

Méthode d'hétérodynage pour la caractérisation d'écoulement microfluidique en gouttes par thermographie infrarouge

Lilian CLERJAUD^{1*}, Christophe PRADERE², Stefan DILHAIRE¹, Jean Christophe BATSALE², Stéphane GRAUBY¹

¹Centre de Physique Moléculaire Ondes et Hertziennes – UMR 5798- Cours de la libération – 33 405 Talence

²Laboratoire Inter établissements TREFLE – UMR 8508 - Esplanade des Arts et Métiers – 33 405 Talence

(* L.clerjaud@cpmoh.u-bordeaux1.fr)

Résumé - Grâce au développement des techniques microfluidiques, il est possible de réaliser des écoulements de micro gouttes réactives en microcanaux. Cependant, la caractérisation thermique de tels systèmes nécessite le développement de méthodes de mesure de champ de température à haute résolution spatiale et temporelle. Nous montrons les premiers résultats de stroboscopie hétérodyne par caméra infrarouge appliquée à une étude succincte d'obtention de la vitesse apparente de pseudo gouttes modélisée expérimentalement par un échauffement laser local périodique sur un disque mince en rotation.

Nomenclature

f	Fréquence de signal ou d'acquisition, Hz	Indices et exposants	
k	Nombre de périodes entières	Cam	Caméra IR
N	Nombre de point de mesure sur un période	$Disk$	Disque
n	Largeur de corrélation	G	Pseudo gouttes
q	Facteur d'hétérodynage ou de dilatation	Las	Laser
r	Distance au centre du disque, m	i ou M	Point considéré
T	Température, K	Symboles grecs	
V	Vitesse, m/s	ρ	Coefficient de corrélation
		λ	Conductivité thermique, $W/m.K$

1. Introduction

La caractérisation thermique aux petites échelles de temps et d'espace est devenue un enjeu important notamment dans le domaine de la microfluidique. La miniaturisation de tels systèmes est essentielle pour l'industrie chimique : quantité élevée d'informations en des temps très courts (millions de réactions en des temps infimes), faibles quantités de produits utilisés ($\mu l/h$), sécurité (quelques μW)....

Par le biais d'une caméra IR équipée d'un objectif de microscope (résolution spatiale $25 \mu m$ et fréquence d'acquisition de $500 images/s$) (Fig.1), nous pouvons obtenir des images de micro gouttes [1-2] mais l'analyse de ces systèmes serait préférable avec des moyens optiques (thermoréfectance...) qui permettraient des acquisitions d'images à des temps très courts ($100 fs$) et de bonnes résolutions spatiales ($1 \mu m$) [3-4].

L'objectif de ce texte est de montrer les premières étapes de calibration d'un système de stroboscopie hétérodyne par caméra infrarouge appliquée à la caractérisation d'écoulement microfluidique en gouttes avant de transposer le principe vers les méthodes optiques.

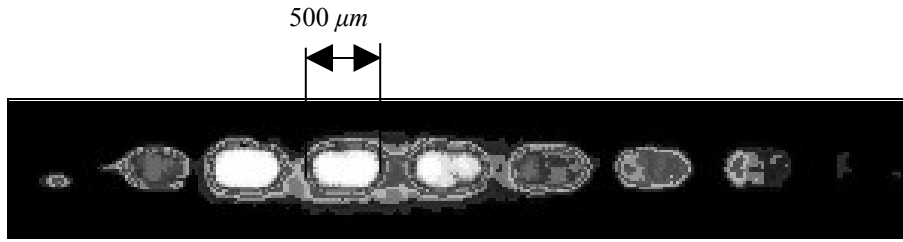


Figure 1 : Réaction chimique acide/base en gouttes microfluidiques, image instantanée en caméra IR à 500 images / s avec une résolution spatiale de 25 μm [1-2].

La problématique est d'obtenir deux images de champ de températures à des temps successifs très rapprochés, dans le cas d'un phénomène parfaitement périodique. Nous montrerons donc la technique de stroboscopie hétérodyne appliquée aux caméras IR et les premiers résultats obtenus sur un disque en rotation soumis à une excitation laser locale périodique.

2. Technique de stroboscopie hétérodyne

2.1. Description de la méthode

La stroboscopie est une méthode qui permet d'examiner au « ralenti » des signaux périodiques hautes fréquences (kHz au MHz) à l'aide de faibles vitesses d'acquisition (typiquement quelques Hz). Cette méthode est largement utilisée depuis quelques années dans la caractérisation de circuits intégrés en fonctionnement haute fréquence notamment en thermoréfectance champ large par caméra CCD [5]. Pour un phénomène modulé à une fréquence f , l'échantillon doit être éclairé par une illumination modulée à une fréquence $f + \Delta f$.

Le flux réfléchi correspond à un terme de battement à la fréquence Δf où se trouve l'information sur la réflectivité ΔR , grandeur proportionnelle à la température recherchée [5].

2.2. Application à la thermographie infrarouge

Pour simuler des trains de gouttes microfluidiques en s'affranchissant de tous les problèmes liés aux pertes par les parois, nous avons réalisé une expérience de calibration sur un disque mince ($\lambda = 0,07 W/m.K$) en rotation uniforme soumis à une excitation laser périodique locale (Fig. 2). La stroboscopie entre la caméra et le signal d'excitation thermique est réalisée via deux générateurs synchronisés entre eux par la liaison synchro $10 MHz$. Le premier générateur est dédié à la génération du signal d'acquisition de la caméra ($\approx 25 Hz$). Il pilote en esclave le deuxième générateur dédié à l'excitation thermique modulée ($> 1 kHz$) de la diode laser à $800 nm$. L'excitation thermique et la cadence d'enregistrement des images de la scène thermique peuvent ainsi être rigoureusement synchronisées ou décalées. On réalise l'expérience de manière à ce que les pseudo gouttes créées par la diode laser s'estompent au bout d'un tour de disque. De plus, on cadre la scène thermique juste après le passage du disque sous l'excitation thermique. Deux approches sont alors possibles :

- Acquisition d'une image fixe

$$k \cdot f_{Cam} = f_{Las} \quad k \in \mathbb{N} \quad \text{et } k > 1 \quad \text{avec } f_{Disk} = f_{Cam} \quad (1)$$

Dans ces conditions, la vitesse apparente des pseudo gouttes est nulle.

- *Acquisition d'un film au ralenti ou d'une succession d'images*

La difficulté réside dans le fait qu'il faut stroboscooper la scène thermique tout en maintenant la condition de Nyquist-Shannon [6] pour ne pas sous échantillonner le phénomène. Pour cela, on fixe :

$$f_{Disk} = f_{Cam} + \Delta f_{Cam} \text{ en prenant soin de vérifier que : } \Delta f_{Cam} < \frac{f_{Cam}}{2} \quad (2)$$

Nous avons opté pour la deuxième solution pour pouvoir visualiser la position exacte d'un repère réfléchissant (Fig. 2) entre deux images et détecter les éventuelles instabilités du régime moteur.

Si l'on veut décrire la dynamique d'une goutte, on désynchronise légèrement le laser de chauffe de la cadence d'acquisition :

$$f_{Las} = q \cdot f_{Cam} + \Delta f_{Las} \text{ avec } \Delta f_{Las} = \frac{f_{Cam}}{N} \text{ d'où } f_{Las} = \left(q + \frac{1}{N} \right) f_{Cam} \quad (3)$$

q est le rapport d'hétérodynage ou facteur de dilatation de l'échelle des temps et N le nombre de points de mesure sur une période laser. Après avoir fixé au préalable notre fréquence d'acquisition à $18,75 \text{ Hz}$ ($f_{Disk} = 19,1 \text{ Hz}$ soit $\Delta f_{Cam} = 0,35 \text{ Hz}$), nous avons choisi trois fréquences d'excitation différentes de $528,75$, $1016,25$ et $2028,75 \text{ Hz}$ ($N = 5$) avec des pas de temps d'hétérodynage (valeur de $\frac{1}{Nf_{Las}}$) respectifs de 378 , 196 et $98,5 \mu\text{s}$ entre deux acquisitions.

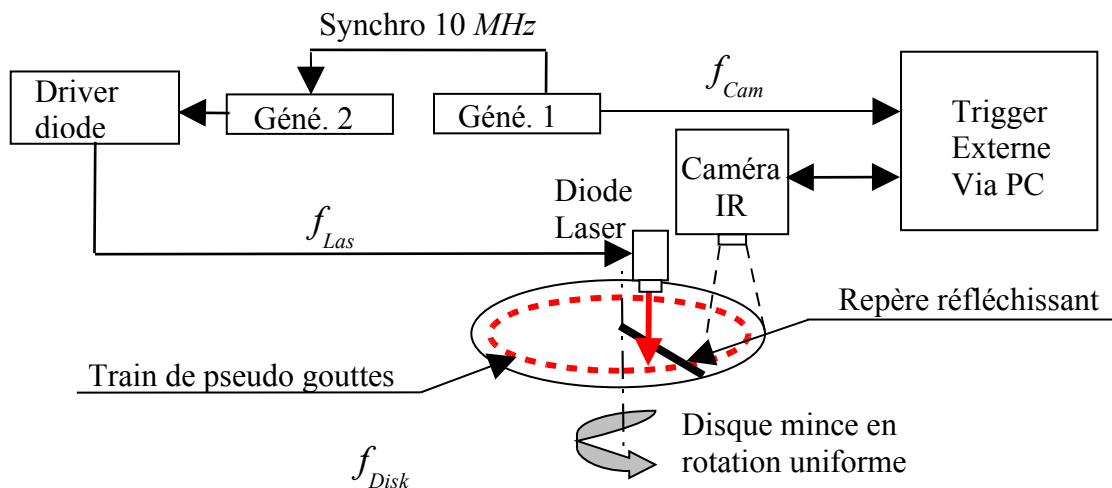


Figure 2 : Dispositif de mesure par stroboscopie hétérodyne TIR

3. Suivi de pseudo gouttes en mouvement de rotation uniforme

3.1. Etude cinématique

Si nous reprenons les conditions expérimentales expliquées dans le paragraphe précédent, nous constatons que chaque acquisition d'image est en retard par rapport à chaque rotation complète du disque et que l'excitation laser est en avance par rapport à la caméra. Au final, nous obtenons une vitesse apparente des pseudo gouttes (tâches thermiques déposées sur le papier) observées par la caméra qui est une somme des deux effets stroboscopiques Excitation/Disque et Disque/Acquisition. Considérons un point M placé sur le disque à une distance r du centre sur la trajectoire circulaire des pseudo gouttes, nous obtenons les expressions suivantes :

$$\text{-Vitesse du disque observée par la caméra : } V_{Disk/Cam}^M = 2\pi r(f_{Disk} - f_{Cam}) = 2\pi r\Delta f_{Cam} \quad (4)$$

-Vitesse apparente des pseudo gouttes observée par la caméra :

$$V_{G/Cam}^M = V_{G/Disk}^M + V_{Disk/Cam}^M = 2\pi r \frac{f_{Disk} \cdot f_{Cam}}{Nf_{LAs}} + 2\pi r\Delta f_{Cam} \quad (5)$$

Par le biais des relations (4) et (5), il est aisé de déterminer des valeurs théoriques des différentes vitesses pour n'importe quelle position sur le disque. Nous allons montrer dans la suite les résultats d'estimation expérimentales obtenues pour des vitesses apparentes de pseudo gouttes $V_{G/Cam}^M$ (Eq. 5) pour un rayon $r = 40 \text{ mm}$, la fréquence de rotation du disque, d'acquisition caméra et les trois fréquences d'excitation ayant été définies au paragraphe 2.2.

3.2. Premiers résultats expérimentaux

Une fois le régime périodique établi, la scène thermique infrarouge obtenue est traitée pour soustraire la composante continue du signal d'excitation et ne conserver que les fluctuations dues à la modulation. Afin de se ramener à un problème unidimensionnel, nous avons moyenné l'image selon la direction y (Fig. 3).

Des variations temporelles $\frac{\partial T}{\partial t}$ et spatiales $\frac{\partial T}{\partial x}$ entre deux images successives (pas de temps défini par l'hétérodynage), il est possible de déduire la vitesse apparente de la pseudo goutte observée par la caméra. En négligeant les pertes latérales, le traitement de ces courbes peut se simplifier en un problème thermique unidimensionnel de transport sans diffusion de la forme :

$$\frac{\partial T}{\partial t} - V \frac{\partial T}{\partial x} = 0 \quad (6)$$

Pour chaque point du profil de courbe $T(x, t_k)$, nous pouvons ainsi en déduire la vitesse locale apparente $V_{G/Cam}^i$ associée à un coefficient de corrélation ρ_i telle que :

$$V_{G/Cam}^i = \frac{\sum_{i-n}^{i+n} \frac{\partial T}{\partial t} \cdot \frac{\partial T}{\partial x}}{\sum_{i-n}^{i+n} \left(\frac{\partial T}{\partial x} \right)^2} \quad \text{et} \quad \rho_i = \frac{\sum_{i-n}^{i+n} \frac{\partial T}{\partial t} \cdot \frac{\partial T}{\partial x}}{\sqrt{\sum_{i-n}^{i+n} \left(\frac{\partial T}{\partial x} \right)^2} \sqrt{\sum_{i-n}^{i+n} \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right)^2}} \quad (7)$$

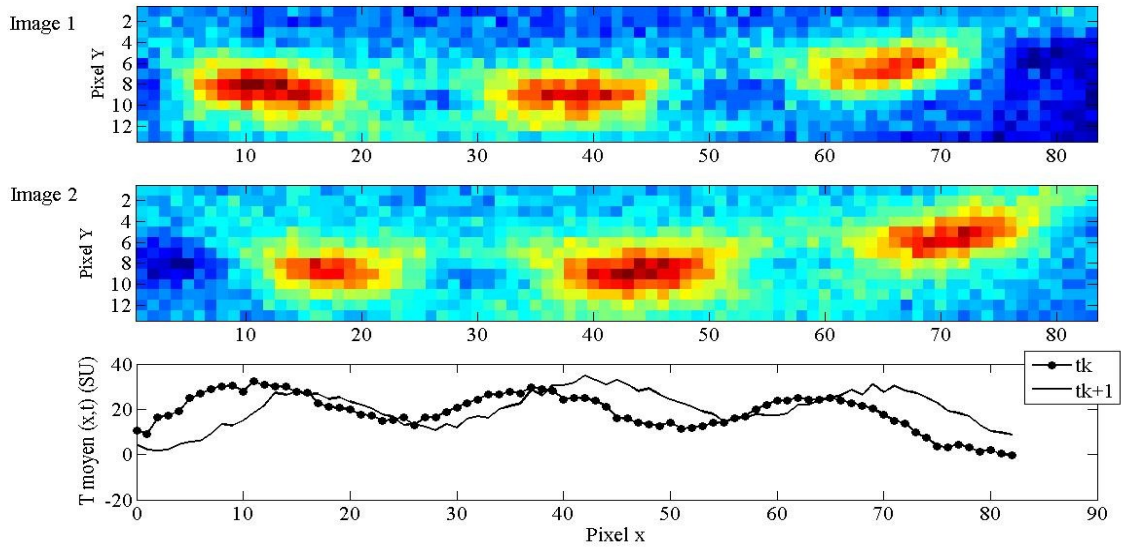


Figure 3 : Images de thermographie infrarouge de train de pseudo gouttes entre deux instants t^k et t^{k+1} et profils moyennés de température selon la direction y pour des excitations de 1016,25 Hz et acquisition 18,75 Hz.

n correspond à une largeur de fenêtre ajustable (largeur de corrélation associée au pixel i) dans laquelle le calcul du coefficient de corrélation ρ_i est effectué. Cette largeur variable entraîne un caractère plus ou moins local de l'estimation. L'ajustement de cette fenêtre reste donc le paramètre essentiel pour converger vers une estimation optimale. L'optimum correspond approximativement à deux fois la longueur d'une pseudo goutte (Fig. 4).

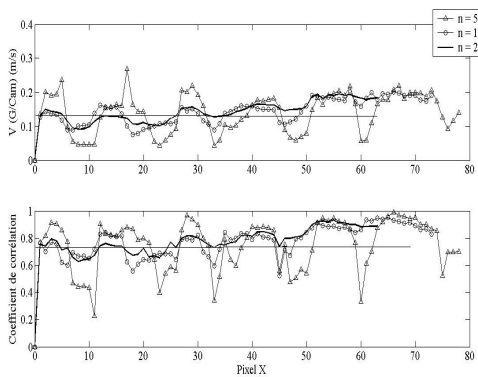


Figure 4 : Exemple sur essai à 1016,25 Hz de l'influence de la valeur de n sur l'estimation, ici une valeur de 20 semble correcte.

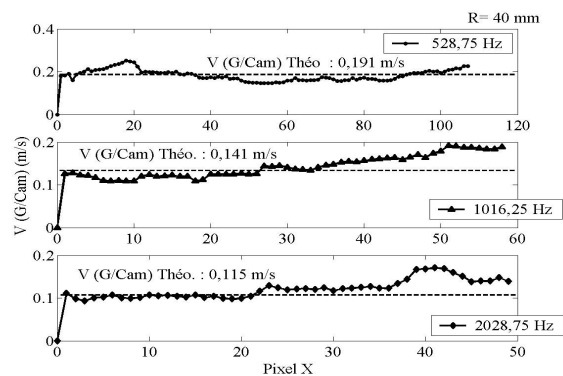


Figure 5 : Estimation de vitesse apparente locale de pseudo gouttes pour trois fréquences d'excitation (528,75, 1016,25 et 2028,75 Hz).

En appliquant ce type de traitement aux données et en ajustant correctement le paramètre n , nous retrouvons des vitesses apparentes proches des valeurs définies par l'équation (5) (Fig. 5). Les écarts avec la valeur calculée peuvent vraisemblablement s'expliquer par la déformation des écarts de distance entre les pseudo gouttes lorsque l'on effectue notre moyenne selon la direction y . La courbure de nos trajectoires de gouttes accentue d'autant plus cette marge d'erreur étant donné les échelles spatiales très petites. Toutefois, la

comparaison entre les trois essais tend à prouver qu'une configuration en rayon de courbure très grand et pseudo gouttes petites (haute fréquence) devrait améliorer considérablement la précision de l'estimation. Au final, ces premiers résultats démontrent bien que cette méthode de stroboscopie hétérodyne pourrait permettre de suivre des phénomènes thermiques à haute fréquence temporelle en restant dans les plages de fréquences d'acquisition de caméras standard

4. Conclusion

Nous avons montré ici les premiers résultats de technique de stroboscopie hétérodyne sur caméra infrarouge appliquée à la mesure de pseudo gouttes en mouvement. L'application directe est relative au suivi de réactions chimiques en micro gouttes dans des microcanaux. Les perspectives de travaux sont liées à la mise au point d'autres techniques optiques (thermoréflectance...) pour s'affranchir des limites de résolution spatiale de la thermographie infrarouge utilisée ici à titre de calibration préalable. Même si ces premiers résultats de mesure de vitesse apparente d'écoulement s'avèrent encourageants, il reste encore plusieurs difficultés inhérentes à ce genre d'expériences à résoudre :

-la calibration précise de la synchronisation des différents phénomènes physiques (mouvement du disque, excitation thermique périodique, acquisition d'images...).

-les temps caractéristiques très courts aux petites échelles spatiales qui demandent d'ajuster au mieux le temps d'intégration de la caméra tout en conservant une réponse thermique exploitable.

Même si la faisabilité de tels instruments a été montrée sur des solides en mouvement, l'application à la microfluidique pose encore beaucoup de problèmes tels que l'influence des parois (conduction thermique, transparence au rayonnement infrarouge...) ou les pertes thermiques latérales qu'il faudra intégrer dans la mise en place du modèle thermique.

Références :

- [1] C. Pradère, M. Joanicot, J.C. Batsale, J. Toutain, C. Gourdon, *Thermique en milieu réactionnel microfluidique par Thermographie Infrarouge*, Congrès SFT 2006, Ile de Ré, Mai 2006.
- [2] F. Sarrazin, L. Prat, G. Casamatta, M. Joanicot, C. Gourdon, G. Cristobal, *Mise en œuvre de micro-réacteurs à l'échelle de micro-gouttes : caractérisation du mélange*, La houille blanche, Vol. 3, 2006, pp. 50-55.
- [3] W.L. Smith D.L. Willenborg A. Rosencwaig, J. Opsal, *Detection of thermal waves trough optical reflectance*, Applied Physics Letters, Vol. 46, Issue 11, June 1985, pp. 1013–1015.
- [4] S. Grauby, A. Salhi, J.M. Rampnoux, H. Michel, W. Claeys et S. Dilhaire, *Laser scanning thermoreflectance imaging system using galvanometric mirrors for temperature measurements of microelectronics devices*, Review of Scientific Instruments, Vol. 78, July 2007, Issue 7, Article number: 74902.
- [5] S. Grauby, B.C. Forget, S. Holé, B. Forget et D. Fournier, *High resolution photothermal imaging of high frequency phenomena using a visible charge coupled device camera associated with a multichannel lock-in-scheme*, Review of scientific Instruments, Vol. 70, Issue 9, September 1999, pp. 3603-3608.
- [6] H. Nyquist, *Certain topics in Telegraph Transmission Theory*, Winter Convention of the A.I.E.E., New York, 13-17 February 1928. Reprinted from *Transactions of the A.I.E.E.*, pp. 617-644, February 1928.