



HAL
open science

Etude de l'Hydrodynamique et des Transferts de Chaleur dans des Microcanaux

Roland Baviere

► **To cite this version:**

Roland Baviere. Etude de l'Hydrodynamique et des Transferts de Chaleur dans des Microcanaux. Dynamique des Fluides [physics.flu-dyn]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2005. Français. NNT: . tel-00010330

HAL Id: tel-00010330

<https://theses.hal.science/tel-00010330>

Submitted on 29 Sep 2005

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.

N° attribué par la bibliothèque

__ / __ / __ / __ / __ / __ / __ / __ / __ / __ /

THESE

présentée et soutenue publiquement le 12 septembre 2005 par :

Roland BAVIERE

pour obtenir le grade de Docteur de l'Université Grenoble I - Joseph Fourier
spécialité Mécanique des Fluides et Transferts

préparée au **Centre de Recherches sur les Très Basses Températures** et au
Laboratoire des Ecoulements Géophysiques et Industriels
dans le cadre de l'école doctorale Mécanique et Energétique

Etude de l'Hydrodynamique et des Transferts de Chaleur dans
des Microcanaux

JURY

M. Yves GAGNE
M. Gian Piero CELATA
M. Pierre TABOURIER
M. Frédéric AYELA
M. Michel FAVRE-MARINET
M. Stéphane LE PERSON

Président
Rapporteur
Rapporteur
Directeur
Co-directeur
Examineur

Remerciements

Ce travail de thèse a reposé sur une collaboration entre le Centre de Recherches sur les Très Basses Température et le Laboratoire des Ecoulements Géophysiques et Industriels. Il n'aurait pu voir le jour sans l'aide de nombreuses personnes.

Je tiens en premier lieu à remercier très chaleureusement mon directeur de thèse Frédéric Ayela, de m'avoir accordé sa confiance tout au long des cinq dernières années qui se sont déroulées à une vitesse surprenante entre mon stage de fin d'études et la préparation de cette thèse. Je lui suis reconnaissant de son soutien sans faille et de son optimisme constant quant à l'aboutissement de nos projets. Les microsystèmes développés au cours de ce travail n'auraient certainement pas atteint le même degré de perfectionnement sans sa très forte détermination.

Je dois énormément aux conseils, aux remarques et aux méthodes de travail de mon professeur puis co-directeur de thèse Michel Favre-Marinet. Mon expérience à ses côtés a été très riche d'enseignements et a constitué une formidable école d'analyse et de rigueur. J'ai particulièrement apprécié ses nombreuses et patientes relectures, sa déconcertante disponibilité ainsi que les orientations discrètes mais judicieuses qu'il a imprimées à ce travail.

J'exprime toute ma gratitude à Yves Gagne d'avoir accepté de participer à ce jury tout comme aux rapporteurs P. Tabourier et G. P. Celata d'avoir pris le temps d'expertiser ce travail et de s'être déplacés jusqu'à Grenoble. Je remercie également Stéphane Le Person d'avoir suivi cette thèse de près.

Sonder des écoulements se développant dans des microcanaux est un objectif ambitieux qui n'aurait pas été atteint sans les formidables appuis techniques et les possibilités de réalisation offerts par le CRTBT. La liste des personnels du laboratoire de tout niveau qui ont participé à ce projet est longue, mais je profite de l'occasion qui m'est offerte pour les citer ici. Dans le désordre, merci à Jean-Louis Bret, Christophe Guttin et Maurice Grollier du service électronique, à Anne Gérardin et Gérard Barthelemy du service cryogénie, à Bernard Maire-Amiot et Jean-Sébastien Roch pour leur gestion ultra efficace du réseau informatique, à Philippe Gandit et Julien Minet pour l'automatisation des mesures et à Bruno Fernandez, Thierry Crozes et Christophe Lemonias du service microfabrication. Je remercie également Jean-luc Garden, Emmanuel André et Pierre Lachkar pour les dépôts magnétron et les attaques ioniques faits au premier étage, ainsi que Jacques Chaussy le directeur de l'équipe.

De longues discussions sont nécessaires pour préparer puis interpréter tout travail en salle blanche ; je remercie très vivement Thierry Fournier d'avoir pris part à ces réflexions et de nous avoir fait profiter de son expérience. Je suis immensément redevable au talentueux Pierre Brosse Maron pour son aide à la conception et au montage du banc d'essais. Son

habileté et ses astuces sont venues à bout d'un nombre incalculable de problèmes techniques...

Le laboratoire LEGI m'a également apporté des moyens très précieux pour réaliser des expériences. Je tiens à exprimer toute ma gratitude à Mile Kusulja du bureau d'études, à Muriel Lagauzère et à Jean-Paul Barbier-Neyret du service électronique et à Joseph Virone du pool technique. Un grand merci également à François Bonnel et Innocent Martinez du service visualisation.

Les expériences de visualisation menées au LEGI n'auraient probablement pas été réalisées sans l'aide et la débrouillardise de Yassine Baaziz, qui a travaillé efficacement sur notre projet pendant deux mois de stage. Merci à Gabriel Gamrat pour sa contribution inestimable aux calculs numériques FLUENT menés durant cette thèse. Je remercie également Jérémy Bernazzani d'avoir patiemment élaboré un modèle 3D pendant plus de deux mois de stage, représentant la mesure de la température de paroi par thermocouples.

J'ai particulièrement apprécié de collaborer avec Eric Chaînet et Pierre Dablé du LEPMI. Leur savoir-faire en électrochimie a permis d'aboutir rapidement à la texturation locale des parois des microcanaux et a rendu possible notre étude sur l'influence de la rugosité. Je suis également très reconnaissant à Jean-Michel Terrot et à Sandra Muller de m'avoir accueilli au CIME et d'avoir très efficacement contribué à l'élaboration et la réalisation de rugosités contrôlées.

De nombreuses idées sont nées à l'issue des réunions du Programme de Recherche Intégré sur les Micro-Echangeurs, groupe de recherche animé par le professeur Monique Lallemand. Je tiens ici à saluer son travail de correspondance, d'animation et de synthèse, qui m'a été très profitable.

Mon activité d'enseignement, dans le cadre d'un monitorat, a été une expérience très riche grâce à mes tuteurs et collègues de l'école de Génie Industriel de Grenoble Gérard Cognet, Eric Blanco, Marie-Anne Le Dain, Jean-Luc Phillips et Anne Boulin.

Enfin, je souhaite conclure ces remerciements en témoignant à Gaëlle ma profonde reconnaissance pour sa présence et son amour tout au long de ces années.

Résumé

Résumé :

L'objectif de cette thèse est de cerner précisément les limites d'application des lois et corrélations classiques de l'hydrodynamique et des transferts thermiques par convection forcée, aux liquides en simple phase dans des conduites de très faible diamètre hydraulique. Pour ce faire, des campagnes expérimentales portant sur le coefficient de frottement, le coefficient d'échange de chaleur et le nombre de Reynolds critique de transition à la turbulence ont été conduites dans des microcanaux de hauteur comprise entre 700 μm et 5 μm , parcourus par de l'eau. Des techniques de texturation locale des parois ont permis de mesurer l'influence de l'état de surface sur les trois caractéristiques précédemment citées.

Les résultats de ces recherches suggèrent qu'une métrologie spécifique doit être développée pour obtenir des données fiables aux échelles inférieures à 500 μm . Des microsystèmes silicium-pyrex intégrant un microcanal et deux capteurs de pression à jauges de contrainte ont été réalisés dans ce but. Les résultats expérimentaux obtenus montrent que, contrairement à des travaux bibliographiques de référence, la réduction de la dimension interne d'une conduite lisse ne remet pas en cause les évolutions classiquement rencontrées aux échelles conventionnelles. D'autre part, l'effet de la rugosité est discuté à partir de résultats expérimentaux et d'un modèle analytique basé sur la méthode aux éléments discrets.

Mots-clés : Hydrodynamique, Transfert thermique par convection forcée, Microcanaux, Micro-instrumentation, Régime laminaire, Transition, Effet de rugosité, Double Couche Electrique (DCE)

Abstract:

This doctoral thesis is devoted to the characterization of hydrodynamics and forced convection heat transfer for single phase liquid flows in micro-ducts. Extensive experiments have been conducted for determining the evolution of the friction coefficient, the heat transfer coefficient and the critical Reynolds number of transition to turbulence in microchannels from 700 μm to 5 μm in height. Local roughening of the microchannel walls has allowed for studying the influence of the surface finish on these three parameters.

The findings of this research suggest that novel experimental techniques should be specifically developed for the scales smaller than 500 μm . Innovative silicon-pyrex microsystems composed of a microchannel and two local pressure probes have therefore been constructed. The experimental results show, contrary to previously published reference works, that the conventional laws established for macro-scaled flows pertain to smooth-wall microchannels. The roughness effect is also discussed both from experimental and analytical points of view. This latter analysis is founded on a model relying on the discrete element approach.

Keywords: Hydrodynamics, Forced convection heat transfer, Microchannels, Microsensors, Laminar regime, Onset of turbulence, Roughness effect, Electrical Double Layer (EDL)

Nomenclature

Paramètres sans dimension

Symboles

Dénominations

$$A = \frac{\Phi_{cond}}{\Phi_{conv}}$$

Paramètre de conduction dans la paroi

$$C = \frac{Po_{exp}}{Po_{théo}}$$

Nombre de Poiseuille théorique

$$C_T = \frac{\delta F_T}{1/2 \rho U^2 d \delta y}$$

Coefficient de traînée d'une tranche de rugosité d'arête d et d'épaisseur δy

$$Da = \frac{\kappa}{D_h}$$

Nombre de Darcy

$$f = \frac{\tau_v}{1/2 \rho U^2}$$

Coefficient de frottement

$$j = \frac{dR/R_0}{dL/L_0}$$

Facteur de jauge

$$K_n = \frac{l}{D_h}$$

Nombre de Knudsen

$$L^+ = \frac{1}{Re} \frac{L}{D_h}$$

Longueur hydraulique d'une conduite

$$L^* = \frac{1}{Re.Pr} \frac{L}{D_h}$$

Longueur thermique d'une conduite

$$M_a = \frac{U}{c}$$

Nombre de Mach

$$Nu = \frac{h^{therm} D_h}{\lambda}$$

Nombre de Nusselt

$$Po = f.Re$$

Nombre de Poiseuille

$$Pr = \frac{\nu}{\alpha}$$

Nombre de Prandtl

$$Re = \frac{UD_h}{\nu}$$

Nombre de Reynolds

$$r_{elec} = \frac{D_h}{2\lambda_D}$$

Rayon électrocinétique

$$\beta, \beta_x, \beta_y$$

Coefficients de blocage

$$\varepsilon_{asp} = \frac{b}{h}$$

Rapport d'aspect

$$\varepsilon_r = \frac{k}{D_h}$$

Rugosité relative pour une conduite

$$\varepsilon_r'' = \frac{k}{h}$$

Rugosité relative pour un canal élargi de hauteur h

$$\xi = 1 - \frac{h_R}{h}$$

Réduction relative de hauteur pour un canal rugueux

Lettres latines

<u>Symboles</u>	<u>Dénominations</u>	<u>Unités</u>
a	Arête d'une particule de fluide	m
$A_v = 6.023 \cdot 10^{23}$	Nombre d'Avogadro	mol^{-1}
b	Largeur d'un canal	m
c	Vitesse du son	$m.s^{-1}$
C_p	Chaleur massique à pression constante	$J.kg^{-1}$
C^{te}	Constante	
d	Arête d'une rugosité à base carrée	m
$D_h = \frac{4S}{P_m}$	Diamètre hydraulique	m
$e = 1.602 \cdot 10^{-19}$	Charge de l'électron	C
E	Champ électrique	$V.m^{-1}$
e_c	Épaisseur d'une cale	m
E_Y	Module d'Young	Pa

δF_T	Force de traînée sur une tranche de rugosité	N
g	Accélération de la pesanteur	$m.s^{-2}$
h	Hauteur d'un canal	m
h_R	Hauteur équivalente d'un canal rugueux	m
h^{therm}	Coefficient d'échange thermique	$W.m^{-2}.K^{-1}$
H	Charge d'un écoulement	m
$\Delta H = H_{amont} - H_{aval}$	Perte de charge d'un écoulement	m
l	Libre parcours moyen moléculaire	m
l_{mem}, L_{mem}	Largeur et Longueur d'une membrane	m
l_r, L_r	Pas transversal et longitudinal du réseau de rugosités	m
L	Longueur d'une conduite	m
L_{et}	Longueur d'établissement	m
L_g	Longueur de glissement	m
k	Hauteur d'une rugosité	m
k_e	Hauteur d'un réseau homogène de rugosités	m
$k_B = 1.3806 \cdot 10^{-23}$	Constante de Boltzman	$J.K^{-1}$
K	Coefficient de proportionnalité	
M	Masse molaire	$g.mol^{-1}$
m_{eo}	Mobilité électro-osmotique	$m^2.s^{-1}.V^{-1}$
n	Concentration volumique	$mol.m^{-3}$
n_i	Concentration moléculaire volumique	$molécule.m^{-3}$
P	Pression	Pa
$\Delta P = P_{amont} - P_{aval}$	Différence de pression	Pa
ΔP_{sing}	Différence de pression singulière	Pa
P_m	Périmètre mouillé d'une conduite	m

P_{elec}	Puissance électrique dissipée	W
P_{visq}	Puissance dissipée par viscosité	W
Q_m	Débit massique	kg. s ⁻¹
Q_v	Débit volumique	m ³ . s ⁻¹
Q_v'	Débit volumique par unité de largeur dans un canal bidimensionnel	m ² . s ⁻¹
R	Résistance électrique	Ω
R_a	Rugosité arithmétique d'une surface	m
S	Section de passage d'une conduite	m ²
T	Température	K
ΔT	Erreur commise sur la température de paroi	K
t	Épaisseur d'une membrane	m
u, v, w composantes dans X, Y, Z	Vitesse locale du fluide	m.s ⁻¹
U	Vitesse débitante dans une conduite	m.s ⁻¹
U_D	Vitesse moyenne au sens de Darcy	m.s ⁻¹
U_{eo}	Vitesse électro-osmotique	m.s ⁻¹
V	Potentiel électrique	V
v_q	Vitesse moléculaire (gaz)	m.s ⁻¹
V_R	Volume de respiration d'un capteur à membrane	m ³ . Pa ⁻¹
x	Coordonnée longitudinale (depuis l'entrée)	m
y	Coordonnée transversale (hauteur)	m
z	Coordonnée transversale (envergure)	m
Z_i	Valence des ions	

Lettres grecques

<u>Symboles</u>	<u>Dénominations</u>	<u>Unités</u>
α	Diffusivité de la chaleur	$m^2.s^{-1}$
$\alpha_X = \frac{1}{X} \frac{dX}{dT}$	Coefficient de dérive thermique du paramètre X	K^{-1}
γ_{paroi}	Epaisseur d'une paroi	m
$\Gamma = 0,577216$	Constante d'Euler	
δF_T	Force de traînée sur une tranche de rugosité	N
ε	Constante diélectrique	
$\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12}$	Perméabilité diélectrique du vide	$C.V^{-1}.m^{-1}$
φ	Densité de flux de chaleur	$W.m^{-2}$
Φ	Flux de chaleur	W
κ	Perméabilité d'un milieu poreux	m^2
λ	Conductivité thermique d'un matériau	$W.m.K^{-1}$
λ_p	Distance moyenne entre deux rugosités	m
λ_D	Longueur de Debye	m
μ	Viscosité dynamique	$Pa.s$
ν	Viscosité cinématique	$m^2.s^{-1}$
ν_p	Coefficient de Poisson	
ρ	Masse volumique	$kg.m^{-3}$
ρ_e	Concentration volumique nette de charge	$C.m^{-3}$
σ	Section efficace d'une molécule	m^2
σ_e	Conductivité électrique d'une solution	$\mu S.cm^{-1}$

τ_v	Contrainte visqueuse	Pa
τ_t	Contrainte de traînée	Pa
τ_{capteur}	Temps de réponse d'un capteur	s
$\tau_{\text{moléculaire}}$	Temps de réponse moléculaire (liquide)	s
ζ	Potentiel d'interface zêta	V

Indices

Symboles

amont

aval

cond

conv

exp

fluide

glissement

lam

max

mel

min

paroi

théo

Dénominations

Relatif à l'amont de la section d'essais

Relatif à l'aval de la section d'essais

Relatif à la conduction

Relatif à la convection

Valeur expérimentale

Relatif au fluide

Relatif au glissement

Relatif au régime laminaire

Valeur maximale

Valeur de mélange

Valeur minimale

Relatif à la paroi

Valeur théorique

Exposants

Symboles

hyd

lam

moy

num

therm

turb

Dénominations

Relatif à l'hydraulique

Relatif au régime laminaire

Valeur moyenne

Valeur numérique

Relatif à la thermique

Relatif au régime turbulent

Table des matières

Remerciements	i
Résumé	iii
Nomenclature	v
<i>Paramètres sans dimension</i>	<i>v</i>
<i>Lettres latines</i>	<i>vi</i>
<i>Lettres grecques</i>	<i>ix</i>
<i>Indices</i>	<i>x</i>
<i>Exposants</i>	<i>xi</i>
Table des matières	xiii
Introduction générale	1
Chapitre I : Revue Bibliographique	5
<i>I.1 La mécanique des fluides et les transferts en microconduite</i>	<i>6</i>
I.1.1 Représentation microscopique des fluides.....	6
a) Echelles moléculaires.....	6
b) Phénomène de transport dans les gaz.....	7
c) Phénomène de transport dans les liquides.....	8
I.1.2 Modèles physiques et conditions aux limites en microfluidique	8
a) Hypothèse du milieu continu.....	8
b) Condition aux limites.....	9
c) Validité des équations de transport en microfluidique	11
I.1.3 Les interactions électrostatiques liquide/paroi	13
a) Double couche électrique (DCE ou EDL en anglais).....	13
b) L'électro-osmose.....	15
c) L'effet électro-visqueux	17
d) La déstabilisation de l'écoulement par la DCE.....	19
I.1.4 Bilan.....	19
<i>I.2 Résultats bibliographiques en microfluidique liquide</i>	<i>20</i>
I.2.1 Hydrodynamique	20
a) Lois d'évolution du coefficient de frottement.....	20
b) Comparatif des résultats bibliographiques	21
c) Cas lisse.....	22
d) Cas rugueux	23
e) Transition à la turbulence.....	25
I.2.2 Transfert thermique par convection forcée	25
a) Lois d'évolution du coefficient d'échange de chaleur.....	25
b) Effet de la dissipation visqueuse.....	26
c) Résultats bibliographiques	27
<i>I.3 Objectifs expérimentaux</i>	<i>32</i>
Chapitre II : Dispositifs expérimentaux et techniques de mesure	35
<i>II.1 Microcanaux à cale</i>	<i>37</i>
II. 1. 1 Sections d'essais.....	37
a) Principe général de fonctionnement.....	37
b) Equipements thermiques.....	38
c) Texturation des parois.....	39

II. 1. 2 Banc d'essais ($h > 100 \mu\text{m}$)	43
a) Boucle hydraulique	43
b) Instrumentation	44
c) Caractéristiques hydrodynamiques et thermiques	47
II. 2 <i>Microcanaux silicium-pyrex</i>	48
II. 2. 1 Principes de microfabrication	48
a) La lithographie	48
b) L'usinage du silicium	49
c) Le scellement anodique	52
d) Les connexions hydrauliques	53
II. 2. 2 Premières mesures du frottement	54
a) Méthode de Couette – Mesure globale	55
b) Sonde de pression à poche d'air – Mesure locale	56
II. 2. 3 <i>Microcanaux silicium-pyrex à jauges de contrainte intégrées</i>	58
II. 3. 1 Réalisation et caractérisation	58
a) Microfabrication	58
b) Géométrie des microcanaux	63
c) Dimensionnement des capteurs	64
d) Caractérisation et étalonnage des capteurs	66
II. 3. 2 Banc d'essais ($h < 100 \mu\text{m}$)	69
a) Boucle hydraulique	69
b) Instrumentation	70
c) Caractéristiques hydrodynamiques	71
Chapitre III : Caractéristiques hydrodynamiques des écoulements en microcanal	73
<i>III. 1 Descriptif de l'étude et méthodologie</i>	74
III. 1. 1 Protocole	74
III. 1. 2 Hauteur et rugosité des canaux	76
III. 1. 3 Lois de référence	79
III. 1. 4 Incertitudes expérimentales	80
<i>III. 2 Mesures et résultats</i>	82
III. 2. 1 Coefficient de frottement en canal lisse	82
III. 2. 2 Coefficient de frottement en canal rugueux	89
III. 2. 3 Transition à la turbulence : expérience de visualisation	91
<i>III. 3 Modèle analytique de l'écoulement en canal 2D rugueux</i>	94
III. 3. 1 Préambule	94
III. 3. 2 Modélisation	94
III. 3. 3 Résolution analytique	97
III. 3. 4 Validation	101
III. 3. 5 Remarques prédictives et conclusion	108
Chapitre IV : Transferts thermiques par convection forcée en microcanal	113
<i>IV. 1 Descriptif de l'étude et méthodologie</i>	114
IV. 1. 1 Préambule	114
IV. 1. 2 Protocole expérimental	115
IV. 1. 3 Incertitudes expérimentales	118
<i>IV. 2 Mesures et interprétation</i>	120
IV. 2. 1 Résultats bruts	120
IV. 2. 2 Effet de la dilatation thermique des parois	121
IV. 2. 3 Estimation de la température de paroi	122
<i>IV. 3 Résultats et discussion</i>	126
IV. 3. 1 Frottement	126
IV. 3. 2 Cas des parois lisses	127
IV. 3. 3 Cas des parois rugueuses	132
<i>IV. 4 Résolution numérique conjuguée de l'écoulement et des transferts</i>	138
IV. 4. 1 Présentation du modèle	138

IV. 4. 2 Maillage et convergence	140
IV. 4. 3 Résultats et conclusion.....	141
Conclusion et perspectives	145
Annexe A : Procédé de texturation par voie électrochimique.....	149
<i>I. Généralités</i>	<i>149</i>
<i>II. Détails</i>	<i>150</i>
<i>III. Résultats.....</i>	<i>151</i>
Annexe B : Plans	153
<i>I. Section d'essais en laiton (thermique).....</i>	<i>153</i>
<i>II. Cellule d'électrodéposition</i>	<i>157</i>
<i>III. Dispositif de caractérisation de la mesure thermométrique par contact.....</i>	<i>158</i>
Annexe C : Hydrodynamique et thermique dans un canal rectangulaire déformé	159
<i>I. Déformée de la section de passage.....</i>	<i>159</i>
<i>II. Hydrodynamique dans une section déformée.....</i>	<i>159</i>
<i>III. Thermique dans une section déformée.....</i>	<i>160</i>
<i>IV. Résultats et perspectives</i>	<i>162</i>
Bibliographie.....	165

Introduction générale

La miniaturisation

Au 20^{ème} siècle, la miniaturisation des composants a été un des défis principaux relevé par les scientifiques et les industriels. L'exemple le plus spectaculaire en est probablement le développement de la micro-informatique. En effet, le premier ordinateur électronique, mis au point en 1946, pesait 80 tonnes et consommait l'énergie de plusieurs locomotives. Aujourd'hui, le même niveau de performance est dépassé par tous les ordinateurs personnels de bureautique.

Cette miniaturisation spectaculaire peut être attribuée aux progrès réalisés en microélectronique, qui ont notamment reposé sur la maîtrise des techniques de micro photolithographie appliquées à des substrats semi-conducteurs de type silicium. Depuis 20 ans, l'ensemble de ces technologies a été repris et adapté à d'autres fins. Les microtechnologies sont nées, ouvrant la voie à de nouveaux champs d'application qui vont de la physique fondamentale à la micromécanique en passant par la biologie et la chimie.

Bien que récents, ces domaines comptent déjà des réalisations impressionnantes. Par exemple, de nombreux biologistes se sont attachés à reproduire à des échelles sub-millimétriques, les appareillages constitutifs de leur chaîne d'analyse. Cette démarche a débouché sur des laboratoires dits sur puce qui condensent les échelles spatiales dans un rapport allant de la paillasse au disque compact. Dans le domaine de la micromécanique, les projets sont tout aussi créatifs. Parmi les plus innovants, citons celui du micro générateur d'électricité aussi appelé pile électromécanique. Dans ce système, une réserve rechargeable de gaz comprimé alimente une micro turbine, reliée par des engrenages à un micro ensemble stator rotor, dédié à la production d'électricité. Par rapport aux piles électrochimiques classiques, ces systèmes sont rechargeables et facilement recyclables car ils ne contiennent pas de produit toxique. Les avantages environnementaux d'une telle pile laissent présager d'un bel avenir.

Le gain d'espace n'est qu'un des aspects attractifs de la miniaturisation ; la réduction des dimensions s'accompagne aussi d'une diminution drastique du poids des objets et donc de la matière première et de l'énergie nécessaires à leur élaboration. Elle permet également d'envisager un mode de production en parallèle, ce qui réduit les délais et améliore la reproductibilité de la fabrication. Tous les exemples tirés du monde industriel montrent que la miniaturisation s'accompagne d'une chute des prix de revient.

Ces constatations d'ordre économique et pratique concordent et laissent penser que la voie de la miniaturisation sera poursuivie et étendue à de nombreux autres domaines au cours du 21^{ème} siècle.

La miniaturisation des systèmes fluidiques

Outre les avantages cités précédemment, la miniaturisation d'un système fluidique produit des structures ayant un rapport surface d'échange/volume très élevé. Les théories conventionnelles traitant des phénomènes de transport dans les fluides prévoient de plus, des coefficients d'échange importants pour des écoulements en milieu confiné. Ces caractéristiques permettent d'imaginer la réalisation d'échangeurs très compacts et efficaces, comme illustré par les exemples suivants.

Considérons un radiateur composé d'un réseau d'ailettes planes en parallèle, refroidies par un écoulement sur une longueur L et une hauteur H , c'est-à-dire avec un volume global fixé.

Bejan et Sciubba [BEJ 92] ou encore Bejan [BEJAN 95] montrent qu'il existe, pour une perte de pression donnée, un espacement inter ailettes qui maximise la puissance calorifique évacuée par l'écoulement (voir Favre-Marinet et al. pour une vérification expérimentale de cette théorie [FAV 04]). Les calculs prévoient pour $L = 10$ cm et une perte de pression de 1 bar, que l'optimum d'espacement est de l'ordre de 200 μm , avec de l'eau comme avec de l'air. Ce résultat tombe à 60 μm pour $L = 1$ cm.

Dans la nature, il existe déjà de nombreux exemples d'écoulements dans des conduites à ces dimensions microscopiques. Ainsi, le système sanguin chez l'homme, est un réseau d'une longueur totale de 100 000 km en charge de l'apport de nutriment et d'oxygène vers les tissus, ainsi que de l'évacuation des déchets d'activité des cellules. Ses éléments les plus fins sont des capillaires de 5 μm , dimension tout juste suffisante au passage des globules rouges. On peut également citer le cas des poumons qui fonctionnent comme un échangeur entre les espèces gazeuses de l'atmosphère et du sang. Chez l'homme, ces échanges se produisent dans des alvéoles d'environ 50 μm totalisant une surface de près de 75 m^2 . Ces deux exemples sont le résultat d'un processus d'évolution vieux de plusieurs millions d'années et constituent des solutions optimisées aux problèmes d'échange mis en jeu.

Actuellement, le nombre de prototypes microfluidiques réalisés en laboratoire est important [HO 98]-[TABELING 03]-[COLIN 04]-[STO 04], mais l'industrialisation de ces dispositifs reste pour l'heure limitée. Ce retard s'explique par les problèmes pratiques de fabrication (coût élevé de fabrication des microstructures tridimensionnelles, connectique macro/micro), par les difficultés d'utilisation (encrassement, forte perte de charge¹), mais également par le manque de connaissances fondamentales sur l'hydrodynamique et les transferts dans des conduites de taille microscopique.

Les enjeux scientifiques de la microfluidique

Le micron fait office de transition entre les échelles conventionnelles et l'échelle des particules où règnent les phénomènes quantiques. Entre ces deux extrêmes, les lois de la mécanique des fluides et des transferts ont rarement été éprouvées. Aussi, des questions persistent. A l'échelle du micron, le modèle du milieu continu est-il applicable?, les corrélations conventionnelles restent-elles valables? les lois de référence de l'hydrodynamique et des transferts sont-elles vérifiées? ...

Depuis une dizaine d'années, ces interrogations ont fait l'objet d'intenses recherches dans les domaines de l'hydrodynamique et de la thermique en microconduite. A ces échelles, les cas des gaz et des liquides doivent être distingués. Alors que pour les gaz, l'approche de type milieu raréfié semble suffisante pour décrire ces écoulements, le cas des liquides se révèle plus problématique. En effet, les avis des différents chercheurs concernant le comportement des écoulements monophasiques liquides et des transferts thermiques en microconduite demeurent controversés, les limites de validité des lois et des corrélations classiques d'écoulement ou de transfert n'étant pas clairement établies. Les divergences portent sur trois points : les frottements, les échanges de chaleur et la transition à la turbulence. Jusqu'à présent, les principales interprétations physiques avancées pour expliquer les changements de comportement remarqués concernaient des effets de surface qui peuvent être de nature géométrique comme pour le cas de la rugosité, et de nature physique. En ce qui concerne ce dernier point, des modèles théoriques prévoient que les interactions électrostatiques entre un liquide et un solide seraient susceptibles d'affecter le comportement classique des écoulements internes à ces échelles [BUR 64]-[RIC 65]. Ces hypothèses restent pour l'heure en suspens, car la disparité des résultats présentés dans la littérature ne permet pas de conclure

¹ Ce dernier point n'est pas réhibitoire car en respectant quelques précautions, les microconduites peuvent résister à des niveaux de pression interne élevés sans recourir à des épaisseurs de parois importantes.

plus fermement sur ces questions. De nouvelles campagnes expérimentales doivent donc être menées pour répondre à ces interrogations.

L'étude des microécoulements au LEGI et au CRTBT

Dans ce but, un travail a été initié par F. Ayela du Centre de Recherches sur les Très Basses Températures (CRTBT), M. Favre-Marinet et S. Le Person du Laboratoire des Écoulements Géophysiques et Industriels (LEGI). Ce travail a débouché sur la thèse présentée dans ce mémoire. Cette dernière a pour objectif de caractériser expérimentalement les *écoulements et les transferts de chaleur monophasiques dans des microcanaux*. Les aspects hydrodynamique, thermique et de transition à la turbulence ont été explorés et l'influence de la rugosité de surface a été mesurée pour ces trois volets de la problématique étudiée. Cela a nécessité la mise en place de bancs d'essais dédiés à l'étude des effets d'échelle dans des structures allant des mini- aux micro- canaux. Les dimensions internes des canaux réalisés, échelonnées entre 700 μm et 5 μm , ont permis de couvrir une large gamme de nombre de Reynolds (0,1 à 8000). Pour les structures de taille inférieure à 100 μm , nous avons eu recours aux microtechnologies sur substrat silicium, disponibles sur la plateforme technologique NanoFab du CRTBT. En effet, en dessous d'une centaine de microns une rupture technologique a lieu et les méthodes classiques de mesure deviennent inadaptées. Pour obtenir des résultats fiables, des outils conçus et réalisés pour l'expérimentation à petite échelle doivent donc être mis en place.

Dans ce mémoire, nous exposerons dans une première partie une revue bibliographique consacrée aux écoulements microfluidiques forcés. Après avoir introduit les notions physiques nécessaires à cette étude, nous présenterons les résultats expérimentaux les plus significatifs publiés sur le thème de l'hydrodynamique et de la thermique des écoulements liquides en microconduite. Dans un deuxième temps, nous décrirons les bancs d'essais mis au point pendant cette thèse. Nous insisterons particulièrement sur les problèmes de métrologie et exposerons les solutions mises en œuvre pour l'obtention de mesures fiables à ces échelles. Nous présenterons ensuite l'ensemble des résultats expérimentaux. Ces derniers seront interprétés et analysés en prenant en compte les incertitudes expérimentales et les biais éventuels dans les dispositifs de mesure utilisés. Enfin, l'effet de la rugosité sera discuté à partir de résultats expérimentaux et d'un modèle analytique basé sur la méthode aux éléments discrets.

Chapitre I : Revue Bibliographique

I.1 La mécanique des fluides et les transferts en microconduite.....	6
<i>I.1.1 Représentation microscopique des fluides</i>	<i>6</i>
a) Echelles moléculaires	6
b) Phénomène de transport dans les gaz	7
c) Phénomène de transport dans les liquides	8
<i>I.1.2 Modèles physiques et conditions aux limites en microfluidique.....</i>	<i>8</i>
a) Hypothèse du milieu continu	8
b) Condition aux limites	9
c) Validité des équations de transport en microfluidique.....	11
<i>I.1.3 Les interactions électrostatiques liquide/paroi</i>	<i>13</i>
a) Double couche électrique (DCE ou EDL en anglais)	13
b) L'électro-osmose	15
c) L'effet électro-visqueux	17
d) La déstabilisation de l'écoulement par la DCE	19
<i>I.1.4 Bilan.....</i>	<i>19</i>
I.2 Résultats bibliographiques en microfluidique liquide.....	20
<i>I.2.1 Hydrodynamique</i>	<i>20</i>
a) Lois d'évolution du coefficient de frottement	20
b) Comparatif des résultats bibliographiques	21
c) Cas lisse	22
d) Cas rugueux.....	23
e) Transition à la turbulence	25
<i>I.2.2 Transfert thermique par convection forcée</i>	<i>25</i>
a) Lois d'évolution du coefficient d'échange de chaleur	25
b) Effet de la dissipation visqueuse	26
c) Résultats bibliographiques.....	27
I.3 Objectifs expérimentaux	32

Cette partie du mémoire fixe le cadre de notre étude sur la microfluidique¹ ; nous nous attacherons dans un premier temps à décrire la physique adaptée à l'étude des phénomènes de transport dans les fluides en microconduite. Nous expliquerons pourquoi à ces échelles, les cas des écoulements de gaz et de liquide doivent être différenciés. Nous exposerons ensuite les raisons qui nous ont amenés à nous concentrer plus particulièrement sur les écoulements liquides. Enfin, nous proposerons une revue critique des résultats bibliographiques les plus récents sur les frottements et les transferts thermiques par convection forcée dans des microcanaux.

I.1 La mécanique des fluides et les transferts en microconduite

La théorie de la mécanique des fluides et des transferts s'appuie sur des modèles qui ont été élaborés pour la description d'écoulements à l'échelle macroscopique. Afin de pouvoir éventuellement étendre le domaine d'utilisation de ces modèles à la microfluidique, il est important de cerner les limites de validité de ces derniers. L'objectif de cette première partie de chapitre consiste à répondre aux questions suivantes : dans quelles conditions pouvons-nous parler de milieux continus dans des microconduites, d'adhérence à la paroi, de fluide newtonien ? Nous montrerons que cette démarche conduit à distinguer les écoulements liquides et gazeux. Cette différence est une première caractéristique des microécoulements.

Une deuxième spécificité de l'échelle microscopique vient de l'augmentation du rapport surface/volume lorsque la dimension d'un objet diminue. Ce nombre vaut respectivement 6 m^{-1} puis $6 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$ pour des cubes de 1 m et de $1 \mu\text{m}$ d'arête. En conséquence, les phénomènes de surface prennent de l'importance relativement aux phénomènes volumiques à mesure que la taille d'un objet diminue. En microconduite, l'influence des effets de surface devenant prépondérante, ces derniers ont donc été étudiés avec attention au cours de cette thèse. Nous verrons en effet que certains phénomènes traditionnellement négligés aux échelles conventionnelles, peuvent prendre de l'importance en microfluidique. C'est le cas des phénomènes électrostatiques aux interfaces liquide/solide ou encore du glissement sur nano-bulles de gaz à la paroi.

I.1.1 Représentation microscopique des fluides

a) Echelles moléculaires

En guise d'introduction, nous proposons de comparer les échelles internes des liquides simples et des gaz, aux échelles caractéristiques des dispositifs microfluidiques. Ces grandeurs sont rappelées sur la figure I. 1., qui met en évidence pour les liquides comme pour les gaz, que les diamètres moléculaires ainsi que les distances intermoléculaires restent faibles par rapport aux dimensions d'une microconduite (diamètre hydraulique D_h compris entre 1 mm et $1 \mu\text{m}$). En revanche, la distance d'interaction moléculaire étant 3000 fois plus élevée pour un gaz que pour un liquide, elle ne peut être systématiquement négligée dans des microécoulements gazeux. Avant de revenir plus amplement sur cette question au paragraphe I. 1. 2, il semble intéressant de compléter cette brève description en présentant les mécanismes microscopiques qui sont à l'origine des propriétés thermo-mécaniques des

¹ Dans ce mémoire, nous utiliserons le vocabulaire suivant :

Une microconduite est une conduite dont le diamètre hydraulique est compris entre $1 \mu\text{m}$ et 1 mm

Un microécoulement est un écoulement dans une microconduite

La microfluidique est la science de la mécanique des fluides et des transferts dans des microconduites

fluides, se manifestant à l'échelle macroscopique (conduction de la chaleur, viscosité, diffusion).

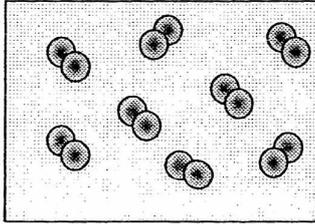
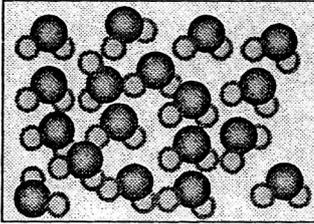
	GAZ (TPN)	LIQUIDE
		
Diamètre moléculaire:	0,3 nm	0,3 nm
Densité moléculaire	$3 \cdot 10^{25} \text{ m}^{-3}$	$3 \cdot 10^{28} \text{ m}^{-3}$
Distance intermoléculaire	3 nm	0,4 nm
Distance d'interaction	100 nm	0,3 nm
Vitesse moléculaire	500 m s^{-1}	1000 m s^{-1}

Figure I.1 : Caractéristiques microscopiques d'un gaz diatomique dans les conditions de température et de pression normales ainsi que de l'eau liquide

b) Phénomène de transport dans les gaz

La théorie cinétique des gaz permet de représenter à l'échelle microscopique, le comportement de la matière sous sa phase gazeuse. Selon elle, les molécules qui la composent se meuvent librement et n'interagissent qu'au cours de chocs très brefs qui permettent des échanges énergétiques entre particules. Ce mécanisme est à la base des phénomènes de diffusion : lorsqu'un équilibre physique local est perturbé, l'agitation moléculaire gouverne un mouvement de retour à l'équilibre qui se traduit par un flux de la quantité concernée.

Dans le cadre de cette théorie, le libre parcours moyen moléculaire noté l d'un atome ou d'une molécule, est défini comme la distance moyenne parcourue entre deux chocs. Cette grandeur dépend de la densité du gaz considéré. Pour un gaz parfait, l peut être relié à l'énergie thermique $k_B T$ (où k_B désigne la constante de Boltzman), à la pression P et à la section efficace d'une molécule notée σ . En utilisant l'hypothèse des sphères dures¹, nous pouvons donner l'estimation suivante pour le libre parcours moyen (il doit être noté que pour un gaz parfait, le rapport entre P et $k_B T$ est égal au nombre de molécules par unité de volume):

$$l \approx \frac{k_B T}{\sigma P} \quad (\text{I-1})$$

Pour un gaz d'un diamètre moléculaire de 0,3 nm et dans les conditions de température et de pression normales, cette expression donne une valeur de 140 nm.

Entre ces chocs, les molécules sont animées d'une vitesse de déplacement v_q qui peut être estimée en égalant l'énergie thermique $k_B T$ à l'énergie cinétique d'une molécule. Avec M la masse molaire du gaz considéré et A_v la constante d'Avogadro, cette démarche aboutit à l'expression suivante :

¹ En première approximation, le modèle des sphères dures suppose qu'une molécule gazeuse se déplace librement dans un volume égal à l'inverse de la densité moléculaire du gaz. Ce volume cylindrique possède une base circulaire d'aire égale à la section efficace σ et une hauteur l .

$$v_q \approx \sqrt{\frac{2k_B T}{M/A_v}} \quad (\text{I-2})$$

Cette dernière formule donne un ordre de grandeur satisfaisant : pour de l'azote (N_2) dans les conditions de température et de pression normales, nous obtenons une vitesse de l'ordre de 420 m.s^{-1} .

Cette alternance de déplacements et de chocs, appelée agitation thermique, est à la base des phénomènes de diffusion dans les gaz. Ainsi, l'ordre de grandeur des coefficients de diffusion peut être obtenu en multipliant le libre parcours moyen moléculaire l par la vitesse v_q . Avec l'exemple précédemment introduit, nous calculons une grandeur de l'ordre de $6.10^{-5} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ en accord avec les valeurs utilisées habituellement (viscosité cinématique, diffusivité thermique et diffusivité d'une espèce). Ainsi, le lien entre le comportement microscopique des gaz et leurs caractéristiques macroscopiques est expliqué. Une théorie plus complète sur les phénomènes de transport dans les gaz, considérant notamment une distribution plus réaliste de l'énergie d'interaction entre deux molécules, peut être trouvée dans l'ouvrage de Bird et al. [BIRD 60]. Dans le cas des liquides, cette démarche se révèle moins aisée.

c) Phénomène de transport dans les liquides

On connaît bien l'organisation périodique des atomes d'un cristal. Dans cet état de la matière, les atomes restent fixes les uns par rapport aux autres à l'exception de vibrations de faibles amplitudes d'origine thermique. A l'autre limite, nous avons vu que les gaz constituent un ensemble dilué de particules avec de faibles interactions entre elles. Entre ces deux phases, les liquides offrent des caractéristiques microscopiques intermédiaires. L'étude de ces dernières est complexe et les modèles les décrivant tentent de faire une synthèse entre une structure solide désordonnée et un milieu gazeux très dense [GUYON 91].

Dans le modèle d'Eyring, rapportée par Bird et al. [BIRD 60], les molécules d'un liquide pur sont perpétuellement en mouvement tout en restant piégées dans une cage formée par leurs plus proches voisins. Cette disposition connaît des réarrangements au cours desquels une molécule s'extirpe de sa cage pour remplir un trou adjacent, ce qui est cohérent avec la faible valeur de la distance d'interaction présentée Fig. I. 1. Des théories plus complexes, sortant du cadre de cette étude, sont alors nécessaires pour quantifier ces phénomènes. Nous renvoyons donc les lecteurs intéressés aux ouvrages de Bird et al. et de Guyon, Hulin et Petit [BIRD 60]-[GUYON 91].

Dans ce qui suit, nous cherchons à cerner les limites de validité des modèles qui sont à la base de la mécanique des fluides et en particulier, à décider de leur applicabilité en microfluidique.

I.1.2 Modèles physiques et conditions aux limites en microfluidique

a) Hypothèse du milieu continu

La mécanique des fluides repose sur la mécanique des milieux continus. Son domaine d'application est par conséquent limité par celui des milieux continus. Un ensemble fluide/expérience peut être traité selon le formalisme simple des milieux continus, s'il propose une échelle intermédiaire à partir de laquelle on peut définir une particule fluide. Cette échelle doit répondre à deux critères [PIAU 91] :

- Une particule fluide doit être suffisamment étendue par rapport à l'échelle moléculaire de la matière, pour que les propriétés physiques¹ puissent y être définies en ayant recours à des moyennes statistiques.
- La particule doit rester ponctuelle par rapport à la taille de l'expérience.

Si ces deux critères sont respectés, le domaine fluide trouve naturellement une représentation mathématique, et les équations de la mécanique des fluides peuvent s'y appliquer avec les conditions aux limites adéquates.

En admettant que les grandeurs physiques puissent être définies statistiquement à partir d'un ensemble de 10^4 molécules [PIAU 91], nous pouvons estimer l'arête a d'une particule fluide à partir des valeurs données dans la Fig. I.1:

Pour un gaz dans les conditions de température et de pression normales: $a \sim 70$ nm

Pour un liquide tel que l'eau : $a \sim 7$ nm

La deuxième condition d'application de la mécanique des milieux continus impose que l'échelle de l'expérience soit grande devant celle des particules fluides. En considérant un rapport d'échelle de 50 pour satisfaire à cette condition [PIAU 91], le cas des gaz et celui des liquides s'avèrent très différents. En effet, un gaz dans les conditions normales ne pourra être considéré comme un milieu continu que dans des microconduites de diamètre supérieur à quelques microns. En revanche, pour de l'eau liquide le modèle du milieu continu peut être conservé en microconduite. Cette conclusion s'étend à l'ensemble des liquides à faible masse atomique. Les solutions contenant des éléments de masse atomique élevée (polymères, brin d'ADN) ne pourraient quant à elles, pas être considérées comme des milieux continus dans des microconduites de diamètre inférieur à une dizaine de microns.

b) Condition aux limites

En ce qui concerne les conditions aux limites, il est admis que lorsqu'un fluide est en équilibre thermodynamique avec une paroi, la continuité de la vitesse et de la température est observée à l'interface. Cette propriété est la conséquence d'une période de collision entre les molécules du fluide et la paroi petite par rapport au temps caractéristique de sollicitation mécanique de la matière (l'inverse d'un gradient de vitesse). Dans le cas contraire, il peut apparaître des sauts de vitesse et de température aux interfaces². Si nous faisons l'hypothèse que le saut de vitesse à la paroi est proportionnel à la contrainte hydrodynamique agissant sur le mur, nous obtenons la relation dite de Navier, avec L_g désignant la longueur de glissement :

$$u_{\text{glissement}} = u_{\text{fluide}} - u_{\text{paroi}} = L_g \left. \frac{du}{dy} \right|_{\text{paroi}} \quad (\text{I-3})$$

En combinant cette dernière équation avec le profil de vitesse d'un écoulement laminaire, nous pouvons montrer les relations suivantes (D_h désigne le diamètre hydraulique d'une conduite et h la hauteur d'un canal plan) :

$$\frac{u_{\text{glissement}}}{U} \approx \frac{L_g}{D_h} \quad \text{dans le cas général} \quad (\text{I-4})$$

$$\frac{u_{\text{glissement}}}{U} = 6 \frac{L_g}{h} \quad \text{pour un écoulement en canal plan}$$

¹ Température, Pression, Masse volumique, Entropie...

² Les sauts de vitesse et de température se traitent de manière similaire. Pour plus de clarté, nous ne détaillerons dans la suite que le cas des sauts de vitesse.

Aux échelles conventionnelles, l'importance du glissement est faible et cette relation est équivalente à une condition d'adhérence à la paroi. En revanche, ce phénomène peut devenir important lorsque le rapport de la longueur de glissement au diamètre hydraulique n'est plus négligeable.

Dans le cas des liquides, des simulations de dynamique moléculaire rapportées dans [GAD 99] ont montré la constance de L_g jusqu'à des valeurs très élevées de gradients de vitesse¹. L'ordre de grandeur de L_g déduit de ces calculs pour de l'eau est le suivant : dans les conditions les plus défavorables, *i.e.* avec une interface très hydrophobe, L_g est estimée à 5 nm. Dans ces conditions, le rapport de la vitesse de glissement à la vitesse débitante sera de 1 % pour de l'eau dans un canal de 3 μm de hauteur. Cet effet doit donc a priori être négligeable pour des écoulements d'eau en microconduite.

Cependant, cet ordre de grandeur n'est pas toujours vérifié en pratique. La longueur de glissement peut en effet atteindre des valeurs plus importantes. L'expérience de Cécile Cottin-Bizonne et al. rapportée dans [COT 03], en est un exemple. Réalisée grâce à un appareil à force de surface dynamique² d'une résolution de l'ordre du nanomètre, l'étude a porté sur différents couples liquide/paroi. Dans le cas mouillant du glycérol ou de l'eau en contact avec du Pyrex, aucun glissement n'a été détecté et la linéarité de l'équation de Navier a été vérifiée dans la gamme de gradient de vitesse atteinte par l'expérience (10 s^{-1} à 100 s^{-1}). Dans le cas non mouillant du glycérol ou de l'eau en contact avec une surface silanisée³, l'équipe a mesuré une longueur de glissement de l'ordre de 100 nm mais avec une grande variabilité d'un échantillon à l'autre. Des résultats similaires, obtenus par une technique de $\mu\text{-PIV}$, ont été rapportés par Trethewey et Meinhart [TRE 02] pour un écoulement d'eau dans un microcanal en verre extrudé. Pour des parois silanisées, cette équipe a obtenu une longueur de glissement d'environ 1 μm .

L'hypothèse retenue pour expliquer de telles longueurs de glissement repose sur la contamination de la paroi par des particules hydrophobes, formant des sites de nucléation et favorisant l'apparition de nano-bulles gazeuses à l'interface [COT 04]. Ce scénario est confirmé par les travaux récents de Cottin-Bizonne et al. [COT 04] et de Trethewey et al. [TRE 04], qui mettent respectivement en évidence l'influence de la propreté et de la pression sur les valeurs de longueur de glissement. Dans un environnement propre de type salle blanche, la valeur intrinsèque de la longueur de glissement, c'est-à-dire sans sous-couche gazeuse, est estimée à 19 nm pour une interface hydrophobe eau-pyrex silanisé [COT 04].

L'obtention de résultats fiables en microfluidique n'est donc possible qu'en se prémunissant contre la formation de nano-bulles gazeuses à l'interface. Il est en effet attendu que cette sous-couche diminue les frottements en raison du phénomène de glissement ainsi que les transferts thermiques⁴. Pour éviter sa formation lors de nos propres expériences, la mise en eau des microcanaux a systématiquement été précédée d'un pompage à vide. De plus, pour éviter la dissolution de gaz dans le liquide de travail, celui-ci a été stocké dans une vessie en Butyl-IIR éliminant ainsi tout contact liquide-gaz.

¹ Le gradient de vitesse critique pour l'eau est 10^{11} s^{-1} .

² Un film liquide est confiné entre une sphère en vibration et une surface plane reliée à un capteur de force. A partir de l'effort transmis au plan par l'intermédiaire du liquide il est possible de remonter à la valeur de la longueur de glissement.

³ Pyrex recouvert d'une monocouche d'OTS (octadecyltrichlorosilane).

⁴ Cet effet est prévu car les éventuels nano-bulles gazeuses à l'interface constitueraient une couche isolante thermiquement.

Dans le cas des gaz la longueur de glissement peut être prise égale, en première approximation¹, au libre parcours moyen moléculaire [GAD 99]. Ainsi, le glissement à la paroi peut prendre de l'importance pour des valeurs élevées du nombre de Knudsen² noté Kn . Arkilic et al. [ARK 01] ont étudié le glissement pour différents gaz dans des microcanaux en silicium. Les écoulements envisagés dans cette étude sont à des nombres de Reynolds et de Mach inférieurs à 10^{-2} . Leurs résultats expérimentaux sont correctement décrits par une solution analytique combinant un écoulement laminaire de Poiseuille et une condition aux limites de glissement du premier ordre. Ceci a été établi pour des nombres de Knudsen de sortie montant jusqu'à 0,2.

c) Validité des équations de transport en microfluidique

Il est intéressant de traiter en parallèle les propriétés de transport de la quantité de mouvement, de la chaleur et de la masse, qui font respectivement intervenir les coefficients de viscosité dynamique, de conductivité thermique et de diffusion. En effet, chacun de ces trois coefficients de transport D_i permet de relier les densités de flux j aux gradients de potentiel moteur U_p selon l'équation phénoménologique suivante [WHITE 91]:

$$\vec{j} = D_i \cdot \vec{\nabla}(U_p) \quad (I-5)$$

Ainsi, la viscosité dynamique relie le flux de quantité de mouvement au gradient de vitesse ; la conductivité thermique relie le flux de chaleur au gradient de la température ; et le coefficient de diffusion relie le transport de masse au gradient de concentration. Il est admis et vérifié que pour les fluides les plus simples comme l'eau ou l'air, et hormis les phénomènes les plus violents³, ces équations sont linéaires par rapport au gradient de potentiel⁴. Ces équations traduisent alors respectivement le comportement newtonien des fluides, la loi de Fourier et la loi de Fick.

Cas des gaz

Dans le cadre d'application de la théorie cinétique des gaz, ces équations phénoménologiques de transport ne sont valables que dans le cas où les variations spatiales des champs scalaires et vectoriels restent faibles par rapport au libre parcours moyen moléculaire. Ceci peut s'exprimer par un critère portant sur le nombre de Knudsen Kn . Il est classiquement admis aux échelles conventionnelles que les différents régimes d'écoulement se répartissent de la manière suivante :

- $Kn < 10^{-3}$: les équations de Navier-Stokes sont valables avec une condition d'adhérence à la paroi.
- $10^{-3} < Kn < 10^{-1}$: les équations de Navier-Stokes sont valables avec une condition de glissement aux parois.
- $10^{-1} < Kn < 10$: régime d'écoulement de transition.
- $10 < Kn$: régime moléculaire d'écoulement.

Dans les conditions de température et de pression normales, un écoulement gazeux dans une conduite d'un diamètre de 10 μm se caractérise par un nombre de Knudsen de 0,01. Cet

¹ En réalité, cette relation doit être ajustée par un coefficient d'accommodation représentant le transfert de quantité de mouvement tangentielle entre les molécules gazeuses et la paroi. Celle-ci vaut 0 lorsqu'il n'y a pas de transfert de quantité de mouvement tangentielle (réflexion spéculaire) et 1 pour une réflexion diffuse.

² Dans ce mémoire, le nombre de Knudsen est pris égal au rapport du libre parcours moyen moléculaire sur le diamètre hydraulique de la conduite.

³ Onde de choc supersonique/subsonique par exemple.

⁴ La prise en compte de la dépendance des coefficients de transport par rapport au gradient de potentiel est l'objet de la rhéologie.

écoulement doit être décrit correctement par les équations de Navier-Stokes associées à une vitesse de glissement à la paroi.

Ceci a été vérifié par l'étude expérimentale de Arkilic et al. [ARK 01] portant sur des écoulements à faible nombre de Mach et de Reynolds et pour des nombres de Knudsen en sortie s'élevant jusqu'à 0,2. Harley et al. [HAR 95] ont étendu cette conclusion pour des écoulements avec des nombres de Mach plus importants ($Ma < 0,84$). Ce type d'écoulement est complexe puisque l'effet de compressibilité provoque des variations de conditions tout au long de la conduite. Néanmoins, les résultats expérimentaux obtenus sont en accord avec le modèle analytique développé reposant sur une condition aux limites du premier ordre, et ce pour des nombres de Knudsen en sortie s'élevant jusqu'à 0,35. Ce résultat a été établi à partir d'écoulements d'azote, d'hélium et d'argon dans des microcanaux pyrex/silicium d'une hauteur allant de 0,5 μm à 20 μm .

Les écoulements de gaz en microconduite sont d'ores et déjà relativement bien compris. Il semble en effet que ces derniers ne soient soumis qu'à des phénomènes physiques déjà connus et caractérisés : effet de raréfaction, effet de glissement et effet de compressibilité. Il a donc été choisi dans cette thèse de privilégier *l'étude expérimentale des écoulements liquides en microconduite*. La suite de ce mémoire y sera entièrement consacrée.

Cas des liquides

Dans le cas des liquides, le nombre de Knudsen n'existe pas. Pour connaître la limite de validité des équations de transport classiques, nous pouvons avoir recours à un critère comparant le temps caractéristique de sollicitation mécanique au temps de réponse moléculaire. En effet, pour des gradients imposés trop importants¹, des modifications à la linéarité des équations de transport doivent être envisagées. D'après des considérations rhéologiques rapportées dans [GAD 99], le comportement newtonien d'un liquide doit être remis en cause pour des gradients de vitesse supérieurs à deux fois la fréquence caractéristique moléculaire des liquides :

$$|\vec{\nabla}(u)| > 2(\tau_{\text{moléculaire}})^{-1} \quad (\text{I-6})$$

Pour l'eau, ce temps moléculaire caractéristique est extrêmement petit. Il est évalué à partir de simulations dites de dynamique moléculaire rapportées dans [GAD 99], à environ 10^{-12} s. Ces échelles de temps ne seront vraisemblablement pas atteintes en microconduite. En revanche, pour des solutions contenant des éléments de masses atomiques élevées (polymères, brin d'ADN), cette échelle peut être réduite de plusieurs ordres de grandeur et des effets rhéologiques sont attendus pour ces fluides en microconduite.

Ces ordres de grandeur obtenus par des calculs numériques doivent néanmoins être considérés avec précaution. En effet, la déduction du comportement macroscopique d'un liquide à partir de l'échelle moléculaire, est une démarche complexe et limitée par la puissance de calcul des ordinateurs. Bien qu'extrêmement intéressante, elle peine à anticiper les résultats expérimentaux. Si la linéarité des équations de transport doit être remise en cause pour les fluides usuels (eau, alcool, réfrigérant...) au-delà de certains niveaux de sollicitation, l'étude expérimentale des écoulements en microstructure est un moyen d'investigation, là où la théorie moléculaire des liquides n'a pas pu apporter de réponses claires. L'étude d'écoulements de liquides simples, maintenus par un gradient de pression, le long de canalisations de faibles diamètres, devient de ce point de vue un sujet intéressant : des

¹Pour un fluide s'écoulant dans une conduite à un nombre de Reynolds donné, le gradient de vitesse à la paroi est inversement proportionnel au diamètre hydraulique de la conduite. Ce dernier devient donc important en microconduite. Pour de l'eau dans un capillaire de 10 μm de diamètre, à un nombre de Reynolds de 100, le profil de vitesse parabolique de Poiseuille donne un gradient de vitesse de 10^6 s^{-1} à la paroi.

déviations éventuelles aux lois classiques pourraient renseigner sur les caractéristiques microscopiques des liquides.

Une autre source de déviations éventuelles par rapport aux lois classiques de la mécanique des fluides et des transferts vient de la présence d'interactions électrostatiques entre un liquide et une paroi.

I.1.3 Les interactions électrostatiques liquide/paroi

Lorsqu'un liquide ionique¹ est mis en contact avec un *solide conducteur polarisé* ou un *solide non conducteur*, des effets électrostatiques apparaissent aux interfaces. Leur extension spatiale peut varier de quelques nanomètres jusqu'à environ 1 μm pour de l'eau. Ils ont été particulièrement étudiés par les chimistes qui y ont été naturellement confrontés en plongeant des électrodes en solution. Les suspensions colloïdales sont un autre exemple concret de l'importance de ces phénomènes : dans la plupart des cas, leur stabilité ne peut être obtenue qu'en réglant finement les paramètres électriques des interfaces². Compte tenu des dimensions mises en jeu, ces effets peuvent significativement influencer les microécoulements liquides. L'interaction entre l'hydrodynamique et ces effets électriques d'interface forme le champ d'étude des écoulements électrocinétiques.

a) Double couche électrique (DCE ou EDL en anglais)

La théorie de la DCE qui permet d'étudier les écoulements électrocinétiques, repose sur l'observation qu'à l'interface entre une solution ionique diluée et un solide non conducteur, un potentiel électrique apparaît relativement au liquide loin de l'interface où l'électroneutralité est vérifiée. Son intensité dépend de la nature de la surface et de la solution. Cet effet est dû, soit à une adsorption hétérogène des différents ions présents en solution à l'interface solide/liquide, soit à une ionisation³ des groupements chimiques à cette même interface. En admettant une polarisation négative de l'interface comme le montre la Fig. I.2, un excédent d'ions positifs s'organise dans la phase liquide. Cet excédent, sous l'effet de l'attraction électrostatique exercée par l'interface chargée, ne peut alors s'éloigner de la paroi.

Le modèle le plus répandu qui traite de ce problème est celui de Gouy-Chapman, modifié par Stern en 1924. Il postule l'existence de deux couches distinctes pour décrire cette zone. Proche de la paroi, ce modèle identifie tout d'abord une monocouche moléculaire⁴ dont nous admettons qu'elle est mécaniquement solidaire de la paroi. A la limite externe⁵ de cette couche règne le potentiel électrique zêta noté ζ . L'ordre de grandeur du potentiel zêta pour de l'eau en contact avec du verre est de -100 mV. Plus loin, l'agitation d'origine thermique prend de l'importance, et l'excédent ionique s'organise dans une couche diffusive. L'équilibre entre les phénomènes de diffusion et d'attraction électrostatique conduit à une variation exponentielle des concentrations ioniques à partir du plan de cisaillement. La

¹ Liquide pur polaire, ou électrolyte.

² La tendance naturelle des suspensions colloïdales est l'agrégation, du fait des interactions attractives de Van der Waals. La stabilisation des colloïdes peut être effectuée par répulsion électrostatique en chargeant électriquement la surface des particules. Par exemple, l'ajout de soude permet de charger négativement des particules de silice en milieu aqueux.

³ Un exemple classique d'ionisation d'une interface, est le cas du verre en contact avec de l'eau. Le groupement SiOH du verre peut en effet s'ioniser en présence d'eau en relâchant un proton en solution et en formant SiOH⁻.

⁴ Couche de Stern

⁵ La surface externe de la couche de Stern est appelée plan de cisaillement

résolution simultanée de l'équation de Poisson¹ et de la distribution de charge déduite précédemment fait apparaître une longueur caractéristique, appelée la longueur de Debye. Cette dernière est notée λ_D , et donne l'extension de la DCE :

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{k_B T \epsilon \epsilon_0}{e^2 \sum_i n_i z_i^2}} \quad (\text{I-7})$$

où ϵ et ϵ_0 sont respectivement la constante diélectrique du solvant et la perméabilité diélectrique du vide, e est la charge de l'électron et n_i est la concentration volumique (molécules par m³) d'ions de valence z_i . Pour un électrolyte monovalent en solution aqueuse à 20°C, la longueur de Debye est donnée en mètre par :

$$\lambda_D = 3.036 \cdot 10^{-10} n^{-1/2} \quad (\text{I-8})$$

où n est la concentration volumique de l'électrolyte (en mol.l⁻¹). Cette expression indique que la longueur de Debye décroît lorsque la concentration ionique de la solution augmente.

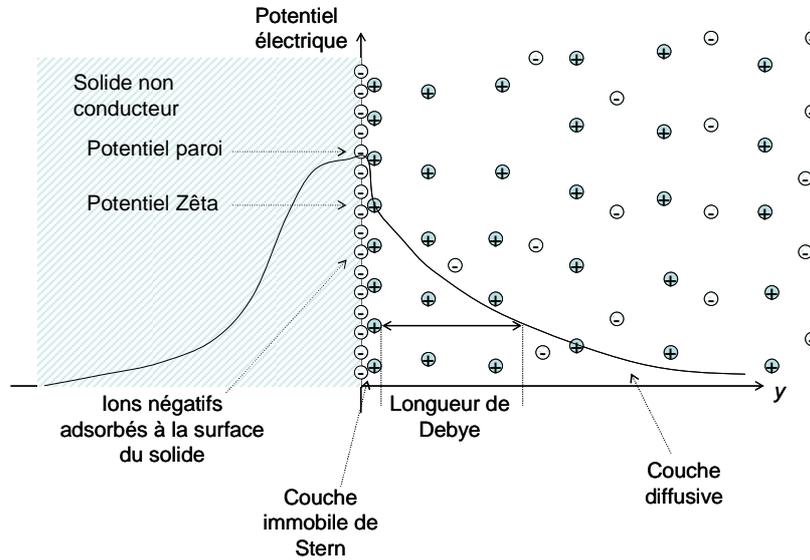


Figure I.2 : Double couche électrique à la surface d'un solide non conducteur

En pratique, il est plus aisé de mesurer la conductivité électrique d'une solution que d'en connaître la composition chimique. La conductivité électrique d'une solution ionique peut s'écrire comme la somme des conductivités ioniques spécifiques à chaque espèce en solution. Or, la conductivité d'une espèce ionique en solution diluée est proportionnelle à sa concentration. A partir d'une valeur moyenne de conductivité des ions classiquement rencontrés en solution, il est donc possible de faire une estimation de la concentration ionique équivalente de la solution.

Dans le cas de l'eau à pH 7, partons de la constatation qu'à 20°C sa conductivité électrique est de 0,04 $\mu\text{S cm}^{-1}$. On en déduit une conductivité équivalente de 4 $10^5 \mu\text{S cm}^{-1}/(\text{mol l}^{-1})$ pour le couple $\text{H}_3\text{O}^+/\text{OH}^-$. En faisant l'hypothèse que les ions présents en solution ont une conductivité spécifique égale à celle du couple $\text{H}_3\text{O}^+/\text{OH}^-$, on peut déduire de la

¹ L'équation de Poisson à une dimension : $\frac{d^2V}{dy^2} = \frac{\rho_e}{\epsilon \epsilon_0}$ avec V et ρ_e qui sont respectivement le potentiel électrique et la concentration volumique nette de charges.

conductivité d'une solution, sa concentration équivalente en ion. Cette concentration peut alors alimenter l'équation (I-8) et fournir une estimation de la longueur de Debye. La formule approximative suivante est le résultat de la démarche exposée ci-dessus. Pour de l'eau à 20°C :

$$\lambda_D \approx 1.92 \cdot 10^{-7} \sigma_e^{-\frac{1}{2}} \quad (\text{I-9})$$

avec σ_e qui désigne la conductivité électrique en $\mu\text{S cm}^{-1}$. Notons que cette formule surestime la longueur de Debye dans la mesure où elle ne considère que l'existence d'ions de valence 1.

L'application numérique de cette formule à 20 °C donne pour de l'eau pure une longueur de Debye de 960 nm. Une eau de conductivité $10 \mu\text{S cm}^{-1}$ aura une longueur de Debye d'environ 60 nm et une eau de conductivité $100 \mu\text{S cm}^{-1}$ aura une longueur de Debye de 20 nm.

La double couche électrique peut avoir différents effets sur un microécoulement. Ces derniers sont au nombre de trois :

- i) les écoulements générés par électro-osmose
- ii) l'effet électro-visqueux
- iii) l'effet déstabilisant de la DCE.

b) L'électro-osmose

L'électro-osmose résulte de l'application d'un champ électrique longitudinal à un liquide confiné dans une microconduite. La DCE n'étant pas électriquement neutre, ce champ provoque un débit net de charge dans sa direction. Les interactions mécaniques entre les charges et le liquide provoquent alors un transfert d'énergie du champ électrique moteur vers le fluide. L'énergie récupérée par le fluide se répartie en une composante cinétique et une composante thermique.

L'électro-osmose peut être utilisée comme une méthode de pompage au sein de microstructures. Ses avantages sont nombreux à petite échelle : c'est une méthode d'autant plus efficace que l'écoulement est confiné, elle permet le transport d'espèces chimiques électriquement neutres, elle permet de pomper sans parties mobiles donc sans usure mécanique et enfin, ce procédé est intégrable dans de nombreux microsystemes. Ceci explique l'engouement actuel des biologistes et des chimistes pour les questions relatives au transport électrocinétique.

Les profils d'écoulement électro-osmotique ont été calculés par Burgreen et al. dans le cas d'un canal plan [BUR 64] et par Rice et al. dans le cas d'un capillaire [RIC 65]. Il a été montré que l'écoulement se comporte de façon très similaire vis-à-vis de la distribution de potentiel électrique, qu'il soit dans un canal plan ou dans un capillaire. En régime établi, la composante de la vitesse parallèle aux parois est constante, à l'exception d'une zone proche des parois où elle chute vers zéro. Pour un canal plan de longueur infini, sans gradient de pression, la formule suivante décrit le champ de vitesse électro-osmotique obtenue par Burgreen et al. [BUR 64] :

$$u(y) = \frac{\varepsilon \varepsilon_0 \zeta}{\mu} E \left(1 - \frac{V(y)}{\zeta}\right) \quad (\text{I-10})$$

$$V(0) = 0, \quad V(y) \rightarrow 0 \text{ pour } y \gg \lambda_D$$

avec y , ε , ζ , μ , E et V qui désignent respectivement, la coordonnée normale à la paroi, la constante diélectrique de la solution, le potentiel électrique à l'interface, la viscosité

dynamique de la solution, le champ électrique moteur et le potentiel électrique. A des distances grandes devant la longueur de Debye, l'écoulement semble glisser à la paroi à la vitesse électro-osmotique U_{eo} :

$$U_{eo} = \frac{\epsilon\epsilon_0\zeta}{\mu} E = m_{eo} E \quad (\text{I-11})$$

avec le coefficient m_{eo} , désigné sous le terme de mobilité électro-osmotique. La mobilité électro-osmotique est proportionnelle au potentiel zêta qui vaut généralement de quelques dizaines à quelques centaines de millivolts [STO 04]. Pour des solutions aqueuses, l'application de la formule précédente donne des mobilités électro-osmotiques de l'ordre de $10^{-4} \text{ cm.s}^{-1}/(\text{V.cm}^{-1})$.

Paul et al. [PAU 98], en travaillant avec des techniques de visualisation, ont mis en évidence expérimentalement des champs de vitesse d'origine électro-osmotique dans des capillaires en verre (fused-silica) aux diamètres internes avoisinant la centaine de microns. Ils ont utilisé des traceurs moléculaires activables par laser. Il s'agit de molécules dont la fluorescence est initiée par photolyse. Le fluide utilisé résulte de la mise en solution de faibles quantités de traceurs sous forme de sel. Les concentrations ioniques des solutions obtenues sont suffisamment importantes pour que la DCE puisse être considérée comme très mince à l'échelle du capillaire. Les hauteurs d'eau aval et amont ont été ajustées de façon à s'affranchir de tout écoulement par surpression. Dans ces conditions, ils ont observé des écoulements en bouchon bien prévus par les considérations de [BUR 64]. Malgré quelques difficultés d'interprétation liées au transport électrophorétique des traceurs moléculaires¹, ils ont déduit de leur campagne de mesure, plusieurs mobilités électro-osmotiques suivant la composition du fluide utilisé. Pour un capillaire de 100 μm , un champ moteur de 120 V.cm^{-1} et une solution de fluorescéine², ils ont mesuré une mobilité électro-osmotique de l'interface égale à 5,07 $\mu\text{m.s}^{-1}/(\text{V.cm}^{-1})$.

Fujiwara et al. [FUJ 02] ont également mené des expériences sur le pompage électro-osmotique. Leur banc d'essais était constitué de deux anneaux circulaires³ plans en verre, disposés parallèlement l'un au-dessus de l'autre, à une distance variant légèrement autour de 50 μm . Un champ électrique radial a été appliqué à la microstructure pour pomper le fluide vers l'extérieur. Deux échantillons d'eau dé-ionisée de conductivités respectives 1 et 2 $\mu\text{S.cm}^{-1}$ ont été utilisés. La hauteur d'eau à l'amont a été réglée de façon à ce que la pression soit égale de part et d'autre de la microstructure.

Dans ces conditions, les auteurs rapportent que, pour des champs électriques compris entre 10 et 50 V.cm^{-1} , la relation (I-11) est vérifiée avec les deux qualités d'eau testées. La mobilité électro-osmotique de l'interface eau dé-ionisée/verre a été mesurée à 3,3 $\mu\text{m.s}^{-1}/(\text{V.cm}^{-1})$.

Devasenathipathy et al. [DEV 02] ont également étudié des écoulements électro-osmotiques. L'emploi conjugué des techniques de PTV⁴ et de PIV⁵ leur a permis de réaliser des mesures qualitatives de champ de vitesse d'origine électro-osmotique en microcanal. Ces dernières ont été faites par ensemencement de l'écoulement en particules fluorescentes de polystyrène (diamètre 500 nm). Ayant caractérisé le transport électrophorétique de ces

¹ Il s'agit de molécules non électriquement neutres qui se déplacent donc sous l'application d'un champ électrique.

² Solution tampon de carbonate de Sodium à pH 9 ensemencée en fluorescéine activable par photolyse.

³ Avec un rayon interne de 25 mm et un rayon externe de 50mm.

⁴ PTV : Particle Tracking Velocimetry

⁵ PIV : Particle Image Velocimetry

particules dans la solution, ils ont pu en déduire le champ de vitesse électro-osmotique. Une solution tampon de borate à 10^{-2} mol.l⁻¹ et à pH 9,2ensemencée en particules a été utilisée comme fluide de travail. Dans ces conditions, le rapport de la longueur de Debye sur le diamètre de la microstructure est de l'ordre de 10^{-4} si bien que l'équation (I-11) doit être vérifiée dans ce cas. La série d'expériences a porté sur un microcanal rectangulaire hybride de dimension 100 µm par 1000 µm par 55 mm, formé d'un canal ouvert en PDMS¹ scellé à un capot en verre borosilicaté². Ce banc d'essais permet d'analyser l'effet d'une non uniformité du potentiel d'interface ζ sur le transport électro-osmotique. Cette configuration recouvre de nombreux cas pratiques pour lesquels les microconduites ont des parois de nature différente. L'application d'un champ électrique de 36 V.cm^{-1} , a mis en lumière un profil de vitesse linéaire entre les parois principales du microcanal avec une valeur moyenne d'environ $100 \text{ }\mu\text{m.s}^{-1}$. Ce champ cinématique résulte d'une mobilité électro-osmotique faible à la surface du PDMS et beaucoup plus marquée dans le cas du verre borosilicaté. Pour cette expérience, cette mobilité a été estimée respectivement à $-0,2 (+/-0,1) \text{ }\mu\text{m.s}^{-1}/(\text{V.cm}^{-1})$ et $4,3 (+/-0,1) \text{ }\mu\text{m.s}^{-1}/(\text{V.cm}^{-1})$.

Ces trois expériences mettent en évidence les phénomènes électriques aux interfaces et certaines de leurs répercussions sur les microécoulements. Elles permettent également de préciser l'ordre de grandeur expérimental des mobilités électro-osmotiques pour les solutions aqueuses sur des substrats en verre : quelques $\mu\text{m.s}^{-1}/(\text{V.cm}^{-1})$. Cet ordre de grandeur est en accord avec l'estimation déduite de l'équation (I-11).

L'électro-osmose est à la base de l'effet électro-visqueux, phénomène très important en microfluidique liquide qui va donc être présenté dans ce qui suit.

c) L'effet électro-visqueux

L'effet électro-visqueux en microstructure *résulterait* de l'interaction entre un écoulement liquide en conduite et la DCE aux parois. Selon cette théorie, un microécoulement électro-visqueux présenterait une viscosité apparente supérieure à sa viscosité dynamique. Burgreen a été le premier à prévoir ce phénomène dans le cas d'un canal mince bidimensionnel [BUR 64]. Plus récemment, cet effort théorique a été poursuivi et adapté aux écoulements en microcanaux [MAL 97]. A notre connaissance, seuls Ren et al. [REN 01] ont présenté des expériences qui mettraient en évidence cet effet dans un microcanal Si/Si. Ces résultats n'ayant pas encore été confirmés, la question de savoir si un tel phénomène existe en microconduite reste donc ouverte. Le modèle communément admis qui traite de cet effet peut se résumer en trois points :

- Lors de l'application d'une surpression à l'amont d'une microconduite remplie de liquide, l'excédent ionique de la couche diffusive est convecté par l'écoulement. Ce phénomène est désigné sous le terme de courant électrique de convection.
- En conséquence, il se forme un champ électrique entre les charges solidaires de l'interface et les charges entraînées par l'écoulement. A ce champ électrique est associé un potentiel électrique de convection.
- Le champ électrique de convection gouverne par électro-osmose, un écoulement de retour qui s'oppose au gradient de pression initial. L'écoulement global résulte de la superposition des deux. A l'électro-osmose est associé un courant électrique dit de conduction.

¹ PDMS : Poly Dimethyl Siloxane Acrylate

² Un exemple de verre borosilicaté est le verre Pyrex.

Des potentiels électriques de convection ont été mesurés à de nombreuses reprises. Ces mesures sont même à la base de méthodes d'estimation du potentiel d'interface ζ ou de la conductivité surfacique [WER 98]-[GU 00].

Burgreen et Nakache [BUR 64], ont traité le problème complet pour un canal mince bidimensionnel¹. Ils ont considéré des écoulements à faibles Re , gouvernés par une équation linéaire. Le champ de vitesse se décompose alors en deux parties : l'une résultant de l'application d'un gradient de pression et l'autre décrivant l'écoulement de retour électro-osmotique. Le champ cinématique considéré a donc la forme suivante :

$$u(y) = \frac{1}{2\mu} \left(y^2 - \frac{h^2}{4} \right) \frac{dP}{dx} + \frac{\epsilon \epsilon_0 \zeta}{\mu} E \left(1 - \frac{V(y)}{\zeta} \right) \quad (\text{I-12})$$

Dans cette équation, la relation entre le champ électrique engendré E et le gradient de pression appliqué doit être modélisée. L'hypothèse faite consiste à dire qu'à l'équilibre, les courants électriques de convection et de conduction se compensent exactement. Burgreen et Nakache ont calculé que cette hypothèse amène à la formulation suivante :

$$E = \frac{m_{eo}}{\sigma_e} \frac{dP}{dx} G(h, \lambda_D, \mu, \zeta, V(y = h/2)) \quad (\text{I-13})$$

où σ_e représente ici la conductivité électrique globale du liquide mais aussi de l'interface. Dans ce modèle, E est proportionnel au gradient de pression. La relation entre la perte de charge et le débit fait donc intervenir une viscosité apparente supérieure à la viscosité dynamique du fluide considéré. C'est dans ce sens que ce phénomène est désigné sous le terme d'effet *électro-visqueux*.

Burgreen et Nakache [BUR 64] ont calculé qu'une condition nécessaire pour l'apparition d'un effet électro-visqueux est que le diamètre de la conduite ne soit pas trop grand devant la longueur de Debye du liquide. Ceci amène à introduire le rayon électrocinétique à partir de l'expression suivante :

$$r_{elec} = \frac{D_h}{2\lambda_D} \quad (\text{I-14})$$

Pour un écoulement en canal plan, une condition nécessaire à l'apparition significative de ces effets (+10% de viscosité) est que le rayon électrocinétique de l'écoulement soit inférieur à 20. Une illustration pratique d'une telle situation est l'écoulement d'une solution aqueuse de KCl à 10^{-5} mol.l⁻¹ dans un canal non conducteur de 2 μm de hauteur.

La question de savoir si l'effet électro-visqueux existe en microconduite et si son importance est conforme aux prévisions des modèles classiques [BUR 64]-[RIC 65] reste cependant ouverte. Seules des expériences rigoureusement contrôlées seraient susceptibles d'y répondre. Pour les écoulements étudiés au cours de cette thèse, l'effet électro-visqueux était a priori négligeable. Cependant, certains expérimentateurs ayant récemment noté des effets électro-visqueux pour des microécoulements à fort rayon électrocinétique [BRU 03]-[REN 01], les propriétés ioniques et la conductivité des fluides utilisés ont été contrôlées pendant le déroulement de nos propres expériences.

Mala, Li et Dale [MAL 97] ont tenté de cerner l'influence de la DCE sur les échanges thermiques. Leur étude théorique et numérique conclut à une baisse du nombre de Nusselt pour les écoulements affectés par la DCE. A notre connaissance, aucune expérience n'a pu mettre en évidence cet effet, qui ne sera donc pas détaillé davantage dans ce mémoire.

¹ L'adjectif « mince » qualifie des canaux d'une dimension qui se rapproche de la longueur de Debye.

Des travaux récents ont montré que la DCE affectait la stabilité d'un écoulement. Ce phénomène fait l'objet du paragraphe suivant.

d) La déstabilisation de l'écoulement par la DCE

S. Tardu a montré que la DCE pouvait déstabiliser un microécoulement liquide en canal plan [TAR 04]. En calculant le profil de vitesse d'un écoulement électro-visqueux selon des procédés classiques mis en œuvre dans les articles originaux traitant des écoulements électrocinétiques [BUR 64]-[RIC 65], il a montré qu'il existait près des parois un point d'inflexion de nature déstabilisante. Ses calculs indiquent que le Re critique de transition à la turbulence pourrait être significativement abaissé en microfluidique par rapport aux écoulements dans des conduites de taille conventionnelle. Le modèle de Tardu prévoit cet effet pour des écoulements vérifiant les trois conditions suivantes : des rayons électrocinétiques inférieurs à 80, des potentiels d'interface importants et des fluides de faible conductivité électrique et de faible viscosité. Ces critères sont assez contraignants et recouvrent peu de situations pratiques. En outre, ils semblent impossibles à atteindre dans le cas où le fluide utilisé est de l'eau. Pour l'heure, aucune expérience n'a clairement mis en évidence cet effet. Ce dernier était a priori négligeable dans nos études portant sur la transition à la turbulence. Cependant, les paramètres électriques des fluides utilisés ont été contrôlés pour s'assurer que ces derniers n'avaient pas d'influence significative sur les mesures effectuées.

I.1.4 Bilan

Il est apparu au cours de ce chapitre, que les cas des écoulements gazeux et liquides sont très différents en microfluidique. Pour les gaz, les problématiques rencontrées rejoignent celles déjà étudiées dans des conduites de taille conventionnelle : effet de glissement, de raréfaction et de compressibilité. A notre connaissance, aucun micro-effet¹ n'est attendu pour ce type d'écoulement, ce que semble d'ailleurs confirmer les études expérimentales et théoriques menées par Harley et al. [HAR 95] et par Arkilic et al. [ARK 01].

En revanche, les caractéristiques hydrodynamiques et thermiques des microécoulements liquides sont moins bien connues. Des phénomènes traditionnellement négligés peuvent prendre de l'importance en microconduite. C'est le cas des nano-bulles de gaz attachées à la paroi ou encore des phénomènes d'interaction électrostatiques liés à la double couche électrique. Les démarches théoriques peinant à anticiper les résultats expérimentaux dans le cas des liquides, des campagnes de mesures fiables doivent donc être menées pour caractériser ces écoulements et pour cerner les limites de validité des modèles classiques. Ceci a été entrepris par divers chercheurs depuis une dizaine d'années. La démarche la plus répandue consiste à mesurer un paramètre de ces écoulements, qu'il soit hydrodynamique (frottement, transition à la turbulence) et/ou thermique (coefficient d'échange de chaleur), et à comparer les résultats obtenus à ceux donnés par la théorie admise aux échelles conventionnelles. Dans la suite de ce chapitre, nous analyserons et présenterons les résultats bibliographiques issus de ces démarches. Nous verrons en outre, que ces résultats sont très dispersés en ce qui concerne la valeur du coefficient de frottement, du coefficient d'échange de chaleur et du nombre de Reynolds critique de transition à la turbulence. Cette disparité ne permettait pas, lorsque cette thèse a débuté, de cerner les limites de validité des corrélations classiques en microfluidique liquide.

¹ Micro-effet : phénomène physique négligé aux échelles conventionnelles mais prenant de l'importance aux petites échelles

I.2 Résultats bibliographiques en microfluidique liquide

De nombreux expérimentateurs ont récemment cherché à caractériser les microécoulements liquides.

I.2.1 Hydrodynamique

a) Lois d'évolution du coefficient de frottement

La manière la plus simple d'estimer la validité des lois classiques des écoulements internes, est de mesurer la perte de pression et le débit correspondant sur une portion de longueur connue d'une conduite. Cette démarche permet de caractériser les écoulements laminaires, turbulents et de transition. Pour des écoulements incompressibles le long de conduites horizontales de longueur L et de section constante, la perte de pression ΔP entre deux capteurs, placés respectivement à l'amont et l'aval de la conduite, peut s'exprimer de la manière suivante :

$$\Delta P = 2\rho U^2 f \frac{L}{D_h} + \Delta P_{sing} \quad (\text{I-15})$$

avec f désignant le coefficient de frottement de l'écoulement et ΔP_{sing} représentant la chute de pression due à l'accélération du fluide entre le capteur amont et l'entrée de la conduite additionnée à la différence de pression entre la sortie et le capteur aval. Dans le cas d'une conduite débouchant dans un réservoir de grande dimension, il est communément admis que cette dernière contribution est nulle¹.

En résolvant l'équation (I-15) en f puis en multipliant le résultat par le nombre de Reynolds, nous obtenons le nombre de Poiseuille expérimental Po_{exp} :

$$Po_{exp} = f.Re = \frac{1}{L^+} \frac{\Delta P - \Delta P_{sing}}{2\rho U^2} \quad (\text{I-16})$$

avec la longueur hydrodynamique L^+ définie comme suit :

$$L^+ = \frac{1}{Re} \frac{L}{D_h} \quad (\text{I-17})$$

Le nombre de Poiseuille d'un écoulement en charge rapporte les forces de pression aux forces visqueuses. Ainsi, pour un écoulement à nombre de Poiseuille constant c'est-à-dire indépendant du nombre de Reynolds, il est facile de calculer que la perte de pression est proportionnelle au débit. Cette proportionnalité est caractéristique des écoulements laminaires dans des conduites lisses.

Nous précisons que dans cette thèse, le nombre de Reynolds Re^2 est défini à partir du diamètre hydraulique de la conduite et de la vitesse débitante du fluide :

$$Re = \frac{UD_h}{\nu} \quad (\text{I-18})$$

Un écoulement dans une conduite connaît un effet d'entrée se manifestant par le développement de couches limites et par l'accélération du cœur de l'écoulement. Les couches limites grandissent et se rejoignent après une longueur d'établissement L_{et} . White

¹ Ce résultat peut, de manière équivalente, être établi en raisonnant sur la charge de l'écoulement. En considérant un coefficient de perte de charge de 1 pour un écoulement débouchant dans un réservoir de grande dimension, il est facile de voir que la pression du jet est égale à celle du réservoir.

² Le nombre de Reynolds d'un écoulement compare les efforts inertiels aux efforts visqueux.

[WHITE 91] rapporte les résultats de Shah et London [SHAH 78] montrant que cette longueur peut être corrélée de la manière suivante, pour une conduite de section constante :

$$(L_{et}^{lam})^+ = \frac{1}{Re} \frac{L_{et}^{lam}}{D_h} \approx \frac{0,5}{Re} + 0,05 \quad (I-19)$$

En régime laminaire établi, dans une conduite lisse, la théorie conventionnelle prévoit que Po est indépendant de Re et ne dépend que de la géométrie de la conduite. La loi d'évolution du nombre de Poiseuille en régime laminaire établi peut donc se formuler ainsi :

$$\begin{aligned} Po &= 24 \quad \text{pour un canal plan} \\ Po &= 16 \quad \text{pour une conduite circulaire} \\ Po &= C^{te} \quad \text{pour toute conduite lisse} \end{aligned} \quad (I-20)$$

Ces lois de référence permettent d'introduire le nombre de Poiseuille normalisé C :

$$C^{lam} = \frac{Po_{exp}}{Po_{théo}^{lam}} \quad (I-21)$$

Un nombre de Poiseuille normalisé supérieur à 1 rend compte d'une expérience où la chute de pression mesurée est sous-estimée par la théorie classique. Pour les nombres de Poiseuille normalisés inférieurs à 1, il s'agit du cas contraire.

b) Comparatif des résultats bibliographiques

La Fig. I.3, tracée par Sharp et Adrian [SHA 04], reprend et compare l'ensemble des mesures de frottement obtenues ces dernières années pour des microécoulements liquides. Les résultats sont présentés sur un graphe qui trace le nombre de Poiseuille normalisé du régime laminaire C^{lam} en fonction de Re . Ils concernent des géométries de section rectangulaire, trapézoïdale et circulaire. Cette figure fait nettement apparaître la dispersion des résultats expérimentaux de part et d'autre de la valeur théorique prévue par les corrélations classiques du régime laminaire. Pour l'ensemble de ces résultats, l'amplitude de la dispersion est de +/- 50 %.

Une partie des déviations aux lois classiques présentés sur la Fig. I.3 a été interprétée par certains expérimentateurs comme une transition anticipée à la turbulence par rapport aux écoulements dans des conduites de taille conventionnelle. Celle-ci serait liée à la présence de rugosité en paroi [MAL 99] et/ou à l'effet déstabilisant de la double couche électrique

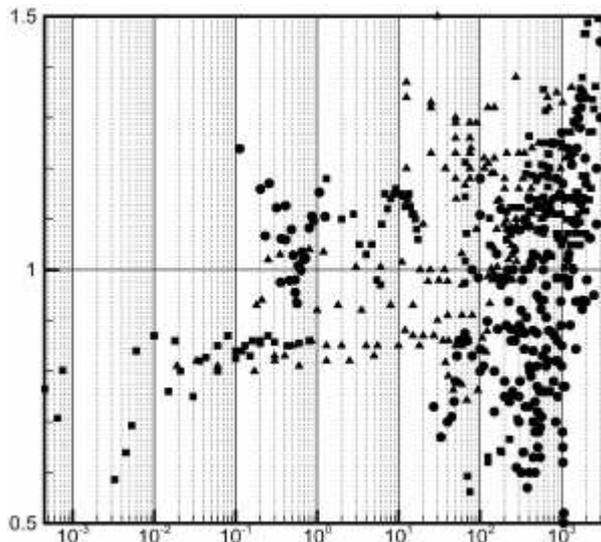


Figure I.3 : C^{lam} en fonction de Re pour des microécoulements liquides d'après Sharp et Adrian [SHA 04]

- : microcanaux rectangulaires [PFA 90], [PFA 91], [PAP 99], [PFU 00]
- ▲ : microcanaux trapézoïdaux [PFA 91], [FLO 98], [WIL 94], [QU 00]
- : microtubes [CHO 91], [JIA 95], [MAL 99], [JUD 02]

[TAR 04]. Ces hypothèses n'ont pas été confirmées jusqu'à présent et ne recouvrent pas toutes les tendances représentées sur la Fig. I.3. La variété de ces tendances étant difficile à interpréter, nous avons choisi de différencier les résultats obtenus avec des parois lisses de ceux obtenus avec des parois rugueuses. Pour ce faire, un seuil de 0,5 % pour la rugosité relative a été fixé afin de distinguer les cas lisses et rugueux.

c) Cas lisse

De nombreuses études expérimentales ont été conduites pour caractériser les pertes de pression des écoulements d'eau dans des microconduites lisses de diamètre hydraulique supérieur à 30 μm . Après avoir considéré les incertitudes expérimentales et les sources d'erreur possibles pour ce type d'expérience, Pfund et al. [PFU 00] ont trouvé des nombres de Poiseuille normalisés allant de 1,10 à 1,20. Ces expériences ont été faites avec de l'eau dé-ionisée dans des microcanaux rectangulaires en polyimide/polycarbonate d'une hauteur variant de 521 μm à 128 μm . Plus récemment, Brutin et Tadrist [BRU 03] ont également mesuré des nombres de Poiseuille normalisés C^{dam} allant de 1,05 à 1,20 pour les tubes de plus faible diamètre. Leurs expériences ont été conduites avec deux eaux (distillée et du robinet) s'écoulant dans des microtubes en silice de diamètre compris entre 530 μm et 50 μm . Malgré l'importance des rayons électrocinétiques mis en jeu, l'augmentation observée des frottements a été attribuée à l'interaction écoulement/double couche électrique.

Un deuxième groupe d'études n'a pas conclu à des déviations par rapport aux lois classiques en ce qui concerne les frottements dans des microconduites [JUD 02]-[WU 03]-[GAO 02]-[LI 03]-[SHA 04]. Cet accord avec la théorie classique a été rapporté pour des parois de natures variées (silice, bronze, silicium et verre) associées à des liquides de différentes conductivités et polarités (eau dé-ionisée, eau filtrée, isopropanol, 1-propanol, solution aqueuse à 20 % en masse de glycérol et méthanol), dans des conduites de différentes géométries (circulaire, rectangulaire avec différents rapports d'aspect, trapézoïdal) et pour des diamètres hydrauliques allant de 1 mm à 30 μm . Un désaccord évident existe entre ces deux groupes de résultats et à notre connaissance, aucune théorie existante ne peut l'expliquer.

Les expériences faites dans des conduites lisses de diamètre hydraulique inférieur à 30 μm sont quant à elles peu nombreuses et leurs résultats sont tout aussi dispersés et contradictoires. A ces échelles, prédire les lois d'écoulement avec précision s'avère être une opération extrêmement difficile. En effet, des nombres de Poiseuille normalisés à la fois inférieurs [PFA 90]-[WIL 94] et supérieurs [PAP 99]-[REN 01] à 1 ont été trouvés. Ces résultats sont difficiles à interpréter. Des théories ont été proposées afin de comprendre les déviations aux lois classiques pour ces écoulements. Papautsky et al. [PAP 99] ont développé un modèle qui repose sur la théorie des fluides micropolaires. Cette théorie décrit la dynamique des 'milieux fluides dont les propriétés et les comportements dépendent localement du mouvement des particules contenues dans chaque volume élémentaire'¹. Des fluides répondant à ces critères sont par exemple des solutions contenant des polymères, des brins d'ADN ou encore des suspensions colloïdales. L'application de cette théorie à des microécoulements de liquides purs, de faible masse atomique, nous semble donc inadaptée.

Nous avons déjà vu que la théorie de l'effet électro-visqueux prédisait une augmentation des frottements à petite échelle. Cet effet a été étudié expérimentalement par Ren et al. [REN 01]. Ils ont travaillé avec de l'eau dé-ionisée et des solutions aqueuses de KCL de différentes molarités (10^{-4} et 10^{-2} mol.l⁻¹) dans trois microcanaux bidimensionnels en silicium. Ces derniers ont été obtenus en rapprochant deux wafers de silicium séparés par une cale en

¹ La version originale de l'article de Papautski et al. [PAP 99] est: 'fluent medium whose properties and behavior are influenced by the local motions of the material particles contained in each of its volume elements'

résine époxy. Les hauteurs explorées sont 14,1 μm , 28,2 μm et 40,5 μm pour une largeur de 5 mm et une longueur de 30 mm. La faible résistance mécanique de l'ensemble ne leur a pas permis d'explorer des gammes de Re étendues. Leurs résultats indiquent que pour le canal le plus grand, la loi de Poiseuille est vérifiée quelle que soit la concentration ionique du fluide utilisé. Pour les canaux de 28,2 μm et de 14,1 μm , un effet électro-visqueux apparaît pour la solution à $10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$ et pour l'eau dé-ionisée. Pour le cas le plus critique c'est-à-dire pour le canal le plus mince parcouru par l'eau pure, le nombre de Poiseuille normalisé atteint 1,20.

Il est néanmoins difficile de conclure fermement sur la manifestation d'un effet électro-visqueux dans cette expérience car l'article ne précise pas la valeur de la conductivité électrique de l'eau utilisée et ne propose pas d'estimation des rayons électrocinétiques r_{elec} mis en jeu dans ces écoulements¹. Par ailleurs, l'ordre de grandeur mesuré du champ électrique de convection² est de $5.10^{-2} \text{ V.cm}^{-1}$. Cette valeur est faible. En effet, en nous appuyant sur une mobilité électro-osmotique classique de $5 \mu\text{m.s}^{-1}/(\text{V.cm}^{-1})$ de l'interface liquide/silicium, nous pouvons calculer une vitesse électro-osmotique de retour de l'ordre de $0,25 \mu\text{m.s}^{-1}$. Cette valeur est négligeable pour l'expérience de Ren et al. et ne peut expliquer un nombre de Poiseuille normalisé de 1,20. Il nous semble donc assez peu probable qu'un effet électro-visqueux significatif soit en jeu dans cette expérience. Seules de nouvelles expériences rigoureusement contrôlées pourraient permettre de répondre plus fermement sur ce point.

d) Cas rugueux

L'étude des écoulements liquides dans des microconduites rugueuses présente quant à elle un fort intérêt. Ce sujet recouvre en effet de nombreuses situations pratiques. En outre, la rugosité est potentiellement intéressante pour les applications industrielles visant à intensifier les échanges de chaleur. Il est donc important de comprendre l'effet de la rugosité sur un microécoulement et de caractériser son influence sur les pertes de charge et sur la transition à la turbulence.

Dans ce qui suit, les nombres de Poiseuille normalisés sont calculés à partir des valeurs théoriques des écoulements en conduite lisse.

Mala et Li [MAL 99] ont trouvé des nombres de Poiseuille normalisés supérieurs à 1 pour des écoulements d'eau en microtubes rugueux de diamètre compris entre 50 μm et 254 μm . Un des intérêts de cette étude réside dans la méthode employée pour déterminer les frottements. Cette dernière repose sur des mesures de pression de type entrée/sortie portant sur des paires de tubes. Chaque paire est composée de deux tubes de longueurs différentes L_1 et L_2 , toute autre caractéristique étant égale par ailleurs. Le montage est prévu pour que les pertes de charges parasites et les effets d'établissement soient identiques à débit donné pour les tubes d'une même paire. Ainsi, en retranchant à débit identique les résultats du tube court à ceux du tube long, la perte de pression d'un écoulement dans un tube virtuel de longueur $L_1 - L_2$ est déduite. Cette méthode indirecte a été introduite par M. Couette.

Pour des Re inférieurs à 800, Mala et Li ont obtenu des C^{dam} compris entre 1,07 et 1,15 pour une rugosité relative ε_r (hauteur d'une rugosité k divisée par le diamètre du tube D_h) variant de 1,2 % à 3,6 %. Pour Re supérieur à 1000, leurs résultats montrent un nombre de Poiseuille qui augmente avec Re . Ce comportement a été interprété comme une transition anticipée à la turbulence par rapport aux conduites circulaires de taille conventionnelle. Ceci n'a pas été confirmé par visualisation.

¹ En supposant que l'eau utilisée était ultra-pure, la formule (I-8) donne des rayons électrocinétiques pour les canaux de 14.1 μm et 40.5 μm parcouru par la solution de KCl à $10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$ de respectivement 464 et 1333.

² Voir le paragraphe I.1.3 c)

Li et al. [LI 03] ont également effectué des mesures dans des microtubes rugueux en Inox. Leurs résultats montrent qu'une rugosité relative de l'ordre de 3 % à 4 % augmente les frottements par rapport au cas lisse et donne des nombres de Poiseuille normalisés C^{lam} variant de 1,15 à 1,37.

Judy et al. [JUD 02] ont également fait des mesures dans des microtubes rugueux en Inox avec des diamètres compris entre 75 μm et 125 μm . Dans cette référence, il n'y a pas d'indication précise sur les hauteurs des rugosités. Les nombres de Poiseuille mesurés dans ces tubes étaient constants en fonction de Re et leurs valeurs n'indiquaient pas d'augmentation des frottements par rapport au cas lisse. Ce dernier résultat est en contradiction par rapport aux conclusions des études précédemment citées.

Des mesures ont également été faites dans des microcanaux trapézoïdaux rugueux [QU 00]. Ces derniers ont été fabriqués par gravure humide d'un wafer en silicium, puis fermés par le scellement anodique d'un capot en pyrex. Pour des faibles valeurs du nombre de Reynolds, les auteurs ont obtenu des nombres de Poiseuille normalisés C^{lam} compris entre 1,08 et 1,30 pour une rugosité relative ε_r allant de 1,7 % à 3 %. A l'instar de Mala et Li, ces auteurs ont indiqué qu'une transition anticipée à la turbulence a pu avoir lieu dans leurs microcanaux.

Enfin, Pfund et al. [PFU 00] ont fait des mesures dans un microcanal rectangulaire rugueux de 257 μm de hauteur. Ils ont trouvé un nombre de Poiseuille normalisé de 1,26 pour une rugosité relative moyenne ε_r de 1,5%.

Le tableau I.1 met en évidence la disparité des résultats obtenus dans des microconduites rugueuses. Ceci peut s'expliquer en partie par le fait que les diamètres hydrauliques n'ont pas toujours été clairement définis dans ces études. En effet, définir la position de la paroi devient délicat lorsque la rugosité relative est importante. Comme la valeur du nombre de Poiseuille est très sensible à la mesure du diamètre hydraulique, des différences de définition concernant la localisation de la paroi peuvent mener à des conclusions opposées.

Dans ce tableau, il est également intéressant de remarquer que le paramètre $(L^+)_{min}$ est respectivement égal à 0,1 et 0,2 dans les études de [QU 00] et [MAL 98]. Ces valeurs étant comparables à la longueur d'établissement du régime hydraulique, les effets d'entrée ont dû contribuer significativement à la chute de pression globale de ces microécoulements. Ainsi, l'augmentation des frottements observée pour des nombres de Reynolds supérieurs à 500-1000 et interprétée par ces auteurs comme une transition anticipée à la turbulence, n'est peut-être que la manifestation de ces effets d'entrée.

Mais, malgré ces explications, il reste des différences significatives entre les résultats publiés dans la littérature. Ainsi, l'évolution de Po par rapport à Re n'a pas été clairement

Etude	Microconduite	Fluide	D_h ou h en μm	Re	$(L^+)_{min}$	k en μm	C^{lam}	$Po=C^{te}?$
[MAL 99]	Tubes Inox et Silice	Eau dé ionisée	50-254	0-2000	0,2	+/- 1,75	1,07-1,15	Non
[LI 03]	Tubes Inox	Eau dé ionisée	128-180	400-2500	1,25	+/- 2,5	1,15-1,37	Oui/Non
[JUD 02]	Tubes Inox	Eau dé-minéralisée	75-125	58-2431	0,75	?	~1	Oui
[QU 00]	Canal trapézoïdal S ₂ /Pyrex	Eau dé ionisée	51-169	0-1500	0,1	0,8-2	1,08-1,30	Non
[PFU 00]	Canal rectangulaire Polycarbonate/Polyimide	Eau dé ionisée	$h = 257$	600-2400	mesures locales	+/- 2	1,26	Non

Tableau I.1 : Tableau récapitulatif des résultats expérimentaux concernant les écoulements liquides en microconduite rugueuse

établie pour ces écoulements. De plus, l'influence de la rugosité sur la transition à la turbulence n'est pas bien connue. La question de savoir si la transition anticipée à la turbulence rapportée dans certaines études expérimentales [MAL 99]-[QU 00]-[PEN 94] est liée à la présence de rugosité, reste en effet ouverte. Afin d'établir les lois d'écoulement dans des microconduites rugueuses, des réponses doivent être apportées aux questions suivantes :

- i) Po reste-t-il indépendant de Re pour des écoulements laminaires dans des microconduites rugueuses ?
- ii) Comment varie le nombre de Poiseuille normalisé avec la rugosité relative ?
- iii) Quelle est l'influence de la rugosité sur la transition à la turbulence ?

e) Transition à la turbulence

Bien que des transitions anticipées à la turbulence aient été évoquées par certains expérimentateurs pour des microécoulements liquides, peu d'études expérimentales ont été spécifiquement consacrées à ce phénomène. A notre connaissance, seuls Sharp et Adrian [SHA 04] ont monté un dispositif destiné à la transition en microconduite. Leur travail a porté sur des microtubes lisses en verre de diamètre compris entre 50 μm et 247 μm , parcourus par des liquides de différentes polarités (eau dé ionisée, solution de glycérol et 1-propanol). La transition à la turbulence a été détectée à la fois par l'analyse des pertes de pression et par la mesure des fluctuations de vitesse¹. Cette étude situe la transition en microtube à des Re voisins de 2300 quels que soient le diamètre des tubes et la polarité du fluide utilisé.

En revanche, l'influence de la rugosité sur la transition à la turbulence des microécoulements n'a pas encore été clairement caractérisée. Le manque de résultats bibliographiques sur ce sujet nous a motivé à consacrer une partie de cette thèse à la détection de la transition à la turbulence dans des microcanaux lisses et rugueux.

I.2.2 Transfert thermique par convection forcée

A l'instar de la démarche entreprise par différents chercheurs pour la détermination du coefficient de frottement pour des microécoulements, de nombreux expérimentateurs ont cherché à établir les lois d'évolution du coefficient d'échange de chaleur en microconduite. Cette démarche est très intéressante puisque comme nous l'avons souligné en introduction, la thermique fait partie des domaines d'applications les plus importants de la microfluidique.

Dans cette partie, nous commencerons par rappeler les lois d'évolution classiques du coefficient d'échange de chaleur, puis nous présenterons une sélection des résultats expérimentaux déjà obtenus dans des microconduites.

a) Lois d'évolution du coefficient d'échange de chaleur

Pour mesurer le coefficient d'échange de chaleur entre un écoulement dans une conduite et une paroi, il faut connaître en un endroit, la valeur de la température de paroi T_{paroi} , la valeur de la température de mélange T_{mel} et le flux de chaleur échangé φ . Il est alors possible de former le coefficient d'échange h^{therm} :

$$h^{therm} = \frac{\varphi}{T_{paroi} - T_{mel}} \quad (\text{I-22})$$

¹ Une méthode micro-PIV à été utilisée pour la mesure des fluctuations de vitesse le long de la ligne centrale de l'écoulement.

En multipliant ce coefficient d'échange par le diamètre hydraulique de la conduite et en divisant l'ensemble par la conductivité thermique du fluide λ , on obtient le nombre sans dimension de Nusselt :

$$Nu = \frac{h^{therm} D_h}{\lambda} \quad (I-23)$$

Le nombre de Nusselt peut être vu comme le rapport de la conductivité équivalente de l'écoulement (groupement $h^{therm} D_h$) sur la conductivité réelle du fluide λ .

La théorie classique prévoit pour un régime laminaire et dans le cas d'un chauffage à densité de flux uniforme à la paroi, que le nombre de Nusselt est une constante indépendante de Re :

$$\begin{aligned} Nu &= 8.235 \quad \text{pour un canal plan} \\ Nu &= 4.36 \quad \text{pour une conduite circulaire} \end{aligned} \quad (I-24)$$

Ces lois de référence ne sont valables qu'en régime établi. L'étude du développement combiné des régimes hydrauliques et thermiques a été menée numériquement par Hwang et Fan [HWA 64] dans un canal plan. Leurs résultats sont rapportés par Shah et London [SHAH 78] et corrélés par Bejan et Sciubba [BEJ 92] en utilisant des formules empiriques de type Churchill-Usagi [CHU 72]. Pour des fluides comme l'eau (nombre de Prandtl¹ de 7) ou l'air (nombre de Prandtl de 0,7), le nombre de Nusselt local se rapproche à moins de 1% de la valeur attendue en régime établi au-delà d'une distance :

$$\left(L_{et}^{therm}\right)^* = \frac{1}{RePr} \frac{L_{et}^{therm}}{D_h} \approx 0,02 \quad (I-25)$$

b) Effet de la dissipation visqueuse

Il peut être intéressant d'estimer l'importance des effets de la dissipation visqueuse au sein d'un écoulement. Nous nous proposons de mener ici une analyse portant sur un écoulement laminaire dans un canal plan. Pour la commodité du calcul, nous supposons que les propriétés du fluide sont indépendantes de la température, et que la température de paroi est constante. En régime établi, les champs de vitesse et de température ne dépendent donc plus que de la coordonnée normale à la paroi, notée y . Avec ces hypothèses, le système à résoudre est le suivant [WHITE 91]:

$$\begin{aligned} 0 &= \mu \frac{d^2 u}{dy^2} \\ 0 &= \lambda \frac{d^2 T}{dy^2} + \mu \left(\frac{du}{dy} \right)^2 \end{aligned} \quad (I-26)$$

avec λ , μ , u et T qui désignent respectivement la conductivité thermique, la viscosité dynamique, la vitesse longitudinale et la température du fluide. A la paroi, la vitesse du fluide est nulle et sa température est notée T_{paroi} . Nous avons calculé que la solution du système précédent s'écrit pour un canal de hauteur h , parcouru par un fluide à la vitesse débitante U :

$$\begin{aligned} u(y) &= -6 \frac{U}{h^2} \left(y + \frac{h}{2} \right) \left(y - \frac{h}{2} \right) \\ T(y) - T_{paroi} &= \frac{3}{4} \frac{\mu U^2}{\lambda} \left[1 - \left(\frac{y}{h/2} \right)^4 \right] \end{aligned} \quad (I-27)$$

¹ Le nombre de Prandtl d'un fluide est le rapport de la viscosité cinématique à la diffusivité thermique : $Pr = \frac{\nu}{\alpha}$

A partir de cette dernière équation, nous pouvons estimer la température de mélange, le flux de chaleur échangé à la paroi ainsi que le nombre de Nusselt associés à la dissipation visqueuse :

$$T_{mel} - T_{paroi} = \frac{1}{Uh} \int_{-h/2}^{h/2} T(y)u(y)dy = \frac{3}{4} \frac{\mu U^2}{\lambda} 0,914 = 0,69 \frac{\mu U^2}{\lambda}$$

$$\phi = -\lambda \left(\frac{dT}{dy} \right)_{paroi} = 6 \frac{\mu U^2}{h} \quad (I-28)$$

$$Nu = \frac{\phi D_h}{(T_{mel} - T_{paroi})\lambda} = 17,5$$

Ces expressions montrent que l'élévation de température reste faible à petite vitesse, hormis pour les fluides très visqueux. Pour de l'eau par exemple, une augmentation de 0,07 °C est attendue pour une vitesse débitante de 7 m.s⁻¹. Si la condition de température de paroi constante semble réaliste pour des microcanaux en silicium, elle l'est moins pour des parois de faible conductivité thermique. Dans ce cas, une élévation de température un peu plus importante est attendue, comme le montrent Koo et Kleinstreuer [K00 03] par exemple.

c) Résultats bibliographiques

Les lois régissant les transferts thermiques forcés par des microécoulements internes ont fait l'objet de recherches intenses ces dernières années. Les résultats de ces recherches ont été rassemblés et comparés par Sobhan et Garimella [SOB 01], puis dans une version plus récente par Garimella et Singhal [GAR 04]. Ces papiers soulignent la forte dispersion des résultats expérimentaux obtenus par différentes équipes de recherche. La plupart de ces résultats font état de déviations significatives par rapport aux lois de transfert classiques. Parfois, elles ont été obtenues alors que les caractéristiques hydrodynamiques sont restées conformes aux théories conventionnelles [GAO 02]-[CEL 02]. En limitant notre analyse au cas du régime laminaire, ces résultats font apparaître deux tendances :

- i) un nombre de Nusselt variable en fonction du nombre de Reynolds
- ii) un nombre de Nusselt inférieur aux prévisions des corrélations classiques

Pour comprendre ces deux tendances, il faut premièrement souligner la difficulté de l'expérimentation aux petites échelles. Ceci est particulièrement vrai de la détermination du coefficient d'échange de chaleur car, pour des raisons évidentes d'encombrement, la mesure directe du flux de chaleur et de la température de paroi est irréalisable dans une microconduite¹. En conséquence, la détermination directe du nombre de Nusselt à partir des valeurs mesurées est impossible et l'interprétation des résultats, délicate. En pratique, plusieurs hypothèses sont nécessaires pour remonter aux valeurs pariétales à partir des grandeurs expérimentales. Parmi les plus importantes, on trouve la condition de flux de chaleur homogène à l'interface solide-liquide dans les dispositifs où la puissance thermique est dissipée électriquement. En microconduite, cette condition n'est pas toujours vérifiée. Par exemple Herwig et Hausner [HER 03], grâce à une modélisation numérique complète de l'expérience de Tso et Mahulikar [TSO 00], ont montré que la distribution de flux n'était pas homogène à la paroi, contrairement à ce que les expérimentateurs avaient supposé

¹ Des sondes pour la mesure du flux et de la température en paroi existent et ont été utilisées dans la thèse de Sylvain Reynaud sur les transferts thermiques en mini-canaux [REYNAUD 03] (sonde HFM-7E/L fabriquée par Vatell corporation). Cependant, cette méthode de mesure est très intrusive pour le champ thermique ce qui rend les résultats difficiles à interpréter.

initialement. L'évolution du nombre de Nusselt, interprétée dans un premier temps par des micro-effets non conventionnels portant sur le nombre de Brinkman, a finalement été expliquée par un effet de couplage entre la conduction dans le solide et la convection. Plusieurs autres études numériques ont récemment mis en lumière ce phénomène. Par exemple, Maranzana et al. [MAR 04] ont souligné l'importance grandissante du couplage conduction-convection avec la réduction du diamètre hydraulique. Kroeker et al. [KRO 04] montrent également dans leur étude numérique tridimensionnelle d'un refroidisseur pour composant électronique, que la conduction axiale mène à des flux de chaleur très élevés en amont mais faiblissant à l'aval, comme c'est le cas pour les transferts entre une paroi à température imposée et un écoulement. Le couplage conduction-convection associé aux effets d'entrée sont donc maintenant fortement suspectés d'être responsables de certaines déviations par rapport aux lois classiques rapportées par des expérimentateurs travaillant aux petites échelles [GUO 03].

Mais, malgré les avancées récentes dans la compréhension des échanges convectifs forcés en microconduite, la validité des lois et corrélations classiques reste incertaine à petite échelle. Ceci est illustré par la revue bibliographique suivante.

L'expérience de Peng, Peterson et Wang (1994)

Une des premières expériences consacrée à la détermination des coefficients d'échange de chaleur en microconduite est celle de Peng et al. [PEN 94]. Le dispositif utilisé est constitué de microcanaux usinés dans un bloc en Inox et refermés par un capot plastique servant à l'étanchéité et à l'isolation thermique du système. L'état de surface et la conductivité électrique de l'eau utilisée n'ont pas été précisés. Les diamètres hydrauliques explorés vont de 0,133 mm à 0,367 mm, avec des rapports d'aspect¹ variant de 1 à 3 et une longueur de 50 mm. La gamme de Re étudiée s'étend de 50 à 4000. L'inox est chauffé dans la masse par effet Joule. La température de paroi est mesurée en face externe de l'inox. Le flux de chaleur est considéré homogène sur les trois parois en inox et nul sur la paroi en plastique. Enfin, les effets d'entrée sont négligés.

Les résultats de cette étude se résument de la manière suivante :

- $C^{lam} > 1$ pour 5 canaux
- $C^{lam} < 1$ pour 2 canaux
- Pour les 7 canaux, Nu_{exp} varie avec Re et Nu_{exp} est inférieur aux attentes théoriques
- La transition à la turbulence a été détectée pour des nombres de Reynolds compris entre 200 et 700

L'expérience de Qu, Mala et Li (2000)

Une deuxième expérience qui fait référence dans le domaine est celle de W. Qu, Gh. M. Mala et D. Li [QU* 00]. La section d'essais est constituée d'un réseau de 5 microcanaux de forme trapézoïdale, gravés sur un substrat en silicium² et d'un film chauffant. Elle est parcourue par de l'eau dé-ionisée. L'étanchéité est assurée par un capot en Pyrex qui sert également à l'isolation thermique³. Les diamètres hydrauliques explorés vont de 62 μm à 169 μm , pour une longueur de 30 mm. La gamme de Re atteint 1400 et la hauteur des rugosités du silicium est évaluée à 0,8 μm pour les plus petits canaux et 2 μm pour les plus grands. La température de paroi est estimée à partir de mesures externes.

¹ Le rapport d'aspect noté ε_{asp} d'un canal de section rectangulaire est défini par le rapport entre la largeur et la hauteur du canal.

² La conductivité thermique du silicium employé dans l'expérience de Qu et al. est de $148 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

³ La conductivité thermique du Pyrex est égale à $1,13 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Parallèlement à l'expérimentation physique, Qu et al. ont fait une modélisation numérique 2D de l'expérience. Le domaine de calcul se restreint à une *coupe transversale* de la section d'essais et l'évolution longitudinale de la température est supposée linéaire, c'est-à-dire que le flux de chaleur est considéré indépendant de la coordonnée longitudinale. Les effets d'entrées sont négligés, ce qui ne semble pas justifié au regard de la faiblesse du paramètre $(L^*)_{min}$ qui peut être estimé¹ à 0,03, ordre de grandeur de la longueur d'établissement thermique.

La comparaison des résultats expérimentaux et numériques obtenus montrent que les températures de paroi sont sous-estimées par le modèle numérique. Les nombres de Nusselt expérimentaux sont plus faibles, d'un facteur 2 à 4, que les valeurs déduites de la résolution numérique des équations classiques de Navier-Stokes et de l'énergie. L'interprétation donnée de cette baisse des échanges se base paradoxalement sur la rugosité. Ces auteurs modélisent son influence par l'ajout, dans les équations de conservation de la quantité de mouvement, d'une viscosité rugueuse importante à la paroi et nulle au centre de la conduite. Ceci mène à une diminution des gradients de vitesse à la paroi ce qui, d'après ces auteurs, provoque une baisse du nombre de Nusselt. Cependant, la cohérence de ce modèle nous semble douteuse car une diffusivité thermique rugueuse aurait dû être introduite. Celle-ci aurait alors mené à une augmentation du nombre de Nusselt par rapport au cas d'une paroi lisse, conclusion plus conforme à l'intuition.

L'expérience de Gao, Le Person et Favre-Marinet (2002)

Plus récemment, une expérience concernant les frottements et les échanges de chaleur a été mise en place au LEGI dans des microcanaux rectangulaires à fort rapport d'aspect² [GAO 02]. La section d'essais est formée par deux blocs en bronze UE12 lisses (rugosité inférieure à 0,1 μm), entre lesquelles est intercalé un feuillard en inox d'une épaisseur calibrée, évidé dans sa partie centrale. Le bronze utilisé a une conductivité de 50 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Les épaisseurs explorées vont de 100 μm à 1 mm pour une longueur de 82 mm. L'introduction du fluide dans la section d'essais se fait par un convergent profilé (deux quarts de cylindre d'un rayon de 14 mm). La chaleur est dégagée par 4 cartouches électriques disposées longitudinalement dans les blocs de bronze. Les températures de paroi sont mesurées par des thermocouples dont les logements usinés au travers du bronze arrivent à 1 mm de la paroi. L'équipe a travaillé avec un flux de chaleur moyen à la paroi proche de 4 $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ et identique pour toutes les expériences. La gamme de Re testée s'étend de 50 à 10 000 suivant la hauteur du canal.

Un modèle analytique à 1 dimension développé dans l'article de Gao et al. [Gao 02] traite de la question de la conduction dans les blocs. Ce modèle montre qu'il existe au centre de la section d'essais, une zone où le flux de chaleur est homogène. A partir des résultats obtenus dans cette zone, les conclusions suivantes peuvent être avancées :

- les lois de l'hydrodynamique restent valables pour une hauteur de cale supérieure à 100 μm dans le cas des parois lisses en bronze, pour de l'eau déminéralisée et en l'absence de chauffage. En outre, ni l'analyse des frottements, ni celle de la transition à la turbulence n'ont révélé d'écart par rapport aux lois classiques.
- La valeur expérimentale de Nu diminue lorsque l'épaisseur de la cale et donc la hauteur du canal diminuent. Cette réduction atteint 60% pour le canal de 100 μm .

¹ Un diamètre hydraulique de 169 μm , un Re de 1400, une longueur de 30 mm et un Pr de 4.

² Les canaux considérés dans l'étude de Gao et al. ont un rapport d'aspect compris entre 50 et 250.

A la suite de ce travail, un modèle numérique en 3D de cette section d'essais, construit par Gamrat, Favre-Marinet et Asendrych avec le code FLUENT [GAM 05], a permis d'étudier plus en détail les effets d'entrée et le couplage avec la conduction dans les blocs. Ce travail a mis en évidence que la baisse du nombre de Nusselt dans les microcanaux de Gao et al. n'était pas liée à un effet d'échelle dans les phénomènes de couplage conduction/convection. Autrement dit, les calculs numériques n'ont pas permis d'expliquer la diminution de Nu avec la hauteur des canaux.

Face à ce constat, il a été décidé de mener au cours de cette thèse une étude expérimentale supplémentaire dans une nouvelle section d'essais pour comprendre les résultats de Gao et al. Cette démarche sera présentée en détail dans le chapitre IV de ce manuscrit.

L'expérience de Celata, Cumo, Guglielmi et Zummo (2002)

En 2002, Celata et al. ont rapporté des travaux expérimentaux concernant des écoulements et des transferts thermiques avec du réfrigérant R-114 s'écoulant dans des microtubes en Inox de diamètre interne 130 μm et de diamètre externe 350 μm [CEL 02]. Dans cette étude, la rugosité ε_r est de 2,7 %.

Le principe de cette expérience est de soumettre la surface externe des microtubes à la condensation de vapeur d'eau à pression atmosphérique. La température externe des tubes est donc fixée à 100°C et la température de paroi peut également être prise égale à cette dernière valeur. Cette méthode est élégante puisqu'elle contourne le problème de la mesure de la température de paroi en microconduite.

Les résultats de cette étude sont :

- Les frottements sont correctement prévus par la théorie classique du régime laminaire pour des nombres de Reynolds inférieurs à 585. Au-delà, l'augmentation des frottements est interprétée par un régime hydraulique de transition puis par le déclenchement de la turbulence. Le nombre de Reynolds critique de transition à la turbulence est situé dans l'intervalle 1800-2400.
- En régime laminaire comme en régime turbulent, la valeur expérimentale du nombre de Nusselt varie fortement en fonction du nombre de Reynolds et aucune des corrélations classiquement utilisées ne décrit correctement cette évolution.

L'expérience de Qu et Mudawar (2002)

W. Qu et I. Mudawar ont mené une expérience dans un réseau de 21 microcanaux rectangulaires de 231 μm de large, 713 μm de profondeur et d'une longueur de 44,8 mm, usinés dans un bloc de cuivre¹ (oxygen free) [QU 02]. Ces canaux sont refermés par un capot en polycarbonate². Dans cette étude, l'état de surface des canaux n'est pas précisé. Le fluide utilisé est de l'eau dé-ionisée. La gamme de Re explorée va de 100 à 1500. Le bloc en Inox est segmenté par des fentes isolantes délimitant des compartiments où sont logés les cartouches électriques. Ce dispositif permet de limiter la conduction longitudinale dans les blocs. La température de paroi est mesurée par des thermocouples placés dans le cuivre à 3 mm de la paroi. Les résultats ont été établis pour des flux de chaleur moyens à la paroi de 25 $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ et 50 $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$.

Parallèlement à l'expérimentation, un modèle numérique 3D hydraulique et thermique de la section d'essais a été mis en place. Les variations de la viscosité de l'eau en fonction de la température ont été prises en compte. L'établissement des régimes hydrauliques et thermiques

¹ Cuivre d'une conductivité de 401 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

² Polycarbonate d'une conductivité de 0.2 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

a été calculé à partir de profils de vitesse et de température uniformes en entrée. Un bon accord a été trouvé entre les valeurs expérimentales et numériques.

Lelea et al. [LEL 04] ont récemment étudié expérimentalement et numériquement des écoulements d'eau distillée dans des microtubes en inox de diamètre compris entre 100 μm et 500 μm . Un bon accord entre les deux approches a également été trouvé. Cette même conclusion se retrouve dans l'étude de Tiselj et al. [TIS 04] pour de l'eau dans un réseau de microcanaux triangulaires en silicium de diamètre hydraulique égal à 160 μm .

I.3 Objectifs expérimentaux

Au regard des résultats bibliographiques présentés dans ce chapitre, des études supplémentaires s'avèrent clairement nécessaires pour caractériser plus finement les écoulements et les transferts aux échelles microscopiques.

Par exemple, il régnait au début de cette thèse, une forte incertitude quant aux valeurs du coefficient de frottement et du nombre de Reynolds critique de transition à la turbulence (voir Sharp et Adrian [SHA 04] et Fig I.3) pour des écoulements monophasiques d'eau dans des microconduites. Ce constat s'applique également aux transferts de chaleur par convection forcée, qui est un domaine où certaines déviations par rapport aux lois et corrélations classiques n'ont pu être expliquées ni par des micro-effets d'origine électrocinétique [MAL 97], ni par des phénomènes de couplage conduction-convection [GAO 02]-[GAM 04].

L'objectif de cette thèse est donc de lever l'incertitude qui règne quant à l'applicabilité en microfluidique liquide, des lois classiques d'écoulement et de transfert de chaleur. Pour ce faire, nous avons mené des expériences couvrant une large gamme de dimensions (de 7 μm à 500 μm) tout en disposant d'écoulements sur une plage de Reynolds très étendue (0,1 à 8000). Dans ce domaine de travail, nous avons mesuré l'évolution du coefficient de frottement, du coefficient d'échange de chaleur et du nombre de Reynolds de transition à la turbulence. Au cours de nos différentes expériences, l'état de surface des parois a pu être modifié et l'influence de ce paramètre a ainsi pu être mesurée pour ces trois caractéristiques.

L'eau étant un des fluides les plus utilisés parmi les applications de la microfluidique (biologique, thermique, chimique), elle a été choisie comme fluide de travail. D'autre part, la géométrie du canal rectangulaire à fort rapport d'aspect a été retenue, car elle présente l'intérêt d'être facilement usinable à toutes les échelles et d'avoir été étudiée à de très nombreuses reprises aux échelles conventionnelles. Les autres paramètres géométriques des sections d'essais ont été choisis pour faciliter l'interprétation des résultats expérimentaux. Par exemple, un dispositif à canal unique a été préféré à un réseau de microcanaux¹, ou encore, les parois utilisées pour les études de thermique ont été segmentées pour limiter le phénomène de conduction longitudinale et se rapprocher ainsi d'une condition de flux uniforme à l'interface solide-liquide.

Enfin, et comme le laisse présager la grande disparité des conclusions bibliographiques en microfluidique liquide, nous suspectons des erreurs expérimentales d'avoir été à l'origine de certaines déviations par rapport aux lois classiques. Nous avons donc consenti des efforts importants au cours de cette thèse, pour mettre au point une métrologie fiable et adaptée à ces échelles.

Les objectifs de notre étude expérimentale peuvent se résumer de la manière suivante :

- i) Réaliser un dispositif expérimental fiable et adapté aux échelles mises en jeu par l'étude de la microfluidique
- ii) Caractériser les frottements pour des écoulements d'eau dans des microcanaux de quelques microns de hauteur
- iii) Caractériser les échanges de chaleur pour des écoulements d'eau dans des microcanaux
- iv) Détecter précisément la transition à la turbulence pour des écoulements d'eau dans des microcanaux

¹ Certaines études ont été conduites dans des réseaux de microconduites ([QU 00], [QU* 00], [CEL 02] et [COL 03]). Des dispositifs de ce type présentent l'avantage d'augmenter les débits à mesurer.

- v) Mesurer l'influence de la rugosité sur ces trois paramètres

Chapitre II : Dispositifs expérimentaux et techniques de mesure

II.1 Microcanaux à cale.....	37
<i>II. 1. 1 Sections d'essais.....</i>	<i>37</i>
a) Principe général de fonctionnement.....	37
b) Equipements thermiques.....	38
c) Texturation des parois.....	39
<i>II. 1. 2 Banc d'essais ($h > 100 \mu\text{m}$).....</i>	<i>43</i>
a) Boucle hydraulique.....	43
b) Instrumentation.....	44
c) Caractéristiques hydrodynamiques et thermiques.....	47
II. 2 Microcanaux silicium-pyrex.....	48
<i>II. 2. 1 Principes de microfabrication.....</i>	<i>48</i>
a) La lithographie.....	48
b) L'usinage du silicium.....	49
c) Le scellement anodique.....	52
d) Les connexions hydrauliques.....	53
<i>II. 2. 2 Premières mesures du frottement.....</i>	<i>54</i>
a) Méthode de Couette – Mesure globale.....	55
b) Sonde de pression à poche d'air – Mesure locale.....	56
II. 2. 3. Microcanaux silicium-pyrex à jauges de contrainte intégrées.....	58
<i>II. 3. 1 Réalisation et caractérisation.....</i>	<i>58</i>
a) Microfabrication.....	58
b) Géométrie des microcanaux.....	63
c) Dimensionnement des capteurs.....	64
d) Caractérisation et étalonnage des capteurs.....	66
<i>II. 3. 2 Banc d'essais ($h < 100 \mu\text{m}$).....</i>	<i>69</i>
a) Boucle hydraulique.....	69
b) Instrumentation.....	70
c) Caractéristiques hydrodynamiques.....	71

L'objet de ce chapitre est de présenter les dispositifs expérimentaux que nous avons mis en place pour l'étude des effets d'échelle en microfluidique. Afin de couvrir une gamme d'échelle allant du millimètre à des dimensions où des micro-effets sont susceptibles de se manifester, deux types de sections d'essais ont été utilisés.

Le premier type de section d'essais concerne les microcanaux de hauteur supérieure à 100 μm qui ont été réalisés à partir des technologies d'usinage classiques. Ces microcanaux, dits microcanaux à cale, ont été obtenus par assemblage de deux blocs lisses et symétriques, séparés par une cale d'épaisseur calibrée. Plusieurs blocs ont été fabriqués selon le même modèle, permettant de mener des expériences portant sur les frottements, sur les échanges de chaleur et sur la transition à la turbulence (expérience de visualisation). Après une première série de mesures, les blocs, initialement lisses, ont été texturés localement par un procédé électrochimique que nous présenterons dans la première partie de ce chapitre. Cette opération a permis d'étudier l'influence de l'état de surface sur les caractéristiques hydrodynamiques et thermiques des écoulements à petite échelle.

Le deuxième type de section d'essais concerne des conduites de hauteur inférieure à 100 μm . À ces échelles, l'usinage et la métrologie macroscopique deviennent inopérantes. L'étude de la microfluidique nécessite alors la maîtrise des moyens de microfabrication pour concevoir et réaliser les microcanaux avec leur instrumentation associée. Cette démarche a abouti à la réalisation de microsystèmes comprenant un microcanal gravé dans un substrat en silicium puis refermé par un capot en pyrex, et des capteurs de pression intégrés permettant la mesure locale du frottement dans des structures de très faible dimension. Ces échantillons ont été exploités sur un banc d'essais que nous avons construit. Ses principales caractéristiques sont de résister aux hautes pressions (25 bars) et de permettre la mesure de très faibles débits (jusqu'à 2 $\text{mg} \cdot \text{min}^{-1}$). Tout comme pour les microcanaux à cale, nous avons fait varier la rugosité des parois entre nos différents essais, l'état de surface des parois ayant pu être ajusté en réglant les paramètres de gravure du silicium.

La fin de notre thèse a été consacrée à la microfabrication d'un troisième type de microcanal, dit à rugosité contrôlée. Ces échantillons ont pu être réalisés notamment grâce aux possibilités offertes par la gravure du silicium de type DRIE¹.

Ces trois dispositifs expérimentaux nous ont ainsi permis d'étudier avec soin les effets d'échelle en microfluidique. La même géométrie du canal rectangulaire à fort rapport d'aspect a été utilisée dans les trois cas. D'autre part, tous ces dispositifs ont été conçus pour permettre la mesure simultanée de la perte de pression et du débit au travers de sections parfaitement caractérisées d'un point de vue géométrique. Cette association a donc permis de disposer de microécoulements comparables entre eux et s'étageant sur une très large plage d'échelle et de nombre de Reynolds.

Dans ce chapitre nous présenterons dans un premier temps la section d'essais à cale, dans un deuxième temps le principe de microfabrication des microcanaux silicium-pyrex ainsi que la métrologie qui leur est associée et enfin, les microcanaux à rugosité contrôlée.

¹ DRIE de l'anglais Deep Reactiv Ion Etching.

II.1 Microcanaux à cale

II. 1. 1 Sections d'essais

a) Principe général de fonctionnement

Nous allons tout d'abord décrire les sections d'essais mises au point pour l'étude des canaux de hauteur $h > 100 \mu\text{m}$. Elles sont constituées de deux blocs symétriques séparés par une cale en Inox évidée Fig. II. 1. Les blocs usinés forment les parois principales du canal (longueur $L = 82 \text{ mm}$, largeur $b = 25 \text{ mm}$) et la cale calibrée, d'épaisseur e_c , fixe la distance entre les deux blocs. Grâce à un jeu de cales, la hauteur du canal peut ainsi être ajustée entre 1 mm et $100 \mu\text{m}$. Le principal avantage d'un tel dispositif est de disposer des mêmes parois pour toutes les hauteurs de canal, ce qui élimine la variabilité de ce paramètre entre les différentes expériences.

La réalisation et la fiabilité de ce type de montage repose sur le polissage sur marbre des surfaces actives des blocs. Le niveau de rugosité arithmétique atteint pour ces surfaces est alors inférieur au micron ($R_a < 0,1 \mu\text{m}$). Cet état de surface permet de fixer précisément la hauteur du canal : pour des blocs lisses, la hauteur du canal est en effet directement donnée par l'épaisseur de la cale.

L'assemblage d'une section d'essais à cale est assuré par le vissage de 14 goujons (non représentés) régulièrement répartis à la périphérie des blocs. L'utilisation d'une clef dynamométrique favorise la reproductibilité des opérations de montage et de démontage. Ainsi, le même couple de serrage d'environ 50 N.m^{-1} est appliqué sur tous les goujons.

Pour ce type de dispositif, c'est le plaquage de la cale sur les surfaces lisses des blocs qui assure l'essentiel de l'étanchéité, l'emploi de graisse silicone n'étant nécessaire que pour des pressions internes supérieures à 5 bars.

Comme le montre la figure II. 1, deux capteurs de pression affleurant dans les réservoirs amont et aval sont montés. Ils permettent la mesure globale de la chute de pression du microécoulement. Les géométries du convergent profilé (deux quarts de cylindre) et de l'élargissement brusque en sortie, ont été choisies pour faciliter la déduction du coefficient de frottement du microécoulement à partir de cette mesure globale. Par ailleurs, la viscosité de l'eau variant significativement avec la température, deux thermocouples sont disposés dans les réservoirs d'entrée et de sortie pour l'estimation de la température de mélange moyenne de l'écoulement.

Une section d'essais de ce type a été utilisée par Gao, Le Person et Favre-Marinet dans leur étude portant sur l'hydrodynamique et la thermique des microécoulements [GAO 02].

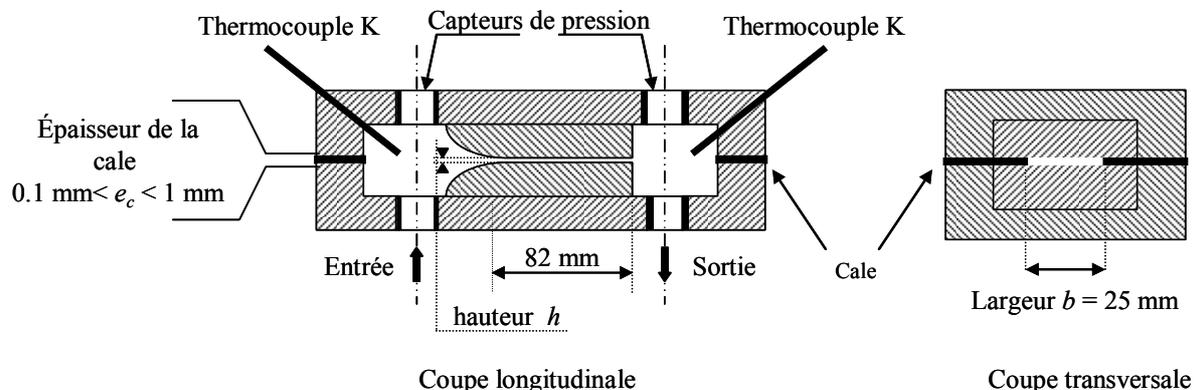


Fig. II. 1 : Schéma de principe d'une section d'essais à cale. Dimensions du microcanal $L = 82 \text{ mm}$, $b = 25 \text{ mm}$, $h > 100 \mu\text{m}$.

Elle était constituée de deux blocs en bronze. Depuis, des blocs supplémentaires ont été réalisés selon le même principe et avec la même géométrie. Ainsi, des blocs en Altuglas transparents ont été fabriqués pour permettre l'observation de l'écoulement et la mise en place d'expériences de visualisation. De plus, des blocs en laiton ont été conçus et usinés pendant cette thèse pour mener une nouvelle campagne de mesure portant sur les échanges de chaleur en microcanaux. Cette section d'essais fait l'objet du paragraphe suivant.

b) Equipements thermiques

Suite aux résultats expérimentaux inexplicables, obtenus par Gao, Le Person et Favre-Marinet au Legi [GAO 02], il a été décidé de mener au cours de cette thèse une nouvelle campagne de mesure sur les échanges de chaleur en microcanaux. Pour ce faire, une section d'essais supplémentaire a été conçue, usinée et montée. Son principe de fonctionnement est celui d'une section d'essais à cale et la géométrie choisie la rend compatible avec les blocs préalablement usinés. Elle peut ainsi être raccordée au banc d'essais utilisé par Gao et al. ce qui facilite la comparaison des résultats.

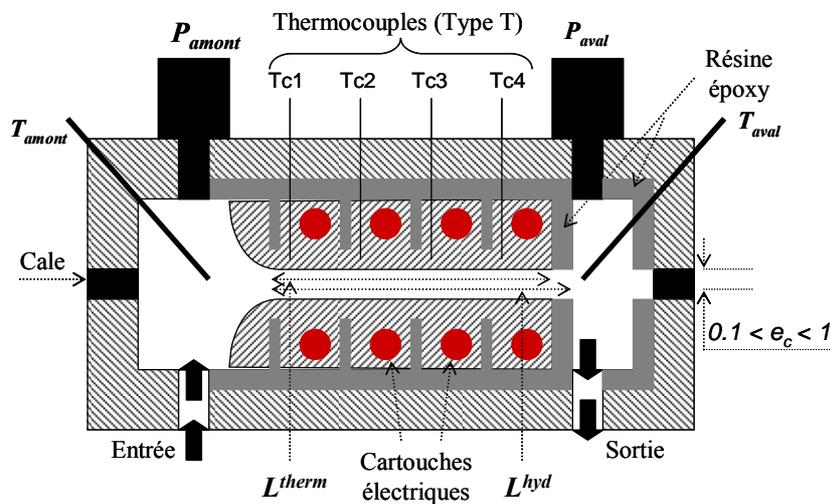


Fig. II. 2 : Coupe longitudinale de la section d'essais en laiton dédiée à l'étude des échanges thermiques en microcanaux.

La Fig. II. 2 montre une coupe longitudinale schématique de la section d'essais en laiton usinée pour l'étude des échanges thermiques en microcanaux. Nous précisons qu'une coupe transversale de cette section d'essais aurait une allure semblable à celle présentée Fig. II. 1. Le laiton a été choisi pour la réalisation des blocs en raison de ses qualités d'usinabilité mais également pour ses bonnes propriétés de

conduction thermique.

De part et d'autre de la cale, chaque bloc est composé d'un patin assemblé à une flasque. Les blocs sont chacun percés de huit logements, dont quatre sont destinés aux cartouches chauffantes et quatre aux thermocouples type T pour la mesure de la température de paroi. Les logements thermocouples sont des trous usinés perpendiculairement à la paroi qui arrivent à 1 mm de cette dernière. Pour plus de précision sur la géométrie de la section d'essais, le lecteur intéressé peut se reporter à l'Annexe B qui en reproduit les plans¹.

Nous précisons qu'avant l'insertion des cartouches chauffantes et des thermocouples, nous avons injecté de la graisse thermique dans tous les logements pour assurer un bon contact thermique avec le laiton. Cette précaution est particulièrement importante pour la mesure de la température de paroi.

Le fond des patins a été thermiquement isolé par rapport aux flasques par une plaque en verre époxy (voir Fig. B 1 et Fig. B 2 de l'Annexe B). Les bords latéraux des patins, leurs fentes de segmentation ainsi que le réservoir aval ont quant à eux été isolés par de la résine².

¹ Les plans de la section d'essais ont été tracés par Mile Kusulja du bureau d'études attaché à l'atelier mécanique du LEGI.

² Résine isolante thermique et électrique à mouler : Epotecn E 510.

L'isolation thermique intégrale du patin par rapport à la flasque constitue une amélioration par rapport au dispositif de nos prédécesseurs (Gao et al.) qui présentait un défaut d'isolation au niveau du convergent. Mais la différence principale par rapport à leur montage vient de la disposition transversale¹ des cartouches chauffantes dans les blocs qui permet de segmenter chaque patin en compartiments isolés thermiquement les uns des autres grâce à des fentes (Fig. II. 2). Une coupe horizontale au niveau des cartouches chauffantes révèle que ces dernières sont centrées par rapport au canal² et disposées tête-bêche d'un compartiment à l'autre (coupe B-B Fig. B 3 de l'Annexe B). Ces précautions ont été prises pour favoriser l'obtention d'un flux de chaleur homogène à la paroi et pour limiter le phénomène de conduction longitudinale dans les blocs.

Notons également Fig. II. 2, la différence entre la longueur du canal et la longueur chauffée appelée L^{therm} . Cette différence s'explique par la présence de la résine isolante en bout de canal.

Après assemblage des flasques avec les patins, les surfaces principales des blocs ont été remises à niveau par fraisage. Ces dernières ont ensuite été polies manuellement sur un marbre³. Comme indiqué précédemment, cette méthode permet d'obtenir des surfaces lisses d'une rugosité arithmétique inférieure à 0,1 μm .

Tous les blocs métalliques initialement lisses de cette étude, ont subi une texturation locale par voie électrochimique. Ce procédé fait l'objet du paragraphe suivant.

c) Texturation des parois

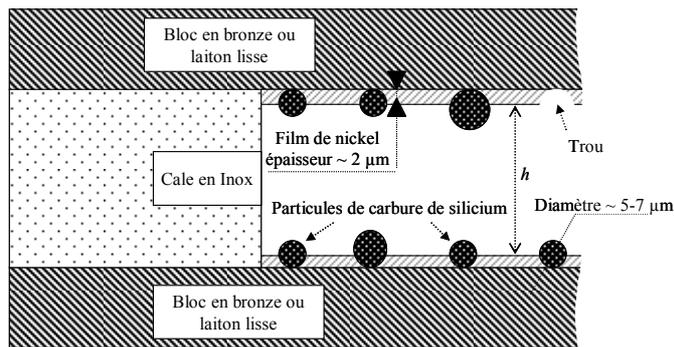


Fig. II. 3 : Vue schématique d'un microcanal à parois texturées (coupe transversale). Détail des dépôts rugueux nickel/particules.

Après une première série de mesures faites avec des parois lisses, les sections d'essais ont été texturées localement pour obtenir des microcanaux à parois rugueuses. Ce traitement local consiste à déposer par voie électrolytique un film de nickel d'environ 2 μm d'épaisseur, incrusté de particules de carbure de silicium SiC d'un diamètre compris entre 5 μm et 7 μm . Ce procédé permet de former des films composites à particules émergentes. Ce travail a été réalisé en collaboration avec Eric Chaînet et Pierre Dablé du Laboratoire

d'Electrochimie et de Physico-chimie des Matériaux et Interfaces. Les détails du procédé utilisé et des adaptations faites pour notre application sont donnés en Annexe A.

Deux séries de dépôts ont été réalisées pendant cette thèse. Après plusieurs essais, ces séries ont abouti à la texturation des deux blocs en bronze (dépôts 1 et 2) et des deux blocs en laiton (dépôts 3 et 4) respectivement utilisés pour les études hydrodynamiques (frottement, transition laminaire-turbulent) et thermiques de cette thèse.

Une coupe transversale d'un microcanal à parois texturées est présentée Fig. II. 3. Il est important de remarquer que la texturation des blocs est localisée au niveau des surfaces

¹ Les cartouches chauffantes étaient disposées longitudinalement dans le montage de Gao et al.

² Les cartouches chauffantes utilisées ont une longueur chauffante de 28 mm alors que les microcanaux à cale ont tous une largeur de 25 mm. Les 3 mm de chauffage excédentaires ont été réparties symétriquement de part et d'autre du canal.

³ Un premier polissage à l'atelier mécanique du Legi, suivi d'une finition au Lycée Technique Privé E.L.A.G. (syndicat dauphinois d'apprentissage)

correspondant aux parois des microcanaux. Pour garder intactes les surfaces supportant les cales, un masque a été utilisé pendant l'électrodéposition. Le schéma identifie également les films de nickel d'une épaisseur d'environ 2 μm et les particules de carbure de silicium de 5 à 7 μm de diamètre.

Il est apparu au cours de l'analyse de ces surfaces rugueuses que les films de nickel étaient troués par endroit. La présence de ces trous s'explique pour une part, par l'arrachement des particules faiblement ancrées dans la matrice de nickel. Ces arrachements ont vraisemblablement eu lieu avant les mesures hydrodynamiques et thermiques. Suite à l'électrodéposition, les blocs ont en effet été rincés à l'eau dé ionisée, puis séchés sous un jet d'azote d'une pression de 10 bars. Par ailleurs, les mesures hydrodynamiques et thermiques se sont révélées reproductibles, démontrant indirectement la robustesse de l'ancrage des particules restantes. Une autre explication à la présence des trous vient du dégagement gazeux sous forme de micro-bulles à la surface du nickel, ayant lieu pendant l'électrodéposition (voir annexe A pour les détails). Nous ne sommes pas en mesure d'estimer précisément l'importance relative de ces deux phénomènes.

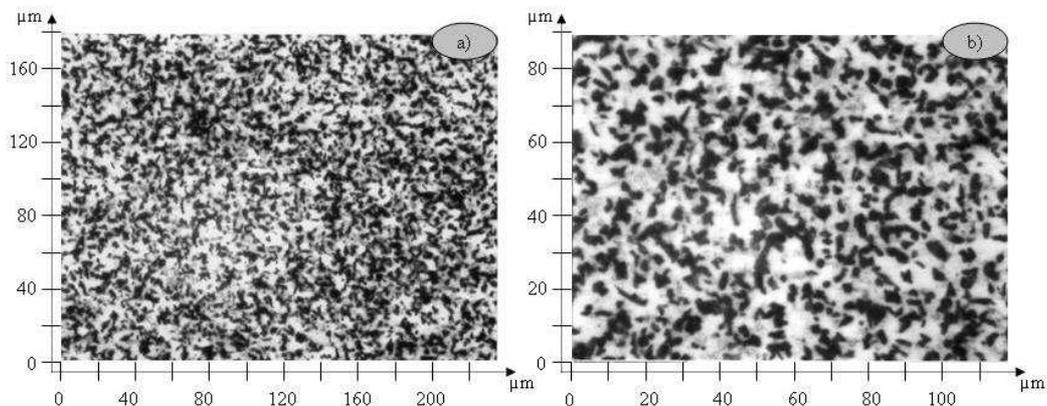


Fig. II. 4 : Film rugueux nickel/particules vu du dessus.
a) grossissement x 100 et b) grossissement x 200.

En vue de l'exploitation des résultats hydrodynamiques et thermiques, ces films rugueux ont été analysés. Dans un premier temps, ces derniers ont été observés à travers un microscope optique. Deux photos numérisées du dépôt n°1 prises au travers d'un microscope sont présentées Fig. II. 4. Ces photos montrent des zones sombres représentant les particules de carbure de silicium, sur un fond clair correspondant au film de nickel. L'extension surfacique des taches noires est de l'ordre de 5 μm à 10 μm , ce qui correspond au diamètre typique des particules. Les photos montrent la bonne homogénéité du taux de particules aux deux échelles considérées de grossissement respectif x 100 et x 200. L'analyse des photos présentées Fig. II. 4 a révélé que le rapport de la surface occupée par les pixels noirs sur la surface totale est d'environ 37 %, et que la distance moyenne entre chaque rugosité est de l'ordre de 15 μm .

L'analyse des surfaces rugueuses a été poursuivie avec des mesures topographiques. De telles mesures sont en réalité très difficiles à réaliser sur les films nickel/particules de notre étude. Les appareils de type Microscope Electronique à Balayage ou Microscope à Force Atomique étant inadapés en raison de l'encombrement de la section d'essais (20 cm x 10 cm x 5 cm), nous nous sommes orientés vers des mesures profilométriques. Il est apparu au cours

d'essais préliminaires que les profilomètres à stylet endommageaient les surfaces analysées¹. Un mode de mesure sans contact a donc été envisagé.

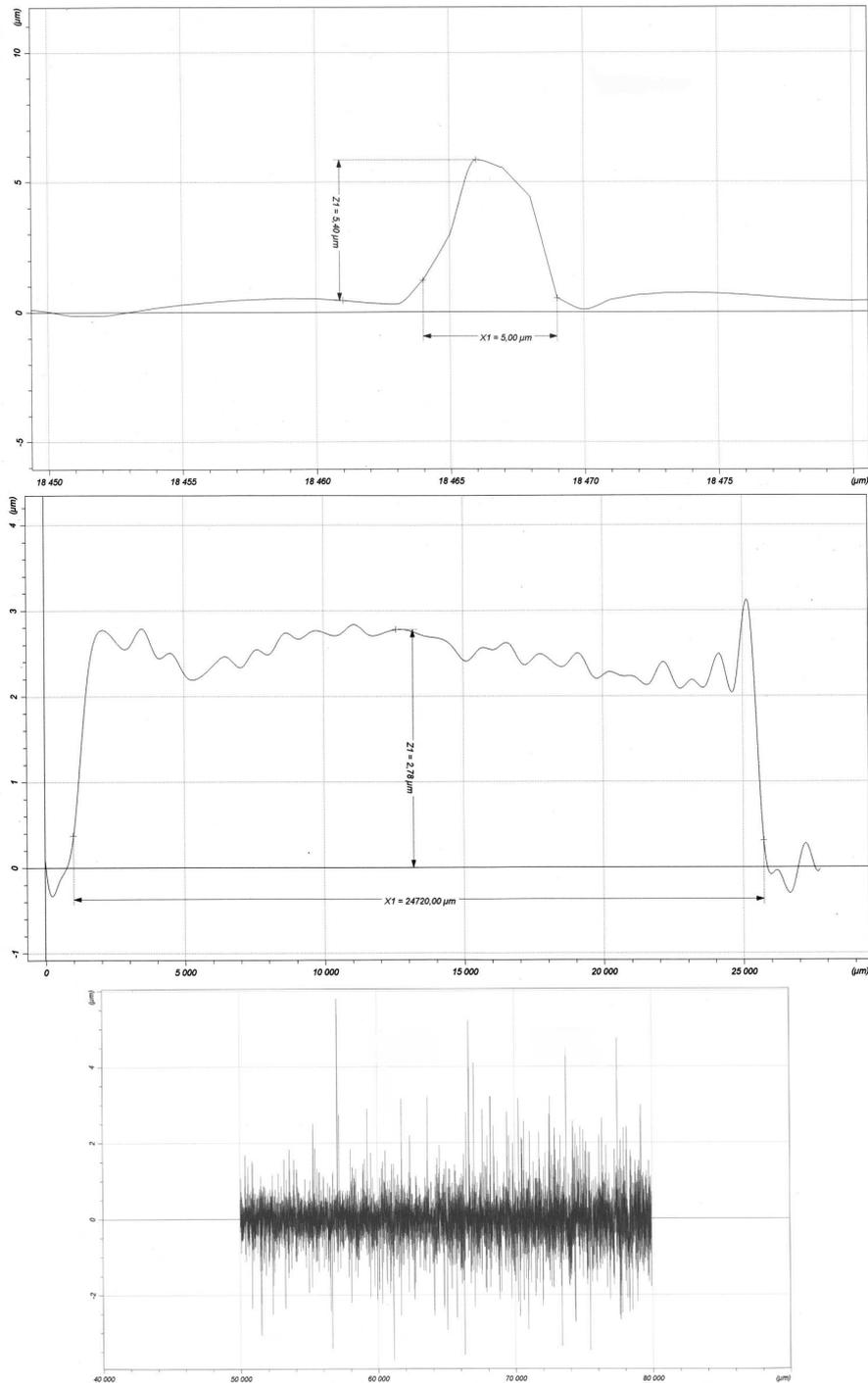


Fig. II. 5 : Profils des dépôts 1 et 2. De haut en bas, **(i)** vue rapprochée sur une particule (course de 30 μm), **(ii)** profil transversal moyenné (course de 30 μm) et **(iii)** profil longitudinal (course de 30 μm).

¹ Arrachement des particules par la sonde et gravure d'un sillon dans le film de nickel. En effet, si la force d'application du stylet sur la surface reste faible (0.1 g), la pression appliquée est importante (de l'ordre de 10^4 bars).

La société Hommel Somicronic réalise des mesures topographiques par des méthodes optiques sans contact. Les sondes utilisées pour nos analyses ont une résolution verticale de 30 nm, une précision de +/- 100 nm, un diamètre de spot de 3 - 4 µm, une course de 100 mm avec une rectitude inférieure au micron et une plage de mesure verticale de 300 µm. Le principe de fonctionnement de ces sondes repose sur l'aberration chromatique d'une lentille. La mesure est en effet assurée par un faisceau parallèle de lumière blanche traversant une lentille convergente non corrigée. Les différentes composantes de cette lumière se focalisent alors le long d'un segment de 300 µm, valeur déterminant la plage verticale de la mesure. La surface de l'échantillon placée dans cette zone, réfléchit la lumière décomposée vers un capteur qui en analyse le spectre. Le maximum spectral est déterminé et la position de la surface analysée peut ainsi en être déduite. Cette méthode présente l'avantage d'être faiblement sensible à la nature physique du matériau analysé.

La figure II. 5 présente différents profils obtenus avec la sonde optique sur les dépôts 1 et 2. Le profil (i) montre une vue rapprochée sur une particule émergeant de 5,40 µm par rapport au film de nickel. Sa largeur est de 5 µm. Les dimensions révélées par cette analyse topographique correspondent bien aux valeurs attendues. La courbe (ii) présente un profil moyenné transversal (largeur). Ce profil en forme de créneau, correspond à l'alternance surface masquée/surface texturée/surface masquée le long de la ligne analysée. La largeur de ce créneau (24,7 mm) prouve la bonne localisation du revêtement dans la zone correspondant aux parois des microcanaux à cale de largeur 25 mm. Ce graphe révèle également la bonne uniformité transversale de l'épaisseur du film de nickel et l'absence d'effets de bord significatifs de l'électrodéposition. Ceci a été vérifié en différents endroits de la section d'essais. Enfin, cette mesure permet de déterminer l'épaisseur moyenne du film de nickel qui intervient dans l'estimation de la hauteur des canaux rugueux. Pour le profil présenté, cette épaisseur peut être estimée à 2,5 µm. Cette valeur est en accord avec celle déduite des caractéristiques électrochimiques du dépôt (intensité, temps, surface et rendement à la cathode - voir Annexe A pour les détails). Le graphe (iii) montre un profil longitudinal du dépôt n° 1 qui présente une alternance de pics et de creux correspondant à des particules et des trous. Comme indiqué précédemment, il semble que l'origine des trous soit liée à l'arrachement de certaines particules mais aussi au dégagement gazeux pendant le dépôt électrochimique.

L'analyse statistique des profils obtenus montre pour des reliefs supérieurs à 1 µm par rapport à la ligne moyenne, que les pics sont deux fois plus nombreux que les creux. Néanmoins, cette dernière estimation doit être prise avec précaution. En effet, la densité de pics supérieurs à 1 µm donnée par la mesure profilométrique est restée inférieure à la valeur déduite par l'analyse des photos. Cette différence pourrait être liée à une sous-estimation par la sonde Hommel, du nombre de particules ainsi que de leur hauteur, ce qui s'expliquerait par un diamètre de spot trop important par rapport à la taille des particules et à des différences de réflectivités entre le carbure de silicium (noir) et le nickel (brillant). Ces derniers arguments ne remettent cependant pas en cause la fiabilité de la mesure de l'épaisseur des films.

Dépôt n°	Bloc	Epaisseur Ni	Paramètre λ_p	Paramètre k	Surf particules/ Surf totale
1	Bronze	2 µm	15 µm	~ 5 µm	37 %
2	Bronze	2 µm	15 µm	~ 5 µm	37 %
3	Laiton	3.5 µm	15 µm	~ 5 µm	35 %
4	Laiton	3.5 µm	15 µm	~ 5 µm	35 %

Tableau II. 1 : Caractéristiques des films composites nickel/particules utilisés pour les études hydrodynamiques et thermiques présentées dans ce mémoire.

Le tableau II. 1 récapitule les caractéristiques des dépôts 1, 2, 3 et 4 faits pendant cette thèse. L'épaisseur du film de nickel est estimée à partir des mesures profilométriques et des

caractéristiques électrochimiques des dépôts. Cette épaisseur de nickel est cruciale pour l'estimation de la hauteur des canaux rugueux. Pour ces derniers, la hauteur est déterminée par la différence entre l'épaisseur de la cale et l'épaisseur totale des films de nickel sur les deux parois, conformément à la représentation de ce paramètre noté h , sur la figure II. 3. Le paramètre λ_p désigne la distance moyenne entre deux rugosités. Cette distance a été déduite de l'analyse des photos numérisées des dépôts. Le paramètre k qui identifie la hauteur moyenne des rugosités, a été estimé à partir des mesures profilométriques et des photos. L'hypothèse faite consiste à supposer que cette hauteur est égale au diamètre moyen apparent des particules observées sur les photos numérisées des dépôts.

II. 1. 2 Banc d'essais ($h > 100 \mu\text{m}$)

a) Boucle hydraulique

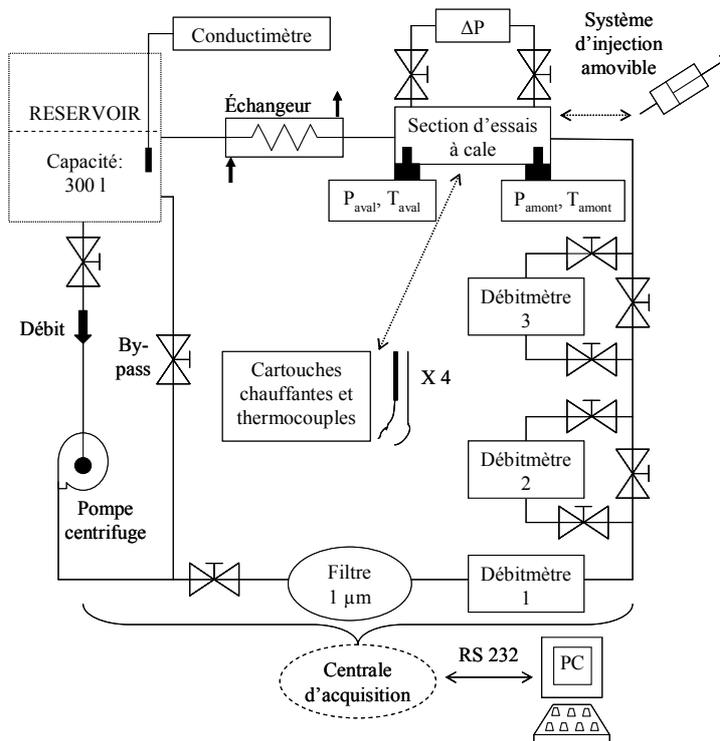


Fig. II. 6 : Boucle d'essais pour les microcanaux à cale.

délivrant une pression maximale de 10 bars, d'un filtre avec un diamètre maximal de pore de $1 \mu\text{m}$ et d'un échangeur pour le refroidissement du fluide de travail. Il est également important de noter la présence d'un système by-pass court-circuitant la section d'essais. Ce système permet de modifier le débit de travail en réglant l'ouverture de la vanne by-pass sans changer le régime de la pompe.

Pour plus de clarté, seuls les éléments principaux de la boucle d'essais ont été représentés Fig. II. 6. Cette boucle est équipée d'un système de vidange et elle autorise par ailleurs de travailler en circuit ouvert pour les essais faits avec du colorant.

Sur ce schéma nous avons représenté le système d'injection de colorant, utilisé pour les expériences de visualisation. Ce système se raccorde à la section d'essais transparente en Altuglass. L'injection est assurée par une aiguille de diamètre externe $0,5 \text{ mm}$, placée dans le réservoir amont au niveau du convergent d'entrée. La réserve de colorant est contenue dans un pousse seringue relié au circuit d'air comprimé. La pression d'injection, obtenue à partir

La boucle hydraulique que nous avons utilisé pour l'exploitation des microcanaux à cale, est la même que celle employée pour l'étude de Gao et al. Nous y avons ajouté un troisième débitmètre étendant la gamme de mesure vers les plus faibles débits. Deuxièmement, des raccords hydrauliques flexibles ont été installés entre la section d'essais et la boucle de mesure permettant pour les expériences de visualisation, de déplacer la section d'essais pour disposer l'ensemble caméra – éclairage – section d'essais de façon optimale au regard des conditions de prise de vue.

Un schéma de la boucle hydraulique est présenté Fig. II. 6. Le circuit hydraulique fermé est composé d'un réservoir d'une capacité de 300 l, d'une pompe

du réseau d'air comprimé du laboratoire, est réglée au moyen d'un détendeur pour que la vitesse du colorant soit la même que celle de l'écoulement. De plus amples détails seront donnés sur ce montage dans le paragraphe de ce mémoire, consacré à la transition à la turbulence détectée par visualisation.

Le fluide de travail utilisé pour toutes les expériences menées dans cette boucle est de l'eau déminéralisée. Nous avons mesuré que cette eau avait une conductivité électrique à 20 °C de 300 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Cette valeur de conductivité relativement importante¹ s'explique par la dissolution de certains gaz atmosphériques² dans le liquide de travail, au travers de la surface libre du réservoir. Une solution pour résoudre ce problème consiste à stocker le fluide de travail dans une enveloppe souple et inerte chimiquement en évitant tout contact gaz-liquide³ (voir le deuxième banc d'essais présenté dans la suite de ce chapitre). Notons également que le volume global de l'installation est élevé (plusieurs centaines de litres). Ce volume nous a dissuadé de mener des essais avec différents fluides. Ces essais auraient en effet nécessité de disposer de trop grandes quantités de fluide de rinçage et de travail, sans pour autant que la nature du fluide à l'entrée de la section d'essais puisse être garantie.

Enfin, les principaux matériaux constitutifs de cette boucle d'essais sont le PVC et le polyamide pour la tuyauterie et les vannes, l'inox et le viton pour les raccords et les joints, le plastique pour le filtre et différentes espèces métalliques pour la pompe (fonte grise, aciers...).

L'équipement métrologique de cette boucle d'essais fait l'objet du paragraphe suivant.

b) Instrumentation

L'ensemble de l'instrumentation utilisée dans la boucle d'essais présentée Fig. II. 6 est prévu pour sonder des écoulements à des nombres de Reynolds allant de 10 à 8000 pour des microcanaux à cale de hauteur comprise entre 100 μm et 1000 μm . Cette instrumentation est composée de capteurs à sortie analogique (transducteurs de pression, thermocouples, débitmètres) et d'un multimètre d'acquisition Keithley 2700 pilotable par un PC via une liaison RS232. Le multimètre Keithley 2700 peut multiplexer 40 voies, réparties sur deux cartes, sur un unique organe de mesure de tension⁴. L'appareil comporte également un convertisseur analogique/numérique pour l'interfaçage PC-instrument. Le langage de programmation Test-Point a servi de base à l'écriture du logiciel de pilotage du multimètre. Ce dernier permet de suivre l'évolution des valeurs mesurées et de traiter automatiquement ces données. Les différentes fonctionnalités du logiciel développé, peuvent se résumer grâce aux quatre points suivants :

- i) Détecter le régime permanent après le réglage de nouvelles conditions opératoires (débit, puissance échangée)
- ii) En régime permanent, récupérer la valeur instantanée de l'ensemble des paramètres mesurés. Répéter continûment cette opération en stockant les résultats dans un tableau indexé.
- iii) Moyenner l'ensemble des paramètres mesurés, à partir des résultats des vingt dernières mesures.
- iv) Transférer les données moyennées dans un fichier « texte » traitable par un tableur.

¹ La conductivité de l'eau pure à pH 7 et à 20 °C est de 0.04 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$.

² La réaction la plus classique concerne la dissolution du CO_2 dans l'eau. Cette réaction suit l'équation :
 $\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow (\text{HCO}_3)^- + \text{H}^+$

³ Cette solution sera mise en place prochainement pour les expériences faisant intervenir différents fluides de travail.

⁴ La mesure d'une intensité peut être réalisée par l'intermédiaire d'une résistance électrique dite de shunt.

Les autres appareillages constitutifs de la chaîne de mesure vont être présentés en détail dans ce qui suit.

Les thermocouples

Les propriétés thermo-physiques de l'eau varient beaucoup avec la température¹, une paire de thermocouples type K, de diamètre 3 mm, commercialisés par Thermo Est, a été utilisée pour mesurer les températures de mélange T_{amont} et T_{aval} . Ces sondes ont été respectivement placées dans les réservoirs amont et aval de la section d'essais. La précision de ces sondes peut être estimée à +/- 0,1 °C dans la gamme de température explorée au cours de cette étude (de 15 °C à 40 °C).

Pour la mesure de la température de paroi, nous avons utilisé des sondes thermocouples submillimétriques de type T², de diamètre 0,5 mm du fabricant Newport Omega. Ces sondes ont été placées dans les logements thermocouples présentés précédemment. Pour limiter le niveau de bruit de la mesure, nous avons choisi un modèle avec une jonction thermocouple non reliée à la masse (chemisage Inox de la sonde). Dans la gamme de température de cette étude (de 20 °C à 60 °C), la précision de ces sondes peut être estimée à +/- 0,05 °C.

Tous les thermocouples utilisés ont été étalonnés simultanément dans un bain thermostaté (cryostat à circulation Julabo). Cette opération permet de fixer une référence de température commune pour l'ensemble des sondes thermométriques. Cette référence a été fournie par une sonde Pt 100 plongeant dans le bain thermostaté. Ce procédé d'étalonnage a été répété plusieurs fois au cours de cette thèse.

Les débitmètres

Trois débitmètres équipent la boucle hydraulique pour la mesure des débits. Exprimée en $\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$, la plage de mesure s'étend de 1 $\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$ à 6000 $\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$. Les débitmètres 1 et 2 Fig. II. 6 sont des débitmètres à turbine, de très haute précision, fabriqués par la société Kobold. Ils ont une pleine échelle respective de 6000 $\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$ et de 200 $\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$. Pour ces deux capteurs, la précision annoncée par le constructeur est de +/- 0,5 % de la pleine échelle.

Le troisième débitmètre de la boucle hydraulique a été installé pendant cette thèse. C'est un débitmètre thermique de type Liqui-Flow³, commercialisé par la société Bronkhorst Hi-Tech. Sa pleine échelle est de 17 $\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$ et sa précision est de +/- 1 % de la pleine échelle.

Les capteurs de pression

Deux types de capteur de pression sont utilisés pour la mesure des pertes de charges dans les microcanaux à cale. Tout d'abord, deux transmetteurs de pression industriels, de la marque Danfoss, sont disposés dans les réservoirs amont et aval. Le fonctionnement de ces capteurs repose sur la déformation de membranes équipées de jauges de contrainte. La pleine échelle de ces capteurs est de 16 bars et la précision indiquée par le constructeur est de +/- 1 % de la pleine échelle. Pour les chutes de pression plus faibles, un capteur inductif de pression différentielle de la marque Hottinger Baldwin Messtechnik GMBH, est utilisé. Sa pleine

¹ Ceci est particulièrement vrai de la viscosité dynamique dont le coefficient de dérive en température peut être

$$\text{estimé à } \alpha_{\mu}(20^{\circ}\text{C}) = \frac{1}{\mu} \frac{d\mu}{dT} = -2 \text{ \%} \cdot \text{K}^{-1}$$

² Thermocouple type T : cuivre – constantan (cupro-nickel)

³ Le principe de mesure du débitmètre thermique Liqui-flow repose sur l'échauffement (5 °C par rapport à la température ambiante) de la section centrale d'un écoulement en conduite. Sans écoulement, l'élévation de température dans le liquide présente un profil symétrique de part et d'autre de la section thermalisée. En écoulement, ce profil est convecté, ce qui se traduit par un refroidissement de l'amont et un réchauffement de l'aval. Pour des nombres de Reynolds suffisamment faibles, l'amplitude de l'effet de refroidissement/réchauffement est une fonction linéaire du débit.

échelle est de 0,1 bar avec une précision annoncée par le constructeur de +/- 1 % de la pleine échelle. Pour éviter sa détérioration par des surpressions trop importantes, ce capteur peut être isolé par deux vannes.

Avant toute série de mesure, les niveaux des capteurs de pression sont relevés à débit nul. La référence déduite de cette opération, est ensuite retranchée aux valeurs mesurées pendant les expériences. Cette précaution permet de s'affranchir d'une partie des effets de dérive du zéro des capteurs.

Les cartouches chauffantes – Mesure des puissances dissipées

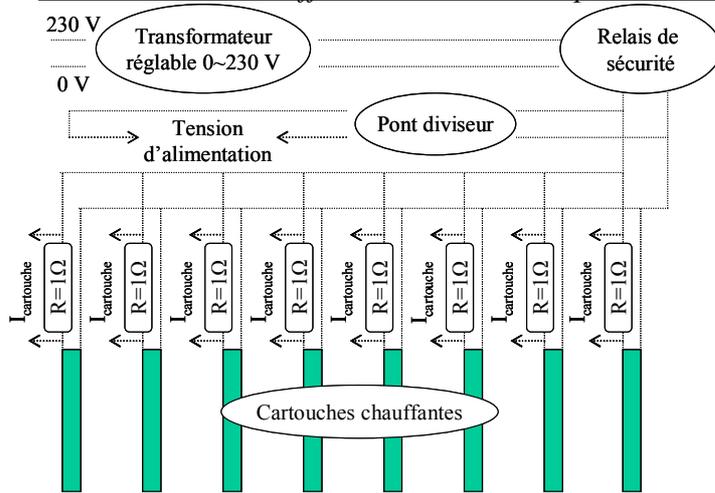


Fig. II. 7 : Boîtier d'alimentation des cartouches et de mesure des puissances dissipées.

Pour les études de thermique, nous avons utilisé 8 cartouches chauffantes Vulstar¹ résistantes à l'humidité. Leur puissance nominale sous une tension² de 230 V est de 125 W. Pendant cette thèse, nous avons développé avec J. P. Barbier-Neyret et M. Lagauzère du service électronique du LEGI, un boîtier pour l'alimentation sécurisée de ces cartouches. Ce boîtier permet également la mesure par le multimètre Keithley 2700, des puissances dissipées dans les cartouches.

Le système d'alimentation des cartouches et de mesure des puissances dissipées est représenté Fig. II. 7. L'alimentation des cartouches est réalisée à partir du courant secteur. La tension d'alimentation générale peut être ajustée entre 0 V et 230 V grâce à un transformateur réglable. Suit un relais de sécurité avec une consigne en température programmable. La consigne de référence est comparée à la valeur donnée par un thermocouple placé dans la zone la plus chaude de la section d'essais. Le relais de sécurité assure la coupure générale de l'alimentation en cas de dépassement de la valeur de consigne.

La puissance dissipée dans chaque cartouche est estimée en multipliant les valeurs efficaces du courant la traversant et de la tension à ces bornes. La tension d'alimentation générale en sortie de relais est mesurée par la centrale d'acquisition après réduction par un pont diviseur de tension. Celui-ci a été dimensionné pour résister à des tensions de l'ordre de 200 V. Le facteur de réduction du pont est pris en compte par le programme Test-Point de traitement des données. L'intensité traversant chaque cartouche est déduite par la loi d'Ohm, de la mesure de la tension aux bornes de résistances de shunt d'une valeur de 1 Ω. Pour chaque cartouche, cette dernière valeur est retranchée à la tension d'alimentation générale pour obtenir la tension réelle aux bornes des cartouches.

Pour limiter les problèmes d'interférence entre les différentes voies de mesure, nous avons choisi de séparer les lignes de mesures en provenance des capteurs, des lignes correspondantes aux cartouches chauffantes. Deux cartes de mesures distinctes ont donc été utilisées au niveau de la centrale d'acquisition.

¹ Cartouches Vulstar de la société Vulcanic.

² Les tensions et les intensités de ce paragraphe sont exprimées en valeur efficace.

c) Caractéristiques hydrodynamiques et thermiques

Le tableau II. 2 établit la liste des blocs qui ont servi au cours de notre étude. Ils sont compatibles entre eux, car ils ont été réalisés avec des géométries similaires. Ainsi, un seul et même jeu de cales en Inox a été utilisé pour toutes les expériences présentées dans ce mémoire. Ces cales ont été fabriquées¹ par découpe laser de feuillards en Inox. Leur épaisseur a été mesurée par un comparateur digital de la marque Mitutoyo 0,001. Les valeurs obtenues se sont avérées être conformes à 1 μm près, avec celles annoncées par le constructeur.

	Capteurs de pression amont/aval	Thermocouples en paroi et cartouches chauffantes	Texturation électrochimique	Injection colorant
Blocs en bronze UE 12	Oui	Oui mais inutilisables	Oui	Non
Blocs en Altuglas	Oui	Non	Non	Oui
Blocs en laiton	Oui	Oui	Oui	Non

Tableau II. 2 : Liste des blocs et leurs équipements.

Le tableau II. 3 présente les caractéristiques hydrodynamiques des écoulements étudiés dans les microcanaux à cale. Compte tenu des dimensions de ces microcanaux, du fluide de travail et de la plage de mesure, des écoulements à des nombres de Reynolds compris entre 10 et 10^4 peuvent être atteints. En régime laminaire, ces écoulements restent à faible vitesse débitante et l'influence de la dissipation visqueuse doit donc rester négligeable. Le tableau donne également la valeur de la longueur adimensionnelle L^+ , pour un écoulement dans un canal de 500 μm à un Re de 1000. Cette valeur calculée est faible et indique que les effets de développement des couches limites hydrauliques sont importants dans notre étude pour les plus grandes valeurs de h et de Re .

	$P_{\text{amont}} - P_{\text{aval}}$ en bars	Débit en $\text{g} \cdot \text{min}^{-1}$	Re	Vitesse débitante	L^+ pour $Re = 1000$
$L = 82 \text{ mm}$ et $b = 25 \text{ mm}$ $100 \mu\text{m} < h < 700 \mu\text{m}$	de 0,005 à 10	de 15 à 6000	de 10 à 10^4	$U < 5 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour $Re = 1000$	$L^+ = 0,08$ pour $h = 500 \mu\text{m}$

Tableau II. 3 : Caractéristiques hydrodynamiques des écoulements d'eau dans des microcanaux à cale.

Les caractéristiques thermiques des microécoulements d'eau évacuant une puissance de chauffage de 180 W^2 , sont données tableau II. 4. Ce tableau illustre la difficulté de faire des mesures de coefficient d'échange dans des systèmes de basse dimensionnalité, car les écarts entre les valeurs pariétales et les valeurs de mélange y sont très faibles. La conclusion concernant l'importance des effets d'établissement se retrouve pour les expériences de thermique, où le paramètre L^* prend des valeurs faibles.

ϕ moyen échangé	$T_{\text{aval}} - T_{\text{amont}}$	$T_{\text{paroi}} - T_{\text{mel}}$ (régime établi)	L^* pour $Re = 1000$
$40\,000 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2}$	$3,5 \text{ }^\circ\text{C}$ à $Re = 1000$	$2,8 \text{ }^\circ\text{C}$ pour $h = 500 \mu\text{m}$	$L^* = 0,015$ pour $h = 500 \mu\text{m}$

Tableau II. 4 : Caractéristiques thermiques pour des écoulements d'eau dans les blocs en laiton. Puissance de chauffage de 180 W.

¹ Ateliers Peyronnard à Champ sur Drac (38).

² La puissance a été choisie assez faible pour ne pas risquer la détérioration des cartouches chauffantes.

II. 2 Microcanaux silicium-pyrex

En dessous d'une centaine de microns, l'usinage et la métrologie macroscopiques deviennent inopérantes. Afin de poursuivre l'étude de la microfluidique dans des sections d'essais aux dimensions caractéristiques avoisinant quelques microns, notre projet s'est appuyé sur la maîtrise des moyens de microfabrication¹ pour concevoir et réaliser les microcanaux avec leur instrumentation associée.

Le principe de microfabrication des sections d'essais de diamètre hydraulique approchant quelques microns combine le micro-usinage du silicium, la technique du scellement anodique et la levée de verrous technologiques, tels que la réalisation d'une connectique hydraulique macro/micro. Ces trois aspects vont être développés dans les paragraphes suivants. Nous verrons dans un deuxième temps le cheminement qui a été fait pour aboutir à une métrologie fiable aux échelles mises en jeu par ces écoulements. Enfin, nous présenterons le banc d'essais qui a été conçu et monté pour l'exploitation de ces échantillons.

II. 2. 1 Principes de microfabrication

a) La lithographie

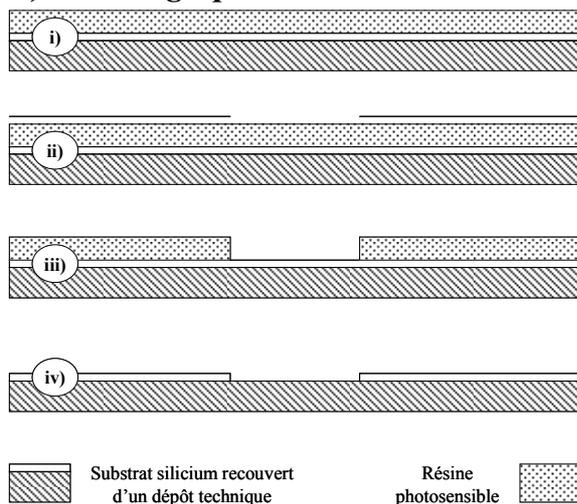


Fig. II. 8 : La lithographie en quatre étapes

La lithographie est une technique de duplication d'une forme, d'un masque vers un substrat. Bien que chaque application nécessite une mise en œuvre particulière, le principe de la méthode reste toujours le même. Ce dernier repose sur l'utilisation d'un masque sur lequel est imprimé le motif à reproduire, et d'une résine photosensible dont les zones exposées à un rayonnement U. V. peuvent être dissoutes par un développeur.

La première étape **(i)** sur Fig. II. 8) d'une lithographie avec une résine positive, consiste à étaler de la résine photosensible sur un substrat en silicium recouvert d'un dépôt technique. La nature de ce dépôt varie en fonction de l'application. Celui-ci peut être du nitrure de silicium Si_3N_4 , de l'oxyde de

silicium SiO_2 ou encore un métal (de l'aluminium par exemple). L'ensemble est ensuite aligné par rapport au masque **(ii)**, puis insolé et développé **(iii)**. L'étape suivante consiste à attaquer localement le dépôt à travers la fenêtre ouverte dans la résine². Après élimination de la résine résiduelle, le substrat en silicium est prêt à être usiné localement **(iv)**.

L'étalement de la résine photosensible sur le substrat à lithographier se fait par centrifugation sur une tournette. Dans un premier temps, l'échantillon y est plaqué par aspiration et dans un deuxième temps, il est recouvert de résine photosensible. Après réglage des différents paramètres d'étalement³, la rotation débute et la résine s'amincit par

¹ L'ensemble des procédés de microfabrication mis en place pendant cette thèse a été développé sur la plateforme NanoFab du CRTBT.

² Un dépôt de nitrure de silicium s'attaque par RIE alors qu'un dépôt de SiO_2 ou d'aluminium s'attaque par voie chimique. Dans ces deux cas, c'est la résine photosensible qui sert de masque de protection.

³ Temps, vitesse, accélération.

centrifugation. L'épaisseur obtenue dépend de la taille de l'échantillon et surtout de la vitesse de rotation de la tournette. Le temps d'étalement¹ est choisi pour que le film de résine sèche partiellement (évaporation des solvants) et polymérise. Ce processus est souvent complété par un recuit sur plaque chauffante². Pour nos applications, l'épaisseur de la résine³ est sélectionnée afin que le rapport d'aspect⁴ des motifs les plus fins reste inférieur à 1. Au cours de cette thèse, nous avons utilisé différentes résines⁵ bien caractérisées au niveau de la plateforme Nanofab. Les recettes classiques d'étalement-exposition-développement s'étant avérées satisfaisantes, elles ont été appliquées sans modification pour nos applications.

b) L'usinage du silicium

L'usinage local du silicium n'est possible que si le dépôt technique est plus résistant à l'attaque que le substrat lui-même (voir étape iv) Fig. II. 8). Le paramètre qui rapporte la vitesse de gravure du substrat à celle du masque est appelé sélectivité. Il existe plusieurs types d'attaque pour le silicium. On distingue les attaques humides réalisées par immersion dans une solution chimique, des attaques sèches faites à partir d'un plasma ionique réactif.

Gravure humide par solution acide :

L'attaque du silicium par une solution d'acide fluorhydrique, d'acide chlorhydrique et d'acide acétique est très efficace. Les vitesses de gravure atteintes sont de l'ordre de 250 $\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$. C'est une attaque isotrope et les surfaces gravées présentent une rugosité faible. De plus amples détails concernant cette technique et ses applications peuvent être trouvés dans la revue de Petersen [PET 82]. Nos essais ont abouti à la détermination d'une sélectivité d'attaque pour le couple Si/Si₃N₄ de 2500. Cette valeur étant restée trop faible pour nos applications, cette méthode n'a pas été retenue.

Gravure humide par solution d'hydroxyde de potassium (potasse):

Ce mode de gravure du silicium a été très utilisé pendant cette thèse. C'est une attaque anisotrope pour du silicium monocristallin, c'est-à-dire que la forme de la cavité gravée dépend de l'orientation du substrat, de la géométrie du masque et de sa disposition par rapport au repère cristallographique. L'ordre de grandeur communément admis est que la vitesse d'attaque des plans <100> est 100 à 1000 fois plus élevée que celle des plans <110>. L'explication généralement donnée pour cette anisotropie est que la vitesse de gravure dépend de la densité surfacique d'atomes et du nombre de liaisons Si-Si exposées à la solution [PET 82]-[SEI 90]-[TABELING 03].

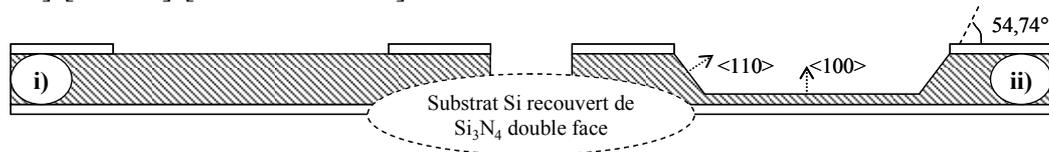


Fig. II. 9 : Gravure potasse d'un substrat silicium nitruré double face. Après la lithographie i) et après l'attaque ii).

¹ Le temps d'étalement typique pour une résine photosensible est de 30 s.

² Un recuit post-étalement consiste typiquement en un échelon de température d'une 1 min à 105 °C.

³ Les résines classiquement utilisées pour la lithographie mesurent de 0.3 μm à 2 μm d'épaisseur après étalement. Depuis peu, de nouvelles résines, dites épaisses, sont apparues. C'est le cas de la SU-8 dont l'épaisseur peut atteindre 50 μm voire 100 μm .

⁴ Rapport d'aspect pour un motif en résine : rapport de la hauteur sur la largeur.

⁵ Les résines photosensibles utilisées au cours de cette thèse sont pour la plupart des résines Shipley S-X Y. La nomenclature de ces résines fait apparaître le numéro de la série (X) et l'épaisseur nominale de travail (Y en 0.1 μm).

La vitesse d'attaque des plans $\langle 111 \rangle$ étant très faible par rapport à la vitesse d'attaque des plans $\langle 100 \rangle$, la gravure d'un substrat de silicium nitruré double face par une solution KOH conduit au schéma représenté Fig. II. 9. Ce mode de gravure du silicium permet par exemple d'obtenir des microcanaux de section trapézoïdale ou encore d'usiner de fines membranes rectangulaires.

Le nitrure de silicium Si_3N_4 n'est pas attaqué par la potasse et constitue donc un matériau de choix pour le masquage du silicium lors d'une gravure KOH. En pratique, 100 nm de Si_3N_4 résistent à 500 μm de gravure du silicium. Néanmoins, il est fréquent que le nitrure de silicium soit poreux vis-à-vis de la solution de potasse et les défauts de masquage résultant, conduisent à la formation de trous, généralement rédhibitoires pour les étapes suivantes de microfabrication. Ce procédé nécessite donc du nitrure d'excellente qualité.

La vitesse de gravure du silicium dépend de la concentration en KOH et de la température du bain. La concentration en KOH d'un bain est définie en pourcentage de son poids par rapport au poids total de la solution. Le KOH utilisé au cours de cette thèse se présente sous forme de pastilles déshydratées (NORMAPUR pour analyses). Pour préparer une solution d'attaque, ces pastilles sont pesées puis dissoutes dans de l'eau dé ionisée. Le pourcentage de KOH minimum garanti dans ces pastilles est de 85 %. Nous avons travaillé avec des bains de concentration légèrement inférieure à 40 %, obtenus par le mélange de 480 g de pastilles et 600 g d'eau. Cette concentration résulte d'un compromis entre la vitesse de gravure et la qualité de l'attaque. A température donnée, la vitesse de gravure décroît en effet lorsque la concentration en KOH augmente, alors que des concentrations trop faibles en KOH mènent quant à elles, à d'importants défauts de gravure [MALHAIRE 98]. Pour des solutions à 40 %, les vitesses d'attaque du silicium mesurées pendant cette thèse sont respectivement de 30 $\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$ et 60 $\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$ pour des températures de 70 °C et 80 °C. Ces vitesses ont été obtenues dans un bain agité avec des échantillons placés horizontalement, face gravée vers le haut. Notons également la présence dans le dispositif utilisé, d'un condenseur-récupérateur permettant de limiter les pertes hydriques par évaporation et de maintenir constante la concentration en KOH de la solution d'attaque.

Dans ces conditions, les fonds de gravure obtenus présentent un aspect de type peau d'orange. Cet aspect s'explique par le dégagement gazeux de H_2 qui provoque un effet localisé de masquage pendant l'attaque. Cet effet génère des rugosités dont la hauteur typique pics-creux peut être estimée à 1 μm .

Le point délicat d'une attaque KOH réside dans l'opération de rinçage. En effet, due à la réversibilité de la réaction d'attaque du silicium, un rinçage insuffisant ou trop lent peut mener à la recristallisation du silicium et/ou de la potasse à la surface de ce dernier. Ces cristaux secondaires peuvent être dissous par une nouvelle immersion dans le KOH. Le protocole que nous avons utilisé pour nous affranchir de ces problèmes consiste à rincer énergiquement l'échantillon, dans trois bains successifs d'eau dé ionisée bouillante, tout en limitant le temps d'exposition à l'air libre.

Gravure sèche : attaque ionique réactive (RIE)

L'attaque ionique réactive, dite RIE¹, se déroule dans un bâti où un mélange gazeux est ionisé et forme un plasma. Le bâti a pour but de synthétiser des espèces chimiquement réactives avec le silicium, d'amener ces espèces sur le silicium et d'évacuer les produits volatils de la réaction. L'attaque chimique est assistée par un bombardement d'ions permettant d'activer la réaction [TABELING 03].

Le matériau masquant généralement utilisé pour ce type de gravure du silicium est l'aluminium. Ce dernier peut être déposé² et lithographié facilement avec les équipements de

¹ RIE de l'anglais, Reactiv Ion Etching

² Dépôt de film mince d'aluminium par évaporation (0 – 5000 Angströms)

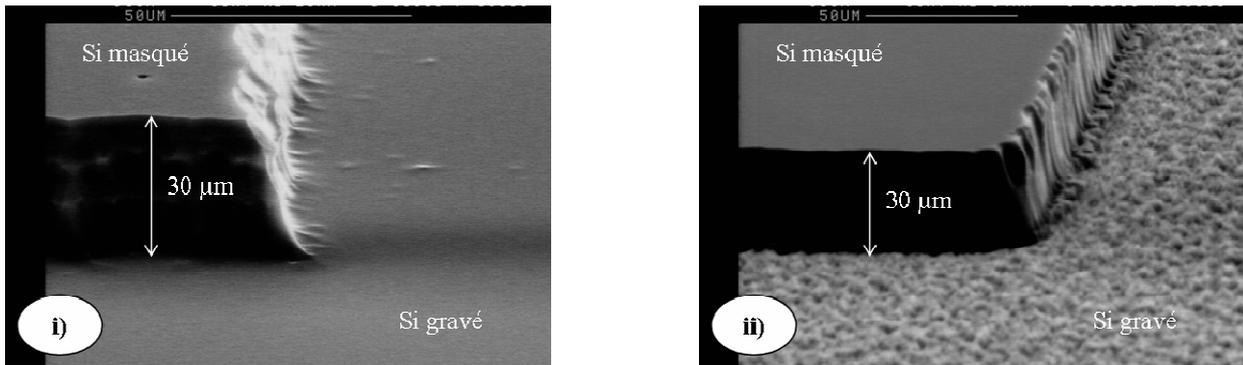


Fig. II. 10 : Photos MEB de deux échantillons gravés en RIE : **i)** sans inhibiteur (masque Al et plasma non oxygéné) et **ii)** avec inhibiteur (masque Al et plasma oxygéné).

la plateforme NanoFab. Certains bâtis DRIE¹ permettent de travailler directement avec des résines photosensibles².

Le principe de fonctionnement d'une attaque RIE est de disposer le substrat silicium à attaquer, sur une électrode couplée capacitivement au plasma. Lorsque ce dernier est composé du gaz fluoré SF₆, le silicium est attaqué chimiquement dans les zones où la réaction est activée par bombardement ionique. Le caractère directionnel du bombardement explique l'anisotropie de ce mode de gravure Fig. II. 10 a. Cependant, pour les applications nécessitant des flancs de gravure verticaux, cette anisotropie peut être augmentée par l'ajout de gaz O₂. Ce gaz réagit avec le masque en aluminium et forme un film de passivation au contact des surfaces dénudées du silicium. En fond de gravure, ce film est détruit par bombardement ionique ce qui permet la poursuite de l'attaque. En revanche, les films formés sur les flancs restent à l'abri et résistent à la gravure. La différence entre ces deux types d'attaque dépend donc de la composition du plasma mais aussi de la chimie du masque utilisé. Par abus de langage, nous désignerons une gravure faite à partir des gaz SF₆ et O₂ sur du silicium recouvert d'aluminium, par une attaque plasma oxygéné. Sans O₂ il s'agira d'une attaque plasma non oxygéné.

Les vitesses de gravure sont relativement faibles avec des plasmas oxygénés³. Pour y remédier, une solution consiste à graver le silicium alternativement avec un plasma non oxygéné puis oxygéné ce qui permet de cumuler les avantages des deux méthodes.

Une autre différence importante entre une attaque RIE oxygénée et non oxygénée est l'état de surface du fond de gravure. La figure II. 10 présente deux photos prises au microscope à balayage électronique (MEB), de deux substrats silicium gravés localement en RIE. Le cliché **i)** présente le résultat d'une attaque non oxygénée. Le fond de gravure est lisse et ne comporte pas d'aspérité de taille supérieure à 0,1 µm. Le cliché **ii)** montre en revanche un fond de gravure rugueux, appelé 'black silicon', obtenu par une attaque RIE oxygénée. Sur cette photo, la dimension typique des aspérités en fond de gravure est de l'ordre de 0,75 µm. L'explication courante concernant la présence de 'black silicon' est la formation d'un film de passivation à partir des impuretés du silicium. Ce film freine localement la gravure du silicium et provoque l'apparition de rugosités.

Le couple Al-Si présente une sélectivité typique de 100 vis-à-vis d'une attaque ionique réactive classique, ce qui ouvre la possibilité de graver par RIE, des microcanaux de section rectangulaire de hauteur inférieure à 30 µm à fond lisse ou rugueux. En microfabrication, la

¹ DRIE de l'anglais Deep Reactiv Ion Etching.

² C'est le cas du bâti DRIE du CIME (Centre Inter-Universitaire de Microélectronique) qui a servi à la réalisation de microcanaux à rugosité contrôlée.

³ Dans des conditions semblables de puissance (alim ~ 45 W) les vitesses d'attaque du silicium avec un masque d'aluminium par les plasmas non oxygénés et oxygénés sont respectivement de 36 µm.h⁻¹ et 8 µm.h⁻¹.

pratique étant toujours complexe, de nombreux essais ont été nécessaires pour parvenir à ce résultat. Les points importants du protocole que nous avons élaboré pour la gravure RIE de microcanaux en silicium, peuvent se résumer ainsi :

- i) Masque RIE: Dépôt par évaporation d'un masque de 3500 Angströms d'aluminium. Vide avant dépôt : $2 \cdot 10^{-6}$ mbar.
- ii) Lithographie : Lithographie avec la résine photosensible Shipley S-18 18. Cette résine est intéressante car elle est compatible avec la solution d'attaque de l'aluminium¹.
- iii) Gravure RIE 1: Utilisation d'un wafer de silicium lisse comme porte échantillon, afin d'obtenir des conditions de gravure homogènes. Thermalisation continue du porte échantillon à 10 °C.
- iv) Gravure RIE 2 : Alternance des phases de gravure et de thermalisation sans activation du plasma. Les conditions exactes des attaques faites dans le bâti RIE de Nanofab sont :

Plasma non oxygéné : gravure lisse

- T = 10 °C
- Présence wafer de silicium
- Puissance RF : 20 W, 20 ccm² SF₆
- P = $2 \cdot 10^{-2}$ mbar
- 5 min gravure / 2 min thermalisation ...
- Vitesse d'attaque : 20 $\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$

Plasma oxygéné : gravure rugueuse

- T = 10 °C
- Présence wafer de silicium
- Puissance RF : 40 W, 7 ccm SF₆ et 4 ccm O₂
- P = $2 \cdot 10^{-2}$ mbar
- 5 min gravure / 2 min thermalisation ...
- Vitesse d'attaque : 8 $\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$

c) Le scellement anodique

Une fois le microcanal gravé dans un substrat en silicium, ce dernier doit être refermé hermétiquement par un capot.

En 1969, Wallis et Pomerantz découvrent fortuitement que l'application d'un champ électrique entre une feuille métallique et un verre chauffés, peut produire un fort collage d'origine électrostatique [WAL 69]. Un des intérêts de cet effet est qu'il s'observe à des températures bien plus basses que celles nécessaires aux procédés classiques de soudure thermique. Cette technique limite ainsi l'apparition de contraintes thermiques dans la structure assemblée.

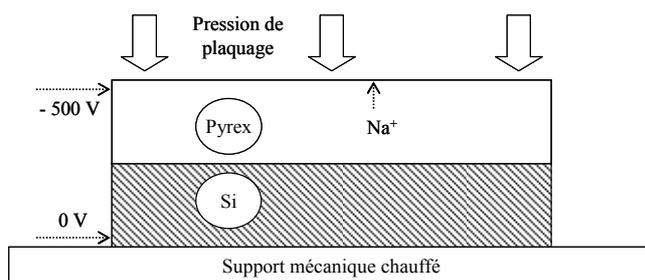


Fig. II. 11 : Schéma de principe du scellement anodique.

Nous avons exploité ce phénomène, appelé scellement anodique, pour refermer les microcanaux gravés dans le silicium. Cette technologie est particulièrement bien adaptée au couple de matériaux silicium/pyrex qui présentent des coefficients d'expansion thermiques similaires³. Ces derniers peuvent donc être assemblés tout en comportant des parties fragiles, ce qui autorise certaines réalisations industrielles comme les capteurs de

pression miniaturisés, à membrane en silicium.

¹ Développeur Microposit MF-319 chauffé à 45 °C : vitesse de gravure de l'aluminium $\sim 1000 \text{ Angströms} \cdot \text{s}^{-1}$.

² ccm : cubic centimeter per minute.

³ Cette propriété est vraie du couple silicium - pyrex #7740.

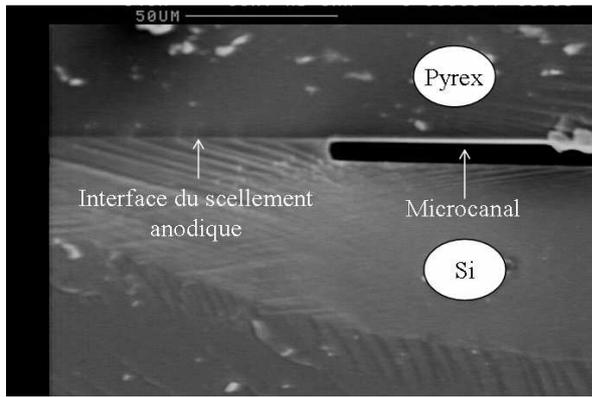


Fig. II. 12 : Observation MEB de la tranche d'un microcanal silicium-pyrex clivé (coupe transversale)-résultat d'un scellement anodique.

Le pyrex, matériau riche en ions sodium Na^+ , est un isolant électrique mais à partir de $400\text{ }^\circ\text{C}$, ces ions sodium deviennent mobiles. L'application d'une polarisation négative fait migrer ces ions à la cathode, où ils se neutralisent en formant des cristaux de sodium (Fig. II. 11). En migrant, ces ions laissent dans le pyrex des charges fixes qui créent un champ électrostatique intense avec les charges positives du silicium. En conséquence, les surfaces des deux matériaux mis en contact sont attirées l'une par l'autre et des liaisons Si-O-Si sont suspectées de se former au niveau de l'interface du scellement [LEE 99].

La réussite d'un scellement anodique nécessite un état de surface irréprochable pour les surfaces du silicium et du pyrex à assembler. Celles-ci doivent donc être épargnées par les étapes de microfabrication précédentes. Le protocole suivi durant cette thèse pour réaliser un scellement anodique peut être décrit de la manière suivante :

- ◆ Nettoyage pendant 10 min des deux substrats à l'acide nitrique chaud ($80\text{ }^\circ\text{C}$). Rinçage à l'eau dé-ionisée.
- ◆ Mise en place des échantillons et chauffage. Thermalisation à $460\text{ }^\circ\text{C}$ pendant deux heures.
- ◆ Application de la pression de plaquage¹ et polarisation de la cathode à -500 V . Après extinction du courant ionique de scellement (5 min), arrêt de la polarisation, du chauffage et relâchement de la pression de plaquage.
- ◆ Refroidissement en deux heures.

La photo reproduite Fig. II. 12 est le résultat d'un scellement anodique entre un substrat silicium gravé d'un microcanal et un capot en pyrex. L'échantillon a été clivé, recouvert par évaporation de quelques nanomètres d'or et observé au MEB par la tranche. Le cliché montre la qualité parfaite du scellement entre le pyrex et le silicium. Le même constat aurait pu être établi par une observation du scellement à travers le pyrex. La progression du collage se traduit en effet par un assombrissement de la surface de scellement, lié à la disparition des franges d'interférence formées par la lame d'air comprise entre le pyrex et le silicium.

Le type de montage présenté Fig. II. 12 s'est révélé parfaitement étanche et résistant jusqu'à des niveaux de pression interne de 25 bars. La technique du scellement anodique bénéficie par ailleurs, d'une fiabilité accrue et d'une mise en œuvre aisée par rapport au collage de type Si-Si. Elle a donc servi de base à l'élaboration de tous les microcanaux silicium-pyrex réalisés au cours de cette thèse.

d) Les connexions hydrauliques

La réalisation d'expériences microfluidiques nécessite de disposer d'une connectique hydraulique étanche, reliant le banc d'essai de dimension macroscopique au microcanal. Ce type de connectique n'existant pas dans le commerce, il nous a fallu la concevoir. Celle-ci se devait d'être étanche, de résister à des pressions de 25 bars et de supporter l'humidité.

¹ Pour tous les scellements réalisés, nous avons travaillé avec une force de plaquage tarée à 200 N et appliquée par l'intermédiaire d'une pièce circulaire de surface de 1 cm^2 .

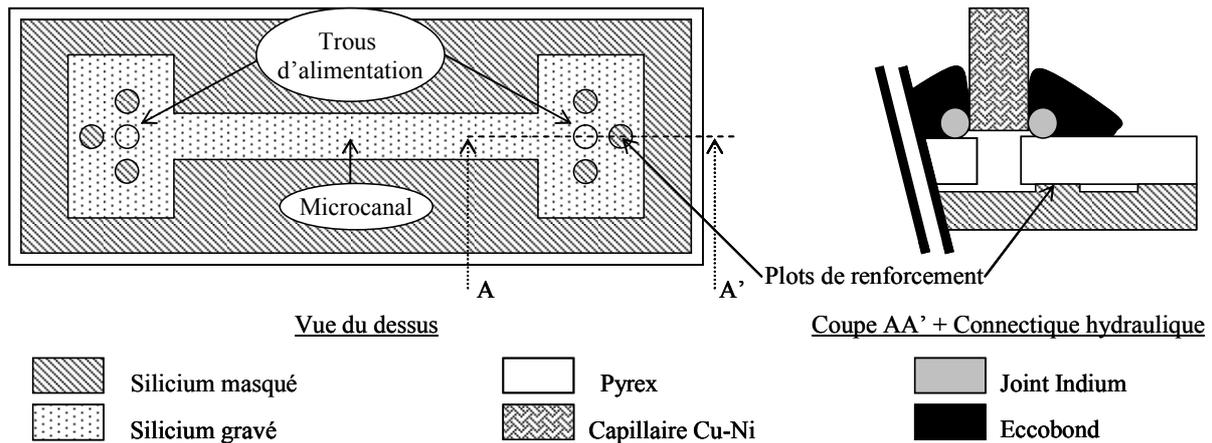


Fig. II. 13 : A gauche, un microcanal silicium-pyrex après le scellement anodique (vue du dessus). A droite, la connectique hydraulique représentée en coupe.

L'alimentation fluide d'un microcanal transite par des trous percés dans le pyrex au moyen d'un désintégrateur à ultrasons¹. Ces trous sont positionnés au milieu de plots en silicium dont la face supérieure offre une surface de scellement supplémentaire, ce qui permet de renforcer la tenue mécanique du dispositif au niveau des réservoirs Fig. II. 13.

La figure II. 13 montre que la connectique hydraulique est réalisée par un capillaire en cupronickel² disposé face aux trous d'alimentation. Un collier d'indium³ réalise un premier niveau d'étanchéité. Celui-ci est complété par de l'Eccobond⁴ qui assure également la tenue mécanique de l'ensemble. A l'autre bout du capillaire, des raccords 'trois pièces', conçus et réalisés par P. Brosse-Marron⁵, permettent de se raccorder à la boucle d'essais.

Nos essais ont montré que cette connectique était étanche et résistante à des pressions de 25 bars. Elle a donc été utilisée pour toutes nos réalisations.

II. 2. 2 Premières mesures du frottement

La mesure des frottements dans les canaux silicium-pyrex dont le diamètre hydraulique est inférieure à 100 μm doit s'affranchir des pertes de charges locales à leurs extrémités et des effets d'entrée qui affectent, en régime laminaire, la linéarité de la courbe de la perte de charge en fonction du nombre de Reynolds. Nous avons travaillé sur la caractérisation de plusieurs méthodes expérimentales destinées à obtenir des mesures de perte de charge. Cette partie présente les résultats, conclusions et perspectives que nous avons dégagés.

Les résultats exposés ici ont été obtenus sur un banc d'essais qui a évolué au cours de cette thèse et dont la forme définitive sera présentée ultérieurement. A ce stade de l'étude, ce banc était composé d'un réservoir de liquide mis sous pression par de l'air comprimé, d'une balance de précision (+/- 1 mg) et d'un manomètre à aiguille (0-6 bars) pour la mesure de la

¹ Le principe d'un désintégrateur à ultrasons est de projeter localement des particules abrasives (carbure de brome par exemple) sur la surface à usiner. Pour ce faire, un foret d'un millimètre de diamètre est vissé sur une tête de perçage vibrant à des fréquences ultrasonores. Le foret est approché de la surface à traiter sur laquelle, une goutte d'une suspension aqueuse de particules abrasives a été préalablement déposée. Une fois réglée la force d'appui du foret, le perçage peut débuter. Ce type d'usinage peut être réalisé sur des substrats en silicium ou en pyrex.

² Capillaire en cupro-nickel de diamètres interne et externe respectivement égal à 1 mm et 1,5 mm, pour un diamètre de trou d'environ 800 μm .

³ L'indium est un métal malléable à température ambiante. Cette texture lui confère la propriété d'adhérer sur les surfaces propres.

⁴ Eccobond 285: résine bi composants.

⁵ De l'atelier cryo-mécanique du CRTBT.

pression amont. L'aval débouchait quant à lui à la pression atmosphérique et le liquide circulant dans le microcanal était collecté par un récipient disposé sur une balance de précision, dispositif permettant le calcul du débit par la méthode de la pesée.

Nous rappelons que tous les canaux réalisés ont une section de passage, où la largeur b est grande devant la hauteur h , afin d'obéir au formalisme simple d'un écoulement bidimensionnel.

a) Méthode de Couette – Mesure globale

La méthode de Couette consiste à graver sur un wafer de silicium 3'', deux canaux identiques de largeur $b = 3$ mm, de profondeur $h = 53 \mu\text{m}$, mais de longueurs respectives $L_1 = 20,5$ mm et $L_2 = 36,5$ mm différentes. Ces canaux sont obtenus par gravure humide dans une solution de KOH. Chaque canal est relié au montage macroscopique par une connectique identique afin que les pertes de charges parasites et les effets d'entrée soient identiques pour un débit donné.

Le principe expérimental consiste à mesurer, pour chaque canal i ($i = 1, 2$), le débit massique consécutif à l'application d'une pression à l'amont notée $(P_{amont})_i$. Ces résultats contiennent les effets indésirables que l'on souhaite éliminer. Ces effets peuvent être retranchés en calculant, à débit donné, la différence $(P_{amont})_2 - (P_{amont})_1$. Celle-ci peut être interprétée comme la perte de charge d'un écoulement en régime établi dans un microcanal virtuel de longueur $L_2 - L_1$. Cette méthode, due à Maurice Couette, permet de s'affranchir des effets singuliers dans une mesure de type entrée/sortie.

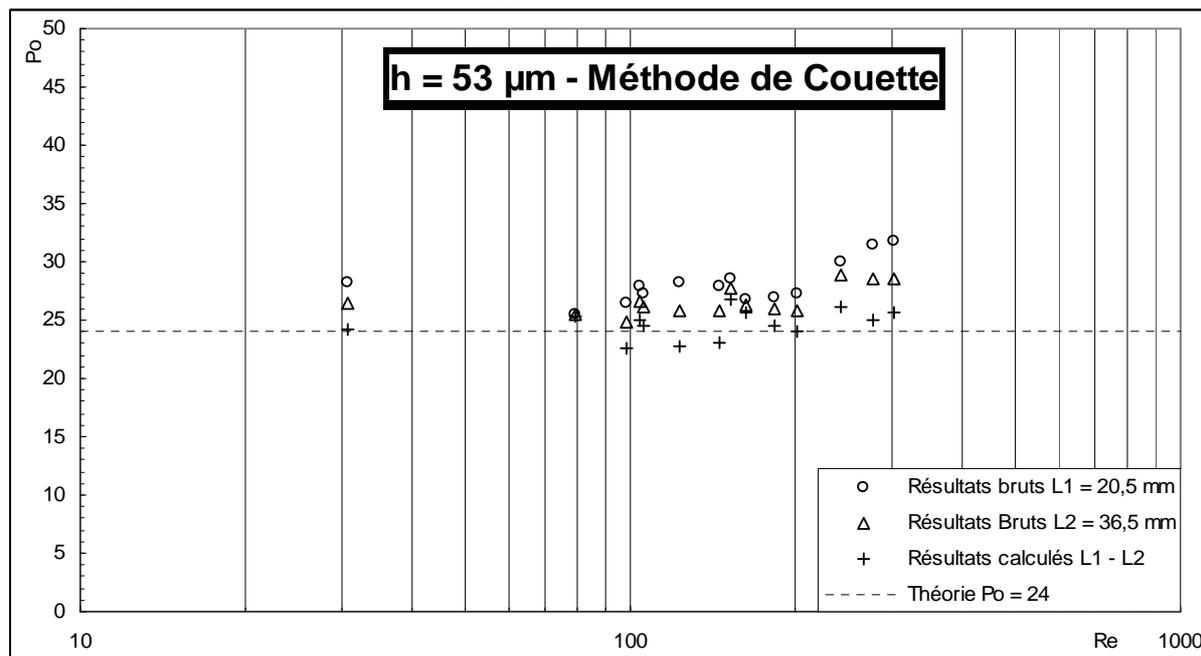


Fig. II. 14 : Nombre de Poiseuille expérimental en régime laminaire pour un microcanal de hauteur 53 µm. Les signes évidés correspondent aux résultats bruts. Les croix sont les valeurs déduites par la méthode de Couette.

L'application de cette méthode nécessite de disposer d'écoulements établis sur une longueur suffisante. Ceci peut être analysé au moyen de la longueur adimensionnelle du canal L^+ . Dans notre expérience, la valeur minimale de cette dernière (L^+_{min} de 0,7) est obtenue pour un nombre de Reynolds de 300 dans le canal de longueur L_1 . Cette valeur étant grande

devant la longueur d'établissement adimensionnelle pour ce type d'écoulement¹, la méthode de Couette peut être appliquée.

La figure II. 14 représente la valeur expérimentale du nombre de Poiseuille Po en fonction de Re . Des résultats bruts, nous tirons un nombre Po qui montre une surestimation des frottements par rapport à la théorie du régime établi. Cet effet est en réalité dû aux pertes de charge parasites, ce qui est confirmé par les résultats analytiques obtenus en appliquant la méthode précédemment décrite. Cette dernière ramène en effet les points à la valeur classique du nombre de Poiseuille en régime laminaire.

Cette méthode a cependant l'inconvénient d'être indirecte, en nécessitant deux séries de mesures pour obtenir une courbe, ce qui se traduit notamment par le cumul des incertitudes expérimentales. Une autre difficulté vient de la réalisation de circuits hydrauliques identiques à l'exception de la longueur des microcanaux. Cette exigence est particulièrement pénalisante aux petites échelles où il est difficile de garantir l'absence d'irrégularité sur la totalité de la longueur d'un microcanal². Enfin, il est délicat pour chaque canal, d'atteindre un débit préalablement fixé comme l'exige cette méthode. Ces considérations nous ont amené à nous orienter vers des méthodes reposant sur la mesure locale de la pression.

b) Sonde de pression à poche d'air – Mesure locale

La construction de sondes de pression à poche d'air consiste à graver dans le silicium, en une étape unique, les réservoirs, le microcanal ainsi que perpendiculaires à ce dernier, trois rainures de 30 μm de large et 1500 μm de long régulièrement réparties le long du canal. Dans ce type de montage, la profondeur des rainures et la hauteur du canal sont identiques et égales à la profondeur gravée du silicium. Une fois l'ensemble scellé et connecté, on introduit délicatement l'eau dans le microsystème afin d'isoler une poche d'air à pression atmosphérique dans chaque rainure Fig. II. 15. L'observation optique de la position de l'interface eau-air et l'hypothèse que, dans les conditions opératoires, l'air se comporte comme un gaz parfait à température constante, permettent d'accéder à la valeur locale de la pression au sein du microécoulement. Un microscope gradué et une balance pour la mesure du débit par pesée suffisent alors pour déterminer les frottements du microécoulement.

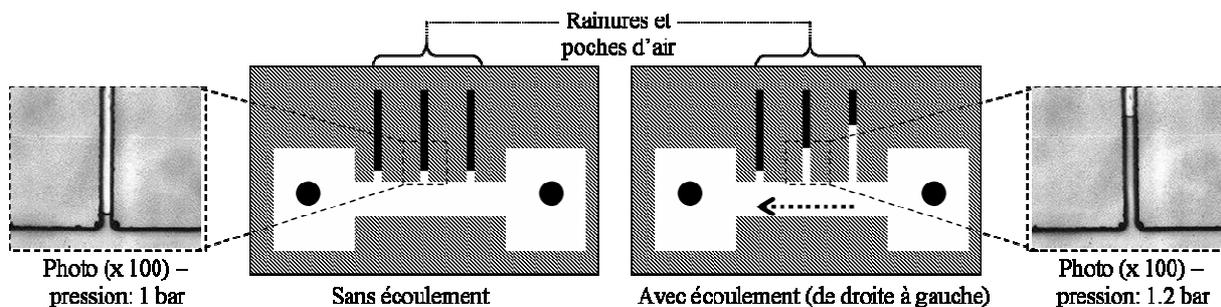


Fig. II. 15 : Principe de la mesure locale de perte de charge dans un microcanal silicium-pyrex : sondes à poche d'air.

Plusieurs échantillons avec différents états de surface ont été réalisés en RIE. Les canaux lisses ont été obtenus à partir d'un plasma non oxygéné, les semi-rugueux à partir d'un plasma oxygéné. Les deux canaux lisses ont les caractéristiques suivantes : $b = 1 \text{ mm}$ et $h = 23 \mu\text{m}$, $b = 500 \mu\text{m}$ et $h = 12 \mu\text{m}$. Les canaux semi-rugueux ont quant à eux les dimensions suivantes : $b = 500 \mu\text{m}$ et $h = 23 \mu\text{m}$, $b = 1 \text{ mm}$ et $h = 15 \mu\text{m}$. Les courbes reproduites dans ce

¹ Nous rappelons que la longueur adimensionnelle d'établissement pour un écoulement laminaire dans un canal bidimensionnel peut être estimée par : $L_{et}^+ \approx 0.05$

² Des irrégularités peuvent être liées à des poussières présentes pendant l'étape de lithographie, ou à des défauts de gravure.

mémoire Fig. II. 16 soulignent la prudence requise dans l'analyse de tels résultats expérimentaux.

A bas nombre de Reynolds, nous constatons une baisse d'environ 15 % du nombre de Poiseuille par rapport à la valeur attendue en régime laminaire. Pour des nombres de Reynolds supérieurs à 30 dans le cas lisse et à 100 pour les microcanaux semi-rugueux, nous constatons une augmentation significative du nombre de Poiseuille.

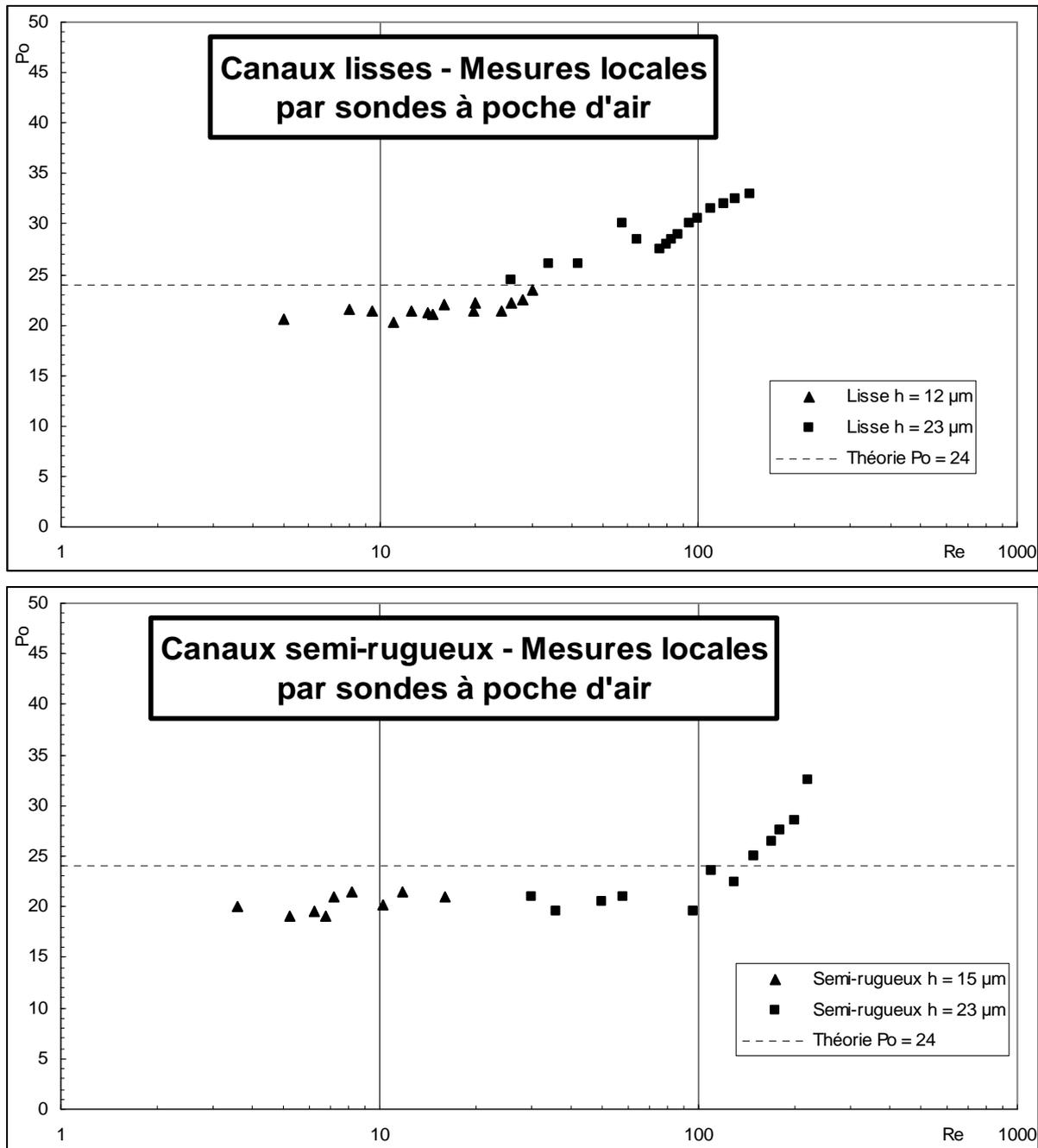


Fig. II. 16 : Nombre de Poiseuille expérimental mesuré localement par des sondes à poche d'air. En haut, pour des canaux lisses, en bas, pour des canaux semi-rugueux.

Cette déviation pourrait laisser penser qu'une transition à la turbulence apparaît de façon anticipée par rapport aux écoulements des échelles conventionnelles. En réalité, ce comportement doit être interprété avec plus de soin. En effet, pour des niveaux de pression supérieurs à 3 bars, l'incertitude sur la lecture optique du volume d'air devient trop forte. Un

important d'étapes de microfabrication, à leur compatibilité, mais également au fait de travailler sur les deux faces d'un même échantillon. Nous nous sommes attachés à mettre au point ce procédé de fabrication, pendant près d'une année.

Nous avons travaillé à partir de wafers de silicium orientés $\langle 100 \rangle$, polis et nitrurés¹ double face, de 500 μm d'épaisseur.

La première étape consiste à dégager par lithographie dans le nitrure, deux fenêtres rectangulaires de 4 mm x 2.9 mm, sur la face avant du silicium. L'échantillon est ensuite immergé dans une solution de KOH et gravé sur environ 400 μm . Nous formons ainsi les membranes constituant les éléments déformables des capteurs de pression Fig. II. 17 a. Après un rinçage abondant et un nettoyage acide, la face avant du silicium est recouverte par évaporation d'un masque de 3500 Angströms d'aluminium.

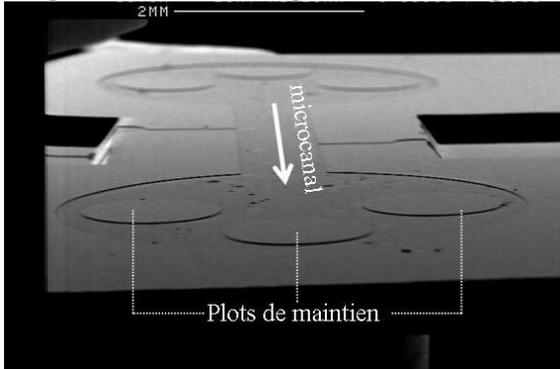


Fig. II. 18 : Photo MEB d'un microcanal équipé de prises de pression et de membranes déformables

L'étape de lithographie suivante consiste à révéler, dans le masque d'aluminium, le motif du microcanal avec ses réservoirs et les prises de pression menant aux microcapteurs. Ces motifs sont gravés par RIE dans le silicium, sur une profondeur de quelques microns correspondant à la hauteur du microcanal étudié Fig. II. 17 b. Après la gravure, l'aluminium et le nitrure sont éliminés en face avant. La figure II. 18 présente la photo MEB d'un échantillon à cette étape du procédé de fabrication. Au premier plan, nous y distinguons trois plots de maintien disposés dans le réservoir amont, qui ont pour but de renforcer la tenue

mécanique du dispositif (voir Fig. II. 13). Au milieu de la photo et de part et d'autre du microcanal apparaissent les cavités dégagées dans le silicium pour former les membranes des microcapteurs de pression. Sous cet angle de vue, les deux prises de pression sont juste perceptibles sous forme de traits horizontaux reliant le canal aux cavités.

Parallèlement à ce travail, les trous d'alimentation hydrauliques sont usinés par un désintégrateur à ultrasons dans un substrat de verre pyrex #7740. Le pyrex et le silicium sont ensuite lavés à l'acide nitrique chaud pendant 10 min, rincés à l'eau déionisée, séchés sous azote, puis alignés et scellés anodiquement Fig. II. 17 c. La présence de ces trous impose aux étapes de microfabrication succédant au scellement, d'être sèches en face avant, pour éviter la pollution du microcanal.

Après le scellement, nous déposons par pulvérisation magnétron², sur la face arrière du silicium qui est encore nitruré, 5 nm de W-Ti pour l'accroche, surmontés de 300 nm de Cu-Ni. La couche de nitrure permet d'isoler électriquement le dépôt métallique du substrat en silicium. Une étape de lithographie supplémentaire forme un masque de résine sur ce dépôt qui est ensuite gravé par attaque ionique³. Après le retrait de la résine de masquage, les jauges de contrainte en Cu-Ni apparaissent en face arrière des membranes en silicium Fig. II. 17 d. Le microsystème constitué d'un microcanal et de deux sondes de pression est alors prêt pour les connexions hydrauliques et électriques au banc d'essais.

¹ Si_3N_4 de 100 nm.

² Les dépôts par pulvérisation magnétron de cette thèse ont été réalisés par Jean-Luc Garden, Emmanuel André et Pierre Lachkar du pôle biologie et nanocalorimétrie du CRTBT.

³ Même remarque que pour le bâti magnétron.

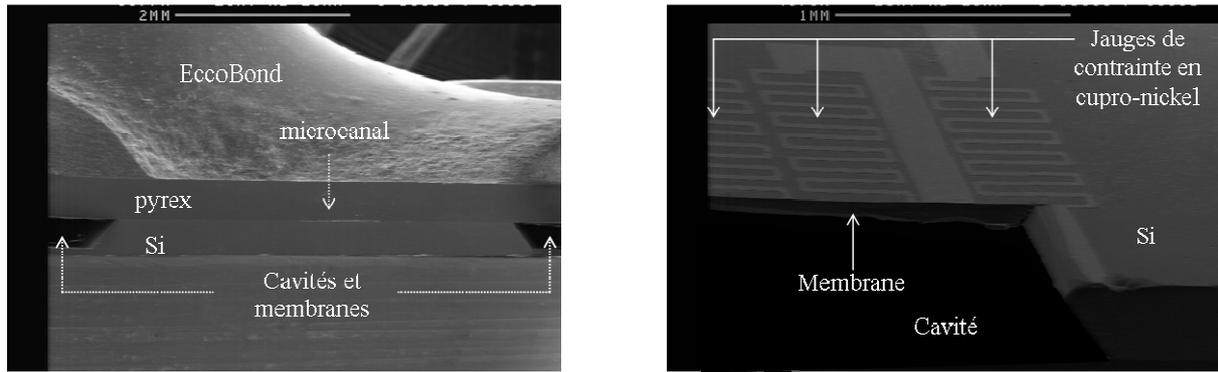


Fig. II. 19 : A gauche, microcanal silicium-pyrex équipé de microcapteurs de pression clivé et observé au MEB par la tranche. A droite, vue rapprochée de la face arrière d'un microcapteur : pont de jauges sur une membrane en silicium clivée.

La figure II. 19 présente deux photos MEB d'un échantillon qui a été clivé. A gauche, nous observons un microcanal silicium-pyrex à jauges de contrainte intégrées observé par la tranche. Cette vue fait apparaître les cavités dégagées dans le silicium pour former les membranes et un microcanal de largeur 1 mm et de hauteur $7\ \mu\text{m}$ au centre de la photo. La forme trapézoïdale des cavités est caractéristique de la gravure anisotrope du silicium dans une solution de KOH. La masse surplombant le pyrex est constituée d'EccoBond assurant l'étanchéité et la résistance mécanique de la connectique hydraulique. A droite, la figure II. 19 présente une vue rapprochée des jauges de contrainte disposées en face arrière des membranes en silicium. Leur largeur est de $30\ \mu\text{m}$.

<i>Etapes</i>	<i>Procédés</i>	<i>Recettes et remarques</i>
1. Préparation du silicium	Wafer 4". Clivage pointe diamant d'un carré 60 x 60	Epaisseur 500 μm ; Orienté <100> ; Poli et nitruré double face ; Non dopé
	Nettoyage, Rinçage, Séchage	HNO ₃ 80 °C – 10 min, Eau DI, N ₂
2. Lithographie des membranes et des lignes de clivage (voir étape 5)	Résine S 18 18	
	Attaque RIE du Si ₃ N ₄	3 min – plasma SF6 20 W
	Retrait résine, Séchage	Acétone, Alcool, Eau DI, N ₂
3. Gravure des membranes et des lignes de clivage	Attaque KOH	Solution à 40 %
	Rinçage	3 bains eau DI bouillante
	Nettoyage, Rinçage, Séchage	HNO ₃ 80 °C – 10 min, Eau DI, N ₂
4. Lithographie du canal, des réservoirs et des prises de pression	Dépôt du masque Al	3500 Angströms par évaporation – Vide avant dépôt : 2 10 ⁻⁶ mbar
	Résine S 18 18	Voir tableau II. 6
	Attaque masque Al	Microposit MF 319 à 45 °C
	Retrait résine, Séchage	Acétone, Alcool, Eau DI, N ₂
5. Individualisation des échantillons	Clivage	Entailles triangulaires (largeur 350 μm ; profondeur 250 μm) obtenus par gravure KOH
6. Gravure du canal, des réservoirs et des prises de pression	Gravure plasma RIE	Voir § sur gravure RIE
	Retrait masque Al	Voir tableau II. 6
	Retrait Si ₃ N ₄	Microposit MF 319 à 45 °C 3 min – plasma SF6 20 W
7. Mesure des dimensions du canal	Profilomètre Dektat	Observation MEB
8. Perçage du capot pyrex	Découpe d'un wafer pyrex #7740	Découpe scie diamant au CIME
	Collage du pyrex sur un porte-substrat	Collage à la cire
	Perçage par un désintégreteur à ultrasons	
	Décollement et nettoyage	Trichloréthylène et bac à ultra-sons
9. Assemblage Si – Pyrex	Nettoyage, Rinçage, Séchage Scellement anodique	HNO ₃ 80 °C – 10 min, Eau DI, N ₂
10. Dépôt cupronickel sur la face arrière	Dépôt par pulvérisation magnétron	5 nm W-Ti et 300nm Cu-Ni Vide avant dépôt : 2 10 ⁻⁷ mbar ; 150 °C
11. Lithographie des ponts de jauges de contrainte	Résine S 18 18	
	Développement et rinçage sec pour la face avant	Voir tableau II. 6
	Durcissement	Recuit 5 min à 130 °C
	Attaque ionique du cupronickel Retrait résine	Voir tableau II. 6 Voir tableau II. 6

Tableau II. 5 : Elaboration détaillée d'un microcanal à jauges de contrainte intégrées.

Le tableau II. 5 reprend ce procédé de façon plus détaillée. Les étapes 1 à 5 de fabrication sont menées sur un carré de silicium de 60 mm x 60 mm, abritant 6 échantillons de 15 mm x 20 mm. Ces derniers sont individualisés par clivage avant l'étape de gravure RIE du canal et des prises de pression. Le clivage s'effectue le long d'entailles de forme triangulaire, gravées par KOH en même temps que les membranes. Leur largeur (350 μm) a été choisie pour que la profondeur gravée¹ (environ 250 μm) corresponde à la moitié de l'épaisseur du wafer de silicium. Ce mode de production en parallèle améliore le rendement des étapes d'élaboration 1 à 4, ce qui s'est avéré intéressant au regard du nombre important d'essais qui ont été nécessaires pour la mise au point de ce procédé. Après ces étapes de microfabrication, chaque

¹ L'attaque KOH le long d'une ligne s'arrête lorsque les flancs de gravure (voir Fig. II. 9) se rejoignent et forment une section triangulaire.

échantillon est équipé de connecteurs hydrauliques et relié aux circuits électroniques d'alimentation et de mesure par des contacts à la microsouduse.

<u>Problèmes</u>	<u>Solutions</u>
1. Gravure KOH des membranes : défauts de masquage	Cause : Nitrure poreux. Se procurer du nitrure de très bonne qualité.
2. Lithographie du canal, des réservoirs et des prises de pression : résine UI-310 ne résiste pas à l'attaque du masque d'aluminium	Utiliser de la résine S-18 18 compatible avec la solution d'attaque de l'aluminium (microposit MF 319 à 45 °C)
3. Lithographie du canal, des réservoirs et des prises de pression : bourrelet de résine lié aux cavités, au niveau des prises de pression	Surinsolation locale (spot de diamètre 200 µm) du bourrelet de résine au microscope.
4. Gravure RIE du canal, des réservoirs et des prises de pression : détérioration du masque d'aluminium	Prévoir un masque d'aluminium de 3500 Angströms. Thermalisation du porte échantillon à 10 °C. En RIE, alterner les phases d'attaque et de repos pour éviter la surchauffe du masque d'Al.
5. Gravure RIE du canal : détérioration du Si ₃ N ₄ en face arrière du silicium	Plaquer l'échantillon sur un wafer lisse en silicium pour limiter le contact entre le nitrure en face arrière et le plasma.
6. Lithographie des ponts de jauges de contrainte : pollution du microsysteme par les trous d'alimentation du pyrex	Mis en place d'un procédé de lithographie sec pour la face pyrex (trouée) : développement et rinçage sur tournette.
7. Lithographie des ponts de jauges de contrainte : bullage de la résine pendant l'attaque ionique du cupronickel	Améliorer le dégazage de la résine avant l'attaque ionique : recuit 5 min à 130 °C puis thermalisation dans le bâti d'attaque, sous vide à 10 °C pendant 2 heures ; soigner le contact électrique pour l'évacuation des charges.
8. Lithographie des ponts de jauges de contrainte : difficulté du retrait de la résine durcie pendant l'attaque ionique	Retrait de la résine par du papier optique imbibé d'acétone. Procédé sec pour la face pyrex.

Tableau II. 6 : Difficultés rencontrées et solutions mises en place pour la réalisation de microcanaux à jauges de contrainte intégrées.

La réalisation des microcanaux à jauges de contrainte intégrées s'est heurtée à de nombreuses difficultés techniques. Ces dernières ont pu être contournées grâce aux solutions décrites dans le tableau II. 6. Néanmoins, le rendement de ce type de réalisation est resté très variable. Aux problèmes méthodologiques, il faut en effet ajouter les aléas de la microfabrication comprenant notamment les erreurs de manipulation (maladresse, énervement...), les problèmes de propreté (poussières, rinçage, ...), et les problèmes matériels (maintenance, réparation...). Malgré la maîtrise du procédé, la production de quelques échantillons de ce type est restée délicate et très coûteuse en temps.

b) Géométrie des microcanaux

Les caractéristiques géométriques données dans cette partie concernent les microcanaux à jauges de contrainte intégrées. La taille des membranes réalisées ainsi que la disposition des jauges de contrainte sera détaillée dans le paragraphe suivant.

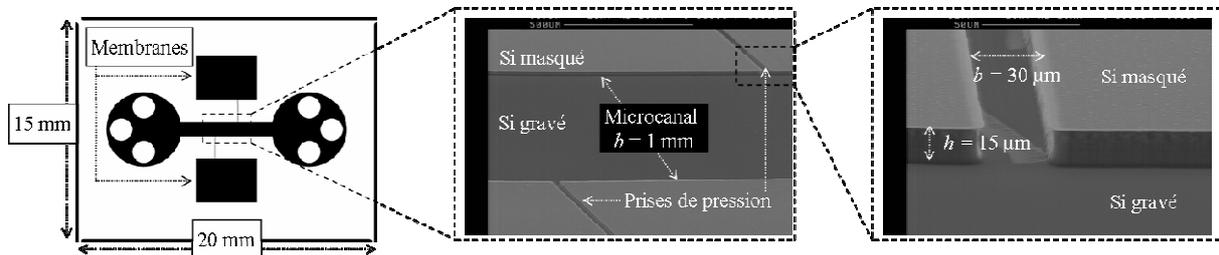


Fig. II. 20 : A gauche, géométrie de la face avant des microcanaux à jauges de contrainte intégrées : réservoirs circulaires, plots de maintien, microcanal, prises de pression et membranes. Au milieu, vue MEB d'un microcanal entre deux prises de pression. A droite, vue MEB d'une prise de pression.

La figure II. 20 montre trois vues d'un microcanal à jauges de contraintes intégrées, obtenues à l'étape 7 du tableau II. 5. Le schéma de gauche présente la géométrie exacte utilisée. La couleur noire identifie les zones gravées dans le silicium. Nous pouvons distinguer les membranes formées par l'attaque KOH du reste de la géométrie (réservoirs, prises de pression et microcanal) gravé par RIE. Sur ce plan apparaissent également, les six plots de maintien mécanique disposés dans les réservoirs. Les clichés de droite sont deux photos MEB de la partie centrale du microcanal. Nous montrons tout à droite, le détail d'une prise de pression. Sa largeur est de 30 µm et sa profondeur correspond à celle du microcanal. La très bonne définition géométrique des prises de pression assure la localisation de la mesure de pression.

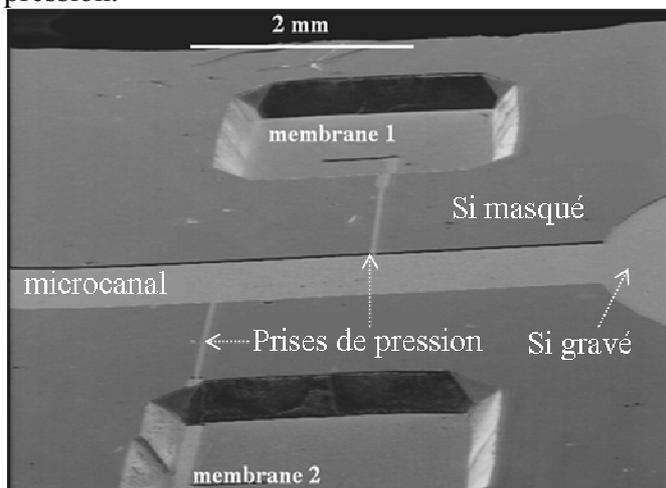


Fig. II. 21 : Photo MEB d'un microcanal (7 µm x 1 mm x 6 mm) à capteurs de pression intégrés : vue rapprochée de la partie centrale.

La figure II. 21 présente un cliché MEB d'un microcanal équipé de prises de pression et de membranes déformables. La longueur du microcanal est de 6 mm, sa largeur est de 1 mm et les prises de pression, symétriquement réparties autour du centre du canal, sont espacées de 1,5 mm. A droite de la photo nous distinguons une portion de disque correspondant au réservoir d'entrée du microcanal. La distance de la première prise de pression à ce réservoir est de 2,25 mm. Les longueurs des prises de pression entre le canal et les capteurs sont de 1,5 mm. Enfin, la profondeur de gravure des cavités est d'environ 400 µm et les membranes ainsi formées ont une épaisseur avoisinant la centaine de microns.

épaisseur avoisinant la centaine de microns.

c) Dimensionnement des capteurs

Le principe de fonctionnement des capteurs de pression développés, consiste à soumettre des jauges de contrainte à la déformation de la membrane qui les supporte. La variation géométrique d'une jauge de contrainte se traduisant par une variation de sa résistance électrique, il est possible d'exploiter cet effet pour identifier l'amplitude de la déformation de la membrane et remonter ainsi à la pression de sollicitation. On parle alors de capteurs à jauges piezo-résistives.

Le rapport entre la variation relative de la résistance d'une jauge et son allongement, fait apparaître le facteur de jauge noté j :

$$j = \frac{dR/R_0}{dL/L_0} \quad (\text{II - 1})$$

Pour les métaux, il est généralement admis que l'effet de jauge est uniquement lié au rétrécissement de la section de passage du conducteur ainsi qu'à son allongement. Nous calculons que dans ce cas, le facteur de jauge d'un matériau de coefficient de Poisson ν_p , prend la forme suivante¹ :

$$j = 1 + 2\nu_p \quad (\text{II - 2})$$

Pour le cupronickel, le facteur j peut donc être estimé à 2 en supposant des déformations incompressibles². Certains matériaux, comme le silicium poly-cristallin par exemple, présentent des facteurs j de l'ordre de la centaine [HUA 02]-[MAL 03]. Dans ce cas c'est la déformation du réseau cristallin qui contribue majoritairement à l'effet de jauge, mais celui-ci s'accompagne alors de fortes dérives thermiques. Le cupronickel bénéficie quant à lui d'une bonne stabilité en température³ et il présente l'avantage pour notre application, d'être déposable avec les équipements de la plateforme Nanofab.

La déformation d'une membrane rectangulaire encastrée, de grande longueur comparativement à sa largeur, et soumise à une surpression uniforme P , peut être calculée en supposant que chaque bande transversale de cette membrane se comporte comme une poutre de section rectangulaire soumise à l'action d'une charge uniforme. Cette hypothèse revient à négliger les effets de bords tridimensionnels, et permet d'estimer analytiquement la déformée d'une telle membrane. Nous ne reproduirons pas dans ce mémoire les détails de ce calcul, mais un lecteur intéressé peut se reporter à des cas similaires rapportés dans l'ouvrage de Timoshenko [TIMOSHENKO 49] pp 105-142. Notons tout de même qu'une bande, élément de la plaque, a une rigidité de flexion supérieure à celle d'une barre isolée de même section transversale, dans la proportion de 1 à $1 - \nu_p^2$. Cet effet vient du blocage de la contraction latérale des fibres, qui provoque l'apparition d'une contrainte transversale supplémentaire par rapport au cas de la poutre isolée. Nous calculons que la déformation bidimensionnelle $y(x)$, d'une membrane rectangulaire d'épaisseur t , de largeur l_{mem} et de grande longueur, de module d'Young E_Y , soumise à une pression P , a la forme suivante :

$$y(x) = \frac{P(1-\nu_p^2)}{2E_Y t^3} \left[\left(\frac{l_{mem}}{2} \right)^2 - x^2 \right]^2 \quad (\text{II - 3})$$

Pour établir ce résultat, il a été admis que les déformations sont petites comparativement à l'épaisseur de la membrane et que, durant la flexion, les lisières principales peuvent se

¹ Au premier ordre des déformations.

² L'hypothèse d'une déformation incompressible est équivalente à un coefficient de Poisson égal à ½.

³ Nous avons mesuré un coefficient $\alpha_T = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT}$ voisin de 100 ppm. K⁻¹ pour le cupronickel déposé dans le bâti magnétron.

déplacer librement dans le plan de la membrane. Cette remarque amène à penser que l'équation précédente surestime la déformation réelle de la membrane.

De cette équation, nous pouvons tirer la valeur de la flèche maximum, notée y_{max} , au centre de la membrane :

$$y_{max}(x=0) = \frac{P}{32} \frac{(1-\nu_P^2)}{E_Y t^3} l_{mem}^4 \quad (\text{II-4})$$

Il est intéressant de noter que cette valeur est plus importante, dans un rapport 8/3, que la flèche au centre d'une membrane circulaire de même épaisseur et de diamètre égal à la largeur de la membrane. L'application numérique de la formule précédente pour des membranes rectangulaires en silicium¹, telles que celles utilisées pour nos capteurs, donne pour 10 bars une flèche maximale de 4,2 μm .

Une estimation au premier ordre de la déformation d'une portion de bande transversale de la membrane est donnée par l'équation suivante où K_I désigne un coefficient de proportionnalité :

$$\frac{dL}{L_0} = K_I \frac{y_{max}}{l_{mem}} \quad (\text{II-5})$$

Pour une jauge de résistance électrique R_i , placée le long de la bande considérée précédemment, la déformation de la membrane se traduit par une variation de résistance :

$$\frac{dR_i}{R_0} = jK_i \frac{y_{max}}{l_{mem}} \quad (\text{II-6})$$

L'équation (II-3) présente deux points d'inflexion situés respectivement en :

$$x_{1,2} = \pm \frac{\sqrt{3}}{3} \frac{l_{mem}}{2} \quad (\text{II-7})$$

Ces points d'inflexion délimitent une zone centrale étirée d'une zone périphérique comprimée. En conséquence, la résistance des jauges incluses dans $[x_1; x_2]$ sera diminuée et celle des jauges extérieures à $[x_1; x_2]$ sera augmentée lors de la déformation de la membrane. La disposition de quatre jauges, dans un pont de Wheatstone tel que celui représenté Fig. II. 17 d, permet de cumuler ces deux effets. Avec V_i , le potentiel électrique de la borne i ($i = 1..4$) du pont, et R_i la résistance entre les bornes i et $i + 1$, le déséquilibre du pont s'écrit :

$$V_4 - V_2 = (V_3 - V_1) \left(\frac{R_4}{R_3 + R_4} - \frac{R_1}{R_1 + R_2} \right) \quad (\text{II-8})$$

Pour un pont alimenté par une tension $V_3 - V_4$ et en supposant une résistance au repos noté R_0 , identique pour toutes les jauges, l'effet de la déformation sur l'équilibre du pont s'écrit :

$$\frac{d(V_4 - V_2)}{V_3 - V_1} = \frac{1}{4R_0} (dR_4 - dR_3 + dR_2 - dR_1) \quad (\text{II-9})$$

avec $(dR_2, dR_4) > 0$ et $(dR_1, dR_3) < 0$. En combinant cette dernière équation avec l'expression (II-6), nous formons la sensibilité théorique des capteurs de pression à jauges de contrainte :

$$\frac{d(V_4 - V_2) / (V_3 - V_1)}{P} = K j \frac{(1-\nu_P^2)}{E_Y} \left(\frac{l_{mem}}{2t} \right)^3 \quad (\text{II-10})$$

où K est une constante expérimentale déterminée pour chaque capteur.

¹ Membranes rectangulaires en silicium de 3,4 mm x 2,3 mm, de 100 μm d'épaisseur, et ayant un module d'Young et un coefficient de Poisson de respectivement $2 \cdot 10^{11}$ Pa et 0,2.

d) Caractérisation et étalonnage des capteurs

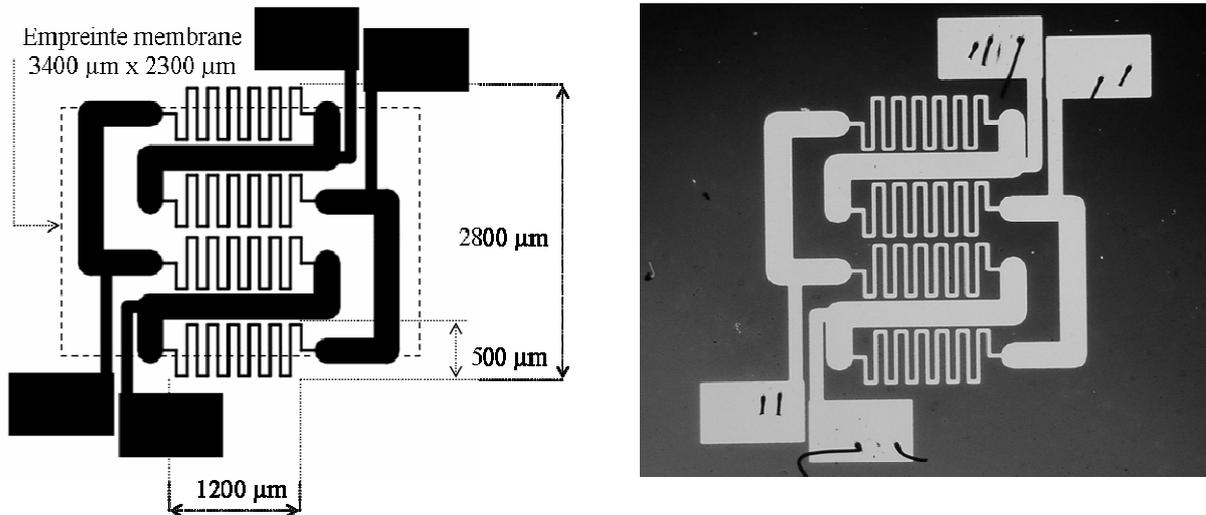


Fig. II. 22 : A gauche, agrandissement du masque utilisé pour la photolithographie du pont de jauges et empreinte d'une membrane rectangulaire. A droite, photo d'un pont de jauges en Cu-Ni sur la face arrière d'une membrane en silicium

Pour obtenir des capteurs sensibles, une bonne concordance doit être trouvée entre la géométrie des jauges et celle de la membrane. Pour ce faire, nous nous sommes appuyés sur les équations électromécaniques précédemment établies. Cette démarche a été complétée par des tests réalisés sur des membranes de taille et de géométrie différentes (circulaire, carrée, rectangulaire), et une configuration de jauges unique. La géométrie retenue est présentée Fig. II. 22. La largeur des jauges ($30 \mu\text{m}$) est faible comparée à celle des lignes inter-jauges ($250 \mu\text{m}$). Les quatre plots de connexion sont déportés par rapport au pont de mesure afin d'éviter l'altération de ce dernier par les contacts microsoudés. Avec cette géométrie et pour des membranes rectangulaires de $3,2 \text{ mm} \times 2,3 \text{ mm}$, l'ordre de grandeur de la constante expérimentale de sensibilité K (équation II – 10) est de 0,05. Cette constante de sensibilité chute à 0,025 pour une membrane carrée ou circulaire de $2,3 \text{ mm}$ de côté ou de diamètre.

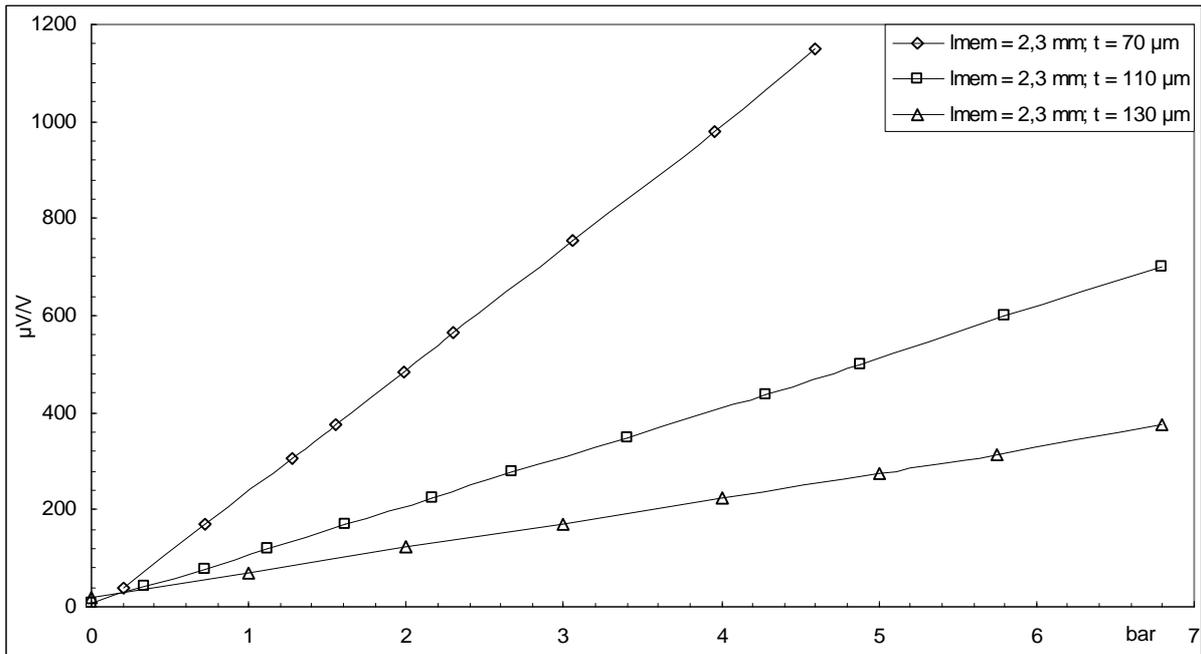


Fig. II. 23 : Courbes d'étalonnage de trois capteurs à membranes rectangulaires de taille fixée (3,4 mm x 2,3 mm), mais d'épaisseur variable.

Les quatre jauges du pont ont une résistance électrique typique d'environ 300Ω . En pratique, les résistances au repos n'étant jamais identiques, l'équilibre du pont n'est pas observé. Pour améliorer le rapport signal sur bruit, il est intéressant d'équilibrer le pont à pression nulle en utilisant des résistances de compensation en parallèle. Avec la géométrie présentée Fig. II. 22, le rapport de la résistance d'une jauge à celle de compensation est typiquement de 0,5 %. Afin de faciliter la mise en place de la correction, un système électronique non détaillé dans ce mémoire a été réalisé avec l'aide de J. L. Bret, C. Guttin et M. Grollier du service électronique du CRTBT. Pour ce montage, des résistances réglables et fixes de haute précision ont été choisies.

Les ponts de mesure sont alimentés en tension alternative sinusoïdale de valeur efficace $1,5 V_{rms}$. Le déséquilibre et l'alimentation des capteurs sont mesurés par une détection synchrone fonctionnant en mode différentiel. Ce type de détection permet d'éliminer le bruit à toutes les fréquences autres que celle du signal d'entrée. La fréquence de l'alimentation a été fixée à 130 Hz, valeur permettant d'éviter des effets parasites capacitifs et/ou inductifs. A cette fréquence en effet, la phase entre les signaux d'alimentation et de déséquilibre est restée inférieure à $\pm 2,5^\circ$.

L'étalonnage des capteurs est réalisée avec de l'eau mise sous pression remplissant l'intégralité du microsystème, et un capteur de référence à jauges piézo-résistives Keller 33 x d'une précision de $\pm 7,5 \text{ mbar}$. Les valeurs obtenues ont montré la bonne linéarité de la réponse des capteurs en fonction de la pression, avec des sensibilités comprises entre $60 \mu V \cdot V^{-1} \cdot \text{bar}^{-1}$ et $170 \mu V \cdot V^{-1} \cdot \text{bar}^{-1}$ en fonction de l'épaisseur de membrane utilisée (voir Fig. II. 23). La qualité cristalline du silicium constitutif des membranes assure à ces dernières un comportement parfaitement élastique. En outre, aucun effet d'hystérésis n'a été observé. Par ailleurs, les membranes silicium des capteurs ont résisté à plusieurs bars de surpression¹.

¹ La pression d'éclatement d'une membrane en silicium carrée 2,3 mm x 2,3 mm de $100 \mu\text{m}$ d'épaisseur, est typiquement de 15 bars. Il est généralement admis que la rupture du silicium a lieu en zone élastique pour une contrainte limite de 7 GPa.

Nous avons mesuré l'effet de variations de température sur le fonctionnement d'un capteur, en étalonnant ce dernier dans une étuve thermalisée à 27 °C, puis à 48,5 °C. Ce test a révélé une dérive du zéro d'une amplitude¹ de 15 mbar. °C⁻¹. Selon nous, cet effet est principalement dû à la différence de coefficient de dérive thermique entre les jauges de contrainte (100 ppm. °C⁻¹) et les résistances d'équilibrage (+/- 15 ppm. °C⁻¹). La solution généralement adoptée pour limiter la dérive du zéro est d'ajouter à la géométrie du pont Fig. II. 22, des résistances de compensation dont la valeur définitive est ajustée par ablation laser. Les jauges et la compensation sont alors constituées du même matériau et l'équilibre du pont de jauge ne dépend théoriquement plus de la température². La technique d'ablation laser n'étant pas maîtrisée au niveau de la plateforme NanoFab et l'utilisation prévue des capteurs étant isotherme, nous n'avons pas cherché à mettre en place cette solution. La sensibilité du capteur est restée, quant à elle, très stable en température avec une dérive de l'ordre de +/- 0,011 %. °C⁻¹.

Il est intéressant d'estimer le temps de réponse des capteurs. D'après l'équation de la déformée d'une longue membrane rectangulaire (II – 3) et (II – 4), nous proposons d'estimer le volume de respiration, noté V_R , d'une membrane de largeur l_{mem} , de longueur L_{mem} et soumise à une surpression P de la manière suivante :

$$V_R = \frac{l_{mem} L_{mem}}{2} \frac{y_{max}}{P} \quad (\text{II} - 11)$$

L'application de cette formule à la géométrie définie précédemment³, donne un volume de respiration de $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot \text{bar}^{-1}$. Ce volume transitant à travers une prise de pression aux dimensions microscopiques, l'ensemble capteur - prise de pression réagit lentement aux variations de pression. L'écoulement dans la prise de pression étant à très faible nombre de Reynolds, les termes d'inertie peuvent y être négligés et les relations établies pour des écoulements permanents peuvent être conservées. En considérant une prise de pression de longueur L , avec une section de passage rectangulaire élancée (largeur $b \gg$ hauteur h), l'analyse du problème fait apparaître la constante de temps du capteur, noté $\tau_{capteur}$:

$$\tau_{capteur} = 12\mu \frac{V_R L}{h^3 b} \quad (\text{II} - 12)$$

Cette dernière expression rapporte le volume à combler sur le débit dans la prise de pression. Nous rappelons que, dans notre configuration, la hauteur h des microcanaux étudiés correspond à celle des prises de pression. Avec les caractéristiques géométriques de notre étude ($b = 30 \mu\text{m}$ et $L = 1 \text{ mm}$), l'application numérique de la formule précédente donne un temps de réponse de 6 s pour un canal de $1 \mu\text{m}$ de hauteur, et de 50 ms pour un canal de $5 \mu\text{m}$. Ces constantes peuvent être considérablement augmentées par la présence de gaz. Considérons une bulle aplatie de hauteur $400 \mu\text{m}$ et de rayon 2 mm à la pression atmosphérique, piégée dans la cavité d'un capteur. A cette même pression, son volume de respiration peut être estimé à $2.5 \text{ mm}^3 \cdot \text{bar}^{-1}$. En additionnant ce dernier résultat à la respiration de la membrane dans l'équation (II – 12), nous trouvons une nouvelle constante de temps de plusieurs heures pour le canal de $1 \mu\text{m}$ et de 80 s pour celui de $5 \mu\text{m}$.

Cette analyse incite à prendre des précautions pour éviter le piégeage de gaz dans les cavités des capteurs. La méthode mise en place consiste à pomper les gaz piégés dans le microsystème⁴ avant l'opération de mise en eau.

¹ Test réalisé avec des jauges de 150Ω et une compensation de $4,5 \text{ k}\Omega$.

² D'autres effets sont cependant possibles : dilatation différentielle, effets thermoélectriques aux contacts, ...

³ Rectangle de silicium de $3,2 \text{ mm} \times 2,3 \text{ mm}$ de $100 \mu\text{m}$ d'épaisseur.

⁴ L'opération de pompage dure plusieurs heures du fait des très faibles dimensions du système.

Membrane	Alimentation	Résistance	Sensibilité électromécanique	Résolution Détection synchrone	Résolution de la mesure
3.2 mm x 2.3 mm épaisseur : 110 μm	130 Hz 1.5 Vrms	Jauge : 300 Ω Compensation : 50 k Ω	66 $\mu\text{V} \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{bar}^{-1}$ $K = 0,069$	+/- 0.5 μV pour 1 mV P.E.	+/- 5 mbar
3.2 mm x 2.3 mm épaisseur : 70 μm	<i>idem</i>	Jauge : 300 Ω Compensation : 100 k Ω	166 $\mu\text{V} \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{bar}^{-1}$ $K = 0,039$	<i>idem</i>	+/- 2 mbar

Tableau II. 7 : Caractéristiques de deux capteurs d'épaisseur différente.

Les caractéristiques de deux capteurs de pression à jauges de contrainte, utilisés pour les études hydrodynamiques, sont rassemblées dans le tableau II. 7. Ce dernier souligne la très forte influence de l'épaisseur de la membrane sur la sensibilité électromécanique des sondes. Le coefficient de sensibilité K , obtenu à partir de l'équation (II – 10), dépend du capteur. Cette dépendance peut s'expliquer en partie par des différences d'alignement lors de la lithographie des jauges de contrainte. Néanmoins, il nous semble que cette dépendance souligne également les limites des calculs menés sur la déformée d'une membrane rectangulaire soumise à une pression uniforme. La précision de ces calculs, lorsqu'ils sont appliqués à une membrane en silicium obtenue par une gravure KOH¹, est probablement limitée. Cette démarche présente néanmoins l'avantage d'être simple et d'aboutir aux bons ordres de grandeur.

Enfin, les pressions d'éclatement observées pour des membranes d'épaisseur comprise entre 70 μm et 110 μm , s'étalonnent entre 5 bar et de 15 bar. Ces ordres de grandeur empiriques sont délicats à obtenir par le calcul.

II. 3. 2 Banc d'essais ($h < 100 \mu\text{m}$)

a) Boucle hydraulique

La boucle hydraulique mise au point pour l'étude des écoulements dans des microcanaux de hauteur inférieure à 100 μm est composée d'un vase à expansion d'un volume utile de 3 l, d'un filtre à 0,45 μm , d'un capteur de pression de référence (Keller 33 x +/- 7.5 mbar), d'une sonde Pt 100 et d'une balance de précision pour la mesure du débit par pesée (Kern –GS 410, +/- 1 mg) Fig. II. 24. L'ensemble de ce dispositif a été conçu et réalisé pendant notre thèse avec l'aide précieuse de P. Brosse-Maron de l'atelier cryo-mécanique du CRTBT.

La mise en charge du liquide de travail est assurée par une bouteille d'hélium à haute pression, connectée à un vase à expansion par l'intermédiaire d'un détendeur. Le liquide étant contenu dans une vessie souple en Butyl II-R, tout contact gaz/liquide peut être évité avec ce dispositif. La mise en eau de la ligne et du microsystème doit être faite avec soin pour éviter le piégeage de gaz en paroi ou dans les cavités des sondes de pression. Cette étape est donc précédée d'un pompage poussé avec la vanne V1 fermée. Une fois le vide atteint, V1 est ouverte et le liquide remplit tout la ligne liquide ainsi que l'intégralité du microsystème.

Pendant les essais hydrauliques, la pompe à vide est arrêtée et remplacée par un jeu de capillaires ultrafins permettant d'ajuster l'impédance de sortie pour relever le niveau général de pression dans la ligne.

¹ Une telle membrane présente en effet des particularités structurelles au niveau de ses ancrages (Voir Fig. II. 9 et la photo présentée Fig. II. 21).

Les matériaux en contact avec le fluide de travail sont le polyamide, un filtre ‘Supor Membrane’ commercialisé par Pall Corporation, un porte filtre en Inox, des raccords trois-pièces en laiton, des joints viton et du cupronickel pour la connectique macro/micro.

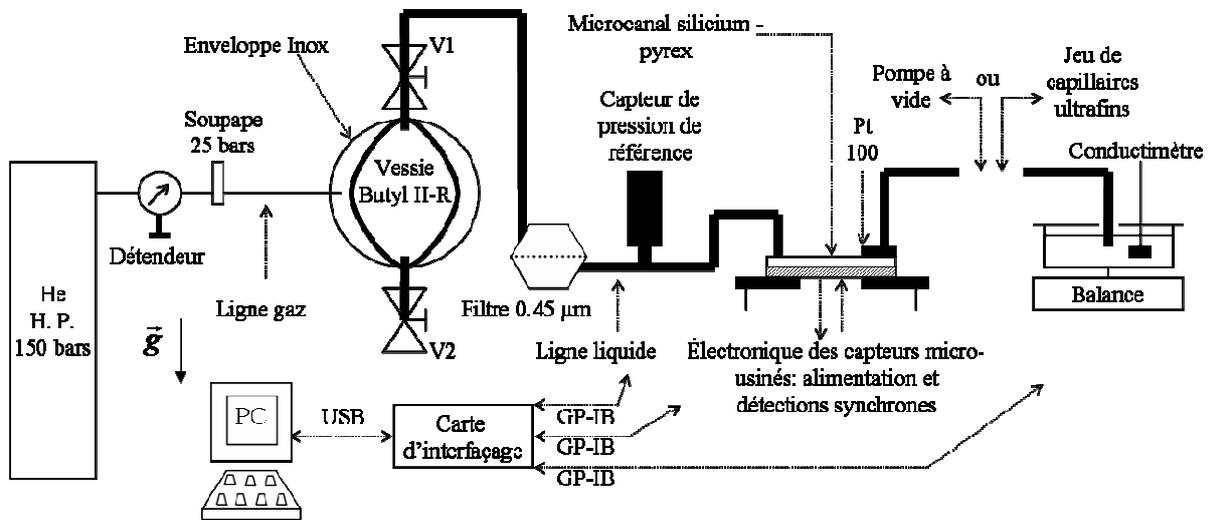


Fig. II. 24 : Banc d'essais pour les microcanaux silicium-pyrex.

b) Instrumentation

L'ensemble de l'instrumentation utilisée dans cette boucle est piloté par un PC via une carte externe d'interfaçage fonctionnant sur un port USB, et des liaisons parallèles GP-IB. Le logiciel de pilotage de la boucle a été écrit avec le langage de programmation particulièrement efficace LabView 6.1. Ses fonctionnalités étant les mêmes que celles du logiciel développé pour la centrale d'acquisition Keithley 2700 (§ II. 1. 2. b), elles ne seront pas détaillées ici.

Le capteur de pression de référence utilisé pour l'étalonnage des sondes micro-usinées est un capteur à jauges piezo-résistives corrigé numériquement de type Keller 33 x. Sa précision est de +/- 7,5 mbar.

Les propriétés thermo-physiques de l'eau variant significativement avec la température, nous utilisons une sonde Pt 100 disposée à la sortie du microcanal qui permet d'estimer la température de mélange de l'eau avec une précision de +/- 0,5 °C.

En aval, le liquide débouche à pression atmosphérique dans un réservoir pesé par une balance de précision Kern –GS 410 (+/- 0,001 g). L'alimentation de ce réservoir est assurée par un capillaire immergé, ce qui évite les instabilités d'origine capillaire. La mesure du débit se fait par la méthode de la pesée et le taux d'évaporation est mesuré et pris en compte dans chaque cas. Pour les débits les plus faibles, une pellicule d'huile versée sur la réserve permet d'abaisser ce taux à 0,1 mg. min⁻¹. La plage de débit couverte s'étend ainsi de 2 mg.min⁻¹ à 10 g.min⁻¹. La figure II. 25 présente une mesure du taux d'évaporation pour un réservoir recouvert d'un film d'huile. L'aspect discontinu de la courbe expérimentale est dû au fait que les variations de masse sont de l'ordre de grandeur de la résolution de la balance (1 mg). Sur ce graphe, la période d'acquisition est de 60 s.

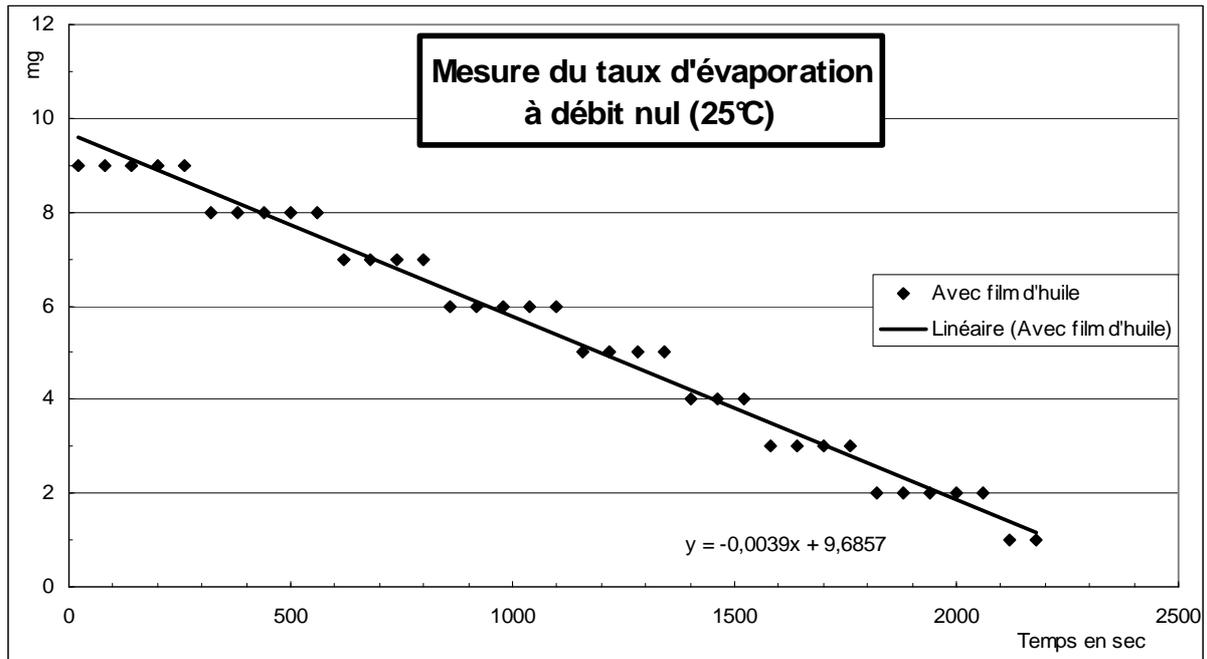


Fig. II. 25 : Mesure du taux d'évaporation à débit nul pour un réservoir d'eau recouvert d'un film d'huile de faible volatilité.

Notons également la présence d'un conductimètre pour la mesure de la conductivité du fluide de travail.

L'alimentation des capteurs est assurée par un générateur HP 3325B et les deux détections synchrones utilisées sont des NF Electronic Measurements 5610B.

c) Caractéristiques hydrodynamiques

Les caractéristiques hydrodynamiques des écoulements obtenus dans les microcanaux silicium-pyrex à jauges de contrainte intégrées sont résumées dans le tableau II. 8. Ce tableau fait apparaître les plages de travail en pression, en débit massique et en nombre de Reynolds pour de l'eau à température ambiante. Ces caractéristiques ont été établies pour des microcanaux de hauteur comprise entre 5 μm et 20 μm , de largeur 1 mm et de longueur 6 mm. Les vitesses débitantes atteintes dans nos conditions opératoires sont faibles pour $h = 7 \mu\text{m}$, à modérées pour $h = 20 \mu\text{m}$. Ces valeurs ne doivent cependant pas donner lieu à des élévations de température d'origine visqueuse. La dernière colonne du tableau fait apparaître l'abscisse adimensionnelle x_1^+ de la première prise de pression ($x_1 = 2,25 \text{ mm}$). Cette grandeur est restée supérieure à 0,2 pour tous les essais menés pendant cette thèse ce qui justifie d'avoir comparé la chute de pression mesurée aux caractéristiques du régime établi.

	$P_{\text{amont}} - P_{\text{aval}}$	Débit	Re	U en m.s^{-1}	x_1^+
$L = 6 \text{ mm}$ et $b = 1 \text{ mm}$ $5 \mu\text{m} < h < 20 \mu\text{m}$	de 0,05 bar à 25 bar	de 2 mg. min^{-1} à $10^4 \text{ mg. min}^{-1}$	de 0,1 à 300	< 7,5 pour $h = 20 \mu\text{m}$ < 1 pour $h = 7 \mu\text{m}$	> 0,2

Tableau II. 8 : Caractéristiques hydrodynamiques des écoulements dans les canaux silicium-pyrex à jauges de contrainte intégrées.

Chapitre III : Caractéristiques hydrodynamiques des écoulements en microcanal

III. 1 Descriptif de l'étude et méthodologie	74
<i>III. 1. 1 Protocole.....</i>	<i>74</i>
<i>III. 1. 2 Hauteur et rugosité des canaux.....</i>	<i>76</i>
<i>III. 1. 3 Lois de référence.....</i>	<i>79</i>
<i>III. 1. 4 Incertitudes expérimentales</i>	<i>80</i>
III. 2 Mesures et résultats	82
<i>III. 2. 1 Coefficient de frottement en canal lisse</i>	<i>82</i>
<i>III. 2. 2 Coefficient de frottement en canal rugueux</i>	<i>89</i>
<i>III. 2. 3 Transition à la turbulence : expérience de visualisation</i>	<i>91</i>
III. 3 Modèle analytique de l'écoulement en canal 2D rugueux.....	94
<i>III. 3. 1 Preamble.....</i>	<i>94</i>
<i>III. 3. 2 Modélisation</i>	<i>94</i>
<i>III. 3. 3 Résolution analytique.....</i>	<i>97</i>
<i>III. 3. 4 Validation.....</i>	<i>101</i>
<i>III. 3. 5 Remarques prédictives et conclusion.....</i>	<i>108</i>

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux que nous avons obtenus pendant cette thèse sur l'hydrodynamique en simple phase dans des microcanaux de section rectangulaire. Nous nous sommes tout d'abord intéressés à l'évolution du coefficient de frottement puis, dans les canaux de hauteur supérieure à 200 μm , au phénomène de transition à la turbulence. Ce dernier point a fait l'objet d'expériences de visualisation.

Les deux axes de recherche que nous avons suivis sont :

- i) L'interaction DCE¹-microécoulement et son influence sur le coefficient de frottement dans des canaux de très faible diamètre hydraulique
- ii) L'effet de la rugosité sur les frottements et la transition à la turbulence

Nous décrirons dans une première partie le protocole expérimental que nous avons mis en place pour l'étude des frottements dans des microcanaux. La deuxième partie de ce chapitre sera consacrée aux mesures du nombre de Poiseuille et à la détection de la transition à la turbulence dans des microcanaux lisses et rugueux. Enfin, dans une troisième partie, nous présenterons un modèle décrivant les écoulements laminaires dans des canaux rugueux par une méthode de type éléments discrets.

III. 1 Descriptif de l'étude et méthodologie

III. 1. 1 Protocole

Un des objectifs de cette thèse est de mesurer l'évolution du coefficient de frottement pour des écoulements d'eau dans des microcanaux. Parmi les sources possibles de déviation par rapport aux lois classiques valables dans des conduites lisses de taille conventionnelle, nous avons premièrement identifié l'interaction DCE-microécoulement. Des études expérimentales récentes ont en effet souligné le rôle significatif de ces phénomènes en microfluidique. Par exemple, pour des microconduites isolantes électriques et parcourues par de l'eau, Ren et al. [REN 01], puis Brutin et Tadrist [BRU 03] ont chacun mesuré une augmentation des frottements par rapport aux lois classiques, d'une amplitude variant en fonction de la conductivité électrique du fluide utilisé². Cette tendance a été trouvée bien que l'importance attendue de ces effets soit faible dans les conditions de leurs expériences. Si ces résultats étaient confirmés, la validité des modèles traitant de l'interaction DCE-écoulement laminaire [BUR 64]-[RIC 65]-[MAL 97] serait donc remise en question. Il est crucial, tant d'un point de vue fondamental que d'un point de vue applicatif, de lever les doutes qui règnent à ce sujet. Pour y contribuer, nous avons mené une campagne expérimentale afin de préciser empiriquement la portée de ces phénomènes. En outre, nous avons effectué des mesures avec des échantillons d'eau de différentes conductivités (de 0,1 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ à 300 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$), sur des parois conductrices et isolantes de l'électricité et dans des canaux de hauteur variant entre 4,6 μm et 400 μm . Les résultats obtenus permettent de conclure plus fermement sur ces interrogations.

La rugosité est également fortement suspectée d'influencer les lois d'évolution du coefficient de frottement du régime laminaire à petite échelle. De nombreux résultats bibliographiques en attestent, sans toutefois que ce phénomène soit bien caractérisé. Par exemple, certains expérimentateurs ont relevé que le nombre de Poiseuille en régime

¹ DCE (EDL en anglais) est l'acronyme de Double Couche Electrique.

² Ces deux études expérimentales ont abouti à des sens de variation opposés pour l'influence de la conductivité électrique du fluide sur le nombre de Poiseuille.

laminaire augmentait avec le nombre de Reynolds [MAL 99]-[QU 00] et ce comportement a été attribué par ces auteurs à une transition anticipée à la turbulence par rapport aux conduites de taille conventionnelle. D'autres résultats récents présentent au contraire une évolution classique du nombre de Poiseuille en régime laminaire mais avec une valeur égale [JUD 02] ou bien supérieure à celle d'une conduite lisse [PFU 00]-[LI 03]. L'effet de la rugosité doit donc être éclairci et notre travail y contribue grâce à des mesures effectuées dans des microcanaux de rugosité relative comprise entre 0,01 % et 5,2 % et un canal semi-rugueux de rugosité relative égale à 10 %.

Enfin, dans de nombreuses études, les résultats présentés ont reposé sur l'utilisation de techniques expérimentales inadaptées aux échelles de la microfluidique. Aussi, les problèmes métrologiques sont fortement suspectés de contribuer à la dispersion des résultats bibliographiques. Notre étude se justifie donc également par les innovations que nous avons apportées dans le domaine métrologique. La démarche qui nous a amenés à réaliser des échantillons silicium-pyrex avec des capteurs de pression intégrés pour des canaux de hauteur inférieure à 100 μm a été détaillée au chapitre II et d'une manière générale, le protocole que nous avons suivi y a également été présenté. Cependant, les éléments importants de ce protocole sont repris et synthétisés dans la liste suivante :

- i) Les campagnes de mesure ont été menées en régime permanent. Après le réglage de nouvelles conditions opératoires, un régime est dit permanent lorsque les variations relatives des signaux de température et de pression deviennent inférieures à 0,1 $\%.\text{min}^{-1}$.
- ii) Chaque point expérimental est obtenu en moyennant vingt résultats de mesure.
- iii) Les expériences rapportées dans cette thèse ont été reproduites afin de vérifier la reproductibilité des résultats. Cette démarche est particulièrement importante pour les études menées avec les films rugueux Ni+SiC dont certaines particules auraient pu être arrachées par l'écoulement. Dans ce cas, la reproductibilité de la mesure a permis de montrer la bonne adhérence des particules au film de nickel.
- iv) Les dimensions internes des microcanaux ont été déterminées avec soin. En particulier, la hauteur et la rugosité des différents canaux ont été mesurées précisément.
- v) L'eau dé-ionisée de faible conductivité, utilisée pour les expériences portant sur l'interaction DCE-microécoulement, a été stockée et mise sous pression dans une vessie en Butyl II-R inerte chimiquement (voir Fig. II. 24). Par ailleurs, la boucle hydraulique (ligne+microsystème) a été pompée afin d'obtenir une pression inférieure à la pression de saturation de l'eau avant la mise en eau du banc d'essais. Tout contact liquide-gaz a ainsi été évité.
- vi) Pour les dimensions étudiées les plus faibles, des canaux silicium-pyrex ont été réalisés avec des capteurs de pression intégrés. Les résultats obtenus dans ces structures ont été retrouvés pour différents niveaux de pression, ajustés par des capillaires ultrafins d'impédance hydraulique élevée, placés à l'aval du microsystème. L'invariance de nos résultats par rapport à la pression a montré que la déformation des canaux silicium-pyrex est restée limitée pendant nos essais et que l'interface solide-liquide n'a pas été contaminée par des nano-bulles gazeuses.
- vii) La mesure de très faibles débits par la méthode de la pesée a été rendue possible en prenant en compte le taux d'évaporation naturelle de l'eau contenue dans le réservoir de mesure. Afin de limiter ce taux, le réservoir a été refermé par un film de latex finement percé et pour les débits les plus faibles, l'eau a été couverte par un film d'huile de faible volatilité (huile de pompe primaire). Dans ces conditions, le taux d'évaporation dans le réservoir de pesée a été mesuré à $10^{-7} \text{ kg}.\text{min}^{-1}$. Enfin, l'aiguille d'alimentation du

réservoir a été immergée sous sa surface libre pour éviter les instabilités d'origine capillaire.

Une détermination soignée des dimensions internes des microcanaux est essentielle pour mesurer précisément l'évolution du coefficient de frottement dans une conduite. Ce point nécessite quelques éclaircissements.

III. 1. 2 Hauteur et rugosité des canaux

Les hauteurs des microcanaux à cale ont été déterminées à partir de l'épaisseur de la cale utilisée¹. Cette grandeur a été mesurée par un comparateur de haute précision (digital Mitutoyo 0,001 mm Micrometer) à des valeurs égales à celles données par le constructeur à +/- 1 μm près. Pour les blocs traités par voie électrochimique, l'épaisseur des films de nickel a pu être déterminée par deux méthodes indépendantes qui reposent respectivement sur une mesure profilométrique sans contact et sur un calcul mené à partir des paramètres électrochimiques du dépôt. Ces deux méthodes ont fourni des résultats voisins à +/- 0,3 μm près. Plus de détails sur cette question peuvent être trouvés au début du chapitre II et en Annexe A de ce mémoire.

Les dimensions planaires (largeur, longueur, espacement entre les prises de pression) des microcanaux silicium-pyrex ont été déterminées avant le scellement anodique par observation à travers un microscope gradué. Ces motifs ayant été décalqués à partir d'un masque de photolithographie, la précision sur la détermination de ces grandeurs est bonne.

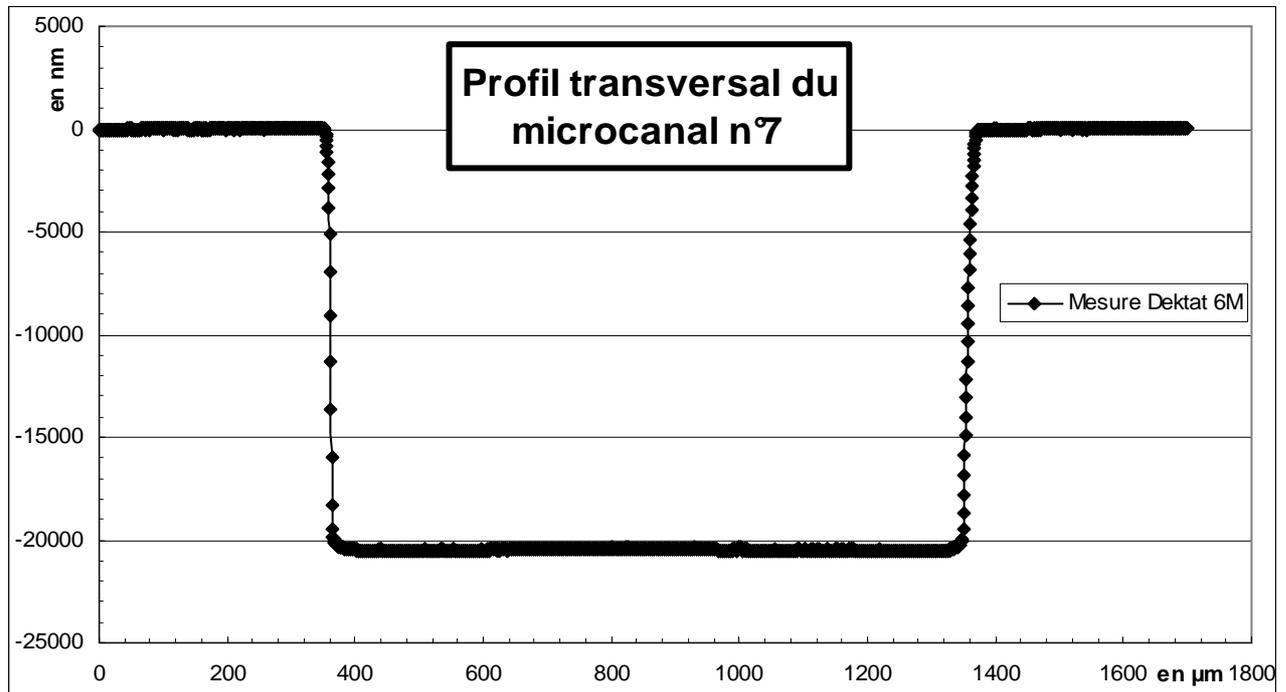


Fig. III. 1 : Profil du microcanal n°7. Echelle verticale en nanomètre, échelle horizontale en micron. Les points sont distants horizontalement de 0,71 μm .

¹ Pour les blocs traités par voie électrochimique, la hauteur d'un microcanal est obtenue en soustrayant à l'épaisseur de la cale, deux fois l'épaisseur du film de nickel.

Leur hauteur a , quant à elle, été mesurée de deux manières différentes. Avant le scellement anodique¹, un profilomètre à stylet Dektat 6M, d'une résolution de +/- 0,1 nm, d'une précision sur une marche de +/- 5 nm et d'une force d'appui de 5 mg, a été utilisé afin d'estimer leur profondeur. Pour chaque échantillon, trois lignes parallèles, régulièrement réparties entre les prises de pression, ont été analysées. La figure III. 1 présente le résultat d'une telle mesure pour un canal à fond lisse gravé par attaque ionique réactive à partir d'un plasma SF₆. Il s'agit du microcanal n° 7 dont les autres caractéristiques géométriques sont données tableau III. 2. Le profil obtenu met en évidence la planéité du fond de gravure². L'appareil a calculé pour ce profil une profondeur moyenne par rapport au silicium non attaqué de 20,48 µm. Le sens de défilement du stylet est de la gauche vers la droite. Le graphe présente une densité de points plus élevée sur le flanc droit que sur le flanc gauche. Cette différence s'explique probablement par une accélération du stylet durant sa descente au fond du canal et un ralentissement de celui-ci à sa remontée.

Des mesures en fond de canal permettent d'évaluer la rugosité de la gravure. La figure III. 2 présente un profil obtenu sur la paroi en silicium du microcanal précédent. L'amplitude maximale des rugosités reste limitée à 30 nm, valeur demeurant faible au regard de la hauteur du canal. La paroi en pyrex présente quant à elle une rugosité encore plus faible, inférieure à la dizaine de nanomètres.

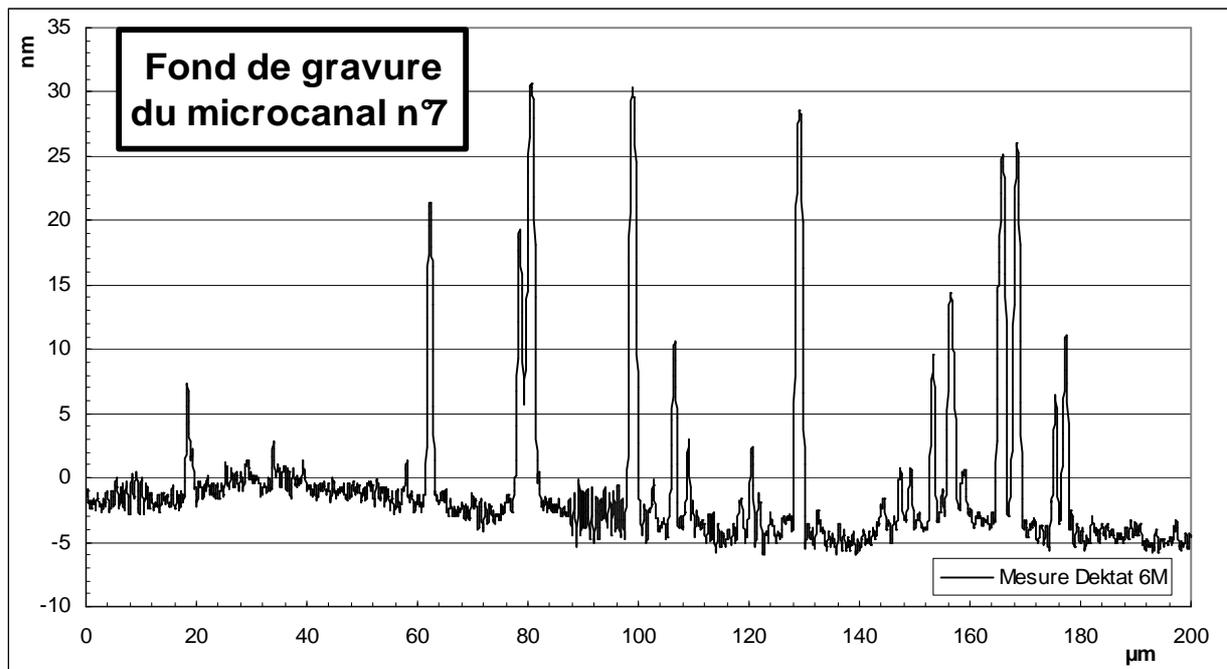


Fig. III. 2 : Fond de gravure du canal n°7 attaqué en RIE au plasma SF₆.

Ces analyses ont été complétées par des mesures post-mortem sur les microcanaux clivés puis recouverts par quelques nanomètres d'or et observés par la tranche au MEB. Dans le cas des microcanaux lisses, cette démarche a permis de confirmer les profondeurs obtenues précédemment par profilométrie. Pour le microcanal silicium-pyrex à fond rugueux, les résultats se sont révélés plus compliqués à analyser.

¹ Mais après avoir éliminé les masques d'aluminium et de nitrure de silicium.

² Remarque : la verticalité des flancs de gravure est impossible à caractériser avec un appareil de ce type, car le profil obtenu est gouverné par la géométrie du stylet.

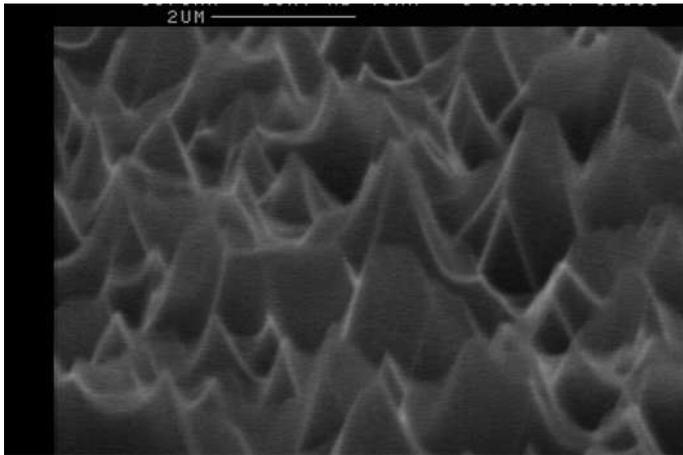


Fig. III. 3 : Observation MEB du fond de gravure du microcanal n°10

Nous avons réalisé au cours de cette thèse, un microcanal silicium-pyrex à jauges de contrainte intégrées à partir d'une attaque RIE avec un plasma SF₆/O₂ et un masque en aluminium (microcanal n°10 du tableau III. 2). La paroi en silicium de ce canal a été observée au MEB et nous en présentons un cliché Fig. III. 3. Cette photo montre des rugosités à structure pyramidale qui semblent s'appuyer sur certains plans cristallins du silicium. Celles-ci sont parfois appelées black-silicon en anglais. Pour cet échantillon, les mesures profilométriques se sont

révélées imprécises car, en raison de sa taille, la pointe du stylet n'a pas pu pénétrer entre les rugosités. Pour cet échantillon, la mesure de la profondeur a donc entièrement reposé sur des observations post-mortem de la structure clivée. La Fig. III. 4 présente trois photos MEB prises à cette occasion ainsi que les mesures de profondeur correspondantes. Celles-ci montrent une forte dispersion et sont restées sujettes à une imprécision élevée.

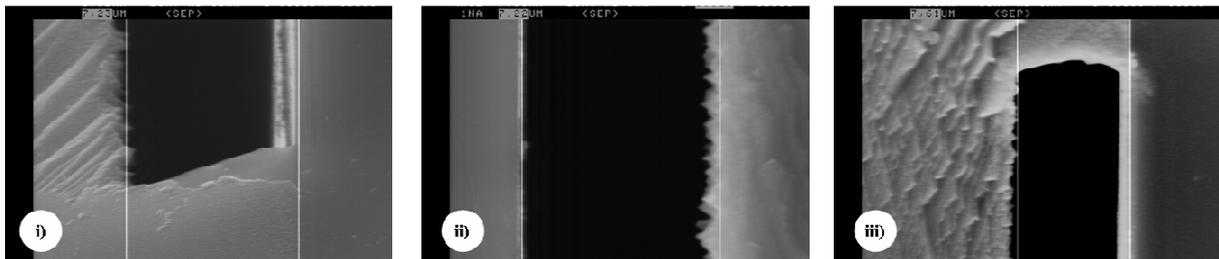


Fig. III. 4 : Mesures de h au MEB, en trois endroits différents, pour le microcanal semi-rugueux n°6. La paroi lisse est en pyrex, la paroi rugueuse en silicium. La mesure de la profondeur donne 7,23 μm pour **i**), 7,22 μm pour **ii**) et 7,61 μm pour **iii**).

Les tableaux III. 1 et III. 2 établissent une nomenclature des microcanaux présentés dans ce chapitre et récapitulent leurs caractéristiques géométriques. Tous les canaux ont une section rectangulaire élancée, c'est-à-dire avec une hauteur petite devant leur largeur.

Canal n°	$h(\mu\text{m})$	Parois	$L(\text{mm})$	$b(\text{mm})$	$k(\mu\text{m})$	Forme	$\lambda(\mu\text{m})$
1	300 (+/-1)	Bronze/Bronze	82	25	< 0,1	-----	-----
2	296 (+/-2)	N _i +S _i C/N _i +S _i C	82	25	5	Particule	15
3	200 (+/-1)	Bronze/Bronze	82	25	< 0,1	-----	-----
4	196 (+/-2)	N _i +S _i C/N _i +S _i C	82	25	5	Particule	15
5	100 (+/-1)	Bronze/Bronze	82	25	< 0,1	-----	-----
6	96 (+/-2)	N _i +S _i C/N _i +S _i C	82	25	5	Particule	15

Tableau III. 1: Caractéristiques géométriques des microcanaux à cale

Pour les microcanaux à cale, la hauteur h est définie par l'épaisseur de la cale lorsque les blocs utilisés sont lisses et par la distance entre les films de nickel pour les blocs traités. Le paramètre k donne l'élévation moyenne des rugosités au-dessus du film de nickel et λ est une estimation de l'espace moyen inter-rugosités.

Canal n°	$h(\mu\text{m})$	Parois	$L(\text{mm})$	$L_p(\text{mm})$	$w(\text{mm})$	$k(\mu\text{m})$	Forme	$\lambda(\mu\text{m})$
7	20,5 (+/-0,1)	Pyrex/Silicium	6	1,5	1	< 0,05	----	----
8	14,3 (+/-0,1)	Pyrex/Silicium	6	1,5	1	< 0,05	----	----
9	7,5 (+/-0,2)	Pyrex/Silicium	6	1,5	3	< 0,05	----	----
10	7,1 (+/-0,4)	Pyrex/Silicium	6	1,5	1	0,75	---- /Pyramide	0,75
11	4,58 (+/-0,05)	Pyrex/Silicium	2	0,5	0,215	< 0,05	----	----

Tableau III. 2: Caractéristiques géométriques des microcanaux silicium-pyrex

Pour les microcanaux silicium-pyrex à jauges de contrainte intégrées, la longueur L_p est définie comme la distance entre les deux prises de pression. Pour le microcanal n°10, la hauteur h est définie comme la distance entre la paroi en pyrex et la base des rugosités. Comme indiqué précédemment, cette mesure s'est avérée très délicate et cette grandeur est restée soumise à une forte incertitude.

III. 1. 3 Lois de référence

Dans cette étude, le nombre de Reynolds de l'écoulement est basé sur le diamètre hydraulique de la conduite D_h et sur la vitesse débitante dans une section U . Avec S , P_m et ν , qui désignent respectivement la section de passage, le périmètre mouillé et la viscosité cinématique du fluide, le nombre de Reynolds se définit donc à partir des relations suivantes :

$$D_h = \frac{4S}{P_m} \quad \text{et} \quad Re = \frac{UD_h}{\nu} \quad (\text{III-1})$$

Les propriétés physiques de l'eau ont été estimées à partir de la moyenne entre les températures de mélange amont et aval pour les microcanaux à cale, et avec la température de sortie pour les microcanaux silicium-pyrex.

Le coefficient de frottement a été calculé à partir de la chute de pression. Pour les microcanaux à cale, la pression d'entrée a été corrigée pour tenir compte de l'accélération du fluide le long du convergent. Le coefficient de frottement s'exprime de la manière suivante :

$$f = \frac{\Delta P D_h}{2\rho U^2 L} \quad (\text{III-2})$$

Pour un écoulement en régime laminaire pleinement développé dans un canal de taille conventionnelle, l'équation (III-2) s'écrit [WHITE 91] :

$$f = \frac{24}{Re} \quad \text{ou} \quad Po = f Re = 24 \quad (\text{III-3})$$

Pour un régime turbulent hydrauliquement lisse, la comparaison peut être faite avec la loi de Blasius :

$$f = \frac{0,079}{Re^{1/4}} \quad \text{ou} \quad Po = 0,079 Re^{3/4} \quad (\text{III-4})$$

L'hypothèse du régime pleinement développé n'est valable qu'après une zone d'établissement. L'équation (III-3) doit donc être modifiée pour interpréter les résultats obtenus à partir d'une mesure globale de type entrée/sortie. En utilisant la longueur adimensionnelle L^+ , Shah et London proposent une loi modifiée pour le régime laminaire [SHAH 78]:

$$\text{avec } L^+ = \frac{L}{ReD_h} \quad Po = \frac{3,44}{\sqrt{L^+}} + \frac{24 + \frac{0,674}{4L^+} - \frac{3,44}{\sqrt{L^+}}}{1 + \frac{0,000029}{L^{+2}}} \quad (\text{III-5})$$

Pour le régime turbulent, l'extension de la zone d'établissement étant d'environ $10 D_h$, la loi de Blasius reste adaptée pour les microcanaux de cette étude.

III. 1. 4 Incertitudes expérimentales

L'évaluation des incertitudes expérimentales est déterminante pour décider d'une éventuelle déviation des résultats expérimentaux par rapport à une théorie. Ce travail doit donc être entrepris soigneusement. Pour plus de clarté, celui-ci ne sera présenté que pour les microcanaux silicium-pyrex à jauges de contrainte intégrées.

Dans ces canaux, la perte de pression est mesurée localement à partir de prises de pression, distantes de L_p , réparties symétriquement de part et d'autre du milieu du canal. La détermination du nombre de Poiseuille à partir des grandeurs mesurées suit donc l'expression :

$$Po = 2 \frac{\Delta P}{L_p} \frac{bh^3}{Q_m \nu} \quad (\text{III-6})$$

où b et Q_m désignent respectivement la largeur du canal et le débit massique y transitant. Les incertitudes associées à la détermination du nombre de Poiseuille en fonction des six paramètres expérimentaux de l'expression précédente, peuvent être majorées par la somme suivante :

$$\left| \frac{dPo}{Po} \right| = 3 \left| \frac{dh}{h} \right| + \left| \frac{db}{b} \right| + \left| \frac{dL_p}{L_p} \right| + \left| \frac{d\Delta P}{\Delta P} \right| + \left| \frac{dQ_m}{Q_m} \right| + \left| \frac{d\nu}{\nu} \right| \quad (\text{III-7})$$

Il apparaît clairement que cette incertitude est dominée par l'erreur commise sur le paramètre h , car celle-ci est multipliée par un facteur 3. Sa détermination rigoureuse est donc cruciale pour la précision d'une expérience de ce type. La viscosité cinématique de l'eau dépend fortement de la température¹. Autour de 20°C, une erreur de 1°C sur l'estimation de la température de mélange moyenne mène à une incertitude de 2% sur ce paramètre. Les incertitudes sur la chute de pression et sur le débit massique dépendent conjointement de la géométrie du canal et du nombre de Reynolds. Elles ont atteint 5% dans le cas le plus défavorable mais des valeurs plus représentatives de l'ensemble de la série de mesures sont respectivement de 1,5% et de 0,75%. Les incertitudes sur la distance entre les prises de pression et sur la largeur des canaux ont toutes deux été estimées à 1%. L'incertitude globale sur le nombre de Poiseuille est compris entre +/- 7,7% et +/- 14% pour les microcanaux lisses en silicium-pyrex d'une hauteur comprise entre 21 μm et 4,6 μm . La détermination de la hauteur du microcanal semi-rugueux n°10 est restée soumise à une imprécision très élevée ;

¹ Le coefficient de sensibilité thermique de la viscosité cinématique de l'eau à 20°C est défini par

$$\alpha_\nu(20^\circ\text{C}) = \left. \frac{1}{\nu} \frac{d\nu}{dT} \right|_{20^\circ\text{C}} \approx -0,02.K^{-1}$$

pour cet échantillon, l'incertitude globale sur le nombre de Poiseuille est de +/- 22%. Toutes ces valeurs sont reprises et complétées dans les tableaux III. 3 et III. 4 et III. 5.

		$h = 300 \mu\text{m}$	$h = 100 \mu\text{m}$
$\frac{dRe}{Re}$	$Re = 100$	+/- 1,5 %	+/- 1,5 %
	$Re = 2000$	+/- 0,75 %	+/- 0,75 %
$\frac{dPo}{Po}$	$Re = 100$	+/- 7 %	+/- 9 %
	$Re = 2000$	+/- 5 %	+/- 7 %

Tableau III. 3 : Incertitudes expérimentales pour les microcanaux à cale lisses ($b = 25 \text{ mm}$).

Grâce à une instrumentation couvrant une large plage de débit et de perte de pression, les incertitudes expérimentales pour les microcanaux à cale présentent de faibles variations sur l'étendue de la gamme de mesure.

		$h = 20,5 \mu\text{m} ; b = 1 \text{ mm}$	$h = 4,58 \mu\text{m} ; b = 200 \mu\text{m}$
$\frac{dRe}{Re}$	$Re = 0,5$	-----	+/- 11,5 %
	$Re = 5$	+/- 1,7 %	+/- 2,5 %
	$Re = 50$	+/- 1,5 %	-----
$\frac{dPo}{Po}$	$Re = 0,5$	-----	+/- 28 %
	$Re = 5$	+/- 19 %	+/- 9,9 %
	$Re = 50$	+/- 7,7 %	-----

Tableau III. 4 : Incertitudes expérimentales pour les microcanaux silicium-pyrex lisses.

Dans ce dernier tableau, les incertitudes sur le nombre de Poiseuille ont été estimées en considérant une précision de +/- 4 mbar pour les capteurs de pression micro-usinés et une incertitude de +/- 0,5 mg.min⁻¹ sur le débit massique. Nous avons surligné, pour chaque cas analysé, les valeurs correspondant au nombre de Reynolds se situant au milieu de la plage expérimentale explorée. Ces valeurs sont représentatives des séries de mesures présentées dans ce mémoire. Elles sont donc reprises dans le tableau récapitulatif III. 5 et seront utilisées pour tracer les barres d'erreur des résultats expérimentaux qui vont être présentés dans la suite de ce document.

	Canal n° 1 $h = 300 \mu\text{m}$ Lisse	Canal n° 2 $h = 296 \mu\text{m}$ Rugueux	Canal n° 3 $h = 200 \mu\text{m}$ Lisse	Canal n° 4 $h = 196 \mu\text{m}$ Rugueux	Canal n° 5 $h = 100 \mu\text{m}$ Lisse	Canal n° 6 $h = 96 \mu\text{m}$ Rugueux
$\frac{dPo}{Po}$	+/- 5,2 %	+/- 6,2 %	+/- 5,7 %	+/- 7,3 %	+/- 7,2 %	+/- 10 %
	Canal n° 7 $h = 20,5 \mu\text{m}$ Lisse	Canal n° 8 $h = 14,3 \mu\text{m}$ Lisse	Canal n° 9 $h = 7,5 \mu\text{m}$ Lisse	Canal n° 10 $h = 7,1 \mu\text{m}$ Semi- Rugueux	Canal n° 11 $h = 4,58 \mu\text{m}$ Lisse	
$\frac{dPo}{Po}$	+/- 7,7 %	+/- 8,3 %	+/- 14 %	+/- 22 %	+/- 9,9 %	

Tableau III. 5 : Incertitude globale sur le nombre de Poiseuille pour les différents canaux testés.

III. 2 Mesures et résultats

III. 2. 1 Coefficient de frottement en canal lisse

La première série d'expériences¹ a été menée avec de l'eau déminéralisée d'une conductivité de $300 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ à 20°C , dans des microcanaux à cale constitués de blocs en bronze lisses. Les résultats pour trois canaux de hauteur comprise entre $300 \mu\text{m}$ et $100 \mu\text{m}$ sont présentés Fig. III. 5. Le nombre de Poiseuille expérimental est tracé en fonction de la longueur hydrodynamique L^+ et comparé à la loi de Shah et London (Eq. III-5). Les barres d'erreur ont été uniquement tracées pour les points dont l'incertitude expérimentale est la plus grande. Pour les plus faibles valeurs de Re , correspondant à $L^+ > 0,7$, les points expérimentaux sont en bon accord avec les lois théoriques du régime laminaire [SHAH 78]-[WHITE 91]. Pour les valeurs plus élevées de Re , correspondant à l'intervalle $0,09 < L^+ < 0,7$, le nombre de Poiseuille expérimental est légèrement surestimé par la courbe théorique. Cependant, étant donné que les barres d'erreur interceptent la courbe théorique, nous ne pouvons conclure à une déviation par rapport aux lois classiques due à un éventuel micro-effet.

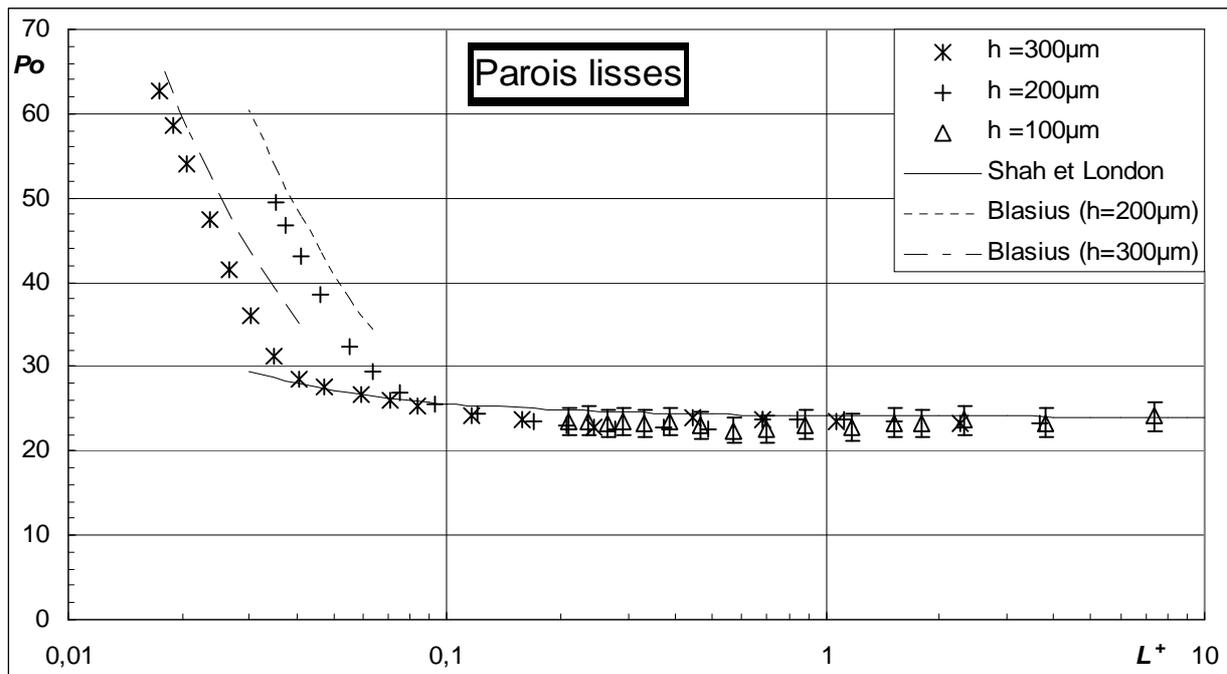


Fig. III. 5 : Nombre de Poiseuille Po en fonction de la longueur hydrodynamique L^+ pour des microcanaux à cale lisses n° 1, 3 et 5 ($h = 300 \mu\text{m}$; $h = 200 \mu\text{m}$; $h = 100 \mu\text{m}$)

Lorsque le nombre de Reynolds augmente, c'est-à-dire lorsque le paramètre L^+ diminue, les points expérimentaux mettent en lumière le phénomène de transition à la turbulence. L'évolution du nombre de Poiseuille est alors bien représentée par la loi de Blasius (Eq. III. 4). Un examen attentif de ces courbes permet de localiser le nombre de Reynolds critique de

¹ Certains résultats expérimentaux présentés dans ce mémoire avaient déjà été obtenus par P. Gao [GAO 02] et N. Mazellier [MAZELLIER 01] avant le début de cette thèse (frottement dans les microcanaux à cale lisses $h > 100 \mu\text{m}$). Notre contribution a permis de confirmer ces résultats puis d'étendre cette étude aux très petites dimensions (microcanaux silicium-pyrex) et enfin de s'intéresser aux microécoulements sur des parois rugueuses.

transition à la turbulence dans les intervalles [3000 ; 3500] et [2550 ; 3050] respectivement pour les canaux de 300 μm et de 200 μm . Malgré la dispersion due aux incertitudes expérimentales, ces valeurs sont en bon accord avec celles observées dans des canaux bidimensionnels de taille conventionnelle. Par exemple, Carlson et al. [CAR 82] ont observé la transition pour $Re \approx 2700$. Obot, en rassemblant des résultats bibliographiques, rapporte des nombres de Reynolds critiques de transition à la turbulence compris entre 2200 et 3550 en notant que ceux-ci augmentent avec le rapport d'aspect de la conduite [OBO 88]. Nos résultats semblent donc indiquer que la transition à la turbulence ne connaît pas d'effet d'échelle dans les microcanaux lisses de notre étude. Cette observation a été confirmée par des expériences de visualisation, qui seront présentées ultérieurement dans ce chapitre. Sharp et Adrian ont dressé une conclusion similaire en étudiant la transition dans des microtubes de diamètre compris entre 50 μm et 247 μm , avec des liquides de différentes polarités [SHA 04].

Nous avons également mesuré l'évolution du coefficient de frottement dans des microcanaux à parois isolantes électriques, réalisés à partir de blocs en Altuglass. Les hauteurs testées varient entre 100 μm et 400 μm . Les valeurs obtenues (non reproduites dans ce rapport) ne présentent pas de différences significatives par rapport aux courbes Fig. III. 5. Ces résultats sont en contradiction avec ceux de Pfund et al. [PFU 00] et de Brutin et Tadrif [BRU 03] qui ont chacun mesuré une augmentation du nombre de Poiseuille par rapport à la théorie classique du régime laminaire, pour des conditions pourtant proches de celles présentées ici, à savoir : **i**) des écoulements d'eau dans des micro-tubes ou -canaux avec des parois isolantes électriques de diamètre hydraulique compris entre 50 μm et 500 μm et **ii**) des conduites de très faible rugosité relative. Notons cependant que dans ces deux études, les écoulements ont été forcés par du gaz à haute pression en contact direct avec le liquide de travail. L'utilisation de ce type de dispositif pour des expériences microfluidiques est controversée, car du gaz dissous risque de former des bulles dans la partie aval des microconduites où la pression devient faible, ce qui conduirait à des frottements supérieurs à ceux prévus par la théorie conventionnelle des écoulements monophasiques. D'après nous, ce biais expérimental est la cause la plus probable des déviations rapportées par ces auteurs.

D'autres expériences ont été menées dans des canaux silicium-pyrex à jauges de contrainte intégrées, de hauteur comprise entre 4,6 μm et 20,5 μm . Dans ces échantillons, les frottements ont été mesurés localement avec deux prises de pressions symétriquement réparties autour du milieu du microcanal, dans une région où l'écoulement peut être supposé établi. En effet, l'abscisse adimensionnelle de la première prise de pression, noté x_1^+ , a vérifié l'inégalité suivante au cours de toutes nos expériences:

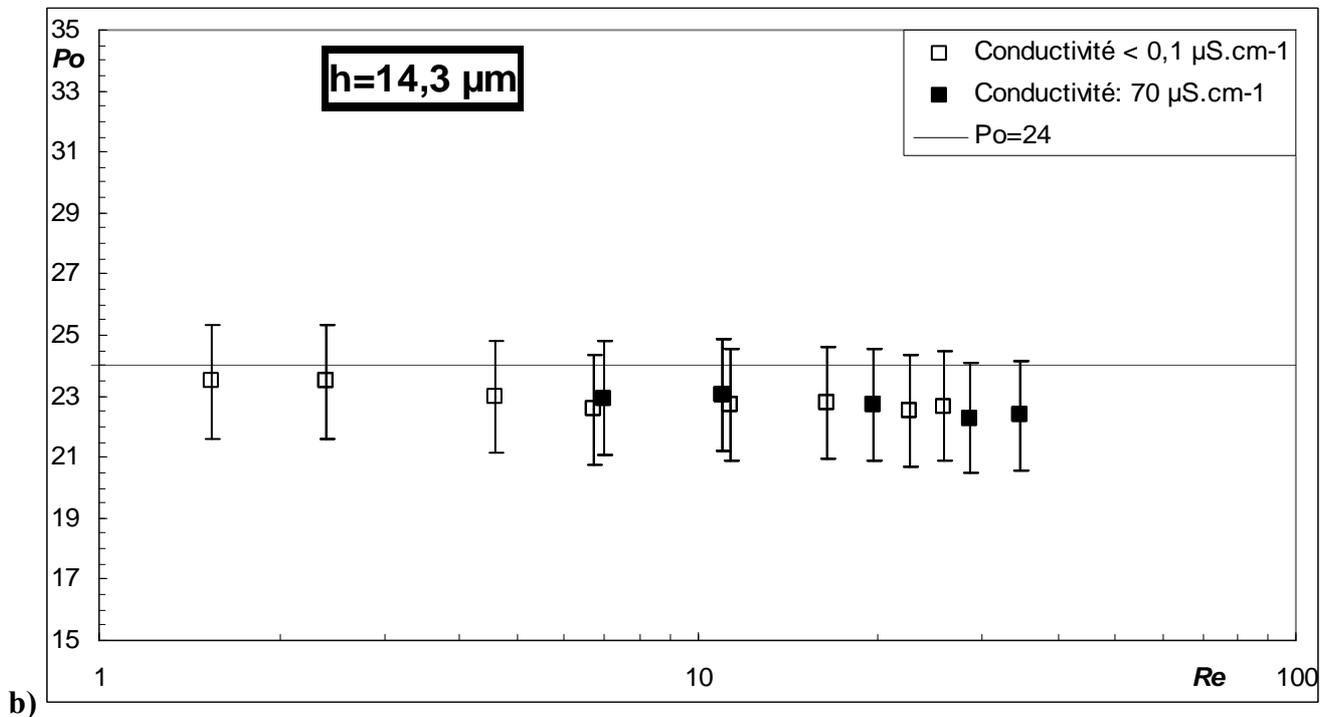
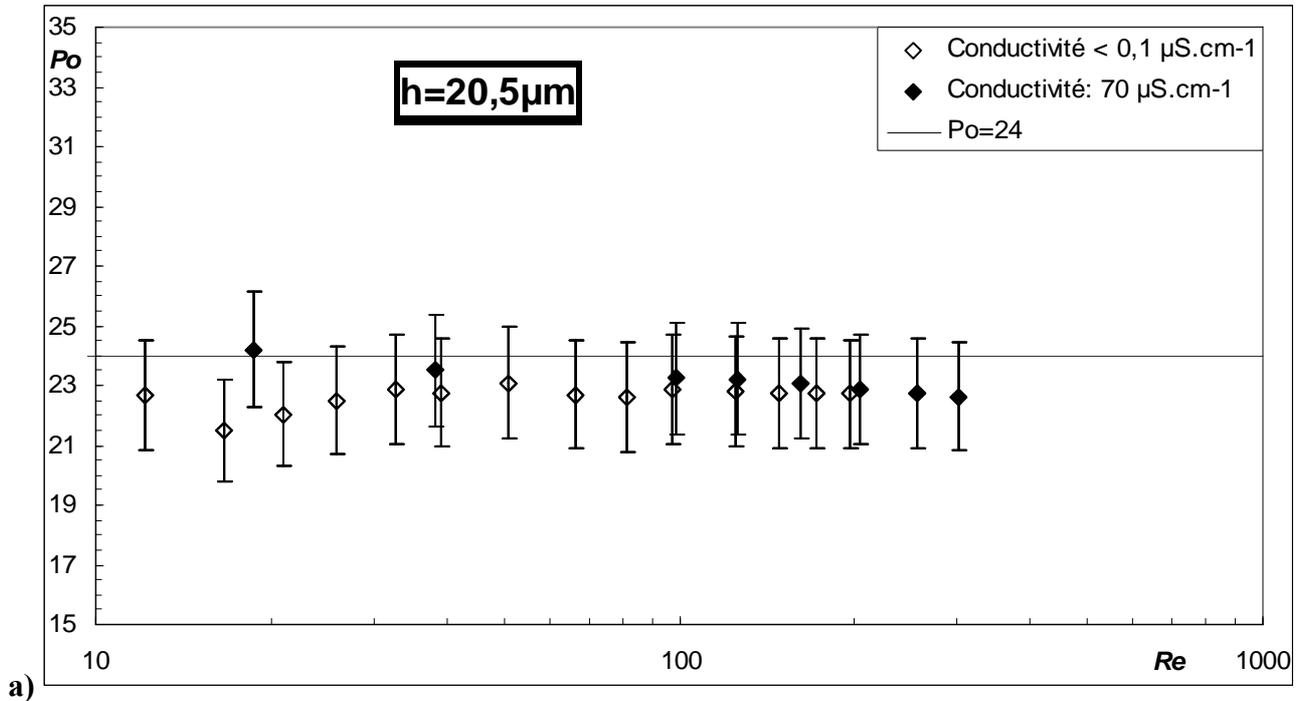
$$x_1^+ = \frac{x_1}{D_h Re} > 0,2 \quad (\text{III-8})$$

Cette valeur étant grande par rapport à l'estimation de la longueur d'établissement L_{et} du régime laminaire $L_{et}^+ = \frac{L_{et}}{D_h Re} \approx 0,05$, les effets de développement des couches limites peuvent

donc être négligés dans la région sondée par les capteurs. Dans la suite, nous tracerons donc des courbes expérimentales $Po(Re)$ que nous comparerons à la loi théorique $Po = 24$ décrivant les frottements d'un écoulement laminaire pleinement développé dans un canal bidimensionnel de taille conventionnelle.

Avant d'exposer ces résultats, quelques précisions doivent être apportées sur l'état de surface des microcanaux. Avant le scellement anodique, le pyrex et le silicium gravé sont nettoyés pendant 10 min à l'acide nitrique chaud, puis abondamment rincés à l'eau dé-ionisée et enfin séchés à l'azote. Ce traitement est connu pour rendre ces deux matériaux hydrophiles. Nous avons d'ailleurs pu le vérifier en observant la tendance à l'aplatissement des gouttes

d'eau dé-ionisée déposées à leur surface. Ce comportement s'explique probablement par la présence d'une couche superficielle d'oxyde SiO_2 se formant au contact de l'acide nitrique qui constitue un très bon oxydant. Le SiO_2 étant un isolant de l'électricité et le scellement anodique sous air à $460\text{ }^\circ\text{C}$ contribuant vraisemblablement à renforcer cet état de surface, il peut être avancé que ces canaux sont constitués de parois à surface isolante. Le silicium non dopé, qui a servi à la réalisation de ces échantillons a, quant à lui, une résistivité volumique de l'ordre de 20 Ohm.cm à 300 K .



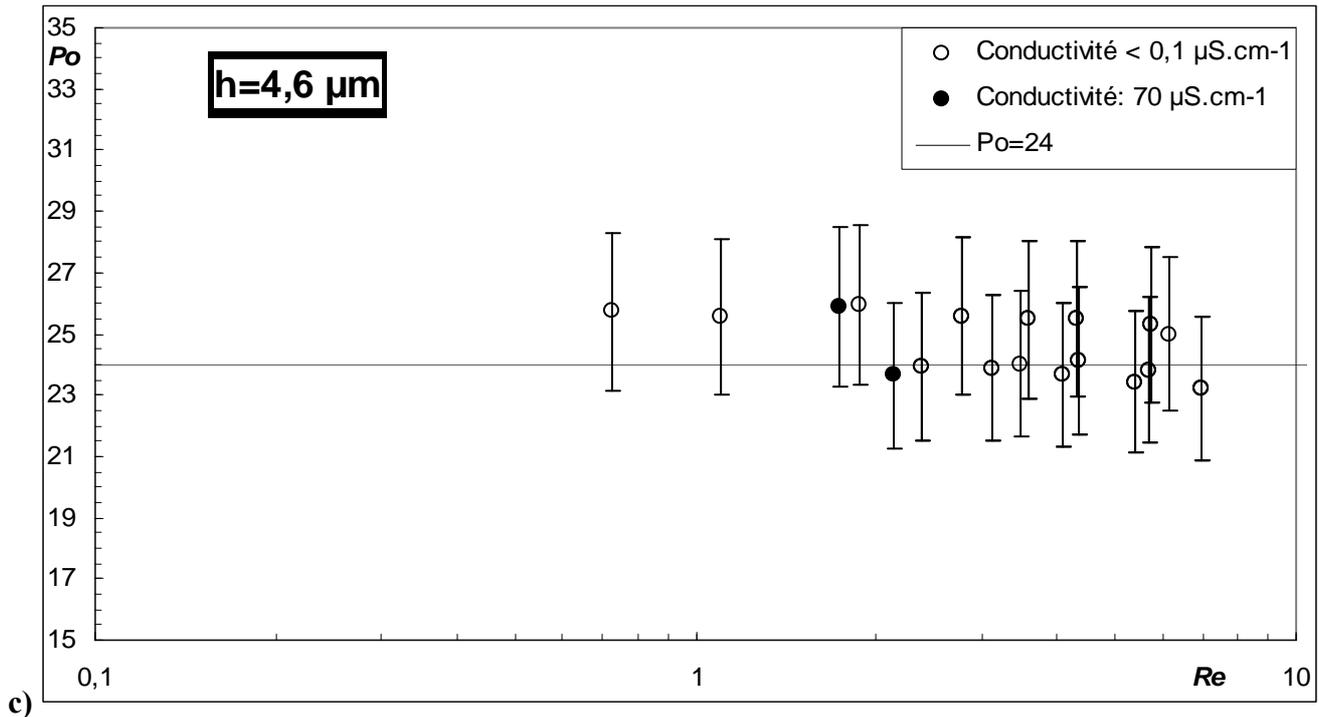


Fig. III. 6 : Effet de la conductivité électrique du fluide sur le nombre de Poiseuille expérimental dans les microcanaux silicium-pyrex n° 7-8 et 11. **a)** $h = 20,5 \mu\text{m}$ **b)** $h = 14,1 \mu\text{m}$ et **c)** $h = 4,58 \mu\text{m}$

Afin de détecter un éventuel effet électrocinétique, des expériences ont d'abord été menées avec de l'eau dé-ionisée (conductivité électrique $< 0,1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$), puis dans un deuxième temps, avec une solution contenant $\frac{1}{4}$ d'eau de la ville de Grenoble et $\frac{3}{4}$ d'eau dé-ionisée (conductivité électrique $70 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$).

Les résultats présentés Fig. III. 6 comparent des nombres Po obtenus avec deux échantillons d'eau de conductivités différentes ($< 0,1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ et $70 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$). Ces graphes démontrent assez nettement que ce paramètre n'a pas d'influence significative sur la valeur du nombre de Poiseuille aux échelles et dans les conditions de notre étude. Ces résultats suggèrent que les effets électrocinétiques ne peuvent expliquer les déviations rapportées par certains expérimentateurs dans des conditions expérimentales pourtant comparables à celles de notre étude ([REN 01] et [BRU 03]).

La Figure III. 7 présente un récapitulatif des résultats obtenus dans les microcanaux silicium-pyrex. Le nombre de Poiseuille expérimental présente une légère dispersion de part et d'autre de la valeur attendue aux échelles conventionnelles. Cependant, les barres d'erreur interceptant la valeur théorique, il n'est donc pas possible de conclure à la manifestation de micro-effets dans nos expériences. Malgré une pression d'entrée maximale de 25 bars, la transition à la turbulence n'a pas été observée dans les microcanaux silicium-pyrex car les pertes de pression y sont trop élevées pour atteindre des nombres de Reynolds suffisants.

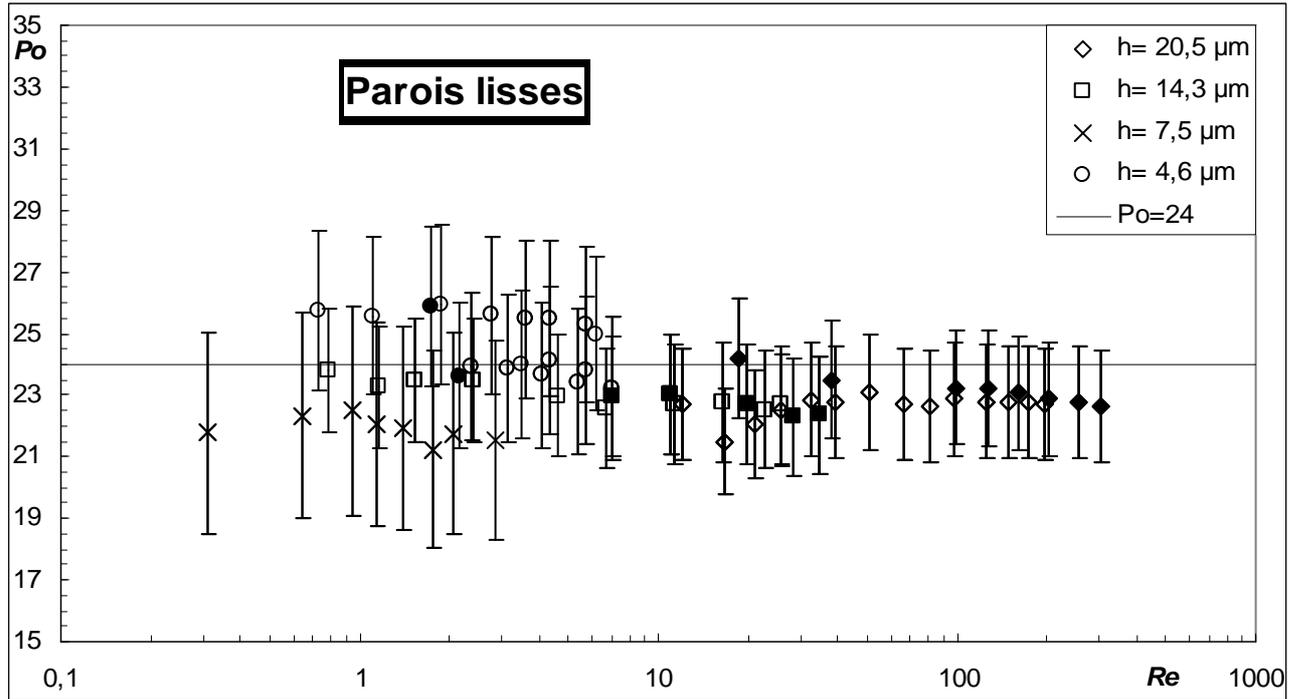


Fig. III. 7 : Nombre de Poiseuille Po en fonction du nombre de Reynolds Re pour des microcanaux silicium-pyrex (n° 7-9 et 11). Symboles ouverts : conductivité électrique $< 0,1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Symboles pleins : conductivité électrique $= 70 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. \times : conductivité électrique $= 7 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$.

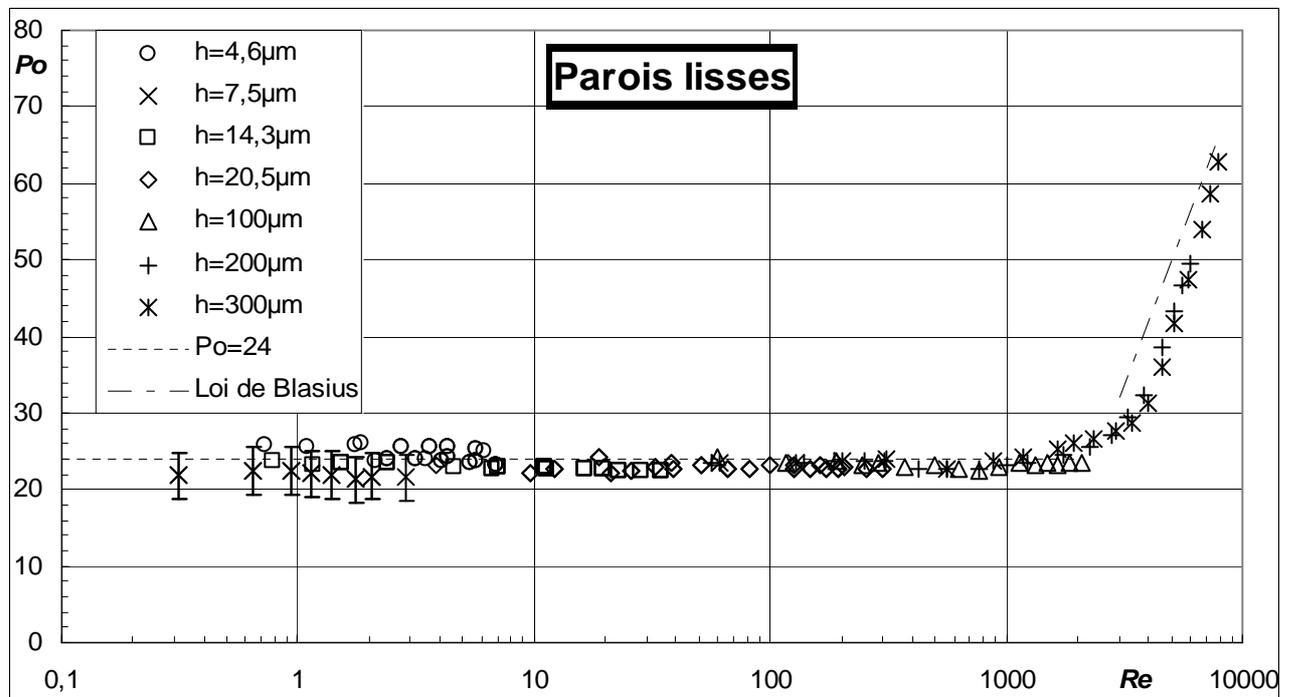


Fig. III. 8 : Nombre de Poiseuille Po en fonction du nombre de Reynolds Re pour des microcanaux rectangulaires à fort rapport d'aspect (microcanaux n° 1, 3, 5, 7-9 et 11)

La Figure III. 8 montre une vue d'ensemble des résultats de cette thèse. Sur ce graphe, les barres d'erreur sont uniquement représentées pour les points dont l'incertitude expérimentale est maximale. Nous rappelons que ces données ont été obtenues dans des sections d'essais de configurations différentes. Ces deux séries de mesures indépendantes convergeant vers les courbes théoriques des régimes laminaire et turbulent, nous concluons que l'applicabilité des lois classiques de l'hydrodynamique peut être étendue aux échelles explorées dans cette étude.

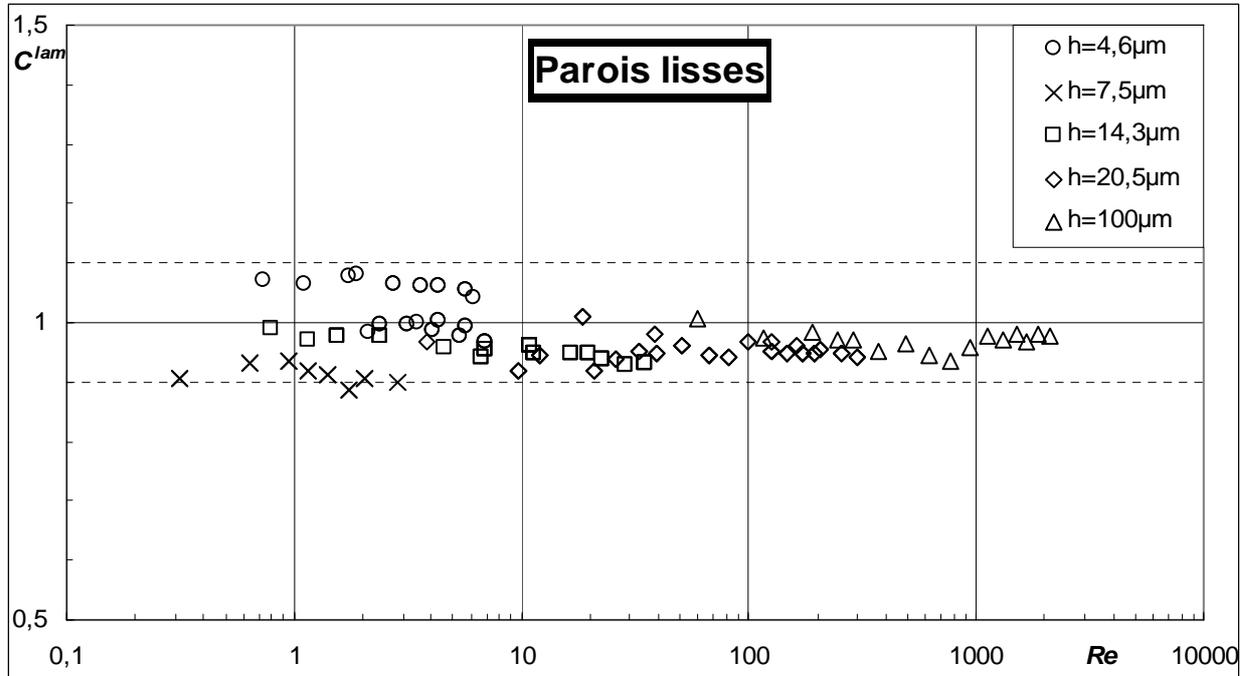


Fig. III. 9 : Evolution du nombre de Poiseuille normalisé $C^{lam} = Po/24$ en fonction de Re pour le régime laminaire dans des microcanaux rectangulaires à fort rapport d'aspect.

Cette conclusion est particulièrement claire pour le régime laminaire qui est l'objet de la Fig. III. 9. Sur l'ensemble des données expérimentales, seules deux d'entre elles s'éloignent de plus de 10 % de la loi théorique $Po = 24$ et ce, sur une plage de Reynolds large de 4 décades. Cette représentation permet de comparer ces résultats et ceux issus de la littérature, rassemblés par Sharp et Adrian [SHA 04] et reproduits Fig. I. 3. Dans ce graphe, plus de 50 % des données expérimentales présentaient une déviation d'amplitude supérieure à 10 % par rapport aux lois classiques. Cependant, il est intéressant de remarquer que l'amplitude des déviations constatées semble diminuer au cours du temps. En 2002, Judy et al. ont publié des mesures de coefficients de frottement dans des microtubes de diamètre supérieur à $21,8 \mu m$, ne présentant pas de déviations supérieures à 10 % par rapport aux lois classiques, et ce pour des liquides de différentes polarités. Très récemment, Kohl et al. ont également présenté des résultats¹ aboutissant à ce même constat [KOH 05], pour des écoulements d'eau dans des microcanaux en silicium de section rectangulaire et de hauteur h supérieure à $25 \mu m$. Les résultats de notre étude confirment cette tendance, mais permettent surtout de l'étendre aux plus petites échelles de la microfluidique.

¹ Il est intéressant de noter que la métrologie utilisée dans l'étude de Kohl et al. [KOH 05] est proche de celle développée au cours de cette thèse puisqu'elle repose sur des sondes locales de pression, à membrane déformable en silicium

Au regard de l'évolution expérimentale du coefficient de frottement dans des microcanaux lisses de section rectangulaire, nous concluons que les lois de l'hydrodynamique restent valables pour des écoulements isothermes d'eau, dans des conduites de dimension interne supérieure à 4,6 μm .

Nous allons à présent exposer la partie de notre travail qui concerne l'hydrodynamique dans des microcanaux rugueux.

III. 2. 2 Coefficient de frottement en canal rugueux

En guise d'introduction nous rappelons que les microcanaux à cale rugueux n° 2, 4 et 6 possèdent tous le même état de surface constitué de films de nickel incrustés par des particules de carbure de silicium. Le microcanal silicium-pyrex n° 10 est, quant à lui, formé d'une paroi lisse en pyrex et d'une paroi gravée en RIE par un plasma SF₆/O₂.

La figure III. 10 présente l'évolution du nombre Po en fonction du nombre Re pour les microcanaux rugueux n° 2, 4, 6 et 10. Les courbes $Po(Re)$ montrent un nombre Po constant lorsque l'écoulement est laminaire et pleinement développé. Pour des nombres Re plus élevés, les points expérimentaux sont correctement prévus par la loi de Blasius. Nous remarquons cependant que pour les microcanaux à cale, les données correspondant au régime laminaire sont sous-estimées par la loi $Po = 24$. L'amplitude de la déviation pour Re compris entre 50 et 1000 atteint respectivement 37 %, 17 % et 5 % pour les canaux de rugosité relative ($\varepsilon_r = k/h$) 5,2 %, 2,6 % et 1,7 %. Cette tendance n'est pas retrouvée pour le microcanal semi-rugueux en silicium-pyrex. Néanmoins, la mesure de h reste très imprécise dans ce cas et nous suspectons une erreur dans la détermination de ce paramètre d'être à l'origine de cette divergence. Pour confirmer les résultats obtenus dans des canaux dont la hauteur est la plus grande, des expériences seront conduites prochainement dans des micro-conduites à rugosité contrôlée.

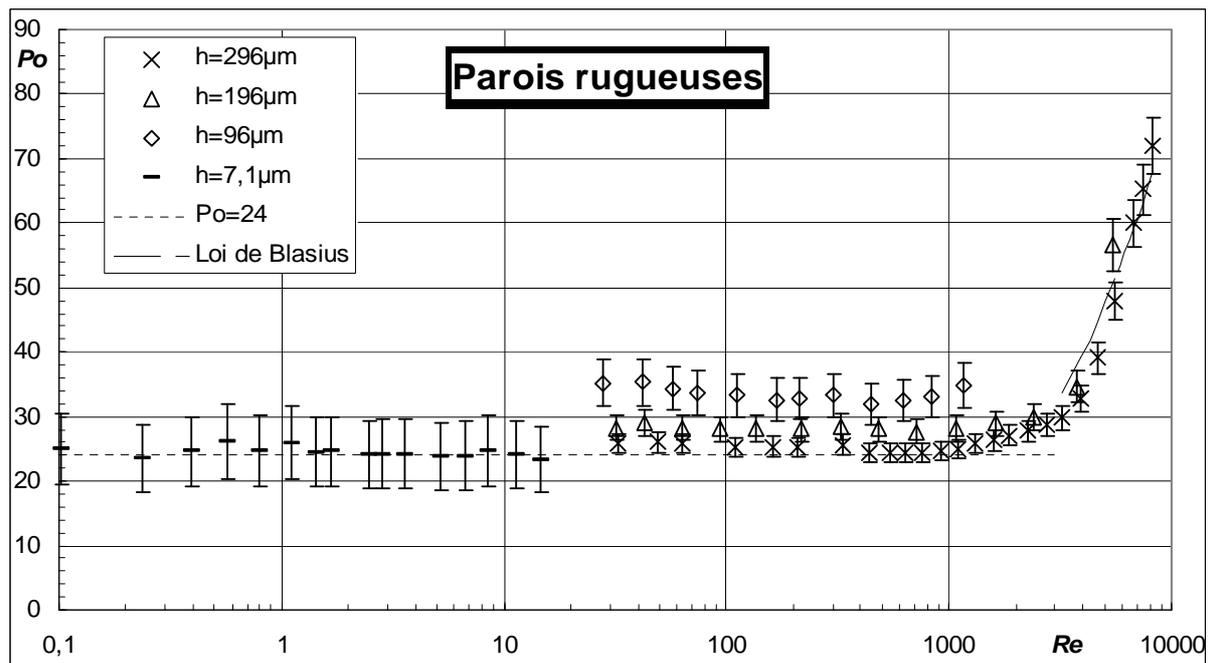


Fig. III. 10 : Effet de la rugosité pour des écoulements d'eau dans les microcanaux rugueux n° 2 ($h = 296 \mu\text{m}$; $k = 5 \mu\text{m}$), 4 ($h = 196 \mu\text{m}$; $k = 5 \mu\text{m}$), 6 ($h = 96 \mu\text{m}$; $k = 5 \mu\text{m}$) et 10 ($h = 7,1 \mu\text{m}$; $k = 0,75 \mu\text{m}$ sur le silicium, $k < 0,01 \mu\text{m}$ sur le pyrex)

Il est intéressant de remarquer que les valeurs obtenues dans les microcanaux à cale se regroupent le long de la courbe de Shah et London Fig. III. 11, lorsque Po est calculé avec une diminution de $11 \mu\text{m}$ du paramètre h , ce qui signifie que les mêmes pertes de pression seraient obtenues dans des canaux lisses de hauteur réduite. Cette diminution apparente de la section de passage peut en partie être attribuée à des cellules de re-circulation laminaires qui se développent à l'aval des rugosités et augmentent leur effet de blocage. Ce scénario est bien

vérifié par les calculs numériques de Hu et al. [HU 03], simulant des écoulements d'eau dans des microcanaux 2-D avec des rugosités parallélépipédiques. Leurs calculs ont porté sur des canaux de hauteur comprise entre 5 μm et 20 μm et des nombres Re variant entre 0,002 et 20. Ces auteurs ont exprimé l'effet de la rugosité par la réduction relative apparente du paramètre h en fonction de la hauteur, de la taille et de l'espacement des rugosités ainsi que de la hauteur des canaux. Malheureusement, l'expression proposée ne correspond ni aux rugosités relatives, ni aux hauteurs de notre étude et ne peut donc pas être comparée aux résultats expérimentaux de cette thèse.

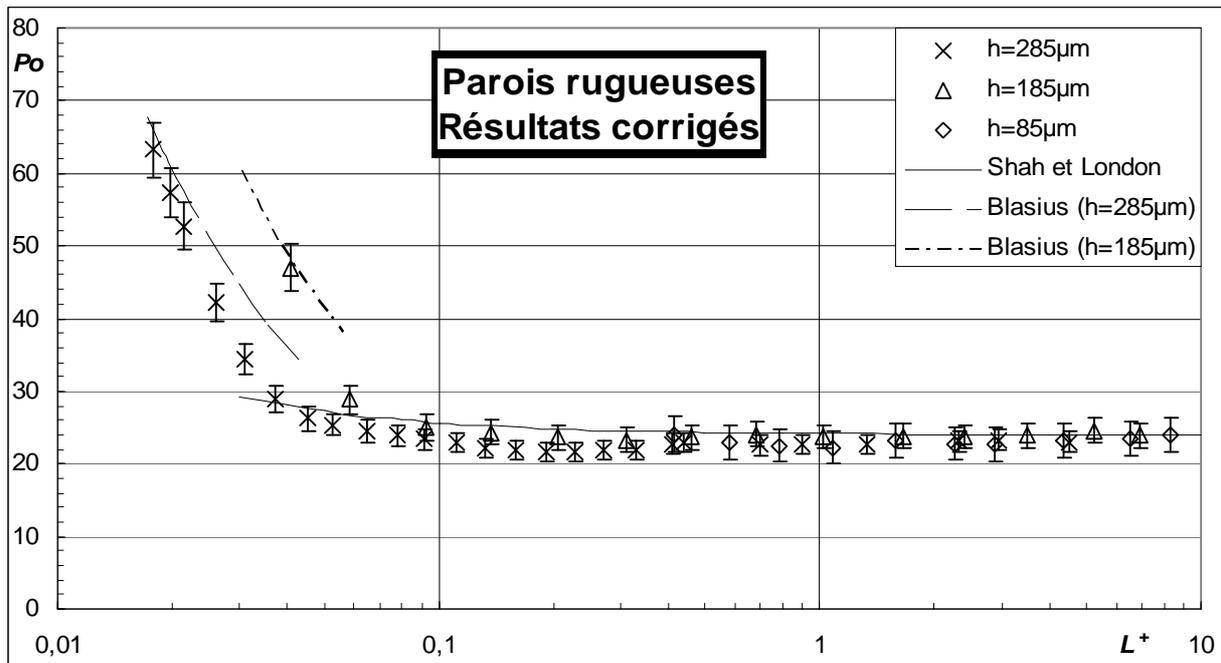


Fig. III. 11 : Evolution de Po en fonction de la longueur hydrodynamique L^+ pour les microcanaux à cale rugueux n° 2, 4 et 6. Les données ont été calculées avec une diminution artificielle de 11 μm du paramètre h .

Une autre approche considère que le frottement résulte de la somme des contraintes visqueuses sur les surfaces parallèles à l'axe longitudinal du canal et des forces de pression sur les surfaces des rugosités normales à l'écoulement. Il est vraisemblable que l'augmentation des frottements soit liée à ce dernier effet, c'est-à-dire à la traînée de l'écoulement sur les rugosités. De récents calculs numériques menés au LEGI par Gabriel Gamrat avec le code FLUENT 3D, montrent en effet que la contribution de la traînée augmente significativement avec la rugosité relative et qu'elle mène à une augmentation du nombre Po . Ce point sera repris et précisé dans le paragraphe III. 3 consacré à la modélisation analytique des écoulements en canal bidimensionnel rugueux.

Comme pour les microcanaux lisses, le nombre de Reynolds critique de transition à la turbulence peut-être estimé à partir de l'évolution du nombre de Poiseuille. Pour le canal n°2, la turbulence apparaît dans l'intervalle [2950 ; 3450] et pour le canal n°4, dans l'intervalle [3000 ; 3500]. Ces estimations sont légèrement supérieures à celles données pour les microcanaux lisses. Cependant, cette méthode n'est pas très précise car l'augmentation de Po résulte de la transition à la turbulence mais aussi des effets de développement du régime hydraulique. Bien que les courbes $Po-L^+$ aident à distinguer ces deux effets, la détermination du nombre de Reynolds critique de transition à la turbulence reste délicate par cette méthode. Il a donc été décidé de mener des expériences de visualisation pour caractériser plus finement la transition à la turbulence dans des microcanaux lisses et rugueux.

III. 2. 3 Transition à la turbulence : expérience de visualisation

La transition à la turbulence a été visualisée dans un canal lisse et un canal semi-rugueux de 200 μm de hauteur. Pour ce faire, deux blocs en altuglass ont été réalisés avec la géométrie des blocs en bronze et ont été assemblés pour former le canal n°12 (voir tableau III. 6). Le canal n°13 a, quant à lui, été formé d'un bloc en altuglass et d'un bloc en bronze texturé. La différence d'état de surface entre ces deux canaux a permis de caractériser l'influence de ce paramètre sur la transition. Pour ces expériences, le fluide de travail était de l'eau dé-ionisée d'une conductivité de 300 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Plus de détails sur le dispositif expérimental utilisé peuvent être trouvés dans le rapport de stage de Y. Baaziz [BAAZIZ 03].

Canal n°	$h(\mu\text{m})$	Parois	$L(\text{mm})$	$b(\text{mm})$	$k(\mu\text{m})$	Forme	$\lambda(\mu\text{m})$
12	200 (+/-1)	Altuglass/Altuglass	82	25	< 0,1	----	----
13	198 (+/-1,5)	Altuglass/ $\text{N}_i+\text{S}_i\text{C}$	82	25	5	Particule	15

Tableau III. 6: Caractéristiques géométriques des microcanaux utilisés pour la visualisation.

La visualisation a consisté à observer un tube de courant coloré par de la fluorescéine, par transparence à travers une paroi en altuglass. Le colorant a été injecté avec une aiguille de diamètre externe 500 μm , à la vitesse locale de l'écoulement, dans le convergent d'entrée. Bien que la taille de l'aiguille soit comparable à la hauteur h du canal, nous pensons que l'écoulement n'a pas été significativement perturbé par l'aiguille qui était placée à une distance d'environ 2,8 mm, c'est-à-dire 14 h , en amont du canal (Fig. III. 12).

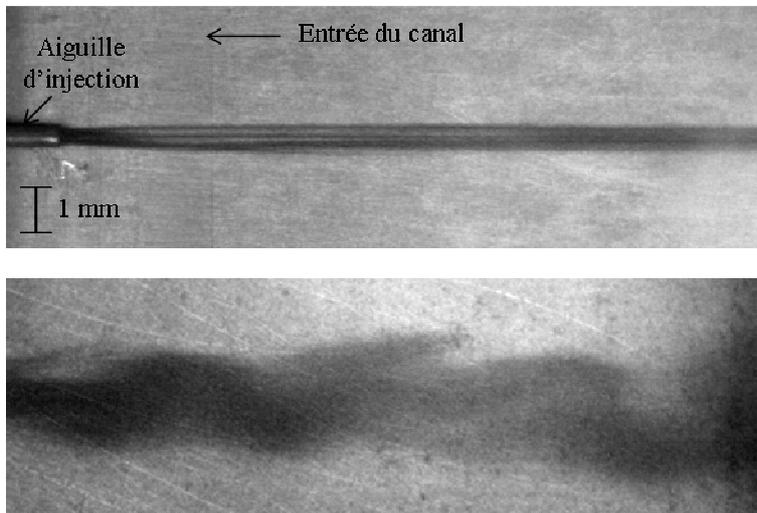


Fig. III. 12 : Visualisation de l'écoulement dans le canal n° 13. L'écoulement va de la gauche vers la droite. Le plan de visualisation correspond au plan du canal. $Re = 4000$. En haut : région d'entrée
En bas : fin du canal. Temps d'exposition : 1/10000^{ème} s. Photos : 16,5 mm x 5,3 mm.

Dans cette expérience, le filet de colorant remplit toute la hauteur du canal, mais son diamètre correspond à une fraction, de l'ordre de 1 à 2 %, de son envergure (largeur). La figure III. 12 montre une vue, dans le plan principal du canal (longueur, largeur), du système d'injection. Le débit de colorant est forcé dans l'aiguille par une seringue connectée au circuit d'air comprimé du laboratoire par l'intermédiaire d'un détendeur. Un étalonnage préliminaire de ce système avait permis de relier ce débit à la pression d'injection. Pendant la série d'expériences, la valeur de ce paramètre est choisie pour que la vitesse débitante d'injection soit égale à la vitesse locale de l'eau, à la position de l'aiguille.

La largeur et la forme du filet coloré ont été enregistrées à l'entrée et à la sortie du canal à travers un microscope longue distance monté sur une caméra numérique. La région observée correspond à une tranche parallèle au plan principal du canal qui intègre toute la hauteur de ce dernier. Les observations ont mis en évidence des écoulements stables pour des nombres Re s'élevant jusqu'à 2500, à la fois pour les parois lisses et rugueuses. Pour Re supérieur à 3800, nous avons observé de larges tourbillons en sortie de canal dont une photo instantanée est présentée Fig. III. 12. Pour des nombres Re fixés, compris entre 2500 et 3500, les photos ont révélé une alternance de zones stables et de bouffées turbulentes.

La largeur moyenne du filet de colorant à la sortie a été mesurée en fonction de Re , puis normalisée par sa valeur en entrée pour former le paramètre adimensionnel d . Pour ce faire, le temps d'ouverture de la caméra a été fixé à une valeur élevée ($1/125^{\text{ème}}$ s) par rapport au temps de séjour du fluide dans le champ de vision. La figure III. 13 présente les courbes $d(Re)$ obtenues pour les canaux n°12 et 13. Ce graphique identifie clairement le phénomène de transition à la turbulence à un nombre de Reynolds critique. Les données montrent en effet une augmentation de 500 % du paramètre d , dans un intervalle de Re large de 400. En définissant le Re critique de transition à la turbulence par la borne inférieure de cet intervalle, nous obtenons 2700 pour le canal lisse et 3400 pour le canal semi-rugueux. Ce graphique montre que la transition s'opère entre $Re = 2700$ et $Re = 3000$ dans le cas lisse, ce qui est en très bon accord avec les valeurs déduites des mesures de pertes de pression. Cette observation nous laisse penser que la perturbation due à la présence de l'aiguille reste faible dans les conditions de notre expérience. Ces résultats sont également en bon accord avec les valeurs rapportées dans des canaux à fort rapport d'aspect de taille conventionnelle [CAR 82]-[OBO 88].

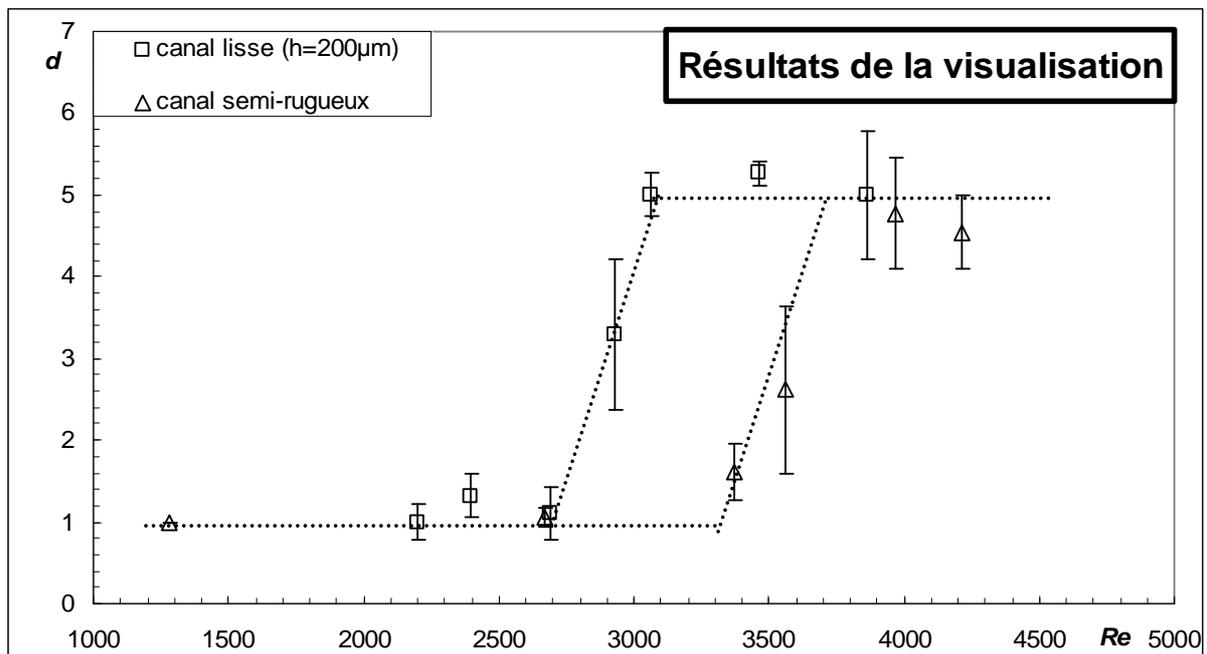


Fig. III. 13 : Effet de la rugosité sur la transition à la turbulence dans un microcanal rectangulaire à fort rapport d'aspect. Evolution de la largeur adimensionnelle du filet de colorant d pour les canaux n° 12 ($h = 200 \mu\text{m}$, parois lisses) et 13 ($h = 198 \mu\text{m}$, parois semi-rugueuses)

Pour le canal semi-rugueux, la transition s'opère à des valeurs de Re plus élevées (3400-3800). La même tendance avait été observée dans les résultats de perte de pression, bien que

son amplitude soit plus importante dans le cas de la visualisation. Le fait que la présence de rugosités retarde la transition paraît à première vue surprenant. Cependant, il n'existe à notre connaissance que peu d'études caractérisant l'influence de rugosités distribuées sur la transition à la turbulence en canal. En analysant les résultats de Nikuradse [NIK 33], Obot [OBO 88] suggère que la présence de rugosités peut provoquer une hausse modérée du Re critique. Plus récemment, Celata et al. [CEL 04] ont obtenu une transition retardée pour des écoulements dans des microtubes de 126 μm de diamètre, texturés par une poudre abrasive. L'effet inverse semble avoir été trouvé par Li et al. [LI 03] dans des microtubes circulaires, mais avec une amplitude très faible.

La transition à la turbulence dans un canal est un phénomène très complexe et nous n'avons pas d'explication certaine permettant d'interpréter l'effet de retardement que nous avons observé avec les rugosités. De nouvelles expériences seraient nécessaires pour confirmer cette tendance et comprendre plus finement la physique de ce phénomène.

III. 3 Modèle analytique de l'écoulement en canal 2D rugueux

III. 3. 1 Préambule

La caractérisation des frottements laminaires dans des microtubes ou des microcanaux rugueux a fait l'objet de recherches intenses ces dernières années. Mala et Li [MAL 99] puis Qu et al. [QU 00] ont proposé un modèle reposant sur le concept de viscosité rugueuse. Bien qu'intéressant, ce modèle s'est révélé délicat à justifier. En particulier, la distribution de la viscosité rugueuse en fonction de la position dans la conduite et sa dépendance au nombre de Reynolds n'ont pas été clairement établis par ces auteurs. Plus récemment, Koo et Kleinstreuer [KOO 03] ont modélisé les rugosités en parois de microconduite par un film poreux équivalent. Avec cette méthode, ils ont été en mesure de reproduire les résultats expérimentaux de Mala et Li [MAL 99] et de Guo et al. [GUO 03] en ajustant la perméabilité du film rugueux, ou sous forme adimensionnelle le nombre de Darcy. Cependant, cette démarche est d'un intérêt limité puisqu'elle n'est pas prédictive, c'est-à-dire qu'à partir de la géométrie des rugosités, il n'est pas possible de prévoir la loi d'évolution du coefficient de frottement. D'autre part, nous pensons que la condition aux limites en contrainte, à l'interface entre le film poreux et la conduite libre, n'a pas été correctement estimée dans cette étude.

Des calculs numériques 3D ont récemment été conduits par Hu et al. [Hu 03], pour des écoulements d'eau dans des microcanaux 2D avec des rugosités parallélépipédiques à base carrée. Ces calculs ont été menés dans des canaux de hauteur comprise entre 5 μm et 50 μm et pour Re variant entre 0,002 et 20. L'étude numérique initiée par Hu et al. est actuellement reprise et approfondie par Gabriel Gamrat, en thèse au Legi. La géométrie de Hu et al. a été conservée. Les résultats de ces deux études concordent et montrent une forte augmentation de la chute de pression avec la rugosité relative, alors que Po reste indépendant de Re pour tous les cas testés, atteignant $Re = 200$ pour les calculs de Gabriel Gamrat.

Nous appuyant sur ces résultats numériques, nous avons élaboré, pendant cette thèse, un modèle analytique bidimensionnel décrivant les écoulements laminaires en canal 2D rugueux. Ce modèle repose sur la méthode aux éléments discrets développée par Taylor, Coleman et Hodge pour prévoir le coefficient de frottement turbulent sur des parois rugueuses [TAY 85]. Le modèle a été calibré à partir des prévisions numériques de Hu et al. [HU 03] et ses résultats ont été comparés aux valeurs expérimentales de Po , obtenues dans les microcanaux à cale. Nous avons développé les calculs pour des réseaux périodiques et mono-dispersés de rugosités parallélépipédiques à base carrée Fig. III. 14 a). Cette géométrie présente l'intérêt d'être micro-usinable par des procédés de gravure profonde DRIE sur des substrats silicium. En outre, nous pensons pouvoir présenter prochainement des mesures de frottement dans des microcanaux à rugosité contrôlée.

III. 3. 2 Modélisation

L'établissement du modèle repose sur l'utilisation de volumes de contrôle infinitésimaux de hauteur δy , mais de longueur δx et d'envergure δz grandes par rapport au pas du réseau rugueux, dans lesquels toutes les grandeurs physiques de l'écoulement sont moyennées. L'interaction entre les rugosités et l'écoulement moyen est modélisée par un effort de traînée intervenant dans le bilan de la quantité de mouvement suivant l'axe du canal, ainsi que par des coefficients géométriques de blocage inférieurs à 1 pondérant de façon ad hoc les termes de transfert dans les équations de conservation (masse et quantité de mouvement).

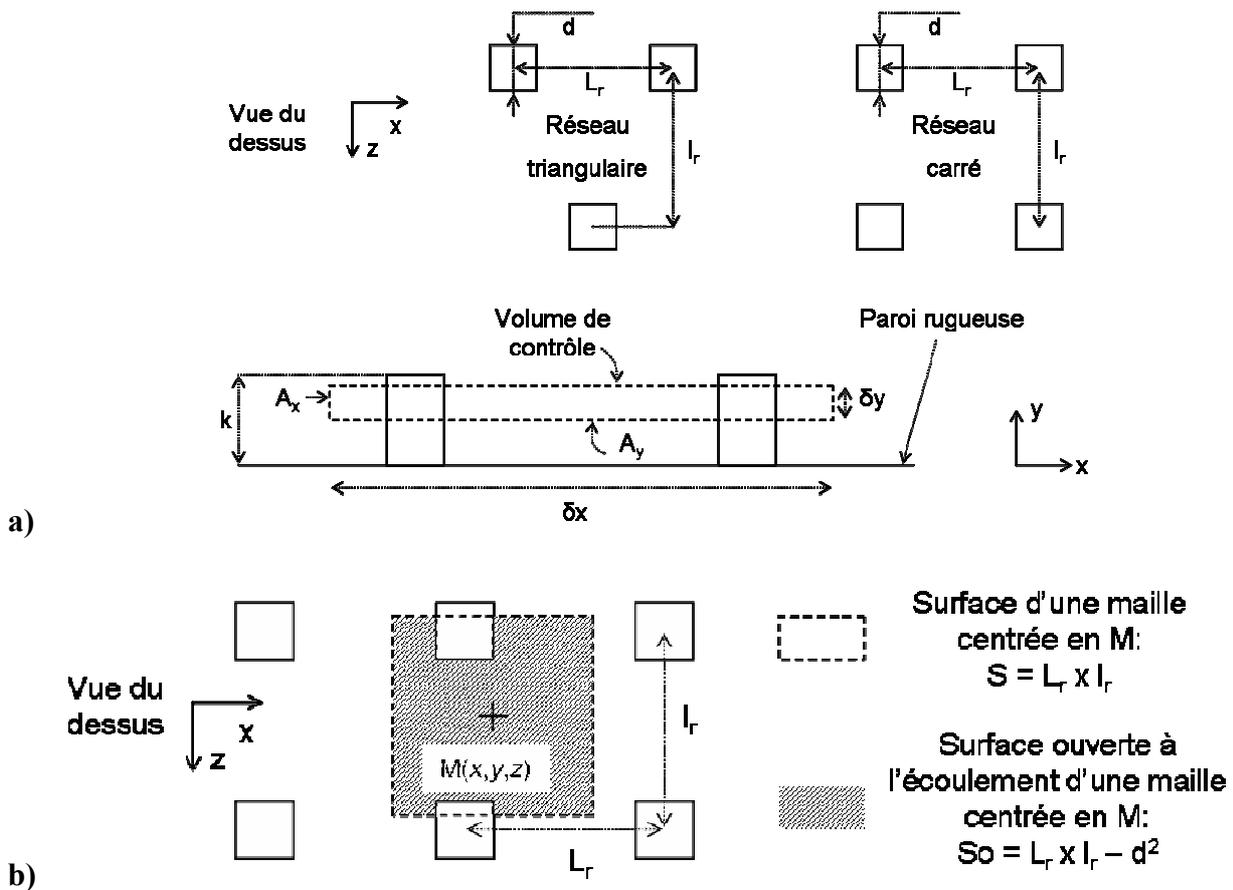


Fig. III. 14 : a) : En haut, disposition planaire des rugosités en réseau triangulaire ou carré. En bas : paroi du canal, rugosités et un exemple de volume de contrôle.

b) Au point $M(x, y, z)$, surface d'une maille et surface ouverte permettant respectivement de définir les grandeurs moyennées au sens de Darcy et au sens effectif ($y < k$).

Comme le montre la figure III. 14 a), ces volumes de contrôle contiennent du fluide mais sont également pénétrés par les rugosités. Par conséquent, les surfaces disponibles pour les transferts de masse et de quantité de mouvement dans le plan yz (A_x), ainsi que dans le plan xz (A_y), sont réduites par la présence des rugosités. Les surfaces sur lesquelles agissent les contraintes et les pressions le sont également. Cet effet de blocage est pris en compte en introduisant les coefficients β_x et β_y représentant respectivement la réduction de surface disponible pour l'écoulement et les transferts au travers des plans yz et xz .

Nous supposons qu'il est possible de décrire l'écoulement avec des grandeurs moyennées transversalement (z), mais aussi longitudinalement (x) sur une distance grande par rapport à l'espacement des rugosités, mais faible devant les variations longitudinales de l'écoulement. Contrairement au cas général, il suffit pour un réseau périodique de calculer des moyennes sur une seule maille de taille $L_r \times l_r$ pour un réseau carré (Fig. III. 14 b)) et de taille $L_r \times 2l_r$ pour un réseau triangulaire. Dans une approche de type milieu poreux, il est courant d'utiliser la surface totale du milieu pour calculer la moyenne d'une grandeur. On définit ainsi la vitesse dite de Darcy et notée U_D [KAVIANY 95]. Cette grandeur sous estime la vitesse réelle du fluide dans les pores. Pour s'en approcher il est intéressant d'introduire la vitesse effective, notée U , obtenue par une moyenne sur la surface ouverte à l'écoulement (surface S_o de la figure III. 14 b)). Les expressions suivantes permettent de définir les grandeurs moyennées au

sens effectif et au sens de Darcy, pour une quantité scalaire quelconque notée φ (composantes de la vitesse et pression):

$$\text{moyenne effective : } \Phi(x, y, z) = \frac{1}{\beta_y L_r l_r} \iint_{So(x,y,z)} \varphi(\xi, y, \zeta) d\xi d\zeta \quad (\text{III-9})$$

$$\text{moyenne de Darcy : } \Phi_D(x, y, z) = \frac{1}{L_r l_r} \iint_{So(x,y,z)} \varphi(\xi, y, \zeta) d\xi d\zeta$$

Notons que pour $y > k$, les moyennes effectives et au sens de Darcy sont identiques.

Nous limitons notre analyse au cas du régime laminaire et permanent et nous nous restreignons aux écoulements bidimensionnels, c'est-à-dire invariants selon z . Sauf indication contraire, toutes les grandeurs physiques de l'écoulement sont moyennées au sens des grandeurs effectives.

Avec U et V désignant respectivement la composante suivant x et y de la vitesse effective moyennée, la conservation de la masse s'écrit [TAY 85] :

$$\frac{\partial}{\partial x} (\rho \beta_x U) + \frac{\partial}{\partial y} (\rho \beta_y V) = 0 \quad (\text{III-10})$$

Pour exprimer la conservation de la quantité de mouvement dans un volume de contrôle, il est nécessaire de modéliser l'effort exercé par la rugosité sur l'écoulement. Nous notons δF_T l'opposé de la traînée générée par une tranche infinitésimale de rugosité de hauteur δy , pénétrant le volume de contrôle et nous définissons le coefficient de traînée C_T tel que:

$$\delta F_T = \frac{1}{2} \rho U^2(y) C_T d \delta y \quad (\text{III-11})$$

où le produit $d \delta y$ est égal à la surface normale à l'écoulement de la tranche de rugosité. Nous considérerons que, pour la dernière tranche incluant la surface supérieure des rugosités, la force exercée sur l'écoulement comprend la résultante des efforts de pression et de contrainte visqueuse sur la surface latérale, mais ne comprend pas la force tangentielle sur la surface supérieure de la rugosité. Le nombre de rugosités par unité de surface dans le plan xz étant $1/(L_r l_r)$, la conservation de la quantité de mouvement suivant x s'écrit localement [TAY 85]:

$$\beta_x \rho U \frac{\partial U}{\partial x} + \beta_y \rho V \frac{\partial U}{\partial y} = -\frac{\partial}{\partial x} (\beta_x P) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\mu \beta_y \frac{\partial U}{\partial y} \right) - \frac{1}{2} \rho C_T d \frac{U^2}{L_r l_r} \quad (\text{III-12})$$

Notons que, par rapport au modèle original développé pour les écoulements turbulents, les termes correspondant aux contraintes turbulentes de Reynolds ont été éliminés. Précisons également que la grandeur P représente la pression moyennée sur la surface effective disponible pour l'écoulement, au même titre que les composantes de la vitesse U et V .

L'établissement théorique des équations (III-10) et (III-12) est possible en effectuant la moyenne sur une maille de bilans physiques de masse et de quantité de mouvement. Cette moyenne fait apparaître des coefficients de blocage dont la valeur exacte n'est connue que pour le terme de pression. Taylor et al [TAY 85], dans une approche intuitive, ont choisi des coefficients de blocage identiques pour chaque terme. Ici, nous reprenons ce point de vue et nous considérons un seul coefficient de blocage, égal à celui du terme de pression, défini par la moyenne transversale et longitudinale de la proportion de surface disponible pour les transferts. Avec les notations introduites Fig. III. 14, ces coefficients s'écrivent :

$$\beta_x = \beta_y = \beta = 1 - \frac{d^2}{L_r l_r} \quad \text{pour } 0 \leq y \leq k \quad (\text{III-13})$$

$$\beta_x = \beta_y = 1 \quad \text{pour } k \leq y$$

Cette définition rend les coefficients de blocage moyens β_x et β_y égaux à la porosité du milieu. Il n'y a donc pas lieu de les distinguer. Cependant, pour rendre la suite de notre démarche plus claire, nous avons décidé, lorsque cela était possible, de distinguer ces deux coefficients.

Pour un écoulement établi en canal plan de hauteur h , les termes inertiels de l'équation (III-12) sont nuls et la conservation de la quantité de mouvement selon x se simplifie en :

$$\begin{aligned} \text{Pour } 0 \leq y \leq k : \quad \frac{d}{dx}(\beta_x P) &= \frac{d}{dy} \left(\mu \beta_y \frac{dU}{dy} \right) - \frac{1}{2} \rho C_T d \frac{U^2}{L_r l_r} \\ \text{Pour } k \leq y \leq h/2 : \quad \frac{d^2 U}{dy^2} &= -\frac{1}{\mu} \frac{dP}{dx} \end{aligned} \quad (\text{III-14})$$

où le gradient de pression est le même dans la zone libre et la zone rugueuse. Pour résoudre le système d'équations (III-10) et (III-14), il est nécessaire de spécifier les conditions aux limites et de modéliser le coefficient de traînée C_T .

III. 3. 3 Résolution analytique

Les conditions aux limites de raccordement en $y = k$ ont fait l'objet d'une attention particulière. Il s'agit du cas d'une interface parallèle à l'écoulement, entre un milieu poreux et un milieu libre. Notons que dans l'article original de Taylor et al. [TAY 85] cette question ne se posait pas car les rugosités y étaient coniques et de diamètre nul en $y = k$.

En $y = k^+$, le fluide adhérent au sommet des rugosités, la moyenne de la vitesse au sens de Darcy sur $S(x, y = k^+, z)$ est égale à la moyenne au sens de Darcy sur $S_0(x, y = k^-, z)$ (voir définition Fig. III. 14 b)). La vitesse, au sens de Darcy, est donc continue à l'interface. Sur les vitesses effectives, cette condition se traduit par :

$$\beta_y U(y = k^-) = U(y = k^+) \quad (\text{III-15})$$

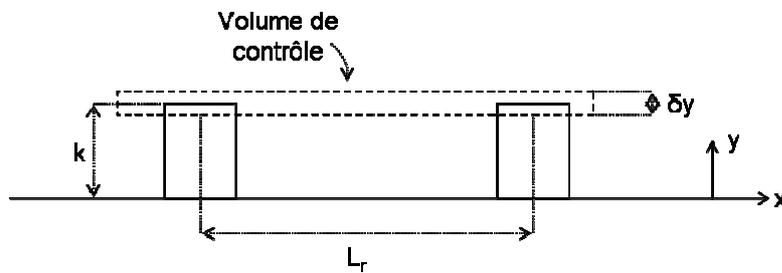


Fig. III-15 : Volume de contrôle à l'interface entre les rugosités et le canal libre.

La condition aux limites en contrainte peut être obtenue en effectuant un bilan de quantité de mouvement selon x , sur un volume de contrôle infinitésimal, centré en $y = k$, de hauteur δy , de longueur δx et d'envergure δz (Fig. III-15). Ce volume hybride est constitué de deux tranches d'épaisseur $\delta y/2$, appartenant respectivement à la zone libre et à la zone rugueuse. Pour un écoulement établi permanent, ce bilan donne pour un canal bidimensionnel :

$$\begin{aligned} & \left[\mu \frac{dU}{dy} \Big|_{y=k+\delta y/2} - (1-\beta_y) \mu \frac{dU}{dy} \Big|_{y=k^+} - \beta_y \mu \frac{dU}{dy} \Big|_{y=k-\delta y/2} \right] \delta x \delta z \\ & + \left[dP \frac{(1+\beta_x)}{2} \delta z - \frac{1}{2} \rho U^2(k) C_T \frac{d\delta x \delta z}{2L_r l_r} \right] \delta y = 0 \end{aligned} \quad (\text{III-16})$$

En faisant tendre δy vers 0, les termes du deuxième crochet disparaissent et la condition aux limites s'exprime à l'aide des vitesses effectives avec :

$$\mu \frac{dU}{dy} \Big|_{y=k^-} = \mu \frac{dU}{dy} \Big|_{y=k^+} \quad (\text{III-17})$$

ou en variable de Darcy : $\frac{1}{\beta_y} \mu \frac{dU_D}{dy} \Big|_{y=k^-} = \mu \frac{dU_D}{dy} \Big|_{y=k^+}$

Le résultat de ce calcul prévoit une discontinuité des gradients de vitesse de Darcy à l'interface. Cette condition n'a pas été utilisée dans le modèle du film poreux équivalent, développé par Koo et Kleinstreuer [KOO 03]-[KLE 04].

Les autres conditions aux limites viennent de l'adhérence à la paroi ($y = 0$) et de la symétrie du champ de vitesse par rapport au plan médian du canal ($y = h/2$) pour le cas rugueux. Pour un canal semi-rugueux, cette dernière condition se remplace par l'adhérence à la paroi lisse ($y = h$) :

$$\begin{array}{ll} U(y=0) = 0 & U(y=0) = 0 \\ \beta_y U(y=k^-) = U(y=k^+) & \beta_y U(y=k^-) = U(y=k^+) \\ \text{Cas rugueux : } \frac{\partial U}{\partial y} \Big|_{y=k^-} = \frac{\partial U}{\partial y} \Big|_{y=k^+} & \text{Cas semi-rugueux : } \frac{\partial U}{\partial y} \Big|_{y=k^-} = \frac{\partial U}{\partial y} \Big|_{y=k^+} \\ \frac{\partial U}{\partial y} \Big|_{y=h/2} = 0 & U(y=h) = 0 \end{array} \quad (\text{III-18})$$

La résolution du système d'équations (III-10)-(III-14) avec les conditions aux limites (III-18) nécessite de connaître la force de traînée, notée δF_T , s'exerçant sur une tranche de rugosité de hauteur δy . Dans une première approche, nous proposons de modéliser δF_T à l'aide des seules échelles de longueur d et k , c'est-à-dire de négliger l'influence des paramètres L_r et l_r . Dans un canal bidimensionnel d'une rugosité relative de 5 %, le nombre de Reynolds local de l'écoulement contournant les rugosités reste inférieur à 5 en régime laminaire¹. Ceci amène à poser que δF_T est proportionnelle à une contrainte basée sur la viscosité du fluide, la vitesse locale de l'écoulement et d . En multipliant cette contrainte par la surface frontale de la tranche de l'élément rugueux, nous obtenons :

$$\delta F_T(y) = \frac{1}{2} K \left(\frac{k}{d}, Re_d = \frac{\rho U(y)d}{\mu} \right) \left(\mu \frac{U(y)}{d} \right) d \delta y \quad (\text{III-19})$$

où K désigne un coefficient empirique à déterminer et Re_d représente le nombre de Reynolds local de l'écoulement autour de la rugosité. Le coefficient de traînée C_T prend donc la forme suivante :

$$C_T = \frac{K \left(\frac{k}{d}, Re_d \right)}{Re_d} \quad (\text{III-20})$$

Des expériences menées avec de l'eau circulant dans des microconduites rugueuses montrent que le nombre de Poiseuille reste constant en régime laminaire [JUD 02]-[GUO 03]. C'est le cas aussi des résultats expérimentaux de cette thèse (rugosité relative estimée à 5,2 % et $Re < 1300$), des prévisions numériques de Hu et al. [HU 03] et de Gabriel Gamrat menés jusqu'à $Re = 200$. De ce comportement, nous pouvons déduire que les effets inertiels sont négligeables aux abords des rugosités, autrement dit, que le paramètre K est indépendant de Re_d .

¹ Cette estimation est faite pour un nombre de Reynolds global de l'écoulement inférieur à 2000, calculé à partir du diamètre hydraulique et de la vitesse débitante d'un canal lisse de même hauteur que le canal h .

En posant :

$$A = \frac{1/2K}{L_r l_r \beta} \quad \text{et} \quad B = -\frac{1}{\mu} \frac{dP}{dx} \quad (\text{III-21})$$

L'équation du champ de vitesse devient :

$$\begin{aligned} \text{Pour } 0 \leq y \leq k \quad \frac{d^2U}{dy^2} - AU + B &= 0 \\ \text{Pour } k \leq y \leq h/2 \quad \frac{d^2U}{dy^2} + B &= 0 \end{aligned} \quad (\text{III-22})$$

En adimensionnalisant les longueurs par h et U par la vitesse débitante du cas lisse ($U_0 = Bh^2/12$), on forme les variables adimensionnelles :

$$y^* = \frac{y}{h}; \quad k^* = \frac{k}{h}; \quad d^* = \frac{d}{h}; \quad L_r^* = \frac{L_r}{h}; \quad l_r^* = \frac{l_r}{h}; \quad A^* = Ah^2; \quad \text{et} \quad U^* = \frac{U}{Bh^2/12}$$

L'équation adimensionnalisée du champ de vitesse est alors :

$$\begin{aligned} \text{Pour } 0 \leq y^* \leq k^* \quad \frac{d^2U^*}{dy^{*2}} - A^*U^* + 12 &= 0 \\ \text{Pour } k^* \leq y^* \leq 1/2 \quad \frac{d^2U^*}{dy^{*2}} + 12 &= 0 \end{aligned} \quad (\text{III-23})$$

Il est intéressant de remarquer que ce système d'équations et donc le champ de vitesse adimensionnalisé ne dépendent pas de B , c'est-à-dire du gradient de pression moteur. Il en est de même du nombre de Poiseuille, noté Po , car Po est défini par :

$$Po = -\frac{1}{\mu} \frac{dP}{dx} \frac{2h^2}{U_{deb}} \quad \text{avec} \quad U_{deb} = \frac{1}{h} \int_0^h \beta_x(y)U(y)dy \quad (\text{III-24})$$

ou encore, à partir des variables adimensionnelles :

$$Po = \frac{24}{\int_0^1 \beta_x(y^*)U^*(y^*)dy^*} \quad (\text{III-25})$$

Cette dernière expression ne dépendant pas du gradient de pression moteur, le nombre Po prévu par ce modèle en régime laminaire est indépendant du nombre de Reynolds Re de l'écoulement.

La résolution du système donne :

Pour un canal rugueux :	
$\text{Pour } 0 \leq y^* \leq k^* \quad U^*(y^*) = \frac{12}{A^*} \left\{ 1 + \sqrt{A^*} \left(\frac{1}{2} - k^* \right) \frac{\sinh(\sqrt{A^*} y^*)}{\cosh(\sqrt{A^*} k^*)} - \frac{\cosh[\sqrt{A^*} (k^* - y^*)]}{\cosh(\sqrt{A^*} k^*)} \right\}$	$+ \quad (\text{III-26})$
$\text{Pour } k^* \leq y^* \leq \frac{1}{2} \quad U^*(y^*) = \frac{12\beta_y}{A^*} \left[1 + \sqrt{A^*} \left(\frac{1}{2} - k^* \right) \tanh(\sqrt{A^*} k^*) - \frac{1}{\cosh(\sqrt{A^*} k^*)} \right] +$ $6[y^* - y^{*2} + k^{*2} - k^*]$	

Pour le cas semi-rugueux, il est utile d'introduire un nouveau paramètre noté C_I :

$$C_1 = \frac{B}{2\sqrt{A}(k-h)\cosh(\sqrt{A}k) - 2\beta_y \sinh(\sqrt{A}k)} \left[\begin{aligned} & \frac{k^2}{2} - \frac{h^2}{2} + (h-k) \left(k + \frac{e^{-\sqrt{A}k}}{\sqrt{A}} \right) \\ & + \beta_y \left(\frac{1 - e^{-\sqrt{A}k}}{A} \right) \end{aligned} \right] \quad (\text{III-27})$$

et $C_1^* = \frac{C_1}{Bh^2/12}$

Pour un canal semi-rugueux :

$$\begin{aligned} \text{Pour } 0 \leq y^* \leq k^* \quad U_1^*(y^*) &= \frac{12}{A^*} \left(1 - e^{-\sqrt{A^*}y^*} \right) + 2C_1^* \sinh(\sqrt{A^*}y^*) \\ \text{Pour } k^* \leq y^* \leq 1 \quad U_2^*(y^*) &= (y^* - 1) \left[\begin{aligned} & 2C_1^* \sqrt{A^*} \cosh(\sqrt{A^*}k^*) \\ & + 12 \left(k^* + \frac{e^{-\sqrt{A^*}k^*}}{\sqrt{A^*}} \right) \end{aligned} \right] + 6(1 - y^{*2}) \end{aligned} \quad (\text{III-28})$$

Ces champs de vitesses font intervenir, à travers le paramètre A^* , le coefficient de traînée des rugosités. Ce coefficient peut être obtenu empiriquement par ajustement avec les calculs numériques de Hu et al. [HU 03]. Cette démarche est l'objet du paragraphe suivant.

III. 3. 4 Validation

Le modèle analytique requiert une loi d'évolution empirique pour le paramètre K . Celle-ci a été déterminée à partir des données issues des calculs numériques 3D de Hu, Werner et Li [HU 03] menés pour de l'eau circulant dans un microcanal bidimensionnel à rugosités parallélépipédiques (Fig. III. 14).

La comparaison entre le modèle et les calculs numériques a porté sur la réduction apparente de la section de passage liée à l'effet des rugosités. En effet, les frottements dans un canal bidimensionnel rugueux peuvent être exprimés par une hauteur réduite notée h_R , qui est la hauteur d'un canal virtuel lisse dans lequel, pour un débit donné, la perte de pression est équivalente à celle du canal rugueux. L'intérêt de ce critère est qu'il est indépendant de la façon dont le nombre Po est calculé dans le cas rugueux, comme le montre la deuxième équation de (III-29).

Le nombre de Poiseuille Po ainsi que les paramètres géométriques h , et h_R s'écrivent de la manière suivante en fonction du gradient de pression, de la viscosité du fluide et du débit volumique par unité de largeur Q_v' :

$$\begin{aligned} \text{canal rugueux : } Po &= -\frac{1}{\mu} \frac{dP}{dx} \frac{2h^3}{Q_v'} \\ \text{canal virtuel lisse : } 24 &= -\frac{1}{\mu} \frac{dP}{dx} \frac{2h_R^3}{Q_v'} \end{aligned} \quad (\text{III- 29})$$

Il est alors facile d'en tirer l'expression de h_R :

$$h_R = h \left(\frac{24}{Po} \right)^{1/3} \quad (\text{III- 30})$$

A partir de h_R , nous formons la réduction relative de la hauteur du canal ξ :

$$\xi = 1 - \frac{h_R}{h} \quad (\text{III- 31})$$

La corrélation¹ donnée par Hu et al. [HU 03] s'écrit avec les notations introduites précédemment, en supposant $L_r = l_r$ et pour un réseau triangulaire:

$$\xi = 0,1992 + 0,1246d - 0,0505L_r + 0,0018L_r^2 + 0,315k - 0,0618h + 0,002h^2 \quad (\text{III- 32})$$

Pour un réseau carré :

$$\xi = 0,1495 + 0,0772d - 0,0505L_r + 0,0018L_r^2 + 0,3088k - 0,041h + 0,0018h^2 \quad (\text{III- 33})$$

L'évolution de ces deux corrélations en fonction des paramètres d , L_r , k et h est très voisine sauf pour h variant entre 5 μm et 20 μm . Dans ce cas, l'expression donnée pour le réseau carré prévoit une très forte remontée du paramètre ξ lorsque h devient supérieur à 10 μm . Cette remontée est très étrange et nous pensons qu'une erreur en est probablement la cause. Cette hypothèse semble confirmée par les résultats de Gabriel Gamrat qui montrent que la configuration du réseau, qu'elle soit triangulaire ou carrée, n'influence pas le paramètre ξ . Le modèle analytique ne distingue pas ces géométries qui présentent chacune les mêmes coefficients de blocage. Les résultats du modèle sont donc indépendants du type de réseau considéré.

Nous avons utilisé les données prévues par la corrélation de Hu et al. dans le cas d'un réseau triangulaire [HU 03], pour calibrer le modèle analytique.

¹ d , L_r , k et h doivent être exprimés en microns dans cette corrélation.

Pour cette étude, il est commode de distinguer les réseaux, que nous appellerons homogènes, définis par :

$$k = d = 1/2 L_r = 1/2 l_r \quad (\text{III- 34})$$

Les réseaux homogènes sont caractérisés par une seule échelle de longueur, notée k_e qui est prise égale à la hauteur des rugosités :

$$\text{Lorsque } k = d = 1/2 L_r = 1/2 l_r \text{ alors } k_e = k \quad (\text{III- 35})$$

Un premier ajustement du modèle avec les résultats de la corrélation est réalisé au point $k_e^* = 0,2$ avec $h = 5 \mu\text{m}$. En ce point $k/d = 1$. L'évolution de ξ en fonction du paramètre K de l'équation (III-16) est montré Fig. III. 16. L'intersection entre le modèle et les calculs de Hu et al. [HU 03] a lieu pour $K = 60$ où la sensibilité de ξ est de 2,2 ‰, pour une augmentation de 1 du paramètre K .

Une fois ce paramètre réglé, le comportement du modèle peut être analysé en fonction des caractéristiques géométriques du réseau Fig. III. 17 - Fig. III. 20. Dans ces graphiques, le point qui a servi à l'ajustement du modèle est repéré par un symbole plein.

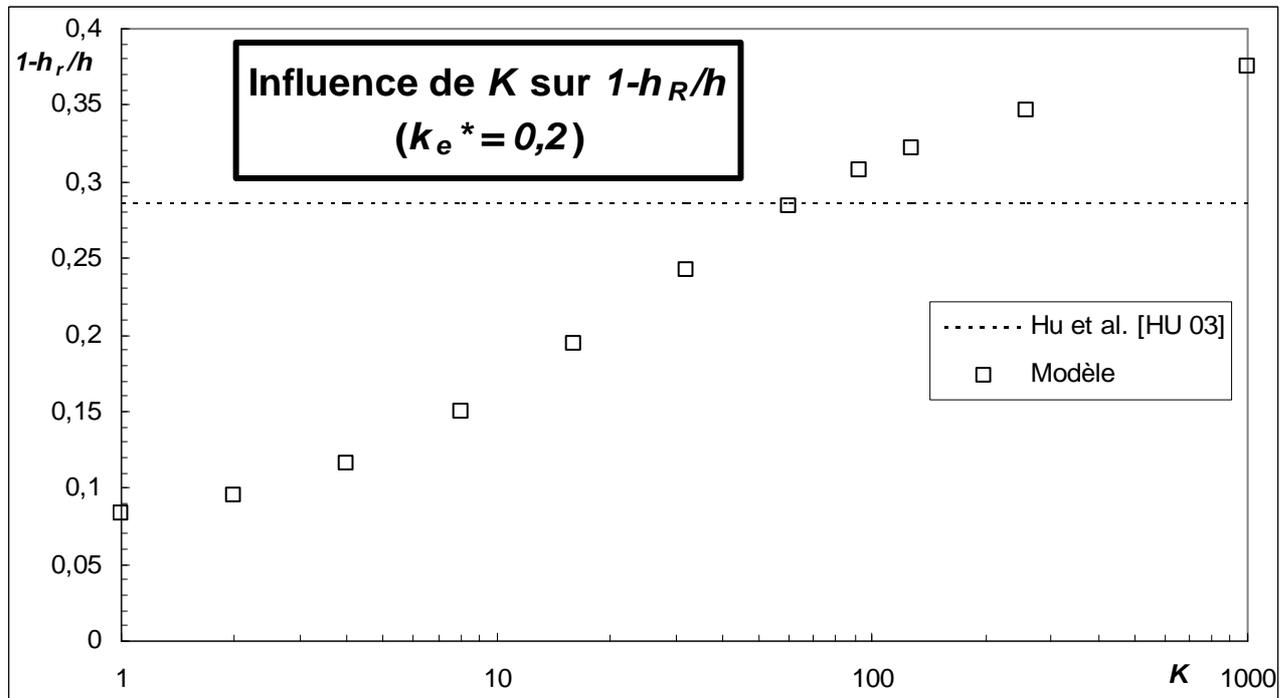


Fig. III. 16 : Influence de K sur ξ
($k_e^* = 0,2$ et $h = 5 \mu\text{m}$)

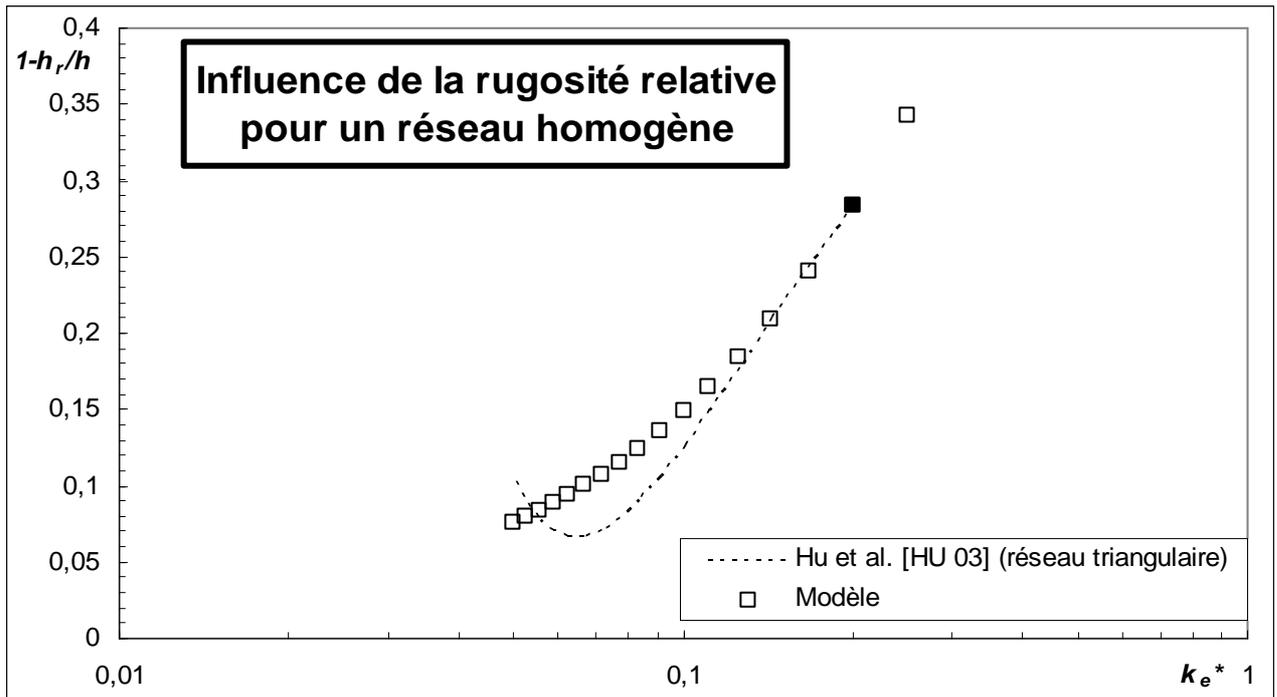


Fig. III. 17 : Effet de la rugosité relative k_e^* sur ξ pour un réseau de rugosités homogène ($k_e = 1 \mu\text{m}$, h variable)

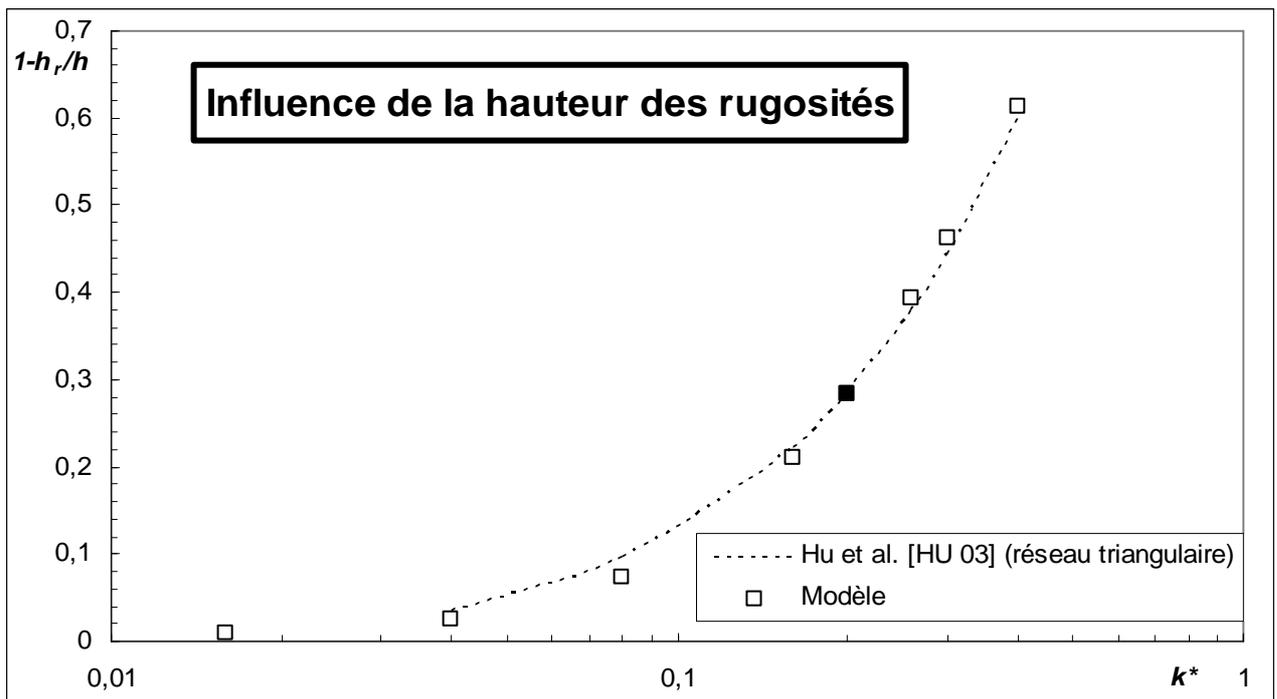


Fig. III. 18 : Influence de la hauteur des rugosités sur ξ ($h = 5 \mu\text{m}$; $d = \frac{1}{2} L_r = \frac{1}{2} l_r = 1 \mu\text{m}$)

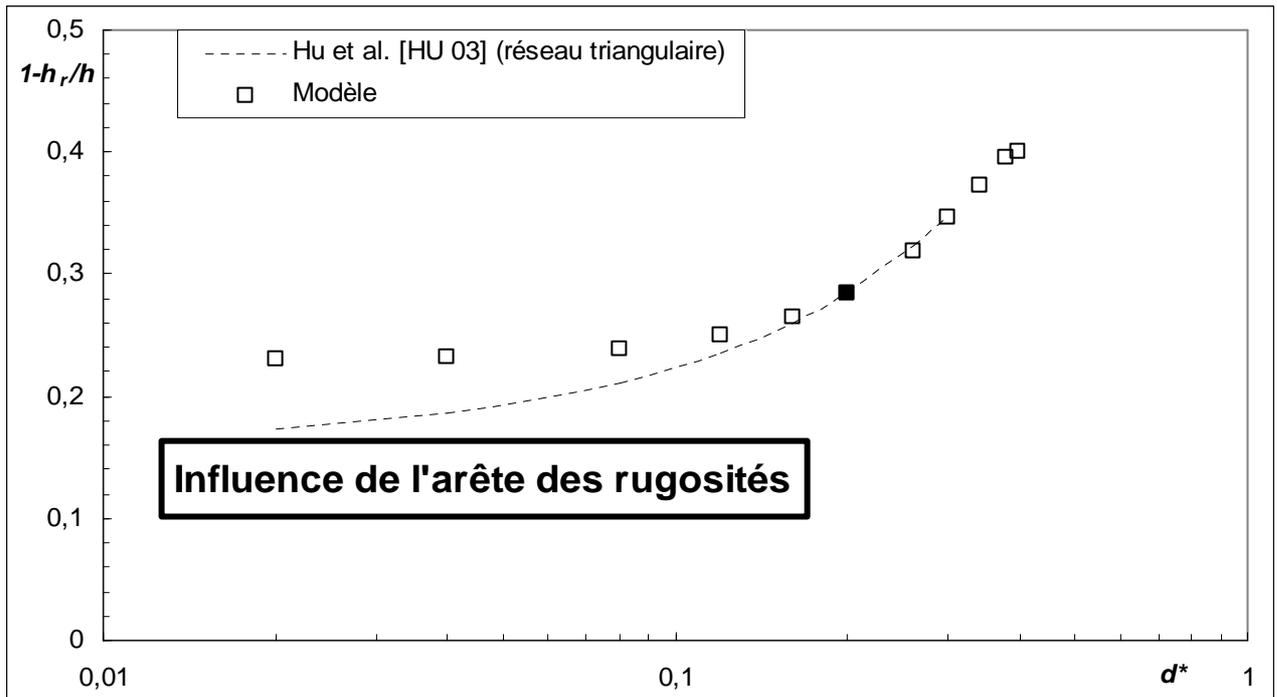


Fig. III. 19 : Influence de l'arête des rugosités sur ξ
 ($h = 5\mu\text{m}$; $k = \frac{1}{2} L_r = \frac{1}{2} l_r = 1 \mu\text{m}$)

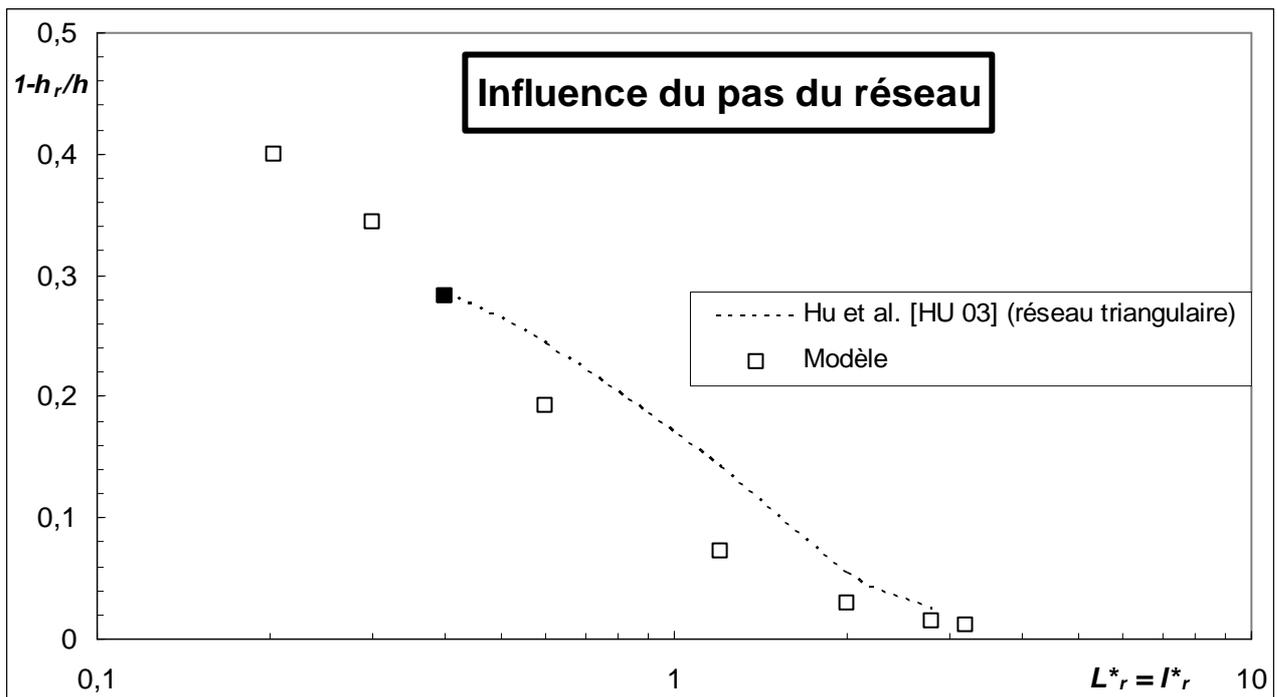


Fig. III. 20 : Influence de l'espace des rugosités sur ξ
 ($h = 5\mu\text{m}$; $k = d = 1 \mu\text{m}$)

La figure III. 17 montre l'évolution de ξ , pour un réseau homogène, en fonction de la hauteur du canal. Les valeurs prévues par le modèle et la corrélation sont très proches, sauf lorsque k^* est voisin de 0,07, point correspondant au minimum de la corrélation. Le comportement déduit des calculs numériques étant difficile à justifier physiquement, nous pensons qu'il s'agit vraisemblablement d'une erreur d'interpolation.

Un second test consiste à faire varier la hauteur des rugosités, les autres paramètres restant constants (Fig. III. 18). Dans ce cas, les résultats du modèle sont en très bon accord avec les calculs de Hu et al. Notons que le dernier point de ce graphe d'abscisse $k^* = 0,4$ correspond au cas où les rugosités forment des poutres très hautes dans le canal. On est alors très loin de la situation physique de rugosités ordinairement rencontrées dans la pratique.

Lorsque l'arête des rugosités diminue, les résultats du modèle deviennent supérieurs à ceux de la corrélation pour $d^* < 0,1$, correspondant à $k/d = 2$ (Fig. III. 19). A titre de comparaison, il est intéressant de donner l'évolution de K pour un cylindre circulaire infiniment long. La solution de Oseen-Lamb, confirmée par expérience pour $Re_d \leq 1$, est d'après White [WHITE 92] :

$$K = \frac{8\pi}{1 - \Gamma + \text{Ln}\left(\frac{8}{Re_d}\right)} \quad (\text{III-36})$$

où Γ est la constante d'Euler qui vaut numériquement $\Gamma = 0,577$. La loi de Oseen-Lamb prévoit $K = 12,6$ pour $Re = 1$. Cette valeur, qui est inférieure à celle prise pour le modèle analytique ($K = 60$), explique sans doute la tendance observée Fig. III. 19 lorsque l'arête des rugosités diminue. Le même constat peut être fait par comparaison avec un écoulement rampant perpendiculaire au grand axe d'un ellipsoïde de révolution très élancé, obtenu par révolution autour du grand axe de l'ellipse. L'effort de traînée de cet obstacle est rapporté par Sherman [SHERMAN 90]. En assimilant respectivement la hauteur k et l'arête d de la rugosité à la longueur et au diamètre de l'ellipsoïde, le coefficient K issu de la traînée par élément de longueur de l'ellipsoïde de révolution à fort élancement est :

$$K = \frac{16\pi}{1 + 2\text{Ln}\left(\frac{2k}{d}\right)} \quad (\text{III-37})$$

On peut s'interroger sur la différence entre la valeur $K = 60$ prise par le modèle et celles, nettement plus faibles, prévues pour des écoulements autour d'obstacles isolés (équations III-36 et III-37). L'effet d'interaction entre les différentes rugosités explique sans doute une partie de cet écart, mais le fait que le modèle analytique et les calculs numériques concordent bien lorsque le pas du réseau augmente, suggère que cette explication n'est pas complète (Fig. III. 20). En revanche, des effets tridimensionnels peuvent sans doute justifier cet écart. En effet, la forme des lignes de courant tracées par Hu et al [HU 03] indique qu'au passage d'une rugosité, du fluide de faible vitesse monte des parois vers le cœur de l'écoulement et inversement. Ce processus présente une certaine analogie avec le mécanisme du transfert turbulent. Dans le modèle présenté ici, cet effet est compris dans le terme de traînée, ce qui explique sans doute l'importance de ce terme par rapport au cas des écoulements uniformes autour d'obstacles.

Comme indiqué précédemment, lorsque le pas du réseau varie, la correspondance entre le modèle et les calculs numériques est bonne (Fig. III. 20). Remarquons que pour $L_r^* = l_r^* = k^* = d^* = 0,2$ le modèle prévoit $\xi = 0,4$ en accord avec la valeur théoriquement attendue : dans ce cas, les rugosités pavent intégralement l'espace et forment un canal, lisse, d'une hauteur amputée de 40 % par rapport au canal initialement rugueux.

Nous avons déterminé la loi d'évolution de K en fonction de k/d empiriquement en nous inspirant de la forme générale du coefficient de traînée d'un ellipsoïde de révolution à fort élancement. Plusieurs lois ont été testées ; le modèle qui a fourni la meilleure adéquation entre les calculs et les prévisions numériques de Hu et al. est :

$$K\left(\frac{k}{d}\right) = \frac{60}{1 + \frac{1}{2} \text{Ln}\left(\frac{k}{d}\right)} \quad \text{pour } k/d \geq 1$$

$$K\left(\frac{k}{d}\right) = 60 \quad \text{pour } k/d \leq 1$$

(III- 38)

Avec cette loi, les figures III-17 et III-20 restent inchangées et les figures III-18 et III-19 sont respectivement remplacées par les figures III-21 et III-22. Avec le modèle III-38, les résultats numériques de Hu et al. sont très bien reproduits par les calculs analytiques. Dans la suite tous les calculs sont menés avec la loi (III- 38).

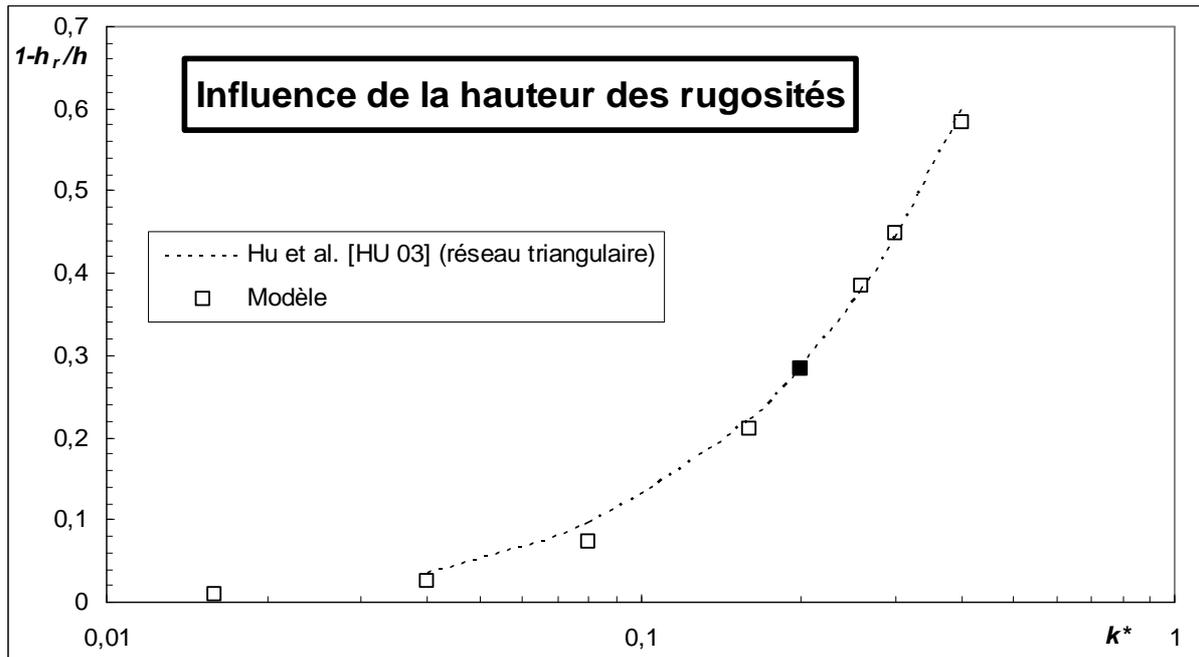


Fig. III. 21 : Influence de la hauteur des rugosités sur ξ en utilisant le modèle (III-38)
 ($h = 5\mu\text{m}$; $d = \frac{1}{2} L_r = \frac{1}{2} l_r = 1 \mu\text{m}$)

La comparaison entre les calculs et les résultats expérimentaux obtenus dans les microcanaux rugueux à cale est montrée Fig. III-23. Le rapprochement étant effectué par rapport à un réseau de rugosités homogène, le graphe montre que les résultats expérimentaux sont correctement représentés par une rugosité équivalente correspondant à $k_e = 7,2 \mu\text{m}$. Cette valeur est légèrement supérieure à l'estimation faite pour la hauteur émergente des particules de SiC ($k \sim 5 \mu\text{m}$). Néanmoins, en considérant les incertitudes expérimentales sur ce paramètre ainsi que sur la hauteur des microcanaux, la correspondance entre le modèle et les résultats expérimentaux est bonne. En particulier, la variation du nombre de Poiseuille en fonction de l'épaisseur de cale est bien prévue par le modèle. Des mesures de frottement dans des microcanaux à rugosités contrôlées de forme parallélépipédique seront menées prochainement afin de disposer d'éléments de comparaison supplémentaires.

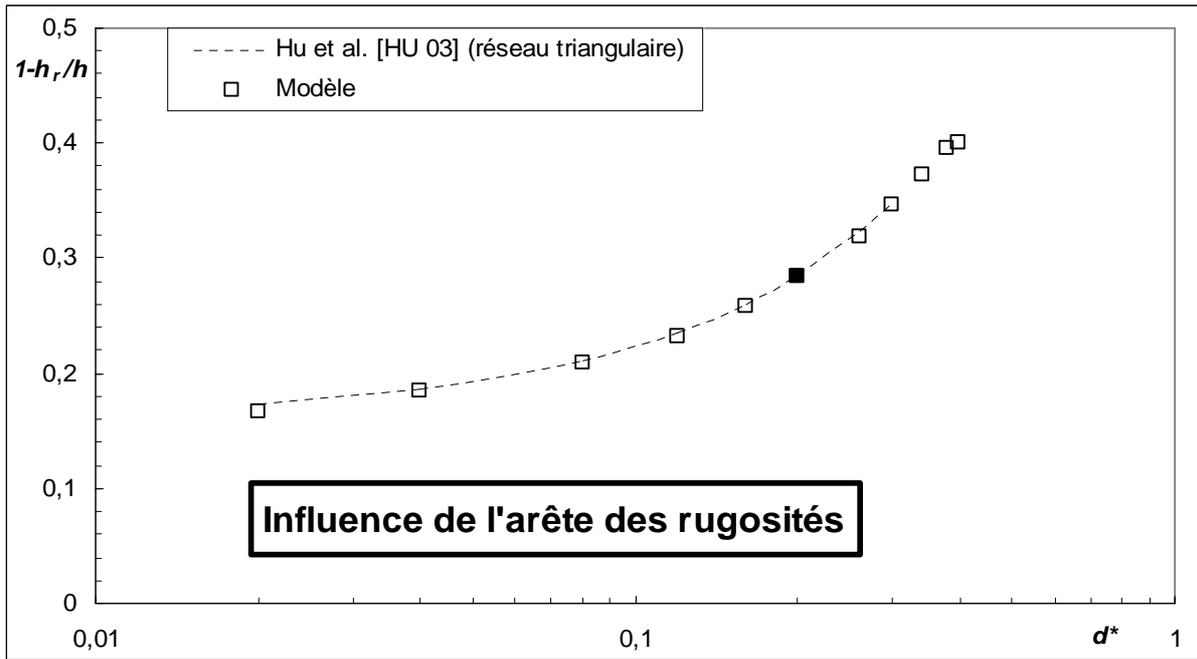


Fig. III. 22 : Influence de l'arête des rugosités sur ξ en utilisant le modèle (III-38) ($h = 5\mu\text{m}$; $k = \frac{1}{2} L_r = \frac{1}{2} l_r = 1\mu\text{m}$)

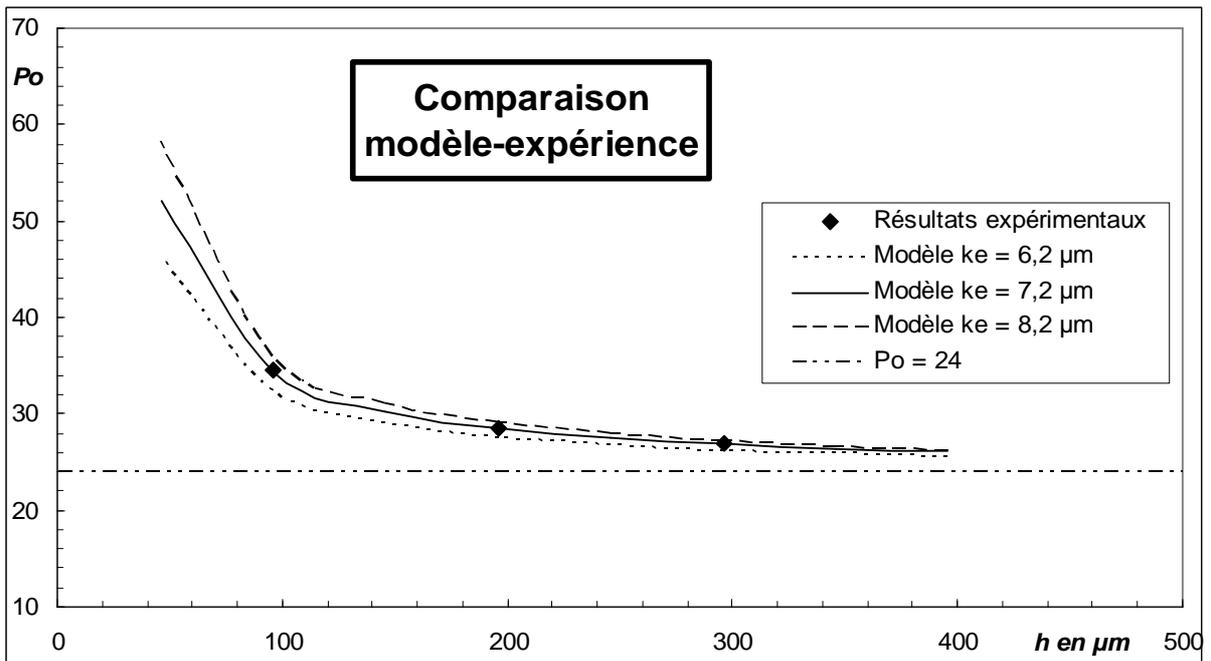


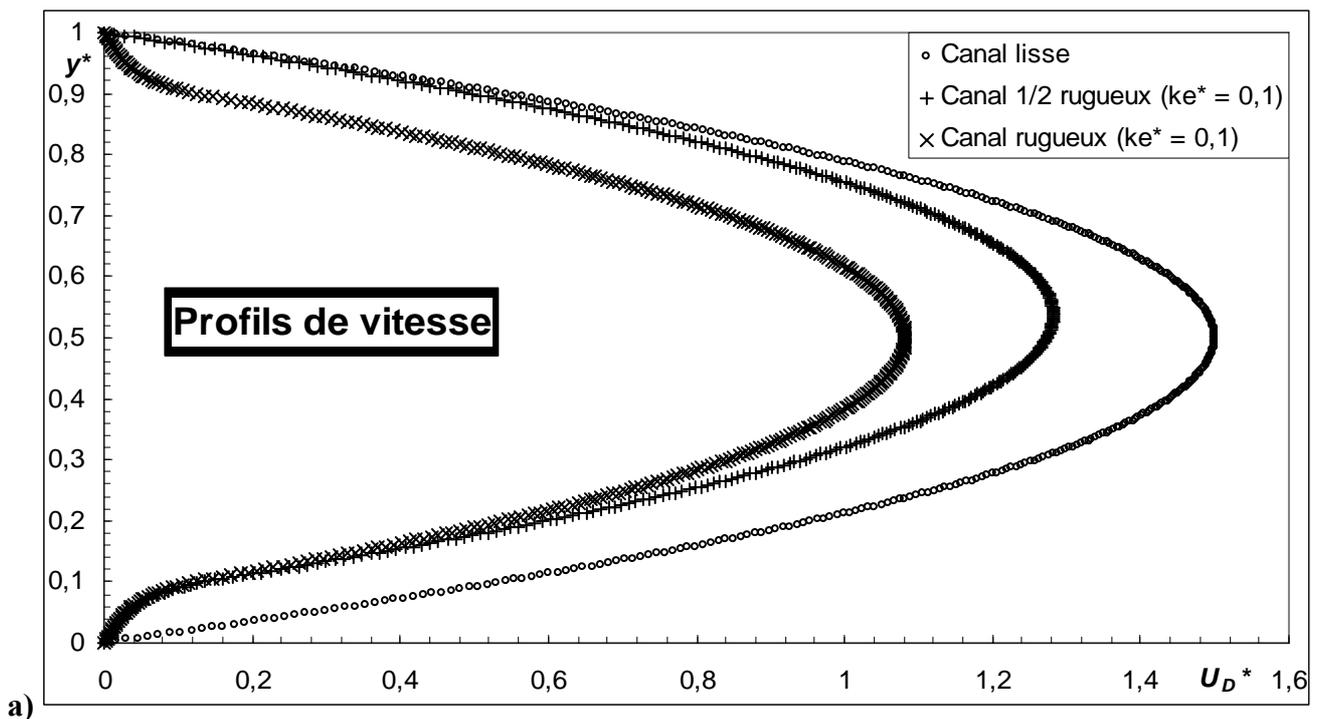
Fig. III. 23 : Comparaison entre les prévisions du modèle pour un réseau homogène et les résultats expérimentaux des microcanaux rugueux à cale.

III. 3. 5 Remarques prédictives et conclusion

L'exploitation du modèle analytique permet de comprendre plus en détail la physique des écoulements laminaires dans des canaux rugueux. En particulier, ce modèle permet d'identifier le mécanisme responsable de l'augmentation des frottements laminaires dans des microcanaux rugueux.

Nous rappelons que tous les calculs ont été menés avec le modèle décrit par l'équation (III-38).

La figure III. 24 présente le profil de vitesse adimensionnalisé pour un canal lisse, un canal semi-rugueux et un canal rugueux ayant tous deux une rugosité relative $k_e^* = 0,10$. Cette représentation revient à comparer des écoulements ayant le même gradient de pression. Les vitesses y sont exprimées en variable de Darcy. La présence des rugosités se traduit par une diminution, par rapport au cas lisse, de la vitesse maximale de 15 % pour le canal semi-rugueux et de 27 % pour le canal rugueux (Fig. III. 24 a). En première approximation, l'augmentation du nombre de Poiseuille par rapport au cas lisse est donc deux fois plus importante pour un canal rugueux que pour un canal semi-rugueux. Il est intéressant de remarquer que près de la paroi, le profil de vitesse et donc les frottements sont très voisins pour les cas rugueux et semi-rugueux (Fig. III. 24 b).



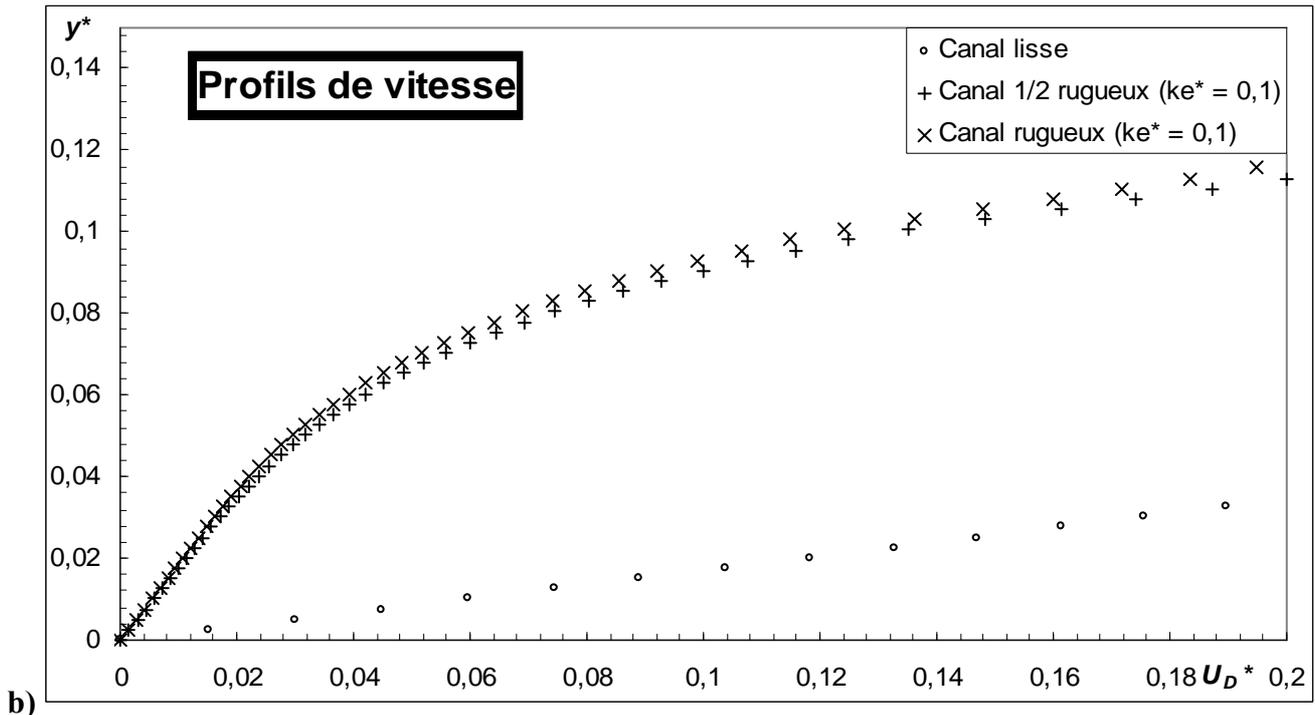


Fig. III. 24 : Influence de la rugosité sur le profil de vitesse d'un écoulement laminaire en canal bidimensionnel (même gradient de pression moteur). **a)** tout le canal et **b)** vue rapprochée près de la paroi rugueuse.

A partir du profil de vitesse, il est possible de calculer les différentes contributions au gradient de pression. Il est intéressant de distinguer les contraintes visqueuses sur les parois horizontales de la contrainte de traînée s'exerçant sur les parois verticales des rugosités :

$$\tau_v(0) = \beta\mu \left. \frac{\partial U}{\partial y} \right|_{y=0} \quad \tau_v(k) = (1-\beta)\mu \left. \frac{\partial U}{\partial y} \right|_{y=k} \quad \text{et} \quad \tau_t = \frac{1}{2} \frac{1}{L_r l_r} \int_0^k (\rho d C_T U^2) dy \quad \text{(III-39)}$$

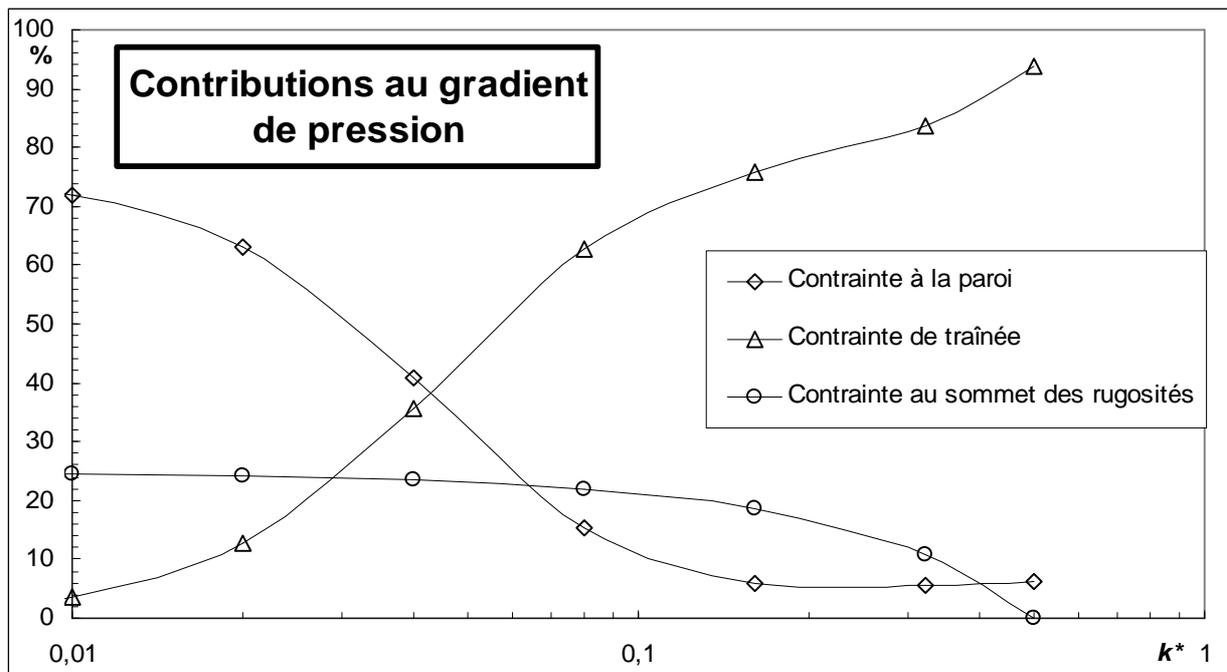


Fig. III. 25 : Contributions relatives des contraintes visqueuse et de traînée en fonction de k^* . ($d^* = \frac{1}{2} L_r^* = \frac{1}{2} l_r^* = 0,1$)

La contribution relative de la contrainte de traînée τ augmente avec la rugosité relative k^* et devient prépondérante, pour des valeurs de k^* supérieures à 0,04 (Fig. III. 25). C'est donc la traînée sur les rugosités qui explique l'augmentation des frottements dans un canal rugueux. Cette augmentation peut être caractérisée par le nombre de Poiseuille Po de l'écoulement. Sa définition, en accord avec celle utilisée pour traiter les données expérimentales de cette thèse, est :

$$Po = -\frac{1}{\mu} \frac{dP}{dx} \frac{2h^3}{Q_v} \quad (\text{III-40})$$

Pour un réseau de rugosités homogène, le modèle prévoit une augmentation quasiment linéaire du nombre de Poiseuille en fonction de la rugosité relative k_e^* , que ce soit dans des canaux rugueux ou semi-rugueux (Fig. III. 26). Pour trois valeurs différentes de k_e^* comprises entre 0,02 et 0,125, nous avons examiné indépendamment l'influence de l'arête et de l'espacement des rugosités autour d'une configuration de réseau homogène. A partir de la moyenne de ces influences pour les trois valeurs de k_e^* et de l'évolution présentée Fig. III. 26 nous formons les corrélations suivantes :

<p>Pour un canal rugueux :</p> <p>Pour $k_e^* \leq 0,125$; $L_r^* = l_r^*$; $d^* - k^* \leq 0,05$ et $L_r^* - 2k^* \leq 0,1$</p> $Po = 24 + 168,2(k^*)^{1,117} + 77,61(d^* - k^*) + 173,6(L_r^* - 2k^*)^2 - 68,41(L_r^* - 2k^*) \quad (\text{III-41})$

<p>Pour un canal semi-rugueux :</p> <p>Pour $k_e^* \leq 0,125$; $L_r^* = l_r^*$; $d^* - k^* \leq 0,05$ et $L_r^* - 2k^* \leq 0,1$</p> $Po = 24 + 78,98(k^*)^{1,082} + 107,6(d^* - k^*)^2 + 23,4(d^* - k^*) + 101,7(L_r^* - 2k^*)^2 - 21,48(L_r^* - 2k^*) \quad (\text{III-42})$
--

Ces corrélations montrent, pour des réseaux homogènes de hauteur k_e , que l'augmentation du nombre de Poiseuille est environ deux fois plus faible pour un canal semi-rugueux, que pour un canal rugueux. Du point de vue de la chute de pression, un canal semi-rugueux de rugosité relative k_e^* est à peu près équivalent à un canal rugueux de rugosité relative $k_e^*/2$.

Conclusion

Les démarches développées jusqu'à présent pour décrire les écoulements laminaires dans des microconduites rugueuses n'étaient pas prédictives et peu convaincantes d'un point de vue physique. Par exemple, la méthode du film poreux équivalent proposée par Koo et Kleinstreuer [KOO 03]-[KLE 04] nécessite l'ajustement d'un paramètre de perméabilité pour chaque état de surface rencontré. Au contraire, le modèle développé par Taylor, Coleman et Hodge [TAY 85], repris et adapté dans cette thèse, requiert une unique loi empirique représentant le coefficient de traînée d'une tranche de rugosité. Dans le cas de rugosités parallélépipédiques à base carrée régulièrement distribuées, nous avons trouvé une très bonne concordance entre les calculs analytiques et les prévisions numériques 3D de Hu et al. [HU 03]. Pour l'heure, nous manquons encore de données expérimentales et numériques pour éventuellement étendre cette conclusion à différents types d'état de surface.

Cette étude s'est concentrée sur des parois aux aspérités régulièrement réparties. Il est donc assez surprenant que les frottements expérimentaux, obtenus dans des microcanaux avec des rugosités aléatoirement distribuées, soient bien représentés par les calculs analytiques.

Ceci suggère que les mécanismes physiques de base de l'interaction écoulement-rugosité sont vraisemblablement bien pris en compte par ce modèle.

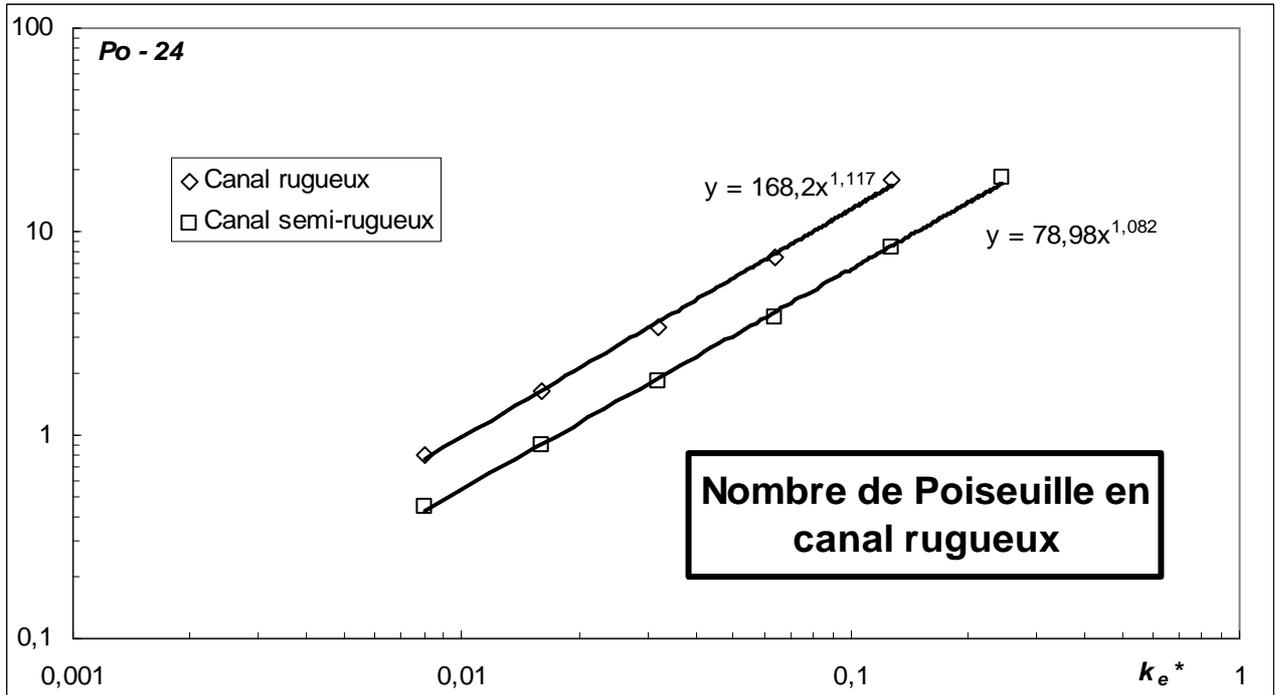


Fig. III. 26 : Influence de la rugosité relative k_e^* sur le nombre de Poiseuille Po (réseau de rugosités homogène).

Chapitre IV : Transferts thermiques par convection forcée en microcanal

IV. 1 Descriptif de l'étude et méthodologie	114
<i>IV. 1. 1 Préambule</i>	<i>114</i>
<i>IV. 1. 2 Protocole expérimental</i>	<i>115</i>
<i>IV. 1. 3 Incertitudes expérimentales.....</i>	<i>118</i>
IV. 2 Mesures et interprétation	120
<i>IV. 2. 1 Résultats bruts.....</i>	<i>120</i>
<i>IV. 2. 2 Effet de la dilatation thermique des parois</i>	<i>121</i>
<i>IV. 2. 3 Estimation de la température de paroi.....</i>	<i>122</i>
IV. 3 Résultats et discussion.....	126
<i>IV. 3. 1 Frottement.....</i>	<i>126</i>
<i>IV. 3. 2 Cas des parois lisses</i>	<i>127</i>
<i>IV. 3. 3 Cas des parois rugueuses.....</i>	<i>132</i>
IV. 4 Résolution numérique conjuguée de l'écoulement et des transferts	138
<i>IV. 4. 1 Présentation du modèle.....</i>	<i>138</i>
<i>IV. 4. 2 Maillage et convergence</i>	<i>140</i>
<i>IV. 4. 3 Résultats et conclusion.....</i>	<i>141</i>

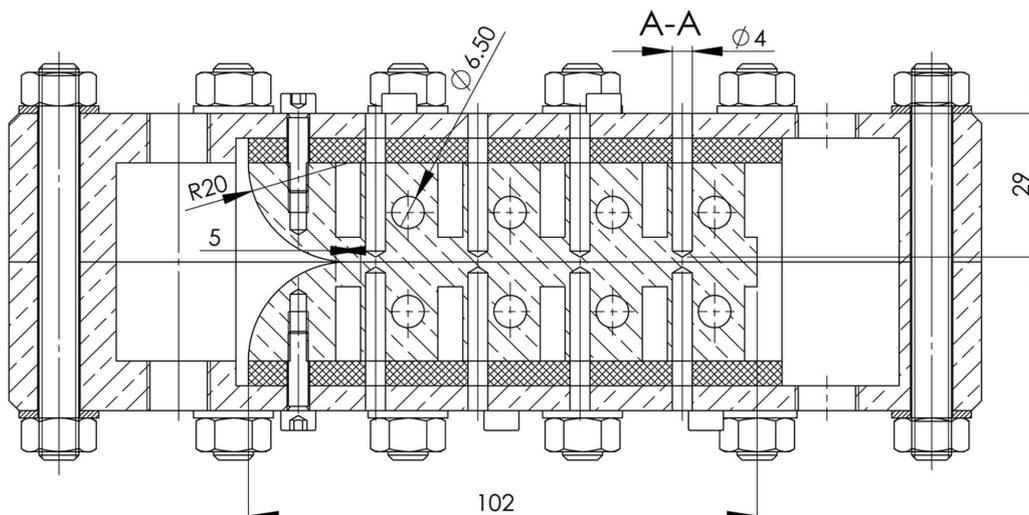


Fig. IV. 0 : Coupe longitudinale de la section d'essais

Ce chapitre présente l'étude expérimentale que nous avons menée pour caractériser les transferts thermiques par convection forcée en microcanaux. Notre travail fait suite aux expériences de P. Gao [GAO 02] et aux calculs numériques de G. Gamrat [GAM 05]. Ces recherches ont mis en évidence que, dans des microcanaux rectangulaires à fort rapport d'aspect et de hauteur variable comprise entre 100 μm et 1 mm,

- 1) la valeur expérimentale du nombre de Nusselt Nu était, en régime laminaire, inférieure aux attentes théoriques et diminuait avec la réduction de hauteur du canal. Cette baisse a atteint 60 % pour $h = 100 \mu\text{m}$.
- 2) Par ailleurs, l'étude numérique de Gamrat et al. [GAM 05] a démontré que les effets de couplage conduction-convection n'expliquaient pas cette baisse.

Nous avons réalisé une série supplémentaire de mesures, dans une nouvelle section d'essais figure IV. 0, afin de comprendre ces résultats. Les données récoltées présentent également une baisse du nombre de Nusselt aux petites échelles. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous proposons une explication à ce phénomène. Nous présenterons ensuite une série de résultats obtenus avec des parois rugueuses, qui mettent en lumière l'influence de ce paramètre sur le nombre de Nusselt et sur le développement de la turbulence en microcanal. Enfin, ce chapitre sera clos par la présentation de modélisations numériques 2D qui permettent de valider les hypothèses utilisées pour la déduction du nombre de Nusselt à partir des grandeurs expérimentales.

IV. 1 Descriptif de l'étude et méthodologie

IV. 1. 1 Préambule

La revue bibliographique concernant les transferts thermiques forcés par des microécoulements a révélé l'importance des effets de couplage conduction-convection aux petites échelles explorées dans cette étude. Dans une microconduite en effet, l'épaisseur de la paroi devient du même ordre de grandeur, voire même supérieure au diamètre hydraulique, et le flux de chaleur conduit axialement dans les parois peut devenir significatif par rapport au flux de chaleur convecté par l'écoulement. Pour décider de l'importance relative de ces deux grandeurs, respectivement notées Φ_{cond} et Φ_{conv} , nous introduisons, d'une manière similaire à Maranzana et Maillet [MAR 04], le paramètre de conduction noté A qui est égal au rapport Φ_{cond}/Φ_{conv} . Dans un canal bidimensionnel de hauteur h et de longueur L , constitué de parois d'épaisseur γ_{paroi} et de conductivité thermique λ_{paroi} , le paramètre A peut être estimé par l'expression suivante :

$$A = \frac{\Phi_{cond}}{\Phi_{conv}} = \frac{\lambda_{paroi}}{\rho C_p U L} \frac{\gamma_{paroi}}{h} \quad (\text{IV - 1})$$

L'expression de A met en lumière l'importance relative de la conduction pour des écoulements à faible vitesse débitante (notée U), dans des canaux de faible hauteur (notée h). La valeur de A peut donc être grande et son influence cruciale en microfluidique.

Dans le dispositif expérimental utilisé pendant cette thèse, des fentes isolantes ont été prévues afin de limiter la conduction axiale dans les parois. Ces fentes délimitent des compartiments qui regroupent chacun une cartouche chauffante et un thermocouple pour la mesure de la température de paroi (Fig. II. 2 et Fig. B. 1- B. 3). Une estimation du paramètre A peut être faite pour cette configuration en choisissant la distance séparant les fentes

isolantes de l'interface solide-liquide, pour le paramètre γ_{paroi} . Dans le cas le plus défavorable, c'est-à-dire dans un canal de hauteur 100 μm et à faible vitesse débitante ($U = 0,1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ correspondant pour de l'eau à un nombre $Re = 20$), le paramètre A reste inférieur à 0,15. Cette valeur suggère que la conduction dans les parois et son interaction avec la micro-convection peuvent être négligées dans cette étude, dans les zones où les régimes hydrodynamique et thermique sont établis. Cette hypothèse a été vérifiée numériquement grâce à la modélisation numérique conjuguée de l'écoulement et des transferts de chaleur se développant dans la section d'essais (calculs FLUENT). Nous présenterons ces résultats numériques dans la dernière partie de ce chapitre.

IV. 1. 2 Protocole expérimental

Les expériences menées pour caractériser les transferts de chaleur monophasiques par convection forcée ont été conduites avec de l'eau déminéralisée d'une conductivité électrique à 20°C de 300 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$, dans la section d'essais en laiton schématisée Fig. II. 2 et avec la boucle hydraulique présentée Fig. II. 6.

Le chauffage du fluide est assuré par 8 cartouches chauffantes disposées transversalement dans les blocs, d'une puissance électrique totale maximale de 1000 W. Comme indiqué précédemment, ces cartouches sont insérées dans des compartiments séparés par des fentes isolantes de largeur 5 mm. Chaque compartiment est équipé d'un thermocouple de type T, de diamètre 0,5 mm, logé dans un trou préalablement rempli de graisse thermique dont l'extrémité est située à 500 μm de l'interface solide-liquide. Les quatre thermocouples ainsi placés sont disposés le long du microcanal à intervalle régulier de 20,5 mm. Dans la suite, la valeur fournie par ces thermocouples sera appelée T_i où l'indice $i = 1$ repère le thermocouple amont d'abscisse $x_1 = 5,5 \text{ mm}$ par rapport au début du canal. Des sondes de même type ont été utilisées pour mesurer les températures de mélange dans les réservoirs d'entrée et de sortie, respectivement notées T_{amont} et T_{aval} . L'ensemble de ces thermocouples a été régulièrement calibré au cours des campagnes expérimentales dans un cryostat d'une résolution de 0,1 °C avec une précision de +/- 0,01 °C.

Les caractéristiques thermiques de cette section d'essais ont été évaluées pour une puissance électrique de chauffage de 180 W correspondant aux conditions expérimentales, et sont regroupées dans le tableau II. 4.

Toutes les données expérimentales ont été traitées par un ordinateur pilotant le multimètre d'acquisition Keithley 2700. Comme pour l'hydrodynamique, le programme d'acquisition mis au point permet de repérer le régime permanent après le réglage de nouvelles conditions opératoires, puis de moyenniser les grandeurs expérimentales sur un total de vingt mesures. Le déroulement de la campagne expérimentale peut se résumer de la manière suivante :

- i)** Montage de la section d'essais et mise en eau de la ligne
- ii)** Démarrage de la pompe et réglage du débit maximal
- iii)** Alimentation des cartouches électriques suivie d'un plateau de thermalisation d'une durée approximative de 15 minutes
- iv)** Diminution du débit, stabilisation des signaux puis acquisition des données (étape répétée pour chaque point de mesure)
- v)** Coupure de l'alimentation des cartouches électriques, refroidissement de la section d'essais puis retour à i) avec une cale d'épaisseur différente.

Les propriétés physiques de l'eau telles que la densité, la viscosité dynamique et le nombre de Prandtl ont été estimées à la température moyenne de mélange de l'écoulement, notée T_{mel}^{moy} et définie par :

$$T_{mel}^{moy} = \frac{T_{amont} + T_{aval}}{2} \quad (IV - 2)$$

La conductivité thermique de l'eau utilisée pour la détermination du nombre de Nusselt a été estimée à la température locale du film T_{film} définie par la moyenne entre les températures locales de mélange et de paroi, respectivement notées T_{mel} et T_{paroi} :

$$T_{film} = \frac{T_{mel} + T_{paroi}}{2} \quad (IV - 3)$$

La détermination du coefficient d'échange thermique local nécessite de connaître la densité de flux échangée ϕ , ainsi que la température de paroi et la température de mélange de l'écoulement. Le bilan énergétique de la section d'essais complète s'écrit en fonction de la puissance électrique dissipée P_{elec} :

$$P_{elec} = Q_m C_p (T_{aval} - T_{amont}) - Q_m g \Delta H + \text{pertes thermiques} \quad (IV - 4)$$

où Q_m , C_p , g et ΔH désignent respectivement le débit massique, la chaleur spécifique à pression constante du fluide, l'accélération de la pesanteur et la différence de charge moyenne de l'écoulement entre le réservoir d'entrée et de sortie. Le premier terme du membre de droite représente l'élévation totale d'enthalpie de l'écoulement, alors que l'opposée du deuxième terme représente la puissance dissipée dans l'écoulement par la viscosité. On note cette contribution P_{visq} . Les expériences ont été menées avec une puissance électrique constante de 180 W et un débit variable. La valeur maximale rencontrée lors de la campagne expérimentale pour P_{visq} est 20 W, pour un écoulement à $Re = 8000$ dans le canal de 400 μm . En restreignant notre analyse au régime laminaire correspondant à $Re < 3000$, la valeur maximale de P_{visq} chute à 4 W pour le canal de 300 μm . En régime laminaire, les effets de la dissipation visqueuse peuvent donc être négligés et le flux convectif extrait des parois par l'écoulement peut être approximé par :

$$\Phi_{conv} \approx Q_m C_p (T_{aval} - T_{amont}) \quad (IV - 5)$$

Les pertes thermiques ont été évaluées dans chaque cas par la différence entre la puissance électrique et la mesure de l'élévation d'enthalpie de l'écoulement. Ces pertes sont liées à la différence de température entre l'environnement de la section d'essais et l'intérieur des blocs, qui peut être représentée par la quantité $T_4 - T_{amont}$. En effet, dans le dispositif utilisé, la température de mélange T_{amont} est maintenue stable à un niveau voisin de la température ambiante contrairement à T_4 , qui suit les variations de la température interne des blocs en fonction des conditions opératoires. Les données obtenues au cours des campagnes expérimentales sont présentées Fig. IV. 1. et montrent, pour une puissance électrique donnée de 180 W, l'augmentation des pertes thermiques avec la baisse progressive du débit de circulation. La diminution de cette quantité se traduit par une augmentation de la température interne du dispositif et donc de T_4 . Le point $h = 500 \mu m$ et $T_4 - T_{amont} = 32 \text{ }^\circ C$ a été obtenu pour un débit correspondant à un nombre de Reynolds de 200. Nous présentons également sur ce graphe la droite ajustant au mieux l'ensemble de ces résultats ainsi que son équation. Cette équation permet d'obtenir le flux de convection Φ_{conv} , pour toutes les hauteurs de cale testées. La méthode décrite réduit la variabilité due aux mesures de la température de mélange aval, qui présentent une dispersion assez importante. Cette dispersion peut provenir de la nature de l'écoulement à la sortie du microcanal qui est un jet très fin à faible nombre de Reynolds donnant lieu à un mauvais mélange dans la chambre aval. La figure IV. 1 montre que les pertes restent limitées à 10 % de la puissance électrique dans les cas les plus défavorables.

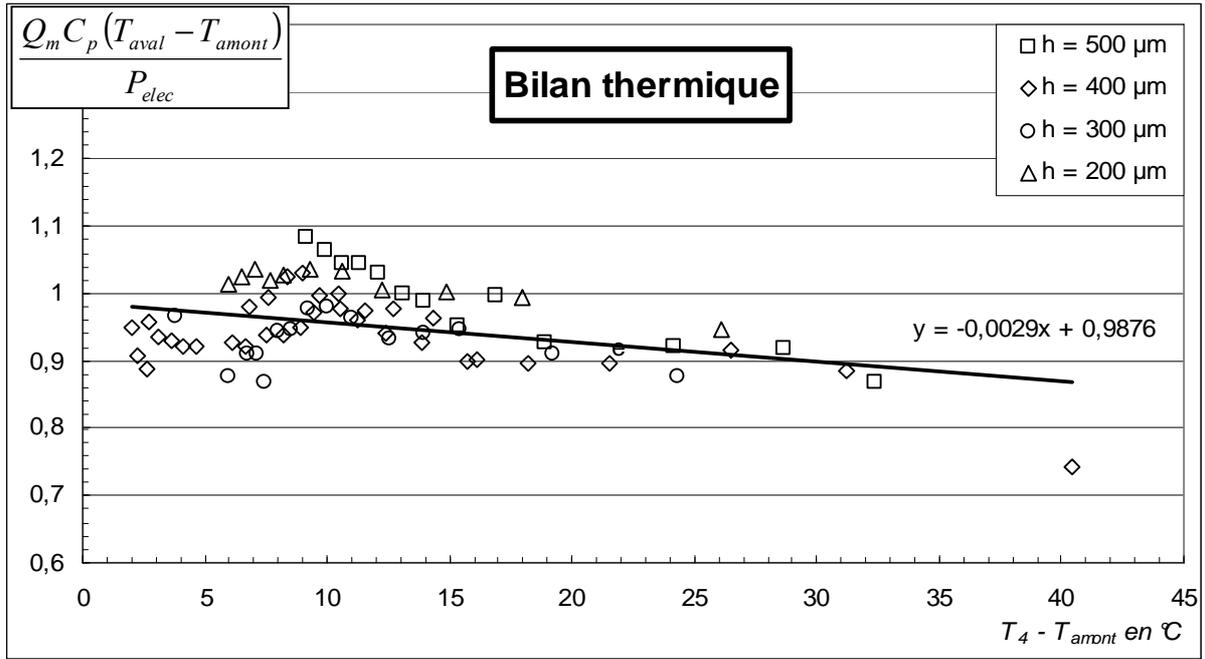


Fig. IV. 1 : Bilan thermique de la section d'essais en fonction de la différence de température $T_4 - T_{amont}$ ($P_{elec} = 180$ W)

Afin de calculer la densité de flux échangée avec l'écoulement, nous faisons l'hypothèse que la puissance échangée est uniformément distribuée à l'interface solide-liquide sur une distance correspondant à la longueur des parois en laiton. Cette longueur est appelée L^{therm} sur la figure II. 2. Nous verrons au dernier paragraphe de ce chapitre que cette hypothèse est bien vérifiée par les résultats des calculs numériques 2D (résolution conjuguée de l'hydrodynamique et de la thermique), menés avec le code FLUENT pour une géométrie reproduisant celle de la section d'essais. En outre, nous montrerons que les fentes isolantes limitent fortement la conduction longitudinale dans les parois et provoquent une ondulation dans la répartition longitudinale de la densité de flux de chaleur, d'une amplitude égale à 5 % de la valeur moyenne.

Ces considérations amènent à poser le système d'équations suivant :

$$\varphi = \frac{\Phi_{conv}}{2bL^{therm}} \quad (IV - 6)$$

$$T_{mel}(x) = T_{amont} + \frac{\Phi_{conv}}{C_p Q_m} \frac{x}{L^{therm}} \quad (IV - 7)$$

$$h^{therm} = \frac{\varphi}{T_{paroi} - T_{mel}} \quad (IV - 8)$$

$$Nu(x) = \frac{h^{therm} D_h}{\lambda} \quad (IV - 9)$$

où λ est la conductivité thermique de l'eau et où la température de paroi est estimée à partir des valeurs T_i données par les quatre thermocouples insérés dans les blocs. Comme indiqué précédemment, la valeur de Φ_{conv} est déduite de la mesure de la puissance électrique et de la valeur de $T_4 - T_{amont}$. Ces équations permettent de déterminer l'évolution du nombre de Nusselt le long du microcanal. En régime laminaire, cette évolution peut être comparée aux

résultats des calculs numériques menés pour un écoulement en canal bidimensionnel, chauffé uniformément et avec des conditions d'entrée uniformes en vitesse et en température (voir Churchill et Usagi [CHU 72] ou [SHAH 78]). Gamrat a réalisé de tels calculs pour de l'eau (nombre de Prandtl égal à 6) [GAM 03]. Ses résultats sont bien représentés par la corrélation suivante, où $x^* = \frac{x}{D_h Re Pr}$ représente l'abscisse adimensionnelle thermique :

$$Nu(x^*) = \left[\left(\frac{0,41}{\sqrt{x^*}} \right)^2 + (8,235)^2 \right]^{1/2} \quad (IV - 10)$$

IV. 1. 3 Incertitudes expérimentales

Tout comme pour l'hydrodynamique, l'évaluation des incertitudes expérimentales est essentielle pour décider d'une éventuelle déviation des résultats expérimentaux par rapport à la théorie acceptée aux échelles conventionnelles. Dans l'expression suivante, les incertitudes sur les grandeurs expérimentales sont classées par ordre décroissant d'importance :

$$\left| \frac{dNu}{Nu} \right| = \left| \frac{d(T_{paroi} - T_{mel})}{T_{paroi} - T_{mel}} \right| + \left| \frac{d\varphi}{\varphi} \right| + \left| \frac{d(D_h/\lambda)}{D_h/\lambda} \right| \quad (IV - 11)$$

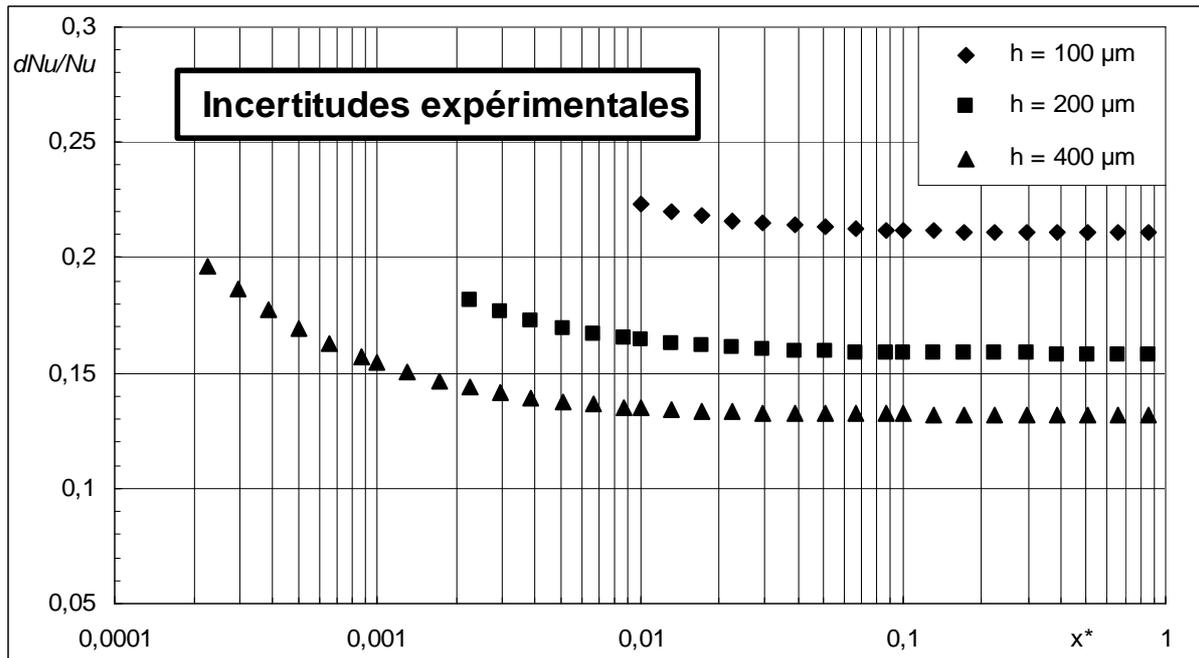


Fig. IV. 2 : Incertitude expérimentale relative de Nu en fonction de x^* , pour différentes hauteurs de canal, calculée en régime laminaire pour $\Phi_{conv} = 180 \text{ W}$.

La mesure de la différence de température entre la paroi et le fluide est très délicate dans les dispositifs confinés de cette étude. En effet, pour une densité de flux de chaleur donnée, cette grandeur est proportionnelle à la hauteur du canal et inversement proportionnelle au nombre de Nusselt, comme le montre la formule suivante :

$$T_{paroi} - T_{mel} = \frac{2\phi h}{\lambda Nu(x^*)} \quad (\text{IV - 12})$$

On conçoit que pour des microcanaux, l'incertitude sur cette différence puisse devenir très importante. L'incertitude expérimentale sur la densité de flux échangée avec l'écoulement est liée à l'incertitude expérimentale sur la mesure de $T_4 - T_{amont}$ mais également à la justesse des hypothèses faites pour déterminer ϕ à partir des grandeurs mesurées. Cette dernière contribution est assez difficile à estimer. Pour plus de clarté, nous considérerons pour la suite que l'erreur relative sur ϕ est de l'ordre de +/- 5 %. La contribution du dernier membre de l'équation (IV - 11) a été estimée à +/- 5 %. Enfin, nous considérerons que la précision sur la grandeur $T_{paroi} - T_{mel}$ est de l'ordre de +/- 0,2 °C. Ces valeurs amènent à l'incertitude relative sur le nombre Nu présentée figure IV. 2, qui a été tracée pour $\Phi_{conv} = 180$ W, et dont les valeurs en régime établi laminaire sont respectivement de +/- 21 %, +/- 16 % et +/- 13 % pour $h = 100, 200$ et $400 \mu\text{m}$. Ces valeurs croissent lorsque les effets d'entrée deviennent sensibles, c'est-à-dire pour $x^* < 0,01$. Notons que les gammes explorées avec le paramètre x^* Fig. IV. 2 sont représentatives des intervalles atteints lors des campagnes expérimentales. Pour la cale de $100 \mu\text{m}$, l'incertitude sur la mesure de la température de paroi représente plus de 50 % de l'incertitude totale sur le nombre de Nusselt. Aussi, la détermination expérimentale de ce paramètre est cruciale pour la réussite d'une telle expérience.

Avec ce dispositif, nous avons obtenu une série de données permettant de caractériser l'évolution du nombre Nu en fonction de l'épaisseur de la cale. Ces résultats vont être exposés succinctement dans ce qui suit avant d'être repris plus en détail au paragraphe IV. 3.

IV. 2 Mesures et interprétation

IV. 2. 1 Résultats bruts

Nous avons collecté une série de données permettant de déterminer l'évolution expérimentale du nombre de Nusselt dans des microcanaux à parois lisses de hauteur comprise entre 700 μm et 200 μm en suivant le protocole expérimental décrit dans les paragraphes précédents. En particulier, la température de paroi a été considérée comme égale à la valeur fournie par le thermocouple T_i , à la cote considérée. Cette hypothèse a également été utilisée par Gao et al. [GAO 02].

La figure IV. 3 présente l'évolution expérimentale du nombre Nu pour un canal de hauteur 700 μm , en fonction de l'abscisse adimensionnelle $x^* = \frac{x}{D_h Re Pr}$. Les quatre séries de points correspondent aux données fournies par les thermocouples de paroi T_i , disposés le long du canal. La plage de variation du nombre de Reynolds correspondant s'étend de 300 à 7500. Ces résultats expérimentaux sont comparés à la loi de référence valable en régime laminaire « Entrée uniforme (Pr = 6) », tracée à partir de la corrélation (IV - 10). Des résultats plus complets seront présentés au paragraphe IV. 3 . 2.

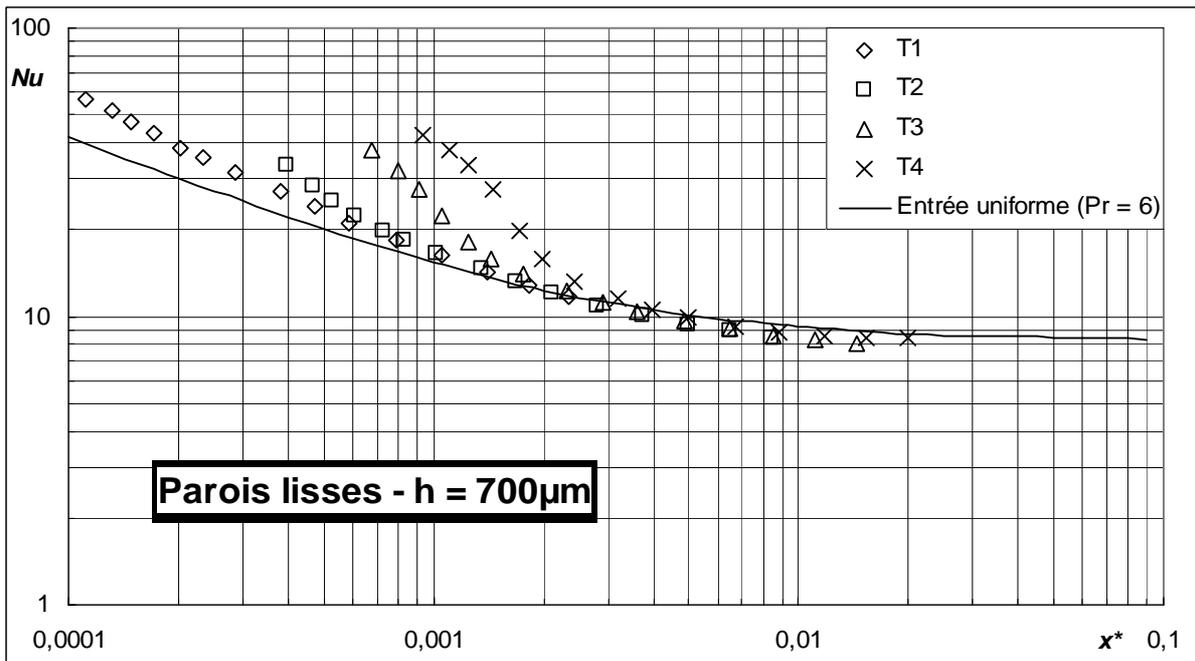


Fig. IV. 3 : Evolution du nombre de Nusselt expérimental pour $T_{paroi} = T_i$ ($P_{elec} = 180 \text{ W}$)

Pour les valeurs du paramètre x^* correspondant au régime laminaire, la valeur expérimentale du nombre de Nusselt est inférieure à la valeur théorique attendue. Cette tendance est bien vérifiée pour $x^* > 0,01$, correspondant à la région où le développement des couches limites cinématique et thermique est achevé. Nous avons calculé en $x^* = 0,02$, la valeur moyenne du nombre Nu_{exp} à partir des grandeurs déduites des thermocouples T_2 , T_3 et T_4 . L'évolution de cette grandeur en fonction de la hauteur du canal est présentée Fig. IV. 4 et comparée aux données issues de la campagne expérimentale de Gao et al. [GAO 02].

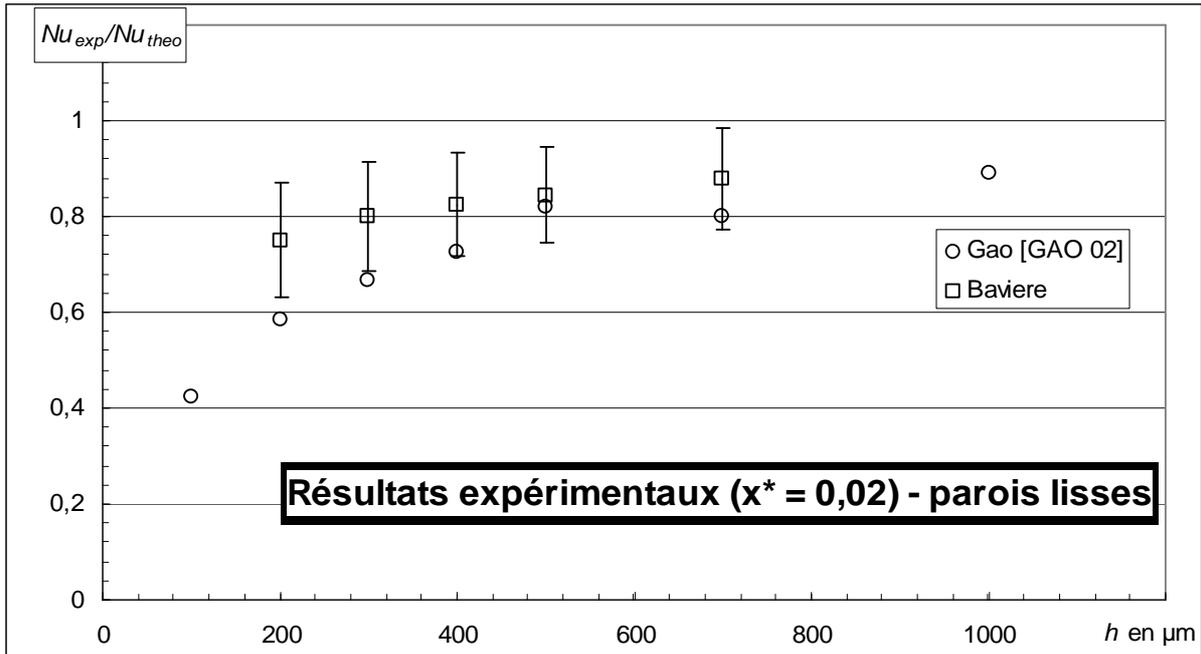


Fig. IV. 4 : Evolution du nombre de Nusselt expérimental normalisé par la valeur théorique attendue en régime laminaire établi ($x^* = 0,02$), en fonction de la hauteur du microcanal ($P_{elec} = 180 \text{ W}$; $\varphi \sim 4 \text{ W.cm}^{-2}$)

Les données expérimentales brutes de cette thèse indiquent que le nombre Nu baisse significativement avec la réduction d'échelle du canal, lorsque l'épaisseur de la cale utilisée est inférieure à $700 \mu\text{m}$. Bien que d'une amplitude moins importante, cette tendance est comparable à celle trouvée par Gao, Le Person et Favre-Marinet [GAO 02]. Récemment, Gamrat, Favre-Marinet et Asendrych [GAM 05] ont réalisé un important travail de modélisation pour tenter de comprendre ces derniers résultats. Les conclusions apportées par ces auteurs montrent que le couplage conduction-convection, bien que présent dans cette étude, ne peut expliquer la chute du nombre Nu à petite échelle. Cette conclusion peut être étendue par anticipation aux expériences présentées dans cette thèse car elles ont été menées dans un dispositif voisin de celui de Gao et al. [GAO 02], équipé des fentes isolantes limitant fortement ce phénomène et facilitant l'interprétation des mesures.

Les résultats obtenus avec de l'eau circulant dans des microcanaux en silicium-pyrex par Qu et al. [QU* 00] vont également dans le même sens : les données récoltées par ces chercheurs montrent en effet une diminution du nombre Nu en régime laminaire, respectivement d'un facteur 2 et 3 pour des diamètres hydrauliques de $169 \mu\text{m}$ et $62 \mu\text{m}$.

L'ensemble de ces expériences semble indiquer qu'un effet physique traditionnellement négligé aux échelles conventionnelles provoque une baisse du nombre de Nu en microfluidique. Avant de conclure plus fermement sur cette question, des analyses soigneuses doivent être menées sur la métrologie employée. La démarche que nous avons menée dans ce but fait l'objet des prochains paragraphes.

IV. 2. 2 Effet de la dilatation thermique des parois

Une des pistes que nous avons suivie pour tenter d'expliquer les résultats expérimentaux de cette thèse, ainsi que ceux de Gao et al. [GAO 02], considère que la dilatation thermique des blocs provoque un étranglement significatif de la section de passage du canal. Pour une

section initialement rectangulaire, mais étranglée en son centre lorsque les cartouches chauffantes sont alimentées, le raisonnement suivant peut être mené :

- ⊗ l'étranglement provoque un ralentissement de l'écoulement au centre de la section de passage du canal
- ⊗ l'élévation de température du fluide due aux échanges convectifs est alors plus importante, le long de la ligne centrale du microcanal, que sur les bords de ce dernier
- ⊗ les thermocouples T_i étant disposés le long de cette ligne centrale, ils mesurent des températures plus élevées que pour une section rectangulaire non déformée et enfin,
- ⊗ cette hausse des températures de paroi provoque une baisse apparente du nombre de Nusselt

Des calculs analytiques reprenant ces quatre points ont été menés pour une géométrie simplifiée de la section de passage. L'ensemble de ces calculs est présenté et détaillé en Annexe C. Le modèle développé permet de reproduire les résultats de la figure IV. 4, mais avec un jeu de paramètres non réaliste. Nous avons également cherché à détecter expérimentalement ce phénomène. Dans ce but, une campagne de mesures supplémentaire a été menée avec des cales bloquant l'étranglement supposé des microcanaux, grâce à un système de bandes de maintien (voir Fig. B. 4). Les résultats ainsi obtenus se sont avérés identiques à ceux obtenus avec les cales classiques, ce qui suggère que l'effet d'étranglement n'est pas significatif dans cette étude. Ce phénomène ne peut expliquer la baisse du nombre de Nusselt.

IV. 2. 3 Estimation de la température de paroi

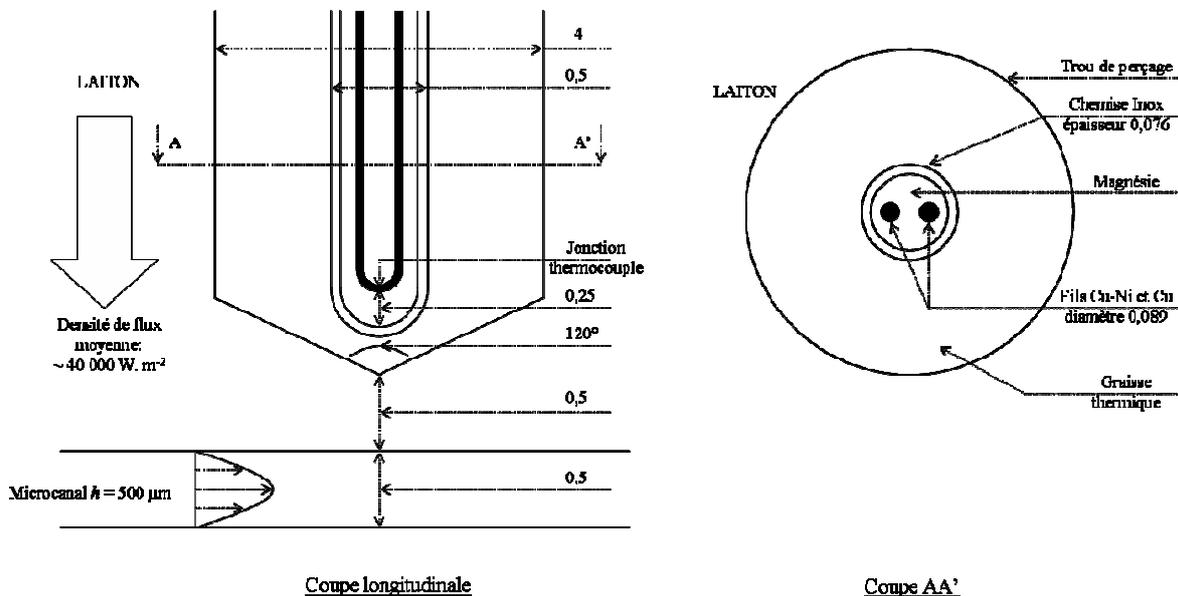


Fig. IV. 5 : Dispositif de mesure de la température de paroi pour un microcanal de hauteur 500 μm . Les dimensions de la sonde ont été fournies par le constructeur.
(cotes exprimées en millimètre)

Nous avons également travaillé à la caractérisation de la mesure de la température de paroi dont le rôle est crucial dans la détermination expérimentale du nombre de Nusselt. Les

difficultés d'une telle mesure viennent des grandes dimensions des sondes utilisées par rapport à l'échelle caractéristique des écoulements étudiés, mais aussi des très fortes densités de flux de chaleur échangées aux parois ($\sim 40\,000\text{ W}\cdot\text{m}^{-2}$).

Les détails du dispositif utilisé pour cette mesure sont représentés Fig. IV. 5. Chaque thermocouple de paroi est placé au fond d'un logement usiné dans les blocs en laiton, dont l'extrémité est distante d'environ $500\ \mu\text{m}$ de l'interface solide-liquide, et qui est préalablement rempli de graisse thermique. Notons que le dispositif réel comporte un guide en inox de diamètre interne $0,6\text{ mm}$, d'épaisseur $0,3\text{ mm}$, non représenté sur cette figure, permettant le placement précis de la sonde dans le logement [BERNAZZANI 04]. Il est difficile de connaître avec certitude la distance séparant l'extrémité de la sonde du bloc en laiton. Notons cependant que les sondes ont été enfoncées jusqu'au contact après chaque montage/démontage de la section d'essais, mais qu'aucune force extérieure ne leur a été appliquée pendant les séries de mesures.

Michalski et al. ont étudié les artefacts expérimentaux liés aux mesures thermométriques internes par contact [MICHALSKI 01]. En nous inspirant de leur présentation, nous proposons de décomposer la différence entre la température mesurée T_i et la température de la paroi T_{paroi} en trois contributions :

- i) $\Delta T_1 = T'_{paroi} - T_{paroi}$ est la différence de la température de paroi résultant de la déformation du champ thermique due à la présence du dispositif de mesure (T_{paroi} serait la quantité relevé par une sonde non-intrusive)
- ii) $\Delta T_2 = T'_{ext} - T'_{paroi}$ est l'erreur résultant de la résistance thermique entre la paroi et l'extrémité de la sonde comprenant d'une part la contribution du laiton entre l'interface solide-liquide et le fond du logement où est placée la sonde et d'autre part la résistance de contact entre le fond du logement et la gaine extérieure en inox du thermocouple
- iii) $\Delta T_3 = T_i - T'_{ext}$ est la différence de température entre la gaine extérieure en inox et la jonction du thermocouple.

L'erreur totale commise en assimilant la température de paroi à la température fournie par la sonde est notée ΔT . Avec T_i la valeur fournie par la sonde, cette différence s'écrit :

$$\Delta T = T_i - T_{paroi}(x = x_i) = \Delta T_1 + \Delta T_2 + \Delta T_3 \quad (\text{IV} - 13)$$

Des calculs numériques faits par Jérémy Bernazzani ont montré que la contribution ΔT_1 était faible et que le champ de température entre le trou de perçage et l'interface solide-liquide n'est que faiblement affecté par la présence du dispositif de mesure [BERNAZZANI 04]. Nous considérerons donc pour la suite que T_{paroi} et T'_{paroi} peuvent être confondues. ΔT_2 est lié pour une part à la conduction dans le laiton, mais provient essentiellement de la résistance thermique de contact entre le fond du logement et la gaine extérieure en Inox de la sonde. Enfin, ΔT_3 est difficile à estimer car cette erreur résulte des phénomènes de conduction complexes entre les fils du thermocouple et leur environnement, mais également de la résistance de contact entre la jonction thermocouple et la gaine extérieure. Ce problème d'apparence simple, est en réalité très difficile à résoudre précisément, que ce soit analytiquement [MICHALSKI 01] ou bien numériquement [BERNAZZANI 04].

Une méthode plus adéquate consiste à réaliser une expérience complémentaire caractérisant cette méthode de mesure. Pour ce faire, nous avons disposé trois thermocouples à l'intérieur d'un bloc en laiton soumis à un flux de chaleur homogène afin de reproduire physiquement le dispositif de mesure de la température de paroi. Deux des thermocouples sont disposés parallèlement au flux de chaleur, mais dans des sens opposés et le troisième est introduit dans un plan isotherme. La figure IV. 6 schématise ce dispositif et définit les

températures T_{chaud} , T_{froid} et T_{iso} . La géométrie exacte du bloc utilisé est donnée fig. B. 6. Il est utile de préciser que les mêmes conditions opératoires et une instrumentation identique ont été utilisées pour les deux types d'expérience. Aussi, les extrémités des trous de perçage des sondes T_{chaud} et T_{froid} ont été placées à 1 mm de distance. Il est à noter que, d'après les simulations numériques de Jérémie Bernazzani [BERNAZZANI 04], les isothermes sont pratiquement horizontales dans la zone de mesure, bien que le dispositif de chauffage soit constitué de résistances cylindriques.

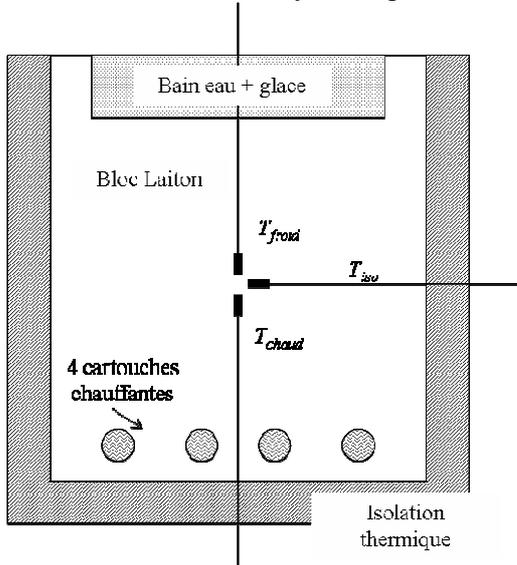


Fig. IV 6 : Représentation schématique du dispositif de caractérisation de la mesure de température de paroi. La géométrie exacte est donnée en annexe B, figure B. 6.

Les résultats obtenus Fig. IV. 7 montrent les différences $T_{chaud} - T_{iso}$ et $T_{iso} - T_{froid}$ en fonction de la densité de flux de chaleur imposée dans le bloc. Le dispositif ne permet pas d'atteindre la densité de flux de chaleur de l'expérience microfluidique (typiquement 4 W.cm^{-2}) car le pouvoir refroidissant du bain de glace fondante n'est pas suffisant (voir Fig. IV. 6). Sur la plage explorée, les écarts de température croissent linéairement en fonction de la densité de flux, l'erreur étant très légèrement supérieure pour le thermocouple froid. Cette différence ne peut pas être complètement expliquée. Elle pourrait néanmoins être liée à la dissymétrie du montage, les thermocouples haut et bas s'échappant à la température ambiante après avoir traversé des régions froides et chaudes respectivement.

La comparaison avec l'écart obtenu pour 1 mm de conduction pure dans le laiton, soit environ la distance séparant les jonctions thermocouples du plan isotherme de T_{iso} , montre que cet effet ne représente qu'un tiers de l'erreur totale mesurée.

Cette étude suggère que les valeurs expérimentales T_i doivent être corrigées de l'écart de température ΔT pour représenter plus correctement la valeur de la température de paroi. A partir de l'équation de la droite d'ajustement des données $T_{chaud} - T_{iso}$, nous pouvons établir une estimation plus précise de la température de paroi qui repose sur les valeurs fournies par les thermocouples et de la densité de flux de chaleur moyenne φ :

$$T_{paroi}(x = x_i) = T_i - 0,24\varphi \quad (\text{IV} - 14)$$

où φ est exprimé en W.cm^{-2} .

Dans la suite, la démarche de déduction du nombre de Nusselt à partir des données expérimentales intègre la correction (IV-14). Sauf mention contraire, toutes les données expérimentales présentées ont été obtenues pour une puissance électrique d'environ 180 W.

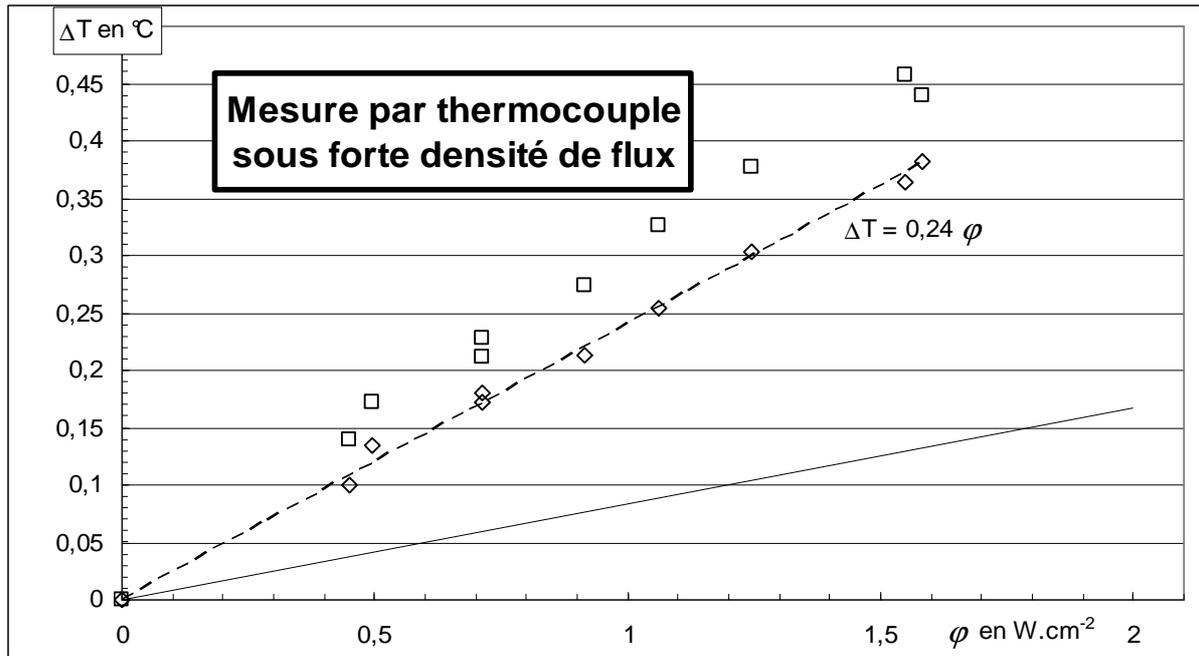


Fig. IV. 7 : Evolution de la température au sein du dispositif de caractérisation, en fonction de la densité de flux de chaleur

□ $T_{iso} - T_{froid}$

◇ $T_{chaud} - T_{iso}$

— Conduction pure dans le laiton sur une distance de 1 mm

IV. 3 Résultats et discussion

IV. 3. 1 Frottement

Les valeurs du débit et de la différence de pression entre les réservoirs amont et aval ont été combinées pour former le nombre de Poiseuille selon la même méthode qu’au chapitre III. L’ensemble des résultats est présenté figure IV. 8 sur un graphe $Po-L^+$. La comparaison est faite avec la loi de Shah et London en régime laminaire [SHAH 78] et la loi de Blasius en régime turbulent. La plage de Reynolds explorée s’étend de 200 à 8000. Néanmoins, cette dernière valeur n’a pas été atteinte dans les canaux de plus faible hauteur en raison des trop fortes pertes de charge.

Ces résultats n’appellent qu’un seul commentaire nouveau par rapport aux analyses déjà effectuées au chapitre III : nous notons en effet que les valeurs expérimentales des frottements en régime laminaire sont supérieures aux attentes théoriques pour les canaux de hauteur 300 μm et surtout 200 μm . Ce comportement s’explique probablement par la présence d’un bourrelet de résine, d’une hauteur estimée à quelques dizaines de microns, que nous avons détecté en $x = L^{therm}$ (voir Fig. II. 2). Nous pensons que ce bourrelet s’est paradoxalement formé lors du polissage sur marbre des blocs, par décollement puis soulèvement de la lame de résine. Nous n’avons donc pas cherché à l’éliminer par une deuxième opération de polissage. Néanmoins, ce bourrelet se situant à l’aval des surfaces en laiton concernées par les échanges thermiques, nous pensons que la détermination du coefficient d’échange de chaleur n’a pas été affectée par sa présence.

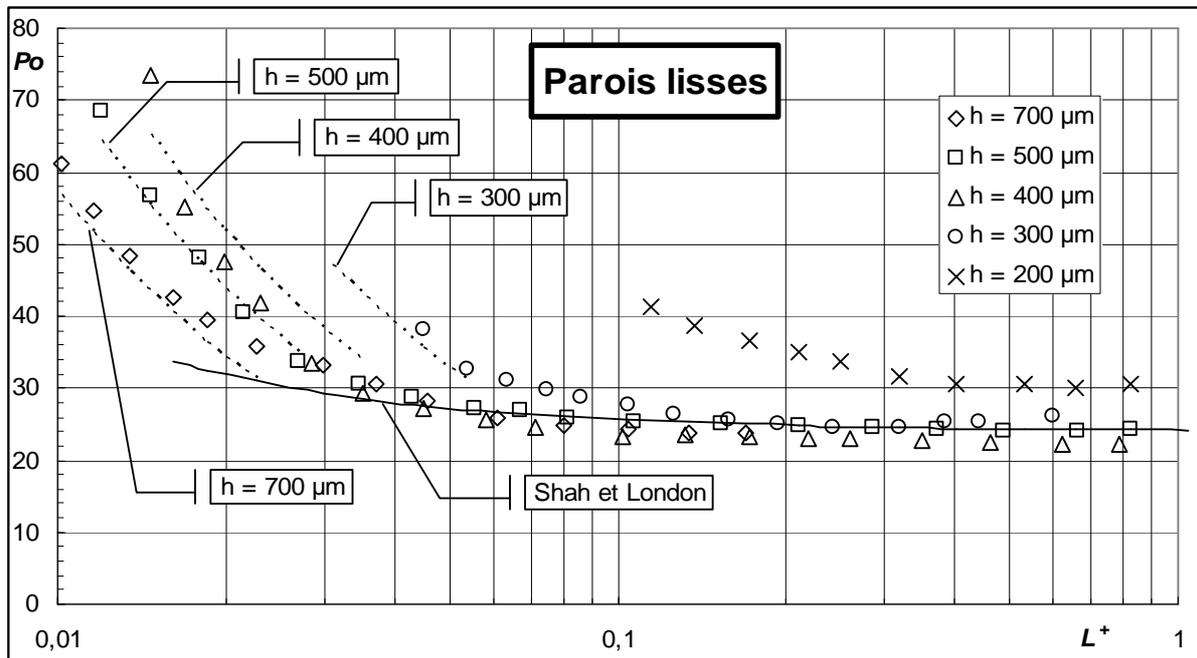
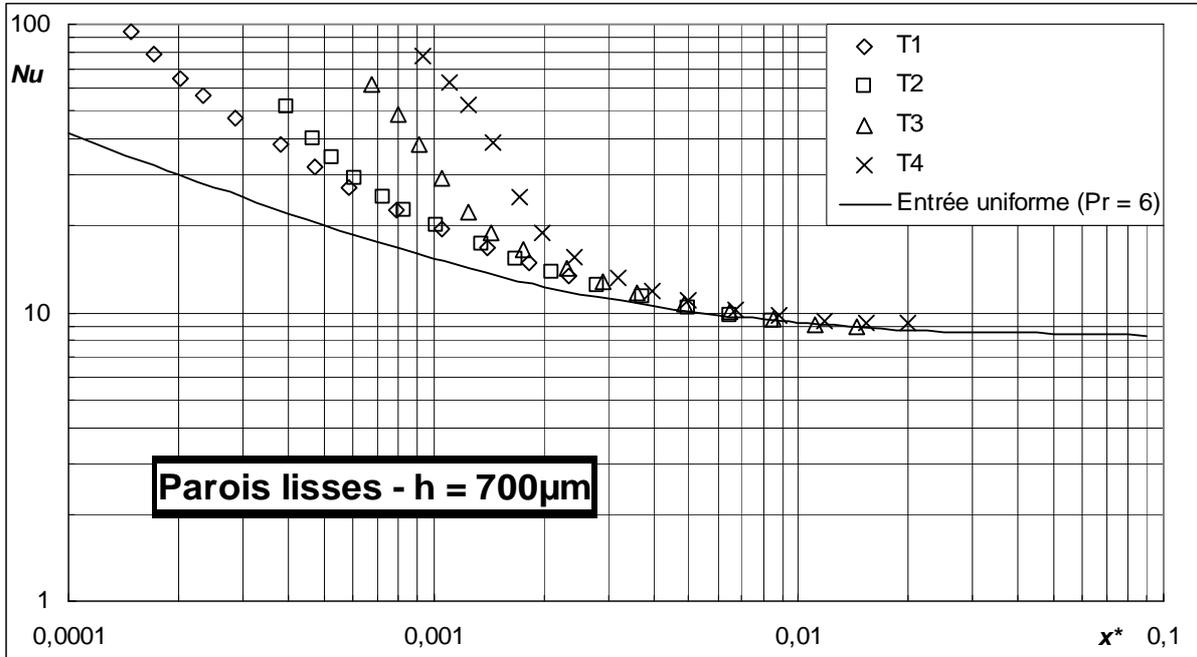


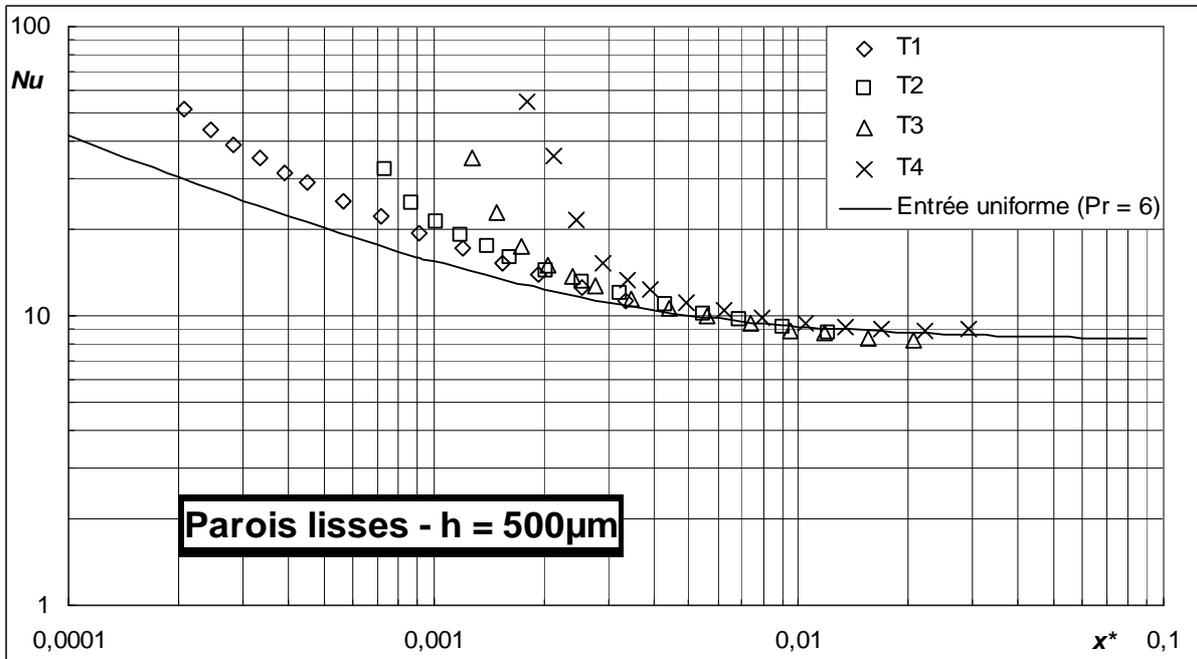
Fig. IV. 8: Evolution de Po en fonction de la longueur adimensionnelle du canal L^+ .
 ——— Loi de Shah et London [SHAH 1978] (équation III – 5)
 - - - - - Loi de Blasius (équation III – 4)

IV. 3. 2 Cas des parois lisses

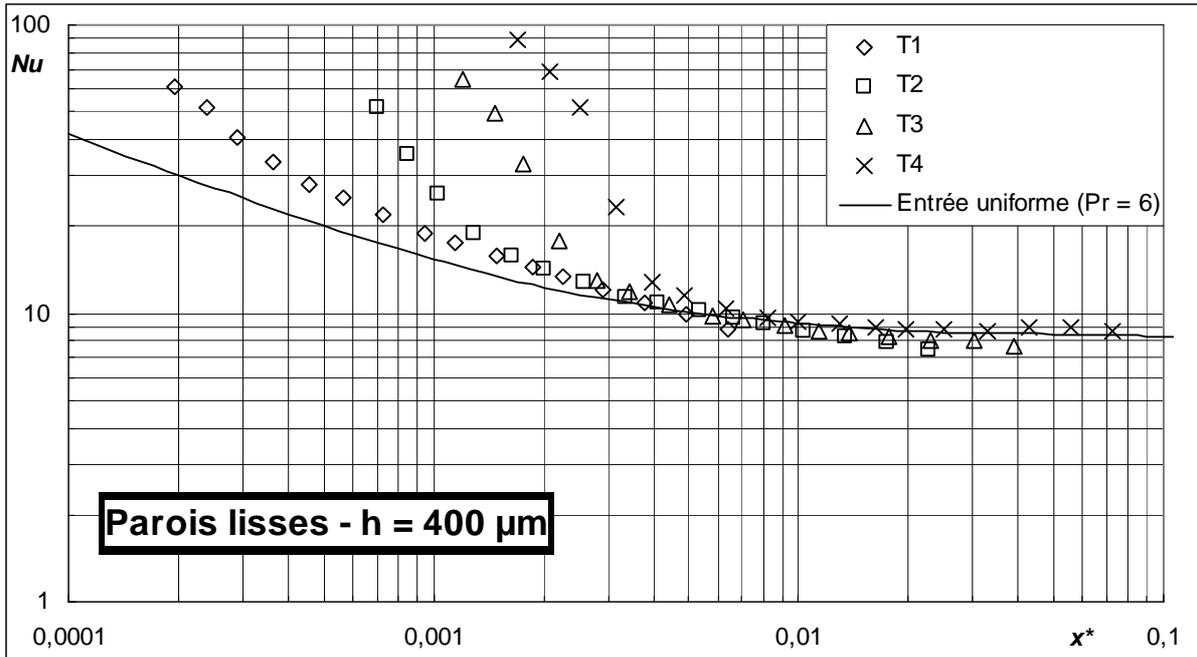
Le nombre de Nusselt local a été tracé en fonction de l'abscisse adimensionnelle x^* et comparé aux résultats numériques de Gabriel Gamrat [GAM 03] corrélée par l'équation (IV – 10). Ces résultats sont présentés sur les figures IV. 9. Pour plus de clarté, les barres d'erreur correspondant aux incertitudes expérimentales n'ont pas été indiquées sur ces graphes, sachant que ces valeurs sont rassemblées sur la figure IV. 2.



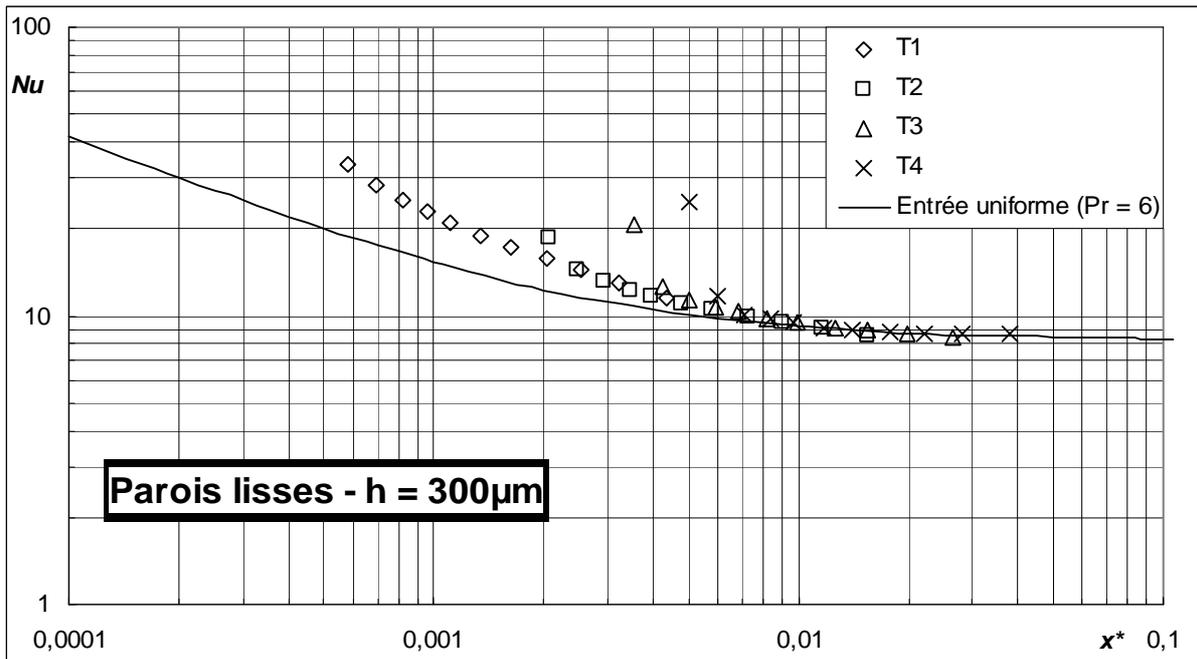
a)



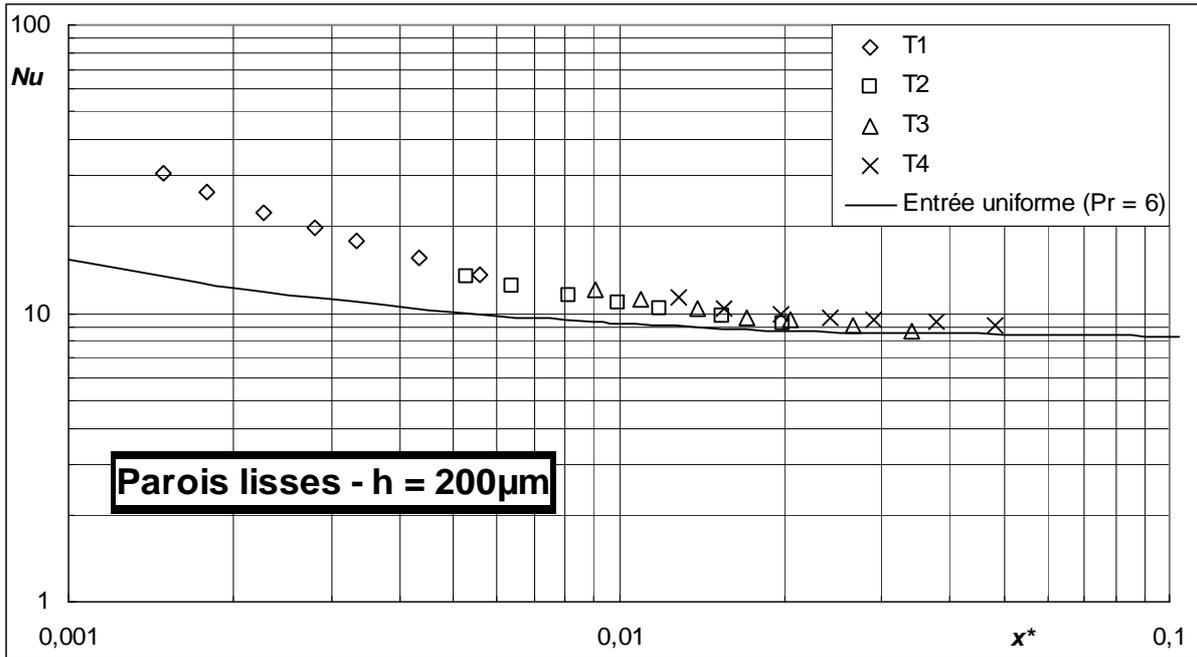
b)



c)



d)



e)

Fig. IV. 9 : Variation du nombre de Nusselt le long des microcanaux. Les graphes a-b-c-d-e correspondent respectivement aux hauteurs 700 µm, 500 µm, 400 µm, 300 µm et 200 µm. La loi « Entrée uniforme (Pr = 6) » a été tracée à partir de l'équation (IV – 10).

La plupart des données de ces graphes convergent sur une unique courbe $Nu(x^*)$ retrouvée pour toutes les combinaisons du nombre de Reynolds et de position dans le canal (abscisses des thermocouples). Cette constatation inspire confiance quant à la fiabilité de la méthode de mesure utilisée. Lorsque le paramètre x^* diminue pour un thermocouple donné, c'est-à-dire lorsque le nombre Re augmente, Nu augmente fortement par rapport aux prévisions de l'équation (IV – 10). Le déclenchement de ce phénomène a lieu pour une valeur critique du nombre de Reynolds que nous notons Re_c . Ce nombre peut être obtenu par une observation précise des courbes présentées figure IV. 9. Les valeurs de Re_c sont en accord avec celles mesurées au chapitre III ainsi que celles déduites de la même manière à partir des courbes $Po(L^+)$ figure IV. 9. Nous en concluons qu'il s'agit de la transition vers des régimes d'écoulements turbulents et ce phénomène rompt l'unicité de la courbe $Nu(x^*)$. Le tableau IV. 1 donne l'évolution du nombre Re_c pour les différents canaux testés, à la position du thermocouple T_4 .

H	Re_c
700 µm	2900-3600
500 µm	3000-3500
400 µm	3200-3700
300 µm	3500-3900

Tableau IV. 1 : Nombre de Reynolds critique de transition à la turbulence en $x = x_4$ d'après l'évolution $Nu(x^*)$. Parois lisses.

Il est intéressant de noter que le nombre de Nusselt déterminé à partir de T_1 est systématiquement sous-estimé par l'équation (IV – 10) qui prévoit l'évolution de ce nombre

pour des conditions d'entrée uniformes en vitesse et en température. Ces résultats sont à examiner avec précaution compte-tenu des incertitudes constatées dans cette région. En effet, les données issues de T_l sont soumises à une forte incertitude, à la fois sur le paramètre x^* ($\sim 20\%$), mais aussi sur le nombre Nu (typiquement 20%). Comme indiqué précédemment, la majeure partie de l'incertitude sur Nu vient de l'imprécision sur l'écart entre la température de mélange du fluide et la température de paroi. Par exemple, pour $x^* = 0,0002$ et $h = 400\ \mu\text{m}$, cet écart a été mesuré à $0,95\ \text{°C}$ alors que l'amplitude de la correction apportée sur la température de paroi est proche de $1\ \text{°C}$. Il est raisonnable de penser qu'une partie du flux dissipé par les cartouches amont du dispositif est échangée avec l'écoulement le long du convergent d'entrée. Admettre cette hypothèse amène à considérer que la densité de flux extraite par l'écoulement en T_l , et d'une manière générale dans le premier compartiment, est surestimée par la méthode de déduction utilisée. Par conséquent, le nombre de Nusselt expérimental est surévalué dans cette zone. D'autre part, il est possible qu'en entrée de canal, l'écoulement décroche et forme des cellules de re-circulation décalant le développement des couches limites vers l'aval, sur une distance correspondant à la longueur de recollement. Malgré les précautions que nous avons prises dans ce sens, il est en effet probable que le convergent ne soit pas parfaitement profilé au regard des petites échelles explorées dans cette étude. Ce phénomène pourrait provoquer une légère augmentation du nombre Nu par rapport aux prévisions numériques de l'équation (IV – 10).

Les valeurs expérimentales soumises aux incertitudes les plus faibles correspondent à $x^* > 0,01$, c'est-à-dire au régime laminaire où les effets d'entrée sont négligeables. Nous présentons figure IV. 10 l'évolution du nombre de Nusselt expérimental normalisé par la valeur théorique en fonction de la hauteur du canal testé. Ces données expérimentales ont été obtenues avec une puissance électrique de $180\ \text{W}$, correspondant à une densité de flux de chaleur moyenne d'environ $4\ \text{W.cm}^{-2}$. Nous rappelons que la valeur numérique de la correction est alors typiquement de $1\ \text{°C}$. La figure IV. 10 montre que les valeurs expérimentales sont alors très proches des valeurs théoriques communément acceptées aux échelles conventionnelles et ce, pour les cinq épaisseurs de cale testées.

Un biais de mesure similaire est très probablement responsable d'une partie de la chute apparente du nombre de Nusselt mesuré par Gao et al. [GAO 02]. Nous avons calculé qu'une réduction de $2,2\ \text{°C}$ appliquée aux températures de paroi permettrait de remonter leurs résultats jusqu'aux valeurs théoriquement attendues Fig. IV. 10. Cet écart de température est deux fois plus élevé que celui prévu par la correction (IV – 14). Cette différence s'explique pour une part par le fait que les parois utilisées par Gao et al. [GAO 02] sont constituées de bronze, métal de conductivité thermique¹ modérée. D'autre part, après discussion avec ces auteurs et inspection de la section d'essais, il s'est avéré que les logements des thermocouples n'avaient vraisemblablement pas été complètement remplis de graisse thermique², ce qui a dû se traduire par des valeurs de résistance de contact plus élevées que dans l'étude présente.

¹ La conductivité thermique du bronze UE 12 utilisé par Gao et al. est de $40\ \text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Celle du laiton constitutif des blocs est de $120\ \text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

² La graisse utilisée dans cette étude a une conductivité de $0,7\ \text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ soit une valeur environ 30 fois supérieure à celle de l'air au repos.

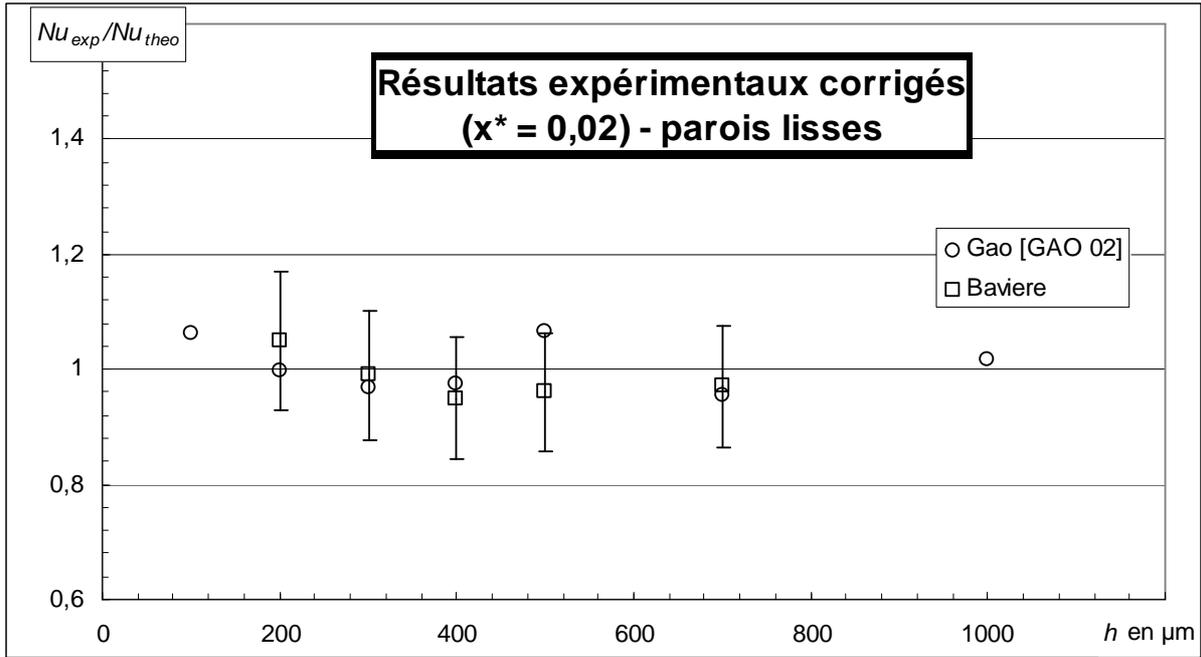


Fig. IV. 10 : Evolution du nombre de Nusselt expérimental normalisé par la valeur théorique attendue en régime laminaire établi ($x^* = 0,02$), en fonction de la hauteur du microcanal ($P_{elec} = 180 \text{ W}$; $\phi \sim 4 \text{ W.cm}^{-2}$).

Pour nous assurer de la validité de cette démarche, nous avons effectué des mesures complémentaires avec différentes puissances électriques de chauffage. Les corrections en température nécessaires pour que le nombre Nu expérimental soit égal à la valeur théorique ont été calculées dans le cas du canal de hauteur $300 \mu\text{m}$, pour deux valeurs du paramètre x^* et pour trois valeurs de la densité de flux échangée avec l'écoulement. Les écarts de température obtenus sont représentés Fig. IV. 11 par des carrés et des losanges pleins et sont comparés aux résultats obtenus dans le dispositif de caractérisation de la mesure de la température de parois. Ces derniers sont extrapolés par l'équation (IV – 14) pour atteindre les densités de flux de chaleur échangées au cours des expériences microfluidiques. Ce graphe montre clairement que les deux approches convergent vers les mêmes écarts de température ce qui suggère que le biais de mesure affectant la température de parois est vraisemblablement responsable de la baisse du nombre de Nusselt.

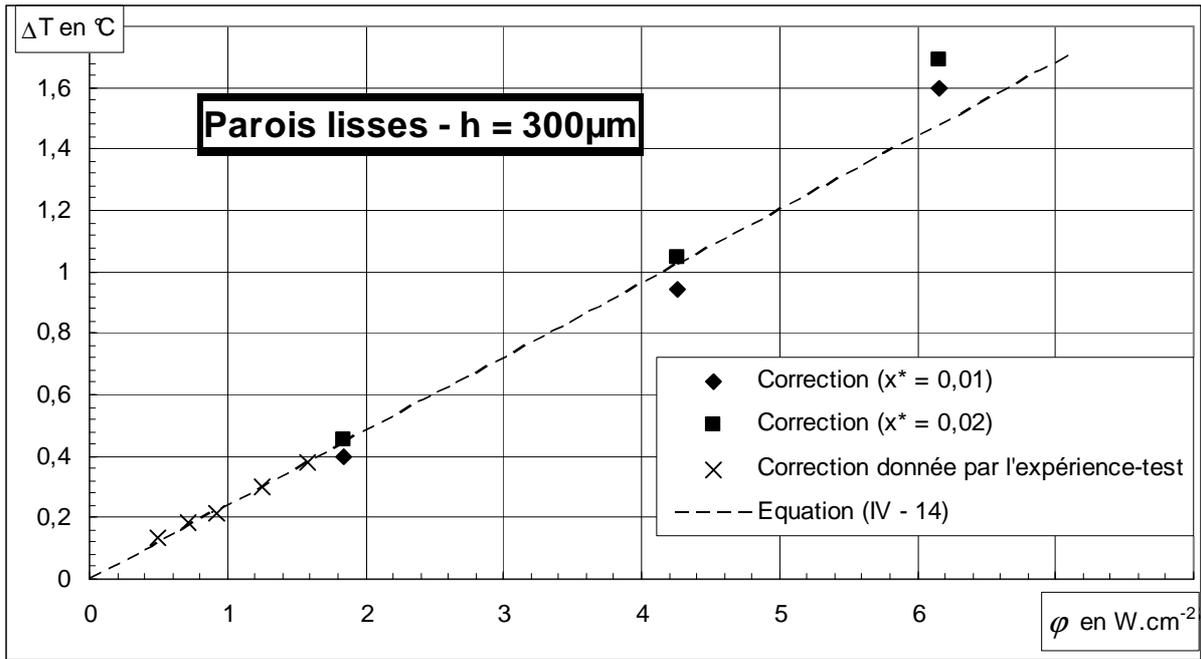


Fig. IV. 11 : Comparaison entre l'équation (IV – 14) et la correction calculée pour que le nombre de Nusselt expérimental soit égal à la théorique (symboles ■ et ◆)

Au vu de l'ensemble de ces résultats, nous pensons que la différence entre la température fournie par les thermocouples T_i et la température réelle de la paroi explique sans doute la baisse du nombre de Nusselt avec la hauteur du canal, mesurée par Gao et al. [GAO 02] mais également au cours de cette thèse. En appliquant une unique correction déduite d'une expérience indépendante, les résultats expérimentaux correspondent bien aux attentes théoriques basées sur les équations de Navier-Stokes et de l'énergie. Cette étude suggère que la validité de ces équations peut être étendue en régime laminaire, aux faibles dimensions et aux hautes densités de flux de chaleur explorées expérimentalement.

IV. 3. 3 Cas des parois rugueuses

Afin d'étendre cette étude au cas des microcanaux rugueux, les parois en laiton des blocs ont été texturées localement par voie électrochimique. Le procédé utilisé est identique à celui employé pour la section d'essais en bronze. Les caractéristiques des films rugueux obtenus sont présentées dans le tableau II. 1, sous les références « dépôts 3 et 4 ». Précisons que la hauteur émergente des particules de carbure de silicium par rapport au film de nickel est de l'ordre de 5 μm.

La figure IV. 12 compare les frottements obtenus dans les canaux à parois lisses et les canaux à parois texturées pour les deux cales d'épaisseur 500 μm et 400 μm. Comme indiqué au chapitre III, la hauteur des canaux à parois texturées a été corrigée en retirant l'épaisseur totale des deux films de nickel à celle de la cale utilisée. Ces résultats montrent encore une fois que la rugosité augmente légèrement les frottements en régime laminaire. Cet effet semble plus marqué pour le régime turbulent, malgré des valeurs de rugosité relative assez faibles (~ 1 %).

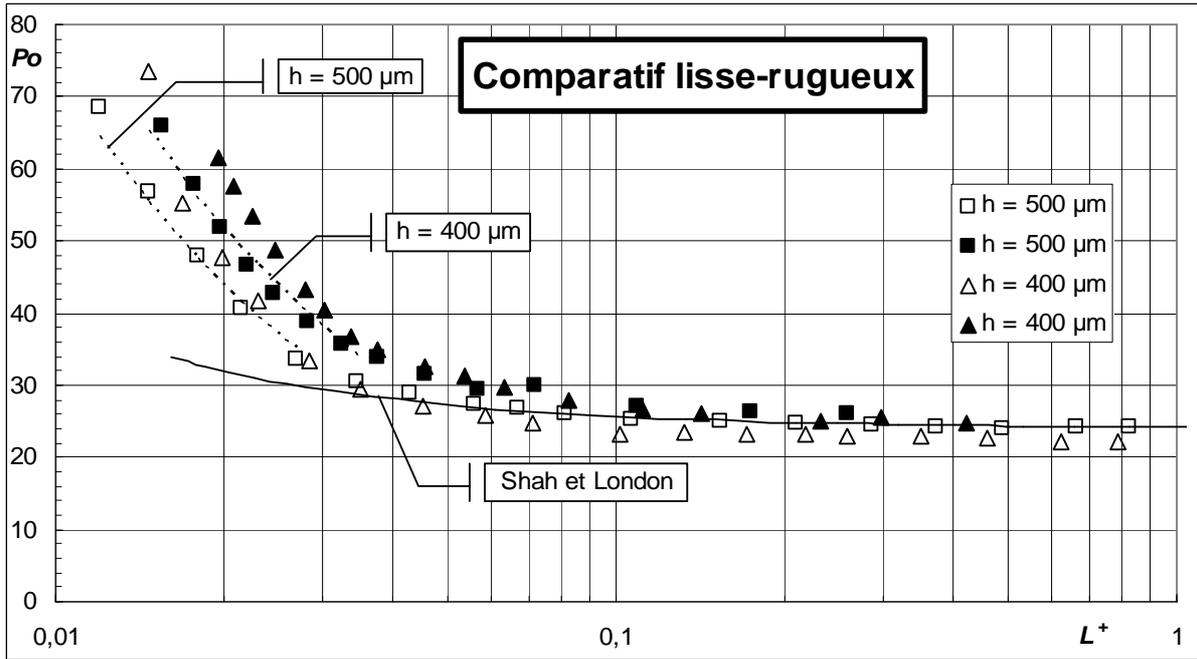
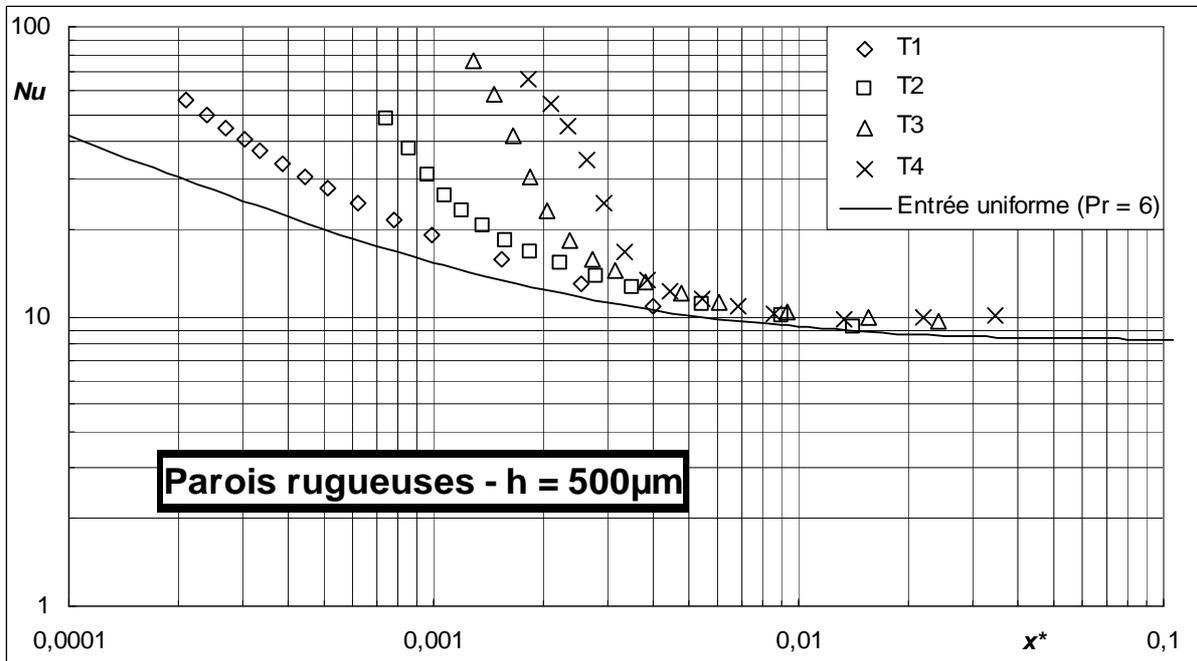
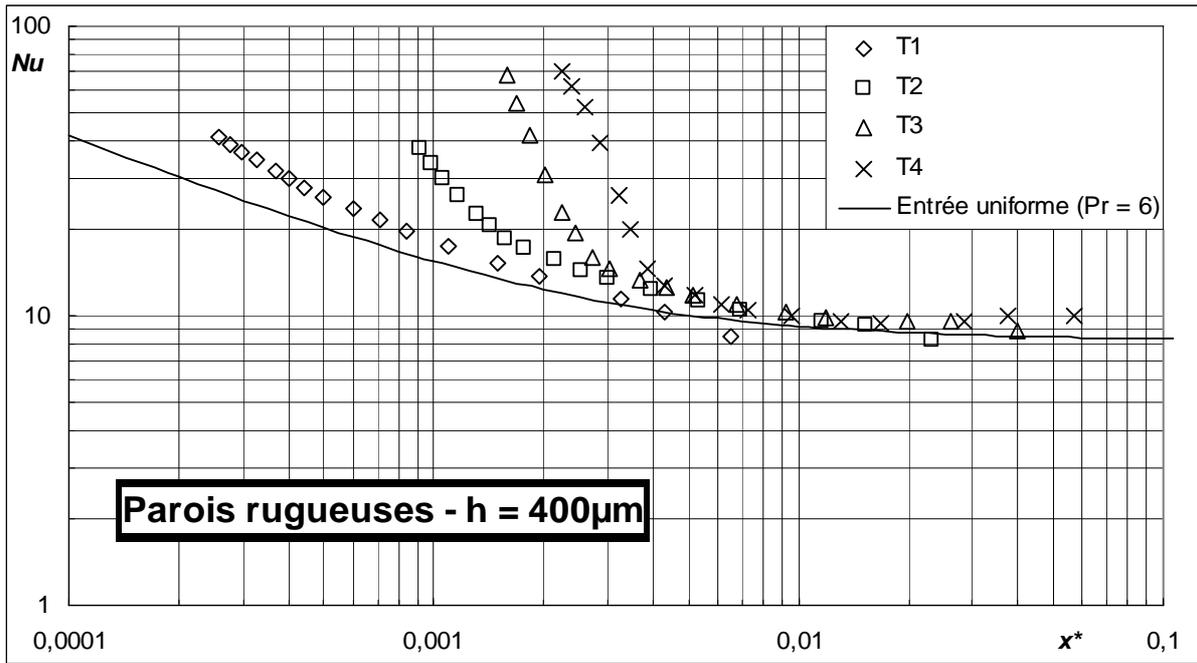


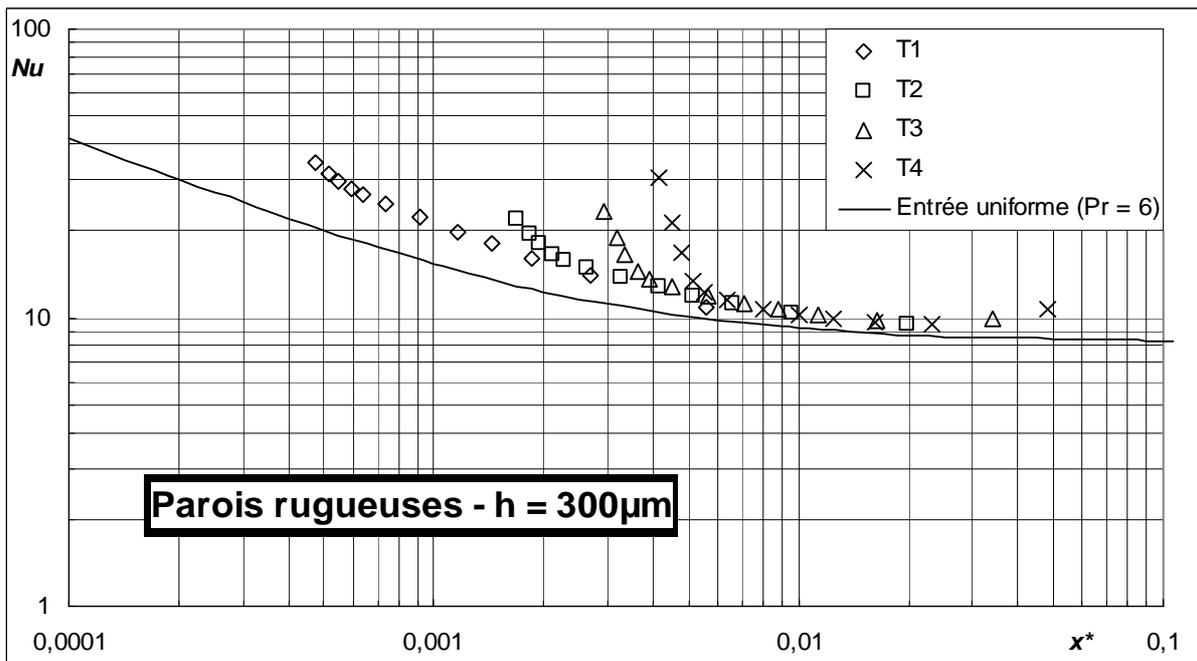
Fig. IV. 12 : Influence de la texturation des parois sur les frottements. Symboles ouverts : parois lisses, symboles pleins : parois texturées.
 - - - : Loi de Blasius (équation III - 4)



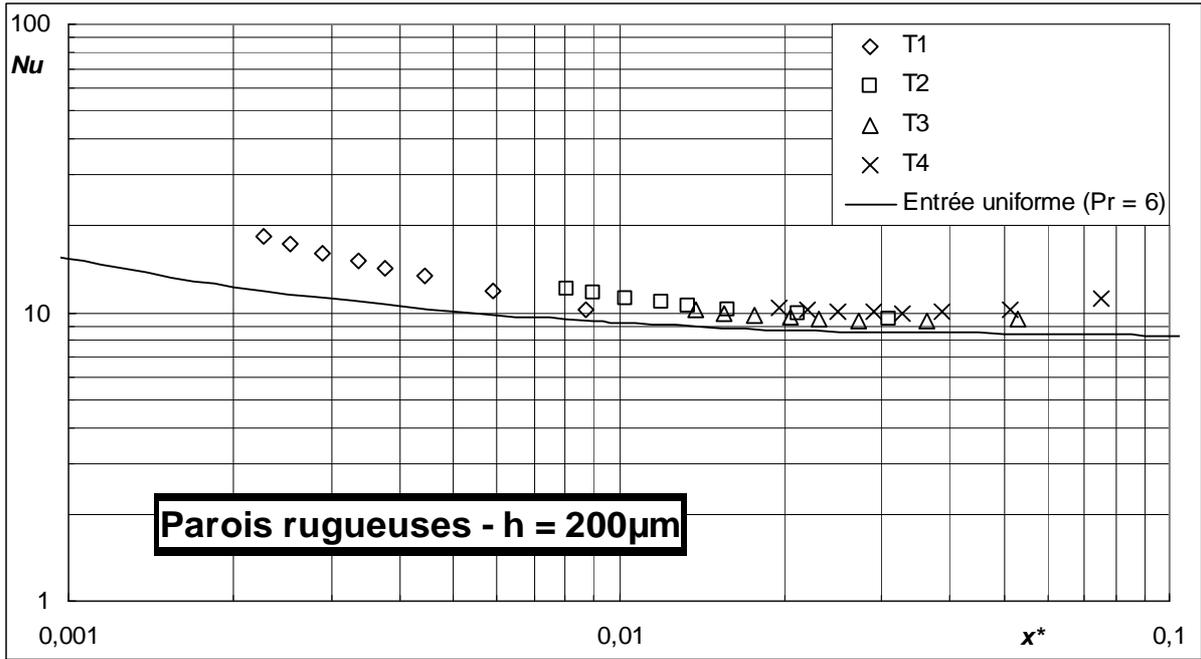
a)



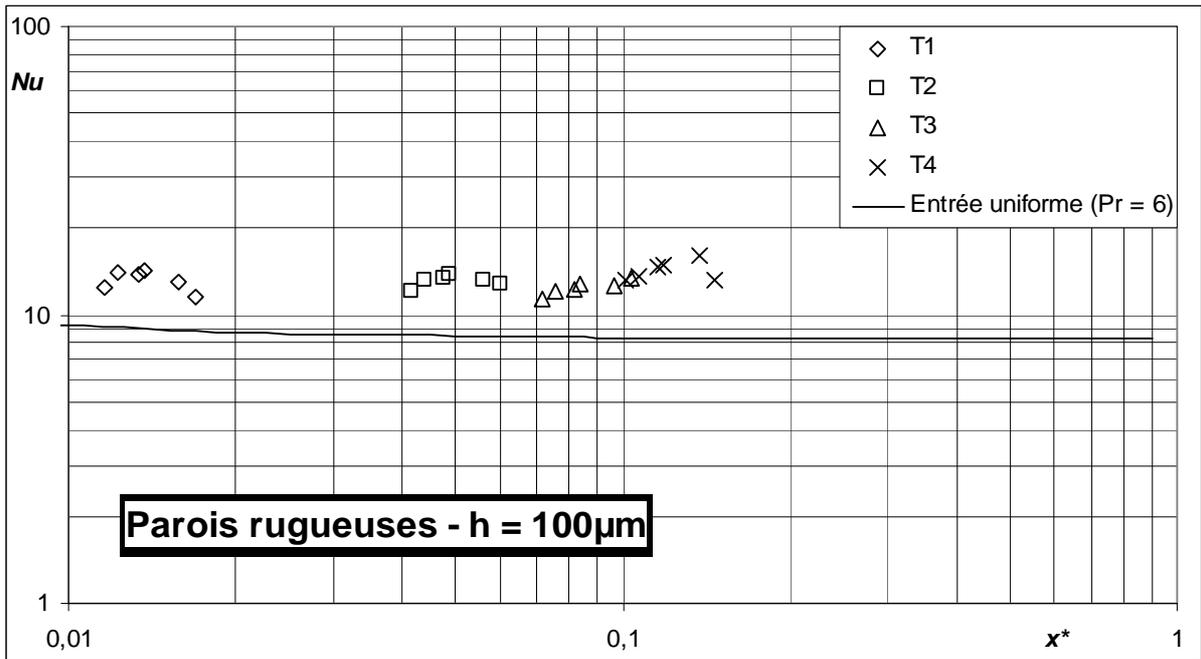
b)



c)



d)



e)

Fig. IV. 13 : Variation du nombre de Nusselt le long des microcanaux. Les graphes a-b-c-d-e correspondent respectivement aux hauteurs 500 μm, 400 μm, 300 μm, 200 μm et 100 μm et aux rugosités relatives k/h de 1 %, 1,25 %, 1,7 %, 2,5 % et 5 %.

La figure IV. 13 présente l'évolution du nombre de Nusselt le long des différents canaux testés, obtenue à partir de la température de paroi corrigée par l'équation (IV-14). Ces évolutions permettent de déterminer les nombres de Reynolds critiques de transition à la turbulence qui ont été rassemblés dans le tableau IV. 2. La comparaison avec les résultats obtenus dans les canaux lisses (tableau IV. 1) ne fait pas ressortir d'influence significative de

l'état de surface sur ce phénomène. Cette observation ne confirme pas la transition retardée à la turbulence remarquée lors des expériences de visualisation, mais il doit être noté que le niveau de rugosité relative est ici de 1,7 % contre 2,5 % dans le cas des écoulements visualisés.

H	Re_c
500 μm	2850-3300
400 μm	3050-3800
300 μm	3200-3500

Tableau IV. 2 : Nombre de Reynolds critique de transition à la turbulence en $x = x_4$ d'après l'évolution $Nu(x^*)$. Parois rugueuses.

L'effet de la rugosité est en revanche important sur l'établissement du régime turbulent. La figure IV. 14 présente les valeurs de Nu aux positions des quatre thermocouples T_i , en fonction du nombre de Reynolds. Pour $Re = 6150$, ce graphe montre que Nu diminue avec la croissance des couches limites jusqu'à T_2 , puis augmente significativement le long du canal, lorsque les parois sont lisses. A un nombre de Reynolds comparable de 5900, l'établissement des échanges thermiques turbulents semblent comparativement plus rapide en présence de rugosités. Ce comportement est moins marqué aux alentours de $Re = 4100$. Aux bas nombres de Reynolds correspondant au régime laminaire, les échanges thermiques sont homogènes sur la plus grande partie du canal comme le montrent les données obtenues à des nombres Re voisins de 400.

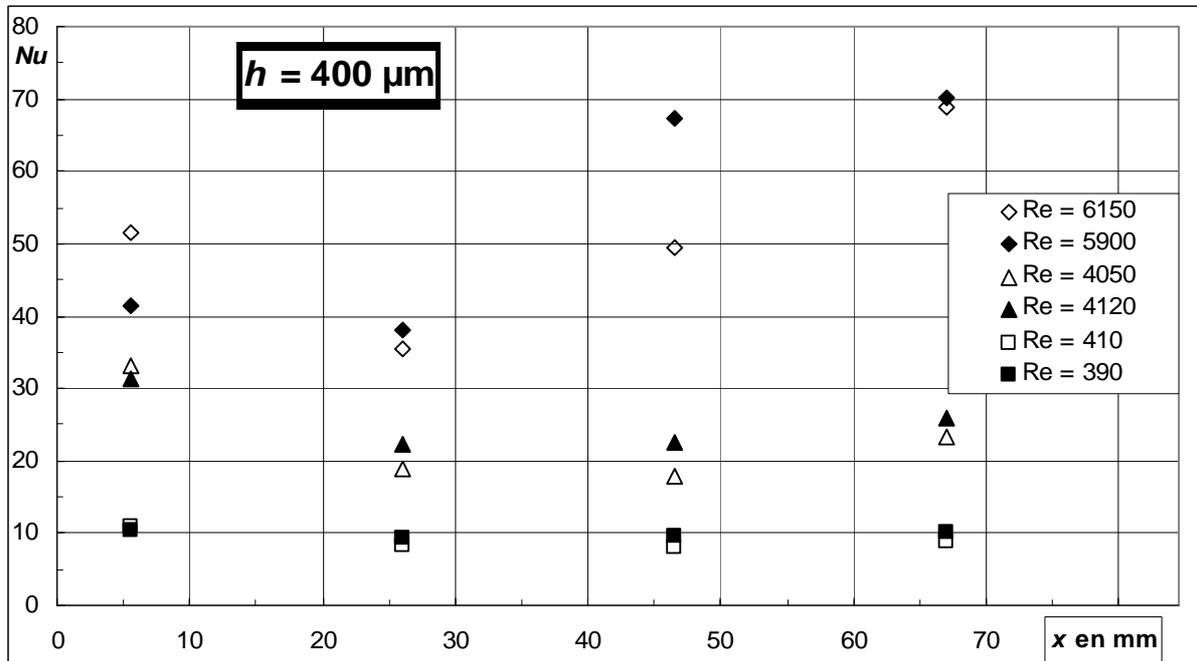


Fig. IV. 14 : Effet de Re sur la distribution de Nu aux abscisses des thermocouples de paroi T_i . Symboles ouverts : parois lisses, symboles pleins : parois texturées.

La figure IV. 15 présente un comparatif de l'ensemble des résultats pour $x^* = 0,02$ en régime laminaire. Ces données montrent l'augmentation du nombre Nu avec la rugosité relative dont l'ordre de grandeur atteint + 40 % pour une rugosité relative d'environ 5 %. Il

est vraisemblable qu'une partie de cette hausse provienne de l'augmentation géométrique de la surface d'échange. Ce paramètre est difficile à déterminer précisément en raison de l'incertitude expérimentale des mesures topographiques. Nous estimons cependant que le rapport de la surface rugueuse à la surface lisse doit être compris entre 1,5 et 2 dans cette étude.

Le point de vue de l'analyse menée pour les écoulements laminaires en canal rugueux peut être repris ici, ce qui amène à distinguer la contribution de la surface lisse en nickel et celle des particules SiC, aux échanges thermiques. Il est vraisemblable que cette dernière contribution augmente avec l'accroissement de la hauteur k des rugosités car alors, leur sommet perçoit des filets fluides de plus en plus rapides et froids. Des modélisations numériques 3D sont actuellement réalisées par Gamrat au LEGI afin de comprendre ces phénomènes de façon plus détaillée.

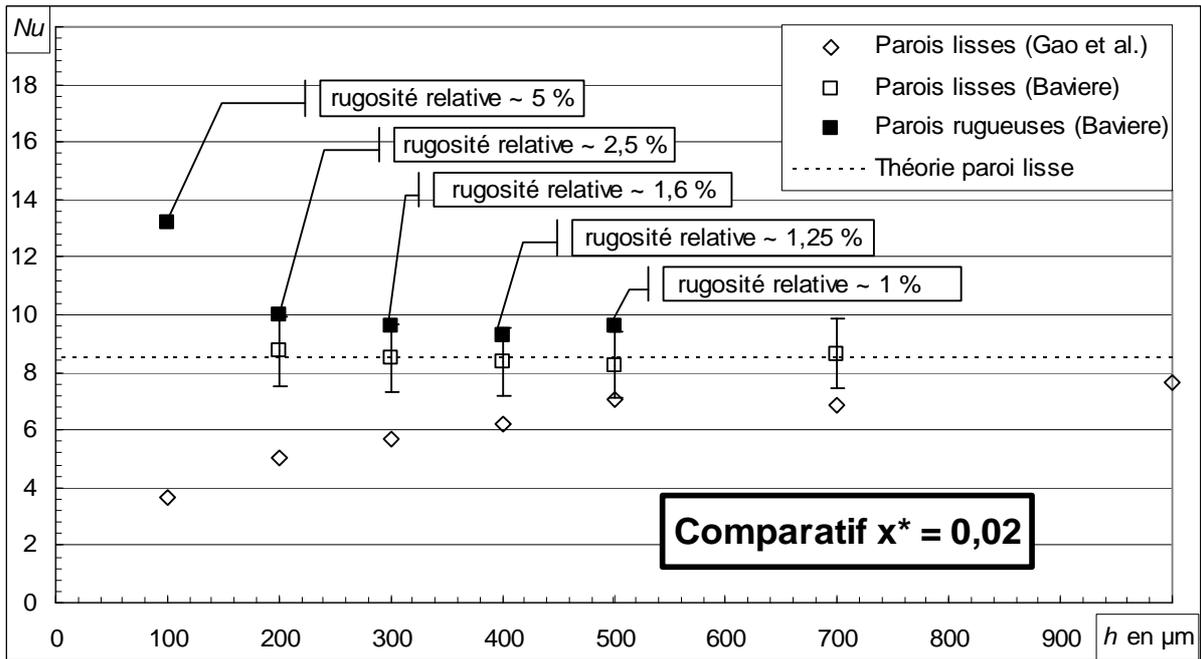


Fig. IV. 15 : Influence de la rugosité relative sur le nombre Nu en régime laminaire.

IV. 4 Résolution numérique conjuguée de l'écoulement et des transferts

Les principales hypothèses formulées pour calculer le nombre Nu à partir des grandeurs expérimentales ont été vérifiées numériquement grâce à une modélisation 2D de la section d'essais. Ces calculs ont notamment permis d'établir que :

- i) la distribution de la densité de flux de chaleur extraite par l'écoulement présente des fluctuations de faibles amplitudes qui peuvent être attribuées à la disposition transversale des cartouches chauffantes et la présence de fentes isolantes dans les parois des canaux.
- ii) cette distribution n'est pas sensible au nombre de Reynolds de l'écoulement (gamme testée : de 200 à 2000).
- iii) la loi de référence établie numériquement par G. Gamrat [GAM 03] (équation IV – 10) pour un écoulement en développement cinématique et thermique est bien vérifiée par les résultats du modèle.

IV. 4. 1 Présentation du modèle

La géométrie du modèle a été élaborée avec le logiciel Gambit à partir des dessins techniques du dispositif expérimental (voir Annexe B). Seul le plan de symétrie longitudinal a été modélisé. Les calculs ont ensuite été menés avec le logiciel aux volumes finis FLUENT 2D, pour un canal de 500 μm de hauteur, parcouru par des écoulements laminaires.

La figure IV. 16 présente la géométrie du modèle tel qu'il a été élaboré avec le logiciel Gambit. Il doit être remarqué que les dispositifs de mesure de la température de paroi n'ont pas été pris en compte car cela aurait alors nécessité une modélisation en trois dimensions et des calculs beaucoup plus complexes [BERNAZZANI 04]. Par ailleurs, le diamètre des trous de perçage (4 mm) étant faible devant la largeur des microcanaux (25 mm), leur influence sur la distribution générale de la densité de flux à l'interface solide-liquide est vraisemblablement négligeable.

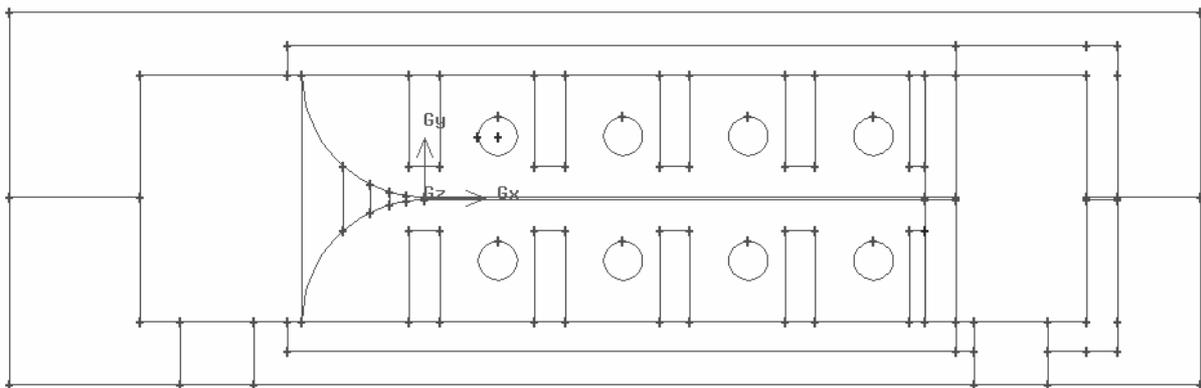


Fig. IV. 16 : Géométrie du modèle 2D sous Gambit (canal de 500 μm).

L'écoulement dans le réservoir aval est un exemple de jet plan dont la résolution numérique est délicate. La contribution de cet écoulement secondaire aux échanges étant probablement très limitée, nous avons choisi de ne pas le résoudre.

Le tableau IV. 3 établit la liste des matériaux constitutifs de la section d'essais ainsi que les propriétés thermo-physiques qui leur ont été affectées dans cette modélisation.

Matériaux	Masse Volumique kg.m ⁻³	Chaleur spécifique J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	Conductivité thermique W.m ⁻¹ .K ⁻¹	Emplacement
Laiton	8400	376	111	Bloc
Résine et verre époxy	2000	200	0,6	Plaque et fente isolantes
Magnésie	600	795	0,071	Cartouche chauffante
Eau	998,2	4182	0,6	Viscosité = 0,00103 Pa.s

Tableau IV. 3 : Propriétés physiques des matériaux constitutifs de la section d'essais

Un débit massique est imposé à l'entrée de la section d'essais. Le code FLUENT 2D ajuste ensuite la pression pour permettre la circulation du débit choisi par l'utilisateur [FLUENT1 98]. A la fin du canal, une condition de sortie de type « outflow » a été spécifiée, car l'écoulement y est supposé établi.

Les cartouches chauffantes ont été modélisées grâce à une source volumique de chaleur, également répartie dans les huit logements, permettant de reconstituer la puissance électrique totale dissipée lors des expériences (180 W). Pendant les campagnes expérimentales, la section d'essais était exposée à l'air ambiant. Elle cédait donc de la chaleur à la pièce par convection naturelle. Ces pertes ont été modélisées par un coefficient de transfert avec une atmosphère à 300 K, d'une valeur de 10 W.m⁻².K⁻¹.

Les calculs numériques ont été menés à partir des équations classiques de conservation de la masse, de la quantité de mouvement et de l'énergie, simplifiées par les hypothèses suivantes :

- (1) écoulement permanent
- (2) écoulement incompressible
- (3) écoulement laminaire
- (4) échanges thermiques par rayonnement négligés
- (5) propriétés physiques constantes pour les solides et l'eau
- (6) effet de la dissipation visqueuse négligé

Ces équations se réduisent pour le fluide à :

$$\nabla \cdot \vec{V} = 0 \quad (\text{IV - 15})$$

$$\rho_{\text{fluide}} (\vec{V} \cdot \nabla \vec{V}) = -\nabla P + \mu_{\text{fluide}} \nabla^2 \vec{V} \quad (\text{IV - 16})$$

$$\rho_{\text{fluide}} C_p (\vec{V} \cdot \nabla T) = \lambda_{\text{fluide}} \nabla^2 T \quad (\text{IV - 17})$$

Et pour le solide à :

$$\nabla^2 T = 0 \quad (\text{IV - 18})$$

Notons que l'hypothèse (5) conduit à négliger d'éventuels effets de convection naturelle dans l'écoulement microfluidique et permet de découpler les équations hydrodynamiques (IV-15 et 16) des équations thermiques (IV-17 et 18). Ainsi, la résolution de l'équation de l'énergie peut être menée après la convergence du calcul hydrodynamique.

IV. 4. 2 Maillage et convergence

Le maillage du modèle a été réalisé à partir des méthodes développées par Gamrat [GAM 03]-[GAM 05] pour l'étude numérique du dispositif expérimental de Gao et al. [GAO 02]. Nous avons utilisé un maillage structuré pour le volume fluide et déstructuré pour la partie solide. La distribution des mailles le long du canal a été raffinée localement à l'entrée pour résoudre convenablement le développement des couches limites cinématiques et thermiques, comme le montre la figure IV. 17. Pour $h = 500 \mu\text{m}$, le nombre de mailles a respectivement été fixé à 60 et à 1000 pour la hauteur et la longueur du canal. L'ensemble de la géométrie représente un total d'environ 200 000 mailles.

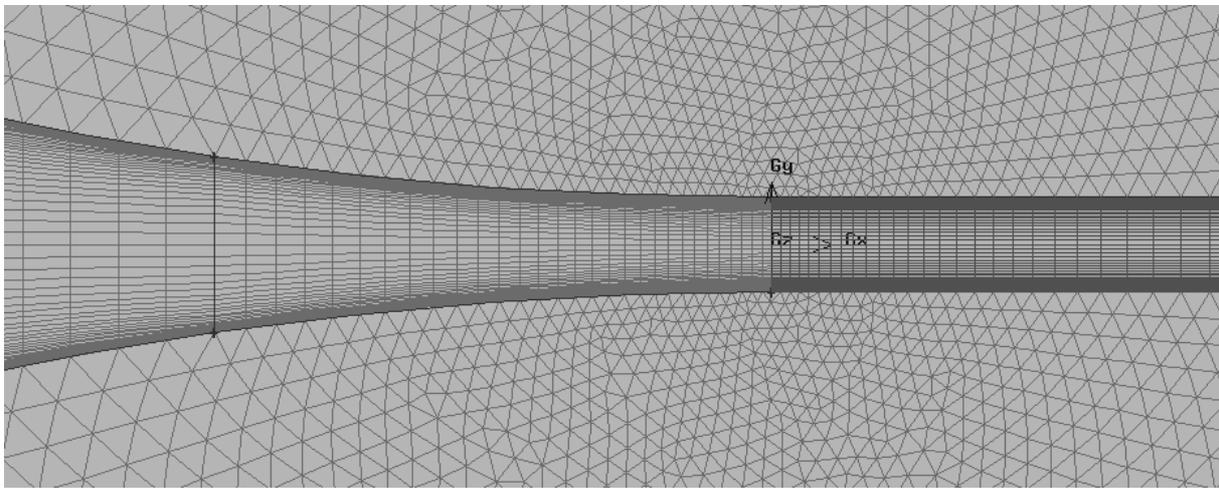


Fig. IV. 17 : Vue rapprochée du maillage à l'entrée du canal de hauteur $500 \mu\text{m}$

Ce type de maillage permet d'obtenir une très bonne convergence du calcul comme l'atteste l'évolution des résidus au cours du processus d'itération Fig. IV. 18.

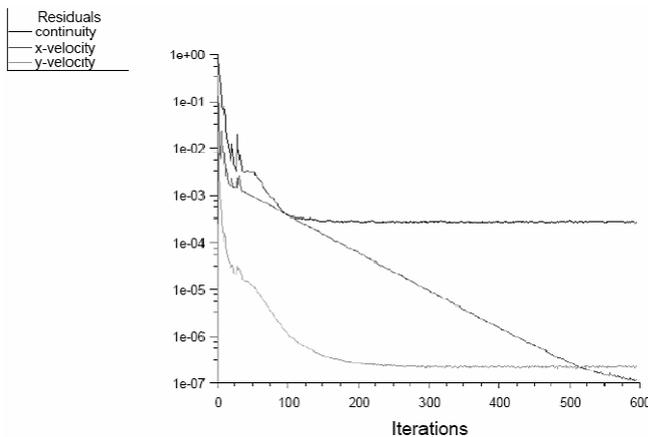


Fig. IV. 18 : Evolution des résidus pendant un calcul hydrodynamique à $Re = 1491$.

IV. 4. 3 Résultats et conclusion

Pour reproduire les conditions expérimentales rencontrées, les calculs ont été menés avec une puissance de chauffage fixée correspondant aux 180 W expérimentaux, et un débit variable permettant d'ajuster le nombre de Reynolds de l'écoulement entre 200 et 2000. Les pertes thermiques évaluées par le modèle (par exemple 3% pour $Re = 431$) sont restées plus faibles que celles relevées expérimentalement. Un modèle 3D de la section d'essais aurait sans doute prévu des pertes plus élevées car alors, la surface d'échange avec l'extérieur aurait été plus importante. Les fuites thermiques occasionnées par la traversée des couches isolantes de certains modules (visserie, cartouches chauffantes, et dispositif de mesure de la température de paroi), non prises en compte dans ce modèle, expliquent sans doute l'autre partie de cet écart.

Un des intérêts des modélisations numériques est de pouvoir disposer de résultats couvrant l'intégralité du domaine physique étudié. A partir de la solution fournie par le code FLUENT 2D, il est possible de tracer la distribution de la densité de flux de chaleur extraite par l'écoulement. Sur la figure IV. 19, nous présentons l'évolution, le long du canal, de la quantité φ^{num} rapportée à la quantité moyenne¹ φ^{moy} , pour deux nombres de Reynolds se situant aux extrémités de la gamme explorée. Les deux graphes présentent une légère irrégularité en entrée de canal ($x = 0$), provenant vraisemblablement de la jonction entre les maillages du convergent d'entrée et du canal.

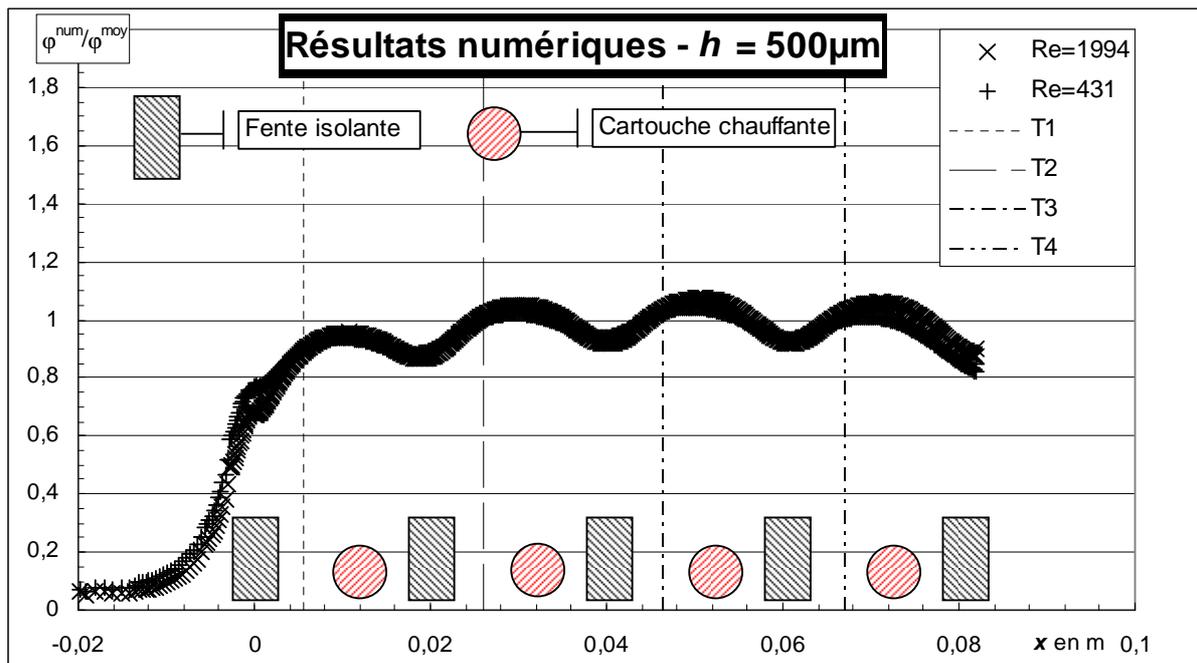


Fig. IV. 19 : Distribution de la densité de flux de chaleur à l'interface solide-liquide en fonction du nombre de Reynolds. La disposition des fentes isolantes et des cartouches chauffantes est à l'échelle.

La distribution de la densité de flux montre une ondulation qui traduit l'alternance, le long du canal, entre les cartouches chauffantes et les fentes isolantes. Il est remarquable de noter que l'influence du nombre de Reynolds sur cette évolution est très faible. Une autre observation intéressante est, qu'aux abscisses correspondant à la position des thermocouples

¹ La densité de flux moyenne est calculée en divisant le flux de chaleur extrait par l'écoulement par la surface des parois en laiton du canal, convergent d'entrée exclu, en conformité avec la démarche expérimentale.

T_2 , T_3 et T_4 , la densité locale de flux extraite par l'écoulement peut être confondue avec la valeur moyenne calculée à partir de Φ_{conv} et de la surface d'échange du canal $2 b L^{\text{therm}}$. Cette constatation justifie a posteriori la démarche décrite au travers des équations (IV – 6 à 9) pour obtenir expérimentalement l'évolution du nombre Nu .

Les résultats numériques montrent qu'à la position de T_1 , la densité de flux à l'interface chute et ne représente plus que 85 % de la densité moyenne. Cette baisse s'explique par les échanges de chaleur qui ont lieu en amont du canal ($x < 0$), le long du convergent d'entrée.

L'évolution du nombre de Nusselt numérique a été calculé à partir des équations (IV – 6 à 9) pour des nombres Re compris entre 258 et 1994. Ces résultats sont présentés Fig. IV. 20 et comparés à la loi (IV -10). Rappelons que cette loi considère que les profils de vitesse et de température sont homogènes à l'entrée du canal ($x = 0$) et que la densité de flux de chaleur échangée est constante à la paroi. Il est à première vue étonnant que les valeurs calculées à la position du thermocouple T_1 ne soient pas inférieures aux prévisions de cette loi car il est attendu que le développement des couches limites cinématiques et thermiques le long du convergent abaisse Nu dans les régions proches de l'entrée. En réalité, cet effet est probablement compensé par la surestimation faite sur la valeur de la densité de flux échangée à la position de T_1 .

Les résultats de la figure IV - 20 montrent qu'en régime laminaire, la loi IV - 10 peut être prise comme référence pour comparer les résultats expérimentaux, aux attentes théoriques basées sur les équations de Navier-Stokes et de l'énergie.

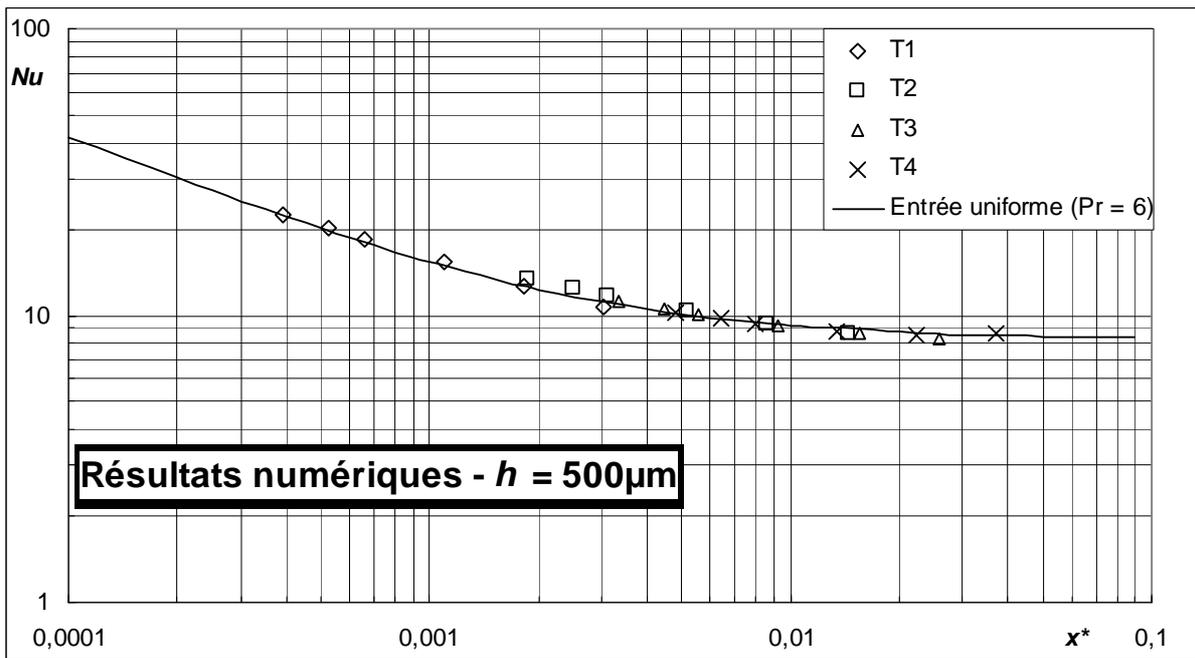


Fig. IV. 20 : Distribution du nombre Nu le long du canal pour $258 < Re < 1994$. La loi « entrée uniforme ($Pr = 6$) » a été tracée à partir de l'équation IV – 10.

De cette étude numérique effectuée en supposant utilisables a priori les lois classiques de l'hydrodynamique et des transferts thermiques, on retiendra que :

- ✦ Le dispositif expérimental a permis de minimiser les fuites par rapport à l'expérience de Gao et al. [GAO 02]
- ✦ Le couplage conduction-convection est faible dans les conditions des expérimentations

- ✦ L'hypothèse d'une densité de flux uniformément répartie sur la surface du canal est tout à fait justifiée pour calculer le coefficient d'échange

Conclusion et perspectives

Bilan :

L'objectif de cette thèse était de cerner précisément les limites d'applicabilité des lois et corrélations classiques de l'hydrodynamique et des transferts monophasiques dans des conduites de très faible diamètre hydraulique. Cette interrogation a motivé le présent travail, en grande partie consacré à la mesure de l'évolution des coefficients de frottement et de transfert de chaleur, ainsi que du nombre de Reynolds critique de transition à la turbulence, dans des microcanaux parcourus par des écoulements d'eau liquide. Les données collectées et les interprétations qui les ont accompagnées permettent d'avancer des conclusions intéressantes.

Cette étude a tout d'abord souligné le rôle déterminant joué par le dispositif expérimental sur la caractérisation des écoulements microfluidiques. Par exemple, en ce qui concerne la mesure du coefficient de frottement, deux tentatives préliminaires ont abouti à des résultats contradictoires qui ont pu être expliqués par un biais dans les techniques de mesure utilisées. Ces essais nous ont orientés vers la réalisation de microsystèmes en silicium-pyrex intégrant un microcanal et deux capteurs de pression à jauges de contrainte autorisant la mesure fiable des pertes de pression à petite échelle. Les résultats ainsi obtenus montrent que l'évolution expérimentale du coefficient de frottement, pour des écoulements laminaires d'eau dans des microcanaux lisses de hauteur supérieure à 5 μm , est bien prévue par les lois classiquement utilisées aux échelles conventionnelles (Fig. i). En particulier, la conductivité électrique de l'eau ne semble pas influencer le comportement de ces écoulements, ce qui suggère que les effets électrocinétiques liés à la présence de la double couche électrique sont négligeables dans les conditions de notre étude. Cette conclusion permet d'écarter les interprétations avancées par d'autres chercheurs pour expliquer leurs propres résultats (Ren, Qu et Li [REN 01] et plus récemment de Brutin et Tadrist [BRU 03]). Il est possible que, dans ces deux derniers cas, des artefacts expérimentaux soient à l'origine des déviations observées.

Les expériences menées dans des dispositifs de quelques centaines de microns de hauteur donnent accès à des écoulements au nombre de Reynolds plus élevé. Certains phénomènes comme les effets d'entrée ou la transition à la turbulence se manifestent alors. Afin de distinguer ces deux contributions à la perte de pression globale d'un écoulement, l'interprétation des mesures doit être effectuée en considérant le développement des couches limites cinématiques en entrée de canal. Les données ainsi traitées et obtenues avec des parois lisses montrent clairement que la transition à la turbulence se déclenche à des nombres de Reynolds critiques en bon accord avec ceux classiquement rencontrés aux échelles conventionnelles, pour des géométries comparables. Ce résultat a été confirmé par des expériences de visualisation de filets fluides colorés.

Le présent travail s'est également intéressé à l'influence de la rugosité sur les frottements des écoulements laminaires en microcanal. Au vu des données récoltées dans des canaux de hauteur supérieure à 100 μm , il semble que le nombre de Poiseuille soit augmentée de façon modérée à significative par l'accroissement de la rugosité relative. Cette tendance n'est pas confirmée par les résultats obtenus dans un échantillon semi-rugueux de très petite dimension ($h = 7,5 \mu\text{m}$), mais l'incertitude sur la mesure de la hauteur de ce canal est peut-être à l'origine de cette contradiction. Cette conclusion est appuyée par les calculs numériques 3 D de Hu et al. [HU 03] qui prévoient une élévation significative des frottements avec la rugosité

relative, pour des écoulements laminaires d'eau dans des microcanaux de 5 μm de hauteur. Le rôle de la rugosité a été éclairci grâce à la formulation d'un modèle analytique simple (Baviere, Gamrat, Favre-Marinet et Le Person [BAV* 05]). Ce dernier repose sur la méthode aux éléments discrets développée par Taylor et al. [TAY 85] et permet de comprendre que l'effort de traînée agissant sur les surfaces frontales des rugosités est le principal responsable de leur effet.

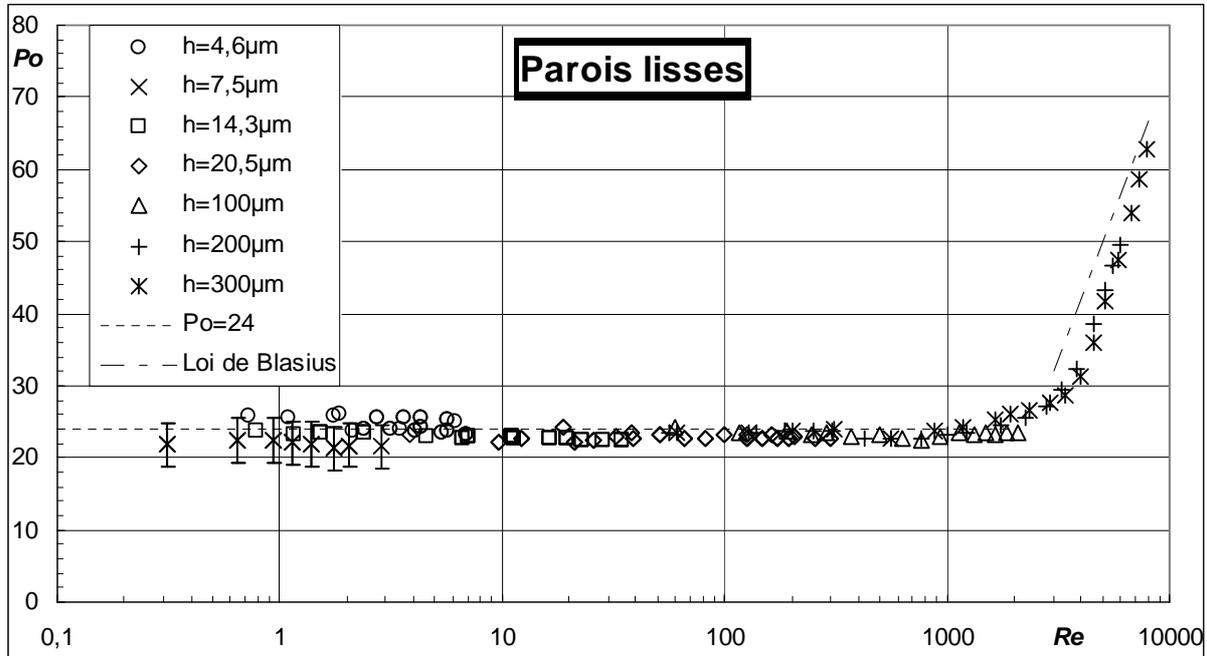


Figure i : Comparaison théorie/expérience du nombre de Poiseuille pour des écoulements monophasiques d'eau dans des microcanaux.

La technique de texturation des parois par voie électrochimique a ouvert la possibilité d'analyser l'influence de l'état de surface sur la transition à la turbulence dans des microcanaux initialement lisses. Contrairement aux résultats présentés dans des articles de référence de la littérature, aucune des données obtenues au cours de cette thèse ne montre que ce phénomène se déclenche plus rapidement lorsque l'état de surface des parois est rugueux. Une expérience de visualisation menée dans un canal lisse et un canal semi-rugueux de hauteur $h = 200 \mu\text{m}$ semble même indiquer que la turbulence peut se déclencher de façon retardée en présence de particules d'environ 5 μm de diamètre, aléatoirement distribuées à la paroi.

Le deuxième volet de cette thèse a été consacré à la détermination du nombre de Nusselt dans le but de caractériser les transferts thermiques forcés, aux petites échelles de la microfluidique. Ceci constitue un objectif expérimental ambitieux dont les principales difficultés résident dans la mesure de l'écart entre la température d'interface et celle de l'écoulement et dans l'estimation du flux de chaleur échangé. Pour aider à l'interprétation des données expérimentales, nous avons travaillé sur le dispositif de mesure de la température de paroi d'une part et modélisé les échanges thermiques à l'aide du code commercial FLUENT d'autre part. Les recherches effectuées dans ce sens incitent à introduire une correction sur la valeur brute fournie par la sonde, afin de s'approcher davantage de la grandeur réelle pariétale. Les données expérimentales ainsi traitées sont en bon accord avec la valeur théorique attendue (Fig. ii) dans le cas de parois lisses et dans des canaux de hauteur

supérieure à 200 μm , alors qu'elles présentent une chute du nombre Nu lorsque la correction n'est pas appliquée. Dans un dispositif similaire, Gao et al. [GAO 02] avaient également observé une chute comparable de Nu (fig. ii) dont les auteurs n'étaient pas parvenus à expliquer l'origine. Les résultats de cette thèse suggèrent qu'un biais dans le dispositif de mesure de la température d'interface est à l'origine de ce phénomène et ce, pour les deux études présentées.

Enfin, une dernière série de mesures du coefficient d'échange de chaleur a été effectuée après avoir texturé les parois des canaux par voie électrochimique. Les résultats obtenus montrent que le nombre de Nusselt augmente sensiblement avec la rugosité relative, par rapport au cas lisse (fig. ii). L'accroissement de la surface d'échange explique sans doute une partie de cette hausse. Le point de vue de l'analyse menée pour les écoulements laminaires en canal rugueux peut être repris ce qui amène à distinguer la contribution de la surface lisse de celle des éléments rugueux, aux échanges thermiques. Il est vraisemblable que cette dernière contribution augmente avec la hauteur des rugosités car alors, leur partie supérieure perçoit des filets fluides de plus en plus rapides et froids. Des modélisations numériques 3D sont actuellement réalisées par Gamrat au LEGI afin de comprendre ces phénomènes de façon plus détaillée.

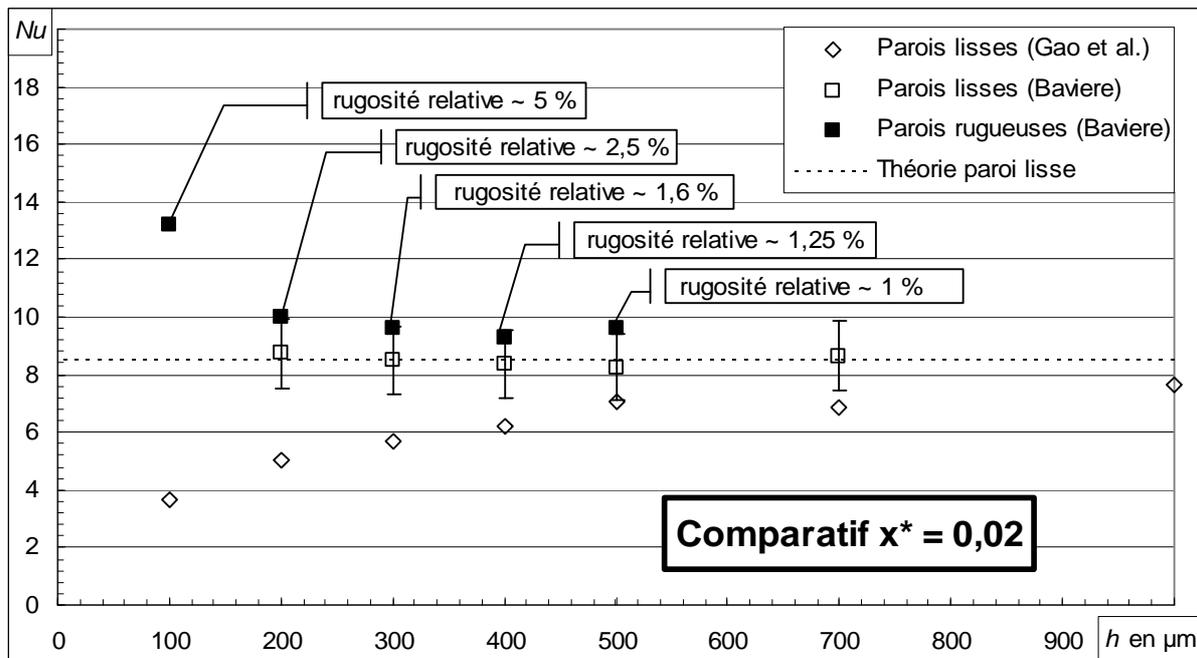


Figure ii : Comparatif des nombres Nu mesurés pour des échanges thermiques forcés par des microécoulements : cas lisse et rugueux. (régime laminaire et $\varphi \sim 40\,000\text{ W.m}^{-2}$)

Perspectives :

Des expériences supplémentaires menées dans des microcanaux à parois rugueuses nous semblent nécessaires pour poursuivre l'étude entamée sur l'effet de la rugosité. Les technologies de microfabrication du silicium offrent à cet égard des possibilités de réalisation que nous avons exploitées pour former des microcanaux à rugosité contrôlée. La technique développée repose sur la gravure de plots parallélépipédiques en silicium dans un bâti d'attaque ionique réactive profonde (étape réalisée au CIME à Grenoble). La figure iii

présente deux vues d'un réseau de rugosités à base carrée ($8\ \mu\text{m} \times 8\ \mu\text{m} \times 11\ \mu\text{m}$) ainsi obtenu. En parallèle, un microcanal d'une centaine de microns de profondeur est dégagé chimiquement dans un capot en pyrex et les deux substrats sont ensuite scellés. Des dispositifs de ce type ont déjà été réalisés et les mesures de pertes de pression correspondantes vont être menées dans un avenir proche. Ces données pourront compléter les résultats déjà obtenus sur l'évolution du nombre de Poiseuille en régime laminaire, mais également sur la transition à la turbulence dans des microcanaux rugueux. Cette configuration présente également l'avantage d'être modélisable plus aisément que des états de surface aléatoire.

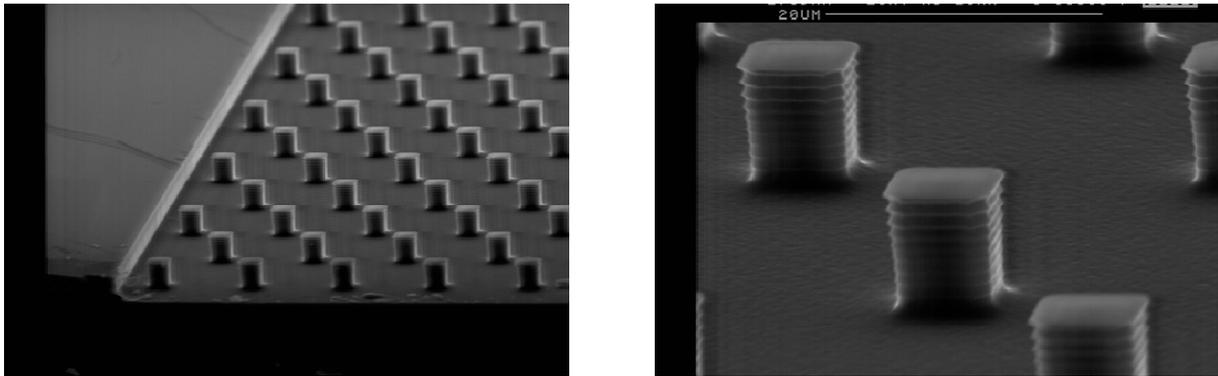


Figure iii : Paroi silicium équipée d'un réseau de rugosités microfabriqué (gravure ionique réactive profonde ; bâti du CIME) : plots à base carrée de $8\ \mu\text{m} \times 8\ \mu\text{m} \times 11\ \mu\text{m}$.

Il est clair que les techniques de microfabrication seraient également d'une grande aide pour explorer les lois régissant les transferts thermiques par convection forcée, aux très petites échelles. Par exemple, des sondes thermométriques résistives de type quatre fils peuvent être réalisées à partir d'un film mince de platine et fournir une estimation très précise de la température d'interface solide/fluide. Les mêmes techniques peuvent être mises en œuvre pour fabriquer des films d'interface dissipant, à la paroi, une densité de flux de chaleur parfaitement contrôlée. Néanmoins, si ces projets sont simples en apparence, l'expérience montre que leur réalisation est complexe et coûteuse en temps, ce qui explique que ce travail n'a pas pu être abordé dans le cadre de cette thèse.

Il nous semble intéressant que des efforts se portent également vers une étude générale des effets de couplage conduction/convection. Ces phénomènes expliquent sans doute pourquoi de nombreuses expérimentations menées à petite échelle n'ont pas abouti à des résultats s'accordant avec les corrélations classiquement utilisées aux échelles macroscopiques. Ces mêmes phénomènes joueront vraisemblablement un rôle crucial sur le fonctionnement des échangeurs de chaleur à mini- ou microcanaux. Cette thématique et les questions qui lui sont associées pourraient constituer, d'un point de vue plus applicatif, une continuation de notre travail.

Annexe A : Procédé de texturation par voie électrochimique

Le procédé de texturation par voie électrochimique utilisé pendant cette thèse a pu être mis en place grâce à Eric Chaînet, chercheur du LEPMI¹. La méthode employée consiste à déposer localement un film de nickel de faible épaisseur avec des particules de plus grande taille formant des rugosités. Pour ce faire, les recettes classiques du nickelage ont été adaptées pour permettre l'incrustation de particules de carbure de silicium SiC.

Le but de cette annexe est de reproduire les détails relatifs à la réalisation des dépôts de films composites nickel/particules.

I. Généralités

La texturation des sections d'essais à cale a été rendue possible grâce à des techniques issues de l'électrochimie. Ces dernières ont été initialement développées pour traiter préventivement certaines surfaces métalliques contre la corrosion. Le nickelage et le chromage en sont deux exemples classiques qui présentent l'avantage d'enjoliver les matériaux traités.

Des travaux menés dans les années soixante ont abouti à la composition d'un bain électrolytique permettant de réaliser des dépôts de nickel. Il s'agit du bain de Watt qui, lorsqu'il est intégré à un circuit électrolytique, donne lieu à la réduction à la cathode des ions Ni²⁺ initialement en solution. Ce bain sert à de nombreuses applications. Ce type de dépôt est souvent réalisé à chaud pour augmenter la cinétique de la réaction². Cependant, nous avons choisi de travailler à température ambiante pour minimiser l'apparition des contraintes d'origine thermique.

L'originalité de notre application est d'inclure des particules de carbure de silicium SiC au dépôt de nickel pour former un film composite à particules émergentes. A la composition classique d'un bain de Watt, nous avons donc ajouté des particules de carbure de silicium d'un diamètre compris entre 5 µm et 7 µm, puis un travail de mise au point, en grande partie réalisé par E. Chaînet, a été nécessaire pour atteindre le but recherché. Ce travail a porté sur le pH de la solution, sa concentration en particules et son brassage pendant l'électrodéposition. Ces réglages ont permis aux particules d'être adsorbées à la cathode, puis d'y être ancrées par la matrice de nickel malgré une épaisseur déposée inférieure au diamètre des particules.

Les résultats obtenus se sont avérés satisfaisants ; les revêtements rugueux ont parfaitement adhéré aux surfaces traitées, ont résisté aux variations de température³ des études thermiques et se sont révélés homogènes en épaisseur et en taux de particules.

Les détails techniques relatifs à la réalisation de ces films vont être donnés à présent.

¹ LEPMI : Laboratoire d'Electrochimie et de Physico-chimie des Matériaux et Interfaces.

² A température ambiante, la vitesse de dépôt obtenue pendant nos essais est de l'ordre de 0,2 µm. min⁻¹.

³ De 15 °C à 50 °C (plage de variation de la température de paroi).

II. Détails

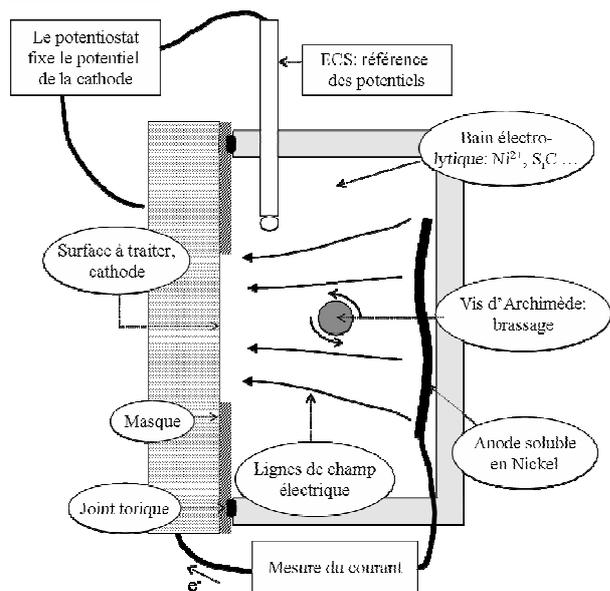


Figure A. 1 : Cellule d'essais pour le dépôt de films composites Ni/SiC

Le circuit électrochimique mis en place pour réaliser les dépôts composites Ni/SiC sur les sections d'essais à cale est représenté Fig. A. 1. La cellule d'essais a été fabriquée en altuglas pour notre application. Elle met en regard la surface à traiter et l'anode du circuit électrolytique et contient le bain électrolytique. La cellule et le bloc sont rendus solidaires par trois brides en aluminium (non représentées). La géométrie exacte utilisée est reproduite en annexe B.

L'étanchéité est assurée par un joint torique. Pour garder intactes les surfaces supportant les cales, un masque en ruban adhésif est utilisé pendant la durée du dépôt.

Le dépôt est piloté par un potentiostat relié à un PC, qui fixe le potentiel électrique de la surface traitée par rapport à une électrode de référence au Calmel Saturé (ECS) plongeant dans la solution.

L'ordinateur permet également de suivre l'évolution du courant électrolytique dans la cellule. Le potentiel de travail est choisi pour que les ions Ni^{2+} du bain électrolytique se réduisent à la cathode pour former le film de nickel. L'anode quant à elle, est constituée d'une grille de nickel pur qui s'oxyde et libère dans le bain des ions Ni^{2+} . Ce dispositif est appelé anode soluble. Son avantage est de maintenir une concentration constante d'ions Ni^{2+} en solution.

Le bain électrolytique utilisé est obtenu par dissolution de sels de nickel dans un milieu aqueux. Des particules de carbure de silicium y sont ensuite ajoutées à raison de 40 g.l^{-1} . La composition précise du bain électrolytique servant au dépôt des films composites nickel/particules est la suivante :

- 42,5 g de sulfate de nickel ($NiSO_4$)
- 35 g de chlorure de nickel ($NiCl_2$)
- 10 g d'acide borique (H_3BO_3)
- 250 g d'eau et 10 g de carbure de silicium (SiC)

Après le mélange de tous les composants du bain, le pH de la solution obtenue est ajusté à une valeur de 3 avec de l'acide chlorhydrique. Cette valeur résulte d'un compromis entre deux effets antagonistes. En milieu trop basique, les ions Ni^{2+} se couplent aux ions OH^- pour former des hydroxydes ($Ni(OH)_2$), alors qu'en milieu trop acide, les ions H^+ sont réduits à la cathode. Cette réduction dépend du potentiel de travail de la cathode. Ce dernier a été fixé à -950 mV , valeur légèrement inférieure à la zone de stabilité de l'eau définie par l'intervalle [$V_{red(H)} = -0,06 \text{ pH}$; $V_{ox(O)} = 1,23 - 0,06 \text{ pH}$]. Ceci s'est traduit par un dégagement gazeux de H_2 à la cathode, provoquant l'apparition de micro-bulles et expliquant sans doute la présence des trous révélés par l'analyse profilométrique du dépôt. L'importance relative de la réduction parasite peut être estimée par le rendement, à la cathode, du circuit électrolytique : ce dernier est de l'ordre de 80 %.

Nos différents essais ont montré que le taux de particules du dépôt et la concentration en particules de la solution étaient fortement corrélés. Une valeur de 40 g.l^{-1} permet d'obtenir un taux de particules élevé et homogène sur toute la surface traitée.

Une condition nécessaire à l'obtention d'un dépôt de bonne qualité est d'assurer un apport continu d'ions Ni^{2+} et de particules SiC à la surface de la cathode. Trois phénomènes y participent :

- *La diffusion* : Aux abords de la cathode, les concentrations d'ions et de particules sont entamées par la formation du dépôt. Ce déficit de matière est compensé par la diffusion qui homogénéise localement les champs de concentration. Augmenter la température du bain permet d'améliorer l'efficacité de ce phénomène.
- *La migration* : Le champ électrique imposé par les électrodes assure le transport de l'ensemble des charges positives vers la cathode. A petite échelle, c'est-à-dire pour quelques diamètres des particules, ce phénomène est remplacé par les interactions électriques liées aux potentiels d'interface (potentiel ζ) qui deviennent prépondérantes et déterminent l'affinité chimique des particules et de la cathode.
- *La convection* : Le brassage hydrodynamique de la solution permet d'augmenter l'apport de particules à la cathode. C'est un paramètre crucial pour la qualité des dépôts. Un brassage de trop forte intensité peut en effet provoquer un phénomène de rebond des particules sur la cathode. Dans le cas contraire, les particules sédimentent¹ et la concentration du bain en particules ne reste pas constante. Le brassage n'est en revanche pas un phénomène limitatif pour l'apport des ions Ni^{2+} à la cathode, comme l'ont montré Eric Chaînet et Pierre Dablé².

Pour assurer le brassage du bain, nous avons utilisé une vis d'Archimède à double filet, montée sur un moteur rotatif à vitesse réglable. Ce dispositif génère un brassage homogène ainsi qu'un courant ascendant le long de la vis suffisamment important pour éviter la sédimentation des particules. La vis d'Archimède a été usinée dans un rond de laiton de diamètre 12, puis recouverte de ruban de téflon pour bloquer toute réaction chimique avec le bain électrolytique. Cette vis n'a pas provoqué d'ombrage du champ électrique, les épaisseurs des dépôts ainsi obtenus s'étant révélées homogènes.

III. Résultats

Deux séries de dépôts (essais préliminaires puis dépôts finaux) ont été réalisées pendant cette thèse. Ces séries ont abouti à la texturation des deux blocs en bronze (dépôts 1 et 2) puis des deux blocs en laiton (dépôts 3 et 4). Ces séries ont été menées à 18 mois d'intervalle, mais dans des conditions opératoires similaires. Les surfaces traitées ont été dégraissées à la soude et désoxydées à l'acide sulfurique. Le même ruban d'adhésif a servi au masquage des zones à protéger. La durée du dépôt a été fixée à 720 secondes et le potentiel de la cathode à -950 mV. La vitesse de rotation de la vis de brassage a été fixée à 955 trs. min⁻¹. Tous les dépôts réalisés ont montré des évolutions en intensité très similaires. Après une première phase d'établissement d'une durée de quelques secondes, le courant a atteint une intensité constante.

Dépôt n°	Date	Matériau	Surface	Intensité	Epaisseur N_i
1	Dec 02	Bronze UE12	2000 mm ²	-110 mA	2 μ m
2	Dec 02	Bronze UE12	2000 mm ²	-140 mA	2 μ m
3	Juil 04	Laiton	2250 mm ²	-270 mA	3.5 μ m
4	Juil 04	Laiton	2250 mm ²	-240mA	3.5 μ m

Tableau A. 1 : Caractéristiques électrochimiques des films nickel/particules sur les blocs constitutifs des sections d'essais à cale

¹ Le temps caractéristique de sédimentation des particules est de l'ordre de la minute.

² Résultat issu d'une communication privée avec ces deux chercheurs.

Le tableau A. 1 donne les caractéristiques des dépôts réalisés pour les études hydrodynamiques et thermiques présentées dans ce mémoire. Ce tableau montre la forte disparité dans les intensités des courants électrolytiques mesurés. Il est possible que la nature du matériau traité ait pu jouer un rôle sur les premiers angströms déposés, mais elle ne peut expliquer la totalité de la différence d'ampérage entre ces deux séries. L'écart dans les valeurs en mm² des surfaces traitées est également insuffisante pour expliquer une telle différence. La cause la plus probable de la disparité des cinétiques de réaction est la variation de température entre le mois de décembre 2002 et le mois de juillet 2004. La cellule d'essai n'étant pas thermalisée, elle était plus chaude lors des essais réalisés en été, ce qui a pu donner lieu à une cinétique de dépôt plus importante. Il semble donc que la maîtrise de la température de la cellule d'essais soit cruciale pour l'amélioration de la reproductibilité de ce type de dépôt.

La valeur de l'épaisseur du film de nickel indiquée dans le tableau A. 1 est celle donnée par les mesures topographiques. Cette dernière peut être estimée de manière indépendante à partir des paramètres électrochimiques des dépôts :

Avec l'équivalence $1 \text{ C.s}^{-1} = 1 \text{ A}$, une charge de l'électron de $1,6 \cdot 10^{-19} \text{ C}$, un rendement à la cathode de 80 % et l'intensité du courant électrolytique, nous pouvons calculer le nombre d'atomes de nickel déposés. Avec les caractéristiques du dépôt n° 1, nous trouvons :

$$\frac{1/2 * 0,8 * 110 \cdot 10^{-3} * 720}{1,6 \cdot 10^{-19}} = 1,98 \cdot 10^{20} \quad \textit{atomes de nickel}$$

Avec une masse atomique de $9,746 \cdot 10^{-23} \text{ g}$, une masse volumique à 25 °C de $8,9 \text{ g.cm}^{-3}$, une proportion de surface occupée de 63 % (d'après l'analyse de photos), nous pouvons calculer l'épaisseur de nickel pour les différents dépôts :

Dépôt 1 : Epaisseur Ni = 1,72 μm

Dépôt 2 : Epaisseur Ni = 2,19 μm

Dépôt 3 : Epaisseur Ni = 3,75 μm

Dépôt 4 : Epaisseur Ni = 3,33 μm

Ces valeurs sont en bon accord avec les épaisseurs mesurées par profilométrie optique reportées dans le tableau A. 1. Ces dernières peuvent donc servir de base à l'évaluation des hauteurs des canaux à parois texturées.

Annexe B : Plans

Les plans présentés dans cette section ont été tracés par Mile Kusulja, membre du bureau d'études du LEGI.

I. Section d'essais en laiton (thermique)

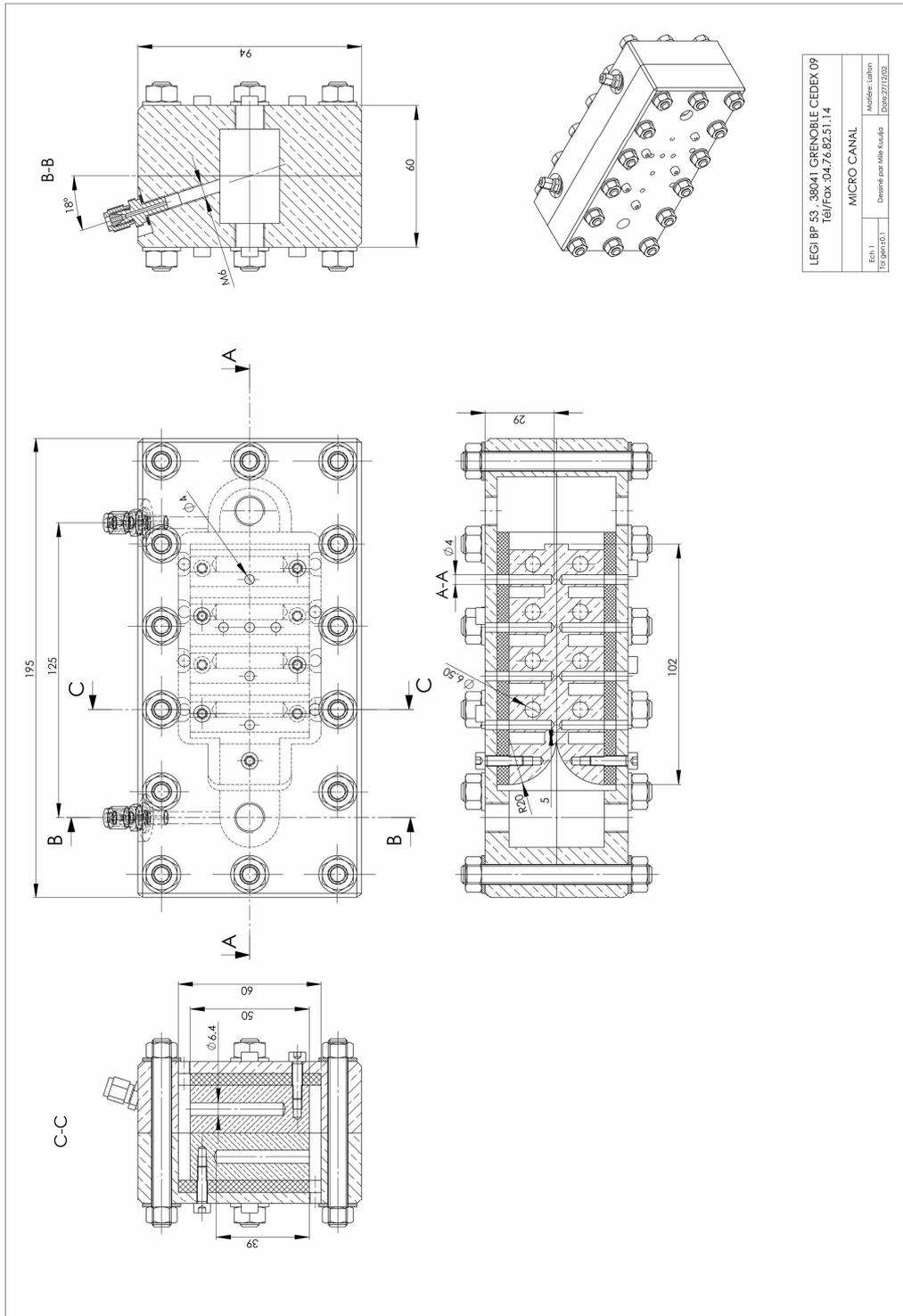


Figure B. 1 : Section d'essais en laiton montée. Les coupes A-A et C-C font apparaître les plaques isolantes en verre époxy disposées entre le patin et la flasque.

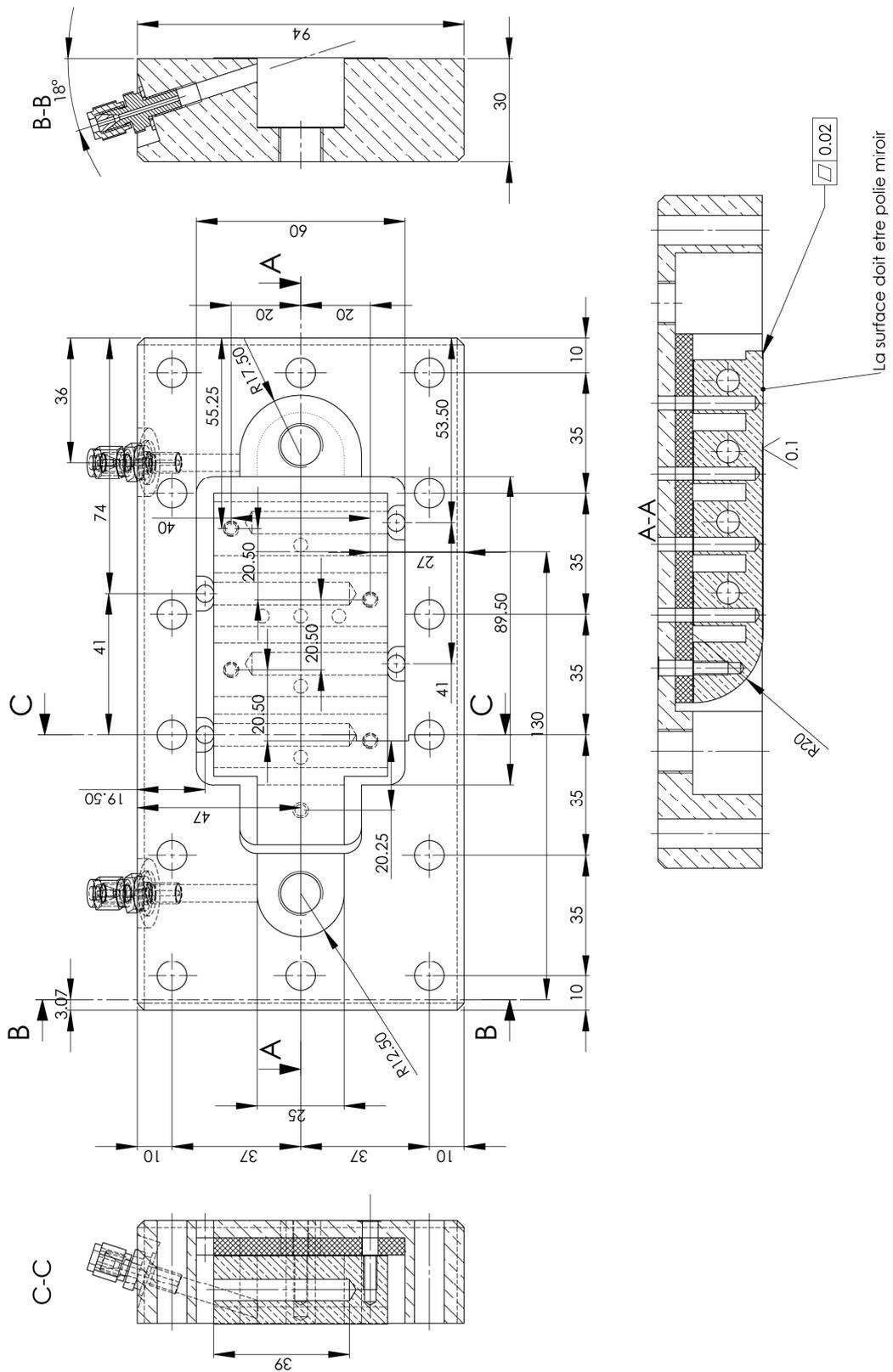


Figure B. 2 : Un bloc de la section d'essais en laiton.

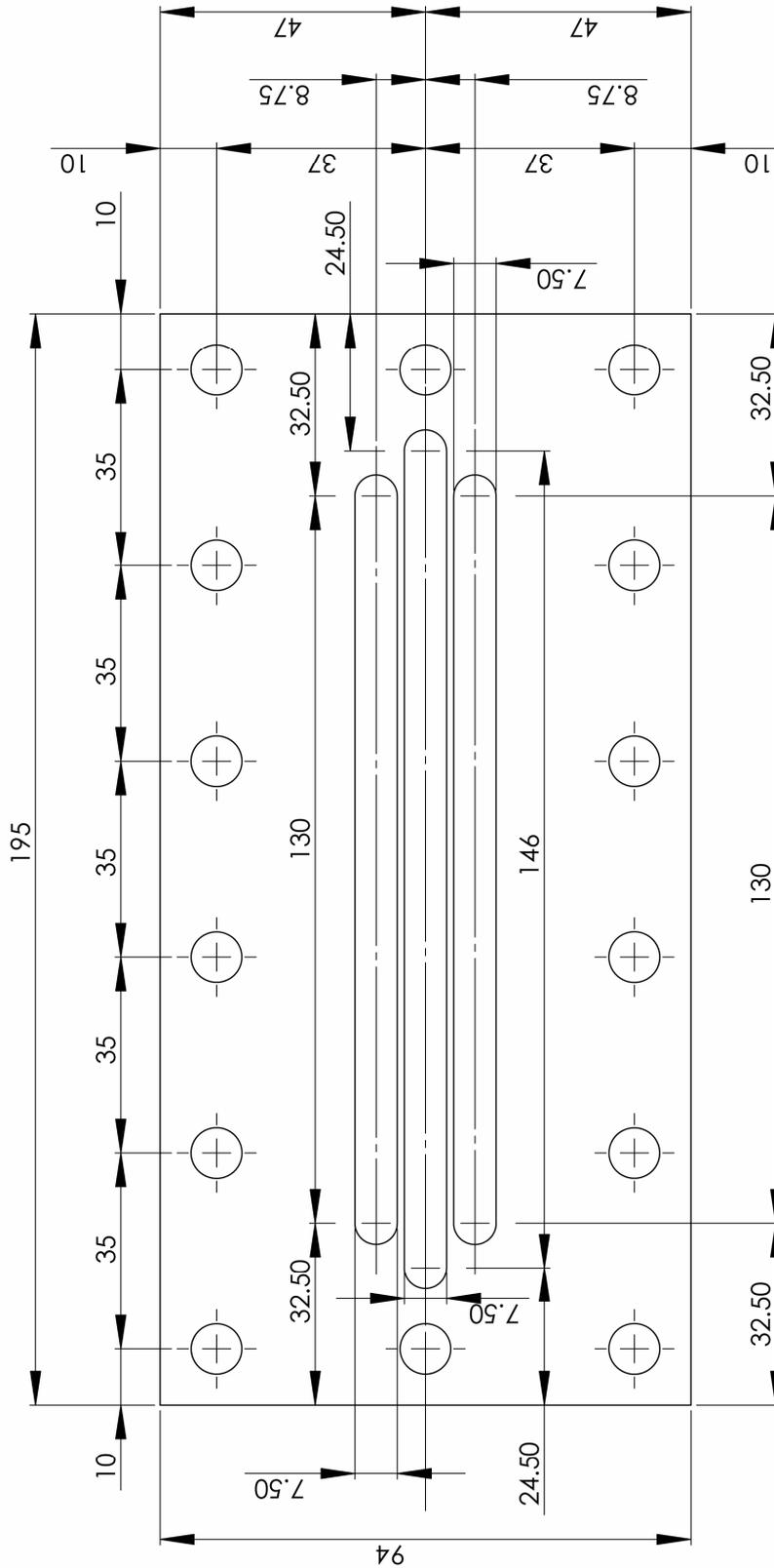


Figure B. 4 : Géométrie d'une cale à trois fentes.

Nota: Les épaisseurs: e:0.3
 e:0.2
 e:0.1
 e:0.05

LEG: BP 53.38041 GRENOBLE CEDEX 09 Tél/Fax:04/76/82/51/14	
JOINTS INOX	
ech:1	Matières: Inox
Date:18/12/2003	Dessiné par: Mlle Kusujja
Tel:genet:1	Nbr:sva:na

II. Cellule d'électrodéposition

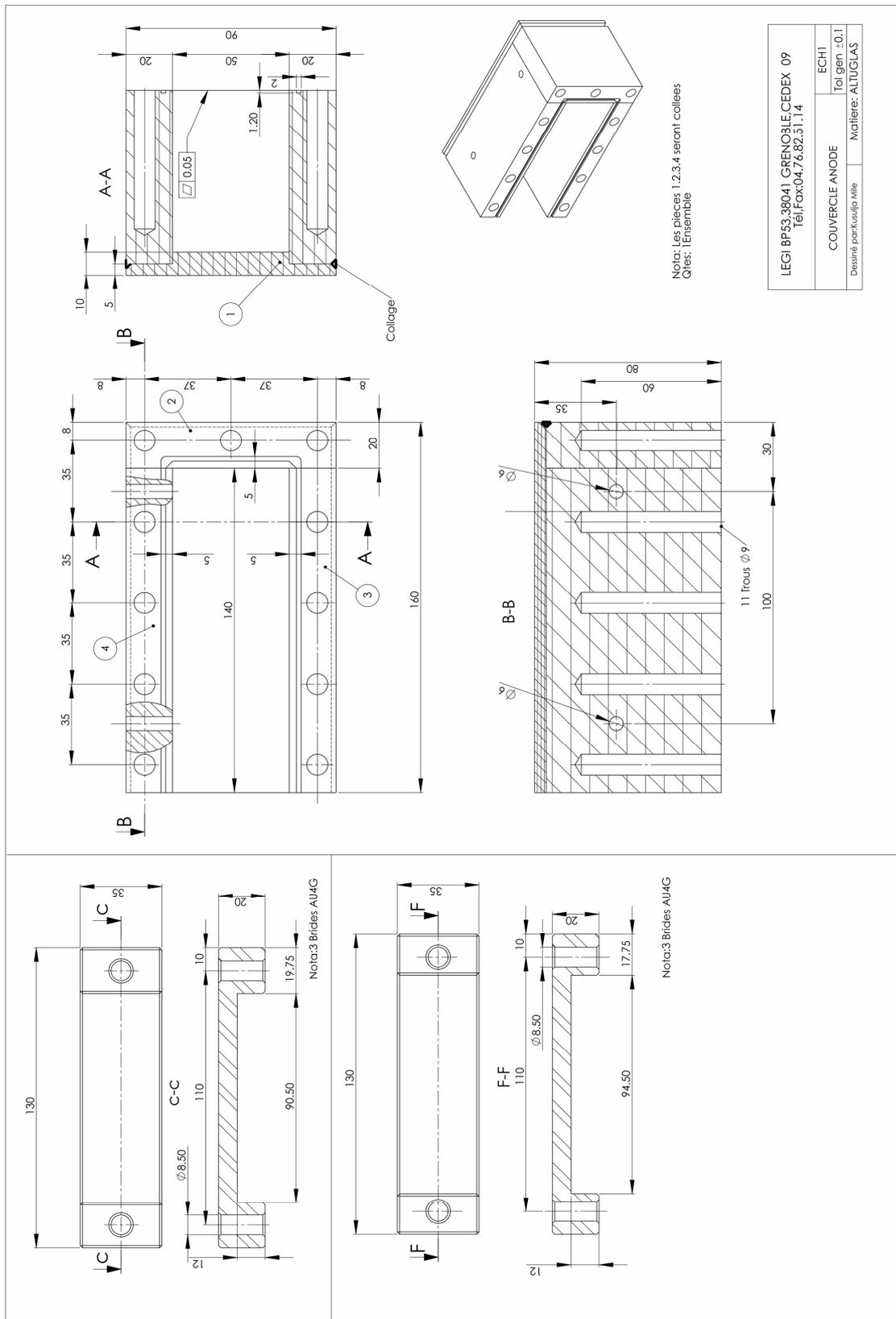


Figure B. 5 : Cellule d'électrodéposition en altuglass et brides en aluminium.

III. Dispositif de caractérisation de la mesure thermométrique par contact

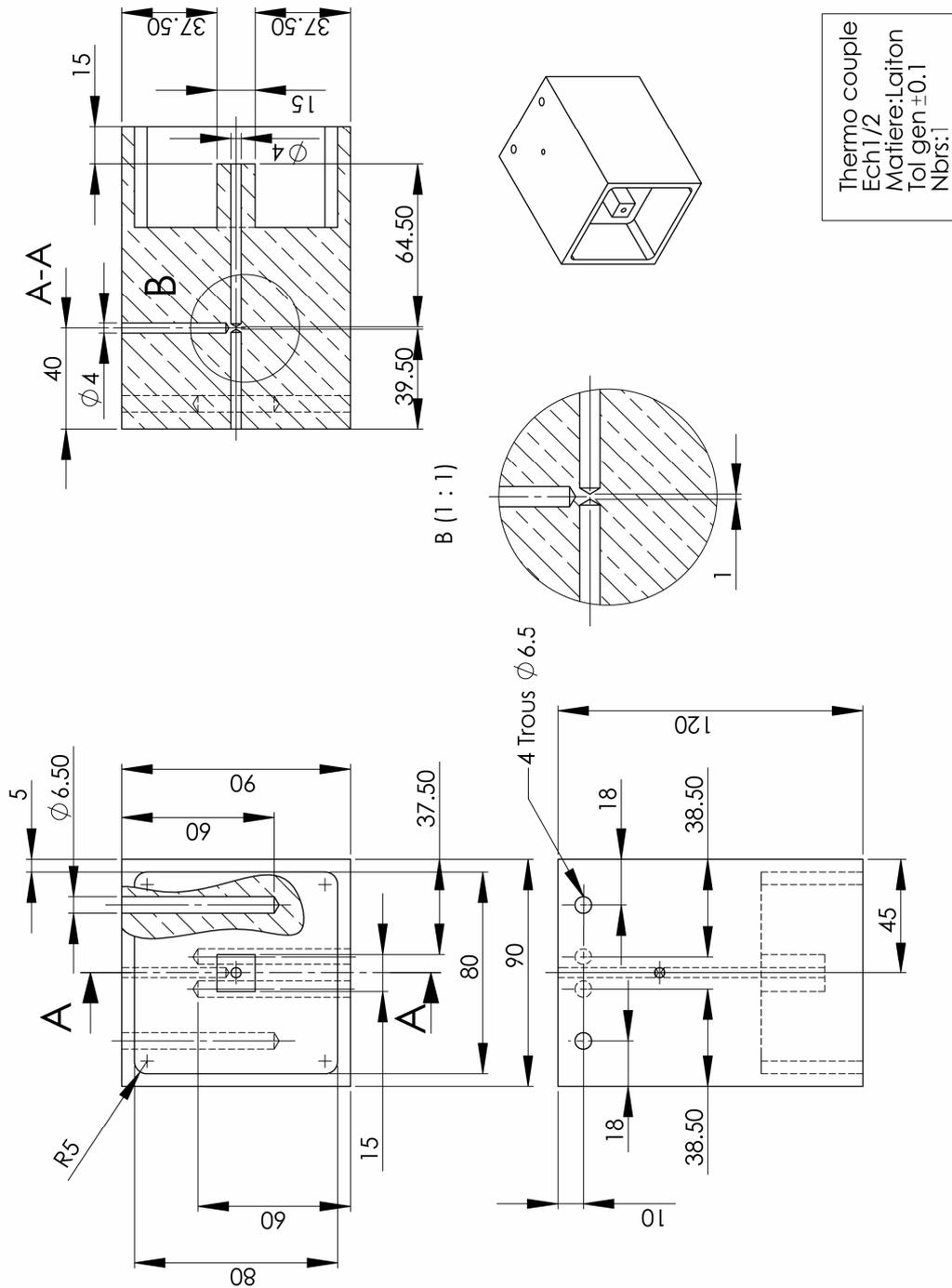


Figure B. 6 : Bloc en laiton pour la caractérisation de la mesure TC sous forte densité de flux.

Annexe C : Hydrodynamique et thermique dans un canal rectangulaire déformé

Une des pistes que nous avons suivie pour comprendre les résultats expérimentaux de cette thèse, ainsi que ceux de Gao et al. [GAO 02], consiste à prendre en compte la déformation géométrique éventuelle de la section de passage du canal sous l'effet de la dilatation thermique des blocs. Pour comprendre cet effet nous avons mené des calculs qui s'appliquent à des sections de passages étranglées ($\delta_h > 0$) ou élargies ($\delta_h < 0$).

I. Déformée de la section de passage

Nous supposons ici que la section de passage de l'écoulement est réduite par la dilatation thermique des deux blocs, comme représenté sur la figure ci-dessous.

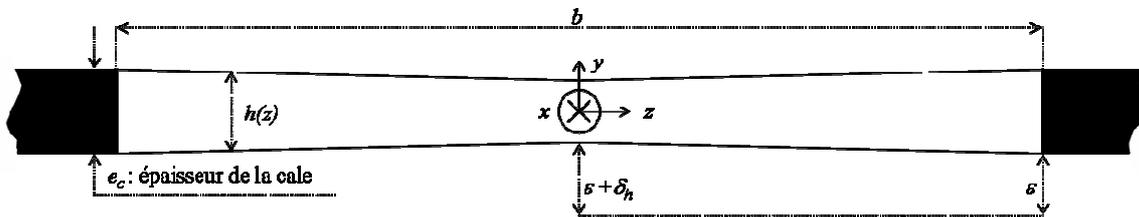


Fig. C. 1 : section de passage déformée

Le restriction maximale de hauteur au centre valant $2\delta_h$, l'équation de la déformée peut être approximée par la fonction suivante :

$$h(\pm z) = e_c - 2\delta_h \left(1 \mp 2 \frac{z}{b} \right) \quad (\text{C-1})$$

avec e_c l'épaisseur de la cale et b la largeur du canal. Il est difficile de connaître précisément la valeur de la flèche au centre en fonction de l'élévation de température dans les blocs. Pour ce travail, nous nous plaçons dans le cas le plus défavorable c'est-à-dire que nous supposons que δ_h est égal à l'expansion thermique libre d'un bloc. En se déplaçant le long de y , chaque bloc est composé de 15 mm de bronze (patin), de 5 mm de verre époxy (isolation) suivis de 10 mm de bronze (flasque). Les coefficients de dilatation thermique linéique de ces matériaux étant connus¹ et la puissance dissipée par patin étant de 90 W, cette configuration géométrique amène à l'expression suivante en fonction de la température de paroi notée T_{paroi} :

$$\delta_h = 5.10^{-6} \left(\frac{T_{paroi} - 20}{10} + 1 \right) \quad (\text{C-2})$$

L'application numérique² de la formule précédente donne un résultat de 10 μm pour une température de paroi de 30 °C.

II. Hydrodynamique dans une section déformée

Calculons l'écoulement dans une section d'essais déformée. La valeur de la flèche ($\delta_h = 10\mu\text{m}$) étant faible par rapport à la largeur du canal ($b = 25 \text{ mm}$), les effets tridimensionnels de l'écoulement peuvent être négligés et la pression peut être considérée

¹ Ce coefficient $\alpha_L = \frac{1}{L} \frac{dL}{dT}$ vaut + 18 ppm. K⁻¹ pour le bronze et + 100 ppm. K⁻¹ pour le verre époxy.

² La température de paroi doit être exprimée en degré Celsius.

comme constante dans une section droite de l'écoulement (plan de la figure C. 1). La formulation de ces hypothèses amène à l'expression suivante :

$$U(z) = \frac{h(z)^2}{12\mu} \frac{\Delta P}{L} \quad (C-3)$$

Le nombre de Poiseuille déduit de l'expérience prend l'expression suivante en fonction de la perte de pression linéique de l'écoulement, des caractéristiques géométriques de la section de passage, de la viscosité dynamique μ du liquide de travail et du débit volumique Q_v :

$$Po = \frac{\Delta P}{L} \frac{2be_c^3}{\mu Q_v} \quad (C-4)$$

Dans cette dernière équation, le débit volumique peut être estimé en intégrant la vitesse débitante locale sur la section de passage :

$$Q_v = 2 \int_{z=0}^{z=b/2} h(z)U(z)dz = \frac{2}{12\mu} \frac{\Delta P}{L} e_c^3 \frac{b}{2} \int_{\xi=0}^{\xi=1} \left(1 + 2 \frac{\delta_h}{e_c} (\xi - 1)\right)^3 d\xi \quad (C-5)$$

$$\text{soit } Q_v = \frac{1}{12\mu} \frac{\Delta P}{L} e_c^3 b \left(1 - 3 \frac{\delta_h}{e_c} + 4 \frac{\delta_h^2}{e_c^2} - 2 \frac{\delta_h^3}{e_c^3}\right)$$

En combinant les deux dernières expressions et en limitant notre analyse aux termes du premier ordre, nous trouvons que le nombre de Poiseuille calculé à partir des équations (C-4) et (C-5) prend la valeur suivante dans une section de passage déformée :

$$Po = 24 \left(1 + 3 \frac{\delta_h}{e_c} + o\left(\frac{\delta_h}{e_c}\right)\right) \quad (C-6)$$

Cette dernière expression montre que le nombre de Poiseuille est augmenté par une restriction de la section de passage. Comme nous allons le voir à présent, la détermination du nombre de Nusselt est également affectée par cette déformation.

III. Thermique dans une section déformée

La restriction de la section de passage ralentit l'écoulement au centre de cette dernière, c'est-à-dire pour $z = 0$. Les températures du fluide et des parois y sont donc plus élevées que dans une section non étranglée.

Le champ de température dans une section d'essais déformée peut être calculé grâce aux hypothèses suivantes :

- La densité de flux de chaleur transférée à la paroi notée φ , est uniforme longitudinalement (x) et transversalement (z). En outre, les effets d'entrée sont négligés.
- La conduction transversale et longitudinale est négligée dans le fluide
- Le champ de vitesse débitante est donné par l'expression (C-3)
- Nous supposons que les échanges convectifs à la paroi sont caractérisés par un nombre de Nusselt, noté $Nu_{théo}$, de 8,235 conformément à la théorie classique des échanges en régime laminaire établi dans un canal plan.

Par conservation de l'énergie, la température de mélange du fluide T_{mel} peut être reliée à la température d'entrée T_{amont} et à la puissance échangée. Avec C_p la chaleur massique à pression constante, nous formulons l'expression suivante :

$$T_{mel}(x, z) = T_{amont} + \frac{2\varphi L}{\rho C_p U(z)h(z)} \frac{x}{L} \quad (C-7)$$

La réduction des vitesses au centre mène à une forte élévation des températures du fluide et de paroi. En définissant le coefficient d'échange thermique h^{therm} et en supposant que ce

coefficient suit la loi classique du régime laminaire pour un flux de chaleur homogène dans un canal plan ($Nu_{théo} = 8,235$), nous pouvons exprimer le champ de température de paroi. Avec λ la conductivité thermique du fluide, l'expression recherchée prend la forme suivante :

$$\begin{aligned} Avec \ h^{therm}(x, z) &= \frac{\varphi}{T_{paroi}(x, z) - T_{mel}(x, z)} = \frac{Nu_{théo} \lambda}{2h(z)} \\ T_{paroi}(x, z) &= T_{amont} + 2\varphi \left(\frac{x}{\rho C_p U(z) h(z)} + \frac{h(z)}{Nu_{théo} \lambda} \right) \end{aligned} \quad (C-8)$$

Expérimentalement (voir [GAO 02]), la déduction du coefficient d'échange de chaleur est réalisée à partir de l'estimation du flux de chaleur échangé, de la mesure de la température de paroi ($z = 0$) et de la mesure de la température de mélange du fluide dans les réservoirs amont et aval. Cette déduction est décrite par les formules suivantes :

$$\Delta T = T_{aval} - T_{amont} = \frac{2\varphi b L}{\rho C_p Q_v} \quad et \quad (h^{therm}(x))_{mes} = \frac{\varphi}{\left(T_{paroi}(x, z=0) - \left(T_{amont} + \Delta T \frac{x}{L} \right) \right)}$$

$$\begin{aligned} d'où \ (h^{therm}(x))_{mes} &= \frac{1}{\frac{2x}{\rho C_p} \left(\frac{1}{U(z=0)h(z=0)} - \frac{b}{Q_v} \right) + \frac{2e_c \left(1 - 2\frac{\delta_h}{e_c} \right)}{Nu_{théo} \lambda}} \end{aligned} \quad (C-9)$$

Il est important de noter que dans l'équation (C-9), la température de mélange du fluide est supposée uniforme dans chaque section droite de l'écoulement conformément à la démarche expérimentale utilisée [GAO 02].

En remarquant que :

$$U(z=0)h(z=0) = \frac{Q_v}{b} \frac{\left(1 - 2\frac{\delta_h}{e_c} \right)^3}{1 - 3\frac{\delta_h}{e_c} + 4\left(\frac{\delta_h}{e_c} \right)^2 - 2\left(\frac{\delta_h}{e_c} \right)^3} \quad (C-10)$$

Nous pouvons en déduire le coefficient d'échange mesuré dans la section déformée :

$$(h^{therm}(x))_{mes} = \left\{ \frac{2xw}{\rho C_p Q_v} \frac{\left(1 - 3\frac{\delta_h}{e_c} + 4\left(\frac{\delta_h}{e_c} \right)^2 - 2\left(\frac{\delta_h}{e_c} \right)^3 \right)}{\left(1 - 2\frac{\delta_h}{e_c} \right)^3} - 1 \right\}^{-1} + \frac{2e_c \left(1 - 2\frac{\delta_h}{e_c} \right)}{Nu_{théo} \lambda} \quad (C-11)$$

Le nombre de Nusselt prévu par notre modèle pour une section déformée prend la forme suivante :

$$(Nu(x))_{mes} = \frac{Nu_{théo}}{\frac{x}{L} \frac{T_{aval} - T_{amont}}{\varphi 2e_c / Nu_{théo} \lambda} \left(\frac{1 - 3\frac{\delta_h}{e_c} + 4\left(\frac{\delta_h}{e_c} \right)^2 - 2\left(\frac{\delta_h}{e_c} \right)^3}{\left(1 - 2\frac{\delta_h}{e_c} \right)^3} - 1 \right) + 1 - 2\frac{\delta_h}{e_c}} \quad (C-12)$$

En limitant notre analyse au premier ordre, le nombre de Nusselt prévu par le modèle prend la forme suivante :

$$(Nu(x))_{mes} = Nu_{théo} \left[1 - \frac{\delta_h}{e_c} \left(3 \frac{x}{L} \frac{T_{aval} - T_{amont}}{\varphi 2 e_c / Nu_{théo} \lambda} - 2 \right) + o\left(\frac{\delta_h}{e_c}\right) \right] \quad (C - 13)$$

Cette dernière expression fait apparaître deux effets opposés que nous pouvons interpréter. Le premier effet vient de l'erreur commise en répétant la démarche expérimentale qui suppose que la température de mélange est homogène transversalement, c'est-à-dire indépendante de z . Dans le cas d'une section de passage étranglée, ceci mène à une diminution apparente du nombre de Nusselt dont l'importance est proportionnelle au rapport de l'écart de température entre l'amont et l'aval sur l'écart de température entre la paroi et le fluide. Le deuxième effet, qui agit quant à lui dans le sens opposé, vient de l'intensification des transferts liée à la diminution effective de la hauteur du canal. Les résultats numériques du modèle vont être donnés à présent.

IV. Résultats et perspectives

Les résultats du modèle sont présentés de façon normalisée c'est-à-dire que les valeurs en section déformée sont rapportées aux valeurs attendues pour des sections non déformées. Par ailleurs, il doit être noté que ces résultats correspondent aux valeurs exactes et non pas aux approximations du premier ordre.

Dans un premier temps, les résultats du modèle sont présentés et comparés aux valeurs expérimentales obtenues par Gao et al. [GAO 02] fig. C. 2. Cette figure montre que le modèle prévoit grossièrement l'évolution du nombre de Nusselt expérimental pour le jeu de paramètres indiqué sur le graphe. La chute du nombre de Nusselt avec l'épaisseur e_c de la cale est bien retrouvée.

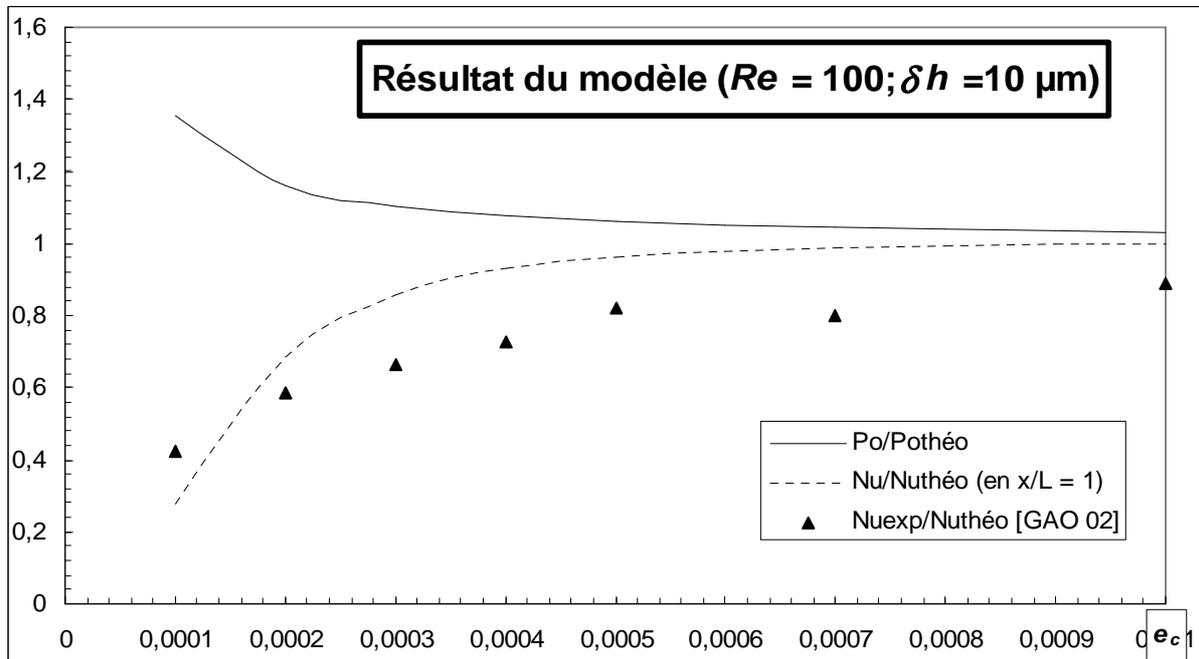


Fig. C. 2 : Influence de la déformation de la section d'essais sur les frottements et les échanges de chaleur d'après le modèle. Comparaison avec les résultats expérimentaux de Gao et al. [GAO 02]

Cependant, ces résultats dépendent très sensiblement du nombre de Reynolds¹, de l'abscisse x/L et de la flèche δ_h comme le montrent les graphes suivants (Fig. C. 3 et Fig. C. 4). L'analyse de ces résultats permet de dégager les tendances suivantes, valables pour une épaisseur de cale fixée :

- Le nombre de Nusselt prévu par le modèle augmente avec le nombre de Reynolds
- Le nombre de Nusselt prévu par le modèle augmente lorsque l'abscisse x considérée diminue.

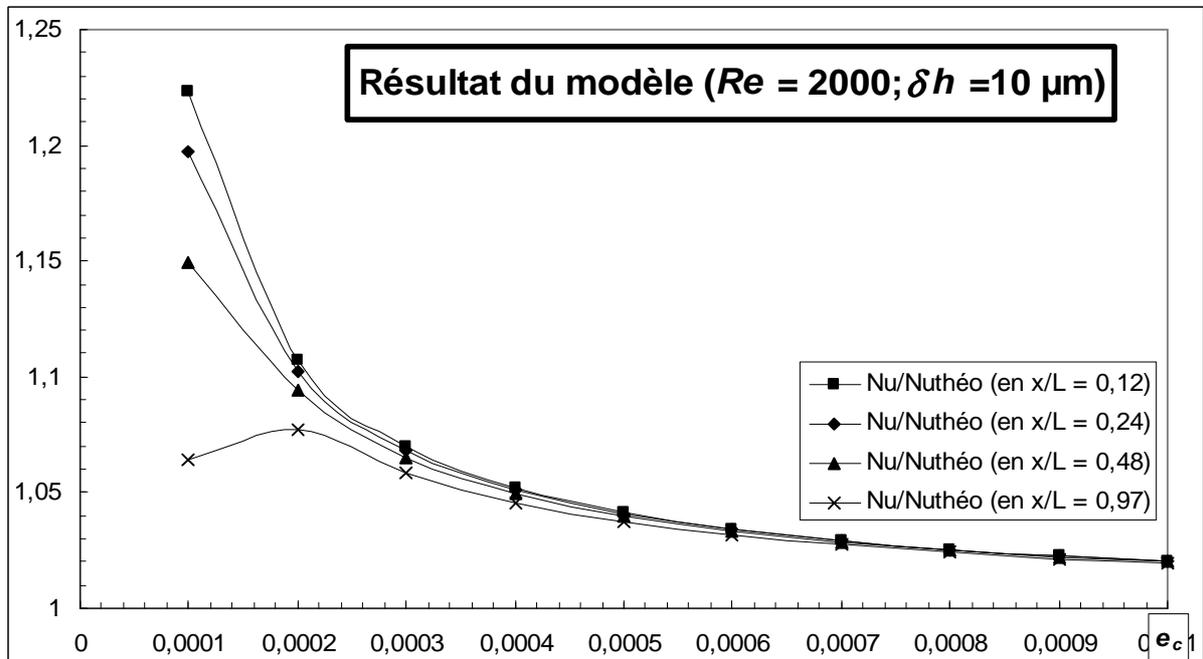
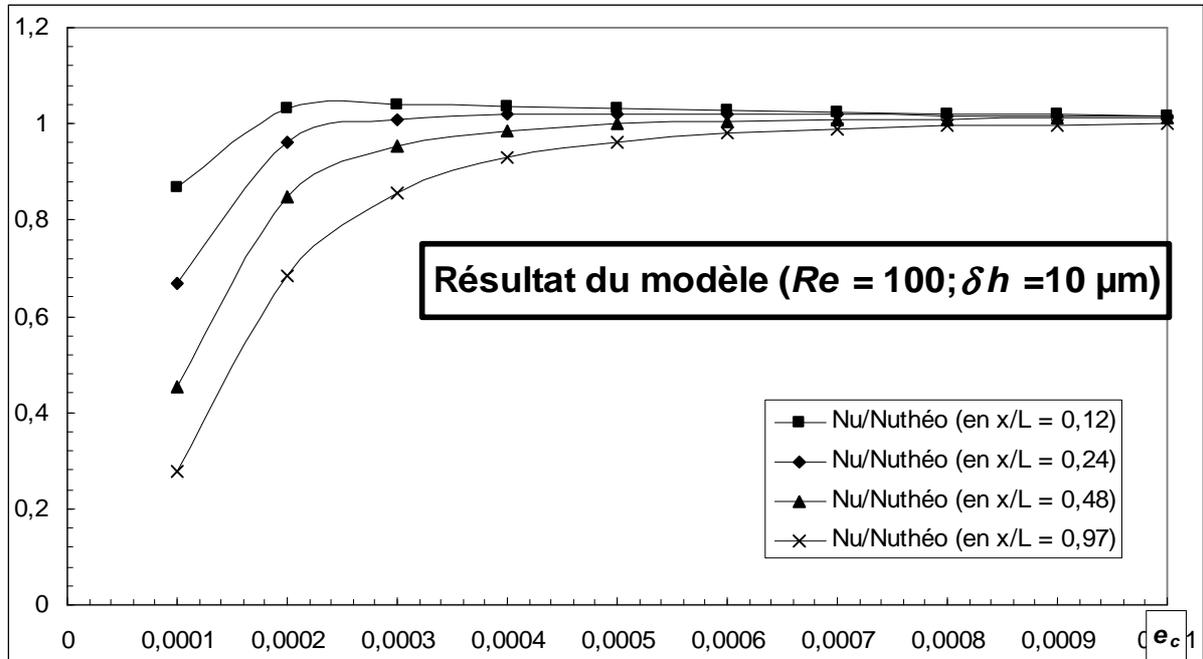


Fig. C. 3 : Influence du nombre de Reynolds sur les résultats du modèle.

¹ En réalité le modèle est sensible au débit volumique.

En outre, le modèle prévoit des nombres de Nusselt normalisés sensiblement supérieurs à 1 pour des conditions atteintes durant la campagne expérimentale de Gao et al ($Re = 2000$ par exemple). Cette augmentation du nombre de Nusselt n'ayant pas été observée expérimentalement, ces calculs mettent en doute la réalité de restriction de la section de passage. Pour confirmer cette conclusion, des expériences ont été menées avec des cales à trois fentes, voir Fig. B. 4 de l'Annexe B, limitant l'étranglement supposé du canal. Les résultats de cette démarche sont donnés au chapitre IV de ce manuscrit.

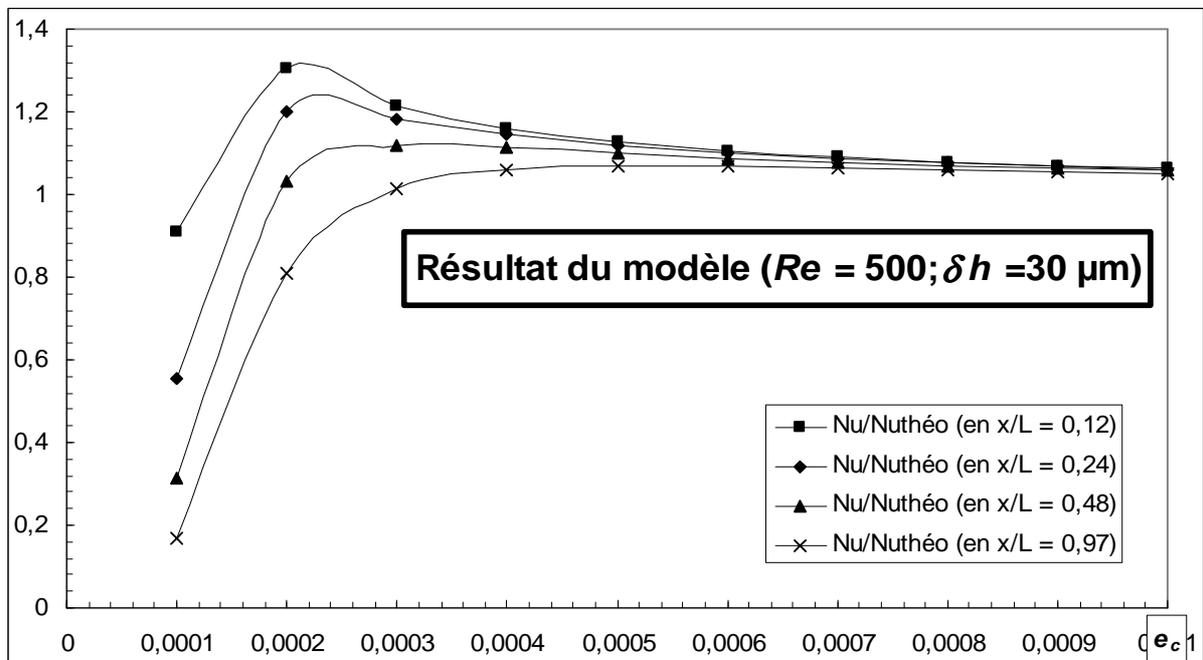
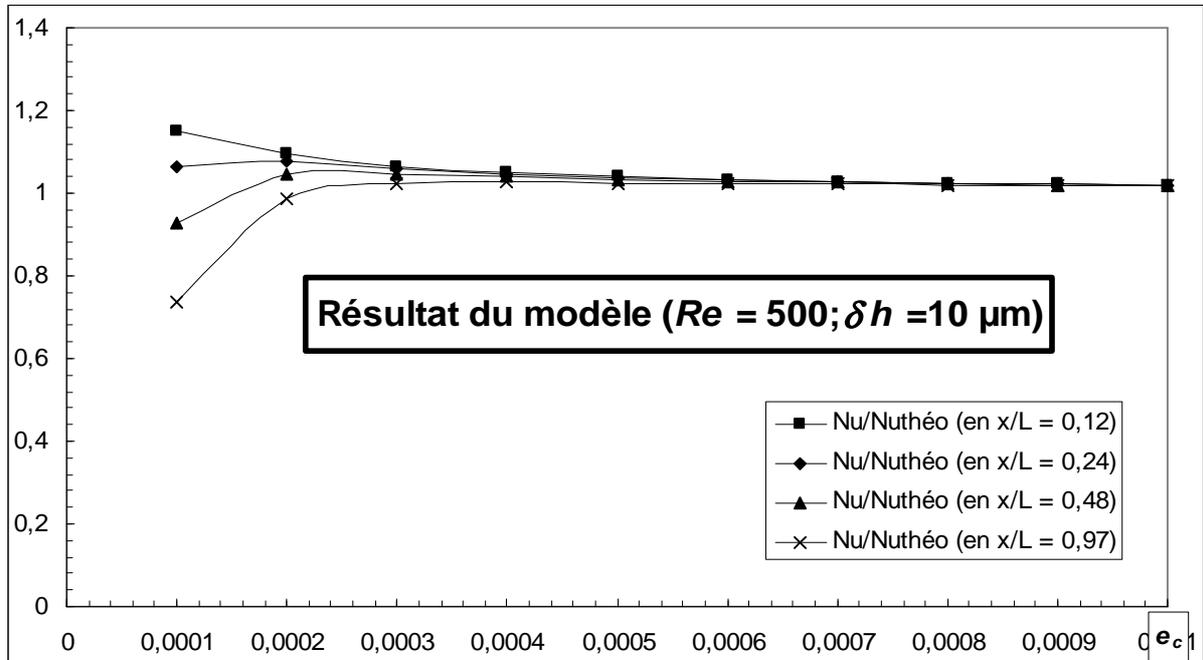


Fig. C. 4 : Influence de la flèche δ_h sur les résultats du modèle.

Bibliographie

Livres et Thèses

[BEJAN 95] A. Bejan, **Convection Heat Transfer**, 2nd edition John Wiley & Sons, New York (1995)

[BAAZIZ 03] Y. Baaziz, **Visualisation d'écoulements liquides en micro canaux**, rapport de stage de Maîtrise de Mécanique, Université Joseph Fourier, Grenoble (2003)

[BERNAZZANI 04] J. Bernazzani, **Expérience étudiant la mesure de la température au sein de thermocouples et son modèle numérique**, rapport de stage 2^{ème} année ENSHMG, INPG Grenoble (2004)

[BIRD 60] R. B. Bird, W. E. Stewart et E. N. Lightfoot, **Transport Phenomena**, John Wiley & Sons, New York (1960)

[COLIN 04] S. Colin, **Microfluidique**, Lavoisier, Paris (2004)

[FLUENT1 98] **FLUENT 5 User's Guide Volume 1**, Fluent Inc. (1998)

[GUYON 91] E. Guyon, J-P. Hulin et L. Petit, **Hydrodynamique Physique**, Inter éditions/Editions du CNRS, Paris (1991)

[KAVIANY 95] M. Kaviany, **Principles of Heat Transfer in Porous Media**, 2nd Ed., Springer Verlag (1995)

[MALHAIRE 98] C. Malhaire, **Caractérisation et modélisation de microtransducteurs de pression à hautes performances intégrés sur silicium**, thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (1998)

[MAZELLIER 01] N. Mazellier, **Etude expérimentale d'écoulements liquides en microcanaux**, rapport de stage 2^{ème} année ENSHMG, INPG Grenoble (2001)

[MICHALSKI 01] L. Michalski, K. Eckersdorf, J. Kucharski et J. McGhee, **Temperature measurement**, 2nd Ed., John Wiley and Sons Ltd., Chichester (2001)

[PIAU 91] J. M. Piau, **Cours de Mécanique des Milieux Continus**, Polycopié de cours de l'école d'Hydraulique et de Mécanique de Grenoble, INPG (1991)

[REYNAUD 03] S. Reynaud, **Transferts thermiques par convection forcée en minicanaux**, thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (2003)

[SHAH 78] R. K. Shah et A. L. London, **Laminar flow forced convection in ducts**, dans "Advanced Heat Transfer", 1978, Academic press New-York

[SHERMAN 90] F. S. Sherman, **Viscous Flow**, Mc Graw Hill, New-York (1990)

[TABELING 03] P. Tabeling, **Introduction à la microfluidique**, Editeur Belin (2003)

[TIMOSCHENKO 49] S. Timoshenko, **Résistance des matériaux II, Théorie élémentaire et problèmes**, Librairie polytechnique Ch. Béranger (1949)

[WHITE 91] F. M. White, **Viscous Fluid Flow**, Second Edition, Mc Graw Hill, Inc. New-York (1991)

Articles

[ARK 01] E. B. Arkilic, K. S. Breuer et M. A. Schmidt, **Mass flow and tangential momentum accomodation in silicon micromachined channels**, J. Fluid Mech. 437 (2001) 29-43

[BAV 04] R. Baviere et F. Ayela, **Micromachined strain gauges for the determination of liquid flow friction coefficients in microchannels**, Meas. Sci. Technol. 15 (2004) 377-383

[BAV* 04] R. Baviere, F. Ayela, S. Le Person et M. Favre-Marinet, **Experimental characterization of water flow through smooth rectangular microchannels**, sous presse Phys. Fluids (2005)

[BAV* 05] R. Baviere, G. Gamrat, M. Favre-Marinet et S. Le Person, **Modeling of laminar flows in rough-walls microchannels**, accepté par J. Fluids Eng. (2005)

[BEJ 92] A. Bejan et E. Sciubba, **The optimal spacing of parallel plates cooled by forced convection**, Int. J. Heat Mass Transfer 35 (1992) 3259-3264

[BRU 03] D. Brutin et L. Tadrist, **Experimental friction factor of a liquid flow in microtubes**, Physics of Fluids 15 (2003) 653-661

[BUR 64] D. Burgreen et F.R. Nakache, **Electrokinetic Flow in Ultrafine Capillary Slits**, J. Phys. Chem. 68 (1964) 1084-1091

[CAR 82] D. R. Carlson, S. E. Widnall et M. F. Peeters, **A flow-visualisation study of transition in plane Poiseuille flow**, J. Fluid Mech. 121 (1982) 487-505

[CEL 02] G. P. Celata, M. Cuzo, M. Guglielmi et G. Zummo, **Experimental investigation of hydraulic and single-phase heat transfer in 0.130 mm capillary tube**, Microscale Thermophysical Engineering 6 (2002) 85-97

[CEL 04] G. P. Celata, M. Cumo, S. McPhailand et G. Zummo, **Hydrodynamic behaviour and influence of channel wall roughness and hydrophobicity in microchannels**, Proc. 2nd Int. Conference on Microchannels and Minichannels (2004), Ed. S. G. Kandlikar, ASME, New-York 237-243

[CHO 91] S. B. Choi, R. F. Barron et R. O. Warrington, **Fluid flow and heat transfer in microtubes**, Micromechanical sensors, actuators, and systems, ASME, New York (1991) 123-134

[CHU 72] S. W. Churchill et R. Usagi, **A general expression for the correlation of rates of transfer and other phenomena**, A.I.Ch.E. JI 18 (1972) 1121-1128

[COL 03] S. Colin, M. Anduze, P. Lalonde, R. Caen et L. Baldas, **Analyse d'écoulements liquides ou gazeux en micro conduites : découplage des incertitudes expérimentales**, La Houille Blanche, 5 (2003) 104-110

[COT 03] C. Cottin-Bizonne, S. Jurine, J. Baudry, J. Crassous, F. Restagno et E. Charlaix, **Glissement hydrodynamique d'un liquide simple à l'interface solide liquide**, La Houille Blanche 5 (2003) 116-119

[COT 04] C. Cottin-Bizonne, A. Steinberger, B. Cross et E. Charlaix, **Condition aux limites hydrodynamiques : une investigation à nanoéchelle**, Colloque SHF « Microfluidique 2004 » - Toulouse - Décembre 2004 (2004) P24

[DEV 02] S. Devasenathipathy et J. G. Santiago, **Particle tracking techniques for Electrokinetic Microchannel Flows**, Anal. Chem., 74 (2002) 3704-3713

[ERM 98] S. V. Ermadov, S. C. Jacobsen et J. M. Ramsey, **Computer Simulations of Electrokinetics Transport in Microfabricated Channel Structures**, Anal. Chem. 70 (1998) 4494-4504

[FAV 04] M. Favre-Marinet, S. Le Person et A. Bejan, **Maximum heat transfer rate density in two-dimensional minichannels and microchannels**, Microscale Thermophysical Engineering 8 (2004) 225-237

[FED 00] A.G. Fedorov et R. Viskanta, **Three-dimensional conjugate heat transfer in the microchannel heat sink for electronic packaging**, Int. J. Heat and Mass Transfer 43 (2000) 399-415

[FLO 98] S. M. Flockhart et R. S. Dhariwal, **Experimental and numerical investigation into the flow characteristics of channels etched in <100> silicon**, J. Fluids Eng 120 (1998) 291-295

[FUJ 02] T. Fujiwara, O. Kitoh et T. Tsuda, **Original Effect of applied parallel Electric Field on Electroosmotic Flow in donut channel**, Chromatography, 23 n°1 (2002) 25-31

[GAD 99] M. Gad-el-Hak, **The Fluid Mechanics of Microdevices**, J. of Fluids Engineering, 121 (1999) 7-33

[GAM 03] G. Gamrat, **Numerical modeling of heat transfer in microchannels**, Msc report, Univ. Czestochowa, Poland, 2003

[GAM 05] G. Gamrat, M. Favre-Marinet et D. Asendrych, **Conduction and entrance effects on laminar liquid flow and heat transfer in rectangular microchannels**, Int. J. Heat and Mass Transfer (under press)

[GAO 02] P. Gao, S. Le Person et M. Favre-Marinet, **Scale effects on Hydrodynamics and Heat Transfer in two dimensional mini and microchannels**, Int. J. of Thermal Science 41 (2002) 1017-1027

[GAR 04] S. V. Garimella et V. Singhal, **Single phase flow and heat transport and pumping considerations in microchannels heat sinks**, Heat Transfer Engineering 25(1) (2004) 15-25

[GU 00] Y. Gu et D. Li, **The ζ -Potential of Glass Surface in Contact with Aqueous Solutions**, J. of Colloid and Interface Science, 226 (2000) 328-339

[GUO 03] Z. Y. Guo et Z. X. Li, **Size effect on microscale single-phase flow and heat transfer**, Int. J. Heat Mass Transfer 46 (2003) 149-159

[HAR 95] J.C. Harley, Y. Huang, H.H. Bau et J.N. Zemel, **Gas flows in micro-channels**, J. Fluid Mech. 284 (1995) 257-274

[HER 03] H. Herwig et O. Hausner, **Critical view on “new results in micro-fluid mechanics”**: an example, Int. J. Heat Mass Transfer 46 (2003) 935-937

[HO 98] C. -M. Ho, Y. -C. Tai, **Micro-Electro-Mechanical-Systems (MEMS) and fluid flows**, Annu. Rev. Fluid Mech. 30 (1998) 579-612

[HU 03] Y. Hu, C. Werner et D. Li, **Influence of three-dimensional roughness on pressure-driven flow through microchannels**, J. Fluids Engineering (2003) 871-879

[HUA 02] C. Huang, A. Naguib, E. Soupos et K. Najafi, **A silicon micromachined microphone for fluid mechanics research**, J. Micromech. Microeng. 12 (2002) 767-74

[HWA 64] C. L. Hwang et L. T. Fan, **Finite difference analysis of forced-convection heat transfer in entrance region of a flat rectangular duct**, Applied scientific research 13 (1964) 401-422

[JIA 95] X. N. Jiang, Z. Y. Zhou, Y. Li, et X. Y. Ye, **Micro-fluid flow in microchannel**, Eighth International Conference on Solid-state sensors and actuators, and Eurosensors IX, Stockholm, Sweden. IEEE, Piscataway, NJ (1995) 317-320

[JUD 02] J. Judy, D. Maynes et B.W. Webb, **Characterization of frictional pressure drop for liquid flows through microchannels**, Int. J. Heat Mass Transfer 45 (2002) 3477-3489

[KLE 04] C. Kleinstreuer et J. Koo, **Computational analysis of wall roughness effects for liquid flow in micro-conduits**, ASME J. Fluids Eng. 126 (2004) 1-9

[KOH 05] M. J. Kohl, S. I. Abdel-Khalik, S. M. Jeter et D.L. Sadowski, **An experimental investigation of microchannel flow with internal pressure measurements**, Int. J. Heat and Mass Transfer 48 (2005) 1518-1533

[K00 03] J. Koo et C. Kleinstreuer, **Liquid flow in microchannels: experimental observations and computational analyses of microfluidics effects**, J. Micromech. Microeng. 13 (2003) 568-579

[KRO 04] C.J. Kroeker, H.M. Soliman et S.J. Ormiston, **Three-dimensional thermal analysis of heat sinks with circular cooling micro-channels**, *Int. J. Heat Mass Transfer* 47 (2004) 4733-4744

[LEE 99] D. J. Lee, B. K. Ju, J. Jang, K.B. Lee et M. H. Oh, **Effects of a hydrophilic surface in anodic bonding**, *J. Micromech. Microeng.* 9 (1999) 313-318

[LEL 04] D. Lelea, S. Nishio et K. Takano, **The experimental research on microtube heat transfer and fluid flow of distilled water**, *Int. J. Heat and Mass Transfer* 47 (2004) 2817-2830

[LI 03] Z. X. Li, D.X. Du et Z.Y. Guo, **Experimental study on flow characteristics of liquid in circular microtubes**, *Microscale Thermophysical Engineering* 7 (2003) 253-265

[MAL 97] G. M. Mala, D. Li et J. D. Dale, **Heat transfer and fluid flow in microchannels**, *Int. J. Heat Mass Transfer* 40 n°13 (1997) 3079-3088

[MAL 99] G. M. Mala et D. Li, **Flow characteristics of water in microtubes**, *Int. J. Heat and Fluid Flow*, 20 (1999) 142-148

[MAL 03] C. Malhaire et D. Barbier, **Design of a polysilicon-on-insulator pressure sensor with original polysilicon layout for harsh environment**, *Thin Solid Films* 427 (2003) 362-6

[MAR 04] G. Maranzana, I. Perry et D. Maillet, **Mini-and micro-channels: influence of axial conduction in the walls**, *Int. J. Heat Mass Transfer* 47 (2004) 3993-4004

[NIK 33] J. Nikuradse, **Laws of flows in rough pipes**, NACA TM 1292 (1933)

[OBO 88] N. T. Obot, **Determination of incompressible flow friction in smooth circular and non-circular passages; a generalized approach including validation of the nearly century old hydraulic diameter concept**, *J. Fluids Engineering* 110 (1988) 431-440

[PAP 99] I. Papautsky, J. Brazzle, T. Ameal, A. B. Frazier, **Laminar fluid behaviour in microchannels using micropolar fluid theory**, *Sensors and Actuators*, 73 (1999) 101-108

[PAT 98] N. A. Patankar et H. H. Hu, **Numerical Simulation of Electroosmosis Flow**, *Anal. Chem.*, 70 (1998) 1870-1881

[PAU 98] P. H. Paul, M. G. Garguilo et D. J. Rakestraw, **Imaging of Pressure and Electrokinetically Driven Flows through Open Capillaries**, *Anal. Chem.*, 70 n° 13 (1998) 2459-2467

[PEN 94] X.F. Peng, G.P. Peterson et B.X. Wang, **Heat transfer characteristics of water flowing through microchannels**, *Experimental Heat Transfer* 7 (1994) 265-283

[PET 82] K. E. Peterson, **Silicon as a mechanical material**, *Proc. IEEE* 70 n° 5 (mai 1982) 420-456.

[PFA 90] J. Pfahler, J. Harley, H. Bau et J. Zemel, **Liquid transport in micron and submicron channels**, Sensors Actuators A21–A23 (1990) 431–434

[PFA 91] J. Pfahler, J. Harley, H. Bau et J. Zemel, **Gas and liquid flow in small channels**, Dynamic Systems and Control, vol 32, Micromechanical sensors, actuators and systems, ASME, New York (1991) 49–60

[PFU 00] D. Pfund, D. Rector, A. Shekarriz, A. Popescu et J. Welty, **Pressure Drop Measurements in a Microchannel**, AIChE Journal 46 n° 8 (2000) 1496-1507

[QU 00] W. Qu, Gh. Mohiuddin Mala et D. Li, **Pressure driven water flows in trapezoidal silicon microchannels**, Int. J. of Heat and Mass Transfer 43 (2000) 353-364

[QU* 00] W. Qu, Gh M. Mala et D. Li, **Heat Transfer for water flow in trapezoidal silicon microchannels**, Int. J. Heat and Mass Transfer 43 (2000) 3925-3936

[QU 02] W. Qu et I. Mudawar, **Experimental and numerical study of pressure drop and heat transfer in a single-phase micro-channel heat sink**, Int. J. Heat and Mass Transfer 45 (2002) 2549-2565

[REN 01] L. Ren, W. Qu et D. Li, **Interfacial electrokinetic effects on liquid flow in microchannels**, Int. J. of Heat and Mass Transfer 44 (2001) 3125-3134

[RIC 65] C. L. Rice et R. Whitehead, **Electrokinetic Flow in a Narrow Cylindrical Capillary**, J. Phys. Chem., 69 (1965) 4017-4024

[SHA 04] K. V. Sharp et R. J. Adrian, **Transition from laminar to turbulent flow in liquid filled microtubes**, Experiments in Fluids 36 (2004) 741-747

[SEI 90] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, et H. Baumgartel, **Anisotropic etching of crystalline silicon in alkaline solutions**, Journal of the Electrochemical Society, 137 n°11 (1990) 3612-3632

[SOH 01] C. B. Sobhan et S. V. Garimella, **A comparative analysis of studies on heat transfer and fluid flow in microchannels**, Microscale Thermophysical Engineering 5 (2001) 293-311

[STO 04] H. A. Stone, A. D. Stroock, et A. Ajdari, **Engineering flows in small devices: microfluidics toward a lab-on-chip**, Annu. Rev. Fluid Mech. 36 (2004) 381-411

[TAR 04] S. Tardu, **Interfacial electrokinetic effect on the microchannel flow linear stability**, J. Fluids Engineering, 126 Issue 1 (2004) 10-13

[TAY 85] R. P. Taylor, H. W. Coleman et B. K. Hodge, **Prediction of Turbulent Rough-Wall Skin Friction Using a Discrete Element Approach**, J. Fluids Engineering 107 (1985) 251-257

[TIS 04] I. Tiselj, G. Hetsroni, B. Mavko, A. Mosyak, E. Pogrebnyak et Z. Segal, **Effect of axial conduction on the heat transfer in micro-channels**, Int. J. Heat Mass Transfer 47 (2004) 2551-2565

- [TRE 02] D. C. Tretheway et C. D. Meinhart, **Apparent fluid slip at hydrophobic channel walls**, Phys. Fluids, 14 n°3 (2002) L9-L12
- [TRE 04] D. C. Tretheway et C. D. Meinhart, **A generating mechanism for apparent fluid slip in hydrophobic microchannels**, Phys. Fluids, 16 n°5 (2004) 1509
- [TSO 00] C. P. Tso et S. P. Mahulikar, **Experimental verification of the role of Brinkman number in microchannels using local parameters**, Int. J. Heat Mass Transfer 43 (2000) 1837-1849
- [WAL 69] G. Wallis et D. I. Pomerantz, **Field assisted glass-metal sealing**, J. Applied Physics, 40 (1969) 3946
- [WER 98] C. Werner, H. Körber, R. Zimmermann, S. Dukhin et H. -J. Jacobasch, **Extended Electrokinetic Characterization of Flat Solid Surfaces**, J. of Colloid and Interface Science, 208 (1998) 329-346
- [WIL 94] P. Wilding, J. Pfahler, H. H. Bau, J. N. Zemel et L. J. Kricka, **Manipulation and flow of biological fluids in straight channels micromachined in silicon**, Clin Chem 40 (1994) 43-47
- [WU 03] H. Y. Wu et P. Cheng, **Friction factors in smooth trapezoidal silicon microchannels with different aspect ratios**, Int. J. Heat and Mass Transfer 46 (2003) 2519-2525