

ÜBER DIE UNTERSUCHUNG VON FLÜSSIGKEITSSTRÖMUNGEN IN KAPILLAREN UND MIKROKANÄLEN MIT HILFE DER FASEROPTISCHEN ORTSFILTERTECHNIK

Dieter Petrak

Institut für Mechanik, Professur Strömungsmechanik,
Technische Universität Chemnitz, Reichenhainer Str.70, 09126 Chemnitz
E-Mail: Dieter.Petrak@imech.tu-chemnitz.de

Zusammenfassung

Die faseroptische Ortsfiltertechnik wurde zur Bestimmung des laminaren Durchflusses von Newtonschen Flüssigkeiten in Kapillaren (ohne Kalibrierung) und Mikrokanälen eingesetzt. Mit Hilfe einer schwingungsgedämpften Sensorik wurde in einer Glaskapillare mit einem Innendurchmesser von 50 μm ein minimaler Durchfluss von 0,02 ml/h erfasst. Bei Verwendung von Kapillaren mit einem Innendurchmesser von 150 μm bis 500 μm wurden Unsicherheiten des gemessenen Durchflusses von 1 % festgestellt. Es konnten Polymerpartikel bis zu einer Größe von 0,8 μm als Tracerpartikel eingesetzt werden. Eine angenähert ebene Kanalströmung wurde in einem Mikrokanal mit dem Querschnitt 2,0 x 0,12 mm² erreicht. Der Mikrokanal aus Piacryl wurde mechanisch mit einem Fräswerkzeug hergestellt und anschließend im Profil und bezüglich der Wandrauigkeit mit einem optischen Längenmesssystem vermessen. Untersucht wurde auch ein Mikrokanal des IPHT Jena, der aus zwei Halbkanälen durch isotropes Ätzen mit Flussäure in Glas hergestellt wurde. Perspektivisch soll ein Mikrokanal mit einer ebenen Kanalströmung zur Bestimmung der scherabhängigen Viskosität nicht-Newtonscher Fluide untersucht werden.

Einleitung

Die Entwicklung und Anwendung der Mikrosystemtechnik findet auch auf dem Gebiet der Strömungstechnik statt. Hier ist zu prüfen, ob die vorhandenen physikalischen Modellvorstellungen auf die Vorgänge zum Impuls-, Wärme- und Stoffaustausch bei Strömungen in sehr kleinen Leitungen übertragen werden können. Eine wichtige Messgröße ist u.a. der Volumenstrom, der kleiner als 1 ml/h sein kann. Zur Messung sehr kleiner Volumenströme von Flüssigkeiten werden folgende Verfahren eingesetzt: gravimetrische Bestimmung, Schwebekörperprinzip, Druckabfall in Kapillaren, mikroskopische LDA- und Ortsfiltertechnik. Ziel der Untersuchungen war die Charakterisierung der Durchflussmessung an flüssigkeitsdurchströmten Glaskapillaren und optisch transparenten Mikrokanälen mittels faseroptischer Ortsfiltertechnik nach Petrak et al 2002 hinsichtlich Messbereich und Messgenauigkeit. Die Besonderheit des Messverfahrens liegt darin begründet, daß die Messung kalibrationsfrei erfolgt und keine Einflüsse von Temperatur und Druck gegeben sind. Eine weitere Besonderheit des Messverfahrens ist die Verwendung von natürlichen oder zugeführten Tracerpartikeln. Bei laminarer Strömung Newtonscher Flüssigkeiten in Kapillaren mit kreisförmigem Querschnitt bzw. in ebenen Kanälen ist die Strömungsgeschwindigkeit auf der Rohr- bzw. Kanalachse gesetzmäßig mit der mittleren Geschwindigkeit verknüpft. Bestimmt man über dem Rohr- oder Kanaldurchmesser alle Geschwindigkeitswerte und filtert anschließend die Maximalgeschwindigkeit heraus, so kann bei bekanntem Strömungsquerschnitt der Durch-

fluss in einfacher Weise ermittelt werden. Bei nicht-Newtonschen Fluiden ist eine Durchflussbestimmung anhand einer Kennlinie möglich, die mittels Kalibrierung ermittelt werden muß. Das Verfahren sollte in einem möglichst einfachen optisch-mechanischen Aufbau ohne Abbildungsoptik realisiert werden. Mit Hilfe einer Messkarte und einem Signalanalyseprogramm sollte die Durchflussbestimmung online erfolgen. Durch den Einsatz von Kapillaren bzw. Mikrokanälen mit unterschiedlichem Innenquerschnitt sollte der Durchflussbereich von ca. 0,1 ml/h bis ca. 200 ml/h erreicht werden. Im Laufe der Untersuchungen war die Unsicherheit des Durchflusses festzustellen. Da das verwendete Messverfahren auf dem Vorhandensein von Tracerpartikeln beruht, war die Feststellung der notwendigen Mindestgröße der Tracerpartikeln erforderlich. Zum Vergleich des gemessenen Durchflusses sollte der an der Spritzenpumpe eingestellte Durchfluss herangezogen werden.

Experimenteller Aufbau

Es wurde ein miniaturisierter mechanischer Aufbau mit Schwingungsdämpfung und Höhen/Seiten-Justierung der optischen Bauelemente realisiert. Zum Einsatz kamen Glaskapillaren mit dem Innendurchmesser 30 µm, 50 µm, 150 µm und 500 µm sowie Mikrokanäle aus Piacryl und Glas, die sich sowohl hinsichtlich ihrer Herstellung als auch ihrer Geometrie unterscheiden. Mikrokanäle aus Piacryl mit den Querschnittsabmessungen 0,2 x 0,35 mm², 1,0 x 0,14 mm², 2,0 x 0,12 mm² wurden mit Hilfe eines Scheibenfräasers hergestellt. Ein Glasmikrokanal nach Henkel et al 2004 mit einem annähernd rechteckförmigen Querschnitt von 0,28 x 0,24 mm² wurde vom IPHT Jena zur Verfügung gestellt. Als besondere Schwierigkeit erwies sich die Schwingungsdämpfung der Messeinrichtung gegenüber Gebäudeschwingungen, die z.B. durch Türbewegungen im Obergeschoß ausgelöst wurden. Als bisher beste Lösung hat sich die Unterbringung der miniaturisierten Messeinheit auf einem quaderförmigen Schwimmkörper herausgestellt, der sich in einem Glycerinbad befindet. Erst mit dieser Lösung waren Messungen an Kapillaren mit dem Innendurchmesser von 50 µm möglich.

Die Sensorik besteht aus dem Sende- und Empfangsteil, die aufeinander und zur Kapillarenachse justiert werden können. Das Empfangsteil ist meßsondenartig aufgebaut. Grundelement ist ein faseroptisches Ortsfilter in Differenzgitterausführung, Um möglichst niedrige Strömungsgeschwindigkeiten messen zu können, ist ein Lichtwellenleiter mit geringem Aussendurchmesser verwendet worden. Andererseits müssen diese noch handhabbar sein. Daher besteht das Differenzgitter aus 2 x 8 Multimode-Lichtwellenleitern vom Typ 64/70/78 UVPI (Kerndurchmesser 64 µm, Manteldurchmesser 70 µm, Quarz/Quarz/Polymidbeschichtung, NA = 0,22). Das Ortsfilter wurde von der Firma Parsum im Wickelverfahren hergestellt und mit den Photoempfängern und der Verstärkerelektronik komplettiert. Die Ortsfilterkonstante g beträgt 170 µm. Bild 1 zeigt das Ortsfilter in Draufsicht. Die Lichtquelle besteht aus einer Collimator Pen-Laserdiode (675 nm, 5 mW) und wird vom gemeinsamen Netzteil aus versorgt. Zur Verringerung der Bestrahlungsstärke der Lichtwellenleiter bzw. der angekoppelten Photodioden wurde ein optischer Extinktionsstandard von 50 % Durchlässigkeit eingesetzt.

Als wesentliches Element der Signalvorverarbeitung hat sich die Signalfilterung herausgestellt. Für die Signalvorverarbeitung wurde ein aktives Filter Modell 3362 von Krohn-Hite Corporation mit komfortablen Einstellmöglichkeiten eingesetzt. Im unteren Messbereich kann auf die Verwendung eines Bandpasses nicht verzichtet werden. Um bei geringen Durchflüssen den Rauschanteil zu begrenzen, wurde der Tiefpass auf eine obere Grenzfrequenz von 5 x maximale Signalfrequenz eingestellt. Weniger kritisch ist die Einstellung des verwendeten Hochpasses. Die untere Frequenzgrenze der Analogelektronik wurde auf 1 Hz abgesenkt. Insgesamt wurde die Messeinrichtung mit einer Messkarte von National Instruments ausgerüstet und das Signalanalyseprogramm auf Basis der grafischen Plattform LabVIEW entwickelt. Nach Ablauf einer vorgegebenen Messzeit kann der Durchfluss online dargestellt

werden. Bild 2 zeigt schematisch den Messaufbau für den Mikrokanal ohne Dämpfungseinrichtung. Bild 3 zeigt schematisch die Schwingungsdämpfung mit Hilfe des Glycerinbades und Bild 4 den konstruktiven Aufbau der Kapillarmessung.

Die Spritzenpumpe vom Typ Perfusor compact S von Braun bietet Förderraten von 0,01 ml/h bis 200 ml/h mit einer Genauigkeit von 2,5 % bei einer maximalen Druckvorgabe von 1,2 bar. Spritzen mit einem Volumen von 2 ml bis 50 ml wurden angepaßt verwendet, um Takteinflüsse des Kolbenvorschubs zu minimieren. Für geringste Volumendurchflüsse wurde der Eingangsdruck vom Schweredruck einer Flüssigkeitssäule vorgegeben. Als Flüssigkeit wurde bidestilliertes Wasser mit geringem Zusatz von Polymerpartikeln verwendet.

Mit Hilfe eines optischen Sensors, der nach dem Prinzip der dynamischen Fokussierung arbeitet, wurden die Innenwandrauigkeit der Glaskapillaren bzw. die Geometrie und Innenwandrauigkeit der Mikrokanäle festgestellt. Eingesetzt wurde das optische Längenmeßsystem Microfocus der Firma UBM Messtechnik GmbH.

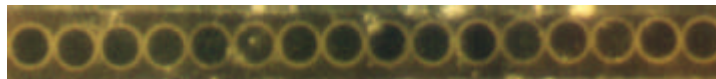


Bild 1. Verwendetes Differenz-Ortsfilter aus 2 x 8 Lichtwellenleitern

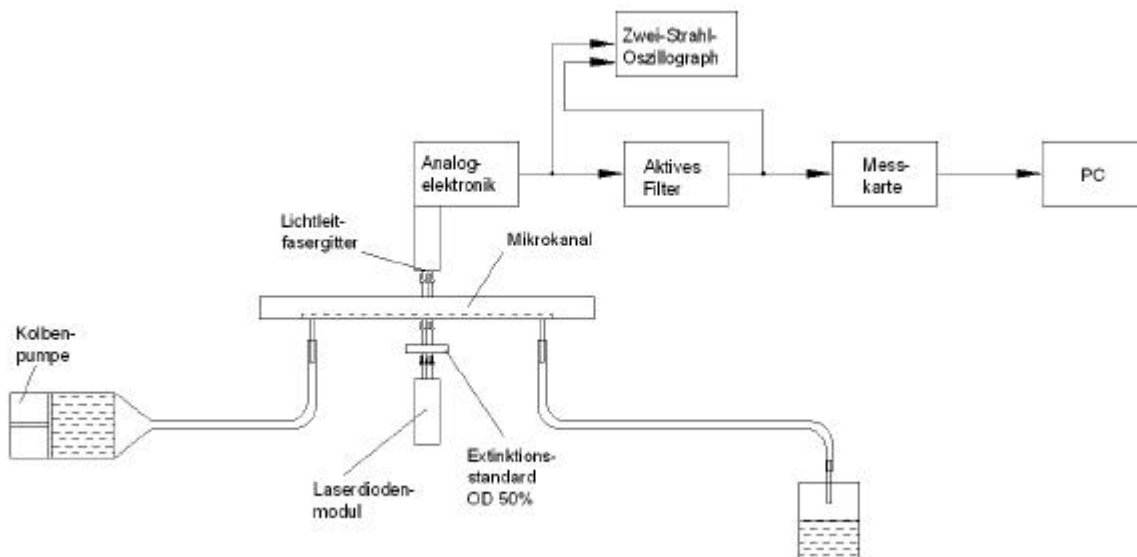


Bild 2. Messeinrichtung zur Bestimmung von Geschwindigkeiten und Volumenstrom in Mikrokanälen und Kapillaren

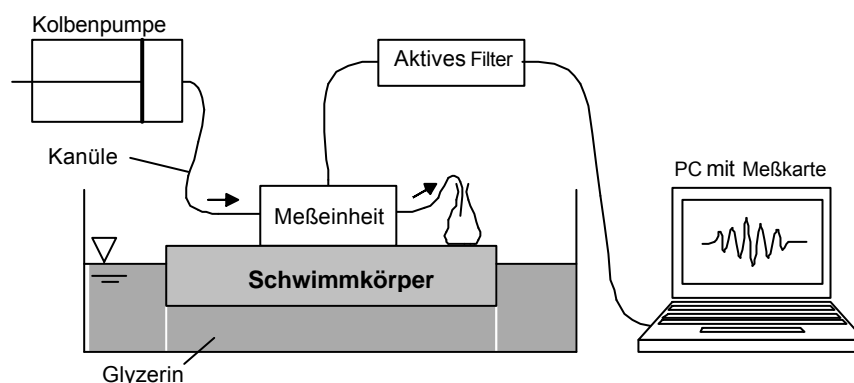


Bild 3. Schwingungsarme Anordnung der Messeinheit bestehend aus Kapillare/Mikrokanal und faseroptischer Messeinrichtung

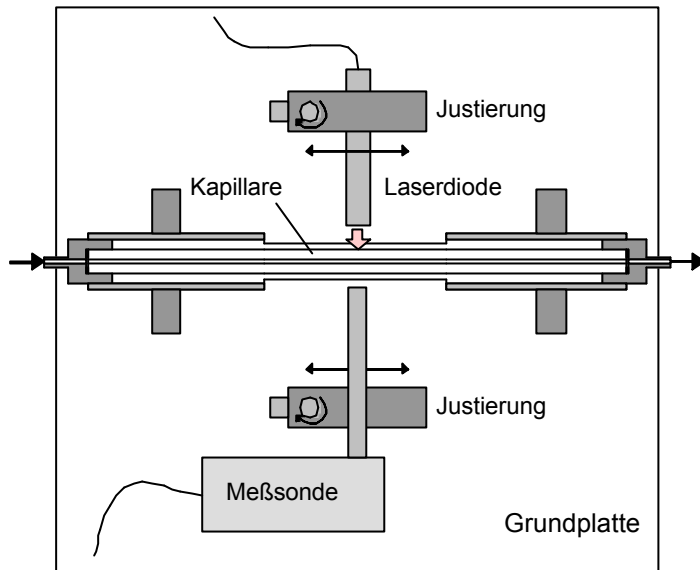


Bild 4. Auf einer Grundplatte befestigte Messeinheit für die Kapillardurchflussmessung

Ergebnisse

Material und Geometrie der Kapillaren sind vom jeweiligen Hersteller Schott bzw. Hilgenberg festgelegt. Die Geometrie der in Piacryl gefrästen Mikrokanäle musste stattdessen nach der Herstellung vermessen werden. Bild 5 zeigt beispielhaft eine REM-Aufnahme für einen in Piacryl gefrästen Mikrokanal und Bild 6 eine Profilmessung mit dem System Microfocus. Nach der Profilmessung wurden die Mikrokanäle aus Piacryl mit einer transparenten Tesafolie (Dicke 0,05 mm) abgedeckt.

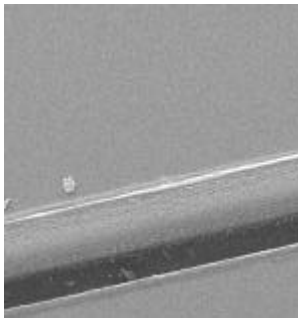


Bild 5. REM-Aufnahme eines Mikrokanals, gefräst in Piacryl mit einem Scheibenfräser

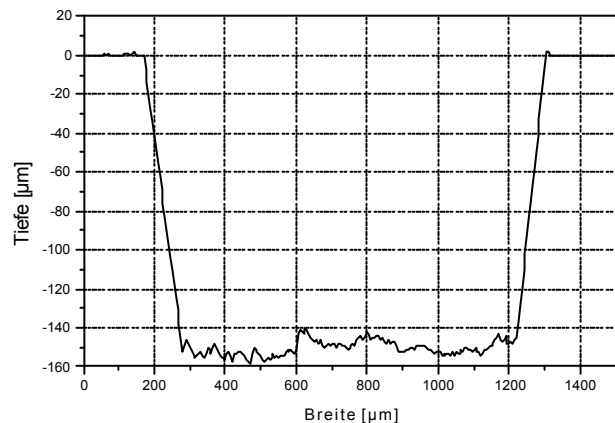


Bild 6. Profilmessung eines Mikrokanals, gefräst in Piacryl mit einem Scheibenfräser, 200 Punkte/mm

Um an den Kapillaren bei bekannten Abmessungen die Rauigkeit der Innenwand messen zu können, ist der optische Zugang notwendig. Dazu wurden die Kapillaren abgeschliffen und damit die Innenwand freigelegt. In Bild 7 ist die Messung der Innenwandrauigkeit einer Kapillare mit dem System Microfocus dargestellt.

Aufgrund der gefrästen Herstellung ist die Kanalwand der Piacrylmikrokanäle optisch matt, was zu einer Beeinträchtigung der Schattenabbildung der Tracerpartikel führt. Abhilfe ist hier nach Bild 8 mit der Tiefpassfilterung des Rohsignals gegeben.

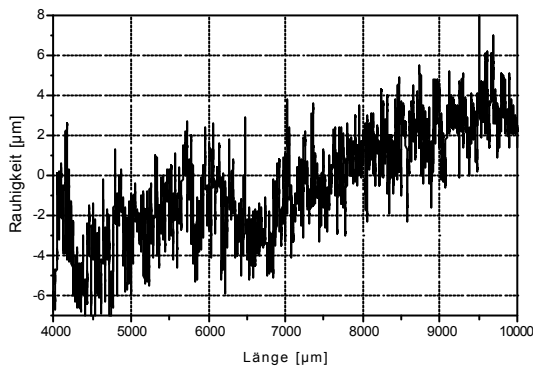


Bild 7. Rauigkeit der Innenwand einer Schott-DURAN-Glaskapillare mit $\varnothing_{\text{innen}} = 0,5 \text{ mm}$, $R_{\text{max}} = 10,51 \text{ }\mu\text{m}$, $R_a = 1,52 \text{ }\mu\text{m}$

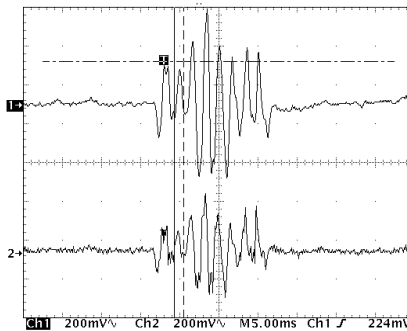


Bild 8. Messsignale eines $4\text{ }\mu\text{m}$ -Tracerpartikels im Piacrylkanal
2 → Rohsignal
1 → Signal nach Tiefpass

Die Ergebnisse der Messungen an den unterschiedlichen Kapillaren sind beispielhaft in den Bildern 9 und 10 dargestellt. Das Messvolumen wurde in der Mitte der 100 mm langen Kapillaren positioniert, so dass Einlaufeffekte mit Sicherheit vermieden wurden. Es lag in jedem Messfall die laminare Rohrströmung vor und der Durchfluss wurde in einfacher Weise aus dem Produkt Strömungsquerschnitt mal halbe Maximalgeschwindigkeit bestimmt.

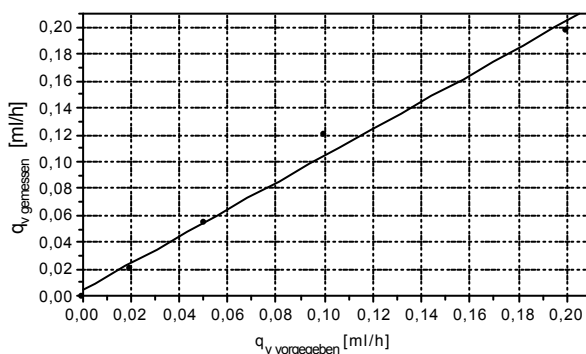


Bild 9. Kennlinie für die Glaskapillare mit $\varnothing_i = 50 \text{ }\mu\text{m}$, Tracerpartikel $x = 2\text{ }\mu\text{m}$

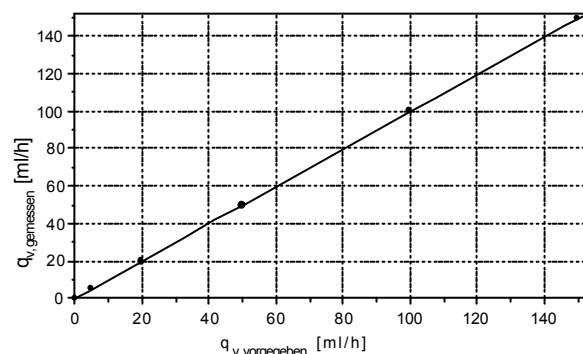


Bild 10. Kennlinie für die Glaskapillare mit $\varnothing_i = 500 \text{ }\mu\text{m}$, Tracerpartikel $x = 4 \text{ }\mu\text{m}$

Bei Annahme einer linearen Kennlinie betragen die mittleren Abweichungen der Messpunkte 9,7 % für die Kapillare mit $\varnothing_i = 50 \text{ }\mu\text{m}$ und 1,1 % für die Kapillare mit $\varnothing_i = 500 \text{ }\mu\text{m}$. Mit der Kapillare mit $\varnothing_i = 50 \text{ }\mu\text{m}$ und dem Durchfluss von $0,02 \text{ ml/h}$ sind die unteren Grenzen der Anwendung erreicht. Die Geschwindigkeit U auf der Kapillarachse beträgt dann $5,6 \text{ mm/s}$ bei einer Reynoldszahl von $Re = 0,14$. Die noch einsetzbare Tracerpartikelgröße beträgt minimal $0,8 \text{ }\mu\text{m}$.

Im Fall Mikrokanal ist eine einfache Durchflussbestimmung nur bei einer ebenen Kanalströmung möglich. Da die ebene Kanalströmung im Experiment nur in Annäherung gelingt, ist mit einem systematischen Messfehler zu rechnen. Die beste Annäherung wurde erwartungsgemäß für den Mikrokanal mit dem Querschnitt $2,0 \text{ mm} \times 0,12 \text{ mm}$ festgestellt. Bestimmt

man die mittlere Strömungsgeschwindigkeit u_{av} aus der Geschwindigkeit U auf der Kanalachse nach

$$u_{av} = \frac{2}{3} U \quad (1)$$

so beträgt die mittlere Abweichung im Durchfluss 5,8 %. Während Bild 11 Geometrie und Strömungsverhältnisse zeigt, ist in Bild 12 die Annäherung an die ebene Kanalströmung anhand der Maximalgeschwindigkeit U angegeben.

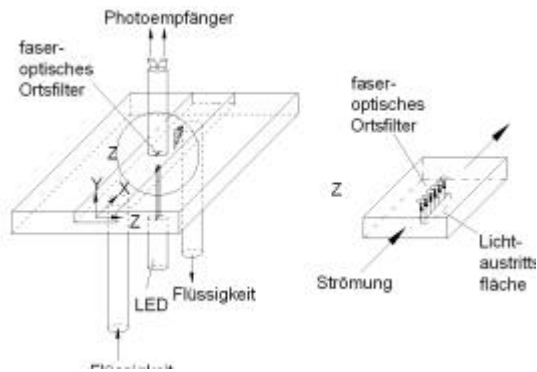


Bild 11. Geometrie und Strömungsprofil für den Mikrokanal

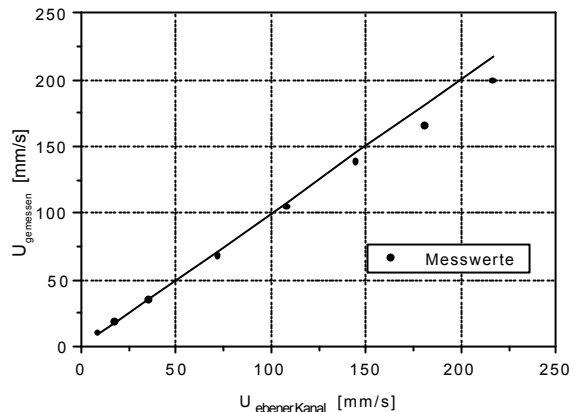


Bild 12. Vergleich der gemessenen und berechneten Geschwindigkeiten U auf der Kanalachse für den Mikrokanal $2,0 \times 0,12 \text{ mm}^2$

Höhere Genauigkeiten in der Durchflussbestimmung sind anhand einer Kalibrierung auf die Geschwindigkeit U zu erreichen. Damit entfällt auch die Annäherung an das Profil einer ebenen Kanalströmung.

Die Bilder 13 und 14 zeigen exemplarisch die Kennlinien für zwei unterschiedliche Mikrokanäle in der Form $q_v = f(U)$.

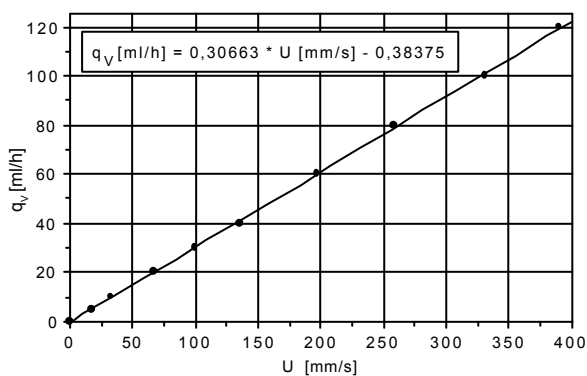


Bild 13. Kennlinie für den Mikrokanal Piacryl $1,0 \times 0,14 \text{ mm}^2$, Tracerpartikel $x=4 \mu\text{m}$

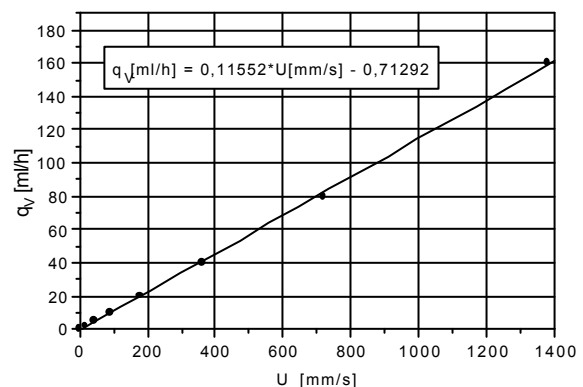


Bild 14. Kennlinie für den Mikrokanal Piacryl $0,2 \times 0,35 \text{ mm}^2$, Tracerpartikel $x=4 \mu\text{m}$

Bei Annahme einer linearen Kennlinie betragen die mittleren Abweichungen der Messpunkte 1,4 % für den Mikrokanal $1,0 \times 0,14 \text{ mm}^2$ und 3,3 % für den Mikrokanal $0,2 \times 0,35 \text{ mm}^2$. Der

zugehörige Re-Bereich reicht z.B. für den Mikrokanal $0,2 \times 0,35 \text{ mm}^2$ von $Re = 5,0$ bis $Re = 160,7$.

Vergleicht man die Häufigkeitsverteilungen der auf die Mittengeschwindigkeit U normierten Geschwindigkeiten u_{rel} , so tritt für vergleichsweise hohe Scherraten du_{rel}/dy_{rel} mit Zunahme der Scherrate eine Verschiebung in den Verteilungen zu höheren Werten von u_{rel} auf. Dieser Effekt zeigt sich deutlich in den Bildern 15 und 16 für den Mikrokanal $2,0 \times 0,12 \text{ mm}^2$.

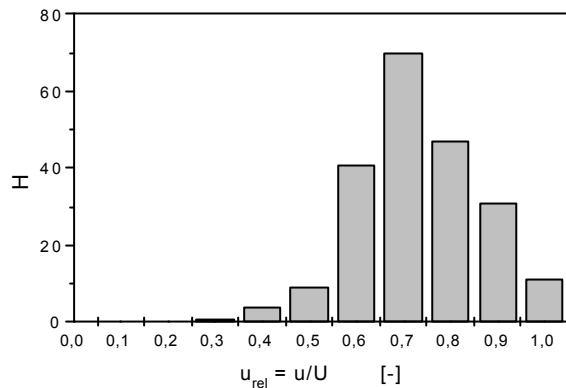


Bild 15. Häufigkeitsverteilung für den Mikrokanal $2,0 \times 0,12 \text{ mm}^2$, Durchfluss 2 ml/h, $U = 4,1 \text{ mm/s}$

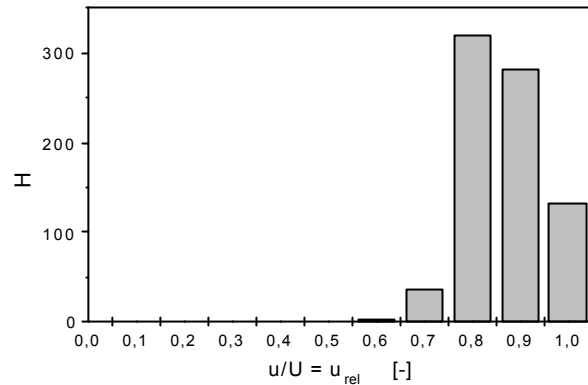


Bild 16. Häufigkeitsverteilung für den Mikrokanal $2,0 \times 0,12 \text{ mm}^2$, Durchfluss 100 ml/h, $U = 199 \text{ mm/s}$

Eine Erklärung für diese Verschiebung in den Häufigkeitsverteilungen kann auf die Liftkraft auf Partikel in Scherströmungen zurückgeführt werden. Die auf ein kugelförmiges, festes Partikel wirkende Liftkraft ist proportional zu der auftretenden Scherrate. Für den angegebenen Mikrokanal $2,0 \times 0,12 \text{ mm}^2$ sind die Scherraten du_{rel}/dy_{rel} in Bild 17 dargestellt.

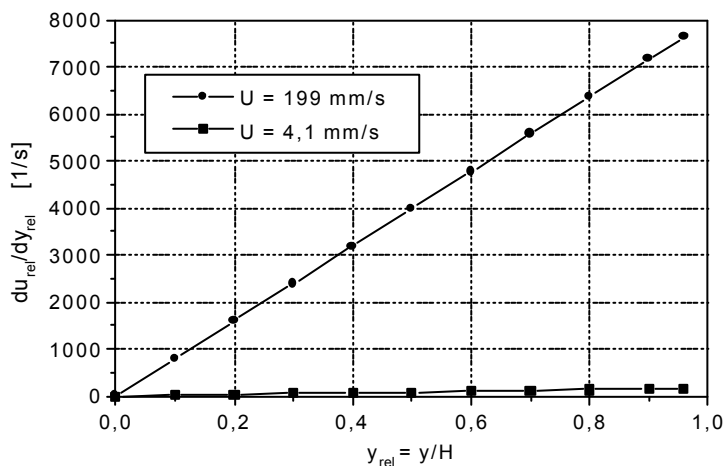


Bild 17. Verlauf der Scherraten du_{rel}/dy_{rel} in Abhängigkeit von y_{rel} für den Piacryl Mikrokanal $2,0 \times 0,12 \text{ mm}^2$

Zieht man für die Berechnung der auf die Tracerpartikel wirkenden Liftkraft die analytische Lösung von Saffmann 1965 heran, so ergibt sich für das Verhältnis Liftkraft zu Partikelgewicht ein Wert von 0,0028 in Wandnähe für $U = 199 \text{ mm/s}$. Berücksichtigt man, dass die Partikelsinkgeschwindigkeit, die vom Partikelgewicht verursacht wird, einen Wert von $4,36 \cdot 10^{-4} \text{ mm/s}$ besitzt, so sind die Verschiebungen in den Häufigkeitsverteilungen nicht nachzuvollziehen. Die von den Tracerpartikeln quer zur Strömungsrichtung zurückgelegten Wege

wären viel zu klein, um die Positionsänderungen erklären zu können. Im oberen Anwendungsbereich der Saffmann-Gleichung für die Partikelreynoldszahl Re_p und die Scherrey-noldszahl Re_G tritt danach ein größerer Betrag der Liftkraft auf wie nach Saffmann-Gleichung berechnet. Die Scherraten in Wandnähe unterscheiden sich nach Bild 17 um den Faktor 50.

Ausblick

Neben der Anwendung zur Durchflussbestimmung kann nach Güttler et al 2005 das Kapillarverfahren online zur Bestimmung der scherabhängigen Viskosität von nicht-Newtonschen Fluiden wie bsw. von Klebstoffen und Polymeren erfolgreich eingesetzt werden. Um beim Kapillarverfahren Schwierigkeiten bei der Auswertung der Geschwindigkeitshäufigkeitsverteilung zu vermeiden, soll das Verfahren an der ebenen Mikrokanalströmung erprobt werden. Der Vorteil der ebenen Mikrokanalströmung besteht in der Ermittlung der Summenhäufigkeitsverteilung der axialen Geschwindigkeit in Abhängigkeit von der y-Koordinate.

Dankesworte

Herrn Dr. Markert, Professur Mikrosystem- und Gerätetechnik an der TU Chemnitz, sei für die Übernahme der Profilmessungen sowie Herrn Dipl.-Ing.(FH) Kielpinski, IPHT Jena, für die Bereitstellung eines Glasmikrokanals herzlich gedankt. Für die finanzielle Unterstützung sei der Deutschen Forschungsgemeinschaft ebenfalls herzlich gedankt (Vertragsnummer PE 471/4-2).

Literatur

- Güttler, S., Lenz, T., 2005: „Mikrodurchflusssensorik für höherviskose Fluide“, wt Werkstattstechnik online, 95, H. 3, pp. 162-166.
- Henkel, T., Bermig, T., Kielpinski, M., Grodrian, A., Metze, J., Köhler, J. M., 2004: „Chip modules for generation and manipulation of fluid segments for micro serial flow processes“, Chemical Engineering Journal, 101, pp. 439-445.
- Petrak, D., Niersmann, U., Keutel, Th., 2002: „Durchflussmessung an Flüssigkeitsströmungen in Kapillaren mit Hilfe der faseroptischen Ortsfiltertechnik“, 10. GALA Fachtagung, Lasermethoden in der Strömungsmesstechnik, Universität Rostock, pp. 52.1-52.6.
- Saffmann, P. G., 1965: „The lift on a small sphere in a slow shear flow“, J. Fluid Mech., 22, pp. 385-400.