

# Nouvelle technique d'analyse des transferts de chaleur dans les microcanaux à l'aide de couches minces thermorésistives

David HAMADI<sup>1</sup>, Houssein AMMAR<sup>1</sup>, Bertrand GARNIER<sup>1</sup>, Marc BRUNET<sup>2</sup>, Fabrice MONTI<sup>3</sup>, Hervé WILLAIME<sup>3</sup>, Hassan PEERHOSSAINI<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire de Thermocinétique, UMR CNRS 6607, Université de Nantes, BP 50609, 44306 Nantes

<sup>2</sup>IREENA, EA1770, Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes, BP 50609, 44306 Nantes

<sup>3</sup>Laboratoire Microfluidique, MEMS et Nanostructures, CNRS-ESPCI, 75005 Paris

**Résumé :** Les lois macroscopiques de transfert de chaleur fluide paroi ne sont pas toujours applicables en microfluidique. En effet, la diminution de la hauteur des microcanaux augmente l'influence des phénomènes de surface, comme la rugosité et la double couche électrique. Les travaux réalisés ont consisté à élaborer, fabriquer et tester un nouveau dispositif expérimental pour la mesure de température et de flux de chaleur à travers des microcanaux d'épaisseur variant entre 10 et 50  $\mu\text{m}$ . et ceci afin de caractériser les transferts thermiques locaux fluide/paroi. L'originalité réside dans la mise au point d'un capteur de température et de flux dans une configuration 2D et réalisé à partir d'un double dépôt métallique thermorésistif sur un substrat.

## Nomenclature

$e$	Hauteur du microcanal, $m$	$U$	Tension d'alimentation, $V$
$R$	Résistance électrique des dépôts, $\Omega$	$\alpha$	Coefficient de température, $K^{-1}$
$E$	Tension de déséquilibre, $V$	$\Phi$	Densité de flux de chaleur, $W/m^2$
$h$	Coefficient d'échange, $W.m^{-2}K^{-1}$	$\lambda$	Conductivité thermique, $W.m^{-1}K^{-1}$
$Nu$	Nombre de Nusselt	$\Theta$	Température, $K$
$Re$	Nombre de Reynolds		

## 1. Introduction

Le concept de laboratoire sur puce «Lab-on-chip» sous entend un système d'analyse chimique ou biologique complètement miniaturisé. L'intégration d'un microéchangeur dans un tel système facilite les échanges de chaleur [1] et permet le contrôle en température de réactions chimiques. Un autre avantage réside dans la possibilité de travailler avec des écoulements à très faible inertie thermique, comme par exemple dans les processus pharmaceutiques qui doivent atteindre rapidement certaines températures [2].

Dans les microcanaux, les rugosités et les phénomènes de double couche électrique peuvent affecter l'hydrodynamique ainsi que les transferts thermiques [3,4]. Les résultats dans la littérature montrent que les lois macroscopiques de transfert de masse et de chaleur restent valables pour des microcanaux de hauteur supérieure à 100 $\mu\text{m}$  [5,6]. L'objectif de ce travail est d'investiguer la validité des corrélations pour des microcanaux de hauteur inférieure à 50 $\mu\text{m}$ . L'étude des transferts thermiques dans des canaux de hauteur inférieure à 50 $\mu\text{m}$  rend inutilisable les techniques classiques à base de microthermocouples [7] ainsi que l'utilisation de caméra infrarouge [8, 9] et requiert ainsi une métrologie thermique spécifique miniaturisée.

Les travaux réalisés ont consisté à élaborer, fabriquer et tester un nouveau dispositif expérimental pour la mesure de température et de flux de chaleur à travers des microcanaux, en réalisant un capteur de température et de flux de chaleur en déposant des couches minces thermorésistives en or d'épaisseur 85 nm et ceci de part et d'autre d'un substrat.

## 2. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental complet comprend un microcanal réalisé en PDMS (polydiméthylsiloxane) en utilisant les techniques de photolithographie, un film chauffant, un pousse seringue pour assurer un débit dans le canal, une plaque de borosilicate de dimensions 80 x 80mm et d'épaisseur 1,1mm et recouverte des deux cotés de motifs en or déposés (figures 1 et 2).

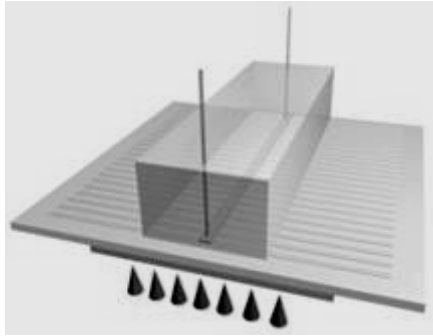


Figure 1 : principe du dispositif de mesure

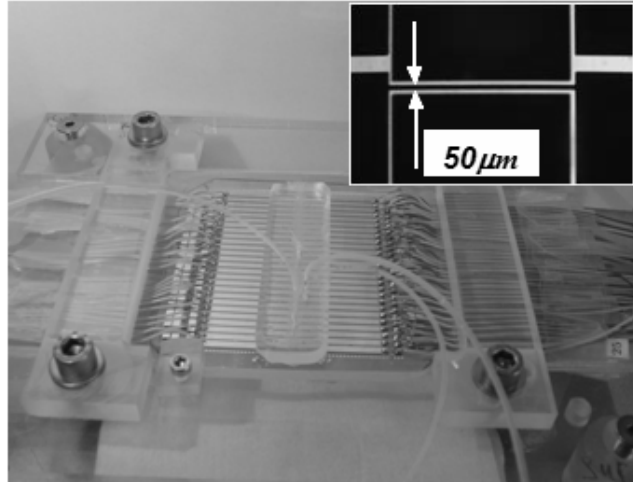


Figure 2 : Dispositif expérimental et détail d'un élément thermorésistif (50µm x2mm, en noir : dépôt d'or)

Plusieurs microcanaux ont été fabriqués avec des hauteurs différentes comprises entre 10 et 50µm et avec pour tous une largeur de 4mm ainsi qu'une longueur de 40mm. Les dépôts en couches minces d'or ont été réalisés en déposant successivement par évaporation une couche d'accrochage de chrome de 5nm puis une couche d'or de 85nm et ensuite par spin coating de la résine de type Shipley S1818. Après insolation en interposant préalablement un masque comportant le motif électrique souhaité (figure 4), deux attaques chimiques ont permis de retirer l'or et le chrome en dehors du motif électrique. Par ce procédé, on obtient 40 capteurs répartis de part et d'autre de la plaque de borosilicate. L'image encarté dans la figure 2 présente la partie du motif de plus grande résistance, c'est-à-dire l'élément thermorésistif central, celui-ci ayant une longueur de 2 mm et une largeur de 50 µm. Les 40 capteurs ont été reliés à autant de ponts de Wheatstone contrôlés en température par un bain thermostaté maintenu à 12 °C. Le branchement de type trois fils permet de soustraire dans l'expression de la tension de déséquilibre,  $E$ , la contribution des branches des dépôts d'or situés de part et d'autre de l'élément thermorésistif central. Si sa variation de résistance électrique dépend linéairement de la température :  $\delta R = R \alpha \delta \theta$  où  $\alpha$  est le coefficient de température, la dépendance en température de la tension de déséquilibre  $E$  des ponts est linéaire et la pente  $\delta E / \delta \theta$  a pour expression :

$$\delta E / \delta \theta = \alpha U R / [R_1 (1 + R / R_1)^2]$$

où  $R_1$  est la résistance dans le pont située en vis à vis de celle mesurée  $R$  et  $U$  la tension d'alimentation des ponts assurée par une batterie. La pente constante  $U^{-1} \cdot \delta E / \delta \theta$  sera obtenue par étalonnage.

Par ailleurs, la largeur des microcanaux, les dimensions du film chauffant et de la pièce en PDMS ont été évaluées à l'aide d'un code éléments finis de manière à limiter les effets 3D, c'est à dire obtenir des transferts uniquement suivant deux directions: celle de la direction de l'écoulement et celle perpendiculaire au substrat. Entre le film chauffant et le substrat instrumenté, deux fines plaques, une en aluminium de 1mm ainsi qu'une en PDMS de 0,2mm, ont été insérées afin d'uniformiser le flux de chaleur.

### 3. Etalonnage

Les 40 éléments thermorésistifs centraux ont une résistance électrique de  $16,2 \Omega$  avec un écart type relatif de 12%. La résistance moyenne des branches de connexion est de  $4,0 \Omega$  avec un écart type relatif de 20%. Ceci illustre la dispersion de résistivité électrique obtenue lors de dépôts de métaux à des épaisseurs inférieures à 100nm et la nécessité d'effectuer un étalonnage des capteurs. Celui-ci a été réalisé en plaçant deux plaques d'aluminium munies de thermocouples de part et d'autre du substrat instrumenté, l'ensemble est introduit dans une étuve portée aux températures d'étalonnage. Les tensions d'alimentation  $U$  et de déséquilibre des ponts  $E$ , ont été mesurées par un voltmètre équipé d'un scrutateur de voie (Keithley 2000 et 7001). Le courant traversant les capteurs est de 3mA et le coefficient de température moyen est de  $3,2 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$  avec un écart type relatif de seulement 4,4%. (figure 3). Les coefficients de température sont un ordre de grandeur inférieur à ceux de l'or massif et sont donc fortement affectés par l'épaisseur des dépôts comme déjà constaté dans la littérature [10]. Finalement, la sensibilité moyenne  $\delta E/\delta \theta$  des capteurs est de  $37,8 \mu\text{V/K}$ , soit proche d'un thermocouple de type K massif.

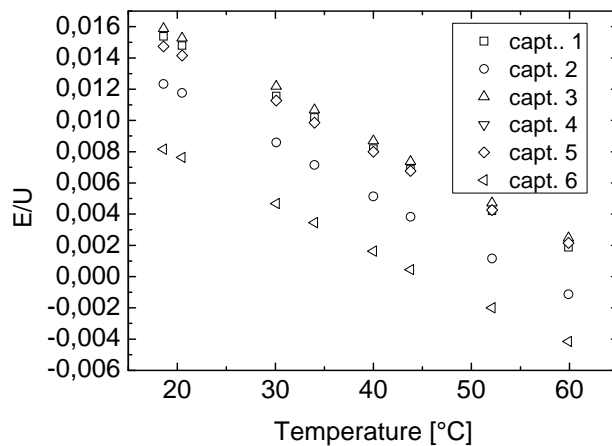


Figure 3 : Etalonnage des capteurs

### 4. Modélisation électrothermique

L'utilisation de résistances thermométriques pour les mesures de températures entraîne la présence d'effet Joule. Du point de vue métrologique, il est important de chiffrer ces effets ainsi que les échauffements induits au niveau notamment des éléments thermorésistifs centraux. Le modèle électrothermique développé prend en compte la plaque de borosilicate, un seul capteur, un coefficient d'échange variable entre 0 et  $60 \text{ kW/m}^2 \cdot \text{K}$  pour simuler les transferts avec le fluide dans le microcanal et un coefficient d'échange de  $10 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$  par ailleurs, c'est à dire entre le montage et l'environnement extérieur (figure 4).

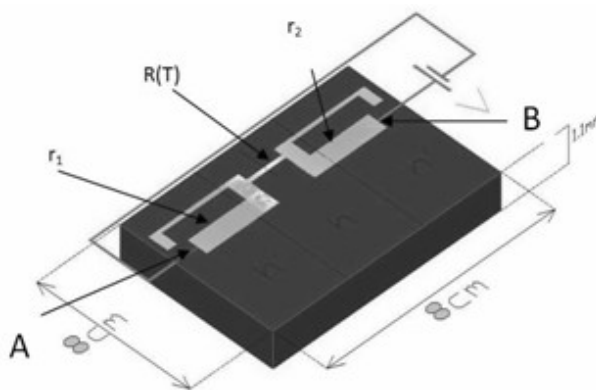


Figure 4: Modèle électrothermique étudié

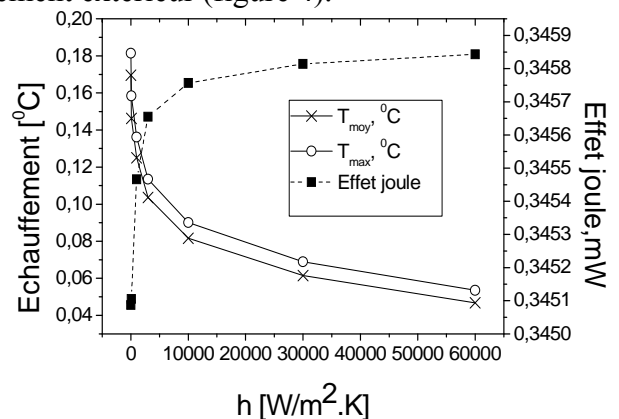


Figure 5 : Puissance dissipée par effet Joule et auto-échauffement dans un capteur ( $i=3 \text{ mA}$ )

Le champ de température dans le dispositif ainsi que le champ de potentiel dans le capteur métallique ont été calculés en régime permanent à l'aide du code éléments finis 3D de Comsol (version 3.4), en utilisant l'approximation de couche mince pour le dépôt.

La figure 5 présente l'effet Joule et les températures moyenne et maximale dans l'élément thermorésistif central traversé par un courant de 3 mA. La puissance électrique dans le capteur est de seulement 0,35 mW, ce qui dans le montage avec les 40 capteurs induit une puissance total de 14mW donc moins de 1,5% de la puissance électrique dissipée dans le film mince chauffant typiquement de l'ordre de 1W. Par ailleurs il apparaît que l'augmentation des températures moyenne et maximale due à l'effet Joule dans les capteurs est fortement liée à la valeur du coefficient d'échange fluide /paroi. Pour des valeurs de coefficient d'échange finalement obtenues, les élévations de température dues à l'effet Joule dans les capteurs restent cependant inférieures à 0,1°C.

## 5. Analyse des transferts convectifs

L'analyse des transferts thermiques locaux ( $Nu(x)$ ) nécessite la connaissance du flux  $\varphi(x)$ , de la température à la paroi  $\theta_p(x)$  ainsi que de la température de mélange  $\theta_m(x)$  au sein du fluide. Connaissant les champs de température de part et d'autre du substrat, les grandeurs  $\varphi(x)$ , et  $\theta_p(x)$  peuvent être calculées en résolvant l'équation de la chaleur en configuration 2D. Les calculs sont effectués par éléments finis, des conditions adiabatiques ont été considérées sur les bords des plaques de borosilicate.

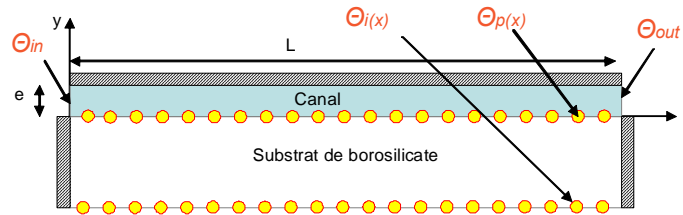


Figure 6 : Domaine d'étude

Pour le calcul de la température de mélange, l'équation de Navier-Stokes a été résolue à l'aide d'un code éléments finis. Dans la partie liquide où règne un écoulement 2D laminaire totalement développé, l'équation de Navier-Stokes est donnée par :

$$\begin{cases} \rho c_p \vec{u}(y) \cdot \nabla \theta(x, y) = \nabla \cdot (\lambda_f \nabla \theta(x, y)) \\ \theta(x=0) = \theta_{in} \text{ et } \theta(x=L) = \theta_{out} \\ \varphi(y=e) = 0 \text{ et } \varphi(y=0) = \varphi(x) \end{cases}$$

où  $\theta_{in}$  et  $\theta_{out}$  sont les températures du fluide à l'entrée et à la sortie du microcanal (mesurées lors des essais),  $\lambda_f$  la conductivité thermique du fluide et  $u(y)$  la vitesse du fluide. Les échanges sont considérés adiabatiques à l'interface fluide/paroi en PDMS.

La température de mélange  $\theta_m(x)$  est alors le résultat d'une intégration du produit  $u\theta$  sur la section à la côte  $x$  du microcanal :

$$\theta_m(x) = \frac{1}{\dot{m} \cdot e} \int_0^e u \theta(x, y) dy$$

d'où on en déduit le calcul final du coefficient d'échange  $h(x)$  :

$$h(x) = \frac{\varphi(x)}{(\theta_p(x) - \theta_m(x))} \text{ ainsi que le nombre de Nusselt : } Nu(x) = \frac{h(x) D_h}{\lambda_f}$$

où  $D_h$  est le diamètre hydraulique du microcanal.

## 6. Résultats expérimentaux et discussion

Les transferts thermiques entre le substrat doublement instrumenté et un écoulement laminaire monophasique d'eau déionisée ont été étudiés, pour différents microcanaux de hauteur 12, 5, 25,4, 36,2 et 52,2  $\mu\text{m}$  avec une longueur de 40 mm et une largeur de 4 mm. Un dispositif incluant un film chauffant assurant un flux uniforme est placé sous le substrat instrumenté. La figure 7 présente les relevés de température obtenus par les résistances en or déposées de part et d'autre du substrat et ceci pour un canal de hauteur 25,4  $\mu\text{m}$ . Le débit utilisé de 2 ml/h induit un nombre de Reynolds de 0.2. Les dispersions de température autour de la distribution représentée par une fonction de type  $ae^{(bx)} + c$  sont de l'ordre de 0,4°C.

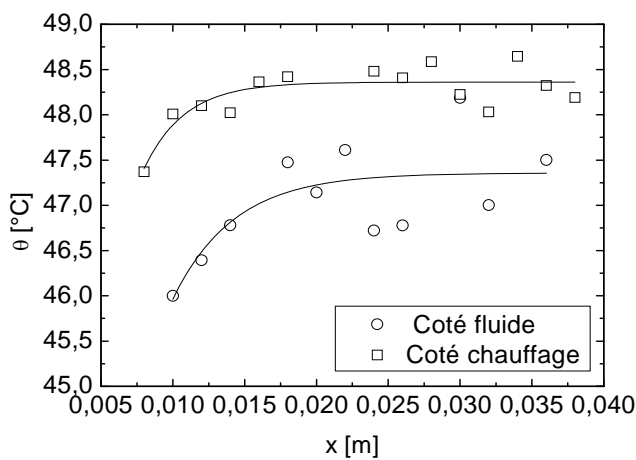


Figure 7 : Distribution de température, Re=0,2

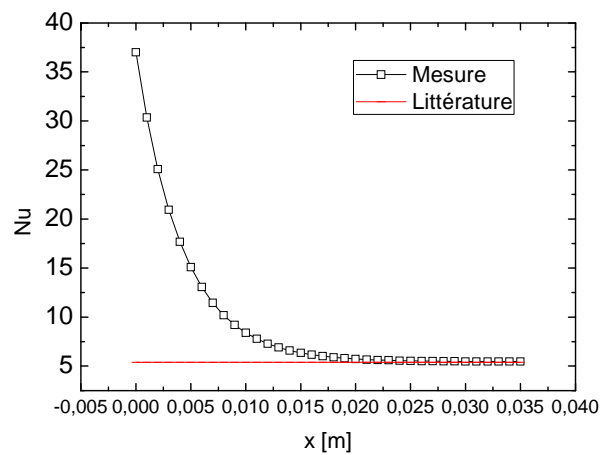


Figure 8 : Distribution de nombre de Nusselt

Le coefficient de convection et le nombre de Nusselt sont évalués comme décrit précédemment. Dans la zone d'entrée (entre 0 et  $l_{th}$ ) les flux sont très élevés, décroissent puis ne varient plus lorsque l'écoulement devient dynamiquement et thermiquement développé (figure 8). Pour un écoulement laminaire thermiquement et dynamiquement établi dans un canal avec une paroi adiabatique et une paroi soumise à un flux constant, le nombre de Nu moyen est égal à 5,38 [11]. L'écart entre cette valeur et celles obtenues expérimentalement est de seulement 4%.

Dans la zone d'écoulement établi, le Nusselt moyen a été calculé à partir de la relation :

$$Nu_m = \frac{1}{(L - l_{th})} \int_{l_{th}}^L Nu(x) dx$$

La figure 9 présente les valeurs de  $Nu_m$  obtenues pour différents microcanaux de hauteurs de 12, 5, 25,4, 36,2 et 52,2  $\mu\text{m}$  et avec des débits d'eau dé-ionisée compris entre 0.001ml/h et 7ml/h ( $0.005 < Re < 1$ ). Les valeurs de  $Nu_m$  obtenues avec ces 4 microcanaux sont en accord avec la corrélation macroscopique ( $Nu = 5,38$ ).

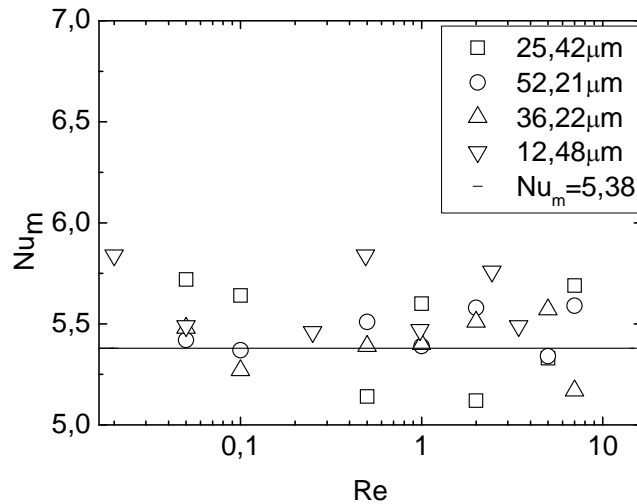


Figure 9 : Nombre de Nusselt vs. Re

## 7. Conclusion

Un ensemble de 40 thermorésistances permet de mesurer la distribution de température sur les deux faces planes d'un substrat de borosilicate et de déduire le flux de chaleur à l'interface fluide /substrat. La sensibilité des capteurs est de l'ordre de  $37,8\mu\text{V/K}$  pour un courant de 3mA. A l'aide d'un modèle électrothermique, il est apparu que l'effet Joule généré par le passage de courant dans les capteurs est négligeable et qu'il entraînait des biais de mesure de température inférieurs à  $0,1^\circ\text{C}$  lors d'écoulement dans des microcanaux. Cette instrumentation réalisée à partir de dépôts couches minces a permis d'analyser les transferts thermiques dans des microcanaux de hauteur comprise entre 12 et  $52\mu\text{m}$ , et a montré que les lois macroscopiques régissant les transferts thermiques dans les écoulements sont bien vérifiées à l'échelle de quelques dizaines de micromètres. Les travaux futurs avec ce type de dispositif concernent l'analyse des effets thermiques et le contrôle des réactions chimiques dans les microréacteurs multifonctionnels.

## Reference

- [1] A. I. K. Laoa, T. M. H. Lee, I-M. Hsing, N.Y. Ip, *Sens. Act. A : Phys.*, 84 (2000), 11-17.
- [2] G. Velve Casquillas, F. Bertholle, M. Le Berre, S. Meance, L. Malaquin L, J.J. Greffét, Y. Chen, *Microelectronic Eng.*, 85-5-6 (2008), 1367-1369.
- [3] D.C. Tretheway, C.D. Meinhart, *Lett. Phys. Fluids*, 14, 3, L9-12 (2002),
- [4] G.D. Ngoma, F. Erchiqui, *Int. J. Therm. Sci.*, 46 (2007), 1076-1083
- [5] R. Bavière, PhD thesis, *University of Grenoble-Joseph Fourier* (2005)
- [6] O. Mokrani, B. Bourouga, C. Castelain, H. Peerhossaini, *Int. J. Heat Mass Trans.* 52 (2009) 1337-1352
- [7] R. Bavière; M. Favre-Marinet, S. Le Person, *Int. J. Heat Mass Trans.*, 49 (2006), 3325-3337.
- [8] G. Cristobal, L. Arbouet, F. Sarrazin, D. Talaga, J-L. Bruneel, M. Joanicot, L. Servant, *Lab on a Chip*, 6 (2006),1140-1146.
- [9] O. Fudym, C. Pradere, J.C. Batsale, *Chem. Eng. Sci.*, 62 (2007) 4054-4064.
- [10] J. W. C. De Vries, *Thin Solid Films*, 150(1987) 209-215.
- [11] A. Bejan, *Heat Transfer*, Wiley (1993).