

Mesure de chaleur latente d'évaporation de gouttelettes

Pascale GODTS*, Mehdi HAFFAR, Malika YALA, Katir ZIOUCHE, Didier LECLERCQ

Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, UMR-CNRS 8520, Université des Sciences et Technologies de Lille, Cité Scientifique, 59652 Villeneuve d'Ascq cedex, France

*(pascale.godts@univ-lille1.fr)

Résumé – Est présentée une méthode de mesure de chaleur latente d'évaporation de gouttes à température ambiante à partir d'un microfluxmètre thermique tout silicium (5x5 mm²) développé à l'IEMN, décrit à SFT-2006. Différents liquides sont analysés ; le flux thermique relevé en temps réel permet de détecter la présence d'eau dans la goutte, de déterminer le coefficient de chaleur latente, d'identifier la nature d'un liquide dans certaines conditions. Ce « microlaboratoire » ne nécessite que de très petites quantités de liquides.

Nomenclature

k sensibilité du microfluxmètre, mV/W

k' sensibilité du dispositif, mV/W

L coefficient de chaleur latente, J/g

M masse, g

Q quantité de chaleur, J

R résistance thermique, K/W

T température, K

t temps, s

Φ flux thermique, W

a air

e évaporation

r radiateur

1. Introduction

Comparée aux méthodes calorimétriques classiques, [1,2] l'utilisation de microfluxmètres thermiques pour mesurer la chaleur latente d'évaporation présente de nombreux avantages :

- Le capteur indique en temps réel le flux de chaleur latente induit par l'évaporation
- Lorsque toute la goutte est évaporée, le flux mesuré devient nul
- La goutte n'est pas emprisonnée ce qui permet d'étudier sa forme et de la soumettre facilement à de nombreux types de sollicitations : convection forcée, vibrations ...
- La température de la goutte peut être contrôlée, voire maintenue quasi-constante compte-tenu de la forte conductivité thermique du microfluxmètre servant de support.

Néanmoins, en raison des très faibles flux de chaleur mis en jeu, une telle mesure nécessite des microfluxmètres extrêmement sensibles. De tels capteurs ont été développés récemment au laboratoire [3,4]. Réalisés en technologie silicium ils se présentent sous la forme de plaquettes quasi-monolithiques, d'épaisseur 400 μm et de surface 5x5 mm². La résistance thermique est extrêmement faible (0,2 K/W), la sensibilité de 150 mV/W et le temps de réponse de l'ordre de 10 ms. Connecté sur un microvoltmètre standard, la résolution de ce capteur est de l'ordre de 5 μW . De plus, ce microfluxmètre peut travailler à des températures pouvant atteindre 500°C.

2. Dispositif expérimental

Dans sa configuration la plus simple (fig.1), le microfluxmètre est collé sur un radiateur pour microprocesseur, un petit ventilateur disposé perpendiculairement au microcapteur permet d'imposer un régime de convection forcée avec une vitesse d'air d'environ 1m/s.

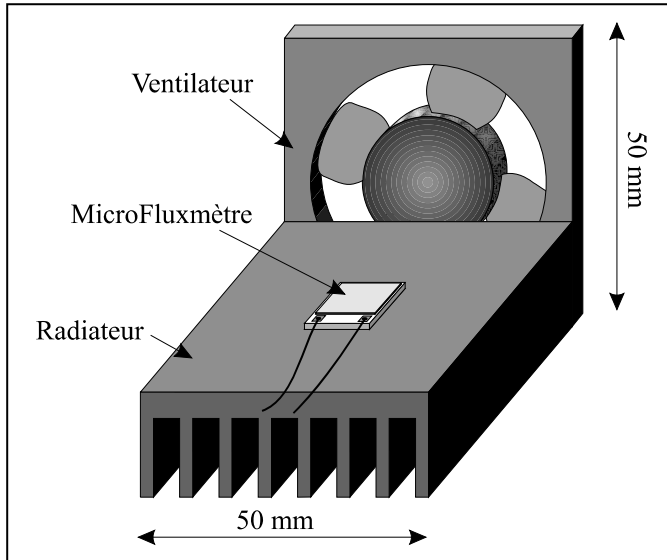


Figure 1 : Dispositif de mesure



Figure 2 : Deux gouttes d'eau ont été déposées sur le fluxmètre

Une ou plusieurs gouttelettes (fig.2) sont déposées à l'aide d'une micro-pipette de précision pour un volume de 11 microlitres à la surface du microfluxmètre recouvert d'une couche de résine époxyde. Le système de mesure constitué d'un microvoltmètre piloté par micro-ordinateur permet de relever la tension délivrée par le microfluxmètre et d'en déduire l'évolution du flux thermique le traversant en fonction du temps. Le programme de pilotage développé au laboratoire permet de calculer par intégration la quantité de chaleur latente dissipée par l'évaporation de la masse de liquide correspondant au volume déposé.

3. Analyse thermique

3.1. Détermination du flux d'évaporation

Le bilan thermique d'un tel système est complexe car il est nécessaire de prendre en compte les phénomènes de conduction thermique, de convection et de production de chaleur latente. Pour cela, en partant d'un modèle plus complexe décrit dans une précédente publication [5], nous avons établi un schéma thermique équivalent simplifié adapté à ce dispositif expérimental (Fig. 3).

Le flux Φ sortant du radiateur est mesuré par le fluxmètre dont la résistance thermique est symbolisée par R_1 . La résistance thermique de la microgouttelette ainsi que le coefficient d'échange convectif entre la microgouttelette et l'air ambiant sont exprimés par l'intermédiaire de la résistance R_2 . Cette résistance prend également en compte les échanges thermiques entre la surface du microfluxmètre non recouvert par la ou les gouttes et l'air ambiant.

Les températures du radiateur et d'air ambiant sont respectivement notées T_r et T_a .

La production de flux de chaleur latente d'évaporation (Φ_e) représentée par le générateur de flux est égale à $L \cdot dM/dt$ avec L : le coefficient de chaleur latente du liquide et dM/dt : la masse évaporée par unité de temps.

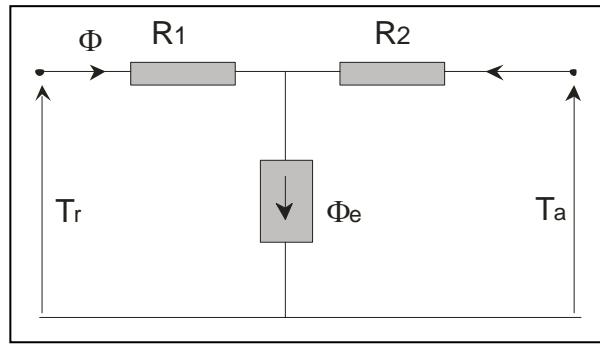


Figure 3 : Schéma thermique équivalent

Le temps de réponse total du système dépend du temps de transfert de chaleur à travers la goutte et du temps de réponse du fluxmètre (de l'ordre de 10 ms). Ce temps de réponse global est donc très faible devant la durée totale d'un process d'évaporation et justifie de négliger les effets capacitifs dans le schéma thermique équivalent. Dans ces conditions, le flux mesuré par le fluxmètre s'exprime par :

$$\phi = \frac{Tr - Ta + R2 \cdot \phi_e}{R1 + R2} \quad (1)$$

Le fonctionnement en régime de convection forcée et la faible capacité thermique du radiateur utilisé permettent d'établir que les températures du radiateur et de l'air restent très proches ($Tr \approx Ta$) et l'on peut écrire :

$$\phi \approx \frac{R2 \cdot \phi_e}{R1 + R2} \quad (2)$$

Soit encore :

$$\phi = \frac{1}{1 + \frac{R1}{R2}} \cdot \phi_e \quad (3)$$

Compte tenu de sa faible épaisseur et de la grande conductivité du substrat silicium, la résistance thermique du microfluxmètre (R1) est très faible. La valeur de la résistance (R2) qui dépend du nombre et de la forme des gouttes ainsi que du coefficient d'échange est difficile à évaluer a priori. Pour résoudre ce problème, nous allons supposer dans un premier temps que le rapport R1/R2 est petit devant 1 et que, en conséquence, sa variation avec le nombre de gouttes intervient peu sur la valeur du coefficient multiplicatif de Φ_e (équation 3). Cette hypothèse sera vérifiée expérimentalement en faisant varier le nombre de gouttes déposées sur le microfluxmètre.

Par construction, la f.e.m. délivrée par le capteur est proportionnelle au flux Φ le traversant, soit :

$$V = k \cdot \Phi \quad (4)$$

où k représente la sensibilité du fluxmètre au flux thermique qui le traverse. A l'aide la relation 3, on peut encore écrire :

$$V = k' \cdot \Phi_e \quad (5)$$

où k' représente la sensibilité du dispositif au flux d'évaporation. C'est ce coefficient qui sera déterminé expérimentalement en faisant varier le nombre et la forme des gouttes de liquide.

3.2. Calcul de la quantité de chaleur latente absorbée par évaporation

La quantité de chaleur latente absorbée par évaporation est calculée par intégration du flux de chaleur durant tout le processus, soit :

$$Q_e = \int_0^t \Phi_e(t) . dt \quad (6)$$

Le temps t marquant la fin de l'évaporation du produit correspond à un flux détecté nul. Soit encore, avec la relation 5 :

$$Q_e = \frac{1}{k'} \int_0^t V(t) . dt \quad (7)$$

La valeur théorique de cette quantité de chaleur est obtenue à partir des coefficients de chaleur latente L_t donnés classiquement dans la littérature et de la masse M de liquide évaporé suivant l'équation :

$$Q_{et} = L_t . M \quad (8)$$

La sensibilité k' du dispositif de mesure peut alors être déduite des équations 7 et 8. L'intégration sur le temps de la f.e.m. V délivrée par le fluxmètre pendant toute la durée de l'évaporation est effectuée numériquement et :

$$k' = V / \phi_e = \frac{\int_0^t V(t) dt}{L_t . M} \quad (9)$$

Lors de notre protocole expérimental, le calcul de cette sensibilité k' sera effectué à partir des courbes de f.e.m. relevées en fonction du temps au cours de l'évaporation des gouttes d'eau. Puis la quantité de chaleur sera calculée suivant l'équation 7 à partir de cette valeur de k' et comparée à la valeur théorique obtenue à l'aide de la relation 8.

4. Résultats

4.1. Evaporation de microgouttelettes d'eau

La même quantité d'eau (11 μ l) soit 11 mg a été déposée sur le fluxmètre, en 1, 2, 3 ou 4 gouttes. La mesure est effectuée en convection forcée ; la f.e.m. est relevée en fonction du temps jusqu'à l'évaporation complète du liquide, correspondant à une f.e.m. mesurée égale à zéro (figure 4).

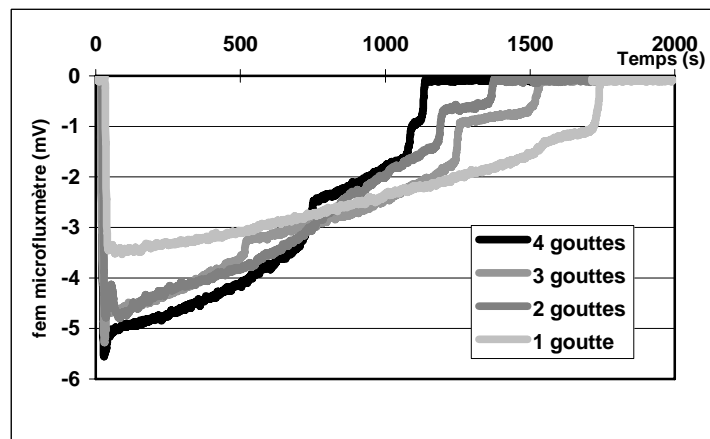


Figure 4 : Evolution temporelle du flux d'évaporation en fonction du nombre de gouttes d'eau

De telles courbes sont riches en informations qui ne seront pas toutes exploitées dans le cadre de cet article. Sur ces courbes apparaissent les différents paliers dus aux évaporations successives de chacune des gouttes. Le maximum d'amplitude du flux mesuré ainsi que la durée varient fortement suivant le nombre de gouttes : le flux est maximum pour 4 gouttes ce qui correspond à la surface d'échange avec l'air la plus importante. Par contre la durée d'évaporation est maximale pour 1 goutte (soit 1750 secondes).

Sachant que le coefficient de chaleur latente de l'eau est $L_t = 2244 \text{ J/g}$ [6,7] et à l'aide de la relation 9, le calcul des intégrales de ces courbes sur le temps permet de déterminer la sensibilité au flux d'évaporation k' du dispositif. Les valeurs obtenues sont présentées tableau 1. La valeur moyenne de k' est 155 mV/W et les faibles fluctuations autour de cette valeur ($< 5\%$) permettent de confirmer l'hypothèse consistant à supposer que le coefficient k' est sensiblement constant.

Les valeurs expérimentales des quantités de chaleur latente Q_e déduites à partir de l'équation 7 sont également reportées dans le tableau 1. Ces valeurs diffèrent donc de moins de 5% de la valeur théorique calculée à partir de la relation 8, soit $Q_{et} = 24.68 \text{ J}$.

Nombre de gouttes :	1	2	3	4
$k' = \frac{\int_0^t V(t) dt}{L_t \cdot M} \text{ (mV/W)}$	161	150	162	149
$Q_e \text{ (J)}$	25.6	23.9	25.75	23.7

Tableau 1 : Sensibilité du dispositif et quantités de chaleur émise par évaporation de 11 microlitres d'eau répartis en 1 ou plusieurs gouttes

4.2. Evaporation d'une microgouttelette de mélange binaire alcool -eau

D'autres mesures ont été effectuées avec le même volume de 11 microlitres. Connaissant désormais la sensibilité k' du dispositif, le flux d'évaporation est directement déduit de la f.e.m. (eq. 5). La figure 5 représente les courbes de flux d'évaporation d'éthanol pur à 99.8 % et de mélanges binaires éthanol-eau pour différentes proportions volumiques (66% et 50%).

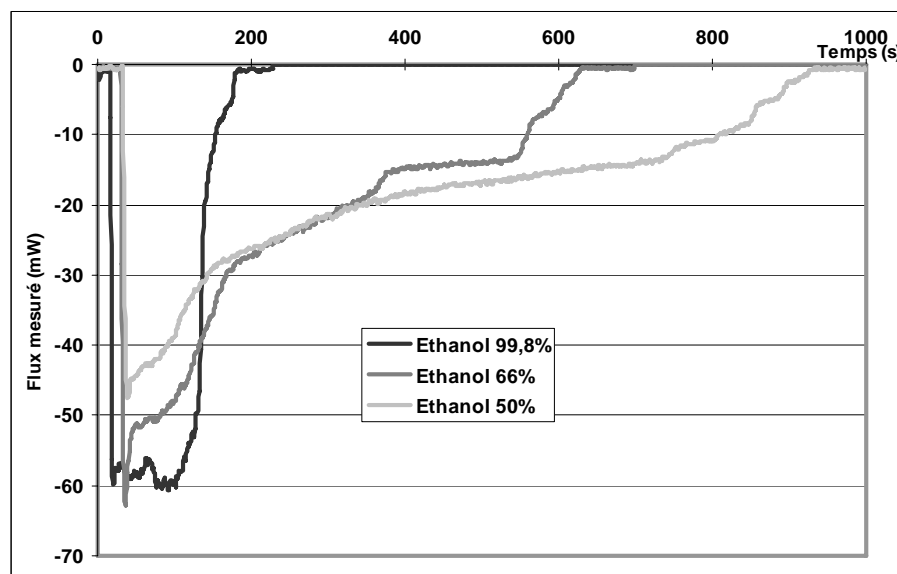


Figure 5 : Evolution temporelle du flux d'évaporation d'une goutte pour trois mélanges éthanol-eau

Dans le cas des mélanges, les courbes font apparaître différents comportements. Tout d'abord l'alcool s'évapore ce qui produit un flux important, puis un palier caractérise l'évaporation de l'eau dont la durée dépend de sa proportion dans le mélange. Les durées d'évaporation sont respectivement de 185 s, 630s et 935 s pour les concentrations en alcool de 99.8%, 66% et 50 %.

Le tableau 2 présente les quantités de chaleur déduites de ces courbes expérimentales à l'aide de l'équation 7 et les valeurs théoriques calculées à partir de l'équation 8 où la masse M du produit ayant changé d'état est déterminée à partir du volume de liquide déposé et des densités volumiques issues de la littérature [6,7]. Les valeurs expérimentale et théorique de la quantité de chaleur dégagée par l'évaporation d'une goutte de 11 μ l de méthanol sont également comparées. Dans tous les cas les erreurs sont inférieures à 2% .

<i>Liquides</i>	<i>Qe expérimental (J)</i>	<i>Qe théorique (J)</i>	<i>Erreur (%)</i>
Ethanol (99.8 %)	7290	7232	0.8
Ethanol (66%)	13 952	14 021	0.5
Ethanol (50%)	17 087	17 102	0.08
Méthanol(99.8 %)	9 773	9 605	1.7

Tableau 2 : *Quantités de chaleur émise par évaporation de 11 μ l de différents liquides*

5. Conclusion

Dans ce travail, nous avons mis au point un dispositif de mesure directe du flux de chaleur latente lié à l'évaporation d'une ou plusieurs microgouttelettes. Pour les liquides étudiés, l'erreur obtenue sur la quantité de chaleur totale dégagée par évaporation est inférieure à 5%. Comparée aux méthodes calorimétriques classiques, le principe utilisé permet une détermination rapide à partir de faibles quantités de produits et fournit une courbe d'évolution temporelle.

L'application à un mélange binaire eau-alcool a permis de montrer que les proportions de chacun des constituants pouvaient être déterminées par ce procédé expérimental très simple à mettre en œuvre. Cette méthode peut, par ailleurs, être utilisée pour l'identification de liquides à partir de leurs coefficients de chaleur latente et de l'amplitude du flux d'évaporation.

Références

- [1] L. Grandas, C. Reynard, R. Santini, L. Tadrist, Experimental study of the evaporation of a sessile drop on a heat wall. Wetting influence, *International Journal of Thermal Sciences*, 44 (2005), 137-146
- [2] E.A. Johannessen , J.M.R Weaver, P.H. Cobbold, J.M. Cooper , Heat conduction nanocalorimeter for pl-scale single cell measurement, *Applied Physics Letters*, vol 80, No 11 (2002), 2029-2031.
- [3] K. Ziouche, M. Yala, M. Haffar, P. Godts, D. Leclercq, Microcapteur de flux thermique en technologie Silicium, *Congrès Français de Thermique, SFT 2006*, (Île de Ré, 16-19 mai 2006).
- [4] K. Ziouche, P. Godts, D. Leclercq, Microcapteur de flux thermique sur substrat conducteur notamment silicium, *European patent*, (2005).
- [5] P. Godts, D. Dupont and D. Leclercq, Direct measurement of the evaporation latent heat by flowmetric method, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Vol 54, NO. 6, (December 2005), 2364-2369.
- [6] D. R. Lide, *Handbook of Chemistry and Physics*, 73rd Edition, Ed. CRC Press, (1992), 6-11.
- [7] Physical Properties of Liquids, *Chemistry Department, University of York*, Available online : <http://www.york.ac.uk/depts/chem/course/studhand/liq.html>.