

Lokale optische Temperaturmessung in Mikroströmungen mittels Flüssigkristallpartikeln

Local optical temperature measurements in microfluidics using individual thermochromic liquid crystals

C. Cierpka, R. Segura, M. Rossi, C.J. Kähler

Institut für Strömungsmechanik und Aerodynamik, Universität der Bundeswehr München, Werner-Heisenberg-Weg 39, 85577 Neubiberg

Schlagworte: Mikrofluidik, Particle Tracking, Flüssigkristalle, Mehrvariablenkalibrierung
Key words: microfluidics, particle tracking, thermo-liquid crystals, multi-variable calibration

Zusammenfassung

Die lokale messtechnische Bestimmung des Wärmeübergangs in mikrofluidischen Systemen ist seit vielen Jahren Gegenstand internationaler Forschungsarbeiten. Eine aussichtsreiche Messmethode basiert auf der Beobachtung von Flüssigkristallpartikeln, welche je nach Temperatur ihre Farberscheinung ändern. Aufgrund der geringen Abmessungen muss dabei die Temperatur für individuelle Partikel ermittelt werden, um auch starke örtlichen Temperaturgradienten auflösen zu können. Weiterhin treten durch die großen optischen Vergrößerungen Artefakte in den Partikelbildern bei der Verwendung gekapselter Flüssigkristalle auf. Die Messunsicherheit für die Temperaturbestimmung einzelner Partikel beträgt in diesem Fall 16,6% des Messbereiches. Daher wurden im Rahmen dieser Arbeit erstmals ungekapselte Flüssigkristallpartikel mittels eines Membranverfahrens erzeugt und systematisch auf Ihre Eignung zur Temperaturmessung in Mikroströmungen untersucht. Durch fortschrittliche Bildvorbereitung und eine Kalibrierung mit allen drei Farbwerten im HSI-Farbraum konnte die Messunsicherheit für den gesamten Bereich auf unter 7% reduziert werden. Damit ist gezeigt, dass die Bestimmung der Temperatur einzelner Partikel zuverlässig möglich ist. In Kombination mit der 3D3C Astigmatismus PTV [3], kann mit diesem Ansatz simultan die Geschwindigkeit in alle drei Raumrichtungen und die Temperatur im Volumen bestimmt werden. Die Technik kann daher in der Zukunft für die Bearbeitung vieler Strömungsprobleme im Bereich der Mikrofluidik nützlich sein.

Einleitung

Durch die zunehmende Miniaturisierung von elektrischen und elektronischen Bauteilen und deren immer höhere Leistungsdichte wird die Entwicklung effizienter Kühlstrategien und deren Qualifizierung immer wichtiger, um die Bauteile vor dem Überhitzen zu schützen. Aufgrund der geringen Abmessungen der Bauteile werden dazu vermehrt mikrofluidische Systeme eingesetzt. Ferner hat sich gezeigt, dass Nano-Fluide (Fluide mit Nanopartikeln) eine starke Erhöhung des Wärmeübergangs an der Wand bewirken können und damit für die Kühlung thermisch hoch belasteter Komponenten ein großes Potential besitzen. Die Ursachen dafür werden derzeit in der Literatur kontrovers diskutiert, sind aber noch nicht abschließend ergründet [1][12]. Für die Auslegung und das grundlegende Verständnis der Wärmeübertragung in mikrofluidischen Systemen sind daher hochauflösende nicht-invasive (optische) Messungen des Temperaturfeldes notwendig.

Ein optisches Verfahren, welches die örtliche Messung der Temperatur ermöglicht ist die sogenannte Particle Imaging Thermometry [4][10] (und Referenzen hierin). Bei dieser Art der Temperaturmessung gibt man dem Fluid Partikel bei, welche der Strömung möglichst ideal folgen. Beispielsweise kann man die Temperaturabhängigkeit der Fluoreszenz eines oder mehrerer Farbstoffe (z. Bsp. Rhodamin B und Rhodamin 6G) ausnutzen. Je nach Temperatur im Fluid wird sich die Streulichtintensität der Partikel ändern. Die richtige Auswahl der Farbstoffe und deren Einbringung in die Partikel stellen hier derzeit eine große Herausforderung dar. Wesentlich preiswerte und deutlich etablierter ist der Einsatz von Flüssigkristallpartikeln. Flüssigkristalle haben Eigenschaften, die sie weder allein den Kristallen (räumlich stark orientierte feste Gitterstruktur) noch den Flüssigkeiten (lose Anordnung der Moleküle) zuzuordnen lässt. Die Moleküle sind in einigen Richtungen orientiert, in anderen aber beweglich. Dadurch haben Flüssigkristalle ganz besondere optische Eigenschaften. Wie bei Kristallen kommt es durch die Orientierung der Moleküle zur Doppelbrechung, d.h. zu unterschiedlichen Brechzahlen in Abhängigkeit von der Ausbreitungsrichtung und Polarisation des Lichtes. Bei cholesterinischen Flüssigkristallen ändert sich die Ausrichtung der Moleküle in den einzelnen Schichten periodisch. Der Abstand zwischen zwei gleich ausgerichteten Schichten (Abb. 1, links [13]) wird Pitch (p_0) genannt. Von solchen Flüssigkristallen wird nur einfallendes Licht mit einer Wellenlänge p_0 reflektiert. Die Pitchlänge wiederum hängt von der Temperatur ab, d.h. Flüssigkristalle mit unterschiedlichen Temperaturen reflektieren Licht mit verschiedenen Farben. Zunächst sind die Flüssigkristalle transparent, bei der sogenannten Starttemperatur erscheinen sie rot und durchlaufen bei weiterer Temperaturerhöhung das gesamte Farbspektrum bis Blau. Auf der rechten Seite in Abbildung 1 ist eine Mehrfachbelichtung einer mit Flüssigkristallen versetzten Konvektionsströmung dargestellt [7].

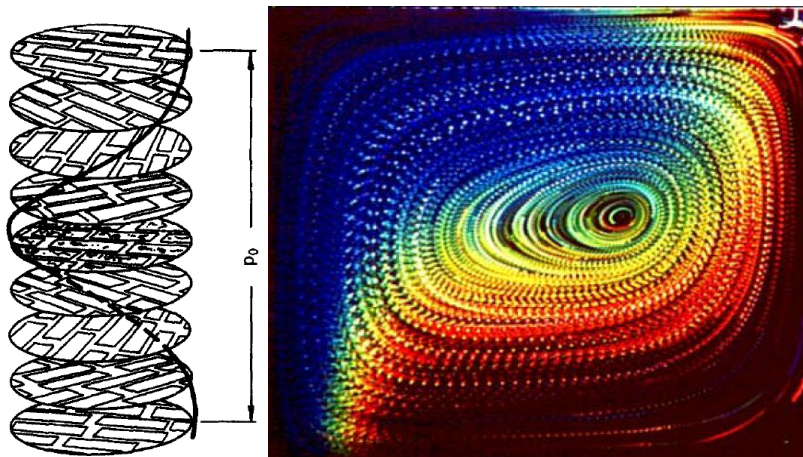


Abbildung 1. Struktureller Aufbau cholesterinischer Flüssigkeitskristalle aus Wozniak & Wozniak (1994) [13] (links), mehrfach belichtete Konvektionsströmung unter Zugabe von Tracern aus Flüssigkeitskristallen aus Kowalewski (1999) [7].

In der Strömungsmechanik wurden Flüssigkristalle schon seit den 90er Jahren für Untersuchung verschiedenster Strömungen eingesetzt, wobei in der Mikrofluidik bisher eher wenige Untersuchungen durchgeführt wurden. Die Flüssigkristalle werden dabei sowohl in reiner Form, häufig aber auch gekapselt eingesetzt. Die Kapselung soll sie vor Alterung und mechanischen Spannungen zu schützen. Die Einsatztemperaturen erstrecken sich von -30°C bis 150°C , wobei der temperaturempfindliche Bereich (rot-blau, Abb. 1, rechts) von $0,5^{\circ}\text{K}$ bis 40°K , je nach chemischer Zusammensetzung, eingestellt werden kann [4][10]. Die Reaktionszeit hängt dabei maßgeblich von der Größe der Tracerpartikel ab und liegt im Bereich von Millisekunden für Tracerpartikel mit Durchmessern von $10\text{-}240\mu\text{m}$. Damit sind Flüssigkristalle prinzipiell geeignet, auch schnelle Temperaturänderungen aufzuzeichnen. Die Zu-

ordnung der Farbwerte wird meist über den sogenannten HSI-Farbraum durchgeführt. HSI steht dabei für Hue, Saturation und Intensity, wobei der Hue-Wert für den Farbton steht, S die Reinheit der Farbe beschreibt und I die Helligkeit. In Abbildung 2 a und b ist der Farbverlauf und auch der Verlauf des Hue-Wertes für gekapselte Flüssigkristalle der Firma Hallcrest sehr gut zu erkennen. Die Flüssigkristalle wurden in eine mit Wasser gefüllte Küvette gegeben und mit einer Halogen-Metaldampflampe, welche sich durch ein breites Lichtspektrum auszeichnet, beleuchtet. Die Flüssigkristalle haben eine Starttemperatur von 24,5°C (rot). Der blaue Farbbereich beginnt ab 30,5°C. In die Küvette wurde warmes Wasser eingefüllt, der Bereich bei ca. $y = 700\text{px}$ wurde anschließend gekühlt. Dadurch bildet sich hier ein Gradient im Temperaturfeld aus. Dieser wird am vertikalen Profil des Hue-Wertes deutlich. Im oberen und unteren Bereich ist die Temperatur höher, in der Kühlzone ist ein Einschnitt deutlich erkennbar. In Abbildung c ist das gleiche Bild mit intensivierten Farben dargestellt um den Farbverlauf besser hervorzuheben. Für Untersuchungen im makroskopischen Bereich wird im Allgemeinen eine Mittelung des Farbwertes über kleinere Bildbereiche durchgeführt. Dadurch werden individuelle Schwankungen durch die einzelnen Partikel gemittelt und der mittlere Fehler kann stark reduziert werden.

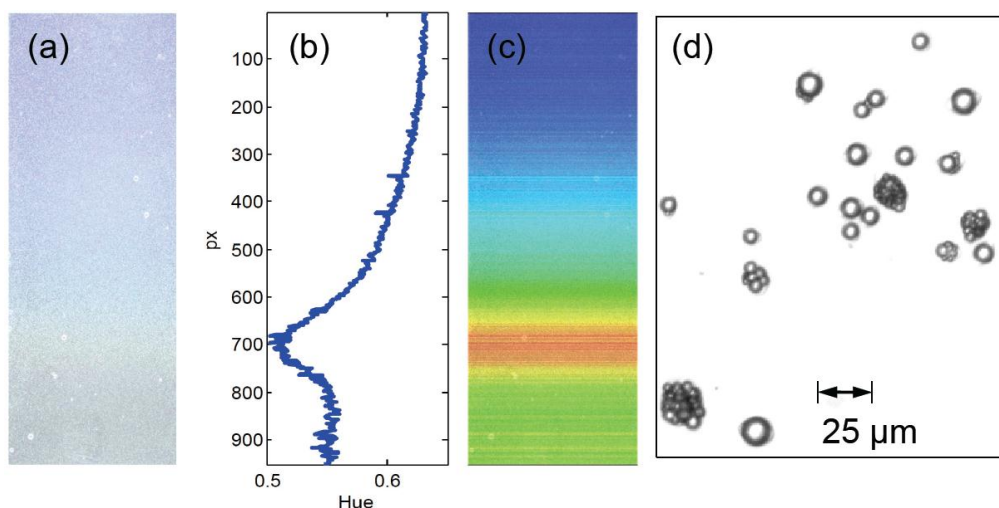


Abbildung 2. Flüssigkristalle als Tracerpartikel in einer Küvette (a), Hue-Wert (b) und farbintensiviertes Bild (c), Mikroskopaufnahme der Tracerpartikel bei 20facher Vergrößerung (d).

In mikrofluidischen Systemen treten mitunter so starke räumliche Gradienten in der Temperaturverteilung auf, dass eine Mittelung über Auswertefenster das Temperaturfeld nur ungenügend repräsentiert. Zum anderen ist die Partikelkonzentration stets so niedrig zu halten, dass die Fluideigenschaften nicht verändert werden, weshalb der mittlere Abstand zwischen den einzelnen Partikelbildern sehr groß wird. Eine weitere Herausforderung ist die Volumenbeleuchtung. Durch die kleinen Abmessungen der Kanäle ist es nicht möglich nur einen Lichtschnitt oder kleinen Teil der Strömung zu beleuchten. Daher wird immer der komplette Kanal beleuchtet. Die Auswertung der mittleren Farbwerte über größere Bildbereiche wird daher nur einen integralen Wert der Temperatur in Beobachtungsrichtung wiedergeben können.

Ein Ausweg ist die Bestimmung der Temperatur für individuelle Partikel. Die Bestimmung der räumlichen Gradienten im Temperaturfeld ist dann im zeitlichen Mittel nur noch durch die Unsicherheit in der Bestimmung der Partikelposition limitiert [6]. Zudem existieren eine Vielzahl unterschiedlicher Verfahren zur 3D3C Geschwindigkeits- und Positionsbestimmung einzelner Partikel in Mikrokanälen. Eine Auflistung der Vor- und Nachteile der gängigsten Verfahren findet sich in Cierpka und Kähler (2012) [2].

Flüssigkristallpartikel unter dem Mikroskop

In Abbildung 2 d sind die gekapselten Flüssigkristalle unter dem Mikroskop mit einer 20fachen Vergrößerung dargestellt. Hier kann man deutlich erkennen, dass die einzelnen Partikel einer idealen Kugel sehr nahe kommen, aber auch eine sehr große Größenstreuung aufweisen. Um das Temperaturverhalten einzelner individueller Flüssigkristallpartikel beobachten zu können wurde auf ein invertiertes Mikroskop (Zeiss Axio Observer Z1) ein Peltierelement montiert. Über eine Temperaturregelleinheit TC2812 (CoolTronic GmbH) und einen Temperatursensor (mini Pt1000 Thermoelement) konnte die Temperatur mittels eines Matlab-Programms geregelt werden. Die wässrige Lösung mit Flüssigkristallpartikeln wurde zwischen Peltierelement und einem Mikroskopträger platziert. Zur Beleuchtung diente eine HXP 120 W Metalldampflampe die weißes Licht mit einem breiten Spektrum emittiert. Die Beobachtung erfolgte mittels einer 3CCD Kamera (JAI AT-200 GE, 3CCD Progressive Scan RGB Color) mit 8 bit je Sensor und einer Sensorfläche von 1624 x 1236 Pixeln. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 3 schematisch dargestellt.

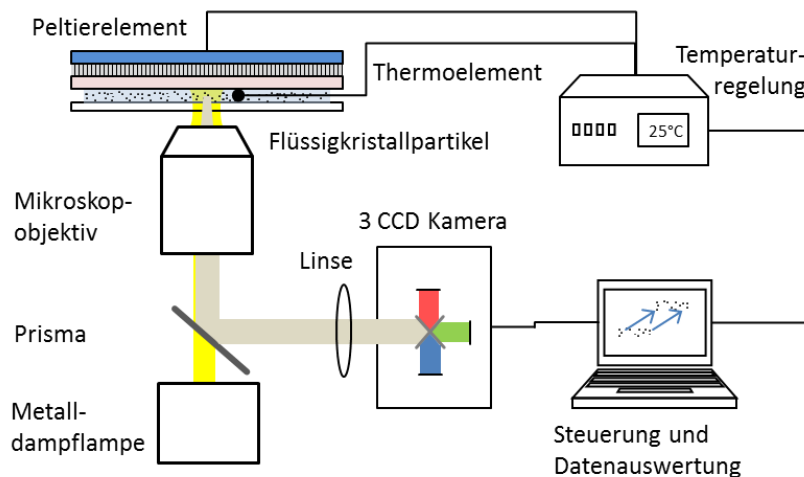


Abbildung 3. Versuchsaufbau.

In Abbildung 4 ist auf der linken Seite der Farbverlauf für gekapselte Flüssigkristallpartikel bei 40facher Vergrößerung dargestellt. Die Farbveränderung für die unterschiedlichen Temperaturbereiche ist auch hier deutlich zu erkennen. Durch die starke Vergrößerung wird zudem die innere Struktur der Flüssigkristalle sichtbar. Durch den unterschiedlichen Brechungsindex zwischen Kapselmaterial und umgebenden Fluides kommt es zudem zu Linseneffekten der einzelnen Partikel, welche sich nachteilig auf die Bildauswertung auswirken. In einer ersten Untersuchung hat sich gezeigt, dass durch individuelle Unterschiede in der Herstellung, der Verkapselung, Größe und Beleuchtung der Partikel starke Schwankungen der ermittelten Temperatur auftreten. Die Messunsicherheit für große Auswertefenster betrug hier 3% des gesamten Messbereiches oder $\pm 0,15\text{K}$ (20:1) was mit der aktuellen Literatur korrespondiert. Für individuelle Partikel stieg die Messunsicherheit jedoch auf 16,6% bzw. $\pm 0,83\text{K}$. Ein Ausweg stellt hier die Verwendung von ungekapselten Flüssigkristallen dar. Auf der rechten Seite der gleichen Abbildung ist deutlich zu erkennen, dass die Linseneffekte nicht mehr präsent sind und der Kern der Partikel deutlich homogener abgebildet wird. Für die nachfolgenden Untersuchungen wurden daher ungekapselte Flüssigkristallpartikel mit einem mittleren Durchmesser von $13\ \mu\text{m}$ verwendet, welche in einem Membranverfahren am Institut für Pharmazeutische Technologie der TU Braunschweig im Rahmen der DFG Forschergruppe 856 hergestellt wurden [9].

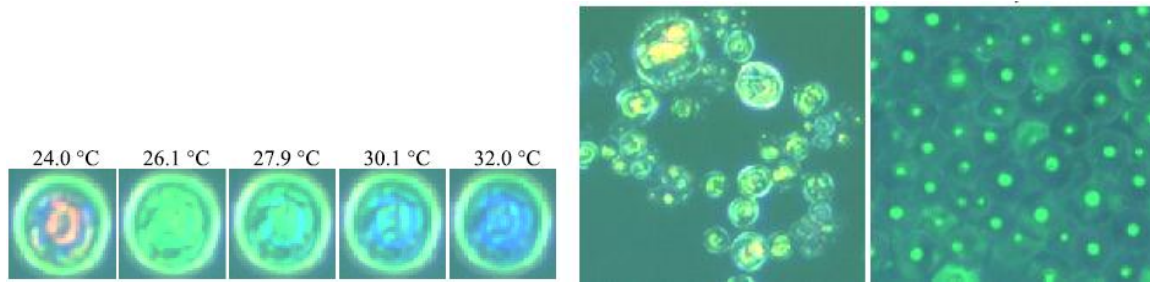


Abbildung 4. Farbveränderung gekapselter Flüssigkristalle unter dem Mikroskop (links). Gekapselte (Mitte) und ungekapselte Flüssigkristalle (rechts).

Bildverarbeitung und Kalibrierung

Die Bilder der 3CCD Kamera liegen als drei getrennte Matrizen für den Rotanteil, den Grünanteil und den Blauanteil vor. Ein Rohbild ist in Abbildung 5 auf der linken Seite dargestellt. Die Schwierigkeit in der Bildbearbeitung besteht darin, dass die Intensitäten der RGB-Werte über den gesamten Temperaturbereich variieren. In den späteren Messungen werden daher Partikel aller Farben innerhalb eines Bildes auftreten. Diese müssen zuverlässig erkannt werden. Zunächst wird daher anhand der gewichteten RGB-Bilder ein Grauwertbild ermittelt (Abbildung 5, Mitte) welches für die weitere Bildbearbeitung verwendet wurde. Als nächster Schritt wurden ein vertikaler und ein horizontaler Gradientenfilter angewandt, um die Kanten der Partikelbilder zu ermitteln. Dieses Vorgehen hat im Gegensatz zu einem globalen Schwellwert den Vorteil, dass die Partikelbilder auch bei stark variierender Intensität (unterschiedlicher Temperatur) gut detektiert werden können. Danach wird automatisch ein Schwellwert für die Gradienten ermittelt, aufgrund dessen ein Binärbild erstellt wird. In diesem sind Regionen die Partikelbildern zugeordnet werden können mit einer 1, der Hintergrund mit einer 0 markiert [8]. Die so ermittelten Partikelbilder beinhalten immer noch den Randbereich, der häufig in der Farbe vom Zentrum abweicht, weshalb ein Erosionsfilter genutzt wurde, um das Partikelbildzentrum zu bestimmen und gleichzeitig die Form des Partikelbildes beizubehalten. Dieser Schritt ist sehr wichtig, da das Verfahren später mit der Astigmatismus Particle Tracking Velocimetry (APTIV) kombiniert werden soll und hier die Partikelbildform die Tiefenposition im Volumen kodiert [3]. Die Partikelbildzentren sind in Abbildung 5 c nochmals dargestellt.

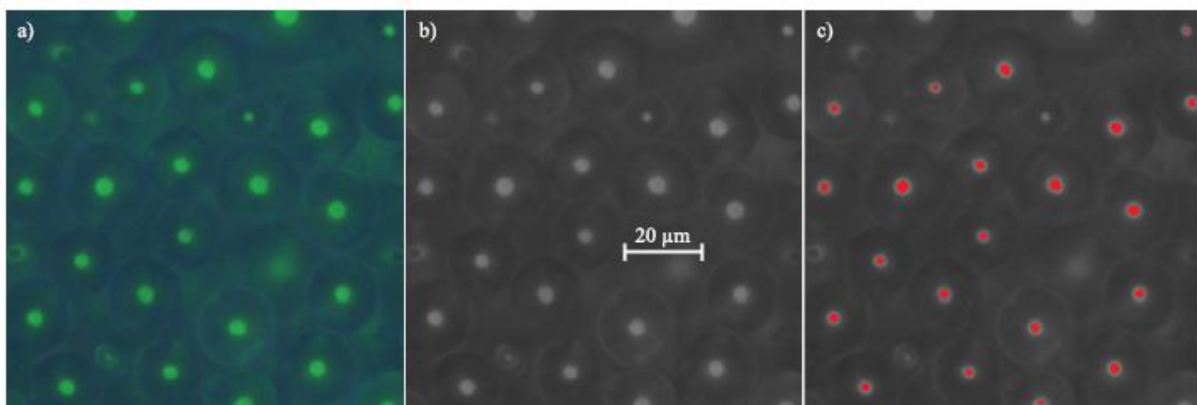


Abbildung 5. Original RGB-Bild (a), Grauwertbild (b) und Extraktion des Partikelbildzentrums (c).

Anschließend wurden die mittleren RGB- und die HSI-Farbwerte der Partikelbildzentren bestimmt. Die HSI-Werte wurden hierbei nach Hay and Hollingsworth (1996) [5] aus den RGB-Werten bestimmt. Der Verlauf der RGB-Werte und der HSI-Werte für einzelne Partikelbilder über der Temperatur ist in Abbildung 6 dargestellt. Besonders der Grünwert und der Hue-

Wert weisen hier die größten Variationen auf. Doch auch die anderen Werte variieren über den gesamten Temperaturbereich. Daher wurden für die anschließende Kalibrierung jeweils alle drei Werte RGB und HSI herangezogen. Mittels eines Polynoms dritten Grades für alle drei Werte wurde eine Kalibrierfunktion erstellt. Um die Güte der Kalibrierfunktion zu bewerten, wurde diese auch mit den Mittelwerten über alle Partikelbilder (durchgezogene Linie in Abbildung 6) bestimmt.

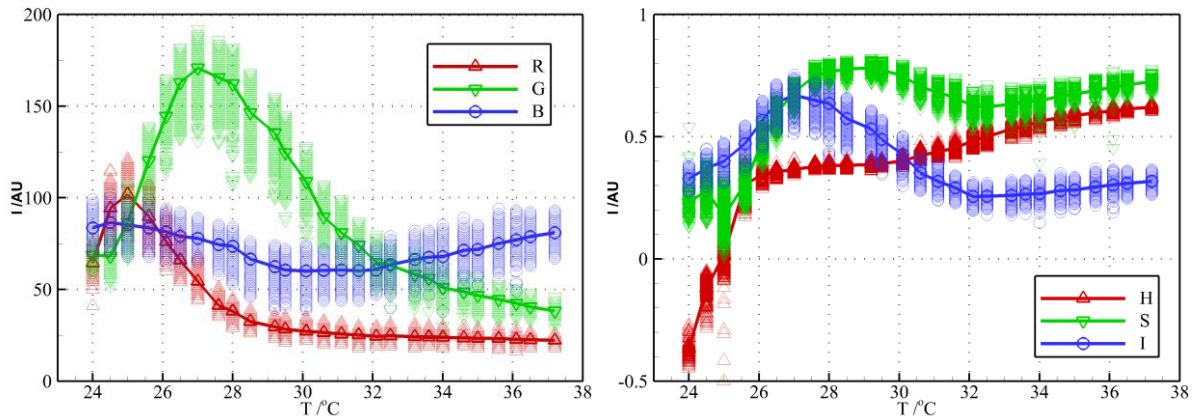


Abbildung 6. Temperaturabhängigkeit der RGB-Werte (links) und der HSI-Werte (rechts).

Ergebnisse

In Abbildung 7 ist die Messunsicherheit als 2-Standardabweichung der einzelnen Temperaturwerte für den gesamten Temperaturbereich angegeben. Die Herstellerfirma Hallcrest gibt für das Rohmaterial der Flüssigkristalle einen nutzbaren Temperaturmessbereich von 25-35°C an. Dieser konnte mittels der Kalibrierung mit allen drei Werten (RGB oder HSI) auf 24-37°C erweitert werden. Werden die Mittelwerte der einzelnen Partikel im gesamten Bildbereich herangezogen, beträgt die Messunsicherheit etwa 1 ... 1,5% und ist damit unterhalb der in der aktuellen Literatur angegebenen Werte von ca. 3,5% [11]. Die Verwendung der individuellen Partikelbilder ergibt hier eine deutlich höhere Messunsicherheit. Anhand Abbildung 7 kann man deutlich erkennen, dass beide Kalibriermethoden für die Auswertung individueller Partikelbilder gute Ergebnisse liefern, die Messunsicherheit ist im HSI-Farbraum jedoch wesentlich geringer. Die Messunsicherheit ist im gesamten Bereich < 7% oder < ±0.45K. Damit konnte die Messunsicherheit im Gegensatz zur ersten Untersuchung mit gekapselten Flüssigkristallpartikeln um den Faktor 2,4 reduziert werden.

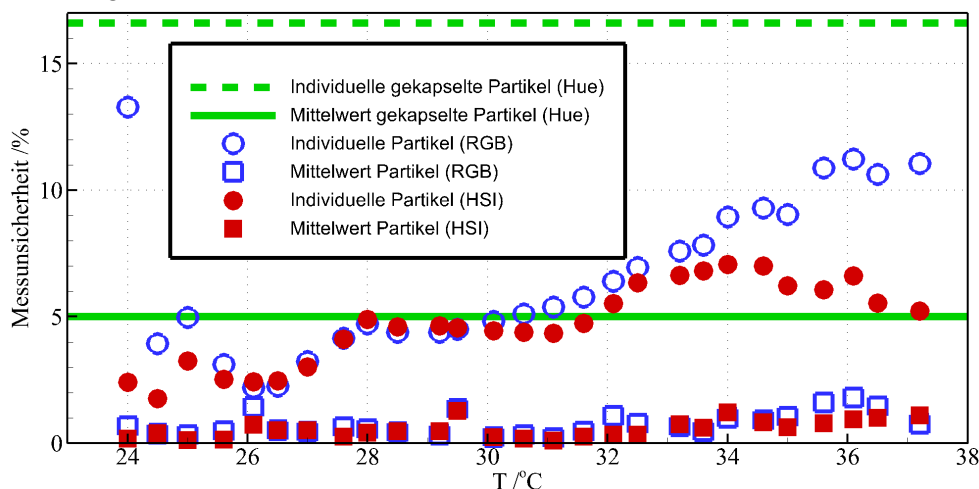


Abbildung 7. Messunsicherheiten (20:1) für die Temperaturbestimmung mit gekapselten (Linien) und ungekapselten (Symbole) Flüssigkristallpartikeln unter Verwendung des HSI- und des RGB-Farbraumes für individuelle Partikelbilder und Mittelwerte aller Partikelbilder.

Zusammenfassung und Ausblick

Die Messunsicherheit für die Bestimmung der lokalen Temperatur mittels individueller Flüssigkristallpartikel konnte mit dem vorgestellten Setup bestimmt werden. Es hat sich gezeigt, dass in der Mikrofluidik ungekapselte Partikel wesentliche Vorteile gegenüber gekapselten Partikeln aufweisen. Um individuelle Partikelbilder auswerten zu können, müssen zunächst deren Zentren extrahiert werden. Dazu wurde eine Bildvorbearbeitungsprozedur erarbeitet. Der Verlauf der Farbwerte im RGB- und HSI-Farbraum wurde anschließend genutzt, um eine Kalibrierfunktion zu ermitteln. Es hat sich hierbei gezeigt, dass eine Kalibrierfunktion die auf allen drei Werten beruht die genauesten Ergebnisse liefert und eine Erweiterung des Messbereichs erlaubt. Mit diesem Vorgehen konnte die Messunsicherheit für die Auswertung individueller Partikel auf < 7% des Messbereichs reduziert werden. Damit ist die verlässliche Bestimmung der Temperatur einzelner Partikel möglich und in einem nächsten Schritt kann das Verfahren mit 3D3C Geschwindigkeitsmessmethoden, wie der Astigmatismus PTV [3], kombiniert werden, um simultan die Geschwindigkeit in alle drei Raumrichtungen und die Temperatur im Volumen zu bestimmen.

Dankesworte

Die Arbeiten wurden im Rahmen der DFG Forschergruppe FOR 856 und des DFG Einzelantrages KA 1808/8-1 gefördert. Herzlicher Dank gilt außerdem Heike Bunjes und Sonja Joseph vom Institut für Pharmazeutische Technologie der Technischen Universität Braunschweig für die Herstellung der ungekapselten Flüssigkristallpartikel.

Literatur

- [1] Buongiorno, J., et al. (2009) A benchmark study on the thermal conductivity of nanofluids. *J App Physics* 106, 094312, doi: 10.1063/1.3245330
- [2] Cierpka, C., Kähler, C.J. (2012) Particle imaging techniques for volumetric three-component (3D3C) velocity measurements in microfluidics, *J Vis* 15:1-31, doi: 10.1007/s12650-011-0107-9
- [3] Cierpka, C., Segura, R., Hain, R., Kähler, C. J. (2010) A simple single camera 3C3D velocity measurement technique without errors due to depth of correlation and spatial averaging for microfluidics, *Meas Sci Tech* 21:045401, doi: 10.1088/0957-0233/21/4/045401
- [4] Dabiri, D. (2009) Digital particle image thermometry/velocimetry: A review, *Exp Fluids* 46, 191-241, doi: 10.1007/s00348-008-0590-5
- [5] Hay, J.L., Hollingsworth, D.K. (1996) A comparison of trichromic systems for use in the calibration of polymerdispersed thermochromic liquid crystals. *Exp Thermal Fluid Science* 12:1–12, doi: 10.1016/0894-1777(95)00013-5
- [6] Kähler, C.J., Scharnowski, S., Cierpka, C. 2012: On the resolution limit of digital particle velocimetry, *Exp Fluids*, doi: 10.1007/s00348-012-1280-x
- [7] Kowalewski, T.A. (1999) PIV and thermometry using liquid crystals, 8. Colloque nationale de visualization et de traitement d'images en mecaniques des fluids, Toulouse, France
- [8] Otsu, N. (1979) A threshold selection method from gray-level histograms. *IEEE Transactions on Systems Man and Cybernetics* 9:62–66
- [9] Segura, R., Cierpka, C., Rossi, M., Joseph, S., Bunjes, H., Kähler, C.J. (2012) Digital temperature tracking using individual non-encapsulated micro thermo-liquid crystals, *International Symposium on Applications of Laser Techniques to Fluid Mechanics*, 09.-12.06, Lissabon, Portugal
- [10] Tropea, C., Yarin, A.L., John, F. (2007) *Springer Handbook of Experimental Fluid Mechanics*
- [11] Vejrazka, J., Marty, P. (2007) An alternative technique for the interpretation of temperature measurements using thermochromic liquid crystals. *Heat Transfer Engineering* 28:154–162, doi: 10.1080/01457630601023641
- [12] Wen, D., Zhang L., He, Y. (2009) Flow and migration of nanoparticle in a single channel. *Heat Mass Transfer* 45, 1061-1067, doi: 10.1007/s00231-009-0479-8
- [13] Wozniak, G., Wozniak, K. (1994) Buoyancy and thermocapillary flow analysis by the combined use of liquid crystals and PIV, *Exp Fluids* 17, 141-146, doi 10.1007/BF00190910