Steigerung der mechanischen Eigenschaften wird dabei entweder durch Strömungsverhältnisse während der Precursor-Faser-Herstellung oder durch Verstreckung von vorgeformten Fasern und die anschließende thermische Fixierung des verstreckten und orientierten Zustandes bei ca. 300°C erreicht. Der Fixierung schließt sich eine Hochtemperaturbehandlung zur Eliminierung aller Nicht-Kohlenstoffbestandteile bei Temperaturen bis 3000°C an (s. Abb. 4.8). Neben der Extraktion von Elementen ist mit dieser Wärmebehandlung eine Erhöhung der molekularen Ordnung verbunden. Charakteristische Unterschiede der Verfahren zur Herstellung von Pech- und PAN-Fasern sind im Ausgangsmaterial, dem Formgebungsverfahren der Precursor-Fasern und im anschließenden Stabilisierungs- oder Fixierungsvorgang zu finden.

Herstellung von PAN-C-Fasern Zur Herstellung von PAN-C-Fasern dienen Polyacrylnitril-Precursor-Fasern als Ausgangsmaterial. Sie liegen bereits in Faserform vor und werden der Verstreckung und Wärmebehandlung zugeführt. Diese Precursor-Fasern werden mittels Spinnverfahren (hauptsächlich Nassspinnen) hergestellt. Sie sind aus linearen PAN-Molekülen aufgebaut, welche in wellenförmig, entlang der Faserachse, verlaufenden Fibrillen zusammenhängen. Ineinander verschlauft bilden diese Fibrillen ein Netzwerk. Die Precursor-Fasern haben einen Durchmesser von 35 μm und weisen bereits einen Kohlenstoffanteil von 68 % auf (Edi98, Knu60).

Im ersten Verfahrensschritt der Stabilisierung erfolgt die Verstreckung bei gleichzeitiger Wärmebehandlung innerhalb oxidativer Atmosphäre zwischen 200°C und 300°C. Die

PAN - Orientierung durch Verstreckung



Pech - Orientierung durch Spinnen

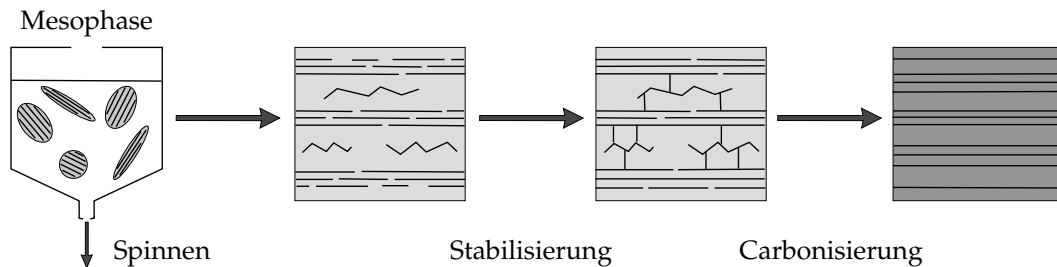


Abbildung 4.8: Übersicht zur Strukturformung bei der Herstellung von PAN- und Pech-C-Fasern (nach (FM98))

Zyklisierung linearer Ketten unter Aufspaltung der im Polyacrylnitril vorhandenen Dreifachbindung zwischen Kohlenstoff und Stickstoff (vgl. Abb. 4.8) ist hierbei das Ziel. In die ausgebildete „Strickleiterstruktur“ diffundiert Sauerstoff aus der umgebenden Atmosphäre. Dadurch wird die Bildung reaktiver Endgruppen initiiert, welche die spätere Vernetzung ermöglichen. Durch die Verstreckung reduziert sich der Durchmesser bereits auf $10,5 \mu\text{m}$.

Während der anschließenden Pyrolyse der stabilisierten Fasern (Carbonisierung) in inerter Atmosphäre bei 1000°C bis 1500°C erfolgt die gasförmige Abspaltung der Nicht-Kohlenstoff-Bestandteile und der Aufbau einer turbostratischen (s. Abb. 4.9 b), graphitischen Struktur. Dies trägt zur Verbesserung der physikalischen Eigenschaften, wie Festigkeit und Leitfähigkeit bei und schafft so die Voraussetzung zur Verwendung der Fasern als Mikrodehnungssensor. Die Schrumpfung infolge der Abspaltung von Nicht-C-Bestandteilen verursacht eine Durchmesserabnahme auf einen Wert von durchschnittlich $7 \mu\text{m}$. Werden Temperaturen über 1800°C erreicht, wird verstärkt Stickstoff ausgeschieden. Infolge der Vernetzung und der gehemmten Restrukturierung treten dadurch lokale Strukturfehler und Lücken auf. Diese bedingen eine Reduzierung der Festigkeit der Fasern (FM98). Die Fehlstellen können mittels einer anschließenden Hochtemperaturwärmebehandlung in Bereichen zwischen 2000°C und 3000°C durch Restrukturierung ausgeglichen werden. In der Folge wird die Molekülorientierung und dadurch der E-Modul der Fasern verbessert (FM98, Edi98, Joh86, OI00, DGJP95).

Herstellung von Pech-C-Fasern Pech (Kohleteer- oder Petroleumpech), das polyaromatische oder zykoaliphatische Kohlenwasserstoffe beinhaltet, ist das Ausgangsmaterial zur Herstellung Pech-basierter C-Fasern. Initiiert durch eine vorgeschaltete Temperaturbehandlung des Pechs bei 400°C bis 450°C (thermische Polymerisation) bilden sich Kristallitpartikel, sogenannte Mesophase-Moleküle, welche diskotische, nematische oder spherolitische

Formen aufzeigen.

Die Herstellung der Pech-Precursor-Fasern erfolgt mittels Schmelzspinnen des thermoplastischen Mesophase-Pechs in einem kontinuierlichen Extruderverfahren (vgl. Abb. 4.8). Die Strömungsverhältnisse in der Spinn Düse sowie das Formen- und Größenspektrum der Mesophase haben einen wesentlichen Einfluss auf die Mikrostruktur und somit auf die elektrischen und mechanischen Eigenschaften der Pech-C-Fasern. Im mesophasischen Pech sind kristalline Komponenten mit Submikrometerausdehnung und flachen bzw. länglichen Formen enthalten. Durch Scherspannungen innerhalb des strömenden Pechs beim Durchfluss der Spinn Düse richten sich die Mesophasepartikel in Strömungsrichtung aus, was hauptsächlich zur Längsorientierung graphitischer Ebenen und damit zur Ausprägung der Eigenschaften pechbasierter C-Fasern beiträgt (Edi98).

Mittels einer Thermofixierung in oxidativer Atmosphäre (Stabilisierung) vor der Carbonisierung wird dieser orientierte Zustand eingefroren (HKM99, MYT⁺96). Mit einer Verweildauer von 30 Minuten bis zu zwei Stunden ist diese Behandlung bei 250°C bis 300°C unter Sauerstoffatmosphäre oder in einem stark oxidativen, flüssigen Medium, welche die Bildung reaktiver Endgruppen zur Folge hat, der langsamste und damit zeitlich bestimmende Prozessschritt.

Als Letztes schließen sich zwei Temperaturbehandlungsstufen der Carbonisierung an. Bei der Vorcarbonisierung bis 1000°C erfolgt die Vernetzung der Mesophase durch Vernetzung benachbarter Graphit-Schichten. Durch die Temperaturbehandlung zwischen 1500°C und 3000°C welche je nach gefordertem Endprodukt eingesetzt wird, spalten sich Nicht-Kohlenstoff-Bestandteile ab (FM98, Edi98, RE96).

Eigenschaften Wie einleitend beschrieben, zeichnen sich alle C-Fasern durch eine starke Anisotropie im strukturellen Aufbau mit einer ausgeprägten Parallelorientierung der graphitischen Schichten, die aus dem Herstellungsprozess resultiert, entlang der Faserrängsachse aus. Diese Schichten sind durch ihre kovalenten Bindungen zwischen den einzelnen Kohlenstoffatomen mit einer Bindungsenergie von 400 kJ/mol für die hohen mechanischen Kennwerte der Fasern verantwortlich. Der von van der Waals-Bindungen bestimmte Zusammenhalt zwischen den verschiedenen Schichten ist mit geringen Bindungsenergien vergleichsweise schwach. Aufgrund von Gitterfehlern, der turbostratischen Anordnung und infolge von Fehlstellen ist der Abstand der einzelnen graphitischen Schichten bei C-Fasern mit ca. 3,5 Å bis 3,6 Å größer als bei idealem Graphit (s. Abb. 4.9 a) mit einem Gitterabstand von 3,35 Å (FM98, ADLT97). Höhere Temperaturen bei der Wärmebehandlung und eine längere Behandlungsdauer sorgen bei der Herstellung der Fasern durch die Erhöhung der lokalen molekularen Ordnung für die Verringerung des Schichtabstandes sowie für ein Ebenenwachstum (vgl. Abb. 4.9 c) (ME89, Mro52, OI00).

Überschusselektronen des Kohlenstoffs, die während der Temperaturbehandlung eine Erhöhung des Energieniveaus auf einen Wert größer als das niedrigste Energielevel des Leitungsbandes erfahren, sind innerhalb der graphitischen Schichten für die elektrische Leitfähigkeit verantwortlich. Dieser mit der Temperaturbehandlung initiierte Effekt der Hybridisierung des Kohlenstoffs wird bei der Abspaltung der Nicht-Kohlenstoffbestandteile (hauptsächlich Wasserstoff) in einem Temperaturbereich zwischen 800°C und 1000°C erreicht. Die an peripheren Bindungen beteiligten Elektronen stehen nach Abspaltung der

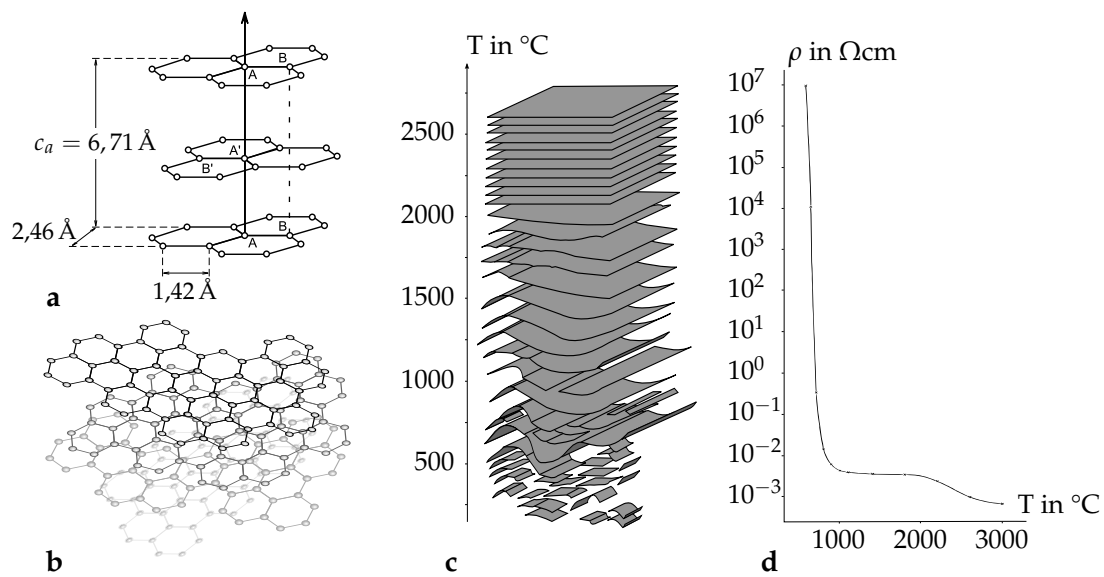


Abbildung 4.9: Übersicht zur Struktur und Strukturbildung von C-Fasern: **a** Modell des idealen Graphits (FM98), **b** turbostratische Anordnung graphitischer Netzebenen, **c** MARSH-Modell des Ebenenwachstums während der Wärmebehandlung in Abhängigkeit der maximalen Behandlungstemperatur (ME89), **d** Darstellung des bei Raumtemperatur gemessenen spezifischen elektrischen Widerstands als Funktion der Temperatur der Wärmebehandlung (Mro52)

Nebenprodukte als freie Valenzen zur Verfügung. Die durch den Wärmeeintrag angelegte Teilchenbewegung mit ausreichend großer kinetischer Energie oder Aktivierungsenergie führt zu einem Niveausprung der Valenzelektronen in das Leitungsband und dadurch zur Überführung des Kohlenstoffs in den stabileren, hybridisierten Bindungszustand (Mro52). Abbildung 4.9 d zeigt die Entwicklung des spezifischen elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit von der Temperatur der Wärmebehandlung. Übergangswiderstände zwischen den einzelnen Kristalliten innerhalb der C-Faser (interkristalline Barriere), Strukturfehler und die sich ändernde Weglänge des elektrischen Stroms in Abhängigkeit der Kristallitorientierung beeinflussen die elektrische Leitfähigkeit. Der reale spezifische elektrische Widerstand der C-Fasern ist um ein Vielfaches größer als der theoretische Wert mit $0,5 \Omega \text{mm}^2 \text{m}^{-1}$ entlang idealer, graphitischer Schichten.

Die Reaktivität des Kohlenstoffs in C-Fasern ist bei Raumtemperatur durch den beschriebenen stabilen, hybridisierten Bindungszustand sehr gering. Oxidfilme an der Oberfläche der in den Fasern vorhandenen graphitischen Kristallite sind nicht zu finden (Mro52).

PAN- und Pech-basierte C-Fasern weisen große Unterschiede in ihrem strukturellen Aufbau auf. Dieser Aufbau und die daraus resultierenden Eigenschaften sind das direkte Ergebnis der beim Spinnen zuerst in die Precursor-Fasern eingepprägten Molekülanordnung. PAN-C-Fasern besitzen im Querschnitt keine ausgeprägte Mikrotexur, zeigen also keine reguläre dreidimensionale Ordnung. Die im Querschnitt zu findenden, graphitischen Kristallite sind vergleichsweise klein (vgl. Abb. 4.10 f) und besitzen eine ausgeprägte turbostratische Struktur (vgl. Abb. 4.9 b). Diese bringt größere Zwischenebenenabstände im Vergleich

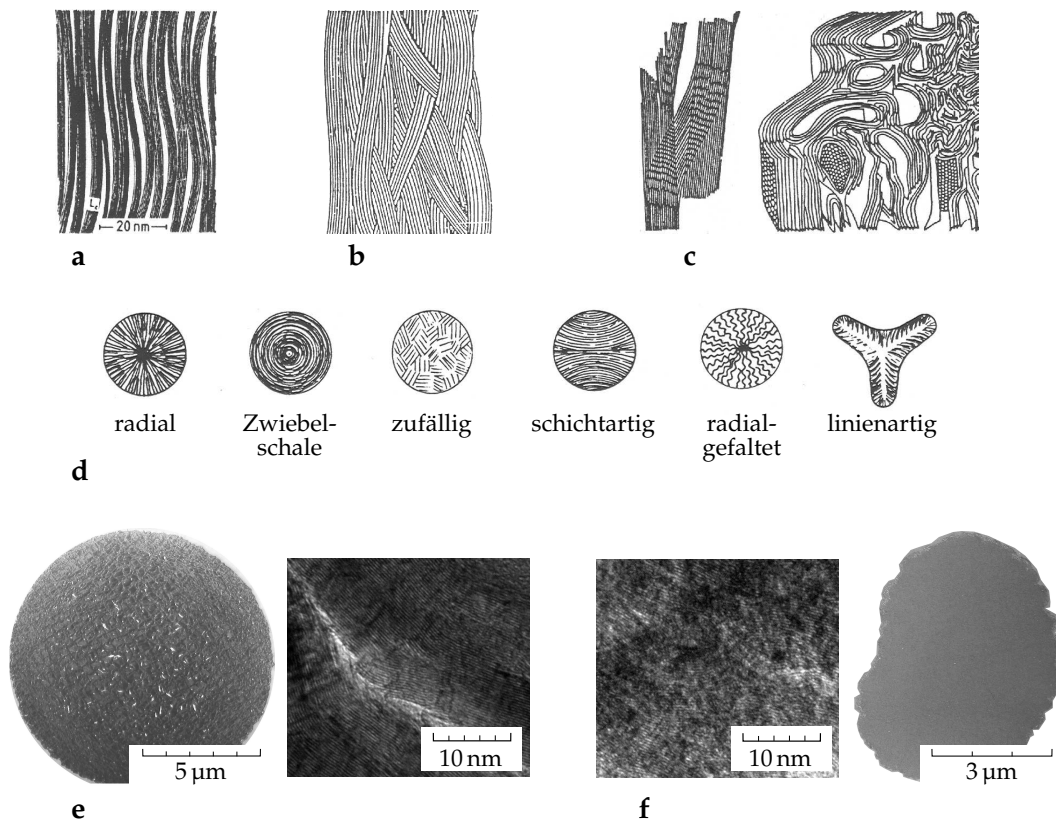


Abbildung 4.10: Strukturmodelle und Strukturabbilder von C-Fasern: **a** Bandmodell nach Ruland und Perret (FM98), **b** Korbplechtmodell nach Diefendorf und Tokarsky (FM98), **c** Modell nach Johnson (Joh86), **d** Strukturvorstellungen zu Pech-C-Fasern (Edi98), **e** TEM-Abbilder einer Pech-C-Faser mit ausgeprägter graphitischer Struktur, **f** TEM-Abbilder einer PAN-C-Faser (Mäd05)

zu Pech-C-Fasern mit sich. Der Grad der Graphitierung ist in der Folge gering. Die Kristallitgröße wirkt sich direkt auf die Leitfähigkeit von PAN-basierten C-Fasern aus. Diese ist im Vergleich zu Pech-basierten C-Fasern geringer. In Anlehnung an den fibrillären Aufbau der Precursor-Fasern besitzen, laut ausgewiesenem Verständnis, auch die PAN-C-Fasern diese wellenförmige, fibrilläre Organisation (s. Abb. 4.10 a-c) (Joh86). Die Amplitude der Wellenausbreitung variiert zwischen inneren und äußeren Bereichen der Fasern, ist im Zentrum am größten und nahe der Faseroberflächen am geringsten. Unter Längsbelastung erfolgt eine Verstreckung der Fibrillen bis die gegenseitige Bewegung durch direkten Kontakt verhindert wird. Dieser Mechanismus bedingt im Vergleich zu Pech-C-Fasern geringe E-Module. Die fibrilläre Struktur ist aber deutlich weniger anfällig für durch Fehlstellen induziertes Versagen. Die Handhabbarkeit von PAN-basierten C-Fasern ist dadurch besser und sie haben höhere Festigkeiten (OI00, Edi98, Joh86, FM98, RE96).

Im Querschnitt Pech-basierter C-Fasern liegt eine starke Mikrotextrurierung vor. Dafür sind ausgedehnte graphitische Kristallite verantwortlich (vgl. Abb. 4.10 e). Die auffällige axiale Orientierung graphitischer Netzebenen und die transversale Mikrostruktur entstehen

beim Durchfluss des Pechs durch die Kapillaren des Spinnbalkens während des Schmelzspinnens. Zur Ausweitung dieser Ordnung tragen die anschließende Stabilisierung und die Karbonisierung bei. Die strukturelle Ordnung von Pech-C-Fasern hat eine höhere Sensitivität gegenüber Fehlstellen induziertem Versagen und eine verminderte Handhabbarkeit zur Folge. Die erlaubten Biegeradien sind im Vergleich zu PAN-basierten C-Fasern größer. Die Ausprägung einer Mikrotextrurierung hat auf den E-Modul und die thermische sowie elektrische Leitfähigkeit einen steigernden Einfluss. Verschiedene Modellvorstellungen zum Aufbau der Pech-C-Fasern (s. Abb. 4.10 d) propagieren unterschiedliche Anordnungsvarianten der graphitischen Netzebenen (Edi98, FM98, End88, MYT⁺96). Diese resultieren aus elastischen Effekten bei der Strömung des Mesophasepechs beim Schmelzspinnen. Mit Hilfe von Theorien der Kontinuumsrheologie lassen sich für verschiedene Prozessparameter des Schmelzspinnens Faser-Texturen vorhersagen. Es können radiale, zufällige und konzentrische Strukturen mit herkömmlichen Verfahren erzeugt werden. Dabei bedingen höhere Verarbeitungstemperaturen die Bildung einer konzentrischen Struktur, mittlere Temperaturen die Bildung einer zufälligen Anordnung und niedrige Verarbeitungstemperaturen sorgen für die Entstehung einer radialen Textur. Lineare Texturen entstehen infolge einer trichterförmigen Einengung vor der Extrusion. C-Fasern mit dieser Textur zeigen beste thermische Eigenschaften (ME96, WR97, CE03).

Zusammenfassend lassen sich der geringe Durchmesser der C-Fasern, die elektrische Leitfähigkeit, die thermische und chemische Beständigkeit sowie die hohen mechanischen Kennwerte als ausgewiesene positive Eigenschaften der Fasern herausstellen.

4.2.2 Mechanische Charakterisierung

Für die Entwicklung von Dehnungssensoren auf Basis von C-Fasern ist eine Auswahl geeigneter Fasertypen erforderlich. Für die Sensoren sollen Einzelfasern zum Einsatz kommen. Für die Beurteilung verfügbarer Fasern werden mechanische und weitere physikalische Eigenschaften verwendet. Auf dieser Grundlage ist eine objektive Auswahl möglich. Die verfügbaren Herstellerangaben beziehen sich auf Kennwerte von Faserbündeln. Für den Anwendungsfall dieser Arbeit werden Kennwerte von Einzelfasern benötigt. Die beiden angeführten Materialformen Bündel und Einzelfaser unterscheiden sich in ihren Eigenschaften. Eine Einzelfaser weist statistisch im Vergleich zum Bündel eine geringere Zahl an Fehlstellen über einer definierten Länge auf. Die Zahl möglicher Fehlstellen steigt mit der Anzahl der Fasern im Bündel. Fehlstellen bei Bündelversuchen, insbesondere bei Versuchen zur der Ermittlung mechanischer Kennwerte, bewirken einen vorzeitigen Ausfall der betroffenen Faser und damit eine Schwächung des Bündels. Eine vollständig parallele Ausrichtung aller Fasern ist unmöglich. Die eingebrachte Belastung wird daher nicht von allen Fasern des Bündels gleich verteilt getragen. Die Spannungsverteilung ist deshalb heterogen. Das Bündel versagt daher bei gleicher Probenlänge im Vergleich zur Einzelfaser unter Einbeziehung der spezifischen Eigenschaften früher. Die Spezifika der unterschiedlichen Versuchsvarianten haben eine Auswirkung auf alle ermittelten Kennwerte. Aus diesem Grund wurden Untersuchungen zur Charakterisierung aller zur Beurteilung und Auswahl erforderlichen Eigenschaften von aktuell verfügbaren C-Einzelfasern durchgeführt.

Drei PAN-basierte C-Fasertypen und drei Pech-basierte Typen wurden für den Auswahlprozess charakterisiert (siehe Tabelle 4.1). Bei den drei PAN-Typen handelt es sich um

Tabelle 4.1: Übersicht der zur detaillierten Charakterisierung vorausgewählten C-Fasertypen mit für die Dehnungssensoren wesentlichen Eigenschaften (Toh11a, Tor05, Nip03b, Nip03a)

Eigenschaften	PAN-C-Fasertypen			Pech-C-Fasertypen		
	HTA5241	T300	T800	YSH50A	YSH70A	YS90A
Hersteller	Toho Tenax	Toray		Nippon Graphite Fiber Corp.		
Festigkeit [MPa]	3950	3530	5490	3830	3630	3530
Bruchdehnung [%]	1,7	1,5	1,9	0,7	0,5	0,3
Zug-E-Modul [GPa]	238	230	294	520	720	880
Dichte [g/cm ³]	1,76	1,76	1,81	2,10	2,15	2,18

die in der Anwendung bei Faserverbunden am weitesten verbreiteten C-Fasern. Die Faser HTA5241¹ wird von Toho Tenax hergestellt. Die Fasertypen T300 und T800 kommen von Toray. Die drei vorausgewählten Pech-Fasertypen werden von Nippon Graphite Fiber produziert. Sie zeigten bei Vorversuchen und aufgrund von Vorerfahrungen im Vergleich zu anderen Pechfasertypen sehr gute Handhabungseigenschaften. Diese ließen sich ohne zu brechen mit der Pinzette bewegen und haben einen vergleichsweise kleinen minimalen Biegeradius. Für die spätere Funktionalisierung sind dies wesentliche Grundvoraussetzungen. Die meisten Pech-C-Fasern brechen bereits als Bündel, wenn sie leicht um den Daumen gelegt werden oder sogar wenn man sie mit zwei Fingern greift.

Verfahren zur mechanischen Charakterisierung von C-Einzelfasern

Die Ermittlung der mechanischen Eigenschaften von C-Einzelfasern erfolgte anhand von Zugversuchen mit Hilfe des Einzelfaserzugmodul (EFZM) der Fa. Kammrath und Weiß. Dieses Zugmodul ist, wie in Abschnitt 4.3.3 beschrieben, mit einem Kraftmesssystem zur Auflösung von Kräften im Bereich von Millinewton ausgestattet. Auf Grundlage der Frequenzänderung einer schwingenden Saite durch Belastung wird die Höhe der jeweilig wirkenden Belastung erfasst. Die Probendehnung wird über einen Spindelvorschub realisiert. Die Wegmessung erfolgt mittels eines induktiven Wegmesssystems. Dieses kann Wegänderungen im Bereich von Mikrometern auflösen.

Für den Zugversuch werden C-Einzelfasern in Keramikröhrchen fixiert. Die gezogene Ausgangslänge der jeweiligen C-Fasern für den Zugversuch betrug in allen Versuchen 5 mm. Die Lastbeaufschlagung erfolgte mit einer Verfahrensgeschwindigkeit von 2 µm/s. Alle Zugversuche führten zum Zerreißen der Fasern. Der Spannungs-Dehnungs-Verlauf eines Einzelfaserzugversuchs ist in Abbildung 4.11 dargestellt. Es wurden je C-Fasertyp zur statistischen Absicherung der Versuchsergebnisse mindestens 20 Zugversuche durchgeführt. In der Auswertung der Einzelfaserzugversuche wurde die Zugfestigkeit anhand der maximal erreichten Kraft vor dem Zerreißen ermittelt. Die zugehörige Dehnung zum Zeitpunkt der größten Faserbelastung diente der Ableitung der Bruchdehnung. Der Elastizitätsmodul (E-Modul) entspricht dem Anstieg des Spannungs-Dehnungs-Verlaufs. Diese Kurve verläuft

¹HTA5241 ist inzwischen die alte Bezeichnung. Der gleiche Fasertyp wird derzeit unter dem Namen HTA40 verkauft. In allen weiteren Angaben dieser Arbeit wird diese als HTA bezeichnet.

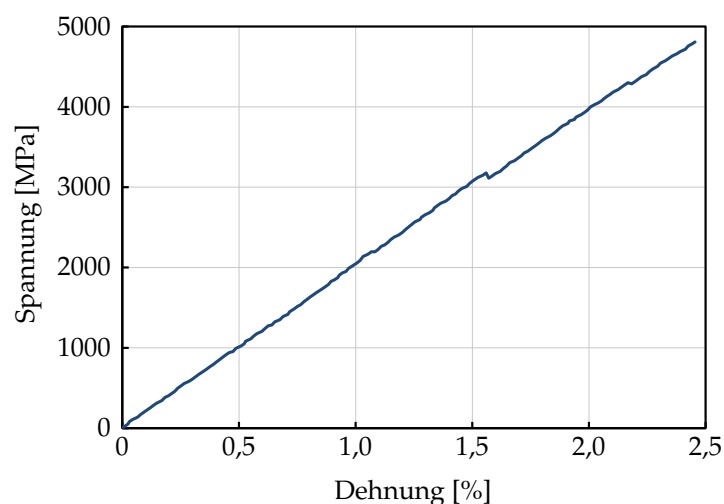


Abbildung 4.11: Exemplarische Darstellung des Spannungs-Dehnungs-Verlaufs eines Einzelfaserzugversuchs einer HTA-Faser – Spannungseinbruch im Verlauf deutet auf Erschütterungen oder andere Störungen des Kraftmesssystems hin (entspricht nicht der Regel)

in der Regel bei Einzelfaserzugversuchen an C-Fasern bis zum Zerreißen linear (vgl. Abb. 4.11). Das Vorliegen abweichender Kurvenverläufe deutet auf Fehler in der Einspannung, in den Messsystemen oder auf sich ändernde Umgebungsbedingungen.

Die Bestimmung der Festigkeiten sowie der Zug-E-Module setzt die Kenntnis der Flächeninhalte der Querschnitte der Faserproben voraus. Zur Ermittlung der Faserquerschnitte wurden entweder die Reste der zerrissenen Fasern oder ein direkt an den gezogenen Faserabschnitt anschließender Faserteil verwendet. Die Erstellung mikroskopischer Abbilder der Faserquerschnitte jeder gezogenen Faser erfolgte im Rasterelektronenmikroskop (REM) LEO 1455VP der Fa. Zeiss. Mit Hilfe der Software ImageJ (Nat12) wurden an diesen Abbildern die Flächeninhalte der Faserquerschnitte bestimmt.

Das gemittelte Ergebnis der Querschnittsmessungen ist in Abbildung 4.12 zu sehen. Die Flächeninhalte der untersuchten Fasern liegen danach im Bereich zwischen $19 \mu\text{m}^2$ und $40 \mu\text{m}^2$. Die Flächeninhalte der PAN-basierten Fasern variieren vergleichsweise stark. Die HTA-Faser hat einen mittleren Flächeninhalt von $30,9 \mu\text{m}^2$ und weist mit einer Standardabweichung von $2,7 \mu\text{m}^2$ eine vergleichsweise große Streuung auf. Die Faser T300 zeigte den größten Flächeninhalt ($37,6 \mu\text{m}^2$) im Vergleich der untersuchten Fasern. Die Streuung liegt im mittleren Bereich. T800-Fasern weisen den kleinsten mittleren Querschnitt auf ($19,6 \mu\text{m}^2$). Ebenso die Streuung der Messwerte ist bei diesem Fasertyp am geringsten (Standardabweichung von $0,4 \mu\text{m}^2$). Die untersuchten Pech-basierten Fasertypen haben ähnliche Querschnitte – im Mittel zwischen $30 \mu\text{m}^2$ und $34,4 \mu\text{m}^2$. Die Faser YSH70A zeigte darunter den größten Faserquerschnittsflächeninhalt ($34,4 \mu\text{m}^2$). Für die anderen beiden Typen YSH50A und YS90A ergaben sich nahezu identische Mittelwerte. Größere Unterschiede zeigen sich im Vergleich der Pechfasertypen bei der Streubreite der Messwerte. Die hochmodulige Faser YS90A hat die kleinste Streuung (Standardabweichung von $0,5 \mu\text{m}^2$). Die beiden anderen Typen, mit niedrigerem E-Modul, wiesen hohe Streuungen auf.

Diese Unterschiede sind unter Umständen auf den Faserzustand nach der jeweiligen

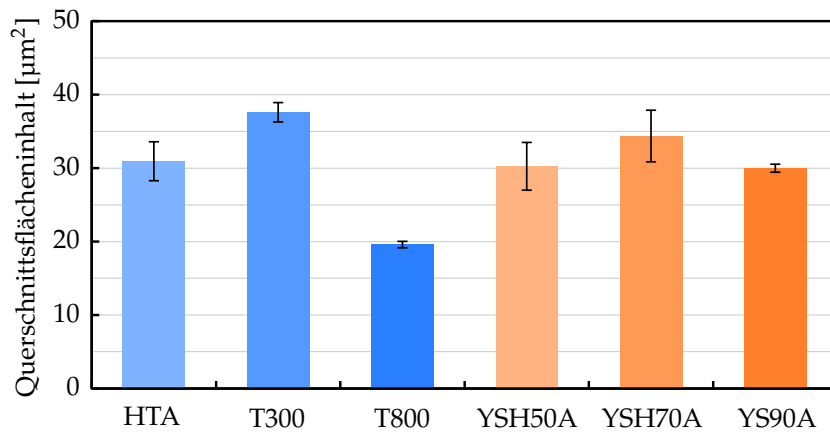


Abbildung 4.12: Diagramm zur Gegenüberstellung der ermittelten mittleren Querschnittsflächeninhalte ausgewählter C-Fasertypen mit der jeweiligen Standardabweichung auf Grundlage von Vermessungen an REM-Abbildern

Temperaturbehandlung zurückzuführen. Die Faser YS90A war den höchsten Temperaturen ausgesetzt. Dadurch bildet sich ein hoher, kristalliner Ordnungszustand aus. Dieser beinhaltet eine hochgradige Ausrichtung der graphitischen Kristallite und die größte geometrische Ausdehnung dieser Kristallite. Gleichzeitig ist die Zahl der Fehlstellen, Leerstellen und Fremdatome innerhalb der Fasermikrostruktur sehr gering. Die Mikrostruktur der Faser ist damit hochgradig verdichtet. Eine weitere Steigerung dieser Verdichtung gelingen allenfalls marginal sowie unter sehr hohem zeitlichen und energetischen Aufwand. Dieser Behandlungszustand stellt damit ein Optimum dar. Unter der Voraussetzung, dass die Pech-Precursorfasern einen einheitlichen Querschnitt und eine einheitliche Zusammensetzung mit einem konstanten Anteil an Kohlenstoff aufweisen, würde sich für den Behandlungszustand unter Einwirkung der höchsten Temperaturen aufgrund des im Precursor vorliegenden Kohlenstoffgehalts und bei maximaler Verdichtung eine konstante Querschnittsfläche ergeben.

In Abbildung 4.13 sind die Querschnitte aller untersuchten PAN-basierten C-Fasern sowie der Faser YSH50A als exemplarischer Vertreter der Pech-basierten C-Fasern dargestellt. Die Querschnitte wurden durch Brechen der Fasern erzeugt. Die beiden PAN-basierten Fasern T300 und T800 besitzen nierenförmige Querschnitte (vgl. Abb. 4.13 oben). Die HTA-Faser zeigt einen nahezu kreisförmigen Querschnitt. Deren Oberfläche ist zudem im Vergleich zu den T-Fasern glatter. Die Pech-basierte C-Faser YSH50A weist einen deformierten Kreisquerschnitt auf. Gleichzeitig hat sie die glatteste Oberfläche im Vergleichsumfang. Die Bruchfläche der YSH50A-Faser ist stark strukturiert (s. Abb. 4.13 unten). Dies deutet auf eine größere Ausdehnung der graphitischen Kristallite im Vergleich zu den PAN-basierten Fasern hin.

Mechanische Eigenschaften unterschiedlicher C-Fasertypen

Festigkeit In Abbildung 4.14 sind die im Einzelfaserzugversuch ermittelten Festigkeiten der untersuchten C-Fasertypen den jeweiligen Herstellerangaben gegenüber gestellt. Die experimentell bestimmten Festigkeiten der Einzelfasern liegen dabei im Bereich der vom

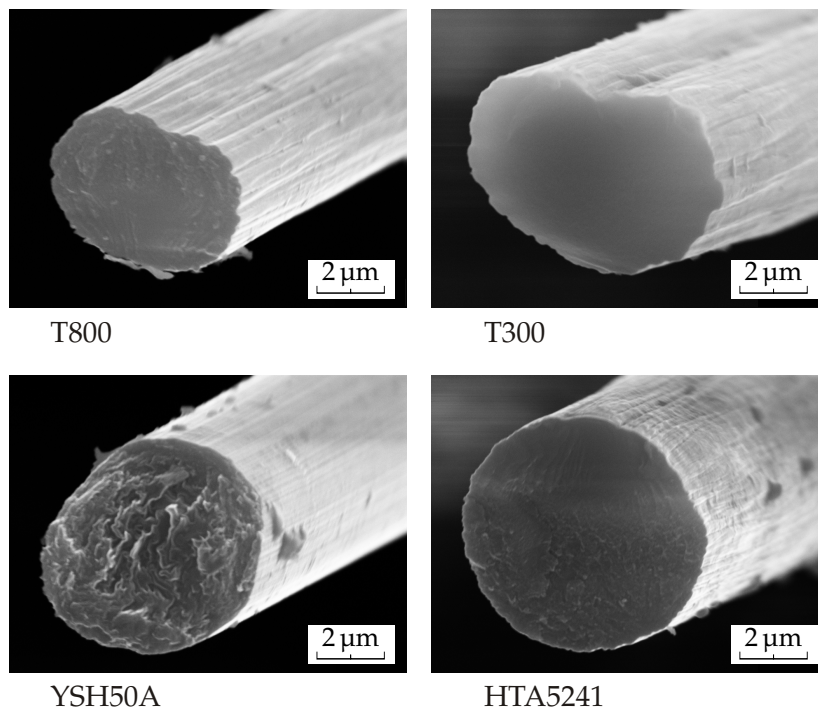


Abbildung 4.13: REM-Abbilder der Querschnitte verschiedener C-Fasertypen – die Querschnittsflächen sind Bruchflächen

Hersteller angegebenen Festigkeiten. Die Abweichungen liegen dabei sowohl über als auch unter den Herstellerdaten. Daraus kann abgeleitet werden, dass der Einzelfaserzugversuch in Bezug auf die Festigkeit vergleichbare Werte generiert. Die geringere Versuchslänge und die daraus theoretisch abzuleitende, geringere Wahrscheinlichkeit für Fehlstellen in der gezogenen Faser hat somit, im Mittel, keine Auswirkung auf die Ermittlung der Festigkeitseigenschaften von C-Fasern.

Die T800-Faser wies die größten Festigkeiten (5182 MPa) auf. Die Streuung der Messwerte war bei diesem Fasertyp ebenfalls am größten (Standardabweichung von 1205 MPa). Die T300-Faser zeigte die geringste Festigkeit im Feld der untersuchten Fasertypen (3324 MPa). Die statistische Streuung war ebenfalls groß. Alle weiteren Fasern belegten Festigkeiten um die 4000 MPa mit mittlerer oder geringer Streuung der Messwerte. Die YSH50A-Faser hatte, gefolgt von der HTA-Faser, die geringste Streuung – Standardabweichungen von 524 MPa bzw. 712 MPa. Bemerkenswert ist die vergleichsweise hohe Festigkeit der hochmoduligen Pech-Faser YS90A (4113 MPa). Diese liegt damit über der Festigkeit der T300-Faser.

Bruchdehnung Die ermittelten Bruchdehnungen von Einzelfasern sind in Abbildung 4.15 im Vergleich mit den Herstellerangaben dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die Bruchdehnungen aus dem Einzelfaserzugversuch bei allen untersuchten Fasertypen über den Herstellerwerten liegen. Der Größenordnung nach sind sie allerdings mit den Werten der Hersteller vergleichbar. Die Abweichungen sind unterschiedlich groß. Es werden regelmäßige Kalibrierungen der Messsysteme und der Maschinensteifigkeit des EFZM vorgenommen. Eine fehlerhafte Erfassung der Dehnung scheidet unter der Annahme korrekt durchgeführter Kali-

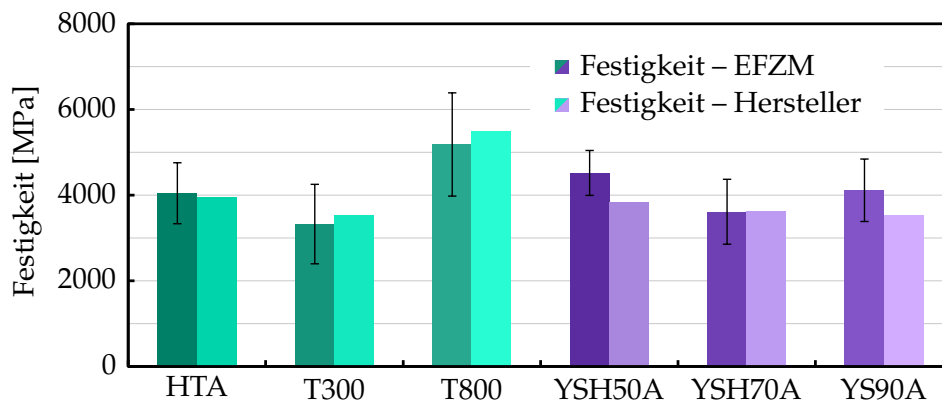


Abbildung 4.14: Gegenüberstellung der im Einzelfaserzugversuch ermittelten Festigkeiten ausgewählter C-Fasertypen und Vergleich zu Herstellerangaben (Toh11a, Tor05, Nip03b, Nip03a)

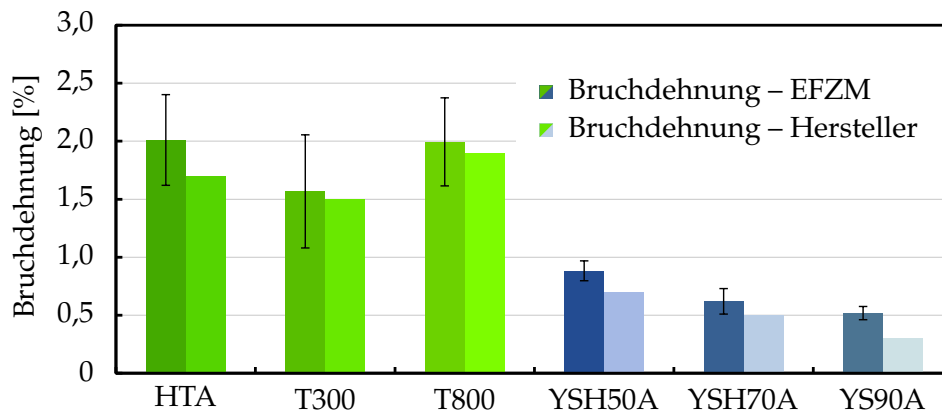


Abbildung 4.15: Gegenüberstellung der im Einzelfaserzugversuch ermittelten Bruchdehnung ausgewählter C-Fasertypen und Vergleich zu Herstellerangaben (Toh11a, Tor05, Nip03b, Nip03a)

brierungen als Ursache für diese Abweichungen aus.

Eine mögliche Erklärung für die durchgängig höheren Bruchdehnungen aus dem Einzelfaserzugversuch könnte in der geringeren Wahrscheinlichkeit für das Vorliegen von Fehlstellen in den gezogenen Abschnitten im Unterschied zu Bündelzugversuchen liegen. Eine geringere Zahl an Fehlstellen würde eine erhöhte Dehnbarkeit und ein Versagen bei größerer Dehnung bedingen. Da die Festigkeiten im Mittel keine systematische Abweichung vom Herstellerkennwert aufweisen und sich die Fasern rein elastisch verhalten, ist eine erhöhte Bruchdehnung nur bei einer gleichzeitigen Minderung des E-Moduls möglich. Eine systematische Abweichung zwischen ermitteltem E-Modul und der Herstellerangabe konnte ebenso gefunden werden.

Gegenüber den Pech-Fasern besitzen die PAN-Fasern eine vielfach größere Dehnbarkeit. Die höchste Bruchdehnung unter den einzeln geprüften C-Fasern wies die HTA-Faser mit 2,01 % auf (vgl. Abb. 4.15). Die T800 erreichte fast den gleichen Wert (1,99 %). Die Streuung innerhalb beider Messreihen war bei fast identischen Standardabweichungen eben-

falls vergleichbar (HTA: 0,39 %, T800: 0,38 %). Die T300-Faser zeigte im Vergleich der PAN-basierten C-Fasern die geringste, maximale Dehnbarkeit (1,57 %). Gleichzeitig war bei dieser die Streuung der Messwerte am größten (Standardabweichung von 0,49 %).

Die Bruchdehnung der Pech-Fasern liegt unter einem Prozent. Bei den untersuchten Pech-Fasern ist zudem eine klare Korrelation zwischen E-Modul und maximaler Dehnung zu erkennen. Die Bruchdehnung nimmt mit steigendem E-Modul ab. Die maximale Dehnbarkeit nimmt von der Faser YSH50A (0,88 %) über YSH70A (0,62 %) bis YS90A (0,52 %) ab (s. Abb. 4.15). Steigende E-Module werden über eine höhere Graphitisierungstemperatur und die dadurch erzeugte, größere Ordnung in der Mikrostruktur erzielt. Fehlstellen verschwinden und die Orientierung der Kristallite steigt. Dies wirkt sich in einer steigenden Dichte der Fasern aus. Bei Belastung werden die graphitischen Ebenen direkt verspannt. Elastische Änderungen der Basalebeneorientierungen sind durch die stark ausgeprägte axiale Ausrichtung nicht möglich. Die Faser versagt durch ein Versagen der Verbindung von Kristalliten.

E-Modul Eine Gegenüberstellung der ermittelten E-Module untersuchter C-Fasern mit den Angaben der Hersteller ist in Abbildung 4.16 zu finden. Wie schon bei der Bruchdehnung ist hier bei allen untersuchten Fasertypen eine systematische Abweichung der E-Module mit geringeren Werten gegenüber den Herstellerangaben zu erkennen. Bei vier Fasertypen sind diese Abweichungen vergleichsweise gering. Alle Werte liegen aber nach wie vor im gleichen Größenordnungsbereich wie die Kennwerte der Hersteller. Aufgrund der bereits erwähnten Kalibrierungen kann auch in diesem Fall ein systematischer Fehler der Messeinrichtung als Ursache für die Abweichungen ausgeschlossen werden. Eine Erklärung für die systematische Differenz im Vergleich zu Kennwerten aus dem Bündelzugversuch unter Einbeziehung der Fehlstellenannahme ist für den E-Modul nicht abzuleiten. Beide Versuchsarten sollten theoretisch zu einem gleichen Ergebnis kommen. Für einen erhöhten E-Modul beim Einzelfaserzugversuch ließe sich danach eine Erklärung ableiten. Dieser Fall ist offensichtlich nicht zutreffend.

Ein mögliche Ursache für einen verringerten E-Modul könnte in einer nicht berücksichtigten Dehnung der Fixierung liegen. Als Ausgangslänge zur Berechnung der Dehnung wird der freiliegende Faserabschnitt zwischen den gegenüberliegenden Öffnungen der eingespannten Keramikröhrchen verwendet. Die Fasern sind bis zum Ausgang der Keramikröhrchen jeweils mit Siegelack benetzt und somit fixiert. Bei der Kalibrierung der Maschinensteifigkeit wird der Anteil der Dehnung der eingespannten Keramikröhrchen berücksichtigt und entsprechend bei jedem Zugversuch abgezogen.

Sollte es beim Einzelfaserzugversuch in den Siegelackfixierungen zu einer Dehnung von Faser bzw. gleichzeitig von Faser und Siegelack, welche jeweils über die Dehnung des Keramikröhrchens hinausreicht, kommen, wäre diese allerdings nicht berücksichtigt. Geringere E-Module und höhere Bruchdehnungen wären die Folge. Dies könnte die vorliegenden, geringeren E-Module begründen. Eine experimentelle Überprüfung dieser These wurde nicht vorgenommen. Einer FEM-Modellierung wird zur Prüfung dieses Erklärungsansatzes eine höhere, kurzfristige Erfolgsaussicht zugesprochen.

Die PAN-basierten Fasertypen haben den geringsten E-Modul. Die HTA-Faser weist unter den untersuchten C-Fasern den niedrigsten Mittelwert auf (205 GPa). Die Streuung der

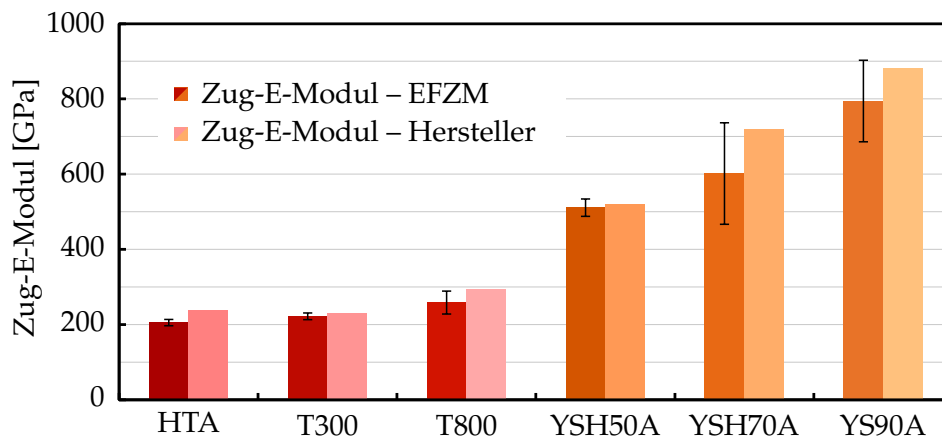


Abbildung 4.16: Gegenüberstellung der im Einzelfaserzugversuch ermittelten E-Module ausgewählter C-Fasertypen und Vergleich zu Herstellerangaben (Toh11a, Tor05, Nip03b, Nip03a)

Werte innerhalb der Messreihen ist bei einer Standardabweichung von 8 GPa bei dieser Faser gering. Die T300- und T800-Fasern haben nur geringfügig größere E-Module (T300: 222 GPa, T800: 258 GPa). Die Streuung dieser Werte ist ebenfalls gering.

Die E-Module der Pech-C-Fasern sind um das Vielfache größer als bei PAN-basierten Fasern. Die Faser YSH50A zeigt bei den Einzelfaserzugversuchen einen mittleren E-Modul von 511 GPa mit einer Standardabweichung von 23 GPa. Dieser Mittelwert ist nahezu identisch zur Angabe des Herstellers. Bei den Versuchsreihen der Fasern YSH70A und YS90A ergaben sich bei den bestimmten Mittelwerten die größten Abweichungen zu den Herstellerangaben. Gleichzeitig streuten die Werte sehr stark.

4.2.3 Elektrische Widerstände

Verfahren zur Ermittlung der elektrischen Widerstände Der elektrische Widerstand wurde ebenfalls anhand von C-Einzelfasern ermittelt. Vor der Widerstandsmessung erfolgte eine thermische Entschlichtung der zu vermessenden Fasern im Rohofen bei 700°C unter Argon-Atmosphäre und für eine Dauer von 30 min. Für die Vermessung der elektrischen Eigenschaften von Einzelfasern wurde eine Vorrichtung hergestellt. Diese besteht aus einer geätzten Leiterplatte mit parallel und in einem Abstand von 10 mm verlaufenden 1 mm breiten Leiterbahnen. Eine Seite jeder Leiterbahn geht in ein Lötauge über. Darin sind Verbindungsleiter, welche in eine Anschlussleiste münden, eingelötet. Die Einzelfasern wurden für die Messung senkrecht zu den Leiterbahnen aufgespannt und an jeder Leiterbahn jeweils mit Silberleitlack kontaktiert. Die Messung des Widerstandes erfolgte danach mit dem 4-Punkt-Verfahren. Das verwendete Labormultimeter (Keithley 2100 (Kei07)) ermittelte jeweils den absoluten Widerstand über dem jeweiligen Faserabschnitt R_{FA} .

Die Länge des Faserabschnitts zwischen den Kontaktstellen wurde durch die Bestimmung der Punktkoordinaten der äußersten Ausdehnungsgrenze des Silberleitlacks im Kontakt mit der Faser mit Hilfe eines Lichtmikroskops, welches mit einem x-y-Tisch ausgestattet

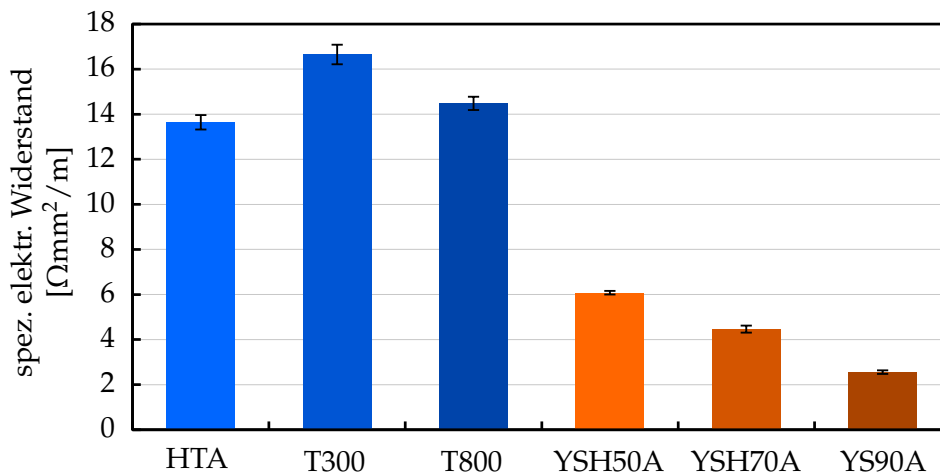


Abbildung 4.17: Diagramm zur Gegenüberstellung der ermittelten spezifischen elektrischen Widerstände ausgewählter C-Fasertypen

ist, realisiert. Anschließend erfolgte eine materialografische Präparation der jeweiligen Faserquerschnitte inklusive Kupfereinbettung. Zur Abbildung der Faserquerschnitte wurde das REM LEO 1455VP der Fa. Zeiss verwendet. Die Vermessung aller Querschnitte erfolgte nach einer Kalibrierung der REM-Abbilder anhand zusätzlich eingebrachter Messskalen mit Hilfe von ImageJ (Nat12). Die Flächeninhalte A_{FQ} und die Längen der Faserabschnitte l_{FA} dienten abschließend der Berechnung des spezifischen elektrischen Widerstands ρ_{CF} nach Gleichung 4.5.

$$\rho_{CF} = R_{FA} \cdot \frac{A_{FQ}}{l_{FA}} \quad (4.5)$$

Elektrischer Widerstand unterschiedlicher C-Fasertypen In Abbildung 4.17 sind die ermittelten spezifischen elektrischen Widerstände der untersuchten C-Fasertypen dargestellt. Die drei PAN-Fasertypen haben einen mindestens um das Zweifache größeren spezifischen elektrischen Widerstand als die Pech-Fasertypen. Dieses Ergebnis ist in Übereinstimmung mit den Angaben in der Literatur (Ows70, S. 1618). Die T300-Faser zeigte im Vergleich aller untersuchten Fasertypen den größten Widerstand. Unter den gemessenen PAN-C-Fasern wies die HTA-Faser den geringsten Widerstand auf.

Der Widerstand von C-Fasern ist, wie in Abschnitt 1.3.1 beschrieben, zum einen auf den Widerstand des Graphits ($0,11 \mu\Omega\text{m}$ (BG69)) und zum anderen auf die Kombination der einzelnen Übergangswiderstände von Kristallit zu Kristallit zurückzuführen. Dabei überwiegen die Übergangswiderstände bei der Ausprägung des spezifischen elektrischen Widerstands bei den unterschiedlichen C-Fasertypen. Je nach Mikrostruktur ergibt sich eine bestimmte Anzahl an Kristallit-Kristallit-Übergängen. Diese haben den größten Einfluss auf die Höhe des Widerstands der C-Fasern. Die Zahl der Übergänge wird dabei von der Größe der Kristallite bestimmt. Je weiter sich diese ausdehnen, je weniger Übergänge gibt es und je geringer ist der elektrische Widerstand. Der Übergangswiderstand an jedem Kristallit-Kristallit-Übergang ist zusätzlich von der Ausrichtung der Kristallite und der Art des Kon-

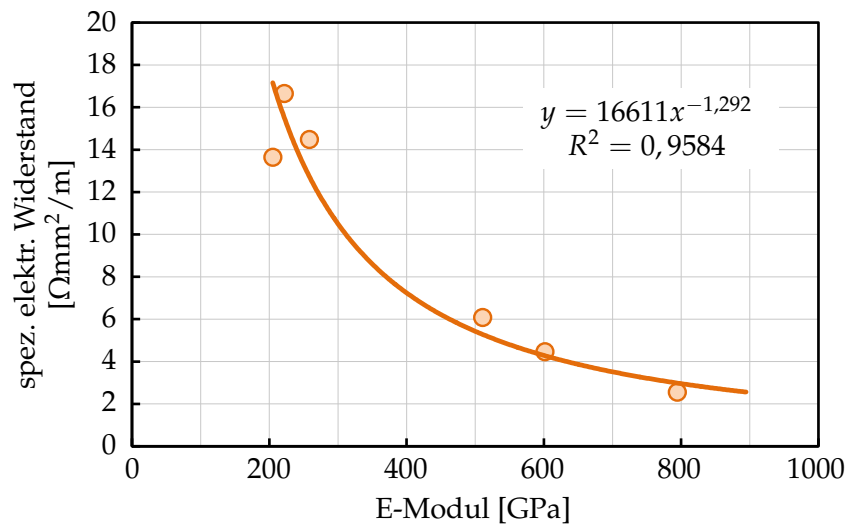


Abbildung 4.18: Darstellung der Abhängigkeit zwischen dem E-Modul und dem spezifischen elektrischen Widerstand von unterschiedlichen, untersuchten C-Fasern mit exponentieller Näherung sowie deren Bestimmtheitsmaß

taktes zwischen den Kristalliten abhängig. Aus diesem Zusammenhang und basierend auf dem vergleichsweise geringen elektrischen Widerstand der untersuchten Pech-C-Fasern, insbesondere der Faser YS90A, lässt sich eine große Ausdehnung deren Kristallite und ebenso eine ausgeprägte Orientierung dieser Kristallite ableiten.

Diese Schlussfolgerung deckt sich mit dem Ergebnis der mechanischen Charakterisierung. Wie bereits beschrieben, haben die Pech-C-Fasern im Vergleich der untersuchten Fasertypen den größten Zug-E-Modul. Die Größe des E-Moduls hängt ebenfalls von der Kristallitorientierung und der Kristallitenausdehnung ab. Somit korrelieren E-Modul und spezifischer elektrischer Widerstand der C-Fasern aufgrund ihrer jeweiligen Abhängigkeit von der Fasermikrostruktur. Diese Korrelation ist in Abbildung 4.18 auf Basis der vorgenommenen Charakterisierungen an Einzelfasern dargestellt. Mit steigendem E-Modul infolge einer größeren Orientierung der Mikrostruktur des jeweiligen Fasertyps sinkt der spezifische elektrische Widerstand. Grundlage dieses Zusammenhangs ist die Strukturentstehung mit der maximalen Graphitisierungstemperatur bei der Wärmebehandlung als größten Einflussfaktor auf die Ausprägung des Orientierungs- und Ausdehnungsgrades. Anhand des MARSH-Modells ist diese Beziehung zu erklären (ME89). Steigende Graphitisierungstemperaturen führen danach zum Wachstum der Basalebenen und damit zu einer größeren Ausdehnung der Kristallite sowie zu einer steigenden Orientierung (vgl. Abb. 4.9 c).

4.2.4 Zusammenfassung

Alle Ergebnisse der mechanischen und elektrischen Charakterisierung vorausgewählter C-Fasertypen sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst. Die Kennwerte sind jeweils mit Mittelwert und zugehöriger Standardabweichung innerhalb der Messreihe angegeben. Auf dieser Grundlage kann der Auswahlprozess zum Finden eines geeigneten C-Fasertyps zur Anwendung bei Faser-basierten Dehnungssensoren durchgeführt werden. Der Auswahl-

Tabelle 4.2: Übersicht der ermittelten Eigenschaften vorausgewählter C-Fasertypen (Mittelwerte und Standardabweichungen)

C-Faser-Typ	Festigkeit [MPa]	Bruchdehnung [%]	E-Modul [GPa]	Querschnittsfläche [μm^2]	spez. elektr. Widerstand [$\Omega\text{mm}^2\text{m}^{-1}$]
HTA5241	4043 ± 712	$2,01 \pm 0,39$	205 ± 8	$30,9 \pm 2,7$	$13,6 \pm 0,3$
T300	3324 ± 928	$1,57 \pm 0,49$	222 ± 9	$37,6 \pm 1,3$	$16,6 \pm 0,4$
T800	5182 ± 1205	$1,99 \pm 0,38$	258 ± 31	$19,6 \pm 0,4$	$14,5 \pm 0,3$
YSH50A	4517 ± 524	$0,88 \pm 0,09$	511 ± 23	$30,2 \pm 3,3$	$6,1 \pm 0,1$
YSH70A	3611 ± 758	$0,62 \pm 0,11$	602 ± 135	$34,4 \pm 3,5$	$4,5 \pm 0,2$
YS90A	4113 ± 729	$0,52 \pm 0,06$	794 ± 108	$30,0 \pm 0,5$	$2,6 \pm 0,1$

prozess beinhaltet eine Betrachtung der notwendigen Eigenschaften (Anforderungen) und deren Abgleich mit den Eigenschaften der verfügbaren C-Fasern.

4.3 Verfahren zur thermomechanischen Behandlung beschichteter C-Einzelfasern

Im Laufe der Arbeiten wurde die Notwendigkeit zur thermischen bzw. thermomechanischen Behandlung von Schichten, welche auf C-Fasern abgeschieden wurden, offenbar. Ein entsprechendes Verfahren stand für diese Art von Material und in dieser Dimension bisher nicht zur Verfügung. Die Optimierung der Mikrostruktur sowie der Phasenzusammensetzung von funktionellen Schichten und die Einstellung von definierten Eigenspannungszuständen war das Ziel der Entwicklung des Behandlungsverfahrens. Die Verbesserung der funktionellen Schichteigenschaften sollte damit erreicht werden. Das Vorgehen zur Entwicklung eines Verfahrens zur thermomechanischen Behandlung von beschichteten C-Einzelfasern wird in diesem Abschnitt erläutert und der Prozess im Detail beschrieben.

4.3.1 Verfahrensaufbau, Komponenten und Eigenschaften

Als Grundlage für eine definierte thermomechanische Behandlung dient für den mechanischen Anteil das Einzelfaserzugmodul der Fa. Kammrath und Weiss (Plia). Dieses wird bereits für die mechanische Charakterisierung von beschichteten C-Fasern eingesetzt. Es ist am besten geeignet um während der thermomechanischen Behandlung eine definierte Vorspannung aufrecht zu erhalten und etwaige Änderungen der Vorspannung zu erfassen. Die Fixierung der Fasern erfolgt in 1 mm dicken Al_2O_3 -Röhrchen, welche über Schrauben in entsprechenden Haltern geklemmt werden.

Für die Anwendung in Kombination mit dem Einzelfaserzugmodul wurde ein Rohrheizer sowie eine Vakuum- und Spülkammer entwickelt. Der Rohrheizer besteht aus einem mit Widerstandsdraht bewickelten Al_2O_3 -Rohr. An den Außenseite des Rohrs ist der Widerstandsdraht über dickere Cu-Drähte kontaktiert. Die Positionierung des Rohrs auf dem

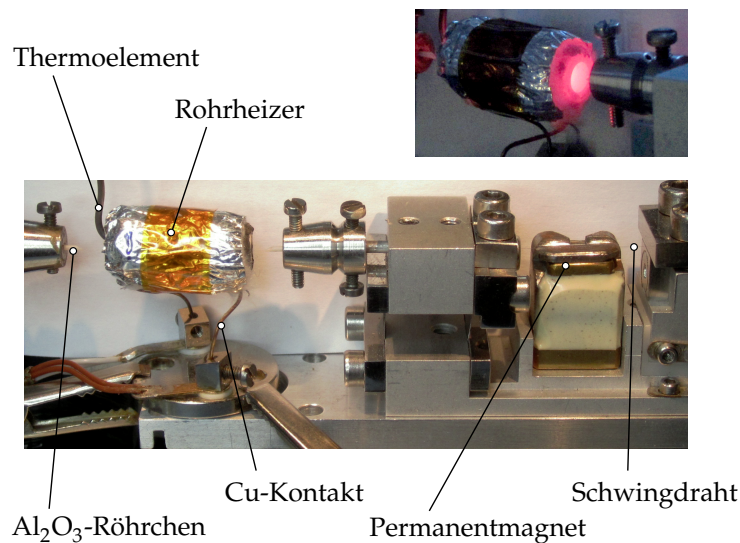


Abbildung 4.19: Versuchsaufbau zur thermomechanischen Behandlung von C-Einzelfasern mit Rohrheizer am Einzelfaserzugmodul und Rohrheizer bei 600°C (oben rechts)

Einzelfaserzugmodul erfolgt ebenso über diese Drähte. Das Rohr hat eine Länge von 20 mm, einen Außendurchmesser von 10 mm und einen Innendurchmesser von 5 mm. Die zu behandelnde C-Faser wird durch den Innenraum des Rohrs geführt. Die Wicklung wurde keramisch, mit Hilfe eines Glimmer-basierten Klebstoffs (Resbond 907 (Pol12)), versiegelt und anschließend nach außen thermisch mit Glaswolle und Aluminiumfolie zur Abschirmung der Strahlung isoliert.

Der Rohrheizer wird für die thermomechanische Behandlung zwischen den beiden Keramikröhrchen der Fasereinspannung positioniert und die zu behandelnde Faser durch das Rohr gefädelt (vgl. Abb. 4.19). Die Fixierröhrchen haben für die Wärmebehandlung der eingespannten Faser einen Abstand von etwa 5 mm zum Ausgang des Heizerrohrs. Das Rohr gewährleistet eine homogene Temperaturverteilung und eine zielgerichtete Beheizung. Die Temperaturmessung während des Prozesses erfolgt mittels eines Thermoelements im Kern des Rohrs. Die Erfassung der Temperatur wird über ein RedLab-Messdatenaufzeichnungsgerät der Fa. Meilhaus realisiert. Die elektrische Leistung wird mit Hilfe eines Labornetzteils für den Heizer bereitgestellt. An dem Netzteil kann über zwei analoge Kanäle getrennt die Spannung und der Strom gesteuert werden. Dieses ist dazu über eine analoge Schnittstelle mit dem PC des Labors verbunden. So ist es möglich die Temperatur über eine mittels LabView erstellte Software durch ein PID-Modul zu regeln und konstant zu halten. Für die Dokumentation der Versuche wird die Temperatur zudem mit Hilfe des gleichen Programms aufgezeichnet. Eine Temperatur von bis zu 600°C kann bisher zur Behandlung erreicht werden (s. Abb. 4.19 rechts oben).

Bisher wurden zwei Heizröhren für die Versuche gebaut. Beide wurden nach ihrer Fertigstellung charakterisiert. Die Temperaturverteilung über der Länge der Röhren und Aufheiz- sowie Abkühlrate wurden ermittelt. Das Temperaturprofil der Röhren bei einer Kerntemperatur von 500°C ist in Abbildung 4.20 dargestellt. Die im Bereich der Wärmeleitfähigkeit von Stahl liegende Wärmeübertragung der Keramik wird für die ver-

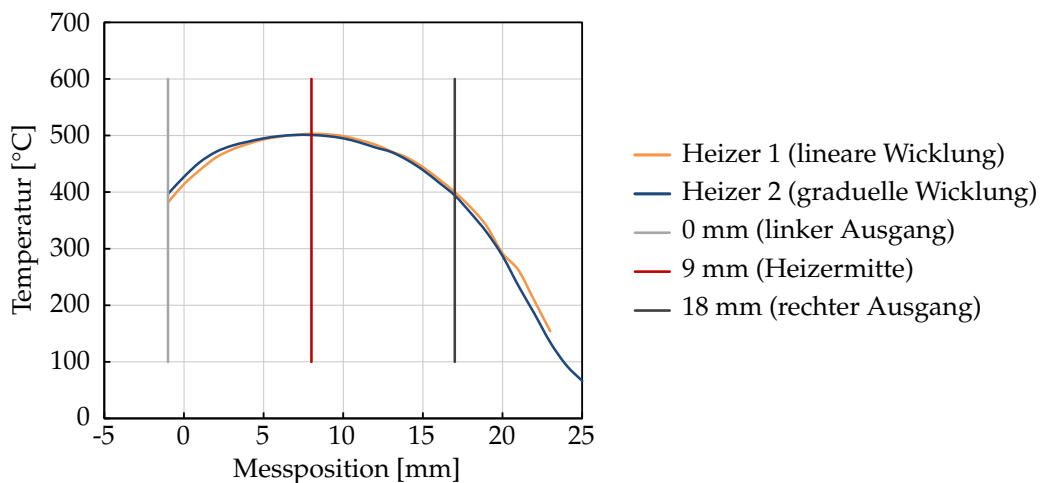


Abbildung 4.20: Temperaturgradient innerhalb von unterschiedlichen Rohrheizern bei konstanter Heizleistung

gleichbare Temperaturverteilung der beiden Heizervarianten verantwortlich gemacht. Auf einer Länge von 10 mm um die Heizermittle beträgt der Temperaturabfall bezogen auf die Celsiuskala weniger als 10 % der Kerntemperatur. Die Breite des Bereichs mit einem Temperaturabfall bis max. 10 % beträgt 13 mm. Dies ist die Kernzone für die Wärmebehandlung. Zur nachfolgenden Charakterisierung können ausreichend lange Faserabschnitte behandelt werden. Bis zu den Öffnungen des Rohrs nach außen beträgt der Temperaturabfall dann bereits 20 % (vgl. Abb. 4.20).

Aufheiz- und Abkühlrate Die Ermittlung von Aufheiz- und Abkühlrate der Rohrheizung erfolgte unter den Bedingungen der thermomechanischen Behandlung im Vakuum der Spülkammer. Zur Erfassung der Aufheizrate wurde die maximale Stromstärke für die Wicklung (1,1 A), welche bei einer Spannung von 16 V erreicht wird, angelegt und der Temperaturanstieg bis zum Gleichgewichtszustand über der Zeit aufgezeichnet. Die Aufzeichnung der Abkühlrate erfolgt direkt mit dem Ausschalten des Labornetzteils durch die Erfassung der Temperatur bis zum Erreichen der Raumtemperatur. Die Ergebnisse der Ratenerfassung sind in Abbildung 4.21 zusammengefasst. Im Diagramm sind die mathematischen Näherungen für die Aufheizung sowie die Abkühlung einschließlich dem Bestimmtheitsmaß beider Kurven (R^2) angeführt.

Beim Aufheizen wird innerhalb von 200 s eine Temperatur von 550°C erreicht. Die weitere Erwärmung bis zum Gleichgewichtszustand verläuft deutlich langsamer und nähert sich asymptotisch dem Gleichgewicht von 590°C. Bis zum Erreichen dieses Zustands vergehen insgesamt fast 400 s. Die Abkühlung verläuft umgekehrt in einem vergleichbaren zeitlichen Regime. Eine Absenkung der Temperatur auf unter 200°C wird innerhalb von 200 s im Vakuum erreicht. Der Verlauf der Abkühlung ist danach deutlich verlangsamt. Eine Temperatur von 100°C wird erst nach insgesamt 350 s erzielt. Schnellere Abkühlraten lassen sich unter Umständen durch die Anwendung eines erhöhten Gasvolumenstroms erzielen. Insbesondere die zu behandelnde Faser sollte sich im kontinuierlichen Gasstrom deutlich schneller abkühlen lassen.

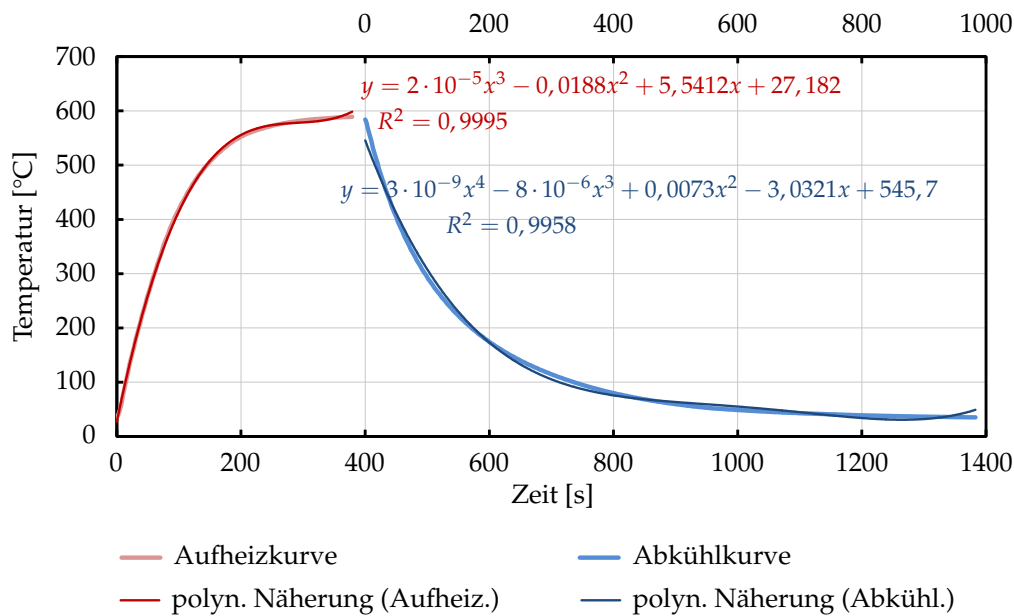


Abbildung 4.21: Diagramm der Aufheiz- und Abkühlkurve mit jeweiliger mathematischer Näherung (Polynom 3. und 4. Grades) und dem Bestimmtheitsmaß der angenäherten Funktionen (R^2)

Vakuum- und Spülkammer Die Vakuum- und Spülkammer besteht aus Acrylglas, ist damit transparent und erlaubt die Beobachtung des Versuchs. Das EFZM wird mit der eingespannten C-Faser und dem positionierten Rohrheizer auf der Grundplatte der Kammer platziert. Ein nach unten geöffneter, quaderförmiger Deckel bildet den Innenraum der Kammer. Die Signal- und Energieübertragung zu den Komponenten des Zugmoduls sowie zu denen der Heizung wird durch einen Vakuumflansch, welcher am Deckel montiert ist, ermöglicht. Im Deckel der Kammer sind zudem zwei Anschlüsse mit Schnelkupplung integriert an welchen über Schläuche zum einen die Vakuumpumpe und zum anderen die Inertgaszufuhr (Ar, Reinheit 5N) angeschlossen werden.

4.3.2 Untersuchungen zur temperaturbeständigen Fixierung von C-Einzelfasern

Für die thermomechanische Behandlung beschichteter C-Fasern wurde nach einer temperaturstabilen Fixierung für die Fasern gesucht. Tests zur thermischen Stabilität der Fixierung mit dem für Einzelfaserzugversuche benutzten Siegelack sowie der Fixierung mit Epoxydharz wurden durchgeführt. Die Versuche wurden unter den für die thermomechanische Behandlung vorgesehenen Prozessbedingungen vollzogen. Die durch das jeweilige Testmaterial fixierten, unbeschichteten C-Einzelfasern erhielten vor der Beheizung eine Vorspannung. Für Siegelack betrug die Kraft 20 mN. Bei der Epoxydharzfixierung erfolgte eine Vorspannung mit einer Kraft von 30 mN. Die Vakuumkammer wurde im Anschluss auf einen minimalen Basisdruck von 80 mbar evakuiert und dann konstant Argon durch die Kammer gespült. Im Anschluss erfolgte eine in Stufen gesteigerte Temperaturerhöhung unter Kontrolle der Vorspannung. Die Heizerkerntemperatur und die Vorspannung wurden simultan sowie kontinuierlich aufgezeichnet um so die maximale Temperaturbeständigkeit der je-

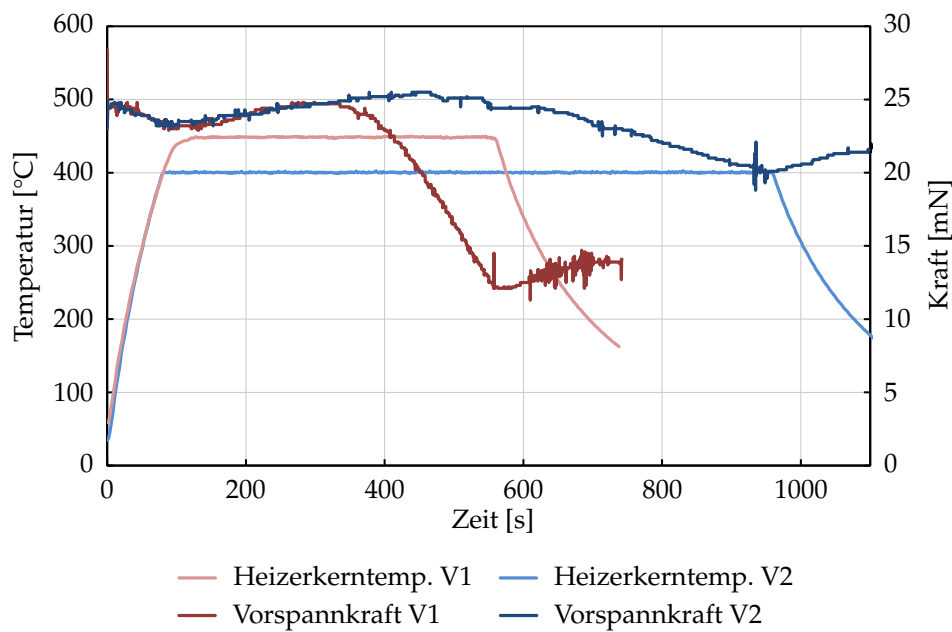


Abbildung 4.22: Diagramm zur Darstellung der Temperaturbeständigkeit der Siegelack-Fixierung von C-Einzelfasern zur thermomechanischen Behandlung bei 400°C und 450°C

weiligen Fixierung zu ermitteln. Die Ergebnisse der Versuche sind in den Abbildungen 4.22 und 4.23 dargestellt.

Die Siegelackfixierung ermöglicht nur geringe Wärmebehandlungstemperaturen. Das thermoplastische Material hat einen zu geringen Schmelzpunkt für die Aufrechterhaltung von Faservorspannungen bei höheren Temperaturen. Für das Fixieren wird gewöhnlich eine Temperatur von bis max. 400°C am zum Aufschmelzen verwendeten LötKolben eingestellt. Das Temperaturgleichgewicht an der Fixierung stellt sich bei einer Erwärmung des Heizers auf 450°C nach ca. 300 s ein. Wie in Abbildung 4.22 zu sehen ist, fällt die Vorspannkraft nach dieser Zeit innerhalb von 200 s zur Hälfte ab. Die Einstellung des Gleichgewichts im Bereich der Fixierung ist bei einer Erwärmung auf 400°C erst nach etwa 450 s zu beobachten. Ab da ist ebenfalls ein Abfall der Vorspannung zu erkennen. Ein Fixierung mit Siegelack ist ausgehend von diesen Beobachtungen nur für eine Wärmebehandlung von bis zu 350°C geeignet.

Die Verklebung mit Epoxydharz ist langzeitstabil bei Temperaturen bis mindestens 600°C und damit für die thermomechanische Behandlung von beschichteten C-Einzelfasern geeignet. In Abbildung 4.23 ist der Verlauf der Vorspannkraft während einer stufenweisen Temperaturerhöhung bis auf 600°C dargestellt. Diese steigt aufgrund von im Folgenden näher erläuterten Nebeneffekten kontinuierlich an. Der Abbruch der Vorspannung ist nur auf die plötzlich Verschiebung des Heizers, welche aus der Erweichung der Heizdrähte resultierte, zurückzuführen. Dies ließ sich in der Folge ausschließen.

Bei allen Versuchen zur Fixierung konnte ein scheinbarer Anstieg der Vorspannkraft während der Beheizung beobachtet werden (vgl. Abb. 4.22 u. 4.23). Für diesen Anstieg können verschiedene Effekte verantwortlich sein. Mögliche Ursachen dafür sind eine

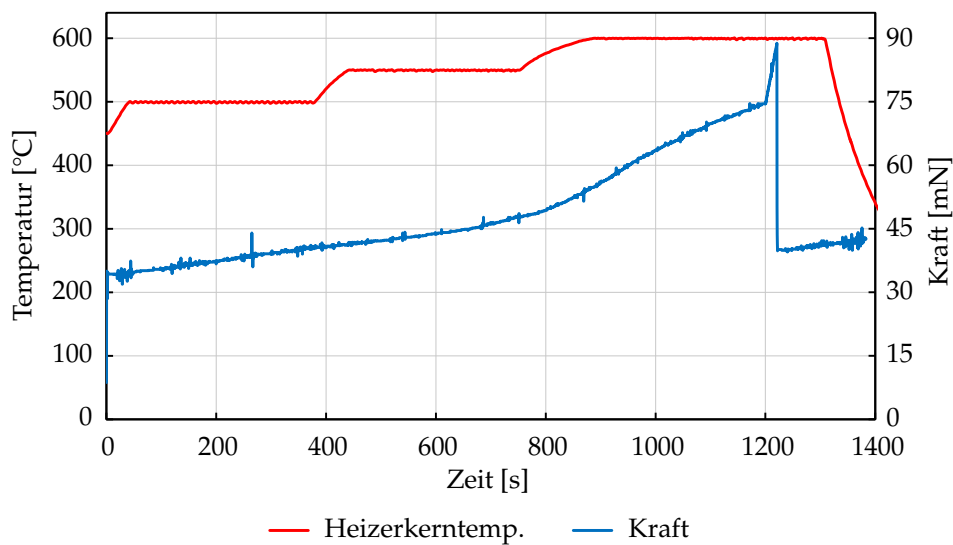


Abbildung 4.23: Diagramm zur Darstellung der Temperaturbeständigkeit der Epoxydharz-Fixierung von C-Einzelfasern zur thermomechanischen Behandlung bei 600°C

Veränderung des Kraftmesssystems durch die steigende Temperatur, die temperaturbedingte Ausdehnung der Aufbauten des Einzelfaserzugmoduls sowie das temperaturbedingte Zusammenziehen der eingespannten C-Fasern (negativer Wärmeausdehnungskoeffizient). Um den Mechanismus des Kraftanstiegs vollständig zu verstehen, wurden gezielt Versuche durchgeführt. Diese Versuche und deren Ergebnisse werden im folgenden Unterabschnitt erläutert.

4.3.3 Untersuchung des Driftverhaltens der Messgrößenaufnehmer während der thermomechanischen Behandlung

Der Einfluss unterschiedlicher Effekte auf die Drift der Kraftmessung wurde durch gezielte Versuche erfasst. Um die Auswirkung der Temperaturänderung des Kraftmesssystems auf die Kraftmessung zu ermitteln, wurden zwei Messreihen ohne eingespannte C-Faser aufgenommen. Auf diese Weise wurde der Einfluss einer temperaturbedingten Ausdehnung der restlichen Komponenten des Einzelfaserzugmoduls auf den Anstieg der Kraft ausgeschlossen. Zusätzlich wurde die mögliche Erhöhung der Kraft infolge eines temperaturbedingten Zusammenziehens einer eingespannten C-Faser durch den gewählten Aufbau eliminiert. Die beiden Messreihen unterscheiden sich dabei nur im Ort der Temperaturmessung. Da in der Vakuumkammer nur ein Thermoelement zur Verfügung steht, wurden zwei unterschiedliche Messplätze durch die beiden aufeinander folgenden Versuche abgebildet. Im ersten Versuch erfolgte die Messung im Heizerkern. Der zweite Versuch bildet die Temperaturänderung am Permanentmagneten des Kraftmesssystems ab. Dazu wurde die Temperatur auf der Oberseite des Magneten auf der dem Heizer zugewandten Seite erfasst. Der Kurvenverlauf beider Versuche ist in den Abbildungen 4.24 und 4.25 zu sehen.

Die Änderung der Kraft ist vollständig reversibel und reproduzierbar. Nach einem kurzen Abfall kommt es zu einem kontinuierlichen Anstieg der gemessenen Kraft. Der Anstieg

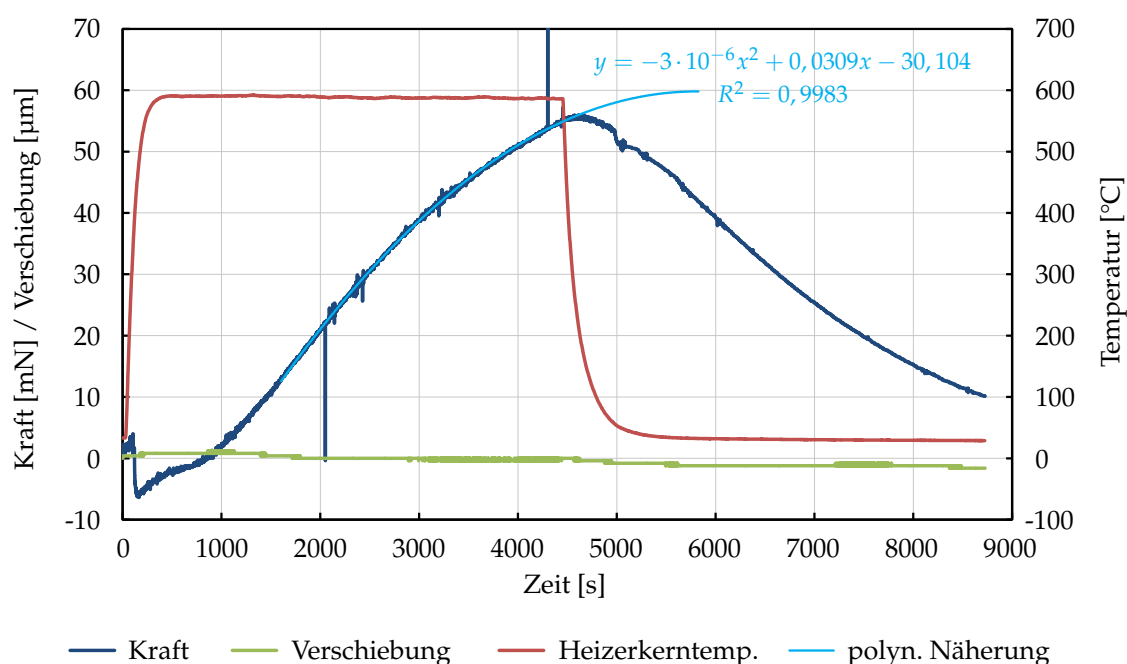


Abbildung 4.24: Diagramm zur Darstellung des Driftverhaltens von Kraft- und Verschiebungsmessung bei einer konstant gehaltenen Temperatur unter Vakuum - Darstellung der Heizerkerntemperatur

der Kurve wird stetig kleiner und nähert sich einem Plateau. Die Beheizung wurde nicht bis zum Erreichen des Plateaus aufrecht erhalten. Eine Extrapolation der Kurve ergibt einen maximalen Anstieg der angezeigten Kraft auf einen Wert von 60 mN (vgl. Abb. 4.24). Die Drift der Verschiebung im Messzeitraum ist vergleichsweise gering.

Die zweite Messreihe mit der Temperaturmessung direkt am Kraftmesssystem offenbart den direkten Zusammenhang zwischen der Änderung des Anzeigewertes für die Kraft und dem Temperaturanstieg bis zum Gleichgewichtszustand (vgl. Abb. 4.25) am Kraftmesssystem. Der Anstieg der beiden Kurven ist vergleichbar und strebt einem äquivalenten Plateau entgegen. Die Abweichungen im Kurvenverlauf sind auf eine sicherlich vorhandene Differenz der Temperaturen von Schwingdraht und Permanentmagnet zurückzuführen. In einem weiteren Diagramm wurden die beiden Kurven unter Auslassung der Zeit kombiniert (s. Abb. 4.26). Aus diesem kann eine direkte Abhängigkeit zwischen der Änderung des Anzeigewertes der Kraft und der Änderung der Temperatur abgeleitet werden. Bereits geringfügige Änderungen der Temperatur des Schwingdraht-Kraftmesssystems können eine starke Änderung des angezeigten Kraftmesswertes zur Folge haben.

Ein Grund für die Verstimmung der Kraftmessdrahtes kann in der thermischen Ausdehnung der die Fixierung des Schwingdrahtes tragenden Grundplatte des EFZM gesehen werden. Dehnt sich die Grundplatte des EFZM unter den Aufnahmen des Schwingdrahtes aus, erhöht sich der Abstand der Aufnahmen und der Draht wird stärker vorgespannt. Dadurch erhöht sich die Schwingfrequenz und folglich die angezeigte Kraft. Dies führt ebenso zu einer Erhöhung der Spannung in der Probenfaser. Da der Längenausdehnungskoeffizient von Al α_{Al} (Material der Grundplatte) mehr als fünf Mal größer als der von Wolfram α_W ist

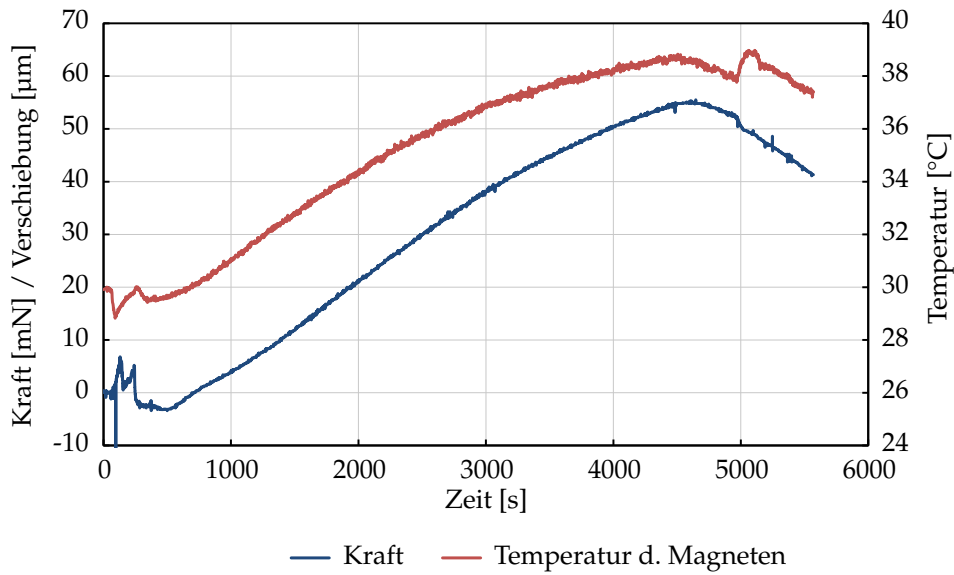


Abbildung 4.25: Diagramm zur Darstellung des Driftverhaltens der Kraftmessung über der Zeit sowie der Änderung der Temperatur des Permanentmagneten des Kraftaufnehmers im gleichen Zeitraum

(Hay12, S. 206–207), kann davon ausgegangen werden, dass die Ausdehnung der Grundplatte als Ursache für die Drift bei steigender Temperatur dominiert.

Mit Hilfe von Gleichung 4.6 wird der Zusammenhang zwischen Temperaturänderung und Kraftänderung mathematisch beschrieben. Die Änderung der Kraft ΔF_A ergibt sich aus dem Quotienten der thermischen Gesamtausdehnung Δl_G und der Maschinensteifigkeit ΔE_D . Die Maschinensteifigkeit beschreibt die Längenänderung des Schwingdrahtes durch eine Kraft beim Zugversuch und damit eine zusätzlich auftretende Verschiebung. Sie kann als eine inverse Federkonstante des Drahtes angesehen werden und wird über einen Zugversuch mit einer „unendlich“ steifen Probe ermittelt. Die thermische Gesamtausdehnung Δl_G setzt sich zusammen aus der thermischen Ausdehnung des Abschnittes der Grundplatte unter dem Schwingdraht $\alpha_{Al}\Delta T_{GP}l_{GP}$ sowie der thermischen Ausdehnung des Drahtes $\alpha_W\Delta T_D l_D$ selbst, welche von einer jeweiligen Temperaturänderung $\Delta T_{GP,D}$ hervorgerufen werden.

$$\Delta F_A = \frac{\Delta l_G}{\Delta E_D} = \frac{\alpha_{Al}\Delta T_{GP}l_{GP} - \alpha_W\Delta T_D l_D}{\Delta E_D} \quad (4.6)$$

Unter Anwendung dieser Gleichung ergibt sich bei einer Temperaturerhöhung des Drahtes um 9 K und der Grundplatte um 8 K eine Veränderung des Anzeigewertes der Kraft von genau 55 mN ($l_{GP} = 26 \text{ mm}$, $l_D = 19,5 \text{ mm}$, $\Delta E_D = 0,073 \text{ µm/mN}$). Dieser Wert liegt exakt im Bereich des gemessenen Effektes. In einer persönlichen Korrespondenz stimmte der Entwickler des EFZM dieser Abschätzung zu (Kam12b). Ein Kompensationsverfahren müsste ausgehend von diesem Ansatz bei der Erfassung der zu kompensierenden Temperaturänderung die Grundplatte und den Draht einschließen. Um den thermischen Einfluss zu minimieren, ist es außerdem zweckmäßig den Heizer und die Grundplatte zukünftig thermisch zu entkoppeln.

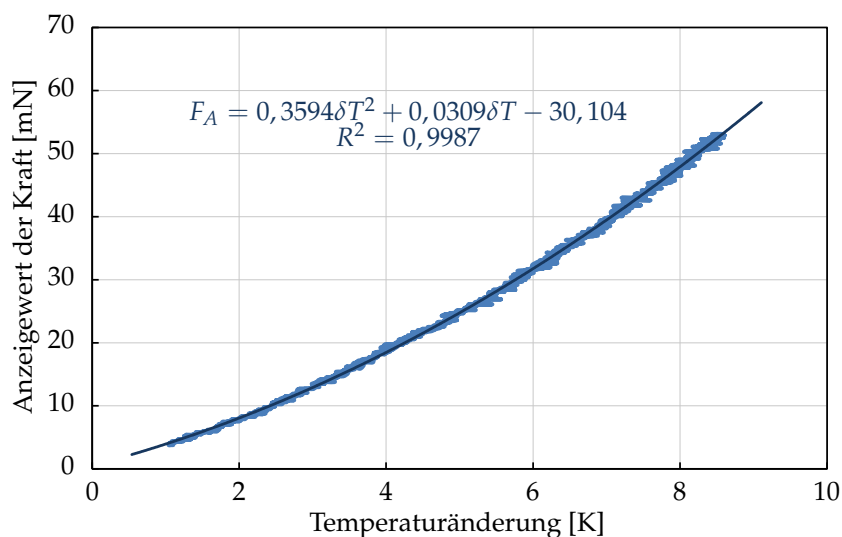


Abbildung 4.26: Diagramm zur Darstellung des Zusammenhangs zwischen der Temperatur des Permanentmagneten des Kraftmesssystems zur Änderung des Anzeigewertes der Kraft am Einzelfaserzugmodul

4.3.4 Zusammenfassung

Die Entwicklung des Verfahrens zur thermomechanischen Behandlung von beschichteten Einzelfasern wurde erfolgreich abgeschlossen. Eine Vakuum- und Spülkammer wurde dafür aufgebaut. Die mechanische Lastbeaufschlagung wird mit Hilfe des EFZM realisiert. Ein geeigneter Rohrheizer, welcher eine homogene Temperaturverteilung an der zu behandelnden Faser gewährleistet, steht ebenfalls zur Verfügung. Die Regelung der Behandlungstemperatur funktioniert ausgezeichnet. Mittels eines selbst geschriebenen LabView-Programms erfolgt die Regelung durch ein PID-Modul über einen PC. Zur dauerhaften und temperaturstabilen Fixierung der Fasern während der Behandlung kann Epoxydharz eingesetzt werden. Bis zu einer Behandlungstemperatur von 600 °C ist das Halten der Faser damit sichergestellt. Während der Wärmebehandlung kommt es zur Drift der Kraftanzeige. Diese begründet sich in der thermischen Ausdehnung der Grundplatte des EFZM. Die Ausdehnung bewirkt eine Dehnung des Kraftmessdrahtes und damit gleichzeitig der eingespannten Faser. Die Vorspannung beim Versuch muss daher mit steigender Temperatur kontinuierlich nachgeregelt und auf den festgelegten Ursprungswert zurück gefahren werden.

5 Entwicklung magnetoelastischer Dehnungssensoren auf Basis von Kohlenstoffeinzelfasern

5.1 Sensorprinzip magnetoelastischer C-Faser-Dehnungssensoren

5.1.1 Magnetostriktion

Als Magnetostriktion wird jegliche Änderung der Dimension eines Körpers durch Änderung seines magnetischen Zustandes bezeichnet. Dabei handelt es sich um einen bei prinzipiell allen magnetischen Werkstoffen beobachtbaren Effekt. Dieser ist jedoch bei ferromagnetischen Materialien am stärksten ausgeprägt. Das Brummen eines Transformators beruht bspw. auf der Magnetostriktion. Im magnetischen Wechselfeld dehnt sich der ferromagnetische Kern des Transformators aus bzw. zieht sich zusammen. Dies ist als Brummen wahrnehmbar. Die Magnetostriktion wurde 1842 von James Prescott JOULE bei Experimenten mit Eisenstangen und Eisendraht entdeckt (vgl. Abb. 5.1 a). Im Moment der Magnetisierung trat eine Längenänderung der untersuchten Probenstücke auf ($\lambda = 7,2 \cdot 10^{-5}$). Bei einer Stange mit rechteckigem Querschnitt (6,4 mm x 3,2 mm) und einem Draht (\varnothing 2,1 mm) zeigten sich vergleichbare Ergebnisse. Auch der Kern eines Elektromagneten dehnte sich um den gleich Faktor aus wie die länglichen Probestücke zuvor. JOULE schloss daraus, dass sich die Längenänderung proportional zur Stärke des Magnetfelds und zur Länge des magnetisierten Probenstücks verhält (Jou47, S. 77). Daraus leitet sich die Magnetostriktion λ (linear) nach Gleichung 5.1 aus der Längenänderung δl und der Ausgangslänge l ab. Diese direkte Kopplung zwischen magnetischer Änderung und mechanischer Wirkung wird aufgrund seines Entdeckers als JOULEsche Magnetostriktion bezeichnet.

$$\lambda = \frac{\delta l}{l} \quad (5.1)$$

Die Höhe der magnetostriktiven Längenänderung ist stark abhängig vom Werkstoff. Für bekannte ferromagnetische Materialien ist der Verlauf der Magnetostriktion in Abhängigkeit der Stärke des anliegenden Magnetfelds in Abbildung 5.1 b dargestellt. In ihrer Wirkung sind magnetostriktive Materialien in der Lage magnetische Energie in mechanische Energie umzuwandeln. Die Umwandlung ist auch in der entgegengesetzten Richtung möglich. Es kann entweder durch Magnetisierung eine Dehnung hervorgerufen werden oder infolge einer Dehnung ändert sich der magnetische Zustand des magnetostriktiven Materials. Es handelt sich um eine bidirektionale Kopplung der magnetischen und mechanischen Materialeigenschaften. Werkstoffe mit einer stark ausgeprägten Kopplung eignen sich durch ihre Wandlereigenschaft sehr gut sowohl als Sensoren und als Aktoren (CFD07, S. 1057).

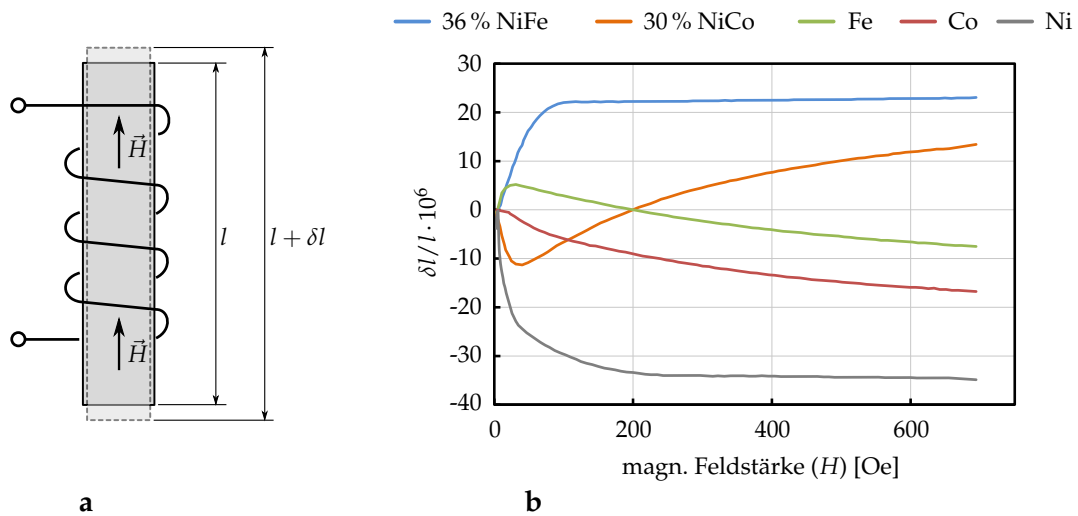


Abbildung 5.1: Magnetostriktion – **a** Längenausdehnung eines magnetostruktiven Materials durch Anlegen eines Magnetfelds (nach (CH00)), **b** Magnetostriktion einiger ferromagnetischer Materialien in Abhängigkeit vom anliegenden Magnetfeld (nach (Lee55))

Die Kopplung zwischen mechanischen und magnetischen Eigenschaften ist mit Hilfe einer thermodynamischen Beziehung zu beschreiben (Gleichungen 5.2). Danach ist das Verhältnis aus der Höhe der Änderung der Magnetostriktion $d\lambda$ und einem sich ändernden magnetischen Feld dH bei konstanter mechanischer Spannung gleich dem Verhältnis der Änderung der magnetischen Flussdichte dB bei sich ändernder Spannungsbelastung $d\sigma$ in einem konstanten Magnetfeld. Dieser Zusammenhang gilt allerdings nur für kleine reversible Änderungen der Magnetostriktion (Jil95, S. 1537).

$$\left(\frac{d\lambda}{dH}\right)_{\sigma} = \left(\frac{dB}{d\sigma}\right)_H \quad (5.2)$$

Eine umfassende Beschreibung der magnetostruktiven Kopplung ist mittels eines linearen Gleichungssystems möglich (s. Gleichungen 5.3 und 5.4). Mechanische Argumente (Dehnung ϵ , Spannung σ und E-Modul bei konstantem Magnetfeld E_y^H), magnetische Argumente (magnetische Induktion B , magnetische Permeabilität bei konstanter Spannung μ^{σ} und anliegendes Magnetfeld H) und die magnetomechanischen Koeffizienten $d = \delta\epsilon / \delta H|_{\sigma}$ und $d^* = \delta B / \delta \sigma|_H$ fließen in diesen Zusammenhang ein (CFD07, S. 1058).

$$\epsilon = \frac{\sigma}{E_y^H} + dH \quad (5.3)$$

$$B = d^*\sigma + \mu^{\sigma}H \quad (5.4)$$

Die magnetische Permeabilität μ kann durch Messung mit Hilfe elektrischer Verfahren, bspw. durch die definierte Festlegung der magnetischen Feldstärke H und die Messung der

Tabelle 5.1: Übersicht der magnetostriktiven Effekte

direkte Effekte	inverse Effekte
JOULEsche Magnetostriktion <i>Längenänderung durch Magnetisierung, konstantes Volumen</i>	VILLARI-Effekt <i>Veränderung der magn. Permeabilität infolge von mechanischen Spannungen</i>
ΔE -Effekt <i>magnetisch-induzierte Steifigkeitsänderung</i>	
WIEDEMANN-Effekt <i>Drehmoment durch spiralförmige magn. Anisotropie</i>	MATTEUCI-Effekt <i>spiralförmige magn. Anisotropie induziert durch Drehmoment</i>
Magnetovolumen-Effekt <i>Volumenänderung durch Magnetisierung (groß nahe T_C)</i>	NAGAOKA-HONDA-Effekt <i>Änderung der magn. Eigenschaften durch Volumenänderung</i>

magnetischen Flussdichte B , nach Gleichung 5.5 bestimmt werden. Damit lässt sich diese kontinuierlich überwachen und eine Sensorfunktion umsetzen (CFD07, S. 1058).

$$B = \mu H \quad (5.5)$$

In der Terminologie der Magnetostriktion sind unterschiedliche Begriffe mit verwandten Bedeutungen zu finden. Mit dem übergeordneten Adjektiv **magnetomechanisch** werden sämtliche Kopplungen zwischen mechanischen und magnetischen Eigenschaften eines Materials benannt. Zusätzlich zur magnetostriktiven Kopplung umfasst dies den gyromagnetischen Effekt, welcher hier nicht behandelt wird. Mit dem Wort **magnetostriktiv** werden beide Richtungen der oben beschriebenen Kopplung der Magnetostriktion bezeichnet. **Magnetoelastisch** wird häufig im Zusammenhang mit der sensorischen Anwendung der Magnetostriktion verwendet. Damit wird die inverse Kopplung von mechanischem Einfluss und magnetischer Reaktion, welche als VILLARI-Effekt bekannt ist, benannt. Neben den erwähnten Effekten existieren weitere Ausprägungen der magnetostriktiven Kopplung. Alle bekannten magnetostriktiven Effekte sind in Tabelle 5.1 zusammengefasst und kurz erläutert.

Ursache der Magnetostriktion Die magnetischen Eigenschaften ferromagnetischer Materialien, welche im Volumen bspw. als Nettomagnetisierung wahrnehmbar sind, resultieren aus der Summe der Spinnomente der Elektronen partiell gefüllter Schalen im Inneren der Atome dieser Materialien. Bezogen auf ein einzelnes Atom besitzen partiell gefüllte Orbitale eine Nettomagnetisierung. Die teilweise Besetzung eines Orbitals hat eine asphärische Form dessen zur Folge. Übertragen auf ein reales Material mit vielen benachbarten Atomen bleibt die Nettomagnetisierung dieser Orbitale nur erhalten, wenn die betroffenen Orbitale zudem durch ihre Lage nicht an Bindungen zu benachbarten Atomen beteiligt sind. Dies ist gewährleistet, wenn weiter außen liegende Orbitale ihre Elektronen mit Nachbaratomen teilen. Es können sich dann im Inneren keine Bindungsorbitale mit ausgeglichener Besetzung ausbilden. Aus diesem Grund behalten diese Orbitale ihre durch die partielle Füllung her-

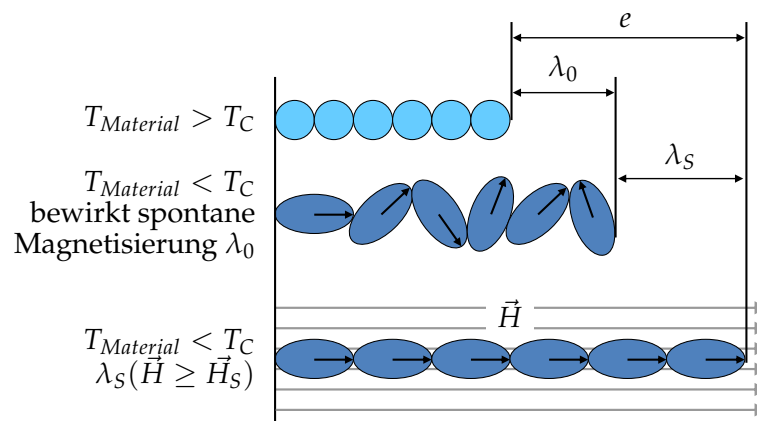


Abbildung 5.2: Schema zur Darstellung der Ursache der Magnetostriktion

vorgerufene Nettomagnetisierung sowie ihre asphärische, anisotrope Form. Das Ungleichgewicht partiell besetzter Orbitale führt damit zu einem magnetischen Gesamtmoment des Orbitals und des Atoms sowie zu einer asphärischen Form des Atoms bzw. Ions (CH00, S. 6–7). Bei Seltenen Erden ist dies besonders stark ausgeprägt. Die Übergangsmetalle zeigen ebenso diesen Effekt.

Die Richtung des magnetischen Gesamtmoments (Spinmoment des Atoms) ist dabei relativ mit der Form der anisotrop geformten Elektronenladungswolke (Orbitale) des Atoms verknüpft. Dadurch kommt es im Material zu einer Kopplung zwischen Magnetismus und Elastizität. Auf Elektronenniveau wird diese Verknüpfung als Spin-Bahn-Kopplung (engl. *spin-orbit coupling*) bezeichnet (CH00, S. 13). Diese Kopplung ist die Ursache für die Magnetostriktion.

Mikroskopisch lässt sich damit die magnetostriktive Kopplung als die Tendenz benachbarter Ionen zur Änderung ihrer Lage durch die Einwirkung eines Magnetfelds und die dadurch erzwungene Drehung des magnetischen Moments definieren (vgl. Abb. 5.2). Beim Anlegen eines äußeren Magnetfelds wird das magnetische Moment des Atoms ausgerichtet. Aufgrund der beschriebenen Kopplung dreht sich gleichzeitig die asphärische Elektronenladungswolke und damit das Atom. Parallel führen dies alle Atome des Materials aus. Die volumetrische Anordnung der Atome verändert sich dadurch und es kann eine makroskopische Längenänderung wahrgenommen werden. Dies ist quantitativ in der Änderung der elastischen Energie in Bezug zu einer definierten Drehung des magnetischen Moments zu erfassen. Umgekehrt wird eine Änderung der magnetischen Anisotropieenergie durch das Beaufschlagen mit einer definierten mechanischen Spannung erzeugt (CH00, S. 14–15).

Bei der Ausbildung einer magnetostriktiven Längenänderung wird zwischen der **spontanen Magnetostriktion** λ_0 , welche durch die spontane Ordnung der magnetischen Momente innerhalb der WEISSschen Bezirke bei Abkühlung unter CURIE-Temperatur T_C entsteht sowie der **feldinduzierten Magnetostriktion** λ_S durch ein angelegtes, äußeres Magnetfeld unterschieden (vgl. Abb. 5.2). Bei der spontanen Magnetostriktion erfährt jede Domäne eine definierte Längenänderung. Da die Orientierung der magnetischen Momente der einzelnen Domänen (WEISSschen Bezirke) nach der Abkühlung bei einem isotropen Material ungeordnet und zufällig verteilt vorliegt, kommt es nur zu einer geringfügigen

Längenänderung dieses Materials. Erst durch ein äußeres Magnetfeld werden die magnetischen Momente einheitlich ausgerichtet. Ein entsprechend starkes Feld (Sättigungsfeld) erreicht eine einheitliche bzw. maximale magnetostriktive Längenänderung (vgl. Abb. 5.2).

Die Magnetostriktion der Elemente der Seltenen Erden ist im Vergleich der ferromagnetischen Materialien besonders stark ausgeprägt. Die Ursache dafür ist in der Stärke der magnetostriktiven Kopplung zu suchen. Die Masse des Atomkerns hat unter Zuhilfenahme des einfachen, aber in diesem Fall ausreichenden BOHRschen Atommodells einen Einfluss auf die Zentripedalkraft und damit die Geschwindigkeit der Elektronen. Eine hohe Geschwindigkeit der Elektronen bedingt gleichzeitig eine starke Spin-Bahn-Kopplung. Diese wiederum sorgt für eine starke Kopplung zwischen magnetischem Gesamtmoment und Gesamtelektronendichte auf atomarer Ebene. Da die Elemente der Seltenen Erden einen massereichen Kern besitzen, weisen die Elektronen des partiell gefüllten 4f-Orbitals, welches bei den Seltenen Erden für die ferromagnetischen Eigenschaften verantwortlich ist, eine hohe Geschwindigkeit und damit eine starke Spin-Bahn-Kopplung auf. Darin begründet sich deren ausgeprägte Magnetostriktion (CH00, S. 13–14).

5.1.2 Villari-Effekt

In Bezug auf die Entwicklung magnetoelastischer C-Faser-Dehnungssensoren ist der VILLARI-Effekt am bedeutsamsten. Emilio VILLARI fand heraus, dass das Ziehen an einem Stahl- bzw. Eisenstab, welcher in einer Magnetisierungsspirale angeordnet ist, je nach Anordnung eine Verminderung oder Steigerung der Magnetisierung der Spirale innerhalb bestimmter Grenzen bewirkt (Vil65, S. 121). Invers zum JOULE-Effekt wird durch eine mechanische Spannung eine Veränderung der Magnetisierung oder eine Änderung der magnetischen Permeabilität im Material hervorgerufen. Diese Änderungen können leicht erfasst werden. Nach einer Kalibrierung entlang unterschiedlicher Belastungsstärken ist es möglich die Höhe der mechanischen Spannung, die Stärke der Dehnung bzw. der angreifenden Kraft zu messen. Basierend auf diesem Effekt ist die Realisierung von Dehnungssensoren sehr gut möglich (CFD07, S. 1058). Abgeleitete Messverfahren zeigen eine sehr hohe Sensitivität gegenüber Dehnungen (BARG06).

5.1.3 Messprinzipien zur Erfassung von Dehnungen

Ein stark magnetostriktives Material sollte nach Gleichung 5.2 ebenso eine starke magnetische Permeabilitätsänderung bei mechanischer Belastung zeigen (Jil95, S. 1537). Diese Permeabilitätsänderung kann durch unterschiedliche Verfahren in elektrische Größen transformiert und damit erfasst werden. Dazu bieten sich das Schwingkreis- und das Transformator-Prinzip an. Beide Prinzipien sind als Schaltkreis-Schemen in Abbildung 5.3 dargestellt.

Mittels einer Spule, deren Leiter N_S Windungen besitzt und eine Länge L_S aufweist, kann durch Hindurchleiten eines konstanten Stroms I ein konstantes Magnetfeld nach Gleichung 5.6 erzeugt werden (CFD07, S. 1058).

$$H = \frac{N_S I}{L_S} \quad (5.6)$$

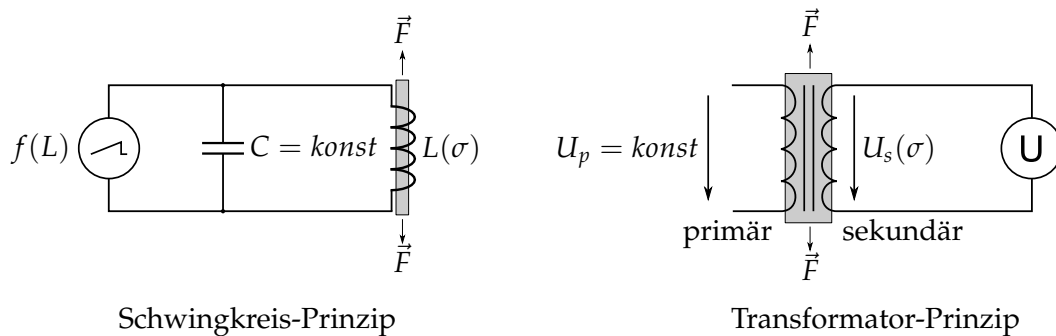


Abbildung 5.3: Messprinzipien zur Erfassung von Dehnungen mittels VILLARI-Effekt – beim **Schwingkreis-Prinzip** führt die Änderung der Induktivität L infolge der Änderung der magnetischen Permeabilität durch eine angreifende Kraft \vec{F} bei konstanter Kapazität C zur Verschiebung der Kreisfrequenz f proportional zur Kraft \vec{F} , beim **Transformator-Prinzip** ändert sich durch die Änderung der magnetischen Permeabilität infolge einer Krafteinwirkung \vec{F} bei konstant gehaltener Primärspannung U_p die Sekundärspannung U_s proportional zur Kraft \vec{F}

Die induzierte Spannung U_i in einem Leiter ergibt sich nach dem FARADAY-LENZ-Gesetz der elektromagnetischen Induktion durch die Wirkung eines magnetischen Flusses $\phi = BA_S$ in einer Fläche A_S nach Gleichung 5.7 (CFD07, KMR08).

$$U_i = -N_S \frac{d\phi}{dt} = -N_S A_S \frac{dB}{dt} \quad (5.7)$$

Beim **Transformator-Prinzip** wird auf Grundlage der Gleichung 5.7 durch Messung der induzierten Spannung in einer Sekundärspule die magnetische Flussdichte abgeleitet. Bei Veränderung der magnetischen Permeabilität μ durch die mechanische Belastung eines magnetostriktiven Materials, welches als magnetischer Kern der Transformatoranordnung dient, und bei konstant gehaltenem, anliegenden Magnetfeld H (Gl. 5.6), welches von einer Primärspule erzeugt wird, kann mittels des Gleichungssystems 5.3 und 5.4 direkt auf die Höhe der anliegenden Belastung geschlossen werden. Dies ermöglicht den Aufbau eines Dehnungssensors nach dem Transformator-Prinzip. Die Sekundärspulen werden dabei häufig als detektierende, empfangende oder wahrnehmende Spulen bezeichnet (CFD07, S. 1058).

Beim **Schwingkreis-Prinzip** wird die Änderung der Kreisfrequenz als Messgröße zur Erfassung der Änderung der magnetischen Permeabilität eines magnetostriktiven Materials genutzt. Die Resonanzkreisfrequenz eines Parallelschwingkreises wird durch die Größe der Kapazität C_p sowie der Induktivität L_p , welche sich im Schwingkreis befinden, festgelegt. Die Resonanzfrequenzen ergeben sich dafür nach der Gleichung 5.8 (Wei13, S. 110).

$$\begin{aligned} \omega_0 &= \frac{1}{\sqrt{C_p L_p}} \\ f_0 &= \frac{1}{2\pi \sqrt{C_p L_p}} \text{ mit } \omega_0 = 2\pi f_0 \end{aligned} \quad (5.8)$$

Die Induktivität L einer kernlosen Zylinderspule der Länge l mit N Windungen und einer Fläche sämtlicher Windungen $N \cdot A$ ($l \gg r$) kann nach Gleichung 5.9 ermittelt werden (KMR08, S. 367–368). Um die Verbindung zwischen Permeabilitätsänderung μ als eigentliche magnetostruktive Wirkung und der Kreisfrequenz als Messgröße zu zeigen, ist die Formel beispielhaft angeführt. Für die Spule des magnetoelastischen C-Fasersensors kann sie nicht angewendet werden.

$$L = N^2 \cdot \frac{\mu A}{l} \quad (5.9)$$

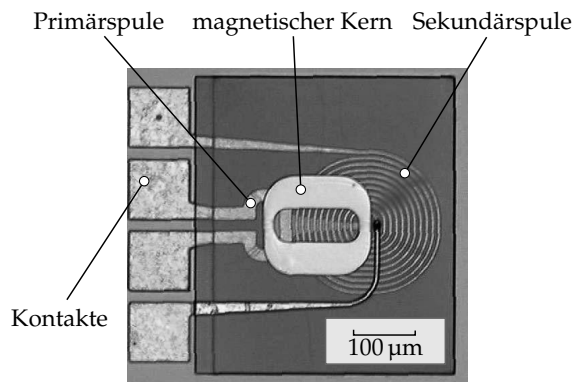
Die mechanische Belastung eines als Spulenkern eingesetzten magnetostruktiven Materials bewirkt die Änderung der magnetischen Permeabilität dieses Materials. Dies hat die Änderung der Induktivität der im Schwingkreis befindlichen Spule zur Folge. Dadurch wird wiederum eine Änderung der Resonanzfrequenz hervorgerufen. Diese Frequenzänderung kann erfasst werden und ist ein Maß für die mechanische Belastung.

5.1.4 Stand der Anwendung der Magnetostruktion

Für die Anwendung magnetostruktiver Materialien bestehen verschiedene Anforderungen. So sollten die verwendeten Werkstoffe eine hohe intrinsische, magnetoelastische Kopplung (Spin-Bahn-Kopplung) besitzen und die CURIE-Temperatur des Werkstoffs muss ausreichend hoch über der Anwendungstemperatur liegen. Im paramagnetischen Zustand würden sonst die magnetostruktiven Eigenschaften verloren gehen. Eine hohe Magnetisierbarkeit des Materials ist ebenso eine notwendige Voraussetzung. Die Auslenkung der Momente erfolgt beim direkten Effekt über ein magnetisches Feld und die Auslenkbarkeit ist abhängig von der Magnetisierbarkeit des Materials und damit entscheidend für den Energietransfer von magnetischer zu elastischer Energie. Außerdem wird eine geringe Koerzitivfeldstärke (weichmagnetische Materialien - geringe Hysterese und Magnetisierbarkeit mit geringen magnetischen Feldstärken) empfohlen. Dies kann über die Einstellung einer geringen magnetischen Anisotropie im Werkstoff (bei Si-dotierten Eisenlegierungen oder amorphem Eisen bzw. metallischen Gläsern) erzielt werden (CH00, S. 28–29).

Das Anwendungsspektrum der Magnetostruktion erstreckt sich im Bereich der Sensoren von Dehnungssensoren, Spannungssensoren, Drehmomentsensoren über Wegmesssysteme bis zu Bio-Sensoren (BABG06, Bau06, MTS13, WLH, WSH⁺07). Als aktorische Anwendungen sind Ventile, die Erzeugung von Ultraschall oder Sonar-Signalen, der Einsatz als aktiver Schwingungsdämpfer (vgl. Abb. 5.4) und die Verwendung in Laserscannern zur Spiegel-Auslenkung bekannt. Ausgewählte Sensoranwendungen werden im Folgenden dargestellt.

Die Einspritzmengenkorrektur der Treibstoffeinspritzsysteme für Dieselmotoren ist ein weiteres Anwendungsfeld für magnetostruktive Sensoren. Die Erfassung des Drucks im Inneren von Treibstoffleitungen ist für diesen Zweck relevant. Um dies zu erreichen sind nach dem Transformator-Prinzip zwei Erregerspulen in Reihe geschaltet. Diese dienen zur Vormagnetisierung des magnetoelastischen Materials der Druckleitungen. Eine Druckänderung im Leitungsinnen verursacht nun eine mechanische Spannungsänderung. Diese bewirkt ihrerseits eine Änderung der magnetischen Permeabilität.



Mikrotransformator



Schwingungsanreger

Abbildung 5.4: Anwendungsbeispiele der Magnetostriktion – Mikrotransformator zur Dehnungsmessung (BABG06, S. 41) und Schwingungserzeuger bspw. zur aktiven Schwingungsdämpfung (Ced12)

Mit Hilfe einer Sekundärspule zwischen den beiden Erregerspulen wird diese Änderung als Variation der induzierten Spannung erfasst (Bau06).

Ein kontaktloser Drehmoment-Messsensor wird von ABB unter Ausnutzung magnetostriktiver Eigenschaften einer rotierenden Welle angeboten. Die Anregung der Welle erfolgt durch Strom in einer primären Spule. Die bei Torsion auftretende Permeabilitätsänderung wird durch eine Sekundärspule aufgenommen (WLH).

Die Realisierung eines Dehnungssensors auf Basis des VILLARI-Effekts wurde durch den Aufbau eines Mikrotransformators mit magnetostriktivem Kern nach dem Transformator-Prinzip ermöglicht (vgl. Abb. 5.4. Wird das Substratmaterial gedehnt, erfährt das magnetostriktive Kernmaterial eine ebenso hohe Dehnung. Dies bewirkt eine Änderung der magnetischen Permeabilität des Kerns, welche sich durch eine Änderung der Spannung der Sekundärspule des Mikrotransformators bemerkbar macht. Für diesen Dehnungssensor wurde ein k-Faktor von 1500 nachgewiesen (BABG06, S. 41). Für die Einbettung in Faserverbunde birgt die planare Form die bereits diskutierten Nachteile (vgl. Abschnitt 1.3.1) und ist nicht zur Integration in verstärkte Kunststoffe geeignet.

5.1.5 Magnetoelastische Fasersensoren

Das Wirkprinzip der magnetoelastischen C-Faser-Dehnungssensoren beruht auf dem bereits beschriebenen VILLARI-Effekt. Die C-Faser an sich weist keine magnetostriktiven Eigenschaften auf. Durch eine entsprechende Beschichtung wird die Faser magnetoelastisch funktionalisiert. Die Änderung der magnetischen Permeabilität der Schicht bei Dehnung des Verbundes aus Faser und Schicht kann prinzipiell mit beiden Messprinzipien (Schwingkreis- und Transformator-Prinzip) erfasst werden.

Zur Prüfung der Machbarkeit dieser Messprinzipien wurden Vorversuche an Faserbündeln durchgeführt. Dazu erfolgte der Aufbau eines Faserbündelsensors im Maßstab

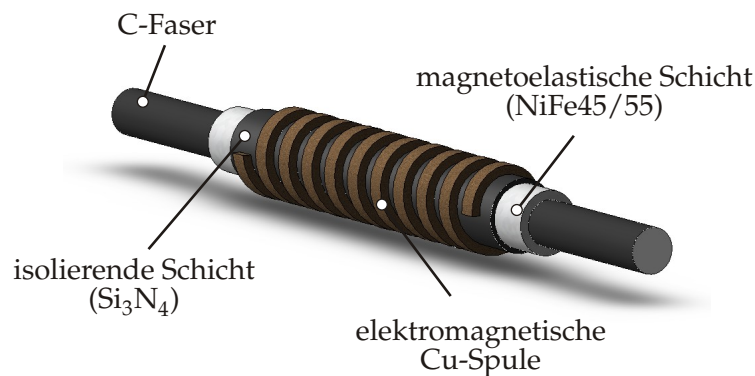


Abbildung 5.5: Aufbau des magnetoelastischen C-Faser-Dehnungssensors

1000:1 nach dem Transformator-Prinzip. Ein Faserbündel mit 1000 Filamenten wurde galvanisch mit einem magnetoelastischen Material (NiFe45/55-Legierung) beschichtet und darum elektrisch isoliert. Anschließend diente ein dünner Messingdraht (\varnothing 60 μm), welcher um das vorab beschichtete Bündel gewickelt wurde, als Zylinderspulenmaterial. Die dazu notwendige Erregerspule erhielt 20 und die Messspule 30 Windungen. Die Messungen wurden bei einer Erregerspannung von 500 mV und bei der Erregerfrequenz von 1 MHz durchgeführt. Bei einer Last von 3,5 N/mm² konnte im Vergleich zum unbelasteten Zustand eine Änderung der induzierten Spannung von 100 mV erfasst werden (DGM⁺07, S. 218). Die grundsätzliche Machbarkeit des Prinzips war damit als Voraussetzung zur weiteren Fortsetzung der Entwicklung magnetoelastischer C-Faser-Dehnungssensoren auf Basis von C-Einzelfasern gegeben.

Für die Entwicklung der Einzelfasersensoren wurden für beide Messprinzipien zunächst FE-Modelle aufgestellt. Anhand dieser Modelle erfolgte eine magnetoelastische FEM-Simulation. Beim Modell nach dem Transformator-Prinzip zeigte sich lediglich eine geringe Änderung der induzierten Spannung (wenige 10⁻³ V bei einer Dehnung von 0,7 %). Zur Umsetzung einer sinnvollen Dehnungsmessung ist die Spannungsänderung zu gering (BG09). Daher wurde für die Entwicklung der Einzelfasersensoren nur das Schwingkreis-Prinzip verfolgt.

5.2 Aufbau des Sensors und Herstellungsverfahren

5.2.1 Aufbau des Sensors

Der prinzipielle Aufbau des magnetoelastischen C-Faser-Dehnungssensors ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Grundlage für den Sensoraufbau ist eine C-Einzelfaser. Diese Faser mit einem möglichst kreisförmigen Querschnitt wird mit einem Schichtsystem zur Realisierung der Sensorfunktionen ausgestattet. Die C-Faser hat dabei einen Durchmesser von ca. 7 μm . Als erste funktionale Schicht dient eine NiFe-Legierung (45 % Ni und 55 % Fe – NiFe45/55). Diese verhält sich magnetostriktiv und zeigt einen für Dehnungssensorenanwendungen ausreichend starken VILLARI-Effekt (BARG04). Zudem besitzt NiFe45/55 im Vergleich zu anderen Legierungszusammensetzungen aus Ni und Fe eine hohe magnetische Sättigungsflussdichte (Gat04). Wie schon in Abschnitt 5.1.4 beschrieben, ist dies eine

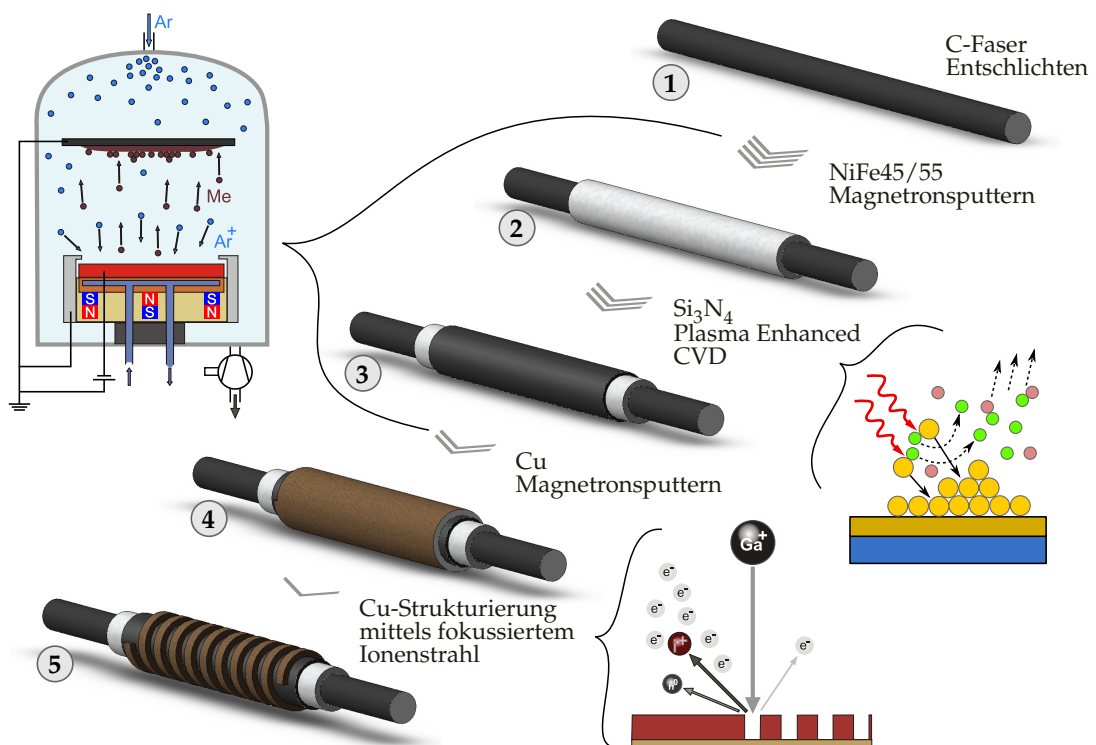


Abbildung 5.6: Verfahrensschritte zur Herstellung magnetoelastischer C-Faser-Dehnungssensoren

wichtige Voraussetzung für die magnetische Auslenkbarkeit der anisotrop geformten Elektronenladungswolke.

Der magnetoelastischen Schicht folgt eine elektrisch isolierende Schicht. Im Fall des dargestellten Aufbaus wurde Si₃N₄ als Schichtmaterial gewählt (vgl. Abb. 5.5). Al₂O₃, SiO₂ sowie Polymere (bspw. Epoxydharz-basiertes SU-8) sind ebenfalls als Schichtmaterialien zur Erzielung einer elektrischen Isolierung zur metallischen NiFe45/55-Lage denkbar. Die isolierende Schicht muss zur Gewährleistung der Isolationswirkung frei von Fehlstellen und Nadellöchern sein. Sie muss zudem die NiFe-Schicht vollständig bedecken. Zur grundsätzlichen Komplettierung der magnetoelastischen Funktionalisierung ist auf der Oberfläche des Sensors eine Zylinderspule aus Cu angeordnet. Deren geschlossener Leiterzug verläuft spiralförmig umlaufend auf der isolierenden Zwischenschicht. Durch die Isolationsschicht wird der elektrische Kontakt zwischen den einzelnen Windungen über die darunter liegende metallische Schicht verhindert und somit die Spulenfunktion gewährleistet. Der beschriebene Sensoraufbau ist für eine Einbettung in GFK geeignet. Um im Fall einer Einbettung in CFK die Wirksamkeit der Spule zu garantieren, ist das Aufbringen einer weiteren, elektrisch isolierenden Schicht auf der Spule erforderlich.

5.2.2 Herstellungsverfahren

Die einzelnen Schritte der Herstellung des magnetoelastischen C-Faser-Dehnungssensors sind in Abbildung 5.6 entsprechend ihrer Reihenfolge dargestellt. Im ersten Schritt wird die

C-Faser thermisch oder durch Auflösung in Aceton entschlichtet und anschließend vereinigt. Somit steht die Kernfaser als Substrat für die Beschichtungen zur Verfügung (vgl. Abb. 5.6 ①). Die C-Faser wird anschließend mittels verschiedener Verfahren der Gasphasenabscheidung stufenweise beschichtet. Dünnschichttechnische Prozesse bieten zur Beschichtung eine Vielzahl an Schichtmaterialien und die gezielte Einstellung von Schichteigenschaften. Die NiFe45/55-Schicht wird durch Kathodenzerstäubung, ein PVD-Verfahren, aufgebracht (vgl. Abb. 5.6 ②). Das Aufbringen der elektrisch isolierenden Zwischenschicht aus Si_3N_4 erfolgt mittels der Plasma-unterstützten chemischen Gasphasenabscheidung (PECVD) (vgl. Abb. 5.6 ③). Zur Abscheidung der Kupferschicht, welche anschließend zur Kupferspule strukturiert wird, kommt ebenfalls die Kathodenzerstäubung zum Einsatz (vgl. Abb. 5.6 ④). Aus der Kombination von Kathodenzerstäubung und PECVD ergibt sich die Fertigung eines Dreischichtsystems. Die Mikrostrukturierung der Kupferschicht zur Spule wird dann mit Hilfe eines fokussierten Ionenstrahls in einer Focused Ion Beam (FIB)-Anlage realisiert (vgl. Abb. 5.6 ⑤). Abschließend erfolgt die Kontaktierung der Spule.

DC-Magnetronzerstäubung zur Abscheidung von NiFe45/55 und Cu

Die Gleichspannungs(DC)-Magnetronzerstäubung ist ein Kathodenzerstäubungsverfahren und gehört zu den PVD-Verfahren, welche zur Abscheidung dünner Schichten eingesetzt werden. Die Kathodenzerstäubung hat, wie alle PVD-Verfahren, drei Teilschritte im kontinuierlichen Prozessverlauf. Die grundlegenden Prozessschritte sämtlicher PVD-Verfahren (nach BUNSHAH) sind erstens die Erzeugung der Dampfteilchen, zweitens der Transport dieser Teilchen von der Quelle zum zu beschichtenden Substrat sowie zuletzt das Schichtwachstum auf dem Substrat (ER90, S. 10). Der wesentliche Unterschied zur Differenzierung der einzelnen PVD-Verfahren liegt in der Art der Erzeugung der Dampfteilchen. Verdampfung, Zerstäubung oder Zersetzung sind mögliche physikalische Prozesse zur Freisetzung von Dampfteilchen. Bei der Kathodenzerstäubung werden Dampfteilchen durch Ionen- oder Neutralteilchenbeschuss des zunächst als Vollmaterial vorliegenden Beschichtungswerkstoffes, des sog. Targets, freigesetzt. Das Target ist im Prozess als Kathode geschaltet. Dieser Vorgang ist dabei namensgebend für die Kathodenzerstäubung.

Bei der Teilchenfreisetzung der Kathodenzerstäubung handelt es sich um einen kalten Materialabtrag des Schichtmaterials, welches als Target vorliegt (vgl. Abb. 5.7). Dies bedingt geringere Substrattemperaturen während der Abscheidung (BKM3, S. 43–44). Um eine Materialabstäubung zu erzielen, muss die Oberflächenbindungsenergie des Targetmaterials durch die auftreffenden Ionen oder Neutralteilchen überschritten werden. Die erforderliche Schwellenenergie E_T ist abhängig vom Energieübertragungsfaktor beim Stoß und der Oberflächenbindungsenergie des Targetmaterials. Für den Beschuss mit Ar^+ -Ionen liegt die Schwellenenergie E_T für die gebräuchlichen Targetmaterialien im Bereich zwischen 15 eV und 35 eV.

Bei der Kathodenzerstäubung wirkt ein Plasma als Freisetzungquelle. Eine Gasentladung kann bei einem Arbeitsdruck zwischen 10^{-1} Pa und 10 Pa mit Gleichspannung oder Hochfrequenz-Spannung erzeugt werden. Eine Gleichspannung kann nur bei leitfähigen Targetmaterialien ein Plasma hervorbringen. Zur Zerstäubung von Isolatormaterialien wird eine Hochfrequenz-Spannung benötigt. Durch das Anlegen einer Hochspannung zwischen

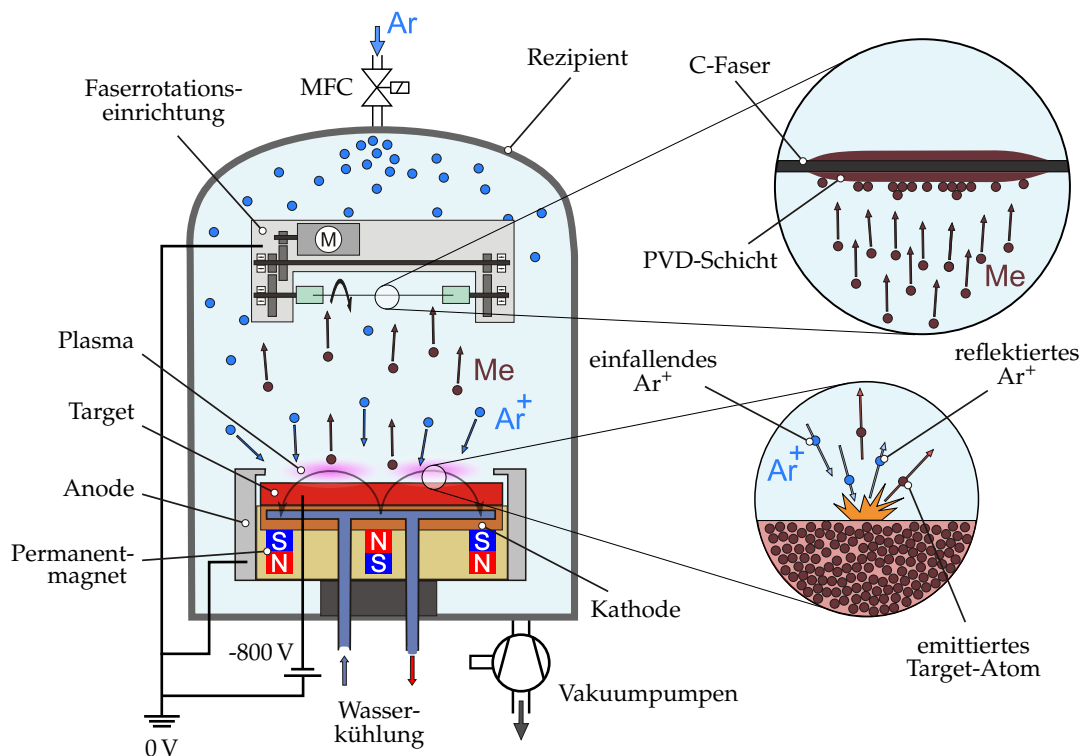


Abbildung 5.7: Prinzip des PVD-Verfahrens DC-Magnetronzerstäubung zur Abscheidung von NiFe45/55 und Cu – zu beschichtende C-Faser wird mittels Rotations-einrichtung über dem Magnetron (Target, Anodenring, Kathode, Permanentmagnete) rotiert, Beschichtungsmaterial wird durch Aufprall von Ar^+ -Ionen freigesetzt und bewegt sich zur C-Faser (nach (Rhe07, Con10))

Kathode (Target) und äußerem Anodenring wird eine Ionisierung des in eine Vakuumkammer (Rezipient) eingeleiteten Argons erreicht (vgl. Abb. 5.7). Die Ionen werden in Richtung der Targetoberfläche beschleunigt. Durch den Zusammenstoß werden Targetteilchen freigesetzt. Aufgrund ihrer kinetischen Energie können sich diese freigesetzten Teilchen in Richtung Substrat bewegen und sich dort abscheiden. Es treten zudem starke Wechselwirkungen zwischen den abgestäubten Teilchen und dem Restgas bzw. dem Plasma auf. Die Magnetronzerstäubung unterscheidet sich von der reinen Kathodenzerstäubung durch den Einsatz von Permanent- oder Elektromagneten zur Erhöhung der Wechselwirkung des Zerstäubungsvorgangs. Angeordnet auf der vom Zerstäubungsprozess abgewandten Seite des Targets sorgt das erzeugte Magnetfeld für eine gerichtete Ablenkung der geladenen Teilchen, insbesondere der freien Elektronen. Dadurch wird eine erhöhte Elektronendichte über dem Target bewirkt, die Ionisierung verstärkt und die Zahl der Stoßvorgänge sowie der freigesetzten Teilchen gesteigert.

Bei der Magnetronzerstäubung kann eine Beschichtungsrate von bis zu 500 nm/min erreicht werden (ER90, S. 15–16). Im Vergleich aller PVD-Verfahren ermöglicht die Zerstäubung die höchste Materialvielfalt abscheidbarer, dünner Schichten. Aufgrund des kalten Materialabtrags können die Magnetrons zudem in allen Raumrichtungen frei angeordnet werden. Der Einbau mehrerer Magnetrons mit gleichen oder verschiedenen Target-

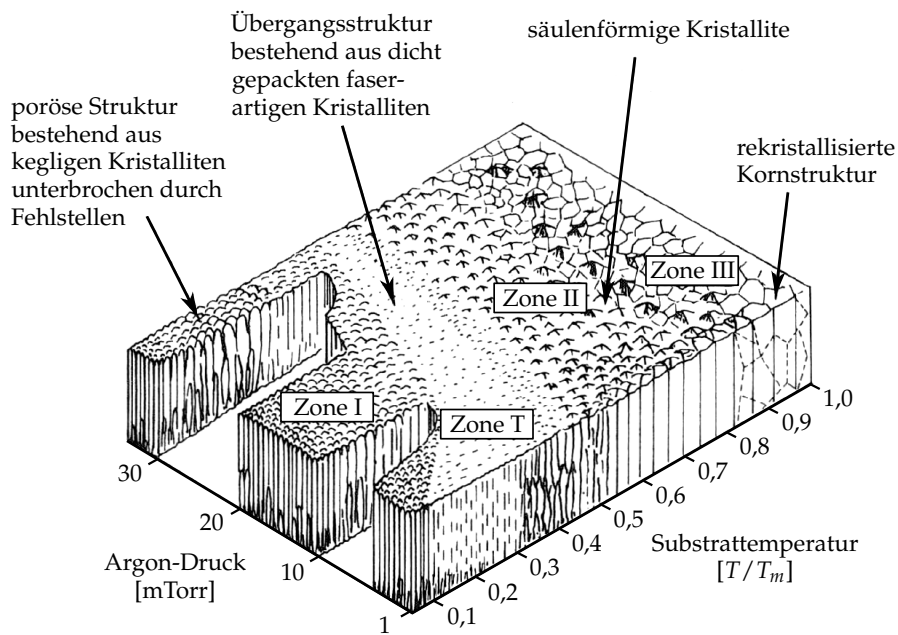


Abbildung 5.8: Temperaturzonenmodell zum Einfluss des Argon-Drucks und der Temperatur auf die Ausbildung der Kristallitstruktur bei der PVD nach THORNTON (Tho74)

materialien ist ebenfalls möglich. Verbindung oder Legierungen können auf diese Weise im Prozess entstehen (BKM3, S. 58–59). Durch diese Vorzüge der Magnetronzerstäubung hat sie die größte Bedeutung bei den industriellen Zerstäubungsprozessen. Sie ist gut geeignet für die Abscheidung von Schichten mit Dicken im Mikrometerbereich. Hingegen ist die konventionelle Plasmazerstäubung nur für geringe Schichtdicken geeignet. Die Ionenstrahlzerstäubung hat im Vergleich der Zerstäubungsverfahren die geringsten Aufwachsraten (ER90, S. 49).

Die Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten können durch die Prozessparameter stark beeinflusst werden. Die Schichthaftung und die Schichtspannung sind bspw. abhängig vom Ionisierungsgrad und vom Argonpartialdruck. Ein relativ hoher Argonpartialdruck bedingt dabei eine poröse Gefügestruktur. Ein niedrigerer Argonpartialdruck hat eine dichte Gefügestruktur zur Folge (BKM3, S. 45). Den größten Einfluss auf die Gefügebildung hat die Temperatur des Substrats während des Abscheidungsprozesses. Diese wirkt sich sehr stark auf die Wachstumskinetik der Kristallite aus. Zur Darstellung der Abhängigkeit zwischen der Temperatur und der Art des Kristallwachstums haben MOVCHAN und DEMCHISHIN ein Modell aufgestellt (MD69). Eine Abhängigkeit von der Abscheiderate haben sie nicht gefunden. Das Modell wurde durch THORNTON später um den Einfluss des Argon-Drucks erweitert (s. Abb. 5.8).

Das Modell von MOVCHAN und DEMCHISHIN unterteilt die Art des Kristallwachstums in drei Zonen in Abhängigkeit von der Substrattemperatur als dem Verhältnis aus dieser zur Schmelztemperatur des Schichtmaterials (T/T_m). In **Zone I** ($T/T_m < 0,25 - 0,3$) bilden sich kegelförmige Kristallite mit gewölbten Kuppen. Deren Breite nimmt mit der Temperatur zu. In **Zone II** ($0,25 - 0,3 < T/T_m < 0,45$) dominieren säulenförmige Körner. Die

Schicht hat eine glatte und matte Oberfläche. Die Struktur der **Zone III** ($T/T_m > 0,45$) bringt äquiaxiale Körner hervor. Die Schichtoberfläche ist spiegelnd (MD69, S. 653). Untersuchungen von THORNTON ergaben für dieses Modell drei markante Abweichungen. Es existiert eine zusätzliche Übergangszone (**Zone T**) zwischen Zone I und Zone II, in welcher dicht gepackte, nadelförmige Körner vorliegen. Diese tritt insbesondere bei niedrigem Ar-Druck auf. Die säulenförmigen Körner der Zone II sind facettiert. Das Auftreten äquiaxialer Körner wurde zudem nicht bestätigt (Tho74, S. 666). Das korrigierte Modell von THORNTON ist in Abbildung 5.8 zu sehen.

Drei wesentliche Mechanismen sind in Abhängigkeit vom Verhältnis T/T_m für das Wachstumsverhalten verantwortlich. Beim Aufbau von PVD-Schichten interagieren dabei die Abschattung, die Diffusion adsorbierter Atome in Verbindung mit Oberflächen- und Volumenrekristallisation sowie das Kristallwachstum. Zu einer Abschattung kommt es, wenn sich bei der Keimbildung aufgrund der Abscheidungsbedingungen große Agglomerate formieren. Höher liegende Flächen empfangen dann einen größeren Materialzustrom als Flächen im Tal. Dies führt auch bei hohen T/T_m zu porösen Strukturen, offenen Korngrenzen oder Fehlstellen. Ab T/T_m von ca. 0,7 wird die Wirkungsweise der Abschattung durch eine verstärkte Diffusion adsorbierter Atome reduziert. Es kommt zu einer Oberflächenrekristallisation und einem Wachstum entlang bevorzugter Kristallebenen. Rekristallisation konnte bereits ab T/T_m von ca. 0,4 beobachtet werden. Höchste Korndichten können bei T/T_m zwischen 0,7 und 0,8 erzielt werden. Sehr hohe Substrattemperaturen ($T/T_m \sim 0,9$) bedingen die Bildung breiter, säulenförmiger Kristallite. Kristallwachstum und Rekristallisation dominieren bei so hohen Temperaturen den Schichtbildungsprozess. Eine im Anschluss an eine Beschichtung durchgeführte, vierstündige Wärmebehandlung bei $T/T_m = 0,9$ bewirkt bei allen Schichten ebenso eine starke Rekristallisation und ein Kornwachstum (Tho75).

Die zur Abscheidung von Cr, NiFe45/55 und Cu verwendeten PVD-Anlagen sind mit planaren Magnetrons ausgestattet. Die Abscheidung ist daher gerichtet. Um eine allseits gleichmäßige Schichtdicke beim PVD-Beschichten zu erzielen, wurden aus diesem Grund unterschiedliche Methoden zur Drehung der Faser eingesetzt. Bei der einfachsten Methode wird die Faser mittels einer Trägervorrichtung (**Dreieckshalter**) zweifach gewendet und jeweils von drei Seiten beschichtet. Die Trägervorrichtung besteht aus zwei gleichseitig, dreieckigen Seitenwänden und einem diese beiden Wände verbindenden Stabelement. Die Stirnflächen der Seitenwände dienen jeweils als Standfläche. Durch Drehen der Vorrichtung auf die jeweils nächste Stirnfläche wird eine allseitige Beschichtung der Fasern erreicht. Die Drehung erfolgt von Hand, bei abgeschaltetem Prozess und damit unter Luftatmosphäre. Bei der zweiten Methode kam eine Faseroationseinrichtung (**Rotationshalter**) zum Einsatz. Diese ist schematisch in Abbildung 5.7 im Rezipienten zu sehen. Einzelfasern können darin fixiert und um ihre eigene Achse bei unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten rotiert werden.

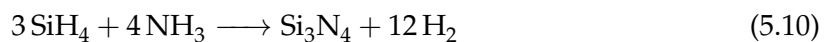
Die für hochwertige Schichten verwendeten Prozessparameter zur Abscheidung von Cr, NiFe45/55 und Cu sind in Tabelle 5.2 zusammengefasst. Diese Parameter wurden in Kombination mit dem Rotationshalter erfolgreich eingesetzt. Die Abscheidung erfolgte in einer Senvac-Kathodenzerstäubungsanlage am IMPT Hannover.

Tabelle 5.2: Prozessparameter zur Abscheidung von Cr, NiFe45/55 und Cu mittels DC-Magnetronspütern (Tap11)

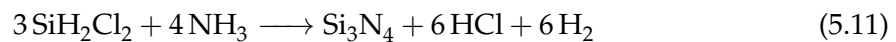
Prozessparameter	Cr	NiFe45/55	Cu
Leistung [W]	100	200	200
Volumenstrom Ar [sccm]	50	50	50
Druck [10^{-3} mbar]	8	8	8
Temperatur [°C]	40	40	40
Bias [V]	1470	1000	-
Abscheiderate [nm/min]	8,9 - 13,4	3,6 - 3,9	7,0 - 7,8

Plasma-unterstützte chemische Gasphasenabscheidung von Si_3N_4

Siliziumnitrid (Si_3N_4) bietet sich als Isolatormaterial für den magnetoelastischen Fasersensor an. Die Beschichtungsprozesse für deren Abscheidung sind sehr gut kontrollierbar, es ist möglich sehr reine Schichten zu erzeugen und dabei eine gleichmäßige sowie allseitige Beschichtung zu gewährleisten. Dies sind sehr gute Voraussetzungen zur Herstellung von Schichten mit ausgezeichneten elektrischen Eigenschaften (Lüd12). Die Abscheidung von Si_3N_4 kann durch eine chemische Reaktion von Silan SiH_4 und Ammoniak NH_3 mittels unterschiedlicher CVD-Prozesse erreicht werden. Die Reaktion läuft dann generell nach Gleichung 5.10 ab. In Form einer thermisch induzierten Reaktion kann die Abscheidung bei atmosphärischem Druck mit Stickstoff (bei etwa 650°C) oder Wasserstoff (bei etwa 1000°C) als Trägergas ablaufen (AF86).



Diese hohen Temperaturen schränken das Anwendungsspektrum dieser Prozess stark ein. Für die Abscheidung des als Isolatorschicht benötigten Si_3N_4 beim magnetoelastischen Fasersensor sind so hohe Temperaturen ungeeignet. Diese würden eine Schädigung der NiFe45/55-Schicht verursachen. Die Abscheidung von Si_3N_4 kann ebenso über ein Niederdruck-CVD-Verfahren (LPCVD) realisiert werden. Die Ausgangsstoffe für diesen Prozess sind Dichlorsilan (SiH_2Cl_2) und Ammoniak (NH_3). Die Reaktion verläuft nach Reaktionsgleichung 5.11. Die Anregung erfolgt dabei thermisch bei $700^\circ\text{C} - 850^\circ\text{C}$ (Lüd12).



Die geringste Temperaturbelastung des Substrats wird durch die Anwendung der PECVD zur Abscheidung von Si_3N_4 erreicht. Diese läuft ebenso nach Reaktionsgleichung 5.10 ab. In evakuierter Atmosphäre werden die Ausgangsstoffe bei geringem Druck durch die Einwirkung von Mikrowellen aufgespalten und zur Reaktion angeregt. Das durch die Mikrowellen angeregte Plasma ersetzt bei diesem Prozess die thermisch induzierte Zersetzungsanregung (vgl. Abb. 5.9). Dadurch treten lediglich Prozesstemperaturen im Bereich zwischen 200°C und 450°C auf. Eine Schädigung von Substraten oder zuvor abgeschiedenen Schichten wird auf diese Weise verhindert (AF86). Der Vorteil der PECVD liegt zudem

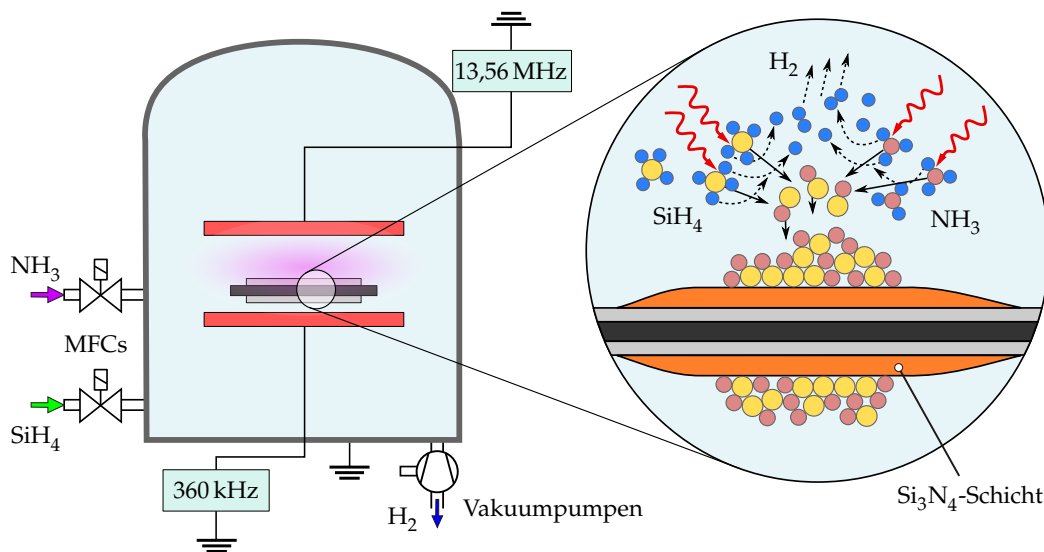


Abbildung 5.9: Prinzip der Plasma-unterstützten chemischen Gasphasenabscheidung von Si_3N_4 – Silan SiH_4 und Ammoniak NH_3 werden durch Plasma zersetzt und es bildet sich Si_3N_4 und H_2 , Si_3N_4 scheidet sich auf Substratoberfläche ab

in einer höheren Abscheiderate und in einem größeren Spielraum bei der Einstellung von Stöchiometrie und Schichteigenschaften (Lüd12).

Neben Ammoniak NH_3 kann auch molekularer Stickstoff N_2 als Stickstoff-Lieferant zur Erzeugung von Si_3N_4 dienen. Ammoniak besitzt im Vergleich zu N_2 eine geringere Ionisierungsenergie und ist dadurch eine bessere Stickstoff-Quelle für die Bildung von Si_3N_4 (Rei79, S. 363). Allerdings wird unter Verwendung von N_2 als N-Quelle weniger Wasserstoff in die Schicht eingebaut. Zudem kann molekularer Stickstoff in höherer Reinheit als Ammoniak bereitgestellt werden. Verunreinigungen der Schichten werden dadurch vermieden (DPWD81). Im PECVD-Prozess kann es bei der Umsetzung eines SiH_4/N_2 -Gemisches durch den Zerfall von SiH_4 und die damit verbundene Freisetzung von H_2 zur Bildung von NH_3 als ein Zwischenprodukt kommen (Rei79, S. 363). Für die Herstellung der isolierenden Si_3N_4 -Schicht wurde im Rahmen dieser Arbeit N_2 als Stickstoff-Quelle verwendet.

Durch die Abscheidung kann es je nach Prozessführung zur Ausbildung von Eigenspannungen (Zugspannungen oder Druckspannungen) in der abgeschiedenen Schicht kommen. Die Ursachen dieser Eigenspannungen begründen sich unter anderem in der Unordnung im Schichtaufbau, durch das Auftreten von Fehlstellen sowie im Einbau von Fremdatomen, welche aus den Trägergasen oder von Verunreinigungen stammen. Es ist zudem möglich, dass durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Schicht und Substrat thermisch bedingte Eigenspannungen entstehen. Eine Beeinflussung der Eigenspannungen in Si_3N_4 -Schichten ist durch verschiedene Maßnahmen möglich. Es können das Mischungsverhältnis von Dichlorsilan oder Silan und Ammoniak bzw. N_2 angepasst, die Prozesstemperatur gezielt variiert und die Parameter der Plasmagenerierung eingestellt werden. Zugspannungen entstehen durch den Einbau von Wasserstoff in die Schicht. Die Dichte der Schichten wird dadurch ebenso vermindert. Eine Vermeidung von Zugspannungen bis hin zum Aufbau von Druckspannungen ist durch eine Erhöhung des Anteils an Silan sowie

Tabelle 5.3: Prozessparameter zur Abscheidung von Si_3N_4 und SiO_2 mittels PECVD-Prozess (LF mit 100 kHz und RF mit 13,56 MHz) (Tap11)

Prozessparameter	Si_3N_4	SiO_2
LF-Leistung [W]	50	50
LF-Pulszeit [s]	6	6
RF-Leistung [W]	20	20
RF-Pulszeit [s]	20	20
Volumenstrom Gas 1 [sccm]	N_2 95 % + SiH_4 5 %: 140	N_2O : 710
Volumenstrom Gas 2 [sccm]	N_2 : 285	N_2 95 % + SiH_4 5 %: 170
Druck [mTorr]	600	600
Temperatur [$^\circ\text{C}$]	250	100
Abscheiderate [nm/min]	5,1 - 6,4	2400

durch die Steigerung des Ionenbeschusses möglich. Die Bildung eines Silizium-reichen Siliziumnitrid wird durch dieses Vorgehen befördert (Lüd12).

SiO_2 wurde in Vorversuchen ebenso als Isolatormaterial abgeschieden und die Schichten untersucht. Die erzielten Ergebnisse waren unzureichend und die Schichtqualität unbefriedigend für die Anwendung beim Dehnungssensor. Die Abscheidung von SiO_2 wurde daher nicht weiterverfolgt.

Die für die Abscheidung von Si_3N_4 und SiO_2 verwendeten Prozessparameter sind in Tabelle 5.3 zusammengefasst. Als Beschichtungsanlage kam für den PECVD-Prozess ein Oxford Instruments Plasmalab 80plus zum Einsatz. Die Beschichtungen wurden am IMPT Hannover durchgeführt.

Mikrobearbeitung mittels fokussiertem Ionenstrahl

Die mechanische Materialbearbeitung ist auf minimale Strukturgrößen im Millimeter- bzw. Submillimeter-Bereich begrenzt. Dies reicht zur Herstellung der für den magnetoelastischen C-Faser-Dehnungssensor erforderlichen Spule, mit Abmaßen von wenigen Mikrometern, nicht aus. Die Funktion des Drehmeißels oder Bohrers einer Drehmaschine kann allerdings zur Realisierung der Spule durch einen Ionenstrahl ersetzt werden. Mit Hilfe eines über die Oberfläche des Werkstücks gerasterten, fokussierten Ionenstrahls (FIB) wird Material gezielt abgetragen. Eine Mikrobearbeitung im Bereich von Submikrometern ist damit realisierbar (FIM⁺05, S. 287). Abbildung 5.10 a zeigt ein Bearbeitungsbeispiel dieses Verfahrens. Genutzt wird es hauptsächlich für die Zielpräparation von REM- oder TEM-Proben oder die direkte, maskenlose Strukturierung von mikroelektronischen Bauelementen bzw. mikromechanischen Instrumenten. Mit dem Verfahren wurden bereits Linsen am Ende optischer Fasern gefertigt (LNGF07, S. 417).

Die Funktionsweise einer FIB-Anlage ist mit der eines REM vergleichbar. Bei dem Ionenstrahl handelt es sich zumeist um positive Gallium-Ionen (Ga^+). Diese sind in Ionenform im Vergleich mit anderen Ionen eher reaktionsträge und daher sehr stabil. Als Quelle für den Ionenstrahl dient eine mit flüssigem Metall benetzte Wolframnadel, eine sog.

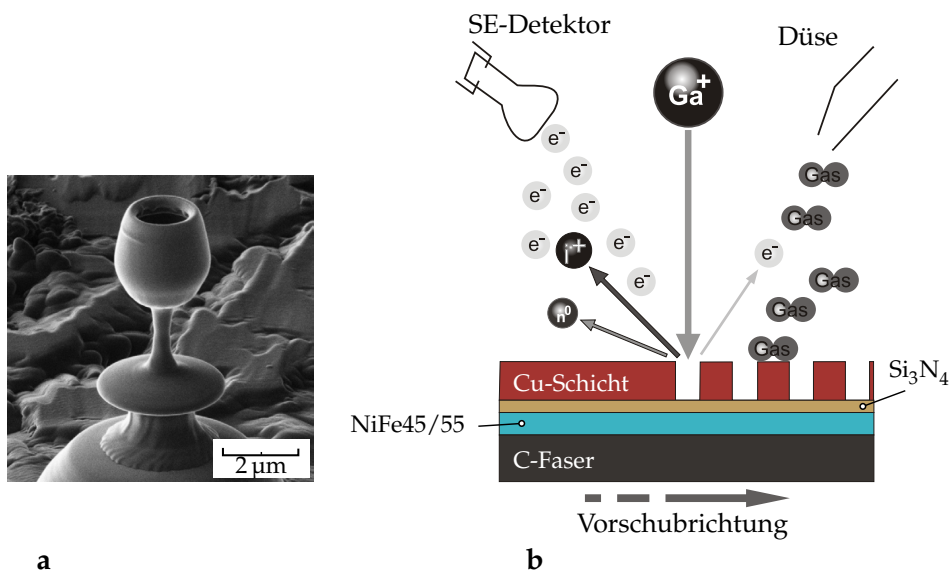


Abbildung 5.10: Mikrobearbeitung mittels FIB – a Mikro-Weinglas gefertigt mittels FIB und Mikrodrehbank (FIM⁺05, S. 289), b Prinzip des Materialabtrags bei FIB-Bearbeitung: ein fokussierter Gallium-Ionenstrahl mit geringem Durchmesser trifft auf die Materialoberfläche und sorgt durch Aufprall für Herausgeschlagen von Atomen des abzutragenden Materials, zusätzlich eingeleitete Gase können herausgelöste Atome binden und abtransportieren (nach (Wik))

Flüssigmetall-Ionenquelle, engl. *Liquid Metal Ion Source* (LMIS). Hinter der Nadel befindet sich ein Metall-Reservoir. Durch Beheizen von Nadel und Reservoir wird das Metall verflüssigt und kann zur Nadelspitze nachfließen. Durch Anlegen eines elektrischen Feldes werden Ionen durch Feldverdampfung aus der Nadelspitze extrahiert. Die Ionenstrahlsäule beinhaltet weitere Bauteile, die den Strahl formen, ablenken und fokussieren. Die Fokussierung ist bis auf einen Bereich von 5 nm bis 10 nm (kleinster Strahldurchmesser beim Auftreffen auf die Probe) möglich. Dieser Wert stellt gleichzeitig für FIB-Abbildungen die bestmögliche Auflösung dar (LNGF07, S. 417). Beschleunigt werden die Ionen mit einer Beschleunigungsspannung von 30 keV oder sogar 40 keV. Der Ionenstrom kann durch Blenden und die Änderung von Extraktionsspannungen auf Größen von 1 pA bis 30 nA gezielt eingestellt werden. Ionenstrahldichten von bis zu 25 A/cm² sind dadurch möglich. Die auf eine Materialoberfläche auftreffenden Ionen bewirken durch Sputtererosion einen lokalen Materialabtrag. Gleichzeitig werden Sekundärelektronen und Sekundärionen aus dem Material herausgeschlagen. Ein Sekundärelektronendetektor nimmt die Sekundärelektronen auf (vgl. Abb. 5.10 b). Die Intensität dieses Signals und der zeitliche Verlauf wird zur Bilderzeugung ähnlich dem REM genutzt. Es ist eine simultane Bilderzeugung während des Abtrags möglich. Der Bearbeitungsfortschritt kann dadurch verfolgt werden. Die Festlegung des Bearbeitungsbereiches erfolgt durch die Markierung von Bildbereichen auf einer grafischen Benutzeroberfläche des steuernden Computers. FIB-Anlage sind zusätzlich mit Gasinjektionsvorrichtungen ausgestattet. Diese erlauben die Zuführung von gasförmigen Medien dicht an die Bearbeitungsoberfläche. Damit können z. B. Ätzgase zur Beschleunigung des Abtrags und zur Vermeidung von Redepositionen oder metallorganische Ver-

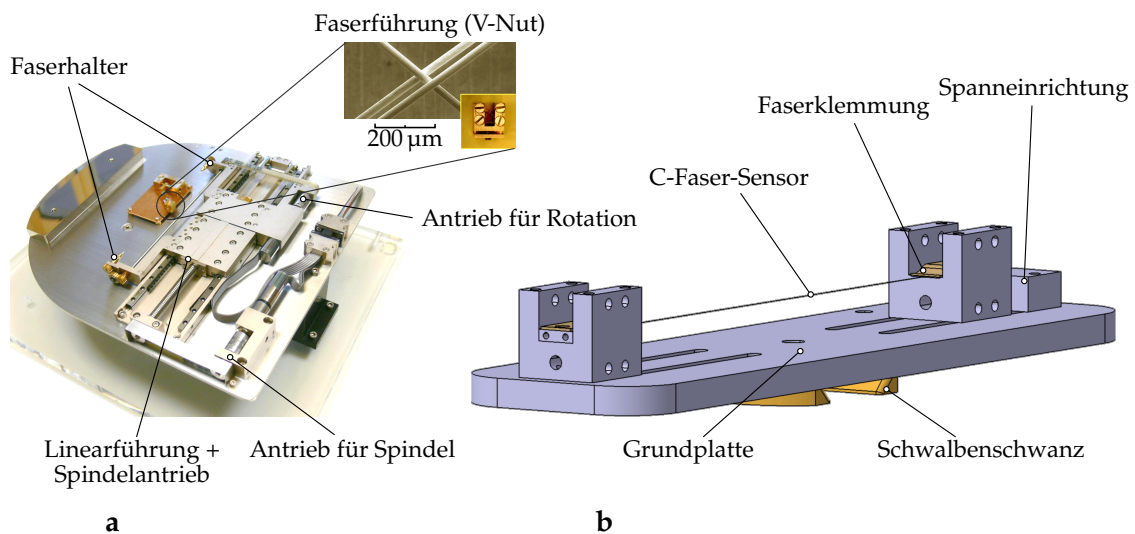


Abbildung 5.11: Rotationshalter zur FIB-Bearbeitung beschichteter C-Fasern – **a** Faser-Drehbank von Kammrath und Weiss (Kam12a, BKG08) für Micrion Micro-Mill 9500 PV, **b** manuelle Faserdrehbank für Zeiss Neon 40 EsB

bindung mit denen sich leitfähige Schichten selektiv abscheiden lassen, injiziert werden (Mäd05, Yao07, Fib13).

Der Vorteil der FIB-Bearbeitung liegt in der geringen mechanischen Belastungen des bearbeiteten Materials. Nachteilig sind ionenstrahlinduzierte Schäden und die Ablagerung von Gallium-Ionen im Volumen unter der abgetragenen Oberfläche (KD00). Die Redeposition (Rückanlagerung von abgesputtertem Material) ist ein weiterer Nachteil. Bereits hergestellte Strukturen können durch diesen Mechanismus wieder ausgefüllt und dadurch gestört werden. Mit Hilfe der erwähnten Gaseinleitung lässt sich die Redeposition verhindern. Das abgesputterte Material reagiert dann mit dem eingeleiteten Gas, bildet gasförmige Verbindungen und wird durch die Vakuumpumpen vollständig abgesaugt. Die Reaktivgase müssen dazu, angepasst an das jeweilige Bearbeitungsmaterial, ausgewählt werden. Eine präzise Materialbearbeitung wird so möglich. Mit der FIB-Bearbeitung nach dem Drehbank-Prinzip können minimale Durchmesser von 400 nm gefertigt werden (vgl. Abb. 5.10 a) (FIM⁺05).

Zur Herstellung der Spule des magnetoelastischen C-Faser-Dehnungssensors wurden zwei unterschiedliche Verfahren mit Vorrichtungen zur Rotation eingespannter, beschichteter C-Einzelfasern entwickelt und untersucht. Für das erste kam eine von der Fa. Kammrath und Weiss erbaute Faser-Drehbank (Kam12a, BKG08) zum Einsatz. Diese wurde für die Anwendung in der FIB-Anlage Micrion MicroMill 9500 PV konstruiert. Wie bei einer Drehbank wird hier die Faser als Werkstück eingespannt, kann um ihre eigene Achse rotiert und translatorisch in Achsrichtung zur Realisierung der Steigung einer Spirale bewegt werden. Der Ionenstrahl wirkt hier wie ein Drehmeißel und trägt lateral das zu entfernende Material ab. Ein frontaler Abtrag normal zur Oberfläche der beschichteten Faser ist ebenso möglich. Der Vorteil des lateralen Abtrags liegt in einer geringeren Implantationsrate an Gallium in die verbliebenen Materialbereiche. Nachteilig ist die geringere Präzision, insbesondere bei der Fertigung von spiralförmigen Strukturen. Die Faser-Drehbank wurde am IMPT in Hanno-

ver eingesetzt.

Beim zweiten Verfahren zur Rotation der zu bearbeitenden Sensorfaser wird eine einfachere Rotationshalterung genutzt. Diese hat keine eigenen Antriebe. Die manuelle Faserdrehbank ist in Abbildung 5.11 **b** dargestellt. Diese kann im Zeiss Neon 40 EsB eingesetzt werden. Mit Hilfe des Schwalbenschwanzes wird die Faserhalterung auf den Proben Tisch geschoben und festgeklemmt. Die Rotation der Faser sowie die Translation in Achsrichtung werden durch die Antriebe des Probenhaltertisches der Cross-Beam-Anlage realisiert. Die Rotationsachse des Neon 40 EsB erlaubt einen maximalen Drehwinkel von 77° . Um eine vollständige Rotation der beschichteten Faser beim FIB-Abtrag zu erreichen, können die beiden Faserklemmen gleichzeitig und bei Erhalt der Faserspannung von Hand mittels einer Vorrichtung um jeweils 90° gedreht und dann wieder auf der Grundplatte fixiert werden (vgl. Abb. 5.11 **b**). Die Strukturierung der Kupferspule erfolgt mittels frontalem Abtrag. Stufenweise werden gleichzeitig mehrere Abschnitte der Windungen als Flächen zum FIB-Beschuss definiert und abgesputtert. 90° des Umfangs können auf diese Weise mit einem Abtragungsschritt strukturiert werden. Mit vier Schritten ist somit die Spule gefertigt.

5.3 Vorbehandlung von C-Einzelfasern

5.3.1 Auswahl einer geeigneten Kohlenstofffaser

Zur Sicherstellung einer langfristigen Nutzbarkeit eingebetteter Dehnungssensoren ist eine hohe mechanische Lebensdauer der verwendeten C-Fasern unter wechselnder Belastung von Vorteil. Die Sensoren sollen zudem in CFK mit unterschiedlichen Verstärkungsfasertypen einsetzbar sein. Ein wesentliches Kriterium, um beiden Aspekten gerecht zu werden, ist eine große maximale Dehnbarkeit. Die C-Faser mit der größten Bruchdehnung unter den untersuchten Fasern war, wie in Abschnitt 4.2.2 beschrieben, die HTA-Faser. Aufgrund ihres geringen E-Moduls bietet die HTA-Faser zudem keinen höheren Widerstand gegen Dehnung im Vergleich zu den umgebenden C-Fasern eines beliebigen CFK-Materials. Die Wahrscheinlichkeit, dass sich die eingebettete, funktionalisierte Faser immer im gleichen Maße wie das umgebende Material unter Belastung dehnt, ist unter Anwendung der HTA-Faser daher am größten. Weiterhin erfolgt die Funktionalisierung der ausgewählten Faser durch Beschichtungen. Hierfür kommen bspw. PVD-Verfahren zum Einsatz. Eine homogene und gleichmäßige, konzentrische Beschichtung kann insbesondere bei Fasern mit glatter Oberfläche und kreisrunden Faserquerschnitten gewährleistet werden. Die HTA-Faser weist unter den untersuchten Fasern den einem Kreis am nächsten kommenden Querschnitt auf und besitzt zudem eine vergleichsweise glatte Oberfläche. Aufgrund ihrer mechanischen Eigenschaften lässt sich die HTA-Faser zudem beim Einspannen und der Entnahme zur Beschichtung gut und ohne zu zerbrechen handhaben.

Aus den genannten Gründen wird die HTA-Faser als Substratfaser für magnetoelastische Mikrodehnungssensoren ausgewählt. Sie bietet theoretisch für diese Aufgabe eine optimale Eigenschaftskombination.

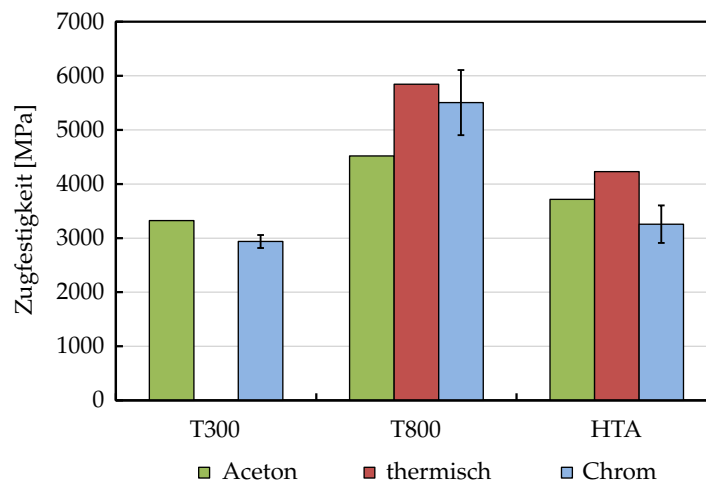


Abbildung 5.12: Vergleich der Oberflächenbehandlung von C-Fasern anhand ihrer Zugfestigkeit – Fasern wurden entweder mit Aceton oder thermisch entschlichtet, Beschichtung mit Chrom als Haftvermittler

5.3.2 Untersuchungen zur Entschlichtung von C-Fasern

Auf den C-Fasern befindet sich zur Gewährleistung der textiltechnischen Verarbeitbarkeit eine Beschichtung. Diese als Schlichte bezeichnete Schicht besteht zumeist aus einem Polymer (bspw. EP-Harz). Sie bewirkt ein leichtes Zusammenkleben der Filamente und verhindert damit das Aufspießen des Bündels bzw. den Verlust von Filamenten bei Umlenkung oder Führung in textilen Prozessen. Die Schlichte ist außerdem an das jeweilige Harzsystem der zu verwendenden Matrix angepasst. Sie verbessert durch die Erhöhung der Zahl der kovalenten Bindungen die Haftung von C-Faser und Matrix (EHE08, CJ07). Eine Entschlichtung der C-Fasern ist vor der weiteren Verarbeitung der Fasern erforderlich um einerseits die Vereinzelung zu ermöglichen und um andererseits die Haftung der aufzubringenden Schichten zu gewährleisten.

Es wurden verschiedene Untersuchungen zur Entschlichtung von C-Fasern durchgeführt. Das thermische Entschlichten erfolgte im Rohrofen bei einer Temperatur von 700 °C in Ar-Atmosphäre sowie mit einer Haltezeit von 1 h. Das thermische Entschlichten wurde mit dem Aceton-Entschlichten verglichen. Die Aceton-Entschlichtung erfolgte im Ultraschallbad bei einer Behandlungsdauer von mindesten 30 min. Nach der Entschlichtung wurden mit Einzelfasern Zugversuche durchgeführt um den Einfluss der jeweiligen Verfahren auf die mechanischen Eigenschaften zu ermitteln. Zusätzlich zur Entschlichtung wurde in dieser Versuchsreihe auch die Wirkung einer dünnen Cr-Beschichtung (ca. 100 nm) überprüft. Cr dient für die weitere Beschichtung als Haftvermittler zu den abgeschiedenen Materialien. Es wird ebenso mit dem bereits beschriebenen Verfahren des Magnetronsputters (s. Abschn. 5.2.2) aufgebracht. Hierbei stellte sich die Frage, ob Cr beim Abscheidungsprozess unter erhöhten Temperaturen mit der Oberfläche der Faser reagiert, ob dadurch zusätzliche Defekte entstehen und die Faser mechanisch geschwächt wird.

Die wesentlichen Ergebnisse der Zugversuche zum Vergleich der Oberflächenbehandlungen sind in Diagramm 5.12 zu sehen. Die erzielte Zugfestigkeit der

unterschiedlich behandelten C-Fasern wird als ein wesentliches Merkmal für die Zahl der Defekte verglichen. C-Fasern, die mit Aceton entschlichtet wurden, zeigten gleiche mechanische Eigenschaften wie C-Fasern im Lieferzustand. Hingegen zeigten thermisch entschlichtete Fasern sogar leicht verbesserte mechanische Eigenschaften (vgl. Abb. 5.12). Insbesondere die Zugfestigkeit der Fasern erhöhte sich infolge der Wärmebehandlung. Dies ist wahrscheinlich auf die Bildung einer Kohlenstoffschicht auf der Faseroberfläche und den Ausgleich von Fehlstellen durch die Umwandlung der Schlichte zurückzuführen. Dieses Ergebnis untermauert Ergebnisse aus früheren Untersuchungen, insbesondere der Wirkung von pyrolytischen Kohlenstoffschichten (Wur98, THL92). Verantwortlich für diesen Effekt ist der Ausgleich von Fehlstellen an der Oberfläche der Fasern. Offene Poren werden infiltriert, verschlossen und deren Kerbwirkungseinfluss geht verloren. Dadurch werden höhere Festigkeiten erreicht. Eine dünne Beschichtung mit Cr hatte auch keinen negativen Einfluss auf die Festigkeit von C-Fasern. Im Mittel wurden zur Aceton-Entschlichtung vergleichbare Zugfestigkeiten erreicht. Ein Schädigungsmechanismus infolge der Faserentschlichtung konnte nicht gefunden werden.

5.4 Charakterisierung von Herstellungsverfahren und Eigenschaften der Einzelschichten des magnetoelastischen Fasersensors

5.4.1 Methoden zur Schichtcharakterisierung

Charakterisierung der Mikrostruktur Die Absicherung der Sensorfunktion kann durch eine reproduzierbare Fertigung optimaler Schichten gewährleistet werden. Um die Schichtqualität zu optimieren und die besten Beschichtungsparameter zu identifizieren, wurden die Beschichtungsergebnisse detailliert mit Hilfe mikroskopischer Verfahren untersucht. Die Charakterisierung der Schichten sowie der verschiedenen Grenzflächen diente der Aufnahme von Fehlstellen sowie dem Erkennen möglicher Fehlerquellen dafür. Schichtoberflächen und Schichtquerschnitte wurden mikroskopisch untersucht. Beschichtete C-Fasern wurden bei der materialografischen Präparation von Querschnitten in Epoxydharz eingebettet. Durch Schleifen entstanden im Anschluss hochwertige Faserquerschnitte. Die Überprüfung der Probenqualität erfolgte danach im Lichtmikroskop und ließ erste Aussagen zur Schichtqualität zu. Die dann folgenden, detaillierten REM-Studien, sowohl am REM LEO 1455VP als auch am REM Neon 40 EsB, ermöglichten eine Bewertung der Mikrostruktur der Einzelschichten, das Auffinden von Fehlstellen und die Ermittlung von möglichen Ursachen. Die FIB-Säule wurde unter Verwendung kleiner Strahlströme (20 pA bzw. 50 pA) ebenso zur Untersuchung von Querschliffen von Schichten genutzt. Aufgrund des ausgezeichneten Orientierungskontrastes von mit Hilfe des FIB erstellten Abbildern eignet sich dieses Mikroskopieverfahren sehr gut zur Darstellung geometrischer Eigenschaften von Kristalliten. Zudem wurden röntgenspektroskopische Untersuchungen mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDXS) zur Analyse der Elementzusammensetzung der Schichten und der C-Fasern herangezogen, um eine Überprüfung der Diffusionsvorgänge während der Beschichtungsprozesse vorzunehmen.

Zur tiefgehenden Untersuchung der Mikrostruktur der Schichten und zur Ermittlung

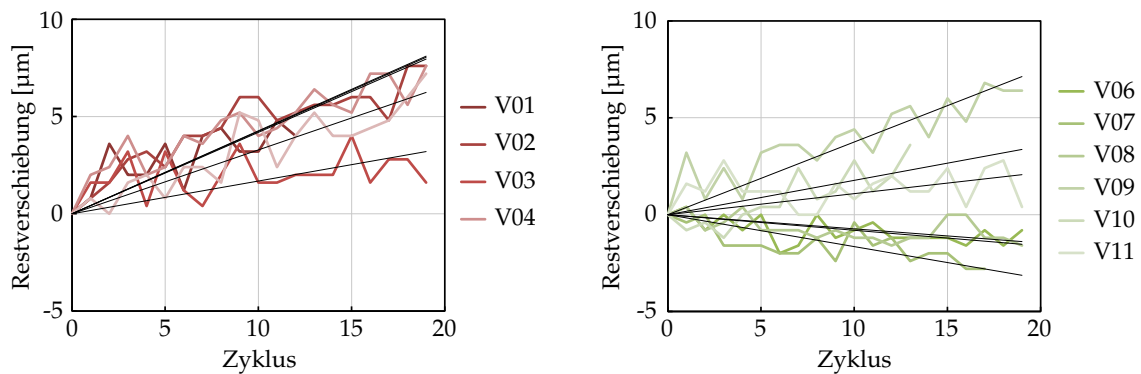


Abbildung 5.13: Darstellung der Restverschiebung am Ende jedes Zyklusses (je max. 1 % Dehnung) bei einer Reihe zyklischer Einzelfaserzugversuche an rein elastischen HTA-C-Fasern – *links* mit Einspannlänge von max. 5 mm und *rechts* mit Einspannlänge größer als 5 mm

des Schichtzusammenhalts anhand einer Prüfung auf Spalte im Übergang von einer Schicht zur nächsten wurden Rastertransmissionselektronenmikroskop (RTEM)-Beobachtungen durchgeführt. Die Herstellung der dafür erforderlichen Dünnschichten der Proben erfolgte mit Hilfe der Zielpräparation beschichteter C-Fasern an der FIB-Anlage Neon 40 EsB. Die von MUCHA ET AL erarbeitete Präparationstechnik kam dafür zum Einsatz (MKA⁺05). Die anschließenden RTEM-Untersuchungen wurden ebenfalls mittels Neon 40 EsB vorgenommen.

Mechanische Charakterisierung Ergänzend schlossen sich mechanische Versuche beschichteter Einzelfasern mit dem EFZM (Pli) zur Untersuchung des Einflusses der Schichten auf die mechanischen Eigenschaften der Fasern an. Insbesondere die elastischen Eigenschaften der Schichten sind für die Entwicklung des magnetoelastischen Sensors von Interesse. Dafür wurden sowohl zerstörende, statische als auch zyklische Zugversuche mit beschichteten C-Fasern durchgeführt. Die grundlegende Frage für die Durchführung zyklischer Zugversuche mit beschichteten C-Einzelfasern war, ob nach Wegnahme der Kraft eine Dehnung (erfasst über die Restverschiebung des Zugprüfeinrichtung) verbleibt, sich somit eine plastische Verformung des Schichtmaterials und damit eine bleibende Probenverlängerung über mehreren Zyklen einstellt. Die verwendeten metallischen Werkstoffe weisen als Vollmaterial nur geringe elastische Dehnungen auf. Für die Sensoranwendung sind dauerhaft elastische Eigenschaften erforderlich. Aus diesem Grund galt es zu ermitteln, ob sich insbesondere die metallischen Schichten auf C-Fasern im Unterschied zum Vollmaterial längerfristig elastisch verhalten. Die Proben für die zyklischen Einzelfaserzugversuche wurden jeweils mit einer Schicht NiFe45/55 oder Si₃N₄ oder Cu versehen. Dabei fand jedes Mal eine sehr dünne Schicht Cr als Haftvermittler Einsatz. Im Anschluss an die mechanische Prüfung der Fasern wurden jeweils Querschliffe dieser, welche direkt in Nachbarschaft zum Zugprobenabschnitt aus der beschichteten Gesamtfaser entnommen wurden, zur Bestimmung der Querschnittsflächen präpariert. Die Querschliffe wurden mittels REM abgebildet und mit Hilfe von ImageJ (Nat12) vermessen.

Da unbeschichtete C-Fasern sich rein elastisch verhalten, wurden zuerst Referenzzyklen für diese aufgenommen. Dabei zeigte sich eine Abhängigkeit der Restverschiebung von der

Einspannlänge der Einzelfasern. In Abbildung 5.13 wird dieser Zusammenhang deutlich. Kurze Einspannlängen unter 5 mm führten zum Herausziehen von Fasermaterial aus der Einspannung und damit zu einer bleibenden Probenverlängerung (vgl. Abb. 5.13 *links*). Bei Einspannlängen über 5 mm ergab sich eine statistische Verteilung der Restverschiebung innerhalb der Fehlergrenzen des Wegmesssystems (s. Abb. 5.13 *rechts*). Insbesondere das Wegmesssignal unterliegt Schwankungen. Leichte Temperaturänderungen können zudem eine Änderung der Kraftmessung bedingen. Die ermittelte Standardabweichung der Restverschiebung in Höhe von $\pm 3,5 \mu\text{m}$ ist gleichzeitig die Messunsicherheit für die zyklischen Versuche mit beschichteten Fasern. Für die Aufnahme der Messzyklen mit beschichteten C-Fasern ist es aufgrund der angeführten Zusammenhänge entscheidend auf eine ausreichend große Einspannlänge zu achten. Als maximale Verlängerung für jeden Zyklus wurde eine Dehnung von 1 % bei allen Proben angewendet. In der Regel erfolgte eine 20-malige Auslenkung der Proben. Auf dieser Basis wurden zum Vergleich zyklische Zugversuche an allen für den magnetoelastischen Sensor relevanten Schichten, welche auf C-Fasern abgeschieden wurden, durchgeführt. Die jeweils untersuchten Schichtdicken entsprechen den Zielabmaßen für das komplette Sensorsystem.

Im Anschluss an die zyklische Prüfung wurden REM-Untersuchungen der belasteten Schichten durchgeführt. Die Oberflächen der Schichten wurden mittels des REM Neon 40 EsB auf Defekte untersucht und mit dem Ausgangszustand verglichen. Zur Begutachtung der Entwicklung der Schichthaftung infolge der zyklischen Belastung wurden ebenso die Querschnitte mit Hilfe des REM begutachtet. Um den zerstörenden Einfluss der mechanischen Präparation für diese Untersuchungen auszuschließen, erfolgte die Herstellung der Querschnitte durch den Einsatz der FIB-Säule in der Cross-Beam-Anlage NEON 40EsB.

5.4.2 NiFe45/55-Schichten

Mikrostruktur der NiFe45/55-Schichten

In Abbildung 5.14 sind REM-Aufnahmen von NiFe45/55-Schichten auf C-Fasern zu sehen. Diese wurden durch Magnetronspütern und mit Hilfe des Dreieckshalters (s. Abschnitt 5.2.2) abgeschieden. Die auf diese Weise hergestellten NiFe45/55-Schichten zeigen im Mittel eine homogene Materialverteilung sowie eine ausgezeichnete Haftung auf dem C-Faser-Substrat. Die Mikrostruktur der NiFe45/55-Schichten ist kristallin. Die Kristallite sind hauptsächlich radial ausgerichtet bzw. in Richtung des Sputter-Targets orientiert. Auf den Abbildern sind Zwillinge zu erkennen und die Korngrenzen sind einzeln identifizierbar (vgl. Abb. 5.14). Die starke Haftung wurde durch Beschichten mit Cr als Haftvermittler erzielt (WMWM08b, WMWM08a). TEM-Untersuchungen belegen, dass Cr an der Faseroberfläche eine haftende Übergangsschicht ausbildet und Cr sehr gut an Kohlenstoff bindet (WMW⁺09). An der Grenzfläche zwischen C-Faser und NiFe45/55-Schicht ist eine starke Schichthaftung von besonderer Bedeutung. Zur Anregung einer Änderung der magnetischen Permeabilität im fertigen Dehnungssensor, muss sich diese erste Schicht äquivalent zur Faser dehnen. Dies ist nur bei ausgezeichneter Schichthaftung sichergestellt.

Bei einigen Proben wurde die Bildung von Poren in annähernd radialer Richtung beobachtet (vgl. Abb. 5.14). Die Richtung des Kristallitwachstums wird beim Magnetronspütern von der Orientierung der Substratoberfläche und von der Position des Targets beeinflusst.

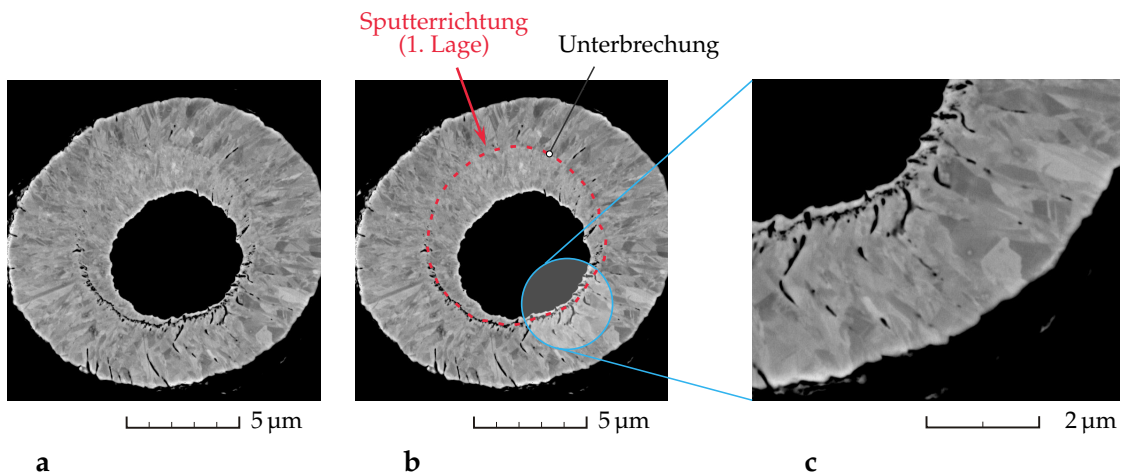


Abbildung 5.14: REM-Abbilder von Querschliffen einer C-Faser mit NiFe45/55-Schicht, abgeschieden mittels Magnetronsputtern und unter Verwendung des Dreieckshalters – **a** unkommentiertes Abbild der NiFe45/55-Schicht mit Fehlstellen, **b** Unterbrechung ist Oberfläche der Schicht aus 1. Beschichtungsrichtung (1. Lage), **c** vergrößerte Ansicht der entstandenen Poren auf der dem Target zuerst abgewandten Seite der Faser

Die Kristallite der Schicht wachsen bei Temperaturen weit unter der Schmelztemperatur ($T < 0,5 \cdot T_m$) des Schichtmaterials normal zur Oberfläche in Richtung des Targets auf. Bei einem zylindrischen Substrat, welches nur aus einer Richtung beschichtet wird, ändert sich somit die Kristallitwachstumsrichtung nach der Substratposition am Umfang und bei allen Substratoberflächen die nicht normal zum Target ausgerichtet sind nach der Zeit. Durch Abschattungseffekte auf der dem Sputter-Target abgewandten Seite der C-Faser tritt ein ungleichmäßiges Schichtwachstum, insbesondere an stark zerfurchten Bereichen der fibrillenartigen Faseroberfläche, auf. Beim ersten Beschichtungsschritt entstandene Fehlstellen pflanzten sich bei den folgenden Beschichtungsschritten nach Drehung der C-Faser fort. Die Orientierung der Fehlstellen verändert sich nach dem Drehen des Dreieckshalters im nächsten Beschichtungsschritt nur um den jeweiligen Substrat-Drehwinkel von 120° . Zwischen den einzelnen Beschichtungen ist dadurch eine Grenzfläche bzw. Unterbrechung erkennbar. Stark ausgeprägt ist diese nach dem ersten Beschichtungsschritt (vgl. Abb. 5.14).

Auslöser für dieses Erscheinungsbild sind vermutlich Oxidationsprozesse, da die Probe zum Wenden durch Öffnen der Kammer der Umgebungsluft ausgesetzt wird. Die Abschattungseffekte gleichen sich zudem mit wachsender Schicht aus. Aus diesem Sachverhalt resultiert zunächst die Notwendigkeit zur Verwendung von C-Fasern mit möglichst glatter Oberfläche. Verfahren zum Ausgleich der Oberflächenstruktur wären hier denkbar. Es kann zudem abgeleitet werden, dass sich die Beschichtung mit Hilfe des Dreieckshalters zur Rotation der Substratfaser nur bedingt zur Herstellung von Faser-basierten Dehnungssensoren eignet. Die erzielbare Schichtqualität ist unzureichend und Poren können nicht ausgeschlossen werden. Entweder muss die Beschichtung aus mehreren Richtungen (bspw. mittels mehrerer planarer Magnetrons oder durch zylindrisches Magnetron) erfolgen oder ein anderes Rotationsverfahren eingesetzt werden.

Die mittels Rotationshalter hergestellten NiFe45/55-Schichten waren durchweg von ho-

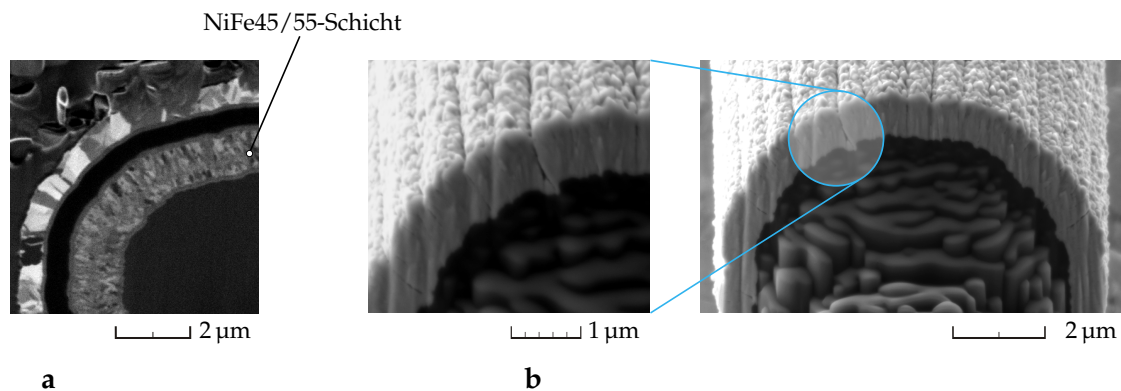


Abbildung 5.15: FIB- und REM-Abbilder von FIB-Querschnitten von NiFe45/55-Schichten abgeschieden mittels Magnetronsputtern und unter Verwendung des Rotationshalters – **a** FIB-Abbild eines kompletten Schichtsystems mit NiFe45/55-Schicht, **b** feinkristalline NiFe45/55-Schicht mit säulenförmigen Kristalliten in radialer Ausrichtung

her Qualität. Zwei beispielhafte Querschnitte dieser Schichten sind in Abbildung 5.15 zu sehen. Unterbrechungen im Schichtaufbau waren nicht mehr zu erkennen. Das Schichtwachstum erfolgt erkennbar kontinuierlich und in ausschließlich radialer Richtung. Mit der geringen Prozesstemperatur ist ein feinkristallines, säulenförmiges Aufwachsen der Schichten verbunden. Über tiefen Furchen der Oberfläche der C-Fasern bilden sich durch den von THORNTON beschriebenen Abschattungseffekt (Tho75) längliche Poren aus (vgl. Abb. 5.15 **b**). Eine höhere Prozesstemperatur könnte durch die gesteigerte Diffusion adsorbierter Atome diesem Effekt entgegen wirken. Mittels einer Einzelfaserdirektbeheizung am neu entwickelten Rotationshalter (s. Abschn. 5.4.5) kann diesem Phänomen zukünftig begegnet werden. Der Funktion des Sensors sollte diese Erscheinung allerdings nicht schaden. Die Poren verlaufen in Faserlängsrichtung. Der Zusammenhalt der Schicht in jener Richtung wird daher nicht durch Poren unterbrochen. Die Schicht kann sich somit bei Dehnung der Faser zusammenhängend und ohne zu zerfallen dehnen. Eine wesentliche Voraussetzung für magnetoelastische Wechselwirkungen ist somit gegeben.

Mechanische Eigenschaften der NiFe45/55-Schichten

Ergebnisse quasistatischer Zugversuche In Einzelfaserzugversuchen konnte nachgewiesen werden, dass die Schichten ab einer jeweiligen Schichtdicke von 1 µm einen starken Einfluss auf die Steifigkeit der Sensorfaser haben. Beim Überschreiten der Belastung über die Zugfestigkeit des Mehrschichtverbunds trat bei Faserproben mit dickeren Schichten (Schichtdicken über 1 µm) ein Faserbruch auf. Die Lage der Bruchstellen war statistisch verteilt. Unterhalb einer Schichtdicke von 1 µm der Einzelschichten, insbesondere der NiFe 45/55-Schicht, dominiert die Trägerfaser eindeutig die Zugsteifigkeit des Verbundes. Dies gilt ebenfalls für die Zugfestigkeit. Spannungs-Dehnungs-Kurven von mit NiFe45/55 beschichteten C-Fasern des Typs HTA 5131 (0,5 µm Schichtdicke), die während Einzelfaserzugversuchen aufgezeichnet wurden, zeigen eine ähnliche Charakteristik wie die Kurven unbeschichteter C-Fasern des Typs HTA (vgl. Abb. 5.16). Der Kurvenverlauf ist linear und

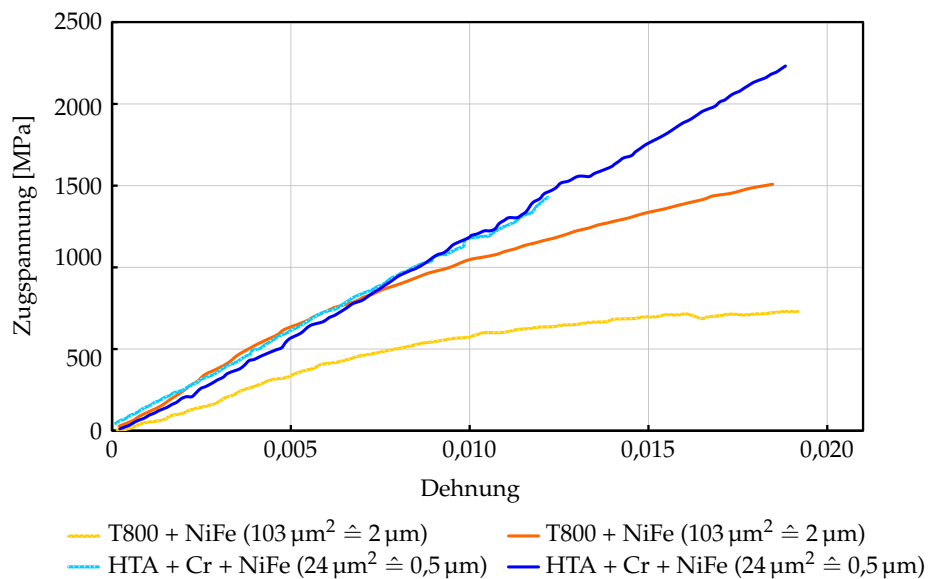


Abbildung 5.16: Spannungs-Dehnungs-Verlauf unterschiedlich dick mit NiFe45/55 beschichteter C-Fasern beim Einzelfaserzugversuch – Angabe der Schichtdicke erfolgt als Schichtquerschnittsfläche

das Materialverhalten damit rein elastisch. T800-Fasern mit dickeren NiFe45/55-Schichten (2 µm Schichtdicke) zeigten dagegen ein plastisches Verhalten. Der Kurvenverlauf flacht sich ab einer Dehnung von 0,5 % ab (vgl. Abb. 5.16). Hier dominiert aufgrund ihrer Dicke die Schicht das mechanische Verhalten. Die unterschiedlichen C-Fasern im Kern waren jeweils elastisch und hatten keinen Einfluss auf das plastische Gesamtverhalten. Der Faserbruch, der mit unter 1 µm NiFe45/55 beschichteten Fasern, erfolgte wie bei den unbeschichteten Fasern im Bereich der Fixierung.

Der Vergleich der mechanischen Kennwerte von unbeschichteten und beschichteten Fasern ist in Abbildung 5.17 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich die stärkste Auswirkung der Beschichtung in Bezug auf die Gesamtfestigkeit des Systems Faser-Schicht zeigt. Die Schichten können im Vergleich zur Faser nur wenig Kraft aufnehmen und bieten der Belastung weniger Widerstand. Mit steigender Schichtdicke verringert sich somit die Festigkeit beschichteter Fasern. Im Vergleich zur unbeschichteten Faser resultiert aus einer Schicht mit einer Dicke von 0,5 µm bereits eine Reduzierung der Festigkeit auf unter die Hälfte des Ausgangswertes (vgl. Abb. 5.17). Für die Sensorfunktion ist die Festigkeit allerdings von untergeordneter Bedeutung. Der geringe Querschnitt des Sensors wirkt sich integriert in einem Faserverbundbauteil nicht auf dessen Festigkeit aus. Wesentlich bedeutender ist die Dehnung bzw. Dehnbarkeit des Sensors und seiner Schichten. So fällt der Verlust an Dehnbarkeit des Systems Faser-Schicht unabhängig von der Schichtdicke im Vergleich zu Festigkeit deutlich geringer aus. Mit NiFe45/55-beschichtete C-Fasern zeigten mittlere Bruchdehnungen von mindestens 1,5 %. Dies entspricht einer Reduktion der Bruchdehnung auf 75 % des Ausgangswertes (vgl. Abb. 5.17). Für den Fasersensor ist dies zunächst akzeptabel. Eingebettet im Verbund und versehen mit weiteren Schichten ist zudem ein verändertes Verhalten zu erwarten.

Die Plastizität der NiFe45/55-Schicht konnte im Anschluss an zerstörende Zugversuche

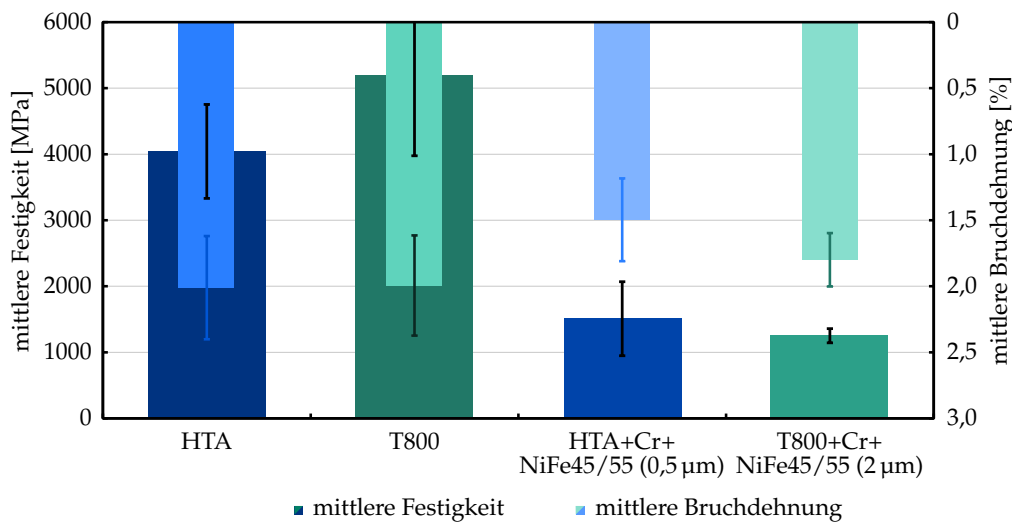


Abbildung 5.17: Vergleich von mittlerer Festigkeit und Bruchdehnung zwischen unbeschichteten C-Fasern und mit NiFe45/55-beschichteten C-Fasern

durch REM-Beobachtungen nachgewiesen werden. Abbildung 5.18 zeigt die Oberfläche der Schicht nach einer Belastung mit einer Dehnung von über 1,5%. In regelmäßigem Abstand haben sich blasenförmige Aufwölbungen der Schicht eingestellt. In den Abschnitten dazwischen ist die Haftung der Schicht intakt. Dies ist an der Strukturierung der Schicht anhand der Rillen in Faserlängsrichtung zu erkennen (s. Abb. 5.18). Der Grund für das Entstehen der Aufwölbungen liegt in einer plastischen Verformung der Schicht beim Zugversuch. Im gezogenen Zustand setzt sich die Dehnung der Schicht sowohl aus elastischen als auch plastischen Anteilen zusammen. Nach der Entspannung der gezogenen Faser zieht sich diese zusammen. Die Schicht wird in gleichem Maße entspannt und muss die Wegnahme der Dehnung der Faser nachbilden. Der Anteil der plastischen Schichtverformung kann nicht vollständig durch Druckspannungen kompensiert werden, bzw. übersteigen die Druckspannungen die Schichthaftung. Dadurch kommt es zum abschnittswisen Aufwölben und Abplatzen der Schicht. Teilweise sind auch Risse der Schicht zu erkennen. Die regelmäßige Verteilung der Positionen der Schichtablösung deutet auf eine homogene Verteilung der Haftung der Schicht und gleich verteilte mechanische Eigenschaften der Schicht.

Die rillenartige Struktur der Schicht, welche aus der Nachbildung der Faseroberfläche resultiert, hat sich an den Aufwölbungen aufgelöst. Die Oberfläche der Schicht ist hier glatt (vgl. Abb. 5.18). Daraus ist abzuleiten, dass in den abgeschiedenen Schicht im haftenden Zustand tangentielle Spannungen in Faserquerrichtung vorliegen. Die Schichtablösung wurde vermutlich bereits während der Belastung im Zugversuch initiiert. Durch die Ablösung der Schicht in zufälligen Abschnitten konnte diese sich plastisch verformen. Einmal abgelöst bilden sich nach der Entspannung dann Aufwölbungen aus. Das Vorliegen von Druckspannungen in den auf der Faseroberfläche nach wie vor haftenden Abschnitten der Schicht ist nach der Entspannung wahrscheinlich. Ein Nachweis dieser wurde aufgrund von fehlenden Charakterisierungsverfahren nicht geführt. Die Grenzen der Elastizität der NiFe45/55-Schicht wurden damit aufgezeigt. Dehnungen über 1,5% sind für die Haftung der Schicht kritisch und die entstehenden plastischen Verformungen können nicht kompensiert werden. Es kommt zur Zerstörung der Schichten.

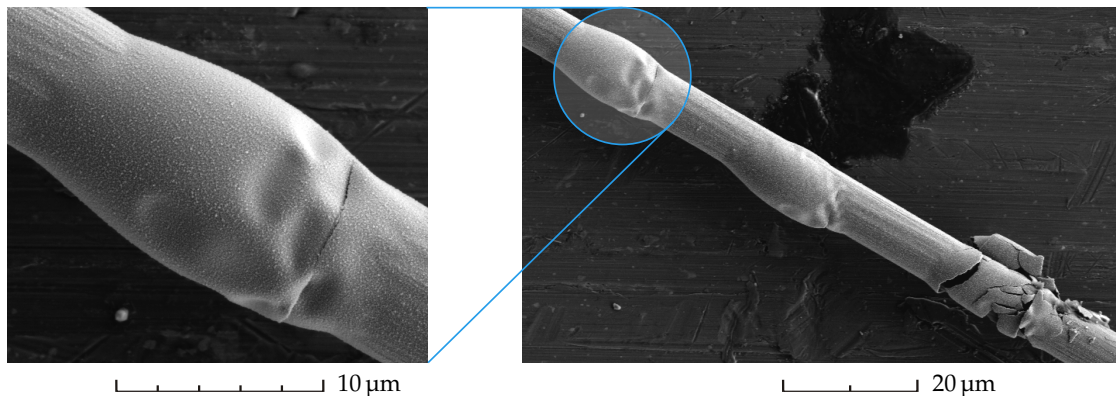


Abbildung 5.18: REM-Abbilder einer NiFe45/55-beschichteten HTA-Faser nach einem zerstörenden Einzelfaserzugversuch – blasenförmige Ablösungen der Schicht in regelmäßigem Abstand rühren von plastischen Verformungen durch starke Dehnung beim Zugversuch und daraus resultierenden Eigenspannungen bei der Entspannung der Faser beim Zerreißen

Ergebnisse zyklischer Zugversuche Bei zyklischer Belastung einer beschichteten Faserzugprobe mit dicker NiFe45/55-Schicht (2 µm Schichtdicke) wurde eine Hysterese ermittelt. Diese deutet auf plastische Verformungen innerhalb der NiFe45/55-Schicht hin. Plastische Verformungen können, wie bereits beschrieben, die Sensorlebensdauer begrenzen. Das plastische Fließen der 2 µm dicken NiFe45/55-Schicht setzte bereits bei geringen Dehnungen ein (vgl. Abb. 5.16). Der Grund für eine verringerte Streckgrenze der Schicht sind thermische Eigenspannungen aufgrund der Beschichtung bei höheren Temperaturen und der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Faser und Schicht. Die geprüfte Schicht ist damit nicht zur Umsetzung eines Dehnungssensors geeignet. Dünnere Schichten wurden daraufhin appliziert und anschließend in einer Versuchsreihe zur Ermittlung ihres elastischen Verhaltens mit zyklischen Zugversuchen geprüft.

Die Ergebnisse der zyklischen Prüfungen an unterschiedlich dick beschichteten HTA-Fasern ist in Abbildung 5.19 dargestellt. Zu sehen ist die jeweilige Restverschiebung im entlasteten Zustand nach jedem Zyklus als ein Maß für die plastische Verformung. Für NiFe45/55-Schichten zeigte sich unabhängig von der Schichtdicke eine statistische Verteilung der Restverschiebung nach einer Anzahl von 20 Zyklen ($2 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$). Positive und negative Restverschiebungen traten auf. Für Einzelversuche mit einer Zyklenzahl von 50 zeigte sich eine Restverschiebung im Bereich der Messunsicherheit ($\pm 3,5 \mu\text{m}$) des EFZM, welche anhand von reinen HTA-Fasern ermittelt wurde (s. Abschn. 5.4.1). Im Anschluss an die zyklischen Versuche wurden die Schichten auf Enthaftung oder die Bildung von Rissen mittels REM untersucht. Es konnte im Vergleich zum Ausgangszustand nach der Beschichtung keine Veränderung der Schichten im Zusammenhang mit einer zyklischen Belastung festgestellt werden. Die Schichten hafteten ausgezeichnet, es waren keinerlei Spalte zwischen Schicht und Faser zu erkennen. Risse waren ebenso nicht zu finden.

Auf Grundlage dieser Ergebnisse kann im Rahmen der Aussagekraft der Einzelfaserzugversuche davon ausgegangen werden, dass die untersuchten NiFe45/55-Schichten ein für den Sensor geeignetes elastisches Verhalten aufweisen. Die Rückwirkung auf den VILLARI-Effekt kann aufgrund fehlender Messungen zur Änderung der magnetischen Permeabilität

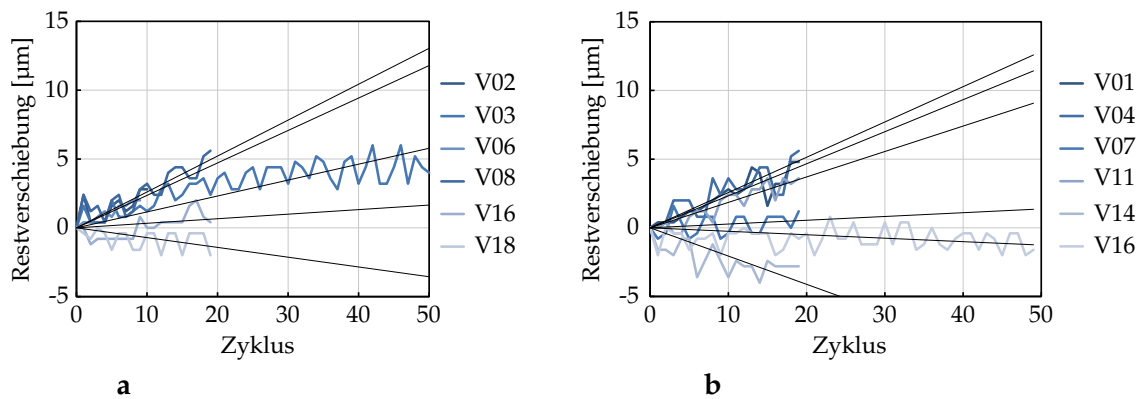


Abbildung 5.19: Verlauf der Restverschiebung nach jedem Zyklus bei zyklischen Einzelfaserzugversuchen mit jeweils bis 1 % Dehnung an NiFe45/55-beschichteten HTA-Fasern – **a** HTA-Fasern mit 350 nm dicker NiFe45/55-Schicht, **b** HTA-Fasern mit 700 nm dicker NiFe45/55-Schicht

der Schicht nicht bewertet werden. Nach den zyklischen Versuchen wurden zusätzlich statische Zugversuche an den gleichen Proben durchgeführt. Diese zeigten ebenfalls einen linearen Spannungs-Dehnungs-Verlauf. Bruchdehnung und maximale Spannung wichen nicht von denen der unzyklierten Proben ab. Langzeitversuche mittels Dynamisch-Mechanischer Thermo-Analyse (DMTA) zur Ermittlung des Ermüdungsverhaltens der NiFe45/55-Schicht sind für eine abschließende Verifizierung dieser Schichten empfehlenswert. Im Rahmen dieser Arbeit waren solche Untersuchungen nicht durchführbar.

Behandlung von Eigenspannungen der NiFe45/55-Schichten auf C-Einzelfasern

Nach der Abscheidung von NiFe45/55 auf C-Fasern konnten mittels XRD Schichteigenspannungen nachgewiesen werden. Diese resultieren aus den von einander abweichenden Temperatureausdehnungskoeffizienten von C-Fasern und Schicht. Da die Beschichtung bei erhöhten Temperaturen durchgeführt wird und die Schichten dabei zunächst spannungsfrei abgeschieden werden, kommt es im Laufe der Abkühlung zur Ausbildung von Eigenspannungen. Die Schicht zieht sich stärker zusammen als die Fasern. Dadurch bilden sich Zugeigenspannungen in der Schicht und Druckeigenspannungen in den Fasern aus. Die Zugeigenspannungen konnten an einem beschichteten Bündel mittels XRD auf einen Wert von 176 N/mm^2 beziffert werden. Diese begrenzen die elastische Dehnbarkeit der Schicht um eine Dehnung von 0,2 %. Angesichts einer maximalen Dehnung mit NiFe45/55 beschichteter C-Fasern in Höhe von 1,5 %, handelt es sich um einen vergleichsweise hohen Anteil. Um die Elastizität der Sensoren zu verbessern, wäre es zweckmäßig die Eigenspannungen zu vermeiden oder zu beseitigen.

Zur Verhinderung der Eigenspannungen wäre es denkbar, die Abscheidung der Schicht auf einer mechanisch vorgespannten Einzelfaser vorzunehmen. Eine entsprechende Vorrichtung zur Halterung der Faser müsste diese zerstörungsfrei aufnehmen sowie eine dauerhafte und bei Rotation der Faser aufrecht gehaltene Vorspannung garantieren. Auf diese Weise könnte nach der Abkühlung von der Prozesstemperatur auch die Faser entspannt

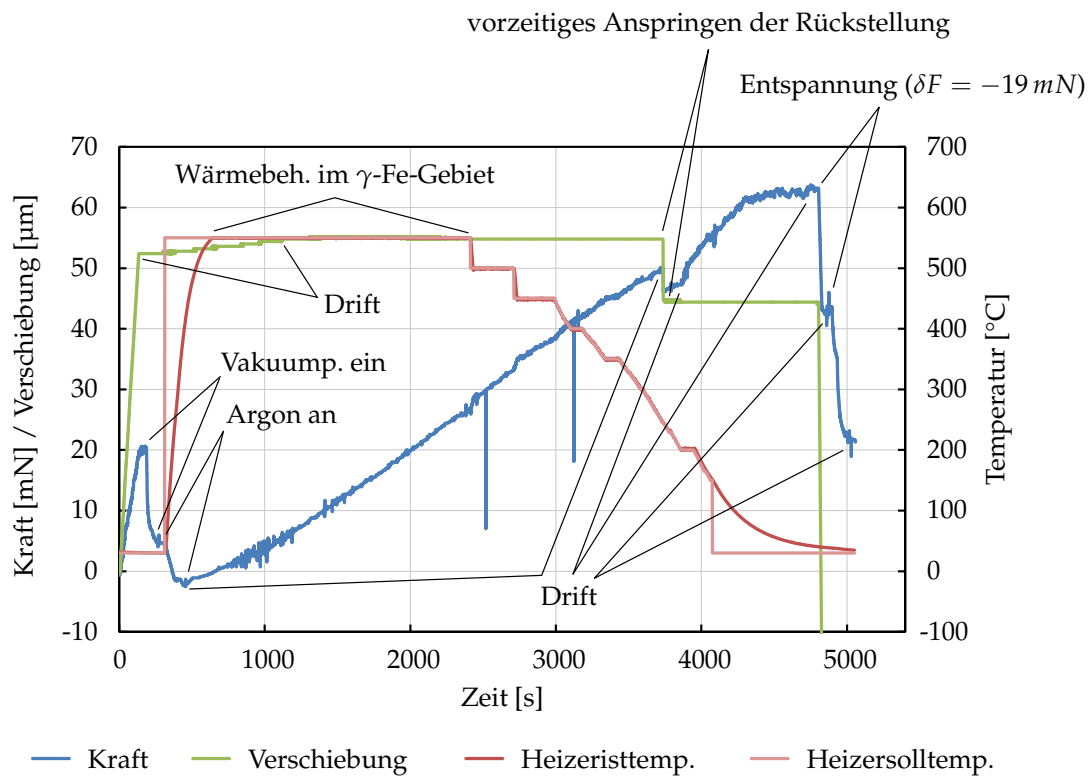


Abbildung 5.20: Verlauf der thermomechanischen Behandlung von NiFe45/55-Schichten auf C-Einzelfasern und Beschreibung der Messeffekte

und die Zugeigenspannungen der Schicht ausgeglichen werden. Der gezielte Aufbau von Druckeigenspannungen in der Schicht wäre mit diesem Verfahren ebenso denkbar. Die Entwicklung der erforderlichen Rotationseinrichtung wurde im Rahmen dieser Arbeit bis zur konstruktiven Umsetzung voran getrieben (s. Abschn. 5.4.5). Die Fertigung des Systems wurde aber noch nicht abgeschlossen. Untersuchungen zur Machbarkeit des vorgeschlagenen Ansatzes zur Verhinderung von Schichteigenspannungen blieben daher bisher aus.

Der zweite, mögliche Weg liegt in der nachträglichen Beseitigung der aufgebauten Eigenspannungen. Es ist möglich durch eine thermomechanische Behandlung die aufgebauten Eigenspannungen zu entfernen oder gezielt Eigenspannungen einzustellen. Durch eine Kopplung von mechanischer Dehnung und thermischer Behandlung lassen sich über die Einstellung von Temperatur und Dehnung exakte Werte für Eigenspannungen festlegen. Das dafür erforderliche Vorgehen wurde im Rahmen der Vorarbeiten für die Entwicklung von Fasersensoren erarbeitet und untersucht. Dieses Verfahren und deren Entwicklung ist in Abschnitt 4.3 beschrieben.

Für NiFe45/55-Schichten auf einzelnen HTA-Fasern wurde eine thermomechanische Behandlung durchgeführt. Eine Dehnung um $50\ \mu\text{m}$, welche bei der behandelten Probenlänge einer Zugspannung in Höhe der gemessenen Eigenspannung entspricht, wurde dabei vorgenommen. Durch eine Erwärmung ins γ -Fe-Gebiet sollte aufgrund der einsetzenden Phasenumwandlung dann eine Rekristallisation bewirkt werden. Die Beseitigung der durch die Dehnung zusätzlich aufgebauten Spannungen in der Schicht war Ziel dieser

Erwärmung. Eine Rücknahme der Faserspannung im Anschluss an die Abkühlung bedingt dann die Neutralisation der während der Abkühlung aufgebauten Zugeigenspannungen in der Schicht.

Abbildung 5.20 zeigt den Prozessverlauf eines solchen Versuchs. Der Anstieg der Vorspannkraft mit einsetzender Erwärmung ist auf eine Veränderung des Kraftmesssystems durch die steigende Temperatur und damit verbunden auf die temperaturbedingte Ausdehnung der Aufbauten des Einzelfaserzugmoduls zurückzuführen. Die Vorspannung konnte über die komplette Behandlungsdauer einschließlich während der Abkühlphase aufrecht erhalten werden. Der Versuch ist damit als erfolgreich zu bewerten. Eine Quantifizierung der Schichteigenspannungen an einer Einzelfaser gelang bisher mittels XRD nicht. Die Dimensionen der Einzelfaser sind zu gering um ein ausreichend starkes Beugungssignal zu erzeugen. Die Fokussierung des Röntgenstrahls ist mit der verfügbaren Technik noch nicht klein genug zur Ermittlung von Eigenspannungen an Schichten auf C-Einzelfasern.

5.4.3 Isolierende Schichten

Mikrostruktur isolierender Schichten

Abbildung 5.21 zeigt die Querschnitte unterschiedlich hergestellter Si_3N_4 -Schichten. Anfangs wiesen Si_3N_4 -Schichten eine schlechte Haftung auf den NiFe45/55-Schichten auf. Bei Si_3N_4 -Schichten mit Schichtdicken von über $2\ \mu\text{m}$ waren Risse in radialer Richtung aufgetreten (vgl. Abb. 5.21 a). Diese deuten auf Eigenspannungen in der Schicht hin. Womöglich werden diese durch die Abkühlung von der Beschichtungstemperatur infolge negativer thermischer Ausdehnung hervorgerufen. Durch eine Reduzierung der Schichtdicken und die Verringerung der Prozesstemperatur wurde diesem Effekt erfolgreich entgegengewirkt. Die Haftung der Schichten wurde zudem durch das Aufbringen einer haftvermittelnden Zwischenschicht (Cr) erfolgreich verbessert (s. Abb. 5.21 c).

Die Mikrostruktur optimierter Si_3N_4 -Schichten ist sehr homogen und es treten keine Fehlstellen oder Risse auf (vgl. Abb. 5.21 b). Die dargestellte Schicht wurde im ungelasteten Betrieb hergestellt. Über der gesamten Dicke dieser Schicht ist eine einheitliche Struktur zu erkennen. Die in Streifen verlaufende Variation der Helligkeit ist auf das FIB-Präparationsverfahren zurück zu führen. RTEM-Untersuchungen zeigen eine radiale, sehr feine Porenstruktur mit Porengrößen von wenigen Nanometern (vgl. Abb. 5.21 e). Zudem ist im Vergleich zu den metallischen Schichten keine ausgeprägte Kristallitstruktur zu erkennen. XRD-Messungen lassen aufgrund fehlender Reflexe auf einen ausschließlich amorphen Aufbau dieser Schicht schließen.

Die Mikrostruktur ist stark abhängig von der Betriebsart der Plasmaanregung. Im ungelasteten Betrieb (Wechsel von LF- und RF-Anregung) bilden sich durch wechselnde Abscheidungsbedingungen Zwischenschichten aus. Diese besitzen eine unterschiedlich große Dichte und weisen zudem Abweichungen im Verhältnis der Gehalte an Si und N auf. Beide Erscheinungen sind anhand der variierenden Kontraste im REM-Abbild zu erkennen (vgl. Abb. 5.21 d). Innerhalb der Abscheidungsdauer wurden fünf Zyklen wechselnder Anregungsfrequenz durchlaufen. Die Anzahl der gefundenen Zwischenschichten stimmt mit der Zyklenzahl überein. Ein weiteres Unterscheidungsmerkmal beider Betriebsarten liegt in

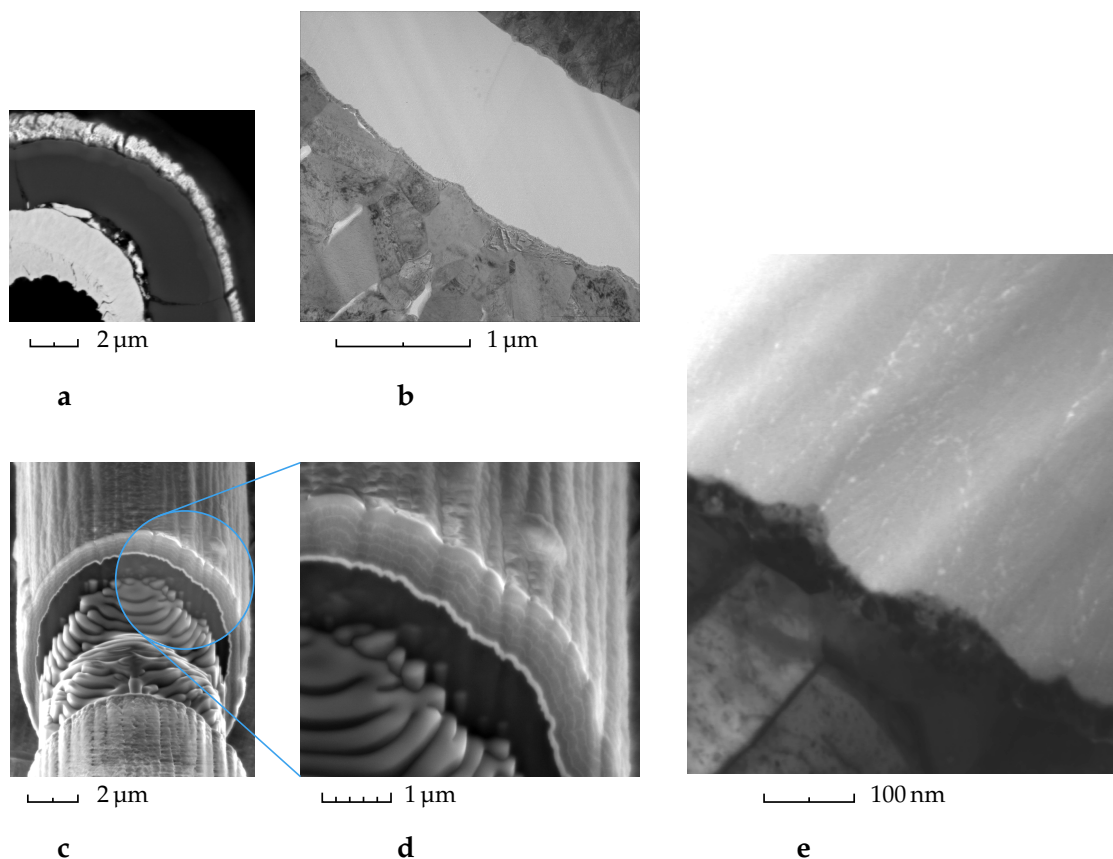


Abbildung 5.21: REM-, TEM und RTEM-Abbilder von auf HTA-Fasern abgeschiedenen Si_3N_4 -Schichten – **a** REM-Abbild eines Schichtsystem-Querschliffs mit enthafteter und gerissener Si_3N_4 -Schicht (dunkle Phase zwischen zwei hellen Phasen), **b** TEM-Abbild einer Si_3N_4 -Schicht im Schichtsystem des magnetoelastischen Dehnungssensors, **c + d** REM-Abbilder des FIB-Querschnitts einer im Pulsbetrieb abgeschiedenen Si_3N_4 -Schicht nach zyklischen Zugversuchen, **e** RTEM-Abbild einer Si_3N_4 -Schicht im Schichtsystem (helle Phase)

der Ausprägung der Schichtoberfläche. Die im gepulsten Betrieb abgeschiedenen Schichten zeigten zumeist eine glattere Oberfläche.

Mechanische Eigenschaften isolierender Schichten

Ergebnisse quasistatischer Zugversuche HTA-Fasern mit Si_3N_4 - und SiO_2 -Schichten wurden in quasistatischen Zugversuchen bis zum Versagen belastet. Aus den ermittelten mechanischen Kennwerten wurde jeweils ein Mittelwert bestimmt. Die Ergebnisse der Einzelfaserzugversuche sind im direkten Vergleich zur nur mit Cr beschichteten HTA-Faser in Abbildung 5.22 zu sehen. Die höchste Festigkeit wies die ungepulst abgeschiedene Si_3N_4 -Schicht auf. Beide Arten der SiO_2 -Schicht zeigten im Vergleich dazu sehr geringe Festigkeiten. Die gepulst abgeschiedene Si_3N_4 -Schicht hatte eine im Mittel halb so große Festigkeit wie die ungepulst abgeschiedene Schicht. Der Grund für diese große Differenz ist al-

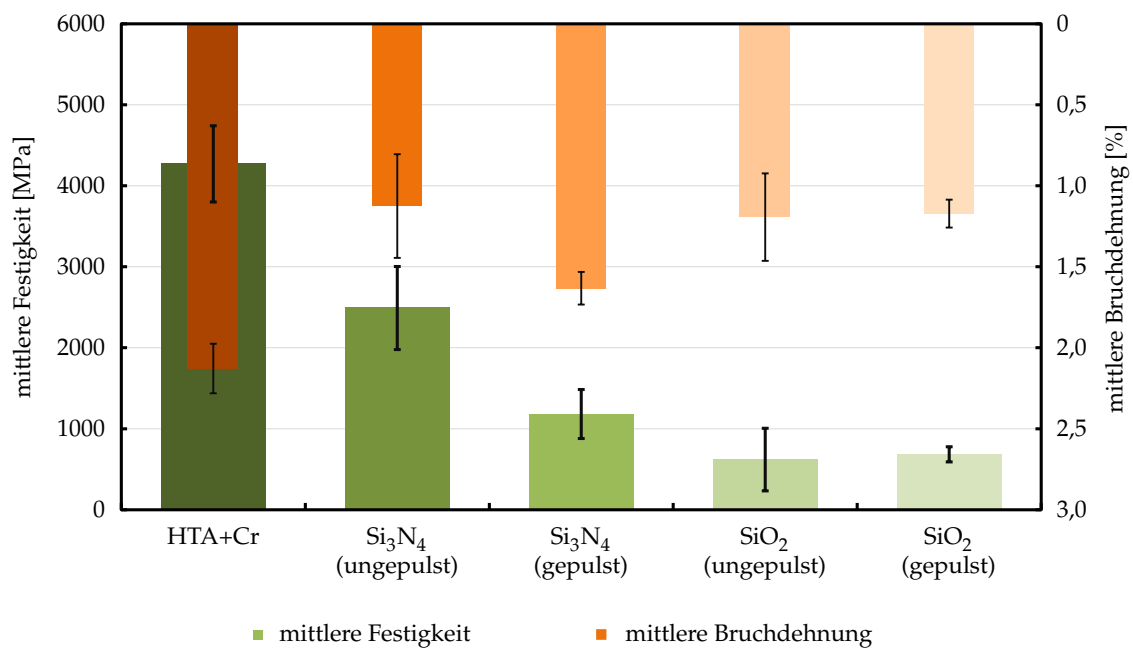


Abbildung 5.22: Vergleich von mittlerer Festigkeit und Bruchdehnung zwischen Cr-beschichteten HTA-Fasern und HTA-Fasern mit Si₃N₄- bzw. SiO₂-Schicht, abgedruckt in gepulstem und ungepulstem Betrieb der PECVD-Anlage

lerdings nicht in den unterschiedlichen Eigenschaften der Schichten zu suchen. Vielmehr beruht die starke Variation der Festigkeit auf der unterschiedlichen Schichtdicke der geprüften Schichten. Im ungepulsten Betrieb wurden eher dünne Schichten (350 nm) abgeschieden. Die Schichtdicke der gepulst applizierten Schicht betrug 700 nm. Die Dicke der SiO₂-Schichten lag bei über 2 µm. Wie schon bei NiFe45/55 beobachtet, hat die Dicke der Schichten eine starke Auswirkung auf die Festigkeit des Systems Faser-Schicht. Die Faser nimmt die Last auf. Die Schicht bewirkt eine Zunahme des Querschnitts ohne gleichzeitig zur Lastaufnahme beizutragen. Ein Vergleich der Festigkeiten unterschiedlicher Schichten kann daher nur bei gleichen Schichtdicken sinnvoll geführt werden.

Bedeutsam in Bezug auf die Eignung der Schichten für den Dehnungssensor ist allerdings der Vergleich der Bruchdehnungen. Die Si₃N₄-Schicht mit der größten Bruchdehnung wurde im gepulsten Betrieb hergestellt (vgl. Abb. 5.22). Bei geringer Streuung wurde im Mittel eine Bruchdehnung von 1,6% erreicht. Die geringere Bruchdehnung von Si₃N₄-Schichten aus dem ungepulsten Prozess ist auf die höhere Rauheit der Schicht im Vergleich zu den gepulst hergestellten Schichten zurückzuführen. Die Kerbwirkung trägt in der Folge zu einem früheren Versagen des Systems Faser-Schicht bei. Der Pulsbetrieb aus LF und RF bewirkt demnach die Bildung höherwertiger Schichten. Für die Herstellung magnetoelastischer Fasensensoren ist die Nutzung des gepulsten Betriebs zur Erzielung einer maximalen Dehnbarkeit der Sensoren zu empfehlen. SiO₂ hat aufgrund der geringeren Dehnbarkeit bisher eine untergeordnete Bedeutung für die Sensoranwendung. Für diese Schicht wurde kein Einfluss der Betriebsart der Plasmaanregung auf die Bruchdehnung festgestellt. Die Prozesskontrolle ist zudem aufgrund der hohen Abscheideraten bei der SiO₂-Abscheidung bisher schwierig (vgl. Tab. 5.3).

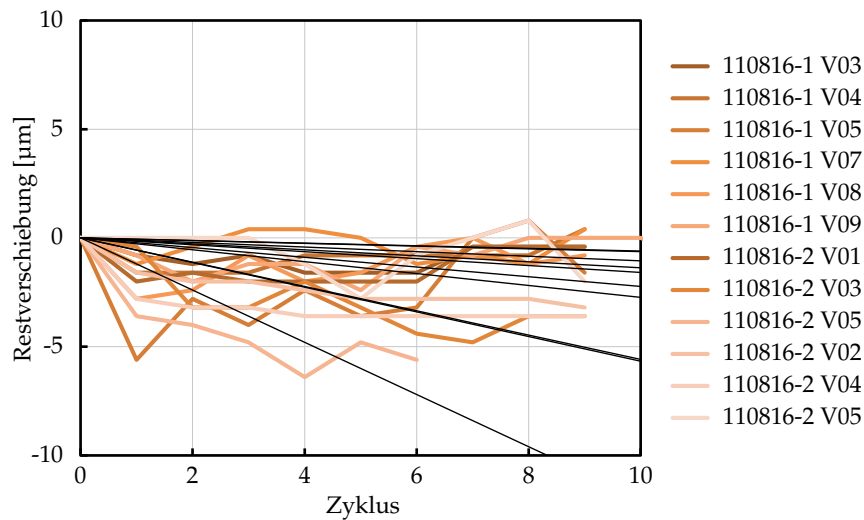


Abbildung 5.23: Verlauf der Restverschiebung nach jedem Zyklus bei zyklischen Einzelfaserzugversuchen mit jeweils bis 1 % Dehnung an Si_3N_4 -beschichteten HTA-Fasern

Ergebnisse zyklischer Zugversuche In Abbildung 5.23 sind die ermittelten Restverschiebungen von Si_3N_4 -beschichteten HTA-Fasern dargestellt. Die als Isolierung dienende Si_3N_4 -Schicht zeigte ebenfalls elastisches Verhalten. Im Mittel stellte sich eine vernachlässigbare Verkürzung der Zugproben ein ($-1,9 \mu\text{m} \pm 1,9 \mu\text{m}$). Im Einzelversuch über 40 Zyklen nahm diese nicht weiter zu. In Bezug auf die geprüfte Probenlänge entspricht diese mittlere Verschiebung einer Verkürzung der Probe um 0,038 %. Die durchweg bei allen zyklischen Versuchen beobachtete negative Restverschiebung hebt das mechanische Verhalten dieser Fasern trotzdem deutlich von dem der metallisch beschichteten Fasern ab. Eine Verkürzung der beschichteten Fasern wäre nur dann möglich, wenn sich nach der Beschichtung Druckeigenstressungen in der Schicht bzw. Zugeigenstressungen in der Faser ausgebildet haben und sich diese infolge einer Verdichtung der Schicht oder durch eine Aufwölbung der Schicht, durch deren Zerstörung, entspannen können. So ist denkbar, dass die Schicht sich infolge der mechanischen Belastung setzt und Druckspannungen abgebaut werden. Ein direkter Nachweis dieses Effekts konnte bisher nicht erbracht werden.

Bei im Anschluss an die zyklische Belastung vorgenommenen REM-Untersuchungen mechanisch geprüfter Fasern konnten keinerlei Defekte der Schicht festgestellt werden. Es waren keine Risse in der Oberfläche nachweisbar. Ebenso war die Haftung der Schicht bei Kontrollen des Querschnitts an zufällig ausgewählten Faserabschnitten gegeben (vgl. Abb. 5.21 c). Aufwölbungen der Schicht konnten in keinem Fall festgestellt werden. Der Spannungs-Dehnungs-Verlauf von im Anschluss an die zyklische Belastung durchgeführten quasistatischen Zugversuchen war ebenso vollständig linear.

Aufgrund der Versuchsergebnisse wird von der Eignung der untersuchten Schichten für den Sensor ausgegangen. Für die Fertigung des Sensors wird zur Isolierung der Cu-Spule gegenüber der magnetoelastischen Schicht die Applizierung einer im Pulsbetrieb abzuschneidenden Si_3N_4 -Schicht, welche die im Vergleich besten elastischen Eigenschaften zeigte, empfohlen.

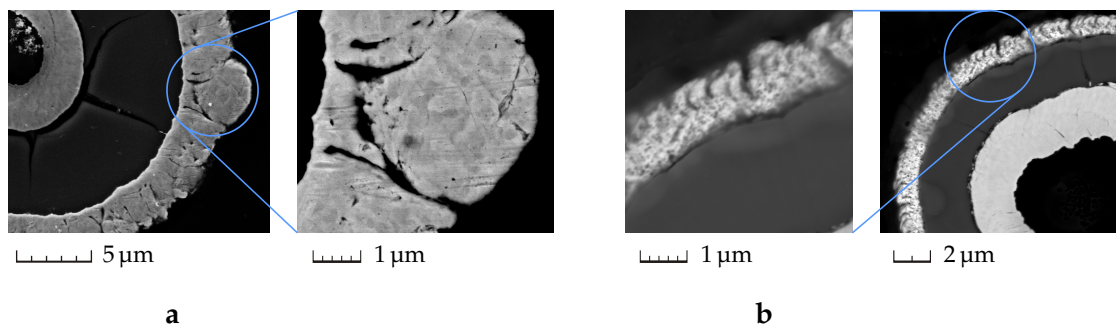


Abbildung 5.24: REM-Abbilder von Cu-Schichten auf C-Fasern, abgeschieden mittels Magnetronspütern und Dreieckshalter – **a** Blumenkohl-ähnliche Struktur einer Fehlstelle aufgrund einer Verunreinigung, **b** mikroporöse Struktur einer abgeschiedenen Cu-Schicht im Randbereich der Faser

5.4.4 Cu-Schichten

Mikrostruktur von Cu-Schichten

Bei Untersuchungen der mittels Magnetronspütern, unter Nutzung des Dreieckshalters, abgeschiedenen Cu-Schichten zeigten sich sehr unterschiedlich aufgebaute Mikrostrukturen. Ein paar ausgewählte Querschnitte dieser Schichten sind in Abbildung 5.24 zu sehen. Die Schichten ähneln teilweise der Struktur von Blumenkohl mit dicht zusammenhängenden Röschen (vgl. Abb. 5.24 a). Diese sind durch große Poren unterbrochen. Der Grund für diese Struktur liegt im bereits bei den NiFe_{45/55}-Schichten beschriebenen Schatteneffekt. Auf der dem Target abgewandten Seite der Substratfaser wachsen Kristallite zunächst nicht dicht gepackt auf. Es kommt zur Bildung von Leerräumen aufgrund der gegenseitigen Abschattung. Zur Beschichtung der nächsten Faserseite wird der Dreieckshalter gedreht. Die im ersten Schritt gebildete, minderwertige Struktur setzt sich aufgrund der starken Abschattung in der Bildung der neuen Cu-Lage fort. Nur die Richtung des Kristallitwachstums und damit die Ausrichtung der Leerräume ändert sich. Bei der Kathodenzerstäubung entstehen auf der dem Target zugewandten Probenfläche große Kristallite (> 100 nm), welche teilweise große, poröse Zwischenräume aufweisen. In Zonen mit kleinen Kristalliten sind kaum Poren zu finden. Für die spätere Strukturierung, als auch für die Kontaktierung sind Kupferschichten mit kleinen Kristalliten vorzuziehen. Zur Erzielung eines gleichmäßigen Abtrags bei der FIB-Strukturierung ist zudem eine einheitliche Kristallitgröße erforderlich. Diese Anforderungen können unter Anwendung des Dreieckshalters bei der Beschichtung nicht erfüllt werden. Die Entwicklung des Rotationshalters wurde daraufhin betrieben.

Cu-Schichten weiterer Proben zeigten eher eine stark poröse Struktur, vergleichbar mit einem mikroporösen Schaum (vgl. Abb. 5.24 b). Das Schichtwachstum war nicht homogen, in allen Fällen unterbrochen durch Hohlräume. Die Ursache für diese Struktur wird in einem zu großen Abstand zum Target gesehen. Bzw. existiert beim Cu-Target in der Projektion der Targetfläche eine sehr eng begrenzte Zone mit hoher Cu-Dichte und hoher Teilchenenergie. In den Außenbereichen des Abstrahlkegels verringert sich die Energie und die Dichte der weggeschleuderten Cu-Teilchen. Dadurch verstärkt sich der Abschattungseffekt.

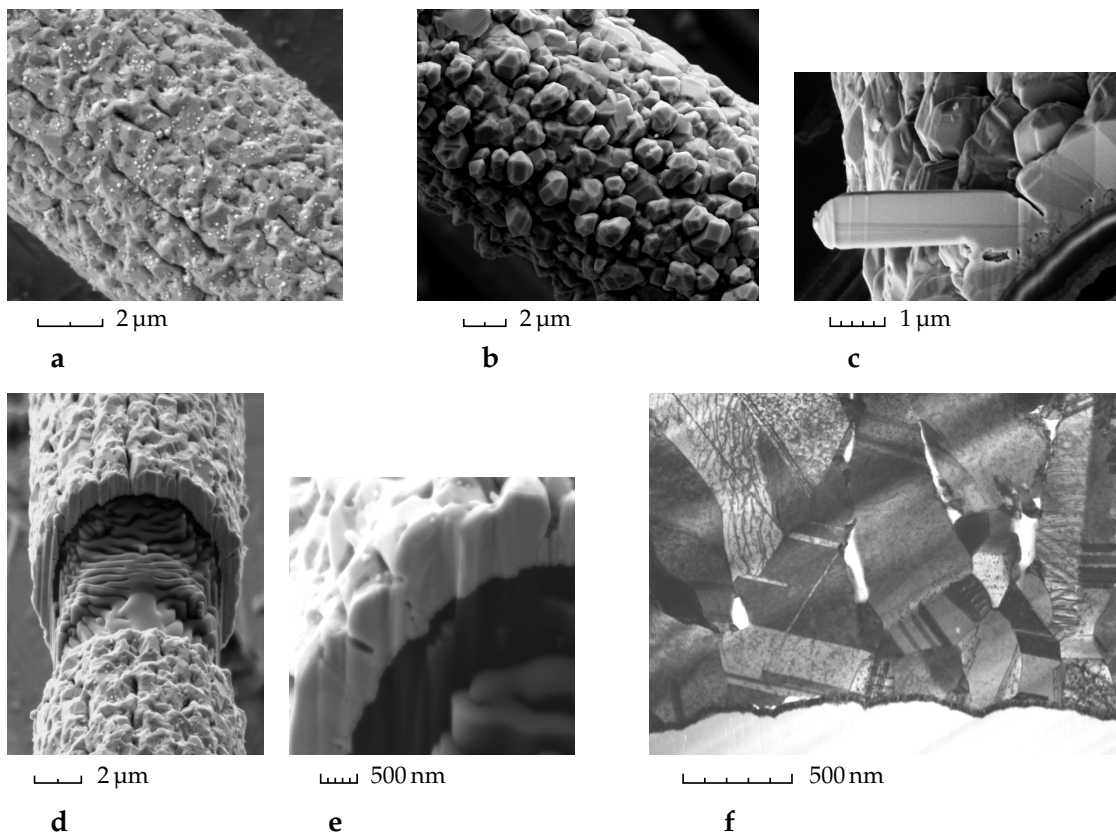


Abbildung 5.25: REM- und RTEM-Abbilder von auf HTA-Fasern abgeschiedenen Cu-Schichten – **a** REM-Abbild einer Schicht mit vergleichsweise glatter Oberfläche, **b** REM-Abbild einer Schicht mit ausgeprägter Kristallinität, **c** REM-Abbild eines FIB-Querschnitts an einem Cu-Whisker, **d + e** REM-Abbilder von FIB-Querschnitten an Cu-Schichten nach zyklischer Belastung, **f** RTEM-Abbild eines FIB-Dünnschliffs einer Cu-Schicht

Diese Annahme begründet sich in der Lage der Querschnitte dieses Typs. Schichten dieser Art wurden in Proben gefunden, welche aus dem Randbereich des beschichteten Faserabschnitts stammten. Die Schichtmorphologie ist daher stark abhängig von der Position auf dem Faserabschnitt.

Für die Herstellung optimierter Cu-Schichten wurde der Rotationshalter eingesetzt. Die unter Rotation der Substratfasern gebildete Mikrostruktur ist in Abbildung 5.25 zu sehen. Die Erscheinung der Oberflächen ist sehr unterschiedlich. Es können sich vergleichsweise glatte Oberflächen ausbilden (vgl. Abb. 5.25 **a**). Die Ausformung einer stark kristallinen Oberfläche mit Kristallitdurchmessern von über einem Mikrometer ist ebenso möglich (vgl. Abb. 5.25 **b**). Eigenspannungen in der Cu-Schicht führten bei manchen der untersuchten Proben zum Aufwachsen von Whiskern (vgl. Abb. 5.25 **c**). Eine Ursache für die unterschiedlich ausgeprägte Oberfläche konnte bisher nicht eindeutig ausgemacht werden. Die Cu-Abscheidung wurde unter konstanten Parametern vorgenommen. Variationen der Schichtdicke der Cu-Schicht sowie der darunter liegenden Schichten wurden vorgenommen. Mit wachsender Schichtdicke wäre eine Zunahme der Kristallgröße auf der Oberfläche

denkbar. Die RTEM-Aufnahme einer Schicht bestätigt dies (vgl. Abb. 5.25 f). Der Grund für unterschiedliche, kristalline Oberflächen könnte außerdem in der Wechselwirkung zu den darunterliegenden Schichten liegen. Verschieden strukturierte Oberflächen bewirken eine Veränderung der Wachstumsbedingungen.

In allen untersuchten Proben konnten, unabhängig von der Beschaffenheit der Oberfläche, in Faserlängsrichtung verlaufende Vertiefungen in der Cu-Schicht beobachtet werden (s. Abb. 5.25 a). Diese entstehen hauptsächlich entlang der gefurchten Oberfläche der C-Fasern auf den Rillen der Faser. Für das Auftreten ist ebenso die Abschattung und die niedrige Temperatur während der Abscheidung verantwortlich. Die Rillen werden über die vorhergehenden Abscheidungsvorgänge auf die Oberfläche der zuletzt abgeschiedenen Schicht projiziert. Ein Ausgleich der Rauheit der Fasern durch die Beschichtungen war nicht zu erkennen. Zur Vermeidung der Vertiefungen bzw. Spalte ist die Verstärkung der Diffusion beim PVD-Prozess notwendig. Eine Erhöhung der Substrattemperatur würde dies erreichen. Eine höhere Temperatur bedingt aber gleichzeitig ein verstärktes Kristallwachstum und damit die Bildung größerer Strukturen. Größere Strukturen wirken sich nachteilig auf die nachfolgende Strukturierung der Schicht aus und sind daher nicht erstrebenswert. Die Untersuchung alternativer Materialien, welche die Abscheidung feinkristalliner Schichten ermöglichen, wird daher für die Weiterführung der Sensorentwicklung angeraten. Die Abscheidung von elektrisch leitfähigen Multilagenn könnte außerdem zur Vermeidung der Vergrößerung der Mikrostruktur eingesetzt werden.

In RTEM-Aufnahmen von Dünnschichten der Cu-Schicht sind die Kristallite und deren unterschiedliche Orientierung gut zu erkennen (s. Abb. 5.25 f). Das Gefüge der Cu-Schicht besteht aus kleinen (< 100 nm) und großen (100 nm bis 1 μ m) Kristalliten, die in unterschiedlicher Orientierung vorliegen. Aus der Bildung von Wachstumszwillingen ist ein langsames Kristallitwachstum abzulesen. Die zu erkennenden Versetzungen (wellenförmig verlaufende, dunkle Linien innerhalb der Körner) in der Schicht entstammen der FIB-Präparation. Einige größere Poren liegen in der Schicht vor. Die Schichthaftung auf der Si_3N_4 -Oberfläche ist durch das Aufbringen von Cr als Haftvermittler gegeben.

Aus den gewonnenen Erkenntnissen ist abzuleiten, dass die Rotation der Proben bei Beschichtung mit Cu als auch mit NiFe45/55 in geschlossener Kammer erfolgen sollte, um Oxidationsprozesse auszuschließen und um homogenere Schichten mit höherer Schichtqualität zu erzeugen. Der Einsatz der Rotationseinrichtung beim Magnetronsputtern ist daher unerlässlich.

Mechanische Eigenschaften von Cu-Schichten

Die Prüfung der mechanischen Eigenschaften wurde an Cu-beschichteten HTA-Fasern mit unterschiedlichen Schichtdicken durchgeführt. Die Schichtabscheidung mittels Dreieckshalter sowie die Abscheidung unter Verwendung des Rotationshalters wurden bei den Zugversuchen berücksichtigt. Somit ist es möglich einen Vergleich der mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit der Faserhalterung zu führen.

Ergebnisse quasistatischer Zugversuche Die quasistatische Prüfung der mechanischen Eigenschaften Cu-beschichteter HTA-Fasern wurde mit Fasern unterschiedlicher Schichtdicke durchgeführt. Die Ergebnisse der Einzelfaserzugversuche sind in Abbildung 5.26 zu

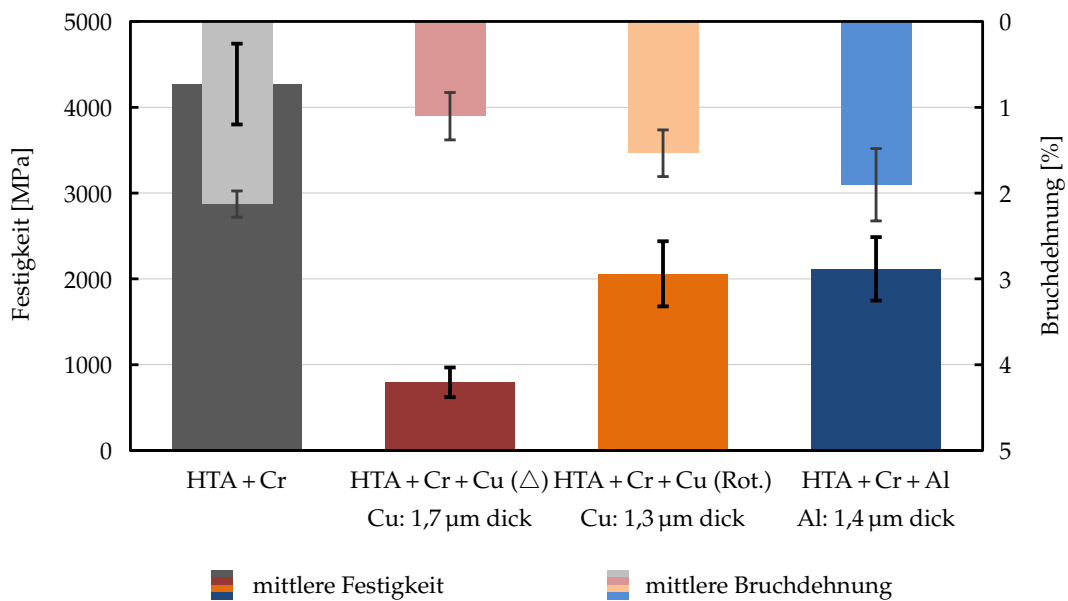


Abbildung 5.26: Vergleich von mittlerer Festigkeit und Bruchdehnung zwischen Cr-beschichteten HTA-Fasern und HTA-Fasern mit zusätzlicher Cu-Schicht bzw. Al-Beschichtung

sehen. Die Faser mit der vergleichsweise dicken Cu-Schicht (1,7 µm) schnitt bei den Versuchen am schlechtesten ab. Zur Schichtabscheidung wurde für diese Probe der Dreieckshalter verwendet. Die so beschichtete Faser wies die geringste Festigkeit und eine vergleichsweise geringe Bruchdehnung (knapp über 1 %) auf. Im Vergleich dazu hatte die Faser mit der dünneren Cu-Schicht (1,3 µm), welche mit dem Rotationshalter abgeschieden wurde, deutlich bessere mechanische Eigenschaften. Die Festigkeit war mehr als doppelt so groß und die Bruchdehnung erreichte den 1,5-fachen Wert (über 1,5 %). Der große Unterschied in der Festigkeit ist sicherlich auf eine bessere Schichthaftung, der mit Hilfe des Rotationshalters abgeschiedenen Schicht, zurückzuführen. Die Differenz in der Bruchdehnung ist einer geringeren Kristallitgröße der dünneren Schicht zu erklären. Eine eher grobe Mikrostruktur hat eine stark zerklüftete und strukturierte Oberfläche zur Folge. Die Zerklüftung bedingt bei der geringen Dimension der Faser eine hohe Kerbwirkung. Spannungskonzentrationen bei der Belastung sind die Folge. Diese sorgen dann für ein vorzeitiges Reißen der Faser. Dünnere und feinkristalline Schichten sind daher für den Dehnungssensor vorzuziehen.

Bei der Mehrzahl der Versuch der mechanischen Einzelfaserprüfung, an mittels Rotationshalter beschichteten HTA-Fasern mit Cu-Schicht, trat ein charakteristischer Kurvenverlauf im Spannungs-Dehnungs-Diagramm auf. Dem annähernd linearen Verlauf ist eine Schwingung ab einer Dehnung von, im Mittel, 1,3 % überlagert. In Abbildung 5.27 ist dies beispielhaft zu sehen. Insbesondere bei Proben, welche hohe Dehnungen (über 1,5 %) erreichten, war dieser Effekt zu beobachten. Als Ursache für dieses Phänomen wird ein stückweises Reißen der Schicht und eine abschnittsweise Enthftung dieser vermutet. Es ist wahrscheinlich, dass die Bruchdehnung der Schicht ab einer Dehnung von 1,3 % erreicht wird. Die Schicht kann dann die weitere Streckung der Faser nicht nachvollziehen und reißt. Die entstandene Kerbe schwächt allerdings nicht gleichzeitig die Faser. Ein direktes Zerrei-

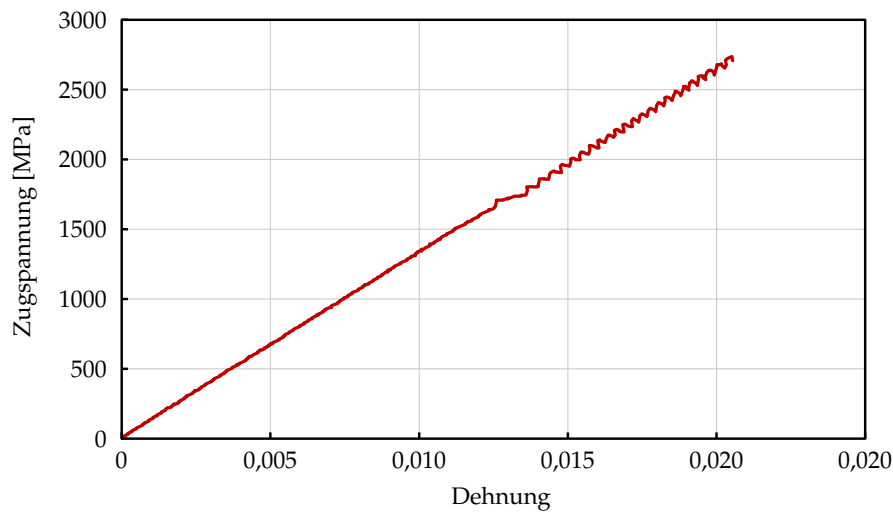


Abbildung 5.27: Spannungs-Dehnungs-Verlauf eines Einzelfaserzugversuchs an einer Cu-beschichteten HTA-Faser (beschichtet mittels Rotationshalter)

ßen der beschichteten Faser bleibt aus. Die Entspannung der Schicht wirkt nur über einen kurzen Abschnitt der Faser. Die Haftung der restlichen Bereiche ist intakt. Dies wiederholt sich bis zum Zerreißen der Faser im Kern. Der Auszug der Faser aus ihrer Fixierung wird als Erklärung für die Schwingungen ausgeschlossen. Ein Faserauszug würde eine weitere Verlängerung der Faser ohne Zunahme der Spannung und damit einen im Mittel geringeren Anstieg der Kurve bewirken. Da der Spannungsanstieg im Mittel linear ist und ab dem Auftreten der Schwingungen im Mittel mit gleichem Anstieg fortschreitet, wird dieser Erklärungsansatz für das Phänomen ausgeschlossen.

Bei fast der Hälfte der Versuche war der Spannungs-Dehnungs-Verlauf ausschließlich linear. Fraglich ist, ob bei diesen Proben durchgängig eine vollständige Haftung der Schichten gegeben war. Unter der Annahme, dass die Dehnung der Schicht begrenzt ist, existieren für den linearen Verlauf ohne die charakteristischen Schwingungen drei mögliche Erklärungen. Die Schicht kann entweder stark enthaftet sein, sich zweitens ohne starken Widerstand fragmentieren oder sie besitzt tatsächlich eine höhere Bruchdehnung und wird folglich plastisch verformt. Ein eindeutiger Nachweis für einen dieser Erklärungsansätze konnte bisher nicht erbracht werden. Die im Anschluss an die zerstörende Prüfung durchgeführte REM-Untersuchung der Oberfläche der Schichten ergab keinerlei Hinweise auf Schäden der Schicht. Zur abschließenden Klärung des Phänomens wird die Durchführung von Einzelfaserzugversuchen im REM, zur Untersuchung der Schichtoberfläche im belasteten Zustand, empfohlen.

Aus dem beobachteten Phänomen kann abgeleitet werden, dass die Bruchdehnung der Cu-Schichten begrenzt ist. Anders als der angegebene Wert von über 1,5% suggeriert, besitzt die Cu-Schicht auf einer Faser eine geringere Dehnbarkeit. Diese liegt im Mittel bei 1,3%. Die Abgrenzung der elastischen Dehnbarkeit der Schicht war auf Grundlage der Zugversuche nicht möglich. Der Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurven ist in allen Fällen linear und vom mechanischen Verhalten der Faser geprägt. Plastische Anteile, welche sich durch einen Abfall des Anstiegs identifizieren lassen, sind aus den Kurvenverläufen nicht herauszulesen.

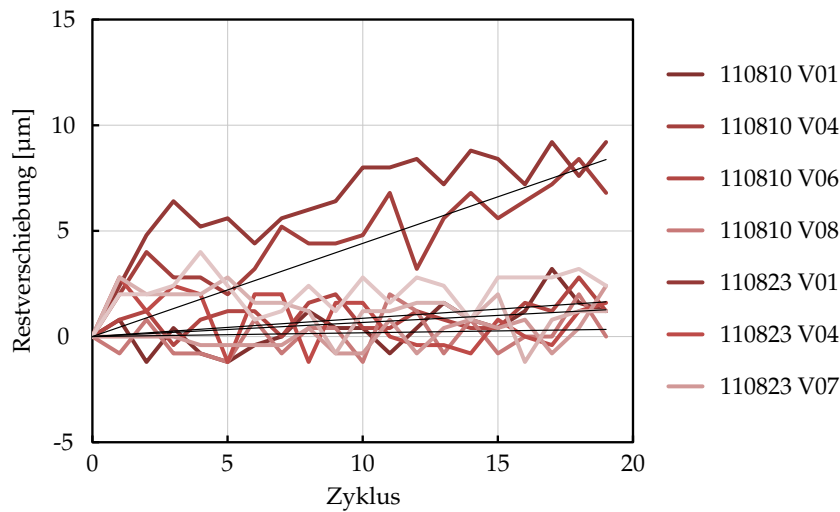


Abbildung 5.28: Verlauf der Restverschiebung nach jedem Zyklus bei zyklischen Einzelfaserzugversuchen mit jeweils bis 1 % Dehnung an Cu-beschichteten HTA-Fasern

Um den zu Beginn des Abschnitts beschriebenen Effekt der unterschiedlichen Kristallitgröße zu untermauern, sind in Abbildung 5.26 zusätzlich die mechanischen Eigenschaften einer mit Al beschichteten HTA-Faser, mit zur zweiten Cu-Schicht vergleichbarer Schichtdicke ($1,4 \mu\text{m}$), aufgetragen. Diese Al-Schicht wurde im Rahmen der Untersuchungen zum piezoresistiven Sensor hergestellt (s. Kap. 6). Sie hat eine deutlich feinere Kristallstruktur (vgl. Abb. 6.14) und eine, auf die Faserlängsachse bezogen, glattere Oberfläche. Dies macht sich bei den mechanischen Eigenschaften bemerkbar. Die Bruchdehnung dieser beschichteten Faser erreicht nahezu den Wert der unbeschichteten HTA-Faser (vgl. Abb. 5.26). Dies wird mit der glatteren Oberfläche in Verbindung gebracht. Die Festigkeit Al-beschichteter HTA-Fasern ist identisch mit der Festigkeit der Cu-beschichteten Faser. Lasttragend ist im Fall der beschichteten Fasern immer die Faser selbst. Schichten führen immer zu einer Verringerung der Festigkeit. Mit steigender Schichtdicke schwindet dabei die Festigkeit. Die Al-beschichteten Fasern zeigen im Gegensatz zu den Cu-beschichteten im Spannungs-Dehnungs-Verlauf plastisches Verhalten. Dies spricht für eine ausgezeichnete Haftung der Schichten. Die elastische Dehnbarkeit ließ sich so auf $0,7\%$ Dehnung ermitteln.

Ein abschließendes Urteil zur Eignung der elektrisch leitfähigen Schichten zur Anwendung bei Faser-basierten Dehnungssensoren kann auf Grundlage dieser Ergebnisse nicht getroffen werden. Für Dehnungen bis 1% sollten sich die mittels Rotationshalter abgeschiedenen Schichten als Leitermaterial eignen. Zyklische Versuche dienen im nächsten Schritt zur weiteren Klärung dieser Frage.

Ergebnisse zyklischer Zugversuche Bei der zyklischen Prüfung von der als Spule sowie zur Signalleitung gedachte Cu-Schicht ergab sich ein zu NiFe_{45/55}-Schichten vergleichbares Bild. Unabhängig von der jeweiligen Schichtdicke sind im Mittel vernachlässigbare, positive Restverschiebungen zu beobachten ($2,9 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$). Abbildung 5.28 zeigt die ermittelten Ergebnisse für zyklische Zugversuche an Cu-beschichteten HTA-Fasern. Diese deu-

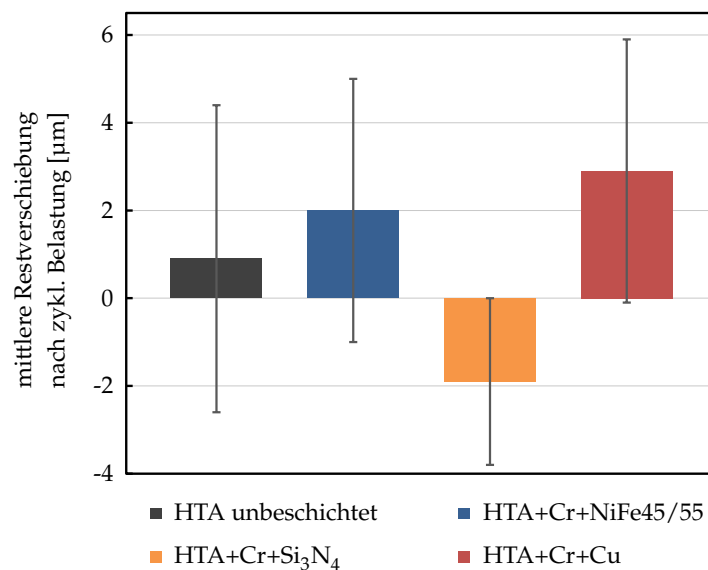


Abbildung 5.29: Vergleich der mittleren Restverschiebung am Ende zyklischer Einzelfaserzugversuche anhand unterschiedlich beschichteter HTA-Fasern

ten darauf hin, dass sich Cu-Schichten auf C-Fasern bei Dehnungen bis 1 % innerhalb einer kleinen Zyklenzahl elastisch verhalten. Entsprechende statische Zugversuche im Nachgang jeder zyklischen Belastung zeigten ebenfalls einen rein elastischen Verlauf. Bei REM-Untersuchungen im Anschluss an die zyklische Belastung konnten in den Schichten keinerlei Fehlstellen gefunden werden. Die Haftung der Schichten war zudem gegeben. REM-Abbildungen von FIB-Querschnitten an zufällig ausgewählten Faserabschnitten belegen die intakte Schichthaftung (vgl. Abb. 5.25 d + e).

Ausgehend von diesen Ergebnissen wird die Cu-Schicht mit einer Schichtdicke von 1,3 μm als geeignete Leiterschicht für den magnetoelastischen Sensor eingestuft. Auf Grundlage der durchgeführten Zugversuche ist für Dehnungen bis 1 % eine Eignung dieser gegeben.

5.4.5 Zusammenfassung der Schichteigenschaften, optimierter Sensoraufbau und Prozessablauf

Die mittlere Restverschiebung und die jeweilige Standardabweichung aller beschichteten C-Fasern sind in Abbildung 5.29 zum Vergleich dargestellt. Zusammenfassend zeigt sich bei den Schichten nach zyklischer Belastung eine geringe Veränderung der bleibenden Dehnung. Gegenüber der maximalen Dehnung ($50 \mu\text{m} \hat{=} 1\%$) aller zyklischen Belastungen beträgt diese im Fall von Cu lediglich 0,06 %. Durch die Lage innerhalb der ermittelten Streubreite des Einzelfaserzugmoduls können diese Verschiebungen vernachlässigt werden (vgl. Abb. 5.29). Die großen Standardabweichungen sind auf Veränderungen im Wegmesssystem zurückzuführen. Metallische Beschichtungen auf C-Fasern haben eine geringe positive Restverschiebung zur Folge. Diese ist, wie schon geschrieben, bei Cu am größten. Interessant ist das Auftreten einer im Mittel negativen Restverschiebung bei C-Fasern mit Si₃N₄-Schicht. Dieses Verhalten hebt sich von dem der Metalle ab. Es wird mit Setzungen in Verbindung

gebracht. Ein eindeutiger Nachweis für den dahinter liegenden Mechanismus gibt es bisher nicht.

Auf Grundlage der gesammelten Ergebnisse wurde am IMPT in Hannover ein optimierter Schichtaufbau und ein dazu passender Prozessablauf erarbeitet (Tap12). Die in Abschnitt 5.2.2 aufgeführten Prozessparameter werden dabei angewandt. Die einzelnen Prozessschritte laufen wie folgt:

1. thermische Entschlichtung bei 700 °C,
2. Cr-Abscheidung für 12 min – 100 nm Schichtdicke,
3. NiFe_{45/55}-Abscheidung für 72 min – 300 nm Schichtdicke,
4. Cr-Abscheidung für 12 min – 100 nm Schichtdicke,
5. Si₃N₄-Abscheidung für 30 min – 500 nm Schichtdicke,
6. Cr-Abscheidung für 12 min – 100 nm Schichtdicke,
7. Cu-Abscheidung für 77 min – 300 nm Schichtdicke,
8. FIB-Strukturierung der Spule.

Weiterentwicklung der Faserrotationseinrichtung

Die zur Abscheidung metallischer Schichten im PVD-Prozess verwendete Rotationseinrichtung hat unterschiedliche Nachteile. Einige Eigenschaften der hergestellten Fasersensoren können aufgrund dieser Nachteile nicht verändert werden. Die Möglichkeiten zur weiteren Optimierung der Sensoreigenschaften sind dadurch begrenzt. So ist eine direkte Beheizung der Substratfaser, aufgrund unzureichender Schleifkontakte, nicht möglich. Die im Moment verfügbaren Schleifkontakte besitzen einen, bei der Rotation der Faser, stark variierenden Übergangswiderstand. Dies macht die präzise Einstellung einer spezifischen Heizleistung unmöglich. Die ungenügenden Schleifkontakte bedingen gleichzeitig das Fehlen einer Möglichkeit zum Anlegen einer Substrat-Bias-Spannung. Mit einer zusätzlichen Bias-Spannung ließe sich die Kinetik des PVD-Prozesses verändern. Auch bei niedrigeren Substrattemperaturen könnten so kompakte Schichten erzeugt werden. Die Fixiereinrichtung des Rotationshalters ist ebenso unzureichend. Das direkte Klemmen der Faser ist damit nicht möglich. Planparallele und geschliffene Auflageflächen sowie eine Einrichtung zur Einstellung der Klemmkraft fehlen. Eine mechanische Vorspannung kann daher nicht an die Substratfaser angelegt werden. Mit Hilfe der Vorspannung könnten die Eigenspannungen von Schichten und Faser gezielt eingestellt werden.

Zur Beseitigung der vorstehend geschilderten Unzulänglichkeiten der derzeit zur Verfügung stehenden Faserrotationseinrichtung wurde die Weiterentwicklung der Rotationseinrichtung zur Faserfixierung und -führung von Fasern während der C-Einzelfaserbeschichtung vorangetrieben (Jan12). Die neuartige Vorrichtung erlaubt die Beschichtung im definiert vorgespannten Zustand der Faser. Die Beschichtung erfolgt unter axialsymmetrischer Rotation der Fasern. Es wird eine stabile Faserbefestigung gewährleistet. Mittels einer Spannvorrichtung kann eine definierte Dehnung auf die Faser aufgebracht werden. Die Fasern werden in der Einrichtung zudem stabil und beidseitig elektrisch kontaktiert. Über einen Schleifkontakt an kleinem Durchmesser kann sowohl

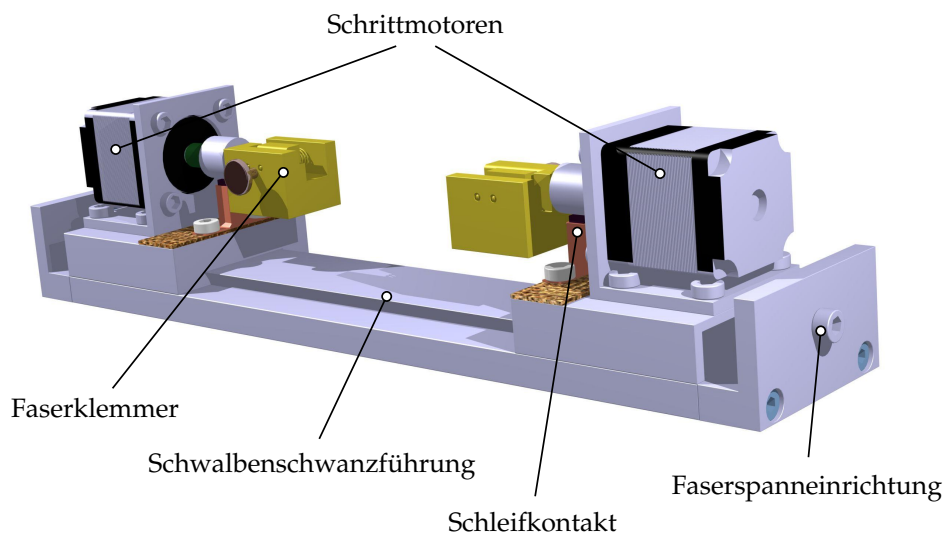


Abbildung 5.30: Freie CAD-Ansicht der neuartigen Faserrotationseinrichtung zum axialsymmetrischen Rotieren von C-Fasern während der PVD-Beschichtung (Jan12)

über der Faser abfallend als auch gegenüber dem Gesamtsystem ein Potenzial aufgebaut werden. Dadurch ist eine Beheizung mit konstantem Strom und damit die Beaufschlagung einer konstanten Temperatur während des Beschichtungsprozesses möglich. Durch das Anlegen eines zusätzlichen elektrischen Potentials gegenüber der Kathode (Bias) kann die Beschleunigung der Targetionen beeinflusst oder die Faser durch einen Plasmaprozess vorbehandelt werden.

Die entwickelte Einrichtung gewährleistet einen ruckfreien und spielfreien Lauf unter variabler Rotationsgeschwindigkeit. Faserlängen bis zu 60 mm können beschichtet und entsprechend eingespannt werden. Durch den axialsymmetrischen Umlauf besteht zudem die Möglichkeit der verbesserten Maskierung. Masken können dichter an die Fasern herangeführt werden. Dadurch ergibt sich eine weniger diffus ausgeprägte Abschattung und klarere Schichtübergänge. In Abbildung 5.30 wird das CAD-Modell der neu entwickelten Faserrotationseinrichtung in Seitenansicht dargestellt. Die gezeigte Entwicklung wird ergänzt durch die ebenfalls erarbeitete Möglichkeit zur reaktiven Beschichtung in der durch zusätzliche Volumenstromregler erweiterten PVD-Anlage. Reaktive Gase können so in den Reaktorraum eingeleitet werden und mit den Targetionen in Wechselwirkung treten. Eine Rechner-gestützte Prozesssteuerung sowie die Automatisierung der Blendenpositionierung vervollständigen die Liste der zur Prozessautomatisierung notwendigen und bereits umgesetzten Voraussetzungen.

5.5 Untersuchungen zur Spulenherstellung mittels fokussiertem Ionenstrahl

Wie in Abschnitt 5.2.2 erläutert, wird die Spule des Sensors durch Strukturierung einer Cu-Schicht hergestellt. Zum Abtrag des zu entfernenden Materials wird ein FIB verwendet.

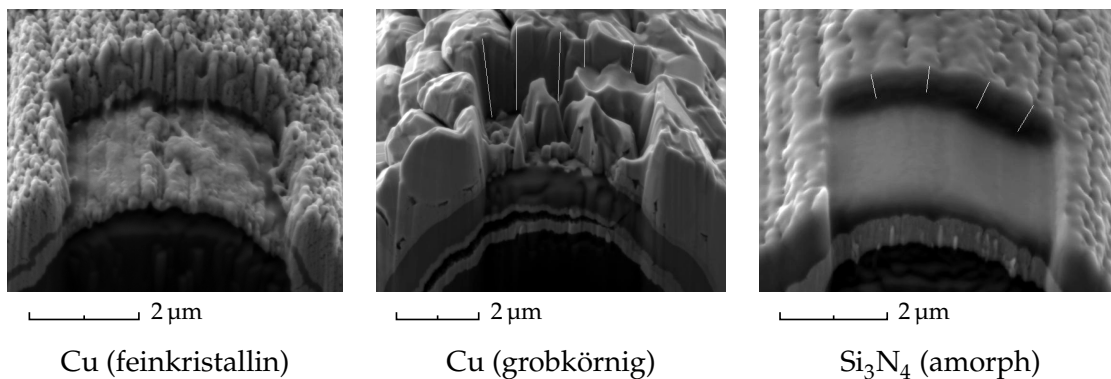


Abbildung 5.31: REM-Abbilder unterschiedlicher Schichten auf C-Fasern mit FIB-Einschnitten – Vermessung der Abtragtiefe anhand der Höhe des freigelegten Schichtquerschnitts

Wie beschrieben, wurden zwei unterschiedliche Verfahren für die Rotation der Faser untersucht. Ein Vergleich zwischen frontalem Abtrag und lateralem Abtrag erfolgte. Um eine präzise Fertigung der Spule zu gewährleisten, ist die Kenntnis der Abtragsraten des abzutragenden Cu unerlässlich. Die Abtragsrate von Cu-Schichten mit unterschiedlicher Mikrostruktur wurde daher experimentell ermittelt. Die Höhe der Abtragsrate von Si₃N₄ ist zur Bewertung des Umfangs an kollateralem Abtrag dieses Materials von Interesse. Der Abtrag von Si₃N₄ ist bei der Spulenherstellung, insbesondere beim frontalen Verfahren, schwer zu vermeiden. Zur Festlegung der Schichtdicke dieser isolierenden Schicht muss daher die Abtragsrate bekannt sein. Auch diese wurde ermittelt.

5.5.1 Charakterisierung von Abtragsraten

Verfahren zur Bestimmung der Abtragsraten Die Ermittlung der Abtragsraten unterschiedlicher Cu-Schichten sowie von amorphem Si₃N₄ erfolgte in der Cross-Beam-Anlage Neon 40 EsB. Unter Verwendung von Blenden mit verschiedenen Durchmessern und durch die Änderung der zur Extraktion der Ionen benötigten Beschleunigungsspannungen kann der Strahlstrom des FIB variiert werden. Die Größe des Stroms bestimmt den Strahldurchmesser und die Abtragsgeschwindigkeit. Große Ströme (ab 2 nA) lassen sich aufgrund der inhomogenen Ionendichte im Strahl nicht mehr sehr gut fokussieren. Es kommt zu einem unscharfen bzw. unpräzisen Abtrag. Aus diesem Grund wurden Strahlströme mittlerer Größe zur Ermittlung der Abtragsraten verwendet. Deren Ionenverteilung im Querschnitt ist bei gut justiertem Strahl sehr homogen. Strahlströme mit nominaler Größe von 200 pA bzw. 500 pA wurden genutzt. Die verwendeten Strahlströme I_l wurden vorab mit Hilfe eines FARADAY-Behlers gemessen und somit kalibriert. Eine Fläche A_e von 3 µm x 4 µm wurde zur Messung des Abtrags als Abtragsgebiet definiert. Der Abtrag erfolgte im „Deposition Mode“. Bei diesem wird der Strahl mit hoher Frequenz, ununterbrochen über die gesamte Fläche des definierten Abtragsgebiets gerastert. Eine Redeposition von abgetragenen Material im Bereich des Abtragsgebiets wird auf diese Weise verhindert. Dieser Modus wird beim frontalen Abtragsverfahren zur Strukturierung eingesetzt. Für die Sensorfertigung werden die in diesem Modus ermittelten Abtragsraten der zu bearbeitenden Materialien benötigt.

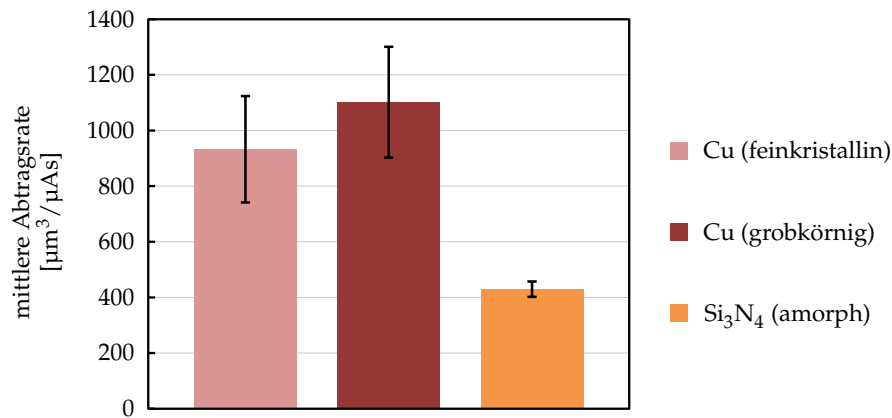


Abbildung 5.32: FIB-Abtragsraten unterschiedlicher Materialien des magnetoelastischen Dehnungssensors – experimentell im Zeiss Neon 40 EsB ermittelte Abtragsraten von feinkristallinem und grobkörnigem Cu sowie von amorphem Si_3N_4

Zur Bestimmung des Abtrags wird eine feste Bearbeitungszeit t_e definiert.

Im Anschluss an die Abarbeitung der Fläche wird am freigelegten Querschnitt der Schicht die Abtragtiefe (Höhe des Querschnitts) h_e gemessen. Die Freilegung des Querschnitts erfolgte entlang der quer zur Längsachse der Faser liegenden Kante des Abtragsgebiets in Richtung des einfallenden Ionenstrahls. Vor der Messung wird mittels REM ein Abbild des Querschnitts erstellt. Beispielhaft sind in Abbildung 5.31 die erzeugten Schichtquerschnitte von Cu-Schichten sowie einer Si_3N_4 -Schicht dargestellt. Da die FIB-Säule in einem Winkel von 54° zur REM-Säule angeordnet ist, wird die Fläche unter einem Verkippungswinkel von 36° dargestellt. Aus diesem Grund erfolgt eine Kompensation der Verkippung der Ansicht mit Hilfe der integrierten Bildberechnung des Elektronenmikroskops. Anhand des Abbilds werden mehrere Messungen der Höhe des Querschnitts vorgenommen. Der Mittelwert dieser Messungen dient als Angabe für die Abtragtiefe des jeweiligen Abtragversuchs. Die Abtragsrate e_{FIB} ergibt sich dann nach Gleichung 5.12.

$$e_{FIB} = \frac{A_e \cdot h_e}{I_I \cdot t_e} \quad (5.12)$$

Je Materialtyp wurden mehrere Abtragungen vorgenommen. Der Mittelwert aus den jeweils errechneten Abtragsraten ergab danach die Abtragsrate des Materials.

Ergebnisse der Abtragsratenermittlung Die ermittelten, mittleren Abtragsraten verschiedener Cu-Schichten sowie von amorphem Si_3N_4 sind in Abbildung 5.32 aufgetragen. Grundsätzlich kann festgehalten werden, dass Cu im Vergleich zu Si_3N_4 mit mindestens doppelt so hoher Geschwindigkeit abgetragen wird. Die Abtragsrate von Si_3N_4 betrug im Mittel rund $430 \mu\text{m}^3/\mu\text{As}$. Dies kommt der Spulherstellung sehr entgegen. Da der Ionenstrahl nicht selektiv gestoppt werden kann und weiterhin im gesamten, markierten Gebiet

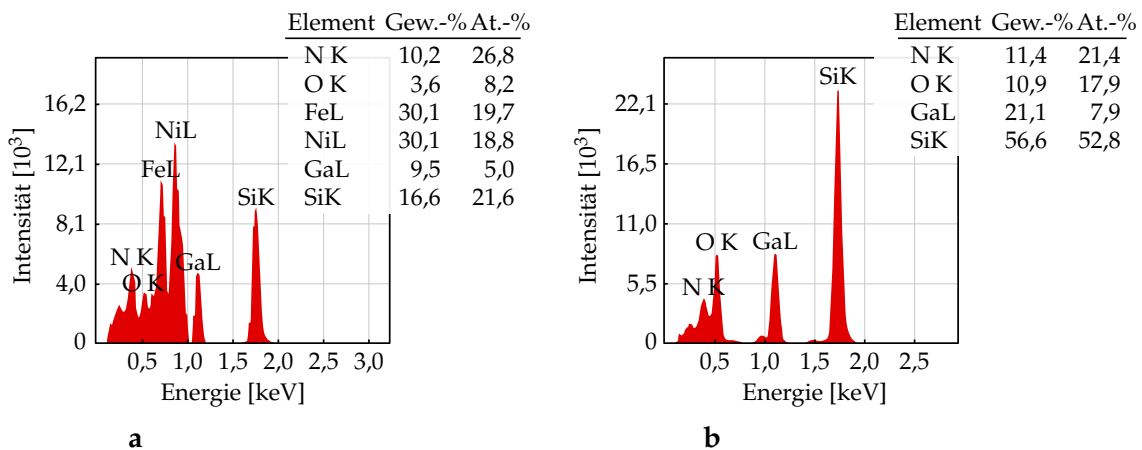


Abbildung 5.33: EDX-Spektren der Oberfläche von teilweise mittels FIB abgetragenem Si_3N_4 und jeweilige Elementzusammensetzung des angeregten Volumens – **a** Spektrum einer fast vollständig abgetragenen Si_3N_4 -Schicht, **b** Spektrum einer nur minimal abgetragenen Schicht

abträgt, wird nach dem Cu die nächst folgende Schicht abgesputtert. Sobald das Cu stellenweise vollständig abgetragen ist, wird erst Cr und dann Si_3N_4 abgetragen. Aufgrund der niedrigeren Abtragsrate des Si_3N_4 verlangsamt sich der Abtragsprozess. Der unbeabsichtigte Abtrag von Si_3N_4 wird daher erschwert. Die Wahrscheinlichkeit auf einen weitgehenden Erhalt der isolierenden Schicht ist somit erhöht. Die Aufrechterhaltung der isolierenden Wirkung kann bei ausreichender Schichtdicke garantiert werden.

Die Abtragsrate von Cu ist sehr stark von der Mikrostruktur der jeweiligen Schicht abhängig. Feinkristallines Cu erreichte mit $933 \mu\text{m}^3/\mu\text{As}$ eine niedrigere Abtragsrate als grobkörniges mit $1102 \mu\text{m}^3/\mu\text{As}$. Grundsätzlich ist die Abtragsrate abhängig von der Orientierung des zu bearbeitenden Kristalls bzw. Kristallits zum eintreffenden Ionenstrahl (Sta13). Dies beruht auf dem Gitterführungseffekt, der sog. Kanalisierung (engl. *channeling*). Bestimmte Kristallrichtungen bieten dem Ionenstrahl einen höheren Widerstand gegen das Eindringen. Eindringende Ionen sputtern kein Material. Nicht eindringende Ionen befördern den Abtrag der Oberfläche. Bei einer günstigen Orientierung der Kristallite einer Schicht könnte somit eine höhere Abtragsrate erzielt werden. Im Fall der unterschiedlichen Abtragsraten von Cu aufgrund verschiedener Mikrostrukturen könnten in den jeweiligen Schichten abweichende Orientierungen vorliegen. Das feinkristalline Cu ist bevorzugt stängelförmig aufgewachsen (vgl. Abb. 5.31). Die Orientierung der Kristallite ist in Bezug zur radialen Richtung einheitlich. Das grobkörnige Cu weist eine rekristallisierte Kornstruktur auf. Hier liegen zufällig verteilte Orientierungen vor. Einige Orientierung des rekristallisierten, groben Cu-Gefüges begünstigen einen schnelleren Abtrag. Dies bedeutet, dass die Orientierung des feinkristallinen Cu in Bezug auf die Stärke des Abtrags ungünstig ist.

Aus der zufälligen Orientierung des grobkörnigen Cu und der damit lokal variierenden Abtragsrate erwächst allerdings ein bedeutsamer Nachteil. Der Abtrag erfolgt uneinheitlich und ungleichmäßig. Dies ist sehr gut in der REM-Ansicht des Abtragsgebiets in Abbildung 5.31 zu erkennen. Beim feinkristallinen Cu ist die Cu-Schicht vollständig und einheitlich abgetragen. Hingegen zeigt sich in einigen Bereichen des Abtragsgebiets der grobkörnigen

Schicht ein sehr unvollständiger Abtrag. Die Abtragstiefe variiert zwischen vollständigem Abtrag und einem Abtrag von einem Drittel der Schicht. Die komplette Entfernung des Cu hätte bei der groben Struktur abschnittsweise einen starken Abtrag von Si_3N_4 zur Folge. Große Si_3N_4 -Schichtdicken wären daher notwendig um beim Einsatz von grobkörnigen Cu die Isolation unter der Spule aufrecht zu erhalten. Die einheitliche Orientierung des feinkristallinen Cu ist in Bezug auf die Spulenherstellung von Vorteil. Aufgrund der gleichmäßigen Orientierung wird ein einheitlicher Abtrag erreicht. Unter der Kenntnis der Abtragsrate dieser Form des Cu kann der ungewollte Abtrag von Si_3N_4 bis zur vollständigen Entfernung des Cu nahezu ausgeschlossen werden. Die Schichtdicke des Si_3N_4 muss daher nicht zusätzlich angepasst werden. Eine zur Gewährleistung der Isolation erforderliche, minimale Schichtdicke ist ausreichend. Zwar ist die Abtragsrate im feinkristallinen Fall etwas geringer, aber eine höhere Qualität der Spule und die Beschädigungsfreiheit der Si_3N_4 -Schicht sind für die Herstellung magnetoelastischer Sensoren von Vorrang. Bei der Abscheidung von Cu sind die Prozessparameter daher so zu wählen, dass eine feinkristalline Mikrostruktur entsteht.

Beim frontalen FIB-Abtragsverfahren wird die Implantierung von Ga in die Si_3N_4 -Schicht begünstigt. Ein Teil der Ionen des FIB-Strahls dringt tief ins Material ein, zerstört die Struktur und wird implantiert. Mittels EDXS konnte ein Anteil von bis zu 7,9 At.-% an Ga in einer Si_3N_4 -Schicht nachgewiesen werden (vgl. Abb. 5.33). Ob sich aus dieser Ga-Konzentration Auswirkungen auf die elektrische Isolationswirkung des Si_3N_4 ergeben, ist bisher nicht bekannt bzw. wurde dies im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht. Es wird aber aufgrund der zerstörenden Wirkung der einfallenden Ga^+ -Ionen nicht von einer Leitfähigkeits-steigernden Wirkung der Ionen ausgegangen. Eine regelmäßige Gitterstruktur mit zur Leitfähigkeit beitragenden, freien Elektronen, wird durch die Implantation von Ga nicht aufgebaut. So wurde die Ga^+ -Implantation im Gegenteil sogar zur Steigerung des Widerstands von Materialien genutzt (ASY⁺89).

5.5.2 Spulenherstellung

Laterales Abtragsverfahren Das Ergebnis der ersten Versuche der Spulenherstellung nach dem lateralen Abtragsverfahren ist in Abbildung 5.34 a zu sehen (BKG08). Bei den anfänglichen Abtragsversuchen war die Faser-Drehbank noch nicht mit einer Faserzentrierung ausgestattet. Die Faser wird ohne festen Bezug zur Rotationsachse der Faser-Drehbank in ihrer Halterung fixiert. Eine Möglichkeit zur Justierung bzw. zum Abgleich von Rotationsachse und der durch den Flächenschwerpunkt des Faserquerschnitts verlaufenden Faserlängsachse wurde nicht integriert. Dadurch rotiert die Faser in der Drehbank nicht um ihre eigene Achse. Sie taumelt stattdessen undefiniert und bei jeder Einspannung verändert im Raum. Dieses Taumeln bewirkt in der Folge einen, auf die Faserlängsachse bezogen, unsymmetrischen Abtrag des Cu. Dies ist gut im REM-Abbild zu erkennen (s. Abb. 5.34 a). Die Cu-Schicht ist einseitig komplett abgetragen und auf der gegenüberliegenden Seite noch durchgängig vorhanden. Ein funktionierende Spule ist auf diese Weise nicht herstellbar.

Wie bereits in Abschnitt 5.2.2 beschrieben, gelang die Kompensation der Taumelbewegung mit Hilfe einer zusätzlich eingebauten Faserzentrierung. Drei dünne, gekreuzt aufgespannte Wolframdrähte bilden eine V-Nut. Die Nut wird an die Faser herangeführt. Die Faser wird minimal in radialer Richtung vorgespannt. Am Grund der Nut wird die Faser zen-

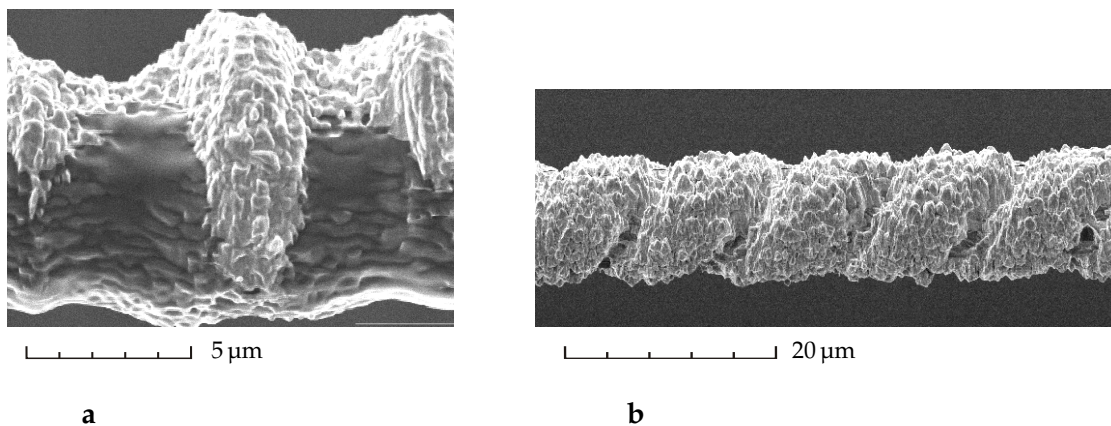


Abbildung 5.34: REM-Abbilder von Cu-Spulen die nach dem lateralen Abtragsprinzip mittels Faser-Drehbank gefertigt wurden – **a** Spule die ohne Faserzentrierung gefertigt wurde (BKG08), **b** komplett bearbeitete Spule (Bel08)

triert und an dieser Stelle in ihrer Bewegungsfreiheit eingeschränkt. Direkt neben der Nut befindet sich die FIB-Bearbeitungsstelle (vgl. Abb. 5.11 **a**). Aufgrund der Taumelbewegung erfährt die Faser durch die Zentrierung während der Rotation eine wiederholte Querbelastung. Zur Minimierung der Querbelastung sollte die V-Nut in dem Faserrotationswinkel mit der geringsten Annäherung zwischen Faser und Nut mit der Faser in Kontakt gebracht werden. Durch die Integration einer Faserführung (V-Nut aus Wolframdrähten), in welcher die zu bearbeitende Faser geführt wird, gelang es mit der Faser-Drehbank nach anfänglichen Schwierigkeiten die Lage der Faser bei Rotation zu stabilisieren.

Abbildung 5.34 **b** zeigt eine symmetrisch herausgearbeitete Spule. Die Präzision des Abtrags ist in diesem Fall unzureichend. Die Justierung des Ionenstrahls war bei dieser Strukturierung sicherlich mangelhaft. Im REM-Abbild ist das Hauptproblem des lateralen Verfahrens zu erkennen. Der Eingriff des Ionenstrahls endet nicht, wie beim Drehmeißel, mit der Schneidenecke. Der Strahl wirkt in die Tiefe fort. Die Auswirkung soll zunächst im Stillstand der Faser erörtert werden. Beim tangentialen, lateralen Abtrag wird, bei einer orthogonalen Anordnung von Strahl und Faser, ein Streifen des Umfangs abgetragen. Die Breite und Tiefe des Streifens hängen dabei von der Positionierung des Ionenstrahls ab. Bezogen auf den Querschnitt wird ein Kreissegment der Cu-Schicht abgetragen. Die Grenzen werden vom einfallenden Ionenstrahl als Sehne des Segments und durch den äußeren Umfang der Schicht als Kreisbogen gebildet. Entlang der orthogonal zur Sehne verlaufenden, radialen Achse wird die Schicht am tiefsten abgetragen. Nach außen nimmt die Dicke der verbliebenen Schicht jeweils zu. Bei kontinuierlicher, spiralförmiger Fortführung des Kreissegment-Abtrags entlang der Faser bildet sich dadurch eine stumpfe V-Nut als abgetragener Spulenteil aus. Die Erzeugung einer Nut mit rechteckigem Querschnitt ist mit dem lateralen Verfahren nicht möglich.

Frontales Abtragsverfahren Im Versuch zum frontalen Abtrag wurden gleichzeitig 13 Spulensegmente herausgearbeitet. Dies wird bei der verwendeten Zeiss-FIB-Anlage durch das Programm *Feature Milling* ermöglicht. Parallelogramme gleicher Fläche ($32 \mu\text{m}^2$) wurden jeweils als Abtragsgebiet definiert. Der Kippwinkel der Parallelogramme definiert die

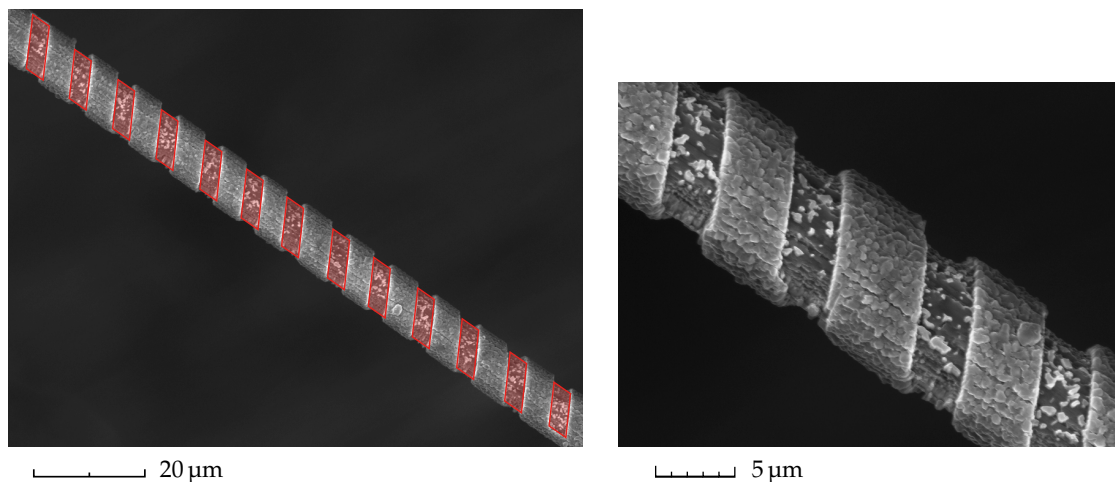


Abbildung 5.35: REM-Ansichten von Spulen die nach dem frontalen Abtragsprinzip mit Hilfe der manuellen Faserdrehbank gefertigt wurden – *links* Übersichtsaufnahme der kompletten Spule mit Markierungen der Abtragsgebiete (rote Parallelegramme), *rechts* vergrößerte Ansicht der fertiggestellten Spule

Steigung der Spule. Je bearbeiteter Seite wurde für eine Dauer von 1140 s mit einem Strom von 423 pA im *Deposition Mode* abgetragen. Das Ergebnis des diskontinuierlichen, frontalen Abtrags ist in Abbildung 5.35 zu sehen.

Die Spule wurde gleichmäßig, symmetrisch und präzise aus der Schicht herausgearbeitet. Es ist das Zurückbleiben von einzelnen, nicht zusammen hängenden Inseln an Cu-Material auf der Si_3N_4 -Schicht zu erkennen (vgl. Abb. 5.35 *re.*). Die Windungen liegen separat vor und haben untereinander keine Querschlüsse. Der kollaterale Abtrag von Si_3N_4 variiert über dem Umfang. An keiner Stelle ist die isolierende Schicht vollständig abgetragen worden. Die Isolation wird daher als intakt angesehen. Die Bearbeitung wird als erfolgreich bewertet. Die Bearbeitungszeit ist aufgrund des stufenweise erforderlichen, manuellen Drehens der Faser und dem damit verbundenen, wiederholten Aus- und Einschleusen der manuellen Faserdrehbank sehr groß.

Vergleich der Verfahren Da der Ionenstrahl beim lateralen Abtrag nicht nur punktuell angreift, sondern tangential über die Länge der Abtragstiefe wirkt, wird immer auch Material außerhalb der Steigung der Spirale abgetragen. Dies tritt beim frontalen Abtrag nicht auf. Das frontale Verfahren hat allerdings den Nachteil, dass sich die Abtragstiefe nicht mit absoluter Sicherheit einstellen lässt. Unterschiedliche Kristallorientierungen und Verunreinigungen bedingen einen ungleichmäßigen Abtrag. Ein teilweises Absputtern der Isolationschicht lässt sich daher nicht zu 100 % vermeiden. Aufgrund der höheren Präzision des frontalen Verfahrens in Bezug auf die Einschnittkanten der Nut ist dieses für die Strukturierung der Spule besser geeignet. Unter Anwendung einer kontinuierlichen Drehung kann die Spulherstellung dabei produktiv erfolgen. Der teilweise Abtrag der Isolationschicht hat voraussichtlich keine Einschränkungen der Funktionsweise des Sensors zur Folge.

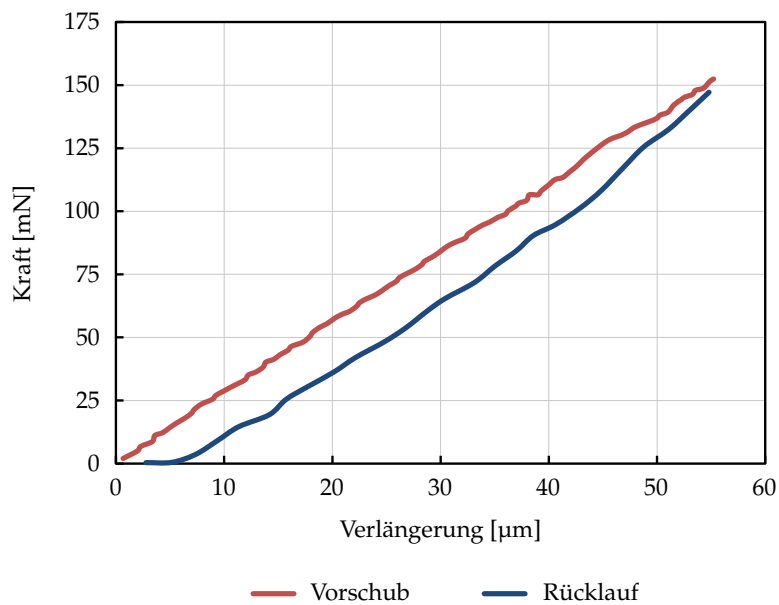


Abbildung 5.36: Kraft-Weg-Diagramm eines repräsentativen Einzelfaserzugversuchs an einer HTA-Faser mit abgeschiedenem Mehrschicht-System (Cr + NiFe45/55 + Cr + Si₃N₄ + Cr + Cu)

5.6 Charakterisierung der Sensoreigenschaften

Mechanisches Verhalten HTA-Fasern mit einem Mehrschichtsystem aus Cr + NiFe45/55 + Cr + Si₃N₄ + Cr + Cu wurden mittels Einzelfaserzugversuchen geprüft. Der Verbund aus C-Faser und Mehrschichtsystem fungiert dabei als Sensormodell. Die mechanischen Eigenschaften dieses Modells sollten mit den Versuchen ermittelt werden. Die Abscheidung der metallischen Schichten des Mehrschichtsystems erfolgte mit dem Dreieckshalter. Die Schichtdicken wurden für das Modell bereits angepasst und auf unter 1 µm reduziert. Ein vollständig optimierter Sensor lag zum Zeitpunkt der Versuche noch nicht vor.

Die Ergebnisse der beschriebenen, mechanischen Prüfung deuten auf ein überwiegend elastisches Verhalten des Mikrosensors bis zu einer Belastung von 150 mN. In Diagramm 5.36 ist der Kraft-Weg-Verlauf eines exemplarischen Versuchs dargestellt. Die maximale Belastung des Versuchs entspricht einer Verlängerung der Probe um 55 µm und damit einer Dehnung von 1 % bei einer Probenlänge von 5 mm. Der Kurvenverlauf sowohl im Vorschub, als auch im Rücklauf ist annähernd linear. Leichte Ausbrüche der Kennlinie können als Fehler der Kraftmessung interpretiert werden. Die Abweichung der Verlängerung von ca. 7 µm zwischen Versuchsbeginn und dem Ende des Versuchs kann einem Fehler der Wegmessung zugeordnet werden. Es ist ebenso nicht auszuschließen, dass plastische Verformungen für die entstandene Hysterese verantwortlich sind. Der Verlauf der Kurve des Rücklaufs könnte danach als zweigeteilt interpretiert werden. Die anfängliche Entspannung verläuft steiler als die restliche Kennlinie (vgl. Abb. 5.36). Dies könnte mit einem zunächst ausschließlich elastischen Verhalten des Verbunds aus Faser und Schicht in Verbindung gebracht werden. Die Abflachung des Rücklaufs ließe sich auf eine zumindest anteilige, plastische Rückstellung

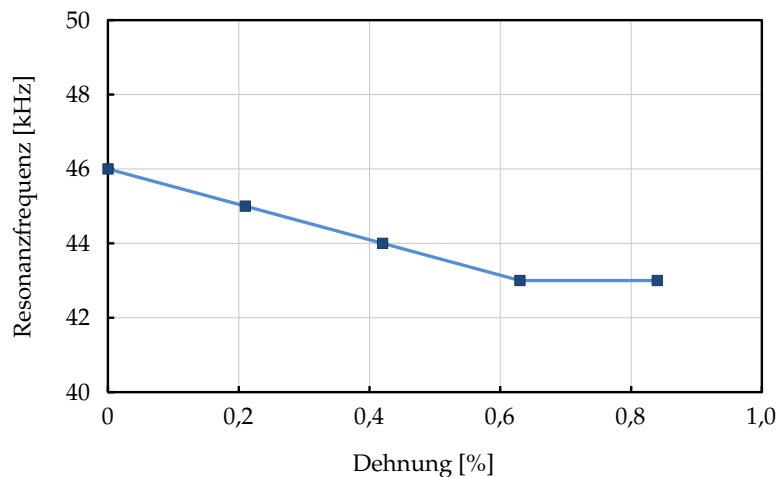


Abbildung 5.37: Änderung des Sensorsignals bei Dehnung – Resonanzfrequenz des magnetoelastischen Sensors ändert sich durch stufenweise Belastung mit Gewichten (BG09)

einer oder mehrerer Schichten zurückführen. In der Entspannung zieht sich die Faser weiter zusammen und verformt dabei unter Druckbelastung die betroffenen Schichten. Die Zugspannung der Faser wird dabei solange abgebaut, bis sich ein Kräftegleichgewicht zwischen Schichten und Faser einstellt.

Eine abschließende Interpretation zum mechanischen Verhalten des Verbunds aus Faser und Schicht ist mit den vorliegenden Ergebnissen nicht möglich. Die Untersuchung des mechanischen Verhaltens des Sensors mit optimiertem Aufbau steht noch aus. Bestandteil dieser Untersuchung muss eine zyklische, mechanische Prüfung sein. Nur mit einer ausreichenden Zyklenzahl ist eine abschließende Bewertung der Sensorelastizität möglich.

Charakterisierung des Sensorsignals Für die Charakterisierung des Sensorsignals wurden einfach Belastungsversuche an fertigen magnetoelastischen Dehnungssensoren durchgeführt (BG09). Sensoren der ersten Generation wurden für diese Versuche genutzt. Die Positionierung des Sensors erfolgte dafür vertikal. Klebstoff diente der Befestigung des Sensors an einem Stativ. Zur Belastung des Sensors kamen Gewichte zum Einsatz. Diese besaßen eine Masse von 2,5 g und wurden der Reihe nach, zur Steigerung der Belastung, additiv an den Sensor gehängt. Die maximale Belastung dieses Versuchs betrug 10 g. Dies entspricht einer Dehnung von 0,85 %.

Die Größe des Sensorsignals wurde für jeden Belastungsfall parallel aufgezeichnet. Der Sensor war in einem LC-Schwingkreis angeordnet. Eine zusätzliche Induktivität L_0 und eine Kapazität C_0 bildeten den Schwingkreis. Der Sensor wurde mit der zusätzlichen Induktivität L_0 in Reihe geschaltet. Die Anordnung der Kapazität C_0 erfolgte parallel dazu. Zur Anregung des Schwingkreises wurde eine Wechselspannung genutzt. Ein Frequenzgenerator erzeugte diese. Die Resonanzfrequenz des Schwingkreises wurde durch eine Frequenzmodulation von 0 Hz bis zu 1 MHz ermittelt. Anhand der parallel durch ein Oszilloskop erfassten Amplitude ließ sich die Resonanzfrequenz bestimmen. Ein Maximum der Amplitude

tude der Ausgangsspannung deutet auf das Erreichen des Resonanzfalls hin. Im unbelasteten Zustand lag die Resonanzfrequenz bei 46 kHz.

Das Ergebnis der Signalerfassung bei Belastung ist in Abbildung 5.37 zu sehen (BG09). Mit steigender Belastung konnte eine Reduzierung der Resonanzfrequenz des Sensors gemessen werden. Die Richtung der Änderung der Resonanzfrequenz ist dabei in Übereinstimmung mit vorab durchgeführten FEM-Rechnungen. Der Abfall der Resonanzfrequenz ist zunächst bis zu einer Dehnung von 0,6 % linear zur Belastung (vgl. Abb. 5.37). Eine weitere Belastung hatte keine fortgeführte Reduzierung der Resonanzfrequenz zur Folge. Nach Wegnahme der Lasten konnte keine Rückstellung der Resonanzfrequenz festgestellt werden. Diese verblieb in ihrer Höhe. Die Induktivität des Sensors ging folglich nach der Entspannung nicht zurück zum Ausgangswert. Plastische Vorgänge werden für dieses Verhalten verantwortlich gemacht. Hinweise auf den genauen Mechanismus für dieses Verhalten liegen bisher nicht vor. Plastische Vorgänge konnten für geringe Dehnungen an den Einzelschichten nicht eindeutig nachgewiesen werden (vgl. Abschn. 5.4).

Die Messung belegt zunächst die Machbarkeit des entwickelten, faserbasierten Dehnungssensors auf Grundlage des VILLARI-Effekts. Die Änderung des Messsignals in Korrelation zur Belastung wird für diese Sensorform als nachgewiesen angesehen. Die Problematik der Plastizität des Sensorsignals kann nur durch die Weiterführung der Untersuchungen gelöst werden. Signalmessungen am optimierten Sensor unter Belastung stehen noch aus. Alle Möglichkeiten der Schichtoptimierung zur Steigerung der Elastizität sind bisher nicht ausgeschöpft.

5.7 Sensoreinbettung in Faserverbundwerkstoffe

Untersuchungen zur Einbettung von Mikrosensoren bzw. deren Vorstufe in CFK wurden ebenfalls durchgeführt. Dafür erfolgte zunächst eine Einbettung der Mikrosensoren in Längs- und Querrichtung in Bezug zur Orientierung der Verstärkungsfasern. Als Faserverstärkungstextilien kamen bisher ausschließlich mit Epoxydharz vorimprägnierte Kohlenstofffasergewebe (Prepreg) zum Einsatz. Als Sensor fungierte der bereits bei den mechanischen Versuchen eingesetzte Modellsensor (Verbund aus C-Faser und Mehrschichtsystem). Die Mikrosensoren wurden gezielt mittels einer Folien-Übertragungstechnik auf dem Prepreg abgelegt. Die Haftung zur Folie ist dabei geringer als zum Prepreg. An einer Folie haftend kann der Sensor von Hand gut über dem Prepreg ausgerichtet und gezielt abgelegt werden. Im Kontakt zum Prepreg bleibt der Sensor direkt auf diesem haften und die Folie kann abgezogen werden. Anschließend wurden die Sensoren mit einer weiteren Prepreg-Lage überdeckt. Nach Aufbau des kompletten Lagensystems folgte die Aushärtung des CFK, eingepackt im Vakuumsack, im Autoklav. Im Anschluss wurden die hergestellten Proben materialografisch präpariert. Schliffe wurden so positioniert, dass die Sensoren im Schnitt zu sehen sind. Durch die Präparation von Quer- und Längsschliffen der eingebetteten Mikrosensoren wurde die mikroskopische Untersuchung der Einbindung der Mikrosensoren im Verbund ermöglicht.

Abbildung 5.38 zeigt unterschiedliche, lichtmikroskopische Aufnahmen eingebetteter Sensoren. Diese belegen eine hervorragende Einbettung der Mikrosensoren in den Verbund.

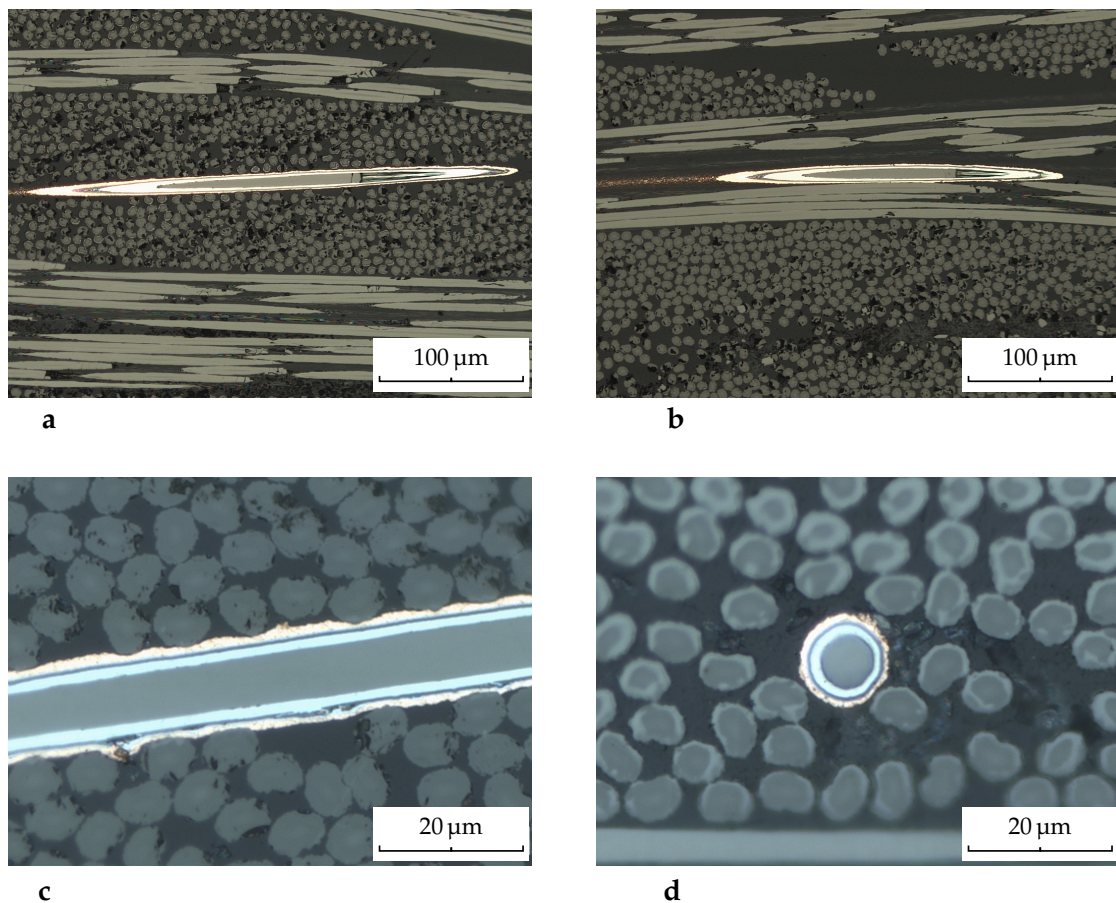


Abbildung 5.38: Lichtmikroskopische Abbildungen von Schliffr durch CFK mit integriertem magnetoelastischen Mikrodehnungssensor – **a + c** eingebetteter Mikrosensor in Querorientierung zu den Verstärkungsfasern, **b + d** eingebetteter Mikrosensor in Längsorientierung zu den Verstärkungsfasern

Es ist zu erkennen, dass die Sensoren im direkten Kontakt mit den Verstärkungsfasern waren. Die Bildung von Harznestern oder anderen störenden Unstetigkeiten kann komplett ausgeschlossen werden. Sowohl bei Einbettung in Längs- als auch in Querrichtung zeigten sich direkte Faser-Sensor-Kontakte. Die Matrix umschloss dabei sowohl Sensor als auch umgebende Fasern, sodass eine unbeeinflusste Übertragung der Spannungen zu erwarten ist. Hohlräume oder Poren wurden im Bereich der Mikrosensoren nicht gefunden. Alle Voraussetzungen für eine gleichmäßige Dehnung von Sensor und umgebenden Faserverbund bei Belastung sind damit gegeben. Aus der Messung der Dehnung des Sensors kann daher auf die Dehnung des Faserverbunds geschlossen werden.

Im Fall der Ausrichtung der Sensoren längs zu den Verstärkungsfasern zeigten sich anhand der Abbilder keinerlei Veränderungen an den Sensoren. Die Verstärkungsfasern hatten teilweise Linienkontakt zum Sensor. Der Sensor passte sich dem Verlauf der Verstärkungsfasern an (vgl. Abb. 5.38 **b + d**).

Bei der Einbettung quer zur Verstärkungsrichtung wurde der Sensor durch die Verstärkungsfasern und den einwirkenden Druck bei der Aushärtung des CFK auf Pres-

sung belastet. Die an den Sensor gepressten Verstärkungsfasern verursachten plastische Verformungen in Form von Dellen. Insbesondere die Cu-Schicht war davon betroffen (vgl. Abb. 5.38 c). Teilweise konnten Aufwölbungen der Cu-Schicht durch Verschiebung der angepressten Verstärkungsfasern beobachtet werden. Die isolierende Schicht war dann ebenso von der Beschädigung betroffen. Es kam zu Ablösungen der Cu-Schicht vom Si_3N_4 . Die Verformungen waren teilweise so stark, dass sie sicherlich eine Störung der Sensorfunktion verursachen würden. Der Grad der Verformung hätte mit hoher Wahrscheinlichkeit eine Zerstörung der Spule zur Folge. Die Einbettung quer zur Verstärkungsfaserrichtung ist danach für die Integration des magnetoelastischen Sensors ungeeignet.

Im einfachsten Fall kann der Sensor zwischen zwei parallelen UD-Gelege-Lagen schädigungsfrei, in Längsrichtung, eingebettet werden. Die Beschaffenheit eines Gewebes bedingt das Vorliegen von Faserbündeln in 0° - und 90° -Richtung. Auf der Oberfläche eines Gewebes in Kett- oder Schussrichtung positioniert, liegt der Sensor dadurch wechselseitig quer und längs zu den Verstärkungsfasern. Bei Leinwand- und Köperbindungen sind die Verkreuzungen von Kett- und Schussfaden sehr dicht. Insbesondere bei diesen Bindungsarten kann die Lage des Sensors quer zur Verstärkungsfaser daher nicht ausgeschlossen werden. In Bezug auf die Einbettung in Gewebe-verstärkte Faserverbunde bedeutet dies, dass der Sensor vor der Herstellung des Gewebes in ein Faserbündel der Kett- oder Schussrichtung integriert werden muss. Die Kettrichtung erfährt während des Webens eine geringere Faserbelastung. Vermutlich ist die Kette daher besser zur Einbindung des Sensors geeignet. Von Hand könnte der Sensor auch nach dem Weben entlang eines Bündels eingezogen werden. Der Aufwand wird als sehr hoch eingeschätzt.

Faserverbunde werden so ausgelegt, dass die Verstärkungsfasern in paralleler Richtung zu den Hauptbelastungen orientiert sind. Die wesentliche Kraftübertragung erfolgt demnach entlang der Verstärkungsfasern. Die ideale Sensorausrichtung zur Erfassung von Dehnungen verläuft folglich längs zu den Verstärkungsfasern. Nur so kann direkt die Dehnung der Fasern erfasst und auf die einwirkende Belastung geschlossen werden. Magnetoelastische Mikrodehnungssensoren sind zur Einbettung in der beschriebenen Ausrichtung sehr gut geeignet.

5.7.1 Kontaktierung der Sensoren

Die Kontaktierung der magnetoelastischen Sensoren für die Integration in einen Faserverbund wurde bisher nicht untersucht. Unterschiedliche Verfahren und Werkstoffe stehen für diese Aufgabe zur Verfügung. Die Signalübertragung aus dem Verbundwerkstoff kann bspw. über isolierend beschichtete Drähte kleinen Durchmessers oder mittels gleichzeitig leitfähig und darüber isolierend beschichteter Kohlenstofffasern erfolgen. Die Praktikabilität beider Ansätze muss noch verifiziert werden. Die Kontaktierung des Sensors ist auf jeden Fall vor dessen Einbindung in den Verbund vorzunehmen. Die Übertragungsleitungen können dann aus dem Verbund herausgeführt und nach außen kontaktiert werden.

Zum leitfähigen Fügen von Sensor und Signalüberträger stehen leitfähige Klebstoffe (Epoxyd- oder Polyimid-Basis), Lote und reaktive Materialien zur Verfügung. Der Einsatz leitfähiger Klebstoffe hat sich bereits in der Chip-Kontaktierung innerhalb der Mikroelektronik bewährt (LZ08). Das Aufdrucken von leitenden Strukturen mittels Tintenstrahldrucks ist ebenso für die Kontaktierung des magnetoelastischen Sensors denkbar (HKD⁺09).

5.8 Zusammenfassung zum magnetoelastischen Mikrodehnungssensor

Die Entwicklung des magnetoelastischen Mikrodehnungssensors wurde in Bezug auf einige wesentliche Teilaspekte erfolgreich umgesetzt. Sie ist nicht vollständig abgeschlossen. Die HTA-Faser hat sich als Substratfaser für den Sensor bewährt. Im Rahmen der bisher durchgeführten Untersuchungen wurden Verfahren zur Abscheidung der erforderlichen Schichten entwickelt. Das Magnetronspütern ist, unter Zuhilfenahme einer Rotationsvorrichtung zur Drehung der zylindrischen Fasern über dem Target, bestens zur Abscheidung metallischer Schichten auf C-Fasern geeignet. Mit Hilfe des PECVD-Prozesses konnte Si_3N_4 als isolierende Schicht erfolgreich auf die Faser aufgebracht werden. Durch die Rückkopplung mit den Ergebnissen von Mikrostrukturanalysen erfolgte eine kontinuierliche Optimierung der Beschichtungsverfahren. Die Haftung der Schichten ist unter Verwendung einer Haftvermittlerschicht (Cr), welche mittels Magnetronspütern abgeschieden wird, sichergestellt.

Mit Hilfe von Einzelfaserzugversuchen wurden die mechanischen Eigenschaften der Schichten untersucht. Auf Grundlage der dabei gesammelten Ergebnisse erfolgte eine Optimierung der Schichtdicken. Unter Anwendung der angepassten Dicken sind bis zu einer Dehnung von 1 % keine plastischen Verformungen der Schichten festzustellen. Es wird bisher davon ausgegangen, dass der Sensor bis zu dieser Dehnung betrieben werden kann. Eine zyklische mechanische Prüfung des kompletten Schichtsystems steht noch aus. Eigenspannungen in den Schichten begrenzen den Bereich der elastischen Dehnung der Schichten. Es wurde ein Wärmebehandlungsverfahren zur Beseitigung von Eigenspannungen der Schichten entwickelt.

Die Entwicklung der erforderlichen Herstellungsverfahren beinhaltete den Prozess zur Strukturierung der Cu-Spule. Sowohl mittels automatischer Faser-Drehbank, als auch mit der manuellen Faserdrehbank gelang die Strukturierung der Spule durch Einwirkung eines FIB. Das frontale Abtragsverfahren ist am besten dazu geeignet.

Der sensorische Wandlungseffekt wurde anhand des entwickelten Mikrodehnungssensors nachgewiesen. In Belastungsversuchen des Sensors zeigte sich eine direkte Korrelation zwischen der Höhe der Belastung und der Änderung der Resonanzfrequenz eines LC-Schwingkreises, in welchen der Sensor als Spule integriert war. Die verwendete Variante des Sensors ließ dabei noch keine Wiederholung des Versuchs zu. Der Effekt war plastisch. Sensoren mit optimiertem Aufbau konnten noch nicht getestet werden. Die Verwendung alternativer magnetostriktiver Materialien bietet hier weitere Ansätze zur Kompensation der Plastizität. Es gibt zudem leitfähige Materialien mit größerer Elastizität als Cu. Hiermit können sich weiterführende Untersuchungen befassen.

Die Einbettung von Modellsensoren in CFK war ebenfalls ein Untersuchungsgegenstand. Die Sensorintegration ist problemlos in paralleler Ausrichtung zu den Verstärkungsfasern möglich. Eine Ausrichtung quer zu den Verstärkungsfasern führt zur Beschädigung der Sensoren bzw. deren Schichten. Für die zukünftige Einbettung des fertigen Sensors in CFK ist die Entwicklung einer isolierenden Beschichtung erforderlich. Die Entwicklung von Verfahren zur Kontaktierung des Sensors muss ebenso noch vorangetrieben werden.

6 Entwicklung piezoresistiver Dehnungssensoren auf Basis von Kohlenstoffeinzelfasern

6.1 Sensorprinzip piezoresistiver C-Faser-Dehnungssensoren

In Abschnitt 1.3.1 wurde für C-Fasern das Prinzip der elektrischen Widerstandsänderung durch Dehnung ausführlich vorgestellt. Die Widerstandsänderung beruht dabei nicht nur auf den geometrischen Zusammenhängen der Längen- und Durchmesseränderung. Vielmehr sind Variationen der Übergangswiderstände im Inneren der Fasern für die Piezoresistivität von C-Fasern und damit für eine Änderung des spezifischen elektrischen Widerstands verantwortlich. Auf dem Pfad des Stromflusses müssen die Elektronen durch die begrenzte geometrische Ausdehnung der graphitischen Kristallite innerhalb der Fasermikrostruktur von einem Kristallit zum nächsten springen und dabei eine Barriere überwinden. Diese Barriere äußert sich in Form eines Übergangswiderstands. Infolge innerer Spannungen, die durch äußere Lasten hervorgerufen werden, ändert sich der Abstand der Kristallite und damit das Ausmaß der einzelnen Barrieren – der Übergangswiderstand variiert. Bei Zugbelastung werden die Kristallite auseinander gezogen und der Widerstand erhöht bzw. verringert sich. Die Stärke und Richtung der Widerstandsänderung ist abhängig vom C-Fasertyp (Ows70).

Dieses Prinzip bietet sich zur Verwendung für Dehnungssensoren an. Insbesondere bei CFK, wo diese Fasern ohnehin als Verstärkungsmaterial zum Einsatz kommen, ist die Nutzung der beschriebenen Sensorfunktion vorteilhaft. Das Einbringen zusätzlicher Materialien entfällt dadurch. Dehnungssensor und Verstärkungsfaser weisen zudem die gleichen mechanischen Eigenschaften auf. Die Spannungsverteilung im Verbundwerkstoff bzw. im Bereich der Dehnungssensoren kann daher als homogen angesehen werden. Dies garantiert eine fehlerfreie Dehnungsmessung. Da die C-Fasern als Dehnungssensoren den gleichen Durchmesser wie die Verstärkungsfasern aufweisen, ist zudem eine homogene Einbettung der Sensoren gewährleistet. Das Auftreten von Harznestern kann somit ausgeschlossen werden.

Bisher werden C-Faser-Dehnungssensoren in Faserverbundwerkstoffen nur in Form von Bündeln oder durch die Widerstandsmessung der kompletten Faserverbundstruktur angewendet (SA06, MT06, TSH⁺10, HMK11, MCHR12). In Abbildung 6.1 sind zwei Anwendungsvarianten dargestellt. Die erfassten Widerstandsänderungen ergeben sich dabei als gemittelte Größe aus der mittleren Dehnung über der gesamten Messlänge einer Bündelschleife (vgl. Abb. 6.1 a) sowie aus sich bei größeren Dehnungen des Faserverbundes einstellenden Rissen bzw. Delaminationen (vgl. Abb. 6.1 b). Die Erfassung lokaler Dehnungen und Belastungen an definierten Bauteilpositionen ist damit nicht zu erreichen.

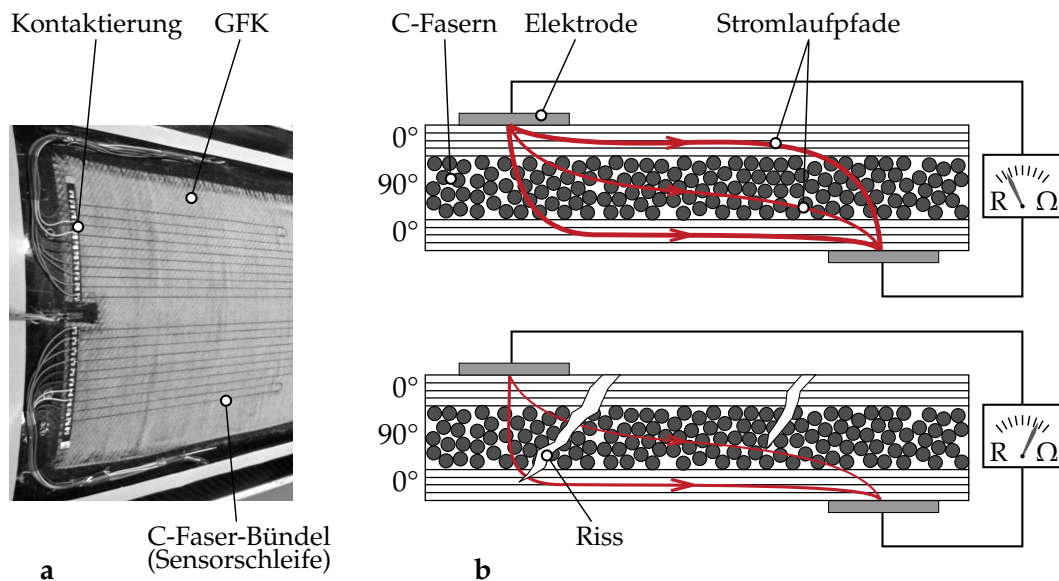


Abbildung 6.1: Anwendungen von C-Fasern als Dehnungs- und Defektsensoren in Faser-verbunden – **a** C-Faser-Bündel als Dehnungssensoren (Schleifen) in GFK-Struktur eines Computertomographie-Tisches (HMK11), **b** Funktionsweise von selbstüberwachenden CFK-Faserverbundstrukturen nach (MT06)

Großes Interesse zum Belastungszustand besteht bspw. für besonders stark belastete Stellen der Krafteinleitung oder für Bauteilpositionen, die einer kombinierten Belastung ausgesetzt sind. Eine Möglichkeit, die Anforderung einer lokalen Dehnungserfassung mit Hilfe von C-Faser-Dehnungssensoren zu erfüllen, besteht in der Anwendung von C-Einzelfasern als Dehnungssensor. Wird der zeitlich und durch Belastung veränderliche, elektrische Widerstand der C-Einzelfaser über einer beschränkten Länge einer Einzelfaser erfasst, ist die Ableitung lokaler Dehnungen über dieser Messlänge und innerhalb des Faserdurchmessers möglich. Das Prinzip der Piezoresistivität von C-Fasern wurde zur Verifizierung der beschriebenen Potenziale zunächst anhand von C-Einzelfasern untersucht. Anschließend wurden in dieser Arbeit geeignete C-Fasern für die Entwicklung von integrierbaren Mikrodehnungssensoren verwendet.

6.2 Charakterisierung der piezoresistiven Eigenschaften von Kohlenstofffasern

Zur Piezoresistivität von C-Fasern gibt es eine Vielzahl an Untersuchungsergebnissen (CO69, Ows70, BCR72, BPT97, WFC99, CC00). Die nachdigitalisierten Daten der Untersuchung einiger C-Fasertypen, welche von BLAZEWICZ ET AL (BPT97) durchgeführt wurden, sind in Abbildung 6.2 dargestellt. Niedermodulige Fasern zeigen darin eine positive Änderung des elektrischen Widerstands bei Zugbelastung. Bei hochmoduligen Pechfasern ist eine negative Änderung des Widerstands zu erkennen. Der überwiegende Teil der auf piezoresistive Eigenschaften untersuchten C-Fasern ist heute kommerziell nicht mehr verfügbar. Dem Stand der Forschung fehlen Untersuchungsergebnisse zur Piezore-

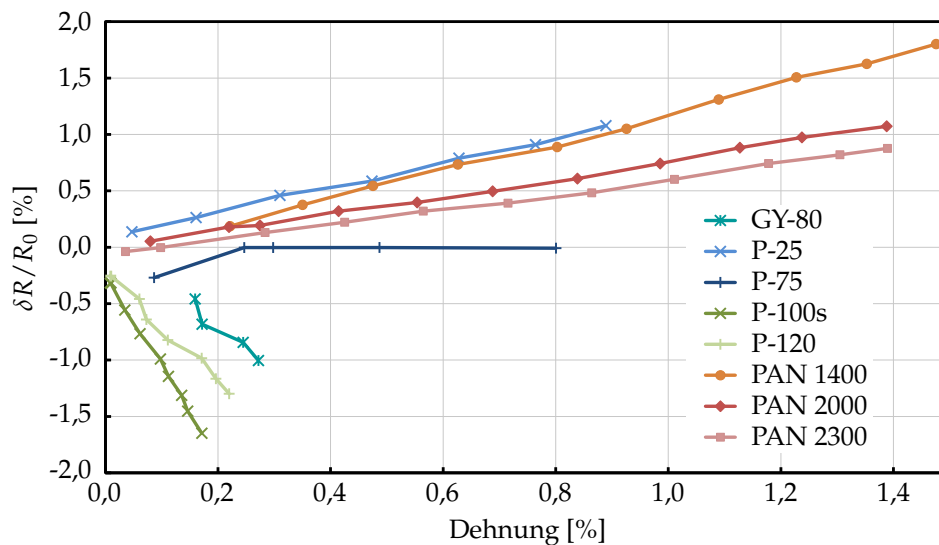


Abbildung 6.2: Nachdigitalisierte Darstellung der elektrischen Widerstandsänderung von unterschiedlichen C-Fasertypen nach (BPT97)

sistivität aktuell verfügbarer Fasertypen. Für die Suche nach möglicherweise geeigneten C-Fasern zur Realisierung integrierbarer Mikrodehnungssensoren existiert damit keine eindeutige Entscheidungsgrundlage für eine Faserauswahl. Es ist daher zunächst erforderlich gegenwärtige Fasertypen bzw. ausgewählte Vertreter zu charakterisieren.

6.2.1 Entwicklung der Versuchsanordnung

Die Charakterisierung der piezoresistiven Eigenschaften unterschiedlicher C-Faser-Typen wurde mit Hilfe des EFZM der Fa. Kammrath und Weiss durchgeführt (Plia). Dieses Mikrozugmodul ist zur Durchführung mechanischer Zugversuche an Einzelfasern ausgelegt. Zugkräfte im Bereich von Millinewton und Längenänderungen im Bereich von Mikrometern können damit erfasst werden. Für die Untersuchungen dieser Arbeit war es erforderlich im Zugversuch, neben den mechanischen Versuchsdaten, kontinuierlich die elektrischen Widerstände der Fasern zu erfassen. Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, erfordert die Messung des Faserwiderstands eine störungsfreie und von der Belastung unbeeinträchtigte Kontaktierung der gezogenen C-Fasern. Um diese gewährleisten zu können, wurde der konventionelle Versuchsaufbau des EFZM modifiziert. In der Konstruktion von Kammrath und Weiss bildet die Faser mit ihrer Längsachse, fixiert in einer Keramikkapillare, beim Zugversuch eine Linie mit den Kraffteinleitungselementen und dem Kraftmessdraht. Diese Anordnung ist optimal und verhindert das Auftreten von zusätzlichen Momenten während des Versuchs. Für die vorliegenden Untersuchungen schließt diese aber auf der anderen Seite eine elektrische Kontaktierung der Faser außerhalb des gezogenen Bereichs aus oder erschwert diese enorm. Daher war eine Anpassung des Aufbaus notwendig. Der modifizierte Aufbau wird im folgenden Abschnitt beschrieben.

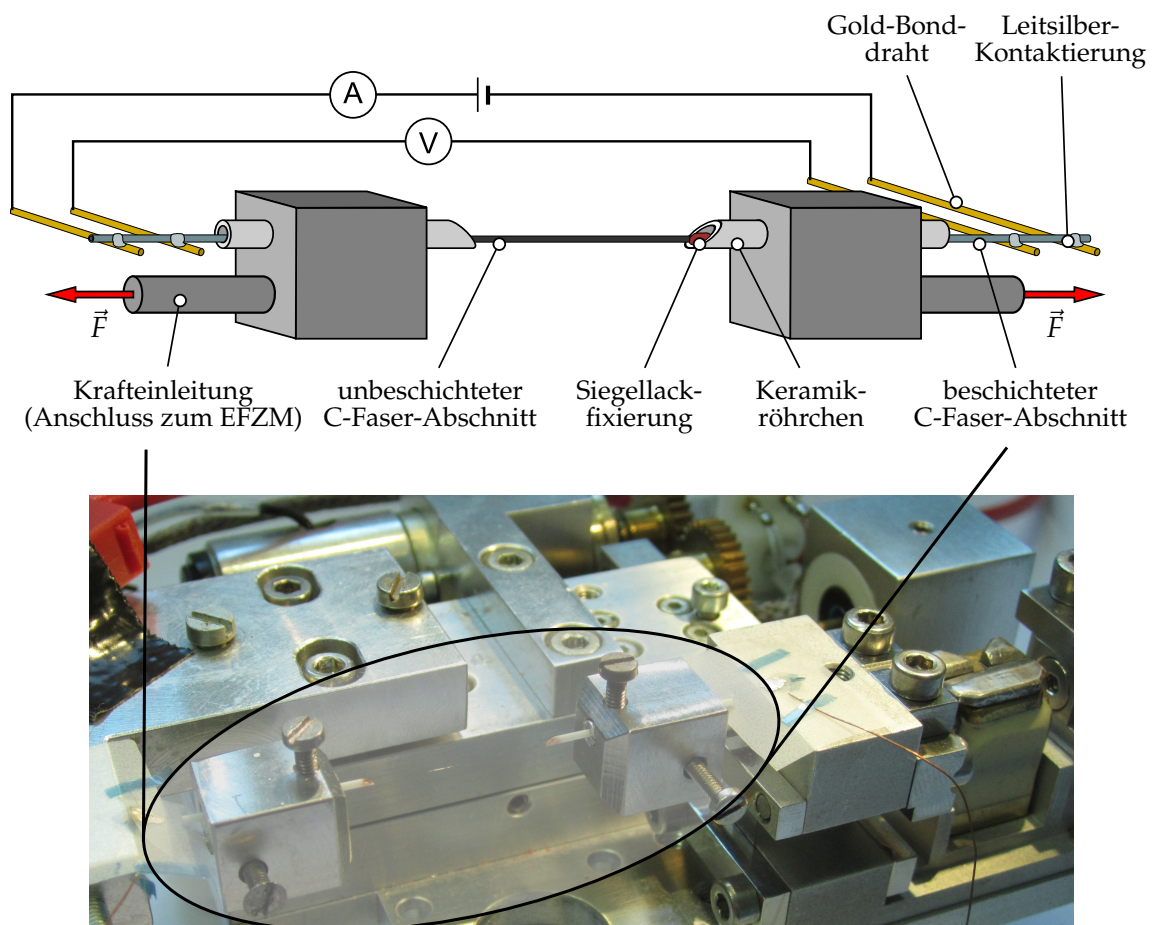


Abbildung 6.3: Aufbau der Versuchsanordnung zur Erfassung der elektrischen Widerstandsänderung von mittels Einzelfaserzugversuch mechanisch belasteten C-Einzelfasern

Versuchsaufbau

Bei der für die Versuche zur Erfassung der piezoresistiven Eigenschaften von C-Fasern angepassten Faserhalterung wurde die Faserachse in Bezug zur Achse der Krafteinleitung in vertikaler Richtung parallel verschoben. Die Versuchsanordnung ist in Abbildung 6.3 dargestellt. Darin ist zu erkennen, dass die Keramikkapillaren oberhalb der Krafteinleitung positioniert sind. Dies erlaubt den Zugang zu beiden Öffnungen der Röhrchen und damit das Durchfädeln der Versuchsfasern. Im Unterschied zur Konstruktion von Kamrath und Weiss werden die Keramikkapillaren nicht mehr direkt mit Schrauben geklemmt. Diese sitzen in einer längs aufgeschlitzten Buchse. Die Krafteinwirkung einer Schraube auf diese Buchse gewährleistet dadurch eine flächige Klemmung der Kapillaren und verhindert das sonst häufig auftretende Brechen der Keramikröhrchen. Die mechanische Fixierung der Versuchsfasern erfolgt weiterhin mittels Sieglack an den einander zugewandten, abgechrägten Öffnungen der in einer Achse liegenden Röhrchen (vgl. Abb. 6.3).

Die C-Fasern wurden für die Versuche in den äußeren, nicht gezogenen Abschnitten

leitfähig beschichtet. Die Beschichtung erfolgte mittels Magnetronspütern. Auf den Fasern wurde eine Al-Legierung abgeschieden. Die Beschichtung dient der Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit in den unbelasteten Faserabschnitten. Dadurch wird der Gesamtwiderstand der Versuchsfasern verringert und insbesondere der Anteil des konstanten Widerstands im nicht gezogenen Faserabschnitt minimiert. Die Kontaktierung der Fasern erfolgte im beschichteten Faserabschnitt, jeweils außerhalb des belasteten Bereichs. Dadurch ist eine konstante und lastunabhängige Kontaktierung garantiert. Die Faser wurde dazu über Gold-Bonddrähte geführt, auf diesen mit Hilfe von Leitsilber fixiert und gleichzeitig kontaktiert (s. Abb. 6.3). Die Gold-Bonddrähte waren wiederum direkt mit Kupfermessleitungen verbunden. Die Widerstandsmessung wurde bei den Fasermessreihen aufgrund der Ergebnisse von Vorversuchen, welche im nachfolgenden Abschnitt näher beschrieben sind, nach dem 4-Punkt-Verfahren durchgeführt. Jede Faser wurde dafür vier mal kontaktiert. Über die äußeren Kontakte wurde ein konstanter Strom durch die Faser geleitet. Die inneren Kontakte dienten der Erfassung des Spannungsabfalls über dem dazwischen liegenden Faserabschnitt.

Zur synchronen Aufzeichnung von mechanischen und elektrischen Messdaten wurde die Messelektronik des EFZM modifiziert. Zwei zusätzliche Anschlüsse dienen der Synchronisierung des Aufzeichnungsbeginns des Versuchs. Die beiden Anschlüsse sind regulär, im Stillstand des EFZM, kurzgeschlossen. Beim Start der mechanischen Belastung öffnet ein Relais diesen Kurzschluss. Die Messschaltung zur Erfassung des Widerstands, bzw. der Spannungsmesskreis, wird mit diesen Anschlüssen parallel geschaltet. Im Stillstand des EFZM wird bei laufender Widerstandsmessung der Kurzschluss als ein sehr geringer Widerstand erfasst. Sobald der Zugversuch startet, wird stattdessen der Widerstand der Faser erfasst. Diese sprunghafte Änderung lässt sich sehr gut mit dem Beginn des Zugversuchs und den mechanischen Messdaten in Übereinstimmung bringen.

Untersuchungen zur Kontaktierung von C-Fasern

Die Messung des elektrischen Widerstandes erfolgt durch die Ermittlung eines Potenzialabfalls über einem definierten Faserabschnitt, durch welchen ein konstanter Strom geleitet wird. Der Widerstand ergibt sich danach als Quotient aus Spannungsabfall und Strom. Wie bereits beschrieben, können zwei unterschiedliche Verfahren zur Widerstandsmessung an C-Fasern verwendet werden. Beide unterscheiden sich im Wesentlichen in der Art der Kontaktierung. Es ist möglich über eine 2-Punkt- oder über eine 4-Punkt-Messung den Faserwiderstand zu erfassen. Bei der 2-Punkt-Messung wird der Potenzialabfall über die gleichen Kontakte wie die der Stromeinleitung erfasst. Hier ist der Nachteil, dass der Übergangswiderstand der Kontaktierung in den gemessenen Gesamtwiderstand einfließt. Bei der 4-Punkt-Messung werden hingegen Stromeinleitung und Messung der Potenzialabfalls über jeweils eigene Kontakte realisiert. Dadurch wird die Erfassung des Übergangswiderstands vermieden. Um die Einflüsse der unterschiedlichen Kontaktierungsverfahren auf die Widerstandsmessung zu erfassen und um die Eignung beider Verfahren zu verifizieren, wurden einige Untersuchungen durchgeführt.

Anhand von kontinuierlichen Widerstandsmessungen über eine Zeitdauer von mehreren Minuten direkt im Anschluss an den hergestellten Kontakt (Auftrag von Leitsilber zur

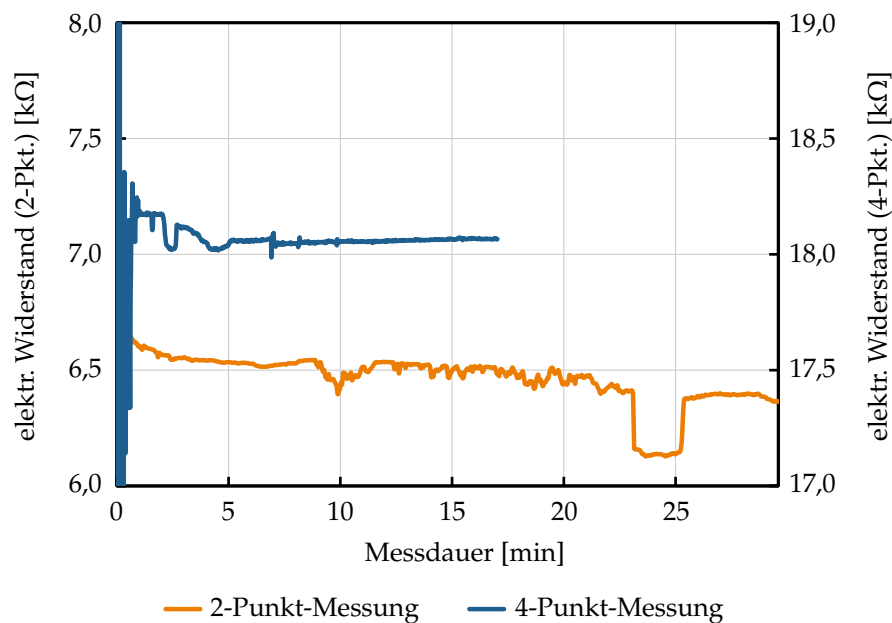


Abbildung 6.4: Vergleich der Verläufe des elektrischen Widerstands während der Kontaktierung mittels Leitsilber und während der Leitsilberaushärtung bei 2-Punkt- bzw. 4-Punkt-Messung

Verbindung von Faser und Bonddraht) zur C-Faser wurde in einem ersten Versuch die Zuverlässigkeit der Kontaktierungsverfahren ermittelt. In Abbildung 6.4 sind die Ergebnisse dieser Untersuchung dargestellt.

Die Langzeitmessung nach dem 2-Punkt-Verfahren erfolgte an einer T800-Faser. Die 4-Punkt-Messung wurde mit Hilfe einer YSH50A-Faser durchgeführt. Da sich die spezifischen Widerstände beider Fasern unterscheiden, sind die Messkurven jeweils auf eigenen Achsen abgetragen. Bei der 2-Punkt-Messung sind große Schwankungen des Widerstandes zu erkennen. Über der dargestellten Messdauer sinkt der Widerstand zudem kontinuierlich. Zwischenzeitlich treten starke Sprünge in der Widerstandsmesskurve auf (vgl. Abb. 6.4). Dies bedeutet, dass der Übergangswiderstand der Kontaktierung einer starken zeitlichen Veränderung unterliegt. Bei der 2-Punkt-Messung fließen diese direkt in den ermittelten Widerstand ein und verfälschen somit der Messergebnis.

Im Vergleich zur 2-Punkt-Messung kann bei der 4-Punkt-Messung ein nahezu unveränderter Messwertverlauf beobachtet werden. Der gemessene Widerstandswert erreicht bereits nach fünf Minuten sein endgültiges Niveau und zeigt dann nur noch vergleichsweise leicht Schwankungen. Nach einer Messzeit von 10 Minuten sind nur noch vernachlässigbare Veränderungen des Widerstandes erkennbar (vgl. Abb. 6.4). Mit der Aushärtung des Leitsilbers ist danach der ermittelte Widerstand konstant. Zeitliche Änderungen mit dauerhafter Ausdehnung waren bei der 4-Punkt-Messung nicht zu beobachten. Die 4-Punkt-Messung stellt sich danach als das geeignetere Messverfahren zur Bestimmung der Piezoresistivität von C-Fasern dar.

In einer weiteren Untersuchung wurde mit Hilfe von gleichförmigen Belastungszyklen anhand einer einzigen T300-Faser bei jedem Zyklus der Maximalwert des elektrischen

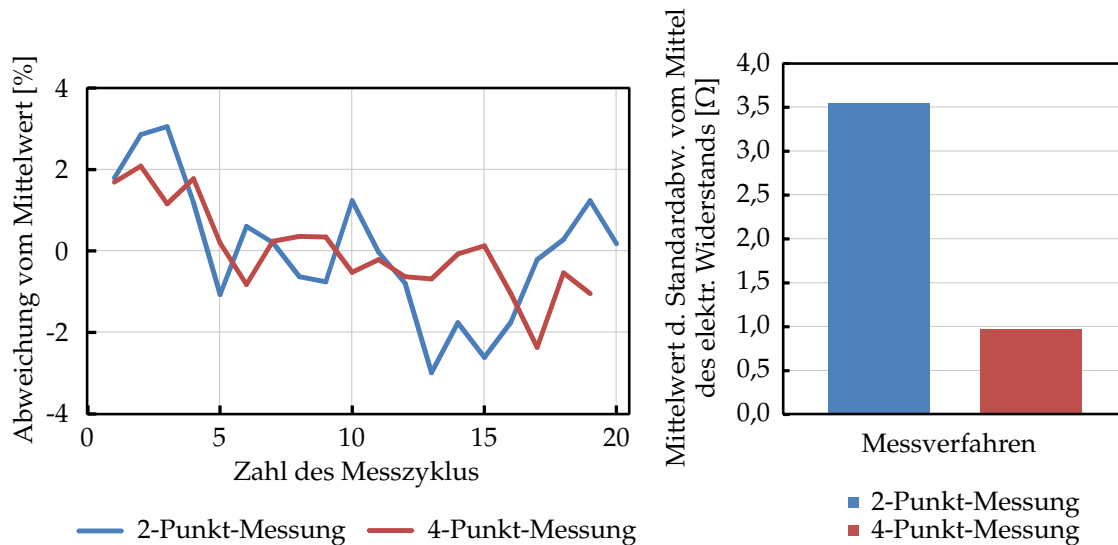


Abbildung 6.5: Vergleich von 2-Punkt- und 4-Punkt-Widerstandsmessung – *links* Darstellung der jeweiligen Abweichungen vom Gesamtmittelwert des elektrischen Widerstands bei Messzyklen der Widerstandsänderung im Einzelfaserzugversuch einer T300-Faser, *rechts* Mittelwerte von Standardabweichungen der Widerstandsmittel aus Messreihen des elektrischen Widerstands von T300-Einzelfasern im unbelasteten Zustand

Widerstands erfasst. Mit der Belastung zeigt die ausgewählte Faser eine stetige Widerstandsänderung. Es wurde jeweils mit der 2-Punkt- als auch mit der 4-Punkt-Messung eine Messreihe an der identischen Faser aufgezeichnet. Die Maximalbelastung in jedem Zyklus war gleich. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist im linken Diagramm der Abbildung 6.5 zu sehen.

Aus den Maximalwerten jeder Reihe wurde der Mittelwert gebildet. Die prozentuale Abweichung von diesem Mittelwert wird im Diagramm für jeden Zyklus dargestellt. Es ist gut erkennbar, dass bei der 2-Punkt-Messung stärkere Abweichungen vom Mittelwert auftreten. Abweichungen von bis zu 3 % sind zu sehen. Die Differenzreihe der 4-Punkt-Messung schwankt deutlich geringer und verläuft mit wenigen Ausnahmen nahe Null Prozent (vgl. Abb. 6.5 *li.*). Auch im Messverlauf des Einzelfaserzugversuchs zeigt sich somit, dass die 2-Punkt-Messung im Vergleich stärkeren Schwankungen aufgrund sich zeitlich ändernder Übergangswiderstände unterliegt. Ausgehend von diesem Ergebnis sind unter Verwendung der 4-Punkt-Messung zuverlässigere Messdaten zu erwarten.

In einer abschließenden Untersuchung zur Auswirkung des Kontaktierungsverfahrens wurde jeweils vor Zugversuchen im Anschluss an die Kontaktierung der Einzelfasern und im unbelasteten Zustand eine kontinuierliche Messreihe des elektrischen Widerstands von T300-Fasern über mehrere Minuten aufgezeichnet. Die Mittelwerte und Standardabweichungen dieser Messreihen wurden bestimmt. Beide Messverfahren (2-Punkt- und 4-Punkt-Messung) wurden dabei verwendet. Aus den Standardabweichungen der Mittelwerte mehrerer Messreihen wurde in Bezug zum jeweiligen Messverfahren wiederum der Mittelwert bestimmt. Auf diese Weise ist es möglich eine zuverlässige Aussage über die Streubreite der Messwertschwankungen in Abhängigkeit vom Messverfahren zu treffen. Die Ergebnisse

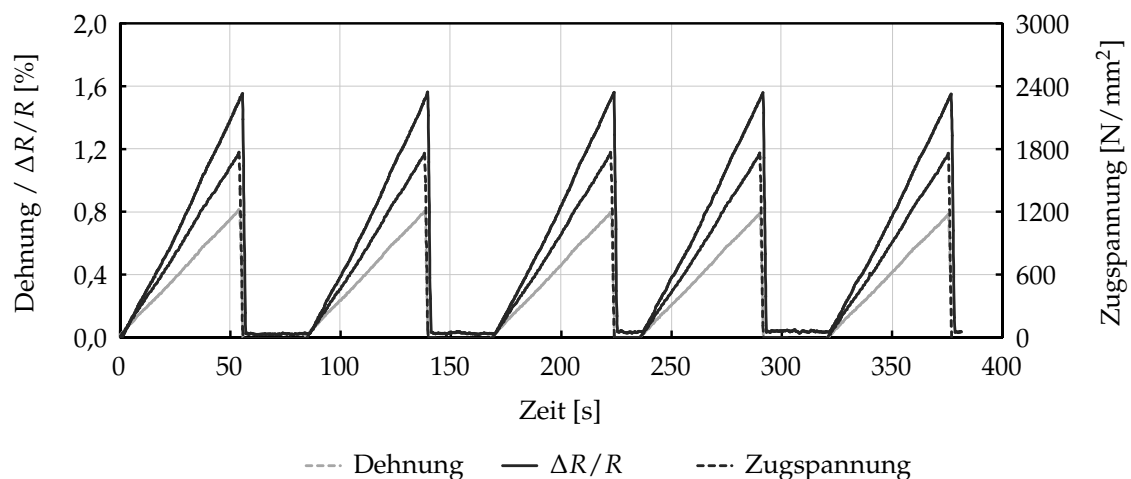


Abbildung 6.6: Zeitlicher Kurvenverlauf von Dehnung, Widerstandsänderung ($\Delta R/R$) und Zugspannung während fünf Zyklen eines Widerstandszugversuchs an einer HTA-Faser

sind im rechten Diagramm der Abbildung 6.5 zu sehen.

Die 2-Punkt-Messung weist in den durchgeführten Messreihen eine stärkere Streuung der Messwerte auf. Trotz unverändertem Messaufbau und konstanten Messbedingungen konnte hier im Mittel eine Standardabweichung vom Mittelwert in Höhe von mehr als drei Ohm ermittelt werden (vgl. Abb. 6.5 *re.*). Unter den gleichen Messbedingungen zeigte die 4-Punkt-Messung eine deutlich geringere Streuung der Messwerte. Diese lag bei einer Standardabweichung von einem Ohm.

Eine geringe Streuung ist zur Identifizierung von piezoresistiven Materialveränderungen unter Belastung sehr von Vorteil. Veränderungen des gemessenen elektrischen Widerstands können so eindeutig der Belastungsänderung zugeordnet werden. Zufällig auftretende Widerstandsvariationen überdecken nicht das gesuchte piezoresistive Verhalten. Auf Grundlage der gesammelten und zuvor erläuterten Ergebnisse wurde zur Durchführung der kombinierten Widerstands-Zugversuche die 4-Punkt-Messung zur Erfassung des Faserwiderstands ausgewählt.

Ermittlung der Piezoresistivität

Während der Zugversuche wird neben Zugkraft und Verlängerung kontinuierlich der absolute Widerstand der Fasern aufgezeichnet. Daraus werden Zugspannung, Dehnung und die Widerstandsänderung abgeleitet. Der zeitliche Verlauf dieser Werte ist anhand der Aufzeichnung eines Widerstandszugversuchs mit einer HTA-Faser in Abbildung 6.6 dargestellt. Fünf Messzyklen wurden dabei lückenlos erfasst. Aufgrund der synchronen Aufzeichnung können der elektrische Widerstand und die mechanischen Messwerte in Korrelation gebracht werden. Aus der Vielzahl an aufgezeichneten Zyklen wurde zur Darstellung der piezoresistiven Eigenschaften jeweils für jeden Fasertyp ein repräsentativer Zyklus des Widerstands-Dehnungs-Verlaufs ausgewählt.

Die sich in Bezug zum Ausgangswiderstand ergebende absolute elektrische Widerstandsänderung ΔR_{CF} einer gezogenen C-Faser setzt sich zusammen aus unterschiedlichen Beiträgen. Durch das Auseinanderziehen im Versuch ändert sich die Länge l der C-Faser. Gleichzeitig verringert sich mit der Zunahme der Länge der Flächeninhalt A des Faserquerschnitts. Zusätzlich ändert die Beanspruchung den inneren Zusammenhang der Fasern und es kommt zu einer Änderung des spezifischen elektrischen Widerstands ρ . Gleichung 6.1 beschreibt den Zusammenhang zwischen den einzelnen Beiträgen.

$$\Delta R_{CF} = \frac{\delta R}{\delta l} \cdot \Delta l + \frac{\delta R}{\delta A} \cdot \Delta A + \frac{\delta R}{\delta \rho} \cdot \Delta \rho \quad (6.1)$$

Für die Ermittlung der piezoresistiven Eigenschaften ist es folglich notwendig die geometrischen Anteile zu eliminieren. Die absolute Widerstandsänderung der Faser durch Längenänderung und Querschnittsänderung $\delta R_{CF(\delta l \delta A)}$ wurde dafür nach Gleichung 6.2 anhand der Ausgangsgrößen (Ausgangslänge l_0 , Ausgangsflächeninhalt A_0 , spezifischer Ausgangswiderstand ρ_0 sowie der Änderungen von Länge δl_{CF} und Querschnittsflächeninhalt δA) bestimmt und von der Gesamtwiderstandsänderung ΔR_{CF} abgezogen.

$$\delta R_{CF(\delta l \delta A)} = \rho_0 \frac{l_0 + \delta l_{CF}}{A_0 - \delta A} \quad (6.2)$$

Mit den verfügbaren Einrichtungen war es nicht möglich den Faserquerschnitt während der Zugversuche kontinuierlich zu erfassen. Daher wurde zur Bestimmung der Flächeninhalte auf die Poissonzahl ν zurückgegriffen und die Änderung der Flächeninhalte δA aus der Längenänderung δl_{CF} abgeleitet. In der Literatur wurden für C-Fasern Angaben zur Poissonzahl gefunden und hierfür verwendet (KS91). Die dort untersuchten Fasertypen zeigten vergleichbare Poissonzahlen im Mittel von 0,26 bis 0,28. Der Mittelwert dieser Angabe wurde in den Untersuchungen zur Piezoresistivität von C-Fasern verwendet. Danach lässt sich die Änderung des Faserdurchmessers δd über Gleichung 6.3 berechnen. Aus der Änderung des Faserdurchmessers kann wiederum die Änderung der Querschnittsfläche abgeleitet werden.

$$\delta d = -\nu \frac{d_0 \delta l_{CF}}{l_0} \quad (6.3)$$

Als ein Maß für die Sensitivität von Dehnungssensoren bzgl. der Reaktionsfähigkeit ihres Sensorsignals auf anliegende Dehnungen wird der k-Faktor k verwendet. Dieser kann für die C-Fasern aus Gleichung 6.4 abgeleitet werden.

$$k = \frac{\Delta R_{CF}}{R_{CF0} \cdot \epsilon} \quad (6.4)$$

6.2.2 Piezoresistive Eigenschaften unterschiedlicher Fasertypen

In Abhängigkeit vom Fasertyp ergaben sich sehr unterschiedliche Widerstandsänderungen bei Zugbelastung der Fasern. Für die vorausgewählten Fasertypen werden die Untersuchungsergebnisse im Folgenden detailliert dargestellt.

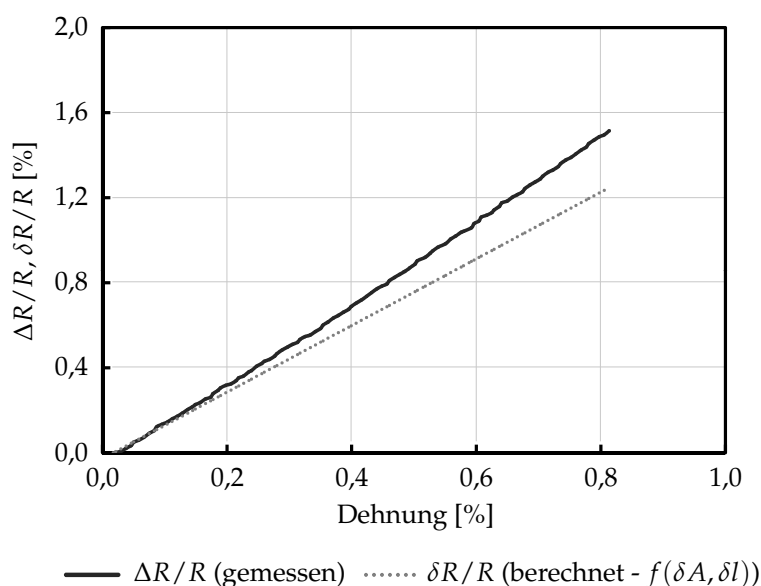


Abbildung 6.7: Repräsentativer Verlauf der elektrischen Widerstandsänderung ($\Delta R/R$) einer HTA5241-Faser bei Dehnung während eines Einzelfaserzugversuchs sowie berechnete Widerstandsänderung aufgrund der geometrischen Veränderungen der Faser

HTA5241-Fasern

PAN-basierte C-Fasern des untersuchten Fasertyps HTA 5241 zeigen eine eindeutige Korrelation zwischen mechanischer Dehnung und Widerstandsänderung. Der Widerstandsänderungs-Dehnungs-Verlauf dieses Fasertyps ist in Abbildung 6.7 zu sehen. Im gleichen Diagramm ist zudem der Verlauf der geometrisch bedingten Widerstandsänderung ($\delta R/R$ (berechnet - $f(\delta A, \delta l)$)) angeführt. In wiederholten Messzyklen ergaben sich reproduzierbare Kurvenverläufe für die Widerstandsänderung. Der Verlauf der Widerstandsänderung ist nahezu linear. Bei 0,4 % Dehnung ergibt sich eine leichte Änderung des Anstiegs. Der Kurvenverlauf weist keine Sprünge oder Unstetigkeiten auf (vgl. Abb. 6.7). Dies deutet darauf hin, dass sich die Leitpfade des Stroms bei mechanischer Belastung nicht ändern. Die leitenden Kristallite behalten den Kontakt zu ihren jeweiligen Nachbarn und die Übergangswiderstände ändern sich dadurch stetig und ohne Sprünge.

Die Widerstandsänderung setzt sich zusammen aus dem geometrischen Anteil (Längen- und Querschnittsänderung) und dem piezoresistiven Anteil. Der geometrische Anteil wurde nach Gleichung 6.2 errechnet. Unter der Annahme, dass die HTA-Fasern eine Querkontraktionszahl von 0,27 aufweisen (KS91), ergibt sich für den geometrischen Beitrag zur gesamten Widerstandsänderung bei der HTA-Faser ein Anteil von 83 %. Der piezoresistive Beitrag ergibt sich somit zu 17 %. Der k-Faktor errechnet sich nach Gleichung 6.4 für die HTA-Faser zu 1,86.

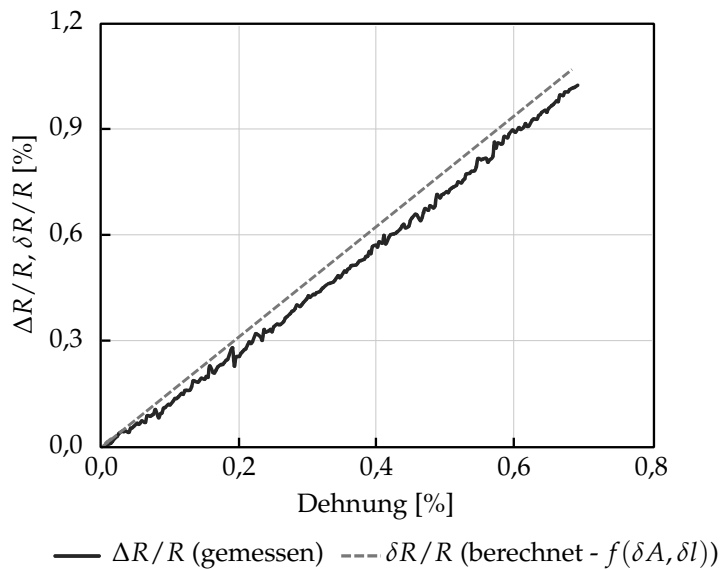


Abbildung 6.8: Repräsentativer Verlauf der elektrischen Widerstandsänderung ($\Delta R/R$) einer T300-Faser bei Dehnung während eines Einzelfaserzugversuchs sowie berechnete Widerstandsänderung aufgrund der geometrischen Veränderungen der Faser

T300-Fasern

T300-Fasern weisen ebenso eine reproduzierbare Widerstandsänderung bei Zugbelastung auf. Abbildung 6.8 zeigt den Widerstandsänderungs-Dehnungs-Verlauf dieses Fasertyps anhand eines repräsentativen Versuchs. Es ist eine eindeutige Korrelation zwischen der anliegenden Dehnung und der Änderung des elektrischen Widerstands der Faser zu beobachten. Der Anstieg der Widerstandsänderung verläuft bei den T300-Fasern flacher als bei der HTA-Faser und liegt unter der Kurve des theoretischen, geometrischen Beitrags (vgl. Abb. 6.8). Im Kurvenverlauf zeigen sich zudem kleinere Unstetigkeiten und Sprünge. In Anbetracht des gesamten Dehnungsbereichs des dargestellten Versuchs ist der Kurvenverlauf gemittelt nahezu linear. Die Sprünge der Widerstandsänderung sind auf wechselnde Leitpfade zurückzuführen. Aufgrund der Belastung ändern sich die relativen Positionen der Kristallite und es steigt an einer Kontaktstelle zwischen benachbarten Kristalliten der Übergangswiderstand. An anderen, alternativen Übergängen bleibt der Widerstand konstant. Übersteigt nun der Übergangswiderstand des einen Pfades den der alternativen Pfade, bspw. durch einen Kontaktabriss, wechselt der Stromfluss, aufgrund der Wahl des Weges mit dem geringsten Widerstand, seinen Pfad. Es kommt zu einer Unstetigkeit und zu einem Sprung im Verlauf der Widerstandsänderung. Das Verlaufsbild deutet daher darauf hin, dass bei der T300-Faser stärkere Änderungen im inneren Aufbau bei mechanischer Belastung auftreten.

In Abbildung 6.8 ist der Verlauf der geometrisch bedingten Widerstandsänderung einer C-Faser mit einer Poissonzahl von 0,27 im Vergleich zum repräsentativen Verlauf der Widerstandsänderung der T300-Fasern zu sehen. Dieser hat einen größeren Anstieg als die gemessene Widerstandsänderung der T300-Faser beim Zugversuch. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass bei der T300-Faser hauptsächlich die Querschnitts- und Längenänderung auf-

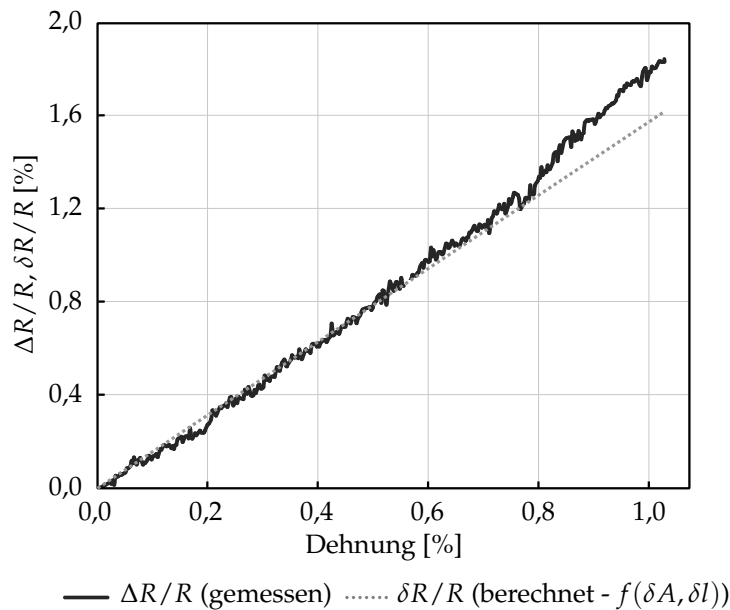


Abbildung 6.9: Repräsentativer Verlauf der elektrischen Widerstandsänderung ($\Delta R/R$) einer T800-Faser bei Dehnung während eines Einzelfaserzugversuchs sowie berechnete Widerstandsänderung aufgrund der geometrischen Veränderungen der Faser

grund der Zugbelastung zur Änderung des elektrischen Widerstands beitragen. Aus dem ermittelten Anstieg konnte daher ebenso ein im Vergleich zu den HTA-Fasern geringerer k-Faktor abgeleitet werden. Dieser beträgt für die T300-Faser 1,47.

T800-Fasern

Der Verlauf der Widerstandsänderung bei Dehnung der T800-Fasern verhält sich vergleichbar zum Verlauf der T300-Fasern. In Abbildung 6.9 ist eine charakteristische Kurve der elektrischen Widerstandsänderung einer T800-Einfelfaser während eines Zugversuchs dargestellt. Darin sind kleinere und größere Unstetigkeiten zu erkennen. Diese lassen ebenfalls auf größere Verschiebungen der Kristallitanordnung während der Dehnungsbelastung, welche wiederum eine Variation der Leitpfade zur Folge haben, schließen. Die Kurve der Widerstandsänderung verläuft annähernd linear.

Ab einer Dehnung von 0,8% ändert sich der Anstieg der Kurve (vgl. Abb. 6.9). Diese Anstiegsänderung trat mehrfach bei diesem Fasertyp auf. Hauptsächlich waren diese Veränderungen bei Dehnungen über 0,6% zu beobachten. Eine Erklärung dieses Verhaltens kann die abnehmende Zahl an alternativen Leitpfaden bei erhöhter Dehnung sein. Mit zunehmender Dehnung werden die in Faserlängsrichtung aneinander liegenden Kristallite stärker auseinander gezogen und die zur elektrischen Leitung zur Verfügung stehende Fläche, welche einen Übergang von einem Kristallit zum nächsten darstellt, verringert sich. Dadurch steigt der Übergangswiderstand. Solange sich zu Beginn des Zugversuchs, bei kleinen Dehnungen, noch weniger stark belastete Bereiche zur Übertragung der Elektronen finden, ändern sich die Leitpfade und der Anstieg des elektrischen Widerstands ist

minimal. Sobald aber der gesamte Querschnitt der Faser bei höheren Dehnungen und dadurch alle Kristallite gleichzeitig von der Spannungsbeaufschlagung betroffen sind, fehlen die alternativen Stromverlaufsrouten. Dadurch steigt der Widerstand stärker an. Parallel zur Steigerung des Anstiegs der Widerstandsänderung konnte zudem eine geringfügige Verschiebung des Spannungs-Dehnungs-Verlaufs, somit eine Veränderung der Steifigkeit, beobachtet werden. Innere Verschiebungen der Kristallitanordnung haben somit auch Auswirkung auf die mechanischen Eigenschaften der Faser.

Über mehrere Zyklen einer Dehnung bis 1 % stellte sich bei identischen Fasern ein vergleichbares Verlaufsbild ein. Der gemittelt annähernd lineare Kurvenverlauf war dabei reproduzierbar. Die Maxima und Minima der Widerstandsänderung der einzelnen Zyklen schwanken bei identischen Belastungsschemen. Im Vergleich zur HTA-Faser sind diese Schwankungen stärker ausgeprägt. In einer Versuchsreihe mit stufenweise in jedem Zyklus um jeweils 0,1 % gesteigerter Dehnung, ausgehend von einer Dehnung von 1 %, wurde ein Widerstandsmaximum bei den einzelnen Zyklen nicht überschritten. Es bildete sich ein Plateau des Widerstandsverlaufs am Kraftmaximum. Dieses wurde mit steigender Belastung immer breiter. Der elektrische Widerstand, welcher sich im unbelasteten Zustand zunächst nach den ersten beiden Zyklen auf einem höheren Wert einstellte, sank tendenziell nach jeder weiteren Maximalkraftsteigerung. Nach dem Erreichen einer maximalen Dehnung von 1,6 % verringerte sich der Widerstand im unbelasteten Zustand gegenüber dem Ausgangszustand um fast 1 %. Bei Dehnungen über 1 % waren zudem nichtlineare Kraft-Weg-Verläufe erkennbar. Die Widerstandsänderung der T800-Faser korreliert ausgehend von diesen Beobachtungen nicht absolut mit der Dehnung. Eine Dehnungsmessung mit diesem Fasertyp erfordert daher eine ständige Rekalibrierung der Ausgangswerte der Widerstandsänderung. Zur Anwendung als eingebetteter Dehnungssensor ist die T800-Faser aufgrund des hohen Kalibrierungsaufwands nicht geeignet.

Der mittlere Anstieg der Widerstandsänderung ist bei der T800-Faser größer als bei der T300-Faser. Im teilweise beobachteten Anfangsbereich mit geringer Steigung deckt sich die Kurve im Mittel mit dem theoretischen Verlauf durch die beschriebenen Geometrieänderungen infolge der Dehnung (vgl. Abb. 6.9). Im späteren Verlauf trägt die Anstiegsänderung zu einer Ausprägung piezoresistiver Merkmale bei. Die Widerstandsänderung ist damit im Mittel bei der T800-Faser größer als der rein geometrische Beitrag durch Längen- und Querschnittsänderung. Aus der Zusammenfassung mehrerer Versuche konnte ein mittlerer k -Faktor von 1,72 für die T800-Faser abgeleitet werden. Die k -Faktoren der einbezogenen Versuche streuten bei der T800-Faser stark. Unter großem Aufwand könnte, durch gezielte Auswahl sensitiver Fasern nach Kalibrierungsversuchen, eine Faser mit vergleichsweise hoher Empfindlichkeit gefunden werden.

YSH50A-Fasern

Der typische Verlauf der Widerstandsänderung bei Dehnung einer Pech-basierten YSH50A-Faser von NGF ist in Abbildung 6.10 dargestellt. Die Faser weist grundsätzlich eine geringere Dehnbarkeit auf. Aus diesem Grund wurde diese Faser lediglich bis zu 0,7 % im Einzelfaserzugversuch gedehnt. Der Verlauf der Kurve ist im Vergleich zu den T-Fasern von weniger Unstetigkeiten geprägt. Es ist eine nahezu gleichmäßige Steigerung des Widerstands zu erkennen (vgl. Abb. 6.10). Die Faser scheint somit im Unterschied zu den T-Fasern homogener

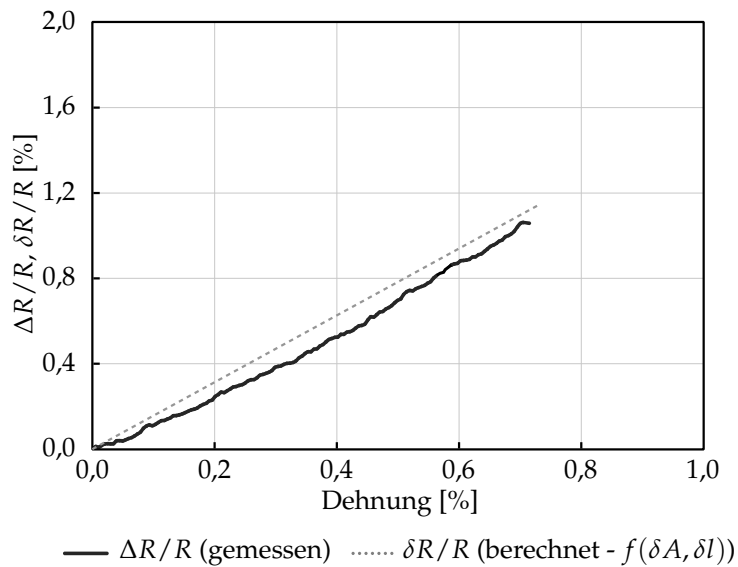


Abbildung 6.10: Repräsentativer Verlauf der elektrischen Widerstandsänderung ($\Delta R/R$) einer YSH50A-Faser bei Dehnung während eines Einzelfaserzugversuchs sowie berechnete Widerstandsänderung aufgrund der geometrischen Veränderungen der Faser

aufgebaut zu sein. Stärke Modulationen der Relativposition der graphitischen Kristallite bei Dehnung sind nicht nachweisbar. Der mittlere Anstieg der Widerstandsänderung ist vergleichbar mit dem der T300-Faser und liegt damit ebenso unterhalb der theoretischen Widerstandsänderung durch Geometrieänderung. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass die YSH50A-Faser keine piezoresistiven Eigenschaften besitzt. Für die Anwendung als Dehnungssensor ist sie damit nur bedingt geeignet. Aus dem mittleren Anstieg konnte für diese Faser ein k-Faktor von 1,51 abgeleitet werden.

YSH70A-Fasern

Die zweite Pech-basierte C-Faser YSH70A zeigt im Vergleich zu ihrem dehnbaren Verwandten ein völlig anderes Verlaufsbild der Widerstandsänderung bei Dehnung. In Abbildung 6.11 ist die charakteristische Kurve eines Zugversuchs mit gleichzeitiger Widerstandsmessung zu sehen. Die YSH70A-Faser besitzt gegenüber der YSH50A-Faser eine noch geringere Bruchdehnung. Daher wurde im Versuch nur jeweils eine maximale Dehnung von knapp über 0,3 % gewählt.

Die Widerstandsänderung dieser Faser ist zunächst bei einer Dehnung bis 0,2 % negativ. Danach ist ein leichter Anstieg der Widerstandsänderung zu beobachten (s. Abb. 6.11). Dieses Verhalten deutet auf eine grundsätzlich verschiedene, innere Struktur im Vergleich zur YSH50A-Faser hin. Die mechanische Beanspruchung auf Zug verbessert zunächst die Leitfähigkeit der Faser. Dies ist nur durch eine innere Vergrößerung der leitenden Querschnitte oder die Verringerung der Übergangswiderstände beim transversalen Übergang der Elektronen von Kristallit zu Kristallit, in Relation zur Faserachse, zu erklären. Die Zugbelastung zwingt die einzelnen graphitischen Kristallite im Querschnitt zur Annäherung.

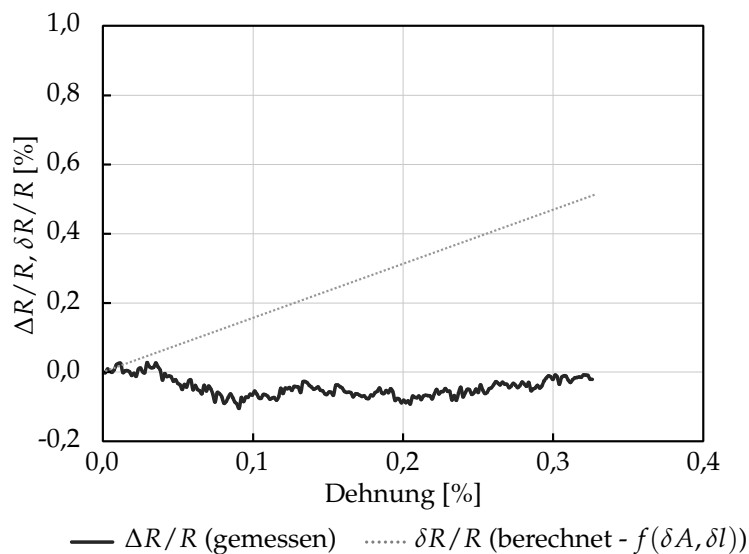


Abbildung 6.11: Repräsentativer Verlauf der elektrischen Widerstandsänderung ($\Delta R/R$) einer YSH70A-Faser bei Dehnung während eines Einzelfaserzugversuchs sowie berechnete Widerstandsänderung aufgrund der geometrischen Veränderungen der Faser

Damit wird die Kontaktfläche vergrößert, der Übergangswiderstand verringert sich und Leitpfade über Kristallite mit geringerem Widerstand können von den Elektronen beschritten werden. Erst bei steigender Belastung ab einer Dehnung von 0,2 % kommt dann der gegensätzliche Effekt zum Tragen. Der leitende Querschnitt vermindert sich, die Kontaktflächen in longitudinaler Richtung zwischen den Kristalliten werden kleiner und die Übergangswiderstände steigen. Erst eine weitere Dehnung würde den anfänglichen Abfall des Widerstands kompensieren. Bei Dehnungen bis oberhalb 0,3 % war im Mittel kein Anstieg des Widerstands bei Dehnung festzustellen (vgl. Abb. 6.11). Daraus leitet sich ein k-Faktor von 0,94 ab. Die YSH70A-Faser weist nach diesem Befund negative piezoresistive Eigenschaften auf und ist damit nicht zur Messung von Dehnungen geeignet.

Neben dem negativen Anstieg sind im Verlaufsbild zudem vergleichsweise starke Unstetigkeiten zu erkennen. Die Änderung der Leitpfade erfolgt plötzlich und sprunghaft. Verschiebungen im inneren Aufbau der Faser und die Änderung der Kristallit-Kristallit-Kontakte sind für dieses Verhalten verantwortlich.

Vergleich der Fasertypen und Auswahl geeigneter Sensorfasern

In einem abschließenden Vergleich werden die Widerstandsänderungen aller untersuchten C-Fasern gegenüber gestellt. Im linken Diagramm der Abbildung 6.12 sind die charakteristischen Verläufe dieser Fasern zu sehen. Als gepunktete Linie ist zudem die theoretische Widerstandsänderung, welche sich durch die Querschnitts- und Längenänderung bei Dehnung einer C-Faser mit einer Querkontraktionszahl von 0,27 einstellt, abgebildet. Den größten Anstieg weisen die HTA- und die T800-Faser auf (vgl. Abb. 6.12 li.). Dieser liegt bei beiden über der theoretischen Widerstandsänderung. Beide zeigen somit positive pie-

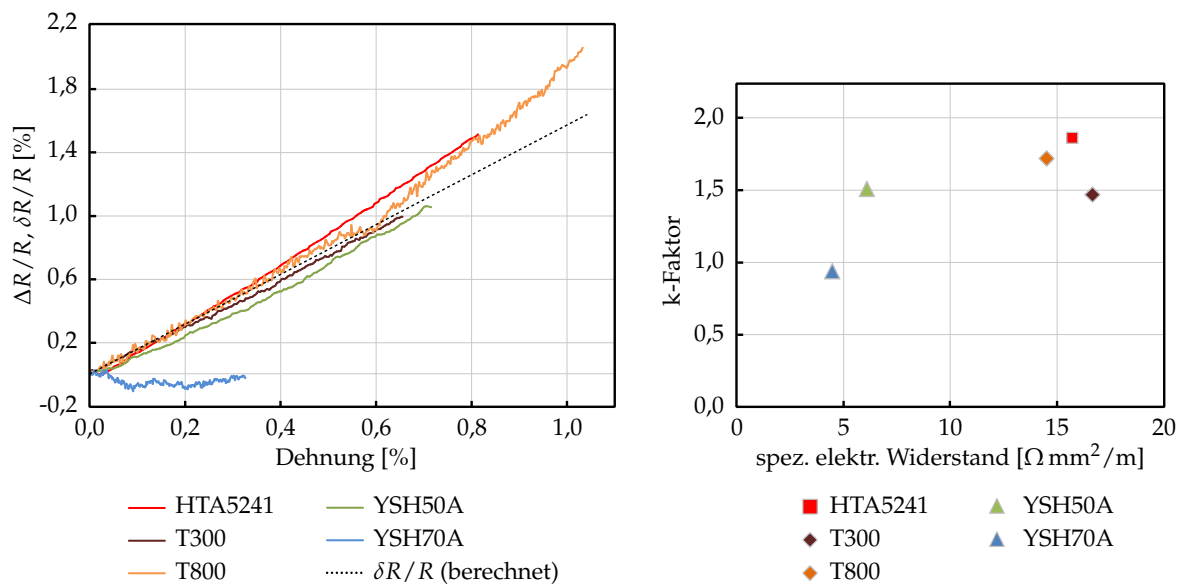


Abbildung 6.12: Vergleich der piezoresistiven Eigenschaften von C-Fasern: *links* repräsentativer Verlauf der elektrischen Widerstandsänderung ($\Delta R/R$) verschiedener C-Fasern bei Dehnung während eines Einzelfaserzugversuchs sowie berechnete Widerstandsänderung aufgrund der geometrischen Veränderungen der Fasern und *rechts* k-Faktor verschiedener C-Fasern abgetragen im Zusammenhang zum spezifischen elektrischen Widerstand der jeweiligen Fasern

zoresistive Eigenschaften und sind zur Messung von Dehnungen nach dem piezoresistiven Verfahren geeignet. Für die T800-Faser ergibt sich allerdings eine Einschränkung durch vergleichsweise starke Unstetigkeiten und plötzliche Änderungen des Anstiegs. Außerdem wiesen die untersuchten Fasern eine starke Streuung im Grad der Ausprägung der piezoresistiven Eigenschaften auf.

Der Anstieg der T300-Faser sowie der YSH50A-Faser bewegt sich knapp unterhalb des theoretischen Widerstandsänderungsverlaufs (s. Abb. 6.12 *li.*). Beide zeigen annähernd lineare Widerstandsänderungen. Damit sind sie bei geringerer Sensitivität ebenso zur Messung von Dehnungen verwendbar. Die YSH70A-Faser belegt bei Dehnung im Mittel eine sehr geringe Widerstandsänderung (vgl. Abb. 6.12 *li.*). Sie besitzt negative piezoresistive Eigenschaften und ist nicht zur Messung von Dehnungen geeignet.

Der Vergleich der Sensitivität der einzelnen untersuchten Fasertypen ist im rechten Diagramm der Abbildung 6.12 zu sehen. Der k-Faktor, als Maß für die Empfindlichkeit gegenüber Dehnungen, ist hierin über dem spezifischen elektrischen Widerstand der jeweiligen Faser aufgetragen. Fasern mit einem höheren spezifischen elektrischen Widerstand besitzen tendenziell danach eine höhere Sensitivität gegenüber Dehnungen (vgl. Abb. 6.12 *re.*). Eine eindeutige Abhängigkeit zwischen beiden Größen lässt sich aber nicht ableiten. Die innere Struktur der C-Fasern und damit ihre piezoresistiven Eigenschaften sind nicht singular mit dem spezifischen elektrischen Widerstand gekoppelt. Unterschiedliche Formen der Kristallitanordnung und die verschiedenen geometrischen Merkmale der Faserstruktur haben einen Einfluss auf das piezoresistive Verhalten.

Aus der Zusammenfassung der durchgeführten Charakterisierungsversuche zur Bestimmung der piezoresistiven Eigenschaften ausgewählter, aktuell verfügbarer C-Fasern lässt sich die besondere Eignung der HTA5241-Faser zur Nutzung als Dehnungssensor ableiten. Sie weist die höchste Dehnungsempfindlichkeit und das besten lineare Verhalten der Widerstandsänderung bei Dehnung auf. Zudem besitzt sie eine hohe Bruchdehnung. Aus diesem Grund wird zur weiteren Entwicklung von piezoresistiven Einzelfaserdehnungssensoren die HTA-Faser verwendet.

Fasercharakterisierung durch Widerstandsmessung?

Die Verläufe der Widerstandsänderung einiger Fasertypen wiesen entweder Unstetigkeiten oder signifikante Änderungen im Anstieg auf. Aus den Ergebnissen der Untersuchungen ausgewählter C-Fasertypen kann daher neben dem Wissen um das Verhalten der Fasern eine interessante Fragestellung abgeleitet werden. Es stellt sich die Frage, ob sich das angewendete parallele Messverfahren zur Bestimmung des Fasertyps sowie zur Erfassung innerer struktureller Veränderungen der Fasern nutzen lässt. Aus den strukturellen Änderungen, die sich in der Widerstandsänderung widerspiegeln, kann des Weiteren auf den Aufbau der jeweiligen Fasern geschlossen werden. Auf diese Weise kann eine einfache Methode zur Qualitätskontrolle in der C-Faser-Produktion realisiert werden. Eine Änderung des Aufbaus und damit der physikalischen Eigenschaften lässt sich umgehend identifizieren. Durch Vorabuntersuchungen können charakteristische Änderungen des Widerstands mit der Mikrostruktur, welche jeweils für die zu untersuchenden Fasern durch elektronenmikroskopische Verfahren ermittelt wurden, korreliert werden. Stellen sich nun in den Zugversuchen mit Widerstandsmessung bekannte Charakteristika ein, lässt sich direkt auf die jeweilige Struktur und die damit verbundenen Eigenschaften schließen.

In zyklischen Langzeituntersuchungen kann zudem das Alterungsverhalten von C-Fasern mit Hilfe dieses Verfahrens charakterisiert werden. Thermische und korrosive Einflüsse, welche in bestimmten Anwendungsszenarien bestehen, lassen sich auf diese Weise in ihren Auswirkungen auf die Struktur von C-Fasern beleuchten. Untersuchungen dieser Art sind nicht Gegenstand dieser Arbeit. Dieses kurze Gedankenspiel soll nur als Anregung für nachfolgende Arbeiten dienen.

6.3 Aufbau, Herstellung und Eigenschaften piezoresistiver Dehnungssensoren

6.3.1 Aufbau

Die piezoresistiven Dehnungssensoren bestehen aus funktionalisierten C-Fasern. Die Funktionalisierung wird durch Beschichtungen erzielt. Im Kern der Sensoren befindet sich danach die C-Faser. Auf Grundlage der im vorangegangenen Abschnitt (6.2.2) erläuterten Untersuchungen wurde für den piezoresistiven Sensor die HTA-Faser ausgewählt. Die wesentliche Funktionalisierung wird durch eine leitfähige Beschichtung erzielt. Durch die selektive Abscheidung einer leitfähigen Schicht bleibt ein Abschnitt der Sensorfasern unbeschichtet. Dieses unbeschichtete Segment der Faser dient als Dehnungssensor. Die reine C-Faser

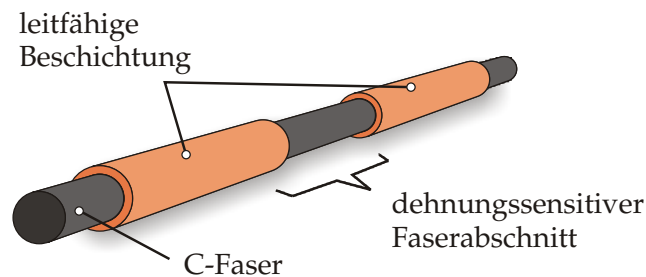


Abbildung 6.13: Aufbau von C-Faser-basierten, piezoresistiven Dehnungssensoren – Dehnungsmessung erfolgt über der Länge des unbeschichteten und dadurch dehnungssensitiven Faserabschnitts

weist, wie in Abschnitt 6.1 dargelegt, piezoresistive Eigenschaften auf. Da die leitfähige Beschichtung einen konstanten elektrischen Widerstand bei Dehnung aufweist, ändert sich im Fall einer Belastung des Sensor nur der Widerstand des unbeschichteten Abschnitts. Das Auflösungsvermögen des Sensors wird daher durch die Länge des unbeschichteten Abschnitts bestimmt.

Die leitfähige Schicht auf dem Rest der Fasern dient der Herabsetzung des elektrischen Widerstands und damit der verlustfreien Übertragung des Dehnungssignals in Form der elektrischen Widerstandsänderung über dem unbeschichteten Abschnitt der funktionalisierten Faser. Außerdem ermöglicht die leitfähige Beschichtung eine einfachere und zuverlässigere Kontaktierung durch Lötverfahren oder die Verwendung leitfähiger Klebstoffe an der Verbindung zum Übertragungsdraht oder zum eingesetzt Kontaktelement (Steckkontakt oder ähnliches). Der geschilderte, einfachste Aufbau eines piezoresistiven Dehnungssensor mit geringem Auflösungsvermögen ist in Abbildung 6.13 dargestellt.

Der Fasersensor mit dem einfachen Aufbau ist gut geeignet zur Einbettung in nichtleitende Faserverbundwerkstoffe, bspw. GFK. Für einen Einsatz in leitfähigen Verbundwerkstoffen können zur Einbindung der Sensoren isolierende Zwischenschichten aus Glasfasern zur Trennung der elektrisch leitenden Verstärkungsfasern vom Sensor in das Laminat oberhalb und unterhalb der Sensorfaser eingebracht werden.

6.3.2 Herstellung

Die Herstellung der piezoresistiven Sensoren umfasst mehrere Schritte. Der als erstes durchgeführten Faserentschlichtung folgt eine manuelle Vereinzelung aus dem Faserbündel. Die so zur Verfügung stehende Einzelfaser wird anschließend mittels PVD-Verfahren selektiv beschichtet. Die Details der einzelnen Arbeitsschritte werden in den folgenden Abschnitten erläutert.

Entschlichtung von C-Fasern

Auf Grundlage der Ergebnisse von Untersuchungen zu unterschiedlichen Entschlichtungsverfahren und den dort ermittelten Fasereigenschaften (vgl. Abschnitt 5.3.2) wurde die ther-

mische Entschlichtung zur Vorbereitung der C-Fasern für deren Beschichtung zur Herstellung piezoresistiver Fasersensoren ausgewählt. Die C-Fasern werden dafür im Bündel im Rohofen, aufgelegt auf eine Quarzglasschale, auf 700°C erwärmt. Gleichzeitig werden die Fasern dabei von Argon umströmt. Vor der Erhitzung wird das umgebende Glasrohr zudem mit Argon gespült. Die Temperatur von 700°C wird aufgrund der begrenzten Heizrate erst nach mehreren Minuten erreicht. Die Maximaltemperatur wird für mindesten 30 Minuten aufrecht erhalten. Die Degradation der Schlichte kann dadurch gewährleistet werden. Anschließend erfolgt das Abkühlen. Die begrenzte Abkühlrate bedingt ebenfalls eine erhöhte Abkühlzeit von mehreren Stunden. Während der kompletten Abkühlphase bleibt die Ar-Atmosphäre durch einen geringen Überdruck und einen kleinen Volumenstrom gegen Luft-Atmosphäre bestehen.

Vereinzelung von C-Fasern

Die C-Fasern werden vor der Beschichtung von Hand vereinzelt. Ein Bündel wird dafür zunächst auf eine Länge von 150 mm bis 200 mm zurecht geschnitten. Anschließend wird aus dem zugeschnitten Abschnitt ein möglichst dünnes Teilbündel entnommen. Abgelegt auf einem elektrostatisch geladenen Kunststoffträger, der das Bündel fixiert, kann mittels aufgebrachtem Polyimid (PI)-Klebeband eine Einzelfaser extrahiert werden. Diese kann nun fixiert oder direkt dem Faserrotationshalter der PVD zugeführt werden.

Selektive Abscheidung leitfähiger Schichten

Die Abscheidung leitfähiger Schichten auf C-Einzelfasern wurde mit Hilfe des Magnetronsputters realisiert. Das verwendete Verfahren wird in Abschnitt 5.2.2 beschrieben. Zum Halten und Rotieren der Faser über dem Magnetron kommt für die Beschichtung die Faserrotationseinrichtung zur Anwendung. Im speziellen Fall der Herstellung piezoresistiver Sensoren erfolgt die Schichtabscheidung nur auf definierte Bereiche der Kernfaser. Die selektive Abscheidung wird durch Ausnutzung der Eigenschaften des planaren Magnetronsputters und die damit verbundene Möglichkeit zur Abschattung des Targetmaterialbombardements durch eine Maske erzielt.

Als Maske gelangt ein geschlitzter Quader mit definierter Länge zum Einsatz. Quaderlängen von 15 mm bzw. 20 mm werden verwendet. Der Maskierquader wird direkt unter die Faserrotationseinrichtung geschraubt. Der Faserverlauf erfolgt im Schlitz des Quaders. Die Breite des Schlitzes ist so gewählt, dass die Faser berührungslos rotieren kann. Die ungeschlitzte Seite des Maskierquaders ist dem Magnetron zugewandt. Diese fängt eintreffende Targetatome auf und verhindert dadurch, nahezu über der gesamten Länge der Maske, die Beschichtung der Faser. Der wenige Millimeter große Abstand zwischen den Wänden des Schlitzes und der rotierenden Faser erlaubt das Eindringen vereinzelter Targetatome. Dies führt zu einem gradierten Übergang von vollständiger Schicht zu unbeschichteter Faser. Der Übergang erstreckt sich über einer Faserlänge von ein bis zwei Millimetern mit abnehmender Schichtdicke.

Als Beschichtungswerkstoff kommen leitfähige Aluminium-Legierungen zum Einsatz. Aufgrund ihrer guten mechanischen Eigenschaften sind diese bspw. dem Kupfer als

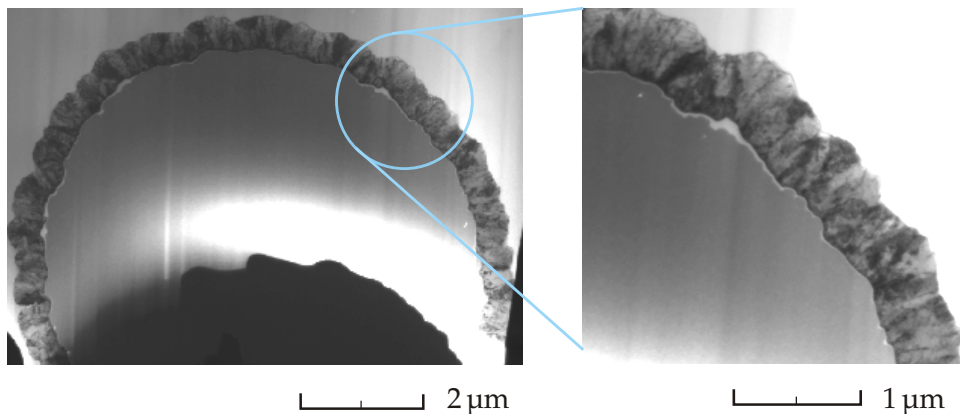


Abbildung 6.14: TEM-Abbilder einer mittels Magnetronsputtern und Rotationshalter abgeschiedenen, leitfähigen Al-Schicht (außen) auf einer HTA-Faser (Kern) mit Cr als dünne Haftvermittlerschicht (heller Bereich zwischen Al und Faser)

leitfähige Schicht vorzuziehen. Da Faserverbundwerkstoffe, welche als Zielmaterial für die Einbettung der Sensoren dienen, einen weiten Bereich elastischer Dehnung aufweisen, müssen die einzubettenden Sensoren und damit die leitfähigen Schichten ebenso wie die Kernfaser einen möglichst großen elastischen Bereich aufweisen. Für die Beschichtung wird bspw. AlEN-AW 2024 AlCuMg₂ als Targetmaterial genutzt. Es werden Schichten mit einer Schichtdicke von max. 1 μm abgeschieden. Unter Verwendung eines DC-Generators und bei einer Leistung von 400 W ist dafür eine Beschichtungsdauer von 20 min notwendig. Um die Haftung der leitfähigen Schichten zu verbessern wird vor dem Aufbringen des Aluminiums eine sehr dünne Chrom-Schicht abgeschieden. Die Schichtdicke des Chroms beträgt lediglich 50 nm. Bei einer Generatorleistung von 400 W wird diese Schichtdicke bereits nach einer Prozessdauer von zwei Minuten erzielt. Das beschriebene Schichtsystem ist in Abbildung 6.14 dargestellt.

6.3.3 Eigenschaften

Strukturelle Eigenschaften

Die Mikrostruktur der leitfähigen Schichten auf C-Fasern wurde mikroskopisch untersucht. Zu diesem Zweck wurden Dünnschnitte des Faserquerschnitts mit Hilfe eines Präparationsverfahrens unter Nutzung fokussierter Ionenstrahlen hergestellt (MKA⁺⁰⁵). Von diesen Dünnschnitten wurden anschließend mittels Elektronenmikroskopie (REM, RTEM) vergrößerte Abbilder erstellt und diese später ausgewertet.

Die Schichtqualität leitfähiger Al-Legierungen auf C-Fasern kann als ausgezeichnet bewertet werden. Die Schichten zeichnen sich insbesondere durch eine homogene Morphologie und eine hervorragende Anbindung an die Faseroberfläche aus. Die Schichtdicke ist um den kompletten Faserumfang gleichmäßig ausgeprägt. Die Schichten weisen keine Fehlstellen oder Defekte auf (vgl. Abb. 6.14). Anhand der untersuchten Probenabschnitte und den vorliegenden RTEM-Aufnahmen wird eine sehr gute Eignung der Schichten zur elektrischen Leitung des Messstroms angenommen.

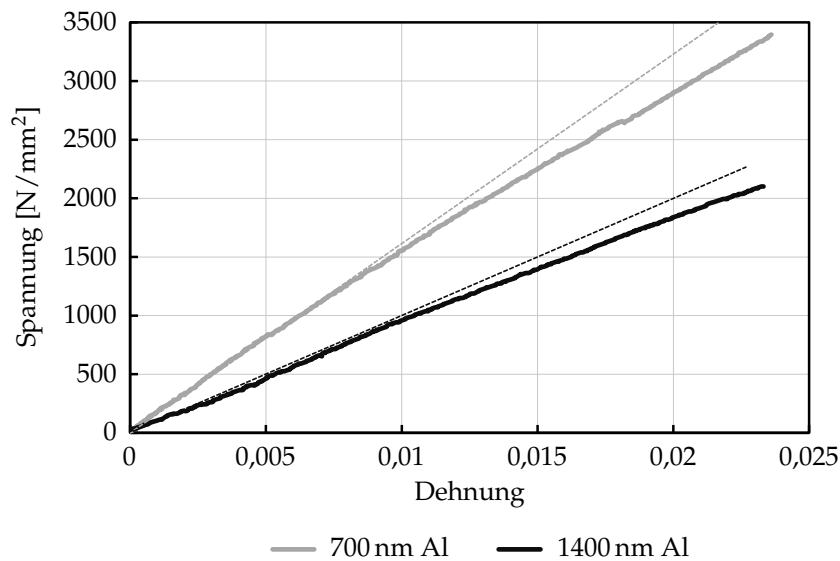


Abbildung 6.15: Spannungs-Dehnungs-Verlauf von Einzelfaserzugversuchen unterschiedlich dick mit Al beschichteter HTA-Fasern jeweils in Relation zum rein elastischen Verlauf bei gleichem Anstieg

Mechanische Eigenschaften

Um die mechanischen Eigenschaften der Al-beschichteten C-Fasern und damit der Al-Schichten zu ermitteln, wurden Einzelfaserzugversuche mit beschichteten C-Fasern durchgeführt. Gleichzeitig wurde der Einfluss der Schichtdicke auf die elastischen Eigenschaften der Fasern untersucht. Um den Schichtdickeneinfluss zu bestimmen, kamen HTA-Fasern mit einer Schichtdicke von 700 nm bzw. 1400 nm zur mechanischen Prüfung. Die Abscheidung der Schichten erfolgte mit jeweils identischen Prozessparametern bei unterschiedlichen Laufzeiten (700 nm: 30 min, 1400 nm: 60 min). Für jeden Beschichtungstyp wurden 10 Zugversuche zur statistischen Absicherung durchgeführt.

Die Ergebnisse der Einzelfaserzugversuche zeigen, dass die mittels Al beschichteten HTA-Fasern im Vergleich zu unbeschichteten Fasern eine geringere elastische Dehnbarkeit besitzen. Im Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugversuche ist der für plastische Verformung typische, abflachende Verlauf zu erkennen (s. Abb. 6.15). Dies betrifft beide untersuchten Schichtdicken im gleichen Maß. Unabhängig von der Schichtdicke wurde eine maximale elastische Dehnung von 0,7 % bei beiden Fasertypen ermittelt (vgl. Abb. 6.16 linkes Diagramm).

Die Höhe der Bruchdehnung ist eindeutig von den Eigenschaften der HTA-Fasern dominiert. Bei beiden untersuchten Fasertypen ergab sich ein mittlerer Wert für die Bruchdehnung von ca. 2 % (vgl. Abb. 6.16 linkes Diagramm). Die ermittelten, niedrigen, maximalen elastischen Dehnungen können bei zyklischer Belastung der beschichteten Fasern eine Reduzierung der schädigungsfreien Lastwechselzahl zur Folge haben. Dies kann sich in Form von Widerstandssteigerungen durch ermüdungsbedingtes Schichtversagen auf die Messeigenschaften der piezoresistenten Dehnungssensoren auswirken. Zyklische Dehnungen über 0,7 % sollten daher für die Anwendung von Sensoren mit Al-Beschichtung vermieden wer-

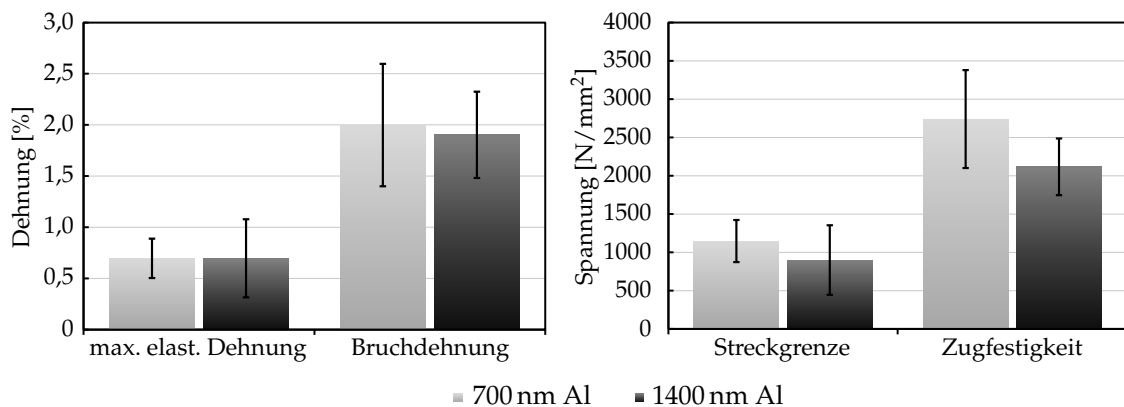


Abbildung 6.16: Diagramme zum Vergleich der mechanischen Eigenschaften unterschiedlich dick mit Al beschichteter HTA-Fasern

den. Veränderte Schichtstärken wirken sich bei Dicken bis 1400 nm nur auf die Festigkeit der beschichteten Fasern aus. Aufgrund der Querschnittserhöhung durch die Schicht und den geringen Beitrag der Schicht zur Lastaufnahme verringern sich sowohl die Streckgrenze als auch die Zugfestigkeit des Gesamtsystems aus Faser und Schicht (vgl. Abb. 6.16 rechtes Diagramm).

6.4 Charakterisierung im Faserverbund eingebetteter, piezoresistiver Sensoren

6.4.1 Grundlagen zur Einbettung von piezoresistiven Sensoren in Faserverbunde

Die Einbettung der piezoresistiven Fasersensoren in Faserverbunde wird beeinflusst von verschiedenen Randbedingungen des Vorgehens und der verwendeten Materialien. So haben die geometrische Anordnung der Sensoren, die Art der verwendeten textilen Flächengebilde, das Verfahren zur Einbringung der Sensoren, das Herstellungsverfahren für das Faserverbundbauteil und die konkreten Werkstoffe des Verbundes einen starken Einfluss auf das Sensorverhalten. Einige Überlegungen zu den verschiedenen Freiheitsgraden der Sensorintegration sollen im Folgenden die Einflüsse charakterisieren.

Sensoranordnung Für die geometrische Anordnung der Fasersensoren gibt es prinzipiell mehrere Möglichkeiten. In der Laminebene ist eine Anordnung parallel zur Verstärkungsrichtung, transversal zur Richtung der Verstärkungsfasern oder in einem Winkel zwischen beiden Varianten möglich. Die mögliche Zahl der Anordnungen in Bezug zur Verstärkungsfaserrichtung hängt hierbei vom Laminataufbau ab. Bei einer multiaxialen Verstärkung können unterschiedliche Verstärkungsrichtungen durch den Sensor erfasst werden. In Normalenrichtung zur Ebene des Laminates ist ebenfalls die Einbringung von Sensoren denkbar. Die wahrscheinlich interessanteste Anordnungsvariante der Sensoren ist die parallele Ausrichtung zu den Verstärkungsfasern in der Ebene des Laminats. Im Fall eines direkten Kontakts (Linienkontakt) zwischen Sensorfaser und Verstärkungsfaser kann

mit Hilfe des Sensorsignals unmittelbar auf die Dehnung der Verstärkungsfasern geschlossen werden. In einer orthogonalen Anordnung wird die Dehnung der Matrix bevorzugt erfasst. Das Querkontraktionsverhalten ließe sich so z. B. aufzeichnen.

Wechselwirkung mit textilen Flächengebilden Die Arten der verwendeten textilen Flächengebilden im Verbundwerkstoff haben eine direkte Auswirkung auf die Anbindung zwischen Sensor und Verstärkungsfasern. In gerichtet mit Endlosfasern verstärkten, hochfesten Faserverbunden kommen im Wesentlichen Gewebe (KHK11) und Gelege (HM11) als Flächengebilde zur geordneten Positionierung der Verstärkungsfasern zum Einsatz. Geflechte (Lao11) werden zur Herstellung schlauchförmiger Strukturen verwendet. Bei gewickelten Bauteilen wird nur der Roving verlegt (SNSB04). Eine vorherige, textile Bindung ist dabei nicht erforderlich. Für die direkte Anbindung der Fasersensoren an die Verstärkungsfasern, bei paralleler Ausrichtung durch Linienkontakt, sind Gelege am besten geeignet. Dies gilt insbesondere im Fall der Integration des Sensors beim Laminataufbau. Im Vergleich zu den Geweben weisen Gelege keine Undulation der Verstärkungsfasern auf. Dadurch kann über längere Abschnitte des Sensors der unmittelbare Kontakt zu den Verstärkungsfasern gewährleistet werden. Mögliche Unterbrechungen der Parallellage ergeben sich dabei nur durch die ins Gelege eingebrachten Nähfäden, welche die textile Bindung des Geleges sicherstellen.

Beim Einbringen von Fasersensoren in Lamine aus Geweben wird der Sensor im Wechsel von parallel liegenden Verstärkungsfasern, kleineren Harzansammlungen und kreuzenden Verstärkungsfasern umgeben. Dadurch wird diesem ebenso ein leicht welliger Verlauf eingepreßt. Die Ausdehnung des Laminats bewirkt bei dieser Struktur eine Streckung der gewellt liegenden Fasern hin zur linearen Lage. Die Gesamtdehnung des Laminates setzt sich dadurch aus der inneren Dehnung der Fasern und der beschriebenen Verstreckung zusammen. Die mittels Fasersensor gemessene Dehnung entspricht dann nicht der Gesamtdehnung des Laminates und sollte in der Regel einen geringeren Wert annehmen. Im Fall der Geflechte sowie gewickelter Bauteile ist die parallele Zuführung von Fasersensoren zum Roving beim Flecht- bzw. Wickelprozess denkbar. Hierbei wäre eine optimale Anbindung zwischen Verstärkungsfasern und Fasersensor garantiert.

Einbettungsverfahren Verfahren zur Einbringung der Fasersensoren lassen sich insbesondere nach dem Zeitpunkt der Integration differenzieren. Danach sind zum einen Verfahren, welche die Sensorzuführung im Herstellungsprozess des textilen Flächengebildes ermöglichen, denkbar. Zum anderen bieten sich Verfahren, die das Einbetten der Sensoren im Laminierprozess erzielen, an. Als eine Mischform wäre die Herstellung einer separaten Trägerschicht mit fixierten und kontaktierten Fasersensoren denkbar. Diese Trägerlage wird so zuerst durch textile oder Folien-basierte Prozesse hergestellt. Das Trägermaterial ließe sich mit vorbereiteten Leiterbahnen und Anschlussstellen an den Außenkanten ausstatten. Die Kontaktierung der Sensoren auf den Leiterbahnen könnte je nach Bedarf an definierten Stellen erfolgen.

Für die Integration von Sensoren in konventionelle textile Flächengebilde ist die Bereitstellung eines mit Kontaktstellen ausgestatteten Sensors in Form einer Endlosfaser oder jeweils als konfektionierter Sensorabschnitt, aufgebracht auf ein Faserbündel, erforderlich.

Auf diese Weise kann der Sensor dann kontinuierlich dem textilen Prozess zugeführt werden. Beim Weben sind die Fasern der Kette geringeren Belastungen ausgesetzt. Daher bietet sich die Kettrichtung zur Sensorintegration an. Bei der Geleherstellung wird der Sensor entweder durch einen separaten Leger zugeführt oder vorab einem Faserbündel beigelegt.

Das gezielte Ablegen des Sensors beim Laminierprozess könnte mit Hilfe einer Rolle bzw. eines Legers erreicht werden. Zur Vorfixierung auf der tragenden Oberfläche ließe sich ein selbstklebendes Material auf dem Sensor applizieren. Dies könnte bspw. durch ein vorübergehendes Tauchen durch ein Matrixharzbad mit anschließender Vorvernetzung erzielt werden. Auf diese Weise wäre die Sensorlage während des Aufbringens weiterer Laminatlagen bzw. von Matrixmaterial vorm Verrutschen gesichert.

6.4.2 Untersuchungen zur Kontaktierung von Einzelfasersensoren

Für die piezoresistiven Einzelfasersensoren wurde nach einem geeigneten Kontaktierungsverfahren zur elektrischen Anbindung der Sensoren im eingebetteten Zustand gesucht. Die elektrische Kontaktierung muss für die Gewährleistung einer dauerhaften Sensorfunktion sowie zur Vermeidung einer Beeinflussung des Wirtslaminates verschiedene Anforderungen erfüllen. Der Übergangswiderstand bei mechanischer Belastung der Kontaktierungsstelle muss konstant bleiben bzw. darf nur in engen Grenzen (max. 10% der Widerstandsänderung des Sensors bei einem Prozentsatz Dehnung) schwanken. Sollte diese Forderung nicht zu erfüllen sein, ist die Kontaktierungsstelle außerhalb des belasteten Bereichs zu positionieren. Die Kontaktierung darf zudem keinerlei Alterungs- bzw. Ermüdungserscheinungen aufweisen. Da bei einer Einbettung in das Innere des Laminats ein zumeist dichter Abschluss gegenüber Umwelteinflüssen besteht, ist diese Forderung voraussichtlich gut zu erfüllen. Problematisch könnte sich über die Matrix aufgenommene Feuchtigkeit auf die Langlebigkeit der Kontaktierung auswirken. Um Wirkungen dieser Art zu erfassen, sind umfangreiche Untersuchungen erforderlich. Diese sind nicht Gegenstand der vorliegenden Arbeit.

Eine weitere Anforderung betrifft die geometrischen Ausmaße der Kontaktstelle. Die Menge bzw. das Volumen des zusätzlich für die Kontaktierung eingebrachten Materials darf nur so groß sein, dass sich keine Fehlstellen oder Schwächungen im Laminat bilden. Zur Erfüllung dieser Forderung sollte der Querschnitt der Kontaktstelle im Vergleich zum Querschnitt der umgebenden Verstärkungsfasern lediglich um einen Faktor drei größer sein. Damit kann eine homogene Verteilung von Verstärkungsfasern und Matrix um die Kontaktstelle sichergestellt werden.

Vorgehen Eine Methode zur Kontaktierung von piezoresistiven Einzelfasersensoren wurde im Rahmen dieser Arbeit untersucht. Für die dazu durchgeführten Versuche kam Gold-Bonddraht unterschiedlicher Durchmesser (25 μm , 12,7 μm) als Leitermaterial und eine Al-beschichtete HTA-Faser als Sensorersatz zum Einsatz. Für dieses Modell ergibt sich dann eine optimale Kontaktierung, wenn der Gesamtwiderstand bzw. die Übergangswiderstände klein sind. Die Kontaktierung an sich wurde lediglich durch den direkten Kontakt zwischen Gold-Bonddraht und beschichteter Faser erreicht. Zusätzliches Material wurde nicht eingebracht. Die dauerhafte Fixierung des direkten Kontaktes erfolgte durch Aushärtung des die Kontaktstelle umgebenden Matrixmaterials nach der Einbettung in GFK.

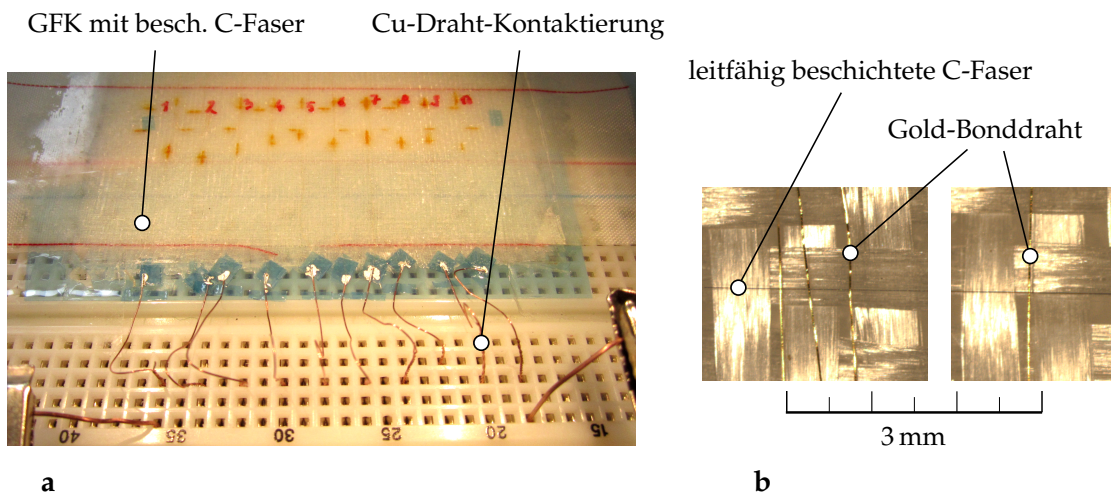


Abbildung 6.17: Kontaktierung von Einzelfasersensoren mittels Gold-Bond-Draht – **a** Darstellung des Versuchsaufbaus zur Messung der elektrischen Widerstände über unterschiedlich gestalteten Kontaktstellen und Abschnitten einer leitfähig beschichteten C-Faser, welche in GFK eingebettet ist (verbunden mit einer Testplatine), **b** Kontaktierung erfolgt durch Auflage der Faser auf Gold-Bonddraht ohne zusätzliches Verbindungsmaterial, Kontaktstellen sind einfach oder mäandernd (zwei- oder dreifach) ausgeführt

Zunächst wurde der Golddraht manuell in das als Verstärkungsmaterial benutzte Glasfasergewebe eingezogen. Das verwendete Glasfaserkörpergewebe mit 2×2 -Bindung hatte ein Flächengewicht von 80 g/m^2 . Der eingezogene Golddraht überspannt einen Bereich von mindestens 2 mm senkrecht zum Modellsensor (s. Abb. 6.17 **b**). Sollte die beschichtete Faser beim Laminieren leicht verrutschen, wäre die Kontaktierung trotzdem sichergestellt. In das Glasgewebe wurden insgesamt 10 Kontaktstellen in einem Abstand von ca. 5 mm eingebracht. Sechs der Kontaktstellen wurden einfach ausgeführt. Bei einer Hälfte der verbliebenen Kontakte wurde der Golddraht zweifach und bei der anderen Hälfte dreifach in engem Abstand parallel gelegt (vgl. Abb. 6.17 **b**). Der genaue Abstand der jeweiligen Kontaktstellen wurde zur detaillierten Charakterisierung der Kontakte mit Hilfe eines Messmikroskops bestimmt. Die Al-beschichtete HTA-Faser wurde dann mittels Klebebandstreifen an den Außenseiten des Gewebes über alle Kontaktstellen gespannt und direkt auf dem Glasgewebe fixiert. Die so präparierte Lage wurde dann in ein Testlaminat integriert.

Die Kontaktierung der Gold-Bonddrähte erfolgte durch Freilegen der Golddraht-Schlaufen an den markierten Stellen, leichtes Verdrillen mit einer aufgelegten Kupferlitze und durch anschließendes Verkleben der Verdrillung mittels Leitsilber. Die freien Enden der Kupferlitze wurden jeweils in eine Anschlussstelle eines Linienkontakts einer Testplatine gesteckt (vgl. Abb. 6.17 **a**). Dem folgte die Ermittlung der elektrischen Widerstände zwischen jeweils benachbarten Kontaktstellen, einerseits nach dem 2-Punkt- als auch nach dem 4-Punkt-Verfahren. Die berechnete Differenz der Messwerte beider Verfahren dient anschließend als Maß für den Übergangswiderstand. Er setzt sich allerdings aus den jeweiligen Übergangswiderständen der Kontaktstellen, den Übergangswiderständen des Übergangs von Golddraht zu Kupferlitze, von Kupferdraht zur Testplatine sowie von

Tabelle 6.1: Übersicht der ermittelten elektrischen Widerstände zwischen jeweils zwei Kontaktstellen beim Kontaktierungsversuch mit dem Modellsensor (Al-beschichtete HTA-Faser)

Übergang	1-2	2-3	3-4	4-5	5-6	6-7	7-8	8-9	9-10
Gesamtwid. [Ω]	26,38	21,96	16,29	22,05	18,26	43,02	20,14	31,20	
Faserwid. [Ω]	24,25	20,26	16,26	22,00	18,05	40,95	20,16	34,94	
Übergangswid. [Ω]		1,70	0,02	0,06	0,20	2,02	-0,03		

der Testplatine zum Messkabel zusammen. Da alle letztgenannten Übergänge als optimal ausgebildet angesehen werden können, sind hierbei nur geringe Beiträge zum Gesamtübergangswiderstand zu erwarten.

Ergebnisse Alle Kontaktstellen mit zwei- bzw. dreifacher Parallellegung wiesen einen funktionierenden Übergang auf. Eine Kontaktstelle mit einfacher Ausführung durch einen Golddraht mit 25 μm Durchmesser war nicht mit dem Modellsensor verbunden. Dies zeigt, dass bei einfacher Ausführung des Kontaktdrahtes eine geringere Wahrscheinlichkeit für die erfolgreiche Kontaktierung besteht. Die ermittelten Messwerte der Widerstände sind in Tabelle 6.1 zu sehen.

Die Gesamtwiderstände aller vorhandenen Verbindungen lagen im zweistelligen Ohm-Bereich. Die nach dem beschriebenen Verfahren ermittelten Übergangswiderstände waren im Vergleich dazu deutlich geringer. Im Mittel ergab sich ein maximaler Übergangswiderstand zweier Kontaktstellen von 0,66 Ω . Der Mittelwert der maximalen Übergangswiderstände aller mehrfach ausgeführten Kontaktstellen (0,59 Ω) lag nur geringfügig unter dem Mittelwert aller einfach ausgeführten Kontakte (0,73 Ω). Daraus ist ersichtlich, dass zum Gesamtwiderstand hauptsächlich der elektrische Widerstand der beschichteten Faser beiträgt. Bei erfolgreicher Kontaktierung sind geringe Übergangswiderstände zu erwarten.

Bei Verwendung des beschriebenen Kontaktierungsverfahrens muss das direkte Zusammenstoßen von Fasersensor und Kontaktdraht sichergestellt werden. Die redundante Auslegung der Kontaktstellen durch Mehrfachlegen des Kontaktdrahtes ist eine Variante zur Erfüllung dieser Anforderung. Das beschriebene Kontaktierungsverfahren wird aufgrund der Ergebnisse für erste Einbettversuche mit dem piezoresistiven Fasersensor als geeignet angesehen und dafür verwendet.

6.4.3 Sensorintegration in GFK

Zur Ermittlung der Anwendungsfähigkeit der piezoresistiven Einzelfasersensoren wurden mechanische Untersuchungen mit in GFK eingebetteten Sensoren durchgeführt. Da noch keine Sensoren mit isolierender Beschichtung zur Verfügung standen, beschränkten sich die Untersuchungen, da Glasfasern als Verstärkungsfasern nicht elektrisch leitfähig sind, im Rahmen dieser Arbeit auf die Integration in GFK. Die Probenherstellung, das Vorgehen zur Kontaktierung der Sensoren, die Durchführung der elektrisch-mechanischen Charakterisierung sowie die ermittelten Ergebnisse werden im Folgenden erläutert.

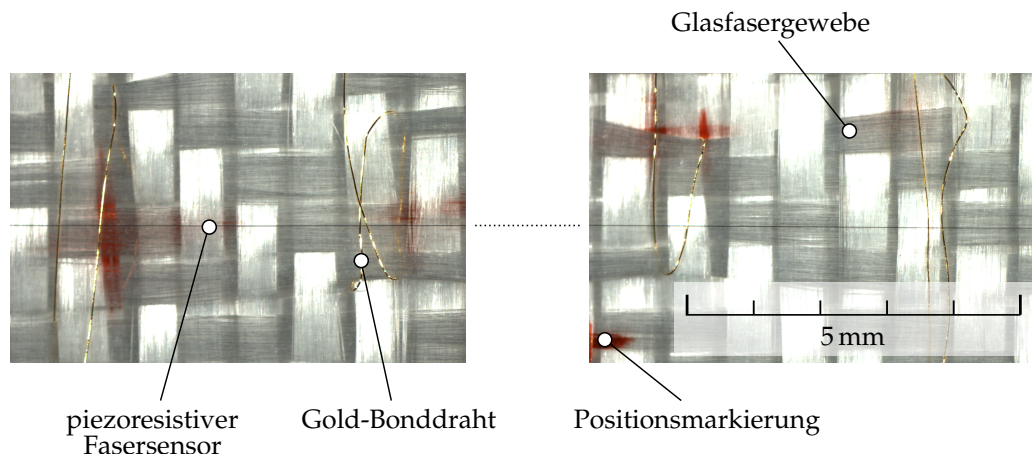


Abbildung 6.18: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Kontaktstellen des piezoresistiven Einzelfasersensors auf Glasgewebe – Kontaktierung erfolgt durch Auflage auf Gold-Bond-Draht

Laminieren und Probenherstellung Analog zum in Abschnitt 6.4.2 beschriebenen Kontaktierungsversuch erfolgte die Herstellung von Zugproben aus GFK mit Epoxidharz (EP-Harz) als Matrixwerkstoff und mit eingebettetem piezoresistiven Fasersensoren. Die Abmaße des GFK-Formteils wurden so gewählt, dass sich zwei Zugproben daraus fertigen ließen. Für die Verstärkungsfaserlagen kam das Glasgewebe mit 2x2 Körperbindung und mit einem Flächengewicht von 80 g/m² zum Einsatz. Insgesamt wurden sechs dieser Lagen in das Laminat eingebracht. Die Lagen wurden alle in 0°/90°-Ausrichtung verlegt. Die Integration des Sensors erfolgte in den Kern des Laminates. Durch farbliche Markierungen auf dem Gewebe wurden die Lage der Sensoren und der eingebrachten Kontaktdrähte festgehalten (s. Abb. 6.18). Die verwendete Sensorfaser besaß eine unbeschichtete Länge von 20 mm. Das Aushärten der Matrix wurde im Vakuumsack bei Raumtemperatur realisiert.

Nach der vollständigen Vernetzung des Harzes wurde das GFK-Plättchen entformt. Die Entnahme der beiden Zugproben erfolgte danach durch Wasserstrahlschneiden. Eine exakte Positionierung konnte durch Zuhilfenahme der Markierungen gewährleistet werden. Die Abmaße der Zugproben sind in Abbildung 6.19 b dargestellt. Diese sind ausgelegt für das Zug-Druck-Modul der Fa. Kammrath und Weiss (Plib) und orientieren sich an den Größenverhältnissen der genormten Zugproben der Form H nach DIN 50125 (Deu04).

Sensorkontaktierung Die Einbringung der Kontaktdrähte erfolgte in gleicher Weise wie beim Kontaktierungsversuch (s. Abschn. 6.4.2). Für die Sensorkontaktierung wurde ausschließlich Gold-Bonddraht mit einem Durchmesser von 25 µm verwendet. Zur Ermöglichung der Messwerterfassung des Sensors durch 4-Punkt-Messung wurden vier Kontaktstellen, jeweils zwei pro Probenseite, in jeder Zugprobe vorbereitet. Alle Kontaktstellen wurden zweifach ausgeführt um die elektrische Anbindung zwischen Sensor und Draht zu gewährleisten.

Die beiden Kontaktstellen einer Zugprobe sind in Abbildung 6.18 zu sehen. Die Kontaktstellen sind im Bezug zum Umriss der Zugprobe so positioniert, dass sie im Kopfbereich der

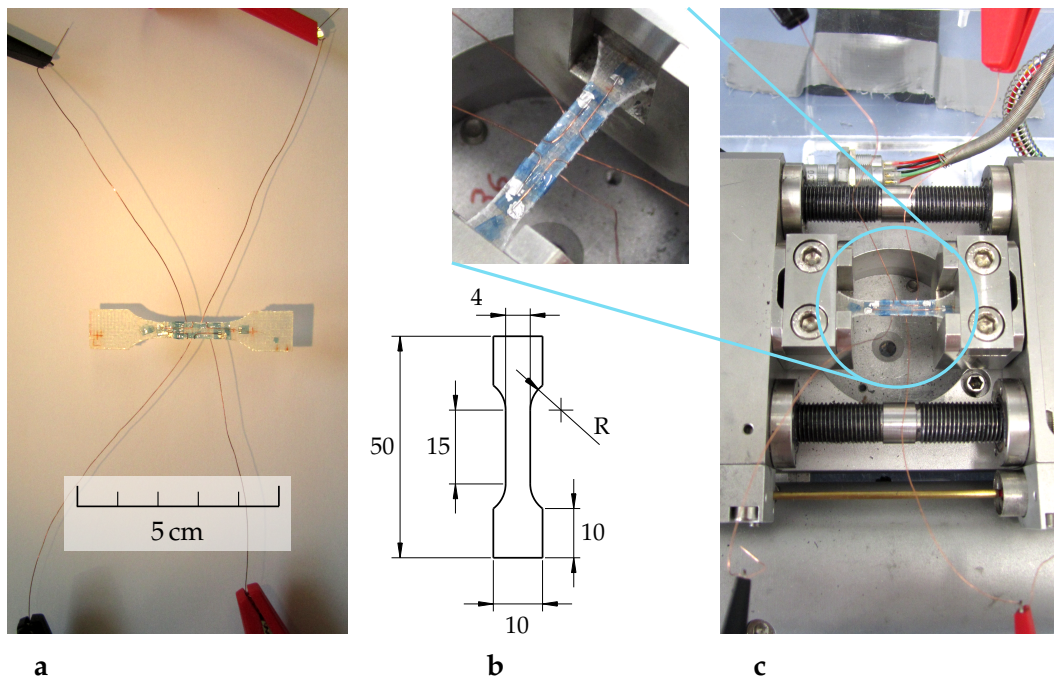


Abbildung 6.19: Zugversuch mit integrierten piezoresistiven Fasersensoren – **a** GFK-Zugprobe mit Kontaktierung (Cu-Draht), **b** Abmaße der Zugprobe, **c** Darstellung des Versuchsaufbaus mit GFK-Zugprobe im Zug-Druck-Modul (Plib) und vergrößerter Ansicht der Cu-Draht-Kontaktierung

Probe liegen und damit von der Zugbelastung nur geringfügig beeinflusst werden. Nach der Entformung und dem Ausschneiden der Zugproben wurden die Golddraht-Abschnitte freigelegt und mit vorher jeweils separat auf der Probe fixierten Kupferlitzen mittels Silberleitlack verbunden (vgl. Abb. 6.19 c). Anschließend erfolgte die Überprüfung der elektrischen Kontakte des vollständig verbundenen Fasersensors mittels Labormultimeter (s. Abb. 6.19 a). Bei dieser Überprüfung zeigte sich, dass ein Übergang nicht zuverlässig hergestellt war. Für die Widerstandsmessung während der mechanischen Belastung wurde aus diesem Grund das 2-Punkt-Verfahren verwendet.

6.4.4 Versuchsaufbau zur integrierten Dehnungsmessung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde zur Verifizierung der mutmaßlichen Eignung des piezoresistiven Fasersensors zur Erfassung von Dehnungen von Faserverbunden ein zyklischer Belastungsversuch durchgeführt. Das Aufbringen einer gezielten mechanischen Verformung bei diesem elektrisch-mechanischen Versuch wurde mittels eines Zug-Druck-Moduls der Fa. Kammrath und Weiss (Plib) realisiert. Die im Modul eingespannt Probe ist in Abbildung 6.19 c zu sehen.

Der Versuch wurde Weg-gesteuert durchgeführt. Die Erfassung von Kraft und Weg erfolgte in einem Abstand von 150 ms. Die Verformungsgeschwindigkeit lag einheitlich bei 5 $\mu\text{m/s}$. Unterschiedliche Haltezeiten für belastete sowie für unbelastete Zustände

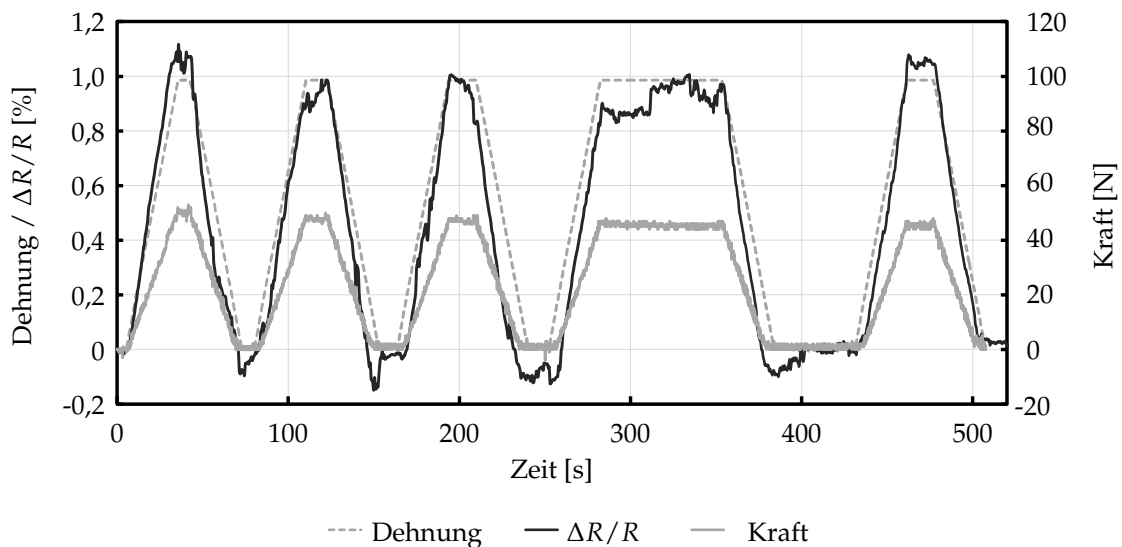


Abbildung 6.20: Zugversuch an GFK-Probe mit integriertem piezoresistiven Sensor – zeitlicher Verlauf von Dehnung, Kraft und Widerstandsänderung ($\Delta R/R$)

wurden eingestellt. Die maximale Dehnung der GFK-Zugprobe lag bei allen Belastungsdurchgängen bei einem Prozent. Für die synchrone elektrische Widerstandsmessung während der mechanischen Belastung wurde ein Labormultimeter Keithley 2100 verwendet (Kei07). Die Kupferlitzen wurden dabei mittels Klemmkontakten mit dem Multimeter verbunden (vgl. Abb. 6.19 c). Dieses erfasst in einem Abstand von 0,5 s jeweils einen Widerstandsmesswert.

6.4.5 Ergebnisse der integrierten Dehnungsmessung

Die aufgezeichneten Messdaten des Versuchszyklus mit fünf Belastungsdurchgängen sind in Abbildung 6.20 dargestellt. Der Kurvenverlauf von Kraft und Dehnung ist in engen Grenzen reproduzierbar. Es ist ein geringer Verlust der Steifigkeit der eingespannten Probe durch eine jeweils in jedem Folgezyklus reduzierte maximale Kraft zu erkennen. Die maximale Last ist im letzten Zyklus durchschnittlich 5 N geringer als im ersten Zyklus. Die Änderung des elektrischen Widerstands des eingebetteten Sensors verläuft eindeutig analog zur Dehnung und verhält sich reproduzierbar. Schwankungen in der Widerstandsänderung sind in einem Umfang von 10 % vom Maximalwert der Widerstandsänderung zu beobachten. Insbesondere beim Halten der Belastung sowie im unbelasteten Zustand traten größere Schwankungen beim Widerstand auf. Die beobachteten Schwankungen verlaufen in positiver und negativer Richtung (vgl. Abb. 6.20). Der Widerstandsänderungsverlauf während der Änderung der Dehnung ist analog zur Dehnung annähernd linear und von geringen Schwankungen geprägt.

Der Übergang in den und aus dem unbelasteten Zustand ist in Verbindung zur Dehnung bei der Widerstandsänderung mit einer Verzögerung verbunden. Dies ist insbesondere nach dem ersten Zyklus zu beobachten (vgl. Abb. 6.20). Im Mittel erreicht die Widerstandsänderung bei Entlastung 5 s vor der geringsten Dehnung und 5 s nach dem Start

eines neuen Dehnungszyklus jeweils das lokale Minimum. In Relation zur gemessenen Kraft ist diese Verzögerung der Widerstandsänderung nicht zu beobachten (vgl. Abb. 6.21 *li.*). Der Kraftanstieg verhält sich demnach in Bezug zur Dehnung ebenso verzögert. Der Widerstandsänderungs-Kraft-Verlauf der Belastungsanstiege aller fünf Durchgänge ist in engen Grenzen vergleichbar und sehr gut reproduzierbar. Sowohl die Messwerterfassung der Kraft als auch der Widerstandsänderung sind Schwankungen unterworfen. Der in beiden Achsrichtungen schwankende Verlauf aller Kurven ist darin begründet. Der Kurvenursprung liegt im Mittel bei Null. Der letzte Durchgang zeigt einen zum ersten Durchgang nahezu identischen Verlauf (s. Abb. 6.21 *li.*). Eine direkte Korrelation zwischen der erfassten Widerstandsänderung und der realen Belastung des GFK ist ausgehend von diesem Ergebnis grundsätzlich möglich und mit dem piezoresistiven Dehnungssensor umsetzbar.

Beim Start des zyklischen Versuchs ist keine Verzögerung in Verbindung zwischen Dehnung und Widerstandsänderung zu erkennen. Die Verzögerung wird aber mit jedem Durchgang größer. Daher ist anzunehmen, dass Setzungserscheinungen oder bleibender Verzug der Probe bzw. der Probeneinspannung wahrscheinlich für die Verzögerung verantwortlich sind. In allen Belastungsdurchgängen nach dem ersten Durchgang erfährt die Probe bei angenommener Entspannung daher keine vollständige Entlastung, sondern wird mit leichter Druckbelastung beaufschlagt. Aufgrund der geringen Probendicke wirkt sich dies nicht auf die Kraftmessung aus. Da die Dehnung nur über den Verfahrensweg des Zug-Druck-Moduls bestimmt wurde, entspricht die ermittelte Dehnung in den letzten Durchgängen nicht der realen Dehnung. Ausgehend von dieser Erkenntnis ist die wahre Dehnung der Probe etwa um 0,15 % geringer als der im Diagramm (s. Abb. 6.20) dargestellte Verlauf. Zur Bewertung der piezoresistiven Eigenschaften des eingebetteten Sensors und damit seiner Fähigkeit zur Detektion von Dehnungen wurde daher anhand des fünften Belastungsdurchgangs die Dehnung korrigiert. Mit Hilfe der korrigierten Dehnungsangaben konnte der Verlauf der Widerstandsänderung über der Dehnung dargestellt werden. Im rechten Diagramm der Abbildung 6.21 ist dieser Verlauf im Vergleich zum Widerstandsänderungs-Dehnungs-Verlauf des reinen Sensors dargestellt.

Der Verlauf der Widerstandsänderung in Bezug zur ermittelten Dehnung ist im Vergleich zur Widerstandsänderung des im Einzelfaserzugversuch geprüften Fasersensors gleichen Fasertyps geringer (vgl. Abb. 6.21 *re.*). Der maximale k-Faktor, welcher mit korrigierter Dehnung des fünften Durchgangs ermittelt wurde, betrug 1,22 beim eingebetteten Sensor (1,86 beim Einzelfaserzugversuch). Die Ursachen dafür liegen zum großen Teil im Messverfahren zur Dehnungserfassung. Bei der indirekten Dehnungsmessung über den Verfahrensweg des Zug-Druck-Moduls wird nicht die wahre Dehnung der Probe erfasst. Aufgrund des Aufbaus des GFK der Zugprobe ist davon auszugehen, dass sich bei Belastung im Zugversuch neben dem Probenabschnitt mit dem kleinsten Querschnitt auch der Übergangsbereich (Radius) bis zum Probenkopf mit dehnt. Diese Dehnung wird aber bei der Dehnungsberechnung für den Zugversuch nicht berücksichtigt und fließt in die Versuchsdehnung mit ein. Einen weiteren Beitrag zur geringeren Widerstandsänderung liefert sicherlich die Undulation des Gewebes und die damit verbundene, wellenförmige, an das Gewebe angepasste Einbettung der Sensorfaser. Glasfasern und Fasersensor werden bei Belastung dadurch nicht direkt gestreckt, sondern erfahren zusätzlich eine Begradigung ihrer Lage. Diese wird zwar in Form einer Ausdehnung des GFK sichtbar, hat aber keine Dehnung der Fasern zur Folge. Die Faserdehnung ist damit geringer als die Dehnung des GFK.

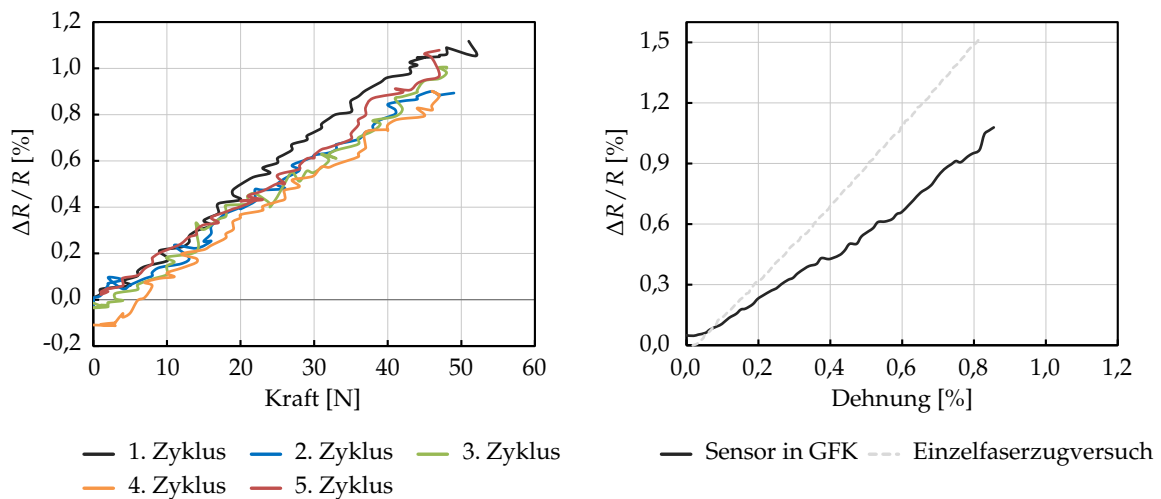


Abbildung 6.21: Zugversuch an GFK-Probe mit integriertem piezoresistivem Sensor: *links* Widerstandsänderungs-Zugkraft-Verlauf des eingebetteten Sensors beim Belastungsanstieg aller fünf Durchgänge, *rechts* korrigierter Widerstandsänderungs-Dehnungs-Verlauf des eingebetteten piezoresistiven Einzelfasersensors (5. Durchgang) im Vergleich zum Widerstandsänderungs-Dehnungs-Verlauf beim Einzelfaserzugversuch eines Sensors gleichen Typs

Um beide Effekte zukünftig zu differenzieren sind Folgeuntersuchungen mit einerseits veränderter Geometrie der Zugproben und andererseits dem Einsatz von Gelegen als Verstärkungsmaterial zu empfehlen. Die Dehnung der Übergangsbereiche zu den Probenköpfen ließe sich zudem bei weiterer Verwendung der Probenform H nach DIN 50125 (Deu04) mit Hilfe eines geeigneten FE-Modells berechnen und könnte dann von der Gesamtdehnung abgezogen werden. Auf diese Weise lässt sich die wahre Dehnung ermitteln. Unter Verwendung der Grauwertkorrelation oder eines Feindehnungsmessers, welcher bei geänderter Sensorkontaktierung direkt auf der Zugprobe appliziert werden könnte, wäre für zukünftige Untersuchungen die Erfassung der wahren Dehnung ebenso möglich. Die Untersuchung der Effekte von Querbewegungen wird ebenfalls als gewinnbringend auf dem Weg zur umfassenden Charakterisierung der Sensoren angesehen. Ein sehr großes Potenzial für die Anwendung der Sensoren liegt in der Untersuchung von realen Lastverteilungen in Faserverbunden durch die Integration einer Vielzahl von Sensoren in unterschiedlichen Lagen eines Laminates. Lastverteilungen bei Biegung oder die Lastverteilung in multiaxialen Materialien sind interessante Untersuchungsbereiche und zukünftig mit Hilfe der entwickelten Mikrodehnungssensoren zu erschließen.

6.5 Zusammenfassung zum piezoresistiven Mikrodehnungssensor

Die Verifizierung der piezoresistiven C-Faser-Sensoren zur Erfassung von Dehnungen in Faserverbundwerkstoffen war erfolgreich. Die Entwicklung von ortaufgelösten Mikrodehnungssensoren als wesentliches Ziel dieser Arbeit ist damit gelungen. Die Auflösung beschränkt sich auf die Länge des unbeschichteten Faserabschnitts und kann minimal auf fünf

Millimeter reduziert werden. Bei kürzeren Abschnitten sind zu große Fehler bei der Erfassung der Widerstandsänderung zu erwarten. Als eine wesentliche Voraussetzung wurde die Entwicklung eines Verfahrens zur Untersuchung piezoresistiver Eigenschaften von Einzelfasern vollendet. Eine Zugbelastung kann dabei mittels EFZM aufgebracht und der elektrische Widerstand der gezogenen Fasern durch 4-Punkt-Messung synchron erfasst werden. Mit Hilfe dieses Verfahrens gelang im Anschluss die Durchführung der Charakterisierung piezoresistiver Eigenschaften einiger aktuell verfügbarer C-Fasern. Sowohl PAN- als auch Pech-basierte C-Fasern wurden untersucht. Anhand der Ergebnisse dieser Untersuchungen war eine Auswahl geeigneter C-Fasern als Sensorfaser möglich.

Dem folgend wurde die Entwicklung eines piezoresistiven Einzelfasensors mit erhöhtem Auflösungsvermögen betrieben. Die Herstellung dieser Sensoren wird durch selektive Beschichtung mit leitfähigen Schichten mittels Magnetronzerstäubung in Kombination mit der Faserrotationseinrichtung erfolgreich durchgeführt. Diesem Schritt schloss sich die Entwicklung eines Verfahrens zur Einbettung der Fasersensoren in GFK an. In Verbindung mit der Kontaktierung piezoresistiver Sensorfasern im integrierten Zustand mittels Gold-Bonddraht im direkten Kontakt zum Sensor steht so ein für den Labormaßstab geeignetes Verfahren zur Verfügung. Dieses wurde zur Herstellung von Zugproben genutzt. Die Durchführung eines Zugversuchs mit einer GFK-Probe mit integriertem piezoresistiven Sensor diente der Verifizierung des Sensors zur Erfassung von Dehnungen bzw. Belastungen. Auf Grundlage der Ergebnisse dieses Zugversuches wird der piezoresistive Fasersensor als zur Erfassung von Dehnungen geeignet bewertet.

Zukünftig könnten weiterführende Untersuchungen zur Quantifizierung der Ursachen für die geringere Widerstandsänderung im eingebetteten Zustand im Vergleich zum reinen Sensor beitragen. Durch die Verwendung von Probengeometrien, welche speziell für Faserverbunde entwickelt wurden und damit besser zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften dieses Werkstoffs geeignet sind, lassen sich reproduzierbar und zielgerichtet Belastungen einstellen. Die Einbettung der Sensoren in Gele wird ebenfalls für nachfolgende Untersuchungen empfohlen. Die Vermeidung der Undulation des integrierten Fasersensors aufgrund der im vorgestellten Versuch beschriebenen Gewebestruktur gewährleistet eine sichere Kenntnis über die Dehnung der Sensorfaser bei Zugbelastung in Sensorrichtung. Die Weiterentwicklung der piezoresistiven Fasersensoren zur Anwendung bei C-Faser-verstärkten Faserverbunden wird als ein bedeutender Schritt zur zukünftigen Anwendung der Sensoren angesehen. Die Applizierung von Mikrodehnungssensoren in CFK kann die Leistungsfähigkeit dieses Werkstoffs verbessern. Um dies zu erreichen, ist die Entwicklung eines Verfahrens zur isolierenden Beschichtung der Sensoren und die Anpassung des Kontaktierungsverfahrens erforderlich.

7 Diskussion der Ergebnisse

Die Entwicklung von Mikrodehnungssensoren, welche sich insbesondere zur Einbettung in Faserverbundwerkstoffe eignen, ist das Hauptziel der vorliegenden Arbeit. Die Steigerung des Auflösungsvermögens der Sensoren sowie die Vermeidung von schadhafte Veränderungen am Trägermaterial sind die gewünschten Effekte der Sensorminiaturisierung. Untersuchungen dreier unterschiedlicher Prinzipien dienten der Erreichung dieser Ziele.

Beim ersten Entwicklungsansatz wurde die spannungsinduzierte Phasenumwandlung metastabiler Materialien als Sensoreffekt ausgenutzt. Diese Transformation bedingt die Bildung ferromagnetischer Bereiche, mit Nettomagnetisierung, im verwendeten Sensormaterial. Als Messgrößenäquivalent zur Dehnung diente die entstandene, spontane Magnetisierung der umgewandelten Volumina. Der Stahl 1.4568 wurde aufgrund seiner Zusammensetzung und dem daraus resultierenden, ausgeprägten metastabilen Verhalten als Sensormaterial ausgewählt. Die beschriebene Phasenumwandlung infolge von mechanischen Spannungen war bei diesem Werkstoff sehr gut zu beobachten. Der Nachweis für das Entstehen einer spontanen Magnetisierung durch die aufgebrachte Belastung konnte ebenso erfolgreich erbracht werden. Die erhoffte Korrelation der Stärke dieser Magnetisierung zur Höhe der Belastung konnte nicht gefunden werden. Die spontane Magnetisierung verhielt sich nicht reproduzierbar. Eine Wiederholung der Ergebnisse von TAKAHASHI ET AL. (TEU⁺01) konnte mit dem verwendeten Stahl nicht erbracht werden. Zudem schließt die geringe Intensität der entstehenden Nettomagnetisierung eine Miniaturisierung des Prinzips aus. Umgebungsfelder würden die Messgröße zu stark überlagern. Bei der Einbettung dicker Drähte dieses Stahls entstanden zahlreiche Fehlstellen und Matrixanhäufungen im Laminat. Diese lassen sich nur schwer vermeiden. Für die Einbettung von drahtförmigen Gebilden größerer Durchmesser deckt sich dieses Ergebnis mit den Aussagen von ZHOU ET AL. (ZS02, S. 934). Zusammengefasst führten die Untersuchungen dieses Wandlungseffekts im Ergebnis nicht zum anvisierten Ziel eines miniaturisierten Dehnungssensors. Daher wird das Prinzip für die Realisierung eines Mikrodehnungssensors abschließend als ungeeignet bewertet.

Zur Realisierung des zweiten Sensors wurde eine magnetoelastische Schicht, welche bei Dehnung ihre magnetische Permeabilität ändert, auf einer Faser abgeschieden. Eine isolierende Schicht und darüber eine elektrische Spule komplettieren den Aufbau. Die Erfassung der Dehnung erfolgt anhand der Änderung der Induktivität der Spule. Die erforderlichen Beschichtungsverfahren zur Abscheidung der notwendigen Schichten wurden erfolgreich erarbeitet und weitgehend optimiert. Der Schichtaufbau des Sensors kann reproduzierbar hergestellt werden. Der Stand der Technik wurde damit um verschiedene Verfahren zur Beschichtung zylindrischer Oberflächen im Mikromaßstab erweitert. Die Strukturierung der abschließenden Cu-Schicht mittels FIB-Bearbeitung zu einer Mikrospule wurde erfolgreich umgesetzt. Die Realisierbarkeit dieser Strukturierung war nach dem Stand der Technik (vgl. FUJII ET AL. (FIM⁺05, S. 287)) wahrscheinlich. Die elektrische Funktionalität der Spule ist

ebenso gegeben. Eine Struktur dieser Art wurde nach dem vorliegenden Kenntnisstand bisher nicht realisiert und ist daher als neuartig zu bewerten. Erkenntnisse zu mechanischen Eigenschaften beschichteter Einzelfasern, insbesondere zu den beim Sensor verwendeten Schichten, konnten im Stand der Wissenschaft nicht gefunden werden. Die dazu in den Untersuchungen dieser Arbeit gewonnenen Ergebnisse erweitern damit ebenso den Wissensstand. Eine Elastizität der Einzelschichten bis zu einer Dehnung von einem Prozent war nachweisbar. Im Belastungsversuch zeigte sich eine eindeutige Korrelation zwischen der Belastung und dem Sensorsignal. Der prinzipielle Nachweis für die Machbarkeit des Sensorkonzepts im Mikromaßstab ist damit erbracht. Der Stand der Dehnungssensortechnik wird damit um ein Prinzip erweitert. Allerdings verhielt sich das Sensorsignal plastisch und ging, bei den bisher durchgeführten Versuchen, nach Entlastung, nicht in den Ausgangszustand zurück. Der Sensor ist daher momentan nur für den einmaligen Gebrauch verwendbar. Der geprüfte Sensorprototyp stammte aus einem frühen Herstellungsstadium. Die Optimierung der Schichten war bis zu diesem Zeitpunkt nicht abgeschlossen. Sensortests mit optimierten Prototypen sollten Bestandteil weiterführender Untersuchungen sein. Das Ziel einer Sensorfunktion zur kontinuierlichen Überwachung konnte bisher mit dem magnetoelastischen Mikrodehnungssensor nicht erreicht werden. Die schädigungsfreie Einbettung der Sensorstruktur wurde in abschließenden Untersuchungen belegt. Der Faserverbund wird durch diesen Mikrodehnungssensor nicht verändert. Dies war nach dem Stand der Technik für die anvisierten Sensorabmaße zu erwarten. Es ist erstmals möglich Belastungen lokal mit einem Auflösungsvermögen im Mikrometerbereich zu erfassen. Die minimale radiale Auflösung beträgt $10\ \mu\text{m}$. In axialer bzw. in Verstärkungsfaserrichtung liegt die minimale Auflösung im Bereich zwischen $100\ \mu\text{m}$ und $200\ \mu\text{m}$. Die Auflösung ist dabei vergleichbar mit den Abmessungen einer Verstärkungsfaser. Ausgehend von der derzeit verfügbaren Funktionalität und der Komplexität des Herstellungsprozesses ist der Sensor momentan nur für Grundlagenuntersuchungen einsetzbar. Für Bauteilanwendungen lässt sich aufgrund der hohen Herstellungskosten im Moment kein wirtschaftliches Szenario ableiten. Mittelfristig ist mit den vorhandenen Technologien auch nur schwer eine Reduzierung der Kosten zu erreichen. Bei einer Fortführung der Arbeiten sollte die Steigerung der Elastizität der Schichten im Mittelpunkt stehen. Das Finden einer geeigneten, isolierenden Beschichtung des Sensors zur Integration in leitfähiges CFK sowie die Entwicklung eines Verfahrens zur Kontaktierung, sind weitere, wichtige Aufgaben für eine Fortsetzung.

Der dritte, ebenso faserbasierte Ansatz zur Entwicklung eines Mikrodehnungssensors bediente sich den piezoresistiven Eigenschaften von C-Fasern. Unter mechanischer Belastung zeigen bestimmte C-Fasern eine Änderung des elektrischen Widerstands (CO69, Ows70, BCR72, BPT97, WFC99, CC00). Die Höhe dieser Widerstandsänderung ist abhängig vom Fasertyp. Für aktuell verfügbare Fasertypen lagen im Stand der Technik keine Informationen zur Ausprägung der Piezoresistivität vor. Aus diesem Grund wurden mehrere Pech- und PAN-basierte C-Fasern charakterisiert. Die PAN-basierten Fasern zeigten dabei die stärkste Ausprägung. Dies deckt sich mit früheren Erkenntnissen von OWSTON (Ows70) und BERG ET AL. (BCR72). Im Ergebnis zeigt die HTA-Faser als Einzelfaser die größte Piezoresistivität. Im Bündel werden C-Fasern bereits als Dehnungssensoren eingesetzt. Beispiele dafür finden sich in den Arbeiten von HOROSCHENKOFF ET AL. (HMK11, MCHR12). Der Messwert für die Dehnung wird hierbei über weite Bauteilabschnitte, in denen das Bündel eingebettet wurde, gemittelt. Das Auflösungsvermögen zur lokalen Überwachung ist mit diesem Verfahren daher gering. Aus diesem Grund wurde in dieser Arbeit zur Er-

reichung des anvisierten Ziels eines Mikrodehnungssensors eine Einzelfaser als Sensor genutzt. Mittels Beschichtung der HTA-Faser wurde der Mikrodehnungssensor erfolgreich hergestellt. Ein unbeschichteter Faserabschnitt stellt den dehnungssensitiven Bereich des Sensors dar. Die Auflösung in radialer Richtung liegt bei unter $10\ \mu\text{m}$. In axialer Richtung wird die Auflösung von der Länge des unbeschichteten Abschnitts bestimmt. Eine Länge von 5 mm wird hier als Minimum angesehen. Die leitfähige Schicht, bestehend aus einer mittels PVD abgeschiedenen Al-Legierung, dient der verlustfreien Übertragung des Widerstandsänderungssignals zur Messelektronik. Das DC-Magnetronspütern mit Maskierung hat sich zur Herstellung der Sensoren bewährt. Der vorliegende Sensoraufbau und dessen Herstellungsverfahren sind neuartig und ohne bekannten Vergleich. Die Al-Legierung in Kombination mit der HTA-Faser verhält sich bis 0,7% Dehnung elastisch. Dies ist für den Einsatz als Dehnungssensor zunächst ausreichend. Es wurden Sensoren in einen Faserverbund eingebettet und mechanisch sowie elektrisch charakterisiert. Die Dehnung des Faserverbunds ließ sich dabei reproduzierbar erfassen. Der piezoresistive Mikrodehnungssensor wurde erfolgreich getestet. Das Ziel der Entwicklung eines Mikrodehnungssensors zur kontinuierlichen Überwachung von Faserverbunden wurde damit erreicht. Die Kosten für die Herstellung des piezoresistiven Sensors sind deutlich geringer im Vergleich zum magnetoelastischen Pendant. Zudem bestehen verschiedene Möglichkeiten durch Parallelisierung bei der Beschichtung die Herstellungskosten zu senken. Aus dieser Sicht ist eine Anwendung in realen Bauteilen jetzt schon denkbar. Die Frage der Kontaktierung sollte dazu vorab geklärt werden. Anwendungspotenzial besteht bspw. in der Prothetik. Zur Einbettung in CFK ist für weiterführende Untersuchungen die Entwicklung einer isolierenden Beschichtung erforderlich. Verfahren zur Kontaktierung sollten in die Weiterentwicklung ebenso einbezogen werden.

8 Zusammenfassung

Die Herstellung von Bauteilen aus Faserverbundwerkstoffen ist mit dem Einsatz umfangreicher energetischer und materieller Mittel verbunden. Eine lange Lebensdauer von Bauteilen aus Faserverbunden gewährleistet eine effiziente Nutzung dieser eingesetzten Ressourcen. Das SHM kann durch die Überwachung von Bauteilbelastungen mittels Dehnungssensoren wesentlich zur Steigerung der Lebensdauer von Bauteilen aus Faserverbundwerkstoffen beitragen. Integrierte Sensoren sind dazu am besten geeignet. Für die Einbettung bieten sich faseroptische Sensoren (FBG-Sensoren), piezoresistive Sensoren (DMS, Stickensensoren, C-Faser-Bündel, intrinsisch sensorierte Strukturen) und piezoelektrische Sensoren (PZT-Faser- und PVDF-Faser-Sensoren) zur Belastungserfassung an. Der Einsatz dieser Sensorarten ist mit einigen Nachteilen verbunden ist. Die Einbettung von Glasfasern großer Durchmesser hat so z. B. eine Minderung der mechanischen Eigenschaften eines Laminates, begleitet von einem erhöhten Risiko für vorzeitiges Versagen, zur Folge. Die Messtechnik faseroptischer Systeme ist zudem sehr aufwendig, voluminös und teuer. DMS haben sehr schlechte Einbettungseigenschaften, da der Matrixwerkstoff diese nicht durchdringen kann. DMS sind damit möglicher Ausgangspunkt für Delamination. Ein schlechtes Auflösungsvermögen schließt gestickte Drahtsensoren, intrinsisch überwachte Strukturen und C-Faser-Bündel-Sensoren für eine Vielzahl von Anwendungen aus. Metallische Sensoren, die in Form von DMS den größten Anteil der piezoresistiven Wandler darstellen, besitzen zudem nur eine begrenzte Elastizität.

Aus den angeführten Nachteilen wurde der Bedarf zur Weiterentwicklung integrierbarer Dehnungssensoren abgeleitet und die Zielstellung formuliert. Das Hauptaugenmerk der Arbeit lag auf der Miniaturisierung der Dehnungssensoren. Im Vergleich geringere Sensorabmaße sollen zur Verbesserung der Einbettungseignung beitragen und eine Steigerung des Auflösungsvermögens zur Erfassung von lokalen Dehnungen erzielen. Drei verschiedene physikalische Wandlungsprinzipien zur Erfassung von Dehnungen wurden dazu ausgewählt und verifiziert. Im Fall erfolgreicher Voruntersuchungen wurde die Entwicklung von Mikrodehnungssensoren, auf Grundlage des jeweiligen Effekts, vorangetrieben.

Der erste Entwicklungsansatz nutzte die Ausbildung einer Nettomagnetisierung infolge der spannungsinduzierten Phasenumwandlung metastabiler Materialien als Sensoreffekt. Die sich dabei ausprägende spontane Magnetisierung sollte als Messgrößenäquivalent zur Dehnung dienen. Der Stahl 1.4568 weist aufgrund seiner Zusammensetzung ein metastabiles Verhalten auf und wurde als Sensormaterial ausgewählt. In mechanischen Untersuchungen konnte in Kombination mit magnetischen Messungen die Phasenumwandlung sowie die Bildung einer Nettomagnetisierung durch eingeprägte mechanische Spannungen nachgewiesen werden. Ein direkter Zusammenhang zwischen der Höhe der Belastung und der Stärke der entstandenen spontanen Magnetisierung war nicht zu finden. Dieser Wandlungseffekt schied daher für die weitere Entwicklung eines Mikrodehnungssensors aus.

Zur Umsetzung der beiden weiteren Prinzipien wurde eine Funktionalisierung von C-Einzelfasern untersucht. Da C-Fasern nur im Bündel verfügbar sind, war zunächst zur Bereitstellung von Einzelfasern die Entwicklung eines Vereinzelnungsverfahrens erforderlich. Das Teilen von C-Faser-Bündeln gelang erfolgreich im automatisierten Betrieb. Dies wird als wesentliche Voraussetzung für eine automatische Vereinzelnung gewertet. Um für die Sensoren geeignete C-Fasern auszuwählen, sind Kenntnisse zu den Eigenschaften der Einzelfasern erforderlich. Diese lagen bis dahin nicht vor. In umfangreichen Untersuchungen wurden daher mechanische und elektrische Eigenschaften von verschiedenen C-Faser-Typen charakterisiert. In abschließenden Vorarbeiten für die Entwicklung faserbasierter Mikrodehnungssensoren erfolgte die erfolgreiche Ausarbeitung eines Verfahrens zur thermomechanischen Behandlung beschichteter C-Einzelfasern zur Beseitigung von Eigenspannungen in diesen.

Der erste, faserbasierte Entwicklungsansatz für einen Mikrodehnungssensor fußt auf der Nutzung des VILLARI-Effekts. Für den Mikrodehnungssensor ist ein Mehrschichtaufbau auf einer Einzelfaser erforderlich, um die Dehnung zu erfassen. Die erste Schicht zeigt den VILLARI-Effekt. Bei Dehnung ändert sie ihre magnetische Permeabilität. Um diese Änderung zu erfassen, wird eine Spule benötigt. Diese wird auf eine isolierende Zwischenschicht (Si_3N_4) aufgebracht. Zur Abscheidung metallischer Schichten wurde das Magnetronspütern mit Faserrotationseinrichtung genutzt. Die Isolierung kann zuverlässig durch einen PECVD-Prozess aufgebracht werden. Die Abscheidung der Spule wurde beginnend mit dem Auftrag einer Cu-Schicht sowie deren anschließender FIB-Strukturierung umgesetzt. Alle Schichten wurden während der Untersuchungen mikrostrukturell und mechanisch charakterisiert. Optimierte Schichten können auf Basis zyklischer mechanischer Prüfungen bis zu einer Dehnung von einem Prozent als elastisch bezeichnet werden. Der Sensor verhält sich, unter rein mechanischer Betrachtung, bis zur genannten Dehnung ebenfalls elastisch. Versuche zur Charakterisierung des Sensorsignals bei Belastung belegen eine Korrelation zwischen Dehnung und Induktivitätsänderung der Spule des magnetoelastischen Mikrodehnungssensors. Das Signal dieses Sensors verhielt sich allerdings plastisch. Die Einbettung der Sensoren in CFK gelang erfolgreich. Nach einer Integration, in paralleler Ausrichtung zu den Verstärkungsfasern, konnten keine Veränderungen am Sensor sowie am Laminat festgestellt werden.

Die piezoresistiven Eigenschaften von C-Fasern wurden für die Entwicklung des zweiten, faserbasierten Mikrodehnungssensor genutzt. Einige Typen von C-Fasern weisen bei Dehnung eine Änderung des elektrischen Widerstands auf. Mit Hilfe eines in dieser Arbeit entwickelten Verfahrens wurden die piezoresistiven Eigenschaften unterschiedlicher C-Fasern ermittelt. PAN-basierte C-Fasern und darunter die HTA-Faser weisen die größte Widerstandsänderung bei Dehnung auf. Der Mikrodehnungssensor wurde mittels PVD-Abscheidung einer Al-Legierung auf die ausgewählte HTA-Faser hergestellt. Ein unbeschichteter Faserabschnitt, der durch Maskierung entsteht, bildet den dehnungssensitiven Bereich des Sensors. Die mechanischen und elektrischen Eigenschaften des Sensors wurden charakterisiert. GFK mit einem eingebetteten Mikrodehnungssensor wurde mechanisch geprüft und das Sensorsignal parallel erfasst. In mehreren Belastungszyklen konnte die Dehnung des Faserverbundes mit Hilfe des Sensors wiederholbar aufgezeichnet werden.

Literaturverzeichnis

- [AAT09] ANNAMDAS, Venu Gopal M. ; ANNAMDAS, Kiran K. ; TOMIZUKA, Masayoshi: Active and passive interaction mechanism of smart materials for health monitoring of engineering structures: a review. In: *Proc. SPIE* 7292 (2009), Nr. 1, S. 1–11. <http://dx.doi.org/10.1117/12.817496>. – DOI 10.1117/12.817496
- [Ace] ACELLENT TECHNOLOGIES, INC.: *Sensors: SMART Layer for monitoring the integrity of existing and next-generation structures*. <http://64.105.143.179/Sensors.asp>
- [ADLT97] AMELINCKX, S. (Hrsg.) ; DYCK, D. van (Hrsg.) ; LANDUYT, J. van (Hrsg.) ; TENDELOO, G. van (Hrsg.): *Handbook of microscopy: applications in material science, solide state physics and chemistry - Applications /// Handbook of microscopy: Applications in materials science, solid-state physics, and chemistry*. Weinheim and New York and Basel and Cambridge and Tokyo / / / Weinheim and New York : VCH Verlagsgesellschaft mbH and VCH, 1997. – ISBN 3–527–29293–4
- [AF86] Schutzrecht EP0186443 A2 (1986). ALLEN, Bert L. ; FOROUHI, Abdul R. (Erfinder); Advanced Micro Devices Inc. (Anmelder).
- [AFGAE01] ASUA, Estibalitz ; FEUTCHWANGER, Jorge ; GARCÍA-ARRIBAS, Alfredo ; ETXEBARRIA, Victor: Sensorless Control of SMA-based Actuators Using Neural Networks. In: *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* 21 (2010/12/01), Nr. 18, 1809–1818. <http://dx.doi.org/10.1177/1045389X10388965>. – DOI 10.1177/1045389X10388965. – ISSN 1045–389X
- [ALP97] AIROLDI, G. ; LODI, D. A. ; POZZI, M.: The electric resistance of shape memory alloys in the pseudoelastic regime. In: *Le Journal de Physique IV* 7 (1997), Nr. C5, 5. <http://hal.archives-ouvertes.fr/docs/00/25/56/80/PDF/ajp-jp4199707C580.pdf>. – ISSN 1155–4339
- [Ami89] AMIN, Ahmed: Piezoresistivity in Semiconducting Positive Temperature Coefficient Ceramics. In: *Journal of the American Ceramic Society* 72 (1989), Nr. 3, 369–376. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb06138.x>. – DOI 10.1111/j.1151-2916.1989.tb06138.x
- [ASY⁺89] ASAHI, Hajime ; SUMIDA, Hitoshi ; YU, Soon J. ; EMURA, Shuichi ; GONDA, Shun-ichi ; KOMURO, Masanori: Formation of a High-Electrical-Resistance Region in InP by Ga Ion Implantation. In: *Japanese Journal of Applied Physics* 28 (1989), Nr. Part 2, No. 12, S. L2119–L2121. <http://dx.doi.org/10.1143/JJAP.28.L2119>. – DOI 10.1143/JJAP.28.L2119. – ISSN 0021–4922

-
- [BABG06] BEN AMOR, A. ; BUDDE, T. ; GATZEN, Hans-Heinrich: A magnetoelastic microtransformer-based microstrain gauge. In: *EMSA 2004 Selected Papers from the 5th European Magnetic Sensors & Actuators Conference - EMSA 2004, Cardiff, UK, 4-6 July 2004* 129 (2006), Nr. 1-2, 41-44. <http://dx.doi.org/10.1016/j.sna.2005.09.043>. – DOI 10.1016/j.sna.2005.09.043. – ISSN 0924-4247
- [Bal06] BALAGEAS, Daniel L.: Introduction to Structural Health Monitoring. In: BALAGEAS, Daniel L. (Hrsg.) ; FRITZEN, Claus-Peter (Hrsg.) ; GÜEMES, Alfredo (Hrsg.): *Structural health monitoring*. London : ISTE, 2006. – ISBN 9781905209019, S. 13-44
- [BARG04] BEN AMOR, A. ; RUFFERT, Christine ; GATZEN, Hans-Heinrich: NiFe 45/55 and its Application in a Strain Gauge Sensor. In: *Proceedings of the 8th International Symposium on Magnetic Materials, Processes and Devices, 2004*
- [BARG06] BEN AMOR, A. ; RUFFERT, Christine ; GATZEN, Hans-Heinrich: NiFe 45/55 and its application in a strain gauge sensor. In: *Proc. Electrochem. Soc. PV 2004-23* (2006), S. 481-492. – ISSN 1566775132 (ISBN); 9781566775137 (ISBN)
- [Bau01] BAUMGARTNER, Franz: DMS - Dehnungsmessstreifen. http://mb-s1.upb.de/LTM/EMM/Themen%20und%20Inhalte%20der%20Experimentellen%20Mechanik/Elektrische%20Methoden/Dehnungsmessung%20mittels%20DMS/NTB_Sensordatentechnik_DMS.pdf. Version: 2001
- [Bau06] BAUMANN, Julian: *Einspritzmengenkorrektur in Common-Rail-Systemen mit Hilfe magnetoelastischer Drucksensoren*. Karlsruhe, Universität Karlsruhe, Diss., 2006. <http://digbib.ubka.uni-karlsruhe.de/volltexte/1000004825>
- [BB07] BOLLER, Christian ; BUDERATH, Matthias: Fatigue in aerostructures—where structural health monitoring can contribute to a complex subject. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 365 (2007), Nr. 1851, S. 561-587. <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.2006.1924>. – DOI 10.1098/rsta.2006.1924
- [BCR72] BERG, C. A. ; CUMPSTON, H. ; RINSKY, A.: Piezoresistance of Graphite Fibers. In: *Textile Research Journal* 42 (1972), Nr. 8, 486-489. <http://dx.doi.org/10.1177/004051757204200810>. – DOI 10.1177/004051757204200810
- [Bel08] BELSKI, Alexander ; MÄDER, Thomas (Hrsg.): *REM-Aufnahmen: E-Mail*. 28.11.2008
- [Ber59] BERTODO, R.: Development of High-Temperature Strain Gauges. In: *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* 173 (1959), Nr. 1, S. 605-622
- [BFF09] BRUNNER, Bernhard ; FRANKENSTEIN, Bernd ; FRIEDMANN, Herbert: *Piezo-elektrische Wandler zur Strukturüberwachung von Bauteilen*. Dresden, 14.10.2009 (Kooperationsforum Trends der Sensorik)

- [BFG06] BALAGEAS, Daniel L. (Hrsg.) ; FRITZEN, Claus-Peter (Hrsg.) ; GÜEMES, Alfredo (Hrsg.): *Structural health monitoring: [based on a short course of continuing education, given at the Ecole Normal Supérieure of Cachan (Paris)]*. London : ISTE, 2006. – ISBN 9781905209019
- [BG69] BOARDMAN, A. D. ; GRAHAM, D. G.: Residual resistivity of ideal graphite. In: *Journal of Physics C: Solid State Physics* 2 (1969), Nr. 12, S. 2320–2328. <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3719/2/12/316>. – DOI 10.1088/0022-3719/2/12/316. – ISSN 00223719
- [BG03] BOE, Pascal d. ; GOLINVAL, Jean-Claude: Principal Component Analysis of a Piezosensor Array for Damage Localization. In: *Structural Health Monitoring* 2 (2003), Nr. 2, 137–144. <http://dx.doi.org/10.1177/1475921703002002005>. – DOI 10.1177/1475921703002002005
- [BG09] BELSKI, Alexander ; GATZEN, Hans-Heinrich: Magnetoelastic Carbon Fiber Micro Strain Sensor. In: PASQUALE, Massimo (Hrsg.): *IEEE International Magnetics Conference*. Sacramento and California and USA, 2009
- [BKG08] BELSKI, Alexander ; KAMMRATH, Waldemar ; GATZEN, Hans-Heinrich: Focused Ion Beam Fiber Turning Lathe for Fabricating a Strain Gauge for Carbon Fibers. In: BRUSSEL, Hendrik v. (Hrsg.): *Proceedings of the 10th anniversary international conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology* Bd. 2. Bedford : Euspen, 2008. – ISBN 978-0-9553082-5-3, 129–133
- [BKM3] BROSZEIT, E. ; KIENEL, Gerhard ; MATTHES, B.: Tribologie. In: KIENEL, Gerhard (Hrsg.) ; RÖLL, Klaus (Hrsg.): *Vakuumbeschichtung*. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1993-. – ISBN 3-18-401315-4, S. 29–73
- [Bol00] BOLLER, Christian: Shape Memory Alloys–Their Challenge to Contribute to Smart Structures. Version: 2000. <http://www.dtic.mil/cgi-bin/GetTRDoc?AD=ADA381141#page=96>. In: WUN-FOGLE, Marilyn (Hrsg.) ; UCHINO, Kenji (Hrsg.) ; ITO, Yukio (Hrsg.) ; GOTTHARDT, Rolf (Hrsg.): *Materials for Smart Systems III*. Warrendale and Pennsylvania, 2000. – ISBN 1-55899-512-9, 87–98
- [Bol02] BOLLER, Christian: Structural Health Management of Ageing Aircraft and Other Infrastructure. In: *Monograph on Structural Health Monitoring, ISSS* (2002)
- [Bol07] BOLLER, Christian: Composites for Sensors and Actuators. In: MORTENSEN, A. (Hrsg.): *Concise encyclopedia of composite materials*. Amsterdam : Elsevier, 2007. – ISBN 9780080451268, S. 198–204
- [BPM+00] BALTA, J.A ; PARLINSKA, Magdalena ; MICHAUD, Veronique ; GOTTHARDT, Rolf ; MÅNSON, J.-A E.: Adaptive Composites With Embedded Shape Memory Alloy Wires. Version: 2000. <http://www.dtic.mil/cgi-bin/GetTRDoc?AD=ADA381141#page=96>. In: WUN-FOGLE, Marilyn (Hrsg.) ;

-
- UCHINO, Kenji (Hrsg.) ; ITO, Yukio (Hrsg.) ; GOTTHARDT, Rolf (Hrsg.): *Materials for Smart Systems III*. Warrendale and Pennsylvania, 2000. – ISBN 1-55899-512-9
- [BPR89] Schutzrecht EP0304361 (1989). BOURQUIN, Patrick ; PAILLER, Rene ; REMONDIERE, Olivier (Erfinder); Centre Nat Etd Spatiales (Anmelder).
- [BPT97] BLAZEWICZ, S. ; PATALITA, B. ; TOUZAIN, Ph: Study of piezoresistance effect in carbon fibers. In: *Carbon* 35 (1997), Nr. 10-11, S. 1613–1618. – ISSN 00086223
- [Bri22] BRIDGMAN, P. W.: The effect of tension on the electrical resistance of certain abnormal metals. In: *Proceedings of the American Academy of Arts and Sciences* 57 (1922), Nr. 3, 41–66. <http://www.jstor.org/stable/pdfplus/20025885.pdf>
- [Bru05] BRUNOTTE, René: *Die thermodynamischen und verfahrenstechnischen Abläufe der in-situ-Oberflächenmodifizierung beim Spritzgießen*. Chemnitz, TU Chemnitz, Diss., 23.11.2005. <http://archiv.tu-chemnitz.de/pub/2006/0069>
- [BS03] BERAL, B. ; SPECKMANN, H.: Structural health monitoring (SHM) for aircraft structures: a challenge for system developers and aircraft manufactures. In: CHANG, Fu-Kuo (Hrsg.): *Structural health monitoring 2003*. Lancaster and Pa : DEStech Publications, 2003. – ISBN 1932078207
- [bun73] Schutzrecht GB1323091 (1973). POLYMER PROCESSING RES INST.
- [Bur12] BURGSTALLER, Alexander: *Innovative Dehnungssensorkonstruktion entwickelt*. [http://www.materialica.de/index.php?id=224&L=4%2Ffavicon.ico&tx_ttnews\[tt_news\]=441&cHash=6b9e1298ccc97fececdc3fe5cec3b92e](http://www.materialica.de/index.php?id=224&L=4%2Ffavicon.ico&tx_ttnews[tt_news]=441&cHash=6b9e1298ccc97fececdc3fe5cec3b92e). Version: 2012
- [CC00] CHO, Jae W. ; CHOI, Jun S.: Relationship between electrical resistance and strain of carbon fibers upon loading. In: *Journal of Applied Polymer Science* 77 (2000), Nr. 9, 2082–2087. [http://dx.doi.org/10.1002/1097-4628\(20000829\)77:9<2082::AID-APP26>3.0.CO;2-W](http://dx.doi.org/10.1002/1097-4628(20000829)77:9<2082::AID-APP26>3.0.CO;2-W). – DOI 10.1002/1097-4628(20000829)77:9;2082::AID-APP26;3.0.CO;2-W. – ISSN 1097-4628
- [CE03] CATO, A. D. ; EDIE, D. D.: Flow behavior of mesophase pitch. In: *Carbon* 41 (2003), Nr. 7, S. 1411–1417. [http://dx.doi.org/10.1016/S0008-6223\(03\)00050-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-6223(03)00050-2). – DOI 10.1016/S0008-6223(03)00050-2. – ISSN 0008-6223
- [Ced12] CEDRAT TECHNOLOGIES: *Piezo actuators & electronics*. <http://www.cedrat-technologies.com/en/technologies/actuators/piezo-actuators-electronics.html>. Version: 2012
- [CFD07] CALKINS, F. T. ; FLATAU, A. B. ; DAPINO, M. J.: Overview of magnetostrictive sensor technology. In: *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* 18 (2007), Nr. 10, S. 1057. <http://dx.doi.org/10.1177/1045389X06072358>. – DOI 10.1177/1045389X06072358. – ISSN 1045-389X

- [CH00] CLARK, Arthur ; HATHAWAY, Kristl: Physics of Giant Magnetostriction: Physical Origin of Giant Magnetostriction. In: ENGDAHL, Göran (Hrsg.): *Handbook of giant magnetostrictive materials*. San Diego and Calif. : Academic Press, 2000 (Electromagnetism). – ISBN 978-0-12-238640-4, S. 1–51
- [Cha] CHANG, F.K: Built-in damage diagnostics for composite structures. In: *Proceedings of the 10th International Conference on Composite Materials (ICCM)* Bd. 10, S. 283–289
- [Cha09] CHANG, F. K.: Sensory Network Embedded Composites. In: BANKS, W. M. (Hrsg.): *17th International Conference on Composite Materials, 2009*
- [CJ07] CLYNE, T. W. ; JONES, F. R.: Composites: Interface. In: MORTENSEN, A. (Hrsg.): *Concise encyclopedia of composite materials*. Amsterdam : Elsevier, 2007. – ISBN 9780080451268, S. 224–230
- [CO69] CONOR, P. C. ; OWSTON, C. N.: Electrical Resistance of Single Carbon Fibres. In: *Nature* 223 (1969), Nr. 5211, 1146–1147. <http://dx.doi.org/10.1038/2231146b0>. – DOI 10.1038/2231146b0. – ISSN 0028–0836
- [Con10] CONDENSED MATTER PHYSICS GROUP ; CONDENSED MATTER PHYSICS GROUP (Hrsg.): *Sputtering*. <http://www.stoner.leeds.ac.uk/Research/TutSputtering>. Version: 2010
- [CPS93] CARMAN, Gregory P. ; PAUL, Clare A. ; SENDECKYJ, George P.: Transverse strength of composites containing optical fibers. In: HAGOOD, Nesbitt W. (Hrsg.) ; KNOWLES, Gareth J. (Hrsg.): *Proceedings of SPIE Smart Structures and Materials 1993*: Bd. 1917, 1993, S. 307–316
- [Cra10] CRACIUNESCU, C. M.: Actuation in shape memory layer engineered film based architectures. In: *Surface Engineering* 26 (2010), 536–539. <http://dx.doi.org/10.1179/174329409X439014>. – DOI 10.1179/174329409X439014
- [Dan74] Schutzrecht US3795944 A (1974). DANIELS, Clare G. (Erfinder); Philco-Ford Corp. (Anmelder).
- [Dem09] DEMMIG, Stefan: *Weiterentwicklung von Methoden zur Faservereinzelung*. Chemnitz, TU Chemnitz, Projektarbeit, 27.02.2009
- [Deu04] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG E.V.: *Prüfung metallischer Werkstoffe - Zugproben*. Berlin, 2004
- [Deu05] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG E.V.: *DIN EN ISO 9000:2005 Qualitätsmanagementsysteme - Grundlagen und Begriffe*. Berlin, 01.12.2005
- [DGJP95] DOBB, M. G. ; GUO, H. ; JOHNSON, D. J. ; PARK, C. R.: Structure-compressional property relations in carbon fibres. In: *Carbon* 33 (1995), Nr. 11, 1553–1559. <http://www.scopus.com/scopus/inward/record.url?eid=2-s2.0-0029542928&partnerID=40&rel=R6.5.0>. – ISSN 0008–6223

-
- [DGM⁺07] DINULOVIC, D. ; GERDES, H. ; MUCHA, Herbert ; WIELAGE, Bernhard ; GATZEN, Hans-Heinrich: Carbon fiber with magnetoelastic sensing capability for composite materials. In: *Sensor Letters* 5 (2007), Nr. 1, S. 218–221. <http://dx.doi.org/10.1166/sl.2007.076>. – DOI 10.1166/sl.2007.076
- [Di105] DILTHEY, Ulrich: *Schweißtechnische Fertigungsverfahren 2: Verhalten der Werkstoffe beim Schweißen*. 3., bearbeitete Auflage. Berlin and Heidelberg : Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2005 (Springer-11774 /Dig. Serial]). <http://dx.doi.org/10.1007/b139036>. <http://dx.doi.org/10.1007/b139036>. – ISBN 978-3-540-21674-2
- [DPWD81] DUN, Haiping ; PAN, Pailung ; WHITE, Francis R. ; DOUSE, Richard W.: Mechanisms of Plasma-Enhanced Silicon Nitride Deposition Using SiH₄-N₂-Mixture. In: *Journal of The Electrochemical Society* 128 (1981), Nr. 7, S. 1555. <http://dx.doi.org/10.1149/1.2127682>. – DOI 10.1149/1.2127682. – ISSN 00134651
- [Dru00] DRUDE, P.: Zur Elektronentheorie der Metalle. In: *Annalen der Physik* 306 (1900), Nr. 3, 566–613. <http://dx.doi.org/10.1002/andp.19003060312>. – DOI 10.1002/andp.19003060312. – ISSN 1521-3889
- [DWW⁺10] DING, Bin ; WANG, Moran ; WANG, Xianfeng ; YUB, Jianyong ; SUN, Gang: Electrospun nanomaterials for ultrasensitive sensors. In: *Materials Today* 13 (2010), Nr. 11, S. 16–27. [http://dx.doi.org/10.1016/S1369-7021\(10\)70200-5](http://dx.doi.org/10.1016/S1369-7021(10)70200-5). – DOI 10.1016/S1369-7021(10)70200-5
- [Edi98] EDIE, D. D.: The effect of processing on the structure and properties of carbon fibers. In: *Carbon* 36 (1998), Nr. 4, S. 345–362. [http://dx.doi.org/10.1016/S0008-6223\(97\)00185-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-6223(97)00185-1). – DOI 10.1016/S0008-6223(97)00185-1. – ISSN 0008-6223
- [EHE08] EYERER, Peter ; HIRTH, Thomas ; ELSNER, Peter: *Polymer Engineering: Technologien und Praxis*. Berlin : Springer Verlag, 2008. – ISBN 3-540-72402-8
- [End88] ENDO, M.: Structure of mesophase pitch-based carbon fibres. In: *Journal of Materials Science* 23 (1988), Nr. 2, S. 598–605. <http://dx.doi.org/10.1007/BF01174692>. – DOI 10.1007/BF01174692
- [ER90] ERLER, Hans-Jörg ; ROTH, Dietmar: *PVD-Hartstoffbeschichtungen*. Karl-Marx-Stadt, Technische Universität Karl-Marx-Stadt, Diss., 20.07.1990
- [FAH⁺08] FRANKENSTEIN, B. ; AUGUSTIN, J. ; HENTSCHEL, D. ; SCHUBERT, F. ; KÖHLER, B. ; MEYENDORF, N.: Acoustic techniques for structural health monitoring. In: *AIP Conf. Proc.* 975 (2008), S. 1428–1435. – ISSN 0094243X; 9780735404946 (ISBN)
- [FBG12] FBGS TECHNOLOGIES GMBH: *DTG Technology*. <http://www.fbgs.com/technology/dtg-technology/>. Version: 2012

- [FGD⁺10] FRENZEL, J. ; GEORGE, E. P. ; DLOUHY, A. ; SOMSEN, Ch ; WAGNER, M. F. X. ; EGGELER, G.: Influence of Ni on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys. In: *Acta materialia* 58 (2010), Nr. 9, 3444–3458. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2010.02.019>. – DOI 10.1016/j.actamat.2010.02.019
- [Fib13] FIBICS INCORPORATED: *Introduction: Focused Ion Beam Systems*. <http://www.fibics.com/FIBBasics.html>. Version: 2013
- [FIM⁺05] FUJII, T. ; IWASAKI, K. ; MUNEKANE, M. ; TAKEUCHI, T. ; HASUDA, M. ; ASAHATA, T. ; KIYOHARA, M. ; KOGURE, T. ; KIJIMA, Y. ; KAITO, T.: A nanofactory by focused ion beam. In: *J Micromech Microengineering* 15 (2005), Nr. 10, S. 286–291. – ISSN 09601317 (ISSN)
- [FM98] FITZER, Erich ; MANOCHA, Lalit M.: *Carbon Reinforcement and Carbon/Carbon Composites*. Berlin : Springer-Verlag, 1998 <http://www.worldcat.org/oclc/37527722>. – ISBN 3540629335
- [Fra10] FRAUNHOFER ISC: *Materials and Technologies for Integrated Piezoelectronic Sensors*. Würzburg, 2010
- [FW07] FARRAR, Charles R. ; WORDEN, K.: An introduction to structural health monitoring. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 365 (2007), Nr. 1851, S. 303–315. <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.2006.1928>. – DOI 10.1098/rsta.2006.1928. – ISSN 1364–503X
- [Gat04] GATZEN, Hans-Heinrich: Magnetic materials in thin film sensors and actuators. In: *Proceedings of the 8th International Symposium on Magnetic Materials, Processes and Devices*, 2004
- [GC05] GIURGIUTIU, Victor ; CUC, Adrian: Embedded non-destructive evaluation for structural health monitoring, damage detection, and failure prevention. In: *Shock and Vibration Digest* 37 (2005), Nr. 2, S. 83–105
- [GLL06] Schutzrecht DE102004036414 (2006). GESSLER, Andreas ; LEHSIAK, Petra ; LUTZENBERGER, Wolfgang (Erfinder); EADS Deutschland GmbH (Anmelder).
- [GM09] GEORGI, Wolfgang ; METIN, Ergun: *Einführung in LabVIEW*. 4. München : Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl, 2009 <http://www.worldcat.org/oclc/321085022&ap=citavi>. – ISBN 978–3–446–41560–7
- [GNN07] GHEZZO, F. ; NEMAT-NASSER, S.: Effects of embedded SHM sensors on the structural integrity of glass fiber/epoxy laminates under in-plane loads. In: *Proc SPIE Int Soc Opt Eng* 6530 (2007). – ISSN 0277786X (ISSN); 0819407194 (ISBN)
- [GNO08] GNOME ICON ARTISTS ; GNOME ICON ARTISTS (Hrsg.): *Gnome-computer.svg*. <http://en.wikipedia.org/wiki/File:Gnome-computer.svg>. Version: 2008

-
- [GP09] GEIJSELAERS, H. J. M. ; PERDAHCIOGLU, E. S.: Mechanically induced martensitic transformation as a stress-driven process. In: *Scripta Mater* 60 (2009), Nr. 1, S. 29–31. – ISSN 13596462 (ISSN)
- [Gre12] GREINER, Franko: *LabVIEW: Ein Grundkurs*. 1. Hannover : Regionales Rechenzentrum für Niedersachsen, 2012 (RRZN-Handbücher)
- [GZ00] GIURGIUTIU, Victor ; ZAGRAI, Andrei: Characterization of piezoelectric wafer active sensors. In: *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* 11 (2000), Nr. 12, S. 959. – ISSN 1045–389X
- [Hai00] HAIDER, Ferdinand: *Martensitische Umwandlungen*. <http://www.physik.uni-augsburg.de/~ferdi/skript/teil1/node108.html>. Version: 17.10.2000
- [Hal72] Schutzrecht US3704485 (1972). HALL, John N. (Erfinder); Hercules (Anmelder).
- [Hay12] HAYNES, William M.: *CRC handbook of chemistry and physics: A ready-reference book of chemical and physical data*. 93rd ed., 2012-2013 /. Boca Raton and Fla and London : CRC and Taylor & Francis [distributor], 2012 <http://www.worldcat.org/oclc/793213751>. – ISBN 9781439880494
- [Hei04] HEINEMANN, Gereon: *Virtuelle Bestimmung des Verfestigungsverhaltens von Bändern und Blechen durch verformungsinduzierte Martensitbildung bei metastabilen rostfreien austenitischen Stählen*. Zürich, ETH Zürich, Diss., 2004
- [Hen09] HENTSCHEL, D. ; HENTSCHEL, D. (Hrsg.): *Leitprojekt 3: CoolSensornet: Kabellose Sensoren für die Strukturüberwachung*. http://www.cool-silicon.de/files/2009_06_04/CS_LP3_CoolSensornet_DE.pdf. Version: 03.06.2009
- [HKD⁺09] HAHN, H. T. ; KIM, H. S. ; DHAGE, S. ; KANG, J. S. ; LEE, Y. S.: Nanocomposites for Power Laminates. In: BANKS, W. M. (Hrsg.): *17th International Conference on Composite Materials*, 2009
- [HKM99] HONG, S. H. ; KORAI, Y. ; MOCHIDA, I.: Development of mesoscopic textures in transverse cross-section of mesophase pitch-based carbon fibers. In: *Carbon* 37 (1999), Nr. 6, S. 917–930. – ISSN 00086223
- [HLQS04] HAMEY, Cole S. ; LESTARI, Wahyu ; QIAO, Pizhong ; SONG, Gangbing: Experimental Damage Identification of Carbon/Epoxy Composite Beams Using Curvature Mode Shapes. In: *Structural Health Monitoring* 3 (2004), Nr. 4, 333–353. <http://dx.doi.org/10.1177/1475921704047502>. – DOI 10.1177/1475921704047502
- [HM11] HAUSDING, Jan ; MÄRTIN, Jan: *Gewirkte Halbzeuge und Wirktechniken*. In: CHERIF, Chokri (Hrsg.): *Textile Werkstoffe für den Leichtbau: Techniken-Verfahren- Materialien- Eigenschaften*. Springer, 2011. – ISBN 9783642179914

- [HMK09] HOROSCHENKOFF, Alexander ; MÜLLER, Tobias ; KROELL, Andreas: Use of carbon-fibre sensors to determine the deflection of composite-beams. In: BANKS, W. M. (Hrsg.): *17th International Conference on Composite Materials*, 2009
- [HMK11] HOROSCHENKOFF, Alexander ; MUELLER, Tobias ; KROELL, Andreas: On the characterization of the piezoresistivity of embedded carbon fibres. In: LEE, Wo I. (Hrsg.): *18th International Conference on Composite Materials*, 2011
- [Hof87] HOFFMANN, Karl: *Eine Einführung in die Technik des Messens mit Dehnungsmessstreifen*. Darmstadt : Hottinger Baldwin Messtechnik, 1987
- [HSF07] HOFMANN, Hansgeorg ; SPINDLER, Jürgen ; FISCHER, Hans: *Werkstoffe in der Elektrotechnik: Grundlagen - Aufbau - Eigenschaften - Prüfung - Anwendung - Technologie ; mit 75 Tabellen sowie zahlreichen Beispielen, Übungen und Testaufgaben*. 6., neu bearb. Aufl. München : Hanser, 2007 (Lernbücher der Technik). – ISBN 3-446-40707-3
- [HSS82] HECKER, S. S. ; STOUT, M. G. ; STAUDHAMMER, K. P. ; SMITH, J. L.: Effects of Strain State and Strain Rate on Deformation-Induced Transformation in 304 Stainless Steel: Part I. Magnetic Measurements and Mechanical Behavior. In: *MTA 13* (1982), Nr. 4, S. 619–626. – ISSN 03602133 (ISSN)
- [Hum01] HUMBEECK, J. van: Shape Memory Alloys: A Material and a Technology. In: *Advanced Engineering Materials* 3 (2001), Nr. 11, 837–850. [http://dx.doi.org/10.1002/1527-2648\(200111\)3:11<837::AID-ADEM837>3.0.CO;2-0](http://dx.doi.org/10.1002/1527-2648(200111)3:11<837::AID-ADEM837>3.0.CO;2-0). – DOI 10.1002/1527-2648(200111)3:11;837::AID-ADEM837;3.0.CO;2-0. – ISSN 1527-2648
- [ID91] Schutzrecht US5042111 (1991). IYER, Shridhar ; DRZAL, Lawrence T. (Erfinder); Board of Trustees operating Michigan State University (Anmelder).
- [Ish06] ISHIKAWA, T.: Overview of trends in advanced composite research and applications in Japan. In: *Adv Compos Mater Off J Jpn Soc Compos Mater* 15 (2006), Nr. 1, S. 3–37. – ISSN 09243046 (ISSN)
- [IZHS⁺00] IHLER, Elmar ; ZAGLAUER, Helmut W. ; HEROLD-SCHMIDT, Ursula ; DITTRICH, Kay W. ; WIESBECK, Werner: Integrated wireless piezoelectric sensors. In: *Proceedings of the SPIE* Bd. 3991, 2000, S. 44–51
- [Jan12] JANASCHECK, René: *Entwicklung einer Vorrichtung zur ortsfesten, axialsymmetrischen Rotation von Kohlenstoffeinzel Fasern im PVD-Prozess*. Chemnitz, Technische Universität Chemnitz, Diss., 30.10.2012
- [Jil95] JILES, D. C.: Theory of the magnetomechanical effect. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 28 (1995), Nr. 8, S. 1537–1546. <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/28/8/001>. – DOI 10.1088/0022-3727/28/8/001. – ISSN 0022-3727
- [Joh86] JOHNSON, D. J.: Structure-property relationship in carbon fibres. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 20 (1986), Nr. 3, 286–291. <http://dx.doi.org/>

[10.1088/0022-3727/20/3/007](https://doi.org/10.1088/0022-3727/20/3/007). – DOI 10.1088/0022-3727/20/3/007. – ISSN 00223727 (ISSN)

- [Joh87] JOHNSON, D. J.: Structure-property relationships in carbon fibres. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 20 (1987), Nr. 3, S. 286. <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/20/3/007>. – DOI 10.1088/0022-3727/20/3/007. – ISSN 00223727 (ISSN)
- [Jou47] JOULE, James P.: XVII. On the effects of magnetism upon the dimensions of iron and steel bars. In: *Philosophical Magazine Series 3* 30 (1847), Nr. 199, S. 76–87. <http://dx.doi.org/10.1080/14786444708645656>. – DOI 10.1080/14786444708645656. – ISSN 1941–5966
- [Kam12a] KAMMRATH, Waldemar: *Die Faser-Drehbank*. <http://www.vides-eventum.de/Faser-Drehbank/Faserdrehbank.html>.
Version: 15.10.2012
- [Kam12b] KAMMRATH, Waldemar ; MÄDER, Thomas (Hrsg.): *Erklärung für Drift der Kraftmessung am Einzelfaserzugmodul: E-Mail*. 19.12.2012
- [Kan91] KANDA, Yozo: Piezoresistance effect of silicon. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 28 (1991), Nr. 2, 83–91. [http://dx.doi.org/10.1016/0924-4247\(91\)85017-I](http://dx.doi.org/10.1016/0924-4247(91)85017-I). – DOI 10.1016/0924-4247(91)85017-I. – ISSN 0924–4247
- [KD00] KIM, S. T. ; DRAVID, V. P.: Focused ion beam sample preparation of continuous fibre-reinforced ceramic composite specimens for transmission electron microscopy. In: *Journal of Microscopy* 198 (2000), Nr. 2, S. 124–133. <http://dx.doi.org/10.1046/j.1365-2818.2000.00682.x>. – DOI 10.1046/j.1365-2818.2000.00682.x
- [KDP⁺97] KERSEY, A. D. ; DAVIS, M. A. ; PATRICK, H. J. ; LEBLANC, M. ; KOO, K. P. ; ASKINS, C. G. ; PUTNAM, M. A. ; FRIEBELE, E. J.: Fiber grating sensors. In: *Journal of Lightwave Technology* 15 (1997), Nr. 8, S. 1442–1463. <http://dx.doi.org/10.1109/50.618377>. – DOI 10.1109/50.618377. – ISSN 0733–8724
- [Kei07] KEITHLEY INSTRUMENTS, INC.: *Model 2100 6 1/2-Digit Resolution Digital Multimeter: User's Manual: 2100-900-01 Rev. B / July 2007*. 10.07.2007
- [Ker00] KERSEY, A. D.: Optical fiber sensors for permanent downwell monitoring applications in the oil and gas industry. In: *IEICE TRANSACTIONS ON ELECTRONICS E SERIES C* 83 (2000), Nr. 3, S. 400–404. – ISSN 0916–8524
- [Kes05] KESTER, Walt: Strain-Gage Based Measurements. In: WILSON, Jon S. (Hrsg.): *Sensor technology handbook*. Amsterdam and Boston and Norwich and NY : Elsevier [Orig.-Prod.] and Knovel [Online-Anbieter] and Newnes, 2005. – ISBN 978–0–7506–7729–5, S. 511–521
- [KET07] KROLL, Lothar ; ELSNER, Holg ; TRÖLTZSCH, Jürgen: Integration textiltchnisch hergestellter Drahtsensoren in Hochleistungsverbundbauteile für die Großserie. In: *11. Chemnitzer Textiltechnik-Tagung*. Chemnitz, 2007

- [KH04] KORNMANN, X. ; HUBER, C.: Microstructure and mechanical properties of PZT fibres. In: *Journal of the European Ceramic Society* 24 (2004), Nr. 7, 1987–1991. [http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219\(03\)00364-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219(03)00364-9). – DOI 10.1016/S0955-2219(03)00364-9. – ISSN 0955-2219
- [KHK11] KOWTSCH, Cornelia ; HOFFMANN, Gerald ; KLEICKE, Roland: Gewebte Halbzeuge und Webtechniken. In: CHERIF, Chokri (Hrsg.): *Textile Werkstoffe für den Leichtbau: Techniken- Verfahren- Materialien- Eigenschaften*. Springer, 2011. – ISBN 9783642179914
- [Kit06] KITTEL, Charles: *Einführung in die Festkörperphysik*. 14. München [u.a.] : Oldenbourg, 2006. – ISBN 3486577239
- [KK99] Schutzrecht DE19739331 (1999). KERN, Heinrich ; KRÜGER, Horst G. (Erfinder); Technische Universität Ilmenau (Anmelder).
- [KMR08] KÜPFMÜLLER, Karl ; MATHIS, Wolfgang ; REIBIGER, Albrecht: *Theoretische Elektrotechnik: Eine Einführung*. 18. Berlin and Heidelberg : Springer, 2008 (Springer-Lehrbuch). <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-78590-3>. <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-78590-3>. – ISBN 3540785892
- [Knu60] Schutzrecht US3088188 (04.01.1960). KNUDSEN, J. P. (Erfinder).
- [KS91] KRUCINSKA, I. ; STYPKA, T.: Direct measurement of the axial poisson's ratio of single carbon fibres. In: *Composites Science and Technology* 41 (1991), Nr. 1, S. 1–12. – ISSN 0266-3538
- [KS08] KARTHIK, T. ; SINGH, R.: Micro electro mechanical systems based sensors for non destructive evaluation. In: XIE, Yie-Min (Hrsg.) ; PATNAIKUNI, I. (Hrsg.): *Proceedings of the Fourth International structural engineering and construction conference (ISEC-4), Melbourne, Australia, 26-28 September, 2007* Bd. 2. London [etc.] : Taylor & Francis, 2008. – ISBN 9780415457552, S. 1121–1127
- [Kun04] KUNTZ, Julian: *Einfluss von Fadenführungsparametern auf die Schädigung von Carbonfaserrovings: Influence of thread guidance parameters on the deterioration of carbon fibre rovings*. Stuttgart, Universität Stuttgart, Diss., 2004. http://www.rauschert-tk.de/cms/upload/pdf/studienarbeit_carbonfaserrovings.pdf
- [Lag09] LAGOUDAS, D.: Multifunctional Materials as Actuators for Aerospace Applications: Materials, Modeling and Integration Issues. In: BANKS, W. M. (Hrsg.): *17th International Conference on Composite Materials, 2009*
- [Lao11] LAOURINE, Ezzeddine: Geflochtene Halbzeuge und Flechttechniken. In: CHERIF, Chokri (Hrsg.): *Textile Werkstoffe für den Leichtbau: Techniken- Verfahren- Materialien- Eigenschaften*. Springer, 2011. – ISBN 9783642179914
- [LBFG00] Schutzrecht US6049956 (2000). LIFKE, Joseph L. ; BUSSELLE, Lincoln D. ; FINLEY, Dana J. ; GORDON, Brent W. (Erfinder); Adherent Technologies, Inc. (Anmelder).

-
- [LC02] LIN, Mark ; CHANG, Fu-Kuo: The manufacture of composite structures with a built-in network of piezoceramics. In: *Composites Science and Technology* 62 (2002), Nr. 7-8, 919–939. [http://dx.doi.org/10.1016/S0266-3538\(02\)00007-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00007-6). – DOI 10.1016/S0266-3538(02)00007-6. – ISSN 0266-3538
- [LCD⁺06] LEKAKOU, C. ; COOK, S. ; DENG, Y. ; ANG, T. W. ; REED, G. T.: Optical fibre sensor for monitoring flow and resin curing in composites manufacturing. In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 37 (2006), Nr. 6 SPEC. ISS., S. 934–938. – ISSN 1359-835X
- [Lee55] LEE, E. W.: Magnetostriction and Magnetomechanical Effects. In: *Reports on Progress in Physics* 18 (1955), Nr. 1, S. 184–229. <http://dx.doi.org/10.1088/0034-4885/18/1/305>. – DOI 10.1088/0034-4885/18/1/305. – ISSN 00344885
- [Lin12] LINDNER, Eric: *Erzeugung und Eigenschaften hoch-temperaturstabiler Faser-Bragg-Gitter*. Jena, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Diss., 27.05.2012. <http://www.db-thueringen.de/servlets/DerivateServlet/Derivate-25733/Diss/Lindner.pdf>
- [LNGF07] LANGFORD, R. M. ; NELLEN, P. M. ; GIERAK, J. ; FU, Y.: Focused ion beam micro- and nanoengineering. In: *MRS Bull* 32 (2007), S. 417–423
- [Lov83] LOVINGER, A. J.: Ferroelectric Polymers. In: *Science* 220 (1983), Nr. 4602, 1115–1121. <http://dx.doi.org/10.1126/science.220.4602.1115>. – DOI 10.1126/science.220.4602.1115
- [Lüd12] LÜDICKE, Ralph: *Abscheidung von Siliciumnitrid-Schichten (Si₃N₄)*. <https://www.crystec.com/kllnitrd.htm>. Version: 20.06.2012
- [LZ08] LIN, Y. C. ; ZHONG, Jue: A review of the influencing factors on anisotropic conductive adhesives joining technology in electrical applications. In: *Journal of Materials Science* 43 (2008), Nr. 9, S. 3072–3093
- [Mäd05] MÄDER, Thomas: *Strukturuntersuchung von Kohlenstofffasern*. Chemnitz, Technische Universität Chemnitz, Projektarbeit, 2005
- [Mar72] MARTIN, Richard M.: Piezoelectricity. In: *Physical Review B* 5 (1972), Nr. 4, S. 1607–1613. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.5.1607>. – DOI 10.1103/PhysRevB.5.1607
- [Mat09] MATSUZAKI, Ryosuke: Damage sensing carbon fibre composites based on electrical resistance. In: BANKS, W. M. (Hrsg.): *17th International Conference on Composite Materials*, 2009
- [MCHR12] MATZIES, Th ; CHRISTNER, C. ; HOROSCHENKOFF, Alexander ; RAPP, H.: Carbon fibre sensor meshes: Simulation and experiment: Proceedings of the 21st International Workshop on Computational Mechanics of Materials (IWCMM 21). In: *Computational Materials Science* 64 (2012), Nr. 0, 122–125. <http://dx.doi.org/10.1016/j.commatsci.2012.05.070>. – DOI 10.1016/j.commatsci.2012.05.070. – ISSN 0927-0256

- [MD69] MOVCHAN, B. A. ; DEMCHISHIN, A. V.: Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminium oxide and zirconium dioxide. In: *Fiz Metallov i Metall-oved* 28 (1969), Nr. 4, 653–660. <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0014612979&partnerID=40&md5=ca5f870c9ebfbe50329d0d3a31e272cf>
- [ME89] MARSH, Harry ; EDWARDS, Ian A. S.: *Introduction to carbon science*. London : Butterworths, 1989. – ISBN 0–408–03837–3
- [ME96] MCHUGH, J. J. ; EDIE, D. D.: The orientation of mesophase pitch during fully developed channel flow. In: *Carbon* 34 (1996), Nr. 11, S. 1315–1322. [http://dx.doi.org/10.1016/S0008-6223\(96\)00077-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-6223(96)00077-2). – DOI 10.1016/S0008-6223(96)00077-2. – ISSN 0008–6223
- [Mei08] MEILHAUS ELECTRONIC GMBH: *RedLab 3114 - Analoges USB-Ausgabegerät: Bedienungsanleitung*. http://www.meilhaus.org/downloadserver/redlab/manual/RedLab%203114_de.pdf. Version: 1.2, 2008 (Handbuch RedLab Serie)
- [Mic04] MICHAUD, Veronique J.: Can shape memory alloy composites be smart? In: *Scripta Materialia* 50 (2004), Nr. 2, 249–253. <http://144.206.159.178/FT/940/199032/5075192.pdf>. – ISSN 1359–6462
- [Mit00] MITCHELL, Kyle: Distributed computing and sensing for structural health monitoring systems. In: *Proceedings of the SPIE* Bd. 3990, 2000, S. 156–166
- [MKA⁺05] MUCHA, Herbert ; KATO, T. ; ARAI, S. ; SAKA, H. ; KURODA, K. ; WIELAGE, Bernhard: Focused ion beam preparation techniques dedicated for the fabrication of TEM lamellae of fibre-reinforced composites. In: *J. Electron Microsc.* 54 (2005), Nr. 1, S. 43–49. <http://dx.doi.org/10.1093/jmicro/dfh102>. – DOI 10.1093/jmicro/dfh102. – ISSN 00220744 (ISSN)
- [MNSW12] MÄDER, Thomas ; NESTLER, Daisy ; SCHEFFLER, Susann ; WIELAGE, Bernhard: Verfahren zur Vereinzelung von Kohlenstofffasern aus Rovings. In: WIELAGE, Bernhard (Hrsg.): *Tagungsband zum 15. Werkstofftechnischen Kolloquium* Bd. 47. Chemnitz, 2012. – ISBN 9783000393587
- [Mro52] MROZOWSKI, S.: Semiconductivity and Diamagnetism of Polycrystalline Graphite and Condensed Ring Systems. In: *Physical Review* 85 (1952), Nr. 4, S. 609–620
- [MT06] MATSUZAKI, Ryosuke ; TODOROKI, Akira: Wireless detection of internal delamination cracks in CFRP laminates using oscillating frequency changes. In: *Composites Science and Technology* 66 (2006), Nr. 3-4, 407–416. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.07.016>. – DOI 10.1016/j.compscitech.2005.07.016. – ISSN 0266–3538
- [MTS13] MTS SENSOR TECHNOLOGIE GMBH & CO. KG: *Tempsonics: Absolute, berührungslose Positionssensoren*. 2013

-
- [MV92] Schutzrecht US5094883 (1992). MUZZY, John D. ; VARUGHESE, Babu (Erfinder); Georgia Tech Research Corporation (Anmelder).
- [MYT⁺96] MOCHIDA, I. ; YOON, S.-H ; TAKANO, N. ; FORTIN, F. ; KORAI, Y. ; YOKOGAWA, K.: Microstructure of mesophase pitch-based carbon fiber and its control. In: *Carbon* 34 (1996), Nr. 8, S. 941–956. [http://dx.doi.org/10.1016/0008-6223\(95\)00172-7](http://dx.doi.org/10.1016/0008-6223(95)00172-7). – DOI 10.1016/0008-6223(95)00172-7. – ISSN 00086223
- [Nat89] NATIONAL TRANSPORTATION SAFETY BOARD BUREAU OF ACCIDENT INVESTIGATION WASHINGTON, D.C. 20594: *Flight 243, Boeing 737-200, N73711, near Maui Hawaii, April 28, 1988*. 14.06.1989
- [Nat12] NATIONAL INSTITUTES OF HEALTH: *ImageJ: Image Processing and Analysis in Java*. <http://rsb.info.nih.gov/ij/>. Version: 04.11.2012
- [Nip03a] NIPPON GRAPHITE FIBER CORPORATION: *Granoc Yarn, YS-A series Datasheet, Pitch Based Carbon Fibre*. <http://www31.ocn.ne.jp/~ngf/english/product/pl.htm>. Version: 2003
- [Nip03b] NIPPON GRAPHITE FIBER CORPORATION: *Granoc Yarn, YSH-A series Datasheet, Pitch Based Carbon Fibre*. <http://www31.ocn.ne.jp/~ngf/english/product/pl.htm>. Version: 2003
- [OC75] OLSON, G. ; COHEN, Morris: Kinetics of strain-induced martensitic nucleation. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 6 (1975), Nr. 3, S. 791–795
- [Ohl] OHLE, Martina: *Kunststoff überwacht sich selbst*. http://www.ifam.fraunhofer.de/presse/2010/presstext_2010_leitender-kunststoff.pdf
- [OI00] OZBEK, S. ; ISAAC, D. H.: Strain-induced density changes in PAN-based carbon fibres. In: *Carbon* 38 (2000), Nr. 14, S. 2007–2016. [http://dx.doi.org/10.1016/S0008-6223\(00\)00060-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-6223(00)00060-9). – DOI 10.1016/S0008-6223(00)00060-9. – ISSN 0008-6223
- [Ows70] OWSTON, C. N.: Electrical properties of single carbon fibres. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 3 (1970), Nr. 11, S. 1615–1626. – ISSN 00223727 (ISSN)
- [PEE93] Schutzrecht US5200620 (1993). PERITT, Jonathan M. ; EVERETT, Richard ; EDELSTEIN, Alan (Erfinder); The United States of America as represented by the Secretary of the Navy (Anmelder).
- [Pet11] PETERMANN, K.: *Einführung in die optische Nachrichtentechnik*. Berlin, TU Berlin, Diss., 26.08.2011. <http://www.hft.tu-berlin.de/fileadmin/fg154/ONT/Skript/TECH.pdf>
- [PI 07] PI CERAMIC GMBH: *PI Ceramic Catalog: DuraAct Piezocomposite Transducers; Piezoelectric Patch Transducers; energy harvesting, structural health monitoring, adaptronics, commercial applications; aerospace, automotive, machinery; equipment, building and structures, Smart Materials; P-876; P876*. 2007

- [PJW⁺10] PARK, Joung-Man ; JANG, Jung-Hoon ; WANG, Zuo-Jia ; KWON, Dong-Jun ; DEVRIES, K. L.: Self-sensing of carbon fiber/carbon nanofiber-epoxy composites with two different nanofiber aspect ratios investigated by electrical resistance and wettability measurements. In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 41 (2010), Nr. 11, 1702–1711. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.08.005>. – DOI 10.1016/j.compositesa.2010.08.005. – ISSN 1359–835X
- [Plia] PLIETH, Joscha: *Faser-Zugmodul: Zugversuche im Mikro-N-Bereich*. <http://www.kammrath-weiss.com/de/produkte/material/faser-zug-modul.html>
- [Plib] PLIETH, Joscha: *Zug-/Druckmodul 5kN*. <http://www.kammrath-weiss.com/de/produkte/material/zug-druck-modul.html>
- [Pol12] POLYTEC PT GMBH: *Datenblatt Resbond 907: Hochtemperaturklebstoff auf Glimmerbasis*. Waldbronn, 30.11.2012
- [PP11] PIMENTA, S. ; PINHO, S. T.: Recycling carbon fibre reinforced polymers for structural applications: Technology review and market outlook. In: *Waste Management* 31 (2011), 378–392. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2010.09.019>. – DOI 10.1016/j.wasman.2010.09.019
- [RE96] ROBINSON, K. E. ; EDIE, D. D.: Microstructure and texture of pitch-based ribbon fibers for thermal management. In: *Carbon* 34 (1996), Nr. 1, 13–36. <http://www.scopus.com/scopus/inward/record.url?eid=2-s2.0-0029774980&partnerID=40&rel=R6.5.0>. – ISSN 0008–6223
- [Rei79] REINBERG, Alan R.: Plasma deposition of inorganic silicon containing films. In: *Journal of Electronic Materials* 8 (1979), Nr. 3, S. 345–375. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02655633>. – DOI 10.1007/BF02655633. – ISSN 0361–5235
- [RHB⁺04] ROUQUETTE, J. ; HAINES, J. ; BORNAND, V. ; PINTARD, M. ; PAPET, Ph ; BOUSQUET, C. ; KONCZEWICZ, L. ; GORELLI, F. ; HULL, S.: Pressure tuning of the morphotropic phase boundary in piezoelectric lead zirconate titanate. In: *Physical Review B* 70 (2004), Nr. 1. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.70.014108>. – DOI 10.1103/PhysRevB.70.014108
- [Rhe07] RHEINISCH-WESTFÄLISCHE TECHNISCHE HOCHSCHULE AACHEN: *Sputterdeposition*. <http://www.physik.rwth-aachen.de/institute/institut-ia/forschung/sputterdeposition/>. Version: 2007
- [RK08] ROTHS, Johannes ; KRATZER, Peter: Vergleich zwischen optischen Faser-Bragg-Gitter-Dehnungssensoren und elektrischen Dehnungsmessstreifen Intercomparison of Optical FBG-based Strain Sensors and Resistive Strain Gages. In: *tm - Technisches Messen* 75 (2008), Nr. 12, S. 647–654. <http://dx.doi.org/10.1524/teme.2008.0903>. – DOI 10.1524/teme.2008.0903. – ISSN 0171–8096

-
- [Rot11] ROTHHARDT, Manfred: *Passive Fasermodule* - www.ipht-jena.de. <http://www.ipht-jena.de/forschungseinheiten/forschungsabteilungen/faseroptik/passive-fasermodule.html>. Version: 10.01.2011
- [SA06] SALVIA, Michelle ; ABRY, Jean-Christophe: SHM Using Electrical Resistance. In: BALAGEAS, Daniel L. (Hrsg.) ; FRITZEN, Claus-Peter (Hrsg.) ; GÜEMES, Alfredo (Hrsg.): *Structural health monitoring*. London : ISTE, 2006. – ISBN 9781905209019, S. 379–409
- [Sat99] SATPATHI, Debashis: Development of a PVDF film sensor for infrastructure monitoring. In: LIU, S.-C (Hrsg.): *Proceedings of SPIE 1999* Bd. 3671. 01.03.1999, 1999, S. 90–99
- [Sch02] SCHULTE, K.: Sensing with carbon fibres in polymer composites. In: *Mater. Sci. Res. Int.* 8 (2002), Nr. 2, S. 43–52. – ISSN 13411683 (ISSN)
- [Sch12] SCHÄFER, Andreas: *Werkstoffwissenschaftliche Untersuchung zur Bildung und Wachstum von Martensit in NiTi-Formgedächtnislegierungen unter Spannung*. Bochum, Ruhr-Universität Bochum, Diss., 13.01.2012. <http://www-brs.ub.ruhr-uni-bochum.de/netahtml/HSS/Diss/SchaeferAndreas/diss.pdf>
- [SFH⁺04] SOHN, Hoon ; FARRAR, Charles R. ; HEMEZ, Francois M. ; SHUNK, Devin D. ; STINEMATES, Daniel W. ; NADLER, Brett R. ; CZARNECKI, Jerry J.: *A Review of Structural Health Monitoring Literature: 1996–2001*. 2004 (Los Alamos National Laboratory Report)
- [SHB⁺01] STEINHAUSEN, R. ; HAUKE, T. ; BEIGE, H. ; WATZKA, W. ; LANGE, U. ; SPORN, D. ; GEBHARDT, S. ; SCHÖNECKER, A.: Properties of fine scale piezoelectric PZT fibers with different Zr content. In: *Journal of the European Ceramic Society* 21 (2001), Nr. 10–11, 1459–1462. [http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219\(01\)00041-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219(01)00041-3). – DOI 10.1016/S0955-2219(01)00041-3. – ISSN 0955-2219
- [SKMR98] STRASER, E. G. ; KIREMIDJIAN, A. S. ; MENG, T. H. ; REDLEFSEN, L.: A modular, wireless network platform for monitoring structures. In: WICKS, Alfred L. (Hrsg.) ; DEMICHELE, Dominick J. (Hrsg.): *Proceedings of the 16th International Modal Analysis Conference* Bd. 3243. Bethel and Conn. and USA : Society for Experimental Mechanics, 1998. – ISBN 0-912053-59-3, S. 450–456
- [Sko02] SKONTORP, A.: Composites with embedded optical fibers at structural details with inherent stress concentrations. In: *J Compos Mater* 36 (2002), Nr. 22, S. 2501–2515. – ISSN 00219983 (ISSN)
- [Sma11] SMART FIBRES LIMITED: *Fiber Bragg Grating (FBG) Sensors from Smart Fibres: SMART FIBRES*. <http://www.smartfibres.com/FBG-sensors>. Version: 2011

- [SMB⁺98] STALMANS, R. ; MICHAUD, Veronique ; BIDAUX, J.-E ; GOTTHARDT, Rolf ; MÅNSON, J.-A E.: Adaptive composites with embedded shape memory alloy wires. In: *Proc. 4th European Conference on Smart Structures and Materials*, 1998
- [Smi54] SMITH, Charles: Piezoresistance Effect in Germanium and Silicon. In: *Physical Review* 94 (1954), Nr. 1, 42–49. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRev.94.42>. – DOI 10.1103/PhysRev.94.42. – ISSN 0031–899X
- [SNSB04] SCHLOTTERMÜLLER, M. ; NEITZEL, Manfred ; SCHLEDJEWSKI, R. ; BERESHEIM, Guido: Wickel- und Legetechnik. In: NEITZEL, Manfred (Hrsg.) ; BERESHEIM, Guido (Hrsg.): *Handbuch Verbundwerkstoffe*. München and Wien : Hanser, 2004. – ISBN 3–446–22041–0, S. 243–270
- [SO09] SCHUMANN, Herrmann ; OETTEL, Heinrich: *Metallografie*. 14. Aufl., 3. Nachdr. Weinheim : Wiley-VCH, 2009. – ISBN 3–527–30679–X
- [SOY⁺11] SHTEIN, Max ; O’CONNOR, B. ; YADAV, A. ; PIPE, K. ; MORRIS, S.E ; BAYRAM, Y. ; VOLAKIS, J. ; BISWAS, S.: Novel device architectures for enabling energy harvesting, lighting, and communications functionalities in composites. In: LEE, Wo I. (Hrsg.): *18th International Conference on Composite Materials*, 2011
- [ŠS00] ŠITTNER, P. ; STALMANS, R.: Developing hybrid polymer composites with embedded shape-memory alloy wires. In: *JOM* 52 (2000), Nr. 10, S. 15–20. <http://dx.doi.org/10.1007/s11837-000-0077-1>. – DOI 10.1007/s11837-000-0077-1. – ISSN 1047–4838
- [SSH92] SANDER, Peter ; STUCKY, Wolffried ; HERSCHEL, Rudolf: *Automaten, Sprachen, Berechenbarkeit*. Stuttgart : Teubner, 1992 <http://www.worldcat.org/oclc/75248502>. – ISBN 3–519–02937–5
- [Sta10] STAMPF, Olaf: Kaulquappe der Lüfte: Wie fliegen wir im Jahr 2050? Ingenieure von Airbus schmieden Pläne für das Flugzeug der Zukunft. In: *Spiegel* (13.09.2010), Nr. 37
- [Sta13] STARK, Yuliya: *Abtragsverhalten von Einkristallen und Strukturierung von Siliziumnitrid-Membranen mittels Fokussiertem Ionenstrahl*. Hamburg, Universität Hamburg, Diss., 2013. <http://ediss.sub.uni-hamburg.de/volltexte/2013/6238>
- [Ste96] STEARNS, Thomas H.: *Flexible printed circuitry*. New York [etc.] : McGraw-Hill Professional, 1996. – ISBN 0070610320
- [SVGK83] SPAIN, I. L. ; VOLIN, K. J. ; GOLDBERG, H. A. ; KALNIN, I.: Electronic properties of pan-based carbon fibers—I: Experiment and comparison with properties of bulk carbons. In: *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 44 (1983), Nr. 8, 839–849. [http://dx.doi.org/10.1016/0022-3697\(83\)90018-5](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3697(83)90018-5). – DOI 10.1016/0022–3697(83)90018–5. – ISSN 0022–3697
- [SWS⁺11] STEINMANN, W. ; WALTER, S. ; SEIDE, G. ; GRIES, T. ; ROTH, G. ; SCHUBNELL, M.: Structure, properties, and phase transitions of melt-spun poly(vinylidene fluoride) fibers. In: *Journal of Applied Polymer Science* 120 (2011), Nr. 1, 21–35.

<http://dx.doi.org/10.1002/app.33087>. – DOI 10.1002/app.33087. – ISSN 1097-4628

- [SYL06] SU, Zhongqing ; YE, Lin ; LU, Ye: Guided Lamb waves for identification of damage in composite structures: A review. In: *Journal of Sound and Vibration* 295 (2006), Nr. 3-5, 753–780. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jsv.2006.01.020>. – DOI 10.1016/j.jsv.2006.01.020. – ISSN 0022-460X
- [Tam82] TAMURA, I.: Deformation-Induced Martensitic Transformation and Transformation-Induced Plasticity in Steels. In: *Metal Science* 16 (1982), Nr. 5, S. 245–253
- [Tap11] TAPTIMTHONG, Piriya ; MÄDER, Thomas (Hrsg.): *REM pictures of samples and update of C-Faser logbook: E-Mail*. 25.10.2011
- [Tap12] TAPTIMTHONG, Piriya ; MÄDER, Thomas (Hrsg.): *Production of magnetoelastic sensors: E-Mail*. 27.02.2012
- [TEU+01] TAKAHASHI, Seiki ; ECHIGOYA, Junichi ; UEDA, Terushige ; LI, Xingguo ; HATAFUKU, Hiroshi: Martensitic transformation due to plastic deformation and magnetic properties in SUS 304 stainless steel. In: *Journal of Materials Processing Technology* 108 (2001), Nr. 2, S. 213–216. – ISSN 0924-0136
- [Thi07] THIEDE, Maik: *Untersuchung der Einflüsse von interlaminaar eingebrachten Folien und Drähten auf das mechanische Verhalten von CFK-Verbundwerkstoffen*. Chemnitz, TU Chemnitz, Diplomarbeit, 07.12.2007
- [THL92] THAN, E. ; HOFMANN, A. ; LEONHARDT, Gunter: Surface composition and structure of fibres for composite materials studied by means of XPS and AES. In: *Vacuum* 43 (1992), Nr. 5-7, S. 485–487. – ISSN 0042-207X
- [Tho74] THORNTON, J. A.: Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings. In: *Journal of Vacuum Science and Technology* 11 (1974), 666. <http://dx.doi.org/10.1116/1.1312732>. – DOI 10.1116/1.1312732
- [Tho75] THORNTON, John A.: Influence of substrate temperature and deposition rate on structure of thick sputtered Cu coatings. In: *Journal of Vacuum Science and Technology* 12 (1975), Nr. 4, S. 830–835. <http://dx.doi.org/10.1116/1.568682>. – DOI 10.1116/1.568682
- [TKO98] TAYA, M. ; KIM, W. J. ; ONO, K.: Piezoresistivity of a short fiber/elastomer matrix composite. In: *Mechanics of Materials* 28 (1998), Nr. 1–4, 53–59. [http://dx.doi.org/10.1016/S0167-6636\(97\)00064-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0167-6636(97)00064-1). – DOI 10.1016/S0167-6636(97)00064-1. – ISSN 0167-6636
- [TKST04] TSUTSUI, Hiroaki ; KAWAMATA, Akioand ; SANDA, Tomio ; TAKEDA, Nobuo: Detection of impact damage of stiffened composite panels using embedded small-diameter optical fibers. In: *Smart Materials and Structures* 13 (2004), Nr. 6, 1284–1290. <http://dx.doi.org/10.1088/0964-1726/13/6/002>. – DOI 10.1088/0964-1726/13/6/002. – ISSN 0964-1726

- [Tod00] TODOROKI, Akira: Health Monitoring System via Ethernet and JAVA with Distributed Sensors and CCD Cameras. In: CHANG, Fu-Kuo (Hrsg.): *Structural health monitoring*. Boca Raton and Fla. [u.a.] : CRC Press, 2000. – ISBN 978–1566768818
- [Toh11a] TOHO TENAX EUROPE GMBH: *Produktprogramm und Eigenschaften für Tenax HTA Filamentgarn*. http://www.tohotenax-eu.com/fileadmin/tohotenax/downloads/Produkte/Technische%20Datenblaetter/HTA_dt_2011-04.pdf. Version: 2011
- [Toh11b] TOHO TENAX EUROPE GMBH: *Produktprogramm und Eigenschaften für Tenax HTS Filamentgarn*. http://www.tohotenax-eu.com/fileadmin/tohotenax/downloads/Produkte/Technische%20Datenblaetter/HTA_dt_2011-04.pdf. Version: 2011
- [Tor05] TORAY INDUSTRIES INC.: *Torayca Carbon Fiber, Fiber Data Sheet*. http://www.torayca.com/en/properties/report_eng01_2.html. Version: 2005
- [TOT71] TAKEDA, S. ; OKABE, Y. ; TAKEDA, N.: Delamination detection in CFRP laminates with embedded small-diameter fiber Bragg grating sensors. In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 33 (2002/7/1), Nr. 7, 971–980. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-835X\(02\)00036-2](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-835X(02)00036-2). – DOI 10.1016/S1359-835X(02)00036-2. – ISSN 1359-835X
- [TSH⁺10] TODOROKI, Akira ; SAMEJIMA, Yuusuke ; HIRANO, Yoshiyasu ; MATSUZAKI, Ryosuke ; MIZUTANI, Yoshihiro: Electrical Resistance Change of Thick CFRP Laminate for Self-Sensing. In: *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering* 4 (2010), Nr. 6, S. 658–668. <http://dx.doi.org/10.1299/jmmp.4.658>. – DOI 10.1299/jmmp.4.658. – ISSN 1880-9871
- [TTUT04] TSUDA, Hiroshi ; TOYAMA, Nobuyuki ; URABE, Kei ; TAKATSUBO, Junji: Impact damage detection in CFRP using fiber Bragg gratings. In: *Smart Materials and Structures* 13 (2004), Nr. 4, 719–724. <http://dx.doi.org/10.1088/0964-1726/13/4/009>. – DOI 10.1088/0964-1726/13/4/009. – ISSN 0964-1726
- [Ul07] ULBRICHT, Clemens: *Gewinnung einer einzelnen Kohlefaser aus einem Faserbündel*. Chemnitz, TU Chemnitz, Studienarbeit, 21.12.2007
- [Ver03] VERBRUGGEN, T.W.: *Wind Turbine Operation & Maintenance based on Condition Monitoring WT_OMEGA*. <http://www.ecn.nl/docs/library/report/2003/c03047.pdf>. Version: 04.07.2003
- [Vil65] VILLARI, Emilio: Über die Änderungen des magnetischen Moments, welche der Zug und das Hindurchleiten eines galvanischen Stroms in einem Stabe von Stahl oder Eisen hervorbringen. In: *Annalen der Physik und Chemie* 202 (1865), Nr. 9, S. 87–122. <http://dx.doi.org/10.1002/andp.18652020906>. – DOI 10.1002/andp.18652020906. – ISSN 00033804

-
- [Vol09] VOLAKIS, J.: Structurally Embedded Carbon Nanotube/Fiber Antennas for Composite Airframes. In: BANKS, W. M. (Hrsg.): *17th International Conference on Composite Materials*, 2009
- [VV05] VERIJENKO, B. ; VERIJENKO, V.: A new structural health monitoring system for composite laminates: Fifth International Conference on Composite Science and Technology ICCST/5 Fifth International Conference on Composite Science and Technology. In: *Composite Structures* 71 (2005), Nr. 3-4, 315–319. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2005.09.024>. – DOI 10.1016/j.compstruct.2005.09.024. – ISSN 0263–8223
- [VV06] VERIJENKO, B. ; VERIJENKO, V.: The use of strain memory alloys in structural health monitoring systems. In: *Composite Structures* 76 (2006), Nr. 1-2, S. 190–196. – ISSN 0263–8223
- [WDB04] WORDEN, K. ; DULIEU-BARTON, J. M.: An Overview of Intelligent Fault Detection in Systems and Structures. In: *Structural Health Monitoring* 3 (2004), Nr. 1, 85–98. <http://dx.doi.org/10.1177/1475921704041866>. – DOI 10.1177/1475921704041866
- [WE06] WILLSCH, Reinhardt ; ECKE, Wolfgang: *Optische Fasersensorsysteme für die strukturintegrierte Überwachung technischer Anlagen*. http://www.leibniz-institut.de/cms/pdf/Willsch-Optische_Fasersensorsysteme_fuer_die_strukturintegrie.pdf.
Version: 16.11.2006 (Leibniz-Konferenz "Sensorsysteme")
- [Wei13] WEISSGERBER, Wilfried: *Elektrotechnik für Ingenieure 2: Wechselstromtechnik, Ortskurven, Transformator, Mehrphasensysteme. Ein Lehr- und Arbeitsbuch für das Grundstudium*. 8., durchges. Aufl. 2013. Wiesbaden : Springer Vieweg, 2013 <http://www.worldcat.org/oclc/297545224>. – ISBN 978–3–8348–2072–3
- [WFC99] WANG, Xiaojun ; FU, Xuli ; CHUNG, D. D. L.: Strain sensing using carbon fiber. In: *Journal of Materials Research* 14 (1999), Nr. 03, 790–802. <http://dx.doi.org/10.1557/JMR.1999.0105>. – DOI 10.1557/JMR.1999.0105. – ISSN 0884–2914
- [Wik] WIKIMEDIA FOUNDATION INC.: *File:Principe FIB.jpg: From Wikipedia, the free encyclopedia*. http://en.wikipedia.org/wiki/File:Principe_FIB.jpg
- [Wik11] WIKIMEDIA FOUNDATION INC. ; WIKIMEDIA FOUNDATION INC. (Hrsg.): *Defekt – Wiktionary*. <http://de.wiktionary.org/wiki/Defekt>.
Version: 05.03.2011
- [Wil10] WILL, Christian: *Sensorik bei der Otto Bock HealthCare GmbH – Technologie für Funktionalität und Sicherheit*. Duderstadt, 28.10.2010
- [WLH] Schutzrecht US2002189372 (. WALLIN, Christer ; LING, Hans ; HASSEL LARS (Erfinder); Wallin, Christer; Ling, Hans; Hassel Lars; ABB AB (Anmelder).

- [WMW⁺09] WIELAGE, Bernhard ; MÄDER, Thomas ; WEBER, Daisy ; GATZEN, Hans-Heinrich ; BELSKI, Alexander: Analyses of Sensor Films on a Carbon Fibre. In: BANKS, W. M. (Hrsg.): *17th International Conference on Composite Materials*, 2009
- [WMWM08a] WIELAGE, Bernhard ; MÄDER, Thomas ; WEBER, Daisy ; MUCHA, Herbert: Charakterisierung der Verbundschichten von magnetoelastischen Sensoren. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 39 (2008), Nr. 12, 947–950. <http://dx.doi.org/10.1002/mawe.200800394>. – DOI 10.1002/mawe.200800394. – ISSN 1521–4052
- [WMWM08b] WIELAGE, Bernhard ; MÄDER, Thomas ; WEBER, Daisy ; MUCHA, Herbert: Magnetoelastische Sensoren für die Überwachung von mechanischen Verformungen in Verbundwerkstoffen. In: WIELAGE, Bernhard (Hrsg.): *Beschichtungstechnik: 01. und 02. Oktober 2008 in Chemnitz* Bd. 31. Chemnitz : Eigenverlag, 2008 (Werkstoffe und werkstofftechnische Anwendungen). – ISBN 978–3–00–025648–6, S. 281–285
- [WO99] WAYMAN, Clarence M. (Hrsg.) ; OTSUKA, Kazuhiro (Hrsg.): *Shape memory materials*. 1. Cambridge and New York : Cambridge University Press, 1999 <http://catdir.loc.gov/catdir/samples/cam034/97036119.pdf>. – ISBN 0521663849
- [WR97] WANG, L. ; REY, A. D.: Pattern selection mechanism in mesophase carbon fibres. In: *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 5 (1997), Nr. 1, S. 67–77. <http://dx.doi.org/10.1088/0965-0393/5/1/005>. – DOI 10.1088/0965–0393/5/1/005
- [WSH⁺07] WAN, Jiehui ; SHU, Huihua ; HUANG, Shichu ; FIEBOR, Ben ; CHEN, I. ; PETRENKO, Valery A. ; CHIN, Bryan A.: Phage-based magnetoelastic wireless biosensors for detecting Bacillus anthracis spores. In: *IEEE sensors journal* 7 (2007), Nr. 3/4, S. 470. <http://dx.doi.org/10.1109/JSEN.2006.890135>. – DOI 10.1109/JSEN.2006.890135. – ISSN 1530–437X
- [WSS⁺96] WATZKA, W. ; SEIFERT, S. ; SCHOLZ, H. ; SPORN, D. ; SCHÖNECKER, A. ; SEFFNER, L.: Dielectric and ferroelectric properties of 1-3 composites containing thin PZT-fibers. Version: 1996. <http://dx.doi.org/10.1109/ISAF.1996.598042>. In: KULWICKI, B. M. (Hrsg.) ; AMIN, A. (Hrsg.) ; SAFARI, A. (Hrsg.): *Proceedings of 10th Int. Symp. Appl. Ferroel., ISAF '96*. 1996. – DOI 10.1109/ISAF.1996.598042, S. 569–572
- [WSSG11] WALTER, S. ; STEINMANN, W. ; SEIDE, G. ; GRIES, T.: Piezoelektrische PVDF-Filamente für die Schadensüberwachung in Faserverbundwerkstoffen: Herstellung, Eigenschaften und Möglichkeiten. In: WIELAGE, Bernhard (Hrsg.): *Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde* Bd. 41. Chemnitz : Eigenverlag, 2011. – ISBN 978–3–00–033801–4
- [WT95] WESTERMO, Bruce D. ; THOMPSON, Larry D.: Design and evaluation of passive and active structural health monitoring systems for bridges and buildings.

In: *Proc SPIE Int Soc Opt Eng* 2446 (1995), S. 37–46. – ISSN 0277786X (ISSN); 0819407194 (ISBN)

- [Wur98] WURM, Doris L.: *Einfluß einer Faserbeschichtung auf die Eigenschaften von kohlenstofflangfaserverstärkten Magnesiumlegierungen*. Erlangen, Universität Erlangen-Nürnberg, Diss., 11.05.1998
- [Yao07] YAO, Nan (Hrsg.): *Focused Ion Beam Systems: Basics and applications*. Cambridge : Cambridge University Press, 2007. – ISBN 0521831997
- [YLSM05] YE, L. ; LU, Y. ; SU, Z. ; MENG, G.: Functionalized composite structures for new generation airframes: A review. In: *Composites Science and Technology* 65 (2005), Nr. 9 SPEC. ISS., S. 1436–1446. – ISSN 0266–3538
- [ZS02] ZHOU, G. ; SIM, L. M.: Damage detection and assessment in fibre-reinforced composite structures with embedded fibre optic sensors-review. In: *Smart Materials and Structures* 11 (2002), Nr. 6, S. 925–939. <http://dx.doi.org/10.1088/0964-1726/11/6/314>. – DOI 10.1088/0964-1726/11/6/314. – ISSN 0964-1726
- [ZW08] ZHANG, Hao ; WU, Zhishen: Performance Evaluation of BOTDR-based Distributed Fiber Optic Sensors for Crack Monitoring. In: *Structural Health Monitoring* 7 (2008), Nr. 2, 143–156. <http://dx.doi.org/10.1177/1475921708089745>. – DOI 10.1177/1475921708089745

Anhang A

Charakterisierung der Antriebe der Faservereinzelung

A.1 Abwickelantrieb

Zur Aufzeichnung einer Messreihe zur Bestimmung der Abhängigkeit zwischen Steuerspannung und Abwickelgeschwindigkeit wurden definierte Steuerspannungen eingestellt. Die Ermittlung der jeweiligen Rotationsgeschwindigkeit erfolgte durch das Messen der Zeit die mehrere Spulenumläufe erfordern und eine entsprechende Berechnung. Das Verhältnis zwischen Steuerspannung zu Ausgangsspannung der Labornetzteile ist linear. Diagramm A.1 zeigt in der blauen Kurve diesen Verlauf. Die Rotation des Abwickelantriebs setzt erst ab einer am Motor anliegenden Spannung von 1 V ein. Die innere Reibung des Getriebes verhindert vermutlich geringe Rotationsgeschwindigkeiten mit niedrigen Spannungen. Ab der genannten Spannung beschreibt das Verhältnis zwischen Steuerspannung und Abwickelgeschwindigkeit einen linearen Verlauf. Dies kann im Diagramm A.1 an der roten Kurve nachverfolgt werden. Somit ergibt sich eine lineare Funktion (vgl. Formel A.1) für die Programmierung der Abwickelgeschwindigkeit mit U_{Steuer} als Steuerspannung in V und $v_{Abwickel}$ als Abwickelgeschwindigkeit in U/min. Die linear Näherung zur Ermittlung der folgenden Formel wurde mit Hilfe von Excel durchgeführt.

$$v_{Abwickel} = 5,1409 U_{Steuer} - 0,739 \quad (\text{A.1})$$

Abwickelgeschwindigkeiten unter einer Umdrehung pro Minute sind nicht realisierbar. Die Software ist so programmiert, dass Einstellungen in diesem Bereich immer eine Geschwindigkeit von einer Umdrehung pro Minute zur Folge haben.

A.2 Kreuzwickelantrieb

Der Spindelantrieb der Kreuzwicklung besitzt ein eigenes Steuergerät. Die Vorgabe der Verfahrgeschwindigkeit gegenüber diesem Gerät erfolgt ebenso auf analogem Weg über eine Spannung zwischen 0 V und 10 V. Wegen einer maximalen Strombelastbarkeit der Digital-Analog-Schnittstelle und einem erhöhten Strombedarf der Schaltung wird diese nicht direkt zur Steuerung der Kreuzwickelgeschwindigkeit genutzt. Die Ansteuerung erfolgt mit Hilfe

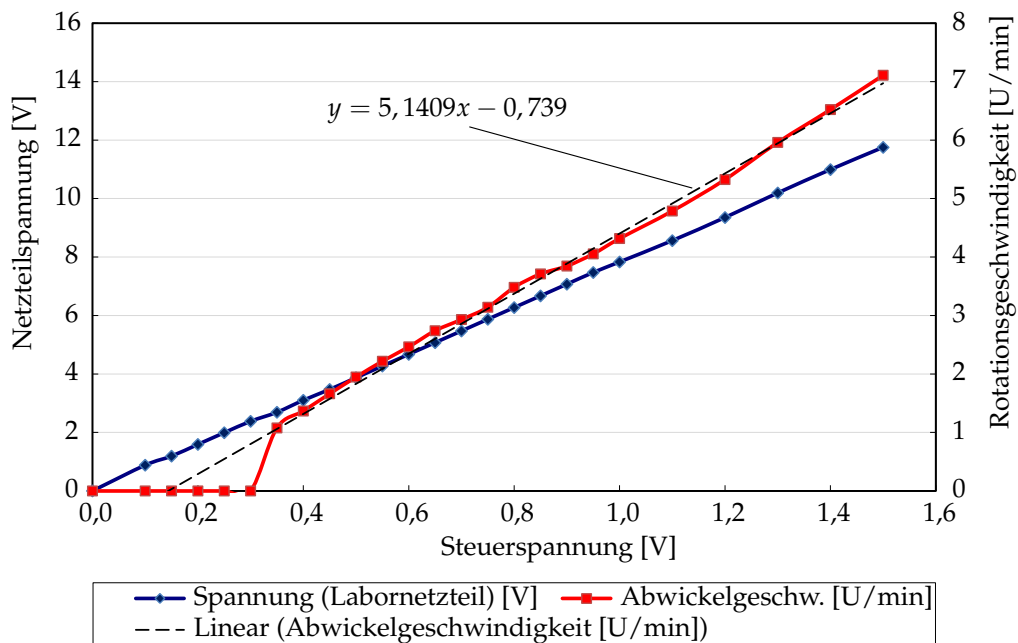


Abbildung A.1: Diagramm zur Darstellung der Abhängigkeit von Steuerspannung der Analog-Digital-Schnittstelle zur Ausgabespannung des Labornetzteils sowie das Verhältnis zur Abwickelgeschwindigkeit

der Ausgangsspannung eines Labornetzteils, welches von der benannten Schnittstelle geregelt wird. Die Verfahrgeschwindigkeit wurde in der Messreihe über die Messung der zum Verfahren einer festgelegten Distanz benötigten Zeit bestimmt.

Der Verlauf der Kreuzwickelgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Steuerspannung (rot) sowie der Verlauf des Spannungsverhältnisses (blau) ist in Diagramm A.2 dargestellt. Bei einer linearen Näherung des Kurvenverlaufs der Kreuzwickelgeschwindigkeit (hellblaue Kurve) ergibt sich ein mittlerer Fehler von 14,5%. Da dies eine sehr hohe Abweichung darstellt, wurde zusätzlich eine polynomiale Näherung durchgeführt. Mit einem Polynom dritter Potenz (grüne Kurve) beträgt die mittlere Abweichung der Funktion von den Daten der Messreihe lediglich 2,3%. Bei hohen Geschwindigkeiten ist diese Abweichung zudem geringer. Daher wird diese Funktion aus polynomialer Näherung für die Programmierung verwendet. Die entsprechende Funktion mit der Kreuzwickelgeschwindigkeit $v_{Kreuzwickel}$ und der Steuerspannung U_{Steuer} ist in Formel A.2 dargestellt.

$$v_{Kreuzwickel} = -5,9821 U_{Steuer}^3 + 11,525 U_{Steuer}^2 + 5,6201 U_{Steuer} \quad (A.2)$$

Das Offset der in Excel ermittelten Näherung wurde aufgrund der geringen Auswirkung gekürzt. Die maximale Verfahrgeschwindigkeit des Spindelantriebs beträgt 14 mm/s (vgl. Diagr. A.2).

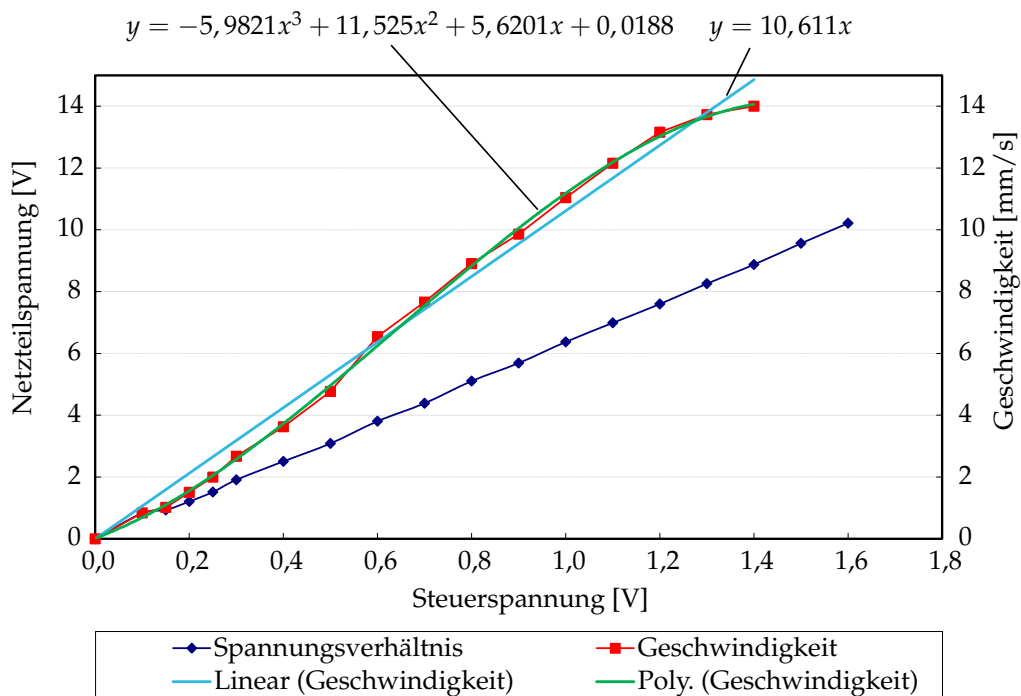


Abbildung A.2: Diagramm zur Darstellung der Abhängigkeit von Steuerspannung der Analog-Digital-Schnittstelle zur Ausgabespannung des Labornetzteils sowie dessen Verhältnis zur Geschwindigkeit der Translationsbewegung der Kreuzwicklung

A.3 Aufwickelantrieb

Die beiden Aufwickelantriebe werden ebenso durch analog steuerbare Labornetzteile mit Strom versorgt. Die Regelung dieser Antriebe erfolgt allerdings über die Vorgabe der Stromstärke. Diese ist beim elektrischen Antrieb direkt mit dem Motordrehmoment gekoppelt. Das Drehmoment wird bei der hier untersuchten Antriebseinheit über eine Wirbelstromkupplung an die Aufwickelspule übertragen. Der Motor treibt eine Aluminiumscheibe an. Eine direkt mit der Aufwickelspule gekoppelte Stahlscheibe ist mit Permanentmagneten ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) bestückt. Durch Rotation der Aluminiumscheibe werden in diese Wirbelströme induziert. Dadurch entsteht ein Magnetfeld. Dieses Feld tritt in Wechselwirkung mit dem Feld der Permanentmagneten. Durch diese magnetische Kopplung wird ein Drehmoment auf die mit Magneten bestückte Stahlscheibe übertragen.

Zur Charakterisierung der Kopplung zwischen analoger Steuerspannung für die Stromstärke und dem an der Spule wirkenden Drehmoment bzw. der im Bündel anliegenden, resultierenden Kraft wurde eine Messreihe aufgenommen. Bei unterschiedlichen Steuerspannungen wurde mittels eines Multimeters die Stromstärke erfasst. Die jeweils wirkende Kraft wurde mittels eines Federkraftmessers bei gehaltener Spule bestimmt. Die Kalibrierung dieses Federkraftmessers erfolgte vorher mit Hilfe kalibrierter Gewichte. In Diagramm A.3 sind die Abhängigkeiten zwischen Stromstärke und wirkender Kraft (rote Kurve) bzw. wirkendem Drehmoment (blaue Kurve) dargestellt. Der Beginn der Messpunktaufnahme bei einer Stromstärke von 3 A begründet sich im Gewicht des Federkraftmessers. Erst ab

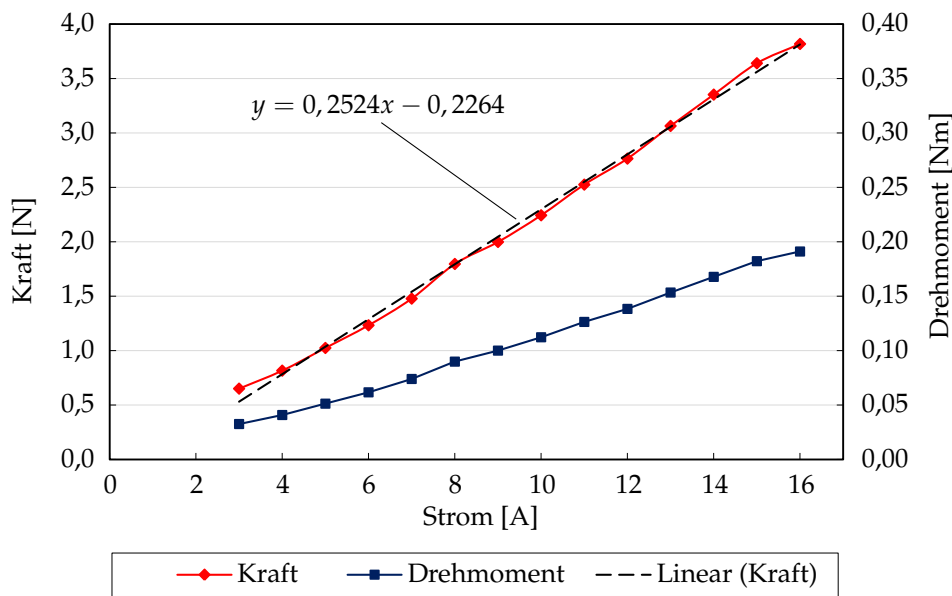


Abbildung A.3: Diagramm zur Darstellung der Abhängigkeit zwischen fließendem Antriebsstrom des Labornetzteils und der am jeweiligen Teilbündel anliegenden Kraft bzw. dem an der Aufwickelspule wirkenden Drehmoment

dieser Stromstärke ist das Drehmoment ausreichend groß, um diesen zu halten.

Stromstärke und Kraft stehen in linearer Abhängigkeit. Gleiches gilt auch für die Korrelation von Steuerspannung (Steuereingang des Netzteils) und Stromstärke am Ausgang des Labornetzteils. Zur Software-Umsetzung der Kraftregelung ergibt sich die in Formel A.3 dargestellte lineare Funktion – mit der Aufwickelkraft F und der Steuerspannung U_{Steuer} (vgl. Diagr. A.4).

$$F = 0,833 U_{Steuer} - 0,2264 \quad (\text{A.3})$$

Der Bereich zwischen 0 N und 0,5 N wird über diese Funktion extrapoliert. Die exakte Vorgabe geringer Aufwickelkräfte ist mit der momentanen Konstruktion aufgrund der Reibung einzelner Antriebskomponenten nur unzureichend möglich.

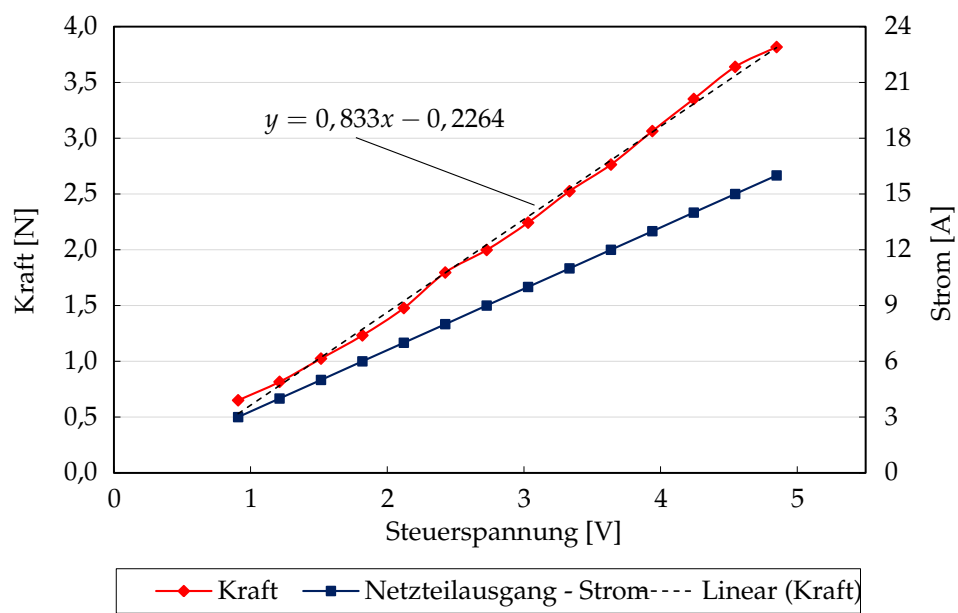


Abbildung A.4: Diagramm zur Darstellung der Abhängigkeit zwischen Steuerspannung und der am jeweiligen Teilbündel anliegenden Kraft bzw. dem fließenden Strom