

MÜLLER Matrix-Polarimetrie zur kontaktlosen und zerstörungsfreien Ausrichtungsanalyse in elektrogesponnenen Faservliesen

Von der Fakultät für Maschinenbau
der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur
Dr.-Ing.
genehmigte Dissertation

von
Alexander du Puits, M.Sc.

2023

1. Referentin: Prof. Prof. h.c. Dr.-Ing. Birgit Glasmacher, M.Sc.

2. Referentin: Prof. Dr. Xiaoying Zhuang

3. Referent: apl. Prof. Dr. habil. Bernhard Wilhelm Roth

Vorsitzender der Prüfungskommission: Prof. Dr.-Ing. Bernd-Arno Behrens

Tag der Promotion: 13.12.2022

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Mehrphasenprozesse (IMP) der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover. Ich möchte mich zunächst bei allen Kolleginnen und Kollegen aus der Forschungsgruppe 2180 bedanken. Ein ganz besonderer Dank gilt dabei Dr. Yvonne Roger, die immer ein offenes Ohr und gute Ratschläge für mich hatte. Des Weiteren möchte ich all meinen Kooperationspartnerinnen und Kooperationspartnern danken. Ein besonderer Dank gebührt dabei Alexander Delp von der TU Dortmund und natürlich meinem langjährigen Freund und Partner bei den Vorarbeiten zur MÜLLER Matrix-Polarimetrie, Dr. Dierk Fricke. Meinem ehemaligen Kollegen und Gruppensprecher Dr. Michael Wendt möchte ich ganz herzlich dafür danken, dass er mich ab meinem ersten Tag unterstützt und gefordert hat. Michael hat mich dazu ermutigt meinen eigenen Weg zu gehen, Sachverhalte zu hinterfragen, fundierte Entscheidungen zu treffen und in vielen Bereichen den Grundstein für meine späteren beruflichen Schwerpunkte gelegt. Ein besonderer Dank gilt Dr. Marc Müller, der mich bereits im Rahmen meiner Bachelorarbeit ans IMP geholt hat und Dr. Silke Hügl die mich mit ihrem guten Vorbild und der wertschätzenden Betreuung in meiner Entscheidung für die Promotion bestärkt hat. Auch möchte ich mich bei meinen ehemaligen Kolleginnen und Kollegen für die Zusammenarbeit und die konstruktiven Gespräche bedanken. Ganz besonders bei Dr. Antonia Kuhn, Ricarda Brunotte, Janina Hagedorn, Dr. Sara Knigge, Gesine Hentschel, Torben Hildebrand, Dr. Tim Rittinghaus, Kai Höltje, Tobias Rusiecki und Sven-Alexander Barker. Vielen Dank für Eure Unterstützung! Darüber hinaus danke ich den Mitarbeitenden der Werkstatt des IMP und im Besonderen André Papke. Ein ganz besonderer Dank gilt meinen engagiertesten Studierenden Angelika Meier, Nico Schepers und Anja Linke, meinen drei FWJlerinnen Miriam Walter, Gioia Busse und Franziska Heinecke sowie meinen beiden langjährigen HiWinen Maike Lichtatz und Miriam Walter. Ohne ihre Unterstützung bei der Planung und den Arbeiten im Labor wäre diese Arbeit so nicht möglich gewesen. Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie, meinen Freunden und meiner wundervollen Frau Jenny für die andauernde Unterstützung bedanken.

Kurzfassung

MÜLLER Matrix-Polarimetrie zur kontaktlosen und zerstörungsfreien Ausrichtungsanalyse in elektrogenen Faservliesen

Stichworte: MÜLLER Matrix, Ausrichtungsanalyse, Elektrosponnen

Da die natürliche Regeneration chronischer Sehnenrupturen und die etablierten chirurgischen Interventionen unzureichende Ergebnisse liefern, ist der Bedarf an alternativen Therapieformen gestiegen. Im Rahmen des *Tissue Engineerings* (TE) wird bei der Nachbildung des Sehnen-Knochen-Übergangs eine Kombination von Fasern mit unterschiedlichen Ausrichtungen benötigt. Der Großteil der etablierten Verfahren zur Ausrichtungsanalyse ist auf die Oberfläche der Proben beschränkt, bedingt eine irreversible Veränderung und ist zeitaufwändig. Im Rahmen dieser Arbeit wird daher das Potenzial der MÜLLER Matrix (MM)-Polarimetrie zur kontaktlosen und zerstörungsfreien Analyse der Faserausrichtung in elektrogenen Vliesen weiterführend untersucht. Die daraus abgeleiteten Fragestellungen beschäftigen sich mit der Quantifizierung des Zusammenhangs zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors und der Ausrichtung der Fasern sowie der Ausrichtungsänderung unter Last im physiologisch relevanten Dehnungsbereich. Hierzu werden ausrichtungssensitive MM-Einträge und -Kennwerte identifiziert sowie der beschriebene Zusammenhang weiterführend untersucht. Anschließend wird das entwickelte MM-Messsystem in einen Zeitstandversuch integriert und das Verhalten elektrogenen Fasern unter Last betrachtet. Die beschriebene Anwendung sowie die erzielten Ergebnisse sind von hoher Relevanz für das muskuloskeletale TE.

Abstract

MUELLER Matrix-Polarimetry for contactless and non-destructive alignment analysis of electrospun fibre mats

Keywords: MUELLER Matrix, alignment analysis, electrospinning

Due to poor outcomes of natural healing and surgical interventions for chronic tendon ruptures, the demand for alternative forms of therapy has increased. In the context of *Tissue Engineering* (TE), fibres with different alignment are used to mimic the tendon-bone-junction. The majority of the documented methods for analysis of alignment are limited to the surface and cause irreversible alterations of the sample. This work explores the potential of MUELLER Matrix (MM)-Polarimetry for contactless and non-destructive alignment analysis of electrospun fibre mats. The main topics are the quantification of the relation between relative collector velocity and fibre alignment and changes in alignment under load, within the physiologically relevant range. First, alignment-sensitive MM-entries and -characteristics will be identified and the aforementioned relation investigated. Secondly, the developed measurement system is integrated in a creep test setup and the behaviour of electrospun fibres under load will be examined. The described application and the reported results bear significant relevance for musculoskeletal TE.

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	IX
Tabellenverzeichnis	X
Formelverzeichnis	XI
Abkürzungsverzeichnis	XVIII
1 Einleitung	1
2 Theoretische Grundlagen	3
2.1 Grundlagen elektromagnetischer Wellen	3
2.2 JONES-Formalismus	5
2.3 STOKES-Formalismus	8
2.4 MÜLLER Matrix-Formalismus	12
2.5 MÜLLER Matrix-Polarimetrie	14
2.5.1 Messung der MÜLLER Matrix	14
2.5.2 Interpretation der MÜLLER Matrix	15
2.6 Polarisationsverändernde optische Elemente	19
2.6.1 Linearpolarisatoren	19
2.6.2 Phasenverzögerer	19
2.6.3 Flüssigkristallverzögerer	20
2.7 Elektrosinnen	22
3 Stand der Wissenschaft und Technik	27
3.1 Untersuchung der Faserausrichtung in elektrogenesponnenen Faservliesen	27
3.1.1 Mikroskopische Verfahren	27
3.1.2 Tomographische Verfahren	31
3.1.3 Simulationsbasierte Verfahren	33
3.2 MÜLLER Matrix-basierte Untersuchung der Morphologie elektrogenesponnener Vliese	36
4 Ziele und Arbeitshypothesen	43

5	Material und Methoden	46
5.1	Herstellung elektrogenespinnener Faservliese	46
5.1.1	Polymerlösungen	46
5.1.2	Elektrospinnanlage	46
5.2	REM-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogenespinnenen PCL-Faservliesen	48
5.2.1	Einleitung	48
5.2.2	Bestimmung der Faserausrichtung	48
5.3	MÜLLER Matrix-Polarimetrie-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogenespinnenen PCL-Faservliesen	49
5.3.1	Aufbau des MÜLLER Matrix-Polarimeters	49
5.3.2	Programmierung und Steuerung des MÜLLER Matrix-Polarimeters	54
5.3.3	Auswertung der Intensitätsbilder	57
5.3.4	Bestimmung der Faserausrichtung mittels MÜLLER Matrix-Messungen	58
5.4	Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Zeitstandversuch	60
5.4.1	Einleitung	60
5.4.2	Aufbau und Probenpräparation	60
5.4.3	Bestimmung der Haltedauer im Zeitstandversuch	61
5.4.4	Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Gefüge	63
5.5	Datenanalyse	65
5.5.1	Kategorisierung der Daten	65
5.5.2	Deskriptive Statistik	65
5.5.3	Schließende Statistik	73
6	Ergebnisse	80
6.1	REM-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogenespinnenen PCL-Faservliesen	80
6.2	MÜLLER Matrix-Polarimetrie-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogenespinnenen PCL-Faservliesen	83
6.2.1	Bestimmung der Faserausrichtung	83
6.2.2	Bestimmung der rotationsabhängigen Faserausrichtung	89
6.3	Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Zeitstandversuch	94
6.3.1	Bestimmung der Haltedauer im Zeitstandversuch	94
6.3.2	Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Gefüge	95
7	Diskussion	103
7.1	REM-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogenespinnenen PCL-Faservliesen	103
7.1.1	Anwendbarkeit der Methode im Kontext elektrogenespinnener Faservliese	103

7.1.2	Zusammenhang zwischen Oberflächengeschwindigkeit und Faserausrichtung	104
7.2	MÜLLER Matrix-Polarimetrie-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogenesponnenen PCL-Faservliesen	105
7.2.1	Anwendbarkeit der Methode im Kontext elektrogenesponnener Faservliese	105
7.2.2	Wirkprinzip elektrogenesponnener Faservliese im Kontext der MÜLLER Matrix-Polarimetrie	106
7.2.3	Zusammenhang zwischen Oberflächengeschwindigkeit und Faserausrichtung	107
7.3	Entwicklung des MÜLLER Matrix-Messsystems	113
7.3.1	Komponenten und <i>Graphical User Interface</i>	113
7.3.2	Betriebsart des MÜLLER Matrix-Polarimeters	113
7.3.3	Messdauer des MÜLLER Matrix-Polarimeters	114
7.4	Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Gefüge	114
8	Zusammenfassung und Ausblick	116
A	Anhang	XVIII
A.1	Steuerung des Rotationskollektors	XIX
A.2	Kommerzielle Komponenten der LES-Anlage	XX
A.3	Komponenten des MM-Polarimeters	XXI
A.4	Steuerspannungen der LCVRs	XXII
A.5	Ergebnisse beschreibende Statistik	XXIII
A.6	MM-Polarimetrie-basierte Ausrichtungsanalyse	XXIV
A.6.1	Bestimmung der Faserausrichtung	XXIV
A.6.2	Bestimmung der rotationsabhängigen Faserausrichtung	XXVI
	Literaturverzeichnis	XXX

Abbildungsverzeichnis

2.1	Exemplarische \vec{E} -Vektoren linear polarisierten Lichts	7
2.2	POINCARÉ-Kugel	11
2.3	Wirkprinzip idealer Linearpolarisatoren	19
2.4	Wirkprinzip idealer Phasenverzögerer	20
2.5	Wirkprinzip variabler Flüssigkristallverzögerer	21
2.6	Komponenten und Funktion einer LES-Anlage	23
2.7	Potenzielle Ausführungen einer LES-Anlage	24
5.1	Verwendete Herstellungsparameter LES	47
5.2	Beispiel REM-basierte Ausrichtungsanalyse	49
5.3	Schematische Darstellung MM-Polarimeter	50
5.4	Aufnahme des MM-Polarimeters	51
5.5	Schematische Darstellung Köhler'sche Beleuchtung	52
5.6	Aufbau PSG und PSA	53
5.7	Abbildung des GUI	56
5.8	Übersicht der Software zur Ansteuerung des MM-Polarimeters	57
5.9	Prinzip der MM-Polarimetrie Auswertung	58
5.10	<i>High-Precision Rotation Mount</i> mit Vlies-Probe	59
5.11	Bose Electro Force Test Bench	61
5.12	Probengeometrie für den Zeitstandversuch	62
5.13	Exemplarische Kraftverläufe im Zeitstandversuch	63
5.14	MM-Messung im Zeitstandversuch	64
5.15	Exemplarischer Box-Plot	69
5.16	Exemplarischer QQ-Plot	72
6.1	Boxplots der REM-basierten Ausrichtungsanalyse	80
6.2	Modus und Quartilsabstand der REM-basierten Ausrichtungsanalyse	81
6.3	Absoluter Winkel der Fasern	82
6.4	MM-Einträge der Ausrichtungsanalyse	83
6.5	MM-Kennwerte der Ausrichtungsanalyse	84
6.6	Betrachtung Eintrag M_{21}	86
6.7	Betrachtung Eintrag M_{12}	87
6.8	Betrachtung Eintrag M_{13}	88

6.9	Betrachtung Kennwert δ	89
6.10	POINCARÉ-Kugel der Ausrichtungsanalyse für 2 m/s	90
6.11	POINCARÉ-Kugel der Ausrichtungsanalyse für 8 m/s	91
6.12	Vergleich MM-Einträge und Kennwerte bei Rotation	93
6.13	Kraftverlust Zeitstandversuch	94
6.14	MM-Einträge unter Last	95
6.15	MM-Kennwerte unter Last	96
6.16	Ergebnisse M_{12} unter Last	98
6.17	Ergebnisse M_{13} unter Last	100
6.18	Ergebnisse δ unter Last	102
7.1	Wirkprinzip elektrogesponnener Faservliese in der MM-Polarimetrie	106
7.2	Vergleich absoluter Winkel der Fasern, M_{12} , M_{13} und δ	107
7.3	Vergleich P , absoluter Winkel der Fasern und Kraft bei Bruch	109
7.4	Erwarteter Signal-Verlauf bei Rotation der Probe	111
A.1	Boxplots der MM-Einträge	XXIV
A.2	Boxplots der MM-Kennwerte	XXV
A.3	MM-Einträge bei Rotation für 2 m/s	XXVI
A.4	MM-Kennwerte bei Rotation für 2 m/s	XXVII
A.5	MM-Einträge bei Rotation für 8 m/s	XXVIII
A.6	MM-Kennwerte bei Rotation für 8 m/s	XXIX

Tabellenverzeichnis

2.1	Exemplarische STOKES-Vektoren	9
2.2	Exemplarische MÜLLER-Matrizen	13
2.3	Berechnung MM-Einträge für 16 Messungen	14
2.4	Berechnung MM-Einträge für 36 Messungen	15
2.5	Einfluss Prozessparameter auf Elektrospinn-Prozess	25
2.6	Einfluss Lösungsparameter auf Elektrospinn-Prozess	26
2.7	Einfluss Umgebungsparameter auf Elektrospinn-Prozess	26
3.1	Mikroskopie-basierte Untersuchung elektrogesponnener Vliese	28
3.2	Tomographie-basierte Untersuchung elektrogesponnener Vliese	31
3.3	Dimensionen der untersuchten Fasern in der Literatur	35
3.4	Morphologische Untersuchung elektrogesponnener Vliese mittels MM	36
3.5	Dimensionen der MM-basierten Untersuchungen	42
5.1	Anforderungsliste des GUI	55
7.1	Größenordnung MM-Einträge und -Kennwerte	105
A.1	Spannungen Steuerung Rotationskollektor	XIX
A.2	Verwendete kommerzielle Komponenten der LES-Anlage	XX
A.3	Verwendete Komponenten des MM-Polarimeters	XXI
A.4	Steuerspannungen der LCVRs	XXII
A.5	Geradengleichungen der linearen Regression	XXIII

Formelverzeichnis

Formelzeichen	Einheit	Erläuterung
a	-	linearer Dichroismus bei 0° oder 90°
a_i	-	Einträge des STOKES-Vektors der schnellen Achse der Verzögerung
b	-	linearer Dichroismus bei 45° oder 135°
B	A/m	magnetische Feldstärke
\vec{B}	A/m	Vektor der magnetischen Feldstärke
B_{xy}	-	Bestimmtheitsmaß der linearen Regression
c	-	zirkularer Dichroismus
c_T	-	Schranke der Teststatistik
d	-	lineare Verzögerung bei 0° oder 90°
D	-	Dichroismus
\vec{D}	-	Dichroismus-Vektor der experimentellen MÜLLER Matrix
D_i	-	Teststatistik des Dunnett-Tests
$D_{Pupille}$	mm	Eintrittspupille
e	-	lineare Verzögerung bei 45° oder 135°
\vec{e}_x	-	Einheitsvektor (Basisvektor) in x-Richtung
\vec{e}_y	-	Einheitsvektor (Basisvektor) in y-Richtung
\vec{e}_z	-	Einheitsvektor (Basisvektor) in z-Richtung
\hat{e}	-	Residuen
$e_{sys,b}$	-	bekannte systematische Messabweichung
E	V/m	elektrische Feldstärke
E_0	V/m	Amplitude der elektrischen Feldstärke
E_{0x}	-	x-Komponente der Amplitude der elektrischen Feldstärke
E_{0y}	-	y-Komponente der Amplitude der elektrischen Feldstärke
E_x	-	x-Komponente der elektrischen Feldstärke
E_y	-	y-Komponente der elektrischen Feldstärke
\underline{E}	-	komplexe elektrische Feldstärke
\underline{E}_0	-	komplexe Amplitude der elektrischen Feldstärke
\vec{E}	V/m	Vektor der elektrischen Feldstärke
$\underline{\vec{E}}$	-	Vektor der komplexen elektrischen Feldstärke
\vec{E}_0	V/m	Vektor der Amplitude der elektrischen Feldstärke

Formelzeichen	Einheit	Erläuterung
\vec{E}_{0x}	-	Vektor der x-Komponente der Amplitude der elektrischen Feldstärke
\vec{E}_{0y}	-	Vektor der y-Komponente der Amplitude der elektrischen Feldstärke
f	1/s	Frequenz
f_{Linse}	mm	Brennweite der Linse
$f_{u,m}$	-	Menge der linearen Funktionen für die Regressionsanalyse
$f(x)$	-	Regressionsfunktion
$\hat{f}(x)$	-	Näherung der Regressionsfunktion
F	-	Brennpunkt
\hat{F}	-	Teststatistik der einfaktoriellen ANOVA
F_{t_x}	N	Kraft zum Zeitpunkt t_x
F_{max}	N	maximal aufgetretene Kraft
$F(x_i)$	-	willkürliche, kontinuierliche Verteilung
$F(x_i)^{-1}$	-	Inverse von F_{x_i}
g	-	zirkulare Verzögerung
h	-	Eintrag M_{22} der Matrix eines Depolarisators M_{Δ}
H	mm	Einfallshöhe
H_0	-	Nullhypothese
H_A	-	Alternativhypothese
\hat{H}	-	Teststatistik der KW-ANOVA
\hat{H}_{korr}	-	korrigierte Teststatistik der KW-ANOVA
\mathcal{H}	-	Klasse von Funktionen für die Methode der kleinsten Quadrate
\mathcal{H}_{lin}	-	Klasse von linearen Funktionen
I	-	Gesamtintensität des Lichts
I_{DC}	A	Stromstärke der Gleichstrom Spannungsquelle
I_H	-	Intensität horizontal polarisierten Lichts
I_L	-	Intensität linkszirkular polarisierten Lichts
I_M	-	Intensität -45° polarisierten Lichts
I_P	-	Intensität $+45^\circ$ polarisierten Lichts
I_R	-	Intensität rechtszirkular polarisierten Lichts
I_V	-	Intensität vertikal polarisierten Lichts
$I_{variable}$	-	Intervall der Zielvariable
$\tilde{I}_{variable}$	-	betrachtetes Intervall der Zielvariable
Im	-	imaginärer Anteil einer komplexen Zahl
j	-	imaginäre Einheit
\vec{J}	-	JONES-Vektor

Formelzeichen	Einheit	Erläuterung
\vec{J}_H	-	JONES-Vektor linear-horizontale polarisierten Lichts
\vec{J}_i	-	JONES-Vektor des Eingangszustands
\vec{J}_o	-	JONES-Vektor des Ausgangszustands
\underline{J}	-	komplexer JONES-Vektor
\underline{J}_x	-	x-Komponente des komplexen JONES-Vektor
\underline{J}_y	-	y-Komponente des komplexen JONES-Vektor
k_{WZ}	1/m	Wellenzahl
k	-	Anzahl der Stichproben in paarweisen Vergleichen
l	-	Eintrag M_{33} der Matrix eines Depolarisators M_Δ
m	-	Steigung der linearen Funktion
m_D	-	Untermatrix der Matrix der Dichroismus-Komponente M_D
m_R	-	Untermatrix der Verzögerer-Matrix M_R
M	-	4×4 Matrix des polarisationsverändernden Elements im MÜLLER Matrix-Formalismus
M^T	-	transponierte 4×4 Matrix M
M_D	-	MÜLLER Matrix der Dichroismus-Komponente
M_Δ	-	MÜLLER Matrix eines Depolarisierers
M_{exp}	-	experimentelle MÜLLER Matrix
M_H	-	2×2 Matrix eines linear-horizontale Polarisators im JONES-Formalismus
M_J	-	2×2 Matrix des polarisationsverändernden Elements im JONES-Formalismus
$M_{n,m}$	-	Einträge der Matrix des Verzögerung M_R
M_{mn}	-	Einträge der MÜLLER Matrix
M_R	-	MÜLLER Matrix eines Verzögerers
n	-	Gesamtstichprobenumfang
n_0	-	Stichprobenumfang der Kontrolle
n_i	-	Umfang der i -ten Stichprobe
n_j	-	Umfang der j -ten Stichprobe
$n_{Kollektor}$	1/s	Drehzahl des Rotationskollektors
$n_{Kontrolle}$	-	Stichprobenumfang der Kontrolle
n_{max}	1/min	maximale Drehzahl Elektromotor
$N(\mu, \sigma^2)$	-	Dichtefunktion der Normalverteilung
o	-	Eintrag M_{44} der Matrix eines Depolarisators M_Δ
p	-	gesamter Polarisationsgrad des Lichts
P	-	Polarisationskraft der experimentellen MÜLLER Matrix
\vec{P}	-	Polarisations-Vektor der experimentellen MÜLLER Matrix
q	-	kritischer Wert im paarweisen Vergleich mittlerer Ränge

Formelzeichen	Einheit	Erläuterung
Q	-	Quartilsabstand
$Q(f)$	-	quadratische Abweichung
$Q_{gesamt}(f)$	-	Gesamtsumme der Abweichungsquadrate
$Q_{innerhalb}(f)$	-	Summe der Abweichungsquadrate der Beobachtungswerte um die Gruppenmittelwerte
$Q_{zwischen}(f)$	-	Summe der Abweichungsquadrate der Gruppenmittelwerte um den Gesamtmittelwert
$Q(p)$	-	Quantilfunktion
r	-	Radius der POINCARÉ-Kugel
$r_{Trommel}$	mm	Radius des Rotationskollektors
R	-	Verzögerung
$R(x_i)$	-	Ränge der Beobachtungswerte x_i
R_i	-	Summe der Ränge der i -ten Stichprobe
R_{LED}	Ω	Widerstand in LED-Schaltung
\hat{R}	-	Vektor der schnellen Achse der Verzögerung
\bar{R}_i	-	mittlere Ränge
$\bar{R}_{Kontrolle}$	-	mittlere Ränge der Kontrolle
Re	-	Realteil einer komplexen Zahl
s	-	empirische Standardabweichung
s^2	-	empirische Varianz
$s_{\hat{e}}^2$	-	empirischen Varianz der Residuen
$s_{innerhalb}^2$	-	Mittlere Quadrate der Beobachtungswerte um die Gruppenmittelwerte
s_y^2	-	empirischen Varianz der Beobachtungswerte
$s_{zwischen}^2$	-	Mittlere Quadrate der Gruppenmittelwerte um den Gesamtmittelwert
$s_{\hat{y}}^2$	-	empirische Varianz der Regressionswerte
\tilde{s}	-	empirische Standardabweichung
S	-	Spannweite
S_1	-	erster Eintrag des STOKES-Vektors
S_2	-	zweiter Eintrag des STOKES-Vektors
S_3	-	dritter Eintrag des STOKES-Vektors
S_4	-	vierter Eintrag des STOKES-Vektors
\vec{S}	-	STOKES-Vektor
\vec{S}_i	-	STOKES-Vektor des Eingangszustands
\vec{S}_H	-	STOKES-Vektor linear-horizontal polarisierten Lichts
\vec{S}_L	-	STOKES-Vektor linkszirkular polarisierten Lichts
\vec{S}_M	-	STOKES-Vektor linear -45° polarisierten Lichts

Formelzeichen	Einheit	Erläuterung
\vec{S}_N	-	normierter STOKES-Vektor
\vec{S}_o	-	STOKES-Vektor des Ausgangszustands
\vec{S}_P	-	STOKES-Vektor linear +45° polarisierten Lichts
\vec{S}_R	-	STOKES-Vektor rechtszirkular polarisierten Lichts
\vec{S}_V	-	STOKES-Vektor linear-vertikal polarisierten Lichts
t	s	Zeit
t_i	-	Anzahl gleicher Rangplätze in einer Bindung
T	-	allgemeine Teststatistik eines Hypothesentests
T_{ij}	-	Teststatistik des Tukey-Kramer-Tests
Tr	-	Spur (eng.: <i>Trace</i>) einer Matrix M
u	-	y-Achsenabschnitt der linearen Funktion
U_{DC}	V	Spannung der Gleichstrom Spannungsquelle
$U_{HV, max}$	V	maximale Spannung der Hochspannungsquelle
U_n	V	Spannung der Drehzahlsteuerung
v_{OF}	m/s	Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors
V	V	Spannung
x	-	Ort auf der x-Achse
x_1	-	kleinster Wert eines Datensatzes
x_i	-	Anzahl der Beobachtungswerte eines metrisch-skalierten Datensatzes
x_{ij}	-	j -ter Wert in der i -ten Stichprobe
x_n	-	n -ter/größter Beobachtungswert eines metrisch-skalierten Datensatzes
$x_{(n)}$	-	n -ter Wert einer Rangwertreihe eines metrisch-skalierten Datensatzes
x_r	-	richtiger Wert einer Messung
\bar{x}	-	arithmetisches Mittel
\bar{x}_i	-	Gruppenmittelwert
\tilde{x}	-	Median
$\tilde{x}_{0,25}$	-	unteres Quartil
$\tilde{x}_{0,75}$	-	oberes Quartil
\tilde{x}_p	-	p-Quantil
X	-	erklärendes Merkmal, Regressor, Einflussfaktor
y	-	Ort auf der y-Achse
\hat{y}_i	-	Regressionswerte
Y	-	abhängige Merkmal, Regressand, Zielvariable
z	-	Ort auf der z-Achse

Formelzeichen	Einheit	Erläuterung
z_{krit}	-	kritischer Wert im paarweisen Vergleich mittlerer Ränge mit einer Kontrolle
\hat{z}_i	-	Teststatistik im paarweisen Vergleich mittlerer Ränge mit einer Kontrolle
$\ $	-	Betrag
$exp()$	-	Exponentialfunktion
∂	-	partiell Differential
\perp	-	senkrecht auf
$\sqrt{\quad}$	-	quadratische Wurzel
$\sin()$	-	Sinus-Funktion
$\cos()$	-	Cosinus-Funktion
$\tan()$	-	Tangens-Funktion
α	-	Signifikanzniveau bei Hypothesentests
α -Fehler	-	Fehler 1. Art der Hypothesentests
β -Fehler	-	Fehler 2. Art der Hypothesentests
Γ	-	Koordinate auf der Oberfläche eines Vlieses
δ	-	lineare Verzögerung
Δ	-	Depolarisationskraft
$\Delta_{LAPLACE}$	-	LAPLACE-Operator
$\Delta F_{\%}$	%	prozentualer Kraftverlust
$\Delta\varphi$	°	Phasendifferenz
ϵ_0	As/(Vm)	Dielektrizitätskonstante
ϵ_i	-	Fehlerterm der Regressionswerte
ϵ_{ijk}	-	Levi-Civita Symbol
ϵ_{phys}	%	Dehnung im physiologisch relevanten Bereich
θ	°	Winkel der schnellen Achse
ϑ	°	Winkel der Schwingung zur x-Achse (in x-y-Ebene)
λ	m	Wellenlänge
μ	-	Erwartungswert
μ_0	Vs/(Am)	Permeabilitätskonstante
μ_i	-	i -ter Erwartungswert
μ_j	-	j -ter Erwartungswert
μ_k	-	k -ter Erwartungswert
ν	-	Koordinate auf der Oberfläche eines Vlieses
π	-	Pi
ρ	g/cm ³	Dichte

Formelzeichen	Einheit	Erläuterung
σ^2	-	Varianz
$\varphi(t)$	°	zeitabhängiger Phasenwinkel der Amplitude
φ_0	°	Nullphasenwinkel
φ_x	°	Nullphasenwinkel der x-Komponente
φ_y	°	Nullphasenwinkel der y-Komponente
ϕ	°	Phasendifferenz zwischen schneller und langsamer Achse
χ^2	-	Chi-Quadrat-Verteilung
ψ	-	optische Rotation
ω	1/s	Kreisfrequenz

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
Abb.	Abbildung
AD	<i>Angular Deviation</i>
ALM	Auflichtmikroskopie
ANOVA	Varianzanalyse (eng.: <i>Analysis of Variances</i>)
APS	<i>Angular Power Spectrum</i>
AR-Beschichtung	Anti-Reflektions-Beschichtung
BMP	<i>Bone Morphogenetic Protein</i>
CCD	<i>Charge-Coupled Device</i>
CNN	<i>Convolutional Neural Network</i>
CorEx	<i>Correlation Explanation</i>
CT	Computertomographie
DFG	Deutsche Forschungsgemeinschaft
DLM	Durchlichtmikroskopie
DOCP	<i>Degree of Circular Polarization</i>
DOLP	<i>Degree of Linear Polarization</i>
DOP	<i>Degree of Polarization</i>
ESN	elektrogesponnenes Netzwerk (eng.: <i>Electrospun Network</i>)
EZM	extrazelluläre Matrix
FEM	Finite Elemente Methode
FE-REM	Feldemissions-Rasterelektronenmikroskopie
FFT	<i>Fast Fourier Transformation</i>
FOR	Forschungsgruppe
FPSM	<i>Fourier Power Spectrum Method</i>
FT	<i>Fourier Transformation</i>
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
Gl.	Gleichung
GT	Gelatine
GUI	<i>Graphical User Interface</i>
HWP	Halbwellenplatte (eng.: <i>Half Wave Plate</i>)
IMP	Institut für Mehrphasenprozesse
IONP	Eisenoxid-Nanopartikel (eng.: <i>Iron Oxid Nanoparticle</i>)

Abkürzung	Bedeutung
ITO	Indiumzinnoxid (eng.: <i>Indium Tin Oxide</i>)
KW-ANOVA	Kruskal-Wallis Varianzanalyse (eng.: <i>Kruskal-Wallis Analysis of Variances</i>)
LA	langsame Achse
LC	Flüssigkristall (eng.: <i>Liquid Crystal</i>)
LCVR	variabler Flüssigkristallverzögerer (eng.: <i>Liquid Crystal Variable Retarder</i>)
LED	<i>Light Emitting Diode</i>
LES	Lösungs-Elektrospinnen
LM	Lichtmikroskopie
LoRaWAN	<i>Long Range Wide Area Network</i>
LP	Linearpolarisator
MCA	alle paarweisen Vergleiche (eng.: <i>Multiple Comparison All</i>)
MCC	paarweise Vergleiche mit einer Kontrolle (eng.: <i>Multiple Comparison Control</i>)
MCP	multiple paarweise Vergleiche (eng.: <i>Multiple Comparison Procedures</i>)
μ CT	Mikro-Computertomographie
hMSCs	humane mesenchymale Stammzellen (eng.: <i>human Mesenchymal Stem Cells</i>)
M_{exp}	experimentelle MÜLLER Matrix
MIT	Massachusetts Institute of Technology
MM	MÜLLER Matrix
nCT	Nano-Computertomographie
OA	optische Achse
PAN	Polyacrylnitril
PCL	Polycaprolacton
PEO	Polyethylenoxid
PET	Polyethylenterephthalat
PLA	Poly lactide
PSA	Polarisationszustandsanalysator (eng.: <i>Polarization State Analyzer</i>)
PSG	Polarisationszustandsgenerator (eng.: <i>Polarization State Generator</i>)
PU/PUR	Polyurethan
PVDF	Polyvinylidenfluorid
P(VDF-TrFE)	Poly(vinylidenfluorid-co-Trifluorethylen)
QQ-Plot	Quantil-Quantil-Plot
QWP	Viertelwellenplatte (eng.: <i>Quarter Wave Plate</i>)
REM	Rasterelektronenmikroskopie
ROI	<i>Region of Interest</i>

Abkürzung	Bedeutung
RT	<i>Radon Transformation</i>
RVE	Representative Volumen Elemente
SA	schnelle Achse
SE	Sekundärelektronen
SES	Schmelz-Elektrospinnen
TA	Transmissionsachse
TE	<i>Tissue Engineering</i>
Tab.	Tabelle
TCD	Emitter-Kollektor-Abstand (eng.: <i>Tip-to-Collector Distance</i>)
TFE	2,2,2-Trifluorethanol
TGF	<i>Transforming Growth Factor</i>

1 Einleitung

Die Prävalenz von Sehnenrupturen in der Rotatorenmanschette ist in den vergangenen Jahren signifikant gestiegen [1]. In der Altersgruppe über 60 weisen $\geq 50\%$ eine Ruptur auf, zumeist chronisch und asymptomatisch [1, 2]. Daraus folgt eine hohe Nachfrage chirurgischer Interventionen [3], die auf Grund der demographischen Entwicklung in den kommenden Jahren noch weiter zunehmen wird [4]. Die traditionellen Refixierungsmethoden führen nicht zur vollständigen Wiederherstellung der physiologischen Funktion und sind bei Patientinnen und Patienten mit Rerupturen [5] sowie massiven Rupturen teilweise nicht anwendbar [6].

In diesem Zusammenhang haben Therapie-Ansätze auf Basis des *Tissue Engineerings* (TE) stark an Bedeutung gewonnen. [7] Die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG)-geförderte Forschungsgruppe (FOR) 2180 arbeitet deshalb an der Herstellung eines gradierten Implantats für den Einsatz am Sehnen-Knochen-Übergang (Enthese) [8, 9]. Als Implantatmaterial dienen gradierte elektrogesponnene Vliese aus Polycaprolacton (PCL) mit gerichteten („sehnenseitig“) bzw. ungerichteten („knochenseitig“) Fasern. [8, 10] Diese Ausrichtung der Fasern wird im Rahmen des Elektrosplinnens primär durch die Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors beeinflusst [8, 10, 11]. Die Faseroberfläche der Vliese wird gezielt mit biologisch aktiven Proteinen (BMP-2, TGF- β_3 und Smad8 L+MH2) funktionalisiert. In Kombination mit der gradierten Struktur des Implantats soll so die Differenzierung von humanen mesenchymalen Stammzellen (eng.: *human Mesenchymal Stem Cells*) (hMSCs) am Implantationsort forciert werden. [12–14] Vom prozesstechnischen Standpunkt der Herstellung aus ergibt sich daraus der Bedarf an Methoden zur Quantifizierung der Ausrichtung elektrogesponnener Fasern. Die etablierten Verfahren beruhen auf der manuellen oder automatischen Auswertung von Bilddatensätzen. Größtenteils erfolgt die Bildgebung mittels Mikroskopie (Lichtmikroskopie (LM) und Rasterelektronenmikroskopie (REM)) [15, 16], teilweise mittels Computertomographie (CT) [17–19] oder vereinzelt mittels Fotografie [13]. Im Rahmen der weit verbreiteten Rasterelektronenmikroskopie treten einige Herausforderungen auf: ein enormer Zeitaufwand bei der Präparation und Durchführung der Messung, eine irreversible Veränderung der untersuchten Probe sowie die Limitierung der Untersuchung auf einen sehr kleinen Ausschnitt der Oberfläche. Tomographische Verfahren ermöglichen zwar die Betrachtung der Probe über die gesamte Dicke, allerdings sind die benötigten Geräte sehr teuer, können zur Veränderung der Probe führen und die Bildgebung wird häufig durch einen geringen Kontrast erschwert [19].

In diesem Zusammenhang ist die Anwendung der MÜLLER Matrix (MM)-Polarimetrie zur Messung der Faserausrichtung eine Innovation in der Implantat-Technik [20]. Hierbei wird die polarisationsverändernde Wirkung gemessen und so auf die Eigenschaften einer Probe zurückge-

geschlossen. Damit ist eine zerstörungsfreie und kontaktlose, qualitative Analyse in einem Bruchteil der Zeit möglich [21, 22].

Die Aufgabe dieser Arbeit besteht darin den Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors (Einflussgröße) und der Ausrichtung der Fasern (Zielvariable) mittels MM-Polarimetrie zu quantifizieren. Darüber hinaus solle eine Aussage über die Gefügeveränderung im physiologisch relevanten Dehnungsbereich ($\epsilon_{phys} < 5\%$) [23, 24] für den Sehnenersatz zu treffen. Dazu soll in einem ersten Schritt ein MM-Polarimeter mit einer *Light Emitting Diode* (LED) als Lichtquelle konzeptioniert, ein intuitives *Graphical User Interface* (GUI) entwickelt und beides in Betrieb genommen werden. Im Rahmen der Ausrichtungsanalyse sollen zunächst Vliese untersucht werden, die mit sieben verschiedenen Oberflächengeschwindigkeiten hergestellt werden (2, 4, 6, 7, 8, 9 und 10m/s). Basierend auf diesen Untersuchungen sollen die ausrichtungssensitiven MM-Einträge und -Kennwerte identifiziert und das Wirkprinzip der Vliese im Kontext der Polarimetrie überprüft werden. Diese Ergebnisse sollen mit den Referenz-Messungen mittels REM verglichen und für beide Verfahren der Zusammenhang zwischen Einflussgröße und Zielvariable bestimmt werden. Abschließend soll die Abhängigkeit der Gefügeveränderung von der Einflussgröße unter Last, im Zeitstandversuch untersucht werden. Dazu sollen die zuvor identifizierten ausrichtungssensitiven MM-Einträge und -Kennwerte betrachtet und der Zusammenhang mittels beschreibender und schließender Statistik eruiert werden.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Grundlagen elektromagnetischer Wellen

In der modernen Physik wird Licht sowohl als Welle als auch als Teilchen betrachtet; beschrieben durch den Welle-Teilchen-Dualismus. Im Falle der elektromagnetischen Welle kann das Licht in den Anteil der elektrischen Feldstärke \vec{E} und den der magnetischen Feldstärke \vec{B} unterteilt werden. Dabei stehen das \vec{E} -Feld und \vec{B} -Feld senkrecht zueinander und zur Ausbreitungsrichtung. [25, 26] Für die Betrachtung der Polarisierung ist lediglich der Vektor der elektrischen Feldstärke (\vec{E} -Vektor) von Bedeutung. Daher kann mittels der Maxwell-Gleichung die Wellengleichung für ein zeitlich veränderliches elektrisches Feld (E-Feld) im Vakuum hergeleitet werden [26]:

$$\Delta_{\text{LAPLACE}} E = \epsilon_0 \mu_0 \frac{\partial^2 E}{\partial t^2} \quad (2.1)$$

Dabei ist E die elektrische Feldstärke, Δ_{LAPLACE} der LAPLACE-Operator, ϵ_0 die Dielektrizitätskonstante und μ_0 die Permeabilitätskonstante. Hierbei wird die elektrische Feldstärke E zweimal nach der Zeit t abgeleitet. Unter der Annahme einer ebenen periodischen Welle, kann die elektromagnetische Welle durch Sinus- und Kosinusfunktionen dargestellt werden. Damit lässt sich Gleichung (Gl.) 2.1 wie folgt lösen [25, 26]:

$$\vec{E} = \vec{E}_0 \cos(\omega t - kz) \quad (2.2)$$

Dabei ist \vec{E} die elektrische Feldstärke, \vec{E}_0 die Amplitude, ω die Kreisfrequenz (mit $\omega = 2\pi f$ und der Frequenz f der Schwingung), k_{WZ} die Wellenzahl (mit $k_{WZ} = \frac{2\pi}{\lambda}$ und der Wellenlänge λ) und z der Ort auf der z-Achse.

Im Alltag setzt sich Licht oft aus der elektromagnetischen Strahlung unterschiedlicher Quellen zusammen. Daraus resultieren statistisch orientierte Schwingungen des \vec{E} -Vektors senkrecht zur Ausbreitungsrichtung. Es existiert keine Vorzugsrichtung und dieser Zustand wird als unpolarisiert bezeichnet. Weitere mögliche Zustände des \vec{E} -Vektors können beschrieben werden als [25, 26]:

- linear polarisiert
- zirkular polarisiert
- elliptisch polarisiert

Darüber hinaus besteht auch die Möglichkeit einer teilweise (partiell) polarisierten Welle. Dabei ist nur ein Teil des Strahlungsbündels polarisiert und der Rest unpolarisiert. Sofern der \vec{E} -Vektor in einer definierten Richtung senkrecht zur Ausbreitungsrichtung schwingt, wird der Zustand als linear polarisiert bezeichnet. Wenn dabei der Vektor \vec{E}_0 , der elektrischen Feldstärke \vec{E} , immer \perp zur z-Achse steht und sich in die gleiche Richtung (\vec{e}_z) ausbreitet, gilt [26]:

$$\vec{E}_0 = E_{0x}\vec{e}_x + E_{0y}\vec{e}_y \quad (2.3)$$

Die x- und y-Komponente der Welle schwingen dabei in Phase und ergeben sich zu [26]:

$$\begin{aligned} E_x &= E_{0x} \cos(\omega t - kz) \\ E_y &= E_{0y} \cos(\omega t - kz) \end{aligned} \quad (2.4)$$

Sind die Beträge der x- und y-Komponente der Amplitude gleich ($E_{0x} = E_{0y} = E_0$) und die Phasen um 90° ($\frac{\pi}{2} = \frac{\lambda}{4}$) gegeneinander verschoben, gilt für die x- und y-Komponente der Welle (nach Gl. 2.4) [26]:

$$\begin{aligned} E_x &= E_{0x} \cos(\omega t - kz) \\ E_y &= E_{0y} \cos(\omega t - kz - \frac{\pi}{2}) \\ &= E_{0y} \sin(\omega t - kz) \end{aligned} \quad (2.5)$$

Der resultierende \vec{E} -Vektor rotiert dabei um die Achse der Ausbreitungsrichtung (hier \vec{e}_z). Eine solche Welle wird als zirkular polarisiert bezeichnet. Die beschriebene Kreisbahn in der x-y-Ebene kann wie folgt ausgedrückt werden (mit Gl. 2.3 & 2.5) [26]:

$$\begin{aligned} E(z=0, t) &= E\vec{e}_x + E\vec{e}_y \\ &= E_0(\vec{e}_x \cos(\omega t - kz) + \vec{e}_y \sin(\omega t - kz)) \end{aligned} \quad (2.6)$$

Dabei ist die Kreisfrequenz $\omega = \frac{d\varphi}{dt}$ d.h. $\varphi = \omega t$, wobei φ den zeitabhängigen Phasenwinkel der Amplitude \vec{E}_0 in der x-y-Ebene beschreibt. Wenn der \vec{E} -Vektor beim Betrachten der Strahlungsquelle gegen den Uhrzeigersinn rotiert, wird die Strahlung als links zirkular polarisiert bezeichnet. Analog dazu wird die Strahlung als rechts zirkular polarisiert bezeichnet, wenn der \vec{E} -Vektor beim Betrachten im Uhrzeigersinn rotiert.

Sind die Beträge der Komponenten der Amplitude ungleich ($E_{0x} \neq E_{0y}$) und/oder die Phasenverschiebung zwischen E_x und E_y beträgt nicht Null oder genau 90° ($\Delta\varphi \neq 0 \vee \Delta\varphi \neq \frac{\pi}{2}$), so beschreibt der \vec{E} -Vektor eine elliptische Spirale. Eine solche Welle wird als elliptisch polarisiert bezeichnet. Demnach beschreibt elliptisch polarisiert alle nicht-linearen und nicht-zirkularen

Polarisationszustände. Im Falle der unpolarisierten Welle weist der Vektor E_0 keine zeitlich konstante Richtung in der x-y-Ebene auf und beschreibt weder eine Ellipse noch einen Kreis. [26]

2.2 JONES-Formalismus

Für die mathematische Beschreibung der Polarisation elektromagnetischer Wellen stehen unterschiedliche Methoden zur Verfügung. Zur intuitiven mathematischen Beschreibung von optischen Elementen kann die Matrixtechnik verwendet werden. [25] Die 1941 von DR. ROBERT CLARK JONES entwickelte Methode nutzt dabei die zweielementigen JONES-Vektoren und 2×2 Matrizen. [27] Hierbei wird der Polarisationszustand durch die komplexe Amplitude \underline{E}_0 der komplexen elektrischen Feldstärke \underline{E} in x- und y-Richtung vollständig beschrieben. Analog zu Gleichung 2.3 gilt für den komplexen Vektor $\underline{\vec{E}}$ [25]:

$$\underline{\vec{E}} = \underline{E}_x \vec{e}_x + \underline{E}_y \vec{e}_y \quad (2.7)$$

Für die komplexe Darstellung einer eindimensionalen harmonischen Welle gilt [25]:

$$\underline{E} = E_0 \exp j(\omega t \pm kz + \varphi_0) = \underline{E}_0 \exp j(\omega t \pm kz) \quad (2.8)$$

Mit dem Nullphasenwinkel φ_0 . Unter der Annahme einer ebenen Welle ergeben sich die x- und y-Komponente des komplexen $\underline{\vec{E}}$ -Vektors nach Gleichung 2.8 zu [25]:

$$\begin{aligned} \underline{E}_x &= E_{0x} \exp j(\omega t - kz - \varphi_x) \\ \underline{E}_y &= E_{0y} \exp j(\omega t - kz - \varphi_y) \end{aligned} \quad (2.9)$$

Dabei breitet sich die Welle entlang \vec{e}_z aus und die Komponenten der Amplitude, \vec{E}_{0x} und \vec{E}_{0y} , weisen die Nullphasenwinkel φ_x und φ_y auf. Unter Verwendung der Gleichungen 2.7, 2.8 und 2.9 gilt dann [25]:

$$\begin{aligned} \underline{\vec{E}} &= E_{0x} \exp j(\omega t - kz - \varphi_x) \vec{e}_x + E_{0y} \exp j(\omega t - kz - \varphi_y) \vec{e}_y \\ &= (E_{0x} \exp j\varphi_x \vec{e}_x + E_{0y} \exp j\varphi_y \vec{e}_y) \exp j(\omega t - kz) \\ &= \underline{E}_0 \exp j(\omega t - kz) \end{aligned} \quad (2.10)$$

Wobei der Ausdruck in Klammern die x- und y-Komponente der komplexen Amplitude $\underline{\vec{E}}_0$ darstellt und die Phasenwinkel φ_x und φ_y enthält. Damit kann der Polarisationszustand des Lichtes vollständig beschrieben und als zweielementiger Spaltenvektor angegeben werden [25]:

$$\underline{\vec{E}}_0 = \begin{bmatrix} \underline{E}_{0x} \\ \underline{E}_{0y} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_{0x} \exp j\varphi_x \\ E_{0y} \exp j\varphi_y \end{bmatrix} \quad (2.11)$$

Für die Berechnung der Polarisationszustände ist die Verwendung normierter Vektoren von Vorteil. Mit

$$E_0 = \sqrt{E_{0x}^2 + E_{0y}^2} \quad (2.12)$$

ergibt sich der normierte komplexe JONES-Vektor \vec{J} aus Gleichung 2.11 zu [25]:

$$\vec{J} = \begin{bmatrix} J_x \\ J_y \end{bmatrix} = \frac{1}{E_0} \begin{bmatrix} E_{0x} \exp j\varphi_x \\ E_{0y} \exp j\varphi_y \end{bmatrix} \quad (2.13)$$

Der resultierende Vektor ist dimensionslos und enthält die Phasenbeziehung zwischen x- und y-Komponente des \vec{E} -Feldes. Sofern nicht anders beschrieben, werden im Weiteren nur normierte JONES-Vektoren angegeben. Der Definition des JONES-Vektors (s. Gl. 2.13) folgend, kann die Art der Polarisierung lediglich auf Basis des Phasenunterschieds $\Delta\varphi = \varphi_y - \varphi_x$ bestimmt werden. Daher kann der Phasennullpunkt beliebig festgelegt werden. Zur Vereinfachung wird $\varphi_x = 0$ gewählt. In Abbildung (Abb.) 2.1 sind exemplarische \vec{E} -Vektoren linear polarisierten Lichts abgebildet. Das Licht breitet sich dabei in Richtung \vec{e}_z aus und auf Grund der sinusartigen Veränderung der Schwingung, sind nur die Extremwerte in positive und negative Richtung dargestellt. [25, 26] Für eine linear-horizontal polarisierte elektromagnetische Welle, ist die vertikale Komponente der Amplitude $E_{0y} = 0$ und die Phase der x-Komponente $\varphi_x = 0$. Daraus folgt nach Gleichung 2.13 der JONES-Vektor für linear-horizontal polarisiertes Licht [25, 26]:

$$\vec{J}_H = \begin{bmatrix} 1 \\ 0 \end{bmatrix} \quad (2.14)$$

Mit Hilfe der entsprechenden Phasenverschiebung können die anderen linearen, zirkularen und elliptischen Polarisationszustände berechnet werden. Zur Beschreibung optischer Elemente durch den JONES-Formalismus, werden Medien und Komponenten als Operatoren definiert. Alle Elemente die mit der elektromagnetischen Welle interagieren, werden durch eine 2×2 Matrix beschrieben. Dabei wird der jeweilige Operator von links an den Eingangsvektor multipliziert [25]:

$$\vec{J}_o = M_J \vec{J}_i \quad (2.15)$$

Mit dem JONES-Vektor des Ausgangszustands \vec{J}_o , der 2×2 Matrix M_J des optischen Elements und dem JONES-Vektor des Eingangszustands \vec{J}_i .

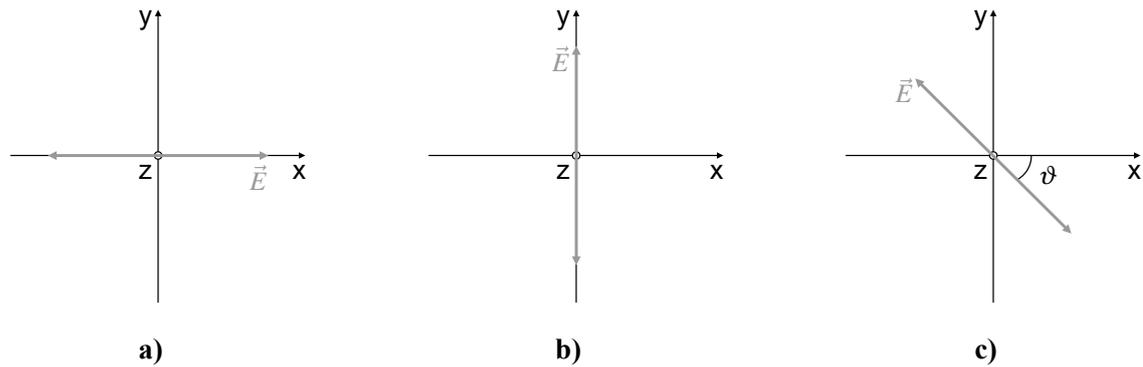


Abbildung 2.1: Darstellung exemplarischer \vec{E} -Vektoren linear polarisierten Lichts mit Ausbreitungsrichtung \vec{e}_z : a) horizontal polarisiert, b) vertikal polarisiert und c) unter dem Winkel ϑ polarisiert.

Polarisatoren sind definiert als optische Elemente, die mit elektromagnetischer Strahlung interagieren und so den Polarisationszustand verändern. Dabei ergibt sich für einen horizontal-linearen Polarisator (mit Gl. 2.14 und 2.15) der folgende Operator [25]:

$$M_H = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (2.16)$$

Zur Berechnung komplexer Systeme, werden die entsprechenden Operatoren aufmultipliziert und können durch eine einzelne 2×2 Matrix ausgedrückt werden. Der JONES-Formalismus ist auf Grund der Verwendung zweielementiger Vektoren in einem kartesischen Koordinatensystem, vergleichsweise kompakt und intuitiv anwendbar. Allerdings beruht die Beschreibung des Polarisationszustands der elektromagnetischen Welle auf dem Phasenunterschied $\Delta\varphi$. Demnach ist die Beschreibung partiell polarisierter Strahlung nicht möglich und die Anwendung des JONES-Formalismus ist auf reine Polarisationszustände beschränkt. [22]

2.3 STOKES-Formalismus

Um auch teilweise polarisierte Strahlung zu beschreiben, kann der 1852 von GEORGE GABRIEL STOKES entwickelte STOKES-Formalismus verwendet werden [28]. Damit ist es möglich den Polarisationszustand durch die Messung der Strahlungsdichte, oder auch der Intensität, der einzelnen Anteile zu bestimmen [29]. Die Polarisationsanteile (in der x-y-Ebene, mit der Ausbreitungsrichtung \vec{e}_z) sind [25, 29]:

I_H - horizontal polarisiert (0°)

I_V - vertikal polarisiert (90°)

I_P - $+45^\circ$ polarisiert

I_M - -45° polarisiert

I_R - rechtszirkular polarisiert

I_L - linkszirkular polarisiert

Zur Ermittlung dieser Anteile können Polarisatoren (die Verwendung idealer Polarisatoren ist nicht nötig) vor einem Photometer bzw. Radiometer genutzt werden. Der vierelementige STOKES-Vektor \vec{S} ist definiert als [25, 29]:

$$\vec{S} = \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} I_H + I_V \\ I_H - I_V \\ I_P - I_M \\ I_R - I_L \end{bmatrix} \quad (2.17)$$

Mit den STOKES-Parametern S_1 , S_2 , S_3 und S_4 . Dabei repräsentieren die addierten orthogonalen Komponenten die gesamte Intensität [29]:

$$I = I_H + I_V = I_P + I_M = I_R + I_L \quad (2.18)$$

Analog zum JONES-Formalismus werden im STOKES-Formalismus ebenfalls normierte Vektoren verwendet. Der STOKES-Vektor \vec{S} wird dabei mit dem STOKES-Parameter S_1 normiert, der proportional zur gesamten Intensität I ist. Nach Gleichung 2.17 und 2.18 kann der normierte STOKES-Vektor \vec{S}_N folgendermaßen beschrieben werden [25, 29]:

$$\vec{S}_N = \frac{1}{S_1} \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \end{bmatrix} \quad (2.19)$$

In Tabelle (Tab.) 2.1 sind normierte STOKES-Vektoren für ausgewählte Polarisationszustände aufgelistet.

Tabelle 2.1: Normierte STOKES-Vektoren ausgewählter Polarisationszustände. [25]

Polarisationszustand	STOKES-Vektor
Horizontal (\vec{S}_H)	$\begin{bmatrix} 1 \\ 1 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$
Vertikal (\vec{S}_V)	$\begin{bmatrix} 1 \\ -1 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$
+45° (\vec{S}_P)	$\begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ 1 \\ 0 \end{bmatrix}$
-45° (\vec{S}_M)	$\begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ -1 \\ 0 \end{bmatrix}$
Rechtszirkular (\vec{S}_R)	$\begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix}$
Linkszirkular (\vec{S}_L)	$\begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ -1 \end{bmatrix}$
Unpolarisiert	$\begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$
partiell horizontal polarisiert	$\begin{bmatrix} 1 \\ 0,5 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$

Basierend auf Gleichung 2.18 kann der STOKES-Vektor aus Gleichung 2.17 wie folgt vereinfacht werden:

$$\vec{S} = \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} I_H + I_V \\ I_H - I_V \\ 2I_P - (I_H + I_V) \\ 2I_R - (I_H + I_V) \end{bmatrix} \quad (2.20)$$

Damit reduzieren sich die benötigten Anteile zur vollständigen Bestimmung des Polarisationszustandes elektromagnetischer Wellen von sechs auf vier. Basierend auf dem gemessenen STOKES-Vektor können Eigenschaften des Lichts wie der gesamte (p bzw. *Degree of Polarization* (DOP)), der lineare (p_L bzw. *Degree of Linear Polarization* (DOLP)) und der zirkulare Polarisationsgrad (p_Z bzw. *Degree of Circular Polarization* (DOCP)) berechnet werden [29]. Der gesamte Polarisationsgrad p ist dabei definiert als [29]:

$$p = \frac{1}{S_1} \sqrt{S_2^2 + S_3^2 + S_4^2} \quad (2.21)$$

Analog zu Gleichung 2.15 kann der resultierende Polarisationszustand, durch Linksmultiplikation von Operatoren (4×4 Matrizen) an den STOKES-Vektor des eingehenden Lichts berechnet werden. Im Gegensatz zu den zwei Elementen der JONES-Vektoren, bilden die vier Elemente der STOKES-Vektoren kein orthogonales Koordinatensystem. Stattdessen stehen sich die komplementären Einträge aus Gleichung 2.18 (I_H und I_V , I_P und I_M sowie I_R und I_L) gegenüber und bilden so drei Achsen eines Koordinatensystems. [29] Die intuitive Interpretation der Ergebnisse wird weiterhin durch das mögliche Auftreten partieller Polarisationszustände erschwert. Daraus ergibt sich der Bedarf weiterer Darstellungsformen und mathematischer Optionen zur Informationsgewinnung, die im Folgenden näher beschrieben sind.

POINCARÉ-Kugel zur Darstellung des STOKES-Vektors Im Rahmen des STOKES-Formalismus repräsentieren die vier Einträge des STOKES-Vektors (s. Gl. 2.19) die Intensitäten der jeweiligen Polarisationsanteile, wobei sich jeweils die positiven und negativen Komponenten gegenüber stehen. Eine intuitive Interpretation der berechneten Ergebnisse ist, im Gegensatz zum JONES-Formalismus, nur schwer möglich. Die 1852 von HENRI POINCARÉ eingeführte POINCARÉ-Kugel kann daher als graphische Darstellungsform verwendet werden [30]. In Abbildung 2.2 ist die POINCARÉ-Kugel dargestellt. Das Zentrum bildet dabei ein linkshändiges kartesisches Koordinatensystem aus den STOKES-Parametern S_2 , S_3 und S_4 (mit $S_2, S_3, S_4 \in [-1, 1]$) im Mittelpunkt der Kugel. Dabei liegen I_H und I_V auf der x-Achse, I_R und I_L auf der y-Achse sowie I_P und I_M auf der z-Achse. [29, 30] Der Radius der Kugel ist definiert als $r = S_1$. Vollständig polarisierte Zustände werden durch Vektoren der Länge S_1 beschrieben, liegen also auf der Oberfläche der Sphäre. Darüber hinaus kann der Polarisationszustand der Strahlung durch den

Wert des Elements S_4 beschrieben werden. Die linear polarisierten Zustände (H , V , P und M) liegen in der Äquatorialebene ($S_4 = 0$). Auf der nördlichen Hemisphäre liegen die rechtselliptisch ($S_4 > 0$) und rechtszirkular polarisierten ($S_4 = 1$) Zustände. Wobei vollständig rechtszirkular polarisiertes Licht am Nordpol lokalisiert ist. Komplementär dazu liegen die linkselliptisch ($S_4 < 0$) und linkszirkular polarisierten ($S_4 = -1$) Zustände auf der südlichen Hemisphäre. Mit vollständig linkszirkular polarisiertem Licht am Südpol. Partiiell polarisiertes Licht wird durch Vektoren repräsentiert die nicht auf der Oberfläche liegen, also einen Radius $r < S_1$ aufweisen. [29, 30]

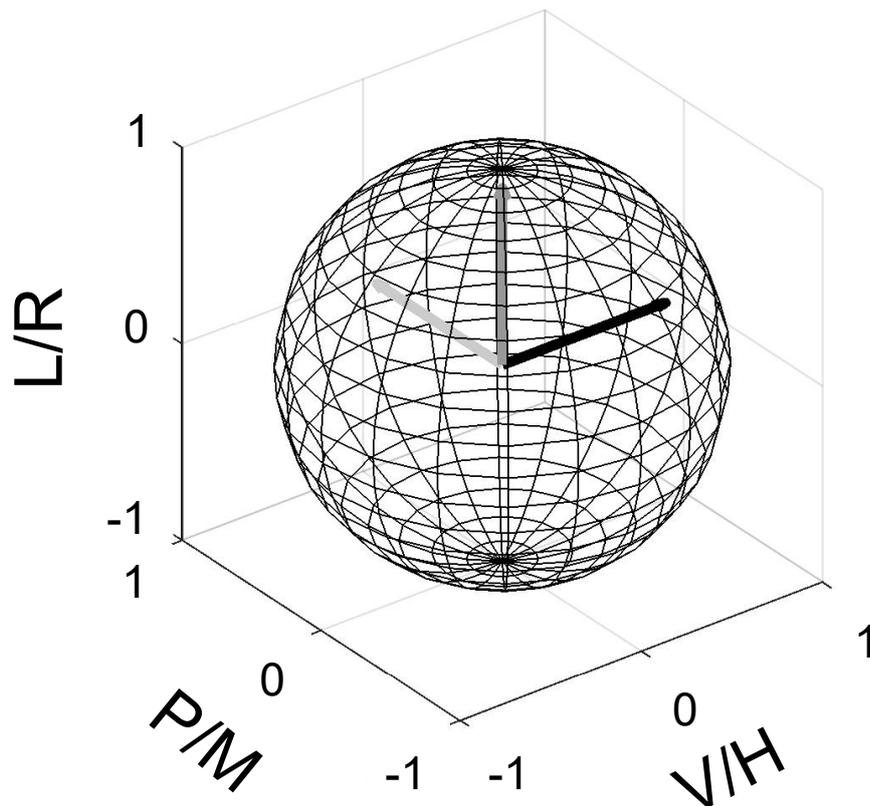


Abbildung 2.2: Darstellung einer POINCARÉ-Kugel mit dem Radius $r = S_1$. Die eingezeichneten STOKES-Vektoren repräsentieren vollständig linear-horizontal polarisierte Strahlung (schwarz), vollständig rechtszirkular polarisierte Strahlung (dunkelgrau) und vollständig linear $+45^\circ$ polarisierte Strahlung (hellgrau).

2.4 MÜLLER Matrix-Formalismus

Der MÜLLER Matrix (MM)-Formalismus, entwickelt und gelehrt von HANS MÜLLER am Massachusetts Institute of Technology (MIT), wurde nie offiziell publiziert (dazu liegt lediglich ein interner Bericht vor [31]). Der Formalismus ist direkt mit dem STOKES-Formalismus verbunden, welcher die Polarisations-eigenschaften elektromagnetischer Strahlung basierend auf der Intensität der jeweiligen Anteile beschreibt (s. Abschnitt 2.3). Die MM eines polarisationsverändernden Mediums ist dabei definiert als die Matrix M , die den STOKES-Vektor der einfallenden Strahlung S_i in den STOKES-Vektor der austretenden Strahlung S_o transformiert. Analog zum JONES-Formalismus (s. Gl. 2.15) gilt [29, 30]:

$$\begin{bmatrix} S_{o1} \\ S_{o2} \\ S_{o3} \\ S_{o4} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} M_{11} & M_{12} & M_{13} & M_{14} \\ M_{21} & M_{22} & M_{23} & M_{24} \\ M_{31} & M_{32} & M_{33} & M_{34} \\ M_{41} & M_{42} & M_{43} & M_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} S_{i1} \\ S_{i2} \\ S_{i3} \\ S_{i4} \end{bmatrix} \quad (2.22)$$

Mit den Einträgen $M_{mn} \in \mathbb{R}$. Die MM enthält dabei alle Informationen bezüglich der polarisationsverändernden Eigenschaften des Mediums (Depolarisation, Verzögerung und Dichroismus) sowie die jeweilige Form (linear, zirkular oder elliptisch). Verwendete optische Elemente lassen sich mittels der MM beschreiben. Der Eintrag M_{11} repräsentiert, analog zum JONES- und STOKES-Formalismus (s. Gl. 2.13 und 2.19) die Gesamtintensität und die Einträge der MM werden auf diesen Eintrag normiert. Besteht das System aus mehreren aufeinander folgenden Elementen, kann der gesamte Aufbau durch eine einzelne Matrix beschrieben werden. Dazu werden die Matrizen der einzelnen Elemente, in Reihenfolge der Interaktion mit der Strahlung, von links multipliziert. Tabelle 2.2 zeigt ideale normierte MÜLLER Matrizen für exemplarische optische Elemente.

Tabelle 2.2: Ideale normierte MÜLLER Matrizen für exemplarische optische Elemente. [25, 29]

Optisches Element	MÜLLER Matrix
Horizontaler Polarisator	$\begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$
Vertikaler Polarisator	$\begin{bmatrix} 1 & -1 & 0 & 0 \\ -1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$
Polarisator 45°	$\begin{bmatrix} 1 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$
Polarisator -45°	$\begin{bmatrix} 1 & 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$
Viertelwellenplatte (eng.: <i>Quarter Wave Plate</i>) (QWP) mit schneller Achse horizontal	$\begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 0 \end{bmatrix}$
Viertelwellenplatte (eng.: <i>Quarter Wave Plate</i>) (QWP) mit schneller Achse vertikal	$\begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -1 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}$
Luft	$\begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$
Wellenplatte mit Phasendifferenz ϕ zwischen schneller und langsamer Achse und Winkel θ der schnellen Achse	$\begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos^2 2\theta + \sin^2 2\theta \cos \phi & \sin 2\theta \cos 2\theta (1 - \cos \phi) & -\sin 2\theta \sin \phi \\ 0 & \sin 2\theta \cos 2\theta (1 - \cos \phi) & \sin^2 2\theta + \cos^2 2\theta \cos \phi & \cos 2\theta \sin \phi \\ 0 & \sin 2\theta \sin \phi & -\cos 2\theta \sin \phi & \cos \phi \end{bmatrix}$
Idealer Diffusor	$\begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$

2.5 MÜLLER Matrix-Polarimetrie

2.5.1 Messung der MÜLLER Matrix

In Gleichung 2.22 ist die Interaktion einer elektromagnetischen Welle mit einem polarisationsverändernden Medium mathematisch beschrieben. Dabei wird der resultierende STOKES-Vektor \vec{S}_o durch Multiplikation des einfallenden STOKES-Vektors \vec{S}_i mit der MM berechnet. Die MM enthält alle Informationen über die polarisationsverändernden Eigenschaften. Zur Ermittlung der MM wird das Medium mit unterschiedlich polarisierter elektromagnetischer Strahlung durchstrahlt und die resultierende Intensität am Detektor gemessen. Aus diesen Intensitätsmessungen lassen sich die Einträge der MM berechnen (vgl. Abschnitt 2.3) [29]. Wie in Gleichung 2.20 beschrieben, sind zur vollständigen Bestimmung des Polarisationszustands elektromagnetischer Wellen vier unabhängige Anteile ausreichend. Die MM besitzt darüber hinaus 16 unabhängige Einträge. Für eine vollständige Bestimmung der MM werden daher mindestens 16 (4×4) Messungen mit unterschiedlicher Kombination von Polarisationszuständen der Strahlungsquelle und des Detektors benötigt. [29, 32] Die normierten STOKES-Vektoren der unterschiedlichen Polarisationszustände sind in Tabelle 2.1 aufgelistet. Werden zur Berechnung der MM alle sechs Intensitätsanteile polarisierter elektromagnetischer Wellen verwendet, ist die MM überbestimmt und mögliche Kalibrierfehler können kompensiert werden. Die Anteile I_M und I_L der Einträge S_3 und S_4 werden in diesem Falle nicht substituiert (s. Gl. 2.17 & 2.20). Daraus folgen 6×6 (36) Messungen. Die zugrunde liegenden Berechnungen der einzelnen Einträge können Tabelle 2.3 (16 Messungen) und Tabelle 2.4 (36 Messungen) entnommen werden. Die Buchstabenpaare in den Gleichungen bilden die Kombinationen der Strahlungsquelle und des Detektors ab. Dabei steht der erste Buchstabe für den Polarisationszustand der Strahlungsquelle und der zweite Buchstabe für den Polarisationszustand dessen Intensität gemessen wird.

Tabelle 2.3: Berechnung der 16 MM-Einträge, basierend auf 16 Intensitätsmessungen. Auf Grund der mathematischen Vereinfachung (s. Gl. 2.20) werden die folgenden vier Polarisationszustände benötigt: linear-horizontal (H), linear-vertikal (V), linear +45° (P) und rechtszirkular (R). [8, 22, 29, 32]

Komposition der MM-Einträge			
$M_{11} =$	$M_{12} =$	$M_{13} =$	$M_{14} =$
$HH + HV + VH + VV$	$HH + HV - VH - VV$	$2PH + 2PV - M_{11}$	$2RH + 2RV - M_{11}$
$M_{21} =$	$M_{22} =$	$M_{23} =$	$M_{24} =$
$HH - HV + VH - VV$	$HH - HV - VH + VV$	$2PH - 2PV - M_{21}$	$2RH - 2RV - M_{21}$
$M_{31} =$	$M_{32} =$	$M_{33} =$	$M_{34} =$
$2HP + 2VP - M_{11}$	$2HP - 2VP - M_{12}$	$4PP - 2PH - 2PV - M_{31}$	$4RP - 2RH - 2RV - M_{31}$
$M_{41} =$	$M_{42} =$	$M_{43} =$	$M_{44} =$
$2HR + 2VR - M_{11}$	$2HR - 2VR - M_{12}$	$4PR - 2PH - 2PV - M_{41}$	$4RR - 2RH - 2RV - M_{41}$

Tabelle 2.4: Berechnung der 36 MM-Einträge, basierend auf 36 Intensitätsmessungen. Die folgenden sechs Polarisationszustände werden benötigt: linear-vertikal (V), linear $+45^\circ$ (P), linear -45° (M), rechtszirkular (R) und linkszirkular (L). [8, 22, 29, 32]

Komposition der MM-Einträge			
$M_{11} =$	$M_{12} =$	$M_{13} =$	$M_{14} =$
$HH + HV + VH + VV$	$HH + HV - VH - VV$	$PH + PV - MH - MV$	$RH + RV - LH - LV$
$M_{21} =$	$M_{22} =$	$M_{23} =$	$M_{24} =$
$HH - HV + VH - VV$	$HH - HV - VH + VV$	$PH - PV - MH + MV$	$RH - RV - LH + LV$
$M_{31} =$	$M_{32} =$	$M_{33} =$	$M_{34} =$
$HP - HM + VP - VM$	$HP - HM - VP + VM$	$PP - PM - MP + MM$	$RP - RM - LP + LM$
$M_{41} =$	$M_{42} =$	$M_{43} =$	$M_{44} =$
$HR - HL + VR - VL$	$HR - HL - VR + VL$	$PR - PL - MR + ML$	$RR - RL - LR + LL$

2.5.2 Interpretation der MÜLLER Matrix

Wie in Gleichung 2.22 beschrieben, hängt die MM eng mit dem STOKES-Formalismus zusammen. Die Extraktion der optischen Eigenschaften eines Mediums (Depolarisation, Verzögerung und Dichroismus) aus der MM ist dabei wenig intuitiv und mit hohem Aufwand verbunden. [29] Die folgenden Einträge der MM lassen allerdings erste Schlüsse bezüglich der Verzögerung und des Dichroismus zu [29]:

$$\begin{bmatrix} 0 & a & b & c \\ a & 0 & -d & -e \\ b & d & 0 & -g \\ c & e & g & 0 \end{bmatrix} \quad (2.23)$$

Dabei stehen diese Parameter mit den folgenden physikalischen Eigenschaften in Verbindung [29]:

a - linearer Dichroismus bei 0° oder 90°

b - linearer Dichroismus bei 45° oder 135°

c - zirkularer Dichroismus

d - lineare Verzögerung bei 0° oder 90°

e - lineare Verzögerung bei 45° oder 135°

g - zirkulare Verzögerung

Die anderen Freiheitsgrade in der MM, wie die Antisymmetrie der Elemente a, b und c sowie die Symmetrie der Elemente d, e und g implizieren depolarisierende Eigenschaften und mögliche Inhomogenitäten. [29]

Polarzerlegung Die Matrixzerlegung bietet eine Möglichkeit zur Extraktion der Eigenschaften Depolarisation (eng.: *Depolarisation*), Verzögerung (eng.: *Retardance*) und Dichroismus (eng.: *Dichroism* bzw. *Diattenuation*) aus der MM. Am weitesten verbreitet ist dabei die 1996 von LU & CHIPMAN publizierte Polarzerlegung. Diese kann auf experimentell ermittelte MM (M_{exp}) von teilweise depolarisierenden Proben angewendet werden. [33] Dabei wird die M_{exp} (s. Gl. 2.22) in eine Sequenz aus drei Matrizen mit bekannten physikalischen Eigenschaften zerlegt [33]:

$$M_{exp} = M_{\Delta} M_R M_D \quad (2.24)$$

Wobei M_{Δ} für einen Depolarisator (eng.: *Depolariser*), M_R für einen Verzögerer (eng.: *Retarder*) und M_D für die Dichroismus-Komponente (eng.: *Diattenuator*) steht. Die Form dieser Matrizen ist bekannt und zur Veranschaulichung sowie Zusammenfassung der Eigenschaften, können Kennzahlen berechnet werden.

Auswertung der experimentellen MÜLLER Matrix Ungeachtet der Matrixdekomposition ist es möglich, einige Charakteristika des Mediums aus der experimentellen MÜLLER Matrix (M_{exp}) zu berechnen. Dabei ist der Vektor der Polarisation (\vec{P}) des Mediums definiert als [33]:

$$\vec{P} = \frac{1}{M_{11}} \begin{bmatrix} M_{21} \\ M_{31} \\ M_{41} \end{bmatrix} \quad (2.25)$$

Analog zum gesamten Polarisationsgrad p des STOKES-Vektors (s. Gl. 2.21), ergibt sich mit $|\vec{P}| = P$ die Polarisationskraft P zu [33]:

$$P = \frac{1}{M_{11}} \sqrt{M_{21}^2 + M_{31}^2 + M_{41}^2} \quad (2.26)$$

Hierbei gilt $0 \leq P \leq 1$. Des Weiteren ist der Dichroismus-Vektor \vec{D} definiert als [33]:

$$\vec{D} = \frac{1}{M_{11}} \begin{bmatrix} M_{12} \\ M_{13} \\ M_{14} \end{bmatrix} \quad (2.27)$$

Analog zu Gleichung 2.25, wird die Stärke des Dichroismus D , mit $|\vec{D}| = D$, wie folgt berechnet [33]:

$$D = \frac{1}{M_{11}} \sqrt{M_{12}^2 + M_{13}^2 + M_{14}^2} \quad (2.28)$$

dabei gilt $0 \leq D \leq 1$.

MÜLLER Matrix eines Depolarisators Die Matrix M_Δ weist dabei folgende Form auf [33]:

$$M_\Delta = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & h & 0 & 0 \\ 0 & 0 & l & 0 \\ 0 & 0 & 0 & o \end{bmatrix} \quad (2.29)$$

Dabei gilt $|h|, |l|, |o| \leq 1$. Aus dieser Matrix lässt sich unter anderem die Depolarisationskraft Δ berechnen [33]:

$$\Delta = 1 - \frac{|h| + |l| + |o|}{3} \quad (2.30)$$

Mit $0 \leq \Delta \leq 1$. Ein Medium das keine depolarisierende Wirkung aufweist wird als nicht“=depolarisierende Matrix bezeichnet und erfüllt folgende Bedingung [29]:

$$Tr(MM^T) = 4M_{11} \quad (2.31)$$

Mit der Spur Tr (eng.: *Trace*) definiert als die Summe der Hauptdiagonalelemente einer Matrix M . Demzufolge weist einfallende elektromagnetische Strahlung mit dem Polarisationsgrad $P = 1$, den gleichen Polarisationsgrad ($P = 1$) auf nachdem das Medium passiert wurde. [29]

MÜLLER Matrix eines Verzögerers Die Matrix M_R ist einer der Grundsteine nicht depolarisierender MMs. Dabei ist der Einfluss eines Verzögerers auf den Polarisationszustand equivalent zu einer Rotation auf der POINCARÉ-Kugel (s. Abb. 2.2). [33] Die Matrix ist definiert als [33]:

$$M_R = \begin{bmatrix} 1 & \vec{0}^T \\ \vec{0} & m_R \end{bmatrix} \quad (2.32)$$

Wobei $\vec{0}$ den dreielementigen Nullvektor und m_R eine 3×3 Untermatrix von M_R darstellt. Basierend auf M_R kann die Verzögerung R (kombinierter Effekt der linearen und zirkularen Verzögerung) nach folgender Gleichung berechnet werden [33]:

$$R = \cos^{-1}\left(\frac{\text{Tr}(M_R)}{2} - 1\right) \quad (2.33)$$

Mit $0 \leq R \leq \pi$. Darüber hinaus ist die Berechnung des STOKES-Vektors der schnellen Achse der Verzögerung wie folgt möglich [33]:

$$\begin{bmatrix} 1 \\ \hat{R} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 \\ a_1 \\ a_2 \\ a_3 \end{bmatrix} \quad (2.34)$$

Dabei ist a_i wie folgt definiert [33]:

$$a_i = \frac{1}{2 \sin R} \sum_{j,k=1}^3 \varepsilon_{ijk}(m_R)_{jk} \quad (2.35)$$

Mit ε_{ijk} dem Levi-Civita Symol. [33] Des Weiteren können die lineare Verzögerung δ und die optische Rotation ψ bestimmt werden. Aus der Matrix der Verzögerung M_R ergibt sich δ dabei zu [34, 35]:

$$\delta = \cos^{-1} \left\{ \sqrt{[M_R(2,2) + M_R(3,3)]^2 + [M_R(3,2) + M_R(2,3)]^2} - 1 \right\} \quad (2.36)$$

Die optische Rotation ψ ist dabei definiert als [34, 35]:

$$\psi = \tan^{-1} \left[\frac{M_R(3,2) + M_R(2,3)}{M_R(2,2) + M_R(3,3)} \right] \quad (2.37)$$

MÜLLER Matrix der Dichroismus-Komponente Analog zur Matrix eines Verzögerers M_R (s. Gl. 2.32) kann die M_D , mit dem Dichroismus-Vektor \vec{D} (s. Gl. 2.27), wie folgt beschrieben werden [33]:

$$M_D = \begin{bmatrix} 1 & \vec{D}^T \\ \vec{D} & m_D \end{bmatrix} \quad (2.38)$$

Bedingt durch die gegebene Definition von M_D aus Gleichung 2.38, ist die Stärke des Dichroismus D identisch zu Gleichung 2.28.

2.6 Polarisationsverändernde optische Elemente

2.6.1 Linearpolarisatoren

Ein Linearpolarisator (LP) filtert idealerweise alle Anteile der elektromagnetischen Strahlung heraus, die nicht entlang einer gegebenen Richtung schwingen. Dabei ist die Selektivität häufig nicht vollständig ($< 100\%$) und das transmittierte Licht ist partiell polarisiert. Abbildung 2.3 zeigt das Wirkprinzip eines idealen linearen Polarisators (Selektivität = 100%) für den linear-vertikalen Fall. Hierbei propagiert eine unpolarisierte elektromagnetische Welle entlang \vec{e}_z . Dieses unpolarisierte Licht wird durch zwei orthogonale Schwingungen in x- und y-Richtung symbolisiert. Der ebene Polarisator weist eine senkrechte (vertikale) Transmissionsachse (TA) auf. Im dargestellten Idealfall, enthält das transmittierte Licht ausschließlich Komponenten entlang der TA und ist somit in Richtung der y-Achse linear-vertikal polarisiert. Alle anderen Komponenten des ursprünglich unpolarisierten Lichts wurden herausgefiltert. [25] Exemplarische MÜLLER Matrizen für LPs können Tabelle 2.2 entnommen werden.

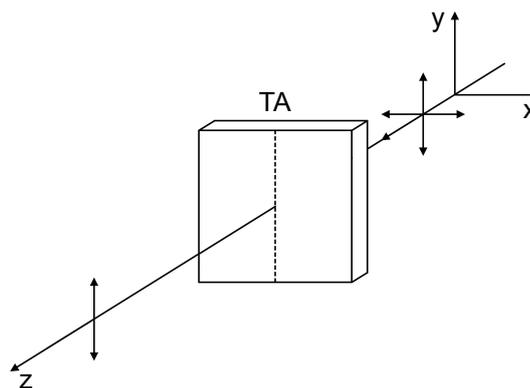


Abbildung 2.3: Wirkung eines idealen linearen Polarisators auf unpolarisiertes Licht. Dabei verläuft die TA vertikal. (nach [25])

2.6.2 Phasenverzögerer

Im Gegensatz zu LPs, wird bei Phasenverzögerern keine Komponente (E_x und E_y) der elektromagnetischen Welle unterdrückt. Stattdessen wird eine Phasendifferenz erzeugt. Dabei durchlaufen die orthogonal zueinander stehenden Komponenten der elektromagnetischen Strahlung die Verzögerungsplatte mit unterschiedlicher Geschwindigkeit. Daraus resultiert die Phasendifferenz $\Delta\phi$ nach dem Durchgang. In Abbildung 2.4a ist das Wirkprinzip eines idealen Phasenverzögerers dargestellt. Die vertikale Komponente (E_y) durchläuft die Platte entlang der schnellen Achse (SA) mit größerer Phasengeschwindigkeit. Wohingegen die horizontale Komponente (E_x) entlang der langsamen Achse (LA) eine kleinere Phasengeschwindigkeit aufweist. Abbildung 2.4b zeigt die Phasenverzögerung am Beispiel einer QWP. Die Phasendifferenz beträgt 90°

($\Delta\varphi = \frac{\pi}{2} = \frac{\lambda}{4}$). Bei einer Phasendifferenz von 180° ($\Delta\varphi = \pi = \frac{\lambda}{2}$) wird die Verzögerungsplatte als Halbwellenplatte (eng.: *Half Wave Plate*) (HWP) bezeichnet. [25] Beispielhafte MÜLLER Matrizen für Phasenverzögerer sind in Tabelle 2.2 aufgelistet.

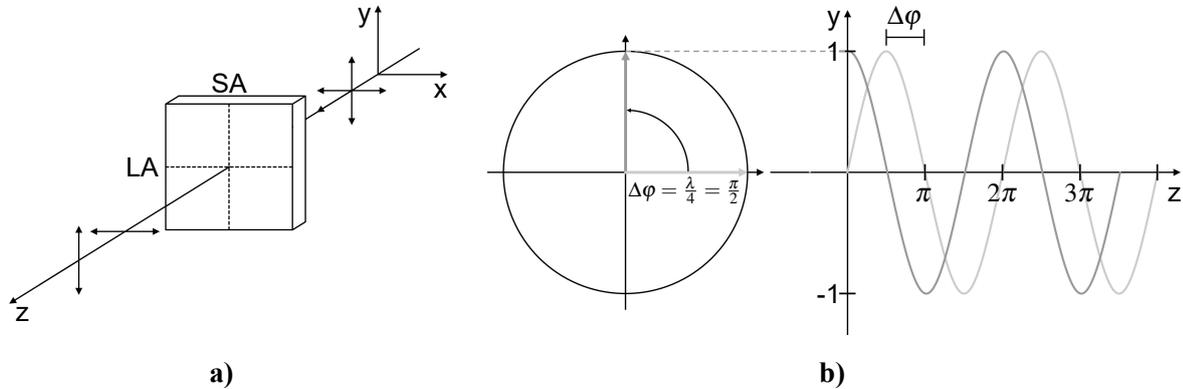


Abbildung 2.4: Wirkung einer idealen Verzögerungsplatte: a) Phasenverzögerung der x- und y-Komponente der Amplitude E_0 . Dabei verläuft die schnelle Achse (SA) vertikal und die langsame Achse (LA) horizontal. b) Darstellung der Phasendifferenz ($\Delta\varphi = \frac{\pi}{2} = \frac{\lambda}{4}$) an einer Viertelwellenplatte (eng.: *Quarter Wave Plate*) (QWP). (nach [25])

2.6.3 Flüssigkristallverzögerer

Mit Hilfe eines Polarisators und variablen Flüssigkristallverzögerern (eng.: variabler Flüssigkristallverzögerer (eng.: *Liquid Crystal Variable Retarder*) (LCVR)) kann der Polarisationszustand elektromagnetischer Strahlung verändert werden. Dabei können lineare, elliptische und zirkuläre Zustände erzeugt werden. Analog zum Phasenverzögerer propagiert die Komponente entlang der SA mit größerer Phasengeschwindigkeit als entlang der langsamen Achse. Diese Verzögerung wird beeinflusst durch die Betriebstemperatur, die angelegte Spannung und die Wellenlänge der elektromagnetischen Strahlung [36]. Gestreckte organische Moleküle, die stäbchenförmigen Flüssigkristalle, bilden den Kern dieses optischen Elements. Diese Moleküle befinden sich in der nematischen Phase; die Achsen sind im Mittel parallel zueinander ausgerichtet. Bedingt durch diese vorliegende Phase, weist das Material anisotrope elektrische und optische Eigenschaften auf. Abbildung 2.5 zeigt den beispielhaften Aufbau eines LCVRs. Die äußere Schicht bildet dabei ein Glassubstrat, zum Beispiel Quarzglas. Auf diesem Substrat befindet sich eine leitfähige transparente Schicht wie Indiumzinnoxid (eng.: *Indium Tin Oxide*) (ITO). Mittels zweier Abstandshalter wird die benötigte Distanz zwischen den beiden Glassubstraten gewährleistet. In direktem Kontakt mit den Flüssigkristallen steht dabei eine polymerbasierte Orientierungsschicht. Bedingt durch den Herstellungsprozess weist diese Schicht mikroskopische Rillen auf. In der Grenzschicht richten sich die Moleküle entlang dieser Rillen aus. [36, 37] Bei Anwesenheit eines elektrischen Feldes (E-Feldes) richten sich die Moleküle parallel entlang der Feldlinien

aus (s. Abb. 2.5b). Mit einer Spannung $V \gg 0$ wird dabei die minimale Verzögerung erreicht. Bedingt durch die an der Orientierungsschicht fix ausgerichteten Moleküle, bleibt immer eine Restverzögerung bestehen. [25, 37] Die Zeit zwischen dem Anlegen einer Spannung und dem Erreichen des gewünschten Zustands wird als „*Rise Time*“ bezeichnet. Liegt keine Spannung an ($V = 0$), befinden sich die Flüssigkristalle im Ausgangszustand und die Achsen befinden sich (im Mittel) parallel zum Glassubstrat. Daraus resultiert die maximale Verzögerung (s. Abb. 2.5a). Die „*Fall Time*“ ist dabei definiert als der zeitliche Abstand zwischen dem Abschalten einer angelegten Spannung und dem Erreichen des Ausgangszustands. Dieser Vorgang wird einzig durch die BROWNSCHE Molekularbewegung bestimmt. Eine beispielhafte MÜLLER Matrix für Phasenverzögerer mit variabler Phasendifferenz und Winkel der schnellen Achse ist in Tabelle 2.2 aufgeführt.

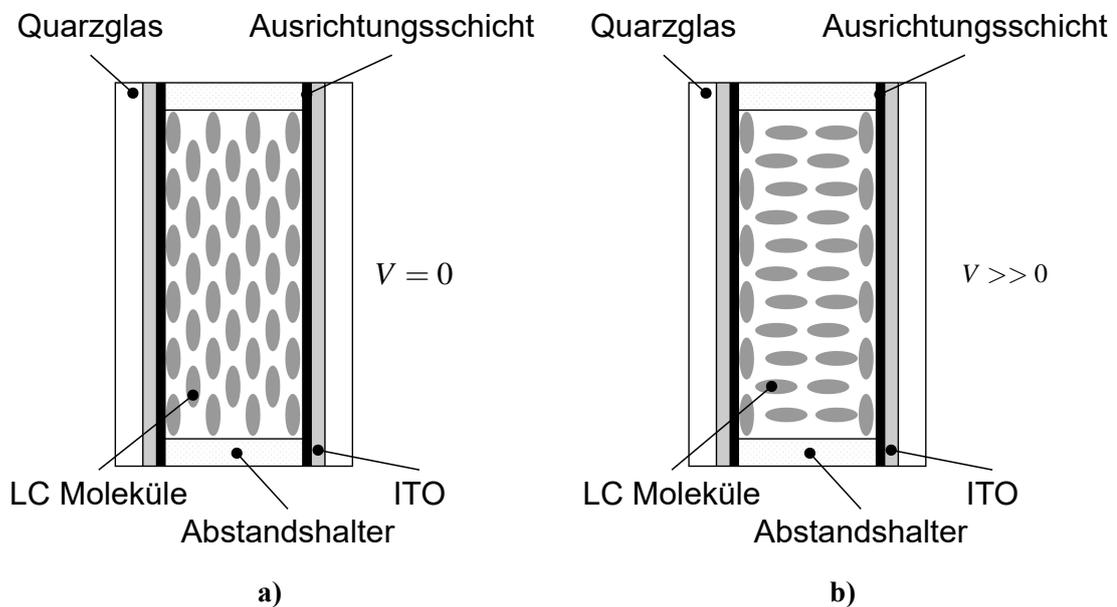


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der Wirkung eines LCVR: a) ohne angelegte Spannung ($V = 0$) und b) bei angelegter Spannung ($V \gg 0$). (nach [25, 36, 37])

2.7 Elektrosponnen

Die Entdeckung elektrostatischer Anziehung durch WILLIAM GILBERT im 16. Jahrhundert entfachte weltweit das Interesse an der Verzerrung von Fluiden durch elektrostatische Kräfte und daraus abgeleitet den elektrostatisch getriebenen Faserjet. Die Forschung auf diesem Gebiet gipfelte in der Entwicklung des sogenannten Elektrosponnens (eng.: *electrospinning*). [38, 39] Bedingt durch die Vielseitigkeit des Prozesses hat sich das Elektrosponnen zu einer der wichtigsten Methode in der Herstellung von Fasern im Nano- und Mikrometer-Bereich entwickelt, besonders auf den Gebieten der Textilherstellung und des *Tissue Engineerings* (TE). [39] Das Prinzip des Elektrosponnens beruht auf der Verstreckung eines viskoelastischen Fluids durch die im externen, elektrischen Feld wirkenden Kräfte. [40–42] Dabei wird, je nach verwendetem Medium, in Lösungs-Elektrosponnen (LES) (eng.: *Solution Electrospinning*) und Schmelz-Elektrosponnen (SES) (eng.: *Melt Electrospinning*) unterschieden. [43]

Aufbau und Funktion Zur Herstellung der Faservliese wird im Rahmen dieser Arbeit das LES genutzt. Eine LES-Anlage ist grundsätzlich in drei Module unterteilt (s. Abb. 2.6a) [43]:

- (i) Reservoir mit Emitter
- (ii) Hochspannungsquelle
- (iii) Geerdeter Kollektor

An der Spitze des Emitters liegt dabei eine positive Ladung an, während der geerdete Kollektor negativ geladen ist [44]. Abbildung 2.6 zeigt den grundsätzlichen Aufbau einer LES-Anlage (2.6a) und die Schritte die zur Ausbildung eines gleichmäßigen Faserjets führen (2.6b). Die Lösung, welche als Ladungsträger dient, wird aus dem Reservoir gefördert und tritt am Ende des Emitters in das elektrische Feld ein. Bedingt durch die Oberflächenspannung der Lösung bildet sich ein Tropfen an der Spitze des Emitters (s. Abb. 2.6b). Dabei wirken die Kräfte im elektrischen Feld und die Gravitationskraft der Oberflächenspannung entgegen. Mit zunehmender elektrischer Feldstärke bildet sich ein Kegel aus, der so genannte *TAYLOR-Cone* (s. Abb. 2.6b). Dieser beruht auf dem Gleichgewicht der Oberflächenspannung, des inneren hydrostatischen Drucks, dem äußeren Gasdruck und der Gravitationskraft. [45, 46] Mit der Überschreitung der kritischen elektrischen Feldstärke wird das Plateau-Rayleigh-Stabilitätskriterium verletzt [47]. Dies beschreibt den Sachverhalt, dass ein Flüssigkeitszylinder in einzelne Tropfen zerfällt, sobald die Länge des Zylinders in etwa das Dreifache des Zylinder-Durchmessers erreicht. [47, 48] Aus dem instabilen *TAYLOR-Cone* wird ein feiner initialer Faserjet emittiert (s. Abb. 2.6b) und in Richtung des geerdeten Kollektors beschleunigt [49]. Abhängig von der Leitfähigkeit, bzw. der Ladungsdichte, kommt es im weiteren Verlauf zu elektrisch induzierten Instabilitäten und starker Deformation durch Dehnung im initialen Faserjet [50].

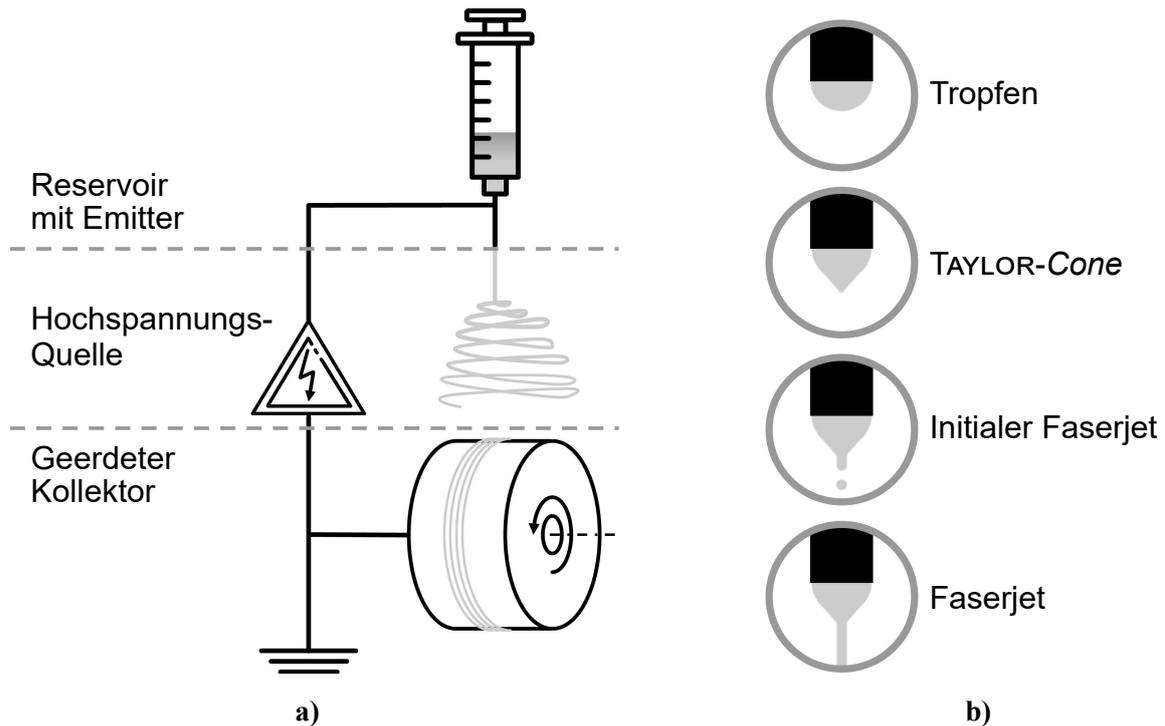


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung einer LES-Anlage und der Faserjet-Bildung: a) Abgebildet sind die drei grundlegenden Komponenten. (adaptiert nach [8, 43]) b) Die einzelnen Schritte eines geförderten Mediums vom einzelnen Tropfen, über den TAYLOR-Cone und den initialen Faserjet bis hin zum konstanten Faserjet. (adaptiert nach [51, 52])

Die spannungsinduzierte Längung des Faserjets und die simultane Evaporation des Lösemittels führen zu einer starken Verjüngung des Faserquerschnitts. Dabei erhöht sich die Ladungsdichte auf der Oberfläche des Faserjets. Auf Grund der wirkenden elektrischen Kräfte und aerodynamischer Wechselwirkungen, kommt es zu einer taumelnden Bewegung des Faserjets. Dies wird auch als nichtaxiale Biegeinstabilität bzw. *bending instability* oder *whipping instability* bezeichnet. [53–55] Während dieser Phase tritt die Haupteavaporation auf und der Faserjet durchläuft einen Solidifizierungsprozess [54]. Die Verstreckung der Faser und gleichzeitige Evaporation des Lösemittels sind essentielle Mechanismen für die Erzeugung von Nanofasern. Allerdings wirkt die zunehmende Verfestigung der Faser auch einer weiteren Verringerung des Durchmessers entgegen. [56] Abschließend werden die Fasern auf dem Kollektor abgelegt und bilden dort ein Vlies. In einem idealen Prozess handelt es sich um eine einzige Endlosfaser. Je nach Geometrie und Bewegung des Kollektors können die makroskopischen Eigenschaften der Faservliese stark beeinflusst werden. [57, 58] Basierend auf dieser sehr simplen Form der LES-Anlage, existiert eine Vielzahl an individuell konstruierten und an die gewünschten Ergebnisse angepasste Varianten. In Abbildung 2.7 sind exemplarisch einige Optionen dargestellt. Die abgebildeten Möglichkeiten sollen einen ersten Eindruck davon vermitteln, wie komplex und vielseitig der Prozess des LES ist.

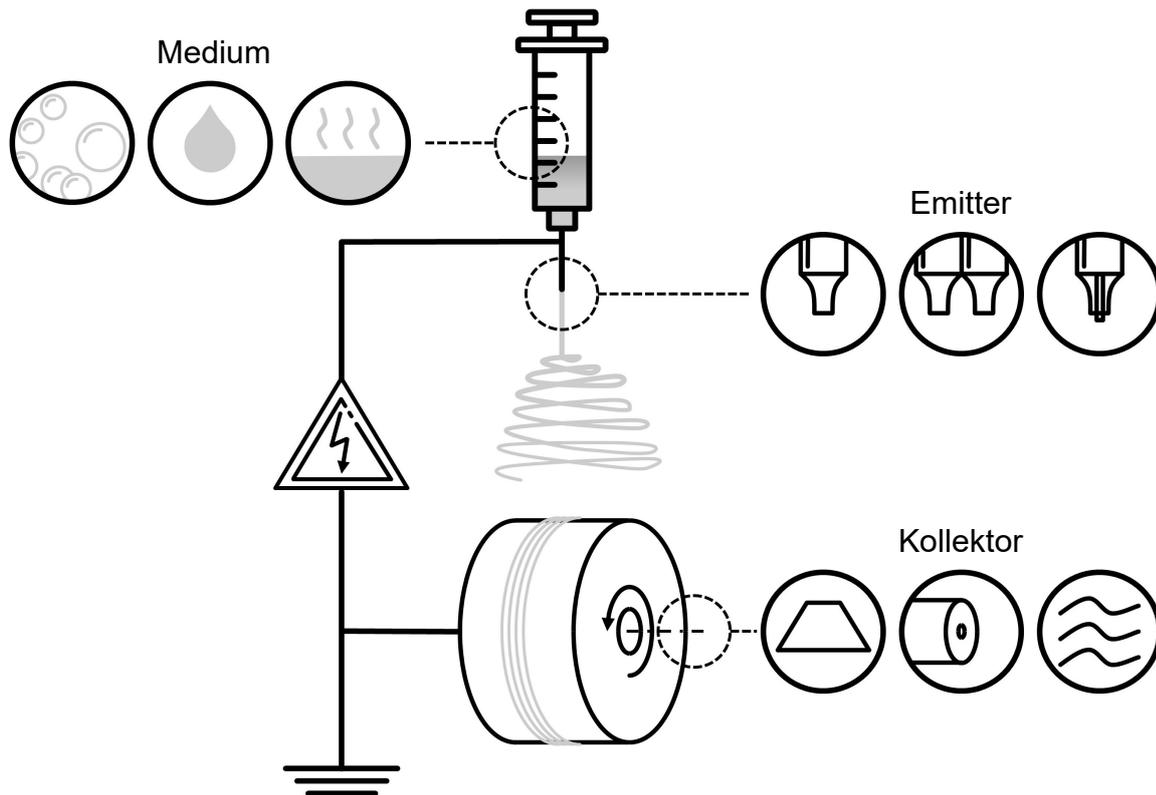


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung einer LES-Anlage mit möglichen Ausführungen der Komponenten. Abgebildet sind Optionen (Aufzählung von links nach rechts) für das Medium (Emulsionen, Lösungen oder Schmelzen), den Emitter (einzeln, dual oder koaxial) und den Kollektor (planar, Rotationskollektor oder Lösemittelbad). (adaptiert nach [8, 43])

Anwendungsmöglichkeiten Mit Hilfe des Elektrospeinnens ist die Verarbeitung einer Vielzahl von Polymeren möglich, zum Beispiel Polyvinylidenfluorid (PVDF) [59], Poly(vinylidenfluorid-co-Trifluorethylen) (P(VDF-TrFE)) [60], Polyethylenoxid (PEO) [61], Polycaprolacton (PCL) [62] oder Polylactide (PLA) [63]. Darüber hinaus ist die Wahl des Mediums nicht auf Polymer- [8] oder Polymerblend-Lösemittel-Mischungen [60, 64, 65] beschränkt. Es besteht ebenso die Möglichkeit Emulsionen und Suspensionen zu verwenden. Unter anderem konnten so bereits biologisches Material [66] und Gold- [67, 68], Silber- [69, 70] sowie Eisenoxid-Nanopartikel (eng.: *Iron Oxid Nanoparticle*) (IONP) [71] in Faservliese eingebettet werden. Darüber hinaus werden im Rahmen des SES Schmelzen statt Lösungen zu Faservliesen verarbeitet [43, 72, 73]. Die Verwendung eines zweiten, parallel angeordneten Emitters ermöglicht die Verarbeitung zweier Medien oder eine Erhöhung des Outputs (s. Abb. 2.7) [74–76]. Auf diese Weise können geschichtete oder Multikomponenten-Faservliese erzeugt werden [75–77]. Mit Hilfe eines koaxial angeordneten Emitters, ist es möglich so genannte „Kern-Mantel-Fasern“ (eng.: *core-shell fibres*) herzustellen (s. Abb. 2.7) [78–80]. Ebenso können Lösungen mit hoch volatilen Lösemitteln verarbeitet werden [81–83]. Bedingt durch die hohe Evaporationsrate bildet sich häufig kein Faserjet aus. Um hier Abhilfe zu schaffen, wird die Lösung durch den inneren

Emitter gefördert und von Außen mit dem Lösemittel umströmt. [82] Der Kollektor kann gezielt dazu genutzt werden, die Morphologie der Fasern und Geometrie der Faservliese zu beeinflussen [63, 84]. Die simpelste Form ist dabei eine Platte, auf dem die Faser ungeordnet abgelegt werden. Wird diese Platte in einem Lösemittelbad positioniert (eng.: *immersion electrospinning*), kann so unter anderem die Oberfläche der Fasern beeinflusst werden. [85, 86] Sollen die Fasern im Vlies eine Vorzugsrichtung aufweisen, eignet sich besonders die Verwendung einer rotierenden Trommel (s. Abb. 2.7). [8, 11, 87]

Einflussgrößen des Elektrosponnens Der Prozess des Elektrosponnens wird durch eine Vielzahl von Parametern beeinflusst. Diese können allgemein in Prozess- (angelegte Spannung, Flussrate, Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors, die Ausrichtung des Setups, Emitter-Kollektor-Abstand (eng.: *Tip-to-Collector Distance*) (TCD) und Prozessdauer), Lösungs- (Konzentration, Leitfähigkeit, Viskosität, Oberflächenspannung, Molekulargewicht des Polymers und Dampfdruck des Lösemittels) sowie Umgebungsparameter (Temperatur und Luftfeuchtigkeit) unterteilt werden. Dabei variiert der tatsächliche Effekt der Parameter auf die Erzeugnisse stark, je nach verwendetem Medium. Im Rahmen dieser Arbeit wird daher die generelle Wirkung der jeweiligen Einflussgrößen in den Tabellen 2.5 bis 2.7 aufgeführt.

Tabelle 2.5: Einflussgrößen des Prozesses und die Effekte auf das Elektrosponnen.

Prozessparameter	generelle Wirkung
Spannung [88–90]	beeinflusst Faserdurchmesser und Zwischenräume, zu niedrig: kein Faserjet, zu hoch: multiple Faserjets und Beads
Flussrate [89, 91, 92]	beeinflusst Faserdurchmesser und Zwischenräume, zu niedrig: kollabierender TAYLOR-Cone, zu hoch: Ablage der Fasern mit residualem Lösemittel
Oberflächengeschwindigkeit [8, 10, 11]	Steigerung führt zu erhöhter Ausrichtung (bis Grenzwert)
Ausrichtung des Setups [51, 93, 94]	beeinflusst Richtung der angreifenden Kräfte am TAYLOR-Cone, damit Ausbildung des Faserjets und das Auftreten von Artefakten auf den Vliesen
Emitter-Kollektor-Abstand [90, 95, 96]	starker Einfluss auf elektrische Feldstärke, veränderte Wegstrecke beeinflusst Menge residualem Lösemittels
Prozessdauer [52]	direkter Einfluss auf die Menge abgelegten Polymers und damit Dicke der Vliese, kann zur Isolation des Kollektors führen

Tabelle 2.6: Einflussgrößen der Lösung und die Effekte auf den Prozess.

Lösungsparameter	generelle Wirkung
Konzentration [81, 88, 96]	direkter Einfluss auf Faserdurchmesser und Zwischenräume, zu niedrig/zu hoch: kein Faserjet
Leitfähigkeit [89, 92, 97]	beeinflusst Faserdurchmesser und Zwischenräume, zu niedrig: kein Elektrospinnen möglich, zu hoch: multiple Jets möglich
Viskosität [96, 98, 99]	beeinflusst Faserdurchmesser und Zwischenräume, zu niedrig: Ausbildung von Beads, zu hoch: kein Elektrospinnen möglich
Oberflächenspannung [100, 101]	Einfluss auf Stabilität des Faserjets, zu niedrig: abbrechende Faserjets und Tropfenbildung, zu hoch: Ausbildung des Faserjets nicht möglich
Molekulargewicht [101–103]	beeinflusst Auftreten von Beads, zu niedrig: kein Elektrospinnen möglich
Dampfdruck [104]	höherer Dampfdruck bedingt höhere Evaporationsrate und kann zu dünneren Fasern führen

Tabelle 2.7: Einflussgrößen der Umgebung und die Effekte auf den Prozess.

Umgebungsparameter	generelle Wirkung
Temperatur [105]	beeinflusst Faserdurchmesser
Luftfeuchtigkeit [105–107]	beeinflusst Faserdurchmesser, starker Einfluss auf Evaporation, zu hoch: keine Faserproduktion möglich

Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors als Einflussgröße Das primär betrachtete Merkmal in dieser Arbeit ist der Grad der Faserausrichtung im Vlies. Dabei wird die Ausrichtung direkt durch die Rotation des Kollektors beeinflusst [8, 10, 11]. Häufig wird in der Literatur die Drehzahl des Kollektors angegeben. Die Geschwindigkeit an der Oberfläche hängt aber von den Dimensionen des Kollektors ab. Daher ist im Bezug auf die Reproduzierbarkeit von Ergebnissen die Verwendung der Oberflächengeschwindigkeit vorteilhaft. [8, 10, 11] Die Oberflächengeschwindigkeit v_{OF} (in m/s) lässt sich aus dem Umfang des Kollektors und der Drehzahl $n_{Kollektor}$ (in 1/s) wie folgt berechnen:

$$v_{OF} = (2 \cdot \pi \cdot r_{Trommel}) \cdot n_{Kollektor} \quad (2.39)$$

Mit $r_{Trommel}$ dem Radius des Rotationskollektors.

3 Stand der Wissenschaft und Technik

3.1 Untersuchung der Faserausrichtung in elektrogesponnenen Faservliesen

Im Bereich des *Tissue Engineerings* (TE) gewinnen elektrogesponnene Vliese (s. Abschnitt 2.7) als Implantatmaterial immer mehr an Bedeutung. Sie finden Verwendung als Gerüststrukturen (eng.: *Scaffolds*) die anschließend im Labor (*in vitro*) oder am Implantationsort (*in vivo*) mit Zellen besiedelt werden. Dabei dienen sie als Ersatz für die physiologische, faserartige extrazelluläre Matrix (EZM). Biologische Gewebe weisen, basierend auf der Funktion des Gewebetyps, unterschiedliche Faserstrukturen auf [108, 109]. Zur Nachbildung komplexer Gewebetypen, wie zum Beispiel Sehnen-Knochen-Übergängen (Enthesen), werden *Scaffolds* mit definierter Faserausrichtung bzw. einer Kombination aus Fasern mit verschiedenen Ausrichtungen (s. Abschnitt 2.7) benötigt [8, 109]. Daraus hat sich bereits sehr früh der Bedarf an Quantifizierungsmöglichkeiten der Faserausrichtung abgeleitet. Alle in der Literatur beschriebenen Verfahren beruhen dabei auf der Auswertung von Bilddatensätzen, wobei die Methode zur Generierung der Datensätze variiert. In über 90% der betrachteten Literatur nutzen Forschenden die Mikroskopie [8, 16, 110], aber auch Fotografie [13], Tomographie [17–19, 111] und Polarimetrie [20, 112] werden verwendet. Darüber hinaus beschäftigt sich ein sehr kleiner Anteil mit der simulationsbasierten Erzeugung und Auswertung der Datensätze [113, 114]. Die eigentliche Auswertung der Faserausrichtungen erfolgt im Anschluss, entweder manuell oder automatisiert. Dabei kommen unterschiedliche Programme wie MATLAB [13], AxioVision[®] [8, 115], ImageJ [16], Adobe Photoshop[®] [98] oder LabView [116] und verschiedene Datenverarbeitungsmethoden wie die *Fast Fourier Transformation* (FFT) [16] oder *Radon Transformation* (RT) [114] zum Einsatz. In den Tabellen (Tab.) 3.1, 3.2 und 3.4 sind ausgewählte Verfahren sowie die jeweils verwendeten Geräte und Parameter aufgelistet. Mit Hilfe der beschriebenen Methoden werden qualitative und quantitative Aussagen über den Grad der Ausrichtung getroffen.

3.1.1 Mikroskopische Verfahren

Mehr als 90% der recherchierten Methoden zur Ausrichtungsanalyse der Fasern in elektrogesponnenen Vliesen beruhen auf dem bildgebenden Verfahren der Mikroskopie. In Tabelle (Tab.) 3.1 sind repräsentative Forschungsgruppen und die verwendeten Geräte-Typen, Methoden sowie Softwares aufgezählt.

Tabelle 3.1: Relevante Aspekte der Mikroskopie-basierten Untersuchung elektrogessponnener Vliese.

Forschende	Jahr	Bildgebung	Modus	Methode	Software
LEE et al. [13]	2004	Fotografie	automatisch	n.a.	MATLAB
JALILI et al. [15]	2006	LM	n.a.	FPSM	n.a.
MATHEW et al. [11]	2006	FE-REM	n.a.	n.a.	Image Tool v3.0, Adobe Photoshop®
AYRES et al. [16]	2006	REM LM	automatisch	FFT	ImageJ
KIM et al. [117]	2004	REM	manuell	n.a.	Image-Pro Plus®

Bildgebung mittels Fotografie Die Arbeitsgruppe um LEE et al. beschrieb 2004 eine Methode zur Auswertung der Faserausrichtung, basierend auf den Aufnahmen einer Kompaktkamera [13]. Untersucht wurden hier elektrogessponnene Fasern aus Polyurethan (PU/PUR), gerichtet und ungerichtet, mit mittleren Faserdurchmessern zwischen 500 und 900 nm. Die verwendete Kompaktkamera konnte Bilder mit einer Auflösung von 640×480 Pixel aufnehmen. Die automatisierte Quantifizierung der Ausrichtung erfolgte mittels MATLAB-Skript. Dabei wurde die vertikale Richtung als 0° definiert und die Werte der Orientierung lagen im Intervall $[-90^\circ; 90^\circ]$. Auf Basis der entstandenen Verteilung wurde der Kennwert der *Angular Deviation* (AD) bestimmt und zur Quantifizierung der lokalen Ausrichtung sowie dem Vergleich der gerichteten und ungerichteten Proben verwendet. [13] LEE et al. haben damit eine kostengünstige, zerstörungsfreie und simple Methode zur Auswertung der Faserausrichtung beschrieben. Es ist hervorzuheben, dass bei der fotografiebasierten Bildgebung, die *Region of Interest* (ROI) auf die Oberfläche der Probe beschränkt ist.

Bildgebung mittels Lichtmikroskopie In der Literatur wird die Auswertung der Faserausrichtung auf der Basis von Lichtmikroskopie (LM)-Aufnahmen mehrfach erwähnt, zum Beispiel durch JALILI et al. [15], YANG et al. [118], MILLERET et al. [119] und KHAMFOROUSH et al. [120]. In dieser Arbeit wird exemplarisch das von JALILI et al. angewendete Verfahren beschrieben. Bei der LM verwendete Geräte bestehen grundsätzlich aus einer oder mehreren Lichtquellen, Optiken zur Homogenisierung des Lichts (s. Abbildung (Abb.) 5.5) und Vergrößerung sowie einer Probenhalterung. Dieser Aufbau kann je nach Anwendung und Anforderung ergänzt oder verändert werden. Das Licht wird durch die Probe (Durchlichtmikroskopie (DLM)) oder auf die Probe (Auflichtmikroskopie (ALM)) geleitet. Anschließend wird das Licht ins Auge der Be-

trachtenden geleitet, wobei das Auge auch durch eine Kamera zur Aufnahme von digitalen Bildern ersetzt werden kann. [26, 121] Die maximal mögliche Auflösung liegt bei ungefähr 2000 \AA [122]. Wie zuvor bei der Fotografie ist die ROI bei der ALM ebenfalls auf die Oberfläche der Probe beschränkt. Bei der DLM müssen die Proben genug Licht passieren lassen um ein auswertbares Bild zu generieren. JALILI et al. [15] beschreiben 2006 die Untersuchung der Faserausrichtung in fünf unterschiedlichen Vliesen aus Polyacrylnitril (PAN). Die elektrogesponnenen Fasern wiesen mittlere Durchmesser von 140 bis 440 nm auf. Die Quantifizierung der Ausrichtung erfolgte, auf Basis der LM-Aufnahmen, mittels *Fourier Power Spectrum Method* (FPSM). Im Rahmen dieser Methode wird das *Angular Power Spectrum* (APS) bestimmt, welches die Richtungs-Informationen enthält und auf Basis einer *2D-Fourier Transformation* (FT) der Bilder berechnet wird [15]. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass die Auflösung des Lichtmikroskops ausreicht um eine quantitative Aussage über die Faserausrichtung treffen zu können.

Bildgebung mittels Rasterelektronenmikroskopie Das am häufigsten beschriebene Verfahren zur Bildgebung für die Analyse der Faserausrichtung ist die Rasterelektronenmikroskopie (REM). Dabei wird die Objektoberfläche mit einem Elektronenstrahl abgerastert. Bei der Interaktion der Primärelektronen mit der Probe entstehen unterschiedliche Strahlungsformen, u.a. die Sekundärelektronen (SE), Auger-Elektronen und Röntgenbremsstrahlung. Die SEs dienen dabei als Hauptinformationsquelle und werden mit geeigneten Detektoren aufgezeichnet. Auf Grund ihrer geringen Energie, erreichen nur die SEs aus den obersten Nanometern der Probe den Detektor. Daher ist die Bildgebung auch hier auf die Objektoberfläche limitiert, ermöglicht aber Aufnahmen mit einer Auflösung von 1 bis 20 nm. Im Vergleich dazu ermöglicht das menschliche Auge eine Auflösung von 0,1 mm und die LM von 2000 \AA . [122] Damit ein homogenes Bild zustande kommt, muss die Probenoberfläche leitfähig sein, andernfalls sammeln sich die Ladungsträger darauf an. In der Praxis werden die Proben daher vorher mit einer leitfähigen Schicht versehen, zumeist mittels *Sputter-Coating*. Dazu kommen u.a. Gold [123], Gold-Palladium [114], Iridium [116], Platin [8, 98] oder Kohlenstoff [9] zum Einsatz. Dieser Prozess ist irreversibel und die untersuchten Proben können anschließend nicht weiter verwendet werden. Die REM wird auf Grund der Verfügbarkeit und geeigneten Auflösung häufig für die Aufnahme von elektrogesponnenen Vliesen genutzt. Die Verwendung eines Feldemissions-Rasterelektronenmikroskopie (FE-REM) ermöglicht eine höhere Bildqualität. Einige Forschende, darunter MATHEW et al. [11], TRUONG et al. [116], HAIDER et al. [98] und YIN et al. [124] haben sich dies zu Nutze gemacht und die Aufnahmen als Basis ihrer Ausrichtungsanalyse genutzt. Auch wenn die REM der gemeinsame Nenner der meisten Arbeiten ist, so unterscheidet sich die anschließende Auswertung stark. Dabei kommen unterschiedliche Softwares zum Einsatz, wie zum Beispiel Adobe Photoshop[®] [98], LabView [116], MATLAB [13, 16, 114], ImageJ inklusive PlugIns wie OrientationJ [125, 126], Image-Pro Plus[®] [123, 127], Image Tool for Windows [128] und AxioVision[®] [8, 115]. Die Auswertung erfolgt darüber hinaus entweder manuell [127, 129] oder automatisiert [13, 16, 125]. Wobei die manuelle Auswertung subjektiv und zeitintensiv

sein kann [8, 114]. Im Rahmen der automatisierten Auswertung der Faserorientierung kommen unterschiedliche Bildverarbeitungsmethoden zum Einsatz. Unter anderem die von JALILI et al. beschriebene FPSM [15], die 2D-FFT nach AYRES et al. [16] und die RT nach SCHAUB et al. [114]. Die Forschungsgruppe um AYRES et al. beschreiben in ihrer Publikation von 2006, die Untersuchung der Anisotropie in elektrogewebenen Vliesen aus Gelatine mittels FFT. Dabei wurden vier unterschiedliche Polymerkonzentrationen (80, 100, 130 und 150 mg/ml) verwendet. Zur Variation der Faserausrichtung wurden Vliese bei sieben verschiedenen Drehzahlen des Kollektors (1000, 2000, 3000, 4000, 5000, 6000 und 7000 1/min) hergestellt. Die erzeugten Fasern wiesen mittlere Durchmesser von 0,19 μm bis 11,7 μm auf. Zum Vergleich der beschriebenen Methode wurden neben REM-Bildern ebenfalls LM-Bilder aufgenommen. Die anschließende Auswertung der Bilder erfolgte in MATLAB. Dabei wurden in einem ersten Schritt die Informationen der 8-bit Grauwertbilder, mittels der MATLAB-eigenen FFT, vom „realen Bereich“ in einen definierten „Frequenz-Bereich“ überführt. Die Pixel der resultierenden FFT-Bilder repräsentieren durch ihre Verteilung die Anisotropie-Informationen der ursprünglichen Bilder. Für ein ungerichtetes Vlies sind die Pixel symmetrisch und kreisförmig angeordnet, wobei die Intensität von der Mitte zu den Rändern hin weniger wird. Diese Verteilung kommt zustande, da die Frequenz mit der eine bestimmte Ausrichtung der Fasern vorkommt theoretisch in jede Raumrichtung identisch ist. Die Verteilung für ein gerichtetes Vlies hingegen weist eine Richtung auf in der die Intensität der Werte stärker ausgeprägt ist als in alle anderen. Auf Grund der Transformation liegt diese Achse orthogonal zur Ausrichtung der „wahren Fasern“. Zur Quantifizierung der Ausrichtung wurden die erzeugten Daten daher um 90° rotiert und mit Hilfe des *Oval Profile*-PlugIns von MATLAB ein Auswertungsbereich definiert. Die normalisierten Intensitätswerte des Auswertungsbereichs ermöglichten abschließend einen quantitativen Vergleich der Proben untereinander. Bedingt durch die subjektive Betrachtung der auszuwertenden Datensätze, variieren die Ergebnisse einer solchen Auswertung von Anwendendem zu Anwendendem. Um diesen Einfluss zu minimieren, haben SCHAUB et al. einen MATLAB-basierten Algorithmus entwickelt der die Erstellung von digitalen, generischen Vliesen ermöglicht. [114] Dazu wurde in einem ersten Schritt ein grauer Hintergrund erstellt und anschließend mittels Gauss'schem Rauschen gezielt verschwommener dargestellt. In einem weiteren Schritt wurden die „Fasern“ eingefügt, hier repräsentiert durch Linien mit unterschiedlichen Winkeln (0, 15, 30 und 45°) und Abweichungen ($\pm 0, 1, 2, 3, 4, 6, 8$ und 10°) zur horizontalen Achse des jeweiligen Bildes. Jedes Bild wies zwischen 60 und 100 Linien auf; mit stets unterschiedlicher Position. Die anschließende Auswertung der Faserausrichtung fand mittels RT [114, 130] statt und die von AYRES et al. [16] zu erst beschriebene FFT diente zum Vergleich. Dabei wurden sowohl die digitalen, generischen Vliese als auch REM-Bilder untersucht. Im Rahmen der RT wurden die Bild-Informationen zunächst in horizontaler und vertikaler Richtung mittels Filter zweiter Ordnung in zwei Matrizen aufgeteilt. Die so entstandenen Matrizen werden übereinander gelegt und anschließend transformiert. Die Beträge der resultierenden Daten werden spaltenweise aufsummiert und in eine Verteilungsfunktion der Normalverteilung überführt. Abschließend wurde das

Full Width at Half Maximum (FWHM) für die jeweiligen Ergebnisse der FFT und RT bestimmt. Der direkte Vergleich mit der manuellen Auswertung in ImageJ und der FFT in MATLAB ergab robustere und verlässlichere Ergebnisse für die Untersuchung mittels RT.

3.1.2 Tomographische Verfahren

Neben der Mikroskopie werden in der Literatur auch Verfahren auf Basis tomographischer 3D-Datensätze beschrieben. Diese haben den Vorteil, dass sie auch Aussagen über die Fasern im Inneren der Vliese ermöglichen. Die Untersuchung mit mikroskopischen Verfahren ist auf die Oberflächen beschränkt. Allerdings weisen die Datensätze, auf Grund des geringen Dichteunterschieds zwischen Polymerfasern und Luft, häufig einen schlechten Kontrast auf. Die verwendeten Methoden zur Erhöhung des Kontrast führen in den meisten Fällen auch zu einem erhöhten Energieeintrag und damit zur Veränderung der Fasern. Darüber hinaus kann die Auswertung dieser Datensätze, je nach Auflösung, eine enorme Menge an Rechenleistung benötigen. In Tabelle 3.2 sind relevante Forschungsgruppen und die verwendeten Geräte sowie Parameter aufgelistet.

Tabelle 3.2: Vergleich der relevanten Aspekte tomographischer Untersuchungen elektrogesponnener Vliese.

Forschende	Jahr	Polymer	Verfahren	Voxel-Länge	Software
SENSINI et al. [19]	2018	Nylon [®] -6,6 PET PLA Kollagen	CT	0,4 und 1,0 μm	Scout-and-Scan-Reconstructor XM3DViewer1.2.8 ImageJ
CHIVERTON et al. [17]	2018	PCL	μCT	0,15 μm	C++ Python
JERVIS et al. [18]	2018	PAN	nCT	63 und 312 nm	Avizo [®] Fire
SHKARIN et al. [111]	2020	PCL	Synchrotron- μCT	1,8 μm	n.a.

Die beschriebenen Anwendungen unterscheiden sich hauptsächlich durch die betrachteten Polymer-Fasern, die verwendeten Verfahren und die daraus abgeleitete Auflösung bzw. Voxel-Dimensionen. Dabei werden u.a. Fasern aus Nylon[®]-6,6, Polyethylenterephthalat (PET), Polylactide (PLA), Kollagen, Polycaprolacton (PCL) und PAN untersucht [17–19, 111]. Die genutzten Verfahren reichen von Computertomographie (CT) [19] über Mikro-Computertomographie (μCT) [17] bis hin zu Nano-Computertomographie (nCT) [18], womit sich Voxel-Längen von 63 nm bis 1,8 μm realisieren lassen. Zur anschließenden Auswertung der Datensätze werden unterschiedliche Softwares genutzt, z.B. ImageJ [19], Python [17] oder Avizo[®] Fire [18].

SENSINI et al. In 2018 publizierte die Forschungsgruppe um SENSINI et al. ihre Ergebnisse zur Untersuchung der Faserausrichtung in elektrogesponnenen Vliese auf Basis von CT-Datensätzen [19]. Zur Validierung der Ergebnisse wurde die Faserausrichtung ebenfalls auf Basis von je zehn REM-Aufnahmen untersucht. Die drei-dimensionalen, hochauflösenden Scans wurden mittels eines Mikro-Computertomographen, mit zwei verschiedenen Auflösungen aufgenommen: Voxel mit den Kantenlängen $0,4\ \mu\text{m}$ und $1,0\ \mu\text{m}$. Die elektrogesponnenen Fasern wiesen mittlere Durchmesser zwischen $0,26 \pm 0,04\ \mu\text{m}$ (Nylon[®]-6,6) und $0,59 \pm 0,14\ \mu\text{m}$ (PLA) auf. Die aufgenommenen Einzelbilder wurden mit Hilfe der Scout-and-Scan Reconstructor Software rekonstruiert und mit dem XM3DViewer1.2.8 visualisiert. Die eigentliche Analyse der Ausrichtung wurde mit dem Directionality-PlugIn der Software ImageJ durchgeführt. Die resultierende Verteilung der Faserorientierung wurde mit den Referenzwerten der REM-Analyse verglichen. SENSINI et al. beschrieben einen schlechten Kontrast der CT-Aufnahmen, wodurch die Identifikation der einzelnen Fasern erschwert wurde. Eine Kontrasterhöhung wurde mittels Synchrotron-Röntgen-Strahlung realisiert, allerdings führte der daraus resultierende Energieeintrag zur Veränderung der Fasern. Die Ergebnisse der Studie zeigen, dass eine Ausrichtungsanalyse auf Basis von CT-Datensätzen möglich ist und zudem Aufschluss über das Faserverhalten innerhalb der Vliese gibt. [19]

CHIVERTON et al. Auch die Forschenden um CHIVERTON et al. haben sich der Auswertung der Faserausrichtung auf Basis von CT-Datensätzen gewidmet. Das verwendete Gerät weist mit einer Voxel-Kantenlänge von $0,15\ \mu\text{m}$ eine höhere Auflösung als das von SENSINI et al. verwendete auf. Bei CHIVERTON et al. lag der Fokus auf der Entwicklung einer automatisierten Auswertung, die engmaschige Fasernetzwerke identifiziert und nur unabhängige Fasern betrachtet. [17] Zur Erzeugung von Vergleichswerten wurden, wie zuvor auch bei SENSINI et al. [19], REM-Aufnahmen ausgewertet. Die untersuchten ungerichteten und gerichteten Fasern wurden aus PCL hergestellt und wiesen mittlere Durchmesser von $0,45\ \mu\text{m}$ (ungerichtet) und $0,6\ \mu\text{m}$ (gerichtet) auf. Das entwickelte Auswertungsprogramm beruht auf C++ und Python. Hier werden die CT-Daten eingeladen und die tubuläre Struktur der Fasern wird mittels Gauss-Filtern und Eigenwertanalyse der entsprechenden Hesse-Matrizen verstärkt. Anschließend werden die Bereiche in Cluster unterteilt und geprüft ob die Fasern der Cluster unabhängig sind. Dies gilt immer dann, wenn die Fasern einen homogenen Durchmesser über ihre Länge aufweisen und keine Verzweigungen oder Überlagerungen mit anderen Fasern auftreten. Abschließend wird die Ausrichtung der unabhängigen Fasern berechnet. Der Vergleich der Berechnungsergebnisse mit den REM-Bildern hat eine qualitative Übereinstimmung ergeben. [17] CHIVERTON et al. haben damit einen ersten Schritt zur objektiven und automatisierten Ausrichtungsanalyse auf Basis von CT-Datensätzen aufgezeigt.

JERVIS et al. Neben SENSINI et al. [19] und CHIVERTON et al. [17] beschäftigte sich auch die Forschungsgruppe um JERVIS et al. mit der Extraktion von Informationen aus 3D-Datensätzen.

Dafür wurde ein Mikro-Computertomograph verwendet, der Aufnahmen mit Voxel-Kantenlängen von unter 400 nm ermöglicht. Untersucht wurden drei verschiedene Typen von PAN-Vliesen: heterogene (H) und homogene (C) ungerichtete sowie gerichtete (A) [18]. Die Fasern wiesen mittlere Durchmesser von 636 nm (H), 477 nm (C) und 469 nm (A) auf. Die Datensätze der elektrogesponnenen Vliese wurden mittels XMReconstructor rekonstruiert, mit dem XM3DViewer 1.2.8 visualisiert und anschließend mit Hilfe von Avizo[®] Fire segmentiert. Zur Segmentierung wurde eine Kombination aus *Thresholding* auf Pixel-Basis, Wasserscheiden-Transformation und Hintergrundtausch-Unterdrückung verwendet. [18] Laut JERVIS et al. ist auf Basis der eingefärbten 3D-Datensätze der unterschiedlichen Vlies-Typen eine qualitative Einschätzung der Faserausrichtung möglich. Der geringe Durchmesser der Fasern und die erreichbare Auflösung der nCT können hier zu einer eingeschränkten Aussagekraft der Ergebnisse führen.

SHKARIN et al. Die Arbeiten von SENSINI et al., CHIVERTON et al. und JERVIS et al. beschreiben die Erzeugung von CT-Datensätzen mit unterschiedlichen Auflösungen [17–19]. Die erzeugten Datenmengen der dreidimensionalen Bilddatensätze können dabei viele Gigabyte umfassen und mit steigender Auflösung sogar noch größer werden. Laut SHKARIN et al. war die Bestimmung der Faserausrichtung, mit den bisher präsentierten Algorithmen, innerhalb einer „vertretbaren“ Zeitspanne nicht möglich. Deshalb haben SHKARIN et al. eine Grafikprozessor (eng.: *Graphics Processing Unit*)-gestützte Methode zur Analyse der Faserausrichtung in 3D-Datensätzen mit großen Datenmengen entwickelt [111]. Die Methode wurde an Hand synthetischer und Synchrotron- μ CT-basierter Datensätze verschiedener Vliese erprobt. Die realen μ CT-Datensätze wurden mit einer Voxel-Kantenlänge von 1,8 μ m aufgenommen [131]. Die elektrogesponnenen Vliese bestanden aus PCL und an Hand der verwendeten Elektrospleiß-Parameter wurden Fasern mit einem mittleren Durchmesser von 33 μ m angenommen [111]. Der Analyse-Workflow kann in die folgenden Stufen unterteilt werden: *Pre-Processing*, Segmentierung und Analyse. Im Rahmen des *Pre-Processing* wurde ein 3D-Median Filter mit einer Größe von $3 \times 3 \times 3$ Voxel auf den Datensatz angewendet. Die Segmentierung umfasste einen OTSU *Thresholding*-Algorithmus und die Extraktion der Mittel-Achsen der Fasern. In der Analyse wurde die Ausrichtung abschließend in lokalen 3D-Fenstern geschätzt. Der direkte Vergleich der Methoden hat gezeigt, dass die von SHKARIN et al. entwickelte Algorithmus in der Lage ist, die Ausrichtung von elektrogesponnen Fasern in 3D-Datensätzen verlässlich zu bestimmen. [111]

3.1.3 Simulationsbasierte Verfahren

Wie in den vorherigen Abschnitten 3.1.1 und 3.1.2 beschrieben, basiert die Analyse der Faserausrichtung in elektrogesponnen Vliesen zumeist auf mikroskopischen Bildern oder tomographischen Datensätzen. Die Bildgebung mittels Mikroskopie ist weit verbreitet und im Vergleich zur Tomographie verhältnismäßig günstig. Allerdings werden die Proben bei der Untersuchung häufig zerstört bzw. stark verändert und die Untersuchung ist auf einen kleinen Teil der Oberflä-

che beschränkt. Die Tomographie bietet die Möglichkeit 3D-Datensätze der Proben zu erstellen und damit auch die inneren Bereiche der Vliese zu untersuchen. Aber auch hier werden, je nach Energieeintrag, die Proben verändert und die Verfügbarkeit der benötigten Geräte ist stark eingeschränkt. SCHAUB et al. und SHKARIN et al. beschrieben die Validierung der Auswertungsverfahren mittels simulierter Strukturen [111, 114]. Hier können die Eigenschaften gezielter gesteuert werden als beim realen Elektrosplein-Prozess. Sofern die Rahmenbedingungen der Simulation auf realen Daten beruhen, können nahezu unbegrenzte „Proben“ erzeugt werden. Somit bieten diese simulierten Datensätze eine gute Möglichkeit, Erkenntnisse über das Verhalten von Fasern in elektrogewebenen Vliesen zu gewinnen. In der Literatur werden der 2,5D- und der 3D-Ansatz von ZÜNDEL et al. [132] und DOMASCHKE et al. [113] beschrieben.

2,5D-Modell nach ZÜNDEL et al. Die Forschenden um ZÜNDEL et al. haben in 2017 eine Methode zur Erzeugung von Repräsentativen Volumen Elementen (RVEs) publiziert. Hierbei soll ein elektrogewebenes Netzwerk (eng.: *Electrospun Network*) (ESN) modelliert und dem hohen Oberflächen-Volumen-Verhältnis dieser Vliese Rechnung getragen werden. Der beschriebene Ansatz generiert ein 2D-Netzwerk, wird allerdings um weitere Informationen „außerhalb der 2D-Ebene“ ergänzt. Bei diesen Informationen handelt es sich u.a. um Verzweigungen und Schnittstellen der Fasern. Einer der Vorteile des so genannten 2,5D-Ansatz von ZÜNDEL et al. [132], ist die stark verringerte Rechenleistung im Vergleich zu einem 3D-Modell. Die Erstellung dieser RVEs erfolgt mit einem Verfahren das als *Virtual Spinning* bezeichnet werden kann. Dazu wurde die Ablage der Fasern auf einem Kollektor simuliert und jede Faser erhielt einen zufällig definierten Schwerpunkt und eine Ausrichtung. Die Fasern wurden als zylindrische Strahlen mit einem kreisrunden Querschnitt modelliert. Darüber hinaus wäre auch eine gezielte Ablage bzw. Beeinflussung der Faserausrichtung möglich. Diese RVEs wurden von ZÜNDEL et al. u.a. dazu verwendet, das Verhalten von elektrogewebenen Fasern bzw. Vliesen unter Last mittels Finite Elemente Methode (FEM) zu simulieren [132].

3D-Modell nach DOMASCHKE et al. Aufbauend auf der Beschreibung von ZÜNDEL et al. [132] haben die Forschenden um DOMASCHKE et al. in 2018 einen 3D-Ansatz zur Erstellung von RVEs präsentiert. Dabei lag der Fokus auf der Frage, ob ein 2,5D-Modell ausreichend Informationen über die Netzwerkstruktur elektrogewebener Vliese enthält. [113] Auch hier wurde das *Virtual Spinning* als Basis der RVE-Erstellung genutzt. Das numerische Rahmenwerk umfasste finite Strahlen-Elemente die abgelegt wurden um ein dreidimensionales Netzwerk zu bilden. Die erzeugten Geometrien wurden makroskopisch deformiert um den Anforderungen an die Berechnung eines ESN gerecht zu werden. Der direkte Vergleich hat gezeigt, dass ein 2,5D-Modell ausreichend Informationen enthält um das Verhalten von ESNs mit hoher Porosität unter Last darzustellen [113]. Allerdings bedarf die Betrachtung von ESNs mit deutlich geringerer Porosität die Verwendung von 3D-Modellen, da hier erheblich mehr Informationen „außerhalb der 2D-Ebene“ benötigt werden als das von ZÜNDEL et al. beschriebene Modell enthält. [113]

Anwendungsbereiche der Ausrichtungsanalyse in elektrogesponnenen Faservliesen In der relevanten Literatur wird von Faservliesen mit unterschiedlichen mittlere Faserdurchmesser berichtet. Zur späteren Einordnung der erzielten Ergebnisse sind in Tabelle 3.3 die Dimensionen der untersuchten Fasern und die verwendeten Polymere sowie Messmethoden aufgelistet.

Tabelle 3.3: Übersicht der untersuchten Polymere und Faserdurchmesser.

Forschende	Polymer	mittlere Faserdurchmesser	Analysemethode
LEE et al. [13]	PU/PUR	500 bis 900 nm	Fotografie
JALILI et al. [15]	PAN	140 bis 440 nm	LM
AYRES et al. [16]	GT	0,19 bis 11,7 μm	REM
SENSINI et al. [19]	Nylon [®] -6,6	260 \pm 40 nm	CT
CHIVERTON et al. [17]	PCL	0,45 μm (ungerichtet) 0,6 μm (gerichtet)	μCT
JERVIS et al. [18]	PAN	469 bis 636 nm	nCT
SHKARIN et al. [111]	PCL	33 μm	μCT
XIAOPENG LI et al. [133]	PLA:PCL	0,51 bis 6,32 μm	REM
FRICKE & BECKER et al. [8]	PCL	2 bis 2,8 μm 1,4 bis 2,8 μm	REM
FRICKE & BECKER et al. [10]	GT:PCL	0,27 bis 0,31 μm	REM
DELP et al. [9]	PCL	1,5 bis 2,1 μm	REM

3.2 MÜLLER Matrix-basierte Untersuchung der Morphologie elektrogenespinnener Vliese

Die Bestimmung der morphologischen Eigenschaften (z.B. Faserausrichtung oder Oberflächenbeschaffenheit) elektrogenespinnener Vliese ist ein zentraler Aspekt der Qualitätssicherung im Herstellungsprozess. Aktuell werden dazu hauptsächlich Bilddaten (Mikroskopie, Tomographie) manuell oder automatisch ausgewertet (s. Kapitel 3.1.1 bis 3.1.3). Der Großteil dieser Verfahren ist zeitintensiv, ermöglicht nur die Betrachtung eines sehr kleinen Ausschnitts und zerstört die Probe bzw. macht eine Weiterverwendung unmöglich. Daraus ergibt sich der Bedarf an zerstörungsfreien Prüfmethode zur schnellen und umfassenden morphologischen Charakterisierung elektrogenespinnener Vliese. In der jüngsten Vergangenheit hat dabei die Analyse mittels MÜLLER Matrix (MM)-Polarimetrie (s. Kapitel 2.5) an Bedeutung gewonnen [133]. Seit 2018 haben verschiedene Forschungsgruppen vielversprechende Ergebnisse publiziert die nahe legen, dass die Untersuchung elektrogenespinnener Fasern mittels MM möglich ist. In Tabelle 3.4 sind die betrachteten Charakteristika, eine Auswahl an Parametern und die untersuchten Kennwerte aufgelistet.

Tabelle 3.4: Überblick der relevanten Aspekte MM-basierter Untersuchungen elektrogenespinnener Vliese.

Forschende	Jahr	Charakteristik	Lichtquelle	Modus	betrachtete Kennwerte
XIAOPENG LI et al. [133]	2018	Morphologie, Oberfläche	LED	T	Δ
JUN WANG et al. [134]	2019	Morphologie, Oberfläche	LED	T	M_{44}
DONGDONG MA et al. [135]	2019	Features	n.a.	R	Betrachtung und Vergleich verschiedener Parameter
FRICKE & BECKER et al. [8, 10, 20–22, 136]	2019	Ausrichtung	Laser ($\lambda = 445, 532$ und 633 nm)	R und T	P, R, Δ, SA von R
MINGJUN MA et al. [137]	2020	Features	n.a.	n.a.	M_{44}
SI et al. [138]	2020	Morphologie, Oberfläche	LED	R	$Y1 (M_{22}, M_{33}, M_{44})$ $Y2 (M_{24}, M_{34}, M_{42}, M_{43})$
JUNJIE WEN et al. [139]	2020	Morphologie, Oberfläche	LED	T	M_{44}
JAIN et al. [112]	2020	Ausrichtung	Laser ($\lambda = 785$ nm)	R	p bzw. DOP p_L bzw. DOLP

Die beschriebenen Anwendungen der Polarimetrie unterscheiden sich maßgeblich durch die untersuchten Eigenschaften, den Aufbau der verwendeten Komponenten und die betrachteten Kennwerte. Die Mehrheit der Forschenden legt dabei den Fokus auf die Untersuchung der Oberfläche bzw. Morphologie der Vliese [133, 134, 138, 139]. Allerdings wird die Identifikation von Features [135, 137] und die Bestimmung der Faserausrichtung [8, 10, 20–22, 112, 136] ebenfalls beschrieben.

Neben der morphologischen Charakterisierung elektrogesponnener *Scaffolds* für das *Tissue Engineering* (TE), berichten Forschungsgruppen unter anderem von der *ex vivo* Untersuchung biologischen Gewebes und der Anwendung in der Dermatoskopie. In diesem Zusammenhang publizierte JÜTTE et al. 2021 einen Artikel zur MM-basierten Detektion von photo-induzierter Quervernetzung von Kollagen in der Cornea [140]. Des Weiteren beschrieben FRICKE [22] und JÜTTE et al. [141, 142] mehrfach das Potenzial der MM-Polarimetrie in der dermatologischen Diagnostik.

XIAOPENG LI et al. In 2018 publizierte die Forschungsgruppe um XIAOPENG LI et al. die ersten Ergebnisse einer MM-Polarimetrie-basierten Untersuchung elektrogesponnener Vliese. [133] Zur Untersuchung der Proben in Transmission wurde dabei ein kommerzielles Durchlichtmikroskop mit polarisiertem Licht verwendet. Als Lichtquelle diente dabei eine *Light Emitting Diode* (LED) und der Polarisationszustandsgenerator (eng.: *Polarization State Generator*) (PSG) sowie Polarisationszustandsanalysator (eng.: *Polarization State Analyzer*) (PSA) waren aus je einer Viertelwellenplatte (eng.: *Quarter Wave Plate*) (QWP) und einem Polarisator zusammengesetzt. Die Intensitätsmessung erfolgte mittels *Charge-Coupled Device* (CCD)-Sensors und die anschließende Berechnung der MM fand in MATLAB statt. XIAOPENG LI et al. haben im Rahmen dieser Publikation die Morphologie von Fasern aus PLA:PCL-Blends, in unterschiedlichen Mischungsverhältnissen, betrachtet. Dabei wiesen die Fasern mittlere Durchmesser von 0,51 bis 6,32 μm auf. XIAOPENG LI et al. haben den Kennwert Δ , berechnet aus der MM eines Depolarisierers M_{Δ} (s. Abschnitt 2.5.2), als verlässlichen Indikator für die Oberflächenmorphologie von elektrogesponnenen Fasern identifiziert. Laut XIAOPENG LI et al. ist die Berechnung der Kennwerte aufwendig und nur für Fasern mit mittlerem Durchmesser $\geq 400\text{ nm}$ geeignet. Der Vergleich mit REM-basierten Referenzbildern hat gezeigt, dass sowohl Mikroporen auf den Fasern als auch Knötchen (eng.: *Beads*) im Fasergeflecht zerstörungsfrei identifiziert und visualisiert werden können. [133]

JUN WANG et al. Aufbauend auf der Beschreibung von XIAOPENG LI et al. [133], haben die Forschenden um JUN WANG et al. 2019 ebenfalls die Morphologie von PLA:PCL-Vliesen betrachtet. Dabei wurden sowohl der gleiche Messaufbau als auch die gleichen Polymere sowie Lösemittel in identischen Mischungsverhältnissen verwendet. [133, 134] Die benötigte Zeit zur Berechnung der MM betrug 90 s, exklusive weiterer Berechnungsschritte wie z.B. eine Matrixdekomposition. Im Gegensatz zur Methode nach XIAOPENG LI et al., wurden hier die aufgenommenen MM-Bilder in Graustufen-Bilder umgewandelt und alle 16 Einträge der MM auf ihren Informationsgehalt hin überprüft. Dabei zeigte der Eintrag M_{44} die höchste Sensitivität gegenüber den Oberflächeneigenschaften (nanoporös, glatt oder mit *Beads* versehen). Die M_{44} transformierten Bilder (M_{44t}) wurden darüber hinaus, zur Reduktion des Signalrauschens (Hintergrund-Signal Luft), Grauwert-korrigiert. Ein Vergleich der transformierten Bilder der diagonalen Elemente (M_{22t} , M_{33t} und M_{44t}) zeigte ähnliche Ergebnisse, aber den größten Informationsgehalt

lieferte weiterhin M_{44} . Der direkte Vergleich mit dem von XIAOPENG LI et al. verwendeten Kennwert Δ , zeigt gleichwertige Ergebnisse für Mikro- und Nanoporen und eine höhere Sensitivität gegenüber Beads. [134] JUN WANG et al. hat damit einen weiteren MM-basierten Kennwert, zur Beschreibung morphologischer Eigenschaften elektrogenespinnener Fasern, aufgezeigt.

DONGDONG MA et al. Die Arbeiten von XIAOPENG LI et al. [133] und JUN WANG et al. [134] zeigen deutlich, dass die Interpretation der MM nicht trivial ist. Der Zusammenhang zwischen den Einträgen der MM und den Eigenschaften elektrogenespinnener Vliese variiert je nach Anwendung und Methode der Bildverarbeitung. DONGDONG MA et al. haben deshalb eine *Machine-Learning*-basierte Methode zur Bestimmung passender MM-Einträge für spezifische Features entwickelt [135]. Das verwendete Polarimeter war dabei ähnlich aufgebaut wie bei XIAOPENG LI et al. und JUN WANG et al., allerdings war es nicht in einem Mikroskop verbaut und wurde in Reflexion betrieben. Die verwendeten elektrogenespinnenen Vliese wurden in drei Kategorien mit unterschiedlichen Oberflächeneigenschaften unterteilt: nanoporös, glatt oder mit Beads versehen. Je Probe wurden 30 Polarisationsbilder aufgenommen und die entsprechende MM berechnet. Als Testgruppen dienen alle drei Probenkategorien in den zwei Hauptgruppen: unverarbeitete Polarisationsbilder und berechnete MM-Bilder. Mit Hilfe der entwickelten Methode wurden nun in einem ersten Schritt die Features in jedem Bild der Datensätze erfasst und extrahiert. In einem weiteren Schritt erfolgte die Gewichtung mittels Optimierungsalgorithmus. Im dritten und letzten Schritt wurden die Einträge nach ihrer Aussagekraft sortiert und die kumulierte Genauigkeit im Rahmen der Klassifizierung bestimmt. Im Rahmen der angewandten Methode wurde M_{41} als der wichtigste Eintrag identifiziert und M_{11} als der Unwichtigste. [135] Der Eintrag M_{11} repräsentiert die Gesamtintensität und wird zur Normierung der MM verwendet, daher ist dieser Eintrag immer 1 (s. Abschnitt 2.4). Der Vergleich der beiden Hauptgruppen zeigt deutlich, dass die Aussagekraft der MM-Bilder größer ist. DONGDONG MA et al. führt dies auf die Berechnung der MM-Einträge zurück, bei der gemeinsame Informationen der Polarisationsbilder zusammengeführt und damit verstärkt werden [135].

FRICKE & BECKER et al. Die bisher beschriebenen Arbeiten haben das Potenzial der MM-Polarimetrie zur Oberflächen-Charakterisierung elektrogenespinnener Fasern erkannt und genutzt [133–135]. FRICKE & BECKER et al. präsentierten als Erste die Möglichkeit der Ausrichtungsanalyse innerhalb elektrogenespinnener Vliese [8, 10, 20–22, 136]. Zur Aufnahme der Polarisationsbilder haben die Forschenden ein benutzerdefiniertes Polarimeter entwickelt [22]. Die verwendete Laser-Quelle bestand aus drei Einzelkomponenten und ermöglichte die Verwendung drei unterschiedlicher Wellenlängen λ : 445 nm [8, 10, 20], 532 nm [8, 10, 20–22, 136] und 633 nm [8, 10, 20]. Zur Homogenisierung und Kollimierung des Laser-Lichts wurden ein Vibrationsmotor, ein Speckle-Reducer sowie eine Sammellinse eingesetzt. PSG und PSA bestanden jeweils aus einem Linearpolarisator (LP) und zwei variablen Flüssigkristallverzögerern (eng.: *Liquid Crystal Variable Retarder*) (LCVRs) (s. Abschnitt 2.6), wobei die Komponenten im PSA

in umgekehrter Reihenfolge angeordnet waren. Somit beruhte die Erzeugung der Polarisationszustände nicht mechanisch auf der Rotation der Komponenten, sondern auf der Ansteuerung der LCVRs mittels variierender Spannung. Zur Aufnahme der Intensitätsbilder wurde eine monochromatische Kamera mit 2048×1536 Pixel verwendet. Die Berechnung der MM basierte auf einer vollständigen Messung aller 36 Zustandskombinationen (s. Abschnitt 2.5.1) und erfolgte mittels entwickelter MATLAB-Skripte [8, 22]. Die Messzeit zur Bestimmung der MM betrug 15 bis 20s [8]. Im Gegensatz zu den bisher beschriebenen Arbeiten, haben FRICKE & BECKER et al. keine ortsaufgelösten Intensitätsbilder ausgewertet, sondern ein Pixel-Binning vorgenommen und die Grauwerte über alle 2048×1536 Pixel gemittelt. Zur weiterführenden Analyse der Messdaten wurde auch hier eine Polarzerlegung nach LU & CHIPMAN [33] durchgeführt und die folgenden Kennwerte auf ihren Informationsgehalt untersucht: die Polarisationskraft P [8, 10, 21, 22, 136], die Verzögerung R und ihre schnelle Achse (SA) [8, 10, 22] sowie die Depolarisationskraft Δ [8, 10, 22]. Im Rahmen der Arbeiten von FRICKE & BECKER et al. wurden sowohl Messungen in Transmission als auch in Reflexion durchgeführt. Zur Untersuchung der Faserausrichtung mittels MM-Polarimetrie wurden Vliese aus reinem PCL [8] und Blends aus PCL und Gelatine [10] verwendet. Die Fasern wiesen mittlere Durchmesser von $1,39$ bis $2,82 \mu\text{m}$ (PCL) und $0,27$ bis $0,31 \mu\text{m}$ (PCL:Gelatine) auf [8, 10]. Durch die Variation der Kollektordrehzahl konnten Vliese mit unterschiedlichem Grad der Ausrichtung hergestellt werden. Zur Erzeugung von Referenzwerten, wurde die Faserausrichtung ebenfalls mit dem REM vermessen. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen haben gezeigt, dass sich die MM-Einträge M_{12} und M_{21} sowie die Polarisationskraft P dazu eignen, die Ausrichtung der Fasern zu bestimmen. Dies galt sowohl für die reinen PCL-Fasern als auch für die PCL:Gelatine-Blends, die Erkenntnisse sind somit nicht auf ein Polymer limitiert. [8, 10] Darüber hinaus war es FRICKE & BECKER et al. möglich die Vorzugsrichtung der Fasern im Raum zu bestimmen. Der mittels POINCARÉ-Kugel dargestellte STOKES-Vektor der SA der Verzögerung R , ließ Rückschlüsse auf die Orientierung der Fasern zu [10]. Neben der Anwendung zur Ausrichtungsanalyse nach dem Herstellungsprozess, haben BECKER & FRICKE et al. ebenfalls eine Methode zum „*in-process*“-Monitoring und damit zur Regelung des Elektrospinn-Prozesses vorgestellt und zum Patent angemeldet [20].

MINGJUN MA et al. Neben JUN WANG et al. [134] und DONGDONG MA et al. [135] haben auch MINGJUN MA et al. [137] die Forschung von XIAOPENG LI et al. [133] fortgeführt. Hier waren ebenfalls die Oberflächeneigenschaften (nanoporös, glatt oder mit Beads versehen) von PLA:PCL-Vliesen mit unterschiedlichen Mischungsverhältnissen Gegenstand der Untersuchung. Die Polarisationsbilder wurden mit einem baugleichen Gerät in Transmission aufgenommen [133, 137] und grauwert-korrigiert, wie von JUN WANG et al. [134] beschrieben. An Hand dieser Bilder wurde hier eine *Deep Learning*-basierte (*Convolutional Neural Network* (CNN)) automatische Klassifizierung der Morphologie elektrogesponnener Fasern beschrieben. Vergleichbar mit DONGDONG MA et al., wurde hier ein Teil (70 %) der Datensätze zum Training und der Rest (30 %) zum Test des Netzwerks verwendet. Hier wurde ebenfalls $M44$ als entschei-

dender Eintrag identifiziert und zum Vergleich wurden die anderen Einträge der Diagonalen herangezogen: M_{11} , M_{22} und M_{33} . Die entsprechenden Bilder wurden anschließend mit Hilfe des CNN ausgewertet. Die Untersuchung ergab, dass M_{44} -Bilder genug Information über die Oberflächeneigenschaften elektrogesponnener Fasern enthalten um diese mit Hilfe eines neuronalen Netzwerks zu identifizieren. [137] Die mit dem Netzwerk erzeugten Ergebnisse sollen eine schnelle und intuitive Interpretation der Morphologie ermöglichen.

Si et al. Auch die Arbeitsgruppe um Si et al. [138] hat auf der Vorarbeit von XIAOPENG LI et al. [133] aufgebaut und die Oberflächeneigenschaften (nanoporös, glatt oder mit Beads versehen) von PLA:PCL-Fasern untersucht. Der beschriebene Versuchsaufbau gleicht dem von DONGDONG MA et al. [135] verwendeten Polarimeter und detektiert ebenfalls die von der Probe reflektierte Strahlung. Zur Reduzierung des Rauschens im Signal wurde auch hier ein Pixel-Binning durchgeführt und der gemessene Wert jeweils über $5 \times 5 = 25$ Pixel gemittelt. Ähnlich wie durch DONGDONG MA et al. [135] und MINGJUN MA et al. [137] beschrieben, wurden auch hier repräsentative Polarisationsparameter mittels *Feature Extraction* ermittelt. Dabei wurden in einem ersten Schritt, basierend auf dem Informationsgehalt bezüglich der betrachteten Oberflächeneigenschaften, die irrelevanten MM-Einträge herausgefiltert. Im zweiten und letzten Schritt wurden mit Hilfe einer *Machine Learning*-basierten *Correlation Explanation* (CorEx) Methode, Einträge mit Informationen auf Basis der gleichen Charakteristika identifiziert. Die Informationen aus diesen Einträgen wurden dann zu zwei neuen Parametern gruppiert. Die so entstandenen Kennwerte Y_1 (M_{22} , M_{33} und M_{44}) und Y_2 (M_{24} , M_{34} , M_{42} und M_{43}) wurden dann mit dem Informationsgehalt der einzelnen Einträge der MM verglichen. Diese Untersuchung ergab, dass der MM-Eintrag M_{44} besser zur Identifikation von Oberflächeneigenschaften geeignet ist als Y_2 , allerdings der Kennwert Y_1 die meisten Informationen bezüglich der Morphologie enthält. [138]

JUNJIE WEN et al. Die Forschenden um JUNJIE WEN et al. haben eine Methode zur Berechnung der Porosität von elektrogesponnenen PLA-Fasern auf Basis von M_{44} -Bildern entwickelt. Dabei beruhen der Ansatz der Methode und das Bildgebungsverfahren auf den Arbeiten von XIAOPENG LI et al. [133] und JUN WANG et al. [134]. Die PLA-Fasern wurden aus Lösungen mit verschiedenen Konzentrationen hergestellt, um die Porosität der Oberfläche zu beeinflussen. Während die Messung der MM einer Probe 90 s dauerte, wurden insgesamt mehr als 30 min benötigt um ein gleichwertiges Referenzbild mit dem REM aufzunehmen. Die Porosität der Fasern wurde anschließend für jede Probe einmal an Hand der REM-Aufnahme und einmal auf Basis des M_{44} -Bildes berechnet. Der direkte Vergleich zeigte, dass die MM-basierte Auswertung vergleichbare Ergebnisse liefert. JUNJIE WEN et al. haben damit eine zerstörungsfreie, schnelle und verlässliche Alternative zur etablierten REM-basierten Auswertung aufgezeigt. [139]

JAIN et al. Neben FRICKE & BECKER et al. haben auch JAIN et al. den Fokus auf die Analyse der Faserausrichtung in elektrogesponnenen Vliesen gelegt [112]. Allerdings wurde hier

nicht die berechnete MM verwendet, sondern einzelne Polarisationszustände in Form von STOKES-Vektoren betrachtet. Zur Herstellung der Fasern wurde eine Polyvinylidenfluorid (PVDF)-Lösung verarbeitet und Vliese mit fünf unterschiedlichen Ausrichtungen hergestellt. Die Fasern wurden auf einem mit Alufolie bedeckten Kollektor abgelegt und zum Ablösen mit Tieftemperatur behandelt. Der mittlere Faserdurchmesser wurde mit 490 ± 230 nm angegeben. Zur Messung der MM in Reflexion wurde der von HORNUNG et al. beschriebene Aufbau verwendet. [112] Hier wurde als Lichtquelle ein Laser ($\lambda = 785$ nm), zur Erzeugung der Polarisationszustände ein PSG und PSA aus je einem LP sowie zwei LCVRs und ein Strahlteiler zur Weiterleitung der zurück gestreuten Strahlung verwendet. [143] Da die Fasern auf der Unterseite der Vliese (Kontakt mit der Alufolie) in ihrer Ausrichtung stark eingeschränkt erschienen, wurde zur Bestimmung der Ausrichtung nur die Oberseite der Vliese betrachtet [112]. Zur Reduktion des Signalausbaus wurden im Durchschnitt 200 Bilder pro Intensitätsmessung aufgenommen und das Hintergrund-Signal des CCD-Sensors abgezogen. Zur Identifikation der polarimetrischen Indikatoren die die Faserausrichtung in elektrogenesponnen Vliesen repräsentieren, haben JAIN et al. unter anderem den gesamten (p bzw. *Degree of Polarization* (DOP)) und den linearen Polarisationsgrad (p_L bzw. *Degree of Linear Polarization* (DOLP)) betrachtet (s. Abschnitt 2.3). Unter Annahme eines beliebigen Punkts (\mathbf{v}, Γ) auf der Oberfläche des Vlieses ergibt sich $p(\mathbf{v}, \Gamma)$ nach Gleichung (Gl.) 2.21 zu [112]:

$$p(\mathbf{v}, \Gamma) = \frac{1}{S_1(\mathbf{v}, \Gamma)} \sqrt{S_2^2(\mathbf{v}, \Gamma) + S_3^2(\mathbf{v}, \Gamma) + S_4^2(\mathbf{v}, \Gamma)} \quad (3.1)$$

und $p_L(\mathbf{v}, \Gamma)$ zu:

$$p_L(\mathbf{v}, \Gamma) = \frac{1}{S_1(\mathbf{v}, \Gamma)} \sqrt{S_2^2(\mathbf{v}, \Gamma) + S_3^2(\mathbf{v}, \Gamma)} \quad (3.2)$$

Diese Untersuchungen haben ergeben, dass der lineare Polarisationsgrad p_L relevante Eigenschaften der Mikrostruktur eines Vlieses enthält. Darüber hinaus konnte ein direkter Zusammenhang zwischen dem ansteigenden Grad der Ausrichtung und dem linearen Polarisationsgrad p_L festgehalten werden. [112]

Anwendungsbereiche der MÜLLER Matrix-basierten morphologischen Untersuchung elektrogenespinnener Vliese Analog zu Tabelle 3.3 sind in Tabelle 3.5 die Dimensionen der untersuchten Fasern für den späteren Vergleich aufgeführt.

Tabelle 3.5: Übersicht der mittels MM untersuchten Polymere und Faserdurchmesser.

Forschende	Polymer	mittlere Faserdurchmesser in μm
XIAOPENG LI et al. [133]	PLA:PCL	0,51 bis 6,32 μm
FRICKE & BECKER et al. [8]	PCL	1,4 bis 2,8 μm
FRICKE & BECKER et al. [10]	GT:PCL	0,27 bis 0,31 μm
JAIN et al. [112]	PVDF	490 \pm 230 nm

4 Ziele und Arbeitshypothesen

Biologische Gewebe weisen, basierend auf der Funktion des Gewebetyps, unterschiedliche mikro- und makroskopische Faserstrukturen (extrazelluläre Matrix (EZM)) auf. Die Verarbeitung von Polymerlösungen zu Faserstrukturen (artifizielle EZM), auch Vliese genannt, mittels Elektrosinnen ist in der Literatur weit verbreitet. [108, 109, 144] Die hergestellten Fasern weisen Durchmesser im Bereich von mehreren hundert Nanometern bis wenige Mikrometer auf. Für die Nachbildung komplexer Gewebestrukturen, wie zum Beispiel eines Sehnen-Knochen-Übergangs (Enthese), sind gradierte Vliese mit einer örtlich variierenden Kombination aus gerichteten und ungerichteten Fasern von besonderer Bedeutung [8, 145, 146]. Die Faserausrichtung innerhalb der Vliese wird maßgeblich von der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors bei der Herstellung beeinflusst. Mit steigender Oberflächengeschwindigkeit nimmt auch die Faserausrichtung zu. Wie in Abschnitt 3.1 beschrieben, ergibt sich daraus der Bedarf für robuste Methoden zur morphologischen Charakterisierung. Dazu werden aktuell in der Forschung bildgebende Verfahren mit anschließender Bildverarbeitung (manuell oder automatisch) eingesetzt. Wobei über 90% der betrachteten Publikationen die Nutzung der Mikroskopie beschreiben [8, 16, 110]. Zugleich werden Methoden basierend auf Fotografie [13] und Tomographie [17–19, 111] beschrieben. Obwohl mikroskopische Verfahren etabliert und weit verbreitet sind, bringen sie Herausforderungen mit sich. Bei der Rasterelektronenmikroskopie (REM) ist die Präparation und Untersuchung der Proben sehr zeitintensiv (bis zu 30 min) [139], wobei sie durch ionisierende Strahlung beschädigt bzw. verändert und durch die Besputterung für die weitere Verwendung unbrauchbar werden. Zusätzlich sind die betrachteten Bereiche auf wenige mm² beschränkt und eine anschließende manuelle Auswertung der Bilder ist stark subjektiv [8, 22]. Darüber hinaus ist diese Art der Bildgebung auf die Oberfläche der Probe limitiert. Tomographiebasierte Verfahren ermöglichen eine Untersuchung des gesamten Gefüges, bringen aber die Schwierigkeit der Kontrastierung mit sich; bedingt durch den geringen Dichteunterschied zwischen Polymeren und Luft [19]. Im Jahr 2018 wurde durch XIAOPENG LI et al. zum ersten Mal die Untersuchung elektrogewebener Vliese mittels MÜLLER Matrix (MM)-Polarimetrie publiziert [133]. XIAOPENG LI et al. [133] und JUNJIE WEN et al. [139] haben sich dabei auf die Untersuchung der Faseroberfläche mittels spezifischer Einträge und Kennwerte der MM konzentriert. Die Berechnung dieser Kennwerte ist aufwendig und nur für Fasern mit mittlerem Durchmesser ≥ 400 nm geeignet [133]. FRICKE & BECKER et al. haben als Erste die Untersuchung der Faserausrichtung in elektrogewebenen Vliesen thematisiert. Die vorgeschlagene Methode wurde durch das Institut für Mehrphasenprozesse (IMP) bzw. die Leibniz Universität Hannover am 17.09.2019 beim Europäischen Patentamt angemeldet und am 24.03.2021 offen gelegt [20]. Mit Hilfe die-

ses Verfahrens wurden Einträge identifiziert, die eine qualitative Aussage über die Abhängigkeit der Faserausrichtung von der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors zulassen. Im Rahmen dieser Arbeit wird das neuartige Messsystem zur kontaktlosen, zerstörungsfreien und schnellen Analyse der Faserausrichtung in elektrogesponnenen Polycaprolacton (PCL)-Faservliesen entwickelt und angewendet. Kern dieses Aufbaus ist ein optisches System zur Bestimmung der MM einer Probe in Transmission. Entscheidend ist dabei, dass die Probe durchstrahlt wird und so eine Aussage über das gesamte Gefüge getroffen werden kann. Erstmals wird für die Ausrichtungsanalyse eine *Light Emitting Diode* (LED) als Lichtquelle verwendet, wodurch die Anwendungssicherheit des Systems erhöht und die Anforderungen an die Betriebsumgebung gesenkt werden. Mit Hilfe dieses Messsystems soll die folgende Arbeitshypothese überprüft werden:

Hypothese I: Die MM-Polarimetrie ist dazu geeignet, den linearen Zusammenhang zwischen Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors und Ausrichtung der Fasern in elektrogesponnenen PCL-Vliesen, mittels M_{13} und δ , zerstörungsfrei zu quantifizieren.

Diese Faserausrichtung kann für elektrogesponnene Vliese beispielsweise in Korrelation zum Verhalten unter Last gesetzt werden. FRICKE & BECKER et al. haben gezeigt, dass mit steigender Oberflächengeschwindigkeit die Bruchdehnung ab- und die Kraft bei Bruch zunimmt. Die Kenntnis des Verhaltens polymerer Bauteile unter ruhender Beanspruchung ist ein wichtiger Aspekt der sicherheitsbewussten Auslegung eines Bauteils [147]. Die viskoelastischen Eigenschaften der Polymere und die faserbasierte Gefügestruktur elektrogesponnener Vliese erschweren die Abschätzung des Materialverhaltens in physiologischer Umgebung. Besonders komplex wird diese Fragestellung bei der Verwendung gradierter Implantate, wie sie zum Beispiel im Rahmen der Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG)-Forschungsgruppe (FOR)2180 entwickelt werden. Die Untersuchung der mikrostrukturellen Veränderungen polymerer Fasern kann ebenfalls mittels *in situ*-Computertomographie (CT) oder -REM erfolgen. DELP et al. haben eine *in situ* REM-basierte quantitative und qualitative Analyse der Faserbewegung unter Last durchgeführt. Allerdings sind auch hier ähnliche Herausforderungen zu überwinden wie bei der bildbasierten Analyse der Faserausrichtung: Kontrastierung, Veränderung durch hochenergetische Strahlung bzw. Beschichtung mit anderen Materialien und die Einschränkung der Ergebnisse auf die Oberfläche. In diesem Zusammenhang wird das entwickelte MM-Messsystem dazu verwendet, die Veränderung der Faserausrichtung unter ruhender Beanspruchung im Gefüge zu analysieren. Dazu werden die zuvor identifizierten ausrichtungssensitiven MM-Einträge und -Kennwerte (s. Abschnitt 2.5) betrachtet. Hieraus lässt sich die zweite untersuchte Hypothese dieser Arbeit ableiten:

Hypothese II: Im physiologisch relevanten Bereich der Dehnung einer Sehne ($< 5\%$) gibt es keinen linearen Zusammenhang zwischen dem Grad der Ausrichtung in elektrogesponnenen PCL-Vliesen (M_{12} , M_{13} und δ) und der Ausrichtungsänderung zwischen unbelastetem und belastetem Zustand. Darüber hinaus hat der Grad der Ausrichtung keinen signifikanten Einfluss auf die Veränderung der Faserausrichtung im Gefüge.

In den folgenden Kapiteln wird zur Untersuchung der Hypothesen zunächst die Herstellung der PCL-Vliese und die Auswertung der Faserausrichtung mit Hilfe des REM-basierten Verfahren erläutert. Anschließend wird die Entwicklung des MM-Messsystems beschrieben. Dazu zählen die verwendeten Komponenten, das entwickelte *Graphical User Interface* (GUI), die softwaregestützte Ansteuerung der Bauteile sowie die Berechnung der MM-Einträge und -Kennwerte. Darüber hinaus wird die durchgeführte Datenanalyse ausführlich beschrieben. Abschließend wird die Faserausrichtung (rotationsunabhängig und -abhängig) sowie die Ausrichtungsänderung (Zeitstandversuch) im Gefüge bestimmt und an Hand der Literatur eingeordnet und bewertet.

5 Material und Methoden

5.1 Herstellung elektrogesponnener Faservliese

5.1.1 Polymerlösungen

Im Rahmen dieser Arbeit wird das synthetische Polymer Polycaprolacton (PCL) (Sigma-Aldrich Chemistry Corporate, St. Louis, MI, USA) mit einem mittleren Molekulargewicht m_n von 80 kDa und einer Dichte ρ von 1,145 g/cm³ verwendet. Zur Verarbeitung mittels Elektrospinnen wird das PCL, wie geliefert, in dem 99,8 %igen organischen Lösemittel 2,2,2-Trifluorethanol (TFE) (abcr GmbH, Karlsruhe, Deutschland) mit einer Dichte ρ von 1,391 g/cm³ gelöst. Die verwendete Konzentration von 170 mg/ml, wurde im Rahmen der Forschungsgruppe (FOR) 2180, erfolgreich etabliert. [64, 145, 146]. Die angesetzten Lösungen werden für 24h vor der Verarbeitung, bei Raumtemperatur, auf einem Orbitalschüttler (KS 260 control, IKA Werke GmbH & CO. KG, Staufen, Deutschland) homogenisiert.

5.1.2 Elektrospinnanlage

Die verwendete Lösungs-Elektrospinnen (LES)-Anlage besteht aus einer Einmalspritze, einer Spritzenpumpe, zwei verbundenen Polyethylen (PE)-Schläuchen, einer stumpfen Einmalkanüle, einer Hochspannungsquelle, einem Elektromotor inklusive Steuerung und einem Trommelkollektor. [8] Abbildung 5.1 zeigt den Aufbau der Anlage und Tabelle A.2 listet die genutzten kommerziellen Komponenten auf. Die Einmalspritze wird in die Spritzenpumpe eingesetzt und dient als Reservoir. Zur Überbrückung der Distanz zwischen Spritzenpumpe und Prozessraum, werden die PE-Schläuche verwendet. Der positive Pol der Hochspannungsquelle wird mit dem Emitter verbunden und die Erdung mit dem Kollektor. Ein Bohrfutter dient als Kupplung zwischen Elektromotor und Welle des Trommelkollektors. Dabei wird der Kollektor direkt unter dem Emitter platziert.

Einflussgröße Oberflächengeschwindigkeit Um den Einfluss auf die Vorzugsrichtung der Fasern im Vlies zu untersuchen, werden Vliese bei unterschiedlichen Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors erzeugt. Die Rotation des Kollektors wird mittels Elektromotor realisiert (s. Tabelle (Tab.) A.2). Zur Steuerung des Elektromotors werden die folgenden, in Tabelle A.2 aufgelisteten, Komponenten verwendet: Arduino[®], programmierbare Spannungsquelle und der digitale Verstärker. Dabei erfolgt die Energieversorgung des Elektromotors mittels der

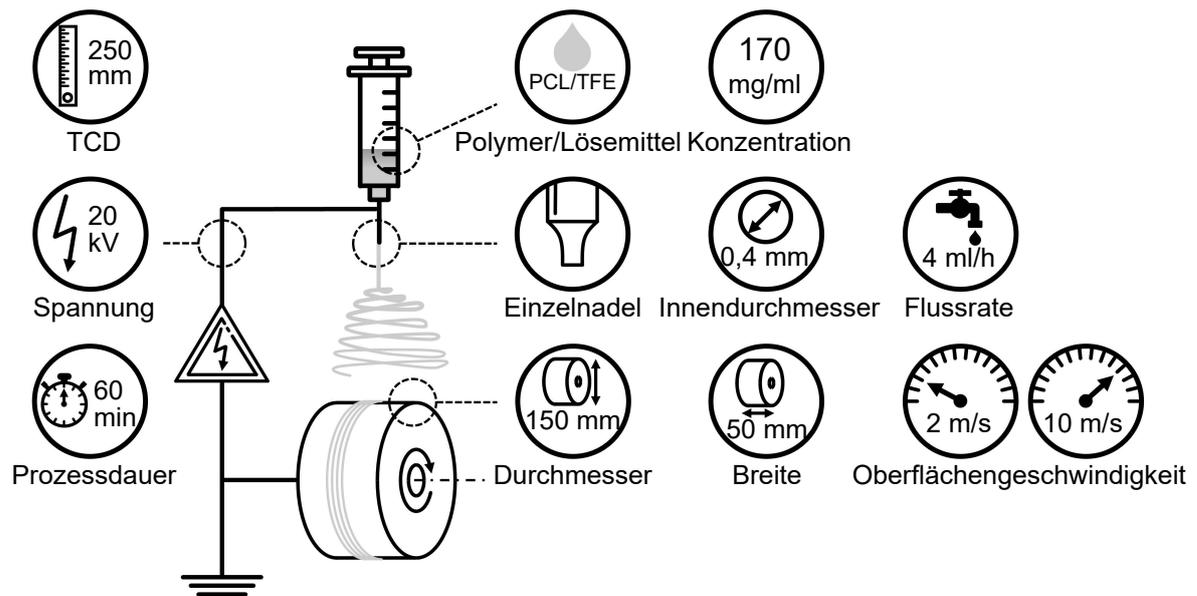


Abbildung 5.1: Schematische Darstellung der LES-Anlage mit den verwendeten Parametern und Komponenten. [8–10]

Gleichstrom-Spannungsquelle ($U_{DC} = 12\text{ V}$ und $I_{DC} = 0,19\text{ A}$). Die benötigte Spannung für die Drehzahlsteuerung ($U_n = 0$ bis 5 V) wird mittels des Arduinos[®] MEGA erzeugt und über den „Speed-Eingang“ in den digitalen Verstärker eingespeist. Zur Messung der eingestellten Drehzahlen wird eine mechanische Drehzahlmessuhr (Hasler Holding AG Bern, Bern, Schweiz) verwendet.

Messung von Temperatur und Luftfeuchtigkeit im Prozessraum Auf grund der Bedeutung von Temperatur und Luftfeuchtigkeit für den Prozess des Elektrogewebens werden im Rahmen dieser Arbeit beide Größen im Prozessraum der LES-Anlage kontinuierlich gemessen. Diese Messungen erfolgen alle 15 min mittels ELT-2-Sensor (s. Tab. A.2) [148]. Dieses Messsystem ist das Ergebnis einer Kooperation mit der Firma enercity und der Wirtschaftsförderung Region Hannover. Die ermittelten Daten werden mit Hilfe von *Long Range Wide Area Network* (LoRaWAN) an ein Dashboard (Grafana) übermittelt und können von dort im .csv-Format exportiert werden.

Probenherstellung und Präparation Zur Herstellung der Vliese werden die in Abschnitt 5.1.1 beschriebenen Lösungen verwendet. Die LES-Anlage ist vertikal ausgerichtet und eine Einzelnadel, mit einem Innendurchmesser von $0,8\text{ mm}$, dient als Emitter. Für die Herstellung werden eine Flussrate von 4 ml/h , eine Spannung von 20 kV , eine Emitter-Kollektor-Abstand (eng.: *Tip-to-Collector Distance*) (TCD) von 250 mm , eine Prozessdauer von 60 min , ein Rotationskollektor mit einem Durchmesser von 150 mm und einer Breite von 50 mm sowie sieben verschiedene Oberflächengeschwindigkeiten ($2, 4, 6, 7, 8, 9$ und 10 m/s) verwendet. Eine Übersicht der verwendeten Parameter kann Abbildung 5.1 entnommen werden. Diese haben sich

im Rahmen der FOR 2180, als viel versprechend erwiesen [64, 145, 146]. Auf Grund umfangreicher Voruntersuchungen von FRICKE & BECKER et al. wird ein Maximum der Faserausrichtung in der Nähe von 8 m/s erwartet [8, 10]. Um diesen Umstand näher untersuchen zu können, werden die Abstände der einzelnen Stufen um diesen Wert herum feiner gewählt. Die zur Steuerung des Kollektors verwendeten Spannungen sind in Tab. A.1 aufgelistet. Zur Vorbereitung des Prozesses wird der Rotationskollektor mit handelsüblicher, glatter Aluminiumfolie bedeckt. Am Ende der Prozessdauer werden die Vliese inklusive der Aluminiumfolie vom Kollektor gelöst und für die Ausrichtungsanalyse vorbereitet. Insgesamt werden so für jede der sieben Oberflächengeschwindigkeiten (Stufen) jeweils sechs Vliese hergestellt. Dabei werden idealerweise alle Vliese einer Stufe am selben Tag hergestellt.

5.2 REM-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogewebenen PCL-Faservliesen

5.2.1 Einleitung

Im Rahmen dieser Arbeit werden sowohl die Durchmesser als auch die Ausrichtung der Fasern bestimmt. Die Charakterisierung der Mikrostruktur beruht dabei auf Rasterelektronenmikroskopie (REM)-Aufnahmen. Alle Proben werden vor der Untersuchung, mittels eines Sputter Coaters (SC7620, Quorum Technologies, Laughton, Vereinigtes Königreich Großbritannien), mit einer dünnen Gold-Paladium-Schicht leitfähig gemacht (3×15 s). Nur so können die Mikro- und Nanometer großen Strukturen im REM (S-3400N, Hitachi High-Tech Analytical Science Ltd., Tubney Woods, Vereinigtes Königreich Großbritannien) abgebildet werden. Zur Charakterisierung werden Übersichts- (500x Vergrößerung) und Detailaufnahmen (1500x Vergrößerung) angefertigt. Die Auswertung der REM-Aufnahmen erfolgt anschließend manuell mit Hilfe der Software AxioVision[®] SE64 Rel. 4.9.1 (Carl Zeiss AG, Jena, Deutschland). Die verwendeten Methoden zur Bestimmung der Faserdurchmesser und der Faserausrichtung wurden am Institut für Mehrphasenprozesse (IMP) durch ZERNETSCH sowie FRICKE & BECKER et al. etabliert [8, 62].

5.2.2 Bestimmung der Faserausrichtung

Für die Vermessung der Faserausrichtung wird eine ungefähr 10×15 mm große Probe je Faservlies verwendet. Damit die Rotationsrichtung des Kollektors im REM nachzuvollziehen ist, werden alle Proben vor dem Sputtern mit einem Knick in Bewegungsrichtung versehen. Mit Hilfe der Software des REM wird eine permanente Linie entlang dieses Knicks erzeugt. An fünf Stellen der Probe werden Bilder aufgenommen, wobei die Anordnung auf der Fünf eines sechs-

seitigen Würfel beruht (s. Abbildung (Abb.) 5.2a). Anschließend wird in AxioVision[®] eine Linie eingezeichnet, orthogonal zur Linie der REM-Software. Auf Grund der begrenzten Auflösung, sind die Kanten der Fasern in den tieferen Ebenen der Aufnahme nicht mehr eindeutig zu identifizieren [43]. Daher werden nur Fasern in den oberen Ebenen betrachtet. Im nächsten Schritt wird der Winkel aller Fasern relativ zur Orthogonalen bestimmt und als .csv-Datei exportiert (s. Abb. 5.2b). [8] Dabei ergibt sich ein Wertebereich von $[0^\circ, 180^\circ]$. Die Rotationsrichtung des Kollektors entspricht hierbei 90° . Zur intuitiveren Betrachtung der Daten und abschließenden Analyse, werden die Werte in den Wertebereich $[-90^\circ, 90^\circ]$ überführt. Dazu wird -90 von allen Messwerten subtrahiert. Damit entspricht die Rotationsrichtung des Kollektors nun 0° . Bedingt durch den eingeschränkten Bildausschnitt bilden die erzeugten Datensätze nur eingeschränkt die tatsächliche Faserausrichtungsverteilung ab.

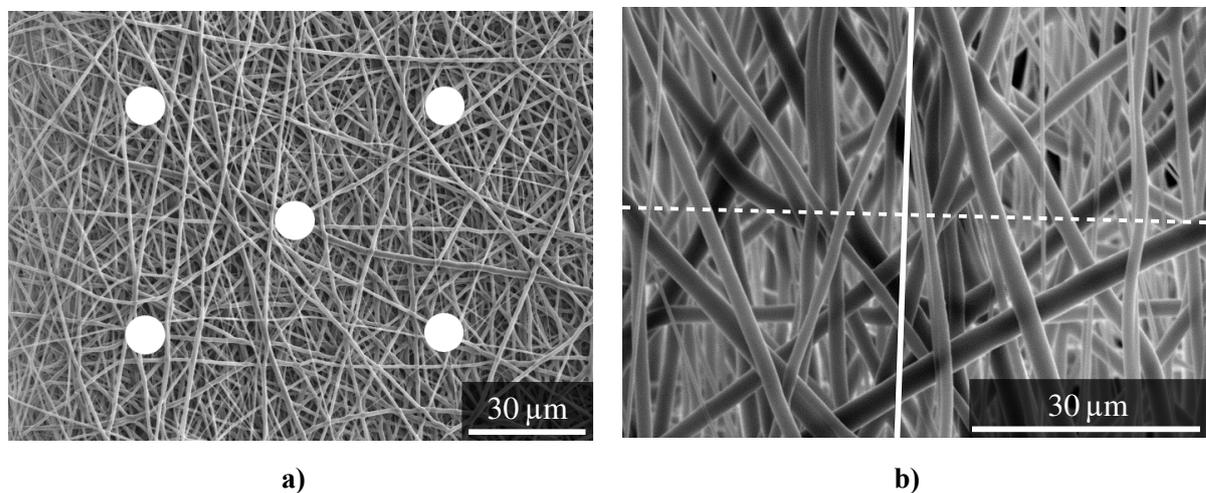


Abbildung 5.2: Exemplarische REM-Bilder eines Faservlieses zur Bestimmung der Faserausrichtung: a) verwendetes Muster für die Aufnahme der Detailbilder. b) beispielhafte Aufnahme zur Vermessung der Winkel. Der Winkel aller Fasern in der obersten Ebene wird relativ zur Horizontalen (gestrichelte Linie) vermessen. [8]

5.3 MÜLLER Matrix-Polarimetrie-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogewebenen PCL-Faservliesen

5.3.1 Aufbau des MÜLLER Matrix-Polarimeters

Zur Bestimmung der MÜLLER Matrix (MM) einer Probe wird das MM-Polarimeter in Transmission genutzt. Mit dem hier verwendeten Messsystem können, wie in Abschnitt 2.5.1 beschrieben, die benötigten Intensitäten (16 oder 36 Messungen) bestimmt werden und anschließend die MM

berechnet werden. Die einzelnen Zustandskombinationen können Tabelle 2.3 und 2.4 entnommen werden. Der Aufbau des Polarimeters ist in Abbildung 5.3 schematisch dargestellt und die genutzten Bauteile sind in Tabelle A.3 aufgelistet. Das verwendete Messsystem besteht aus den folgenden Komponenten:

- (i) *Light Emitting Diode* (LED)
- (ii) Köhler'sche Beleuchtung
- (iii) Polarisationszustandsgenerator (eng.: *Polarization State Generator*) (PSG)
- (iv) Probenhalterung
- (v) Polarisationszustandsanalysator (eng.: *Polarization State Analyzer*) (PSA)
- (vi) Kamera inklusive Objektiv
- (vii) Auswerteeinheit (PC mit MATLAB und C++)

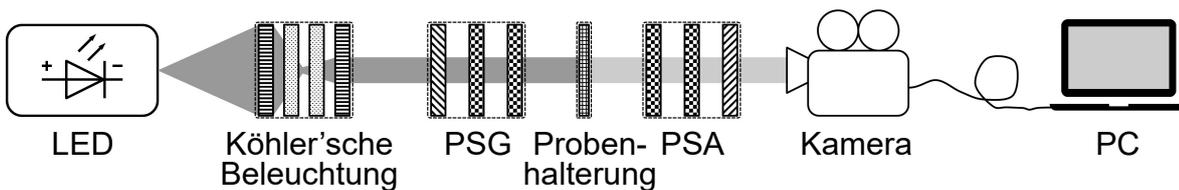


Abbildung 5.3: Schematische Darstellung des verwendeten MÜLLER Matrix-Polarimeters, bestehend aus: LED (i), Köhler'scher Beleuchtung (ii), PSG (iii), Probenhalterung (iv), PSA (v), Kamera inklusive Objektiv (vi) und Auswerteeinheit (vii). Das emittierte Licht wird mittels Köhler'scher Beleuchtung homogenisiert und im PSG polarisiert. Sobald das Licht die Probe passiert hat, wird mit Hilfe des PSA überprüft welche Polarisationsanteile vorliegen. Auf Basis der aufgezeichneten 2D-Intensitätsbilder wird in MATLAB die MM der Probe berechnet.

Diese Bauteile sind, in der Reihenfolge der Aufzählung von links nach rechts auf einer optischen Schiene (eng.: *Dovetail Optical Rail*) montiert (s. Abb. 5.4). Dazu werden jeweils ein *Dovetail Rail Carrier*, ein *Post Holder* und ein *Aluminium Post* verwendet. Zur Festlegung der optischen Achse wird die Position der Probenhalterung herangezogen, da diese den größten Abstand zur optischen Schiene aufweist. Die anderen Komponenten werden entsprechend ausgerichtet. Zur Reduzierung von Streulicht wird der gesamte Aufbau in einem Gehäuse mit Deckel positioniert. An den Seitenwänden und der Rückseite befinden sich jeweils Aussparungen zur Durchführung der Verbindungskabel und Energieversorgungen. Der Boden des Gehäuses weist entlang der langen Symmetrieachse Durchgangsbohrungen auf. Die optische Schiene wird mit Hilfe von

zwei Senkkopfschrauben (Innensechskant) mit dem optischen Tisch verschraubt. Die Schrauben werden dabei durch die Durchgangsbohrungen des Gehäusebodens geführt und das Gehäuse so ebenfalls fixiert. Die verwendete LED, mit einer Wellenlänge von 525 nm, dient als Lichtquelle im sichtbaren Bereich. Das emittierte Licht wird mit Hilfe der Köhler'schen Beleuchtung homogenisiert und tritt anschließend in den PSG ein. Nach der Wechselwirkung mit der Probe passiert das Licht den PSA. Die ortsaufgelöste 2D-Intensitätsmessung wird abschließend mit einer monochromen Kamera durchgeführt. Zur Berechnung der vollständigen MM der Probe werden Skripte in MATLAB (The MathWorks Inc., Natick, MA, USA) verwendet. Diese Algorithmen wurden in vorherigen Arbeiten von FRICKE [22] sowie FRICKE & BECKER et al. [8, 10] entwickelt und erfolgreich angewendet.



Abbildung 5.4: Aufnahme des verwendeten MM-Polarimeters, installiert auf einer optischen Schiene. Von links nach rechts: LED (i), Köhler'scher Beleuchtung (ii), PSG (iii), Probenhalterung (iv), PSA (v) und Kamera inklusive Objektiv (vi).

Lichtquelle In Vorarbeiten von FRICKE [22] sowie FRICKE & BECKER et al. [8, 10] sind Laserquellen mit Wellenlängen von 445 nm, 532 nm und 633 nm verwendet worden. Laserlicht ist per Definition hoch kohärent, stark monochromatisch, gut zu fokussieren und kann zu einem sehr hohen Energieeintrag führen [37]. Zur Reduzierung von Interferenz-Erscheinungen, bedingt durch das hoch kohärente Licht der Laserquellen, wurden in den Arbeiten von FRICKE sowie FRICKE & BECKER et al. ein *Speckle-Reducer* und ein Vibrationsmotor eingesetzt. Im Rahmen dieser Arbeit dient die LED-Lichtquelle primär dazu, die zu analysierenden Probe homogen auszuleuchten und verglichen mit einem Laser, weist eine LED einen Halbwertswinkel ν auf. Zur Bündelung des abgestrahlten Lichts wird daher eine Optik, die so genannte Köhler'sche Beleuchtung, verwendet. Im Vergleich zu den genannten Vorarbeiten können so der *Speckle-Reducer* sowie der Vibrationsmotor ersetzt und das Anwender-Risiko durch die Laserstrahlung minimiert werden. Darüber hinaus haben Untersuchungen gezeigt, dass elektrogesponnene Faservliese sensibel gegenüber hochenergetischer Strahlung sind [149], weshalb die Verwendung einer LED vorteilhaft ist. Auch entfallen bei der Nutzung einer LED einige Anforderungen an die Betriebsumgebung. Die Spannungsversorgung wird mittels Arduino[®] UNO realisiert.

Auf Grund der ausgegebenen Spannung von 5 V wird ein Widerstand zum Schutz der LED benötigt. Unter Verwendung des Ohm'schen Gesetzes [150] ergibt sich ein benötigter Widerstand von $R_{LED} = 100 \Omega$. Dabei ist der Widerstand (in Reihe) zwischen den digitalen Pin „D8“ des Arduino[®] und die Anode (+ Pin) der LED geschaltet. Die Kathode (– Pin) ist mit der Erdung „GND“ verbunden.

Köhler'sche Beleuchtung Diese Optik wird unter Anderem in der Durchlichtmikroskopie verwendet, um unkollimiertes und inhomogenes Licht zur gleichmäßigen Beleuchtung einer Probe nutzen zu können. [26, 121] Sie besteht grundsätzlich aus einer Kollektor-Linse, zwei Blenden (Iris- und Aperturblende) und einer Kondensator-Linse. Die Leuchtpunkte der Lichtquelle werden von der Kollektor-Linse in der Ebene der Aperturblende abgebildet (s. Abb. 5.5).

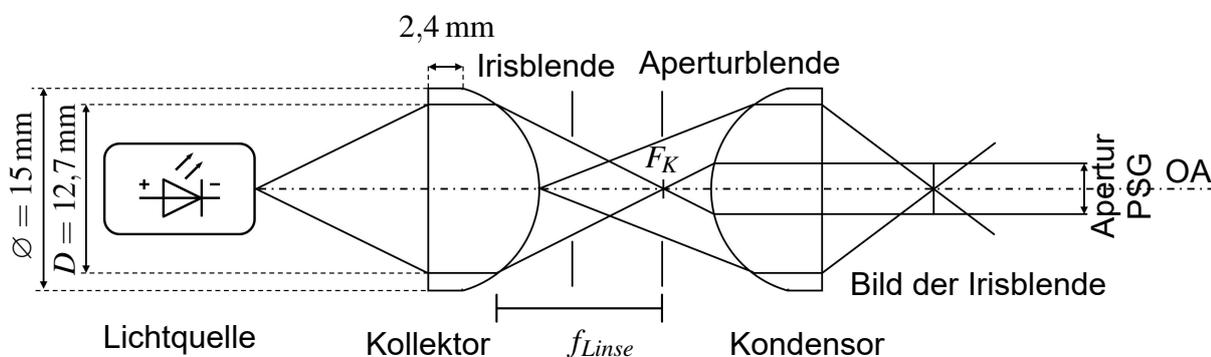


Abbildung 5.5: Schematische Darstellung der Funktion einer Köhler'schen Beleuchtung zur Homogenisierung des von der LED abgestrahlten Lichts.

Mit Hilfe der Kondensator-Linse wird das Licht in parallele Strahlenbündel umgewandelt und das Objekt beleuchtet. Durch das Öffnen und Schließen der Aperturblende kann die Apertur der Köhler'schen Beleuchtung vergrößert und verkleinert werden. [121] Abbildung 5.5 zeigt eine schematische Darstellung des hier verwendeten Aufbaus. Als Kollektor und Kondensator werden identische aspherische Linsen mit einer Brennweite von $f_{Linse} = 12 \text{ mm}$ verwendet (s. Tab. A.3). Zwei baugleiche, justierbare Iris-Blende mit Aperturen zwischen 0,8 und 20 mm dienen als Iris- und Aperturblende (s. Tab. A.3). Die LED wird mittels dreier *Cage System*-Stangen mit den Komponenten der Köhler'schen Beleuchtung verbunden.

Die geometrische Optik bietet die nötigen Werkzeuge, um die Strahlengänge und somit die genaue Position der einzelnen Komponenten zu bestimmen. Dabei ist die optische Achse (OA) definiert als die Symmetrieachse des rotationssymmetrischen Linsen-Systems. Die Eintrittspupille $D_{Pupille}$, also die Öffnung durch die das Licht in das System einfällt, wird durch die Apertur der verwendeten Linsen-*Cage-Plates* bestimmt. Sowohl die Brennweite f_{Linse} als auch die Dimensionen der Linsen sind dem Hersteller-Datenblatt zu entnehmen. Bedingt durch Fertigungsfehler und -toleranzen weicht die tatsächliche Position der Komponenten von der Berechnung ab. Daher muss die finale Einstellung manuell vorgenommen werden. Der Innendurchmesser

der Aperturblende wird so gewählt, dass die Dimensionen des Bildes der Irisblende der Apertur des PSG entspricht. Auslegung und Aufbau der Köhler'schen Beleuchtung erfolgte im Rahmen einer studentischen Arbeit (Studienarbeit Angelika Meier 2020).

Polarisationszustandsgenerator und -analysator Die Auslegung des verwendeten PSG und PSA erfolgt auf Basis der Vorarbeiten von FRICKE [22] sowie FRICKE & BECKER et al. [8, 10], für eine Verwendung in Transmission. Die Spezifikationen können Tabelle A.3 entnommen werden. Dabei bestehen beide Bauteile aus jeweils einem Linearpolarisator (LP) und zwei variable Flüssigkristallverzögerer (eng.: *Liquid Crystal Variable Retarders*) (LCVRs), wobei die Linearpolarisatoren (LPs) mit 1 sowie 2 betitelt sind und die variablen Flüssigkristallverzögerer (eng.: *Liquid Crystal Variable Retarder*) (LCVR) von 1 bis 4 durchnummeriert sind. Abbildung 5.6 zeigt den Aufbau der Komponenten entlang der optischen Achse von links nach rechts. Der PSG beinhaltet den LP1 mit einer Transmissionsachse (TA) bei $+45^\circ$, den LCVR1 mit der schnelle Achse (SA) bei 0° und den LCVR2 mit der SA bei $122,5^\circ$ (s. Abb. 5.6). In entgegengesetzter Reihenfolge enthält der PSA den LCVR3 mit der SA bei $122,5^\circ$, den LCVR4 mit der SA bei 0° und den LP2 mit einer TA bei -45° . Alle LCVRs bestehen aus nematischen Flüssigkristallen (s. Abschnitt 2.6.3), sind für elektromagnetische Wellen mit Wellenlängen zwischen 450 bis 700 nm ausgelegt und ermöglichen bei 700 nm einen Bereich der Verzögerung δ von 0 bis 1λ bzw. 2π . Die LPs bestehen aus dichroitischem Polymer. Bedingt durch die Gehäuse der beiden Baugruppen, weisen der PSG und PSA jeweils eine Apertur von 9,4 mm auf. [151] Damit ist eine Betrachtung von Vlies-Ausschnitten mit $\varnothing = 9,4$ mm in einer Messung möglich.

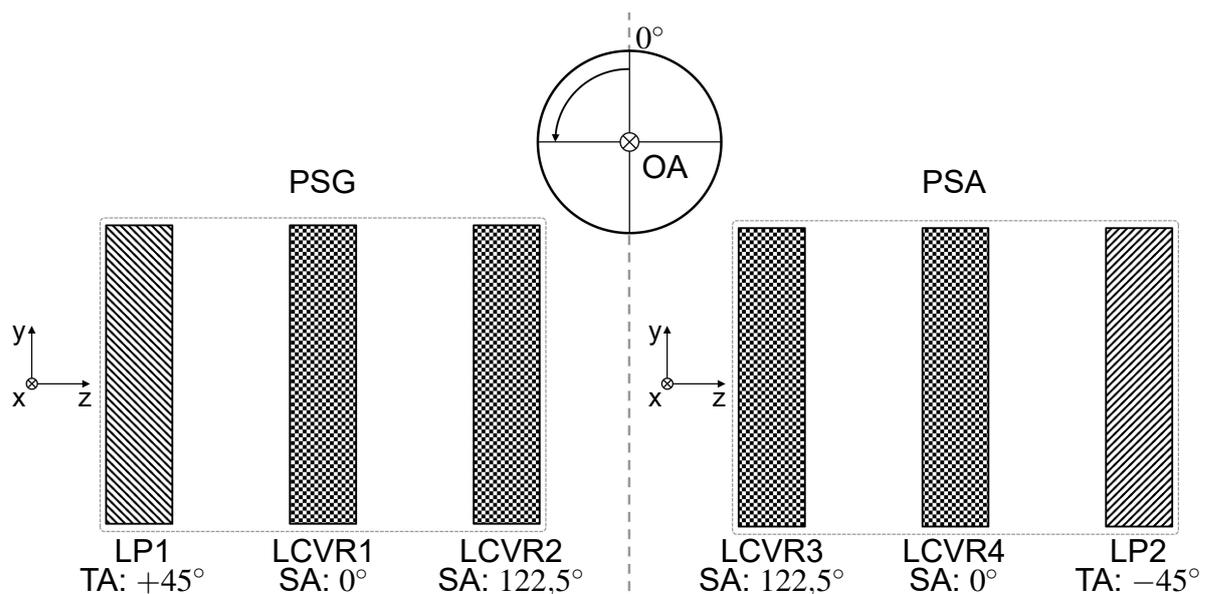


Abbildung 5.6: Aufbau des PSG (links) und PSA (rechts) sowie das verwendete Koordinatensystem (mit der optischen Achse von links nach rechts).

Erzeugung der Polarisationszustände Zur vollständigen Messung der MM werden in dieser Arbeit 36 Messungen verwendet (s. Abschnitt 2.5.1). Für jede Messung werden dabei Kombinationen aus verschiedenen Polarisationszuständen im PSG und PSA erzeugt (s. Tab. 2.3 und 2.4). Die benötigten Parameter werden über eine Matrixmultiplikation der PSG- und PSA-Elemente, jeweils ein LP und zwei LCVRs, mit den Eingangszuständen des Lichts ermittelt. Die MM idealer LPs sind bekannt und können Tabelle 2.2 entnommen werden. Im Gegensatz dazu ist die MM eines LCVRs deutlich komplexer, diese entsprechen einer Wellenplatte mit Phasendifferenz ϕ zwischen schneller und langsamer Achse und Winkel der schnellen Achse θ (s. Tab. 2.2). Die Winkel der SA sind aus den Spezifikationen des Hersteller bekannt (s. Tab. A.3) und die benötigte Phasendifferenz ϕ wird durch Lösen des linearen Gleichungssystems ermittelt. Die benötigten Operationen werden mittels MATLAB durchgeführt und anschließend in SimuLink (The MathWorks Inc., Natick, MA, USA) zur Simulation der Polarisationszustände verwendet. Auf Basis der errechneten Verzögerungen werden die Betriebsspannungen der LCVRs aus den Hersteller-seitigen Kalibrierungsdaten abgelesen (s. Tab. A.4). Zur Ansteuerung der LCVRs werden kommerzielle Treiber verwendet, da sonst die Herstellergarantie erlischt. Die Treiber sind mittels USB3-Kabeln mit dem Rechner und mit Hilfe von zwei SMA-Kabeln (koaxiale Steckverbindungen mit verschraubbarem Kupplungsmechanismus) ist jeweils ein Treiber mit LCVR1 und LCVR2 (PSG) sowie LCVR3 und LCVR4 (PSA) verbunden.

5.3.2 Programmierung und Steuerung des MÜLLER Matrix-Polarimeters

Benutzeroberfläche und Hauptprogramm Die Ansteuerung der Polarisationsseinheiten und Kamera werden mittels Visual Studio Version 2019 (Microsoft Corporation, Redmond, WA, USA) in C++ umgesetzt und die Ansteuerung der LED, die Auswertung der Intensitätsbilder sowie die anschließenden Berechnungen in MATLAB (Version 2020b). Um eine intuitive Bedienung zu ermöglichen, werden die einzelnen Programme und Funktionen in einem *Graphical User Interface* (GUI) gebündelt. Die Umsetzung erfolgt im MATLAB App Designer. Dabei ist eine Steuerung über *Button-/Drop-Down*-Funktionen anzustreben, die Auswahl des Speicherorts zu ermöglichen, der Schutz aller Komponenten zu gewährleisten und die Ausgabe der Ergebnisse hat in einem gängigen Format zu erfolgen. Die vollständigen Anforderungen an das GUI sind in Tabelle 5.1 als Anforderungsliste nach PAHL/BEITZ zusammengetragen [152]. Alle Anforderungen sind nummeriert und in Festforderungen (F) sowie Wunschforderungen (W) unterteilt. Wobei Festforderungen für Anforderungen stehen, die erfüllt werden müssen und Wunschforderungen Kriterien mit niedrigerer Priorität repräsentieren.

Tabelle 5.1: Anforderungen an das GUI des MM-Polarimeters. Die Anforderungen sind in Festforderungen (F) und Wunschforderungen (W) gegliedert.

Anforderungen	Art
1. Funktion	
1.1 Ordnerauswahl/Festlegung des Speicherorts	F
1.2 Prüfung der Verbindung	F
1.3 Schutz der Komponenten	F
1.4 Ansteuerung der Komponenten	F
1.5 Auswahl verschiedener Messreihen	F
1.6 Messung starten	F
1.7 Auswertung aufgenommener Bilder	F
1.8 Ausgabe ermittelter Kennwerte als .csv	F
1.9 Ausgabe ermittelter Kennwerte in GUI	W
2. Oberfläche	
2.1 <i>Plug & Play</i>	W
2.2 Simple <i>Button-/Drop-Down</i> -Funktionen	F
2.3 Optisches Signal bei Fehlern	F
2.4 Infoboxen für detaillierte Fehlermeldungen	F
2.5 Darstellung der Bilderreihe	W
2.6 Darstellung der Messergebnisse	F

Abbildung 5.7 zeigt das erstellte GUI des MM-Polarimeters. Mit Hilfe der GUI ist die aktive Wahl des Speicherorts, die Zuordnung der Treiber (PSG oder PSA), die Auswahl der zu erzeugenden Zustände (16, 36 oder einzelne Einträge), das Starten der Messung und die Auswertung der Intensitätsbilder möglich. Die folgenden Informationen werden im Rahmen einer .txt-Datei an C++ übergeben:

- Seriennummer PSG
- Seriennummer PSA
- Speicherort der Bilder
- Gesamtzahl der Polarisationszustandskombinationen
- Polarisationszustandskombinationen (in einzelnen Zeilen)

Darüber hinaus sind Signalleuchten für die Statusabfrage der Kamera, des Arduino[®] und der Messung sowie eine Möglichkeit zum Anschalten der LED implementiert. Im Falle eines Fehlers weist ein Ausgabefenster auf mögliche Ursachen hin. Nach Abschluss der Messung können

die aufgenommenen Bilder angezeigt, eine graphische Auswertung der MM dargestellt und die Ergebnisse der Berechnungen automatisch als .csv-Datei abgelegt werden. Abbildung 5.8 zeigt eine Übersicht der verwendeten Software inklusive der umgesetzten Funktionen.

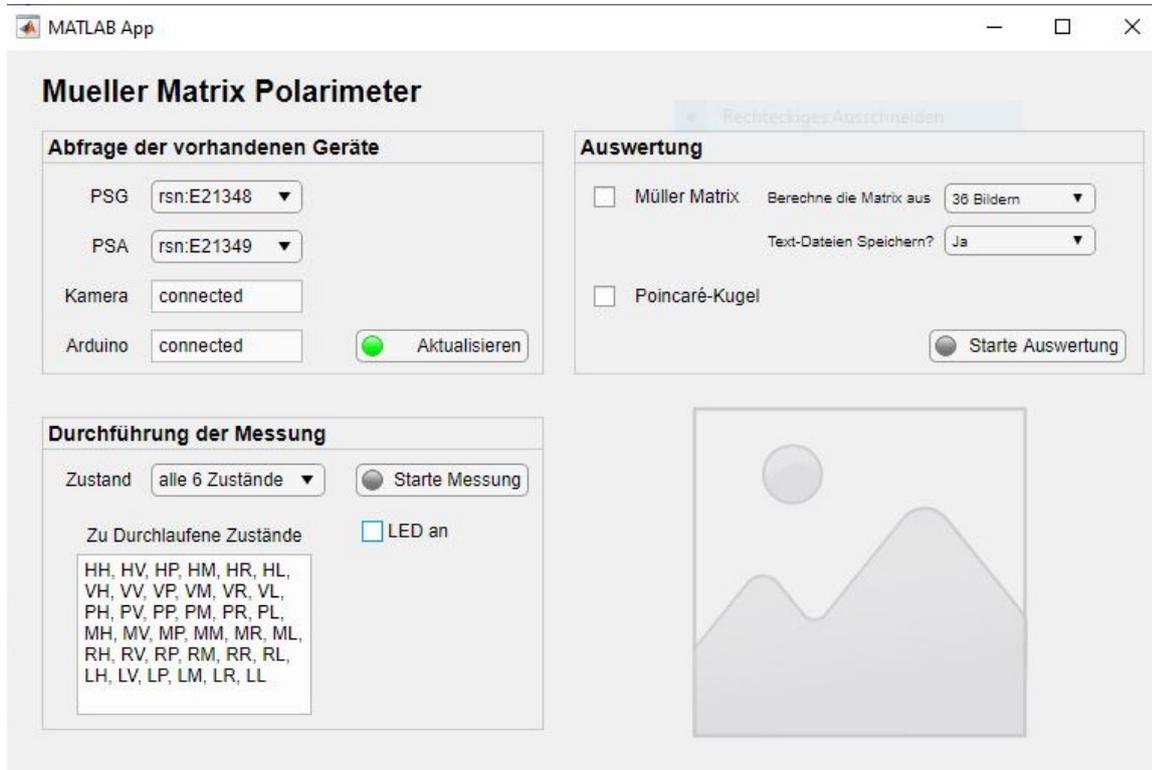


Abbildung 5.7: Screenshot des GUI, mit den Bereichen: Abfrage der vorhandenen Geräte (Initialisierung), Durchführung der Messung (Messparameter), Auswertung und Darstellung.

Ansteuerung der Polarisierungseinheiten Zur initialen Funktionsprüfung der Treiber, wird zunächst die Hersteller-eigene Software CellDRIVE5000 (Meadowlark Optics Inc., Frederick, CO, USA) verwendet. Das erzeugte Ausgangssignal wird mit Hilfe eines Oszilloskops überprüft. Während die benötigte Spannung durch die externen Treiber bereit gestellt wird, ist die Ansteuerung C++-basiert. Die benötigten Beispielprogramme und Bibliotheken sind im Lieferumfang der Treiber enthalten. Zur Einspeisung der Steuerspannung wird zunächst die Seriennummer abgefragt (Differenzierung der Treiber), anschließend der Kanal festgelegt und abschließend die gewünschte Spannung als Variable übergeben (0 bis 10000 mV). Die Übergabe dieser Informationen erfolgt über .txt-Dateien. Die benötigten Spannungen sind einzeln als Variablen definiert. Im Falle eines auftretenden Fehlers besteht die Möglichkeit, auf funktionsfähige .txt-Dateien zurückzugreifen (*Backup-Loop*).

Ansteuerung der Kamera Die Kamera kann mittels der Herstellersoftware Spinnaker SDK (Teledyne FLIR LLC, Wilsonville, OR, USA) und der mitgelieferten Applikation „SpinView“

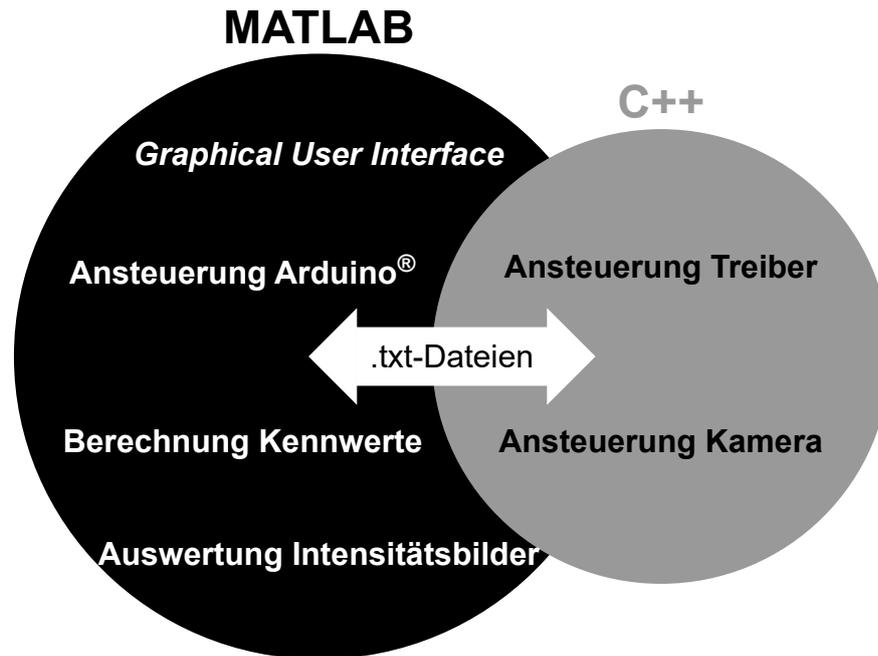


Abbildung 5.8: Übersicht der verwendeten Software: Gesamtsteuerung des Systems, Ansteuerung des Arduino[®] UNO, Berechnung der Kennwerte und Auswertung der Intensitätsbilder mittels MATLAB sowie Ansteuerung der Treiber und Kamera mittels C++. Die Übergabe der Informationen zwischen MATLAB und C++ erfolgt mittels .txt-Dateien.

angesteuert werden. Die Datenübertragung wird mit einem USB3-Kabel realisiert. Diese separate Ansteuerung wird zu Beginn genutzt, um die einzelnen Komponenten des Polarimeters auszurichten und den Fokus der Kamera in die Ebene der Probenhalterung zu legen. Die Ansteuerung der Kamera ist ebenfalls in C++ umgesetzt. Mittels .txt-Datei werden die benötigten Informationen an C++ übergeben: Speicherort der Bilder und die Gesamtzahl der Zustandskombinationen. Eine implementierte Schleife, mit dem Abbruchkriterium „Gesamtzahl der Zustandskombinationen“, steuert die Bildaufnahme. Zur Berücksichtigung der *Rise-* und *Fall Time* (s. Abschnitt 2.6.3) werden nach jeder Übergabe der Steuerspannung an die LCVRs und nach der Aufnahme jedes Bildes eine Verzögerung von 20 ms integriert. Die aufgenommenen Bilder werden im .tiff-Format gespeichert und anschließend der Zähler der Schleife um eins erhöht. Sobald das Abbruchkriterium „Gesamtzahl der Zustandskombinationen“ erreicht ist, wird eine .txt-Datei übergeben, die das Ende des Messvorgangs bestätigt.

5.3.3 Auswertung der Intensitätsbilder

Die gesamte Auswertung erfolgt in MATLAB. Die verwendeten Algorithmen wurden von FRICKE [22] entwickelt und im Rahmen erster Untersuchungen validiert [8, 10, 22]. Die einzelnen Einträge der MM werden wie in Abschnitt 2.5.1 aus jeweils 16 oder 36 Bildern berechnet. Abbildung 5.9 illustriert das Prinzip der Auswertung im Rahmen der MM-Polarimetrie.

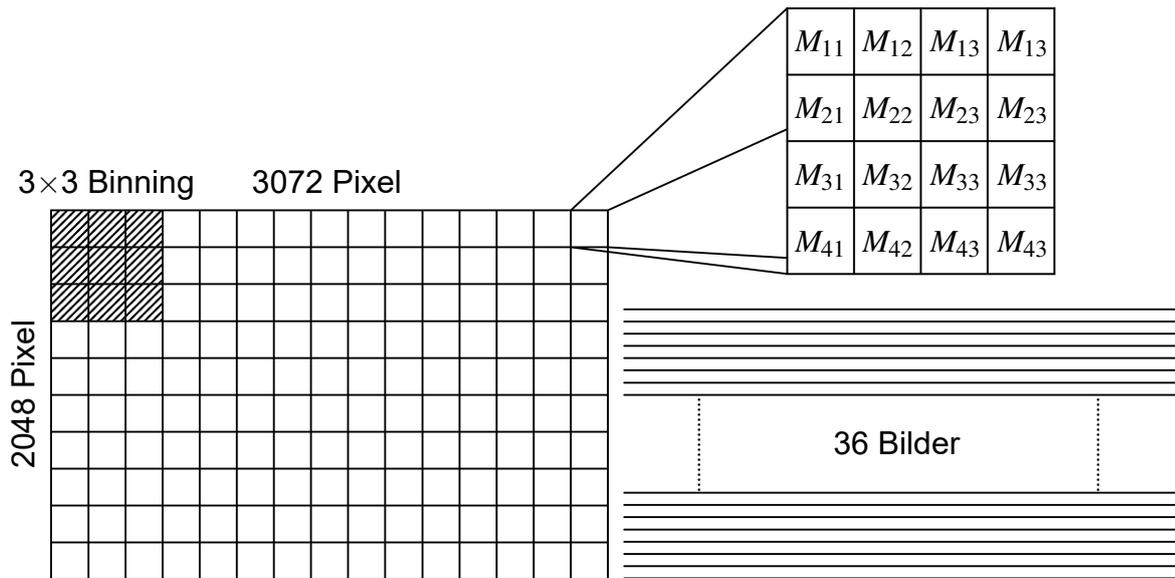


Abbildung 5.9: Prinzip der MM-Polarimetrie Auswertung. Die vollständige MM wird auf Basis der 36 Intensitätsbilder für jeden Pixel berechnet. Im Rahmen des *Binnings* werden Pixel zusammengefasst und so das arithmetische Mittel der Werte gebildet.

Durch die Verwendung einer Kamera mit einem Pixelarray, statt eines simplen Photosensors, ist eine orts aufgelöste Berechnung der MM möglich. Dabei wird die MM jedes einzelnen Pixels (3072×2048) berechnet. Zur Reduktion der benötigten Rechenleistung und möglichem Rauschen wird das so genannte *Binning*, die Zusammenfassung beieinander liegender Pixel (s. Abb. 5.9), genutzt. Die resultierende MM wird auf den Eintrag M_{11} normiert. Auf diese Matrix wird, wie in Abschnitt 2.5.2 erläutert, die Polarzerlegung angewandt und die Kennwerte P , D , Δ , R , δ und ψ mit Hilfe von Gleichung 2.26, 2.28, 2.30, 2.33 und 2.36 berechnet. Darüber hinaus wird der STOKES-Vektor der SA der Verzögerung berechnet (s. Gleichung (Gl.) 2.34). Dieser kann im Rahmen der POINCARÉ-Kugel in zwei Dimensionen (Äquatorialebene H/V und P/M) oder drei Dimensionen angezeigt werden. Die Ergebnisse aller Berechnungen werden als .csv-Datei exportiert und bei Bedarf als .txt-Datei.

5.3.4 Bestimmung der Faserausrichtung mittels MÜLLER Matrix-Messungen

Die Dauer einer vollständigen MM-Messung beträgt 17s und die anschließende Berechnung sowie Datenausgabe dauert, je nach Ressourcen des verwendeten PCs, weitere 15 bis 30s.

Bestimmung der Faserausrichtung im Gefüge Zur Messung der Faserausrichtung werden pro Vlies (sechs) jeder Stufe (sieben) vier Proben vermessen. Damit ergeben sich 30 Proben pro Stufe und insgesamt 210 Prüfkörper. Diese werden jeweils individuell mit Gummibändern

auf der Halterung fixiert. Dabei entspricht die Rotationsrichtung des Kollektors der vertikalen Achse der Halterung. Die Probenhalterung wird so orientiert, dass die Rückseite zum PSG und die Vorderseite, inklusive der Probe, zum PSA zeigt. Der Fokus der Kamera liegt in der Probenebene. Anschließend wird die vollständige MM, auf Basis von 36 Bildern, bestimmt. Die MM der rotationsabhängigen Faserausrichtung bei 0° wird ebenfalls für die Bestimmung der Faserausrichtung herangezogen.

Bestimmung der rotationsabhängigen Faserausrichtung im Gefüge Zur Messung der rotationsabhängigen Faserausrichtung wird aus einem Vlies jeder Stufe (sieben) eine Probe für 19 verschiedene Rotationswinkel (360° in 20° -Schritten) vermessen. Insgesamt also sieben Prüfkörper. Darüber hinaus wird pro Vlies (sechs) jeder Stufe (sieben) eine Proben für zehn verschiedene Rotationswinkel (360° in 20° -Schritten) vermessen. Damit ergeben sich sechs Proben pro Stufe und insgesamt 42 Prüfkörper. Diese werden einzeln auf der *High-Precision Rotation Mount* positioniert und mit einem 3D-gedruckten Rahmen sowie vier Zylinderkopfschrauben UNC #4 – 40 fixiert. Dabei entspricht die Rotationsrichtung des Kollektors der vertikalen Achse (0° - 180°). Abb. 5.10 zeigt die *Rotation Mount* inklusive befestigter Vlies-Probe.



Abbildung 5.10: *High-Precision Rotation Mount* mit fixierter Vlies-Probe. Die elektrogesponnene PCL-Probe ist mit Hilfe eines Rahmens auf der Oberseite der *Rotation Mount* befestigt.

Im Rahmen der Messungen wird die *Rotation Mount* mit der Rückseite zum PSG und der Vorderseite, inklusive der Probe, zum PSA ausgerichtet. Der Fokus der Kamera wird wieder in die Probenebene gelegt. Die Rotation der Probe erfolgt entlang der Skala der *High-Precision Rotation Mount* im Uhrzeigersinn. Für jeden eingestellten Winkel wird die Rotation mit Hilfe der Fixierungsschraube verhindert und die vollständige MM, auf Basis von 36 Bildern, bestimmt.

5.4 Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Zeitstandversuch

5.4.1 Einleitung

Zur sicheren Auslegung von polymeren Bauteilen ist eine genaue Kenntnis des Verhaltens unter Last (ruhender Beanspruchung) von Nöten [147]. Dies gilt insbesondere für medizintechnische Implantate, wie sie zum Beispiel im *Tissue Engineering* (TE) eingesetzt werden. Polymere weisen schon bei Raumtemperatur ein viskoelastisches Verhalten auf [147] und die Gefügestruktur elektrogessponnener Vliese trägt noch weiter zu diesem Verhalten bei. Da im Bereich des Knochen-Sehnen-*Tissue Engineerings* (TE) die Vliese unterschiedlich ausgerichtete Fasern enthalten, muss auch dies in die Betrachtung mit einbezogen werden. Bei der konstanten Verformung ε einer polymeren Probe, tritt ein zeitabhängiger Kraftverlust auf. Das statische Langzeitverhalten einer solchen Probe kann durch das Relaxations- und das Retardationsverhalten charakterisiert werden. Da bei der physiologischen Belastung einer Sehne vermehrt isometrische Phasen auftreten, ist das Relaxationsverhalten für Implantate von hoher Bedeutung. Zur Untersuchung des Langzeitverhaltens können sowohl Zeitstandzug-, Zeitstanddruck- und Zeitstandbiegeversuche durchgeführt werden [147]. Im Rahmen dieser Arbeit werden Zeitstandzugversuche verwendet, um die Ausrichtungsänderung der Fasern im Gefüge elektrogessponnener PCL-Vliese zu untersuchen.

5.4.2 Aufbau und Probenpräparation

Zur Durchführung der Zeitstandversuche wird im Rahmen dieser Arbeit eine Electro Force Test Bench (Bose Corporation, Framingham, MA, USA) verwendet, ausgestattet mit einer 20N-Kraftmessdose. Die Kalibrierung der Sensorgenauigkeit erfolgt für den Weg nach ASTM E2309 [153] sowie nach ASTM E4 [154] für die Kraft. Die Messunsicherheit liegt damit bei $\pm 1\%$. Mit der Electro Force Test Bench ist eine Auslenkung bis zu 60 mm möglich. Die Anlage besteht aus den folgenden Komponenten:

- (a) Belastungssystem
- (b) Probenaufnahmen
- (c) Kraftmessdose
- (d) Gestell

Abbildung 5.11 zeigt den Aufbau der Test Bench. Das Belastungssystem und das Gestell sind jeweils auf dem optischen Tisch verschraubt. Die Kraftmessdose ist mit dem Flansch am Ende der drehbar, im Gestell, gelagerten Welle verschraubt. Je eine Probenaufnahme ist an den Ausleger

des Belastungssystems und an die Kraftmessdose geschraubt. Die Fixierung der Proben erfolgt zwischen den geriffelten Backen der Aufnahmen. Gestell und Belastungssystem sind gegenüber positioniert, sodass die Zugrichtung horizontal uniaxial verläuft.

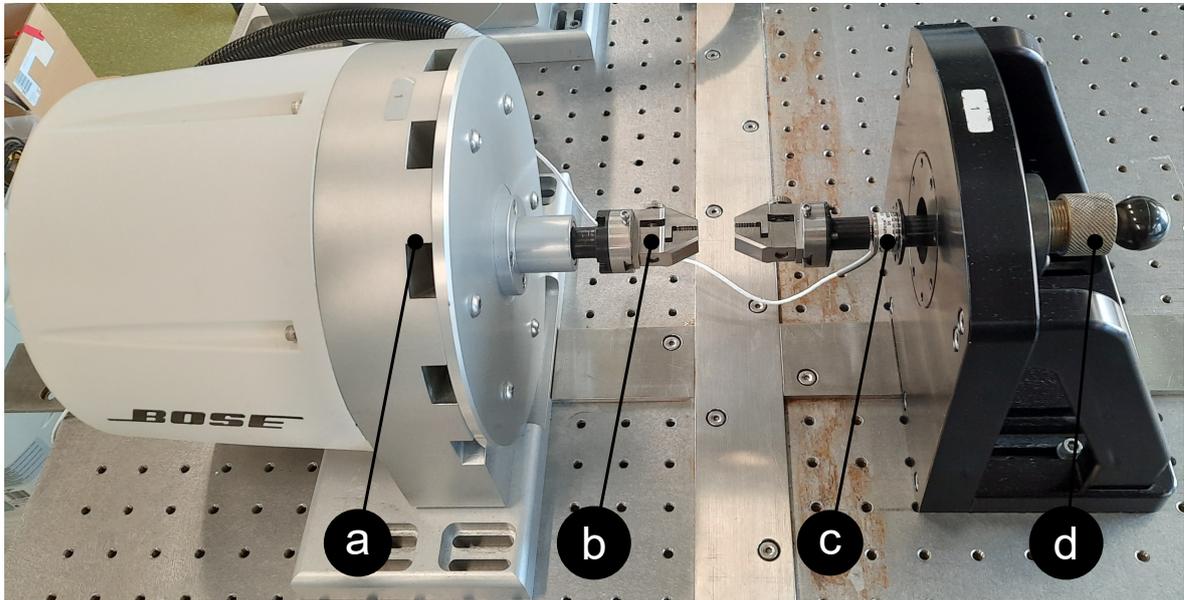


Abbildung 5.11: Electro Force Test Bench mit dem Belastungssystem (a), den Probenaufnahmen (b), der Kraftmessdose (c) und dem Gestell (d).

Um die Vorschädigung der PCL-Vlies-Proben zu verhindern, wird eine nach DELP et al. [9] angepasste Probengeometrie und -präparation verwendet. Die verwendete Geometrie ist in Abbildung 5.12 abgebildet. Ein Papierrahmen mit den Maßen $40\text{ mm} \times 35\text{ mm}$ ($L \times B$) und einer Aussparung von $20\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ ($L \times B$) wird dabei zur Stabilisierung der Probe verwendet (s. Abbildung 5.12a). Die PCL-Probe wird aus der Mitte des Vlieses präpariert ($40\text{ mm} \times 15\text{ mm}$), wobei die Längsseite der Probe parallel zur Rotationsrichtung des Kollektors verläuft. Mittels beidseitigem Klebeband wird die Probe auf dem Papierrahmen fixiert. Aus der Probengeometrie und dem Papierrahmen ergibt sich eine freie Einspannlänge von 20 mm.

5.4.3 Bestimmung der Haltedauer im Zeitstandversuch

Die relevante Dehnung eines Implantats im physiologischen Umfeld beträgt $\varepsilon_{phys} < 5\%$ [23, 24] und liegt damit weit unter der Bruchdehnung elektrogesponnener PCL-Vliese [8]. Bei einer freien Einspannlänge von 20 mm folgt eine benötigte Auslenkung von 1 mm. Um eine definierte und stoßfreie Krafteinleitung zu gewährleisten, erfolgt die Auslenkung der Probe mit einer Prüfungsgeschwindigkeit von $0,167\text{ mm/s}$ (1 mm/min), angelehnt an DIN 527-1 Tabelle 1 [155]. Diese Auslenkung wird anschließend für die entsprechende Dauer konstant gehalten. Alle Zeitstandversuche werden trocken und bei Raumtemperatur durchgeführt. Zur Versuchsdurchführung werden die Proben an den Klebestellen der Vliese in den Probenaufnahmen fixiert, der

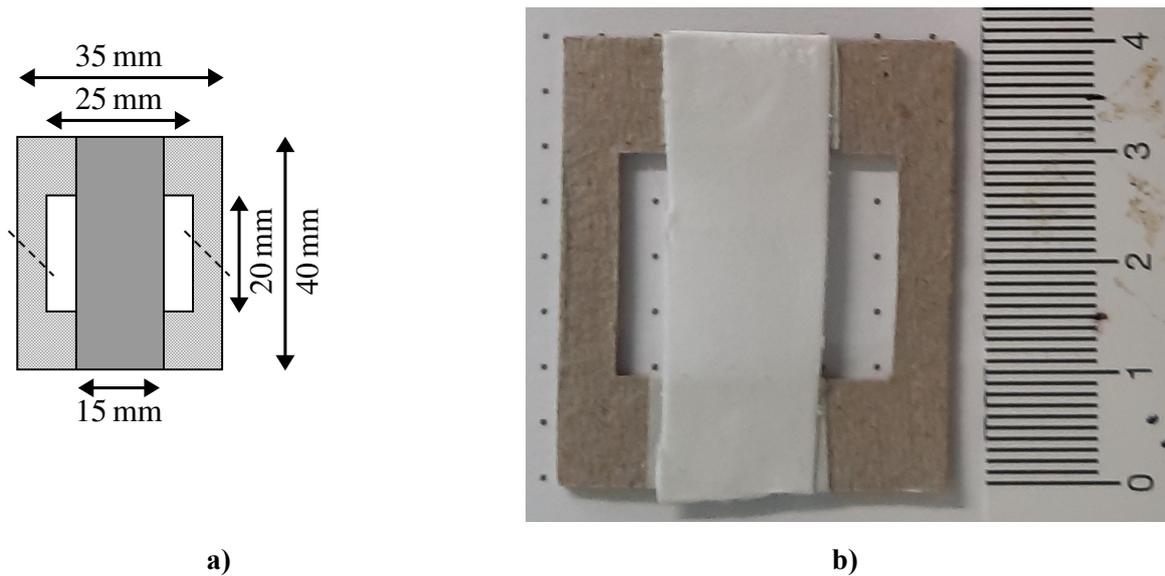


Abbildung 5.12: Probengeometrie elektrogenespinnener Vliese für den Zeitstandversuch: a) Schemazeichnung der Probengeometrie mit dem Papierrahmen in graukariert, der Vlies-Probe in dunkelgrau und der Schneidmarkierung in schwarz. b) exemplarisch auf einem Papprahmen aufgeklebte Vlies-Probe.

Rahmen auf beiden Seiten durchschnitten und anschließend der Durchlauf gestartet. In Abbildung 5.13 sind der Verlauf der Auslenkung und exemplarische, zeitabhängige Kraftverläufe über eine Haltedauer von 5 min dargestellt. Im Rahmen dieser Arbeit werden MM-Messungen im unbelasteten und belasteten Zustand der Vlies-Proben durchgeführt. Um sicher zu stellen, dass die Fasern während der Messung keiner akuten Relaxationsbewegung unterliegen, wird zu Beginn die benötigte Haltedauer der Dehnung bestimmt [156]. Mit dem hier verwendeten Aufbau dauert eine Messung der vollständigen MM 17s. Unter der Verwendung eines Sicherheitsfaktors von 2, ergibt sich ein Beobachtungszeitraum von 34 s. Für die Bestimmung der Haltedauer wird aus einem Vlies jeder Stufe (sieben) eine Vlies-Probe präpariert und ruhend für 5 min belastet. Damit ergeben sich insgesamt 7 Prüfkörper. Anschließend wird der prozentuale Kraftverlust $\Delta F_{\%}$ jeder Probe, nach einer Haltedauer von 3 min, im Beobachtungszeitraum (34s) berechnet:

$$\Delta F_{\%} = \frac{F_{t_2} - F_{t_1}}{F_{max}} \times 100 \% \quad (5.1)$$

mit $t_1 = 240$ s und $t_2 = 274$ s und F_{max} der maximal auftretenden Kraft im jeweiligen Zeitstandversuch.

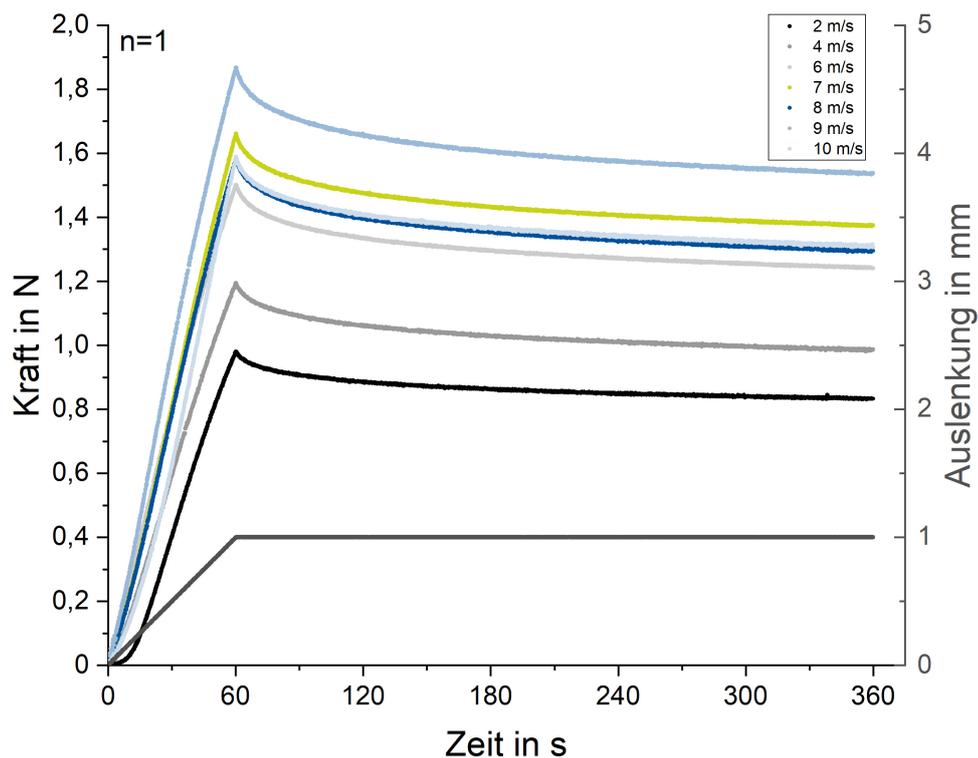


Abbildung 5.13: Exemplarische Kraftverläufe über 6 min des Zeitstandversuchs. Die Rampe der Auslenkung ist in dunkelgrau dargestellt (1 min) und die Kraftverläufe darüber in blau, grün und grau.

5.4.4 Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Gefüge

Die Ergebnisse der Untersuchung aus Abschnitt 5.4.3 sind in Abb. 6.13 dargestellt. Aus Abschnitt 6.3.1 geht hervor, dass der prozentuale Kraftverlust nach einer Haltedauer von 3 min innerhalb der Messunsicherheit der Kraftmessdose liegt. Daher wird für die weitere Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Gefüge eine Haltedauer von 3 min verwendet. Auch die Probengeometrie und -präparation sowie die Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min finden Anwendung in den weiteren Versuchen. Zur Messung der MM im unbelasteten und belasteten Zustand, wird das MM-Polarimeter orthogonal zur Zugrichtung des Belastungssystem positioniert. Abb. 5.14 zeigt den kompletten Versuchsaufbau. Im Rahmen dieser Versuche wird das Gehäuse des MM-Polarimeters angepasst. Auf jeder Seite werden Aussparungen gefräst, um sowohl Gestell als auch Belastungssystem in das Gehäuse zu integrieren. Die Probenaufnahmen werden so rotiert, dass die Proben orthogonal im Strahlengang der LED des Polarimeters stehen (s. Abb. 5.14). Dabei befindet sich die Probe in der Fokusebene der Kamera. Darüber hinaus wird zur Reduktion des Streulichts der Arduino[®]-LED im Gehäuse, eine Trennwand auf Höhe des PSG positioniert (s. Abb. 5.14). Die Höhe des Polarimeters wird mittels Abstandshaltern so angepasst, dass sich der Lichtstrahl der LED mittig auf der Probe befindet.

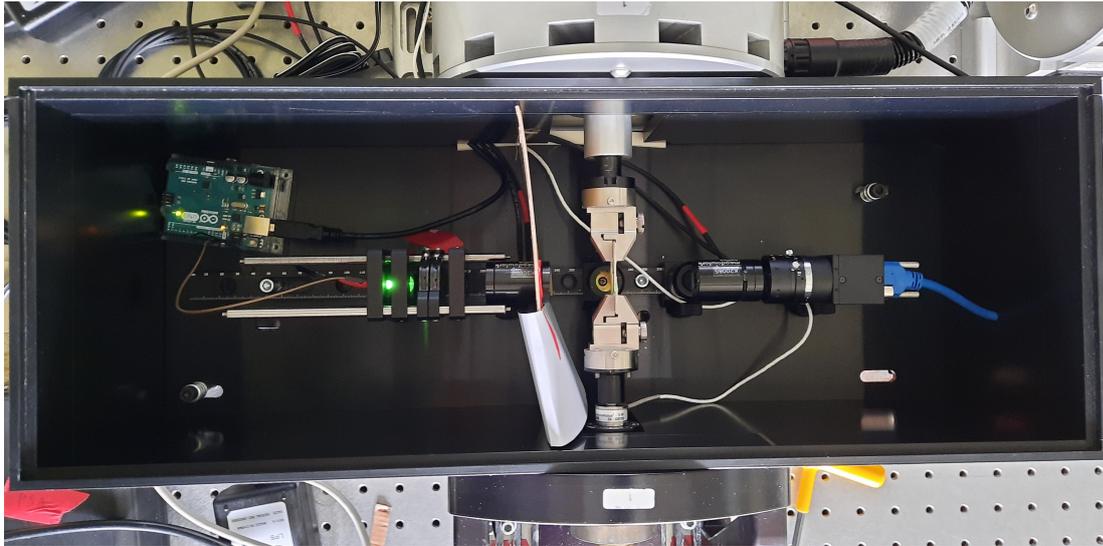


Abbildung 5.14: Aufbau zur MM-Messung im Zeitstandsversuch. Draufsicht mit dem MM-Polarimeter in horizontaler und der Bose Electro Force Test Bench in vertikaler Richtung.

Anschließend wird das Gehäuse des Polarimeters mittels Schrauben auf dem optischen Tisch fixiert. Die Versuchsdurchführung erfolgt nach dem folgenden Protokoll:

1. Einspannung der Probe in der Aufnahme
2. Durchtrennen des Papierrahmens
3. Schließen des Polarimeter-Gehäuses
4. Messung der vollständigen MM (17 s)
5. Anfahren der benötigten Dehnung (60 s)
6. Halten der Dehnung (180 s)
7. Messung der vollständigen MM (17 s)
8. Entlastung der Probe
9. Öffnen des Polarimeter-Gehäuses
10. Entfernung der Probe

Zur Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Gefüge werden pro Vlies (sechs) jeder Stufe (sieben) drei Proben vermessen. Damit ergeben sich 18 Proben pro Stufe und insgesamt 126 Prüfkörper.

5.5 Datenanalyse

5.5.1 Kategorisierung der Daten

Das primäre Merkmal in dieser Arbeit ist definiert als die „Orientierung der Fasern im Vlies“. Das resultierende Messergebnis dieser relevanten Größe (Merkmal) wird als Datum (bzw. Messwert oder Beobachtungswert) bezeichnet. Der Wertebereich beschreibt dabei die Menge aller möglichen Ausprägungen des Merkmals. Die Liste aller gemessenen Daten wird als Datensatz bezeichnet. In dieser Arbeit ermittelte Datensätze können als unabhängig betrachtet werden und sind metrisch (stetig) skaliert. Die Unabhängigkeit der Messwerte beruht auf den folgenden Annahmen:

- (i) Die einzelnen Fasern sind statistisch im Vlies verteilt, bedingt dadurch muss eine Vielzahl an Fasern vermessen werden um eine robuste Stichprobe zu erhalten.
- (ii) Bei jeder Messung wird lediglich ein kleiner Ausschnitt des Vlieses untersucht. Auf Basis der Methoden muss daher von einer unbekanntem Grundgesamtheit ausgegangen werden.
- (iii) Im Rahmen der REM-basierten Messmethode wird bewusst nur die Oberfläche der Vliese quantifiziert. Daraus folgt ein eingeschränkter Informationsgewinn.

5.5.2 Deskriptive Statistik

Im Rahmen einer explorativen Datenanalyse kommen Werkzeuge aus der beschreibenden (deskriptiven) Statistik zum Einsatz. Mittels der zur Verfügung stehenden Methoden, lassen sich Strukturen und Zusammenhänge im Datenmaterial erkennen [157]. Zur Komprimierung der Informationen und dem Vergleich unterschiedlicher Datensätze, werden unter anderem statistische Kenngrößen (Lagemaße und Streuungsmaße) sowie graphische Methoden (Box-Plot, Quantil-Quantil-Plot, Punktdiagramme und Regressionsanalysen) verwendet. Das Lagemaß beschreibt dabei die Position des Datensatzes, mittels eines aus den Daten errechneten Werts. Die hier verwendeten Lagemaße für metrische Daten sind: arithmetisches Mittel, Median und Quantile. Allerdings ist das Lagemaß zur vollständigen Beschreibung eines Datensatzes nicht ausreichend. Zur Quantifizierung der individuellen Abweichungen werden ergänzend Streuungsmaße genutzt. Das Abweichungsverhalten von Merkmalsausprägungen in Datensätzen kann mittels dieser Streuungsmaße quantifiziert werden. Im Rahmen dieser Arbeit werden Streuungsmaße verwendet die auf der Differenz zwischen Lagemaßen basieren (Spannweite und Quartilsabstand) und solche die Abweichungen zwischen den Werten des Datensatzes und dem entsprechenden Lagemaß verwenden (empirische Standardabweichung). [157] Zur graphischen Darstellung von Lage- und Streuungsmaßen sowie zur weiterführenden Analyse der Daten werden in dieser Arbeit Box-Plots, Quantil-Quantil-Plots und Punktdiagramme inklusive Regressionsanalyse verwendet. Zur Berechnung aller statistischen Kenngrößen, für die graphischen Auswer-

tung und die Durchführung der Hypothesentests im Rahmen der schließenden Statistik werden die Software OriginPro 2018b sowie OriginPro 2022 (OriginLab Corporation, Northampton, MA, USA) und Microsoft Excel 2019 (Microsoft Corporation, Redmond, WA, USA) verwendet.

Lagemaße Das arithmetische Mittel \bar{x} eines metrisch-skalierten Datensatzes mit den Beobachtungswerten x_1, \dots, x_n , ist wie folgt definiert [157]:

$$\bar{x} = \frac{1}{n}(x_1 + x_2 + \dots + x_n) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (5.2)$$

Mit n der Anzahl der Beobachtungen x_i je Datensatz (Stichprobenumfang). Beobachtungen die relativ zur Mehrzahl der Daten groß oder klein sind, werden als Ausreißer bezeichnet. Ursachen für Ausreißer können Mess- bzw. Übertragungsfehler sein, aber auch durch korrekte Messungen auftreten. Das arithmetische Mittel wird, bedingt durch seine Definition (s. Gl. 5.2), stark von Ausreißern beeinflusst. [157] Für alle Datensätze mit einem Stichprobenumfang $n \geq 5$ wird das arithmetische Mittel berechnet und es findet Verwendung in der graphischen Auswertung. Der Median ist definiert als der Wert der „in der Mitte“ der Daten liegt. Die Hälfte der Daten ist dabei also kleiner/gleich und die Hälfte ist größer/gleich dem Median. Es existiert bei ungeraden Stichprobenumfängen also nur ein einziger Wert, der diese Bedingung erfüllt. Liegt allerdings eine gerade Anzahl an Beobachtungen im Datensatz vor, wird das arithmetische Mittel (s. Gl. 5.2) berechnet um einen eindeutigen Wert für den Median zu erzeugen. [157] Mit der Rangwertreihe $x_{(1)} \leq \dots \leq x_{(n)}$ eines metrisch-skalierten Datensatzes x_1, \dots, x_n , ist der Median \tilde{x} definiert als [157]:

$$\tilde{x} = \begin{cases} x_{(\frac{n+1}{2})} & \text{falls } n \text{ ungerade} \\ \frac{1}{2}(x_{(\frac{n}{2})} + x_{(\frac{n}{2}+1)}) & \text{falls } n \text{ gerade} \end{cases} \quad (5.3)$$

Wobei der Median bedeutet, dass in mindestens 50% der Fälle mindestens \tilde{x} und in 50% der Fälle maximal \tilde{x} auftritt. Im Gegensatz zum arithmetischen Mittel ist der Median ein robustes Lagemaß, er ist wenig beeinflusst durch Ausreißer. [157] Im Rahmen dieser Arbeit kommt der Median bei der Darstellung der Datensätze anhand ihrer Verteilung zum Einsatz. Mittels Quantile können Informationen über die Form der Häufigkeitsverteilung von Beobachtungen in Datensätzen gewonnen werden. Dabei ist ein bestimmter Anteil der Werte einer Stichprobe kleiner als das Quantil, der Rest ist größer. Die p -Quantile lassen sich für metrische Daten analog zum Median (s. Gl. 5.3) berechnen. Auch bildet die Rangwertreihe $x_{(1)} \leq \dots \leq x_{(n)}$ eines metrisch-skalierten Datensatzes x_1, \dots, x_n die Basis. [157] Dabei ist das p -Quantil \tilde{x}_p für $p \in (0, 1)$ gegeben durch [157]:

$$\tilde{x}_p = \begin{cases} x_{(k)} & \text{falls } np < k < np + 1, np \notin \mathbb{N} \\ \frac{1}{2}(x_{(k)} + x_{(k+1)}) & \text{falls } k = np, np \in \mathbb{N} \end{cases} \quad (5.4)$$

Aus der Definition der Quantile ergeben sich spezielle Bezeichnungen für $p = 0,25$, $p = 0,5$ und $p = 0,75$. Dabei heißt das 0,25-Quantil $\tilde{x}_{0,25}$ „unteres Quartil“, das 0,5-Quantil $\tilde{x}_{0,5}$ entspricht dem Median (s. Gl. 5.3) und das 0,75-Quantil $\tilde{x}_{0,75}$ wird als „oberes Quartil“ bezeichnet. Diese speziellen p-Quantile werden in dieser Arbeit zur graphischen Darstellung der Verteilung der Daten genutzt. Hierbei sind der Abstand des oberen und unteren Quartils zum Median bei „symmetrischen“ Verteilungen nahezu gleich. Sind die Abstände jedoch unterschiedlich, muss von einer rechts- oder linksschiefen Häufigkeitsverteilung ausgegangen werden. [157]

Streuungsmaße Die Differenz zwischen Maximum und Minimum der Beobachtungswerte eines Datensatzes wird als die Spannweite S bezeichnet. [157] Dabei gilt für einen metrisch-skalierten Datensatz x_1, \dots, x_n [157]:

$$S = x_{(n)} - x_{(1)} \quad (5.5)$$

Mit dem Minimum $x_{(1)}$ und dem Maximum $x_{(n)}$. Die Spannweite beruht auf dem größten und dem kleinsten Wert und ist somit sehr anfällig für Änderungen in den Randbereichen des Datensatzes. Diese Sensibilität gegenüber Ausreißern kann zu einem verzerrten Eindruck der Streuung im Datensatz führen. Daher wird die Spannweite S im Rahmen dieser Arbeit nur in Verbindung mit anderen, robusteren Streuungsmaßen verwendet. Der Quartilsabstand Q beruht auf der Differenz zweier Lagemaße, dem oberen Quartil $\tilde{x}_{0,75}$ und dem unteren Quartil $\tilde{x}_{0,25}$. Ausgehend von der Definition dieser Quantile (s. Gl. 5.4), liegen mindestens 50 % der zentralen Beobachtungswerte im Bereich $[\tilde{x}_{0,25}, \tilde{x}_{0,75}]$. Somit kann der Quartilsabstand Q genutzt werden, um einen Teil der Streuung eines Datensatzes zu beschreiben. [157] Für einen metrisch-skalierten Datensatz x_1, \dots, x_n gilt dabei [157]:

$$Q = \tilde{x}_{0,75} - \tilde{x}_{0,25} \quad (5.6)$$

Im Gegensatz zur Spannweite S (s. Gl. 5.5), ist der Quartilsabstand nicht empfindlich gegenüber Änderungen in den größten und kleinsten Werten. Damit ist der Quartilsabstand Q ein robusteres Maß der Streuung gegenüber extremen Werten als die Spannweite S . Es gilt $Q \leq S$. [157] Im Rahmen dieser wird der Quartilsabstand Q besonders für die Betrachtung der Verteilung der Daten im Datensatz und zur Ergänzung der Spannweite S verwendet. Die empirische Varianz s^2 (auch Stichprobenvarianz) ist ein Streuungsmaß der Stichprobe, wohingegen die Varianz σ^2 ein Streuungsmaß der Grundgesamtheit darstellt. empirische Varianz basiert auf der Summe der Ab-

weichungsquadrate und ist für einen metrischen Datensatz x_1, \dots, x_n , mit dem nach Gleichung 5.2 berechneten arithmetischen Mittel \bar{x} , definiert als [157]:

$$s^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (5.7)$$

Bei unbekannter Grundgesamtheit der Beobachtungen kann es zu verzerrten bzw. verfälschten (eng. *biased*) Ergebnissen kommen. Um diesen systemischen Fehler oder auch *Bias* zu vermeiden, wird in dieser Arbeit eine angepasste Form der empirischen Varianz verwendet. [158] Die verwendete empirische Varianz ist definiert als [157]:

$$\tilde{s}^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (5.8)$$

Bedingt durch das Quadrieren der Abweichungen, haben große Differenzen einen großen Einfluss auf die empirische Varianz. Die empirische Standardabweichung \tilde{s} (auch Stichprobenstandardabweichung) berechnet sich für den metrischen Datensatz x_1, \dots, x_n wie folgt aus der angepassten empirischen Varianz (s. Gl. 5.8) [157]:

$$\tilde{s} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (5.9)$$

Die empirische Standardabweichung \tilde{s} stellt ein intuitiveres Streuungsmaß dar als die empirische Varianz s^2 , da sie die selbe Maßeinheit besitzt wie die Daten des Datensatzes. [157] Daher wird die empirische Varianz in dieser Arbeit hauptsächlich im Rahmen von Hypothesentests verwendet und die empirische Standardabweichung als Ergänzung der Lagemaße für die graphische Auswertung bei Stichprobenumfängen $n \geq 25$.

Graphische Auswertung Mittels Box-Plots können die Lage und Streuung eines Datensatzes graphisch dargestellt und darüber hinaus multiple Datensätze miteinander verglichen werden. Dabei existieren viele verschiedene Kombinationen aus verwendeten Lage- und Streuungsmaße zur Erstellung der Plots. [157] Im Rahmen dieser Arbeit wird die folgende Variante verwendet. Das zentrale Element stellt dabei ein Kasten (eng.: *Box*) mit zwei Antennen (eng.: *Whiskers*) mit jeweils einer orthogonalen Linie am Ende dar. Eine Achse legt dabei die Skalierung der Daten fest; in diesem Falle metrisch-skaliert. Der untere Rand der Box wird durch das untere Quartil ($\tilde{x}_{0,25}$) und der obere Rand durch das obere Quartil ($\tilde{x}_{0,75}$) definiert. Der Abstand zwischen oberem und unterem Rand der Box ist also definiert als der Quartilsabstand Q (s. Gl. 5.6). Der Median \tilde{x} (s. Gl. 5.3) wird als horizontale Linie in der Box dargestellt und das arithmetische Mittel \bar{x} (s. Gl. 5.2) als schwarzes Kreuz. [157] Die Antennen sind definiert als $1,5 \times Q$ und alle Werte die außerhalb der orthogonalen Linien liegen werden als individuelle Punkte markiert.

Die so dargestellten Werte werden als extreme Werte betrachtet, jedoch ohne dass ein spezifischer Test durchgeführt wird. In dieser Arbeit werden Box-Plots zum simultanen graphischen Vergleich multipler Datensätze, mit Stichprobenumfängen $n \geq 10$, verwendet. Basierend auf der Definition der p-Quantile (s. Gl. 5.4) geben sie dabei Aufschluss über die zugrunde liegende Häufigkeitsverteilung. In Abbildung 5.15 ist ein exemplarischer Box-Plot abgebildet.

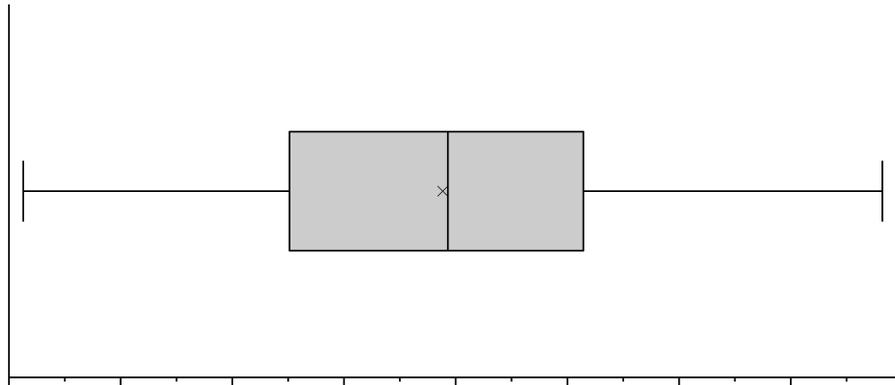


Abbildung 5.15: Darstellung eines exemplarischen Box-Plots.

Die deskriptive Regressionsanalyse bietet die Möglichkeit die funktionale Abhängigkeit zweier metrischer Merkmale X und Y mathematisch zu beschreiben. Die Basis bildet dabei die Identifikation dieser Abhängigkeitsstruktur, zum Beispiel durch theoretische Überlegungen oder die Auswertung eines Zusammenhangsmaßes. [157] In dieser Arbeit sind das erklärende Merkmal (Regressor, Einflussfaktor) X und das abhängige Merkmal (Regressand, Zielvariable) Y definiert als die Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors und die resultierende Orientierung der Fasern im Vlies. Für den Zusammenhang zwischen X und Y folgt daraus die Annahme [157]:

$$Y = f(X) \quad (5.10)$$

Dabei ist davon auszugehen, dass f von einem oder mehreren Parametern abhängt. Diese Parameter sollen mittels der Regressionsanalyse möglichst genau bestimmt werden und der Datensatz $(x_1, y_1), \dots, (x_n, y_n)$ dient dabei als Anhaltspunkt. Dabei sind die Funktionswerte \hat{y}_i , oder auch Regressionswerte, definiert als [157]:

$$\hat{y}_i = f(x_i) \quad (5.11)$$

Mit $i \in \{1, \dots, n\}$. Bedingt durch zum Beispiel Messfehler oder natürlich Schwankungen ist das idealisierte Modell aus Gleichung 5.10 nicht immer gültig. Daher gilt in der Regel $\hat{y}_i \neq y_i$ und die Regressionswerte $\hat{y}_1, \dots, \hat{y}_n$ weichen an den Stellen x_1, \dots, x_n von den gemessenen Werten y_1, \dots, y_n ab. Um dies zu kompensieren, wird die Beziehung zwischen X und Y (s. Gl. 5.10) um einen Fehlerterm ε ergänzt und mit Gleichung 5.11 ergibt sich [157]:

$$y_i = f(x_i) + \varepsilon_i \quad (5.12)$$

Mit $i \in \{1, \dots, n\}$. Dabei beschreibt der Fehlerterm ε die Abweichung der Regressionswerte \hat{y}_i zu den Messwerten y_i . Mit Hilfe einer ermittelten Näherung \hat{f} für die Regressionsfunktion f , kann mit $\hat{f}(x)$ eine „Prognose“ für den y -Wert eines nicht betrachteten x -Werts erzeugt werden. Dieses Verfahren wird häufig für Werte außerhalb von $x \in I_{Variable} = [x_{(1)}, \dots, x_{(n)}]$ verwendet. [157] In dieser Arbeit liegt der Fokus allerdings auf den nicht betrachteten x -Werten innerhalb von $I_{Variable}$, zur retrospektiven Analyse der Oberflächengeschwindigkeit als Einflussgröße bei der Vliesherstellung (Untersuchung der relativen Orientierung). Eine Prognose für Oberflächengeschwindigkeiten oberhalb der maximalen beobachteten Messwerte ergibt prozesstechnisch keinen Sinn und würde keinen Erkenntnisgewinn erzielen. Deshalb werden die obere und untere Grenze des betrachteten Bereichs $\tilde{I}_{Variable}$ durch die minimalen und maximalen Beobachtungswerte definiert. Zur Berechnung der Näherung \hat{f} , wird hier die Methode der kleinsten Quadrate verwendet. Dabei wird zunächst eine Klasse \mathcal{H} von Funktionen gewählt, in der mindestens eine Funktion den Einfluss von X auf Y beschrieben soll. [157] In dieser Arbeit wird eine Einflussgröße (Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors) betrachtet und ein linearer Zusammenhang der Merkmale X und Y ist plausibel. Daher wird hier eine lineare Regression durchgeführt und als parametrische Klasse \mathcal{H} die Menge der linearen Funktionen \mathcal{H}_{lin} verwendet [157]:

$$\mathcal{H}_{lin} = \{f_{u,m} = u + mx, x \in \mathbb{R} | u, m \in \mathbb{R}\} \quad (5.13)$$

Mit u und m den Parametern der Funktion f . Mittels der Methode der kleinsten Quadrate wird nun eine Funktion gesucht, die den Zusammenhang am besten beschreibt. Die quadratische Abweichung $Q(f)$ der Beobachtungswerte und Regressionswerte (s. Gl. 5.8) ergibt sich mit Gleichung 5.12 zu [157]:

$$Q(f) = \sum_{i=1}^n (y_i - f(x_i))^2 = \sum_{i=1}^n (\varepsilon_i)^2 \quad (5.14)$$

Aufbauend darauf wird eine Näherungsfunktion $\hat{f} \in \mathcal{H}_{lin}$ gesucht, für die gilt $Q(\hat{f}) \leq Q(f)$ für alle $f \in \mathcal{H}_{lin}$. [157] Zur Bewertung der Anpassung wird in dieser Arbeit das Bestimmtheitsmaß B_{xy} (auch R^2) verwendet. Dabei gilt im Falle der linearen Regression die Streuungszerlegung $s_y^2 = s_{\hat{y}}^2 + s_{\hat{\varepsilon}}^2$ [157]:

$$\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 = \sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2 + \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (5.15)$$

Mit der empirischen Varianz s_y^2 (s. Gl. 5.8) der Beobachtungswerte y_1, \dots, y_n , der empirischen Varianz $s_{\hat{y}}^2$ der Regressionswerte $\hat{y}_1, \dots, \hat{y}_n$ und der empirischen Varianz $s_{\hat{\varepsilon}}^2$ der Residuen $\hat{\varepsilon}_1, \dots, \hat{\varepsilon}_n$.

Damit kann die Gesamtstreuung s_y^2 des Merkmals Y zerlegt werden in einen Anteil der durch das Regressionsmodell zu erklären ist ($s_{\hat{y}}^2$) und einen Anteil der die restliche Streuung ($s_{\hat{e}}^2$) darstellt. [157] Basierend auf der Streuungszerlegung aus Gleichung 5.15, gilt für das Bestimmtheitsmaß B_{xy} [157]:

$$B_{xy} = 1 - \frac{s_{\hat{e}}^2}{s_y^2} = \frac{s_{\hat{y}}^2}{s_y^2} \quad (5.16)$$

Mit $0 \leq B_{xy} \leq 1$. Basierend auf Gleichung 5.16 gilt $B_{xy} = 0$, wenn die Streuung der Daten nicht durch das Regressionsmodell erklärt werden kann. Im Gegensatz dazu gilt $B_{xy} = 1$, wenn die Gesamtstreuung durch die Regressionsgerade vollständig beschrieben wird. [157] Bei der Abstraktion von Messwerten mittels Lagemaß, geht ein Teil der Information verloren. Im Rahmen dieser Arbeit wird eine Regressionsanalyse auf Basis des arithmetischen Mittels einzelner Datensätze durchgeführt. Um diesem Umstand Rechnung zu tragen, wird zur Beurteilung der Güte des Regressionsmodells ein Bestimmtheitsmaß von $B_{xy} \geq 0,95$ vorausgesetzt. Es müssen also mindestens 95 % der Gesamtstreuung durch das Regressionsmodell beschrieben werden können. Die Verwendung von Quantil-Quantil-Plots (QQ-Plots) ermöglicht den Vergleich der Beobachtungswerte zweier Datensätze, mit Hinblick auf die Verteilung der beiden Grundgesamtheiten. Dabei werden die Quantile (s. Gl. 5.4) der beiden Datensätze gegen einander aufgetragen. Sofern die jeweiligen Beobachtungswerte Grundgesamtheiten mit gleicher Verteilung entstammen, liegen die Datenpunkte auf der Winkelhalbierenden (45° -Linie). Je stärker die Datenpunkte von der Geraden abweichen, desto näher liegt die Vermutung, dass die beiden Datensätze nicht aus Grundgesamtheiten mit gleicher Verteilung stammen. Wird nun eine der Datensätze durch ein spezifisches theoretisches Verteilungsmodell (hier: Normalverteilung) ersetzt, ergibt sich ein Wahrscheinlichkeits-Plot (eng.: *Probability Plot*). [158] Sei $F(x_i)$ eine willkürliche, kontinuierliche Verteilung und die Inverse $F^{-1}(x_i)$ heißt Quantilfunktion. Dann ist für $p \in (0, 1)$ das p -Quantil von F definiert als [157]:

$$Qp = F^{-1}(p) \quad (5.17)$$

Bei der Erstellung eines Quantil-Quantil-Plots werden nun die Beobachtungswerte x_i als Rangwertreihe $x_{(1)} \leq \dots \leq x_{(n)}$ gegen $Q(p_i)$ aufgetragen. Darüber hinaus werden die Perzentile auf Basis eines 95 %-Konfidenzintervalls eingezeichnet. In Abbildung 5.16 ist ein exemplarischer Quantil-Quantil-Plot (QQ-Plot) abgebildet.

Zur Berechnung von Qp_i wird in dieser Arbeit p_i nach BLOM verwendet [159]:

$$p_i = \frac{R(x_i) - \frac{3}{8}}{n + \frac{1}{4}} \quad (5.18)$$

Mit den Rängen $R(x_i)$ der Beobachtungswerte x_i . Die Verwendung von Gleichung 5.18 führt zu

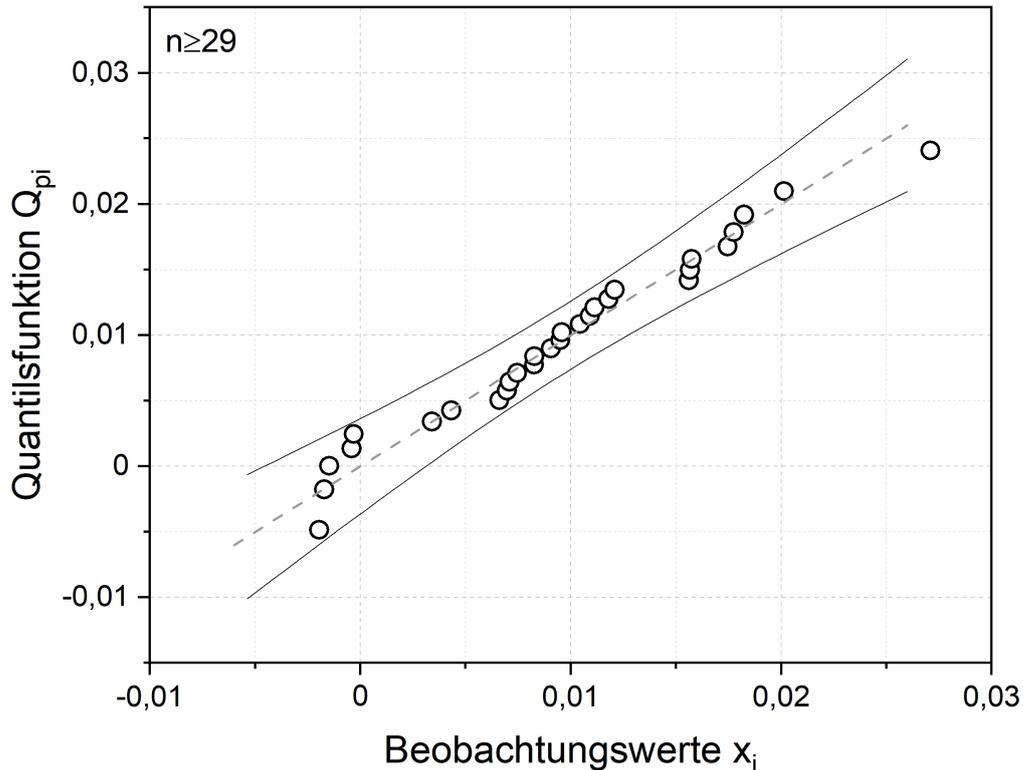


Abbildung 5.16: Darstellung eines exemplarischen QQ-Plots. Mit den Beobachtungswerten x_i als Rangwertreihe auf der x -Achse, dem Ergebnis der Quantilsfunktion Q_{pi} auf der y -Achse, der Winkelhalbierenden (graue gestrichelte Linie) und den berechneten Perzentilen.[157, 158]

einer unverzerrten und robusten graphischen Annäherung für den Spezialfall der Normalverteilung [159]. Die zugrunde liegende Dichtefunktion der Normalverteilung $N(\mu, \sigma^2)$ ist definiert als [158]:

$$f(x|\mu, \sigma^2) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (5.19)$$

Mit μ dem Erwartungswert und σ^2 der Varianz, hier geschätzt auf Basis des Datensatzes. In dieser Arbeit wird eine Übereinstimmung der Verteilungen angenommen, sofern die Menge der Datenpunkte innerhalb der Perzentile $\geq 95\%$ ist. Neben Boxplots und QQ-Plots werden in dieser Arbeit auch Punkt-Diagramme verwendet. Dabei repräsentieren die dargestellten Datenpunkte jeweils das arithmetische Mittel eines ganzen Datensatzes. Für Stichprobenumfänge von $5 \leq n < 25$ stellen die Fehlerbalken die Spannweite S (s. Gl. 5.5), mit dem Minimum $x_{(1)}$ und Maximum $x_{(n)}$, des Datensatzes dar. Für Stichprobenumfänge $n \geq 25$ zeigen die Fehlerbalken die unverzerrte empirische Standardabweichung an (s. Gl. 5.9).

5.5.3 Schließende Statistik

Mittels der zuvor beschriebenen deskriptiven Statistik werden Informationen auf Basis der beobachteten Werte gewonnen. In der schließenden Statistik dagegen, werden Fragen zur Grundgesamtheit gestellt und beantwortet. Dies geschieht zum Beispiel mit so genannten Hypothesentests. Dabei ist die Entscheidung zu treffen, ob ein untersuchtes Merkmal die entsprechende Eigenschaft besitzt; die Hypothese wird angenommen oder abgelehnt. Die zu prüfende Überlegung wird als Alternativhypothese H_A bezeichnet und steht der Nullhypothese H_0 gegenüber, wobei sich die beiden Hypothesen zwingend ausschließen müssen. Besonders ist dabei zu beachten, dass nur die Gültigkeit der Alternativhypothese H_A statistisch nachzuweisen ist. Bei der Überprüfung der Hypothese wird eine Teststatistik $T = T(x_1, \dots, x_n)$, basierend auf der Stichprobe x_1, \dots, x_n , berechnet und mit einer kritischen Schranke c_T abgeglichen. [157] Mit der Alternativhypothese H_A und der Nullhypothese H_0 gilt [157]:

$$\text{Verwerfe } H_0, \text{ falls } T > c_T$$

Dabei ist der Annahmereich $(-\infty, c_T]$ und der Ablehnbereich (c_T, ∞) . Die Nullhypothese kann also nur zurückgewiesen werden, wenn der kritische Werte c_T überschritten wird. Die Entscheidung zu Gunsten einer Hypothese ist fehlerbehaftet und hier können zwei Arten von Fehlern unterschieden werden [157]:

Fehler 1. Art (α -Fehler): Bezogen auf die Grundgesamtheit ist die Nullhypothese H_0 korrekt, das Testverfahren bestätigt aber, auf Basis der Stichprobe, die Alternativhypothese H_A .

Fehler 2. Art (β -Fehler): Auf Basis der Stichprobe bestätigt das Testverfahren die Nullhypothese H_0 , aber im Bezug auf die Grundgesamtheit ist die Alternativhypothese H_A korrekt.

Der Fehler der 1. Art bedeutet also, dass die Nullhypothese H_0 verworfen wird, obwohl sie tatsächlich richtig ist. Wohingegen der Fehler 2. Art auftritt, wenn die Nullhypothese H_0 angenommen wird, obwohl sie falsch ist. Grundsätzlich darf der α -Fehler nicht zu klein gewählt werden und der β -Fehler nicht zu groß. Sonst besteht ein Ungleichgewicht und das Testverfahren hätte „kaum eine Chance“ die Alternativhypothese H_A anzunehmen. Um dieses Problem zu adressieren wird für α eine Fehlerwahrscheinlichkeit eingeführt $\alpha \in \{0, 1\}$ die als akzeptabel angesehen wird. [157] Im Rahmen dieser Arbeit werden die folgenden Werte festgelegt: $\alpha \in \{0, 05; 0, 01; 0, 001\}$. Dabei heißt α „Signifikanzniveau“ und wird die Nullhypothese H_0 abgelehnt, gilt die Alternativhypothese H_A als signifikant zum Niveau α . [157] In dieser Arbeit werden die Ergebnisse der Hypothesentests graphisch mittels Sternen dargestellt. Dabei entspricht $\alpha = 0, 05$ einem Stern *, $\alpha = 0, 01$ zwei Sternen ** und $\alpha = 0, 001$ drei Sternen ***.

Die statistischen Tests können in parametrische und nicht-parametrische unterschieden werden. Parametrische Tests finden Verwendung, wenn den Daten eine parametrische Verteilung zugrunde liegt. Zum Beispiel im Falle einer Normalverteilung. [157] Ein wesentlicher Aspekt der Datenanalyse ist der Vergleich von Mittelwerten, zum Beispiel mittels Varianzanalyse (eng.: *Analysis of Variances*) (ANOVA). Dabei ist die Gleichheit der Erwartungswerte als Nullhypothese H_0 definiert. In dieser Arbeit werden die einfache (einfaktorielle) ANOVA, Dunnett post-hoc- und Tukey-Kramer-post-hoc-Tests als parametrische Tests angewendet sowie die Kruskal-Wallis Varianzanalyse (eng.: *Kruskal-Wallis Analysis of Variances*) (KW-ANOVA), paarweise Vergleiche mittlerer Ränge und Vergleiche aller Behandlungen mit einer Kontrolle mittels Rangvarianzanalyse als nicht-parametrische Tests durchgeführt.

Parametrische Testverfahren Mittels ANOVA lässt sich der Vergleich zweier Erwartungswerte (Students t-Test) auf eine beliebige Anzahl erweitern. Wobei die Grundgesamtheiten normal-verteilt sein müssen. [158] Die Gesamtzahl der Stichprobenelemente n ist gegeben durch [158]:

$$\sum_{i=1}^k n_i = n \quad (5.20)$$

Mit k Stichprobengruppen und den jeweiligen Stichprobenelementen n_i . Im Folgenden werden die Indizes i und j verwendet. Dabei beschreibt i die Stichprobe und j den j -ten Wert in der i -ten Stichprobe ($1 \leq i \leq k; 1 \leq j \leq n_i$). [158] Die Gruppenmittelwerte \bar{x}_i sind, in Anlehnung an das arithmetische Mittel (s. Gl. 5.2) definiert als [158]:

$$\bar{x}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij} \quad (5.21)$$

Wobei der Punkt den Index angibt, anhand dessen aufsummiert wird. Das Gesamtmittel \bar{x} ist beschrieben als [158]:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij} = \frac{1}{n} \sum_i n_i \bar{x}_i \quad (5.22)$$

Analog zur Methode der kleinsten Quadrate in der Regressionsanalyse (s. Gl. 5.14), wird auch im Rahmen der ANOVA die Summe der Abweichungsquadrate $Q(f)$ betrachtet und die Streuung zerlegt (s. Gl. 5.15) [158]:

$$\begin{aligned} Q_{\text{gesamt}}(f) &= Q_{\text{innerhalb}}(f) + Q_{\text{zwischen}}(f) \\ \sum_{i,j} (x_{ij} - \bar{x})^2 &= \sum_{i,j} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 + \sum_i n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2 \end{aligned} \quad (5.23)$$

Mit $Q_{innerhalb}(f)$ der Streuung der Einzelwerte um den Gruppenmittelwert und $Q_{zwischen}(f)$ Streuung der Gruppenmittelwerte um das Gesamtmittel. Mit den Freiheitsgraden $(n - k)$ für $s_{innerhalb}^2$ und $(k - 1)$ für $s_{zwischen}^2$, folgen die Definitionen der Mittleren Quadrate [158]:

$$s_{innerhalb}^2 = \frac{1}{n - k} \sum_{i,j} (x_{ij} - \bar{x}_i.)^2 \quad (5.24)$$

und

$$s_{zwischen}^2 = \frac{1}{k - 1} \sum_i n_i (\bar{x}_i. - \bar{x})^2 \quad (5.25)$$

Die Teststatistik der ANOVA (F-Test) ist definiert als der Quotient aus $s_{zwischen}^2$ (auch Stichprobenfehler) sowie $s_{innerhalb}^2$ (auch Versuchsfehler) und ist gegeben durch [158]:

$$\hat{F} = \frac{\frac{1}{k - 1} \left[\sum_i \frac{x_{i.}^2}{n_i} - \frac{x_{..}^2}{n} \right]}{\frac{1}{n - k} \left[\sum_{i,j} x_{ij}^2 - \sum_i \frac{x_{i.}^2}{n_i} \right]} \quad (5.26)$$

Im Rahmen dieser Arbeit sind die geprüften Hypothesen definiert als:

$$\text{Nullhypothese } H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_i = \mu_k = \mu$$

$$\text{Alternativhypothese } H_A : \mu_i \neq \mu$$

Bei ungleichen Varianzen, also bei einer Überschreitung des definierten kritischen Wertes (mit Signifikanzniveau α) der F -Verteilung, wird die Nullhypothese abgelehnt und mindestens zwei Erwartungswerte sind unterschiedlich. Bei Verwendung gleich großer Stichprobenumfänge $n_i = n_0$ wird der β -Fehler minimiert und Varianzungleichheiten haben weniger Einfluss. [158] Daher wird in dieser Arbeit die folgende Teststatistik verwendet, wenn $n_i = n_0$ gilt [158]:

$$\hat{F} = \frac{\left[k \sum_i x_{i.}^2 - x_{..}^2 \right] / (k - 1)}{\left[n_0 \sum_{i,j} x_{ij}^2 - \sum_i x_{i.}^2 \right] / (n_0 - 1)} \quad (5.27)$$

Wenn die Nullhypothese im Rahmen der ANOVA abgelehnt wird, ist bekannt das statistisch signifikante Unterschiede in den Erwartungswerten vorliegen. Um zu bestimmen zwischen welchen Stichproben diese Unterschiede auftreten, werden multiple paarweise Vergleiche (eng.: *Multiple Comparison Procedures*) (MCP) im Anschluss (post-hoc) an die ANOVA durchgeführt. Die paarweisen Vergleiche halten dabei das Signifikanzniveau der vorangegangenen Tests ein. [158] In dieser Arbeit sind dabei zwei Arten von besonderer Bedeutung [158]:

1. Tukey-Kramer-Test: alle paarweisen Vergleiche (eng.: *Multiple Comparison All*) (MCA) der Erwartungswerte miteinander; $\mu_i - \mu_j$ für $i \neq j$
2. Dunnett-Test: paarweise Vergleiche mit einer Kontrolle (eng.: *Multiple Comparison Control*) (MCC); $\mu_i - \mu_0$ für $i = 1, \dots, (k-1)$

Die Verteilung der Studentisierten Extremwerte (SR-Verteilung) bildet die Basis des Tukey-Kramer-Tests; mit einer Teststatistik T_{ij} (T-Test) für ungleiche und gleiche Stichprobenumfänge. Für $n = n_i = n_j$ gilt [158]:

$$T_{ij} = \frac{\bar{x}_i - \bar{x}_j}{s \sqrt{\frac{1}{n}}} \quad (5.28)$$

mit $s^2 = s_{\text{innerhalb}}^2$ nach Gleichung 5.24. Für $n_i \neq n_j$ gilt [158]:

$$T_{ij} = \frac{\bar{x}_i - \bar{x}_j}{s \sqrt{0,5 \left(\frac{1}{n_i} + \frac{1}{n_j} \right)}} \quad (5.29)$$

In dieser Arbeit sind die individuell geprüften Hypothesen definiert als:

Nullhypothese $H_{0ij} : \mu_i = \mu_j$

Alternativhypothese $H_{Aij} : \mu_i \neq \mu_j$

Dabei sind die Nullhypothesen abzulehnen, wenn der Wert der Teststatistik $|T_{ij}|$ größer als das Quantil der SR-Verteilung ist. Zum Vergleich der Erwartungswerte gegen eine Kontrolle, wird der Dunnett-Test verwendet [160, 161]. Dabei beruht die Teststatistik D_i (D-Test) auf einer zentralen k -varianten t -Verteilung und ist definiert als (vgl. Gl. 5.29) [158]:

$$D_i = \frac{\bar{x}_i - \bar{x}_0}{s \sqrt{\frac{1}{n_i} + \frac{1}{n_0}}} \quad (5.30)$$

mit

$$s^2 = \frac{\sum_{i=0}^k \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{\sum_{i=0}^k n_i - (k+1)} \quad (5.31)$$

In dieser Arbeit sind die individuell geprüften Hypothesen definiert als:

Nullhypothese $H_{0i} : \mu_i = \mu_0$

Alternativhypothese $H_{A_i} : \mu_i \neq \mu_0$

Dabei sind die individuellen Nullhypothesen abzulehnen, wenn der Wert der Teststatistik $|D_i|$ größer als das Quantil der multivariaten t-Verteilung ist.

Nicht-parametrische Testverfahren Für nicht-normal-verteilte Datensätze bietet die rangsummenbasierte KW-ANOVA eine Möglichkeit zur Überprüfung ob Stichproben aus derselben Grundgesamtheit stammen; analog zur ANOVA für normal-verteilte Datensätze. Dabei ist die KW-ANOVA eine Erweiterung des U -Tests; so wie die ANOVA eine Erweiterung des Student-t-Tests darstellt. Im Vergleich zur ANOVA, weist die KW-ANOVA eine asymptotische Effizienz von $3/\pi \cdot 100 \approx 95\%$ auf. [158] Die betrachtete Menge der Daten ist definiert als [158]:

$$n = \sum_{i=1}^k n_i \quad (5.32)$$

Mit den individuellen Stichprobenumfängen $n_i, i \in 1, \dots, k$. Die einzelnen Beobachtungen bzw. Messwerte werden, ähnlich einer globalen und übergreifenden Rangwertreihe, aufsteigend geordnet und mit den Rängen 1 bis n betitelt. [158] Die Teststatistik der KW-ANOVA (H-Test) ist definiert als [158, 162]:

$$\hat{H} = \left[\frac{12}{n(n+1)} \right] \cdot \left[\sum_{i=1}^k \frac{R_i^2}{n_i} \right] - 3(n+1) \quad (5.33)$$

Mit R_i der Summe der Ränge der i -ten Stichprobe und \hat{H} der Varianz der Stichproben-Rangsummen. [158] Im Rahmen dieser Arbeit sind die geprüften Hypothesen definiert als:

Nullhypothese $H_0 : \mu_i = \mu$

Alternativhypothese $H_A : \mu_i \neq \mu$

Nach Gleichung 5.33 wird die Nullhypothese abgelehnt, sollte \hat{H} größer als der kritische Wert der χ^2 -verteilten Teststatistik. [158] Auf Grund der asymptotischen Effizienz wird in dieser Arbeit nur auf das Signifikanzniveau $\alpha = 0,05$ geprüft. Für gleiche Stichprobenumfänge $n_i = \frac{n}{k}$, ergibt sich die vereinfachte Form für \hat{H} zu [158]:

$$\hat{H} = \left[\frac{12k}{n^2(n+1)} \right] \cdot \left[\sum_{i=1}^k R_i^2 \right] - 3(n+1) \quad (5.34)$$

Sollten zwei oder mehr Beobachtungen den gleichen Rang aufweisen, wird dies als „Bindung“ bezeichnet. Sobald mehr als 25% der Werte verbunden sein, muss die korrigierte Form \hat{H}_{korr} von \hat{H} verwendet werden [158]:

$$\hat{H}_{korr} = \frac{\hat{H}}{1 - \frac{\sum_{i=1}^{i=r} (t_i^3 - t_i)}{n^3 - n}} \quad (5.35)$$

Wobei t_i die Anzahl der gleichen Rangplätze in einer Bindung beschreibt. [158] Analog zur ANOVA signalisiert ein statistisch signifikantes Ergebnis der KW-ANOVA Unterschiede in den Grundgesamtheiten der Stichproben. Zur Verifizierung wo diese Unterschiede liegen, wird der multiple paarweise Vergleich mittlerer Ränge genutzt. Dazu werden die mittleren Ränge gebildet [158]:

$$\bar{R}_i = \frac{R_i}{n_i} \quad (5.36)$$

Die Gleichheit der mittleren Ränge \bar{R}_i wird dabei für $n_i \geq 6$ geprüft, mit [158]:

$$|\bar{R}_i - \bar{R}_{i'}| > \sqrt{d \cdot \chi_{k-1;0,95}^2 \cdot \left[\frac{n(n+1)}{12} \right] \left[\frac{1}{n_i} + \frac{1}{n_{i'}} \right]} \quad (5.37)$$

Dabei gilt $d = 1$ und $i' = i + 1, \dots, k$. Analog zum H-Test muss d für die Berechnung nach Gleichung 5.36 korrigiert (s. Gl. 5.35) werden, sollten Bindungen auftreten [158]:

$$d = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{i=r} (t_i^3 - t_i)}{n^3 - n} \quad (5.38)$$

Für den paarweisen Vergleich von k Stichproben gilt $i = 1, \dots, k - 1$ und $i < i'$. [158]

Bei gleichen Stichprobenumfängen $n_1 = n_2 = \dots = n_k = n \geq 6$, kann die Berechnung nach Harter genutzt werden. Dabei ist zu beachten, dass hier auch Signifikanzniveaus $\alpha \leq 0,05$ geprüft werden können [158, 163]:

$$|\bar{R}_i - \bar{R}_{i'}| > q_{k;\alpha} \sqrt{k(kn+1)/12} \quad (5.39)$$

Im Rahmen dieser Arbeit sind die so geprüften Hypothesen definiert als:

Nullhypothese $H_0 : \mu_i = \mu_{i'}$

Alternativhypothese $H_A : \mu_i \neq \mu_{i'}$

Für den Vergleich der Stichproben mit einer Kontrolle, analog zum Dunnett-Test, wird für $n \geq 6$ die folgende Berechnung verwendet [158]:

$$\hat{z}_i = \frac{\bar{R}_{\text{Kontrolle}} - \bar{R}_i}{\sqrt{[n(n+1)/12] \left(\frac{1}{n_{\text{Kontrolle}}} + \frac{1}{n_i} \right)}} \quad (5.40)$$

Im Rahmen dieser Arbeit sind die so geprüften Hypothesen definiert als:

Nullhypothese $H_0 : \mu_i = \mu_{\text{Kontrolle}}$

Alternativhypothese $H_A : \mu_i \neq \mu_{\text{Kontrolle}}$

Die Nullhypothese wird abgelehnt sobald $|\hat{z}_i| > z_{krit; 1-0,05/(2k)}$.

6 Ergebnisse

6.1 REM-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogesponnenen PCL-Faservliesen

Abbildung 6.1 zeigt den ermittelten Winkel der Fasern für alle Oberflächengeschwindigkeiten von 2 bis 10 m/s. Dabei ist deutlich zu erkennen, dass sowohl der Quartilsabstand Q als auch die resultierende Spanne $1,5 \times Q$ mit zunehmender Oberflächengeschwindigkeit abnehmen. Die Anzahl der extremen Werte nimmt mit steigender Oberflächengeschwindigkeit zu.

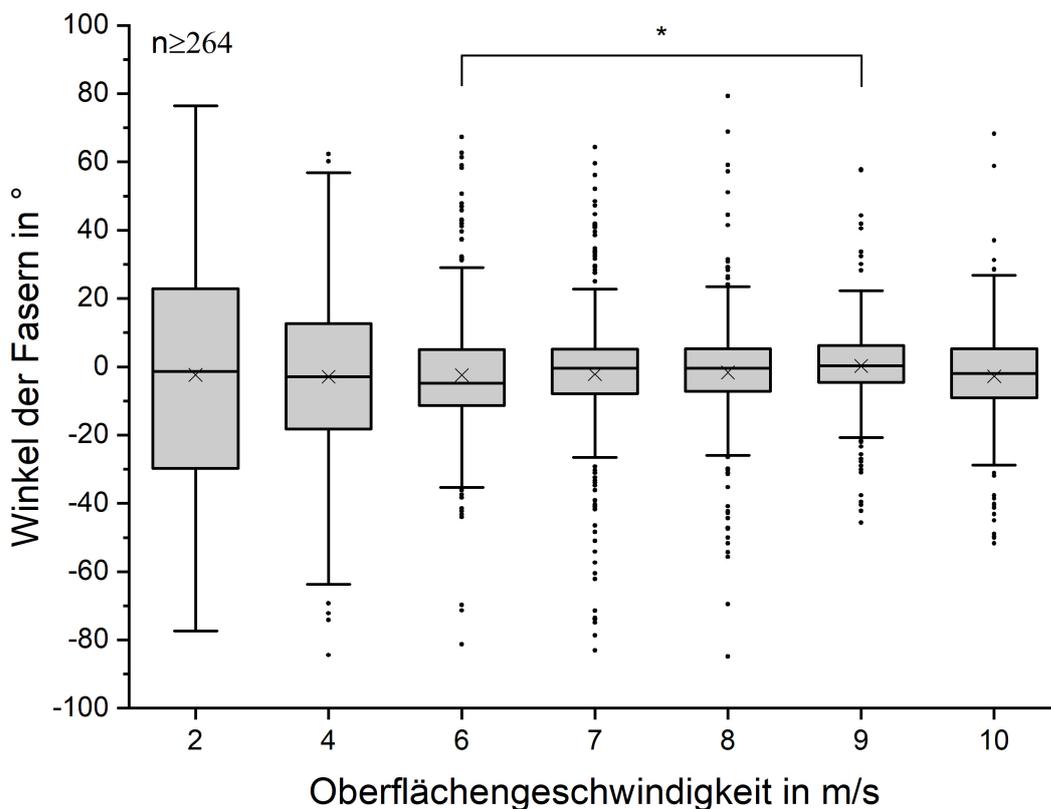


Abbildung 6.1: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf den Winkel der Fasern im Vlies. Boxplots für 2 bis 10 m/s, im Wertebereich $[-90, 90]$.

Dieser Trend kehrt sich zwischen 8 m/s und 9 m/s um und steigt bei 10 m/s wieder an. Die gemessenen Werte liegen zwischen $-84,9^\circ$ und $79,3^\circ$, wobei der Median \tilde{x} und das arithmetische

Mittel \bar{x} bei allen Gruppen um den Wert 0° verteilt sind. Zur Beurteilung der Verteilung innerhalb der Gruppen werden, wie in Abschnitt 5.5.2 beschrieben, Quantil-Quantil-Plots (QQ-Plots) erstellt. Dabei wird deutlich, dass nur für die Gruppen 2 und 4 m/s eine Normalverteilung angenommen werden kann. Im Rahmen der schließenden Statistik werden daher nur nicht-parametrische Test verwendet. Die durchgeführte Kruskal-Wallis Varianzanalyse (eng.: *Kruskal-Wallis Analysis of Variances*) (KW-ANOVA) und der anschließende Vergleich mittlerer Ränge ergibt einen leicht signifikanten Unterschied zwischen 6 und 9 m/s (* $p \leq 0,05$). Die Darstellung mittels Boxplot lässt keine Aussage über die Gruppe mit dem minimalen Winkel der Fasern zu, daher werden ein anderes Lage- und Streuungsmaß betrachtet. In Abbildung 6.2 sind zur genaueren Untersuchung der Modus sowie das obere und untere Quartil der einzelnen Gruppen aufgetragen.

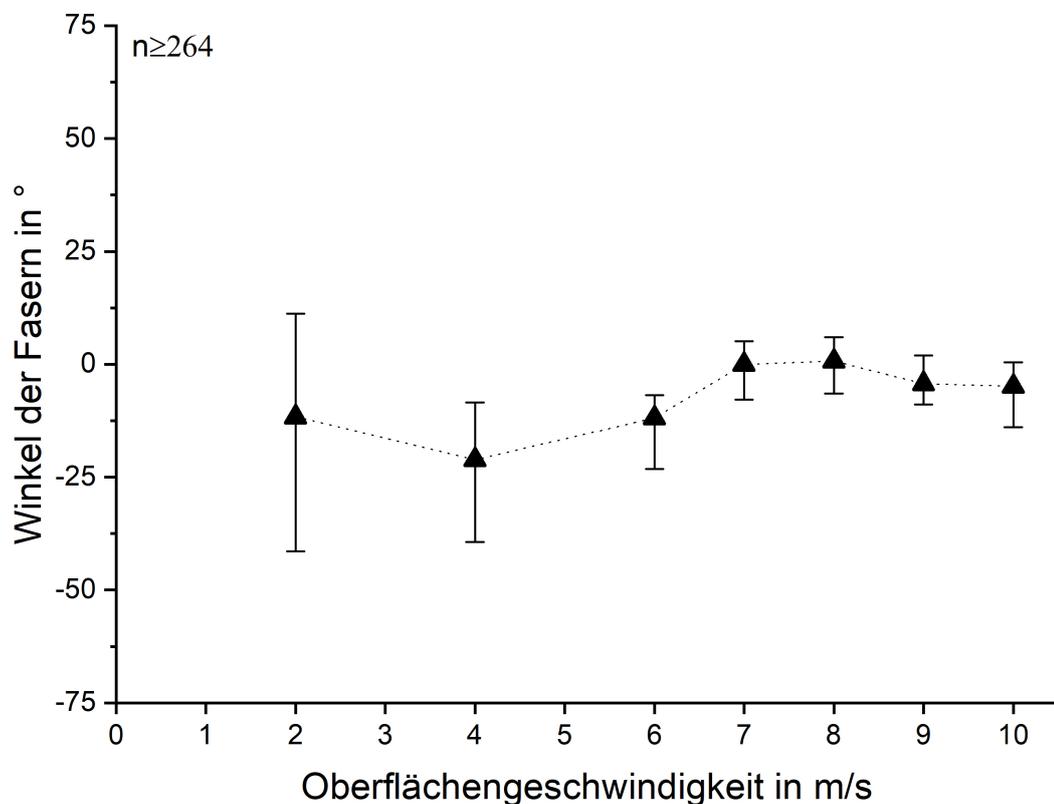


Abbildung 6.2: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf den Winkel der Fasern im Vlies. Modus und Quartilsabstand des Winkels der Fasern für 2 bis 10 m/s, im Wertebereich $[-90, 90]$.

Für die Gruppe 4 m/s weist der Modus die größte ($-21,1^\circ$) und für 7 und 8 m/s (0° und $0,7^\circ$) die geringste Abweichung vom idealen Wert 0° auf. Darüber hinaus tritt bei 9 m/s ($10,9^\circ$) der niedrigste und bei 8 m/s ($12,5^\circ$) der zweitniedrigste Quartilsabstand Q auf. Daher wird die maximale Ausrichtung für die folgenden Untersuchung bei 8 m/s angenommen. Die niedrigste Ausrichtung tritt bei 2 m/s auf.

Auf Grund der Messmethode liegen die arithmetischen Mittel und Mediane der Datensätze um den Wert 0° herum. Daher wird weiterhin der absolute Winkel der Fasern betrachtet. Dieser errechnet sich aus den Beträgen der einzelnen Werte jeder Gruppe. Abbildung 6.3 zeigt das arithmetische Mittel und die empirische Standardabweichung für alle Oberflächengeschwindigkeiten zwischen der kleinsten und größten Ausrichtung der Fasern.

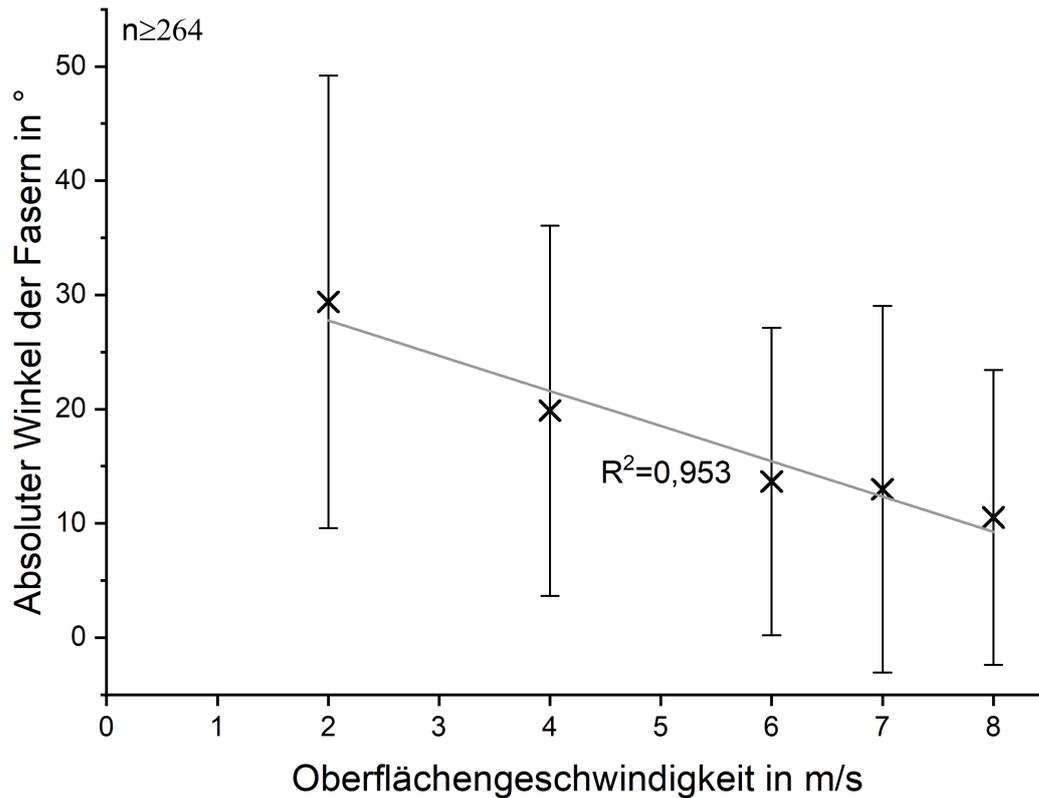


Abbildung 6.3: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf den absoluten Winkel der Fasern im Vlies. Mittelwert, Standardabweichung und lineare Regression der absoluten Winkel der Fasern für 2 bis 8 m/s, im Wertebereich $[0;90]$.

Auch der absolute Winkel der Fasern nimmt mit steigender Oberflächengeschwindigkeit ab, wobei der höchste Wert bei 2 m/s ($29,4^\circ$) und der niedrigste bei 8 m/s ($10,5^\circ$) auftreten. Die durchgeführte lineare Regression ergibt ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,953$. In Tabelle A.5 ist die entsprechende Geradengleichung aufgeführt. Basierend auf dem festgelegten Schwellenwert von $R^2 = 0,95$ (s. Abschnitt 5.5.2), ergibt sich damit ein linearer Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors (Regressor, Einflussfaktor) und der resultierenden Ausrichtung der Fasern (Regressand, Zielvariable) im Vlies.

6.2 MÜLLER Matrix-Polarimetrie-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogesponnenen PCL-Faservliesen

6.2.1 Bestimmung der Faserausrichtung

Die Einträge der experimentellen MÜLLER Matrix (MM) elektrogesponnener Vliese sind in Abbildung 6.4 dargestellt. Dabei sind alle Einträge über die sieben Oberflächengeschwindigkeiten zwischen 2 und 10 m/s aufgetragen. Das arithmetische Mittel der $n \geq 29$ Messungen je Gruppe dient als Lagemaß und die empirische Standardabweichung als Streuungsmaß. Wie in Abschnitt 2.4 beschrieben, ist der Eintrag M_{11} berechnungsbedingt immer 1.

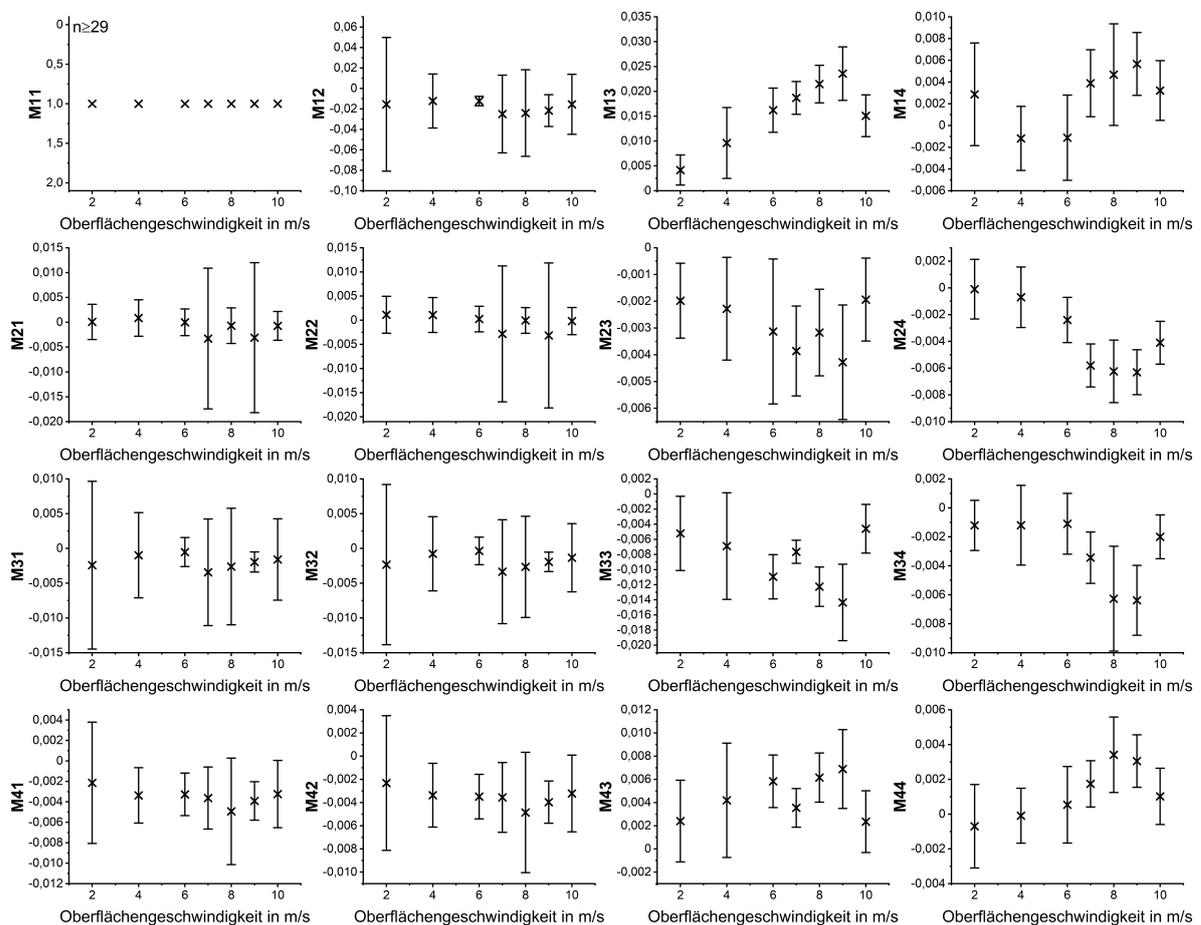


Abbildung 6.4: Einträge der vollständigen MM der Ausrichtungsanalyse für 2 bis 10 m/s.

Eine Veränderung der arithmetischen Mittel mit steigender Oberflächengeschwindigkeit ist über alle Einträge hinweg zu beobachten. Darüber hinaus weisen die Einträge M_{14} , M_{23} , M_{31} und M_{42} über alle Oberflächengeschwindigkeiten verhältnismäßig hohe empirische Standardabweichungen auf. Der Eintrag M_{13} steigt von 2 m/s (0,004) bis 9 m/s (0,024) konstant an und sinkt anschließend bei 10 m/s (0,015) wieder ab. Die Werte für M_{24} sinken von 2 m/s (0) bis 8 m/s

(-0,006) ab und steigen danach wieder an bis zu 10 m/s (-0,004). Die Werte für M_{44} zeigen den gleichen Trend, allerdings in umgekehrter Richtung: von 0 (2 m/s) über 0,003 (8 m/s) bis hin zu 0,001 (10 m/s). Abbildung 6.5 zeigt die, auf Basis der Polarzerlegung errechneten, Kennwerte für die MM-Einträge aus Abbildung 6.4. Die arithmetischen Mittel für P , D und Δ schwanken ohne ersichtlichen Trend bei steigender Oberflächengeschwindigkeit um die Werte 0,065 (P), 0,03 (D) und 0,993 (Δ). Die Verzögerung R und die optische Rotation ψ zeigen einen steigenden Trend bis 8 m/s bzw. 9 m/s und fallen anschließend wieder ab.

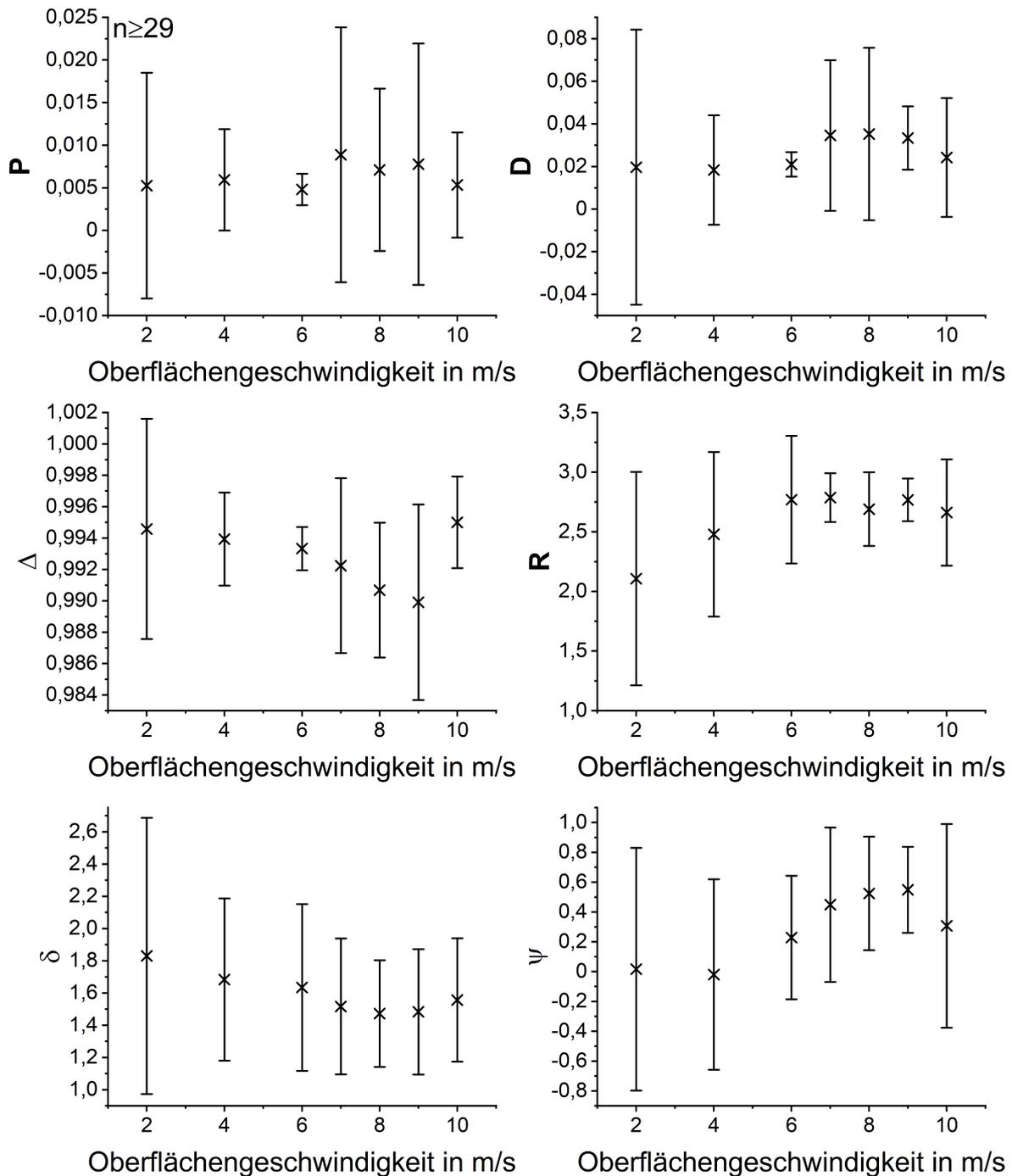


Abbildung 6.5: MM-Kennwerte der Ausrichtungsanalyse für 2 bis 10 m/s.

Die lineare Verzögerung δ sinkt im Bereich zwischen der minimalen und maximalen Ausrichtung (s. Abschnitt 6.1 und Abb. 6.3) von 1,83 auf 1,47 ab und steigt danach bis 1,56 (10 m/s) wieder an. Die Gruppen weisen über alle Kennwerte hinweg eine große empirische Standardabweichung auf.

Zur Untersuchung der Verteilung innerhalb der Messreihen, werden die Boxplots der Datensätze aus Abbildung 6.4 genauer betrachtet (s. Abb. A.1 in Anhang A.6.1). Dabei wird deutlich, dass die Einträge M_{12} , M_{21} , M_{22} , M_{31} und M_{32} konstant kleine Quartilsabstände Q und $1,5 \times Q$ Spannen aufweisen sowie vereinzelt extreme Werte. Bei den zuvor beschriebenen Einträgen M_{24} und M_{42} schwanken die Quartilsabstände Q und die Spanne $1,5 \times Q$ zwischen den jeweiligen Gruppen. Bei M_{13} verringert sich Q im Bereich zwischen der minimalen und maximalen Ausrichtung von 0,009 auf 0,003 und die Spannweite von 0,03 auf 0,02. Analog dazu wird auch die Verteilung der in Abbildung 6.5 gezeigten Kennwerte gesondert betrachtet (s. Abb. A.2 in Anhang A.6.1). Hierbei wird deutlich, dass P sowie D über alle Gruppen kleine Quartilsabstände Q aufweisen und vereinzelt extreme Werte auftreten. Beim Kennwert Δ fallen die Quartilsabstände größer aus, aber auch hier bleiben sie, bei steigender Oberflächengeschwindigkeit, nahezu konstant. Die Verzögerung R und die optische Rotation ψ zeigen deutlich größere Quartilsabstände und Spannweiten. Bei R tritt die größte Spannweite bei 2 m/s (2,9) und die kleinste bei 9 m/s (0,6) auf sowie der größte Wert für Q bei 2 m/s (1,7) und der kleinste bei 8 m/s (0,3). Für ψ liegt der größte Wert für Q bei 3,1 (2 m/s) und der kleinste bei 0,9 (9 m/s) sowie die größte Spannweite bei 1 (10 m/s) und die kleinste bei 0,4 (8 m/s). Bei δ verringert sich Q im Bereich zwischen der minimalen und maximalen Ausrichtung von 1,6 auf 0,3 und die Spannweite von 2,7 auf 1,6.

Auf Grund der Ergebnisse von FRICKE & BECKER et al. [8, 10] werden die Einträge M_{21} und M_{12} gezielt einzeln betrachtet. Dazu werden die Mediane und Quartilsabstände als Lage- und Streuungsmaße verwendet. Abbildung 6.6 zeigt die Ergebnisse für M_{21} zwischen 2 m/s und 8 m/s. Dabei ist deutlich zu erkennen, dass die Werte keine offensichtliche Abhängigkeit von der Oberflächengeschwindigkeit aufweisen. Die durchgeführte lineare Regression ergibt ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,279$. In Tabelle (Tab.) A.5 ist die entsprechende Geradengleichung aufgeführt. Damit ergibt sich kein linearer Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors und dem Wert des Eintrags M_{21} .

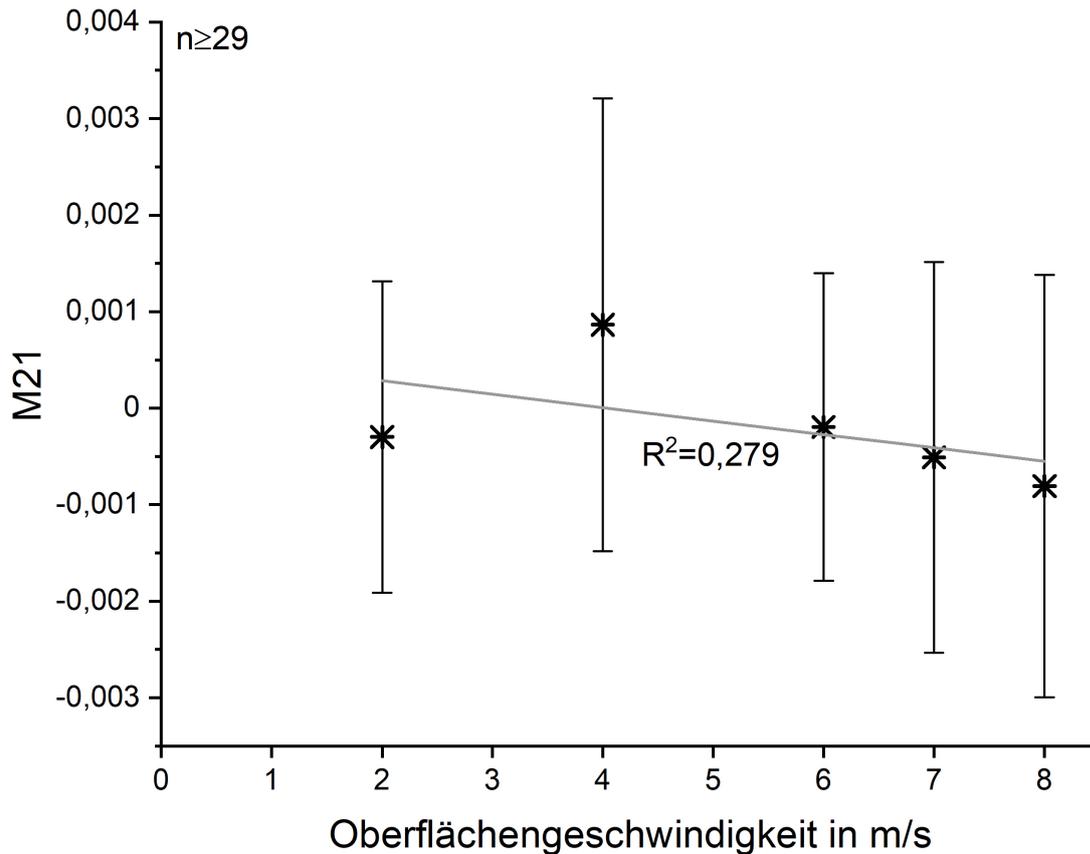


Abbildung 6.6: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf die Faserausrichtung, an Hand des Eintrags M_{21} . Median und Quartilsabstand des Eintrags für 2 bis 10 m/s.

In Abbildung 6.7 ist der Eintrag M_{12} , im Bereich zwischen der minimalen und maximalen Ausrichtung, dargestellt. Der Median des Eintrags M_{12} nimmt mit steigender Oberflächengeschwindigkeit ab, mit $-0,003$ bei 2 m/s und $-0,017$ bei 8 m/s. Die durchgeführte lineare Regression ergibt ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,983$. In Tab. A.5 ist die entsprechende Geradengleichung aufgeführt. Analog zum absoluten Winkel der Fasern, ergibt sich damit ein linearer Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors (Regressor, Einflussfaktor) und dem Wert des Eintrags M_{12} (Regressand, Zielvariable). Zur Beurteilung der Verteilung werden QQ-Plots erstellt. Auf Grund der Ergebnisse kann nur für 6 m/s eine Normalverteilung angenommen werden. Daher wird im Rahmen der schließenden Statistik eine KW-ANOVA durchgeführt. Der anschließende Vergleich mittlerer Ränge ergibt stark signifikante Unterschiede zwischen der Kontrolle 2 m/s und den Gruppen 6 bis 8 m/s (***) $p \leq 0,05$). Alle anderen Gruppen unterscheiden sich jedoch nicht signifikant (n.s.).

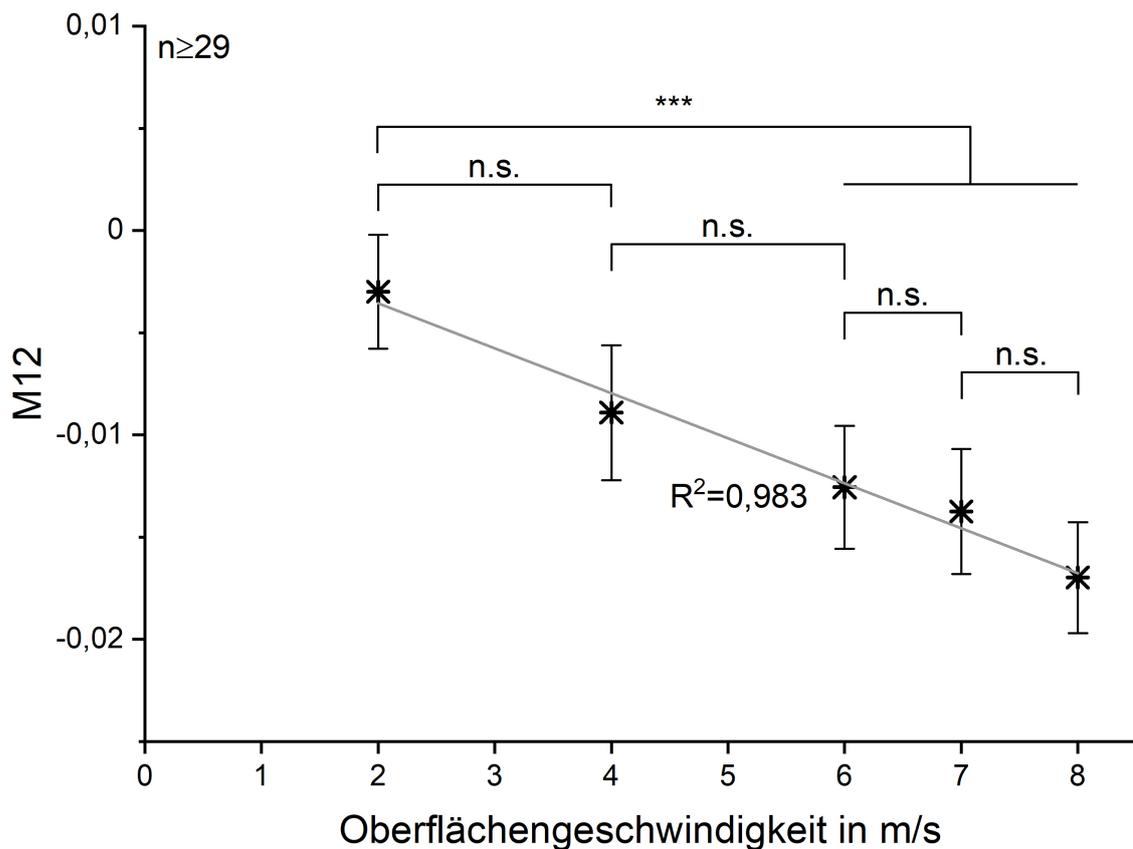


Abbildung 6.7: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf die Faserausrichtung, an Hand des Eintrags M_{12} . Median, Quartilsabstand und lineare Regression des Eintrags für 2 bis 8 m/s.

Auf Basis der Auswertung und Darstellung in Abbildung 6.4 und A.1 sowie 6.5 und A.2 werden die Einträge M_{13} und δ ebenfalls weiter betrachtet. In Abbildung 6.8 sind das arithmetische Mittel und die empirische Standardabweichung über die Oberflächengeschwindigkeit, zwischen der minimalen und maximalen Ausrichtung, aufgetragen. Dabei steigt der Wert von 0,004 (2 m/s) auf 0,02 (8 m/s) an. Die lineare Regression ergibt ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,998$ (s. Tab. A.5). Damit ergibt sich auch hier ein direkter Zusammenhang zwischen Regressor und Regressand. Zur Beurteilung der Verteilung innerhalb der Gruppen werden, wie in Abschnitt 5.5.2 beschrieben, QQ-Plots erstellt. Auf Grund der Ergebnisse kann für alle Gruppen eine Normalverteilung angenommen werden. Daher wird im Rahmen der schließenden Statistik eine Varianzanalyse (eng.: *Analysis of Variances*) (ANOVA) durchgeführt. Der Dunnett post-hoc-Test ergibt stark signifikante Unterschiede zwischen der Kontrolle 2 m/s und allen anderen Gruppen. Darüber hinaus besteht, auf Basis des Tukey-Kramer post-hoc-Tests, zwischen 4 m/s und 6 m/s ebenfalls ein stark signifikanter Unterschied (***) $p \leq 0,01$. Die Gruppen 6 m/s und 7 m/s sowie 7 m/s und 8 m/s unterscheiden sich jedoch nicht signifikant (n.s.).

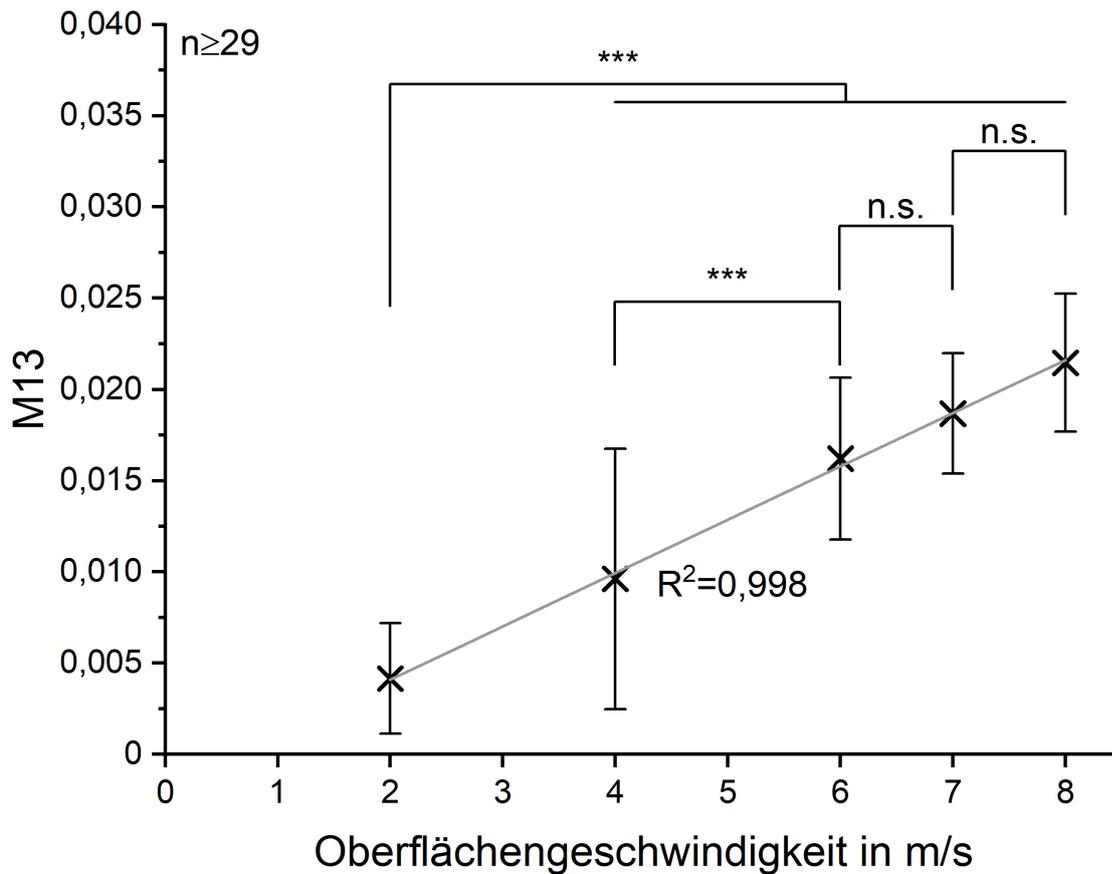


Abbildung 6.8: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf die Faserausrichtung, an Hand des Eintrags M_{13} . Arithmetisches Mittel, Standardabweichung und lineare Regression des Eintrags für 2 bis 8 m/s.

Abbildung 6.9 zeigt das arithmetische Mittel sowie die empirische Standardabweichung für die lineare Verzögerung δ . Die Werte sinken im Bereich der minimalen und maximalen Ausrichtung von 1,83 (2 m/s) auf 1,47 (8 m/s) und die lineare Regression ergibt ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,966$ (s. Tab. A.5). Basierend auf dem festgelegten Schwellenwert von $R^2 = 0,95$, ergibt sich damit ein linearer Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors und der lineare Verzögerung δ der Vliese. Auch hier werden QQ-Plots erstellt um die Verteilung innerhalb der Gruppen zu beurteilen. Für alle Gruppen kann eine Normalverteilung angenommen werden. Daher wird im Rahmen der schließenden Statistik eine ANOVA durchgeführt. Diese ergibt, dass keine signifikanten Unterschiede zwischen den Gruppen bestehen. Die lineare Regression für die Einträge M_{24} ($R^2 = 0,874$) und M_{44} ($R^2 = 0,848$) sowie die Kennwerte Δ ($R^2 = 0,863$), R ($R^2 = 0,819$) und ψ ($R^2 = 0,855$) ergibt keinen direkten Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit und den Messergebnissen.

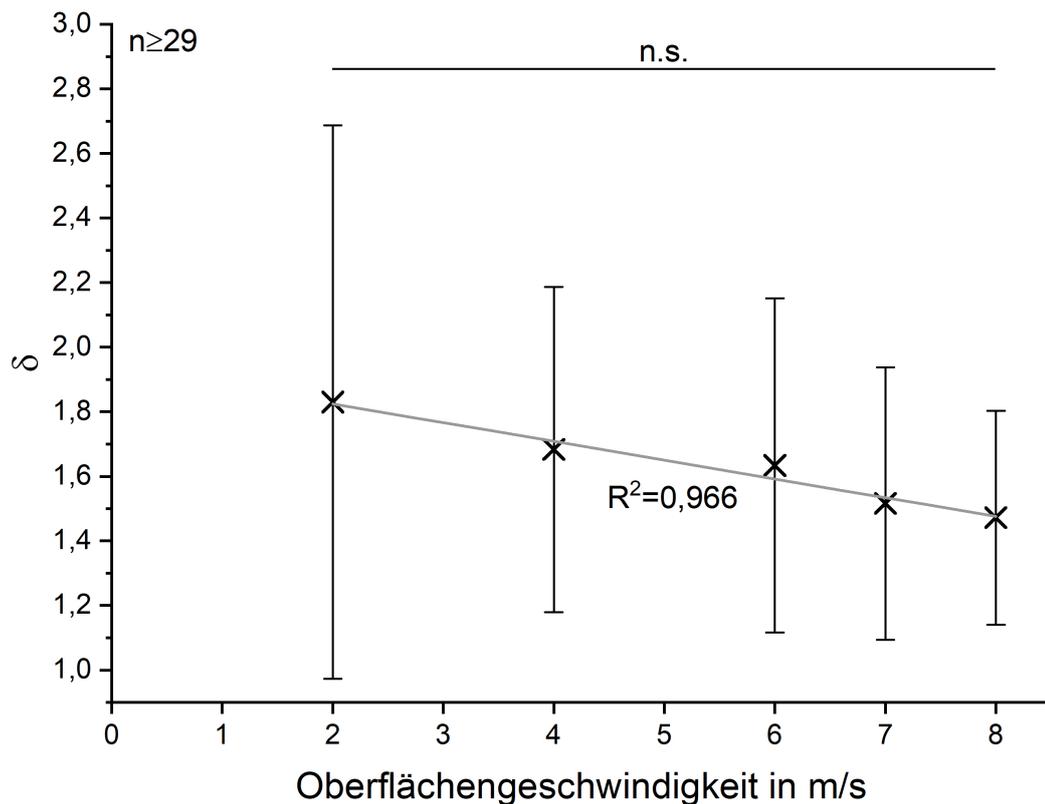


Abbildung 6.9: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf die Faserausrichtung, an Hand des Kennwerts δ . Arithmetisches Mittel, Standardabweichung und lineare Regression des Eintrags für 2 bis 8 m/s.

6.2.2 Bestimmung der rotationsabhängigen Faserausrichtung

Abbildung 6.10 zeigt die POINCARÉ-Kugeln (s. Abschnitt 2.3) für die Rotation einer Probe mit minimaler Ausrichtung (2 m/s) um 360° in 20° -Schritten. Dabei sind in Abbildung 6.10a alle Einträge des STOKES-Vektors ($S_2 - S_4$) der schnelle Achse (SA) der Verzögerung R dargestellt und in Abbildung 6.10b nur die Einträge S_2 und S_3 . Es ist deutlich zu erkennen, dass die resultierenden STOKES-Vektoren sowohl lineare (x-y-Ebene) als auch zirkulare Anteile enthalten. Die Spitzen der Vektoren sind dabei auf die nördliche und die südliche Hemisphäre verteilt, was sowohl rechts als auch links zirkularen Anteilen entspricht. Zur weiteren Untersuchung der Verteilung bzw. einer Abhängigkeit vom Rotationswinkel der Probe ist die P/M - und H/V -Ebene in Abbildung 6.10b abgebildet. Dabei verteilen sich die Vektoren auf $270/360^\circ$.

In Abbildung 6.11 sind die POINCARÉ-Kugeln (s. Abschnitt 2.3) für die Rotation einer Probe mit maximaler Ausrichtung (8 m/s) um 360° in 20° -Schritten abgebildet. Dabei sind analog zu Abbildung 6.10 alle Einträge des STOKES-Vektors der SA der Verzögerung R in Abbildung 6.11a dargestellt und in Abbildung 6.11b nur die Einträge S_2 und S_3 . Auch hier enthalten die resultierenden STOKES-Vektoren sowohl lineare (x-y-Ebene) als auch zirkulare Anteile und die Spitzen der Vektoren sind ebenfalls auf beide Hemisphären verteilt. Im Gegensatz zur Probe mit minima-

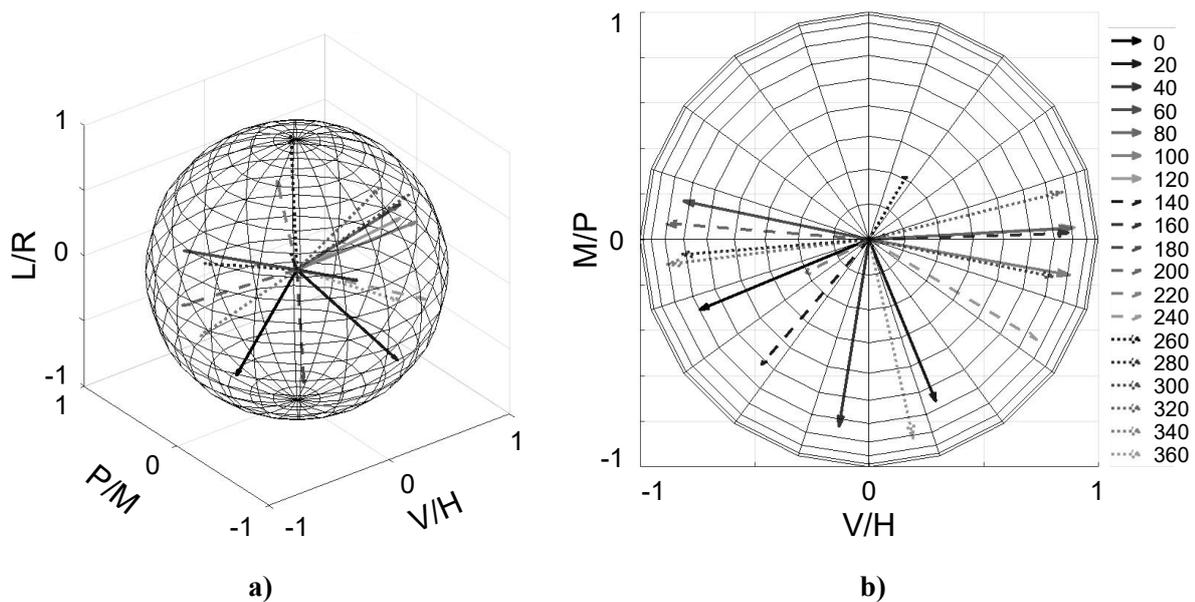


Abbildung 6.10: POINCARÉ-Kugel der SA der Verzögerung R für 2 m/s, bei einer Rotation der Probe um 360° in 20° -Schritten: a) Darstellung in 3D mit S_2 (I_H/I_V) auf der x-Achse, dem Eintrag S_3 (I_P/I_M) auf der z-Achse und dem Eintrag S_4 (I_R/I_L) auf der y-Achse. b) Darstellung in 2D mit S_2 (I_H/I_V) auf der x-Achse und S_3 (I_P/I_M) auf der z-Achse.

ler Ausrichtung, sind die Vektoren auf einen deutlich kleineren Bereich verteilt. Die Betrachtung der P/M - und H/V -Ebene in Abbildung 6.11b zeigt deutlich, dass die Vektoren auf $180/360^\circ$ verteilt sind. Dies entspricht der Hälfte der Gesamtrotaion von 360° .

Zur weiterführenden Untersuchung der rotationsabhängigen Ausrichtung werden zunächst die entsprechenden Einträge der experimentellen MM für Vliese mit minimaler Ausrichtung (2 m/s) betrachtet (s. Abb. A.3 in Anhang A.6.2). Diese sind über den Rotationswinkel von 0° bis 180° aufgetragen. Das arithmetische Mittel der $n = 6$ Messungen je Gruppe dient als Lagemaß und die gestrichelte Linie zur Verdeutlichung des Verlaufs. Wie in Abschnitt 2.4 beschrieben, ist der Eintrag M_{11} berechnungsbedingt immer 1. Eine nicht-periodische Veränderung der arithmetischen Mittel, in Abhängigkeit des Rotationswinkels, ist über alle Einträge hinweg zu erkennen. Die Werte für M_{12} liegen zwischen -0,009 (160°) im Minimum und 0 (40°) im Maximum, mit unterschiedlichen Werten bei 0° und 180° . Auch für den Eintrag M_{13} variieren die Werte ohne ersichtlichen Trend und weisen das Minimum bei 40° (-0,004) und das Maximum bei 140° (0,009) auf. Bei M_{14} steigen und fallen die Werte ebenfalls mehrmals über die Rotation von 180° , mit einem maximalen Wert von 0,002 (120°) und einem minimalen Wert von -0,002 (100°). Die beiden Einträge M_{33} und M_{44} weisen einen ähnlichen Verlauf auf und das Minimum jeweils bei 20° (-0,001) und 100° (0,001) sowie das Maximum bei 60° (0,004) und 80° (0,006). Ergänzend werden auch die rotationsabhängigen MM-Kennwerte für Vliese mit minimaler Ausrichtung betrachtet (s. Abb. A.4 in Anhang A.6.2). Auch hier im Bereich zwischen 0° und 180° . Eine Verän-

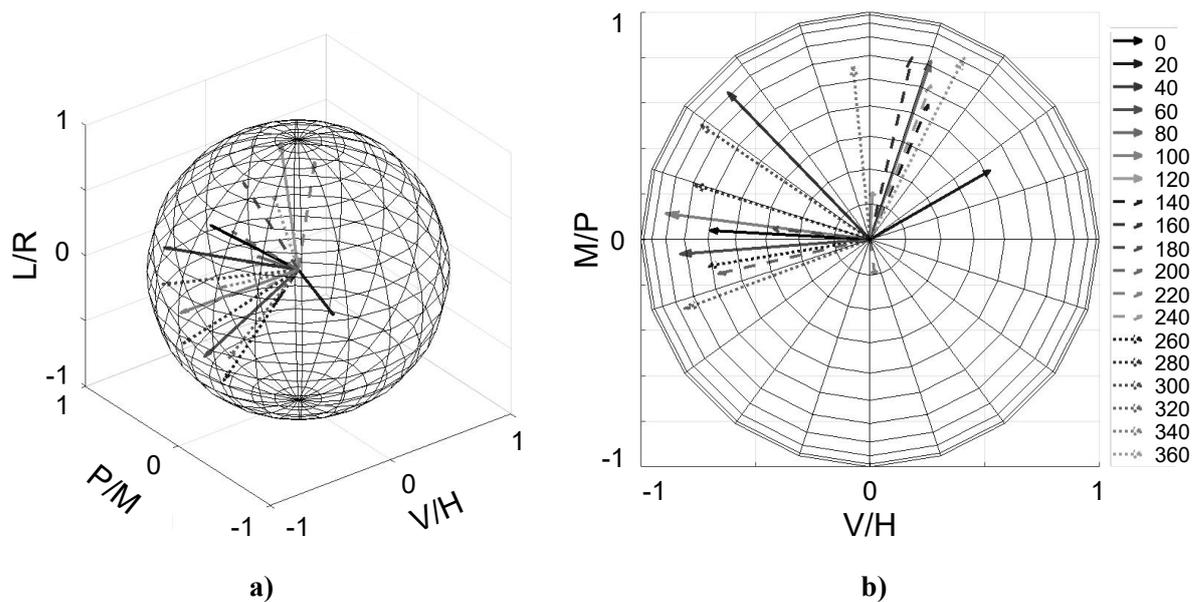


Abbildung 6.11: POINCARÉ-Kugel der SA der Verzögerung R für 8 m/s, bei einer Rotation der Probe um 360° in 20° -Schritten: a) Darstellung in 3D mit S_2 (I_H/I_V) auf der x-Achse, dem Eintrag S_3 (I_P/I_M) auf der z-Achse und dem Eintrag S_4 (I_R/I_L) auf der y-Achse. b) Darstellung in 2D mit S_2 (I_H/I_V) auf der x-Achse und S_3 (I_P/I_M) auf der z-Achse.

derung der arithmetischen Mittel in Abhängigkeit des Rotationswinkels ist über alle Kennwerte hinweg zu erkennen. Die Messwerte der Depolarisationskraft Δ zeigen einen an- und absteigenden Verlauf, mit ähnlichen Werten bei 0° und 180° sowie einer Richtungsumkehr zwischen 80° und 90° .

Analog dazu werden die rotationsabhängigen Einträge der experimentellen MM für Vliese mit maximaler Ausrichtung (8 m/s) untersucht (s. Abb. A.5 in Anhang A.6.2). Diese werden ebenfalls für den Rotationswinkel zwischen 0° und 180° betrachtet. Das arithmetische Mittel der $n = 6$ Messungen je Gruppe dient als Lagemaß und die gestrichelte Linie zur Verdeutlichung des Verlaufs. Auch hier ist der Eintrag M_{11} berechnungsbedingt immer 1. Die meisten Einträge weisen eine nicht-periodische Veränderung der arithmetischen Mittel in Abhängigkeit des Rotationswinkels auf. Allerdings weisen die Einträge M_{12} , M_{14} , M_{33} und M_{44} nahezu periodische Verläufe auf. Die Werte für M_{12} liegen zwischen $-0,014$ (0°) bzw. $-0,015$ (180°) und $0,01$ (100°). Für den Eintrag M_{13} ist weiterhin kein Trend zu erkennen und die Werte variieren zwischen $-0,02$ (60°) und $0,03$ (180°). M_{14} weist einen sinusförmigen Verlauf auf mit $0,003$ bei 0° und $0,005$ bei 180° sowie dem Nulldurchgang zwischen 80° und 100° . Das Minimum liegt bei $-0,015$ (140°) und das Maximum bei $0,026$ (40°). Die Einträge M_{33} und M_{44} weisen beide einen periodischen Verlauf auf, wobei M_{44} gespiegelt verläuft. Beide Einträge weisen nahezu identische Werte für 0° und 180° auf: $-0,013$ und $-0,012$ (M_{33}) sowie $0,004$ und $0,003$ (M_{44}). M_{33} zeigt zwei Maxima (0 und 0) und ein Minimum ($-0,15$), wohingegen M_{44} ein Maximum ($0,002$) und zwei Minima ($-$

0,012 und -0,013) aufweist. Die MM-Kennwerte für Vliese mit maximaler Ausrichtung werden ebenfalls betrachtet (s. Abb. A.6 in Anhang A.6.2). Eine Veränderung der arithmetischen Mittel, in Abhängigkeit des Rotationswinkels, ist über alle Kennwerte hinweg zu erkennen. Die Messwerte der Depolarisationskraft Δ zeigen einen ähnlichen periodischen Verlauf wie der Eintrag M_{33} (s. Abb. A.5). Die Werte für 0° und 180° liegen beide bei 0,991, die zwei Maxima befinden sich bei 0,994 (40°) sowie 0,994 (120°) und das Minimum bei 0,99 (80°).

In Abbildung 6.12 sind die relevanten Ergebnisse für 2 und 8 m/s aus Abbildung A.3 bis A.6 gegenübergestellt: die Einträge M_{12} , M_{14} , M_{33} , M_{44} und die Depolarisationskraft Δ . Die Messergebnisse für Vliese mit minimaler (2 m/s) Ausrichtung sind auf der linken Seite und für Vliese mit maximaler Ausrichtung (8 m/s) auf der rechten Seite abgebildet. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Werte für minimal ausgerichtete Fasern bei zunehmendem Rotationswinkel nicht-periodisch variieren. Lediglich die Depolarisationskraft Δ zeigt einen absteigenden, ansteigenden und wieder abfallenden Verlauf. Für Proben mit maximaler Ausrichtung beschreiben die Werte des Eintrags M_{12} bei steigendem Rotationswinkel einen parabelähnlichen Verlauf mit einem klaren Maximum und annähernd identischen Werten für 0° und 180° . Der Eintrag M_{14} zeigt einen sinusförmigen Verlauf über den Rotationswinkel von 0° bis 180° . M_{33} und Δ weisen einen ähnlichen Verlauf mit zwei Maxima und einem Minimum auf, wohingegen M_{44} einen Verlauf mit zwei Minima und einem Maximum beschreibt. Bei allen aufgetragenen Werten ist ein deutlicher Unterschied zwischen den Verläufen für 2 m/s und 8 m/s zu erkennen.

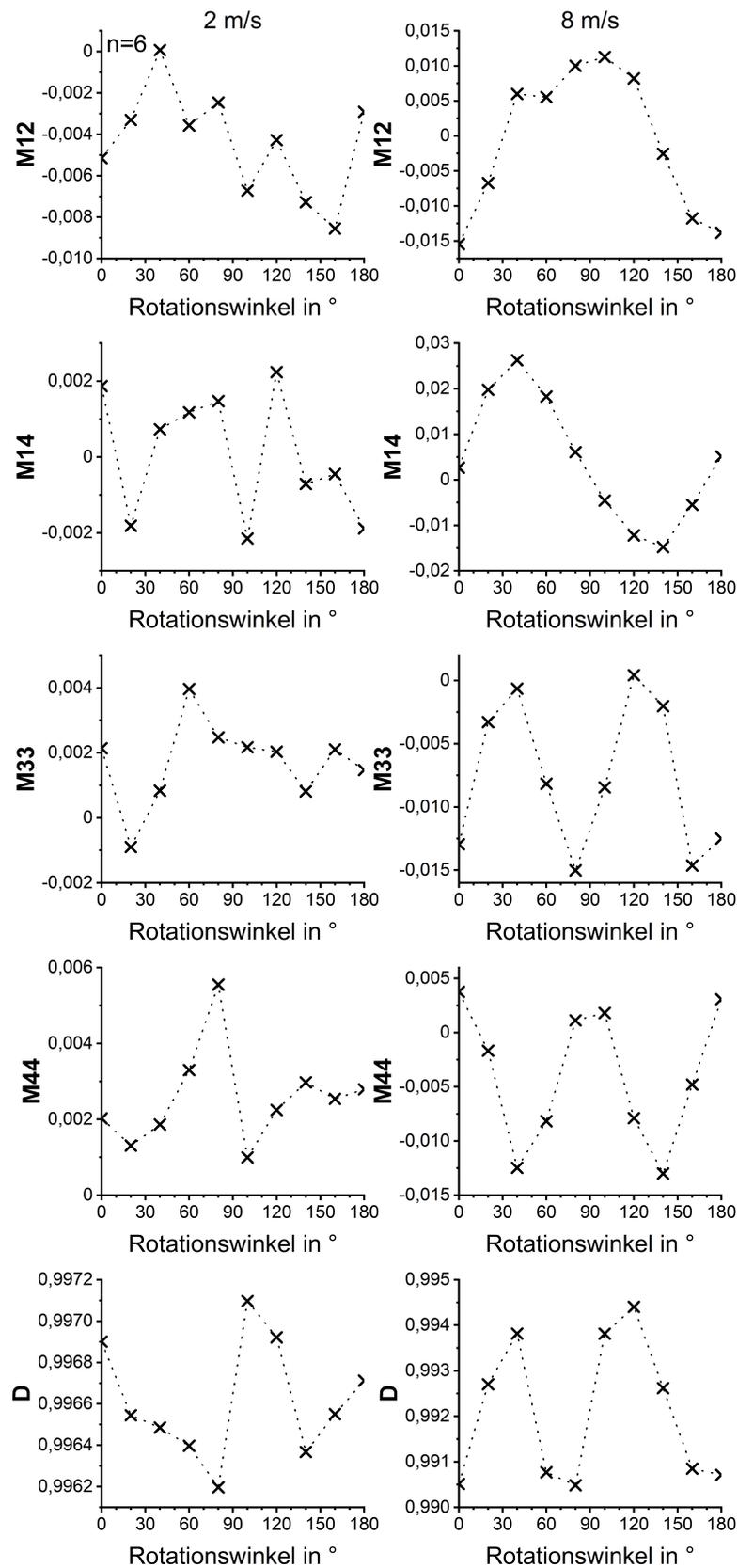


Abbildung 6.12: Vergleich der gemittelten MM-Einträge und -Kennwerte für Rotationswinkel zwischen 0° und 180°, für Oberflächengeschwindigkeiten von 2 m/s (links) und 8 m/s (rechts).

6.3 Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Zeitstandversuch

6.3.1 Bestimmung der Haltedauer im Zeitstandversuch

Abbildung 6.13 zeigt den prozentualen Kraftverlust nach 3 min konstanter Dehnung, über die doppelte Dauer einer MM-Messung (34 s). Die Ergebnisse sind über die einzelnen Oberflächengeschwindigkeiten aufgetragen. Der größte Kraftverlust tritt mit 1,005 % bei 4 m/s und der kleinste mit 0,42 % bei 7 m/s auf. Der mittlere Kraftverlust der sieben Oberflächengeschwindigkeiten liegt bei 0,68 %. Damit liegen alle Werte, außer 4 m/s, unter der Messunsicherheit der Kraftmessdose von 1 %.

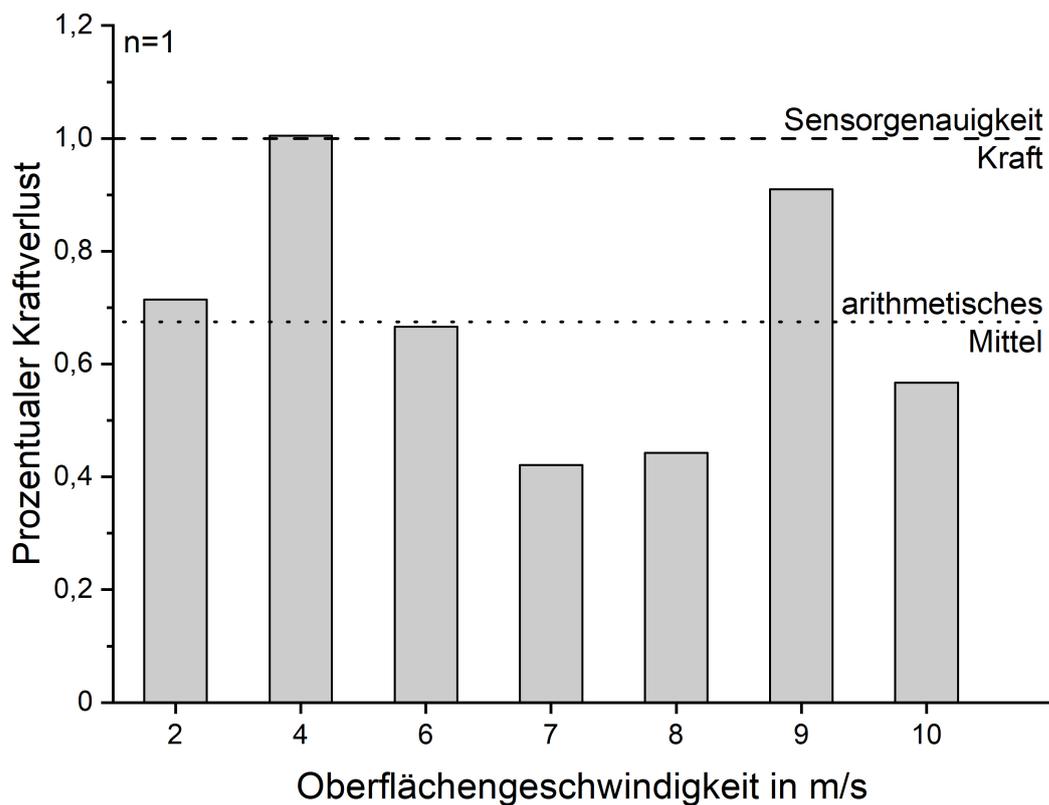


Abbildung 6.13: Prozentualer Kraftverlust über eine Dauer von 34 s, für Oberflächengeschwindigkeiten von 2 bis 10 m/s. Die hellgrauen Balken repräsentieren die Höhe des Kraftverlustes, die gestrichelte schwarze Linie stellt die Sensorgenauigkeit der Kraftmessdose und die schwarze gepunktete Linie das arithmetische Mittel über die Oberflächengeschwindigkeiten dar.

6.3.2 Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Gefüge

Zur Betrachtung der Veränderung der Faserausrichtung im Gefüge unter Last, wird die Differenz der Einträge zwischen unbelasteter und belasteter Probe untersucht. Diese Differenz der experimentellen MM ist in Abbildung 6.14 dargestellt. Dabei sind alle Einträge über die sieben Oberflächengeschwindigkeiten zwischen 2 und 10 m/s aufgetragen. Das arithmetische Mittel der $n = 18$ Messungen je Gruppe dient als Lagemaß und das Minimum sowie Maximum als Streuungsmaß. Der Eintrag M_{11} ist auch hier berechnungsbedingt immer 1. Eine Veränderung der arithmetischen Mittel mit steigender Oberflächengeschwindigkeit ist über alle Einträge hinweg zu erkennen. Darüber hinaus weisen die Einträge M_{12} , M_{13} , M_{14} , M_{23} und M_{43} über alle Oberflächengeschwindigkeiten hohe Fehlerbalken auf. Die Werte des Eintrags M_{12} schwanken um 0,008 und bei 4, 6, 8 und 10 m/s sind deutlich höhere maximale als minimale Werte zu beobachten. Beim Eintrag M_{13} liegen die arithmetischen Mittel der einzelnen Gruppen alle um -0,002 herum.

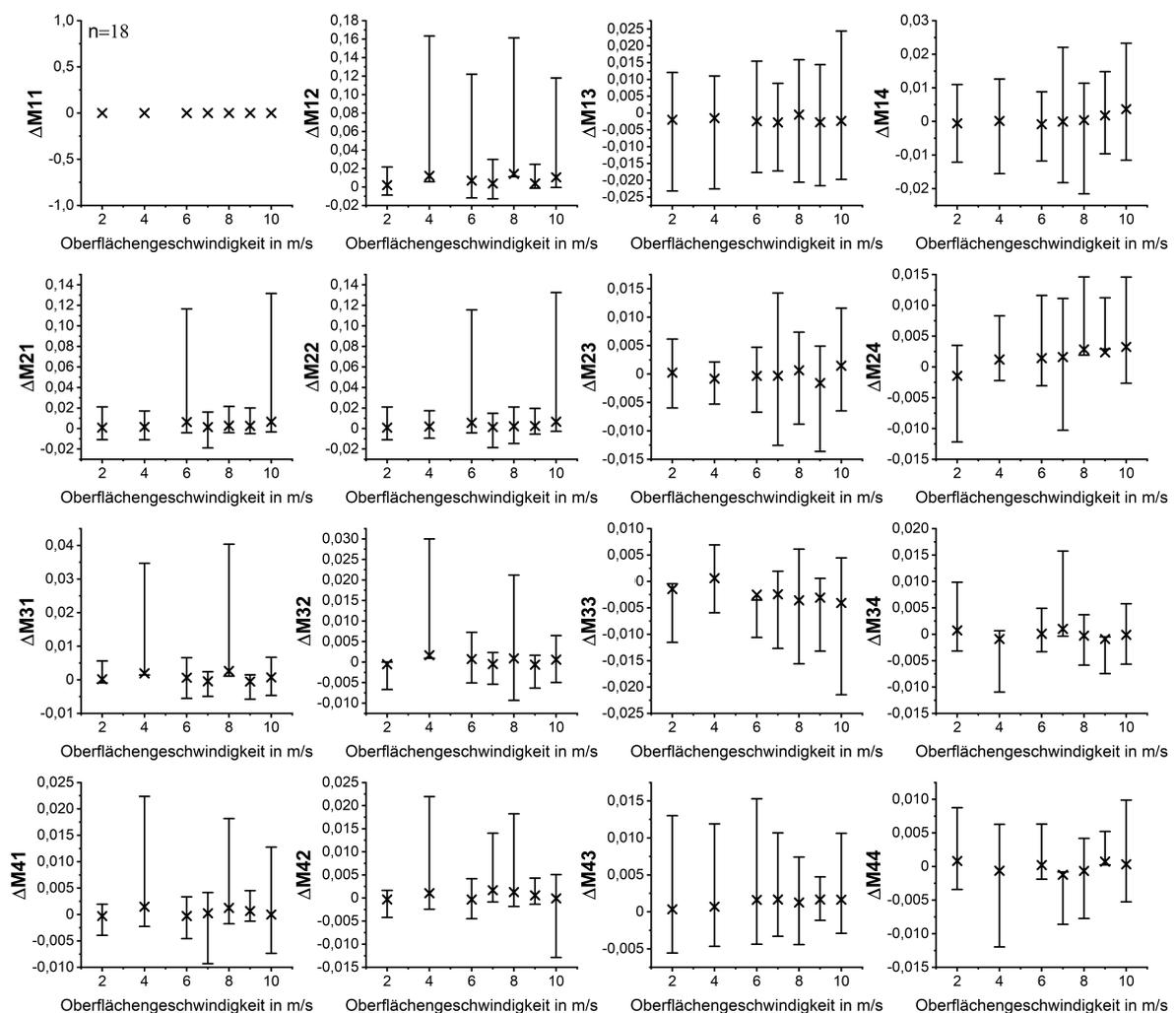


Abbildung 6.14: Differenz der MM-Einträge zwischen unbelastetem und belastetem Zustand für 2 bis 10 m/s.

Die Fehlerbalken sind hier symmetrischer als bei M_{12} und weisen eine deutlich größere Spannweite auf. Abbildung 6.5 zeigt die Differenz der, auf Basis der Polarzerlegung errechneten, Kennwerte für die MM-Einträge aus Abbildung 6.14. Das arithmetische Mittel der $n = 18$ Messungen je Gruppe dient als Lagemaß und das Minimum sowie Maximum als Streuungsmaß. Die Kennwerte P und D variieren leicht bei steigender Oberflächengeschwindigkeit und weisen

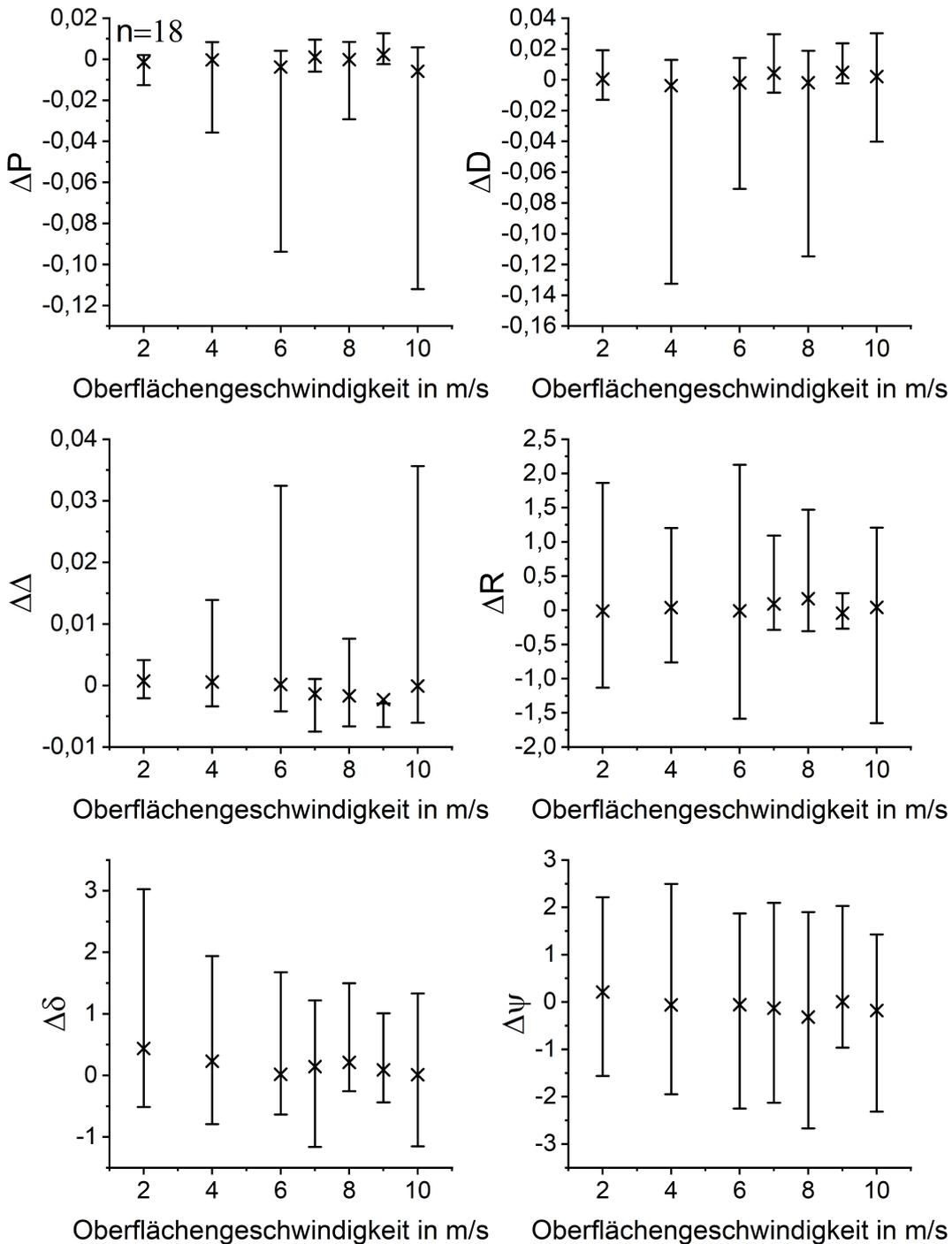
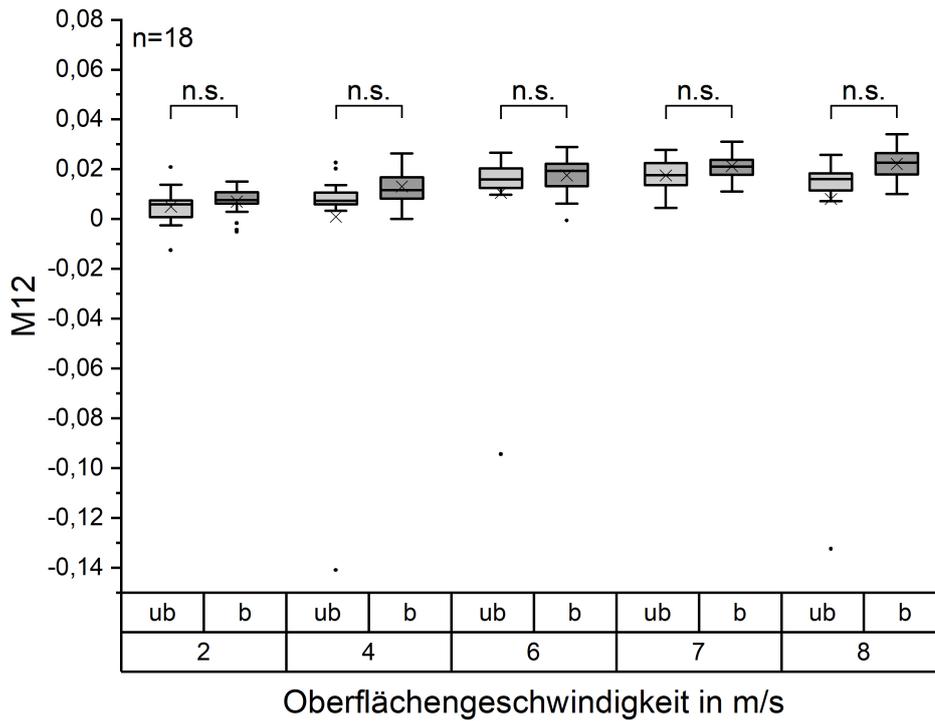


Abbildung 6.15: Differenz der MÜLLER Matrix-Kennwerte zwischen unbelastetem und belastetem Zustand für 2 bis 10 m/s.

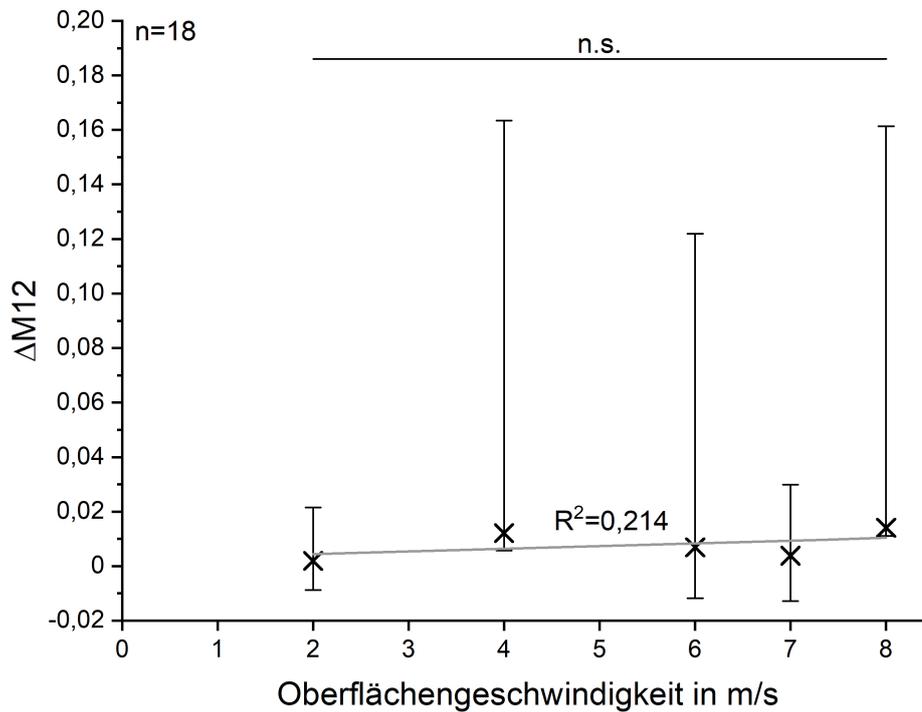
für 4, 6 und 10 m/s (P) sowie 4, 6 und 8 m/s (D) deutlich größere Fehlerbalken im negativen Bereich auf. Die Differenz der Depolarisationskraft Δ variiert ebenfalls leicht und weist bei 4, 6 und 10 m/s größere Fehlerbalken im positiven Bereich auf. Die Verzögerung R und die optische Rotation ψ weisen symmetrische Fehlerbalken mit einer vergleichsweise großen Spannweite auf. Die arithmetischen Mittel der linearen Verzögerung δ schwanken um den Wert 0,16 und die Spannweite der Datensätze reicht von 1,45 (9 m/s) bis zu 3,54 (2 m/s).

Zur Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Gefüge werden die selben Einträge bzw. Kennwerte wie in Abbildung 6.7, 6.8 und 6.9 betrachtet. Auch hier im Bereich zwischen der minimalen (2 m/s) und der maximalen (8 m/s) Ausrichtung. In Abbildung 6.16 sind die Daten des unbelasteten (ub) und belasteten (b) Zustands als Boxplots (Abbildung (Abb.) 6.16a) sowie die Differenz (Abb. 6.16b) dieser beiden Zustände für M_{12} (s. Abb. 6.14) dargestellt. Bei der Betrachtung der Boxplots fällt auf, dass sowohl der Median als auch das arithmetische Mittel jeweils für den belasteten Zustand höher ausfallen. Vereinzelt treten Ausreißer auf, zum Beispiel bei 4, 6 und 8 m/s. Auch lässt sich ein leichter Anstieg der Werte mit steigender Oberflächengeschwindigkeit erkennen. Die Beurteilung der Verteilung mittels QQ-Plots ergab, dass für 2 und 7 m/s eine Normalverteilung angenommen kann. Zur Überprüfung des Einflusses der Belastung auf die Ausrichtung im Gefüge, werden parametrische (2 und 7 m/s) und nicht-parametrische (4, 6 und 8 m/s) Tests durchgeführt. Die Varianzanalysen ergeben dabei keine signifikanten (n.s.) Unterschiede zwischen den Gruppen „ub“ und „b“ (s. Abb. 6.16a).

Der Wert für ΔM_{12} nimmt mit steigender Oberflächengeschwindigkeit zu, mit 0,002 bei 2 m/s und 0,014 bei 8 m/s. Die kleinste Spannweite tritt bei 2 m/s (0,03) auf und die größte bei 4 m/s (0,16). Die durchgeführte lineare Regression ergibt ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,214$ (s. Tab. A.5). Damit ergibt sich kein linearer Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors (Regressor, Einflussfaktor) und der Differenz ΔM_{12} des Eintrags M_{12} (Regressand, Zielvariable) zwischen dem unbelasteten und belasteten Zustand. Zur Beurteilung der Verteilung werden QQ-Plots erstellt. Auf Grund der Ergebnisse kann nur für 2 und 7 m/s eine Normalverteilung angenommen werden. Daher wird im Rahmen der schließenden Statistik eine KW-ANOVA durchgeführt. Der anschließende Vergleich mittlerer Ränge ergibt keine signifikanten (n.s.) Unterschiede zwischen den Gruppen (s. Abb. 6.16b).



a)

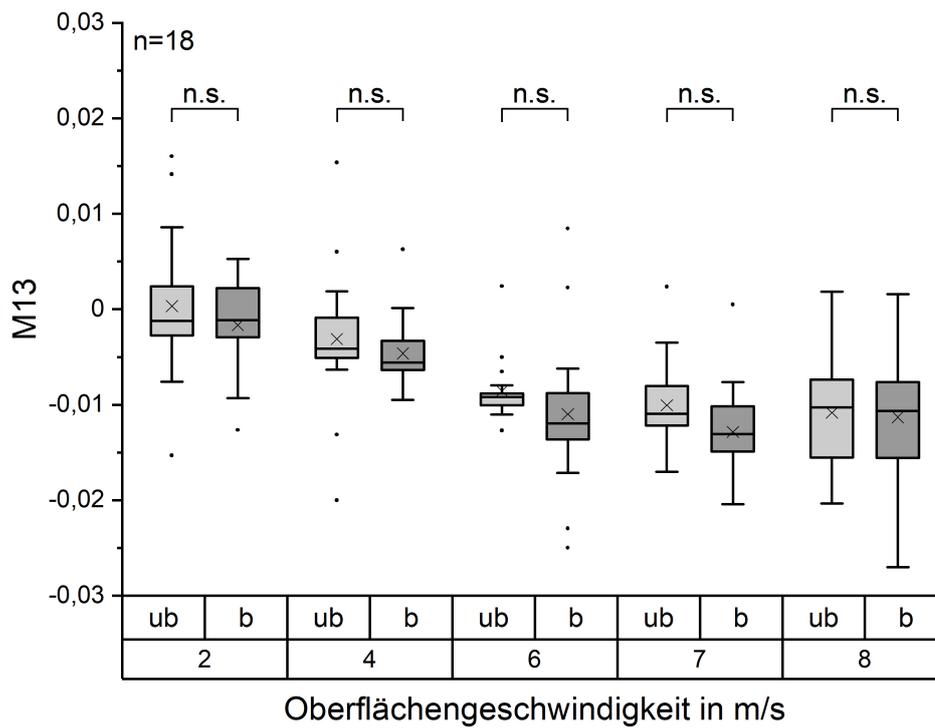


b)

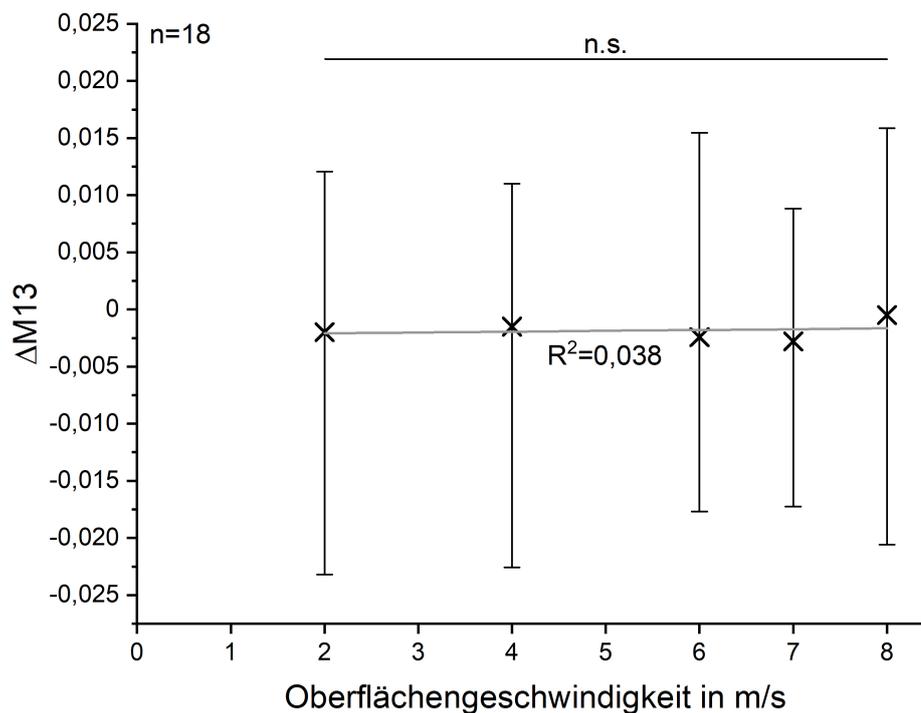
Abbildung 6.16: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf die Gefügeveränderungen unter Last, an Hand des MM-Eintrags M_{12} . a) Boxplots für den unbelasteten (ub, hellgrau) sowie den belasteten (b, dunkelgrau) Zustand und b) Differenz zwischen unbelastetem (ub) und belastetem (b) Zustand, jeweils für Oberflächengeschwindigkeiten zwischen 2 und 8 m/s.

Abbildung 6.17 zeigt die Daten der beiden Zustände (unbelastet und belastet) als Boxplots (Abb. 6.17a) sowie die Differenz ΔM_{13} (Abb. 6.17b) dieser Zustände für M_{13} (s. Abb. 6.14). Sowohl der Median als auch das arithmetische Mittel weisen für beide Zustände ähnliche Werte auf und außer bei 8 m/s treten überall vermehrt Ausreißer auf. Auch weist die Gruppe 8 m/s eine deutlich breitere Verteilung der Werte auf. Bis 7 m/s ist ein leichtes Absinken der arithmetischen Mittel mit steigender Oberflächengeschwindigkeit zu erkennen. Die Untersuchung der Verteilung mittels QQ-Plots ergab, dass nur für 2, 7 und 8 m/s eine Normalverteilung angenommen kann. Zur Überprüfung des Einflusses der Belastung auf die Ausrichtung im Gefüge, werden parametrische (2, 7 und 8 m/s) und nicht-parametrische (4 und 6 m/s) Tests durchgeführt. Auch hier ergeben die Varianzanalysen keine signifikanten (n.s.) Unterschiede zwischen den Gruppen „ub“ und „b“ (s. Abb. 6.17a).

Der Wert für ΔM_{13} steigt leicht mit -0,002 bei 2 m/s und 0 bei 8 m/s an. Die Spannweite ist vergleichbar, mit der kleinsten für 2 m/s (0,03) und der größte für 8 m/s (0,04). Die durchgeführte lineare Regression ergibt ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,038$. In Tab. A.5 ist die entsprechende Geradengleichung aufgeführt. Damit ergibt sich kein linearer Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors und der Differenz ΔM_{13} des Eintrags M_{13} zwischen dem unbelasteten und belasteten Zustand. Auch hier werden QQ-Plots zur Beurteilung der Verteilung erstellt. Für alle Gruppen kann eine Normalverteilung angenommen werden. Daher wird im Rahmen der schließenden Statistik eine ANOVA durchgeführt. Der Tukey-Kramer post-hoc-Test ergibt keine signifikanten (n.s.) Unterschiede zwischen den Gruppen (s. Abb. 6.17b).



a)

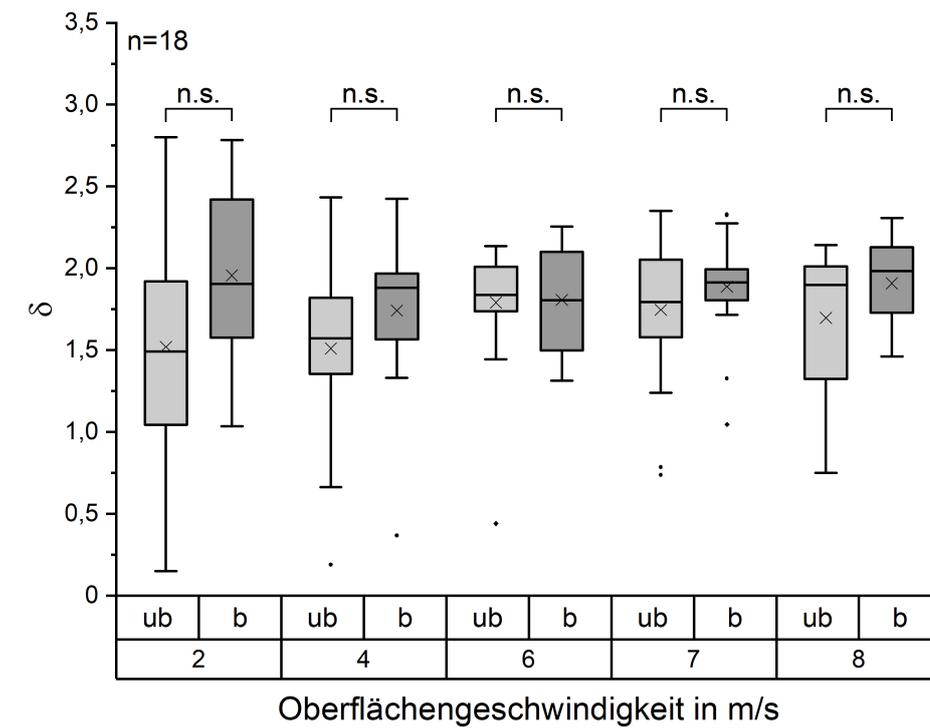


b)

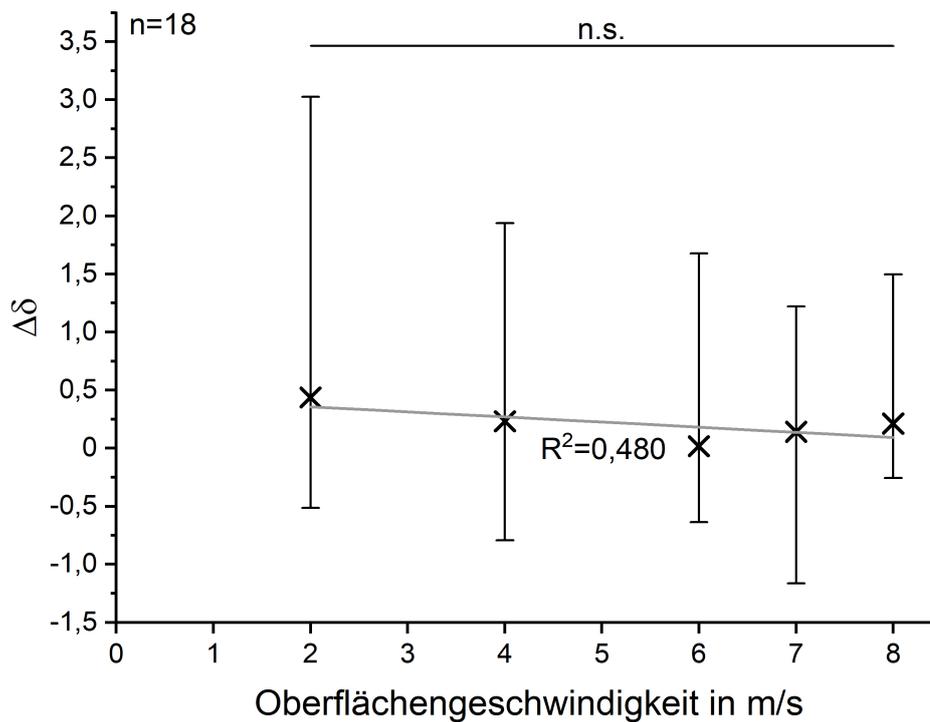
Abbildung 6.17: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf die Gefügeveränderungen unter Last, an Hand des MM-Eintrags M_{13} . a) Boxplots für den unbelasteten (ub, hellgrau) sowie den belasteten (b, dunkelgrau) Zustand und b) Differenz zwischen unbelastetem (ub) und belastetem (b) Zustand, jeweils für Oberflächengeschwindigkeiten zwischen 2 und 8 m/s.

In Abbildung 6.18 sind die Daten der beiden Zustände (ub und b) als Boxplots (Abb. 6.18a) sowie die Differenz $\Delta\delta$ (Abb. 6.18b) dieser Zustände für δ (s. Abb. 6.15) abgebildet. Für alle Oberflächengeschwindigkeiten, außer 6 m/s, fallen der Median sowie das arithmetische Mittel im belasteten Zustand höher aus. Für 4, 6 und 7 m/s treten vereinzelt Ausreißer auf. Die Gruppe 2 m/s weist die breiteste Verteilung und die größte Spannweite auf. Bei ansteigender Oberflächengeschwindigkeit ist weder ein Anstieg noch ein Absinken der Lagemaße zu erkennen. Die Untersuchung der Verteilung mittels QQ-Plots ergab, dass für 6 und 8 m/s keine Normalverteilung angenommen werden kann. Mittels parametrischer (2, 4 und 7 m/s) und nicht-parametrischer (6 und 8 m/s) Tests wird der Einfluss der Belastung auf die Ausrichtung im Gefüge untersucht. Auch hier ergibt die Varianzanalyse keine signifikanten (n.s.) Unterschiede zwischen den Gruppen „ub“ und „b“ (s. Abb. 6.18a).

Der Wert für $\Delta\delta$ nimmt mit steigender Oberflächengeschwindigkeit ab, mit 0,437 bei 2 m/s und 0,212 bei 8 m/s. Die durchgeführte lineare Regression ergibt ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,480$. In Tab. A.5 ist die entsprechende Geradengleichung aufgeführt. Damit ergibt sich auch hier kein linearer Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors und der Differenz $\Delta\delta$ des Kennwerts δ zwischen dem unbelasteten und belasteten Zustand. Zur Beurteilung der Verteilung werden QQ-Plots erstellt. Auf Grund der Ergebnisse kann für alle Gruppen eine Normalverteilung angenommen werden. Im Rahmen der schließenden Statistik wird daher eine ANOVA durchgeführt. Der anschließende Tukey-Kramer post-ho-Test ergibt keine signifikanten (n.s.) Unterschiede zwischen den Gruppen (s. Abb. 6.18b).



a)



b)

Abbildung 6.18: Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf die Gefügeveränderungen unter Last, an Hand des MM-Kennwerts δ . a) Boxplots für den unbelasteten (ub, hellgrau) sowie den belasteten (b, dunkelgrau) Zustand und b) Differenz zwischen unbelastetem (ub) und belastetem (b) Zustand, jeweils für Oberflächengeschwindigkeiten zwischen 2 und 8 m/s.

7 Diskussion

7.1 REM-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogesponnenen PCL-Faservliesen

7.1.1 Anwendbarkeit der Methode im Kontext elektrogesponnener Faservliese

Das im Titel der vorliegenden Arbeit formulierte Ziel ist die Ausrichtungsanalyse in elektrogesponnenen Faservliesen. Daher ist eine Betrachtung der Anwendungsgrenzen bzw. die Dimensionen der zu betrachtenden Fasern unerlässlich. Für die mikroskopie- und tomographiebasierten Verfahren werden in der Literatur mittlere Faserdurchmesser von 140 nm [15] bis 11,7 μm [16] angegeben (s. Tab. 3.3). Im Rahmen dieser Arbeit werden, basierend auf den Ergebnissen vorheriger Herstellungsprozesse mit identischen Parametern in der selben Elektrosinn-Anlage Vliese mit mittleren Faserdurchmessern von 1,4 bis 2,8 μm betrachtet [8, 9]. Somit liegen die Werte im Messbereich der Rasterelektronenmikroskopie (REM)-basierten Methode.

Neben der durchmesserbegrenzten Anwendbarkeit ist ebenso die Genauigkeit der Ergebnisse der Ausrichtungsanalyse zu beachten. Hier ergeben sich Werte zwischen $-84,9^\circ$ und $79,3^\circ$ (s. Abb. 6.1). Diese Ergebnisse werden maßgeblich durch die Auflösung der REM-Aufnahmen und die auswertende Person beeinflusst. Bereits in Kapitel 3.1 wurde deutlich, dass die manuelle Auswertung der Faservliese subjektiv und fehleranfällig ist. JACOB et al. publizierte im Jahr 2011 eine Studie, die sich mit dem Fehler durch die Anwendenden beschäftigt [164]. Dazu wurden 50 verschiedene Metallwerkstücke sowohl maschinell als auch manuell vermessen. Dabei ergab sich ein Fehler von 0,5 bis 31,87 % für die manuell gemessenen Werte [164]. Weiterhin wird angenommen, dass die Vermessung der Faserausrichtung mit Hilfe einer Computer-Maus am Computer-Bildschirm gleichartig zum beschriebenen Messvorgang durch JACOB et al. ist. Damit ergibt sich, für die REM-basierten Ergebnisse dieser Arbeit, ein Fehler von $> 0,4^\circ$. Dies ist allein auf den Fehler durch die Anwendenden zurückzuführen. Dazu kommen Ungenauigkeiten bedingt durch die Auflösung der REM-Aufnahmen und das Protokoll der Messmethode (Auswahl der Fasern, Betrachtung der OF) selbst. Auf Basis dieser Einschätzung, liefert die Angabe der Messwerte mit mehr als einer Nachkommastelle weder belastbare Ergebnisse noch einen größeren Informationsgehalt.

7.1.2 Zusammenhang zwischen Oberflächengeschwindigkeit und Faserausrichtung

Die Daten der REM-basierten Ausrichtungsanalyse weisen alle nahezu identische Werte für den Median und das arithmetische Mittel auf (s. Abschnitt 6.1). FRICKE & BECKER et al. haben bereits zeigen können, dass dies bei der beschriebenen Methode ein zu erwartendes Ergebnis ist. Daher wird zur Betrachtung der Beziehung zwischen Regressor und Regressand der Boxplot als graphische Darstellung gewählt (s. Abbildung (Abb.) 6.1). Dabei ist deutlich zu erkennen, dass der Quartilsabstand mit zunehmender Oberflächengeschwindigkeit abnimmt. FRICKE & BECKER et al. haben den Zusammenhang zwischen Oberflächengeschwindigkeit und Ausrichtung der Fasern auf Basis dieses Streuungsmaßes qualitativ zeigen können. [8, 10]

Mit steigender Ausrichtung der Fasern ist bei dieser Messmethode zu erwarten, dass die Häufigkeit von Winkeln nahe 0 zunimmt. Daher wurde der Modus in dieser Arbeit als Lagemaß zur Untersuchung eines potenziellen Maximums der Ausrichtung betrachtet. Die dargestellten Ergebnisse in Abbildung 6.2 lassen, in Kombination mit den Boxplots aus Abbildung 6.1, den Schluss zu das die maximale Ausrichtung bei 8 m/s auftritt. Damit konnten die Ergebnisse von FRICKE & BECKER et al., Maximum zwischen 7 und 8 m/s, im Rahmen dieser Arbeit bestätigt werden [8].

Die hier durchgeführten Untersuchungen haben im Bereich zwischen der minimalen (2 m/s) und maximalen Ausrichtung (8 m/s) einen linearen Zusammenhang belegen können. Die Nullhypothese ($H_{0i} = \mu_i = \mu_0$) konnte im Rahmen der schließenden Statistik nicht abgelehnt werden. Es liegen also keine signifikanten Unterschiede zwischen der Kontrollgruppe (minimale Ausrichtung 2 m/s) und den anderen Gruppen vor. Damit ist nicht auszuschließen, dass die Unterschiede zwischen den Gruppen durch die Streuung innerhalb der Gruppen zu erklären ist. Diese Ergebnisse decken sich nur teilweise mit denen von FRICKE & BECKER et al. sowie DELP et al.. Hier wurden signifikante Unterschiede zwischen der Kontrollgruppe und den restlichen Gruppen nachgewiesen. [8–10] Die hohe Subjektivität der Auswertungsmethode ist hier als einer der Gründe für diese Beobachtung zu nennen.

Zum Vergleich der Ergebnisse mit denen anderer Methoden, haben FRICKE & BECKER et al. den absoluten Winkel der Fasern als Kennwert eingeführt [8]. Im Gegensatz zu den Arbeiten von FRICKE & BECKER et al. konnte der lineare Zusammenhang zwischen Regressor und Regressand in dieser Arbeit quantitativ nachgewiesen werden.

7.2 MÜLLER Matrix-Polarimetrie-basierte Ausrichtungsanalyse von Polymerfasern in elektrogenesponnenen PCL-Faservliesen

7.2.1 Anwendbarkeit der Methode im Kontext elektrogenesponnener Faservliese

Für die polarimetrische Untersuchung elektrogenesponnener Vliese sind mittlere Faserdurchmesser von 270 nm [10] bis 6,32 μm [133] dokumentiert (s. Tab. 3.5). Dabei berichten XIAOPENG LI et al. in 2018 von einer Limitierung der Anwendung auf mittlere Durchmesser $\geq 140\text{ nm}$ [133]. Allerdings haben FRICKE & BECKER et al. in 2019 gezeigt, dass die Untersuchung von Fasern im Bereich von 0,27 μm ebenfalls möglich ist. Somit befinden sich die mittels MÜLLER Matrix (MM)-Polarimetrie vermessenen Fasern ebenfalls im Messbereich der Methode. Im Rahmen der durchgeführten MM-Polarimetrie treten deutlich kleinere Werte als bei der REM-basierten Ausrichtungsanalyse auf. In Tabelle 7.1 sind die Größenordnungen der relevanten MM-Einträge und -Kennwerte dieser Arbeit denen von FRICKE & BECKER et al. und XIAOPENG LI et al. gegenüber gestellt.

Tabelle 7.1: Vergleich der Größenordnungen relevanter MM-Einträge und -Kennwerte für die morphologische Untersuchung elektrogenesponnener Vliese. [8, 10, 133]

Forschende	M_{12}	M_{13}	M_{21}	P	Δ	δ
DU PUIITS	2×10^{-2}	2×10^{-2}	2×10^{-3}	2×10^{-2}	$0,9 \times 10^0$	2×10^0
FRICKE & BECKER et al. 2019	4×10^{-2}	2×10^{-2}	2×10^{-2}	$4,5 \times 10^{-2}$	$0,9 \times 10^0$	-
FRICKE & BECKER et al. 2020	-	-	-	4×10^{-1}	-	-
XIAOPENG LI et al.	-	-	-	-	$0,8 \times 10^0$	-

Dabei ist deutlich zu erkennen, dass die Werte für Δ bei allen Arbeitsgruppen im gleichen Wertebereich liegen. Darüber hinaus sind die Größenordnungen für M_{12} , M_{13} und P bei FRICKE & BECKER et al. ebenfalls mit den hier gemessenen Werten vergleichbar. Die zur Berechnung der Ergebnisse verwendete Software MATLAB nutzt per *default* 16 Nachkommastellen. Basierend auf dem IEEE-754-Standard für Gleitkommazahlen sind im „Decimal64“-Format Mantissen mit 16 Stellen und Exponenten mit $e = 384$ Stellen (10^e) möglich [165]. Damit gliedern sich die, im Rahmen dieser Arbeit, erzeugten Datensätze in die Werte aus der Literatur ein und können als belastbar angesehen werden.

7.2.2 Wirkprinzip elektrogenespinnener Faservliese im Kontext der MÜLLER Matrix-Polarimetrie

Im Abschnitt 2.6.1 ist die generelle Funktion eines Linearpolarisators (LPs) erläutert. Wobei nur die entlang der Transmissionsachse (TA) schwingende elektromagnetische Strahlung (s. Abb. 2.3) durch das Medium propagiert. Ein kommerziell erhältlicher *Wire Grid Polarizer*, z.B. WP25M-VIS (Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA), besteht aus Metalldrähten in einem Substrat, zwischen zwei Schichten Schutzglas. Die TA verläuft dabei orthogonal zur Drahtausrichtung. Dies liegt daran, dass elektromagnetische Wellen die in der Richtung der Drähte schwingen eher mit diesen wechselwirken. Abbildung 7.1 zeigt den Aufbau eines *Wire Grid Polarizer* bzw. eines elektrogenespinnenen Faservlieses mit idealer maximaler Faserausrichtung inklusive Faser/Drahtrichtung sowie der TA.

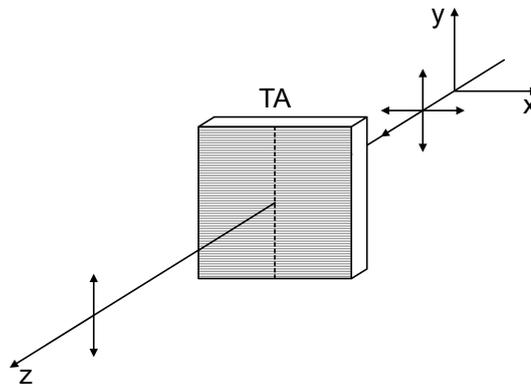


Abbildung 7.1: Wirkung eines idealen *Wire Grid Polarizers* bzw. eines elektrogenespinnenen Faservlieses auf unpolarisiertes Licht. Die TA verläuft orthogonal zur Ausrichtung der Drähte (dunkelgrau). Die entlang der Transmissionsachse (TA) polarisierten Anteile des elektromagnetischen Strahlungsbündels werden transmittiert. Die restliche elektromagnetische Strahlung wird gefiltert. (nach [25])

Die Forschenden um YAO et al. haben bereits 2007 eine Methode zur Herstellung von LCVRs mittels anisotroper elektrogenespinnener Fasern veröffentlicht. [166] Dabei wurde der Polarisationszustand elektromagnetischer Wellen entsprechend beeinflusst. Das Wirkprinzip bei Faservliesen mit idealer maximaler Faserausrichtung wird deshalb analog zum *Wire Grid Polarizer* angenommen. Diese Annahme wird auch auf die idealen MMs eines LPs (s. Tabelle (Tab.) 2.2) übertragen. Wie in Abschnitt 5.5.1 beschrieben, werden die einzelnen Fasern als statistisch im Vlies verteilt angenommen. Daher sind selbst bei einer maximal erreichbaren Ausrichtung der Fasern, wie sie bei 8 m/s auftritt, die Fasern nicht ideal parallel. Daraus resultiert eine verringerte Selektivität ($< 100\%$) und das transmittierte Licht ist unter Umständen partiell polarisiert. Unter anderem aus diesem Grund erfolgt die Beschreibung des Polarisationszustands im Rahmen dieser Arbeit, mit Hilfe des STOKES- und MM-Formalismus.

7.2.3 Zusammenhang zwischen Oberflächengeschwindigkeit und Faserausrichtung

Bestimmung der Faserausrichtung Im Rahmen dieser Arbeit wurden zur kontaktlosen und zerstörungsfreien Ausrichtungsanalyse in elektrogesponnenen Faservliesen mittels MM-Polarimetrie drei ausrichtungssensitive Einträge bzw. Kennwerte identifiziert: M_{12} , M_{13} und δ . In Abbildung 7.2 sind die Ergebnisse im Bereich zwischen der minimalen und maximalen Ausrichtung aufgetragen.

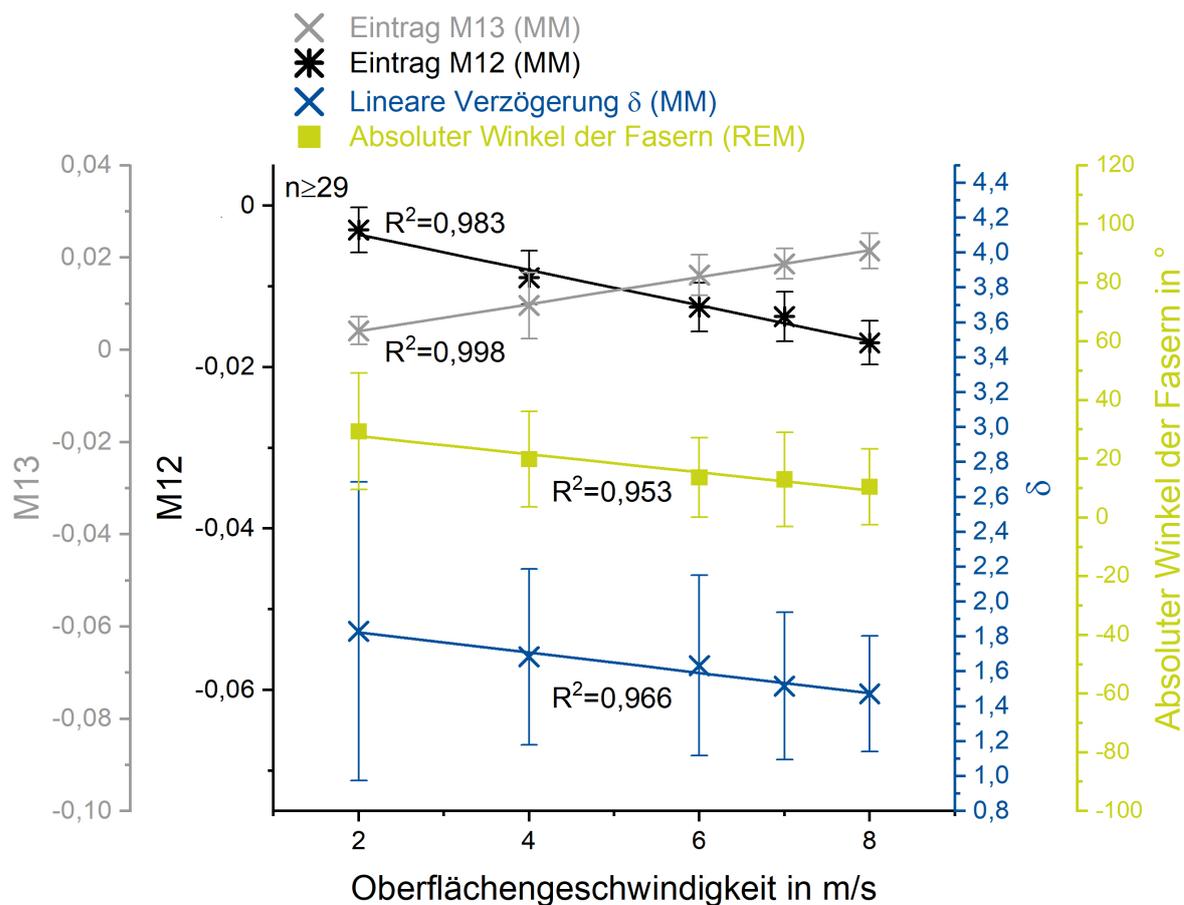
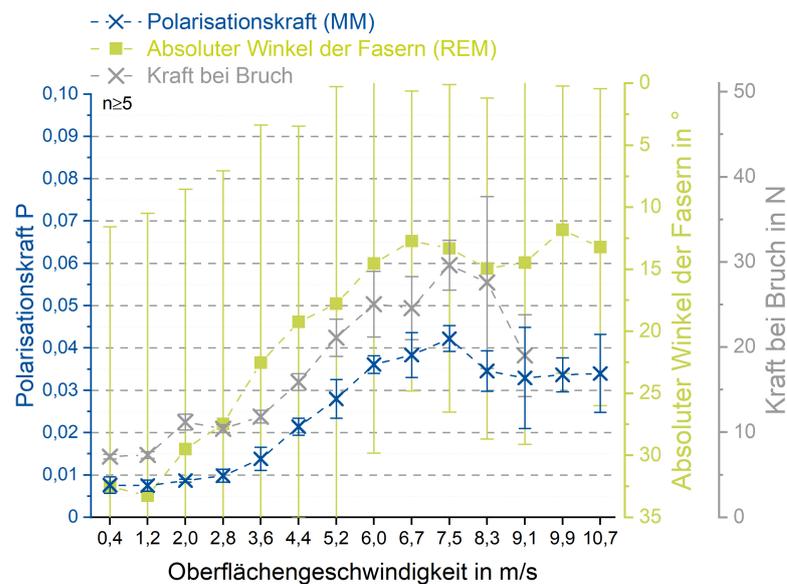


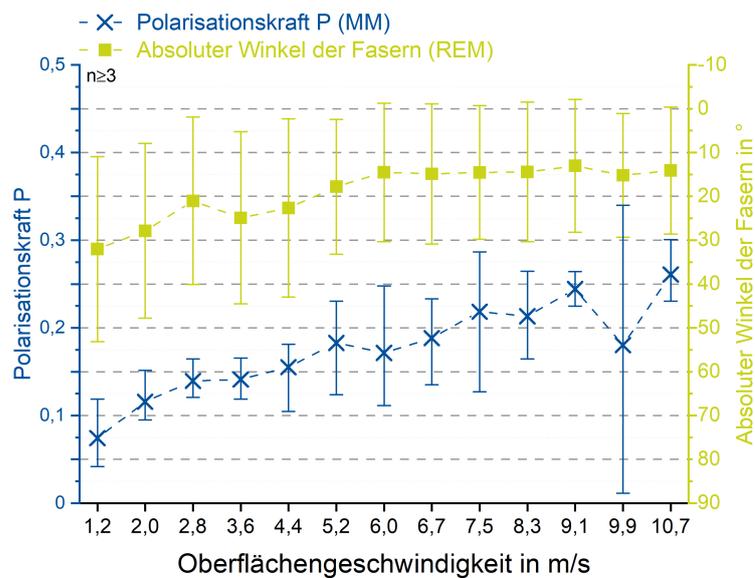
Abbildung 7.2: Vergleich des absoluten Winkels der Fasern und der ausrichtungssensitiven MM-Einträge und -Kennwerte (M_{12} , M_{13} und δ). Die schwarzen Sterne repräsentieren den Median von M_{12} , die grauen Kreuze das arithmetische Mittel von M_{12} , die grünen Quadrate das arithmetische Mittel der absoluten Ausrichtung und die blauen Kreuze das arithmetische Mittel von δ . Die Fehlerbalken stellen die empirische Standardabweichung (absolute Ausrichtung, M_{12} und M_{13}) und den Quartilsabstand (δ) dar.

Dabei konnte der direkte Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors (Regressor, Einflussfaktor) und M_{12} , M_{13} sowie δ (Regressand, Zielvariable) einwandfrei nachgewiesen werden. Wie in Abschnitt 5.3.4 beschrieben, werden die Vlies-Proben so

auf der Halterung befestigt das die Rotationsrichtung des Kollektors orthogonal zur Tischoberfläche verläuft. Demnach liegt die ideale TA bei maximal ausgerichteten Vliesen horizontal und der Anteil an transmittiertem horizontal polarisiertem Licht sollte mit steigender Oberflächengeschwindigkeit zunehmen. Der Eintrag M_{12} berechnet sich nach Gleichung 2.22 zu $M_{12} = HH + HV - VH - VV$. Somit ist ein Anstieg des Signal bei steigender Oberflächengeschwindigkeit zu erwarten. FRICKE & BECKER et al. haben dies im Rahmen ihrer Untersuchungen zeigen können [8]. Im Rahmen dieser Arbeit ist allerdings kein direkter Zusammenhang zwischen dem arithmetischen Mittel und der Oberflächengeschwindigkeit nachzuweisen gewesen (s. Abb. 6.4). Auch die Betrachtung der Verteilung innerhalb der Datensätze mittels Boxplots ergab keinen eindeutigen Zusammenhang (s. Abb. A.1 in Anhang A.6.1). Daher wurde der Median als robusteres Lagemaß weiterführend untersucht. Damit konnte sowohl ein linearer Zusammenhang zwischen Regressor und Regressand (s. Abb. 7.2) als auch stark signifikante Unterschiede zwischen der Kontrolle (2 m/s) und den Gruppen 6 bis 8 m/s nachgewiesen werden (s. Abb. 6.7). Diese Unterschiede sind also nicht durch die Streuung innerhalb der Datensätze zu begründen. Obwohl es möglich war, einen linearen Zusammenhang nachzuweisen, handelte es sich hierbei nicht wie erwartet um einen proportionalen, sondern um einen antiproportionalen Zusammenhang. Der Eintrag M_{13} berechnet sich nach Gleichung 2.22 zu $M_{13} = PH + PV - MH - MV$. Da $+45^\circ$ und -45° polarisiertes Licht auch horizontale und vertikale Anteile aufweist, ist ein proportionaler Zusammenhang zwischen M_{13} und der Oberflächengeschwindigkeit zu erwarten. Dieser lineare Zusammenhang konnte einwandfrei nachgewiesen werden (s. Abb. 7.2). Im Rahmen der schließenden Statistik wurden stark signifikante Unterschiede zwischen der Kontrolle und allen anderen Gruppen aufgezeigt (s. Abb. 6.8). Somit ermöglicht der Eintrag M_{13} eine verlässliche Aussage über die verwendete Oberflächengeschwindigkeit bei der Herstellung der Vliese (retrospektiv). Der MM-Kennwert δ beschreibt das Vermögen einer Probe, die linearen Anteile polarisierten Lichts zu verzögern. Die Berechnung erfolgt auf Basis der Einträge $M_R(2,2)$, $M_R(3,3)$, $M_R(3,2)$ und $M_R(2,3)$ der Matrix eines Verzögerers M_R (s. Gl. 2.36). Da die Faserausrichtung proportional zur Oberflächengeschwindigkeit ist, würde auch die Menge an transmittiertem linear polarisiertem Licht ansteigen und sich in einer Reduzierung der Verzögerung dieser Anteile widerspiegeln. Auch dieser antiproportionale, lineare Zusammenhang konnte im Rahmen der Untersuchungen nachgewiesen werden (s. Abb. 7.2). Im Zuge der durchgeführten Varianzanalyse (eng.: *Analysis of Variances*) (ANOVA) konnte die Nullhypothese nicht abgelehnt werden. Die Unterschiede können also auch durch die Streuung innerhalb der Datensätze begründet werden (s. Abb. 6.9). Der MM-Kennwert δ ist demnach für den quantitativen Nachweis der Abhängigkeit von Regressor und Regressand anwendbar, aber nicht für die retrospektive Identifikation der verwendeten Oberflächengeschwindigkeit bei der Herstellung. Dies ist bisher nur mittels M_{13} möglich. FRICKE & BECKER et al. haben darüber hinaus den Eintrag M_{21} und die Polarisationskraft P zur qualitativen Beschreibung der Regressor-Regressand-Beziehung verwendet. Die Abb. 7.3 zeigt den Vergleich des absoluten Winkels der Fasern und der Polarisationskraft P von FRICKE & BECKER et al.. [8, 10, 22]



a)



b)

Abbildung 7.3: Vergleich der Polarisationskraft P , des absoluten Winkels der Fasern und der Kraft bei Bruch von FRICKE & BECKER et al. [8, 10]. a) Das arithmetische Mittel wird jeweils durch die blauen Kreuze (Polarisationskraft P), die grünen Quadrate (absoluter Winkel der Fasern) und die grauen Kreuze (Kraft bei Bruch) repräsentiert. Die Fehlerbalken stellen die empirische Standardabweichung dar. (nach [8]) b) Die blauen Kreuze repräsentieren das arithmetische Mittel der Polarisationskraft P und die grünen Quadrate das arithmetische Mittel des absoluten Winkels der Fasern. Die Fehlerbalken stellen die empirische Standardabweichung (absoluter Winkel der Fasern) sowie das Minimum und Maximum (P) dar. (nach [10])

Obwohl sich die Verläufe ähneln, wurde in den beschriebenen Untersuchungen ($n = 3$) weder ein linearer Zusammenhang nachgewiesen noch die mögliche Signifikanz der Unterschiede betrachtet. Dennoch haben FRICKE & BECKER et al. das Potenzial der Methode erfolgreich erschlossen und erste Ergebnisse präsentieren können. Um eine solche Beziehung aber weitergehend zu evaluieren, wurde in dieser Arbeit ein deutlich größerer Stichprobenumfang von $n \geq 29$ untersucht. Auf Basis der Ergebnisse konnte allerdings kein eindeutiger Trend bzw. Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit und M_{21} oder P aufgezeigt werden (s. Abschnitt 6.2.1). Gründe für diese Unterschiede können unter anderem die verwendeten Prozessparameter und die Anisotropie sowie Dicke der Vliese sein. Die obere und untere Seite eines Vlieses weist grundsätzlich unterschiedliche makroskopische Eigenschaften auf [43, 112]. Während der statistischen Ablage der Fasern auf dem Kollektor bildet sich eine Isolationsschicht aus und führt damit zu einer zeitabhängigen Veränderung des elektrischen Feldes (E-Feldes). Die Gefügestruktur wird also stark von der Menge der abgelegten Fasern bzw. Polymermenge beeinflusst. Darüber hinaus ist die Gefügestruktur innerhalb der Vliese abhängig von der Dicke, welche wiederum in direktem Zusammenhang zur Flussrate, Prozessdauer und Kollektor-Geometrie bzw. den -dimensionen steht (s. Abschnitt 2.7). Aus diesem Grund ist eine Messmethode die auf die Oberfläche einer Probe limitiert ist, nicht in der Lage die Gesamtheit der Gefügestruktur einer Probe zu erfassen. Da die Intensität des transmittierten Lichtes mit zunehmender Dicke der Proben abnehmen sollte, ist die Vliesdicke ein weiterer potenzieller Grund. Allerdings stimmen die Größenordnungen der gemessenen Werte überein, wie in Abschnitt 7.2.1 beschrieben ist. Dies ist darauf zurück zu führen, dass alle Einträge der MM auf den Eintrag M_{11} normiert werden. Dieser Eintrag entspricht der Gesamtintensität und die Intensitätsunterschiede werden damit ausgeglichen. Im Rahmen dieser Arbeit werden die Unterschiede in den identifizierten Einträgen und Kennwerten deshalb auf die Gefügestruktur der Vliese zurückgeführt, bedingt durch die unterschiedlichen Kollektorgeometrien und Prozessdauern. Der Vergleich des absoluten Winkels der Fasern mit M_{12} , M_{13} und δ im Rahmen dieser Arbeit zeigt für alle Werte einen linearen Zusammenhang zwischen Oberflächengeschwindigkeit und Ausrichtung der Fasern. Somit konnte die erste Hypothese dieser Arbeit bestätigt und weitere ausrichtungssensitive MM-Einträge sowie -Kennwerte identifiziert werden. Darüber hinaus ist das Bestimmtheitsmaß für die MM-basierten größer als für die REM-basierten Ergebnisse. Außerdem weist M_{13} stark signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen auf und stellt damit das robusteste Maß für die Bestimmung der Faserausrichtung in elektrogenesponnenen Vliesen dar.

Bestimmung der rotationsabhängigen Faserausrichtung Beim Vergleich der Ergebnisse ist eine deutliche Rotationsabhängigkeit für M_{12} , M_{14} , M_{33} , M_{44} und Δ zu erkennen (s. Abb. 6.12). Dabei fällt auf, dass die ausrichtungssensitiven Einträge M_{13} und δ keine solche Abhängigkeit aufweisen. FRICKE & BECKER et al. sowie FRICKE haben erstmals diese Rotationsabhängigkeit für Vliese aus Polycaprolacton (PCL) und PCL:Gelatine (GT) beschrieben. Dabei wiesen die reinen PCL-Proben in den Einträgen M_{12} , M_{13} , M_{21} und M_{31} einen sinusförmigen Verlauf über die Rotation von 360° auf. In M_{22} , M_{23} , M_{32} und M_{33} trat ein sinusförmiger Verlauf mit doppelter Frequenz auf [8]. Für die PCL:GT-Proben war der sinusförmige Verlauf zusätzlich in den Einträgen M_{14} , M_{42} und M_{43} zu erkennen [10, 22]. Ausgehend vom angenommenen Wirkprinzip elektrogewebener Vliese (s. Abschnitt 7.2.2) ist eine rotationsabhängige Änderung der Messwerte zu erwarten, da sich das Verhalten dem eines LPs annähert (s. Tab. 2.2). In Abbildung 7.4 ist der erwartete Verlauf eines Vlieses mit vertikaler Ausrichtung bei Rotation abgebildet.

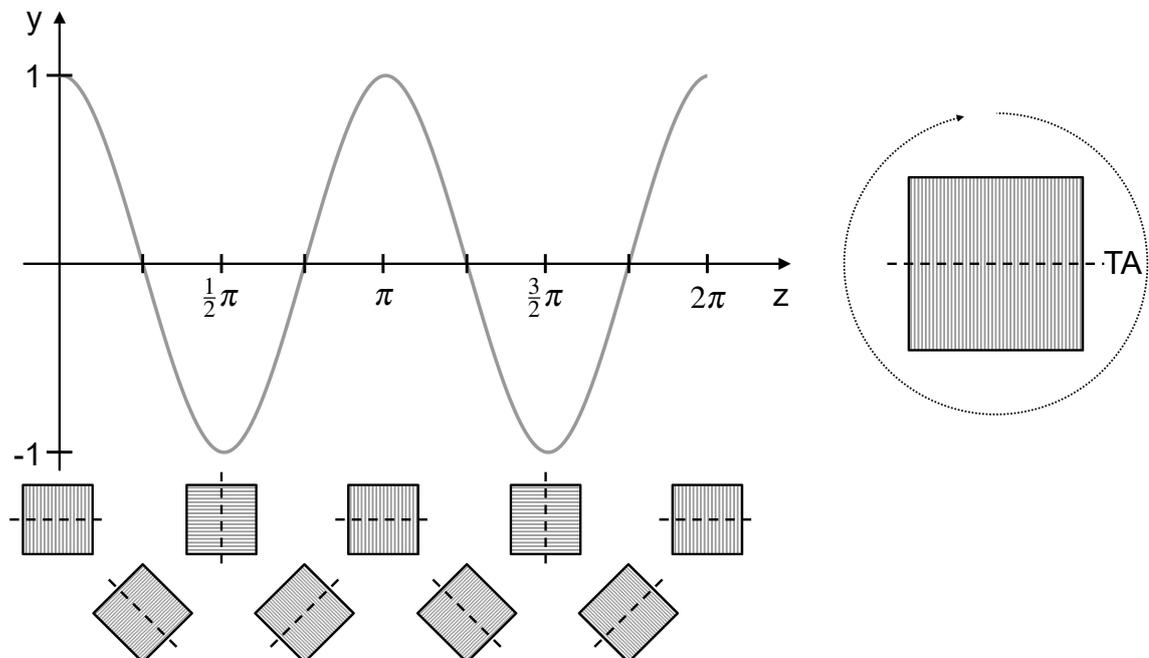


Abbildung 7.4: Theoretischer Verlauf des Signal-Verlaufs von z.B. M_{12} einer Probe die wie ein horizontaler Polarisator wirkt. Dabei ist die Faserausrichtung im Vlies vertikal und die theoretische TA horizontal.

Bei der Rotation der Probe im Uhrzeigersinn, liegt der Nulldurchgang jeweils bei $+45^\circ$ oder -45° der TA und die Minima sowie Maxima bei ganzzahligen Vielfachen von 90° . Die Ergebnisse von FRICKE & BECKER et al. sowie FRICKE unterstützen die Annahme des Wirkprinzips eines maximal ausgerichteten Vlieses. Der im Rahmen dieser Arbeit ermittelte Eintrag M_{33} zeigt bis 180° einen mit FRICKE & BECKER et al. vergleichbaren Verlauf. Darüber hinaus weisen auch M_{44} und Δ einen periodischen Verlauf auf, allerdings mit abweichenden Periodenlängen und Amplituden. Der Eintrag M_{14} weist, unter der Annahme eines sinusförmigen Verlaufs, eine leichte

Phasenverschiebung und höhere Amplitude als bei FRICKE & BECKER et al. auf. Demnach unterstützen auch die hier ermittelten Ergebnisse die Annahme des LP-Wirkprinzips eines maximal ausgerichteten Vlieses. Neben der Änderung der Einträge bei Rotation, haben FRICKE & BECKER et al. ebenfalls den STOKES-Vektor der schnellen Achse (SA) der Verzögerung R betrachtet. Damit sollte eine Aussage über die Orientierung der ausgerichteten Fasern im Raum getroffen werden. Für reine PCL-Proben war eine geringfügige Abhängigkeit der SA der Verzögerung R vom Rotationswinkel zu erkennen. Allerdings reichte dies nicht aus um einen direkten Zusammenhang nachzuweisen. Die Untersuchung der PCL:GT-Proben zeigte hingegen eine deutliche Abhängigkeit von der Rotation der Probe im Raum. Der aufgetretene Offset von ungefähr 20° könnte auf eine Verkippung bei der Einspannung der Proben, eine präparationsbedingte Abweichung oder ein inhomogenes elektrisches Feld (E-Feld) beim Elektrosplennen zurück geführt werden. Im Rahmen dieser Arbeit war ein Unterschied in der Verteilung der Vektoren in der POINCARÉ-Kugel zu beobachten. Bei der ausgerichteten Probe lagen die Vektoren in der Äquatorialebene auf nur einer Hälfte der Kugel. Die 3D-Darstellung hat gezeigt, dass wie bei FRICKE & BECKER et al. noch zirkular polarisierte Anteile vorhanden sind. FRICKE beschreibt ebenfalls die Korrelation zwischen der Rotation der Probe und den STOKES-Vektoren der SA in der Äquatorial-Ebene der POINCARÉ-Kugel. FRICKE et al. postuliert, dass einige Einträge sensitiver für die Ausrichtung von Gelatine sind [22]. Dies trifft anscheinend auch auf die Verzögerung R der Probe zu. Basierend auf diesen Erkenntnissen ist die Bestimmung der rotationsabhängigen Faserausrichtung stark vom untersuchten Material abhängig. Eine verlässliche Aussage über die Orientierung der Fasern im Raum ist hier für PCL nicht möglich.

7.3 Entwicklung des MÜLLER Matrix-Messsystems

7.3.1 Komponenten und *Graphical User Interface*

Bei den bildgebungs-basierten Methoden zur Bestimmung der Faserausrichtung in elektrogesponnenen Vliesen werden häufig Messgeräte verwendet, für deren Anwendung viel Erfahrung und Hintergrundwissen benötigt wird. Darüber hinaus werden im Rahmen der Strahlen- und Arbeitssicherheit hohe Anforderungen an die Betriebsräume gestellt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde erstmals erfolgreich eine *Light Emitting Diode* (LED) als Lichtquelle zur MM-Polarimetrie-basierten Ausrichtungsanalyse verwendet. Durch das Ersetzen des Lasers entfallen die Laserschutz-Vorgaben zum Betrieb des Messsystems und das Risiko für die Anwendenden ist stark reduziert. Darüber hinaus ermöglicht das konstruierte Gehäuse den Einsatz in beleuchteten Räumen.

Mit Hilfe des entwickelten *Graphical User Interface* (GUI) ist eine intuitive Bedienung des Messsystems möglich. Nach erstmaliger Kalibrierung und Voreinstellung ist eine Verwendung durch eingewiesene Personen vorgesehen. Die Anforderungen die an die Anwendenden gestellt werden, gehen nicht über die normale Vorsicht sowie die Verhaltensregeln im Labor und für den Umgang mit Messgeräten hinaus.

7.3.2 Betriebsart des MÜLLER Matrix-Polarimeters

In der Literatur werden Polarimeter in Transmission [8, 10, 20, 22, 133, 134, 139] und Reflexion [8, 20, 22, 112, 135, 138] beschrieben (s. Tab. 3.4). Das hier vorgestellte MM-Polarimeter wird in Transmission betrieben. Dabei wird die Probe durchstrahlt und es können Aussagen über die Gesamtheit des Gefüges getroffen werden. Die gemessenen Werte repräsentieren die mittleren Eigenschaften über die Probendicke. Bei Polarimetern die in Reflexion arbeiten ist die Untersuchung der Eigenschaften, ebenso wie bei den bisherigen Verfahren mittels Mikroskopie und Fotografie, auf die Oberfläche beschränkt.

Im Rahmen der MM-Polarimetrie ist die Verwendung eines Photodetektors zur Intensitätsmessung ausreichend. Allerdings präsentieren JUN WANG et al. erfolgreich die orts aufgelöste Untersuchung elektrogesponnener Fasern mittels M_{44} -gewichteter Aufnahmen. Auch in dieser Arbeit wird eine Kamera zur Intensitätsmessung verwendet, jedoch gezielt auf die orts aufgelöste Messung verzichtet. Wie von FRICKE und FRICKE & BECKER et al. beschrieben, wird zur Rauschunterdrückung das so genannte Binning angewendet. Dabei wird das arithmetische Mittel über alle Pixel gebildet. Dies dient der Erzeugung eines robusteren Messsignals. Der daraus entstehende Informationsverlust ist für die hier beschriebene Methode der Ausrichtungsanalyse zu vernachlässigen.

7.3.3 Messdauer des MÜLLER Matrix-Polarimeters

Die bisher verwendeten Messmethoden zur Bestimmung der Faserausrichtung benötigen viel Zeit zur Präparation, Vermessung und Auswertung der Proben. Dabei wird von bis zu 30 min für eine Referenzaufnahme mit dem REM berichtet [139]. Im Rahmen dieser Arbeit konnte die reine Messdauer auf 17s und die Gesamtdauer inklusive Auswertung auf < 60 s reduziert werden. Dies entspricht einer Zeitersparnis von 96,7%.

7.4 Untersuchung der Ausrichtungsänderung im Gefüge

Im Rahmen der Bestimmung der Faserausrichtung wurden M_{12} , M_{13} und δ als ausrichtungssensitiv identifiziert (s. Abschnitt 7.2.3). Das Verhalten von elektrogenesponnenen, gradierten Implantaten im physiologischen Kontext ist von großer Bedeutung im muskuloskelettalen *Tissue Engineering* (TE). Daher wird im Rahmen dieser Arbeit der physiologisch relevante Dehnungsbereich $\epsilon_{phys} < 5\%$ [23, 24] einer Sehne betrachtet. Untersucht wird dabei sowohl die Änderung der Faserausrichtung im Gefüge als auch die Abhängigkeit vom Grad der Ausrichtung innerhalb der Vliese. Die Differenz zwischen unbelastetem und belastetem Zustand der ausrichtungssensitiven Einträge bzw. Kennwerte soll Aufschluss über die Änderungen und Zusammenhänge geben. Im Zuge der Regressionsanalyse wurde die Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors als Regressor und die Veränderung der Ausrichtung im Gefüge als Regressand definiert. Für die schließende Statistik galt die Gleichheit der Differenzen bei steigender Oberflächengeschwindigkeit als Nullhypothese.

Die Ergebnisse für ΔM_{12} zeigten eine hohe Streuung der Werte und im Rahmen der schließenden Statistik konnte die Nullhypothese nicht abgelehnt werden. Es wurden also keine signifikanten Unterschiede der Gefügeveränderungen zwischen den Gruppen bei steigender Oberflächengeschwindigkeit gefunden. Darüber hinaus ergab die Regressionsanalyse, dass kein direkter Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit und der Veränderung im Gefüge besteht ($R^2 = 0,214$).

Ebenso wenig konnte für ΔM_{13} ein Zusammenhang zwischen Regressor und Regressand ($R^2 = 0,038$) oder signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen nachgewiesen werden.

Auch für $\Delta\delta$ konnte die Nullhypothese nicht abgelehnt werden und die Regressionsanalyse ergab keinen direkten Zusammenhang zwischen der Oberflächengeschwindigkeit und der Veränderung im Gefüge ($R^2 = 0,480$).

DELP et al. haben 2021 mittels *in situ* REM Untersuchungen belasteter Proben gezeigt, dass bereits bei Dehnungen zwischen 2,5 und 5,8% sichtbare Veränderungen der betrachteten Faserstruktur auftreten. So konnten Orientierungsänderungen und Verschiebungen einzelner Fasern sowie Veränderungen der Winkel zwischen den Fasern qualitativ und quantitativ nachgewiesen

werden. DELP et al. haben ebenfalls gezeigt, dass nicht alle Fasern gleichzeitig belastet werden sondern auf Grund der Struktur der Vliese die Fasern nach und nach die Last aufnehmen. Die belasteten Fasern haben schon bei $\varepsilon = 5\%$ offensichtliche Einschnürungen aufgewiesen. Diese Ergebnisse zeigen also deutliche Veränderungen des Gefüges im Bereich von ε_{phys} . [9]

Die gegenteiligen Ergebnisse dieser Arbeit sind auf die verwendeten Messmethoden zurück zu führen. DELP et al. haben ein *in situ* REM zur Visualisierung der Fasern unter Last verwendet. Wie zuvor beschrieben ist die REM aber ausschließlich auf die Oberfläche der Proben limitiert. Also ist der Geltungsbereich dieser Untersuchungen ebenfalls auf die oberste Schicht der Fasern im Vlies beschränkt. Die MM-Polarimetrie ermöglicht dagegen in Transmission die Charakterisierung der Fasern über die Dicke der Vliese. Daher ist es möglich, dass die Fasern an der Oberfläche bereits bei kleinen Dehnungen von $\varepsilon \leq 5\%$ Veränderungen der Orientierung aufweisen. Aber die hier präsentierten Ergebnisse der MM-Polarimetrie zeigen, dass der Großteil der Fasern bei Dehnungen im physiologisch relevanten Dehnungsbereich keine Veränderungen der Ausrichtung erfahren. Darüber hinaus hat die statistische Analyse gezeigt, dass auch der Grad der Ausrichtung keinen Einfluss auf diese Veränderungen hat. Somit konnte die Relevanz der Faserausrichtung für die Belastung im physiologisch relevanten Dehnungsbereich widerlegt und gleichzeitig die zweite Hypothese dieser Arbeit belegt werden.

8 Zusammenfassung und Ausblick

Auf Grund der gestiegenen Lebenserwartung und der daraus resultierenden erhöhten Belastung des muskuloskelettalen Systems steigt der Anteil der Erkrankungen in diesem Bereich rapide an [167, 168]. Besonders chronische Rupturen der Sehnen treten häufig bei älteren Patientinnen und Patienten auf. Der natürliche Heilungsprozess des Knochen-Sehnen-Übergangs ist unzureichend und führt nicht zur Wiederherstellung der ursprünglichen Funktionalität [169]. Bis heute ist die medizinische Intervention zur künstlichen Rekonstruktion der Enthese Gegenstand der Forschung. Aktuelle Ansätze erzielen suboptimale Ergebnisse, da die Refixierung mittels Nahtmaterial und Knochenanker keinen funktionalen Ersatz bilden [6]. Diese Methoden führen dagegen zur Degeneration des Gewebes und einer geringen Vaskularisierung. Daraus folgt häufig eine Muskelatrophie und verringerte Knochenintegration. [170, 171] Daraus ergibt sich ein Bedarf an alternativen Therapien zur Behandlung und idealer Weise vollständigen Regeneration chronischer Sehnenrupturen. Eine mögliche Lösung bietet hier das *Tissue Engineering* (TE). In diesem Zusammenhang hat das Elektrosponnen zur Herstellung faserbasierter Vliese als Implantatmaterial stark an Bedeutung gewonnen. Die hergestellten Fasern weisen Durchmesser zwischen mehreren hundert Nanometern und wenigen Mikrometern auf. Die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG)-Forschungsgruppe (FOR) 2180 beschäftigt sich zum Beispiel mit der Herstellung eines gradierten Implantats für den Einsatz am Sehnen-Knochen-Übergang. [8, 9] Dabei dient ein elektrogesponnenes Vlies als Trägermaterial für die später aufgebracht biologisch aktiven Proteine. Diese sollen humane mesenchymale Stammzellen (eng.: *human Mesenchymal Stem Cells*) (hMSCs) am Implantationsort zur Differenzierung in die spezifischen Zelltypen der Enthese anregen. Zur Nachbildung der Struktur des Sehnen-Knochen-Übergangs wird ein gradiertes Implantat benötigt. Das Implantat soll sowohl ungerichtete als auch gerichtete Fasern enthalten. Diese Ausrichtung kann im Elektrosponnen-Prozess durch die Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors beeinflusst werden. Daraus ergibt sich der Bedarf einer Methode zur Überprüfung und Quantifizierung der Ausrichtung.

In der Literatur ist die Verwendung bildgebender Verfahren erschöpfend dokumentiert. Hierbei entfallen über 90 % der recherchierten Methoden auf die Bildgebung mittels Mikroskopie [8, 15, 16]. Darüber hinaus wird unter anderem von der Verwendung tomographie- [17–19, 111] und fotografiebasierter [13] Verfahren berichtet. Besonders weit verbreitet ist die manuelle oder automatische Auswertung von Rasterelektronenmikroskopie (REM)-Aufnahmen. Neben einem enormen Zeitaufwand und der irreversiblen Veränderung der untersuchten Probe, ist diese Methode ausschließlich auf einen sehr kleinen Ausschnitt der obersten Schicht limitiert. Die Verwendung von tomographischen Verfahren kann hier Abhilfe schaffen. Allerdings sind die be-

nötigten Geräte sehr teuer, bedürfen viel Erfahrung, können ebenfalls zur Veränderung der Probe führen und die Bildgebung wird häufig durch einen geringen Kontrast erschwert [19]. Aus diesen aktuellen Herausforderungen ergibt sich der Anforderungskatalog an ein zerstörungsfreies, kontaktloses, zeiteffizientes, anwendungsfreundliches Messsystem zur Quantifizierung der Faserausrichtung in elektrogewebenen Vliesen. In der jüngsten Vergangenheit ist die MÜLLER Matrix (MM)-Polarimetrie in den Fokus gerückt. Dabei werden die polarisationsverändernden Eigenschaften einer Probe gemessen und lassen so Rückschlüsse auf deren Charakteristika zu. Der Polarisationszustand einer elektromagnetischen Welle kann mit Hilfe des vierzeiligen STOKES-Vektors beschrieben werden. Dabei errechnet sich der Zustand des ausgehenden Lichts durch die Multiplikation des Vektors für das einfallende Licht mit der MM. In diesem Zusammenhang konnte bereits gezeigt werden, dass die morphologische Untersuchung der Oberfläche elektrogewebener Fasern möglich ist [112, 133]. Darüber hinaus wurden auch erste Versuche unternommen ausrichtungssensitive Einträge der MM zu identifizieren [8, 10]. Hier wurde bereits ein Patent zur Regelung der Faserausrichtung im Elektroweb-Process eingereicht [20]. Für die Anwendung im Bereich des Knochen-Sehnen-Übergangs ist nicht nur die Ausrichtung der Fasern im Vlies von großer Bedeutung. Auch ein genaues Kenntnis des Implantatverhaltens unter Last, im physiologisch relevanten Dehnungsbereich des Sehnenersatzes von $\epsilon_{phys} < 5\%$ [23, 24], ist unerlässlich. Die zur Herstellung verwendeten Polymere weisen schon bei Raumtemperatur ein viskoelastisches Verhalten auf [147] und die Gefügestruktur elektrogewebener Vliese trägt noch weiter zu diesem Verhalten bei. Zur Betrachtung der Ausrichtungsänderung der Fasern elektrogewebener Polycaprolacton (PCL)-Vliese unter Last wurden bereits Untersuchungen mittels *in situ* REM durchgeführt [9]. Allerdings ist auch diese Methode auf die Oberfläche der Proben beschränkt. Genau so wie bei der Ausrichtungsanalyse kann auch hier die MM-Polarimetrie eingesetzt werden um qualitative und quantitative Aussagen über das Verhalten der Fasern treffen zu können.

Mit Hilfe des Elektrowebens wurden Vliese aus PCL-Lösungen mit einer Konzentration von 170 mg/ml hergestellt. Die unterschiedliche Ausrichtung der Fasern wurde dabei durch die Variation der Oberflächengeschwindigkeit in sieben Stufen realisiert: 2, 4, 6, 7, 8, 9 und 10 m/s. Auf Basis der verwendeten Parameter und den Erkenntnissen aus vorherigen Herstellungsprozessen, wiesen die Fasern mittlere Durchmesser von 1,4 bis 2,8 μm auf [8, 9].

In einem ersten Schritt wurde ein MM-Polarimeter bestehend aus einer *Light Emitting Diode* (LED) als Lichtquelle, einer Köhler'schen Beleuchtung zur Homogenisierung des LED-Lichts, einem Polarisationszustandsgenerator (eng.: *Polarization State Generator*) (PSG), einer Probenhalterung, einem Polarisationszustandsanalysator (eng.: *Polarization State Analyzer*) (PSA) und einer Kamera zur Aufnahme der Intensitätsbilder aufgebaut. Ein Gehäuse dient dabei zur Streulicht-Reduktion während der Messungen. Zur Bestimmung aller 16 Einträge der 4×4 MM, wurden hier 36 Intensitätsmessungen durchgeführt. Dies ergibt sich aus den sechs möglichen Polarisationszuständen im STOKES-Formalismus: horizontal, vertikal, $+45^\circ$, -45° , rechts und links zirkular. Zur Auswertung der aufgenommenen Intensitätsbilder wurden zuvor etablierte

und validierte MATLAB-Skripte verwendet. Diese ermöglichen die Berechnung der vollständigen experimentellen MÜLLER Matrix (M_{exp}) und die Extraktion weiterer Informationen mittels Polarzerlegung. Diese ermöglicht die Aufteilung der M_{exp} in drei Untermatrizen, welche die Eigenschaften der Probe bezüglich Depolarisation (M_{Δ}), Verzögerung (M_R) und Dichroismus (M_D) enthalten. Zur anwendungsfreundlichen Bedienung des Messsystems wurde ein intuitives *Graphical User Interface* (GUI) entwickelt mit dessen Hilfe die Funktion der Komponenten geprüft, die zu messenden Zustände und der Speicherort der Messdaten sowie die gewünschte Auswertung ausgewählt werden kann. Zur Untersuchung des Zusammenhangs zwischen der Oberflächengeschwindigkeit des Kollektors (Regressor) und der Ausrichtung der Fasern im Vlies (Regressand) wurden Proben aus sechs Vliesen jeder der sieben Stufen, mittels REM-basierter Methode und MM-Polarimetrie untersucht. Im Falle der Polarimetrie wurden sowohl die rotationsabhängige als auch -unabhängige Ausrichtung betrachtet. Dabei diente die rotationsabhängige Untersuchung zur Validierung des angenommenen Wirkprinzips der Vliese und Betrachtung der Faserorientierung im Raum. Mit Hilfe des entwickelten Messsystems ist es gelungen, die gesamte Messdauer von 30 min (REM) auf < 60 s (Bestimmung MM und Auswertung in MATLAB) zu reduzieren.

Die Ergebnisse der REM-basierten Auswertung haben einen linearen Zusammenhang zwischen Regressor und Regressand bestätigt. Darüber hinaus konnte ein Maximum der Ausrichtung bei 8 m/s bestätigt werden. Die durchgeführte Kruskal-Wallis Varianzanalyse (eng.: *Kruskal-Wallis Analysis of Variances*) (KW-ANOVA) und anschließenden post-hoc-Tests ergaben, dass keine signifikanten Unterschiede zwischen der Kontrollgruppe und den anderen Gruppen bestehen. Dies ist auf die Streuung innerhalb der Gruppen und unter anderem auf das Protokoll der Messmethode zurück zu führen.

Im Rahmen der MM-Polarimetrie ist es gelungen ausrichtungssensitive Einträge und Kennwerte zu identifizieren. Mit Hilfe des Eintrags M_{13} und der linearen Verzögerung δ ist es möglich den linearen Zusammenhang zwischen Oberflächengeschwindigkeit und Ausrichtung der Fasern zu quantifizieren. Damit konnte die erste Hypothese dieser Arbeit bestätigt werden. Im Falle des Eintrags M_{13} ergab der Dunnett-post-hoc-Test, dass die nachgewiesenen Unterschiede zwischen den Gruppen nicht auf die Streuung innerhalb der Gruppen zurück zu führen ist. Es liegen also signifikante Unterschiede zwischen der Gruppe minimaler Ausrichtung und allen anderen vor. Damit konnte ein robustes Maß für die Quantifizierung der Ausrichtung in elektrogesponnenen Vliesen aufgezeigt werden.

Die Untersuchung der rotationsabhängigen Faserausrichtung hat das postulierte Wirkprinzip der Vliese als Linearpolarisator (LP) bestätigt. Das Signal spezifischer Einträge (z.B. M_{14} , M_{33} , M_{44} und Δ) ändert sich periodisch in Abhängigkeit des Rotationswinkels der Probe. Allerdings konnte die zuvor berichtete Bestimmung der Faserorientierung im Raum, an Hand der schnelle Achse (SA) der Verzögerung R , nicht bestätigt werden. Ein Grund dafür kann die fehlende Sensitivität der Verzögerung für die Rotationsabhängigkeit von PCL-Fasern sein.

Die abschließende Untersuchung der Ausrichtungsänderung im physiologisch relevanten Dehnungsbereich ($\epsilon_{phys} < 5\%$) [23, 24] einer Sehne ergab widersprüchliche Ergebnisse im Vergleich zur Literatur. Mittels *in situ* REM wurden zuvor deutliche Veränderungen der individuellen Faserausrichtung, -orientierung und Position im Verhältnis zu anderen Fasern nachgewiesen [9]. An Hand der ermittelten ausrichtungssensitive Einträge und Kennwerte wurde hier gezeigt, dass weder ein direkter Zusammenhang zwischen dem Grad der Ausrichtung und der Ausrichtungsänderung (unbelasteter und belasteter Zustand) noch ein signifikanter Einfluss der Oberflächengeschwindigkeit auf die Veränderung der Faserausrichtung im Gefüge besteht. Somit konnte auch die zweite Hypothese belegt werden. Auf Grund der *in situ* REM sind die erzielten Erkenntnisse auf die Oberfläche der Probe limitiert. Die hier ermittelten Daten repräsentieren das Gefüge der Fasern über die gesamte Dicke der Vliese. Das Verhalten der obersten Schicht weicht von dem der gesamten Probe ab. Dies lässt auf eine starke Anisotropie der Vliese in Ablagerichtung der Fasern auf dem Kollektor schließen.

Somit bietet die MM-Polarimetrie eine zerstörungsfreie, kontaktlose und robuste Alternative zur Charakterisierung elektrogessponnener PCL-Vliese in einem Bruchteil der Zeit etablierter Verfahren.

Das größte noch auszuschöpfende Potenzial steckt in der Anwendung des Messsystems im „Raster-Modus“. Damit ist es möglich ein intaktes Vlies in seiner Gesamtheit, je nach Kollektor bis zu 50×450 mm, zu analysieren. Dabei wird die Probe mittels Raumportal bewegt und jeweils für einen Ausschnitt von 9 mm (freie Apertur des PSG) die MM bestimmt. Für den Fall eines 50×450 mm großen Vlieses würden aus der Abrasterung in etwa 225 Messungen resultieren. Bei einer individuellen Messdauer von 17 s wäre eine Quantifizierung der Ausrichtung des gesamten Vlieses in 63 min möglich. Dies entspricht der selben Zeit die für die Auswertung von drei bis vier Proben (10×10 mm) mittels REM benötigt wird. In weiteren Arbeiten sollte auf den hier beschriebenen Ergebnisse aufgebaut und der bisherige Funktionsumfang erweitert werden. Die bisherige Methodik kann um die Erstellung ortsaufgelöster bzw. gewichteter Aufnahmen, wie z.B. von XIAOPENG LI et al. beschrieben, ergänzt werden. Die technischen Voraussetzungen sind mit der verwendeten Kamera bereits gegeben. Auch sollte im Rahmen weiterführender Arbeiten die Eignung des MM-Messsystems für die Ausrichtungsanalyse in unterschiedlichen Polymeren untersucht werden. Ebenso sollte die Verwendung zur Bestimmung weiterer Charakteristika elektrogessponnener Faservliese, zum Beispiel dem Faserdurchmesser, untersucht werden. Zur Steigerung der Robustheit und der Reduktion des Signalrauschens kann eine Hintergrund-Korrektur, wie von JUN WANG et al. gezeigt, implementiert werden. Die Untersuchung des Einflusses der Bandbreite der verwendeten LED, in Kombination mit der Überprüfung der werksseitigen Kalibration (PSG und PSA), kann weiterhin zur Verbesserung der Ergebnisse beitragen. Zur Kompensation systembedingter Fehlerquellen, eignen sich Methoden auf Basis der Arbeiten von CHENAULT et al. [172], GOLDSTEIN et al. [173] oder TWIETMEYER et al. [174].

A Anhang

A.1 Steuerung des Rotationskollektors

Tabelle A.1: Auflistung der verwendeten Spannungen zur Steuerung des Rotationskollektors

Drehzahl in 1/min	Oberflächengeschwindigkeit in m/s	V_n in V
250	2	0
500	4	0,48
750	6	0,92
875	7	1,14
1000	8	1,37
1125	9	1,59
1250	10	1,82

A.2 Kommerzielle Komponenten der LES-Anlage

Tabelle A.2: Auflistung der kommerziell erhältlichen Komponenten der Lösungs-Elektrospinnen-Anlage. [8]

Komponente	Spezifikation	Model	hergestellt durch
Einmalspritze	10ml	Omnifix [®] Luer Lock Solo	B. Braun Melsungen AG, Melsungen, Deutschland
Polyethylen (PE)-Schlauch	1000mm	Original Perfusor [®] Line	B. Braun Melsungen AG, Melsungen, Deutschland
stumpfe Einmalkanüle	0,8mm × 22mm	Sterican [®]	B. Braun Melsungen AG, Melsungen, Deutschland
Hochspannungsquelle	$U_{HV, max} = 30kV$		Matsusada Precision Inc., Otsu, Shiga, Japan
Elektromotor	$n_{max} = 4000/min$	RS 536-6052	RS Components Ltd., Corby, Vereinigtes Königreich Großbritannien
digitaler Verstärker	1-Quadranten-Verstärker	1-Q-EC Verstärker DEC 50/5	maxon motor GmbH, München, Deutschland
Microcontroller Board		Arduino [®] MEGA	
Gleichstrom-Quelle	programmierbare Spannungs-Quelle	PSP-603	Good Will Instrument Co., Ltd., Neu-Taipch, Taiwan
Temperatur- und Luftfeuchtigkeitssensor	<i>Long Range Wide Area Network</i> (LoRaWAN)-fähig Auflösung: 0,1 °C Messfehler: $\leq 2\%$	ELT-2	ELSYS Elektroniksystem i Umeå AB, Umeå, Schweden

A.3 Komponenten des MM-Polarimeters

Tabelle A.3: Auflistung der Komponenten des MÜLLER Matrix-Polarimeters. [8, 10, 22, 151]

Stückzahl	Komponente	Model	Spezifikationen	hergestellt durch
1	LED	LED525L	$\lambda = 525 \text{ nm}$ $P = 4 \text{ mW}$ $\nu = 20^\circ$	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
1	LED	LED680L	FWHM = 25 nm $\lambda = 680 \text{ nm}$ $P = 8 \text{ mW}$ $\nu = 20^\circ$	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
1	LED-Aufnahme	SILEDM	FWHM = 16 nm	Soliton Laser- und Messtechnik GmbH, Gilching, Deutschland
2	LED-Cage-Plate	CP33/M	Aufnahme für 2,5 cm Optiken 30 mm Cage System	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
1	Microcontroller Board	Arduino® UNO		
1	PSG	LVR-100-0532-PSG-ASSY	kalibriert für 525 und 700 nm linearer Polarisator mit TA bei $+45^\circ$ SA des LCVR1 bei 0° SA des LCVR2 bei $122,5^\circ$ Apertur 9,4 mm	Soliton Laser- und Messtechnik GmbH, Gilching, Deutschland
1	PSA	LVR-100-0532-PSA-ASSY	kalibriert für 525 und 700 nm SA des LCVR3 bei $122,5^\circ$ SA des LCVR4 bei 0° linearer Polarisator mit TA bei -45° Apertur 9,4 mm	Soliton Laser- und Messtechnik GmbH, Gilching, Deutschland
2	LCVR-Interface	D5020		Soliton Laser- und Messtechnik GmbH, Gilching, Deutschland
2	Aspherische Kondensator Linse	ACL1512U-A	$\varnothing = 15 \text{ mm}$ $f = 12 \text{ mm}$ Apertur $> 13,5 \text{ mm}$ Anti-Reflektions-Beschichtung (AR-Beschichtung) 350 bis 700 nm	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
2	Linsen-Cage-Plate	CPM15	Aufnahme für 15 mm Optiken Apertur 12,7 mm	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
2	Iris-Blende	CP20S	Aufnahme für 15 mm Optiken Apertur 0,8 bis 20 mm 30 mm Cage System	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
3	Cage System-Stange	ER6E	graviert, M4 \times 40 Gewinde an den Enden $\varnothing = 60 \text{ mm}$ Länge = 152,4 mm	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
1	Dovetail Optical Rail	RLA450/M	Länge = 450 mm	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
6	Dovetail Rail Carrier	RC1	25 \times 25 mm M6 Gewinde	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
6	Post Holder	PH30/M-P5	Rändelschraube zur Fixierung Aufnahme für 12,7 mm Posts Hhe = 30 mm	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
6	Aluminium Posts	TRA30/M	Rändelschraube zur Fixierung $\varnothing = 12,7 \text{ mm}$ Hhe = 30 mm M4 Gewinde am oberen Ende	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
1	Mounted Achromatic Viertelwellenplatte (eng.: Quarter Wave Plate) (QWP)	AQPW05M-600	Gehäuse $\varnothing = 25,4 \text{ mm}$ Verzögerung $\delta = \frac{\pi}{2} = \frac{\lambda}{4}$ Apertur 12,7 mm	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
1	Mounted Wire Grid Polarizer	WP25M-VIS	AR-Beschichtung 400 bis 800 nm Gehäuse $\varnothing = 25,4 \text{ mm}$ Wellenlängenbereich 420 bis 700 nm Apertur 19 mm	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
1	High-Precision Rotation Mount	PRM1/M	AR-Beschichtung 400 bis 700 nm Aufnahme für 25,4 mm Optiken 360° kontinuierliche Rotation Gravur in 1°-Schritten Mikrometerschraube für $\pm 7^\circ$ Rotation	Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA
1	Kamera	BFS-U3-63S4M-C	Auflösung: 3072 \times 2048 Bildrate: 59,6 Bps Pixelgröße: 2,4 μm Adapter: USB 3.1 Gen 1	Teledyne FLIR LLC, Wilsonville, OR, USA
1	Netzteil Kamera	ACC-01-9011	Spannung: $U = 12 \text{ V}$ Leistung: $P = 18 \text{ W}$	Teledyne FLIR LLC, Wilsonville, OR, USA
1	USB 3.1-Kabel mit Fixierung	ACC-01-2300	Verbindungstyp: Type-A to Micro-B Schnittstelle: USB 3.1 Gen 1	Teledyne FLIR LLC, Wilsonville, OR, USA
1	Stativ-Adapter	ACC-01-0003		Teledyne FLIR LLC, Wilsonville, OR, USA
1	Tamron 16 mm Objektiv	LENS-160T4C	Brennweite: $f = 16 \text{ mm}$	Teledyne FLIR LLC, Wilsonville, OR, USA
1	Universal Schraubwerkzeug	SPW801		Thorlabs Inc., Newton, NJ, USA

A.4 Steuerspannungen der LCVRs

Tabelle A.4: Auflistung der verwendeten Steuerspannungen und resultierenden Verzögerungen der variable Flüssigkristallverzögerer (eng.: *Liquid Crystal Variable Retarders*) (LCVRs) für 525 nm.

Zustand	Spannung in mV	Verzögerung in nm
LCVR 1 (SA=0°)		
<i>H</i>	2603,26	367,50
<i>V</i>	2603,26	367,50
<i>P</i>	2101,57	525,00
<i>M</i>	2101,57	525,00
<i>R</i>	3166,96	262,50
<i>L</i>	3166,96	262,50
LCVR 2 (SA=122,5°)		
<i>H</i>	4157,41	183,75
<i>V</i>	2370,94	446,25
<i>P</i>	3195,47	262,50
<i>M</i>	2423,86	429,61
<i>R</i>	5437,20	131,25
<i>L</i>	2542,17	393,75
LCVR 3 (SA=122,5°)		
<i>H</i>	2555,98	367,50
<i>V</i>	3984,88	183,75
<i>P</i>	2093,34	525,00
<i>M</i>	2093,34	525,00
<i>R</i>	3087,83	262,50
<i>L</i>	3087,83	262,50
LCVR 4 (SA=0°)		
<i>H</i>	2569,02	341,25
<i>V</i>	2148,50	472,50
<i>P</i>	1993,88	525,00
<i>M</i>	2985,41	262,50
<i>R</i>	4804,76	131,25
<i>L</i>	2373,84	393,75

A.5 Ergebnisse beschreibende Statistik

Tabelle A.5: Auflistung der Geradengleichungen ($f(x) = u + mx$) und Bestimmtheitsmaße (R^2) der linearen Regressionen.

Eintrag/Kennwert	Geradengleichung	Bestimmtheitsmaß
absoluter Grad der Ausrichtung		
2 bis 8 m/s	$f(x) = 33,91 - 3,08x$	0,953
Ausrichtungsanalyse		
M_{21}	$f(x) = 0,0006 - 0,0001x$	0,279
M_{12}	$f(x) = 0,0008 - 0,002x$	0,983
M_{13}	$f(x) = -0,002 + 0,003x$	0,998
δ	$f(x) = 1,94 - 0,058x$	0,966
Ausrichtungsänderung unter Last		
M_{12}	$f(x) = 0,002 + 0,001x$	0,214
M_{13}	$f(x) = -0,002 + 0,001x$	0,038
δ	$f(x) = 0,445 - 0,044x$	0,480

A.6 MM-Polarimetrie-basierte Ausrichtungsanalyse

A.6.1 Bestimmung der Faserausrichtung

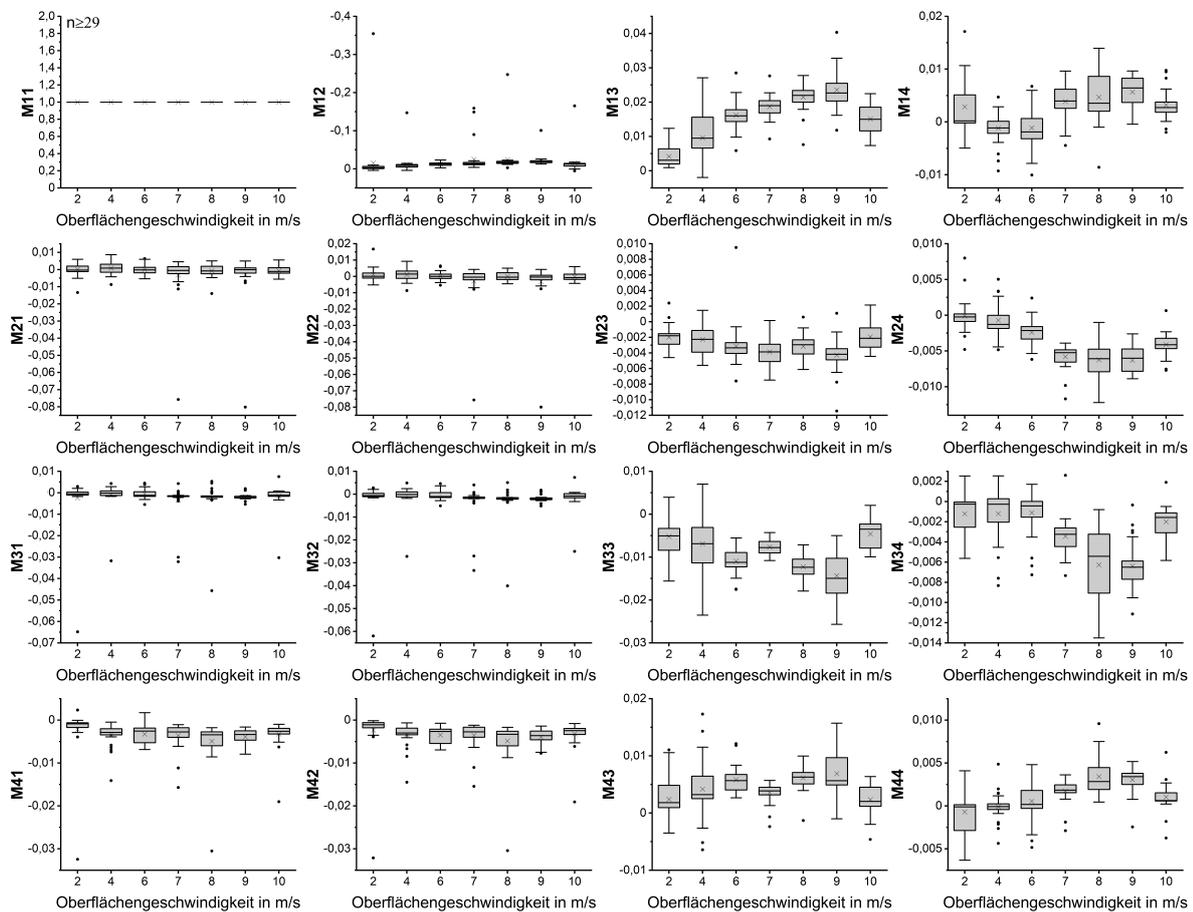


Abbildung A.1: Boxplots der vollständigen MÜLLER Matrix (MM) der Ausrichtungsanalyse für 2 bis 10m/s.

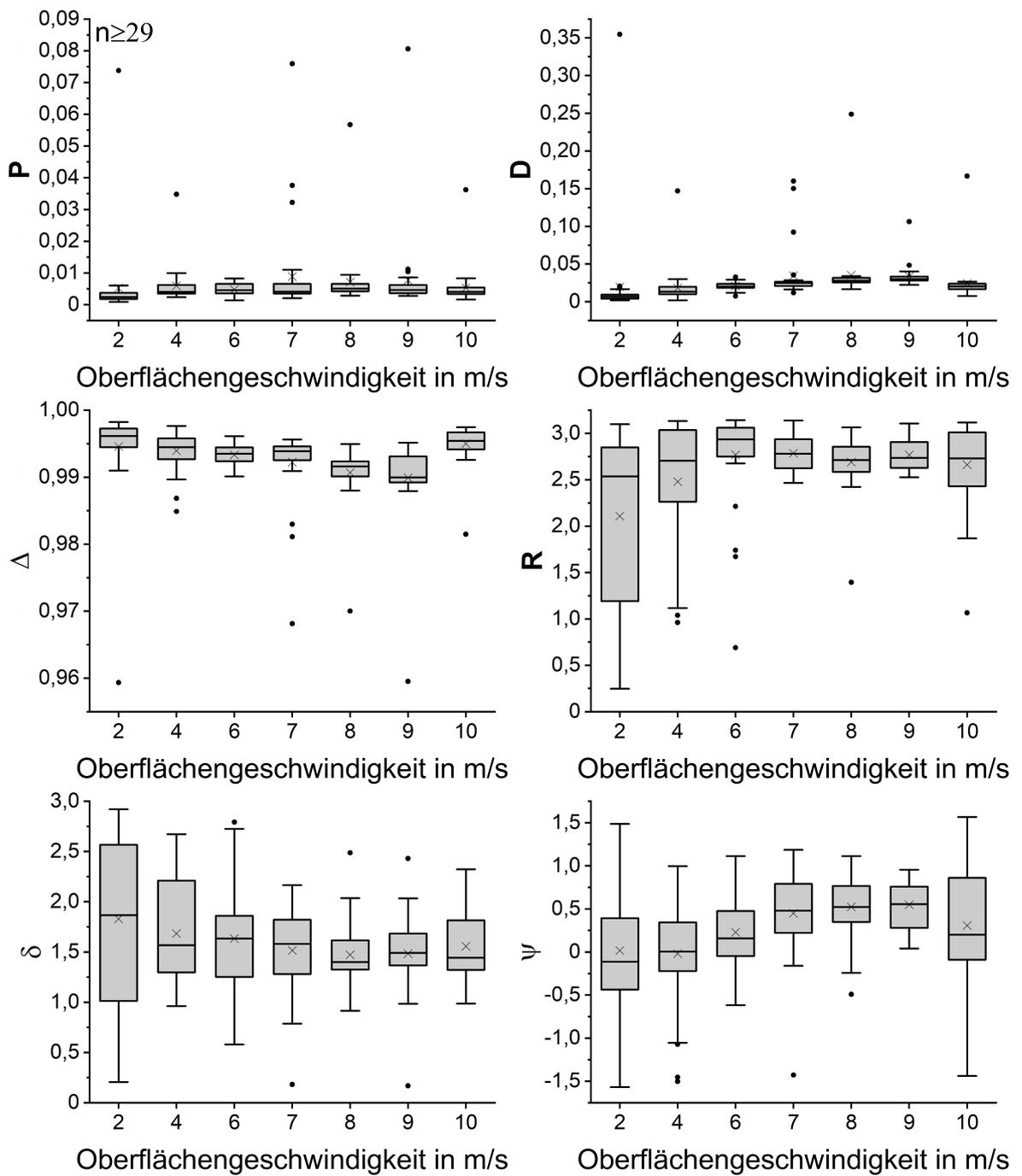


Abbildung A.2: Boxplots der MM-Kennwerte der Ausrichtungsanalyse für 2 bis 10 m/s.

A.6.2 Bestimmung der rotationsabhängigen Faserausrichtung

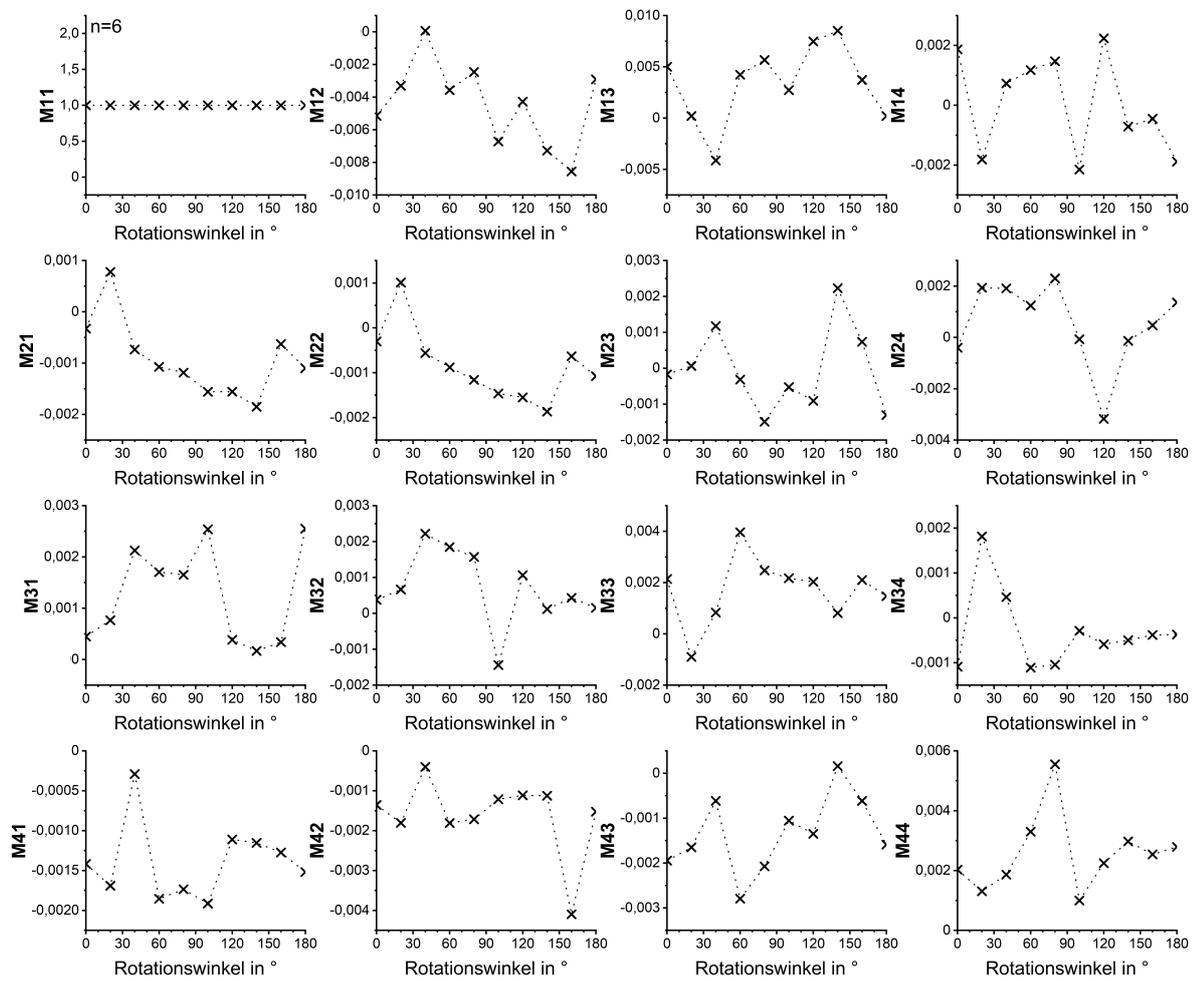


Abbildung A.3: Arithmetisches Mittel der MM-Einträge für Rotationswinkel zwischen 0° und 180° , für eine Oberflächengeschwindigkeit von 2 m/s.

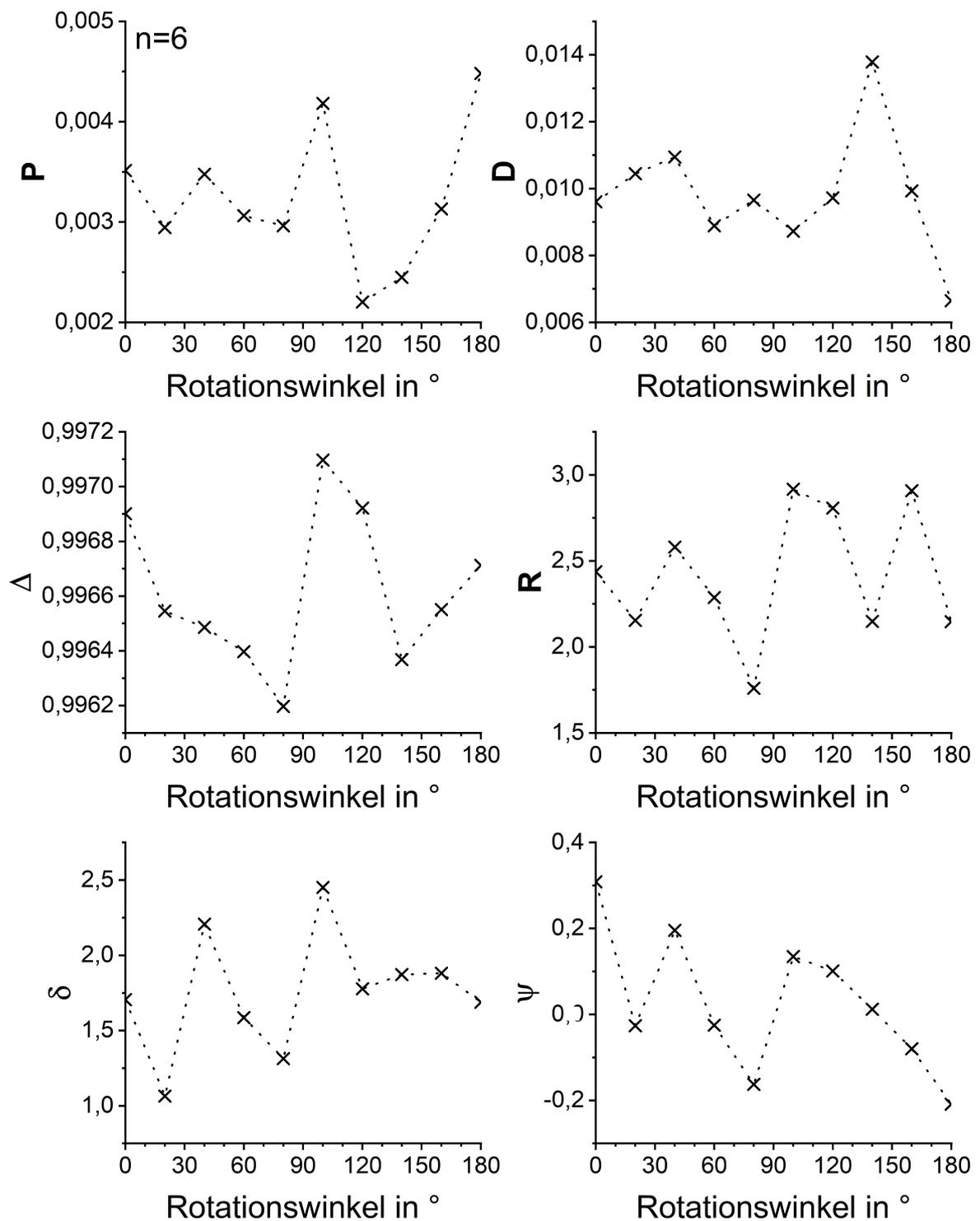


Abbildung A.4: Arithmetisches Mittel der MM-Kennwerte für Rotationswinkel zwischen 0° und 180° , für eine Oberflächengeschwindigkeit von 2 m/s.

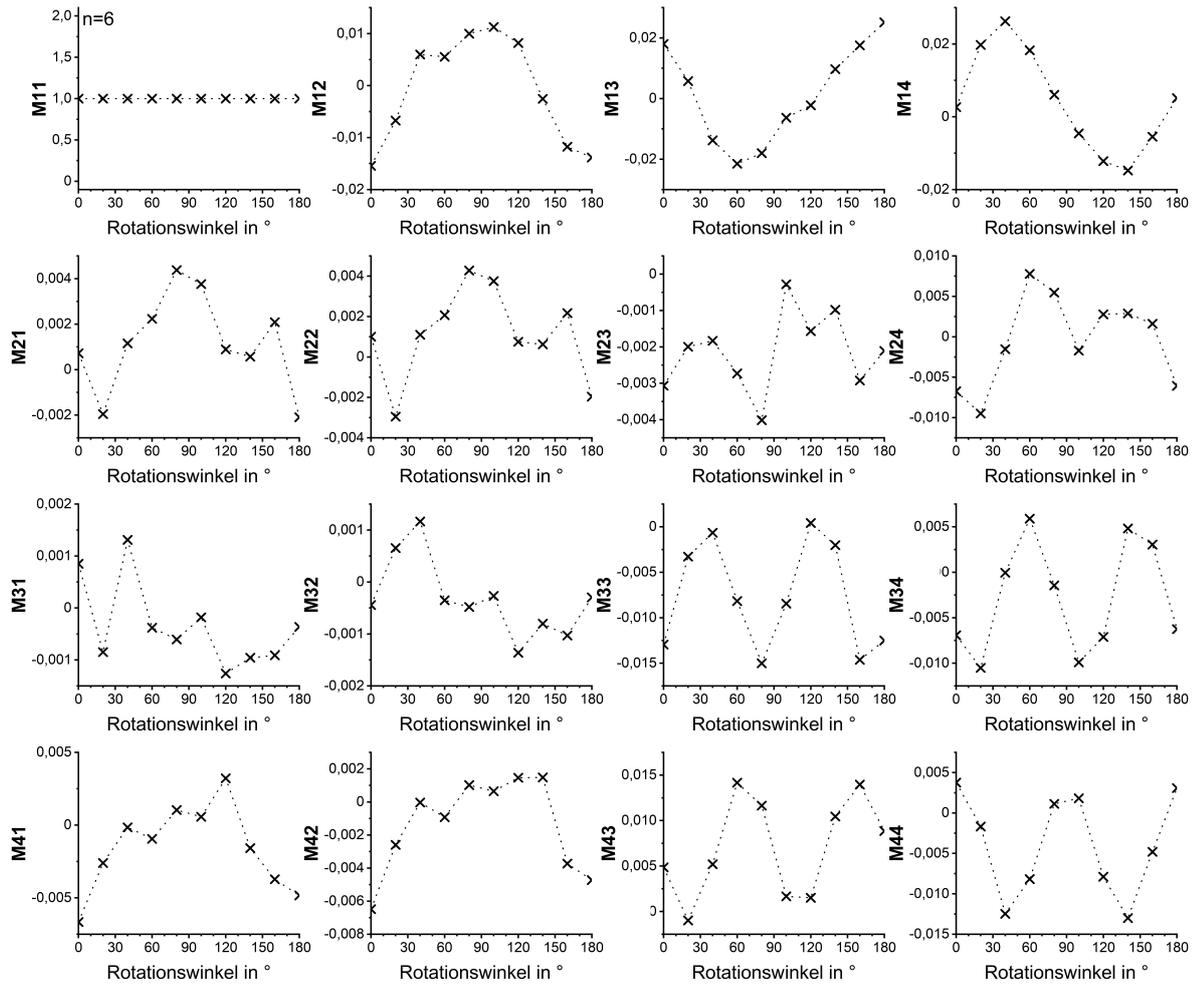


Abbildung A.5: Arithmetisches Mittel der MM-Einträge für Rotationswinkel zwischen 0° und 180° , für eine Oberflächengeschwindigkeit von 8 m/s.

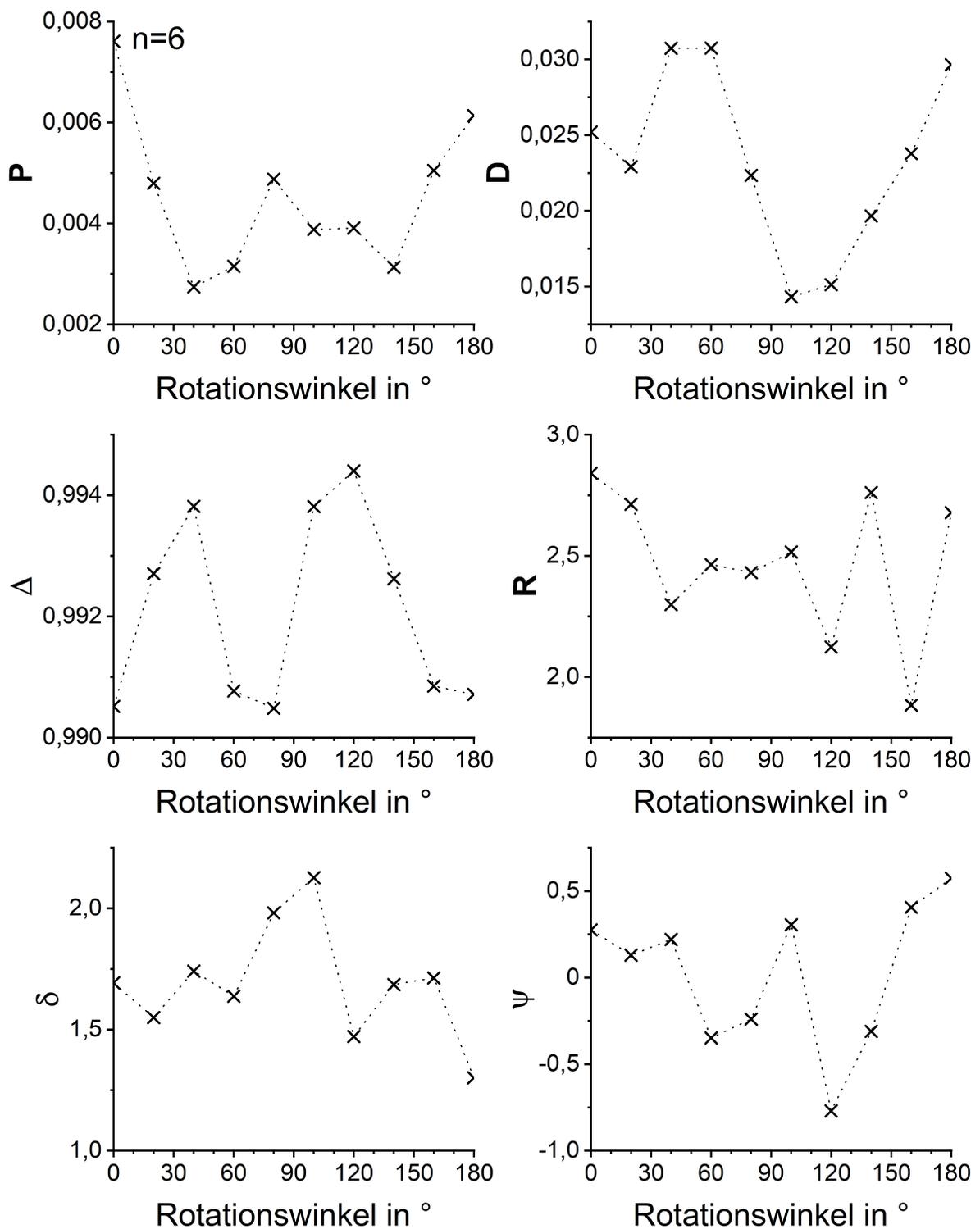


Abbildung A.6: Arithmetisches Mittel der MM-Kennwerte für Rotationswinkel zwischen 0° und 180°, für eine Oberflächengeschwindigkeit von 8 m/s.

Literaturverzeichnis

- [1] Yamaguchi, K.; Ditsios, K.; Middleton, W. D.; Hildebolt, C. F.; Galatz, L. M. und Teefey, S. A. „The demographic and morphological features of rotator cuff disease. A comparison of asymptomatic and symptomatic shoulders“. In: *The Journal of bone and joint surgery. American volume* 88.8 (2006), S. 1699–1704.
- [2] Sher, J. S.; Uribe, J. W.; Posada, A.; Murphy, B. J. und Zlatkin, M. B. „Abnormal findings on magnetic resonance images of asymptomatic shoulders“. In: *The Journal of bone and joint surgery. American volume* 77.1 (1995), S. 10–15.
- [3] Colvin, A. C.; Egorova, N.; Harrison, A. K.; Moskowitz, A. und Flatow, E. L. „National trends in rotator cuff repair“. In: *The Journal of bone and joint surgery. American volume* 94.3 (2012), S. 227–233.
- [4] de Carvalho, B. R.; Puri, A. und Calder, J. A. „Open rotator cuff repairs in patients 70 years and older“. In: *ANZ journal of surgery* 82.6 (2012), S. 461–465.
- [5] Wu, X. L.; Briggs, L. und Murrell, G. A. C. „Intraoperative determinants of rotator cuff repair integrity: an analysis of 500 consecutive repairs“. In: *The American journal of sports medicine* 40.12 (2012), S. 2771–2776.
- [6] Matthews, T. J. W.; Hand, G. C.; Rees, J. L.; Athanasou, N. A. und Carr, A. J. „Pathology of the torn rotator cuff tendon. Reduction in potential for repair as tear size increases“. In: *The Journal of bone and joint surgery. British volume* 88.4 (2006), S. 489–495.
- [7] Orr, S. B.; Chainani, A.; Hippensteel, K. J.; Kishan, A.; Gilchrist, C.; Garrigues, N. W.; Ruch, D. S.; Guilak, F. und Little, D. „Aligned multilayered electrospun scaffolds for rotator cuff tendon tissue engineering“. In: *Acta biomaterialia* 24 (2015), S. 117–126.
- [8] Fricke, D.; Becker, A.; Jütte, L.; Bode, M.; de Cassan, D.; Wollweber, M.; Glasmacher, B. und Roth, B. „Mueller Matrix Measurement of Electrospun Fiber Scaffolds for Tissue Engineering“. In: *Polymers* 11.12 (2019).
- [9] Delp, A.; Becker, A.; Hülsbusch, D.; Scholz, R.; Müller, M.; Glasmacher, B. und Walther, F. „In Situ Characterization of Polycaprolactone Fiber Response to Quasi-Static Tensile Loading in Scanning Electron Microscopy“. In: *Polymers* 13.13 (2021), S. 2090.
- [10] Fricke, D.; Becker, A.; Heratizadeh, A.; Knigge, S.; Jütte, L.; Wollweber, M.; Werfel, T.; Roth, B. W. und Glasmacher, B. „Mueller Matrix Analysis of Collagen and Gelatin Containing Samples Towards More Objective Skin Tissue Diagnostics“. In: *Polymers* 12.6 (2020).

- [11] Mathew, G.; Hong, J. P.; Rhee, J. M.; Leo, D. J. und Nah, C. „Preparation and anisotropic mechanical behavior of highly-oriented electrospun poly(butylene terephthalate) fibers“. In: *Journal of Applied Polymer Science* 101.3 (2006), S. 2017–2021.
- [12] Hoffmann, A.; Pelled, G.; Turgeman, G.; Eberle, P.; Zilberman, Y.; Shinar, H.; Keinan-Adamsky, K.; Winkel, A.; Shahab, S.; Navon, G.; Gross, G. und Gazit, D. „Neotendon formation induced by manipulation of the Smad8 signalling pathway in mesenchymal stem cells“. In: *The Journal of clinical investigation* 116.4 (2006), S. 940–952.
- [13] Lee, C. H.; Shin, H. J.; Cho, I. H.; Kang, Y.-M.; Kim, I. A.; Park, K.-D. und Shin, J.-W. „Nanofiber alignment and direction of mechanical strain affect the ECM production of human ACL fibroblast“. In: *Biomaterials* 26.11 (2005), S. 1261–1270.
- [14] Thomas, V.; Jose, M. V.; Chowdhury, S.; Sullivan, J. F.; Dean, D. R. und Vohra, Y. K. „Mechano-morphological studies of aligned nanofibrous scaffolds of polycaprolactone fabricated by electrospinning“. In: *Journal of biomaterials science. Polymer edition* 17.9 (2006), S. 969–984.
- [15] Jalili, R.; Morshed, M. und Ravandi, S. A. H. „Fundamental parameters affecting electrospinning of PAN nanofibers as uniaxially aligned fibers“. In: *Journal of Applied Polymer Science* 101.6 (2006), S. 4350–4357.
- [16] Ayres, C.; Bowlin, G. L.; Henderson, S. C.; Taylor, L.; Shultz, J.; Alexander, J.; Telemeco, T. A. und Simpson, D. G. „Modulation of anisotropy in electrospun tissue-engineering scaffolds: Analysis of fiber alignment by the fast Fourier transform“. In: *Biomaterials* 27.32 (2006), S. 5524–5534.
- [17] Chiverton, J. P.; Kao, A.; Roldo, M. und Tozzi, G. „Automatic diameter and orientation distribution determination of fibrous materials in micro X-ray CT imaging data“. In: *Journal of microscopy* 272.3 (2018), S. 180–195.
- [18] Jervis, R.; Kok, M. D. R.; Montagut, J.; Gostick, J. T.; Brett, D. J. L. und Shearing, P. R. „X-ray Nano Computed Tomography of Electrospun Fibrous Mats as Flow Battery Electrodes“. In: *Energy Technology* 6.12 (2018), S. 2488–2500.
- [19] Sensini, A.; Cristofolini, L.; Focarete, M. L.; Belcari, J.; Zucchelli, A.; Kao, A. und Tozzi, G. „High-resolution x-ray tomographic morphological characterisation of electrospun nanofibrous bundles for tendon and ligament regeneration and replacement“. In: *Journal of microscopy* 272.3 (2018), S. 196–206.
- [20] Becker, A.; Fricke, D.; Roth, B. und Glasmacher, B. „Verfahren zum Bestimmen einer Orientierung von Fasern eines Vlieses und Faserorientierungs-Messgerät“. EP 3 795 731 A1 (Deutschland). Gottfried Wilhelm Leibniz Universität. 2021.

- [21] Becker, A.; Fricke, D.; Roth, B. und Glasmacher, B. „Assuring Quality of Scaffolds in Musculoskeletal Tissue Engineering. Mueller Matrix Polarimetry and Transillumination Imaging“. In: *Current Directions in Biomedical Engineering* 7.2 (2021), S. 179–182.
- [22] Fricke, D. „Entwicklung einer dermatoskopischen Kamera mit Müller-Matrix-Bildgebung“. 2020.
- [23] Robi, K.; Jakob, N.; Matevz, K. und Matjaz, V. „The Physiology of Sports Injuries and Repair Processes“. In: *Current Issues in Sports and Exercise Medicine*. Hrsg. von M. Hamlin. InTech, 2013.
- [24] Woo, S. L.; Debski, R. E.; Zeminski, J.; Abramowitch, S. D.; Saw, S. S. und Fenwick, J. A. „Injury and repair of ligaments and tendons“. In: *Annual review of biomedical engineering* 2 (2000), S. 83–118.
- [25] Pedrotti, F. L. *Optik für Ingenieure. Grundlagen ; mit 28 Tabellen*. ger. 3., bearb. und aktualisierte Aufl. Berlin: Springer, 2005.
- [26] Demtröder, W. *Experimentalphysik 2. Elektrizität und Optik*. ger. 5. Aufl. 2009. Springer-Lehrbuch. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009.
- [27] Jones, R. C. „A New Calculus for the Treatment of Optical SystemsI Description and Discussion of the Calculus“. In: *Journal of the Optical Society of America* 31.7 (1941), S. 488.
- [28] Stokes, G. G. „On the Composition and Resolution of Streams of Polarized Light from different Sources“. In: *Mathematical and Physical Papers*. Hrsg. von G. G. Stokes. Cambridge: Cambridge University Press, 2009, S. 233–258.
- [29] Bass, M., Hrsg. *Handbook of optics. Devices , Measurements and Properties*. 2. ed. Bd. 2. New York, NY: McGraw-Hill, 1995.
- [30] Collett, E. *Field guide to polarization*. 3. print. Bd. 5. SPIE field guides. Bellingham, Wash.: SPIE Press, 2012.
- [31] Müller, H. „Memorandum on the polarization optics of the photo-elastic Shutter“. Report Number 2 of the OSRD Project OEMsr-576. 1943.
- [32] Tučín, V. V.; Wang, L. V. und Zimnjakov, D. A. *Optical polarization in biomedical applications*. Biological and medical physics, biomedical engineering. Berlin, Heidelberg und New York: Springer, 2006.
- [33] Lu, S.-Y. und Chipman, R. A. „Interpretation of Mueller matrices based on polar decomposition“. In: *Journal of the Optical Society of America A* 13.5 (1996), S. 1106.
- [34] Manhas, S.; Swami, M. K.; Buddhiwant, P.; Ghosh, N.; Gupta, P. K. und Singh, J. „Mueller matrix approach for determination of optical rotation in chiral turbid media in backscattering geometry“. In: *Optics express* 14.1 (2006), S. 190–202.

- [35] Kumar, S.; Purwar, H.; Ossikovski, R.; Vitkin, I. A. und Ghosh, N. „Comparative study of differential matrix and extended polar decomposition formalisms for polarimetric characterization of complex tissue-like turbid media“. In: *Journal of biomedical optics* 17.10 (2012), S. 105006.
- [36] Meadowlark Optics, Inc., Hrsg. *Liquid Crystal Variable Retarders. DS03.19 Datenblatt*. 2022.
- [37] Hering, E. und Martin, R., Hrsg. *Optik für Ingenieure und Naturwissenschaftler. Grundlagen und Anwendungen : mit zahlreichen Bildern, Tabellen, Beispielen*. München: Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag, 2017.
- [38] Tucker, N.; Stanger, J. J.; Staiger, M. P.; Razzaq, H. und Hofman, K. „The History of the Science and Technology of Electrospinning from 1600 to 1995“. In: *Journal of Engineered Fibers and Fabrics* 7.2_suppl (2012), S. 155892501200702.
- [39] Akins, R. und Rabolt, J. „Electrospinning Fundamentals and Applications“. In: *Biomaterials Science*. Hrsg. von B. D. Ratner; A. S. Hoffman; F. J. Schoen und J. E. Lemons. Elsevier, 2013, S. 332–339.
- [40] Doshi, J. und Reneker, D. H. „Electrospinning process and applications of electrospun fibers“. In: *Journal of Electrostatics* 35.2-3 (1995), S. 151–160.
- [41] Reneker, D. H. und Yarin, A. L. „Electrospinning jets and polymer nanofibers“. In: *Polymer* 49.10 (2008), S. 2387–2425.
- [42] Taylor, G. „Electrically driven jets“. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 313.1515 (1969), S. 453–475.
- [43] Bode, M. „Zur Morphologie lösungs- und schmelzebasierter elektrogewonnener Faserservliese“. Dissertation, Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, Berichte aus dem Institut für Mehrphasenprozesse Band 1. TEWISS Verlag, 2021.
- [44] Kilic, A.; Oruc, F. und Demir, A. „Effects of Polarity on Electrospinning Process“. In: *Textile Research Journal* 78.6 (2008), S. 532–539.
- [45] Taylor, G. „Disintegration of water drops in an electric field“. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 280.1382 (1964), S. 383–397.
- [46] Yarin, A. L.; Koombhongse, S. und Reneker, D. H. „Taylor cone and jetting from liquid droplets in electrospinning of nanofibers“. In: *Journal of Applied Physics* 90.9 (2001), S. 4836–4846.
- [47] Saville, D. A. „Electrohydrodynamics: The Taylor-Melcher Leaky Dielectric Model“. In: *Annual Review of Fluid Mechanics* 29.1 (1997), S. 27–64.
- [48] Rayleigh, F. R. S. „On The Instability Of Jets“. In: *Proceedings of the London Mathematical Society* s1-10.1 (1878), S. 4–13.

- [49] Reneker, D. H. und Chun, I. „Nanometre diameter fibres of polymer, produced by electrospinning“. In: *Nanotechnology* 7.3 (1996), S. 216–223.
- [50] Han, T.; Yarin, A. L. und Reneker, D. H. „Viscoelastic electrospun jets: Initial stresses and elongational rheometry“. In: *Polymer* 49.6 (2008), S. 1651–1658.
- [51] Suresh, S. „Improving cell infiltration in electrospun scaffolds for soft tissue engineering“. Dissertation, Medizinische Hochschule Hannover. Medizinische Hochschule Hannover Bibliothek, 2020.
- [52] Suresh, S.; Becker, A. und Glasmacher, B. „Impact of Apparatus Orientation and Gravity in Electrospinning-A Review of Empirical Evidence“. In: *Polymers* 12.11 (2020).
- [53] Reneker, D. H.; Yarin, A. L.; Fong, H. und Koombhongse, S. „Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning“. In: *Journal of Applied Physics* 87.9 (2000), S. 4531–4547.
- [54] Yarin, A. L.; Koombhongse, S. und Reneker, D. H. „Bending instability in electrospinning of nanofibers“. In: *Journal of Applied Physics* 89.5 (2001), S. 3018–3026.
- [55] Shin, Y. M.; Hohman, M. M.; Brenner, M. P. und Rutledge, G. C. „Electrospinning: A whipping fluid jet generates submicron polymer fibers“. In: *Applied Physics Letters* 78.8 (2001), S. 1149–1151.
- [56] Thompson, C. J.; Chase, G. G.; Yarin, A. L. und Reneker, D. H. „Effects of parameters on nanofiber diameter determined from electrospinning model“. In: *Polymer* 48.23 (2007), S. 6913–6922.
- [57] Han, T.; Reneker, D. H. und Yarin, A. L. „Buckling of jets in electrospinning“. In: *Polymer* 48.20 (2007), S. 6064–6076.
- [58] Chiu-Webster, S. und Lister, J. R. „The fall of a viscous thread onto a moving surface: a ‘fluid-mechanical sewing machine’“. In: *Journal of Fluid Mechanics* 569 (2006), S. 89.
- [59] AL Halabi, F. „Elektrogesponnene aktive Scaffolds für das neurale Tissue Engineering“. Dissertation, Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, Berichte aus dem Institut für Mehrphasenprozesse Band 1. TEWISS Verlag, 2022.
- [60] Kuhn, A. I. „Evaluation des Copolymers P(VDF-TrFE) als elektrogesponnene piezoelektrische Filtrationsmembran zur Foulingreduzierung“. Dissertation, Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, Berichte aus dem Institut für Mehrphasenprozesse Band 1. TEWISS Verlag, 2023.
- [61] Chakradeo, T. „Sustained delivery of bioactive molecules from electrospun fibres functionalised using different process modifications“. Dissertation, Medizinische Hochschule Hannover. Medizinische Hochschule Hannover, 2012.

- [62] Zernetsch, H. „Gezielte Beeinflussung der Mikro- und Makrostruktur polymerer Trägerstrukturen beim Elektrosponnen“. Dissertation, Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, Berichte aus dem Institut für Mehrphasenprozesse Band 1. TEWISS Verlag, 2016.
- [63] Müller, M. „Faserbasierte abbaubare kardiovaskuläre Gefäßprothesen“. Dissertation, Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, Berichte aus dem Institut für Mehrphasenprozesse Band 1. TEWISS Verlag, 2018.
- [64] de Cassan, D.; Sydow, S.; Schmidt, N.; Behrens, P.; Roger, Y.; Hoffmann, A.; Hoheisel, A. L.; Glasmacher, B.; Hänsch, R. und Menzel, H. „Attachment of nanoparticulate drug-release systems on poly(ϵ -caprolactone) nanofibers via a graftpolymer as interlayer“. In: *Colloids and surfaces. B, Biointerfaces* 163 (2018), S. 309–320.
- [65] Suresh, S.; Gryshkov, O. und Glasmacher, B. „Impact of setup orientation on blend electrospinning of poly- ϵ -caprolactone-gelatin scaffolds for vascular tissue engineering“. In: *The International journal of artificial organs* 41.11 (2018), S. 801–810.
- [66] Leal-Marin, S.; Kern, T.; Hofmann, N.; Pogozhykh, O.; Framme, C.; Börgel, M.; Figueiredo, C.; Glasmacher, B. und Gryshkov, O. „Human Amniotic Membrane: A review on tissue engineering, application, and storage“. In: *Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials* 109.8 (2021), S. 1198–1215.
- [67] Bai, J.; Li, Y.; Yang, S.; Du, J.; Wang, S.; Zheng, J.; Wang, Y.; Yang, Q.; Chen, X. und Jing, X. „A simple and effective route for the preparation of poly(vinylalcohol) (PVA) nanofibers containing gold nanoparticles by electrospinning method“. In: *Solid State Communications* 141.5 (2007), S. 292–295.
- [68] Kim, G.-M.; Wutzler, A.; Radusch, H.-J.; Michler, G. H.; Simon, P.; Sperling, R. A. und Parak, W. J. „One-Dimensional Arrangement of Gold Nanoparticles by Electrospinning“. In: *Chemistry of Materials* 17.20 (2005), S. 4949–4957.
- [69] Villarreal-Gómez, L. J.; Pérez-González, G. L.; Bogdanchikova, N.; Pestryakov, A.; Nimaev, V.; Soloveva, A.; Cornejo-Bravo, J. M. und Toledano-Magaña, Y. „Antimicrobial Effect of Electrospun Nanofibers Loaded with Silver Nanoparticles: Influence of Ag Incorporation Method“. In: *Journal of Nanomaterials* 2021 (2021), S. 1–15.
- [70] Phan, D.-N.; Dorjjugder, N.; Saito, Y.; Taguchi, G.; Ullah, A.; Kharaghani, D. und Kim, I.-S. „The synthesis of silver-nanoparticle-anchored electrospun polyacrylonitrile nanofibers and a comparison with as-spun silver/polyacrylonitrile nanocomposite membranes upon antibacterial activity“. In: *Polymer Bulletin* 77.8 (2020), S. 4197–4212.
- [71] Leal-Marin, S.; Gallaway, G.; Hölftje, K.; Lopera-Sepulveda, A.; Glasmacher, B. und Gryshkov, O. „Scaffolds with Magnetic Nanoparticles for Tissue Stimulation“. In: *Current Directions in Biomedical Engineering* 7.2 (2021), S. 460–463.

- [72] Hutmacher, D. W. und Dalton, P. D. „Melt electrospinning“. eng. In: *Chemistry, an Asian journal* 6.1 (2011), S. 44–56.
- [73] Reneker, D. H.; Yarin, A. L.; Zussman, E. und Xu, H. „Electrospinning of Nanofibers from Polymer Solutions and Melts“. In: Bd. 41. *Advances in Applied Mechanics*. Elsevier, 2007, S. 43–346.
- [74] SalehHudin, H. S.; Mohamad, E. N.; Mahadi, W. N. L. und Muhammad Afifi, A. „Multiple-jet electrospinning methods for nanofiber processing: A review“. In: *Materials and Manufacturing Processes* 33.5 (2018), S. 479–498.
- [75] Smith, D. J.; Reneker, D. H.; McManus, A. T.; Schreuder-Gibson, H. L.; Mello, C. und Sennett, M. S. „Electrospun Fibers and an Apparatus therefor“. US 6,753,454 B1 (USA). The University of Akron. 2004.
- [76] Kidoaki, S.; Kwon, I. K. und Matsuda, T. „Mesoscopic spatial designs of nano- and microfiber meshes for tissue-engineering matrix and scaffold based on newly devised multilayering and mixing electrospinning techniques“. In: *Biomaterials* 26.1 (2005), S. 37–46.
- [77] Theron, S. A.; Yarin, A. L.; Zussman, E. und Kroll, E. „Multiple jets in electrospinning: experiment and modeling“. In: *Polymer* 46.9 (2005), S. 2889–2899.
- [78] Reznik, S. N.; Yarin, A. L.; Zussman, E. und Bercovici, L. „Evolution of a compound droplet attached to a core-shell nozzle under the action of a strong electric field“. In: *Physics of Fluids* 18.6 (2006), S. 062101.
- [79] Sun, Z.; Zussman, E.; Yarin, A. L.; Wendorff, J. H. und Greiner, A. „Compound Core–Shell Polymer Nanofibers by Co-Electrospinning“. In: *Advanced Materials* 15.22 (2003), S. 1929–1932.
- [80] Dror, Y.; Salalha, W.; Avrahami, R.; Zussman, E.; Yarin, A. L.; Dersch, R.; Greiner, A. und Wendorff, J. H. „One-step production of polymeric microtubes by co-electrospinning“. In: *Small (Weinheim an der Bergstrasse, Germany)* 3.6 (2007), S. 1064–1073.
- [81] Becker, A.; Zernetsch, H.; Mueller, M. und Glasmacher, B. „A novel coaxial nozzle for in-process adjustment of electrospun scaffolds’ fiber diameter“. In: *Current Directions in Biomedical Engineering* 1.1 (2015).
- [82] Jørgensen, L.; Qvortrup, K. und Chronakis, I. S. „Phospholipid electrospun nanofibers: effect of solvents and co-axial processing on morphology and fiber diameter“. In: *RSC Advances* 5.66 (2015), S. 53644–53652.
- [83] Larsen, G.; Spretz, R. und Velarde-Ortiz, R. „Use of Coaxial Gas Jackets to Stabilize Taylor Cones of Volatile Solutions and to Induce Particle-to-Fiber Transitions“. In: *Advanced Materials* 16.2 (2004), S. 166–169.

- [84] Hoheisel, A. L. „Elektrospinnen von Herzklappenprothesen“. Dissertation, Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, Berichte aus dem Institut für Mehrphasenprozesse Band 4. TEWISS Verlag, 2021.
- [85] Wang, X. und Nakane, K. „Preparation of polymeric nanofibers via immersion electrospinning“. In: *European Polymer Journal* 134 (2020), S. 109837.
- [86] Nayani, K.; Katepalli, H.; Sharma, C. S.; Sharma, A.; Patil, S. und Venkataraghavan, R. „Electrospinning Combined with Nonsolvent-Induced Phase Separation To Fabricate Highly Porous and Hollow Submicrometer Polymer Fibers“. In: *Industrial & Engineering Chemistry Research* 51.4 (2012), S. 1761–1766.
- [87] Lee, K.-H.; Kim, K.-W.; Pesapane, A.; Kim, H.-Y. und Rabolt, J. F. „Polarized FT-IR Study of Macroscopically Oriented Electrospun Nylon-6 Nanofibers“. In: *Macromolecules* 41.4 (2008), S. 1494–1498.
- [88] Demir, M.; Yilgor, I.; Yilgor, E. und Erman, B. „Electrospinning of polyurethane fibers“. In: *Polymer* 43.11 (2002), S. 3303–3309.
- [89] Zhang, C.; Yuan, X.; Wu, L.; Han, Y. und Sheng, J. „Study on morphology of electrospun poly(vinyl alcohol) mats“. In: *European Polymer Journal* 41.3 (2005), S. 423–432.
- [90] Matabola, K. P. und Moutloali, R. M. „The influence of electrospinning parameters on the morphology and diameter of poly(vinylidene fluoride) nanofibers- effect of sodium chloride“. In: *Journal of Materials Science* 48.16 (2013), S. 5475–5482.
- [91] Megelski, S.; Stephens, J. S.; Chase, D. B. und Rabolt, J. F. „Micro- and Nanostructured Surface Morphology on Electrospun Polymer Fibers“. In: *Macromolecules* 35.22 (2002), S. 8456–8466.
- [92] Zong, X.; Kim, K.; Fang, D.; Ran, S.; Hsiao, B. S. und Chu, B. „Structure and process relationship of electrospun bioabsorbable nanofiber membranes“. In: *Polymer* 43.16 (2002), S. 4403–4412.
- [93] Yang, C.; Jia, Z.; Xu, Z.; Wang, K.; Guan, Z. und Wang, L. „Comparisons of fibers properties between vertical and horizontal type electrospinning systems“. In: *2009 IEEE Conference on Electrical*, S. 204–207.
- [94] Hanumantharao und Rao. „Multi-Functional Electrospun Nanofibers from Polymer Blends for Scaffold Tissue Engineering“. In: *Fibers* 7.7 (2019), S. 66.
- [95] Wang, T. und Kumar, S. „Electrospinning of polyacrylonitrile nanofibers“. In: *Journal of Applied Polymer Science* 102.2 (2006), S. 1023–1029.
- [96] Ki, C. S.; Baek, D. H.; Gang, K. D.; Lee, K. H.; Um, I. C. und Park, Y. H. „Characterization of gelatin nanofiber prepared from gelatin–formic acid solution“. In: *Polymer* 46.14 (2005), S. 5094–5102.

- [97] Hayati, I.; Bailey, A. und Tadros, T. „Investigations into the mechanisms of electrohydrodynamic spraying of liquids“. In: *Journal of Colloid and Interface Science* 117.1 (1987), S. 205–221.
- [98] Haider, S.; Al-Zeghayer, Y.; Ahmed Ali, F. A.; Haider, A.; Mahmood, A.; Al-Masry, W. A.; Imran, M. und Aijaz, M. O. „Highly aligned narrow diameter chitosan electrospun nanofibers“. In: *Journal of Polymer Research* 20.4 (2013).
- [99] Luzio, A.; Canesi, E. V.; Bertarelli, C. und Caironi, M. „Electrospun Polymer Fibers for Electronic Applications“. In: *Materials* 7.2 (2014), S. 906–947.
- [100] Fong, H.; Chun, I. und Reneker, D. „Beaded nanofibers formed during electrospinning“. In: *Polymer* 40.16 (1999), S. 4585–4592.
- [101] Haghi, A. K. und Akbari, M. „Trends in electrospinning of natural nanofibers“. In: *physica status solidi (a)* 204.6 (2007), S. 1830–1834.
- [102] Gupta, P.; Elkins, C.; Long, T. E. und Wilkes, G. L. „Electrospinning of linear homopolymers of poly(methyl methacrylate): exploring relationships between fiber formation, viscosity, molecular weight and concentration in a good solvent“. In: *Polymer* 46.13 (2005), S. 4799–4810.
- [103] Koski, A.; Yim, K. und Shivkumar, S. „Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning“. In: *Materials Letters* 58.3-4 (2004), S. 493–497.
- [104] Maleki, H.; Gharehaghaji, A. A.; Moroni, L. und Dijkstra, P. J. „Influence of the solvent type on the morphology and mechanical properties of electrospun PLLA yarns“. In: *Biofabrication* 5.3 (2013), S. 035014.
- [105] de Vrieze, S.; van Camp, T.; Nelvig, A.; Hagström, B.; Westbroek, P. und de Clerck, K. „The effect of temperature and humidity on electrospinning“. In: *Journal of Materials Science* 44.5 (2009), S. 1357–1362.
- [106] Pelipenko, J.; Kristl, J.; Janković, B.; Baumgartner, S. und Kocbek, P. „The impact of relative humidity during electrospinning on the morphology and mechanical properties of nanofibers“. In: *International journal of pharmaceutics* 456.1 (2013), S. 125–134.
- [107] Park, J.-Y. und Lee, I.-H. „Relative humidity effect on the preparation of porous electrospun polystyrene fibers“. In: *Journal of nanoscience and nanotechnology* 10.5 (2010), S. 3473–3477.
- [108] Gryshkov, O.; Müller, M.; Leal-Marin, S.; Mutsenko, V.; Suresh, S.; Kapralova, V. M. und Glasmacher, B. „Advances in the application of electrohydrodynamic fabrication for tissue engineering“. In: *Journal of Physics: Conference Series* 1236 (2019), S. 012024.
- [109] Yang, C.; Deng, G.; Chen, W.; Ye, X. und Mo, X. „A novel electrospun-aligned nanoyarn-reinforced nanofibrous scaffold for tendon tissue engineering“. In: *Colloids and surfaces. B, Biointerfaces* 122 (2014), S. 270–276.

- [110] Kim, J. in; Hwang, T. in; Aguilar, L. E.; Park, C. H. und Kim, C. S. „A Controlled Design of Aligned and Random Nanofibers for 3D Bi-functionalized Nerve Conduits Fabricated via a Novel Electrospinning Set-up“. In: *Scientific reports* 6 (2016), S. 23761.
- [111] Shkarin, R.; Shkarina, S.; Weinhardt, V.; Surmenev, R. A.; Surmeneva, M. A.; Shkarin, A.; Baumbach, T. und Mikut, R. „GPU-accelerated ray-casting for 3D fiber orientation analysis“. In: *PloS one* 15.7 (2020), e0236420.
- [112] Jain, A.; Maurya, A. K.; Ulrich, L.; Jaeger, M.; Rossi, R. M.; Neels, A.; Schucht, P.; Dommann, A.; Frenz, M. und Akarçay, H. G. „Polarimetric imaging in backscattering for the structural characterization of strongly scattering birefringent fibrous media“. In: *Optics express* 28.11 (2020), S. 16673–16695.
- [113] Domaschke, S.; Zündel, M.; Mazza, E. und Ehret, A. E. „A 3D computational model of electrospun networks and its application to inform a reduced modelling approach“. In: *International Journal of Solids and Structures* 158 (2019), S. 76–89.
- [114] Schaub, N. J.; Gilbert, R. J. und Kirkpatrick, S. J. „Electrospun fiber alignment using the radon transform“. In: *Optical Interactions with Tissue and Cells XXII* 7897 (2011), S. 1–5.
- [115] Baudequin, T.; Gaut, L.; Mueller, M.; Huepkes, A.; Glasmacher, B.; Duprez, D.; Bedoui, F. und Legallais, C. „The Osteogenic and Tenogenic Differentiation Potential of C3H10-T1/2 (Mesenchymal Stem Cell Model) Cultured on PCL/PLA Electrospun Scaffolds in the Absence of Specific Differentiation Medium“. In: *Materials (Basel, Switzerland)* 10.12 (2017).
- [116] Truong, Y. B.; Glattauer, V.; Lang, G.; Hands, K.; Kyratzis, I. L.; Werkmeister, J. A. und Ramshaw, J. A. M. „A comparison of the effects of fibre alignment of smooth and textured fibres in electrospun membranes on fibroblast cell adhesion“. In: *Biomedical materials (Bristol, England)* 5.2 (2010), S. 25005.
- [117] Kim, K. W.; Lee, K. H.; Khil, M. S.; Ho, Y. S. und Kim, H. Y. „The effect of molecular weight and the linear velocity of drum surface on the properties of electrospun poly(ethylene terephthalate) nonwovens“. In: *Fibers and Polymers* 5.2 (2004), 122–127.
- [118] Yang, D.; Lu, B.; Zhao, Y. und Jiang, X. „Fabrication of Aligned Fibrous Arrays by Magnetic Electrospinning“. In: *Advanced Materials* 19.21 (2007), S. 3702–3706.
- [119] Milleret, V.; Simona, B.; Neuenschwander, P. und Hall, H. „Tuning electrospinning parameters for production of 3D-fiber-fleeces with increased porosity for soft tissue engineering applications“. In: *European cells & materials* 21 (2011), S. 286–303.

- [120] Khamforoush, M.; Asgari, T.; Hatami, T. und Dabirian, F. „The influences of collector diameter, spinneret rotational speed, voltage, and polymer concentration on the degree of nanofibers alignment generated by electrocentrifugal spinning method : Modeling and optimization by response surface methodology“. In: *Korean Journal of Chemical Engineering* 31.9 (2014), S. 1695–1706.
- [121] Roth, S. und Stahl, A. *Optik. Experimentalphysik - Anschaulich Erklärt*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin / Heidelberg, 2020.
- [122] Zhou, W. *Scanning Microscopy for Nanotechnology. Techniques and Applications*. Unter Mitarb. von Z. L. Wang. New York, NY: Springer New York, 2007.
- [123] Mi, H.-Y.; Salick, M. R.; Jing, X.; Crone, W. C.; Peng, X.-F. und Turng, L.-S. „Electrospinning of unidirectionally and orthogonally aligned thermoplastic polyurethane nanofibers: fiber orientation and cell migration“. In: *Journal of biomedical materials research. Part A* 103.2 (2015), S. 593–603.
- [124] Yin, Y. und Xiong, J. „Finite Element Analysis of Electrospun Nanofibrous Mats under Biaxial Tension“. In: *Nanomaterials (Basel, Switzerland)* 8.5 (2018).
- [125] Chou, S.-F. und Woodrow, K. A. „Relationships between mechanical properties and drug release from electrospun fibers of PCL and PLGA blends“. In: *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 65 (2017), S. 724–733.
- [126] Smyth, M.; Poursorkhabi, V.; Mohanty, A. K.; Gregori, S. und Misra, M. „Electrospinning highly oriented and crystalline poly(lactic acid) fiber mats“. In: *Journal of Materials Science* 49.6 (2014), S. 2430–2441.
- [127] Bashur, C. A.; Dahlgren, L. A. und Goldstein, A. S. „Effect of fiber diameter and orientation on fibroblast morphology and proliferation on electrospun poly(D,L-lactic-co-glycolic acid) meshes“. In: *Biomaterials* 27.33 (2006), S. 5681–5688.
- [128] Bosworth, L. A.; Alam, N.; Wong, J. K. und Downes, S. „Investigation of 2D and 3D electrospun scaffolds intended for tendon repair“. In: *Journal of materials science. Materials in medicine* 24.6 (2013), S. 1605–1614.
- [129] Li, W.-J.; Mauck, R. L.; Cooper, J. A.; Yuan, X. und Tuan, R. S. „Engineering controllable anisotropy in electrospun biodegradable nanofibrous scaffolds for musculoskeletal tissue engineering“. In: *Journal of biomechanics* 40.8 (2007), S. 1686–1693.
- [130] Schaub, N. J.; Kirkpatrick, S. J. und Gilbert, R. J. „Automated Methods to Determine Electrospun Fiber Alignment and Diameter Using the Radon Transform“. In: *BioNano-Science* 3.3 (2013), S. 329–342.

- [131] Zandt, B.-J.; Losnegård, A.; Hodneland, E.; Veruki, M. L.; Lundervold, A. und Hartveit, E. „Semi-automatic 3D morphological reconstruction of neurons with densely branching morphology: Application to retinal AII amacrine cells imaged with multi-photon excitation microscopy“. In: *Journal of neuroscience methods* 279 (2017), S. 101–118.
- [132] Zündel, M.; Mazza, E. und Ehret, A. E. „A 2.5D approach to the mechanics of electrospun fibre mats“. In: *Soft matter* 13.37 (2017), S. 6407–6421.
- [133] Li, X.; Zhu, Y.; Ma, H. und Sheng, Y. „A polarization method for quickly distinguishing the morphology of electro-spun ultrafine fibers“. In: *Chinese Chemical Letters* 29.8 (2018), S. 1317–1320.
- [134] Wang, J.; Li, X.; Zou, Y. und Sheng, Y. „Mueller matrix imaging of electrospun ultrafine fibers for morphology detection“. In: *Applied optics* 58.13 (2019), S. 3481–3489.
- [135] Ma, D.; Lu, Z.; Zhang, Y.; Liao, Q. und Ma, H. „Exploring Discriminative Features in Mueller Matrix Images for Electrospinning Classification“. In: *IEEE International Conference 2019*, S. 225–229.
- [136] Fricke, D.; Becker, A.; Jütte, L.; Wollweber, M.; Glasmacher, B. und Roth, B. „Non-contact fast Mueller matrix measurement system for investigation of bio-tissues“. In: *Photonics in Dermatology and Plastic Surgery* 1121116 (2020).
- [137] Ma, M.; Zou, Y. und Huang, Z. „Deep learning-based automated morphology classification of electrospun ultrafine fibers from M44 element image of muller matrix“. In: *Optik* 206 (2020), S. 164261.
- [138] Si, L.; Li, X.; Zhu, Y.; Sheng, Y. und Ma, H. „Feature extraction on Mueller matrix data for detecting nonporous electrospun fibers based on mutual information“. In: *Optics express* 28.7 (2020), S. 10456–10466.
- [139] Wen, J.; Li, X.; Huang, Z. und Zou, Y. „Method of calculating porosity based on M44 element images of the Mueller matrix“. In: *Applied optics* 59.17 (2020), E107–E111.
- [140] Jütte, L.; Sharma, G.; Fricke, D.; Franke, M.; Wollweber, M. und Roth, B. „Mueller Matrix-Based Approach for the Ex Vivo Detection of Riboflavin-Treated Transparent Biotissue“. In: *Applied Sciences* 11.23 (2021), S. 11515.
- [141] Jütte, L.; Sharma, G.; Patel, H. und Roth, B. „Registration of polarimetric images for in vivo skin diagnostics“. In: *Journal of biomedical optics* 27.9 (2022).
- [142] Jütte, L.; Yang, Z.; Sharma, G. und Roth, B. „Focus stacking in non-contact dermoscopy“. In: *Biomedical physics & engineering express* (2022).
- [143] Hornung, M.; Jain, A.; Frenz, M. und Akarçay, H. G. „Interpretation of backscattering polarimetric images recorded from multiply scattering systems: a study on colloidal suspensions“. In: *Optics express* 27.5 (2019), S. 6210–6239.

- [144] Szentivanyi, A. „Struktureinfluss elektrogesponnener Feinstfasermatten auf die Gewebeneubildung“. Dissertation, Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, Berichte aus dem Institut für Mehrphasenprozesse Band 1. TEWISS Verlag, 2012.
- [145] de Cassan, D.; Becker, A.; Glasmacher, B.; Roger, Y.; Hoffmann, A.; Gengenbach, T. R.; Easton, C. D.; Hänsch, R. und Menzel, H. „Blending chitosan–g–poly(caprolactone) with poly(caprolactone) by electrospinning to produce functional fiber mats for tissue engineering applications“. In: *Journal of Applied Polymer Science* 137.18 (2020), S. 48650.
- [146] Gniesmer, S.; Brehm, R.; Hoffmann, A.; de Cassan, D.; Menzel, H.; Hoheisel, A. L.; Glasmacher, B.; Willbold, E.; Reifenrath, J.; Ludwig, N.; Zimmerer, R.; Tavassol, F.; Gellrich, N.-C. und Kampmann, A. „Vascularization and biocompatibility of poly(ϵ -caprolactone) fiber mats for rotator cuff tear repair“. In: *PloS one* 15.1 (2020), e0227563.
- [147] Grellmann, W. und Seidler, S. *Kunststoffprüfung*. 3., [aktualisierte] Aufl. München: Hanser, 2015.
- [148] ELSYS Elektroniksystem i Umeå AB, Hrsg. *ELT-2 LoRaWAN Temperatur- und Luftfeuchtigkeits-Sensor. Datenblatt*. 2019.
- [149] de Cassan, D.; Hoheisel, A. L.; Glasmacher, B. und Menzel, H. „Impact of sterilization by electron beam, gamma radiation and X-rays on electrospun poly-(ϵ -caprolactone) fiber mats“. In: *Journal of materials science. Materials in medicine* 30.4 (2019), S. 42.
- [150] Häberle, G. D.; Häberle, H. O.; Isele, D.; Jöckel, H.-W.; Krall, R.; Schiemann, B.; Schmid, D.; Schmitt, S. und Tkotz, K. *Tabellenbuch Elektrotechnik. Tabellen, Formeln, Normenanwendungen*. 28., neu bearbeitete und erweiterte Auflage. Europa-Lehrmittel. Haan-Gruiten: Verlag Europa-Lehrmittel Nourney Vollmer GmbH & Co. KG, 2018.
- [151] Meadowlark Optics, Inc., Hrsg. *Custom Liquid Crystal-Based Polarization State Generator and Analyzer. D700019 Rev A Datenblatt*. 2020.
- [152] Feldhusen, J. und Grote, K.-H. *Pahl/Beitz Konstruktionslehre*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2013.
- [153] American Society for Testing and Materials, Hrsg. *Standard Practices for Verification of Displacement Measuring Systems and Devices Used in Material Testing Machines*. ST, N. 1. Jan. 2020.
- [154] American Society for Testing and Materials, Hrsg. *Richtlinien für die Eichung von Belastungsprüfgeräten*. ST, N. 1. Jan. 2020.
- [155] Deutsches Institut für Normung e. V., Hrsg. *Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 1*. DIN EN ISO. 1. Dez. 2019.

- [156] Scholz, R.; Delp, A. und Walther, F. „In Situ Characterization of Damage Development in Cottonid Due to Quasi-Static Tensile Loading“. In: *Materials (Basel, Switzerland)* (2020).
- [157] Cramer, E. und Kamps, U. *Grundlagen der Wahrscheinlichkeitsrechnung und Statistik. Eine Einführung für Studierende der Informatik, der Ingenieur- und Wirtschaftswissenschaften*. 5., erweiterte und korrigierte Auflage. Lehrbuch. 2020.
- [158] Hedderich, J. *Angewandte Statistik. Methodensammlung mit includes digital download*. [S.l.]: Springer, 2020.
- [159] Blom, G. *Statistical Estimates and Transformed Beta-variables*. Stockholm: Almqvist & Wiksell / Gebers förlag AB, 1958.
- [160] Dunnett, C. W. „A Multiple Comparison Procedure for Comparing Several Treatments with a Control“. In: *Journal of the American Statistical Association* 50.272 (1955), S. 1096–1121.
- [161] Dunnett, C. W. „New Tables for Multiple Comparisons with a Control“. In: *Biometrics* 20.3 (1964), S. 482.
- [162] Kruskal, W. H. und Wallis, W. A. „Use of Ranks in One-Criterion Variance Analysis“. In: *Journal of the American Statistical Association* 47.260 (1952), S. 583–621.
- [163] Harter, H. L. „Tables of Range and Studentized Range“. In: *The Annals of Mathematical Statistics* 31.4 (1960), S. 1122–1147.
- [164] Jacob, V.; Bhasi, M. und Gopikakumari, R. „Impact of Human Factors on Measurement Errors“. In: *International Journal of Measurement Technologies and Instrumentation Engineering* 1.4 (2011), S. 28–44.
- [165] The Institute of Electrical and Electronics Engineers. *IEEE Std 754-2008 (Revision of IEEE Std 754-1985) Standard for floating-point arithmetic*. New York, NY: Institute of Electrical and Electronics Engineers, 2008.
- [166] Yao, Y. F.; Gu, Z.-Z.; Zhang, J. Z.; Pan, C.; Zhang, Y. Y. und Wei, H. M. „Fiber-Oriented Liquid Crystal Polarizers Based on Anisotropic Electrospinning“. In: *Advanced Materials* 19.21 (2007), S. 3707–3711.
- [167] Briggs, A. M.; Woolf, A. D.; Dreinhöfer, K.; Homb, N.; Hoy, D. G.; Kopansky-Giles, D.; Åkesson, K. und March, L. „Reducing the global burden of musculoskeletal conditions“. In: *Bulletin of the World Health Organization* 96.5 (2018), S. 366–368.

- [168] Paskins, Z.; Farmer, C. E.; Manning, F.; Andersson, D. A.; Barlow, T.; Bishop, F. L.; Brown, C. A.; Clark, A.; Clark, E. M.; Dulake, D.; Gulati, M.; Le Maitre, C. L.; Jones, R. K.; Loughlin, J.; Mason, D. J.; McCarron, M.; Millar, N. L.; Pandit, H.; Peat, G.; Richardson, S. M.; Salt, E. J.; Taylor, E. J.; Troeberg, L.; Wilcox, R. K.; Wise, E.; Wilkinson, C. und Watt, F. E. „Research priorities to reduce the impact of musculo-skeletal disorders: a priority setting exercise with the child health and nutrition research initiative method“. In: *The Lancet Rheumatology* 4.9 (2022), e635–e645.
- [169] Zhang, X.; Bogdanowicz, D.; Eriskien, C.; Lee, N. M. und Lu, H. H. „Biomimetic scaffold design for functional and integrative tendon repair“. In: *Journal of shoulder and elbow surgery* 21.2 (2012), S. 266–277.
- [170] Lu, H. H.; Subramony, S. D.; Boushell, M. K. und Zhang, X. „Tissue engineering strategies for the regeneration of orthopedic interfaces“. In: *Annals of biomedical engineering* 38.6 (2010), S. 2142–2154.
- [171] Friese, N.; Gierschner, M. B.; Schadzek, P.; Roger, Y. und Hoffmann, A. „Regeneration of Damaged Tendon-Bone Junctions (Entheses)-TAK1 as a Potential Node Factor“. In: *International journal of molecular sciences* 21.15 (2020).
- [172] Chenault, D. B.; Pezzaniti, J. L. und Chipman, R. A. „Mueller matrix algorithms“. In: *SPIE Proceedings - Polarization Analysis and Measurement* 1746 (1992), S. 231–246.
- [173] Goldstein, D. H. und Chipman, R. A. „Error analysis of a Mueller matrix polarimeter“. In: *Journal of the Optical Society of America A* 7.4 (1990), S. 693.
- [174] Twietmeyer, K. M. und Chipman, R. A. „Optimization of Mueller matrix polarimeters in the presence of error sources“. In: *Optics express* 16.15 (2008), S. 11589–11603.

Studentische Arbeiten

Bachelorarbeiten

Anna Bellwon: *Mechanische Charakterisierung chirurgischen Nahtmaterials unter physiologischen Bedingungen*. Leibniz Universität Hannover, Institut für Mehrphasenprozesse; Mai 2019.

Studienarbeiten

Angelika Meier: *Entwicklung und Konstruktion eines Müller Matrix Polarimeters*. Leibniz Universität Hannover, Institut für Mehrphasenprozesse; November 2020.

Yassine Mechri: *Development and manufacturing of polymeric fiber scaffolds for the musculoskeletal system*. Leibniz Universität Hannover, Institut für Mehrphasenprozesse; März 2020.

Hermann Görzen: *Vergleich bestehender Herstellungsverfahren von Zugproben für die mechanische Charakterisierung elektrogesponnener Fasermatten*. Leibniz Universität Hannover, Institut für Mehrphasenprozesse; Oktober 2019.

Masterarbeiten

Anja Natascha Linke: *Optimierung und Validierung der Steuerung für den Betrieb eines Müller Matrix Polarimeters*. Leibniz Universität Hannover, Institut für Mehrphasenprozesse; Juli 2022.

Angelika Meier: *Inbetriebnahme und Validierung eines Müller Matrix Polarimeters*. Leibniz Universität Hannover, Institut für Mehrphasenprozesse; Oktober 2021.

Sven-Alexander Barker: *Untersuchung der qualitativen und quantitativen Degradationskinetik polymerer Trägermaterialien für das muskuloskelettale Tissue Engineering*. Leibniz Universität Hannover, Institut für Mehrphasenprozesse; September 2020.

Nico Schepers: *Entwicklung einer Strategie zur Zulassung und Vermarktung eines Verfahrens zur morphologischen Charakterisierung von Vliesen mittels Polarimetrie*. Leibniz Universität Hannover, Institut für Mehrphasenprozesse; März 2020.

Shaime Neschad: *Charakterisierung elektrogesponnener Polycaprolacton:Chitosan-graft-Polycaprolacton Fasermatten für das muskuloskelettale Tissue Engineering*. Leibniz Universität Hannover, Institut für Mehrphasenprozesse; November 2019.

Publikationen

Journal Article (* contributed equally)

Delp*, A.; **Becker***, A.; Hülsbusch, D.; Scholz, R.; Müller, M.; Glasmacher, B.; Walther, F. In Situ Characterization of Polycaprolactone Fiber Response to Quasi-Static Tensile Loading in Scanning Electron Microscopy. *Polymers* 13(13) (2021), S. 2090.

Suresh, S.; **Becker, A.**; Glasmacher, B. Impact of Apparatus Orientation and Gravity in Electrospinning - A Review of Empirical Evidence. *Polymers* 12(11) (2020), S. 2448.

Fricke*, D.; **Becker***, A.; Heratizadeh, A.; Knigge, S.; Jütte, L.; Wollweber, M.; Werfel, T.; Roth, B.; Glasmacher, G. Mueller Matrix Analysis of Collagen and Gelatin Containing Samples Towards More Objective Skin Tissue Diagnostics. *Polymers* 12(6) (2020), S. 1400.

Fricke*, D.; **Becker***, A.; Jütte, L.; Bode, M.; de Cassan, D.; Wollweber, M.; Glasmacher, B.; Roth, B. Mueller Matrix Measurement of Electrospun Fiber Scaffolds for Tissue Engineering. *Polymers* 11(12) (2019), S. 2062.

de Cassan, D.; **Becker, A.**; Glasmacher, B.; Roger, Y.; Hoffmann, A.; Gengenbach, T. R.; Easton, C. D.; Hänsch, R.; Menzel, H. Blending chitosan-g-polycaprolactone with polycaprolactone by electrospinning to produce functional fiber mats for tissue engineering applications. *J Appl Polym Sci* 94 (2019), S. 48650.

Peer-reviewed Conference Proceedings (* contributed equally)

Becker, A.; Fricke, D.; Roth, B.; Glasmacher, B. Assuring Quality of Scaffolds in Musculoskeletal Tissue Engineering: Mueller Matrix Polarimetry and Transillumination Imaging. *Current Directions in Biomedical Engineering*, 7(2) (2021), 179-182.

Fricke, D.; **Becker, A.**; Jütte, L.; Wollweber, M.; Glasmacher, B.; Roth, B. Non-contact fast Mueller matrix measurement system for investigation of bio-tissues. *Proc. SPIE 11211, Photonics in Dermatology and Plastic Surgery* (2020), 1121116.

Hügl, S.*; Aldag, N.*; Lenarz, T.; Rau, T.; **Becker, A.**; Glasmacher, B. Identification of factors influencing insertion characteristics of cochlear implant electrode carriers. *Current Directions in Biomedical Engineering*, 5(1) (2019), S. 441-443.

Becker, A.; Zernetsch, H.; Mueller, M.; Glasmacher, B. A novel coaxial nozzle for in-process adjustment of electrospun scaffolds' fiber diameter: Electrospun mats and their dependence on process parameters. *Current Directions in Biomedical Engineering*, 1(1) (2015), S. 104-107.

Peer-reviewed Conference Abstracts

Hentschel, G.; **du Puits, A.;** Glasmacher, B. Graded fiber scaffolds for musculoskeletal tissue engineering via melt electrospinning. *Biomedical Engineering/Biomedizinische Technik*, 67(1) (2022), S. 205.

Hentschel, G.; **du Puits, A.;** Roger, Y.; Menzel, H.; Hoffmann, A.; Glasmacher, B. Towards graded polymer implants for the tendon-bone junction. *Biomedical Engineering/Biomedizinische Technik*, 67(1) (2022), S. 286.

Hentschel, G.; **du Puits, A.;** Glasmacher, B. Melt Electrospun, three-dimensional fiber scaffolds for musculoskeletal tissue engineering. *Int J Artif Organs*. 45(9) (2022), S. 759.

Becker, A.; Fricke, D.; Sundermann, J.; Bunjes, H.; Roth, B.; Glasmacher, B. Assuring quality of scaffolds in musculoskeletal tissue engineering. *Biomedical Engineering/Biomedizinische Technik*, 66(1) (2021), S. 324.

Becker, A.; Fricke, D.; Jütte, L.; Wollweber, M.; Roth, B.; Glasmacher, B. Non-destructive, contactless and fast method for morphological characterization of fiber scaffolds for tissue engineering. *Int J Artif Organs*. 43(8) (2020), S. 511.

Becker, A.; de Cassan, D.; Menzel, H.; Roger, Y.; Hoffmann, A.; Glasmacher, B. Polycaprolactone:Chitosan-graft-Polycaprolactone blends enhance biocompatibility in electrospun scaffolds for tendon replacement. *Int J Artif Organs*. 42(8) (2019), S. 460.

Oehmichen, S.; Sydow, S.; **Becker, A.;** Sundermann, J.; Glasmacher, B.; Bunjes, H.; Menzel, H. Polydopamine-based coatings for a graded functionalization of polycaprolactone fiber mats. *Int J Artif Organs*. 42(8) (2019), S. 437.

Hügl, S.; Aldag, N.; **Becker, A.;** Lenarz, T.; Glasmacher, B.; Rau, T. S. Toward understanding the impact of cochlear model curvature, insertion speed and implant stiffness for the prediction of insertion forces. *Int J Artif Organs*. 42(8) (2019), S 431.

Patente

Becker, A.; Fricke, D.; Glasmacher, B. Verfahren zum Bestimmen einer Orientierung von Fasern eines Vlieses und Faserorientierungs-Messgerät. EP 3 795 731 A1, eingereicht: 17.09.2019, offen gelegt: 24.03.2021, Status: pending.

Bode, M.; **Becker, A.;** Glasmacher, B. Konzept zur mechanischen Unterstützung weicher zelltragender Scaffolds. DE 10 2019 208 292.0, eingereicht: 06.06.2019, offen gelegt: 10.12.2020, Status: pending.

Lebenslauf

Alexander du Puits (geb. Becker), geboren 22. November 1990 in Hannover.

Berufliche Tätigkeit

seit 2022	Research Engineer bei der Cochlear Deutschland GmbH & Co. KG
2018 - 2022	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Mehrphasenprozesse der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, Leitung: Prof. Prof. h.c. Dr.-Ing. Birgit Glasmacher
2017 - 2018	Wissenschaftliche Hilfskraft am Institut für Mehrphasenprozesse der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, Leitung: Prof. Prof. h.c. Dr.-Ing. Birgit Glasmacher
2016 - 2017	Wissenschaftliche Hilfskraft in der Klinik für Hals-, Nasen-, Ohrenheilkunde der Medizinischen Hochschule Hannover, Direktor: Prof. Prof. h.c. Dr. med. Thomas Lenarz

Hochschulausbildung

2015 - 2018	Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover Masterstudiengang Biomedizintechnik Hochschulabschluss: Master of Science
2010 - 2015	Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover Bachelorstudiengang Maschinenbau Hochschulabschluss: Bachelor of Science

Schulbildung

2003 - 2010	Gymnasium Lutherschule, Hannover Abschluss: Allgemeine Hochschulreife (06/2010)
2001 - 2003	Orientierungsstufe Isernhagener Straße, Hannover
1997 - 2001	Grundschule Alemannstraße, Hannover

Lehrte, im Oktober 2022

