



BAM

Bundesanstalt für
Materialforschung
und -prüfung

Wolfgang R. Habel

**Faseroptische Sensoren
für hochaufgelöste
Verformungsmessungen
in der Zementsteinmatrix**

246

Forschungsbericht



Die Aufgaben
der Bundesanstalt
stehen unter der Leitlinie:

Sicherheit und Zuverlässigkeit in Chemie- und Materialtechnik

Die Aufgaben

Die BAM ist im Aufgabenverbund „Material – Chemie – Umwelt – Sicherheit“ zuständig für:

- ▶ Hoheitliche Funktionen zur öffentlichen technischen Sicherheit, insbesondere im Gefahrstoff- und Gefahrgutrechtsbereich;
- ▶ Mitarbeit bei der Entwicklung entsprechender gesetzlicher Regelungen, z. B. bei der Festlegung von Sicherheitsstandards und Grenzwerten;
- ▶ Beratung der Bundesregierung, der Wirtschaft sowie der nationalen und internationalen Organisationen im Bereich der Materialtechnik und Chemie;
- ▶ Entwicklung und Bereitstellung von Referenzmaterialien und -verfahren, insbesondere der analytischen Chemie und der Prüftechnik;
- ▶ Unterstützung der Normung und anderer technischer Regeln für die Beurteilung von Stoffen, Materialien, Konstruktionen und Verfahren im Hinblick auf die Schadensfrüherkennung bzw. -vermeidung, den Umweltschutz und den Erhalt volkswirtschaftlicher Werte.

Die Tätigkeitsbereiche

Das Tätigkeitsspektrum der BAM umfasst die sich ergänzenden und aufeinander bezogenen Tätigkeiten:

- ▶ Forschung und Entwicklung
- ▶ Prüfung, Analyse und Zulassung
- ▶ Beratung und Information.

Die nationale und internationale Zusammenarbeit

Die Aufgaben der BAM für Technik, Wissenschaft, Wirtschaft und Gesellschaft erfordern eine interdisziplinäre Zusammenarbeit. Insofern arbeitet die Bundesanstalt mit Technologieinstitutionen des In- und Auslandes, insbesondere den nationalen Schwesterinstituten eng zusammen. Sie berät Bundesministerien, Wirtschaftsverbände, Industrieunternehmen sowie Verbraucherorganisationen und unterstützt mit Fachgutachten Verwaltungsbehörden sowie Gerichte. Daneben ist sie in die internationale technische Zusammenarbeit eingebunden und im Bereich „Messwesen – Normung – Prüftechnik – Qualitätssicherung“ (MNPQ) als nationale Institution für die Prüftechnik zuständig. Die Mitarbeiter der Bundesanstalt wirken in zahlreichen Fachgremien, gesetzlichen Körperschaften und normensetzenden Institutionen an der Aufstellung von technischen Regeln und Sicherheitsbestimmungen mit und vertreten die Bundesrepublik in nationalen und supranationalen Einrichtungen.

Der Status

Die BAM ist als technisch-wissenschaftliche Bundesoberbehörde im Geschäftsbereich des Bundesministeriums für Wirtschaft und Arbeit Nachfolgeinstitution des 1871 gegründeten Staatlichen Materialprüfungsamtes sowie der 1920 gebildeten Chemisch-Technischen Reichsanstalt (CTR). Sie hat dementsprechend die Funktion einer materialtechnischen und chemisch-technischen Bundesanstalt. In ihr sind etwa 1600 Mitarbeiter, darunter mehr als 700 Wissenschaftler und Ingenieure, auf dem Stammgelände in Berlin-Lichterfelde sowie auf den Zweiggeländen in Berlin-Steglitz und Berlin-Adlershof tätig.

Dr.-Ing. Wolfgang R. Habel

**Faseroptische Sensoren
für hochaufgelöste
Verformungsmessungen
in der Zementsteinmatrix**

Forschungsbericht 246
Berlin 2003

Impressum

Forschungsbericht 246:
**Faseroptische Sensoren für hochaufgelöste
Verformungsmessungen in der Zementsteinmatrix**
2003

Herausgegeben von der Bundesanstalt für
Materialforschung und -prüfung (BAM)
Unter den Eichen 87
12205 Berlin
Telefon: +49 30 8104-0
Telefax: +49 30 8112029
E-mail: info@bam.de
Internet: www.bam.de

Copyright © 2003 by Bundesanstalt für
Materialforschung und -prüfung (BAM)

Herstellung und Verlag:
Wirtschaftsverlag NW
Verlag für neue Wissenschaft GmbH
27568 Bremerhaven
Telefon: +49 471 94544-0
Telefax: +49 471 94544-77/-88

Umschlag: Lutz Mittenzwei
Layout: BAM-Referat G.1

ISSN 0938-5533
ISBN 3-89701-567-6

Zusammenfassung

Steife Faser-Bragg-Gitter-Sensoren und bewegliche Faser-Mikrodistometer (extrinsische Fabry-Pérot-Interferometer-Sensoren) bieten der Baustoff-Forschung und der baubegleitenden Qualitätssicherung einzigartige Möglichkeiten, Mikroverformungen in der Zementsteinmatrix nahezu rückwirkungsfrei bereits zum Beginn der Erstarrung und ebenso nach der Erhärtung zu messen. Zuverlässige Meßaussagen im Zementsteingefüge erfordern jedoch eine gezielte Dimensionierung sowie ausreichende Haftung in der Matrix. Die Arbeit beschreibt die physikalischen Grundlagen der Sensoren und definiert Dimensionierungskriterien. Der Einfluß der betonchemischen Beanspruchung auf Festigkeit und Langzeitstabilität der eingebetteten Sensorfasern (Glas, Coating) wird untersucht.

Standard-Coatings optischer Sensorfasern sind im betonchemischen Milieu nicht stabil. Alternative Coatings werden hinsichtlich ihres Langzeitverhaltens untersucht. Die Untersuchungen zeigen auch, daß das synthetische Kieselglas der optischen Fasern unter alkalischem Einfluß nicht gravierend geschädigt wird. Daher werden hochempfindliche Sensoren entweder nackt oder nach Aufbringen eines speziellen Plasmapolymere-Coatings eingebettet.

Die Haftung des Sensors in der Matrix wird optimiert. Zur Bewertung wird eine Methode der Oberflächenchemie zur Charakterisierung der Benetzungseigenschaften - die modifizierte Wilhelmy-Plattenmethode - eingesetzt. Eine Verbesserung der Haftung in der Zementsteinmatrix wird erreicht durch physikalische Modifizierung der Glasoberfläche im Sauerstoffplasma und durch Aufbringung eines Haftvermittlers (Alkylsilan). Das hochvernetzte, sub-Mikrometer dicke Coating überträgt die Matrixverformung in den Sensor zuverlässig.

Zur Bewertung des Dehnungsübergangs von der Matrix in den eingebetteten Fasersensor wird ein lineares Modell benutzt. Die analytische Abschätzung erlaubt eine vereinfachte Dimensionierung der Fasersensoren in Abhängigkeit vom gewählten Coating. Die Wechselwirkung zwischen Faser und Matrix infolge Verformung aus Temperaturänderung wird mittels FEM-Rechnung untersucht.

Die Haftung behandelter Fasersensoren in der Zementsteinmatrix wird experimentell durch Eindrückversuche (Indentation-Technik) bestimmt. Es werden die Grenzen der Dehnungsübertragung erkannt.

Mit Hilfe eines Festigkeitsmodells aus der optischen Kommunikationstechnik wird die Lebensdauer von nackten und behandelten spannungsbeanspruchten Fasersensoren auf Basis der im Zeitstandversuch gemessenen Festigkeit abgeschätzt.

Vergleichende Anfangsverformungsmessungen im Zementmörtel mit flexiblen und steifen Fasersensoren zeigen die Einsatzbereiche für beide Sensorvarianten.

Summary

Local fibre-optic strain sensors are, due to their small dimensions and high strain resolution, of interest in building materials research and in construction-accompanying quality control. Two types are used:

- a) Optical fibres with local zones sensitive to strain (fibre Bragg gratings); their surfaces have to be reliably bonded to the surrounding matrix;
- b) Reflectors located in the fibre path; such sensors can be embedded into the matrix as stiff ones or as compliant ones. The matrix deformation can be measured already in the first few minutes of the hydration reaction process.

Both sensor types are fixed inside the matrix by adhesive bonding or embedment. This work describes, first, the fundamentals and criteria needed to design such sensor types. It has been experimentally found that commonly used standard-coatings for optical fibres embedded in cementitious matrices are damaged due to chemical attacks. On the other hand, it could be proven experimentally, that the highly pure silicate optical glass fibres will not significantly be damaged by a chemical attack. It follows from these experimental results that sensor fibres can be embedded in fresh cement matrices without coating or with just a very thin coating. In order to obtain the necessary bond strength between the sensor and the surrounding matrix, the adhesion between the sensor surface and the matrix has to be optimized. This has been investigated using classical methods of surface-chemistry (characterization of wettability behaviour, modification in oxygen plasma) and/or chemical treatment of the fibre surface with alkylsilanes. In order to improve the strength of chemically attacked sensor fibres to be embedded in cement matrices, a high-modulus durable polymeric coating has been developed. This highly cross-linked coating with a thickness less than 1 μm is directly polymerized onto the fibre surface in a gas plasma. This coating provides a reliable strain transfer from matrix to the sensor.

In order to estimate the critical adhesion length of coated sensor fibres embedded in the matrix, a mathematical model of strain transfer has been adapted from the description of micromechanics in the boundary zone. The model provides a quite easy design of fibre sensors to be embedded. Furthermore, the temperature-influenced bonding behaviour of a single sensor fibre/matrix composite has been investigated. The analytical calculations could be confirmed by FEM calculations.

Theoretical considerations concerning the sensor design are referenced by experimental investigations. The limits of strain transfer for matrix-embedded fibre sensors are measured by indentation technique. The measured values of the ultimate bonding shear strength, the axial strength of sensor fibres under alkaline environment has been estimated in static and dynamic fatigue tests. Based on an adapted fatigue model, the life time of chemically attacked sensor fibres can be estimated. More strength data are still needed for a reliable, statistically validated estimation of the life time. This has to be carried out in the future.

Finally, comparing measurements with compliant and stiff fibre sensors embedded in Portland cement mortar samples have been carried out to define the optimum work range of the two sensor types. It has been found out, that embedded fibre-optic microstrain sensors cannot be referenced by usually used standard measurement methods. This task has to be clarified in future measurements.

Vorwort und Danksagung

Diese Arbeit schöpft Ergebnisse aus einem guten Jahrzehnt intensiver Beschäftigung mit der Fasersensorik im Bauwesen. Da der Verfasser sich bereits zu den „älteren Semestern“ zählt, darf eine Sicht auf Wesentliches erwartet werden. Andererseits ermöglicht die Erfahrung in diesem Gebiet das Erkennen von Zusammenhängen, die zwangsläufig zu einer interdisziplinären Betrachtung der Thematik herausfordern. So wurde mit zunehmender Vertiefung in die Arbeit die Entscheidung, was wesentlich ist und was separat, losgelöst betrachtet werden kann, immer schwieriger. Das Ergebnis liegt nun vor; es verlangte mehr Untersuchungen, als zu Beginn geplant. Aber vielleicht wird die umfangreiche Gesamtsicht auf die mit baustoff-integrierbaren Fasersensoren verbundenen Probleme und wechselwirkenden Mechanismen, einschließlich der aufbereiteten Methoden zur Beantwortung wichtiger Fragen, dankbar angenommen.

Diese Arbeit wurde 1992 von meinem damaligen Direktor und „Doktorvater“, Herrn Prof. Dr.-Ing. B. Hillemeier (TU Berlin), angeregt. Schon damals, am Beginn der Fasersensorik-Euphorie im Bauwesen, hat er sehr treffsicher die besonderen Einsatzmöglichkeiten auch in der Baustoff-Forschung erkannt und die Arbeiten vorangebracht. Auch wenn noch 1997 „Fachleute“ kundtaten, daß es wohl Keinem ernsthaft in den Sinn kommen würde (sinngemäß übersetzt - d. V.), optische Glasfasern ohne ausreichenden Schutz in den Baustoff Beton einzubetten, hat er Mut gemacht und die Arbeit von Anfang an mit kritischen Hinweisen und hilfreichen Diskussionen begleitet. Dies besonders in der schwierigen Zeit der politischen wie auch organisatorischen Umwälzungen zu Beginn der 90er Jahre. Immer hat er Wege gefunden und Ideen unterstützt, um „dran bleiben“ zu können. Dafür meinen sehr herzlichen Dank an ihn! Heute gibt es inzwischen - vielleicht angeregt durch unsere Veröffentlichung 1996 auf der 11. Engineering Mechanics Conference in San Diego/USA - weltweit Versuche zur direkten Dehnungsmessung in der Zementsteinmatrix. Somit hat sich die damalige Weitsicht bestätigt.

Zum Gelingen einer solch interdisziplinären Arbeit haben Viele beigetragen. Vor allem die Voruntersuchungen an Sensorfasern mit den Methoden der Oberflächenchemie, um einen optimalen Weg für die Sensorgestaltung zu ebnen, waren nur möglich, weil Herr Prof. Dr. rer. nat. J. Springer (TU Berlin) die Möglichkeit eröffnet hat, zusammen mit Mitarbeitern seines Fachgebiets eine Vielzahl von Messungen durchzuführen. Er hat auch freundlicherweise den Zweitbericht übernommen. Auch ihm ein herzliches Dankeschön! Besonders erwähnt werden müssen die kreativen Diskussionen sowie sehr langwierige Experimente (z. B. am Plasmareaktor), die von Herrn Dr. rer. nat. A. Bismarck und Frau Dipl.-Ing. E. Egia Ajuriagojeaskoa durchgeführt worden sind. Danke Beiden für die fruchtbare Zusammenarbeit!

Eine dritte wichtige Säule für die erfolgreiche Beendigung der Arbeit ist die Tätigkeit des Verfassers in der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) Berlin seit Herbst 1997. Dem Engagement von Herrn Dir. u. Prof. Dr.-Ing. W. Daum ist es zu verdanken, daß durch den Wechsel in die BAM die für die Untersuchungen wichtigen Geräte und Anlagen in unkomplizierter Weise genutzt werden konnten. Die Liste der hilfsbereiten Kolleginnen und Kollegen in der BAM ist lang, einige seien dankend genannt: Frau Bistritz, Frau Strauß, die Herren Doktoren Brandes, Griebentrog, Kalinka, E. Schulz, Sturm, Herr Schumacher, ... und viele Mitarbeiter in der Fachgruppe S.1.

Herrn Dr. sc. nat. Chr. Ullner bin ich für viele hilfreiche Diskussionen zu den Festigkeitsuntersuchungen dankbar, besonders dafür, daß er auch als Berichter zur Verfügung stand.

Gleichermaßen Dank gebührt auch den ehemaligen Kolleginnen und Kollegen im Institut für Erhaltung und Modernisierung von Bauwerken (IEMB) e. V. an der TU Berlin. Dank Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. H. Polster, Frau Dr. rer. nat. Höpcke, Dr. rer. nat. D. Hoffmann, Dr.-Ing. E. Wagenknecht, Frau Dipl.-Ing. Chr. Buwert für die vielen prompten Hilfeleistungen über Jahre hinweg und für bereitwillige Antworten auf so manche Fragen. Ebenso haben zahlreiche Externe die Arbeiten indirekt durch Ratschläge und Bereitstellung von Materialien unterstützt. Erwähnt seien „stellvertretend“ Herr Dr. rer. nat. P. K. Jenkner, Fa. Hüls AG Rheinfelden, der die Silane empfohlen und zur Verfügung gestellt hat, sowie Herr Dr.-Ing. Horst, Sensorglas GmbH Ilmenau, der ausgewählte Sensorfasern chemisch gealtert hat.

Die Arbeit wäre nicht möglich gewesen ohne die nahezu 15 Jahre währende Zusammenarbeit mit meinen Kollegen, Herrn Dipl.-Ing. D. Hofmann und Herrn F. Basedau. Der gemeinsame Aufbau des Fasersensorik-Labors in der Deutschen Bauakademie und im IEMB, die gemeinsame Entwicklung und Applikation von unterschiedlichen Fasersensoren, gemeinsam getragene Erfolge und auch Mißerfolge, und die gemeinsame Weiterführung der Arbeiten in der BAM haben die Voraussetzung und die Substanz für diese Arbeit geliefert. Unzählige praktische „Kleinigkeiten“ sowie den langwierigen Aufbau der Gerätebasis für die Sensorfertigung, die Messungen und Datenauswertungen haben sie erledigt. Beiden Kollegen gilt mein ganz besonderer Dank. Ad

multos annos, Detlef und Frank! Sehr hilfreich stand mir bei der Präparierung der Prüflinge für die Zeitstandversuche Herr Dipl.-Ing. T. Gutmann im Labor S.12 der BAM zur Verfügung.

Last but not least schulde ich meiner Frau Maria viele Streicheleinheiten für die Geduld mit einem ewig Studierenden. Und für das aufgebrachte Verständnis, daß sie unzählige Abende und Wochenenden alleine bzw. mit den Kindern ohne Papa verbringen mußte.

Die Interdisziplinarität der vorliegenden Arbeit schien es zu rechtfertigen, bei der Beschreibung der Grundlagen der einzelnen Fachgebiete etwas weiter auszuholen. Der jeweilige Experte wird dies dem Verfasser nachsehen und die ihm vertrauten Abschnitte überfliegen.

Mögen die Resultate der Arbeit Fachkollegen in diesem innovativen Gebiet eine Hilfe und Orientierung für weitere Schritte sein. Trotz der Beantwortung einiger der gestellten Fragen sind eine Reihe von Fragen unbeantwortet geblieben. Diese harren der Beantwortung. Ich selbst hoffe, auch künftig einen Beitrag in diesem prosperierenden Fachgebiet liefern zu können. Das hält den Geist wach und schafft weitere Kontakte zu vielen interessanten Leuten. Zum anderen freue ich mich nach dieser Anspannung auf wieder etwas mehr Zeit für mein Hobby, das Musizieren.

Berlin, April 2000

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	
1.1	Situation und Problemstellung	13
1.2	Zielsetzung	14
1.3	Gliederung der Arbeit	15
1.4	Quellenangaben	16
2	Faseroptische Sensoren für die Messung von Werkstoffverformungen	
2.1	Historie	17
2.2	Struktur faseroptischer Sensorsysteme	19
2.3	Lichtwellenleiter als Grundbaustein des Fasersensors - Physikalische Grundlagen und Aufbau	19
2.4	Einbettung von Sensoren in die Zementsteinmatrix und relevante Kenngrößen	23
2.4.1	Bedeutung der Meßbasis	23
2.4.2	Meßtechnische Definitionen und Begriffsvereinbarungen	24
2.4.3	Verhalten der Sensorfaser bei thermischen und mechanischen Einflüssen	26
2.4.4	Fasersensor als Einschluß in der Matrix	28
2.5	Auswahl und Beschreibung der Mikrodehnungssensoren	30
2.5.1	BRAGG-Gitter-Sensor als intrinsischer Fasersensor	30
2.5.2	Fabry-Pérot-Sensor als extrinsischer Fasersensor	36
2.5.3	Vergleich von Faser-BRAGG-Gitter- und Fabry-Pérot-Sensoren	44
2.6	Quellenangaben	45
3	Beanspruchung faseroptischer Mikrodehnungssensoren in der Zementsteinmatrix	
3.1	Anforderungsprofil an einbettbare Mikrodehnungssensoren	49
3.2	Betonchemische Beanspruchung	49
3.3	Mechanische Beanspruchung	51
3.4	Literaturübersicht zu werkstoffintegrierten faseroptischen Sensoren	52
3.4.1	Struktur-integrierte Fasersensoren allgemein	52
3.4.2	In zementgebundene Baustoffe integrierte optische Fasern und Sensoren	53
3.5	Quellenangaben	54
4	Verhalten optischer Standardfasern (für Sensoren) im alkalischen Milieu der Zementsteinmatrix	
4.1	Optisches Glas für Fasersensoren	57
4.1.1	Struktur des optischen Glases	57
4.1.2	Optische Eigenschaften	58
4.1.3	Ausgangsmaterial Lichtwellenleiter	58
4.1.4	Mechanische Eigenschaften	59
4.1.5	Prüfverfahren zur Bestimmung der Zugfestigkeit	60
4.2	Veränderungen unter betonchemischem Einfluß	62
4.2.1	Coatings	63
4.2.2	Glasoberfläche	67
4.2.3	Verfahren zur Bestimmung der Festigkeit bei chemischem Angriff	75
4.2.4	Festigkeitsverhalten unbeschichteter optischer Glasfasern unter Umgebungsbedingungen	76
4.2.5	Festigkeitsverhalten betonchemisch beanspruchter, unbeschichteter optischer Glasfasern	77
4.2.6	Lebensdauerabschätzung für betonchemisch beanspruchte, ungeschützte optische Glasfasern	80
4.3	Fazit - Glasbehandlung oder Sensorcoating?	81
4.4	Quellenangaben	83

5.	Optimierung der Adhäsionseigenschaften optischer Fasern für die Einbettung	
5.1	Bedeutung der adhäsiven Eigenschaften eingebetteter Glasfasern - Haftungsmechanismen	87
5.2	Verfahren zur Vorhersage der adhäsiven Eigenschaften	88
5.2.1	Theoretische Grundlagen	89
5.2.2	Experimentelle Bestimmung der charakteristischen Größen	90
5.2.3	Benetzung un behandelter optischer Standard-Glasfasern	94
5.2.4	Benetzung von Zementmörtel-Oberflächen	94
5.3	Verbesserung der Benetzbarkeit optischer Glasfasern durch Modifizierung im Sauerstoffplasma	94
5.3.1	Auswahl und Erzeugung des Plasmas	95
5.3.2	Einfluß auf die Faser Oberfläche und die Benetzung	96
5.3.3	Einfluß auf die Festigkeit	96
5.4	Chemische Modifizierung mit Silanen als Haftvermittler	98
5.4.1	Auswahl und Beschreibung der verwendeten Silane	98
5.4.2	Benetzungseigenschaften von silanisierten optischen Standardfasern	100
5.4.3	Festigkeit von silanisierten optischen Glasfasern in Porenlösung	102
5.5	Ergebnisse zur Steuerung der Benetzbarkeit optischer Fasern unter Berücksichtigung der Faserfestigkeit	103
5.6	Quellenangaben	103
6	Alternative Coatings auf Sensorfasern und ihr Verhalten unter Porenlösungseinfluß	
6.1	Manuell aufgetragene Beschichtungen	105
6.2	Hochvernetzte Plasmapolymerschichtungen	105
6.2.1	Herstellung	105
6.2.2	Benetzungseigenschaften	107
6.2.3	Struktur der Oberfläche bei Porenlösungsangriff	108
6.2.4	Festigkeitseigenschaften	108
6.3	Langkettiges ORMOCER-Coating	110
6.3.1	Aufbau	110
6.3.2	Verhalten bei Porenlösungsangriff	110
6.3.3	Festigkeitseigenschaften	110
6.4	Fazit	111
6.5	Quellenangaben	111
7	Verbund faseroptischer Sensoren mit der Zementsteinmatrix	
7.1	Mikromechanik des Dehnungsübergangs von der Matrix in den Fasersensor	113
7.1.1	Analytische Beschreibung der Spannungsverläufe am eingebetteten glatten Fasersensor	113
7.1.2	FEM-Modellierung der Spannungsverläufe am eingebetteten steifen Fabry-Pérot-Sensor	118
7.1.3	Einflüsse auf die Haftfestigkeit	119
7.1.4	Verlust der Sensorfunktion durch Erreichen der Haftfestigkeit oder durch Rißbildung in der Matrix	120
7.2	Verfahren und Gerätetechnik zur Bewertung der Faserhaftung	123
7.2.1	Einzelfaserauszug-(Pull-out-)Methode	123
7.2.2	Einzelfasereindrück-(Indentation-)Methode	125
7.2.3	Vergleich der Verfahren und Wahl der Testmethodik	126
7.3	Indentation-Tests an ausgewählten Prüflingen	126
7.3.1	Konventionell beschichtete und unbeschichtete Fasern	127
7.3.2	Silanisierte Fasern	128
7.3.3	Fasern mit Plasmapolymerschichtungen	129
7.3.4	Fasern mit ORMOCER-Coating	129
7.4	Fazit	130
7.5	Quellenangaben	131

8	Beispielmessungen mit eingebetteten flexiblen und steifen Fasersensoren	
8.1	Anfangsverformung eines Einpreßmörtels - gemessen in Anlehnung an das Prüfverfahren nach DIN EN 445	133
8.1.1	Beschreibung der Meßaufgabe und der Sensoren	133
8.1.2	Einbau der Sensoren und Lagerung des Prüfgefäßes	134
8.1.3	Ergebnisse	134
8.2	Anfangsverformungen von Zementleim bei Veränderung der Rezeptur	135
8.2.1	Beschreibung der Meßaufgabe und der Sensoren	135
8.2.2	Einbau der Sensoren	136
8.2.3	Meßprogramm und Ergebnisse	136
8.3	Vergleich der Meßempfindlichkeit eingebetteter flexibler EFPI-Sensoren mit Faser-Bragg-Gitter-Sensoren im jungen Mörtel	138
8.3.1	Beschreibung des Versuchsaufbaus	139
8.3.2	Wahl der Sensoren und Voruntersuchungen	139
8.3.3	Einbau der Sensoren	139
8.3.4	Ergebnisse	139
8.4	Fazit und Diskussion der Meßgenauigkeit	141
8.4.1	Meßgenauigkeit eingebetteter flexibler Fasersensoren	141
8.4.2	Meßgenauigkeit eingebetteter steifer Fasersensoren	142
8.5	Quellenangaben	143
9	Resümee und Ausblick	
9.1	Dauerhaftigkeit	145
9.2	Dehnungsübertragung	146
9.3	Leistungsgrenzen	146
9.4	Offene Fragen – Ausblick auf weiterzuführende Arbeiten	147
Anlagen:		
A1.	Faser-Fabry-Pérot-Sensoren - Physikalische Grundlagen	151
A2.	Simulation des betonchemischen Angriffs optischer Glasfasern	157
A3.	Zugfestigkeitsuntersuchungen an optischen Glasfasern - Theoretisches Modell und Experimentiertechnik	163
A4.	Oberflächenenergetische Untersuchungen an optischen Glasfasern zur Optimierung der Adhäsion	175
A5.	Modifizierung von Glasoberflächen und Herstellung alternativer Coatings - Gerätetechnik	187
A6.	Modell und Versuchseinrichtung zur Abschätzung des Dehnungsübergangs von der Zementsteinmatrix in die Sensorfaser	191

Liste der Formelzeichen

Λ	Abstand zweier Brechzahlbereiche im Fasergitter („pitch“)
α	Dämpfung des Lichtwellenleiters
ρ	Dichte
δ	Nichtlinearitätsparameter bei Feindehnungsmessung an Fasern
η	Reflektivität eines Bragg-Gitters
ξ	thermo-optischer Koeffizient des Lichtwellenleiters
λ	Wellenlänge der optischen Strahlung
Ψ_ε, Ψ_T	Koeffizienten der Bragg-Gitter-Matrix für kombinierte Temperatur- und Dehnungsbeanspruchung
$\delta(\Delta L)$	Fehler bei der Bestimmung der Meßlänge
$ \delta_n $	schrumpfungsbedingte Fehlanpassung eingebetteter Glasfasersensoren
$\Delta\lambda_B$	Verschiebung der Bragg-Wellenlänge des Faser-Bragg-Gitters bei Beeinflussung des Gitters
$\Delta\lambda_G$	Spektrale Breite des Bragg-Gitters
$\alpha(k, L)$	Übertragungsfaktor, gibt Verhältnis von in die Matrix eingetragener und gemessener Dehnung an
$\varepsilon, \Delta\varepsilon$	Dehnung = Δ/L , Dehnungsänderung
θ_A	Akzeptanzwinkel beim Eintritt der Strahlung in die Faser
σ_a	eingetragene Zugspannung in eine Faser
λ_0	Wellenlänge des Lasers im Vakuum (beim EFPI-Sensor)
λ_B	Bragg-Wellenlänge des Faser-Bragg-Gitters (reflektierter Impuls)
φ_C	Reflexionswinkel an der Grenzfläche Kern-/Mantelglas
α_G	thermischer Ausdehnungskoeffizient des Glases (analog: α_M - Matrix, α_C - Coating)
γ_{GI}	spezifische Oberflächenenergie des Glases
σ_m	Spannung in der Matrix
ν_M, ν_C, ν_G	Poissonzahlen für Matrix, Coating, Glasfaser
$\Delta m, \Delta c, \Delta g$	Verschiebung in der Matrix, im Coating, in der Glasfaser
$\sigma_M, \sigma_C, \sigma_G$	Zugspannung in der Matrix, im Coating, in der Glasfaser
τ_m, τ_g	Schubspannung in der Matrix bzw. in der Glasfaser an der Grenzfläche zum Coating
δ_n	Fehlanpassung infolge Radialspannung
ε_n	Radialdehnung
σ_s	Zugspannung in einer Faser, die nicht zum Bruch führt („sichere“ Spannung)
σ_{th}	theoretische Glasfestigkeit
θ_V, θ_R	Kontaktwinkel (Index V: Vorrückwinkel, Index R: Rückzugswinkel)
$\gamma_{v, l, s}$	Oberflächenspannung (Koeffizienten stehen für Dampf, Flüssigkeit, Festkörper), hochgestellte Buchstaben bezeichnen: d - dispersiver Anteil, p - polarer Anteil)
Φ_x, Φ_n	Phase der axial und transversal beeinflussten Strahlung des Fabry-Pérot-Sensor
μ	Molekulargewicht
A_S	Materialkonstante für gedehnte optische Glasfasern
b	Parameter der Weibull-Verteilung
c	Lichtgeschwindigkeit im Vakuum
d_f	Faserdurchmesser
d_k	Durchmesser eines Zuschlagstoffkorns
E	Elastizitätsmodul
E_G, A_G	Steifigkeit der Glasfaser in axialer Richtung
E_M, E_C, E_G	Elastizitätsmodul der Matrix, des Coatings, des Glases
F	Finesse des Interferometers
F	kumulative Versagenswahrscheinlichkeit
F_{max}	Verformungskraft bei Versagen des Verbunds Faser/Matrix
G	Schwerebeschleunigung
I_0	Intensität des eingestrahlichten Signals beim Faser-Fabry-Pérot-Sensor
I_R	Intensität des reflektierten Interferenzsignals beim Faser-Fabry-Pérot-Sensor
L_S	Sensorenlänge
K	Gauge-Faktor für Bragg-Gitter-Sensoren
k	Koeffizient bei der Spannungsverteilung entlang des Fasersensors
K_i, K_{lc}	Spannungsintensitätsfaktor bei Rißöffnung ohne Längs- und Querschering (Index c: kritischer Wert, auch Bruchzähigkeit)
K_{Isc}	Spannungsintensitätsfaktor ohne Rißwachstum
K_{IT}	Spannungsintensitätsfaktor im Übergangsbereich
K_T	Koeffizient zur Korrektur des thermischen Einflusses bei Radialspannungen
L	Länge

Themenspezifische Begriffserläuterungen und Abkürzungen

AFM	Rasterkraftmikroskop (Atomic Force Microscope)
Brillouin-Streuung:	Brillouin-Streuung ist ein nichtlinearer optischer Effekt in Lichtwellenleitern. Sie entsteht durch Wechselwirkung der optischen Welle mit akustischen Hyperschallwellen im Glas. Da die Geschwindigkeit einer akustischen Welle im Glas temperatur- und dehnungsempfindlich ist, kann aus der Messung der Frequenzverschiebung des Brillouin-Streulichtsignals gegenüber der Anregungswelle, auch Pumplicht genannt, die Verteilung der Temperatur wie auch mechanischer Spannungen bzw. Dehnungen entlang des Lichtwellenleiters meßtechnisch erfaßt werden.
CSH	Calcium-Silikat-Hydrat (Abkürzung in der Zementchemie)
Coating / Fasercoating:	Schutzschicht optischer Wellenleiter und Sensoren gegenüber Feuchtigkeits- und anderen Umgebungseinflüssen; wird meist in Verbindung mit dem Faserziehprozeß aufgebracht.
EFPI	Extrinsisches Faser-Fabry-Pérot-Interferometer
extrinsischer Sensor:	autonomes sensitives Element im Lichtweg eines optischen Wellenleiters; der Lichtwellenleiter dient nur zur Versorgung des Sensors mit optischer Strahlung und zum Transport des durch die Meßgröße modulierten Signals. (Antonym zu: intrinsischer Sensor)
Faserbonding:	hier: Haftverbund der Sensorfaser oder des Mikrosensors am Matrixmaterial.
Faser-BRAGG-Gitter:	In den Kern einer Lichtwellenleiterfaser holografisch eingeschriebene brechzahlveränderte Bereiche, die zur Reflexion von Strahlungsanteilen führen. Die Gittergeometrie bestimmt die Form und Frequenz des reflektierten Pulses.
Faser-Fabry-Pérot-Sensor:	Sensoranordnung, die auf dem Prinzip der Mehrfachinterferenz an planparallelen, reflektierenden Spiegeln beruhen (analog dem Interferometer nach Fabry und Pérot).
FOS	Faseroptischer Sensor
IFPI	Intrinsisches Faser-Fabry-Pérot-Interferometer
Interferometer-Sensoren:	Faseroptische Sensoren, die auf der Auswertung von Phasenänderungen der optischen Strahlung bei Einwirkung der Meßgröße basieren.
intrinsischer Sensor:	Die Lichtwellenleiterfaser selbst ist Sensor und dient als Anschlußelement an die Sende- und Empfangseinrichtung. (Antonym zu: extrinsischer Sensor)
LWL	Lichtwellenleiter
Modendispersion:	Verbreiterung eines in eine optische Faser eingestrahlten Impulses infolge Ausbildung einer Vielzahl von Moden (in Multimodenfasern).
Monomode-Faser:	Optische Faser mit einem Kerndurchmesser von 6 µm bis 9 µm. Dadurch ist nur der Grundmodus der Lichtmode ausbreitungsfähig, was Interferenzeffekte und hohe Bandbreiten ermöglicht.
Multimode-Faser:	Optische Faser mit einem Kerndurchmesser von ≥ 50 µm. Dadurch sind viele Moden (einige 100) ausbreitungsfähig, und es entsteht Modendispersion, was ungünstig für interferenzoptische Sensoren ist.
OTDR-Verfahren:	Optical time domain reflectometry (optisches Rückstreumeßverfahren); ein eingestrahlter Lichtimpuls wird in der optischen Faser reflektiert und kehrt zurück zum Gerät. Dort wird die Laufzeit gemessen und der Weg berechnet.
REM	Rasterelektronenmikroskop
Spleißen:	Unlösbares Verbinden von Lichtwellenleiterfasern, im allgemeinen durch Schmelzschweißen (im Gegensatz zum lösbaren Verbinden: Steckern).
THF	Tetrahydrofuran

L_0	Meßlänge, Meßbasis des Sensors vor Verformung
m	Formparameter der Weibull-Verteilung
M	Masse
N	Anzahl der Gitterebenen
n	Spannungsrißkoeffizient
NA	Numerische Apertur, Maß für das Lichtaufnahme- bzw. Lichtabstrahlvermögen eines Lichtwellenleiters
n_{eff}	mittlere Brechzahl im Bereich eines Bragg-Gitters
n_K, n_M	Brechzahl des Kernglases/Mantelglases
n_o	Brechzahl des LWL außerhalb des Bragg-Gitters
P	Molrefraktion
ρ_ε	photoelastische Konstante eines Lichtwellenleiters
ρ_0	Ausgangsradialspannung auf eine eingebettete Faser
$\rho_{eff}(\Delta T)$	radiale Druckspannung bei thermischer Beanspruchung einer eingebetteten Faser
R_A, R_B	Reflexionsfaktoren der Spiegel A und B beim Faser-Fabry-Pérot-Sensor
r_M, r_C, r_G	Radius eines Volumenelements (Integrationsgrenze) in der Matrix, im Coating, in der Glasfaser
R_S	halber Bruchspiegeldurchmesser in einer Faserstirnfläche nach Bruch
s	Einbettungslänge einer glatten Sensorfaser (Pull-out-Versuch)
$s, \Delta s$	Abstand der Reflektoren, Abstandsänderung, beim Fabry-Pérot-Sensor
s_0	Ausgangsabstand des Faser-Fabry-Pérot-Sensors
T	Transmissionsgrad des Reflektors
t	Zeit, Laufzeit eines Lichtimpulses
$T, \Delta T$	Temperatur, -änderung
t_B	Zeitdauer bis zum Bruch der Faser
T_G	Glasübergangstemperatur
$u^2(\varepsilon)$	Meßunsicherheit in der Dehnungsangabe
u_F	Umfang der Faser
V	Verhältnis von Sensor-Meßbasis l_s und Korndurchmesser d_m
v_{Ph}	Phasengeschwindigkeit der optischen Strahlung
v_R	Wachstumsgeschwindigkeit eines Risses (allgemein)
v_s	Wachstumsgeschwindigkeit eines Risses, die nicht zum Bruch führt ("sicherer" Wert)
v_s / l_{RS}	Rißwachstumsparameter, der nicht zum Bruch der Faser führt
x, y, z	Koordinaten
x, y, z	Variablen im Koordinatensystem
X^p	Polarität der Oberfläche
Y	Geometriefaktor bei Angabe der inertten Glasfestigkeit

1 Einleitung

Um die beim Entwurf eines Bauteils oder Bauwerks zugrundegelegte Werkstoffqualität zu garantieren, „gewinnen Meß- und Prüfverfahren zunehmend an Bedeutung. ... Entsprechendes gilt schließlich auch für die fertiggestellte Konstruktion, um deren Verhalten unter realer Nutzung zu beobachten. Bei Konstruktionen mit hohem Risikopotential ist es angezeigt, die Überwachung auf Dauer durchzuführen, ...“

Zitiert aus „Memorandum über die Notwendigkeit des Monitorings und der Sicherheitsüberwachung von Großkonstruktionen“ (Entwurf)

von Prof. Dr.-Ing. Dr.-Ing E.h. Dr. h.c. mult. K.-H. Laermann

Vorsitzender der „Gemeinschaft experimentelle Strukturanalyse“ (GESA) beim VDI, 1974-1999.

Werkstoffe nehmen eine Schlüsselposition in der Technologie des Bauens ein. Sie bestimmen Wirtschaftlichkeit, Bauzeit, Dauerhaftigkeit und Qualität von Bauwerken. ... Engpässe ergeben sich noch durch nicht genug entwickelte Qualitätsverbesserungssysteme. Die Streuungen der Materialparameter müssen reduziert werden. ... Eine weitsichtige Forschungspolitik entscheidet darüber, ob Deutschland die neuen Werkstoffe einmal exportieren kann oder importieren muß.

Zitiert aus „Innovationen am Baustoffmarkt - Neue Baustoffe sichern das Bauen“

Beton-Zement, Heft 1, 1996

von Prof. Dr.-Ing. B. Hillemeier

TU Berlin, Institut für Bauingenieurwesen.

Dieses Kapitel erläutert die Motivation für diese Arbeit. Die Auswahl der faseroptischen Meßtechnik als Beitrag zur Lösung der meßtechnischen Erfordernisse bei der Entwicklung und Bewertung von Baustoffen wird begründet. Nach einer Zusammenfassung der Meßtechnik-Situation werden die Ziele und die daraus abgeleitete Gliederung dieser Arbeit vorgestellt.

1.1 Situation und Problemstellung

Die Entwicklung und Optimierung von Hochleistungsbetonen und Rezepturen für Spezialbetone erfordert die genaue Kenntnis des Verformungsverhaltens dieser Baustoffe, beginnend mit dem Erstarrungsprozeß, beim Ausschalen, während der Einleitung der Betriebslast und ggf. über einen großen Beanspruchungszeitraum. Insbesondere zu sehr frühen Zeitpunkten des Hydratationsprozesses werden meßtechnische Aussagen über das Sedimentieren, Frühschwinden, Kriechen und über auftretende Relaxation benötigt. Problematisch ist beispielsweise, daß die Festigkeitseigenschaften und die Dauerhaftigkeit vermindert werden können, wenn in der jungen, noch unbelasteten zementgebundenen Matrix Risse entstehen. Derartige Frühschäden, die durch Setzungserscheinungen

des frischen Betons, durch Temperaturspannungen infolge frei werdender Hydratationswärme oder durch starkes Schrumpfen und Schwinden¹ im Anschluß an die Phase der plastischen Verformbarkeit verursacht werden können, führen im Massenbetonbau teilweise zu erheblichen Schäden. Aber auch in der Betriebsphase des Bauwerks, beispielsweise bei einsetzender Betonkorrosion durch lösende oder treibende Angriffe, ist die experimentelle Erfassung der mechanischen Vorgänge im Zementsteingefüge von großer Bedeutung. Die direkte Messung dieser Werkstoffeigenschaften, z. B. mit eingebetteten Sensoren, ist schwierig. Zum einen liefern in mineralischen Systemen mit noch sehr geringen Festigkeiten bekannte Dehnungsmeßstreifen keine oder nur unzuverlässige Meßwerte. Zum anderen ist die Messung von Mikroverformungen in der erhärteten Matrix mit voluminösen einbettbaren Meßfühlern ebenfalls nicht zuverlässig. Ursachen für diese Defizite sind:

- die Verformungskraft des noch erstarrenden Materials ist zu gering, um Sensoren auszulenken,
- gebräuchliche Sensorkonfigurationen mit ausreichender Empfindlichkeit (DMS, Extensometer) haben versteifende Wirkung auf das noch plastische Meßobjekt oder rückwirken infolge ihrer Größe auf das Baustoffverhalten,
- miniaturisierte elektrische Meßfühler (DMS) werden üblicherweise auf Tragelemente (z. B. Stahleinlagen) appliziert und erfordern Schutzschichten gegen Feuchtigkeit, was wiederum den Sensor vergrößert und die Meßzone nachhaltig verändert [Habel, W; Hillemeier, B. (1995)].

Zur Lösung dieser meßtechnischen Probleme wurden bisher indirekte Verfahren angewendet, wie z. B. von Mangold, (1994) die Reißrahmenmethode an der TU München oder von Ziegeldorf und Plöhn (1981) sowie von Brameshuber, Plöhn und Hilsdorf (1986) die Nutzung von Volumendilatometern und einaxialen Dilatometern an der Universität Karlsruhe zur Messung des Zusammenhangs von Schrumpfung und Rißbildung. Diese indirekten Verfahren sind teilweise sehr materialaufwendig, schwer automatisierbar und außerhalb des Labors nicht einsetzbar. Schwierig bleibt damit nach wie vor die direkte Online-Messung der Eigenschaften im Innern des Werkstoffs mit eingebetteten Sensoren.

Seit der Entwicklung faseroptischer Sensoren in den späten 80er Jahren wurden Versuche unternommen,

¹ Die inhaltliche Bedeutung der Begriffe Schrumpfen und Schwinden folgt der von Brameshuber u. a., (1986) gegebenen Definition: Schrumpfen ergibt sich aus der Hydratation des Zementleims und bezeichnet die Volumenverringerng ohne Feuchtigkeitsverlust an die Umgebung. Schwinden ist eine Volumenverringerng bei Feuchtigkeitsverlust an die Umgebung. Im allgemeinen überlagert das Schwinden den Schrumpfungsvorgang.

diese im Innern von Bauteilen zur Messung der Bauteilverformungen zu verwenden. Die Gründe hierfür liegen in ihren besonderen Eigenschaften:

- geringe Abmessungen des Sensorelements (Durchmesser im Bereich von 0,5 mm) bei Längen von wenigen Millimetern bis zu mehreren zehn Metern,
- geringe Ansprechschwelle bei Dehnungsmessungen (bei einigen Sensorprinzipien 0,1 $\mu\text{m}/\text{m}$),
- hohe statische und zugleich dynamische Meßwertauflösung im gesamten Frequenzbereich von 0 Hz bis 200 kHz,
- die Möglichkeit, eine Sensorfaser in mehrere Meßabschnitte einzuteilen, aus denen zu beliebigen Zeitpunkten (online) die Verformungen nach Ort und Größe abgefragt werden können („verteilter“ Sensor zur Dehnungsprofilmessung),
- Unbeeinflussbarkeit von Sensor und Zuleitung durch elektromagnetische Felder,
- Verzicht auf elektrische und elektronische Komponenten am Meßort, d. h. keine Beeinträchtigung der Sensorfunktion durch „Kurzschluß“ bei Feuchtigkeit,
- Erreichen großer Anschlußlängen (einige 100 m bis in den Kilometerbereich) über preisgünstige Glasfaserkabel.

Inzwischen sind unterschiedliche Sensortypen für die Installation im Innern von Betonbauteilen verfügbar, z. B. interferometrische [SMARTEC, (1999)] oder intensiommetrische [OSMOS1, (1996)] Dehnungssensoren mit Meßlängen $> 0,4$ m. Wie die konventionellen Sensoren, werden auch faseroptische Dehnungssensoren gekapselt im Bauteil installiert, um dem alkalischen Einfluß auf die Meßfühler zu entgehen. Eine mechanische Verbindung mit dem Bauteil erfolgt nur an einzelnen Punkten im Abstand von einigen 10 cm bis zu einigen Metern. Bei dieser Vorgehensweise können zwar integrale Verformungen empfindlich gemessen werden, nicht aber lokale mechanische Vorgänge im Mikrobereich des Zementsteingefüges. Die Anregung, faseroptische Mikrodehnungssensoren in engen Kontakt zur Betonmatrix zu bringen, gaben Kruschwitz, Claus u. a. (1992). Jedoch wurde die vorgeschlagene Methodik einer Einbettung des ungeschützten Glasfasersensors in die Zementsteinmatrix nicht verfolgt, weil die erwartete Zerstörung des Fasersensors unter betonchemischen Einflüssen solche Experimente wenig aussichtsreich erscheinen ließ². Erste Erfahrungen vom Einbau ungeschützter Fasersensoren in die Betonmatrix und den resultierenden Veränderungen an den Sensorkomponenten berichteten Habel und Hofmann (1994) sowie Habel, Höpcke, Basedau und Polster (1994). Weitere solche Ansätze von Chen und Ansari (1998) bzw. Slowik u.a. (1999) zielen auf eine direkte Anbindung von langen optischen Fasern bzw. Bragg-Gitter-Dehnungssensoren an die Betonmatrix,

um mechanisch-dynamische Signale oder schadensrelevante Matrixdeformationen erfassen zu können.

Die volle Ausnutzung der vielfältigen Vorteile der Fasersensorik konfrontiert Entwickler und Nutzer dennoch mit dem Widerspruch zwischen der Forderung nach hochauflösender Messung im aggressiven Umfeld durch „innigen“ Verbund des Sensors mit der Zementsteinmatrix und dem nach wie vor vernünftigen Wunsch nach zuverlässigem Schutz des Meßaufnehmers. Jegliche Art von Schutzschicht beeinflusst den Dehnungsübergang. Die Nutzung von Fasersensoren für derartige Anwendungen erfordert daher die Klärung, ob und mit welchen Einschränkungen zuverlässige Meßaussagen unter betonchemischer Beanspruchung möglich sind.

1.2 Zielsetzung

Das mechanische Verhalten ungeschützter bzw. standardmäßig angebotener polymerbeschichteter Lichtwellenleiterfasern, wie sie auch für die Herstellung von faseroptischen Mikrodehnungssensoren zur Messung der Mikroverformungen in zementgebundenen Matrices verwendet werden, ist nicht systematisch untersucht worden. Es liegen weder gesicherte Daten über deren Verhalten im Baustoffkontakt vor noch wurden Kriterien für die Gestaltung faseroptischer Meßfühler für derartige Messungen entwickelt. Ziel dieser Arbeit ist daher, zum einen das Verhalten der Komponenten für ausgewählte Sensorprinzipien (Faser-Bragg-Gitter-Sensoren und Faserinterferometer-Sensoren) unter betonchemischer Beanspruchung zu untersuchen, um daraus Schlußfolgerungen für die Gestaltung der Sensoren für eine dauerhaft zuverlässige Funktion im alkalischen Milieu abzuleiten. Zum anderen soll der Mechanismus des Dehnungsübergangs von der Matrix in den Fasersensor unter den applikationstechnischen Randbedingungen diskutiert werden. Dies schließt die Suche nach Möglichkeiten ein, wie die Haftung und der Dehnungsübergang eingebetteter Sensoren mit einem von Vertretern der Baubranche akzeptierten Aufwand optimiert werden können.

Die Lösung dieser Aufgaben tangiert sehr unterschiedliche, miteinander wechselwirkende mechanisch-physikalische und physikalisch-chemische Prozesse. Da all diese Einflußfaktoren in der Gesamtbetrachtung nicht unabhängig voneinander und vor allem nicht ohne die genaue Kenntnis der physikalischen Grundlagen der betrachteten Fasersensor-Prinzipien untersucht werden können, müssen folgende Fragekomplexe in die Untersuchung einbezogen werden:

- Nachweis der mechanischen Integrität betonchemisch beanspruchter optischer Fasern im gewünschten Meßbereich von bis zu 0,5 % Dehnung zur Gewährleistung der Dauerhaftigkeit (Lebensdauer) der verwendeten bzw. behandelten Komponenten,

² Persönl. Information von Dipl.-Ing. Vivek Aria, März 1995, Virginia Polytech., Blacksburg, VA (USA).

- Modifikation der faseroptischen Komponenten zur Erreichung eines hohen Adhäsionsvermögens der Fasersensoroberfläche zur Matrix,
- Gestaltung und Dimensionierung der Sensoren unter dem Aspekt, fertigungstechnisch aufwendige wie auch Spannungskonzentrationen hervorrufende Mitnehmer-Elemente am Sensor zur Herstellung des Kraftschlusses zwischen Sensor und Matrix zu vermeiden,
- Wahl einer Dimensionierung des Sensors, die Quereffekte vermeidet, die ansonsten das Meßsignal überlagern würden.

Bauingenieure und Bauherren fragen beharrlich nach der Lebensdauer einer solch neuen Sensortechnik im Bauwesenumfeld und machen ihre Entscheidung für oder gegen diese innovative Meßtechnik von der Dauerhaftigkeit der Sensorkomponenten abhängig. Die Beantwortung dieser Fragen nach der chemischen und mechanischen Verträglichkeit der Fasersensoren bei alkalischem Angriff wie auch nach der Qualität des Fasersensor/Matrix-Verbunds ist bisher nicht möglich. Die Untersuchungen in dieser Arbeit sollen damit den Nutzern in der Baustoff-Forschung und in der Baubranche allgemein fundierte Auskunft über die Lebensdauer dieser innovativen Sensoren bei gewolltem oder unbeabsichtigtem Kontakt des optischen Glases mit dem Zementsteinmilieu ermöglichen. Gleichzeitig soll dieser Beitrag weitere Nutzungsfelder für das Leistungsspektrums moderner Fasersensoren - wie es bereits in polymeren Verbundwerkstoffen, der Strukturmechanik und im Maschinenbau praktiziert wird - in der Baustoff-Forschung erschließen helfen. Vielversprechende Anwendungsmöglichkeiten werden hier in der bauteilintegrierten Chlorid- und pH-Wert-Sensorik mit Hilfe von Optroden (faseroptische Chemie-Sensoren) und der Erkennung von Schädigungen der Bausubstanz auf Basis eingebetteter „verteilter Geophone“ gesehen. Die Untersuchungen dieser Arbeit zu lokalen (short-gauge-length) Sensoren können ebenso auf lange (long-gauge-length) Fasersensoren, etwa eingebettete Rißdetektoren oder echt verteilte Brillouin-Sensoren³ übertragen werden. Auf diese Weise können weitere Meßmöglichkeiten für die Werkstoff-Forschung sowie Monitoringkonzepte für die Online-Bauzustandsanalyse erschlossen werden.

1.3 Gliederung der Arbeit

Die Strukturierung der vorliegenden Arbeit folgt den Anforderungen an eingebettete Fasersensoren für die direkte Messung der Verformung erstarrender und erhärteter Zementsteinmatrizes. Für die Untersuchung des Frühverformungsverhaltens von Mörteln und Betonen werden flexible Faserinterferometer-Sensoren verwendet; für hochaufgelöste Messungen in erhärteten Matrizes kommen starre Faserinterferometer- und Bragg-Gitter-Sensoren zum Einsatz. Neben einer einführenden Beschreibung der Grundlagen der faseroptischen Technik (Pkt. 2.3) und meßtechnischer Begriffs-

vereinbarungen (Pkt. 2.4) werden die Funktionsprinzipien der genannten Meßtechniken ausführlicher beschrieben (Pkt 2.5). Diese ausführliche Darstellung begründet sich aus Gesprächserfahrungen mit potentiellen Nutzern, die immer für eine umfassende Erläuterung der Leistungscharakteristika dieser neuen Meßtechnik dankbar waren.

Den Schwerpunkt dieser Arbeit bilden die Kapitel 3 bis 7. Im Kapitel 3 werden die Beanspruchungen bei Einbettung der faseroptischen Sensoren diskutiert und der veröffentlichte Wissenstand über eingebettete faseroptische Dehnungssensoren zusammengefaßt. Aufgrund bisher unzureichender Kenntnis der Wirkung des Betons bzw. des Zementmörtels auf optische Glasfasern⁴ und zugehörige Konstruktionselemente wird im Kapitel 4 ausführlich das Sensormaterial-Verhalten bei innigem Kontakt zur Matrix untersucht. Neben der Einbettung von Fasern in Prüflinge wird der alkalische Angriff weitestgehend durch nachgestellte Porenlösung simuliert. Während der Untersuchungen bestätigte sich die Vermutung, daß die üblicherweise als Ausgangsmaterial für faseroptische Sensoren verwendeten Lichtwellenleiter-Fasern im alkalischen Milieu stark beeinträchtigt werden und zudem nicht ausreichende Haftung für einen zuverlässigen Dehnungsübergang bieten. Deshalb wurden Methoden der physikalischen Chemie für die Bewertung der adhäsiven Eigenschaften - und damit die Verbesserung des Dehnungsübergangs - in die Arbeit einbezogen (Kapitel 5).

Bei der Suche nach alternativen Beschichtungen für die üblichen, nicht für den Baustoffkontakt konzipierten, Lichtwellenleiter-Komponenten wurden Analogien aus dem Bautenschutz und der Oberflächenmodifikation mittels chemisch-physikalischer Techniken genutzt. Zum einen werden in die Untersuchungen zur Verbesserung des Haftverbunds speziell ausgewählte Alkylsilane als Haftvermittler und zugleich Oberflächenschutz einbezogen (Pkt. 5.4). Zum anderen konnte auf Erfahrungen mit Plasmapolymere und ORMOCEREN als Beschichtungen für Glasfasern zurückgegriffen werden. Sowohl adhäsions- als auch festigkeitsbestimmende Eigenschaften der Prüflinge werden im Kapitel 6 beschrieben. Die erreichten Ergebnisse werden den Eigenschaften gewöhnlicher optischer Glasfasern gegenübergestellt. Die hier genutzten Behandlungsverfahren und Alternativ-Coatings wurden vorrangig unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten ausgewählt.⁵

³ s. Liste der Kurzerläuterungen von Begriffen der Fasersensorik

⁴ Die Erkenntnisse und Erfahrungen zum Glasverhalten aus den Untersuchungen glasfaserverstärkter Betone kann nicht kritiklos auf das Verhalten optischer Gläser für Lichtwellenleiter übertragen werden, da das höchstreine synthetische Kieselglas nicht vergleichbar mit bekannten dotierten Gläsern ist.

⁵ Die Absicht der späteren praktischen Umsetzung dieser wissenschaftlichen Untersuchungen zwingt zur Berücksichtigung des ökonomischen Aspekts bereits bei der Auswahl der Behandlungsverfahren.

Das wesentliche Kriterium eines funktionstauglichen Fasersensors ist der Dehnungsübergang zwischen Matrix und sensitivem Element im Faserlauf. Ein einfaches analytisches Modell für die quantitative Beschreibung des Mechanismus' des Dehnungsübergangs wird genutzt. Für alle untersuchten Coatings - konventionelle wie auch alternative - werden die Haftungseigenschaften mit Hilfe mikromechanischer Testverfahren (Indentation-Technik, Kapitel 7) verifiziert.

Aus den durchgeführten Untersuchungen werden Hinweise zur Gestaltung von Sensoren für Messungen in erstarrenden und erhärteten Zementsteinmatrizes abgeleitet. Modellmessungen zeigen die Funktions-tauglichkeit eingebetteter Sensoren für den beschriebenen Anwendungszweck (Kapitel 8). Aus den Erkenntnissen der Arbeit und den gesammelten Erfahrungen im praktischen Einsatz werden schließlich die Grenzen des Dehnungsübergangs und die Lebensdauer direkt eingebetteter faseroptischer Mikrodehnungssensoren abgeschätzt (Kapitel 9).

Sowohl beim Faser-Fabry-Pérot-Interferometer-Sensor als auch beim Faser-Bragg-Gitter-Sensor sind die geometrischen Abmessungen wie auch das Material der Sensorkomponenten (z. B. Glaskapillare) vergleichbar mit denen der optischen Faser (vgl. Pkt. 2.3). Daher werden die experimentellen Untersuchungen fast ausschließlich an wesentlich kostengünstigeren optischen Standard-Glasfasern, anstatt an Glaskapillaren und Bragg-Gitter-Sensoren, durchgeführt. Dies betrifft vor allem die mit erheblichem Materialaufwand verbundenen Tests zur Bestimmung der Faserzugfestigkeit im alkalischen Milieu und zur Adhäsionswilligkeit unterschiedlich behandelte Oberflächen optischer Fasern.

Im Interesse einer zügigen Abhandlung des recht umfangreichen Stoffes werden mathematische Ableitungen, Beschreibungen der Gerätetechnik und der Meßroutinen in Anlagen zusammengefaßt. Zu Beginn der Arbeit werden auch ausgewählte fachgebiets-spezifische Begriffe erläutert. Damit soll im Bedarfsfall das Suchen jeweiliger Bedeutung vermieden werden. Literaturangaben und sonstige Quellen werden jeweils am Ende des Kapitels alphabetisch aufgeführt.

1.4 Quellenangaben

Brameshuber, W.; Plöhn, J.; Hilsdorf, H. K. (1986): Der Einfluß des Zementsteinschrumpfung auf die mechanischen Eigenschaften von Beton. Arbeitsbericht zum DFG-Forschungsvorhaben (Az. Hi 227/19) am Institut für Massivbau und Baustofftechnologie der Univ. Karlsruhe. 1986.

Chen, X; Ansari, F. (1998): Puls-Echo Fiber Optic Sensor for Nondestructive Evaluation of Concrete Bridges. in.: Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges. (Ed.: F. Ansari) Technomic Publ. Company. Lancaster-Basel 1998, S. 136-147.

Habel, W; Hillemeier, B. (1995): Results in monitoring and assessment of damage in large steel and concrete structures by means of fibre optic sensors. 1995 North American Conference on Smart Structures & Materials. Febr./March 1995, San Diego/CA. (USA), Proc. of SPIE 2446, 25-36.

Habel, W.; Höpcke, M.; Basedau, F.; Polster, H. (1994): The Influence of concrete and alkaline solutions on different surfaces of optical fibres for sensors. „2nd European Conference on Smart Structures & Materials“. Oktober 1994, Glasgow / U.K. Proc. of SPIE 2361, 168-171.

Habel, W.; Hofmann, D. (1994): Strain measurements in reinforced concrete walls during the hydration reaction by means of embedded fibre interferometers. „2. European Conference on Smart Structures & Materials“. Oktober 1994, Glasgow/U.K. Proc. of SPIE 2361, 180-183.

Kruschwitz, B.; Claus, R. O.; Murphy, K. A.; May, R. G.; Gunther, M. F. (1992): Optical fiber sensors for the quantitative measurement of strain in concrete structures. 1st Europ. Conf. on Smart Structures & Materials, 12-14 May 1992, Glasgow/U.K. Proc. of SPIE 1777, 241-244.

Mangold, M. (1994): Die Entwicklung von Zwang- und Eigenspannung in Betonteilen während der Hydratation. Berichte aus dem Baustoffinstitut der TU München Heft 1/1994.

OSMOS 1, (1996): „Globale Bauwerksüberwachung mit Optischer Saite“, Firmenprospekt OSMOS DEHACOM GmbH Köln, 4 Seiten.

Slowik, V.; Schlattner, E.; Klink, T. (1999) Faser-Bragg-Gitter-Sensoren zur langzeitigen Dehnungsmessung im Bauwesen. VDI Berichte Nr. 1463, 305-310.

SMARTEC, (1999): Globale Bauwerksüberwachung mit Lichtwellenleitersensoren / Anwendungen von Bauwerküberwachung mit Lichtwellenleitersensoren. Gemeinsame Firmenprospekte SMARTEC - DEHA Ankersysteme GmbH & Co. KG, 8 Seiten / 20 Seiten.

Ziegeldorf, S.; Plöhn, J. (1981): Der Einfluß des Zementsteinschrumpfung auf die Festigkeit von Beton. Arbeitsbericht zum DFG-Forschungsvorhaben (Az. Hi 227/19) am Institut für Baustofftechnologie der Univ. Karlsruhe.

2 Faseroptische Sensoren für die Messung von Werkstoffverformungen

Licht + Licht gibt nicht immer mehr Licht, unter bestimmten Bedingungen kann es Dunkelheit ergeben.

Prof. Max Born
(1882 - 1970)
Nobelpreis für Physik 1954

Dieses Kapitel beschreibt kurz die Grundlagen der faseroptischen Technik und die Historie der Fasersensoranwendung im Bauwesen. Im Abschnitt 2.4 werden wichtige Kenngrößen beim Einsatz dieser Sensortechnik, speziell das Verhalten optischer Sensorfasern unter mechanischen und thermischen Einflüssen, erläutert. Im Abschnitt 2.5 wird ausführlich auf die Sensorfunktion und die Eigenschaften der ausgewählten Faser-Bragg-Gitter- und Fabry-Pérot-Sensoren für Mikrodehnungsmessungen eingegangen. Wegen der Gestaltungsvielfalt von Fabry-Pérot-Sensoren werden die physikalischen Grundlagen der Mehrfachreflexion in der Anlage 1 ergänzend abgeleitet und sensorrelevante Details erläutert.

Teile dieses Kapitels sind in gekürzter Form erschienen in ADAPTRONIC AND SMART STRUCTURES. Basics, Materials, Design, and Applications (Ed. H. Janocha). Springer-Verlag 1999, Kapitel 7.2: Fiber Optic Sensors, S. 255-284.

2.1 Historie

Die Idee, faseroptische Sensoren zu entwickeln, wurde geboren, als Ingenieure und Physiker bei der Untersuchung neu hergestellter Lichtwellenleiter (LWL) aus Glas für die Übertragung von optischen Impulsen über große Entfernungen feststellten, daß mechanische und optische Effekte die Übertragungsqualität beeinflussen. Recht bald spaltete sich von den Kommunikationstechnikern, die bestrebt waren, die Übertragungsstrecken frei von äußeren mechanischen wie auch von strahlungsbedingten (photonischen) Einflüssen zu halten, eine Gruppe ab, die gezielt nach Beeinflussungsmöglichkeiten der Signalübertragung suchte. Diese Forschung begann Mitte der 60er Jahre des 20. Jahrhunderts; die erste internationale Konferenz zu faseroptischen Sensoren fand 1983 in London statt.

Der scheinbar triviale Vorschlag, eine optische Faser als Rißdetektor zu verwenden, wird frühzeitig relativiert, da sich herausstellte, daß optische Glasfasern durch ihren Schutzüberzug (Primärcoating) eine hohe Zugfestigkeit erhalten und nicht definiert reißen. Im Jahre 1981 wurde vom TRW-Konzern in Kalifornien ein faseroptischer Dehnungssensor zum US-Patent (1983) angemeldet, der speziell für die Dehnungsüberwachung von ausgedehnten Bauteilen (z. B. Ölpipelines) entwickelt worden ist. In Deutschland stellte 1986 die Fa. STRABAG BauAG gemeinsam mit der Fa.

Felten & Guillaume Energietechnik auf der Hannover-Messe einen sog. Mikrobiegungssensor zur Dehnungsüberwachung von Bauteilen und Bauwerken aus, der im Jahre 1987 in der Brücke Ulenbergstraße in Düsseldorf installiert wurde [König u.a., (1987)]. Mit dieser Weltpremiere eines mehrere Meter langen faseroptischen Sensors mit einer Dehnungsauflösung von wenigen $\mu\text{m}/\text{m}$, in einem Betonbauwerk (gekapselt) installiert, hat die Entwicklung der faseroptischen Technik im Bauwesen kontinuierlich an Breite gewonnen. Gelegentliche Rückschläge durch fehlende Erfahrungen oder unerwartete Schwierigkeiten in diesem technologisch wie stofflich rauen Umfeld haben langfristig den Trend einer zunehmenden Nutzung der Vorteile der Fasersensorik nicht nachhaltig beeinflusst.

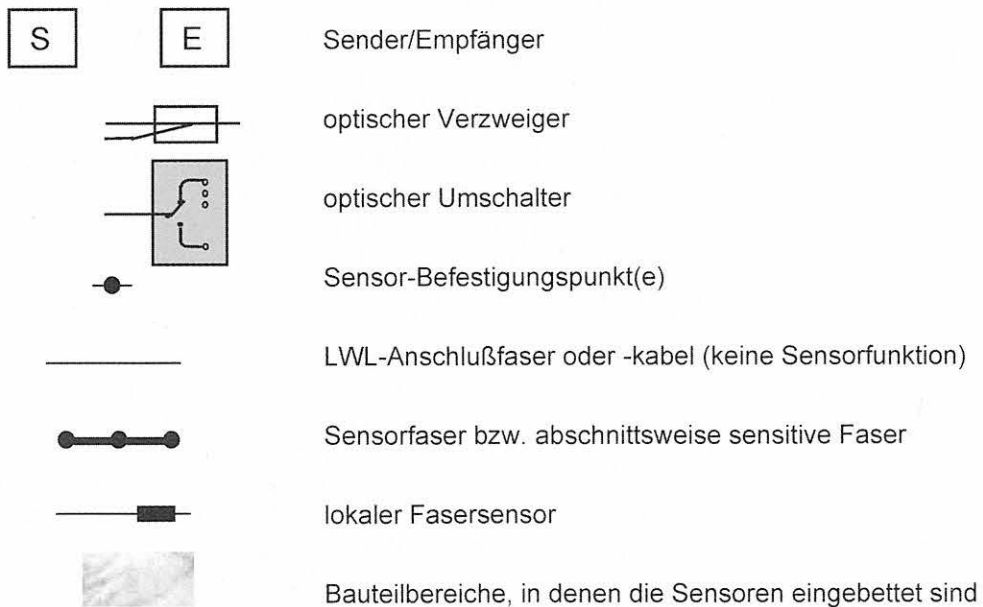
Ein zweiter Innovationsschub der für das Bauwesen Bedeutung haben sollte, setzte Ende der 70er Jahre ein. Hochauflösende interferometrische Dehnungssensoren mit einer Meßbasis von einigen Millimetern wurden für die Überwachung hochbeanspruchter Materialien in der Militärtechnik und in der Weltraumfahrt entwickelt. Des weiteren wurden in Fasern Gitterstrukturen eingebracht, die empfindlich auf Dehnungen reagierten. Anfang der 90er Jahre begann die Testung dieser neuen Sensoren kurzer Meßbasis an Bauwerken.

Die sog. faseroptischen Fabry-Pérot-Sensoren, die Dehnungsänderungen von $10^{-5} \%$ und besser aufzulösen vermochten, wurden weltweit erstmalig 1993 an einer stark beanspruchten Autobahn-Spannbetonbrücke in Berlin-Charlottenburg auf einem Draht eines geöffneten Spannglieds appliziert, um dessen Verformungen bei einer Probelastung der Brücke aufzuzeichnen [Habel/Hofmann, (1994)]. Dieser Applikation waren 1991 Versuche mit solchen Sensoren an einer kleinen Betonbrücke im Campus der State University in Blacksburg/Virginia (USA) vorausgegangen [Claus, (1991)]. Weitere Applikationen mit diesem Sensortyp an Stahl- und Stahlbetonbauwerken folgten [Habel/Hillemeier, (1995)]. Allen damaligen Applikationen war gemeinsam, daß der Fasersensor auf Stahl-, Composite- oder Betonoberflächen bzw. im Innern von Composites appliziert wurde. Die direkte Einbettung dieser Mikrodehnungssensoren in die Matrix zur Messung von Zementsteinverformungen wurde erstmalig 1996 auf der 11th Engineering Mechanics Conference 1995 in Fort Lauderdale, Florida (USA) von Habel, Hofmann, Hillemeier und Basedau (1995) vorgestellt. Seit dieser Veröffentlichung wurden die Arbeiten intensiviert, um die hohe Auflösung von Faser-Interferometer-Sensoren sehr geringer Abmessungen für die Online-Messung von Verformungen in Mörteln und Betonen auszunutzen. Zunächst wurden noch steife Varianten dieses Sensors benutzt, im Verlauf der Untersuchungen wurden flexible Bauformen entwickelt.

Tabelle 2.1: Konfiguration von Dehnungssensoren und Anwendungsbeispiele

Lfd. Nr.	Name	Struktur	Applikationsbeispiel	Quelle
a)	Dehnungssensor (integral)		Fußball-WM-Stadion in Paris-Orly div. Betonbrücken in CH	OSMOS, (1998) SMARTEC, (1999)
b)	Rißsensor; verteilter Dehnungssensor		auf Träger einer Stahlbrücke appliziert in der Forschung	Hofmann u.a., (1995) IEMB, (1996)
c)	Dehnungsprofil-sensor		Zugankerüberwachung in der Eder-Staumauer	Wolff, Mießeler, (1993)
d)	lokaler hochauflösender Dehnungssensor		Fabry-Pérot-Sensor auf geöffnetes Spannglied appliziert Bragg-Gitter-Sensor an Betonbrücke	Habel, Hofmann, (1994) Klink, u.a. (1997)
e)	lokale Dehnungs-sensoren in Kettenschaltung		Dehnungsprofilmessung in Composites	Davis, u.a., (1994)
f)	lokale Dehnungs-sensoren in Parallelschaltung		Bragg-Gitter-Sensoren (32 Kanäle) an I-10 Interstate Bridge in Las Cruces, New Mexico (USA)	Vohra, u.a., (1998)

Zeichenerklärung:



Die zweite Gruppe von faseroptischen Mikrodehnungssensoren, Faser-Bragg-Gitter-Sensoren, wurde weltweit erstmalig von Measures, Alavie u. a., (1992) in der Beddington Trail Bridge in Calgary installiert. Die Einbettung solcher intrinsischer Fasersensoren in die Zementsteinmatrix ist ebenfalls möglich, jedoch sind diese Sensoren nur in steifen Konfigurationen verfügbar.

2.2 Struktur faseroptischer Sensorsysteme

Die folgenden Erläuterungen zeigen die Einordnung der Mikrodehnungssensoren in die Vielfalt faseroptischer Sensorkonfigurationen für Dehnungsmessungen einschliesslich der möglichen Anschlussvarianten an die Sende- und Empfangsbaugruppen. Abhängig von der Applikationsart werden Dehnungen und/oder Distanzänderungen gemessen. Ebenso können mit den gleichen physikalischen Prinzipien auch Druck, Querdruck, Temperatur und indirekt chemische Größen gemessen werden. Eine ausführliche Klassifizierung nach unterschiedlichen Gesichtspunkten (z. B. Art der Signalmodulation, verwendeter Fasertyp) wurde von Holst u.a., (1986/1890) vorgenommen. Im Bauingenieurwesen hat sich die Einteilung in einerseits Fasersensoren für die Beobachtung ausgedehnter Bereiche - die sog. „verteilten“ oder „quasi-verteilten“ Sensoren - und in andererseits Sensoren für „punktförmige“ Messungen - die sog. lokalen Sensoren - als pragmatisch erwiesen. Tabelle 2.1 zeigt die wesentlichen Sensorkonfigurationen für Meß- und Monitoringaufgaben im Bauwesen mit ausgewählten Beispielen.

Die optische Faser - ein Standard-Lichtwellenleiter¹ (LWL) aus der optischen Datenkommunikation - überträgt das optische Ausgangssignal des Senders zum Sensor, der im Verlauf der optischen Übertragungsstrecke angeordnet ist. In diesem wird das Signal durch die Meßgröße moduliert und zum Empfänger transportiert. Nicht in allen Fällen ist die LWL-Faser selbst der Sensor. Nur wenn die Meßgröße unmittelbar auf den Lichtwellenleiter (die optische Faser) einwirkt und die Übertragungseigenschaften ändert, handelt es sich um einen „echten“, einen sog. internen oder intrinsischen Fasersensor. Zu den intrinsischen Fasersensoren werden auch solche mit lokal begrenzten sensitiven Bereichen im Innern einer optischen Faser gezählt (z. B. Bragg²-Gitter-Sensoren, vgl. 2.5.1). Andere Anordnungen, bei denen in den Verlauf des LWL optisch sensitive Elemente eingebaut werden (sog. externe oder extrinsische Fasersensoren), sind streng genommen keine faseroptischen Sensoren, da die optische Faser lediglich die Signalübertragung übernimmt. Im täglichen Sprachgebrauch wird jedoch dieser Unterschied zum intrinsischen Sensor nicht gemacht und ebenfalls von einem Fasersensor gesprochen.

2.3 Lichtwellenleiter als Grundbaustein des Fasersensors - Physikalische Grundlagen und Aufbau

Für die Fertigung von faseroptischen Sensoren werden meist Lichtwellenleiter vom Telekommunikationsmarkt verwendet. Spezialfasern für ausgewählte Sensoranwendungen sind teuer, weil sie gegenüber etablierten Standardfasern nicht als Massenprodukte hergestellt werden können. Sie werden i. a. nur in kleinen Stückzahlen bzw. Längen von mehreren Hundert Metern benötigt.

Die wichtigsten physikalischen Begriffe der Fasersensorik werden am Beispiel des Standardfaser-Aufbaus verdeutlicht, da dieser für die meisten Sensoren im Bauwesen oder in der Werkstoff-Forschung genutzt wird. Als Übertragungsmedium können neben Glas- auch Polymer-LWL (Faserkern aus Polymethylmetacrylat, Fasermantel aus Fluorpolymer) zum Einsatz kommen. Da Polymerfasern für die in dieser Arbeit betrachteten Meßaufgaben noch nicht zur Verfügung stehen, werden ausschließlich Glasfasern betrachtet.

Die Standard-Glasfaser besteht aus einem konzentrisch angeordneten Kernbereich, dem sich der Mantelbereich anschließt (Bild 2.1). Da der Brechungsindex n_{Kern} des Kernglases geringfügig größer ist als der des Mantelglases n_{Mantel} , wird ein in den Kernbereich eingestrahelter optischer Strahl an der Grenzfläche zwischen Kern und Mantel total reflektiert (entspricht dem Übergang eines optischen Strahls vom optisch dichteren zum optisch dünneren Medium). Dieser Effekt, daß sich die Strahlung im Lichtwellenleiter-Kern ausbreitet und im Normalfall nicht in den Mantel abgestrahlt wird, ist Basis für die optische Signalübertragung. Bei Biegung des LWL tritt die Strahlung teilweise aus dem Kernbereich aus und in den Mantelbereich ein. Die am LWL-Ausgang gemessene Kern-Strahlungsintensität hat sich in Abhängigkeit der Biegung verringert. Dieser mechanisch induzierte Effekt führt zu einem intrinsischen Fasersensor, dem sog. (Mikro-)Biegungssensor.

Glasfasern für die optische Signalübertragung werden im Faserziehturm aus vorgefertigten Preformen (Durchmesser ca. 200 mm), deren Querschnitt bereits maßstäblich vergrößert das gewünschte Kernbrechzahlprofil und das Verhältnis von Kern- und Manteldurchmesser des späteren Lichtwellenleiters besitzt, gezogen.

¹ Dieser Begriff wurde im Unterschied zum „Lichtleiter“, der für Beleuchtungszwecke dient, eingeführt. Der Begriff „Licht“ beschreibt genau genommen nur die für das menschliche Auge wahrnehmbare Strahlung im Wellenlängenbereich von 400 nm bis 700 nm. Inzwischen wird dieser Begriff auch für den angrenzenden Bereich der nahen Infrarotstrahlung (700 nm bis 2000 nm) angewandt.

² Sir William Henry Bragg, engl. Physiker (1915 Physik-Nobelpreis).

Der nachfolgend beschriebene Herstellungsprozeß der Kommunikations-Glasfasern soll den Unterschied zwischen optischen Glasfasern und beispielsweise AR-Glasfasern für Faserbetone verdeutlichen. AR-Glasfasern besitzen keine verwertbaren optischen Eigenschaften und sind deshalb keine diskutablen Alternative für die Herstellung baustoffverträglicher Glasfasersensoren. Zum anderen ist die Kenntnis der Faserherstellung wichtig für die Beurteilung der Einflußfaktoren auf die Eigenschaften der Glasfasern.

Für das Ziehen hochreiner Kieselglasfasern (s.a. Fußnote 1, Pkt. 4.1.1) wird eine Preform im sog. CVD³-Verfahren hergestellt [SIECOR, (1997) u. (1998)]. Im Innern bzw. auf der Oberfläche eines hochreinen Quarzrohres werden aus der Dampfphase mittels Siliziumtetrachlorids (SiCl₄) Quarzschichten (SiO₂) abgeschieden. Durch entsprechende Dotierung mit Bor, Germanium und Phosphor während des Abscheidungsprozesses werden die Brechzahlen des Kern- und Mantelglasbereichs eingestellt. Neben der gewünschten Brechzahl werden durch die Dotierung jedoch die physikalischen Eigenschaften des LWL nachteilig beeinflusst. Am gravierendsten ist die sich einstellende unterschiedliche thermische Ausdehnung von Kern- und Mantelglas, was zu Spannungen führt.

Ein anderer Nachteil, die höhere Dämpfung, ist für sensorische Anwendungen nicht relevant. Um besonders dämpfungsarme Fasern zu erhalten, wird beispielsweise Phosphor als Dotant weggelassen. Das entstandene poröse, undurchsichtige Glasrohr von einigen Zentimetern Durchmesser und einer Länge von $\geq 0,5$ m wird dann auf die Erweichungstemperatur des Glases erwärmt. Dadurch kollabiert dieses und schrumpft in mehreren Schritten zu einem Vollstab (Preform). Mit diesem Verfahren werden Kern- und Manteldurchmesser mit Toleranzen $< 1 \mu\text{m}$ erreicht. Die Transparenz des mit diesem Verfahren hergestellten Glases überschreitet die der bekannten optischen Gläser (Krongläser, Flintgläser) beträchtlich. Die Dämpfung liegt, abhängig von der Wellenlänge, zwischen $0,3 \text{ dB/km}$ und 3 dB/km^4 . Die Zusammensetzung des Preform-Glases der beiden bekanntesten deutschen Hersteller für optische Wellenleiter ist Tabelle 4.1 (Pkt. 4.1.1) zu entnehmen. Aus der Preform wird durch örtlich starke Erwärmung der LWL auf den üblichen Durchmesser von $125 \mu\text{m}$ heruntergezogen. Unmittelbar nach Erreichen dieses Durchmessers erhält der LWL eine Beschichtung, das (Primär-)Coating. Dieses Coating soll in erster Linie eine frühe Degradation

der Oberfläche der frisch gezogenen Faser unterbinden und ihr mechanische Stabilität verleihen. Als Coatingmaterialien werden Nylon, Polyacrylate (AC), Polyfluoracrylat (PFA), Polyvinylchloride (PVC) und Polyimide (PI) verwendet. Die gebräuchlichsten sind Polyimide, Acrylate, weil die Handhabbarkeit für die Faser- und Sensorweiterverarbeitung einfach ist. Dies gilt insbesondere für die Fälle, in denen das Coating entfernt werden muß. Für Sonderanwendungen werden auch Kombinationen dieser Materialien oder metallische Coatings, z. B. Gold, angeboten. Diese Fasern sind unverhältnismäßig teuer und im Bauwesen aus ökonomischen Gründen nicht von Interesse. Eine detaillierte Beschreibung der Eigenschaften des Glasmaterials und der betrachteten Coatings erfolgt im Kapitel 4. In Tabelle 2.2 sind die wichtigsten mechanischen, thermischen und optischen Kennwerte der optischen Fasern zusammengefaßt und mit denen der Baustoff-Materialien verglichen (Tabelle 2.3).

Die wichtigsten Kenngrößen des Lichtwellenleiters für seine Verwendung als Sensor sind folgende:

- Strahlungswellenlänge λ :
Die Strahlungswellenlänge λ wird durch die verwendeten Sendebaulemente bestimmt. Für optisch einfache Sensorkonfigurationen, z. B. Mikrodehnungssensoren, werden preiswerte Lumineszenzdiode (LED) verwendet. Bei interferometrischen und spektral modulierten Sensoren werden überwiegend Halbleiter-Laserdioden eingesetzt. Ein weiteres Kriterium für die Wellenlänge ist die wellenlängenabhängige Transparenz des Lichtwellenleiters. Aus der Kombination beider Komponenten (Sender, LWL) haben sich drei Wellenlängenbereiche, die sog. optischen Fenster, herauskristallisiert: das erste Fenster bei $0,8 \dots 0,9 \mu\text{m}$, das zweite bei $1,3 \mu\text{m}$ und das dritte bei $1,55 \mu\text{m}$. Die hier betrachteten Fasersensoren werden in allen drei Fenstern betrieben.
- Kerndurchmesser d_K :
Der Kerndurchmesser liegt bei den für die Sensorik üblichen Lichtwellenleitern im Bereich von $6 \mu\text{m}$ bis $200 \mu\text{m}$ und bestimmt in hohem Maße, wieviel technologischer Aufwand notwendig ist, um die gewünschte optische Leistung der Strahlungsquelle in den Lichtwellenleiter einzukoppeln. Für die gewöhnliche optische Signalübertragung sind die Abmessungen des optischen Mantels nicht interessant, wenn er ausreichend groß gegenüber dem

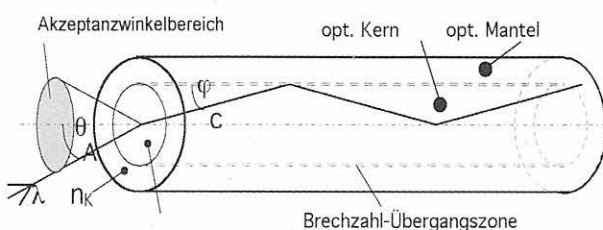


Bild 2.1: Lichtwellenleiter mit eingekoppeltem Lichtstrahl

³ CVD - Chemical Vapour Deposition

⁴ Eine kilometrische Dämpfung von 3 dB bedeutet, daß sich die eingestrahlte Lichtleistung nach einem Weg durch die Faser von 1 km Länge um 50% verringert hat. Bei einer problemlos projektierbaren Systemreserve eines faseroptischen Systems von 30 dB kann eine Entfernung von 10 km überbrückt werden. Zum Vergleich seien die Werte von optischem Glas und Fensterglas herangezogen: Optisches Glas mit einer Dämpfung von 3000 dB/km würde bei gleicher Systemreserve eine Übertragung des Lichts von 10 m gestatten, Fensterglas mit $50\,000 \text{ dB/km}$ lediglich nur 60 cm .

Tabelle 2.2:

Mechanische, thermische und optische Kennwerte von Glasfasern [Labs (1989); Majumdar/Laws (1991); Kleingries (1997); Cunz (1998); Zimmermann, u. a. (1990)]

Parameter	Optische Glasfaser	E- Glas	AR-Glas
Durchmesser [μm]	125	3 - 13	12 - 20
Dichte [$\text{kg} \cdot \text{dm}^{-3}$]	2,20 ... 2,22	2,53 ... 2,6	2,68 ... 2,78
Elastizitätsmodul 25 °C [GPa]	62 ... 72	72,5 ... 75,5	70 ... 80
Poisson-Zahl ⁵ [-]	0,16 ... 0,19	ca. 0,22	ca. 0,22
Biegefestigkeit [MPa]	6,7	10 ... 25	k.A.
Zugfestigkeit (Einzelfaser) 25 °C [MPa]	3500 (mit Coating) 50 ... 200 (ohne Coating)	1000 ... 2500 500 ... 700 (Roving)	1500 ... 2500 1700 (Roving)
Max. zulässige Dehnung [%]	6 ... 8 (mit Coating)	-	-
Zugbruchdehnung (Einzelfaser) [%]	12 (mit Coating)	3,0 ... 4,8	2,0 ... 4,5
Bruchzähigkeit K_{Ic} [$\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$]	0,8	k.A.	k.A.
linearer Ausdehnungs- koeffizient [$10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$]	0,51 ... 0,55 für 0°C ... 100°C 0,27 für < 0 °C 1,1 (Ge-dotierte Fasern)	k.A.	9
Thermo-optischer Koeffizient [$10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$]	6,3 8,3 ... 8,6 (Ge-dotierte Fasern)	5	7,5
Elasto-optischer Koeffizient [-]	-0,1839	-	-
Erweichungs- temperatur T_G [°C]	1600	k.A.	860
Schmelz- temperatur T_S [°C]	1743	1140	1185
Wärmeleitfähigkeit [$\text{W} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$]	1,38 (T=20°C) 1,47 (T=100°C)	0,81	k.A.
Brechungsindex Faserkern [-]	1,4518 für $\lambda = 900 \text{ nm}$ 1,4496 für $\lambda = 1300 \text{ nm}$ 1,482 (Ge-dotierte Faser)	1,550	1,561
Typ. optische Dämpfung [dB · km^{-1}]	0,3 ($\lambda = 1500 \text{ nm}$) 3,0 ($\lambda = 850 \text{ nm}$)	-	-

Kerndurchmesser ist. Für die Mehrzahl der faseroptischen Sensoren wird das Mantellicht⁶ nicht ausgewertet, sondern nur die im Kern geführte und durch die Meßgröße modulierte Strahlung. Übliche geometrische Größenverhältnisse von Kern-/Mantel-Durchmesser sind 6/125 μm , 9/125 μm , 50/125 μm und 200/380 μm . Ist der Kerndurchmesser genügend klein, kann sich ein in den LWL eingekoppelter Strahl nur in seiner Grundmode ausbreiten. Solche LWL mit Kerndurchmessern von 6 μm für die Lichtwellenlänge von 850 nm bzw. von 9 μm für 1300 nm heißen Monomodefasern⁷. Fasern mit Kerndurchmessern >10 μm werden wegen der Vielzahl der entstehenden Moden als Multimode-Fasern bezeichnet. Tabelle 2.4 zeigt schematisch die unterschiedlichen Typen.

Da die interferometrischen Mikrodehnungssensoren nach dem Prinzip der Phasenmodulation arbeiten, müssen die Phase der Strahlung und in einigen Fällen

⁵ Kehrwert des negativen Verhältnisses von Quer- und Längsdehnung bei Längsspannung.

⁶ An dieser Stelle sei angemerkt, daß der Begriff „Licht“ eine breitbandige Strahlung bezeichnet. Wenn Strahlung einer definierten Wellenlänge verwendet wird, wie es bei Laserstrahlung für interferometrische Dehnungssensoren der Fall ist, muß es korrekterweise „Strahlung“ heißen. Im Sprachgebrauch unter den Experten wird dennoch der Begriff Licht bzw. Mantellicht benutzt.

⁷ Für spezielle Sensoren werden auch Lichtwellenleiter verwendet, in deren Innern sich zwei Kerne befinden. Diese recht teuren Spezialfasern sind für bautechnische Anwendungen nicht von Bedeutung und werden hier nicht einbezogen.

Tabelle 2.3:

Mechanische und thermische Kennwertbereiche von Zementstein, Beton, Polyimid-Coating und Stahl [Majumdar/Laws, (1991); Brameshuber, (1988); Wei, (1986)]

Parameter	Portland-Zementstein	Beton	Baustahl (St 52)	Polymercoating (Polyimid)
Dichte [kg · dm ⁻³]	1,7 ... 2,5	2,2 ... 2,6	7,85	1,42
Elastizitätsmodul [GPa]	7 ... 17	30 ... 32	210	2000 ... 3000
Druckfestigkeit [MPa]	z. B. ≥42,5	25 (B 25)	-	170
Zugfestigkeit [MPa]	1,4 ... 7,0	< 2,5	550	70 ... 150
Poisson-Zahl [-]	0,23 ... 0,30	0,17 ... 0,20	0,3	0,4 ... 0,45
Zugbruchdehnung [%]	0,02 ... 0,06	0,01	22 ... 28	40 ... 70
Bruchzähigkeit K_{Ic} [MPa · m ^{1/2}]	0,3 ... 0,4	1,7 ... 2,4	1500 ... 2000	2,0
linearer Ausdehnungskoeffizient [10 ⁻⁶ · K ⁻¹]	12 ... 20	10	12	30 ... 60
Schmelztemperatur [°C]	573 (Quarzsprung)		≈ 1400	unschmelzbar, bis 470 °C nutzbar (Glasübergangstemperatur: 260)
Wärmeleitfähigkeit bei 20 °C [W · K ⁻¹ · m ⁻¹]	1,4 (für Dichte 2,0 kg/dm ³)	1,6 (für Dichte 2,2 kg/dm ³)	55	ca. 0,1 ... 0,35

auch der Polarisationszustand der Faser eindeutig bestimmt sein. Dies gilt nur für Monomodefasern, die deswegen in dieser Arbeit von wesentlicher Bedeutung sind.

- Brechzahlprofil:

Der Übergang vom Kernglas zum Mantelglas (Brechzahlübergang) kann auf unterschiedliche Weise erfolgen. Verläuft dieser sprunghaft, handelt es sich um eine sog. Stufenfaser; verläuft dieser stetig, liegt eine Gradientenfaser vor. Für die Signalübertragung insbesondere bei hohen Datendichten (Kommunikationsfasern) oder über große Entfernungen zu Sensoren ist die Funktion, nach der dieser Übergang rotationssymmetrisch verläuft - das Brechzahlprofil - von großer Bedeutung. Für die meisten Fasersensorkonfigurationen hat das Brechzahlprofil selbst keine Bedeutung. Wesentlich für diese Arbeit ist die Unterscheidung nach Stufen- oder Gradientenfasern und nach Monomode- und Multimodefasern (s. Tabelle 2.4). Für Multimode-LWL liegen die Brechzahldifferenzen bei 1 bis 3 %, bei Monomode-LWL nur bei 0,2 bis 0,6 %.

- Numerische Apertur NA:

Die numerische Apertur kennzeichnet das Lichtaufnahme- und das Lichtabstrahlvermögen eines LWL und ist definiert als Sinus des Öffnungswinkels des maximal vom Kern aufgenommenen Lichtbündels (Akzeptanzwinkel θ_A , Bild 2.1). Der Akzeptanzwinkel errechnet sich aus der Differenz der Quadrate der Brechzahlen von Kern- (n_K) und Mantelglas (n_M):

$$NA = \sin \theta_A = \sqrt{n_K^2 - n_M^2} \quad (2.1)$$

Um eine hohe Systemleistung zu erreichen, ist eine große Apertur wünschenswert, d. h. eine Multimodefaser würde bevorzugt. Aus optischen Grün-

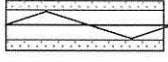
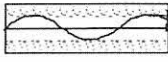

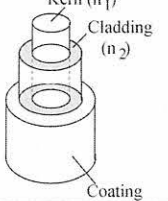
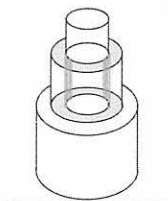
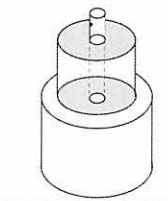
den (hohe Modendispersion) und wegen größerer mechanischer Spannungen im Multimode-LWL bei Temperaturänderungen werden Monomodefasern mit NA-Werten zwischen 0,13 und 0,16 verwendet.

Aus den Brechzahldifferenzen ergeben sich NA-Werte von 0,2 bis 0,35 für Multimode-LWL und 0,1 bis 0,16 für Monomode-LWL. Der für Sensor- und Anschlußfaser vorliegende NA-Wert muß bei der Wahl der Strahlungsquelle sorgfältig beachtet werden. Die Apertur der Strahlungsquelle sollte die des LWL nicht übersteigen, da beispielsweise bei Lumineszenzdiolen (LED) mit Lambertscher Abstrahlcharakteristik ohnehin ein nur kleiner Teil der abgestrahlten Leistung vom LWL-Kern akzeptiert wird. Selbst bei angepaßten Aperturen von Sender und LWL beträgt die Kopplungseffektivität nur 3 %.

- Faserdämpfung α :

Die Dämpfung eines Lichtwellenleiters ist ein Maß für die Abnahme der Intensität der zwischen Sender und Empfänger transportierten Strahlung. Heutzutage liegen die (auf eine Länge von 1 km bezogenen) Dämpfungswerte hochreiner Kieselglasfasern bei 10⁻⁴ dB/km, während Glas-LWL Anfang der 70er Jahre noch Dämpfungen von einigen 10 dB/km aufwiesen. Abhängig von der in den LWL eingestrahlten Leistung und der vom Empfänger detektierbaren Mindestleistung steht nur ein begrenzter Dynamikbereich zur Verfügung. Wenn zwischen Sender und Empfänger im „dämpfenden“ signalübertragenden Lichtwellenleiter mehrere Sensoren mit meist größeren Dämpfungen als der des LWL integriert sind, addieren sich deren Einzeldämpfungen zu dem kilometrischen Wert der Faserdämpfung. Unter Berücksichtigung aller Dämpfungsanteile folgt die Gesamtleistungsbilanz,

Tabelle 2.4: Überblick über die gebräuchlichen Typen von Kieselglas-Lichtwellenleitern für die Nutzung als faser-optischer Sensor [Habel, (1999)]

Fasertyp	Multimode-Stufenfaser	Multimode-Gradienten-Index-Faser	Monomode Stufen-Index-Faser
Strahlungsverlauf	Strahl ist reflektiert 	Strahl ist gebrochen 	Strahl ist geführt 
Geometrie			
Typische Durchmesser von =>	Kern: 50 µm Cladding: 125 µm Coating: 140 µm bis 250 µm	Kern: 50 µm Cladding: 125 µm Coating: 140 µm bis 250 µm	Kern: 6 µm (870 nm) 9 µm (1300 nm) Cladding: 125 µm Coating: 140 ... 250 µm
Brechzahlprofil	Stufenförmig vom Cladding zum Kern	Kontinuierlich vom Cladding zum Kern	Stufenförmig vom Cladding zum Kern

die meist als Systemleistung bzw. Systemwert in Dezibel [dB] angegeben wird. Die Systembilanz wird des Weiteren durch äußere Einflüsse, wie z. B. stark gekrümmt verlegte oder lokal mechanisch beanspruchte Faserbereiche sowie durch Kernstrahlungseinwirkungen reduziert.

- Laufzeit eines Lichtimpulses t :
Ein in die Faserstirnfläche eingestrahler optischer Impuls breitet sich im Lichtwellenleiter nicht mit der Lichtgeschwindigkeit c , sondern mit einer um die Brechzahl n des Glases kleineren Geschwindigkeit, der Phasengeschwindigkeit $v_{ph} = c/n$, aus. Daraus folgt für $n \approx 1,5$ eine Impulsausbreitungsgeschwindigkeit im Glas von $c_{Glas} \approx 200\,000$ km/s, d. h. ein Impuls benötigt zum Durchlaufen eines 100 m langen Faserstücks⁸ ca. 500 ns. Ein solches Segment, begrenzt durch zwei Punkte auf der Faser, die am Meßobjekt fixiert sind, kann als Dehnungssensor genutzt werden, wenn die Laufzeitunterschiede bei Verlängerung oder Verkürzung gemessen werden. Diese Methode wird zur Messung von Dehnungsprofilen, z. B. in Verpreßstrecken von Zugankern verwendet [Habel u.a., (2000)]. Mit Hilfe eines Rückstreumeßgeräts (OTDR⁹-Gerät), das Impulslaufzeitänderungen mit ± 3 ps aufzulösen vermag, können Distanzänderungen zweier Fixpunkte in der Sensorfaser von $\pm 0,3$ mm erkannt werden. Da dieses Meßverfahren eine Mindestmeßlänge von 150 mm erfordert, ist es nur für integrale Messungen in der Zementsteinmatrix zwischen den Fixpunkten verwendbar.

2.4 Einbettung von Sensoren in die Zementsteinmatrix und relevante Kenngrößen

2.4.1 Bedeutung der Meßbasis

Vor der Diskussion näherer Details der Einbettung faseroptischer Sensoren sollen grundsätzliche Sachverhalte zur Verformungsmessung mit Fasersensoren betrachtet werden. Die Diskussion mit Bauingenieuren zeigt, daß beide Fachdisziplinen mit bestimmten Termini gelegentlich unterschiedliche Sachverhalte beschreiben. Bei der Untersuchung neuer faseroptischer Sensorlösungen werden von Fasersensorikern nicht alle meßtechnischen Randbedingungen bei einem späteren Einsatz bedacht. Deshalb sollen die wichtigsten Kenngrößen und Besonderheiten bei der Einbettung von Fasersensoren nachfolgend zusammengefaßt werden.

1. In dieser Arbeit werden nur diejenigen Sensoranordnungen betrachtet, deren optisches Signal ausschließlich durch eine in längs zur Faserachse (axiale Faserrichtung) wirkende Meßgröße moduliert wird. Eine radial zur Faserachse wirkende Veränderung der Matrix liefert a priori (d. h. gemäß dem physikalischen Wirkungsprinzips der hier betrachteten Sensoren) kein Meßsignal¹⁰. Quereinflüsse, die beispielsweise bei Bragg-Gitter-Sensoren auftreten können, werden als Störsignale definiert.

⁸ Die doppelte Länge muß wegen des Hin- und Rückwegs des Pulses berücksichtigt werden; Dispersionseffekte bleiben unberücksichtigt.

⁹ OTDR - Optical time domain reflectometry.

¹⁰ Es gibt Fasersensoren, beispielsweise mit elliptischem Kernquerschnitt, die sowohl in axialer als auch in radialer Richtung empfindlich sind. Diese sind aufgrund des technologischen Aufwandes im Bauwesen bisher nicht interessant.

- Alle faseroptischen Sensoren werden an mindestens 2 Punkten fixiert, wodurch die Meßbasis L des Sensors (Meßlänge) definiert ist, manchmal auch gauge-Länge bezeichnet. Eine Verformung des Bauteils wird vom Sensor als Abstandsänderung der Fixpunkte angezeigt. Über die einfache allgemeine Beziehung $\varepsilon = \Delta L/L$ kann die Dehnung ε des gemessenen Bereichs berechnet werden. Es handelt sich somit um die integral über die Meßbasis eingetretene Verformung; lokale Verformungsunterschiede innerhalb der Fixpunkte können nicht erfaßt werden. Zur Erfassung lokaler Verformungen muß die Meßlänge auf wenige Millimeter reduziert werden. Beim Bragg-Gitter-Sensor wird die Meßlänge durch die Gitterlänge definiert. Integral messende Sensoren, wie in Tabelle 2.1, Fall a) zitiert, sind für Verformungsmessungen im Mikrobereich nicht geeignet.

Bild 2.2 zeigt unterschiedliche Einbettungsvarianten von Fasersensoren. Eine in die Matrix eingebettete optische Faser [Fall a)] ermöglicht bei ausreichender Haftung das Erkennen und Lokalisieren von Rissen in der Matrix. Diese Konfiguration ist als Dehnungssensor nicht geeignet, sofern eine gewöhnliche Standardfaser verwendet wird. Werden jedoch in die Faser Markierungspunkte (Marker) eingebaut und in der Matrix fixiert [Fall b)], so können die Verformungen integral über den durch die Marker festgelegten Meßbereich gemessen werden. Hierzu stehen verschiedene Verfahren, beispielsweise die optische Rückstromeßtechnik (OTDR-Technik), zur Verfügung. Werden mehrere Marker im Faserlauf hintereinander angeordnet, können Dehnungsprofile in der Matrix gemessen werden [vgl. in Tabelle 2.1 Sensortyp c)]. Die Dehnungsauflösung liegt bei integral messenden Verfahren bei höchstens 0,05 ‰ ($5 \cdot 10^{-5}$) für eine Mindestmeßlänge von 200 mm. Mit diesen Sensorkonfigurationen sind Verformungsänderungen im Mikrobereich des zementgebundenen Werkstoff-

gefüges nicht meßbar. Hierfür eignen sich nur interferometrische Meßprinzipien mit einer Dehnungsauflösung von einigen $\mu\text{m}/\text{m}$ und besser. Bild 2.2, Fall c) zeigt eingebettete Bragg-Gitter-Sensoren im Verlauf einer optischen Faser. Ihre Auflösung liegt um einige $\mu\text{m}/\text{m}$ für eine Meßbasis von einigen Millimetern bis zu 20 mm. Die Meßbasis kann durch Fixierung der Faser analog Fall b) beliebig verlängert werden, jedoch wird gerade die Kleinheit der Sensoren für Verformungsmessungen im Mikrobereich der Matrix bevorzugt. Dies ist bei Verformung eines eingebetteten Fasergitters solange möglich, wie sich die eingebettete Faser im Verbund mit der Matrix verformt. Ein Lösen des Sensors infolge Überschreitung der Haftfestigkeit (s. Kapitel 6) oder durch Rißbildung in der Matrix verhindert weitere Meßaussagen.

Eine weitere Erhöhung der Dehnungsauflösung bis zu $0,1 \mu\text{m}/\text{m}$ bei Meßlängen im Bereich 4 mm bis 20 mm ist mit Faserinterferometer-Sensoren möglich [Fall d)]. Allerdings ist im gegenwärtigen Entwicklungsstadium eine Kettenschaltung dieser Sensoren schwierig. Im Punkt 2.5 werden Details zur Meßlänge, Auflösungen sowie zu meßtechnologischen Bedingungen detailliert untersucht.

2.4.2 Meßtechnische Definitionen und Begriffsvereinbarungen

Bei Messungen im Bauwesen werden u. a. die Begriffe Meßlänge, Meßgenauigkeit, Präzision und Fehler zur Quantifizierung von Meßaussagen benutzt. In Prospekten und selbst in der Fachliteratur werden zur Beschreibung von Meßgeräten und Sensoren gelegentlich Begriffe verwendet, die nicht dem Standard, z. B. DIN 1319 (1980/1992), entsprechen. Dadurch entstehen Mißverständnisse bei Nutzern oder Ungenauigkeiten in der Aussage. Es werden deshalb die wichtigsten Begriffe, die in dieser Arbeit zur Sensorcharakterisierung bzw. zur Beschreibung von Ergebnissen ex-

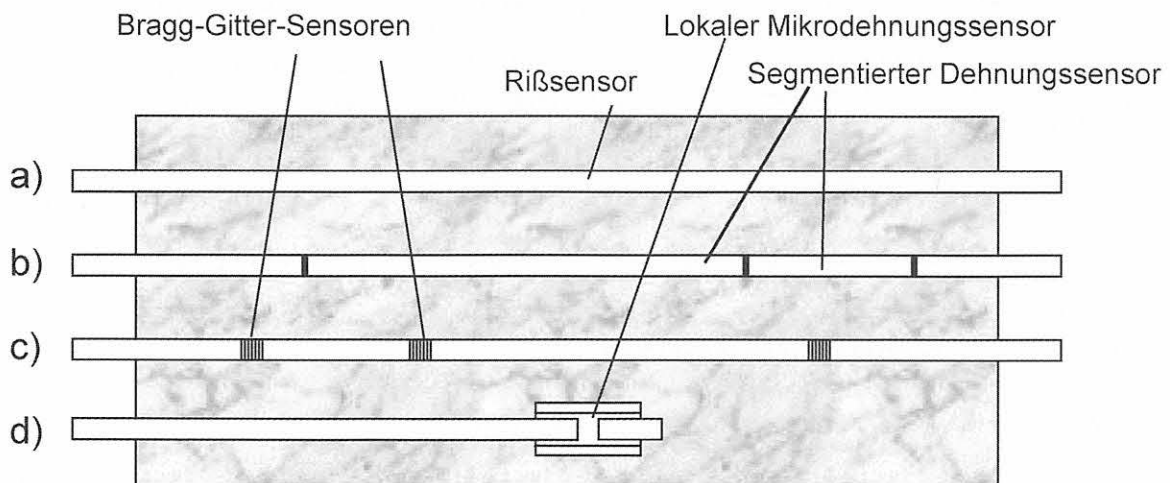


Bild 2.2: Varianten direkt in eine Matrix eingebetteter Faseroptischer Sensoren a) Rißsensor, b) Dehnungsprofilsensor, c) Quasi-verteilte Dehnungsmessung mit Bragg-Gitter-Sensoren, d) Hochauflösende lokale Dehnungsmessung mit Faserinterferometer

perimenteller Untersuchungen verwendet werden, erläutert.

Meßfühler oder Sensor?

Die Begriffe Meßfühler und Sensor oder ähnliche Begriffe, wie Fühler, Meßwertgeber, Meßaufnehmer, werden häufig synonym verwendet, wobei nicht immer erkennbar ist, ob das „Zubehör“, wie z. B. Schutzrohr, Befestigungsflansche, o. ä. in dem verwendeten Begriff eingeschlossen ist. Da Gegenstand dieser Arbeit die Integration von Lichtwellenleiter-Sensoren und optischen Elementen im Strahlengang eines LWL in die zementgebundene Matrix ist, wird folgende Terminologie vereinbart: Abweichend vom allgemein üblichen Verständnis eines kompletten Meßgrößenaufnehmers, der aus dem meßgrößenempfindlichem Element und einer Armatur besteht, wird als Fasersensor bzw. Sensor hier das meßgrößenempfindliche faseroptische Element ohne Armaturen verstanden. Konstruktive Elemente (z. B. Befestigungs- oder Transportarmaturen) werden gemäß Empfehlung in DIN 1319, Teil 1, (1992), Pkt. 4.4 nicht als Sensor, sondern als faseroptischer Meßaufnehmer bezeichnet.

Genauigkeit und Präzision

Die Begriffe Genauigkeit (engl.: accuracy) und Präzision (engl.: precision) sind qualitative Oberbegriffe zur Bewertung der Qualität von Meßreihen oder Meßgeräten. Der Begriff Genauigkeit ist eingeführt worden, um über den reziproken Sachverhalt zu informieren, nämlich über Ungenauigkeiten bei Meßaktivitäten infolge unvermeidbarer Nichtlinearitäten, Hysterese-Effekte, Umgebungseinflüsse, Erschütterungen, Driften, u. v. m. In Prospekten werden jedoch diese Begriffe in Verbindung mit quantitativen Angaben gebraucht. Entsprechend DIN 55350, Teil 13 (1987) wird in dieser Arbeit für quantitative Angaben aus Meßreihen die Bezeichnung Meßunsicherheit verwendet¹¹. Je kleiner die Wiederholstandardabweichung voneinander unabhängiger Meßwerte verschiedener Meßreihen auch ist, d. h. je präziser das angewendete Meßverfahren arbeitet, umso besser ist die gegenseitige Annäherung der Meßwerte. Diese Tatsache liefert jedoch keine Information über die Meßunsicherheit der einzelnen Meßergebnisse, d. h. über die Genauigkeit des Meßverfahrens. Sehr präzise ermittelte Meßergebnisse können völlig unwahre Informationen über eine Meßgröße liefern. Dieser Umstand gewinnt insbesondere bei der Messung von sehr fluiden Mörteln mit Fasersensoren an Bedeutung, da die Wiederholstandardabweichungen zwar gering sind, aber infolge unbekannter systematischer Störeinflüsse die Meßunsicherheit relativ groß ist (vgl. Pkt. 8.4). Dieses Beispiel macht die getrennte Zuordnung der Begriffe deutlich: Genauigkeit bzw. Ungenauigkeit bezieht sich auf den Einfluß systematischer Fehler; Präzision beschreibt die Qualität statistisch verteilter Fehler.

Systemdynamik und Systemreserve

Die Systemdynamik (auch als Dynamikumfang oder kurz Dynamik bezeichnet) beschreibt den Leistungs-

umfang der faseroptischen Sensoranlage aus Sicht der verfügbaren Strahlungsleistung am Empfänger. Die Dynamik des Systems wird begrenzt durch die minimale abgestrahlte Sendeleistung und die maximale Empfängerempfindlichkeit. Koppelstellen der LWL und Sensoren im Strahlengang erzeugen Leistungsverluste, die bei der Dimensionierung berücksichtigt werden müssen. Sinkt während des Betriebs des Sensors die Sendeleistung oder werden Veränderungen an der Sensorstrecke vorgenommen, muß die am Empfänger ankommende Leistung immer noch ausreichend groß sein, um ausgewertet werden zu können. Um ein Versagen der Meßeinrichtung zu vermeiden, sollte bei der Dimensionierung der Meßanlage eine Leistungsreserve (Systemreserve) vorgesehen werden.

Empfindlichkeit

Die Empfindlichkeit (engl.: sensitivity) beschreibt die Reaktion einer Meßeinrichtung (Ausgangsgröße Δx_a) auf die Änderung der Meßgröße (Eingangsgröße Δx_e). Meist werden nicht nur die Sensoreigenschaften selbst, sondern auch die Eigenschaften der Meßkette berücksichtigt. Die Eingangsgrößenänderung ist im Rahmen dieser Arbeit immer eine Verformung (angegeben in mm oder μm). Die gemessene Ausgangsgröße kann, abhängig vom verwendeten Mikrodehnungssensor, auch eine nicht-metrische Größe sein. Die Ausgangsgröße beim Faserinterferometer wird in Einheiten der elektrischen Spannung ΔV (in mV) gemessen. Beim Bragg-Gitter-Sensor ist das Ausgangssignal eine Wellenlängenverschiebung $\Delta\lambda$, gemessen in nm. Diese Überlegung macht deutlich, daß in die Angabe der Empfindlichkeit sowohl das Übertragungsverhalten des Sensoraufbaus als auch die Qualität der Ausleseinheit für die Sensoren eingeht. Des weiteren ist zu beachten, daß beim Faserinterferometer die Empfindlichkeit nicht über den gesamten Meßbereich konstant ist (Pkt. 2.5.2). Deshalb sind bei Messungen mit Fasersensoren synonym angewandte Begriffe wie Verstärkung oder Skalierungsfaktor irreführend. Die Empfindlichkeit muß grundsätzlich als Bezugsgröße angegeben werden, z. B. in mm/mV oder $\mu\text{m}/\text{nm}$ ¹². In der Literatur gemachte Angaben in % oder mm sind falsch und verwirren.

Auflösung

Um die kleinste Differenz zweier Meßwerte, die ein Sensor bzw. Meßgerät gerade noch wahrnehmen und eindeutig unterscheiden kann, zu beschreiben, wird der Begriff Auflösung (engl.: resolution) verwendet. Er läßt sich aus physikalischen Betrachtungen herleiten und wird in Einheiten der Meßgröße, z. B. nm, mV, angegeben. Die Auflösung wird gelegentlich mit dem

¹¹ Bei mehrfacher Anwendung eines festgelegten Verfahrens zur Ermittlung der Meßunsicherheit sollten gemäß DIN 1319, T.1 die Begriffe Wiederholstandardabweichung oder Vergleichsstandardabweichung verwendet werden.

¹² Die Angabe $0,3 \text{ nm}/1 \mu\text{m}$ für ein Bragg-Gitter-Sensor bedeutet, daß sich bei einer Verformung des Sensors von $1 \mu\text{m}$ die Anzeige auf dem Auswertegerät um $0,3 \text{ nm}$ verändert.

Begriff Empfindlichkeit verwechselt. Im Zusammenhang mit dem Auflösungsvermögen steht die Meßgrößenangabe, bei der die Meßeinrichtung zu arbeiten beginnt: der Anlaufwert.

Die Bedeutung hochaufgelöster Messungen mit eingebetteten faseroptischen Mikrodehnungssensoren wird häufig unterschätzt. Wenn beispielsweise Dehnungsänderungen der ungerissenen Matrix von 0,001%, d. h. 1/10 der Bruchdehnung des Betons, erkannt werden sollen, hilft folgende Faustformel der Meßtechniker bei der Abschätzung der erforderlichen Auflösung des Meßsystems:

- die geforderte Meßunsicherheit darf nicht größer sein als 1/10 der zu erfassenden Meßgröße,
- die notwendige Auflösung darf nicht schlechter sein als 1/10 der geforderten Meßunsicherheit.

Im obigen Beispiel resultiert daraus für die zuverlässige Bewertung von Verformungen der elastischen Baustoffmatrix eine Dehnungsauflösung von 10^{-7} , d. h. $0,1 \mu\text{m/m}$. Dieser Wert ist nur mit interferometrischen Meßverfahren zu erreichen, oder eine ausreichend geringe Meßunsicherheit muß mit einer Vielzahl von Messungen erkaufte werden.

Hysterese

Bei der Erprobung neuer, hochauflösender Sensorlösungen ist die Frage nach der (elastischen) Hysterese des Meßverfahrens bzw. der verwendeten Meßanordnung von Bedeutung. Die Hysterese bezeichnet die Eigenschaft des Meßverfahrens bzw. des Sensors, nach Verschwinden der Eingangsgröße nicht wieder (oder verzögert) den Ursprungszustand einzunehmen. Die Hysterese kann physikalisch oder konstruktiv bedingt sein (Reibungsgleiten, Spiel bei Richtungsumkehr) und macht eine Einbeziehung der „Vorgeschichte“ der Veränderung für eine eindeutige Zuordnung von Meßwerten zur Meßgröße notwendig. Um die Hysterese zu quantifizieren, muß eine genaue Meßvorschrift vereinbart werden. Ihr Maß ist die Umkehrspanne.

Drift

Zur Angabe der Meßunsicherheit von Sensoren gehört die Bewertung von Drift und Alterung der gesamten Meßanlage. Drift beschreibt den systematischen Fehleranteil mit geringer Zeitabhängigkeit. Obwohl Driftfehler im metrologischen Sprachgebrauch nur bei Meßmitteln (Meßgeräten) vorkommen, soll bei Fasersensoranordnungen auch der Begriff Drift verwendet werden, wenn der Meßfühler Ausgangssignaländerungen liefert, obwohl kein Eingangssignal (keine Meßgrößenänderung) anliegt. Ursachen können allgemein die instabile Lagerung der Meßfühler im Gehäuse (hier Coating), das Kriechen des Klebstoffs, Schlupf, temperaturbedingter Zwang durch von Glas abweichendes Material sein. Während sich Driften in Meßgeräten kompensieren lassen bzw. diese nachkalibriert werden können, ist dies bei eingebetteten

Sensoren nicht möglich. Unspezifizierte Angaben über die Stabilität von faseroptischen Meßfühlern sind daher wenig aussagefähig.

Alterung

Die Quantifizierung des Alterungsverhaltens eines in der Zementsteinmatrix eingebetteten Fasersensors kann durch die Lebensdauer (Alterungsgrenze) und die zeitabhängige Vergrößerung der Meßunsicherheit erfolgen. Eine zunehmende Meßunsicherheit, die nicht durch Verschleiß oder „Alterung“ der Sende- und Empfangsbaugruppe ausgelöst wird, d. h. nach Ersatz dieser Baugruppen bleibt die Vergrößerung der Meßunsicherheit bestehen, muß auf eine Alterung des Sensors zurückgeführt werden. Derartige Alterungserscheinungen können bei Mikrodehnungssensoren verschiedene Ursachen haben: Veränderungen in den Dispersionseigenschaften der optischen Fasern, „Erblindung“ von Koppelstellen (lösbaren Verbindungen), Strukturschäden im Glas an Spleißstellen („kalte Schweißstelle“), mechanische Beeinträchtigung der Faseroberfläche und damit reduzierte Festigkeit. Das Versagen von optischen Fasern im betonchemischen Umfeld wird im Kapitel 4 besonders behandelt werden, da keine Erkenntnisse über die Stärke des betonchemischen Einflusses auf optische Glasfasern in erhärtenden und belasteten Bauteilen vorliegen. Da nach Einbettung der Sensoren in den Baustoff diese nicht ohne erheblichen Aufwand ausgetauscht werden können, muß die erwartete Lebensdauer eingebetteter Glasfasern abgeschätzt werden können. Periphere Geräte können hingegen auch bei Fasersensoranlagen einfach ausgewechselt werden.

2.4.3 Verhalten der Sensorfaser bei thermischen und mechanischen Einflüssen

Während des Hydratationsprozesses zementgebundener Werkstoffe entwickelt sich im Material, abhängig von den geometrischen und stofflichen Bedingungen, eine unterschiedliche Temperaturverteilung. Die im fertigen Bauteil auftretenden Verformungen werden von diesen Temperatureinflüssen überlagert. Eine Temperaturänderung ΔT bewirkt in der optischen Glasfaser der Länge L_G eine Längenänderung ΔL_G sowie eine Brechzahländerung Δn . Die entsprechenden Koeffizienten α_G (linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient) und ξ (thermo-optischer Koeffizient) werden allgemein ausgedrückt durch

$$\alpha_G = \frac{1}{L} \frac{\partial L}{\partial T} \quad (2.2)$$

und

$$\xi = \frac{1}{n} \frac{\partial n}{\partial T} \quad (2.3)$$

Wegen der Geometrie der Faser braucht nur die Verformung in axialer Richtung (z-Richtung) betrachtet zu werden. Sie berechnet sich aus dem linearen Aus-

dehnungskoeffizienten zu $\Delta L_G = L \cdot \alpha_G \cdot \Delta T$ bzw. $\Delta \varepsilon_z = \alpha \cdot \Delta T$.

Wie aus Tabelle 2.2 zu entnehmen ist, ist mit $\xi \approx 6 \dots 8 \cdot 10^{-6}/K$ der thermische Einfluß auf die Brechzahl des Glases n signifikant stärker als auf die Längenausdehnung ($\alpha_G = 0,55 \cdot 10^{-6}/K$). Dieser Umstand ist insbesondere dann zu beachten, wenn sich der thermo-optische Effekt direkt auf das Sensorausgangssignal auswirkt (z. B. bei Bragg-Gitter-Sensoren, s. Pkt. 2.5.1).

Die Stärke der thermischen Einflüsse hängt bei faser-optischen Mikrodehnungssensoren vom verwendeten Funktionsprinzip und von der Bauform des Sensors ab. Eine vernachlässigbare Reaktion auf thermische Einflüsse zeigt eine Bauform eines extrinsischen Faserinterferometers (Pkt. 2.5.2). Hier wird der Temperatureinfluß auf die Längenänderung nahezu kompensiert. Diese Tatsache beeinflusst die Auswahl von Mikrodehnungssensoren entsprechend der beim Messen vorgegebenen Temperaturbedingungen.

In den meisten Fällen wird die Sensorfaser mit Coating eingebettet. Somit ist der Verbund Glas/Coating sowohl der Temperatur als auch der mechanischen Beanspruchung unterworfen. Das mechanische Verhalten von gedehnten Sensorfasern wird im Kapitel 7 untersucht. Der thermische Ausdehnungskoeffizient der Sensorfaser, als Verbundwerkstoff betrachtet¹³, folgt nach Schlechte (1971) aus der Beziehung

$$\alpha_S = \frac{1}{L} \frac{dL}{dT} = \frac{\alpha_G \cdot E_G \cdot A_G + \alpha_C \cdot E_C \cdot A_C}{E_G \cdot A_G + E_C \cdot A_C}, \quad (2.4)$$

wobei das Produkt $E \cdot A$ die Steifigkeit der Anordnung beschreibt. Für ein einschichtiges Coating der Dicke $10 \mu\text{m}$ kann der thermische Einfluß einfach abgeschätzt werden. Mit den aus den Tabellen 2.2 und 2.3 eingesetzten Werten erhält man für eine Faser mit Polyimid-Coating einen effektiven thermischen Ausdehnungskoeffizienten von $\alpha_S = 0,57 \cdot 10^{-6}/K$. Somit dominiert das Glas die thermische Ausdehnung. Aus mechanischer Sicht kommt es jedoch bei thermischer Beanspruchung zu Zuglängsspannungen in der Faser. Bei intrinsischen Fasersensoren ist dieser Einfluß zu prüfen, da er Veränderungen im optischen Signal erzeugen kann (s. Pkt. 2.5.1).

Wird eine eingebettete optische Sensorfaser durch den umgebenden Werkstoff verformt und ist dieser Verformung gleichzeitig eine Temperaturänderung überlagert, entsteht am Sensorausgang allgemein eine Signaländerung dx der Größe

$$dx = dL \frac{\partial x}{\partial L} + dT \frac{\partial x}{\partial T}, \quad (2.5)$$

Die Längenänderung dL in Gl. (2.5) kann hervorgerufen werden durch Temperaturänderung der umgebenden Matrix und des Sensormaterials

$$\left(dT \frac{\partial L}{\partial T} \right)$$

oder durch mechanische Einflüsse, z. B. durch eine eingetragene Last, durch Zwang oder durch Relaxationsprozesse (dL_M). Damit folgt für dL :

$$dL = dL_M + dT \frac{\partial L_M}{\partial T} + dT \frac{\partial L_S}{\partial T}, \quad (2.6)$$

wobei hier die Indizes M für Matrix und S für Sensor stehen. Diese das Sensorausgangssignal bestimmende Längenänderung gilt unter der Voraussetzung, daß Sensor und Matrix sich gleichermaßen verformen¹⁴. Gleichung (2.6) eingesetzt in (2.5) führt zu

$$dx = \left[dL_M + dT \frac{\partial L_M}{\partial T} + dT \frac{\partial L_S}{\partial T} \right] \frac{\partial x}{\partial L} + dT \frac{\partial x}{\partial T}, \quad (2.7)$$

bzw.

$$dx = dL_M \frac{\partial x}{\partial L} + dT \frac{\partial L_M}{\partial T} \frac{\partial x}{\partial L} + dT \frac{\partial L_S}{\partial T} \frac{\partial x}{\partial L} + dT \frac{\partial x}{\partial T} \quad (2.7a)$$

oder in Differenzen-Schreibweise mit $\Delta L = L \cdot \alpha \Delta T$ folgt (L - Ausgangslänge)

$$\Delta x = \Delta L_M \frac{\partial x}{\partial L} + \Delta T (L_M \cdot \alpha_M + L_S \cdot \alpha_S) \frac{\partial x}{\partial L} + \Delta T \frac{\partial x}{\partial T}. \quad (2.8)$$

Die drei Anteile im Sensorausgangssignal [Gl. (2.8)] können wie folgt bestimmt werden: Der dritte Anteil beschreibt den Temperaturgang des Sensors und wird im spannungsfreien Zustand des Sensors aus seiner Kennlinie in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmt. Das Meßergebnis des eingebetteten Sensors bei Verformung wird dann mit Hilfe dieser Kennlinie korrigiert. Hierfür muß die Temperatur am Ort des Sensors gemessen werden. Der zweite Term kann für Glasensoren im betrachteten Matrixmaterial (Zementstein, Beton) aufgrund des wesentlich geringeren Ausdehnungskoeffizienten des Glases im Vergleich zum Matrixmaterial entsprechend Tabellen 2.2 und 2.3 mit guter Näherung durch $\Delta T \cdot L \cdot \alpha_M$ ($\partial x / \partial L$) beschrieben werden. Gl. (2.8) vereinfacht sich damit zu

$$(\Delta x)^{Korr.} \cong \Delta L_M \frac{\partial x}{\partial L} + L_M \cdot \alpha_M \Delta T \frac{\partial x}{\partial L}, \quad (2.9)$$

bzw. nach Zusammenfassung

$$(\Delta x)^{Korr.} \cong (\Delta L_M + L_M \cdot \alpha_M \Delta T) \frac{\partial x}{\partial L}. \quad (2.10)$$

Ein in die Baustoffmatrix eingebetteter faseroptischer Sensor enthält somit in seinem Ausgangssignal die Verformung infolge mechanischer und thermischer Einwirkung, sofern letztere vorhanden ist. Wenn dies der Fall ist, z. B. bei sich ändernder Temperatur während

¹³ Es wird angenommen, daß sich durch die thermisch verursachten Verformungen beide Materialien nicht voneinander lösen, solange die Schubspannungsgrenze nicht erreicht wird.

¹⁴ Bis zu welcher Verformung diese Annahme berechtigt ist, d. h. eine „schlupffreie“ Verformung des Verbunds Sensor/Matrix stattfindet, wird in Kapitel 7 untersucht.

des Hydratationsprozesses, erfordert die Angabe einer temperatur-korrigierten Verformung die Eliminierung des thermischen Anteils. Dies kann beispielsweise durch Einbettung eines zweiten Sensors erfolgen, der thermisch gekoppelt, jedoch mechanisch entkoppelt die Temperaturänderungen in der Matrix mißt. In vielen Fällen ist die konstruktive Lösung bei Fasersensoren nicht trivial. Bei Kenntnis bzw. akzeptabler Schätzung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten kann die Temperaturkorrektur auch rechnerisch erfolgen. In solch einem Fall ist eine Überprüfung der thermisch bedingten Verformungen an Probekörpern im Wärmeschrank notwendig.

2.4.4 Fasersensor als Einschluß in der Matrix

Die Einbettung von Fasersensoren in die Baustoffmatrix hat ebenso Einfluß auf die Matrixstruktur wie die Einbringung ähnlicher Einschlüsse. Da Dehnungen mit einer Auflösung von besser als 10^{-6} gemessen werden sollen, müssen auch Rückwirkungen auf das Verformungsverhalten bedacht werden. Diese Rückwirkungen sollen für die Betrachtung eingeteilt werden in strukturspezifische und verformungsspezifische Veränderungen der Matrix, wobei beide wechselwirken.

Strukturspezifische Veränderungen

Die Fasereinbettung verändert die Struktur des umgebenden Materials. Es bildet sich um die Faser herum eine Übergangszone aus, deren Art und Ausdehnung von der Faseroberfläche, der Zementsorte, der Rezeptur und der Einbettungstechnik abhängt. In dieser Übergangszone weicht das Verhalten des zementgebundenen Baustoffs während der Hydratation und nach Erreichen der Endfestigkeit von dem der Matrix ab.

Die chemischen Prozesse im fasernahen Bereich, die Porenstruktur wie auch die Affinität der entstehenden Kristalle zur Faseroberfläche können die Adhäsion und damit die Größe der linearen elastischen Verformung¹⁵ des Verbunds Sensor/Matrix beeinflussen. Für eine Optimierung der Faserhaftung kann der Grenzbereich zur optischen Faser behandelt bzw. gestaltet werden. Vor einem solchen Eingriff in die Mikrostruktur des Baustoffs muß jedoch das Verhalten in der Grenzzone geklärt werden.

In Untersuchungen zur Struktur der Zementsteinmatrix im Grenzbereich von Glasfasern in faserverstärkten Betonen wurde von Majumdar und Laws (1991) festgestellt, daß die Partikelgröße und -zusammensetzung der Matrix entscheidenden Einfluß auf die Struktur der Übergangszone hat. So bildeten sich bei Frischmörtel mit einem durchschnittlichen Partikeldurchmesser von ca. 10 µm (Durchmesserschwankungen der Partikel von 1 µm bis 100 µm) während der Hydratation vor allem kolloidale CSH-Partikel und größere CH-Kristalle. Zum anderen entstehen um die Faser verstärkt wassergefüllte Räume. Hierfür werden zwei Ursachen angenommen:

- die Anwesenheit der Faser führt - ähnlich dem bekannten Effekt an der Betonbewehrung - zum Bluten bzw. zum Anziehen von Wasser,
- die Faser stört die statistisch verteilte Anordnung der Zementkörner und initiiert damit eine uneffektive (lockerere) „Packing“ der Zementkörner im Nahbereich der Faser.

Beim Einbetten von Einzelfasern mit einem Durchmesser um 10 µm zeigt sich bis zu einer radialen Entfernung von der Faser von 40 µm eine veränderte Matrixstruktur. Es muß daher angenommen werden, daß optische Glasfasern mit ihrem größeren Durchmesser (≥ 125 µm) einen größeren wasserangereicherten Porenraum hervorrufen. In einem solchen Porenraum mit geringerer Dichte erlaubt der anfänglich hohe Wasserreichtum um die Faser nicht die Entwicklung eines „normalen“ Zementsteingefüges wie im übrigen Teil der Matrix. Außer diesem direkten Einfluß auf den Hydratationsfortschritt sind die $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Kristalle zudem bestrebt, sich im weniger dichten Porenraum anzulagern. Bisherige in der Literatur beschriebene REM-Untersuchungen zu dieser Problematik wurden hauptsächlich an eingebetteten Stahlfasern durchgeführt. Analoges Verhalten wird auch für die Grenzzone

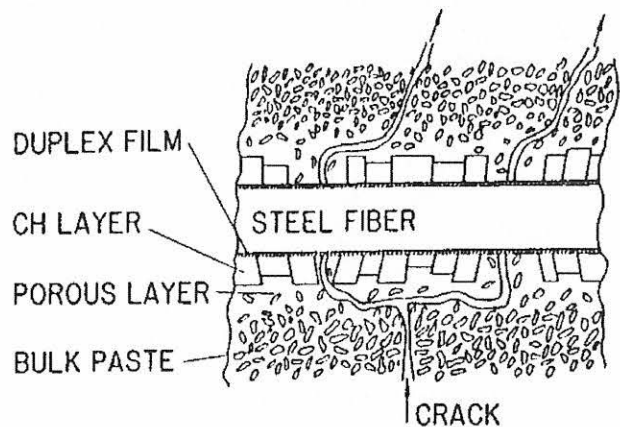


Bild 2.3: Übergangsbereich von stahlfaserverstärktem Zementmörtel [nach Bentur/Mindess, (1990)]

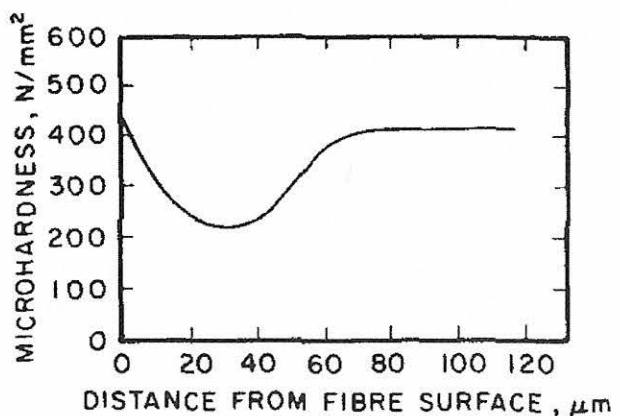


Bild 2.4: Härte der Zementmörtelmatrix in der Umgebung von eingebetteten Stahlfasern

¹⁵ Es sei angemerkt, daß für Beton linear-elastisches Verhalten im klassischen Sinn nicht gilt.

um die optischen Fasern angenommen. Die Grenzschicht zu Fasereinschlüssen wurde umfangreich untersucht und von Bentur und Mindess (1990) zusammengefaßt dargestellt. Bild 2.3 zeigt den Aufbau der Grenzzone.

Folgende Erkenntnisse können zusammengefaßt werden:

1. Direkt an der Faseroberfläche bildet sich eine CH-reiche Schicht. Die Schichtstärke schwankt zwischen 1 µm bis zu einigen µm. Als Ursache für die Entstehung dieser Schicht wird eine Fällungsreaktion aus der Porenlösung an der Oberfläche der Faser angenommen. Die Faser wirkt hierbei offenbar als Kristallkeim-Bildner. Die CH-Schicht kann poröse Stellen zwischen nadelartigen Kristallen (CSH-Kristalle) aufweisen und besitzt daher eine geringere Dichte als der faserentferntere übrige Mörtel.
2. An der CH-Schicht angrenzend bildet sich eine poröse Schicht aus. Die Poren dieses Bereichs werden zwischen CSH und geringen Mengen an Etringit gebildet. Bei eingebetteten Stahlfasern beträgt die radiale Ausdehnung um die Faser etwa 10 µm bis 40 µm. Abweichendes mechanisches Verhalten von der übrigen Mörtelmatrix wurde auch hier festgestellt und durch Mikrohärte-Messungen experimentell bestätigt. Bild 2.4 zeigt den in der Mörtelmatrix in radialer Ausdehnung um die Faser ermittelten Härteverlauf.

Diese Qualitätsunterschiede in der Grenzschicht¹⁶ des Fasersensors wirken auf die Qualität des Haftverbunds von Faser und Zementsteinmatrix sowie auf das Verformungsverhalten gegenüber der übrigen Matrix zurück. Dieser Sachverhalt muß bei Haftfestigkeitsuntersuchungen, die im Kapitel 7 durchgeführt werden, bedacht werden.

Verformungsspezifische Veränderungen

Kleine in Betonbauteile eingebettete Sensoren beeinflussen normalerweise nicht signifikant das Verformungsverhalten des Meßobjekts. Anders ist es bei Fasersensoren zur Messung von Verformungen in der Mikrostruktur der zementgebundenen Matrix. Obwohl Glasfasersensoren mit einer Meßlänge l_S von 3 mm bis ca. 20 mm und einem Durchmesser d_S von maximal 350 µm (ohne zusätzliche mechanische Elemente) als sehr klein angesehen werden können, muß die Intensität der Rückwirkung auf das Meßobjekt abgeschätzt werden. Untersuchungen zur Rückwirkung von Betondehnungsgebern wurden von Rohrbach (1962) durchgeführt. Er empfahl, ein Verhältnis V von Sensor-Meßbasis l_S und mittlerem Durchmesser des größten Zuschlagkorns d_K von 10 nicht zu unterschreiten.

$$V = \frac{l_S}{d_K} \geq 10 \quad (2.11)$$

In diesem Fall weicht bei Verformung der Matrix die gemessene Dehnung um weniger als 5 % von dem

tatsächlichen Wert ab. Gl. (2.11) besagt auch, daß bei einer Messung der Matrixverformungen mit einem Sensor der Länge l_S der mittlere Durchmesser des Zuschlagkorns der Beziehung $d_K \leq l_S/10$ genügen sollte, um nicht zu große Abweichungen in der gemessenen Dehnung zu erhalten. Da für sehr kurze faseroptische Dehnungssensoren ein Längen-/Durchmesser-Verhältnis von ca. $l_S/d_S \geq 12$ gilt, kann bei Mörteln mit einer maximalen Korngröße von ca. 1 mm eine nahezu rückwirkungsfreie Messung sehr kleiner Volumina erwartet werden.

Die bisherigen Annahmen setzen voraus, daß die Sensoren fest an der Matrix haften und wegen möglicher Spannungskonzentration keine zusätzlichen konstruktiven Elemente für deren Befestigung in der Matrix verwendet werden. Mitnehmer-Elemente würden den effektiven Durchmesser der Fasersensoren unverhältnismäßig stark vergrößern. Das bedeutet, daß „glatte“ Sensoren, wie z. B. Faser-Bragg-Gitter-Sensoren oder steife extrinsische Fabry-Pérot-Anordnungen wesentlich durch Adhäsion an der Mörtelmatrix haften müssen. Diese Fragen werden im Kapitel 7 detailliert untersucht, insbesondere, wenn Polymercoatings das Schubspannungsverhalten an der Grenzfläche Sensor/Matrix bei Verformung der Matrix beeinflussen.

Bei der Einbettung faseroptischer Sensoren in Werkstoffe dürfen die Anschlußleitungen nicht unberücksichtigt bleiben. Aus fertigungstechnischen Gründen müssen Mikrodehnungssensoren eine optische Zuleitung erhalten, von der nach Einbettung eine Mindestlänge von 1 m zugänglich bleiben muß. Da diese Zuleitungen nicht an der Dehnungsübertragung beteiligt sind und mit ausreichendem Abstand von der Meßstelle geschützt verlegt werden, rückwirken diese nicht auf die Meßzone.

¹⁶ Es werden hier die Begriffe der Faserverbundwerkstoffe benutzt. Mit dem Begriff „Grenzzone“ oder „Grenzfläche“ wird die Zweidimensionalität der Betrachtung hervorgehoben, der Begriff „Grenzschicht“ hebt die dreidimensionale Struktur hervor.

2.5 Auswahl und Beschreibung der Mikrodehnungssensoren

Die Auswahl des Funktionsprinzips und die Gestaltung des Sensors muß sich an den von Baustoffwissenschaftlern als auch in der Bauindustrie artikulierten Meßaufgaben orientieren:

- Messungen der Anfangsverformung hydratisierter zementgebundener Matrices unmittelbar nach Beenden des Einfüllvorgangs in die Schalung

Meßdauer:	einige Stunden bis zur Erhärtung der Matrix
Auflösung:	sehr hoch (einige $\mu\text{m}/\text{m}$), um sehr kleine Verformungsänderungen vom Beginn der Erstarrung an erfassen zu können
Abtaste:	Die maximal Änderungsgeschwindigkeit der Verformung beträgt etwa $100 \mu\text{m}/\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$ ($0,1 \text{ \%}/\text{min}$).
- Verformungsmessung der erhärteten Matrix bei Wechselbeanspruchung (Temperaturzyklen, Feucht-/Trocken-Lagerung)

Meßdauer:	bis zu einigen Wochen
Auflösung:	mittel (einige Zehn $\mu\text{m}/\text{m}$), ggf. gleichzeitige Abfrage mehrerer dicht nebeneinander liegender Sensoren (Abstand ca. 4 ... 6 mm)
Abtaste:	gering
- Messung von Probekörperverformungen während zerstörender und zerstörungsfreier Prüfungen

Meßdauer:	einige Minuten
Auflösung:	mittel (einige Hundert $\mu\text{m}/\text{m}$)
Abtaste:	hoch, da die Änderungsgeschwindigkeit der Verformung hoch ist. Um Bruchaktivitäten (Dehnungswellen) im Gefüge zu erfassen, sollten die Sensoren dynamisch empfindlich sein (bis zu einigen Hundert kHz).
- Langzeitbeobachtung von Matrixverformungen bei chemischen Angriffen, nahezu zeitunabhängigen (quasi-statischen) mechanischen Verformungen (z. B. Kriechen) und bei Vibrationen und Erschütterungen mit Folgen für den Gefügebau

Meßdauer:	Monate bis Jahre
Auflösung:	sehr hoch (wenige $\mu\text{m}/\text{m}$)
Abtaste:	sehr gering, Abschaltung der Meßanlage zwischen einzelnen Meßzyklen muß möglich sein.

Die Erfüllung der genannten Meßaufgaben erfordert die sorgfältige Auswahl des Meßaufnehmers, des Ausleseverfahrens und der Gerätetechnik. Die Anforderungen führen zu zwei Fasersensortypen, die bisher für einen Einsatz im Kontakt mit der zementgebundenen Matrix nicht systematisch untersucht worden sind: das extrinsische Faserinterferometer nach dem Fabry-Pérot-Prinzip (in der Fachliteratur inzwischen als EFPI¹⁷-Sensor etabliert) und der Faser-Bragg-Gitter-

Sensor. Aufgrund der unterschiedlichen Leistungsmerkmale, die in Tabelle 2.5 gegenübergestellt sind und nachfolgend ausführlich beschrieben werden, können die Meßaufgaben durch Nutzung einer der beiden bzw. durch Kombination beider Sensortechniken gelöst werden. Zwei wichtige Aspekte sind beispielsweise die Langzeitstabilität in der Meßdatenaufzeichnung und die Rückwirkungsfreiheit der Meßfühler. Faser-Bragg-Gitter-Sensoren arbeiten als absolute Dehnungsaufnehmer, d.h., ein Bezug zu vorangegangenen Messungen ist auch nach Abschaltung der Versorgungseinheit möglich. Sie werden für Langzeitmessungen bevorzugt. Interferometrische Sensoren lassen sich als Meßfühler derart gestalten, daß bereits Anfangsverformungen einer zementgebundenen Matrix, die nur eine Kraft von etwa $100 \mu\text{N}$ aufbringen können, ausreichen, um den Sensor auszulenken. Somit ist der Sensor kein versteifendes Element im Frischmörtel und für die Messung von Anfangsverformungen prädestiniert. Weitere Details werden in den Punkten 2.5.1 und 2.5.2 erläutert.

In allen Fallbeispielen wird ein Meßbereich (Verformungsbereich) des Sensors von etwa $1 \text{ mm}/\text{m}$ benötigt, so daß bis zum Eintritt von Rissen gemessen werden kann. Verformungsmessungen über größere Zeiträume stellen an die Meßtechnik hohe Anforderungen hinsichtlich Stabilität der Meßaufnehmer und der Gerätetechnik. Da eine ununterbrochene Datenaufzeichnung wegen des hohen Speicherplatzbedarfs nur bei Kurzzeitmessungen sinnvoll ist, muß im Fall von Langzeitmessungen oder bei Wechsellagerungen mit großen Zykluszeiten eine Abschaltung der Meßanlage möglich sein. Solch eine Forderung ist aber gerade bei hochauflösenden interferometrischen Verfahren mit sehr hohem Geräteaufwand verbunden.

Vor Untersuchung der Ankopplung der fast mikroskopisch kleinen Sensoren an die Zementsteinmatrix sollen nachfolgend die ausgewählten Sensortechniken in Grundzügen beschrieben werden.

2.5.1 Bragg-Gitter-Sensor als intrinsischer Fasersensor

Hill u. a. (1978) entdeckten die Photoempfindlichkeit von Germanium-dotierten Glasfasern. Wenn UV-Strahlung (ca. $240 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$) in eine Glasfaser eingestrahlt wird, verringert sich der Brechungsindex des Glases. Diese Entdeckung nutzten Meltz u. a. (1989) zur Erzeugung brechzahlveränderter Bereiche im Faserkern in Form eines Interferenzmusters durch radiale Einwirkung paarweise überlappter UV-Strahlen (Transversalholographie). Erst diese technologische Leistung war die Voraussetzung für eine neue Klasse von optischen Elementen - den Faser-Bragg-Gittern. Die Fasergitter werden inzwischen als Sensoren für das Monitoring großer Bauwerke genutzt und erhalten zunehmend als

¹⁷ EFPI - Extrinsisches Fabry-Pérot-Interferometer

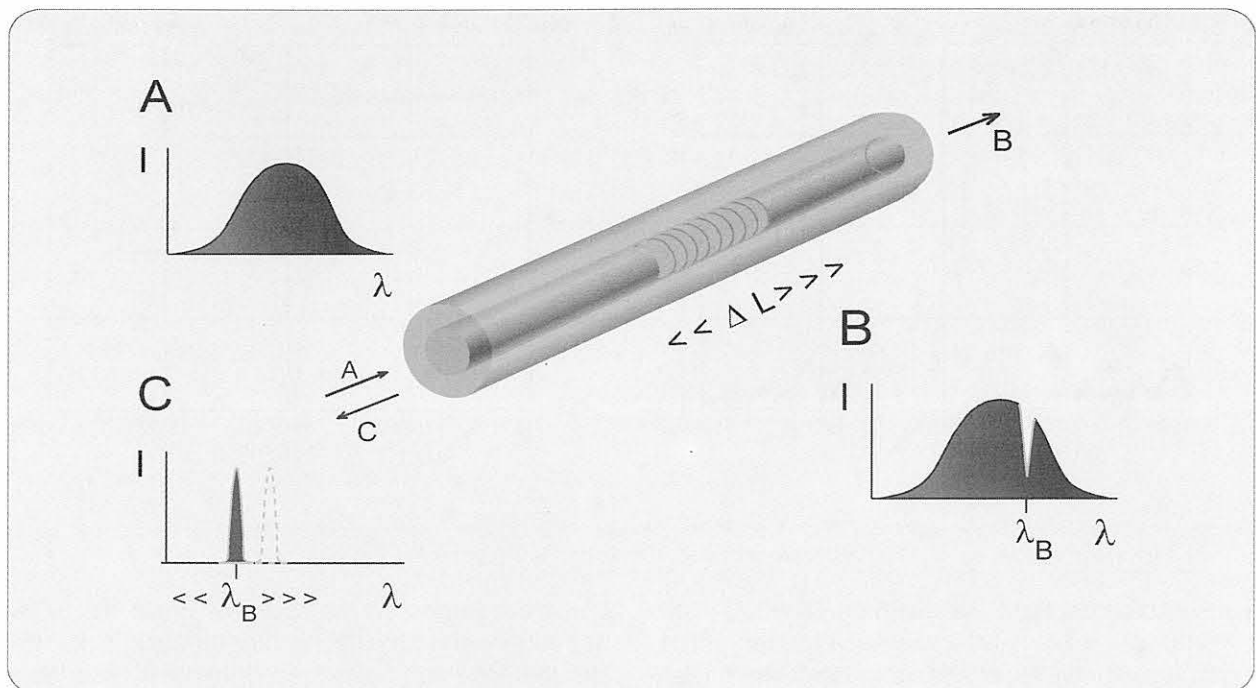


Bild 2.4: Aufbau und Signalverhalten eines Faser-Bragg-Gitter-Sensors

werkstoffintegrierte Sensoren auch in zementgebundenen Matrices Bedeutung. Die Leistungscharakteristika sollen nachfolgend beschrieben und im Vergleich zum extrinsischen Fabry-Pérot-Fasersensor einer kritischen Bewertung unterzogen werden, um einen optimalen Einsatz in der zementgebundenen Matrix gewährleisten zu können.

Bragg-Gitter-Sensoren werden für die den optischen Bauelementen der Kommunikationstechnik kompatiblen Wellenlängenbereichen um 870 nm, 1310 nm und 1550 nm hergestellt. Die unterschiedlichen Herstellungstechnologien und Bragg-Gitter-Varianten wurden von Othonos, (1997) ausführlich beschrieben. Die brechzahlveränderten Bereiche werden üblicherweise getrennt vom Ziehprozeß der Fasern - seit Mitte der 90er Jahre auch bereits während des Faserziehprozesses - in den Kern der Glasfaser „eingeschrieben“. Der Abstand der Gitterebenen Λ , der im μm -Bereich liegt, ihre Lage in der Faser (rechtwinklig zur Faserachse oder geneigt) und die Gesamtlänge L des Gitters werden entsprechend der Meßaufgabe gewählt. Für die meisten Meßaufgaben genügen die angebotenen Standard-Fasergitter. Jedoch wird die Dimensionierung auf das genutzte Auswerteverfahren abgestimmt. Langzeitmessungen erfordern besondere Aufmerksamkeit sowohl bei der Sensorauswahl als auch bei der Wahl des Meßverfahrens.

Das Funktionsprinzip des Bragg-Gitter-Sensors ist im Bild 2.4 gezeigt. Der Sensor enthält in seiner einfachsten Form im Kern der optischen Faser periodisch sich ändernde Brechzahlbereiche, die eine im LWL transportierte Strahlung modulieren. Das Profil der veränderten Brechzahl n kann als periodische Funktion

$$n(z) = n_o + \Delta n \cos\left(\frac{2\pi z}{\Lambda}\right) \quad (2.12)$$

beschrieben werden, wobei n_o die Brechzahl der optischen Faser, z die Koordinate in axialer Faserrichtung, Δn der Brechzahlunterschied entlang der Gitter (typisch 10^{-5} bis 10^{-2}) und Λ der Gitterabstand (auch „pitch“ genannt) ist. Für Verformungsmessungen werden üblicherweise Gitter ausgewählt, bei denen die Gitterebenen senkrecht zur Faserachse und in konstantem Abstand zueinander stehen. Das durch den Faserkern geleitete Licht (z. B. breitbandige Strahlung einer Lumineszenzdiode) wird an jeder Gitterebene infolge der periodischen Änderung des Brechungsindex' des Gitters gestreut. Die reflektierte breitbandige Strahlung ist nicht phasengleich, außer einer definierten Wellenlänge aus dem Strahlungsspektrum, die sog. Bragg-Wellenlänge λ_B , die die Reflexionsbedingung

$$\lambda_B = 2n_{\text{eff}} \cdot \Lambda \quad (2.13)$$

erfüllt. Im Bild 2.5 ist solch ein reflektierter Puls für die Bragg-Wellenlänge von 1552 nm dargestellt. Die Flanken des Bragg-Pulses sollten bei Sensoranwendungen sehr steil sein. n_{eff} ist die Brechzahl der Glasfaser im Gitterbereich. Sie wird für das jeweilige Fasermaterial durch den Brechzahlabstand der Gitterebenen bestimmt.

Die Sensorfunktion eines Fasergitters wird aus Gl. (2.13) ersichtlich. Die Bragg-Wellenlänge λ_B ändert („verschiebt“) sich bei Änderung des Gitterebenen-Abstands Λ oder bei Änderung der Brechzahl n_{eff} . Ursache dafür kann eine mechanische Verformung des Gitters in axialer Richtung oder eine thermisch induzierte Dehnung der Faser sein. Die Wellenlängen verschieben sich zu höheren Werten, wenn das Gitter verlängert (gedehnt) wird bzw. die Temperatur zunimmt. Bei Stauchung verläuft dieser Prozeß entgegengesetzt. Damit wird das Problem von Bragg-Git-

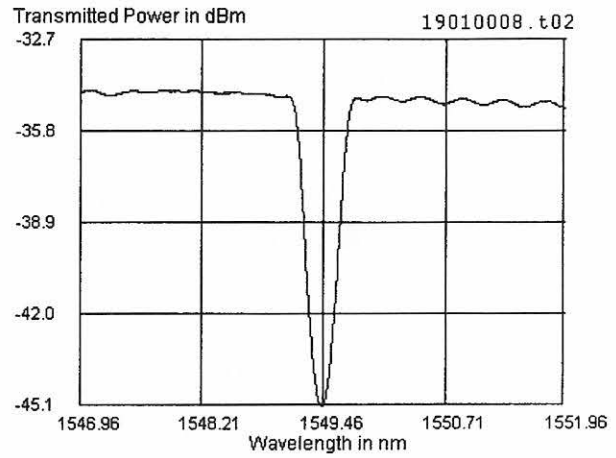
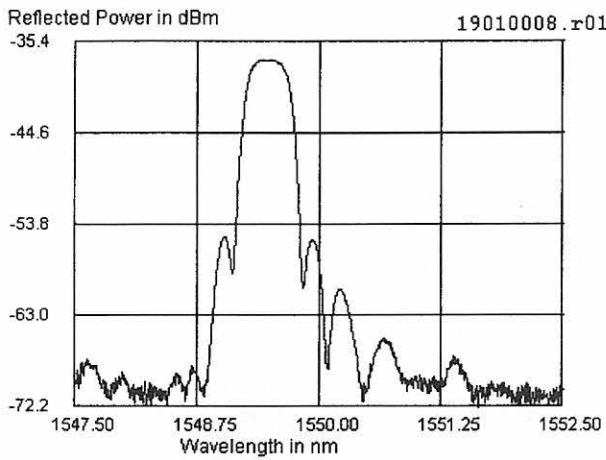


Bild 2.5:

Bragg-Signal eines Faser-Bragg-Gitters (Fa. Telegärtner, Dresden) für das dritte optische Fenster vor der Montage in einen Sensorträger. $\lambda_B = 1549,4 \text{ nm}$; Transmissionsverlust = 10,7 dB; Reflektivität = 91,4 %; Pulsbreite = 0,44 nm bei 3 dB und 0,688 nm bei 20 dB.

ter-Sensoren deutlich: Der meßbare Effekt - die Verschiebung von λ_B - kann entweder von einer mechanisch erzeugten Längenänderung des Gitters (Dehnungssensor) oder von einem Temperatureinfluß (Temperatursensor), jedoch auch von beiden Einflüssen gemeinsam (d. h. überlagert) verursacht worden sein. Um Verformungen bei sich ändernden Temperaturen zu messen, müssen Maßnahmen ergriffen werden, die eine Separierung beider Anteile in der ausgelesenen Größe gestatten.

Wichtige Kenngrößen für die Herstellung eines Fasergitters sind der Gitterabstand Λ , die Reflektivität R und die spektrale Breite $\Delta\lambda_G$ der reflektierten Bragg-Wellenlänge. Die Reflektivität („Stärke“ des Gitters) wird durch den beim Einschreiben verwendeten Lasertyp sowie durch die „Belichtungszeit“ bestimmt und ist abhängig von der Länge des Gitters und der benutzten Wellenlänge der Strahlung λ . Die spektrale Breite $\Delta\lambda_G$ (Pulsbreite) des Gitters, definiert als Breite des Impulses bei 50 % seines Amplitudenwerts, ist näherungsweise [Othonos, (1997)]

$$\Delta\lambda_G \cong \lambda_B \eta \sqrt{\left(\frac{\Delta n}{2n_o}\right)^2 + \left(\frac{1}{N}\right)^2}, \quad (2.14)$$

wobei N die Anzahl der Gitterebenen angibt und η ein von der Reflexionsstärke des Gitters abhängiger Parameter ist: $\eta \cong 1$ für starke Gitter mit einer Reflektivität von nahezu 100 %, $\eta \cong 0,5$ für schwache Gitter. Die Pulsbreite für die Bragg-Wellenlänge bestimmt wesentlich die Multiplexfähigkeit mehrerer in einer Faser hintereinander angeordneter Gitter, d. h. die Anzahl der seriell auslesbaren Dehnungsabschnitte. Übliche Pulsbreiten von Bragg-Gittern liegen um 0,1 nm bis 1,0 nm. Die spektrale Breite des Gitters kann durch seine Länge gesteuert, d. h. für den Multiplexbetrieb minimiert, werden. Die Anzahl der Gitterebenen N ergibt sich aus ihrem Abstand, der bei Standard-Gitter zwischen 0,5 μm und 1 μm liegt. Ein Gitter der Länge 1 cm (ca. 10.000 bis 20.000 Gitterebenen) hat eine Bandbreite von ca. 0,15 nm. Eine Verlängerung des Gitters auf

$L = 4 \text{ cm}$ verbessert die spektrale Breite auf 0,057 nm. Jedoch erfordert dies höchste Präzision in der Herstellung, weil sich bei langen Gittern ein Gitterfehler kumulativ auswirkt und der Gesamtfehler zunimmt. Die Folge wäre wiederum einer Verbreiterung der Bragg-Wellenlänge. Gleiche Folge hätte auch eine Schwankung der Temperatur des Dehnungssensors. Die spektrale Breite kann auch auf Kosten sinkender Reflektivität verringert werden, wenn die Brechzahlunterschiede Δn zwischen den Gitterebenen verringert werden. Für ein Gitter der Länge $L = 20 \text{ mm}$ folgt eine Bandbreite von $\Delta\lambda = 0,074 \text{ nm}$ für einen angenommenen Wert von $\Delta n = 0,5 \cdot 10^{-4}$ (Reflektivität $R = 95 \%$). Demgegenüber folgt für ein $\Delta n = 0,25 \cdot 10^{-4}$ eine Bandbreite von $\Delta\lambda = 0,047 \text{ nm}$ ($R = 59 \%$). Eine weitere Verringerung des Brechzahlunterschieds unter $\Delta n = 0,1 \cdot 10^{-4}$ führt zu keiner weiteren Verbesserung der Bandbreite. Es stellt sich ein Minimum von $\Delta\lambda_{\min} = 0,039 \text{ nm}$ bei einer Reflektivität von ca. 15 % ein.

Die Wahl und Dimensionierung von Bragg-Gittern für Verformungsmessungen hängen somit wesentlich von der Meßaufgabe ab. Bei der Verwendung hochauflösender Spektrometer (Wellenlängenauflösung im pm-Bereich) ist ein seriell Auslesen von mehreren Gittern entlang einer einzigen Faser möglich. Für diese multiplexe Arbeitsweise werden Gitter mit definiert abgestuften Bragg-Wellenlängen, beispielsweise mit einem Abstand von 4 nm, ausgewählt. Da insgesamt pro optisches Fenster nur ein bestimmter Wellenlängenbereich verfügbar ist, z. B. von 1530 nm bis 1565 nm im dritten optischen Fenster, und in diesen nur eine bestimmte Anzahl von abgestuften Bragg-Wellenlängen untergebracht werden können, bestimmt die spektrale Breite der Gitter und deren Empfindlichkeit den erforderlichen Abstand der Bragg-Wellenlängen der einzelnen Gitter. Wenn beispielsweise mittels einer Super-LED ein breitbandiges Signal von 35 nm Bandbreite in den Lichtwellenleiter eingekoppelt wird, und die Gitter eine Empfindlichkeit von ca. $1 \text{ pm}/10^{-6}$ Dehnung besitzen, ergibt sich bei einer erwarteten Dehnung des gesamten Gitters von 1 ‰ eine Verschiebung von 1 nm. Bei der angenommenen Bandbreite

von 35 nm und der spektralen Breite jedes Gitters von ca. 1 nm können bei einem projizierten Sicherheitsabstand von 0,2 nm und unter der Annahme gleicher Verschiebungsrichtung für alle Gitter (z. B. nur Verlängerung) maximal 20 Gitter seriell ausgelesen werden (Auflösung des Spektrometers etwa 2 pm). Diese Dimensionierung stellt höchste Anforderungen an die geometrische Genauigkeit der Gitter (Gitterebenenabstand). Werden positive und negative Dehnungen erwartet, muß der Sicherheitsabstand größer gewählt werden. Ebenso sollte für Langzeitmessungen ein größerer Sicherheitsabstand für die Gitter eingeplant werden, so daß derzeit eine Serienschaltung von maximal 8 bis 12 Gitter als realistisch einzuschätzen ist.

Ein weiterer Aspekt bei Einsatz von Gitter-Ketten ist die Scan-Geschwindigkeit, die über die Dynamikfähigkeit der Sensoren, z. B. für nicht-statische Verformungsmessungen, entscheidet. Bei Ausschöpfung der maximalen Anzahl seriell angeordneter Gitter kann die Scanrate auf 1 Hz sinken, so daß nur quasi-statische Verformungsmessungen möglich sind. Bei hohen Dynamikanforderungen wird Parallelbetrieb der Gitter empfohlen.

Das Auslesen der Meßinformation aus dem Fasergitter, d. h. die Messung der Verschiebung der Bragg-Wellenlänge als Folge der auf das Gitter einwirkenden Meßgröße, erfolgt unter Anwendung passiver und aktiver Techniken. Bei der passiven Methode der Sensorabfrage wird beispielsweise Licht einer breitbandigen Lumineszenzdiode verwendet, das über gewöhnliche Lichtwellenleiter in das Gitter eingestrahlt wird. Das reflektierte Signal wird spektral gemessen. Demgegenüber verwendet die aktive Methode spezielle Erbium-dotierte Fasern als Übertragungsmedium zu den Faser-Bragg-Gittern. Aus diesen beiden Komponenten wird ein sog. Faser-Laser-Sensor gebildet, der deutlich höhere Ansprechempfindlichkeiten für die Gitter und Verstärkungseigenschaften besitzt. Solche Konfigurationen sind kompatibel zu Monomodesensoren sowie zu integriert-optischen Komponenten. Einzelheiten werden u. a. von Karr u.a. (1994), Othonos (1996) und von Kashyap (1999) beschrieben.

Die Wahl der Methode wird wesentlich von den Empfindlichkeitsforderungen an die Meßtechnik bestimmt. Des weiteren sind die Randbedingungen für die Messung zu berücksichtigen. Es ist nicht sinnvoll und ökonomisch nicht vertretbar, für Baustellenmessungen hochauflösende Präzisions-Spektralanalysatoren aus dem Labor zu verwenden. Die ökonomisch günstigste Herangehensweise an Meßaufgaben unter Feldbedingungen ist die Verwendung eines Kompaktgeräts auf Basis einer breitbandigen Ansteuerung.

Da, wie bereits dargelegt, das Dehnungssignal eines eingebetteten Gittersensors auch durch Temperaturänderungen beeinflusst wird, ist die genauere Analyse seines Ausgangssignals notwendig. Gemäß Gl. (2.13)

führt eine Verformung der Matrix beim eingebetteten Gitter der Länge L zur Änderung des Gitterebenenabstands Λ und zur Änderung des Brechungsindex n_{eff} (photoelastischer Effekt). Eine Temperaturänderung des Gitters hat gleiche Folgen, so daß für die Verschiebung der Bragg-Wellenlänge allgemein gilt

$$d\lambda_B = \frac{\partial \lambda_B(\Lambda, n_{\text{eff}})}{\partial \Lambda} d\Lambda + \frac{\partial \lambda_B(\Lambda, n_{\text{eff}})}{\partial T} dT \quad (2.15)$$

Gl. (2.15) ausgerechnet führt zu [Othonos/Kalli, (1999)]

$$\Delta \lambda_B = 2 \left(\Lambda \frac{\partial n_{\text{eff}}}{\partial L} + n_{\text{eff}} \frac{\partial \Lambda}{\partial L} \right) \Delta L + 2 \left(\Lambda \frac{\partial n_{\text{eff}}}{\partial T} + n_{\text{eff}} \frac{\partial \Lambda}{\partial T} \right) \Delta T \quad (2.16)$$

Der erste Teil der Gleichung (2.16) beschreibt den Dehnungseinfluß, der zweite den Temperatureinfluß auf jeweils Gitterebenenabstand Λ und Brechungsindex n_{eff} der optischen Faser (n_{eff} - Mittelwert des über die Ausdehnung des Gitters variierenden Brechungsindex). Diese Einflüsse können mit guter Näherung nach Morey u.a., (1993) durch die lineare Beziehung

$$\frac{\Delta \lambda_B(\varepsilon_z)}{\lambda_B} = (1 - p_e) \varepsilon_z + (\alpha + \xi) \Delta T \quad (2.17)$$

beschrieben werden, wobei ε_z die Dehnung der Faser in Axialrichtung ist und der thermische Ausdehnungskoeffizient α aus der Differenz der linearen Ausdehnungskoeffizienten von Matrix und Glasfaser bestimmt wird: $\alpha = \alpha_M - \alpha_G$ (M - Matrix, G - Faser), $\xi = dn/dT$.

Im ersten (dehnungsabhängigen) Term in Gl. (2.17) repräsentiert p_e die effektive photoelastische Konstante, die, abhängig vom Fertigungsverfahren der Bragg-Gitter, zwischen 0,1 für gewöhnliche und 0,22 für Germanium-dotierte Fasern liegt. Die Werte können der Sensorspezifikation des Gitterherstellers entnommen werden. Für eine typische optische Faser ist $p_e \approx 0,213$, so daß sich bei Bragg-Wellenlängen um 1550 nm für ein in Faseraxialrichtung mechanisch beanspruchtes Gitter eine Dehnungsempfindlichkeit (λ_B -Verschiebung) von ca. 1,22 pm pro 1 $\mu\text{m}/\text{m}$ Dehnung bzw. die von 1,22 nm pro 1 ‰ Dehnung ($T = \text{const.}$) ergibt. Bei Gittern, die bei kleineren Wellenlängen betrieben werden (um 850 nm), verringert sich die Dehnungsempfindlichkeit auf 1,03 pm bei einer Dehnung um 1 $\mu\text{m}/\text{m}$ (10^{-6}). Die Anforderungen an die spektrale Auflösung der Gerätetechnik zur Erfassung kleinster Dehnungsänderungen steigen somit beträchtlich für Wellenlängen um 850 nm. Im Gegensatz zur Kommunikationstechnik, in der Gitter für den Wellenlängenbereich um 1550 nm verwendet werden, werden für die Sensorik jedoch Gitter, die während des Faserziehprozesses (on-drawn-Gitter) hergestellt werden können (um 820 nm), bevorzugt. Solche Gitter haben Vorteile hinsichtlich der mechanischen Festigkeitseigenschaften.

Nachteil ist jedoch noch die geringe Kompatibilität zur kommerziell verfügbaren Gerätebasis.

Gl. (2.17) gilt ausschließlich unter der Annahme, daß entlang des Gitters eine gleichmäßige Dehnungsverteilung herrscht und keine Spannungsdoppelbrechung in der Faser durch transversale bzw. radiale Beanspruchungen erzeugt werden. Bei Spannungsdoppelbrechung in einer Störzone im Bereich zwischen zwei Gitterebenen bildet sich im Bragg-Signal ein Doppelpeak aus, wobei beide Peaks unterschiedlich auf Dehnungs- und Temperaturänderung reagieren¹⁸. Sobald sich ein Dehnungsgradient entlang des Gitters einstellt, arbeitet dieses als eine Reihenschaltung von Einzelgittern mit Einzelreflexionen. Ein solches Gitter liefert dann ein verschmiertes Sensorsignal, und aus der ursprünglichen spektralen Breite des Gitters von 0,3 nm wird eine größere Breite von bis zu 3 nm. Die Auswertung eines derart beanspruchten Gitters wird erschwert bzw. bei Serienschaltung gänzlich unmöglich. Werden derartige Beanspruchungen für die eingebetteten Sensoren erwartet, müssen konstruktive Maßnahmen zur Gestaltung des Übertragungsglieds getroffen werden bzw. die Gitterlänge muß gezielt dimensioniert werden.

Der zweite Teil in Gl. (2.17) beschreibt die Temperaturabhängigkeit des Bragg-Gitters. α ist der thermische Ausdehnungskoeffizient des optischen Glases ($\alpha \approx 0,55 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), $\xi = dn/dT$ ist der thermo-optische Koeffizient und beschreibt die Temperaturabhängigkeit des Brechungsindex. ξ wird von Herstellern angegeben und schwankt für Wellenlängen um 1550 nm bei Temperaturen bis 85 °C um $6,3 \dots 8,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [3M, (1997)]. Für ein Bragg-Gitter, das beispielsweise als Temperatursensor bei einer Wellenlänge von 1550 nm betrieben wird, liegt die thermische Empfindlichkeit zwischen $10 \text{ pm} \cdot \text{K}^{-1}$ [Trutzel u.a., (1998), (1999-2)] und $13,7 \text{ pm} \cdot \text{K}^{-1}$ [Othonos, (1996)]. Für eine Wellenlänge von 820 nm folgt eine Temperaturabhängigkeit von $5,5 \text{ pm} \cdot \text{K}^{-1}$ [Ecke, u.a., (1997)]. Für geringere Wellenlängen nimmt die Temperaturempfindlichkeit der Brechzahl ab. Es gibt Bragg-Gitter-Sensoren mit großen Gitterebenen-Abständen, die einen sehr hohen Temperaturkoeffizient aufweisen: $154 \text{ pm} \cdot \text{K}^{-1}$ [Bhatia/Vengsarkar, (1996)]. In Gl. (2.17) darf hinsichtlich der thermischen Ausdehnung nicht der Einfluß der umgebenden Matrix oder des Trägermaterials vergessen werden. Wenn die α -Werte stark differieren, wie es bei Glas und Zementsteinmatrix der Fall ist (s. Tabellen 2.2 und 2.3), dominiert das Matrixmaterial den thermischen Einfluß auf das Dehnungssignal des Sensors.

Der Vergleich der thermischen Koeffizienten in Gl. (2.17) zeigt, daß der thermische Einfluß auf die Brechzahländerung die thermische Ausdehnung des optischen Glases um das 11- bis 15-fache überwiegt. Für praktische Anwendungen wird zur Berechnung der Dehnung aus der abgelesenen Verschiebung der Bragg-Wellenlänge die Gl. (2.17) mit guter Näherung wie folgt angegeben:

$$\varepsilon_z = K \cdot \frac{\Delta\lambda_B(\varepsilon_z)}{\lambda_B} - \xi \cdot \Delta T \quad (2.18)$$

In Gl. 2.18 wird der lineare Zusammenhang von Dehnung und Änderung der Bragg-Wellenlänge deutlich. Dies ist ein gravierender Vorteil der Bragg-Gitter-Sensoren. Der Faktor K kann experimentell durch Kalibrierung der Gitter ermittelt bzw. den Herstellerangaben entnommen werden. Im Wellenlängenbereich um 1300 nm ist $K \approx 1,27$ [3M, 1996]].

Die Empfindlichkeit eines Bragg-Gitter-Sensors ist bei gleichmäßiger Dehnungsverteilung unabhängig von der Länge des Gitters, variiert jedoch mit der (sich angesichts von thermomechanischen Fluktuationen letztlich einstellenden effektiven) spektralen Breite für den jeweiligen Wellenlängenbereich. Die Dehnungsauflösung hängt entscheidend von der Genauigkeit des Meßgeräts, das die Wellenlängenverschiebung mißt, ab. Wenn ein preisgünstiges Meßgerät eine spektrale Auflösung von nur 0,01 nm (10 pm) ermöglicht, so entspricht dies einer Dehnungsauflösung von ca. $9 \text{ } \mu\text{m/m}$ (ohne Berücksichtigung des Temperatureinflusses!). Der Einfluß der Temperatur wird im Bild 2.6 deutlich. Die strichpunktierten Kurven zeigen die Meßunsicherheit in der Bestimmung einer Dehnung, wenn die Dehnungen von einer Temperaturschwankung von $\pm 30 \text{ K}$ überlagert werden.

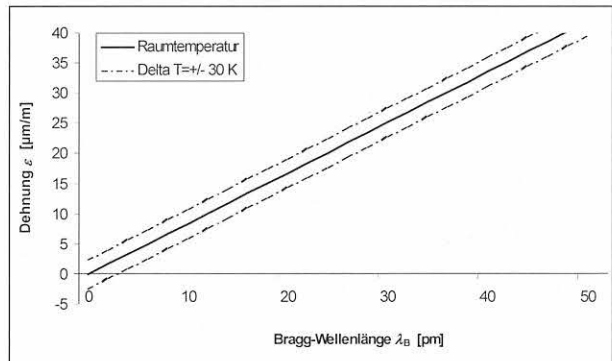


Bild 2.6: Unsicherheit in der Dehnungsangabe von Faser-Bragg-Gittern bei einer Temperaturschwankung von $\pm 30 \text{ K}$.

Dieses Beispiel macht deutlich, daß für genaue Messungen der Temperatureinfluß vom Dehnungseinfluß separiert werden muß. Hierfür gibt es das allgemein übliche Verfahren der Einbettung eines zweiten Bragg-Gitter-Sensors, der ausschließlich die Temperatur in der Matrix mißt. Dieser Sensor muß mechanisch vollständig entkoppelt sein, was andererseits zu einem verzögerten Wärmeübergang von der Matrix in den Sensor führt bzw. bei schnellen Temperaturänderungen eine falsche Temperaturkorrektur zu Folge haben kann. Diese Methode ist nicht praktikabel, wenn Gitter in großen Abständen an Orten, die unterschiedliche Temperatureinflüsse erwarten lassen (z. B. durch lokale Sonneneinstrahlung), installiert sind. Gerade in Bau-

¹⁸ Eine Temperaturänderung führt zur Verschiebung der mittleren Wellenlänge beider Peaks, wobei eine Dehnungsänderung keinen Einfluß auf den Abstand der Peaks hat.

teilen größerer Ausdehnung ist der Einsatz von sog. Doppelparameter-Bragg-Gitter-Sensoren vorteilhaft, jedoch sind diese Gitter recht teuer. Die gebräuchlichsten Varianten werden von Sirkis (1998) beschrieben:

- Verwendung zweier mechanisch gekoppelter Gitter, die mit unterschiedlichen Wellenlängen, z. B. mit 850 nm und mit 1350 nm, betrieben werden,
- mechanische Kopplung von Gittern mit unterschiedlicher Gitterperiode (pitch-Länge),
- Kombination von Bragg-Gitter- und EFPI-Sensoren.

In der Literatur werden verschiedene Applikationen von Bragg-Gitter-Sensoren beschrieben, jedoch nur Singh und Sirkis (1997) haben die Einbettung eines Bragg-Gitter-Sensors, kombiniert mit einem intrinsischen Fabry-Pérot-Etalon, in eine Matrix diskutiert.

Die Verwendung von Gitterpärchen mit unterschiedlichen Bragg-Wellenlängen, z. B. 850 nm und 1300 nm ist für Langzeitmessungen praktikabler, wenngleich auch aufwendiger. Beide Sensoren sind mechanisch verbunden und messen den Einfluß von Temperatur und Dehnung. Analog der Schreibweise in Gl. (2.18) kann die Veränderung der Bragg-Wellenlänge dann ausgedrückt werden als

$$\Delta\lambda_B(\varepsilon, T) = \Psi_\varepsilon \Delta\varepsilon + \Psi_T \Delta T \quad (2.19)$$

Die ψ -Koeffizienten beschreiben die in den Klammerausdrücken der Gl. (2.16) enthaltenen Dehnungs- und Temperaturabhängigkeiten. Unter der Annahme, daß bei Temperaturänderungen in Bauteilen die Bragg-Gitter voneinander unabhängige Meßsignale für das Dehnungs- und Temperaturverhalten liefern, kann ein Gleichungssystem mit zwei Unbekannten aufgestellt werden:

$$\begin{pmatrix} \Delta\lambda_{B1} \\ \Delta\lambda_{B2} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \Psi_{\varepsilon 1} & \Psi_{T1} \\ \Psi_{\varepsilon 2} & \Psi_{T2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \Delta\varepsilon \\ \Delta T \end{pmatrix} \quad (2.20)$$

Die Indizes bezeichnen die beiden Bragg-Gitter-Sensoren. Die Elemente der ψ -Matrix können für das Sensorpärchen in einer Kalibrierung durch separates Messen der λ_B -Verschiebung in Abhängigkeit von jeweils nur Dehnung und Temperatur bestimmt werden. Mit diesen Werten lassen sich aus der invertierten Gleichung die bei Verformung des Probekörpers auftretenden temperaturbereinigten Dehnungen bestimmen. Diese Methode liefert jedoch geringe Empfindlichkeiten, so daß zum einen die jeweils gemessenen Werte möglichst voneinander unabhängig sein müssen und in der Größe weit auseinander liegen sollten. Zum anderen wird aufwendige Gerätetechnik (z. B. ein hochauflösender Spektrumsanalysator) benötigt. Damit ist dieses exakte Verfahren für Labormessungen akzeptabel.

Die Festigkeitseigenschaften der Faser-Bragg-Gitter-Sensoren werden entscheidend durch die Herstellungstechnologie beeinflusst. Gitter, die, wie bislang üblich, nach dem Faserziehprozeß in einem gesonderten Verfahrensschritt eingeschrieben werden, erleiden eine zusätzliche mechanische Beanspruchung, weil für den Einschreibvorgang das polymere Primärcoating von der optischen Faser entfernt werden muß. Selbst bei chemischer Entfernung des Coatings kann eine Beeinträchtigung der mechanischen Faserparameter durch das Einschreiben und das nachträgliche Glühen der Faser zwecks Entspannung des Glases nicht ausgeschlossen werden. Die Angaben der Hersteller und der Sensorexperten zur Festigkeit von Bragg-Gitter-Bereichen in der Glasfaser variieren stark. Einige Hersteller geben an, daß das optische Glas durch den energiereichen Einschreibprozeß nicht beeinflusst¹⁹ wird. Im Mittel wird für gecoatete Bragg-Gitter, die konventionell nachträglich eingeschrieben worden sind, eine Dehnungsgrenze von 3 % angenommen. Untersuchungen von Varelas u.a. (1997) haben gezeigt, daß das Einschreiben zu einer Festigkeitsminderung von bis zu 50 % geführt hat.

Hagemann u.a. (1998) haben die Festigkeitseigenschaften von Ziehturm-Fasergittern untersucht. Erst seit 1993 ist es möglich, Fasergitter mit einer geringen Reflektivität von 4 ...10 % während die Faserziehprozesse einzuschreiben. Diese Methode vermeidet nachträgliche Manipulationen an der ungeschützten optischen Faser und ist deshalb für Sensoranwendungen von Fasergittern prädestiniert. Die Untersuchungen ergaben, daß Ziehturm-Gitter gegenüber anderen nahezu keine Änderungen in den Festigkeitseigenschaften aufweisen. Dies trifft auch für einschichtig mit Acrylat gecoateten Fasern selbst bei zyklischer Wechsellast zu. Allerdings verschlechtern sich die Festigkeitseigenschaften von Gittern mit Polyimid-Coating bereits, wenn einer statischen Zugbeanspruchung eine zyklische Beanspruchung von $\pm 10\%$ überlagert ist [Mauron u.a., (1999)].

Nach Beendigung des Einschreibprozesses wird der freigelegte Bereich in der Faser wieder mit einem polymeren Überzug versehen („recoatet“). Dieses nachträglich aufgebraute Coating - bislang sind Recoating-Apparaturen nur für Acrylat verfügbar - beeinflusst entscheidend den Dehnungsübergang in den eingebetteten Sensor. Einerseits erreicht die Haftung des Coatings am Glas nicht die Qualität der ursprünglichen Beschichtung, andererseits ist die Stabilität der recoateten polymeren Schicht in der zementgebundenen Matrix schlechter (s. Pkt. 4.2). Um einen zuverlässigen Dehnungsübergang von der Matrix auf das Fasergitter zu erhalten, wird die recoatete Schicht wiederum entfernt. Es wird weltweit an der Entwicklung von polymeren, recoatingfähigen Beschichtungen für

¹⁹ Auskunft über Fasergitter der Fa. 3M von Dr. Werner AMS Opto, München.

Bragg-Gitter-Sensoren, die gleichzeitig einen langzeitstabilen und zuverlässigen Dehnungsübergang in den Gittersensor gewährleisten, gearbeitet [Sirkis, (1998)]. Gegenwärtig werden Fasergitter nackt oder mit alternativen Beschichtungen, wie z. B. Gold-Coating, oder mit einer Plasmapolymerschicht der Dicke $\leq 1 \mu\text{m}$ (s. Pkt. 6.2) eingebettet.

Die optischen Eigenschaften der Gitter werden durch thermische oder Feuchtigkeitseinwirkungen verändert. Die Reflektivität von Gittern, die üblicherweise bei 90 bis 95 % liegt, verringert sich mit steigendem Temperatureinfluss. Feuchtigkeit kann für bestimmte Spektralbereiche das Absorptionsverhalten des optischen Glases verändern. Untersuchungen von Sirkis (1998) bei einer Temperatur von 80 °C (r.H. = 85 %) zeigten jedoch keine Änderungen der optischen Eigenschaften gegenüber dem Einsatz bei Raumtemperatur. Aus diesen Untersuchungen kann für Dehnungen $< 1 \%$ über einen Zeitraum von einigen Wochen auf Stabilität der optischen Parameter der eingebetteten Bragg-Gitter-Sensoren geschlossen werden. Es wurden jedoch bei Gittern Verschiebungen der Bragg-Wellenlänge nach einer Beanspruchung von Jahren gefunden. Um Fehldeutungen des Sensorsignals zu vermeiden, muß bei der Auswahl der Gitter besonders auf die Langzeitstabilität spannungsbeanspruchter Gitter geachtet werden.

Bei der Einbettung von Faser-Bragg-Gitter-Sensoren in die zementgebundene Matrix muß deren mechanische Festigkeit sowie ausreichender Verbund im Zementstein gewährleistet werden. Prinzipiell kann ein Gittersensor ohne Coating eingebettet werden, jedoch ist die Gefahr mechanischen Versagens der recht teuren Sensoren gegeben. Daher werden gecoatete Fasergitter für die Einbettung bevorzugt. Üblicherweise wird das Gitter nach dem Einschreibprozeß recoated. Hierfür werden vorzugsweise Acrylate verwendet. Einschreibetechniken während des Ziehprozesses der Fasern, die größere Flexibilität bei der Wahl der Coatings ermöglichen, sind noch die Ausnahme. Das Einschreiben durch vorhandene Coatings hindurch ist erst am Beginn der Forschung. Die Fragen der Eignung und Dauerhaftigkeit der Fasercoatings im alkalischen Milieu sowie des Haftverbunds zur umgebenden Matrix werden in dieser Arbeit untersucht.

2.5.2 Fabry-Pérot-Sensor²⁰ als extrinsischer Fasersensor

Im Bauwesen haben sich intensitätsmodulierte Fasersensoren und Sensoren, die auf der Messung von Impulslaufzeiten beruhen, etabliert. Phasenmodulierte Sensoren (interferometrische Sensoren) mit großer Resonatorlänge werden seit etwa 1997 erfolgreich eingesetzt [Vurpillot u.a., (1998)]. Letztere haben wesentlich höhere Meßempfindlichkeit, und Veränderungen der optischen Strahlung in den Zuleitungen beeinflussen nicht - wie bei intensitätsmodulierten Fasersensoren - das Meßsignal. Aus diesen Gründen sind hochauflö-

sende Verformungsmessungen mit interferometrischen Fasersensoren kleiner Resonatorlänge seit Mitte der 80er Jahre Ziel umfassender Forschungsaktivitäten. Zunächst konzentrierten sich diese auf zweiarmige Faserinterferometer (Michelson- und Mach-Zehnder-Typ) [Chang/Sirkis, (1995); Fürstenau u. a., (1994)]. Zweiarmige Interferometer basieren auf dem Zweistrahl-Interferenzprinzip, d. h., das Interferenzsignal entsteht aus der Superposition zweier Sinuswellen in getrennten „Sensorarmen“. Die Trennung in Sensor- und Referenzarm hat sich jedoch bei praktischen Anwendungen als ungünstig erwiesen. Veränderungen in der LWL-Faser, beispielsweise durch thermische Einflüsse oder durch Dehnung, Biegung und Vibrationen, modulieren den Doppelbrechungszustand von Monomodefasern. Eine Störung des Nutzsignals ist die Folge. Eine praktikablere Alternative ist die einarmige Anordnung eines Fabry-Pérot-Interferometers, das auf der Basis der Mehrfachinterferenz arbeitet. Die Mehrfachinterferenz-Anordnung hat den Vorteil, daß die Interferenzmaxima und -minima umso schärfer abgebildet (und gemessen) werden, je mehr kohärente Wellenanteile miteinander interferieren. Ein weiterer Vorteil der einarmigen Interferometer in der praktischen Nutzung ist, daß sich äußere Einflüsse auf die optischen Zuleitungen nur sehr gering auf das Sensorsignal auswirken, da diese auf alle interferierenden Wellenanteile wirken und somit kompensiert werden. Ein Resteinfluss verbleibt durch Verbindungsstellen zwischen Faser und Sensor, wenn nicht-polarisationshaltende Anschlußfasern verwendet werden, oder wenn nicht-polarisationshaltend gespleißt wird.

Für Sensorzwecke wird Vielfachinterferenz mit Hilfe von zwei planparallelen, reflektierenden Spiegeln im Strahlengang des kohärenten Lichts erzeugt. Eine Änderung des Abstands dieser Spiegel - bei Fasersensoren zweier Faserstirnflächen von LWL-Fasern - führt zur Änderung des Sensorsignals. Unter den hochauflösenden Interferometer-Sensoren haben Mehrstrahlinterferenz-Anordnungen die höchste Empfindlichkeit. Die theoretischen Grundlagen der Mehrfachinterferenz an planparallelen, reflektierenden Spiegeln als Basis der Fabry-Pérot-Sensoren sind in Anlage 1 ausführlich dargestellt. Nachfolgend werden das Prinzip eines Fabry-Pérot-Fasersensors sowie technisch relevante Konstruktionsvarianten erläutert.

Um einen Resonatorraum zu erzeugen, werden in einer optischen Faser Reflektoren in einem bestimmten Abstand - ähnlich dem segmentierten Sensor - eingebracht (Bild 2.7a). Der Reflektorabstand bestimmt die Länge des Resonatorraums (cavity). Eine in der Faser geführte Strahlung wird teilweise am ersten Reflektor reflektiert, ein weiterer Teil der Strahlung am nächsten Reflektor. Zwischen den Reflektoren entstehen, abhängig vom Reflexionsgrad, Mehrfachreflexionen. Bild

²⁰ Charles Fabry (* 1867, † 1945) und A. Pérot (* 1863, † 1925): französische Physiker, entwickelten das Interferenzspektroskop.

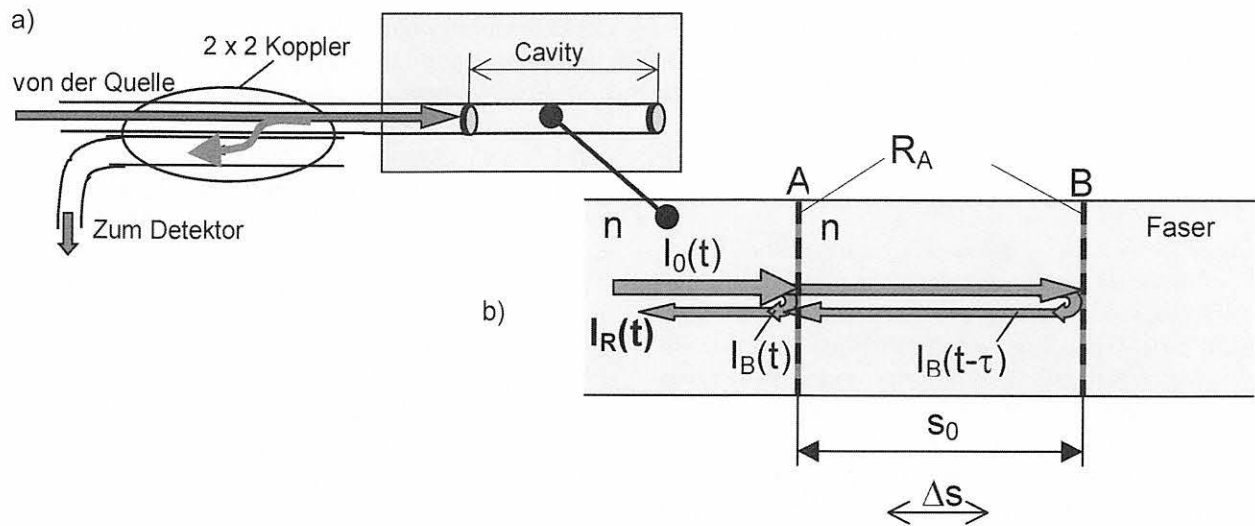


Bild 2.7:
Intrinsisches Fabry-Pérot-Interferometer

2.7b verdeutlicht stark vereinfacht die physikalischen Zusammenhänge. Der am Reflektor B reflektierte Strahlungsanteil trifft auf den am ersten Reflektor reflektierten Anteil um die Zeit τ verzögert. Daraus folgt eine Phasenverschiebung gegenüber dem am ersten Spiegel reflektierten Anteil, die vom Abstand der Spiegel abhängt. Da diese Sensoranordnung mit monochromatischer Strahlung arbeitet, interferieren beide Wellenanteile und bilden ein scharfes Interferenzstreifenmuster (Hell-Dunkel-Streifen). Die Hell-Dunkel-Schwankungen sind Intensitätsschwankungen des Interferenzsignals zwischen dem Maximalwert I_{max} und dem Minimalwert I_{min} . Die Intensität wird mittels eines Konverters als elektrische Spannung gemessen. Maximale Intensität stellt sich ein, wenn die Phasendifferenz zwischen den reflektierten Wellenpaketen ein Vielfaches von 2π ist. Eine Verschiebung der Reflektoren zueinander führt zu einer Verschiebung der Interferenzstreifen bzw. zu einer Änderung der Intensität der am optischen Empfänger eintreffenden interferierenden Lichtwelle. Mit A/D-Wandlern werden die Interferenzstreifen-Verschiebungen elektronisch aufgelöst. Eine Auflösung des 10^{-6} -fachen Streifenabstands entspricht der Auflösung einer Abstandsänderung der Reflektoren vom $4 \cdot 10^{-6}$ -fachen Wert der verwendeten Wellenlänge. Für die Wellenlänge von 870 nm (erstes optisches Fenster) erreicht man theoretisch Auflösungen von 0,2175 pm. Demgegenüber sind bei zweiarmigen Interferometer-Anordnungen nur Auflösungen der Abstandsänderung der Reflektoren von ca. 9 nm erreichbar. Diese maximal möglichen Auflösungen sind infolge nicht-idealer Bedingungen bei der Sensorherstellung in der Meßpraxis nicht zu erreichen. Praktisch erzielbare Auflösungen werden weiter unten angegeben.

Die Intensität am Ausgang eines Faser-Fabry-Pérot-Interferometers, wie es im Bild 2.7a dargestellt ist, kann nach Ki-Soo u.a., (1993-1) allgemein angegeben werden mit

$$I_R = I_0 \left[R_A + R_B + 2\sqrt{R_A R_B} \cos(\Phi_z) \cos(\Phi_h) \right]. \quad (2.17)$$

I_0 ist die Amplitude der Strahlung, die in den Resonatorraum der Länge s eintritt. Der Abstand der Reflektoren ist $s = s_0 + \Delta s$, wobei s_0 die Ausgangsgröße des Resonatorraums ist. λ_0 ist die Wellenlänge der Laserquelle im Vakuum. Die Reflexionsfaktoren R_A und R_B der Faserstirnflächen sind definiert als Verhältnis von reflektierter zu ankommender Strahlungsintensität (vgl. auch Anlage 1). Gleichung (2.17) berücksichtigt in allgemeiner Form alle relevanten Einflüsse auf das Faser-Fabry-Pérot-Interferometer, wenn sich Temperatur und Dehnung ändern. Obwohl im Sensor eine Strahlungsausbreitung in nur axialer Richtung angenommen wird, wird die Intensität des Sensorsignals eines in eine Matrix eingebetteten (intrinsischen²¹) Fabry-Pérot-Sensors (nach Bild 2.7a) außer von der Dehnung in axiale Richtung ε_z auch durch transversal wirkende Verformungen ε_r beeinflusst. Φ_z beschreibt somit die Phasenänderung infolge Verformung des Resonators in axialer Richtung; die transversalen Einflüsse auf die Phasenänderung werden durch Φ_h beschrieben. Der Index h (hydrostatisch) steht für einen allseitigen Spannungszustand, der ebenfalls nach Ki-Soo, u.a., (1993-1) auch Schubdehnungen ε_s im betrachteten Material berücksichtigt. Transversale Einflüsse verursachen bei intrinsischen Faser-Fabry-Pérot-Sensor ebenso wie bei Bragg-Gitter-Sensoren Doppelbrechungseffekte. Abweichend vom ideal runden und geraden Lichtwellenleiter sind im realen LWL - und im hier betrachteten Fall der Verformung der Faser - die Ausbreitungskonstanten der beiden senkrecht zueinander linear polarisierten Wellenanteile²² der Strahlung unterschiedlich groß (gleicher Amplitudenverlauf). Bei Auftreten einer transversalen Verformungskomponente, d. h. bei sich einstellender Spannungsdoppelbrechung, müssen beide Anteile getrennt berücksichtigt werden. Dies geschieht durch unterschiedliche Brechzahlen des optischen Glases in den Ausbreitungsebenen p und q

²¹ Intrinsische Fasersensoren erzeugen den Meßeffekt vollständig in der Faser.

²² In einem ideal runden und geraden LWL wäre die Ausbreitungsgeschwindigkeit beider Anteile gleich.

für die beiden Wellenanteile: $n_{sum} = (n_p + n_q)/2$ und $n_{dif} = (n_p - n_q)/2$. Die Berücksichtigung der unterschiedlichen Brechzahlen führt zu den Phasenbeziehungen

$$\Phi_h = \frac{4\pi n_{sum} s}{\lambda_0}, \quad \Phi_z = \frac{4\pi n_{dif} s}{\lambda_0} \quad (2.18)$$

Die allgemeine Beschreibung des intrinsischen Fabry-Pérot-Interferometers mit den Gln. (2.17) und (2.18) zeigt, daß eine gleichzeitige mechanische und thermische Einwirkung des sensitiven Bereichs (hier: der Resonatorraum aus Glas mit form- und spannungsabhängiger Brechzahl) ein Sensorsignal liefert, das, analog dem des Bragg-Gitter-Sensors, keine Trennung des Temperatursignals des Sensors vom Verformungssignal erlaubt. Intrinsische Faser-Fabry-Pérot-Interferometer, deren Resonator aus optischem Glas besteht, bereiten somit bei Einbettung die gleichen meßtechnologischen Schwierigkeiten bei der Messung temperaturüberlagerter Dehnungen wie Bragg-Gitter-Sensoren. Des weiteren können Doppelbrechungseffekte das Meßsignal stören.

Das Problem der Quereinflüsse wird umgangen, wenn sich im Raum zwischen den Reflektoren Luft befindet. In diesem Fall bleibt die Brechzahl der Luft konstant, wenn im Resonator (cavity) eine Temperaturänderung eintritt oder transversale Einflüsse wirken (z. B. seitliche Verschiebung der Reflektoren). Die Einbringung eines luftgefüllten Hohlraums mit definiert reflektierenden Flächen in eine optische Faser, d. h. die Erzeugung eines sehr kurzen Hohlfaserschnitts im Faserlauf, ist technologisch aufwendig, wurde aber von Singh/Sirkis (1997) realisiert. Eine fertigungstechnologisch einfachere Variante, die sich in ihrem Grundaufbau inzwischen als extrinsisches²³ Faser-Fabry-Pérot-Interferometer (EFPI) etabliert hat, wurde erstmals von Murphy u.a. (1991) beschrieben. Bild 2.8 zeigt den prinzipiellen Aufbau und das Anschlußprinzip.

Die Reflektoren werden üblicherweise durch Brechung der Fasern nach der Kerb-Zieh-Methode mit Trenn- bzw. Brechwerkzeugen der faseroptischen Kommunikationstechnik erzeugt. Die Qualität der gebrochenen Faserstirnflächen genügen den Anforderungen hinsichtlich Orthogonalität und Bruchspiegeldurchmesser. Die Abweichung der Bruchfläche von der zur Faserachse Senkrechten (der sog. Fehlwinkel) muß $< 1^\circ$ sein. Der Bruchspiegeldurchmesser²⁴ sollte nahezu 100 % betragen, d. h. die Rauigkeit, die sich an die Spiegelfläche der gebrochenen Stirnfläche anschließt, sollte nicht im optisch aktiven Durchmesserbereich der Faser liegen, um die erforderliche Reflektivität zu gewährleisten. Die Bedeutung dieser Qualitätskriterien ist in der Anlage 1 verdeutlicht.

Eine technologisch günstige Variante ist die Führung der gebrochenen Faserenden in einem Glashohlrohr (Kapillare), dessen Innendurchmesser 1 bis 2 μm größer als der Außendurchmesser der Glasfaser ist. Der Abstand der Stirnflächen, der die Größe der cavity bestimmt, hängt von der Meßaufgabe ab (erwartete Verschiebungsrichtung der Stirnflächen) und beträgt wenige μm bis max. etwa 120 μm . Der erste Reflektor befindet sich am Ende der Anschlußfaser, der zweite Reflektor ist ein kurzes Faserstück, das als Absorber ausgeführt ist, um störende Reflexionen zu unterdrücken. Die Wahl des Hohlrohrmaterials und seine Oberflächenbehandlung vor Einbettung in zementgebundene Matrizen richtet sich nach der Meßaufgabe und wird später diskutiert.

Für das extrinsische Fabry-Pérot-Interferometer vereinfacht sich Gl. (2.17). Da der Resonatorraum luftgefüllt ist, gilt für die Brechzahl $n_0 = 1$. Da die Brechzahl in Luft unabhängig von der Ausbreitungsrichtung ist, entfällt der hydrostatische Anteil in Gl. (2.17). Wegen der Herstellungsmethodik der Faserstirnflächen durch Brechen (ohne Polieren) kann Gleichheit der

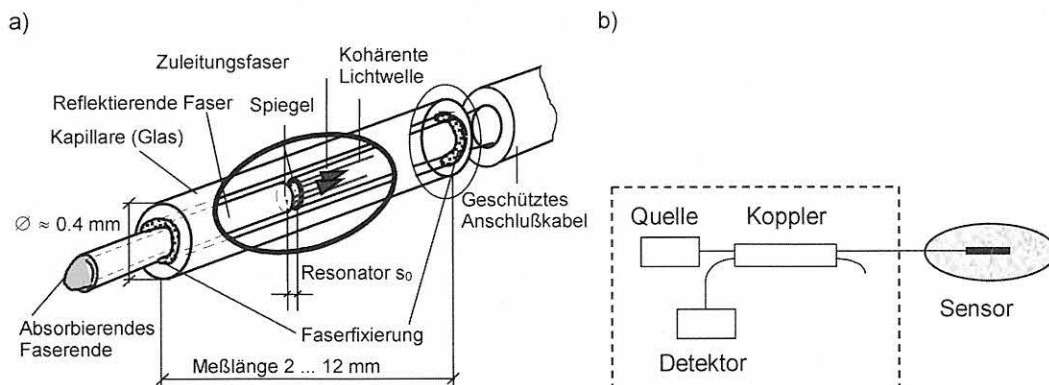


Bild 2.8: Extrinsisches Fabry-Pérot-Interferometer a) Aufbau, b) Anschlußprinzip

²³ extrinsischer Sensor bezeichnet gemäß IEC 61757-1, (1999): „Fibre Optic Sensors“ die Klasse von Fasersensoren, bei der die Strahlungscharakteristik außerhalb der optischen Faser(n) durch eine Meßgröße beeinflusst wird, d. h. der sensitive Bereich liegt außerhalb der optischen Faser und der LWL wird nur zur Übertragung des Sensorsignals benutzt.

²⁴ Vgl. Abschnitt 4.2.4

Spiegelqualität angenommen werden. Für praktische Anwendungen kann somit von Reflektoren mit gleichen Reflexionsfaktoren ausgegangen werden, d. h. $R_A = R_B = R$. Aus Gl. (2.17) folgt somit für die Intensität I_R am Ausgang des beschriebenen EFPI-Sensors:

$$\Delta I_R = I_0 \cdot 2R \left[1 + \cos \left(\frac{4\pi \cdot \Delta s}{\lambda_0} \right) \right]. \quad (2.19)$$

Eingebettete extrinsische Interferometer-Sensoren besitzen wegen der Vermeidung von Spannungsdoppelbrechungs- und Polarisierungseffekten im sensitiven Bereich Vorteile gegenüber intrinsischen Fabry-Pérot-Interferometer-Sensoren.

Unter der Annahme eines festen Verbunds zwischen eingebettetem Sensor und (isotroper) Matrix und für kleine, linear elastische Verformungen von Matrix und Sensor wird die Abstandsänderung Δs der Reflektoren durch unterschiedliche Anteile hervorgerufen:

$$\Delta s = \left\{ \begin{array}{ll} + \varepsilon_M \cdot s_0 & \text{infolge mechanischer Verformung} \\ & \text{der Matrix in axialer Richtung} \\ - \nu \varepsilon_M \cdot s_0 & \text{infolge Querdehnung} \\ + s_0 \cdot \alpha_M \Delta T & \text{infolge thermisch bedingter Dehnung} \\ & \text{der Matrix} \\ + s_0 \cdot \alpha_S \Delta T & \text{infolge thermisch bedingter axialer} \\ & \text{Verformung des Sensors.} \end{array} \right.$$

s_0 beschreibt die ursprüngliche Resonatorlänge; ε_M die Matrixdehnung in axialer Richtung. (Auf die Indizierung z in axialer Richtung wird hier aus Schreibgründen verzichtet.) Wie bereits erläutert, führt beim extrinsischen Fabry-Pérot-Interferometer mit Luft in der cavity der Einfluß des „hydrostatischen“ Verformungsanteils (transversaler Einfluß) nicht zu einer Änderung des Interferenzsignals²⁵. Bei Überlagerung einer mechanischen Beanspruchung der Matrix in axiale Faserrichtung durch thermische Einflüsse folgt für die Längenänderung des Resonators Δs

$$\Delta s = s_0 (\varepsilon_M + \alpha_M \Delta T + \alpha_S \Delta T). \quad (2.20)$$

ε_M sei hier die Matrixdehnung in Faserrichtung, α_M der lineare Ausdehnungskoeffizient des Matrixmaterials und α_S die Ausdehnungskonstante des Sensors selbst. Mit Gl. (2.20) berechnet sich somit die Änderung der Intensität des EFPI-Sensors bei Verformung zu

$$\Delta I_R = I_0 \cdot 2R \left[1 + \cos \left(\frac{4\pi s_0}{\lambda_0} \{ 1 + (\varepsilon_M + \alpha_M \Delta T + \alpha_S \Delta T) \} \right) \right]. \quad (2.21)$$

Im Folgenden sollen relevante Gestaltungs- und Applikationsvarianten für in Werkstoffe einbettbare Faser-Mikrodehnungssensoren diskutiert werden. Es sei nochmals betont, daß in Gl. (2.21) Verformungen des

Resonatorraums durch transversal bzw. radial wirkende Kräfte nicht zu nachweisbaren Signaländerungen führen. Entsprechende Versuche mit 10 mm langen EFPI-Sensoren unter hydrostatischer Beanspruchung bei 2000 mm WS (entspricht einem hydrostatischen Druck von $20 \text{ kp/dm}^2 = 19,6 \text{ kPa}$) haben bei einer 12-bit-Meßsignalaufösung nicht zu meßbaren Signaländerungen geführt, d. h., die Sensorreaktion bei einem hydrostatischen Einfluß von ca. 20 kPa ist kleiner als 3 pm (entspricht $\leq 0,3 \mu\text{m/m}$ für einen Sensor der Länge 10 mm).

Ein wesentlicher Nachteil der hochauflösenden interferometrische Sensoren ist die Mehrdeutigkeit des Interferenzsignals. Daher werden oft bei Einsatz dieser Sensoren die durchlaufenen Interferenzstreifen gezählt. In der Anlage 1 ist ausführlich das Problem der Mehrdeutigkeit erläutert. Ohne technologische Vorkehrungen bzw. elektronisch aufwendige Schaltungen ist ein eindeutiges Auswerten des Signals von Interferometer-Sensoren nicht möglich (vgl. in Bild A1.2 der Anlage 1 die eingezeichneten Bereiche). Kommen nur einfache Zählverfahren zum Einsatz, wird die Verschiebung der Reflektoren aus der linearen Beziehung $\Delta s = m \cdot \lambda/2$ (m - Anzahl der Vollwellen) berechnet, wobei jedoch die Richtung der Verschiebung bekannt sein muß. Eine derartige Methodik gestattet bei einer Strahlungswellenlänge einer Lumineszenzdiode (LED) um 820 nm und einer Sensorlänge von 10 mm eine Dehnungsaufösung von $> 20,5 \cdot 10^{-6}$ ($= 0,02 \text{ ‰}$). Bei höheren Wellenlängen (1300 nm) wird die Auflösung verringert ($32,4 \cdot 10^{-6}$). Bei nicht vorhersagbarer Richtung der Dehnung geht eine eindeutige Richtungs-zuordnung aus dem Meßsignal auf Kosten der auswertbaren Verformungsaufösung. Kommerziell verfügbare Geräte für EFPI-Sensoren auf Basis einer Streifen-zählung gestatten eine Dehnungsaufösung von $50 \cdot 10^{-6}$, wobei keine Stromunterbrechung für die Dauer der Messung eintreten darf [FOSS II, (1995)]. Es ist augenscheinlich, daß der Vorteil interferometrischer Sensoren bei einer solchen Auslesemethodik nicht mehr zum Tragen kommt.

Um die maximale Dehnungsaufösung der Faser-Fabry-Pérot-Sensoren von $< 0,1 \mu\text{m/m}$ beispielsweise zur Messung von Anfangsverformungen auszunutzen, ist die direkte Auswertung des aufgezeichneten periodischen Signals erforderlich. Dies ist zeitaufwendig und nur bei ununterbrochener Datenaufzeichnung (für Kurzzeitmessungen) ohne Abschaltung des Geräts möglich. Bei unterbrochener Datenaufzeichnung geht die Startinformation (Bezugsgröße) verloren²⁶.

Um den Nachteil der Mehrdeutigkeit des Sensorsignals zu umgehen, werden nachfolgend alternative Kon-

²⁵ Der mechanische Einfluß der Matrix-Querdehnung ist damit jedoch nicht gemeint; dieser muß vor allem hinsichtlich des Verbundverhaltens des Sensors an der Matrix berücksichtigt werden (s. Kap. 7).

²⁶ Bei Langzeitmessungen empfiehlt es sich, absolut messende Verfahren, wie z. B. Bragg-Gitter-Sensoren, einzusetzen oder diese mit den Fabry-Pérot-Interferometern zu kombinieren.

struktionsvarianten für das zuverlässige Messen von Mikroverformungen in der Zementsteinmatrix diskutiert. Eine einfache Lösung ist die starre Verbindung zweier nebeneinander liegender EFPI-Sensoren, deren Resonatorlängen so eingestellt sind, daß sich die Phasenlagen beider Sensoren um 90° unterscheiden. Einer der beiden Sensoren liefert in jeder Meßstellung ein Signal mit ausreichender Empfindlichkeit, da „Null-Empfindlichkeit“ nur im Abstand von 180° auftritt. Derartige eingebettete Sensoren besitzen jedoch keine Zylindersymmetrie und lassen sich daher hinsichtlich Haftverbund und Rückwirkung auf die Matrix nicht einfach bewerten. Eine technologisch aufwendigere Sensorvariante, die weniger Rückwirkung auf das Meßobjekt erwarten läßt, ist die von de Vries u. a. (1995) vorgeschlagene Einbringung zweier optischer Fasern in eine Kapillare. Die Stirnflächen der Fasern sind um 90° versetzt angeordnet und stehen mit unterschiedlichem Abstand dem zweiten Reflektor gegenüber (Bild 2.9).

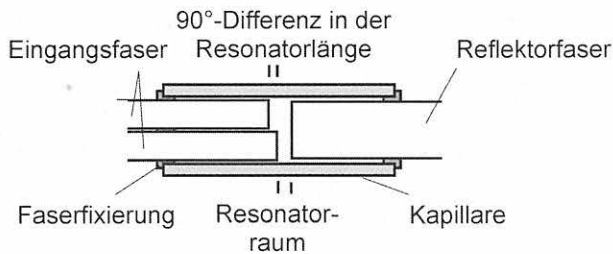


Bild 2.9: EFPI-Anordnung für eindeutiges Auslesen von axialen und transversalen Verformungen

Diese Sensorvariante ist kostenintensiv und führt zu Sensordurchmessern von > 0,6 mm gegenüber < 0,35 mm bei einfachen EFPI-Anordnungen. Der Vorteil dieser Sensoren ist jedoch die Fähigkeit, neben axialen auch transversale Einflüsse erfassen zu können, da die Bewegungen der beiden Sensorfasern getrennt voneinander erfaßt werden können.

Aus meßtechnischer und ökonomischer Sicht sollten einfache Sensoren komplexen Sensorlösungen vorgezogen werden, weil eingebettete „verlorene“ Sensoren preiswert sein müssen. In diesem Fall gestaltet sich das Ausleseverfahren für die Sensoren komplizierter. Dies ist jedoch ökonomisch vertretbar.

Solche Ausleseverfahren basieren auf der Verwendung einer breitbandigen Strahlungsquelle, z. B. einer Super-Lumineszenzdiode anstelle einer Laserdiode, oder auf der Verwendung von zwei Strahlungsquellen mit diskreten Wellenlängen. Ausgehend von Gl. (2.18) verändert sich die Phase $\Delta\Phi$ und entsprechend Gl. (2.21) die Intensität am Sensorausgang bei Änderung der Resonatorlänge Δs und der Änderung der Wellenlänge λ der verwendeten Strahlungsquelle. Wenn eine Modulation bzw. Demodulation im Wellenlängenbereich vorgenommen wird, kann daraus die Verformung des Sensors berechnet werden. Bei Verformung des Sensors wird die sich ergebende Phasenände-

rung für verschiedene diskrete Wellenlängen mit einem Spektrometer abgelesen. Für zwei Wellenlängen λ_1 und λ_2 ergeben sich gemäß Gl. (2.18) deren Phasen zu

$$\Phi_1 = \frac{4\pi n}{\lambda_1} \cdot s \quad \Phi_2 = \frac{4\pi n}{\lambda_2} \cdot s \quad (2.22)$$

Die Phasendifferenz $\Delta\phi = \phi_1 - \phi_2$ im Luftspalt zwischen den Reflektoren ($n = 1$) führt zu der Beziehung

$$\Delta\phi = \frac{4\pi s(\lambda_2 - \lambda_1)}{\lambda_1 \lambda_2} \quad (2.23)$$

Daraus kann die Dehnung des Sensors über eine Abstandsänderung berechnet werden:

$$s = \frac{\Delta\phi}{2\pi} \cdot \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(\lambda_2 - \lambda_1)} \quad (2.24)$$

Zur automatischen Auswertung bieten sich zwei Methoden an: a) Phasenkonstanz-Methode, b) Wellenlängenkonstanz-Methode. Bei der Phasenkonstanz-Methode werden zwei Wellenlängen bestimmt, die um $\Delta\phi = 2\pi$ phasenverschoben sind. Aus den Werten λ_1 und λ_2 wird die aktuelle Resonatorlänge errechnet. Bei der Wellenlängenkonstanz-Methode wird für definierte Wellenlängen, z. B. für $\lambda_1 = 1100$ nm und $\lambda_2 = 1300$ nm, die momentane Phasenverschiebung bestimmt und ebenso s berechnet. Entsprechende Verfahren befinden sich in Entwicklung [DLR, (1999); IEMB, (1998)]. Derartige Geräte besitzen ausreichend kurze Scanzeiten, so daß die Verformungsänderungen am Beginn der Erstarrung gemessen werden können. Bei Untersuchungen von schnell härtenden Mörteln (z. B. Tricosal-Vergußmörtel) wurden maximale Anfangsverformungsänderungen von < 0,05 ‰/min gemessen.

Bauformen und Charakteristika der eingesetzten extrinsischen Faser-Fabry-Pérot-Interferometer

Zwei Bauformen des im Bild 2.8a dargestellten EFPI-Prinzips werden verwendet: a) die Faserenden werden an beiden Seiten eines Hohlrohrs fixiert (steifer Sensor) und b) nur die stumpf endende Reflektorfaser wird fixiert, die Anschlußfaser hingegen kann im Röhrchen gleiten (flexibler Sensor). Beim steifen Sensor verändert sich der Abstand der Stirnflächen durch axiale Verformung der Kapillare. Beim flexiblen Sensor wird das Meßsignal durch Verschiebung der anschlusseitigen Faser in der Kapillare erzeugt.

Fall 1:Steifer Sensor

Die Kapillare ist aus Glas (typischer Innendurchmesser $127 \mu\text{m} \pm 1 \mu\text{m}$, Außendurchmesser $250 \mu\text{m}$ bis $350 \mu\text{m}$). Die in die Kapillare eingeführten Fasern (typischer Außendurchmesser $125 \mu\text{m} \pm 1 \mu\text{m}$) mit als Reflektoren ausgebildeten Endflächen sind an beiden Enden des Röhrchens fixiert (s. Bild 2.10a). Die Kapilla-

ren bestehen aus annähernd gleichem Glasmaterial²⁷ wie die Glasfasern. Dadurch ist ein Verschweißen beider Materialien im Lichtbogen möglich und gewährleistet zugleich eine zuverlässige Fixierung.

Entstehung des Sensorsignals und Meßempfindlichkeit:

Für die Funktion des steifen Sensors wird gleichmäßiger Haftverbund an der Matrix über die Länge der Kapillare vorausgesetzt. Dieser kann auch durch miniaturisierte Mitnehmer an den Enden der Kapillare erreicht werden. Die Meßlänge des Sensors wird durch den mittleren Abstand der Befestigungsflächen der Fasern in der Kapillare bestimmt (Bilder 2.10a und 2.10b). Diese Annahme ist wegen der sehr schmalen, ringförmigen Fixierung der Fasern an der Kapillare berechtigt. Die Faserenden im Innern der Kapillare sind frei beweglich und besitzen einen Anfangsabstand s_0 . Bei Dehnung oder Schrumpfung der Matrix kommt es zu einer Verformung der Kapillare und damit zur Verschiebung der „Fixpunkte“ A und B (Bild 2.10). Daraus folgt eine Verschiebung Δs der Reflektoren zueinander. Wird die Verschiebung der Reflektoren auf die jeweilige Meßlänge s_0 des Sensors bezogen, kann die Dehnung der Matrix aus $\varepsilon_M = \Delta s/s_0$ berechnet werden.

Konstruktive Gestaltung des Sensors:

Bei Verformung des Verbunds Sensor/Matrix baut sich an den Enden der Glaskapillare, die einen etwa 2,8-fach höheren E-Modul gegenüber der Matrix besitzt (vgl. Tabelle 2.2), eine Schubspannung auf. Da die Anschlußfaser in der Matrix gleitfähig gelagert ist, kann der Meßfühler als kurze Faser betrachtet werden. Für diese geometrische Anordnung gilt die von Bentur und Mindess (1990) beschriebene nichtlineare Spannungsverteilung entlang des Fasereinschlusses (vgl. auch Abschnitt 7.1). Infolge dieser nichtlinearen Axialspannungsverteilung im Meßfühler wird beispielsweise bei der von Kruschwitz u.a. (1992) vorgeschlagenen Sensorkonstruktion (s. Bild 2.10a) die Verformung der Matrix nicht richtig gemessen. Frühe Messungen von Habel und Hillemeier (1995) mit derartigen Sensoranordnungen und der Vergleich mit DMS-Ergebnissen und mechanischen Meßuhren bestätigten die Abweichung der EFPI-Ergebnisse von der eingetretenen Verformung.

Eine systematische Fehlmessung wird ausgeschlossen, wenn die Haftungslänge der glatten Kapillare in der Matrix größer ist, als der Abstand der Fixierungspunkte der Faserteile an der Kapillare (Meßlänge). Diese

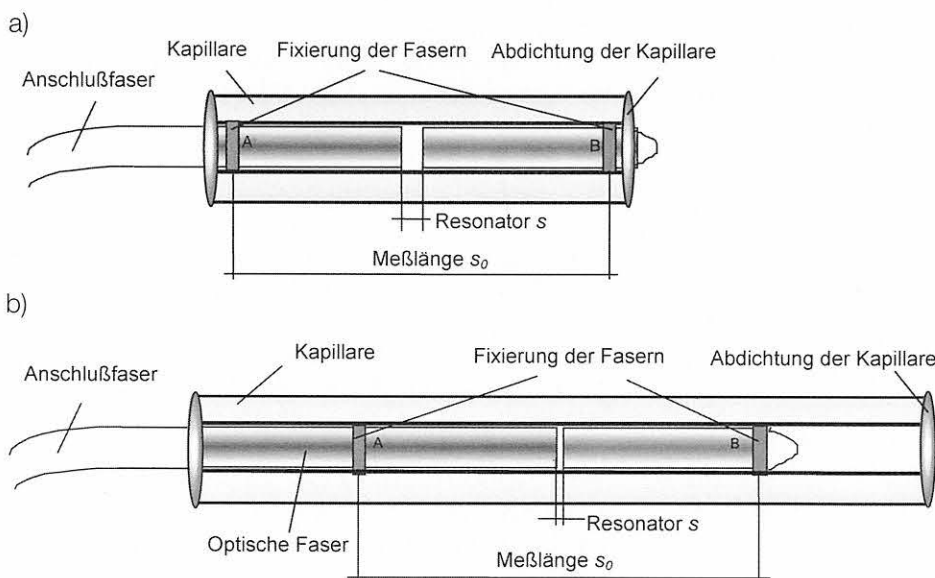


Bild 2.10:

Schematische Darstellung von Gestaltungsvarianten von EFPI-Sensoren.

a) Diese Variante führt zu Fehlmessungen,

b) Der Zugspannungsverlauf im aktiven Bereich des Meßfühlers zwischen A und B ist gleichmäßig groß und verhindert Fehlmessungen.

Die Meßlänge des Sensors bestimmt seine Empfindlichkeit. Ein Schrumpfen der Matrix von 0,1 ‰ führt bei einem eingebetteten Sensor der Meßlänge von 15 mm zu einer Verringerung des Reflektorenabstands von 1,5 μm . Die gleiche Matrixverformung von 0,1 ‰ verursacht bei einer Sensormeßlänge von 3 mm eine Meßgrößenänderung im Sensor von nur 0,3 μm . Eine ggf. erforderliche Verkürzung der Sensorlänge reduziert die Empfindlichkeit des Sensors und folglich die Auflösung des Sensorsignals.

in Bild 2.10b skizzierte Variante ist jedoch meßtechnisch schwierig zu realisieren, da die exakte Festlegung der Meßlänge von der „Schärfe“ der Fixierungsstelle abhängt. Bei den sehr kleinen Abmessungen des

²⁷ Eine exakte Zusammensetzung des Kapillarglases ist von den Herstellern ebenso wenig zu erfahren, wie die der optischen Fasern. Die Zusammensetzung des Preform-Materials s. Pkt. 4.1.1.

Schweiß- oder Klebspalts ist eine „punktförmige“ Fixierung nahezu unmöglich²⁸.

Bei vollflächiger Haftung der Sensorkapillare an der Matrix bauen sich die erhöhten Schubspannungen an den Enden der Kapillare außerhalb der Meßlänge ab, so daß einsetzendes Ablösen bei zunehmender Matrixdeformation nicht zum sofortigen Versagen des Sensors führt. (Im Kapitel 7 werden sowohl der Dehnungsübergang als auch die Grenze der Haftung untersucht.) Kann ein sicherer Verbund der Kapillare an der Matrix nicht gewährleistet werden, müssen miniaturisierte Formschlußelemente an den Enden des Meßfühlers, z. B. ringförmige Mitnehmer, angebracht werden. In diesem Fall müssen zusätzliche Spannungskonzentration in der den Sensor umgebenden Matrix berücksichtigt werden.

Meßunsicherheiten durch Material- und Fertigungstoleranzen:

Der EFPI-Sensor unterliegt Material- und Fertigungstoleranzen. Zum einen kann aufgrund der Durchmesserabweichungen von Faser und Kapillare ein Spalt entlang der Faserenden von maximal 4 µm auftreten. Dies kann zu einer Schräglage der Stirnflächen (Reflektoren) von maximal $\Psi_G = 4 \cdot 10^{-4}^\circ$ führen. Dieser Fehlwinkel ist gegenüber den beim Herstellen der Faserstirnflächen möglichen Fehlwinkeln von $\Psi_T = 0,8^\circ$ vernachlässigbar. Zum anderen kann die Meßlänge L des Sensors bei der Fertigung (unter dem Mikroskop) nur mit einer Unsicherheit von ± 200 µm bestimmt werden. Aus diesen Einflüssen ergibt sich eine Unsicherheit $u(\Delta L)$ in der Bestimmung der Sensorlänge $\Delta L = \Delta s_0$ von

$$u^2(\varepsilon_z) = \left(\frac{\partial \varepsilon_z}{\partial L} \right)^2 u^2(L) + \left(\frac{\partial \varepsilon_z}{\partial \Psi_T} \right)^2 u^2(\Psi_T). \quad (2.25)$$

Die Dehnung ε_z ist auf die Meßlänge L bezogen, die ihrerseits mit der Unsicherheit $u^2(L)$ behaftet ist. Der Einfluß nicht-senkrechter Faserstirnflächen führt maximal zu einem um $\delta_\Psi = \delta_F \cdot \tan \psi$ zu groß bestimmten Reflektorabstand Δs (Resonatorlänge). Der maximal mögliche (relative) Fehler in der Bestimmung des Stirnflächenabstands ist somit $\delta s_0 < 1,4\%$.

Eine Kalibrierung eines EFPI-Sensors im Labor ist nahezu unmöglich. Um eine definierte Verformung einzustellen, muß der Sensor gefaßt (festgeklemmt oder geklebt) und anschließend definiert verformt werden. Dies ist aber ohne nachhaltige Veränderung des Sensors nicht möglich. Es wird daher indirekt eine thermisch-induzierte Dehnung nach Applikation erzeugt, woraus der Intensitätshub des Sensorexemplars ermittelt werden kann. Für definierte Temperatureinstellungen läßt sich für Kalibrierzwecke die Sensorverformung aus dem Intensitätsverlauf bestimmen. Auf diese Weise kann die Empfindlichkeit des Sensors hinreichend genau ermittelt werden. In Ausnahmefällen ist nach der Sensoreinbettung in Baustoffe oder Bauteile eine definierte Verformung der Probekörper mög-

lich. Referenzmessungen mit geringer auflösenden Meßfühlern (z. B. DMS) liefern bei Ausnutzung der hohen Auflösung der Fasersensoren keine brauchbaren Aussagen.

Sensor-immanenter Temperatureinfluß auf das Sensorsignal:

Bei sich ändernder Temperatur verformt sich der Sensor entsprechend der thermischen Ausdehnung des Glasmaterials. Ein spannungsfrei gelagerter steifer EFPI-Sensor mit einem Reflektorabstand von s_0 mißt eine thermisch-bedingte Längenänderung von $s_0(1 + \alpha_G \cdot \Delta T)$. Mit einem thermischen Ausdehnungskoeffizienten von $\alpha_G = 0,55 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ für die optische Glasfaser, und mit einem angenommenen Abstand der Reflektoren von $s_0 = 50$ µm beträgt der temperaturbedingte Fehler im Meßergebnis 27,5 pm/K. Diese Annahme gilt für quasi-statische Temperaturänderung, bei der ein Temperatenausgleich zwischen Glaskapillare und dem Fasermaterial im Innern stattfinden kann.

Demgegenüber zeigt ein in eine Zementsteinmatrix eingebetteter Sensor eine höhere Temperaturabhängigkeit, da dieser durch den höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Matrixwerkstoffs (z. B. $\alpha_M = 12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ für PZ-Leim) zwangsweise verformt wird. Die zwangsweise Ausdehnung der Kapillare wird durch die thermische Ausdehnung der Fasern im Innern der Kapillare nur geringfügig kompensiert. Die thermisch bedingte Verformung ΔL eines eingebetteten Fasersensors der Länge L (es gilt analog: $L = L_0 + \Delta L$) beträgt

$$\Delta L(\Delta T) = L_0 \cdot \alpha_M \cdot \Delta T - (L_0 - s_0) \cdot \alpha_G \cdot \Delta T, \quad (2.26)$$

wobei L_0 die Meßlänge des Sensors und s_0 der Reflektorabstand vor Verformung sind.

Der erste Term beschreibt die thermische Ausdehnung der Matrix, der zweite den sensorspezifischen Fehlerbetrag, um den die Matrixverformung zu klein gemessen wird. Der eingebettete, steife Sensor mißt die tatsächliche thermisch bedingte Verformung um den Wert $(L_0 - s_0) \cdot \alpha_G$ vermindert. Dieser Anteil kann bei Vorliegen thermischer Einflüsse nicht unbeachtet bleiben. Ein in eine Matrix mit dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_M eingebetteter steifer EFPI-Sensor liefert bei Verformung - eingeleitet durch externe Beanspruchungen oder durch die Wirkung innerer Kräfte - den zusätzlichen temperaturabhängigen Beitrag von

²⁸ Ähnliche Schwierigkeiten ergeben sich auch bei Oberflächenapplikationen von EFPI-Sensoren. Bei einer aus o. g. Gründen nicht-vollflächigen Verklebung der Kapillare wird der Klebstoff verlaufen, so daß die Meßlänge nicht exakt ermittelbar ist. In solchen Fällen sind aufwendige Kalibrierungsmessungen nach der Applikation erforderlich, um den Übertragungsfaktor des Sensors (Gauge-Faktor) zu bestimmen. Dieses Verfahren ist bei Feldapplikationen nur bedingt einsetzbar.

$$\varepsilon_T = \frac{\Delta l}{L_0} = \alpha_M \cdot \Delta T - \left(1 - \frac{s_0}{L_0}\right) \alpha_G \cdot \Delta T. \quad (2.27)$$

Da $L_0 \gg s_0$ ist, kann Gl. (2.27) vereinfacht werden. Gl. (2.28) gibt die unter nicht-konstanten Temperaturbedingungen je Grad K gemessene Dehnung ε_T näherungsweise mit einem maximalen Fehler von 1 % an:

$$\varepsilon_T \Big|_{\Delta T=1K} = \alpha_M - \alpha_G. \quad (2.28)$$

Somit muß bei thermisch beeinflussten Verformungsmessungen, wie dies bei der Messung der Anfangsverformungen erhärtender zementgebundener Werkstoffe der Fall ist, unterschieden werden zwischen der

a) Dehnung aus reiner Verformung:

$$\varepsilon_{eff} \quad (2.29a)$$

und der

b) temperaturbereinigten Dehnung

$$\varepsilon_{red} = \varepsilon_{eff} + (\alpha_M - \alpha_G) \cdot \Delta T. \quad (2.29b)$$

(ΔT ist positiv für steigende, negativ für abnehmende Temperatur). Die temperaturbereinigte Dehnung ε_{red} liefert den nur durch äußere oder innere Kräfte erzeugten Dehnungsanteil.

Fixierung des Sensors an der Matrix

Der Sensor haftet durch Adhäsion vollflächig an der Matrix. Entweder wird die unbeschichtete Glaskapillare direkt in den Zementstein eingebettet oder eine geeignete Beschichtung wird verwendet, die zugleich die Festigkeit des Glasmaterial erhöht und ausreichende Haftung gewährleistet. Einzelheiten dazu werden im Kapitel 7 diskutiert.

Fall 2: Flexibler Sensor

Die Kapillare ist ebenfalls aus optischem Glas. Die Zuleitungsfaser mit Reflektor am Faserende ist beweglich im Hohlrohr gelagert. Das Coating des Faserabschnitts, der in der Kapillare gleitet, wurde vor Zusammenbau entfernt. Der andere Reflektor ist wie beim steifen EFPI am anderen Ende der Kapillare fixiert. Das Sensorsignal entsteht in der oben beschriebenen Weise. Da mit dieser flexiblen Sensoranordnung Schubspannungen an der Grenzfläche zur Matrix vermieden werden sollen, wird die Kapillare und die Anschlußfaser „gleitfähig“ eingebettet. Die Meßlänge des Sensors wird durch „Mitnehmer“, die am Ende der Kapillare und an der beweglichen Anschlußfaser angebracht werden, definiert (Bild 2.11). Damit kann aus der gemessenen Verformung die Dehnung des Baustoffs errechnet werden. Bei dieser konstruktiven Variante des EFPI-Sensors kann die Meßlänge einfacher bestimmt werden, da die Lage der Mitnehmer unter dem Lichtmikroskop visuell exakt bestimmbar ist.

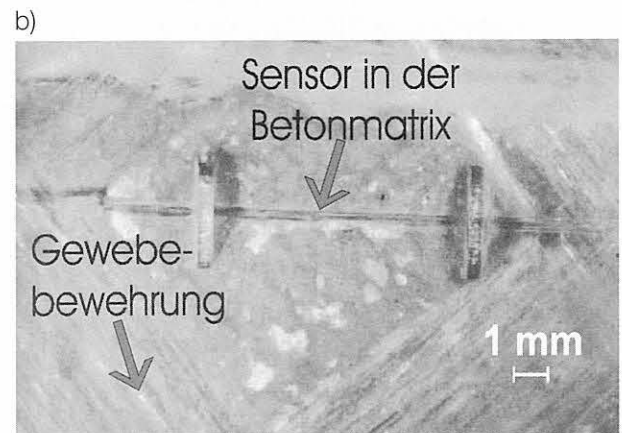
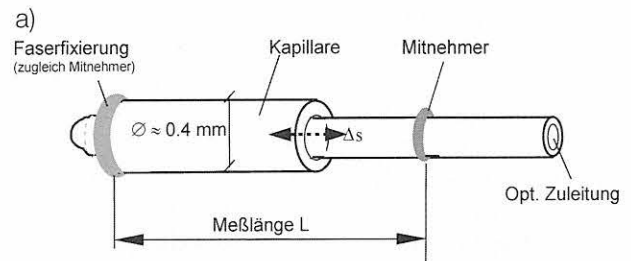


Bild 2.11
Flexibler EFPI-Sensor.

a) Prinzip

b) Einbettung des Sensors in der Verbundzone eines textilbewehrten Zementmörtels

Vermeidung von Axialspannungen bei Verformung:

Der wesentliche Vorteil des flexiblen Sensors bei der Messung von Matrixverformungen ist die Vermeidung von verformungsbehindernden Schubspannungen im Bereich seiner Meßlänge. In der Meßzone entstehen weder Schubspannungen in der Grenzfläche noch Axialspannungen in der Kapillare oder in der Anschlußfaser. Voraussetzung ist jedoch, daß die Kapillare von der Matrix entkoppelt ist.

Meßunsicherheiten durch Material- und Fertigungstoleranzen:

Der flexible Sensor unterliegt den gleichen Material- und Fertigungstoleranzen wie der steife Fabry-Pérot-Sensor. Die Einstellung des Stirnflächenabstands (Größe der cavity) erfolgt je nach Meßaufgabe vor oder während der Einbettung. Generell wird eine Justierung der Reflektoren vor Einbettung vorgenommen. Hierfür wird die bewegliche Anschlußfaser temporär an der Kapillare fixiert, beispielsweise durch einen sehr dünnen Überzug mit einem Hydrolysat (Industrie-Gelatine). Dieser löst sich nach ca. 40 bis 100 s im Frischmörtel, und die Flexibilität des Sensors ist gewährleistet. Die Ansprechschwelle des Sensors für eine Verschiebungsmessung in Richtung der Faserachse liegt dann im Bereich 150 μN bis 200 μN .

Temperatureinfluß auf das Sensorsignal:

Eine Verformung in der Matrix infolge Temperaturänderung bewirkt beim eingebetteten flexiblen EFPI-Sensor über seine Meßlänge eine gleichgroße Verschiebung der Stirnflächen in der Kapillare um $\Delta s = L_0 \alpha_M \cdot \Delta T$. L_0 ist die Meßlänge des Sensors zu Beginn der Verformung. Gleichzeitig dehnen sich die Fasern in der Ka-

pillare infolge der Temperaturänderung aus (bzw. kontrahieren). Der Sensor mißt die temperaturbedingte Verformung der Matrix um den Wert $-\Delta s' = (L_0 - s_0) \alpha_G \cdot \Delta T$ zu klein. $(L_0 - s_0)$ ist die Länge der freien Glasfasereenden. Aus der Gleichheit der Verformungsänderungen Δs und ΔL folgt, ebenso wie beim steifen EFPI-Sensor, die vom flexiblen EFPI-Sensor gemessene Verformung aus Gl. (2.26). Der Meßfehler bei einer temperaturüberlagerten Verformung der Matrix beträgt

$$\delta(\Delta L) = \frac{(L_0 - s_0) \cdot \alpha_G}{L_0 \alpha_M} \quad (2.30)$$

Ein Vorteil der EFPI-Sensoren ist, daß der relative Meßfehler von der Höhe der Temperaturänderung unabhängig ist. Für einen in einer Mörtelmatrix ($\alpha_M = 12 \cdot 10^{-8} / K$) eingebetteten flexiblen Fasersensor mit 10 mm Meßlänge und etwa 50 µm Stirnflächenabstand folgt ein systematischer relativer Meßfehler von 4,56 %. Absolut ausgedrückt mißt der EFPI-Sensor bei einer Temperaturschwankung von 30 K eine um 3,44 µm zu geringe Verformung. Das entspricht einer zu geringen Dehnung von etwa 0,34 ‰. Dieser Meßfehler muß rechnerisch berücksichtigt werden.

Der wesentliche Vorteil des eingebetteten flexiblen Sensors ist die Vermeidung von meßsignalverfälschenden Sensoreigenstressungen bei Verformung der Matrix. Eventuell sich an der Kapillare entwickelnde Schubspannungen wirken nicht auf das Sensorsignal. Der Sensor kann aufgrund der leichten Verschiebbarkeit, die nur Verstellkräfte im Bereich einiger Hundert Mikro-Newton aufbringen können, wie z. B. erstarrende

Werkstoffe, weiche Materialien mit sehr geringem E-Modul, messen. Dieser Vorteil ist allerdings mit der Gefahr des Eindringens von Flüssigkeit bzw. Mikropartikeln in das Innere des Sensors verbunden. Aufwendige Maßnahmen zur Vermeidung dieser Effekte verkomplizieren und verteuern den Sensoraufbau, so daß der flexible Sensor im Baustoffbereich nur für die Messung der Anfangsverformungen und weniger für die Langzeitbeobachtung beispielsweise von zyklischen Veränderungen erhärteter Baustoffe in Wechselklimaten geeignet ist. Letztere Meßaufgabe wird mit einer Kombination von steifen und flexiblen Sensoren gelöst.

2.5.3 Vergleich von Faser-Bragg-Gitter- und Fabry-Pérot-Sensoren

Tabelle 2.5 vergleicht die wesentlichen Merkmale der behandelten Mikrodehnungssensor-Typen kurzer Meßlänge mit denen zweier langer Dehnungssensoren. Es werden unterschiedliche Aspekte z. B. applikationstechnologische Gesichtspunkte, Dauer der Meßzeit, Wiederholbarkeit von Messungen nach längerer Meßpause, Temperatureinflüsse, Notwendigkeit von On-line-Messungen, berücksichtigt. Nur bei detaillierter Kenntnis der chemischen, physikalischen und meßtechnischen Bedingungen können aus der Vielzahl der möglichen Sensorvarianten die geeigneten ausgewählt werden. Vorteilhafte Eigenschaften zeigen Bragg-Gitter-Sensoren insbesondere bei Anwendungen, die der Dehnungsmeßstreifen-Technik ähneln. In diesen Fällen werden die Faser-Bragg-Gitter vorrangig auf glatte Oberflächen geklebt. Bei Einbettung der Fasergitter in mineralische Werkstoffe liegen andere Dehnungs-

Tabelle 2.5: Vergleich der Leistungscharakteristika im Bauwesen eingesetzter faseroptischer Mikrodehnungssensoren

	Bragg-Gitter-Sensoren	EFPI-Sensoren	Mikrobiegungssensoren	Zeitbasierte Reflektor-Sensoren
Meßverfahren	Wellenlängen-kodiert	interferometrisch	intensiometrisch	Messung der Impulslaufzeit
Meßbasis	< 20 mm (bis zu einigen Meter bei Einbau in Trägerrohre)	3 mm ... 25 mm	0,5 m ... 2 m in Ausnahmefällen bis zu 10 m und länger	0,2 m bis einige 10 m
Auflösung (unter Praxisbedingungen)	etwa 6 µm/m	< 1 µm/m	4 µm (kurzzeitig) > 0,1 mm (Langzeitmessung)	0,2 mm
Linearität	sehr gut (wenn kein Dehnungsgradient über dem sensitiven Bereich)	gut (nur bei Einsatz der Mehrwellenlängen-Meßmethode)	gut	gut
Meßtyp	Absolutmessung	Relativmessung (Absolut mit speziellem Gerät)	Relativmessung	Absolutmessung
Scanzeit	kurz	sehr kurz	kurz	einige Sekunden
Dynamikfähigkeit	mittel	sehr hoch (bis in MHz-Bereich)	mittel	nicht vorhanden
Langzeitstabilität	gut	sehr gut	schlecht	gut
Temperaturempfindlichkeit	hoch, muß kompensiert werden	gering, kann rechnerisch kompensiert werden	hoch, kann bedingt kompensiert werden	gering, Temperaturgradient auf Sensorenlänge sollten vermieden werden
Querverformungs-Empfindlichkeit	hoch, kann Meßsignal verfälschen	sehr gering	verhindert Sensorfunktion	gering
Multiplexfähigkeit	Serienschaltung möglich (bis zu 25 Sensoren)	Parallelbetrieb (nur mit Umschalter sinnvoll)	nur Parallelbetrieb möglich	Serienschaltung sehr gut möglich
Sensorkosten	hoch (abnehmende Tendenz)	gering bis mittel	mittel	gering
Gerätebasis (für Praxiseinsatz)	hoch	hoch	gering	sehr hoch (Stand-by-Gerät)
Besonderheiten	stark zunehmende Applikation	Zuverlässige Messung in weichen und erhärtenden Materialien möglich	langjährige Erfahrung vorhanden	Gute Integrationsmöglichkeit in Werkstoffe und Bauteile

übertragungsbedingungen vor. So muß die Klebung des Gitters auf der Oberfläche durch Haftung in der Zementsteinmatrix ersetzt werden. Bedingungen hierfür werden im Kapitel 7 aufgezeigt. Problematisch bei eingebetteten Faser-Bragg-Gittern sind Dehnungsgradienten durch Zuschlagstoffe im Bereich des Faser-gitters. In solchen Fällen kann das Bragg-Signal verzerrt werden und automatische Meßsysteme können versagen. Praktizierte Alternativlösungen mittels Dehnungsübertragern, bei denen Faser-Gitter in ein zylindrisches Element eingebettet werden [Geisler/Baumann, (1999)], lösen dieses Problem, verhindern aber zugleich eine möglichst rückwirkungsarme Messung von Mikroverformungen in kleinen Volumina der Zementsteinmatrix. Für die werkstoffintegrierte Messung dynamischer (akustischer) Signale und für das hochaufgelöste Messen von Verformungen weicher Materialien gibt es zu den beschriebenen flexiblen extrinsischen Faserinterferometern keine Alternative.

2.6 Quellenangaben

Bentur, A.; Mindess, S. (1990): Fibre Reinforced Cementitious Composites. Part 1: Mechanical Behaviour of Fibre Reinforced Cementitious Materials, S. 15ff. Elsevier Applied Science London, New York.

Bhatia, V.; Vengsarkar, A.M. (1996): Optical fiber long-period grating sensors. *Optics Letters* 21, 692-694.

Brameshuber, W. (1988): Bruchmechanische Eigenschaften von jungem Beton. Dissertation Universität Karlsruhe.

Chang-Sun, H.; Chun-Gon, K.; Il-Bum, K.; Joong -Wan, P. (1996): Simultaneous Strain and Failure Sensing of Composite Beam Using an Embedded Fiber Optic Extrinsic Fabry-Pérot Sensor. *Proc. of SPIE* 2718, 122-133.

Chang, C.C.; Sirkis, J.S. (1995): Optical Fiber Sensors Embedded in Composite Panels for Impact Detection. *J. of Smart Structures and Materials Proc. of SPIE* 2444, 502-513.

Claus, R.O. (1991): Preliminary Use of Optical Fiber Strain Sensors On Bridges. Unveröffentlichte Information des FEORC an der Virginia Tech. Blacksburg/VA. (USA), September 1991.

Cunz, (1998): Lieferübersicht Polymeroptische Faser. Cunz GmbH & Co. KG Frankfurt/Main.

Davis, M.A.; Bellemore, D.G.; Kersey, A.D. (1994): Structural Strain Mapping using a Wavelength/Time Division Addressed Fiber Bragg Grating Array. „2nd European Conf. on Smart Structures & Materials“. Oktober '94, Glasgow/U.K. *Proc. of SPIE* 2361, 342-345.

de Vries, M. J. C. (1995): Optical Fiber Sensors for Advanced Civil Structures. PhD Dissertation Virginia State Polytech, Blacksburg, VA (USA).

de Vries, M.J.; Bhatia, V.; Claus, R.O.; Murphy, K.A.; Tran, T.A. (1995): Applications of Absolute EFPI Fiber Optic Sensing System for Measurement of Strain in Pre-Tensioned Tendons for Prestressed Concrete. *Proc. of Smart Structures and Materials Conf. 1995, Proc. of SPIE* 2446, 9-15.

DIN 1319 (1980/1992): Grundlagen der Meßtechnik, Teil 1: Grundbegriffe, Nov. 1992 (Entwurf); Teil 2: Begriffe für die Anwendung von Meßgeräten, Januar 1980.

DLR-Infoblatt: Fiber-Optic Microphone (1999). German AerospaceCenter, Institute of Flight Guidance.

DIN 55350 (1987): Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik, Teil 13: Begriffe zur Genauigkeit von Ermittlungsverfahren und Ermittlungsergebnissen. Juli 1987.

Ecke, W.; Bartelt, H.; Schwotzer, G.; Usbeck, K.; Willsch, R. (1997): Low-cost Optical Temperature and Strain Sensing Networks Using In-Line Fiber Gratings. *Proc. of SPIE* 3099, 390-397.

ElectroPhotonics, (1995): Technical Specification: Fiber Optic Strain Measurement System. ElectroPhotonics Corp. Toronto, Canada.

FOSS II - Fiber Optic Strain Gage System (1995). Informationsblatt. Fiber & Sensor Technologies Blacksburg, Virginia/USA.

Fürstenau, N.; Schmidt, W.; Janzen, D.; Schütze, R.; Goetting, H.C. (1994): Dynamic Load Monitoring of Composite Structures using Fibre-optic Interferometric Strain Gauges. „2nd European Conference on Smart Structures & Materials“. Oktober '94, Glasgow/U.K. *Proc. of SPIE* 2361, 286-289.

Geisler, U.; Baumann, I. (1999): Ausgewählte Anwendungen für Faser-Bragg-Gitter-Sensoren. Workshop „Faseroptische Sensortechnik“, 19. Oktober 1999, IPHT e.V. Jena.

Habel, (1999): Adaptronics and Smart Structures. Basics, Materials, Design, and Applications (Ed. H. Janocha). Springer-Verlag 1999, Kapitel 7.2: Fiber Optic Sensors, S. 255-284.

Habel, W; Hillemeier, B. (1995): Results in monitoring and assessment of damages in large steel and concrete structures by means of fibre optic sensors. 1995 North American Conference on Smart Structures & Materials. Febr./March 1995, San Diego/CA. (USA), *Proc. of SPIE* 2446, 25-36.

- Habel, W.; Hofmann, D. (1994): Determination of structural parameters concerning load capacity based on Fibre-Fabry-Pérot-Interferometers. „2nd European Conference on Smart Structures & Materials“. October '94, Glasgow/U.K. Proc. of SPIE 2361, 176-179.
- Habel, W.; Hofmann, D.; Basedau, F. (1995): Short-length fibre optic micro sensors for non-destructive assessment of the building material's and component's behaviour. Symposium on Non-Destructive Testing in Civil Engineering. Berlin '95, Proc. 1, 583-596.
- Habel, W.; Hofmann, D.; Hillemeier, B.; Basedau, F., (1995): Fiber sensors for damage detection on large structures and for assessment of deformation behaviour of cementitious materials. 11th Engineering Mechanics Conf. 1995 Fort Lauderdale (USA), Proc. 1, 355-358.
- Hagemann, V., Trutzel, M.; Staudigel, L.; Rothhardt, M.; Müller, H.-R.; Krumpholz, O. (1998): Mechanical resistance of draw-tower-Bragg-grating sensors. Electronics letters 34, 211-212.
- Hart, H. (1987): Einführung in die Meßtechnik. VEB Verlag Technik, Berlin.
- Hill, K.O.; Fujii, Y.; Johnson, D.C.; Kawasaki, B.S. (1978): Photosensitivity in optical waveguides: Application to reflection filter fabrication. Applied Physics Letters 32, 647.
- Hofmann, D.; Polster, H. (1998): Bestimmung der Parameter und Bewertung der Charakteristika neuartiger faseroptischer Sensorelemente für Bauteile zur Erfassung dynamischer Bauwerksreaktionen. Abschlußbericht zum DFG-Forschungsvorhaben Po 418/5-1. IEMB e. V. an der TU Berlin.
- Hofmann, D.; Habel, W.; Basedau, F. (1995): Signalisierung von Ermüdungsrissen an alten Stahlbrücken mit Lichtwellenleiter-Fasern. Informationsblatt Nr. 11/1995 des IEMB e. V. Berlin, 4 Seiten.
- Holst, A.; Hoppstock, M.; Maschkowitz, F., (1986): Klassifizierung faseroptischer Sensoren. Feingertechnik 35, 495 - 498 sowie Aktualisierung 1990: Feingertechnik 39, 499-501.
- IEC 61757-1, Ausgabe (1999): LWL-Sensoren-Teil1: Fachgrundspezifikation (IEC 61757-1, 1998), Deutsche Fassung EN 61757-1.
- IEMB-Forschungsbericht (1996): Biegebalkenvorversuche mit Liner im HOCHTIEF-Forschungsvorhaben EPR-Composite-Liner. Unveröffentl. Forschungsbericht IEMB e.V. Berlin, Nr. 4 - 06/96.
- IEMB-Forschungsbericht (1998): TSB-Projekt BT 6111: Innovative Meßfühler zur Online-Erfassung von Mikroverformungen und Gefügeänderungen zementgebundener Bauteile. IEMB e.V. an der TU Berlin, 19 Seiten.
- Inaudi, D.; Vulliet, L.; Pflug, L.; Vurpillot, S.; Wyser, A. (1995): Low-coherence sensors for the monitoring of underground work. North American Conference on Smart Structures & Materials. Febr./March 1995, San Diego/CA. (USA), Proc. of SPIE 2446(1995)170-178.
- Karr, S., E.; Alavie, A. T.; Huang, S.; Othonos, A.; Measures, R., M. (1994): Multiplexing Architectures for Fiber Laser Strain Sensors Employing Intracore Bragg Gratings. Proc. of SPIE 2072, 234-243.
- Kashyap, R. (1999): Fiber Bragg Gratings. Academic Press, San Diego, London, u.a.
- Ki-Soo, K.; Kollár, L.; Springer, G. S. (1993-1): A Model of Embedded Fiber Optic Fabry-Pérot Temperature and Strain Sensor. J. of Composite Materials 27, 1618-1662.
- Kleingries, P. (1997): Tragverhalten von Bauteilen aus Textilbeton unter reiner Biegebeanspruchung. Diplomarbeit RWTH Aachen, Institut für Massivbau.
- Klink, T.; Meißner J.; Slowik, V. (1997): Dehnungsmessung an einer Spannbetonbrücke mit Faser-Bragg-Gitter-Sensoren. Bautechnik 74, 401-405.
- König, G.; Ötes, A.; Giegerich, G.; Miesseler, H.-J. (1987): Monitoring of the structural integrity of Bridges Ulenbergstrasse in Düsseldorf. IABSE colloquium Bergamo, 1987. [zitiert in: Lichtwellenleitersensoren für die Überwachung von Bauteilen und Bauwerken. Gemeinsame Präsentation STRABAG Bau-AG Köln - Bauakademie Berlin, Juni 1990 in Berlin].
- Kruschwitz, B.; Claus, R.O.; Murphy, K.A.; May, R.G.; Gunther, M.F. (1992): Optical fiber sensors for the quantitative measurement of strain in concrete structures. 1st Europ. Conf. on Smart Structures & Materials, 12-14 May 1992, Glasgow/U.K. Proc. of SPIE 1777, 241-244.
- Labs J. (1989): Verbindungstechnik für Lichtwellenleiter. VEB Verlag Technik Berlin.
- Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen. (1995). Herausgeber: DIN Deutsches Institut für Normung e. V. Beuth Verlag Berlin-Wien-Zürich.
- Majumdar, A.J.; Laws, V. (1991): Glass fibre reinforced cement. BSP Professional Books, London.
- Mauron, P.; Nellen, P.M.; Sennhauser, U.; Trutzel, M.N.; Betz, D.; Staudigel, L.; Hagemann, V.; Rothhardt, M. (1999): Lifetime of Fibre Bragg Gratings Under Cyclic Fatigue. W12 Conf. on Optical Fiber Reliability and Testing, Sept. 1999, Pre-print, 9 Seiten.
- Measures, R.M.; Alavie, T.; Maaskant, R.; Huang, S.; LeBlanc, M. (1992): Bragg Grating Fiber Optic Sensing for Bridges and Other Structures. „2. European

- Conference on Smart Structures & Materials". October 1994, Glasgow/U.K. Proc. of SPIE 2361, 162-167.
- Meltz, G.; Morey, W. W.; Glenn, W. H. (1989): Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method. *Optics Letters* 14, 823-825.
- Micron Optics Inc. Information sheet (1997): Fiber Bragg Grating Interrogation System. FBG-IS Version 3.
- Morey, W.W.; Meltz, G.; Glenn, W.H.; Fritz, D.J. (1993): UV-induced Bragg gratings in optical fibers and thin-film waveguides. Proc. Photosensitivity and Self-Organization in Optical Fibers and Wave-guides. 1993, Proc. of SPIE 2044, 236-245.
- Murphy, K., A.; Gunther, M., F.; Vengsarkar, A, M.; Claus, R., O. (1991): Quadrature phase-shifted, extrinsic Fabry-Pérot optical fiber sensors. *Optics Letters* 16, 273-275.
- OSMOS, (1996): Referenzliste: Überwachung mit Lichtwellenleitersensoren. OSMOS DEHA-COM GmbH Köln.
- Othonos, A. (1997): Fiber Bragg gratings. *Review of Scientific Instruments* 68, 4309-4341.
- Othonos, A.; Kalli, K. (1999): *Fiber Bragg Gratings*. Artech House, Boston, London 1999.
- Perregaux, N; Vurpillot, S.; Tosco, J.-S.; Inaudi, D.; Burdet, O. (1998): Vertical Displacement of Bridges using the SOFO System: a Fiber Optic Monitoring Method for Structures. 12th Engineering Mechanics ASCE-Conf. Session: Fiber Sensors for Condition Monitoring. May 1998, La Jolla/CA, 791-794.
- Rohrbach, C. (1962): Spannung- und Dehnungsmessungen an Beton. *Archiv für Technisches Messen*. Blatt V 8246-6 (Juli 1962, Teil 1) and V 8246-7 (Aug. 1962, Teil 2).
- Schlechte, E. (1971): *Festigkeitslehre für Bauingenieure*. VEB Verlag für Bauwesen Berlin.
- SIECOR-Produktionformation (1997): Single Mode Fiber Type SMF 1528 ITU-T Recommendation D.652. Fa. SIECOR Neustadt/D.
- SIECOR, (1998): High-Quality Optical Fibres. Information der Siecor GmbH Neustadt/Coburg. In: *Glas-Ingenieur* 8, 60-63.
- Singh, H.; Sirkis, J.S. (1997): Temperature and Strain Measurements by Combining ILFE and Bragg Grating Optical Fiber Sensors. *Experimental Mechanics* 37, 414-419.
- Sirkis, J., S. (1994): Electro-opto-mechanical Design of Fiber Optic Smart Structures. „2nd European Conference on Smart Structures & Materials“. October '94, Glasgow/U.K. Proc. of SPIE 2361, 330-336.
- Sirkis, J.S. (1998): Using Bragg Grating Sensor Systems in Construction Materials and Bridges: Perspectives and Challenges. In Ansari, F.: *Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges*. Technomic Publ. Company. Lancaster-Basel, 44-61.
- SMARTEC, (1999): Globale Bauwerksüberwachung mit Lichtwellenleitersensoren / Anwendungen von Bauwerksüberwachung mit Lichtwellenleitersensoren. Gemeinsame Firmenprospekte SMARTEC - DEHA Ankersysteme GmbH & Co. KG, 8 Seiten / 20 Seiten.
- Trutzel, M.; Betz, D.; Holz, M.; Staudigel, L.; Krumpholz, O.; Siegling, H.-F.; Sangkohl, R.; Martin, W.; Muehlmann, H.-C.; Müller, T.; Ahrendt, H. (1999-2): *Strukturdiagnostik mit faseroptischen Bragg-Gitter-Sensoren*. VDI-Berichte Nr. 1463, 463-468.
- Trutzel, M.; Siegling, H.-F.; Betz, D.; Sangkohl, R.; Holz, M.; Staudigel, L.; Martin, W.; Krumpholz, O. (1998): *Neue Sensorkonzepte für den Adaptiven Flügel*. Deutscher Luft- und Raumfahrt Kongreß. Bremen, 7 Seiten (Preprint).
- US-Patent 4.421.979, (1983): Microbending of Optical Fiber for Remote Force Measurement. TRW, Inc., Redondo Beach, Calif. Anmelde datum: 27. Aug. 1981, Patenterteilung: 20. Dez. 1983.
- Varelas, V.; Limberger, H.G.; Salathe, R.P.; Kotrotsios, C. (1997): UV-induced mechanical degradation of optical fibres. *Electronics letters* 33, 804-806.
- Vohra, S.T.; Chang, C.C.; Danver, B.A.; Althouse, B.; Davis, M.A.; Idriss, R. (1998): Preliminary Results on the Monitoring of an In-Service Bridge Using a 32-Channel Fiber Bragg Grating Sensor System. in.: *Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges*. (Ed.: F. Ansari) Technomic Publ. Company. Lancaster-Basel 1998, 148-158.
- Vurpillot, S.; Krueger, G.; Benouaich, D.; Clément, D.; Inaudi, D. (1998): Vertical Deflection of a Pre-Stressed Concrete Bridge Obtained Using Deformation Sensors and Inclinometer Measurements“, *ACI Structural Journal* 95, 518 - 526.
- Wei, T. (1986): Mechanical reliability consideration of polymer-coated optical fibers. *Proc. of SPIE* 717, 21-26.
- Wolff, R.; Mießeler, H.-J. (1991): Die Brücke Schießbergstraße in Leverkusen. *Beton* 41, 175-178.
- Wolff, R.; Mießeler, H.-J. (1993): Überwachung von schweren Felsankern mit Lichtwellenleitersensoren. *Felsbau* 11, 223-227.

Young, M. (1990): Optics and Lasers. 4. Edition. Springer Verlag. Kapitel 5: Wave Optics und Kapitel 6: Interferometry and Related Areas.

Zimmermann, B.D.; Claus, R.O.; Kapp, D.A.; Murphy, K.A. (1990): Fiber-Optic Sensor Using High-Resolution Optical Time Domain Instrumentation Systems. J. of Lightwave Technology 8, 1273-1277.

3M Fiber Bragg Gratings Application Note (1996): The Mechanical and Optical Reliability of Fiber Bragg Gratings. (8 Seiten).

3M Specialty Single-Mode Fiber Products (1997): Prospekt der Firma 3M, USA.

3 Beanspruchung faseroptischer Mikrodehnungssensoren in der Zementsteinmatrix

Dieses Kapitel faßt das Anforderungsprofil an faseroptische Mikrodehnungssensoren, die direkt in die Zementsteinmatrix eingebettet werden sollen, zusammen. Die betonchemischen und mechanischen Beanspruchungen, denen derartige Sensoren in der Matrix ausgesetzt sind, werden im einzelnen diskutiert, da diese die Dauerhaftigkeit der Sensoren im betonchemischen Milieu bestimmen.

Eine Literaturübersicht stellt die bisher bekanntgemachten Untersuchungen zu direkt in zementgebundene Matrices eingebettete Fasersensoren vor.

3.1 Anforderungsprofil an einbettbare Mikrodehnungssensoren

Für Verformungsmessungen in einer hydratisierenden Zementsteinmatrix muß der Sensor zuverlässig mit dem Meßobjekt verbunden sein. Gleiche Anforderungen liegen vor, wenn mit eingebetteten Sensoren akustische Emissionen des Baustoffs, z. B. bei Eintritt von Schwindrissen oder bei dynamischen Reaktionen auf Impacts, aufgezeichnet werden sollen. Die ungedämpfte und unverzerrte Übertragung von Matrixänderungen in den Meßfühler erfordert dessen innigen Kontakt mit der Matrix. Eine Entkopplung der Sensoren durch Ablage in Schutzrohren oder Schutzschläuchen bzw. das Überziehen des Sensorkörpers mit dicken, häufig chemisch instabilen Schutzschichten würde die Ausnutzung der hohen Empfindlichkeit der Meßaufnehmer verhindern.

Die im Pkt. 2.5 beschriebenen Sensortypen werden unterschiedlich mechanisch beansprucht. Bei eingebetteten Faser-Bragg-Gitter-Sensoren und bei starren EFPI-Sensoren entsteht bei Matrixverformung eine Spannung im Glasmaterial. Bei Dehnungsbeanspruchung hat somit die axiale Zugfestigkeit des Sensormaterials entscheidenden Einfluß auf deren Lebensdauer. Beim flexiblen EFPI-Sensor werden Zugspannungen durch konstruktive Maßnahmen weitgehend vermieden. Die Verbindungsstelle von Zuleitungsfaser und Sensorkörper stellt dennoch eine Schwachstelle dar.

Gegenüber der unterschiedlichen mechanischen Beanspruchung werden alle eingebetteten Sensoren gleichermaßen chemisch beansprucht. Bei Faser-Gitter- und steifen EFPI-Sensoren ist der Haftverbund zur Zementsteinmatrix von großer Bedeutung, da diese nur bei ausreichendem Haftverbund Meßsignale liefern. Aus fertigungsökonomischer (und bei Bragg-Gitter-Sensoren aus meßtechnologischer Sicht) ist es nicht sinnvoll, in einem weiteren Verfahrensschritt vor der Einbettung am Sensorglas Mitnehmer zur Gewährleistung eines Formschlusses mit der Zementsteinmatrix anzubringen. Um Matrixverformungen hochauf-

gelöst messen zu können, muß die Schutzschicht des Meßfühlers ein Optimum zwischen erforderlichem Schutz der Sensoroberfläche bei Einbettung und zuverlässigem Dehnungsübergang während des Messens liefern. Im Detail sind nachfolgende Punkte zu berücksichtigen:

Aus materialtechnischer Sicht:

- Dauerhaft spannungsbeanspruchte Sensoren benötigen eine Schutzschicht, die im beabsichtigten Meßzeitraum einen weitgehenden Schutz des Glases gegenüber dem Einfluß des alkalischen Zementsteins bietet.
- Die Schutzschicht sollte einen E-Modul besitzen, der vergleichbar mit den E-Moduli des Glases und der Zementsteinmatrix ist.
- Im Falle polymerer Schutzschichten (Coatings) mit stark von der Umgebung abweichendem E-Modul sollte die Dicke der Schicht so gering wie möglich sein, um gerade noch den mechanischen und chemischen Schutz des Sensors zu gewährleisten.
- Der für optimalen Dehnungsübergang ausgelegte Sensor muß sowohl beim Transport als auch während der Einbettung zuverlässig handhabbar sein.

Aus meßtechnischer Sicht:

- Die Sensoroberfläche muß für den geforderten Dehnungsmeßbereich Haftverbund zur Matrix gewährleisten. Im Falle einer Beschichtung des Glasmaterials, die nach der Herstellung des Sensors aufgebracht wird, muß diese schubfest mit der Glasoberfläche verbunden sein.
- Um die Sensoren während des Einbettungsvorgangs in gewünschter Position zu halten, sollten zusätzliche konstruktive Elemente, die die Meßzone nicht beeinflussen, vorgesehen werden.
- Die Sensoren sollten bereits während des Einbettungsvorgangs am Meßgerät angeschlossen sein, um ihre Funktionstauglichkeit überwachen zu können.

3.2 Betonchemische Beanspruchung

Unter den hydraulischen Zementen kommt Portlandzement am häufigsten zum Einsatz. Andererseits ist Portlandzementklinker der wichtigste Bestandteil der verwendeten Zemente. Portlandzementklinker üben den stärksten alkalischen Einfluß auf eingebettete Fasersensoren aus. Ein teilweises Ersetzen des Portlandzements durch Puzzolanen, wie z. B. Mikrosilika oder pulverisierte Flugasche, bewirkt ein Absinken der Alkalität der Matrix und damit des chemischen Angriffs auf die Sensoren.

Ein in die frische Zementsteinmatrix eingebetteter Sensor ist sich verändernden chemischen Angriffen wäh-

rend der Phasen des Abbindevorgangs ausgesetzt [Hillemeier, (1997)], [Knoblauch/Schneider, (1995)], [Bentur/Mindess, (1990)].

I. Hydrolyse

Der frisch angemischte Zementmörtel bzw. Beton liegt als eine Suspension von Zementkörnern und Zuschlag in Wasser vor. Er besitzt keine Festigkeit. Der Zementleim kann in den ersten ein bis vier Stunden (außer bei Schnellzementen) beliebig verformt und verdichtet werden. (Bei Beton hat der Zuschlag keinen Einfluß auf die Betrachtung der chemischen Abläufe.) Unmittelbar nach Wasserzugabe hat sich eine dünne Haut von Hydratphasen um die Zementkörner gebildet. Diffundierende Wassermoleküle lösen aus den Klinkerphasen des Zements Ca^{2+} -Ionen. Diese reagieren mit dem Wasser, und es entsteht eine $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung. Die Bildung der OH-Ionen bestimmt die Alkalität des Zementleims. Sein pH-Wert steigt unmittelbar nach Zugabe des Wassers auf $\text{pH} = 12,5$. In geringem Maße werden auch SiO_4^{4-} -Ionen aus den Klinkerphasen herausgelöst, die jedoch wegen ihres größeren Durchmessers nicht sofort durch die Haut aus Hydratphasen diffundieren können. Sie sind in diesem Reaktionsstadium für die Oberfläche der eingebetteten Glasfaser uninteressant. Während der Hydrolyse ist das Sensorglas hohen alkalischen Belastungen ausgesetzt, da sich noch keine - möglicherweise schützende - Kristallschichten in der Grenzzone zur Glasoberfläche gebildet haben. Geringerer chemischer Angriff liegt vor, wenn puzzolanische Zusätze oder alkaliarme Zemente verwendet werden.

II. Hydratation

Hydratation bezeichnet die länger andauernde Erhärtungsreaktion des Zementsteingefüges. Nach dem Aufreißen der Hüllen um die Zementkörner beginnt etwa eine halbe Stunde nach Wasserzugabe das Erstarren des Zementleims. In den wasserreichen Poren zwischen den Zementkörnern wachsen langfaserige Calcium-Silikat-Hydrat-(CSH-)Kristalle. Dies führt zu zunehmender Verfestigung des Zementsteins. Die Erstarrung dauert etwa 24 Stunden, in der das Grundgefüge des Zementsteins gebildet wird. In den Zwischenräumen der Zementkörner bilden sich mit Erstarrungsbeginn $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Kristalle, deren Wachstum sich erst nach etwa 28 Tagen stark verlangsamt. Mit zunehmender Kristallbildung nimmt der Ca^{2+} -Ionen-Anteil ab. Durch weiteres Neubilden und Auskristallisieren von Hydratphasen beginnt die Erhärtung. Der Porenraum nimmt dabei kontinuierlich ab, bis die Endfestigkeit erreicht ist. Die Bildung von OH-Ionen in der Hydratationsphase hängt hauptsächlich vom Vorhandensein von Alkalimetalloxiden im Zement ab. Einen deutlichen Einfluß üben im Zeitraum zwischen 7 und 28 Tagen die Na^+ -Ionen und K^+ -Ionen gegenüber anderen noch vorhandenen Ionen, z. B. Li^+ , Ca^{2+} , aus. Während die Na^+ -Ionen- und K^+ -Ionen-Konzentrationen im weiteren Hydratationsverlauf nur schwach oder nicht abnehmen, fällt die Ca^{2+} -Ionen-Konzentration weiter und erreicht Werte unterhalb der Detek-

tionsschwelle. Ein Portlandzementstein hat nach 80 Tagen Hydratationsdauer eine OH-Ionen-Konzentration von 600 bis 800 mmol/l. Quingji u.a., (1992) beschreiben den durch Na^+ - und K^+ -Ionen-Konzentration bewirkten katalytischen Effekt hinsichtlich Glaschädigung. Dieser signifikante Einfluß der Na^+ - und K^+ -Ionen wird Pkt. 4.2 auch für optische Glasfasern bestätigt.

Die Rückwirkungen von Fasereinschlüssen in mineralischen Baustoffen auf die Matrixstruktur wurden intensiv bei der Entwicklung von Faserbetonen untersucht, z. B. von Bentur/Mindess, (1990) und Majumdar/Laws, (1991). Fasereinschlüsse in der Matrix erzeugen in ihrem Nahbereich eine Übergangszone, deren Mikrostruktur in einer Schichtdicke von bis zu 200 μm stark vom übrigen Matrixverhalten abweichen kann. Ursache für die geringere Matrixdichte in Nähe der Fasern ist die elektrostatische Wasseranziehung. Größe und Art der Übergangszone hängen zum einen vom Fasertyp und von der gewählten Einbettungstechnologie ab. Zum anderen beeinflusst die Frischmörtelkonsistenz (Mahlfineinheit des Zements, w/z-Wert, Zugabe von Zusatzmitteln) den Grenzbereich zur Faser. So kommt es bei Fasereinschlüssen (Faserdurchmesser $\approx 20 \mu\text{m}$) zu einer unregelmäßigen, uneffektiven „Packung“ der Zementkörner. Beim Einschluß optischer Fasern mit einem Durchmesser von $\geq 125 \mu\text{m}$ kann nicht mehr von reduzierter Packungsdichte der Zementkörner gesprochen werden. Mit Polymerüberzug kann die Faser Durchmesser von bis zu 250 μm erreichen. Gegenüber dem Zementkorn stellt somit die optische Faser eine makroskopische Grenzfläche dar.

Igarashi und Kawamura, (1994) fanden in der Umgebung von Glasfasern, die mit polymeren Schichten überzogen waren, Zementstein unterschiedlicher Mikrohärtigkeit. Etwa im Abstand von 50 μm ist die Mikrohärtigkeit am geringsten. Mit größer werdendem Abstand (70 bis 120 μm) steigt sie auf Werte an, die die der übrigen Matrix übersteigen. Sie führten dieses Verhalten auf Reaktionen der Schlichte mit dem Zementstein zurück. Abhängig von der Art der Oberfläche lagern sich an diese Hydratationsprodukte an.

Eine wichtige Rolle spielt bei allen Grenzschichtbetrachtungen das Benetzungsverhalten der Faseroberfläche gegenüber der Porenlösung des frischen Zementleims. Bei Kontakt einer Glasoberfläche mit Wasser oder Porenlösung werden Ladungen auf dieser erzeugt [Krüger, (1988)]. Das elektrostatische Potential der Glasoberfläche bestimmt die Reaktionsfreudigkeit der Oberfläche. Auf Oberflächen von eingebetteten AR-Glasfasern wurden beispielsweise von Bentur/Mindess (1990) dichte Ablagerungen von CH-Kristallen gefunden. Die Schichtbildung auf der Glasoberfläche wird durch die Affinität der CH-Kristalle maßgeblich bestimmt. Ca^{2+} -Ionen lagern sich im noch frischen Material an die Glasoberfläche an, die durch die Porenlösung chemisch und elektrostatisch aktiviert worden ist. Diese Ionen begünstigen im weiteren Ver-

lauf der Hydratation die Kristallbildung. Bentur und Mindess (1990) berichten über Untersuchungen mehrerer Autoren, die nachweisen konnten, daß die erhärtete Übergangszone von in zementgebundenen Matrices eingebetteten Monofilament-Stahlfasern reich an Kalziumhydroxid-(CH-)Kristallen ist. Die Schichtdicke reicht von $1\mu\text{m}$ bis zu mehreren Mikrometern. Die Struktur des fasernahen Zementsteins war wiederum poröser als die der übrigen Matrix. Majumdar und Laws (1991) fanden an speziell behandelten Glasfasern CSH-Ablagerungen. Kristallschichten geringerer Alkalität schwächen den alkalischen Angriff auf die Oberfläche der optischen Glasfaser ab [Scholze, (1988)].

Ein geringer chemischer Angriff ist auch zu erwarten, wenn Glasfasern in oberflächennahe Bereiche zementgebundener Matrices eingebettet werden, oder wenn Feinsand verwendet wird. Der pH-Wert der Porenlösung im oberflächennahen Bereich von Betonbauteilen fällt relativ schnell ab und es bildet sich CaCO_3 . Damit verringert sich der Angriff auf die Glasfasern.

Die Struktur in der Übergangszone beeinflusst die Haftfestigkeit der Faser in der Zementsteinmatrix signifikant. Eine Übertragung der für Faserbetone gefundenen Ergebnisse ist wegen der gravierenden Unterschiede in der Geometrie und der Glaszusammensetzung nicht ohne weiteres möglich. Im Kapitel 6 und 7 werden daher Fragen des Haftverbunds und des Dehnungsübergangs der Matrix auf die Sensorfasern experimentell untersucht.

3.3 Mechanische Beanspruchung

Fasersensoren, die zur Untersuchung des Matrixverhaltens in Zementleim oder Feinmörtel (Korn $< 1\text{ mm}$) eingebettet werden, werden im Vergleich zur Einbettung in Beton relativ geringfügigen mechanischen Beanspruchungen ausgesetzt. Diese treten zunächst in Form von Reibung an der Oberfläche bzw. als geringe lokale Druckbeanspruchung auf. Ein Defekt der Fasersensoren bzw. optischer Fasern ist in diesem Stadium nicht zu befürchten. Dies konnte durch eine große Anzahl von Versuchen (etwa 120 Sensor- bzw. Fasereinbettungen) bestätigt werden. Eine große Anzahl von Schliffen¹, die aus Zementmörtelprüflingen mit eingebetteten optischen Fasern und EFPI-Sensoren hergestellt wurden, zeigten in keinem Fall Kontakt des Zuschlagkorns mit der Oberfläche der Fasereinschlüsse. Bild 3.1 zeigt Beispiele der Randzone um eingebettete optische Fasern bzw. Sensoren. Offensichtlich bewirkt der zwischen Sensoroberfläche und Korn befindliche Zementleim, daß sich bei Bildung der Hydratationsprodukte ein Mindestabstand von etwa $10\mu\text{m}$ zwischen Sensoroberfläche und Korn einstellt. Eine Beschädigung der Faser-/Sensoroberfläche durch gebrochenen Zuschlag bis zu wenigen Millimetern Größe ist eher unwahrscheinlich.

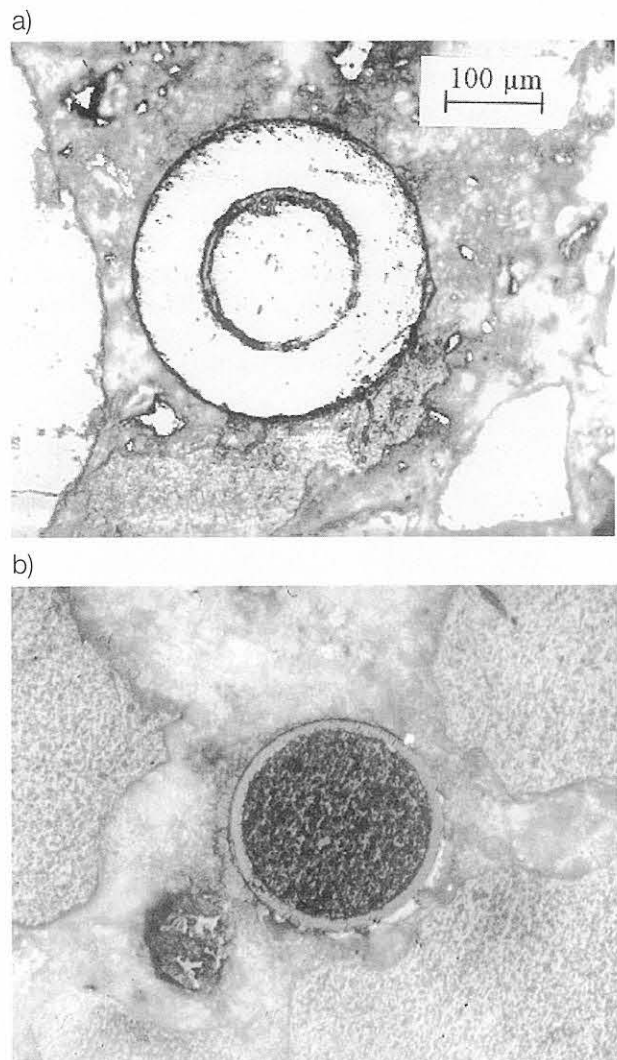


Bild 3.1:
Mikroschliffe von in Zementmörtel (Korn $\leq 1\text{ mm}$) eingebetteten faseroptischen Komponenten
a) Extrinsischer Fabry-Pérot-Interferometer-Sensor
b) Polyimid-beschichtete optische Faser

Demgegenüber besteht bei Einbettung von Glasfasern oder Fasersensoren in Beton beispielsweise bei Vibrationsverdichtung Gefahr, daß der relativ schwere Zuschlag die Oberflächen vorschädigt. Während später eintretenden Verformungen kann die Vorschädigung zum Kerbbruch und damit zu frühzeitigem Ausfall führen. Einbettungstests von Fasersensoren in Beton (Zuschlag 0 bis 8 mm) mit Handverdichtung im Labor wurden jedoch ohne Ausfälle durchgeführt.

Zu den mechanischen Beanspruchungen eingebetteter Fasersensoren zählen bei Belastung des erhärteten Betons Schubspannungs-, Zugspannungs- und Querdehnungsbeanspruchungen. Eine Biegebeanspruchung von Bauteilen führt bei eingebetteten Sensoren wesentlich zu Zugspannungen. Zugspannungsbeanspruchungen optischer Fasern und dynamische Einwirkungen in axialer Richtung haben Einfluß auf ihre Lebensdauer. Derartige Beanspruchungen eingebetteter optischer Fasern ähneln den Beanspruchungs-

¹ Angefertigt von Frau Dipl.-Ing. Chr. Buwert, IEMB e. V. Berlin, 1995/96 und von Frau Bistriz, BAM-Laboratorium VI.21, 1997 bis 1999.

zuständen, denen Lichtwellenleiter kurzzeitig während der Trassierung und Montage ausgesetzt sind. Von Bedeutung sind hier variierende Zugbeanspruchungen. Ihre Auswirkungen auf die Faserfestigkeit und damit auf die Lebensdauer wurden in der Literatur umfangreich für Kommunikationsfasern untersucht. Die Methodiken zur Bewertung der statischen Ermüdung, dynamischen Ermüdung und Alterung werden für die Bewertung von faseroptischen Sensoren genutzt [Charles, (1958); Cuellar u.a., (1992)]. Die gebräuchlichen festigkeitsbestimmenden Begriffe sind der Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung entlehnt, beschreiben aber bei spröden Glasfasern andere Prozesse als beispielsweise in der Metallkunde.

Die statische Ermüdung (static fatigue), die zum Aufreißen von Oberflächenrissen führt, ist die Hauptursache für die Festigkeitsverringerung eingebetteter Fasersensoren. In diesem Fall wirkt eine konstante Spannung σ_a , über einen bestimmten Zeitraum, die schließlich einen Bruch initiiert und zum Versagen der Faser des Sensors führt. Statische Ermüdung liegt vor, wenn nach Inbetriebnahme des Bauteils (bzw. bereits in der Erhärtungsphase) das Glas eine definierte axiale Zugspannung dauerhaft erfährt. Die Zugspannung kann um einen Mittelwert schwanken (Betriebslast-Schwankungen); die Beanspruchung ist dann quasi-statisch. Die statische Ermüdung bestimmt die Lebensdauer t_f der faseroptischen Anordnung; sie wird maßgeblich von der Höhe der wirkenden Spannung beeinflusst.

Wird die faseroptische Komponente einer stetig zunehmenden oder einer variierenden Spannung $d\sigma_a/dt$ ausgesetzt, tritt bei Erreichen der Zugbruchfestigkeit σ_B Versagen ein. Dieser Beanspruchungsfall wird in der Literatur als dynamische Ermüdung (dynamic fatigue) bezeichnet. Wesentlicher Parameter bei der stetig zunehmenden Belastung ist die Spannungssteigerungsgeschwindigkeit, die die Wachstumsgeschwindigkeit von Mikrorissen bestimmt. Bei zyklischer Belastung des Glases wird ebenso Rißwachstum hervorgerufen. Dynamische Ermüdung kommt - außer bei zerstörenden Untersuchungen - real kaum vor. Im Kapitel 4 wird gezeigt, wie aus dem dynamischen Ermüdungsversuch die Formparameter der Verteilungsfunktion zur Abschätzung der Lebensdauer ermittelt werden.

Ergänzend zum Begriff ‚Ermüdung‘ von Glasfasern sei an dieser Stelle der Begriff ‚Alterung‘ eingeführt. Glasfasern, die im Wasserbad [Dräger, (1989)], [Uhlmann/Kreidl, (1980)] und in alkalischen Lösungen [Scholze, (1988)] gelagert wurden, zeigten eine höhere Zugfestigkeit. Es wird angenommen, daß mikroskopische Oberflächendefekte ausheilen, bzw. „glattgeätzt“ werden. Analog der Terminologie in der Zuverlässigkeitstechnik wird bei Glasfasern ebenso von Alterung (aging) gesprochen. Besondere Bedeutung haben Alterungsvorgänge bei Glasfasern dann, wenn das Glas zunächst über einen langen Zeitraum spannungsfrei lagert (zero-stress aging) und erst später Spannungs-

beanspruchungen auftreten. Dieser Fall liegt bei Einbettung optischer Fasern in Frischmörtel vor. Umfangreiche Untersuchungen hierzu wurden von Tariyal und Kalish (1979) mit polymergecoateten Fasern vorgestellt. Die Schadensmechanismen bei polymergecoateten Fasern, die Wasserdampf ausgesetzt sind, können wegen der möglichen Ansammlung von Kondensaten im Grenzbereich Glasoberfläche/Coating von denen nackter bzw. chemisch behandelter Glasfasern abweichen. In dieser Arbeit wird die Wasserdampfdiffusion durch das Coating nur als Begleiterscheinung, nicht im einzelnen betrachtet.

3.4 Literaturübersicht zu werkstoffintegrierten faseroptischen Sensoren

Die überwiegende Mehrzahl der Veröffentlichungen über werkstoffintegrierte Fasersensoren behandeln optische Sensorfasern (z. B. polarimetrische Sensoren) oder diskrete faseroptische Sensorelemente (z. B. EFPI-Sensoren, Faser-Bragg-Gitter), die in nicht-mineralische Composites eingebettet sind. Häufig wird auch dann von eingebetteten Fasersensoren gesprochen, wenn der Sensor auf die Oberfläche eines Werkstoffeinschlusses, z. B. ein Bewehrungselement, oder auf eine ebene Einlage, appliziert ist. Im Pkt. 3.4.1 werden die wesentlichen Aktivitäten zur Einbettung von Sensoren in nicht-mineralische Matrices zusammengefaßt. Diese Zusammenfassung zeigt den historischen Vorlauf für die Einbettung von Fasersensoren in mineralische Werkstoffe auf. Letztere, für diese Arbeit relevante wissenschaftliche Untersuchungen und F/E-Ergebnisse werden im Pkt. 3.4.2 beschrieben.

3.4.1 Struktur-integrierte Fasersensoren allgemein

Bereits Mitte der 80er Jahre wurden von Meltz und Dunphy (1985) und von Brennan (1986) Fasersensoren für die Einbettung in polymere Composites vorgeschlagen. Als erste berichteten Measures u.a. (1988) über systematische Versuche mit eingebetteten polarimetrischen Fasersensoren. Der untersuchte Sensortyp vermochte – wenn auch noch unzureichend – den Einfluß von Querdehnungseffekten anzuzeigen. Weitere Sensorprinzipien, vor allem hochauflösende interferometrische Sensoren, wurden eingesetzt, um Verformungen und Schadensbilder im Innern von faserverstärkten Werkstoffen bei Beanspruchungen zu untersuchen. Seit Ende der 80er Jahre konzentrieren Forschergruppen an der University of Toronto/Canada [Measures, (1990)], der University of Maryland/USA [Sirkis, (1991)], der Virginia Tech in Blacksburg, VA./USA [Carman u.a., (1992)] sowie an der Stanford University, CA./USA [Kim u.a., (1993-2)] ihre Aktivitäten auf die Integration von Fasersensoren in Verbundwerkstoffe. Mathews und Sirkis (1990) und Sirkis (1993) haben die physikalisch bedingten Unterschiede in den Leistungsparametern der unterschiedlichen Sensor-

typen einschl. deren Leistungsgrenzen ausführlich theoretisch analysiert. Carman und Reifsnider (1993) haben Modelle entwickelt, die die Auswahl von Coatings hinsichtlich Dicke und E-Modul zur Minimierung von Spannungen im Umfeld der in Verbundwerkstoffen eingebetteten Sensoren ermöglicht. Diese theoretischen wie später auch praktischen Untersuchungen zeigten, daß das Signalverhalten intrinsischer Fasersensoren in Verbundwerkstoffen stark von Spannungen im Material abhängt. Demgegenüber zeigen extrinsische Interferometer-Sensoren (EFPI-Sensoren) bzw. In-line-Fabry-Pérot-Etalons diese Nachteile nicht. So werden seit Mitte der 90er Jahre die mehr praxisorientierten Untersuchungen auf die letztgenannten Sensoren sowie auf die inzwischen produktionsreifen Bragg-Gitter-Sensoren konzentriert, obwohl insbesondere die Querverformungseinflüsse noch nicht vollständig geklärt sind [Sirkis, (1998)]. Schwerpunkt heutiger Untersuchungen sind die Einbettungstechnologie während der Composite-Herstellung, deren Dauerhaftigkeit sowie die Senkung der Kosten für den Sensor selbst und die notwendige Meßtechnik [Foedinger u.a., (1998)]. Neben Aktivitäten an der University of Maryland und der Stanford University in Kalifornien arbeiten in Europa Forscherteams an der Brunel University in Uxbridge/UK [Fernando u.a., (1999)], bei der DLR in Braunschweig [Fürstenau u.a., (1994)] sowie bei Daimler/Chrysler in Ulm in einem Verbundprojekt [Trutzel, u.a., (1999)].

3.4.2 In zementgebundene Baustoffe integrierte optische Fasern und Sensoren

F/E-Aktivitäten zur direkten Einbettung von Fasersensoren in zementgebundene Baustoffe sind weniger zahlreich, als die Titel entsprechender Veröffentlichungen ausweisen. Meist werden die Fasersensoren auf die Oberfläche von Bewehrungsstählen bzw. auf Einlagen appliziert, die dann in den Beton eingebettet werden. Die Dehnung wird durch Verformung des Trägerelements übertragen [Kruschwitz u.a., (1992)], [de Vries u.a., (1993)] oder [Kim u.a., (1996)].

Die ersten Berichte über optische Fasern und Fasersensoren, die unmittelbar in die Zementsteinmatrix eingebettet worden sind stammen vom Beginn der 90er Jahre. Nachdem Mendez u.a. (1989) Vorschläge für eine solche Einbettung machten, diskutierten Nanni u.a. (1991) ausführlicher die Einbettung derartiger Sensoren in den Baustoff. Diese Arbeiten wurden jedoch nach Abschluß der Machbarkeitsstudie aus finanziellen Gründen eingestellt². Demgegenüber wurden die Arbeit von Mendez und Morse an der Brown University in Providence/RI. mit Einzelversuchen bis Ende 1994 weitergeführt [Mendez u.a., (1994)]. Weitere Einzelbeispiele direkter Einbettung in die Zementsteinmatrix veröffentlichten an der University of Vermont/VT. Fuhr u.a. (1993), an der University of Illinois at Chicago/IL. Pope u.a. (1992) sowie Calero u.a. (1994), an der

Universität Paris Buyle-Bodin (1991) sowie am staatlichen Forschungsinstitut CISE Technologie Innovative SPA in Mailand Escobar u.a. (1992). Einzelheiten über mikromechanische Details, Einbettungsbedingungen und Leistungsgrenzen wurden von keinem der Autoren mitgeteilt. Escobar u.a. (1992) betteten optische Fasern mit einem weichen Acrylat- und einem Tefzel-Coating in einen Betonbalken ein. Die Verformungen wurden bei Biegung des Betonbalkens nur qualitativ verglichen. Über das Coatingverhalten in der Zementsteinmatrix wurde nichts berichtet.

Die Aktivitäten zur baustoff-integrierten Verformungssensorik wurden in den o. g. Institutionen Mitte der 90er Jahre eingestellt³. Ambrose u.a. (1992) und Fuhr u.a. (1993) nutzen nachfolgend die Erfahrungen aus der Einbettung der Sensorfasern für die Erkennung von Bewehrungskorrosion und Chloridpenetration in Stahlbetonbauteilen. An der University of Illinois at Chicago/IL. wurde die Fasersensorik-Forschung erst wieder Ende 1998 mit einem Team von etwa 6 Wissenschaftlern aufgenommen, nachdem Prof. Ansari vom NJIT in Newark/N.J. nach Chicago wechselte (s.u.).

Hinsichtlich des Verhaltens eingebetteter Glasfasern in der Zementsteinmatrix gibt es eine Reihe von Analogien zu faserverstärkten Betonen, jedoch handelt es sich hier um dotierte Glassorten. Ebenso weichen die verwendeten Schichten und Coatings von den im Bauwesen üblichen ab. Erste Ergebnisse systematischer Untersuchungen zum Verhalten von Standard-Lichtwellenleiter-Coatings nach betonchemischem Angriff wurden von Habel und Polster (1995) veröffentlicht. Weitere Ergebnisse zur Dauerhaftigkeit betonchemisch beanspruchter optischer Fasern sowie zur Haftung folgten von Habel/Hillemeier u.a. (1998) und Habel/Schulz u.a. (1998) in der zweiten Hälfte der 90er Jahre⁴. Die Einbettung von langen, nur primärgecoateten Lichtwellenleitern in Beton für das Monitoring von Rißöffnungen [Yuan/Zhou, (1998)] und die Erfassung von Schädigungen aus der Aufzeichnung dynamischer Bauwerksreaktionen [Ansari/Yuan, (1998)] wird systematisch an der University of Illinois erforscht. Ein wichtiger F/E-Aspekt ist die optimale Übertragung dynamischer Antwortsignale in die lange Sensorfaser [Chen/Ansari, (1998)]. Vergleichbare Untersuchungen, jedoch mit lokalen, dynamisch hochauflösenden interferometrischen und Bragg-Gitter-Sensoren wurden von Hofmann und Polster (1998) untersucht.

Dehnungsmessungen in der Zementsteinmatrix mit eingebetteten Faser-Bragg-Gitter-Sensoren wurden von Slovik u.a. (1999) veröffentlicht, wobei genauere Angaben fehlten. Für die Messung der Frühverformungen von expandierenden Einpreßhilfen und Spe-

² Persönliche Information von Prof. Nanni (telefonisch), Penn State University/PA., Februar 1995.

³ Persönliche Informationen von Prof. Buyle-Bodin (telefonisch), August 1995, Dr. Escobar-Rojo in Glasgow, Mai 1992 und Prof. Huston in Newark, N.J./USA., Mai 1998.

⁴ Weitere Quellenangaben s. auch in den Kapiteln 4 und 7.

zialmörteln wurden 1997/98 erstmals an der TU Berlin rückwirkungsarme extrinsische Fabry-Pérot-Sensoren direkt in die Matrix eingebettet und von Habel u.a. (1998) vorgestellt. Derartige Sensoren werden inzwischen auch für die störungsarme Messung von Verformungen im Verbundbereich von Textilfasern bzw. -matten und Beton in massigen oder schlanken faserbewehrten Betonbauteilen eingesetzt.

3.5 Quellenangaben

Ambrose, T.P.; Huston, D.R.; Fuhr, P.L. (1992): Lessons learned in embedding fiber sensors into large civil structures. Proc. on Fiber Optic Smart Structures and Skins, Proc. of SPIE 1798, 194-199.

Ansari, F.; Yuan, L. (1998): Mechanics of Bond and Interface Shear Transfer in Optical Fiber Sensors. Journal of Engineering Mechanics. Nr. 4, 385-394.

Bentur, A.; Mindess, S. (1990): Fibre Reinforced Cementitious Composites. Part 1: Mechanical Behaviour of Fibre Reinforced Cementitious Materials, S. 15 ff. Elsevier Applied Science London, New York.

Buyle-Bodin, F. (1991): Utilisation des fibres optiques dans le suivi de la structuration des matériaux de construction. Materials and Structures/Matériaux et Construction 24, 466-470.

Brennan, B.W. (1986): An Embedded Polarimetric Sensor for Strain Monitoring in Composite Materials. Proc. ISA, pp. 299-306.

Calero, J.; Wu, S.-P.; Pope, C.; Chuang, S.L.; Murtha, J.P. (1994): Theory and Experiments on Birefringent Optical Fibers Embedded in Concrete Structures. J. of Lightwave Technology 12, 1081-1091.

Carman, G.P.; Case, S.W.; Lesko, J.J.; Fogg, B.R. (1992): Implementation and evaluation of an embedded extrinsic Fabry-Pérot fiber optic strain rosette sensor. Proc. of SPIE 1789, 237-246.

Carman, G.P.; Reifsnider, K.L. (1993): Analytical Optimization of Coating Properties for Actuators and Sensors. J. of Intelligent Material System and Structures 4, 89-97.

Charles, R.J. (1958): Static Fatigue of Glass, Teil I und II. J. of Applied Physics 29, 1549-1560 und Dynamic Fatigue of Glass. J. of Applied Physics 29, 1657-1662.

Chen, X; Ansari, F. (1998): Puls-Echo Fiber Optic Sensor for Nondestructive Evaluation of Concrete Bridges. in.: Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges. (Ed.: F. Ansari) Technomic Publ. Company. Lancaster-Basel 1998, 136-147.

Cuellar, E.; Kennedy, M.T.; Roberts, D. R. (1992): Zero stress aging and the static fatigue transition in optical glass fibers. SPIE Conf. OE/Fibers Sept. '92, Boston/MA. (Pre-print, 11 Seiten).

de Vries, M.; Claus, R.O.; Masri, S.; Mustafa, M. (1993): Application of Embedded Optical Fiber Sensors to Monitoring of Fatigue Loading of Reinforced Concrete Cross-Beams. Proc. on the 9th Optical Fiber Sensors Conf. (OFS 9), Th 1.7, 389-392.

Dräger, K. (1989): Änderung der optischen Übertragungseigenschaften von Gradienten-Lichtwellenleiterkabeln und Aufbauelementen unter thermischen Einflüssen und Feuchtigkeit. Dissertation Humboldt-Universität Berlin.

Escobar, P.; Gusmeroli, V.; Martinelli, M.; Lanciani, I.; Morabito, P. (1992): Fibre-optic interferometric sensors for concrete structures. Proc. 1st European Conf. on Smart Structures and Materials, Glasgow. Proc. of SPIE 1777, 215-218.

Fernando, G.F.; Liu, T.; Crosby, P.; Doyle, C.; Martin, A.; Brooks, D.; Ralph, B.; Badcock, R. (1997): A multi-purpose optical fibre sensor design for fibre reinforced composite materials. Measurement Science Technology 8, 1065-1079.

Foedinger, R.; Rea, D.; Sirkis, J.S.; Wagnreich, R.; Troll, J.; Grande, R.; Davis, C.; Vandiver, R.L. (1998): Structural Health Monitoring of Filament Wound Composites Pressure Vessels with Embedded Optical Fiber Sensors. Proc. on 43rd International SAMPE Symp. 1998, 444- 457.

Fürstenau, N.; Schmidt, W.; Schütze, R.; Goetting, H.C. (1994): Dynamic Load Monitoring of Composite Structures using Fiber-optic Interferometric Strain Gauges. Proc. 2nd European Conf. on Smart Structures and Materials, Glasgow. Proc. of SPIE 2361, 286-289.

Fuhr, P.L.; Huston, D.J.; Kajenski, P.J.; Snyder, D.M. (1993): Stress Monitoring of Concrete Using Embedded Optical Fiber Sensors. Preprint, 8 Seiten (private Information).

Habel, W.; Hillemeier, B.; Bismarck, A; Springer, J. (1998): How to achieve the desired strain transfer for fibre-optic microdeformation measurements in cementitious building materials at early ages? Proc. of SPIE 3483, 59-63.

Habel, W.; Hillemeier, B.; Jung, M.; Plöhn, J.; Basedau, F. (1998): Non-Reactive Measurement of Mortar Deformation at Very Early Ages by Means of Embedded compliant Fiber-optic Micro Strain Sensors. Proc. in the 12th Engineering Mechanics ASCE-Conf. Session: Fiber Sensors for Condition Monitoring, San Diego, La Jolla/CA.. A Force for the 21st Century @ASCE, Reston VA., 799-802.

- Habel, W.; Höpcke, M.; Basedau, F.; Polster, H. (1994): The Influence of concrete and alkaline solutions on different surfaces of optical fibres for sensors. „2nd European Conference on Smart Structures & Materials“. Oktober 1994, Glasgow / U.K. Proc. of SPIE 2361, 168-171.
- Habel, W.; Polster, H. (1995): The Influence of Cementitious Building Materials on Polymeric Surfaces of Embedded Optical Fibers for Sensors. *Journal of Lighthwave Technology* 13, 1324-1330.
- Habel, W.; Schulz, E.; Kalinka, G.; Bismarck, A. (1998): Evaluation of Adhesion Behaviour of Optical Fibers for Sensors Embedded in Cementitious Materials. in Ansari, F.: *Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges*. Technomic Publ. Company. Lancaster-Basel, 194-206.
- Hillemeier, B. (1997): Skriptum: Baustoffkunde II. Fachgebiet Baustoffkunde, Baustoffprüfung, Bauchemie der TU Berlin, Sommersemester 1997.
- Hofmann, D.; Polster, H. (1988): Bestimmung der Parameter und Bewertung der Charakteristika neuartiger faseroptischer Sensorelemente für Bauteile zur Erfassung dynamischer Bauwerksreaktionen. Abschlußbericht DFG-Forschungsvorhaben Po 418/5-1. IEMB e.V. an der TU Berlin.
- Igarashi, S; Kawamura, M (1994): Effects of a size in bundled fibers on the interfacial zone between the fibers and the cement paste matrix. *Cement and Concrete Research* 24, 695-703.
- Kim, K.-S.; Ismail, Y.; Springer, G.S. (1993-2): Measurement of Strain and Temperature with Embedded Intrinsic Fabry-Pérot-Optical Fiber Sensors. *J. of Composite Materials*, 27, 1663-1677.
- Kim, K.-S.; Jae-Wook, Y; Seung-Kwan, K.; Byung-Yoon, K. (1996): Embedded Intrinsic Fabry-Pérot Optical Fiber Sensors in the Cement Concrete Structure. Proc. of SPIE 2718, 218-231.
- Knoblauch, H.; Schneider, U. (1995): *Bauchemie*. Werner-Verlag GmbH Düsseldorf. 4. Auflage.
- Krüger, A., A. (1988): The role of the surface of glass reinforcement fibers on their physical properties and performance in composites. In: Mindess, S.; Shah, S., P.: *Bonding in Cementitious Composites*. Proc. of Materials Research Society Symposium. 1987 Boston/MA. Materials Research Society 114, Pittsburgh/PA.
- Kruschwitz, B.; Claus, R. O.; Murphy, K. A.; May, R. G.; Gunther, M. F. (1992): Optical fiber sensors for the quantitative measurement of strain in concrete structures. 1st Europ. Conf. on Smart Structures & Materials, 12-14 May 1992, Glasgow/U.K. Proc. of SPIE 1777, 241-244.
- Majumdar, A.J.; Laws, V. (1991): *Glass Fibre Reinforced Cement*. BSP Professional Books. London Edinburgh Boston Melbourne Paris Berlin Vienna.
- Matthew, C.T.; Sirkis, J.S. (1990): The Interaction Mechanics of Interferometric Optical Fiber Sensors embedded in a Monolithic Structure. Proc. on Fiber Optics Smart Structures and Skins, 142-153.
- Measures, R.M.; Hogg, D.; Turner, R.D.; Valis, T.; Giliberto, M.J. (1988): Structurally Integrated Fiber Optic Strain Rosette. Proc. on Fiber Optic Smart Structures and Skins, Proc. of SPIE 986, 32-42.
- Measures, R.M. (1990): Fiber Optic Smart Structures: Structures that see the light. Proc. on Optical Testing and Metrology III. Proc. of SPIE 1332, 377-398.
- Meltz, G.; Dunphy, J.R. (1985): Fiber Optic Sensors for the Non-Destructive Evaluation of Composite Materials. Proc. of SPIE 566, 159-163.
- Mendez, A. (1993): Applications of embedded optical fiber sensors for non-destructive testing of concrete elements and structures. In: *Applications of Fiber Optic Sensors in Engineering Mechanics*. ASCE New York, 144-158.
- Mendez, A.; Morse, T. F.; Mendez, F. (1989): Applications of Embedded Fiber Optic Sensors in Reinforced Concrete Buildings and Structures, Proc. of SPIE 1170, 60-69.
- Mendez, A.; Morse, T. F.; Reinhart, L. J. (1994): Measurement of the internal strain in concrete elements using embedded fiber sensors. Proc. on Fiber Optic Physical Sensors in Manufacturing and Transportation. Proc. of SPIE 2072, 362-369.
- Nanni, A.; Yang, C.C.; Pan, K.; Wang, J.; Michael, R.R. (1991): „Fiber optic sensors for concrete strain/stress measurement.“ *ACI Mater J.* 88, 257-264.
- Pope, C.; Wu, S.-P.; Chuang, S.L.; Calero, J.; Murtha, J. (1992): An Integrated Fiber Optic Strain Sensor. Proc. of SPIE 1779, 113-121.
- Qingji, Y; Daneng, H.; Guoying, Y. (1992): Durability of medium-alkali glass fibre reinforced super low alkali cement. *Fibre Reinforced Cement and Concrete*. Ed.: Swamy. Proc. of the 4. Intern. RILEM-Symposium 1992. E & FN Spon London.
- Scholze, H. (1988): *Glas - Natur, Struktur und Eigenschaften*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York London Paris Tokyo. 3. Auflage.
- Sirkis, J.S. (1993): Unified approach to phase-strain-temperature models for smart structure interferometric optical fiber sensors: part 1, development & part 2, applications. *Optical Engineering*. 32, 752-773.

Sirkis, J.S. (1998): Using Bragg Grating Sensor Systems in Construction Materials and Bridges: Perspectives and Challenges. In Ansari, F.: Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges. Technomic Publ. Company. Lancaster-Basel 44-61.

Sirkis, J.S.; Grande, R. (1998): Non-Linear Analysis of Ductile Metal Coated Optical Fiber Sensors Embedded in a Unidirectional Laminate. J. of Composite Materials 31, 1026-1045.

Slowik, V.; Schlattner, E.; Klink, T. (1999) Faser-Bragg-Gitter-Sensoren zur langzeitigen Dehnungsmessung im Bauwesen. VDI Berichte Nr. 1463, 305-310.

Tariyal, B.K.; Kalish, D. (1997): Effect of Zero-Stress Aging on the Strength of Optical Fibers. Fiber Optics - Advances in Research and Development. Plenum Press New York and London 1979. Ed. by Bendow and Mitra, 165-186.

Trutzel, M.; Betz, D.; Holz, M.; Staudigel, L.; Krumpholz, O.; Siegling, H.-F.; Sangkohl, R.; Martin, W.; Mühlmann, H.-C.; Müllert, T.; Ahrendt, H. (1999-1): Investigation of Fiberoptic Bragg Grating Sensors for Applications in the Aviation Industry. 13th Int. Conf. on Optical Fiber Sensors (OFS 13), Kyongju/Korea. Proc. of SPIE 3746, 624-627.

Uhlmann, D.R.; Kreidl, N.J. (1980): Glass: Science and Technology. Vol. 5: Elasticity and Strength in Glasses. Academic Press.

Yuan, L.; Zhou, L. (1998): Sensitivity coefficient evaluation of an embedded fiber-optic strain sensor. Sensor and Actuators A69, 5-11.

4 Das Verhalten optischer Standardfasern (für Sensoren) im alkalischen Milieu der Zementsteinmatrix

Zitate:

Glas ist ein anorganisches Schmelzprodukt, das im wesentlichen ohne Kristallisation erstarrt.

DIN 1259

Im physiko-chemischen Sinn ist Glas eine eingefrorene unterkühlte Flüssigkeit.

Prof. Dr. H. Scholze

Fraunhofer Institut für

Silikatforschung Würzburg

Dieses Kapitel beschreibt die Veränderungen optischer Glasfasern, wenn sie als eingebettete Sensoren absichtlich oder unabsichtlich mit der alkalischen Porenlösung des zementgebundenen Baustoffs in Kontakt kommen. Bei Einbettung faseroptischer Sensoren in die Zementsteinmatrix von Bauteilen müssen einige Fragen beantwortet werden können: Wie verhalten sich die Ausgangsmaterialien für faseroptische Sensoren, wenn sie permanent oder alternierend einer Zugbelastung ausgesetzt werden? Welche Überlebenswahrscheinlichkeit hat eine alkalisch beanspruchte optische Glasfaser als Mikrodehnungssensor?

Zunächst werden morphologische Veränderungen der Glasfaseroberfläche bei Porenlösungsangriff beschrieben. Zur Bewertung der Lebensdauer gespannter Fasersensoren unter betonchemischem Einfluß wird die Festigkeit experimentell durch statische und kontinuierlich zunehmende (dynamische) Belastung bestimmt. Anlage 3 ergänzt dieses Kapitel mit den theoretischen Grundlagen der Festigkeits- und Lebensdauerabschätzung sowie mit der Beschreibung der Versuchstechnik.

Tabelle 4.1:

Typische Werte von Verunreinigungen des Glases optischer Fasern (in Gew.-ppm)

a)

OH	Cl	Na	K	Mg	Ca	Fe	Cu	Cr	Mn	Ti	Al	Zr
0,2	<2500	<0,020	<0,015	<0,015	<0,025	<0,06	<0,06	<0,05	<0,03	<0,03	<0,1	<0,1

b)

OH	Pb	Na	Ni	Mg	Ca	Fe	Cu	Cr	Co	Ti	Al	V
<1200	<0,02	<0,10	<0,01	<0,01	<0,40	<0,10	<0,05	<0,01	<0,02	<0,08	<0,05	<0,01

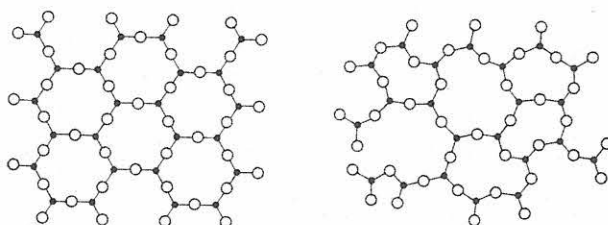


Bild 4.1.

Ebene Darstellung von SiO_2 -Netzwerkstrukturen von Kieselglas [Unger, (1982)].

links: regelmäßiges Quarz-Netzwerk

rechts: unregelmäßiges Netzwerk des synthetischen Kieselglases (O - Sauerstoff, • - Silizium; die vierten Valenzen ragen nach oben und unten aus der Zeichenebene heraus).

4.1 Optisches Glas für Fasersensoren

Die optische Glasfaser als Grundelement der Fasersensoren wurde im Pkt. 2.3 beschrieben. Damit die Verformung der Matrix in eine Dehnung des Glases überführt und daraus die metrische Meßgröße abgeleitet und kalibriert werden kann, müssen die Festigkeitseigenschaften des Glases sowie Einwirkungen auf das optische und mechanische Verhalten der Sensoren bewertet werden können.

4.1.1 Struktur des optischen Glases

Lichtwellenleiter-Fasern unterscheiden sich in ihrer Zusammensetzung gravierend von jenen Glasfasern, die für die Verstärkung von Werkstoffen eingesetzt werden. Optische Glasfasern und Glaskomponenten (z. B. Glaskapillaren) für den Aufbau faseroptischer Dehnungssensoren bestehen aus hochreinem Siliziumdioxid SiO_2 . Die Konzentration der Beimengungen in Form von Metallionen ist außerordentlich gering und liegt bei $< 10^{-6}$ (< 1 ppm). Tabelle 4.1 zeigt die Verunreinigungen der Preformen von Lichtwellenleitern zweier deutscher Hersteller. Das synthetische Kieselglas¹ bildet ein unregelmäßiges Netzwerk aus SiO_4 -Tetraedern, weil Kationen, wie z. B. Si^{4+} , in der Lage sind, polyedrische Netzwerke aufzubauen („Netzwerkbildner“). Bild 4.1 zeigt ein derartiges unregelmäßiges Netzwerk.

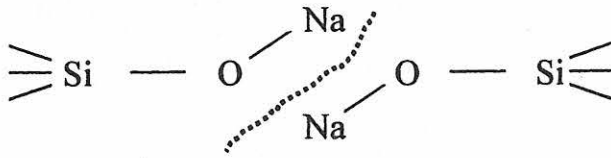
Die O^{2-} -Ionen bilden Brücken zwischen den Si^{4+} -Ionen und werden daher „Brückensauerstoffe“ genannt. Sie haben besondere Bedeutung bei Einwirkung von

Feuchtigkeit und chemischen Angriffen. Der Sauerstoff überbrückt über eine Einfachbindung das Silizium, wie in der Schreibweise $\equiv \text{Si}-\text{O}-\text{Si} \equiv$ zum Ausdruck gebracht wird. In geringem Maße werden dem optischen Glas auch netzwerkbildende Oxide der Formen R_2O_3 , R_2O_5 und RO_2 , wie z. B. B_2O_3 , P_2O_5 und GeO_2 , beige-mischt². Wird in der Form R_2O das Kation durch ein

¹ Häufig wird das optische Glas für Lichtwellenleiter als hochreines Quarzglas bezeichnet. Diese Bezeichnung ist irreführend, da Quarz in der Natur in kristalliner Form vorkommt und mit dem synthetisch hergestellten Kieselglas nur die chemische Zusammensetzung SiO_2 gemeinsam hat (vgl. Bild 4.1).

² R steht allgemein für ein Kation.

Alkali- oder Erdalkali-Ion ersetzt, z. B. Na^+ , so verändert dieses Ion die Si-O-Si-Struktur. Derartige netzwerk wandelnde Kationen brechen die Brückensauerstoff-Bindungen auf:



In diesen Fällen ist keine direkte Bindung der SiO_4^- -Tetraeder vorhanden. Sie werden jeweils über ein Sauerstoff-Ion („Trennstellensauerstoff“) an das Natriumion gebunden. Diese Netzwerk wandlung des reinen Kieselglases verändert die mechanischen Eigenschaften der Glasfaser bei chemischem Angriff. Weitere Werkstoffeigenschaften, wie Schmelz- bzw. Transformationstemperatur³ sowie Kennwerte, die die Strahlungsfortleitung beeinflussen (z. B. Molrefraktion⁴, Polarisierbarkeit⁵), werden durch Veränderungen im oberflächennahen Bereich der optischen Fasern nicht beeinträchtigt.

4.1.2 Optische Eigenschaften

Für faseroptische Mikrodehnungssensoren nach dem Bragg-Gitter- oder Fabry-Pérot-Prinzip werden Monomode-Lichtwellenleiter mit Stufenprofil (vgl. Tab. 2.4) verwendet. Die Strahlungsausbreitung findet im Kern des Lichtwellenleiters statt. Die radiale Verteilung der Strahlungsintensität an der Grenzfläche Kern/Mantel ist nicht sprunghaft, sondern ein Teil der im Kern geführten Strahlung breitet sich auch im Mantelglas aus. Bei den verwendeten optischen Fasern ist jedoch die Amplitude der Strahlung bereits beim 2,5-fachen Wert des Kernradius¹ auf Null abgeklungen. Damit finden im Monomode-Lichtwellenleiter mit einem Kernradius von etwa $9 \mu\text{m}$ in einem Durchmesserbereich $> 30 \mu\text{m}$ keine relevanten optischen Vorgänge statt. Mikroskopische Veränderungen im oberflächennahen Bereich einer optischen Glasfaser mit einem Durchmesser von $125 \mu\text{m}$ infolge des Kontakts mit der Zementsteinmatrix beeinflussen somit die optische Strahlung nicht.

Durch lokales Quellen der Glasoberfläche⁶ oder durch Spannungskonzentrationen in der Nähe von Zuschlagkörnern des Mörtels oder Betons könnten Mikrobiegungen im Lichtwellenleiter auftreten. Solche Mikrobiegungen beeinflussen die optischen Eigenschaften von LWL-Fasern. Ursache ist die ungleichmäßige Ausbreitung der Strahlungsmoden. In einer geraden Faser breitet sich die Strahlung über den gesamten Querschnitt mit konstanter Phasengeschwindigkeit aus, wogegen in einer gekrümmten Faser die Phasengeschwindigkeit auf der Kurvenaußenseite höher ist als in der Faserachse. Damit die Strahlung nicht zu stark gedämpft wird, sollten selbst bei Monomodefasern Krümmungsradien von einigen Zentimetern nicht unterschritten werden. In eigenen Untersuchungen konnte bei eingebetteten Sensoren in Zementmörteln mit einem Größtkorn von 4 mm kein Anstieg

der Dämpfung nachgewiesen werden. Weitere Querdruckeffekte bei Fasersensoren werden im Pkt. 2.5 angesprochen.

4.1.3 Ausgangsmaterial Lichtwellenleiter

Lichtwellenleiter für Faser-Dehnungssensoren werden in der Regel aus Standardfasern, die in Längen von mehreren Hundert Metern preisgünstig für die Glasfaser-Telekommunikation produziert werden, gefertigt. Zur Vermeidung von mechanischen Schädigungen wird die Glasfaser unmittelbar nach Beendigung des Ausziehprozesses auf den Zieldurchmesser (meist $125 \mu\text{m}$) mit einer polymeren Schutzschicht (Coating) überzogen. Die gebräuchlichsten Coatings bestehen aus UV-gelärtetem ein- oder mehrschichtigem Acrylat oder aus Polyimiden. Auch Kombinationen dieser Materialien werden eingesetzt. Selten werden spezielle Polymere oder anorganisch-organische Verbindungen, wie z. B. Fluor-Polymer oder ORMOCER, verwendet. Spezialfasern mit besonderen Abmessungen oder metallischen Beschichtungen aus Gold oder Titanverbindungen sind für Anwendungen im Bauwesen zu teuer. Weiter unten wird gezeigt, daß die Coatings der optischen Fasern entscheidend die Zuverlässigkeit eingebetteter (wie auch oberflächenapplizierter) Sensoren bestimmen.

Die Durchmesserschwankungen der Lichtwellenleiter und die Dickenschwankungen der Coatings qualitativ hochwertiger Fasern sind $< \pm 2 \mu\text{m}$. Eigene Nachmessungen an Faserproben für EFPI-Sensoren zeigten Schwankungen $< \pm 0,8 \mu\text{m}$.

³ Gegenüber kristallinen Stoffen hat Glas mit seinem unregelmäßigen (amorphen) Netzwerkaufbau keine definierte Schmelztemperatur. Es kann nur ein Erweichungsbereich angegeben werden. Die sog. Transformations- oder Glasktemperatur T_G (auch als Glasübergangstemperatur bezeichnet) wird üblicherweise aus dem Viskositätsverlauf der sich abkühlenden Glasschmelze ermittelt und ist diejenige Temperatur, unterhalb der die Volumenänderungen von Glas etwa mit denen des Quarzes (Kristallzustand) parallel laufen.

Der Glaszustand wird in drei Bereiche eingeteilt: Unterhalb von T_G verhält sich Glas wie ein Festkörper. Oberhalb T_G ist Glas als Schmelze aufzufassen. Bis zum etwa 1,4-fachen Wert von T_G befindet sich Glas in einem viskosen Zustand. Dieser Bereich wird für die Bearbeitung von Lichtwellenleitern bzw. Fasersensoren genutzt. Er liegt für die verwendeten Glasmaterialien im Temperaturbereich von $1560 \text{ }^\circ\text{C}$ bis etwa $2000 \text{ }^\circ\text{C}$. Oberhalb von etwa $1,4 \cdot T_G$ liegt Glas als echte Schmelze vor (vgl. Tab. 2.2).

⁴ Die Molrefraktion P ist eine Materialkonstante, die den Zusammenhang zwischen dem Brechungsindex n und der Dichte ρ des optischen Materials ausdrückt: $P = [(n^2 - 1)/(n^2 + 2)] \cdot (\mu/\rho)$. μ ist das Molekulargewicht, μ/ρ das Molvolumen.

⁵ Die Polarisierbarkeit ist ein Maß für die Verzerrung der Elektronenhülle eines Moleküls durch die Elektronenwolke eines sich nähernden anderen Moleküls. Sie dient als Berechnungsgrundlage für die Londonsche Dispersionskraft. Je größer die Elektronenwolke des sich nähernden Moleküls ist, desto stärker werden die Wechselwirkungen, insbesondere zu gelösten Teilchen, z. B. der Glasoberfläche.

⁶ Prof. Chr. Meyer, Columbia University New York, N.Y. berichtete über Quellen von reinem Kieselglas im Zementstein. Vortrag am 10.12.1998 in der TU Berlin.

Die technologischen Abläufe bei der Fertigung bzw. Einbettung von Fasersensoren unterscheiden sich für extrinsische und intrinsische Sensoren. Intrinsische Sensoren (z. B. Bragg-Gitter-Sensoren) werden nach ihrer Herstellung meist mit einem Acrylat-Coating ausgeliefert. Da beim Einschreiben von Bragg-Gitter-Sensoren in eine vorhandene Faser das Coating entfernt und nach Beendigung des Einschreibeprozesses die Faser erneut gecoatet werden muß, weichen diese Re-Coating-Bereiche oftmals von der Geometrie der restlichen Faser ab. Hat das Faser- bzw. Sensor-Coating ausreichende mechanische und chemische Stabilität, können die Sensoren in ihrem Lieferzustand in Werkstoffe eingebettet werden. Experimentelle Untersuchungen zur Lebensdauer kommerziell beschichteter Glasfasern im betonchemischen Milieu werden im Pkt. 4.2.1 vorgestellt. Es wird gezeigt, daß es notwendig ist, für den betonchemischen Kontakt das Standard-Coating zu entfernen und durch ein spezielles, chemisch resistentes und mechanisch zuverlässiges Coating zu ersetzen (s. Pkt. 4.3).

Für die Fertigung extrinsischer Mikrodehnungssensoren (EFPI-Typ) wird in jedem Fall das Coating im Meßfühlerbereich entfernt. Beim flexiblen EFPI-Sensor ist ein Beschichten nach Fertigstellung des Sensors nicht möglich, da dadurch die Funktionsfähigkeit des Sensors beeinträchtigt wird. Aus diesem Grund darf bei eingebetteten EFPI-Sensoren ein Durchgriff der Porenlösung auf das optische Glas nicht zum kurzfristigen Ausfall führen.

Die Porenlösung des frischen Zementmörtels kann durch Defektstellen im Coating intrinsischer Sensoren auf die Glasoberfläche gelangen. Ein Schutz des optischen Glases ist nicht zuverlässig zu erreichen. Diese Tatsachen zeigen die Notwendigkeit der Klärung des Festigkeitsverhaltens bzw. der Angabe einer Lebensdauerwahrscheinlichkeit betonchemisch angegriffener Lichtwellenleiter.

Von mehreren Sensorherstellern wurde versucht, für Bauwesenanwendungen Fasersensoren mit chemisch resistenten, metallischen Coatings herzustellen und einzusetzen. Wegen kostenintensiver Justierung der Faserziehmaschine zur Herstellung relativ kurzer Längen (wenige Hundert Meter je Produktionszyklus) hat sich diese Vorgehensweise nicht durchsetzen können⁷. Sonderbehandlungen von lokalen Fasersensoren mit Einbettungslängen von nur wenigen Zentimetern oder von verteilten Sensoren mit größeren Einbettungslängen sind ökonomisch sehr aufwendig. Die Möglichkeit des Einsatzes von regulär beschichteten optischen Fasern in der Zementsteinmatrix mußte daher geprüft werden.

4.1.4 Mechanische Eigenschaften

Glasfasern können bei Normaltemperatur-Bedingungen als ein isotropes Medium betrachtet werden. Unter Zugbeanspruchung verhalten sie sich, makrosko-

pisch betrachtet, elastisch und folgen über einen großen Verformungsbereich dem Hookschen Gesetz. Der exakte Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung der Glasfasern ist jedoch nichtlinear, was auf die mit zunehmender Dehnung der Faser auftretende Querkontraktion zurückgeführt wird. Der nichtlineare Zusammenhang $\sigma = f(\epsilon)$ wurde von Hunkeler, (1988) durch Feindehnungsmessung (ϵ_{exp}) bestimmt. Er formulierte den empirischen Zusammenhang

$$\sigma = \frac{E}{2\delta} \left[\sqrt{(1 + 4\delta\epsilon_{exp})} - 1 \right]. \quad (4.1)$$

δ ist ein Nichtlinearitätsparameter, der mit $\delta = -2,7 \pm 0,3$ experimentell ermittelt wurde.

Bei Erreichen der kritischen Spannung σ_B (Bruchspannung, Zugfestigkeit) brechen die Fasern verformungslos (spröde). Die Festigkeit des Glases wird prinzipiell durch die Stärke der Bindungen zwischen seinen Komponenten bestimmt. Bei Annahme eines fehlerlosen Glasmaterials ergibt sich die Zugfestigkeit aus der Kohäsionsfestigkeit des Glases, d. h. aus der Bindungsenergie der Glasbestandteile und der Glasdichte. Für Si-O-Verbindungen werden daher aus Modellrechnungen unterschiedliche theoretische Zugfestigkeiten angegeben. Sie schwanken zwischen 13 GPa [Scholze, (1988)] und 18 GPa [Dunken, (1980)]. Als Orientierungswert kann eine theoretische Zugfestigkeit von 1/10 bis 1/12 des Elastizitätsmoduls E angenommen werden [Scholze, (1988)]. Dotierte Gläser haben eine um bis zu 30 % niedrigere theoretische Zugfestigkeit. Die „praktische“ Zugfestigkeit von Glasfasern weicht von der des massiven Glasmaterials ab. Sie wird wesentlich durch vorhandene Mikrorisse in der Oberfläche bestimmt, die durch Inhomogenitäten des Glases aus der Herstellung, durch mechanische Beschädigung bei der Handhabung der Fasern oder durch oberflächennahe Veränderungen infolge chemischer Einflüsse verursacht werden. Bereits bei der Herstellung der Preformen des Glases, besonders aber während des Ziehprozesses der Fasern, können Defekte in der Oberfläche auftreten. Beim Faserziehen wird das Glas schnell von ca. 2000 °C auf Raumtemperatur abgekühlt. In der Fasermantelzone werden Spannungen eingefroren, die sich bei axialer Zugbeanspruchung in Form von Rissen abbauen. Bei Standard-Fasern mit einem Durchmesser von 125 µm wurden Defekte mit einer Rißtiefe von etwa 1 nm gefunden. Je kleiner der Faserdurchmesser ist, desto höher sind die erreichbaren Festigkeitswerte. Um die unmittelbar nach Beendigung des Ziehprozesses einsetzende Oberflächenschädigung zu reduzieren, erhalten die Glasfasern einen Schutzüberzug (Coating). Nicht korrodierte optische Glasfasern erreichen Festigkeiten von 5,5 GPa bis 8 GPa [Labs, (1989)]. Im flüssigen Stickstoff wurden Festigkeiten von 13,8 GPa als

⁷ Persönliche Information, Dr. M. de Vries, Virginia Tech, Blacksburg/VA. anlässlich der 11. Engineering Mechanics Conference 1996 in Ford Lauderdale, FL./USA.

sog. Inertfestigkeit gemessen [Nagel, (1986)]. Beim mechanischen Entfernen von chemisch schwer löslichen Coatings (z. B. Polyimid-Coatings) während der Sensorherstellung können jedoch die Fasern beschädigt werden, wenn das Abstreifwerkzeug nicht exakt eingestellt ist oder der Faserdurchmesser außerhalb der Toleranz liegt. Durch Verletzung der Oberfläche sinkt nicht nur die Zugfestigkeit der Glasfasern, sondern auch der Ermüdungswiderstand (s. Abschnitt 4.4).

Neben herstellungsbedingten Defekten in der Glasfaser und in deren Oberfläche beeinflusst vor allem Wasserdampf aus der Luft bzw. Wasser in kondensierter Form die reale Festigkeit optischer Fasern. H₂O-Moleküle in der Luft wechselwirken mit der Glasoberfläche, was ein Aufbrechen der Si-O-Bindungen zur Folge hat (Spannungsrißkorrosion). Die H₂O-Moleküle reagieren im weiteren an der entstandenen Bruchspitze mit den Bestandteilen des Glases. Über die Ursachen der Spannungsrißkorrosion durch Wasserdampf oder flüssiges Wasser oder durch ein Gemisch aus Wasserdampf und in der Luft enthaltenen Gasen (meist CO₂ und SO₂) bzw. Stäuben gibt es unterschiedliche Annahmen. Obwohl die theoretische Festigkeit des Materials durch Umgebungseinflüsse nicht verändert wird, führt das Wachstum von entstandenen Mikrorissen an der Faseroberfläche infolge Zug- oder Biegebeanspruchung zum Erreichen einer kritischen Rißgröße, die dann - spannungsbedingt - den Bruch der Faser auslöst. Charles und Hillig [zitiert in Scholze, (1988)] nehmen in ihrer Spannungsrißkorrosionstheorie an, daß eine erhöhte Spannung an der Spitze von Mikrorissen zu einem beschleunigten Aufbrechen von Fehlstellen führt. Ullner/Gehrke (1986) vertreten ebenfalls diese Auffassung.

Mikroskopische Defekte in der Oberfläche von Kieselglasfasern führen aber solange nicht zu deren Versagen, wie diese nicht zugbeansprucht werden. Da bei zugbeanspruchten Fasern die Defekte langsam wachsen können, hängt die Lebensdauer der Glasfasern wesentlich vom Schädigungsgrad der Glasfaseroberfläche ab. Entscheidenden Einfluß auf die Bruchgeschwindigkeit haben die Höhe der anliegenden Spannung, deren zeitliche Änderung sowie der Wert der relativen Feuchte [Scholze, (1988)].

Zur Erreichung einer gewünschten Lebensdauer muß die zulässige Beanspruchung unter definierten Umgebungsbedingungen festgelegt werden. Solche Festlegungen sind für die Nutzung optischer Glasfasern unter verschiedenen klimatischen Einsatzbedingungen üblich. Der Einfluß alkalischer Medien auf die Festigkeit von Lichtwellenleiter-Fasern ist jedoch nicht umfassend untersucht worden. Bei faseroptischen Sensoren, die in hydraulisch erhärtende Baustoffe eingebettet werden sollen, muß neben der üblicherweise betrachteten Spannungsrißkorrosion (hier infolge der Einwirkung von Luftfeuchtigkeit bei der Sensorherstellung) auch der Anteil der mechanischen Schädigung und des chemischen Angriffs auf die Glasfaser-

oberfläche berücksichtigt werden, da während der Einbettung der Sensoren oder danach die Porenflüssigkeit des Matrixmaterials bei beschädigtem oder chemisch angegriffenem Coating zur Oberfläche der Faser bzw. des Sensors gelangen kann. Die Höhe der Oberflächenschäden im Coating oder/und im Glasmaterial der Fasersensoren bestimmen die Festigkeit bei mechanischer Beanspruchung. Die bisher bekannten Mechanismen einer chemisch initiierten Schädigung von Glasfasern allgemein und von Untersuchungsergebnissen an optischen Glasfasern im besonderen werden im Abschnitt 4.2 zusammengefaßt.

4.1.5 Prüfverfahren zur Bestimmung der Zugfestigkeit⁸

Die Lebensdauer der optischen Fasern und Fasersensoren hängt entscheidend vom Grad der Vorschädigung der Glasoberfläche zur Zeit des Einbaus ab. Eine quantitative Erfassung der Vorschädigung bzw. eine Vermessung von Defekten zur Bestimmung der Lebensdauer ist nahezu unmöglich. Um die tatsächliche Bruchfestigkeit der Glasfasern unter Berücksichtigung der statistisch verteilten Defekte in der Oberfläche zu bestimmen, werden üblicherweise mehrere Faserprüflinge einer Charge unter gleichen Bedingungen bis zum Versagen statisch und dynamisch⁹ beansprucht. Aus diesen Untersuchungen können probabilistische Aussagen über Grenzparameter und Lebensdauer von Fasersensoren getroffen werden.

Prüftechnologien zur Bestimmung des mechanischen Verhaltens optischer Fasern haben inzwischen Eingang in das Normenwerk gefunden [IEC-793-1-3, (1995)]. Sie beziehen sich jedoch auf die Prüfung verkabelter bzw. gecoateter LWL-Fasern. Nackte und chemisch beanspruchte optische Glasfasern sind nicht Gegenstand der Telekommunikation. Zum anderen enthält die DIN-EN 61757-1 (1999) „LWL-Sensoren“ auch keine Aussagen über das Verhalten optischer Sensoren bei permanenter mechanischer und aggressiver Beanspruchung. Die für Fasersensoren in dieser Arbeit eingesetzten Verfahren lehnen sich daher an Prüfmethode von Kommunikationsfasern an [Mathewson, (1993)]. Es werden die von Kapron/Yuce (1991), Roberts u.a. (1991) sowie insbesondere die von Glaesemann/Gulati (1991) entwickelten praktikablen Lebensdauermodelle auf Basis von Festigkeitsuntersuchungen genutzt. Die Meßverfahren, die entwickelten bzw. benutzten Versuchsanlagen sowie die Theorie zur Lebensdauerabschätzung sind ausführlich in Anlage A3 beschrieben.

Statischer Zugversuch/Zeitstandstest (static tensile test)

Die Glasfasern werden einer konstanten Spannungsbeanspruchung ausgesetzt. Die Reaktion der Fasern

⁸ Üblicherweise wird die Bruchfestigkeit des Glases bestimmt. Für den Spezialfall von Glasfasern interessiert die axiale Zugfestigkeit. Daher wird hier der Begriff Zugversuch verwendet.

⁹ Im Sinne der im Pkt. 3.3 gegebenen Definitionen dieser Begriffe.

auf Langzeiteinwirkung aggressiver Medien bei gleichzeitig vorliegender Spannungsbeanspruchung wird bestimmt. Der Zeitstandstest entspricht in seiner Beanspruchung dem quasi-statischen Beanspruchungsprofil von in Bauteilen eingebetteten Fasersensoren. Zwei Methoden sind üblich:

- Zwischen zwei Führungsschienen wird der Prüfling U-förmig eingelegt. Durch Verschieben der Seitenwände wird ein definierter Biegedurchmesser des U-Profil-Bereichs eingestellt [France u.a., (1980)], [Annovazzi-Lodi u.a., (1998)]. Dieser Versuch ist für die Prüfung in unterschiedlichen Medien vorteilhaft. Die Biegebeanspruchung repräsentiert jedoch nicht die tatsächlichen Spannungsverhältnisse axial beanspruchter optischer Fasern, sondern den Einfluß von Biegebeanspruchungen, wie sie in der Kommunikationstechnik beim Verlegen der Kabel vorkommen. Die Beanspruchungslänge der Faser ist zudem kurz und liegt meist im Millimeterbereich.
- Der Prüfling wird aufgehängt und durch eine Masse gleichmäßig zugbeansprucht. Diese Methode simuliert den bei Glasfaser-Dehnungssensoren auftretenden axialen Spannungszustand wirklichkeitsnah und wird daher bei den Untersuchungen in dieser Arbeit genutzt. Bei diesem Versuchsprinzip kann eine große Anzahl von Prüflingen unter identischen Bedingungen getestet werden. Nachteil dieser Methode ist, daß die Wahl der Masse schwierig ist. Bei Einstellung einer zu geringen Gewichtskraft kann der Versuch einen Zeitraum von Monaten beanspruchen, bis der Reißfortschritt die Bruchfestigkeit erreicht hat. Die beschriebene Versuchsmethodik erlaubt jedoch auch quasi-dynamische Untersuchungen mit sehr geringen Spannungsanstiegsgeschwindigkeiten, indem stufenweise die Gewichtskraft bis zum Einsetzen des Bruchs erhöht wird. Statische Ermüdungsdaten liefern Eingangsgrößen für die Lebensdauerabschätzung beanspruchter Fasern und Fasersensoren.
- Die Erreichung einer langfristig schlupffesten Einspannung ist beim statischen Zugversuch problematisch.

Dynamischer Zugversuch (dynamic tensile test)

Die Zugspannung in der Testfaser wird durch eine kontinuierlich zunehmende Dehnung gleichmäßig erhöht, bis Zugbruch eintritt. Diese Methode liefert Aussagen über die Intensität der vorliegenden Schädigung und gestattet mit relativ geringem Zeitaufwand die Untersuchung einer großen Probenzahl unterschiedlich beanspruchter Faserprüflinge. Zudem liefert sie auch Orientierungswerte für die Belastung im Zeitstandstest. Die Prüflinge werden einzeln in eine Faserdehnungseinrichtung eingespannt. Mit Hilfe eines Schrittmotors wird der Dehnungszuwachs gesteuert.

Bei Festigkeitsuntersuchungen hat die Prüflinglänge entscheidenden Einfluß auf das Ergebnis. Sowohl Fa-

bry-Pérot-Interferometer- als auch Bragg-Gitter-Sensoren werden bis zu einer Länge von 50 mm bis 120 mm (je nach Dimensionierung) beansprucht. Die Anschlußfasern können in ähnlicher Länge beansprucht werden, bis der schützende Fasermantel beginnt. Wegen der statistisch auf der Glasoberfläche verteilten Defekte geht die Prüflinglänge in das Ergebnis signifikant ein. Eigene Messungen an nackten Glasfasern in Umgebungsluft (r.H. \approx 45% bis 50%, Raumtemperatur, erhöhte Staubbekämpfung) zeigten einen deutlichen Abfall der Festigkeit für große Prüflinglängen (Bild 4.2). Der Einfluß der Faserlänge auf die Prüfergebnisse wurde von Liertz (1987) durch Verwendung einer großen Probenzahl ($>$ 300 Prüflinge) systematisch untersucht. Mit zunehmender Probenlänge dominiert der Einfluß vorhandener Oberflächendefekte über die physikalische Festigkeit der Glasfaser. Je länger die Faser ist, desto höher ist die Wahrscheinlichkeit, daß eine den Bruch vorzeitig auslösende Fehlerstelle vorhanden ist (vgl. Bild 4.13). In den in der Literatur beschriebenen Festigkeitsuntersuchungen, beispielsweise von Liertz (1987), Roberts u. a. (1991) und Kapron/Yuce (1991) wurden daher Prüflinglängen um 500 mm verwendet. In dieser Arbeit werden ebenfalls Längen von 450 mm und 500 mm verwendet, um statistisch auftretende Schwachstellen im Ausgangsmaterial der optischen Glasfaser bzw. der Glaskapillare zu erfassen (worst-case-Fall). Da faseroptische Mikrodehnungsaufnehmer von maximal 40 mm Länge eine geringere Fehlstellenwahrscheinlichkeit haben, liegen Festigkeitsaussagen über größere Prüflinglängen auf der sicheren Seite. Eine Ausnahme bei der Wahl der Prüflinglängen bilden in dieser Arbeit alternative Beschichtungen, z. B. die Plasmapolymersation oder Silanisierung von Fasern. Hier mußten herstellungsbedingt die Längen auf 100 mm reduziert werden (Pkte. 5.4.3 und 6.2.4).

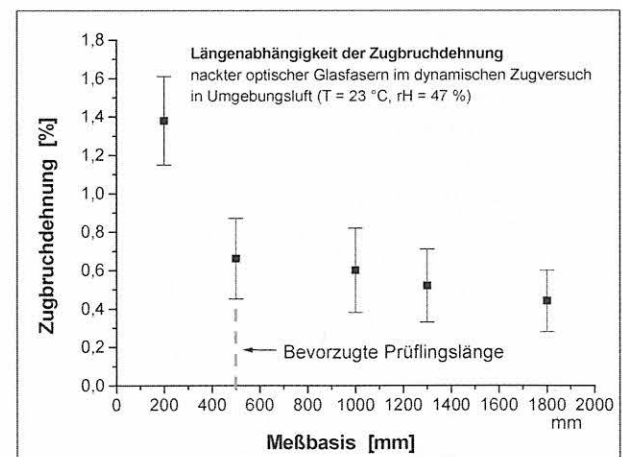


Bild 4.2:

Einfluß der Prüflinglänge auf die Zugbruchfestigkeit entcoaterter optischer Fasern (tendentielle Aussage, da jeweils nur 3 Prüflinge gemessen).

Aus der Kombination von statischen und dynamischen Messungen können Festigkeitsgrenzen abgeschätzt werden. Für den Glasfasersensor wird eine Zugspannung der Größe σ_s („sichere“ Spannung) angenommen, bei der in der veranschlagten Betriebszeit t_B

(Lebensdauer) ein Rißwachstum l_R bestimmter Größe zugelassen wird, das zum Bruch führen kann. Dieses Modell weicht von der klassischen Betrachtungsweise (vgl. Anlage 3) des totalen Versagens der Glasfaser am Ende der Lebensdauer ab, weil bei zugelassenem Rißwachstum nicht notwendigerweise Versagen eintreten muß. Die „sichere“ Spannung σ_s wird anhand der experimentell bestimmten Werte für Faserfestigkeit, n -Wert, Lebensdauer bzw. vorgegebene Dehnungsrate analytisch ermittelt.

Da die Festigkeit der Glasfaser von der größten Oberflächenschädigung bestimmt wird, kommt die Weibull-Verteilung als typische Verteilung für Früh- und Verschleißausfälle zum Einsatz (vgl. Gl. A3.7b in Anlage 3):

$$\ln \ln \frac{1}{1-F} = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0, \quad (4.2)$$

wobei F die kumulative Ausfallwahrscheinlichkeit ist. Gl. (4.2) zeigt die auf eine Länge $l = l_0$ normierte Form. Die Spannungswerte σ repräsentieren die mit den Faserprüflingen gemessenen Bruchspannungen, m ist der Weibull-Schärfeparameter und σ_0 ist der Maßstabsparameter. Bei der Spannung $\sigma = \sigma_0$ sind in einer Versuchsreihe mit Fasern der Länge $l/l_0 = 1$ genau 63,2 % der Prüflinge ausgefallen. Für eine Ausfallwahrscheinlichkeit von 50 % ($F = 0,5$) folgt die Medianfestigkeit, die von der Länge der Prüflinge abhängt.

Die Eingangswerte für die Berechnung der sicheren Spannung σ_s werden auf folgende Weise erhalten (detaillierte Erläuterung s. Anlage 3):

1. Bestimmung von n aus dem statischen oder dem dynamischen Zugversuch. Aus den erhaltenen Diagrammen

$$\ln \bar{t}_B = f(\ln \sigma_a) \text{ bzw. } \ln \bar{t}_B = f(\ln \dot{\sigma}_a)$$

werden die jeweiligen Medianwerte abgelesen. Aus dem statischen Versuch folgt beispielsweise die Gerade

$$\ln t_B = C - n \cdot \ln \sigma_a. \quad (4.3)$$

Der Spannungsrißkoeffizient n folgt aus dem Anstieg der gefitteten Geraden, die Konstante C aus dem Schnittpunkt mit der logarithmischen Zeitachse. Dieser liefert den Wert $t_B(\sigma_a = 1) = t_B(1)$ [Anlage 3, Gl. (A3.15) ff.].

2. Bestimmung des Weibull-Schärfeparameters m aus der gemessenen Ausfallverteilung nach der Beziehung $\ln \ln 1/(1-F) = f(\ln \sigma)$ für eine gewählte Bruchspannung (statischer Zugversuch) bzw. Dehnungsrate (dynamischer Zugversuch) [Anlage 3, Gl. (A3.16) ff.]. Aus n und m folgt unter der Bedingung, daß $d\sigma/dt$ sehr klein ist, die Konstante $b = m/(n-2)$. b kann auch experimentell aus dem Diagramm $\ln \ln 1/(1-F) = f(\ln t_B)$ bestimmt werden.

3. Berechnung von v_s/l_{Rs} gemäß Gl. (A3.22):

$$\frac{v_s}{l_{Rs}} = \frac{2}{n-2} \left[1 - \left(\frac{l_R}{l_{Rs}} \right)^{\frac{n-2}{2}} \right] \cdot t_B^{-1}. \quad (4.4)$$

(l_{Rs} beschreibt die Anfangslänge eines Risses, l_R die Länge des sich entwickelnden Risses nach der Zeit t_B .) Diese Gleichung gilt für die getroffene Vereinbarung, daß die eingetragene Belastung der „sicheren“ Belastung entspricht ($\sigma_a = \sigma_s$). Für die gewünschte Lebensdauer t_B wird ein bestimmter Rißwachstumswert l_R/l_{Rs} (z. B. 1 %, d. h. $l_R/l_{Rs} = 1,01$) zugelassen.

4. Berechnung der „sicheren“ Spannung σ_s gemäß Gl. (A3.24a), für die ein mit der Spannung σ_a beanspruchter Sensor eine Lebensdauer t_B erreicht (statischer Zugversuch):

$$\sigma_s = \sigma_a \cdot \sqrt[n]{\frac{n-2}{n} \cdot \left(\frac{v_s}{l_{Rs}} \right) \cdot t_B} \quad (4.5)$$

bzw. Berechnung von σ_s gemäß Gl. (A3.26) aus der im dynamischen Zugversuch ermittelten Bruchspannung σ_B für Dehnungsraten $< 0,1 \text{ ‰/min}$:

$$\sigma_s = \sigma_B \cdot \sqrt[n]{\frac{n-2}{2(n+1)} \cdot \left(\frac{v_s}{l_{Rs}} \right) \cdot \left(\frac{\sigma_B}{\sigma} \right)}. \quad (4.6)$$

Die Festlegung eines maximalen Belastungsniveaus für die optischen Glasfaserkomponenten, d. h. die Begrenzung der Zugspannung auf das „sichere“ Beanspruchungsniveau, geht von der Annahme einer Wahrscheinlichkeit von $F = 0,01$ aus, für die genau ein Prüfling bzw. ein Sensor aus 100 Exemplaren (1 %) in der angenommenen Zeit t_B ausfallen kann.

Die Entscheidung, statische oder dynamische Zugspannungsversuche durchzuführen, wird bei diesen Untersuchungen durch die Randbedingung der Simulation des chemischen Angriffs bestimmt. Obwohl dynamische Zugversuche schneller und einfacher durchzuführen sind, kann der betonchemische Angriff zuverlässiger in Zeitstandtests simuliert werden. Der dynamische Zugspannungstest eignet sich gut zur Festlegung der Beanspruchung im Zeitstandversuch.

4.2 Veränderungen unter betonchemischem Einfluß

Die Widerstandsfähigkeit faseroptischer Sensoren gegenüber betonchemischer Beeinflussung umfaßt die Resistenz des Glasmaterials und der benutzten Oberflächenbeschichtung. Bei Fasersensoren muß generell unterschieden werden zwischen vorhandenem Coating, das Bestandteil des erworbenen Sensors (z. B. eines Bragg-Gitter-Sensors) sein kann, und Be-

schichtungen, die vor Einbettung des Sensors aufgebracht werden. Die in diesem Abschnitt vorgestellten Ergebnisse beziehen sich zunächst nur auf die Hauptkomponenten der verwendeten Fasersensoren - auf die optische Glasfaser und auf verwendete polymere Standard-Coatings. Alternative Coatings für extrinsische (EFPI-) und für intrinsische (Bragg-) Sensoren werden im Abschnitt 4.4 untersucht.

Der chemische Angriff erreicht zunächst das Coating (Pkt. 4.2.1), danach die Glasoberfläche (Pkt. 4.2.2). Die Untersuchungen simulieren den Fall, daß Porenlösung durch die Schutzschicht hindurch an die Glasoberfläche gelangt. Die makroskopischen Veränderungen der Sensoroberfläche und ihre Auswirkungen auf die Festigkeitseigenschaften werden im Pkt. 4.2.3 untersucht.

Bei polymeren Coatings darf der Einfluß von Feuchtigkeit nicht vernachlässigt werden. Er kann jedoch nicht vom chemischen Einfluß der Matrixporenlösung getrennt werden. Feuchtigkeitsbedingte Veränderungen optischer Fasern wurden in der Vergangenheit von Faserherstellern und Anwendern umfassend untersucht [z. B. Wiederhorn/Bolz, (1970)], [Helmich/Rauch, (1993)] und [Bogatyrev u.a., (1988)]. Ihre Ergebnisse werden in diese Arbeit nur soweit einbezogen, wie sie für die Bewertung des betonchemischen Angriffs notwendig sind.

4.2.1 Coatings

Recoating-Einrichtungen für optische Glasfasern, z. B. der Ericson Fiber Recoater EFR 2000, ermöglichen ein nachträgliches Beschichten von entcoateten Glasfaserbereichen. Gute Ergebnisse werden jedoch nur mit Acrylat-Coatings bei Schichtdicken von 50 µm bis 70 µm erzielt. Metallische Fasercoatings konnten

sich im Bauwesen bisher nicht etablieren (vgl. Pkt. 4.1.3). Der Versuch, alkaliresistente Harze als Coatingmaterial für Glasfasern zu nutzen, erwies sich auch beim Einsatz nicht-optischer Glasfasern für Faserbetone als uneffektiv. Derartige Harze sind nicht diffusionsdicht [Majumdar/Laws, (1991)]. Wenn sich an der Grenzfläche Glas-/Polymercoating Feuchtigkeit infolge Diffusion oder Coatingdefekt anzulagern beginnt, nimmt die Haftung des Coatings an der Glasoberfläche kontinuierlich ab. An polymerbeschichteten LWL-Fasern, die in der Eder-Staumauer eingebaut worden sind, konnte bei den freiliegenden Faserenden nach 6jähriger Lagerung unter permanenter relativer Luftfeuchtigkeit von nahezu 100 % das Fasercoating ohne Kraftaufwand abgezogen werden. Der Haftverbund des Systems Matrix/Coating zur Glasoberfläche wäre somit bei Dehnungssensoren nicht mehr gegeben.

Gleichermaßen ungeeignet für Fasersensoren sind optische Kommunikationsfasern mit zweischichtigen Coatings. Das innere Coating hat einen E-Modul von einigen MPa, der E-Modul des äußeren Coatings liegt üblicherweise um 700 MPa (23 °C)¹⁰. Die Verformung des „weicheren“, inneren Coatings führt zu einem nicht quantifizierbaren Schlupfen des Systems Außencoating/Matrix. Bild 4.3a zeigt, wie sich bereits beim Schrumpfen eines Zementleim-Prüflings nach der Präparation für eine REM-Aufnahme das äußere Acrylat-Coating über das innere Coating auf der Glasoberfläche verschiebt. Hinzu kommt, daß die Konzentrität von Mehrschichten-Coatings nicht durchgängig gegeben ist (Bild 4.3b). Eine Dehnungsübertragung bei Verformung der Matrix ist damit nicht möglich. Aus diesem Grund werden mehrschichtige Coatings für Fasersensoren ausgeschlossen.

Für die zuverlässige Übertragung von Zementsteinmatrix-Verformungen in die Sensorfaser ist neben aus-

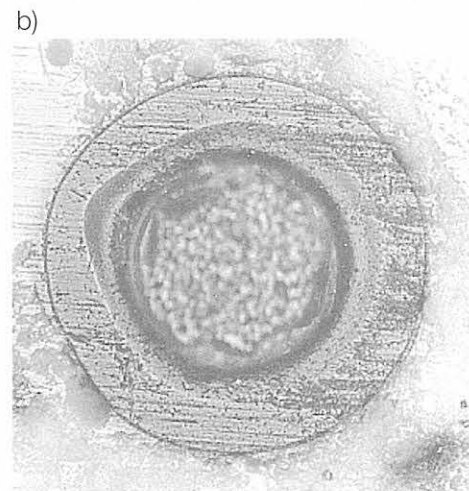
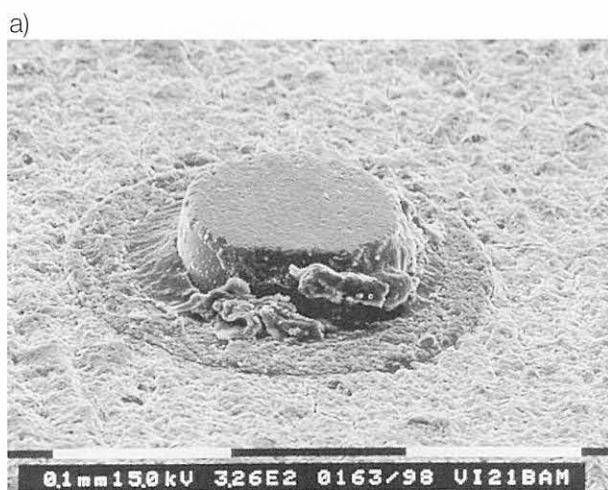


Bild 4.3:

Sensorrelevante Eigenschaften mehrschichtiger Acrylat-Coatings auf optischen Glasfasern bei Einbettung in Zementleim.

- Schrumpfen des Zementleim-Prüflings nach der Präparation für eine REM-Aufnahme führt bereits zum Verlust des Haftverbunds zwischen Matrix und Sensorelement,
- in mehrschichtigen Coatings beeinflussen Konzentritätsfehler den Dehnungsübergang.

¹⁰ Persönliche Information, Dr. W. Hämmerle, FiberCore Jena GmbH, 21.04.1998.

reichender Haftung der Verbindung Polymer/Glasoberfläche und Polymer/Matrixmaterial dauerhafte Formstabilität des Coatings bei Einwirkung alkalischer Lösungen notwendig. Die betonchemische Resistenz der Fasercoatings, d. h. die Trennung der chemischen Einflüsse von den mechanischen Einwirkungen, wurde in nachgestellten alkalischen Lösungen untersucht. Folgende alkalische Lösungen wurden verwendet, wobei die Faserprüflinge nicht allen aufgelisteten Lösungen ausgesetzt wurden [Habel/Polster, (1995)], [Habel, (1997)], [Habel u.a., (1997)]:

- 3 %ige Natronlauge und 3 %ige Kalilauge für einen beschleunigten Test¹¹,
- wäßriger, gesättigter Betonauszug (pH = 11), hergestellt aus teilweise karbonatisiertem Beton,
- kalt-gesättigte Ca(OH)₂-Lösung (pH = 12,4), nachgestellte Porenlösung¹² (pH = 13,9).

Zur Beurteilung des Coatingverhaltens unter betonchemischer Beanspruchung wurden Faserprüflinge

Tabelle 4.2: Betonchemisch untersuchte Fasertypen

Nr.	Abmessungen d _i /d _a [µm]	Coating		Qualitative Bewertung der Haftung der Coatings an der Mörtelmatrix
		Dicke [µm]	Material, Aufbau	
1	G 50/125	62,5	Acrylat mit Farbpigment	mäßig
2		62,5	3M-Acrylat	schlecht
3	G 50/125	innen 32,5 außen 30,0	Acrylat-System (innen: weich/ außen: hart)	unbrauchbar
4	G 50/125	7,5 µm	Polyimid	gut
5	S 50/125	14,8 µm	Polyimid mit Farbpigment	gut bis mittel
6	G 200/220	11,5 µm	UV-gehärtetes Fluorpolymer (HPCS)	gut bis mittel (Dehnungsrisse im Coating möglich)

¹¹ diese Typen wurden zusätzlich in Zementmörtel eingebettet
G-Gradientenindex-Typ, S- Stufenindex-Typ

sowohl in die Zementsteinmatrix eingebettet, als auch in den beschriebenen alkalischen Lösungen gelagert¹³.

Erstere Tests setzen die Prüflinge einer kombinierten chemischen und mechanischen Beanspruchung aus. Die Lagerung in alkalischer Lösung simuliert nur den chemischen Angriff. Für die Einbettung wurde folgende Rezeptur gewählt: 30 Gew.-% PZ-Mörtel PZ 35 F, 70 Gew.-% Zuschlag: Sand ≤ 1 mm mit 15 % Anteil 1 bis 4 mm; W/Z-Wert = 0,46. In einer zweiten Testserie wurde ausschließlich Sand ≤ 1 mm verwendet (W/Z-Wert = 0,63). Die Mischungen wurden bei der ersten Testserie manuell, bei der zweiten Testserie mit Hilfe eines dynamischen Schwingers (30 Hz, 1,5 mm Amplitude) verdichtet, bis keine Bläschen mehr aus der Oberfläche austraten.

Zur Beurteilung größerer Coatingabschnitte wurden entlang der Faserprüflinge PVC-Blättchen, die 3 mm über der Faser endeten, in die Prismen eingebettet. Nach einer Aushärtezeit von 28 Tagen wurden die Blätt-

chen herausgezogen, die Probekörper zur Freilegung der Fasern gebrochen und die Fasern für Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop (REM) präpariert. Tabelle 4.2 gibt einen Überblick über die untersuchten Coatings optischer Fasern.

Die auf die Glasfaseroberfläche extrudierten Standard-Coatings besitzen keine ausreichende betonchemische Resistenz. Das typische Erscheinungsbild kommerziell erworbener optischer Fasern nach Lagerung im alkalischen Milieu (im Mittel 12 Proben je Typ) ist folgendes:

Einschichtige Acrylat-Coatings (AC-Coatings):

Die Widerstandsfähigkeit untersuchter einschichtiger AC-Coatings mit Schichtdicken um 60 µm gegenüber wäßrigem Betonauszug (pH = 11) ist nicht zufriedenstellend. Ein Coating (Fa. Fiberware Berlin) zeigte nach 28 Tagen Risse (Bild 4.4). Andere Prüflinge mit einem Hart-Acrylat-Coating (Fa. 3M, USA) zeigten nach 35 Monaten Umfangsrisse. (Referenzaufnahmen mit dem REM vor Beginn der chemischen Beanspruchung bestätigten glatte, ungerissene Coating-Oberflächen.)

Polyimid-Coatings (PI-Coatings):

Für Fasersensor-Anwendungen werden PI-Coatings gegenüber Acrylat-Coatings vor allem wegen der günstigeren mechanischen und thermischen Eigenschaften

¹¹ Diese Laugen wurden von Rondinella und Matthewson (1990) für die Untersuchung alkalischer Angriffe auf optische Fasern verwendet. Da je nach Art der verwendeten Zemente Kalium- und Natriumhydroxidlösung Bestandteil der Porenlösung zu Beginn der Hydratation ist, wurden diese Lösungen in die Untersuchungen einbezogen.

¹² Nach einer Empfehlung von Prof. Wieker [zitiert in Wilde u.a. (1987)].

¹³ Die Faserprüflinge für die Lagerung in alkalischen Lösungen wurden, abhängig vom Coatingtyp, teils mechanisch, teils chemisch (mit Methylenchlorid) auf eine Länge von etwa 20 mm entcoatet, um den Übergangsbereich Glas/Coating beobachten zu können. Eine mikroskopische Kontrolle vor Lagerung bestätigte die Unversehrtheit der Glasoberfläche. Die Faserprüflinge wurden etwa 60 mm tief in die alkalischen Lösungen getaucht und nach unterschiedlichen Standzeiten bewertet. Als Standzeiten wurden gewählt: 1 Tag, 7 Tage, 21 Tage und 5 Monate (gesonderte Gefäße). Sämtliche Untersuchungen wurden bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Proben lagerten unter Luftabschluß.

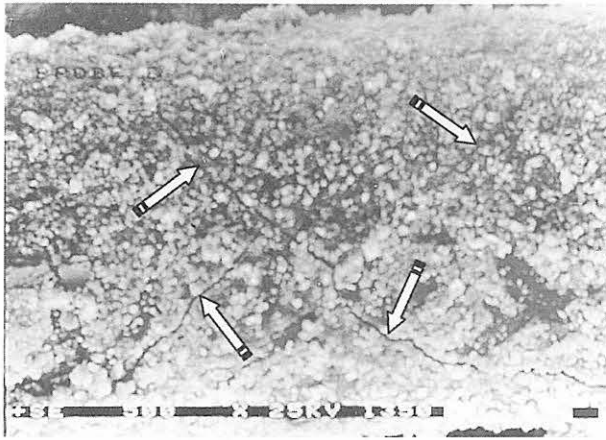


Bild 4.4:
AC-Coating (Fa. Fiberware, Berlin). In PZ-Mörtel eingebettet, nach 28 Tagen freigelegt. Die Risse im Coating (Pfeile) haben eine Rißweite von 870 nm bis maximal 2 μm .

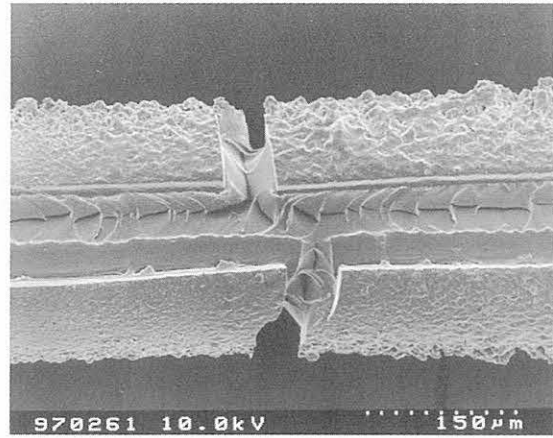


Bild 4.5:
AC-Coating (Fa. 3M, USA). 35 Monate in wäßrigem Betonauszug (pH = 11) gelagert, einmal monatlich wurde die Lösung bewegt.

ten bevorzugt [Miebler/Thiel, (1993)], [Trutzel, u.a., (1998)]. Der E-Modul liegt um 1 GPa und die Formbeständigkeit ist bis zu Temperaturen von 300 °C gewährleistet. Die Dicke der Coatings beträgt etwa 7 μm bis 12 μm , selten mehr. Bei Feuchtigkeitseinfluß bieten PI-Coatings der Glasoberfläche einen relativ guten Schutz. Das Quellverhalten ist nicht so ausgeprägt wie bei Acrylat-Coatings.

Über die Alkalibeständigkeit von PI-Coatings gibt es keine zuverlässigen Aussagen der Hersteller. Obwohl

für eine speziell ausgewählte Faser der Fa. SIECOR/USA ausdrücklich Alkalibeständigkeit im Beton bescheinigt wurde, erwies sich dies bei Einsatz als Dehnungssensor in einem Betonfundament als nicht zutreffend [Habel u.a., (1997)]. Im Bereich von Axialspannungen in der Faser, die nur etwa 20 % der Bruchspannung ausmachten, versagte der Sensor. Als Ursache wurde ein Coating-Kontakt mit Vergußmörtel ermittelt. Untersuchungen der Alkalibeständigkeit mehrerer PI-Coatings zeigen, daß diese einschichtigen Coatings unter alkalischer Beanspruchung aufreißen.

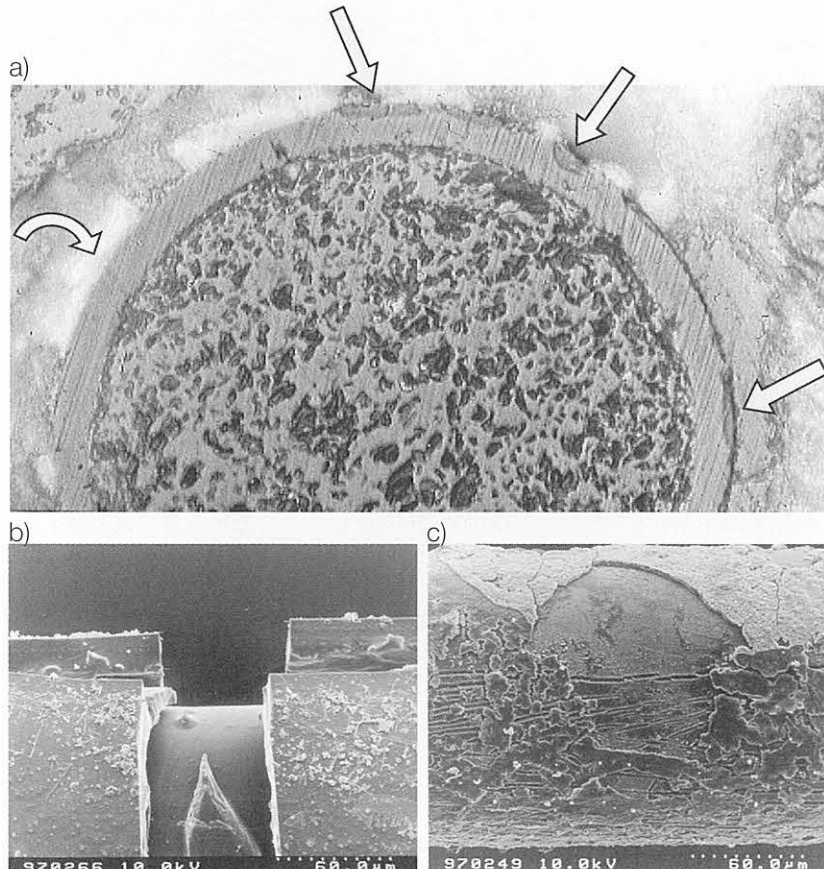


Bild 4.6:
PI-Coatings unterschiedlicher Hersteller nach betonchemischem Angriff; einmal monatlich wurde die Lösung bewegt.
a) Fa. Fiberware Berlin, 1994, 28 Tage in PZ-Mörtel eingebettet
b) Fa. SIECOR/USA, 1991, 35monatige Lagerung in wäßrigem Betonauszug (pH = 11)
c) Fa. Spectran/USA, 1997, 28 Tage in PZ-Mörtel eingebettet.

Die Folge ist ein lokaler Kontakt des optischen Glases mit der Porenlösung, aus der lokale Spannungen in der Glasoberfläche resultieren, die einen Faserbruch einleiten. Bild 4.6a zeigt ein PI-Coating nach 28 Tagen Einbettungsdauer in einen PZ-Mörtel. Nach 28tägiger betonchemischer Beanspruchung verändert sich die Coatingoberfläche (gerade Pfeile). Zusätzlich wurden in mehreren Schlickebenen Durchrisse des Coatings gefunden (gekrümmter Pfeil im Bild 4.6a). Die Bilder 4.6b und 4.6c zeigen PI-Coatings nach 35monatiger spannungsfreier Lagerung in wäßrigem Betonauszug (pH = 11). Obwohl die Schädigung der Coatings unterschiedlicher Hersteller unterschiedlich stark ist, zeigt kein PI-Coating dauerhaft stabile Eigenschaften. Besonders häufig treten Umfangsrisse im Coating auf (Bild 4.6b), die nur wenige Mikrometer groß sind.

Um die Schädigung der Glasoberfläche bei Porenlösungsangriff näher zu untersuchen, wurden PI-gecoatete Faserprüflinge¹⁴ mit defekten Stellen im Coating kombiniert chemisch und mechanisch beansprucht [BAM, 1999]. Die Prüflinge wurden analog dem Belastungsverlauf für Fasersensoren im frischen Zementleim vor Lasteintrag in der Prüfeinrichtung 5 h in Porenlösung nahezu lastfrei (mit 0,1 N) vorgealtert. Die gemessenen Verteilungen der Versagenszeit der Faserprüflinge für zwei unterschiedliche Laststufen (7 N und 10 N) sind in den Bildern 4.7a und 4.7b gezeigt. Augenscheinlich ist die von der Weibull-Verteilung abweichende (nicht-lineare) Festigkeitsverteilung der Prüflinge (Zeit bis zum Versagen) für beide Belastungsstufen. Bei größeren Belastungen streut die Ausfallverteilung breiter als bei kleineren Werten. Hier zeigt sich der dominierende Einfluß der Coating-Qualität bei chemischem Angriff. Selbst wenn die Frühausfälle als Ausreißer betrachtet und nicht gewertet werden - was in der Praxis nicht real ist - liefert die Linearisierung (gestrichelte Linien in den Bildern 4.7a und 4.7b) einen belastungsabhängigen Wert b [vgl. Gl. (4.8)]. Im Fall solcher nichtlinearen Ausfallverteilung müßte zur Abschätzung der Festigkeit (und damit der Lebensdauer) die inerte Festigkeit der Prüflinge unter Vakuum oder in LN₂-Atmosphäre gemessen werden. Dies ist jedoch bei gecoateten Faserprüflingen wegen des hohen technischen Aufwands bzw. wegen zusätzlich eingetragener thermisch-mechanischer Spannungen zwischen Coating und Glas nicht sinnvoll.

Auch die kombinierte chemisch-mechanische Beanspruchung zeigt die Untauglichkeit extrudierter PI-Coatings für Fasersensoren im betonchemischen Milieu.

Zusätzlich wurden Faserprüflinge für Zeitstandtests ausgewählt, bei denen vor Beginn der Beanspruchung keine Defekte im PI-Coating erkennbar waren. Sie wurden 14 Wochen lang in Porenlösung (pH = 13,9) einer Zugkraft von 5 N ausgesetzt. Vor Entfernung der Prüflinge aus der Prüfeinrichtung wurde die Zugkraft je einen Tag lang auf 6 N und 7 N erhöht. Die nicht gerissenen Prüflinge wurden vor ihrem Versagen im

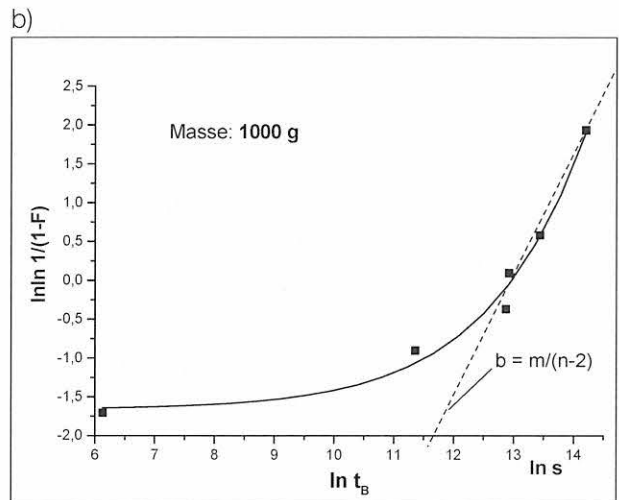
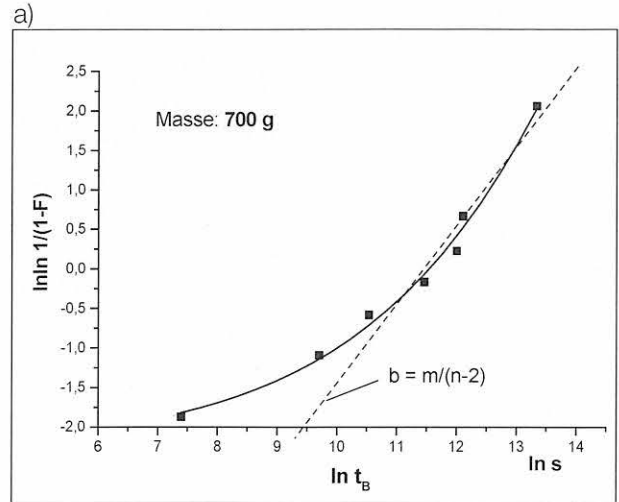


Bild 4.7: Weibull-Verteilung der Versagenszeit von Prüflingen mit vorgeschädigtem PI-Coating, gemessen im statischen Zugversuch. Länge: 500 mm, Lagerung in nachgestellter Porenlösung (pH-Wert = 13,9), vorgealtert für 5 h mit 0,1 N. Umgebungsbedingungen: r.H. = 38 %, T = 25 °C. a) Prüfkraft: 6,87 N, b) Prüfkraft: 9,81 N

REM untersucht. Die Prüflinge zeigten zahlreiche Coatingdefekte (Bilder 4.8), die erst während des chemischen Angriffs eingetreten waren und einen Durchgriff der Porenlösung auf die Glasoberfläche ermöglichen. Trotz der Schädigung des Coatings wiesen diese Faserprüflinge deutlich höhere Festigkeitswerte auf als ungecoatete Glasfasern und solche mit vorgeschädigtem Coating bei Versuchsbeginn (vgl. Weibull-Diagramme in den Bildern 4.7a und 4.7b).

Die Versuchsergebnisse machen deutlich, daß nackte optische Fasern, die nicht in Umgebungsluft vorgeschädigt worden sind, durch einen Porenlösungsangriff nicht signifikant geschädigt werden. Etwa um 50 % geringere Festigkeitswerte besitzen demgegenüber optische Fasern, die durch Umgebungseinflüsse korrodiert sind (vgl. Tabelle 4.4). Daraus folgt für Mikroverformungsmessungen in der Zementsteinmatrix, daß die Fasersensoren nackt oder mit nur sehr dünnem Coating ($\leq 1 \mu\text{m}$) eingebettet werden sollten. Ein nachträgliches Recoaten sollte auf jeden Fall vermie-

¹⁴ bereitgestellt vom IPHT e. V. Jena.

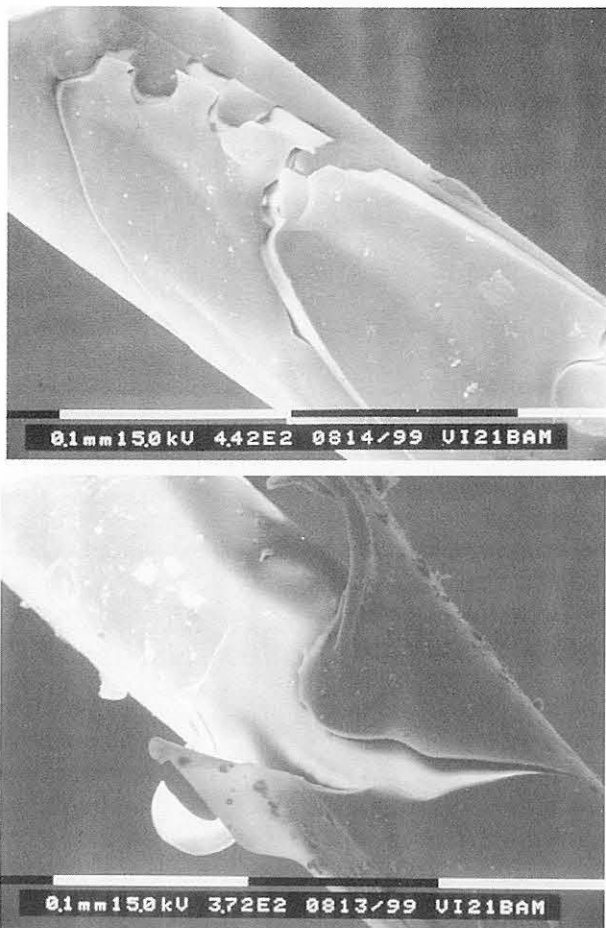


Bild 4.8:
PI-Coatingoberflächen von ungerissenen Prüflingen (Länge: 500 mm) nach kombinierter betonchemischer (pH-Wert = 13,9) und mechanischer Beanspruchung: vorgealtert für 5 h in Porenlösung mit 0,1 N, danach 3,5 Monate mit 5 N Zugkraft in Porenlösung; Zugkraftsteigerung auf 6 N und 7 N (je 1 Tag) und danach Abbruch des Zeitstandstests. Umgebungsbedingungen: r.H. = 38 %, T = 25 °C.

den werden. Das Verhalten nicht standardgemäß verwendeter Coatings wird im Kapitel 6 untersucht.

Fluorpolymer-Coating:

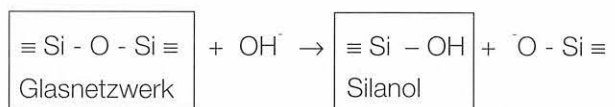
Fluorpolymer-Coatings werden bei optischen Fasern selten verwendet. Da Fluorpolymere zu den chemisch widerstandsfähigen Coatings bei alkalischer Belastung zählen, wurde eine optische Glas-Lichtwellenleiterfaser speziell mit einem UV-gehärteten Fluorpolymer-Coating HPCS der Fa. Hoechst/Frankfurt beschichtet und getestet¹⁵.

Bei beschleunigter chemischer Beanspruchung in 3 %iger Natronlauge waren nach 15 Tagen keine signifikanten Oberflächenveränderungen entlang des Faserprüflings festzustellen. In Portland-Zementmörtel zeigte die eingebettete HPCS-Faser jedoch in mehreren Mikroschichtebenen unregelmäßige Abweichungen von der konzentrischen Coatinggeometrie nach 15 Tagen Einbettungsdauer. Diese Formänderungen werden auf Erweichung des Coatings im alkalischen Milieu zurückgeführt [Habel/Polster, (1995)]. Eine chemisch nicht beanspruchte Vergleichsprobe (Faser in Epoxidharz eingebettet) zeigte diese Formänderung nicht.

4.2.2 Glasoberfläche

Das Verhalten optischer Glasfasern bei betonchemischem Angriff – weder morphologische Veränderungen der Glasoberfläche noch deren Festigkeitseigenschaften nach Kontakt mit dem alkalischen Material – wurde bisher nicht systematisch untersucht, weil die Hersteller von optischen Kommunikationsfasern eine derartige chemische Beanspruchung des Faserglases nicht in Betracht ziehen. Bereits in den Jahren 1935 bis 1939 wurden in Jena von Geffcken und Berger (1938) die chemischen Veränderungen reiner Kieselgläser und spezieller optischer Gläser (Krongläser) bei Angriff durch alkalische Lösungen untersucht. Jedoch erst durch den Einsatz faseroptischer Sensoren im Bauwesen rückt diese Problematik in den letzten Jahren erneut ins Blickfeld. Die bekannten Reaktionen zwischen Alkalisilikatgläsern und Zementleim bzw. Hydratationsprodukten des Zements sollen als Anhaltspunkte dienen.

Ein alkalischer Angriff auf eine Glasoberfläche führt prinzipiell zur Schädigung des Glasnetzwerks. Die Netzwerkschädigung ist um so stärker, je höher der pH-Wert der angreifenden Lösung ist. Die Lösung ionisiert die Silikat-Spezies des Glases, wodurch die Reaktivität der Glasoberfläche gegenüber OH⁻-Ionen zunimmt. Die OH⁻-Ionen in der Lösung (ebenso in feuchter Umgebung aus dissoziierten Wassermolekülen) sprengen die Sauerstoffbrückenbindungen und es entsteht das Organosilanol Si - OH:



Die Si - O⁻-Gruppe kann in Gegenwart von H₂O weiter reagieren, wobei wiederum Silanol und eine weitere OH⁻-Gruppe entstehen:



Falls alle vier [SiO₄]-Tetraeder-Bindungen mit Wasser (bzw. Hydroxylgruppen) reagieren, können kontinuierlich niedermolekulare, lösliche Kieselsäure-Anionen SiO₄⁴⁻ entstehen. Bereitstehendes H₂O liefert OH⁻-Ionen woraus eine pH-Wert-Erhöhung folgt. Dies hat Katalysatorwirkung und die Löslichkeit des Glases nimmt theoretisch weiter zu, bis schließlich nur lösliche monomere Kieselsäure d. h. gelöstes Glas, vorläge. Der Auflösungsmechanismus bei Glasfasern verläuft jedoch in der Praxis aus mehreren Gründen nicht kontinuierlich. Geffcken und Berger (1938) stellten fest, daß durch geringste Mengen an gelösten Glasbestandteilen der weitere Angriff gehemmt wird. Das reale Glasverhalten im alkalischen Angriff wurde wegen der zahlreichen Glaszusammensetzungen umfangreich untersucht [Wilde, (1987)], [Wijnen u.a., (1989)], [Datta u.a., (1986)]. Bei unter Spannung stehenden Fasern

¹⁵ Das Coating wurde von der Fa. Fiberware Berlin auf eine optische Standard-Glasfaser mit einem Durchmesser von 125 µm extrudiert.

werden die beschriebenen Oberflächenveränderungen am Reißgrund zusätzlich stimuliert [Gehrke, (1987)]. Obwohl sich hochreine optische Kieselglasfasern mit geringsten Verunreinigungen bzw. Dotierungen im ppm-Bereich bei Laugenangriff stark abweichend von denjenigen Glasfasern verhalten, die Alkalioxide enthalten, werden Ergebnisse aus der Untersuchung nicht-optischer Glasfasern für die Interpretation der eigenen Untersuchungsergebnisse genutzt.

Die Höhe der Schädigung des Glases hängt einerseits von der Glaszusammensetzung, andererseits von den in der angreifenden Lösung vorhandenen Komponenten (Alkalimetall-Oxiden und -Hydroxiden) ab. Hinzu kommen noch Faktoren, wie Volumen der Lösung und Temperatureinfluß. Ist das Volumen der an der Oberfläche zur Reaktion angebotenen alkalischen Lösung gering, verbraucht sie sich, und die Glasersetzung stoppt. Hat sie dagegen lösenden Charakter, werden OH⁻-Ionen nachgeliefert und der pH-Wert steigt.

Nachfolgend werden die wesentlichen, in der Literatur getroffenen, Aussagen zum Verhalten von Alkalisilikatgläsern im Kontakt mit hochalkalischen Hydratationsprodukten des Zements zusammengefaßt [Quingji u.a., (1992)], [Scholze, (1988)] und [Majumdar/Laws, (1991)]:

- Aus alkalioxidhaltigen Gläsern werden bei Kontakt der alkalischen Lösung mit der Glasoberfläche rasch die Alkalien herausgelöst („Auslaugung“).
- Durch Aufbrechen von Si-O-Bindungen („Netzwerkanlösung“) wird die Oberflächenstruktur morphologisch verändert. Es stellt sich zum einen eine sub-mikroskopische Aufräumung bzw. Abätzung von Glasbestandteilen ein. Zum anderen werden dotierte Bestandteile des Glases in tieferen Schichten beweglich. An Alkalialumo- und Alkaliborosilikatgläsern wurden jedoch auch festigkeitserhöhende Effekte unter Spannung festgestellt [Gehrke, Ullner u.a., (1990)].
- Die Lösungsrate des Glases wird signifikant von der Art der Kationen der Lösung bestimmt. Wijnen u.a. (1989) ermittelten mittels Si-NMR¹⁶-Spektroskopie im pH-Wert-Bereich von 9 ... 11 für eine Suspension aus SiO₂ und Alkalimetall-Oxiden mit einem molaren Verhältnis von SiO₂/M₂O = 3 (M bezeichnet das jeweilige Kation), daß Kalilauge KOH die höchste Auflösungsrate verursacht. Die Lösungsgeschwindigkeit des Silikat-Netzwerks von Alkaligläsern nimmt nach folgender Reihe ab:

KOH > (NaOH ≈ RbOH) > (LiOH ≈ CaOH). Im Falle höherer Alkalität (SiO₂/M₂O = 1) gibt es eine ähnliche Abhängigkeit, wobei die Unterschiede in der Lösungsgeschwindigkeit des Glasnetzwerks geringer sind. Ursache hierfür ist der niedrigere Anteil an Kationen gegenüber den OH⁻-Ionen.

- Sind leicht lösliche Komponenten in der angreifenden Lösung enthalten, können diese eine Schutzschicht aus Reaktionsprodukten bilden („Gelschichtbildung“). Die Moleküle bzw. Ionen besetzen einen Teil der Glasfaseroberfläche und hemmen die weitere Schädigung des Glases [Geffcken/Berger, (1938)], [Geffcken, (1939)]. Die leicht löslichen Komponenten können jedoch auch an Trennstellen des aufgebrochenen Si-O-Netzwerks eingebaut werden.¹⁷
- Sind andererseits schwerlösliche Verbindungen aus beispielsweise Erdalkalien (Calcium), Beryllium, Zink oder Aluminium im Glas oder in der alkalischen Lösung enthalten, so können die durch den alkalischen Angriff gelösten Glaskomponenten bzw. Kationen mit den Silikat-Anionen reagieren. Dabei entstehen schwerlösliche Schutzschichten auf der Faseroberfläche [Majumdar/Laws, (1991)]. Geffcken, (1939) bestimmte experimentell, daß Hydroxide der mehrwertigen Metalle (z. B. Ba²⁺-, Ca²⁺-, oder Al³⁺-Ionen) in Mengen von etwa 10⁻⁴ mol/Liter stark angriffshemmende Wirkung hatten. K⁺-Ionen dagegen waren wirkungslos hinsichtlich Angriffshemmung. Dieser Effekt war allerdings bei reinem Kieselglas geringer als bei Jenaer Geräteglas.

Netzwerkschädigende Einflüsse und Auslaugung treffen, wenn auch in sehr geringem Maße, ebenso für die mit extrem niedrigen Anteilen von B₂O₃ bzw. Fluor (< 0,1 ppm) dotierten Mäntel optischer Glasfasern zu. Analogien gibt es ebenso bezüglich der Entstehung einer pH-Wert-absenkenden Schutzschicht an der Glasoberfläche.

Die chemische Zusammensetzung des Zements bestimmt somit die Höhe des Angriffs eingebetteter Fasersensoren. Hat der Zement einen hohen Gehalt an Kalium oder Natrium, wie dies z. B. bei Portland-Zementen in Form des leichtlöslichen Kaliumsulfats der Fall ist, können sich bei der Hydratation die starken Basen KOH bzw. NaOH bilden. Ein hoher pH-Wert ist die Folge. Zum anderen sind Natrium-, Kalium- und Calcium-Ionen klein genug, um in die Glasoberfläche einzudiffundieren. Dies geschieht insbesondere dort, wo herstellungsbedingt nicht-brückenbildende Sauerstoff-Bindungen, freie Valenzen am Sauerstoff oder Unreinheiten im Glas den Ermüdungswiderstand verringern [Scholze, (1988)]. Rondinella und Matthewson (1990) haben für optische Glasfasern, die in Kalilauge lagerten, erwartungsgemäß die stärkste Auflösung des Glasnetzwerks beobachtet.

¹⁶ NMR – Nuclear Magnetic Resonance, weniger gebräuchliche deutsche Bezeichnungen: Kernmagnetische Resonanz- oder Kernspinresonanz-Spektroskopie.

¹⁷ Diese Tatsache initiiert die Überlegung, daß die gezielte Dotierung der Oberfläche einer optischen Faser zur Herstellung „alkaliresistenter“ Sensorfasern genutzt werden könnte. Eine Veränderung des optisch aktiven Kernbereichs der Fasern ist dabei nicht zu befürchten. Dieses Verfahren wird sich aus ökonomischen Gründen für Mikrodehnungssensoren jedoch nicht durchsetzen lassen.

Da ein Teil des während der Hydratation entstehenden Ca(OH)_2 nicht dissoziiert ist, können die Calciumhydratphasen (CH-Phasen) und Calciumsilikathydratphasen (CSH-Phasen) eine Schutzschicht auf der Glasoberfläche bilden. Dadurch sinkt im Nahbereich der Faser die Alkalität und der chemische Angriff verringert sich [Scholze, (1988)]. Solche Schutzschichten wurden von Majumdar und Laws (1991) beispielsweise auch bei der Lagerung alkaliresistenter (AR-) Fasern in wäßrigem Portlandzement-Auszug gefunden. Das Calcium war vollständig aus dem Zementauszug entfernt und auf der Oberfläche der Glasfasern als Ca(OH)_2 bzw. als Teil eines komplexen Produkts angelagert. Die Bestimmung des Zementleim/Si-Verhältnisses der Lösung erhärtete die Vermutung, daß sich CSH-Phasen als Schutzschicht gebildet haben.

Selbst bei behinderter Glasersetzung kann das gelöste SiO_2 mit den Alkalihydroxiden KOH und NaOH der Porenlösung reagieren. Die sich bildenden Reaktionsprodukte sind dickflüssige volumenvergrößernde Alkalisilikat-Lösungen, die treibende Wirkung im Grenzschichtbereich haben können.

Da das hochreine synthetische Kieselglas gegenüber Mehrkomponenten-Glasfasern sehr geringe Beimengungen von Alkalioxiden enthält (vgl. Tab. 4.1 im Pkt.4.1.1), ist die Löslichkeit in Wasser und in Laugen sehr gering. Quarz (kristallin) zeigte beispielsweise nur eine Aufrauung der Oberfläche, die eine Verbesserung der Haftung faseroptischer Sensoren zum Zementstein erwarten läßt [Knoblauch/Schneider, (1995)]. Ähnliches Verhalten konnte auch bei den optischen Fasern aus synthetischem Kieselglas mit unregelmäßigem Netzwerk festgestellt werden. Ergebnisse eigener Untersuchungen an optischen Glasfasern werden im folgenden zusammengefaßt.

Eigene Untersuchungen an optischen Glasfasern

Zur Bewertung des betonchemischen Angriffs auf das Glas von Lichtwellenleitern wurden chemisch entcoatete Faserprüflinge in Portland- und Hochofenzementmörtel-Porenlösung sowie in nachgestellter Porenlösung gelagert. Die Mörtelporenlösungen wurden nach 2 Stunden Hydratationsdauer ausgepreßt, da zu diesem Zeitpunkt die leicht löslichen Kalium- und Natriumhydroxide sowie ein Teil des zum Beginn der Hydratation schnell freiwerdenden Ca(OH)_2 dissoziiert sind. Ähnliche Untersuchungen an nicht-optischen Glasfasern wurden von Wischmann u.a. (1987) sowie von Wojnárovits und Fodor (1991) durchgeführt. Als nachgestellte Porenlösung wurde eine von Prof. Wieker¹⁸ empfohlene kaltgesättigte Ca(OH)_2 -Lösung mit 8g/l NaOH und 42g/l KOH (pH-Wert =13,9) verwendet. Diese Lösung entspricht in ihrer chemischen Zusammensetzung der Flüssigkeit, die aus dem erhärteten Zementstein eines Portlandzements ausgepreßt wird. Sie wurde auch von Wilde u.a. (1987) für die Untersuchung der Korrosion nicht-optischer Silikatgläser im Zementsteinkontakt benutzt.

Die Bewertung der Glasoberflächen hinsichtlich Oberflächenprofil- und Fasergeometrie-Veränderungen erfolgte im REM. Die benutzten Porenlösungen wurden nach Entnahme der Glasfasern chemisch analysiert. Zusätzlich wurden Veränderungen der Festigkeitseigenschaften chemisch angegriffener Glasfasern durch Zugfestigkeitsversuche bestimmt (vgl. Pkt. 4.2.3). Das optische Verhalten der Fasern während der alkalischen Angriffe wurde stichprobenweise überprüft.

Die bei Einbettung der Fasern in die Zementsteinmatrix einsetzenden chemischen und physikalischen Reaktionen an der Grenzfläche Glasfaser/Zementsteinmatrix können durch Simulation mit ausgepreßten oder nachgestellten Porenlösungen nur bedingt widerspiegelt werden, weil

- die sich im Zementleim bzw. frischen Zementstein ständig verändernden chemischen Reaktionen mit der ausgepreßten Porenlösung nicht erfassen lassen,
- durch Faserlagerung in Porenlösung die im Nahbereich von Fasern entstehende Zementstein-Porenstruktur infolge Kristallbildungen nicht nachgestellt werden kann,
- mechanische und physikalische Einflüsse der erstarrten und erhärtenden Matrix mit Porenlösung alleine nicht erfaßt werden können.

Die Simulation des Porenlösung-Angriffs ermöglicht dennoch die vergleichsweise Bewertung von chemisch-initiierten Veränderungen des optischen Glases. Um einen starken chemischen Angriff durch die Porenlösung zu simulieren, wurde für mechanische Untersuchungen diejenige mit dem pH-Wert = 13,9 verwendet. Der mechanische Einfluß auf die Oberfläche eingebetteter Fasern wird bei den Haftfestigkeitsuntersuchungen im Abschnitt 7 berücksichtigt.

Versuchsablauf und Ergebnisse der Kontrollanalysen sind in der Anlage 2 beschrieben. Die 24tägige Lagerung der optischen Glasfasern in einer Portlandzement-Porenlösung mit einem pH-Wert = 13,2 ergab, daß geringe Mengen an Glasbestandteilen in der Porenlösung gelöst worden sind. Das hochreine Kieselglas wurde durch die starken Basen KOH und NaOH im oberflächennahen Bereich geringfügig angegriffen. Da jedoch keine signifikante Zunahme von Kieselsäuregel in der Porenlösung gemessen wurde, sind offenbar nur oberflächlich die Si-O-Bindungen aufgebrochen und ist eine geringe Glasmenge abgetragen worden. Bei Hochofenzement-Porenlösung war diese Reaktion noch schwächer. Es ist zu erwarten, daß der chemische Angriff auf eingebettete Glasfasern noch geringer ausfällt, da das angebotene Poren-

¹⁸ TU Berlin, FB 9 (vormals Zentralinstitut für Angewandte Chemie, Berlin-Adlershof).

lösungsvolumen wesentlich kleiner ist als bei der Simulation. Durch den Hydratationsprozeß wird zudem das Porenwasser im Nahbereich der Glasfaser chemisch im Zementstein gebunden und verbraucht sich. Es steht dann nicht mehr zur Dissoziation der Hydroxide zur Verfügung. Zum anderen wird die Porenlösung beim Herauslösen von Silizium und der Bildung von Silanolgruppen an der Oberfläche des Glases umso schneller „neutralisiert“, je weniger Porenlösung zur Verfügung steht.

Der durch die chemische Analyse festgestellte unterschiedlich starke Angriff von Portlandzement- und Hochofenzement-Porenlösung auf die Glasoberfläche konnte durch morphologische Untersuchungen mittels REM und AFM bestätigt werden. Um den Einfluß der Dauer des Porenlösungsangriffs auf die Lichtwellenleiterfasern zu erfassen, wurden jeweils 10 bis 12 chemisch entcoatete und mit Aceton gesäuberte Glasfaserproben 1 Stunde, 6 Stunden, 24 Stunden,

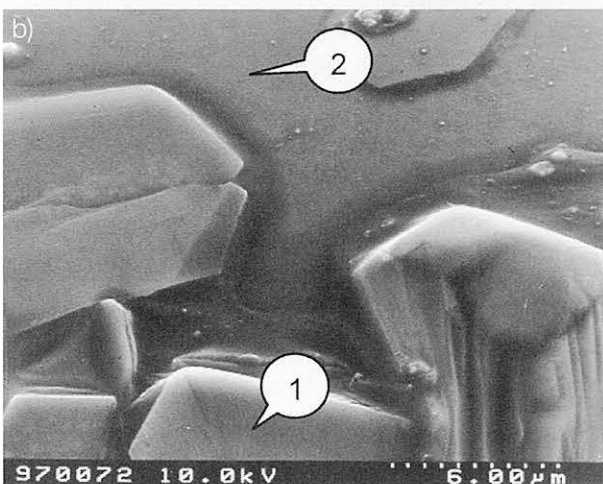
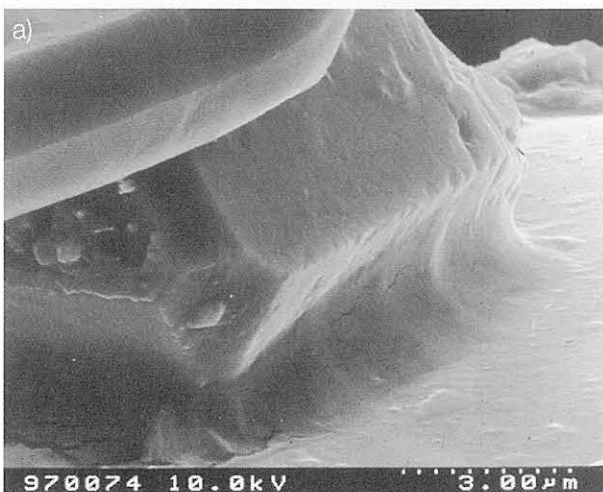


Bild 4.9:
Übergangsbereich zwischen chemisch entcoateter optischer Standardglasfaser und Ablagerungen aus CEM I-Mörtel-Porenlösung (ausgepreßt nach 2 Stunden Hydratationsdauer)

a) REM-Aufnahme nach 5 Tagen Lagerung,
b) nach 24 Tagen Lagerung.

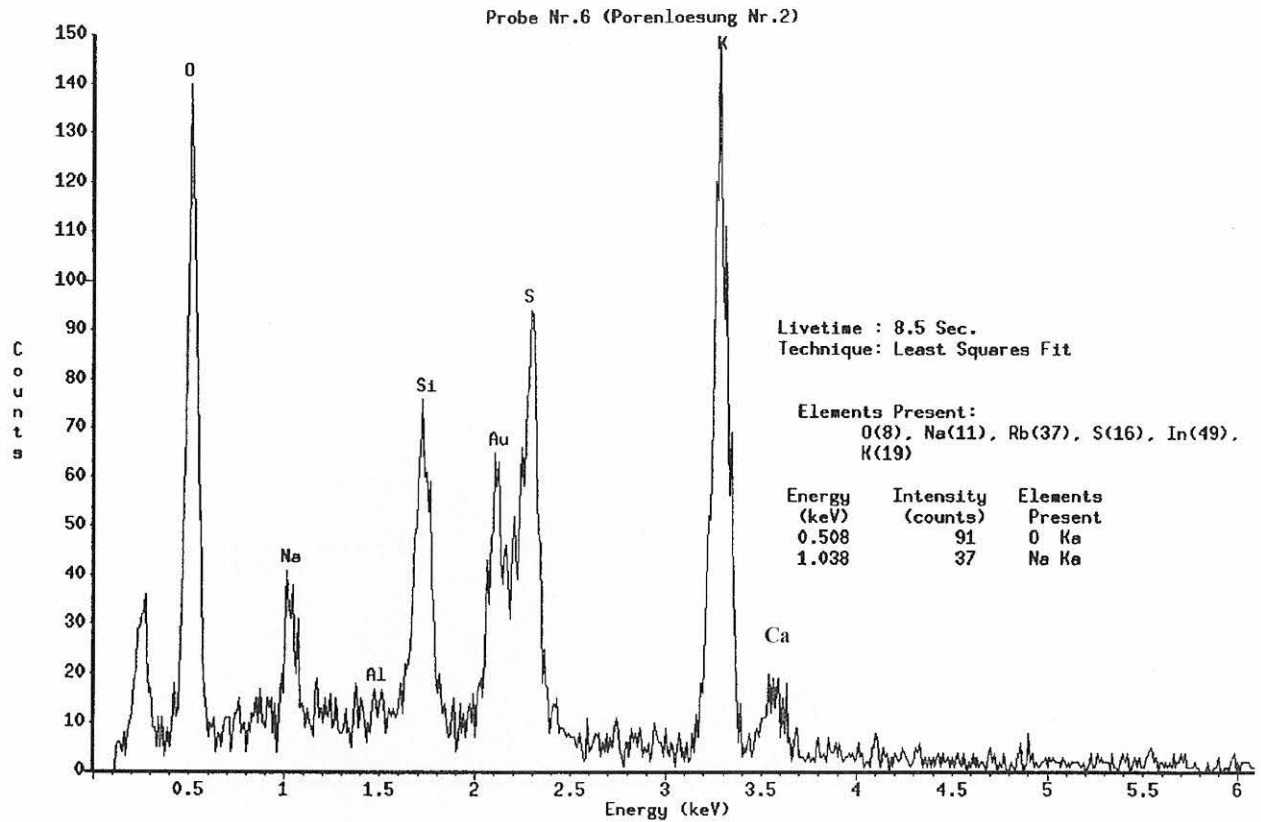
Der fließende Übergang zwischen meist tafelförmigen Ablagerungen und Glas weist auf eine Reaktion der Inhaltsstoffe der Porenlösung mit der Glasoberfläche hin.

(Die Markierungen beziehen sich auf die Orte, an denen die Röntgenanalyse durchgeführt wurde, vgl. Bilder 4.10 und 4.11.)

5 Tage und 24 Tage lang in Porenlösungen gelagert. Die Porenlösungen wurden wiederum aus Portlandzementmörtel (CEM I 32,5) und Hochofenzementmörtel (CEM III/B 32,5-NW/HS) nach 2 Stunden Hydratationsdauer ausgepreßt. Nach Ablauf der Einwirkungszeit wurden die Fasern in doppelt-destilliertem Wasser gespült und für die mikroskopische Untersuchung vorbereitet. Die Untersuchung der Glasfaseroberfläche erfolgte aus Praktikabilitätsgründen zunächst mit einem Interferenzmikroskop, um aus der Anzahl der Prüflinge jeweils 5 Stck. für die Präparation und weitere Untersuchungen am REM und AFM auszuwählen. Ausgewählte Ergebnisse aus den AFM-Untersuchungen finden sich in Anlage 2, Bilder A2.1 bis A2.3.

Die morphologische Untersuchung von in Portlandzementmörtel-Porenlösung (pH = 13,2) gelagerten Glasfaserproben zeigte nach 1 Tag Einwirkungsdauer keine signifikanten Veränderungen. Nach 5 Tagen Einwirkungsdauer wurden am Rande von abgelagerten Hydratationsprodukten fließende Übergänge zwischen Glas und Ablagerung festgestellt (Bild 4.9a). Dieser fließende Übergang zur Glasoberfläche ist nach 24tägiger Einwirkungsdauer stärker ausgeprägt (Bild 4.9b). Die Bestimmung des Oberflächenprofils ergab Vertiefungen von bis zu 3 nm nach 7 Tagen. Nach 24 Tagen sind diese Vertiefungen auf < 11 nm angewachsen (Bild A2.3 in Anlage 2). Die Ablagerungsdichte war bei Prüflingen gleicher Charge ungleich, was auf ein unterschiedliches Benetzungsverhalten der Faserproben hinweist und die Bedeutung der Benetzungswilligkeit zeigt (vgl. Kapitel 5).

Die EDX-Röntgen-Mikroanalyse (Bild 4.10) dieser typischen Ablagerungen aus der CEM I-Mörtelporenlösung zeigte, daß der Kalium- und Natriumanteil hoch ist im Vergleich zum Calcium-Anteil. Dies entspricht dem mittels Atomabsorptionsspektroskopie bestimmten hohen Anteil an dissoziierten K^+ - und Na^+ -Ionen (vgl. Tabelle A2.1 im Anhang 2), die als starke Basen offenbar die lokale Anlösung des Glasnetzwerks bewirkt haben.



Probe Nr.6 (Porenloesung Nr.2)

Column : Hitachi.Pioneer
 Take-off angle : 28.6036
 Acquisition type : eds
 Creation time : 97/02/24 11:11
 Livetime : 100
 Deadtime : 10.336
 Channels : 1024
 Channel width : 10
 Detector type : Silicon/Lithium
 Window type : norvar
 Window thickness : 0.3
 Coating material : Al
 Coating thickness : 0.04
 Contact material : Au
 Contact thickness : 0.02
 Crystal thickness : 3

Accelerating voltage : 10
 Magnification : 4000
 Charge : 25.0062
 Beam current : 1
 Beam spot size : 0
 Beam location : 0,0
 Working distance : 14
 Stage X : 0
 Stage Y : 0
 Stage Z : 0
 Stage tilt : 0
 Stage rotation : 0
 Contamination material : none
 Contamination thickness: 0

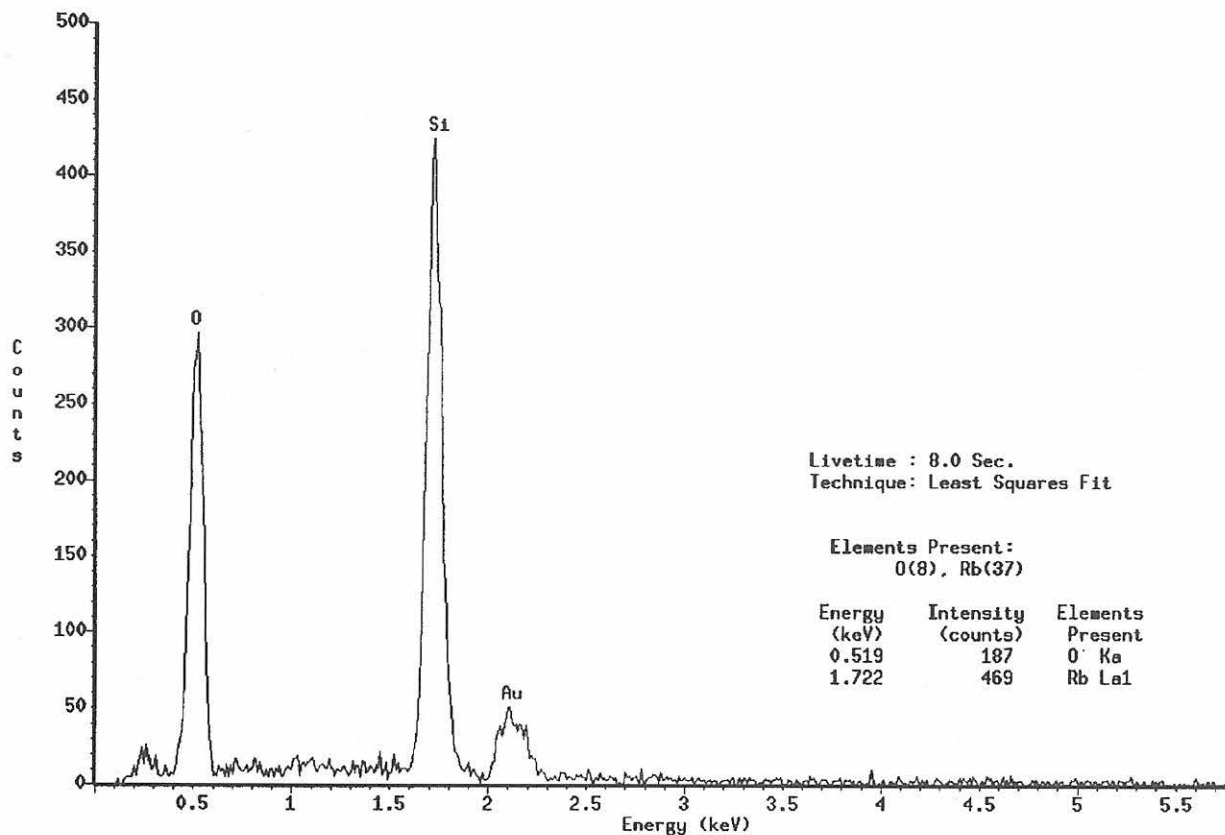
File name :

Notes:

Mon Feb 24 11:09:26 1997

Bild 4.10:

Chemische Analyse der im Bild 4.9b gezeigten Ablagerung (Markierung 1) auf einer optischen Glasfaser nach 24tägiger Lagerung in CEM I-Porenlösung. Der analysierte Bereich aus der Porenlösung zeigt einen hohen Kalium- und Natrium-Anteil gegenüber dem Ca-Anteil. Die Intensitäten der Silizium- und Sauerstoffpeaks lassen auf das Vorhandensein von Reaktionsprodukten, bestehend aus Porenlösungs- und Glasbestandteilen, schließen. Der Goldanteil ist auf die Verwendung einer Goldsputterung zurückzuführen.



Probe Nr.6 (Porenloesung Nr.2)

Column	: Hitachi,Pioneer	Accelerating voltage	: 10
Take-off angle	: 28.6036	Magnification	: 5000
Acquisition type	: eds	Charge	: 22.208
Creation time	: 97/02/24 11:18	Beam current	: 1
Livetime	: 100	Beam spot size	: 0
Deadtime	: 10.019	Beam location	: 0,0
Channels	: 1024	Working distance	: 14
Channel width	: 10	Stage X	: 0
Detector type	: Silicon/Lithium	Stage Y	: 0
Window type	: norvar	Stage Z	: 0
Window thickness	: 0.3	Stage tilt	: 0
Coating material	: Al	Stage rotation	: 0
Coating thickness	: 0.04	Contamination material	: none
Contact material	: Au	Contamination thickness	: 0
Contact thickness	: 0.02		
Crystal thickness	: 3		

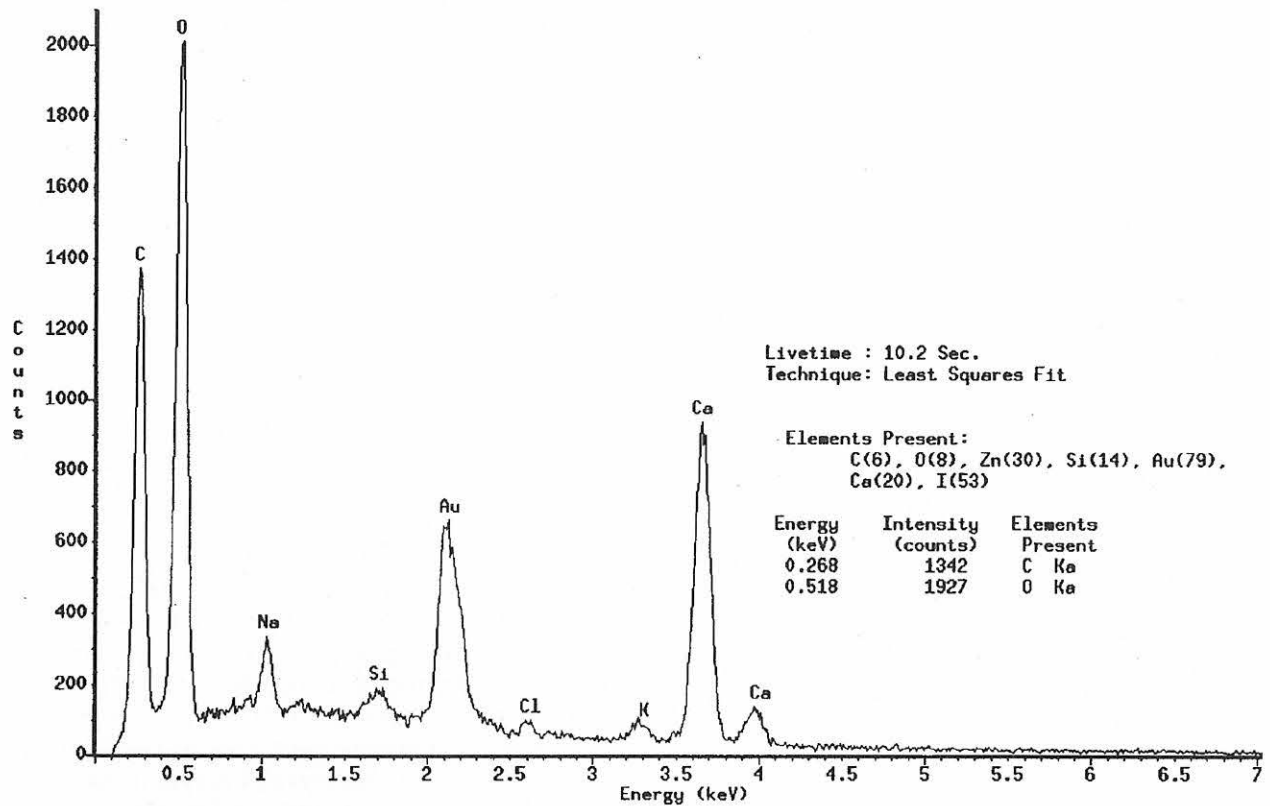
File name : /usr/home/voyager/spectra/S-P03-3/Habel/CEM2_B.eda

Notes:

Mon Feb 24 11:16:22 1997

Bild 4.11:

Chemische Analyse der im Bild 4.9b gezeigten Glasoberfläche (Markierung 2) nach 24tägiger Lagerung in CEM I-Porenlösung. Der analysierte Bereich der glatten, unbeeinflussten Glasoberfläche zeigt, daß mit dieser keine Inhaltsstoffe aus der Porenlösung reagiert haben. Der analysierte Goldanteil ist auf die Verwendung einer Goldsputterung zurückzuführen.



PROBE 5 (PÖRENLOESUNG NR.1)

Column	: Hitachi.Pioneer	Accelerating voltage	: 10
Take-off angle	: 30	Magnification	: 7000
Acquisition type	: eds	Charge	: 14.1789
Creation time	: 97/02/24 9:50	Beam current	: 1
Livetime	: 75.84	Beam spot size	: 0
Deadtime	: 21.999	Beam location	: 0.0
Channels	: 1024	Working distance	: 15
Channel width	: 10	Stage X	: 0
Detector type	: Silicon/Lithium	Stage Y	: 0
Window type	: norvar	Stage Z	: 0
Window thickness	: 0.3	Stage tilt	: 0
Coating material	: Al	Stage rotation	: 0
Coating thickness	: 0.04	Contamination material	: none
Contact material	: Au	Contamination thickness	: 0
Contact thickness	: 0.02		
Crystal thickness	: 3		

File name : /usr/home/voyager/spectra/S-P03-3/Habel/CEM1_B.eds

Notes:

Mon Feb 24 09:48:49 1997

Bild 4.12:

Chemische Analyse einer Ablagerung auf einer optischen Glasfaser nach 24tägiger Lagerung in CEM III/ B-Porenlösung. Der analysierte Bereich zeigt einen gegenüber dem Ca-Anteil geringeren Kalium- und Natrium-Anteil.

Die morphologische Untersuchung von in Hochofenzementmörtel-Porenlösung ($\text{pH} = 12,9$) gelagerten optischen Glasfasern der gleichen Charge liefert ein anderes Erscheinungsbild als bei Lagerung in PZ-Mörtel-Porenlösung. Die abgelagerten Hydratationsprodukte wiesen unterschiedliche geometrische Formen auf: rhomboedrische, flächige, gefiederte Formen und abgerundete, meist konzentrische Ringstrukturen. Fließende Übergänge zum Glasmaterial, wie bei PZ-Porenlösung beobachtet, liegen bei HOZ-Porenlösung nicht vor. Dies wird auf den geringeren Natrium- und Kaliumgehalt der Ablagerungen zurückgeführt. Demgegenüber überwiegt bei HOZ-Porenlösung der Calcium-Gehalt gegenüber dem Natrium- und Kaliumgehalt (Bild 4.12).

Zusammenfassung der Untersuchungsergebnisse

Bei mittelfristigem Porenlösungsangriff verhalten sich optische Glasfasern wie folgt:

1. Die Intensität des alkalischen Angriffs auf die Glasfaseroberfläche ist von der Wahl der Zemente abhängig. Die Oberflächenveränderungen des Glases bei Einwirkung von HOZ-Mörtel-Porenlösung waren wesentlich schwächer als die von PZ-Mörtel-Porenlösung. Erkennbare Ätzeffekte treten nur bei PZ-Mörtel-Porenlösung am Rand von Ablagerungen auf. Die nicht von Ablagerungen bedeckte Glasoberfläche wies keine Veränderungen gegenüber der Nullprobe (unbehandelte Faser) auf. Einzelne matt erscheinende Glasbereiche werden auf herstellungsbedingte Glasstörungen in den Lichtwellenleiterfasern zurückgeführt.
2. Die stärkere Ätzwirkung von PZ-Mörtel-Porenlösung wird entsprechend der Röntgen-Mikroanalyse auf die im Portlandzement enthaltenen Kalium- und Natrium-Verbindungen, die starke Basen bei der Hydratation bilden, zurückgeführt. Diese Aussagen decken sich mit denen von Rondinella und Matthewson (1990).
3. Die 24 Tage lang betonchemisch beanspruchten optischen Glasfasern wiesen in den angelösten Randzonen von Ablagerungen aus der PZ-Mörtel-Porenlösung keine Oberflächendefekte, die eine Kerbwirkung zur Folge hätten, auf.
4. Das Si-O-Netzwerk wird in einer oberflächennahen Schicht von nur wenigen Nanometern angegriffen. Die Inhaltsstoffe der Porenlösung bilden offenbar gelartige Verbindungen mit dem Silizium des Glases. Der bei PZ-Mörtel-Porenlösung stattfindende Materialtransport im Nahbereich der Ablagerungen führt bei Angriffszeiten > 24 Stunden auch zur Abätzung von Oberflächendefekten.
5. Die Ablagerungsdichte auf der Glasoberfläche schwankt mit der Lagerungsdauer in den Porenlösungen. Nicht vorbehandelte Faserprüflinge zeigten schlechtere Benetzungseigenschaften gegenüber der PZ-Mörtel-Porenlösung. Wird die Aus-

bildung einer gleichmäßigen Schutzschicht aus Hydratationsprodukten gegen einen weiteren Angriff bzw. für gute Haftung an der Zementsteinmatrix angestrebt, ist eine Vorbehandlung der Fasersensoren zur Erreichung einer guten Benetzung erforderlich (s. Pkte. 5.2 und 5.3).

6. Die entstandenen gelartigen Verbindungen einiger Hydratationsprodukte mit Glasbestandteilen bilden einen relativ festen Belag auf der Glasoberfläche (Wischtest). Solche Verbindungen können den Haftverbund der Glasfasern im Mörtel verbessern.

Eine deutliche Beeinträchtigung der Glasfaseroberfläche war erst nach mehrmonatiger bzw. mehrjähriger Lagerung in alkalischer Lösung erkennbar. Um die Veränderungen bei optischen Fasern abzuschätzen, die über große Zeitabschnitte einem chemischen Angriff ausgesetzt sind, wurden Faserprüflinge in wäßrigem Betonauszug ($\text{pH} = 11$) gelagert. Eine elektronenmikroskopische Untersuchung nach 35monatiger Lagerung zeigte, daß die von Knoblauch und Schneider (1995) festgestellte Aufrauhung von Glasfasern auch für optische Fasern zutrifft. Die an 5 Prüflingen im REM untersuchte Oberflächentopografie zeigte Tiefenunterschiede von maximal $1 \mu\text{m}$ (Bild 4.13). Die Änderung des Faserdurchmessers nach nahezu dreijährigem, ununterbrochenem chemischem Angriff (unter Luftabschluß) lag innerhalb der üblichen Geometrietoleranz der Faser ($\pm 1 \mu\text{m}$). Von den ausgewählten Faserproben konnte bei einem Faserprüfling die Auswirkung des alkalischen Angriffs bei Vorhandensein herstellungsbedingter Glasfehler beobachtet werden. Bild 4.13 zeigt eine solche Fehlstelle (Pfeil).

Vorhandene Glasstörungen führen zu Netzwerkaufbrüchen oder Auslaugungen und damit zu Querschnittsschwächungen bzw. zu einer Kerbwirkung bei Auftreten von Axialspannungen. In jedem Fall hat ein solcher Defekt die Verringerung der Zugbruchfestigkeit der Faser zur Folge. An intakten Glasfasern wurde

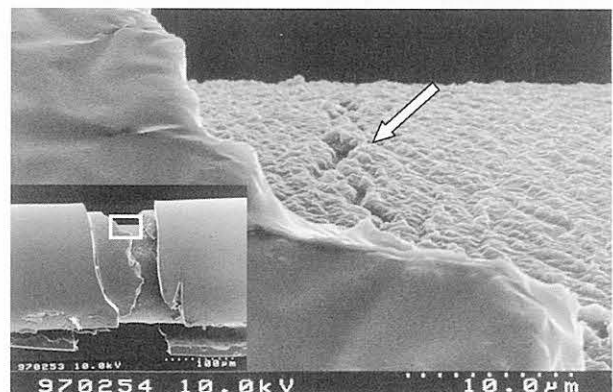


Bild 4.13: Oberfläche einer optischen Glasfaser nach 35monatiger Lagerung in wäßrigem Betonauszug ($\text{pH} = 11$); (3000fache Vergrößerung). Eine gleichmäßig raue Oberfläche muß nicht zu einer signifikanten Verringerung der Faserfestigkeit führen. Nur im Fall von Glasdefekten (Pfeil) führen Auslaugungen oder Kerben zu vorzeitigem Ausfall faseroptischer Mikrodehnungssensoren. Die Vermessung des Faserdurchmessers (links unten - 300fache Vergrößerung) ergab keine signifikante Durchmesser verringering der Glasfaser.

keine signifikante Abtragung des Glases beobachtet. Die von Scholz (1988) geäußerte Vermutung, daß Erdalkalien und insbesondere Calciumverbindungen den alkalischen Angriff durch Bildung einer Schutzschicht, z. B. aus CSH-Phasen, verringern bzw. unterbinden, scheint hier bestätigt.

4.2.3 Verfahren zur Bestimmung der Festigkeit bei chemischem Angriff

Die Folgen eines chemischen Angriffs der Glasfaseroberfläche für das Festigkeitsverhalten können allein aus den in den Punkten 4.2.1 und 4.2.2 beschriebenen morphologischen Untersuchungen nicht abgeschätzt werden. Die Festigkeit einer Faser bzw. eines Fasersensors wird auch bei chemischem Angriff durch Oberflächendefekte in der Glasfaser bestimmt. Durch Untersuchungen mit dem REM bzw. AFM konnte nicht herausgefunden werden, welchen Einfluß die Porenlösung auf vorhandene Risse in der Glasoberfläche hat. Nach Scholze (1988) sowie Gehrke/Ullner u.a. (1990) kann angenommen werden, daß in der Glasoberfläche vorhandene Rißspitzen durch die Ätzwirkung der Porenlösung „verschliffen“ werden, was eine Ausheilung von Fehlstellen bedeuten würde. Für die Bestimmung der Einsatzgrenzen faseroptischer Sensoren, die im Zementsteinmilieu beabsichtigt oder unbeabsichtigt mit alkalischem Porenwasser bzw. Hydratationsprodukten in Berührung kommen, ist letztlich die Kenntnis der Zugbruchfestigkeit chemisch beanspruchter Glasfasern wesentlich. Eine Festigkeitsvorhersage bzw. Lebensdauerabschätzung bei alkalischer Beanspruchung erfordert Beanspruchungstests unter kombinierter chemischer und mechanischer Belastung (s. Pkt. 4.1.5 und Anlage 3). Systematische Festigkeitsuntersuchungen an alkalisch beanspruchten Lichtwellenleiterfasern sind bisher nicht veröffent-

licht worden. Umfangreiche Untersuchungen unter betontypischen Einflüssen wurden nur an silikatischen Fasern mit einem SiO_2 -Anteil von nur 40% bis 65% sowie an E-Glas- und AR-Glasfasern durchgeführt [Majumdar/Laws, (1991)], [Bentur/Mindess, (1990)]. Bild 4.14 zeigt den Einfluß der Glaszusammensetzung auf die Zugfestigkeit. Die beobachtete Festigkeitserhöhung für AR-Glasfasern nach etwa 100 h Lagerung in wäßrigem PZ-Auszug kann auf eine Reaktion der Glasbestandteile mit Inhaltsstoffen der Porenlösung oder auf die angriffshemmende Wirkung von Zinkverbindungen zurückgeführt werden. Derartige Reaktionen von Glasbestandteilen mit der Matrix sind aber bei hochreinen optischen Glasfasern nicht möglich.

Die veröffentlichten Untersuchungen an optischen Glasfasern basierten auf der Messung der Zugbruchfestigkeit [Hunkeler, (1988)], [Roberts u.a., (1990)], [Yuce/Kapron, (1990)]. [Litherland u. a., (1984)] benutzten für die Untersuchung von Verstärkungsfasern für Faserbeton den SIC (strand in concrete)-Test, bei dem eingebettete Faserbündel aus einem Zementleim-Prisma ausgezogen werden. Aus der Auszieh- bzw. Abrißkraft bestimmten sie die Festigkeit der Faserprüflinge. Dieses Pull-out-Verfahren wurde bei Lichtwellenleiter-Einzelfasern mit einem Durchmesser von 125 μm erprobt¹⁹, hat sich aber nicht bewährt. Die Faserprüflinge rissen fast ausschließlich an der Austrittsstelle der Fasern aus der Mörtelmatrix. Der Randeinfluß repräsentiert nicht den Angriff auf einen im Zementstein eingebetteten Fasersensor.

Aus diesen Gründen wird in dieser Arbeit die Zugfestigkeit chemisch beanspruchter optischer Fasern im Zugversuch bestimmt, dem ein alkalischer Angriff der Faser durch Porenlösung vorausgegangen ist. Diese Methode widerspiegelt den realen Einsatzfall zwar nur bedingt, jedoch ist die Wiederholbarkeit der Tests sowie eine Ursachenforschung am getesteten Prüfling gegeben. Die Prüflinge werden den bei der Sensorherstellung vorliegenden mechanischen Beanspruchungen und Umgebungsbedingungen (Umgebungs-luftfeuchte, Stäube) ausgesetzt. Danach erfolgt der chemische Angriff. Die bei eingebetteten Sensoren kombinierten chemischen und mechanischen Beanspruchungen werden im statischen Versuch dadurch simuliert, daß der chemische Angriff für eine Dauer von 5 Stunden bei geringer oder ohne axiale Spannung (max. 8 MPa) stattfindet. Erst dann wird die Prüflast eingetragen. Im dynamischen Zugversuch wurde durch Biegung der Faser im Porenlösungsrohrchen mit einem Radius von 200 mm die Faseroberfläche (einseitig) mit einer Spannung von ≤ 50 MPa vorbelastet. Die auf diese Weise ermittelten Festigkeitswerte nackter, chemisch beanspruchter optischer Glasfasern werden mit den Festigkeitswerten von Glasfasern der gleichen Charge, die nur der Umgebungsluft ausgesetzt waren, verglichen. Die benutzte Versuchstechnik ist in Anlage 3 beschrieben.

¹⁹ BAM Berlin, Laboratorium VI. 21, Herbst 1997.

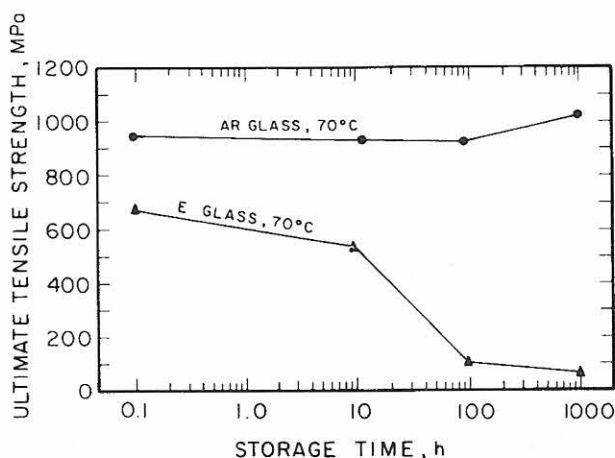


Bild 4.14: Veränderung der Zugfestigkeit von E-Glas- und AR-Glasfasern bei Lagerung in wäßrigem PZ-Auszug ($\text{pH} = 13,4$) bei 70 °C [nach Franke/Overbeck, (1987)].

4.2.4 Das Festigkeitsverhalten unbeschichteter, optischer Glasfasern unter Umgebungsbedingungen

Dynamischer Zugversuch

Vier Versuchsreihen wurden unter annähernd gleichen Bedingungen [Raumtemperatur (23 ± 2) °C, r.H. = (45 ± 3) %] durchgeführt. Die Fasern wurden mit Tetrahydrofuran (THF) chemisch entcoatet und gereinigt. Die Prüflingslänge betrug 500 mm, die Dehnungszuwachsrate 1,08 %/min. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.3 zusammengefaßt.

Die Versuchsreihen 1 bis 3 zeigen gut übereinstimmende Festigkeitswerte. In Reihe 4 wurden die Testfasern von der gleichen Trommel, jedoch von einem anderen Längenabschnitt entnommen. Hier wird der Einfluß herstellungsbedingter Schwankungen der Faserqualität bzw. sensorfertigungsbedingter Unsicherheiten auf die Festigkeit deutlich.

Die gemessenen Festigkeitswerte wurden mit den Ergebnissen einer fraktografischen Analyse der Faserstirnflächen verglichen. Hierzu wurden aus der Gesamtheit der Prüflinge, die in der Prüfmaschine eindeutig als Bruchflächen ausgemacht werden konnten, 10 Exemplare für die Untersuchung im REM ausgewählt. Bild 4.15 zeigt ein Beispiel einer gebrochenen Faserstirnfläche. Alle untersuchten Stirnflächen zeigten eine ähnliche Bruchspiegelgeometrie. Eine Zuordnung der im Zugversuch gemessenen Prüflingsexemplare zu den anschließend mittels REM untersuchten Exemplaren des Zugversuchs war mit einer Ausnahme (s. Bild 4.16) nicht möglich. Mit der von Mecholsky u.a., (1979) angegebenen Gleichung

$$\sigma_B \cdot \sqrt{R_S} = A_S \quad (4.7)$$

folgt aus der Größe des Bruchspiegels R_S des Prüflings im Bild 4.15 für die Bruchspannung ein Wert von 278 MPa. A_S ist eine Materialkonstante und beträgt für optische Glasfasern $A_S = 2,1 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$. Diese direkt von den Prüflingen abgelesenen Spannungswerte stimmen mit den in der Zugmaschine gemessenen Festigkeitsbereichen gut überein. Dieses Ergebnis bestätigt überdies die Brauchbarkeit der entwickelten Zugprüfeinrichtung für diese Versuche.

Tabelle 4.3:

Festigkeit 500 mm langer, entcoateter, unbehandelter optischer Glasfasern, gemessen im dynamischen Zugversuch (jeweils 9 Prüflinge pro Versuchsreihe)

Versuchsreihe Nr.	Zugkraft bei Bruch [N]	Bruchdehnung [%]	Bruchspannung ²⁰ [MPa]
1	3,21 ± 0,48	4,32 ± 0,70	261,4 ± 39,4
2	3,20 ± 0,35	4,25 ± 0,47	260,1 ± 28,4
3	3,04 ± 0,44	4,03 ± 0,57	247,0 ± 35,4
4	2,78 ± 0,62	2,62 ± 0,61	226,1 ± 50,2

In Versuchsreihe 4 war ein Ausreißer mit einer deutlich höheren exemplarischen Zugfestigkeit (540 MPa) enthalten (fraktografische Analyse Bild 4.16). Der wesentlich geringere Bruchspiegeldurchmesser sowie der Verlauf des Bruches verdeutlichen die höhere Festig-

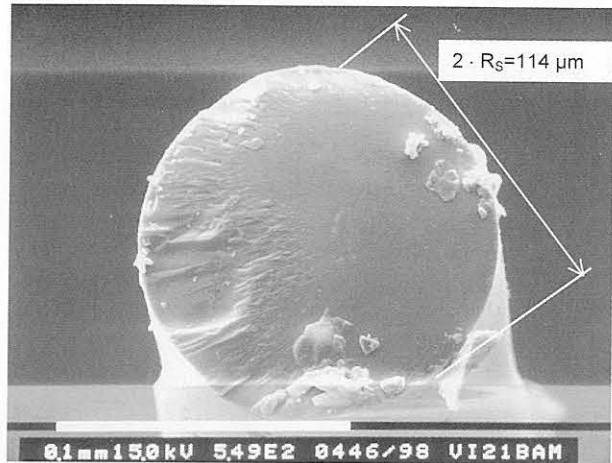


Bild 4.15: Stirnfläche einer unter natürlichen Umgebungsbedingungen bis zum Bruch gedehnten nackten optischen Glasfaser. Der Bruchspiegeldurchmesser $2 \cdot R_S$ steht in direktem Zusammenhang mit der Festigkeit der geprüften Faser [s. Gl. (4.7)]

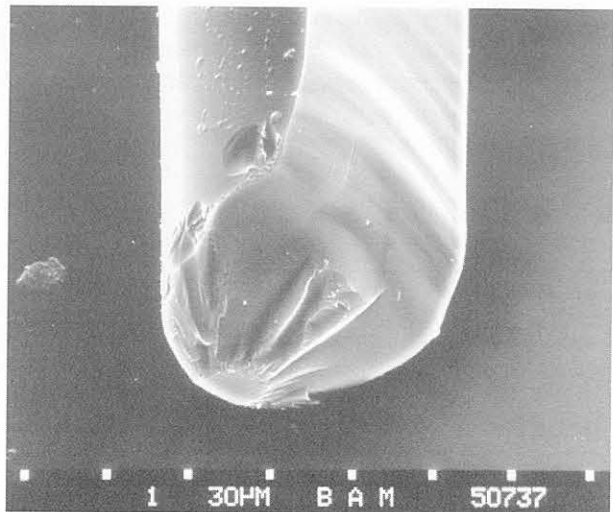


Bild 4.16: Stirnfläche eines Ausreißer-Exemplars mit einer hohen Bruchfestigkeit (aus Versuchsreihe 4 gemäß Tabelle 4.3, Meßwert dieses Ausreißers nicht gewertet).

²⁰ berechnet aus der gemessenen Zugkraft.

keit. Aus dem gemessenen Bruchspiegeldurchmesser von 29 μm folgt gemäß Gl. (4.7) eine Zugbruchfestigkeit von 551 MPa. Dieser Wert stimmt ebenfalls gut mit dem im dynamischen Zugversuch gemessenen überein. Wegen der ansonsten geringen Streuung der übrigen Meßwerte wurde dieser Ausreißer in Tabelle 4.3 nicht berücksichtigt. Er dokumentiert jedoch, daß Fasern durchaus höhere Festigkeiten erreichen, wenn keine Defekte in der Glasoberfläche vorhanden sind.

Statischer Zugversuch

Der statische Zugversuch (Zeitstandstest) mit ungeschützten optischen Fasern wurde für Vergleichszwecke mit nur einer Belastungsstufe (Kraft: 2,58 N) durchgeführt, da die Lebensdauer nackter Sensoren unter Umgebungsbedingungen (d. h. nicht eingebettet) nicht relevant ist. Nach 68 Tagen waren alle Prüf-

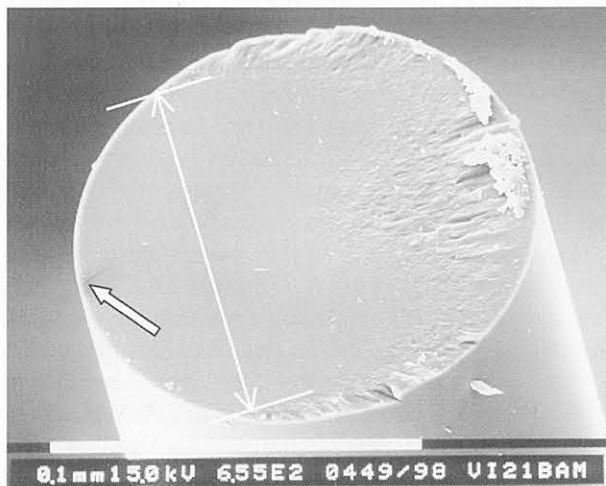


Bild 4.17: Stirnfläche einer im Zeitstandversuch unter natürlichen Umgebungsbedingungen mit 2,58 N belasteten nackten optischen Glasfaser. Der Pfeil zeigt den bruchauslösenden Defekt; die Bemaßungslinie den Bruchspiegeldurchmesser.

linge gebrochen. Die fraktografische Untersuchung von acht untersuchten Stirnflächen offenbarte jedoch bei 50 % der Prüflinge bruchauslösende Defekte in der Oberfläche (vgl. Bild 4.17). Bei den übrigen untersuchten Stirnflächen wurden solche Defekte nicht gefunden. Die Festigkeit lag entsprechend höher, d. h. die Standzeit der Prüflinge war größer (Bild 4.18).

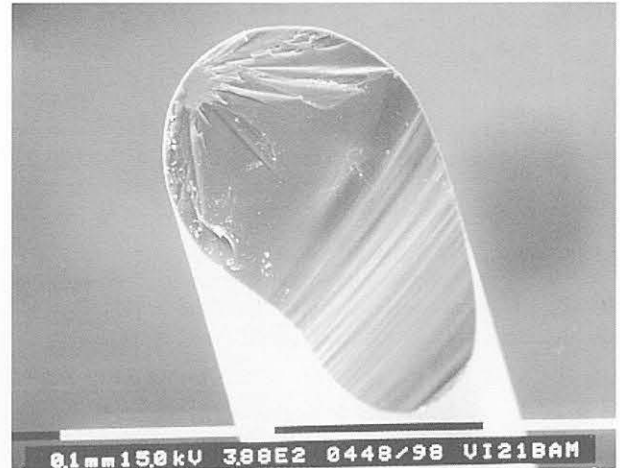


Bild 4.18: Bruchfläche einer im Zeitstandversuch unter natürlichen Umgebungsbedingungen belasteten nackten optischen Glasfaser. Die bruchauslösende Ursache ist hier nicht erkennbar. Die Bruchverzweigung weist auf eine späte Brucheinleitung und einen schnellen Bruchfortschritt hin. Die Bruchspannung kann gemäß Gleichung (4.7) mit $\sigma_B \approx 620$ MPa abgeschätzt werden.

4.2.5 Das Festigkeitsverhalten betonchemisch beanspruchter, unbeschichteter optischer Glasfasern

Das Festigkeitsverhalten nackter optischer Glasfasern variiert mit der Beanspruchungsdauer in Porenlösung. Die Tabellen 4.4 und 4.5 zeigen die im dynamischen Zugversuch gemessenen mittleren Festigkeiten optischer Glasfasern, abhängig von Beanspruchungsdauer und pH-Wert.

²¹ berechnet aus der gemessenen Zugkraft, die Meßunsicherheit berücksichtigt die Streuung der gemessenen Ergebnisse.

Tabelle 4.4:

Festigkeit entcoateter, betonchemisch beanspruchter optischer Glasfasern nach unterschiedlich langer Lagerung in nachgestellter Porenlösung (pH = 13,9), gemessen im dynamischen Zugversuch an jeweils 12 Prüflingen (Länge 500 mm, Dehnungsrate 1,08 %/min).

Beanspruchungsdauer	Zugkraft bei Bruch [N]	Bruchdehnung [%]	Bruchspannung ²¹ [MPa]
1 Stunde	3,05 ± 0,59	4,04 ± 0,84	247,61 ± 48,27
24 Stunden	3,05 ± 0,34	4,06 ± 0,69	248,07 ± 36,25
14 Tage	3,20 ± 0,18	4,32 ± 0,24	260,35 ± 14,97

Tabelle 4.5:

Festigkeit entcoateter, betonchemisch beanspruchter optischer Glasfasern nach unterschiedlich langer Lagerung in CEM III/B-Mörtel-Porenlösung (pH = 12,9), gemessen im dynamischen Zugversuch an jeweils 9 Prüflingen (Länge 500 mm, Dehnungsrate 1,08 %/min).

Beanspruchungsdauer	Zugkraft bei Bruch [N]	Bruchdehnung [%]	Bruchspannung ²¹ [MPa]
1 Stunde	4,84 ± 0,40	4,79 ± 0,44	393,73 ± 32,54
6 Stunden	5,06 ± 0,42	4,19 ± 0,40	411,38 ± 16,27
24 Stunden	4,61 ± 0,65	3,65 ± 0,58	375,15 ± 52,88
14 Tage	4,05 ± 0,90	3,91 ± 1,10	329,45 ± 73,21

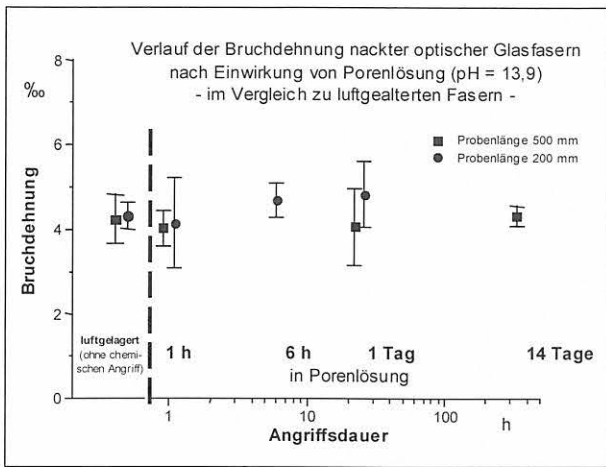


Bild 4.19: Bruchdehnung 500 mm langer, nackter optischer Glasfasern (dynamischer Zugversuch) in Abhängigkeit von der Einwirkungsdauer einer Porenlösung mit einem pH-Wert von 13,9.

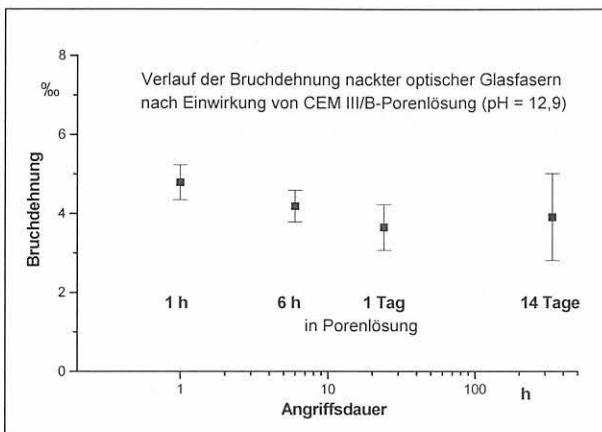


Bild 4.20: Bruchdehnung 500 mm langer, nackter optischer Glasfasern (dynamischer Zugversuch) in Abhängigkeit der Einwirkungsdauer einer CEM III/B-Mörtel-Porenlösung (pH = 12,9).

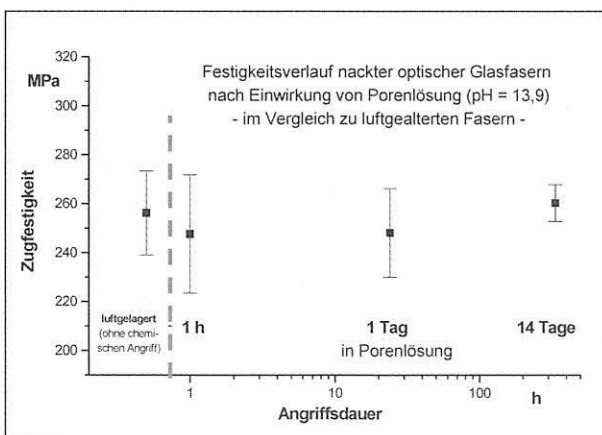


Bild 4.21: Berechnete Zugfestigkeit nackter optischer Glasfasern (gemäß Bild 4.19) in Abhängigkeit der Einwirkungsdauer einer nachgestellten Porenlösung mit einem pH-Wert von 13,9.

Die Bilder 4.19 und 4.20 zeigen die Bruchdehnung in Abhängigkeit der Dauer des chemischen Angriffs auf die Glasfaseroberfläche. Im Bild 4.21 ist der aus den gemessenen Bruchdehnungen berechnete Zugfestigkeitsverlauf für in Porenlösung (pH = 13,9) gelagerten Glasfasern dargestellt.

Durch wiederholte, voneinander unabhängige Messungen im dynamischen Zugversuch konnte bestätigt werden, daß sich die Festigkeit spannungsloser optischer Glasfasern nach mehrtägigem Kontakt mit hochalkalischer Porenlösung (pH = 13,9) gegenüber der Festigkeit unter Raumluftbedingungen nicht verringert. Nach einer Stunde Porenlösungsangriff sinkt zunächst die Festigkeit um 3,4 % im Mittel. Danach steigt die Festigkeit wieder an. Nach 14tägiger Einwirkungsdauer ist ein tendentieller Festigkeitsgewinn von 1,6 % (im Mittel) zu beobachten. Derartige Festigkeitsanstiege - insbesondere bei pH-Werten um 13,5 bis 14 - wurden von mehreren Autoren für unterschiedliche Glasarten nachgewiesen. Wiederhorn und Johnson, (1973) stellten fest, daß reines Kieselglas im neutralen Bereich und bei pH-Werten um 14 die größte Resistenz gegenüber Ermüdung besitzt. Uhlmann und Kreidel (1980) führten die höhere Festigkeit auf ein „Glätten“ der in der Faseroberfläche vorhandenen Mikrorisse zurück. Dieser Umstand ist auch als chemisches Polieren bekannt. Gehrke (1987) beobachtete Festigkeitserhöhungen bei alkalidotierten Gläsern, was auf Alkaliauslaugung zurückgeführt wurde. Ebenso wurden festigkeitsrelevante Änderungen der Rißgeometrie bei Gläsern mit hohen Auflösungsraten festgestellt. Da die Auflösungsraten bei optischen Glasfasern äußerst gering sind (< 0,5 µm/a, vgl. Bild 4.13) und eine Alkaliauslaugung nicht möglich ist, wird der festigkeitserhöhende Effekt nicht auf „Abrundung“ der Rißspitzen in der Oberfläche der Fasern, sondern - wie auch von Gehrke, Ullner u.a. (1990) - auf Gelschichtbildung im Rißgrundbereich zurückgeführt. Dieser Vorgang benötigt offenbar, wie die Festigkeitsmessungen betonchemisch beanspruchter Fasern zeigten, eine Mindestangriffszeit von wenigen Stunden.

Bei geringerer Alkalität der Porenlösung, z. B. in CEM III/B-Mörtel-Porenlösung mit einem pH-Wert von 12,9, wurde ein geringfügig größerer Festigkeitsverlust gegenüber chemisch unbelasteten Fasern festgestellt. Der bei alkalischen Lösungen mit höherem pH-Wert beobachtete Festigkeitsgewinn nach längerer Einwirkungsdauer ist geringer. Der „Poliereffekt“ an optischen Glasfasern im alkalischen Milieu nimmt somit mit sinkendem pH-Wert ab. German und Yannacopoulos (1997) fanden deutliche Festigkeitsverluste bei pH-Werten ≤ 10. Aus Untersuchungen der Bruchspiegel von in CEM III/B-Mörtel-Porenlösung spannungsfrei gelagerten optischen Glasfasern folgten Festigkeitswerte, die in der Größenordnung unbehaltener Glasfasern liegen. Diese Tendenz im Festigkeitsverhalten kann auf geringe Gelschichtbildung an den Rißspitzen zurückgeführt werden (Bild 4.22).

Die bei den Festigkeitsmessungen gewonnenen Ergebnisse wurden durch rasterkraftmikroskopische Untersuchungen der chemisch beanspruchten Oberflächen erhärtet. Die Bilder 4.23a und 4.23b zeigen beispielhaft die geringe Rauigkeit der Glasoberfläche nach einständiger und einwöchiger spannungsfreier Lagerung in nachgestellter Porenlösung mit einem pH-

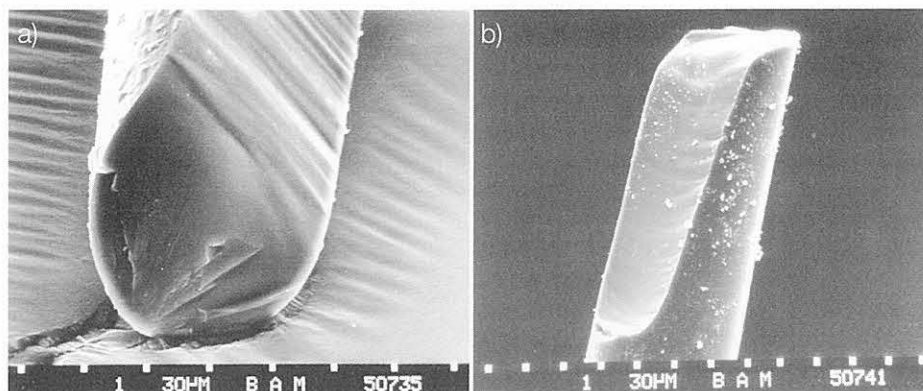


Bild 4.22:

Bruchflächen (dynamischer Zugversuch) von 24 Stunden spannungsfrei in Porenlösungen gelagerten nackten optischen Glasfasern,
 a) in CEM I-Mörtel-Porenlösung ($\text{pH} = 13,2$),
 b) in CEM III/B-Mörtel-Porenlösung ($\text{pH} = 12,9$).

(Bruchverzweigung und Bruchverlauf weisen auf einen schnellen Bruchfortschritt nach Brucheinleitung hin.)

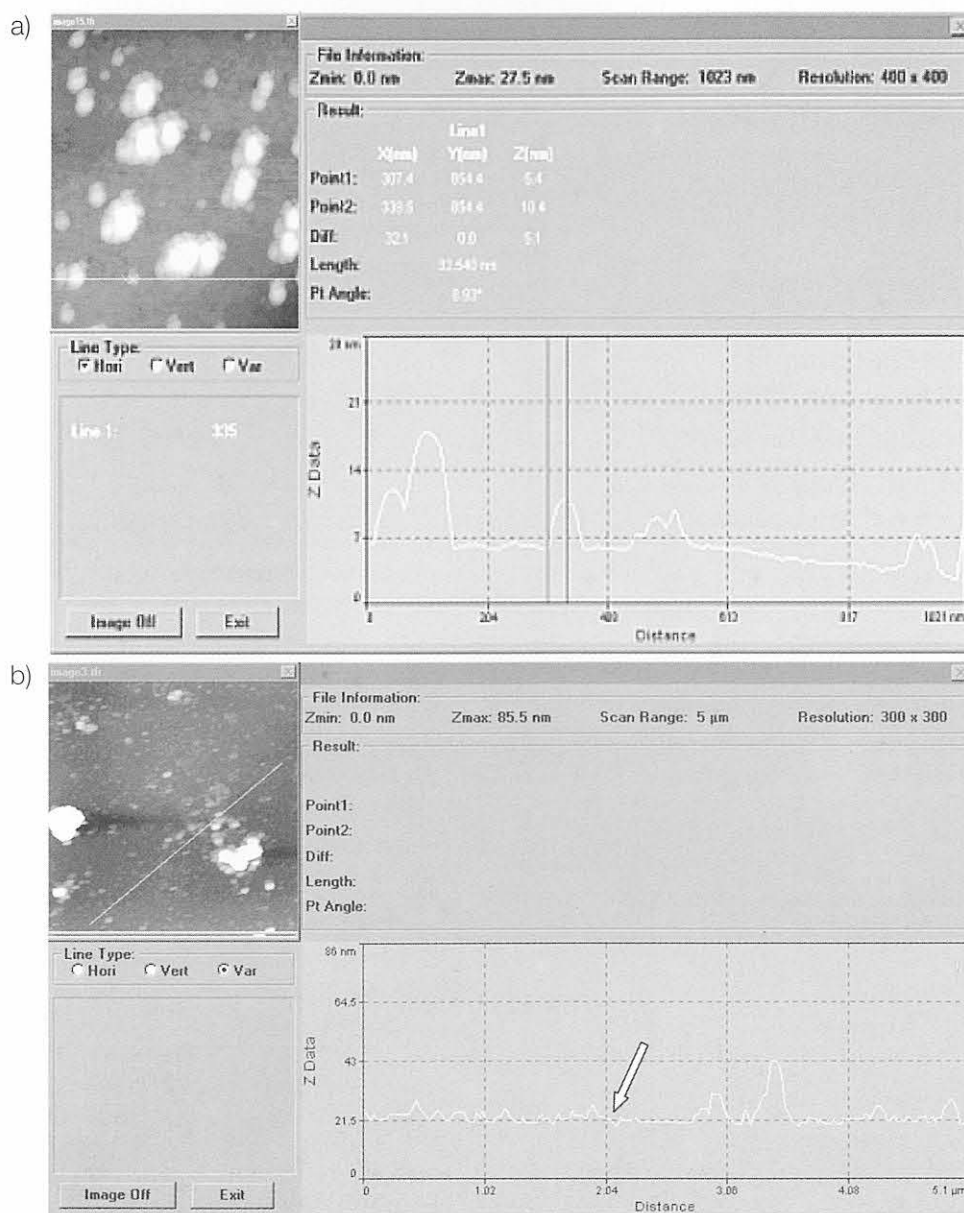


Bild 4.23:

Rasterkraftmessung der Oberflächenrauigkeit betonchemisch beanspruchter optischer Glasfasern (pH -Wert der Porenlösung: $\text{pH} = 13,9$)

a) Spannungsfreie Lagerung: 1 Stunde

Die Neigung der Profilkurve folgt aus der lagebedingten Fasergeometrie auf dem Probenträger.

b) Spannungsfreie Lagerung: 1 Woche

An der Position 2,1 μm (Pfeil) ist ein materialbedingter Defekt in der Oberfläche zu erkennen.

Wert von 13,9 (Auswahl aus Untersuchungen an 5 Prüflingen). Bild 4.23b zeigt eine eher untypische Vertiefung in der Glasoberfläche (Pfeil), die auf einen Glasgefügedefekt aus der Faserherstellung zurückgeführt werden muß (vgl. Bild 4.13). Die Rauhtiefe²² der Glasfaseroberfläche betrug nach einstündiger Lagerung 0,5 nm. Nach einwöchiger Lagerung wurden einzelne Vertiefungen in der Oberfläche mit einer maximalen Tiefe von 1,9 nm gemessen. Auch hier sind sehr wahrscheinlich materialbedingte Defekte für die Vergrößerung ausschlaggebend. Fehlerfreie Oberflächenbereiche zeigten nach einwöchiger Lagerung keine meßbaren Veränderungen in der Oberflächenrauigkeit. Bei chemisch nicht-beanspruchten, 14 Tage nur in Umgebungsluft gelagerten optischen Glasfasern der gleichen Charge, wurden maximale Rauhtiefen von 8,9 nm gemessen. Die Untersuchungen ergaben, daß durch betonchemischen Angriff nur sehr geringe Mengen an Oberflächenglas abgetragen bzw. angelöst werden. Die zuvor an der Luft korrodierte Glasoberfläche wird dadurch geglättet. Dies kann als Ursache dafür angesehen werden, daß sich die Festigkeit von direkt in Zementstein eingebetteten Glasfasersensoren nicht so gravierend verschlechtert, wie allgemein vermutet bzw. artikuliert wird. Bei Portlandzement-Matrizes ist dieser Effekt eher zu erwarten als bei denen auf Basis von alkaliarmen Zementen.

4.2.6 Lebensdauerabschätzung für betonchemisch beanspruchte, ungeschützte optische Glasfasern

Die Lebensdauer betonchemisch beanspruchter nackter optischer Glasfasern kann aus den im statischen und dynamischen Zugversuch gemessenen Daten abgeschätzt werden. Gemäß Bild 4.24 und Bild 4.25 werden aus Zeitstandversuchen mit eingetragenen Zugspannungen unterschiedlicher Größe der Spannungsrißkoeffizient sowie die Weibull-Parameter $t_B(1)$ und b bestimmt. Aus dynamischen Zugversuchen an 14 Tage lang in Porenlösung (pH = 13,9) gelagerten Prüflingen folgt die Weibull-Verteilung der Zugbruchspannung gemäß Bild 4.26 und der Weibull-Parameter m .

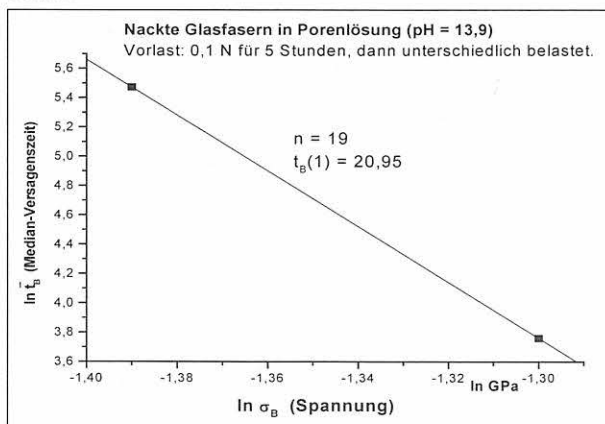


Bild 4.24: Bestimmung der mittleren Versagenszeit nackter, in Porenlösung gelagerter optischer Glasfasern aus unterschiedlichen Zugbeanspruchungsniveaus

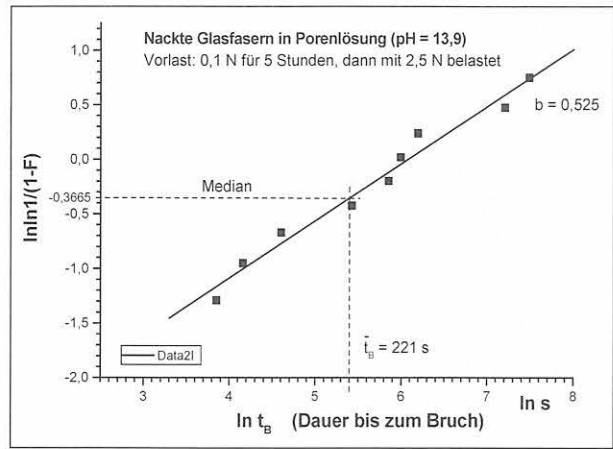


Bild 4.25: Weibull-Verteilung der Lebensdauer nackter, wie im Bild 4.24 gelagerter Fasern bei der Spannung $\sigma_a = 200$ MPa (F - kumulative Ausfallwahrscheinlichkeit).

Aus dem dynamischen Zugversuch nackter, 14 Tage in Porenlösung (pH = 13,9) gelagerter optischer Glasfasern kann der Weibull-Parameter m bestimmt werden.

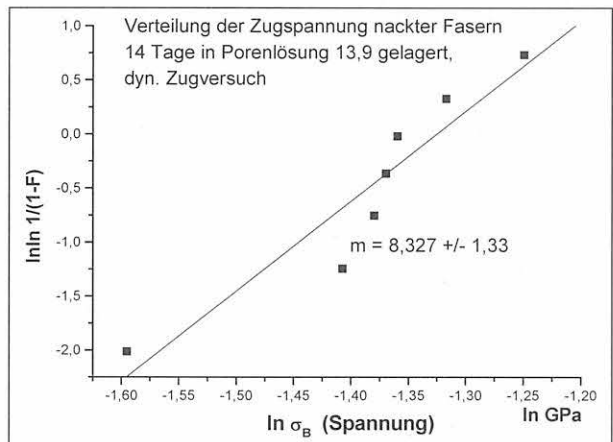


Bild 4.26: Weibull-Verteilung der dynamischen Festigkeit nackter, 14 Tage in Porenlösung (pH = 13,9) gelagerter optischer Glasfasern (F - kumulative Ausfallwahrscheinlichkeit).

Für die experimentell ermittelten Festigkeitseigenschaften der optischen Glasfasern ist der von Roberts u.a. (1991) angegebene funktionale Zusammenhang zwischen den Anstiegen b , n und m

$$b = \frac{m}{n-2} \tag{4.8}$$

im Vergleich beider Testmethoden (statisch, dynamisch) erkennbar, obwohl unterschiedlich lange Standzeiten in der Porenlösung vorlagen.

Aus Bild 4.25 folgt für den Medianwert der Lebensdauer (bei 50 % Ausfallwahrscheinlichkeit) eines mit 250 MPa zugbeanspruchten nackten, in Porenlösung gelagerten Fasersensors die Versagenszeit von 221 s.

²² Die Rauhtiefe ist definiert als der größte Abstand des Istprofils vom geometrisch-idealen Profil als Bezugsprofil. Die Zahlenangaben beziehen sich auf den maximalen Abstand der Extrema.

Bei gleicher Belastung, die einer Dehnung von 0,28 % entspricht, sinkt die Lebensdauer für die Annahme einer 10 %igen Ausfallwahrscheinlichkeit auf 0,3 s. Hier bestätigt sich, daß die nackte optische Glasfaser infolge Fehlstellen empfindlicher auf Spannungen reagiert als die beschichtete Glasfaser (vgl. Pkt. 6.2.4). Der Einsatz nackter (ungeoateter) Fasersensoren ist aber bei flexiblen Mikrodehnungssensoren notwendig. In diesem Fall sind die Spannungen bzw. Dehnungen des Glasmaterials sehr gering. Daher kann die Lebensdauer für geringere Spannungsbeanspruchungen abgeschätzt werden.

Für eine angenommene maximale Zugspannung im Fasersensor von 70 MPa (entspricht 0,1 % Dehnung) und für eine Ausfallwahrscheinlichkeit von 10 % folgt aus den experimentell ermittelten Ausfallverteilungen (Bilder 4.24 und 4.25) eine Lebensdauer von 14,5 Jahren. Im Kapitel 6 wird gezeigt, daß die Lebensdauer der Fasersensoren durch alternative Coatings deutlich verbessert werden kann.

4.3 Fazit - Glasbehandlung oder Sensorcoating?

Lichtwellenleiter-Standard-Coatings aus der Kommunikationstechnik, die nicht für die Einbettung in zementgebundene Baustoffe gedacht und zudem nicht auf dehnungsübertragende Eigenschaften hin optimiert sind, kommen als Sensorcoatings in der Zementsteinmatrix nicht in Betracht. Da das hochreine optische Kieselglas für Lichtwellenleiter (einschl. zugehöriger Komponenten aus gleichem Material) bei Porenlösungsangriff im bisher beobachteten Zeitraum von ca. 5 Jahren nicht zerstört wird, kann dieses Material für flexible (d. h. nahezu spannungsfrei betriebene) Fasersensoren eingesetzt werden. Die im dynamischen Zugversuch gemessene Festigkeit fehlerfreier optischer Glasfasern unter betonchemischem Einfluß von 200 MPa entspricht einer mittleren Zugbruchdehnung von 0,28 %. Um eine langfristige Funktion nackt eingebetteter Sensoren auch bei entstehender Zugspannungsbeanspruchung zu gewährleisten, sollten diese nicht höher als mit 10 % der Zugbruchdehnung, d. h. mit maximal 0,25 %, beansprucht werden. Werden nackte, in der Matrix eingebettete Fasersensoren dauerhaft axialen Spannungen von mehr als 15 MPa ausgesetzt, werden zur Reduzierung des Rißwachstums in der Oberfläche alternative, sehr dünne Coatings benötigt, die unter Zementsteineinfluß stabil bleiben.

Bei der Wahl langzeitstabiler Coatings müssen ökonomische Aspekte berücksichtigt werden, um eine Anwenderakzeptanz zu erreichen. Folgende Forderungen ergeben sich für nachträglich auf lokale faser-

optische Mikrodehnungssensoren aufzubringende Coatings:

- einfache und preisgünstige Aufbringung unmittelbar nach Fertigung des Sensors
- festigkeits- und lebensdauererhöhende Wirkung
- Vermeidung eines zusätzlichen E-Modul-Sprungs an der Grenzfläche Sensor/Matrix, d. h. Coatingdicke von wenigen Mikrometern oder angepaßter E-Modul des Coatings (Coatingdicken von einigen zehn Mikrometern, wie sie bei der Anwendung von Kommunikationsfasern für Sensoren üblich sind, schützen die Fasern zwar gegen kurzzeitig hohe Zugbelastungen, führen aber bei Sensoren zu Problemen. Je größer die Coatingdicke ist, desto größer wirkt sich die Temperaturabhängigkeit auf die optischen Eigenschaften, insbesondere die Dämpfung, aus. Bei Temperaturen $< 0\text{ °C}$ kann durch in der Faser erzeugte Mikrobiegungen die optische Dämpfung gravierend ansteigen [Miller, (1979)] bzw. der Dehnungsübergang wird nichtlinear [Trutzel u.a., (1999-1)])
- Langzeit-Formstabilität im alkalischen Medium und unter Last (nicht ausreichend steife Coatings kriechen bei Dehnung)
- minimales Quellen bzw. Schrumpfen bei Feuchtigkeits- oder Temperaturänderungen
- zuverlässige Haftung des Coatings an der Glasoberfläche (bei nicht genügender Diffusionsdichtigkeit sammelt sich zwischen Glasoberfläche und Coating Wasser und führt zum Ablösen des Coatings)
- ausreichende Haftfähigkeit des Sensorcoatings an der Matrix im geforderten Meßbereich.

Neben physikalischen Eigenschaften sind technologische Randbedingungen zu beachten. Beim Aufbringen der Sensorcoatings müssen die besonderen Bedingungen im Umgang mit ungeschütztem, optischem Glasmaterial beachtet werden, weil sowohl EFPI- als auch Faser-Bragg-Gitter-Sensoren²³ nach der Herstellung ungeoatet vorliegen. Die Handhabbarkeit der Sensoren ist daher eingeschränkt und zwingt zur Wahl einer möglichst spannungsfreien Behandlung des Sensorbereichs.

Folgende Verfahren wurden für die nachträgliche Behandlung der Fasersensoren geprüft:

- Abscheidung bzw. Aufdampfung einer dünnen Metallschicht [Uhlmann/Kreidel, (1980)],
- Abscheidung einer Karbonschicht [Uhlmann/Kreidel, (1980)],
- Bepolymerisierung der Faseroberfläche im Plasma [Huber u.a., (1997)],
- chemische Behandlung der Oberfläche mit anorganisch-organischen Schichten (z. B. Silanen,

²³ Eine Ausnahme bilden Ziehturm-Gitter, die während des Faserziehprozesses eingeschrieben und mit einem endgültigen Coating überzogen werden.

ORMOCEREn, Nanoschichten) [Wojcik u.a., (1993)], [Martin u.a., (1995)] bzw. Beimengung von silikatischen Partikeln in polymere Schichten [Rondinella u.a., (1993-2)],

- Dotierung des oberflächennahen Glasbereichs mit Ionen²⁴, z. B. Zr⁴⁺ [Majumdar/Laws, (1991)], die einerseits die Angriffsfläche für netzwerk lösende Reaktionen verringern, andererseits bei ausreichender Größe gegenüber vorhandenen Ionen Druckspannungen in der Oberfläche erzeugen; auf diese Weise wird die Glasbeständigkeit bei Spannungsbeanspruchung erhöht [Scholze, (1988)].

Von Wojcik u.a. (1993) wurde festgestellt, daß organisch modifizierte, silikatische Coatings, aufgebracht auf gut benetzbare optische Glasfasern, festigkeitsverbessernde Wirkung im alkalischen Milieu aufweisen. Es wurde angenommen, daß diese Beschichtung mit der alkalischen Lösung chemisch reagiert. Die Schichtdicken der verwendeten Coatings waren allerdings mit 0,2 mm recht groß. Der E-Modul lag im Bereich von 8,3 MPa bis 215 MPa und ist damit für Sensoren ungeeignet.

Aus der Betoninstandsetzung sind Silane, die mit der Zementsteinmatrix chemisch reagieren, bekannt. Andererseits werden Silane auf optische Glasfasern auch als Schlichte aufgebracht. Wird die Sensoroberfläche mit einem hochverdünnten Silan behandelt, so wird folgende Reaktion bei Einbettung des Fasersensors in die Zementsteinmatrix erwartet: Während der Hydratation des Zements reagiert die alkalische Porenlösung mit dem Silan und bildet eine Schutzschicht. Zugleich gelangt die Porenlösung an die noch spannungsfreie Glasoberfläche. Scholze (1988) hat gezeigt, daß eine infolge des alkalischen Angriffs auf der Glasoberfläche entstandene leicht bewegliche Schicht genutzt werden kann, um Oberflächendefekte auszuheilen. Die Wahl von Alkylsilanen als Schlichte auf der Glasoberfläche soll somit zum einen die ausheilende Wirkung der Porenlösung nutzen. Zum anderen verspricht die Verbindung der Schlichte zum Glas und zur Zementsteinmatrix eine gute Haftung des Sensors. Die gemeinsam mit dem Zementleim sich bildende Schutzschicht auf der Glasoberfläche könnte den alkalischen Angriff auf die später spannungsbeanspruchte Faser abwehren.

Eine weitere Alternative zu konventionellen Coatings ist die Bepolymerisierung der Glasoberfläche mit einer hochvernetzten Polymerschicht der Dicke um 1 µm. Alkali resistente Harze und Lacke wurden als alternative Beschichtung verworfen, da diese bei Feuchtigkeitseinflüssen quellen bzw. nicht ausreichend diffusionsdicht sind [Majumdar/Laws, (1991)]. Extrudierte organische Coatings, die an der Oberfläche anliegen, sollten für eingebettete Sensoren ebenso gemieden werden, da nach längerer Zeit Feuchtigkeit die Glasoberfläche erreicht und Spannungsrißkorrosion auslöst. Bei Zugbelastung der Glasfaser führt kontinuierliches Rißwachstum in der Glasfaseroberfläche zum

Versagen. Die wirksamste Alternative zu extrudierten Polymercoatings ist ein hermetisch dichtes, metallisches Coating, das jedoch nur für große Sensorstückzahlen effizient hergestellt werden kann.

Hinsichtlich praktikabler Aufbringungstechniken für die Coatings, z. B. Lagern im Flüssigkeitsbad, Tauchen des Sensors, Aufsprayen oder elektrostatisches Aufbringen der Coatingschicht, sind unter dem Aspekt einer diskontinuierlichen Sensorherstellung nur die Behandlung der Glasoberfläche in einem chemischen Bad und die Abscheidung einer vernetzten Polymerschicht im Plasma sinnvoll.

Sowohl das Aufsprayen des Coatings auf die sehr dünnen Fasern als auch das Tauchen der Fasern in viskoses Coatingmaterial (z. B. Lacke) führt zu Inhomogenitäten und wulstartigen Verdickungen. Die Folge ist unsymmetrisches Schrumpfen, wodurch Mikrobiegungen im Sensor entstehen. Der Dehnungsübergang wird damit gestört. Elektrostatisches Beschichten setzt das vorherige Aufbringen einer leitenden Schicht, d. h. einen zusätzlichen Arbeitsgang, voraus. Der Vollständigkeit wegen sei die Dotierung (Ionenimplantation) des oberflächennahen Glasbereichs der Sensoren erwähnt. Dieses Verfahren ist jedoch nur bei Herstellung einer größeren Anzahl von Fasersensoren effizient durchführbar.

²⁴ Eine höhere Alkalibeständigkeit oxidischer Gläser wurde auch festgestellt, wenn ein Teil der Brückensauerstoffe durch Stickstoff ersetzt wird, der zu dreifachen Verknüpfungen des Netzwerks führt, anstelle der nur zweifachen durch Sauerstoff. Ebenso führt die Einbringung bestimmter Mengen an seltene-Erden-Oxiden oder die Verwendung einer Schlichte, die Polyhydroxi-Phenol als chemischen Inhibitor enthält, der langsam in alkalischer Umgebung freigelassen wird, zur Erhöhung der Beständigkeit [Scholze, (1988)].

4.4 Quellenangaben

- Annovazzi-Lodi, V.; Donati, S.; Merlo, S. (1998): Data Failure Analysis of Bent Optical Fibres. In: Communication Cables and Related Technologies. (Ed.: A. L. Harmer) IOS Press, 162-169.
- BAM-Forschungsbericht, 1999: Untersuchung an Faser-Bragg-Gittern für Verformungsmessungen an Bauteilen und Bauwerken. Forschungsvorhaben Nr. 0501-S-0400/ Vh 9106 (IPHT e. V. Jena). 1. Teilbericht, Oktober 1999.
- Bentur, A.; Mindess, S. (1990): Fibre Reinforced Cementitious Composites. Elsevier Applied Science. London, New York. Kapitel 8: Glass Fibres.
- Blumenauer, H.; Pusch, G. (1973): Bruchmechanik - Grundlagen, Prüfmethode, Anwendungsgebiete. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig.
- Bogatyrev, V.A.; u. a. (1988) : Mechanical Strength of Long-Length Vitreous Silica Glass Optical Fibers. In: Fiber Optics (Ed.: Dianov, Y., M.) Nova Science Publishers. Commack, 79-95.
- Bogatyryov, V.A.; Bubnov, M.M.; Dianov, E.M.; Rummyantzev, S.D.; Semjonov, S.L. (1991): Mechanical reliability of polymer-coated and hermetically coated optical fibers based on proof testing. Optical Engineering **30**, 690-699.
- Datta, A.B.; Gupta, A.P.; Paul, A. (1986): Alkaline durability of glass fibre containing SiO_2 , PbO and Al_2O_3 . J. of Materials Science **21**, 2633-2642.
- DIN 1164-31, (1990): Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement; Bestimmung des Hüttensandanteils von Eisenportland- und Hochofenzement und des Traßanteils von Traßzement Ausgabe:1990-03.
- DIN ISO 695, (1994): Glas; Beständigkeit gegen eine siedende wäßrige Mischlauge; Prüfverfahren und Klasseneinteilung; Ausgabe:1994-02.
- DIN EN 61757-1, (1999): LWL-Sensoren. Teil 1: Fachgrundspezifikation. Ausgabe September 1999.
- Dunken, H.; u. a. (1980): Physikalische Chemie der Glasoberfläche. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie. Leipzig.
- Fanderlik, I. (1983): Optical Properties of Glass. Elsevier Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo. (Kapitel 7: Modifying the Optical Properties of Glass by the Application of Layers.)
- France, P.W.; u. a. (1980): Liquid nitrogen strengths of coated optical glass fibres. J. of Materials Science **15**, 825-830.
- Franke, H. (1959): Lexikon der Physik (3 Bände), Franckh'sche Verlagshandlung Stuttgart.
- Franke, L.; Overbeck, E. (1987): Loss in strength and damage to glass fibres in alkaline solutions and cement extracts. Durability of Building Materials **5**, 73-79.
- Geffcken, W. (1939): Der Angriff von alkalischen Lösungen auf Glas und seine Beeinflussung durch gelöste Ionen (Teil I). Kolloid-Zeitschrift **86**, 11-15.
- Geffcken, W.; Berger, E. (1938): Grundsätzliches über die chemische Angreifbarkeit von Gläsern II. Glas-technische Berichte **16**, 296-304.
- Gehrke, E. (1987): Zum Einfluß von Oberflächenkorrosionsprozessen auf die Festigkeit und das Ermüdungsverhalten von Silikatgläsern. Silikatechnik **38**, 10-13.
- Gehrke, E.; Ullner, C.; Hähner, M. (1990): Effect of corrosive media on crack growth model glasses and commercial silicate glasses. Glastechnische Berichte **63**, 255-265.
- German, N.; Yannacopoulos, S. (1997): Environmental effects on the mechanical integrity of optical fibers. Optical Engineering **36**, 1438-1442.
- Glaesemann, G.S.; Gulati, S.T. (1991): Design methodology for the mechanical reliability of optical fiber. Optical Engineering **30**, 709-715.
- Habel, W. (1997): Bauteilintegrierbare Fasersensoren für Verformungskontrolle und Langzeitmonitoring von Massivbauwerken. Workshop „Meßtechnische Probleme bei Betrieb, Überwachung und Kontrolle von Talsperren, Staudämmen und Staumauern“. Scientific Report. J. of the Mittweida University of Technology and Economics (FH) **3**, 59-75.
- Habel, W.; Hofmann, D.; Hillemeier, B. (1997): Deformation Measurements of Mortars at Early Ages and of Large Concrete Components on Site by Means of Embedded Fiber-optic Microstrain Sensors. Cement and Concrete Composites **19**, 81-102.
- Habel, W.; Polster, H. (1995): The Influence of Cementitious Building Materials on Polymeric Surfaces of Embedded Optical Fibers for Sensors. Journal of Lighthwave Technology **13**, 1324-1330.
- Hämmerle, W.: (1995): Persönliche Information Dr. Hämmerle (FiberCore Jena GmbH) Dez. 1995.
- Helmich, M.; Rauch, F. (1993): On the mechanism of diffusion of water in silica glass. Glastechnische Berichte **66**, 195-200.
- Huber, F.; Springer, J.; Muhler, J. (1997): Plasma Polymer Membranes from Hexafluor-octane/Hydrogen Mixtures for Separation of Oxygen and Nitrogen. J. of Applied Polymer Science **63**, 517-1526.
- Hunkeler, F. (1988): Über die Spannungsrißkorrosion bei Glasfasern. Bulletin ASE / UCS **79**, 22-27.

- IEC-793-1-3, (1995): International Standard (CEI-IEC 793-1-3): Optical fibres. International Electrotechnical Commission (IEC).
- Kapron, F.P.; Yuce, H.H. (1991): Theory and measurement for predicting stressed fiber lifetime. *Optical engineering* 30, 700-708.
- Knoblauch, H.; Schneider, U. (1995): *Bauchemie*. Werner-Verlag GmbH Düsseldorf. 4. Auflage.
- Kuka, G. (1996): Persönliche Information Dr. Kuka (Fiberware GmbH Berlin), März 1996.
- Labs J. (1989): *Verbindungstechnik für Lichtwellenleiter*. VEB Verlag Technik Berlin.
- Liertz, H. (1987): Tensile Strength of Optical Waveguides and its Dependence on Sample Length. *Siemens Forschungs- und Entwicklungsberichte* 7, 16-17.
- Litherland, K.L.; Maguire, P.; Proctor, B.A. (1984): A test method for the strength of glass fibres in cement. *Int. J. of Cem. Composites and Lightweight Concrete* 6, 39-45.
- Majumdar, A.J.; Laws, V. (1991): *Glass Fibre Reinforced Cement*. BSP Professional Books. London Edinburgh Boston Melbourne Paris Berlin Vienna 1991.
- Martin, A., R.; Hayes, A., A.; ,Fernando, G., F.; Hale K., F. (1995): Impact damage detection in filament wound tubes utilizing embedded optical fibres. *Proc. on Smart Sensing, Processing and Instrumentation*. Proc. of SPIE 2444, 490-501.
- Matthewson, M.J. (1993): Optical fiber reliability models. *Proc. of Fiber Optics Reliability and Testing*. Proc. of SPIE CR 50, 3-31.
- Mecholsky, J.J.; Freiman, S.W.; Morey, S.M. (1979): Fracture Surface Analysis of Optical Fibers. In: *Fiber Optics - Advances in Research and Development*. (Ed. by Bendow, B.; Mitra, S.) Plenum Press, New York, London, 187-208.
- Metcalfe, A.G.; Schmitz, G.K. (1972): Mechanism of stress corrosion in E glass filaments. *Glass Technology* 13, 5-16.
- Mießeler, H.-J.; Thiel, W. (1993): Protokoll für den Einbau der Lichtwellenleitersensorstäbe in die Stahllitzenfelsanker 88 und 99 der Ederstaumauer. *Technischer Bericht Nr. 93-08*, SICOM GmbH Köln.
- Miller, R.A. (1979): An Overview of Optical Waveguide Coatings. In: *Fiber Optics - Advances in Research and Development*. (Ed. by Bendow, B.; Mitra, S.) Plenum Press, New York, London, 77-103.
- Nagel, S.R. (1986): Reliability Issues in Optical Fibers. *Proc. on Reliability Considerations in Fiber Applications*. Proc. of SPIE 717, 8-20.
- Qingji, Y; Daneng, H.; Guoying, Y. (1992): Durability of medium-alkali glass fibre reinforced super low alkali cement. *Fibre Reinforced Cement and Concrete*. Ed.: Swamy. Proc. of the 4. Intern. RILEM-Symposium 1992. E & FN Spon London.
- Roberts, D.R.; Cuellar, E.; Kennedy, M. (1990): Fiber construction for improved mechanical reliability. *Proc. on Fiber Optics Reliability: Benign and Adverse Environments IV Proc. of SPIE* 1366, 129-136.
- Roberts, D.R.; Cuellar, E.; Kennedy, M.T.; Ritter jr., J.E. (1991): Calculation of static fatigue lifetime of optical fiber. *Optical Engineering* 30, 716-727.
- Rondinella, V.V.; Matthewson, M.J. (1990): Ionic Effects on Silica Optical Fiber Strength and Models for Fatigue. *Proc. Fiber Optics Reliability: Benign & Adverse Environments IV Proc. of SPIE* 1366, 77-84.
- Rondinella, V.V.; Matthewson, M.J. (1993-1): Effect of chemical stripping on the strength and surface morphology of fused silica fiber. *Proc. Fiber Optics Reliability and Testing: Benign and Adverse Environments VI., Proc. of SPIE* 2074, 52-58.
- Rondinella, V.V.; Matthewson, M.J.; Foy, P.R. (1993-2): Enhanced fatigue and aging resistance using reactive powders in the optical fiber buffer coating. *Proc. Fiber Optics Reliability and Testing: Benign and Adverse Environments VI Proc. of SPIE* 2074, 46-51.
- Scholze, H. (1988): *Glas - Natur, Struktur und Eigenschaften*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York London Paris Tokyo. 3. Auflage.
- Senior, J.M. (1985): *Optical Fiber Communication: Principles and Practice*. Englewood Cliffs, London: Prentice Hall International, Kapitel 4: Optical Fibers, Cables and Connectors.
- Trutzel, M.; Siegling, H.-F.; Betz, D.; Sangkohl, R.; Holz, M.; Staudigel, L.; Martin, W.; Krump Holz, O. (1998): *Neue Sensorkonzepte für den Adaptiven Flügel*. Deutscher Luft- und Raumfahrt Kongreß. Bremen, 7 Seiten (Preprint).
- Trutzel, M.; Betz, D.; Holz, M.; Staudigel, L.; Krump Holz, O.; Siegling, H.-F.; Sangkohl, R.; Martin, W.; Mühlmann, H.-C.; Müllert, T.; Ahrendt, H. (1999-1): Investigation of Fiberoptic Bragg Grating Sensors for Applications in the Aviation Industry. 13th Int. Conf. on Optical Fiber Sensors (OFS 13), Kyongju/Korea. Proc. of SPIE 3746, 624-627.
- Uhlmann, D.R.; Kreidel, N.J. (1980): *Glass: Science and Technology*. Vol. 5: Elasticity and Strength in Glasses. Academic Press, New York, London, Toronto, Sydney, San Francisco.
- Ullner, Ch.; Gehrke, E. (1986): Effect of Step Size in Incremental Loading Tests. *J. of American Ceramics Society* 69, C267-268.

Unger, H. G. (1982): Optische Nachrichtentechnik I. Fernuniversität Gesamthochschule Hagen, Fachbereich Elektrotechnik. (Kurseinheit 08: Linsenleiter, Resonatoren und Strahlwellen im Raum.)

Wiederhorn, S.M.; Bolz, L.H. (1970): Stress Corrosion and Static Fatigue of Glass. *J. of the American Ceramic Society* 53, 543-548.

Wiederhorn, S., M.; Johnson, H. (1973): Effect of Electrolyte pH on Crack Propagation in Glass. *J. of the Am. Ceramic Society* 56, 192-197.

Wijnen, P.W.J.G.; u.a. (1989): Silica Gel Dissolution in Aqueous Alkali Metal Hydroxides Studied by ^{29}Si -NMR. *J. of Non-Crystalline Solids* 109, 85-94.

Wilde, P.-M.; Forkel, K.; u. a. (1987): Untersuchung zur Korrosion von Silikatgläsern nach Langzeitlagerung in einem wäßrigen, basischen, zementanalogen Medium bei Raumtemperatur mittels Anwendung der Elektronenstrahlmikroanalyse. *Silikatechnik* 38, 183-186.

Wishmann, F.G.; Forkel, K.; u. a. (1987): Vergleich verschiedener alkalischer Medien zur Testung der Zementresistenz von Gläsern. *Silikatechnik* 38, 66-68.

Wojcik, A.B.; Klein, L.C.; Rondinella, V.V.; Matthewson, M.J.; Foy, P.R. (1993): Organically modified silicate coatings for optical fibers. *Proc. Fiber Optics Reliability and Testing: Benign and Adverse Environments VI Proc. of SPIE 2074*, 135-141.

Wojnárovits, I., Fodor, M. (1991): Modellung of chemical and morphological changes of silicate fibres used in a Portland cement matrix. *Glastechnische Berichte* 64, 155-160.

Yuce, H.H.; Kapron, F.P. (1990): Use of Fatigue measurements for fiber lifetime prediction. *Proc. on Fiber Optics Reliability: Benign and Adverse Environments IV. Proc. of SPIE 1366*, 144-156.

5 Optimierung der Adhäsionseigenschaften optischer Fasern für die Einbettung

Dieses Kapitel beschreibt die unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten ausgewählten Verfahren zur Verbesserung der adhäsiven Eigenschaften faseroptischer Sensoren. Da die Haftung steifer Fasersensoren in der Matrix wesentlich durch die Benetzbarkeit der Faser selbst oder durch die Glaskapillare bestimmt wird, bei polymergecoateten aber gering und bei nackten, gereinigten Fasern nicht optimal ist, wurde das optische Glas zunächst im Sauerstoff-Plasma physikalisch modifiziert. In einem weiteren Schritt wurde eine Alkylsilan-Schicht aufgebracht. Bei der Silanisierung werden verbleibende reaktive Gruppen auf der Oberfläche genutzt, um eine Haftungsverbesserung zu erreichen.

Für die Bewertung der erreichten Benetzbarkeit (Adhäsionsbereitschaft) der Glasfaseroberflächen kommt die dynamische Kontaktwinkelmessung nach dem Wilhelmy-Prinzip zum Einsatz. Der Einfluß der Modifizierungen auf die Festigkeit der Glasfasern wurde durch statische und dynamische Zugversuche untersucht.

Die ausführliche Beschreibung der modifizierten Wilhelmy-Methode befindet sich in Anlage 4. Die Modifizierungen im Sauerstoffplasma und durch Silanbehandlung werden in der Anlage 5 beschrieben.

5.1 Bedeutung der adhäsiven Eigenschaften eingebetteter Glasfasern - Haftungsmechanismen

Flexible EFPI-Mikrodehnungssensoren werden über Mitnehmer, die am Sensor angebracht sind, in der Matrix fixiert. Steife EFPI-Sensoren und Faser-Bragg-Gitter-Sensoren können nicht formschlüssig fixiert werden, da sich bei Fasergittern Formschlußelemente nur mit hohem Zusatzaufwand anbringen lassen und Mitnehmer an steifen EFPI-Sensoren zu Spannungskonzentrationen in der eigentlichen Meßzone führen. Aus meßtechnischer Sicht wird zwar eine Oberflächenstrukturierung der Mikrodehnungssensoren angestrebt, diese ist jedoch technisch aufwendig und kann zur Verringerung der Zugfestigkeit führen.

Weil unbeschichtete bzw. sehr dünn beschichtete Sensoren (vgl. Pkt. 7.3) die Dehnung besser übertragen können, werden sie bei einigen Meßvorhaben unbeschichtet oder nackt direkt in die Zementsteinmatrix eingebettet [Habel/Hillemeier u.a., (1998)], [Slowik u.a., (1999)]. Zur Erreichung eines zuverlässigen Dehnungsübergangs müssen mit Ausnahme des flexiblen Fasersensors diese am Meßobjekt (Matrix) haften. Der Dehnungsübergang kann hier nur erreicht werden durch:

- spezifische Adhäsion: Bindungen werden durch physikalische Wechselwirkungen und chemische Reaktionen aufgebaut,
- mikromechanische Verhakung: Mikrostrukturierte oder poröse Faseroberflächen bewirken Formschlüssigkeit zur Matrix bzw. zum Meßobjekt.

Da für eingebettete Mikrodehnungssensoren mechanische Verhakung¹ nicht in jedem Fall erreichbar ist, wird in dieser Arbeit eine Haftung zwischen Adhärens (Glasfaser) und Adhäsiiv (Mörtelmatrix, ggf. vermittelt einer Grenzschicht) auf der Basis von mikromechanischer und spezifischer Adhäsion, d. h. durch chemische Bindungen, Ionenbindungen und Ausbildung zwischenmolekularer Kräfte, angestrebt.

Die Adhäsion (Haftung), hervorgerufen durch zwischenmolekulare Kraftwirkungen zwischen Sensor und Matrix, bestimmt die Dehnungsübertragung von der Matrix zum Sensor. Das Adhäsionsvermögen wird maßgeblich durch Oberflächen- und Grenzflächeneigenschaften von Sensor und Matrix bestimmt. Bei den eingebetteten Fasersensoren spielt insbesondere deren Oberflächenspannung eine Rolle, da diese die Benetzbarkeit des sensitiven Elements widerspiegelt. Eine Optimierung der adhäsiven Eigenschaften von Fasersensoren erfordert die Kenntnis des jeweiligen Zustands der Faseroberfläche. Dies erfolgt durch deren Charakterisierung, woraus der Erfolg gezielter Veränderungen der Oberflächenspannung bewertet werden kann. Zur Charakterisierung können folgende Methoden der physikalischen Chemie genutzt werden: Bestimmung des energetischen Zustands, des elektrostatischen Potentials, der topologischen Struktur (Morphologie des Glases) und der chemisch-reaktiven Funktionalität der Oberfläche.

Optische Glasfasern und Glaskapillaren besitzen aufgrund der sehr hohen Reinheit eine weitgehend inerte Oberfläche. Eine optimale Haftung zur umgebenden Matrix ist nur durch gezielte Vorbehandlung des Sensormaterials zu erreichen. Vor der Beschreibung der benutzten Verfahren zur Verbesserung der Haftung von Glasoberflächen an zementgebundenen Materialien sollen zunächst die Adhäsionsmechanismen, die auf spezifischer Adhäsion beruhen, erläutert werden.

In der Literatur, z. B. von Hoecker (1996), werden Methoden zur Verbesserung der adhäsiven Eigen-

¹ Die mechanische Adäsion von glatten, mikrostrukturierten Oberflächen leistet einen gewissen Beitrag zur Gesamthaftung. Dieser Anteil ist nicht einfach zu quantifizieren und sollte nicht überbewertet werden. Physikalisch aufgeraute Oberflächen können wegen der größeren verfügbaren Kontaktfläche einen deutlichen Beitrag zur molekularen Adhäsion liefern.

schaften von Fasern ausführlich beschrieben. Eine Wertung der Vielzahl der die Adhäsion beschreibenden Theorien ist nicht Gegenstand dieser Arbeit. Die relevanten physikalischen Wechselwirkungen und chemischen Reaktionen werden nur insoweit angesprochen, wie sie Basis für die durchgeführten Maßnahmen zur Haftungsverbesserung von Glasfasern für die Einbettung in Zementmörtel sind. Im Vordergrund steht die Ausbildung chemischer Bindungen zwischen Glasfaser und Matrix unter Nutzung eines Haftvermittlers. Die physikalischen Wechselwirkungen (Dipol-Dipol-Wechselwirkungen und zwischenmolekulare Bindungen) werden berücksichtigt, da diese einen bestimmten Beitrag liefern.

Nach Fertigstellung des Fasersensors liegt die Oberfläche des optischen Glases prinzipiell unbehandelt oder beschichtet vor. Da nachträglich gecoatete Sensoren für die Dehnungsübertragung problematisch sind, wird hier zunächst die Einbettung nackter Sensorfasern zugrunde gelegt. Als erster Schritt hierzu wird der energetische Zustand der Glasoberfläche bestimmt.

Glasoberflächen unterscheiden sich hinsichtlich ihres energetischen Zustands vom Innern des Glases, da die Atome an der Oberfläche für die Bildung einer räumlichen Gitterausdehnung keine Bindungspartner haben. Neben der im vorangegangenen Kapitel diskutierten Rückwirkungen der topologischen Oberflächenbeschaffenheit auf die mechanische Festigkeit ändert sich auch die chemische Beschaffenheit des Glases an der Oberfläche. Zur qualitativen Bewertung des Zustands der Glasoberfläche wird diese als aus mindestens einer Atomlage bestehend betrachtet. Während des Faserziehprozesses aus der Schmelze stellt sich zunächst der Zustand geringster Oberflächenenergie ein. Durch unmittelbar anschließendes Beschichten der Faser mit einem polymeren Coating wird eine Reaktion der erstarrten Glasoberfläche mit H_2O aus der Luftfeuchtigkeit unterbunden. Der Polymerüberzug haftet an der Glasoberfläche mittels elektrostatischer und zwischenmolekularer Wechselwirkungen. Im Kontaktbereich der beiden Phasen (Glas und Polymer) stellt sich ein thermodynamisches Gleichgewicht ein, nachdem ein Ladungsausgleich wegen der unterschiedlichen chemischen Potentiale stattgefunden hat. Im Ergebnis experimenteller Untersuchungen von Tuna (1990) wird eine elektrische Doppelschicht in der Kontaktfläche angenommen, die infolge elektrostatischer Kraftwirkungen einen relativ großen Beitrag zum Adhäsionsverhalten der Glasoberfläche liefern kann. Demgegenüber leisten zwischenmolekulare Wechselwirkungen mit geringer Reichweite (0,3 nm bis 0,5 nm) normalerweise einen wesentlich geringeren Beitrag zur Adhäsion. Diese Dispersions-Wechselwirkungsenergie (van-der-Waals-Energie) ist dem Atomabstand r indirekt proportional ($\sim 1/r^6$). Die Quantifizierung der jeweiligen Beiträge an der Adhäsion ist schwierig. Einerseits wird angenommen, daß die Ausbildung der elektrischen Doppelschicht eine re-

lativ große Bedeutung der elektrostatischen Wechselwirkungen bei der Adhäsion hat, andererseits ergaben Berechnungen von Roberts (1977) und Messungen von Chapman/von Harrach (1972), daß der Beitrag der elektrostatischen Adhäsion zur thermodynamischen Adhäsionsarbeit viel kleiner ist als der Beitrag der van-der-Waals-Kräfte. Entscheidend für den vorherrschenden Adhäsionsmechanismus ist die Intensität der Wechselwirkung von Atomen bzw. Molekülen oder Molekülgruppen, bzw. genauer ausgedrückt: eine möglich werdende Überlappung von Molekülorbitalen.

Wie im Abschnitt 4.2.1 beschrieben, sind die Standard-Coatings optischer Fasern nicht für eine zuverlässige Dehnungsübertragung von der zementgebundenen Matrix in den Sensor geeignet. Das Polymercoating muß in den meisten Fällen für die Sensorherstellung von der Faser abgestreift werden. Die Folge des Trennens der wechselwirkenden Kontaktpartner (Coating/Faseroberfläche) ist eine Ladungstrennung und führt zum Entstehen von Ladungsträgern auf der Glasfaseroberfläche. Diese „Aufladung“ der Glasfasern unmittelbar nach dem Entcoaten wurde als störende Begleiterscheinung bei beispielsweise oberflächenenergetischen Messungen festgestellt. Zum anderen befinden sich infolge Wasserdampfadsorption O^{2-} -Ionen auf der Oberfläche des Kieselglases [Scholze, 1988], die sehr reaktionsbereit sind (vgl. die im Pkt. 4.1.1 beschriebene Silanolbildung in Verbindung mit H_2O -Dampf). Ebenso begünstigen H_2O -Moleküle und OH-Gruppen die Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen.

Die Haftungsfähigkeit der Faseroberfläche basiert demnach auf einem komplexen Zusammenwirken von verschiedenen Erscheinungsformen der chemischen Bindung (Atombindung, Ionenbindung) und von physikalischen Wechselwirkungskräften. Gegenüber dem Baustoff Zementmörtel bzw. Beton als nichtmetallisch-anorganischem Material sollte zur Erreichung einer hohen Adhäsionskraft an der Grenzfläche Glas/Mörtel als chemische Bindung sowohl eine Atombindung mit Ionencharakter² als auch eine reine Ionenbindung angestrebt werden [Schröter u.a., (1994)]. Eine Quantifizierung der letztlich wirkenden Bindungsanteile ist jedoch nicht möglich. Die tatsächliche Adhäsion kann nur durch Haftfestigkeitsmessungen bewertet werden (Kapitel 7).

5.2 Verfahren zur Vorhersage der adhäsiven Eigenschaften

Die Beurteilung der durchgeführten adhäsionssteuernden Maßnahmen an Fasern für den Verbund mit der Werkstoffmatrix erfordert die Bewertung ihrer Benetzbarkeit und ihrer Bindungsfähigkeit zur jeweiligen

² polarisierte Atombindung: Dipolmomente entstehen durch asymmetrische Ladungsverteilung bei der Bindung von Atomen mit unterschiedlichen Kernen.

Matrix. Im Fall von Glasfasern wird die Adhäsion durch grenzflächenenergetische Eigenschaften bestimmt. In der Verbundwerkstoff-Forschung wurden Verfahren zur Analyse der oberflächenenergetischen Eigenschaften von Fasern entwickelt. Es konnte nachgewiesen werden, daß der energetische Zustand der Oberfläche ein Maß für die Kraftwirkung zur umgebenden Matrix ist. Daraus folgt, daß die oberflächenenergetischen Parameter mit den Adhäsionseigenschaften korrelierbar sind [Tuna u.a., (1990)], [Gassan u.a., (1983)].

Die direkte Messung der Oberflächenspannung von Fasern ist nicht möglich. Sie kann aber aus der Messung der Benetzbarkeit der Glasoberfläche durch eine Flüssigkeit mit bekannter Oberflächenspannung berechnet werden. Nachfolgend wird der physikalisch-mathematische Zusammenhang zwischen Benetzung (Kontaktwinkel) und Oberflächenenergie (Oberflächen-spannung) erläutert.

5.2.1 Theoretische Grundlagen

Die Betrachtung der Oberflächen- bzw. Grenzflächenenergie basiert auf makroskopischen Modellen und geht auf die Theorie von Young [zitiert in Hoecker, (1996)] zurück. Wird ein Flüssigkeitstropfen auf eine glatte, ebene und homogene Festkörperoberfläche gebracht und durch diesen Kontakt die stoffliche Natur beider Phasen (z. B. Glas und Wasser) nicht verändert³, so läßt sich der Benetzungszustand durch die Young-Gleichung allgemein beschreiben [Wu, (1982)], [Hoecker, (1996)]:

$$\gamma_{lv} \cdot \cos \theta = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} = \gamma_B = -\gamma_H \quad (5.1)$$

Die Indizes l , v , s stehen für Flüssigkeit (liquid), Dampf (vapor) und Festkörper (solid). Die Differenz von Festkörperoberflächen-spannung γ_{sv} und Grenzflächen-spannung γ_{sl} auf der rechten Seite der Gl. (5.1) wird als Benetzungsspannung γ_B , ihr negativer Wert $-\gamma_H$ als Haftspannung bezeichnet. Phänomenologisch kann diese Gleichung mit Bild 5.1 verdeutlicht werden.

In der (kreisförmigen) Grenzlinie zwischen der Gas- und der flüssigen Phase eines Benetzungstropfens müssen sich die horizontalen Komponenten der drei Oberflächen- bzw. Grenzflächen-spannungen gerade aufheben (Benetzungsgleichgewicht). Abhängig von der Beschaffenheit der Oberfläche und der benetzenden Flüssigkeit führt das Benetzungsgleichgewicht zu einem bestimmten Winkel θ zwischen Festkörper- und Flüssigkeitsoberfläche am Ort der Dreiphasengrenzlinie. Der Gleichgewichtskontaktwinkel (kurz: Kontaktwinkel, auch Randwinkel genannt) charakterisiert das Benetzungsverhalten: $\theta < 90^\circ$ führt zu (unvollständiger) Benetzung, $\theta > 90^\circ$ bedeutet nicht-benetzend. (Beim Sonderfall $\theta = 0^\circ$, der eine vollständige Benet-

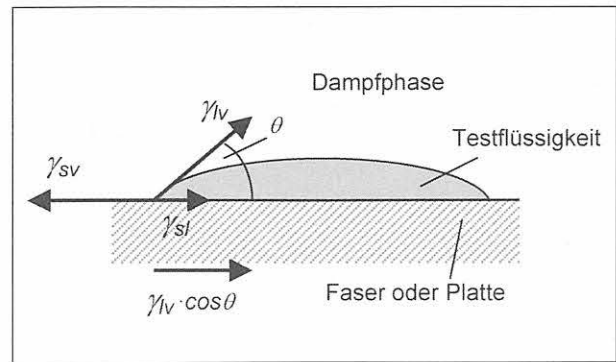


Bild 5.1: Oberflächen- bzw. Grenzflächen-spannung bei Benetzungsvorgängen

zung beschreibt, spricht man von einer spreitenden Flüssigkeit). Eine Aufrauhung der Oberfläche führt zu einer Kontaktwinkelverringern, d. h. zu besserer Benetzung.

Gleichung (5.1) liefert die Grundlage für die Verfahren zur Bestimmung der die Benetzung charakterisierenden Größen. Experimentell zugänglich ist nur der Kontaktwinkel θ . Die Oberflächen-spannung von bestimmten Benetzungsflüssigkeiten kann aus Tabellen entnommen werden. Eine Bestimmung dieser ist auch nach der Du-Noüy-Ringmethode möglich. Mit diesen Eingangsgrößen kann somit nur die Differenz $\gamma_{sv} - \gamma_{sl}$ in Gl. (5.1) bestimmt werden. Um charakteristische Werte zu erhalten, wurden folgende theoretische Überlegungen angestellt:

Die entsprechend den Oberflächenenergien wirkenden Adhäsionskräfte können aus unterschiedlichen additiven Komponenten bestehen. Unter der Annahme, daß sich diese Anteile linear zur Gesamt-Oberflächen-spannung γ summieren, kann sie allgemein als Summe aus polaren Anteilen γ^p (Debye- und Keesom-Wechselwirkungen sowie Wasserstoffbrückenbindungen) und dispersiven Beiträgen γ^d (sog. London-Dispersionskräfte, die aus zwischenmolekularen Wechselwirkungen herrühren) ausgedrückt werden: $\gamma = \gamma^p + \gamma^d$ [Jacobasch, (1984)]. Für die Glasfaser-Phasengrenzen flüssig \leftrightarrow gasförmig und fest \leftrightarrow gasförmig soll die folgende Vereinfachung eingeführt werden: Da die Benetzungsflüssigkeit an ihrer Grenzfläche zum Gasraum ihren eigenen Dampf adsorbiert, wird sich ihre Oberflächen-spannung nicht verändern, d. h. $\gamma_{lv} \cong \gamma_l$. Bei Glas wird aus der Dampfphase der Benetzungsflüssigkeit sehr wenig auf der Glasoberfläche adsorbiert, d. h. die Oberflächenenergie des Glases verändert sich kaum: $\gamma_{sv} \cong \gamma_s$. Mit diesen Vereinfachungen können die gesamten freien Oberflächenenergien der Benetzungsflüssigkeit und der Glasoberfläche durch folgende Gleichungen beschrieben werden:

$$\gamma_l = \gamma_l^p + \gamma_l^d \quad (5.2a)$$

$$\gamma_s = \gamma_s^p + \gamma_s^d \quad (5.2b)$$

³ Diese Bedingung setzt voraus, daß keine Vermischung beider Phasen, z. B. durch chemische Reaktion, erfolgt.

Zwischen der festen und flüssigen Phase gibt es Wechselwirkungen, die zu einer Abminderung der Summe der einzelnen Oberflächenspannungen führen. Der Abminderungsanteil kann allgemein durch die Näherung $F(\gamma_f, \gamma_s)$ angegeben werden:

$$\gamma_{sl} = \gamma_l + \gamma_s - F(\gamma_l, \gamma_s) \quad (5.3)$$

In der Literatur werden für diesen Anteil $F(\gamma_f, \gamma_s)$ unterschiedliche Formeln angegeben. Die richtige Wahl des Abminderungsanteils hängt von der Oberflächenenergie des benetzten Festkörpers ab. Drei Kategorien müssen unterschieden werden: Wechselwirkungen zwischen Substanzen niedriger und höherer Oberflächenenergie, Wechselwirkungen mit hochenergetischen ($\gamma \approx 200 \dots 5000 \text{ mN/m}$) und mit niederenergetischen ($\gamma < 100 \text{ mN/m}$) Oberflächen.

In den meisten Fällen beschreibt das harmonische Mittel $F_{HM} = 2 \gamma_f \gamma_s / (\gamma_f + \gamma_s)$ die experimentellen Ergebnisse ausreichend. Für Wechselwirkungen zwischen nieder- und höherenergetischer Substanzen wird jedoch das geometrische Mittel $F_{GM} = \sqrt{\gamma_f \cdot \gamma_s}$ als Minderungsbetrag bevorzugt.

Aus der Theorie von Fowkes [zitiert in Bismarck, (1999)] folgt, daß nur solche Wechselwirkungen in der Grenzfläche von Bedeutung sind, für die beide Adhäsionspartner die entsprechenden Komponenten – polare bzw. dispersive Beiträge – besitzen. Bei der Benetzung der optischen Glasfasern mit Wasser werden beide Beiträge vorhanden sein, so daß die Gleichungen (5.2a) und (5.2b) gelten. Aus den Betrachtungen für den Grenzbereich Festkörper/Flüssigkeit folgt die gesamte Grenzflächenspannung γ_{sl} (zunächst ohne Berücksichtigung der polaren und dispersiven Beiträge)

$$\gamma_{sl} = [\gamma_l - \sqrt{\gamma_s \gamma_l}] + [\gamma_s - \sqrt{\gamma_s \gamma_l}] \quad (5.4a)$$

$$\gamma_{sl} = \gamma_l + \gamma_s - 2\sqrt{\gamma_s \gamma_l} \quad (5.4b)$$

bzw. bei Berücksichtigung der polaren und dispersiven Anteile folgt für die Grenzflächenspannung γ_{sl}

$$\gamma_{sl} = \gamma_l + \gamma_s - 2\sqrt{\gamma_s^p \gamma_l^p} - 2\sqrt{\gamma_s^d \gamma_l^d} \quad (5.4c)$$

Wenn die Glasfaseroberfläche jedoch durch Vorbehandlung in einen hochenergetischen Zustand versetzt werden kann, sollte das von Wu (1982) vorgeschlagene geometrisch-harmonische Mittel herangezogen werden. Für hochenergetische Systeme folgt dann

$$\gamma_{sl} = \gamma_l + \gamma_s - \frac{4 \cdot \gamma_s^p \gamma_l^p}{\gamma_s^p + \gamma_l^p} - 2\sqrt{\gamma_s^d \gamma_l^d} \quad (5.5)$$

Gleichung (5.5) führt zu einem größeren Wert von γ_{sl} für höher energetische Systeme gegenüber der mathematischen Näherung für Systeme unterschiedlicher Oberflächenenergie [Gl. (5.4c)].

Für niederenergetische Systeme liefert nach Wu (1982) das harmonische Mittel mit der Grenzflächenspannung

$$\gamma_{sl} = \gamma_l + \gamma_s - 4 \left(\frac{\gamma_s^p \gamma_l^p}{\gamma_s^p + \gamma_l^p} - \frac{\gamma_s^d \gamma_l^d}{\gamma_s^d + \gamma_l^d} \right) \quad (5.6)$$

zuverlässigere Ergebnisse. Um die Oberflächenspannung zu bestimmen, müssen die Kontaktwinkel gemessen und genutzt werden. Die Gleichungen (5.4c) bzw. (5.5) können mit der Young-Gleichung (5.1) kombiniert werden, um experimentelle Aussagen über den grenzflächenenergetischen Zustand der Fasern zu erhalten. Für Systeme unterschiedlicher Oberflächenenergie folgt

$$\frac{\gamma_l(1 + \cos \theta)}{2\sqrt{\gamma_l^d}} = \sqrt{\gamma_s^p} \sqrt{\frac{\gamma_l^p}{\gamma_l^d}} + \sqrt{\gamma_s^d} \quad (5.7)$$

Für niederenergetische Systeme folgt aus Gleichung (5.6)

$$(1 + \cos \theta) \cdot \gamma_l = 4 \left(\frac{\gamma_s^p \gamma_l^p}{\gamma_s^p + \gamma_l^p} - \frac{\gamma_s^d \gamma_l^d}{\gamma_s^d + \gamma_l^d} \right) \quad (5.8)$$

Die Gleichungen (5.7) und (5.8) enthalten als Unbekannte γ_s^d und γ_s^p . Diese Werte können berechnet werden, wenn man den Kontaktwinkel für zwei Flüssigkeiten mit bekannten Oberflächenspannungskomponenten (z. B. Wasser, Diiodmethan) mißt. Bei den experimentellen Untersuchungen wurden diese beiden Anteile mit Hilfe eines Rechenprogramms der TU Berlin, ITC errechnet. Aus polarem und dispersivem Anteil wird die Gesamtoberflächenspannung addiert. Da in Voruntersuchungen mit optischen Glasfasern eine Oberflächenspannung von $< 100 \text{ mN/m}$ abgeschätzt wurde, kam die Gl. (5.8) für die weiteren Berechnungen zum Einsatz. Das Verhältnis des polaren Anteils der Oberflächenspannung zu ihrem Gesamtbetrag beschreibt die Polarität X^p der zu untersuchenden Glasoberfläche:

$$X^p = \frac{\gamma_s^p}{\gamma_s} \quad (5.9)$$

5.2.2 Experimentelle Bestimmung der charakteristischen Größen

Auf Basis der vorangegangenen theoretischen Betrachtung werden für die Beurteilung von Glasfaseroberflächen folgende Arbeitsschritte durchgeführt:

1. Bestimmung des Kontaktwinkels gegenüber zwei bekannten Testflüssigkeiten.
2. Berechnung der polaren und dispersiven Anteile der Faser-Oberflächenspannung aus Gl. (5.8).
3. Berechnung der Polarität der Glasfaseroberfläche.

Üblicherweise werden als Testflüssigkeiten H_2O und Diiodmethan CH_2I_2 verwendet.

Zur Bestimmung des Kontaktwinkels wurden zwei Methoden eingesetzt und auf ihre Eignung für „dicke“ Fasern mit einem Durchmesser $>100\ \mu\text{m}$ überprüft: die Tropfenprofil-Methode [Song, (1994)] und die dynamische Kontaktwinkelmessung nach der modifizierten Wilhelmy-Plattenmethode.

Tropfenprofil-Methode

Bei der Tropfenprofil-Methode wird auf die zu bewertende Faser ein Tropfen der Benetzungsflüssigkeit aufgebracht. Entsprechend der Benetzbarkeit stellt sich ein bestimmter Kontaktwinkel ein. Der Tropfen wird mit einer Videokamera in Verbindung mit einem Polarisationsmikroskop aufgenommen und digitalisiert. Aus den Profilparametern des Tropfens kann der Kontaktwinkel bestimmt werden [Song, (1994)]. Diese Methode wurde erfolgreich zur Bestimmung der Benetzungseigenschaften von Carbonfasern mit Durchmessern von $< 10\ \mu\text{m}$ eingesetzt. Die sich ausbildenden Tropfen sind sehr klein und symmetrisch. Gravitationseffekte sind vernachlässigbar.

Diese Tropfenprofil-Methode wurde auch zur Kontaktwinkelbestimmung an optischen Fasern mit einem Durchmesser von $125\ \mu\text{m}$ eingesetzt. Als problematisch erwies sich jedoch, daß die sich ausbildenden, relativ großen Tropfen sehr schnell verdampfen. Bild 5.2b zeigt einen bereits nach wenigen Sekunden teilweise verdampften Tropfen im Vergleich zu einem voll ausgebildeten (Bild 5.2a).

Da bei dieser Methode jeder einzelne Tropfen fokussiert werden muß und dies längere Einstellzeiten er-

fordern kann, ist die „Trefferquote“, einen noch voll ausgebildeten Tropfen zu vermessen, gering. Zum anderen streuen die Kontaktwinkelwerte von einem zum anderen Tropfen bei Fasern mit relativ großem Durchmesser stark. Während der Meßzeit kann die Karbonatisierung der Porenlösung Einfluß auf das Meßergebnis nehmen. Diese Nachteile wiegen im betrachteten Fall die eigentlichen Vorteile der Tropfenprofil-Methode (zeitsparende automatisierte Analyse und Kontaktwinkelberechnung) nicht auf.

Dynamische Kontaktwinkelmessung mittels modifizierter Wilhelmy-Methode

Zuverlässigere Aussagen über das Benetzungsverhalten optischer Fasern wurden mit der modifizierten Wilhelmy-Plattenmethode erreicht, bei der der Kontaktwinkel aus der Messung der Benetzungskraft errechnet wird. Die Methodik ist folgende:

Beim Eintauchen eines Körpers mit einer planaren Oberfläche in eine benetzende Flüssigkeit bildet sich an der Grenzfläche Festkörper/Flüssigkeit ein Meniskus aus, so daß die Flüssigkeit/Dampf-Grenzfläche einen Winkel von $\neq 90^\circ$ zur Festkörperoberfläche einnimmt (Bild 5.3). Dieser Winkel ist der Kontaktwinkel, der zur Quantifizierung der Benetzbarkeit der Oberfläche dient. Das „Hochkriechen“ der Flüssigkeit an der benetzbaren Oberfläche erzeugt andererseits eine Kraftkomponente entgegen der Kriechrichtung, die direkt proportional der benetzten Oberfläche ist.

Tabelle 5.1:

Oberflächenspannungen geeigneter Benetzungsflüssigkeiten. [Hoecker, (1996)], [Gassan u.a., (1983)], [Tuna, (1990)]

	Oberflächenspannung [mN/m]		
	Gesamtbetrag γ	polarer Anteil γ^p	Dispersiver Anteil γ^d
MilliQ-Wasser	72,0	50,1	21,9
Diiodmethan CH_2I_2	50,8	6,7	44,1
Glycerin	63,4	25,9	37,5
Ethylenglycol	48,3	19,0	29,3

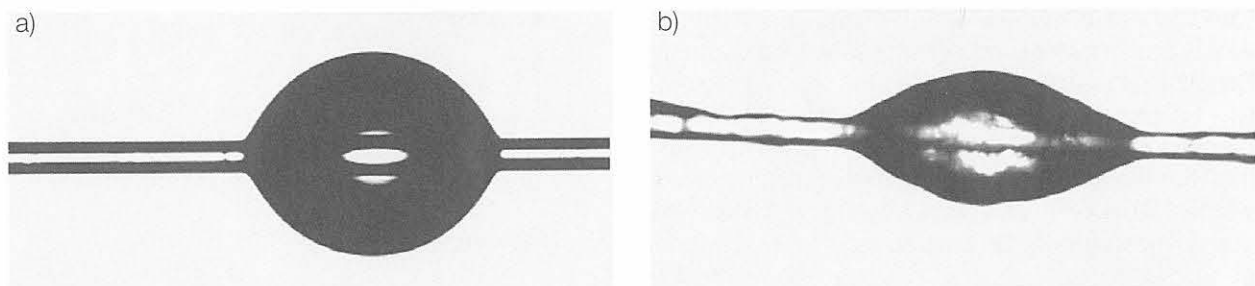


Bild 5.2

Porenlösungstropfen ($\text{pH} = 13,2$) auf optischer Faser;
a) voll ausgebildeter Tropfen zu Beginn der Benetzung,
b) nach ca. 5 s teilweise verdampfter Tropfen.

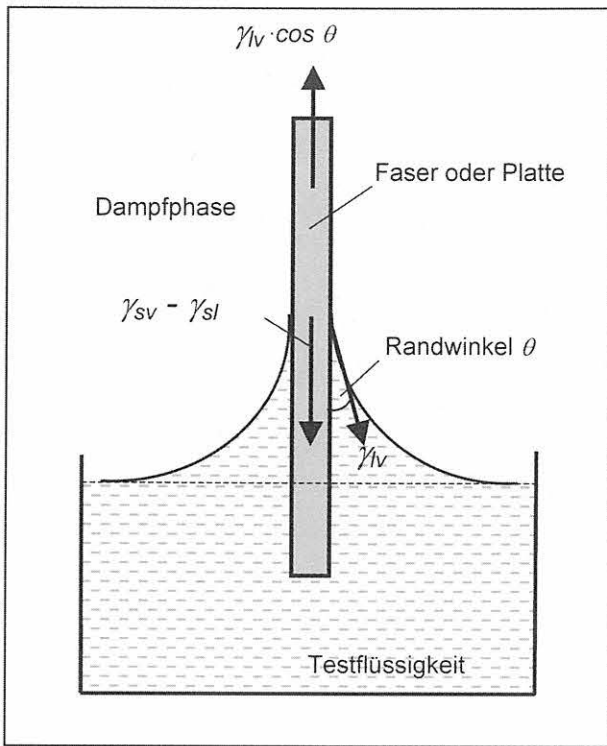


Bild 5.3: Benetzungsverhältnisse bei Tauchen einer Faser (modifiziertes Wilhelmy-Verfahren)

Dieses Verfahren kann für die Kontaktwinkelmessung an Fasern genutzt werden. Wird eine Faser an der Aufhängevorrichtung einer empfindlichen Waage befestigt, und wird die Benetzungsflüssigkeit der Faser entgegengeführt, so kann die Kraft, die die benetzende Flüssigkeit auf die Faser ausübt, gemessen werden. Die Kraft wird aus der Oberflächenspannungskomponente in Faserrichtung und der benetzten Oberfläche berechnet:

$$F = u_F \cdot \gamma_l \cdot \cos \theta \quad (5.10)$$

Bei Bewegung der Faser in der Waage in Richtung der Schwerebeschleunigung kann in Gl. (5.10) die Masse m eingeführt werden ($\gamma_v = \gamma$ gemäß Pkt. 5.2.1)

$$\cos \theta = \frac{m \cdot g}{u_F \cdot \gamma_l} \quad (5.11)$$

Bei Wahl einer Benetzungsflüssigkeit mit bekannter Oberflächenspannung γ kann demnach der Kontaktwinkel aus der Messung der Masseänderung infolge Benetzung berechnet werden (g - Erdbeschleunigung, u_F - Faserumfang). Diese Methode liefert Meßwerte mit guter Reproduzierbarkeit, jedoch müssen hohe Anforderungen an die Umgebungsbedingungen gestellt werden. Die hochempfindliche Wägung der Masse wird durch Änderung der Umgebungsbedingungen (Temperaturschwankungen, Zugluft) und mechanische Erschütterungen stark beeinflusst. Oszillationen können ebenso bei Oberflächendefekten in den Fasern auftreten und würden als Störungen nicht erkannt werden, sondern als das Vorliegen von beispielsweise Er-

schütterungen interpretiert werden. Aus diesen Gründen wurden die Meßkurven während der Meßzyklen kontinuierlich visuell überprüft (s. Anlage 4).

Die Messung verläuft in vier Phasen:

Phase I: Die zu benetzende Faser befindet sich in geringem Abstand über dem Flüssigkeitsniveau. Der von der Waage angezeigte Wert m_{V0} ist der Bezugswert für die bei Benetzung der Faser eintretende Masseänderung.

Phase II: Die Benetzung findet statt, und infolge der Oberflächenspannung ergibt sich ein signifikanter Massezuwachs (Kraftangriff). Im Fall defektfreier und geometrisch wie auch oberflächenenergetisch gleichmäßiger Fasern folgt bei weiterem Eintauchen in die Benetzungsflüssigkeit („Vorrücken“ der Faser) ein im Mittel konstanter Massewert \bar{m}_{V1} .

Phase III: Die Benetzungsrichtung wird umgekehrt und die Faser aus der Benetzungsflüssigkeit herausgezogen („Rückzug“ der Faser). In diesem Fall geht selbst bei sehr kleiner Vorschubgeschwindigkeit die Masse der im Meniskus haftenden Flüssigkeit in das Meßergebnis ein, und geringfügig größere Massewerte m_{R1} werden gegenüber dem Eintauchen gemessen. Während des Ein- und Austauchens werden im Interesse einer statistischen Absicherung viele Einzelmessungen vorgenommen.

Phase IV: Nach dem Austauchen der Faser aus der Flüssigkeit springt der Massewert \bar{m}_{R1} auf den Bezugswert m_{R0} zurück.

Bild 5.4 zeigt ein Diagramm einer solchen Wägung von Faserstücken zur Ermittlung des Kontaktwinkels.

Die Berechnung der Kontaktwinkel (im deutschen Sprachgebrauch auch als Vorrückwinkel θ_v und Rückzugswinkel θ_r bezeichnet⁴) erfolgt gemäß Gleichung (5.11) aus:

$$\theta_v = \arccos \frac{(\bar{m}_{V1} - \bar{m}_{V0})g}{\pi \cdot d_F \cdot \gamma_l} \quad (5.12a)$$

$$\theta_r = \arccos \frac{(\bar{m}_{R1} - \bar{m}_{R0})g}{\pi \cdot d_F \cdot \gamma_l} \quad (5.12b)$$

g - Schwerebeschleunigung = 9.81 m/s²

d_F - Durchmesser der Faser [mm]

γ - Oberflächenspannung der Benetzungsflüssigkeit [mN/m]

alle Massewerte in [mg].

Bei Nutzung der modifizierten Wilhelmy-Methode für die Messung an optischen Glasfasern mit relativ gro-

⁴ Im englischen Sprachgebrauch wird auch θ_a („advancing angle“) und θ_r („receding angle“) verwendet.

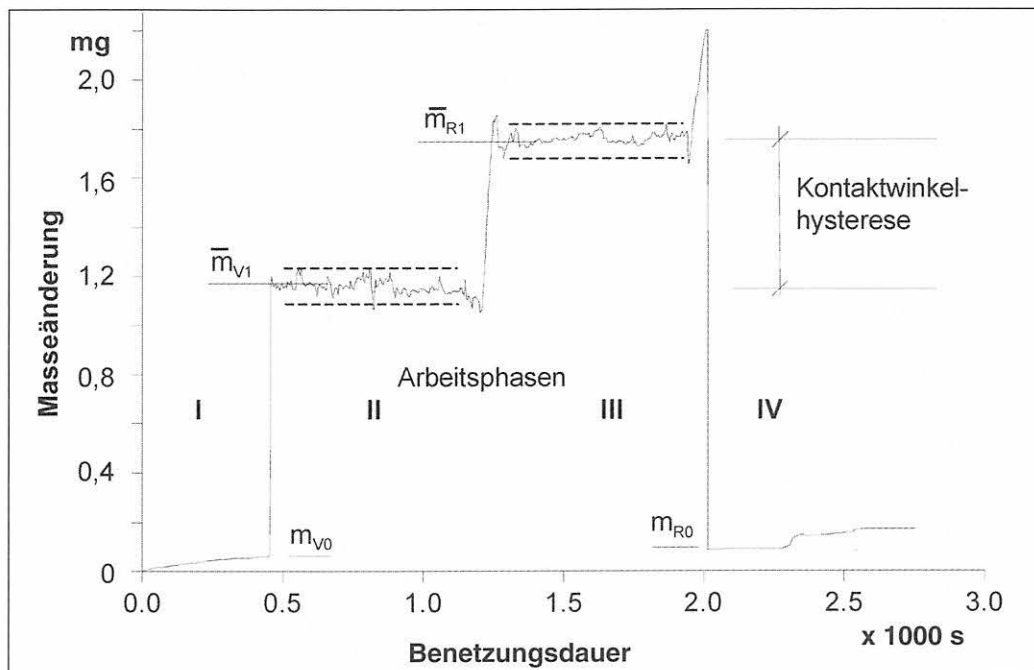


Bild 5.4:

Aufzeichnung der Masseänderung (nach Wilhelmy) bei Benetzung einer ungecoateten optischen Glasfaser ($\varnothing = 125 \mu\text{m}$)

Bei dem Faserdurchmesser müssen einige physikalische Besonderheiten berücksichtigt werden:

- **Kontaktwinkelhysterese**

Die Messung der die Benetzung bestimmenden Masse liefert eine Hysterese zwischen dem Eintauch- und Austauschvorgang. Diese Kontaktwinkelhysterese ist auf chemische Inhomogenitäten und Oberflächenunebenheiten zurückzuführen. Sie nimmt mit sinkendem Benetzungsvermögen der Flüssigkeit zu. Weitere Einflüsse, z. B. eine Diffusion der Benetzungsflüssigkeit in den Prüfling, können bei nackten und chemisch modifizierten optischen Fasern ausgeschlossen werden. Aufgrund der zitierten Einflußfaktoren wird sich ein effektiver Kontaktwinkel θ_{eff} einstellen, der zwischen den Werten θ_V und θ_R liegt. Die Angabe von θ_{eff} wird umso sicherer sein, je geringer die Differenz $\theta_V - \theta_R$ ist.

- **Relativgeschwindigkeit der Faser während der Benetzung**

Grundsätzlich beeinflusst die Viskosität der Flüssigkeit die Kräftebilanz, die der Kontaktwinkelbestimmung zugrunde liegt. Durch die Wahl von niedrigviskosen Testflüssigkeiten und geringen Geschwindigkeiten sind derartige Effekte vernachlässigbar, obwohl sie nicht vollständig unterdrückt werden können [Wu, (1982)].

- **Auftrieb**

Der Einfluß des hydrostatischen Auftriebs F_A der in die Benetzungsflüssigkeit eintauchenden Faser darf bei dem vorliegenden Faserdurchmesser nicht a priori vernachlässigt werden. Aus der Beziehung $F_A = \rho_l \cdot g \cdot V_F$ (ρ_l - Dichte der Benetzungsflüssigkeit, V_F - Volumen des eintauchenden Faserstücks) folgt eine lineare Abhängigkeit der gemessenen auftriebsbeeinflussten Masse m von der Eintauchtiefe

l_F . Der auftriebsbeeinflusste Kontaktwinkel ergibt sich aus

$$\cos \theta = \frac{F - F_A}{\pi \cdot d_F \cdot \gamma_l} \quad (5.13a)$$

zu

$$\theta(l_F) = \arccos \left[\frac{\rho_l \cdot d_F \cdot g}{\gamma_l} \left(\frac{m}{\pi \cdot \rho_l \cdot d_F^2} - \frac{1}{4} l_F \right) \right] \quad (5.13b)$$

Unter der Annahme, daß sich bei einer Änderung der Eintauchtiefe homogener Fasern (d. h. der Faserdurchmesser d_F ist konstant) die Benetzungseigenschaften nicht ändern, besteht gemäß Gleichung (5.13b) eine einfache lineare Abhängigkeit zwischen Kontaktwinkel und Eintauchtiefe der Faser. Der Kontaktwinkel wird umso stärker als zu großer Wert berechnet, je tiefer die Faser in die Benetzungsflüssigkeit eintaucht. Dieser Fall ist dann in den Massediagrammen (gemäß Bild 5.4) dadurch zu erkennen, daß sich in den Phasen II und III geneigte Kurvenverläufe einstellen, und zwar in Phase II mit negativem Anstieg, in Phase III mit positivem Anstieg. In solch einem Fall ist eine rechnerische Kompensation der Messung notwendig.

- **Beschaffenheit der Faserstirnfläche**

Die Stirnfläche der zu bewertenden Faser bestimmt die Massenänderung im Zeitpunkt des „Anspringens“ der Benetzungsflüssigkeit (Übergang von Phase I zu II und von Phase III zu IV). Für eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse müssen alle Fasern vergleichbare Stirnflächeneigenschaften aufweisen. Bei optischen Fasern kann dies einfach durch die Herstellung von Stirnflächen mit einem Trennwerkzeug, wie es in der Faserverbindungstechnik verwendet wird, erreicht werden.

5.2.3 Benetzung unbehandelter optischer Standard-Glasfasern

Um für die beabsichtigten Modifizierungen eine Bewertungsgrundlage zu erhalten, wurde das Benetzungsverhalten unbehandelter optischer Glasfasern für die Sensoren bestimmt. Zu Beginn wurden unbehandelte Faserprüflinge mit Porenlösung benetzt und mit Hilfe der Tropfenprofil-Methode der Kontaktwinkel berechnet. Auf gleiche Weise wurde der Kontaktwinkel bei Benetzung mit Wasser berechnet. Ein Vergleich beider gemessener Kontaktwinkel für Wasser mit bekannter Oberflächenspannung und für CEM I-Mörtelporenlösung (ausgepreßt nach 2 Stunden Hydrationsdauer, pH = 13,2) ergab eine Übereinstimmung der Kontaktwinkel im Rahmen der Meßunsicherheit. Die Oberflächenspannung der Porenlösung wurde mittels eines Du-Noüy-Ringtensiometers gemessen: $\gamma_{PL} = 72,2$ mN/m. Aufgrund der nahezu gleich großen Oberflächenspannungen beider Testflüssigkeiten wurde für die weiteren Messungen (Abschnitt 5.3) MilliQ-Wasser (und Diiodmethan) als Benetzungsflüssigkeit verwendet, da hierfür alle notwendigen Werte bekannt sind. Von besonderem Vorteil bei Verwendung von Wasser sind stabile Randbedingungen, da infolge Karbonatisierung der Porenlösung-Testflüssigkeit im Verlaufe vieler aufeinanderfolgender Messungen ein systematischer Meßfehler nicht auszuschließen ist.

Im Ergebnis der Messungen nach der modifizierten Wilhelmy-Methode wurde für unbehandelte, mit Isopropanol gereinigte optische Glasfasern als Referenzwert ein Kontaktwinkel (Vorrückwinkel) von $(65,8 \pm 2,4)^\circ$ bei Benetzung mit MilliQ-Wasser gemessen. Daraus folgt für die Referenzfasern eine Polarität von $X^P = 0,43$ (vgl. Anlage 4, Pkt. D).

5.2.4 Benetzung von Zementmörtel-Oberflächen

Die Benetzbarkeit von Portlandzement-Mörtelprismen (Normsand, w/z = 0,4) mit natürlich glatter Oberfläche aus der Prismenform wurde durch Benetzung mit Wasser bestimmt. Die sich bildenden Tropfen wurden mit Hilfe eines Kontaktwinkelgoniometers vermessen und lieferten die Kontaktwinkel

$$\theta_V(\text{H}_2\text{O}) = (12,54 \pm 4,1)^\circ$$

und $\theta_V(\text{CH}_2\text{I}_2) = (15,8 \pm 4,8)^\circ$.

Aus den errechneten Oberflächenspannungen

$$\gamma^P = (40,7 \pm 1,1) \text{ mN/m,}$$

$$\gamma^d = (33,9 \pm 1,42) \text{ mN/m}$$

und $\gamma^s = (74,6 \pm 1,42) \text{ mN/m}$

folgt eine Polarität von $X^P = 0,545$. Wegen der Porosität der Oberfläche und der auftretenden Hysterese (Aufsaugen der Benetzungsflüssigkeit) wurden für die Berechnung nur die Vorrückwinkel benutzt.

5.3 Verbesserung der Benetzbarkeit optischer Glasfasern durch Modifizierung im Sauerstoff-plasma

Die höchsten Bindungsenergien haben chemische Bindungen (kovalente, metallische und Ionen-Bindung). Diese erreichen bei Bindungslängen von 0,1 nm bis 0,2 nm Bindungsenergien von 60 kJ/mol bis 1000 kJ/mol. Die Bindungsenergien physikalischer Wechselwirkungen (Dispersionskräfte, Dipol-induzierter Dipol, Dipol-Dipol, Wasserstoffbrückenbindungen) liegen bei nur 0,1 kJ/mol bis 5 kJ/mol bei Bindungslängen von 0,3 nm bis 0,5 nm. Die Haftung glatter Fasern an der Matrix kann demnach verbessert werden, wenn vor allem chemische Bindungen, unterstützt durch elektrostatische und van-der-Waals-Kräfte zwischen Faser und Matrix zustande kommen. Dieses Ziel kann durch Faser- und/oder Matrixbehandlungen erreicht werden. In dieser Arbeit wird die Faser- bzw. Sensorbehandlung bevorzugt, weil eine Matrixbehandlung einen Eingriff in die Rezeptur des zementgebundenen Materials und in die Baustofftechnologie bedeuten würde.

Zunächst werden für die Modifizierung der Glasfasern das herstellungsseitig aufgebrauchte Coating sorgfältig entfernt, um einen intensiven Kontakt zwischen Faseroberfläche und Matrix zum Aufbau von van-der-Waals-Bindungen zu ermöglichen. Folgende Verfahren können zur Modifizierung angewandt werden:

- gezielte Anlagerung bzw. Erzeugung von aktiven Gruppen an der Faseroberfläche, die mit reaktionsfähigen Gruppen der Matrix elektrostatische Wechselwirkungen aufbauen können,
- physikalisches Aufräumen („Ätzen“) der Oberfläche und Schaffung von „Verankerungspunkten“ in der Glasoberfläche, in die die Matrixmoleküle hineinwachsen können und auf diese Weise eine mikro-mechanische Haftung am Glas (Mikro-Formschluß) bewirken.

Nach dieser Modifizierung können weitere Behandlungsschritte durchgeführt werden:

- Aufbringung eines Haftvermittlers, der sowohl mit der Faseroberfläche als auch mit der Matrix chemisch reagieren kann,
- durch Plasmapolymersation Aufbringung einer dünnen Beschichtung, in die Matrixmoleküle eindiffundieren können.

Da kovalente Bindungen die höchste Bindungsenergie besitzen, wird dieser Haftungsmechanismus zur Verbesserung der Haftungseigenschaften immer dann angestrebt, wenn eine mechanische Verankerung, wie z. B. bei Faser-Bragg-Gitter-Sensoren, nicht erreichbar ist. Jang (1992) fand in umfangreichen Untersu-

chungen zur Haftungsverbesserung an Karbonfasern heraus, daß eine Kombination der oben aufgezeigten Verfahren erfolgreich ist. Die Anwendung dieser Verfahren darf jedoch nicht zu einer Beeinträchtigung der mechanischen Eigenschaften der Fasersensormaterialien, insbesondere der Festigkeit, führen. In diesem Fall würde die Handhabung als Sensor erschwert oder unmöglich werden.

Schwerpunkt in diesem Kapitel ist die Modifizierung der Faseroberfläche im Sauerstoffplasma zur Erzeugung aktiver Bindungsstellen sowie die chemische Behandlung der Faseroberfläche mit Haftvermittlern (Abschnitt 5.4). Der durch Modifizierung der Fasern sich ergebende Einfluß auf die Festigkeitseigenschaften wird untersucht.

5.3.1 Auswahl und Erzeugung des Plasmas

Der physikalische und chemische Zustand der Faseroberfläche wird durch Modifizierung im Plasma verändert. Die Oberflächenmodifizierung (einschl. dem Aufbringen von Plasmapolymerschichten, s. Pkt. 6.2) wird häufig zur Erreichung bestimmter Oberflächeneigenschaften in Materialverbunden eingesetzt. Durch gezielte Wahl von Reaktionsgasen bzw. Gasmischungen lassen sich vordergründig physikalisch-topologische Änderungen von Oberflächen (Erhöhung der Rauigkeit und/oder der Porosität) oder oberflächenenergetische Änderungen (Verbesserung der Benetzungseigenschaften) herbeiführen. Abhängig vom Aufbau der Verbundpartner werden auch gezielt funktionelle Gruppen für den Aufbau chemischer Bindungen bzw. van-der-Waalscher Wechselwirkungen auf die Faseroberfläche aufgebracht und damit die adhäsiven Eigenschaften verbessert.

Das Plasma wird in einer Vakuumkammer bei einem Unterdruck von einigen Pascal bis einigen Hundert Pascal mit Hilfe eines Hochfrequenz- (HF-)Generators bei Raumtemperatur erzeugt. Elektrische Entladungen ionisieren das Gas in der Kammer, wodurch das Plasma gezündet wird.

Für die Plasmamodifizierung von Fasern werden Sauerstoff-, Stickstoff-, Argon-, Ammoniak-Plasmen bzw. Gasmisch-Plasmen angewendet [Huber/Springer u.a., (1997)]. Die Gase werden vor dem Zünden des Plasmas bei einem Druck von einigen Pascal (Niederdruckplasma) in die Vakuumkammer eingeleitet. Abhängig von den jeweils verwendeten Gasen entstehen ionisierte Spezies, wie z. B. Ionen und Elektronen, als auch ungeladene Teilchen, wie freie Elektronen, freie Radikale, angeregte Moleküle und Atome. Die entstehenden Reaktionsprodukte werden von der Vakuumpumpe abgesaugt. Obwohl die Elektronentemperatur einige 10^4 K beträgt, ist die Plasmatemperatur niedrig. Es handelt sich um eine sog. „kalte“ Plasmareaktion.

Die Auswahl der Gase bzw. Gasmischungen richtet sich nach den Gruppen, die auf der Oberfläche erzeugt werden sollen. In sauerstoff- und stickstoffhaltigen Plasmen entstehen immer polare Gruppen, z. B. im Sauerstoffplasma: Carbonyl-, Carboxyl-, Hydroxyl-Gruppen auf Karbonfasern [Bismarck, u.a. (1999-2)]. Diese Erfahrung wird für die Modifizierung der optischen Glasfasern genutzt.

Entscheidenden Einfluß auf die Wirkung der Plasmamodifizierung hat neben der Wahl des Gases die Einwirkungsdauer. Aufgrund umfangreicher Untersuchungen an Kohlefasern [Jang, (1992)] und Polyethylenfasern [Tissington u.a., (1992)] können die erreichbaren Behandlungsergebnisse drei Zeitfenstern zugeordnet werden:

- kurze Behandlungszeit (< 2 Minuten):
Beseitigung von Oxidschichten und adsorbiertem Wasserdampf von der Oberfläche; es sind gute Voraussetzungen für das Entstehen von van-der-Waals-Bindungen geschaffen,
- mittlere Behandlungszeit (3 bis 5 Minuten):
Vernetzung der Oberfläche mit dem Ergebnis einer höheren kohäsiven Festigkeit der Faser,
- längere Behandlungszeiten (≥ 20 Minuten):
Veränderung der Oberflächentopologie (Strukturierungseffekte), die zum einen eine gute mechanische Adhäsion durch „Verdübelung“ der Faser an der Matrix bewirkt, zum anderen die Festigkeit der Faser beträchtlich herabsetzt.

Da Faserbehandlungen mit dem Ziel, polare Komponenten anzulagern, im Sauerstoffplasma am erfolgreichsten sind, wurden für die Behandlung optischer Glasfasern umfangreiche Versuche zur Einstellung der Parameter des Plasmas (HF-Leistung, Gasdurchsatz) sowie zur Festlegung der Einwirkungsdauer für die Oberflächenstrukturierung und Anlagerung reaktiver Gruppen durchgeführt. Die verschiedenen sauerstoffhaltigen funktionellen Gruppen sind bedeutsam für die Erhöhung der Gesamt-Oberflächenenergie und für die Ausbildung chemischer Bindungen mit der Matrix. Andererseits ist bekannt, daß Faserbehandlungen mit Sauerstoffplasmen (auch mit Stickstoff- und Argonplasmen) zu Festigkeitsverlusten führen können. Jang (1992) berichtet von festigkeitssteigernden Effekten bei (nicht-optischen) Glasfasern, die offenbar durch den Ätzprozeß erreicht wurden. Möglicherweise werden in die angeätzten Faseroberflächen Hydroxylgruppen – analog zu Carbonylgruppen bei Kohlefasern [Bismarck, (1998)] – implantiert, was zum Ansteigen der kohäsiven Festigkeit des Fasermaterials führen könnte. Diese Erkenntnisse zeigen die Notwendigkeit, die Festigkeitsentwicklung der plasmageätzten Faserproben unter Umgebungsbedingungen und bei Porenlösungsangriff zu untersuchen. Untersuchungen dieser Art wurden für optische Glasfasern bisher nicht veröffentlicht. Sie können nicht vernachlässigt werden, weil das Festigkeitsverhalten eingebetteter starrer Fasersensor-

anordnungen, wie beispielsweise Rißdetektoren, strukturintegrierte dynamisch empfindliche Fasersensoren und Bragg-Gitter-Mikrodehnungssensoren, deren Funktionstauglichkeit bestimmt.

5.3.2 Einfluß auf die Faseroberfläche und die Benetzung

Um eine umfassende Aussage über die Wirkung der Oberflächenmodifizierung zu erhalten, wurden Fasern, die zwischen 1 min und 90 min im Sauerstoffplasma modifiziert worden sind, im REM auf Oberflächenveränderungen (Oberflächentopologie) untersucht. Es sollte festgestellt werden, ob durch die Plasmabehandlung die Oberfläche der hochreinen optischen Kieselglasfaser angeraut werden kann, oder ob eine solche Behandlung zu Defekten in der Glasoberfläche führt, die die Zugfestigkeit verringern.

Jeweils 5 im Plasmareaktor behandelte Faserprüflinge wurden nach Präparation (mit Gold besputtert) im Rasterelektronenmikroskop Typ „S-2700“ der Firma Hitachi untersucht. Es zeigte sich, daß die Dauer der Plasmabehandlung starken Einfluß auf die Oberfläche der Glasfasern hat [Egia Ajuriagojeaskoa u.a., (1997)]. Bei Behandlungszeiten < 5 min im Sauerstoffplasma wurden Inhomogenitäten auf der Oberfläche beobachtet (Bild 5.5a), die nach etwa fünf Minuten Behandlungsdauer weggeätzt sind. Die Glasoberfläche erscheint glatt (Bild 5.5b). Bei weiterer Ätzdauer treten dann zunehmend Streifen auf (Bild 5.5c). Erst nach mehr als 30 min Behandlung im Sauerstoffplasma erscheint die Glasoberfläche wiederum glatt (Bild 5.5d). Für die gewählte Modifizierungsdauer bis 90 min konnten im REM bei 50.000-facher Vergrößerung keinerlei festigkeitsbeeinflussende Oberflächenveränderungen festgestellt werden.

Aus Benetzungsmessungen an unterschiedlich lange modifizierten Glasfasern (5 Versuchsserien mit jeweils mindestens 6 gleichbehandelten Prüflingen) folgt eine

optimale Modifizierungsdauer von 5 min (Tabelle 5.2). Die Bilder 5.6 und 5.7 zeigen, daß der Vorrückwinkel θ_v mit der Behandlungsdauer infolge der glatten Glasfaseroberfläche und zunehmender Polarität der Oberfläche abnimmt und bei 5 min Plasmamodifizierung ein Minimum durchläuft. Bei weiterer Modifizierungsdauer steigt θ_v wieder an. Es scheinen zwei gegenläufige Prozesse wirksam zu sein. Zu Beginn der Plasmabehandlung könnte die Oberflächenpolarität durch Einfügen von polaren Gruppen (zum Beispiel Silanolgruppen) erhöht werden. Bei weiterer Behandlungsdauer ($t_{OP} > 5$ min) wird die Oberflächenstruktur zerstört (vgl. auch die REM-Aufnahmen im Bild 5.5) und zunächst wieder unpolarer. Nach etwa 20 min ist die Faseroberfläche wieder einheitlicher und polarer; der Kontaktwinkel nimmt ab. Analog zum Vorrückwinkel verhält sich der Rückzugswinkel θ_r , wobei dieser charakteristisch für höherenergetische Teile der Oberfläche ist. Der Verlauf der Kontaktwinkel bei Benetzung mit Diiodmethan wurde ausführlich von Egia Ajuriagojeaskoa u.a. (1997) dokumentiert; Auszüge finden sich in Anlage 4 dieser Arbeit. Aus Tabelle 5.2 bzw. Bild 5.7 folgt eine maximale Polarität von $X^P = 0,7$ für die Modifizierungsdauer von 5 min und > 20 min. Gegenüber dem Ausgangswert von $X^P = 0,43$ für unbehandelte optische Glasfasern (Referenzfaser) ist eine deutliche Steigerung der Oberflächenpolarität erreicht worden. Wegen des großen Zeitaufwands bei 20 min Modifizierungsdauer wurde das lokale Polaritätsmaximum bei 5 min für die weiteren Behandlungen gewählt.

5.3.3 Einfluß auf die Festigkeit

Die Auswahl der Plasmabehandlungsdauer von 5 min für die weitere chemische Behandlung von Fasersensoren setzt voraus, daß die Zugfestigkeit durch das Plasmaätzen der Faseroberfläche nicht signifikant beeinflusst wird. Daher wurden an langen, plasmageätzten Fasern (Meßbasis 500 mm) Zugfestigkeitsmessungen nach der dynamischen Methode (s. Anlage 3) durch-

Tabelle 5.2:

Aus Kontaktwinkelmessungen an plasmamodifizierten optischen Glasfasern berechnete Oberflächenspannungen und Polaritäten. [Velden u.a., (1997)], [Egia Ajuriagojeaskoa u.a., (1998)], [Habel/Schulz u.a., (1998)], [Bismarck u.a., (1999-1)]

Die Werte wurden auf Basis der gemessenen Kontaktwinkel mit Hilfe der Gln. (5.2), (5.8) und (5.9) berechnet.

Modifizierungsdauer im Sauerstoffplasma [min]	γ [mN/m]	γ^p [mN/m]	γ^d [mN/m]	X^P [-]
0	44,3 ± 3,0	19,1 ± 1,7	25,3 ± 2,5	0,43
1	43,6 ± 3,3	25,7 ± 3,2	17,9 ± 1,0	0,59
2,5	47,1 ± 1,2	31,5 ± 1,1	15,6 ± 0,4	0,67
5	53,2 ± 0,6	37,3 ± 5,1	15,9 ± 0,5	0,70
7,5	47,5 ± 0,8	31,4 ± 0,8	16,1 ± 0,2	0,66
10	43,9 ± 4,0	26,6 ± 4,0	17,4 ± 0,4	0,61
20	42,4 ± 4,0	26,1 ± 3,9	16,3 ± 0,7	0,62
50	43,8 ± 2,2	27,7 ± 2,1	16,1 ± 0,4	0,63
90	47,8 ± 1,4	33,7 ± 1,2	14,2 ± 0,7	0,70

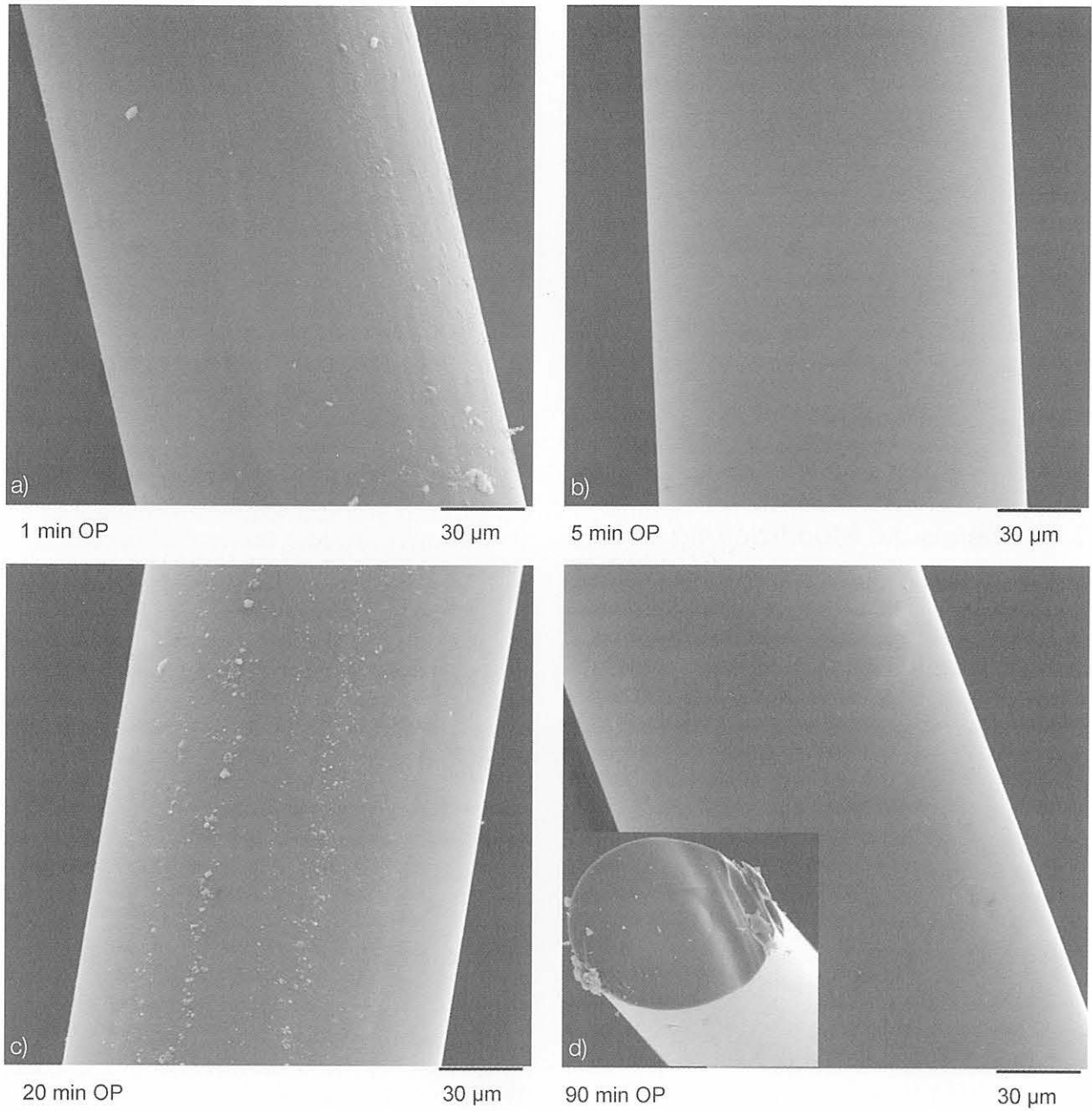


Bild 5.5: Einfluß der Modifizierungsdauer im Sauerstoffplasma auf die Beschaffenheit der Glasoberfläche. (Die Faserstirnfläche im Bild 5.5d zeigt deutlich den optisch aktiven Bereich eines untersuchten Prüflings.)

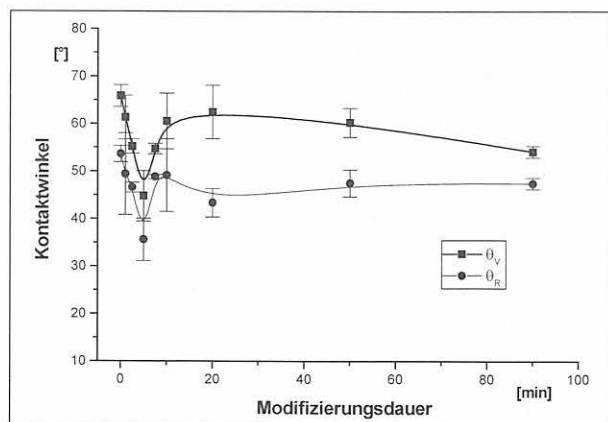


Bild 5.6: Einfluß der Dauer der Modifizierung im Sauerstoffplasma auf den Kontaktwinkel optischer Glasfasern bei Benetzung mit MilliQ-Wasser.

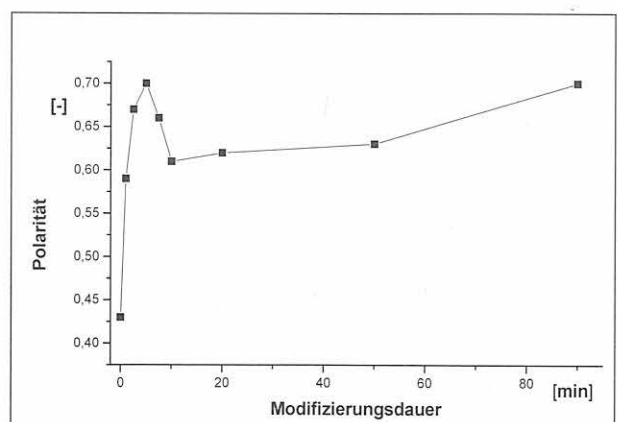


Bild 5.7: Einfluß der Dauer der Modifizierung im Sauerstoffplasma auf die Polarität der Oberfläche optischer Glasfasern.

geführt. Bild 5.8 zeigt den Einfluß der Plasmamodifizierung auf die Festigkeit der Glasfasern, gemessen unter Umgebungsbedingungen. Nach 20 min Ätzzeit nimmt die Zugbruchdehnung um etwa 17 % gegenüber den nur 1 min lang geätzten Fasern ab. Der Vergleich der Zugbruchdehnungswerte mit denen unbehandelter, frisch entcoateter Fasern in Umgebungsluft (ca. 0,41 %) zeigt, daß die Zugbruchdehnung der nur kurzzeitig im Plasma modifizierten Fasern über dem Mittelwert unmodifizierter Fasern liegt. Eine kurzzeitige Plasmabehandlung von fertiggestellten Fasersensoren kann somit die Festigkeit des Fasermaterials geringfügig erhöhen. Eine als optimal ermittelte Modifizierungsdauer von 5 min vor nachfolgender Silanierung verschlechtert nicht die Festigkeit der Fasern während der Vorbereitung für die Einbettung.

5.4 Chemische Modifizierung mit Silanen als Haftvermittler

5.4.1 Auswahl und Beschreibung der verwendeten Silane

In der Literatur finden sich Hinweise auf die Nutzung von Silanen zur Verbesserung der Haftungseigenschaften von in polymeren Matrices eingebetteten optischen Glasfasern [Wojcik u.a., (1993)], [Martin u.a., (1995)]. Speziell für die Einbettung von Glasfasersensoren in zementgebundene Baustoffe wurden zwei Alkylsilane der Fa. Hüls AG, Werk Rheinfelden, ausgewählt⁵ und getestet.

Die verwendeten Silanmoleküle besitzen einen polaren und einen unpolaren Molekülbereich [Hüls, (1993)]:

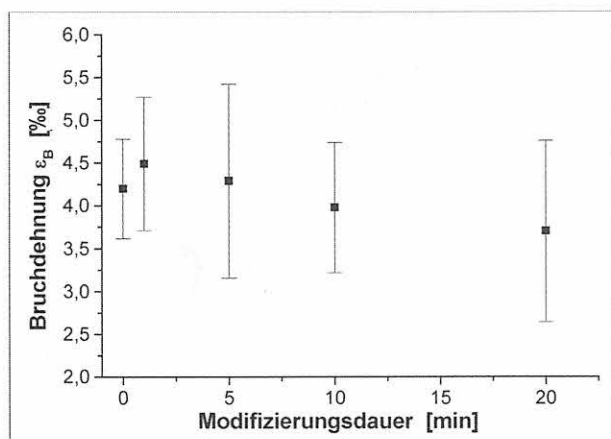


Bild 5.8: Einfluß der Dauer der Plasmamodifizierung auf die Festigkeit von optischen Glasfasern (gemessen unter Umgebungsbedingungen, 5 Prüflinge). Der Referenzwert für 0 min, d. h. keine Modifizierung, ist gebildet aus dem Mittelwert der Messungen gemäß Tabelle 4.3, Meßreihen 1 bis 3 (9 Prüflinge).

Diese Zwitterstellung bewirkt gleichzeitig hydrophile und hydrophobe Eigenschaften. Y ist hier die unpolare, gegenüber dem polaren Wasser hydrophobe, organofunktionale Gruppe, die über eine stabile, reaktionsträge Kohlenstoffkette fest an das Silizium gebunden ist. Die Auswahl dieser Gruppe richtet sich nach den vorhandenen funktionalen Gruppen der Materialien, für die das Silan die Brücke bilden soll. Für die Hydrophobierung zementgebundener Baustoffe werden Alkylsilane verwendet. Die Wahl der organofunktionalen Gruppe bei Alkylsilanen hat Einfluß auf die Benetzungs- und Filmbildungseigenschaften der Silanoberfläche. Von ihrer Größe und Beschaffenheit hängt die Stärke der hydrophoben Abschirmung der Glasoberfläche und Beständigkeit des Silans gegenüber basisch wirkenden Substanzen ab. Das Glas seinerseits begünstigt durch eine hohe Oberflächenenergie gutes Bindungsverhalten zum Silan. Die Alkylsilane zeigen auch bei vergleichbaren silikatischen Materialien, wie Glaswolle, Quarzsand, Cristobalit, gute Bindungseigenschaften [Hüls, (1993)].

Zur Verbesserung der Haftungseigenschaften der Fasersensoren und zum Schutz der Glasoberfläche in der Mörtelmatrix wurden zwei Alkylsilane mit folgenden Alkylgruppen⁶ getestet:

n - Propyl-Gruppe⁷: $CH_3 - CH_2 - CH_2 -$

i - Butyl-Gruppe: $\begin{matrix} CH_3 \\ \diagdown \\ CH - CH_2 - \\ \diagup \\ CH_3 \end{matrix}$

Im entgegengesetzten Molekülbereich der verwendeten Silane liegt als siliziumfunktionale Gruppe X eine Alkoxy-Gruppe. Ihr allgemeiner Aufbau ist -OR, wobei R eine einwertige reaktive Molekülgruppe in einer Kohlenwasserstoffverbindung charakterisiert. Diese Alkoholgruppe ist direkt an das Silizium gebunden und ermöglicht unter Abspaltung des entsprechenden Alkohols die Bindung mit reaktiven Gruppen anorganischer Materialien, z. B. mit Silizium-Verbindungen des Glases.

Die hydrophilen Alkoxygruppen am Silizium bestimmen die Hydrolysegeschwindigkeit des Silans sowie die Benetzungseigenschaften der Oberfläche. Mit Blick auf die chemischen Reaktionen des Silans mit der Glasoberfläche und dem Zementmörtel wurden folgende siliziumfunktionale Gruppen ausgewählt:

⁵ Beratung durch Dr. P. Jenkner, Hüls AG, Werk Rheinfelden.

⁶ Die Propylgruppe ist das reaktionsfreudige Radikal des Propan, die Butylgruppe das des Butans.

⁷ Die Buchstaben i = iso und n = normal weisen auf die Kettenisomerie der Verbindungen hin:

n-Verbindungen enthalten unverzweigte Kohlenstoffketten, i-Verbindungen dagegen verzweigte Ketten.

Methoxy-Gruppe: $-OCH_3$
 Ethoxy-Gruppe: $-OC_2H_5$.

Die beschriebenen Alkyl- und Alkoxy-Gruppen sind Bestandteil handelsüblicher Silane der Hüls AG, das i-Butyltriethoxysilan (Handelsname: Dynasilan® BHN) und das n-Propyltrimethoxysilan (Handelsname: Dynasilan® BSM). Ziel der Untersuchungen war es, herauszufinden, welche funktionalen Gruppen optimale Reaktionsbedingungen mit dem Glas besitzen. Die Struktur der Silane ist in der Anlage 5, Pkt. B. detailliert beschrieben.

Wie im Abschnitt 4.2.2 beschrieben, bilden sich auf der der Luftfeuchtigkeit ausgesetzten Oberfläche der Glasfaser Silanolgruppen (Si-OH-Gruppen). Andererseits sind in der Porenlösung OH-Gruppen verfügbar. Die reaktiven OH-Gruppen neigen zur Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen, woraus eine Adsorption von Wasserdampf in der oberflächennahen Schicht folgen kann. Diese Reaktivität der Glasoberfläche, die durch Modifizierung noch weiter verbessert werden kann (s. Pkt. 5.3.2), ist Voraussetzung für die Anbindung der Alkylsilane an die Glasoberfläche. Um die chemischen Reaktionen der Silanisierung zur Erreichung chemischer Bindungen des Silans sowohl zum Glas als auch zum mineralischen Baustoff in Gang zu setzen, müssen einige Teilschritte durchlaufen werden. Diese Reaktionen werden nachfolgend am Beispiel des Propyltrimethoxysilans (Dynasilan BSM) vorgestellt.

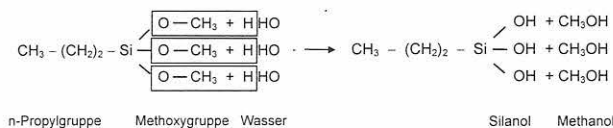
1. Hydrolysierung des Silans

Das Silankonzentrat wird für die Hydrolysierung mit Wasser oder einem Gemisch aus Wasser und Methanol, Ethanol oder Isopropanol (1-Methylethylalkohol) auf eine Konzentration von 0,1 Vol-% bis 1,0 Vol-% verdünnt. Die Silanreaktion mit Wasser benötigt einen Katalysator, vorzugsweise Essigsäure CH_3COOH . Die Geschwindigkeit der Hydrolysierung hängt von der Silankonzentration, dem pH-Wert der Lösung und den vorhandenen funktionalen Gruppen ab. Als günstiger pH-Wert hat sich ein Bereich von 3,5 bis 5,5 erwiesen.

Anfangs wurde das für die Hydrolyse erforderliche Wasser durch Befeuchten der Faser Oberfläche bereitgestellt. Da sich die Benetzbarkeit der Glasfasern als zu gering herausstellte, mußte das Wasser dem Silan zugegeben werden. Zur Steigerung der Oberflächenaktivität der Glasfasern gegenüber dem Silan ist eine

Plasmamodifizierung vor Beginn der Silanisierung vorteilhaft (s. Bild 5.11).

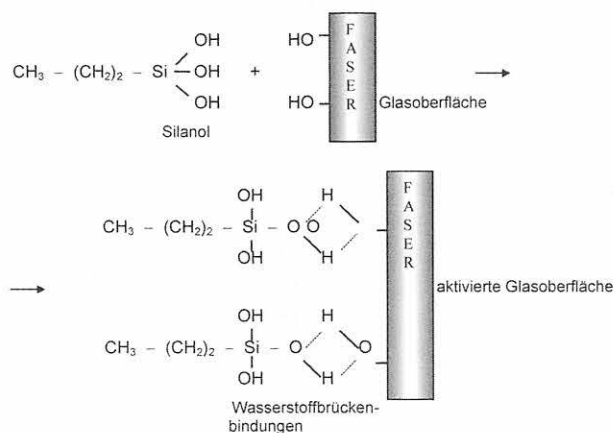
Im Beispielfall des BSM-Silans entsteht bei dessen Hydrolysierung Silanol und der entsprechende Alkohol (hier Methanol⁸):



Das entstehende Silanol $Si(OH)_3$ kann formal als eine Alkalikieselsäure aufgefaßt werden [Hüls, (1995)]. Diese chemische Verbindung ist zwar begrenzt stabil (einige Tage für BSM und BHN), jedoch sehr reaktiv. Sie kombiniert die Eigenschaften der organischen Alkylgruppe mit den Eigenschaften des anorganischen Silikats. Das Silanol reagiert mit reaktiven Gruppen auf der Oberfläche des hochreinen Kieselglases.

2. Reaktion mit OH-Funktionalitäten der Glasoberfläche und des Zementleims

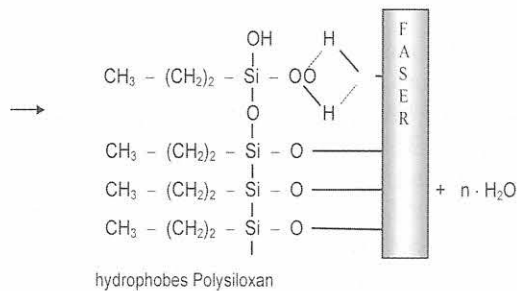
Es wird angestrebt, daß die OH-Gruppen des Silanols mit den OH-Funktionalitäten auf der Glasoberfläche und in der Zementsteinmatrix Wasserstoffbrückenbindungen eingehen. Deshalb wurde eine hochverdünnte Silankonzentration eingesetzt, um die Bildung von Polysiloxanfilmen zu vermeiden. Die Zahl der Wasserstoffbrückenbindungen ist umso größer, je mehr OH-Gruppen verfügbar sind. Bei der Bindung zur Glasoberfläche wird die Bedeutung ihrer gezielten oberflächenenergetischen Aktivierung vor Beginn der Silanisierung zur Erreichung einer guten Adhäsion des Silanols am Glas deutlich.



Im Verlauf der Silanreaktion reagiert das Silanol in einer Kondensationsreaktion unter Abspaltung von Wasser zu Siloxan, das aufgrund der hohen Affinität von Si und O chemisch an die Glasoberfläche gebunden wird. Das hydrophobe Siloxan schützt das Glas gegenüber dem alkalischen Angriff. Die Geschwindigkeit der Kondensationsreaktion hängt von der Silankonzentration und dem eingestellten pH-Wert ab. Damit nach Einbettung der silanisierten Fasern für die Reaktion des Silanols mit der Porenlösung des Zementleims ausreichend nicht-abgesättigte OH-Gruppen verfügbar blei-

⁸ Da Methanol toxisch wirkt und entzündlich ist, wurden die Untersuchungen mit BSM-Silan unter dem Abzug durchgeführt. Das BHN-Silan liefert als Alkohol Ethanol und sollte bei gleichen Ergebnissen dem BSM vorgezogen werden. Die entsprechenden Sicherheitsvorschriften (EG-Sicherheitsdatenblätter) der Fa. Hüls AG wurden beachtet.

ben, dürfen bei der Kondensation des Silans nicht alle OH-Gruppen reagieren. Dies kann nur durch Einstellung definierter Reaktionsbedingungen erreicht werden. Läuft die Silanreaktion zu lange ab, bilden sich kettenförmige Moleküle, die direkt an das Glas angekoppelt sind. Die entstehende Polysiloxanschicht verbessert zwar den Schutz der Glasoberfläche, wäre in diesem Fall jedoch nicht mehr mit dem Zementleim reaktionsfähig. Ein geringeres Adhäsionsvermögen zur Matrix wäre die Folge.



Zur Vermeidung solch durchgehender Polysiloxanketten wurde mit Silankonzentrationen $\leq 1\%$ und Reaktionszeiten < 10 min gearbeitet.

3. Trocknung

Die Silanreaktion wird durch die Trocknung der behandelten Fasern gestoppt. Das überschüssige Wasser und der entstandene Alkohol werden dadurch entfernt, so daß die Kondensationsreaktion beendet wird und ungebundene OH-Gruppen des Silanols reaktionsfähig bleiben. Die vom Hersteller empfohlene Trocknungszeit von 20 bis 30 Minuten bei $80\text{ }^\circ\text{C}$ führte zu guten Ergebnissen.

5.4.2 Benetzungseigenschaften von silanisierten optischen Standardfasern

Für die Untersuchungen wurden Silankonzentrationen im Bereich $0,1\%$ bis $1,0\%$ gewählt. Tests mit höheren Silankonzentrationen führten zu schmierigen Filmen auf der Glasoberfläche, die für eingebettete Fasersensoren ungeeignet sind, jedoch für rißtolerante Sensorfasern in Betonmatrizes nützlich sein können. Alle Silanlösungen wurden in gleicher Weise hergestellt (siehe Anlage 5, Pkt. B).

Die Faserprüflinge wurden entsprechend dem im Pkt. 5.3.2 ermittelten Benetzungsoptimum vor ihrer Silanierung 5 min im Sauerstoffplasma modifiziert. Zusätzlich wurden Versuchsreihen mit höheren Modifizierungsdauern durchgeführt, um eventuelle festigkeitsverbessernde Auswirkungen einer Silanbehandlung stark geätzter Fasern, beispielsweise durch „Verklebung“ von Mikrorissen [Tuna u.a., (1990)] zu erfassen.

Um die Reaktivität der silanisierten Fasern bewerten zu können, wurden deren Kontaktwinkel nach der modifizierten Wilhelmy-Methode bestimmt und ihre Oberflächen elektronenmikroskopisch untersucht. Die visuelle

Prüfung sollte zeigen, ob der gewählte Bereich der Silankonzentration ($0,1\%$ bis $1,0\%$) zu einer durchgängigen Beschichtung der Glasoberfläche führt. Einzelne Faserproben wurden 90 min im Sauerstoffplasma geätzt, da von dieser Modifizierungsdauer eine durchgehend hohe Benetzbarkeit der Oberfläche erwartet wurde.

Die Bilder 5.9a und 5.9b sowie 5.10 zeigen den Einfluß der Silankonzentration auf die Ausbildung einer Silanschicht. Bei einer $0,1\%$ -igen Silankonzentration sind nur vereinzelt Silanketten auf der Glasoberfläche zu finden (Bilder 5.9a und 5.9b), deren Vorhandensein exemplarisch durch chemische Analyse mittels EDX und ESCA bestätigt wurde. Außerhalb dieser Bereiche wurde nur Glas nachgewiesen. Eine durchgängig geschlossene Silanschicht konnte bei Behandlung mit einer $1,0\%$ -igen Silankonzentration erreicht werden (Bild 5.10). Unterhalb der Fließgrenze befindet sich ebenfalls Silan (EDX-Analyse).

Bild 5.11 zeigt die Ergebnisse der Benetzungsmessungen an silanisierten optischen Fasern. Für alle Silankonzentrationen im Bereich von $0,1\%$ bis $1,0\%$ stellt sich bei den Fasern, die zuvor 5 min lang im Sauerstoffplasma modifiziert worden sind, ein minimaler Kontaktwinkel ein. Der Kontaktwinkel ist erwartungsgemäß für die kleinste Silankonzentration von $0,1\%$ minimal, jedoch bereits um etwa 15° größer als bei unsilanisierten, ebenfalls 5 min lang plasmamodifizierten Fasern. Ursache ist die mit der Silanierung eintretende teilweise Hydrophobierung der Oberfläche.

Die aus den gemessenen Kontaktwinkeln (s. Anlage 4, Pkt. D) berechneten Oberflächenspannungen und Polaritäten sind in Tabelle 5.3 zusammengefaßt. Die Meßergebnisse bestätigen, daß die Silane bei einer Konzentration von $0,1\%$ die höchste Polarität aufweisen. Der Konzentrationseinfluß auf die Benetzbarkeit wirkt sich bei BSM stärker auf den polaren Anteil aus, als bei BHN. Der dispersive Anteil der Oberflächenspannung ist dagegen bei BHN-Silan unabhängig von der Konzentration bzw. nimmt bei BSM geringfügig zu. Die Abschirmung der Oberfläche, d. h. die Hydrophobierung, ist bei BSM stärker als bei BHN. Dies konnte durch Indentationstest experimentell bestätigt werden (vgl. Tabelle 7.1). Bei elektronenmikroskopischen Untersuchungen der Oberflächenbeschaffenheit (Bilder 5.9 und 5.10) scheint der Silanfilm bei höherer Konzentration „dichter“ zu sein. Hingegen bleibt die Kontaktwinkelhysterese für alle modifizierten Fasern in der gleichen Größenordnung, was auf einen kombinierten Effekt aus chemischer Heterogenität (Restaktivität) und Rauigkeit zurückgeführt werden kann.

Die Untersuchungen zeigen des weiteren, daß eine Verlängerung der Plasmamodifizierungsdauer zu keiner Verbesserung der Benetzbarkeit der silanisierten Oberflächen führt. Bereits bei einer Vorbehandlungsdauer von 10 min im Plasma verschlechtert sich die Benetzbarkeit, ab 10 min bleibt diese dann konstant. Sowohl hinsichtlich Benetzbarkeit silanisierter Fasern

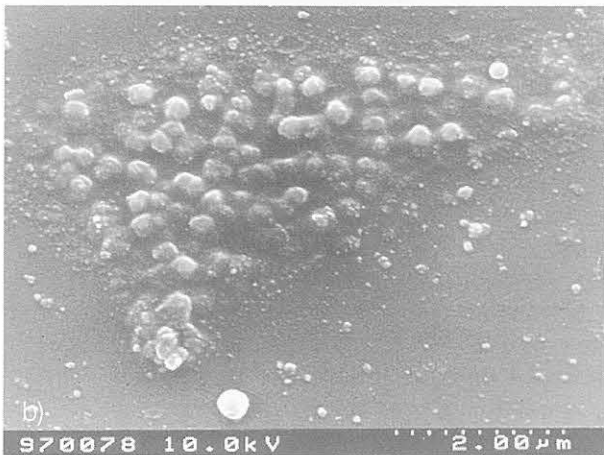
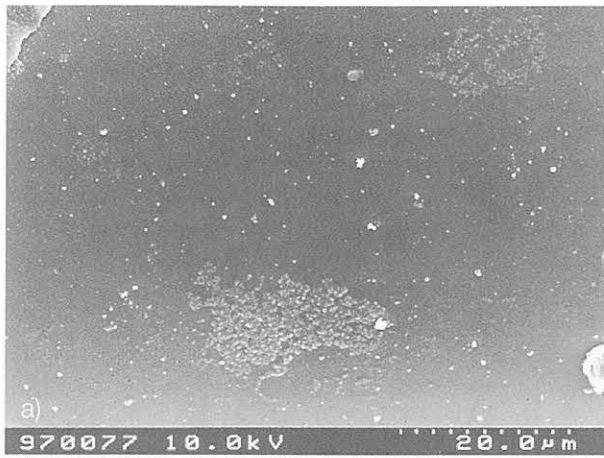


Bild 5.9: Oberfläche einer 90 min im Sauerstoffplasma geätzten optischen Glasfaser, behandelt mit BHN-Silan der Konzentration 0,1 %.



Bild 5.10: Oberfläche einer 90 min im Sauerstoffplasma geätzten optischen Glasfaser, behandelt mit BHN-Silan der Konzentration 1,0 %.

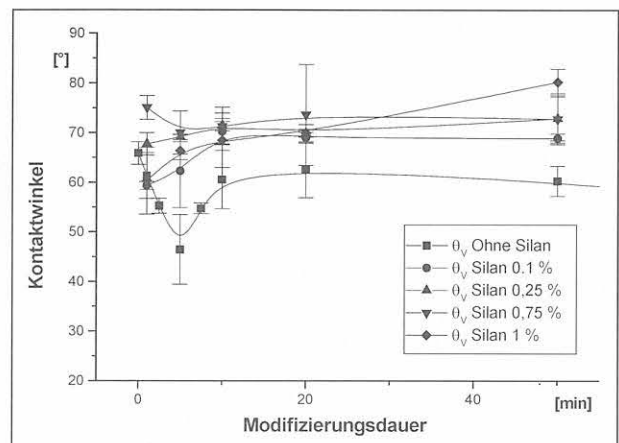


Bild 5.11: Einfluß der Silankonzentration (BSM) und Dauer der Modifizierung im Sauerstoffplasma auf den Kontaktwinkel optischer Glasfasern bei Benetzung mit Wasser.

als auch aus ökonomischer Sicht zeigen diejenigen Fasern, die vorher 5 min lang im Sauerstoffplasma modifiziert worden sind, die besten Ergebnisse.

Der gegenüber unsilanisierten Fasern nur relativ gering ausfallende Anstieg des Kontaktwinkels von Fasern mit einer Silankonzentration von 0,1 % weist auf das Vorhandensein ausreichend reaktiver Gruppen an der Faseroberfläche hin. Da bei dieser Silankonzentration die Faseroberfläche jedoch nur lückenhaft silanisiert ist, wurde die Zugfestigkeit bei alkalischem

Angriff überprüft. Demgegenüber steht bei Verwendung der Silankonzentration von 1,0 % die Klärung des Haftungsvermögens der Faser an der Zementsteinmatrix im Vordergrund.

⁹ Hier sind nur Mittelwerte angegeben; vollständige Angaben s. Anlage 4, Pkt. D und in Bismarck u.a., (1999-1).

Tabelle 5.3: Oberflächenspannungen und Polaritäten⁹ silanisierter optischer Fasern

Ätzeit im O-Plasma [min]	Dynasilan BHN				Dynasilan BSM			
	20'	90'	20'	90'	20'	90'	20'	90'
	0,1 %		1 %		0,1 %		1 %	
polarer Anteil γ^p [mN/m]	22,8	27,6	19,3	22,0	21,1	23,1	13,3	20,0
dispersiver Anteil γ^d [mN/m]	17,5	17,1	17,5	17,1	19,0	17,1	19,4	18,3
Gesamtwert γ [mN/m]	40,3	44,7	36,8	39,1	40,1	40,2	32,7	38,3
Polarität X^p [-]	0,566	0,617	0,52	0,564	0,526	0,575	0,406	0,522

5.4.3 Festigkeit von silaniserten optischen Glasfasern in Porenlösung

Für die Beurteilung, inwieweit die Silanschicht auf der Glasfaseroberfläche schützende Wirkung hat, wurde die Zugfestigkeit von 500 mm langen, silaniserten Fasern unter Porenlösungsangriff gemessen und mit den an nicht-silanisierten Fasern gemessenen Werten verglichen. Bild 5.12 zeigt, daß die Zugfestigkeit (dynamischer Zugversuch) von silaniserten Fasern bei betonchemischer Beanspruchung nur geringfügig von der Silankonzentration abhängt.

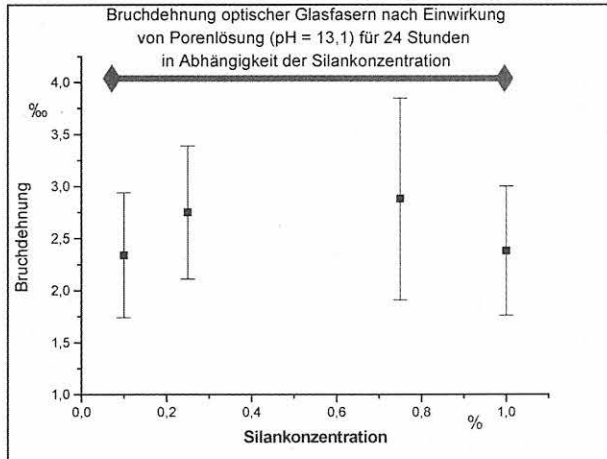


Bild 5.12: Festigkeitsverhalten silanisierter optischer Glasfasern (dynamischer Zugversuch) nach 24 Stunden simuliertem alkalischem Angriff; das verwendete Intervall stammt aus einer Abschätzung der Spannweite. (◆ - vergleichbares Festigkeitsniveau un behandelter Fasern)

Die besten Festigkeitswerte von etwa 2,8 % Bruchdehnung wurden für mittlere Konzentration im Bereich von 0,3 bis 0,7% Silankonzentration erreicht. Diese Werte liegen jedoch deutlich unter denen betonchemisch beanspruchter, un behandelter optischer Glasfasern mit einer Bruchdehnung von etwa 4 %. Dieses Verhalten wird auf die durch die Silanschicht behinderte Wirkung des chemischen Poliereffekts korrodierter Glasoberflächen durch alkalische Medien zurückgeführt.

Festigkeitsmessungen an silaniserten Fasern im Zeitstandversuch unter Porenlösungsangriff (Bilder 5.13a und 5.13b) zeigen im Gegensatz zu gleichen Messungen an PI-gecoateten Fasern (Bilder 4.7a und 4.7b) über den gesamten Bereich der Ausfallwahrscheinlichkeit eine nahezu gleichmäßige (lineare) Festigkeitsverteilung. Dies gilt sowohl für die geringe Silankonzentration von 0,25 % als auch die Konzentrationsgrenze von 1 %, bei der bereits Haftungsverlust zu erwarten ist (vgl. Kapitel 7). Die Zeitstandsmessungen an silaniserten Fasern zeigen, daß ein alkalischer Angriff auf eine mehr oder weniger geschlossene Silanschicht auf der Oberfläche der optischen Glasfasern nicht zu einer festigkeitsrelevanten Schädigung führt. Für optische Fasersensoren, die in einer Silanlösung geringer Konzentration behandelt werden, können

Festigkeitsaussagen aus den Zeitstandsmessungen getroffen werden.

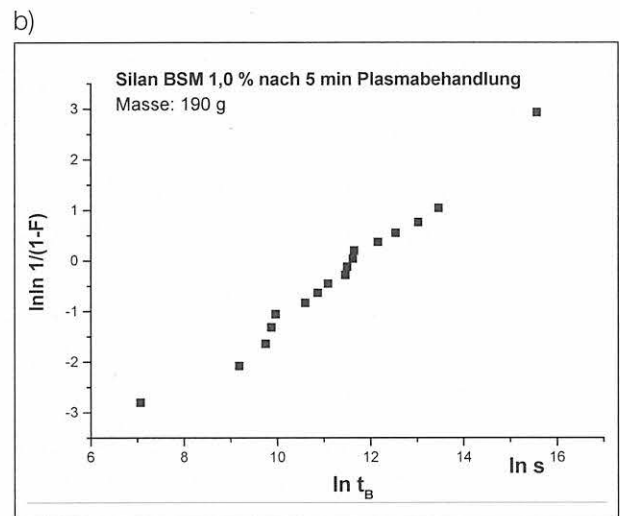
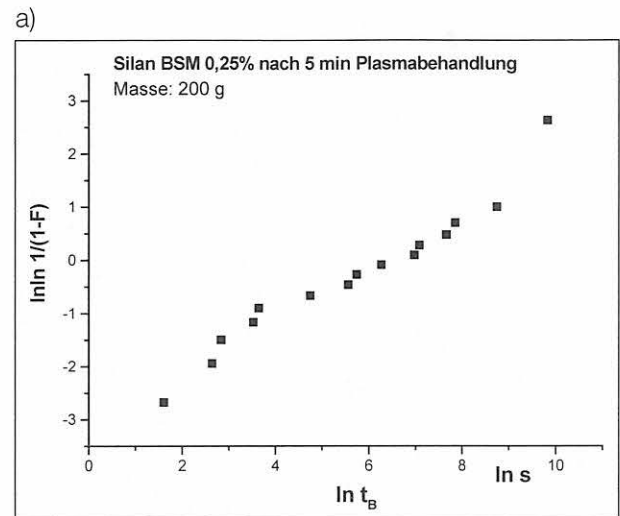


Bild 5.13: Statischer Zugversuch an silaniserten optischen Fasern bei Lagerung in nachgestellter Porenlösung (pH-Wert = 13,6), Umgebungsbedingungen: r.H. = 40 %, T = 24 °C.
a) Silankonzentration 0,25 %, Prüflingslänge: 500 mm
b) Silankonzentration 1,0 %, Prüflingslänge: 100 mm.

5.5 Ergebnisse zur Steuerung der Benetzbarkeit optischer Fasern unter Berücksichtigung der Faserfestigkeit

Die Benetzbarkeit - und damit die Adhäsionsbereitschaft - von optischen Glasfasern für Fasersensoren kann durch Modifizierung im Sauerstoffplasma deutlich verbessert werden. Eine Modifizierungsdauer von 5 Minuten genügt bereits, um eine maximal mögliche Polarität der Glasfaseroberfläche zu erreichen. Bei dieser geringen Modifizierungsdauer wird die Zugfestigkeit nackter optischer Glasfasern nur unwesentlich verringert. Bei einzelnen Exemplaren wurden sogar höhere Festigkeitswerte gemessen als bei unbehandelten Fasern. Hinsichtlich der Festigkeitseigenschaften plasmamodifizierter optischer Fasern im alkalischen Milieu steht ihrer Einbettung in die Zementsteinmatrix nichts entgegen. Inwieweit jedoch der zusätzliche Behandlungsaufwand im Plasmareaktor zu einer tatsächlichen Haftungsverbesserung führt, muß aus Haftungsuntersuchungen (Indentation-Methode) geklärt werden (Kap. 7).

Die von Wojcik u.a. (1993) und Martin u.a. (1997) vorgeschlagene Silanisierung von optischen Glasfasern zur Haftungsverbesserung wurde in dieser Arbeit mit zwei Alkylsilanen, die speziell für die Einbettung von (nicht-optischen) Glasfasern in Mörtelmatrizes, d. h. für die Erzeugung chemischer Reaktionen sowohl mit der Glasoberfläche als auch mit der Mörtelmatrix, entwickelt wurden, durchgeführt. Umfangreiche Messungen der Oberflächenreaktivität silanisierter Fasern gegenüber nackten, plasmamodifizierten Fasern zeigten schlechtere Benetzungseigenschaften. Der Verlust an Oberflächenreaktivität bleibt jedoch gering, wenn die Faser zuvor im Sauerstoffplasma modifiziert wird, die Silankonzentration von 0,25 % nicht überschritten wird und die Silanreaktion unterbrochen wird.

Gegenüber extrudierten Polymercoatings wirkt eine Silanisierung der Oberfläche der Sensorfaser in jedem Falle benetzungsverbessernd. Die besten Voraussetzungen für die spezifische Adhäsion zur Mörtelmatrix (auf Basis chemischer Bindungen) besitzen nackte optische Fasern nach einer 5minütigen Modifizierung im Sauerstoffplasma. Diese Fasern zeigen auch gegenüber den silanbehandelten höhere Zugfestigkeitswerte bei alkalischer Beanspruchung. Für optische Fasern mit einer Silanbeschichtung kann die Ausfallwahrscheinlichkeit im alkalischen Milieu auf Basis von Zeitstandsversuchen gut bewertet werden, da die gemessene Festigkeitsverteilung bis hin zu geringen Ausfallwahrscheinlichkeiten gleichmäßig ist. Dies ist bei extrudierten Polymercoatings wegen eintretender Coatingschäden nicht der Fall.

Wichtig bei der Anwendung haftungsverbessernder Silanbeschichtungen ist die Begrenzung der Reaktionsdauer des Silanisierungsprozesses. Sie sollte 10 min

bei einer Raumtemperatur von 21 °C nicht überschreiten, da sonst für eine chemische Bindung zur Mörtelmatrix keine reaktionsfähigen Gruppen mehr zur Verfügung stehen und der entstehende hydrophobe Oberflächenfilm zum Gleiten der Sensorfaser in der Matrix führt. Die exakte Einstellung der Reaktionsbedingungen und der Reaktionsdauer zur Gewährleistung einer gleichmäßigen Beschichtung wurde durch zahlreiche Tests eingestellt. Die Silanisierung selbst ist aus gerätetechnischer Sicht einfach durchzuführen und stellt besonders bei Verwendung längerer Sensorfaser-Abschnitte (> 500 mm) eine Alternative zu dem oft bevorzugten Recoating dar. Es ist jedoch noch die Frage zu klären, ob eine „fleckartige“ Beschichtung der Glasoberfläche (gemäß Bilder 5.9a und 5.9b) möglicherweise einen signifikanten Beitrag zur mechanischen Adhäsion durch das Entstehen von „Verdübelungsfläche“ liefert.

Hinsichtlich der Handhabung ungecoateter optischer Glasfasern bei Einbettung bieten silanisierte Fasern Vorteile. Aus Festigkeitsmessungen an den silanisierten Fasern folgt eine Mindestbruchdehnung von 0,23 %. Damit können elastische Matrixverformungen zuverlässig gemessen werden. Für größere Verformungen müssen alternative Coatings eingesetzt werden (Kapitel 6).

Im Interesse einer möglichst hohen Adhäsionsbereitschaft ist die Verwendung von BHN-Silan vorteilhaft. Diese Variante ist auch aus gesundheitlichem Aspekt vorzuziehen, da bei der BHN-Silanreaktion Ethanol statt Methanol (bei BSM-Silan) entsteht.

5.6 Quellenangaben

Bismarck, A. (1995): Spektroskopische und oberflächenenergetische Untersuchungen an chemisch modifizierten Karbonfasern. Diplomarbeit. TU Berlin, Institut für Technische Chemie.

Bismarck, A. (1999): Chemische Modifizierung von Karbonfasern: Elektrokinetische und oberflächenenergetische Charakterisierung/Einfluss auf die Adhäsion zu thermoplastischen Polymeren. Dissertation D83. TU Berlin, Institut für Technische Chemie.

Bismarck, A.; Egia Ajuriagojeaskoa, E.; Springer, J.; Habel, W. (1999-1): Modification et caractérisation de la surface de fibres optiques pour son insertion postérieure dans des matériaux cimentaire. J. de Chimie-Physique 96, 1269-1294.

Bismarck, A.; Kumru, M. E.; Springer, J. (1999-2): J. of Colloid Interface Science 217, 377.

Chapman, B.N.; von Harrach, H. (1972): Thin Solid Films 13, 157 [zitiert in Tuna, (1990)].

- Egia Ajuriagojeaskoa, E.; Bismarck, A.; Springer, J.; Habel, W. (1997): Oberflächenenergetische Untersuchungen an modifizierten und silanisierten Glasfasern. Unveröffentlichter Forschungsbericht, TU Berlin, FB 5: Institut für Technische Chemie.
- Franz, H. (1987): Glass surface improvements by chemical reactions and thin film deposition. *Glas-technische Berichte* 60, 182-186.
- Gassan, J.; Bledzki, A.K.; Gutowski, V.S. (1983): Benetzungsverhalten von Fasern ermitteln. *Materialprüfung* 40, 93-97.
- Habel, W.; Hillemeier, B.; M. Jung; J. Plöhn and F. Basedau, (1998). „Non-Reactive Measurement of Mortar Deformation at Very Early Ages by means of Embedded Compliant Fiber-optic Micro Strain Sensors“ Proc. in the 12th Engineering Mechanics ASCE-Conf. Session: Fiber Sensors for Condition Monitoring 17-20 May 1998, San Diego, La Jolla/CA.. A Force for the 21st Century @ASCE, Reston VA., 799-802.
- Habel, W.; Schulz, E.; Kalinka, G.; Bismarck, A. (1998): Evaluation of Adhesion Behaviour of Optical Fibers for Sensors Embedded in Cementitious Materials. in Ansari, F.: *Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges*. Technomic Publ. Company. Lancaster-Basel, 194-206.
- Hoecker, F. (1996): Grenzflächeneffekte in Hochleistungsverbundwerkstoffen mit polymeren Matrices. *Fortschrittsberichte VDI, Reihe 5: Grund- und Werkstoffe*, Nr. 439. VDI-Verlag GmbH Düsseldorf.
- Huber, F.; Springer, J.; Muhler, J. (1997): Plasma Polymer Membranes from Hexafluorooctane/Hydrogen Mixtures for Separation of Oxygen and Nitrogen. *J. of Applied Polymer Science* 63, 1517-1526.
- Hüls AG, Firmenschrift (1993): Applications of organofunctional Silans. *Dynasilan®*. 08/1993.
- Hüls AG, Firmenschrift (1995): Bautenschutz mit Alkylsilanen, *Dynasilan® BSM*. 10/1995.
- Jacobasch, H.-J. (1984): Oberflächenchemie faserbildender Polymerer. Akademie-Verlag Berlin.
- Jang, B.Z. (1992): Control of interfacial adhesion in continuous carbon and Kevlar reinforced polymer composites. *Composites Science and Technology* 44, 333-349.
- Joung-Man, P.; Kim, J.H. (1994): Surface Energies of Borosilicate Glass Surfaces Modified with n-Aklylsilane Coupling Agents via Dynamic Contact Angle Measurements. *J. Colloid Interface Science* 168, 103-110.
- Martin, A., R.; Hayes, A., A.; Fernando, G., F.; Hale K., F. (1995): Impact damage detection in filament wound tubes utilizing embedded optical fibres. *Proc. on Smart Sensing, Processing and Instrumentation. Proc. of SPIE* 2444, 490-501.
- Roberts, A. (1977): *Adhesion*. vol.1, K.W. Allen (Ed.) Applied Science Publ., London, [Zitiert in Tuna, (1990)].
- Schröter, W.; Lautenschläger, K.-H.; Bibrack, H. (1994): *Taschenbuch der Chemie*. Verlag Harri Deutsch Frankfurt/M., 16. Auflage.
- Slowik, V.; Schlattner, E.; Klink, T. (1999): Faser-Bragg-Gitter-Sensoren zur langzeitigen Dehnungsmessung im Bauwesen. GESA-Symposium '99 „Anspruch und Tendenzen in der Experimentellen Strukturmechanik“ 6.-7. Mai 1999 in Rostock-Warnemünde. *VDI-Berichte* Nr. 1463, 305-310.
- Song, B. (1994): Untersuchung der Oberflächen- und Grenzflächenspannung flüssigkristalliner Verbindungen mittels der computergestützten Pendant-Drop-Methode. Dissertation, D83. TU Berlin, Institut für Technische Chemie.
- Tissington, B.; Pollard, G.; Ward, I.M. (1992): A study of the effects of oxygen plasma treatment on the adhesion behaviour of polyethylen fibres. *Composites Science and Technology* 44, 185-195.
- Tuna, S. (1990): Untersuchungen zur Charakterisierung der Haftung durch intermolekulare Anziehungskräfte in glasfaserverstärkten Thermoplasten. Dissertation D83, 1990. TU Berlin, Institut für Technische Chemie.
- Tuna, S.; Wernicke, M.; Springer, J. (1990): Zur Grenzfläche von Faser und Polymer. *Forschung Aktuell (Sonderausgabe TU Berlin)*. Heft 27-29, 14-17.
- Velden, B.; Bismarck, A.; Habel, W.; Springer, J. (1997): Oberflächenenergetische Untersuchungen an gezielt modifizierten Glasfasern zur Optimierung der Adhäsionseigenschaften bei Anwendung in mineralischen Materialien. Unveröffentlichter Forschungsbericht, TU Berlin, FB 5: Institut für Technische Chemie.
- Wojcik, A.B.; Klein, L.C.; Rondinella, V.V.; Matthewson, M.J.; Foy, P.R. (1993): Organically modified silicate coating for optical fibers. *Proc. Conf. on 'Fiber Optics Reliability and Testing: Benign and Adverse Environments'*. Boston/USA. *Proc. of SPIE* 2074, 135-141.
- Wu, S. (1982): *Polymer Interface and Adhesion*, Marcel Dekker Inc., New York.

6 Alternative Coatings auf Sensorfasern und ihr Verhalten unter Porenlösungseinfluß

Aufgrund der unzureichenden Alkaliresistenz bzw. Haftungseigenschaften der bei optischen Fasern meist benutzten extrudierten Polyimid- und Acrylat-Coatings werden für die Einbettung von Fasersensoren in zementgebundene Matrices Alternativen gesucht. In der Literatur werden vielfältige Vorschläge für alternative Faser- und Sensorcoatings gemacht. Untersuchungen über das Verhalten solcher Coatings im betonchemischen Milieu sind jedoch nicht bekannt.

Dieses Kapitel beschreibt das Verhalten neuer Coatings für den Einsatz von Glas-Lichtwellenleiter-Sensoren im betonchemischen Milieu. Als vielversprechend gelten hochvernetzte, dünne Plasmapolymerschichtungen. Unter Faseroptikern werden auch ORMOCERe, ein anorganisch-organisches Hybridpolymer, als Coating für einbettbare Sensoren diskutiert. Auch dieses Coating wurde visuell und in Zugversuchen hinsichtlich Dauerhaftigkeit im alkalischen Milieu geprüft.

Gegenüber dem getesteten ORMOCER-Coating zeigt ein Plasmapolymerschichtung aus einem Wasserstoff/Fluorcarbon-Gemisch zufriedenstellende Eigenschaften als Coating von faseroptischen Mikrodehnungssensoren für die zementgebundene Matrix.

6.1 Manuell aufgebrachte Beschichtungen

Von Igarashi und Kawamura (1994) werden Polymer- und Kunstharzbeschichtungen (z. B. auf Latexbasis) für optische und nicht-optische Glasfasern, die in Beton eingebettet werden sollen, vorgeschlagen. Derartige Beschichtungen zeigten, daß infolge chemischer und mechanischer Wechselwirkungen mit der Matrix die Grenzschicht um die Faser härter ist, als in der übrigen Matrix. Analog dieser für Verstärkungsfasern gewählten Methodik wurden EFPI-Mikrodehnungssensoren manuell mit zwei Epoxidharzen und einer Kunstharz-Dispersion (Latex) beschichtet und getestet. Aus fertigungstechnischen Gründen wurden die Sensoren in Beschichtungsbäder getaucht und anschließend das überschüssige Material abgeschleudert. Um Durchmesserabweichungen weitgehend auszugleichen, wurden die Sensoren mit der noch nicht erstarrten Schicht in Zementleim eingebettet. Die Schichtdicke auf der Oberfläche des Sensors wurde so gering wie möglich gehalten. Aus Mikroschliff-Untersuchungen wurde eine mittlere Schichtdicke von 60 µm erreicht.

Die mit jeweils 4 nebeneinander liegenden Mikrodehnungssensoren bestückten Normprismen aus PZ-Mörtel, w/z-Wert = 0,45, wurden in einer Druckprüfmaschine in axialer Sensorrichtung verformt. Bild 6.1 zeigt ein Beispiel für die aufgenommenen Kraft-Deh-

nungskennlinien unterschiedlich beschichteter Sensoren [Habel/Hofmann/Hillemeier, (1997)]. Wiederholte Messungen bestätigten das nicht-reproduzierbare Dehnungsübertragungsverhalten manuell aufgetragener Beschichtungen auf Klebstoff- und Latexbasis. Gegenüber diesen Beschichtungen zeigte ein karbonbespatterter Sensor im Verformungsbereich bis 0,44 % gutes lineares Übertragungsverhalten. Insbesondere bei höheren Temperaturen zeigen Karbon-Faserschichten deutlich verbesserte Ermüdungseigenschaften [Biswas, (1993)], [Semjonow u.a., (1994)]. Bei größeren Verformungen setzte in der Zementsteinmatrix jedoch auch nichtlineares Verhalten ein. Die manuelle Beschichtung wurde wegen der nicht erreichbaren Reproduzierbarkeit der Ergebnisse in dieser Arbeit nicht weiter verfolgt.

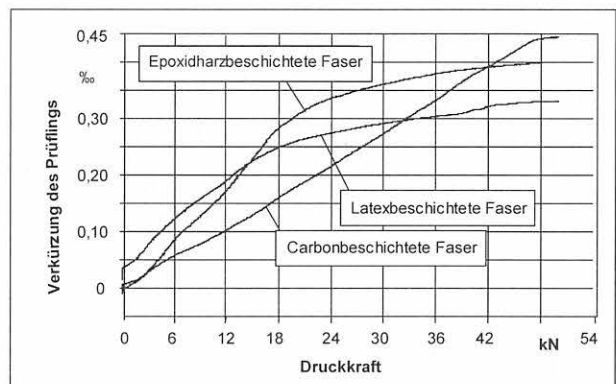


Bild 6.1: Vergleich der mit eingebetteten starren EFPI-Sensoren gemessenen Dehnungen bei unterschiedlichen Beschichtungen der Sensoren.

6.2 Hochvernetzte Plasmapolymerschichtung

6.2.1 Herstellung

Analog kratzfesten Beschichtungen, wie sie im Plasmapolymersationsverfahren auf Brillengläser aufgebracht werden oder analog ultra-dünnen Schichten ohne Mikroporen, wie sie als gasdichte Membranen hergestellt werden, wurde diese Beschichtungsart für optische Glasfasern genutzt und auf ihre Resistenz im alkalischen Milieu sowie auf ihre Haftungseigenschaften in der Mörtelmatrix untersucht. Plasmapolymerschichten unterscheiden sich in ihrer Struktur von den konventionell hergestellten Polymerschichten, wie z. B. extrudierte Polyimide, oder Acrylate. Im Plasma hergestellte teflonähnliche, hochvernetzte Polymerschichten haben besondere Eigenschaften, die auch für faseroptische Sensoren kleiner geometrischer Abmessung von großer Bedeutung sind:

- hoher Vernetzungsgrad, der zu einer hohen chemischen, thermischen und mechanischen Belastbarkeit der Schicht führt,

- hohe Dichte,
- Mikroporenfreiheit der Schicht,
- amorphe und glatte bzw. mikrostrukturierte Schichtstruktur,
- gute Haftung selbst auf unpolaren Oberflächen.

Die hochvernetzten Plasmapolymere können aus unterschiedlichen Gasgemischen und Gemisch-Verhältnissen erzeugt werden. Wegen der komplexen Plasma-Substrat-Wechselwirkung ist der auf der Oberfläche ablaufende Prozeß schwer beherrschbar. In der Gasphase können einerseits reaktionsfähige Radikale entstehen, andererseits können auch gasförmige Monomere mit Radikalen, die auf der Oberfläche der wachsenden Schicht adsorbiert sind, Ketten bilden. Deshalb ist die Qualität der Oberfläche schwer reproduzierbar zu steuern [Huber/Springer, (1996)]. Dies trifft insbesondere bei stark gekrümmten Oberflächen zu. Im Rahmen dieser Arbeit wurden daher Gasgemische gesucht, die gleichmäßig vernetzte Schichten auf der stark gekrümmten Oberfläche der Glasfaser bilden. Die Schichten wurden in dem in Anlage A5, Pkt. C. beschriebenen Plasmareaktor im Institut für Technische Chemie der TU Berlin hergestellt. (In der gleichen Reaktorkammer erfolgte auch die Abschnitt 5.3 beschriebene physikalische Modifizierung der Faseroberflächen.)

In Voruntersuchungen wurden zunächst im Interferenz- bzw. Elektronenmikroskop die Geschlossenheit und die Rauigkeit der aufpolymerisierten Schichten bewertet, um mit möglichst geringem Aufwand geeignete Reaktionsverhältnisse von Gasgemischen herauszufinden. Bild 6.2 zeigt ein Beispiel auf dem Weg zu einer mikrostrukturierten Polymeroberfläche, die jedoch noch eine Störung im Coating aufweist.

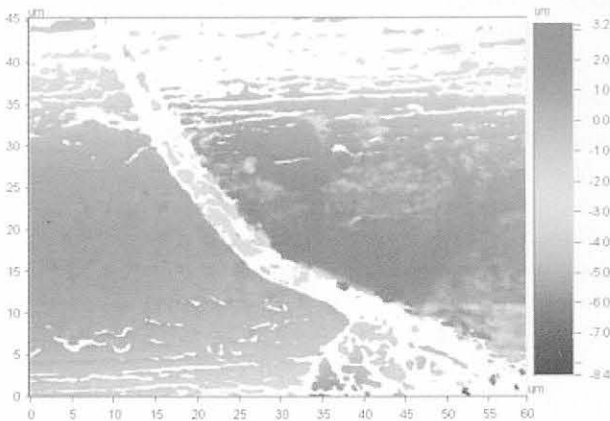


Bild 6.2:
Plasmapolymerschicht aus H_2/C_2F_6 im Verhältnis 1:7 auf einer optischen Glasfaser
Aufnahme: Weißlicht-Interferenzmikroskop Typ WYKO NT-2000, BAM-Laboratorium S.13 (Der Bildausschnitt ist in μm angegeben; ebenso das Tiefenprofil auf der rechten Seite)

Von den untersuchten Gasgemischen

- H_2/CCl_2F_2 (Dichlordifluormethan) in den Verhältnissen 0,34 bis 1,66

- $H_2/C_2Cl_2F_4$ (Dichlortetrafluorethan) in den Verhältnissen 0,33 bis 2,4
- H_2/C_2F_6 (Hexafluorethan) in den Verhältnissen 0,2 bis 4

wurde das H_2/C_2F_6 -Gemisch ausgewählt. Dieses bildet bei einem Mischungsverhältnis im Bereich $H_2/C_2F_6 = 1:5$ bis $1:7$ stabile, gleichmäßig vernetzte Oberflächen auf den optischen Fasern. Die Struktur der Polymeroberfläche kann durch die Zusammensetzung des Gasgemisches eingestellt werden. Ein geringer Hexafluorethan-Anteil führt zu dünnen, glatten hochvernetzten Polymerschichten (Bilder 6.3a und 6.3b, vgl. auch Bild 6.7). Von Huber u.a., (1997) wurden Schichtdicken von $0,5 \mu m$ erreicht. Eine Erhöhung des Hexafluorethan-Anteils führt zu strukturierten Oberflächen (Bild

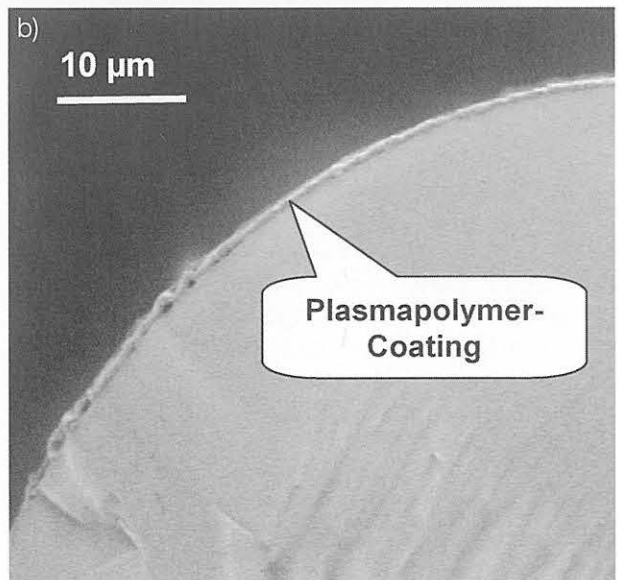
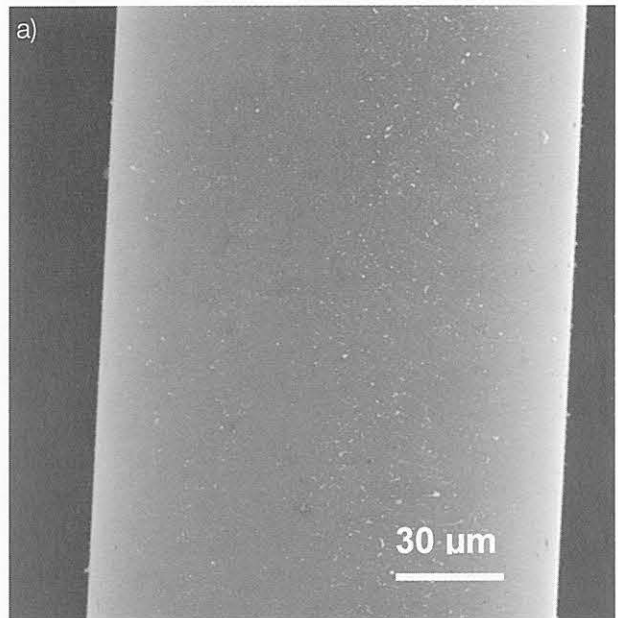


Bild 6.3:
Glatte Schicht aus einem Plasmapolymere auf Hexafluorethan-Basis ($H_2:C_2F_6 = 1:5$).

- a) Längsansicht einer optischen Glasfaser
- b) Beschichtungsverlauf an einer gebrochenen Faserstirnfläche.

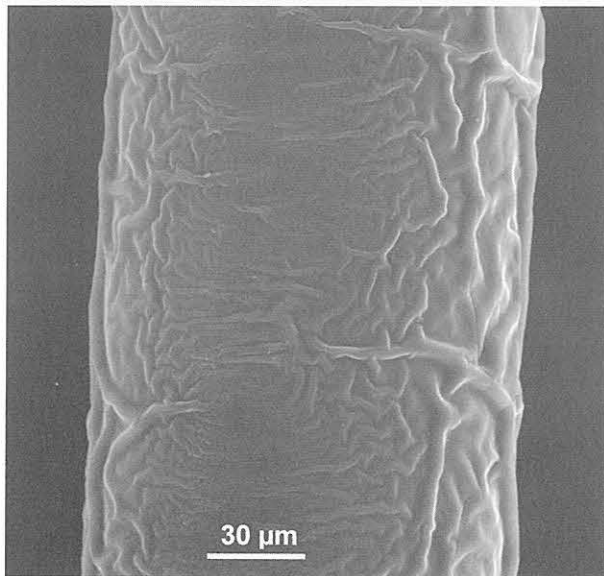
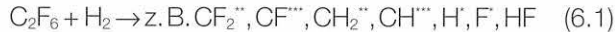


Bild 6.4:
Mikrostrukturierte Schicht aus Plasmapolymere auf Hexafluorethan-Basis ($H_2:C_2F_6 = 1:7$).

6.4). Bei Verwendung eines Gemisches von $H_2/C_2F_6 = 1:5$ wurden folgende Gasdurchsätze gewählt und am Steuergerät eingestellt: 2,0 cm³/min Wasserstoff und 10,0 cm³/min Hexafluorethan.

Durch die Zerlegung des H_2/C_2F_6 -Gemischs während der Stoßionisation entstehen zahlreiche Radikale und Moleküle:



Die sich bildende Polymerschicht enthält Molekülgruppen aus Kohlenstoff, Fluor und Wasserstoff, z. B.



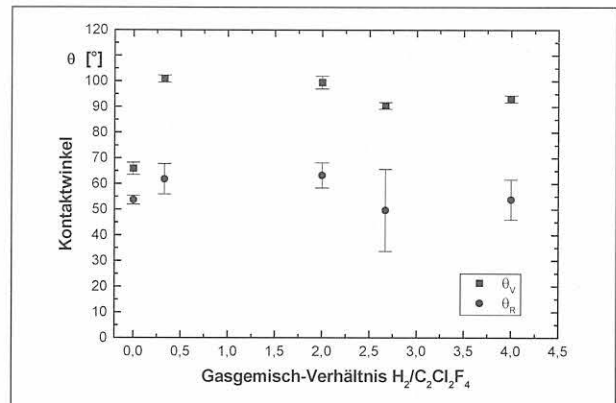
Da die während der Plasmapolymereisation entstehenden Radikale mit den auf der Glasoberfläche vorhandenen OH-Gruppen (kovalente) Bindungen eingehen, wird a priori eine gute Haftung des Coating an der Faser erreicht.

6.2.2 Benetzungseigenschaften

Die Bestimmung der Benetzungseigenschaften der Plasmapolymere-Oberflächen für die Abschätzung der Adhäsionsbereitschaft erfolgte analog den im Abschnitt 5.2 beschriebenen Kontaktwinkelmessungen. Die Benetzbarkeit optischer Glasfasern mit dünnen Plasmapolymerschichten variiert mit der Zusammensetzung des Gasgemisches und mit dem Wasserstoff-Anteil im Gasgemisch. Die Bilder 6.5a und 6.5b zeigen die Veränderungen in der Benetzbarkeit, wenn der Wasserstoff-Anteil verändert wird. Bei Verwendung von Dichlortetrafluorethan für die Aufpolymerisierung erhält man für den gesamten Bereich des untersuchten Gasgemisches $H_2:C_2Cl_2F_4 < 4,0$ Kontaktwinkel $\theta > 90^\circ$ (Bild 6.5a). Geringere Hydrophobierungseigenschaften zeigt dagegen eine Polymerschicht unter Verwendung von

Hexafluorethan ($H_2:C_2F_6 > 0,5$). Im Bereich von $H_2:C_2F_6 < 0,5$ wurden starke Schwankungen gemessen; bei einem Verhältnis von $H_2:C_2F_6 < 0,15$ springt der Kontaktwinkel (Vorrückwinkel) von $(65 \pm 2,4)^\circ$ für nacktes Glas auf $(109 \pm 2,8)^\circ$ für die Polymerschicht. Bei einer weiteren Erhöhung des Wasserstoffanteils nimmt der Kontaktwinkel im Bereich $H_2:C_2F_6 < 0,5$ wieder ab und erreicht einen Wert von etwa 81° . Ein Gasgemisch-Verhältnis von $H_2:C_2F_6 > 0,5$ bewirkt keine weitere Verringerung des Kontaktwinkels, und damit der Hydrophobizität [Habel/Bismarck, (2000)].

a)



b)

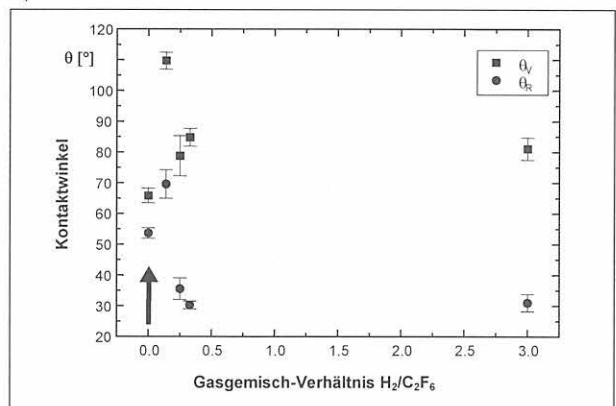


Bild 6.5:

Vorrück- (θ_v) und Rückzugs- (θ_r) Winkel aus Benetzungsmessungen an plasmapolymereisierten optischen Glasfasern gegenüber Wasser in Abhängigkeit des Wasserstoff-Anteils.

a) Gemisch aus Dichlortetrafluorethan und Wasserstoff in unterschiedlichen Anteilen,

b) Gemisch aus Hexafluorethan und Wasserstoff in unterschiedlichen Anteilen.

Die Werte bei einem Gemischverhältnis von „Null“ (Pfeil) bezeichnen die Kontaktwinkel nackter optischer Glasfasern.

Der überwiegend hydrophobe Charakter der Plasmapolymere-Coatings läßt auf relativ schlechte Adhäsions-eigenschaften zur polaren Zementsteinmatrix schließen. Die relativ große Kontaktwinkelhysterese (Differenz der Vorrück- und Rückzugswinkel) ist weniger auf die erhöhte Rauigkeit des Polymers als auf den chemisch inhomogenen Oberflächencharakter zurückzuführen. Die tatsächlichen Haftungseigenschaften der im Plasma aufpolymerisierten Coatings, hauptsächlich beeinflusst durch die Rauigkeit der Oberfläche, werden im Kapitel 7 untersucht.

6.2.3 Struktur der Oberfläche bei Porenlösungsangriff

Die visuelle Bewertung der Faseroberfläche mit einer Polymerschicht von 2 µm zeigte nach 14-tägiger Lagerung in der Porenlösung, daß sich diese teilweise abwischen läßt. Die Untersuchung der Oberfläche im REM ergab, daß eine Coatingschicht der Dicke << 1 µm auf dem Glas verbleibt. Dieser verbleibende Teil des vernetzten, nicht mehr glatten Polymers auf der Glasoberfläche hat hydrophobe Eigenschaften und damit eine schützende Wirkung gegenüber dem alkalischen Angriff. Zugleich bewirkt die Rauigkeit haftungsverbessernde Eigenschaften.

6.2.4 Festigkeitseigenschaften

Zur Beurteilung der gegenüber Porenlösung schützenden Wirkung einer dünnen Plasmapolymerschicht auf der Glasfaseroberfläche wurde die Zugfestigkeit von 100 mm langen, im Gasplasma beschichteten Fasern

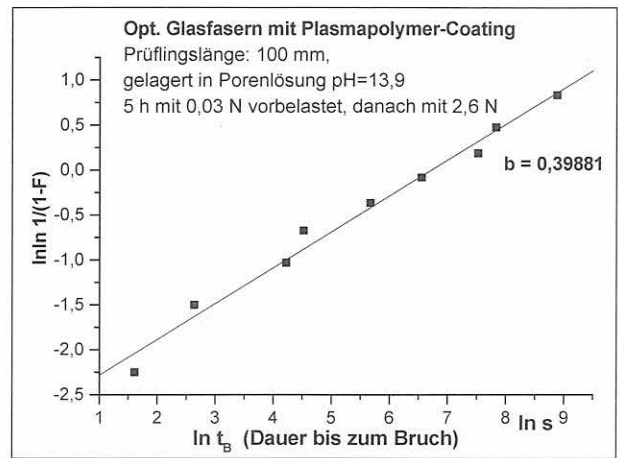


Bild 6.6: Weibull-Verteilung der Versagenszeit einer optischen Faser mit aufpolymerisiertem Hexafluorethan-Coating (1:7) bei Lagerung in nachgestellter Porenlösung (pH = 13,9); Umgebungsbedingungen: r. H. = 41 %, T = 25 °C.

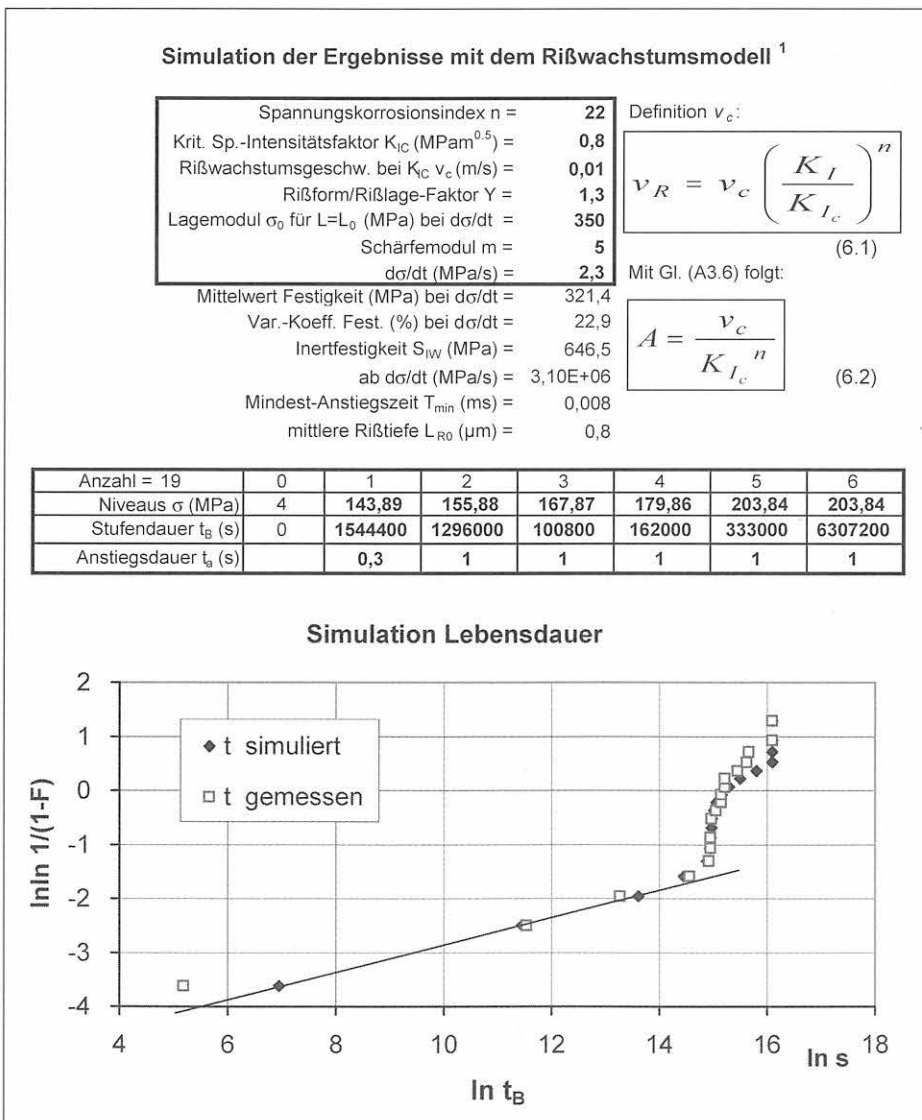


Bild 6.7: Weibull-Verteilung der Lebensdauer optischer Glasfasern mit Plasmapolymerscoating, in Porenlösung (pH = 13,9) bei ansteigenden Zugbeanspruchungsniveaus gelagert.

¹ Rißwachstumsmodell nach Ullner und Gehrke, (1986)

unter Porenlösungsangriff gemessen. Die im statischen Zugversuch eingetragene konstante Last mittels einer Masse von 265 g entspricht einer Zugspannung in der Faser von etwa 212 MPa. Ein Vergleich der Zugbruchfestigkeit betonchemisch beanspruchter, im Plasma bepolymerisierter Fasern mit der unter gleichen Beanspruchungsbedingungen gemessenen Festigkeitsverteilung unbehauelter Fasern (Bild 4.24) bzw. silanisierter Fasern (Bilder 5.13a, 5.13b) zeigt, daß die vernetzte Polymerschicht die Festigkeit signifikant erhöht. Der über einen Zeitraum von mehreren Monaten gemessene lineare Anstieg der logarithmischen Zeitstandskurve (Bild 6.6) zeigt - wie auch für unbeschichtete und silanisierte Fasern -, daß die Ermüdung der Fasern mit Plasmapolymers-Coating qualitativ nicht beeinflusst wird. Derartiges Verhalten wurde bei extru-

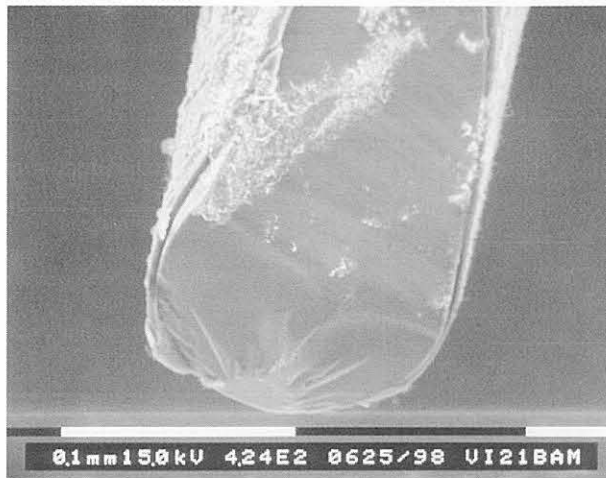


Bild 6.8:

Bruchfläche einer mit Hexafluorethan (1:5) beschichteten und im Zeitstandsversuch unter Porenlösungseinfluß ($\text{pH} = 13,9$) belasteten, optischen Glasfaser.

Lagerungsdauer: ohne Zugspannungsbeanspruchung: 5 h
unter Zugspannungsbeanspruchung: bis zu 8 h

Zugspannung: 212 MPa

Deutlich ist das gut an der Glasoberfläche haftende Coating zu erkennen. Aus dem Bruchspiegeldurchmesser folgt gemäß Mecholsky u.a., (1979) eine Bruchspannung von etwa 580 MPa.

diertem Polyimid-Coating nicht beobachtet (vgl. Bilder 4.7a und 4.7b).

Aus der fraktografischen Analyse können wichtige Informationen zum Bruchverhalten der polymerbeschichteten Glasfasern gewonnen werden. Die Bilder 6.8 und 6.9 verdeutlichen, daß das hochvernetzte Coating einerseits die angestrebte geringe, gleichmäßige Wandstärke besitzt und andererseits an der Bruchstelle der Fasern fest an der Glasoberfläche haftet. Extrudierte Coatings schlupfen auf der Glasoberfläche, weil u. a. durch Feuchtigkeitseinwirkung ihre Haftung zum Glas verloren geht.

In weiteren Versuchsreihen mit geringeren Zugbeanspruchungen (und dementsprechend längerer Standzeit der Prüflinge) zeigten einzelne Fasern Bruchspiegeldurchmesser von der Größe des Durchmessers der Glasfaser. In solchen Fällen muß davon ausgegangen werden, daß entweder ein Coatingdefekt oder ein Glasdefekt in Verbindung mit einem Coatingdefekt zum Bruch geführt hat. Die überwiegende Mehrzahl der untersuchten Bruchproben (9 von 12 je Versuchsreihe) zeigte typische Bruchspiegel mit höheren Zugfestigkeitswerten entsprechend den Bildern 6.8 bzw. 6.9.

Die aus dem Bruchspiegel des dauerhaftesten Faserprüflings berechnete Zugfestigkeit entspricht einer Bruchdehnung von etwa 0,8 %. Diese hohe Dehnung gilt jedoch für eine Ausfallwahrscheinlichkeit, die für die praktische Anwendung nicht akzeptabel ist. Aus der gemessenen Ausfallverteilung (Bild 6.7) folgt bei Annahme einer bruchauslösenden Spannung von 180 MPa (entspricht einer Bruchdehnung der Sensorfaser von etwa 0,29 %) eine Ausfallwahrscheinlichkeit von 10 %. Für diese Belastung wurde eine Lebensdauer von 3,1 Tagen gemessen. Wird für praktische Anwendungen der Fasersensoren mit Plasmapolymers-Coating eine Bruchdehnung von 0,17 % zugelassen (entspricht einer Bruchspannung von 120 MPa), so ergibt sich

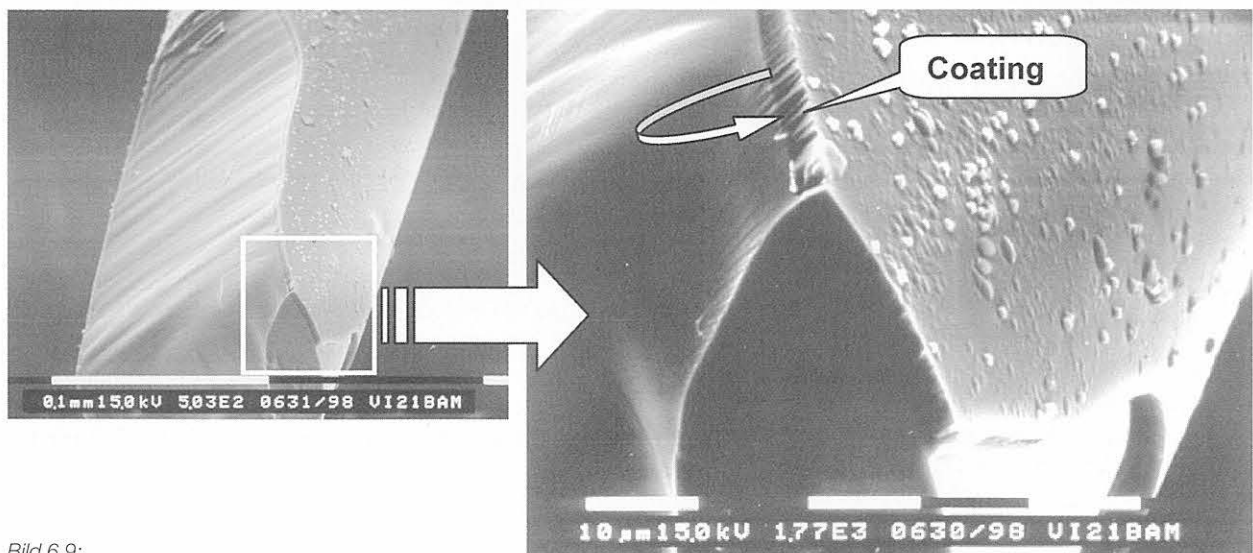


Bild 6.9:

Bruchfläche einer im Zeitstandsversuch bei Porenlösungseinfluß ($\text{pH} = 13,9$) belasteten plasmapolymers-beschichteten optischen Glasfaser. (Gleiche Parameter und Beanspruchungsbedingungen wie im Bild 6.8).

ebenfalls für die Ausfallwahrscheinlichkeit von 10 % gemäß

$$t_{B_2} = t_{B_1} \cdot \left(\frac{\sigma_{a_1}}{\sigma_{a_2}} \right)^n \quad (6.3)$$

eine Lebensdauer von 63,5 Jahren. (Index 1 bezeichnet das Wertepaar aus der Messung, Index 2 bezieht sich auf die Extrapolation der Versagenswahrscheinlichkeit.)

6.3 Langkettiges ORMOCER®-Coating

6.3.1 Aufbau

ORMOCERe sind anorganisch-organische Hybridpolymere. Sie besitzen ein anorganisches Siloxan-Grundgerüst (-Si-O-Si-), das über organische Polymerisation weitervernetzt wird. Die Herstellung erfolgt über den naßchemischen Sol-Gel-Prozeß aus Alkoxyverbindungen des Siliziums vom Typ $RnSi(OR)_{4-n}$ ($n = 1 \dots 3$). Durch thermische Einwirkung oder UV-Bestrahlung werden die reaktiven Gruppen R, die Epoxy-, Vinyl-, Acrylat-Funktionalitäten enthalten, vernetzt. Durch Einbau spezieller funktioneller Gruppen in das Silikat-Grundgerüst können nach Bedarf hydrophobe, oleophobe oder hydrophile Eigenschaften erzeugt werden [Matejec, (1997)], [FhG-Informationsblatt, (1996)]. Die Kratz- und Abriebfestigkeit ist hoch, weshalb ihr Einsatz für matrixintegrierte Fasersensoren diskutiert wird. Über die Resistenz gegenüber alkalischen Lösungen gibt es bisher keine Erkenntnisse.

Als Testfaser wurde vom Fraunhofer Institut für Silicatforschung Würzburg eine optische Glasfaser (Faserdurchmesser 125 μm), beschichtet mit einem langkettigen ORMOCER-Coating, das gemeinsam mit dem Institut für Nachrichtentechnik und Elektronik der Akademie der Wissenschaften Prag entwickelt wurde, bereitgestellt. Die Coating-Dicke beträgt 60 μm .

6.3.2 Verhalten bei Porenlösungsangriff

Das Fasercoating wies äußerlich keine Beschädigungen auf. Vereinzelt sind Bläschen im Innern des transparenten Coatings zu erkennen. Die Rauhtiefe der bereitgestellten Faserprobe betrug $< 200 \text{ nm}$, wobei einzelne, flach abfallende Vertiefungen mit einer maximalen Tiefe von 0,8 μm vorhanden waren.

Das ORMOCER-Coating zeigte nach 3tägiger Lagerung in nachgestellter Porenlösung ($\text{pH} = 13,7$) noch keine signifikanten Veränderungen gegenüber der unbelasteten Vergleichsprobe. Erst nach 10 Tagen wurden in der ursprünglich glatten Oberfläche vereinzelt kreisförmige Vertiefungen mit steilen Rändern, einem Durchmesser von 15 ... 20 μm und einer maximalen Tiefe von 0,4 μm gefunden. Diese Schädigungen weiten sich bei fortgesetzter Lagerung in Porenlösung aus und erreichten nach 26 Tagen eine Tiefe von bis zu 31

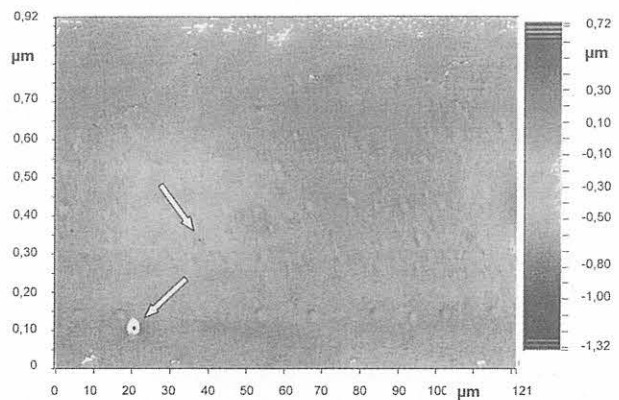


Bild 6.10:

Oberflächenprofil einer optischen Glasfaser mit ORMOCER®-Coating nach 26 Tagen Lagerung in nachgestellter Porenlösung ($\text{pH} = 13,7$). Aufnahme mit Weißlicht-Interferenzmikroskop Typ WYKO NT-2000, BAM-Labor S. 13. Der Farbbalken rechts zeigt das Tiefenprofil des Oberflächenausschnitts.

μm bei einem Durchmesser von maximal 33 μm . Nach 26 Tagen Porenlösungsangriff beträgt die Rauhtiefe des ORMOCER-Coatings 0,3 μm . Bild 6.10 zeigt einen im Interferenz-Mikroskop aufgenommenen Oberflächenausschnitt mit Seitenlängen von etwa 100 μm . Die Pfeile markieren unterschiedlich stark ausgeprägte Fehlerstellen. Bei einer mittleren Coating-Dicke von etwa 60 μm kann die Porenlösung noch nicht die Glasoberfläche erreichen. Bei Zugbeanspruchung der Sensorfaser muß jedoch mit Anrissen im Coating an den Fehlerstellen gerechnet werden. Diese können dann zum Versagen des Sensors führen.

6.3.3 Festigkeitseigenschaften

Die Festigkeitseigenschaften unter Porenlösungseinfluß wurden in gleicher Weise wie bei den anderen Coatings geprüft. Nach einer 5stündigen nahezu spannungsfreien Einwirkung der Porenlösung (Zugspannung in der beschichteten Faser: $< 2 \text{ MPa}$) wurde die Zugkraft in einem Zeitraum von 58 Tagen schrittweise von 2,6 N auf 22,6 N erhöht. Erst bei einer weiteren Steigerung der an die Faserproben angehängten Masse auf 2400 g (23,5 N) begannen die Fasern zu versagen.

Bild 6.11 zeigt typische, bruchauslösende Defekte im ORMOCER-Coating, die zum Absprengen von Teilen der Coating-Oberfläche bei Zugbeanspruchung führen. Die mehrmonatige alkalische Beanspruchung der Prüflinge zeigt die hohe chemische Resistenz von ORMOCER-Coatings. Sensorfasern mit einer solchen nur wenige Mikrometer dicken Coatingschicht, die jedoch keine Defekte in der Oberfläche aufweisen, könnten gegenüber den verfügbaren PI- oder AC-Faserbeschichtungen wesentlich verbesserte Festigkeits- und Dauerhaftigkeitseigenschaften in der Zementsteinmatrix bieten. Für solche dünne Beschichtungen sind Dauerhaftigkeitsuntersuchungen zur Abschätzung der Lebensdauer erforderlich.

Im Kapitel 7 wird der Dehnungsübergang sowie die Haftung des ca. 60 μm dicken Coatings an der Matrix experimentell untersucht.

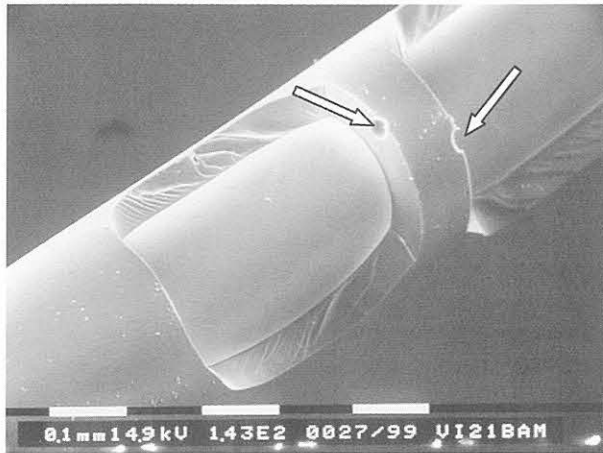


Bild 6.11:

Oberfläche einer optischen Glasfaser mit ORMOCER®-Coating nach 58 Tagen Lagerung in nachgestellter Porenlösung (pH = 13,7) und nach stufenweise erhöhter Zugbelastung. Der Faserprüfling war bei einer Zugkraft von 23,5 N gerissen. Die Pfeile zeigen mögliche bruchauslösende Defekte im Coating. Solche Defekte entstehen bereits während der Beschichtung und verstärken sich durch den Porenlösungsangriff.

6.4 Fazit

Hinsichtlich Zugfestigkeit zeigen Glasfasern mit Plasmapolymer- und ORMOCER-Coatings deutlich bessere Ergebnisse im alkalischen Milieu als die von Faserherstellern angebotenen Standard-Acrylat- und Polyimid-Coatings. Ein überzeugender Vorteil der alternativen Polymere ist ihr hoher Vernetzungsgrad und die kovalente Bindung des Polymers an die Glasoberfläche. Während bei extrudierten Polymercoatings eine großflächige Ablösung des Coatings von der Glasoberfläche (feuchtigkeitsbedingt oder durch Schubbeanspruchung) beobachtet worden ist, behalten alternative Coatings auch bei alkalischem Einfluß ihre adhäsiven Eigenschaften bezüglich der Glasoberfläche. Diese Vorteile begründen die engere Wahl der alternativen Coatings für Mikrodehnungssensoren.

6.5 Quellenangaben

Biswas, D.R. (1993): Coatings make optical fibers stronger and more reliable. *Laser Focus World* 29, 233-238.

Bogy, D.B.; Floyd, W.S. Jr. (1997): Nano-Hardness, Friction, and Wear of Ultra-Thin Overcoat Film. *Proc. of Conf. on Micro Materials '97*.

Cadier, B.; Boscher, D.; Desauay, J., L.; Ruello, Y. (1998): Study and development of new hermetically coated and resistant optical fibres. *Communication Cables and Related Technologies*. A. L. Harmer (Ed.). IOS Press, 1490-155.

FhG-Informationsblatt, (1996): ORMOCER - Beschichtungen mit hoher Kratzfestigkeit und Abriebbeständigkeit. Fraunhofer-Institut für Silikatforschung Würzburg. 5/1996.

Habel, W.; Hofmann, D.; Hillemeier, B. (1997): Deformation measurements of mortars at early ages and of large concrete components on site by means of embedded fibre optic microstrain sensors. *J. of Cement and Concrete Composites (Sonderheft: Fiber Optic Sensors in Concrete)* 19, 81-102.

Habel, W.; Bismarck, A. (2000): Optimization of the adhesion of fiber optic strain sensors embedded in cement matrices; a study into longterm fiber strength. *J. of Structural Control, (Pavia/Italy), Special issue 2000 „Fiber Optic Sensors“* 7, 51-76.

Huber, F.; Springer, J. (1996): Construction of a plasma polymerization reactor system for laboratory use. *J. of Applied Polymer Science* 62, 145-151.

Huber, F.; Springer, J.; Muhler, J. (1997): Plasma Polymer Membranes from Hexafluorooctane/ Hydrogen Mixtures for Separation of Oxygen and Nitrogen. *J. of Applied Polymer Science* 63, 1517-1526.

Igarashi, S.; Kawamura, M. (1994): Effects of a size in bundled fibers on the interfacial zone between the fibers and the cement paste matrix. *Cement and Concrete Research* 24, 695-703.

Matejec, V.; Rose, K.; Hayer, M.; Pospisilova, M.; Chomat, M. (1997): Development of organically modified polysiloxanes for coating optical fibers and their sensitivity to gases and solvents. *Sensors and Actuators B38-39*, 438-442.

Mecholsky, J.J.; Freiman, S.W.; Morey, S.M. (1979): Fracture Surface Analysis of Optical Fibers. In: *Fiber Optics - Advances in Research and Development*. (Ed. by Bendow, B.; Mitra, S.) Plenum Press, New York, London, 187-208.

Semjonow, S.L.; Bubnov, M.M.; Dianow, E.M.; Kurkjian, C.R.; Breuls, A. (1994): Mechanical behavior of low- and high-strength carbon-coated fibers. *Proc. of SPIE* 2290, 74-78.

Tuna, S. (1990): Untersuchungen zur Charakterisierung der Haftung durch intermolekulare Anziehungskräfte in glasfaserverstärkten Thermoplasten. Dissertation D83. TU Berlin, Institut für Technische Chemie.

Ullner, Ch.; Gehrke, E. (1986): Effect of Step Size in Incremental Loading Tests. *J. of American Ceramics Society* 69, C267-268.

7 Der Verbund faseroptischer Sensoren mit der Zementsteinmatrix

Dieses Kapitel erläutert den Mechanismus des Verbunds optischer Sensorfasern zur Baustoffmatrix. Es wird ein vereinfachtes Modell zur Beschreibung der mikromechanischen Vorgänge in der Grenzfläche von Sensor und Matrix benutzt, um die Einflußgrößen, die für die Gestaltung von Fasersensoren für den Mikrobeereich der Matrix von Bedeutung sind, zu bestimmen. Durch Simulationsrechnungen wird erkennbar, daß der Dehnungsübergang für Sensorlängen von wenigen Millimetern bis zu 20 mm stark vom Sensorcoating beeinflusst wird. Ein zufriedenstellender Dehnungsübergang kann für alternativ mit Plasmapolymere beschichteten Fasersensoren erreicht werden.

Die Spannungsverhältnisse für eingebettete Faser-Fabry-Pérot-Sensoren mit relativ komplizierter geometrischer Form werden mittels FEM-Rechnung abgebildet, um die Rückwirkung auf die Matrix abzuschätzen.

Die Grenze des Dehnungsübergangs für eingebettete Sensorfasern wurde experimentell ermittelt. Hierfür wurden vorhandene Testeinrichtungen in der Abteilung VI: „Funktion von Polymeren“ der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) Berlin genutzt. Es kommt vorrangig die Indentation-Technik zur Anwendung. Die experimentellen Untersuchungen geben Aufschluß, bis zu welchen Verformungen die Adhäsion zwischen optischer Faser bzw. Fasersensor und Matrix ausreicht und ein eingebetteter Sensor funktionstauglich bleibt.

7.1 Mikromechanik des Dehnungsübergangs von der Matrix in den Fasersensor

Eingebettete faseroptische Sensoren zeigen bei Verformung der Matrix vor Eintritt eines Risses zunächst gleiches Grenzflächenverhalten wie eingebettete Fasern glasfaserverstärkter Betone. Fasersensoren müssen – wie auch Verstärkungsfasern zur Verbesserung der Duktilität des Betons – im Betonmilieu dauerhaft sein und an der umgebenden Zementsteinmatrix haften. Um die Zugfestigkeit faserverstärkter Betone qualitativ und quantitativ abschätzen zu können, wurden von Bentur/Mindess, (1990) theoretische Modelle und experimentelle Verfahren entwickelt [Majumdar/Laws, (1991)]. Für neuartige Verbundbetone, z. B. textilbewehrter Beton, werden diese weiterentwickelt [Klein-gries, (1997)], [SFB 532, (1999)].

In dieser Arbeit werden die theoretischen Modelle und Experimentiertechniken, die für den linear-elastischen Beanspruchungsfall von zunächst einzelnen Verstärkungsfasern in der ungerissenen Matrix ausgehen, für die Untersuchung eingebetteter Fasersensoren genutzt. Die Funktionsfähigkeit eingebetteter Fasersensoren ist solange gegeben, wie keine Rißbildungen

in der Matrix entlang des Sensors entstehen und die Matrixdehnung nicht zum Abriß der Sensoroberfläche von der Matrix durch Überschreitung der Scherfestigkeit in der Grenzfläche führt. Einfache analytische Modelle für in mineralische Matrices eingebettete, beschichtete Fasersensoren wurden von Yuan und Zhou, (1998) sowie von Ansari und Yuan (1998) entwickelt. Komplexere Modelle für die Einbettung von Fasersensoren in orthotrope Werkstoffe, z. B. mehrschichtige Lamine oder Faserpreßstoffe, wurden von Carman u.a. (1992), Pak (1992), Kollár und van Steenkiste (1998), Mathews und Sirkis (1990) bzw. von Sirkis (1993) entwickelt. Die Modelle der letztgenannten Autoren sind jedoch wegen der Anisotropie der betrachteten Materialien für den hier vorliegenden Anwendungsfall wenig praktikabel. Aus diesem Grund basiert die analytische Behandlung des Dehnungsübergangs von in der Zementsteinmatrix eingebetteten Fasersensoren mit Coatingdicken im Mikrometerbereich auf einer vereinfachten Betrachtung von Yuan und Ansari. Die detaillierte Ableitung einer geschlossenen analytischen Lösung für eingebettete Sensorfasern mit Coating befindet sich in der Anlage 6. Für die analytische Abschätzung des Dehnungsübergangs für ungecoatete (nackte) Fasersensoren in der ungerissenen Matrix können die von Bentur und Mindess (1990) angegebenen Beziehungen genutzt werden [Gln. (A6.24) u. (A6.25) in Anlage 6].

7.1.1 Analytische Beschreibung der Spannungsverläufe am eingebetteten glatten Fasersensor

Bei der Betrachtung von eingebetteten Mikrodehnungssensoren müssen drei Fälle unterschieden werden: a) steifer Interferometer-Sensor, b) flexibler Interferometer-Sensor (beide Sensoren sind nur einseitig mit einer Anschlußfaser verbunden), c) Faser-Bragg-Gitter-Sensor, der i. a. im Verlauf einer langen Faser liegt. In den ersten beiden Fällen verhalten sich die Sensoren analog einer diskontinuierlichen Verstärkungsfasern in der Matrix, im letzten analog einer kontinuierlichen Faser. Die Länge des sensitiven Elements (Meßlänge) steht generell in Verbindung mit der angrenzenden eingebetteten optischen Zuleitungsfaser, die entweder an der Matrix haftet oder absichtlich von dieser entkoppelt wird. Für Messungen in sehr kleinen Matrixvolumina (Ausdehnung wenige mm) muß eine ausreichende Haftungslänge des Sensors gewährleistet werden. Aus der praktischen Erfahrung im Umgang mit eingebetteten Fasersensoren hat es sich als sinnvoll erwiesen, nur die minimal erforderliche Länge des Fasersensors an der Matrix zu fixieren. Die Zuleitungsfasern werden gleitend eingebettet, um ein Versagen des Sensors bei Matrixrissen in der Umgebung des Sensors zu vermeiden. Außerdem werden Störungen des Sensors durch Zug-

beanspruchungen der Zuleitungsfaser vermieden. Es werden nachfolgende Begriffsdefinitionen vereinbart:

Die *Meßlänge* bezeichnet den Abschnitt des Fasersensors, der die Dehnung der Matrix zuverlässig überträgt.

Die *Haftungslänge* eines Fasersensors kennzeichnet den über die Meßlänge des Sensors hinausgehenden, fest mit der Matrix verbundenen Längenabschnitt der optischen Faser.

Die Meßlänge des Sensors wirkt unmittelbar auf das Dehnungsübertragungsverhalten. Wird die erforderliche Meßlänge unterschritten, hat dies Fehlmessungen zur Folge. Der zweite wichtige Aspekt ist die Oberflächenbeschaffenheit, die die Güte der Haftung der Fasersensoren in der Matrix bestimmt. Sie kann nur experimentell bestimmt werden.

Die Spannungsverhältnisse in der Nähe einer in der Zementsteinmatrix eingebetteten optischen Faser vor und während einer Verformung der Matrix werden im Bild 7.1 stark schematisiert dargestellt.

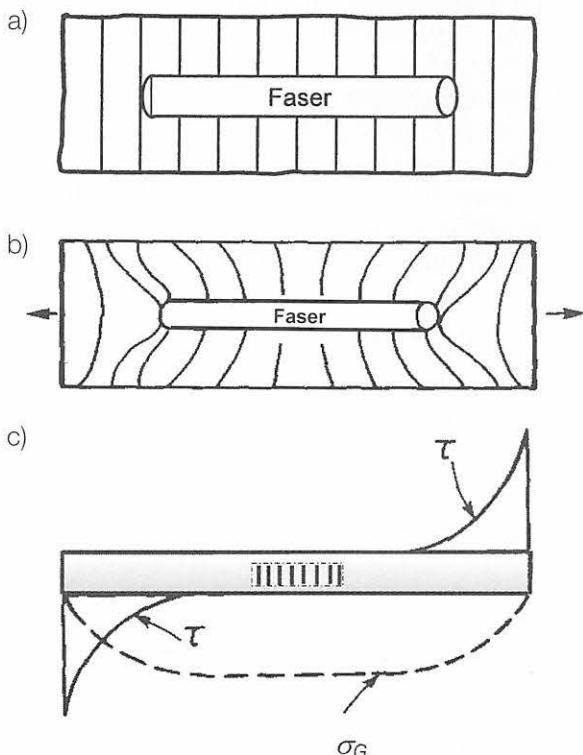


Bild 7.1: Schematische Darstellung der Spannungen bei Einbettung einer Glasfaser in eine Zementsteinmatrix [Bentur/Mindess, (1990)].

- a) unbelasteter Verbund,
 b) Matrix ist zugbeansprucht,
 c) Schubspannungsverteilung $\tau(x)$ an der Grenzfläche Faser/Matrix und Zugspannungsverteilung $\sigma_G(x)$ im Verlauf eines Faser-Bragg-Gitter-Sensors.

Bei einer Verformung der Matrix behindert die Glasfaser bzw. ein steifer EFPI- oder ein Bragg-Gitter-Sensor deren freie Verformung (Bild 7.1b). Es kommt zur Dehnungsbehinderung am Rand der Faser und somit zu Schubspannungen in der Grenzfläche. Diese Schubspannungen verteilen die eingetragenen Beanspruchungen entsprechend ihren E-Moduli anteilig auf

die Matrix und die Faser, so daß die Dehnungen an der Faser/Matrix-Grenzfläche bis zu einer bestimmten Verformung gleich bleiben. Die Schubspannung ist nichtlinear über die betrachtete Faserlänge verteilt (Bild 7.1c). Sie erreicht den höchsten Wert am Ende eines Fasersensors bzw. bei langen Fasern im Bereich des Kraftangriffs (Haftungslänge) in der Matrix. Demgegenüber steigt die Zugspannung in der Faser dort auf einen Maximalwert, wo die Schubspannung in der Mitte des betrachteten Faserstücks betragsmäßig auf einen Minimalwert abgefallen ist.

Solange in der Matrix noch keine Risse aufgetreten sind und die Scherfestigkeit an keiner Stelle des eingebetteten Faserbereichs erreicht worden ist, mißt der Fasersensor zuverlässig die Matrixverformungen. Selbst wenn durch radiale Einflüsse (z. B. thermisch bedingte Ausdehnung der Matrix, s. Pkt. 7.1.3) das Adhäsionsverhalten in der Grenzfläche beeinträchtigt worden ist, kann bei Fasersensoren mit einer strukturierten Oberfläche (z. B. bei einer Plasmapolymerschicht gemäß Bild 6.4) ein Schlupf zwischen Faser und Matrix bei axialer Verformung vermieden werden. Hier wird die Bedeutung einer gezielten Gestaltung der Oberfläche bei Fasersensoren, die starken Temperaturschwankungen ausgesetzt sind, deutlich.

Ein weiteres Ansteigen der Schubspannung infolge zunehmender Matrixverformung führt schließlich zum Erreichen der Faser/Matrix-Scherfestigkeit über die Haftungslänge des Fasersensors. Von hier an sind die Verformungen von Sensor und Matrix geometrisch nicht mehr kompatibel. Der Sensor verformt sich anders (weniger) als die umgebende Matrix und mißt somit nicht mehr die tatsächlichen Matrixverformungen. Eine Nutzung des eingebetteten Sensors ist nicht mehr möglich, da die Höhe des auftretenden Schlupfes nicht quantifizierbar ist. Ist die Matrixverformung, bei der die Scherfestigkeit erreicht wird, nicht bekannt, sind Fehlmessungen die Folge.

Die Dimensionierung des Fasersensors kann mit Hilfe einer Modellrechnung erfolgen. Diese Modellierung ermöglicht die Abschätzung der Einflußfaktoren auf die Dehnungsübertragung und die Ermittlung der minimal erforderlichen Haftungslänge für eine konkrete Coatingwahl. Der tatsächliche Übergang von schlupffreier Verformung des Faser/Matrix-Verbunds zu beginnendem Schlupf ist jedoch wegen zahlreicher fertigungstechnischer Einflüsse bei der Sensorherstellung und -einbettung rechnerisch nicht modellierbar. Hier hilft die experimentelle Untersuchung des Haftverbunds konkreter Sensorvarianten in der Matrix (Pkte. 7.2 und 7.3), aus der die mittlere Haftfestigkeit für die jeweilige Sensorgestaltung abgeschätzt werden kann.

Nachfolgend werden für die analytische Behandlung des Dehnungsübergangs von der Matrix in den Sensor die Annahmen, die die Verhältnisse bei einem eingebetteten Fasersensor idealisiert widerspiegeln, beschrieben:

- Der Fasersensor hat kreisförmigen Querschnitt, sein Durchmesser ist über die Meßlänge konstant und seine Oberfläche ist glatt, d. h. die Faseroberfläche besitzt keine Strukturierung und trägt keine Formelemente („Mitnehmer“) zur Herstellung eines Formschlusses.
- Die optische Faser aus Kern- und Mantelglas wird mechanisch als homogenes Material betrachtet.
- Die Dicke des Fasercoatings ist sehr viel geringer als der Faserdurchmesser, und der E-Modul des Coating weicht deutlich von dem des Glases oder des Zementsteins ab.
- Die Matrix besitzt unendliche Ausdehnung und wird als homogenes, isotropes Medium mit seinen elastischen Konstanten betrachtet. (Diese Annahme trifft allerdings nicht ganz zu, da die Zementsteinmatrix in der Umgebung von Fasereinschlüssen eine andere Porenstruktur besitzt als im massiven Teil, vgl. Pkt.2.4.4).
- Sowohl Faser (einschl. Coating) als auch die Matrix verhalten sich im betrachteten Bereich linear-elastisch, d. h. die Matrix befindet sich im Zustand I (ungerissen). Streng genommen gilt diese Annahme nur bei sehr dünnen Coatings, da sich polymere Coatings nichtlinear-elastisch verhalten. Bei den in dieser Arbeit betrachteten Schichten von maximal wenigen Mikrometern scheint die Annahme eines linear-elastischen Verhaltens jedoch berechtigt.
- Bis zum Versagen der Meßfunktion (= Einsetzen von Debonding) wird eine vollständige Haftung zwischen Faser und Matrix angenommen, d. h. in einem definierten Abstand dx von der Faser sind die Zugdehnungen von Faser und Matrix gleich.

In der Realität wird sich wegen Inhomogenitäten im Matrixmaterial und auf der Faseroberfläche entlang der Sensorfaser keine kontinuierliche Schubspannung einstellen. Ebenso liegen nicht ideal-isotrope Bedingungen für das Glas und die Matrix vor. Dennoch hilft die Modellvorstellung bei der geschlossenen analytischen Beschreibung der wesentlichen Einflußgrößen auf den Dehnungsübergang, bei der Simulation von dimensionierungsrelevanten Größen und beim Vergleich des Einflusses unterschiedlicher Coatingmaterialien.

Das beschriebene Modell wird auf Fasersensoren angewandt, die mit Polymerschichten der Dicke von $1 \mu\text{m}$ bis $65 \mu\text{m}$ beschichtet und in einer Zementsteinmatrix eingebettet sind. Als variable Größe wird die Haftungslänge des Sensors gewählt.

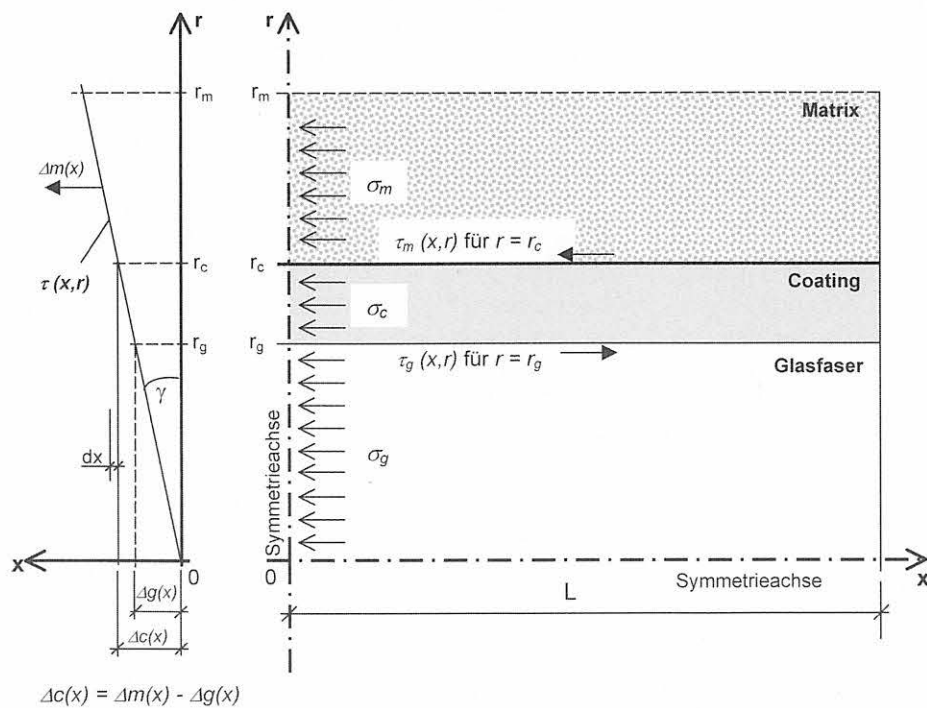
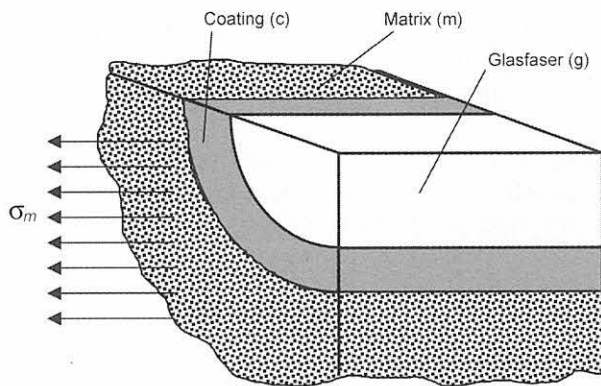


Bild 7.2: Spannungsverhältnisse bei eingebetteten, axial verformten optischen Sensorfasern mit Coating.
 a) Aufbau des betrachteten Volumenelements (Viertelvolumen-Darstellung),
 b) Geometrische und mechanische Annahmen im Viertelvolumen-Element.

Bild 7.2 zeigt die Spannungsverhältnisse im Interfacebereich mit entsprechendem Koordinatensystem. Eine eingebettete Sensorfaser besteht aus dem optischen Glas (g) und dem Fasercoating (c). Wenn die Matrix (m) verformt wird, führt die Normalspannung σ_m in der Matrix zu Schubspannungen $\tau_m(x,r)$ und $\tau_g(x,r)$ an den Coatinggrenzflächen zur Matrix und zum Glas. Im linken Bildteil 7.2b sind die entsprechenden Normalspannungen (Faseraxialspannungen) σ_c und σ_g sowie die entstehenden Verschiebungen $\Delta c(x)$ im Coating und $\Delta g(x)$ in der Glasfaser in einem Sensorelement mit der Haftungslänge $2L$ eingezeichnet. Die Verschiebung im Coating ist näherungsweise gleich der Differenz aus Δm und Δg : $\Delta c(x) = \Delta m(x) - \Delta g(x)$.

Die Schubspannungsverteilung an der Grenzfläche Glas/Coating für die im Bild 7.2 angegebene Verbundgeometrie wird durch eine Differentialgleichung zweiter Ordnung beschrieben (Ableitung s. Anlage 6):

$$\frac{d^2 \tau_G(x)}{dx^2} - k^2 \tau_G(x) = 0 \tag{7.1a}$$

mit dem konstanten Koeffizienten

$$k^2 = \frac{E_C}{E_G} \cdot \frac{1}{(1 + \nu_C) \cdot r_G^2 \cdot \ln\left(\frac{r_C}{r_G}\right)} \tag{7.1b}$$

Die Lösung der Gleichung führt zu folgenden Verteilungen entlang des Fasersensors:

$$\tau_G(x) = \frac{E_G}{2 \cdot E_M} \cdot \frac{k \cdot r_G \cdot \sigma_M}{\sinh(kL)} \cdot \cosh(kx) \tag{7.2}$$

$$\sigma_G(x) = \sigma_M \cdot \frac{E_G}{E_M} \cdot \left(1 - \frac{\sinh(kx)}{\sinh(kL)}\right) \tag{7.3}$$

$$\varepsilon_G(x) = \frac{\sigma_M}{E_M} \cdot \left(1 - \frac{\sinh(kx)}{\sinh(kL)}\right) \tag{7.4}$$

Gleichung 7.4 beschreibt die Dehnungsverteilung in einer eingebetteten¹ Sensorfaser der Länge $2L$ (siehe Bild 7.2b mit eingezeichneten Symmetrieachsen). Die Variable x beschreibt einen in der Sensorfaser liegenden Punkt, für den der Dehnungsübergang betrachtet wird. Die Konstante k im Argument der Hyperbelfunktion enthält die Materialkennwerte und repräsentiert den Einfluß des Coatingmaterials. Die Kurvendiskussion für unterschiedliche Coatings (unterschiedliche k -Werte) bei Veränderung der Haftungslänge

macht die Bedeutung der Wahl des Coatings für eine zuverlässige Dehnungsübertragung in den Sensor deutlich, insbesondere bei der Messung von Mikroverformungen in sehr kleinen Meßvolumina. In dieser Arbeit werden Simulationsrechnungen für drei unterschiedliche Coatings dargestellt: ein Acrylatcoating, wie es z. B. bei nachträglich in die Faser eingeschriebenen Bragg-Gitter-Sensoren benutzt wird (Bild 7.3a), ein Polyimid-Coating, wie es bei neuartigen On-process-Faser-Bragg-Gittersensoren (Ziehturmgeräten) verwendet werden kann (Bild 7.3b) und ein Plasmapolymere-Coating, wie es im Rahmen dieser Arbeit für Fasersensoren nutzbar gemacht wurde (Bild 7.3c). Bei der Simulation wird von elastischem Verhalten einer ungerissenen zementgebundenen Matrix ausgegangen; eine ungleichförmige Spannungsaufteilung entlang des Sensors wird ausgeschlossen. Die gewählten Materialkennwerte sind Mittelwerte, da die Angaben verschiedener Hersteller bzw. Nutzer optischer Fasern stark schwanken. Es wird eine optische Standard-Faser mit einem Durchmesser von 0,125 mm für den Fasersensor verwendet. Bei allen nachfolgenden Betrachtungen wird vorausgesetzt, daß die Coating-Integrität nicht durch die Zementsteinmatrix beeinträchtigt wird, was, wie im Pkt. 4.2.1 gezeigt, nur bedingt gilt.

Die Ergebnisse der Simulationsrechnungen für die drei unterschiedlich gecoateten Sensoren (Bilder 7.3a bis 7.3c) machen deutlich, wie stark der Einfluß des Sensorcoatings gerade bei Fasersensoren sehr kurzer Meßlänge ist. So wird beispielsweise für die Messung von Mikroverformungen in einem Matrixvolumen der Längenausdehnung von 4 mm mit einem acrylatgecoateten Sensor eine Haftungslänge von mindestens 17 mm benötigt. Der Vergleich mit den beiden anderen Coatingmaterialien zeigt, daß beim PI-gecoateten Sensor etwa 10 mm und bei Verwendung eines Plasmapolymere-Coatings 8 mm Haftungslänge genügen. Bei geringeren Haftungslängen wird die Fehlinterpretation der Meßergebnisse durch Verlust an Dehnungsübertragung deutlich. Die einzige Möglichkeit zur Vermeidung von Fehlmessungen böten hier Bragg-Gitter mit variabler Gitterkonstante, wie sie in der Telekommunikationstechnik verwendet werden. Diese sind jedoch als Sensoren ungebräuchlich, weil weitaus kostenintensiver.

¹ Wie zuvor definiert, entspricht die eingebettete Sensorlänge $2L$ nicht der tatsächlichen Meßlänge des Sensors. Sie ist die Haftungslänge der eingebetteten optischen Faser, die selbst Sensor ist oder den Sensor enthält.

² Gemessen mit dem Fischerscope H100 (Fa. Fischer, Sindelfingen) im BAM-Laboratorium VIII.2901, Dr. Griepentrog.

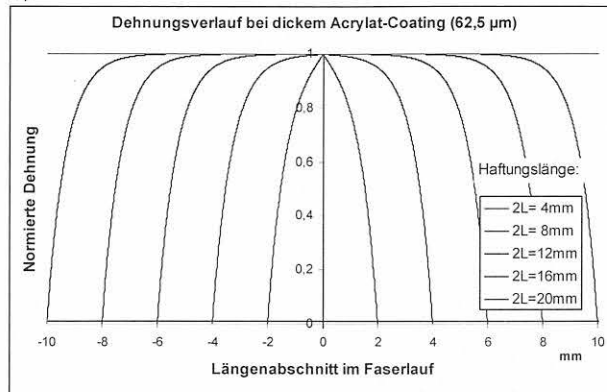
³ Geschätzte Werte für Polymere, da keine zuverlässigen Angaben möglich sind.

Tabelle 7.1: Materialkennwerte für die Simulation des Dehnungsübergangs (Mittelwerte)

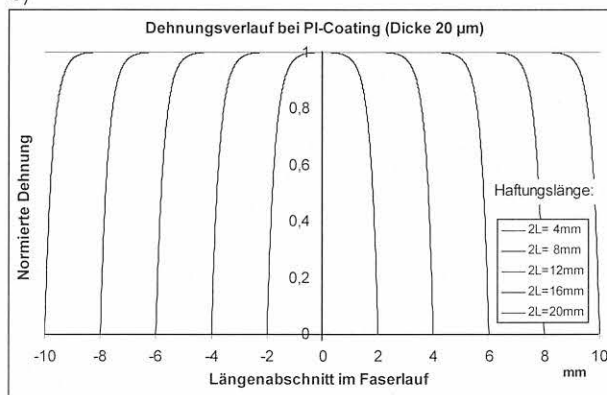
	Polyacrylat	Polyimid	Plasmapolymere	Ormocer	Matrix	Opt. Glasfaser
Dicke [μm]	62,5	≤ 20	1	≥ 20		
E-Modul [MPa]	600	900	14.000 ²	≤ 2000	28.000	70.000
Poisson-Zahl ³ [-]	0,45	0,4	0,35	0,4	0,26	0,17

Die Simulationsrechnung zeigt auch, daß für integrale Messungen in einem Meßabschnitt der Länge ≥ 30 mm die Coatingauswahl für die Fasersensoren nicht so bedeutsam ist, da die Dehnungsübertragungseigenschaften bei großen Haftungsängen nicht mehr so stark Einfluß nehmen. In diesen Fällen wird die Ausfallwahrscheinlichkeit langer eingebetteter Fasersensoren hauptsächlich von der Rißwahrscheinlichkeit der Matrix im Haftungsbereich der optischen Faser bestimmt.

a)



b)



c)

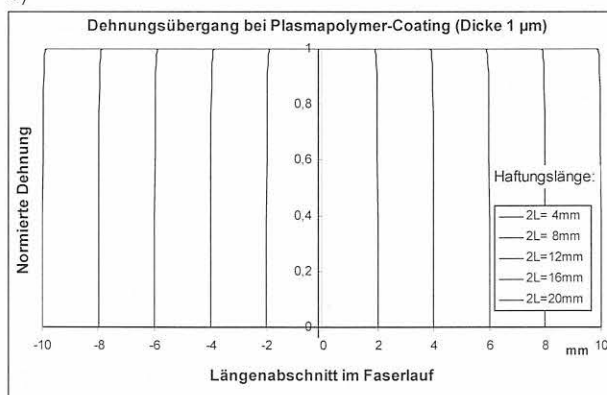


Bild 7.3:

Analytische Abschätzung der von der Matrix in einen eingebetteten Glasfasersensor übertragenen Dehnung. Die Kurven sind auf die Werte für $\epsilon(x=0)$ bezogen (normiert).

Die Sensorfaser ist jeweils beschichtet mit:

- a) Acrylat-Coating, Dicke $62,5 \mu\text{m}$
- b) Polyimid-Coating, Dicke $20 \mu\text{m}$
- c) Plasmapolymere-Coating, Dicke $1 \mu\text{m}$

(Die in der Legende eingetragenen Haftungsängen entsprechen den beim Durchgang der Kurvenpaare durch die Abszisse abgetragenen Werten, z. B. $-2\text{mm}/2\text{mm} = 2L = 4 \text{ mm}$.)

Die Modellrechnungen werden für die zwei Haupteinsatzgebiete eingebetteter Fasersensoren genutzt:

- a) Messung lokaler Verformungen⁴,
- b) Messung integraler Verformungen bei Meßlängen $>150 \text{ mm}$.

Zu a) Wird ein lokaler Fasersensor, z. B. ein Faser-Bragg-Gitter, für Mikroverformungsmessungen eingesetzt, so kann aus dem Modell die aktive Meßlänge des Sensors übersteigende Mindesthaftungsänge ermittelt werden, für die die Dehnung der Matrix nahezu gleichmäßig auf den gesamten aktiven Sensorbereich übertragen wird (horizontaler Kurvenbereich in den Bildern 7.3a bis 7.3c). Eine Unterschreitung der Mindesthaftungsänge kann beispielsweise bei Verwendung starrer EFPI-Sensoren oder eingebetteter Bragg-Gitter-Sensoren zu Fehlmessungen führen.

Zu b) Soll eine homogene Sensorfaser, z. B. ein Abschnitt eines Multisegment-Sensors, für die Messung der integralen Dehnung eines Matrixabschnitts zum Einsatz kommen, so folgt für das jeweils gewählte Coating ein nichtlinearer Verlauf des Dehnungsübergangs, der von der Länge der eingebetteten Faser abhängt. Aus den abgeleiteten Spannungs-/Dehnungsbeziehungen (Gln. 7.2 bis 7.4) folgt ein material- und haftungsängenabhängiger Übertragungsfaktor $\alpha(k, L)$, der die Proportionalität zwischen der von der Matrix eingetragenen Dehnung ϵ_M und der mit dem Fasersensor gemessenen Dehnung ϵ_G angibt. Gemäß Gl. (A.6.26) in Anlage 6 gilt für den Übertragungsfaktor die Beziehung

$$\alpha(k, L) = 1 - \frac{\cosh(kL) - 1}{k \cdot L \cdot \sinh(kL)} \quad (7.5)$$

Die Kenntnis dieses Übertragungsfaktors ermöglicht für die jeweilige Sensorgestaltung die Berechnung der in der Matrix auftretenden Dehnung aus der Dehnungsmessung mit einem eingebetteten Fasersensor. Sofern die Materialkennwerte hinreichend genau angebar sind, erübrigen sich aufwendige Kalibrierungsmessungen für den jeweiligen Einsatzfall.

In den Bildern 7.4a bis 7.4c sind die Verläufe des Übertragungsfaktors in Abhängigkeit der (halben) Haftungsänge für die drei zuvor betrachteten Sensorfälle aufgetragen. Die Kurvenverläufe zeigen, daß die Messung von Matrixverformungen in sehr kleinen Meßvolumina mit hoher Empfindlichkeit nur mit einem dünnen Plasmapolymere-Coating zu erreichen ist. Ein Übertragungsfaktor von „Eins“ ist mit beschichteten

⁴ Als lokal wird ein Meßbereich von bis zu etwa 100 mm definiert; die Sensoren messen jedoch auch in diesem lokalen Meßbereich integral.

Fasersensoren nicht zu erreichen. Abhilfe schafft nur die Einbettung eines unbeschichteten Fasersensors. Dies ist jedoch nur bei Messungen unter Laborbedingungen praktikabel.

7.1.2 FEM-Modellierung⁵ der Spannungsverläufe am eingebetteten steifen Fabry-Pérot-Sensor

Für die Abschätzung der Spannungsverläufe am eingebetteten steifen Faser-Fabry-Pérot-Sensor werden gemäß Bild 2.10b folgende konstruktive Bedingungen definiert:

- Glaskapillare Länge: 15 mm
 Außendurchmesser: 250 µm
 Innendurchmesser: 128 µm
- Optische Fasern: Durchmesser: 125 µm
 (ohne Coating)
- Abstand der Befestigungspunkte an beiden Faserenden (Meßlänge): 10 mm
- Breite der Befestigungspunkte: 0,2 mm
- Abstand der Reflektoren (Faserenden): 0,2 mm
- Faserüberstand über Kapillare (optional): 2 mm

Als Materialkennwerte werden verwendet⁶:

- E-Modul Matrix: 12 GPa ($\nu_M = 0,265$)
- E-Modul Glas: 70 GPa ($\nu_G = 0,175$)

Für die Modellbildung wird eine rotationssymmetrische und axialsymmetrische Anordnung betrachtet. Dadurch kann die Modelllänge auf 10,5 mm reduziert werden. Der Volumenkörper, bestehend aus Sensor und Matrix, wird in ein quasi-ebenes Modell abgebildet mit einer Länge von 0,1 mm für die größten Elemente. Das Modell besteht insgesamt aus 5454 Elementen mit 14480 Knoten zu je zwei Freiheitsgraden (gesamt 28960 Freiheitsgrade). Bild 7.5 zeigt die wesentlichen Abmessungen des Modells.

⁵ Die FEM-Rechnungen wurden von Dr.-Ing. E. Wagenknecht, (2000) durchgeführt.

⁶ Mittelwerte aus den Tabellen 2.3 und 2.4.

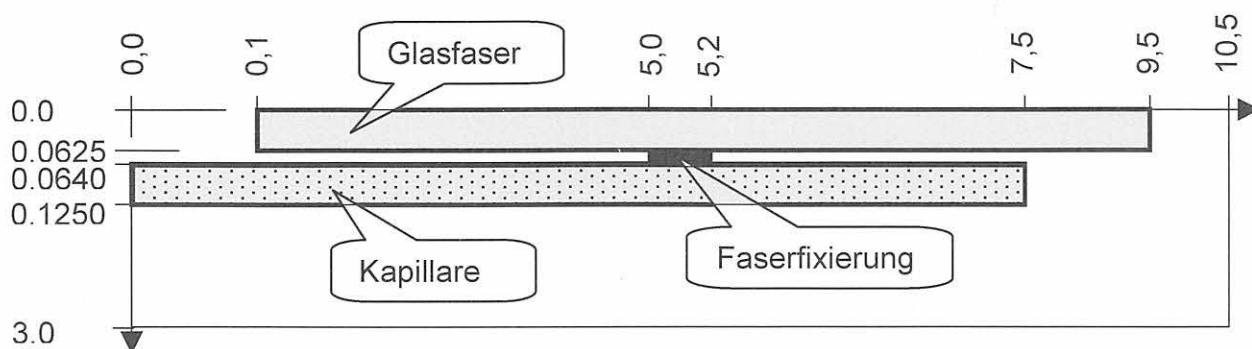


Bild 7.5: Wesentliche Abmessungen des FEM-Modells (Maße in mm, Skizze nicht maßstäblich).

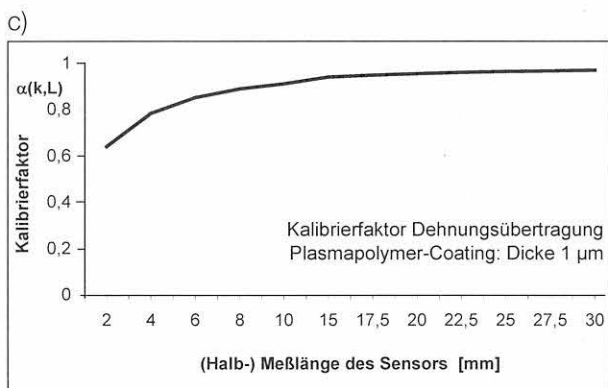
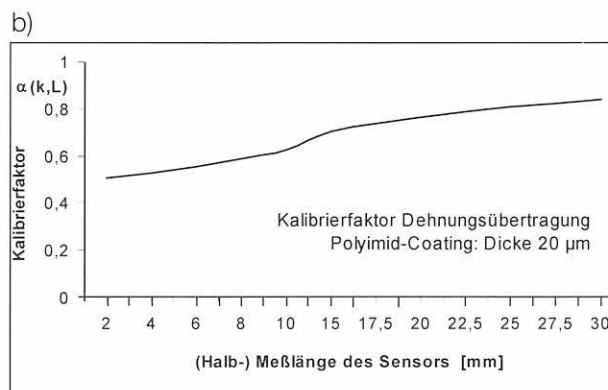
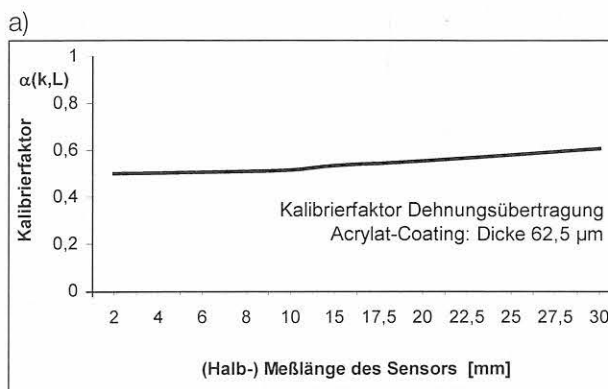


Bild 7.4: Übertragungsfaktor bei der Messung von Matrixverformungen mit eingebetteten Glasfasersensoren in Abhängigkeit des gewählten Fasercoatings.

- a) Acrylat-Coating, Dicke 62,5 µm
- b) Polyimid-Coating, Dicke 20 µm
- c) Plasmapolymere-Coating, Dicke 1 µm.

Für die Berechnung der Dehnungsübertragung wird eine Matrixdehnung von 0,1 % in Faser-Axialrichtung angenommen. Diese an sich für Zementsteinmatrizes zu groß gewählte Dehnung entspricht einer Verlängerung des Modells um 10,5 μm . Die FEM-Rechnung (vgl. Bild 6) zeigt, daß in lokal begrenzten Bereichen von Unstetigkeitsstellen des Sensors (am Sensorende bei Faserüberstand, am Beginn der Kapillare und an der innen liegenden Seite der Faserfixierung an der Kapillare) Störungen in der Matrix entstehen. Die daraus resultierenden Dehnungen in der Kapillare in Höhe von etwa 0,17 % überschreiten aber an keiner Stelle die zulässigen Glasdehnungen.

Die Berechnung zeigt auch, daß bei einer angenommenen Matrixdehnung von 0,1 % der Sensor (ohne Faserüberstand) eine Dehnung von 0,10158 % anzeigt. Dieser Wert ist um 1,58 % zu groß; im Falle eines Faserüberstands von 2 mm steigt der Fehler geringfügig auf 1,74 % an. Die berechnete Meßabweichung deckt sich mit Ergebnissen aus Kalibrier- und Vergleichsmessungen.

Wie in den vorigen Abschnitten erläutert, treten Schubspannungsspitzen am Ende der Kapillare und im Bereich der Verbindung von Faser und Kapillare (Faserfixierung) auf. Es muß davon ausgegangen werden, daß im Bereich dieser Störungen die Schubfestigkeit der Matrix überschritten werden könnte. Da die Spannungen jedoch sehr schnell abgebaut werden (Bild 7.6), ist zu erwarten, daß bei statischen Messungen der Bereich der Meßstrecke nicht beeinträchtigt wird. Bei dynamischen Lasten können sich die Störzonen aber ausbreiten und zu einem Abriß des Sensors von der Matrix führen.

Die Berechnung des Zugspannungsverlaufs in der Glaskapillare führt bei einer angenommenen Matrixdehnung von 0,1 % zu einem Maximalwert von 67 MPa. Dieser Wert liegt selbst bei betonchemisch angegriffenem Glas weit unter der mittleren Zugfestigkeit der optischen Fasern von etwa 245 MPa. Da die bei diesen Rechnungen zugrundegelegte Matrixdehnung bereits zur Schädigung der Matrix führt, bestätigte die FEM-Abschätzung, daß der Sensor nicht vor Zerstörung der Matrix versagt.

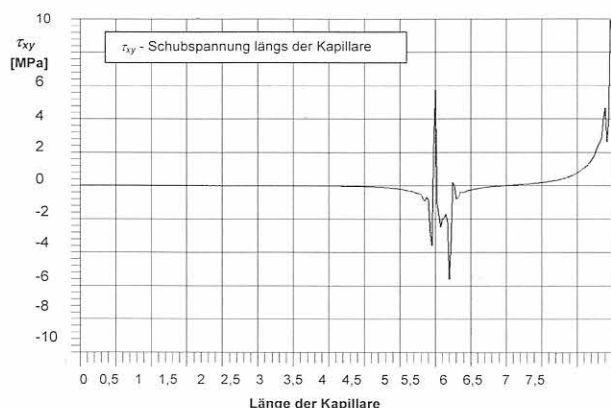


Bild 7.6: FEM-Berechnung des Schubspannungsverlauf längs der Oberfläche eines eingebetteten EFPI-Sensors.

7.1.3 Einflüsse auf die Haftfestigkeit

Die tatsächlichen Haftungseigenschaften eingebetteter Sensorfasern können zuverlässig nur durch experimentelle Tests ermittelt werden, da in der vereinfachten analytischen Behandlung einige Faktoren, die den Haftverbund beeinflussen, nicht berücksichtigt werden können. Dies sind beispielsweise:

- *Vorbehandlung der Sensorfasern*
Die unterschiedliche Adhäsionswilligkeit chemisch bzw. physikalisch vorbehandelter optischer Fasern bzw. Formschluf durch strukturierte Coatingoberflächen erhöhen die Schubfestigkeit in der Grenzzone.
- *Struktur und Verhalten der Matrix in der Grenzzone*
Die Porenstruktur in Fasernähe und damit die mechanischen Eigenschaften der Matrix weichen vom übrigen Matrixmaterial ab (s. Pkt. 2.4.4). Der E-Modul der Matrix im fasernahen Bereich kann daher nur geschätzt werden.
- *Einfluß von Normalspannungen (senkrecht zur Sensorachse)*
Der Haftverbund wird durch Normalspannungen, die in radialer Richtung der optischen Faser wirken, beeinflußt. Radialspannungen entstehen durch die „Fehlanpassung“ δ_n bei Schrumpfung. Diese Fehlanpassung kann betragsmäßig als Differenz des scheinbaren Radius' r_M einer Matrixöffnung, die sich bei Schrumpfung einstellen würde, wenn keine Faser vorhanden wäre, und dem Radius r_G der Glasfaser aufgefaßt werden:

$$|\delta_n| = |r_M - r_G| \quad (7.6)$$

Aus dieser Fehlanpassung leitet sich, bezogen auf die vorhandene Faser, eine Radialdehnung $\epsilon_n \equiv |\delta_n|/r_G$ (senkrecht zur Faserachse) ab. Bei in Zementstein eingebetteten Fasern gilt nach Abschluß der Verfestigung und mit zunehmender Erhärtung die geometrische Beziehung $r_G > r_M$ (r_M - Radius der Matrix zu Beginn der Verfestigung). Daraus folgt ein negativer Wert für δ_n , was (definitionsgemäß) das Vorliegen radialer Druckspannungen in der Grenzschicht bedeutet. Diese schrumpfungsbedingten Druckspannungen in der Grenzfläche sind rezepturabhängig. Da die Radialdruckspannungen die Schubfestigkeit signifikant beeinflussen, werden diese nachfolgend durch eine FEM-Rechnung abgeschätzt. Hierbei wird die Schrumpfung durch eine Temperaturänderung der Matrix simuliert. Folgende Annahmen werden getroffen:

Schrumpfmaß: -0,055 %
Therm. Ausdehnungskoeffizient Zementleim: $16 \cdot 10^{-6} /\text{K}$

Daraus folgt gemäß $\Delta T = \epsilon / \alpha$ eine in Ansatz zu bringende Temperaturdifferenz von -34,375 K. Mit dieser nur in der Matrix wirkenden Ersatztemperaturdifferenz wird der dreidimensionale Schrumpfungsprozeß (Volumenschrumpfung) nachgebildet. Die Berechnung

auf Basis der in Pkt. 7.1.2 gelisteten Kennwerte liefert unmittelbar an der Oberfläche der Kapillare eine schrumpfungsbedingte Radialdruckspannung von -5,2 MPa. An den lokalen Störzonen längs des Sensors (vgl. FEM-Rechnung im Pkt. 7.1.2) gibt es Druckspannungsspitzen, die jedoch nur so geringe radiale Verschiebungen erzeugen, daß es nicht zu einem Klemmen der Fasern in der Kapillare kommt. Der Schrumpfungsprozeß der Matrix in axialer Sensorrichtung führt zu einer „gemessenen“ Dehnung von -0,0556 %. Die für die zugehörige Bezugslänge eintretende Dehnung der Matrix beträgt -0,0546 %, woraus gute Übereinstimmung folgt.

- *Äußere Kräfte quer zur Faserachse*

Einachsige Krafteinwirkungen senkrecht zur Sensorachse stören den Haftverbund, da diese nicht gleichmäßig über den Umfang der Faser wirken. Bei steifen Faser-Fabry-Pérot-Sensoren können Debondingzonen auf der Faseroberfläche entstehen; flexible Fabry-Pérot-Sensoren können in ihrer Beweglichkeit behindert werden. Bei Faser-Bragg-Gittern können, wie von Sirkis (1997) berichtet, Störeffekte im optischen Signal die Meßinformation verfälschen oder deren Auslesen erschweren. Derartige Krafteinwirkungen auf den Sensor sollen hier nicht näher diskutiert werden, da nur ein Kraftangriff in axialer Richtung des Sensors betrachtet wird. Eventuelle Quereinflüsse werden bei Beispielmessungen (Kapitel 8) geprüft. Da Querdehnungen in der Zementsteinmatrix gleichmäßig über den Umfang der Faser wirken, wird ein nur vernachlässigbarer Einfluß erwartet.

- *Thermische Einflüsse*

Thermisch bedingte Verformungen von Matrices mit eingebetteten Sensoren führen wegen unterschiedlicher thermischer Ausdehnungskoeffizienten und Querkontraktionszahlen von Glas und Zementstein/Beton zur Entstehung von Radialspannungen in der Grenzfläche Fasersensor/Matrix. Da $\alpha_M > \alpha_G$ und $\nu_G < \nu_M$ ist, bauen sich bei Temperaturabnahme im Verbund Druckspannungen auf, die Rißbildungen in der Matrix zur Folge haben können. Der Sensor wird erfahrungsgemäß dadurch nicht zerstört.

Problematischer ist der Fall einer deutlichen Temperaturerhöhung. Wegen stärkerer Ausdehnung der Matrix versagt bei einer bestimmten Temperaturdifferenz der Haftverbund, und der Sensor folgt nicht mehr den Matrixverformungen.

Ausgehend von der nach Erhärtung des Verbunds vorhandenen Radialspannung in der Grenzfläche wird die zulässige Temperaturänderung abgeschätzt, für die noch Haftung des Sensors gege-

ben ist. Nach Markus, (1978) gilt für den effektiven Radialspannungsverlauf des Verbunds Faser/Matrix bei Änderung der Temperatur⁷:

$$p_{\text{eff}}(\Delta T) = \frac{\alpha_M - \alpha_G}{\left(\frac{1 + \nu_M}{E_M} - \frac{1 - \nu_G}{E_G} \right)} \cdot \Delta T - p_0 \quad (7.7a)$$

mit

$$K_T = \frac{\alpha_M - \alpha_G}{\left(\frac{1 + \nu_M}{E_M} - \frac{1 - \nu_G}{E_G} \right)} \quad (7.7b)$$

p_{eff} beschreibt die radiale Druckspannung bei thermischer Beanspruchung, p_0 ist die für die jeweilige Umgebungstemperatur bei Erhärtung des Zementsteins sich einstellende Radialspannung⁸ im Verbund. Die Indizes M und G stehen für Matrix und Glas. Für die im Punkt 7.1.2 zusammengestellten Materialkennwerte folgt für den Koeffizienten $K_T = 0,165 \text{ MPa} \cdot \text{K}^{-1}$. Gemäß einer Beispielrechnung im Pkt. D der Anlage 6 versagt für eine angenommene Radialdruckspannung von etwa -5 MPa der Verbund Fasersensor/Matrix bei einer Temperaturerhöhung von etwa 30 K.

Diese analytische Abschätzung wurde durch FEM-Rechnung von Wagenknecht, (2000) bestätigt. Für die bereits zuvor angenommene Schrumpfung von -0,055 % wurde eine Temperaturerhöhung im Bereich von 0 ... 60 K variiert und der Schrumpfung überlagert. Das Ergebnis zeigt, daß sich an der Oberfläche der Kapillare die Verformungseinflüsse aus beiden Lastfällen bei einer Temperaturerhöhung von $\Delta T = 34,375 \text{ K}$ aufheben. Bei stärkerer Schrumpfung kann eine größere Temperaturdifferenz zugelassen werden.

Diese Abschätzung macht deutlich, daß das nachträgliche Einbetten von Fasersensoren in bereits erhärtete Mörtel bzw. Betone nur für den Fall nahezu konstanter Betriebstemperatur zu zuverlässigen Meßergebnissen führt. Da bei Langzeitmessungen üblicherweise Temperaturschwankungen auftreten, kann auf Mitnehmerelemente bzw. auf den Einsatz von Quellmörteln nicht verzichtet werden. Mitnehmerelemente erzeugen aber bei hochaufgelösten Messungen Rückwirkungen auf das Meßobjekt, die berücksichtigt werden müssen.

7.1.4 Verlust der Sensorfunktion durch Erreichen der Haftfestigkeit oder durch Rißbildung in der Matrix

Erreicht bei Verformung der Matrix die Schubspannung an den Enden der eingebetteten Sensorfaser die Scherfestigkeit, löst sich der Sensor von der Matrix. Die Zonen maximaler Scherbeanspruchung wandern am Fasersensor entlang in Richtung Sensormitte. Da-

⁷ Detaillierte Ableitung in Anlage 6, Pkt. D.

⁸ Druckspannungen sind gemäß Definition negativ. Wenn die Temperatur sinkt ($-\Delta T$) nimmt die temperaturbedingte (negative) Druckspannung zu.

durch wird die Haftungslänge des Sensors verringert mit der Folge, daß über die projektierte Meßlänge des Sensors kein gleichmäßiger Dehnungsübergang mehr stattfindet. Werden bei einem eingebetteten Sensor an seinen Enden Schubspannungen, die die Größe der Scherfestigkeit erreichen können, erwartet, muß eine größere Haftungslänge für den Sensor gewählt werden, als für einen zuverlässigen Dehnungsübergang mindestens erforderlich ist. Eine Überdimensionierung der Haftungslänge ist ebenfalls dann vorteilhaft, wenn aus meßtechnischen, physikalischen oder herstellungstechnischen Gründen Sensoren von nur wenigen Millimetern Länge und mit relativ dicken Polymercoatings verwendet werden können. Nachteil der Überdimensionierung ist die größere Wahrscheinlichkeit von schädigenden Matrixeinflüssen (z. B. Mikrorisse) auf die unmittelbar an die Sensoren angrenzenden, unverkabelten Faserabschnitte.

Die Simulation der Schubspannungsverteilung entlang eingebetteter, gecoateter Sensorfasern zeigt, daß der Verlauf der Schubspannung zur Mitte des Haftungsbereichs (d. h. über der Meßlänge des Sensors) stark von der Wahl des Coatings abhängt. In den Bildern 7.5a und 7.5b ist (analog den Bildern 7.3a und 7.3c) dieser Einfluß für unterschiedlich stark gecoatete Sensoren verdeutlicht. Bei Sensoren mit kurzen Einbettungslängen kann der Fall eintreten, daß die Schubspannung zur Sensormitte hin nicht abgebaut wird. Ein solcher Sensor wird somit während der gesamten Meßdauer auf Schub beansprucht, was sich insbesondere bei Wechsellast auf die Lebensdauer des Haftverbunds auswirkt. Für einen weitgehenden Abbau der Schubspannung bei sehr kurzen Sensoren mit Haftungslängen < 5 mm können nur sehr dünne Plasmapolymere-Coatings mit relativ hohem E-Modul bzw. oberflächenmodifizierte Sensoren ohne Coating verwendet werden.

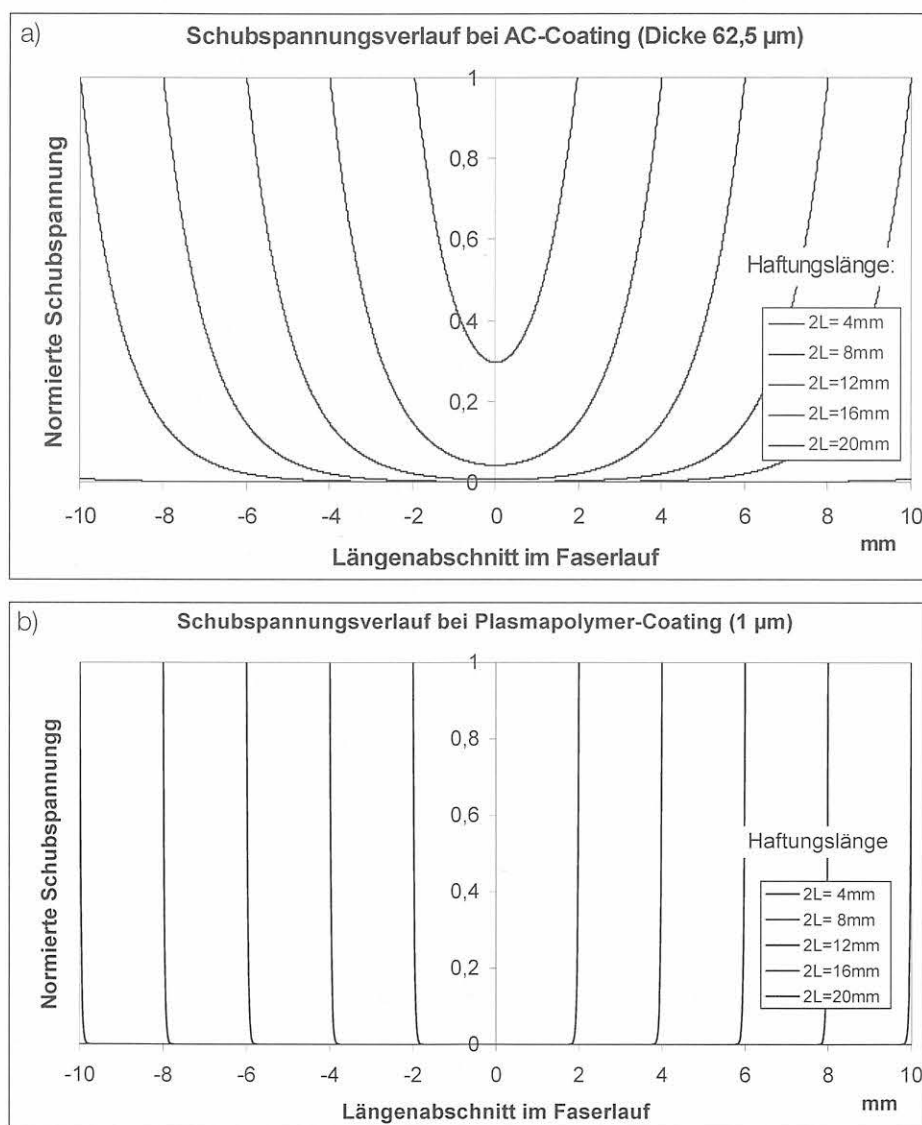


Bild 7.5:

Schubspannungsverteilung entlang der Haftungslänge des eingebetteten Fasersensors. Die Kurven sind auf die Werte für $\epsilon(x=L)$ bezogen (normiert).

a) Acrylat-Coating, Dicke 62,5 µm

b) Plasmapolymere-Coating, Dicke 1 µm.

(Die in der Legende eingetragenen Haftungslängen entsprechen den beim Durchgang der Kurvenpaare durch die Abszisse abgetragenen Werten, z. B. -2mm/2mm = 2L = 4 mm.)

Die Funktionsfähigkeit des Fasersensors wird prinzipiell nicht allein durch den Haftverbund in der Matrix begrenzt, sondern auch durch die Zugfestigkeit des eingebetteten Fasersensors, wenn diese bereits vor dem Versagen des Haftverbunds erreicht wird. Dieser Fall kann bei guter Haftung infolge chemischer Bindung oder bei Formschluß eintreten. Wie Festigkeitsmessungen an betonchemisch beanspruchten optischen Fasern gezeigt haben, übersteigt die Zugfestigkeit der Glasfasern signifikant die Zugfestigkeit der Zementsteinmatrix. Daher ist zu erwarten, daß bei Verformungsmessungen in der ungerissenen Matrix ein Versagen des Sensors allein durch Versagen des Haftverbunds eintritt.

Mit Hilfe der zuvor abgeleiteten analytischen Beziehungen für die Schubspannungs- und Axialspannungsverteilung entlang eines vollständig haftenden Fasersensors kann das Verhältnis von Schubspannung und Zugfestigkeit, d. h. der Bereich, bei dem die Schubspannung so groß wird, daß die Zugfestigkeit des optischen Sensors erreicht wird, abgeschätzt werden. Für den Fall nackter⁹ Fasersensoren ist gemäß Gleichung (A6.25) aus Anlage 6 die

$$\begin{aligned} & \text{maximale Schubspannung } \tau_{G_{\max}} \\ \tau_{G_{\max}} = \tau_{G_n}(x=L) &= \frac{E_G}{2 \cdot E_M} \cdot \frac{k \cdot r_G \cdot \sigma_M}{\cosh(kL)} \cdot \sinh(kL) \end{aligned} \quad (7.8)$$

und dementsprechend die

$$\begin{aligned} & \text{maximale Faseraxialspannung } \sigma_{G_{\max}} \\ \sigma_{G_{\max}} = \sigma_{G_n}(x=0) &= \sigma_M \cdot \frac{E_G}{E_M} \end{aligned} \quad (7.9)$$

Mit dem aus Gleichung (A6.26) geschätzten mittleren Wert von $k \approx 3,4$ folgt aus den Gln. (7.8) und (7.9) für einen ungecoateten Fasersensor mit einem Durchmesser von 0,125 mm und der Länge L

$$\frac{\tau_{G_{\max}}}{\sigma_{G_{\max}}} = k \cdot r_G \cdot \tanh(kL) \approx 0,43 \cdot \tanh(3,4 \cdot L / \text{mm}) \quad (7.10)$$

Für Sensoren mit einer Länge von ≥ 6 mm gilt näherungsweise

$$\tau_{G_{\max}} = 0,43 \cdot \sigma_{G_{\max}} \quad (7.11)$$

Diese Grenzlastabschätzung stimmt mit den Ergebnissen der experimentellen Untersuchungen überein. Beim Erreichen der Schubfestigkeit wird ein faseroptischer Mikrodehnungssensor nur mit einer Zug-

spannung von etwa 40 % seiner Festigkeit beansprucht. Der Fasersensor versagt nicht durch Sensorriß sondern durch Sensorabriß von der Matrix. Eine Reihe von Einflüssen reduzieren die reale Haftung. Bentur und Mindess (1990) geben aus ihrer experimentellen Erfahrung als Schwelle für Debonding einen Wert von $0,2 \cdot \sigma_{M_{\max}}$ an. Dieser Wert entspricht im vorliegenden Fall der optischen Glasfaser etwa einem Wert von $0,46 \cdot \sigma_{G_{\max}}$ und deckt sich somit gut mit dem in Gleichung (7.11) abgeschätzten Wert von $0,43 \cdot \sigma_{G_{\max}}$.

Wenn die Matrixfestigkeit überschritten wird und sich Gefügerisse in Nähe des Sensors ausbilden, kann auch im schubspannungsfreien Bereich des Sensors der Dehnungsübergang gestört werden. Läuft der Riß auf die Faser zu, verändert sich die Mikromechanik im Interfacebereich. Der eingebettete Fasersensor (insbesondere der EFPI-Sensor) zeigt zwar aufgrund seiner hohen Dehnungsauflösung und dynamischen Empfindlichkeit diese Rißbildung an, von diesem Zeitpunkt an ist jedoch die Quantifizierung der Verformung unsicher, lediglich dynamische Signale können ausgewertet werden.

Eine große Bedeutung, vor allem beim Monitoring von Baustoffschädigungen, hat die Frage, ob beim Eintreten von Matrixrissen die haftend eingebettete optische Faser zerstört wird, oder ob ggf. weitere im Faserlauf angeordnete Sensoren noch auswertbar bleiben. Die Erfahrung zeigt, daß nach der Detektion von Matrixrissen in der Sensorumgebung aus sprunghaften Veränderungen im Sensorsignal der Sensor in den seltensten Fällen vollständig ausfällt. Bentur (1988) erklärt aus Beobachtungen an eingebetteten Stahlfasern dieses Verhalten damit, daß beanspruchungsbedingte Risse vor Erreichen der Faser abgelenkt werden und abstumpfen. Als Ursache für derartiges Verhalten wird die höhere Porosität der Matrix in Nähe der Faser vermutet. Als eine weitere Ursache wird der sog. Cook-Gordon-Rißstopp-(crack arrest-)Mechanismus angesehen. Läuft ein Riß in der Matrix auf die Faser zu, wird wegen der hohen Zugspannung, die sich senkrecht zur eingetragenen Spannung vor der Rißspitze aufbaut, die Matrix vor dem Riß von der Faser gelöst (Debonding). Im lokal debondeten Bereich wird die Spannungskonzentration vor der Rißspitze reduziert, und die Rißspitze stumpft ab. Dadurch kann ein vollständiges Aufreißen der Matrix in der Grenzzone zum Sensor vermieden werden, und die Sensorfaser wird nicht ausschließlich auf Zug im Rißbereich beansprucht¹⁰. Mikroschliffe an eingebetteten optischen Fasern bestätigen, daß der Riß abgelenkt wird und entlang der Grenzfläche in der (im allgemeinen schwächeren) Matrixzone läuft. Dieses Verhalten ist insbesondere bei eingebetteten faseroptischen Sensorketten vorteilhaft. Selbst wenn ein einzelner Sensor nicht mehr zuverlässig mißt, kann die optische Faser die anderen in der Kette liegenden Sensoren „versorgen“. Bei starkem Haftverbund zwischen Faser und Matrix läuft der Riß allerdings direkt in der Grenzfläche ein.

⁹ Die gleiche analytische Betrachtung ist bei gecoateten Sensoren möglich, jedoch führt die „doppelte Grenzschicht“ (Matrix/Coating und Coating/Glas) für den Fall des einsetzenden Debondings zu größerer Unsicherheit in der Abschätzung.

¹⁰ Sollte der Mörtel über den gesamten Faserumfang gerissen sein, so stellt sich bei weiterer Zugbeanspruchung fortschreitendes Debonding an den Rißufern ein, was schließlich zum Versagen der optischen Faser führt.

Aus diesen Überlegungen wird wiederum der Nutzen der Dimensionierbarkeit von Fasersensoren mit Hilfe der abgeleiteten Beziehungen sowie der Steuerbarkeit ihrer Oberflächeneigenschaften durch physikalische und chemische Modifizierungen deutlich.

Bei der Betrachtung von Matrixrißbildungen in Sensornähe muß ein weiterer Aspekt berücksichtigt werden. Im Regelfall wird ein einzelner Matrixriß von einer Seite auf die Faser zulaufen und zu asymmetrischem Debonding führen. Diese Asymmetrie im Bondingverhalten der Faser führt zu lokalen Biegespannungen im Fasersensor. Die Reaktion von in mineralischen Matrices eingebetteten Faser-Bragg-Gitter-Sensoren auf lokale Biegungen ist noch nicht hinreichend geklärt. Einige Autoren, u. a. Sirkis (1998), berichteten von Störungen im auszuwertenden Signal. In bisherigen Untersuchungen mit eingebetteten EFPI-Sensoren konnten bei rißauslösenden Verformungen von Mörtelmatrices aus physikalischen Gründen keine Signalstörungen festgestellt werden.

7.2 Verfahren und Gerätetechnik zur Bewertung der Faserhaftung

Die realen Haftungseigenschaften optischer Fasern in der Matrix können nur im Experiment bestimmt werden. Von den entwickelten Testverfahren für die Bestimmung der Haftung einzelner eingebetteter Fasern sind der Einzelfaserauszug-(Pull-out)- und der Einzelfasereindrück-(Indentation-, push-out-, push-through-)Test geeignet. Der Einzelfaserverbund-(Fragmentation-)Test wurde ausgeschlossen, weil eine definierte Zugkraft schwierig in einen kleinen (spröden) Zementsteinmatrix-Prüfling eingetragen werden kann. Bei den erstgenannten Verfahren wird - im Gegensatz zur realen Situation - die Verformungskraft unter definierten Bedingungen in die Faser eingeleitet und die Dehnung wird von der Faser in die Matrix übertragen. Jedoch analog der tatsächlichen Beanspruchung baut sich die Schubspannung zunächst an den Faserenden ab, und der Haftverbund der Faser versagt, wenn die Scherfestigkeit entlang der gesamten Faseroberfläche erreicht worden ist.

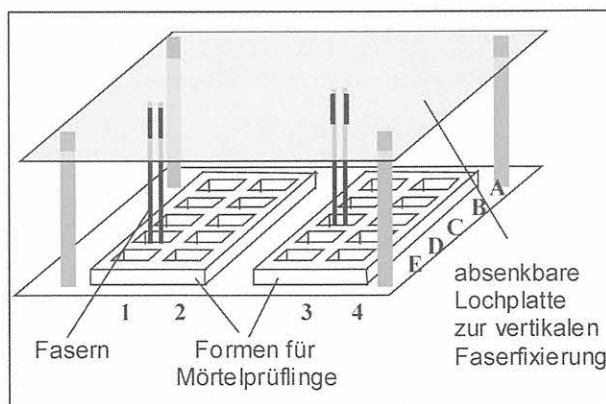


Bild 7.6:
Vorrichtung zur Herstellung der Prüfkörper-Prismen

Für den Pull-out- und den Indentation-Test¹¹ wurden kleine Zementsteinprüflinge mit wenigen Millimetern Kantenlänge präpariert. Die Untersuchungen wurden jeweils durch eine visuelle Bewertung im Lichtmikroskop bzw. im Rasterelektronenmikroskop unterstützt. Das Prinzip beider Verfahren wird im folgenden erläutert, wobei die Indentation-Methode schließlich bevorzugt wurde. Ihre Auswahl als Testmethode wird im Pkt. 7.2.3 begründet.

7.2.1 Einzelfaserauszug-(Pull-out) Methode

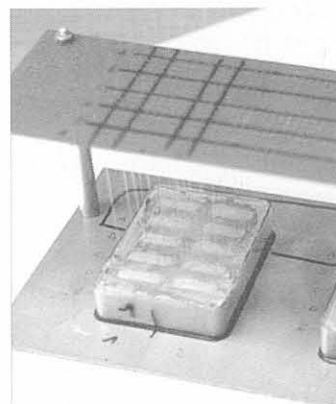
Der Einzelfaserauszug-Test basiert auf der Kraft-Weg-Messung an einer eingebetteten Einzelfaser, die aus einer Matrix herausgezogen wird. Er wird zur Charakterisierung des Haftverbunds eingebetteter Fasern in Composites und zur Bewertung der Alkaliresistenz von duktilitätsverbessernden Glasfasern und Glasfasersträngen vorrangig eingesetzt. Der von Majumdar und Laws (1990) beschriebene SIC¹²-Test ähnelt dem hier eingesetzten Verfahren, wobei das Ausziehen von harzgetränkten Glasfasersträngen aus Zementsteinkörpern technisch weniger aufwendig ist als das Ausziehen von Einzelfasern.

Für die Untersuchung der Fasersensoren wird die aus der Matrix herausragende optische Faser in eine speziell konstruierte Prüfmaschine [Hampe u. a., (1990)] eingespannt. Die Ziehgeschwindigkeit beträgt etwa 0,3 µm/s [Schulz u. a., (1994)]. Der aufgezeichnete Kraft/Weg-Verlauf zeigt eindeutig, wann die Scherfestigkeit in der Grenzfläche erreicht wird. Sie kann näherungsweise aus der aufzubringenden Zugkraft F_{max} , bei der das elastische Verformungsverhalten von Faser und Matrix endet, berechnet werden:

$$\tau_{max} = \frac{F_{max}}{2\pi \cdot r_G \cdot s} \quad (7.12)$$

¹¹ Die üblichen deutschen Bezeichnungen „Einzelfaserauszugs- und Einzelfasereindrück-Tests sind unpräzise, da Ziel des Tests nicht der Auszug bzw. das Eindrücken ist, sondern die Bestimmung des Scherversagens in der Grenzfläche oder in der fasernahen Region der Matrix.

¹² SIC-Test: Strand in cement test.



r_G ist der Faserradius, s ist die Einbettungslänge des Faserprüflings.

Die Prüfkörpergröße von 13,5 mm x 10 mm x 5 mm wurde durch die benutzte Faserauszugs-Versuchsanlage in der BAM Berlin, Laboratorium VI.21, vorgegeben. Um ein Zuschneiden der ausgehärteten Mörtelprismen - und damit eine Faserbeschädigung - zu vermeiden, wurden spezielle Formen aus Silikonkautschuk gefertigt, die die gleichzeitige Herstellung von jeweils 10 Prismen gestatteten.

Bild 7.6 zeigt die Vorrichtung zur Herstellung der Mörtelprismen mit den eingebetteten Fasern. Um bei dieser geringen Prüfkörpergröße eine optimale Verarbeitbarkeit des Frischmörtels zu erreichen, wurde die Konsistenz der jeweiligen Mörtelsorte durch Bestimmung des Ausbreitmaßes nach DIN 1048-1, (1991) vorher exakt eingestellt¹³. Durch eine Markierung an der Faser wurde die Einbettungslänge von jeweils 3 mm eingehalten.

Als Zemente wurden Portlandzement CEM I 42,5 R sowie die Hochofenzemente CEM III/A, 32,5 und CEM III/B 32,5-NW/HS [(alle Zemente nach DIN 1164, (1990)] verwendet, um eine deutlich voneinander abweichende Ausbildung von CSH-Phasen, die besonders im Grenzflächenbereich von Glasfasern von Bedeutung sind, zu erhalten. Der Träger mit den Frischmörtelprismen (Bild 7.6) wurde mindestens 40 Tage lang im Hydrostaten mit Kaliumsulfat K_2SO_4 bei einer konstanten relativen Luftfeuchte von ca. 96 % gelagert. Erst während der unmittelbaren Vorbereitung der Auszugsversuche im Labor lagerten die Prüflinge unter raumklimatischen Bedingungen. Die Bilder 7.7a und 7.7b zeigen auszugsweise Ergebnisse der Pull-out-Tests an eingebetteten Fasern.

Bei diesen Tests kann der Abrißzeitpunkt des Sensors von der Matrix sehr genau angegeben werden. Bis zu diesem Zeitpunkt ist der Dehnungsübergang nahezu linear. Bild 7.7b zeigt jedoch bereits frühzeitig eine geringfügige Abweichung vom elastischen Verformungsverhalten (Punkt A). Nach Erreichen der Scherfestigkeit der angeätzten Faseroberfläche wird der bei einigen Materialien anzutreffende Slip-Stick-Effekt beobachtet. Diese bei faserverstärkten Werkstoffen vorteilhafte Haftungseigenschaft ist für sensorische Belange nicht von Interesse. Sensoren versagen dauerhaft beim Punkt B, messen jedoch bereits ab Pkt. A nicht mehr zuverlässig. Die Scherfestigkeit liegt bei unbehandelten Fasern bei etwa 1,8 MPa, bei im Sauerstoffplasma geätzten Fasern um 2,3 MPa.

Der Aufwand für die Präparation der Prüflinge für dieses Verfahren ist sehr hoch. Die Vorbereitungszeiten für einen einzelnen Faserauszugs-Test liegen bei bis zu 3 Stunden. Hinzu kommt die meßtechnische

Schwierigkeit, daß bei geringsten Abweichungen der Faser von der Orthogonalen zur Austrittsfläche die Faser an dieser Stelle abschert. Die Erfolgsrate bei den präparierten Proben lag bei < 30 %. Diese Umstände waren maßgebend dafür, daß dieses Verfahren nicht weiter verfolgt, sondern die Indentation-Technik bevorzugt wurde.

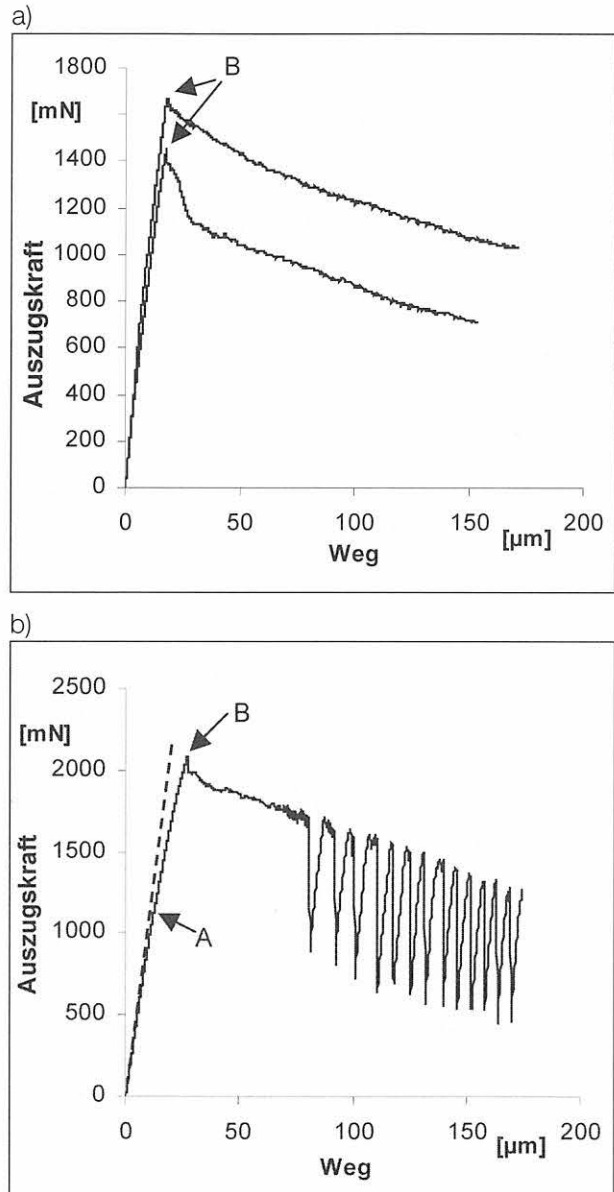


Bild 7.7: Einzelfaserauszug-Ergebnisse mechanisch entcoateter optischer Fasern, eingebettet in einer CEM III/A-Mörtelmatrix (Korn: 0,08 mm bis 0,16 mm, w/z-Wert = 0,68), Einbettungslänge nach Präparation: 1 mm.

a) unbehandelte Faseroberfläche,
b) im Sauerstoff-Plasma (90 min) geätzte Oberfläche.

¹³ Einstellung des Ausbreitmaßes erfolgte im Baustofflabor des IEMB e.V. durch Dr. Hoffmann, 1998.

7.2.2 Einzelfasereindrück-(Indentation) Methode

Der Indentation-Test wurde ursprünglich für die Untersuchung der Adhäsion von Fasern in keramischen Werkstoffen entwickelt. Er basiert auf dem Eindrücken einer eingebetteten Faser in ihrer axialen Richtung in die Matrix, bis es infolge wachsender Schubspannung zum Faser-Matrix-Trennbruch kommt. Bis zu dieser Grenze ist der funktionale Zusammenhang zwischen eingetragener Kraft F und der Verschiebung s der Faser nahezu linear. Bei spröden Matrices erfolgt der Übergang von elastischem Verhalten des Verbunds zu Debonding abrupt. Marshall und Mitarbeiter [zitiert von Kalinka u.a., (1997) und Meretz, (1993)] entwickelten eine Prüfmethode sowie ein theoretisches Modell für „endlos“ in eine Matrix „unendlich“ hoher Steifigkeit eingebettete Fasern. Die von ihnen untersuchte Matrix hatte einen geringfügig größeren E-Modul als der der Faser. Die für diesen Fall getroffenen Annahmen für die Quantifizierung des Verbunds können auch auf eingebettete optische Glasfasern in mineralischen Matrices hoher Festigkeit angewendet werden.

Bild 7.8a zeigt schematisch die zwei Phasen des Indentation-Tests. Mittels eines Auflichtmikroskops wird der Indentor an die Faser herangefahren, positioniert und auf die Faserstirnfläche aufgesetzt. Der Moment des Aufsetzens wird durch den über den Trägerarm starr mit dem Indentor verbundenen Kraftsensor signalisiert. Der Indentor wird nun, gesteuert durch ein Computerprogramm, in Richtung der Faserachse bewegt [Kalinka u.a., (1997)]. Die Faser wird in die Matrix eingedrückt; es werden die Eindrückkraft und der Verformungsweg gemessen. Als Indentor wird eine wasser gehärtete Stahlnadel mit abgestuft konischer Kontur verwendet. Der Durchmesser der Stirnfläche beträgt etwa $100\ \mu\text{m}$ (Bild 7.8b). Andere Nadelgeometrien, z. B. mit glatter konischer Kontur unterschiedlicher Anstellwinkel oder mit hyperbolischer Kontur haben sich bei den relativ hohen Eindrückkräften nicht bewährt. Da sehr hohe Anforderungen an die Wegmessung gestellt werden, wird aus dem Bereich des größten Anstiegs der aufgenommenen Verformungskennlinie die Systemsteifigkeit ermittelt und aus dieser der Verschiebeweg berechnet (s. Anlage 6, Pkt. C.).

Die im Indentation-Test aufgenommenen Kraft-Weg-Kennlinien $F = f(s)$ ähneln denen der Pull-out-Kurven (s. Bild 7.7a). Ein Abweichen vom linearen Verlauf – analog Punkt A in Bild 7.7b – zeigt beginnendes Debonding an. Bei beginnender Nichtlinearität in der Kennlinie kommt es zu zunehmendem Schlupf der Faser in der Matrix. Eine zuverlässige Dehnungsangabe ist dann nicht mehr möglich.

Die in der Matrix eingebettete Faser setzt aufgrund der Adhäsion in der Grenzfläche der auf sie wirkenden Eindrückkraft F , einen Widerstand entgegen. Wenn die Kraft gesteigert wird und einen Wert erreicht, der die Haft- bzw. Bondfestigkeit τ_b überschreitet, löst sich die Faser in der Matrix. Wird auch der dann wirkende Reibungswiderstand durch die äußere Kraft überwunden, so gleitet die Faser in der Matrix. Diese beim Indentation-Test entstehende und in der Kennlinie zum Ausdruck kommende Grenzflächen-(Interface-)Schubspannung τ_{int} kann entweder so groß sein, daß die Grenzflächenscherfestigkeit gerade überwunden wird, aber noch kein Gleiten einsetzt, oder sie kann einen Wert erreichen, daß auch der Widerstand gegen Gleitreibung τ_{reib} in der Grenzfläche überschritten wird. Für die Interpretation der Indentation-Ergebnisse werden somit zwei Fälle unterschieden [Pirouz u.a., (1989)]:

- Die Haftfestigkeit der Faser an der Matrix ist größer als der Reibungswiderstand, d. h. $\tau_b > \tau_{reib}$.
- Der Reibungswiderstand ist größer als die Haftfestigkeit, d. h. $\tau_b < \tau_{reib}$.

Im Fall a) wird beim Erreichen der Haftfestigkeit gleichzeitig der Reibungswiderstand überwunden, und die Faser rutscht aus der Probe heraus, bzw. ist vollkommen abgelöst von der Matrix. (Dieser für faserbewehrte Materialien wichtige Fall der Gleitreibung zwischen Faser und Matrix ist für die Fasersensorik nicht relevant und wird daher hier nicht betrachtet.) Im Fall b) hat die sich entwickelnde Schubspannung τ_{int} die Haftfestigkeit überschritten, kann jedoch nicht den Reibungswiderstand τ_{reib} überwinden. Die Faser rutscht nicht über ihre volle Einbettungslänge in der Matrix, sondern nur über die Debondinglänge l . Somit rutscht die Faser nicht aus dem Prüfling heraus. Die erreichte Debondinglänge hat im letzteren Fall wesentlichen Ein-

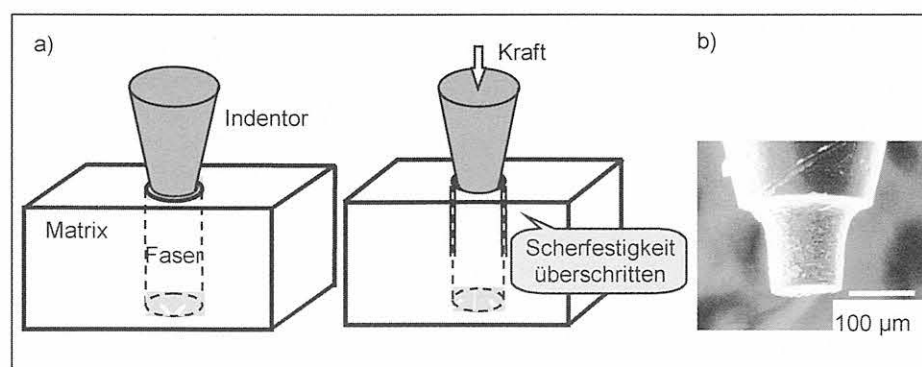


Bild 7.8:
Ablauf des Indentation-Tests: Positionierung des Sensors; Eindringen des Sensors (a),
b) konischer Indentor, Durchmesser an der Aufsichtfläche: $100\ \mu\text{m}$.

fluß auf das Verhalten der Faser, weil von ihr abhängt, ob für eine vorliegende Prüflingsdicke s die Faser herausgleiten kann ($l > s$) oder nicht ($l < s$).

Unter der Voraussetzung, daß im Indentation-Test die Prüflingsdicke genügend gering und die Matrix nicht nachgiebig (d. h. nicht niedermodulig oder plastisch) ist, läßt sich der Fall, daß die Faser bei Überwinden der Haftfestigkeit durchrutscht (push-through-Test), analytisch leicht abschätzen. Pirouz u. a. (1989) nehmen eine über die Dicke s der Probe gleichmäßige mittlere Schubspannungsverteilung $\tau_{int} = F/(2\pi \cdot r \cdot d)$ an (d - Durchmesser der Faser), wobei τ_{int} als Integral der Schubspannung über die Dicke der Probe, geteilt durch die Dicke, ausgedrückt werden kann. Da sie einen Vickers-Indentor verwenden, folgt aus einer Variationsrechnung von Grande u.a. [zitiert von Pirouz u.a., (1989)] eine nicht-lineare Verteilung der Grenzflächenscherfestigkeit τ_{int} während des Eindrückens. Sie wird bei einer Tiefe vom etwa 0,8-fachen Wert des Faserradius maximal, d. h. dort liegt der Ursprung des Verbundversagens. Da im vorliegenden Fall jedoch der Indentor mit ebener Kontaktfläche die Faser eindrückt, entsteht in der Ebene der Aufsetzfläche die maximale Schubspannung. Die Folge ist eine stetig zunehmende Debondinglänge in Richtung der eingetragenen Kraft.

Während der Indentation-Tests lösen sich im Regelfall die Fasern nur teilweise von der Matrix. Sie sind in die Matrix nur eingedrückt, nicht durchgedrückt. Die exakte analytische Behandlung dieses Falls ist schwierig, insbesondere bei nicht-transparenten Matrices, bei denen die Debonding-Länge nicht direkt gemessen werden kann. In diesem Fall muß die Verschiebung der Faserstirnfläche, d. h. des Indentors, sehr genau gemessen werden. Dies ist mit der in der BAM für die Untersuchung polymerer Faserverbundwerkstoffe entwickelten Nano-Indentation-Technik möglich (Beschreibung der Anlage s. Anlage 6, Pkt. C.).

7.2.3 Vergleich der Verfahren und Wahl der Testmethodik

Pull-out- und Indentation-Tests sind ähnliche Verfahren zur Charakterisierung des Verbunds von Fasern mit der Zementsteinmatrix. Der wesentliche Unterschied liegt in der Richtung der in die Faser eingetragenen Kraft. Beim Pull-out-Test wird die Faser wie auch die umgebende Matrix auf Zug beansprucht. Hierbei wird die beim Ausziehen in die Faser eingetragene Energie zum Teil im freien, herausragenden Ende gespeichert, was die Versuchsdurchführung beim Pull-out-Test erschwert. Der Indentation-Test zeigt demgegenüber wesentliche Vorteile, da wegen des direkten Kontakts des Indentors mit der Faser der verformte Verbund steifer ist. Der Zeitpunkt des einsetzenden Debondings kann aus der beginnenden Krümmung der linearen Kraft-Weg-Kurve besser bestimmt werden. Ein weiterer Vorteil bei Anwendung der Indentation-Methode leitet sich aus den Schubspannungsverhältnissen in der Grenzfläche ab. Wird ein eingebet-

teter Sensor bei Verformung der (ungerissenen) Matrix ausgelenkt, so entstehen in der Grenzfläche Schubspannungen, die denen beim Indentation-Test vergleichbar sind. Beim Pull-out-Test hingegen kommt es wegen der Proportionalität $\epsilon_{qG} : \epsilon_{qM} = \nu_G : \nu_M$ (ϵ_{qG} , ϵ_{qM} - Querverformungen von Glas und Matrix, ν_G , ν_M - Querdehnzahlen) zu einer stärkeren Querkontraktion der Faser als der Matrix. Dadurch löst sich – ähnlich dem Verhalten einer eingebetteten Verstärkungsfaser in einem Matrixriß – die Faser beim Pull-out-Test eher von der Matrix als im realen Bauteil. Dieser Nachteil ist beim Indentation-Test nicht vorhanden. Die Faser verformt sich durch die lokal in die Stirnfläche eingetragene Kraft (Längskontraktion) stärker in radialer Richtung (Querdehnung) als die Matrix. Die Normalspannung in der Grenzfläche der Faser (in radialer Richtung) steigt, so daß ein vorzeitiges Lösen der Faser nicht eintritt. Infolge der erhöhten Reibungsspannung könnten die Haftungseigenschaften etwas zu optimistisch bewertet werden. Demgegenüber wird durch die in der Angriffsebene der Eindrückkraft sich bildende Spannungskonzentration ein früheres Lösen der Faser eingeleitet, als dies normalerweise entlang des Sensorelements mit konstanter Spannungsverteilung der Fall wäre. Eine Quantifizierung dieser Zusammenhänge ist nicht trivial.

Da die Stirnfläche der optischen Faser für den Indentation-Test, d. h. die Schnittfläche des Prüflings, poliert werden muß, hat sich die Untersuchung von Mörtelprüfkörpern mit Zuschlag-Korngrößen von 0 ... 1 mm bereits als schwierig erwiesen. Herausbrechende Körner während des Polierens schädigen die Glasfläche immer wieder von neuem. Aus diesem Grund wurden für die Indentation-Tests nur Zementstein-Prüflinge vorgesehen. Diesbezüglich ist die Pull-out-Methode vorteilhaft, da der Prüfling an der Faseraustrittsstelle nicht präpariert werden muß. Unter Abwägung aller Aspekte wurde zur vergleichenden Bewertung der Haftung unterschiedlich behandelte Fasersensor-Oberflächen der Indentation-Test gewählt.

7.3 Indentation-Tests an ausgewählten Prüflingen

Für die Indentation-Tests wurden jeweils 5 bis 6 Fasern mit einem minimalen Abstand untereinander von 3 mm bis 4 mm in Zementleim eingebettet. Nach einer Lagerungsdauer von 28 Tagen der vorwiegend zylindrischen Körper (45 mm Höhe, 30 mm Durchmesser) wurden aus unterschiedlichen Höhen des Zementsteinkörpers 3 bis 4 Scheiben der Dicke von etwa 2 mm mit exakt rechtwinklig zur Faserachse liegenden Schnittflächen herausgeschnitten. Der Schnittkörper wird auf das notwendige Maß verkleinert und anschließend feinbearbeitet, um eine glatte Aufsetzfläche für den Indentor zu erhalten¹⁴. Durch visuelle Prüfung mit dem Lichtmikroskop wurden die für den Indentation-

¹⁴ Die Präparationen wurden im BAM-Laboratorium VI. 22 von Frau Bistriz durchgeföhrt.

Test geeigneten Fasern ausgewählt. Aufgrund der relativ großen Haftung der Fasern an der Zementsteinmatrix mußte die Scheibendicke in einigen Fällen auf etwa 1 mm verkleinert werden. Im Verlauf der Untersuchungen wurde die Kräfteinleitungsmechanik der Indentationmaschine für die Versuche mit Zementsteinmatrizes speziell umgebaut [Habel/Schulz u.a., (1998)].

Als Indentor wurde eine wassergehärtete Stahlnadel mit einem Öffnungswinkel $< 30^\circ$ verwendet (Bild 7.8b). Diese Form hat den Vorteil, daß sie steifer als eine Zylinderform und leichter herzustellen ist. Der größer werdende Nadeldurchmesser stört nicht den Eindrückvorgang, da nur etwa 70 % der Faserstirnfläche von der Nadel bedeckt sind und Eindrückwege von etwa 15 μm bis max. 60 μm bei einer Probendicke von 0,9 mm bis 2,0 mm realisiert werden. Der Indentor-Vorschub beträgt 0,5 $\mu\text{m/s}$.

7.3.1 Konventionell beschichtete und unbeschichtete Fasern

Die für die Indentation-Tests ausgewählten konventionellen Coatings zeigten keine bis relativ geringe Haftung am Glas bzw. an der Zementsteinmatrix. In Bild 4.3 wurde bereits gezeigt, daß allein durch Schrumpfen und Schwinden der Matrix eine eingebettete Faser mit einem Acrylat-Coatingsystem schlupft. Bild 7.9 zeigt das Bondingverhalten eines im alkalischen Milieu relativ stabilen Polyimid-Coatings (USA-Produkt) im Indentation-Test. Debonding setzt bei einem Verformungsweg des Faser/Coating/Matrixverbunds von etwa 6,4 μm ein, in einigen Fällen erst bei 8 μm bis 10 μm . Zum Vergleich mit diesen Ergebnissen ist im Bild 7.10 die Haftung einer unbeschichteten, unbehandelten optischen Glasfaser gezeigt. Da die Oberfläche der Faser nur eine mittlere Rauigkeit von $< 1,9 \text{ nm}$ nach 7-tägigem alkalischen Angriff aufweist (vgl. Bild 4.23), kann nur der Kontaktwinkelunterschied der beiden Oberflächen, d. h. die günstigere Benetzbarkeit der Faseroberfläche und die einhergehende Vergrößerung der physikalischen (und sehr wahrscheinlich auch chemischen) Wechselwirkungen zwischen OH-Gruppen auf der Glasoberfläche und Ka-

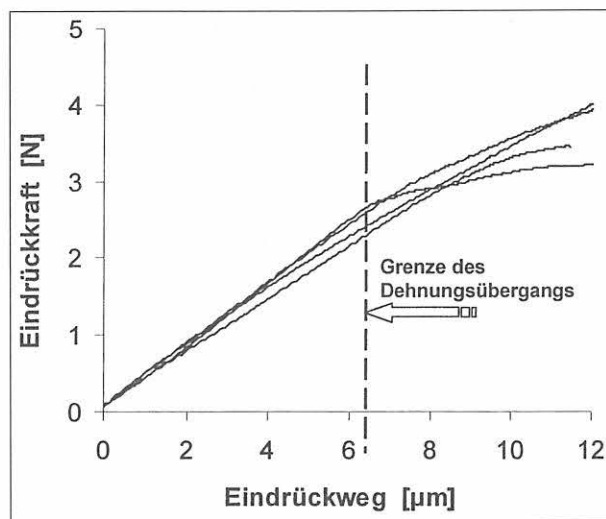


Bild 7.9: Indentation-Tests mit PI-Coating (USA), eingebettet in PZ-Leim, (Karsdorf CEM I 42,5R). $w/z = 0,3$; Probendicke: 1 mm.

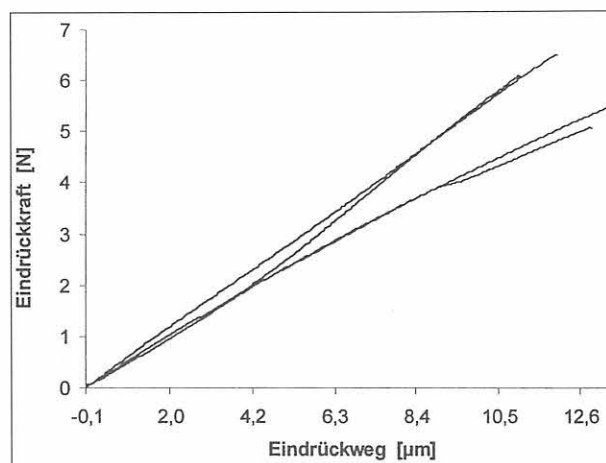
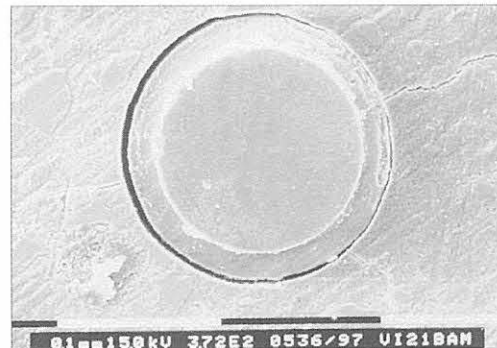
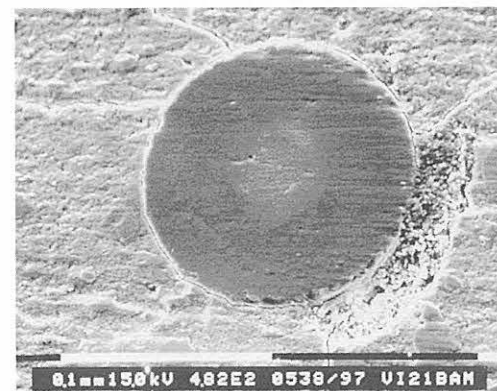


Bild 7.10: Indentation-Tests mit entcoateten Fasern, unbehandelt eingebettet in PZ-Leim, (Karsdorf CEM I 42,5R). $w/z = 0,3$; Probendicke: 0,9 mm.



tionen im Zementleim, die Ursache für die wesentlich verbesserte Haftung nackter Fasern gegenüber dem Polyimid-Coating mit einem Kontaktwinkel¹⁵ von $79,8^\circ$ sein [Habel/Schulz u.a., (1998)], [Bismarck u.a. (1999)]. Entcoatete, unbehandelte Glasfasern mit einem Kontaktwinkel von $(68^\circ \pm 2,4^\circ)$ konnten mit der zu Beginn noch nicht umgebauten Indentation-Maschine nicht von der Matrix abgelöst werden (Bild 7.10). Die Verformungsgrenze des Verbunds liegt bei Werten von $> 13 \mu\text{m}$.

Die Polarität der entcoateten Glasoberfläche wird zwar durch Ätzen im Sauerstoffplasma von 0,43 auf 0,71 verbessert (vgl. Pkt. 5.3.2), jedoch konnten im Indentation-Test von plasmamodifizierten Fasern keine signifikanten Verbesserungen der Haftungseigenschaften festgestellt werden. Aus diesem Grund sowie wegen nicht verbesserter Zugfestigkeit geätzter Fasern wurde dieser Weg nicht weiter verfolgt. Mehr Bedeutung wird der Behandlung mit Alkylsilanen als Haftvermittler und zum gleichzeitigen Oberflächenschutz beigemessen.

7.3.2 Silanisierte Fasern

Durch Silanisierung der Glasfaseroberfläche wurden, abhängig von der Silankonzentration, signifikante Veränderungen in den Haftungseigenschaften erreicht. In Tastversuchen wurde zunächst für einen Bereich der Silankonzentration von 0,1 % bis 5 % (Konzentrations-schritte: 0,1 / 0,25 / 0,5 / 0,75 / 1,0 / 5,0 %) die Tendenz der adhäsiven Veränderungen untersucht. Für alle Silankonzentrationen wurde nach zunächst vollständiger Silanisierung der Kondensationsprozeß nach 10 min unterbrochen (s. Pkt. Anlage 5, Pkt. B.), damit reaktive Gruppen auf der Oberfläche der Faser verbleiben.

Im Ergebnis der Tastversuche wurde der Bereich 0,25 % bis 0,75 % Silankonzentration als relevant für Fasersensoren erkannt. In diesem Konzentrationsbereich sind die Haftungseigenschaften gegenüber polymeren Coatings deutlich besser, jedoch ist der erwartete Festigkeitserfolg gegenüber unbehandelten Fasern durch Silanisierung nicht zu erreichen (s. Pkt. 5.4.3). Bild 7.11a zeigt die Unterschiede bei der Behandlung mit BHN-Silan in den Konzentrationen 0,25 % und 0,75 %. Bei Konzentrationen $> 0,5 \%$ ist das Bondverhalten der Faser an der Matrix geringer und schwankt stärker als bei geringeren Konzentrationen. Der Grund ist der sich auf der Glasoberfläche bei diesen Konzentrationen bereits ausbildende, leicht schmierige Polysiloxanfilm. Zufriedenstellende Ergebnisse lassen sich nur für Konzentrationen $< 0,5 \%$ erzielen. Voraussetzung für gute Benetzbarkeit beim Silanisierungsprozeß (und somit für eine optimale Haftung) ist in je-

dem Fall die Vorbehandlung der optischen Faser im Sauerstoff-Plasma für die Dauer von 5 min (s. Pkt. 5.3.2).

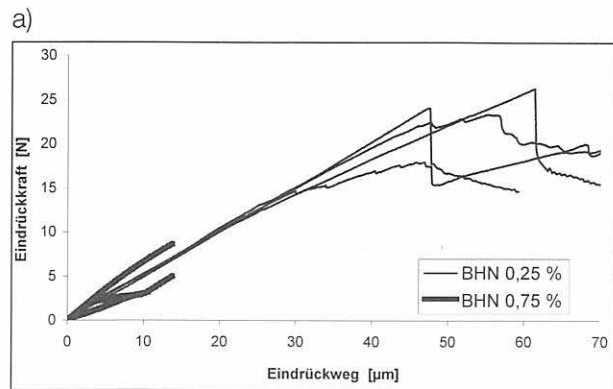


Bild 7.11:

Indentation-Tests mit BHN-silanisierten Fasern, eingebettet in PZ-Leim (Karsdorf, CEM I 42,5R). $w/z = 0,3$; Probendicke: 1,0 mm.

- a) Vergleich der Kraft-Weg-Verläufe für unterschiedliche Silankonzentrationen,
 b) Grenzschichtzustand nach Versagen einer mit 0,75% BHN silanisierten Faser, eingebettet in PZ-Leim (die Linie zeigt den Verlauf der Glasfaseroberfläche).

Es zeigte sich, daß trotz geringerer Polarität BSM-silanisierter Oberflächen diese gegenüber unbehandelten und BHN-silanisierten Fasern (s. Tab. 5.3) besser an der Matrix haften (Bild 7.12). Ursache sind offenbar Wechselwirkungen zwischen den Methoxygruppen des BSM-Silans und Ionen in der Zementsteinmatrix. Die gute Haftung der mit 0,25%igen Silanlösungen behandelten Glasfasern konnte auch im REM beobachtet werden. Während sich beim Indentation-Test ungecoateter und PI-gecoateter Glasfasern die Glasoberfläche eindeutig von der Matrix löst (vgl. Bild 7.9), tritt bei silanbehandelten Fasern Verbundversagen nicht in der Grenzfläche, sondern in der die Faser umgebenden Matrix auf. Daraus kann auf eine durch chemische Bindung unterstützte Adhäsion von Faseroberfläche und Matrix geschlossen werden.

Eine weitere Verringerung der Silan-Konzentration auf 0,1 % ist im Interesse höherer Adhäsion nicht sinnvoll, da die REM-Analyse gezeigt hat, daß die Oberfläche nicht mehr gleichmäßig mit den Silanschichten bedeckt ist.

¹⁵ Beide angegebenen Winkel sind Rückzugswinkel, vgl. Pkt. 5.2.2 und Anlage 4.

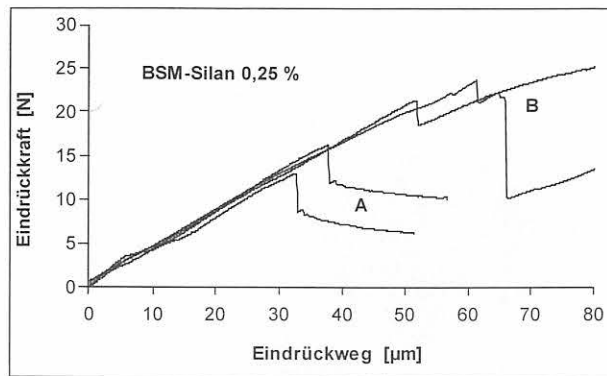


Bild 7.12:
Indentation-Tests mit BSM-silanisierten Fasern, eingebettet in PZ-Leim. (Karsdorf, CEM I 42,5R), $w/z = 0,3$. Probendicke: 1,0 mm (Kurven A) und 2 mm (Kurven B).

7.3.3 Fasern mit Plasmapolymere-Coating

Da die Handhabung ungecoateter bzw. schwach silanierter Fasern schwierig ist und nur in Ausnahmefällen, z. B. zur hochauflösenden Mikroverformungsmessung in kleinen Zementsteinmatrix-Volumina, zum Einsatz kommt, bieten Polymerschichten mit einer Dicke von $\leq 1 \mu\text{m}$, die in Gasplasmen auf der Glasfaseroberfläche abgeschieden werden, eine vielversprechende Alternative. Nicht nur die Festigkeitseigenschaften solcher Fasern im alkalischen Milieu (vgl. Pkt 6.2.4), sondern auch das Haftungsverhalten in der Matrix sind besser. Bild 7.13 zeigt das über einen Verformungsweg von 15 μm bis 30 μm (Dehnung = 15 ‰) bestehende lineare Verhalten von eingebetteten Fasern mit Plasmapolymere-Coating. In diesem

Bereich verhält sich der Verbund Faser/Matrix nahezu elastisch. Die Unterschiede in den Testergebnissen im Bild 7.13 deuten auf unterschiedliche Qualität des abgeschiedenen Coatings bzw. der Einbettung hin. Die Beschichtungstechnik muß noch verbessert werden.

Da bei alkalischer Porenlösungsbeanspruchung ein Teil des Coatings angelöst wird, auf der Glasoberfläche jedoch eine schwach strukturierte „Basis“schicht der Dicke $\ll 1 \mu\text{m}$ verbleibt, wurden die Fasern mit Plasmapolymere-Coating gezielt in Porenlösung angelöst und danach in Portlandzementleim mit einem w/z -Wert von 0,45 eingebettet. Nach frühestens 28 Tagen Lagerung im Wasser wurden die Proben präpariert und dann die Fasern eingedrückt. Die Haftung der Fasern mit Plasmapolymere-Coating kann noch verbessert werden, wenn die Ausgangsschichtdicke deutlich kleiner als $1 \mu\text{m}$ ist, und wenn das Plasmapolymere in alkalischer Lösung vorgealtert wird. Nach weiterer Optimierung der Prozeßparameter wird lineares Übertragungsverhalten für eingebettete Fasersensoren über einen Verformungsweg von bis zu 50 μm (entspricht etwa einer Dehnung von 25 ‰) erwartet.

7.3.4 Fasern mit ORMOCER-Coating

Bild 7.14 zeigt das Haftungsverhalten von ORMOCER-coateten Fasern in einer reinen Zementsteinmatrix (obere Kurvenschar) und in Zementsteinprüflingen, denen Betonverflüssiger beigemischt wurde (untere Kurvenschar). Die Verformungen verlaufen während des gesamten Eindrückvorgangs stetig nichtlinear. Sämtliche Kurven zeigen, daß das elastische Verformungsverhalten des Verbunds vom Schlupfen der Faser in

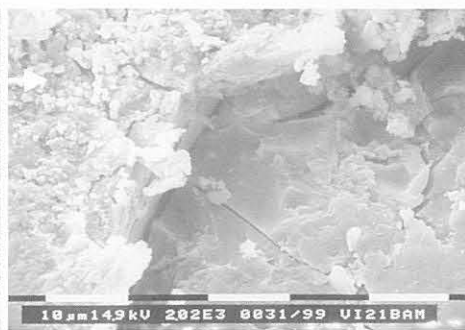
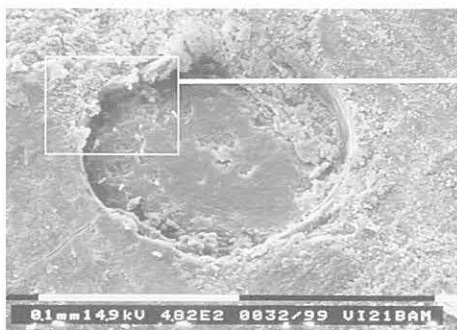
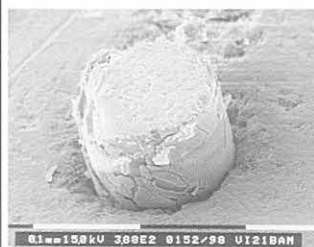
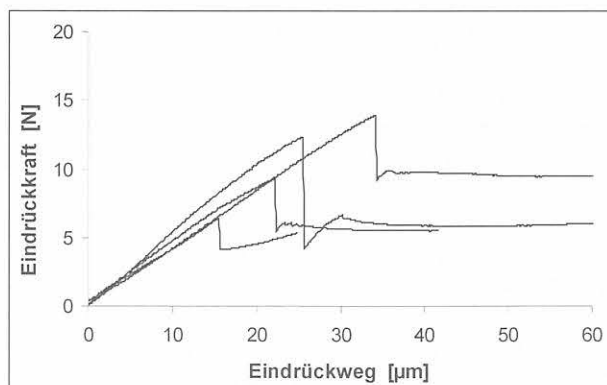


Bild 7.13:
Indentation-Tests mit Fasern mit Plasmapolymere-Coating ($H_2/C_2F_6 = 1:5$), eingebettet in PZ-Leim (Karsdorf CEM I 42,5R), $w/z = 0,3$. Coatingdicke ca. $1 \mu\text{m}$, Probendicke: 2 mm (Bild oben zeigt eine aus der Prüflingsunterseite herausgedrückte, beschichtete Faser, nachdem die Haftung überschritten worden ist.)

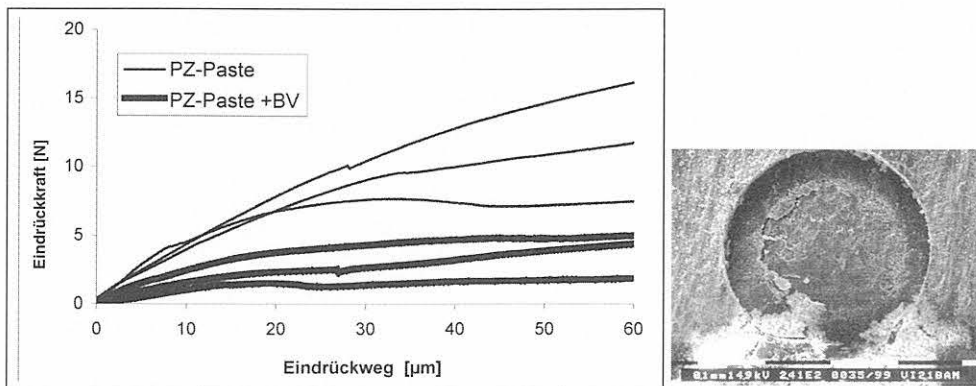


Bild 7.14:
 Indentation-Tests mit ORMOCER-Fasern in PZ-Leim (CEM I 42,5R). Probendicke: 2 mm.
 Obere Kurvenschar (schwarz): $w/z = 0,45$,
 untere Kurvenschar (fett): $w/z=0,45 + 0,4\%$ Betonverflüssiger BV 80 (s. REM-Bild).

der Matrix überlagert wird. Der nichtlineare Einfluß kann auch durch Deformierung des relativ dicken ORMOCER-Coatings (Dicke $\geq 70 \mu\text{m}$) verursacht werden. Der ohnehin schlechte Haftverbund ORMOCER-gecoateter Fasern in Zementsteinmatrizes wird noch schlechter, wenn Verflüssiger zugegeben wird. Die Zugabe von Betonverflüssiger führt bei unverändertem Wasser/Zement-Wert zur Reduzierung der Oberflächenspannung des Zugabewassers. Dies hat jedoch in den Versuchen nicht zur Verbesserung der Haftung geführt. Offenbar überwiegt an der Faseroberfläche die durch den Verflüssiger erzeugte Reibungsverringerung zwischen den Zementteilchen (Schmierfilmbildung). ORMOCER-Coatings wie auch andere Polymer-Coatings mit Schichtdicken $> 20 \mu\text{m}$ sind daher mit Blick auf die Dehnungsübertragung nicht geeignet.

7.4 Fazit

Sowohl die theoretische Analyse als auch die experimentellen Untersuchungen zeigen, daß die Coatingdicke, die Benetzbarkeit der Sensoroberfläche und mögliche chemische Reaktionen der Faseroberfläche mit der Matrix einen wesentlichen, jedoch schwer zu quantifizierenden Einfluß auf die Dehnungsübertragung und deren Grenzen haben. Coatings mit einer Dicke von $> 20 \mu\text{m}$ erfordern eine gegenüber der benötigten Meßlänge deutlich größere Haftungslänge des Sensors. Bei solch „dicken“ Coatings setzt die nichtlineare Dehnungsübertragung bereits im elastischen Verformungsbereich des Zementsteins ein. Ursache sind unterschiedlich starke Reibungseffekte an der Matrix sowie die Schubverformung dicker Coatings.

Die Wahl des jeweiligen Coatings hängt außer von technologischen Bedingungen bei der Fertigung der Sensoren von den angestrebten Meßparametern, wie z. B. Verformungsbereich der Matrix, statische und dynamische Beanspruchungen sowie thermische Einflüsse, ab. Dicke, chemisch stabile Coatings (z. B. ORMOCERE) sind geeignet für die Herstellung langer Dehnungssensoren, die die integrale Verformung über eine definierte Distanz messen. Für die hochaufgelöste Messung von Mikroverformungen in sehr kleinen Volumina sind diese jedoch nicht geeignet. Hierfür sind nur Schutzschichten im Submikrometer- und Mikrometerbereich geeignet.

Um Sensorbereiche in optischen Fasern für den Haftverbund zur Zementsteinmatrix vorzubereiten, wurden nackte Fasern mit Alkylsilanen in der Konzentration um 0,25 % bis 0,75 % behandelt. Die höchste Haftfestigkeit zeigen BSM-silanisierte Fasern (Konzentration 0,25 %). Generell wurde bei allen eingesetzten Silankonzentrationen der Polykondensationsprozeß vor vollständiger Absättigung der OH^- -Gruppen des entstehenden Silanols unterbrochen. Die dadurch verbliebenen reaktiven Gruppen auf der Sensoroberfläche können mit der Zementsteinmatrix wechselwirken. Dies führt zu einer deutlich höheren Haftfestigkeit als bei gecoateten oder ungecoateten, unbehandelten Fasern. In Tabelle 7.1 sind gemessene Mittelwerte der Haftfestigkeiten und Verformungsgrenzen des Verbunds Faser/Matrix für die unterschiedlichen Varianten der Faserbehandlung bzw. -beschichtung zum Vergleich zusammengestellt.

Tabelle 7.1:
 Haftscherfestigkeiten und Dehnungsgrenzen des Verbunds optische Faser/Matrix

Coatingtyp	Haftscherfestigkeit [MPa]	Max. Dehnung des Verbunds [%]
Nackte, unbehandelte Faser	> 16	>12
Acrylat-Coating	Faser schlupft im Coating	-
Polyimid-Coating	7	7 ... 9
BHN-Silan 0,25 %	64	>45
BSM-Silan 0,25 %	36	33
Plasmapolymere $\text{H}_2:\text{C}_2\text{F}_6 = 1 : 5$	16	12 ... 15
ORMOCER	< 5	5

Die Handhabbarkeit silanisierter bzw. nackter Glasfasern ist stark eingeschränkt. Hinsichtlich Robustheit der Fasersensoren für die praxisgerechte Einbettung in die Beton- oder Mörtelmatrix und im Interesse eines ausreichend quantifizierbaren Dehnungsübergangs stellen hochvernetzte im Gasplasma abgeschiedene Polymerschichten (Plasmapolymer-Coatings), sei es mit glatter oder strukturierter Oberfläche, die beste Lösung dar. Messungen an im Labor hergestellten Coatings zeigen, daß ausreichend hohe Haftfestigkeiten von bis zu 23 MPa erreicht werden. (Die Zugfestigkeit der chemisch angegriffenen Faser mit Plasmapolymer-Coating liegt im Bereich von 245 MPa bis 260 MPa). Die in Tabelle 7.1 zusammengestellten Werte sind keine statistisch abgesicherten Daten, sondern Orientierungswerte aus durchschnittlich 5 Indentation-Tests. Statistisch abgesicherte Aussagen anhand einer Vielzahl von Prüflingen können aus ökonomischen Gründen nur für gezielt optimierte Coatings durchgeführt werden.

7.5 Quellenangaben

- Ansari, F.; Yuan, L. (1998): Mechanics of Bond and Interface Shear Transfer in Optical Fiber Sensors. *Journal of Engineering Mechanics* 4, 385-394.
- Bentur A. (1988): Interfaces in fibre reinforced cements. In: *Bonding in Cementitious Composites*. (Ed.: Mindess, S.; Shah, S.P.), Materials Research Soc. Pittsburgh, Pennsylvania, Symp. Proc. 114, 133-144.
- Bentur, A.; Mindess, S. (1990): *Fibre Reinforced Cementitious Composites. Part 1: Mechanical Behaviour of Fibre Reinforced Cementitious Materials*, S. 33 ff. Elsevier Applied Science London, New York.
- Bismarck, A.; Egia Ajuriagojeaskoa, E.; Springer, J. & W. Habel, (1999): Modification et caractérisation de la surface de fibres de verre pour son insertion postérieure dans des matériaux cimentaire. *J. de Chemie-Physique* 96, 1269-1294.
- Carman, G.P.; Case, S.W.; Lesko, J.J.; Fogg, B.R. (1992): Implementation and evaluation of an embedded extrinsic Fabry-Pérot fiber optic strain rosette sensor. *Proc. of SPIE-conf. on Fiber Optic Smart Structures and Skins V Proc. of SPIE* 1798, 237-246.
- DIN 1048-1 (1991): Prüfverfahren für Beton; Frischbeton. Teil 1, Ausgabe:1991-06.
- DIN 1164, (1990): Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement; 1990-03.
- Habel, W.; Schulz, E.; Kalinka G. & Bismarck, A. (1998): Evaluation of Adhesion Behaviour of Optical Fibers for Sensors Embedded in Cementitious Materials. in: *Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges*, (Ed.: F. Ansari) Technomic Publ. Company. Lancaster. 194-206.
- Hampe, A.; Boro, H.; Schumacher, K. (1990): Bestimmung der Haftung zwischen Faser und Matrix. *Forschung Aktuell (Sonderausgabe der TU Berlin) Heft 27-29*, 21-23.
- Hilsdorf, H., K.: Beton. In: *Beton-Taschenbuch 1995, Teil I*, Verlag Ernst & Sohn Berlin, 1-142.
- Kalinka, G.; Leistner, A.; Hampe, A. (1997): Characterisation of the fibre/-matrix interface in reinforced polymers by the push-in technique. *Composite Science and Technology* 57, 845-851.
- Kleingries, P. (1997): Tragverhalten von Bauteilen aus Textilbeton unter reiner Biegebeanspruchung. Diplomarbeit. RWTH Aachen, Institut für Massivbau.
- Kollár, L.P.; van Steenkiste, R.J. (1998): Calculation of the Stresses and Strains in Embedded Fiber Optic Sensors. *J. of Composite Materials* 32, 1647-1679.
- Majumdar, A.J.; Laws, V. (1991): *Glass Fibre Reinforced Cement*. BSP Professional Books. London Edinburgh Boston Melbourne Paris Berlin Vienna.
- Markus, G. (1978): *Theorie und Berechnung rotations-symmetrischer Bauwerke*. Düsseldorf 1967. S. 190-201.
- Mathews, C.T.; Sirkis, J.S. (1990): The interaction mechanics of interferometric optical fiber sensors embedded in a monolithic structure. *Proc. „Fiber Optic Smart Structures and Skins, Proc. of SPIE* 1370, 142-153.
- Meretz, S. (1993): Ein Beitrag zur Mikromechanik der Interphase in polymeren Faserverbundwerkstoffen. Dissertation D83, TU Berlin, Fachbereich Werkstoffwissenschaften.
- Pak, Y.E. (1992): Longitudinal shear transfer in fiber optic sensors. *J. of Smart Material and Structures* 1, 57-62.
- Pirouz, P.; Morscher, G. & Chung, J. (1989): Importance of interfacial strength on fracture toughness of brittle matrix composites. In: *NATO ASI Serie E: Applied Science*, vol. 173. *Surfaces and Interfaces of Ceramic Materials* (Ed.: L. C. Dufour u. a.). Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, Boston, London. 1989, 737-760.
- Schulz, E.; Kalinka, G.; Meretz, S.; Hampe, A. (1994): Einzelfaserauszug - Eine Methode zum Bestimmen der Grenzflächenfestigkeit. *Kunststoffe* 84, 608-610.
- SFB 532, (1999): Sonderforschungsbereich: Textilebewehrter Beton - Grundlagen für die Entwicklung einer neuartigen Technologie. RWTH Aachen.
- Sirkis, J.S. (1993): Unified approach to phase-strain-temperature models for smart structure interferometric optical fiber sensors: part 1, development & part 2, applications. *Optical Engineering* 32, 752-773.
- Sirkis, J.S. (1998): Using Bragg Grating Sensor Systems in Construction Materials and Bridges: Perspectives and Challenges. In Ansari, F.: *Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges*. Technomic Publ. Company. Lancaster-Basel, 44-61.

Wagenknecht, E. (2000): Modellierung faser-optischer Fabry-Pérot-Sensoren als eingebettete und oberflächenapplizierte Meßfühler einschließlich Berechnung zweier Grundvarianten. Berlin, Februar 2000.

Yuan, L.; Zhou, L. (1998): Sensitivity coefficient evaluation of an embedded fiber-optic strain sensor. *Sensor and Actuators A69*, 5-11.

8 Beispielmessungen mit eingebetteten flexiblen und steifen Fasersensoren

Dieses Kapitel dokumentiert an Hand von Beispielmessungen mit in Zementmörtel eingebetteten flexiblen und steifen Fasersensoren deren Funktionstauglichkeit und Leistungsgrenzen. Neue Möglichkeiten für die Messung der Anfangsverformungen von jungem Zementstein werden demonstriert.

Vergleichende Messungen mit konventionellen Meßmethoden zeigen die Schwierigkeit der Referenzierung von Verformungsmeßwerten aus dem Innern eines Baustoffs. Des weiteren werden die Streuungen der Meßwerte (Meßunsicherheit) in Bezug auf die Matrixkonsistenz sowie auf das Einbettungsverfahren diskutiert.

8.1 Anfangsverformung eines Einpreßmörtels - gemessen in Anlehnung an das Prüfverfahren nach DIN EN 445

8.1.1 Beschreibung der Meßaufgabe und der Sensoren

Für die Bewertung des Verhaltens von Einpreßmörteln für Spannglieder wird das Standard-Prüfverfahren gemäß DIN EN 445 (1996) verwendet. Dieses Gefäßverfahren beruht auf der Messung der Volumenänderung eines hydratisierenden Einpreßmörtels.

Der standardisierte Meßablauf ist folgender: Nach Einfüllen des zu prüfenden Mörtels in ein zylindrisches Gefäß (hier: Siladurdosen der Firma SIA Salzgitter, Höhe 119 mm, Durchmesser 99 mm) wird dieses gegen Verdunstung nur soweit verschlossen, daß sich während der Hydratation kein Innendruck aufbauen kann. Nach einer Hydratationsdauer von 24 Stunden wird das Gefäß kurzzeitig geöffnet, eine Mehrlochscheibe auf den Gefäßrand aufgesetzt und mittels eines Tiefenmaßes (Mikrotasters) von der Lochscheibe aus an 5 Stellen die angehobene Oberfläche des Mörtelkörpers gemessen. Von diesem Zeitpunkt an sind Wiederholungsmessungen möglich. Messungen vor diesem Zeitpunkt (24 h nach dem Einfüllen) sind nicht vorgesehen, weil sie insbesondere in der Anfangsphase der Hydratation wegen der Wasserabscheidung auf der Oberfläche kaum möglich sind. Aus der gemessenen Höhenänderung der Prüflingsoberfläche wird die Volumenänderung bzw. die Ausdehnung des Mörtels berechnet. Diese Methode ist nicht für die Beobachtung des zeitabhängigen Verlaufs der Dehnung konzipiert und liefert deshalb keine Informationen über eine mögliche Rückverlängerung nach Durchlaufen des Quellmaximums. Da das Hauptkriterium für die Qualität von Einpreßmörteln deren Volumenvergrößerung zum Schrumpfungsausgleich ist, sollte meßtechnisch sichergestellt werden, daß die Treibwirkung des Mörtels nach Erreichen des Quellmaximums nicht so stark abklingt, daß Schrumpfung vor dem Erstarrungsende dominiert [Bielak u.a., (1994)]. Da mit dem Meßverfahren nach DIN EN 445 nicht das Maximum der Ausdehnung von Quellmörteln und auch nicht die Größe eines möglichen Nachschrumpfens erfaßt werden kann, wurde die Behälter-Methode für die Online-Messung der Verformungen vom Einfüllbeginn an vorgeschlagen.

Die Behälter-Methode wurde gleichzeitig zum Nachweis der Funktionstauglichkeit der rückwirkungsarmen

Die Behälter-Methode wurde gleichzeitig zum Nachweis der Funktionstauglichkeit der rückwirkungsarmen

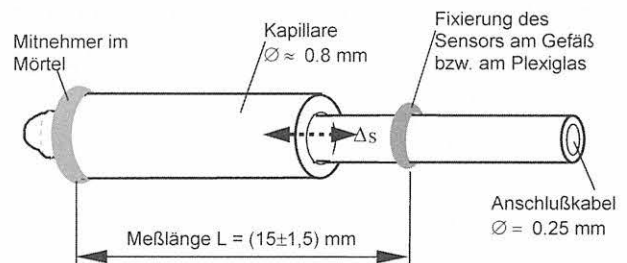


Bild 8.1: Abmessungen der flexiblen faseroptischen Mikrodehnungsaufnehmer für Behältermessungen nach DIN EN 445 (nicht maßstäblich).

Tabelle 8.1:

Charakteristische Parameter flexibler faseroptischer Mikrodehnungsaufnehmer

Charakteristische Größe	Parameter
Sensorenlänge:	ca. 18 mm
Meßbasis:	(15 ± 1,5) mm
Sensordurchmesser:	0,8 mm
Durchmesser der Anschlussfaser:	0,25 mm (innerhalb des Mörtels)
Ansprechschwelle (axiale Verformung):	150 µN bis 200 µN
Meßbereich:	- 2 % < ε < + 2,5 %
Temperaturabhängigkeit:	
- in der erstarrenden Matrix	$\Delta s _{\Delta T = 1K} = - 20 \text{ pm}$
- in der erhärteten Matrix	$\Delta s _{\Delta T = 1K} \approx - 5,4 \text{ mm}$
Länge der Anschlussfaser (-kabel):	ca. 2 m
Erforderliche Lebensdauer der Sensoren:	max. 72 h

Sensoren genutzt. Die Sensoren mit Abmessungen gemäß Bild 8.1 und Tabelle 8.1 wurden in Tricosal-Einpreßhilfen [Tricosal 1, (1995)], [Tricosal 2, (1995)] eingebettet. Weitere Abmessungen und physikalische Parameter sind in Tabelle 8.1 zusammengestellt.

Bei den für diese Messungen gefertigten Sensoren wurden die Mitnehmer in Form einer Klebstoffwulst (X60, Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik/Spectris Group) hergestellt, da miniaturisierte Lochscheiben (vgl. Bild 8.4) noch nicht verfügbar waren und die Zuleitungsfasern ohnehin an Behälterteilen befestigt werden mußten. Die Flexibilität der Sensoren wurde durch einen dünnen Gleitfilm aus Silikonfett erreicht, der gleichzeitig das Eindringen von Porenflüssigkeit in das Innere des Sensors verhindert. Diese einfache und kostengünstige Konstruktionsvariante ist jedoch für längerfristige Messungen, für Messungen in Wechselklimaten und bei Einsatz außerhalb des Labors nicht geeignet (s. Pkt. 8.4).

8.1.2 Einbau der Sensoren und Lagerung des Prüfgefäßes

Da unterschiedliche Ausdehnungen im Deckel- und im Bodenbereich des Gefäßes erwartet wurden, wurden Sensoren in zwei Meßebenen positioniert: vier Sensoren am Gefäßboden (Bild 8.2a), vier Sensoren im Deckelbereich. Diese wurden an einer Plexiglasscheibe fixiert (Bild 8.2b), die später auf die Oberfläche des eingefüllten Mörtels schwimmend aufgelegt wurde. Dadurch konnte die Lage der Sensoren im oberen Mörtelbereich trotz des fehlenden „Anschlags“ zuverlässig definiert werden. Die Anschlußfasern der Sensoren wurden durch Öffnungen im Boden und Deckel zum Meßgerät geführt.

Nachdem der Mörtel unter geringen Vibrationen auf einem elektrodynamischen Schwingtisch eingefüllt war, wurde die Plexiglasscheibe mit den fixierten Sensoren auf den Frischmörtel aufgelegt. Die dadurch in den Frischmörtel eingedrückten Sensoren sind damit positioniert. Der Gefäßdeckel wird mit einem Gewicht von

etwa 200 g beschwert. Der Prüfbehälter wurde wegen der aus dem Gefäßboden austretenden optischen Anschlußfasern auf einem Dreibein (bei 22 °C) gelagert.

Die manuellen Messungen der Mörtelhöhe gemäß Prüfvorschrift wurden an einem separaten, nicht-instrumentierten Gefäß, das mit dem selben Mörtel gefüllt worden war, vorgenommen. Dieses Gefäß wurde nur für die Messungen geöffnet und unmittelbar im Anschluß daran wieder verschlossen. Die instrumentierten Prüfbehälter (zwei Versuchsreihen) wurden während der gesamten Meßdauer (72 h) nicht bewegt und nicht geöffnet.

8.1.3 Ergebnisse

Die Ergebnisse der Vergleichsmessungen sind im Bild 8.3 zusammengefaßt. Die zu Beginn der Erstarrung des zementgebundenen Materials gemessenen Dehnungswerte haben eine große Meßunsicherheit¹; mit zunehmender Erstarrung des Materials verringert sich die Meßunsicherheit. Ein zuverlässiger Vergleich der manuell mit den online ermittelten Verformungswerten ist zu diesem frühen Zeitpunkt nicht möglich, da die selbst bei Einpreßmörtel vorhandene Wasserablagerung auf der Oberfläche des Prüflings die genaue Einstellung des Mikrotasters verhindert.

Der Vorteil des eingesetzten Online-Meßverfahrens liegt darin, daß bei Einpreßmörteln der Zeitpunkt des maximalen Quellens genau ermittelt und der weitere Verformungsverlauf, bezogen auf die maximale Treibwirkung des Quellmörtels, zuverlässig bewertet werden kann. Eine absolute Dehnungsangabe ist jedoch bei Anfangsverformungsmessungen nicht möglich, da

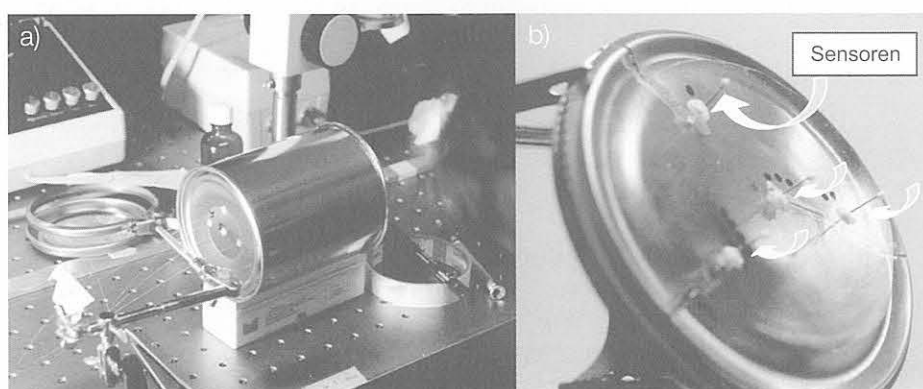


Bild 8.2:

Referenzmessungen mit eingebetteten flexiblen Sensoren nach der Behältermethode gemäß (DIN EN 445).

a) Verklebung der Anschlußfasern (zugleich Sensorfixierung) am Gefäßboden,

b) Sensoren für Messungen im oberen Bereich des Prüfgefäßes; die Befestigung an einer frei beweglichen Plexiglasscheibe ist zugleich der Sensorfixpunkt.

¹ Die Quantifizierung der Meßunsicherheit ist bei diesen Messungen sehr aufwendig und nicht sinnvoll.

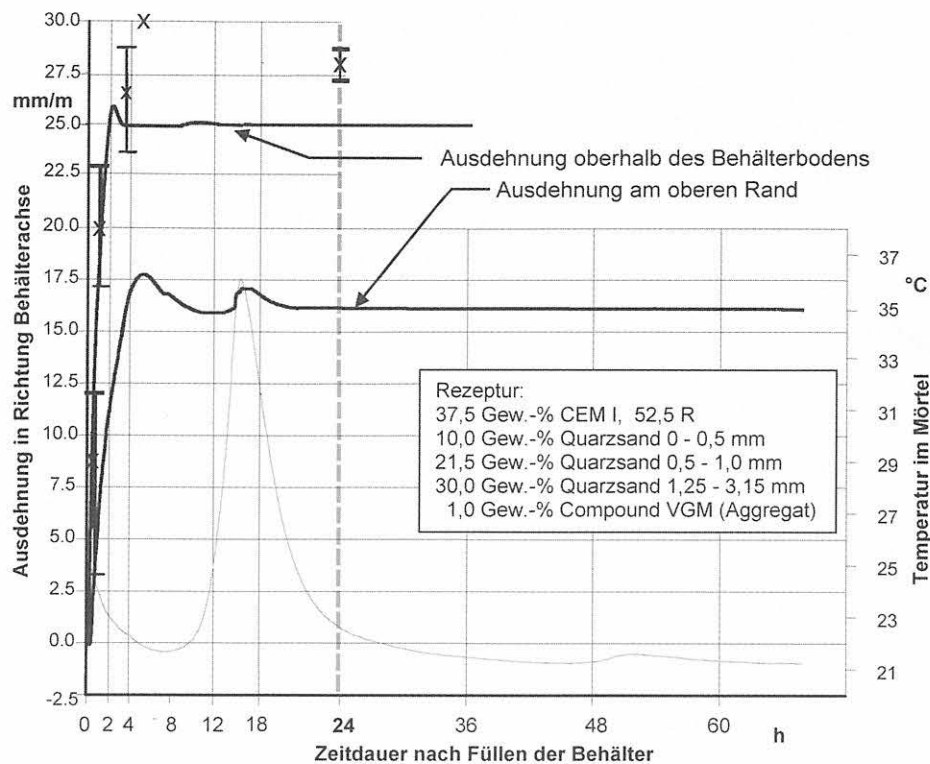


Bild 8.3:

Vergleich der mit Fasersensoren online gemessenen Verformung eines Tricosal-Vergußmörtels mit den nach DIN EN 445 manuell mit Mikrotaster bestimmten Meßwerten.

Die Kreuze (X) zeigen die gemäß Prüfvorschrift manuell abgegriffene Ausdehnung des hydratisierenden Mörtelzylinders in Richtung der Zylinderachse; die stark ausgezogenen Kurven zeigen die in Richtung der Zylinderachse online gemessene Ausdehnung des Mörtels, die schwach ausgezogene Kurve zeigt die Temperaturentwicklung.

(Die gestrichelte Linie markiert den nach DIN-EN 445 vorgeschriebenen Meßzeitpunkt für die manuelle Messung nach 24 h.)

der exakte Meßbeginn, d. h. der Zeitpunkt, an dem der Fasersensor in der noch fluiden Matrix anspricht, nicht ermittelt werden kann.

Die mit den rückwirkungsarmen Fasersensoren gemessenen unterschiedlichen Verformungen im Boden- und Deckelbereich des Gefäßes (Bild 8.3) zeigen einen weiteren Vorteil dieses Meßverfahrens. Während die manuelle Methode nur die Messung der integralen Verformung über die gesamte Behälterhöhe gestattet, messen die eingebetteten Mikrodehnungssensoren - als Mikrodilatometer - die Verformung in einem kleinen Volumenelement des Gesamtvolumens. Da Mischungsfehler oder sedimentationsbedingte Schichtungen im Prüfling großen Einfluß auf die Matrixverformung haben, kann die nur integrale Messung lokal unterschiedlich starke Hydratationsaktivitäten des Mörtels, beispielsweise infolge von Entmischungseffekten, nicht erfassen. Die rückwirkungsarmen Fasersensoren ermöglichen die Messung von Dehnungsgradienten im Innern von zementgebundenen Baustoffen.

Die durchgeführten Messungen haben auch gezeigt, daß die Behältermethode als Referenzmeßmethode für Sensoren kurzer Meßlänge nicht geeignet ist. Diese Tatsache zeigt zugleich die Schwierigkeit der Referenzierung dieses faseroptischen Meßverfahrens (vgl. Pkt. 8.4).

8.2 Anfangsverformungen von Zementleim bei Veränderung der Rezeptur

8.2.1 Beschreibung der Meßaufgabe und der Sensoren

Die Rezeptur von zementgebundenen Baustoffen hat Einfluß auf das Schrumpfen und Schwinden sowie auf zeitweises Quellen des frischen Zementleims, -mörtels bzw. Betons. Das Anfangsverformungsverhalten, insbesondere der Schrumpfverlauf, der sich an die Phase der plastischen Verformbarkeit des Betons anschließt, kann zur Rißbildung führen und damit die Festigkeit des Betons mindern. Ausführliche Untersuchungen von Brameshuber u.a. (1986) mit Hilfe eines Volumendilatometers ermöglichten Aussagen zur Frühverformung bereits 8 bis 15 Minuten nach dem Mischbeginn. Die beobachteten Volumenänderungen waren dem Betrag nach so groß, daß bei einem Gemisch aus steifen Zuschlägen und Zementstein mit Eigenspannungen in der Matrix gerechnet werden muß, die zu Rissen führen können. Da die benutzte Meßmethode keine Aussagen zum Kriechverhalten von sehr jungem Zementstein liefern kann, wurden für exemplarische Messungen flexible Faserinterferometer-Sensoren eingesetzt. Des weiteren ermöglichen minimale Sensorabmessungen auch eine Beurteilung der Verformungsbehinderung der Matrix durch die Zuschläge des Betons.

Zur Minimierung der Sensorgröße wurden in einem ersten Schritt die als Klebstoffwülste ausgebildeten Mitnehmerelemente durch Keramiklochscheiben (Dicke 0,25 mm, $d_a/d_i = 2,0 \text{ mm} / 0,3 \text{ mm}$) ersetzt. (Eine weitere Verkleinerung des Sensors durch die Entwicklung spezieller Fasern einschl. zugehöriger Kapillaren wird derzeit verfolgt.) Weitere Parameter entsprechen denen in Tabelle 8.1 zitierten. Bild 8.4 zeigt drei Sensoren vor dem Einbau.

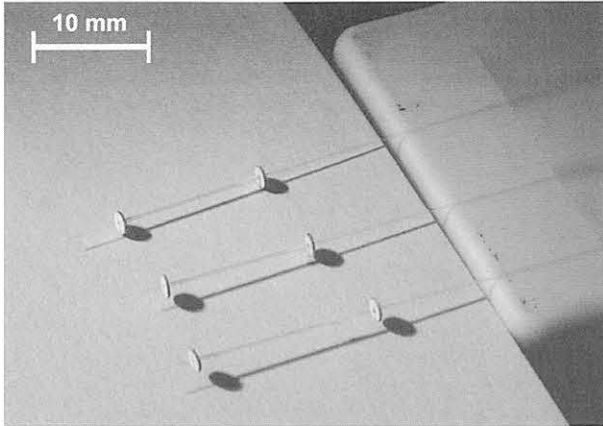


Bild 8.4:
Für die Einbettung vorbereitete flexible EFPI-Sensoren (Faser-Mikrodistometer).

8.2.2 Einbau der Sensoren

Die Zementleimprüflinge wurden in einer Standard-Prismenform hergestellt. Zur Einführung der optischen Fasern in die Form wurden in die querseitige Formwand Schlitze eingebracht, in die die Fasern eingelegt werden. Nach Einfüllen der etwa halben Leimmenge und anschließendem Verdichten werden die Sensoren eingelegt (Bild 8.5). Weil Vibrationsverdichtung eingesetzt wird, werden die Sensoren an zwei quer in die Prismenform eingezogenen gecoateten Glasfasern fixiert. Diese Fasern werden nach dem Ansteifen des Leims wieder herausgezogen. Auf diese Weise kann die gewünschte Position der Sensoren zuverlässig gewährleistet werden. Nach Beendigung des Einbettungsvorgangs wird die Form mit einer Glasplatte abgedeckt. Nach ca. 6 bis 8 Stunden werden die Pris-



Bild 8.5:
EFPI-Sensoren während der Einbettung in ein Normprisma (4 cm x 4 cm x 16 cm).

men ausgeschalt und gegen Austrocknung mit Metallfolie abgedichtet.

8.2.3 Meßprogramm und Ergebnisse

Die Sensorreaktionen werden bereits während des Einbettens der Sensoren überwacht, um deren Funktionstüchtigkeit zu überprüfen. Zur Auswertung werden nur die Daten herangezogen, die nach Beendigung äußerer Einwirkungen auf den Prüfling, wie z. B. Verdichten, aufgezeichnet wurden. Bild 8.7 zeigt die an Zementleim unterschiedlicher Rezeptur gemessenen Verformungen. Der Zeitpunkt „0“ auf der Abszisse ist der Meßbeginn und entspricht dem Zeitpunkt der Versiegelung der gefüllten Prismenform durch die Glasplatte. Die auf der Ordinate abgetragenen Verformungswerte sind Relativwerte. Der Nulldurchgang der Verformungswerte wurde als Bezugsgröße festgelegt, um den Vergleich mit Werten, die an gleichen Prüflingen nach deren Ausschaltung mechanisch gemessen wurden, zu vereinfachen. Der Nulldurchgang der Kurven durch die Abszisse entspricht somit dem im Bild 8.9 gezeigten manuellen Meßbeginn mit Meßuhr (d.h. im Bild 8.7 beschreibt der Wert „0“ nicht den Verformungswert „Null“). Bei beiden Meßverfahren repräsentiert dieser Bezugswert zugleich das Maximum der Hydratationswärme (vgl. Bild 8.8).

Der wesentliche Unterschied beider Meßverfahren ist die Meßbasis. Die mechanischen Messungen erfassen die integralen Verformungen der Prüflinge (einschl. den Einfluß aus Randeffekten) über eine Meßbasis von 160 mm. Die eingebetteten Mikrodehnungssensoren messen demgegenüber die Verformungen im Kern der Normprismen entsprechend der gewählten Meßbasis (ca. 6 mm bis 25 mm).

Die kleinere Meßbasis bietet prinzipiell die Möglichkeit, ortsabhängig unterschiedliches Schrumpfen bzw. Quellen im Innern des Prüflings aufzulösen. Solche Unterschiede in der Matrix könnten durch mischungsbedingte Ungleichheiten oder durch einen Einfluß der Formränder bei relativ kleinen Proben verursacht werden. Derartige lokale Effekte bleiben bei der mechani-

schen Messung der Gesamtlängenänderung an ausgeschalteten Prüfkörpern unberücksichtigt. Bild 8.7 (unten) zeigt, daß die Ergebnisse für unterschiedliche Leimrezepturen unterschiedlich stark streuen. Für Reproduzierbarkeitsuntersuchungen eingebetteter Faser-Mikrodistometer müssen daher gezielt Leim- bzw. Mörtelrezepturen genutzt werden. Bild 8.6 zeigt die mit einem Tricosal-Vergußmörtel erhaltenen Ergebnisse (vgl. auch Pkt. 8.4.1).

Aussagen über die Wiederholgenauigkeit von Faser-Mikrodistometern sind generell nur für definierte Matrixrezepturen möglich und erfordern statistisch abgesicherte Messungen (mindestens 6 bis 8 Meßreihen) mit identischen Sensoren an identischen Prüflingen. Dies ist jedoch mit hohem Aufwand verbunden.

Wie aus allen Beispielmessungen hervorgeht, ist in der fluiden Phase der Mörtel die Meßunsicherheit der faser-optischen Mikrodistometer sehr hoch. Hauptursache ist die bei manuell gefertigten Sensoren vorhandene unterschiedlich große Kraft (im μN -Bereich), die zur „Auslenkung“ des Sensors überwunden werden muß. Zum anderen sind die Verformungsänderungen in der fluiden Phase des Mörtels nicht einfach zu referenzieren. Für eine Erhöhung der Zuverlässigkeit von Messungen in den ersten Minuten des Hydratationsprozesses sind weitere Maßnahmen zur Verringerung der Streubreite der Sensorparameter erforderlich. Verfahren zur Referenzierung derartiger hochauflösender Sensoren sind derzeit nicht verfügbar und müssen entwickelt werden.

Die an relativ kleinen Probekörpern, insbesondere beim Quellen des Leims, gemessenen Anfangsverformungen (Bild 8.7) sind unzuverlässig, weil die Rückwirkungen der Form Einfluß auf die Größe der Verformung nehmen. Die Schalung führt in diesen Fällen im fluiden Zustand zu Verformungsbehinderungen bzw. zu einer Dämpfung des Schwindens und Quellens von Leim. Nach dem Ausschalen der Zementleimprismen zeigte ein Vergleich der Verformungstendenz mit axial gewonnenen Meßwerten der TU Berlin, FB 9 - Fachgebiet für Baustoffkunde und Baustoffprüfung, gute Übereinstimmung. Sollen Matrices mit Quell-

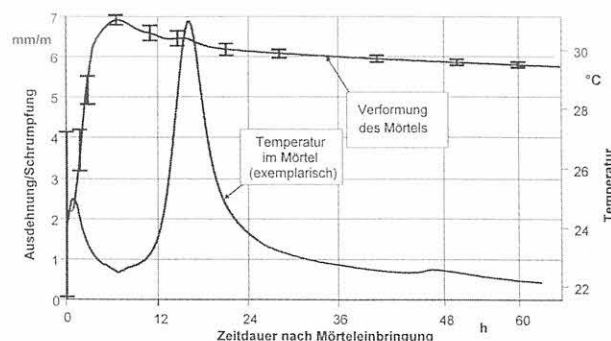


Bild 8.6: Reproduzierbarkeitsuntersuchungen mit Tricosal-Superfluid (Rezeptur s. Bild 8.2), gemessen an gleichen Prüflingen unter gleichen Bedingungen, gewertete Sensoren: 11, [Habel u.a., (1998)].

verhalten untersucht werden, müssen solche Randeffekte durch die Wahl großer Probekörper bzw. durch Einbettung in mit Schaumstoff ausgekleideten Schaltungen ausgeschlossen werden.

Bei mehreren in einem Prüfling parallel arbeitenden Sensoren werden diejenigen, die keine zuverlässige Messung gestatten, erkannt. Bild 8.6 (oben) zeigt ein solches Beispiel. Der zur oberen Kurve gehörende Sensor ist nach ca. 42 h offenbar durch in die Gleitzone des Sensors eingedrungene Hydratationsprodukte versteift. Derartige Versagen tritt selten auf. Bei Reproduzierbarkeitsuntersuchungen mit in Tricosal-Vergußmörtel eingebetteten Sensoren waren 4 von insgesamt 36 Sensoren defekt, 2 Sensoren fielen aus. Damit lag die erreichte durchschnittliche Quote funktionstauglicher Sensoren bei etwa 84 %. Der Schwachpunkt der flexiblen Sensoren, daß Porenlösung oder

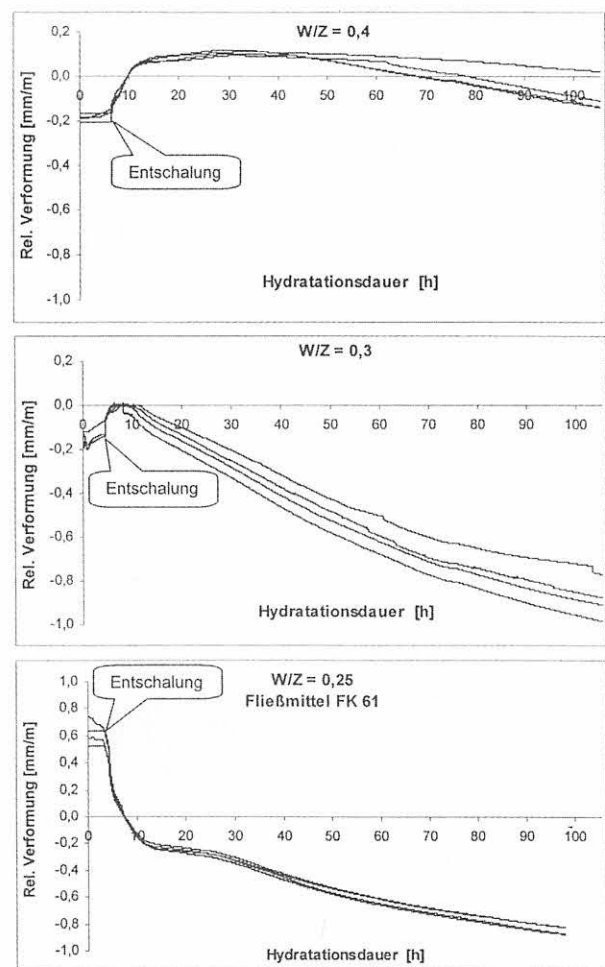


Bild 8.7: Einfluß von Wasser/Zementwert und Fließmittel auf das Anfangsverformungsverhalten von Portland-Zement-Leim (CEM I 42,5 R-NA); der Temperaturanteil wurde nicht herausgerechnet. [Habel u.a., 2000].

Die Prüflinge (Normprismen, vgl. Bild 8.5) wurden nach dem Füllen der Form und dem Entschalen (Pfeil) versiegelt; der Durchgang der Kurven durch die Zeitachse entspricht analog den mechanischen Messungen (s. Bild 8.9) dem Maximum der Hydratationswärme (Bild 8.8); die Aufzeichnung beginnt unmittelbar nach erfolgter Einfüllung des Leims. Meßbasis der Sensoren: 15 mm.

(Das Anfangsquellen der Proben a) und b) kann wegen der Rückwirkung der Form nur qualitativ gewertet werden.)

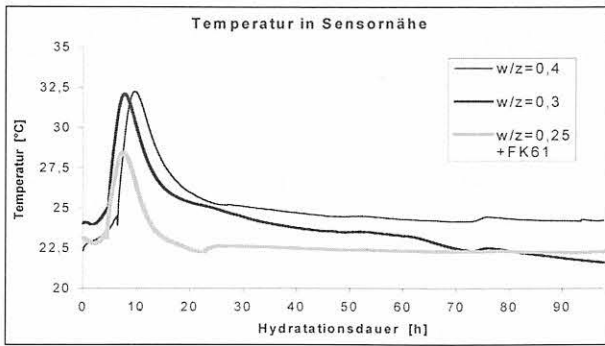


Bild 8.8: Verlauf der Hydratationswärmekurven für die Messungen in Bild 8.6.

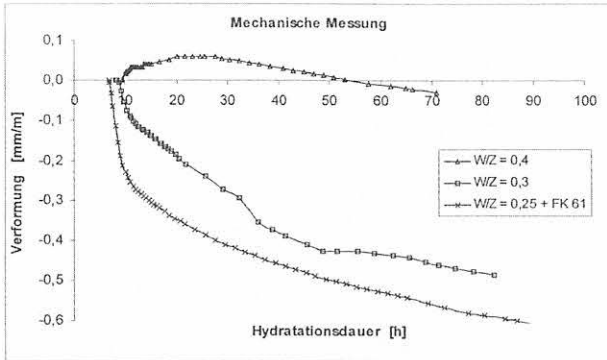


Bild 8.9: Verformung von Portland-Zement-Leim (CEM I 42,5 R-NA)-Normprismen in Abhängigkeit des Wasser/Zement-Wertes und bei Zugabe von Fließmittel.

Die Prüflinge (Normprismen, vgl. Bild 8.5) wurden in der TU Berlin, FB 9 - Fachgebiet für Baustoffkunde und Baustoffprüfung, von Frau Dipl.-Ing. Buchenau hergestellt und sowohl nach dem Füllen der Form als auch nach dem Entschalen versiegelt. Die Messung erfolgte einaxial mit der Meßuhr; der Beginn der Aufzeichnung („Null“-Verformung) liegt beim Maximum der Hydratationswärme.

Hydratationsprodukte in die mechanisch und/oder optisch aktive Zone eindringen können, führt jedoch zu Versagen nach unterschiedlich langer Meßzeit und verhindert somit eine Langzeitnutzung bei wechselnder Feuchtigkeit. Bei zyklischer Trocken-/Wasser-Lagerung sensorbestückter PZ-Mörtelprismen versagten beispielsweise 80 % der flexiblen Sensoren nach 7 Zyklen. Deshalb müssen für kombinierte Anfangs- und Langzeitverformungsmessungen flexible Sensoren mit steifen EFPI-Sensoren oder mit Bragg-Gitter-Sensoren kombiniert werden. Eine stärkere Abdichtung der beweglichen Sensorkomponenten wäre nicht sinnvoll, da dadurch die gewünschte Flexibilität der Faser-Mikrodistometer eingeschränkt werden würde.

8.3 Vergleich der Meßempfindlichkeit eingebetteter flexibler EFPI-Sensoren mit Faser-Bragg-Gitter-Sensoren im jungen Mörtel

Flexible EFPI-Sensoren (Faser-Mikrodistometer) messen nahezu rückwirkungsfrei die Verformungen von zementgebundenen Matrices bereits in den ersten Minuten des Hydratationsprozesses. Wenn eine Dehnungsauflösung von einigen $\mu\text{m}/\text{m}$ gefordert wird und zudem eine Reihenschaltung mehrerer Sensoren gewünscht wird, bieten Faser-Bragg-Gitter-Sensoren sowohl Vorteile hinsichtlich Langzeitstabilität als auch hinsichtlich ihrer Multiplexfähigkeit. Faser-Bragg-Gitter-Sensoren können jedoch nur in der erstarrten bzw. erhärteten Matrix Verformungen anzeigen. Um den Zeitpunkt zu bestimmen, wann diese zuverlässig die Matrixverformungen zu messen in der Lage sind, wurden Vergleichsmessungen mit flexiblen Faser-Mikro-

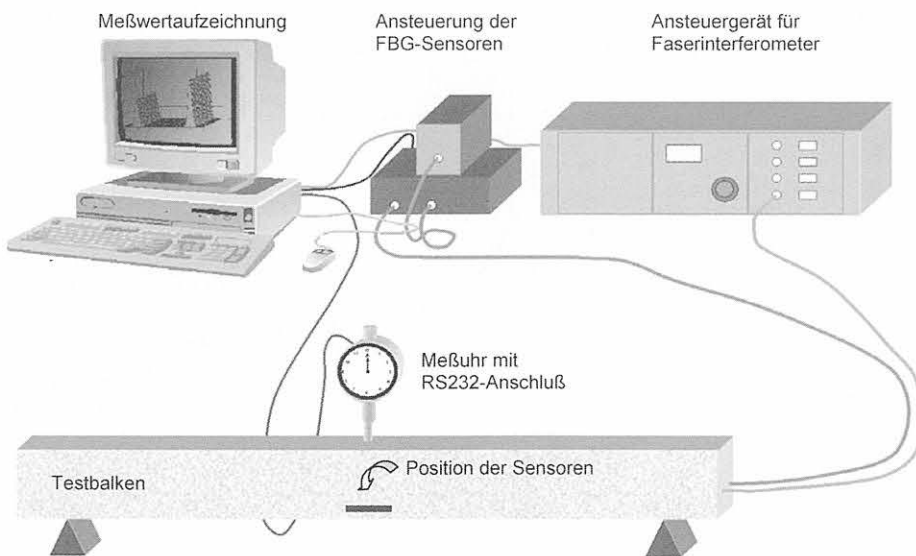


Bild 8.10: Versuchsaufbau für Vergleichsmessungen von Faser- Bragg-Gitter- und EFPI-Sensoren. Abmessungen 79,5 cm x 8 cm x 4 cm; Rezeptur: PZ 42,5R (Wössinger Zement GmbH) mit Normsand, DIN EN 196-1, w/z = 0,45. Die Daten aus der Ansteuerereinheit für Fasergitter (Micron Optics Inc., USA) und von der Meßuhr werden über RS 232-Schnittstellen zum Computer übertragen; die elektrischen Signale des Interferometer-Ansteuer- und Auslesegeräts werden mit einer A/D-Wandlertarte ausgewertet. Die Signalvorverarbeitung und Speicherung der Meßwerte wird durch ein Meßprogramm (entwickelt von Dipl.-Ing. D Hofmann, BAM-Laboratorium S.12) gesteuert. Die Meßuhr dient zur Messung der Durchbiegung infolge Kriechens des Balkens und für spätere Belastungsversuche am instrumentierten Prüfkörper.

distometern, die die Verformung der Matrix nahezu spannungsfrei messen, durchgeführt. Nachfolgend wird für drei unterschiedlich behandelte Faser-Bragg-Gitter das Meßsignal bei Erstarrung eines Frischmörtels analysiert und mit der EFPI-Referenz verglichen.

8.3.1 Beschreibung des Versuchsaufbaus

In die Zugzone eines Testbalkens aus PZ-Mörtel (Bild 8.10) wurden unterschiedlich beschichtete Faser-Bragg-Gitter-Sensoren sowie zwei flexible EFPI-Sensoren (als Referenzsensoren) eingebettet. In Nähe der mittig positionierten Fasersensoren befindet sich ein Halbleiter-Temperatursensor. Bei der gewählten Größe des Prüflings sind Rückwirkungen von der Schallung vernachlässigbar. Weitere Angaben sind dem Bild 8.10 zu entnehmen.

8.3.2 Wahl der Sensoren und Voruntersuchungen

Der Aufbau der rückwirkungsarmen Faser-Mikrodistometer ist im Bild 8.1 gezeigt. Es wurden, wie bereits im Pkt. 8.2, (Bild 8.4), Keramiklochscheiben als Mitnehmer Elemente verwendet. Diese geringen Mitnehmerabmessungen minimieren die Rückwirkung auf die Matrix und ermöglichen eine exakte Bestimmung der Meßlänge.

Als Faser-Bragg-Gitter-Sensoren (FBG) wurden Gitter der Firmen AOS GmbH Dresden und HIW-Gitter aus Frankreich (geliefert durch Laser 2000 GmbH) mit Peak-Wellenlängen um 1550 nm verwendet. Die FBG besitzen folgende Coatings:

- Acrylatcoating (Recoating durch den Gitter-Hersteller), Dicke ca. 65 μm
- Quarzsand, Dicke ca. 80 μm
- unbeschichtet, d. h. nach Einschreiben des Gitters nicht recoatet.

Während die mit flexiblen Faser-Mikrodistometern gemessene Dehnung durch die Strahlungswellenlänge und die eingestellte Sensor-Meßlänge definiert ist, mußte für die Bragg-Gitter-Sensoren der Übertragungsfaktor [K -Faktor in Gleichung (2.18)] vor Einbettung experimentell bestimmt werden. Hierzu wurden die Fasergitter in einer rechnergesteuerten Faserzugmaschine (vgl. Bild A3.2) bis zu 0,6 % gedehnt (Verfahrensgeschwindigkeit 2 $\mu\text{m/s}$). Die Änderungen der Wellenlänge, des Dehnwegs und der Zugkraft wurden automatisch registriert. Mit Hilfe dieser Daten werden die Wellenlängenänderungen der eingebetteten Faser-Gitter bei Verformung automatisch in Dehnungsgrößen umgerechnet. Für die verwendeten Gitter wurde ein Faktor $K = 1,186$ gemessen. Der thermische Einfluß (ξ -Faktor) wird mit $\xi = 10 \text{ pm/K}$ in Ansatz gebracht, was mit den Untersuchungsergebnissen von

Schlattner u.a. (1999) und Trutzel u.a. (1999-2) übereinstimmt.

8.3.3 Einbau der Sensoren

Um zuverlässige Meßergebnisse bei stabilen optischen Verhältnissen für die Einzelsensoren zu erhalten, wurde besonderer Wert gelegt auf

- den Schutz der Zuleitungsfasern an deren Eintrittsstelle in den Mörtel,
- die Zugentlastung der Fasersensoren und nachfolgenden Anschlußkabel,
- die Lagefixierung der Sensoren im fluiden Mörtel und
- die Minimierung von Randspannungseffekten in der Meßumgebung der Sensoren.

Für den Schutz der Fasern im Eintrittsbereich wurden Knickschutzfüllen, Gewebe-, Metall- bzw. Isolierschlauch verwendet. Unter Beachtung der erforderlichen Mörtelüberdeckung zur Fixierung des LWL-Anschlußkabels wurde dieses so weit wie möglich in das Innere des Prüfkörpers geführt. Das freigelegte Faser-gewebe (zur Zugentlastung) wurde etwa 20 mm umgeschlagen, fixiert und eingemörtelt. Die Aderhülle mit der optischen Faser reichte etwa 25 mm an den Sensor heran. Das freie Faserstück besitzt aus Gründen der Dauerhaftigkeit und Zuverlässigkeit der Messung dieselbe Beschichtung wie der Sensor. Durch diese Gestaltung werden Randspannungseffekte vermieden. Bei dieser zugentlasteten Einbettungsart wurde die Qualität der Signalübertragung nicht beeinflusst und das Sensorsignal nicht gestört.

Die Sensoren wurden in einem losen Bewehrungskorb, dessen Verstrebungen außerhalb des eigentlichen Meßborts lagen, einseitig befestigt. Der Korb gewährleistete die stabile Lage der Sensoren während des Einfüllens des Mörtels und des anschließenden Verdichtens.

8.3.4 Ergebnisse

Die mit Faser-Mikrodistometern und FBG-Sensoren gemessenen Verformungsverläufe sind im Bild 8.11 dargestellt [Hofmann/Habel u.a., (1999)]. Der obere Bildteil zeigt den nahezu vollständigen Verformungsverlauf des jungen Mörtels einschl. Temperaturverlauf in unmittelbarer Nähe der eingebetteten faseroptischen Sensoren. Der untere Bildteil zeigt die von den Faser-Bragg-Gittern erkannten Verformungen. Während der Einbettung der Sensoren sowie beim Einfüllen und Verdichten des Mörtels ist keine Messung möglich. Erst mit der Ruhigstellung des gegen Austrocknung abgedeckten Prüflings können die Meßwerte genutzt werden. Vom Zeitpunkt A an, etwa 25 Minuten nach Zugabe des Wassers (s. Bild 8.11), beginnt das Schrumpfen, das in dieser Frühphase etwa 0,55 ‰ (-550 $\mu\text{m/m}$) erreicht. Dieser Wert entspricht den von Brameshuber

u.a. (1986) an vergleichbaren PZ-Modellbetonen im Volumendilatometer gemessenen Schrumpfungswerten.

In der Phase der ersten Schrumpfung (von A bis B) erstarrt der Mörtel zunehmend. Nach etwa 4 Stunden Hydrationsdauer beginnt die Wärmeentwicklung. Zwischen den Zeitpunkten A und B sind die thermischen Bedingungen nahezu konstant, so daß die temperaturempfindlichen Bragg-Gitter-Sensoren kein thermisch-bedingtes Signal liefern. Bis zum Zeitpunkt B zeigen die FBG nur etwa 6 % der Verformungsänderungen, die von den flexiblen EFPI-Sensoren gemessen werden. Ursache für dieses Defizit ist das Schlupfen der steifen Sensoren in der erstarrenden Matrix.

Ab Zeitpunkt B - Beginn der Hydrationswärmeentwicklung - zeigen die unterschiedlich beschichteten FBG-Sensoren einen nahezu gleichen Zuwachs an Dehnung. Diese Dehnung ist jedoch nicht allein die Rückverlängerung, wie sie vom Faser-Mikrodistometer angezeigt wird, sondern enthält auch die aus dem thermo-optischen Effekt herrührende scheinbare Dehnung der Bragg-Gitter-Sensoren. Mit Gleichung (2.17) bzw. (2.18) kann abgeschätzt werden, daß die zwischen

den Zeitpunkten B und C angezeigte (Gesamt-) Dehnung von etwa 87 $\mu\text{m}/\text{m}$ einen thermo-optisch bedingten scheinbaren Dehnungsanteil von $\xi \cdot \Delta T \cdot K^* = 10 \text{ pm}/\text{K} \cdot 4,6 \text{ K} \cdot [(1 \text{ } \mu\text{m}/\text{m}) / 1,2 \text{ pm}] = 38 \text{ } \mu\text{m}/\text{m}$ enthält. Der Faktor K^* dient zur Umrechnung der Bragg-Wellenlängenverschiebung in einen Dehnungswert. Daraus folgt für die tatsächlich auftretende Dehnung ein Wert von etwa 49 $\mu\text{m}/\text{m}$. Dieser Wert entspricht näherungsweise dem vom Faser-Mikrodistometer in diesem Zeitraum gemessenen Wert.

Die Bragg-Gitter-Sensoren zeigen in diesem Meßbeispiel nach etwa 4 Stunden Hydrationsdauer genügend Haftung zum Mörtelmatrix. Um den Zeitpunkt, zu dem die steifen FBG-Sensoren zuverlässige Meßergebnisse liefern können, möglichst genau zu bestimmen, wird die Änderung der Verformungsdifferenz von EFPI- und Bragg-Sensoren über die Zeit abgetragen (Bild 8.12). Dieser Vergleich zeigt, daß sich nach etwa 1 h Hydrationsdauer etwa 30 min lang die Differenz der gemessenen Verformungswerte nicht ändert. Danach gleichen sich jedoch die Dehnungswerte aller Bragg-Gitter-Varianten relativ schnell an die der Faser-Mikrodistometer an. Die Haftung der FBG-Sensoren an der Matrix beginnt nach ca. 3,5 Stunden. Nach 4 h vollzieht sich die Anpassung der FBG-Werte an die tat-

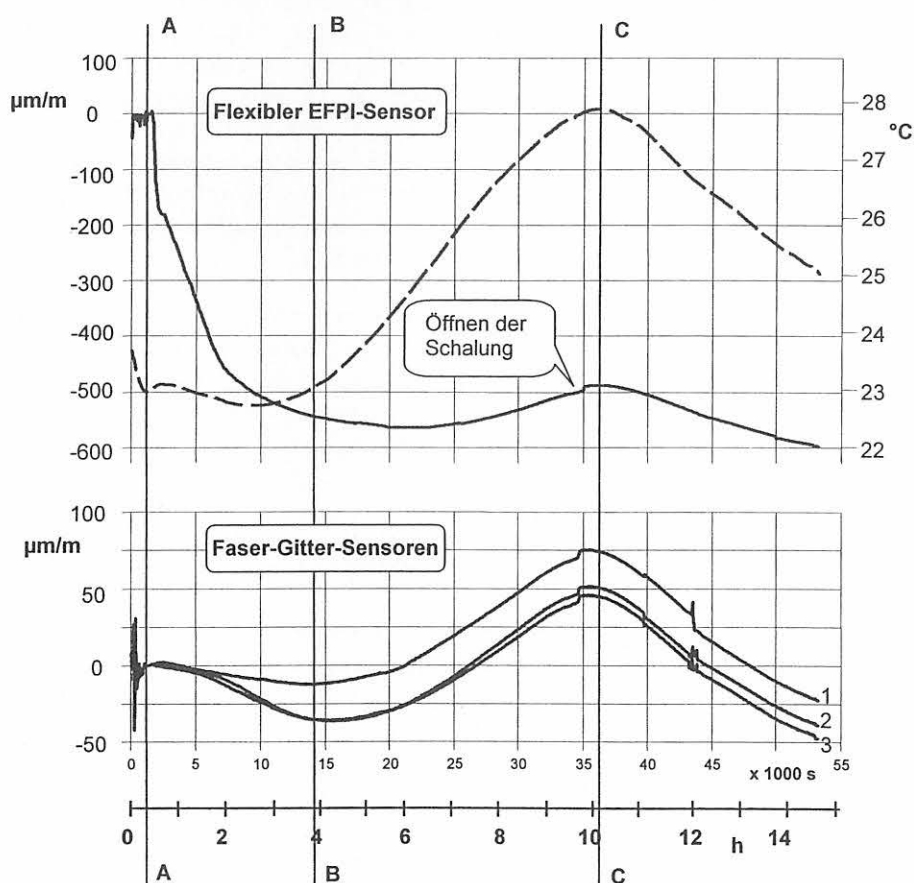


Bild 8.11: Vergleich der Anfangsverformungen eines Portlandzement-Mörtels, gemessen mit eingebetteten flexiblen EFPI- und steifen Faser-Bragg-Gitter-Sensoren.

Bild oben: Gestrichelte Kurve: Wärmeentwicklung im Mörtel in Nähe der Sensoren,
 Bild unten: Beschichtung der Faser-Bragg-Gitter-Sensoren:
 1 - unbeschichtet, 2 - mit Acrylat recoated,
 3 - mit Quarzsand ($\varnothing = 1 \dots 5 \mu\text{m}$) versetztem Bindemittel beschichtet.

sächlichen Verformungswerte so langsam, daß keine signifikanten Änderungen mehr auftreten können. Nach etwa 7 h sind die Abweichungen in den Relativänderungen der Matrixverformung vernachlässigbar.

Der Einfluß der Coatings auf die Meßergebnisse in jungem Zementstein wird aus Bild 8.11 deutlich. Die beschichteten FBG reagieren bereits nach etwa 1,5 h auf die stattfindende Matrixverformung, während das unbeschichtete FBG zu dieser Zeit kaum reagiert. Nach etwa 4 h nähern sich allmählich die Kurven der FBG an die stattfindenden Verformungen tendenziell an. Erst nach 4 h ist auch der Einfluß der Gittercoatings auf die Meßergebnisse der FBG-Sensoren vernachlässigbar. Der Einfluß der Coatings auf das Übertragungsverhalten kann aus dem Vergleich der mit Fasergittern und mit Faser-Mikrodistometern nach 10 h Hydrationsdauer gemessenen Verformungen abgelesen werden. Es zeigte sich, daß das nackt eingebettete FBG etwa 80 %, das mit Acrylat beschichtete etwa 75 % und das mit Quarzsand beschichtete Gitter 77 % der vorhandenen Dehnung übertragen hat [Hofmann u.a., (1999)]. Diese Messungen bestätigen die im Pkt. 7.1.1 durchgeführten analytischen Abschätzungen, daß für eine Übertragung der Matrixdehnung in eingebettete Bragg-Gitter-Sensoren das Standard-Acrylat-Coating am wenigsten geeignet ist.

Bei allen Messungen wurde der aus der thermischen Ausdehnung resultierende Verformungsanteil des Prüflings wegen des variierenden und ohnehin schwer abschätzbaren thermischen Ausdehnungskoeffizienten des jungen Zementsteins nicht berechnet. Bei hinreichend genauen Angaben über das thermisch-mechanische Verhalten der Matrix ist die rechnerische Kompensation einfach zu vollziehen.

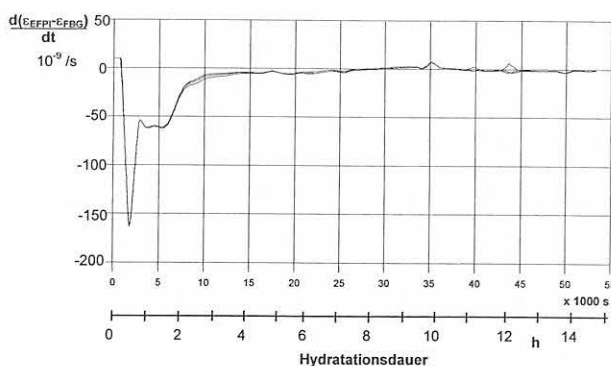


Bild 8.12:
Änderungsgeschwindigkeit der Abweichungen der mit flexiblen EFPI- und steifen FBG-Sensoren gemessenen Dehnungen in PZ-Mörtel gemäß Bild 8.11.
(Die hier dargestellten Kurvenverläufe der einzelnen FBG-Sensoren sind nahezu deckungsgleich und daher nicht gesondert bezeichnet.)

8.4 Fazit und Diskussion der Meßgenauigkeit

Die vorgestellten Beispielmessungen belegen die Funktionstauglichkeit der entwickelten flexiblen Faser-Mikrodistometer in jungen Zementsteinmatrizes. Die Vergleichsmessungen mit eingebetteten Faser-Bragg-

Gitter-Sensoren zeigen, daß mit diesem steifen Fasersensortyp Anfangsverformungen nur nach einer Hydrationsdauer von etwa 10 Stunden zuverlässig gemessen werden können.

Zur Bewertung der Genauigkeit der gemessenen Anfangsverformungen wurde als Vergleichsmessung die Behältermethode nach DIN EN 445 in modifizierter Form eingesetzt (s. Bild 8.2). Demgegenüber wurden Verformungen bereits erstarrter Matrizes mit Meßwerten verglichen, die mit an den Prüflingen montierten induktiven Weggebern ermittelt wurden.

Im Ergebnis der Vergleichsmessungen muß festgestellt werden, daß generell die Referenzierung der im Innern der Matrix gemessenen Verformungen außerordentlich schwierig ist. Die geringe Meßlänge der eingebetteten faseroptischen Mikrodehnungssensoren von nur wenigen Millimetern läßt sich durch Messmarken, die an Prüfkörpern außen montiert sind, nicht nachbilden, da solch kleine Meßlängen nur mit großem Aufwand realisierbar sind. Ein effizientes Meßverfahren zur Referenzierung eingebetteter flexibler faseroptischer Mikrodehnungssensoren wurde für die Untersuchungen in dieser Arbeit nicht gefunden. Es muß noch geprüft werden, ob tomografische oder andere Durchstrahlungsverfahren genutzt werden können, um durch Messung der Verschiebungen eingebetteter Marker die Verformungen im Innern von Matrizes mit Auflösungen im μm -Bereich zu messen.

Bei der Diskussion der erreichbaren Meßgenauigkeit muß zwischen den Fehlerquellen, die sich einerseits aus der Entstehung des Meßsignals im Sensor selbst ergeben (Meßobjektfehler), und die andererseits vom Gerät, das die Meßinformation aufbereitet, abhängt (Gerätefehler), unterschieden werden. Für die in dieser Arbeit betrachteten Typen faseroptischer Sensoren (flexible Mikrodistometer und steife Faser-Bragg-Gitter) gibt es deutliche Unterschiede in der Genauigkeit der Meßergebnisse.

8.4.1 Meßgenauigkeit eingebetteter flexibler Fasersensoren

Bei der Messung von Verformungen in erstarrtem Zementstein haben verschiedene Anteile Einfluß auf die Angabe der Meßunsicherheit: die Reproduzierbarkeit der Parameter der einzelnen („per Hand“) gefertigten Sensoren, die Methodik der Einbettung und die Verdichtung der die Sensoren enthaltenden Mischung. Eine quantitative Abschätzung der Meßunsicherheit des flexiblen Sensors mit nicht reproduzierbarer Dehnsteifigkeit (besser Gleitfähigkeit) ist beim Stand der erreichten Herstellungstechnologie nicht sinnvoll, da matrixbedingte Einflüsse im Umfeld des Sensors sowie geringe Lageverschiebungen des Sensors während der Verdichtung die Meßunsicherheit dominieren. Zum anderen variiert die Wiederholstandardabweichung der voneinander unabhängigen Meßwerte aus mehreren Meßreihen besonders stark in der noch flu-

iden Matrix. Die Meßunsicherheit nimmt mit zunehmender Erstarrung des Mörtels ab.

Aus den durchgeführten Messungen lassen sich folgende Ergebnisse hinsichtlich Meßunsicherheit ableiten. Bild 8.13 zeigt den zeitlichen Verlauf der relativen Meßunsicherheit (3 Meßreihen) für hydratisierendes Tricosal-Superfluid (Rezeptur s. Bild 8.2). Nach anfänglich sehr hoher (relativer) Meßunsicherheit beträgt diese nach etwa 4 Stunden $< \pm 6,7\%$, nach 10 Stunden $< \pm 2,8\%$. Das lokale Minimum der Meßunsicherheit von $\pm 2,0\%$ zum Zeitpunkt der maximalen Hydrationswärmeentwicklung (nach 6 Stunden) ist mangels Referenzmaß auf die Herstellung des relativen Bezugs der Kurven untereinander zurückzuführen. Nach sehr langer Hydrationsdauer ($> 40\text{h}$) sinkt die Meßunsicherheit auf $< \pm 1,5\%$.

Ein tendenziell ähnlicher Verlauf folgt aus Messungen an fließfähigem PZ-Leim ($W/Z = 0,25 + \text{FK } 61$, Bild 8.7, unten). Nach ca. 5 h Hydrationsdauer ist die Meßunsicherheit $< \pm 2\%$. Demgegenüber liegt die Meßunsicherheit bei PZ-Leim ohne Fließmittel ($W/Z = 0,3$) nach vergleichbarer Hydrationsdauer bei $< \pm 5\%$. Letztere Angabe widerspiegelt offenbar den Einfluß der Mischungsqualität auf das lokale Verformungsverhalten an den Orten der eingebetteten Sensoren (Abstand der Sensoren: ca. 5 mm).

Auf Basis der mit „handgefertigten“, flexiblen Faser-Mikrodistometern in fluiden, gut durchmischten Matrices gewonnenen Ergebnisse, können Verformungen eines erstarrenden Zementsteins mit einer relativen Meßunsicherheit von $< \pm 2\%$ gemessen werden. Verformungsänderungen bereits verfestigter, erhärteter Mörtel werden mit einer relativen Meßunsicherheit von $< \pm 1,5\%$ gemessen. Aufgrund des jedoch nicht

¹ Eine Fixierung der Anschlußfaser beidseitig des Gitters zur Dehnungsübertragung, d. h. die Dehnung wird nicht über das Coating übertragen, wird in dieser Arbeit nicht betrachtet.

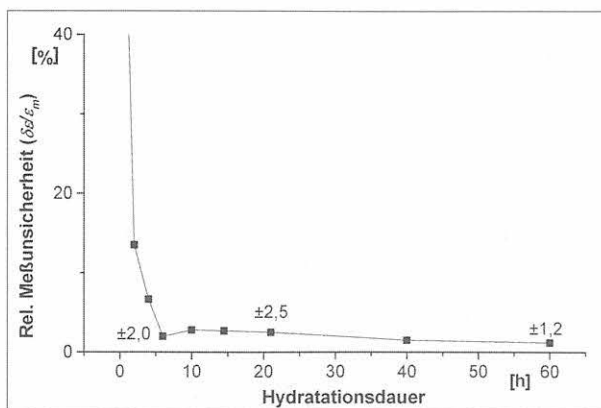


Bild 8.13: Relative Meßunsicherheit der Verformung von hydratisierendem Tricosal-Superfluid (Rezeptur s. Bild 8.2) in Abhängigkeit der Hydrationsdauer, gemessen mit eingebetteten flexiblen Faser-Mikrodistometern (gewertet: 3 Meßreihen, 11 Sensoren). Die starken Meßwertstreuungen der voneinander unabhängigen Messungen in den ersten Minuten sind auf systematische Fehler bei dem gewählten Meßverfahren zurückzuführen.

exakt bestimmbar Zeitpunkts, an dem die Sensoren den sehr frühen Verformungen zu folgen beginnen, sind die trotz relativ guter Präzision des Meßverfahrens gemessenen Verformungen der Matrix mit einer relativ hohen Meßunsicherheit behaftet. Eine Verringerung der Meßunsicherheit kann nicht durch Erhöhung der Anzahl der Messungen oder durch eine Steigerung der Präzision (Wiederholstandardabweichung), z. B. durch Verbesserung des optoelektronischen Abtastverfahrens (höhere A/D-Wandler-Auflösung) erreicht werden, sondern nur durch Referenzierung des Arbeitsbeginns der Sensoren. (vgl. auch Anhang A1, Seite A.1-7).

8.4.2 Meßgenauigkeit eingebetteter steifer Fasersensoren

Faser-Bragg-Gitter-Sensoren (FBG) können in zementgebundenen Matrices erst dann Verformungen anzeigen, wenn das Matrixmaterial eine gewisse Steifigkeit nach wenigen Stunden erreicht hat. Bei diesen Hydrationszeiten werden lokal unterschiedliche Verformungen, die von flexiblen Faser-Mikrodistometern empfindlich aufgelöst werden, von Bragg-Gitter-Sensoren nicht erfaßt. Die Meßergebnisse der eingebetteten¹ FBG-Sensoren werden daher vom Meßfehler des Spektrometers, das die Verschiebung der Bragg-Wellenlänge mißt und anzeigt, dominiert. Bestimmend ist vor allem die Auflösung der Wellenlängenverschiebung, aber auch die Eigenschaft des Geräts, Pulsverzerrungen durch ungleichmäßige Querdruckbelastung des Gitters zu tolerieren. Hochwertige mobile Auslesegeräte, die auch außerhalb des Labors benutzt werden können, erreichen eine Dehnungsauflösung von etwa $1\ \mu\text{m}/\text{m}$ bei einer Langzeitstabilität von etwa $30\ \mu\text{m}/\text{m}$. Bei gegebener Nachkalibrierbarkeit des Meßgeräts kann eine Langzeitstabilität in der Dehnung von $< 4\ \mu\text{m}/\text{m}$ erreicht werden.

Die erreichbare Meßunsicherheit für eingebettete Fasergitter wird wesentlich von der vollständigen Haftung des Gitters an der Matrix bestimmt. Bei den jeweiligen Verformungen darf kein Schlupf oder Gleiten auftreten. Durch Indentation-Tests konnte experimentell für Fasergitter mit nachträglich aufgebrachtem Plasmapolymere-Coating ein Grenzwert der Matrixverformung (pessimistischer Wert) von $0,8\%$ ermittelt werden, bis zu diesem eine zuverlässige Haftung an der Matrix gewährleistet ist. Für derartige Verformungen liegt die Meßgenauigkeit der Fasergitter im Bereich der durch das Auswertegerät bestimmten Werte. Wegen des hohen Preises der Fasergitter konnten die Untersuchungen statistisch nicht ausreichend abgesichert werden. Aus Bild 8.12 folgt jedoch, daß die Meßunsicherheit bei Matrixverformungen $< 1\%$ einen Wert von $4,5\%$ nicht übersteigt.

Die Auflösung und Reproduzierbarkeit der Messungen kann mit Labor-Präzisionsspektrometern gesteigert werden. Diese Vorgehensweise wird jedoch für Anwendungen im baupraktischen Umfeld die Ausnah-

me bleiben, da solch hochwertige (und entsprechend teuren) Geräte Schaden nehmen können.

Ziegeldorf, S.; Müller, H.S.; Plöhn, J.; Hilsdorf, H.K. (1982): Autogenous shrinkage and crack formation in young concrete. RILEM Colloque international sur le béton jeune. Editions Anciens ENPC 1, 83-88.

8.5 Quellenangaben

Benz, G. (1978): Einpreßmörtel. Chemische Fabrik Grünau GmbH, Illertissen.

Bielak, E.; Braun, G.; Mallon, T.; Jung, M. (1994): Vorteile von expandierenden Einpreßhilfen in der Spannbetontechnologie. Spannbetonbau in der Bundesrepublik Deutschland 1990-1994. Deutscher Betonverein e.V., Deutsche Gruppe Internationaler Spannbeton-Verband, FIP-Bericht(1994), 148-152.

Brameshuber, W.; Plöhn, J.; Hilsdorf, H.K. (1986): Der Einfluß des Zementsteinschrumpfens auf die mechanischen Eigenschaften von Beton. Arbeitsbericht zum DFG-Forschungsvorhaben Az. Hi227/19. Universität Karlsruhe, Institut für Massivbau und Baustofftechnologie.

DIN EN 445 (1996): Einpreßmörtel für Spannglieder - Prüfverfahren. Ausgabe:1996-07.

Habel, W.; Hillemeier, B.; Jung, M.; Plöhn, J.; Basedau, F. (1998): Non-Reactive Measurement of Mortar Deformation at Very Early Ages by Means of Embedded compliant Fiber-optic Micro Strain Sensors. Proc. 12th Engineering Mechanics ASCE, Conf. Session: Fiber Sensors for Condition Monitoring. San Diego, La Jolla/CA.. A Force for the 21st Century @ASCE, Reston VA., 799-802.

Habel, W.; Hofmann, D.; Buchenau, G.; Hillemeier B. (2000): High-performance Concrete - Lime Optimization with Fiber Optic Sensors. 14th Engineering Mechanics Conf., May 21-23, 2000 in Austin, Texas/US. CD-ROM: EM 2000. Dept. of Civil Engineering. The University of Texas at Austin.

Habel, W.; Hofmann, D.; Hillemeier, B. (1998): Abschlußbericht TSB-Projekt 6111, IEMB e.V. Berlin.

Hofmann, D.; Habel, W.; Daum, W. (1999): Untersuchungen an Faser-Bragg-Gittern für Verformungsmessungen an Bauteilen und Bauwerken. Unveröffentlichter Zwischenbericht zum Forschungsvorhaben Nr. 0501-S-0400/ Vh 9106, BAM Berlin, Laboratorium S.12.

Schlattner, E.; Klink, T.; Slovik, V. (1999): Faser-Bragg-Sensoren in Bauwerken. Forschungsbericht HTWK (FH) Leipzig.

Tricosal 1, (1995): Tricosal[®] VGM Superfluid. Informationsblatt, Tricosal GmbH Illertissen.

Tricosal 2, (1995): Tricosal[®] 181 (EH), Tricosal[®] 183 (EH). Informationsblatt, Tricosal GmbH Illertissen.

Trutzel, M.; Betz, D.; Holz, M.; Staudigel, L.; Krumpholz, O.; Siegling, H.-F.; Sangkohl, R.; Martin, W.; Muehlmann, H.-C.; Müller, T.; Ahrendt, H. (1999-2): Strukturdiagnostik mit faseroptischen Bragg-Gitter-Sensoren. VDI-Berichte Nr. 1463, 463-468.

9 Resümee und Ausblick

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Arbeit zusammengefaßt. Bei flexiblen Fasersensoren, die die Verformungen in der jungen Zementsteinmatrix nahezu spannungsfrei messen, steht die geometrisch und physikalisch optimale Gestaltung des Sensors im Vordergrund. Demgegenüber wird für zuverlässige Mikrodehnungsmessungen in der erhärteten Zementsteinmatrix die Verwendung steifer Sensoren mit alternativ behandelte Oberfläche vorgeschlagen.

Es werden Varianten für die Gestaltung der Oberfläche von betoneinbettbaren Fasersensoren vorgeschlagen. Zugleich wird versucht, Antworten zu geben auf die bei derartigen Messungen bislang nur unzureichend beantwortbaren Fragen nach Integrität und Dauerhaftigkeit faseroptischer Sensoren im rauen, alkalischen Milieu sowie nach Meßunsicherheiten und Funktionsgrenzen. Für flexible und steife Fasersensoren werden aus meßtechnischer und ökonomischer Sicht Vorschläge für die Gestaltung der Oberfläche gegeben. Alternativ wird eine einfache Behandlungsmethode zur Erreichung eines maximalen Haftverbunds gegeben.

Ein Ausblick auf weiterzuführende bzw. ergänzende Untersuchungen schließt die Arbeit ab.

Das zuverlässige Messen von Mikroverformungen im Innern von hochalkalischen Zementsteinmatrizes mit Glasfaser-Mikrodehnungssensoren erfordert gezielt ausgewählte, gestaltete und dimensionierte Sensoren. Die Kleinheit der lokalen Fasersensoren erlaubt prinzipiell das Messen von Zementsteinvolumina mit einer Ausdehnung (in Richtung der Sensorachse) von 5 ... 8 mm. Das bedeutet, daß in einem Matrixvolumen von etwa 40 mm³ Verformungen nahezu störungsfrei gemessen werden können. Dies setzt jedoch eine Abweichung von der Gestaltung der Fasersensoren, wie sie für verwandte Anwendungsgebiete, z. B. für die Einbettung in polymere Composites üblich ist, voraus.

Dehnungsaufösungen < 1 µm/m können nur mit extrinsischen Fasersensoren, die nach dem Fabry-Pérot-Prinzip arbeiten, aufgelöst werden. Die Wahl dieses Sensors, ob als steifer Sensor oder als flexibles Faser-Mikrodistometer, wird durch den gewünschten Meßzeitraum bestimmt. Für die zuverlässige Messung der Verformung eines hydraulisch erhärtenden Baustoffs, z. B. eines Portlandzement-Mörtels bis zu einer Hydratationsdauer von etwa 10 h (nach Wasserzugabe), können nur flexible Faser-Mikrodistometer verwendet werden. Für die Messung in älteren Mörteln und Betonen sollte die steife Variante des EFPI-Sensors benutzt werden. Alternativ liefern eingebettete Faser-Bragg-Gitter-Sensoren brauchbare Meßaussagen im Zementstein nur, wenn dieser älter als 10 Stunden ist und die Dehnung nur mit einigen µm/m aufgelöst werden soll. Voraussetzung hierfür ist die Erzeugung ei-

ner zuverlässig und dauerhaft an der Zementsteinmatrix haftenden Oberfläche, da das Anbringen von Mitnehmern in unmittelbarer Nähe des Gitters die Sensorfunktion stört.

Nachfolgend werden nach dem gegenwärtigen Stand der Untersuchungen Behandlungsmethoden für eingebettete sensitive Elemente von Fasersensoren (Kapillare beim steifen EFPI-Sensor bzw. das Gitter selbst) vorgeschlagen und die hierfür notwendigen Angaben zur Dauerhaftigkeit und zu den Funktionsgrenzen gemacht.

9.1 Dauerhaftigkeit

Standard-Coatings aus Polyimid oder Acrylat, selbst wenn sie für Sensoranwendungen fest auf der optischen Faser haften, haben sich im betonchemischen Milieu nicht bewährt, weil entstehende Defektstellen (Risse, Erweichungen oder Versprödungen, Quellungszonen) zu einer undefinierten Dehnungsübertragung führen. Alternative Behandlungsmethoden mit Silanen oder das Beschichten mit einer im Gasplasma hergestellten hochvernetzten Polymerschicht von < 1 µm Dicke, wie sie für steife EFPI-Sensoren (ohne Mitnehmer) oder Faser-Bragg-Gitter-Sensoren entwickelt wurden, verbessern dagegen die Sensoreigenschaften in der Zementsteinmatrix. Miniaturisierte flexible Faser-Mikrodistometer wie auch hochauflösende steife EFPI-Sensoren können nackt, d. h. ohne Coating, eingebettet werden. Diese Vorgehensweise hat sich bei wissenschaftlichen Untersuchungen im Labor bzw. bei fachkundiger Handhabung auch außerhalb des Labors bewährt. Da das optische Faserglas im betonchemischen Milieu nicht zerstört wird, kann diese Methodik selbst für längerfristig angelegte Messungen angewendet werden.

Die Dauerhaftigkeit eingebetteter Sensoren erfordert eine für die erwarteten Verformungen ausreichende Festigkeit der Sensorfaser bzw. des sensitiven Glaselements. Ebenso ist eine dauerhaft stabile Sensoroberfläche für die zuverlässige Haftung des Sensors in der Zementsteinmatrix notwendig. Für betonchemisch beanspruchte Sensorfasern mit den vorgeschlagenen Oberflächengestaltungen wurden nach mehrstündiger chemischer Beanspruchung (Porenlösung) folgende Festigkeitswerte ermittelt:

- Nackte Sensorfaser:
248 MPa (pH = 13,9 - 24 h Angriff)
- Vorgeätzte, silanbehandelte Sensorfaser:
185 MPa (pH = 13,1 - 24 h Angriff)
- Sensorfaser mit Plasmapolymere-Coating:
580 MPa (pH = 13,9 - 14 h Angriff)

Nackte Sensoroberflächen wie auch silanbehandelte Oberflächen zeigen bei fortdauernder Lagerung in nachgestellter Zementmörtel-Porenlösung ($\text{pH} = 13,9$) keine meßbaren Veränderungen mit nachteiligen Auswirkungen auf die Haftungseigenschaften. Das Plasmapolymers-Coating mit Schichtdicken $\ll 1 \mu\text{m}$ zeigte im REM, unabhängig von der Dosierung des Gasgemisches, keine erkennbare Veränderung unter Porenlösungseinfluß. Plasmapolymers-Schichtdicken $\ll 1 \mu\text{m}$ (vergleichbar etwa Brillenglas- oder Linsenbeschichtungen) stören somit den Matrixverbund nicht. Bei Coatingdicken um $1 \mu\text{m}$ werden Oberflächenrauigkeiten nach Porenlösungseinfluß gefunden, die die Adhäsion durch Formschluß positiv beeinflussen.

Vergleichende statische Zugspannungsversuche an entsprechend behandelten Glasfasern belegen, daß konventionelle Polymerbeschichtungen (z. B. ein Polyacrylat bei Faser-Bragg-Gitter-Sensoren) nicht gleichmäßig verteiltes Festigkeitsverhalten über die Betriebsdauer und für unterschiedliche Beanspruchungsniveaus aufweisen. Dies deutet auf die Überlagerung mindestens zweier Versagensmechanismen hin, die die Abschätzung der Lebensdauer unsicher machen. Derartiges nichtlineares Ausfallverhalten wurde bei nackten, silanbehandelten und sehr dünn mit dem hochvernetzten Polymer beschichteten Fasern nicht gefunden. Bei Vorliegen ausreichend experimenteller Daten kann für diese Fälle die Lebensdauer zuverlässig nach den beschriebenen Modellen abgeschätzt werden.

9.2 Dehnungsübertragung

Die Verformung einer Zementsteinmatrix kann mit eingebetteten flexiblen Faser-Mikrodistometern nahezu spannungsfrei mit einer Meßunsicherheit im Bereich von $\pm 3,5 \%$ bis $\pm 0,8 \%$ gemessen werden. Der flexible Sensor kann jedoch wegen der nicht vollständig abdichtbaren optisch aktiven Zone im Innern der Kapillare für Langzeitmessungen in der Baustoffmatrix nicht verwendet werden. Für solche Fälle werden steife EFPI- oder Faser-Bragg-Gitter-Sensoren bevorzugt, für die jedoch ausreichender Haftverbund mit der Zementsteinmatrix sowie definierbare Verhältnisse bei der Dehnungsübertragung gewährleistet werden müssen. Das Anbringen von Mitnehmern für einen zuverlässigen Verbund mit der Matrix ist bei EFPI-Sensoren möglich, bei Bragg-Gittern hingegen kann dadurch der sensitive Bereich gestört werden. Eine störungsfreie Fixierung von Bragg-Gitter-Sensoren ist nur möglich, wenn die Meßaufgabe eine Meßlänge von mehreren 10 mm zuläßt.

Indentation-Tests bestätigten, daß standardmäßig beschichtete Fasern und nackte, unbehandelte Glasfasern in Zementsteinmatrizes deutlich schlechter haften als behandelte. Optimale Haftung der Fasersensoren mit linearem Dehnungsübergang bei Verformungen bis zu etwa $1,2 \%$ wird erreicht, wenn die Glasoberfläche 5 min einer Modifizierung (Ätzung) im Sauerstoff-Plasma unterzogen und danach mit einem

Butyltriethoxysilan der Konzentration $0,25 \dots 0,35 \%$ behandelt wird. Die hohe Verdünnung des Silans vermeidet die Entstehung durchgehender Polysiloxanketten, die die Oberfläche vollständig hydrophob machen würden. Wesentlich hierbei ist, daß die Silanreaktion durch Trocknung der behandelten Sensoren gestoppt wird, um noch reaktive Gruppen auf der Oberfläche zu erhalten.

Polymere Schichten auf der Oberfläche eingebetteter Fasersensoren erzeugen eine zusätzliche Unstetigkeit im E-Modul in der Grenzfläche, wobei zudem nicht-lineare Anteile den Dehnungsübergang überlagern können. Fasersensoren mit Coatings sind jedoch handhabbarer für die Einbettung wie auch den Transport, da durch die polymere Schicht die Festigkeit der Sensorfaser verbessert wird. Da sich das Recoaten von sensitiven Bereichen in der Faser mit relativ dicken Acrylaten als nicht einbettungstauglich erwiesen hat, wird das Aufbringen der entwickelten hochvernetzten Plasmapolymerschicht mit einer Schichtdicke $< 1 \mu\text{m}$ bzw. $\ll 1 \mu\text{m}$ auf die Sensorfaser vorgeschlagen. Die Haftung derart gecoateter Sensorfasern in der Zementsteinmatrix trägt zwar gegenüber silanisierten Fasersensoren nur 25% , die Bruchdehnung bei alkalischem Angriff ist aber etwa 8-fach höher.

Eingebettete Fasersensoren mit den beschriebenen Plasmapolymers-Coatings (Dicke $\leq 1 \mu\text{m}$, E-Modul etwa 13 GPa) bauen die Schubspannungsspitzen an den Enden des Haftungsbereichs, die ein Delaminieren der Sensorfaser bewirken könnten, über eine axiale Ausdehnung von nur $0,2 \text{ mm}$ bis $0,3 \text{ mm}$ ab. Demgegenüber benötigen dickere Acrylat-Coatings (etwa $60 \mu\text{m}$) mit geringeren E-Moduli bis zu 6 mm für den Schubspannungsabbau. Damit ist das möglichst rückwirkungsfreie Messen von Verformungen in sehr kleinen Matrixvolumina (einige 10 mm^3) wegen der zusätzlich zur Meßlänge benötigten Haftungslänge von mindestens 12 mm nicht mehr möglich. Zum anderen wird mit zunehmender Coatingdicke eine Dimensionierung der Dehnungsübertragung wegen geometrischer Schwankungen oder anderer Coating-Instabilitäten unsicher.

9.3 Leistungsgrenzen

Ein eingebetteter Glasfaser-Mikrodehnungssensor versagt, wenn der sensitive Bereich in der Faser oder Kapillare (Meßlänge) von der Matrix abreißt oder in der Matrix zu gleiten beginnt. Letzterer Fall führt bereits zu einer nicht erkennbaren Fehlmessung, weil allmählich einsetzendes Versagen des Schubverbunds nicht aus den bei plötzlichem Abriß vorhandenen dynamischen Anteilen in der Meßinformation abgeleitet werden kann. Mit Hilfe der durchgeführten Indentation-Tests wurden Grenzwerte für die untersuchten Oberflächen experimentell ermittelt. Daraus kann abgeschätzt werden, bis zu welcher Verformung sich der Verbund Zementsteinmatrix/Sensorfaser gleitfrei verformt und zuverlässige Meßaussagen gewonnen werden.

Silanisierte Sensorfasern erreichen eine Haftscherfestigkeit von $\tau_{\text{Silan}} = 64 \text{ MPa}$ (gegenüber $\tau_{\text{PI}} = 7 \text{ MPa}$ für Standard-Polyimid-Coating) in Portland-Zementsteinmatrizes. Mit eingebetteten silanisierten Fasersensoren kann sich der Verbund etwa 4,5 % (45 mm/m) verformen, ohne daß der Sensor zu gleiten beginnt. Da die elastische Dehnung der Zementsteinmatrix den Wert von 0,1 % keinesfalls übersteigt, die Bruchdehnung silanisierter Sensorfasern unter betonchemischem Angriff im Mittel 0,28 % beträgt, überträgt ein silanisierter Fasersensor im gesamten elastischen Verformungsbereich des erhärteten Zementsteins die Verformung zuverlässig. Wegen der 2,8-fach höheren Sensor-Zugfestigkeit gegenüber der Bruchdehnung der Zementsteinmatrix ist auch bei längerer Betriebszeit nicht mit einem Versagen des eingebetteten Fasersensors vor einem Matrixbruch zu rechnen.

Eine noch höhere Festigkeitsreserve wird mit Sensorfasern, die ein Coating aus einem sehr dünnen, hochvernetzten Plasmapolymere erhalten, erreicht. Die gemessene Zugbruchdehnung betonchemisch beanspruchter Sensorfasern mit Plasmapolymere-Coating der Dicke um $1 \mu\text{m}$ beträgt im Mittel 0,8 %, so daß auch beginnende Rißaktivitäten der Matrix toleriert werden und der Fasersensor nicht vorzeitig versagt. Die Grenze für eine lineare Dehnungsübertragung liegt in diesem Fall bei einer Verformung des Verbunds von 1,2 % bis 1,5 %; dieser Wert entspricht einer Haftscherfestigkeit von etwa 15 MPa. Durch die steuerbare Schichtdicke des alkaliresistenten, hochvernetzten Plasmapolymere-Coatings kann dessen Toleranz gegenüber Rissen in der Matrix beträchtlich erhöht werden.

Mit Blick auf die Dauerhaftigkeit im alkalischen Milieu, die Toleranz des Sensors gegenüber Matrixrissen, seine Haftscherfestigkeit und ein zuverlässig dimensionierbares Übertragungsverhalten ist der Fasersensor mit Plasmapolymerschicht die optimale Gestaltungsvariante für sowohl steife als auch flexible Mikrodehnungssensoren. Nackte, unsilanisierte Sensorfasern sollten nur in Ausnahmefällen eingesetzt werden, da Mikrodefekte in der ungeschützten Glasfaseroberfläche infolge Spannungsrißkorrosion oder durch Herstellungsfehler weder durch eine Silanschicht noch durch vernetzte, mit der Glasoberfläche verbundene Polymerketten versiegelt werden. Unvermittelte Ausfälle sind dann nicht zu vermeiden.

9.4 Offene Fragen - Ausblick auf weiterzuführende Arbeiten

In dieser Arbeit konnten einige Fragen nicht geklärt werden:

Bezüglich der Sensoren:

- Die bisher dimensionierten Sensoren, insbesondere die Faser-Mikrodistometer, basieren auf Standardfasern und Standardzubehör. Damit sind die axialen und radialen Ausdehnungen festgelegt und kön-

nen zunächst nicht weiter reduziert werden. Kleinere axiale Abmessungen könnten jedoch die Empfindlichkeit erhöhen. Ebenso entstünden bei kleineren radialen Abmessungen geringere Spannungskonzentrationen im Meßvolumen, und das Verhalten des Baustoffs würde durch die Messungen besser wiedergegeben werden.

- Die bisher im Gasplasma erreichte Beschichtung mit einer hochvernetzten Polymerschicht kann durch verbesserte Dosierung des Gasgemisches in ihrer Struktur noch gezielter gesteuert werden. Dadurch kann die Haftung in der Zementsteinmatrix durch Mikro-Formschluß weiter verbessert werden. Die Reproduzierbarkeit der Beschichtung mit Plasmapolymere ist für eine „industrielle“ Fertigung noch nicht sichergestellt. Weitere Untersuchungen sind für eine stabile, reproduzierbare Steuerung der Coatingparameter notwendig. Dann können auch dickere, im Zementsteinmilieu dauerhafte Sensorbeschichtungen erzeugt werden, die geringer empfindlich gegenüber Matrixrissen sind. Diese Variante kann beispielsweise für den Schutz von Faserzuleitungen in Nähe eines eingebetteten (auch eines chemischen) Sensors genutzt werden.
- Es fehlen noch ausreichend statistisch abgesicherte Daten aus statischen und dynamischen Zugversuchen unter simuliertem alkalischen Einfluß für eine zuverlässige Lebensdauerabschätzung auf Basis des für Fasersensoren adaptierten Modells.

Bezüglich der Meßverfahren:

- Bisher gibt es keine Möglichkeit der Referenzierung der im Innern von sehr kleinen Matrixvolumina (etwa 150 mm^3) gemessenen Mikroverformungen. Da sich die getesteten Referenzierungsverfahren für die gewonnenen Meßwerte als nicht geeignet erwiesen, bedarf es der Entwicklung neuer Methoden bzw. der Adaption vorhandener Verfahren (z. B. Durchstrahlungsverfahren mit Ortsauflösungen im μm -Bereich). Derartige Referenzierungsmethoden haben auch über die Nutzung dieser Sensoren im Bauwesen hinaus große Bedeutung.
- Bei den bisherigen Untersuchungen wurde ein Zuschlag-Größtkorn von 4 mm verwendet. Unbekannt ist das Verhalten insbesondere von Faser-Bragg-Gitter-Sensoren, wenn diese in Betone (mit Zuschlag-Durchmessern von $> 4 \text{ mm}$ eingebettet werden. Wegen möglicher Verformungen lateral zur Faserachse können lokale Biegespannungen im Sensorgitterbereich entstehen. Die Reaktion von Fasergitter-Sensoren auf derartige lokale Biegungen sind experimentell noch nicht hinreichend untersucht.

Die weiteren Arbeiten sollten sich daher auf folgende Schwerpunkte konzentrieren:

- Stabilisierung der Plasmapolymere-Mikrocoating-Technologie für lokale faseroptische Sensoren,

- statistisch abgesicherte Lebensdaueruntersuchungen für die Entscheidung über den Langzeiteinsatz von faseroptischen Mikrodehnungssensoren in der Zementsteinmatrix,
- Referenzierung der Mikroverformungsmessungen im Innern des Baustoffs mittels alternativer ortsgebundener Verfahren, beispielsweise Mikro-Computertomografie oder hochauflösende Durchstrahlungsverfahren, die für die zerstörungsfreie Charakterisierung von Werkstoffen und für die Schadensanalyse eingesetzt werden.

Anlagen

Anlage 1

Faser-Fabry-Pérot-Sensoren - Physikalische Grundlagen

Basis des interferenzoptischen Mikrodehnungssensors ist das Interferometer nach Fabry und Péro. Ein Faser-Fabry-Pérot-Interferometer wird hergestellt, indem zwei planparallele Spiegel entweder im Verlauf einer optischen Faser (intrinsischer Sensor) oder an den Stirnflächen zweier sich gegenüberstehender Faserenden (extrinsischer Sensor) erzeugt werden. Wird der Stirnflächenabstand dieser Anordnung konstant gehalten, handelt es sich um ein Fabry-Pérot-Etalon (hier nicht betrachtet!). Das hier betrachtete Fabry-Pérot-Interferometer basiert auf der Messung des variierenden Stirnflächenabstands. Um ein hochwertiges Meßsignal zu erhalten, ist Parallelität der Stirnflächen sowie eine Rauigkeit der Spiegel von $< \lambda/100$ erforderlich.

Das Interferenzsignal entsteht, wenn ein kohärentes (interferenzfähiges) Wellenpaket $E = E_0 \cdot e^{i(\omega t - k z)}$ zwei teildurchlässige, reflektierende Schichten mit einem Abstand s , zwischen denen sich ein Medium mit der Brechzahl n befindet, durchläuft ($k = 2\pi/\lambda$ ist die Wellenzahl der einlaufenden Wellenfront). Bild A1.1 zeigt die entstehenden Mehrfachreflexionen an den Grenzflächen. An jeder Grenzfläche wird ein Teil der einfallenden Strahlung E_0 reflektiert, der andere Anteil hindurchgestrahlt (die Anteile sind jeweils r und t). Als Reflexionskoeffizienten seien $R = r/E_0$ und $T = t/E_0$ definiert. Die Intensitäten von R und T werden als Reflektivität R^2 und Transmissivität T^2 definiert¹. Unter der Voraussetzung, daß kein Energieverlust (z. B. durch Absorption) auftritt, gilt dann: $R^2 + T^2 = 1$.

Die unter dem Winkel θ einfallende Wellenfront wird bei der Reflexion an den beiden Spiegeln jeweils um einen konstanten Wert R_1 bzw. R_2 gedämpft. Die Transmission ist für diese Betrachtung nur sekundär. Bei der Reflexion am optisch dichteren Medium (hier beim Übergang vom Zwischenraum zwischen den Reflektoren in das Glas mit $n > 1$) entsteht zudem ein Phasensprung von 180° ; am optisch dünneren Medium entsteht kein Phasensprung. Nach n Reflexionen (n ist hier nicht die Brechzahl!) erhält man gemäß Bild A1.1, bezogen auf den Zeitpunkt und die Phasenlage der einlaufenden Wellenfront, ein Interferenzsignal Ψ_R

$$\Psi_R = -R_1 + T_1^2 \sum_{p=0}^n R_1^p \cdot R_2^{(p+1)} \cdot e^{i[(p+1)g + (2p+1)\pi]} \quad (A1.2a)$$

bzw. allgemein in komplexer Schreibweise

$$\Psi_R = -R_1 + T_1^2 \sum_{p=0}^n R_1^{(p+1)} \cdot R_2^p \cdot e^{i[\omega t + (p+1)k\gamma + (2p+1)\pi]}, \quad (A1.2b)$$

wobei γ der durch den Abstand s verursachte Gangunterschied ist.

Für die weiteren Betrachtungen kann, wie im Abschnitt 2.2 erläutert, von der Annahme ausgegangen werden, daß die beiden Reflektoren gleicher Art sind. Daraus folgt für $R_1 = R_2$

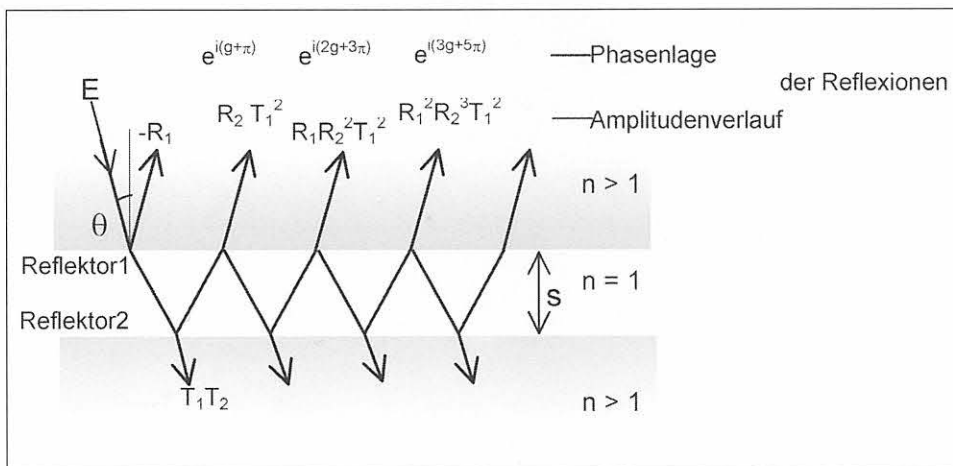


Bild A1.1: Grundaufbau eines Fabry-Pérot-Interferometers (n - Brechzahl des Mediums im Zwischenraum, R und T sind Amplitudenwerte, nicht Intensitäten).

Beim Durchlaufen einer Wellenfront durch die Reflektoren 1 und 2 entsteht ein Gangunterschied zwischen den interferierenden Wellenfronten von $\gamma = 2n \cdot s \cdot \cos \theta$. Mit $k = 2\pi/\lambda$ folgt die abstandsbezogene Phasendifferenz

$$k \cdot \gamma = g = 2k \cdot n \cdot s \cdot \cos \theta \quad (A1.1)$$

wobei g das Phaseninkrement der Wellenfront ist, die an beiden Spiegeln reflektiert wurde.

¹ In der Literatur werden die Größen R und T unterschiedlich bezeichnet, was zu Verwirrungen, insbesondere bei der Quantifizierung des Reflexions- oder Transmissionsvermögens, führt. In dieser Arbeit wird bei Reflexion an der Glasoberfläche der Reflexionskoeffizient $R = (1-n)/(1+n) = -0,2$ eingeführt. Daraus folgt an einem Übergang von Luft zu Glas mit $n = 1,5$ der Reflexionskoeffizient $R = -0,2$, was einer Reflektivität von $R^2 = 0,04$ bzw. 4 % entspricht.

$$\Psi_R = -R + T^2 \sum_{p=0}^n R^{(2p+1)} \cdot e^{i[(p+1)g + (2p+1)\pi]} \quad (A1.3)$$

Nach Umstellung und Ausrechnung der Winkelbeziehungen erhält man Gleichung (A1.3) als geometrische Reihe

$$\Psi_R = -R - T^2 R \cdot e^{ig} \sum_{p=0}^n [R^2 \cdot e^{ig}]^p \quad (A1.4)$$

Gleichung (A1.4) hat für eine Vielzahl von Reflexionen ($n \rightarrow \infty$) die Summe

$$\Psi_R \Big|_{n \rightarrow \infty} = -R - \frac{T^2 \cdot R e^{ig}}{(1 - R^2 \cdot e^{ig})} \quad (A1.5a)$$

Für eine geringe Anzahl von Reflexionen erhält man als Summe der endlichen geometrischen Reihe

$$\Psi_R \Big|_n = - \left(R + T^2 \cdot R \cdot e^{ig} \cdot \frac{1 - (R^2 \cdot e^{ig})^n}{(1 - R^2 \cdot e^{ig})} \right) \quad (A1.5b)$$

Die Intensität des rückgestreuten Signals für eine Vielzahl von Reflexionen errechnet sich aus der Funktion Ψ_R durch Multiplikation mit ihrem konjugiert-komplexen Anteil $\Psi \cdot \Psi^*$:

$$I_R = \frac{|E_0|^2}{2} \left(R^2 + \frac{T^4 R^2 - 2T^2 R^4 + 2T^2 R^2 \cdot \cos g}{1 + R^4 - 2R^2 \cdot \cos g} \right) \quad (A1.6)$$

Da Absorptionsfreiheit ($T^2 + R^2 = 1$) angenommen werden kann, folgt nach Umrechnung und Einführung des halben Arguments ($g/2$) in die Winkelfunktion

² Es gibt in der Fachliteratur voneinander abweichende Definitionen. Die hier benutzte Definition lehnt sich an die von Lipson u.a., (1990) verwendete an.

$$I_R = \frac{|E_0|^2}{2} \left(\frac{5R^2 - (1 - 2R^2)F \sin^2\left(\frac{g}{2}\right)}{1 + F \sin^2\left(\frac{g}{2}\right)} \right) \quad (A1.7)$$

Der Faktor $F = 4R^2 / (1 - R^2)^2$ bestimmt die Form des sinusförmigen Intensitätsverlaufs. Er wird in einigen Veröffentlichungen als „Finesse“ des Interferometers bezeichnet und bestimmt die Breite bzw. Schärfe der Interferenzstreifen². Im folgenden soll gemäß Gleichung (A1.7) das Reflexionsverhalten des Fabry-Pérot-Interferometers mit Luft im Resonatorraum ($n = 1$) für eine rechtwinklig zu den Spiegeln auftreffende Strahlung ($\cos \theta = 1$) und für die auf die Eingangsintensität $I_0 = |E_0|^2/2$ bezogene Reflexion diskutiert werden. Die Winkelfunktion in Gleichung (A1.7) besitzt zwei Grenzwerte. Mit $g/2 = k \cdot s$ erhält man:

a) $\sin^2\left(\frac{g}{2}\right) = 0$ für $k \cdot s = 2 \cdot m \cdot \pi$
für $m = 0, 1, 2, \dots$

b) $\sin^2\left(\frac{g}{2}\right) = 1$ für $k \cdot s = (2m + 1) \cdot \pi$
für $m = 0, 1, 2, \dots$

Für den Fall a) folgt eine Intensität des rückgestreuten Interferenzsignals $I_R = 0$, d. h., es wird sämtliche eingestrahlte Leistung transmittiert. Im Fall b) folgt

$$\frac{I_R}{I_0} = \frac{F}{1 + F}$$

Um auswertbare Intensitätsänderungen zu erhalten, sind aus wellenoptischer Sicht einige Bedingungen zu erfüllen. Die Strahlungsquelle muß monochromatisch strahlen (Laserquelle), da es keinen Sinn macht, wenn

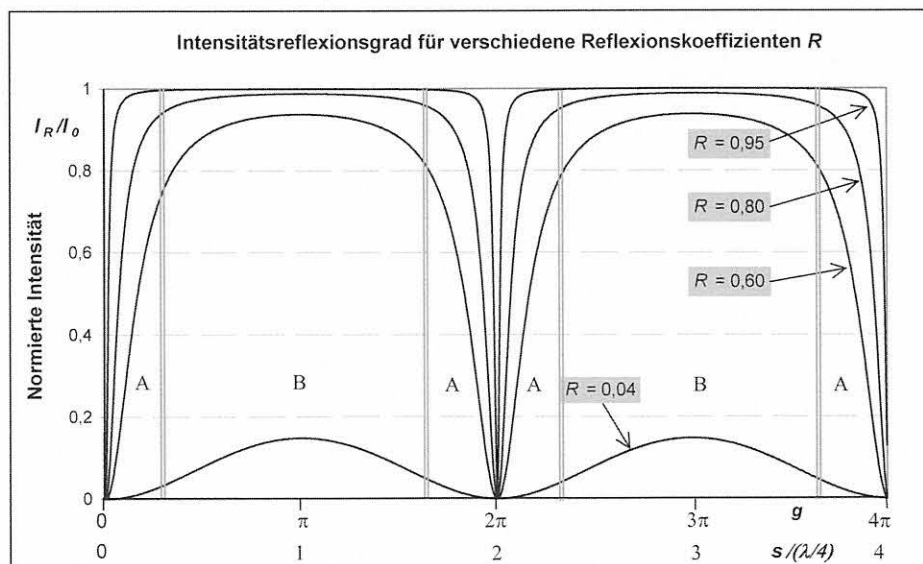


Bild A1. 2:
Interferenzbild eines Fabry-Pérot-Interferometers bei einem Verformungsweg s .
(Bei Ersetzen des Phaseninkrements g durch die Wellenzahl $k = 2\pi/\lambda$ wird offenbar, daß die „0“- und die „1“-Durchgänge der Intensitätsfunktion [Gleichung (A1.7)] den jeweiligen Vielfachen einer Viertelwellenlänge der Strahlung entsprechen.)

sich bei breitbandigen Quellen die Ordnungen verschiedener Wellenlängen überlappen. Das Auftreffen der Strahlen auf den Reflektoren sollte rechtwinklig erfolgen, d. h. für den Winkel θ gilt dann $\cos \theta = 1$. Dies läßt sich mit ausreichender Güte durch Verwendung einer Monomodefaser als Einkopplungsfaser erreichen. Um sicherzustellen, daß bei Reflexion der interferierenden Wellenfronten keine Änderung der abstandsabhängigen Phasenbeziehung auftritt, sollte der Abstand der Reflektoren nicht kleiner sein, als einige Wellenlängen der benutzten Strahlung, d. h. $s \geq 4 \mu\text{m}$.

Bild A1.2 zeigt den auf I_0 normierten Intensitätsverlauf der reflektierten Strahlung eines Fabry-Pérot-Interferometers gemäß Gleichung (A1.7), wenn sich die Phasenlage zwischen den reflektierten Wellenfronten durch Änderung des Spiegelabstands verändert. Der Parameter F ist ein Maß für die Reflektivität der Spiegelflächen.

In Bild A1.2 werden Dimensionierungskriterien bei der Verwendung eines Vielstrahl-Fabry-Pérot-Interferometers als Verschiebungsgeber bzw. als Dehnungssensor deutlich. Der Verlauf der Funktion $I_R / I_0 = f(s)$ wird dominiert durch den Parameter F in Gl. (A1.7), der die Reflektivität der Spiegel beschreibt. Für große Reflexionsfaktoren - und nur für solche wurde die Intensitätsfunktion abgeleitet - folgt bei Veränderung des Reflektorenabstands s für einen nur sehr kleinen Bereich von Δs eine empfindliche Reaktion des Sensors (Bereich A). Bei weiterer Veränderung von s liefert das Interferometer keine Intensitätsänderung und somit kein Sensorsignal (Bereich B). Die Empfindlichkeit im sensitiven Bereich A ist sehr hoch und kann durch Differenzierung der Gleichung (A1.7) bestimmt werden:

$$\frac{d}{ds} \left(\frac{F \sin^2(k \cdot s)}{1 + F \sin^2(k \cdot s)} \right) = \frac{4\pi}{\lambda} \left(\frac{F \sin(k \cdot s) \cdot \cos(k \cdot s)}{1 + F \sin^2(k \cdot s)} \right) \quad (\text{A1.8})$$

Bei geringer werdenden Reflektivitäten der Spiegel nimmt die Steilheit der Flanken ab. Dadurch nimmt zwar der auswertbare Verschiebungsbereich des Sensors zu, gleichzeitig nimmt aber bei steigendem Spiegelabstand der Interferenzkontrast V (Kontrast der Intensitätsverteilung des Interferenzmusters) ab. Bild A1.2 zeigt Interferenzstreifenbilder für geringere Reflektivitäten der Faserstirnflächen; die Kurven verlaufen flacher. Wenn optische Fasern nur gebrochen und unverspiegelt verwendet werden, wird beispielsweise eine geringe Reflektivität von etwa 4 % erzielt. Der geringe Interferenzkontrast von Fabry-Pérot-Interferometern mit geringer Finesse führt bei zunehmendem Abstand der Spiegel zu Schwierigkeiten bei der Auswertung des reflektierten Signals, so daß gegenüber verspiegelten Reflektoren nur geringere Verschiebungen der Faserstirnflächen möglich sind.

Die Berechnung der Intensität von Fabry-Pérot-Interferometern mit geringen Reflektivitäten basiert auf der Überlagerung einer geringen Anzahl von interferenz-

fähigen Wellenfronten. Der allgemein übliche Ansatz für Fabry-Pérot-Interferometer mit hoher Finesse nach Gleichung (A1.7) ist hier nicht möglich. Mit ausreichender Näherung ergibt sich die Intensität aus der Superposition zweier interferierender (harmonischer) Wellen zu

$$\frac{I_R}{I_0} = R_A + R_B + 2\sqrt{R_A R_B} \cdot \cos \left(\frac{4\pi s}{\lambda_0} \right), \quad (\text{A1.9})$$

wobei R_A und R_B die Reflektivitäten der beiden Faserstirnflächen beschreiben. Im Fall gleicher Reflektivitäten, was bei Faser-Fabry-Pérot-Interferometern angenommen werden kann, folgt

$$\frac{I_R}{I_0} = 2R \left[1 + \cos \left(\frac{4\pi s}{\lambda_0} \right) \right]. \quad (\text{A1.10})$$

Bild A1.3 zeigt den gemessenen Intensitätsverlauf des im Pkt. 2.5.2 beschriebenen extrinsischen Fabry-Pérot-Interferometers (EFPI) mit unverspiegelten, d. h. gering reflektierenden ($R^2 = 4 \%$) Stirnflächen. Analog der Wirkungsweise eines Interferenzdilatometers nach Fizeau [Kohlrausch, (1968)] treten Intensitätsmaxima immer dann auf, wenn die Reflektoren um eine halbe Wellenlänge der Strahlung verschoben werden, d. h. die Aufzeichnung einer vollen Periode entspricht einer Verschiebung der Reflektoren um $\lambda/2$. Im Bild A1.3 sind 181 Vollwellen markiert worden, woraus für eine Strahlungswellenlänge von 1300 nm eine auswertbare Reflektorverschiebung von 117,65 μm folgt. Bei einer Meßlänge eines eingebetteten Sensors von 12 mm entspräche dies einer meßbaren Matrixdehnung von 9,8 mm/m (9,8 ‰). Der abnehmende Interferenzkontrast zeigt, daß für die hier vorliegenden Reflektivitäten der Spiegel ein maximaler Stirnflächenabstand (Meßbereich) von ca. 120 μm erreichbar ist. Eine weitere Vergrößerung des Meßbereichs läßt die eindeutige Zuordnung einer Reflektorabstandsänderung zu einer Dehnung oder Kontraktion des Sensors nicht mehr zu. Für größere Meßbereiche muß das Reflexionsvermögen der Stirnflächen vergrößert werden, beispielsweise durch Sputtern o. ä.. Dies hätte allerdings eine Verschlechterung der Auflösung der Dehnungsänderung zur Folge (s. Bild A1.2). De Vries, (1995) gibt für absolut messende EFPI-Sensoren, die durch Goldbesputterung eine hohe Finesse ($R^2 = 95 \%$) besitzen, eine Auflösung von nur 100 $\mu\text{m}/\text{m}$ an.

Aus den theoretischen Überlegungen sollen nachfolgend die meßtechnischen Probleme bei der Nutzung dieses hochauflösenden Meßverfahrens zusammengefaßt werden. Im Bild A1.4 ist ein Teil des Kurvenverlaufs aus Bild A1.3 schematisch nachgestellt. Ein stetiger Durchlauf des periodischen Intensitätssignals zwischen Maximum und Minimum (Punkte b) gestattet die Ermittlung des Viertelwellenlängen-Werts. Daraus wird der Sensor kalibriert. Ist bei einer Messung der Durchlauf eindeutig stetig, so hat keine Richtungs-

umkehr der Verformung stattgefunden. Findet genau bei Durchlaufen der Extrema eine Richtungsumkehr der Verformung statt, kann ohne zusätzliche Informationen, z. B. durch Auswertung des Meßsignals für eine zweite Wellenlänge, diese Richtungsumkehr nicht detektiert werden. Eine Richtungsumkehr ist nur erkennbar, wenn diese zwischen den Extrema stattfindet (Punkt c in Bild A1.4). Bild A1.5 zeigt eine gemessene Verformung, bei der eine Richtungsumkehr eindeutig detektiert werden konnte.

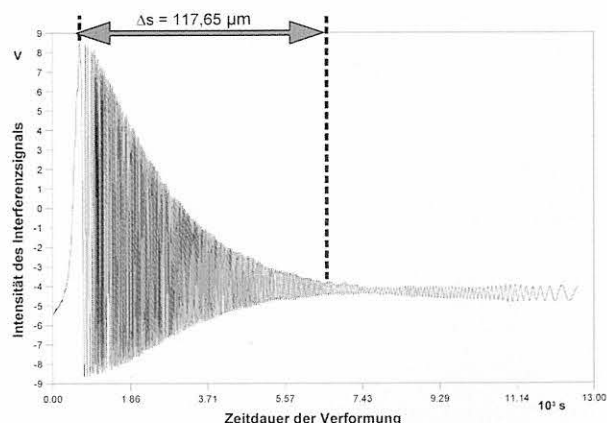


Bild A1.3: Meßsignal eines gedehnten EFPI-Sensors ($\lambda = 1300 \text{ nm}$, Meßlänge: 12 mm) (Intensität in Einheiten der elektrischen Spannung gemessen).

Die gegen Null gehende Empfindlichkeit des Sensors in Nähe der Extremwerte ist nur problematisch, wenn einerseits Verformungen der Größenordnung einer Viertelwellenlänge der verwendeten Strahlungsquelle aufgelöst werden sollen, bzw. wenn andererseits bei Ausnutzung der vollen Auflösung des Sensors die Reflektoren gerade im Abstand einer Viertelwellenlänge stehen. Diese Ausnahmesituation wird bei den Mikrodehnungsmessungen durch die im Pkt. 2.5.2 beschriebenen Verfahren (Installation mehrerer Interferometer, Mehrwellenlängen-Verfahren) vermieden.

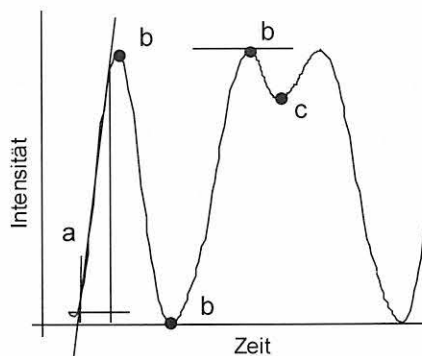


Bild A1.4: Prinzipieller Intensitätsverlauf bei Abstandsänderung der Reflektoren (a - beliebiger Startpunkt, b - Extremwerte, c - Richtungsumkehr).

Die erreichbare Auflösung des Sensors - ungeachtet der einbettungstechnischen Details - wird durch die Steilheit des annähernd linearen Teils der cos-Funktion (eingezeichnete Gerade in Bild A1.4) bestimmt. Beim Auslesen des optischen Signals und Konvertierung in ein elektrisches hängt letztlich die Meßauflösung

vom verwendeten A/D-Wandler ab. Eine kostengünstige Lösung mit einem 12-bit-Wandler als Basis für die Mikrodehnungsmessungen ermöglicht die Digitalisierung in $(4096-1)$ Schritten und liefert somit bei $\pm 12 \text{ V}$ -Aufzeichnung der Viertelwellenlänge des Sensorsignals eine Auflösung von 8 nm/m.

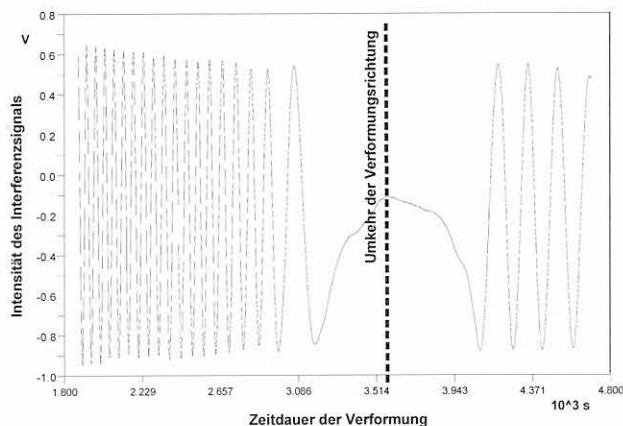


Bild A1.5: Meßsignal eines EFPI-Sensors ($\lambda = 1300 \text{ nm}$, Meßlänge: 12 mm) bei Umkehr der Verformungsrichtung (von Dehnung zu Stauchung).

Quellenangaben

Lipson, S. G.; Lipson, H.; Tannhauser, D. S. (1995): Optical Physics (3. Edition), Cambridge, University Press. Kapitel 9: Interferometry.

Kohlrausch, F. (1968): Praktische Physik, Bd. 1. B.G. Teubner-Verlag Stuttgart.

de Vries, M. J. C. (1995): Optical Fiber Sensors for Advanced Civil Structures. PhD Dissertation Virginia State Polytech, Blacksburg, VA (USA).

Anlage 2

Simulation des betonchemischen Angriffs optischer Glasfasern

- A. Untersuchungsmethodik und Prüflinge**
- B. Versuchsapparatur und -durchführung**
- C. Ergebnisse**
- D. Oberflächenrauigkeit nach betonchemischer Beanspruchung**

A. Untersuchungsmethodik und Prüflinge

Entcoatete und gereinigte Standard-Lichtwellenleiter-Fasern (Durchmesser 125 µm) werden in PTFE¹-Schläuchen (Innendurchmesser 3,1 mm) alkalischen Lösungen ausgesetzt. Bei dieser Methodik wurde von der gemäß DIN ISO 695 (1994) vorgeschlagenen Vorgehensweise zur Prüfung der Laugenbeständigkeit von Gläsern abgewichen, da die Oberfläche der Glasfasern nicht von bewegter Lösung umspült wird. Zur Abschätzung der Löslichkeit des Kieselglas-Netzwerks wurde die Porenlösung nach definierter Lagerungszeit mittels Atomabsorptionsspektroskopie untersucht.

Die beim Entcoaten der Fasern sofort einsetzende Wasserdampfkorrosion an der Glasoberfläche beeinflusst zwar mikroskopisch die Oberfläche der Glasfasern, eine signifikante Überlagerung dieses physikalischen Vorgangs mit der zu bewertenden Netzwerkauflösung durch den chemischen Angriff ist wegen der unterschiedlichen Reaktionszeiten nicht zu erwarten.

Die verwendeten Porenlösungen zur Simulation des chemischen Angriffs werden vor und nach Faserlagerung auf gelöste Bestandteile des Glases untersucht. Hierfür wurde eine Masse von ≥ 100 mg Fasermaterial in einem PTFE-Schlauch dem chemischen Angriff ausgesetzt. Diese Masse an Faser entspricht einer Länge von ca. 4 m. Die (mechanisch) entcoateten Faserstücke waren jeweils 300 mm bis 700 mm lang. Da die Oberfläche der Glasfasern (Mantelglas) eine geringfügig vom Kernglas abweichende Zusammensetzung aufweist, wurde das Verhältnis Kernfläche/Mantelfläche abgeschätzt. Es betrug bei diesem Versuch ca. 1 : 13500. Damit ist ein Einfluß durch die Faserstirflächen (= Kernglas) vernachlässigbar. Die gewählte Fasermenge bot genügend Angriffsfläche für die Porenlösung, so daß zu analysierende Bestandteile oberhalb der Auflösungsgrenze der Analyseeinrichtung liegen². Die Fasern (Typ Gradientenindexfaser, $d_a = 125$ µm, Fa. Rheinshagen Kabelwerke AG) wurden unmittelbar vor dem Einbringen in die Prüfschläuche vom Coating befreit und mit Aceton gereinigt, um Schmutzpartikel mit eventuell silikatischem Charakter, die die Meßaussage verfälschen könnten, zu beseitigen.

Tabelle A2.1:
Zusammensetzung der gewonnenen Zementmörtelporenlösungen
(ohne Kontakt mit PTFE-Schlauch und Glasfasern)

Zemente	Konzentration der Bestandteile					
	in mmol/l					In mg/l
	Hydroxid	Sulfat	Natrium	Kalium	Calcium	SiO ₂
CEM I 42,2 R	150,0	114,5	47,7	313,3	14,3	4,3
CEM III/A 32,5	77,0	26,6	5,1	88,3	22,7	4,1
CEM III/B 32,5-NW/SH	76,0	22,8	6,3	55,1	26,7	2,1

Aus dem Hydroxid-Gehalt der Porenlösungen wurde ihr pH-Wert berechnet (Tabelle A2.2):

Berechnungsbeispiel:

$$\text{OH}^- \text{-Konzentration für CEM I: } 150 \text{ mmol/l Hydroxid}$$

$$\text{pOH} = -(\log 150 \cdot 10^{-3}) = -(2,18 - 3) = 0,82$$

$$\text{pH} = 14 - 0,82 = 13,18$$

Die Testlösungen für diese Untersuchungen waren Zementmörtelporenlösungen, die nach zweistündiger Hydratationszeit gewonnen wurden. Aufgrund der Annahme, daß die CSH-Phasen-Bildung an der Oberfläche des Glases angriffshemmende Wirkung hat, wurden unterschiedliche Zemente zur Herstellung der Zementmörtelporenlösungen gewählt: Portlandzement CEM I sowie Hochofenzemente CEM III/A und CEM III/B mit hohem Hüttensandanteil [nach DIN 1164-31, (1990)]. Tabelle A2.1 zeigt die Zusammensetzung der untersuchten Porenlösungen.

Tabelle A2.2: Berechnete pH-Werte der Porenlösungen

Zementporenlösung	pH-Wert
CEM I	13,2
CEM III/A	12,9
CEM III/B	12,9

Wegen der hohen Reinheit des synthetischen Kieselglases wurde als Kriterium für einen erfolgten chemischen Angriff die Veränderung des SiO₂-Gehalts der Porenlösung gewählt. Um Wechselwirkungen der Porenlösungen mit dem Kunststoffschlauch auszuschließen, wurden die SiO₂-Konzentration der im Schlauch befindlichen Porenlösungen überwacht („Nullproben“). Die Analyse der Porenlösungen erfolgte naßchemisch und mittels Atomabsorptionsspektroskopie.

¹ Glasgefäße wurden vermieden, da der Prüfling aus Glas besteht.

² Die Untersuchungen mit dem Atomabsorptionsspektrometer wurden von Dr. rer. nat. Hoffmann, IEMB e. V. an der TU Berlin durchgeführt.

B. Versuchsapparatur und Versuchsdurchführung

Die Kunststoffschläuche wurden zwischen zwei Ständern so aufgehängt, daß eine vollständige Einlagerung der Fasern in den Porenlösungen gewährleistet war. Die benutzten PTFE-Schläuche waren zwar steif und unhandlich, jedoch zeigten diese die erforderliche chemische Stabilität³. Bei einer Schlauchlänge von 710 mm betrug das Volumen der Porenlösung in den Schläuchen $V_{Pl} = 5$ ml.

Wegen elektrostatischer Aufladung der Fasern und des Schlauchmaterials wurde die Porenlösung in die Schläuche eingesaugt. Die Fasern wurden nach 24 Tagen in die im Schlauch vorgealterte Porenlösung als Bündel, bestehend aus mehreren Einzelfasern, eingeführt und anschließend vereinzelt. Die PTFE-Schläuche mit der Porenlösung allein sowie mit den Fasern wurden zeitgleich aufgespannt. Alle Schlauchexemplare wurden an beiden Enden gegen Lufteintritt abgedichtet.

³ Voruntersuchungen ergaben, daß flexible Silikonschläuche nicht für die Verwendung von Porenlösungen geeignet sind, da zunächst Silizium aus dem Schlauch ausgelaugt wurde und nach einigen Tagen die Porenlösung von den Schläuchen vollständig absorbiert worden war.

⁴ Die AFM-Aufnahmen wurden in der BAM Berlin, Fachgruppe VI.3, von Dr. Sturm angefertigt.

C. Ergebnisse

Pro 5 ml ausgepreßter Zementmörtelporenlösung (Alter: 2 h) wurden ca. 5,5 m Glasfaser über einen Zeitraum von 24 Tagen beansprucht. Die Ergebnisse der chemischen Analyse sind in Tabelle A2.3 zusammengestellt.

Die Porenlösung wird vom PTFE-Schlauch nicht absorbiert. Der SiO_2 -Gehalt der Porenlösung im Kunststoffschlauch änderte sich jedoch, so daß eine Wechselwirkung mit dem Polymermaterial des Prüfschlauches angenommen werden muß. Auffallend ist eine deutliche Verringerung des SiO_2 -Gehalts in der Portlandzement-Porenlösung. Die Schwankungen im SiO_2 -Gehalt von Hochofenzement-Porenlösung im Kunststoffschlauch liegen innerhalb der Meßunsicherheit des Meßverfahrens.

Nach 24-tägiger Lagerung der Kieselglasfasern in CEM III/B-Porenlösung wurde keine signifikante Änderung des SiO_2 -Gehalts gemessen. Bei Angriff von Portlandzement-Porenlösung steigt der SiO_2 -Gehalt bei Lagerung von Fasern gering an. Als Ursache wird die aggressive Wirkung von KOH- und NaOH-Anteilen in der PZ-Mörtel-Porenlösung (vgl. Tab. A2.1) angesehen. In der Literatur wird hauptsächlich der Gewichtsverlust als Maß für die Löslichkeit des Glases veröffent-

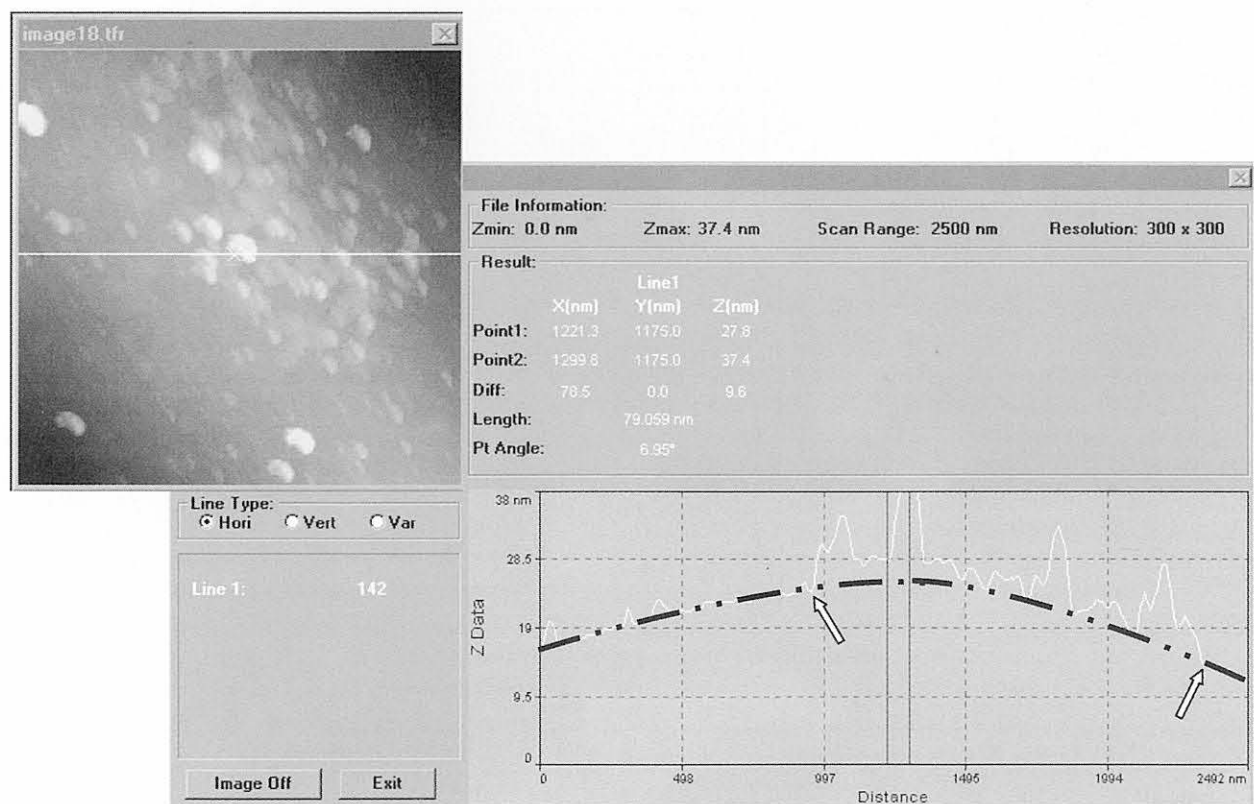


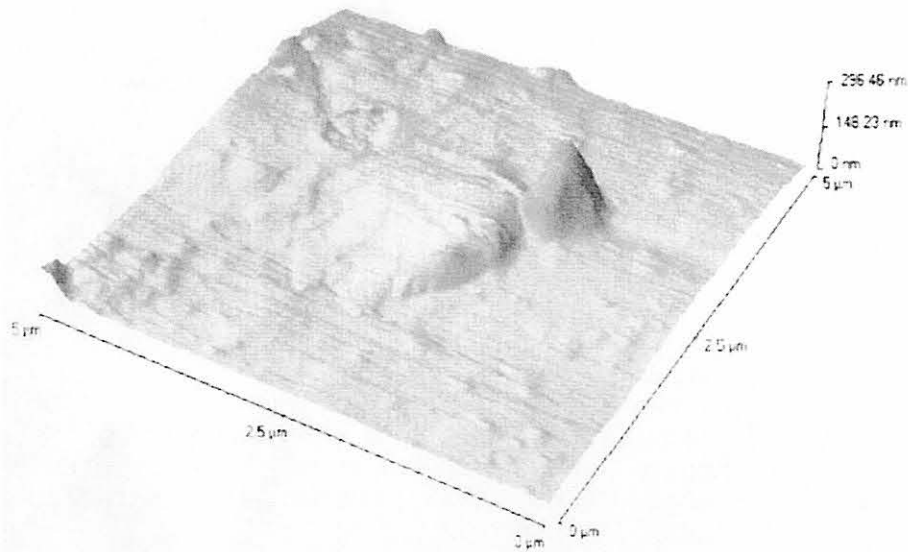
Bild A2.1:

Profil eines Oberflächenausschnitts einer optischen Glasfaser nach eintägiger Lagerung in Porenlösung, bestehend aus 10 % KOH, 10 % NaOH und 80 % $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ⁴.

Die Vertiefung am Rand von Ablagerungen beträgt < 1 nm.

(Der Strich im Bild oben links markiert die gescannte Oberflächenkontur, die Pfeile weisen auf angelöstes Glasmaterial am Rand von Ablagerungen hin.)

gf0122c



gf0122c

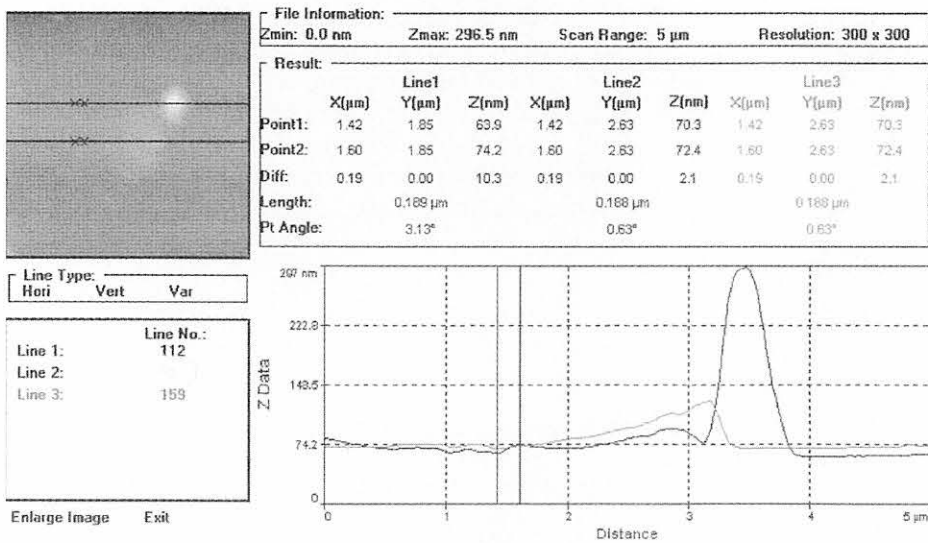


Bild A2.2:

Profil eines Oberflächenausschnitts einer optischen Glasfaser nach 24tägiger Lagerung in CEM I-Mörtel-Porenlösung (pH = 13,2) ⁵. Die Vertiefung am Rand von Ablagerungen beträgt < 11 nm, wobei die Ränder verschliffen sind.

Tabelle A2.3:

SiO₂-Gehalt von Zementporenlösungen (Alter: 2 h) nach Lagerung optischer Fasern (Die Meßunsicherheit der Messungen beträgt ± 0,5 mg/l).

Zementporenlösung	SiO ₂ - Gehalt [mg/l]		
	Ausgangswert nach Herstellung	24 Tage Wechselwirkung mit Kunststoffschlauch (ohne Glasfaser)	In vorgealterter Porenlösung 24 Tage lang gelagerte Glasfasern
CEM I	4,3	2,2	3,3
CEM III/B	2,1	2,6	1,7

⁵ Die AFM-Aufnahmen wurden in der BAM Berlin, Laboratorium VIII.22, von Herrn Dipl.-Ing. Sahre angefertigt.

fentlicht. Hinsichtlich des z. B. von Scholze, 1988 veröffentlichten Gewichtsverlusts von $430 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ für Kieselglas, das 100 h bei 80°C in 1 molarer KCl-Lösung lagerte, ist die Auslaugung des Glases optischer Fasern als unbedeutend einzustufen.

D. Oberflächenrauigkeit nach betonchemischer Beanspruchung

Die topologischen Veränderungen der Oberfläche alkalisch beanspruchter optischer Gläser wurden zunächst mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) durchgeführt. Da teilweise sehr geringe Rauigkeiten auftraten, wurde das Rasterkraftmikroskop (AFM⁶) für die Untersuchungen verwendet. Die in Kapitel 4 (Bilder 4.24a und 4.24b) sowie in dieser Anlage dokumentierten AFM-Aufnahmen (Bilder A2.1 und A2.2) sind eine Auswahl aus den Untersuchungen an 16 Prüflingen.

Quellenangaben

Scholze, H. (1988): Glas - Natur, Struktur und Eigenschaften. Springer-Verlag Berlin-Heidelberg-New York-London-Paris-Tokyo. 3. Auflage.

⁶ Atomic Force Microscope

Anlage 3

Zugfestigkeitsuntersuchungen an optischen Glasfasern - Theoretisches Modell und Experimentiertechnik

- A. Festigkeitsmodelle für optische Glasfasern**
- B. Ermüdung der Glasfaser und Berechnung der Lebensdauer**
- C. Experimentiertechnik**

Zugfestigkeitsuntersuchungen an optischen Fasern sind ein wichtiges experimentelles Hilfsmittel zur Bewertung sowohl der Ausgangsmaterialien für Fasersensoren als auch der Funktionstauglichkeit der in der alkalischen Matrix betriebenen Sensoren. Nachfolgend werden die Grundlagen und die experimentelle Basis für diese Untersuchungen erläutert.

A. Festigkeitsmodelle für optische Glasfasern

Hochreine Glasfasern, wie sie für die optische Nachrichtenübertragung und die Fasersensorik hergestellt werden, sind bis zum Bruch des Glasnetzwerks nahezu ideal elastisch, wenn keine Defekte in der Glasoberfläche vorhanden sind. Die theoretische Festigkeit σ_{th} eines defektfreien Kieselglases errechnet sich aus der kohäsiven Festigkeit der Si-O-Bindung [Senior, (1985)]

$$\sigma_{th} = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma_{Gl}}{4 \cdot l_a}} \quad (\text{A3.1})$$

γ_{Gl} ist die spezifische Oberflächenenergie des Glases bei Eintreten eines Bruches. Die Angaben für γ_{Gl} schwanken zwischen 2,29 N/m [Senior, (1985)] und 5,0 N/m [Uhlmann/Kreidel, (1980)]. l_a ist der Atomabstand und beträgt 0,16 nm. Mit einem E-Modul für optisches Glas von 70,0 GPa bis 72,1 GPa folgt eine theoretische Festigkeit von 15,8 GPa bis etwa 20 GPa.

Da an der Oberfläche von Glasfasern immer Risse oder Fremdpartikel-Einschlüsse vorhanden sind, ist die Zugfestigkeit keine Materialeigenschaft der Glasfaser, sondern repräsentiert die Größe und Verteilung von Defekten. Bei Dehnung des Glases entstehen an den Fehlerstellen hohe lokale Spannungskonzentrationen. An der Rißspitze verformt sich das Glas plastisch, und ein Bruch des Materials wird eingeleitet.

Zur analytischen Abschätzung der Festigkeit spröder Materialien mit Oberflächendefekten wird üblicherweise die Griffith-Theorie [Scholze, (1988)] genutzt, die von der Energiebilanz der instabilen Rißausweitung ausgeht. Griffith nahm an, daß die durch Verlängerung eines Risses frei werdende elastische Energie gleich oder größer ist, als die Energie, die zur Bildung der neuen Oberfläche erforderlich ist. In diesem Fall breitet sich ein vorhandener Riß instabil aus, d. h. ohne äußere Energiezufuhr. Aus diesem Kriterium berechnete er die erforderliche Spannung σ_B , bei der ein Bruch eintritt:

$$\sigma_B = \sqrt{\frac{2E \cdot \gamma_{Gl}}{\pi \cdot l_{Rc}}} \quad (\text{A3.2})$$

l_{Rc} ist die Rißtiefe des Oberflächenrisses (Griffith-Länge), die zum Bruch führt (instabiles Rißwachstum).

Die Anwendung der Griffith-Gleichung zur Abschätzung der Bruchfestigkeit bereitet bei optischen Glas-

fasern Probleme. Bei gecoateten Fasern, z. B. bei Faser-Bragg-Gittern, ist die Angabe der Rißtiefe unmöglich, bei nackten optischen Komponenten, z. B. bei steifen EFPI-Sensoren, unpraktikabel. Das Griffith-Modell wurde weiterentwickelt mit der Annahme großer Kohäsionskräfte in einem endlichen Bereich am Rißende, die die Rißoberflächen zusammenhalten und zu einem verzögerten Rißwachstum führen. Trotz dieser Weiterentwicklung wird heute, auch bei optischen Fasern, eher von Modellen, die auf der zweidimensionalen Spannungsverteilung im Bereich des Risses basieren, ausgegangen [Blumenauer/Pusch, (1973)]. Sneddon [zitiert in Blumenauer/Pusch, (1973)] berechnete in einem Volumenelement die Spannung an der Rißspitze (in der Schnittlinie des Risses) zu

$$\sigma = \frac{K}{\sqrt{2\pi \cdot r}} \quad \text{Gl. (A3.3)}$$

r ist im Volumenelement die Entfernung des Angriffspunktes der Spannung von der Rißspitze. Die Konstante K kann als Maß für die Spannungskonzentration an der Rißspitze angesehen werden; Irwin [zitiert in Blumenauer/Pusch, (1973)] führte die Bezeichnung ‚Spannungsintensitätsfaktor‘ ein. Für die bei zugbelasteten Glasfasern vorherrschende Rißöffnungsart I (einfache Rißöffnung ohne Längs- und Querschere) wird der Spannungsintensitätsfaktor K_I als Werkstoffkennwert benutzt. Wenn ideal inerte Bedingungen vorliegen, wie z. B. in sehr trockener Umgebung, bei tiefer Temperatur (etwa im flüssigen Stickstoff) oder im Hochvakuum, ist kein Rißwachstum vorhanden. Irwin zeigte, daß bei Anstieg der Spannung σ auf den Wert der inerten Festigkeit S der Spannungsintensitätsfaktor K_I einen kritischen Wert K_{Ic} erreicht. Bei diesem Wert tritt instabiles Rißwachstum und folglich Bruch ein. K_{Ic} ist als charakteristische Kenngröße für den Brucheintritt von großer praktischer Bedeutung und wird Bruchzähigkeit genannt (Einheit: MPa $\sqrt{\text{m}}$). Unter inerten Bedingungen läßt sich für Glasfasern folgende Versagensbedingung formulieren [Bogatyrjov u.a., (1991)]:

$$S = \frac{K_{Ic}}{Y \sqrt{l_{Rc}}} \quad (\text{A3.4})$$

Y ist ein dimensionsloser Geometriefaktor, der vom Bruchtyp, von der Lastart, der Probengeometrie und vom Verhältnis von Rißtiefe zu Probengröße abhängt. Für einen elliptischen Riß in einer unter Zugspannung stehenden Glasfaseroberfläche (Rißebeine normal zur Faserachse) gilt $Y = \sqrt{\pi}$ [Senior, (1985)].

Unter natürlichen Umgebungsbedingungen oder bei chemischem Angriff setzt eine zeitabhängige Veränderung der Glasoberfläche ein, und es gilt allgemein für den Spannungsintensitätsfaktor K_I

$$K_I(t) = \sigma(t) \cdot Y \sqrt{l_R(t)} \quad (\text{A3.5})$$

Die Höhe der Spannung hat, wie auch in der Griffith-Theorie, große Bedeutung für die Rißentwicklung. Je

höher die Zugspannung in einer Glasfaser ist, umso schneller wächst ein vorhandener RiB, bis schließlich Bruch eintritt. Bei Langzeitmessungen mit statischen Lasten (s. Abschnitt C.2 in dieser Anlage) ergeben sich geringere Festigkeitswerte als bei dynamischen Messungen mit kürzeren Beanspruchungszeiten. Ebenso werden höhere Festigkeitswerte bei schnellerem Spannungsanstieg gemessen als bei langsamerem Anstieg (s. Absatz B). Der Grenzfall der Inertfestigkeit S wird bei sehr großer Spannungsanstiegsgeschwindigkeit erreicht.

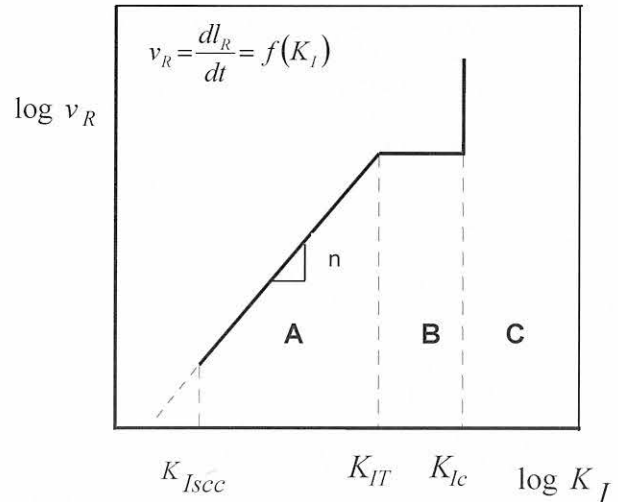
Zur Beschreibung eines langsamen RiBwachstums in einer Sensorfaser geben Kapron/Yuce (1991) einen empirischen Zusammenhang zwischen RiBausbreitungsgeschwindigkeit v_R und Spannungsintensitätsfaktor K_I an:

$$v_R = \frac{dl_R}{dt} = A \cdot K_I^n \quad (\text{A3.6})$$

Die Größen A und n sind Materialkonstanten und hängen von den Umgebungsbedingungen ab. Der dimensionslose Exponent n ist der SpannungsriBkorrosionswiderstand; er wird auch als SpannungsriBempfindlichkeitsfaktor oder als n -Wert bezeichnet. Gleichung (A3.6) gilt nur in einem begrenzten Bereich von K_I . In Bild A3.1 ist der Verlauf der RiBausbreitungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors gezeigt. Der für Festigkeitsbetrachtungen interessante Spannungsbereich ist der Bereich **A**, in dem Proportionalität zwischen $\log v_R$ und $\log K_I$ besteht. In diesem Bereich bilden sich bei Zugspannung Risse („Ermüdung“¹ des Glases) aus, die nach einer Belastungsdauer t_B zum Versagen führen (stabiles, unterkritisches RiBwachstum). Der Verlauf der Kurve im Bereich **A**, charakterisiert durch die Größen n und A in Gleichung (A3.6), wird durch die Temperatur, Luftfeuchtigkeit der Umgebung und den pH-Wert wäßriger Lösungen beeinflusst. Bei Kieselglas gilt diese Proportionalität bis zu außerordentlich geringen Wachstumsgeschwindigkeiten von einigen pm/s.

¹ Der in der Faseroptik-Literatur gebräuchliche Begriff der „Ermüdung“ von Glasfasern beinhaltet weiter gefaßte Sachverhalte als in der Werkstoffkunde üblich. Während Ermüdung in der Werkstoffkunde allgemein das Versagen eines Werkstoffs durch fortschreitendes RiBwachstum infolge SpannungsriBkorrosion oder wiederholter Spannungszyklen (Be- und Entlastung) bezeichnet [Macherath, (1990)], [Hillemeier, (1995)], wird dieser Begriff in der Faseroptik benutzt, um das Versagen optischer Fasern bei unterschiedlichen Beanspruchungszuständen zu beschreiben [Tariyal/Kalish, (1979)], Kapron/Yuce, (1991)]. Statische Ermüdung (static fatigue) beschreibt das allmähliche Versagen von Glasfasern bei Anliegen einer konstanten Spannung, die geringer ist als der Wert, der zu sofortigem Bruch führt (Bruchfestigkeit). Dynamische Ermüdung (dynamic fatigue) dagegen beschreibt das Versagen infolge einer stetig zunehmenden Spannung, die zum Bruch bei einem Spannungswert führt, der kleiner als die Faserfestigkeit in inerter Umgebung ist. Beide Versagensmechanismen sind an die SpannungsriBkorrosion der Glasoberfläche infolge Wasserdampf- oder chemischer Beeinflussung gebunden. Aus diesen Mechanismen sind der statische und dynamische Beanspruchungstest für optische Fasern abgeleitet (vgl. Abschnitt C. in dieser Anlage).

Während bei den meisten Gläsern für den Proportionalitätsverlauf im Bereich **A** ein unterer Grenzwert K_{Isc} angegeben werden kann, unterhalb dessen eine Zugspannung in der Glasfaser nicht zu einem RiBwachstum führt, konnte für Kieselglas dieser Wert K_{Isc} bisher nicht gefunden werden. Diese Tatsache läßt vermuten, daß auch bei sehr geringen Werten von K_I unterkritisches RiBwachstum vorzuliegen scheint. Daraus folgt, daß die Lebensdauer optischer Fasern in jedem Fall begrenzt wäre.



Bereich A: unterkritisches RiBwachstum
 $\log v_R \sim \log K_I$

Bereich B: Übergangsbereich
 $v_R \neq f(K_I)$

Bereich C: Überkritisches RiBwachstum
 v_R sehr groß (ca. 2,2 km/s)

Bild A3.1:

Typische RiBwachstumskurve für Glas [Hunkeler, (1988)], [Glaesemann/Gulati, (1991)].

Die Temperatur, die relative Luftfeuchtigkeit und der pH-Wert wäßriger Lösungen beeinflussen die Steigung im Bereich **A** und die Höhe der RiBwachstumsgeschwindigkeit im Bereich **B**.

Die v -Werte für reines Kieselglas betragen bei Raumtemperatur:
 $K_I = 0,61 \text{ MPa}/\sqrt{\text{m}}$; $K_{Ic} = 0,794 \text{ MPa}/\sqrt{\text{m}}$.

Für Kieselglas ist bislang kein Wert für K_{Isc} angebbbar. Die Temperaturabhängigkeit ist gering (Indizes: scc = stress corrosion cracking, T = transition).

An den Proportionalitätsbereich **A** schließt sich ab einem Wert von $K_{IT} \cong 0,61 \text{ MPa}/\sqrt{\text{m}}$ der Bereich **B** an, in dem die RiBgeschwindigkeit nahezu unabhängig von der Höhe des Spannungsintensitätsfaktors ist. Wiederhorn und Bolz, (1970) ermittelten für diesen Bereich eine RiBwachstumsgeschwindigkeit von $v_{RB} > 0,1 \text{ mm/s}$ (für Raumtemperatur und r.H. = 40 ... 80 %). Bei weiterer Vergrößerung des Spannungsintensitätsfaktors wird bei einem Wert von $K_{Ic} \cong 0,794 \text{ MPa}/\sqrt{\text{m}}$ der Bereich **C** des überkritischen RiBwachstums erreicht [Mecholsky u.a., (1979)]. Hier ist die RiBgeschwindigkeit sehr hoch und beträgt $v_{RC} \cong 2,2 \text{ km/s}$. Zur Gewährleistung einer ausreichenden Lebensdauer von Fasersensoren, die in einem Bauteil permanent Spannungen ausgesetzt

sind, muß gewährleistet sein, daß der Wert K_i im Bereich **A** liegt.

Aus den Betrachtungen folgt, daß für die Lebensdauerabschätzung von faseroptischen Sensoren nur der Bereich **A** relevant ist und die Gleichung (A3.6) die Grundlage für die Zuverlässigkeitsuntersuchungen bildet. Für diesen Bereich wurde auch die im Abschnitt 4.2.3 beschriebene Untersuchungsmethodik abgeleitet.

Bei einem chemischen Angriff der Glasoberfläche muß davon ausgegangen werden, daß die Rißspitze durch Hydrolyse des Glases verändert wird oder Adhäsionskräfte auf die Rißränder durch im Riß abgelagerte Produkte wirken. Die Verwendung des Spannungsintensitätsfaktors liefert dann nur Orientierungswerte für die Bruchspannung. Die Zugkraft sinkt im Moment des Bruchs nicht mehr abrupt ab, sondern nimmt bereits vor Eintritt des Bruchs langsam ab. Die Abweichung vom Spröbruchverhalten wirkt sich auf das Erscheinungsbild der Bruchflächen aus (s. Pkt. 4.2.3 ff.).

Da in einer optischen Glasfaser immer mehrere Defekte unbekannter Art und Ausdehnung vorhanden sind, wird die Bruchspannung in der Mehrzahl der Fälle vom Defekt mit der größten Rißtiefe (Prinzip des schwächsten Kettenglieds) abhängen. Zur Abschätzung des Festigkeitsverhaltens wird die Weibull-Verteilung als typische Verteilung für Früh- und Verschleißausfälle verwendet. Für eine zugbelastete Glasfaser der Länge L ist die empirische kumulative Versagenswahrscheinlichkeit (Ausfallverteilungsfunktion)

$$F(\sigma, L) = 1 - e^{-\frac{L}{L_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \quad (\text{A3.7a})$$

bzw. $R = 1 - F$ die empirische Überlebenswahrscheinlichkeit (Zuverlässigkeitsfunktion).

σ ist die meßtechnisch ermittelte Bruchspannung der Faser, m ist der Weibull-Schärfeparameter, der die Streuung der Festigkeitswerte mit der Länge des Sensors bzw. der Faser beschreibt, σ_0 ist ein Maßstabsparameter, der den Wert der Spannung bei der Ausfallwahrscheinlichkeit $1 - e^{-1} = 0,632$ für eine Faser der Länge L_0 angibt. Bei der Spannung σ_0 sind 63,2 % der Prüflinge der Länge L_0 ausgefallen. Für Proben der Länge L wird der Längenquotient $L/L_0 = 1$. Bei einer Ausfallwahrscheinlichkeit von 50 % wird die Medianfestigkeit $\sigma(L)$ erreicht. Mit steigender Probenlänge nimmt der Wert σ ab, weil Defekte unterschiedlicher Art in der Oberfläche auftreten können (vgl. Bild 4.14). Die für eine gegebene Zugbelastung gemessenen Zeitstandswerte σ werden gemäß Gl. (A3.7a) in das Weibull-Diagramm mit den Achsen $\ln \ln [1/(1-F)]$ und $\ln \sigma$ eingetragen. Der analytische Zusammenhang in diesem Diagramm ergibt sich aus der Umrechnung der Gleichung (A3.7a) zu

$$\ln \ln \frac{1}{1-F} = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0 + \bar{C} \quad (\text{A3.7b})$$

mit $\bar{C} = \ln - \ln L_0$. Für Proben der Länge L_0 geht die Konstante gegen Null, da dann $L/L_0 = 1$.

Wird die kumulative Wahrscheinlichkeit für einen Bruch der Faser in der Form $\ln \ln [1/(1-F)]$ aufgetragen, ergibt sich eine Gerade bzw. ein von der Weibull-Verteilung abweichender nichtlinearer Kurvenverlauf, wenn sich mehrere bruchauslösende Effekte überlagern. Aus dieser Kurve wird direkt abgelesen, wie hoch die Ausfallwahrscheinlichkeit für eine angenommene Spannung ist. In Verbindung mit Gleichung (A3.6), die eine Abschätzung der Dauer bis zum Versagen einer angegriffenen Glasfaser gestattet, wird die Lebensdauer für einen mit einer bestimmten Spannung beanspruchten Fasersensor berechnet.

B. Ermüdung der Glasfaser und Berechnung der Lebensdauer

Dauerhaft oder alternierend zugbelastete faseroptische Sensoren messen nur dann zuverlässig, wenn die Spannungsbeanspruchung so gering bleibt, daß in der Glasoberfläche nur unterkritisches Rißwachstum auftritt (Bereich **A** in Bild A3.1). Der Fasersensor versagt, wenn nach einer Zeit t_B die kritische Rißtiefe l_{RC} erreicht ist. Zur Abschätzung der Lebensdauer muß somit diese Zeitdauer bestimmt werden, in der sich ein Mikroriß in der Glasfaseroberfläche bis zur kritischen Größe entwickelt hat. Da in Kieselgläsern bisher kein Spannungswert gefunden wurde, unterhalb dessen die Faser nicht ermüdet, muß für den praktischen Einsatz der optischen Sensorfasern ein Spannungswert, der die gewünschte Betriebsdauer mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit gewährleistet, angenommen bzw. experimentell bestimmt werden. Dies ist insbesondere wichtig, wenn Mikrodehnungssensoren ohne Coating oder Einkapselung eingebettet werden müssen.

Zur analytischen Abschätzung der festigkeitsrelevanten Daten wird Gleichung (A3.6), die die Entwicklung des unterkritischen Rißwachstums beschreibt, benutzt. Zur Abschätzung der Lebensdauer können zwei Ansätze verwendet werden:

- die klassische Betrachtung der Ausfallwahrscheinlichkeit von zugbelasteten Glasfasern, bei der Versagen zu einem bestimmten Zeitpunkt angenommen wird;
- die Annahme einer „sicheren“ Spannung σ_s , für die mit einer nur gewissen Wahrscheinlichkeit das Rißwachstum in einer vorgegebenen Zeit so groß werden kann, daß die Faser versagt. Dieses Rißwachstum muß jedoch nicht notwendigerweise zum Ausfall führen.

Für die Dimensionierung der Fasersensoren wird der Ansatz b) bevorzugt. Die klassische Vorgehensweise wird hier ebenfalls erläutert, da hieraus einfach der n -Wert bestimmt werden kann und für referenzierende Untersuchungen eine Kombination beider experimenteller Vorgehensweisen sinnvoll ist.

B1. Betrachtung der Ausfallwahrscheinlichkeit zugbelasteter Glasfasern (klassische Vorgehensweise)

Es wird vom Spannungsintensitätsfaktor Gleichung (A3.5) ausgegangen, der für eine angenommene konstante axiale Spannung in der Faser nach der Zeit t differenziert wird:

$$\frac{dK_I}{dt} = \sigma \cdot Y \frac{d\sqrt{l_R}}{dt} = \frac{\sigma \cdot Y}{2 \cdot \sqrt{l_R}} \cdot \frac{dl_R}{dt} \quad (\text{A3.8})$$

Mit $v_R = dl_R/dt$ und Gleichung (A3.5) folgt

$$v_R = \frac{2K_I}{\sigma^2 Y^2} \cdot \frac{dK_I}{dt} \quad (\text{A3.9})$$

Wird die Geschwindigkeit der Rißentwicklung (Rißwachstum) durch Gl. (A3.6) mit dem Spannungsintensitätsfaktor ausgedrückt, so folgt nach Umstellung der Gl. (A3.9) die Zeit t_B bis zum Faserbruch:

$$t_B = \int_{K_{I0}}^{K_{IC}} \frac{2 \cdot K_I}{A \sigma^2 Y^2 K_I^n} dK_I \quad (\text{A3.10})$$

K_{I0} sei der Spannungsintensitätsfaktor bei der gewählten Spannungsbeanspruchung σ_a . Die Auflösung des bestimmten Integrals in den Grenzen der Belastung bis zum Versagen

$$t_B = \frac{2}{A \cdot Y^2} \left[-\frac{1}{\sigma^2 (n-2) \cdot K_I^{n-2}} \right]_{K_{I0}}^{K_{IC}}$$

liefert nach Ausrechnung

$$t_B = \frac{2}{(n-2) A \cdot Y^2} \cdot \frac{S^{n-2}}{K_{IC}^{n-2}} \cdot \sigma_a^{-n} \quad (\text{A3.11a})$$

Mit dem konstanten Faktor

$$B = \frac{2}{(n-2) A \cdot Y^2 \cdot K_{IC}^{n-2}} \quad (\text{A3.11b})$$

folgt bei einer anliegenden statischen Belastung nach Kapron/Yuce, (1991)

$$\sigma_a^n \cdot t_B = B \cdot S^{n-2} \quad (\text{A3.12a})$$

bzw. allgemein für eine zeitlich sich verändernde Spannung $\sigma'(t)$

$$\int_0^{t_B} \sigma^n(t) dt = B \cdot S^{n-2} \quad (\text{A3.12b})$$

Die Gleichung gilt für n -Werte von 15 bis 25 und für Spannungen, die kleiner als 70 % bzw. 82 % der inertten Festigkeit sind. Dies ist für die in dieser Arbeit vor-

liegenden Fälle erfüllt. S ist die Bruchfestigkeit unter inertten Bedingungen, der Geometriefaktor beträgt $Y \approx \sqrt{\pi}$. Der erste Bruch in Gleichung (A3.11a) ist eine Konstante, die die Umgebungseinflüsse repräsentiert.

Für die experimentelle Ermittlung der Lebensdauer sei zunächst der Fall der statischen Beanspruchung von Glasfasern (**statische Ermüdung**) betrachtet. Durch Anlegen einer konstanten Spannung σ_a wird gemäß Gleichung (A3.12a) nach der Zeit t_B Bruch eintreten:

$$t_B(\sigma_a) = B \cdot S^{n-2} \cdot \sigma_a^{-n} \quad (\text{A3.13})$$

t_B ist nunmehr nur von der in die Faser eingetragenen Spannung σ_a abhängig. Die Faktoren $B \cdot S^{n-2}$ auf der rechten Seite der Gleichung müssen nicht einzeln ermittelt werden, sondern nur als Produkt. B und S werden üblicherweise unter den gegebenen Versuchsbedingungen als konstant angenommen, was in der Praxis nicht ganz zutrifft. Die Faserparameter B und n variieren auch bei unbelasteter Faser ($\sigma_B = 0$). Das Produkt $B \cdot S$ hat probabilistischen Charakter und muß aus der Ausfallverteilungsfunktion [Gleichung (A3.7)] ermittelt werden.

Die Unbekannten in Gleichung (A3.13), der n -Wert und das Produkt $B \cdot S^{n-2}$, werden im Zeitstandsversuch für eine definierte Spannungsbelastung bestimmt. Nach Logarithmieren von Gleichung (A3.13) erhält man eine lineare Beziehung zwischen Lebensdauer t_B und Spannungsbeanspruchung σ_a :

$$\ln t_B = C - n \cdot \ln \sigma_a \quad (\text{A3.14})$$

mit $C = \ln B + (n-2) \ln S$. Die Zeit bis zum Bruch steht in einem linearen (logarithmischen) Zusammenhang zur Spannungsbeanspruchung: $\ln t_B = f(\ln \sigma_a)$. Die Unbekannten C und n werden aus der Randbedingung

$$t_B|_{\sigma_a=1} = B \cdot S^{n-2} \quad (\text{A3.15})$$

bestimmt. C folgt aus dem Schnittpunkt der gemessenen Kurve mit der Ordinate bei $\ln \sigma_a = 0$, d. h. für $\sigma_a = 1$; der n -Wert ist der (negative) Anstieg der aus den Meßergebnissen gefitteten Geraden. Gleichung (A3.15) liefert somit das Produkt $B \cdot S^{n-2}$, das in Gleichung (A3.12) auf der rechten Seite steht. Auf diese Weise wird die Schwierigkeit der fehlenden Kenntnis der inertten oder Anfangsfestigkeit S bei der Bewertung der Lebensdauer umgangen. Dies ist insbesondere bei Raumtemperatur-Bedingungen, wie sie bei der Verarbeitung der faseroptischen Sensoren vorliegen, wichtig, weil nach kurzer Einwirkungszeit der Umgebungsluft bereits Bedingungen für die Glasermüdung unter Beanspruchung vorliegen. Die Anfangsfestigkeit der Glasfaser kann somit nicht zugrunde gelegt werden.

Die beschriebene Methode ist sehr aufwendig, da mit einer großen Prüflingszahl die Abhängigkeit der Bruch-

zeit von den jeweiligen Spannungen ermittelt werden muß. Da zum anderen die Zeitdauer bis zum Bruch bei statisch beanspruchten Fasern zwischen Sekunden und Monaten liegen kann, wird für Untersuchungen einer Vielzahl von Prüflingen die dynamische Methode bevorzugt. Die Prüflinge werden mit einer konstant zunehmenden Spannung da/dt beansprucht (s. Abschnitt B in dieser Anlage). In diesem Fall der **dynamischen Ermüdung** folgt unter der vereinfachten Annahme einer linearen Spannungs-/Dehnungsabhängigkeit für die Bruchspannung

$$\sigma_B = \dot{\sigma}_a \cdot t_B \tag{A3.16}$$

Unter Verwendung der allgemeinen Lebensdauergleichung [Gleichung (A3.12b)] folgt

$$\sigma_B(\dot{\sigma}_a) = \sqrt[n+1]{(n+1)B \cdot S^{n-2}} \cdot \sqrt[n+1]{\dot{\sigma}_a} \tag{A3.17a}$$

mit

$$\sigma_B|_{\dot{\sigma}_a=1} = \sqrt[n+1]{(n+1)B \cdot S^{n-2}} \tag{A3.17b}$$

Wie auch bei der statischen Ermüdung, werden nach Logarithmierung von Gleichung (A3.17a) die Unbekannten aus der linearen Beziehung $\ln \sigma_B = f(\ln[da/dt])$ gewonnen. Die Neigung der Kurve liefert $1/(n+1)$, aus dem Ordinatenwert folgt $[1/(n+1)] \cdot \ln[(n+1)B \cdot S^{n-2}]$. Gleichung (A3.17a) zeigt, daß die dynamische Festigkeit mit der Spannungssteigerungsrate steigt. Theoretisch erreicht die Zugbruchfestigkeit bei sehr großer Spannungssteigerungsgeschwindigkeit die inerte Festigkeit. Diese Tatsache hat große Bedeutung für die Handhabung der faseroptischen Komponenten. Nicht zu vermeidende sehr schnell anwachsende Spannungsbeanspruchungen, wie sie etwa beim Schmelzschweißen von Glasfasern und Sensoren auftreten, rufen einen geringen Ermüdungseffekt hervor.

B2. Annahme eines „sicheren“ Spannungsniveaus (dimensionierungsfreundliche Vorgehensweise)

Auf der Rißwachstumskurve im Bild A3.1 wird im unteren Bereich ein Wert K_{Is} definiert, der einer „sicheren“ Spannung σ_s entspricht, bei der ein Riß der Anfangslänge l_{Rs} mit einer genügend geringen Geschwindigkeit v_s wächst, die während der gewünschten Betriebsdauer nicht zum Bruch des Glases führt. Gemäß Gl. (A3.5) folgt für diesen sicheren Spannungszustand

$$K_{Is} = \sigma_s \cdot Y \sqrt{l_{Rs}} \tag{A3.18}$$

Eingesetzt in das Potenzgesetz [Gleichung (A3.6)] folgt

$$v_s = \frac{dl_{Rs}}{dt} = A \cdot \left(\sigma_s \cdot Y \sqrt{l_{Rs}} \right)^n \tag{A3.19}$$

Um für die analytische Betrachtung dimensionslose

Größen zu erhalten, werden die variablen Größen auf die „sicheren“ Werte bezogen. Für das Potenzgesetz folgt:

$$\frac{v_R}{v_{Rs}} = \frac{A \cdot \left(\sigma \cdot Y \sqrt{l_R} \right)^n}{A \cdot \left(\sigma_s \cdot Y \sqrt{l_{Rs}} \right)^n} = \left(\frac{\sigma}{\sigma_s} \right)^n \cdot \left(\frac{l_R}{l_{Rs}} \right)^n, \text{ bzw.}$$

$$v_R = \frac{dl_R}{dt} = v_s \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_s} \right)^n \cdot \left(\frac{l_R}{l_{Rs}} \right)^n \tag{A3.20}$$

Zur Berechnung der Rißlänge l_R wird Gleichung (A3.20) entsprechend umgestellt und über die Zeit t_B , in der sich der Riß der Größe l_{Rs} zur Größe l_R entwickelt, integriert:

$$\int_{l_{Rs}}^{l_R} \left(\frac{l_R}{l_{Rs}} \right)^{-n} dl_R = v_s \int_0^{t_B} \left(\frac{\sigma}{\sigma_s} \right)^n dt \tag{A3.21}$$

Wie auch bei der klassischen Methode, werden zur Erlangung experimenteller Aussagen zwei Belastungsfälle unterschieden:

- die statische Beanspruchung: $\sigma = \sigma_a = const.$
- die dynamische Beanspruchung: $\sigma = \dot{\sigma}_a \cdot t$

Wenn unter Annahme einer konstanten Beanspruchung der Faser die Gleichung (A3.21) integriert wird, folgt für das prozentuale Rißwachstum bei Annahme einer konstanten „sicheren“ Spannung

$$\frac{l_R}{l_{Rs}} = \left[1 - \frac{n-2}{2} \cdot \frac{v_s}{l_{Rs}} \cdot \left(\frac{\sigma_a}{\sigma_s} \right)^n \cdot t_B \right]^{-\frac{2}{n-2}} \tag{A3.22}$$

für $n > 2$

Gleichung (A3.22) beschreibt den Rißfortschritt während der Zeit t_B bis zum Versagen der Glasfaser infolge eines Risses der ursprünglichen Größe l_{Rs} . In Gleichung (A3.22) sind die eingetragene Spannung σ und der Spannungsrißempfindlichkeitsfaktor n Variable. Der Quotient v_s/l_{Rs} ist der Rißwachstumsparameter, der vom Glas (d. h. von n) abhängt. Um diesen zu bestimmen, wird ein Rißwachstum (z. B. 1 %, d. h. $l_R/l_{Rs} = 1,01$) während der geforderten Lebensdauer t_B angenommen. Für die Bedingung, daß die angenommene Zugbelastung gleich der „sicheren“ Belastung ist ($\sigma_a = \sigma_s$), kann für einen n -Wert der Quotient v_s/l_{Rs} aus Gleichung (A3.22) bestimmt werden². Wenn die Beanspruchung σ_a den Wert der „sicheren“ Spannung σ_s nicht überschreitet, d. h. ($\sigma_a \leq \sigma_s$), erhält man einen für die geforderte Lebensdauer im probabilistischen Sinne dauerhaft („sicher“) dimensionierten Sensor.

² Glaesemann und Gulati, (1991) haben nachgewiesen, daß der Rißwachstumsparameter in einem Bereich von $n = 15 \dots 45$ nur sehr wenig schwankt. Da die n -Werte bei den durchgeführten Untersuchungen in diesem Bereich variieren, kann mit einem Mittelwert für $n = 20$ gerechnet werden.

Nachdem aus Festigkeitsversuchen der Wert n ermittelt worden ist, kann für beliebige Spannungsbelastungen der Zusammenhang zwischen Rißwachstum und Lebensdauer abgeschätzt werden³. Die Lebensdauer folgt durch Umstellung der Gleichung (A3.22) zu

$$t_B = \left[1 - \left(\frac{l_R}{l_{Rs}} \right)^{\frac{n-2}{2}} \right] \cdot \frac{2}{n-2} \cdot \left(\frac{v_s}{l_{Rs}} \right)^{-1} \cdot \left(\frac{\sigma_a}{\sigma_s} \right)^{-n} \quad (\text{A3.23})$$

Der Quotient für das Rißwachstum in der eckigen Klammer ist $\ll 1$, da nur der Fall des subkritischen Rißwachstums betrachtet wird. Die Lebensdauerangabe vereinfacht sich daher zu

$$t_B = \frac{2}{n-2} \cdot \left(\frac{v_s}{l_{Rs}} \right)^{-1} \cdot \left(\frac{\sigma_a}{\sigma_s} \right)^{-n} \quad (\text{A3.24a})$$

bzw. umgeschrieben:

$$\sigma_a^n \cdot t_B = \frac{2}{n-2} \cdot \left(\frac{v_s}{l_{Rs}} \right)^{-1} \cdot \sigma_s^n \quad (\text{A3.24b})$$

Gleichung (A3.24b) hat die gleiche Form wie Gleichung (A3.12a) aus der klassischen Betrachtung. Sie beschreibt jedoch die Abhängigkeit der statischen Ermüdung von der Höhe der über dem „sicheren“ Belastungsniveau liegenden Zugspannung σ_a . Wird zusätzlich zur statischen Ermüdung die Rißwachstumsgeschwindigkeit unter dynamischer Belastung

$$\sigma_a^n \cdot t_B = \frac{\sigma_B^{n+1}}{(n+1) \cdot \dot{\sigma}} \quad (\text{A3.25})$$

benutzt, wird durch Gleichsetzung beider Gleichungen [(A3.24b) und (A3.25)] eine analytische Beziehung zwischen der „sicheren“ Spannung σ_s und der Bruchfestigkeit σ_B aus dem dynamischen Zugversuch gewonnen

$$\sigma_s = \sigma_B \cdot \sqrt[n]{\frac{n-2}{2(n+1)} \cdot \left(\frac{v_s}{l_{Rs}} \right) \cdot \left(\frac{\sigma_B}{\dot{\sigma}} \right)} \quad (\text{A3.26})$$

In Gleichung (A3.26) sind alle Größen aus dem statischen bzw. dynamischen Zugversuch bekannt, so daß die sichere Spannung σ_s berechnet werden kann.

Der bisherigen Betrachtung liegt die Annahme zugrunde, daß die Rißwachstumsparameter unter statischer und dynamischer Belastung näherungsweise gleich sind. Dies ist nur bei sehr geringen Spannungssteigerungsgeschwindigkeiten (Dehnungsraten) der Fall. Glaesemann und Gulati (1991) stellten beim Vergleich

mit dem statischen Belastungstest fest, daß im dynamischen Zugversuch sich erst bei Dehnungsraten $< 0,04$ %/min Gleichheit der Parameter einstellt. In dieser Arbeit wurden Dehnungsraten von etwa 1 %/min (entspricht etwa 17 $\mu\text{e/s}$, Bereich **B** im Bild A3.1) verwendet, so daß die analytische Abschätzung auf Basis kombinierter statischer und dynamischer Messungen nur bedingt gilt. Dies gilt auch deswegen, weil das unterkritische Rißwachstum eines im alkalischen Milieu des Zementsteins eingebetteten Fasersensors weder im statischen noch im dynamischen Versuch unter Porenlösungsbeanspruchung wirklichkeitstreu simuliert werden kann. Die Ergebnisse aus experimentellen Untersuchungen liefern jedoch ausreichende Informationen beim Vergleich unterschiedlicher Sensorvorbehandlungen. Für die Angabe einer Lebensdauer muß ein ausreichender großer Sicherheitsfaktor berücksichtigt werden.

Um die statistisch verteilten Defekte in einer optischen Faser bzw. in einem Fasersensor zu berücksichtigen, wird die Ausfallwahrscheinlichkeit [Gleichung (A3.7a)] verwendet. Für kurze Längen (< 10 cm) folgt aus Gleichung (A3.7b)

$$\sigma_B = e^{\frac{1}{m} \ln \ln \frac{1}{1-F} + \ln \sigma_0} \quad (\text{A3.27})$$

wobei als Spannungswert die Faserfestigkeit aus der Ermüdungsbetrachtung eingeführt wurde. Eingesetzt in Gl. (A3.26) folgt aus experimentell ermittelter Festigkeitsverteilung und gemessenem n -Wert der für eine vorgegebene Versagenswahrscheinlichkeit maximal zulässige Spannungspegel:

$$\sigma_s = \left(\sqrt[n]{\frac{n-2}{2(n+1)} \cdot \left(\frac{v_s}{l_{Rs}} \right) \cdot \left(\frac{\bar{\sigma}_B}{\dot{\sigma}} \right)} \right) \cdot e^{\frac{1}{m} \ln \ln \frac{1}{1-F} + \ln \sigma_0} \quad (\text{A3.28})$$

Im zweiten Faktor der Gleichung (A3.28) beschreibt der Quotient $\bar{\sigma}_B/\dot{\sigma}$ die Zeit bis zum Erreichen der Bruchfestigkeit bei einer Dehnungsrate von $d\sigma/dt$, so daß aus dem Medianwert der Bruchfestigkeit (bei $F = 0,5$) und der gewählten Dehnungsrate die Lebensdauer t_B abgeschätzt werden kann.

C. Experimentiertechnik

Entsprechend der in der Faseroptik üblichen Unterscheidung zwischen dynamischer und statischer Ermüdung von Glasfasern werden nachfolgend die adäquaten Versuchstechniken, die zur Charakterisierung dieser Eigenschaften benutzt wurden, beschrieben.

C1. Dynamischer Zugversuch

Der Faserprüfling wird mit einer kontinuierlich zunehmenden („dynamischen“) Spannung bzw. Dehnung

³ Die Herleitung setzt Rißwachstum voraus. In diesem Fall, der bei hochreinen Kieselglasfasern nicht vorliegt, d. h. K_{Isc} existiert nicht, wäre der Zähler Null und die analytische Abschätzung versagt.

beaufschlagt. Es wird der Spannungs- bzw. Dehnungswert ermittelt, bei dem (Zug-)Bruch eintritt. Die zeitliche Veränderung der Spannung ist linear, d. h. $d\sigma/dt = \text{konstant}$.

Beschreibung der Meßeinrichtung:

Für Zugbruchdehnungsmessungen an optischen Glasfasern der Länge > 300 mm wurde eine Zugvorrichtung entwickelt, die sowohl ein zuverlässiges Einspannen der Fasern als auch eine Steuerung der Dehnungszunahme durch einen PC gestattet. Entsprechend den in der Literatur verwendeten Prüflingslängen wurde die Vorrichtung für eine Einspannlänge von 500 mm ausgelegt (vgl. Pkt. 4.2.3). Bild A3.2 zeigt den Aufbau der Meßeinrichtung zur Bestimmung der dynamischen Zugfestigkeit. An einer senkrecht montierten V-Schiene einer optischen Bank sind translatorische Elemente angebracht. In den oberen, verschiebbaren Teil der Vorrichtung werden die Faserprüflinge eingehängt. Das untere Element ist fest an der V-Schiene montiert und besitzt Hartgummibacken, zwischen die der Prüfling eingeklemmt wird. Oberhalb des unteren Translators ist ein untersetzendes Getriebe montiert, auf deren Stößel der obere, bewegliche Translator ruht. Der PC-gesteuerte Schrittmotor verfährt den oberen Translator. An diesem Translator sind auch die Meßeinrichtungen für die Zugkraftbestimmung und die Messung der Faserverlängerung befestigt. Die Zugkraftmessung erfolgte bei den ersten Versuchszyklen über einen in Gewichtskraft kalibrierten Druckaufnehmer, der bei Verschiebung des Translators die Durchbiegung der Fasereinspanntraverse (Biegeplatte) abgreift. Bei dieser Aufbauvariante mußte die Zugvorrichtung vor jedem Meßzyklus zeitaufwendig mit Gewichten der Masse 300 g bis 700 g in Stufen von 50 g kalibriert werden. Diese Bauform hat prinzipiell den Vorteil, daß eine Nachgiebigkeit der Aufhängung nicht als Meßfehler in den Meßwert eingeht. Bei den in nackte Glasfasern maximal eingetragenen Zugkräften von einigen Newton ($10 \text{ N} = 813 \text{ MPa}$ für $125 \mu\text{m}$ Fasern) kann die Dehnungsmessung jedoch über Meßuhren an der Aufhängung erfolgen. Aus diesem Grund wurde für weitere Meßzyklen die Vorrichtung modifiziert, indem die Durchbiegung der Fasereinspanntraverse ebenfalls mit einer Meßuhr (s. Bild A3.2b) abgegriffen und softwareseitig vom Verfahrensweg des Schlittens subtrahiert wird. Diese Methode ersetzt die zeitintensive manuelle Kalibrierung durch eine automatische Korrektur. Der Weg des Translators wird während der Einleitung der Zugbelastung (= Verlängerung der Faser) über eine PC-gekoppelte mechanische Meßuhr (Auflösung $0,1 \mu\text{m}$) aufgezeichnet, d. h. der dynamische Zugspannungstest erfolgt weggesteuert.

Die im Bild A3.2 gezeigte Bauform der Vorrichtung erlaubt Einspannlängen für die Faserzugversuche zwischen 250 mm und 600 mm. Eine Verlängerung ist durch Umbau möglich, eine Verkürzung nicht. Die Traverse wurde für die zu erwartende relativ geringe Bruchdehnung von nackten bzw. chemisch behandelten Fasern dimensioniert.

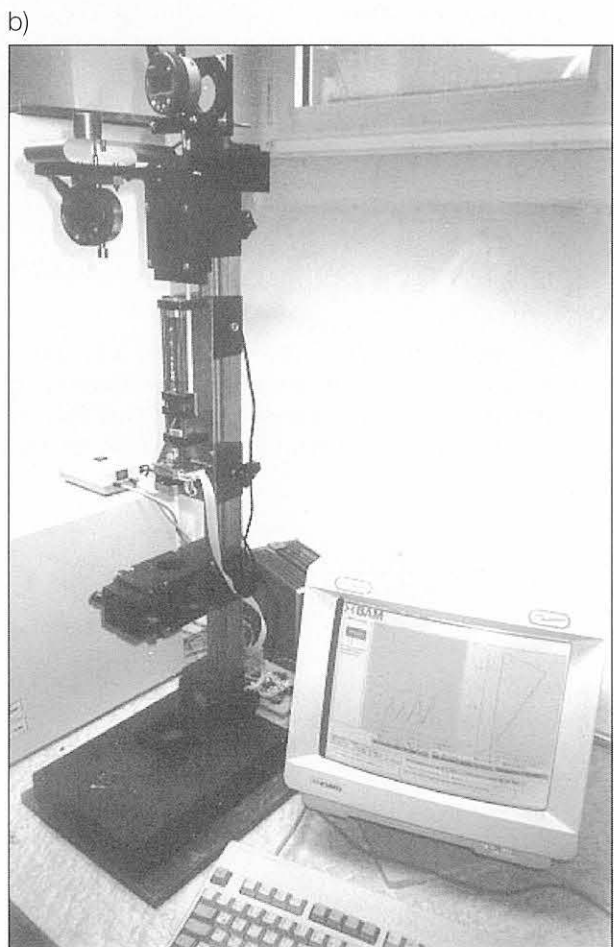
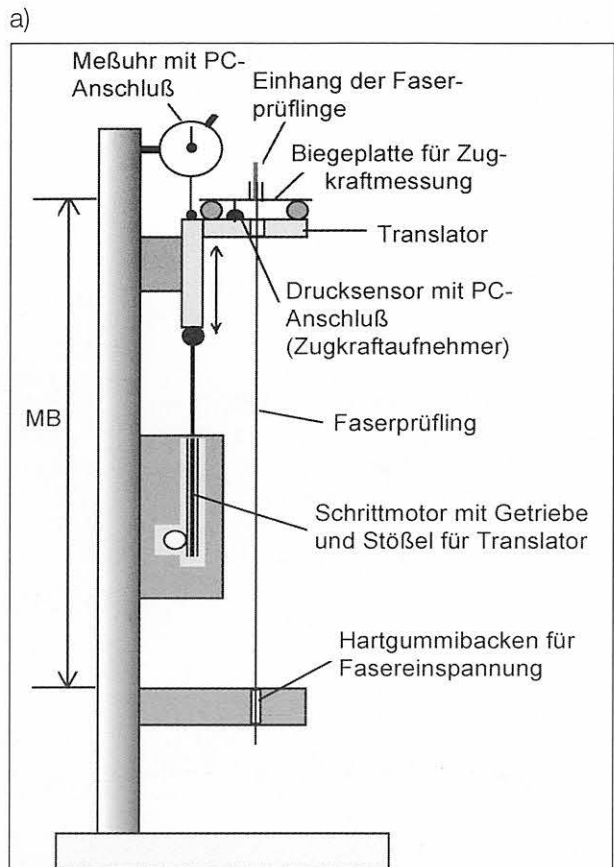


Bild A3.2: Vorrichtung zur Messung der Zugfestigkeit optischer Fasern bei stetig zunehmender Zugbelastung unter raumklimatischen Bedingungen.

Vorbereitung der Fasern:

Für die Festigkeitsversuche wurden grundsätzlich Acrylat-gecoatete Fasern der gleichen Lieferung verwendet. Der zu prüfende Faserbereich von etwa 500 mm Länge wurde chemisch mit Tetrahydrofuran (THF) vom Acrylatcoating befreit und nachfolgend mit Aceton gereinigt⁴. Die für die Meßreihen vorbereiteten Faserprüflinge wurden auf einem Kunststoffplättchen eng benachbart positioniert und mit schnellhärtendem Acrylharzklebstoff X 60 (Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik/Spectris Group) aufgeklebt. Vorausgehende Tests bestätigten, daß dieser Klebstoff erst bei 0,7 % bis 2 % Dehnung auf Kunststoff versagt. Somit kann von einer Brauchbarkeit für diesen Zweck ausgegangen werden. Die Prüflinge sind 30 min nach Klebung einsatzbereit.

Durchführung der Messungen:

Ein Plättchen mit jeweils 5 Fasern wird in den oberen Translator eingehängt. Eine einzelne Faser wird im unteren Befestigungselement (Hartgummibacke) eingespannt. Der Schrittmotor wird über das Meßprogramm VIEWDAC⁵ gesteuert. Diejenige Position des Translators, bei der eine Änderung der Zugkraft einsetzt, wird als Meßbeginn automatisch abgespeichert. Alle Versuche werden mit der gleichen Schrittgeschwindigkeit gefahren. Für dynamische Festigkeitsuntersuchungen von optischen Kommunikationsfasern werden von Labs, (1989) Dehnungsraten von 3 ... 10 % der Prüflingslänge in mm/min empfohlen. Liertz, (1987) verwendete eine ähnlich große Dehnungsrate von 5%/min bei einer Prüflingslänge von 60 cm. Solch hohe Dehnungsraten sind bei eingebetteten Fasersensoren nicht zu erwarten. Es wurde daher als Schrittgeschwindigkeit 540 µm/min gewählt. Dies entspricht bei einer Schrittweite von 4,5 µm einer Dehnungszunahme von $\Delta\epsilon/\Delta t = 1,08 \text{ ‰/min}$. Mit dieser geringen Dehnungsrate wird trotz diskreter Dehnungsstufen des Schrittmotors eine geglättete Beanspruchung erreicht. Da die Festigkeitswerte bei geringerer Lastanstiegsgeschwindigkeit geringer ausfallen, werden die Meßergebnisse für den Fall eingebetteter und chemisch angegriffener Fasern keineswegs zu optimistisch ausfallen.

Im PC werden neben den Werten für die Kraft- und die Längenzunahme auch die Zeitdaten gespeichert. Nach Reißertritt wird der Schrittmotorantrieb automatisch umgeschaltet und fährt den Schlitten in die Ausgangsposition für den nächsten Versuch zurück. Faserbrüche an den Befestigungsstellen der Vorrichtung wurden als Fehlmessungen angesehen und nicht gewertet. Ein Schlupfen der Faser in der Einspannbacke wird softwareseitig erkannt. Solche Messungen wurden ebenfalls nicht gewertet.

⁴ Die übliche chemische Ablösung des Polymercoatings mit Methylenchlorid wurde für diese Untersuchungen nicht gewählt, da das Lösungsmittel die Festigkeit der Oberfläche ungünstig beeinflusst [Rondinella/Matthewson, (1993)].

⁵ Fa. Keithley Instruments GmbH, Germering/D.

Die weitere statistische Auswertung der Meßdaten erfolgt mit dem Meß- und Analyseprogramm FAMOS (Fa. imc Meßsysteme GmbH Berlin) bzw. mit Microsoft-Excel 97.

C2. Statischer Zugversuch (Zeitstandsversuch)

Der Faserprüfling wird mit einer konstanten („statischen“) Spannung bzw. Dehnung beaufschlagt. Es wird die Zeitdauer gemessen, bis (Zug-)Bruch eintritt. Aus dem funktionalen Zusammenhang von Bruchzeit und Zugspannung bzw. Dehnung werden die Ermüdungsparameter bestimmt [s. Gleichung (A3.14)].

Beschreibung der Meßeinrichtung und Vorbereitung der Fasern:

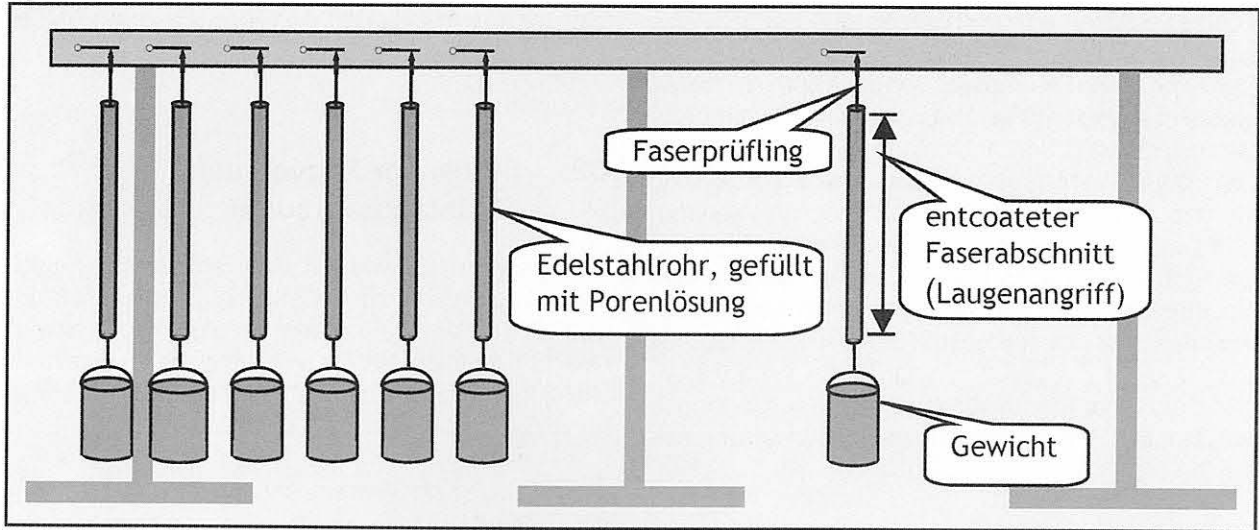
Die Testeinrichtung für den Zeitstandsversuch ist gegenüber dem dynamischen Test einfacher im Aufbau. Es können ohne größeren Aufwand mehrere Prüflinge gleichzeitig getestet werden. Für den gleichzeitigen Test von bis zu 20 Fasern wurde ein massiver Ständer mit mehreren Prüflingsebenen gefertigt und schwingungsarm aufgestellt. Bild A3.3a zeigt den prinzipiellen Versuchsaufbau; fotografische Details sind im Bild A3.3b wiedergegeben.

Zur Simulation eines Porenlösungsangriffs werden 500 mm lange Edelstahlröhrchen (Innendurchmesser: 2 mm) verwendet. Die Röhrchen werden am oberen Ende aufgekropft und erhalten am unteren Ende eine Metallschleufe. In die untere Öffnung des Röhrchens wird eine Kanüle (aus der Medizintechnik) zum Einfüllen der Porenlösung sowie eine Kapillare zur Durchführung und Befestigung des Prüflings eingeklebt. Die Prüflinge (Testfasern) werden soweit in das Edelstahlrohr eingeklebt, daß sie am oberen Ende etwa 40 mm bis 60 mm herausragen. Die oben und unten herausragenden Enden besitzen das übliche Standardcoating der Glasfasern (hier Acrylat). Am unteren Faserende wird das Röhrchen (Masse 7 g) angeklebt. Nach dem Einfüllen der Porenlösung wird die obere Rohröffnung gegen Karbonatisierung der alkalischen Lösung abgedichtet.

Nach einer Einwirkungsdauer von etwa 5 Stunden, die den spannungsfreien chemischen Angriff auf einen eingebetteten Fasersensor simuliert, werden die Prüflinge mit einem Schnellklebstoff an den Kontaktblechen am Trägerbalken fixiert. Mit dem Einhängen des jeweiligen Prüflings beginnt die Datenaufzeichnung automatisch.

Die Masse erzeugt die konstante („statische“) Dehnung in der Faser. Bei geeigneter Dimensionierung stellt sich unterkritisches Reißwachstum ein, bis schließlich die Faser versagt. Bei Versagen eines Faserprüflings löst der Kontakt einen Impuls aus, der von einem Data-Logger registriert wird. Die im Data-Logger gespeicherten Informationen über Prüflingsnummer, Versagens-

a)



b)

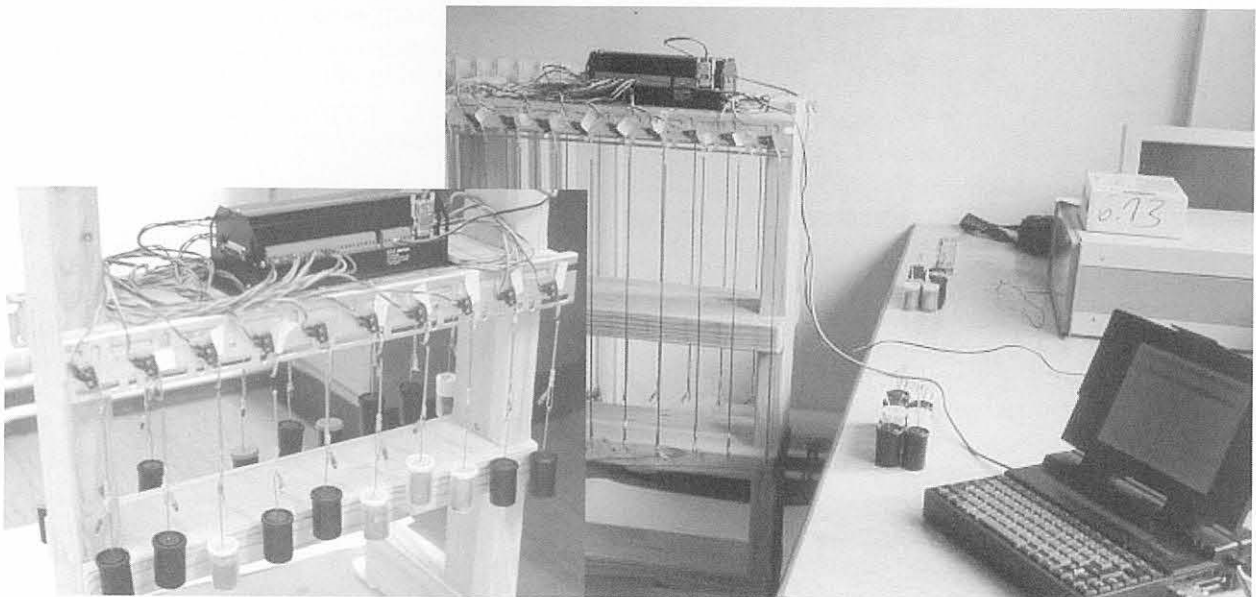


Bild A3.3: Versuchsaufbau zur Ermittlung der Zeitstandfestigkeit alkalisch belasteter optischer Fasern. Bis zu 20 Prüflinge können gleichzeitig getestet werden. Der Ständer ist auch für die Messung kurzer Prüflinglängen ausgelegt (linker Bildteil im Bild A3.3b).

datum und -uhrzeit werden elektronisch ausgelesen. Eine Zwischenauswertung ist zu beliebigen Zeitpunkten möglich. Die gemessenen Daten liefern Eingangswerte für die Festigkeits- und Lebensdauerabschätzung (vgl. Pkte. 4.2.3 und 4.4.3).

Quellenangaben

Glaesemann, G.S.; Gulati, S.T. (1991): Design methodology for the mechanical reliability of optical fiber. *Optical Engineering* 30, 709-715.

Hillemeier, B. (1995): Skriptum: Baustoffkunde, Baustoffprüfung und Bauchemie I. Fachgebiet Baustoffkunde, Baustoffprüfung, Bauchemie der TU Berlin, Wintersemester 1995/1996.

Hunkeler, F. (1988): Über die Spannungsrißkorrosion bei Glasfasern. *Bulletin ASE/UCS* 79, 22-27.

Kapron, F.P.; Yuce, H.H. (1991): Theory and measurement for predicting stressed fiber lifetime. *Optical engineering* 30, 700-708.

Labs J. (1989): Verbindungstechnik für Lichtwellenleiter. VEB Verlag Technik Berlin.

Liertz, H. (1978): Tensile Strength of Optical Waveguides and its Dependence on Sample Length. *Siemens Forschungs- und Entwicklungsberichte* 7, 16-17.

Macherauch, E. (1990): Praktikum in der Werkstoffkunde. Friedr. Vieweg & Sohn-Verlag Braunschweig/Wiesbaden. 9. Auflage.

Mecholsky, J.J.; Freiman, S.W.; Morey, S.M. (1979): Fracture Surface Analysis of Optical Fibers. In: Fiber Optics - Advances in Research and Development. (Ed. by Bendow, B.; Mitra, S.) Plenum Press, New York, London, 187-208.

Rondinella, V.V.; Matthewson, M.J. (1993): Effect of chemical stripping on the strength and surface morphology of fused silica fiber. Proc. Fiber Optics Reliability and Testing: Benign and Adverse Environments VI Proc. of SPIE 2074, 52-58.

Senior, J.M. (1985): Optical Fiber Communication: Principles and Practice. Englewood Cliffs, London: Prentice Hall International, Kapitel 4: Optical Fibers, Cables and Connectors.

Tariyal, B.K.; Kalish, D. (1979): Effect of Zero Stress Aging on the Strength of Optical Fibers. In: Fiber Optics - Advances in Research and Development. (Ed. by Bendow, B.; Mitra, S.) Plenum Press, New York, London, 165-186.

Wiederhorn, S.M.; Bolz, L.H. (1970): Stress Corrosion and Static Fatigue of Glass. J. of the American Ceramic Society 53, 543-548.

Anlage 4

Oberflächenenergetische Untersuchungen an optischen Glasfasern zur Optimierung der Adhäsion

- A. Beschreibung der Meßeinrichtung für Benetzungsmessungen nach der modifizierten Wilhelmy-Methode**
- B. Probenvorbereitung und Erläuterung des Meßablaufs**
- C. Meß- und Berechnungsbeispiele**
- D. Ausgewählte Meßergebnisse zu Kapitel 5**

A. Beschreibung der Meßeinrichtung für Benetzungsmessungen nach der modifizierten Wilhelmy-Methode

Für die Bestimmung der Masseänderung beim Benetzen der Prüflinge mit Testflüssigkeiten nach der modifizierten Wilhelmy-Plattenmethode wurde eine am Institut für Technische Chemie, FG Makromolekulare Chemie, der TU Berlin entwickelte Meßeinrichtung benutzt; die entwickelte Arbeitsmethodik und der Geräteaufbau wurden weitgehend übernommen. Der Versuchsaufbau ist in Bild A4.1 gezeigt. Die zu untersuchenden Fasern werden auf einen geschlitzten Aluminiumträger mittels TESA-Doppelklebeband befestigt. Der Träger wird in einer hochempfindlichen Waage (Ultramikrowaage MP8 der Fa. Satorius, Göttingen; Ablesegenauigkeit: 0,1 µg, Reproduzierbarkeit: 0,2 µg) so angeordnet, daß sich die Faserenden gerade oberhalb der Testflüssigkeit befinden.

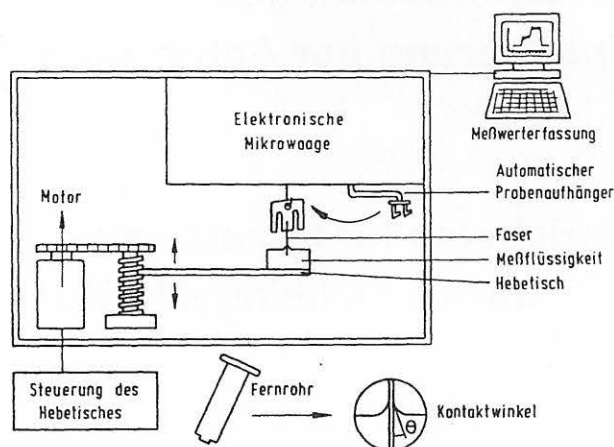


Bild A4.1: Schematischer Versuchsaufbau zur gravimetrischen Kontaktwinkelbestimmung [Bismarck, (1999)].

Die Meßflüssigkeit befindet sich auf einem Hebetisch, der während der Messung durch einen Gleichstrommikromotor mit einer konstanten Geschwindigkeit von etwa 3 µm/s der zu messenden Faser entgegengefahren wird. Die Verfahrensgeschwindigkeit des Hebetisches wurde sehr klein gewählt, damit in der niedrigviskosen Benetzungsflüssigkeit der Einfluß der Geschwindigkeit der Faser auf die Kräftebilanz - und damit auf den Wert des berechneten Kontaktwinkels - vernachlässigbar ist. Ein Vergleich von auf diese Weise gewonnenen dynamischen Meßwerten mit statisch (nach der Tropfenprofilmethode, vgl. Bild 5.2) gemessenen Werten bestätigte, daß der Einfluß der Geschwindigkeit vernachlässigbar ist. Die Masseänderung Δm im Moment des Eintauchens der Faser in die Benetzungsflüssigkeit wird von der Waage gemessen und mit Hilfe eines Computerprogramms in Abhängigkeit von der Zeit abgespeichert. Etwa 10 bis 15 Minuten nach dem Eintauchen der Faser wird die Bewegungsrichtung des Hebetisches umgekehrt. Beim Ausziehen der Faser aus der Flüssigkeit bildet sich gegenüber dem Eintauchen ein anderer Meniskus an der

Faseroberfläche aus, so daß sich gegenüber dem Eintauchen auch ein veränderter Wert für die Masse ergibt. Aus den Meßwerten während des Eintauchens und während des Herausziehens werden gemäß Gleichung (5.12) der Vorrückwinkel θ_V (Eintauchwinkel) und der Rückzugswinkel θ_R (Austauchwinkel) berechnet.

B. Probenvorbereitung und Erläuterung des Meßablaufs

Die in diesem Abschnitt erläuterte Probenvorbereitung für Kontaktwinkelmessungen ist prinzipiell gleich für unbehandelte, physikalisch oder chemisch modifizierte und gecoatete optische Fasern. An den gereinigten Faserprüflingen werden mit Hilfe eines Faseroptik-Trennwerkzeugs (High precision fiber cleaver CT-07, Fa. Fujikura, Japan) glatte, rechtwinklige Faserstirnflächen hergestellt. Die Fasern werden auf dem Meßträger mittels TESA-Doppelklebeband befestigt. Nach Einhängen des Meßträgers in die Präzisionswaage wird der automatische Meßablauf gestartet.

Zur Bewertung der Benetzbarkeit der Fasern muß gemäß Abschnitt 5.2 die Masseänderung gegenüber einer polaren und einer unpolaren Testflüssigkeit bestimmt werden. Aus den Masseänderungen wird der Kontaktwinkel berechnet. Als polare Testflüssigkeit wurde MilliQ-Wasser, als unpolare Diiodmethan (CH_2I_2 - auch als Methylenjodid bezeichnet) verwendet. Die ersten Benetzungsversuche wurden mit CEM I - Mörtelporenlösung durchgeführt. Vergleichsmessungen an gleichen Proben mit Wasser zeigten nahezu gleiche Ergebnisse. Mit Hilfe der Ringmethode nach Du-Noüy wurde für die Oberflächenspannung ein Wert von $\gamma_{\text{CEM I}} = 72,2 \text{ mN/m}$ gemessen. Wegen der Ähnlichkeit der Benetzungsbedingungen wurden die weiteren Untersuchungen mit Wasser anstelle Porenlösung als Benetzungsflüssigkeit durchgeführt.

Die automatisch gesteuerte Benetzungsmeßeinrichtung liefert die Meßwerte als ASCII-Files. Die Files werden in den Meßdatenauswerteprogrammen FAMOS¹ bzw. ORIGIN² konvertiert. Die Ergebnisse liegen in Form von Benetzungskurven vor (s. nachfolgende Beispiele). Vor der automatischen Datenanalyse werden Meßwertschwankungen infolge Umgebungseinflüssen (z. B. Erschütterungen) eliminiert.

Vor Beginn der eigentlichen Messungen wurden Probemessungen durchgeführt, um festzustellen, ob der Auftrieb bei Eintauchen der Faserproben eine Korrektur des Rechenprogramm erfordert. Die abhängig von der Eintauchtiefe der Faser (Durchmesser der optischen Fasern: 125 µm) vorzunehmende Auftriebskorrektur betrug gemäß Gleichung (5.13b)

¹ Fa. imc Meßsysteme GmbH Berlin

² Fa. Microcal Software, Inc. Northampton, MA./USA

$$\frac{m}{l_F [\text{mm}]} = 0,05 \text{ mg}$$

(m - aufgetriebene Masse, l_F - Eintauchtiefe der Faser). Bei einer maximalen Eintauchtiefe von $l_F = 1,8$ mm ergibt sich daraus eine maximal zu berücksichtigende Masseminderung von 0,09 mg. Dieser Wert lag im Rahmen der Standardabweichungen. Die Kurvenverläufe der Masseänderungen beim Eintauchen und Austauchen wiesen keine signifikanten Neigungen in den Massekurven aus, woraus folgt, daß der Auftrieb vernachlässigbar ist.

C. Meß- und Berechnungsbeispiele

1. Arbeitsschritt:

Benetzungsmessungen und Auswertung der Massenverläufe

Die Bilder A4.2a bis A4.2c zeigen Beispiele für gemessene Benetzungskurven. Die für die Berechnung des Kontaktwinkels relevanten Größen sind im Bild 5.3 eingetragen.

2. Arbeitsschritt:

Berechnung der Kontaktwinkel für Eintauchen und Austauchen

Aus einer Meßreihe mit mindestens 6 brauchbaren Proben (Meßunsicherheit < 5 %) wurden die Kontaktwinkel (Vorrück- und Rückzugswinkel) berechnet. Die für die Berechnung notwendigen Eingangsdaten sind im Bild 5.4 gekennzeichnet und dienen in den Berechnungsblättern (Tabelle zu Bild A4.3 als Beispiel) als Eingangsgrößen.

Für die Berechnung der Kontaktwinkel gewinnt man während des kontinuierlichen Eintauchens und Austauchens der Faser etwa 600 bis 900 Meßwerte. Aus diesen wird der Mittelwert und die Standardabweichung mit Hilfe des Datenanalyse-Programms (FAMOS bzw. ORIGIN) automatisch ermittelt. Man erhält somit als quantifizierte Unsicherheit der Ergebnisse eine Standardabweichung des Mittelwerts, die einem Vertrauensniveau von 68 % entspricht.

Zur Vermeidung faserbezogener systematischer Fehlereinflüsse auf das Meßergebnis wurden jeweils mehr Fasern als erforderlich vorbereitet und gleichermaßen gehandhabt. Aus dieser Menge wurden wahllos Prüflinge für die Messungen ausgewählt und mindestens 5 Messungen an gleichartig behandelten Fasern durchgeführt. Ergebnisse von Einzelfasermessungen mit relativen Meßunsicherheiten von >5 % wurden dann verworfen, wenn diese Unsicherheiten aus dem Schwankungsbereich um den Durchschnittswert des Kontaktwinkels, der aus allen Messungen errechnet wurde, herausfallen.

Als systematischer Fehler in das Meßergebnis der Massenänderung bei Benetzung der Fasern geht die Meßabweichung der Präzisionswaage ein. Mit der Angabe einer Reproduzierbarkeit von 0,2 µg folgt bei Messungen der Massenänderung in der Größenordnung von 1 ... 2 mg ein relativer Fehler von < 0,02 %. Dieser Wert muß in Relation zu den ermittelten zufälligen Fehlern sowie zum (systematischen) Fehler bei der Durchmesserangabe der Faser gesetzt werden.

Der Benetzungswinkel ergibt sich somit bei vollständiger Angabe aller fehlerbehafteter Anteile zu

$$\cos \theta = \frac{m \cdot g}{d_F \cdot \pi \cdot \gamma_l} + \delta \left(\frac{m \cdot g}{d_F \cdot \pi \cdot \gamma_l} \right) \quad (\text{A4.1})$$

Folgende Einzelunsicherheiten müssen bei der Berechnung der Unsicherheit des Benetzungswinkels berücksichtigt werden (Angabe als relative Unsicherheit):

- Gerätefehler der Waage:

$$\frac{\delta m_{\text{sys}}}{|m|} \quad (\approx 0,02 \%)$$

- (zufälliger) Fehler bei der Messung der Massenänderung:

$$\frac{\delta m_{\text{zuf}}}{|m|} \quad (\approx 2 \dots 5 \%)$$

- Durchmesserschwankung des Fasermaterials:

$$\frac{\delta d_{F \text{ zuf}}}{|d_F|} \quad (\approx 0,8 \%)$$

Die Oberflächenspannung geht als konstanter Wert in die Fehlerberechnung ein.

Die Unsicherheit in der Bestimmung des Kontaktwinkels beträgt:

$$\frac{\delta(\cos \theta)}{|\cos \theta|} = \sqrt{\left(\frac{\delta m_{\text{zuf}}}{|m|} \right)^2 + \left(\frac{\delta d_{F \text{ zuf}}}{|d_F|} \right)^2 + \left(\frac{\delta m_{\text{sys}}}{|m|} \right)^2} \quad (\text{A4.2})$$

Eine Abschätzung der relativen Fehler unter der Wurzel zeigt, daß die aus dem Gerätefehler folgende (systematische) Unsicherheit um mehrere Größenordnungen unter der der zufälligen Komponenten liegt. Daher kann dieser Anteil vernachlässigt werden. Die (absolute) Unsicherheit in der Bestimmung des Kontaktwinkels errechnet sich somit aus

$$\delta \theta = \theta \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta m_{\text{zuf}}}{|m|} \right)^2 + \left(\frac{\delta d_{F \text{ zuf}}}{|d_F|} \right)^2} \quad (\text{A4.3})$$

Das vollständige Messergebnis für den Kontaktwinkel lautet

Messung der Masseänderung nach der modifizierten Wilhelmy-Methode bei Benetzung von optischen Glasfasern

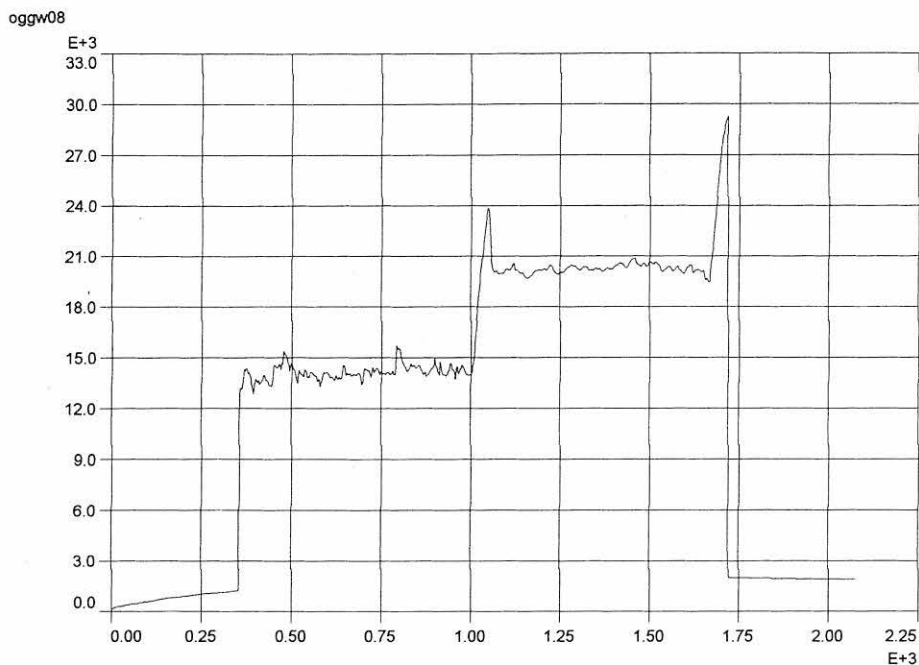


Bild A4.2a: Benetzungsverlauf einer chemisch (in THF) entcoateten, unbehandelten Faser nach Benetzung mit Wasser

Messung der Masseänderung nach der modifizierten Wilhelmy-Methode bei Benetzung von optischen Glasfasern

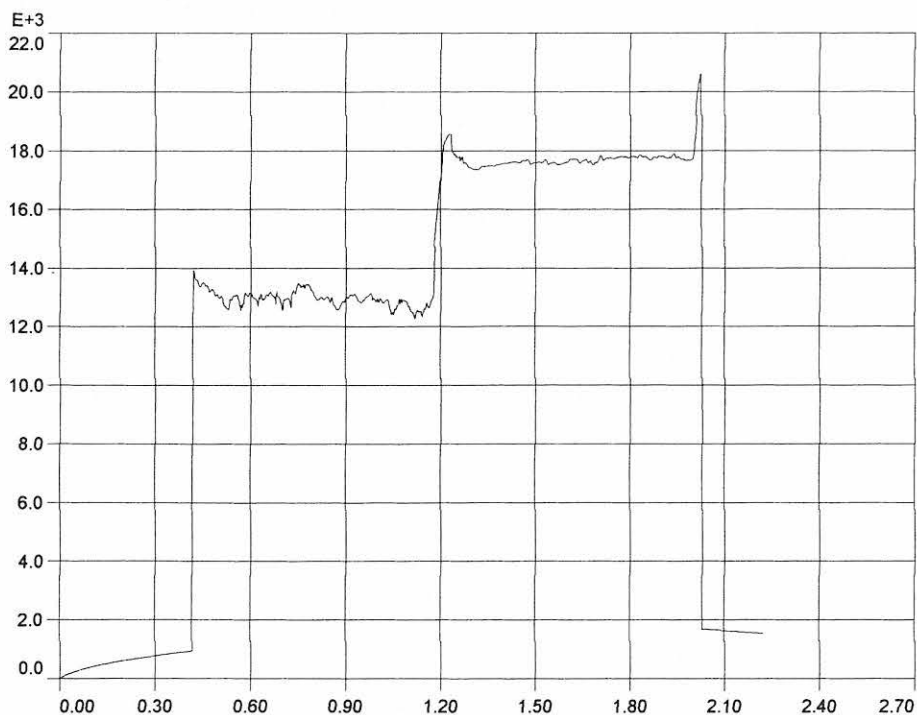


Bild A4.2b: Benetzungsverlauf einer chemisch (in THF) entcoateten, unbehandelten Faser nach Benetzung mit Diiodmethan

Meßergebnisse aus Masseänderungsmessungen nach der Wilhelmy-Methode bei Benetzung von optischen Glasfasern

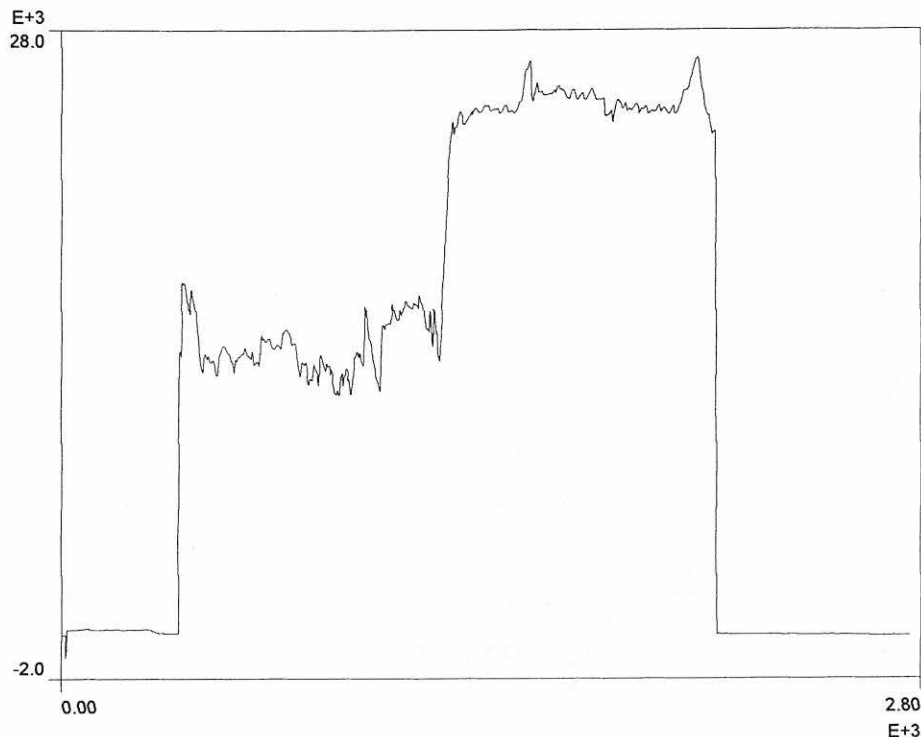


Bild A4.2c:

Benetzungsverlauf einer chemisch (in THF) entcoateten, mit BHN-Silan behandelten und im Wärmeschrank getrockneten Glasfaser bei Benetzung mit Wasser

$$\theta = \arccos\left(\frac{m \cdot g}{d_f \cdot \pi \cdot \gamma_l}\right) \pm \theta \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta m_{zmf}}{|m|}\right)^2 + \left(\frac{\delta d_{f-zmf}}{|d_f|}\right)^2} \quad (\text{A4.4})$$

Diese Berechnungsvorschrift liegt den Tabellenberechnungen (Beispielblätter Bilder A4.4 und A4.5) zugrunde, wobei die Mittelwerte θ und zugehörigen Unsicherheiten $\pm \delta\theta$ jeweils getrennt ausgewiesen sind.

3. Arbeitsschritt:

Berechnung der Oberflächenspannungen

Die Oberflächenspannung wird gemäß Gleichung (5.6) bzw. (5.7) nur aus dem Vorrückwinkel berechnet. Dieser ist der reproduzierbarere Winkel bei niedrigerenergetischen Oberflächen. Die beiden Anteile der Oberflächenspannung, polarer und dispersiver Anteil, werden aus den Kontaktwinkeln mit den polaren und unpolaren Benetzungsflüssigkeiten berechnet. In die Berechnung der Oberflächenspannung aus den gemessenen Kontaktwinkeln gehen neben der Massenänderung Δm auch der Faserdurchmesser d_a sowie die Oberflächenspannung γ_f der Benetzungsflüssigkeit ein. Der Durchmesser der optischen Fasern schwankt mit $< \pm 1 \mu\text{m}$ um den Mittelwert. Diese Herstellungstoleranz, die entscheidend die Funktionsfähigkeit von extrinsischen Fabry-Pérot-Sensoren bestimmt, wurde am Rasterelektronenmikroskop wiederholt überprüft und war in keinem Fall überschritten worden. Die Werte für die Oberflächenspannung der Benetzungsflüssig-

keiten wurden der Fachliteratur entnommen [Wu, (1982)] bzw. mit der Ringmethode nach Du-Noüy gemessen.

Die Berechnung der Gesamtoberflächenspannung folgt aus

$$\gamma_{\text{ges}} = \bar{\gamma} \pm \delta\bar{\gamma} \quad \bar{\gamma} = \gamma^p + \gamma^d \quad (\text{A4.5a})$$

$$\delta\bar{\gamma} = \sqrt{(\delta\gamma^p)^2 + (\delta\gamma^d)^2} \quad (\text{A4.5b})$$

4. Arbeitsschritt:

Berechnung der Polarität

$$X^p = \frac{\gamma_s^p}{\gamma_s} \quad (\text{A4.6})$$

D. Ausgewählte Meßwertetabellen zu Kapitel 5

Im folgenden sind ausgewählte Meßergebnisse und berechnete Größen aus Benetzungsmessungen beispielhaft für verschiedene Modifizierungen von Glasfaseroberflächen aufgelistet. Als Testflüssigkeiten wurden MilliQ-Wasser und Diiodmethan CH_2I_2 verwendet. Die zusammengefaßte Auswertung der Ergebnisse ist im Abschnitt 5.4 zu finden. Die Anzahl der Proben N wird jeweils angegeben.

Veränderung der Benetzbarkeit der Glasfasern nach einer Behandlung im Sauerstoff-Plasma (OP) (Meßergebnisse zu Pkt. 5.3.2)

Unbehandelte Fasern (entcoatet, gereinigt)

$$\theta_V (\text{CH}_2\text{I}_2) = 49,0^\circ \pm 5,6^\circ \text{ (se = 2,3}^\circ) \quad N = 6$$

$$\theta_R (\text{CH}_2\text{I}_2) = 36,5^\circ \pm 2,2^\circ \text{ (se = 0,9}^\circ) \quad N = 6$$

$$\theta_V (\text{H}_2\text{O}) = 66,6^\circ \pm 2,4^\circ \text{ (se = 1,0}^\circ) \quad N = 8$$

$$\theta_R (\text{H}_2\text{O}) = 53,9^\circ \pm 2,2^\circ \text{ (se = 0,7}^\circ) \quad N = 8$$

Oberflächenspannungen [mN/m]:

$$\gamma^p = 19,1 \pm 1,7 \quad \gamma^d = 25,3 \pm 2,5$$

$$\gamma = 43,4 \pm 3,0$$

Polarität [--]:

$$X^p = 0,43$$

Faser-Plasmabehandlung 5 Minuten

$$\theta_V (\text{CH}_2\text{I}_2) = 54,2^\circ \pm 1,0^\circ \text{ (se = 0,4}^\circ) \quad N = 5$$

$$\theta_R (\text{CH}_2\text{I}_2) = 43,3^\circ \pm 2,0^\circ \text{ (se = 0,9}^\circ) \quad N = 5$$

$$\theta_V (\text{H}_2\text{O}) = 44,8^\circ \pm 5,3^\circ \text{ (se = 1,2}^\circ) \quad N = 4$$

$$\theta_R (\text{H}_2\text{O}) = 35,6^\circ \pm 4,4^\circ \text{ (se = 0,9}^\circ) \quad N = 4$$

Oberflächenspannungen [mN/m]:

$$\gamma^p = 37,3 \pm 5,1 \quad \gamma^d = 15,9 \pm 0,5$$

$$\gamma = 53,2 \pm 0,6$$

Polarität [--]:

$$X^p = 0,70$$

(se = standard error)

Chemische Modifizierung mit BHN- und BSM-Silan der Konzentration 0,1 % bis 1,0 % nach vorheriger Oberflächenbehandlung im Sauerstoffplasma (OP) für 20 min

(Meßergebnisse zu Pkt. 5.3.2)

Silantyp BHN, Konzentration = 0,1%

$$\theta_V(\text{CH}_2\text{I}_2) = 66,8^\circ \pm 2,8^\circ \text{ (se = 1,1}^\circ\text{)} \quad N = 6$$

$$\theta_R(\text{CH}_2\text{I}_2) = 59,8^\circ \pm 2,5^\circ \text{ (se = 1,0}^\circ\text{)} \quad N = 6$$

$$\theta_V(\text{H}_2\text{O}) = 66,4^\circ \pm 1,7^\circ \text{ (se = 0,9}^\circ\text{)} \quad N = 4$$

$$\theta_R(\text{H}_2\text{O}) = 51,6^\circ \pm 2,4^\circ \text{ (se = 1,2}^\circ\text{)} \quad N = 4$$

Oberflächenspannungen [mN/m]:

$$\gamma^P = 22,79 \pm 1,36 \quad \gamma^d = 17,49 \pm 1,20$$

$$\gamma^s = 40,28 \pm 1,81$$

Polarität [--]:

$$X^P = 0,566$$

Silantyp BHN, Konzentration = 1%

$$\theta_V(\text{CH}_2\text{I}_2) = 67,8^\circ \pm 1,8^\circ \text{ (se = 0,7}^\circ\text{)} \quad N = 6$$

$$\theta_R(\text{CH}_2\text{I}_2) = 58,3^\circ \pm 2,0^\circ \text{ (se = 0,8}^\circ\text{)} \quad N = 6$$

$$\theta_V(\text{H}_2\text{O}) = 72,3^\circ \pm 1,1^\circ \text{ (se = 0,5}^\circ\text{)} \quad N = 6$$

$$\theta_R(\text{H}_2\text{O}) = 52,7^\circ \pm 0,8^\circ \text{ (se = 0,3}^\circ\text{)} \quad N = 6$$

Oberflächenspannungen [mN/m]:

$$\gamma^P = 19,28 \pm 0,83 \quad \gamma^d = 17,50 \pm 0,79$$

$$\gamma^s = 36,78 \pm 1,15$$

Polarität [--]:

$$X^P = 0,520$$

Silantyp BSM, Konzentration = 0,1%

$$\theta_V(\text{CH}_2\text{I}_2) = 63,5^\circ \pm 3,5^\circ \text{ (se = 2,0}^\circ\text{)} \quad N = 3$$

$$\theta_R(\text{CH}_2\text{I}_2) = 55,6^\circ \pm 4,8^\circ \text{ (se = 2,8}^\circ\text{)} \quad N = 3$$

$$\theta_V(\text{H}_2\text{O}) = 67,7^\circ \pm 6,0^\circ \text{ (se = 2,7}^\circ\text{)} \quad N = 5$$

$$\theta_R(\text{H}_2\text{O}) = 35,3^\circ \pm 5,1^\circ \text{ (se = 2,1}^\circ\text{)} \quad N = 6$$

Oberflächenspannungen [mN/m]

$$\gamma^P = 21,08 \pm 3,90 \quad \gamma^d = 19,01 \pm 1,59$$

$$\gamma^s = 40,09 \pm 4,21$$

Polarität [--]:

$$X^P = 0,526$$

Silantyp BSM, Konzentration = 1%

$$\theta_V(\text{CH}_2\text{I}_2) = 65,6^\circ \pm 1,1^\circ \text{ (se = 0,5}^\circ\text{)} \quad N = 5$$

$$\theta_R(\text{CH}_2\text{I}_2) = 60,5^\circ \pm 0,5^\circ \text{ (se = 0,2}^\circ\text{)} \quad N = 5$$

$$\theta_V(\text{H}_2\text{O}) = 81,6^\circ \pm 2,1^\circ \text{ (se = 1,2}^\circ\text{)} \quad N = 3$$

$$\theta_R(\text{H}_2\text{O}) = 48,0^\circ \pm 8,5^\circ \text{ (se = 3,8}^\circ\text{)} \quad N = 5$$

Oberflächenspannungen [mN/m]

$$\gamma^P = 13,27 \pm 1,20 \quad \gamma^d = 19,44 \pm 0,58$$

$$\gamma^s = 32,71 \pm 1,33$$

Polarität [--]:

$$X^P = 0,406$$

Chemische Modifizierung mit BHN- und BSM-Silan der Konzentration 0,1 % bis 1,0 % nach vorheriger Oberflächenmodifizierung im Sauerstoffplasma (OP) für 90 min

Silantyp BHN, Konzentration = 0,1%

$$\theta_V(\text{CH}_2\text{I}_2) = 66,8^\circ \pm 0,7^\circ \text{ (se = 0,3^\circ)} \quad N = 6$$

$$\theta_R(\text{CH}_2\text{I}_2) = 59,2^\circ \pm 1,0^\circ \text{ (se = 0,4^\circ)} \quad N = 6$$

$$\theta_V(\text{H}_2\text{O}) = 59,3^\circ \pm 4,6^\circ \text{ (se = 2,1^\circ)} \quad N = 5$$

$$\theta_R(\text{H}_2\text{O}) = 34,7^\circ \pm 6,4^\circ \text{ (se = 2,9^\circ)} \quad N = 5$$

Oberflächenspannungen [mN/m]

$$\gamma^p = 27,57 \pm 3,18 \quad \gamma^d = 17,08 \pm 0,37$$

$$\gamma^s = 44,65 \pm 3,20$$

Polarität [--]:

$$X^p = 0,617$$

Silantyp BHN, Konzentration = 1%

$$\theta_V(\text{CH}_2\text{I}_2) = 68,1^\circ \pm 3,2^\circ \text{ (se = 1,6^\circ)} \quad N = 4$$

$$\theta_R(\text{CH}_2\text{I}_2) = 59,6^\circ \pm 2,1^\circ \text{ (se = 1,0^\circ)} \quad N = 4$$

$$\theta_V(\text{H}_2\text{O}) = 68,1^\circ \pm 6,0^\circ \text{ (se = 2,7^\circ)} \quad N = 5$$

$$\theta_R(\text{H}_2\text{O}) = 39,9^\circ \pm 8,4^\circ \text{ (se = 3,8^\circ)} \quad N = 5$$

Oberflächenspannungen [mN/m]

$$\gamma^p = 22,04 \pm 2,54 \quad \gamma^d = 17,06 \pm 2,43$$

$$\gamma^s = 39,10 \pm 3,52$$

Polarität [--]:

$$X^p = 0,564$$

Silantyp BSM, Konzentration = 0,1%

$$\theta_V(\text{CH}_2\text{I}_2) = 67,7^\circ \pm 2,7^\circ \text{ (se = 1,2^\circ)} \quad N = 5$$

$$\theta_R(\text{CH}_2\text{I}_2) = 61,7^\circ \pm 0,6^\circ \text{ (se = 0,3^\circ)} \quad N = 5$$

$$\theta_V(\text{H}_2\text{O}) = 66,3^\circ \pm 1,0^\circ \text{ (se = 0,5^\circ)} \quad N = 4$$

$$\theta_R(\text{H}_2\text{O}) = 43,6^\circ \pm 1,8^\circ \text{ (se = 0,8^\circ)} \quad N = 5$$

Oberflächenspannungen [mN/m]

$$\gamma^p = 23,11 \pm 1,01 \quad \gamma^d = 17,11 \pm 1,14$$

$$\gamma^s = 40,22 \pm 1,52$$

Polarität [--]:

$$X^p = 0,575$$

Silantyp BSM, Konzentration = 1%

$$\theta_V(\text{CH}_2\text{I}_2) = 65,5^\circ \pm 1,6^\circ \text{ (se = 0,6^\circ)} \quad N = 6$$

$$\theta_R(\text{CH}_2\text{I}_2) = 60,8^\circ \pm 1,9^\circ \text{ (se = 0,8^\circ)} \quad N = 6$$

$$\theta_V(\text{H}_2\text{O}) = 70,2^\circ \pm 4,4^\circ \text{ (se = 2,2^\circ)} \quad N = 4$$

$$\theta_R(\text{H}_2\text{O}) = 44,6^\circ \pm 2,2^\circ \text{ (se = 1,1^\circ)} \quad N = 4$$

Oberflächenspannungen [mN/m]

$$\gamma^p = 20,01 \pm 2,79 \quad \gamma^d = 18,33 \pm 0,78$$

$$\gamma^s = 38,34 \pm 2,90$$

Polarität [--]:

$$X^p = 0,522$$

Grafische Übersicht über die Meßergebnisse

(s. Bilder A4.3 und A4.4 auf den folgenden Seiten.)

Die Ergebnisse wurden nach Untersuchungsetappen zusammengefaßt von Velden u.a., (1997) und Egja Ajuriagojeaskoa u.a., (1997). Die Ergebnisse wurde auszugsweise veröffentlicht von Habel u.a., (1998), Bismarck u.a., (1999-1) und Bismarck/Habel, (2000).

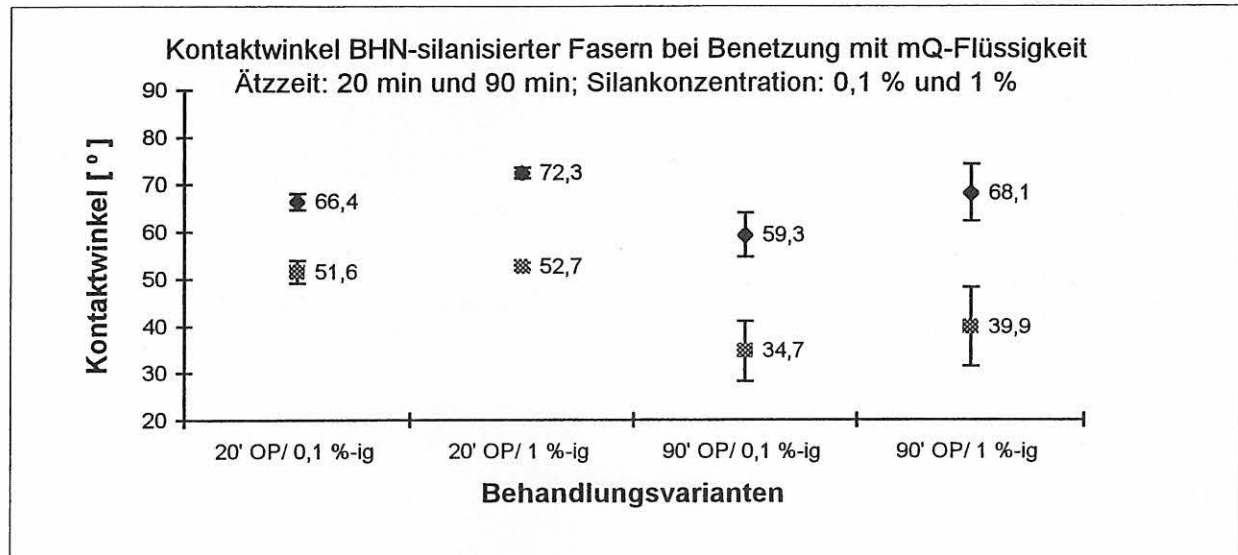
Vergleich der Kontaktwinkel BHN-silanisierter optischer Glasfasern

20 min und 90 min modifiziert im Sauerstoffplasma, bei 80 °C getrocknet

Alle Kontaktwinkelangaben in [°]

Mittelwerte der Messungen gegen Wasser

Faserbehandlung	Vorrückwinkel θ_v	Rückzugswinkel θ_r	$\delta\theta_v$	$\delta\theta_r$
20' OP/ 0,1 %-ig	66,4	51,6	1,7	2,4
20' OP/ 1 %-ig	72,3	52,7	1,1	0,8
90' OP/ 0,1 %-ig	59,3	34,7	4,6	6,4
90' OP/ 1 %-ig	68,1	39,9	6	8,4



Mittelwerte der Messungen gegen Diiodmethan

Faserbehandlung	Vorrückwinkel θ_v	Rückzugswinkel θ_r	$\delta\theta_v$	$\delta\theta_r$
20' OP/ 0,1 %-ig	66,8	59,8	2,8	2,5
20' OP/ 1 %-ig	67,8	58,3	1,8	2
90' OP/ 0,1 %-ig	66,8	59,2	0,7	1
90' OP/ 1 %-ig	68,1	59,6	3,2	2,1

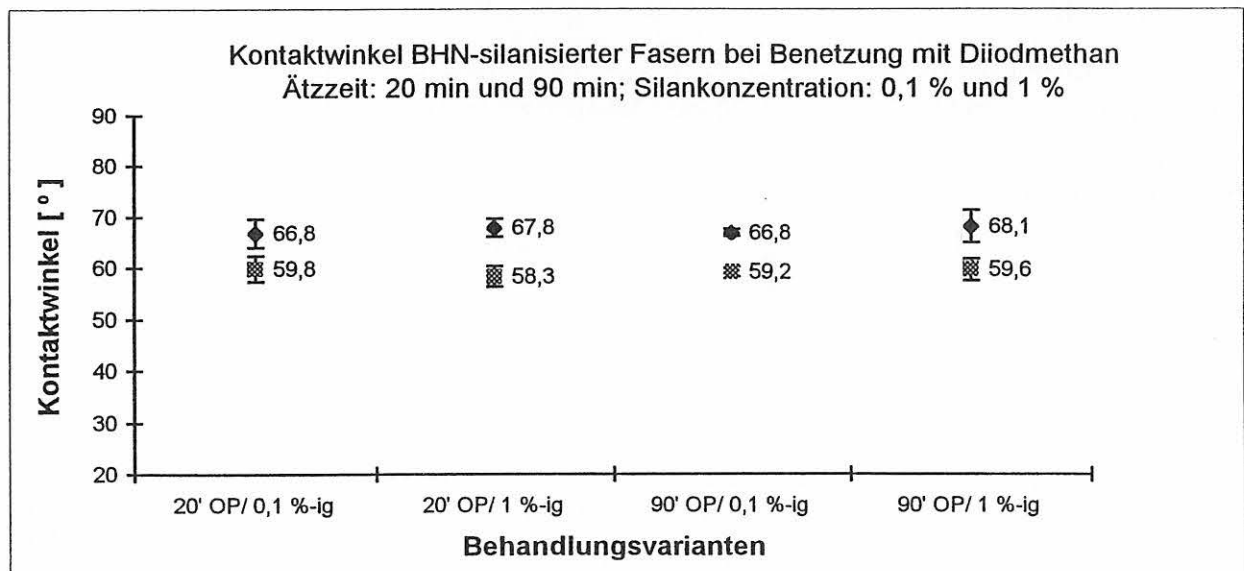


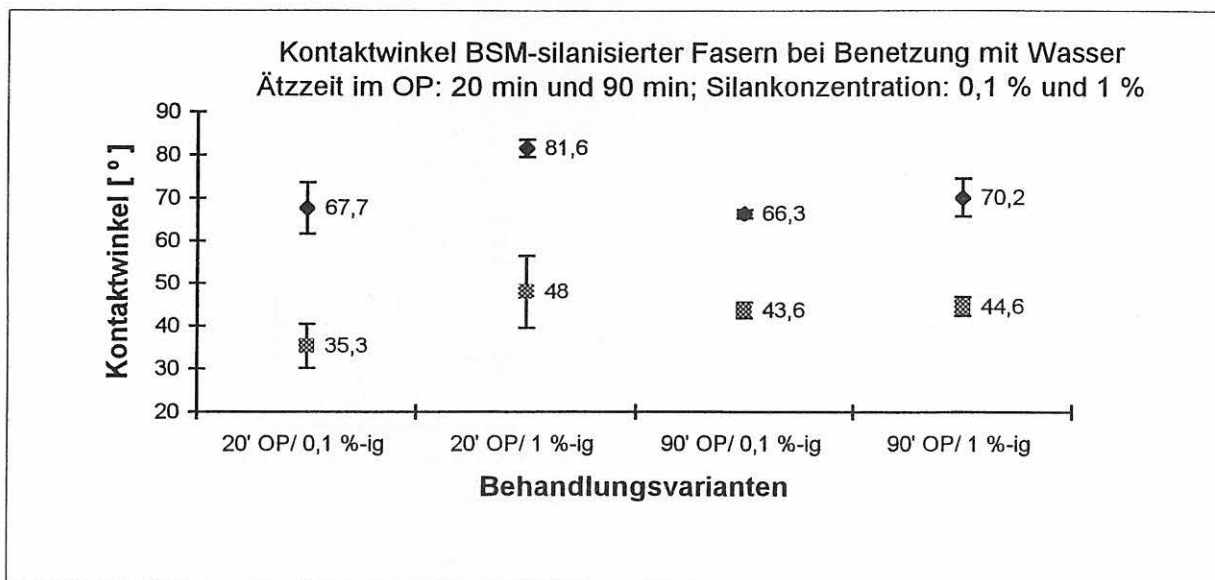
Bild A4.4:
Kontaktwinkel BHN-silanisierter Fasern

Vergleich der Kontaktwinkel BSM-silanisierter optischer Glasfasern
 20 min und 90 min modifiziert im Sauerstoffplasma, bei 80 °C getrocknet

Alle Kontaktwinkelangaben in [°]

Mittelwerte der Messungen gegen Wasser

Faserbehandlung	Vorrückwinkel θ_v	Rückzugswinkel θ_r	$\delta\theta_v$	$\delta\theta_r$
20' OP/ 0,1 %-ig	67,7	35,3	6	5,1
20' OP/ 1 %-ig	81,6	48	2,1	8,5
90' OP/ 0,1 %-ig	66,3	43,6	1	1,8
90' OP/ 1 %-ig	70,2	44,6	4,4	2,2



Mittelwerte der Messungen gegen Diiodmethan

Faserbehandlung	Vorrückwinkel θ_v	Rückzugswinkel θ_r	$\delta\theta_v$	$\delta\theta_r$
20' OP/ 0,1 %-ig	63,5	55,6	3,5	4,8
20' OP/ 1 %-ig	65,6	60,5	1,1	0,5
90' OP/ 0,1 %-ig	67,7	61,7	2,7	0,6
90' OP/ 1 %-ig	65,6	60,8	1,6	1,9

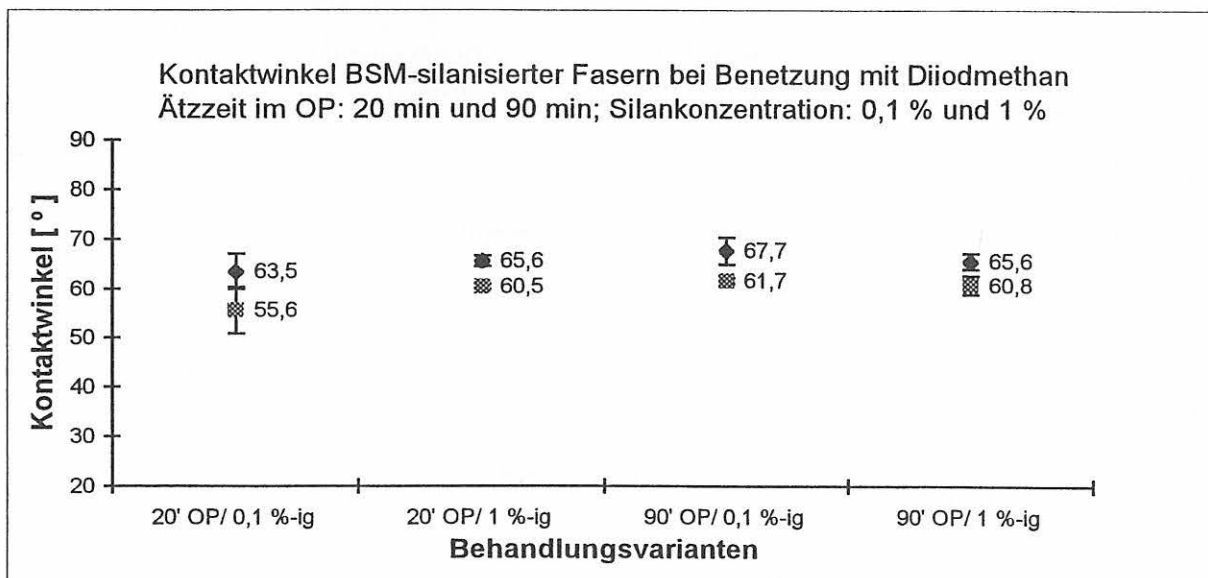


Bild A4.5:
 Kontaktwinkel für BSM-silanisierte Fasern

Quellenangaben

Bismarck, A. (1995): Spektroskopische und oberflächenenergetische Untersuchungen an chemisch modifizierten Karbonfasern. Diplomarbeit. TU Berlin, Institut für Technische Chemie.

Bismarck, A.; Egia Ajuriagojeaskoa, E.; Springer, J.; Habel, W. (1999-1): Modification et caractérisation de la surface de fibres optiques pour son insertion postérieure dans des matériaux cimentaire. J. de Chimie-Physique 96, 1269-1294.

Egia Ajuriagojeaskoa, E.; Bismarck, A.; Springer, J.; Habel, W. (1997): Oberflächenenergetische Untersuchungen an modifizierten und silanisierten Glasfasern. Unveröffentlichter Forschungsbericht, TU Berlin, FB 5: Institut für Technische Chemie.

Habel, W.; Schulz, E.; Kalinka, G.; Bismarck, A. (1998): Evaluation of Adhesion Behaviour of Optical Fibers for Sensors Embedded in Cementitious Materials. in Ansari, F.: Fiber Optic Sensors for Construction Materials and Bridges. Technomic Publ. Company. Lancaster-Basel, 194-206.

Habel, W.; Bismarck, A. (2000): Optimization of the adhesion of fiber optic strain sensors embedded in cement matrices; a study into long-term fiber strength. J. of Structural Control (Pavia/Italy), Special issue: Fiber Optic Sensors 7, 51-76.

Hoecker, F. (1996): Grenzflächeneffekte in Hochleistungsverbundwerkstoffen mit polymeren Matrices. Fortschrittsberichte VDI, Reihe 5: Grund- und Werkstoffe, Nr. 439. VDI-Verlag GmbH Düsseldorf.

Tuna, S. (1990): Untersuchungen zur Charakterisierung der Haftung durch intermolekulare Anziehungskräfte in glasfaserverstärkten Thermoplasten. Dissertation D83, 1990. TU Berlin, Institut für Technische Chemie.

Velden, B.; Bismarck, A.; Habel, W.; Springer, J. (1997): Oberflächenenergetische Untersuchungen an gezielt modifizierten Glasfasern zur Optimierung der Adhäsionseigenschaften bei Anwendung in mineralischen Materialien. Unveröffentlichter Forschungsbericht, TU Berlin, FB 5: Institut für Technische Chemie.

Anlage 5

Modifizierung von Glasoberflächen und Herstellung alternativer Coatings - Gerätetechnik -

- A. Modifizierung von Glasfasern im Plasmareaktor**
- B. Silanisierung von Glasfaseroberflächen**
- C. Herstellung dünner Polymercoatings im Plasma-
reaktor**

A. Modifizierung von Glasfasern im Plasmareaktor

A.1 Versuchsanlage

Zur physikalischen Modifizierung von Glasfasern steht ein Plasmareaktor zur Verfügung, der in der Technischen Universität Berlin, Institut für Technische Chemie, entwickelt worden ist. Die Anlage arbeitet bei einer Frequenz von 27,12 MHz, die Leistung ist bis 200 W stetig regelbar. Der Arbeitsdruck liegt im Bereich von 30 Pa bis 150 Pa (Niederdruckplasma). Die Prozeßkammer besteht aus zwei parallelen Aluminiumplatten (Bild A5.1a), zwischen denen ein zylindrisches Rohr aus Quarzglas (Innendurchmesser: 220 mm, Höhe 30 mm, Bild A5.1b) angeordnet ist. Die obere Platte ist die Anregungselektrode, die untere Platte liegt auf Erdpotential und besitzt Durchführungen für die Zu- und Ableitung der Prozeßgase sowie für den Anschluß der Vakuumanlage. In die Reaktionskammer kann seitlich durch ein Sichtfenster das Plasma beobachtet werden. Unterhalb der Kammer befindet sich ein Spiralrohr, durch das temperiertes Wasser zur Thermosta-

tierung der Reaktionskammer fließt. Die Zündeinrichtung sowie die Steuerungstechnik für die Einstellung der Prozeßparameter befindet sich in einem Gerätemodul Bild (A5.1c). Während des Betriebs der Anlage können manuell die Einstellungen verändert werden.

A.2 Probenvorbereitung

Die Lichtwellenleiterfasern wurden chemisch in THF (Tetrahydrofuran) entcoatet und mit i-Propanol gereinigt. Bis zu zehn Faserproben wurden entweder auf einen Messingrahmen (Faserlänge < 110 mm) aufgelegt (Bild A5.1d) oder als Ring (Faserlänge < 550 mm) frei in der Vakuumkammer positioniert. Im Fall langer Fasern erfolgte die Plasmamodifizierung jeweils an nur einem Faserprüfling. Die Kammer wird mit einem Aluminiumdeckel vakuumdicht verschlossen und danach etwa 10 min lang auf einen Druck von 1 Pa evakuiert.

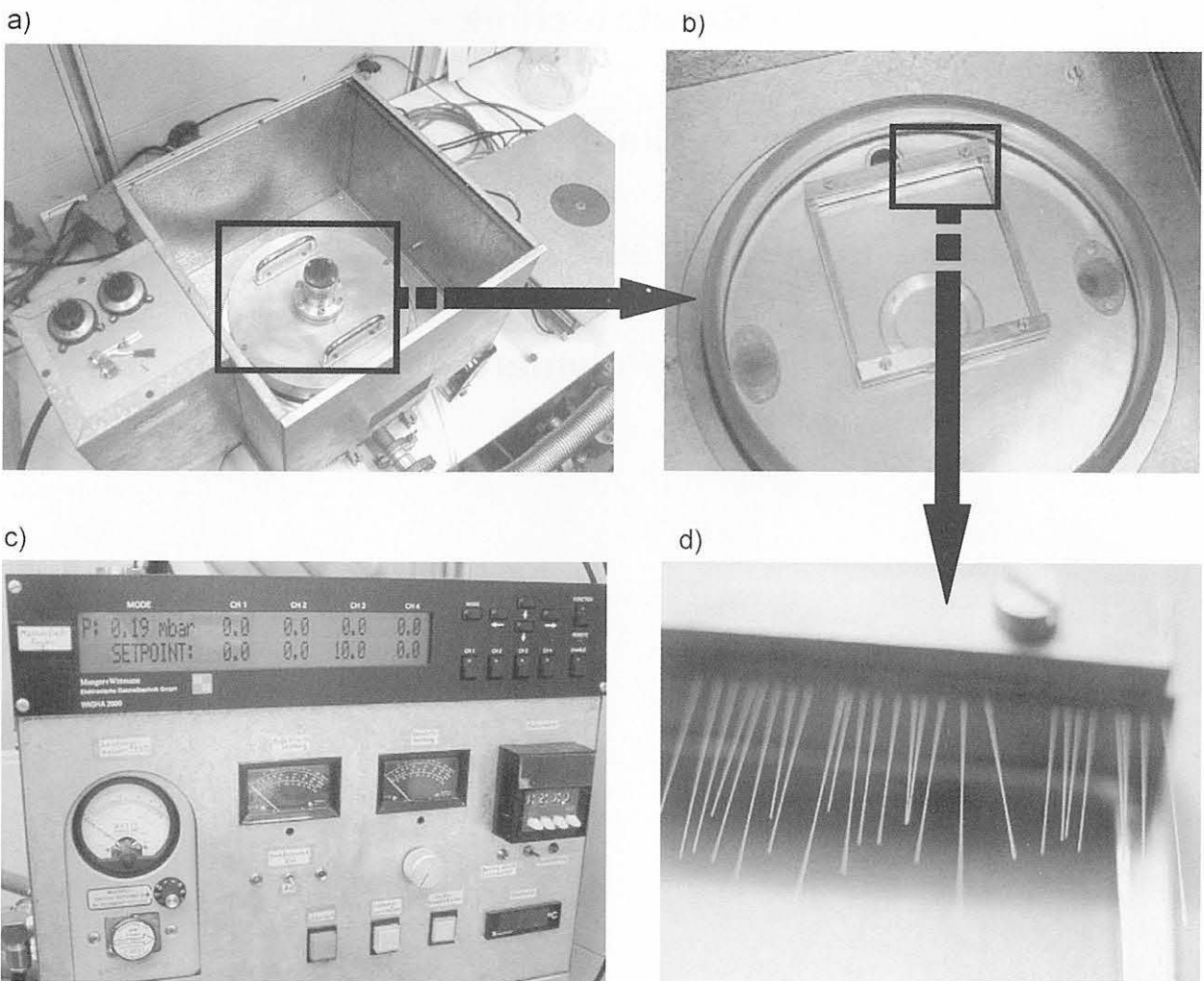


Bild A5.1:

Plasmareaktor.

- a) Innenansicht der geschlossenen Reaktionskammer,
- b) geöffnete Reaktionskammer mit Probenträger,
- c) Elektronisches Steuergerät,
- d) Aufspannrahmen für Faserproben (Gesamtansicht s. Bild A5.1b).

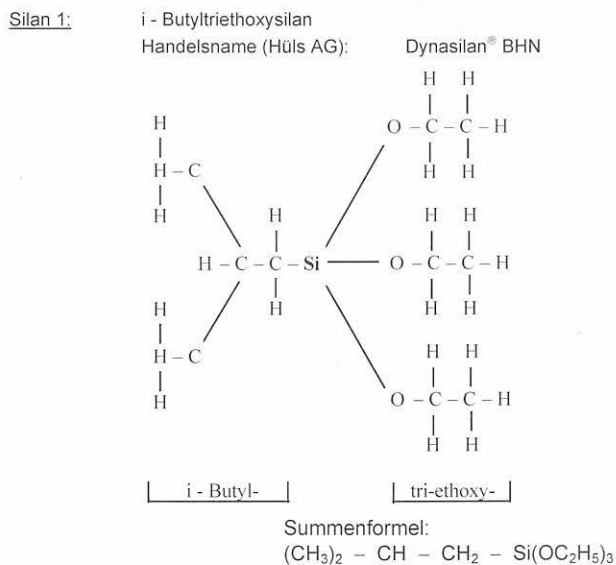
A.3 Durchführung der Modifizierung im Sauerstoffplasma

In die evakuierte Kammer wird das Prozeßgas (hier: Sauerstoff) bei einem Druck von 40 Pa bis 60 Pa eingeleitet und ein Druck von etwa 190 Pa eingestellt. Durch Anlegen der Hochspannung wird das Gas ionisiert und das Plasma gezündet. Der Sauerstoff besitzt eine Reinheit von $\geq 99,8\%$ (Messer Griesheim GmbH). Die Modifizierung der Glasoberfläche wird bei Raumtemperatur (20 °C) und einem Kammerdruck von etwa 53 Pa durchgeführt. Nach Ablauf der festgelegten Behandlungszeit wird die Steuereinheit (Bild A5.1c) abgeschaltet und die Vakuumkammer belüftet. Die Prüflinge werden entnommen und im Laborraum (21 °C, 35 % rH) frei hängend bis zur Weiterverwendung (Benetzungsmessungen, Festigkeitsuntersuchungen, Silanisierung) zwischengelagert.

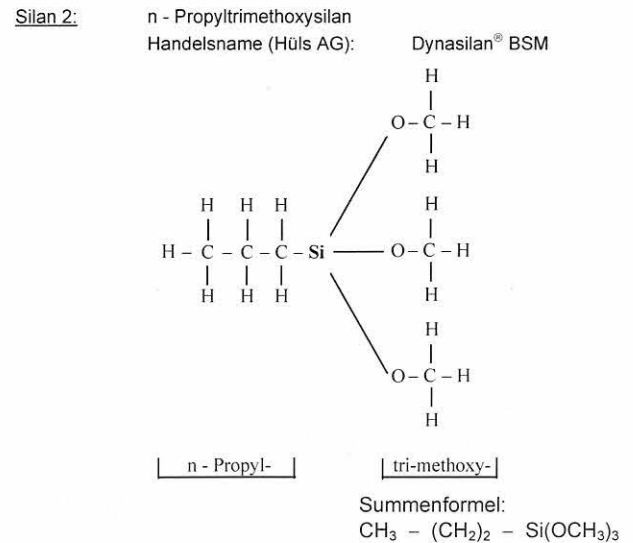
B. Silanisierung von Glasoberflächen

B.1 Struktur der verwendeten Silane

Für die chemische Modifizierung der Glasoberfläche wurden, aufbauend auf Erfahrungen der Hüls AG, Werk Rheinfelden, beim Beschichten von (nicht-optischen) Gläsern im Baustoffbereich, folgende Silane für die Untersuchungen ausgewählt:



¹ Wegen möglicher Reaktionen der Silane mit Glasmaterialien wurden keinerlei Glasinstrumente (Pipetten, Meßküvetten, Glasschalen und dgl.) verwendet. Als Mischgefäße wurden Becher aus Polypropylen, zum Einlagern der Prüflinge flache Schalen aus Polystyrol benutzt.



B.2 Herstellung der Proben

Die Silane der Fa. Hüls AG

- i - Butyltriethoxysilan; Handelsname (Hüls AG): Dynasilan BHN
- n - Propyltrimethoxysilan; Handelsname (Hüls AG): Dynasilan BSM.

liegen in konzentrierter Form vor. Sie werden für die chemische Modifizierung mit i-Propanol auf die erforderliche Konzentration verdünnt. Danach erfolgt die Zugabe von Wasser in einer 3-fach äquimolaren Menge des Silans (s. Tabelle A5.1), um die Hydrolysereaktion zu starten. Hierfür ist eine Mischungsdauer von 30 min erforderlich. Unmittelbar vor dem Einlagern der Fasern in die Silanlösung wird dieser ein Tropfen Essigsäure zugegeben, um die Kondensation zu katalysieren. Der pH-Wert der Lösung wurde auf einen Wert zwischen 4 und 5 eingestellt und mehrfach kontrolliert. Die Behandlung der Fasern mit den Silanen erfolgte für die Dauer von 10 min in nicht-silikatischen Gefäßen¹, die zur besseren Umspülung der eingelegten Fasern auf einem Schwingtisch angeordnet waren. Nach Ablauf der Einwirkungszeit (Reaktionszeit des Silans) wurden die Fasern kurzzeitig an der Luft gelagert (max. 10 min), bis sie oberflächlich getrocknet waren. Die endgültige Trocknung erfolgte im Wärmeschrank bei 80 °C für eine Dauer von 45 Minuten.

Silantyp	Silan 1: BHN		Silan 2: BSM	
	0,1 %	1 %	0,1 %	1 %
Zusammensetzung (Mengen in ml):				
- Silan	0,1	1,0	0,1	1,0
- Iso-Propanol	99,9	99,9	99,9	99,9
- Aqua dest.	0,31	3,1	0,31	3,1
pH-Wert	4	4	4	4

Tabelle A5.1:
Silanlösungen für die Faserbehandlung.

B.3 Untersuchungen

An silanisierten Faserprüflingen kurzer Länge (Silankonzentrationen 0,1 %, 0,25 %, 0,75 % und 1,0 %) wurden Benetzungsmessungen nach der modifizierten Wilhelmy-Methode durchgeführt. An silanisierten Prüflingen der Länge 550 mm und 100 mm wurden Zugfestigkeitsuntersuchungen durchgeführt. Für die visuelle Bewertung der Oberfläche wurden nur kurze Prüflinge (Länge < 50 mm) hergestellt.

C. Herstellung dünner Polymercoatings im Plasmareaktor

C.1 Vorbereitung der Polymerisation

Vor Beginn jeder Polymerisation wird die Reaktor-kammer sorgfältig mit Aceton und Tetrahydrofuran gereinigt. Das in der Reaktorkammer befindliche Polymer aus vorherigen Polymerisationsprozessen kann nicht angelöst werden, jedoch quillt es durch die verwendeten Lösungsmitteln und kann dann abgestreift werden.

C.2 Durchführung der Polymerisierung

Nach Evakuierung der Kammer auf 1,1 mbar und Temperierung auf 20 °C werden die Reaktionsgase für die Polymerisation - generell fluorhaltige Kohlenstoffverbindungen sowie Wasserstoff - mittels einer elektronischen Durchflußmengensteuerung dosiert in die Kammer eingeleitet. Ein vorheriges Ätzen der Fasern in Argonatmosphäre führte nicht zu brauchbaren Beschichtungen. Durch Zünden des Plasmas werden infolge Stoßionisation die Moleküle gespalten. Es entstehen Ionen, freie Elektronen und Radikale [Huber u.a., (1997)]. In den folgenden Reaktionsschritten führt dann die Kombination von Kohlenstoff-Radikalen zur Erzeugung großer Moleküle. Durch wiederholte Fragmentierung und Rekombination entstehen hochvernetzte Polymerschichten auf der Oberfläche des in der Reaktionskammer befindlichen Fasersensors.

Es wurden zahlreiche Polymerisationsreihen zur Ermittlung der Dosierung der Reaktionsgase (Wasserstoff, Halogencarbene) durchgeführt. Stabile Coatings konnten mit den im Abschnitt 6.2.1 beschriebenen Gemischen erreicht werden. Während des Polymerisationsprozesses selbst wurde die ermittelte Dosierung der Gase konstant gehalten. Ebenso wurden bei allen Versuchsreihen die Prozeßbedingungen [elektrische Leistung: 16,5 W, Arbeitsdruck: 1,5 mbar, Substrat-Temperatur: (20 ± 0,5) °C] konstant gehalten [Habel/Bismarck, (2000)]. Die Einhaltung der Versuchsbedingungen ist eine wichtige Voraussetzung für das stabile Brennen des Plasmas. Das optimal brennende Plasma hat eine violette bis rötliche Farbe.

Die Dicke und Struktur der vernetzten Polymerschicht auf der Faseroberfläche kann durch die Polymerisationsdauer beeinflusst werden. Bei einer Polymerisationsdauer von etwa 20 ... 30 min wird eine Schichtdicke um 1 µm erreicht. Bei einer Dauer von 3 Stunden entsteht eine Schicht der Dicke um 7 ... 10 µm, die eine feine Oberflächenstruktur aufweisen kann (vgl. Bilder 6.3 und 6.4).

Quellenangaben

Habel, W.; Bismarck, A. (2000): Optimization of the adhesion of fiber-optic strain sensors embedded in cement matrices; a study into long-term fiber strength. J. of Structural Control (Pavia/Italy), Special issue: Fiber Optic Sensors 7, 51-76.

Huber, F.; Springer, J.; Muhler, J. (1997): Plasma Polymer Membranes from Hexafluor-octane/Hydrogen Mixtures for Separation of Oxygen and Nitrogen. J. of Applied Polymer Science 63, 1517-1526.

Anlage 6

Modell und Versuchseinrichtung zur Abschätzung des Dehnungsübergangs von der Zementsteinmatrix in die Sensorfaser

- A. Ableitung der Spannungsbeziehungen für die Matrix/Sensor-Grenzfläche**
- B. Übertragungsfaktor zur Bewertung der Matrixverformung**
- C. Verwendete Apparatur für Indentation-Tests**
- D. Berechnung der temperaturbedingten Spannung in der Fasersensor/Matrix-Grenzfläche**

A. Ableitung der Spannungsbeziehungen für die Matrix/Sensor-Grenzfläche

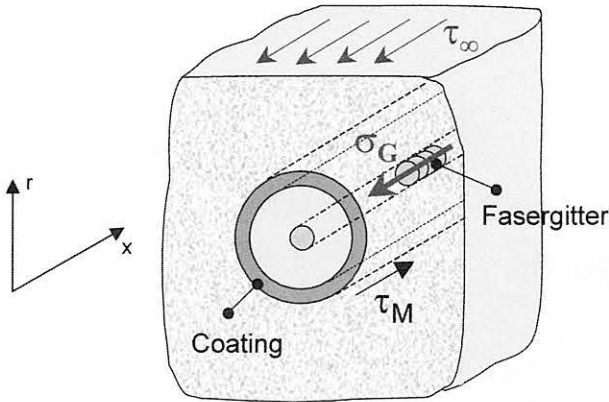


Bild A6.1: Eingebetteter Sensor in der Matrix

In einem Volumenstück eines eingebetteten, gecoateten Sensors führt die Verformung der Matrix zu einer Zugspannung σ_M in der Matrix (Bild A6.1). An den Grenzflächen entstehen in axialer Richtung Schubspannungen, die folgendermaßen definiert werden:

an der Grenzfläche Glas/Coating:

$$\tau_G(x)|_{r=r_G} \tag{A6.1a}$$

an der Grenzfläche Coating/Matrix:

$$\tau_C(x)|_{r=r_C} \tag{A6.1b}$$

Die Indizes werden als Großbuchstaben angegeben, wenn sie sich auf definierte Radien beziehen. Kleine Buchstaben werden verwendet, wenn ein variabler Wert im jeweils betrachteten Bereich des Coatings, des Glases oder der Matrix bezeichnet wird. Im weiteren wird deshalb auf die Zuordnung der Radien entsprechend Gleichungen (A6.1a) und (A6.1b) bei der Angabe der Schubspannung verzichtet. Ein beliebiger Betrachtungspunkt in der Verbundanordnung hat die Koordinaten $P(x,r)$.

Der Interfacebereich, d. h. der Kontakt zwischen Matrix und Sensorglas, wird bei gecoateten Fasern durch das Kräftegleichgewicht am Coating beschrieben. Die von der Matrix verursachte Axialspannung im Coatingquerschnitt ist gleich der Differenz der an den beiden Coatingflächen angreifenden Schubspannungen τ_C und τ_G . Somit folgt:

$$A_C \cdot \sigma_C = O_{Ca} \cdot \tau_C - O_{Ci} \cdot \tau_G \tag{A6.2a}$$

A_C ist die Querschnittsfläche des Coatings, O_{Ca} und O_{Ci} sind die äußeren und inneren Oberflächen des

Coatings. Für ein Sensorsegment der Länge L folgt entsprechend Bild A6.1 und Bild 7.2b

$$\begin{aligned} & \frac{1}{L} (r_C^2 - r_G^2) \pi \cdot \int_0^L \sigma_C(x) dx \\ &= 2\pi \cdot r_C \int_0^L \tau_C(x) dx - 2\pi \cdot r_G \int_0^L \tau_G(x) dx. \end{aligned} \tag{A6.2b}$$

Für dünne Coatings ist die Differenz $(r_C^2 - r_G^2)$ sehr klein gegenüber der Sensorlänge L . Damit geht auf der linken Seite der Gleichung (A6.2b) der Faktor vor dem Integral gegen Null. Es folgt näherungsweise Gleichheit der beiden Schubspannungen an den Coatinggrenzflächen. Für einen beliebigen Punkt $P(x,r)$ im Coating des Sensors folgt dann aus Gleichung (A6.2b)

$$r \int_0^x \tau(x,r) dx = r_G \int_0^x \tau_G(x) dx \tag{A6.3}$$

oder

$$\tau(x,r) = \frac{r_G}{r} \cdot \tau_G(x). \tag{A6.4}$$

Die Schubspannung τ_G an der Grenzfläche vom Glas zum Coating kann auch mit dem Schubmodul des Coatings G_C ausgedrückt werden: $\tau_C = G_C \cdot \gamma$ (s. Bild 7.2b, linker Bildteil). Aus sehr geringen Verschiebungen¹ folgen sehr kleine Gleitwinkel γ , so daß sich für die Beziehung $\tan \gamma = dx/dr$ näherungsweise die Gleichheit $\gamma = dx/dr$ ergibt. Wird der Schubmodul in Gleichung (A6.4) eingeführt, so kann die Verschiebung in einem beliebigen Punkt in Coating beim Radius r angegeben werden zu

$$d(\Delta c(x,r)) = \frac{1}{G_C} \cdot \frac{r_G}{r} \cdot \tau_G(x) \cdot dr. \tag{A6.5}$$

Die Integration führt zu

$$\Delta c(x,r) = \frac{1}{G_C} \cdot r_G \cdot \tau_G(x) \cdot \int_{r_G}^r \frac{1}{r} dr. \tag{A6.6}$$

Solange vollständiger schlupffreier Verbund zwischen Coating und Matrix vorliegt, kann als obere Integrationsgrenze r_C angesetzt werden. Die Ausrechnung von Gleichung (A6.6) führt dann zu

$$\Delta c(x) = \frac{r_G}{G_C} \cdot \tau_G(x) \cdot \ln\left(\frac{r_C}{r_G}\right). \tag{A6.7}$$

Für kleine Verformungen des Verbunds Glas/Coating/Matrix in Faserrichtung kann angenommen werden, daß die Verformung der Matrix Δm der Summe der Verformungen Δc und Δg von Coating und Glasfaser

¹ Als Verschiebung (oder Gleitung) wird die durch Schub verursachte Verlängerung des Materials in der Beanspruchungsebene (in axialer Richtung der Faser) verstanden.

entspricht. Allgemein wird dieser Sachverhalt ausgedrückt durch:

$$\Delta m(x) = \Delta c(x) + \Delta g(x) \quad (\text{A6.8})$$

Mit der Definition der Dehnung ε als Verlängerung (Verschiebung) Δm bzw. Δg eines bestimmten Längenabschnitts und durch Anwendung des Hookschen Gesetzes können die Verschiebungen in der Matrix und im Glas allgemein beschrieben werden durch

$$\Delta m(x) = \int_0^x \varepsilon_M(x) dx \quad (\text{A6.9a})$$

und

$$\Delta g(x) = \int_0^x \varepsilon_G(x) dx. \quad (\text{A6.9b})$$

Da angenommen wird, daß sich im Matrixmaterial die Spannung gleichförmig verteilt, kann Gleichung (A6.9a) vereinfacht geschrieben werden als

$$\Delta m(x) = \frac{\sigma_M}{E_M} \cdot x. \quad (\text{A6.10a})$$

Die in der Glasfaser entstehende Spannungsverteilung $\sigma_G(x)$ ist nichtlinear (vgl. Bild 7.1c). Sie kann berechnet werden aus der Kraft, die in die Glasfaser infolge Matrixverformung eingetragen wird und zu der Verschiebung $\Delta g(x)$ in der Glasfaser führt:

$$\Delta g(x) = \frac{1}{\pi r_G^2 \cdot E_G} \cdot \int_0^x F_G(x) dx. \quad (\text{A6.10b})$$

Die Kraft F_G ergibt sich aus dem Axialspannungs- und dem Schubspannungsanteil in der Grenzfläche von Faser und Matrix:

$$F_G(x) = \pi \cdot r_G^2 \cdot \sigma_G(x) - 2\pi \cdot r_G \int_0^x \tau_G(x) dx \quad (\text{A6.11})$$

bzw.

$$\Delta g(x) = \frac{1}{\pi r_G^2 \cdot E_G} \cdot \int_0^x \left[\pi \cdot r_G^2 \cdot \sigma_G(x) - 2\pi \cdot r_G \int_0^x \tau_G(x) dx \right] dx. \quad (\text{A6.12})$$

Eine Abschätzung der Spannung σ_G im Grenzflächenbereich ist über die Betrachtung der Dehnungen an den Rändern des Coatings möglich. Die Dehnungsübertragung geschieht näherungsweise gemäß $\varepsilon_C / \varepsilon_G = (s_C \cdot E_C + s_M \cdot E_M) / (s_M \cdot E_M)$ [Heese, (1982)]. s_C und s_M sind die Ausdehnungen der Materialien in radialer Richtung. Im betrachteten Fall gilt $s_C \ll s_M$ und $E_C < E_M$, so daß in der Grenzfläche Gleichheit der Dehnungen angenommen werden kann. Da vereinbarungsgemäß eine gleichförmige Spannungsverteilung in der Matrix angenommen wird, kann σ_G in der Grenzfläche in axialer Richtung als konstante Größe betrachtet werden.

Die Gleichungen (A6.7), (A6.10a) und (A6.12) beschreiben die Verformungen in Abhängigkeit der Längen des betrachteten Sensorabschnitts. Werden diese Ergebnisse in die Gleichung (A6.8) eingesetzt, so folgt die Integralbeziehung

$$\frac{\sigma_M}{E_M} \cdot x = \frac{r_G}{G_C} \cdot \ln\left(\frac{r_C}{r_G}\right) \cdot \tau_G(x) + \frac{1}{\pi \cdot r_G^2 \cdot E_G} \cdot \int_0^x F(x) dx \quad (\text{A6.13a})$$

bzw. mit Gleichung (A6.12)

$$\frac{\sigma_M}{E_M} \cdot x = \frac{r_G}{G_C} \cdot \ln\left(\frac{r_C}{r_G}\right) \cdot \tau_G(x) + \frac{1}{\pi \cdot r_G^2 \cdot E_G} \cdot \int_0^x \left[\pi \cdot r_G^2 \cdot \sigma_G - 2\pi \cdot r_G \int_0^x \tau_G(x) dx \right] dx. \quad (\text{A6.13b})$$

Durch Differentiation folgt

$$\frac{\sigma_M}{E_M} = \frac{r_G}{G_C} \cdot \ln\left(\frac{r_C}{r_G}\right) \frac{d\tau_G(x)}{dx} + \frac{\sigma_G}{E_G} - \frac{2}{r_G \cdot E_G} \cdot \int_0^x \tau_G(x) dx. \quad (\text{A6.14})$$

Eine weitere Differentiation führt zur homogenen, unvollständigen Differentialgleichung zweiter Ordnung

$$\frac{d^2 \tau_G(x)}{dx^2} - k^2 \cdot \tau_G(x) = 0 \quad (\text{A6.15a})$$

mit dem konstanten Koeffizienten

$$k^2 = \frac{2G_C}{r_G^2 \cdot E_G \cdot \ln\left(\frac{r_C}{r_G}\right)} \quad (\text{A6.15b})$$

oder durch Einführen des Schubmoduls $G_C = E_C / 2(1 + \nu_C)$ für das Coating

$$k^2 = \frac{E_C}{E_G} \cdot \frac{1}{(1 + \nu_C) \cdot r_G^2 \cdot \ln\left(\frac{r_C}{r_G}\right)}. \quad (\text{A6.15c})$$

Die Lösung erfolgt durch den Exponentialansatz

$$\tau_G(x) = e^{\alpha x} \quad (\text{A6.16a})$$

mit den entsprechenden Ableitungen $d\tau_G/dx$ und $d^2\tau_G/dx^2$. Aus der charakteristischen Gleichung $\alpha^2 - k^2 = 0$ der Lösungsgleichung folgen die zwei Lösungen $\alpha_1 = k$ und $\alpha_2 = -k$, die zu je einer partikulären Lösung des allgemeinen Integrals

$$\tau_G(x) = C_1 \cdot e^{\alpha_1 x} + C_2 \cdot e^{\alpha_2 x} \quad (\text{A6.16b})$$

gehören. Mit den Lösungen k und $-k$ sowie nach Umrechnung in Hyperbelfunktionen folgt

$$\tau_G(x) = (C_1 - C_2) \cdot \sinh(kx) + (C_1 + C_2) \cdot \cosh(kx) \quad (\text{A6.17a})$$

bzw.

$$\frac{d\tau_G(x)}{dx} = A_1 \cdot k \cdot \cosh(kx) + A_2 \cdot k \cdot \sinh(kx) \quad (\text{A6.17b})$$

mit $A_1 = (C_1 - C_2)$ und $A_2 = (C_1 + C_2)$. Die Bestimmung der Konstanten A_1 und A_2 erfolgt aus den Randbedingungen für das Kräftegleichgewicht (Gleichung A6.2a) im Grenzbereich Sensor/Matrix der Länge $2L$. Für $x = 0$ (Sensormitte) ist die Spannung in der Faser voll wirksam, so daß die eingetragene Dehnung erfaßt werden kann. Demgegenüber wird eine Länge des Sensors von $2L$ definiert, bei dem die Spannung σ_G in der Glasfaser nicht mehr wirksam ist ($\sigma_G = 0$) und somit keine Dehnung mehr erfaßt werden kann. Werden diese Randbedingungen für die Verschiebung in der Glasfaser auf die Gleichungen (A6.10b) und (A6.11) angewendet, so folgt:

$$F_G(x=0) = \pi \cdot r_G^2 \cdot \sigma_G \quad (\text{A6.18a})$$

$$F_G(x=L) = 0. \quad (\text{A6.18b})$$

Zur Einführung der Randbedingungen wird Gleichung (A6.13a) differenziert:

$$\frac{\sigma_M}{E_M} = \frac{r_G}{r_C} \cdot \ln\left(\frac{r_C}{r_G}\right) \cdot \frac{d\tau_G(x)}{dx} + \frac{F_G(x)}{\pi \cdot r_G^2 \cdot E_G} \quad (\text{A6.19})$$

Wird die allgemeine Lösung Gleichung (A6.17b) in Gleichung (A6.19) eingesetzt, so erhält man mit den Randbedingungen ein Gleichungssystem mit den zwei Unbekannten A_1 und A_2 . Für die getroffene Annahme, daß in Sensormitte bei $x=0$ die Beziehung $\sigma_M/E_M = \sigma_G/E_G$ gilt, folgt für die Konstanten:

$$A_1 = 0 \quad (\text{A6.20a})$$

$$A_2 = \frac{E_G}{2 \cdot E_M} \cdot \frac{k \cdot r_G \cdot \sigma_M}{\sinh(kL)} \quad (\text{A6.20b})$$

Damit folgt aus Gleichung (A6.17a) für die Schubspannung an der Grenzfläche zur optischen Faser

$$\tau_G(x) = \frac{E_G}{2 \cdot E_M} \cdot \frac{k \cdot r_G \cdot \sigma_M}{\sinh(kL)} \cdot \cosh(kx) \quad (\text{A6.21})$$

Mit dieser Lösung kann aus den Gleichungen (A6.9b), (A6.10b) und (A6.11) mit $\sigma_M/E_M = \sigma_G/E_G$ die axial verteilte Spannung in der Glasfaser und daraus schließlich der Dehnungsverlauf in der Glasfaser bei Dehnung der Matrix berechnet werden:

$$\sigma_G(x) = \sigma_M \cdot \frac{E_G}{E_M} \cdot \left(1 - \frac{\sinh(kx)}{\sinh(kL)}\right) \quad (\text{A6.22})$$

$$\varepsilon_G(x) = \frac{\sigma_M}{E_M} \cdot \left(1 - \frac{\sinh(kx)}{\sinh(kL)}\right) \quad (\text{A6.23})$$

Sonderfall: Eingebetteter Fasersensor ohne Coating

Für den Sonderfall eines ohne Coating eingebetteten Glasfasersensors können die aus der Shear-Lag-Theorie abgeleiteten und von Bentur und Mindess, (1990) angegebenen Spannungs-/Dehnungsbeziehungen verwendet werden. Hierbei gelten ebenso die in Punkt 7.1 formulierten idealisierten Annahmen.

Die ortsabhängige Zugspannung eines fest mit der Matrix verbundenen nackten Fasersensorabschnitts der Länge $2L$ (Haftungslänge) ist²

$$\sigma_{G_n}(x) = \sigma_M \cdot \frac{E_G}{E_M} \cdot \left(1 - \frac{\cosh(kx)}{\cosh(kL)}\right) \quad (\text{A6.24})$$

Die ortsabhängige Schubspannung an der unbeschichteten Grenzfläche Faser/Matrix folgt gemäß Kräftegleichgewicht analog Gleichung (A6.11) aus $\tau_G = -r_G/2 \cdot d\sigma_G/dx$ nach Differentiation zu

$$\tau_{G_n}(x) = \frac{E_G}{2 \cdot E_M} \cdot \frac{k \cdot r_G \cdot \sigma_M}{\cosh(kL)} \cdot \sinh(kx) \quad (\text{A6.25})$$

Der Materialfaktor k ist analog Gleichung (A6.15c)

$$k^2 = \frac{E_M}{E_G} \cdot \frac{1}{(1 + \nu_M) \cdot r_G^2 \cdot \ln\left(\frac{r_M}{r_G}\right)} \quad (\text{A6.26})$$

r_M ist hierbei die radiale Entfernung eines betrachteten Volumenbereichs von der Sensorfaser-Achse. Das Verhältnis $\ln(r_M/r_G)$ in Gleichung (A6.26) berücksichtigt die Nähe der eingebetteten Faser zu benachbarten Einschlüssen, z. B. zu weiteren Fasern bei faserverstärkten Werkstoffen. Für den hier betrachteten Fall einer Einzelfaser wird $r_M \gg r_F$, so daß für die Größe $\ln(r_M/r_F)$ ein Wert von ≥ 5 angenommen werden kann. Gegenüber dem Fall einer eingebetteten polymergecoateten Faser kann für eine ungecoatete Sensorfaser in der zementgebundenen Matrix von relativ gut angepaßten E-Moduli an der Grenzfläche ausgegangen werden ($E_M/E_G \approx 0,39 \dots 0,41$). Der Materialfaktor liegt somit im Bereich $k = 3,1 \dots 3,7$.

Bei dieser analytischen Betrachtung ist zu beachten, daß für den Fall, daß die Sensorfaser in der zementgebundenen Matrix endet (z. B. beim starren EFPI-Sensor), die aus Gleichung (A6.25) berechnete Schubspannung für $x = L$ zu gering ausfallen wird. Ursachen sind Spannungskonzentrationen am Ende des eingebetteten Sensors sowie die Differenz in den E-Moduli für Glas und Beton.

² An dieser Stelle sei angemerkt, daß sowohl die von Ansari und Yuan, 1998 angegebene Schubspannung an der Grenzfläche Coating/Matrix [Gl. (A6.21)] als auch der von Bentur und Mindess, 1990 angegebene Spannungsverlauf in der nackten Glasfaser [Gl. (A6.24)] fehlerhaft sind.

Dies trifft auch auf die Querkontraktion der Materialien zu. Die Spannungsbedingungen bei Beanspruchung unbeschichteter Fasersensoren sind etwa gleich, und es entsteht an der Grenzfläche kein „Verschmiereffekt“ wie im Fall weicher, plastifizierender Coatings. Bei Erreichen der Scherfestigkeit an der Grenzfläche kommt es zum abrupten Abriß und somit zum Versagen des Sensors.

B. Übertragungsfaktor zur Bewertung der Matrixverformung

Für die Bewertung von Meßergebnissen, gewonnen mit eingebetteten Fasersensoren, ist die Kenntnis der Übertragungsfunktion bzw. eines Übertragungsfaktors von Bedeutung. Ansari und Yuan, (1998) führten Kalibriermessungen durch, um die Kompatibilität zwischen den Meßaussagen aus Messungen mit langen Fasersensoren und aus Messungen mit konventionellen Dehnungsmeßstreifen zu vergleichen. Sie fanden Proportionalität, die jedoch von der Meßlänge des Fasersensors und dessen Coating abhängt. Gleiche Ergebnisse wurden von Habel, Hillemeier und Hofmann, (1997) bei vergleichenden Messungen von EFPI-Sensoren und DMS gefunden.

Wird für einen Dehnungsmeßstreifen ein Übertragungsfaktor von „Eins“ angenommen, so gilt für die Meßlänge L des Fasersensors die Proportionalität

$$\bar{\varepsilon}_G(x) = \alpha(k, L) \cdot \varepsilon_M \quad (\text{A6.27})$$

$\alpha(k, L)$ ist der Proportionalitätsfaktor, der außer von den Materialparametern der beteiligten Werkstoffe (repräsentiert durch k) von der betrachteten Meßlänge abhängt. $\bar{\varepsilon}_G(x)$ ist die über die Meßlänge des Sensors verteilte Dehnung. ε_M ist die entlang der eingebetteten Faser (für $r = r_m$) in der Matrix auftretende gleichförmige Dehnung.

Durch Umstellung der Gleichung (A6.27)

$$\alpha(k, L) = \frac{E_M}{\sigma_M \cdot L} \int_0^L \varepsilon_G(x) dx \quad (\text{A6.28})$$

und nach Einsetzen von Gleichung (A6.23) folgt

$$\alpha(k, L) = 1 - \frac{\cosh(kL) - 1}{k \cdot L \cdot \sinh(kL)} \quad (\text{A6.29})$$

C. Verwendete Apparatur für Indentation-Tests

Bild A6.2 zeigt die Indentationmaschine, die in der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) Berlin für Messungen an faserverstärkten Werkstoffen entwickelt worden ist [Kalinka u.a., (1999)]. Der gravierende Vorteil dieser Methode gegenüber der Einzelfaserausziehtechnik besteht darin, daß Proben

benutzt werden können, die aus realen Faser/Matrix-Verbunden stammen. Des Weiteren kann die Schubspannung durch exaktes Positionieren des Indentors gut nachgebildet werden. Allerdings wird bei der Belastung des Verbunds die Faser wegen der scharf lokalisierten Kräfteinleitung stärker deformiert als die Matrix. Ein Nachteil ist auch, daß die Länge der debondeten Faser bei (nicht-transparenten) mineralischen Matrices visuell nicht bestimmt werden kann.

Das Prinzip der Indentation-Einrichtung ist ein mittig beweglich gelagerter Balken (Bügel) hoher Steifigkeit, an dessen einem Ende die Antriebseinrichtung mit dem Kraftsensor, am anderen Ende der Indentor befestigt ist. Durch einen Schrittmotor wird eine Feinstgewinde-Spindel angetrieben, die den Bügel ähnlich einer Wippe bewegt und den Indentor in Richtung Prüfling führt. Der horizontale Abstand zwischen Auflagepunkt des Bügels und Indentorachse ist 175 mm. Die sehr genaue Positionierung (Unsicherheit: 1 μm) wird mittels eines Piezo-Translators erreicht und mit einem Lichtmikroskop überwacht. Das Mikroskop ist starr mit der Kraftmeßeinrichtung verbunden.

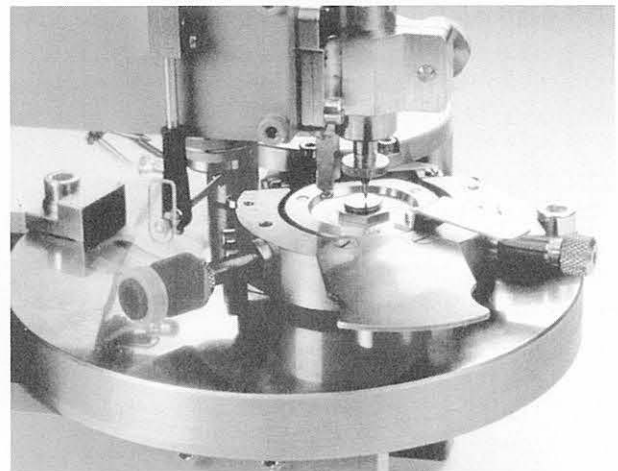


Bild A6.2: Indentation-Einrichtung in der BAM, Fachgruppe VI.2: Mechanik der Polymere und Faserverbundwerkstoffe.

Der Prüfling wird auf einem xy-Tisch mit Hilfe des Mikroskops fixiert (Position 1) und danach automatisch unter den Indentor geschwenkt (Position 2). Durch eine Kalibrierung wird die angestrebte Positioniergenauigkeit des Indentors von 1 μm über der Faserstirnfläche erreicht. Während des Eindrückens der Faser wird die Kraft mit einer Auflösung von 1 mN gemessen und der Vorschub des Indentors mit einer Auflösung des zurückgelegten Wegs von 0,1 μm überwacht. Dies ist jedoch nicht direkt möglich, sondern wird indirekt aus der Systemsteifigkeit bestimmt. Im Kurvenverlauf für einen kontinuierlich durchgeführten Indentation-Test wird der steilste, linear verlaufende Anstieg ermittelt. Dieser maximale Anstieg wird als elastische Reaktion der Testeinrichtung und der noch nicht debondeten Faser, d. h., es gilt Faserverschiebung = Matrixverschiebung, betrachtet. Alle flacher verlaufenden Teile der Kurve repräsentieren beginnendes bzw. teilweises Debonding. Für diesen Fall erscheint

eine Differenz in der Verschiebung von Faser und Matrix. Über die Energiebilanz beim Debonding und die eingetragene Kraft wird die Verschiebung berechnet, die als Abszissenwert im Indentation-Diagramm abgetragen ist.

D. Berechnung der temperaturbedingten Spannung in der Fasersensor/Matrix-Grenzfläche

Für die Berechnung der durch Temperaturänderungen entstehenden Spannungen in der Grenzfläche Fasersensor/Matrix wird das von Markus, (1987) entwickelte Modell für Kreisscheiben benutzt. Die Scheibeneigenschaften werden ermittelt unter der Annahme, daß die in Richtung der Sensorachse entstehenden Spannungen konstant sind und daß die herausgeschnittene Scheibenfläche im belasteten Zustand eben bleibt. Weiterhin wird angenommen, daß sich der Verbund in Sensorrichtung frei verformen kann und somit Spannungen in Richtung der Normalen zur Scheibenfläche vernachlässigbar klein sind.

Zur Berechnung der temperaturabhängigen Verschiebung Δu eines Punktes im Verbundbereich wird das betrachtete Element aus einer Kreisscheibe (Glasfaser) und einer Kreisringscheibe (Matrix) zusammengesetzt (Bild A6.3). In radialer Richtung beschreibt ρ als ortsbestimmende (Polar-) Koordinate mit $\rho = r/r_G$ die Richtung der Verschiebung Δu eines gedachten Punktes. Wegen unterschiedlicher Materialkonstanten entsteht im betrachteten Fall bei Temperaturverringerung eine Radialspannung in der Grenzfläche - die Flächenlast p . Diese temperaturbedingte Flächenlast ist eine Druckspannung (per definitionem negativ), die die bereits vorhandene radial wirkende Spannung p_0 in der Grenzfläche der eingebetteten Faser überlagert.

Nach Markus, (1987) folgt für die Verschiebung der Glasfaser infolge Spannung der Wert u_{pG} und aus einer Temperaturdehnung der Wert u_{TG} bei Änderung der Temperatur um ΔT :

$$u_{pG} = \frac{p \cdot \rho \cdot r_G}{E_G} \cdot (1 - \nu_G), \tag{A6.30a}$$

bzw. am Rand der Glasfaser mit $\rho = 1$:

$$u_{pG} = \frac{p \cdot r_G}{E_G} \cdot (1 - \nu_G), \tag{A6.30b}$$

$$u_{TG} = r_G \cdot \alpha_G \cdot \Delta T. \tag{A6.31}$$

Analog für die Verschiebung eines Punktes in der Matrix mit $\rho = 1$ folgt

$$u_{pM} = \frac{p \cdot r_G}{E_M (\beta^2 - 1)} \cdot [(1 - \nu_M) + (1 + \nu_M) \beta^2]. \tag{A6.32a}$$

Die Indizes M und G stehen für Matrix und Glas; ν ist die Poisson-Zahl, α ist der thermische Ausdehnungskoeffizient. Wegen der geometrischen Größenverhältnisse ist $\beta \gg 1$, so daß nach Umstellung der Gleichung (A6.32a) folgt:

$$u_{pM} = \frac{p \cdot r_G}{E_M} \cdot (1 + \nu_M) \tag{A6.32b}$$

und

$$u_{TM} = r_G \cdot \alpha_M \cdot \Delta T. \tag{A6.33}$$

Mit den Gleichungen (A6.30b) und (A6.32b) berechnet sich die Differenzverformung Δu_p infolge der Radialspannung in der Grenzfläche zu

$$\Delta u_p = \frac{p \cdot r_G}{E_G} \cdot (1 - \nu_G) - \frac{p \cdot r_G}{E_M} \cdot (1 + \nu_M). \tag{A6.34}$$

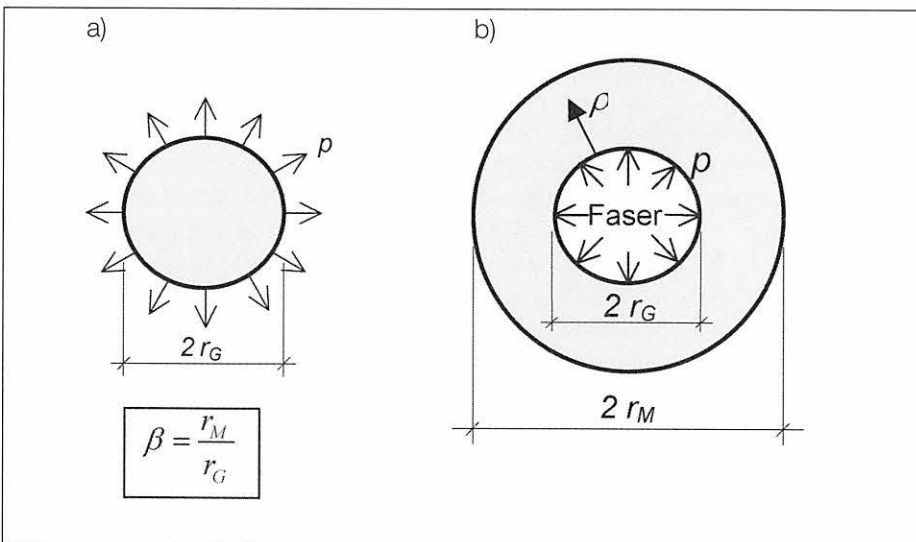


Bild A6.3: Mathematisches Modell zur Berechnung der Spannung im Verbundbereich Glasfaser/Matrix.
 a) Inneres des Verbunds: Kreisscheibe aus Glas
 b) Äußeres: Kreisring aus Matrixmaterial

Infolge Temperatureinflusses ist

$$\Delta u_T = r_G \cdot \alpha_M \cdot \Delta T - r_G \cdot \alpha_G \cdot \Delta T. \quad (\text{A6.35})$$

Für den Faser/Matrix-Verbund gilt

$$\Delta u_p + \Delta u_T = 0, \quad (\text{A6.36})$$

so daß unabhängig von der Größe der Glasfaser folgt

$$p(\Delta T) = \frac{\alpha_M - \alpha_G}{\left(\frac{1 + \nu_M}{E_M} - \frac{1 - \nu_G}{E_G}\right)} \cdot \Delta T = K_T \cdot \Delta T \quad (\text{A6.37a})$$

mit

$$K_T = \frac{\alpha_M - \alpha_G}{\left(\frac{1 + \nu_M}{E_M} - \frac{1 - \nu_G}{E_G}\right)}. \quad (\text{A6.37b})$$

Mit den in den Tabellen 2.3 und 2.4 angegebenen Materialkennwerten für Glas und Zementstein folgt für den Koeffizienten $K_T = 0,165 \text{ MPa} \cdot \text{K}^{-1}$. Bei abnehmender Temperatur ($-\Delta T$) des Verbunds nimmt die (negativ gezählte) Druckspannung zu. Mit der nach Erhärtung des Verbunds vorhandenen Ausgangsspannung $-p_0$ in der Grenzfläche bleibt bei Erwärmung ($+\Delta T$) zunächst eine Radialspannung bestehen, bis diese bei einer bestimmten Temperaturdifferenz Null wird. Für diese Temperaturänderung versagt die Haftung. Die effektive, temperaturabhängige Verbundspannung beträgt

$$p_{\text{eff}}(\Delta T) = \frac{\alpha_M - \alpha_G}{\left(\frac{1 + \nu_M}{E_M} - \frac{1 - \nu_G}{E_G}\right)} \cdot \Delta T - p_0 = K_T \cdot \Delta T - p_0 \quad (\text{A6.38})$$

Bild A6.4 zeigt den Verlauf der effektiven radialen Verbundspannung bei einer angenommenen Vorspannung von $p_0 = 5 \text{ MPa}$ [in Anlehnung an Majumdar/Laws, (1991)]. Für die im Abschnitt 7.1 zugrunde gelegte Materialkombination folgt aus dem Kurvenverlauf, daß bis zu einer Temperaturerhöhung um etwa 30 K

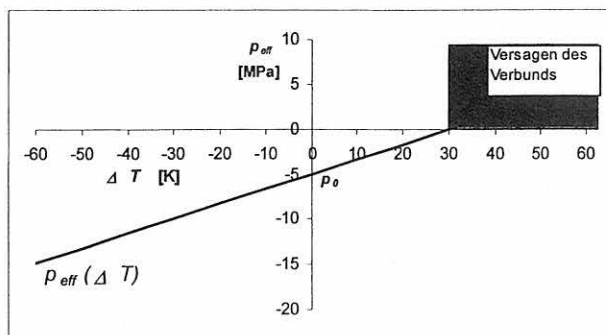


Bild A6.4:
Abnahme der Radialdruckspannung p_{eff} in der Verbundzone Fasersensor/Matrix bei Temperaturerhöhung $+\Delta T$ unter der Annahme einer Vorspannung von $p_0 = 5 \text{ MPa}$.
(Wegen der Definition der Druckspannung als negativer Wert nimmt die Druckspannung bei negativen Temperaturdifferenzen zu.)

zuverlässig gemessen werden kann. Diese Abschätzung ist allerdings sehr grob, da der Wert für die Vorspannung bei jeder Einbettung unterschiedlich ist.

Quellenangaben

Ansari, F.; Yuan, L. (1998): Mechanics of Bond and Interface Shear Transfer in Optical Fiber Sensors. Journal of Engineering Mechanics. Nr. 4, 385-394.

Bentur, A.; Mindess, S. (1990): Fibre Reinforced Cementitious Composites. Part 1: Mechanical Behaviour of Fibre Reinforced Cementitious Materials, S. 33 ff. Elsevier Applied Science London, New York.

Habel, W.; Hofmann, D.; Hillemeier, B. (1997): Deformation measurements of mortars at early ages and of large concrete components on site by means of embedded fibre optic microstrain sensors. J. of Cement and Concrete Composites (Sonderheft: Fiber Optic Sensors in Concrete) 19, 81-102.

Heese, G. (1982): DMS-Meßtechnik an Kunststoffen. VDI-Bildungswerk Bd. 2564, 22 Seiten.

Kalinka, G.; Leistner, A.; Hampe, A. (1997): Characterisation of the fibre/-matrix interface in reinforced polymers by the push-in technique. Composite Science and Technology 57, 845-851.

Markus, G. (1978): Theorie und Berechnung rotations-symmetrischer Bauwerke. Düsseldorf 1967. S. 190-201.

Curriculum vitae

Name: Wolfgang Reinhard Habel
Wohnort: Kattowitzer Str. 4, D -13125 Berlin
Geburtsdatum, -ort: 11. Juni 1949 in Stralsund, Mecklenburg-Vorpommern
Familienstand: Verheiratet, zwei Kinder

Ausbildung

1964 bis 1968 Besuch der Hansa-Oberschule Stralsund
Abitur: 1968,
parallel dazu: Lehre als Schiffselektriker auf der Volkswerft Stralsund
Schiffselektriker: 1968
1968 bis 1972 Studium an der Technischen Hochschule Ilmenau, Thüringen
Diplom-Ingenieur für Informationstechnik und Theoretische
Elektrotechnik: 1972

Beruf

1972 bis 1981 Kabelwerk Oberspree (KWO) Berlin
Entwicklungsingenieur im Starkstromkabel-Laboratorium,
Forschungsgruppe Supraleitende Kabel
1974 bis 1977 Nebenberufliche Dozententätigkeit an der Betriebsakademie des KWO
(Elektrotechnik und Werkstoffe der Kabeltechnik)
1981 bis 1991 Deutsche Bauakademie Berlin
Gruppenleiter in der Abt. Automatisierung, (seit 1987 Leiter des
Zentrums „Optische Kommunikationstechnik und Fasersensorik“)
1985 bis 1989 Nebenberufliche Dozententätigkeit am Fortbildungszentrum der
Deutschen Bauakademie
Seit 1992 Institut für Erhaltung und Modernisierung von Bauwerken (IEMB) an
der TU Berlin, Leiter der Arbeitsgruppe Fasersensorik
Seit 1997 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) Berlin
Projektverantwortlicher für Fasersensorik

Verbandstätigkeit

Seit 1997 Mitglied des Arbeitskreises AK1 „Optische Verfahren“ der
Gemeinschaft „Experimentelle Strukturanalyse“ (GESA) in der
VDI/VDE-Gesellschaft „Meß- und Automatisierungstechnik“
Seit 1998 Leiter des Arbeitskreises AK 17 „Faseroptische Verfahren“
Seit 1999 Mitglied des Beratenden Ausschusses der GESA
Seit 2001 Mitglied des Verwaltungsausschusses der COST Aktion 270:
„Reliability of optical components and devices in communication networks“

Die Entwicklung der BAM in Daten und Stichworten

- 1870** Das Preußische Ministerium für Handel, Gewerbe und öffentliche Arbeiten veranlasst die Errichtung einer Mechanisch-technischen Versuchsanstalt mit der Aufgabe, Versuche im allgemeinen wissenschaftlichen und öffentlichen Interesse sowie Festigkeitsprüfungen durchzuführen.
- 1904** Das Königliche Materialprüfungsamt wird durch Vereinigung der Königlichen mechanisch-technischen Versuchsanstalt mit der Königlichen Prüfungsstation für Baumaterialien (gegr. 1875) und der Königlichen chemisch-technischen Versuchsanstalt (gegr. 1877) in Berlin-Dahlem errichtet.
- 1919** Das neu benannte Staatliche Materialprüfungsamt (MPA) ressortiert beim Preußischen Ministerium für Wissenschaft, Kunst und Volksbildung; ab 1936 wird die ReichsRöntgenstelle in das MPA einbezogen.
- 1920** Die Chemisch-Technische Reichsanstalt (CTR) wird beim Reichsministerium des Innern errichtet; sie ging hervor aus dem 1889 als Zentralversuchsstelle für Explosivstoffe geschaffenen Militärversuchsanstalt.
- 1945** MPA und CTR werden unter Betreuung durch den Magistrat von Berlin zusammengefasst.
- 1954** MPA/CTR werden als Bundesanstalt für mechanische und chemische Materialprüfung (BAM) – ab 1956 Bundesanstalt für Materialprüfung – von der Bundesrepublik Deutschland übernommen. Die BAM wird zusätzlich mit der Wahrnehmung amtlicher Materialprüfungsaufgaben für das Land Berlin beauftragt.
- 1969** Die BAM wird durch das Gesetz über explosionsgefährliche Stoffe (Sprengstoffgesetz) Bundesoberbehörde; bei der Gesetzesnovellierung 1986 wird der Begriff Forschung in den Namen der BAM aufgenommen.
- 1975** Durch das Gesetz über die Beförderung gefährlicher Güter werden der BAM weitere Aufgaben im Bereich der öffentlichen technischen Sicherheit übertragen.
- 1990** Mit der deutschen Vereinigung wird entsprechend einer Empfehlung des Wissenschaftsrates die Funktion der BAM als chemisch-technische Bundesanstalt verstärkt. Dazu wird Personal des aufgelösten Amtes für Standardisierung, Messwesen und Warenprüfung (ASMW) und der aufgelösten Akademie der Wissenschaften der DDR eingestellt. Die amtlichen Materialprüfungsaufgaben für das Land Berlin werden schrittweise aufgegeben.
- 1995** Die BAM erhält nach externer Evaluierung und umfassender Reorganisation durch Erlass des Bundesministeriums für Wirtschaft ein neues Statut, neue Managementinstrumente und ein zukunftsorientiertes Profil als Bestandteil der technisch-wissenschaftlichen Infrastruktur der Bundesrepublik Deutschland.

