



HAL
open science

Estimations de champs de diffusivités, de vitesses et de sources de chaleur par thermographie infrarouge sur des systèmes microfluidiques.

Christophe Ravey

► To cite this version:

Christophe Ravey. Estimations de champs de diffusivités, de vitesses et de sources de chaleur par thermographie infrarouge sur des systèmes microfluidiques.. Génie des procédés. Arts et Métiers ParisTech, 2011. Français. NNT : 2011ENAM0045 . pastel-00679165

HAL Id: pastel-00679165

<https://pastel.hal.science/pastel-00679165>

Submitted on 14 Mar 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n°432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité " Génie énergétique "

présentée et soutenue publiquement par

Christophe RAVEY

le 12 Décembre 2011

ESTIMATIONS DE CHAMPS DE DIFFUSIVITES, DE VITESSES ET DE SOURCES DE CHALEUR PAR THERMOGRAPHIE INFRAROUGE SUR DES SYSTEMES MICROFLUIDIQUES.

Directeur de thèse : **Jean-Christophe BATSALE**

Co-encadrement de la thèse : **Christophe PRADERE - Nicolas REGNIER**

Jury

M. Hakim BENDADA

Professeur, LVSN, Université Laval, Québec, Canada

Rapporteur

M. Yvon JARNY

Professeur des Universités, LTN, Polytech' Nantes

Rapporteur

M. Stéphane COLIN

Professeurs des Universités, ICA, INSA Toulouse

Examineur

M. Jean Christophe BATSALE

Professeur des Universités, I2M Trefle, Arts et Métiers ParisTech

Examineur

M. Nicolas REGNIER

Maitre de conférences, I2M Trefle, ENSCBP

Examineur

M. Christophe PRADERE

CR CNRS, I2M Trefle, Arts et Métiers ParisTech

Examineur

T
H
È
S
E

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a démarré en Octobre 2008, date à laquelle on parlait encore du laboratoire TREFLE. Je souhaite donc remercier dans un premier temps le directeur du laboratoire TREFLE à cette date, Eric Arquis. Je remercie également Gérard Coffignal, directeur de l'Ecole Doctorale SMI Arts et Métiers ParisTech.

Je tiens à remercier chaleureusement mes encadrants de thèse, Jean-Christophe Batsale, Christophe Pradère et Nicolas Régnier. Malgré les difficultés scientifiques et géographiques, je tiens à souligner leur bonne humeur, leur disponibilité, leurs compétences respectives, leur soutien et conseils tout au long du travail de thèse. Grâce à eux, je souhaite continuer dans le milieu de la recherche.

Je souhaite également remercier les membres du jury qui ont accepté de juger ce travail de thèse : Abdelhakim Bendada pour ses compétences en thermographie Infrarouge, Stéphane Colin en microfluidique et Yvon Jarny en méthodes inverses.

De plus, je suis particulièrement reconnaissant envers les personnes du laboratoire LoF Rhodia qui m'ont permis de m'initier au monde de la microfluidique. Je remercie tout particulièrement Cindy Hany pour l'aide et la collaboration en chimie, ainsi que Chloé Masselon et Thomas Clerico pour l'accueil au laboratoire et le prêt de matériel.

Ces trois années m'ont permis de faire des rencontres et au sein du laboratoire. Je tiens donc à remercier tous ceux que j'ai rencontré au TREFLE, permanents, doctorants, personnel...

D'un point de vue personnel et sans ordre de préférence j'adresse toute ma sympathie au Chikenslider mangeur de crêpe, à la belle italienne astrophysicienne, à l'allumeuse de Copacabana (merci pour la biafine!), à notre coach de muscu (un jour on te rattrapera! bonne chance à Lyon...), à LA seule et unique sportive du labo (on compte les calories?), à la boxeuse à mi-temps qui m'a valu le surnom de VanGogh, au Bear Grills et touriste de la recherche (3 semaines pour récupérer du corail...), au mangeur de hérissons (je ne suis pas roux!), au vieux monoskieur, au pilote et skieur avec qui je n'aurai jamais descendu ce fameux 3200m, aux danseuses de flamenco, à Brice de Nice, au premier sportif syrien multifonction (hockeyeur, skieur, tennisman, footballeur...), au pianiste des "baltr...", au maître du Padawann (fais le souffrir!), au Schreck du roller, au petit et ses Jeudi Foot,

Je remercie de manière générale et simplement toutes celles et ceux (amis, proches, famille, profs, collègues...) qui ont vu un minimum de capacités en moi, qui ont cru en moi, et m'ont donné confiance.

Pour finir, je tiens à remercier mes parents et mes frères pour leur soutien de toujours, ainsi que Mildred qui a partagé mon quotidien et qui me suit dans de nouvelles aventures au Canada...

Table des matières

1	INTRODUCTION GÉNÉRALE	9
2	LA THERMOGRAPHIE INFRAROUGE APPLIQUÉE EN MICROFLUIDIQUE	13
2.1	La microfluidique	14
2.1.1	Micro-écoulements liquides et miniaturisation	14
2.1.2	Applications de la microfluidique	17
2.1.3	Enjeux énergétiques en microfluidique	18
2.1.4	Instrumentation pour les mesures de vitesse et de température	20
2.2	La Thermographie InfraRouge (TIR)	26
2.2.1	Historique et terminologie	26
2.2.2	Rappels sur le rayonnement thermique	27
2.2.3	Applications et estimation de paramètres	33
2.2.4	Avantages et intérêts de la TIR aux microéchelles	34
2.3	Couplage microfluidique et TIR	35
2.3.1	Utilisation de la TIR sous écoulements	35
2.3.2	Microfluidique : compétition entre convection et diffusion	35
2.4	Étude thermique d'un écoulement microfluidique	37
2.4.1	Banc expérimental dédié aux puces microfluidiques classiques	37
2.4.2	Modélisation thermique en 2D	39
2.5	Stratégie d'étude pour les travaux de thèse	43
2.6	Conclusion	46
3	MÉTHODE D'ESTIMATION DU TERME DE TRANSPORT EN RÉGIME PERMANENT : CARTOGRAPHIES DE NOMBRE DE PECLET	47
3.1	Résolution numérique du problème direct	48
3.1.1	Simulations numériques 3D	48
3.1.2	Simulations numériques 2D dans le plan xy	52
3.1.3	Conclusion partielle	53
3.2	Mise au point de la méthode d'estimation	55
3.2.1	Méthode de corrélation spatiale	55
3.2.2	Protocole d'estimation du Peclet	57
3.3	Validation de la méthode d'estimation	59

3.3.1	Validation à partir des simulations numériques 2D	59
3.3.2	Validation à partir des simulations numériques 3D	65
3.3.3	Évaluation de l'incertitude	66
3.4	Résultats expérimentaux en microcanal droit	68
3.4.1	Protocole expérimental	68
3.4.2	Estimation du nombre de Peclet	69
3.5	Application à des géométries complexes	72
3.5.1	Étude d'un cas numérique	72
3.5.2	Étude d'un cas expérimental	78
3.5.3	Perspectives et améliorations	81
3.6	Conclusion	82
4	MÉTHODE D'ESTIMATION DES TERMES DE TRANSPORT ET DE DIFFUSION EN RÉGIME TRANSITOIRE : CHAMPS DE VITESSES ET DE DIFFUSIVITÉ	83
4.1	Développement de la méthode d'estimation	84
4.1.1	Problématique	84
4.1.2	Approche semi-transitoire	84
4.1.3	Approche transitoire	85
4.1.4	Méthode de corrélation temporelle	86
4.2	Validation de la méthode	88
4.2.1	Simulations numériques	88
4.2.2	Estimation du nombre de Fourier et de la diffusivité thermique	90
4.2.3	Estimation du nombre de Peclet et de la vitesse.	93
4.3	Démarche pour les estimations expérimentales	97
4.3.1	Protocole expérimental	97
4.3.2	Pré-traitement des données	98
4.4	Résultats expérimentaux	101
4.4.1	Estimation du nombre de Fourier et de la diffusivité thermique	101
4.4.2	Estimation du nombre de Peclet et de la vitesse	106
4.5	Conclusion	112
5	APPLICATIONS DES MÉTHODES DÉVELOPPÉES : ESTIMATION DE TERMES SOURCES	113
5.1	Mesure de l'enthalpie d'une réaction chimique	114
5.1.1	Démarche expérimentale	114
5.1.2	Étalonnage du Peclet	115
5.1.3	Estimation du terme source	116
5.1.4	Calibration de la puissance	118
5.1.5	Enthalpie de réaction	120
5.2	Changement de phase, cristallisation de l'eau	122
5.2.1	Problématique	122
5.2.2	Développement du protocole expérimental	122

TABLE DES MATIÈRES

5.2.3	Possibilités d'estimation	126
5.2.4	Cinétique du terme source de changement de phase	127
5.2.5	Estimation de la diffusivité thermique de l'eau en phase solide	135
5.3	Observation de la dissipation visqueuse en microcanal	139
5.3.1	Contexte, intérêt de l'étude	139
5.3.2	Conception du premier banc expérimental : "Grand canyon"	140
5.3.3	Amélioration du banc expérimental : "Dolomites"	144
5.3.4	Recommandations pour les futures études	147
5.4	Conclusion	148
6	CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES	149
7	ANNEXES	155
A	Modélisation thermique en 2D "pur"	157
B	Estimations du terme de transport en régime permanent avec un modèle 2D pur	161
C	Amélioration du signal et des dérivées	163
D	Code théétis pour les simulations en 3D	167
E	Code théétis pour les simulations en 2D	171
	Bibliographie	175



Liste des symboles

a	Diffusivité thermique,	$(\text{m}^2.\text{s}^{-1})$
C	Concentration,	(mol.L^{-1})
C_p	Capacité thermique,	$(\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1})$
d	Diamètre,	(m)
e	Epaisseur,	(m)
Fo	Nombre de Fourier,	$(-)$
h	Coefficient d'échange thermique,	$(\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1})$
L	Longueur,	(m)
Nt	Fenêtrage temporel,	(images)
Nx	Fenêtrage spatial selon x,	(pixels)
Ny	Fenêtrage spatial selon y,	(pixels)
Pe	Nombre de Peclet,	$(-)$
Q	Débit volumique,	$(\mu\text{L.h}^{-1})$
Re	Nombre de Reynolds,	$(-)$
S	Surface,	(m^2)
St	Coefficient de corrélation temporelle,	$(-)$
Sx	Coefficient de corrélation spatiale,	$(-)$
T	Température,	(K)
t	Temps,	(s)
Tt	Dérivée temporelle,	(K)
Tx	Dérivée spatiale selon x,	(K)
Ty	Dérivée spatiale selon y,	(K)
v	Vitesse,	(m.s^{-1})
x, y, z	Coordonnées cartésiennes,	

Y Paramètre numérique pour les estimations en transitoire,

Lettres grecques

χ	Taux d'avancement de réaction chimique,	(-)
ΔH	Enthalpie molaire,	(J.mol ⁻¹)
ΔT	Laplacien de la température,	
Δt	Pas de temps,	(m)
Δx	Taille d'un pixel,	(m)
ϵ	Emissivité,	(-)
λ	Conductivité thermique,	(W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
μ	Viscosité dynamique,	(Pa.s)
Φ	Flux thermique,	(W)
ϕ	Flux thermique surfacique,	(W.m ⁻²)
φ	Flux thermique volumique,	(W.m ⁻³)
ρ	Masse volumique,	(kg.m ⁻³)
σ	Ecart type,	

Indices

c	Chimique,
f	Fluide,
g	Verre (glass),
h	Hydraulique,
i, j	Coordonnées discrétisées,
k	Temps discrétisé,
m	Molaire,
th	Théorique,
w	Electrique,

Chapitre 1

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le paysage scientifique actuel est à l'image de la situation économique mondiale : en plein bouleversement. En effet, la crise économique se répercute non seulement sur le monde industriel mais aussi sur la recherche et l'enseignement. Nos actions sont de plus en plus dictées par un souci d'économie de temps, d'argent et d'énergie.

Ce constat encourage la communauté scientifique à rejoindre un concept industriel engagé dès la fin des années 1970 : l'intensification de procédés. Les enjeux de l'intensification de procédés étaient alors principalement la compétitivité des entreprises, visant une meilleure occupation de l'espace et une meilleure gestion des coûts de production. Depuis les années 2000 le deuxième enjeu principal de l'intensification de procédés est le développement durable, dont l'objectif est de maîtriser les consommations énergétiques et de préserver les ressources naturelles. Ainsi, il est désormais possible de définir l'intensification de procédés comme l'ensemble des méthodes et dispositifs innovants qui apportent une amélioration radicale de la qualité de production et/ou une diminution significative de la consommation d'énergie, du rapport taille/capacité et de la production de déchets, avec pour résultats des technologies moins chères et plus durables [65]. Les technologies de production existantes doivent être repensées selon ces contraintes. Or les contraintes sont souvent un moteur pour l'imagination et la génération de nouvelles voies pour la recherche.

Pourquoi la microfluidique ?

Dans ce contexte, l'utilisation de microsystèmes répond à ces attentes, en accélérant le rythme des recherches. En effet, la miniaturisation permet de réaliser plus d'expériences dans des temps plus courts, et avec des consommations énergétiques plus faibles. De ce fait, le transfert des résultats vers l'industrie est également plus rapide. Il y a donc un besoin d'efficacité et d'optimisation des recherches. L'objectif est de minimiser le volume du système étudié et le temps des expériences, tout en maximisant le nombre de données et la compréhension des mécanismes étudiés. Dans le domaine de la chimie et du génie chimique par exemple, il s'agit surtout de miniaturiser les opérations unitaires traditionnelles, voire même de les combiner dans un seul micro-système. La microfluidique doit donc être étudiée dans l'optique de pouvoir manipuler des réactifs, des produits à toutes les étapes de la production : micro-pompes, micro-mélangeurs, micro-réacteurs, micro-échangeurs...

Pourquoi la thermographie InfraRouge ?

La taille caractéristique des microsystèmes limite l'utilisation de capteurs et instruments de mesures traditionnels. Comment aller mesurer une élévation de température dans un réacteur chimique dont le volume est de l'ordre du micro-litre avec des énergies libérées de l'ordre du milli-Watt ? Pour cela, il a fallu passer du mono capteur à des systèmes permettant de mesurer des grandeurs physiques à échelles plus restreintes. Notre quotidien a vu naître des techniques d'imagerie dotées d'une capacité d'enregistrement de milliards d'informations sur des temps extrêmement courts avec une résolution toujours plus précise (appareil photo, vidéo numérique...). L'instrumentation scientifique a subi le même essor au niveau des techniques d'imagerie dans le domaine du visible et de l'infrarouge. La Thermographie InfraRouge (TIR), est une technique d'imagerie permettant de mesurer des champs de températures, dont l'évolution a permis d'atteindre des résolutions de l'ordre du micromètre et des fréquences d'acquisitions proches du kHz . Ainsi, il a été montré que la TIR était un moyen puissant de caractériser thermiquement les microsystèmes fluidiques [63].

Contexte de l'étude

Dans ce contexte, le laboratoire TREFLE (Transfert Ecoulement Fluide Energétique) s'intéresse à l'aspect thermique des microsystèmes. L'enjeu est une meilleure compréhension des phénomènes thermiques aux micro-échelles et la possibilité de pouvoir estimer certains paramètres thermo-physiques. C'est pourquoi ce sujet de thèse se positionne sur la caractérisation thermique des systèmes microfluidiques. Les applications sont nombreuses mais restent focalisées autour de la détection de termes sources (sources de chaleur). Pour cela, la thermographie IR a été sélectionnée comme méthode de mesure innovante. L'objectif étant de développer un nouveau corps de méthodes de caractérisation thermique à partir de la mesure de champs de température. Certains travaux préliminaires au laboratoire ont permis la simple détection de micro-écoulements, et l'utilisation de la TIR en microfluidique pour des applications chimiques [78]. L'étude doit donc permettre de compléter ces travaux et continuer la recherche de paramètres fluidiques et thermiques, de manière quantitative. Ainsi, l'apport scientifique de cette étude serait une mesure de champs de diffusivité thermique, de vitesses locales, et de termes sources, permettant de miniaturiser et concurrencer les méthodes existantes, comme la micro-PIV ("Particle Image Velocimetry") ou la DSC ("Differential Scanning Calorimetry").

Moyens mis en oeuvre

Cette étude implique la mise en place de moyens techniques expérimentaux et numériques pour le traitement des données. Expérimentalement, le laboratoire TREFLE dispose de plusieurs caméras IR et tout l'équipement associé. Le matériel microfluidique, notamment la fabrication des puces s'est faite en partenariat avec la laboratoire LoF Rhodia. Numériquement, le choix de la TIR nécessite l'implémentation de méthodes inverses, c'est-à-dire des méthodes permettant de remonter à l'estimation de paramètres thermiques à partir d'une observable (la température) en utilisant un modèle approprié [22]. Ces méthodes inverses sont matricielles et rapides, ce qui permet de suivre le rythme imposé par la miniaturisation et les millions d'informations récoltées.

Organisation du mémoire

Ce mémoire de thèse est divisé en 4 chapitres principaux. Le chapitre 2, bibliographique, présente la microfluidique de manière générale et montre quelques exemples d'instrumentation pour la mesure de vitesse et de température au sein de microcanaux. Dans le même chapitre les avantages de coupler la microfluidique à une mesure par thermographie IR sont présentés. Une approche thermique permet de définir un plan d'action pour les différentes étapes de la thèse, traitées individuellement dans chaque chapitre. Ainsi, dans le chapitre 3, les écoulements microfluidiques sont étudiés en régime permanent. Un corps de méthodes permettant de caractériser les paramètres fluidiques (terme de transport et nombre de Peclet) est développé. Puis, le chapitre 4 traite du régime thermique transitoire, où les méthodes développées en régime permanent sont complétées dans le but de caractériser à la fois des paramètres fluidiques (nombre de Peclet) et thermiques (nombre de Fourier, diffusivité thermique et vitesse). Enfin, le chapitre 5 est une illustration des applications de ces méthodes en microfluidique à travers plusieurs exemples : une réaction chimique en régime permanent, et un changement de phase en régime transitoire. Les phénomènes de dissipation visqueuse en microcanal sont également explorés et abordés de manière qualitative.



Chapitre 2

LA THERMOGRAPHIE INFRAROUGE APPLIQUÉE EN MICROFLUIDIQUE

Résumé du chapitre :

La microfluidique est une technologie récente qui connaît un essor très important depuis ces deux dernières décennies. Cette technologie est encore jeune et la connaissance des phénomènes physiques et thermiques est un point clé vers son amélioration et son développement. Indépendamment, la Thermographie InfraRouge (TIR) est un outil de mesure qui s'est également très largement répandu notamment pour le Contrôle Non Destructif (CND). Ce chapitre traite de la possibilité de coupler la TIR et la microfluidique afin d'estimer des propriétés physiques et thermiques. Dans un premier temps, une revue des techniques et des avantages de la microfluidique est présentée. Puis, la TIR est détaillée : la technologie de mesure existante, son fonctionnement et ce qu'elle peut apporter. Dans ce travail de thèse, la microfluidique et la TIR ont été utilisées pour caractériser des écoulements microfluidiques au sein de puces fabriquées selon la méthode PDMS/Verre. Cette configuration offre des facilités pour la mise en oeuvre des dispositifs expérimentaux ainsi que pour la modélisation thermique en deux dimensions. C'est pourquoi ce chapitre se termine par une modélisation thermique complète d'un système microfluidique PDMS/Verre ainsi qu'un plan d'action : l'étude du régime thermique permanent, puis l'étude du régime thermique transitoire. Ces études sont des étapes intermédiaires indispensables pour l'estimation de termes sources.

2.1 La microfluidique

Généralement, un fluide est défini comme étant un milieu matériel parfaitement déformable. Au quotidien, nous sommes confronté à deux grands types de fluides : les gaz (fluides dits compressibles) et les liquides (fluides dits peu compressibles). Il existe d'autres systèmes à plusieurs phases qui peuvent être classé comme des fluides : le sang, les suspensions, les émulsions...

Dans ce chapitre et dans l'ensemble du travail réalisé, nous allons uniquement considérer le cas d'écoulements liquides, car le projet a été initialisé pour des applications mettant en oeuvre des liquides.

2.1.1 Micro-écoulements liquides et miniaturisation

2.1.1.1 Développement de la mécanique des fluides à l'échelle microscopique

La mécanique des fluides est l'étude du comportement des fluides. Historiquement, elle commença par la statique des fluides, étude des fluides au repos. Archimède en fut le prédécesseur dès le IIIe siècle avant J.-C avec son fameux "Eurêka", lorsqu'il trouva comment calculer la quantité d'or et d'argent contenue dans la couronne d'Hiéron II, tyran de Syracuse, en mesurant la quantité d'eau déplacée par celle-ci [90]. Puis vint l'hydrodynamique, l'étude des fluides en mouvement, dès lors que les hommes eurent besoin de maîtriser le transport des fluides. Les fondements de l'hydrodynamique ont été établis au XVIIIe siècle par d'Alembert, Euler et Bernoulli, puis ont été largement enrichi à partir du XIXe siècle par Navier, Stokes, Couette, Reynolds...

L'origine de la microfluidique est attribuée au médecin, physiologiste et physicien français Jean Louis Marie Poiseuille (1797-1869). Il s'intéressa en particulier à la circulation sanguine. Après avoir travaillé dans un premier temps sur la pression artérielle, il concentra ses recherches sur les écoulements de fluides visqueux dans des capillaires. En 1840, il publia un article intitulé "Recherches expérimentales sur le mouvement des liquides dans les tubes de très petits diamètres" dans lequel il démontra que les lois d'écoulements classiques sont encore valides à échelle réduite. A l'époque, le terme "microfluidique" n'était pas encore employé.

Vers 1950, le terme de "fluidique" commence à être utilisé pour décrire l'étude des fluides à mini échelle, dans des systèmes millimétriques. Le développement de la "fluidique" fut d'abord d'ordre militaire et spatial, l'objectif étant de concevoir des ordinateurs pneumatiques, de peur d'embarquer des puissances électriques trop conséquentes [21]. Mais la micro-électronique mit fin au projet des ordinateurs pneumatiques. Néanmoins, les outils et progrès mis en place par la "fluidique" sont un point de départ à la "microfluidique". Dans les années 1980, l'apparition des micro-systèmes et le besoin d'innover en technologie contribuent à l'essor de la microfluidique, notamment avec un grand intérêt pour les nanotechnologies et les MEMS (Micro Electro Mechanical Systems).

Pour qu'un écoulement soit considéré comme microfluidique, il faut qu'il réponde à une des caractéristiques suivantes :

- **faible volume**
- **petite dimension géométrique**
- **faible consommation énergétique**

Ces écoulements microfluidiques ont lieu en microcanaux, dont la taille et la géométrie peuvent varier en fonction de l'application. Il existe des systèmes microfluidiques naturels tels que les capillaires du réseau sanguin ou le transport de la sève dans les plantes. Mais en recherche et développement il faut reconstruire

2.1. LA MICROFLUIDIQUE

ces microcanaux. D'ailleurs Tabeling définit la microfluidique comme une science uniquement dédiée aux microécoulements artificiels [91].

2.1.1.2 Exemple de fabrication de puces microfluidiques PDMS/Verre

Il existe plusieurs matériaux et méthodes de fabrication des MEMS [102]. Les systèmes microfluidiques sont généralement constitués d'un microcanal et d'un mécanisme d'injection et de récupération des produits (réservoirs, micropompes, microseringue...). Vu les tailles mises en jeu, le microcanal est généralement usiné dans un matériau (appelé substrat) et recouvert par un deuxième matériau (identique au substrat ou non) afin de fermer et d'assurer l'étanchéité du système. Selon les applications, les systèmes microfluidiques sont principalement construits à partir de verre, silicium ou polydiméthylsiloxane (PDMS). Les microcanaux usinés mécaniquement dans des matériaux solides ont l'inconvénient de présenter des formes de section non conventionnelles (triangulaires, trapézoïdales...) dues à la méthode de microgravure, ce qui engendre des profils d'écoulements complexes. En microfluidique, le PDMS est très largement utilisé car il permet de fabriquer des puces résistantes assez rapidement avec une facilité de mise en oeuvre (moulage suivi de collage) et un faible coût.

Le PDMS brut est un polymère ($-Si(CH_3)_2O-$) qui, à température ambiante, se présente sous la forme d'un liquide visqueux, et lorsqu'il est mélangé à un agent réticulant devient un élastomère plus ou moins solide selon le temps et la température de la phase de réticulation (voir protocole sur la figure 2.1).

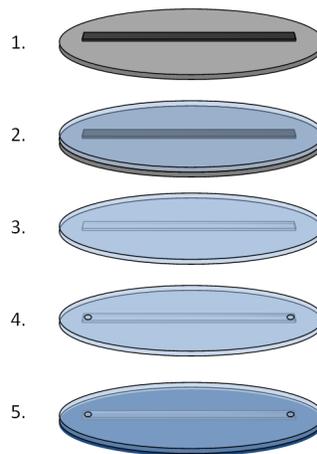


FIGURE 2.1 – Méthode de fabrication des puces microfluidique PDMS/Verre

Les puces microfluidiques utilisées dans ce travail ont été fabriquées au laboratoire LoF CNRS-Rhodia selon la technologie PDMS/verre. Le principe est illustré sur la figure 2.1 et les différentes étapes sont décrites ci-dessous. Il faut disposer au préalable d'un moule positif du microcanal, fabriqué par photolithographie [91] dans un substrat solide, généralement en Silicium.

Les différentes étapes de fabrication sont :

1. Préparation du moule positif par photolithographie.
2. Versement et réticulation du mélange PDMS/réticulant (fraction volumique : 10 % en réticulant) sur le moule positif. Le mélange PDMS/réticulant est placé à 65°C pendant une heure, ce qui lui confère

un aspect de résine solide.

3. Démoulage (puis découpage si besoin) du PDMS réticulé, ce qui forme le moule négatif du microcanal.
4. Perçage des orifices d'injection et de sortie du microcanal. L'opération est réalisée manuellement avec des emporte-pièces.
5. Collage d'une lame de verre pour former le quatrième coté du canal. Le collage est fait par mise en contact des deux surfaces (après oxydation), dans une chambre plasma ou ozone.

Il est possible de remplacer la lame de verre par une couche de PDMS (moins résistante et plus isolante thermiquement) ou par du Silicium (meilleur conducteur thermique mais non transparent) selon les applications et les besoins de chaque expérience. Un exemple de puce microfluidique est illustré sur la figure 2.2.

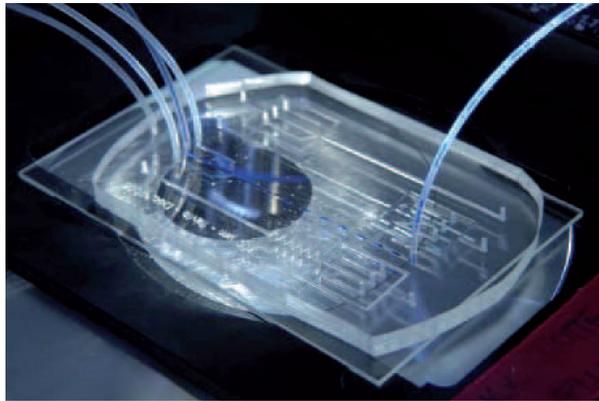


FIGURE 2.2 – Photographie d'une puce microfluidique PDMS/verre réalisée au laboratoire

Sur la figure 2.2 il est possible de distinguer plusieurs injections et une sortie, connectées grâce à des microtubes. Les propriétés élastomériques du PDMS assurent une étanchéité au niveau des connexions.

2.1.1.3 Micro-effets et effets d'échelles

Il existe des différences entre les écoulements à l'échelle macroscopique (fleuves, rivières, tuyauterie...) et ceux à l'échelle microscopique. Il faut distinguer les effets d'échelles des vrais micro-effets. Certaines hypothèses des écoulements macroscopiques restent valables à échelle microscopique mais il faut également considérer de nouveaux comportements. De plus, des phénomènes souvent négligés à échelle macroscopique ne le sont plus en microécoulement. Par exemple, l'inertie est quasiment inexistante en microfluidique mais la viscosité prend un rôle plus important. Le caractère turbulent et parfois chaotique de certains écoulements macroscopiques est réduit à des comportements beaucoup plus lisses et laminaires. La diffusion, souvent négligée aux échelles classiques devient prépondérante aux petites échelles. De même, la surface d'échange joue un rôle très important dans les phénomènes de transferts thermiques ou chimiques. Le rapport surface/volume est fonction de cette réduction d'échelle : il augmente considérablement avec cet effet de taille [28]. Par exemple, prenons le cas de trois cubes de tailles différentes : pour un cube de 1 cm de côté, le rapport surface/volume est de $600 m^{-1}$ alors que pour un cube de 1 mm de côté, il est de $6000 m^{-1}$ et pour un cube de 1 μm de côté il est égal à $6000000 m^{-1}$. L'augmentation de ce rapport donne

2.1. LA MICROFLUIDIQUE

plus d'importance à des termes de flux (massiques ou de chaleur) par rapport à des termes de stockage ou de production et cela conduit à des comportements physiques différents. Continuons avec l'exemple des trois cubes de tailles différentes en imaginant une expérience : supposons qu'ils soient constitués de glace et que nous les laissions tomber sur une surface à température ambiante. Le plus gros glaçon aura tendance à fondre progressivement et s'écoulera lentement sur la surface considérée. Le deuxième glaçon fondra de manière instantanée laissant seulement une goutte de petite taille immobile du fait de sa tension de surface. Le dernier glaçon de taille micrométrique aura fondu avant même d'atteindre la surface [21]. Par conséquent, il faut également développer une instrumentation adaptée aux échelles de temps.

2.1.2 Applications de la microfluidique

L'outil microfluidique est présent depuis les années 1980 dans de nombreux domaines tels que : la chimie, le génie des procédés, l'environnement, l'industrie aéronautique et spatiale, la médecine, les biotechnologies... Avec le développement des MEMS est née la recherche intensive en microfluidique. Les exemples les plus populaires de MEMS sont les systèmes de détection et de déclenchement des Airbags dans les voitures. Au quotidien, l'utilisation des imprimantes à jet d'encre (capables d'injecter des gouttelettes micrométriques de quelques picolitres de volume) est aussi un exemple de l'aboutissement des recherches en microfluidique.

En médecine, nous pouvons citer la récente intégration de microsystèmes autonomes implantés dans le corps humain afin de délivrer des petites doses de médicaments, par exemple de l'insuline pour le diabète (figure 2.3) [54].



FIGURE 2.3 – Micropuce pour injection de médicaments dans le corps humain. Image extraite de [54]

Dans le domaine de la biologie et des biotechnologies, le concept de biopuces a été largement étudié et développé. Les biopuces sont des dispositifs permettant l'analyse de fluides biologiques (par exemple les puces ADN). Grâce à la microfluidique, de nombreux projets ont pour objectif de miniaturiser des dispositifs d'analyse tels que la PCR (Polymerase Chain Reaction), la chromatographie, l'électrophorèse, le tri cellulaire... [29].

Les μ TAS (Micro Total Analysis Systems) sont des microsystèmes qui ont la particularité de regrouper toutes les étapes d'une analyse chimique (préparation de l'échantillon, réaction chimique, récupération du produit, traitement des données, analyses des résultats). Leur concept fut introduit et développé dans les années 1990 avec un très grand intérêt [55]. En effet, nous sommes de plus en plus dépendants des

analyses chimiques quelque soit le domaine d'application : médecine, pharmaceutique, environnement, biotechnologies... Historiquement, ces analyses chimiques sont faites dans des laboratoires spécialisés par du personnel qualifié mais la demande croissante nécessite une simplification et une accélération des analyses (par exemple tests de grossesse, teneur en glucose dans le sang pour les diabétiques...). C'est pourquoi il est important de pouvoir développer des μ TAS, sachant que ces μ TAS sont tous développés à partir de puces microfluidiques.

Dans tous les domaines, le concept de "Lab-on-a-chip" (expression anglaise pour désigner un "laboratoire sur puce") a été adopté. En effet, l'idée de pouvoir regrouper plusieurs opérations unitaires sur un système miniaturisé présente de grands avantages. C'est pour cela que la recherche en microfluidique continue d'avancer, afin de mieux comprendre, d'améliorer, et d'optimiser les fonctionnalités des microsystèmes.

Les transferts thermiques en microfluidique ont été assez largement étudiés et principalement dans l'optique de développer des micro-échangeurs de chaleur. En effet, la miniaturisation des composants électroniques s'accompagne nécessairement d'un besoin de miniaturisation des systèmes de refroidissement. La difficulté réside dans le fait de concevoir des échangeurs de petites tailles capables d'évacuer de grandes quantités de chaleur. Les recherches n'ont cessé d'augmenter dans ce domaine et les systèmes sont de plus en plus performant. Dans les années 1990, la communauté scientifique pensait que la limite maximale pour l'évacuation de la chaleur se situait à 200 W.cm^{-2} , ce qui semble être maintenant un objectif facilement envisageable. Les objectifs actuels sont de 600 à 1000 W.cm^{-2} pour la prochaine décennie [41].

2.1.3 Enjeux énergétiques en microfluidique

L'énergétique peut être définie de manière simple comme "la science de conversion de l'énergie ou des Watt". Comment produit on une action mécanique à partir d'une source d'énergie quelconque? Où alors comment stocker l'énergie? Dans cette optique, il faut distinguer :

- les sources en W.m^{-3}
- les flux transférés en W.m^{-2}

L'étude des phénomènes thermiques à l'échelle microfluidique permet de diminuer considérablement le volume de travail. Pour une puissance donnée, il est donc possible d'atteindre des densités de puissance très élevées. De même, la réduction de taille permet d'atteindre des flux de chaleur transférés très importants. L'enjeu est de pouvoir maîtriser ces nouvelles conditions aux micro-échelles qui offrent un large panel d'études qui ne sont pas possibles à l'échelle macroscopique. Par exemple, il est envisageable de générer des réactions chimiques très violentes (explosion de TNT ou nitroglycérine) ou d'augmenter l'efficacité des échangeurs tout en réduisant la taille caractéristique du système.

Il est possible de caractériser ces bouleversements énergétiques entre l'échelle microscopique et macroscopique, par l'analyse de nombres adimensionnels. Il existe plus d'une centaine de nombre adimensionnels, chacun ayant pour but de comparer des effets bien précis. Les nombres adimensionnels les plus courants (Reynolds, Fourier, Mach, etc...) ne traduisent pas l'apparition de micro-effets lorsque suite à une réduction échelle microfluidique puisque leur variation est prise en compte dans les équations de la mécanique des fluides classique. Néanmoins, ils sont dépendants d'une longueur caractéristique et donc leur variation est un bon indicateur de la contribution des phénomènes physiques comparativement à l'importance de la taille du système. Seulement les nombres adimensionnels qui permettent de caractériser les systèmes microfluidiques étudiés dans ce travail sont décrits : d'un point de vue de l'écoulement (nombre de Reynolds), d'un point

2.1. LA MICROFLUIDIQUE

de vue thermique (nombre de Fourier) et mixte (Nombre de Peclet).

Le nombre de Reynolds permet de comparer les effets inertiels aux effets de viscosité d'un fluide en écoulement (2.1).

$$Re = \frac{\text{effets inertiels}}{\text{effets de viscosité}} = \frac{\rho.v.d_h}{\mu} \quad (2.1)$$

ρ étant la masse volumique ($kg.m^{-3}$), v la vitesse moyenne ($m.s^{-1}$), d_h le diamètre hydraulique (m) et μ la viscosité dynamique ($Pa.s$). La viscosité et la masse volumique sont indépendantes de la réduction d'échelle, par contre le diamètre hydraulique est fortement réduit en microfluidique, ainsi que la vitesse moyenne. Les nombres de Reynolds en microfluidique sont donc beaucoup plus faibles que ceux rencontrés classiquement en mécanique des fluides. Généralement un écoulement est défini comme turbulent pour un nombre de Reynolds supérieur à 2500. Entre 2000 et 3000, l'écoulement est considéré comme étant transitoire, et lorsque le Reynolds est inférieur à 2000, l'écoulement est considéré comme étant laminaire [31]. Ces valeurs peuvent varier légèrement selon les domaines d'applications mais l'ordre de grandeur reste le même. En microfluidique, avec un diamètre hydraulique de l'ordre de la dizaine de micromètre et des vitesses inférieures ou égales au $cm.s^{-1}$, le nombre de Reynolds calculé est de l'ordre de 1, c'est à dire toujours dans des conditions d'écoulements laminaires, limitant le transfert thermique et le mélange. Mais ces inconvénients sont largement compensés par l'augmentation des effets de surface cités dans la partie 2.1.1.3.

Le nombre de Peclet peut être défini en thermique ou en transfert de matière. Le nombre de Peclet thermique est le rapport des effets de transfert thermique par convection aux effets de transfert thermique par diffusion (équation 2.2).

$$Pe = \frac{\text{transfert thermique par convection}}{\text{transfert thermique par conduction}} = \frac{L.v}{a} \quad (2.2)$$

a étant la diffusivité thermique ($m^2.s^{-1}$), v la vitesse moyenne du fluide en écoulement ($m.s^{-1}$), et L une longueur caractéristique (m). le nombre de Peclet est égal au produit du nombre de Reynolds par le nombre de Prandtl.

Le nombre de Fourier permet de comparer les effets de transferts thermique conductifs par rapport à l'énergie stockée, dans un volume donné [101]. Il est caractéristique des problèmes thermiques instationnaires (équation 2.3).

$$Fo = \frac{\text{taux de chaleur par conduction à travers } L \text{ dans un volume } L^3}{\text{taux de stockage de chaleur dans un volume } L^3} = \frac{a.t}{L^2} \quad (2.3)$$

a étant la diffusivité thermique ($m^2.s^{-1}$), t un temps caractéristique (s), et L une longueur caractéristique (m). Une valeur élevée du nombre de Fourier indique que la pénétration de chaleur dans un matériau est importante. Le nombre de Fourier étant inversement proportionnel au carré de la longueur caractéristique du système, il est donc nettement augmenté en microfluidique. La puissance thermique conductive devient donc grande devant la puissance thermique capacitive [21].

2.1.4 Instrumentation pour les mesures de vitesse et de température

2.1.4.1 Mesure de vitesse

Une mesure de vitesse peut se faire par l'intermédiaire d'une mesure de débit (volumique ou massique) si la géométrie du microsystème et le profil d'écoulement sont parfaitement connus. Cependant, les dimensions des microsystèmes ne permettent pas de recueillir ce genre d'informations avec une grande précision. C'est la raison pour laquelle une mesure directe de la vitesse est généralement effectuée. La plupart des techniques utilisées aux macro-échelles sont valables aux micro-échelles, à savoir : la PIV (Particle Image Velocimetry), la LDA (Laser Doppler Anemometry) ou encore la MTV (Molecular Tagging Velocimetry). Mais il existe également des techniques de mesures par radiographie neutron ou rayon X, spécialement dédiées à la microfluidique.

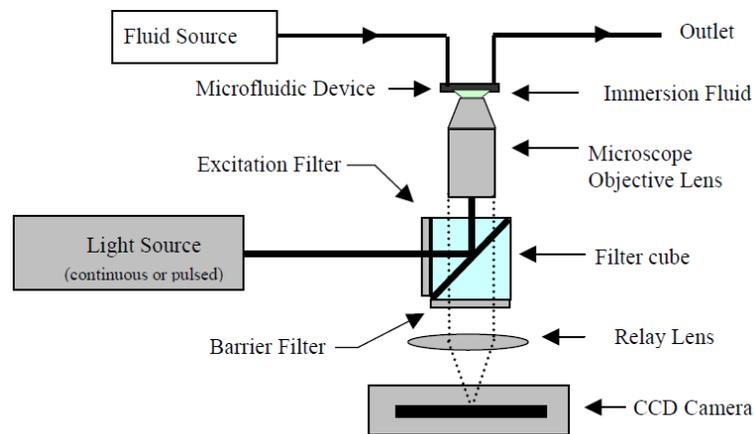


FIGURE 2.4 – Schéma de principe de la micro PIV [87]

La micro PIV Le principe de la PIV est d'injecter des particules (traceurs) fluorescentes dans l'écoulement et d'éclairer un volume avec un laser, puis d'enregistrer plusieurs images grâce à une caméra afin de visualiser le déplacement des particules entre deux images (figure 2.4). La micro-PIV, développée par Santiago [87], est largement utilisée en microfluidique. La PIV classique éclaire des particules dans un plan focal, ce qui est difficile à effectuer en microfluidique. Tout le canal est donc éclairé et le plan focal de la caméra définit le plan de mesure. Il est possible d'éclairer grâce à un laser pulsé ou de manière continue, avec une lampe à mercure par exemple, lorsque le fluide utilisé est sensible aux fortes luminosités ou lorsque les vitesses mesurées sont suffisamment faibles. La micro PIV permet d'obtenir une assez bonne résolution [44, 46, 62] mais l'inconvénient majeur reste l'intrusion de particules dans le milieu à tester.

La FSPIV (Forward Scattering PIV), développée par Ovrin [71] est une technique de détermination du mouvement tridimensionnel des particules (figure 2.5). Une source de lumière qui diffuse différemment selon les particules est utilisée et les images diffractées sont ensuite enregistrées. Lanzillotto [48] a développé une technique de mesure sans avoir nécessairement un accès optique à la section de test. Il envoie un faisceau de rayons X à travers une section d'un milieu opaque puis enregistre les variations des rayons X

2.1. LA MICROFLUIDIQUE

non absorbés, convertis en lumière visible. Balasko [3] a lui utilisé une technique similaire mais en appliquant la radiographie sous neutrons.

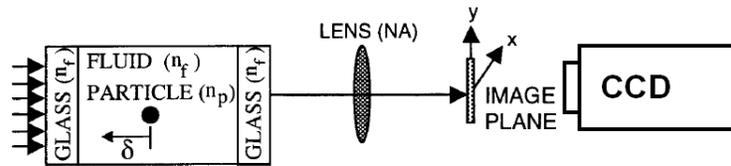


FIGURE 2.5 – Schéma de principe de la FSPIV (Forward Scattering Particle Image Velocimetry. Extrait de [71]

La MTV (Molecular Tagging Velocimetry), velocimétrie à suivi de particules est une technique basée sur le suivi de particules et la visualisation d'un colorant fluorescent excité par un laser ultra violet. Le rayon laser passe par un diviseur de faisceau et une lentille afin de quadriller une zone de l'écoulement. La déformation de la grille provoquée par l'écoulement est enregistrée grâce à deux images, dont une synchronisée avec l'impulsion du laser [59].

La LDV (Laser Doppler Velocimetry) est une technique de mesure de vitesse, très répandue à échelle classique, qui a été adaptée à l'échelle microfluidique. La technique classique consiste à diviser une source laser en deux faisceaux, puis à faire croiser ces faisceaux dans la zone de test. A l'intersection de ces faisceaux, les ondes sont planes et forment des franges parallèles. Elles seront déformées par le passage de particules au sein de l'écoulement. L'adaptation microfluidique consiste à réduire le volume de la zone de test [95], c'est à dire diminuer le nombre de franges, ce qui augmente considérablement l'erreur.

Autres méthodes Il est également possible d'effectuer des mesures de vitesse sur une seule image en suivant la trace des particules avec un temps d'exposition suffisamment long. Cette technique a été développée par Taylor [92] et reprise ensuite par Brody [10].

Une autre technique consiste à suivre non pas les particules mais la concentration en colorant d'un traceur. Dans son étude, Paul [74] utilise un traceur contenu dans des billes, celui-ci est ensuite libéré et éclairé par un flash laser. Le suivi de la concentration de ce traceur permet de remonter à la vitesse (voir figure 2.6).

Quelques exemples de mesures de vitesses aux micro-échelles sont résumées dans le tableau suivant. Une comparaison plus élargie a été établie par Meinhart *et al.* [61].

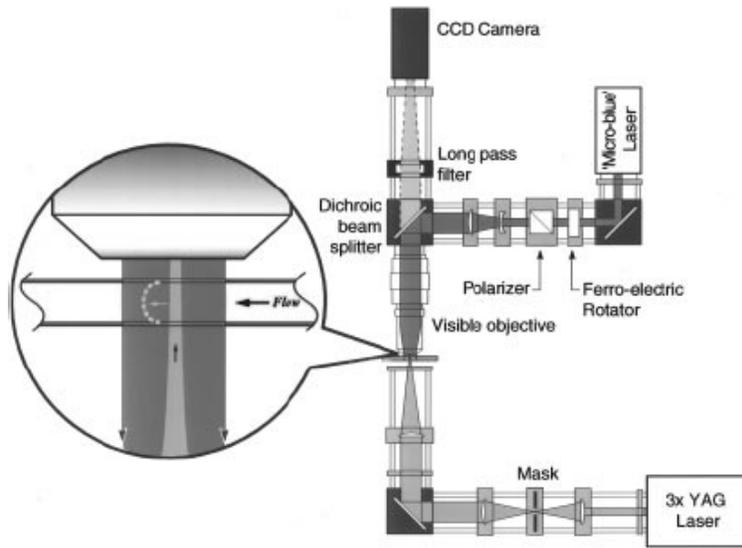


FIGURE 2.6 – Schéma de principe de la mesure de vitesse par suivi d'un colorant. Extrait de [74]

Méthode	Auteur	Canal	Particules	Vitesse	Résolution
μPIV	Koutsiaris <i>et al.</i> [46]	$\varnothing = 200 \mu m$	$d = 10 \mu m$	$4 mm.s^{-1}$	$26 \mu m \times 12 \mu m$
	Meinhart <i>et al.</i> [62]	$30 \mu m \times 300 \mu m$	$d = 0,2 \mu m$	$10 mm.s^{-1}$	$13,6 \mu m \times 0,9 \mu m$
	Kim <i>et al.</i> [42]	$7 \mu m \times 300 \mu m$	$d = 0,5 \mu m$	$0,4 mm.s^{-1}$	$25 \mu m \times 10 \mu m$
FSPIV	Ovryn <i>et al.</i> [71]	$315 \mu m \times 600 \mu m$	$d = 7 \mu m$	$0,015 mm.s^{-1}$	$1 \mu m$
Colorants	Paul <i>et al.</i> [74]	$d = 75 \mu m$	-	$0,45 mm.s^{-1}$	$20 \mu m \times 5 \mu m$
MTV	Maynes et Webb [59]	$d = 705 \mu m$		$800 < Re < 2200$	$2 \mu m$

TABLE 2.1 – Comparatif des méthodes de mesure de vitesse pour les microsystèmes. Exemples avec quelques auteurs.

Parmi les méthodes de mesure (micro PIV, FSPIV, MTV, LDV...), la micro PIV semble la plus performante et la plus largement utilisée. Les améliorations éventuelles se concentrent sur la recherche de meilleurs optiques et traceurs, ainsi que la réduction du volume de mesure. Cependant, toutes ces méthodes présentent l'inconvénient majeur de l'intrusion dans la microsystème. Il est nécessaire de pouvoir développer des techniques de mesures non intrusives pour les fluides sensibles ou les applications pour lesquelles l'ajout de particules n'est pas possible.

2.1.4.2 Mesure de température

Il existe un très grand nombre de techniques de mesures de température [86] mais seulement une partie de ces techniques sont appliquées à l'échelle des microsystèmes. Très peu d'applications microfluidiques utilisent des méthodes mécaniques basées sur la dilatation d'un fluide, ou la variation de célérité du son [21]. Les premières méthodes utilisées en microfluidique sont les méthodes électriques : basées sur la mesure de variations des propriétés thermoélectriques d'un matériau. Les méthodes les plus répandues étant les thermocouples, les résistances thermoélectriques et les éléments semi-conducteurs. [28]. Ces techniques font partie des mesures dites avec contact. Le choix du matériau dépend du matériau de construction du

2.1. LA MICROFLUIDIQUE

microsystème, ainsi que du fluide utilisé et de sa sensibilité, de la gamme de température mesurée, mais aussi bien évidemment du coût et des enjeux de la mesure de température.

Il y a également de plus en plus d'exemples de mesures de la température sans contact (mesure de champs) tels que la Thermographie à Cristaux Liquides (LCT - Liquid Crystal Thermography), la thermo-réflexance, la micro interférométrie...

La micro PIV Cette méthode (décrite dans la section précédente) est à la base utilisée pour la mesure de vitesse, mais Wereley *et al.* [99] a prouvé qu'il était possible d'en déduire la température, par l'observation du mouvement brownien des particules. Cette technique a été reprise par Sato *et al.* [88] ainsi que Kim [43] permettant d'obtenir des températures avec des précisions de l'ordre du Kelvin.

La Thermométrie par Fluorescence La thermométrie LIF (Laser Induced Fluorescence) est une technique dérivée de la micro PIV, basée sur le principe d'absorption-émission par une particule éclairée par un laser. Ces particules, colorants fluorescents, sont excitées par un laser émettant à une longueur d'onde proche de celle de l'excitation maximale du colorant. La différence de longueur d'onde permettant de filtrer le signal du laser et d'enregistrer uniquement le signal réponse, qui est fonction de la température. Deux caméras CCD enregistrent les réponses optiques à différentes longueurs d'ondes (figure 2.7). Cette technique a récemment été utilisée par de nombreux auteurs [18, 40, 69].

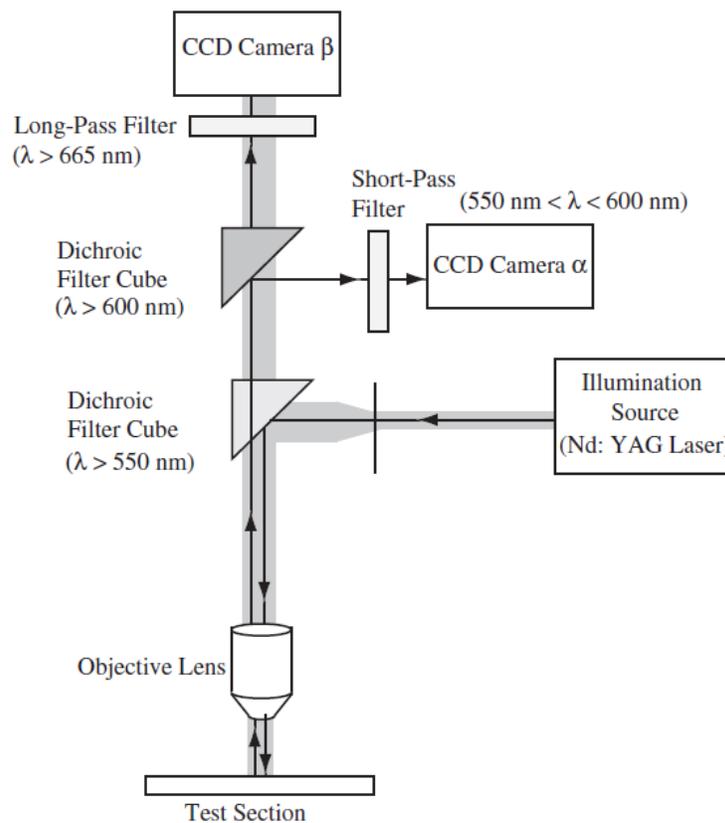


FIGURE 2.7 – Principe de mesure de la température par thermométrie LIF (Laser Induced Fluorescence). Extrait de [69]

La Thermographie à Cristaux Liquides LCT (“Liquid Crystal Thermography”) nécessite d’adjoindre des cristaux liquides à l’échantillon de mesure. Les cristaux liquides utilisés en LCT ont une aptitude à réfléchir la lumière de manière sélective à une certaine longueur d’onde, en fonction de la température. Une visualisation optique de ces cristaux liquides traduit donc une variation de température. Cette technique est largement utilisée sur des solides mais peut aussi s’appliquer à des micro-écoulements [67, 83] (figure 2.8). Par contre cette méthode demande une préparation minutieuse de l’échantillon (dépôt des cristaux) et des conditions opératoires strictes (chambre noire pour ne pas perturber les cristaux liquides par une autre source de lumière).

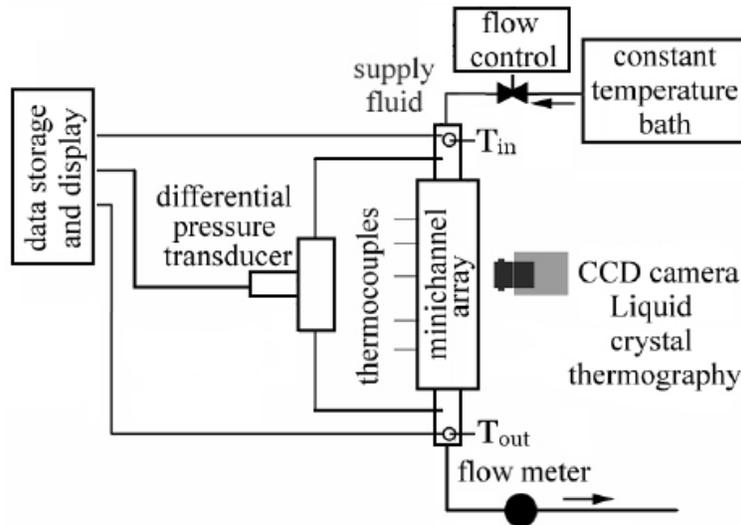


FIGURE 2.8 – Schéma de principe de la Thermographie à Cristaux Liquides (LCT). Extrait de [83]

La thermoréflectance Cette méthode consiste à placer un échantillon sous une sollicitation thermique, puis à éclairer l’échantillon avec une source laser de longueur d’onde connue. L’intensité lumineuse réfléchi par l’échantillon est mesurée et permet de remonter à la température. Cette méthode est très largement utilisée pour des caractérisations de microsystèmes solides. Cependant elle limitée pour l’utilisation en microfluidique car elle est applicable seulement sur des matériaux homogènes et réfléchissants avec une bonne qualité optique. Des travaux ont été effectués sur des micro-gouttes pour étudier le transfert thermique aux interfaces [9] mais ce n’est toujours pas une configuration microfluidique.

L’interférométrie A l’échelle macroscopique, l’interférométrie désigne une multitude de méthodes optiques basées sur l’étude de la réflexion de rayons lumineux produits par effet de réfraction. Deux grands principes coexistent : l’interférométrie classique et l’interférométrie holographique [70].

En interférométrie classique, une source laser est élargie en large faisceau puis divisée en deux faisceaux : un faisceau référence et un faisceau test. Seulement le faisceau test traverse l’échantillon (par exemple un écoulement dans un microcanal) alors que le faisceau référence ne traverse que l’air ambiant. Les deux faisceaux sont ensuite recombinaés en sortie, et le signal est enregistré par une caméra CCD par exemple (figure 2.9). La traversée de l’échantillon, avec un indice de réfraction différent, va entraîner un déphasage lors de l’interférence des deux faisceaux. Ce déphasage engendre l’apparition de franges, utilisées pour

2.1. LA MICROFLUIDIQUE

déterminer les propriétés fluidiques et thermiques de l'écoulement. Le dispositif est sensible aux distorsions et nécessite du matériel optique de grande précision et donc une installation rigoureuse et très onéreuse. En interférométrie holographique, le prisme de sortie est remplacé par une plaque holographique, qui nécessite moins de précautions et du matériel optique moins onéreux.

Cette technique est largement utilisée pour la caractérisation de phénomènes thermiques, notamment les échanges convectifs. Appliquée à la microfluidique, elle permet d'effectuer des mesures de vitesses [57], du tri cellulaire sur des échantillons biologiques [100, 53] et d'établir des profils de température au sein de microcanaux [27].

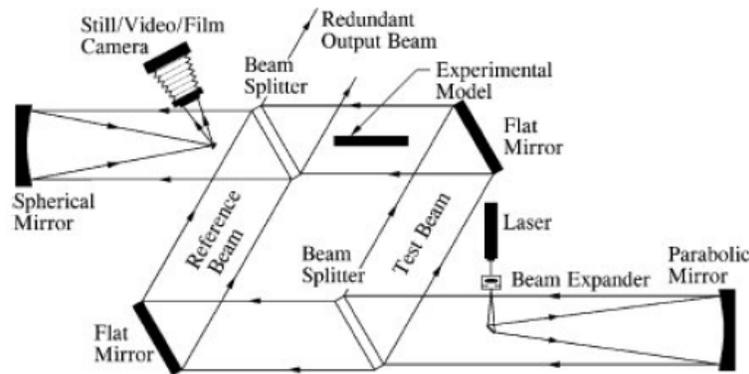


FIGURE 2.9 – Schéma de principe de l'interférométrie classique. Extrait de [70]

La thermographie InfraRouge (TIR) Toutes les méthodes avec contacts décrites précédemment ont l'avantage d'être bien connues mais les inconvénients majeurs sont l'incertitude de mesure et l'information unique (un capteur = une mesure), le parasitage et la perturbation créée par le contact. Les méthodes sans contact, permettent de multiplier l'information (champ de température) mais restent limitées à certaines applications et nécessitent une préparation parfois longue et rigoureuse. De plus, elles fonctionnent quasiment toutes sur des gammes de fréquence allant de 25 Hz à 50 Hz , donc des phénomènes thermiques lents. L'utilisation de caméra IR permet d'obtenir une image rapide du champ de température avec une mise en place simple et sans perturbation du système étudié. Il est également possible d'explorer des phénomènes thermiques plus rapides en augmentant la fréquence d'acquisition jusqu'au $k\text{Hz}$. Les méthodes décrites nécessitent également un appareillage très complexes et lourde de mise en oeuvre. La thermographie IR est la méthode la plus simple à mettre en oeuvre ainsi que celle qui donne accès à des informations locales sans intrusion dans le microsystème. Par conséquent, il devient primordial de développer des méthodes de mesures en microfluidique, à partir de la TIR. L'idée principale de la TIR est de mesurer des champs de température au sein et au voisinage du microcanal, ainsi que de l'associer à des méthodes inverses de traitement des champs de températures.

2.2 La Thermographie InfraRouge (TIR)

2.2.1 Historique et terminologie

2.2.1.1 Découverte de l'InfraRouge

La découverte de l'InfraRouge est attribuée à Sir William Herschel (1738-1822), compositeur et astronome germano-britannique. Musicien de renommée, il s'intéresse également à l'astronomie, et construit son propre télescope. Il est notamment à l'origine de la découverte de la planète Uranus en 1781. En 1800, voulant vérifier l'impact de la lumière sur les lentilles de son télescope, il décida de diffracter la lumière solaire, en utilisant un prisme, afin de mesurer la température de chaque couleur. Il utilisa trois thermomètres au mercure : deux références et un placé dans la bande de couleur à caractériser. Il commença par mesurer la température dans la bande spectrale de la couleur violette, puis se déplaça jusqu'au rouge et constata une augmentation de la température au delà de la bande spectrale du rouge, où le rayonnement n'est plus visible. Par la suite, Sir Herschel montra qu'il s'agit d'une lumière invisible obéissant aux mêmes lois que la lumière visible. Il baptisa cette bande spectrale l'infrarouge : littéralement "en dessous du rouge".

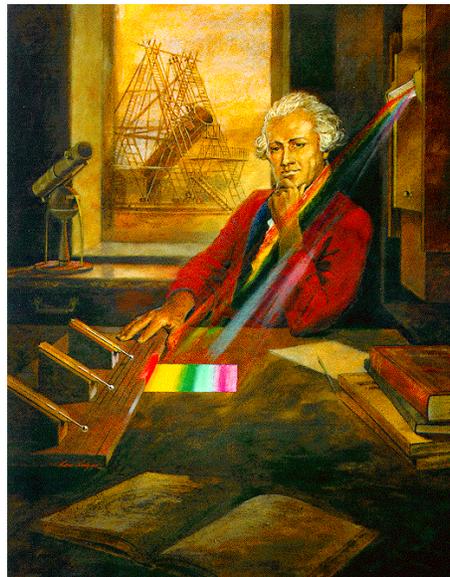


FIGURE 2.10 – Sir William Herschel (1738-1822)

2.2.1.2 Terminologie en thermographie

La thermographie signifie au sens étymologique "écrire la température". En réalité, il s'agit d'une technique de mesure de flux de rayonnement (décrit dans la prochaine partie) et de représentation de l'état thermique d'une scène quelconque. Cette représentation se fait dans deux dimensions de l'espace, ce qui permet d'obtenir une information spatiale. Mais il est également possible de stocker l'information thermique temporellement, donc en trois dimensions (deux dimensions dans l'espace et la troisième dimension étant le temps). Dans le cas d'une information thermique uniquement en deux dimensions, la thermographie peut être comparée à la photographie ("écrire la lumière") sauf qu'il ne s'agit pas d'une capture de la lumière

2.2. LA THERMOGRAPHIE INFRAROUGE (TIR)

visible mais du rayonnement thermique. Si l'évolution temporelle de cette information thermique est considérée, alors la thermographie est comparée à la cinématographie ("écrire le mouvement"), l'information étant stockée dans une mémoire de masse type bande, film, mémoire magnétique... Par analogie avec la photographie et la cinématographie, il est commun de parler communément "d'image" pour une information thermique uniquement spatiale et de "film" pour une information thermique spatiale et temporelle [72].

Il faut distinguer deux types de thermographie : la thermographie active et passive (respectivement avec et sans mesure) . Dans le cas sans mesure, il s'agit d'une simple visualisation, généralement sans stockage de mémoire (donc par définition sans "écriture" dans l'absolu). Il s'agit alors "d'imagerie thermique", l'information spatiale et temporelle étant non écrite ou de courte durée de vie. Dans le cas de thermographie avec mesure, flux de rayonnement thermique émis par la scène est alors enregistré de manière quantitative . Il s'agit donc de thermométrie spatiale et temporelle mais le terme thermographie est également utilisé de manière générique.

Un radiomètre est appareil de mesure du flux de rayonnement. Lorsqu'il est couplé à un appareil de transcription en température, il est défini comme un radiothermomètre. Une caméra thermique est un radiomètre à balayage spatial.

Une caméra InfraRouge est le nom donné de manière générale aux caméras thermiques. La caméra IR permet de représenter une image thermique de la scène observée, grâce à la mesure du flux de rayonnement thermique. En fait il s'agit d'une image de luminances, retranscrite ensuite en température. Après quelques rappels sur le rayonnement électromagnétique, nous allons voir dans la prochaine partie comment la caméra capte ce flux puis représente une carte de luminances et température.

2.2.2 Rappels sur le rayonnement thermique

2.2.2.1 Mécanismes de transfert d'énergie

Le rayonnement est le mode transfert de chaleur sous formes d'ondes électromagnétiques. Tout corps ayant une température supérieure au zéro absolu émet des radiations électromagnétiques, à des longueurs d'ondes plus ou moins grandes.

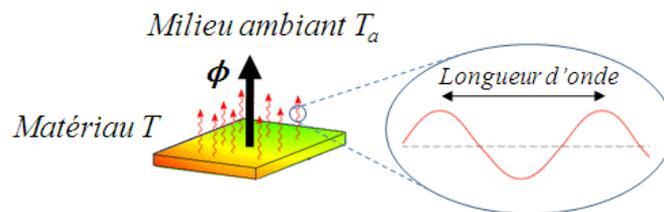


FIGURE 2.11 – Flux de chaleur par rayonnement

Le rayonnement est donc un phénomène omniprésent. Les mécanismes physiques intervenant dans le transfert de chaleur par rayonnement sont décrit plus en détail dans la suite de cette section mais nous pouvons pour l'instant introduire la relation entre le flux de chaleur émis par un corps et sa température, d'après les lois de Stefan Boltzmann et de Planck :

$$\Phi = \varepsilon.S.\sigma_B(T^4 - T_a^4) \quad (2.4)$$

Avec S la surface d'échange (m^2), σ_B la constante de Stefan Boltzmann ($\sigma_B = 5,67.10^{-8}W.m^{-2}.K^{-4}$), T et T_a les températures du matériau considéré (solide ou fluide) du milieu ambiant respectivement (K), et ε l'émissivité du matériau. L'émissivité est une grandeur propre aux corps réels décrite dans la partie 2.2.2.3.

Le transfert d'énergie par rayonnement thermique implique quatre phénomènes : l'émission (1), la réflexion (2), l'absorption (3) et la transmission (4).

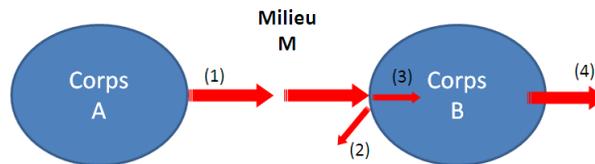


FIGURE 2.12 – Mécanismes de transfert de l'énergie par rayonnement

Imaginons deux corps séparés par un milieu. Le corps A transforme une partie de son énergie calorifique en émettant un rayonnement électromagnétique (1). Le milieu M transmet l'intégralité ou une fraction de rayonnement. Le corps B reçoit ce rayonnement, dont une partie est réfléchi (2) et une autre partie est absorbée (3), c'est à dire transformée de nouveau en énergie calorifique dans le corps B. Enfin, le corps B transmet à son tour (4) une partie de cette énergie. Cependant, ces quatre mécanismes n'interviennent pas forcément dans tous les cas de figure, notamment dans les cas particulier suivants :

- Un corps noir : émet, absorbe, mais ne transmet pas et ne réfléchit pas.
- Un matériau opaque : émet, absorbe et réfléchit, mais ne transmet pas.
- Un milieu semi-transparent : émet, transmet, absorbe mais ne réfléchit quasiment pas.

En dehors de ces exceptions, tout corps émet et absorbe de la chaleur. Cette chaleur est proportionnelle à la température du corps considéré. Les capteurs InfraRouges sont donc basés sur la mesure de l'émission de ce flux de chaleur. Nous reviendrons ultérieurement sur la notion de corps noir et corps réel, mais nous allons tout d'abord nous intéresser aux mécanismes fondamentaux permettant de comprendre le fonctionnement de la TIR.

2.2.2.2 Rayonnement électromagnétique

Sans détailler les équations de Maxwell, le rayonnement électromagnétique peut être vu sous forme d'une onde qui se propage dans une direction donnée. Ce rayonnement est caractérisé par une longueur d'onde (généralement mesurée en μm). Le spectre électromagnétique regroupe l'ensemble des rayonnements connus, classés en fonction de leur longueur d'onde. L'oeil humain est capable de détecter une onde émise entre $0,4 \mu m$ et $0,8 \mu m$. Le spectre InfraRouge se situe entre $0,8 \mu m$ et $1000 \mu m$.

Le spectre InfraRouge peut se décomposer en trois régions :

- l'InfraRouge proche : $0,8 \mu m$ à $1,5 \mu m$
- l'InfraRouge moyen : $1,5 \mu m$ à $20 \mu m$
- l'InfraRouge lointain : $20 \mu m$ à $1000 \mu m$

L'évolution des technologies de mesure (décrite dans la section suivante) permet actuellement de travailler dans l'InfraRouge proche et moyen.

2.2. LA THERMOGRAPHIE INFRAROUGE (TIR)

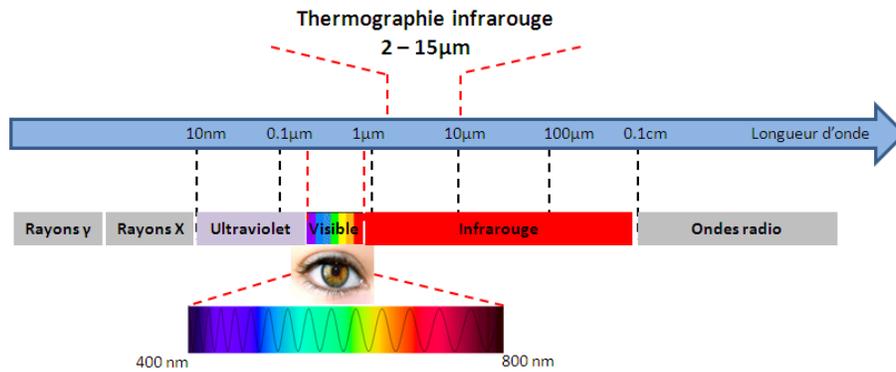


FIGURE 2.13 – Spectre électromagnétique et nomenclature des ondes.

Prenons le cas d'un corps plan de surface S . Le rayonnement émis par ce corps transporte de l'énergie, qui rapportée à une unité de temps est appelée flux énergétique, Φ (en W). Ce flux énergétique est émis dans toute la gamme spectrale, dans toutes les directions dans le demi espace situé au dessus de sa surface d'émission, appelé hémisphère, Ω .

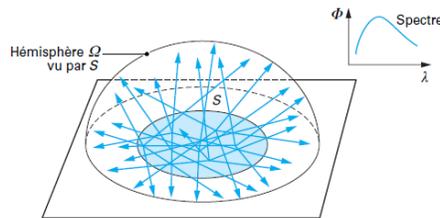


FIGURE 2.14 – Représentation du flux énergétique (extrait de [72])

La luminance énergétique (L) correspond à ce flux énergétique, par unité d'angle solide ($d\Omega$) dans une direction donnée (Δ) et par unité d'élément de surface (dS) dans cette direction. L'angle solide étant l'analogue de l'angle plan mais dans un repère tridimensionnel, en coordonnées cylindriques (en stéradian, sr). La luminance énergétique n'est donc plus une grandeur propre à l'hémisphère mais une grandeur directionnelle. La luminance énergétique est également présente dans toute la gamme spectrale.

$$L_{\Delta} = \frac{d^4\phi}{dS \cdot \cos\theta \cdot d\Omega} \quad (W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}) \quad (2.5)$$

Il est possible de centrer le rayonnement émis sur une partie $d\lambda$ de la bande spectrale, ce qui permet de définir des grandeurs spectrales. Les grandeurs totales sont la sommation sur tout le spectre électromagnétique des grandeurs spectrales. Et les grandeurs hémisphériques sont la sommation des grandeurs directionnelles. En thermographie IR, uniquement les grandeurs directionnelles et spectrales sont considérées. Par exemple, la luminance énergétique spectrique :

$$L_{\Delta}(\lambda) = \frac{d^5\phi}{dS \cdot \cos\theta \cdot d\Omega \cdot d\lambda} \quad (W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1} \cdot \mu m^{-1}) \quad (2.6)$$

Un corps dont la luminance énergétique est identique quelque soit la direction considérée pour toutes

les longueurs d'ondes est un corps dit Lambertien. Il émet donc de manière isotrope et homogène. A partir de la luminance énergétique, il est possible de définir de nombreuses autres grandeurs telles que l'exitance, l'émittance, l'intensité lumineuse. La luminance énergétique suffit amplement à comprendre les phénomènes physiques impliqués dans la mesure par thermographie.

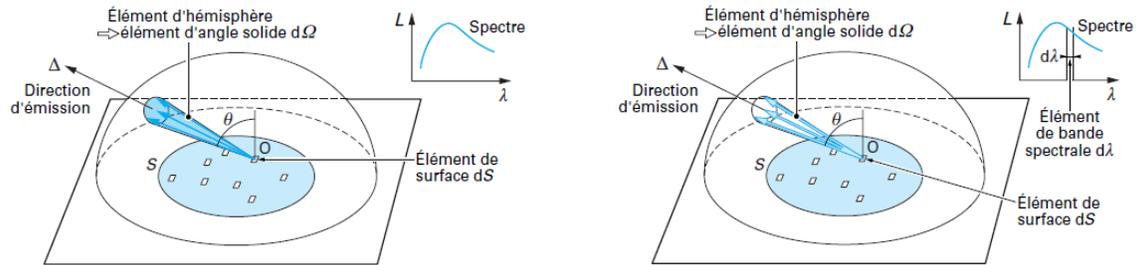


FIGURE 2.15 – Représentation de la luminance énergétique totale (gauche) et spectrique (droite) (extrait de [72])

Un radiomètre permet de mesurer le flux de rayonnement par une mesure indirecte de la luminance énergétique directionnelle et spectrique, en plaçant une surface réceptrice à une certaine distance (D) de la surface observée. Dans le cas des caméras IR, la surface réceptrice est définie par la surface de la lentille utilisée et la distance focale. L'image de la surface observée (ΔS) est captée sur un récepteur matriciel de surface (A).

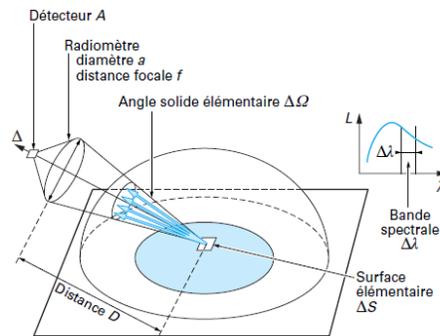


FIGURE 2.16 – Radiomètre, réception de la luminance énergétique directionnelle spectrique (extrait de [72])

La caméra IR est donc un outil conçu pour la mesure des luminances énergétiques directionnelles et spectrales. La température sera déduite à partir de cette mesure. Cependant, la température indiquée est appelée température apparente ou température de luminance, car elle ne correspond pas à la température réelle, sauf si le corps observé est un corps noir.

2.2.2.3 Corps noir, corps réel et émissivité

En reprenant les mécanismes de transferts d'énergie entre deux corps, il est intéressant d'analyser le cas du corps B. Les flux absorbés, réfléchis et transmis dépendent de plusieurs paramètres tels que la longueur d'onde, l'orientation, la température ainsi que la qualité de la surface du corps B (rugosité, impuretés...). Le

2.2. LA THERMOGRAPHIE INFRAROUGE (TIR)

flux réfléchi n'as pas d'incidence sur la température du corps. Par contre, le flux absorbé augmente l'énergie interne et donc la température du corps B.

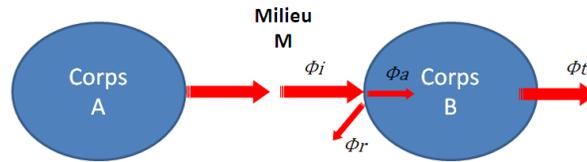


FIGURE 2.17 – Flux incident, absorbé, réfléchi et transmis sur un corps réel

Une fois l'équilibre thermodynamique atteint, tous les échanges de flux étant compensés, le flux incident (ϕ_i) est égal à la somme des flux absorbé (ϕ_a), réfléchi (ϕ_r) et transmis (ϕ_t) (équation 2.7).

$$\phi_i = \phi_a + \phi_r + \phi_t \quad (2.7)$$

Un corps noir est défini comme un corps qui émet, absorbe mais ne transmet et ne réfléchit pas l'énergie incidente. Le corps noir est un corps idéal, un concept mathématique. En réalité, il est possible de construire des corps noirs mais il n'en existe pas naturellement. Dans le cas d'un corps noir l'équation 2.7 s'écrit alors de la manière suivante (équation 2.8) :

$$\phi_i = \phi_a \quad (2.8)$$

L'émissivité (ε) est le rapport entre la luminance spectrique directionnelle d'un corps réel (L) et celle d'un corps noir (L^0) à température identique. Elle permet de comparer la capacité d'absorption d'un corps réel par rapport à celle d'un corps noir.

$$\varepsilon = \frac{L_{\Delta}(\lambda)}{L_{\Delta}^0(\lambda)} \quad (2.9)$$

L'émissivité est une grandeur comprise entre 0 et 1. L'émissivité d'un corps n'est pas constante, elle dépend de tous les paramètres cités précédemment et influant sur les mécanismes de transferts d'énergie (température, longueur d'onde, état de surface, orientation). Un corps gris, un corps ayant une émissivité constante sur une certaine gamme de longueur d'onde. En général, les valeurs d'émissivité sont indiquées pour une température donnée, selon une direction normale à la surface du matériau. La connaissance de l'émissivité est primordiale pour faire de la thermographie IR avec mesure de température. Dans la plupart des cas, l'utilisateur se place dans des conditions proches de celles du corps noir, en recouvrant par exemple le matériau considéré d'une peinture noire dont l'émissivité est constante et proche de 1.

En plus de l'émissivité, il est important de définir quelques facteurs d'usage en thermographie IR. Il est possible de réécrire le bilan énergétique sous la forme suivante (équation 2.10) :

$$1 = \frac{\phi_a}{\phi_i} + \frac{\phi_r}{\phi_i} + \frac{\phi_t}{\phi_i} \quad (2.10)$$

Avec,

le facteur de réflexion (équation 2.11) :

$$\frac{\phi_r}{\phi_i} = r \quad (2.11)$$

le facteur de transmission (équation 2.12) :

$$\frac{\phi_t}{\phi_i} = \tau \quad (2.12)$$

et le facteur d'absorption (équation 2.13) :

$$\frac{\phi_a}{\phi_i} = \alpha \quad (2.13)$$

L'équation 2.10 est donc réécrite selon l'équation 2.14 :

$$1 = \alpha + \rho + \tau \quad (2.14)$$

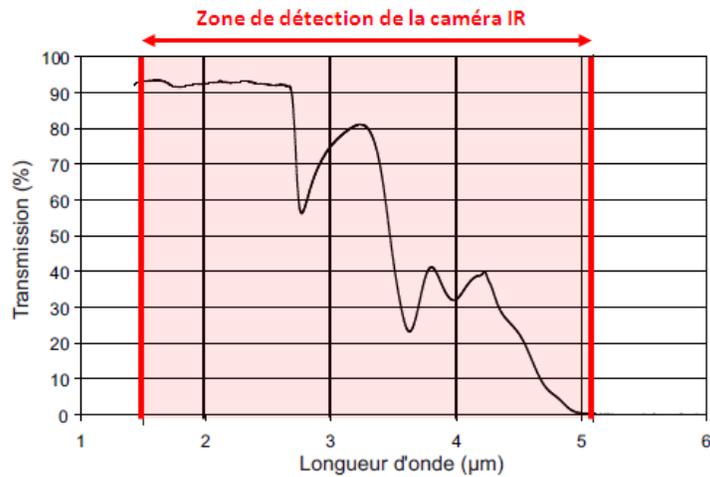


FIGURE 2.18 – Facteur de transmission du verre utilisé pour les puces microfluidiques entre 1 et 6 μm . Verre Pyrex 7740 épaisseur 500 μm

Cette relation est valable à une longueur d'onde donnée mais peut être étendue sur toute la gamme spectrale seulement si les facteurs sont constants. En thermographie IR, le facteur de transmission est très important, surtout pour les matériaux situés entre la scène observée et la caméra. Si un milieu est caractérisé par un facteur de transmission très faible alors il n'est pas judicieux d'essayer d'observer le rayonnement IR d'une scène placée derrière ce milieu. Par exemple, l'atmosphère est un milieu semi transparent ou opaque selon la longueur d'onde. Il convient de se placer à la bonne distance et dans la bonne gamme spectrale. Il est également possible de modéliser et corriger le rayonnement mesuré en fonction du facteur de transmission et de la distance de mesure. Dans le cas d'écoulements microfluidiques l'intérieur du microcanal est observé à travers une lame de verre (cf.2.1.1.2) et le verre est transparent aux rayons IR dans la gamme de détection de la caméra (figure 2.18).

2.2.3 Applications et estimation de paramètres

La TIR est une technologie applicable dans de nombreux domaines tels que la recherche et développement, le contrôle qualité de produits, la médecine, le bâtiment, la surveillance, les activités militaires... Chaque domaine peut être subdivisé en différentes techniques et méthodes d'utilisation de la TIR. Par exemple, en recherche et développement, les applications se situent dans les domaines de la thermique, biologie, métrologie, génie civil, chimie, physique, mécanique des fluides...

Les récentes avancées ont permis de retrouver la TIR au service de nombreuses applications grand public, comme illustré sur la figure 2.19. La Communauté Urbaine de Bordeaux a effectué une campagne de mesure par satellite au dessus de l'agglomération de Bordeaux afin de pouvoir visualiser les déperditions thermiques des habitations et les besoins d'isolation. Aussi, durant l'épidémie de grippe H1N1, certains aéroports ont été équipés de caméra IR afin de détecter les éventuels cas fiévreux parmi les passagers.



FIGURE 2.19 – Exemples grand public de la TIR. (a) Cartographie des pertes thermiques sur le centre Arts et Métiers de Bordeaux et (b) surveillance de la grippe H1N1 dans un aéroport.

Le Contrôle Non Destructif (CND) thermique est une méthode de caractérisation classiquement utilisée pour la détection de défauts au sein des matériaux solides. Elle consiste à appliquer une excitation sur le matériau considéré et enregistrer la réponse thermique à cette excitation. Par exemple, la méthode flash est une technique initialement créée par Parker en 1961, dans laquelle il applique une brève sollicitation thermique sur la face avant d'un échantillon solide de petite taille et enregistre avec un thermocouple la réponse thermique en face arrière [73]. Cette méthode permet d'estimer la diffusivité thermique, la capacité calorifique, et la conductivité thermique grâce à une modélisation du phénomène thermique et des méthodes inverses pour estimer les grandeurs recherchées. Elle a ensuite été associée la thermographie IR pour enregistrer la réponse thermique à la même sollicitation [23][66][76]. Les avantages de la technologie IR sont le caractère non intrusif et la possibilité de cartographier le paramètre estimé.

L'usage de la TIR pour le CND n'a cessé d'évoluer dans différents domaines, toujours dans l'optique de caractériser des matériaux solides et il existe une littérature très large sur le CND de matériaux solides. Cependant, il existe également de plus en plus de travaux concernant l'estimation de propriétés physiques et thermiques sur des matériaux plus originaux. Lin *et al* [52] ont utilisé la TIR dans le but de déterminer la diffusivité thermique de l'émail dentaire, afin d'améliorer les techniques de restauration des dents.

Il est également possible d'utiliser la TIR à des échelles plus petites pour observer des phénomènes thermiques plus confinés et de s'en servir comme microscope thermique.

2.2.4 Avantages et intérêts de la TIR aux microéchelles

En microfluidique, la taille caractéristique des microcanaux est comprise entre 25 et 500 μm . Il est donc important d'adapter des techniques de mesures de température avec des capteurs dont la taille est équivalente.

Les méthodes de mesures de champs décrites dans la partie 2.1.4.2 permettent d'atteindre des résolutions spatiales du même ordre de grandeur, mais il a été montré que ces méthodes nécessitent l'ajout de particules dans le fluide considéré et une instrumentation lourde.

La méthode de mesure de température avec contact la plus appropriée pour de telles échelles est la technologie des microthermocouples. Selon les applications et le type de capteurs, la taille caractéristique des microthermocouples peut atteindre 1 μm [32], [80]. Cependant, un thermocouple peut être placé soit au sein du microcanal, soit à la paroi. Dans le cas où il est placé au sein du microcanal, il perturbe inévitablement l'écoulement. S'il est placé dans la paroi, le positionnement a énormément d'impact sur la mesure, et peut engendrer un très fort biais de mesure. Or, il est très difficile de respecter les règles de positionnement d'un thermocouple à ces échelles. De plus, les microthermocouples nécessitent l'instrumentation du système durant la microfabrication, donc le montage et l'adaptation de microcanaux dédiés à la mesure thermique.

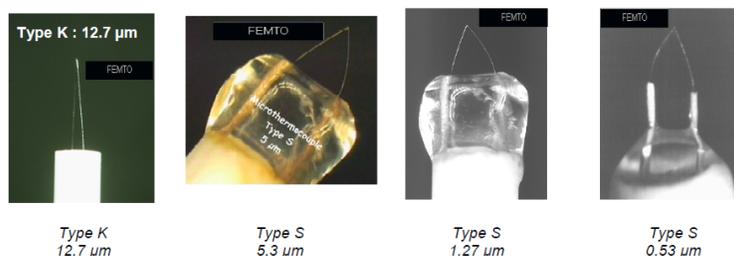


FIGURE 2.20 – Microthermocouples pour applications microfluidiques (extrait de [47])

L'évolution des technologies a permis d'équiper les caméras IR avec des objectifs optiques de différentes tailles et offrant de multiples choix de résolution spatiale. Ainsi, il est possible de passer de l'échelle humaine (métrique) à des échelles plus fines (micrométriques). En effet, sur les caméras actuelles, avec un objectif classique 25 mm, la résolution spatiale est de l'ordre de 250 μm , mais en utilisant un objectif microscope, il est possible d'atteindre une résolution spatiale de 7 μm . De plus, la TIR est non intrusive et ne nécessite aucune modification directe sur les puces microfluidiques.

La TIR permet donc de conserver les puces microfluidiques dédiées à chaque application, et de les caractériser thermiquement, sans intrusion dans le système, avec une résolution spatiale aussi bonne que les méthodes optiques existantes. Néanmoins, les quelques inconvénients de la TIR sont la difficulté de mesure de température absolue et les problèmes liés à l'émissivité.

2.3 Couplage microfluidique et TIR

2.3.1 Utilisation de la TIR sous écoulements

La TIR appliquée aux fluides s'est développée dans différents domaines, notamment celui de la caractérisation des échanges thermiques par convection. Depuis les premiers travaux de Thoman et Frisk en 1967 sur la caractérisation des transferts thermiques grâce à une caméra IR [94], la littérature sur le sujet s'est assez diversifiée. Astarita *et al.* ont décrit les avantages et la puissance de l'outil TIR dans des applications thermiques-fluidiques pour la mesure de flux convectifs [1]. Certaines études se concentrent sur l'estimation du coefficient de convection, généralement exprimé au travers du nombre de Nusselt [2]. Par exemple, Carlomagno *et al.* ont travaillé sur des écoulements d'air dans de nombreuses configurations et géométries. Ils sont parvenus à estimer le coefficient de convection et ont ainsi pu détecter des caractéristiques liées à l'écoulement. Buchlin *et al.* ont également travaillé sur l'estimation de coefficient de convection grâce à la TIR mais en se focalisant sur des conditions bien particulières telles que l'impact d'un jet. Pour cela, une plaque solide chaude est placée dans une conduite d'air pour déterminer le coefficient de convection forcée [11, 12, 13, 14]. La figure 2.21 illustre des exemples d'estimations du nombre de Nusselt obtenus par Herrero et Buchlin [58] lors d'expériences de jets d'air impactant sur une surface plane.

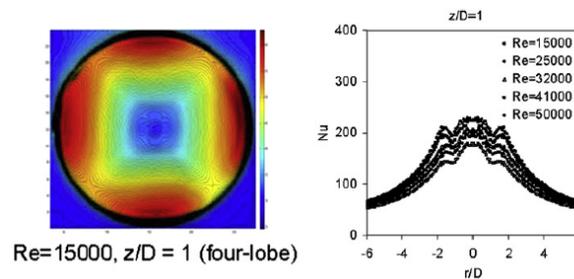


FIGURE 2.21 – Estimation du Nusselt (échanges convectifs) lors de jets d'air impactant sur une surface plane (extrait de [58])

La richesse des études démontre l'intérêt du couplage fluide-TIR pour l'estimation de paramètres, néanmoins ces travaux ont été effectués à l'échelle macroscopique, sur des écoulements gazeux la plupart du temps.

2.3.2 Microfluidique : compétition entre convection et diffusion

En microfluidique, la réduction de taille augmente considérablement le rapport surface/volume. Guo *et al* [30] font partie des premiers auteurs qui ont travaillé sur l'impact de cette augmentation des effets de surface sur le régime d'écoulement et le transfert de chaleur. Par exemple, ils ont montré l'influence de la rugosité aux parois qui engendre une transition prématurée du régime laminaire au régime turbulent, en comparaison avec les échelles macroscopiques. Ils ont également évoqué l'importance de la prise en compte des effets de géométrie, de la conduction axiale dans le fluide et des erreurs de mesures aux parois du microcanal. Ces phénomènes sont responsables de la différence de comportement fluide et thermique en microfluidique, par rapport aux échelles conventionnelles.

Il existe donc en microfluidique une réelle compétition entre la convection dans le fluide et la diffusion pariétale, qui n'a pas lieu lors d'écoulements classiques. Des études ont été menées sur l'importance de la diffusion axiale [56], et les biais introduits par la mesure de température pariétale [6]. Il est nécessaire d'instrumenter correctement les parois d'un microcanal pour avoir accès à une information thermique rigoureuse.

Il a été démontré par Mollman *et al.* que la TIR pouvait être un outil très puissant dans la caractérisation thermique de microsystèmes [63]. Par exemple, ils ont observé une réaction de nitration dans un micro-réacteur ce qui a permis de localiser des points chauds témoignant d'une hétérogénéité de la réaction. Ils ont également décrit le cas de micro-échangeurs en verre (figure 2.22) et analysé deux modes de fonctionnement (co et contre courant) dans le but d'optimiser les performances.

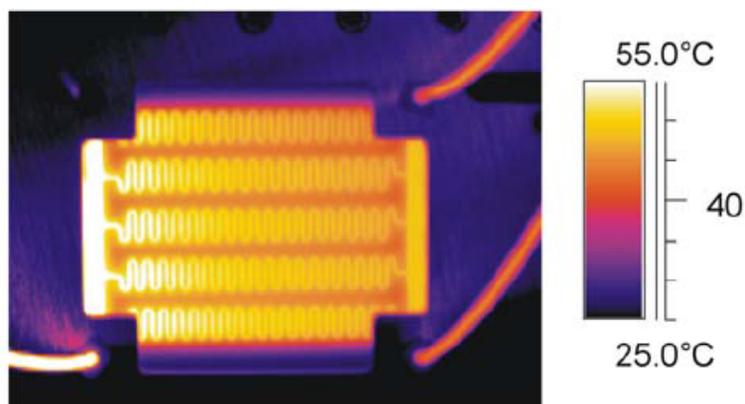


FIGURE 2.22 – Micro-échangeurs en verre construits par la société Mikroglas AG, (extrait de [63])

Toujours dans le domaine de la chimie, Reetz *et al.* ont suivi des réactions de catalyse enzymatique avec des précisions de l'ordre du mK [84]. Mais ces réactions réalisées à l'échelle microscopique n'ont pas été effectuées en microcanal. De plus, ces travaux restent qualitatifs.

Plus récemment, Pradère *et al.* se sont intéressés à la caractérisation des écoulements microfluidiques simples dans un premier temps, sans réaction chimique et en régime permanent, dans le but de pouvoir évoluer vers des systèmes plus complexes avec réaction chimiques [78]. Ces travaux ont été réalisés en parallèle avec le développement d'un milicalorimètre [33, 34] et ont ensuite permis la conception d'un microcalorimètre avec suivi et analyse thermique grâce à la TIR [35]. Par exemple, la figure 2.23 illustre un train de gouttes formées lors d'une réaction Acide/Base en microcanal. Les gouttes sont formées grâce à l'ajout d'une troisième phase (huile). Ces expériences ont permis de localiser précisément les zones de mélange et propices à la réaction, grâce à l'estimation du nombre de Peclet local. Dernièrement, les mêmes auteurs (Pradère *et al.*) ont pu établir une méthode de travail en régime permanent donnant accès à des informations sur la vitesse, la cinétique et l'enthalpie d'une réaction chimique [77].

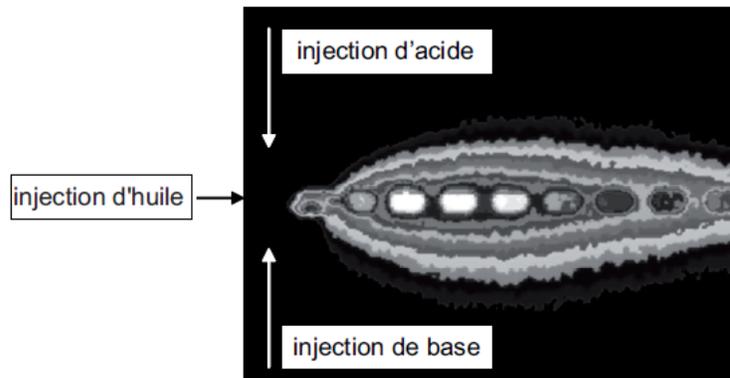


FIGURE 2.23 – Images d'un train de gouttes lors d'une réaction Acide/Base (extrait de [33])

Mais cette image fournit également une information très intéressante en dehors des limites du microcanal. En effet une forte propagation des isothermes est observée, qui justifie l'hypothèse de la compétition entre transport dans le fluide et diffusion pariétale. C'est pourquoi il est important de mettre en oeuvre la thermographie IR pour développer des techniques de mesure performantes sur l'ensemble de la puce microfluidique.

2.4 Étude thermique d'un écoulement microfluidique

Afin de mieux appréhender et comprendre les phénomènes de transferts mis en jeu dans un problème microfluidique, nous allons commencer par décrire le dispositif expérimental développé puis modéliser thermiquement un écoulement microfluidique. Une fois le problème modélisé, nous pourrons envisager un plan d'action expérimental ainsi que des méthodes de traitement, pour estimer les paramètres recherchés.

Le travail consiste à utiliser un banc de microfluidique classique, instrumenté avec une caméra IR permettant de visualiser la surface de la puce microfluidique. Les champs de température issus des enregistrements IR sont bidimensionnels. Il faut donc développer un protocole expérimental et une méthode d'inversion de ces champs de température, à l'aide d'un modèle 2D, ce qui permettra d'établir des cartographies de paramètres fluidiques et thermiques caractéristiques de l'écoulement.

2.4.1 Banc expérimental dédié aux puces microfluidiques classiques

Les puces microfluidiques utilisées sont construites à partir d'un collage PDMS/Verre (partie 2.1.1.2). Les dimensions de la puce et du microcanal peuvent être variables. Généralement, les puces utilisées sont longues de quelques centimètres, les épaisseurs de PDMS et de la lame de verre sont de 1 *cm* maximum et 170 μm , respectivement. Les microcanaux sont de section carrée et l'épaisseur varie entre 25 et 500 μm . Le banc expérimental est schématisé sur la figure 2.24 .

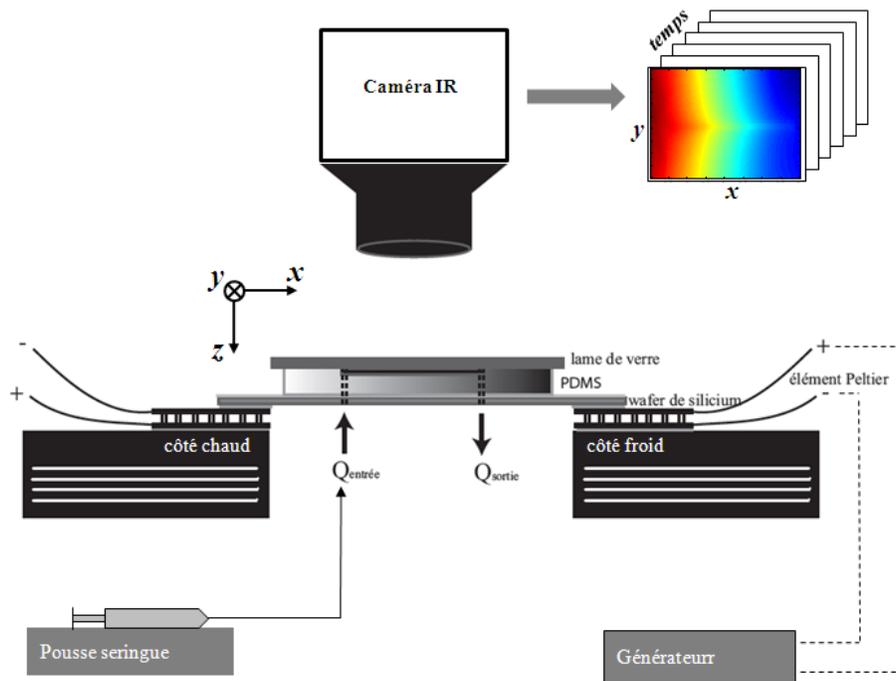


FIGURE 2.24 – Schéma du dispositif expérimental

La puce microfluidique est placée sous la caméra IR qui enregistre la scène thermique issue du microécoulement. Lorsqu'un terme source est dégagé au sein du microcanal (dissipation visqueuse, chimie...), l'élévation de température associée est directement enregistrée avec la caméra IR. Par contre, lorsqu'il n'y a pas de terme source (écoulement de fluide non visqueux, sans réaction chimique par exemple), le signal est accentué en créant un gradient thermique unidirectionnel entre l'entrée et la sortie du canal. Les isothermes de ce gradient thermique seront ensuite déformées par l'écoulement, et enregistrées avec la caméra IR. C'est la raison pour laquelle la puce microfluidique est déposée sur un dispositif permettant le contrôle thermique entre l'entrée et la sortie du microcanal. Ce dispositif de contrôle thermique est composé d'éléments Peltier orientés côté chaud vers le haut en entrée, côté froid vers le haut en sortie et alimentés en série par un générateur. L'avantage de ce dispositif est de pouvoir créer un gradient Chaud-Froid ou Froid-Chaud selon le branchement des éléments Peltier. Il est également possible de maintenir la température de la puce constante (chaude ou froide) si les éléments Peltier ont la même orientation. Les éléments Peltier sont placés sur des socles en aluminium équipés d'ailettes internes et de ventilateurs afin d'évacuer la chaleur qui pourrait s'accumuler sur leur face inférieure.

Dans le but de favoriser la création de ce gradient thermique, la puce microfluidique est en contact avec une plaque très conductrice (wafer de silicium) reliant les éléments Peltier. Le débit dans le microcanal est contrôlé via un pousse seringue. Les débits généralement dans ces conditions varient entre 0 et $1000 \mu L \cdot h^{-1}$.

2.4. ÉTUDE THERMIQUE D'UN ÉCOULEMENT MICROFLUIDIQUE

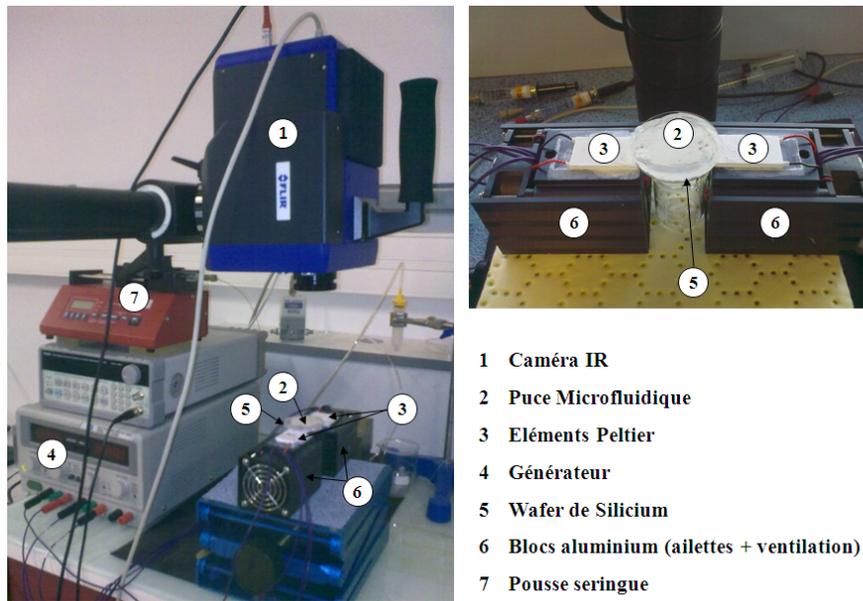


FIGURE 2.25 – Banc expérimental utilisé au laboratoire de l'I2M département TREFLE

La caméra IR utilisée est une Flir Orion SC7000 (multispectrale $1,5 \mu m - 5 \mu m$) équipée d'un objectif $25 mm$. L'acquisition des images IR se fait grâce au logiciel Altaïr. Les images sont ensuite exportées sous formes de matrice pour être exploitées avec le logiciel Matlab. Chaque film est donc une matrice cubique dont les dimensions sont x , y et t . Les champs de températures sont observés dans le plan (x, y) à la surface de la puce microfluidique.

2.4.2 Modélisation thermique en 2D

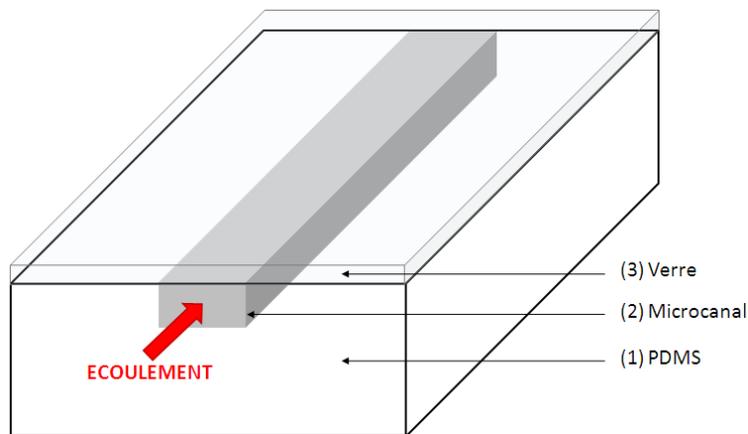


FIGURE 2.26 – Schéma d'une puce microfluidique.

L'équation générale de la chaleur est écrite pour un écoulement microfluidique dans une puce fabriquée selon le protocole PDMS/Verre décrit précédemment. Il a été montré que ce type de puce microfluidique

est composé de trois couches (figure 2.26) : un substrat en PDMS (1) dans lequel est creusé le microcanal (2) , recouvert d'une lame de verre (3).

Hypothèses pour le passage d'un phénomène thermique 3D à un modèle thermique 2D :

Chaque couche possède ses propres caractéristiques géométriques et thermiques. Le microcanal est de section rectangulaire avec un diamètre hydraulique de l'ordre de $d_h = 250 \mu m$. Le PDMS est un matériau isolant (conductivité thermique $\lambda_{PDMS} = 0,1 W.m^{-1}.K^{-1}$) et l'épaisseur de la couche est d'environ $1 cm$. La couche de verre est très fine (environ $170 \mu m$) et très conductrice (conductivité thermique $\lambda_g = 1 W.m^{-1}.K^{-1}$). Dans ces conditions, il est possible de négliger les transferts thermiques dans l'épaisseur (direction z), par rapport aux transferts thermiques dans le plan (x, y) et de supposer que la couche de verre agit comme un corps thermiquement mince. De plus, la caméra IR fournit des images en 2D à la surface du verre de la puce microfluidique. Compte tenu de ces deux informations, il est possible d'établir un modèle thermique en deux dimensions, bien que le phénomène réel soit effectivement en trois dimensions.

Un premier modèle thermique purement 2D a été écrit et utilisé, mais les estimations fournies par ce modèle ne sont pas suffisamment rigoureuses (voir Annexes A et B). C'est pourquoi ce modèle thermique 2D "pur" a été amélioré en prenant en compte les caractéristiques thermiques et géométriques de chaque couche. Au final, le modèle utilisé est appelé : modèle 2D "apparent".

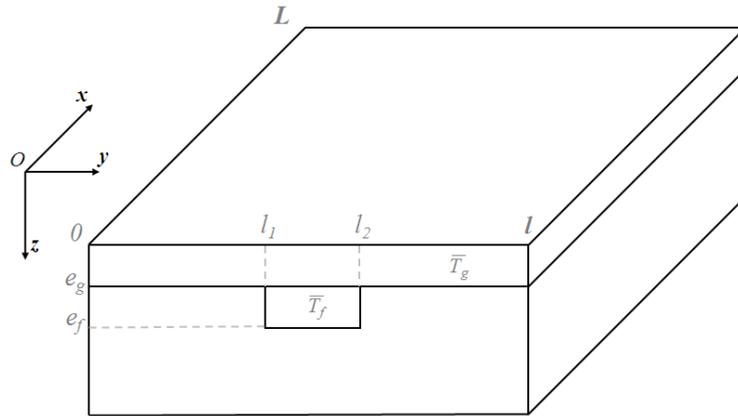


FIGURE 2.27 – Schéma pour la modélisation thermique d'une puce microfluidique

Les températures dans le fluide T_f et dans le verre T_g sont donc moyennées selon les expressions 2.15 et 2.16.

$$\bar{T}_g(x, y, t) = \frac{1}{e_g} \int_0^{e_g} T_g(x, y, z, t) dz \tag{2.15}$$

$$\bar{T}_f(x, y, t) = \frac{1}{(e_f - e_g)} \int_{e_g}^{e_f} T_f(x, y, z, t) dz \tag{2.16}$$

Si une réaction chimique a lieu au sein de l'écoulement microfluidique, ou si le fluide est visqueux, un terme source de production de chaleur doit être pris en compte. Ce terme source est également moyenné selon la direction z (équation 2.17), d'après les hypothèses émises auparavant.

2.4. ÉTUDE THERMIQUE D'UN ÉCOULEMENT MICROFLUIDIQUE

$$\overline{\varphi}_f(x, y, t) = \frac{1}{(e_f - e_g)} \int_{e_g}^{e_f} \varphi_f(x, y, z, t) dz \quad (2.17)$$

Le bilan dans le microcanal, c'est à dire dans le fluide s'écrit de la manière suivante (équation 2.18) :

$$\left| \lambda_f \frac{\partial T_f(x, y, z, t)}{\partial z} \right|_{e_g}^{e_f} + e_f \overline{\varphi}_f(x, y, t) + \lambda_f e_f \left(\frac{\partial^2 \overline{T}_f(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \overline{T}_f(x, y, t)}{\partial y^2} \right) = \rho_f C p_f e_f \left(v(x, t) \frac{\partial \overline{T}_f(x, y, t)}{\partial x} + \frac{\partial \overline{T}_f(x, y, t)}{\partial t} \right) \quad (2.18)$$

Avec les conditions limites thermiques ci-dessous :

- Flux imposés en entrée et en sortie de microcanal (équation 2.19). Dans le cas sans terme source, un gradient thermique monodimensionnel est créé entre l'entrée et la sortie selon l'axe x . Un flux chaud est imposé en entrée (ϕ_C) et un flux froid (ϕ_F) en sortie.

$$-\lambda_f \frac{\partial \overline{T}_f(x, y, t)}{\partial x} = \phi_C \text{ en } x = 0 \text{ et } -\lambda_f \frac{\partial \overline{T}_f(x, y, t)}{\partial x} = \phi_F \text{ en } x = L \quad (2.19)$$

- Adiabatique sur les parois latérales du microcanal (équation 2.20).

$$\frac{\partial \overline{T}_f(x, y, t)}{\partial y} = 0 \text{ en } y = l_1 \text{ et } y = l_2 \quad (2.20)$$

- Température initiale nulle dans le microcanal (équation 2.21).

$$\overline{T}_f(x, y, t) = 0 \text{ en } t = 0 \quad (2.21)$$

- Égalité des flux thermiques à l'interface fluide/verre (équation 2.22).

$$-\lambda_f \frac{\partial T_f(x, y, z, t)}{\partial z} = -\lambda_g \frac{\partial T_g(x, y, z, t)}{\partial z} \text{ en } z = e_g \quad (2.22)$$

- Adiabatique sur la paroi inférieure du microcanal (équation 2.23).

$$\frac{\partial T_f(x, y, z, t)}{\partial z} = 0 \text{ en } z = e_f \quad (2.23)$$

Le même bilan peut être écrit dans la couche de verre (équation 2.24), mais il n'y a pas de terme source, ni de terme de transport :

$$\left| \lambda_g \frac{\partial T_g(x, y, z, t)}{\partial z} \right|_0^{e_g} + \lambda_g e_g \left(\frac{\partial^2 \overline{T}_g(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \overline{T}_g(x, y, t)}{\partial y^2} \right) = \rho_g C p_g e_g \frac{\partial \overline{T}_g(x, y, t)}{\partial t} \quad (2.24)$$

Les mêmes conditions limites thermiques sont appliquées (équations 2.25 à 2.28).

$$-\lambda_g \frac{\partial \overline{T}_g(x, y, t)}{\partial x} = \phi_C \text{ en } x = 0 \text{ et } -\lambda_g \frac{\partial \overline{T}_g(x, y, t)}{\partial x} = \phi_F \text{ en } x = L \quad (2.25)$$

$$\frac{\partial \overline{T}_g(x, y, t)}{\partial y} = 0 \text{ en } y = 0_1 \text{ et } y = l \quad (2.26)$$

$$\overline{T}_g(x, y, t) = 0 \text{ en } t = 0 \quad (2.27)$$

$$-\lambda_f \frac{\partial T_f(x, y, z, t)}{\partial z} = -\lambda_g \frac{\partial T_g(x, y, z, t)}{\partial z} \text{ en } z = e_g \quad (2.28)$$

- Convection sur la surface supérieure de la couche de verre (équation 2.29).

$$-\lambda_g \frac{\partial T_g(x, y, z, t)}{\partial z} = hT_g(x, y, z, t) \text{ en } z = 0 \quad (2.29)$$

Il a été montré par Fudym et al. [25] qu'au delà d'un certain temps, d'une certaine distance et dans certaines conditions géométriques, il est possible de supposer un équilibre thermique entre les deux températures tel que (équation 2.30) :

$$\overline{T}_g = \overline{T}_f = T \quad (2.30)$$

Ce qui permet de reprendre les équations 2.18 et 2.24 pour écrire le bilan suivant (équation 2.31).

$$-hT(x, y, 0, t) + e_f \overline{\varphi}_f(x, y, t) + (\lambda_f e_f + \lambda_g e_g) \left(\frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial y^2} \right) = \rho_f C p_f e_f v(x, t) \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial x} + (\rho_f C p_f e_f + \rho_g C p_g e_g) \frac{\partial \overline{T}_g(x, y, t)}{\partial t} \quad (2.31)$$

L'objectif ici n'est pas de résoudre cette équation mais de la discrétiser pour établir un modèle. Puisque l'observable résultant de la mesure est le champ de température fourni par la caméra IR, c'est à dire une image constituée de pixels carrés sous forme de grille régulière, nous allons donc opter pour l'écriture des différences finies appliquée sur chaque pixel (i,j) de l'image et à chaque instant (k) .L'équation 2.31 s'écrit donc de la manière suivante (équation 2.33).

$$\Delta T_{i,j}^k + \Phi_{i,j}^k + H_{i,j}^k T_{i,j}^k = P e_{i,j}^{*k} T x_{i,j}^k + \left(\frac{1}{F O_{i,j}^{*k}} \right) T t_{i,j}^k \quad (2.32)$$

Il a été montré [77] que les pertes par convection sont largement plus faibles que les autres termes de l'équation, ce qui permet de les négliger. Le modèle thermique final est écrit selon l'équation 2.33.

$$\boxed{\text{LAPLACIEN} + \text{TERME SOURCE} = \text{TRANSPORT} + \text{DIFFUSION}}$$

$$\Delta T_{i,j}^k + \Phi_{i,j}^k = P e_{i,j}^{*k} T x_{i,j}^k + \left(\frac{1}{F O_{i,j}^{*k}} \right) T t_{i,j}^k \quad (2.33)$$

Avec tous les termes écrit de manière discrétisée (équations 2.34 à 2.39).

- Le **LAPLACIEN** :

$$\Delta T_{i,j}^k = (T_{i+1,j}^k + T_{i-1,j}^k + T_{i,j+1}^k + T_{i,j-1}^k - 4T_{i,j}^k) \quad (2.34)$$

- Le **TERME SOURCE** :

$$\Phi_{i,j}^k = \frac{e_f \overline{\varphi}_{f,i,j}^k \Delta x^2}{(\lambda_f e_f + \lambda_g e_g)} \quad (2.35)$$

- Le terme de TRANSPORT

Ce terme $Pe_{i,j}^{*k} Tx_{i,j}^k$, est composé du nombre de Peclet apparent (équation 2.36) et de la dérivée spatiale de la température selon x (équation 2.37). Le nombre de Peclet apparent Pe^* est proportionnel au nombre de Peclet réel Pe selon une constante $K1$, tenant compte des propriétés thermiques et géométriques de chaque couche.

$$Pe_{i,j}^{*k} = K1 \cdot \frac{v_{i,j}^k \cdot \Delta x}{af_{i,j}^k} \text{ et } K1 = \frac{1}{\left(1 + \frac{\lambda_g e_g}{\lambda_f e_f}\right)} \quad (2.36)$$

$$Tx_{i,j}^k = (T_{i,j+1}^k - T_{i,j}^k) \quad (2.37)$$

- Le terme de DIFFUSION

Ce terme $\left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}}\right) Tt_{i,j}^k$, est composé du nombre de Fourier apparent (équation 2.38) et de la dérivée temporelle de la température (équation 2.39). Le nombre de Fourier apparent Fo^* est proportionnel au nombre de Fourier réel Fo selon une constante $K2$, tenant compte des propriétés thermiques et géométriques de chaque couche.

$$Fo_{i,j}^{*k} = K2 \cdot \frac{af_{i,j}^k \cdot \Delta t}{\Delta x^2} \text{ et } K2 = \frac{\left(1 + \frac{\lambda_g e_g}{\lambda_f e_f}\right)}{\left(1 + \frac{\rho_g Cp_g e_g}{\rho_f Cp_f e_f}\right)} \quad (2.38)$$

$$Tt_{i,j}^k = (T_{i,j}^{k+1} - T_{i,j}^k) \quad (2.39)$$

Remarque :

La dérivée spatiale, le laplacien et la dérivée temporelle sont généralement rapportés au pas spatial Δx , à Δx^2 et au pas de temps Δt , respectivement. Mais ces constantes ont été substituées pour faire apparaître le nombre de Peclet. C'est pourquoi ces grandeurs sont définies seulement sous forme de différences.

2.5 Stratégie d'étude pour les travaux de thèse

Le modèle thermique 2D apparent peut s'écrire sous forme de blocs faisant apparaître : le laplacien, le terme source, le terme de transport et le terme de diffusion.

L'enjeu du travail de thèse est de pouvoir estimer les nombres de Peclet et Fourier, qui sont respectivement proportionnels à la vitesse et la diffusivité thermique. La connaissance de ces nombres est utile dans de nombreuses applications (simple détection d'écoulement, calculs de vitesse, réaction chimiques, terme source de changement de phase...) mais elle est surtout une étape intermédiaire dans le cas d'estimation d'un terme source. Cependant, les modèles décrits précédemment ne permettent pas une estimation simultanée. L'objectif est donc de définir une démarche de travail, un protocole expérimental et un corps de méthodes de calcul dans le but d'estimer séparément le nombre de Peclet et le Nombre de Fourier. Pour cela, une approche séquentielle a été adoptée. Dans un premier temps, le régime permanent est étudié (estimation

du nombre de Peclet). Ensuite nous travaillerons en régime transitoire (estimation du nombre de Fourier). Dans les deux régimes, il est possible de travailler avec ou sans terme source, selon les applications. Les méthodes d'estimation sont décrites plus en détail dans les chapitres concernés.

Le régime thermique permanent Lorsque qu'un simple écoulement de fluide peu visqueux (par exemple de l'eau) a lieu en régime permanent dans un microcanal, il n'y a pas de terme source, ni de terme de diffusion. L'équation 2.33 peut alors être ré-écrite de la manière suivante (équation 2.40).

$$\boxed{\text{LAPLACIEN} = \text{TRANSPORT}}$$

$$\Delta T_{i,j}^k = Pe_{i,j}^{*k} \cdot T x_{i,j}^k \quad (2.40)$$

=> Estimation du terme de transport

Dans ces conditions, il est possible d'estimer le nombre de Peclet apparent de manière directe. Lorsqu'il y a présence d'un terme source, par exemple une réaction chimique, les conditions sont telles que (équation 2.41) :

$$\boxed{\text{LAPLACIEN} + \text{TERME SOURCE} = \text{TRANSPORT}}$$

$$\Delta T_{i,j}^k + \Phi_{i,j}^k = Pe_{i,j}^{*k} T x_{i,j}^k \quad (2.41)$$

=> Estimation du terme source

Le modèle se présente sous la forme d'une équation à deux inconnues. Pour estimer le terme source $\Phi_{i,j}^k$, il faut élaborer un protocole expérimental astucieux dans le but de découpler les inconnues. Il faut donc faire une première étape de calibration du du Peclet apparent $Pe_{i,j}^{*k}$ dans le microsystème, sans terme source, en utilisant l'équation 2.40. Pour cela, il faut se référer à la méthode de corrélations utilisée et décrite dans le chapitre 3.

Le régime thermique transitoire Toujours dans le cas d'un simple écoulement de fluide non visqueux, sans terme source, le régime thermique transitoire se traduit par l'équation 2.43 :

Il n'est pas possible d'estimer simultanément les nombres de Peclet et Fourier apparents. Il faut donc définir un autre protocole expérimental permettant une estimation consécutive de ces deux nombres. En régime transitoire sans écoulement, le microsystème est en mode purement diffusif, en relaxation. Il est est alors régit par l'équation 2.42 :

$$\boxed{\text{LAPLACIEN} = \text{DIFFUSION}}$$

$$\Delta T_{i,j}^k = \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) T t_{i,j}^k \quad (2.42)$$

=> Estimation du terme de diffusion

2.5. STRATÉGIE D'ÉTUDE POUR LES TRAVAUX DE THÈSE

Dans ces conditions il est possible d'estimer directement le nombre de Fourier apparent. Puis, si un écoulement est appliqué dans le microcanal, sans attendre le régime permanent, le modèle thermique est alors défini par l'équation 2.43 et la connaissance du Fourier permet de faire une estimation indirecte du Peclet.

LAPLACIEN = TRANSPORT + DIFFUSION

$$\Delta T_{i,j}^k = Pe_{i,j}^{*k} T x_{i,j}^k + \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) T t_{i,j}^k \quad (2.43)$$

=> Estimation du terme de transport

Enfin, lorsque le nombre de Peclet et le nombre de Fourier sont connus, il est possible d'estimer un terme source en régime transitoire (équation 2.44). Toutes les méthodes d'estimation en régime transitoire sont détaillées dans le chapitre 4.

LAPLACIEN + TERME SOURCE = TRANSPORT + DIFFUSION

$$\Delta T_{i,j} + \Phi_{i,j}^k = Pe_{i,j}^k \cdot T x_{i,j} + \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^k} \right) T t_{i,j}^k \quad (2.44)$$

=> Estimation du terme source

2.6 Conclusion

Dans ce chapitre, il a été montré que la microfluidique est un domaine technologique largement utilisé aussi bien dans l'industrie que dans la recherche et aux multiples applications (chimie, biologie, analyse "Lab on Chip", MEMS "Micro Electro Mechanical Systems"...). Cependant, la microfluidique est encore récente et les perspectives d'améliorations sont prometteuses, à condition de bien maîtriser et contrôler certains paramètres thermiques et fluidiques.

Il existe de nombreuses méthodes de caractérisation à la fois fluidiques et thermiques. La micro-PIV ou les microthermocouples peuvent notamment être cités. Mais toutes les méthodes existantes possèdent deux inconvénients majeurs : elles sont intrusives et nécessitent une instrumentation lourde et difficile à mettre en oeuvre. C'est pourquoi il est nécessaire de développer de nouveaux outils de mesure plus simples et plus respectueux du milieu à caractériser.

Il a été démontré que la thermographie InfraRouge permet de s'affranchir des inconvénients rencontrés dans les autres méthodes, et que le couplage à la microfluidique est un moyen puissant de collecter énormément d'informations thermiques, en peu de temps et sur des surfaces très petites.

Un dispositif expérimental simple a été élaboré permettant d'utiliser des systèmes microfluidiques sans besoins d'instrumentation particuliers. Il consiste à mettre les puces microfluidiques sous gradient thermique et à enregistrer avec une caméra IR le champ de température de la déformation des isothermes en surface par l'action de l'écoulement dans les microcanaux. L'observable fournit par la caméra IR est la température sous forme de champs en deux dimensions. L'objectif est donc de bâtir une stratégie d'étude (expérimentale et numérique) basée sur une modélisation thermique en 2D d'un phénomène réel en 3D. Cette modélisation thermique montre que dans tous les cas, il apparaît 4 blocs principaux dans l'équation de la chaleur :

$$\text{LAPLACIEN} + \text{TERME SOURCE} = \text{TRANSPORT} + \text{DIFFUSION}$$

Il s'agit d'estimer consécutivement les propriétés fluidiques (TRANSPORT) et thermiques (DIFFUSION) par inversion des champs de températures. Pour cela, un protocole expérimental original alternant entre le régime thermique transitoire et le régime thermique permanent a été mis en place. Les objectifs de ce travail de thèse sont donc d'étudier les microsystèmes fluidiques :

- En régime thermique permanent (Chapitre 3)
- En régime thermique transitoire (Chapitre 4)

L'objectif final étant de pouvoir estimer des TERMES SOURCES quelque soit l'application (Chapitre 5).

Chapitre 3

MÉTHODE D'ESTIMATION DU TERME DE TRANSPORT EN RÉGIME PERMANENT : CARTOGRAPHIES DE NOMBRE DE PECKET

Résumé du chapitre :

L'objectif du travail en régime permanent est de développer une méthode permettant d'estimer un paramètre important du terme de TRANSPORT : le nombre de Peclet, qui est proportionnel à la vitesse. Cette étude en régime permanent constitue une étape préliminaire avant de pouvoir effectuer des estimations plus avancées sur l'équation de la chaleur (terme de diffusion et terme source) pour des systèmes microfluidiques.

Ce chapitre décrit la méthode inverse développée pour estimer le nombre de Peclet. Cette méthode est basée sur le calcul d'un coefficient de corrélation spatiale permettant de lier l'observable (température) et le paramètre à estimer (nombre de Peclet) en utilisant un modèle thermique approprié. Cette méthode présente l'avantage de trier statistiquement les données par rapport à un modèle physique. Ainsi, il est possible de sélectionner uniquement les zones optimales pour les estimations, et de représenter des cartographies de paramètres estimés. Dans un premier temps, la méthode sera validée à partir de simulations numériques d'écoulements microfluidiques en 2D et en 3D. Cela a permis de concevoir des bancs expérimentaux et de développer une méthode de mesure ainsi qu'une procédure expérimentale afin d'utiliser la méthode inverse sur des applications concrètes. Cette méthode d'estimation sera reprise au Chapitre 5 pour détecter une source de chaleur dégagée par une réaction chimique exothermique et calculer l'enthalpie de cette réaction. Finalement, les possibilités d'extension de la méthode sont testées pour détecter des écoulements microfluidiques présentant des géométries complexes, ce qui est intéressant pour la caractérisation des milieux poreux, des écoulements sanguins ou des micro-échangeurs.

3.1 Résolution numérique du problème direct

D'après le modèle décrit au chapitre précédent, il est possible de générer des champs de température numériques correspondant à des écoulements microfluidiques en régime thermique permanent. Les champs de températures seront générés à partir de simulation 3D et 2D. Ainsi, il sera possible de vérifier la concordance des résultats obtenus. La méthode inverse sera testée et validée à partir de ces cas numériques, puis elle sera appliquée à des cas expérimentaux.

3.1.1 Simulations numériques 3D

La taille caractéristique d'une puce microfluidique est indiquée dans la partie 2.4.1. Pour les besoins des simulations, la taille du système étudié est réduite afin de ne pas surcharger ni le maillage ni le temps de calcul (figure 3.1). Néanmoins, les rapports d'épaisseurs entre les différentes couches sont conservés.

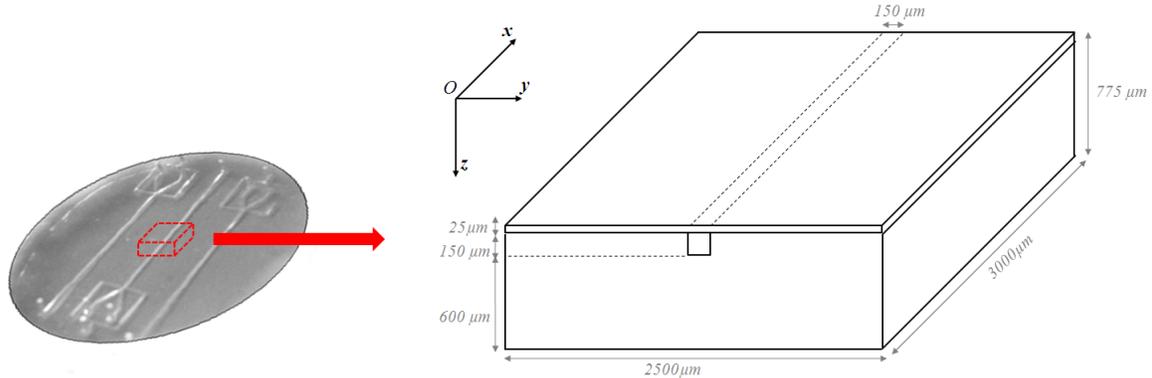


FIGURE 3.1 – Schéma de la géométrie et des dimensions réduites de la puce microfluidique pour les simulations 3D

Le maillage à appliquer pour les simulations est soumis à quelques contraintes à la fois numériques et expérimentales. En effet, afin de se retrouver dans les mêmes conditions que les mesures obtenues par la caméra IR (pixels carrés), un maillage régulier carré est imposé, c'est à dire que $\Delta x = \Delta y$. Il est également nécessaire d'avoir suffisamment de mailles dans chaque couche pour une simulation rigoureuse. La couche limitante pour le nombre minimum de mailles est la couche de verre. Un pas $\Delta x = 25 \mu m$ est défini, créant donc un maillage régulier de $120 \times 100 \times 31$ sur lequel les conditions aux limites détaillées dans la figure 3.2 et le tableau 3.1 sont appliquées.

Note :

Les simulations ont été effectuées avec le code Thétis, développé au sein du département TREFLE de l'I2M. Les limites sont repérées par INF, SUP, ARRIÈRE, AVANT, GAUCHE, DROITE qui sont les mots clés utilisés dans ce code Thetis. Les codes sont disponibles en Annexes D et E.

Il est important de rappeler que dans le cas d'écoulement sans terme source, un gradient thermique est volontairement créé entre l'entrée et la sortie du microcanal. Cela permet l'analyse par méthode inverse du gradient de température ainsi déformé sous l'effet de l'écoulement.

3.1. RÉOLUTION NUMÉRIQUE DU PROBLÈME DIRECT

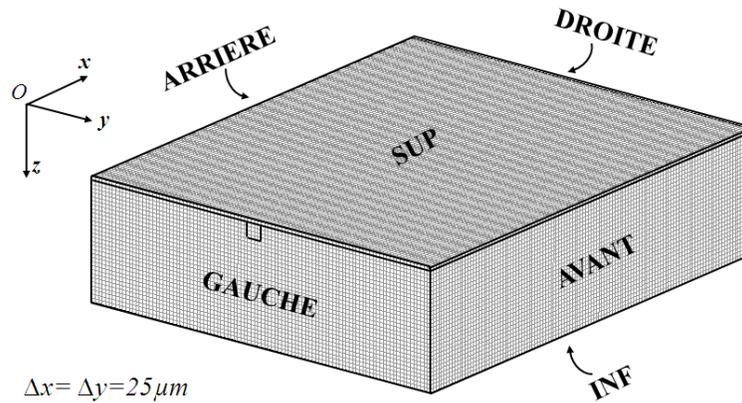


FIGURE 3.2 – Schéma du maillage et nomenclature des conditions limites pour les simulations 3D

Le gradient thermique est simulé numériquement grâce aux conditions limites en températures imposées à GAUCHE et à DROITE. Le profil de température est linéaire entre ces deux valeurs imposées. Une température chaude est imposée sur la limite GAUCHE ($T = 0,1 K$) et une température froide sur la limite DROITE ($T = 0 K$). Toutes les autres faces du bloc sont soumises à des pertes par convection, pour lesquelles le coefficient h est estimé selon l'équation 3.1 (convection naturelle dans l'air pour une plaque horizontale orientée vers le haut) [101] :

$$h = 1,32 \cdot \left(\frac{\delta T}{L} \right)^{0,25} \quad (3.1)$$

Avec,

δT , l'écart de température maximal (en K) entre la plaque horizontale et l'air ambiant. L , la longueur (en m) de la plaque horizontale. Dans notre cas, $\delta T = 0,1 K$ et $L = 3000 \mu m$, ce qui donne un coefficient de convection de $h = 3,5 W.m^{-2}K^{-1}$. Une valeur de $h = 5 W.m^{-2}K^{-1}$ sera imposée.

Sur la limite GAUCHE, une vitesse est imposée uniquement pour la section d'entrée du microcanal. Le reste de la limite est défini comme une paroi. La limite DROITE est également définie comme une paroi sauf pour la section de sortie du microcanal où une condition de type libre (vitesse non imposée mais calculée par la simulation) est appliquée.

Limite	Condition en température	Condition en vitesse
GAUCHE	Température imposée $T = 0,1 K$	Vitesse imposée dans la section du microcanal
DROITE	Température imposée $T = 0 K$	Vitesse libre dans la section du microcanal
SUP	Flux convectif ($h = 5 W.m^{-2}K^{-1}$)	Vitesse nulle (paroi)
INF	Flux convectif ($h = 5 W.m^{-2}K^{-1}$)	Vitesse nulle (paroi)
ARRIÈRE	Flux convectif ($h = 5 W.m^{-2}K^{-1}$)	Vitesse nulle (paroi)
AVANT	Flux convectif ($h = 5 W.m^{-2}K^{-1}$)	Vitesse nulle (paroi)

TABLE 3.1 – Conditions aux limites utilisées pour les simulations 3D

Toutes les simulations en régime permanent sont effectuées à débit constant. Les puces microfluidiques utilisées expérimentalement permettent de travailler dans une gamme de vitesse comprise entre 0 et $10 mm.s^{-1}$. Nous allons donc tester quelques valeurs de débits correspondant à cette gamme en imposant

une vitesse moyenne pour un profil de Poiseuille (tableau 3.2), calculée selon la géométrie du canal (section carrée de $150 \mu m$ de côté).

débit, Q ($\mu L.h^{-1}$)	180	270	360	450	540
vitesse moyenne, v ($mm.s^{-1}$)	2,22	3,33	4,44	5,56	6,67
vitesse max, v ($mm.s^{-1}$)	3,33	4,99	6,66	8,34	10,0

TABLE 3.2 – Correspondance entre débits et vitesses imposées pour les simulations

Obtention du régime permanent Pour ne pas surcharger le calcul en 3D, le pas de temps et le nombre d'itérations indiqués ci-dessous sont choisis, ce qui permet d'atteindre le régime thermique stationnaire :

- Itérations : 10
- Pas de temps : 6 s
- Temps simulé : 60 s

La figure 3.3 montre des exemples de champs de température à la surface du verre à $t = 0 s$ et $t = 60 s$, pour un débit de $Q = 180 \mu L.h^{-1}$.

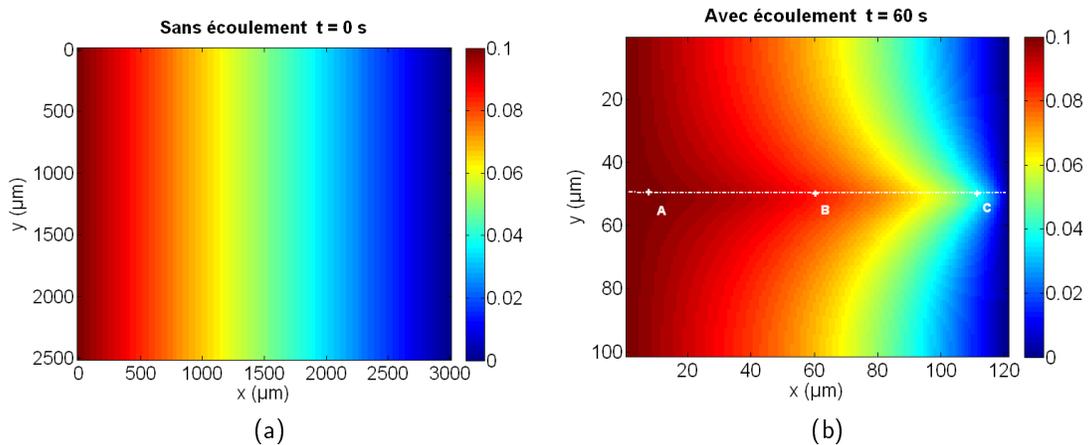


FIGURE 3.3 – Champs de température obtenus à la surface du verre pour les simulations 3D. (a) Sans écoulement et (b) avec écoulement en régime permanent $Q = 180 \mu L.h^{-1}$

L'évolution de la température est tracée en trois points du microcanal (A, B, et C) afin de vérifier si le régime permanent est bien atteint en fin de simulation (figure 3.4). Le régime permanent est atteint à partir de $t = 40 s$. Les travaux en régime permanent seront effectués sur une image moyenne obtenue à partir de toutes les images calculées entre $t = 40 s$ et $t = 60 s$.

3.1. RÉOLUTION NUMÉRIQUE DU PROBLÈME DIRECT

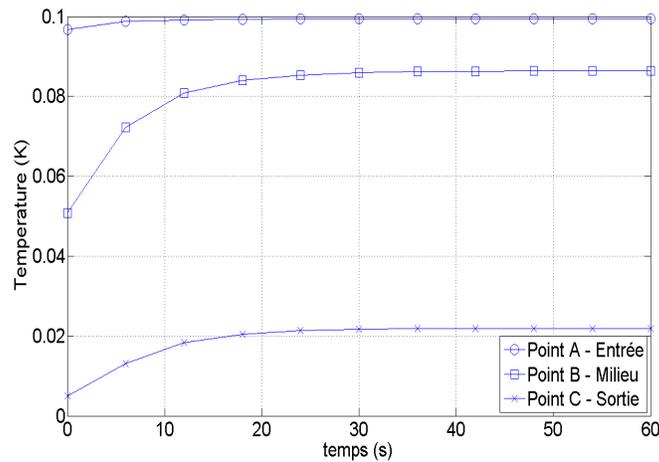


FIGURE 3.4 – Évolution de la température aux points A, B, et C en fonction du temps

Avec la caméra IR, seulement la température de surface de surface est mesurée. Il faut donc vérifier l'hypothèse d'équilibre local entre la température moyenne du fluide T_f et la température à la surface du verre T_g (équation 2.30). Pour cela l'évolution de ces deux températures est représentée en fonction de la longueur du microcanal (figure 3.5) selon l'axe longitudinal passant par A,B et C.

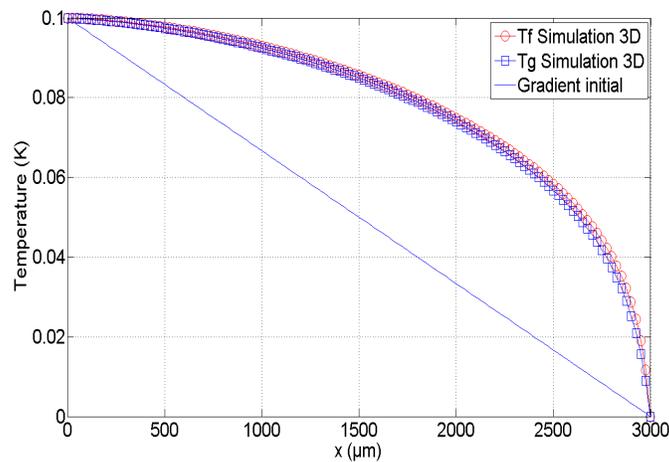


FIGURE 3.5 – Température en fonction de la longueur de la puce en régime permanent. Vérification de l'équilibre thermique local entre la température du verre (T_g) et du fluide (T_f)

Il apparaît clairement que l'écoulement a perturbé le gradient de température initial, comme attendu. Il est également possible de voir qu'en tout point du microcanal, la température du verre T_g est identique à la température du fluide T_f , ce qui confirme l'hypothèse d'équilibre thermique local et permet de traiter les champ de température selon un modèle 2D apparent (voir partie 2.4.2).

Cependant, il faut aussi vérifier la validité du modèle 2D pur, énoncé en Annexes. Pour cela, d'autres simulations du problème direct mais en 2D uniquement sont effectuées.

3.1.2 Simulations numériques 2D dans le plan xy

Dans cette partie, le problème direct en 2D est résolu selon le modèle illustré à la figure 3.6. Les mêmes caractéristiques géométriques et fluidiques utilisées lors des simulations 3D sont appliquées mais selon le maillage et les conditions aux limites illustrées sur la figure 3.7 et dans le tableau 3.3.

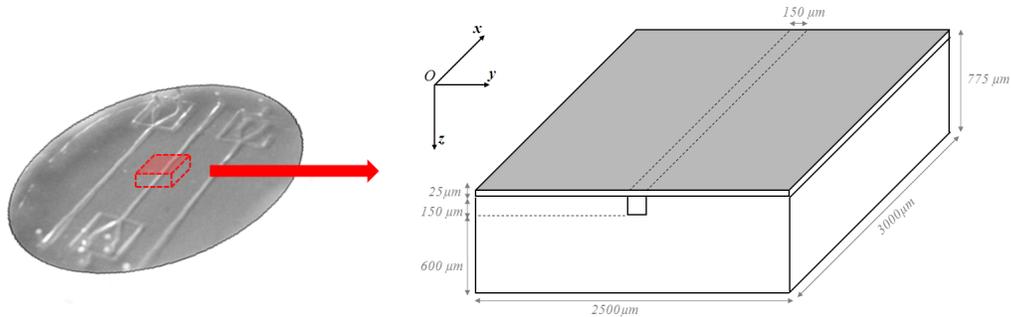


FIGURE 3.6 – Schéma de la géométrie et des dimensions réduites de la puce microfluidique pour les simulations

De même que pour les simulations 3D, un gradient thermique est imposé entre l'entrée et la sortie du microcanal, grâce aux conditions aux limites de température imposées à DROITE et à GAUCHE. Des pertes par convection sur les limites INF et SUP sont appliquées, en conservant le coefficient de convection défini empiriquement $h = 5 \text{ W.m}^{-2}\text{K}^{-1}$ (équation 3.1).

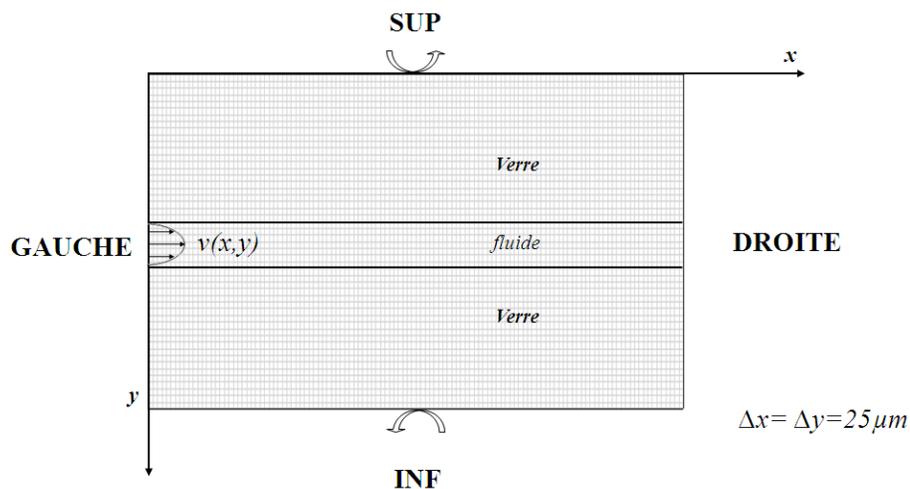


FIGURE 3.7 – Schéma du maillage utilisé pour les simulations 2D pur- Verre/Fluide/Verre

3.1. RÉOLUTION NUMÉRIQUE DU PROBLÈME DIRECT

Limite	Condition en température	Condition en vitesse
INF	Flux convectif ($h = 5 \text{ W.m}^{-2}\text{K}^{-1}$)	Vitesse nulle (paroi)
SUP	Flux convectif ($h = 5 \text{ W.m}^{-2}\text{K}^{-1}$)	Vitesse nulle (paroi)
GAUCHE	Température imposée $T = 0,1 \text{ K}$	Vitesse imposée entre l_1 et l_2 (profil de type Poiseuille)
DROITE	Température imposée $T = 0 \text{ K}$	Vitesse libre entre l_1 et l_2

TABLE 3.3 – Conditions limites pour les simulations 2D en coupe XY

Le régime permanent est simulé selon les mêmes conditions numériques (pas de temps, itérations) que lors des simulations 3D. La figure 3.8 représente les champs de température correspondant au gradient thermique initial et au régime permanent pour un débit de $Q = 180 \mu\text{L.h}^{-1}$.

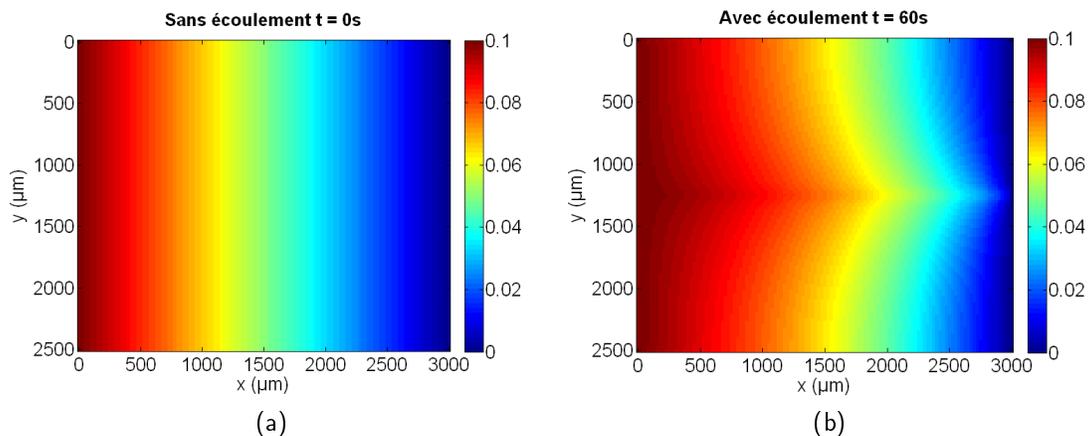


FIGURE 3.8 – Champs de température simulés avec le modèle 2D pur
(a) Sans écoulement et (b) avec écoulement en régime permanent $Q = 180 \mu\text{L.h}^{-1}$

Les isothermes obtenues sont similaires à celles des simulations 3D. Le profil de température selon l'axe longitudinal du microcanal est tracé et comparé à ceux obtenus lors des simulations 3D (figure 3.9). Le profil de température obtenu avec les simulations 2D est très proche de celui obtenu avec les simulations 3D. Par contre, les valeurs de température sont en tout point légèrement plus faibles. En effet, dans cette configuration, les couches de verre de part et d'autre du microcanal favorisent la diffusion pariétale qui est en réalité plus faible dans le PDMS, ce qui engendre une diminution de la température.

3.1.3 Conclusion partielle

Les simulations en 3D permettent de modéliser un écoulement microfluidique de manière assez précise et de valider l'hypothèse d'équilibre thermique entre la température du verre et la température moyenne du fluide.

Les simulations en 2D ont montrées l'importance de la prise en compte de la diffusion dans le plan (x, y) . En effet, de par les conductivités thermiques du verre et du PDMS, la diffusion pariétale est plus importante dans le verre que dans le PDMS. La chaleur ainsi transférée dans la lame de verre est aussitôt diffusée dans le plan (x, y) , comme le montre la figure 3.10.

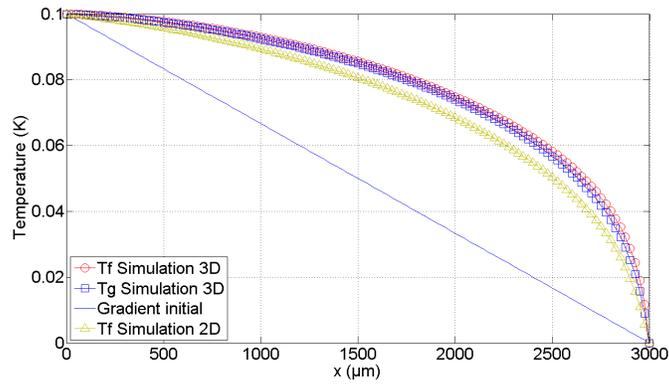


FIGURE 3.9 – Profils de température en fonction de la longueur de la puce. Comparaison entre les températures des simulations 3D et 2D

Les simulations en 2D sont relativement proches des simulations 3D. Dans le cas de géométries complexes, le volume du maillage 3D augmente très rapidement et devient difficile à gérer. Il est donc possible de travailler sur des simulations 2D. Les simulations 3D seront conservées pour le cas de microcanaux droit, et les simulations 2D seront utilisées lorsque la géométrie ne permet pas de travailler en 3D.

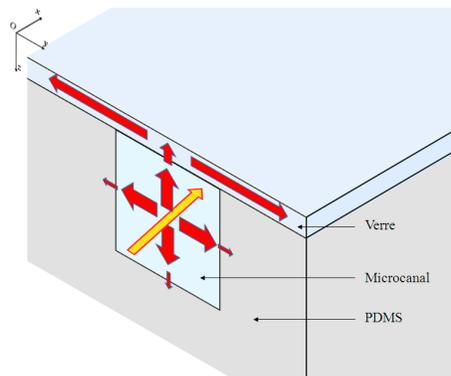


FIGURE 3.10 – Schéma de la diffusion pariétale et dans le plan autour du microcanal

3.2 Mise au point de la méthode d'estimation

3.2.1 Méthode de corrélation spatiale

Il a été démontré qu'en régime permanent, sans terme source et dans le cas d'un fluide non visqueux, l'équation de la chaleur pouvait s'écrire de la manière suivante (équation 3.2) :

$$\Delta T_{i,j} = Pe_{i,j}^* T x_{i,j} \quad (3.2)$$

En supposant que la température est prise comme observable, ce type d'équation est assimilable à une fonction affine sans ordonnée à l'origine (équation 3.3) :

$$Y = a.X \quad (3.3)$$

En probabilité et en statistique, il est possible de caractériser la liaison entre les deux paramètres ou variables X et Y , par le coefficient de corrélation linéaire (équation 3.4). Il est défini comme le rapport de la covariance entre X et Y avec le produit des écart-types de X et de Y . Il est aussi appelé coefficient d'interpolation linéaire puisqu'il est souvent utilisé pour vérifier la linéarité d'une série de points.

$$S_{X,Y} = \frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X}) \cdot (Y_i - \bar{Y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2} \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^N (Y_i - \bar{Y})^2}} \quad (3.4)$$

N , étant le nombre de points considérés pour le calcul.

\bar{X} et \bar{Y} les valeurs moyennes des variables X et Y sur l'intervalle des N points considérés.

Si le coefficient de corrélation est égal à 1, cela signifie que les deux variables X et Y sont parfaitement corrélées, sur le nombre de points N . Il est alors possible d'estimer le paramètre a par méthode inverse de type Gauss Markov [8] selon la relation 3.5 :

$$a = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad (3.5)$$

Plus ce coefficient de corrélation est éloigné de 1, moins la relation linéaire entre X et Y est vérifiée (figure 3.11).

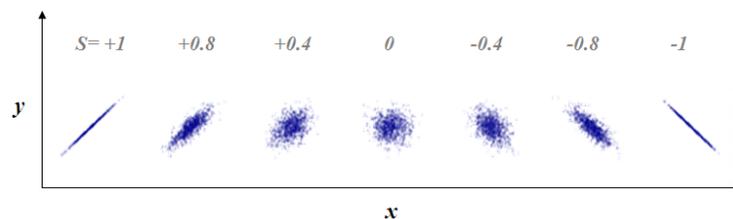


FIGURE 3.11 – Exemples de valeurs du coefficient de corrélation

La figure 3.12 montre qu'il est possible de calculer le coefficient de corrélation sur la totalité d'une série de points (10 points par exemple). Mais il est également possible de fragmenter le calcul sur un intervalle plus restreint et de vérifier la valeur du coefficient de corrélation local (sur 3 points par exemple). Il est ainsi possible de faire glisser cette fenêtre de 3 points tout au long de la série de données.

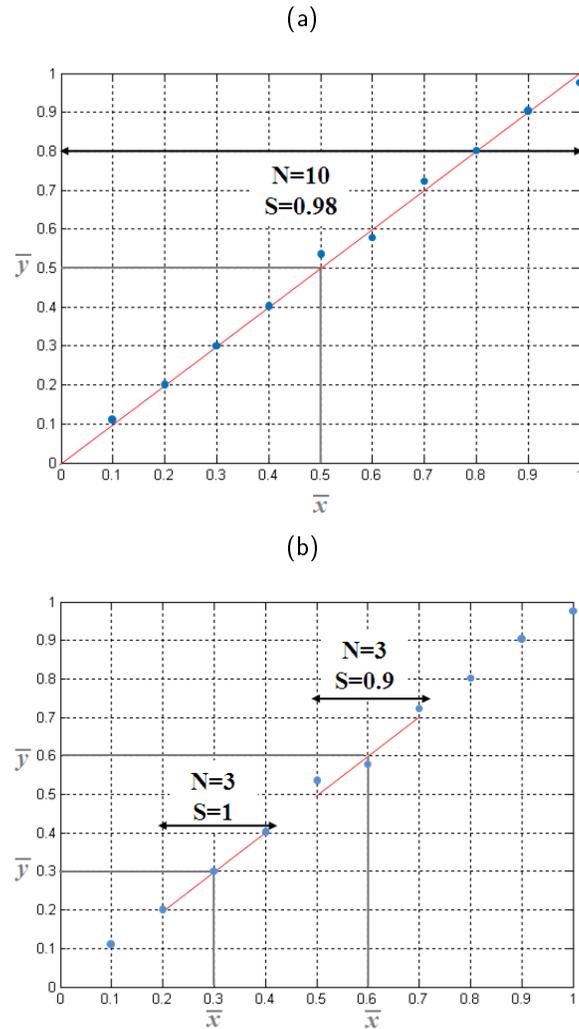
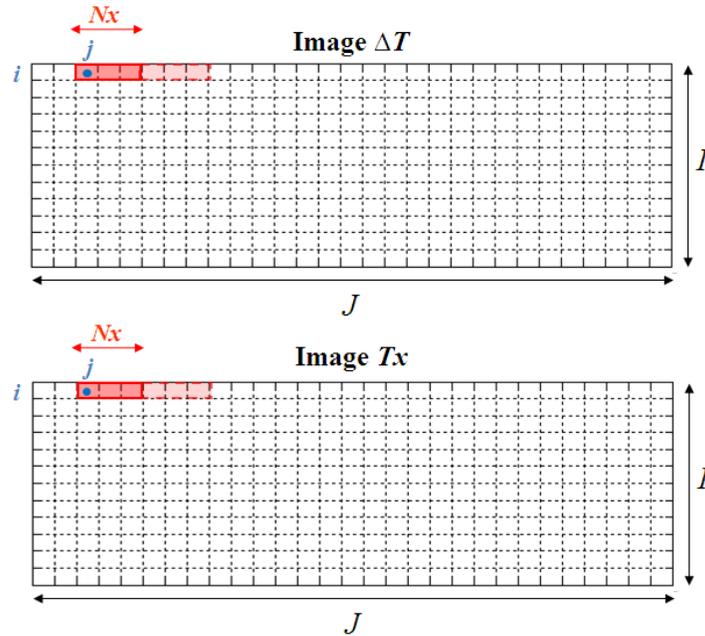


FIGURE 3.12 – Fenêtrage sur N points pour le calcul du coefficient de corrélation (a) sur une série complète et (b) avec fenêtre glissante

Ce coefficient de corrélation sera utilisé comme un outil statistique pour vérifier la validité de la relation 3.2, et donc du modèle thermique. Dans ce cas, $\Delta T_{i,j}$ et $Tx_{i,j}$ sont des pixels localisés sur les images du laplacien ΔT et de la dérivée spatiale Tx . Nous allons donc analyser la corrélation locale entre N pixels pris sur l'image ΔT et N pixels pris sur l'image Tx (voir équation 3.6 et figure 3.13). Pour cela, un fenêtrage spatial glissant Nx est défini, correspondant au nombre de pixels sélectionnés pour vérifier la relation.

$$Sx_{i,j} = \frac{\sum_{j=n}^{n+Nx} ((\Delta T_{i,j} - \overline{\Delta T_{i,j}}) \cdot (Tx_{i,j} - \overline{Tx_{i,j}}))}{\sqrt{\sum_{j=n}^{n+Nx} (\Delta T_{i,j} - \overline{\Delta T_{i,j}})^2} \cdot \sqrt{\sum_{j=n}^{n+Nx} (Tx_{i,j} - \overline{Tx_{i,j}})^2}} \quad \text{pour } n \in [1; (J - Nx)] \quad (3.6)$$


 FIGURE 3.13 – Fenêtrage spatial Nx pour le calcul du coefficient de corrélation Sx

Lorsque le coefficient de corrélation tend vers 1, une inversion avec un estimateur de type Gauss Markov est appliquée (équation 3.5). Cela signifie que la relation 3.2 est vérifiée au pixel considéré et donc qu'il est possible d'estimer le nombre de Peclet local (équation 3.7). Par contre, si le coefficient de corrélation est différent de 1, alors il n'existe aucune relation entre le laplacien et la dérivée spatiale, ce qui rend impossible l'estimation du nombre de Peclet sur le pixel considéré (équation 3.8)

$$Pe_{i,j} = Sx_{i,j} \cdot \frac{\sqrt{\sum_{j=n}^{n+Nx} (\Delta T_{i,j})^2}}{\sqrt{\sum_{j=n}^{n+Nx} (Tx_{i,j})^2}} \quad \text{lorsque } Sx_{i,j} \rightarrow 1 \quad (3.7)$$

$$Pe_{i,j} = 0 \quad \text{lorsque } Sx_{i,j} \neq 1 \quad (3.8)$$

3.2.2 Protocole d'estimation du Peclet

Afin de conserver uniquement l'information thermique provenant de l'écoulement, deux champs de températures sont distingués :

- Soit T_0 le champ de température initial, sans écoulement, avec uniquement le gradient thermique (figure 3.14). L'équation qui régit ce type de transfert de chaleur est donc (équation 3.9) :

$$\Delta T_{0,i,j} + \Phi_{i,j} = 0 \quad (3.9)$$

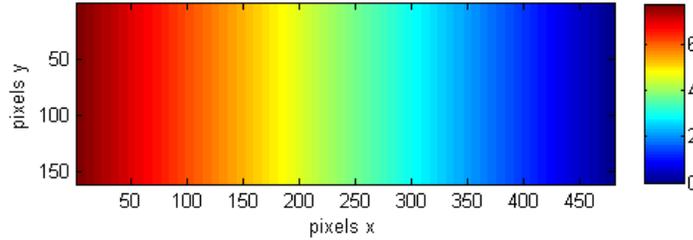


FIGURE 3.14 – Champ de température T_0 (gradient thermique initial)

- Soit T le champ de température en régime permanent lorsque l'écoulement est établi dans le microcanal (figure 3.15). L'équation de la chaleur est alors différente et s'écrit de la manière suivante (équation 3.10) :

$$\Delta T_{i,j} + \Phi_{i,j} = Pe_{i,j}^* T x_{i,j} \quad (3.10)$$

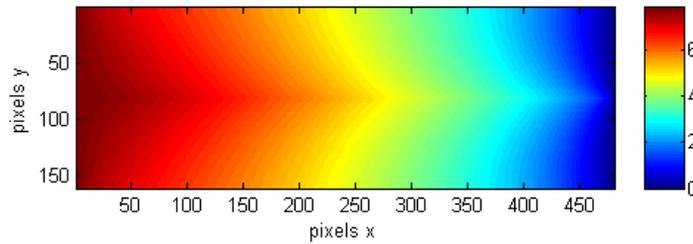


FIGURE 3.15 – Champ de température T (gradient thermique initial + écoulement)

Un principe de superposition qui consiste à effectuer la différence $(T - T_0)$ est appliqué dans le but d'éliminer le gradient thermique et de conserver uniquement l'information thermique provenant de l'écoulement (figure 3.16). La température réduite sera notée T^* . En faisant la soustraction de l'équation 3.10 par l'équation 3.9, le système devient :

$$\Delta T_{i,j}^* = Pe_{i,j}^* T x_{i,j} \quad (3.11)$$

où,

$$T^* = (T - T_0) \quad (3.12)$$

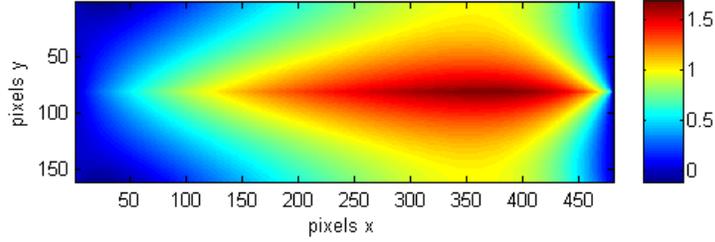


FIGURE 3.16 – Champ de température T^* (écoulement seul)

Il est important de calculer le laplacien du champ de température réduit T^* et la dérivée spatiale du champ de température brut T . Il s'agit donc de vérifier la valeur du coefficient de corrélation spatiale entre ΔT^* et T_x selon l'équation 3.13, dans le but d'estimer le nombre de Peclet comme décrit dans la partie 3.2.1.

$$Sx_{i,j} = \frac{\sum_{j=n}^{n+Nx} ((\Delta T_{i,j}^* - \overline{\Delta T_{i,j}^*}) \cdot (Tx_{i,j} - \overline{Tx_{i,j}}))}{\sqrt{\sum_{j=n}^{n+Nx} (\Delta T_{i,j}^* - \overline{\Delta T_{i,j}^*})^2} \cdot \sqrt{\sum_{j=n}^{n+Nx} (Tx_{i,j} - \overline{Tx_{i,j}})^2}} \quad \text{pour } n \in [1; (J - Nx)] \quad (3.13)$$

Grâce à cette méthode une estimation locale est réalisée, ce qui permet d'obtenir des cartographies du nombre de Peclet. Une étude est réalisée à partir des champs de températures issus des simulations 2D et 3D afin de vérifier la robustesse de cette méthode inverse. Cela permet de comparer les estimations aux valeurs théoriques imposées en simulation.

3.3 Validation de la méthode d'estimation

Dans un premier temps, des cas simples sont choisis pour tester la méthode inverse. Pour cela, les simulations 2D sont analysées en utilisant le modèle 2D pur décrit en Annexe A. Ce modèle permet d'estimer directement le nombre de Peclet réel, sans passer par le nombre de Peclet apparent. Ensuite, des cas plus proches de la réalité physique seront étudiés. Il s'agira donc de tester la méthode inverse sur les simulations 3D en utilisant le modèle thermique 2D apparent, décrit dans la partie 2.4.2, c'est à dire un modèle permettant d'estimer le nombre de Peclet apparent (équation 2.36), puis le nombre de Peclet réel avec l'intermédiaire de la constante $K1$.

3.3.1 Validation à partir des simulations numériques 2D

Pour les simulations en 2D, une nouvelle géométrie du système est définie dans le but de mieux visualiser ce qui se passe dans le microcanal (largeur augmentée à $250 \mu m$). La géométrie de ces cas numériques est illustrée sur la figure 3.17. Les conditions limites sont identiques à celles définies dans le tableau 3.3. Un bruit aléatoire gaussien à moyenne nulle correspondant à 0,01 % de la valeur maximale est ajouté aux champs de température issus des simulations.

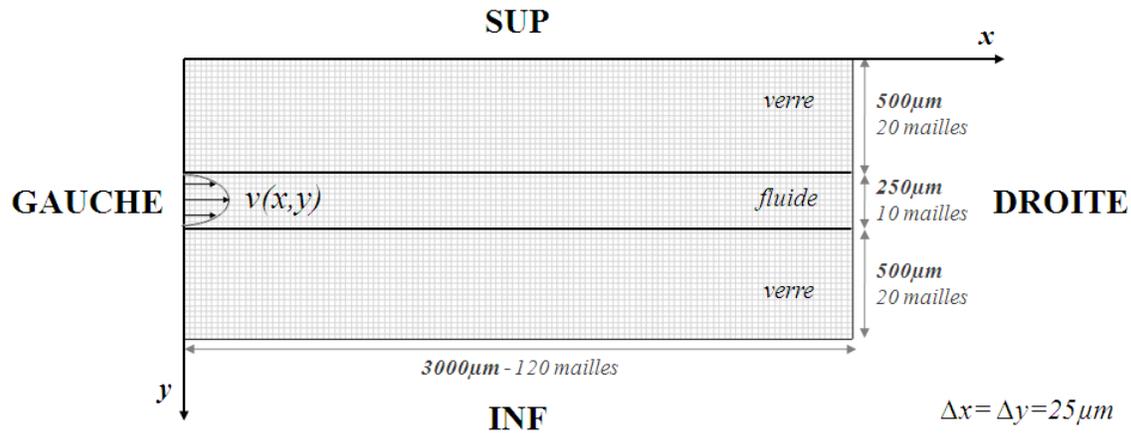


FIGURE 3.17 – Schéma de la géométrie et du maillage utilisé pour tester la méthode inverse en 2D

Le microcanal étant plus large, les débits imposés pour les simulations sont corrigés dans le but de respecter la gamme de vitesse expérimentale (voir le tableau 3.4).

débit, Q ($\mu\text{L.h}^{-1}$)	500	750	1000	1250	1500
vitesse moyenne, v (mm.s^{-1})	2,22	3,33	4,44	5,56	6,67
vitesse max, v (mm.s^{-1})	3,33	4,99	6,66	8,34	10,0

TABLE 3.4 – Correspondance entre débits et vitesses imposées pour les simulations

En régime permanent et avec le principe de superposition d'image (équation 3.12), il faut se rapporter au modèle suivant (équation 3.14).

$$\Delta T_{i,j}^* = Pe_{i,j} \cdot T x_{i,j} \quad (3.14)$$

Il s'agit donc d'estimer le nombre de Peclet local (équation 3.15) et de le comparer au nombre de Peclet théorique (équation 3.16). Ce dernier est calculé directement en utilisant la vitesse v et le pas Δx imposés en simulation, ainsi que la diffusivité de l'eau supposée constante (équation 3.17) :

$$Pe_{i,j} = \frac{v_{i,j} \cdot \Delta x}{a_{i,j}} \quad (3.15)$$

$$Pe_{th} = \frac{v \cdot \Delta x}{a_{eau}} \quad (3.16)$$

$$a_{eau} = \frac{\lambda_{eau}}{\rho_{eau} \cdot C_{p_{eau}}} = \frac{0,6}{1000 \times 4180} = 1,44 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \quad (3.17)$$

Calcul du coefficient de corrélation spatiale Les champs de températures issus des simulations sont importés dans le logiciel Matlab afin d'être traités selon la méthode d'estimation détaillée dans la partie 3.2.1. En pratique, le coefficient de corrélation n'est pas toujours binaire, il peut prendre des valeurs comprises entre -1 et 1 . De plus, il peut prendre une valeur de 1 sur un pixel isolé où l'écoulement n'a pas lieu et donc

3.3. VALIDATION DE LA MÉTHODE D'ESTIMATION

où la relation n'est pas valide. Il faut donc procéder à deux étapes de traitement d'image qui consistent à sélectionner au préalable les pixels de ce champ de corrélation (figure 3.18) :

- étape 1 : une valeur seuil du coefficient de corrélation est fixée, au dessus de laquelle la relation est considérée comme valide. Généralement cette valeur est fixée à 0,95 et tous les pixels ayant une valeur inférieure sont éliminés.
- étape 2 : si un pixel possède une valeur proche de 1, il est alors vérifié que les pixels voisins possèdent également une valeur proche de 1. Dans le cas contraire, il s'agit d'un pixel isolé qui sera éliminé.

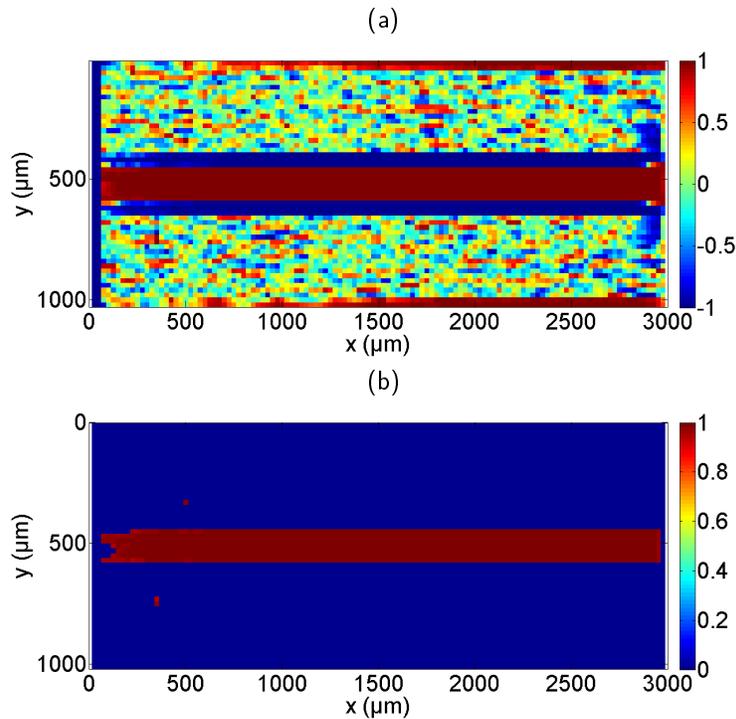


FIGURE 3.18 – Cartographies du coefficient de corrélation (a) image brute et (b) après traitement d'image

Une valeur de 1 est attribuée à chaque pixel satisfaisant les étapes de traitement, et une valeur de 0 à chaque pixel éliminé. La cartographie de corrélation s'apparente donc à un masque binaire généré à partir d'une étude statistique issue de la modélisation physique. Cela permet de diminuer la quantité de données de l'image et de déterminer s'il est possible ou non de procéder à l'estimation.

Comparaison entre Peclet estimé et théorique Le nombre de Peclet local est estimé selon la méthode inverse à partir du laplacien et de la dérivée spatiale pour chaque pixel. Les estimations sont filtrées en les multipliant par le masque binaire de corrélation spatiale obtenu précédemment. Cette méthode permet d'éliminer totalement les zones où le Peclet ne doit pas être estimé (figure 3.19).

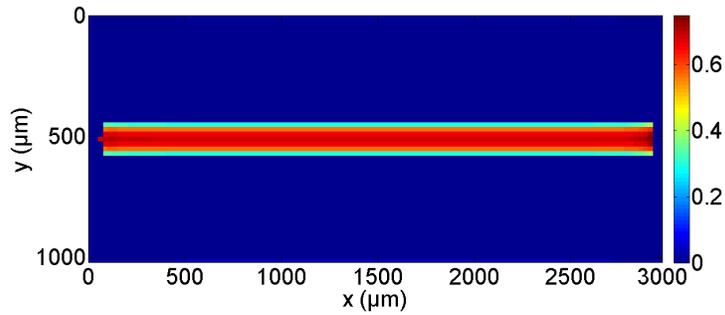


FIGURE 3.19 – Cartographie de Peclet estimé (exemple pour $Q = 500 \mu L.h^{-1}$)

La cartographie de Peclet estimé est comparée avec la cartographie de Peclet théorique (figure 3.20) calculée à partir de la cartographie de vitesse simulée selon l'équation 3.16.

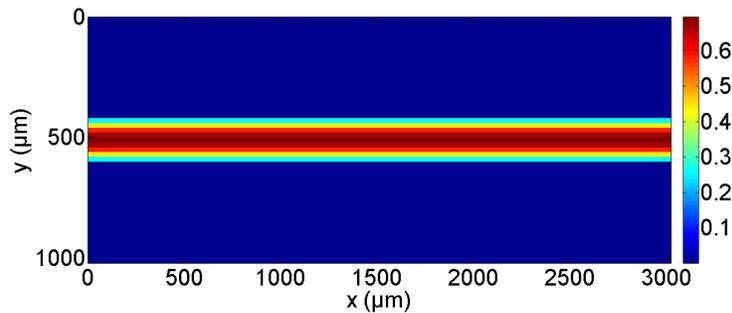


FIGURE 3.20 – Cartographie du nombre de Peclet théorique (exemple pour $Q = 500 \mu L.h^{-1}$)

Les cartographies des nombres de Peclet estimés et théoriques sont similaires. Une différence est observée en entrée et en sortie de canal, due au fenêtrage spatial Nx , qui empêche de procéder à l'estimation en début et en fin de ligne. A partir de ces cartographies, il est possible de procéder à un calcul de résidus entre les nombres de Peclet théoriques et les nombres de Peclet estimés (voir figure 3.21). Sur cette figure, il apparaît clairement que l'estimation est biaisée en entrée et en sortie de microcanal. De plus, les parois du microcanal sont elles aussi sujet à un biais sur l'estimation. Ce biais est dû à la différence de propriétés thermiques entre les matériaux à l'interface, qui n'est pas prise en compte dans le modèle. Cependant, la méthode développée permet d'obtenir suffisamment d'information sur le reste de la cartographie, et notamment dans le microcanal. Il n'est donc pas nécessaire de compliquer le modèle en prenant en compte ce changement de propriétés thermiques.

3.3. VALIDATION DE LA MÉTHODE D'ESTIMATION

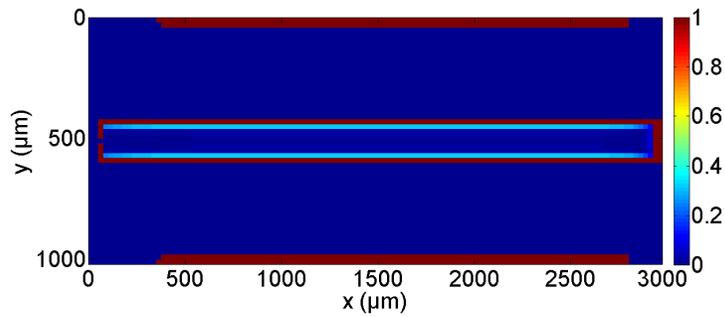


FIGURE 3.21 – Cartographie des résidus de l'estimation

Les profils de nombre de Peclet sont alors analysés selon l'axe y (figure 3.22). Les nombres de Peclet estimés et théoriques suivent exactement le même profil de type Poiseuille, pour tous les débits, sauf aux parois du microcanal. A cet endroit, il y a un pixel de décalage qui est dû aux dérivées secondes lors du calcul du laplacien et aux changements de propriétés thermiques à l'interface, déjà évoquées. Les résultats peuvent être améliorés en adoptant un autre schéma de dérivation mais les résultats obtenus sont déjà très satisfaisants en ce qui concerne les estimations au sein du microcanal.

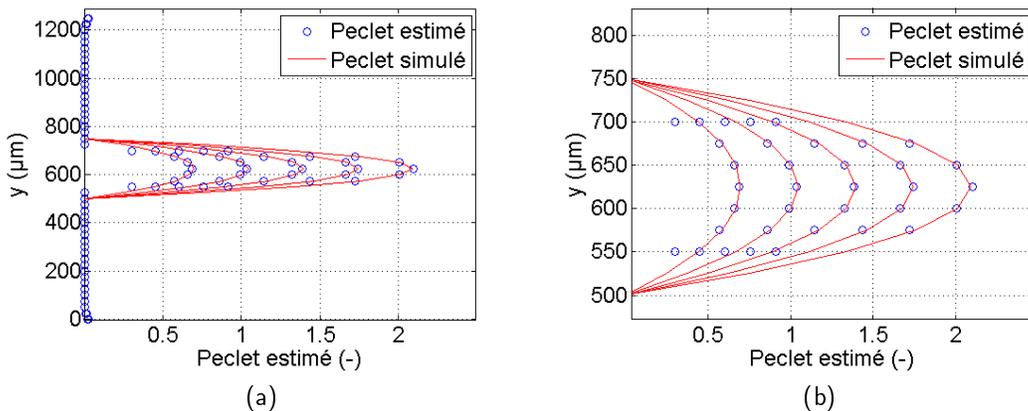


FIGURE 3.22 – Comparaison entre Peclet estimé et Peclet théorique selon l'axe y lors des simulations 2D. (a) pour toute la largeur et (b) agrandissement

Dans un deuxième temps, le nombre de Peclet estimé au centre du canal est tracé en fonction de la longueur (figure 3.23) selon l'axe x . L'estimation du nombre de Peclet est stable tout le long du microcanal, et il y a également une très bonne adéquation avec le Peclet théorique. Il est tout de même possible de remarquer une divergence en entrée et en sortie de canal. Ces divergences sont majoritairement dues aux effets de bord induits par le fenêtrage spatial ainsi que les dérivations premières dans le calcul de T_x et les dérivations secondes dans le calcul de ΔT . En effet, en entrée de canal la dérivée première selon x tend vers zéro alors qu'en sortie de canal, elle tend vers l'infini (voir profils selon x sur la figure 3.9). Le modèle thermique étant tout de même valide dans ces zones, l'estimation est effectuée mais elle est biaisée. Il serait possible d'éliminer ces zones à trop fort ou trop faible gradient pour améliorer la stabilité des estimations.

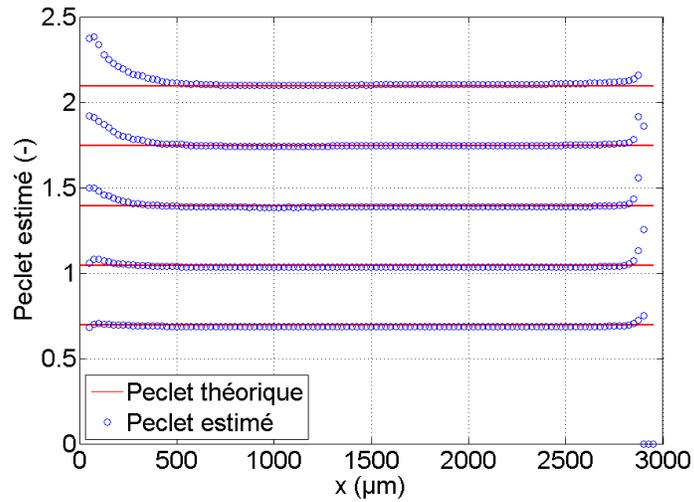


FIGURE 3.23 – Comparaison entre Peclet estimé et Peclet théorique selon l'axe x

Enfin, le Peclet en fonction du débit est tracé sur la figure 3.24. Pour ce graphe, les valeurs de Peclet sont prises entre $x = 500 \mu\text{m}$ et $x = 2500 \mu\text{m}$, afin de ne pas être perturbé par les effets de bord. Le nombre de Peclet estimé est parfaitement linéaire en fonction du débit, ce qui est en accord avec la physique (le nombre de Peclet est directement proportionnel à la vitesse et donc au débit, à section constante). De plus, les estimations sont superposées à la théorie.

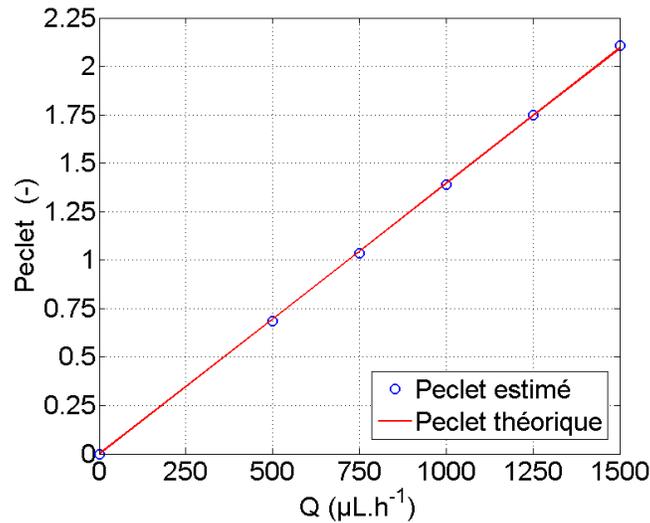


FIGURE 3.24 – Peclet estimé et théorique en fonction du débit imposé

Les calculs d'incertitude sur les estimations du nombre de Peclet moyen sont réalisés ultérieurement dans la section 3.3.3

3.3.2 Validation à partir des simulations numériques 3D

La méthode inverse de corrélation spatiale a d'abord été testée en utilisant le modèle 2D pur, puis en utilisant le modèle 2D apparent. Les résultats obtenus avec le modèle 2D pur ne sont pas suffisamment proche de la réalité (voir Annexes A et B) c'est pourquoi l'utilisation d'un modèle 2D pur n'a pas été validée sur des cas 3D. Par contre, nous allons voir que le modèle 2D apparent fournit d'excellent résultats, permettant de valider son utilisation sur des cas 3D.

A partir des simulations 3D, les champs de température à la surface du verre sont extraits, ainsi que le champ de vitesse moyenne dans l'épaisseur du microcanal. Le coefficient de corrélation est déterminé de la même manière que lors de la validation du modèle 2D, selon les mêmes étapes de sélection des pixels. Nous estimons d'abord le nombre de Peclet apparent Pe^* puis le nombre de Peclet réel Pe est ensuite calculé par l'intermédiaire de la constante $K1$, prenant en compte les propriétés thermiques et géométriques de chaque couche dans l'épaisseur (équation 2.36).

La figure 3.25 représente les profils des nombres de Peclet estimés par rapport aux théoriques, selon l'axe y .

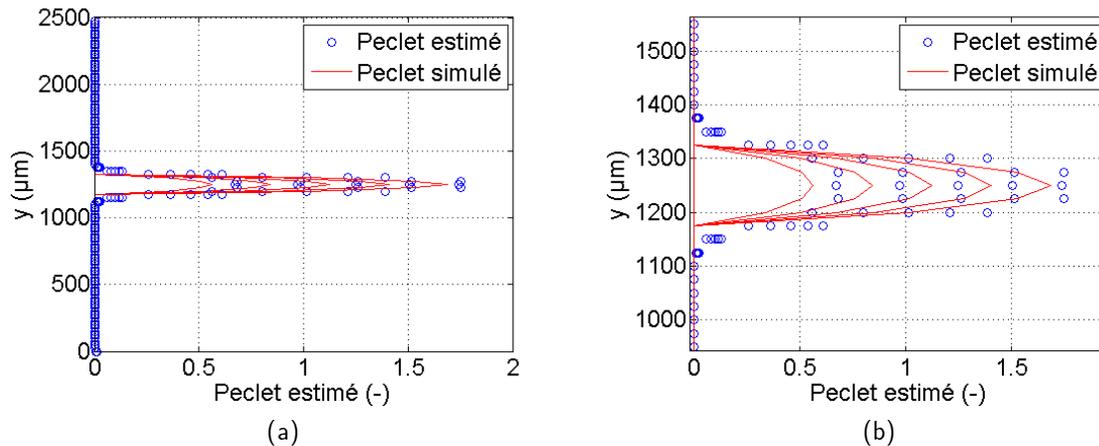


FIGURE 3.25 – Profils de Peclet selon l'axe y . Comparaison entre le nombre de Peclet théorique et estimé avec un modèle 2D apparent. (a) sur toute la largeur et (b) agrandissement.

Il est notable sur l'agrandissement de la figure 3.25 que les valeurs de Peclet estimées sont un peu relativement proches de la réalité. Par contre, elles ne permettent toujours pas de détecter avec précision les parois du microcanal. Dans ce cas de figure, les estimations ne sont pas uniquement biaisées par le changement de propriétés thermiques et les différences finies, mais aussi par la diffusion dans le plan (x, y) qui étale le signal thermique en dehors des limites du microcanal.

L'évolution du Peclet estimé en fonction du débit imposé (figure 3.26), confirme que les estimations sont proches des valeurs théoriques. Par contre, la variation n'est pas parfaitement linéaire avec le débit. Cela peut s'expliquer par le fait que le modèle 2D apparent est effectivement très proche de la réalité du phénomène 3D mais il subsiste une différence. Cependant, les estimations de Peclet sont directement liées aux champs de température simulés qui sont fortement influencés par la qualité de la simulation. Or, nous avons émis des hypothèses simplificatrices sur la géométrie et les conditions limites, qui sont en réalité plus complexes. La différence entre le nombre de Peclet théorique et estimé peut donc aussi être due à la qualité

des simulations. L'objectif de ce travail n'étant pas de fournir la meilleure simulation thermique possible, mais de tester la méthode d'estimation, nous pouvons donc valider la méthode inverse et le modèle 2D apparent pour l'estimation du nombre de Peclet sur des cas numériques 3D.

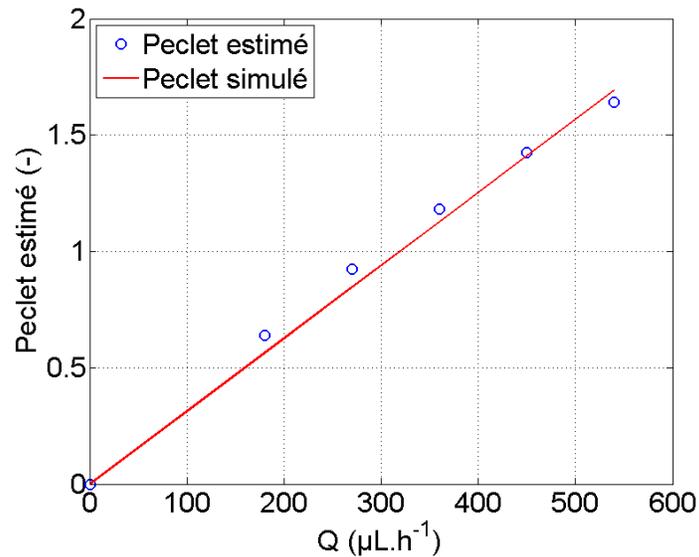


FIGURE 3.26 – Peclet estimé et théorique en fonction du débit imposé. Simulations 3D

3.3.3 Évaluation de l'incertitude

Le nombre de Peclet estimé se présente sous la forme d'une cartographie complète dans laquelle chaque pixel correspond à une valeur. Il y a donc une distribution spatiale de cette estimation du nombre de Peclet. Lors du calcul du nombre de Peclet en fonction du débit (figure 3.26), le nombre de Peclet est d'abord moyenné selon l'axe y (profil de Poiseuille) puis selon l'axe x (longueur du canal). L'incertitude liée à cette méthode de calcul du Peclet moyen va être analysée. Pour cela, les champs de température issus des simulations 2D dans le plan (x, y) sont repris et bruités plus sévèrement (bruit aléatoire à moyenne nulle de 1% de la valeur maximale de température) afin de se rapprocher des conditions expérimentales. Les estimations du nombre de Peclet sont de nouveau effectuées sur ces champs de température bruités et les résultats obtenus sont montrés sur la figure 3.27. Les estimations du Peclet moyen sont relativement stables en fonction de la longueur du microcanal, malgré le bruit. De plus, il est intéressant de noter que l'estimation est moins stable lorsque l'on augmente le débit.

Pour chaque débit, la distribution des valeurs estimées selon x est déterminée. La figure 3.28 (a) illustre un exemple de distribution où il est possible de remarquer une tendance gaussienne. Une méthode statistique classique est donc appliquée pour déterminer l'incertitude sur l'estimation [39].

3.3. VALIDATION DE LA MÉTHODE D'ESTIMATION

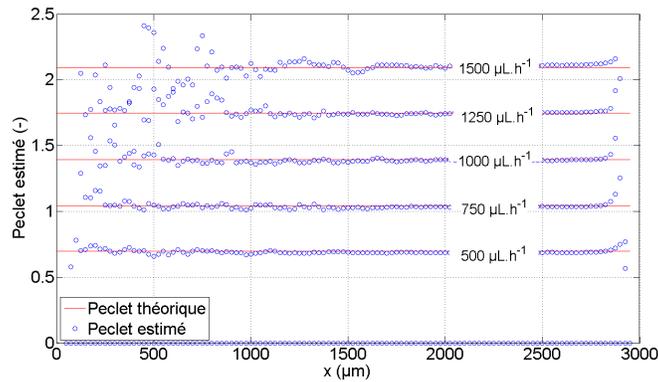


FIGURE 3.27 – Nombres de Peclet estimés selon x pour des champs de température issus de simulations 2D bruitées

La valeur moyenne estimée pour les n valeurs selon l'axe x est définie par (équation 3.18) :

$$\overline{Pe} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Pe_i \quad (3.18)$$

L'écart type empirique des valeurs estimées est donné par (équation 3.19) :

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (Pe_i - \overline{Pe})^2} \quad (3.19)$$

Pour un intervalle de confiance de 95 % cela fournit donc une estimation (équation 3.20) :

$$Pe = \overline{Pe} \pm 1,96 \sigma \quad (3.20)$$

L'incertitude pour pour chaque débit est représentée sur la figure 3.28. La droite des nombres de Peclet théoriques est toujours comprise dans l'intervalle des barres d'erreur.

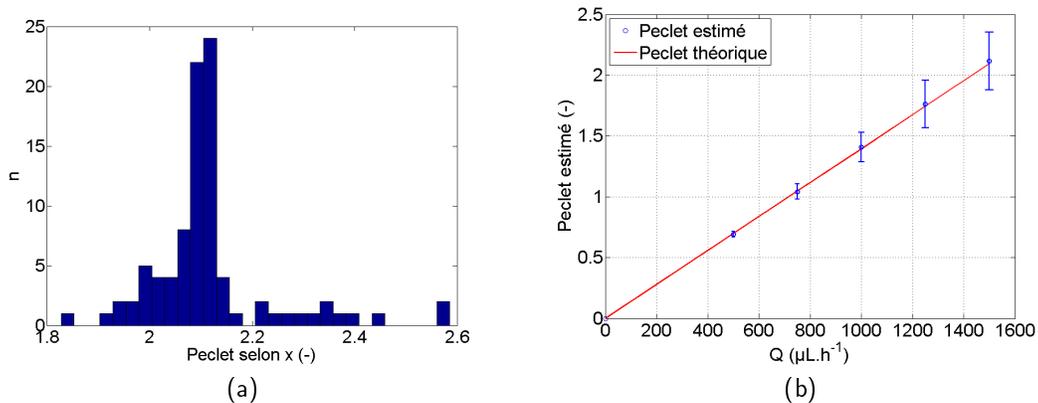


FIGURE 3.28 – (a) Distribution des Peclet estimés pour $Q = 1500 \mu L.h^{-1}$ et (b) incertitude sur l'estimation du Peclet en fonction du débit. Résultats des simulations 2D bruitées

La même étude est effectuée pour les champs de température issus des simulations 3D et les incertitudes d'estimations obtenues sont représentées sur la figure 3.29. Malgré la légère déviation par rapport à la droite théorique, les nombres de Peclet théoriques sont toujours inclus dans les barres d'erreur. La méthode inverse peut donc être entièrement validée grâce à cette étude sur l'incertitude d'estimation. Il est donc maintenant possible d'appliquer cette méthode inverse sur des cas 3D expérimentaux.

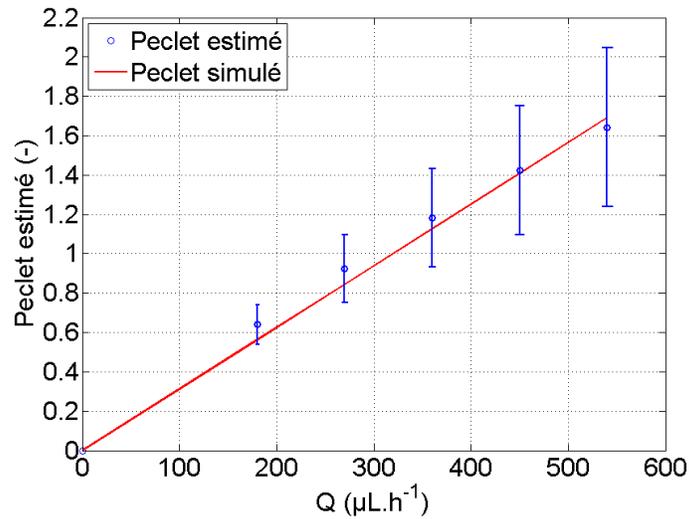


FIGURE 3.29 – Incertitude sur le Peclet moyen en fonction du débit. Résultats des simulations 3D bruitées

3.4 Résultats expérimentaux en microcanal droit

3.4.1 Protocole expérimental

Le dispositif expérimental est préparé selon le schéma et le principe décrit dans la section 2.4.1. Les éléments Peltier sont réglés sur une puissance de 10 W , permettant d'obtenir une température chaude d'environ $T_C = 25 \text{ }^\circ C$ et une température froide d'environ $T_F = 20 \text{ }^\circ C$. Tout comme les simulations effectuées dans la partie 3.1, des écoulements d'eau sont utilisés. Un débit constant est imposé dans le microcanal en attendant le régime thermique permanent. Les débits testés sont les mêmes que ceux imposés en simulation (voir tableau 3.2). Généralement le régime permanent est atteint en 2 ou 3 min après l'application du débit, cela est vérifié avec le logiciel d'acquisition de la caméra IR, lorsque les isothermes sont stables au cours du temps. Une fois le régime permanent atteint, 1000 images à 25 Hz sont enregistrées. Afin de réduire le bruit de mesure, ces 1000 images seront ensuite moyennées pour obtenir une seule image en régime permanent. Ces enregistrements sont répétés pour chaque débit.

Les mesures en régime permanent ont été effectuées sur une puce microfluidique disposant de 2 microcanaux droits dont les largeurs sont 250 et 500 μm . La puce ayant été construite par photolithographie, l'épaisseur de canal est identique pour les deux canaux et égale à la largeur du canal le plus grand, $e_f = 500 \mu m$. La caméra est équipée d'un objectif de 25 mm , ce qui équivaut à une taille de pixel de $\Delta x = 250 \mu m$. Les microcanaux seront donc localisés sur 1 et 2 pixels selon le microcanal.

3.4.2 Estimation du nombre de Peclet

Expérimentalement, les estimations sont toujours effectuées avec le modèle 2D apparent. Tout d'abord, un exemple avec le microcanal de $250 \mu\text{m}$ sera illustré. La figure 3.30 représente le champ de température T_0 (moyenné sur 1000 images) lorsque le débit est nul.

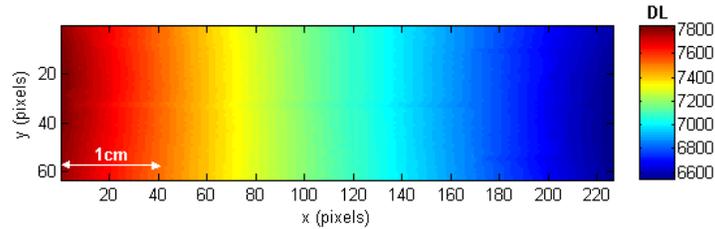


FIGURE 3.30 – Champ de température T_0 expérimental ($Q = 0 \mu\text{L}.h^{-1}$)

Les isothermes du gradient thermique initial ne sont pas parfaitement parallèles, mais elles sont stationnaires. Cette image sera soustraite aux champs de température T , lorsqu'il y a un écoulement (figure 3.31). Le champ de température T^* (figure 3.32) est ainsi obtenu.

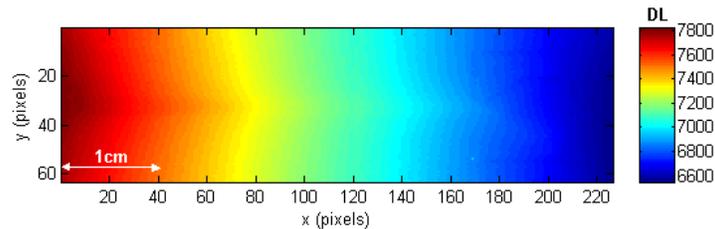


FIGURE 3.31 – Champ de température T expérimental ($Q = 500 \mu\text{L}.h^{-1}$)

Les niveaux de températures sont indiqués en DL (Digital Level). Il existe une relation linéaire entre les DL et la température en Kelvin, mais la méthode inverse est basée sur des différences de températures, il n'est donc pas nécessaire de faire la conversion.

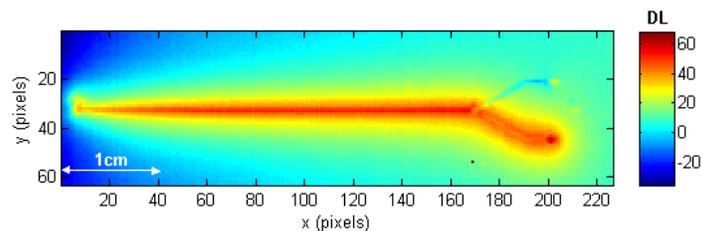


FIGURE 3.32 – Champ de température T^* expérimental ($Q = 500 \mu\text{L}.h^{-1}$)

Sur la figure 3.32 il est possible de distinguer très clairement l'allure de l'écoulement et du microcanal. En effet, les microcanaux utilisés sont généralement dédiés à la réaction chimique : 2 entrées pour les

réactifs, 1 sortie pour le produit. Mais lors des expériences, ils sont utilisés en sens inverse avec un simple écoulement d'eau et en ayant obstrué une des deux sorties avec de l'eau stagnante.

La corrélation spatiale entre ΔT^* et Tx permet d'obtenir une cartographie du coefficient de corrélation comme le montre la figure 3.33. De même que pour les simulations, il faut procéder aux 2 étapes de sélection des pixels pour l'estimation

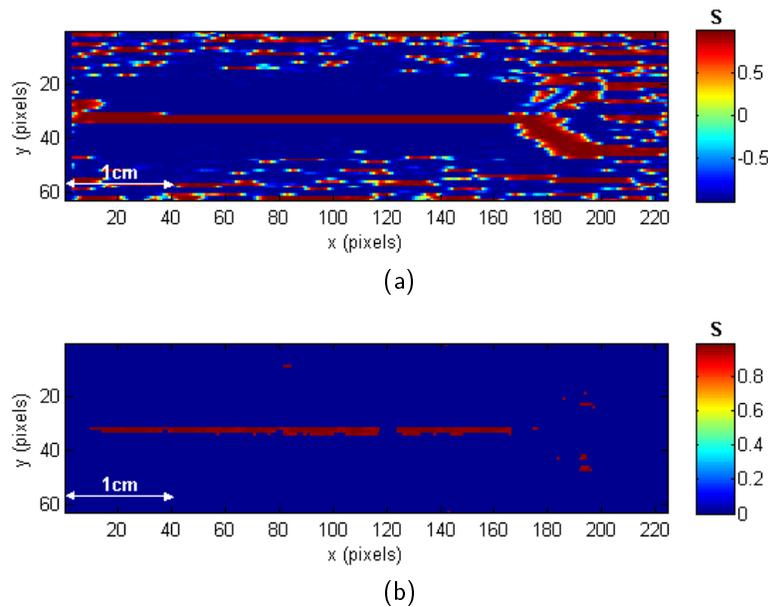


FIGURE 3.33 – Cartographies du coefficient de corrélation spatiale entre ΔT^* et Tx (a) avant et (b) après sélection des pixels

Sur la cartographie finale de corrélation, la partie inclinée en sortie de canal disparaît. Cela s'explique par le fait que dans cette zone, la vitesse s'écoule selon x et y , or le modèle est construit uniquement sur un écoulement selon x . De plus, une valeur seuil assez forte est appliquée lors des étapes de sélection des pixels ($S > 0.95$) ce qui fait que la part d'écoulement selon x est éliminée car elle est trop peu corrélée. En dehors de cette zone, la méthode permet de détecter nettement les contours du microcanal. Le nombre de Peclet est estimé à partir de cette cartographie de corrélation.

La figure 3.34 représente un exemple de cartographie de Peclet réel estimé à partir de la cartographie de corrélation spatiale de la figure 3.33 en utilisant le modèle 2D apparent.

3.4. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX EN MICROCANAL DROIT

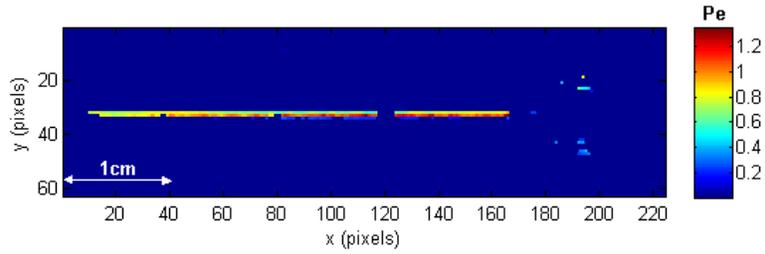


FIGURE 3.34 – Cartographie du nombre de Peclet réel estimé expérimentalement
($d = 250 \mu m$; $Q = 500 \mu L.h^{-1}$)

Les estimations sont répétées pour chaque débit, et le nombre de Peclet moyen est tracé en fonction du débit imposé sur la figure 3.35. Connaissant les dimensions du microcanal et la vitesse imposée au pousse seringue, le nombre de Peclet théorique est calculé selon l'expression 3.16, en prenant un pas spatial $\Delta x = 250 \mu m$, taille d'un pixel de la caméra.

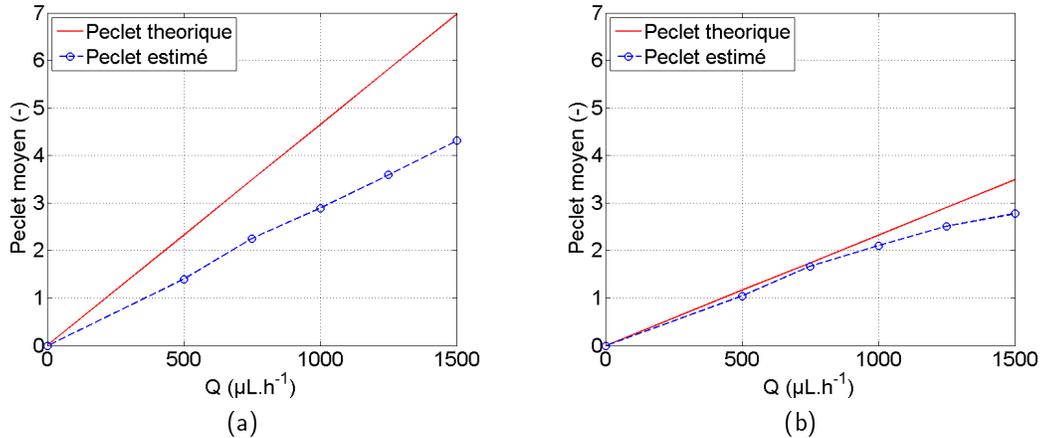


FIGURE 3.35 – Estimations de Peclet en fonction du débit avec un modèle 2D apparent
(a) $d = 250 \mu m$ et (b) $d = 500 \mu m$

En premier lieu, il est à noter que les estimations de Peclet sont plus faibles pour le canal de $500 \mu m$ ce qui est en accord avec la physique. En effet, lorsque la section augmente, à débit égal, cela engendre une diminution de la vitesse donc du nombre de Peclet.

Pour les deux tailles testées, une estimation assez proche de la réalité est observée. Les tests avec le microcanal de $500 \mu m$ sont plus en accord avec la théorie que ceux avec le microcanal de $250 \mu m$. Cela est dû à la taille caractéristique du pixel, qui est également de $250 \mu m$, donc qui augmente l'incertitude d'estimation sur un canal de même largeur (pertes d'informations si le canal n'est pas exactement parallèle aux pixels). Cependant, dans le cas du microcanal de $500 \mu m$, les estimations sont légèrement sous-estimées par rapport à la théorie uniquement lorsque le débit dépasse $1000 \mu L.h^{-1}$. Cela indique qu'au delà d'une certaine condition fluide, le modèle thermique n'est plus applicable. Cela peut aussi s'expliquer par un phénomène de gonflement des parois du microcanal (le PDMS étant déformable à forte pression) lorsque le débit est trop important.

Conclusion partielle La méthode développée permet de traiter des champs de température expérimentaux et de fournir instantanément une cartographie de corrélation sous forme binaire 0 ou 1. Cette cartographie est une information importante pour la détection de contour, de phases et donc la localisation des écoulements. Les estimations du nombre de Peclet sont en accord avec la théorie : évolution linéaire en fonction du débit. La méthode permet d'estimer correctement le nombre de Peclet dans une gamme de débit allant de 0 à $1000 \mu L.h^{-1}$, ce qui est une gamme très large pour les applications dans ce type de puces microfluidiques.

Cette étude permet donc de confirmer la validité des hypothèses émises et notamment le passage d'un phénomène 3D à un modèle thermique 2D apparent dans les conditions expérimentales d'écoulements et les gammes de débits déterminés.

3.5 Application à des géométries complexes

3.5.1 Étude d'un cas numérique

Dans les sections précédentes, les possibilités de détection d'écoulement et d'estimation du nombre de Peclet ont été montrées sur des géométries simples en microcanal droit avec un écoulement et des modèles construits uniquement selon x . Il a également été montré que lorsque l'écoulement ne s'effectue pas directement selon cet axe x , la détection et l'estimation ne sont pas possibles. Il est possible d'ajouter aux modèles une part d'écoulement selon y , afin de pouvoir travailler sur des géométries plus complexes comme celle représentée sur la figure 3.36. L'avantage de travailler sur ce genre de configuration est de pouvoir se rapprocher des conditions d'écoulements complexes (réseaux sanguins, écoulements végétaux, milieux poreux...).

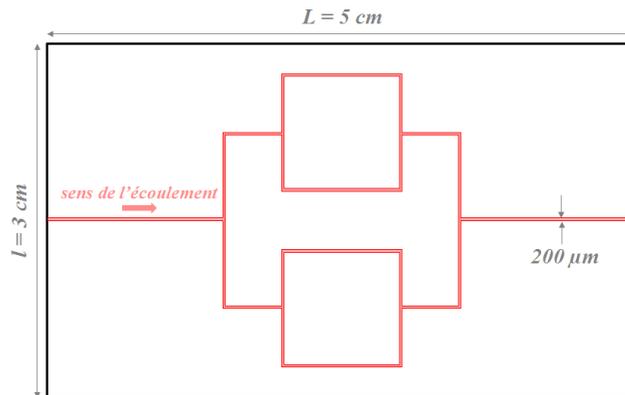


FIGURE 3.36 – Schéma de la puce avec microcanal à géométrie complexe

Un microécoulement dans deux directions peut être modélisé en 2D par l'équation 3.21, en admettant que les pertes thermiques soient négligeables, et en adoptant le principe de soustraction d'image :

$$\lambda \cdot \left(\frac{\partial^2 T^*(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T^*(x, y, t)}{\partial y^2} \right) = \rho \cdot C_p \cdot v(x) \cdot \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial x} + \rho \cdot C_p \cdot v(y) \cdot \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial y} \quad (3.21)$$

3.5. APPLICATION À DES GÉOMÉTRIES COMPLEXES

Et donc sous forme discrétisée en différences finies :

$$\Delta T_{i,j}^* = Pe(x)_{i,j} \cdot Tx_{i,j} + Pe(y)_{i,j} Ty_{i,j} \quad (3.22)$$

Avec,

$$Ty_{i,j} = (Ty_{i+1,j} - Ty_{i,j}) \quad (3.23)$$

$\Delta T_{i,j}^*$, $Pe_{i,j}$, et $Tx_{i,j}$ étant déjà définis au chapitre 2. A partir de l'équation 3.22, plusieurs étapes sont nécessaires :

1. Corrélation spatiale entre $Tx_{i,j}$ et $\Delta T_{i,j}^*$, suivie d'une estimation de $Pe(x)_{i,j}$
2. Corrélation spatiale entre $Ty_{i,j}$ et $\Delta T_{i,j}^*$, suivie d'une estimation de $Pe(y)_{i,j}$
3. Reconstruction d'une image $Pe(x,y)_{i,j}$ par superposition

Dans ce contexte, il faut changer le protocole d'estimation. En effet il faut créer un deuxième gradient thermique selon y pour augmenter le signal et le calcul de la dérivée $Ty_{i,j}$. Il est important de changer également la méthode de calcul du coefficient de corrélation spatiale. Pour la première étape, le fenêtrage spatial Nx est utilisé, comme défini sur la figure 3.13. Pour la deuxième étape, un fenêtrage spatial Ny est utilisé, analogue de Nx , mais selon l'axe y .

Ces deux étapes sont donc simulées séparément dans le but d'estimer consécutivement $Pe(x)_{i,j}$ et $Pe(y)_{i,j}$. Pour cela, le maillage défini est représenté sur la figure 3.37. Le maillage n'est pas carré car le nombre de noeuds serait trop important pour cette géométrie, mais les champs de températures simulés sont ensuite exporté dans MATLAB sur une grille régulière avec un pas $\Delta x = \Delta y$ afin de se retrouver dans les conditions expérimentales de la caméra IR.

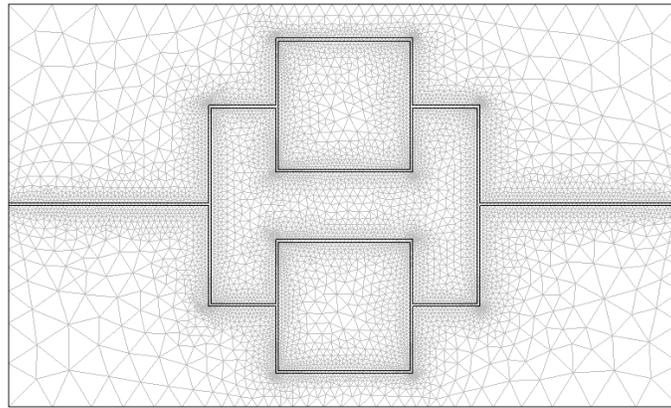


FIGURE 3.37 – Maillage de la puce microfluidique à géométrie complexe

Première étape : estimation selon x Dans ce cas de figure, un gradient thermique monodimensionnel est créé entre l'entrée et la sortie de la puce microfluidique selon l'axe x . Ce gradient est établi en imposant des températures sur les limites droite et gauche de la même manière que dans la section 3.1.2. Ensuite, une vitesse d'écoulement est imposée en entrée de microcanal correspondant à débit de $Q = 500 \mu L.h^{-1}$.

La figure 3.38 montre les résultats de simulations en régime permanent pour les conditions sans écoulement (T_0) et avec écoulement (T). La soustraction d'image est alors effectuée ($T^* = T - T_0$).

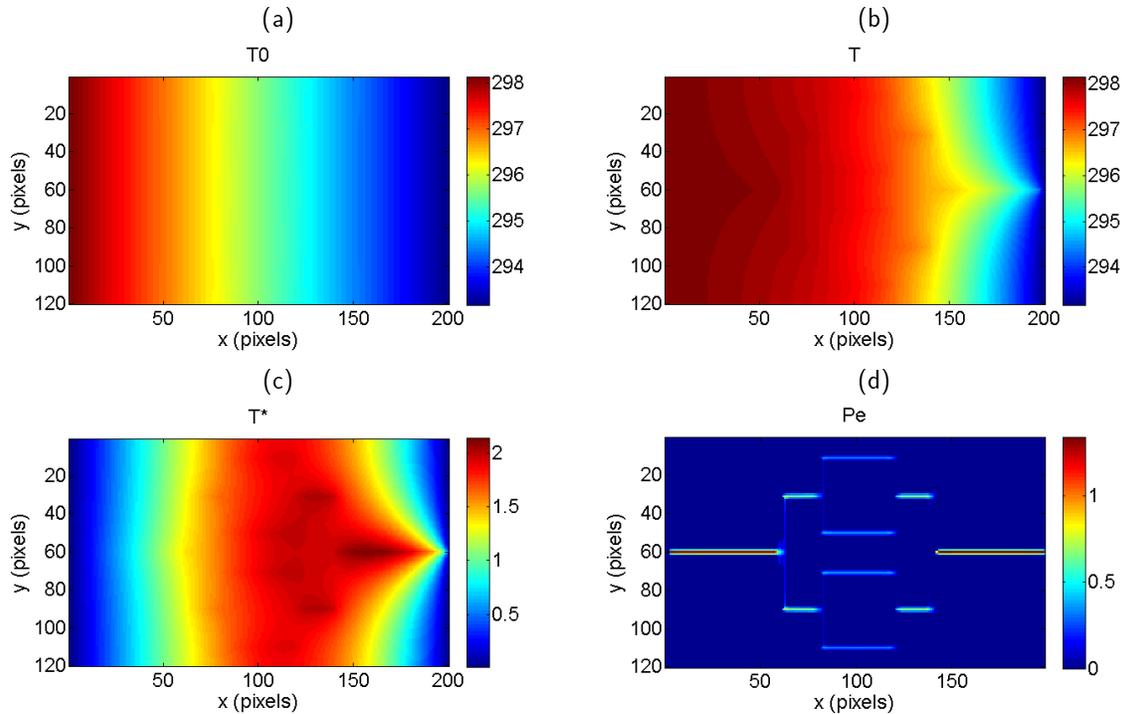


FIGURE 3.38 – Champs de température simulés en géométrie complexe avec un gradient thermique selon x ; (a) gradient thermique T_0 sans écoulement (b) champ de température T avec écoulement (c) soustraction ($T-T_0$) et (d) nombre de Peclet estimé.

Pour estimer le nombre de Peclet selon x , la méthode utilisée jusqu'à présent est appliquée, en calculant le coefficient de corrélation spatiale selon x , avec $N_x = 5$ et une valeur seuil de corrélation $S = 0,9$. Cela permet d'obtenir la cartographie de Peclet selon x (figure 3.38a). Comme attendu, la cartographie obtenue permet de localiser très nettement les zones d'écoulement selon x (figure 3.38d). Une partie de l'écoulement selon y est détectée, or selon le modèle, il n'est pas nécessaire d'en tenir compte. De plus, lorsque le microcanal se divise en deux branches, l'estimation du nombre de Peclet est bien deux fois plus forte dans la branche mère.

Deuxième étape : estimation selon y Dans cette configuration, un gradient thermique selon l'axe y est créé. Selon le même principe que précédemment, le champ de température sans écoulement (T_0) est d'abord simulé, puis avec écoulement (T), où il est très difficile de localiser le microcanal à l'oeil nu (figure 3.39).

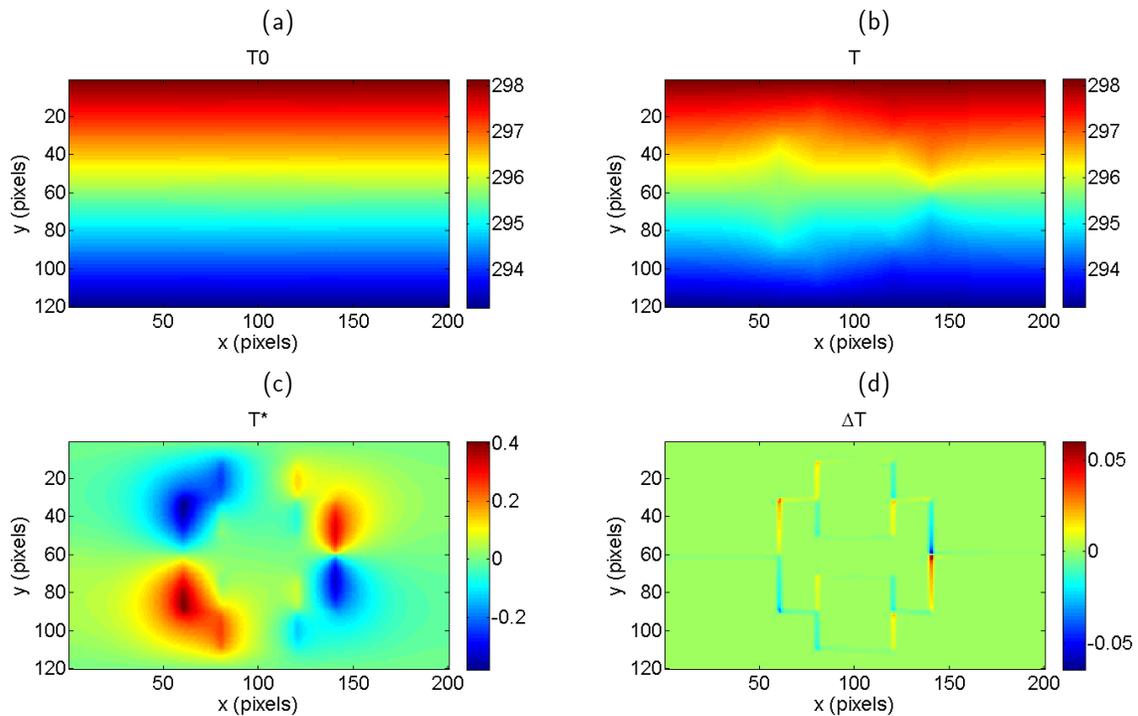


FIGURE 3.39 – Champs de température simulés en géométrie complexe avec gradient thermique selon y . (a) gradient thermique T_0 sans écoulement (b) champ de température T avec écoulement (c) soustraction $(T-T_0)$ et (d) laplacien.

Sur le champ de température T^* , les valeurs peuvent être positives ou négatives selon la région de l'écoulement. En effet, pour les parties où l'écoulement circule dans le sens chaud-froid, T^* est positive. Par contre, pour les parties où l'écoulement circule dans le sens froid-chaud, alors T^* est négative. Le signe du laplacien est directement influencé et inversé par rapport à cette valeur de T^* (figure 3.39d). De plus, la dérivée selon Ty (calculée sur le champ T_0) est toujours négative car $Ty_{i+1,j} < Ty_{i,j}$ en tout point de l'image.

La valeur du coefficient de corrélation peut donc dans ce cas être positive ou négative alors que les variables sont effectivement corrélées. Les différentes possibilités de corrélation sont résumées dans le tableau 3.5.

Sens de l'écoulement	T^*	ΔT^*	Ty	Sx
Chaud - Froid	+	-	-	+1
Froid - Chaud	-	+	-	-1

TABLE 3.5 – Valeurs de corrélation selon le sens de l'écoulement.

Le coefficient de corrélation spatiale est calculé avec une fenêtre spatiale égale à $Ny = 5$ et une valeur seuil de corrélation égale à $S = 0,9$. La cartographie de corrélation est montrée sur la figure 3.40 il est bien vérifié que les zones d'écoulements sont bien corrélées à $+1$ ou -1 en accord avec le tableau 3.5.

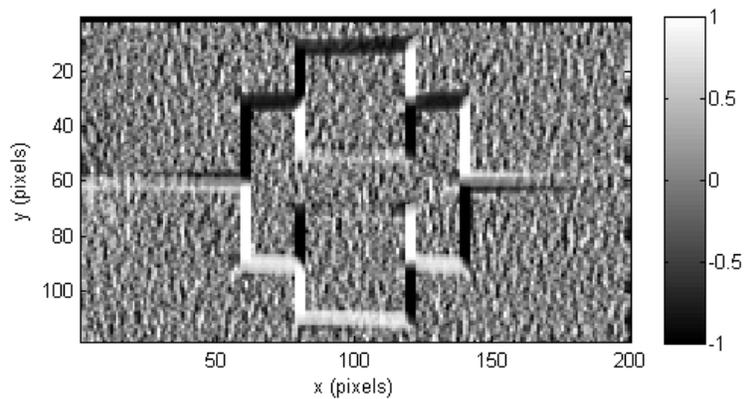


FIGURE 3.40 – Cartographie de corrélation pour un écoulement sous gradient selon l'axe y .

Cette cartographie de corrélation spatiale est brute, sans sélection des pixels utiles au calcul. C'est pourquoi elle est parasitée par la forme du maillage, faisant apparaître de nombreuses zones plus ou moins corrélées. Ces zones parasites disparaissent automatiquement dans le calcul du Peclet car il n'y a aucun écoulement à ces endroits.

Il est possible de traiter la valeur absolue de la corrélation, et estimer le Peclet directement, ce qui aboutit aux estimations de la figure 3.41.

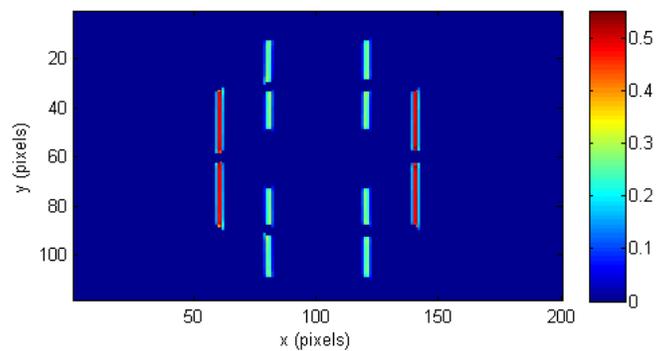


FIGURE 3.41 – Cartographie de Peclet estimé selon y

Mais il est également possible de conserver les valeurs négatives de corrélation et de créer un masque ternaire (prenant les valeurs -1 , 0 ou 1) pour définir le sens de l'écoulement. Un nombre de Peclet négatif n'as pas de sens physique mais il est utilisé de manière comparative pour décrire les écoulements de direction opposée au gradient thermique (figure 3.42).

3.5. APPLICATION À DES GÉOMÉTRIES COMPLEXES

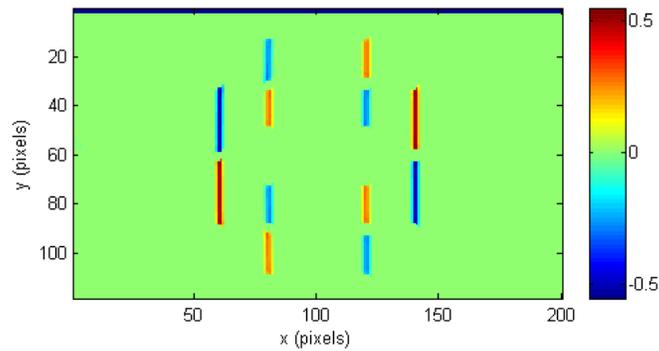


FIGURE 3.42 – Cartographie de Peclet estimé selon y avec information sur le sens de l'écoulement

Dans tous les cas (figures 3.41 et 3.42), le nombre de Peclet estimé est stable dans chaque branche et deux fois plus fort dans une branche mère. Il est donc maintenant possible de coupler ces informations avec les estimations selon x pour reconstruire la cartographie complète de l'écoulement.

Reconstruction du système Dans un premier temps, la cartographie de l'écoulement complet est reconstruite sans tenir compte de l'information directionnelle selon y . Pour cela, les estimations de la figure 3.38d sont sommées avec celles de la figure 3.41, ce qui donne la cartographie complète (figure 3.43).

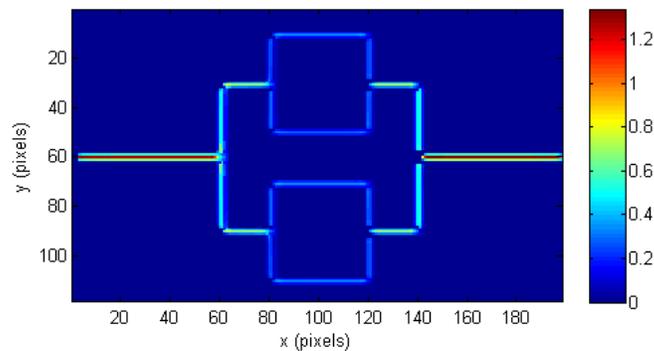


FIGURE 3.43 – Cartographie de Peclet estimés en x et y

Dans un deuxième temps, la cartographie de l'écoulement complet est reconstruite en tenant compte de l'information directionnelle, c'est à dire en sommant les estimations de la figure 3.38(d) avec celles de la figure 3.42. La cartographie de la figure 3.44 est alors obtenue.

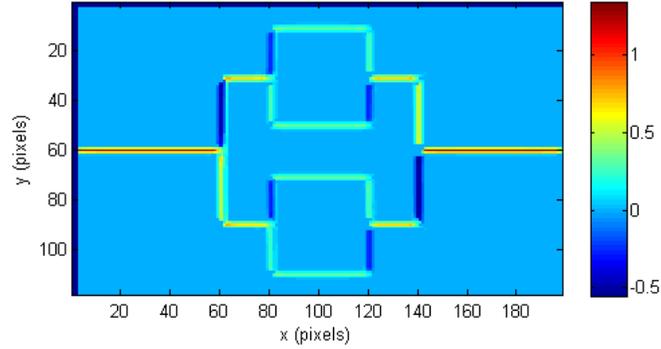


FIGURE 3.44 – Cartographie de Peclet estimés en x et y avec information sur le sens de l'écoulement

La figure 3.45 montre la conservation des débits dans chaque branche. Après la première ramification, le nombre de Peclet estimé est deux fois plus faible et il en est de même pour la deuxième ramification.

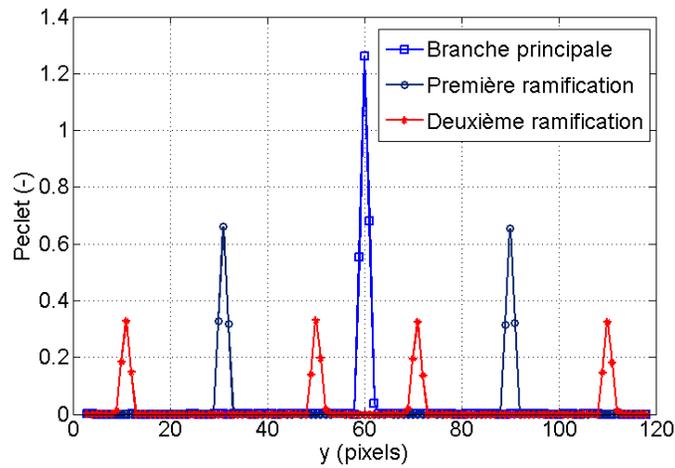


FIGURE 3.45 – Peclet estimés en fonction de y pour chaque séparation. Conservation des débits

3.5.2 Étude d'un cas expérimental

Une puce microfluidique dont la géométrie est similaire à celle étudiée dans la partie 3.5.1 a été conçue. La puce est déposée sur une plaque de Silicium et les éléments Peltier sont disposés de manière à obtenir un gradient thermique selon x et un gradient thermique selon y (figure 3.46). L'objectif de ces expériences est d'étudier la capacité à reconstruire une image à partir des estimations selon x et selon y . C'est pourquoi seulement 3 débits : 1000, 1500 et 2000 $\mu L.h^{-1}$ ont été testés.

3.5. APPLICATION À DES GÉOMÉTRIES COMPLEXES

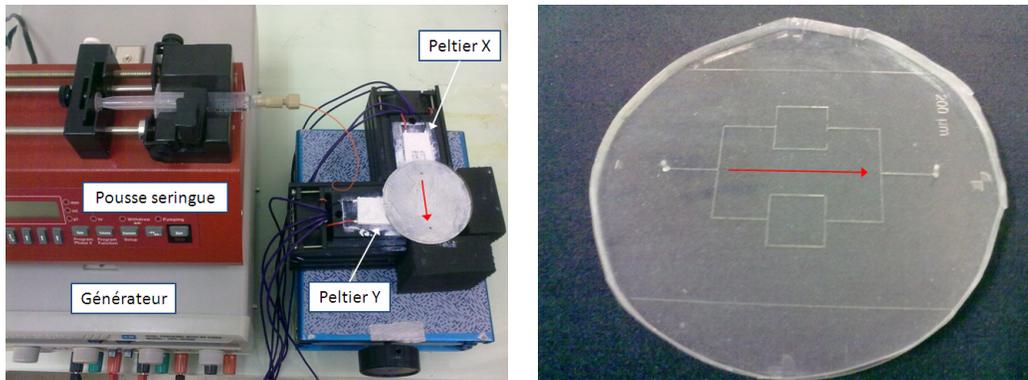


FIGURE 3.46 – Dispositif expérimental pour l'étude d'une puce microfluidique à géométrie complexe

Première étape : estimation selon x Un gradient thermique est créé selon l'axe x . Une fois ce gradient stable, 1000 images sont enregistrées et moyennées pour obtenir une image en régime permanent (champ T_0). Un débit est ensuite imposé au pousse seringue, et 1000 images sont également enregistrées en régime permanent (champ T). Le dispositif expérimental ne permet pas d'obtenir des isothermes parfaitement parallèles mais elles sont stables et le signal est suffisamment fort selon l'axe x . Il semble que le fluide ne circule pas dans toutes les branches de la puce (figure 3.47).

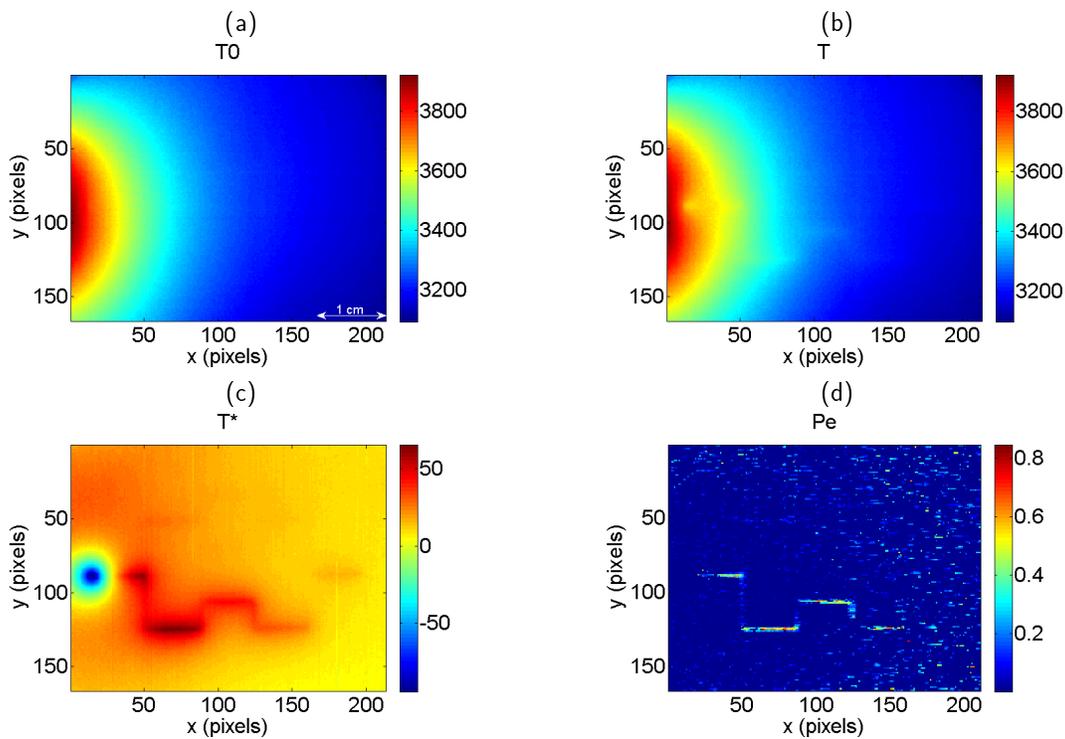


FIGURE 3.47 – Champs de température expérimentaux et estimation du nombre de Peclet avec gradient thermique selon x , pour $Q = 1500 \mu L.h^{-1}$. (a) gradient thermique T_0 sans écoulement (b) champ de température T avec écoulement (c) soustraction $(T-T_0)$ et (d) nombre de Peclet estimé

Les champs de températures expérimentaux étant bruités, le nombre de Peclet est estimé avec un peu plus de souplesse que lors des simulations en appliquant une valeur seuil de corrélation spatiale $Sx = 0,7$, toujours en gardant un pas $Nx = 5$. Un exemple d'estimation du nombre de Peclet est montré sur la figure 3.47.

Deuxième étape : estimation selon y Lors du passage à cette étape, il est important de ne pas bouger le dispositif et la caméra. Il est également important de ne pas changer les réglages d'acquisition de la caméra. Le Peltier X est éteint alors que le Peltier Y est à son tour mis sous tension pour créer un gradient thermique selon y . Les mêmes mesures qu'en x sont effectuées, avec les mêmes débits, selon le même mode opératoire. Les champs de température de la figure 3.48 montre que le fluide ne circule toujours pas dans les ramifications de la partie supérieure, qui doit être obstruée ou contenir des bulles d'air.

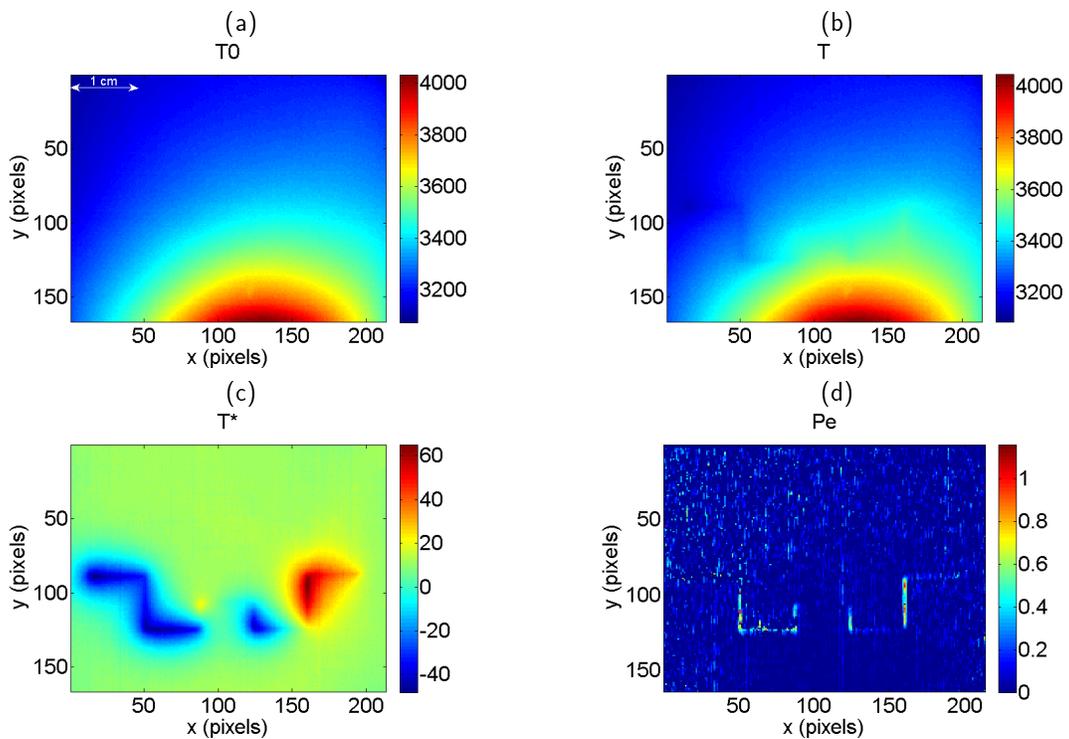


FIGURE 3.48 – Champs de températures expérimentaux avec gradient thermique selon y pour $Q = 1500 \mu L.h^{-1}$. (a) gradient thermique T_0 sans écoulement (b) champ de température T avec écoulement (c) soustraction $(T-T_0)$ et (d) nombre de Peclet

Reconstruction du système Les champs de Peclet estimés en x et en y sont superposés pour reconstituer l'image de la figure 3.49a. Le circuit emprunté par le fluide lors des mesures est clairement détecté. Il semble ne pas y avoir d'écoulement dans toute la partie ramifiée supérieure. Mais cette partie est la plus éloignée des éléments Peltier, donc celle où le signal thermique est le plus faible. Il se peut donc que l'estimation dans cette zone ne soit pas aussi précise que dans les autres branches de la puce. De même, le Peclet est très faiblement estimé dans la branche de sortie, là où l'écoulement est supposé le plus fort. La qualité et l'intensité du signal thermique un donc facteur à prendre compte pour les estimations expérimentales. Par

3.5. APPLICATION À DES GÉOMÉTRIES COMPLEXES

contre, aucun Peclet n'est estimé dans la branche en x située en bas de l'image, où le signal thermique est pourtant très fort. Il est donc possible d'affirmer qu'il n'y a aucun écoulement dans cette branche. Une photographie prise dans le visible après les mesures confirme le fluide n'a pas circulé dans toutes les branches de la puce (figure 3.49b). Les branches où le nombre de Peclet n'est pas estimé coïncident avec les branches obstruées sur la photographie.

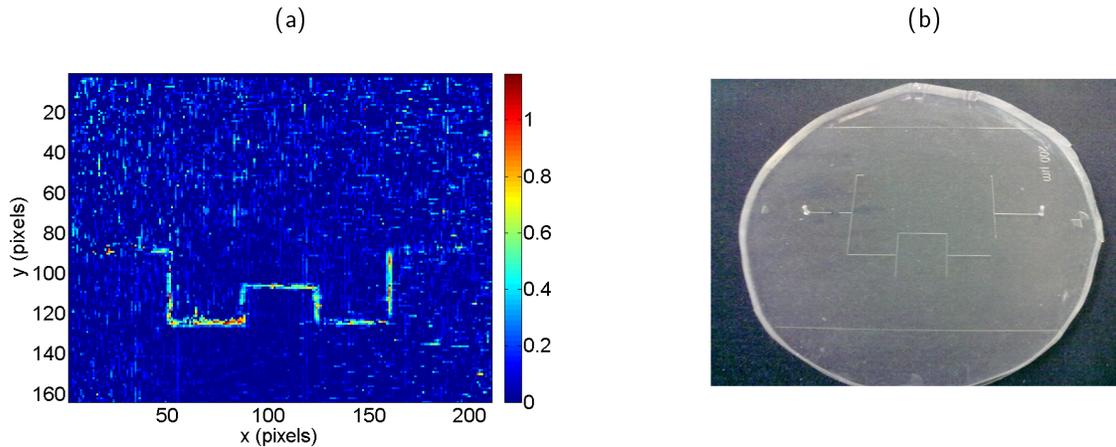


FIGURE 3.49 – (a) Reconstruction des estimations de Peclet selon x et y , pour $Q = 1500 \mu L.h^{-1}$ et (b) photographie visible de la puce après l'expérience.

3.5.3 Perspectives et améliorations

La puce microfluidique étudiée est caractérisée par une géométrie complexe. Lorsqu'elle est mise sous gradient thermique (selon x et/ou selon y), elle génère des champs de températures où il est difficile de localiser les différentes parties du microcanal. La méthode de corrélation spatiale, utilisée de manière judicieuse en découplant les axes x et y , permet d'aboutir à une très bonne détection des contours du microcanal, et d'ajouter des informations sur le sens et la répartition de l'écoulement. Dans notre cas, la direction de l'écoulement était connue à l'avance, mais cette méthode peut être très avantageuse dans le cas d'écoulement ni la direction ni l'intensité de l'écoulement ne sont connues. Par exemple, pour des écoulements sanguins, il serait possible de déterminer s'il y a des veines obstruées ou non. Pour des milieux poreux, avec des structures beaucoup plus complexes de pores inter-connectés (by-pass, recirculation, intersections...), où la direction de l'écoulement dans chaque pore pourrait être déterminée.

Afin d'améliorer les estimations expérimentales, il faut travailler sur la qualité des gradients thermiques en x et en y . Il faudrait couvrir une zone plus large avec les éléments Peltier afin d'obtenir des isothermes droites, parfaitement parallèles ou perpendiculaires aux branches de l'écoulement. Un gradient thermique circulaire peut également être imaginé, ce qui permettrait d'estimer simultanément le Peclet en x et en y .

3.6 Conclusion

Dans ce chapitre une méthode inverse pour estimer le nombre de Peclet en régime permanent a été définie et développée. La méthode inverse est basée sur le calcul d'un coefficient de corrélation spatiale qui permet de traiter des images IR en masse et de sélectionner l'information utile. Les différents modèles thermiques utilisés ont été validés sur des champs de températures obtenus à partir de simulations numériques.

Le point crucial de ce chapitre est la validation de l'hypothèse d'un modèle thermique 2D apparent pour approcher un phénomène 3D. Il a été montré que cette hypothèse est valide sur une certaine gamme de débits (entre 0 et 1000 $\mu\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$). Le régime permanent est le cas le plus défavorable à cette hypothèse car les transferts thermiques selon l'épaisseur ont le temps commencer à s'établir, contrairement au régime thermique transitoire. Pourtant, les résultats obtenus sont cohérents avec la physique, ce qui montre la fiabilité de la méthode inverse développée.

Expérimentalement, la méthode a permis de travailler sur des microcanaux droits de différents diamètres (250 μm et 500 μm). Dans tous les cas, l'écoulement microfluidique est clairement détecté et le nombre de Peclet estimé est proportionnel au débit imposé. L'utilisation d'un modèle 2D avec prise en compte de l'épaisseur fournit des estimations plus proches de la réalité. Le nombre de Peclet est légèrement sous-estimé lorsque la taille du microcanal est proche de la résolution de la caméra. En effet, pour des estimations rigoureuses, il est préférable de disposer d'au moins deux pixels dans la largeur du microcanal.

La méthode a également été appliquée expérimentalement sur des écoulements en géométrie complexe. Cela nécessite l'implémentation d'un gradient thermique bidirectionnel permettant de détecter les écoulements dans chaque direction (x et y). La méthode s'avère très efficace pour détecter des défauts d'écoulement notamment les canaux bouchés. Cela peut être très utile dans des cas tels que la caractérisation de l'encrassement des micro-échangeurs ou des écoulements sanguins. De plus, les résultats obtenus donnent une information sur la direction de l'écoulement.

Chapitre 4

MÉTHODE D'ESTIMATION DES TERMES DE TRANSPORT ET DE DIFFUSION EN RÉGIME TRANSITOIRE : CHAMPS DE VITESSES ET DE DIFFUSIVITÉ

Résumé du chapitre :

L'inconvénient majeur du régime permanent est que seul le nombre de Peclet est estimé. Ainsi, l'objectif de ce chapitre est de développer un nouveau corps de méthodes en régime thermique transitoire, ce qui permet d'estimer un paramètre du terme de DIFFUSION : le nombre de Fourier, en complément du nombre de Peclet. Cette double estimation va permettre d'aboutir à des résultats quantitatifs sur la diffusivité thermique et les champs de vitesses au sein des microcanaux. Pour cela, un nouveau protocole expérimental a été mis en place. L'implémentation d'un écoulement périodique en créneaux, alternant des périodes avec et sans écoulement, permet d'estimer consécutivement le nombre de Peclet et le nombre de Fourier.

La méthode inverse développée est maintenant basée sur le calcul d'un coefficient de corrélation temporelle. De même que dans le Chapitre 3, il permet de traiter en masse les images IR et d'utiliser la physique afin de sélectionner les informations utiles à l'estimation. La méthode est d'abord validée sur des cas numériques puis testée expérimentalement sur des microcanaux droits.

4.1 Développement de la méthode d'estimation

4.1.1 Problématique

Dans le chapitre précédent, une étude des écoulements en régime thermique permanent a été réalisée. L'évolution vers le régime transitoire a pour but d'améliorer et de compléter les estimations mais aussi de pouvoir accéder à des valeurs absolues du champ de vitesse et de diffusivité thermique. Ces cas instationnaires, sans terme source peuvent être modélisés par la relation 4.1 :

$$\Delta T_{i,j}^k = Pe_{i,j}^{*k} T x_{i,j}^k + \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) T t_{i,j}^k \quad (4.1)$$

Il a été montré dans la section 3.2 que l'utilisation d'un coefficient de corrélation nécessite de travailler sur une équation assimilable à une fonction affine sans ordonnée à l'origine (équation 3.3). Or, ce n'est pas le cas de la relation 4.1. Il faut donc générer des conditions d'écoulement réduisant le modèle thermique à une équation simple à un paramètre et permettant d'estimer alternativement le nombre de Fourier et le Nombre de Peclet. La démarche expérimentale la plus appropriée est de générer des écoulements périodiques de type créneaux, comme représenté sur la figure 4.1. Dans cette configuration, deux approches sont possibles :

- approche semi-transitoire (estimation du Peclet en régime permanent puis du Fourier en transitoire)
- approche transitoire (estimation de Fourier en régime transitoire puis du Peclet en transitoire)

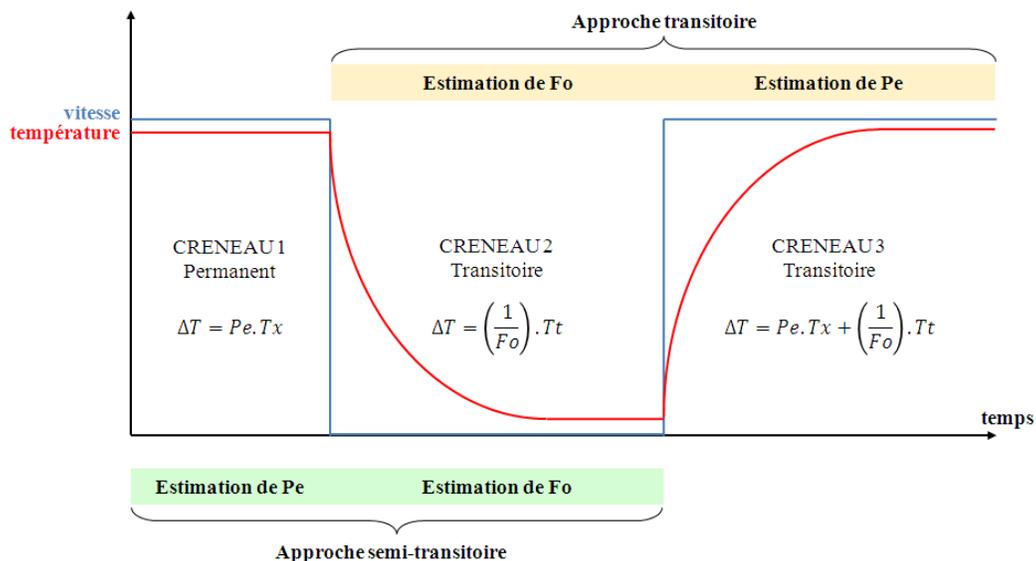


FIGURE 4.1 – Conditions d'écoulements périodiques de type créneaux

4.1.2 Approche semi-transitoire

Dans cette approche, il s'agit d'estimer préalablement le terme de transport en régime thermique permanent. En effet, le premier créneau d'écoulement est régi par la relation 4.2 où la méthode développée dans le chapitre 3 est applicable. Le même principe de mise sous gradient initial et de déformation des isothermes par l'écoulement est appliqué.

CRÉNEAU 1 - Estimation du nombre de Peclet en régime permanent :

$$\Delta T_{i,j}^* = Pe_{i,j}^* Tx_{i,j} \quad (4.2)$$

Durant le deuxième créneau, le débit dans le microcanal est arrêté. Le système est alors en relaxation, c'est à dire que les isothermes qui étaient déformées par l'écoulement reviennent à leur position initiale. Durant cette phase, le modèle thermique est alors purement diffusif et régit par la relation 4.3. L'enregistrement des champs de température durant le deuxième créneau permet d'estimer le nombre de Fourier selon la méthode de corrélation temporelle décrite dans la section 4.1.4

CRÉNEAU 2 - Estimation du nombre de Fourier en régime transitoire :

$$\Delta T_{i,j}^{*k} = \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) T t_{i,j}^k \quad (4.3)$$

Cette approche permet donc d'estimer consécutivement les deux paramètres recherchés mais nécessite toujours l'attente du régime permanent.

4.1.3 Approche transitoire

L'approche transitoire débute au deuxième créneau sans attendre le régime thermique permanent au premier créneau. En effet, durant le deuxième créneau, les champs de température d'un système en relaxation sont enregistrés. Le nombre de Fourier est estimé à partir de l'équation 4.3.

CRÉNEAU 2 - Estimation du nombre de Fourier en régime transitoire :

$$\Delta T_{i,j}^{*k} = \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) T t_{i,j}^k \quad (4.4)$$

Lors du troisième créneau, un écoulement est de nouveau imposé dans le microcanal, le modèle thermique peut donc être ré-écrit selon les équations 4.5 et 4.6.

CRÉNEAU 3 - Estimation du nombre de Peclet en régime transitoire :

$$Y_{i,j}^k = Pe_{i,j}^* T x_{i,j}^k \quad (4.5)$$

$$Y_{i,j}^k = \Delta T_{i,j}^{*k} - \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) T t_{i,j}^k \quad (4.6)$$

Ainsi, la valeur du nombre de Fourier estimé durant le créneau 2 est utilisée pour déterminer le nombre de Peclet durant le créneau 3, en calculant le coefficient de corrélation temporelle entre Y et la dérivée spatiale Tx .

Il est alors possible de vérifier si le nombre de Peclet estimé en régime permanent (créneau 1) est identique à celui estimé en régime transitoire (créneau 3).

4.1.4 Méthode de corrélation temporelle

Contrairement au régime permanent, il ne s'agit plus de traiter des images moyennées mais des matrices cubes représentant l'évolution temporelle d'un champ de température. Nous allons prendre l'exemple du créneau 2, où le modèle thermique dans le microcanal s'écrit selon la relation 4.4. A partir de la matrice cube de l'observable (température), il est possible de calculer deux autres matrices cubes : le laplacien et la dérivée temporelle (figure 4.2).

L'objectif est de détecter les pixels vérifiant la relation 4.4. Pour cela, un coefficient de corrélation temporelle entre les deux variables est défini (équation 4.7).

$$St_{i,j}^k = \frac{\sum_{k=n}^{n+Nt} \left((\Delta T_{i,j}^{*k} - \overline{\Delta T_{i,j}^{*k}}) \cdot (T_{i,j}^k - \overline{T_{i,j}^k}) \right)}{\sqrt{\sum_{k=n}^{n+Nt} \left(\Delta T_{i,j}^{*k} - \overline{\Delta T_{i,j}^{*k}} \right)^2} \cdot \sqrt{\sum_{k=n}^{n+Nt} \left(T_{i,j}^k - \overline{T_{i,j}^k} \right)^2}} \quad \text{pour } n \in [1; (K - Nt)] \quad (4.7)$$

Par analogie avec la méthode de corrélation spatiale, Nt correspond au fenêtrage temporel (nombre de pixels pris temporellement) pour calculer le coefficient St .

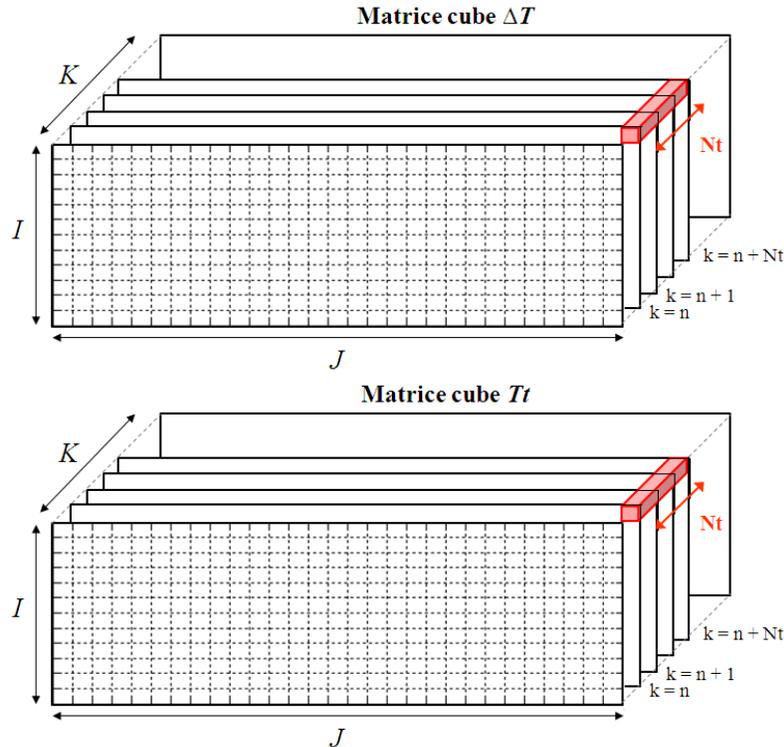


FIGURE 4.2 – Fenêtrage temporel Nt pour le calcul du coefficient de corrélation St

Lorsque le coefficient de corrélation est égal à 1, la relation 4.4 est vérifiée sur le pixel considéré durant l'intervalle de temps défini. Le nombre de Fourier local est alors estimé selon l'équation 4.8. Par contre, si le coefficient de corrélation est différent de 1, alors il n'existe aucune relation entre le laplacien et la dérivée

4.1. DÉVELOPPEMENT DE LA MÉTHODE D'ESTIMATION

temporelle. Le nombre de Fourier ne sera pas estimé sur le pixel considéré (équation 4.9). Le résultat est donc une matrice cube du coefficient de corrélation permettant de repérer les instants où l'estimation est possible, et par conséquent une matrice cube du nombre de Fourier estimé est également obtenue.

$$\left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) = St_{i,j}^k \cdot \frac{\sqrt{\sum_{k=n}^{n+Nt} (\Delta T_{i,j}^{*k})^2}}{\sqrt{\sum_{k=n}^{n+Nt} (T_{i,j}^k)^2}} \quad \text{lorsque } St_{i,j}^k \rightarrow 1 \quad (4.8)$$

$$\left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) = 0 \quad \text{lorsque } St_{i,j}^k \neq 1 \quad (4.9)$$

Laplacien en fonction de la dérivée temporelle Au regard de l'équation 4.4, il est possible d'étudier la relation entre le laplacien et la dérivée temporelle avant même de calculer le coefficient de corrélation. En effet, en traçant le laplacien en fonction de la dérivée temporelle, plusieurs comportements peuvent être observés selon le phénomène physique, (voir figure 4.3).

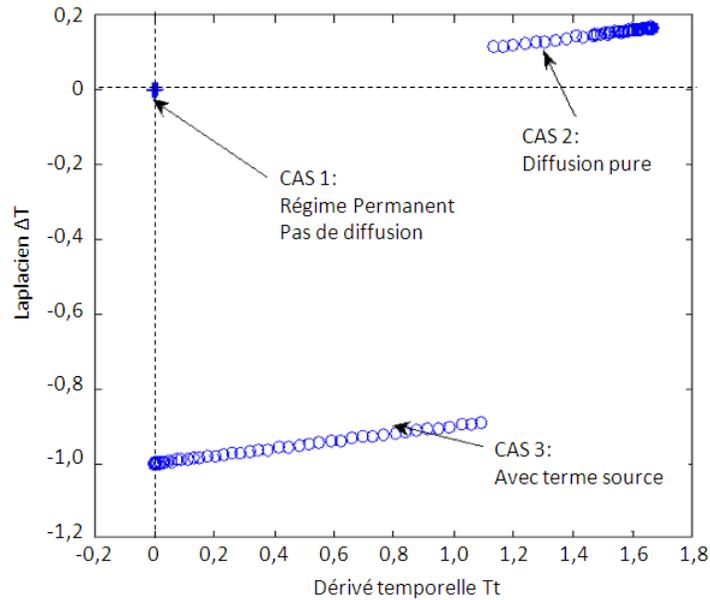


FIGURE 4.3 – Laplacien en fonction de la dérivée temporelle

- CAS 1 : En régime permanent, la dérivée temporelle et le laplacien sont nuls. Dans ce cas de figure, tous les points se situent à l'origine.

$$\Delta T_{i,j}^{*k} = 0 \quad (4.10)$$

- CAS 2 : En mode purement diffusif et en refroidissement, il existe alors une évolution linéaire entre le laplacien et la dérivée temporelle, passant par le point zéro. Le nombre de Fourier est inversement proportionnel à la pente de cette droite.

$$\Delta T_{i,j}^{*k} = \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) T_{i,j}^k \quad (4.11)$$

- CAS 3 : Lorsqu'un terme source constant apparaît dans le modèle, le comportement est également linéaire mais la droite ne passe pas par zéro.

$$\Delta T_{i,j}^{*k} = \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^{*k}} \right) T t_{i,j}^k + \phi_{i,j}^k \quad (4.12)$$

4.2 Validation de la méthode

4.2.1 Simulations numériques

Il a été montré que les simulations microfluidiques en 3D du régime thermique permanent sont déjà très coûteuses en terme de temps de calcul et d'espace mémoire à cause des contraintes de précision spatiales. En régime thermique transitoire, il faut rajouter une contrainte temporelle, c'est à dire un pas de temps proche de la fréquence d'acquisition de la caméra IR. Sachant que la caméra est utilisée à 25 Hz, un pas de temps de $\Delta t = 0,04 \text{ s}$ est défini.

Nous avons montré et validé le fait qu'il est possible de procéder à des estimations en utilisant un modèle 2D pur à partir d'une simulation 2D. Nous allons donc testé la méthode inverse en régime transitoire sur des cas numériques générés en 2D. Le maillage utilisé lors des simulations 2D dans le plan (x, y) en régime permanent est repris (figure 3.17). Le créneau 1 correspondant au régime permanent, la même image déjà simulée dans le chapitre 3 est réutilisée. Pour les créneaux 2 et 3, les conditions temporelles ci-dessous sont appliquées.

- Itérations : 250
- Pas de temps : 0,04 s
- Temps simulé : 10 s

Au final, le cycle complet dure $t = 30 \text{ s}$ divisé en 3 créneaux de durées égales, l'image provenant du régime permanent étant répliquée 250 fois. Les propriétés physiques thermiques listées dans le tableau 4.1 sont imposées, ce qui permet de calculer les nombres de Fourier et les diffusivités thermiques théoriques de chaque couche. Avec ces propriétés et les conditions imposées pour la simulation ($\Delta t = 0,04 \text{ s}$ et $\Delta x = 25 \mu\text{m}$), les nombres de Fourier théoriques sont calculés : $Fo = 7,65$ pour le fluide et $Fo = 35,6$ pour le verre.

Couche	Conductivité thermique ($W.m^{-1}K^{-1}$)	Masse volumique ($kg.m^{-3}$)	Capacité thermique ($kJ.kg^{-1}K^{-1}$)	Diffusivité thermique ($m^{-2}s^{-1}$)
fluide	0,5	1000	4185	$1,19.10^{-7}$
verre	1	2500	720	$5,55.10^{-7}$

TABLE 4.1 – Propriétés physiques et thermiques imposées en simulation

La figure 4.4 représente quelques champs de température extraits de la simulation de créneau 2. Dès lors que le débit est arrêté dans le microcanal, les isothermes se déforment très rapidement en régime transitoire.

4.2. VALIDATION DE LA MÉTHODE

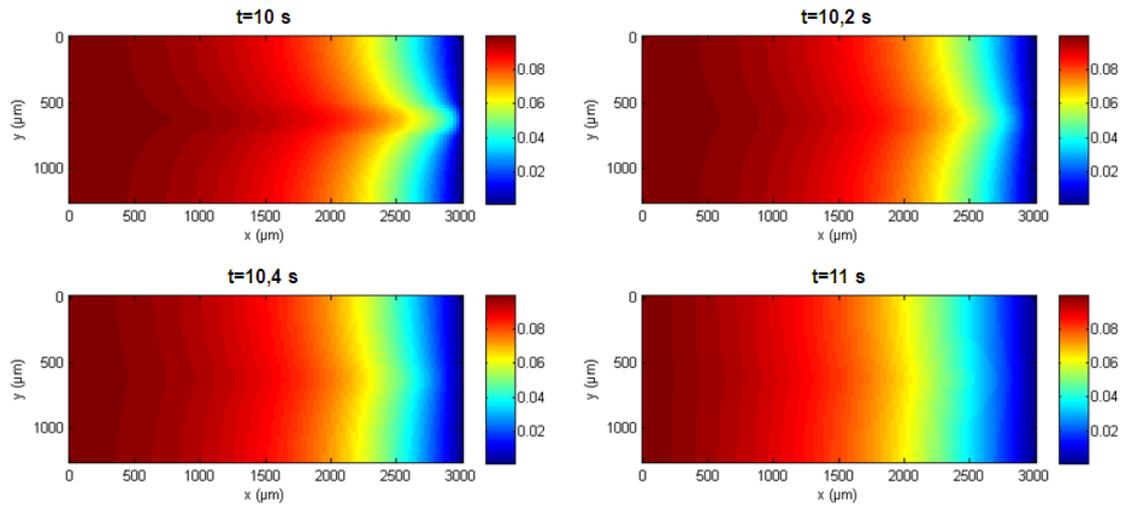


FIGURE 4.4 – Champs de température issus des simulations en régime transitoire ($Q = 500 \mu\text{L}/h$)

L'évolution de la température durant les trois créneaux est tracée pour un point situé au centre du microcanal (figure 4.5). Les créneaux 2 et 3 (phases transitoires sans et avec écoulement) sont très clairement distingués.

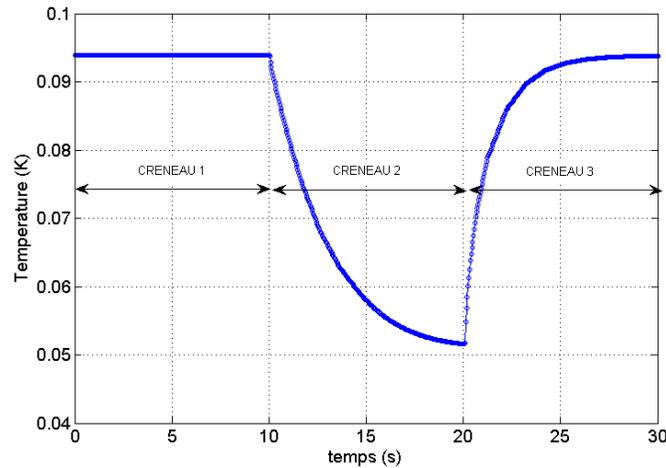


FIGURE 4.5 – Température en fonction du temps pendant les simulations en régime transitoire pour un point situé dans le microcanal

Le créneau 2 étant commun à l'approche semi-transitoire et transitoire, et le problème du créneau 1 ayant déjà été traité dans le chapitre 3, nous allons donc nous focaliser uniquement sur l'approche transitoire, en estimant le nombre de Fourier durant le créneau 2 et le nombre de Peclet durant le créneau 3. Ainsi, il sera possible de comparer les estimations du nombre de Peclet en transitoire et en permanent.

4.2.2 Estimation du nombre de Fourier et de la diffusivité thermique

D'après l'équation 4.4, il existe une relation linéaire entre le laplacien et la dérivée temporelle. Il convient donc de chercher dans la matrice cube, les images où cette relation est vérifiée. Dans un premier temps, l'évolution temporelle de ces deux paramètres est tracée pour un pixel situé au centre du microcanal, afin de repérer les zones temporelles où ils sont potentiellement corrélés (figure 4.6). Durant le premier créneau, le laplacien et la dérivée temporelle sont nuls (régime permanent). Ensuite, durant le deuxième créneau, ils évoluent selon le même comportement, ce qui suppose qu'ils sont corrélés et que la relation 4.4 est valide pendant cet intervalle. Durant le créneau 3, les deux paramètres varient de manière opposée, donc le modèle n'est à priori plus valide.

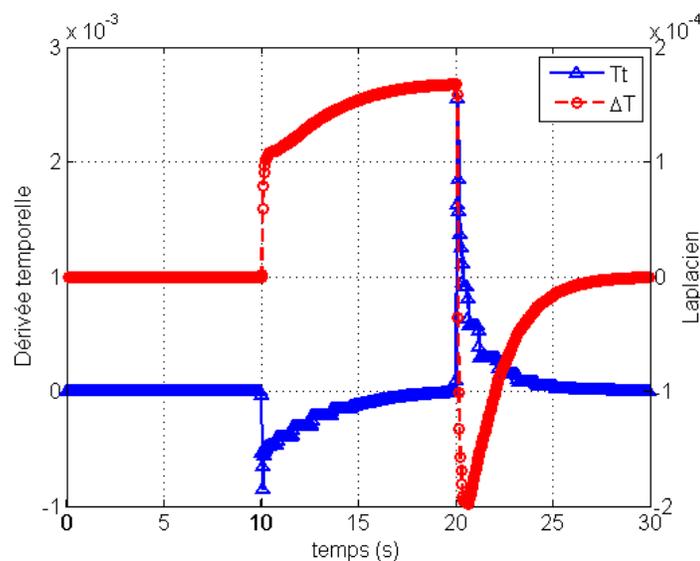


FIGURE 4.6 – Évolution du laplacien et de la dérivée temporelle pendant le créneau 2 pour un point situé dans le microcanal

Le laplacien en fonction de la dérivée temporelle est tracé sur la figure 4.7. En dehors du microcanal, le laplacien et la dérivée temporelle sont effectivement centrés sur zéro. Dans le microcanal, trois zones sont détectées :

- CRÉNEAU 2 : l'évolution du laplacien est linéaire et passe par zéro, ce qui confirme la validité du modèle. En effet dans cette zone, le coefficient de corrélation est égal à 1.
- CRÉNEAU 3a : dans cette zone, le laplacien décroît avec la dérivée temporelle. Cette zone correspond à la courte fenêtre temporelle où le laplacien passe d'une forte à une faible valeur. Le coefficient de corrélation est égal à +1 mais la droite ne passe pas par zéro, car l'écoulement agit comme un terme source et donc le modèle est vu avec une ordonnée à l'origine.
- CRÉNEAU 3b : c'est la majeure partie du créneau 3, où le laplacien augmente lorsque la dérivée temporelle diminue. Il y a donc un coefficient de corrélation égal à -1 . Cela n'a pas de sens physique et montre que le modèle n'est pas valide dans cette zone.

4.2. VALIDATION DE LA MÉTHODE

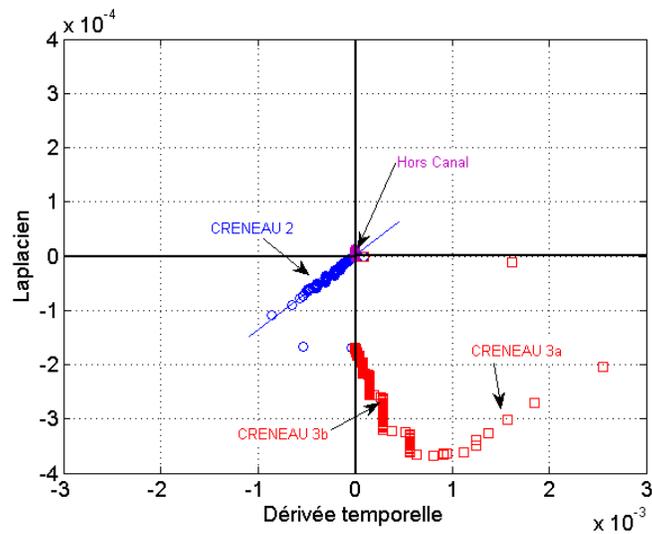


FIGURE 4.7 – Laplacien en fonction de la dérivée temporelle durant les simulations pour un point situé dans le microcanal

L'évolution temporelle du coefficient de corrélation St entre le laplacien et la dérivée temporelle est tracée sur la figure 4.8. La valeur du coefficient de corrélation tend très clairement vers 1 pendant le créneau 2 et vers 0 pendant les autres créneaux. Cela permet donc d'estimer le nombre de Fourier dans les zones corrélées. En réalité, la matrice de corrélation brute indique des valeurs $St = -1$ dans le créneau 3, ramenées à $St = 0$ car elle ne permettent pas d'estimer un nombre de Fourier. Par contre, ces valeurs négatives peuvent servir d'indicateur de la présence de l'écoulement.

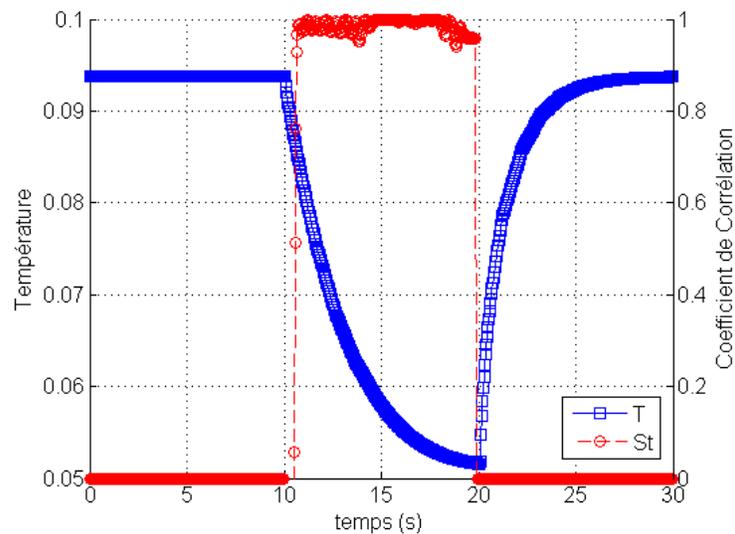


FIGURE 4.8 – Coefficient de corrélation St en fonction du temps pour un point situé dans le microcanal

A partir des zones corrélées à $St = +1$, le nombre de Fourier est calculé, et représenté en fonction du

temps sur la figure 4.9. Le nombre de Fourier estimé durant le créneau 2 est relativement stable, il est donc possible de représenter une cartographie moyenne de l'estimation (figure 4.10). Sur la même figure est également illustrée une cartographie de la diffusivité thermique calculée à partir du nombre de Fourier, selon la relation 4.13.

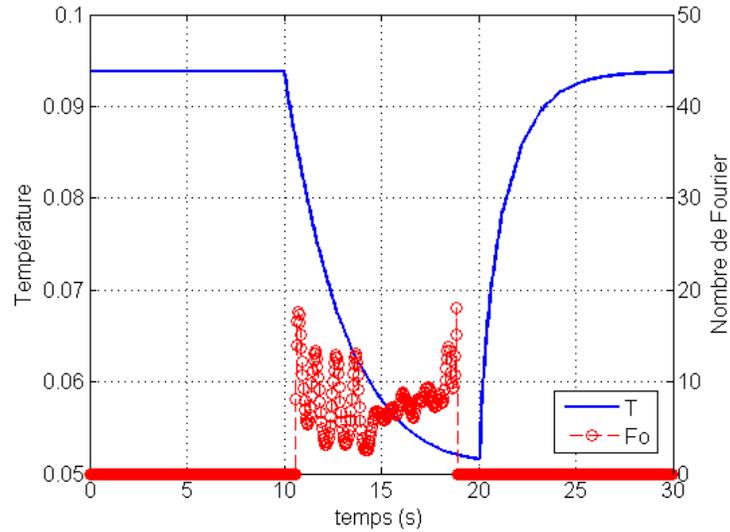


FIGURE 4.9 – Nombre de Fourier estimé en fonction du temps pour un point situé dans le microcanal

$$a_{i,j} = \frac{Fo_{i,j} \cdot \Delta x^2}{\Delta t} \quad (4.13)$$

Avec les constantes fixées pour les simulations $\Delta x = 25 \mu m$ et $\Delta t = 0,04 s$.

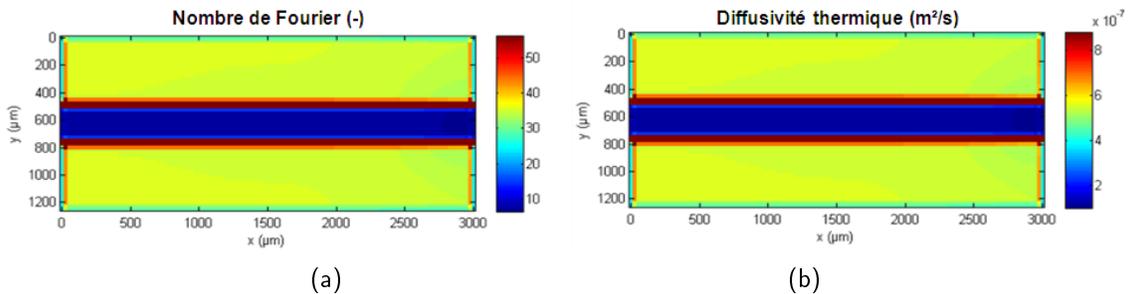


FIGURE 4.10 – Cartographies de (a) nombre de Fourier et de (b) diffusivité thermique estimées

Dans le microcanal l'estimation indique un nombre de Fourier moyen de $Fo = 7,79$, ce qui équivaut à une diffusivité thermique de $a_{eau} = 1,21 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$. En dehors du microcanal, un nombre de Fourier moyen de $Fo = 35,2$ est estimé, ce qui équivaut à une diffusivité thermique de $a_{verre} = 5,52 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$. A l'interface entre le verre, l'estimation prend une valeur infinie, qui est due au saut de conductivité entre les deux matériaux. Cependant, dans chaque couche l'écart par rapport aux valeurs théoriques imposées (tableau 4.1) est de moins de 2%, ce qui permet de valider la première étape du travail d'estimation.

4.2.3 Estimation du nombre de Peclet et de la vitesse.

Le nombre de Fourier estimé va maintenant être utilisé pour calculer le paramètre Y défini par l'équation 4.6 et l'estimation du Nombre de Peclet sera effectuée. Afin de réaliser cette étude, la corrélation entre le paramètre Y et la dérivée spatiale T_x est analysée. Leur évolution temporelle pour un pixel situé dans le microcanal est représentée sur la figure 4.11.

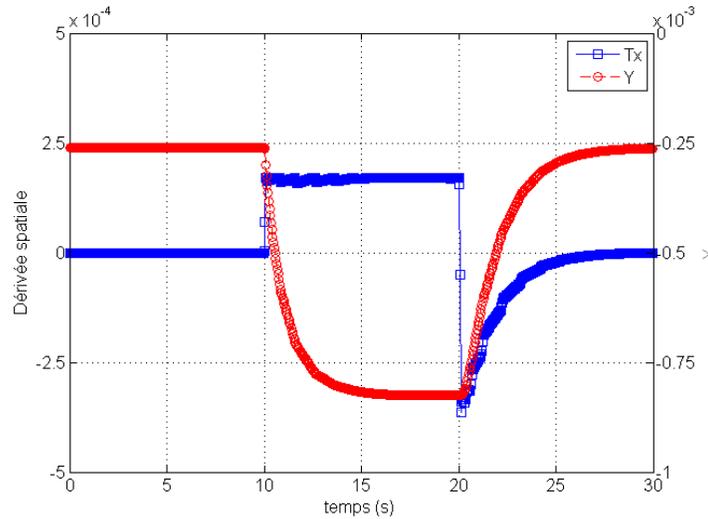


FIGURE 4.11 – Évolution temporelle de la dérivée spatiale et du paramètre Y pour un point situé dans le microcanal

Il apparaît que ces deux variables suivent la même tendance uniquement durant le créneau 3, là où elles sont supposées être corrélées. La variation de Y en fonction de T_x est donc tracée afin de vérifier la linéarité de leur relation (figure 4.33).

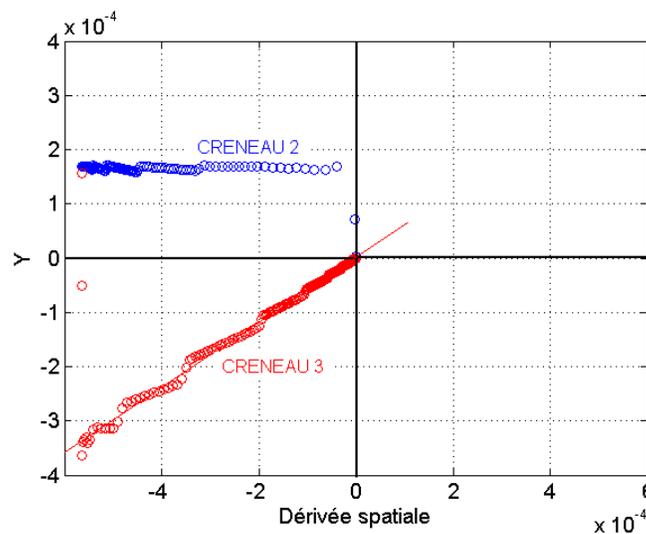


FIGURE 4.12 – Y en fonction de la dérivée spatiale pour un point situé dans le microcanal

Durant le créneau 3, la relation est parfaitement linéaire et passe par zéro, ce qui signifie que le coefficient de corrélation est égal à $St = +1$ et que la relation 4.5 est valide. L'évolution de ce coefficient de corrélation au cours du temps est vérifiée sur la figure 4.13 et les zones corrélées apparaissent très nettement au créneau 3.

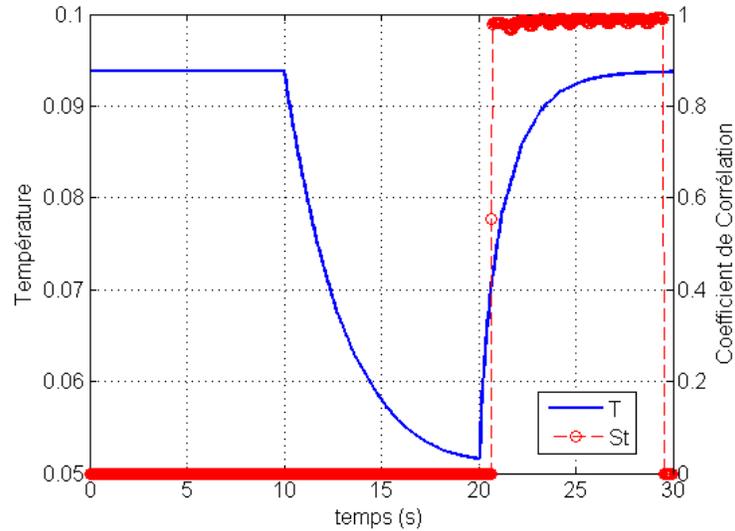


FIGURE 4.13 – Coefficient de corrélation St en fonction du temps pour l'estimation du nombre de Peclet (pour un point situé dans le microcanal)

Cependant, dans ce créneau 3 quelques oscillations périodiques inattendues sont observées, qui sont essentiellement dues à un problème numérique. Cela permet tout de même de conserver une forte corrélation et de calculer le nombre de Peclet selon la relation 4.14.

$$Pe_{i,j}^* = St_{i,j}^k \cdot \frac{\sqrt{\sum_{k=n}^{n+Nt} (Y_{i,j}^{*k})^2}}{\sqrt{\sum_{k=n}^{n+Nt} (Tx_{i,j}^k)^2}} \quad \text{lorsque } St_{i,j}^k \rightarrow 1 \quad (4.14)$$

Le nombre de Peclet estimé est maintenant tracé en fonction du temps (figure 4.14). Le problème numérique des oscillations périodiques se répercute sur les estimations, mais la solution converge vers une estimation stable du nombre de Peclet.

Un nombre de Peclet moyen de $Pe = 0,6489$ est estimé en lors de cette étude en régime transitoire à $Q = 500 \mu L.h^{-1}$. Lors des l'étude en régime permanent un nombre de Peclet de $Pe = 0,6968$ avait été estimé pour le même débit, soit un écart de 7% . Il y a donc une très bonne adéquation entre les deux modes d'estimation qui permet de valider l'intégralité de la méthode inverse en régime transitoire.

4.2. VALIDATION DE LA MÉTHODE

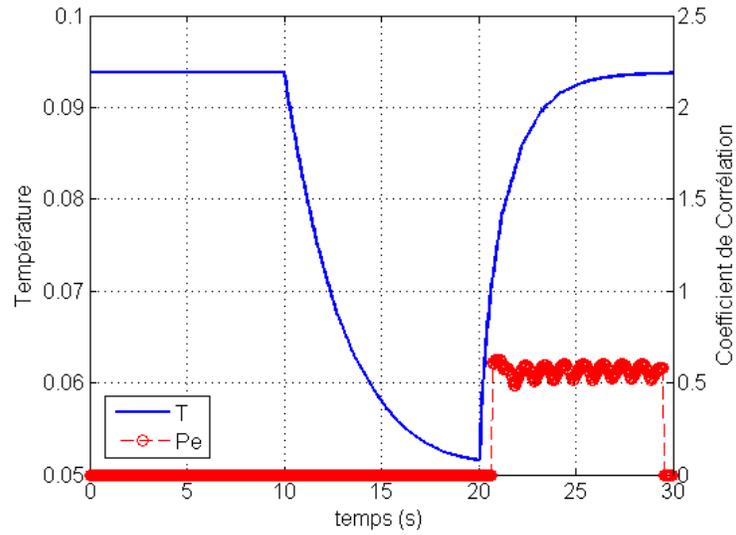


FIGURE 4.14 – Nombre de Peclet estimé en fonction du temps pour un point situé dans le microcanal

Les estimations sont répétées pour toutes les valeurs de débits indiquées dans le tableau 3.2. Ainsi, les estimations des nombres de Fourier et de Peclet moyens sont représentées en fonction du débit sur les figures 4.15 et 4.16. Les nombres de Fourier estimés pour le verre et pour le fluide sont constants, car indépendants du débit. Cela permet de mettre en avant la stabilité et la reproductibilité de la méthode. Le nombre de Peclet estimé suit bien une évolution linéaire avec l'augmentation de débit, et les valeurs estimées avec la méthode en régime transitoire sont proches des celles estimées avec la méthode en régime permanent. Les incertitudes ont été calculées selon la méthode décrite dans la section 3.3.3.

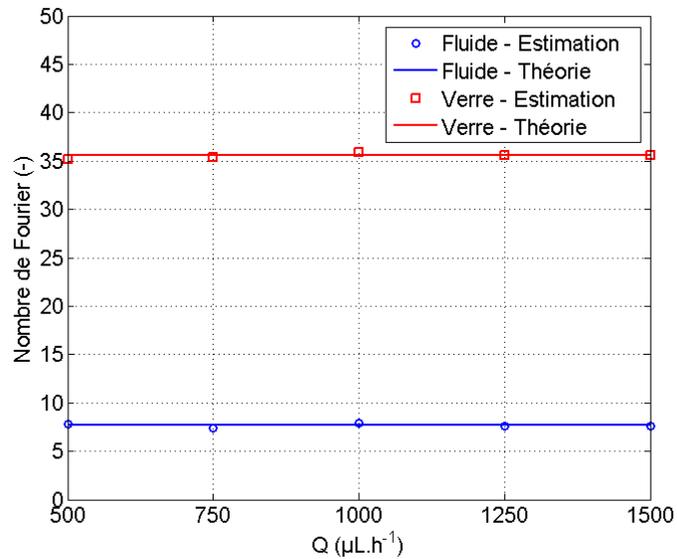


FIGURE 4.15 – Nombre de Fourier moyen estimé en régime transitoire en fonction du débit

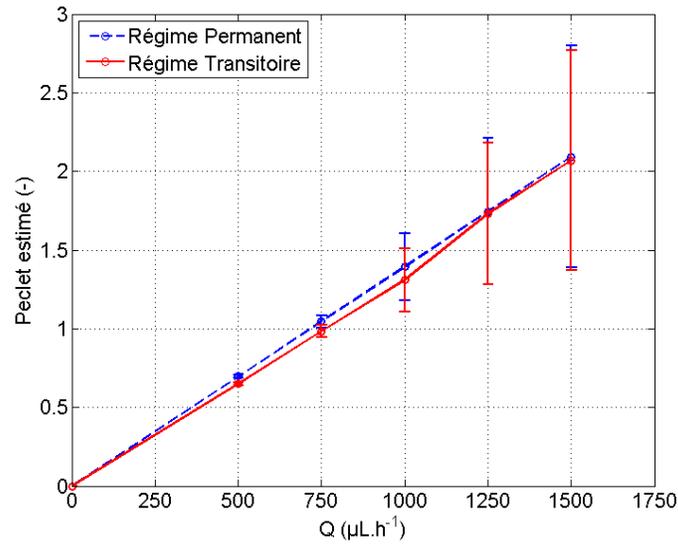


FIGURE 4.16 – Nombre de Peclet moyen estimé en fonction du débit, comparaison avec la méthode inverse en régime permanent

La connaissance de la diffusivité thermique et du nombre de Peclet permet de calculer la vitesse pour chaque débit (tableau 4.2). Ainsi, il est intéressant de vérifier que les vitesses estimées sont identiques aux vitesses imposées lors des simulations. L'écart relatif entre les deux valeurs de vitesses est calculé selon l'équation 4.15 :

$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{v_{imposée} - v_{estimée}}{v_{imposée}} \times 100 \quad (4.15)$$

Débit ($\mu L.h^{-1}$)	500	750	1000	1250	1500
vitesse imposée ($mm.s^{-1}$)	3,33	4,99	6,66	8,34	10,0
vitesse estimée ($mm.s^{-1}$)	3,39	4,85	6,86	8,33	9,93
écart relatif $\frac{\Delta v}{v}$ (%)	1,80	2,80	3,00	0,12	0,70

TABLE 4.2 – Vérification des vitesses estimées

La méthode inverse en régime transitoire est donc un complément essentiel de la méthode inverse en régime permanent, puisqu'elle permet de donner une information quantitative précise sur le champ de vitesse du fluide en écoulement dans le microcanal. Les résultats sont très satisfaisants car les vitesses sont estimées avec un écart inférieur à 3% par rapport à la théorie.

4.3 Démarche pour les estimations expérimentales

4.3.1 Protocole expérimental

Pour cette expérience, le banc expérimental décrit dans la partie 2.4.1 est utilisé. La puce microfluidique étudiée est composée d'un microcanal droit dans lequel circule de l'eau. La gamme de débit usuelle (500 à $1500 \mu L.h^{-1}$) est imposée et plusieurs créneaux d'écoulements sont générés afin de répéter l'estimation. La puce utilisée contient un microcanal droit dont les dimensions sont indiquées sur la figure 4.17 :

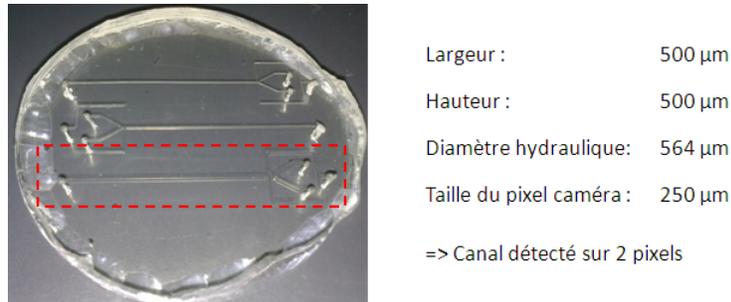


FIGURE 4.17 – Photographie visible de la puce microfluidique utilisée et dimensions du microcanal

La figure 4.18 montre l'évolution de la température pour un point situé dans le microcanal lors d'une mesure à $1250 \mu L.h^{-1}$. cela permet de visualiser les différents créneaux avec et sans écoulement. L'ensemble du signal est assez fortement bruité, ce qui est normal lorsque à température quasi-ambiante (diminution du rapport signal à bruit).

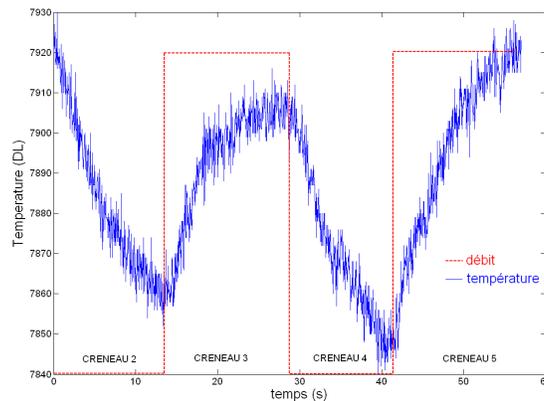


FIGURE 4.18 – Évolution de la température au cours du temps pour un pixel situé dans le microcanal

L'acquisition des images est effectuée à 25 Hz , soit un pas de temps de $\Delta t = 0.04 \text{ s}$. Il arrive que certaines images ne soient pas enregistrées à intervalle régulier. En effet, il se peut qu'il apparaisse de légers décalages et que le Δt ne soit pas constant. Afin de voir l'importance de ce décalage, il est possible de sauvegarder l'horodatage précis de la prise de vue image par image. Le pas de temps Δt est tracé en fonction du temps pour l'expérience à $1250 \mu L.h^{-1}$ (figure 4.19).

La figure 4.19 montre que le pas de temps Δt varie lors des enregistrements, ce qui peut avoir un impact sur les estimations. Périodiquement, il peut varier jusqu'à 5% de sa valeur. La valeur moyenne est exactement $\Delta t = 0,04 \text{ s}$ mais les sauts de valeurs périodiques proviennent de la caméra, qui compense automatiquement ses propres décalages. Afin de corriger ce problème, les sauts doivent être pris en compte lors des calculs, c'est pourquoi la base de temps (horodatage) est extraite et conservée en mémoire pour chaque film. Ce problème est crucial car il engendre un biais important sur les estimations.

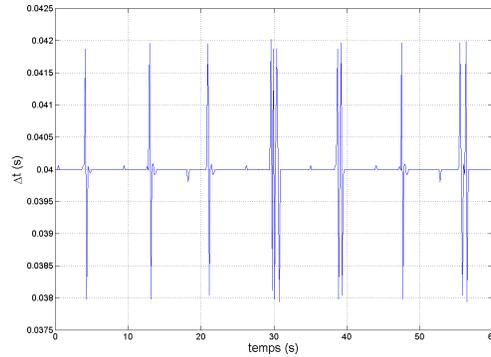


FIGURE 4.19 – Décalage sur la base de temps lors des acquisitions IR en régime transitoire

4.3.2 Pré-traitement des données

Besoins de pré-traiter Le laplacien et la dérivée temporelle sont calculés à partir du film brut en température. Leur évolution temporelle est tracée sur la figure 4.20. Contrairement aux simulations (figure 4.6), il est très difficile de distinguer les zones où les deux paramètres suivent la même tendance. Cela provient du bruit de mesure lors des acquisitions qui est amplifié lors du calcul des dérivées par différences finies.

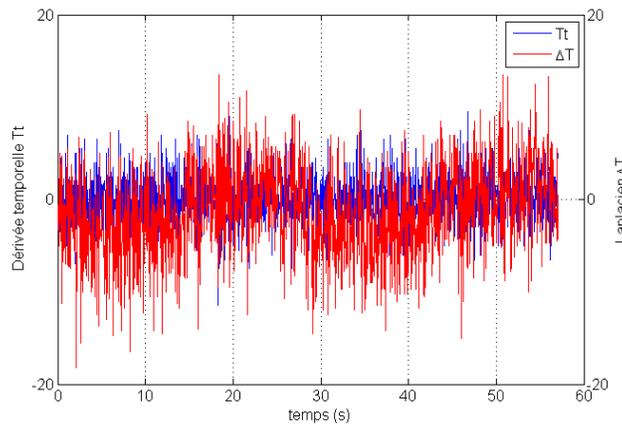


FIGURE 4.20 – Laplacien et dérivée temporelle en fonction du temps pour un point situé dans le microcanal

Le laplacien est alors tracé en fonction de la dérivée temporelle afin de vérifier s'il existe une relation linéaire entre les deux (figure 4.21). Le signal est très fortement bruité, et centré autour de zéro. L'écoulement

4.3. DÉMARCHE POUR LES ESTIMATIONS EXPÉRIMENTALES

est stoppé durant les créneaux 2 et 4, c'est donc là qu'il devrait y avoir une relation linéaire. Or, avec un tel niveau de bruit il n'est pas possible de déterminer une régression linéaire.

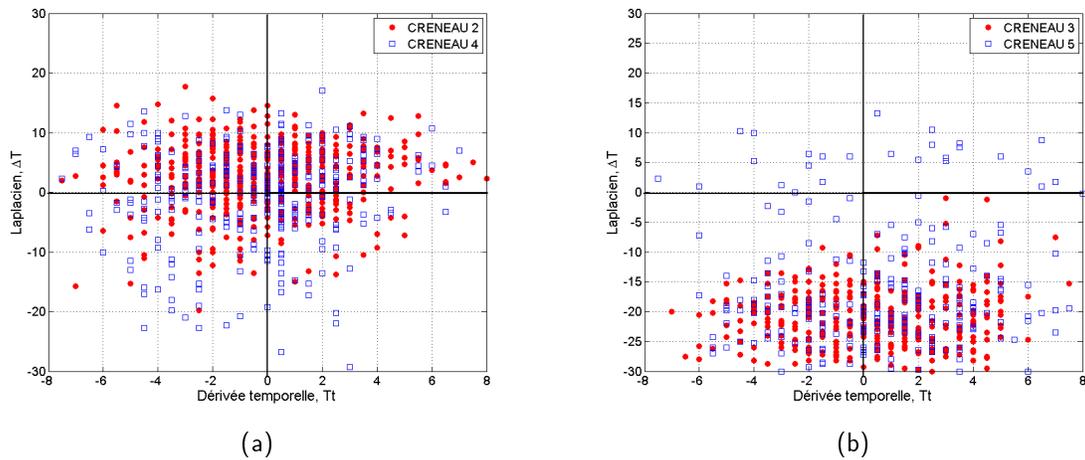


FIGURE 4.21 – Laplacien en fonction de la dérivée temporelle pour des films expérimentaux bruts. Créneaux 2 et 4 sans écoulements (a), Créneaux 3 et 5 avec écoulements (b)

Le coefficient de corrélation entre le laplacien et la dérivée temporelle est tout de même calculé et les valeurs obtenues sont représentées en fonction du temps (figure 4.22). Les valeurs de corrélation ne sont pas suffisamment proche de 1 pour considérer que les deux variables calculées soient corrélées. En effet, le coefficient de corrélation oscille entre $St = +0,5$ et $St = -0,5$ avec une tendance à être positif durant les créneaux d'écoulement et négatif durant les créneaux sans écoulement.

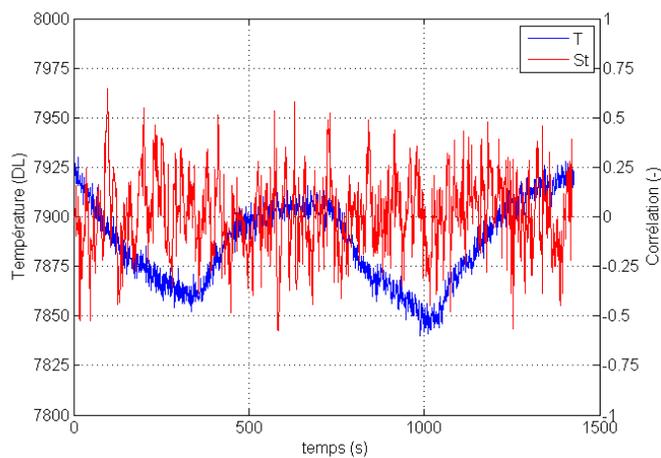


FIGURE 4.22 – Coefficient de corrélation St en fonction du temps

Dans les conditions expérimentales ci dessus, il n'est pas possible d'estimer le nombre de Fourier, même en abaissant la valeur seuil du coefficient de corrélation pour le calcul. Cela ne signifie pas que le laplacien et la dérivée temporelle ne sont pas corrélés, et que la relation 4.3 n'est jamais valide. Par contre, cela

montre que la sensibilité de la mesure par thermographie IR, et le bruit mesuré se répercutent sur tous les calculs de dérivées par différences finies. En régime permanent ce problème est inexistant car les images traitées étaient moyennées dans temps sur 1000 images, ce qui atténue considérablement le bruit. En régime transitoire, le signal non moyenné brut est traité. Il faut donc trouver un moyen d'éliminer le bruit de mesure et de réduire l'erreur induite par les dérivées. Il est montré que les techniques de dérivations utilisées peuvent avoir un grand impact sur la qualité des signaux dérivées (voir annexe C).

Filtrage passe-bas En traitement du signal, les filtres sont très largement utilisés et il existe de nombreux types de filtrage : filtre passe haut, passe bas, passe bande [37]. Au regard du signal temporel obtenu expérimentalement 4.18, un filtre passe bas semble être la meilleure option. En effet, l'objectif est d'éliminer les hautes fréquences correspondant à du bruit de mesure et de conserver les basses fréquences correspondant au comportement physique du système.

L'utilisation d'un filtre passe bas nécessite de déterminer dans un premier temps la densité spectrale de puissance ou PSD (Power Spectral Density) du signal, c'est à dire la distribution des composantes spectrales. Plusieurs méthodes sont possibles pour estimer la PSD d'un signal, par exemple Capon, Balckman-Tukey, Bartlett, et Welch. Ces différentes méthodes permettent de représenter le périodogramme du signal. Nous retenons la méthode de Welch [98] car elle n'introduit pas de biais lors du calcul. Ensuite une fréquence de coupure est choisie, au delà de laquelle toutes les fréquences du signal seront éliminées. L'élimination des hautes fréquences est effectuée par l'intermédiaire d'une fonction de transfert définissant le filtre. Ici, un filtre de Butterworth est choisi pour ses propriétés à conserver un gain constant dans la bande passante, contrairement aux types de filtres (Tchebychev, elliptiques...)

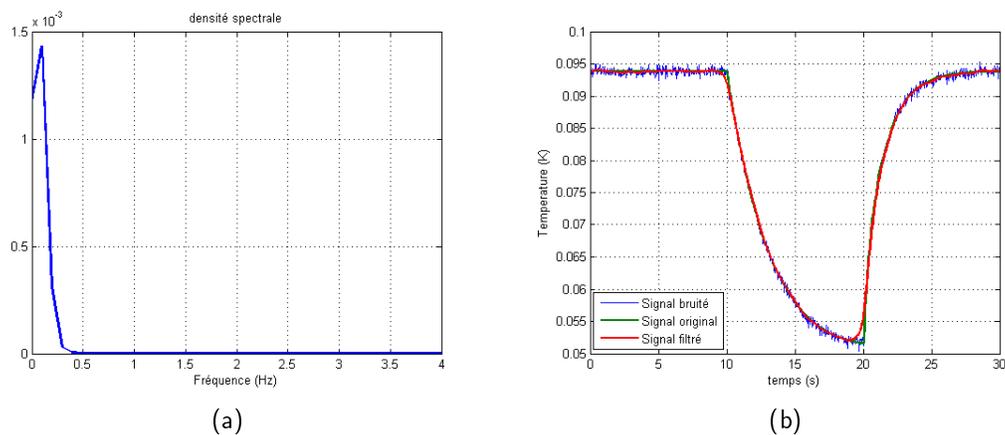


FIGURE 4.23 – (a) Densité de puissance spectrale et (b) filtrage temporel sur un signal bruité issu des simulations

Lors de l'application des filtres, il arrive qu'un certain décalage temporel soit induit par la méthode. C'est pourquoi une fonction a été sélectionnée dans le logiciel Matlab permettant d'appliquer le filtre dans le sens des temps croissants puis dans le sens inverse (temps décroissants), afin de corriger et d'éviter l'apparition de ce genre de décalage.

Le signal en température extrait des simulations est bruité (voir figure 4.5). La densité spectrale de ce signal bruité est déterminée et un filtre passe bas avec un seuil de coupure égal à 0.6 Hz est appliqué 4.23.

4.4. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Le signal filtré suit le signal original avec une très bonne cohérence, sans décalage, ni introduction de biais.

Cette méthode possède de nombreux avantages tels que la rapidité de calcul, la simplicité d'implémentation, et la maîtrise du seuil de coupure pour ne pas tronquer l'information essentielle. De plus, il est possible d'appliquer un filtre à chaque étape de la méthode inverse. En effet si les matrices de laplacien et dérivée temporelle sont encore trop bruitées à cause des différences finies, un filtre passe bas temporel peut encore une fois être appliqué.

Séparation et moyenne des créneaux Les créneaux de débits fournissent un signal thermique périodique et reproductible dans le temps. Il est possible de profiter de la reproductibilité des périodes pour moyenner le signal par période et ainsi augmenter le rapport signal à bruit. Les créneaux avec et sans écoulement sont donc séparés, puis moyennés. Les étapes de pré-traitement du signal brut sont résumées sur la figure 4.24.

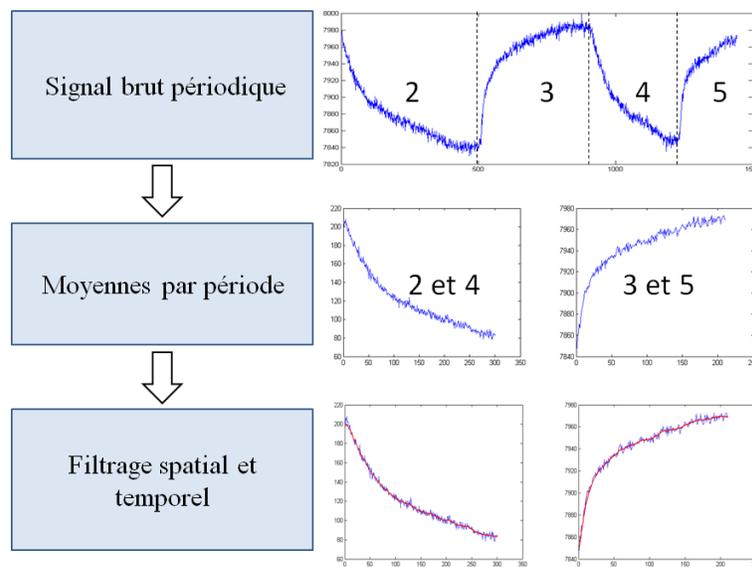


FIGURE 4.24 – Étapes de pré-traitement des données avant inversion

4.4 Résultats expérimentaux

4.4.1 Estimation du nombre de Fourier et de la diffusivité thermique

La figure 4.25 montre des exemples de champs de température extrait du créneau 2, lorsque le débit est arrêté pour la première fois dans le microcanal.

Pré-traitement. Dans un premier temps, le signal brut est pré-traité selon les étapes définies dans la section précédente. La figure 4.26(a) représente les profils de température de chaque créneau sans écoulement (créneaux 2 et 4) et montre que les profils sont reproductibles, ce qui permet de calculer une moyenne. Une fois la moyenne effectuée (figure 4.26(b)), le filtrage passe-bas est appliqué sur ce signal. Selon la PSD du signal moyenné (figure 4.26(c)), un seuil de coupure égal à 1 Hz est appliqué pour obtenir le signal filtré temporellement (figure 4.26(d)).

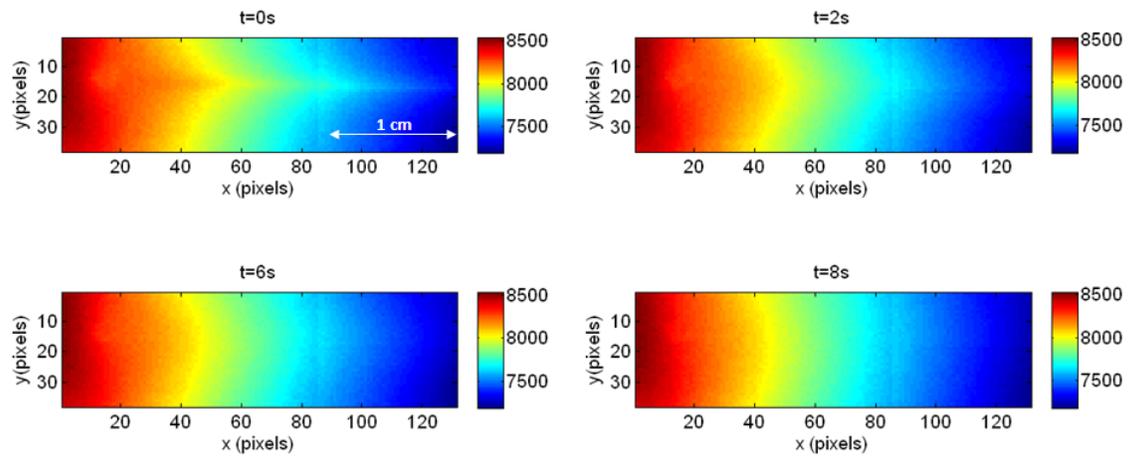


FIGURE 4.25 – Exemples de champs de température expérimentaux lors du créneau 2 ($Q = 1500 \mu L.h^{-1}$)

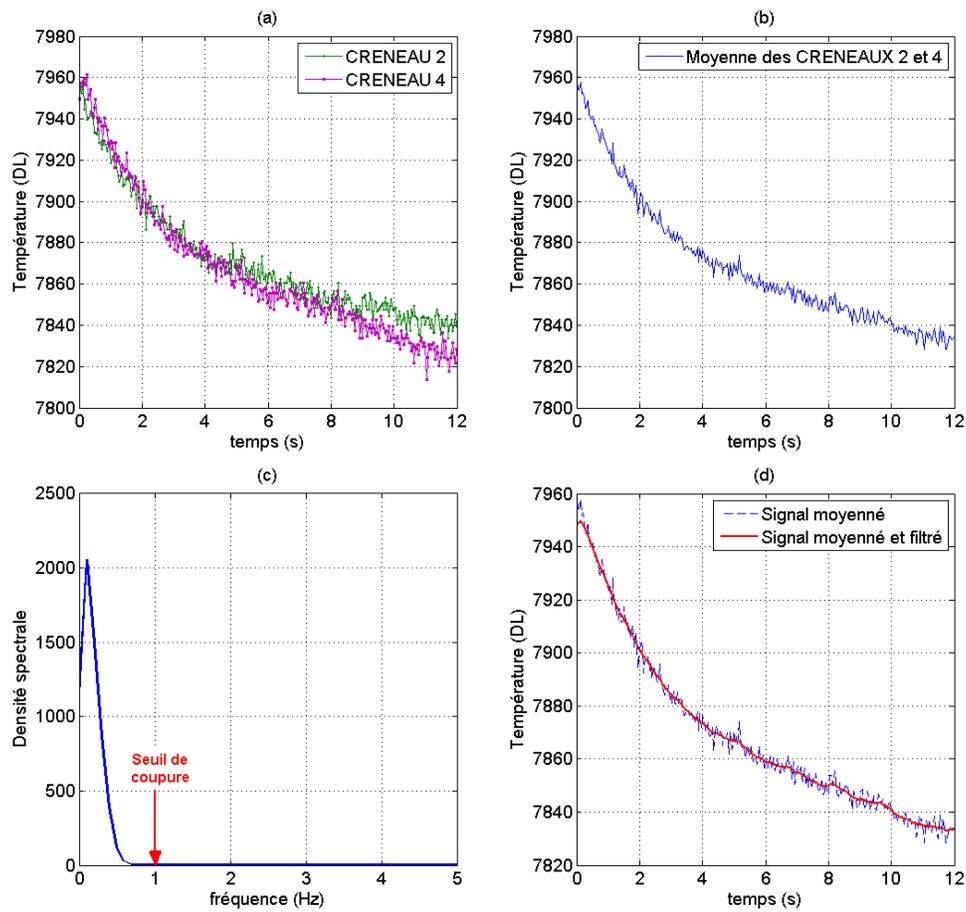


FIGURE 4.26 – Pré-traitement des données issues des créneaux sans écoulement. (a) créneaux 2 et 4 sans écoulement (b) moyenne des créneaux 2 et 4 (c) PSD du signal moyenné (d) signal moyenné et filtré

4.4. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Laplacien en fonction de la dérivée temporelle. Le laplacien et la dérivée temporelle sont calculés à partir du signal moyenné et filtré, en utilisant les différences finies. La figure 4.27 représente l'évolution du laplacien en fonction de la dérivée temporelle pour un point situé dans le microcanal.

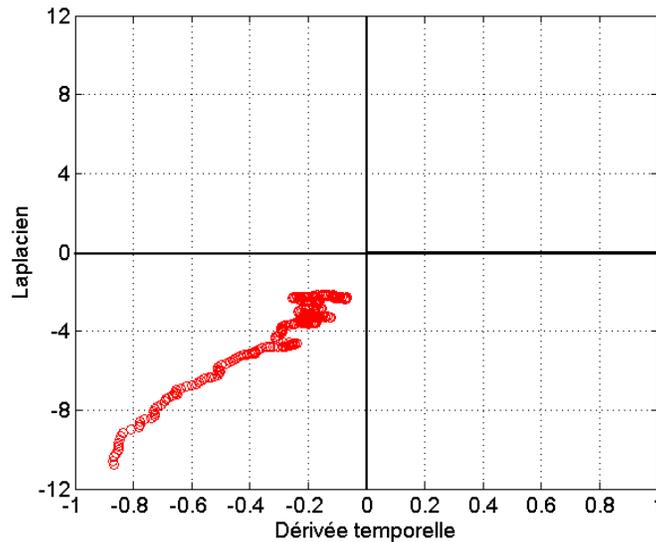


FIGURE 4.27 – Laplacien en fonction de la dérivée temporelle sur le signal moyenné et filtré pour un point situé dans le microcanal

En comparaison avec la figure 4.21, une tendance linéaire se dégage. Cela confirme l'existence d'une relation linéaire entre le laplacien et la dérivée temporelle ainsi que la validité du modèle thermique. L'extrapolation linéaire de la droite passerait par le point zéro à l'origine, ce qui correspond renforce l'hypothèse de la validité du modèle thermique. Cependant, les points expérimentaux ne passent pas par zéro car il faudrait attendre le régime quasi permanent (laplacien et dérivée temporelle nuls).

Corrélation et estimation. Le calcul du coefficient de corrélation est effectué en choisissant judicieusement la taille de la fenêtre temporelle Nt . En effet, la relation entre le laplacien et la dérivée temporelle est linéaire sur un intervalle de temps assez long, mais localement quelques perturbations sont observées. Si la taille de la fenêtre temporelle est très courte, le coefficient de corrélation sera soit très fort (+1), soit très faible (-1) selon le moment où il est calculé. Dans une zone de perturbations, le coefficient sera localement très faible (-1) alors que la tendance prouve le contraire. Il faut donc choisir une fenêtre temporelle suffisamment large, ce qui engendrera une diminution du coefficient de corrélation (entre +0.9 et +1) mais indiquera qu'il y a effectivement une relation linéaire entre le laplacien et la dérivée temporelle, malgré les perturbations locales. La figure 4.28(a) montre l'influence de la taille du fenêtrage temporel. Un exemple de cartographie de corrélation est illustré sur la figure 4.28(b), où le microcanal est clairement détecté.

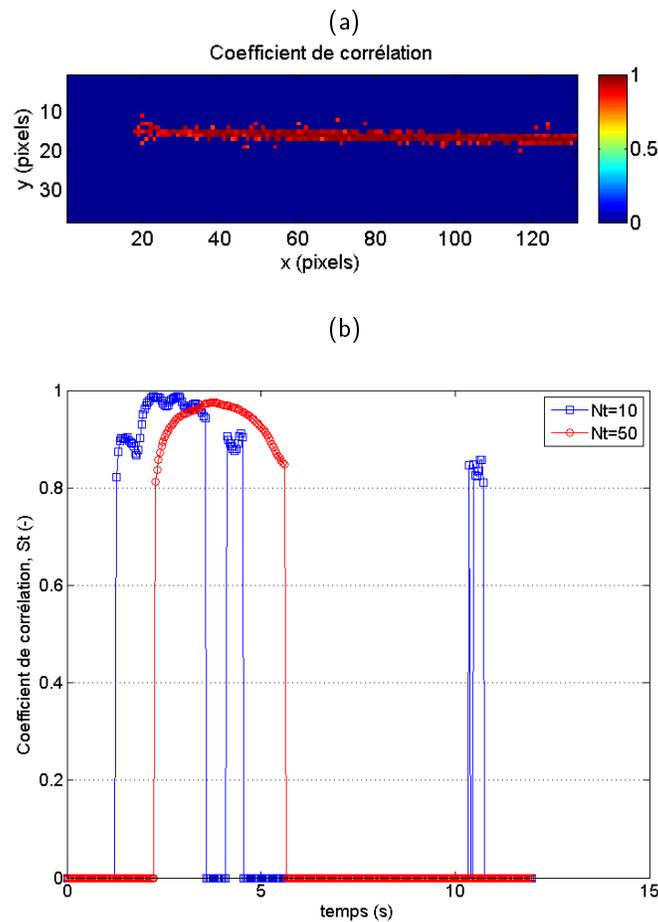


FIGURE 4.28 – Coefficient de corrélation St entre le laplacien et la dérivée temporelle. (a) Exemple de cartographie instantanée à $t = 3,5 s$ et (b) évolution en fonction du temps pour un point situé dans le microcanal.

REMARQUE :

Les isothermes ne sont pas suffisamment déformées hors du canal. De ce fait, la dérivée temporelle ainsi que le laplacien sont quasiment nuls, et le coefficient de corrélation est inférieur à la valeur seuil dans les zones hors-canal. Ces zones sont automatiquement éliminées.

Cartographie de Fourier et de la diffusivité thermique. Le nombre de Fourier est calculé à partir des cartographies de corrélation. Les estimations brutes conduisent au nombre de Fourier apparent Fo^* mais nous calculons et présentons directement les nombres de Fourier Fo , calculés avec la constante $K2$. L'estimation est stable au cours du temps et permet d'établir une cartographie du nombre de Fourier moyen dans le microcanal (figure 4.29 (a)). La cartographie du nombre de Fourier estimé montre que l'estimation est bien localisée et permet de détecter précisément le microcanal. De plus, le profil du nombre de Peclet estimé selon l'axe x , indique que l'estimation est relativement stable le long du microcanal.

4.4. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

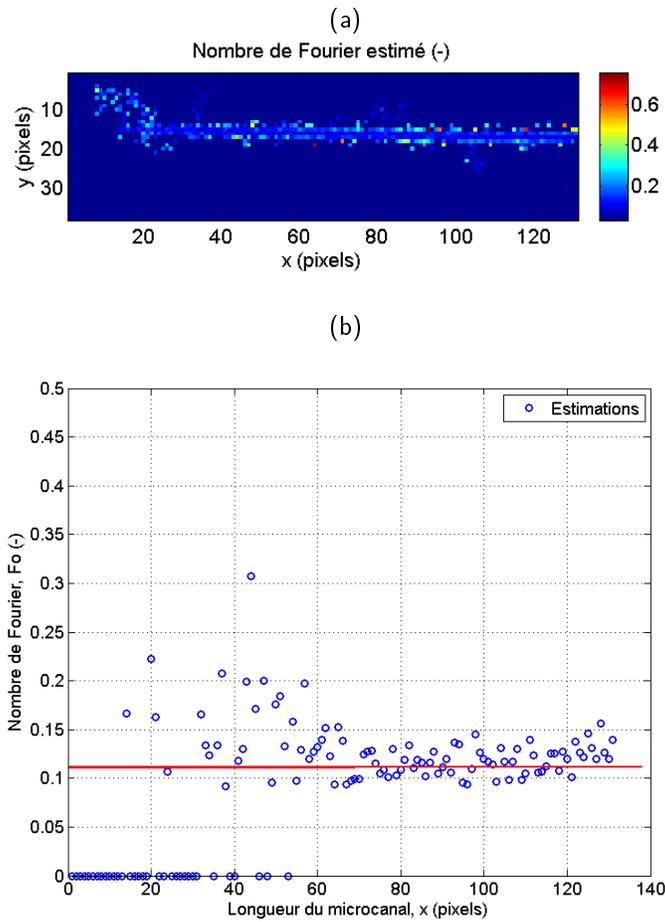


FIGURE 4.29 – Nombre de Fourier estimé pour un débit $Q = 1500 \mu L.h^{-1}$
 (a) Cartographie du nombre de Fourier moyen dans le temps et (b) profil le long de l'axe x du microcanal

Connaissant la fréquence d'acquisition donc le pas de temps entre chaque image ($\Delta t = 0,04 s$), et la taille du pixel de la caméra ($\Delta x = 250 \mu m$), il est possible de calculer la diffusivité thermique en utilisant la relation 4.13. La figure 4.30 A représente une cartographie de la diffusivité moyenne estimée lors d'un essai à $Q = 1500 \mu L.h^{-1}$. La diffusivité thermique de l'eau peut être calculée dans les conditions expérimentales selon la relation 4.16 :

$$a_{théorique} = \frac{\lambda_{eau}}{\rho_{eau} \cdot C_{p_{eau}}} = \frac{0,6}{1000 \times 4180} \approx 1,5 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1} \quad (4.16)$$

En répétant les mesures pour plusieurs débits, le nombre de Fourier moyen est indépendant du débit. De même, la diffusivité thermique estimée est constante en fonction du débit imposé expérimentalement (voir figure 4.30 (b)). L'incertitude sur l'estimation de la vitesse moyenne est calculée d'après l'écart type des estimations sur chaque pixel, en prenant un intervalle de confiance de 95 %, comme décrit dans la partie 3.3.3. Les différents débits testés fournissent une estimation cohérente avec des écarts entre 5 et 30 % par rapport à la valeur théorique, qui est toujours comprise dans les barres d'erreur des estimations.

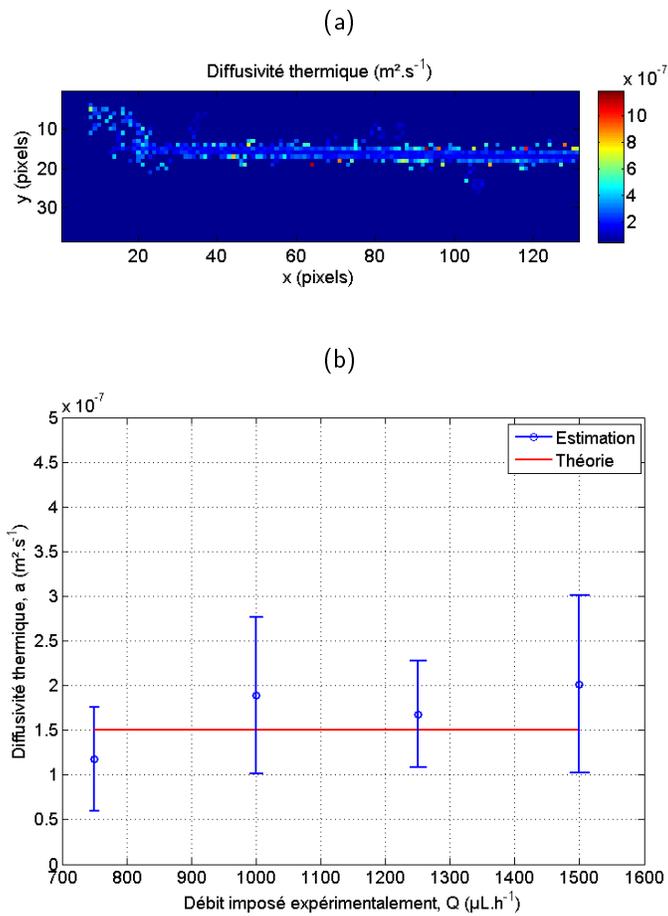


FIGURE 4.30 – Diffusivité thermique estimée expérimentalement. (a) cartographie de la diffusivité thermique et (b) diffusivité thermique moyenne estimée en fonction du débit

4.4.2 Estimation du nombre de Peclet et de la vitesse

La figure 4.31 montre des exemples de champs de température extraits du créneau 3, lorsque le débit est de nouveau imposé dans le microcanal. Les isothermes dans le microcanal sont instantanément déformées, ce qui permet de localiser le microcanal.

Pré-traitement. La figure 4.32 (a) montre qu'il est également possible de moyenniser les deux créneaux d'écoulement afin de réduire le bruit de mesure (figure 4.32 (b)). Sur ce signal, un filtre passe-bas temporel est appliqué avec un seuil de coupure défini à 1 Hz d'après la PSD (figure 4.32 (c)). Il est possible d'ajuster plus finement le seuil de coupure mais nous choisissons de fixer le même seuil de coupure que celui imposé lors du pré-traitement des créneaux 2 et 4.

4.4. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

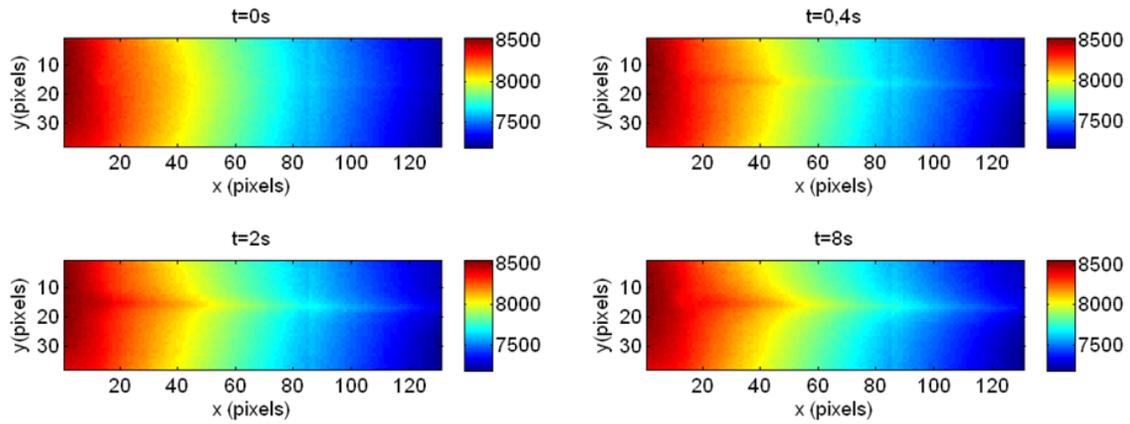


FIGURE 4.31 – Exemples de champs de température expérimentaux lors du créneau 3 ($Q = 1500 \mu L.h^{-1}$)

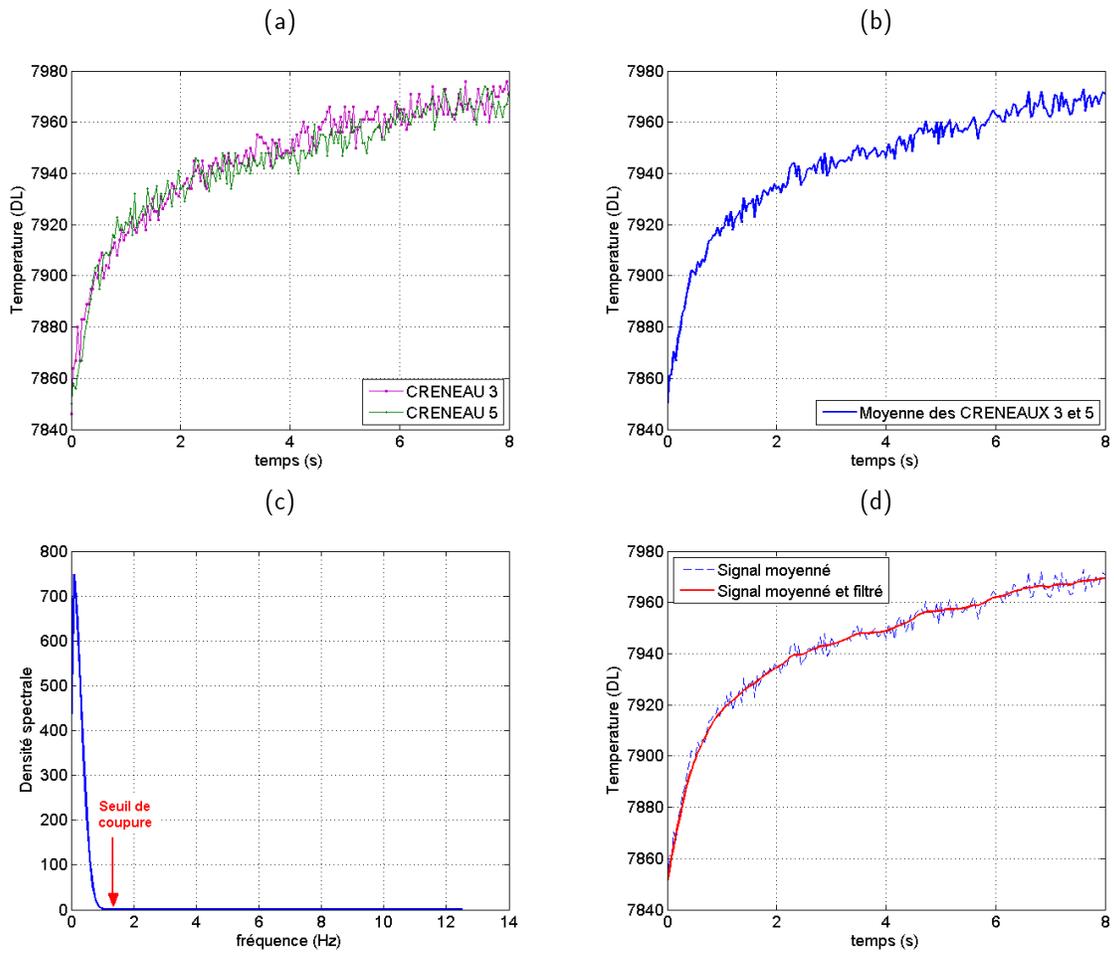


FIGURE 4.32 – Pré-traitement des données issues des créneaux avec écoulement. (a) créneaux 3 et 5 avec écoulement (b) moyenne des créneaux 3 et 5 (c) PSD du signal moyenné (d) signal moyenné et filtré

Paramètre Y en fonction de la dérivée spatiale. Une fois les images moyennées et filtrées, le paramètre Y est calculé en utilisant la cartographie de nombre de Fourier moyen, le laplacien et la dérivée temporelle, puis il est tracé en fonction de la dérivée spatiale T_x sur la figure 4.33. Une relation linéaire se dégage très clairement. Puisque le régime quasi permanent n'est pas encore atteint, la dérivée temporelle, le laplacien et par conséquent le paramètre Y ne sont jamais nuls, c'est pourquoi les points expérimentaux ne passent par zéro. Cependant, l'extrapolation de la tendance linéaire passe par le point zéro, ce qui confirme que durant ces créneaux d'écoulement, le modèle thermique est bien défini par les équations 4.5 et 4.6.

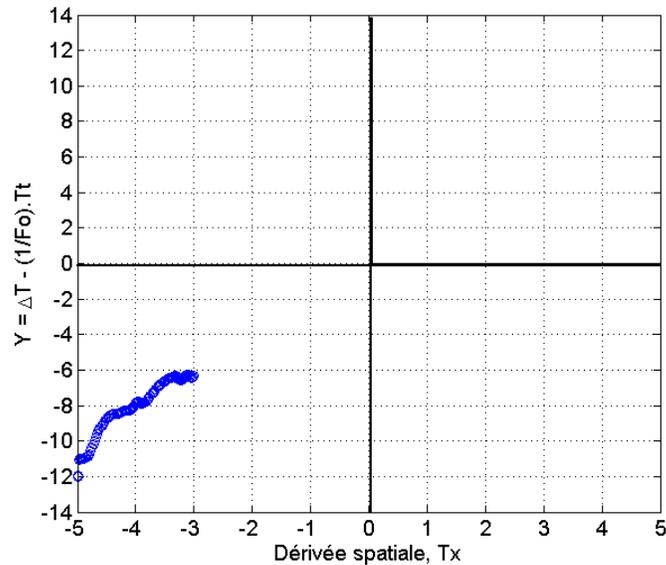


FIGURE 4.33 – Paramètre Y en fonction de la dérivée spatiale pour un point situé dans le microcanal

Corrélation et estimation. Le coefficient de corrélation est calculé avec les paramètres suivants : $Nt = 25$ et une valeur seuil $St = 0,9$. La figure 4.34 (a) illustre une cartographie instantanée du coefficient de corrélation entre le paramètre Y et la dérivée spatiale T_x et la figure 4.34 (b) montre l'évolution temporelle de ce coefficient pour un point situé dans le microcanal. Il existe une très forte corrélation dans tout le microcanal et sur toute la durée du créneau, ce qui indique la présence de l'écoulement et permet de le localiser avec précision.

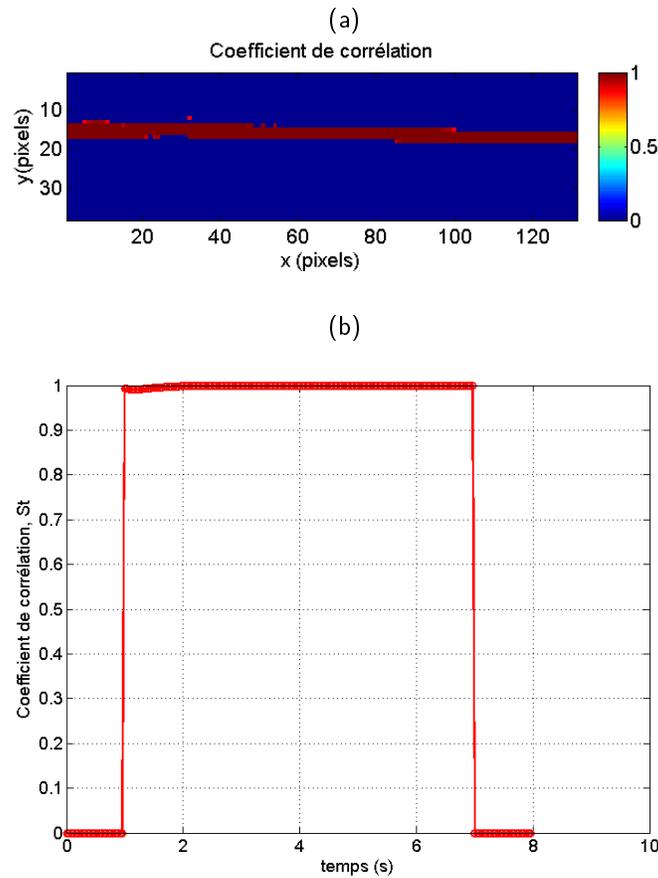


FIGURE 4.34 – Coefficient de corrélation entre Y et la dérivée spatiale T_x . (a) exemple de cartographie de corrélation instantanée (b) évolution au cours du temps pour un point situé dans le microcanal

Cartographie du Peclet et champ de vitesse. Le nombre de Peclet est estimé à partir des matrices de corrélation. Un exemple pour l'essai à $Q = 1500 \mu L.h^{-1}$ est illustré sur la cartographie de la figure 4.35(a). L'écoulement est bien localisé sur 2 pixels, en accord avec les dimensions indiquées sur la figure 4.17. Le profil du nombre de Peclet estimé selon l'axe x est illustré sur la figure 4.35(b). L'estimation est stable sauf en entrée de canal, toujours à cause des effets 3D de thermalisation dans cette zone.

Connaissant la taille du pixel ($\Delta x = 250 \mu m$), ainsi que la diffusivité thermique préalablement estimée, il est possible de calculer la vitesse locale selon la relation 4.17 :

$$v_{i,j} = \frac{Pe_{i,j}^{estimé} \times a_{i,j}^{estimée}}{\Delta x} \quad (4.17)$$

Le champ de vitesses locales est donc représenté sous forme de cartographie, comme sur la figure 4.36.

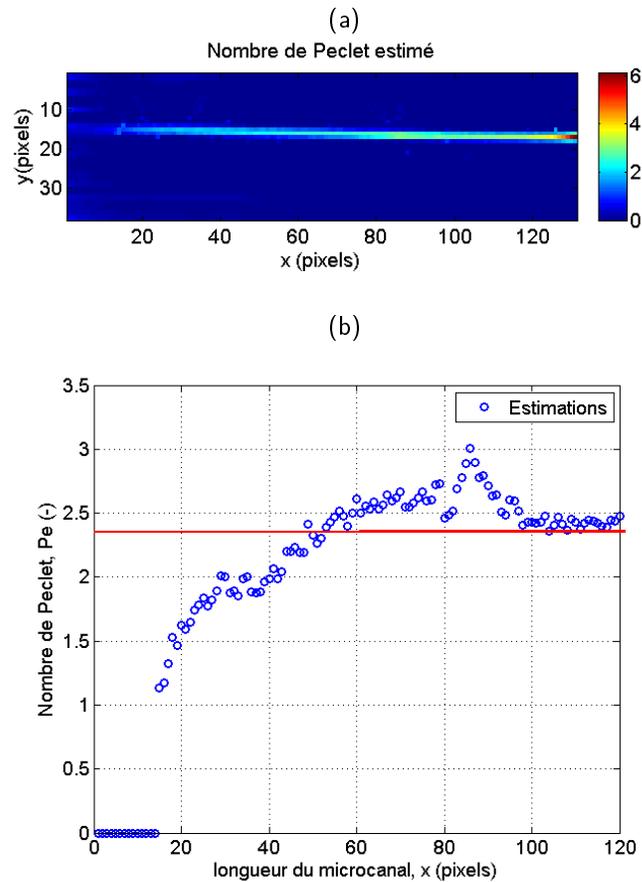


FIGURE 4.35 – Nombre de Peclet estimé pour un débit $Q = 1500 \mu L.h^{-1}$. (a) exemple de cartographie de Peclet et (b) profil le long de l'axe x du microcanal.

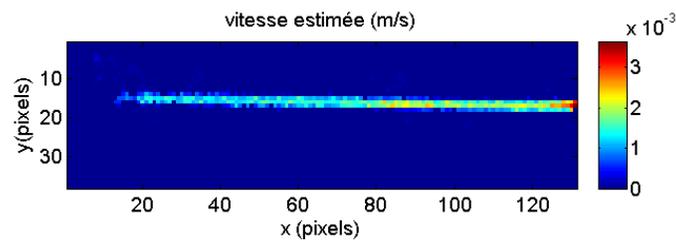


FIGURE 4.36 – Exemple de cartographie de champs de vitesse pour un débit $Q = 1500 \mu L.h^{-1}$

A partir de ce champ de vitesse, la vitesse moyenne selon x et y est déterminée. La distribution gaussienne des vitesses locales sur chaque pixel permet de calculer une incertitude selon le principe détaillé dans la partie 3.3.3.

Premièrement, la vitesse estimée est linéaire en fonction du débit, ce qui est en accord avec la physique. De plus, l'ordre de grandeur des vitesses estimées ($mm.s^{-1}$) correspond aux gammes de vitesses pour ce type et cette taille de microcanal. La vitesse théorique est calculée de la manière suivante 4.18 :

4.4. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

$$v_{théorique} = \frac{Q_{imposé}}{\Omega} \quad (4.18)$$

Ω , étant la section du microcanal (en m^2).

L'incertitude relative au débit imposé avec le pousse seringue est de l'ordre de 3% [33]. L'incertitude sur la taille caractéristique du microcanal n'est pas connue, mais le processus de fabrication du microcanal nécessite plusieurs étapes (photolithographie, moulage, collage) ajoutant une incertitude sur la largeur et la hauteur exactes du microcanal. De plus, le PDMS est très légèrement déformable lorsque l'écoulement est important, et il n'est pas possible de quantifier cette erreur induite par la déformation des parois, ni à partir de quel débit ce phénomène apparaît. La vitesse théorique calculée est donc elle aussi soumise à une incertitude.

C'est pourquoi nous pouvons affirmer que les valeurs de vitesses estimées sont suffisamment proches des valeurs indicatives de vitesse théorique, et permettent d'établir une régression linéaire, incluant toutes les barres d'erreur. Les écarts observés sont de l'ordre de 15% sur des valeurs de vitesses de l'ordre de $mm.s^{-1}$.

Cette série de mesures a donc permis de retrouver avec une grande précision des valeurs de vitesses moyennes au sein de l'écoulement. Cette information quantitative est essentielle dans la caractérisation des systèmes microfluidiques. Il est envisageable d'utiliser un objectif IR microscope qui permettrait de représenter plus largement le champ de vitesse au sein de l'écoulement de manière non intrusive et viendrait concurrencer les résultats obtenus en micro-PIV, dont l'instrumentation est beaucoup plus difficile à mettre et délicate à mettre en oeuvre (voir partie 2.1.4.1).

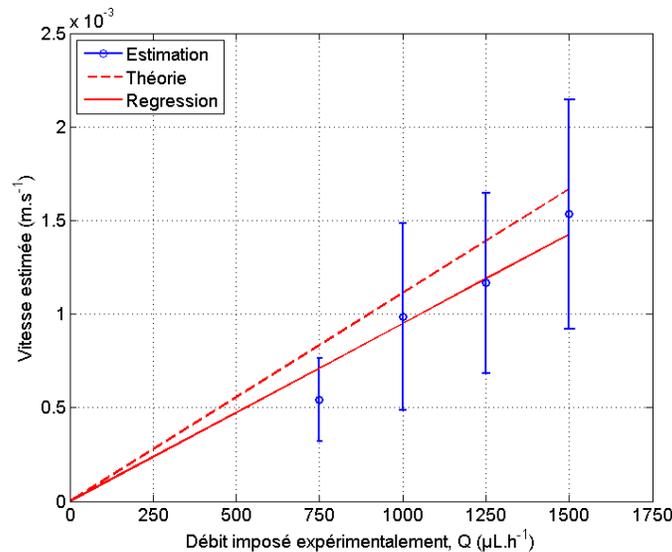


FIGURE 4.37 – Vitesse estimée en fonction du débit imposé expérimentalement

4.5 Conclusion

*La méthode de calcul en régime transitoire permet de compléter les informations obtenues en régime permanent. En effet, seulement le nombre de Peclet était estimé, mais les estimations supplémentaires du nombre de Fourier et de la diffusivité thermique permettent de calculer la vitesse du fluide. Numériquement et expérimentalement, la diffusivité thermique estimée est toujours constante alors que la vitesse estimée est bien proportionnelle au débit et très proche de la valeur de vitesse théorique (**moins de 10% d'erreur**).*

Expérimentalement, la difficulté d'application de la méthode est due au rapport signal/bruit et à la sensibilité de la mesure par thermographie IR. Le signal d'entrée en température est fortement bruité et nécessite des étapes de pré-traitement et d'amélioration du signal (filtres, moyennes...). Néanmoins, l'application d'un filtre passe bas temporel permet d'estimer avec suffisamment de précision les nombres de Fourier et de Peclet. Avec la méthode mise en place, il est possible d'établir

- **des cartographies de diffusivités thermiques***
- **des cartographies de champs de vitesses.***

Ces résultats sont des paramètres clés qui sont mesurés in situ quelque soit le design des microcanaux, et représentent une étape préalable incontournable pour l'estimation de termes sources.

Ces informations quantitatives constituent des résultats très intéressants qui sont capables de concurrencer les méthodes actuelles telles que la micro-PIV. L'utilisation d'un objectif microscope devrait permettre d'améliorer la résolution de déterminer avec encore plus de précision le champs de vitesse au sein du micro-canal.

Les perspectives d'améliorations doivent s'orienter vers le traitement du signal thermique spatialement et temporellement. Plusieurs pistes sont à examiner, notamment l'utilisation de la SVD (Singular Value Decomposition) et d'un filtre de type convolution.

Chapitre 5

APPLICATIONS DES MÉTHODES DÉVELOPPÉES : ESTIMATION DE TERMES SOURCES

Résumé du chapitre :

Ce chapitre est entièrement dédié à l'utilisation des méthodes mises en place dans les chapitres précédents pour l'estimation de TERMES SOURCES. En effet, dans de nombreuses applications de la microfluidique il est important de pouvoir détecter des sources de chaleur et surtout de pouvoir les quantifier. Par exemple, en chimie il est intéressant de développer des méthodes de mesures calorimétriques. En micro-injection ou dans les procédés de mise en forme, les effets de la dissipation visqueuse sont encore souvent négligés alors qu'ils peuvent jouer un rôle sur la qualité de l'écoulement, et donc du produit fini.

*En début de chapitre, une réaction chimique exothermique (acide/base) est étudiée en régime permanent dans un microcanal. La méthode inverse définie au chapitre 3 permet de **mesurer l'enthalpie de réaction** avec une grande précision .*

*Puis, le cas d'un **changement de phase** est illustré en prenant l'exemple de la cristallisation de l'eau dans un microcanal. Cela permet d'appliquer la méthode inverse du chapitre 4 et de suivre un terme source mobile.*

*Enfin, ce chapitre se termine sur une ouverture vers la caractérisation et l'**observation des effets de dissipation visqueuse** aux micro-échelles. Tous les outils d'estimations sont déjà mis en place mais il faut dans un premier temps concevoir un banc microfluidique permettant de visualiser les échauffements dus à des termes sources de dissipation visqueuse.*

5.1 Mesure de l'enthalpie d'une réaction chimique

5.1.1 Démarche expérimentale

L'objectif est de pouvoir estimer un terme source généré au sein d'un écoulement microfluidique. Pour cela, une réaction chimique exothermique est étudiée, dont la cinétique est rapide et l'enthalpie de réaction connue dans la littérature. La réaction chimique considérée est une réaction acido-basique entre l'acide chlorhydrique (HCl) et l'hydroxyde de sodium ($NaOH$) (équation bilan 5.1) :



Cette réaction a déjà été étudiée en microfluidique [33] mais le terme source a été estimé de manière qualitative. L'objectif de ce travail est donc de fournir une estimation quantitative, permettant de déterminer l'enthalpie de réaction. Lorsque cette réaction a lieu en microcanal, le modèle thermique est alors écrit selon la relation 5.2.

$$\Delta T_{i,j}^* + \Phi_{c,i,j} = Pe_{i,j}^* Tx_{i,j} \quad (5.2)$$

Avec,

$$\Phi_{c,i,j} = \frac{e_f \cdot \varphi_c \cdot \Delta x^2}{(\lambda_f e_f + \lambda_g e_g)} \quad (5.3)$$

$\Phi_{c,i,j}$, est le terme source de réaction chimique écrit sous forme discrétisée. Il est non quantitatif car il exprimé en unité caméra (DL); φ_c , est la source de chaleur dégagée par la réaction, (*en $W.m^{-3}$*).

Dans l'équation 5.2, il y a deux inconnues : le nombre de Peclet et le terme source. Il faut donc envisager plusieurs étapes consécutives pour estimer les paramètres un à un :

1. Étalonnage du Peclet sans terme source :

$$\Delta T_{i,j}^* = Pe_{i,j}^* Tx_{i,j} \quad (5.4)$$

2. Estimation du terme source de réaction chimique (en utilisant les valeurs de Peclet estimées en lors de l'étape 1).

$$\Phi_{c,i,j} = Pe_{i,j}^* Tx_{i,j} - \Delta T_{i,j}^* \quad (5.5)$$

3. Calibration de la puissance dégagée pour déterminer le flux réel en unité SI (W)

Pour la dernière étape, une puissance électrique dissipée par effet Joule et parfaitement maîtrisée est appliquée dans le microcanal. L'élévation de température provoquée par cette puissance dissipée est ensuite enregistrée avec la caméra. Une puce microfluidique dédiée à cette mesure a été spécialement conçue, permettant de faire les trois étapes consécutivement. Cette puce est fabriquée selon le protocole décrit dans la partie 2.1.1.2 sauf qu'un dépôt d'or très fin est ajouté sur la lame de verre. Ce dépôt d'or, transparent aux IR, extrêmement fin et conducteur est connecté à des électrodes pour injecter un puissance électrique spatialement uniforme.

5.1. MESURE DE L'ENTHALPIE D'UNE RÉACTION CHIMIQUE

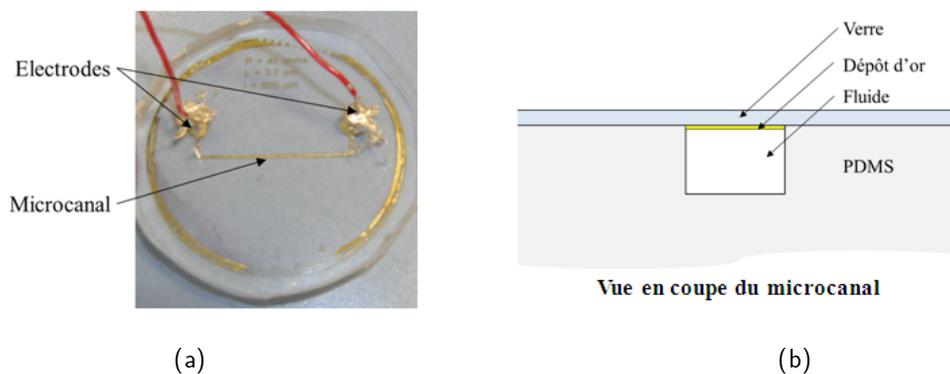


FIGURE 5.1 – (a) photographie et (b) schéma en coupe de la puce microfluidique utilisée pour l'étude d'une réaction chimique

5.1.2 Étalonnage du Peclet

Les mesures sont effectuées avec le même banc expérimental et la même démarche d'estimation que dans la section 3.4. Les débits testés varient entre 200 et 750 $\mu\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$, ce qui correspond à la gamme utilisée par la suite pour la réaction chimique. Les nombres de Peclet estimés pour chaque débit sont tracés en fonction de la longueur de la puce (figure 5.2).

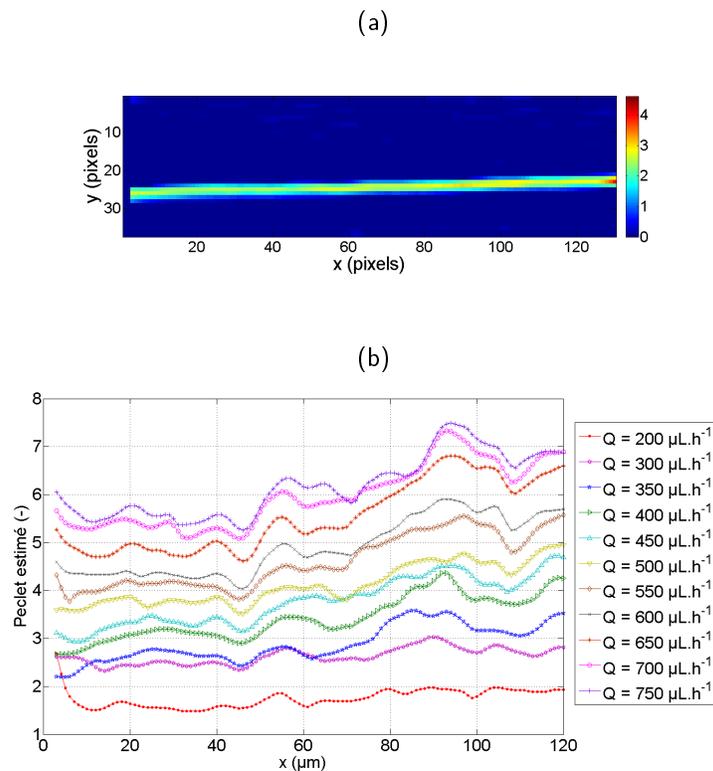


FIGURE 5.2 – Étalonnage du Peclet.
(a) Exemple de cartographie et (b) estimation selon la longueur de la puce.

La cartographie du nombre de Peclet estimé illustrée à la figure 5.2(a) montre que le microcanal n'est pas parfaitement parallèle aux pixels de la caméra. Un traitement d'image permet d'extraire uniquement les valeurs correspondant à l'écoulement, qui sont ensuite représentées en fonction de la longueur sur les courbes de la figure 5.2(b).

Les estimations sont suffisamment stables entre les pixels $x = 0$ et $x = 120$, cela permet de tracer le Peclet moyen dans le microcanal en fonction du débit imposé (figure 5.3). L'évolution est effectivement linéaire, et la régression permet d'extrapoler le nombre Peclet pour les débits inférieurs à $200 \mu L.h^{-1}$. L'étalonnage a été effectué dans une gamme de débit inférieure à $1000 \mu L.h^{-1}$, gamme dans laquelle nous avons montré au chapitre 3 la validité de la méthode d'estimation en régime permanent.

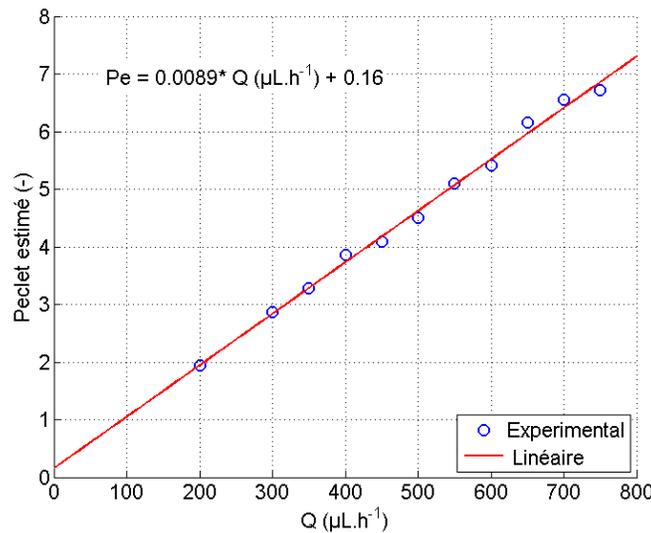


FIGURE 5.3 – Étalonnage du Peclet estimé en fonction du débit imposé

5.1.3 Estimation du terme source

A l'issue de la calibration de l'écoulement, la relation entre le Peclet et le débit total imposé dans le microcanal est désormais connue. Lors de la réaction chimique, les débits d'acide et de base seront toujours égaux et fixés au pousse seringue.

$$Q_{acide} = Q_{base} \quad (5.6)$$

$$Q = Q_{acide} + Q_{base} \quad (5.7)$$

Une fois les débits de réactifs imposés, la réaction démarre instantanément en entrée de canal, ce qui permet de visualiser un échauffement localisé (figure 5.4). 1000 images sont enregistrées et moyennées pour obtenir une image en régime permanent. Pour les acquisitions d'images de la réaction acide/base, il n'est pas nécessaire de créer un gradient thermique entre l'entrée et la sortie du canal comme il est fait pour

5.1. MESURE DE L'ENTHALPIE D'UNE RÉACTION CHIMIQUE

l'estimation de Peclet. Ici, la réponse thermique provient uniquement du terme source chimique. Toutefois, l'état thermique du système avant réaction (T_0) est enregistré et soustrait à chaque image obtenue avec réaction (T). Ainsi, l'étude est effectuée sur un champ de température soustrait ($T^* = T - T_0$).

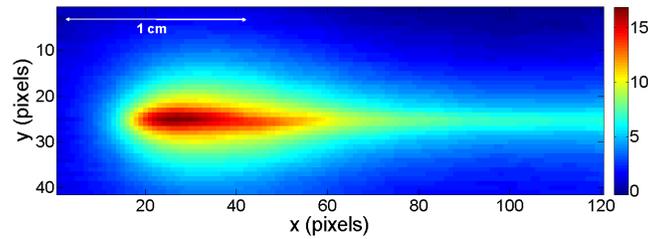


FIGURE 5.4 – Champ de température T^* mesuré lors de la réaction acide/base $C = 0,5 \text{ mol.L}^{-1}$ pour $Q_{acide} = 100 \mu\text{L.h}^{-1}$

A partir du champ de température T^* et de la connaissance du Peclet, il est possible de calculer le terme source en unité caméra (DL) selon la relation 5.5. Un exemple de cartographie obtenue est illustré sur la figure 5.5. Le terme source est bien localisé en entrée de canal puis nul dans le reste du microcanal, la réaction est donc bien totale.

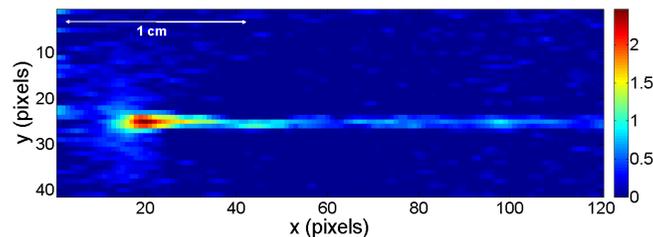


FIGURE 5.5 – Cartographie de terme source chimique estimé pour $Q_{acide} = 100 \mu\text{L.h}^{-1}$

Le profil de ce terme source est tracé selon la longueur du canal, pour chaque débit (figure 5.6). Le terme source dégagé par la réaction est bien proportionnel au débit (lorsque le débit augmente, la quantité de matière réactive augmente).

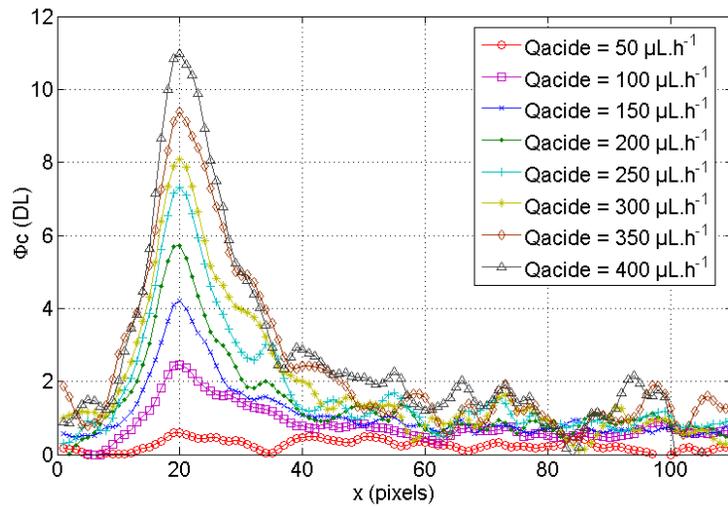


FIGURE 5.6 – Terme source chimique estimé en fonction de la longueur du microcanal

Pour obtenir le flux total dégagé par la réaction chimique à chaque débit, il faut intégrer le terme source estimé sur la longueur du microcanal. Cependant, il faut d'abord convertir ce terme source en unité SI (W).

5.1.4 Calibration de la puissance

Lors de cette étape une puissance électrique est imposée dans le microcanal à l'aide du dépôt d'or. Le microcanal est préalablement rempli d'eau pour se retrouver dans les mêmes conditions expérimentales que la réaction chimique (les réactifs utilisés étant dilués dans l'eau, cela permet de considérer que leurs propriétés thermiques sont identiques à celle de l'eau). Les puissances dégagées par la réaction chimique sont de l'ordre de la dizaine de mW , ainsi, plusieurs puissances électriques sont imposées sur gamme allant 0 à 63 mW , en réglant la tension et l'intensité au générateur selon les valeurs résumées dans le tableau 5.1 :

U (V)	I (mA)	P (mW)
0.2	7	1.4
0.4	13	5.2
0.6	19	11.4
0.8	26	20.8
1.0	32	32.0
1.2	38	45.6
1.4	45	63.0

TABLE 5.1 – Puissances électriques imposées lors de la calibration

Une fois la puissance imposée, et le système stable thermiquement, 1000 images sont enregistrées et moyennées pour obtenir une image en régime permanent (figure 5.7).

5.1. MESURE DE L'ENTHALPIE D'UNE RÉACTION CHIMIQUE

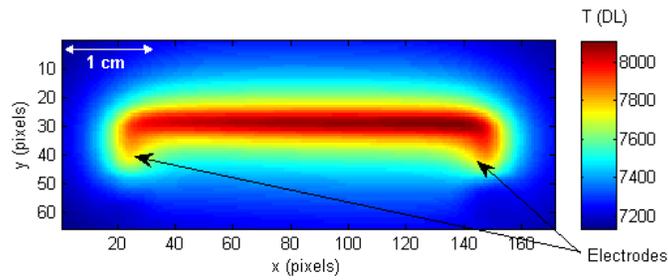


FIGURE 5.7 – Champ de température de la puissance dissipée par effet Joule avec le dépôt d'or pour $P = 11,4 \text{ mW}$

Dans cette configuration, il n'y a pas d'écoulement mais seulement un terme source de nature électrique φ_w (en W.m^{-3}). Le système est donc modélisé selon la relation 5.8 :

$$\Delta T_{i,j}^* + \Phi w_{i,j} = 0 \quad (5.8)$$

$\Phi w_{i,j}$ étant le terme source électrique, sous forme discrétisée et modélisée selon la même méthode que le terme source chimique. Il est donc exprimé avec la même unité caméra (DL).

$$\Phi w_{i,j} = \frac{e_{or} \cdot \varphi_w \cdot \Delta x^2}{(\lambda_{or} e_{or} + \lambda_g e_g)} \quad (5.9)$$

Il s'agit donc de calculer le laplacien de l'image enregistrée pour déterminer le terme source en unité caméra (DL). Sur la figure 5.8, le microcanal ainsi que les électrodes sont très nettement distingués.

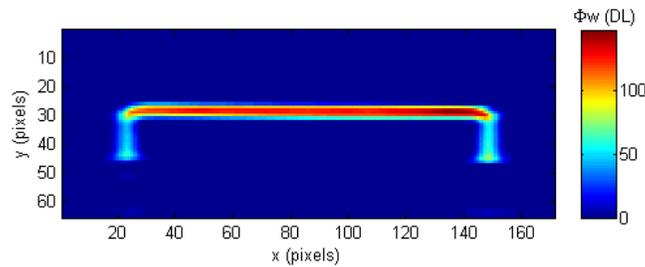


FIGURE 5.8 – Terme source électrique observé (DL) pour $P = 11,4 \text{ mW}$

Le flux observé en DL est ensuite intégré sur la totalité du canal et le flux total en DL est tracé en fonction de la puissance imposée en W (figure 5.9). Dans la gamme de puissances testées, le terme source observé est directement proportionnel à la puissance électrique. Cela permet d'établir une relation linéaire qui servira à convertir le terme source chimique estimé en DL en flux de chaleur réellement dégagé en W. L'ordonnée à l'origine étant très faible et la parfaite linéarité confirment le fait que les pertes soient négligeables.

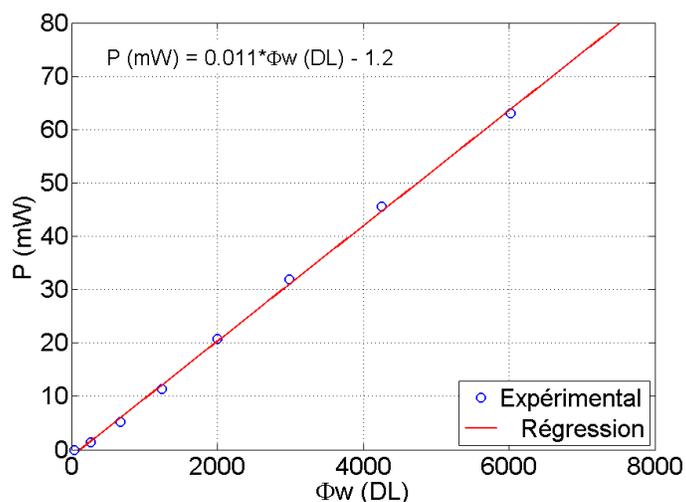


FIGURE 5.9 – Calibration du terme source estimé en fonction de la puissance imposée

5.1.5 Enthalpie de réaction

A partir de la figure 5.6, le terme source total est calculé pour chaque débit en intégrant chaque pic. Ces valeurs sont ensuite reportées à la régression linéaire déterminée par la calibration en puissance (figure 5.9) et le flux de chaleur total dissipé par la réaction ϕ_c , est obtenu en unité SI (W).

Le flux de chaleur total dégagé par la réaction est proportionnel à l'enthalpie de la réaction (ΔH) et s'exprime selon la relation 5.10 :

$$\phi_c = \Delta H \cdot Q_m \cdot \chi \quad (5.10)$$

$$Q_m = Q_{acide} \cdot C_{acide} \quad (5.11)$$

Q_m , étant le débit molaire ($mol.s^{-1}$) en réactif limitant et χ , le taux d'avancement la réaction. Dans notre cas, l'acide et la base sont en quantité équimolaire à $C_{acide} = 0.5 mol.L^{-1}$, et la réaction est totale ($\chi = 1$). Il est donc possible de tracer la puissance réellement dissipée par la réaction chimique en W , en fonction du débit molaire Q_m , (figure 5.10).

La relation entre le flux dégagé et le débit molaire est parfaitement linéaire. Le coefficient directeur de la régression linéaire donne directement la valeur de l'enthalpie de réaction. Une enthalpie de réaction $\Delta H = 57 kJ.mol^{-1}$ est estimée alors que la littérature [51] une valeur de $56 kJ.mol^{-1}$, soit un écart de 1,8 % et une récente étude avec un calorimètre milifluidique [34] a permis d'estimer cette enthalpie de réaction à $57 kJ.mol^{-1}$. La méthode proposée permet donc d'estimer l'enthalpie avec une très bonne cohérence.

5.1. MESURE DE L'ENTHALPIE D'UNE RÉACTION CHIMIQUE

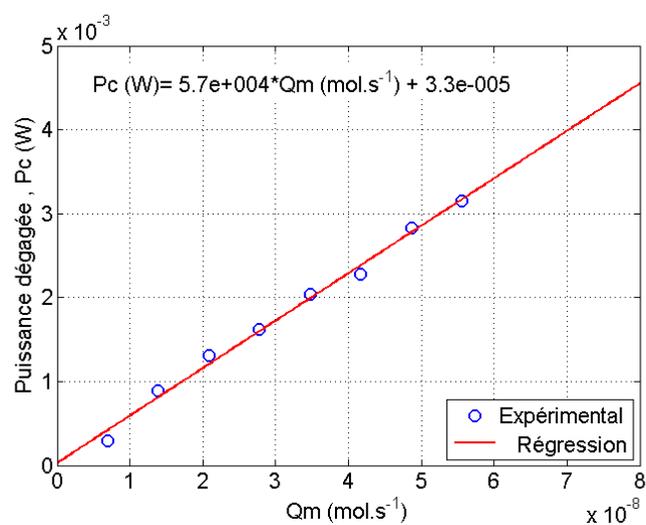


FIGURE 5.10 – Puissance dégagée par la réaction chimique en fonction du débit molaire

5.2 Changement de phase, cristallisation de l'eau

5.2.1 Problématique

Le changement de phase est un phénomène largement étudié, impliquant des concepts physiques, chimiques et thermodynamiques. La cristallisation est un aspect du changement de phase : le passage de l'état liquide à l'état solide. La compréhension et l'optimisation des mécanismes de cristallisation est un besoin essentiel pour des applications allant de la recherche au monde industriel [68]. Lors de l'étude de la cristallisation, l'information recherchée (cinétique, croissance, pureté, énergie...) dépend du domaine d'applications et l'approche expérimentale est adaptée en se focalisant sur un ou plusieurs points clés en fonction de ces besoins. L'objectif du présent travail est de focaliser sur le dégagement de chaleur durant la cristallisation, et de d'adapter les méthodes thermographiques développées dans le but d'estimer une cinétique et une cartographie du terme source de changement de phase.

Dans un premier un exemple connu de la littérature a été sélectionné : la cristallisation de l'eau, c'est à dire la formation de glace. En effet, l'eau étant un matériau non toxique, accessible, peu onéreux et dont la capacité de stockage d'énergie est intéressante parmi les différents matériaux à changement de phase (PCM = Phase Change Materials) [16] [60]. Par exemple, les procédés de réfrigération sont en constante amélioration vis à vis de leurs impacts environnementaux, et les fluides réfrigérants sont souvent remplacés par des fluides plus écologiques et économiques. Les coulis de glace sont une solution prometteuse et de nombreuses recherches sont effectuées pour améliorer leur production [7] [24]. Il y a également beaucoup d'intérêts dans les domaines de la biologie, de l'industrie agro-alimentaire (effet du givre sur les plantes, et cultures céréalières), de l'environnement et de la géographie (formation et caractérisation de la banquise).

Plusieurs auteurs s'intéressent à l'évaluation de la vitesse de croissance des cristaux de glace, généralement en utilisant des méthodes optiques. Par exemple, une étude a montré la possibilité de calculer la vitesse de propagation d'un front de glace en mesurant la température des dendrites dans un capillaire [85]. Mais cette étude a nécessité l'installation de 20 thermocouples le long d'un capillaire et une instrumentation de mesure très contraignante. Quelques travaux d'imagerie IR ont été réalisés sur la formation du givre sur les plantes [26] et la densification d'une couche de givre [38], mais la thermographie était seulement utilisée en tant qu'outil de visualisation. La TIR a également été utilisée dans le but d'étudier le changement de phase liquide-vapeur dans des capillaires, mais limitée à des profils de température, sans traitement d'image thermique ni estimation de flux [15].

Une nouvelle approche est proposée pour caractériser thermiquement le changement de phase, en appliquant le savoir faire acquis en microfluidique et en thermographie IR. Le but est de pouvoir contrôler les conditions limites du phénomène de cristallisation et d'augmenter la quantité d'information thermique.

5.2.2 Développement du protocole expérimental

Le dispositif expérimental est simple et rapide à mettre en oeuvre (figure 5.11). Il est composé d'un élément Peltier placé côté froid vers le haut, permettant de refroidir l'échantillon. L'élément Peltier sera utilisé pour atteindre des températures très froides, le côté chaud (vers le bas) atteindra donc des températures très chaudes. Le socle des éléments Peltier, équipé d'ailettes de refroidissement et d'un ventilateur pour évacuer cette chaleur sera utilisé. La caméra IR qui enregistre la scène thermique est la même que celle utilisée sur le banc microfluidique classique (voir section 2.4.1).

5.2. CHANGEMENT DE PHASE, CRISTALLISATION DE L'EAU

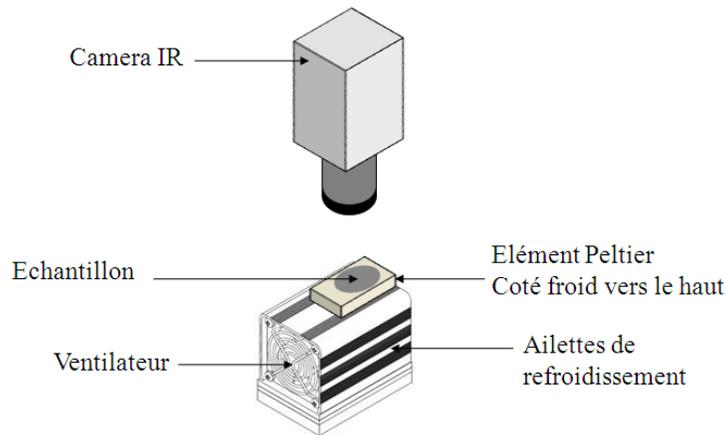


FIGURE 5.11 – Schéma du dispositif expérimental utilisé pour la cristallisation de l'eau

L'échantillon placé sous la caméra peut être agencé sous différentes formes : goutte d'eau, surface libre, microcanal... Dans un premier temps, une étude sur une goutte sera effectuée afin de vérifier le dispositif et l'information mesurée. Puis des expériences en microcanal seront réalisées.

Expérience 1 : Goutte d'eau Dans cette expérience, une goutte d'eau est simplement déposée à la surface de l'élément Peltier, et la température est abaissée progressivement (environ $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$). Le changement de phase étant un phénomène très rapide, la scène thermique a été enregistrée avec une fréquence de la caméra égale à 150 Hz .

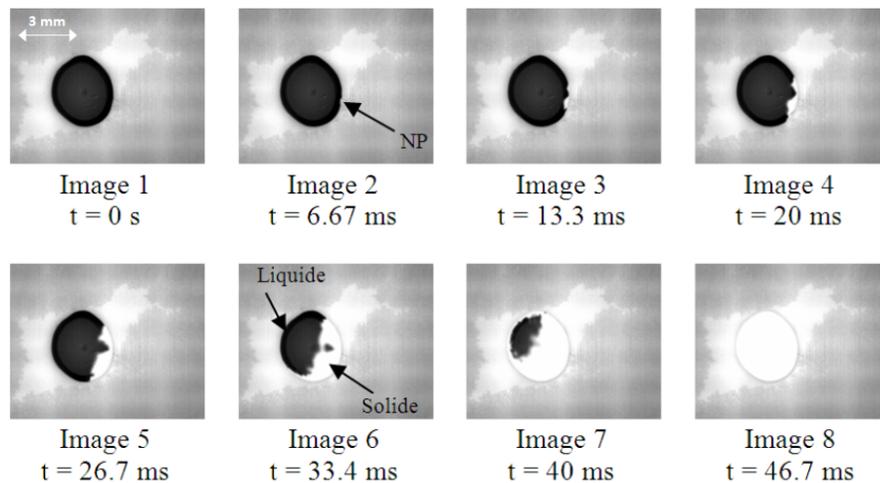


FIGURE 5.12 – Champs de température IR lors de la cristallisation d'une goutte d'eau à différents temps.

Les champs de températures enregistrés durant cette mesure sont illustrés sur la figure 5.12. Ces champs de température ne représentent que le moment du changement de phase. Toute la phase de refroidissement a été enregistrée mais pas illustrée ici. Sur l'image 2, il est possible d'apercevoir le point de nucléation (NP), lorsque le givre formé à la surface de l'élément Peltier atteint le bord de la goutte. Sur

les autres images la progression du front de glace est observée, jusqu'à ce que la goutte soit complètement solide.

La réponse thermique de deux points pris arbitrairement au sein de la goutte (points 2 et 3) est tracée sur la figure 5.13. Le profil de température obtenu est typique du phénomène de surfusion avec rupture de surfusion [19] [85]. Ce phénomène peut être divisé en plusieurs étapes caractéristiques.

1. Refroidissement du liquide. La température descend en dessous du point de fusion, le liquide est en état de surfusion.
2. Stabilisation à un certain degré de surfusion (écart entre la température de fusion théorique et la température atteinte). La durée de cette phase n'est pas typique des états de surfusion. Dans notre cas, il s'agit d'un effet thermique 3D dans l'épaisseur. En effet, la goutte étant épaisse d'environ 2 mm, cela crée une légère résistance thermique.
3. Rupture de surfusion, les premiers cristaux de glace se forment. Le mécanisme étant exothermique, une élévation soudaine de la température est alors observée.
4. Solidification. Dans cette phase, le volume est constitué d'un mélange d'eau liquide et solide. Tant que tout le volume n'est pas complètement solide, la température reste stable.
5. Refroidissement du solide. Une fois la goutte entièrement cristallisée, la température décroît jusqu'à se stabiliser à la température imposée par l'élément Peltier.

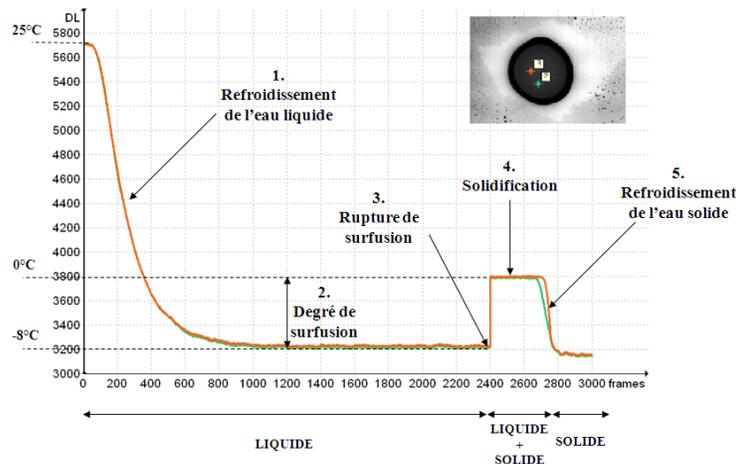


FIGURE 5.13 – Profil de température avec surfusion durant la cristallisation pour deux pixels situés dans la goutte d'eau

Les valeurs de température sont indiquées en Digital Level (DL) mais nous ne faisons pour l'instant que de l'analyse qualitative. La caméra IR est un outil très intéressant dans ce cas de figure car il aurait été extrêmement difficile de placer plusieurs microthermocouples au sein de cette goutte d'eau.

La goutte étant hémisphérique, l'émissivité n'est pas identique en tout point. La forme de la goutte a donc une influence sur l'enregistrement et peut introduire un biais. Afin de vérifier l'impact de ce paramètre, la réponse thermique est extraite de 5 points situés entre le bord et le sommet de la goutte (voir figure 5.14).

5.2. CHANGEMENT DE PHASE, CRISTALLISATION DE L'EAU

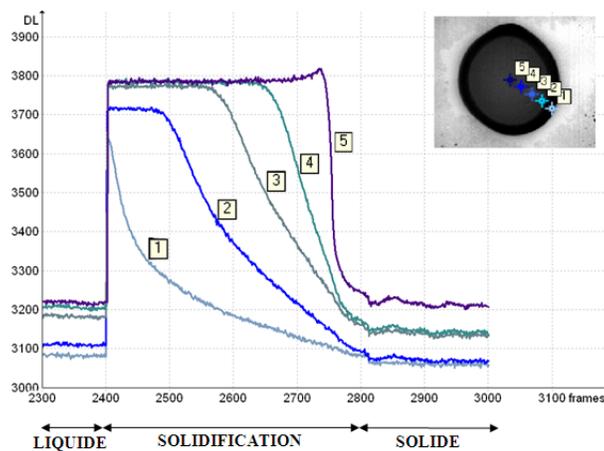


FIGURE 5.14 – Influence de la forme de la goutte et des effets thermiques 3D lors de la cristallisation

Premièrement, il est possible de remarquer un décalage entre les différentes températures mesurées à l'état liquide. Ce décalage n'est pas constant au cours de la solidification et à l'état solide. Cela est dû à la différence d'émissivité locale et à la différence d'émissivité entre les phases solides et liquides.

Les profils de température pendant la phase de solidification sont analysés. La courbe 1 montre que sur le bord de la goutte, là où l'épaisseur est minimale, la réponse thermique correspond à un modèle du premier ordre après une sollicitation impulsionnelle de type Dirac. Cela signifie qu'à cet endroit, l'épaisseur est si petite que tout le volume est solidifié quasi instantanément. Sur les autres courbes, il apparaît que vers le sommet de la goutte, le délai de solidification est plus long, car il y a plus de matière, un volume plus important et des effets thermiques dans l'épaisseur. Une étude à macro-échelle [20], où l'eau était stockée dans des cylindres a montré les mêmes profils de température, obtenus à partir de thermocouples. Dans cette étude, les auteurs montraient que le volume d'eau et la taille du container jouent un rôle dans le processus de solidification. Nos mesures ont permis de confirmer ces observations aux micro-échelles. Cependant nous allons tenter de réduire les effets 3D et d'émissivité pour que chaque pixel enregistre une variation de température identique.

Expérience 2 : Microcanal Les avantages de la microfluidique pour l'étude de phénomènes de cristallisation ont récemment été exprimés dans la littérature [50]. Cependant les études actuelles sont plus orientées vers la détermination des diagrammes de solubilité et la croissance des cristaux [49], sans imagerie IR ni estimation de termes sources.

Les puces microfluidiques classiques PDMS/Verre ont été utilisées, préalablement remplies d'eau stagnante. De même que pour l'expérience 1, l'élément Peltier sert à diminuer la température. Il a été montré que dans ce genre de puce, l'essentiel de l'information thermique est observée à la surface du verre, du fait des différences de conductivités entre le PDMS et le verre. L'étape de refroidissement du liquide est un peu plus longue à cause de l'épaisseur de PDMS sous le microcanal mais la taille caractéristique étant réduite, la cristallisation en elle même est plus rapide. La fréquence d'acquisition de la caméra est égale à 484 Hz (fréquence maximale). La figure 5.15 illustre quelques champs de température durant la cristallisation dans le microcanal.

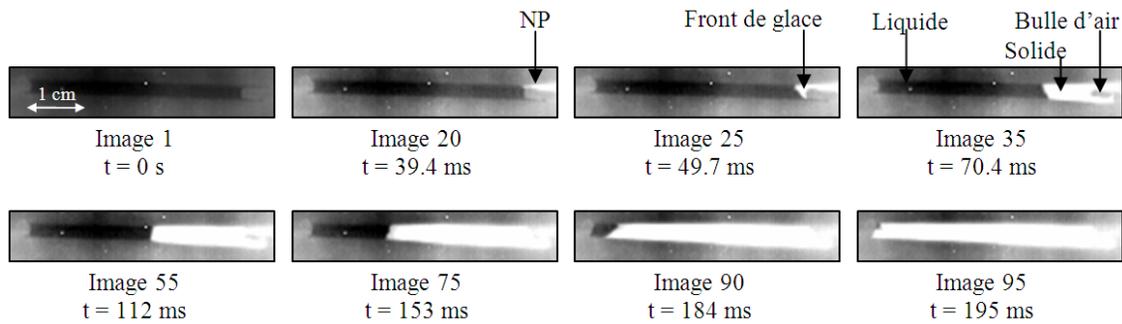


FIGURE 5.15 – Champs de température IR lors de la cristallisation de l'eau en microcanal

Le point de nucléation (NP) est repérable à $t = 39,4 \text{ ms}$ (image 20), et il est possible de suivre sur les autres images l'évolution du front de glace tout au long du microcanal. Il apparaît à $t = 49,7 \text{ ms}$ et à $t = 70,4 \text{ ms}$ (images 25 et 35) une forme circulaire qui est en réalité une bulle d'air piégée dans le microcanal.

Les réponses thermiques de plusieurs points le long du microcanal sont illustrées sur la figure 5.16. Il y a toujours une période de stagnation due à la résistance thermique du PDMS entre l'élément Peltier et l'eau contenue dans le microcanal. Cependant, tous les pixels de l'image IR montrent les mêmes variations de température. Ces analyses permettent donc de valider le phénomène de surfusion en microfluidique en affirmant que les variations de température sont homogènes en tout point du microcanal.

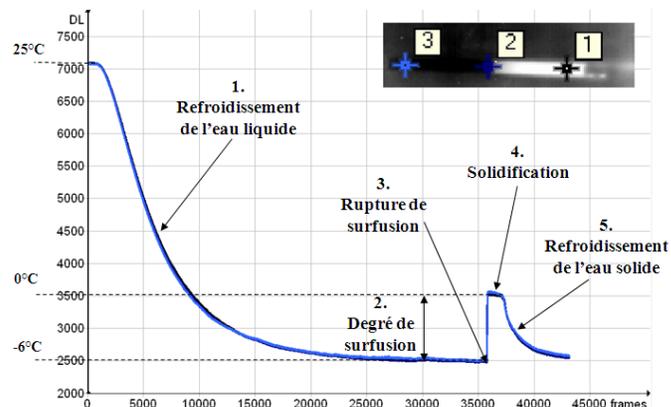


FIGURE 5.16 – Profil de température avec surfusion durant la cristallisation de l'eau en microcanal

5.2.3 Possibilités d'estimation

Le profil de température de la figure 5.16 montre qu'à partir de la même mesure il est envisageable d'estimer plusieurs paramètres en fonction de l'étape d'avancement du processus de cristallisation.

Étape 1 aux temps très courts : Effusivité Durant cette phase, un terme de pompage de chaleur est créé sous la puce microfluidique. Aux temps très courts, les variations de températures observées en surface

5.2. CHANGEMENT DE PHASE, CRISTALLISATION DE L'EAU

sont dépendantes de l'effusivité du matériau. Les variations de température ne sont pas identiques dans la PDMS et le microcanal.

Étape 1 aux temps courts : Pertes Passé un certain temps caractéristique, les variations de température sont linéaires en tout point du système, ce qui signifie que la température varie selon un coefficient d'échange constant qu'il est possible d'estimer.

Étape 1 aux temps longs : Diffusivité thermique de l'eau liquide Dans la phase de refroidissement du liquide, lorsque les variations de températures ne sont plus linéaires, le modèle thermique est purement diffusif et permet de cartographier la diffusivité thermique de l'eau liquide contenue dans le microcanal et dans le reste de la puce microfluidique.

Étape 2 : Terme source de pompage de chaleur Lorsque la température est stable, le régime est quasi permanent, le terme source de pompage de chaleur est constant et prépondérant devant la diffusion qui est quasi nulle. Il n'y a pas non plus de convection puisque le fluide est au repos, il est donc possible d'estimer un flux de chaleur constant, qui correspond au terme source de pompage de chaleur.

Étape 3 et 4 : Terme source de changement de phase A l'instant de la rupture de fusion, c'est à dire aux temps très courts, le terme source de changement de phase est très large devant le terme source de pompage de chaleur et le terme de diffusion. La propagation du front de glace permet de suivre l'avancée du changement de phase. Aux temps plus longs, la solidification engendre de la diffusion au sein du microcanal et aux parois. De plus, les variations de pourcentages solides et liquides se répercutent sur les propriétés thermiques et physiques du mélange, ce qui rend difficile toute estimation.

Étape 5 : Diffusivité thermique de l'eau solide Lorsque tout le volume est solide, le terme source de changement de phase est nul, seul le terme source de pompage intervient. Aux temps courts, il est possible d'observer la diffusion de la chaleur dégagée par la solidification, ce qui permet d'estimer les propriétés solides telles que la diffusivité thermique de la glace.

Dans un premier temps, seules les étapes 3, 4 et 5 seront étudiées. En effet, nous sommes concernés par les estimations de terme source en microfluidique et les autres étapes ne rentrent pas dans le contexte de méthodes spécifiques à la microfluidique mais à la thermique au sens beaucoup plus large.

5.2.4 Cinétique du terme source de changement de phase

Le signal thermique de la fin de l'étape 2 jusqu'au début de l'étape 4 est extrait et représenté sur la figure 5.17. A la fin de l'étape 2, la température est constante, ce qui signifie que le terme source de pompage de chaleur par l'élément Peltier est constant. Les dernières images de l'étape 2 sont moyennées pour établir une image de référence T_0 qui sera soustraite aux champs de température bruts T , pour obtenir uniquement l'information sur le changement de phase (champs de température $T - T_0$).

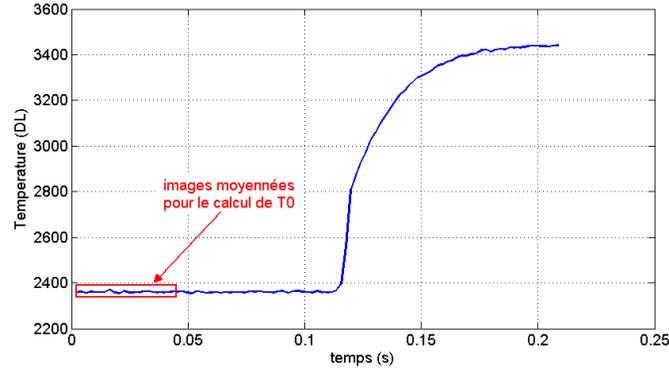


FIGURE 5.17 – Signal thermique durant le changement de phase (Température brute T)

A la fin de l'étape 2, le régime étant permanent, le modèle thermique s'écrit selon l'équation 5.12 :

$$\Delta T_0 + \Phi_{peltier} = 0 \quad (5.12)$$

Δ étant l'opérateur laplacien en deux dimensions et en différences finies défini au chapitre 2. $\Phi_{peltier}$ étant le terme source de de l'élément Peltier en unité caméra (DL) discrétisé en différences finies. Durant l'étape 3, le terme source de changement de phase et le terme de diffusion s'ajoutent au modèle thermique (équation 5.13) :

$$\Delta T + \Phi_{peltier} + \Phi_{phase} = \left(\frac{1}{Fo} \right) . Tt \quad (5.13)$$

Φ_{phase} étant le terme source de changement de phase, en unité caméra (DL), discrétisé en différences finies (équation 5.14). Δx , étant la taille du pixel (en m) ; Δt , le pas pas de temps entre deux images (en s) et φ_{phase} , le terme source de changement de phase (en $W.m^{-3}$)

$$\Phi_{phase} = \frac{e_f \cdot \varphi_{phase} \cdot \Delta x^2}{(\lambda_f e_f + \lambda_g e_g)} \quad (5.14)$$

Lorsque le principe de soustraction d'image est appliqué, le modèle thermique est alors réécrit selon l'équation 5.15 :

$$\Delta(T - T_0) + \Phi_{phase} = \left(\frac{1}{Fo} \right) . Tt \quad (5.15)$$

Le signal thermique de cette superposition d'image ($T - T_0$) est représenté sur la figure 5.18.

5.2. CHANGEMENT DE PHASE, CRISTALLISATION DE L'EAU

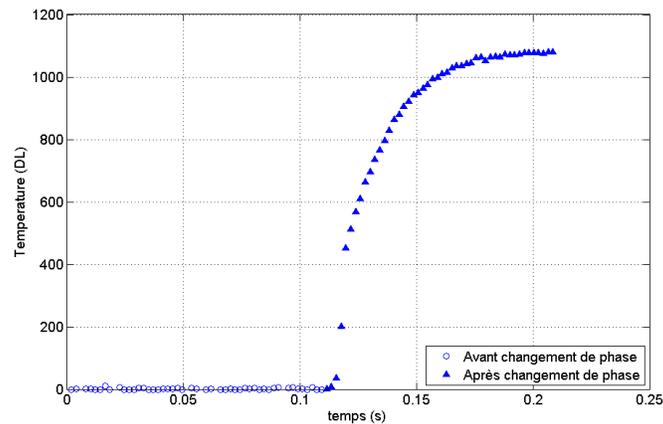


FIGURE 5.18 – Signal thermique durant le changement de phase (Superposition $T - T_0$)

Le rapport signal à bruit est suffisamment élevé pour ne pas filtrer les données. Les champs de température ainsi obtenus sont illustrés sur la figure 5.19.

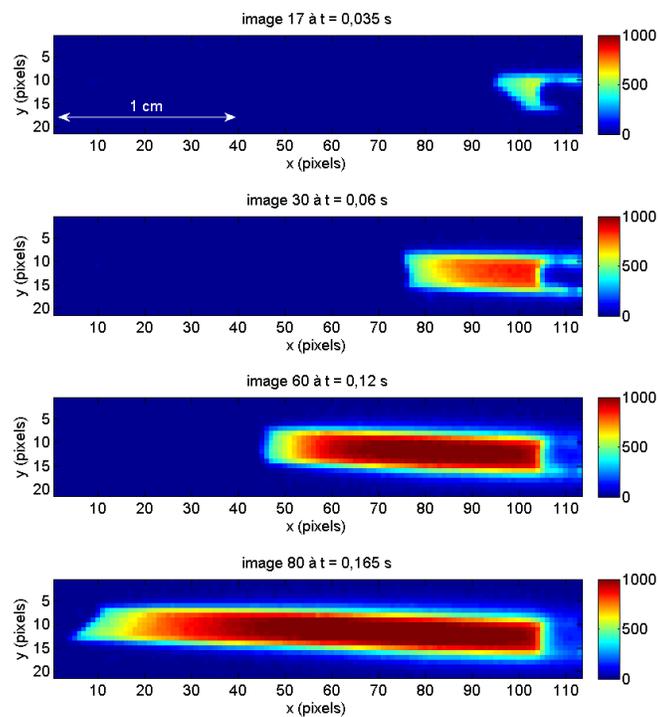


FIGURE 5.19 – Champs de température ($T - T_0$) durant le changement de phase

Le laplacien et la dérivée temporelle sont calculés à partir de ces champs de température ($T - T_0$). La relation entre le laplacien et la dérivée temporelle est tracée sur la figure 5.20. Avant changement de phase, le nuage de point est centré sur zéro, ce qui correspond au régime quasi permanent de la fin de l'étape 2. Après changement de phase, le nuage de points tend vers une relation linéaire.

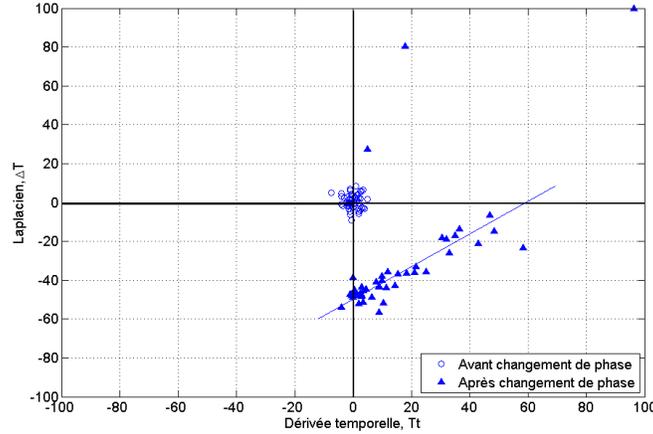


FIGURE 5.20 – Laplacien en fonction de la dérivée temporelle

Il a été montré [79] que lors de la recherche de terme source, il convient de calculer le coefficient de corrélation entre le laplacien et la dérivée temporelle sans retirer la valeur moyenne (équation 5.16). Les valeurs du coefficient de corrélation tendent alors vers $+1$ si le modèle est diffusif et vers -1 s'il y a présence d'un terme source.

$$St_{i,j}^k = \frac{\sum_{k=n}^{n+Nt} ((\Delta T_{i,j}^k) \cdot (T_{i,j}^k))}{\sqrt{\sum_{k=n}^{n+Nt} (\Delta T_{i,j}^k)^2} \cdot \sqrt{\sum_{k=n}^{n+Nt} (T_{i,j}^k)^2}} \quad \text{pour } n \in [1; (K - Nt)] \quad (5.16)$$

La figure 5.21 représente des cartographies de ce coefficient de corrélation. En comparant ces cartographies avec celles de la figure 5.19, un front de valeurs tendant vers $+1$ est observé et localisé devant le front d'élévation de température. Ces valeurs correspondent à de la diffusion en phase liquide. Quelques valeurs tendant vers 0 sont observées proche de l'élévation de température. Il s'agit d'un problème numérique provoqué par le changement brutal de température, qui induit une singularité (valeurs infinies) lors du calcul du laplacien et de la dérivée temporelle. Les valeurs -1 permettent de clairement localiser le terme source. Une large zone corrélée à -1 est observée derrière le front d'élévation de température. Cette zone correspond à l'étape 4, où le solide et le liquide sont présent dans le microcanal avec un terme source résiduel de solidification.

Il est intéressant de noter que sur les images 17 et 30, le front est incliné à environ -45° et les valeurs de corrélation tendent vers -1 devant le front, sur la paroi supérieure du microcanal. De même, sur l'image 80, le front est incliné à environ $+45^\circ$ alors que les valeurs de corrélation tendent vers -1 devant le front majoritairement sur la paroi inférieure. Ces observations peuvent être liées avec le phénomène de la nucléation qui s'effectue préférentiellement sur les parois du microcanal aux endroits les plus propices (impuretés, rugosité...). L'inclinaison du front dépend des ces zones de nucléation et de la pression dans le microcanal. Enfin, en tout point après le passage du changement de phase, les valeurs du coefficient de corrélation prennent une valeur $+1$ le long des parois à l'extérieur du microcanal, ce qui témoigne de la diffusion pariétale dans le PDMS.

5.2. CHANGEMENT DE PHASE, CRISTALLISATION DE L'EAU

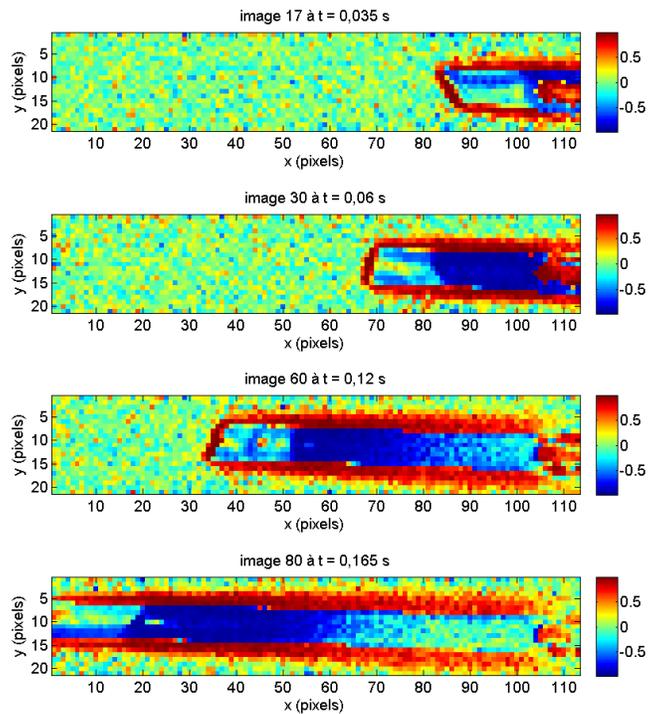


FIGURE 5.21 – Cartographies de corrélation entre le laplacien et la dérivée temporelle durant le changement de phase

A partir des zones corrélées à $+1$, il est possible d'estimer le nombre de Fourier selon la méthode inverse développée au chapitre 4. Pour cela, une valeur seuil de $St = 0,9$ et un fenêtrage temporel de $Nt = 5$ ont été utilisés. Le nombre de Fourier instantané estimé est représenté sur la figure 5.22. L'estimation est bien localisée sur 1 ou 2 pixels précédant le front d'élévation de la température. Toutes les estimations de Fourier sont moyennées et représentées la cartographie de la figure 5.23.

Bien que le nombre de Fourier moyen montre deux régions distinctes dans le microcanal, les estimations sont du même ordre de grandeur. La diffusivité thermique n'est pas estimée à partir de cette cartographie du nombre de Fourier moyen car il s'agit d'un mélange d'eau en surfusion et de glace dendritique dont les propriétés thermiques théoriques ne sont pas connues. Par contre, après changement de phase, la méthode de corrélation sera utilisée pour vérifier qu'il est possible d'estimer la diffusivité thermique de la glace (voir partie 5.2.5).

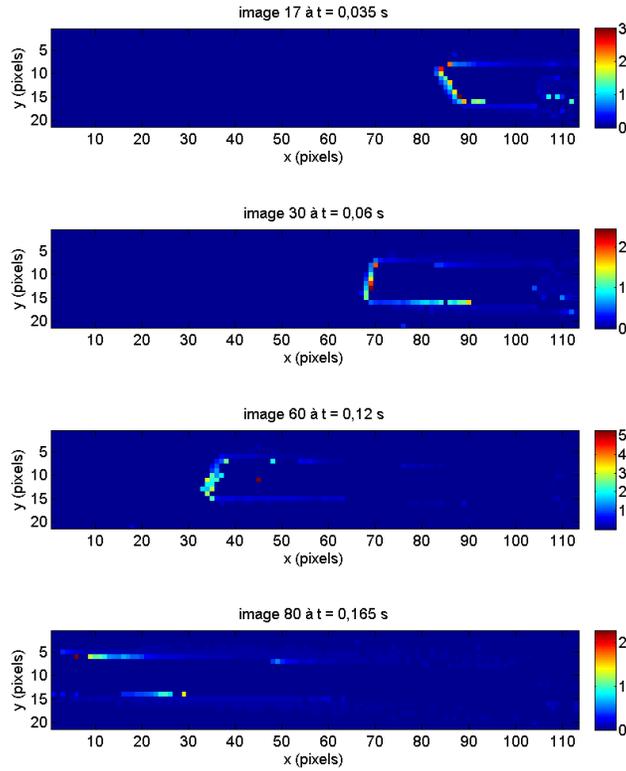


FIGURE 5.22 – Cartographies du nombre de Fourier estimé durant le changement de phase

Le nombre de Fourier moyen $\overline{Fo_{i,j}}$ étant connu, il est possible de calculer le terme source à chaque instant selon l'équation 5.17, en sélectionnant uniquement les pixels où le coefficient de corrélation est égal à -1 . Une valeur seuil $St = -0,8$ a été appliquée.

$$\Phi_{phase\ i,j}^k = \Delta T_{i,j}^k - \left(\frac{1}{\overline{Fo_{i,j}}} \right) \cdot T_{i,j}^k \quad (5.17)$$

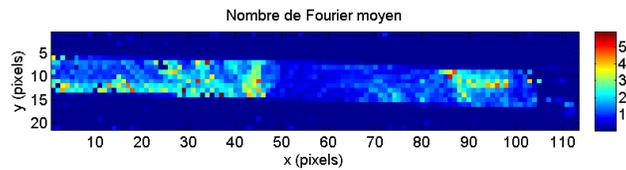


FIGURE 5.23 – Cartographie du nombre de Fourier moyen durant le changement de phase

Les estimations du terme source de changement de phase sont représentés sur la figure 5.24. Le terme source de changement de phase est effectivement localisé au niveau du front d'élévation de température. En aval, le terme source résiduel de solidification est aussi estimé et localisé.

5.2. CHANGEMENT DE PHASE, CRISTALLISATION DE L'EAU

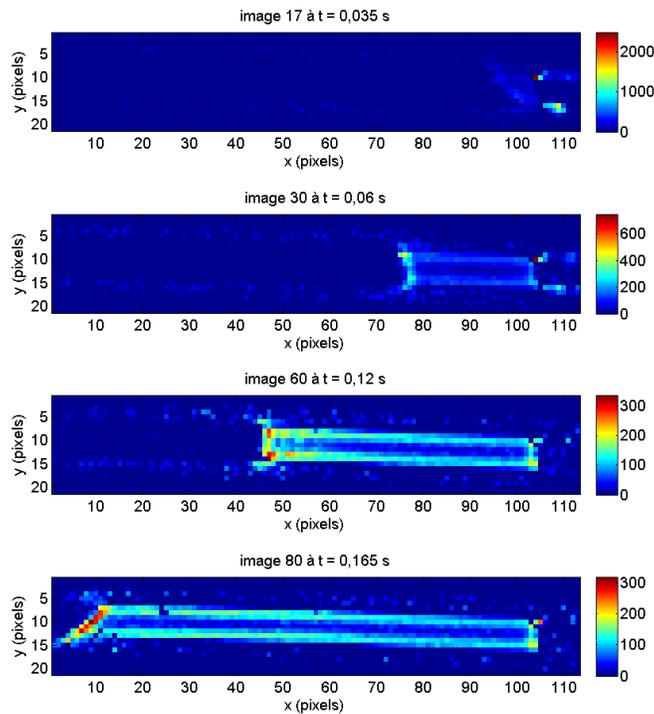


FIGURE 5.24 – Cartographies de terme source estimé Φ (en DL) durant le changement de phase

Afin de mieux visualiser la localisation précise du changement de phase par rapport à l'élévation de température, Les profils de température et de terme source estimé sont tracés sur l'axe longitudinal au centre du canal à différents instants (figure 5.25). Le front de propagation du terme source de changement de phase est toujours localisé à l'emplacement précis du front de température.

Étant donné les propriétés thermiques de chaque phase (tableau 5.2), il est normal de retrouver une élévation de température plus importante dans le solide, ce qui est vérifié par l'estimation et le suivi du front de propagation du terme source.

Il est également possible de suivre l'évolution et de calculer la vitesse de propagation du front de propagation du terme source. En effet, chaque pic de terme source est localisée sur un pixel. Connaissant la taille du pixel et la fréquence d'acquisition des images, la distance parcourue en fonction du temps est calculée (figure 5.26) et la pente indique directement la vitesse. Selon l'inclinaison du front de propagation, différentes vitesses sont observées. Lorsque le front est tangentiel au microcanal, la vitesse est plus faible. La vitesse de formation et de propagation de la glace dépend principalement du degré de surfusion et la vitesse de refroidissement du liquide. Les vitesses calculées correspondent aux ordres de grandeur cités dans la littérature (entre $0,01 \text{ m.s}^{-1}$ et 1 m.s^{-1} selon le degré de surfusion [75]).

	λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	ρ ($kg.m^{-3}$)	C_p ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	a ($m^2.s^{-1}$)
eau	0,6	1000	4180	$1,4.10^{-7}$
glace	2,1	920	2060	$11,1.10^{-7}$

TABLE 5.2 – Comparaison des propriétés physiques et thermiques entre l'eau et la glace

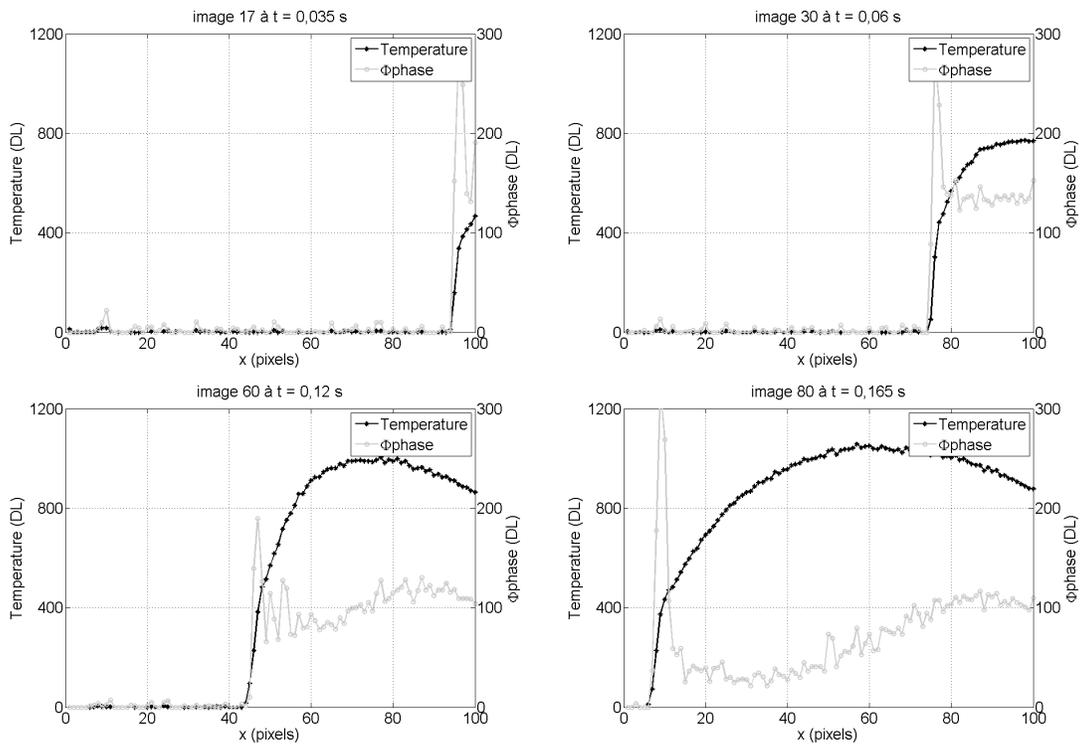


FIGURE 5.25 – Localisation du terme source de changement de phase au cours du temps

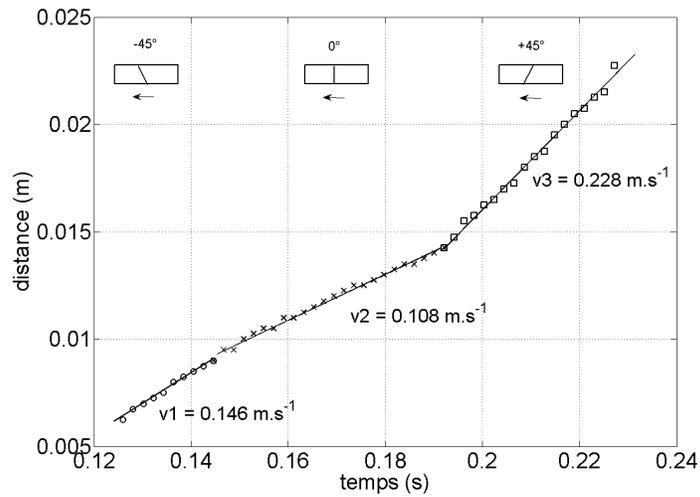


FIGURE 5.26 – Vitesse de propagation du front de glace

5.2.5 Estimation de la diffusivité thermique de l'eau en phase solide

Il s'agit maintenant d'étudier l'étape 5, le refroidissement de la phase solide. Le terme source de changement de phase est nul mais la température décroît jusqu'à atteindre un équilibre. De même que pour le suivi du terme source, il faut travailler sur un champs de température ($T - T_0$), mais la température moyenne T_0 est prise en fin d'étape, lorsque le régime quasi permanent est atteint. Le modèle thermique s'écrit alors de la manière suivante 5.18 :

$$\Delta(T - T_0) = \left(\frac{1}{Fo} \right) . Tt \quad (5.18)$$

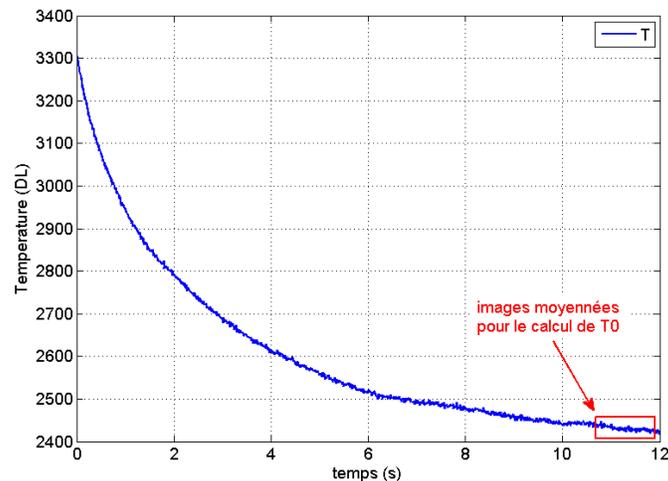


FIGURE 5.27 – Profil de température T pendant l'étape de refroidissement de l'eau solide.

Le phénomène thermique est plus long que le changement de phase et le rapport signal à bruit plus faible, c'est pourquoi un léger filtre passe bas est appliqué pour obtenir le signal de la figure 5.28. Une fois le signal filtré, le laplacien et la dérivée temporelle sont calculés. La figure 5.29 montre la relation entre le laplacien et la dérivée temporelle, dans le cas du signal (T) et dans le cas du signal ($T - T_0$). Dans les deux cas, une tendance linéaire est observée, dont la pente est similaire. Une différence entre les ordonnées à l'origine due à la présence du terme source de pompage de chaleur par l'élément Peltier est observée. Le signal ($T - T_0$) est conservé pour les estimations.

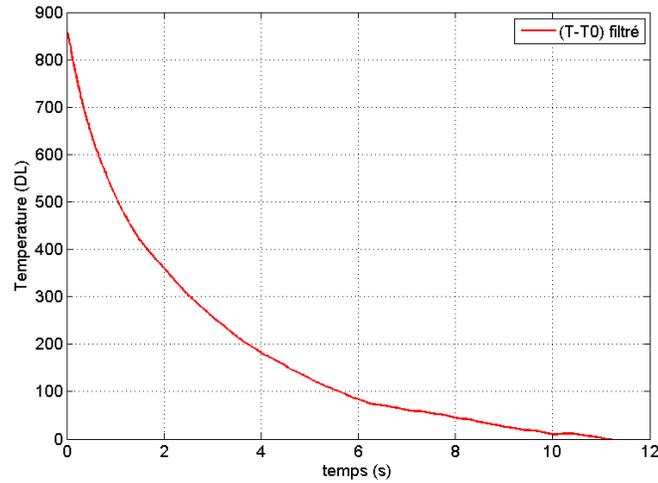


FIGURE 5.28 – Profil de température ($T - T_0$) pendant l'étape de refroidissement de l'eau solide. Signal filtré

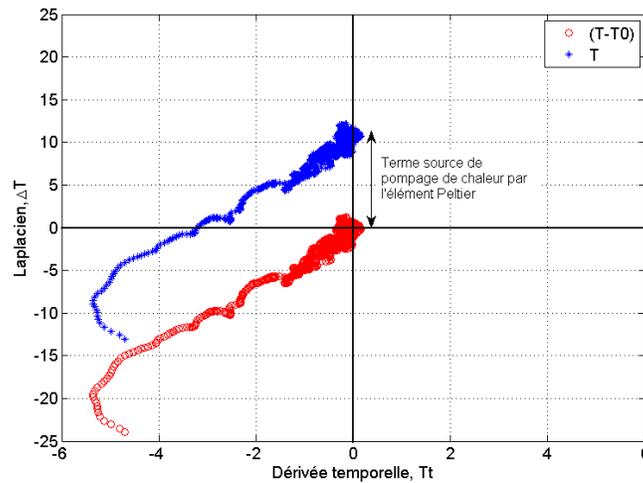


FIGURE 5.29 – Laplacien en fonction de la dérivée temporelle pendant l'étape de refroidissement de l'eau solide

Le coefficient de corrélation est calculé selon l'expression 5.16, et une cartographie instantanée est illustrée sur la figure 5.30(a). Aucune valeur négative n'est calculée ce qui confirme l'absence de terme source dans cette étape. Une forte corrélation à $+1$ est observée tout au long du refroidissement. Cela permet d'estimer le nombre de Fourier, dont la valeur est stable au cours du temps une cartographie moyenne est représentées sur la figure 5.30(b). Une forte valeur seuil $St = 0,95$ a été appliquée afin d'estimer avec plus de précision le nombre de Fourier au sein du microcanal. Connaissant la taille du pixel ($\Delta x = 200 \mu m$) et la fréquence d'acquisition ($484 Hz$ échantillonné 1 image sur 5), le calcul de la diffusivité thermique est réalisé (équation 5.19) et une cartographie est représentée sur la figure 5.30(c).

5.2. CHANGEMENT DE PHASE, CRISTALLISATION DE L'EAU

$$a_{i,j} = \frac{Fo_{i,j} \cdot \Delta x^2}{\Delta t} \quad (5.19)$$

Les valeurs de la diffusivité thermique sont légèrement plus forte au centre du microcanal. La figure 5.31 montre la diffusivité thermique estimée le long d'un axe longitudinal dans le microcanal.

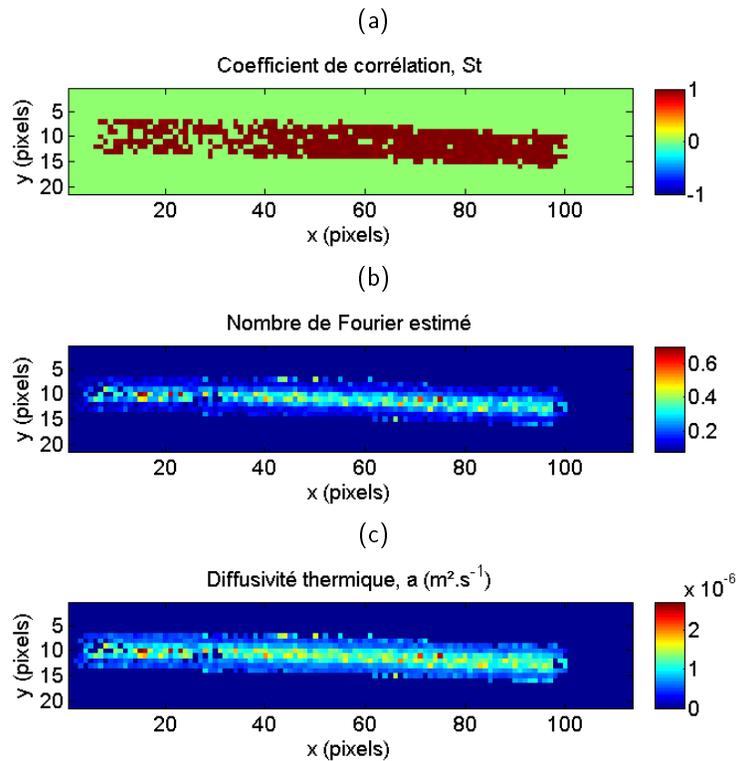


FIGURE 5.30 – Cartographies de (a) corrélation instantanée à $t = 2 \text{ s}$, (b) nombre de Fourier moyen estimé et (c) diffusivité thermique moyenne de l'eau en phase solide.

Les estimations sont distribuées autour de la valeur théorique calculée à partir du tableau 5.2. La distribution des estimations est gaussienne et il est donc possible de déterminer une valeur moyenne de la diffusivité thermique :

$$a_{\text{estimée}} = 1,19 \cdot 10^{-7} \text{ m.s}^{-1} \pm 3 \cdot 10^{-7}$$

$$a_{\text{glace}} = 1,11 \cdot 10^{-7} \text{ m.s}^{-1}$$

Soit un écart relatif de 7%. La méthode inverse développée a donc permis d'estimer la diffusivité thermique de la glace avec une grande précision. L'originalité de la méthode repose surtout dans le fait d'utiliser le changement de phase comme sollicitation thermique pour l'estimation de la diffusivité thermique.

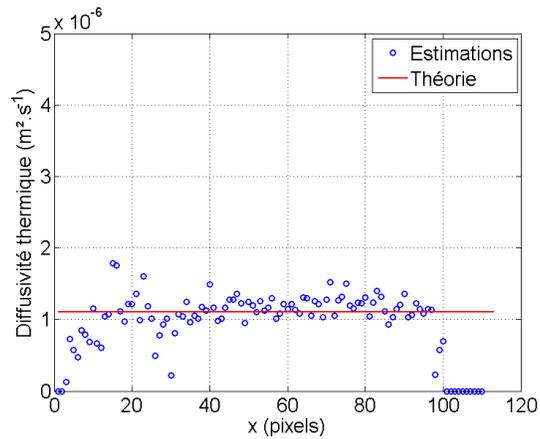


FIGURE 5.31 – Estimation de la diffusivité thermique de la glace selon la longueur du microcanal

Cette méthode permet donc de détecter le terme source, cependant une étape de calibration préalable serait nécessaire afin de pouvoir le quantifier. Une calibration au dépôt d'or (comme pour la réaction chimique) peut être envisagée. Cependant, cette méthode de caractérisation n'étant pas limitée aux applications avec de l'eau, le dépôt d'or peut avoir un impact sur la cristallisation. Pour l'instant, cette méthode permet :

- de suivre avec précision un terme source mobile de changement de phase.
- d'estimer la vitesse de propagation du front de changement de phase.
- d'estimer la diffusivité thermiques des différentes phases à partir d'une sollicitation interne.

Avec les outils mis en oeuvre, il est d'ores et déjà possible de travailler sur différents fluides et de caractériser les performances de la cristallisation en fonction de plusieurs paramètres tels que le degré de surfusion, la rugosité des parois, la concentration en sels (eau de mer)...

5.3 Observation de la dissipation visqueuse en microcanal

5.3.1 Contexte, intérêt de l'étude

Le comportement thermo-rhéologique des fluides en écoulement est de toute première importance dans les applications industrielles. Par exemple, les polymères fondus dans les procédés de mise en forme (injection-moulage, extrusion), dont le comportement visqueux, non-newtonien et thermo-dépendant est particulièrement complexe et rend difficile leur mise en œuvre. Or, les polymères jouent un rôle de plus en plus important au quotidien, leurs propriétés physico-chimiques permettant diverses applications allant des textiles synthétiques aux adhésifs en passant par des emballages plastiques. La mise en forme de ces matériaux est donc un enjeu économique important, qui se traduit notamment par le développement de méthodes numériques permettant de simuler les procédés, et à terme d'optimiser leur fonctionnement. Néanmoins, la qualité de la simulation est fortement dépendante de la connaissance des paramètres du modèle, ce qui, pour des fluides complexes tels que les polymères fondus, nécessite la connaissance de leur comportement thermo-rhéologique. Les méthodes de mesure classiques de viscosité font souvent appel à des hypothèses simplificatrices (en particulier l'isothermie) ne permettant pas de caractériser le comportement des matériaux soumis aux forts taux de cisaillement et aux fortes dissipations visqueuses. Ce sont pourtant des conditions couramment rencontrées dans les procédés de mise en forme, et cette étude a pour objectif de développer des techniques de mesure adaptées à ces situations particulières. Nous proposons de travailler à l'échelle microfluidique en parallèle des résultats qu'il est possible d'obtenir à l'échelle procédé [81]. L'étude dans le domaine de la microfluidique a plusieurs motivations : les expériences sont plus simples à réaliser, les paramètres opératoires et les conditions expérimentales sont plus faciles à contrôler et à reproduire, les mesures sont plus nombreuses et à une échelle plus locale.

En mécanique des fluides classique, dans les macro-conduits, la dissipation visqueuse est souvent négligée, sauf dans des cas bien particuliers (fluides très visqueux, forte vitesse. . .). Or, la connaissance des effets de la dissipation visqueuse peut être intéressante dans certains cas. Par exemple, dans les procédés de mise en forme, la dissipation visqueuse peut affecter la distribution de température en jouant le rôle d'une source de chaleur. Afin d'optimiser la conception de ces procédés, notamment dans les phases de refroidissement, il est important de comprendre les effets de la dissipation visqueuse [36]. La prise en compte des effets de dissipation visqueuse pourrait donc justifier en partie les différences de comportement entre l'échelle macroscopique et microscopique [96]. En effet, imaginons une augmentation de la température de l'eau dans une conduite de 300 K à 310 K , due à la dissipation visqueuse. Cela peut provoquer une diminution de 20% de la viscosité cinématique, ce qui entraîne une augmentation de 25% du nombre de Reynolds local [97].

Les changements de température peuvent donc affecter de manière considérable l'estimation de certains paramètres et des phénomènes de transport. Certains auteurs ont étudié numériquement l'effet de la dissipation visqueuse dans les micro-tubes et micro-canaux [45]. Ils ont montré que l'augmentation de température était d'autant plus importante quand la taille du système diminue. Il existe un certain nombre de publications dans la littérature où la dissipation visqueuse et ses effets ont été étudiés numériquement [17] [64]. Il existe peu de travaux expérimentaux permettant d'estimer la dissipation visqueuse. Il est donc important de se positionner sur l'étude expérimentale de ce sujet, et notamment en faisant appel à une technique de mesure performante : la thermographie InfraRouge ainsi que les méthodes inverses développées

dans les précédents chapitres.

Les étapes à suivre pour une étude complète des effets de dissipation visqueuse en microfluidique sont résumées dans la figure 5.32. Les outils et méthodes d'estimations ont été développés dans le présent travail. L'objectif immédiat est donc de concevoir un banc expérimental robuste permettant de visualiser les effets de dissipation visqueuse en microfluidique avec la TIR. La puissance dégagée par le terme source de dissipation visqueuse étant directement proportionnel à la viscosité du fluide en écoulement, il est possible de mener une étude rhéologique après avoir estimé le terme source (équations 5.20) :

$$\varphi_{DV} = \mu (\dot{\gamma})^2 \quad (5.20)$$

φ_{DV} étant le terme source de dissipation visqueuse ($W.m^{-2}$), μ la viscosité du fluide ($Pa.s$) et $\dot{\gamma}$ la vitesse de cisaillement (s^{-1}).

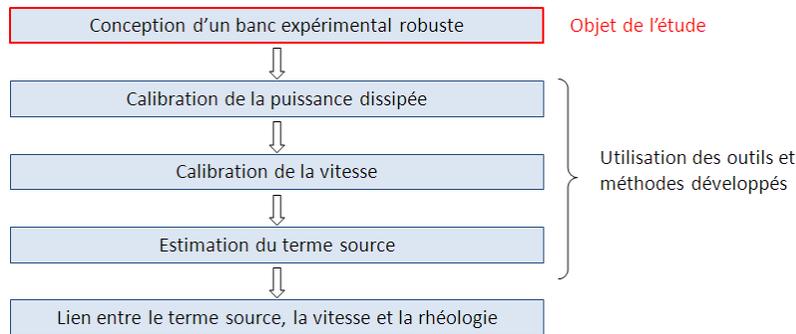


FIGURE 5.32 – Schéma des étapes pour la caractérisation des effets de dissipation visqueuse en microfluidique avec la TIR

5.3.2 Conception du premier banc expérimental : “Grand canyon”

Choix des fluides visqueux Pour étudier les effets de dissipation visqueuse, il faut un fluide visqueux, au comportement connu, dont l'écoulement pourrait se rapprocher de celui d'un polymère fondu. Des fluides tels que le miel ou l'huile auraient pu être étudiés, mais ces derniers ne sont pas miscibles avec l'eau et compromettent la phase de nettoyage des microcanaux après les mesures. Nous avons donc choisi le glycérol. Les fluides injectés lors des essais sont des mélanges glycérol/eau à différents pourcentages massiques (tableau 5.3). La viscosité de ces mélanges a été mesurée expérimentalement au viscosimètre à cône plan. La viscosité des mélanges utilisés est représentée en fonction du pourcentage massique de glycérol sur la figure 5.33.

Nom	Glycérol (%)	Eau (%)	Viscosité ($Pa.s$)
Eau	0	100	$\mu = 10^{-3}$
GlyEau 5050	50	50	$\mu = 5.10^{-3}$
GlyEau 7525	75	25	$\mu = 0,03$
GlyEau 9010	90	10	$\mu = 0,18$
Glycérol	100	0	$\mu = 1,06$

TABLE 5.3 – Propriétés des mélanges utilisés

5.3. OBSERVATION DE LA DISSIPATION VISQUEUSE EN MICROCANAL

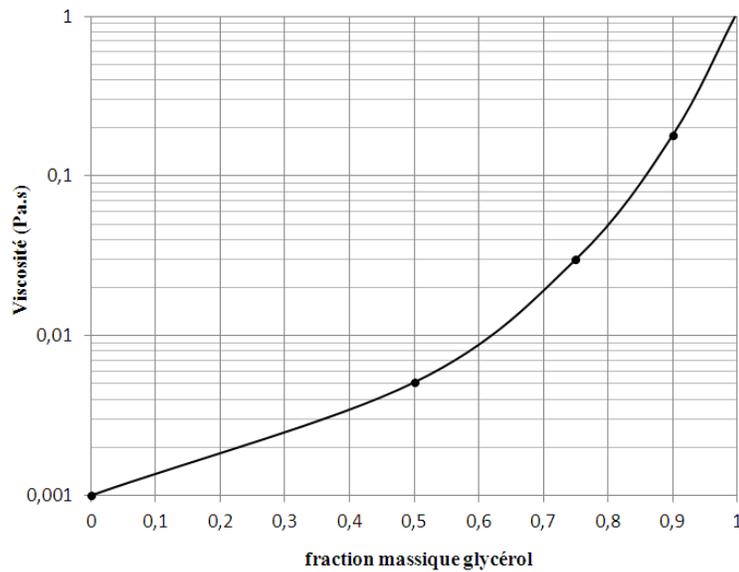


FIGURE 5.33 – Viscosité des mélanges étalons Eau/Glycérol en fonction du pourcentage massique de glycérol

Dispositif expérimental Le dispositif expérimental proposé pour l’observation de la dissipation visqueuse est sensiblement similaire à celui de la mesure de champ de Peclet et de Fourier (figure 5.34). L’idée est d’injecter des fluides visqueux dans un microcanal, cette fois sans perturbation thermique initiale, afin d’observer l’échauffement créé par l’écoulement lui-même le long du micro canal. Il a été montré que pour les microcanaux a section rectangulaire, un fort rapport d’aspect augmente les effets de dissipation visqueuse. C’est pourquoi la puce utilisée est plus haute que large (voir dimensions sur la figure 5.34).

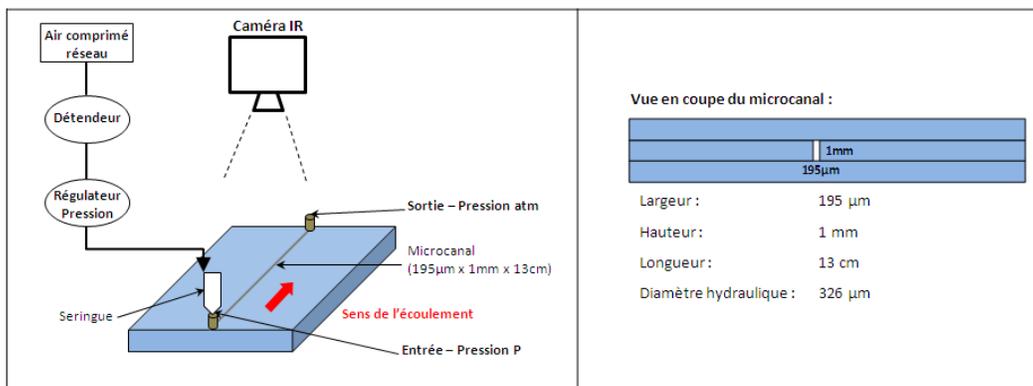


FIGURE 5.34 – Schéma du banc expérimental “Grand Canyon” pour l’observation de la dissipation visqueuse

Le fluide à injecter est contenu dans une seringue. L’air comprimé du réseau est utilisé, via un détendeur et un régulateur de pression (0,2 – 10 bars) pour appliquer une pression directement à la surface du liquide dans la seringue, et ainsi provoquer l’écoulement. La sortie est à pression atmosphérique.

Étalonnage du débit Les tests d'observation expérimentale de la dissipation visqueuse seront effectués pour plusieurs valeurs de la pression d'entrée. Afin d'avoir un ordre de grandeur du débit lors de ces essais, une calibration a été établie : débit dans le microcanal en fonction de la pression d'entrée imposée. Connaissant les propriétés physiques des fluides injectés ainsi que les caractéristiques géométriques du microcanal, la calibration a été effectuée par pesée et chronométrage du contenu en sortie du microcanal (figure 5.35).

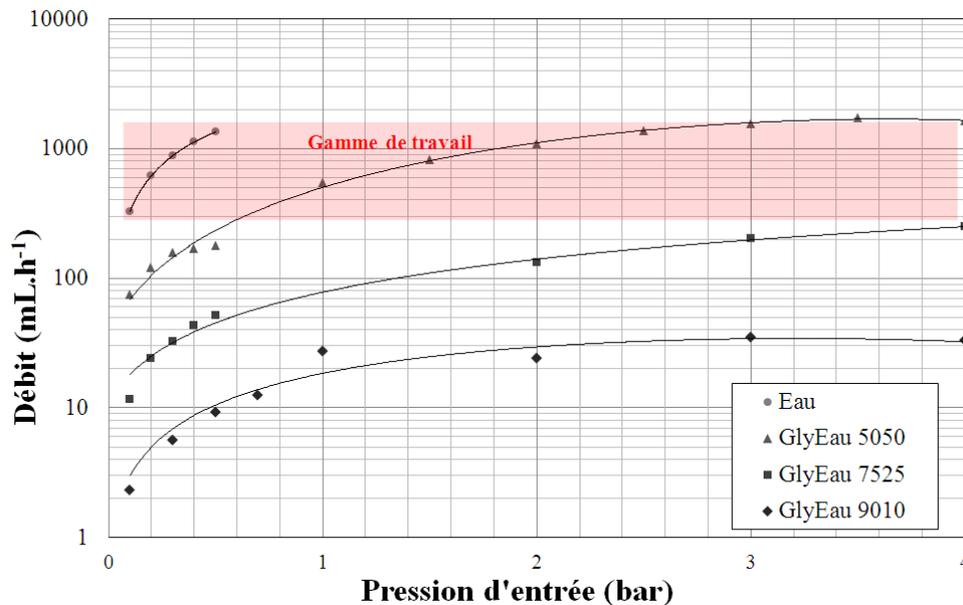


FIGURE 5.35 – Étalonnage du débit dans le système microfluidique “Grand Canyon”

L'eau est le fluide de référence. Le seul mélange permettant de se placer dans la même gamme de débit que l'eau est le mélange GlyEau5050. Afin de comparer les effets de dissipation visqueuse à notre fluide de référence, il faut travailler avec le fluide visqueux GlyEau 5050, dans une gamme de débit allant de 300 à 1500 $mL.h^{-1}$, soit une gamme de pression d'entrée de 0,6 à 4 bars.

Acquisition des images IR Les films enregistrés avec la caméra IR sont d'une durée de 20 s à 25 Hz, soit 500 images en régime thermique permanent. La moyenne de ces 500 images est effectuée afin de procéder au traitement du signal.

Nous représentons tout d'abord la différence entre un écoulement d'eau et un écoulement de fluide visqueux (figure 5.36). L'écoulement d'eau n'est pas détecté sur le champ de température alors que le fluide visqueux génère du signal thermique et permet de localiser l'emplacement du microcanal. Tous les fluides sont initialement à température ambiante et identique. Or, le fluide visqueux entre dans le canal à une température plus élevée que la puce alors que l'eau reste à température ambiante. Cela indique que l'échauffement dû à la dissipation visqueuse n'a pas lieu seulement dans le microcanal mais surtout dans le coude d'entrée lors de l'injection du fluide.

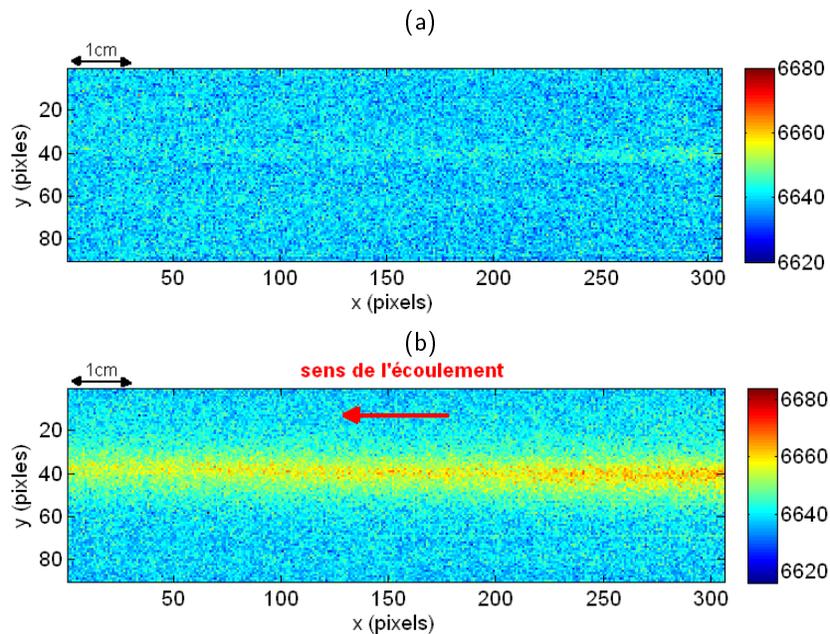


FIGURE 5.36 – Exemples de champs de températures dans la puce “Canyon”. (a) Ecoulement d’eau et (b) Ecoulement de fluide visqueux

La figure 5.37 montre les champs de température obtenus pour les différentes pressions d’entrée lors des écoulements avec le fluide GlyEau5050. Ces champs de températures sont représentés en perspective afin de mieux visualiser les élévations de température. Dans tous les cas que le fluide entre plus chaud que la température de la puce. Plus la pression d’entrée est forte, plus l’élévation de température en entrée de microcanal est conséquente. Cela est en accord avec la théorie (terme source de dissipation visqueuse directement proportionnel à la différence de pression). Cependant, l’effet de la dissipation visqueuse n’est pas clairement observé le long du canal. En effet, la puce étant constituée uniquement de verre, il y a beaucoup de diffusion pariétale. Cela est notamment visible par l’élévation de la température moyenne de la puce au fur et à mesure des expériences.

A partir de ces premiers résultats, il est possible de définir les points expérimentaux à améliorer pour mieux visualiser les effets de dissipation visqueuse dans un microcanal.

1. Injection tangentielle pour ne pas échauffer le fluide avant qu’il entre dans le microcanal.
2. Augmentation du rapport signal à bruit. Il est possible de créer un coude ou circuit complexe mais horizontal, dans la puce microfluidique, afin d’augmenter le cisaillement et donc le signal.
3. Limiter la diffusion pariétale pour confiner l’échauffement de température dans les limites du microcanal.

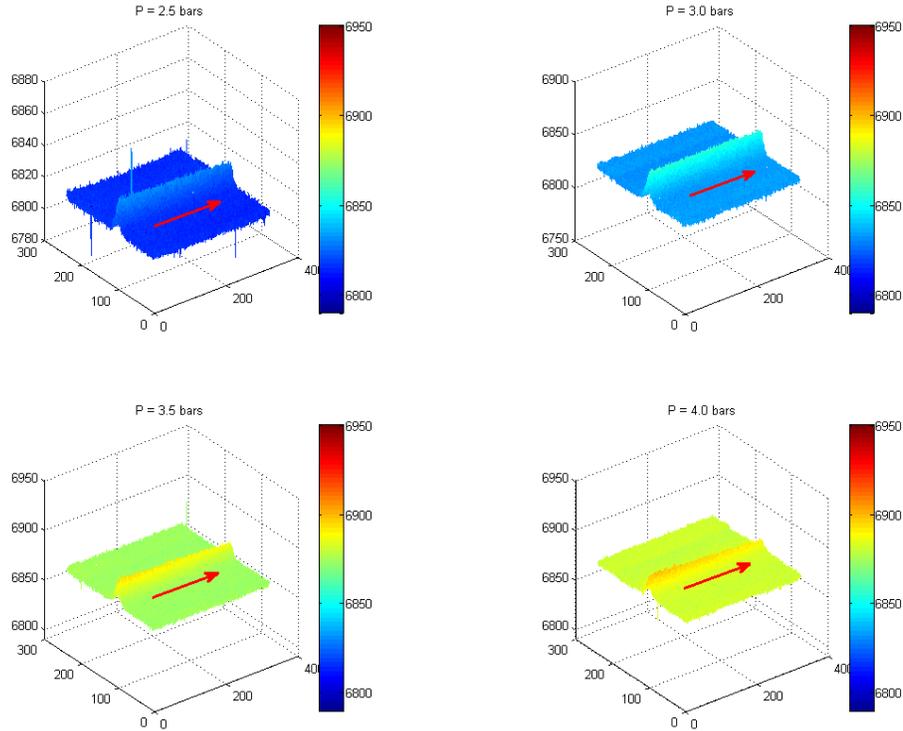


FIGURE 5.37 – Champs de température pour des écoulements du fluide GlyEau5050

5.3.3 Amélioration du banc expérimental : “Dolomites”

Dispositif expérimental La limitation de la diffusion pariétale est un point très complexe car elle nécessite soit de changer de matériau (auquel cas il faut trouver un matériau isolant, aussi robuste que le verre, compatibles avec les techniques de microfabrication) ou de contrôler thermiquement la température de la puce microfluidique (auquel cas un terme source de pompage ou de chauffage est ajouté). Nous avons conçus un nouveau dispositif expérimental permettant de gérer les points 1 et 2 cités dans la section précédente.

La nouvelle puce microfluidique utilisée (figure 5.38) est équipée de plusieurs injections et sorties tangentielles normalement destinées à des usages microfluidique dans la chimie et la biologie (formation de train de gouttes...). Dans le but d’améliorer le rapport signal bruit, seulement une injection et une sortie sont utilisées pour former un circuit bien particulier : un coude à 90° et un coude arqué en sortie de microcanal. Les autres injections et sorties sont bouchées, et les microcanaux non utilisés sont comblés avec de l’eau stagnante pour éviter les effets de compressibilités lors d’écoulement avec une forte pression d’entrée.

5.3. OBSERVATION DE LA DISSIPATION VISQUEUSE EN MICROCANAL

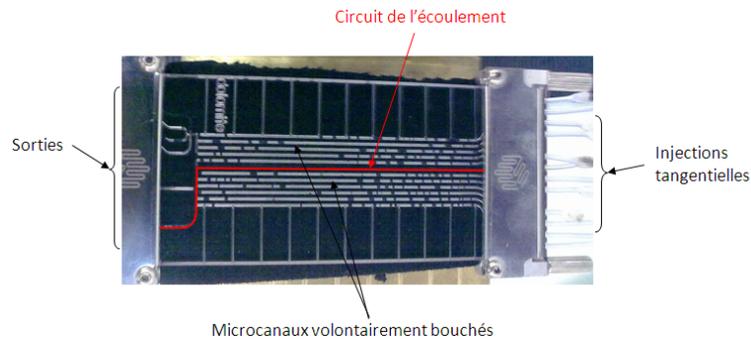


FIGURE 5.38 – Photo de la puce microfluidique “Dolomites” et du circuit d’écoulement

La puce microfluidique est un assemblage de deux plaques de verre usinées formant un canal de section carrée et de $250\ \mu\text{m}$ de côté (figure 5.39). Malgré que la section carrée ne soit pas la plus favorable pour augmenter les effets de dissipation visqueuse, la construction de cette puce (collage verre/verre et serres-joints) lui confère une robustesse supérieure à celle de la puce “Grand Canyon”, permettant d’augmenter la pression d’entrée et de travailler à des débits plus élevés. De plus, nous ajoutons un générateur basse fréquence (GBF) permettant d’injecter le fluide par pulsations, dont les créneaux sont connus et maîtrisés. Cela permet à la fois d’augmenter les effets de dissipation visqueuse par friction, et de dissocier la fréquence du bruit de mesure de la fréquence d’injection en cas de traitement du signal.

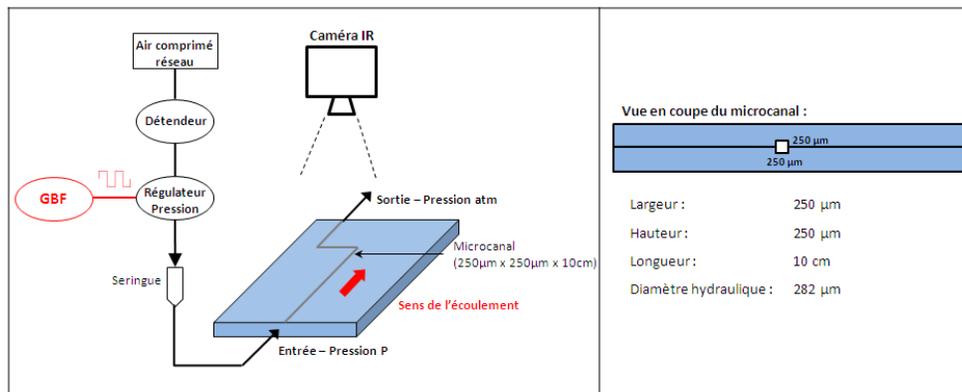


FIGURE 5.39 – Schéma du banc expérimental “Dolomites” pour l’observation de la dissipation visqueuse

Étalonnage du débit Toujours dans le but de pouvoir comparer les fluides visqueux au fluide de référence, un étalonnage du débit en fonction de la pression d’entrée est effectué (figure 5.40). Les fluides visqueux sont identiques à ceux définis dans le tableau 5.3. D’après l’étalonnage, il apparaît que les fluides GlyEau50 et GlyEau7525 permettent de se positionner dans les mêmes conditions d’écoulement que l’eau. Pour cela, il faut travailler entre 300 et $900\ \text{mL}\cdot\text{h}^{-1}$, ce qui équivaut à des pressions d’entrées entre $0,6$ et $1,5\ \text{bars}$ pour le fluide GlyEau5050, et entre $2,5$ et $4,5\ \text{bars}$ pour le fluide GlyEau7525.

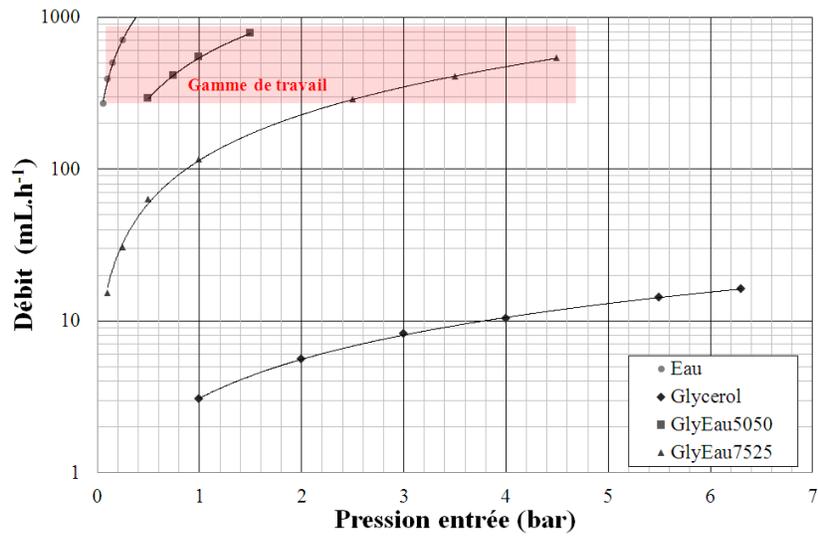


FIGURE 5.40 – Étalonnage du débit dans le système microfluidique “Dolomites”

Acquisition des images IR. Les acquisitions sont effectuées en régime transitoire, à une fréquence de 50 Hz. Cela permet d’observer l’élévation de température dans le microcanal au cours du temps. La figure 5.41 confronte des champs de températures mesurés pour un écoulement d’eau et un écoulement de fluide visqueux.

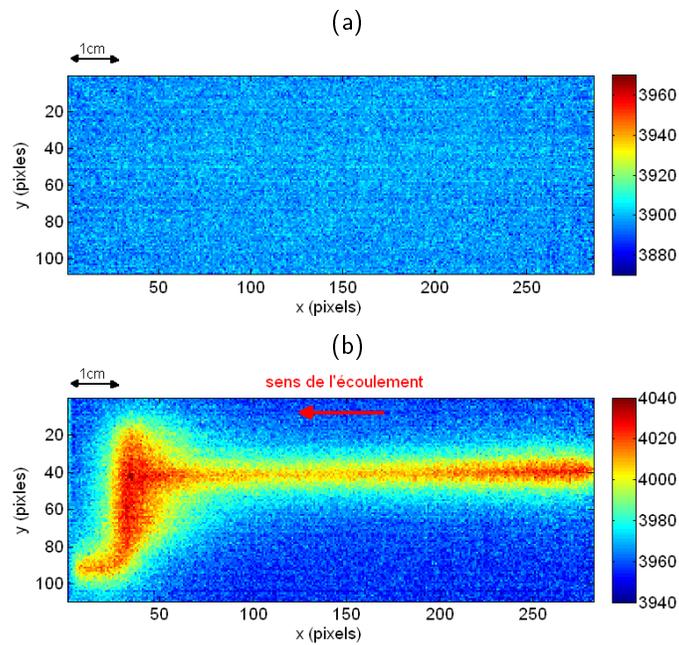


FIGURE 5.41 – Exemples de champs de température obtenus avec la puce “Dolomites” pour une pression d’entrée de 4 bars. (a) écoulement avec de l’eau et (b) avec le fluide visqueux GlyEau7525

Le champ de température lors de l’écoulement d’eau ne permet pas de détecter le microcanal, il n’y a

5.3. OBSERVATION DE LA DISSIPATION VISQUEUSE EN MICROCANAL

aucun échauffement car le terme source de dissipation visqueuse est très faible, quasiment nul. Par contre, le champ de température lors de l'écoulement avec le fluide visqueux GlyEau7525 permet de clairement détecter le microcanal. En effet, il y a un fort échauffement dans les zones favorables aux effets de dissipation visqueuse : coudes et injection. Cependant le signal est encore trop faible et la diffusion pariétale trop importante pour calculer des laplaciens et dérivées (temporelles et spatiales) exploitables. Il est tout de même possible de comparer les élévations de température par rapport à la température initiale du microcanal sans écoulement, pour un pixel situé à l'emplacement du coude à 90° (figure 5.42). Avec le fluide visqueux, une élévation de $1^\circ C$ est obtenue en régime permanent pour un débit de 500 mL.h^{-1} , ce qui est un très bon résultat. Cependant la diffusion pariétale encore trop importante par rapport à l'élévation de température, pour que les laplaciens et dérivées soient exploitables.

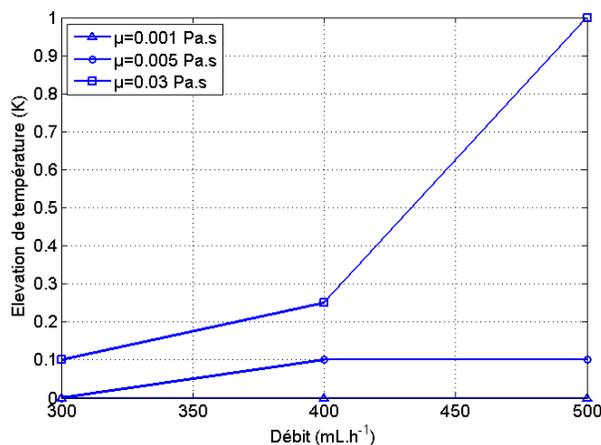


FIGURE 5.42 – Élévation de température atteinte en régime permanent pour un point situé dans le coude à 90°

5.3.4 Recommandations pour les futures études

L'étude de la dissipation visqueuse en microcanal est une tâche très complexe notamment à cause des difficultés expérimentales. Néanmoins, à partir des premiers résultats obtenus, il est possible de définir avec un peu plus de précision le cahier des charges nécessaire à la conception du banc expérimental dédié à ce genre d'étude. Maîtriser thermiquement la température de la puce microfluidique n'est pas la priorité car un système de régulation implique l'ajout d'un terme source (chauffage ou refroidissement). Il apparaît donc plus important dans un premier temps de continuer d'augmenter le rapport signal à bruit. Malgré les efforts, ce rapport est actuellement encore assez faible car il n'y a pas de gradient thermique initial et les variations de températures sont uniquement dues à l'échauffement provoqué par la dissipation visqueuse. Afin d'augmenter ce rapport signal à bruit, il faut augmenter la pression d'entrée du fluide visqueux, mais il faut également prévoir une puce microfluidique capable de supporter les hautes pressions voire les hautes températures. Il serait intéressant de pouvoir instrumenter directement un système de micro-injection. Dans l'attente de cette option, les perspectives de recherche sont orientées vers la conception d'un banc robuste en tenant compte des recommandations citées ci-dessus et en prenant garde de rester dans les gammes de vitesses de cisaillement rencontrées dans les procédés d'extrusion et de moulage.

5.4 Conclusion

Les méthodes inverses développées dans les chapitres 3 et 4 ont été appliquées sur des problèmes concrets de la microfluidique, plus précisément dans le but de rechercher et d'estimer des termes sources de natures différentes.

En régime thermique permanent, une réaction chimique simple (Acide/Base) a été caractérisée et l'enthalpie de réaction a été mesurée quantitativement avec une grande précision. En effet, la littérature indique une valeur de $\Delta H = 56 \text{ kJ.mol}^{-1}$ en calorimétrie classique, et nous avons estimé une enthalpie $\Delta H = 57 \text{ kJ.mol}^{-1}$, soit un écart de 1,8 %, ce qui valide la méthode.

En régime thermique transitoire, la cristallisation de l'eau a été étudiée, permettant de localiser et de suivre avec précision le front de propagation du terme source de changement de phase. La théorie de la surfusion a notamment été validée aux micro-échelles et les vitesses de propagation du front de glace ont pu être déterminées. Cependant cette expérience nécessite encore une étape de calibration afin de pouvoir quantifier le dégagement de chaleur de changement de phase.

Enfin, les perspectives sont dévouées à l'estimation du terme source de dissipation visqueuse, qui joue un rôle très important dans les procédés de mise en forme. Tous les outils et méthodes sont à disposition pour estimer ce terme source mais la conception d'une puce microfluidique et d'un banc expérimental robuste est une étape primordiale et complexe. Un banc expérimental permettant d'observer des échauffements dus à la dissipation visqueuse a été développé. Mais ces échauffements ne sont pas suffisants pour un traitement optimal du signal. Quelques pistes et recommandations pour la fabrication d'une puce microfluidique sont indiquées. Il est primordial de concevoir une puce résistante aux hautes pressions et de limiter la diffusion pariétale, en se plaçant dans des conditions isopériboliques par exemple.

Chapitre 6

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

Ce travail de thèse se positionne dans un contexte de miniaturisation des systèmes fluidiques et l'objectif était de caractériser thermiquement ces systèmes dans le but de pouvoir détecter et estimer des termes sources. La thermographie InfraRouge (TIR) a été utilisée comme moyen de mesure.

Dans le chapitre 2, il a été démontré que la TIR était un des meilleurs moyens actuels d'obtenir une information thermique locale, rapide, et en masse. De ce fait, le couplage microfluidique et TIR est un choix évident pour la caractérisation des systèmes à microéchelle. La plupart des systèmes microfluidiques pour des applications de type "Lab-On-Chip" sont fabriqués selon le processus PDMS/Verre par photolithographie et moulage. Cette technologie offre des facilités de mise en oeuvre et de modélisation du problème thermique en deux dimensions.

Le point crucial de cette étude est la modélisation thermique 2D pour approcher un phénomène physique 3D. Il a été montré dans quelles conditions expérimentales cette hypothèse est valide. Premièrement, le choix des matériaux est primordial : il est impératif de construire les microcanaux dans un substrat épais et isolant (PDMS), et de les recouvrir avec une plaque fine et conductrice (verre) à la surface de la puce microfluidique. Deuxièmement, il convient de travailler dans une gamme de débit entre 0 et $1000 \mu L.h^{-1}$, ce qui coïncide avec les applications industrielles physico-chimiques pour ce type de puce microfluidique.

Le problème direct a donc été modélisé thermiquement en 2D "apparent" (c'est à dire en prenant en compte la géométrie et les propriétés thermiques dans l'épaisseur), ce qui permet de faire ressortir les blocs essentiels de l'équation de la chaleur régissant de tels systèmes :

$$\text{LAPLACIEN} + \text{TERME SOURCE} = \text{TRANSPORT} + \text{DIFFUSION}$$

$$\Delta T + \Phi = Pe.Tx + \left(\frac{1}{Fo}\right).Tt$$

Pe et Fo étant les nombres adimensionnels de Peclet et Fourier, respectivement (décrit dans le chapitre 2). Tx et Tt étant les dérivées spatiales et temporelles de la température. Des méthodes inverses à un paramètre, de type Gauss Markov ont été développées dans le but de pouvoir estimer la plupart des paramètres de cette équation à partir de l'observable : la température. Pour cela, un protocole expérimental a été mis en place. Il consiste à mettre les puces microfluidiques sous gradient thermique initial et de déformer les isothermes de ce gradient par l'action de l'écoulement. Cette déformation des isothermes est enregistrée par la caméra IR et constitue le point de départ de la méthode inverse. Le travail a été divisé en plusieurs étapes, regroupées par chapitre. Les chapitres 3 et 4 ont permis de développer les outils et méthodes de caractérisation, validés numériquement et expérimentalement. Le chapitre 5 reprend ces méthodes pour des applications concrètes d'estimations de terme source en microfluidique.

Le régime thermique permanent. Ce régime thermique est étudié dans le chapitre 3. Une méthode inverse permettant d'estimer le terme de TRANSPORT et notamment le nombre de Peclet a été développée. La méthode inverse est basée sur l'utilisation d'un coefficient de corrélation spatiale qui utilise le modèle physique pour trier et sélectionner uniquement les pixels utiles à l'estimation. Les résultats sont présentés sous forme de cartographies du nombre de Peclet estimé. Ces cartographies permettent de détecter les écoulements avec une grande précision. A partir de ces cartographies il est possible de déterminer un nombre de Peclet moyen au sein du microcanal et une incertitude de mesure (toujours inférieure à 10 %).

Les mesures effectuées pour plusieurs tailles de microcanaux et plusieurs débits sont cohérentes avec la physique. Quand la taille du microsysteme diminue, à débit constant, le nombre de Peclet estimé augmente. Pour tous les débits testés, le nombre de Peclet estimé augmente linéairement avec le débit.

La méthode a également permis d'explorer des géométries plus complexes avec des écoulements dans plusieurs directions. Ce type de puce microfluidiques trouve des applications notamment dans l'implémentation de micro-échangeurs mais aussi dans la compréhension des mécanismes de types milieux poreux. Les résultats ont montré que les estimations permettent d'observer la conservation du débit dans chaque branche des microcanaux.

Dans le cas de nos expériences les écoulements sont repérés derrière des matériaux transparents dans le visible mais la méthode peut s'avérer très utile dans le cas de microsystemes opaques où l'observation visible n'est pas possible. De plus, il est également très facilement envisageable de transposer ces méthodes à des échelles de plus en plus grandes : pour la caractérisation de l'encrassement des micro-échangeurs, pour la détection du réseau sanguin dans le domaine biomédical, ou la encore détection canalisations derrière des murs dans le domaine du bâtiment...

Le régime thermique transitoire. Le chapitre 4 est dédié à l'étude ce régime thermique, dont l'objectif était de pouvoir compléter les estimations sur l'équation de la chaleur, notamment au travers du terme de DIFFUSION et le nombre de Fourier. La méthode inverse développée est de type Gauss Markov est similaire à celle du régime thermique permanent mais elle nécessite l'utilisation d'un coefficient de corrélation temporelle.

Un protocole expérimental original a été proposé. Il consiste à établir des créneaux périodiques de débits, pour estimer consécutivement le nombre de Peclet et le nombre de Fourier. Le couplage des deux estimations permet calculer des informations quantitatives, à savoir la diffusivité thermique et le champs de vitesse. Les résultats sont présentés sous forme de cartographies et une étude en fonction du débit a également été réalisée. Les résultats obtenus sont en parfait accord avec la physique puisque le nombre de Fourier estimé est constant et permet de retrouver avec une faible incertitude la diffusivité thermique de l'eau. Les nombres de Peclet estimés varient linéairement en fonction du débit. La vitesse moyenne estimée en fonction du débit imposé est très proche de la vitesse théorique calculée à partir des données géométriques. Un écart de moins de 10 % est observé entre les vitesses estimées et les vitesses théoriques, sachant que l'incertitude sur l'estimation de la vitesse est de l'ordre de 10 % et que l'incertitude sur le débit imposé au pousse seringue est de l'ordre de 3 %.

La difficulté majeure rencontrée dans ce chapitre est le pré-traitement des données. En effet, en régime thermique transitoire, l'enregistrement des variations de températures est souvent perturbé par la sensibilité de la caméra et le bruit de mesure. Le signal thermique a été pré-traité en faisant des moyennes périodiques des créneaux d'écoulements et en utilisant un filtre passe bas temporel. Néanmoins, les perspectives d'améliorations sont orientées vers l'amélioration de la qualité du signal brut et des techniques de dérivations. La meilleure option semble être le couplage d'un filtre spatial (de type convolution) et d'une technique de traitement du signal temporel (type SVD). C'est pourquoi nous recommandons d'étudier ces aspects dans les futurs travaux.

L'estimation de termes sources. Dans le chapitre 5, les méthodes inverses ont été appliquées en régime permanent puis en régime transitoire pour détecter des flux de chaleur et estimer des termes sources.

En chimie, il est important de pouvoir caractériser thermiquement les réactions aux microéchelles, et de développer des études calorimétriques, notamment dans le but de mieux anticiper les risques d'emballlement thermique et de contrôler les micro-réacteurs. Une réaction acide/base exothermique a été étudiée en régime permanent. La méthode inverse développée au chapitre 3 a donc été appliquée pour étalonner l'écoulement au sein de la puce dédiée à la réaction. Le terme source de réaction chimique a ensuite été calculé à partir de cette étalonnage. De plus, une calibration thermique de la puissance dégagée a permis de quantifier le terme source. Cette calibration a été effectuée par dépôt d'or dans le microcanal et application d'une puissance électrique connue. Cela a permis de mener une étude en fonction du débit de réactifs et de mesurer l'enthalpie de réaction. Les résultats obtenus sont extrêmement proche de ceux trouvés dans la littérature. En effet, une enthalpie de $\Delta H = 56 \text{ kJ.mol}^{-1}$ est indiquée en calorimétrie classique, contre une enthalpie $\Delta H = 57 \text{ kJ.mol}^{-1}$ dans cette étude, soit un écart de 1,8 %. De plus l'estimation du terme source permet de localiser l'avancement de la réaction au sein du microcanal.

La deuxième application est l'étude du changement de phase en microcanal. L'exemple de la cristallisation de l'eau a été étudiée. Dans un premier temps, l'établissement du protocole expérimental a permis de visualiser et valider la théorie de la surfusion à microéchelle. A l'instant précis du changement de phase, un fort dégagement de chaleur très bref et mobile est observé du fait de la rupture de surfusion. La méthode inverse développée au chapitre 4, nous a permis de suivre l'évolution de ce terme source mobile, et de calculer la vitesse de propagation du front de changement de phase. Cependant, le microsystème n'a pas été calibré thermiquement et l'estimation de terme source reste qualitative.

Enfin, la dernière application concerne le comportement thermo-rhéologique des fluides en écoulements, comme les polymères fondus dans les procédés de mise en forme par exemple. Cette étude devrait permettre à la fois de caractériser la micro-injection et le micro-moulage mais aussi de déterminer les paramètres rhéologiques des polymères fondus dans le but d'améliorer les modèles de CFD. L'objectif était de développer un protocole expérimental et une puce microfluidique robuste dédiés aux fluides visqueux soumis à des fortes contraintes de cisaillement. Cette étape de conception est très compliquée mais il a tout de même été possible d'observer des échauffements au sein de microcanaux. Pour l'instant un système d'injection tangentiel par pulsation et une géométrie coudée permettent d'augmenter le rapport signal à bruit.

Bilan et perspectives Les méthodes inverses de traitement des images IR développées dans ce travail de thèse sont relativement simples et très rapides. Les calculs sont effectués en quelques minutes. Il est possible de traiter une quantité massive de données quasiment en temps réel. L'utilisation des coefficients de corrélation permet d'effectuer une sélection statistiques des données à partir d'une observable liée à un modèle physique.

D'un point de vue numérique, les perspectives à court terme sont essentiellement l'amélioration des méthodes à la fois de dérivation mais aussi de traitement du signal. En effet, il a été montré l'importance d'augmenter le rapport signal à bruit en régime transitoire. Pour l'instant, le filtrage passe bas a été retenu comme méthode de filtrage, ce qui ne permet pas d'éliminer complètement le bruit de mesure. L'utilisation d'autres techniques de dérivations devraient permettre de réduire le bruit induit par la discrétisation en différences finies.

A plus long terme, il serait intéressant d'évoluer vers un modèle thermique complet en 3D. Ainsi la température de surface de la puce microfluidique serait inversée dans un premier temps pour estimer la température réelle du fluide avec précision. Ensuite la deuxième partie de l'inversion consisterait à estimer

les paramètres thermiques et fluidiques. Ce genre de modèle serait particulièrement utilisé dans le cas de micro-échangeurs thermiques avec des géométries complexes à la fois dans le plan et avec beaucoup d'échanges thermiques dans l'épaisseur.

D'un point de vue expérimental, maintenant que les outils sont mis en place, il est envisagé d'améliorer les dispositifs notamment la résolution et le rapport signal à bruit. En effet, même si l'implémentation de méthodes numériques peut réduire l'influence du bruit, il est également primordial d'intervenir à la source, c'est à dire lors des mesures. Pour cela, des conditions expérimentales avec des gradients thermiques plus importants peuvent être étudiées, ainsi que la définition d'un protocole expérimental périodique plus long... En ce qui concerne la résolution, l'utilisation d'un objectif microscope sur la caméra IR sera effectuée à très court terme. Une cartographie précise des profils de vitesse dans les microcanaux devraient permettre de fournir des informations utiles pour l'étude des effets de dissipation visqueuses.

Enfin, les méthodes développées seront appliquées dans différents domaines de recherche. Par exemple, pour les procédés de mise en forme et la micro-injection, il serait intéressant de développer de nouveaux protocoles expérimentaux permettant de regrouper les estimations de vitesse et de diffusivité thermique simultanément à celle du terme source de dissipation visqueuse. Il est également prévu de définir un protocole expérimental pour caractériser les écoulements sanguins. Ce genre d'étude doit être effectuée dans l'optique du contrôle d'individus ou de prévention médicale, donc de préférence sans avoir à appliquer un gradient thermique.



Chapitre 7

ANNEXES



Annexe A

Modélisation thermique en 2D “pur”

Ce modèle thermique a été utilisé dans des cas expérimentaux et numériques 3D mais les résultats ne sont pas suffisamment rigoureux. C'est pourquoi le modèle thermique 2D “apparent” a été écrit. Cependant le modèle thermique 2d “pur” reste parfaitement applicable dans le cas de traitement de champs de températures issus de simulations numériques 2D.

La caméra IR fournit des images en 2D à la surface du verre de la puce microfluidique. De plus, il est important de rappeler que la couche de verre est beaucoup plus mince et conductrice ($\lambda_g = 1 W.m^{-1}.K^{-1}$, $e_g = 170 \mu m$) que la couche de PDMS ($\lambda_{PDMS} = 0,1 W.m^{-1}.K^{-1}$, $e_{PDMS} = 1 cm$). Cela a permis d'émettre l'hypothèse d'équilibre local entre la couche de verre et la couche de fluide (équation 2.30). Le système précédent peut donc être rédeuit à un modèle uniquement 2D “pur”. Dans ce cas, le système rédeuit est défini et représenté comme le montre la figure A.1.

L'équation de la chaleur est écrite selon un modèle de corps thermiquement mince (équation A.1), tous les termes étant exprimés en W/m^3 .

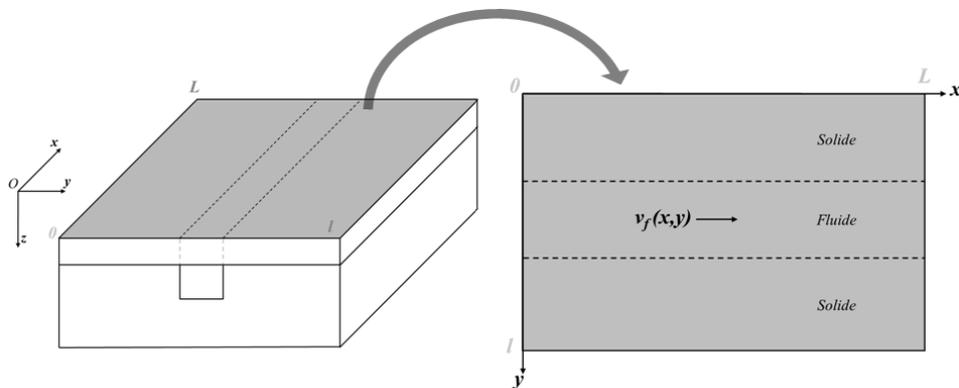


FIGURE A.1 – Réduction à un modèle 2D de la surface supérieure d'une puce microfluidique

$$\lambda \left(\frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial y^2} \right) + \varphi(x, y, t) - \frac{h.p}{S} (T(x, y, t) - T_\infty) = \rho.Cp.v(x) \cdot \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial x} + \rho.Cp \cdot \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial t} \quad (\text{A.1})$$

Avec les conditions limites thermiques ci-dessous :

- Flux imposés en entrée et en sortie de microcanal (équation A.2). Il est important de rappeler que dans le cas sans terme source, un gradient thermique monodimensionnel est créé entre l'entrée et la sortie selon l'axe x . Un flux chaud est imposé en entrée (ϕ_C) et un flux froid (ϕ_F) en sortie. La température peut également être maintenue homogène en imposant $\phi_C = \phi_F$

$$-\lambda \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial x} = \phi_C \text{ en } x = 0 \text{ et } -\lambda \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial x} = \phi_F \text{ en } x = L \quad (\text{A.2})$$

- Pertes par convection sur les limites latérales (équation A.3) :

$$-\lambda \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial y} = h.(T(x, y, t) - T_\infty) \text{ en } y = l \text{ et } y = 0 \quad (\text{A.3})$$

- Température initiale nulle dans le système (équation A.4) :

$$T(x, y, t) = 0 \text{ à } t = 0 \quad (\text{A.4})$$

De même que pour le modèle 2D avec prise en compte des effets de l'épaisseur, les pertes par convection sont largement plus faibles que les autres termes de l'équation [77], ce qui permet de les négliger. Une discrétisation en différence finie est également appliquée (équation A.5).

$$\frac{(T_{i+1,j}^k + T_{i-1,j}^k + T_{i,j+1}^k + T_{i,j-1}^k - 4T_{i,j}^k)}{\Delta x^2} + \Phi_{i,j}^k = \frac{v_{i,j}^k}{af_{i,j}^k} \cdot \frac{(T_{i,j+1}^k - T_{i,j}^k)}{\Delta x} + \frac{1}{af_{i,j}^k} \cdot \frac{(T_{i,j}^{k+1} - T_{i,j}^k)}{\Delta t} \quad (\text{A.5})$$

En multipliant par Δx^2 il est possible de faire apparaître les nombres de Fourier et de Peclet, ce qui ramène au modèle 2D final (équation A.6) :

$$\boxed{\text{LAPLACIEN} + \text{TERME SOURCE} = \text{TRANSPORT} + \text{DIFFUSION}}$$

$$\Delta T_{i,j} + \Phi_{i,j}^k = Pe_{i,j}^k \cdot T_{i,j} + \left(\frac{1}{Fo_{i,j}^k} \right) T_{i,j}^k \quad (\text{A.6})$$

Avec,

- **Le LAPLACIEN**

$$\Delta T_{i,j}^k = (T_{i+1,j}^k + T_{i-1,j}^k + T_{i,j+1}^k + T_{i,j-1}^k - 4T_{i,j}^k) \quad (\text{A.7})$$

- **Le TERME SOURCE**

$$\Phi_{i,j} = \frac{\varphi(x, y) \cdot \Delta x^2}{\lambda} \quad (\text{A.8})$$

- **Le terme de TRANSPORT**

Ce terme $Pe_{i,j} \cdot Tx_{i,j}$, est composé du nombre de Peclet Pe (équation A.9) et de la dérivée spatiale de la température (équation A.10) :

$$Pe_{i,j}^k = \frac{v_{i,j}^k \cdot \Delta x}{af_{i,j}^k} \quad (\text{A.9})$$

$$Tx_{i,j}^k = (T_{i,j+1}^k - T_{i,j}^k) \quad (\text{A.10})$$

- Le terme de DIFFUSION

Ce terme $\left(\frac{1}{Fo_{i,j}^k}\right) Tt_{i,j}^k$, est composé du nombre de Fourier Fo (équation A.11) et de la dérivée temporelle de la température (équation A.12) :

$$Fo_{i,j}^k = \frac{af_{i,j}^k \cdot \Delta t}{\Delta x^2} \quad (\text{A.11})$$

$$Tt_{i,j}^k = (T_{i,j}^{k+1} - T_{i,j}^k) \quad (\text{A.12})$$

Remarque :

De même que pour la modélisation 2D avec effet de l'épaisseur, le laplacien et les dérivées ne sont pas rapportées au pas spatial ou temporel car ils ont été substitués pour faire apparaître les nombres de Peclet et Fourier.



Annexe B

Estimations du terme de transport en régime permanent avec un modèle 2D pur

A partir des simulations 3D, les champs de température à la surface du verre sont extraits, ainsi que le champ de vitesse moyenne dans l'épaisseur du microcanal. Une première hypothèse consiste à dire que le champ de température peut être traité avec un modèle en deux dimensions. Le même travail d'estimation que précédemment est donc effectué et les nombres de Peclet estimés sont comparés aux nombres de Peclet théoriques (calculés à partir de la vitesse moyenne selon l'épaisseur).

Le Peclet estimé en fonction de l'axe y est reporté sur la figure B.1. Contrairement aux simulations 2D, l'estimation du nombre de Peclet ne correspond pas aux limites physiques imposées par les parois du microcanal. Un paramètre qui s'apparente à un nombre de Peclet est estimé en dehors du microcanal. De plus, les estimations sont plus faibles que les nombres de Peclet théoriques.

La figure B.2 montre le nombre de Peclet estimé en fonction du débit imposé et l'évolution linéaire théorique n'est pas observée. Il n'y a donc pas de cohérence avec la physique. Malgré un ordre de grandeur correct, les nombres de Peclet sont toujours sous estimés par rapport à la théorie, d'autant plus que le débit augmente.

Cela peut s'expliquer par le fait que la diffusion dans le verre suivant le plan (x, y) prend de l'importance lorsque les simulations sont effectuées dans cette configuration, de même que l'épaisseur de fluide et le profil de type Poiseuille selon l'axe z font que la distribution de température ne peut pas être considéré comme un simple modèle 2D. Le modèle 2D ne semble pas parfaitement adapté aux simulations 3D. Malgré l'hypothèse de couche fine et conductrice, il faut procéder à des estimations sur un modèle plus complet en prenant en compte l'épaisseur.

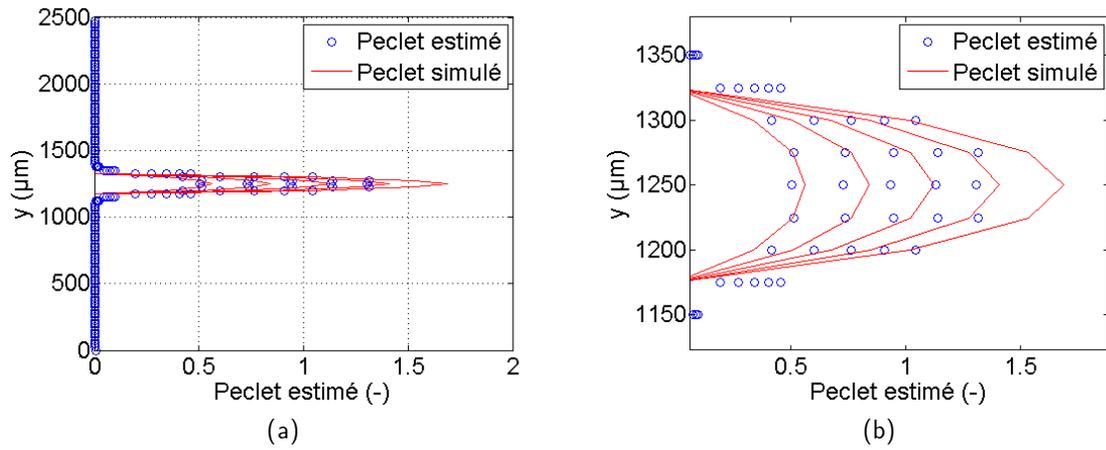


FIGURE B.1 – Profils de Peclet selon l'axe y . Comparaison entre le nombre de Peclet théorique et estimé avec un modèle 2D réduit. (a) sur toute la largeur et (b) agrandissement.

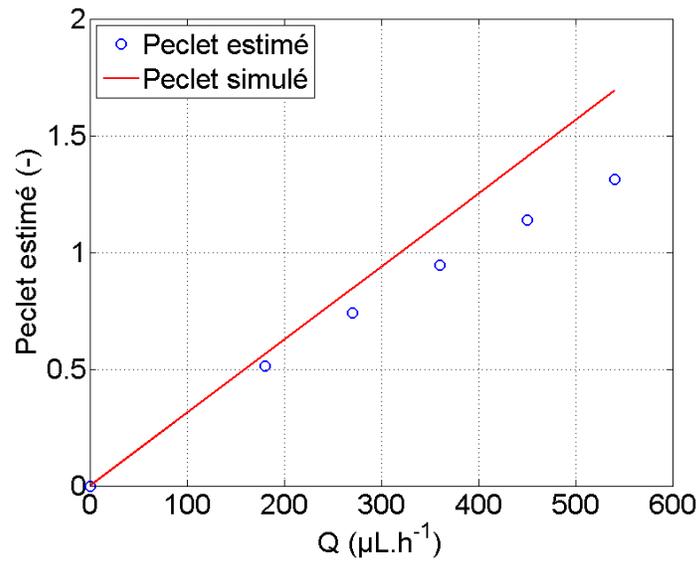


FIGURE B.2 – Peclet estimé et théorique en fonction du débit imposé. Modèle 2D - Simulations 3D

Annexe C

Amélioration du signal et des dérivées

En règle générale, le calcul de dérivées spatiales ou temporelles sur un champ de mesures expérimentales est une tâche compliquée, car l'opérateur amplifie le bruit de mesure (qui est de nature aléatoire). Plusieurs techniques de dérivations sont envisageables : différences fines, fonctions polynomiales, décomposition en base orthogonale, convolution... Nous allons détailler quelques unes d'entre elles dans le but d'examiner les erreurs induites par chaque méthode.

On prend l'exemple d'un échelon de température 1D défini par la relation C.1.

$$T(x, t = 0) = 1 \text{ pour } 0 < x < b = \frac{L}{2} \text{ et } T(x, t = 0) = 0 \text{ pour } b = \frac{L}{2} < x < L \quad (\text{C.1})$$

Après un certain temps, ce champ de température peut être décrit par la solution analytique de la relation C.2. Rigoureusement, dans cette relation N tend vers l'infini mais nous allons considérer uniquement la dérivée spatiale à un instant donné.

$$T(x, t) = \frac{b}{L} + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^N \frac{\sin(\alpha_n b)}{\alpha_n} \exp(-a \alpha_n^2 t) \cos(\alpha_n x) \quad (\text{C.2})$$

avec,

$$\alpha_n = \frac{n\pi}{L} \quad (\text{C.3})$$

Sur la figure C.1, on représente l'allure du signal en température selon x à $t = 0,5 \text{ s}$; $a = 10^{-5} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$; $b = \frac{L}{2}$; et $L = 0,1 \text{ m}$. La solution analytique est bruitée (bruit gaussien aléatoire à moyenne nulle). Nous allons étudier quelques méthodes de dérivations sur ce signal, qui est un signal spatial mais les mêmes observations sont valables sur un signal temporel.

Différences finies. L'approche par différences finies (figure C.1) est définie par l'équation C.4.

$$\hat{T}'_i = \frac{\hat{T}_{i+1} - \hat{T}_i}{\Delta x} \quad (\text{C.4})$$

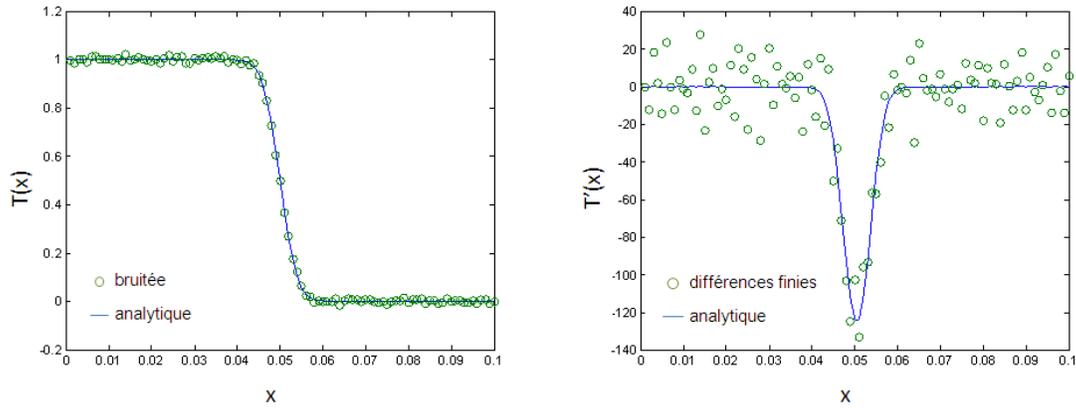


FIGURE C.1 – Signal en température de la solution analytique (gauche) et dérivation de ce signal par différence finies (droite).

En admettant que la relation entre la température observé \hat{T}_i et la température réelle T_i est du type (équation C.5) :

$$\hat{T}_i = T_i + e_{T_i} \quad (\text{C.5})$$

où e_{T_i} représente une variable aléatoire issu du bruit gaussien (uniforme selon x). Nous avons donc au final la relation C.6.

$$T'_i = \frac{T(x_{i+1}) - T(x_i)}{\Delta x} + \varepsilon(x_{i+1}) + \frac{e_{T_{i+1}} - e_{T_i}}{\Delta x} \quad (\text{C.6})$$

avec,

$$\lim_{x \rightarrow \infty} \varepsilon(x) = 0 \quad (\text{C.7})$$

Il faut donc considérer deux types d'erreurs : l'erreur d'approximation $\varepsilon(x_i)$ et l'erreur sur le bruit de mesure associé à la variable e_{T_i} . Lorsque x le pas de dérivation tend vers 0, l'erreur d'approximation tend également vers zéro, or l'erreur aléatoire tend vers l'infini. C'est pourquoi le bruit de mesure est amplifié lors que l'on dérive en utilisant les différences finies sans tentatives de lisser le signal expérimental.

Régressions polynomiales Sur le signal bruité, il est possible de d'appliquer une loi polynomiale selon la relation C.8. Les coefficients du polynôme sont obtenus par la méthode des moindres carrés.

$$T(x) = \sum_{n=1}^N \beta_n x^n \quad (\text{C.8})$$

On montre un exemple de polynôme d'ordre 30 obtenu avec le logiciel Matlab. Il s'agit ensuite de dériver la fonction polynomiale numériquement (figure C.2). On voit que la fonction polynomiale décrit avec précision le signal bruité et que la dérivée du polynôme est très proche de la dérivée de la solution analytique. On observe des dérives sur les extrémités du domaine mais ce comportement n'est pas gênant dès lors que l'on fixe les limites du domaine.

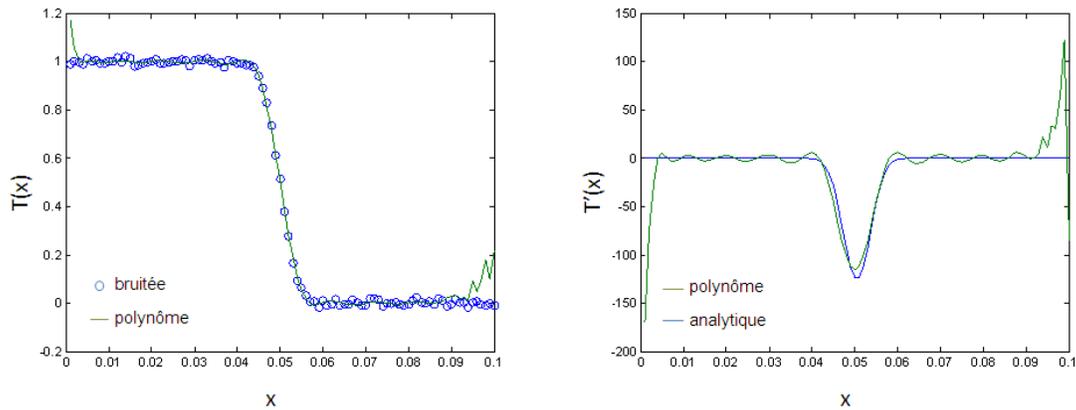


FIGURE C.2 – Dérivation par loi polynomiale sur le signal bruité

Autres techniques Il existe de multiples autres techniques d'amélioration et de régularisation du signal [93]. Par exemple il est possible d'améliorer les conditions limites des polynômes en utilisant une base cosinus de Fourier, un filtre de type "kernel" [5] ou encore un polynôme en base logarithmique [89]. On notera également la possibilité d'utiliser la SVD (Singular Value Decomposition) dans le but de séparer le signal disponible du bruit de mesure lorsqu'un grand nombre de données doit être traitées [82], [4].

Toutes ces méthodes de dérivations permettent d'améliorer le signal d'entrée en température avant la méthode inverse. Ces techniques peuvent parfois être lourdes en terme de calcul et difficilement applicable sur des milieux hétérogènes tels que les systèmes microfluidiques. Les différences finies sont très intéressantes car bien adaptées au traitement de l'image pixel par pixel. Nous allons donc dans un premier temps conserver cette technique de dérivation mais appliquer un filtre préliminaire du signal température. L'objectif est de lisser la courbe en température sans perdre l'information physique ni introduire de biais.



Annexe D

Code thétis pour les simulations en 3D

microfluidiqueXYZvm.don

=
= Ecoulement microfluidique

=====
===== GEOMETRIE =====
=====

- DEFINITION DU TYPE DE MAILLAGE

CALCUL 3D CARTESIEN

- DIMENSIONS DU DOMAINE PHYSIQUE

DIM_MIN 0.D0 0.D0 0.D0
DIM_MAX 3000D-6 2500D-6 775D-6

- DEFINITION DES OBSTACLES

OBSTACLE VERRE PAVE PT1 0.D0 0.D0 0.D0 PT2 3000D-6 2500D-6 25D-6
OBSTACLE PDMS PAVE PT1 0.D0 0.D0 25D-6 PT2 3000D-6 1175D-6 175D-6
OBSTACLE PDMS PAVE PT1 0.D0 1325D-6 25D-6 PT2 3000D-6 2500D-6 175D-6
OBSTACLE PDMS PAVE PT1 0.D0 0.D0 175D-6 PT2 3000D-6 2500D-6 775D-6 ^M

- GRILLE

MAILLAGE 120 100 31
GRILLE CONSTANTE

=====
===== EQUATIONS =====
=====

- EQUATIONS RESOLUES

NAVIER OUI
ENERGIE OUI

- FLUIDE

FLUIDE EAU

- LOI d'ETAT et RHEOLOGIE

LOI_ETAT NON

- CONDITIONS AUX LIMITES

LIMITE VITESSE SUP PAROI ^M
LIMITE VITESSE INF PAROI ^M
LIMITE VITESSE AVANT PAROI ^M
LIMITE VITESSE ARRIERE PAROI ^M

microfluidiqueXYZvm.don

LIMITE VITESSE GAUCHE PAROI
LIMITE VITESSE GAUCHE RECTANGLE PT1 1175D-6 25D-6 PT2 1325D-6 175D-6 VAL 6.67D-3
^M

LIMITE VITESSE DROITE PAROI ^M

LIMITE VITESSE DROITE RECTANGLE_LIBRE PT1 1175D-6 25D-6 PT2 1325D-6 175D-6 ^M

LIMITE TEMPERATURE SUP FOURIER BI_PHI 5.D0 PHI_INF 0.D0 ^M

LIMITE TEMPERATURE INF FOURIER BI_PHI 5.D0 PHI_INF 0.D0 ^M

LIMITE TEMPERATURE ARRIERE FOURIER BI_PHI 5.D0 PHI_INF 0.D0 ^M

LIMITE TEMPERATURE AVANT FOURIER BI_PHI 5.D0 PHI_INF 0.D0 ^M

LIMITE TEMPERATURE GAUCHE CONSTANTE 0.1D0 ^M

LIMITE TEMPERATURE DROITE CONSTANTE 0.D0 ^M

- INITIALISATIONS

INITIALISE TEMPERATURE DOMAINE GRADIENT VAL 0.1D0

=====
===== PARAMETRES NUMERIQUES =====
=====

- PARAMETRES TEMPORELS

ITERATION TEMPS 10

- PARAMETRES NAVIER-STOKES

PAS_DE_TEMPS NAVIER 6.D0

METHODE NAVIER LAGRANGIEN
-PROJECTION_VECTORIELLE OUI

ITERATION LAGRANGIEN 2
PARAMETRE DPDR 1.D0

-SCHEMA NAVIER CENTRE
SCHEMA NAVIER HYBRIDE
-SCHEMA NAVIER QUICK
-SCHEMA NAVIER DOUBLE

-SOLVEUR NAVIER MUMPS
SOLVEUR NAVIER BICG
-PRECONDITIONNEMENT NAVIER ILU

SOLVEUR PROJECTION BICG
PRECONDITIONNEMENT PROJECTION ILU

ITERATION BICG NAVIER 300
ITERATION BICG PROJECTION 1
RESIDU PROJECTION 1.D-15
RESIDU NAVIER 1.D-10

- PARAMETRES ENERGIE

PAS_DE_TEMPS ENERGIE 6.D0
DISSIPATION NON

microfluidiqueXYZvm.don

SCHEMA ENERGIE HYBRIDE

ITERATION BICG ENERGIE 50
RESIDU ENERGIE 1.D-10

SOLVEUR ENERGIE BICG

PRECONDITIONNEMENT ENERGIE MILU

=====
===== UTILITAIRES =====
=====

- TESTS D'ARRETS

-TEST_ARRET OUI FREQUENCE 10
-TOLERANCE_INCOMPRESSIBILITE 14
-TOLERANCE_STATIONNARITE 14
-ARRET TEMPERATURE
-ARRET INCOMPRESSIBLE

- IMPRESSION

IMPRESSION TECPLOT
IMPRESSION MATLAB
-IMPRESSION VTK ^M

IMPRESSION FREQUENCE 1

IMPRIME VITESSE
IMPRIME PRESSION
IMPRIME TEMPERATURE
-IMPRIME DIVERGENCE
-IMPRIME MASSE
-IMPRIME VISCOSITE
IMPRIME PERMEABILITE
-IMPRIME ROTATIONNEL
-IMPRIME FCT_COUR

Annexe E

Code thétis pour les simulations en 2D

microfluidiqueXY don

=
= Ecoulement microfluidique

=====
===== GEOMETRIE =====
=====

- DEFINITION DU TYPE DE MAILLAGE

CALCUL 2D CARTESIEN

- DIMENSIONS DU DOMAINE PHYSIQUE

DIM_MIN 0.D0 0.D0
DIM_MAX 3000.D-6 2500.D-6

- DEFINITION DES OBSTACLES

OBSTACLE PDMS RECTANGLE PT1 0.D0 0.D0 PT2 3000.D-6 1175.D-6
OBSTACLE PDMS RECTANGLE PT1 0.D0 1325.D-6 PT2 3000.D-6 2500.D-6

- GRILLE

MAILLAGE 120 100
GRILLE CONSTANTE

=====
===== EQUATIONS =====
=====

- EQUATIONS RESOLUES

NAVIER OUI
ENERGIE OUI

- FLUIDE

FLUIDE EAU

- LOI d'ETAT et RHEOLOGIE

LOI_ETAT NON

- CONDITIONS AUX LIMITES

LIMITE VITESSE GAUCHE PAROI
LIMITE VITESSE GAUCHE POISEUILLE2 MIN 1175D-6 MAX 1325D-6 VAL 2.22D-3
LIMITE TEMPERATURE GAUCHE CONSTANTE 0.1D0
LIMITE VITESSE DROITE PAROI
LIMITE VITESSE DROITE NEUMANN2 MIN 1175D-6 MAX 1325D-6
LIMITE TEMPERATURE DROITE CONSTANTE 0.D0

LIMITE VITESSE SUP PAROI

microfluidiqueXY don
LIMITE TEMPERATURE SUP FOURIER BI_PHI 5.D0 PHI_INF 0.D0
LIMITE VITESSE INF PAROI
LIMITE TEMPERATURE INF FOURIER BI_PHI 5.D0 PHI_INF 0.D0

- INITIALISATIONS

INITIALISE TEMPERATURE DOMAINE GRADIENT VAL 0.1D0
-INITIALISE VITESSE VAL 0.D0

=====
===== PARAMETRES NUMERIQUES =====
=====

- PARAMETRES TEMPORELS

ITERATION TEMPS 10

- PARAMETRES NAVIER-STOKES

PAS_DE_TEMPS NAVIER 6.D0

METHODE NAVIER LAGRANGIEN
-PROJECTION_VECTORIELLE OUI

ITERATION LAGRANGIEN 2
PARAMETRE DPDR 1000.D0

SCHEMA NAVIER CENTRE
-SCHEMA NAVIER HYBRIDE
-SCHEMA NAVIER QUICK
-SCHEMA NAVIER DOUBLE

SOLVEUR NAVIER MUMPS
-SOLVEUR NAVIER BICG
-PRECONDITIONNEMENT NAVIER ILU

SOLVEUR PROJECTION BICG
PRECONDITIONNEMENT PROJECTION ILU

ITERATION BICG NAVIER 300
ITERATION BICG PROJECTION 1
RESIDU PROJECTION 1.D-15
RESIDU NAVIER 1.D-15

- PARAMETRES ENERGIE

PAS_DE_TEMPS ENERGIE 6.D0
DISSIPATION NON

SCHEMA ENERGIE HYBRIDE

ITERATION BICG ENERGIE 50
RESIDU ENERGIE 1.D-16

SOLVEUR ENERGIE BICG

PRECONDITIONNEMENT ENERGIE MILU

=====
===== UTILITAIRES =====
=====

```
-----  
-                                TESTS D'ARRETS  
-----  
-TEST_ARRET      OUI  FREQUENCE 10  
-TOLERANCE_INCOMPRESSIBILITE 14  
-TOLERANCE_STATIONNARITE      14  
-ARRET TEMPERATURE  
-ARRET INCOMPRESSIBLE  
  
-----  
-                                IMPRESSION  
-----  
IMPRESSION      TECPLOT  
IMPRESSION      MATLAB  
  
IMPRESSION FREQUENCE 1  
  
IMPRIME VITESSE  
IMPRIME PRESSION  
IMPRIME TEMPERATURE  
-IMPRIME DIVERGENCE  
-IMPRIME MASSE  
-IMPRIME VISCOSITE  
IMPRIME PERMEABILITE  
-IMPRIME ROTATIONNEL  
-IMPRIME FCT_COUR
```

Bibliographie

- [1] T. Astarita, G. Cardone, G. M. Carlomagno, and C. Meola. A survey on infrared thermography for convective heat transfer measurements. *Optics & Laser Technology*, 32(7-8) :593 – 610, 2000.
- [2] T. Astarita, G. Cardone, and G.M. Carlomagno. Infrared thermography : An optical method in heat transfer and fluid flow visualisation. *Optics and Lasers in Engineering*, 44(3-4) :261 – 281, 2006. *Optical Methods in Heat Transfer and Fluid Flow*.
- [3] M. Balasko and E. Svab. Neutron radiography in research and development. *Nukleonika*, 39 :427–432, 1994.
- [4] Matthieu Bamford, Jean Christophe Batsale, and Olivier Fudym. Nodal and modal strategies for longitudinal thermal diffusivity profile estimation : Application to the non destructive evaluation of sic/sic composites under uniaxial tensile tests. *Infrared Physics & Technology*, 52(1) :1 – 13, 2009.
- [5] Jean Christophe Batsale and Christophe Pradere. Time/space noise and « thermal » processing of temperature signal. *Eurotherm Advanced Summer School METTI 5*, 2011.
- [6] Roland Bavière, Michel Favre-Marinet, and Stéphane Le Person. Bias effects on heat transfer measurements in microchannel flows. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 49(19-20) :3325 – 3337, 2006.
- [7] Jean-Pierre Bédécarrats, Thomas David, and Jean Castaing-Lasvignottes. Ice slurry production using supercooling phenomenon. *International Journal of Refrigeration*, 33(1) :196 – 204, 2010.
- [8] J. V. Beck and Kenneth J. Arnold. *Parameter estimation in engineering and science / James V. Beck and Kenneth J. Arnold*. Wiley, New York :, 1977.
- [9] Rajneesh Bhardwaj, Jon P. Longtin, and Daniel Attinger. A numerical investigation on the influence of liquid properties and interfacial heat transfer during microdroplet deposition onto a glass substrate. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 50 :2912–2923, 2007.
- [10] J.P. Brody, P. Yager, R.E. Goldstein, and R.H. Austin. Biotechnology at low reynolds numbers. *Biophysical Journal*, 71(6) :3430 – 3441, 1996.
- [11] Jean-Marie Buchlin. Natural and forced convective heat transfer on slender cylinders. *Revue Générale de Thermique*, 37(8) :653 – 660, 1998.
- [12] Jean-Marie Buchlin. Convective heat transfer in a channel with perforated ribs. *International Journal of Thermal Sciences*, 41(4) :332 – 340, 2002.
- [13] J.M. Buchlin. Convective heat transfer and infrared thermography. *Journal of applied fluid mechanics*, 3(1) :55–62, 2010.

-
- [14] J.M Buchlin, J. Brossard, and J.B Gouriet. Infrared thermography study of heat transfer in an array of round jets. *QIRT*, 2004.
- [15] C. Buffone and K. Sefiane. Ir measurements of interfacial temperature during phase change in a confined environment. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 29(1) :65 – 74, 2004.
- [16] Jean Castaing-Lasvignottes, Thomas David, Jean-Pierre Bédécarrats, and Françoise Strub. Dynamic modelling and experimental study of an ice generator heat exchanger using supercooled water. *Energy Conversion and Management*, 47(20) :3644 – 3651, 2006. Heat Transfer in Components and Systems for Sustainable Energy Technologies : Heat-SET 2005, 5-7 April 2005, Grenoble, France.
- [17] Barbaros Cetin, Almila Guvenc Yazicioglu, and Sad?k Kakac. Fluid flow in microtubes with axial conduction including rarefaction and viscous dissipation. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 35(5) :535 – 544, 2008.
- [18] Pramod Chamorthy, Suresh V. Garimella, and Steven T. Wereley. Measurement of the temperature non-uniformity in a microchannel heat sink using microscale laser-induced fluorescence. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 53(15-16) :3275 – 3283, 2010.
- [19] Sih-Li Chen, Pong-Ping Wang, and Tzong-Shing Lee. An experimental investigation of nucleation probability of supercooled water inside cylindrical capsules. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 18(4) :299 – 306, 1998.
- [20] S.L Chen and T.S. Lee. A study of supercooling phenomeneon and freezing probability of water inside horizontal cylinders. *International Journal Of Heat And Mass Transfer*, 41 :769–783, 1998.
- [21] Stephane Colin. *Microfluidique*. Hermes Science, 2004.
- [22] Helcio R.B. Orlande ; Olivier Fudym ; Denis Maillet ; Renato M. Cotta. *Thermal Measurement and Inverse Techniques*. CRC Press, 2011.
- [23] A. Degiovanni, J. C. Batsale, and D. Maillet. Mesure de la diffusivité longitudinale de matériaux anisotropes. *Revue Générale de Thermique*, 35 :141–147, 1996.
- [24] P.W. Egolf. Ice slurry : a promising technology. technical note on refrigerating technologies. *IIF, Note tech. Technol. Froid/IIR, tech. Note Refrig. Technol./Bull. IIF-IIR*, 85 :28–35, 2004.
- [25] O. Fudym, C. Pradere, and J. C. Batsale. An analytical two-temperature model for convectiondiffusion in multilayered systems : Application to the thermal characterization of microchannel reactors. *Chemical Engineering Science*, 62 :4054–4064, 2007.
- [26] M.P Fuller and M Wisniewski. The use of infrared thermal imaging in the study of ice nucleation and freezing of plants. *Journal of Thermal Biology*, 23(2) :81 – 89, 1998.
- [27] Julie Garvey, David Newport, Fereydoun Lakestani, Maurice Whelan, and Shiju Joseph. Full field measurement at the micro-scale using micro-interferometry. *Microfluidics and Nanofluidics*, 5 :77–87, 2008. 10.1007/s10404-007-0228-6.
- [28] Oliver Geshke, Henning Klank, and Pieter Telleman. *Microsytem engineering for Lab On A chip devices*. Wiley, 2004.
- [29] Xavier Gidrol, Yoann Roupioz, and Sandrine Baghdoyan. Les biopuces. *Tecniques de l'Ingenieur*, 9(re-17), 2004.

- [30] Zeng-Yuan Guo and Zhi-Xin Li. Size effect on microscale single-phase flow and heat transfer. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 46(1) :149 – 159, 2003.
- [31] Hulin Jean Pierre Guyon Etienne, Petit Luc. *Hydrodynamique Physique*. 2001.
- [32] Samir Hajjej, Philippe Baucour, Marie-Cécile Péra, Francois Lanzetta, Jean-Marie Kauffmann, and Philippe Nika. In situ determination of temperature distribution in three cell pem fuel cell stack. In *Fundamentals and Developments of Fuel Cells Conference*, pages ISBN 978–2–7466–0413–1, Nancy, France, 2008.
- [33] C. Hany. *Développement de méthodes thermiques pour la caractérisation de réactions chimiques en microfluidique*. PhD thesis, Ecole doctorale des sciences chimiques, 2009.
- [34] C. Hany, C. Pradere, J. Toutain, and J. C. Batsale. A millifluidic calorimeter with infrared thermography for the measurement of chemical reaction enthalpy and kinetics. *QIRT*, 5 :211–229, 2009.
- [35] Lebrun H. Pradere C. Toutain J. Batsale J.-C. Hany, C. Thermal analysis of chemical reaction with a continuous microfluidic calorimeter. *Chemical Engineering Journal*, 160(3) :814–822, 2010. cited By (since 1996) 3.
- [36] Hamdy Hassan, Nicolas Regnier, Cyril Pujos, and Guy Defaye. Effect of viscous dissipation on the temperature of the polymer during injection molding filling. *Polymer Engineering & Science*, 48(6) :1199–1206, 2008.
- [37] Monson H. Hayes. *Statistical Digital Signal Processing and Modeling*. John Wiley & Sons, Inc., New York, NY, USA, 1st edition, 1996.
- [38] Christian J.L. Hermes, Robson O. Piucco, Jader R. Barbosa Jr., and Cláudio Melo. A study of frost growth and densification on flat surfaces. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 33(2) :371 – 379, 2009.
- [39] G.M. Jenkins and D.G Watts. *Spectral Analysis And Its Applications*. Holden-Day, 1968.
- [40] Dong Woon Jeong, Chi Young Lee, and Sang Yong Lee. Measurement of fluid temperature across microscale gap using two-color ratiometric laser-induced fluorescence technique in combination with confocal microscopy. *Journal of Heat Transfer*, 131(9) :091601, 2009.
- [41] S. Kandlikar. *Heat Transfer and fluid flow in minichannels and macrochannels*. Elsevier, 2006.
- [42] Kim, Beskok, and Kihm. Electro-osmosis-driven micro-channel flows : A comparative study of microscopic particle image velocimetry measurements and numerical simulations. *Experiments in Fluids*, 33 :170–180, 2002. 10.1007/s00348-002-0449-0.
- [43] Hyun Kim. Measurements of temperature and flow fields with sub-millimeter spatial resolution using two-color laser induced fluorescence (lif) and micro-particle image velocimetry (piv). *Journal of Mechanical Science and Technology*, 19 :716–727, 2005. 10.1007/BF02916193.
- [44] H Klank, G Goranovic, J P Kutter, H Gjelstrup, J Michelsen, and C H Westergaard. Piv measurements in a microfluidic 3d-sheathing structure with three-dimensional flow behaviour. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 12(6) :862, 2002.
- [45] J. Koo and C. Kleinstreuer. Viscous dissipation effects in microtubes and microchannels. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 47(14-16) :3159 – 3169, 2004.

-
- [46] Aristotle G Koutsiaris, Dimitris S Mathioulakis, and Sokrates Tsangaris. Microscope piv for velocity-field measurement of particle suspensions flowing inside glass capillaries. *Measurement Science and Technology*, 10(11) :1037, 1999.
- [47] F. Lanzetta. Mesure de température par microthermocouples. Technical report, FEMTO-ST, 2010.
- [48] A.M Lanzillotto, T.S Leu, M. Amabile, R. Wildes, and J. Dunsmuir. An investigation of microstructure and microdynamics of fluid flow in mems. *ASME, AD-52* :789–796, 1996.
- [49] Philippe Laval, Jean-Baptiste Salmon, and Mathieu Joanicot. A microfluidic device for investigating crystal nucleation kinetics. *Journal of Crystal Growth*, 303(2) :622 – 628, 2007.
- [50] J. Leng and J.B. Salmon. Mycrofluidics crystallisation. *Royal Society of Chemistry - Critical Review.*, 2009.
- [51] D.R Lide. *Hanbook of chemistry and physics*. CRC Press, 72nd edition, 1991.
- [52] M. Lin, Q.D. Liu, T. Kim, F. Xu, B.F. Bai, and T.J. Lu. A new method for characterization of thermal properties of human enamel and dentine : Influence of microstructure. *Infrared Physics & Technology*, 53(6) :457 – 463, 2010.
- [53] Y. Luo, L. Wang, Q. Zhu, H. Chen, and H. Xu. Diffraction detection of sucrose by electrophoresis in a microfluidic chip. *Applied Physics B : Lasers and Optics*, 92 :89–91, 2008. 10.1007/s00340-008-3071-x.
- [54] Frehner B. Balmer P. Lintel H.V.-Renaud P. Maillefer D., Gamper S. A high-performance silicon micropump for disposable drug delivery systems. *IEEE*, 0-7803-5998-4, 2001.
- [55] A. Manz, N. Graber, and H.M. Widmer. Miniaturized total chemical analysis systems : A novel concept for chemical sensing. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 1(1-6) :244 – 248, 1990.
- [56] Gaël Maranzana, Isabelle Perry, and Denis Maillat. Mini- and micro-channels : influence of axial conduction in the walls. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 47(17-18) :3993 – 4004, 2004.
- [57] Dmitry A. Markov, Stephen Dotson, Scott Wood, and Darryl J. Bornhop. Noninvasive fluid flow measurements in microfluidic channels with backscatter interferometry. *ELECTROPHORESIS*, 25(21-22) :3805–3809, 2004.
- [58] R. Herrero Martin and J.M. Buchlin. Jet impingement heat transfer from lobed nozzles. *International Journal of Thermal Sciences*, 50(7) :1199 – 1206, 2011.
- [59] D. Maynes and A. R. Webb. Velocity profile characterization in sub-millimeter diameter tubes using molecular tagging velocimetry. *Experiments in Fluids*, 32 :3–15, 2002. 10.1007/s003480200001.
- [60] H. Mehling and L.F. Cabeza. *Heat & cold storage with PCM : an up to date introduction into basics & applications*. Springer, 2008.
- [61] C. D. Meinhart and S. T. Wereley. Micron-resolution velocimetry techniques.
- [62] C. D. Meinhart, S. T. Wereley, and J. G. Santiago. Piv measurements of a microchannel flow. *Experiments in Fluids*, 27 :414–419, 1999. 10.1007/s003480050366.
- [63] K.P Mollmann, N. Lutz, and M. Vollmer. Thermography of microsystems. *Inframation Proceedings*, 2004.

- [64] Gian Luca Morini. Viscous heating in liquid flows in micro-channels. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 48(17) :3637 – 3647, 2005.
- [65] Jacob A Moulijn and Andrzej Stankiewicz. Process intensification : Transforming chemical engineering. *Chemical Engineering Progress*, (1) :22–34, 2000.
- [66] D. Mourand, J. Gounot, and J. C. Batsale. New sequential method to process noisy temperature response from flash experiment measured by infrared camera. *Review of Scientific Instruments*, 69, 1998.
- [67] R. Muwanga and I. Hassan. Local heat transfer measurements in microchannels using liquid crystal thermography : Methodology development and validation. *Journal of Heat Transfer*, 128(7) :617–626, 2006.
- [68] Allan Myerson. *Handbook of Industrial Crystallization, Second Edition*. Butterworth-Heinemann, 2002.
- [69] K.K Natrajan and K.T Christensen. Two-color laser-induced fluorescent thermometry for microfluidic systems. *Measurement Science and Technology*, 20 :015401, 2009.
- [70] D Naylor. Recent developments in the measurement of convective heat transfer rates by laser interferometry. *International Journal of Heat and Fluid Flow*, 24 :345–355, 2003.
- [71] B. Ovrjn. Three-dimensional forward scattering particle image velocimetry applied to a microscopic field-of-view. *Experiments in Fluids*, 29 :S175–S184, 2000. 10.1007/s003480070019.
- [72] Pajani. Thermographie principe et mesures. *Techni*, R2740, 2001.
- [73] R. J. ; Butler C. P. ; Parker, W. J. ; Jenkins and G. L. Abbott. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. *Journal of Applied Physics*, 32 :1679–1684, 1961.
- [74] P. H. Paul, M. G. Garguilo, and D. J. Rakestraw. Imaging of pressure- and electrokinetically driven flows through open capillaries. *Analytical Chemistry*, 70(13) :2459–2467, 1998.
- [75] E. Penner and P. Robillard. Ice propagation rates in fractions of sulphite spent liquors. *Building research, National council of Canada.*, 123, 1961.
- [76] I. Philippi, J. C. Batsale, D. Maillet, and A. Degiovanni. Measurement of thermal diffusivity through processing of infrared images. *Review of Scientific Instruments*, 66, 1995.
- [77] C. Pradere, C. Hany, J. Toutain, and J.-C. Batsale. Thermal analysis for velocity, kinetics, and enthalpy reaction measurements in microfluidic devices. *Experimental Heat Transfer*, 23(1) :44–62, 2010. cited By (since 1996) 0.
- [78] C. Pradere, M. Joannicot, J. C. Batsale, J. Toutain, and C Gourdon. Processing of temperature field in chemical microreactors with infrared thermography. *QIRT*, 3 :112–135, 2006.
- [79] C. Pradere, J. Morikawa, J. Toutain, J. C. Batsale, E. Hayakawa, and T. Hashimoto. Microscale thermography of freezing biological cells in view of cryopreservation. *QIRT Journal*, 6 :37–61, 2006.
- [80] Jean-Pierre Prenel, Francois Lanzetta, Bruno Serio, Eric Gavignet, Philippe Nika, Yannick Bailly, and Laurent Thiery. Thermoelectric microsensors : application to thermal and fluidic measurements. In *Encyclopedia of Sensors*, Vol 10, pages 217–245. American Scientific Publishers, 2006.
- [81] C. Pujos. *Estimation de la rhéologie d'un polymère dans un filière d'extrusion*. PhD thesis, Université de Bordeaux 1 - Ecole doctorale de sciences physiques et de l'ingénieur, 2006.

-
- [82] N. Rajic. Principal component thermography for flaw contrast enhancement and flaw depth characterisation in composite structures. *composite structures*, 58(4) :521–528, 2002.
- [83] Manoj Rao and Sameer Khandekar. Thermo-hydrodynamics of developing flows in a mini channel array : Liqui crystal thermography and numerical study. *Heat and Mass Transfer Conference*, 2008.
- [84] Manfred T. Reetz, Michael H. Becker, Klaus M. Kühling, and Arnold Holzwarth. Time-resolved ir-thermographic detection and screening of enantioselectivity in catalytic reactions. *Angewandte Chemie International Edition*, 37(19) :2647–2650, 1998.
- [85] Strub M. Bedecarrats J.P Strub F. Dumas J.P Ribeiro, J.P. Etude thermique et dynamique de la cristallisation de l'eau à la rupture de surfusion. In *Congrès Français de Thermique, SFT 2007, Ile des Embiez, 29 mai - 1 juin 2007*, 2007.
- [86] Jean Rogez, Jacques et Le coze. Mesures des températures. *Techniques de l'ingénieur*, R2515, 1992.
- [87] J. G. Santiago, S. T. Wereley, C. D. Meinhart, D. J. Beebe, and R. J. Adrian. A particle image velocimetry system for microfluidics. *Experiments in Fluids*, 25 :316–319, 1998. 10.1007/s003480050235.
- [88] Yohei Sato, Gentaro Irisawa, Masanori Ishizuka, Koichi Hishida, and Masanobu Maeda. Visualization of convective mixing in microchannel by fluorescence imaging. *Measurement Science and Technology*, 14(1) :114, 2003.
- [89] S.M. Shepard, Y.L. Hou, T. Ahmed, and J.R. Lhota. Reference-free interpretation of flashthermography data. *Insight - British Institute of NDT*, 48(5) :298–307, 2006.
- [90] Subramanyam, Mahajan, Madhukar, Sahay, and Roonwal. *Histoire des sciences de l'antiquité à nos jours*. h.f.ullmann, 2010.
- [91] Patrick Tabeling. *Introduction to microfluidics*. Oxford University Press, 2005.
- [92] John A. Taylor and Edward S. Yeung. Imaging of hydrodynamic and electrokinetic flow profiles in capillaries. *Analytical Chemistry*, 65(20) :2928–2932, 1993.
- [93] A. Thikonov and V. Arsenine. *Solutions for ill posed problems*. Winston and Sons, 1977.
- [94] H. Thomann and B. Frisk. Measurement of heat transfer with an infrared camera. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 11(5) :819 – 822, IN3, 823–826, 1968.
- [95] A. K. Tieu, M. R. Mackenzie, and E. B. Li. Measurements in microscopic flow with a solid-state lda. *Experiments in Fluids*, 19 :293–294, 1995. 10.1007/BF00196478.
- [96] Gokturk Tunc and Yildiz Bayazitoglu. Heat transfer in microtubes with viscous dissipation. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 44(13) :2395 – 2403, 2001.
- [97] W Urbanek, J N Zemel, and H H Bau. An investigation of the temperature dependence of poiseuille numbers in microchannel flow. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 3(4) :206, 1993.
- [98] P. Welch. The use of fast fourier transform for the estimation of power spectra : A method based on time averaging over short, modified periodograms. *Audio and Electroacoustics, IEEE Transactions on*, 15(2) :70 – 73, jun 1967.
- [99] S. Wereley, C. D. Meinhart, S. Stone, V. Hohreiter, and J. Chung. Experimental microfluidics toolbox for mems characterization. 4558 :124–132, 2001.

BIBLIOGRAPHIE

- [100] Xiaodong Zhou, Daniel Poenar, Kai Liu, Man Tse, Chew-Kiat Heng, and Swee Tan. Design of mems devices with optical apertures for the detection of transparent biological cells. *Biomedical Microdevices*, 10 :639–652, 2008. 10.1007/s10544-008-9175-6.
- [101] M. Necati Özisik. *Heat transfer, a basic approach*. McGraw-Hill, 1985.
- [102] Mehregany M. Zorman C.A. *The MEMS Hanbook - Chap 15 Materiels for microfabrication*. CRC Press, 2002.

ESTIMATIONS DE CHAMPS DE DIFFUSIVITES, DE VITESSES ET DE SOURCES DE CHALEUR PAR THERMOGRAPHIE INFRAROUGE SUR DES SYSTEMES MICROFLUIDIQUES.

RESUME : La microfluidique est une technologie récente dont le principal avantage est de pouvoir miniaturiser le phénomène étudié, quelque soit le domaine (énergétique, chimie, biologie...). Cependant les techniques de mesures (vitesses, températures...) au sein des systèmes microfluidiques sont souvent complexes à mettre en œuvre. C'est pourquoi il est important de mettre en place un nouvel outil de mesure efficace et fournissant des informations à l'échelle de ces microsystèmes. La Thermographie InfraRouge (TIR) est un moyen puissant de mesurer des champs de températures, qui peuvent ensuite être utilisés pour estimer des propriétés thermo-physiques. Le premier objectif de ce travail de thèse est donc de développer un corps de méthodes expérimentales et numériques couplant la TIR et la microfluidique dans le but d'estimer des paramètres fluidiques et thermiques. Une procédure expérimentale originale ainsi que des méthodes inverses à un paramètre ont été développées. Toutes les méthodes développées ont été testées et validées sur des champs de températures simulés numériquement. Les mesures expérimentales ont permis de cartographier et d'estimer quantitativement des paramètres tels que la vitesse, la diffusivité thermique et des sources de chaleur. Le deuxième objectif est de tester les méthodes développées sur des applications microfluidiques concrètes. Ces tests ont aboutis à d'excellents résultats tels que la mesure d'enthalpie de réaction chimique en microréacteurs, ainsi que l'étude de la cristallisation de l'eau en microcanal.

Mots clés : microfluidique, thermographie infrarouge, méthodes inverses, estimation de paramètres, champs de diffusivité, champs de vitesse, microcalorimétrie.

ESTIMATIONS OF DIFFUSIVITY, VELOCITY AND HEAT SOURCES FIELDS IN MICROFLUIDICS SYSTEMS USING INFRARED THERMOGRAPHY

ABSTRACT: Microfluidics is a recent technology which one of the main advantages is the miniaturization of the studied phenomena, in any domain (energy, chemistry, biology...). However, measurement techniques (velocity, temperature...) inside microfluidic systems are often difficult to implement. This is why it is important to design a new and efficient measurement tool, adapted to those micro-scales. InfraRed Thermography (IRT) is a powerful mean to measure temperature fields, which can be utilized to estimate thermo-physical properties. The first objective of this work is to develop a set of experimental and numerical methods coupling IRT and microfluidics in order to estimate thermal and fluid flow parameters. Original experimental procedures as well as one parameter inverse methods have been developed. All the developed methods were tested and validated from simulated temperature fields. Experimental measurements permitted to map and quantitatively estimate parameters like velocity, thermal diffusivity and source terms. The second objective is to test the developed methods on real microfluidics applications. Those tests led to excellent results such as chemical reaction enthalpy measurement in micro-reactor, and also the study of water crystallization in micro-channels.

Keywords : Microfluidics, infrared thermography, inverse methods, parameters estimation, diffusivity fields, velocity fields, microcalorimetry.

