

SIMULTANE MESSUNG VON TEMPERATUR- UND GESCHWINDIGKEITSFELDERN IN FLÜSSIGKEITEN MITTELS DER LASERINDUZIERTEN FLUORESCENZ MIKROVERKAPSELTER FARBSTOFFE

SIMULTANEOUS MEASUREMENT OF TEMPERATURE AND VELOCITY FIELDS IN FLUIDS USING THE LASER INDUCED FLUORESCENCE OF MICROENCAPSULATED DYES

Jan Vogt¹, Peter Stephan^{1,2}

¹Institut für Technische Thermodynamik, ²Center of Smart Interfaces
Technische Universität Darmstadt

LIF, PIV, PIT, Mikroverkapselung, Temperaturmessung

Two-colour-LIF, microencapsulation, dye, temperature field, velocity field

Zusammenfassung

In vorliegender Arbeit wird ein Verfahren zur gleichzeitigen Messung von Temperatur- und Geschwindigkeitsfeldern vorgestellt und seine Anwendbarkeit mit einem einfachen Versuchsaufbau nachgewiesen. Das Messverfahren basiert auf der temperaturabhängigen Fluoreszenzintensität einer mikroverkapselten Farbstofflösung, wobei die Temperatur nach dem Prinzip des Two-colour-LIF aus zwei Bereichen des Emissionsspektrums bestimmt wird. Die Mikrokapselfen sind in Wasser dispergiert, dessen Temperatur zwischen 20°C und 50°C variiert wird. Die Anregung erfolgt mit dem Lichtschnitt eines gepulsten Nd:YAG-Laser (532 nm), und die Emission wird mit zwei Hochgeschwindigkeitskameras erfasst. Zur Bestimmung des temperaturabhängigen Verhältnisses aus den gleichzeitig aufgenommenen Bildern ist eine aufwändige Bildverarbeitung und Auswertung nötig, die ebenfalls näher beschrieben wird. Für mehrmaliges Aufheizen und Abkühlen der untersuchten Flüssigkeit wurde eine gute Wiederholbarkeit der Messmethode festgestellt sowie eine Temperatursensitivität von ca. 0.5 %/K.

Einleitung

Um Transportphänomene in thermodynamischen Prozessen besser verstehen zu können, ist die Kenntnis von Temperatur- und Geschwindigkeitsfeldern von großer Bedeutung. Da die Prozesse meist auf kleinen Skalen stattfinden und zudem instationär sind, müssen geeignete Messmethoden sowohl zeitlich als auch räumlich eine hohe Auflösung bieten.

Eine der gängigsten Methoden zur gleichzeitigen Messung von Temperatur- und Geschwindigkeitsfeldern stellt die Liquid Crystal Thermography (LCT) dar, also die Temperaturmessung mittels Flüssigkristallen. Diese Methode basiert auf der temperaturabhängigen selektiven Reflexion weißen Lichts durch die Flüssigkristalle. Dabiri et al. 1991 nutzten TLCs zur Temperaturmessung in einem beheizten Freistrahler. Bis heute gibt es eine Vielzahl von Veröffentlichungen, in denen TLCs zur Temperatur- und Geschwindigkeitsmessung eingesetzt wurden. Für einen Überblick über diese Arbeiten sei auf Nasarek 2010 verwiesen. Allerdings sind die Auflösung sowie die Anwendbarkeit der TLCs durch die nötige Weißlichtbeleuchtung

physikalisch stark beschränkt. Im Gegensatz dazu bietet die Laserinduzierte Fluoreszenz (LIF) eine Möglichkeit zur hochauflösenden Messung von Temperaturfeldern. Sakakibara et al. 1993 nutzten Rhodamin B als temperatursensitiven Farbstoff zur Bestimmung des Temperaturprofils einer Rohrströmung. Da die Fluoreszenzintensität von weiteren Faktoren außer der Temperatur abhängt, wurde die LIF-Methode weiterentwickelt, indem zusätzlich eine nicht temperaturabhängige Referenzintensität erfasst wurde. Diese Methode wird als Two-colour-LIF (Sakakibara et al. 1999) bzw. Dual-Emission-LIF (DELIF) (Coppeta et al. 1998) bezeichnet. Natrajan et al. 2009 nutzten das Two-Colour-LIF in Verbindung mit einem Mikroskop, um mit hoher räumlicher Auflösung das Temperaturprofil in einem Mikrokanal zu bestimmen. Da sich dabei der Farbstoff immer gelöst in der zu untersuchenden Flüssigkeit befindet, ist die Bestimmung von Geschwindigkeitsfeldern nur durch den Zusatz von Partikeln möglich (siehe Sakakibara et al. 1997). Somit ist noch eine zusätzliche Kamera zur Erfassung der Partikelbilder notwendig. Weiterhin stellten Funatani et al. 2004 fest, dass die zugesetzten Partikel die Temperaturmessung stark beeinflussen.

In vorliegender Arbeit wird deshalb ein Verfahren vorgestellt, bei dem die temperatursensitive Farbstofflösung durch Mikroverkapselung in Partikelform gebracht wurde. Die Temperatur wird dabei aus der Fluoreszenzintensität in zwei verschiedenen Wellenlängenbereichen ermittelt, also aus der Helligkeit der Partikel in den Bildern der beiden Kameras. Die Geschwindigkeit kann aus aufeinanderfolgenden Bildern einer Kamera nach dem PIV-Verfahren ermittelt werden. Durch die Verwendung von Hochgeschwindigkeitskameras, einem Laser mit einer Pulsfrequenz von 1 kHz sowie Mikrokapseln mit 9 µm Durchmesser besitzt das beschriebene Messverfahren das Potential für räumlich und zeitlich hochauflösende, simultane Temperatur- und Geschwindigkeitsmessungen.

Grundlagen LIF, Farbstoffauswahl und Mikroverkapselung

Als Fluoreszenz wird die Emission von Licht bezeichnet, die bei bestimmten Molekülen stattfindet, nachdem sie mit Licht einer bestimmten Wellenlänge angeregt wurden. Die Wellenlänge des anregenden Lichts ist dabei immer kürzer als die des emittierten Lichts, so dass die anregende Strahlung gut von der emittierten Strahlung, also dem zu erfassenden Signal, separiert werden kann. Das Verhältnis aus der Anzahl absorbierter und emittierter Photonen wird als Quantenausbeute ϕ bezeichnet und ist bei einigen fluoreszierenden Stoffen stark von der Temperatur abhängig. Ändert sich die Quantenausbeute, so ändert sich auch die Anzahl der pro Zeiteinheit emittierten Photonen. Dies kann, beispielsweise mit einer Kamera, als Helligkeitsänderung erfasst werden.

Für die Temperaturmessung mit Mikrokapseln ist die Verwendung des Two-colour-LIF-Verfahrens zwingend notwendig. Dabei erfolgt die Temperaturmessung über das Verhältnis R nach

$$R(T) = \frac{I_1}{I_2} = \frac{I_o C_1 \varepsilon_1 \phi_1(T) V_p}{I_o C_2 \varepsilon_2 \phi_2(T) V_p} = K \frac{\phi_1(T)}{\phi_2(T)} \quad (1)$$

Aus Gleichung (1) wird ersichtlich, dass die Fluoreszenzintensität I_1 eines einzelnen Partikels von der Beleuchtungsintensität I_o , der Farbstoffkonzentration C_1 , dem Absorptionskoeffizienten ε_1 sowie von dem Volumen des Partikels V_p abhängig ist. Durch Verwendung eines zweiten Wellenlängenbereichs mit Fluoreszenzintensität I_2 werden die Einflüsse der schwankenden Beleuchtungsintensität und des von Partikel zu Partikel unterschiedlichen Volumens minimiert. C und ε werden zur Konstanten K zusammengefasst. Aus Gleichung (1) ergibt sich die Anforderung an die verwendeten Fluoreszenzfarbstoffe, nämlich dass beide mit derselben Beleuchtung angeregt werden können, sich die Temperaturabhängigkeiten

der Quantenausbeuten ϕ_1 und ϕ_2 möglichst stark unterscheiden und die Emission jeweils in unterschiedlichen Bereichen des Spektrums stattfindet, so dass I_1 und I_2 getrennt erfasst werden können.

Abbildung 1 zeigt, dass die gefundene Farbstofflösung aus zwei Pyromethenfarbstoffen gelöst in Hexadecan diese Anforderungen gut erfüllt. Man erkennt deutlich einen temperaturabhängigen Bereich ($\lambda > 580$ nm) sowie einen Bereich, in dem sich die Fluoreszenzintensität kaum ändert (540 nm $< \lambda < 570$ nm). Außerdem sind die Emissionspeaks ungefähr gleich hoch und gut separierbar mithilfe der dargestellten optischen Filter. Die Anregung er-

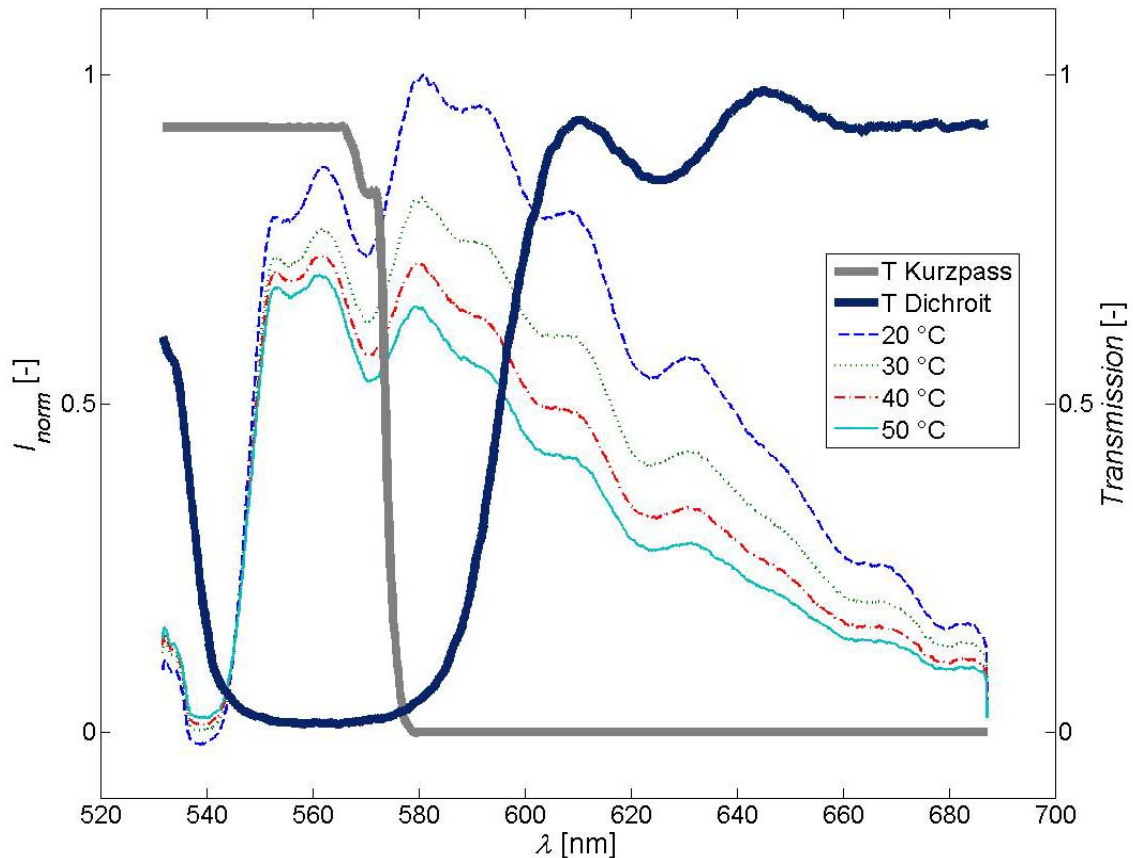


Abb. 1: Emissionsspektren der mikroverkapselten Farbstofflösung bei variierter Temperatur und Transmissionsspektren des Kurzpassfilter und dichroitischen Strahlteilers

folgte dabei mit einem Laser bei einer Wellenlänge von 532 nm.

Der verwendete temperatursensitive Farbstoff wurde von Wolff et al. 2007 zur Temperaturmessung in Dieseltropfen eingesetzt. Um die entsprechende Zusammensetzung zu ermitteln, die das abgebildete Spektrum aufweist, wurden zunächst die Spektren der einzelnen Farbstoffe unter Variation der Temperatur ermittelt. Farbstoffkombinationen, die für das Two-colour-LIF geeignet sind, wurden bereits in verschiedenen Veröffentlichungen beschrieben (Natrajan et al. 2009, Coppeta et al. 1998, Sakakibara et al. 1999). Allerdings handelt es sich hierbei immer um wasserlösliche Fluoreszenzfarbstoffe, die für die Mikroverkapselung ungeeignet sind. Das Mikroverkapselungsverfahren setzt nämlich voraus, dass das Kapselkernmaterial nicht wasserlöslich, in unserem Fall also ein Öl sein muss. Zudem würde ein wasserlöslicher Farbstoff aus dem Kern durch die sehr dünne Kapselwand in das umgebende Medium (Wasser) diffundieren. Somit musste eine neue, öllösliche Farbstoffkombination gefunden werden, die für das Two-colour-LIF geeignet ist.

Eine Mikrokapsel besteht wie in Abb. 2 gezeigt aus einem flüssigen Öl-Kern, in dem die Farbstoffe gelöst sind, und einer Kapselwand aus PMMA. Der Durchmesser der Mikrokapseln beträgt durchschnittlich 9 μm .

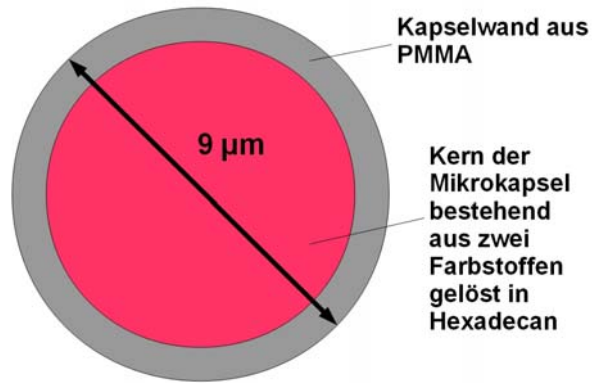


Abb. 2: Schematischer Aufbau einer Mikrokapsel

Experimentelle Untersuchung

Der optische Teil des Versuchsaufbaus besteht wie in Abb. 3 gezeigt aus zwei baugleichen Hochgeschwindigkeitskameras (MotionXtra N4, IDT) mit einer maximalen Aufnahme­frequenz von 1500 fps, einem Leica Z16 APO Objektiv und optischen Filtern. Das Langpassfilter blockt Licht mit einer Wellenlänge kleiner als 540 nm und erlaubt so die Trennung von anregendem Licht (Nd:YAG-Laser, 532 nm, gepulst) und dem zu erfassenden Signal. Das Kurzpassfilter und der dichroitische Strahlteiler dienen zur Trennung des temperatursensitiven Signals vom Referenzsignal. Die Transmissionsspektren sind in Abb. 1 dargestellt. Um sicherzustellen, dass beide Kameras denselben Bereich des Objekts erfassen, ist eine möglichst genaue Ausrichtung der Kameras zu einander nötig. Dies erfolgt mittels eines Glasmaßstabes als Referenzobjekt. Allerdings lässt sich durch die manuelle Positionierung von Kameras und Strahlteiler keine exakte Deckung erreichen, so dass die verbleibende Verschiebung zwischen den beiden Bildern bis zu 4 Pixel beträgt. Diese Verschiebung wird anhand der Partikelbilder selbst ermittelt und in der Auswertung entsprechend korrigiert. Das verwendete Verfahren wird im nächsten Abschnitt näher erläutert.

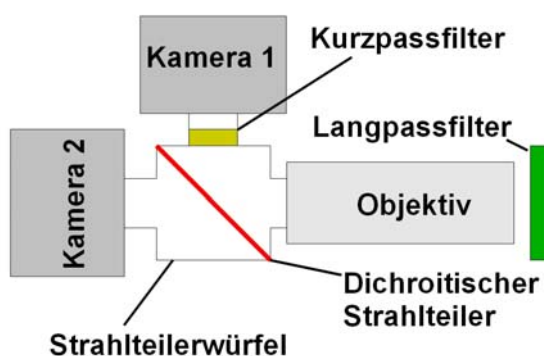


Abb. 3: Schematische Darstellung des optischen Aufbaus

Die zu untersuchende Dispersion aus Wasser und Mikrokapseln durchströmt ein temperierbares Messvolumen. Die Temperatur wird dabei von zwei Thermoelementen am Eintritt- und Austritt gemessen. Eine Schlauchpumpe sorgt für eine kontinuierliche Zirkulation der Dispersion um ein Absetzen der Partikel zu verhindern. Die Beleuchtung erfolgt von der Seite, so dass die Kameraachse orthogonal auf der Lichtschnittebene steht.

In den Versuchen wird die Temperatur der Lösung in 30 min linear

von 20°C auf 50°C erhöht. Ändert sich die mittlere, gemessene Temperatur um 1 K, so erfolgt automatisch die Ausgabe eines Triggersignals, welches die Kameraaufnahme und die Laserpulse gleichzeitig startet.

Auswertung

Um aus den aufgenommenen Kamerabildern Geschwindigkeiten und Temperaturen ermitteln zu können, ist eine aufwändige Bildverarbeitung notwendig. Da zur Ermittlung der Geschwindigkeit Standardmethoden für das PIV eingesetzt werden können, die bereits in vielen PIV-Auswerteprogrammen enthalten sind, soll im Folgenden nur auf die Ermittlung der Temperatur eingegangen werden. Nach dem Two-Colour-LIF-Verfahren wird nicht die Helligkeit eines einzelnen Bildes zur Ermittlung der Temperatur herangezogen, sondern das Verhältnis aus beiden Bildern. Um das Verhältnis bilden zu können, ist es nötig, dass sich beide Bilder möglichst gut decken. Da die physikalische Ausrichtung der beiden Kameras, wie zuvor beschrieben nicht mit ausreichender Genauigkeit erfolgen kann, müssen die Bilder der beiden Kameras in der Auswertung entsprechend korrigiert werden. Dies erfolgt nach einem Self-calibration-Ansatz, der auch beim Stereo-PIV zum Einsatz kommt (siehe Wieneke 2005).

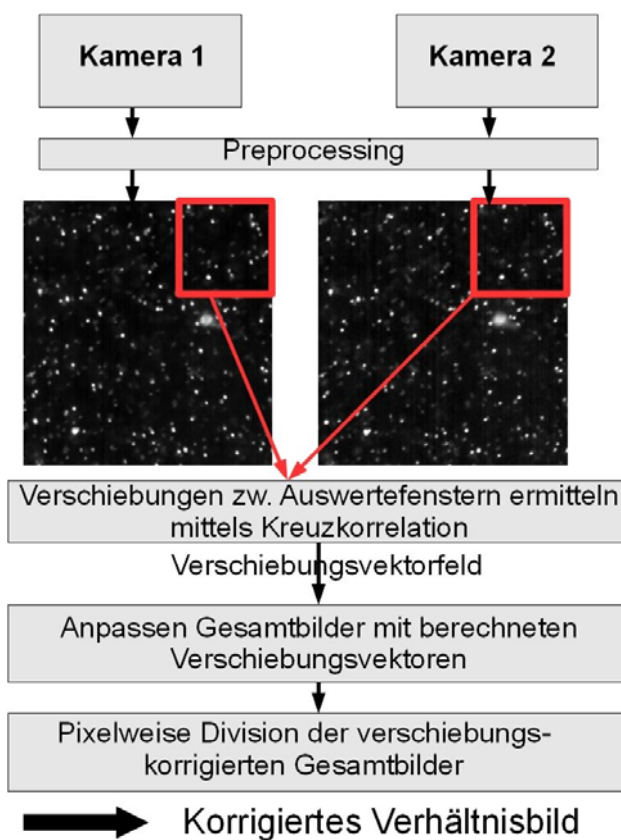


Abb. 4: Ablauf der Verschiebungskorrektur

Dabei wird jeweils für kleine Bildausschnitte die Verschiebung zwischen Bild 1 und Bild 2 mittels Kreuzkorrelation ermittelt. Dieses Verfahren setzt voraus, dass die beiden Kameras zuvor schon ausgerichtet wurden und die verbleibende Verschiebung klein ist im Vergleich zur Größe des Auswertefensters. Zudem müssen sich im Auswertefenster ausreichend viele Partikel befinden, um die Verschiebung zuverlässig ermitteln zu können. Wählt man die Auswertefenster allerdings zu groß, so lassen sich die Bilder ebenfalls nicht zur Deckung bringen, da die Verschiebung lokale Unterschiede aufweist, die dann nicht aufgelöst werden können. In Abb. 4 ist die Erstellung des verschiebungskorrigierten Verhältnisbildes schematisch dargestellt. Das Verhältnisbild kann nur an Stellen, an denen Partikel zu erkennen sind, Temperaturinformationen enthalten. Deshalb wird zusätzlich eine

Partikeldetektion durchgeführt. Das Verhältnisbild wird wiederum in Auswertebereiche unterteilt und der Mittelwert aller in einem Bereich detektierten Partikel berechnet. Die gesamte Prozedur wird für mehrere Bilder eines Temperaturschrittes wiederholt, bevor mit dem nächsten Temperaturschritt genauso verfahren wird.

Ergebnisse und Diskussion

Auch in den Ergebnissen wird auf Darstellung der Geschwindigkeit verzichtet, da der Fokus auf der Temperaturmessung mit den Mikrokapseln liegt.

Wie in Abb. 5 dargestellt zeigt das Verhältnis der Helligkeitswerte der Partikel, die in den Bildern der beiden Kameras detektiert wurden, eine deutliche Abhängigkeit von der Temperatur. Zudem lässt sich erkennen, dass sich dieses Verhältnis R beim Aufheizen und Abkühlen gleichermaßen ändert, also keine Hystereseerscheinungen zu erkennen sind.

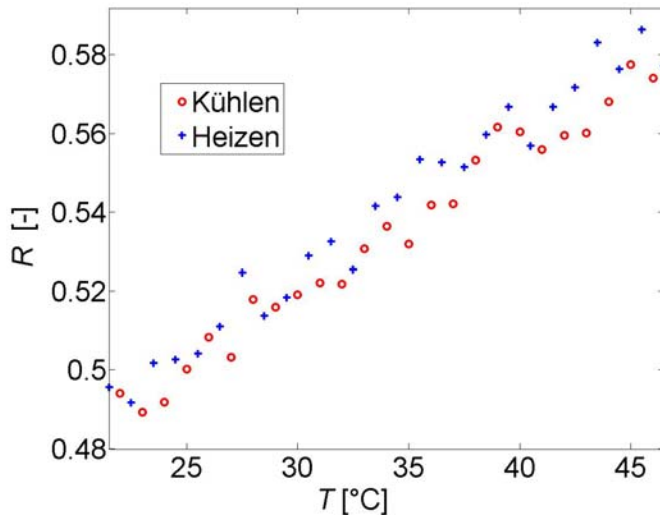


Abb. 4: Verhältnis der Helligkeiten der detektierten Partikel in Bild1 und Bild2 in Abhängigkeit der Temperatur

Für die Sensitivität von R gegenüber der Temperatur ergibt sich ein Wert von ca. 0.5 %/K. Das Verhältnis R wurde dabei für jeden Temperaturschritt aus der mittleren Helligkeit der Partikel, die jeweils in 17 aufeinanderfolgenden Bildern von Kamera1 und Kamera2 detektiert wurden, für einen Bildausschnitt von 200 x 200 Pixel ermittelt. Erstellt man mithilfe der beschriebenen Abhängigkeit von $R(T)$ für kleine Auswertebereiche jeweils ein lokales Kalibrierungspolynom, so kann man mit diesem aus einer zweidimensionalen Verteilung von R ein Temperaturfeld erstellen. Dies wurde beispielhaft für einen

Temperaturschritt durchgeführt, um eine Aussage über die räumliche Abweichung der Temperatur treffen zu können. Hierzu wird vorausgesetzt, dass im Messvolumen eine homogene Temperaturverteilung vorliegt. Es ergibt sich eine räumliche Standardabweichung der berechneten Temperaturen, wiederum bei einer Mittelung über 17 aufeinanderfolgende Bilder und 200 x 200 Pixel, von 1 K. Bei einer Aufnahme Frequenz von 333 fps und einem Abbildungsmaßstab von ca. 3.5 $\mu\text{m}/\text{Pixel}$ beträgt die zeitliche Mittelung somit 51 ms und die räumliche Mittelung erfolgt über einen Objektbereich von 700 x 700 μm .

Die relativ große Ungenauigkeit im Vergleich zum Two-colour-LIF in Lösung (Natrajan et al. 2009 berichten von einer Messunsicherheit von 0.5 K) ergibt sich vor allem aus der Tatsache, dass bei der Messung mit Partikeln immer nur ein sehr geringer Teil des Bildes Temperaturinformation enthält. In vorliegendem Fall werden im Schnitt ca. 60 Partikel in einem 200 x 200 Pixel großen Bereich detektiert. Bei einer Größe der Partikel von ca. 3 x 3 Pixel heißt dies, dass nur ca. 1.3 % des Bildes zur Temperaturbestimmung herangezogen werden können. Eine Erhöhung der Partikelkonzentration kann aber nur in einem geringen Maße stattfinden, da bei einer wesentlich höheren Partikelkonzentration das Licht, das von den Partikeln emittiert wird, teilweise von anderen Partikeln entlang des optischen Weges wieder absorbiert wird (Selbstabsorption des Fluoreszenzsignals).

Ein weiterer Grund für die Ungenauigkeit bei den präsentierten Messungen ist, dass die aufgenommenen Bilder relativ dunkel sind. Damit ist auch das Signal-Rausch-Verhältnis relativ gering und sorgt so für eine große Schwankung des Verhältnis R im gesamten Bild.

Schlussfolgerungen und Ausblick

Anhand einer temperierten Flüssigkeitsströmung wurde die Temperaturmessung mit einer mikroverkapselten Farbstofflösung nach dem Two-colour-LIF-Prinzip erfolgreich demonstriert. Die Ergebnisse zeigen, dass die vorgestellte Messtechnik das Potential zur hochauflösenden simultanen Temperatur- und Geschwindigkeitsbestimmung besitzt. In zukünftigen Messungen soll untersucht werden, wie weit die Partikelkonzentration erhöht werden kann, bevor die Selbstabsorption eine Rolle spielt. Außerdem soll das Signal-Rausch-Verhältnis und damit die Genauigkeit durch eine Erhöhung der Beleuchtungsintensität (Laserleistung) verbessert werden. Dies soll durch die Verwendung eines Fluoreszenzmikroskops und damit einer fokussierten Volumenbeleuchtung anstelle eines relativ breiten Lichtschnitts erreicht werden.

Dankesworte

Dank geht an das Graduiertenkolleg GRK 1114 „Optische Messtechniken für die Charakterisierung von Transportprozessen an Grenzflächen“ der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Finanzierung des Projekts und das Center of Smart Interfaces (CSI) der Technischen Universität Darmstadt für die Bereitstellung der verwendeten Kameras.

Literatur

- Coppeta, J., Rogers, C., 1998: "Dual emission laser induced fluorescence for direct planar scalar behavior measurements", *Exp. In Fluids* 25, pp. 1-15
- Dabiri, D., Gharib, M., 1991: "Digital particle image thermometry: The method and implementation", *Exp. In Fluids* 11, pp 77-86
- Funatani, S., Fujisawa, N., Ikeda, H., 2004: "Simultaneous measurement of temperature and velocity using two-colour LIF combined with PIV with a colour CCD camera and its application to the turbulent buoyant plume", *Meas. Sci. Technol.* 15, pp. 983–990
- Natrajan, V.K., Christensen, K.T., 2009: "Two-color laser-induced fluorescent thermometry for microfluidic systems", *Meas. Sci. Technol.* 20, pp. 1-11
- Nasarek, R., 2010: "Temperature Field Measurements with High Spatial and Temporal Resolution Using Liquid Crystal Thermography and Laser Induced Fluorescence", *Dissertation, TU Darmstadt*
- Sakakibara, J., Hishida, K., Maeda, M., 1993: "Measurements of thermally stratified pipe flow using image-processing techniques", *Exp. In Fluids* 16, pp 82-96
- Sakakibara, J., Hishida, K., Maeda, M., 1997: "Vortex structure and heat transfer in the stagnation region of an impinging plane jet (simultaneous measurements of velocity and temperature fields by digital particle image velocimetry and laser-induced fluorescence)", *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol. 40, No. 13, pp. 3163-3176.
- Sakakibara, J., Adrian, R.J., 1999: "Whole field measurement of temperature in water using two-color laser induced fluorescence", *Exp. In Fluids* 26, pp 7-15
- Wieneke, B., 2005: "Stereo-PIV using self-calibration on particle images", *Exp. In Fluids* 39, pp. 267-280
- Wolff, M., Delconte, A., Schmidt, F., Gucher, P., Lemoine, F., 2007: "High-pressure Diesel spray temperature measurements using two-colour laser-induced fluorescence", *Meas. Sci. Technol.* 18, pp. 697–706